

논문 16-10-14

## YBCO 박막선재용 Ni 기판의 집합도에 미치는 제조공정 변수효과

### Effect of Processing Variables on the Texture of Ni Substrate for YBCO Coated Conductor

지봉기<sup>\*</sup>, 임준형<sup>\*</sup>, 이동욱<sup>\*</sup>, 주진호<sup>\*</sup>, 나완수<sup>\*\*</sup>, 김찬중<sup>\*\*\*</sup>, 홍계원<sup>\*\*\*\*</sup>  
(Bong Ki Ji<sup>\*</sup>, Jun Hyung Lim<sup>\*</sup>, Dong Wook Lee<sup>\*</sup>, Jin Ho Joo<sup>\*</sup>, Wan Soo Nah<sup>\*\*</sup>,  
Chan Joong Kim<sup>\*\*\*</sup>, and Gye Won Hong<sup>\*\*\*\*</sup>)

#### Abstract

We fabricated Ni-substrate for YBCO coated conductors and evaluated the effects of pressing and annealing temperature and time on texture. Ni substrate was fabricated by powder metallurgy technique and compacts were prepared by applying uniaxial or isostatic pressure. The texture of substrate made by applying cold isostatic pressure (CIP) was stronger than that by uniaxial pressure which we attribute to the fact that the CIP method provided higher density and more uniform density distribution.

It was observed that the substrate annealed at 400°C showed both retained texture and recrystallized texture. On the other hand, the texture of substrate significantly improved at annealing temperature above 500°C, forming strong 4-fold symmetry, [111] || ND texture, and FWHM of 9~10°. It is to be noted that the degree of texture was almost independent of annealing temperature(500~1000°C) and annealing time(1~54 min, at 1000°C).

EBSM and AFM analysis indicated that 99% of grain boundaries was low angle grain boundary and RMS was approximately 3 nm, respectively. Development of strong cube texture and high fraction of low angle grain boundary of Ni-substrate made by powder metallurgy technique in our study is considered to be suitable for the application of YBCO coated conductors.

**Key Words :** Ni-substrate, Pole-figure, Powder metallurgy technique, Texture

#### 1. 서 론

초전도 박막선재는 금속 기판 위에 각종 방법으로 제조된 여러 완충층 위에 YBCO 초전도 박막을

\* : 성균관대학교 금속재료공학부  
(경기도 수원시 장안구 천천동 300,  
Fax : 031-290-7371,  
Corresponding Author : jinho@skku.ac.kr)  
\*\* : 성균관대학교 정보통신공학부  
\*\*\* : 한국원자력연구소 원자력재료기술개발부  
\*\*\*\* : 한국산업기술대학교 에너지대학원  
2003년 3월 5일 접수, 2003년 4월 24일 1차 심사완료,  
2003년 5월 20일 최종 심사완료

증착시킨 구조로 되어 있다[1-3]. 그러므로, 그 기저가 되는 금속 기판은 완충층이나 YBCO 박막을 epitaxial하게 성장시키기 위해 집합조직 뿐만 아니라 표면 조도 등의 특성이 우수하여야 한다. 이때 금속기판으로 사용되는 Ni과 같은 금속 tape은 특별히 개발된 입연과 열처리 공정에 의하여 강한 2 축 집합조직을 가지도록 제조하며, 그 위에 같은 배향성을 가지는 산화물 완충층을 만드는 RABiTS(Rolling Assisted Biaxially Textured Substrate)공정이 개발되었다[4]. 또한 e-beam 증발법이나 sputtering 방법을 사용하여 CeO<sub>2</sub>, YSZ, NiO<sub>2</sub> 등의 완충층을 빠른 시간에 제조하여 YBCO 증착에 사용되는 template를 만

는 다음 PLD 등의 방법으로 YBCO 박막층을 증착 시켜  $1 \text{ MA/cm}^2$  이상의 임계전류밀도를 가지는 박막선재가 개발되고 있다[5].

