



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0094621
(43) 공개일자 2017년08월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01L 39/12 (2006.01) C01F 1/00 (2006.01)
C01F 5/00 (2006.01) H01B 12/00 (2006.01)
H01L 39/24 (2006.01)

(52) CPC특허분류
H01L 39/12 (2013.01)
C01F 1/00 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2016-0015603

(22) 출원일자 2016년02월11일

심사청구일자 2016년02월11일

(71) 출원인

한국기술교육대학교 산학협력단

충남 천안시 동남구 병천면 충절로 1600, 내 (한국기술교육대학교)

(72) 발명자

박해웅

충청남도 천안시 동남구 천안대로 483-8, 104동 702호(구성동, 신성미소지움아파트)

조인환

충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1600

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

김민태

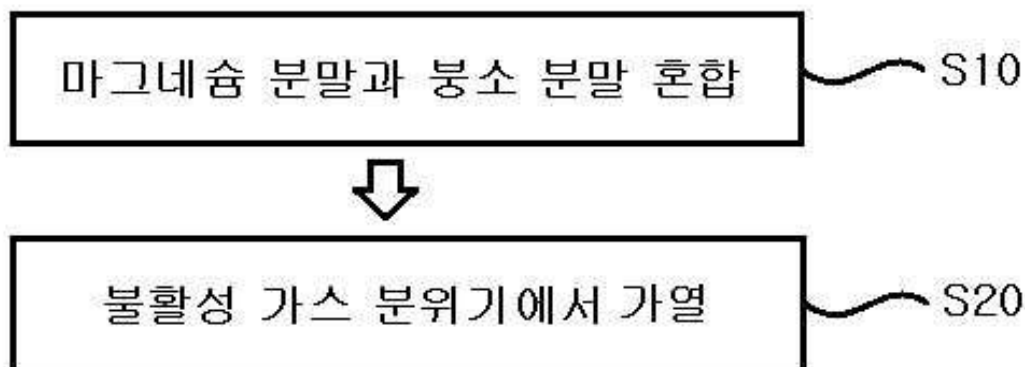
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법

(57) 요약

마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법은, 마그네슘 분말과 붕소 분말을 혼합하여 펠렛을 형성하는 단계 및 상기 펠렛을 510℃ 내지 590℃에서 가열하는 단계를 포함한다. 이에 따르면, 전기적 성질이 개선된 마그네슘 다이보라이드 초전도체를 얻을 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C01F 5/00 (2013.01)

H01B 12/00 (2013.01)

H01L 39/24 (2013.01)

(72) 발명자

이재중

충청북도 청주시 서원구 예체로 68, 107동 1104호
(사직동, 청주푸르지오캐슬아파트)

최원익

경기도 평택시 포승읍 홍원6길19번길 9-3

명세서

청구범위

청구항 1

마그네슘 분말과 붕소 분말을 혼합하여 펠렛을 형성하는 단계; 및
상기 펠렛을 510℃ 내지 590℃에서 가열하는 단계를 포함하는 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 마그네슘 분말과 붕소 분말은 1:2의 화학조성비로 혼합되는 것을 특징으로 하는 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 마그네슘 분말과 붕소 분말 각각의 입경은 0.1 내지 50 μ m인 것을 특징으로 하는 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 펠렛은 불활성 가스 분위기에서 가열되는 것을 특징으로 하는 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 불활성 가스는 아르곤 가스 또는 네온 가스를 포함하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 펠렛은 1 내지 200MPa의 가압 조건에서 가열되는 것을 특징으로 하는 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 초전도체의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 마그네슘 다이보라이드(MgB₂) 초전도체의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 마그네슘 다이보라이드 초전도체는 금속 붕화물로서 경도가 높고 연성이 거의 없는 물질로서 초전도 전이온도가 39K로 비교적 높은 값을 보이고 있으며 초기 사용되는 원료물질도 값싼 이유로 초전도 응용물질로서 주목받고 있다.

[0003] 그러나 실질적인 응용분야에 사용되기 위해서는 자기장하에서 높은 임계전류밀도를 갖고 있도록 개선될 필요가 있는데 이의 해결이 용이하지 않다. 특히 상용화급인 저온초전도체 NbTi 및 고온초전도체인 YBCO 등에 비하여 자기장하 낮은 임계전류밀도 특성을 갖는 것으로 알려져 있다.

[0004] 이에 따라 마그네슘 다이보라이드 초전도체 내부에 나노 크기의 탄화규소, 탄소, 탄소나노튜브, 탄화수소 등 탄소계 화합물 나노분말을 첨가하여 자기장하에서의 임계전류 특성을 향상시킬 수 있다는 것이 보고된 바 있다. 이 경우 마그네슘 다이보라이드의 붕소 일부를 탄소가 치환하여 격자 결함을 형성하고 그 결과 초전도체의 자기장 임계전류 특성이 향상되는 것으로 알려져 있다.

