

# 음향방출에 의한 Nb<sub>3</sub>Sn 복합초전도 테이프의 미시적 변형거동 특성평가

이민래\*, 이준현\*\*

\* 부산대학교 대학원, \*\* 부산대학교 기계공학부

## 1. 서론

초전도 재료는 일반적으로 고자계, 고전류밀도, 고안전성, 저교류손실, 고강도, 고균일과 같은 특성들이 요구되며, 현재까지는 합금계로서 Nb-Ti, 화합물계로 Nb<sub>3</sub>Sn, V<sub>3</sub>Gn 등이 실용화되고 있다. 특히 현재 복합초전도체로 사용되고 있는 것 중의 하나인 Nb<sub>3</sub>Sn 복합초전도 테이프는 금속간 화합물로서 다른 초전도 재료에 비하여 교류 손실치가 낮으면서 임계온도와 임계 전류밀도가 높아 케이블 코어용 도체로서 초전도 발전기 뿐만 아니라 MRI와 같은 의료기기 제작용으로 사용되어지고 있다.

한편 이와 같은 Nb<sub>3</sub>Sn 복합초전도 테이프는 마그네트 가동에 따른 로렌츠력과 같은 반복적인 하중으로 인하여 초전도 선재의 열화 및 마그네트의 안정성에 큰 영향을 미치게 된다. 뿐만 아니라 Nb<sub>3</sub>Sn층은 화합물 이어서 bending이나 winding 등의 코아 제작시 테이프 도체에 응력이 작용하면 화합물층에 취성으로 인한 크랙이 발생하여 부분적으로 파단이 일어나 임계전류 특성이 열화하며 무응력 상태에 비하여 크게 저하된다. 따라서 이와 같은 Nb<sub>3</sub>Sn 복합초전도 테이프의 실질적인 적용을 위해서는 이러한 기계적 응력에 대한 Nb<sub>3</sub>Sn 복합 초전도 테이프의 미시적 거동 특성을 필히 이해하여야 할 필요가 있다.<sup>[1]</sup>

한편, 음향방출(Acoustic Emission : AE)이란 재료의 국부적인 응력 변화에 의해 변형에너지가 순간적으로 방출될 때 발생하는 탄성파(Elastic Wave) 혹은 이러한 현상 자체를 말한다. AE 측정법은 이러한 발생원으로부터 발생한 탄성파를 AE 압전 센서를 이용하여 발생원 실체를 규명하는 것으로써, 최근 구조물의 안전성 평가를 위한 비파괴 평가 방안으로 널리 사용되고 있다. 특히, AE 측정법은 가동중인 구조물의 결함을 조기에 발견할 수 있을 뿐만 아니라 금속 및 복합재료의 미시적 거동<sup>[2]</sup> 및 파손기구<sup>[3]</sup> 등을 on-line 상태에서 평가할 수 있는 유용한 시험방법이다. 이에 따라 본 연구에서는 AE를 이용하여 금속과 절연체 등으로 복잡하게 조합되어져 있는 Nb<sub>3</sub>Sn 복합초전도 테이프에 대해서 일정변형속도(constant extension rate)제어로 인장하중이 작용할 경우 발생하는 AE 신호특성과 이에 대응하는 미시적 변형거동 특성과의 상관관계를 분석하여 복합 초전도 테이프를 구성하는 각 화합물층(compound layer)의 미시적 거동에 대한 AE 방출특성 및 미시적 파손기구를 평가하였다.

## 2 재료 및 실험방법

### 2.1 재료 및 시험편

본 연구에 사용된 Nb<sub>3</sub>Sn 복합초전도체는 미국의 GE社로부터 입수한 것으로서 Fig. 1에 나타난 바와 같이 Cu, Nb<sub>3</sub>Sn 및 Nb의 3가지 성분으로 구성되어 있다. 대부분 volume fraction은 Cu가 차지하고 있으며, 상대적으로 Nb barrier의 volume fraction은 상당히 작다. 그림에서 단면의 중앙에 위치하는 것은 Nb 미반웅층이고

$\text{Nb}_3\text{Sn}$  테이프의 상하에 붙은 Cu는 테이프재의 기계적 강도 및 열적 안정화에 기여한다. 본 테이프는 Nb-1wt%Zr을 용해하여 얇은 호일(foil) 형태로 만든 후 주석(Sn)을 도금하고 열처리로를 통과시키면 Nb와 Sn의 직접적인 반응에 의하여  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 층이 상하 양쪽에 생성된다. 그후 Cu foil을 테이프 양쪽에 적층 시켜서  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  복합초전도 테이프를 제조한다. 한편, Table. 1은  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  복합초전도 테이프의 재원을 나타낸 것이다.