이전에 개발된 Ag/BSCCO 복합선재의 경우 실질적으로 필요한 자장의 크기를 고려할 때 35 K 이상의 온도에서는 사용이 제한되나, YBCO 초전도체를 이용한 박막선재의 경우 77 K에서도 높은 임계전류밀도를 얻을 수 있으므로 모터, 발전기, 면압기 그리고 한류기와 같은 초전도 전력기기를 액체질소를 냉매로 사용하여 개발할 수 있다는 잇점이 있다.

YBCO 박막선재를 제조하는데 가장 기초가 되는 것은 양축정렬된 금속기판을 제조하는 것이다. YBCO 박막선재용 니켈 기판의 제조는 초기 시편의 준비에 따라 크게 주조법과 분말야금법으로 양분될 수 있다. 주조법은 압연 시 높은 두께 감소율을 효과적으로 적용할 수 있으며, 분말야금법에 의해 제조된 성형체와 비교할 때 공정이 단순하고, 초기 밀도가 높으며, 초기 시편의 크기에 제약이 적다. 그러나 주조법은 제조중에 불순물이 유입될 수 있으며, Ni 용체에서 합금원소의 균일한 분포를 제어하는데 다소 어려움이 있기 때문에 합금의 제조가 상대적으로 복잡해진다. 그리고 압연이나 재결정 열처리를 통해 얻어지는 집합조직의 형성을 제한하는 주상 또는 수지상 조직들이 ingot에서 생겨날 수 있다[6].

대조적으로 분말야금법은 주상 또는 수지상 조직의 형성없이 미세한 조직을 얻을 수 있으며, 침가원소들을 균일하게 분포시킬 수 있어 합금화가 용이한 장점을 가지고 있다. 기판의 집합도는 분말의 형상과 크기, 성형체에 작용한 압력의 크기와 방향, 압연에서의 두께 감소율, 재결정 열처리 온도와 시간 등과 같은 공정변수들에 의해 영향을 받게 된다. 그러나 이러한 변수들이 체계적으로 연구되지 않고 있으므로, 기판의 집합도를 개선시키는 최적의 공정조건들이 확립되어져야 할 것이다.

본 논문은 Ni 기판을 분말야금법에 의해 단일축 압력과 냉간정수압을 이용하여 성형체를 제조하였으며, 제조된 Ni 기판의 미세구조와 집합도에 대하여 성형체 제조방법과 열처리 온도와 시간의 영향을 평가하였다.

## 2. 실험 방법

Ni 기판은 99.99%의 순수한 Ni 분말(200 mesh)

을 사용하여 분말야금법에 의해 제조되었다. 초기 성형체는 각각 단일축 압력과 냉간정수압에 의해 제조되었다. 전자에서, Ni 분말을 금속 mold에 충진하고, 200 MPa의 단일축 압력을 가하여 성형체( $50 \times 20 \times 8 \text{ mm}^3$ )를 제조하였다. 냉간정수압에서는, Ni 분말을 실리콘 mold에 충진하고 200 MPa의 정수압을 가하여 길이 120 mm, 직경 8 mm의 봉형 성형체를 제조하였다. 단일축 압력과 냉간정수압에 의해 제조된 성형체의 밀도는 각각 이론값의 55.9%와 63.2%였다. 성형체는 1100°C, 96%Ar-4%H<sub>2</sub>의 분위기에서 6시간 동안 소결하였으며 승온 및 냉각속도는 300°C/h로 하였다.

소결된 시편들은 2단 압연기를 통하여 얇은 tape 형태로 냉간압연되었고 균일하게 변형되도록 압연방향으로 인장응력을 시편에 가하였다. Ni 기판의 최종 두께와 폭은 각각 100 μm와 10 mm였다. 재결정을 위한 열처리는 400~1000°C 범위에서 100°C 간격으로, 1~60분 범위에서 6분 간격으로 행하였으며, 분위기와 승온 및 냉각속도는 소결단계에서 사용된 것과 동일했다.

