

## YBCO 박막선재용 Ni-substrate의 제조 및 집합도 평가

지봉기\*, 임준형\*, 이동욱\*, 김호진\*, 주진호\*, 나완수\*\*, 홍계원\*\*\*, 박해웅\*\*\*\*, 김찬중\*\*\*\*\*, 박노진\*\*\*\*\*

- \* 성균관대학교 신소재공학부
- \*\* 성균관대학교 전기전자컴퓨터공학부
- \*\*\* 한국산업기술대학교 전자공학과
- \*\*\*\* 한국기술교육대학교 신소재공학부
- \*\*\*\*\* 한국원자력연구소 원자력재료 기술개발팀
- \*\*\*\*\* 금오공과대학교 신소재시스템공학부

### Fabrication and characterization of textured Ni-substrate for YBCO coated tape

Bong Ki Ji\*, Jun Hyung Lim\*, Dong-Wook Lee\*, Ho-Jin Kim\*, Jinho Joo\*,  
Wansoo Nah\*\*, Gye-Won Hong\*\*\*, Hai Woong Park\*\*\*\*, Chan-Joong Kim\*\*\*\*\*  
and No-Jin Park\*\*\*\*\*

- \* School of Metallurgical and Materials Engineering, Sungkyunkwan University
- \*\*School of Electrical and Computer Engineering, Sungkyunkwan University
- \*\*\* Department of Electronic Engineering, Korea Polytechnic University
- \*\*\*\* Korea University of Technology and Education
- \*\*\*\*\* Nuclear Material Development Team, Korea Atomic Energy Research Institute
- \*\*\*\*\* School of Material & System Engineering, Kumho National University of Technology

jinho@skku.ac.kr

**Abstract** - We fabricated textured Ni substrate for YBCO coated film and evaluated the degree of texture in terms of rolling condition and annealing time. The substrate was compacted from pure Ni powder and reduced the thickness to 100  $\mu\text{m}$  by rolling followed by heat treatment.

As decreasing the thickness of substrate, it was observed that the non-uniform deformation such as 'wave edge' or 'wave buckle' developed locally on it, causing reduced texture. On the other hand, uniformly deformed substrate showed better cube texture indicating the FWHM of in-plane and out-of-plane of about  $11^\circ \sim 14^\circ$ . In addition, annealing at  $1000^\circ\text{C}$  for 1~8 hr did not make a remarkable difference on the texture.

### 1. 서 론

높은 자장에서 통전능력이 우수한 고온초전도 박막선재를 개발하기 위해서는 우수한 집합조직을 가지는 substrate의 개발이 선행되어야 한다. FCC 구조를 가진 Ni 금속은 냉간 압연과 재결정을 통하여 입방결정조직(cube texture)을 형성시킬 수 있다. 형성된 집합조직(texture)은 단결정 수준에는 이르지 못하지만

제조조건에 따라서 매우 우수한 결정의 정렬성을 갖는 것으로 보고되고 있다[2].

일반적으로 압연 공정을 통하여 Ni 금속이 변형될 때 균일한 두께(uniform thickness)와 직진성(degree of flatness)이 중요하게 요구된다. 그러나 두께 100  $\mu\text{m}$ 의 선재형태가 되도록 압연공정을 반복함에 따라 Ni 금속은 상당한 양의 변형율을 받게 되며 공정 변수에 따라 민감하게 변형된다. 즉 roll의 크기, 평형 및 평탄도, 조도, 경도, 인장력의 정도, roll deflection, 단계별 두께 감소율 등의 변화에 따라 시편이 불균일하게 변형될 수 있으며 이로 인해 시편의 집합도는 현저하게 감소될 것이다[3]. 뿐만 아니라 압연공정 이후 열처리과정에 의하여 결정립의 크기 및 배향성이 변화하여 집합조직의 발달에 직접적인 영향을 미치는 것으로 보고되고 있으나 이에 대한 최적공정 변수는 완전히 확립되지 않고 있다[3].

그러므로 본 연구에서는 압연과정에서 Ni의 규칙 변형 정도와 재결정화 시간이 집합조직에 미치는 효과를 평가하였다. 초기 시편은 불순물 혼입을 최소화하기 위하여 분말공정법으로 제조하였으며 pole-figure 등을 이용하여 집합조직을 분석하였다.

### 2. 실험방법

실험은 Aldrich사의 Ni-powder(99.99 %,

200 mesh) 40 g을 silicon rubber에 충전하고, 200 MPa의 냉간정수압을 가하여 rod형태(compact, 길이 120 mm, 직경 7.2 mm)로 제조하였다. 제조된 compact는 1100°C, 96% Ar - 4% H<sub>2</sub> 분위기에서 6시간 동안 소결하였으며, 승온 및 냉각속도는 300 °C/hr로 하였다. Compact의 소결 시 공기중의 산소가 유입되면 시료 표면에 산화물이 생성되어 집합조직의 발달을 방해하므로 sealing에 만전을 기하였다. 소결이 완료된 compact는 충분한 인장력을 가하면서 단계별 두께 감소율을 5 %로 유지하여 압연하였다. 두께 100 μm까지 압연이 완료된 Ni-tape은 소결 시와 같은 승온 및 냉각 속도로 1000°C, 96% Ar - 4% H<sub>2</sub> 분위기에서 각각 1, 4, 8 시간 동안 재결정 열처리를 하였다. 시편의 집합조직은 texture-goniometer (BRUKER-AXS, D5005)를 이용하여 평가하였으며, 특히  $\theta$ -2 $\theta$  scan, pole-figure, in-plane( $\phi$  scan), out-of-plane( $\omega$  scan)의 diffraction pattern을 분석하여 평가하였다.

