

Fabrication of 6.4 cm single grain $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$

B. S. Park, S. C. Han, Y. H. Han, N. H. Jeong, H. J. Yun, K. J. Kim, T. H. Sung, J. M. Oh

Korea Electric Power Research Institute, Daejeon, Korea

Received 15 Aug. 2003

6.4 cm 크기의 일방향 성장된 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 제조

박병삼, 한상철, 한영희, 정년호, 윤희중, 김경진, 성태현, 오제명

Abstract

We fabricated large single grain $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ (Y-123) superconductors. The single grain Y-123 was grown by top seeded melt growth (TSMG) method. In a conventional box furnace with uniform temperature distribution, it was very difficult to grow large single grain Y-123 superconductors due to the size limitation in growth.

To overcome the size limitation, we applied a radial thermal gradient (lower temperature at sample center and higher temperature on the sample edge) to the TSMG process. In this case, large single grain Y-123 could be easily grown. This is attributed that the liquid of the sample edge was maintained at the high temperature compared to the growth front. Using this method, we successfully fabricated a large single grain Y-123 of 6.4 cm X 6.4 cm

Keywords : $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, single grain, thermal gradient furnace

I. 서론

TSMG 법으로 제조된 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ (Y-123) 벌크는 초전도 베어링 (플라이휠), 고 자장 마그네트 및 초전도 자기분리 장치 등에 응용되는 재료이다. 응용기기의 성능과 밀접한 관계가 있는 포획자장과 부상력을 높이기 위해서는 임계전류밀도(J_c) 향상 및 시편 내에서 전류가 흐르는 폐회로의 크기가 대면적화 되어야 한다. 임계전류밀도는 도핑[1]-[2]이나 중성자 조사법[3]-[4] 등으로 자장 고정력을 증가시켜 향상될 수 있으며, 전류 폐회로의 크기는 대면적의 Y-123 벌크를 제조하여 증가시킬 수 있다.

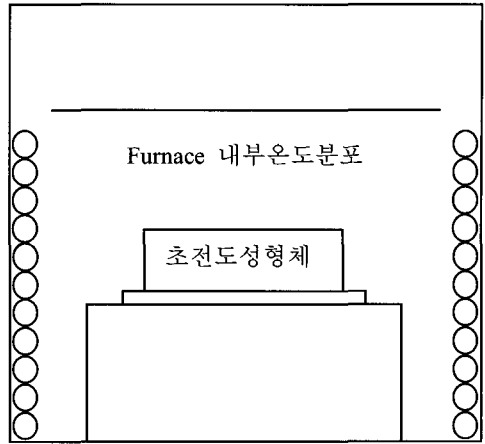
중자결정 성장법은 대면적 Y-123 단결정을 제조할 수 있는 가장 효과적인 방법이다 [5]-[6]. 이 방법에서 Y-123입자의 성장은 Y-123보다 포징온도가 높고 결정학적 상수가 유사한 Sm-123나 Nd-123 중자결정으로부터 시작한다. 그러나 이 방법으로도 대면적의 single domain Y-123 벌크를 제조하기 어렵다. 그 이유는 종자로부터 단결정이 성장하려는 경향과 주위에 존재하는 액상에서 다른 입자가 핵 생성하려는 경향이 함께 존재하기 때문이다. 이런 문제를 해결하기 위해서는 Y-123단결정 성장기구에 대한 이해가 필요하며, 로 내부의 온도분포를 변화시킬 경우 단결정 성장을 촉진하면서도 액상의 핵 생성을 억제할 수 있을 것으로 생각된다. 본 연구에서는 반경방향으로 균일한 온도 분포를 가지도록 제어한 조건 및 반경방향으로

* Corresponding author. Fax : +82 42 865 5374
e-mail : pbs0926@kepri.re.kr

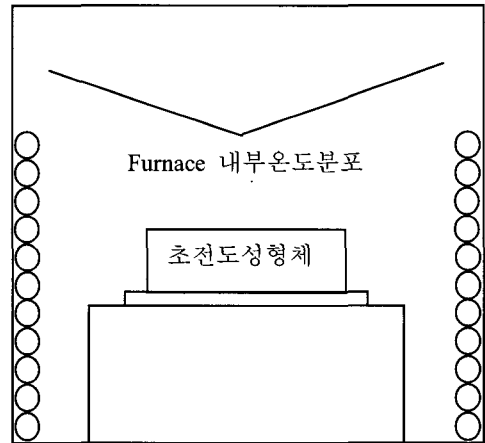
일정한 온도구배를 가지도록 로의 열 구배를 제어한 조건에 대해서 TSMG법으로 Y-123 단결정을 성장시켜 보았으며, 이 결과를 비교 분석하여 대면적 단결정 성장 조건을 연구하였다.