성형체의 밀도는 아르키메데스법에 의해 측정하였고 미세조직은 광학현미경과 SEM(scanning electron microscope)에 의해서 관찰하였다. Ni 기판의 집합도는 texture-goniometer(BRUKER-AXS, D5005)를 이용하여 평가하였으며, 특히  $\theta - 2\theta$  scan, pole-figure, in-plane( $\varphi$  scan), out-of-plane( $\omega$  scan)의 diffraction pattern을 분석하여 평가하였다. 또한 집합도를 정량화하기 위하여 EBSD(electron back scattered diffraction pattern, JSM-6300)를 이용하였다. 표면 조도는  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$  면적에서 AFM(atomic force microscope, APEM-1000)을 이용하여 관찰하였다.

## 3. 결과 및 고찰

Ni 기판의 집합도 변화에 대한 압력의 영향을 평가하기 위해서 단일축 압력과 냉간정수압을 가하여 제조된 각각의 기판에 대해서 pole-figure를 구하였다. 두 개의 기판은 비교를 위해 같은 냉간 압연, 소결조건, 재결정 열처리 조건이 적용되었다. 그림 1은 1000°C에서 1분 동안 재결정 열처리한 기판의 (111), (200), (220) pole-figure를 보여준다. 단일축 압력에 의해 제조한 기판은 그림 1(a)-(c)에서 보는 바와 같이 cube 집합조직이 덜 발달된 것을 볼 수 있다. 4 개의 (111) pole은 대칭성이 멀

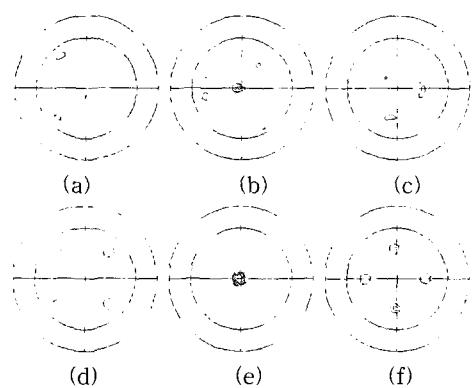


그림 1. 단일축 압력(a)-(c)과 냉간 정수압 방식(d)-(f)으로 제조된 니켈 기판의 (111), (200), (220) 극점도.

Fig. 1. (111), (200), and (220) incomplete pole figures of the substrates processed by applying uniaxial pressure (a)-(c) and cold isostatic pressure (CIP) (d)-(f).

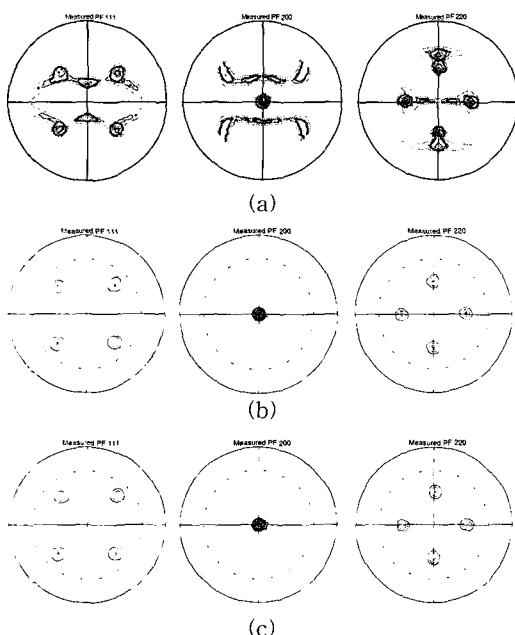


그림 2. (a) 400°C, (b) 500°C, (c) 800°C에서 1분 간 재결정 열처리된 니켈기판의 (111), (200), (220) 극점도.