[0005] 또한, 마그네슘 다이보라이드 초전도체에 도핑물질을 넣어 외부에서 가해진 자기장에 대하여 자속고정점 역할을

하게 하여 자기장하 임계전류밀도가 향상되도록 하는 기술이 알려져 있다.

[0006] 현재 상업적으로 생산되고 있는 마그네슘 다이보라이드 초전도 분말은 붕소 분말과 마그네슘 분말을 마그네슘 산화물이 코팅된 용기 내에서 수소기체를 흘리면서 600℃ 이상의 고온으로 가열하는 방법이 사용되고 있는데, 마그네슘과 붕소가 반응하는 과정에서 마그네슘 자리가 기공으로 남고, 고온에서 열처리함으로써, 결정이 조대해짐으로써, 초전도 특성이 저하되는 문제점이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 이에, 본 발명의 기술적 과제는 이러한 점에서 착안된 것으로 본 발명의 목적은 미세결정을 증가시킴으로써 초전도 특성을 증가시킬 수 있는 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법을 제공하는 것이다.]

과제의 해결 수단

[0008] 상기한 본 발명의 목적을 실현하기 위한 일 실시예에 따른 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법은, 마그네슘 분말과 붕소 분말을 혼합하여 펠렛을 형성하는 단계 및 상기 펠렛을 510℃ 내지 590℃에서 가열하는 단계를 포함한다.

[0009] 일 실시예에서, 상기 마그네슘 분말과 붕소 분말은 1:2의 화학조성비로 혼합된다.

[0010] 일 실시예에서, 상기 마그네슘 분말과 붕소 분말 각각의 입경은 0.1 내지 50 μ m이다.

[0011] 일 실시예에서, 상기 펠렛은 불활성 가스 분위기에서 가열된다.

[0012] 일 실시예에서, 상기 불활성 가스는 아르곤 가스 또는 네온 가스를 포함한다.

[0013] 일 실시예에서, 상기 펠렛은 1 내지 200MPa의 가압 조건에서 가열된다.

발명의 효과

[0014] 본 발명의 실시예에 의하면, 전기적 성질이 개선된 마그네슘 다이보라이드 초전도체를 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법을 도시한 순서도이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법에 의해 마그네슘 다이보라이드가 형성되는 과정을 도시한 확대도이다.

도 3은 마그네슘 다이보라이드의 결정 구조를 나타낸 사시도이다.

도 4는 실시예 1, 비교예 1, 비교예 2 및 비교예 3에서 얻어진 소결체의 XRD를 도시한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 본 발명은 다양한 변형을 가할 수 있고 여러 가지 형태를 가질 수 있는 바, 실시예들을 본문에 상세하게 설명하고자 한다. 그러나 이는 본 발명을 특정한 개시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 각 도면을 설명하면서 유사한 참조부호를 유사한 구성요소에 대해 사용하였다. 제1, 제2 등의 용어는 다양한 구성요소들을 설명하는데 사용될 수 있지만, 상기 구성요소들은 상기 용어들에 의해 한정되어서는 안 된다.

[0017] 상기 용어들은 하나의 구성요소를 다른 구성요소로부터 구별하는 목적으로만 사용된다. 본 출원에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다.

[0018] 본 출원에서, "포함하다" 또는 "이루어진다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