II. 실험방법

$SmBa_2Cu_3O_x$ (Sm-123) 종자는 전통적인 용융 응고법을 이용하여 준비하였다. Y-123 단결정 제조를 위한 초기 분말은 $Y_{1.8}Ba_{2.4}Cu_{3.4}O_x$ 에 0.5 wt%의 CeO_2 가 첨가된 것을 사용하였다. 이 분말을 각각 5 cm x 5 cm 및 8 cm x 8 cm의 금형에 넣고 유압프레스를 이용하여 단축방향으로 가압한 후 CIP (cold isostatic press) 처리를 하여 성형하였다. 성형체는 표면 연마된 고순도 MgO 기관 위에 올려놓고 로에 넣었다. 종자를 이용한 단결정 성장 실험은 fig. 1에서 보는 바와 같이 1045 °C에서 2시간 부분 용융 시킨 다음 1020 °C까지 냉각한 후 980 °C (크기가 큰 8 cm x 8 cm 시편은 970 °C)까지 0.25 °C/hr의 속도로 서냉하여 단결정을 성장시키는 열처리 공정으로 진행하였다. 열처리시 로 내부의 온도분포는 다음과 같은 2종류의 분포를 가지도록 하였다. 첫째는 fig. 2(a)에서 보는 바와 같이 온도구배가 없이 반경방향으로 균일한 온도분포를 유지하도록 하였으며, 둘째는 fig. 2(b)에서 보는



(a)



(b)

Fig. 2. Temperature distribution in furnace ;
(a) Conventional furnace
(b) Modified furnace with thermal gradients

바와 같이 시편의 중심부가 바깥부보다 온도가 낮은 온도구배를 유지하도록 하였다. 열처리 후 시편은 육안으로 관찰하여 single grain Y-123의 성장 유무를 조사하였다.

III. 결과 및 고찰

Y-123의 결정성장 속도는 성장하는 Y-123/액상 계면의 액상 내 Y의 조성과 인접한 Y-211/액상 계면의 액상 내 Y의 조성차이에 의해 결

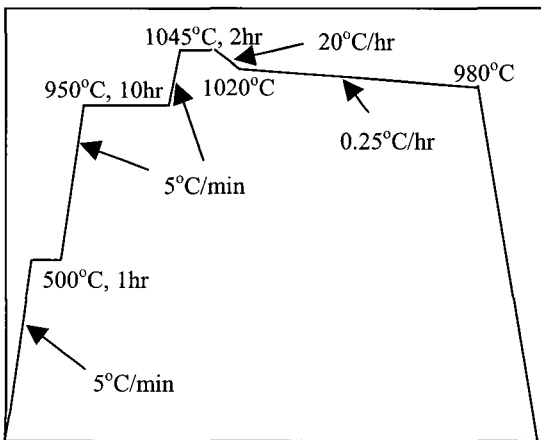


Fig. 1. Time-temperature schedule for the growth of $YBa_2Cu_3O_x$ single grain

정된다. Fig. 3에서 조성차 (ΔC)는 과냉도(ΔT)에 비례하기 때문에, 포정온도(T_p) 아래로 액상의 온도를 내려 과냉도를 크게 할수록 결정성장 속도는 빠르게 된다. 그러나 과냉도를 크게 하면 종자결정 뿐만 아니라 잔류액상 내에서도 핵 생성이 일어나기 때문에 다결정으로 된다. 따라서 단결정 성장의 경우 종자에서 핵 생성된 Y-123 결정만 성장시키고 잔류액상 내 다른 핵 생성은 억제해야 하기 때문에 적절한 과냉량이 필요하다. 본 연구에서는 fig. 2(b)와 같이 single grain Y-123를 성장시킬 때 결정성장 계면보다 잔류액상의 온도를 높게 형성할 수 있도록 로 내부에 온도구배를 주었다. 이와 같은 온도구배는 종자결정 성장 시 잔류액상의 과냉도를 작게 유지할 수 있기 때문에 새로운 Y-123 핵이 발생할 확률을 낮추고 single grain Y-123로 성장할 가능성을 높여준다. 또한 이러한 온도구배는 fig. 3에서 보는 바와 같이 Y-211/액상 계면이 성장하는 Y-123/액상 계면보다 온도가 높아서 Y의 조성차를 증가시키는 부수적인 효과도 있다