Fig. 2. (111), (200) and (220) pole figures of Ni tapes annealed at (a) 400°C, (b) 500 °C and (c) 800°C for 1 min.

어지며, [111] // ND 집합조직은 평활하게 관찰되지 않았다. 이와 대조적으로 냉간정수압에 의해 제조한 기판은 상대적으로 우수한 집합조직을 나타내었으며, 반가폭은 in-plane과 out-of-plane에서 각각 10.53°, 8.57°로 측정되었다.

이 결과는 단일축 압력에 의한 것보다 냉간정수압에 의해 제조된 기판에서 더 강한 집합조직이 발달됨을 보여주며, 성형체의 균일성과 밀도가 집합조직에 중요한 역할을 하는 것으로 사료된다. 냉간정수압의 경우 성형체는 유체에 의해 균일한 압력을 받으므로 분말의 흐름(powder flow)이 향상되며 상대적으로 좁은 밀도구배(density gradient)를 가진다. 그러므로 냉간정수압으로 제조된 성형체는 주어진 압력에서 단일축 압력에서 보다 더 높은 밀도를 균일하게 가지며, 그 결과 압연과 재결정 열처리를 통해 기판의 집합도를 향상시키는데 도움을 주는 것으로 판단된다.

그림 2는 냉간정수압을 이용하여 제조된 기판에서 재결정 열처리 온도 변화에 따른 집합조직 변화를 보여준다. 그림 2에 (a) 400°C, (b) 500°C, (c) 800°C에서 열처리한 시편의 극점도를 나타낸다. 400°C에서 열처리한 시편의 경우 XRD pattern에서는 (100)의 회절선 이외에 (220), (311)의 회절선이 관찰되었으며, 그림 2(a)의 극점도에서는 잔존하고 있는 변형 집합조직의 극점도와 재결정 집합조직의 극점도가 혼재되어 나타나는 모습을 관찰할 수 있다. 많은 양의 냉간가공으로 인해 발생한 내부응력이 재결정의 구동력으로 작용하여 비교적 낮은 온도에서 재결정 과정이 시작되기는 하였으나, 400°C의 온도는 재결정 과정을 완성하기에는 충분하지 못하였기 때문인 것으로 사료된다. 500°C 이상의 온도에서 열처리한 시편들의 극점도에서는 잔존하는 변형 집합조직을 관찰할 수 없었으며, 전형적인 cube 집합조직의 극점도 결과를 나타내었다. 그림 2에 도시한 (b) 500°C와 (c) 800°C에서 열처리한 시편의 극점도 이외에 600, 700, 900°C에서 열처리한 시편의 극점도 또한 그림 2에 나타낸 극점도 형태와 크게 다르지 않았다. 또한 그림 1(b)에 나타낸 1000°C 열처리 시편의 극점도와 비교해 보면 낮은 온도에서 재결정 열처리를 수행한 시편의 경우 회절강도는 다소 떨어지기는 하나, 전 시편에 걸쳐 비교적 강한 cube 집합조직이 형성된 것으로 판단된다.

각 온도별 시편의 극점도를 통하여 in-plane과 out-of-plane의 반가폭을 측정한 결과를 그림 3에 나타내었다. 그림 3에서 보듯이, in-plane과

out-of-plane의 반가폭 모두  $9\sim10^\circ$  범위 이내로 측정되었다. 재결정 열처리 온도가 증가함에 따라 반가폭이 감소하면서 집합도가 향상되었다는 보고도 있으나[7], 본 연구의 열처리 온도 범위에서는  $500^\circ\text{C}$  이상의 온도에서는 온도의 증가에 따라 집합도가 크게 변화하지 않았다.

