

## Formation of biaxial-texture of Ni substrates for deposition of YBCO superconductor by electrodeposition

Kyu Hwan Lee, Jaimoo Yoo, Hyung-Sik Chung\*

이규환, 유재무, 정형식\*

66, Sangnamdong, Changwon, Kyungnam, 641-010, Korea,  
Korea Institute of Machinery and Materials

\*Department of Material Science Engineering, Ajou University

### Abstract

In order to evade the patent of Oak Ridge National Laboratory (RABiTS process) and search for more economical process, a new process for producing the biaxially textured Ni tape by electrodeposition has been investigated. Electrodeposition was performed in the modified Watts bath. The crystal orientations of electrodeposited Ni were analysed by X-ray pole figure,  $\phi$ -scan and  $\omega$ -scan. The electrodeposited Ni tape showed cube texture with good out-of plane ( $< 8^\circ$ ) and in-plane alignment ( $< 20^\circ$ ).

Keywords : electrodeposition, magnetic field, YBCO, RABiTS

### I. 서론

RABiTS 공정[1-2]은 Ni 판재를 재결정하여 biaxial texture 를 얻은 뒤, 중간층과 YBCO 초전도층을 코팅하는 기술로 다결정의 기판을 사용하여 고온 초전도 박막을 장산화 방법으로 큰 관심을 모으고 있다. 이 공정은 Ni 기판에 재결정 집합조직을 얻기 위해 90% 이상의 압축을 갖는 압연공정과 열처리공정을 포함하고 있어 공정이 복잡하고 시간과 시설투자 비용이 크다.

일반적으로 전착층은 기판과 수직인 방향으로 배향하는 fiber texture 를 갖는 특성을 지니고 있어 이를 in-plane alignment 를 시킬수만 있다면 RABiTS 의 특허를 피하면서 가격과 연속 제조의 측면에서 유리할 것으로 기대된다. 전기도금 및 무전해도금에 있어서 자기장을 인가하면, 연구자에 따라 이점이 있기는 하지만, 도금층의 전착효율, 표면조도, 표면형상등 여러가지 물성에 영향을 준다는 연구결과가 보고되고 있다.[3,4]

본 연구에서는 자기장하에서 Ni 전기도금을 하여, 전착층의 texturing 거동에 미치는 자기장의 영향에 대하여 고찰하고, YBCO 박막의 기판으로서의 가능성을 알아보았다

### II. 실험방법

Ni 도금액은 Watts bath 를 기본으로 하는 용액의 농도를 일부 modify 하여 제조하였고 불순물의 혼입을 최대한 방지하기 위하여 첨가제는 사용하지 않았다. 시편으로는 시판되는 3N 급의 순도를 갖는 Cu 판재를 사용하였는데 시편의 크기는 실험목적에 따라 1 cm<sup>2</sup>의 원판형 및 3cm × 3 cm의 사각형을 사용하였다. 도금조로는 500ml 용량의 pyrex 비이커를 사용하였는데, 전자석의 양극사이에 위치한 PVC 항온도 내에 넣어 사용하였다.

전착층은 기판에 수직 방향으로 섬유집합조직이 발달할 수 있기 때문에 전기도금법으로 {100}<100> 집합조직을 얻기 위해서는 먼저 결정립의 <100>축을 기판에 수직이 되도록 한

뒤, 그 조건에 자기장을 가하여 in-plane alignment가 발생할 수 있도록 하였다.

전기도금방법으로는 DC와 PR(Periodic Reverse)도금 방식을 채택하였는데, 실험계획법을 이용하여 결정면의 <100>축이 소지의 수직 방향으로 정렬할 수 있는 최적 전착조건을 얻고자 하였다.

기판의 수직 배향성 정도는 XRD  $\theta$ - $2\theta$  scan 으로부터 얻은 패턴으로부터 texture fraction 값을 계산하여 판단하였다. Texture fraction 은 다음의 식으로 구하였는데, 여기에서  $I(hkl)$ 과  $I_0(hkl)$ 은 각각 시편과 표준분말시표의 특정면에 대한 강도이다.

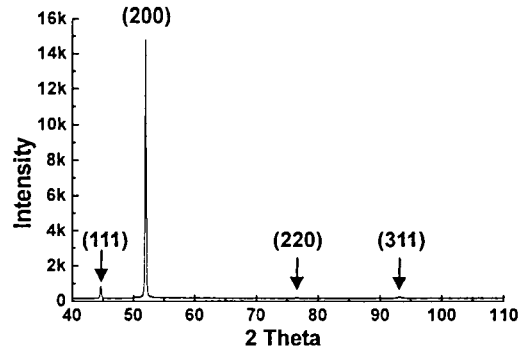
$$TF(hkl) = \frac{I(hkl)/I_0(hkl)}{\sum [I(hkl)/I_0(hkl)]}$$

Biaxial texturing 을 위하여 여러 전착 조건에서 자기장을 0 ~ 0.3T로 인가하면서 전기도금을 수행하였다. 전착된 Ni 층은 Pole figure를 측정하여 cube texture의 발생을 확인하였고, in-plane alignment는 phi-scan으로, out-of-plane alignment는  $\omega$ -scan으로 측정을 한 뒤 반가폭(FWHM)으로 판단하였다.