Cu Stabilizer
$\text{Nb}_3\text{Sn}$ Compound Layer
Unreacted Nb Layer
$\text{Nb}_3\text{Sn}$ Compound Layer
Cu Stabilizer

(a) Constitution of  $\text{Nb}_3\text{Sn}$



(b) Cross section image

Fig. 1 Configuration of  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  superconducting tape specimen

Constituents	Thickness of each layer	Cross sectional area	Volume fraction of each layer
$\text{Nb}_3\text{Sn}$	$0.02\text{mm} \times 2$	$0.0582\text{mm}^2 \times 2$	0.2
Nb	$0.017\text{mm}$	$0.0495\text{mm}^2$	0.09
Cu	$0.071\text{mm} \times 2$	$0.2066\text{mm}^2 \times 2$	0.71

Table 1. The dimensions of  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  superconducting tape

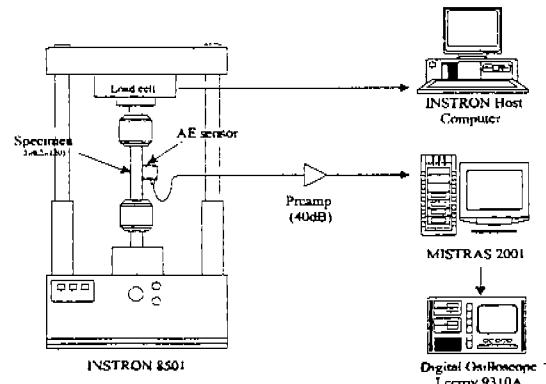


Fig. 2 Schematic diagram of acoustic emission monitoring system

## 2.2 실험 장치 및 방법

Fig. 2는 본 실험의 전체적인 개요도를 나타낸 것으로서 그림에서 보는 바와 같이 인장실험은 최대용량 10ton의 유압식 만능재료시험기인 INSTRON 8500을 사용하였으며, 하중은  $0.05\text{mm/s}$ 의 일정변형속도(constant extension rate)로 변위제어(displacement)를 하였다. 실험은 시험편의 변형정도에 따른 AE 신호특성을 알아내기 위하여 탄성영역, 항복영역, 소성영역 초반부, 소성영역 후반부(파단)로 구분하여 각각 실험하였다. 한편, AE측정은 시편의 중앙에 AE 센서를 부착하였으며, AE 센서의 수신감도를 높이기 위해서 시험편에 coupling agent(Krautkramer社)를 바른 후 접착테이프로 압착하였다. AE 센서 및 시스템은 PAC社의 WD 광대역 센서와 MISTRAS 2001 장비를 사용하였다. 실험에 사용한 프리앰프(1220A)는 100~1200kHz의 대역필터(band pass filter)를 사용하여 기계적 잡음과 같은 불필요한 주변 잡음(background noise)을 제거시킨 후 40dB로 증폭하고 이 신호를 다시 메인앰프(main amplifier)에서 40dB로 증폭시켰다. 주변잡음을 고려하여 AE

threshold는 18mV(45dB)으로 설정하였다. 한편 실험을 통해서 측정된 데이터는 하중단계별로 AE 파라미터(count, event, energy, amplitude 등)와 AE 신호의 파형 분석을 위해 디지털 오실로스코프(LeCroy 9310)로 측정된 AE 파형(waveform)의 형태로 각 발생원에 대한 신호를 구분하여 분석하였다.