그림 4는 (a)  $400^\circ\text{C}$ , (b)  $600^\circ\text{C}$ , (c)  $800^\circ\text{C}$ , (d)  $900^\circ\text{C}$ 에서 각각 재결정 열처리한 Ni 기판의 미세조직 사진이다. 그림 4에 나타낸 것 이외에  $400^\circ\text{C}$ 에서  $1000^\circ\text{C}$ 까지  $100^\circ\text{C}$  간격으로 열처리한 시편의 image analyser로 측정한 결정립의 크기는  $45\sim70\ \mu\text{m}$  정도였으며, 원형율(sphericity)은 전체적으로 60% 정도였다. 온도의 변화에 따라 결정립 크기의 증가폭은  $20\ \mu\text{m}$  내외로 크게 증가하지 않았다. Ni 선재의 재결정 거동에서 비정상적인 결정립 성장이 발생하기도 한다. 이러한 비정상적인 결정립 성장은 기판내 매우 불균일한 결정립의 존재로 인해 집합조직이 붕괴되고 epitaxy한 증착거동에 악영향을 끼치는 것으로 알려져 있다[8]. De Boer의 연구에 의하면 용융법으로 초기 성형체를 제작하여 Ni 기판을 제조하였을 경우,  $500^\circ\text{C}$  정도의 낮은 온도에서 비정상적인 결정립 성장이 발생하기도 하는데, 본 연구에서 제조한 Ni 기판에서는 그보다 높은 온도에서 재결정 열처리를 수행하였으나 비정상 결정립 성장과 같은 형상이 나타나는 것을 관

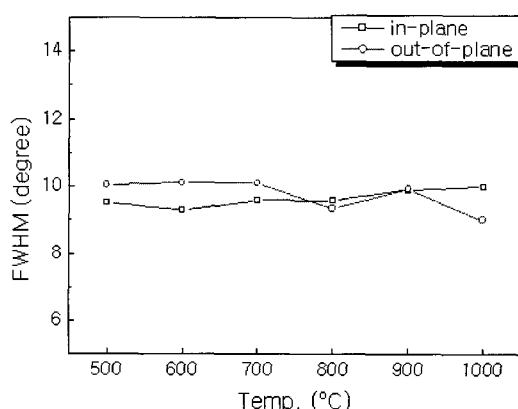


그림 3. 냉간 정수압 방식으로 제조된 니켈 기판의 in-plane과 out-of-plane에서의 재결정 열처리 온도에 따른 반가폭 변화.

Fig. 3. Dependence of the FWHM of in-plane and out-of-plane on annealing temperature for the substrate prepared by CIP.

찰할 수 없었다. 반면에 E. D. Specht[7] 등은 약  $600^\circ\text{C}$ 부터  $1400^\circ\text{C}$ 의 온도구간에서 재결정 열처리 시 결정립 크기의 큰 변화가 없다고 보고하였으며, 이는 본연구의 결과와 매우 유사한 경향을 나타낸다.

열처리 온도의 변화에 따라 주어진 열처리 시간에서 결정립의 크기는 큰 변화가 없었으나, 열처리 온도가 증가할수록 결정립계의 형태가 조금씩 매끄러워지는 것을 관찰할 수 있었다. 그림 4(a)  $400^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 시편의 결정립계는 다소 거친 형태로 입계가 직선이기 보다는 잔물결형태이다. 반면, 그림 4(d)  $900^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 시편의 결정립계 형태는 낮은 온도의 결정립계 보다 매끄러워졌다. 이는 입계의 면적을 감소시켜 줌으로써 계면 에너지가 줄어들고, 이로 인해 계가 에너지적으로 보다 안정한 상태로 가는 중간단계의 형상으로 판단되며 입계의 형상이 완충층이나 초전도 박막층의 증착 거동에 어떠한 영향을 줄 것인가에 대해서는 추가적인 연구가 필요할 것으로 사료된다.