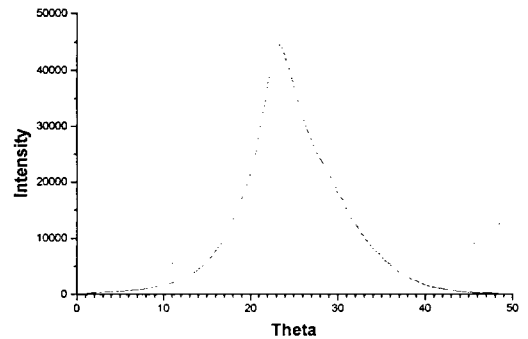
### III. 결과 및 고찰

그림 1의 (a)는 표 1의 조건으로 DC 전착된 Ni 도금층의 XRD 패턴이다. 이 그림에서 (200)면이 지배적으로 발달을 하고 있고 약간의 (111) 결정면 피크가 보인다. 이 전착층의 TF(200)값은 0.96 이므로 대략 결정립의 96%가 (002)면이 기판과 수평하게 배향해 있다는 것을 의미한다. 또한 (b)의 omega scan 을 보면 반가폭이 약  $8^\circ$  로 out-of-plane alignment 정도도 상당히 좋은 것을 알 수 있다

그림 2의 (a)는 그림 1의 전착 Ni 에 대한



(a)



(b)

pole figure 이다. 자기장을 가하지 않고 DC 전착한 Ni 층은 alpha 각이  $54.7^\circ$  인 위치에서 가장 강한 강도를 가지고  $360^\circ$  원형으로 띠를 이루고 있어, 기판의 수직방향으로 (002)면이 배향하고 in-plane 으로는 random 한 집합조직인 ND-rotated cube texture 와 같은 조직을 이루고 있다는 것을 알 수 있다. 그러나 (b)와 (c)에서 처럼 0.3T의 자기장하에서 DC 및 PR 전착된 Ni 도금층의 pole figure는 각각  $\alpha=54.7^\circ$  인 곳에서 4-fold symmetry를 가지면서 등고선이 집중되는 것으로 보아 cube texturing 이 발달하

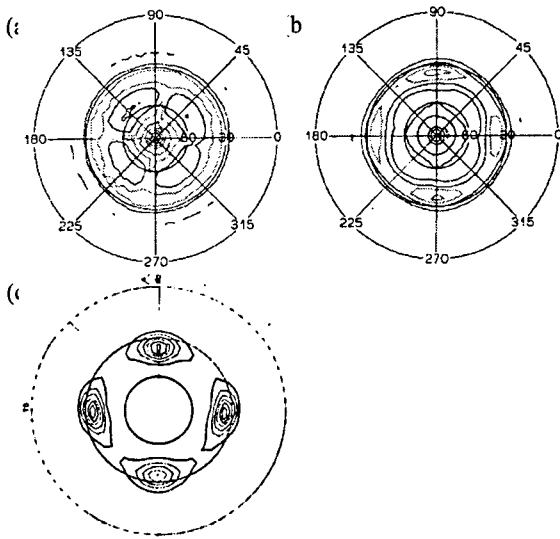


그림 2 전착된 Ni의 pole figure  
(a) DC 도금 (b) DC 도금 + 자기장  
(c) PR 도금 + 자기장

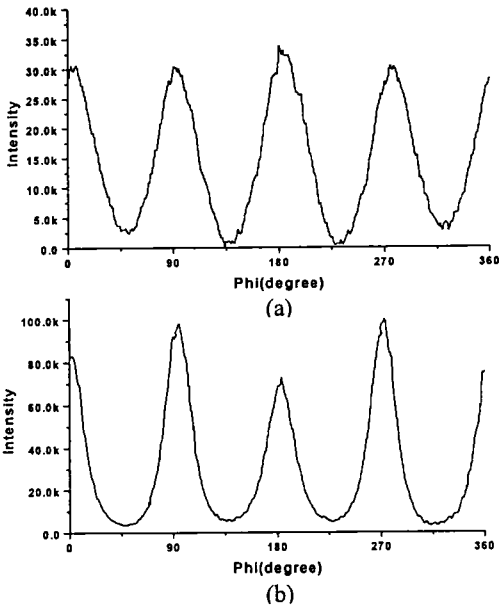


그림 3 전착 Ni의 phi-scan  
(a) DC 도금 (b) PR 도금

고 있다는 것을 알 수 있다. 전착은 압연과 달리 RD, TD의 의미가 없기 때문에 pole figure에서 phi 각이 45° 위치에 오질 않고 0, 90, 180,

270°에서 피크가 위치한 것에는 특별한 의미는 없다고 할 수 있다.