### 3 실험결과 및 고찰

#### 3.1 하중증가에 따른 AE거동

본 실험에서는 AE기법을 이용하여 하중증가에 따른 Nb<sub>3</sub>Sn 복합초전도테이프의 신호특성을 각 재료의 변형정도에 따른 하중을 고려하여 전체적인 거동을 4단계로 구분하여 비교, 분석하였다. Fig. 3은 시간에 대한 하중과 그에 따른 AE 이벤트수(사상수)변화를 나타낸 결과로써, (I), (II), (III), (IV)는 각각 탄성영역 전반부(I), 탄성영역 중반부~항복영역(II), 소성영역 전반부~소성영역 중반부(III) 및 소성영역 후반부(IV)의 각 단계를 나타낸다.

영역(I)에서는 초전도체를 이루고 있는 어떠한 재료도 변형되지 않았기 때문에 아무런 AE신호도 검출되지 않는다. 영역(II)에서는 전반적으로 탄성상태임에도 불구하고 다수의 AE신호가 검출되기 시작하는데, 이는 취성이 매우 강한 Nb<sub>3</sub>Sn 레이어에서 주된 변형이 야기되어 탄성영역 내에서 AE 이벤트가 발생하는 것으로 보아진다. 그리고 이 영역에서 발생하는 신호의 대부분이 취성재료에서 나타나는 AE진폭이 높고 지속시간(duration)이 짧은 돌발형 신호(burst signal)형태와 AE신호의 진폭(amplitude)이 비교적 작고 지속시간이 다소 긴 두 가지 형태의 신호임을 감안하면 Nb<sub>3</sub>Sn 레이어의 변형(deformation)과 더불어 부분적으로 Nb레이어와 Nb<sub>3</sub>Sn 레이어 사이에서의 변형으로 인한 복합적인 거동 때문인 것으로 판단된다.

실제로 보고<sup>[4-7]</sup>된 바에 의하면 Nb<sub>3</sub>Sn 재료의 비기역 변형률이 0.1-0.5% 하임을 감안하여 볼 때, 본 실험에서는 Fig. 3의 결과에서 알 수 있듯이 Nb<sub>3</sub>Sn의 비기역 변형률이 대략 0.35% 이하로써 탄성영역에서 Nb<sub>3</sub>Sn 레이어에 균열이 발생하여 부분적으로 파단됨을 알 수 있다. 그리고 이러한 Nb<sub>3</sub>Sn 레이어에 대한 변형은 전 단계에 걸쳐서 발생하였다. 한편 영역(II)에서 Nb<sub>3</sub>Sn 레이어의 부분적인 파단에도 불구하고 하중이 계속 증가하는 것은 이러한 레이어들의 초기파단이 인장부위의 연신율을 상쇄할 만큼 크지 않고 복합재료의 전체적인 응력에만 의존하기 때문인 것으로 판단된다. 즉, 전체적인 복합재료의 load-bearing capacity 감소가 Cu 및 Nb와 같은 연성성분의 가공경화(work hardening)에 의해서 보상되기 때문이다.

세 번째 단계인 항복점 부근에서부터 소성영역 전반부에 이르면서 AE발생률이 현저하게 증가한다. 이는 Cu의 소성변형에 의한 신호와 더불어 복합초전도테이프를 이루는 모든 재료, 즉 Cu/Nb/Nb<sub>3</sub>Sn의 변형에 의한 복합적인 파괴양상에 기인하기 때문인 것으로 판단된다. 이 단계에서는 영역(II)에 검출되었던 신호들과 Cu 레이어의 변형으로 추정되는 연속형 신호(continuous signals)들이 검출되었다. 이 때 연성재료인 Cu에 대한 신호로써 진폭이 비교적 낮고 지속시간이 긴 신호의 형태가 검출되었으며, 영역 II에서와 마찬가지로 AE 진폭이 Nb<sub>3</sub>Sn 레이어의 변형에 의한 신호보다 다소 낮고 지속시간은 긴 신호들이 현저하게 증가하였다. 이는 Nb 및 Nb<sub>3</sub>Sn 레이어의 계면분리 등에 의한 신호의 중첩에

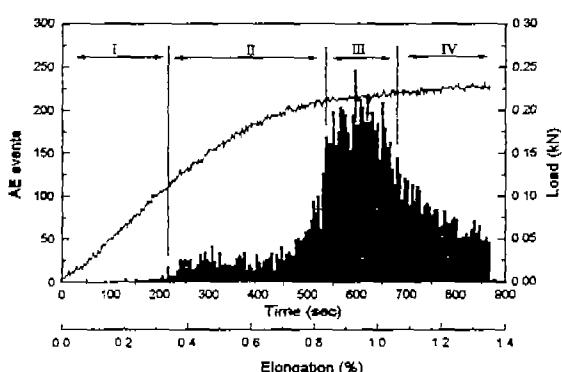


Fig. 3 AE events, Load vs. Elongation, Time

의해서 발생된다고 판단된다.