### 3. 결과 및 고찰

직경 7.2 mm인 compact로부터 두께 100 μm의 tape 형태로 압연할 경우 시편은 상당한 양의 변형을 받게 되며 두께가 감소함에 따라 불규칙하게 변형될 수 있다. 특히 시편이 한쪽 방향으로 휘어지는 현상과 시편 가장자리의 변형이 많아짐에 따라 'wave edge'나 'zipper break' 등의 현상이 발생하게 되며 이로 인해 시편의 집합도는 현저하게 감소될 것이다.

그러므로 압연과정에서 발생하는 불규칙한 변형이 최종 박막에서의 집합도에 미치는 정도를 파악하기 위하여 두 가지 방법으로 시편을 가공하였다. 첫 번째 방법은 시편을 연속적으로 압연한 후 열처리하였으며 압연과정 동안에 시편에 미세하게 'wave edge' 또는 'wave buckle' 같은 불규칙한 변형이 미세하게 나타났다. 두 번째 방법은 약 5 회의 압연공정마다 시편에서 불규칙하게 변형된 부분을 제거하고 균일하게 변형된 부분만을 재 압연하는 공정을 반복한 후 열처리하였다. 압연 공정에서 roll의 속도 및 단계별 두께 감소율 등은 같이 적용하였으며 첫 번째 방법으로 제작된 시편을 '불규칙 변형시편' 두 번째 시편은 '규칙 변형시편'으로 명기하였다.

그림 1은 100 μm의 tape 형태로 압연하고 1 hr 동안 열처리한 불규칙 시편((a)~(c))과 규칙 시편((d)~(f))의 pole-figure 그림이다. 그림 1의 (a)~(c)에서 (111) pole-figure를 보면 4 개의 pole이 4-회전 형태의 대칭성을 이루고있지 않으며, (200) pole-figure에서도 [111] || ND 집합조직 성분 이외의 집합조직이 분포함을 볼 수 있으며, (220) pole-figure 역시 대칭성이 떨어지며 집합조직이 강하게 발달하지 못하였다.

이와 대조적으로 그림 1의 (d)~(f)에서는 (111) pole이 강한 4-회전 대칭성을 이루고, (200)

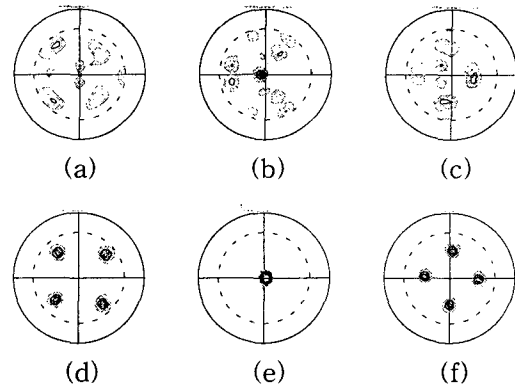


Fig. 1. Experimental pole-figure of (a) (111), (b) (200) and (c) (220) plane from non-uniformly deformed specimen, and (d) (111), (e) (200) and (220) plane from uniformly deformed specimen.

pole-figure에서도 강하게 발달된 [111] || ND의 pole를 볼 수 있다. 그리고 측정된 반가폭은 in-plane에서 11.3°, out-of-plane에서 13.7°로 나타났다. 이 결과는 Goyal의 연구결과에 비하면 집합조직이 다소 낮으나 압연공정에서 시편의 균일한 변형이 최종 집합조직 형성에 매우 중요한 변수임을 알 수 있다[3].

압연 공정 후 열처리과정에 의하여 결정립의 크기 및 배향성이 변화될 수 있으므로 1000°C에

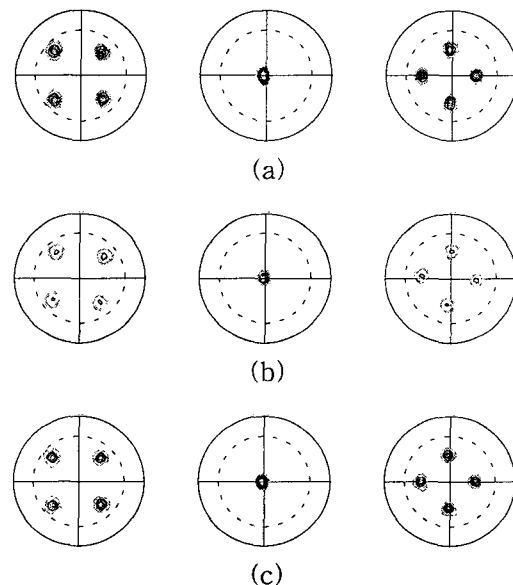


Fig. 2. Experimental pole-figure from uniformly deformed specimen after heat treatment for (a) 1, (b) 4, and (c) 8 hrs.

