

Flux jump of MgB₂ fabricated by commercial stainless steel tube enveloping technique

H. B. Lee, B. J. Kim, Y. C. Kim* , D. Y. Jeong ^a

Department of Physics, Pusan National University, Busan 609-735, Korea

^a *Korea Electrotechnology Research institute, Changwon 641-120, Korea*

상용 스테인리스 스틸 튜브 봉합기법(COSSET)으로 제작된 MgB₂의 flux jump 현상

이헌봉, 김봉준, 김영철*, 정대영 ^a

Abstract

MgB₂ samples have been prepared by a stoichiometry mixture of Mg and B inside stainless steel tubes(Commercial Stainless Steel Tube Enveloping Technique). XRD data show that there are no second phases like MgO. The transition temperature of specimens is 37.5 K with a sharp transition width of ΔT_c within 1K. From magnetic hysteresis measurement, flux jump was shown up to 15K, which was higher than that of samples by other methods. We have concluded that the flux jump is mainly affected by impurities and second phases.

Keywords : Flux jump, MgB₂, COSSET

I. 서론

Flux jump란 초전도체내에서 자속들이 일시에 단체적으로 재배열이 일어나는 것을 말하는 것으로, flux jump시 열을 발생시킨다. 이것은 실제응용에 있어서, 특히 magnetic field가 걸리는 곳에서 중요하다. 저온초전도체는 flux jump 현상이 아주 쉽게 나타나기 때문에 열발산이 용이한 plate형이나 극세 다심선을 이용하여 초전도 파괴 현상을 예방하고 있다. Flux jump 현상은 저온초전도체인 Nb판의 경우 2.5K에서 자기장이 약 0.4T에서 최대값을 가지며, 고온

초전도체에서는 Tl-Ba-Ca-Cu-O 경우 90K에서 약 4T에서 Y-Ba-Cu-O계의 경우 50K에서는 약 8T에서 최대값을 가진다. 따라서 고온초전도체에서 보다는 저온초전도체에서 더욱 문제가 된다.

MgB₂의 경우 Tc가 39K부근으로 Y-Ba-Cu-O계나 Tl-Ba-Ca-Cu-O 등의 고온 초전도체보다는 낮으나 저온초전도체보다는 높다. 또한 flux jump현상도 낮은 비열과 상대적으로 낮은 전이온도 때문에 고온초전도체 보다는 훨씬 심각하다. [1,2]

MgB₂는 Mg의 강한 휘발성 및 반응성 때문에 합성법에 따라서 생성된 MgB₂의 성질 및 불순물, 미세구조가 각각 다르다. 따라서 flux jump 현상도 다르게 나타날 것이다.[3,4,5,6]

*Corresponding author. Fax: +82 51 513 7664

e-mail : yckim@pusan.ac.kr

본 연구에서는 상용 스테인리스 스틸 튜브 (304)를 이용, 봉합 처리 후 열처리하여 MgB_2 를 합성하였다(COSSET). 이때 나타나는 MgB_2 의 flux jump 현상을 다른 제조 기법에 의한 MgB_2 에서 나타나는 flux jump 현상과 비교하여 불순물 및 이차상들과의 관계를 추정해 보고자 한다.

II. 실험방법

Mg와 B를 stoichiometry 하게 섞어서 지름 1cm의 pellet을 만든 후, 스테인리스 스틸 튜브에 과량의 Mg와 함께 넣고 봉합 처리 후 920°C 에서 2시간 동안 열처리를 하였다. 표준 4 단자 저항 측정법을 이용하여 Tc를 측정하였다. 자기적 성질을 측정하기 위하여 SQUID magnetometer(Quantum Design Inc.)를 이용하였으며, 측정온도는 5K, 10K, 15K이고, 자기장은 7T까지 가하였다. 측정시 시료에 가해지는 자기장의 균질성을 0.05% 이내로 하기 위해 시료봉의 scan 길이는 2cm로 하였다. 또한 자기장을 가하기 전에 온도를 $\pm 0.05\text{K}$ 이내로 안정시켰다. 각 측정을 위해 필요한 자기장을 증가시킨 후 시료 내에 자기장을 침투시키기 위해서 약 10초 후에 자기 모멘트를 측정하였다.

III. 결과 및 논의

Fig. 1은 920°C 에서 2시간동안 열처리한 MgB_2 의 XRD data이다. 다른 제조기법과는 달리 MgO peak가 전혀 나타나지 않았다. 따라서 상용 스테인리스 스틸 튜브 봉합기법으로 제조된 MgB_2 는 가장 문제가 되는 Mg와 O의 반응을 완벽하게 막아내었다고 볼 수 있다. 그러나 stainless steel 면과 MgB_2 pellet이 접촉하여 반응을 하였기 때문에 Fe가 아주 작게 나타나는 것을 볼 수 있었다.