또한 그림 4(a), (b)에서는 큰 결정립내에 포획되어 소멸되어가는 작은 결정립들을 다수 관찰할 수 있는데 이는 비교적 낮은 온도에서도 결정립의 성장이 활발히 진행중이며, 재결정 온도가 올라갈수록(그림 4(c), (d)) 점차 포획된 작은 결정립들의 개수가 적어진다. 또한,  $900^\circ\text{C}$  이상의 온도에서 재결정 열처리를 수행했을 경우에는 전체적으로 입자들의 형태가 완만하며 크기의 차이가 적게 관찰되었다. 이는 열처리 온도의 증가에 따라

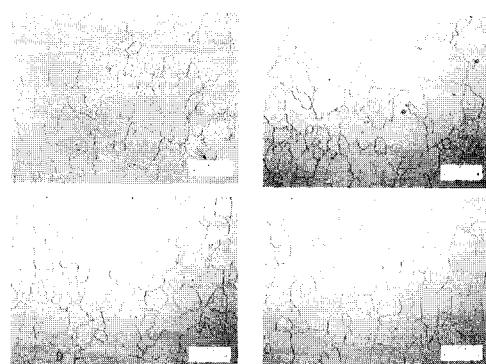


그림 4. (a)  $400^\circ\text{C}$ , (b)  $600^\circ\text{C}$ , (c)  $800^\circ\text{C}$ , (d)  $900^\circ\text{C}$ 에서 재결정 열처리된 니켈기판의 미세조직 사진.

Fig. 4. Microstructures of Ni tapes annealed at (a)  $400^\circ\text{C}$ , (b)  $600^\circ\text{C}$ , (c)  $800^\circ\text{C}$ , and (d)  $900^\circ\text{C}$ .

결정립성장이 진행되면서 작은 결정립들이 대부분 소멸되었기 때문으로 판단된다. 그러므로 낮은 온도에서 재결정 열처리를 수행한 시편의 미세조직에서 큰 결정립에 포획된 작은 결정립과 잔물결형태의 거친 입자를 갖는 결정립은 그 온도에서 재결정과 결정립 성장이 완전히 끝나지 않고 진행상태에 있음을 보여주는 것이라고 사료된다.

그림 5는 냉간정수압을 이용하여 제조된 기판에서 재결정 열처리 시간에 따른 반가폭의 변화를 보여준다. 1000°C의 재결정 온도에서 열처리 시간이 1, 18, 36, 54분으로 증가함에 따라서 in-plane은 각각 10.53°, 9.55°, 10.27°, 9.85°로 측정되었으며, out-of-plane은 8.57°, 9.05°, 9.56°, 9.46°로 측정되었다. 측정된 반가폭은 허용오차로 판단되는 1° 내외의 차이를 보이고 있어 기판의 집합도는 주어진 재결정 온도에서 열처리 시간에 의해 거의 영향을 받지 않는 것으로 판단된다.

주조법에 의해 제조된 Ni 기판에서 반가폭들은 재결정 집합도를 향상시키기에 최적의 재결정 열처리 조건으로 간주되는 1200~1300°C에서 5~20분 동안 재결정 열처리한 후 in-plane과 out-of-plane이 8~11°의 범위인 것으로 이미 보고되었다 [8-12]. 본 연구에서는 기존의 연구에 비해 더 낮은 온도에서도 비슷한 결과값을 보이고 있다. 이는 분말야금법에 의해 만들어진 기판은 주조법에 의해 제조된 것과 비교했을 때 더 높은 경계에너지와 잔류응력에너지를 가지고 있어 더 낮은 재결정 온도에서 집합조직의 형성을 촉진시킨다는 것을

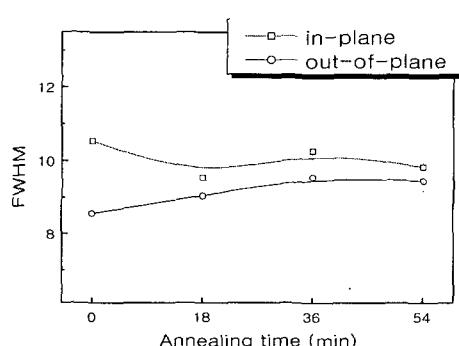


그림 5. 냉간 정수압 방식으로 제조된 니켈기판의 in-plane과 out-of-plane에서의 재결정 열처리 시간에 따른 반가폭 변화.