서 열처리 시간을 각각 1, 4, 8 시간으로 달리 하여 하여 집합조직의 변화정도를 관찰하였다. 그림 2는 열처리 시간에 따른 '규칙 변형시편'의 pole-figure 이며 집합도의 재현성을 검증하기 위하여 그림 1의 (d)~(f) 시편과 다른 compact로부터 제조하였다. 그림 2의 (a)는 1 시간 열처리

후 측정된 (111), (200), (220) pole-figure이다. 측정된 반가폭은 in-plane에서  $11^\circ$ , out-of-plane에서  $14.9^\circ$ 로 나타났다. 그림 2의 (b)와 (c)는 각각 4 시간과 8 시간 열처리 후 측정된 (111), (200), (220) pole-figure이다. 측정된 반가폭은 in-plane에서 각각  $11^\circ$ ,  $12^\circ$ 이며, out-of-plane에서  $13.0^\circ$ 와  $13.6^\circ$ 로 나타났다. 즉 재결정을 위한 열처리 시간이 1, 4, 8 시간으로 변화하여도 본 실험에서 선택된 열처리시간 범위에서 집합조직의 두드러진 변화는 관찰되지 않았다. 이러한 결과는 Boffa 그룹에서 보고한 자료와도 잘 부합된다[4]. 그러므로 열처리 시간을 1 시간 미만을 하여 최적 열처리 시간을 확립하여야 할 것이다. 또한 그림 1의 (d)~(f)와 그림 2의 반가폭을 비교해 보면 그 변화가  $1^\circ$  내외로 미소하므로 재현성이 우수한 것으로 판단된다.

#### 4. 결 론

Ni 분말을 이용하여 집합조직이 우수한 YBCO 박막선재용 Ni-substrate를 제조하였으며 압연과정과 열처리 공정변수를 달리하여 집합조직에 미치는 효과를 pole-figure를 이용하여 정량적으로 비교 평가하였다.

규칙변형시편에서 (111) pole은 강한 4-회전 대칭성을 이루고, (200) pole은 강한  $[111] \parallel ND$  집합조직 성분을 가지고 있는 것으로 나타났다. 또한, (220) pole 역시 강한 대칭성을 이루었으며, 이때 측정된 반가폭은 in-plane에서  $11.3^\circ$ , out-of-plane에서  $13.7^\circ$ 로 나타났다. 이는 불규칙 변형시편에 비하여 집합조직이 향상된 것으로서 압연공정에서 시편의 균일한 변형이 최종 집합조직 형성에 매우 중요한 변수임을 알 수 있다.

재결정을 위한 열처리 시간이 1, 4, 8 시간으로 변화하여도 본 실험에서 선택된 열처리시간범위에서 집합조직의 두드러진 변화는 관찰할 수 없었으며 재현성은 우수한 것으로 나타났다.

#### 감사의 글

“본 연구는 21세기프론티어 연구개발사업인 차세대초전도응용기술개발 사업단의 연구비 지원에 의해 수행되었습니다”

#### 참 고 문 헌

- [1] X. D. Wu, S. R. Foltyn, P. Arendt, J. Townsend, I. H. Campbell, P. Tiwari, Q. X. Jia, J. O. Willis, M. P. Maley, J. Y. Maley, J. Y. Coulter and D. E. Peterson, "Preparation of High Quality  $YBa_2Cu_3O_{7-6}$  Thick Films on Flexible Ni-based Alloy Substrates with Textured Buffer Layers" IEEE Trans. on Appl. supercon., 5, 2, 2001~2006, 1995
- [2] A. P. Malozemoff, W. Carter, S. Fleshler, L. Fritzemeier, Q. Li, L. Masur, P. Miles, D. Paker, R. Parrella, E. Podtburg, G. N. Riley Jr., M. Rupich, J. Scudiere and W. Zhang, "HTS Wire at Commercial Performance Levels", IEEE Trans. on Appl. supercon., 9, 2, 2469~2473, 1999
- [3] A. Goyal, S. X. Ren, E. D. Specht, D. M. Kroeger, R. Feenstra, D. Norton, M. Paranthaman, D. F. Lee and D. K. Christen, "Texture Formation and Grain Boundary Networks in Rolling Assisted Biaxially substrates and in Epitaxial YBCO Films on Such Substrates", Micron, 30, 5, 463~478, 1999
- [4] T. Petrison, V. Boffa, G. Celentano, L. Ciontea, F. Fabbri and U. Gambardella, "Development of Biaxially Aligned Buffer Layers on Ni and Ni-based Alloy Substrate for YBCO Tapes Fabrication" IEEE Trans. on Appl. Supercon. 9, 2, 2256~2259, 1999