Fig. 2는 온도에 따른 저항을 보여 주고 있다. 그림에서 보는 바와 같이 초전도 전이폭이 약 1K 이내로서 대단히 급격하였고 전이온도 Tc는 37.5K 로 나타났다. 이것으로부터 실험에서 얻은 시편은 양질의 MgB_2 가 합성된 것으로 사

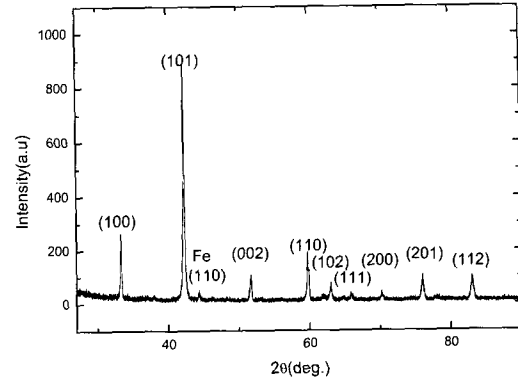


Fig. 1. XRD pattern of MgB_2 heat treated during 2 hr at 920°C . There is no MgO peak in this pattern.

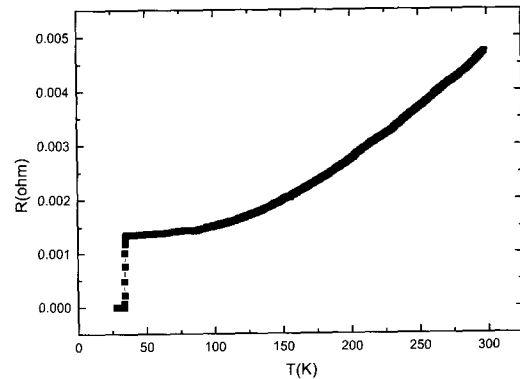


Fig. 2. Temperature dependence of the resistance for MgB_2 bulk sample.

료된다.

Fig. 3은 5K에서 COSSET로 제조한 MgB_2 시편의 자기이력곡선이다. 강하고 규칙적인 flux jump 현상을 볼 수 있다. 주로 $\pm 2\text{T}$ 이하에서 집중적으로 flux jump 현상이 나타남을 알 수 있다. 곡선이 좌우 상하 대칭형으로 surface pinning에 비해 bulk pinning이 크다는 것을 알 수 있다.

Vanacken 등[1]은 Y-Ba-Cu-O 단결정에 중성자를 조사하여 기동형 결함을 만든 후 flux jumps 현상을 조사하여 보니 중성자를 조사하지 않은 시편에 비해 flux jumps 현상이 줄어들었으며, Crisan 등[7]은 STO기판 위에 임의로 Ag를 이

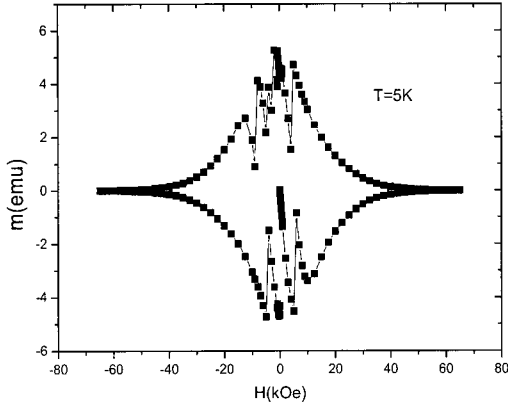


Fig. 3. Magnetic hysteresis loop for MgB₂ bulk sample at 5K.

용, nanodot를 형성시켜 그 위에 (Cu,Y)BCO를 성장시켜 flux jump 현상을 줄인바 있다. 또한 Zhao 등[3]은 bulk에 비해 film이 flux jump 현상이 줄어 드는 이유를 표면의 여러 이물질의 영향이라고 주장한 바 있다. 따라서 flux jump 현상이 없다면 2T이하에서 Δm 의 확대를 인하여 훨씬 더 우수한 전류밀도를 나타낼 것으로 생각되어 진다.