Fig. 4(a)는 Fig. 2(a)의 온도분포를 가지는 로에서 fig. 1의 조건으로 성장시킨 대표적인 Y-123 결정의 표면 사진이다. 잔류액상에서 핵

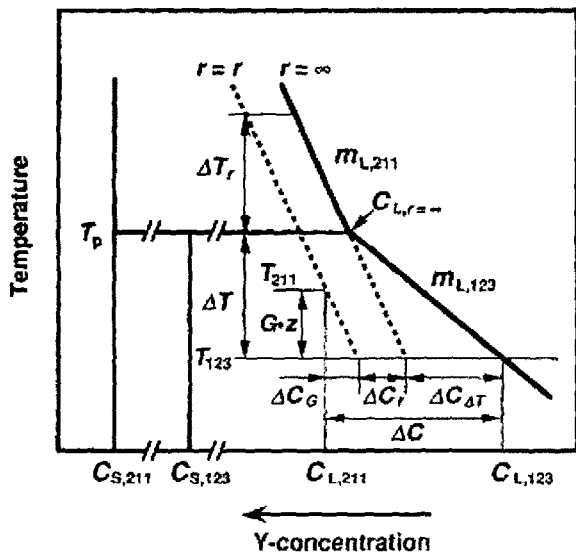
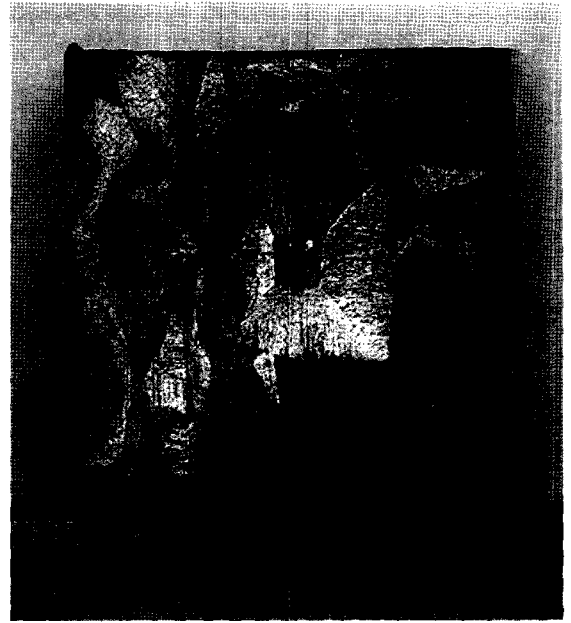
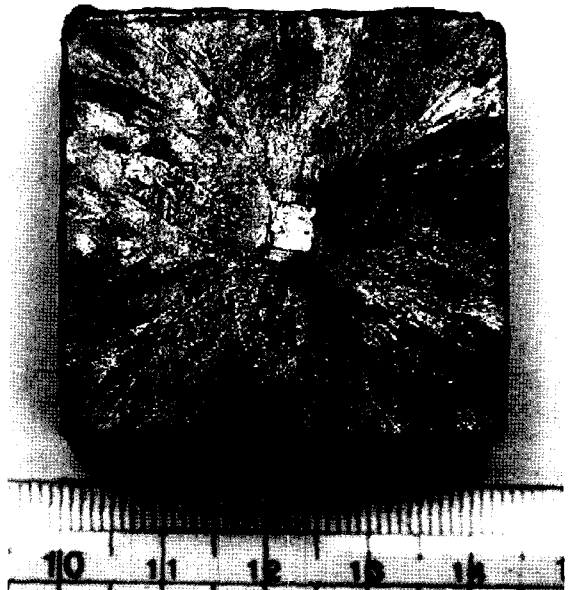


Fig. 3. Schematic diagram of driving force for crystal growth [7]



(a)



(b)

Fig. 4. Photographs of Y-123 specimens ;

- (a) Y-123 grain grown under isothermal conditions (size : 4.1 cm x 4.1 cm)
- (b) Y-123 grain grown under thermal gradients (size : 4.1 cm x 4.1 cm)