네 번째 단계로서 소성영역 중반부 이후부터 파단에 이르기까지는 점차 AE이벤트가 감소하는 경향을 나타낸다. 이 단계에서 더 이상 하중이 증가하지 않고 일정한 값을 유지하다가 뚜렷한 하중의 감소 없이 갑자기 파단이 일어나는데, 이는 각 구성성분들의 파단이 복합재료의 연신율의 증가를 상쇄할 만큼 커지면서 나타나기 때문이다.

### 3.2 AE파라미터와 AE발생원

AE 파라미터는 재료의 파손기구와 서로 상관관계를 갖는 것으로 보고되고 있으며<sup>[9]</sup>. AE기술의 중요한 연구과제가 되고 있다. 일반적으로 고강도, 이방성, 비균질재료와 결합을 내포하는 취성재료일수록 진폭이 높은 돌발형 신호를 가지며, 반면 연성재료일수록 진폭이 비교적 낮고 지속시간(duration time)이 긴 연속형 신호를 나타낸다.

Fig. 4는 하중 및 시간에 따른 AE 카운트의 누적분포를 나타낸 결과이다. 그림에 나타난 바와 같이, 영역 I에서는 아무런 신호도 검출되지 않았기 때문에 기울기가 제로이며, 영역 II에서부터 기울기가 비교적 완만하게 증가함을 알 수 있다. 이는 취성재료인 Nb<sub>3</sub>Sn 헤이Fig. 4 Load and AE cumulative counts versus time 어의 연속적인 변형에 기인하기 때문이다. 한편 영역III

에서는 AE카운트의 기울기가 급증함을 알 수 있는데 이것은 일반적으로 복합재료의 계면분리 등에서 나타나는 현상으로 본 경우에 있어서는 일부 Cu레이어의 변형 및 Nb레이어의 파단과 더불어 주로 Nb레이어와 Nb<sub>3</sub>Sn레이어 사이에서 발생되는 신호 때문인 것으로 생각된다. 한편 Cu레이어와 Nb<sub>3</sub>Sn레이어 사이에서의 변형은 관찰되지 않았다. 영역IV에서는 다시 AE카운트의 기울기가 작아짐을 알 수 있다. 이 영역에서는 주로 Nb 및 Cu레이어의 파괴 모드가 지배적이기 때문에 앞서 언급한 모든 파괴형태 중에서 대부분 Cu레이어에 의한 신호들과 Nb레이어의 파단으로 인한 신호가 검출되었다.