Fig. 4와 Fig. 5는 각각 10K 및 15K에서 COSSET로 제조한 MgB₂ 시편의 자기이력곡선이다. 역시 2T이하에서 규칙적인 flux jump 현상을 볼 수 있으나, 그 빈도수에서 온도가 증가함에 따라 5K에서보다 다소 줄어들었음을 볼 수 있다. 곡선이 좌우 상하 대칭형으로 bulk pinning이 대단히 크다는 것은 5K에서의 결과와 같다. 또한 각 온도에 따른 곡선 모양이 비슷한 것으로 보아 온도에 따라 pinning mechanism이 변하지 않는다는 것을 말해주고 있다. 특히 15K에서 나타난 flux jump 현상은 다른 제조기법으로 만든 bulk시편에서는 볼 수 없는 특이한 것이다. MgB₂는 제조기법에 따라서 생성된 MgB₂의 성질이 각각 다르다. 따라서 flux jump 현상도 제각기 다르게 나타난다. 고온 고압으로 만든 시료의 경우, 기존의 MgB₂ 분말을 고온에서 강한 압력을 가하여 만들기 때문에, Mg의 강한 휘발성으로 인하여 고온에서 어느 정도 Mg와 B가 분리되는 경향을 보일 수 있다. 이것은 flux jump를 어느 정도 저

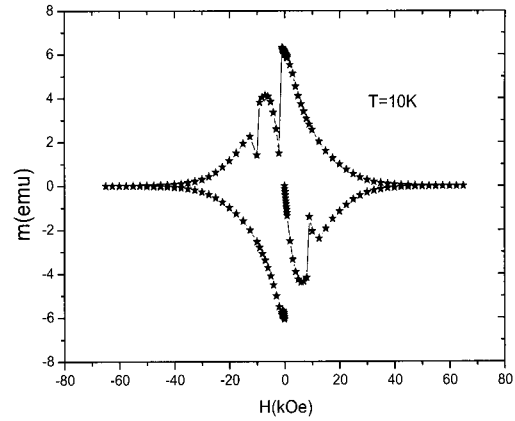


Fig. 4. Magnetic hysteresis loop for MgB₂ bulk sample at 10K.

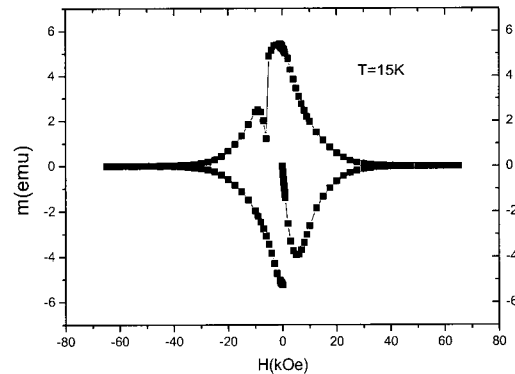


Fig. 5. Magnetic hysteresis loop for MgB₂ bulk sample at 15K.

지할 수 있는 불순물이 자체적으로 만들어진다고 볼 수 있다. 따라서 flux jump 현상이 거의 나타나지 않으며, 2-4K 정도에서만 나타난다고 보고된 논문도 있다.[9]

단결정의 경우 시료내에 불순물이나 이차상이 어떤 제조기법보다 더 적을 것으로 추정되지만, 실제 단결정내의 flux jump 현상은 아직까지 보고된 적이 없다. 이것은 단결정내에 MgB₂가 완벽하게 형성될 수도 있지만, 침입형 고용체로 Mg의 단일결정격자내에 두개의 B가 들어가야하는 관계로 B가 들어갈 공간이 충분치 않으며, Mg 또한 합성온도 부근에서 강한

휘발성이 있기 때문에, interstitial로 들어가는 B가 하나씩 빠질 수도 있으며, 반대로 Mg가 없을 수도 있어 단결정내에 비초전도상이 생긴 때문이다. 또한 제조시 Mg를 과하게 사용하는 것도 표면부에 많이 남아 불순물로 작용한다고 보여진다. 따라서 이들이 flux jump를 저지하는 pinning center로 작용할 것이다.[4,9]

Simple wrapping[2]의 경우 외부로부터 산소의 침투를 완벽하게 막아낼 수 없다. 따라서 XRD data 상에 MgO가 나타나는 것을 볼 수 있으며, flux jump 현상은 10K 내외에 까지 나타나고 있다. 이것으로부터 flux jump 현상은 MgB₂ 내의 불순물과 이차상들의 총양과 균일한 분포의 정도에 관한 것이지, 단순히 MgO의 양이 아니라는 것으로 여겨진다.