- [0019] 다르게 정의되지 않는 한, 기술적이거나 과학적인 용어를 포함해서 여기서 사용되는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가지고 있다. 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 것과 같은 용어들은 관련 기술의 문맥 상 가지는 의미와 일치하는 의미를 가지는 것으로 해석되어야 하며, 본 출원에서 명백하게 정의하지 않는 한, 이상적이거나 과도하게 형식적인 의미로 해석되지 않는다.
- [0020] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법을 도시한 순서도이다.
- [0021] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 먼저, 마그네슘 분말과 붕소 분말을 혼합한다(S10).
- [0022] 예를 들어, 상기 마그네슘 분말과 붕소 분말의 화학조성비는 약 1:2로 혼합될 수 있다. 이 경우, 전체적으로 MgB_2 로 표시되는 육방정의 결정구조의 금속간화합물 초전도체가 얻어진다.
- [0023] 상기 마그네슘 분말과 붕소 분말의 화학 조성비는 사용 목적에 따라 조절될 수 있다.
- [0024] 예를 들어, 다른 실시예에서, 상기 마그네슘 분말과 붕소 분말의 화학조성비는 $1-x:2+y$ ($0 < x < 1$, $0 < y < 2$, $-2 < y < 0$) 일 수 있다. 이 경우에는 마그네슘과 붕소로 이루어진 금속간 화합물을 함유하는 합금 초전도체가 얻어질 수 있다. 예를 들어, Mg의 조성비를 크게 하는 경우, 초전도체의 연성이 증가할 수 있다.
- [0025] 예를 들어, 상기 마그네슘 분말과 상기 붕소 분말의 입경은 약 0.1 내지 $50\mu m$ 일 수 있다.
- [0026] 상기 마그네슘 분말과 상기 붕소 분말을 혼합한 후, 압축 성형하여 펠렛을 제조한다.
- [0027] 다음으로, 상기 마그네슘 분말과 상기 붕소 분말의 혼합물을 불활성 가스 분위기에서 가열한다(S20). 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 제조방법에 의해 마그네슘 다이보라이드가 형성되는 과정을 도시한 확대도이다. 도 3은 마그네슘 다이보라이드의 결정 구조를 나타낸 사시도이다.
- [0028] 상기 가열이 진행됨에 따라, 도 2에 도시된 것과 같이, 마그네슘 분말과 붕소 분말의 경계에서 확산에 의해 마그네슘 다이보라이드가 형성된다. 상기 마그네슘 다이보라이드는 도 3에 도시된 것과 같이 육방정의 결정구조를 가질 수 있다.
- [0029] 예를 들어, 상기 불활성 가스로는 아르곤 가스, 네온 가스 등이 사용될 수 있다.
- [0030] 본 발명에서, 상기 마그네슘 분말과 상기 붕소 분말의 혼합물은, 마그네슘의 용융온도인 $650^\circ C$ 이하에서 이루어진다. 마그네슘과 붕소의 반응이 저온에서 이루어질 경우, 작은 결정립과 낮은 결정성을 갖는 마그네슘 디보라이드를 형성함으로써, 초전도 임계 특성이 향상될 수 있다. 특히 작은 결정립을 갖는 마그네슘 디보라이드 초전도체는 높은 결정립계 밀도의 플럭스 피닝 센터를 형성하고, 임계 특성을 향상시킬 수 있다.
- [0031] 바람직하게는, 상기 마그네슘 분말과 상기 붕소 분말의 혼합물은, 약 $510^\circ C$ 내지 $590^\circ C$ 에서 가열된다. 상기 가열 온도가 $510^\circ C$ 보다 낮은 경우, 합성 반응이 진행되지 않아 마그네슘 다이보라이드를 얻기 어렵거나 수율이 크게 낮아질 수 있다. 상기 가열 온도가 $590^\circ C$ 보다 높은 경우에는 결정립의 크기가 증가하여 초전도 성질이 낮아질 수 있다.
- [0032] 바람직하게, 상기 가열 반응은 가압과 함께 진행될 수 있다. 상기 반응에 의해 생성된 마그네슘 다이보라이드는 저압의 영역에서 온도가 올라가면 분해될 수 있다. 예를 들어, 상기 가열 반응은 1 내지 200MPa의 압력에서 진행될 수 있다.
- [0033] 본 발명의 실시예에 따르면, 저온에서 마그네슘 다이보라이드 결정을 형성함으로써, 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 결정립 크기를 감소시킬 수 있다. 이에 따라, 마그네슘 다이보라이드 초전도체의 초전도 성질을 개선할 수 있다.
- [0034] 이하에서는, 구체적인 실시예 및 비교예의 실험을 통하여, 본 발명을 보다 상세히 설명하기로 한다.
- [0035] 실시예 1
- [0036] 마그네슘 분말과 붕소 분말(비정질, 입경은 약 $10\mu m$)을 1:2의 화학조성비(원자비)로 혼합하고, 이를 압축 성형하여 질량이 약 0.3g이고, 지름이 약 10mm인 납작한 원기둥 형상의 펠렛을 제작하였다.
- [0037] 산화를 방지하기 위하여, 상기 펠렛을 티타늄 튜브에 봉입하고, 아르곤 가스를 주입한 상태에서, 시간당 약 $300^\circ C$ 의 속도로 승온하여, 약 $550^\circ C$ 에서 약 30시간 동안 가열하였다.