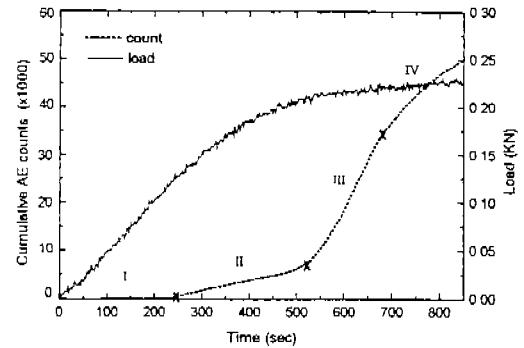


Fig. 4 Load and AE cumulative counts versus time

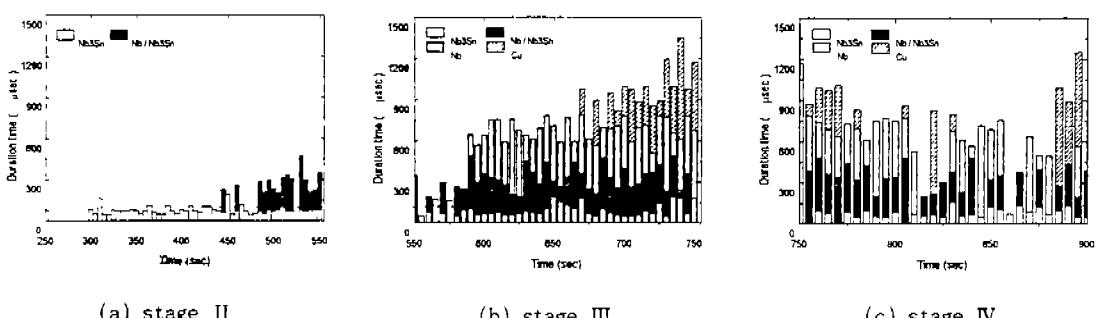


Fig. 5 AE duration time distribution versus time

Fig. 5는 시간에 따른 AE지속시간(duration time)을 나타낸 결과이다. 그림에서 보는 바와 같이, 영역 II에

서 검출된 AE신호는 지속시간이  $200\mu\text{sec}$ 이하의 특성을 가진 신호들이 대부분이며, 450초 이후에는 지속시간이 다소 긴( $200\sim500\mu\text{sec}$ )신호들이 검출될을 알 수 있다. 영역 II에서는  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 레이어의 주된 변형과 더불어 일부  $\text{Nb}$ 레이어와  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 레이어 사이에서의 변형이 지배적이다. 따라서 영역 II의 후반부에 나타나는 일부 신호들은  $\text{Nb}$  및  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 사이에서 발생되는 신호임을 알 수 있다.

한편 영역 III에서는  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 에 의한 신호와 더불어  $\text{Nb}/\text{Nb}_3\text{Sn}$ 레이어 사이의 변형에 기인하여 지속시간이  $200\sim500\mu\text{sec}$ 인 신호들이 급격하게 많이 검출되었다. 그리고  $500\sim800\mu\text{sec}$ 와  $800\mu\text{sec}$  이상의 새로운 신호들이 검출되었는데, 이는  $\text{Nb}$ 레이어의 파단에 의한 신호와  $\text{Cu}$ 레이어의 변형에 의한 신호로 판단된다. 그리고 영역 IV에서는 영역 III에서와 같은 파괴과정이 계속 진행되어 재료의 전체적인 파단에 이르고 있다.

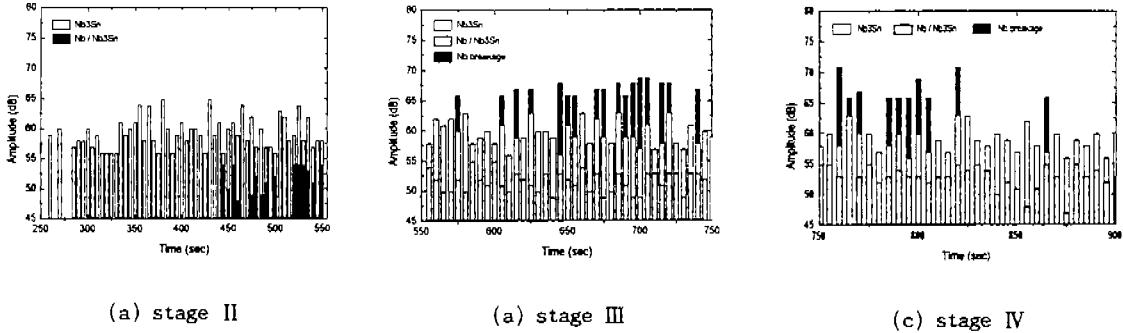


Fig. 6 AE amplitude distribution versus time

Fig. 6은 시간에 따른 AE진폭분포를 나타낸 결과이다. 그림에서 보여주는 바와 같이 영역 II에서의  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 레이어의 변형에 기인한 신호들은 대부분이  $55\sim65\text{dB}$ 사이의 신호들이 지배적이며, 450초 이후의  $45\sim55\text{dB}$ 사이의 신호들은 지속시간(Fig. 5)의 경우와 마찬가지로  $\text{Nb}$  및  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 레이어 사이의 변형에 기인한 신호임을 알 수 있다. 그리고 영역 III에서는  $\text{Nb}$ 레이어의 파단에 의하여  $65\text{dB}$ 이상의 높은 진폭을 가진 신호들이 검출되었다. 그리고 영역 IV에서는 점차적으로 파단에 이르면서 AE진폭이  $50\sim60\text{dB}$ 사이이고 지속시간은  $800\mu\text{sec}$ 이상인  $\text{Cu}$ 레이어에 의한 신호들이 다수 검출되었다.