박막이나 tape의 경우, 두께가 얇기 때문에 열 발산이 bulk에 비해 용이하여 심각한 flux jump 현상을 초래하지는 않는다. 또한 박막의 경우, 열처리시 표면에 많은 양의 불순물(주로 Mg)이 묻어 있기 때문에 giant flux jump 현상을 더욱 줄여 주고 있으며[3,5] PIT method로 만드는 MgB₂ tape의 경우 Mg와 B의 반응을 촉진시키기 위하여 excess Mg를 다량으로 넣기 때문에 flux jump 현상은 5K로 한정된다.[6]

이상에서 살펴 본 바와 같이 불순물, 미반응 Mg, B와 이차상 등이 flux jump를 저지한다는 것은 의심 할 여지가 없다.

본 실험의 경우 Mg의 순도가 99.9%인 반면, B의 순도는 96%이다. 4%의 불순물이 재료내부에 기본적으로 상존하여 flux jump를 저지하고 있음에도 불구하고 타 연구결과에서는 볼 수 없었던 15K에서 까지 flux jump 현상이 나타났다. 이는 COSSET를 이용한 MgB₂ 합성이 단일상을 형성하기 위하여 대단히 성공적으로 이루어 졌다는 또 다른 증거이며, 향후 추가적인 연구에 의하여, 불순물의 농도조절과 기타 기법을 이용함으로써 더 나은 성질의 MgB₂를 합성시킬 수 있을 것으로 기대되어 진다.

IV. 결론

여러 연구결과와 본 연구에서 개발한 COSSET을 이용하여 합성한 MgB₂ 초전도체의

flux jump 현상을 비교하여 보았다. Flux jump 현상이 다른 시편에서 보다 높은 온도 15K에서도 나타나는 것을 볼 때 COSSET을 이용하여 만든 시편이 기존의 다른 제조기법에 비하여, 초전도체내에 이차상 또는 Mg나 B와 같은 미 반응물 등의 불순물 양이 훨씬 적은 것으로 추정된다.

감사의 말씀

이 논문은 한국학술진흥재단의 지원에 의하여 연구되었음(KRF-2000-015-DP0105).

참고문헌

- [1] J. Vanacken, L. Trappeniers, K. Rosseel, I. N. Concharov, V.V. Moshchalkov, and Y. Bruynseraede "Flux jumps driven by a pulsed magnetic field" *Physica C* 332, 411-416(2000).
- [2] S.X. Dou, X. L. Wang, J. Horvat, D. Milliken, A. H. Li, K. Konstantinov, E. W. Colling, J. D. Sumption, and H.K. Liu "Flux jumping and a bulk-to-granular transition in the magnetization of a compacted and sintered MgB₂ superconductor." *Physica C* 361, 79-83(2001).
- [3] Z. W. Zhao, S.L. Li, Y.M. Ni, H. P. Yang, Z. Y. Liu and H. H. Wen, "Suppression of superconducting critical current density by small flux jumps in MgB₂ thin films" *Phys. Rev. B* 65, 064512(2002).
- [4] Kijoon. H. P. Kim, Jae-Hyuk Choi, C. U. Jung, P. Chowdhury, Hyun-SooK See, Min-Seok Park, Heon-Jung Kim, J. Y. Kim, Zhonglian Du, Eun-Mi Choi, Mun-Seog Kim, W. N. Kang, and Sung-Ik Lee "Superconducting properties of well-shaped MgB₂ single crystals" *Phys. Rev. B* 65, 100510(R) (2002).
- [5] A. H. Li, X. L. Wang, M. Ionescu, S. Soltonian, J. Horvat, T. Silver, H. K. Liu, and S. X. Dou, "Fast formation and superconductivity of MgB₂ thick films grown on stainless steel substrate." *Physica C* 36173-78 (2001).
- [6] S. Jin, H. Mavoori, C. Bower, and R. B. van Dover, "High critical currents in iron-clad superconducting MgB₂ wires." *Nature* 411, 563(2001).
- [7] A. Crisan. P. Badica, S. Fujiwara, J. C. Nie, A.

- Sundaresan, Y. Tanaka, and H. Ihara, "Strong reduction of thermally activated flux jump rate in superconducting thin films by nanodot-induced pinning center" *Appl. Phys. Lett.* 80, 3566(2002).
- [8] H. H. Wen, S. L. Li, Z. W. Zhao, H. Jin, Y. M. Ni, Z. A. Ren, G. C. Che, and Z. X. Zhao "Flux dynamics and vortex phase diagram of the new superconductor MgB₂" *Physica C* 363, 170-178(2001)
- [9] Y. Bugoslavsky, G. K. Perkins, X. Qi, L. F. Cohen, and A. D. Caplin " Vortex dynamics in superconducting MgB₂ and prospects for applications." *Nature* 410, 563 (2001).