Fig. 5. Dependence of the FWHM of in-plane and out-of-plane on annealing time for the substrate prepared by CIP.

알 수 있다. Ni 기판의 집합도와 초기 시편, 재결정 열처리 조건들 사이의 상관관계들에 대한 더 깊은 연구들이 필요할 것으로 사료된다.

집합도의 정도를 파악하기 위하여 냉간정수압을 이용하여 제조된 시료를 1000°C에서 1분 동안 재결정 열처리 후 EBSD를 이용하여 집합도를 정량화하였다. 그림 6(a)의 SEM 사진은 전형적인 재결정 미세구조를 보이고 있으며, 결정립은 거의 등축이고 결정립의 평균크기는 50 μm이다. 그림 6(b)는 그림 6(a)의 misorientation-angle mapping이다. 밝은 선으로 표시된 부분은 저경각입자를 가리키며 화살표로 표시된 어두운 선은 15°보다 큰 misorientation각을 가지는 고경각입자들이다. 결정립들의 99%가 저경각입자로 판찰되었으며, 정확한 cube orientation으로부터 15° 이하의 mis-orientation을 가지고 oriented되어 있는 것으로 측정되었다.

일반적으로 집합조직이 잘 발달된 기판이 대략 8°의 반가폭을 가진다는 것을 고려하여, 8°의 허용각을 가지는 결정립의 orientation 분포를 그림 6(c)에 나타내었다. 그림 6(c)에서 어두운 결정립은

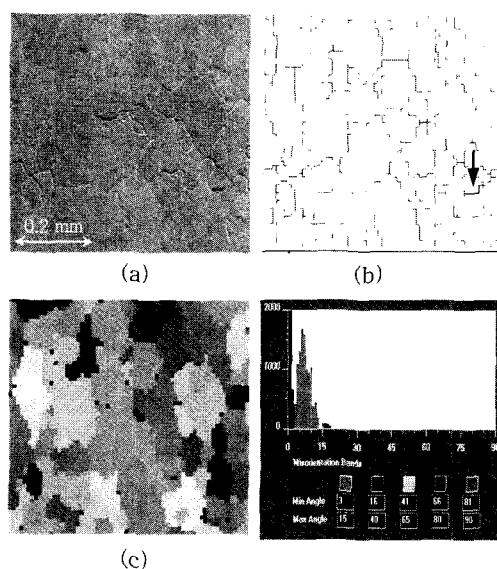


그림 6. 냉간 정수압 방식으로 제조 후 1분간 재결정 열처리한 니켈 기판의 (a) SEM 사진, (b) 결정립 경계의 방향 불일치도, (c) 각 결정립의 집합도.

Fig. 6. (a) SEM image, (b) misorientation angle map, and (c) texture map of the substrate prepared by CIP and annealing time of 1 min.

결정립의 ND와 기판의 ND가  $4^\circ$  이상 차이를 나타내며, 반면 밝은 결정립들은  $4^\circ$  이하의 차이를 나타낸다. 어둡게 나타난 결정립과 밝게 나타난 결정립들의 크기는 유사한 것으로 관찰되었다. 결정립들은 87.6%가 밝게 나타났으며, 이는 곧 강한 cube 집합조직이 형성된 것임을 알 수 있다.