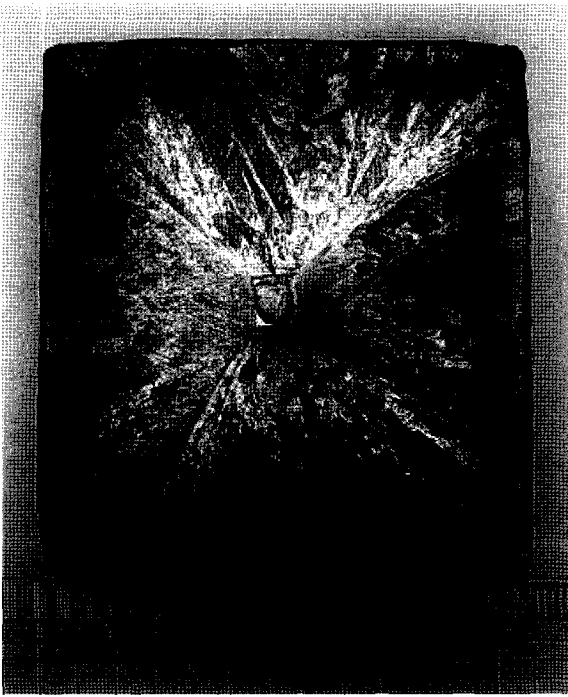


Fig. 5. Single grain Y-123 grown under thermal gradient (size: 6.4 cm x 6.4 cm)

생성된 결정들이 single grain Y-123의 성장을 제약하는 것을 볼 수 있으며, 4 cm x 4 cm 이상의 대면적 single grain Y-123의 성장은 어렵다. Fig. 4(b)는 fig. 2(b)의 온도분포를 가지는 로에서 동일한 열처리조건으로 성장시킨 single grain Y-123의 표면 사진이며, 시편 전체가 종자결정에서 성장한 single grain으로 되어 있음을 볼 수 있다. 이러한 조건으로 보다 큰 단결정을 성장시킨 결과 fig. 5와 같이 종자결정에서 최대 4.5 cm까지 성장시킨 6.4 cm x 6.4 cm (대각선 길이 9 cm)의 single grain Y-123를 제조할 수 있었다. Fig. 5의 시편은 1045 °C에서 2시간 부분용융 시킨 후 1020 °C까지 냉각한 다음 970 °C까지 0.25 °C/hr의 속도로 서냉하여 제조하였다. 본 실험은 단결정의 특성향상보다는 대면적의 single grain Y-123 성장을 위한 기본적인 조건을 찾는데 중점을 두었기 때문에 부분용융을 완벽하게 하기 위해 1045 °C에서 2시간 유지하였으

며 1020 °C에서부터 서냉하였다. 현재는 임계온도 향상을 위해 부분용융시간을 줄이고 서냉 시작온도를 낮추는 등의 실험과 직경 10 cm의 single grain Y-123 제조에 관한 연구를 진행하고 있다.

IV. 결론

온도분포가 균일한 로에서는 종자결정 성장법으로 대면적의 single grain Y-123를 성장시키는 데 한계가 있음을 알 수 있었다. 이를 개선하여 결정성장 방향으로 온도가 증가하는 온도구배를 가지는 로를 제작하였다. 이 로에서 single grain Y-123를 제조한 결과, 6.4 cm x 6.4 cm (대각선 길이 : 9 cm)크기의 완전하게 자란 single grain Y-123를 제조할 수 있었다.

Acknowledgments

본 연구는 한국전력공사 및 전력산업연구개발 사업의 지원을 받아 수행되었습니다.

References

- [1] G.Yong, Z.Lian, Z.Pinxiang, J.Ping, W.Xiaozu, L.Changxun, X.Mianrong, *J.Supercond*, 5, p95 (1992).
- [2] D.K.Nalkin, P.J.McGinn, *Supercond. Sci. Tech.*, 7, p72 (1994).
- [3] P.H.Hor, Z.J.Huang, L.Gao, R.L.Meng, Y.Y.Xue, C.W.Chu, Y.C.Jun, J.Farmer, *Mod. Phys. Lett.*, B4, p703 (1990).
- [4] H.Kumarkura, K.Togano, N.Tomita, E.Yanagisawa, S.Okayasu, Y.Kazumata, *Physica C*, 251, p231 (1995).
- [5] M.Morita, S.Takebayashi, M.Tanaka, K.Kimura, K.Miyamoto, K.Sarvano, *Adv. Supercond.*, 3, p733 (1991).
- [6] R.L.Meng, L.Gao, P.Gautier-Picard, D.Ramirez, Y.Y.Sun, C.W.Chu, *Physica C*, 232, p337 (1994).
- [7] Y.Shiohara, A.Endo, *Materials Science and Engineering*, R19, p1 (1997).