따라서 이상의 결과로부터, 쥐성파괴가 일어나는  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 레이어의 변형에 의한 신호 특성은 진폭이 최고  $65\text{dB}$ 까지이며, 이때 지속시간은  $200\mu\text{s}$ 이하의 분포를 나타내었다. 그리고  $\text{Nb}$ 와  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 레이어 사이의 변형에 따른 신호 특성은  $45\sim55\text{dB}$  사이의 진폭분포와 이에 따른 지속시간은  $200\sim500\mu\text{s}$ 사이의 분포를 나타내었다.  $\text{Cu}$ 의 변형에 의한 신호특성은 지속시간이  $800\mu\text{s}$ 이상의 분포를 나타내었으며, 진폭은  $50\sim60\text{dB}$ 사이의 분포를 나타내었다. 하지만  $\text{Nb}$ 층과  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 층 경계에서 복합적으로 발생하는 신호들로 인하여 정량적으로 명확하게 구별하기는 어려웠다. 그러나 파형(waveform)을 분석해 보면 신호형태가 구별되는 것을 확인 할 수 있다.

#### 4 결 론

본 연구에서는  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 복합초전도 마그네트의 파괴 거동시 발생되는 AE 신호특성을 연구한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1.  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 층의 파단에 의한 AE 신호를  $\text{Nb}$  및  $\text{Cu}$ 의 파단에 의한 AE 신호와 구분하는데 있어서 AE 진폭

(amplitude) 및 지속시간(duration time), AE count와의 밀접한 관계가 있음을 보였다.

2. 츄성재료인 Nb<sub>3</sub>Sn층의 변형에 의한 AE 신호특성은 일반적으로 진폭이 높고 지속시간이 짧으며, Cu와 같은 연성재료일수록 진폭이 낮은 반면 지속시간은 길게 나타남을 알 수 있었다.
3. 따라서 AE event, 진폭 및 지속시간 등과 같은 AE 파라미터를 통하여 각 재료의 신호특성을 분류할 수 있었으며, 복합초전도 마그네트의 핵심인 Nb<sub>3</sub>Sn층에 대한 미시적 변형 거동에 대한 평가가 가능함을 알 수 있었다.

### 참고문헌

- [1] 超導體의 基礎와 應用, 大韓電氣協會, pp. 140~145, 1993
- [2] Joon.-Hyun Lee et al., "Acoustic Emission Monitoring of Fracture Process of SiC/Al Composites under Cyclic Loading", Proc. of 4th International Symposium on Acoustic Emission from Composite Materials (AECM-4), pp.300-309, Publ, ASNT, Seattle, U.S.A., 1992
- [3] Joon-Hyun Lee et al., "Acoustic Emission Characterization of Single and Dual Fiber Reinforced Metal Matrix Composite", Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, Vol.17, 1998
- [4] Kozo Osamura, "Composite Superconductors", pp. 150~164, 1994
- [5] Shjiro Ochiai, Makoto Ryoji, "Tensile strength of Bronze-Processed Nb<sub>3</sub>Sn Compound with Titanium Addition", Transaction of the Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 28, pp. 973~977, 1988
- [6] Ochiai, S., Uehara, T (1986b). J. Mater. Sci., 21:1027
- [7] K.watanabe, Katagiri, "Residual Strain Estimation Multifilamentary Nb<sub>3</sub>Sn wires with CuNb enforcement" IEEE, Trans. Appl. Superconductivity, Vol.5, pp. 1905~1908, 1995
- [8] "Fundamentals of Acoustic Emission testing", Nondestructive Testing Handbook, Vol.5, pp 12~19, 1987
- [9] "Acoustic Emission Diagnostic and Monitoring Techniques for Superconducting Magnets". American society for Nondestructive Testing, Vol. 5, pp. 389~401, 1987