전착층의 집합조직 형성에 대한 자기장의 영향에 대하여 알려진 바는 없으나 전착효율, 표면형상등에 대해서는 일반적으로 Lorentz 힘으로 설명하는 경우가 많다. 즉, 전착시 자기장을 가하면 다음의 식과 같이 로렌츠 힘이 도금액 중에 존재하는 Ni 이온에 미치게 될 것으로 생각하고 있다.

$$F = q(E + v \times B)$$

여기서 F는 Lorentz 힘, q는 이온의 전하, v는 이온의 속도 벡터, B는 자장벡터이다.

그러므로 자기장이 가해진 도금액속에서는 음극으로 이동하는 전하에 Lorentz 힘에 의해 특정 방향으로 휘어지면서 Ni 원자가 석출할 격자 위치에 어떤 변화가 생기는 것으로 생각된다.

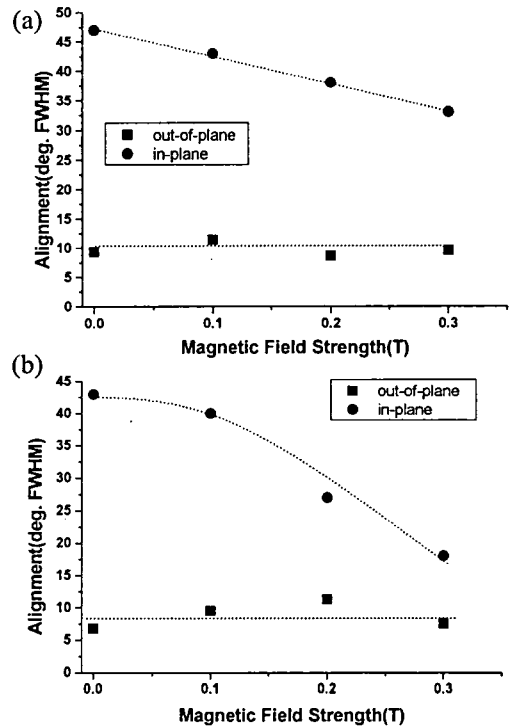


그림 4 In-plane 및 out-of-plane alignment에 미치는 자기장의 영향  
(a) DC 도금 (b) PR 도금

그림 4는 DC 및 PR 전착시 인가된 자기장의 세기에 따른 in-plane alignment와 out-of-plane alignment의 변화를 나타낸 것이다. 그림에서 보면 자기장의 세기가 0으로부터 0.3T로 증가할 때 전착 방법에 관계없이 in-plane alignment는 상당히 증가하지만, out-of-plane alignment는 변화가 없는 것을 알 수 있다. 한편 DC 전착법과 PR 전착법을 비교해보면, DC보다 PR 법에 의해 전착된 Ni 층의 in-plane alignment가 DC로 얻은 것보다 약간 우수한 것을 알 수 있다. 이것은 PR 전착의 특징인 석출과 용해 과정을 통하여 Ni 원자가 더욱 우수한 정렬을 할 수 있는 확률이 커지기 때문인 것으로 판단되었다.

#### IV. 결론

본 연구에서는 전착법에 의해 고온 초전도 테이프에 사용되는 Ni 기판의 제조가능성에 대한 feasibility study를 하였다. 도금시 <100>축이 기판에 수직이 되도록 전착될 수 있는 조건에

서 자기장을 가하면 전착층은 in-plane alignment가 일어나 {100}<100> texture가 발생하는 경향을 나타내었다. 본 연구에서 얻은 전착층의 phi-scan시 FWHM값은 최대 약 20°로 in-plane alignment가 그다지 좋지는 않지만 out-of-plane alignment는 약 8°로 상당히 우수하였다. 본 연구는 전착법으로도 biaxial texture를 얻을 수 있는 가능성을 보여준 것으로 그 의미가 있다고 하겠다.

#### References

- [1] A. Goyal, et. al., Appl. Phys. Lett., **69**, 12, 1795 (1996)
- [2] D. P. Nortoin, et. al., Science, **274**, 755 (1996) J. Clerk Maxwell, A Treatise on Electricity and Magnetism, 3rd ed., 2. Oxford, 68-73 (1892).
- [3] A. Chiba and T. Ogawa, Surface and Coating Technology, **34**, 456 (1988)
- [4] J. Dash and W. W. King, J. Electrochem. Soc., **119**, 51 (1972)