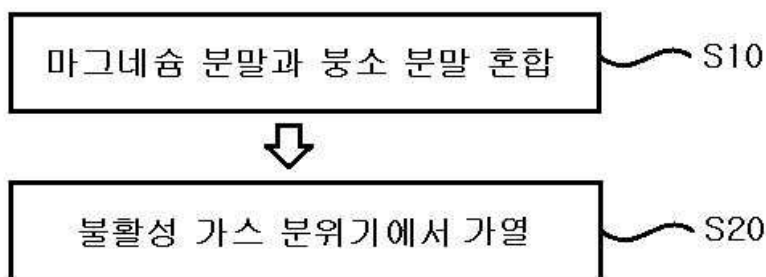
- [0038] 비교예 1
- [0039] 마그네슘 분말과 붕소 분말(비정질, 입경은 약 $10\mu\text{m}$)을 1:2의 화학조성비(원자비)로 혼합하고, 이를 압축 성형하여 질량이 약 0.3g이고, 지름이 약 10mm인 납작한 원기둥 형상의 펠렛을 제작하였다.
- [0040] 산화를 방지하기 위하여, 상기 펠렛을 티타늄 튜브에 봉입하고, 아르곤 가스를 주입한 상태에서, 시간당 약 300°C 의 속도로 승온하여, 약 500°C 에서 약 30시간 동안 가열하였다.
- [0041] 비교예 2
- [0042] 마그네슘 분말과 붕소 분말(비정질, 입경은 약 $10\mu\text{m}$)을 1:2의 화학조성비(원자비)로 혼합하고, 이를 압축 성형하여 질량이 약 0.3g이고, 지름이 약 10mm인 납작한 원기둥 형상의 펠렛을 제작하였다.
- [0043] 산화를 방지하기 위하여, 상기 펠렛을 티타늄 튜브에 봉입하고, 아르곤 가스를 주입한 상태에서, 시간당 약 300°C 의 속도로 승온하여, 약 450°C 에서 약 30시간 동안 가열하였다.
- [0044] 비교예 3
- [0045] 마그네슘 분말과 붕소 분말(비정질, 입경은 약 $10\mu\text{m}$)을 1:2의 화학조성비(원자비)로 혼합하고, 이를 압축 성형하여 질량이 약 0.3g이고, 지름이 약 10mm인 납작한 원기둥 형상의 펠렛을 제작하였다.
- [0046] 산화를 방지하기 위하여, 상기 펠렛을 티타늄 튜브에 봉입하고, 아르곤 가스를 주입한 상태에서, 시간당 약 300°C 의 속도로 승온하여, 약 400°C 에서 약 30시간 동안 가열하였다.
- [0047] 도 4는 실시예 1, 비교예 1, 비교예 2 및 비교예 3에서 얻어진 소결체의 XRD를 도시한 그래프이다.
- [0048] 도 4를 참조하면, 550°C 에서 가열한 실시예 1의 소결체의 경우, (101) 피크가 뚜렷하게 관찰되었으며, 이를 통하여, 마그네슘 다이보라이드 결정이 생성되었음을 확인할 수 있다. 반면에, 500°C 이하에서 가열한 비교예 1, 비교예 2 및 비교예 3의 경우, 저온 가열로 인하여 마그네슘 다이보라이드 결정의 생성이 어려움을 알 수 있다.
- [0049] 상기에서는 본 발명의 바람직한 실시예를 참조하여 설명하였지만, 해당 기술 분야의 숙련된 당업자는 하기의 특허 청구 범위에 기재된 본 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있음을 이해할 수 있을 것이다.

산업상 이용가능성

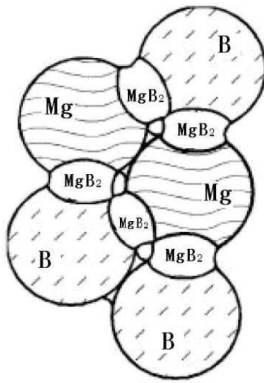
- [0050] 본 발명은 초전도체의 제조에 이용될 수 있다.

도면

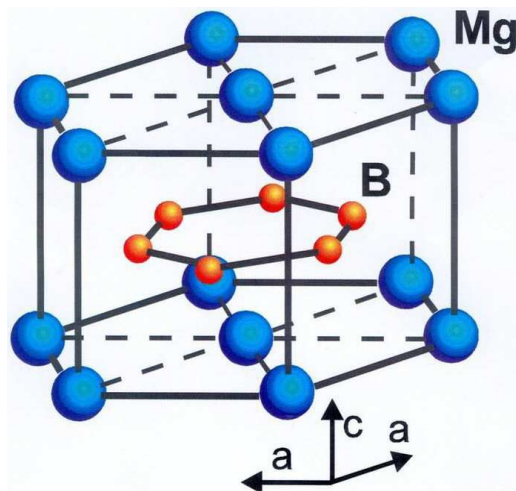
도면1



도면2



도면3



도면4