이상의 결과에 근거하여 결정립의 orientation 분포를 1~54분의 범위 내에서 재결정 열처리 시간의 함수로서 평가하였다. 그림 7은  $8^\circ$ 의 허용각에 대한 결정립의 면적 비율이 재결정 열처리 시간 1, 18, 36, 54분에 대해 각각 87.6%, 89.1%, 87.2%, 84%임을 보여준다. 이 결과는 cube 집합조직이 강하게 발달되었고 결정립 orientation 분포가 크게 변하지 않았으며, 그림 5의 반가폭의 결과와도 어느 정도 일치하고 있다. 분말야금법에 의해 만들어진 Ni 기판의 강한 cube 집합조직의 발달과 높은 저경각임계의 비율은 완충층과 초전도 박막의 epitaxial한 층착에 적용될 수 있을 것으로 사료된다.

초전도 박막선재는 금속 기판 위에 각종 방법으로 여러 완충층과 YBCO 초전도 박막을 epitaxial하게 성장시키므로 금속 기판은 집합조직 뿐만 아니라 표면 조도 등의 특성이 우수하여야 한다. 그림 8은 1000°C에서 30분간 열처리한 Ni 기판 표면의 전자현미경 사진이다. 그림 8은 압연과 재결정 열처리 등의 제조 공정 후, 기판 표면 상태를 관찰하기 위해 미세연마(polishing)나 화학적 부식(chemical etching)을 하지 않은 Ni 기판 압연면의 사진이다. 압연과 같은 기계적인 공정에서 발생한

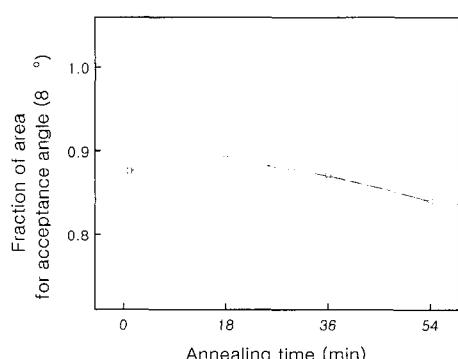


그림 7. 반가폭이  $8^\circ$  이내인 결정립 분포의 재결정 열처리 시간에 따른 영향.

Fig. 7. Effects of annealing time on the grain orientation distribution of acceptance angle of  $8^\circ$ .

것으로 생각되는 표면 scratch가 관찰되며 또한 대기 중에 노출되면서 발생한 것으로 보이는 소량의 산화물과 그 외 미세불순물들이 표면에 붙어있는 것을 관찰할 수 있었다. 동일한 조건으로 열처리한 Ni 기판의 AFM 사진을 그림 9에 나타내었다. AFM 결과는 표면의 상태에 따라 조금 차이가 있었으며 RMS값은 최소 1.68 nm에서 최대 7.61 nm, 평균 3 nm로 측정되었다. 이러한 표면에 있는 미

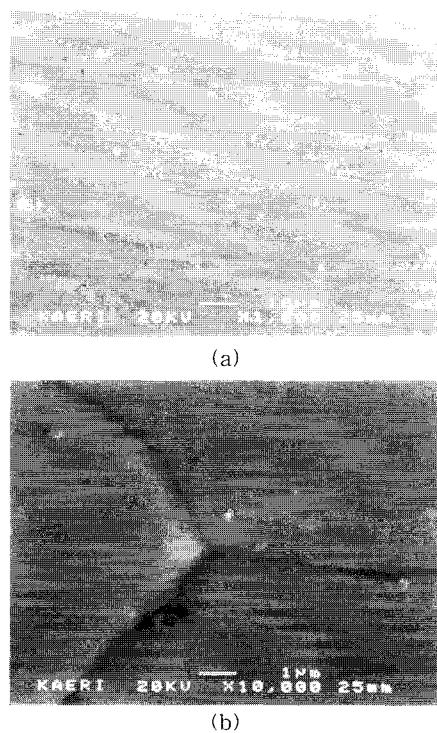


그림 8. 니켈 기판의 SEM 표면 사진.

Fig. 8. SEM surface morphology of Ni tape : (a)  $\times 1000$ , (b)  $\times 10000$ .

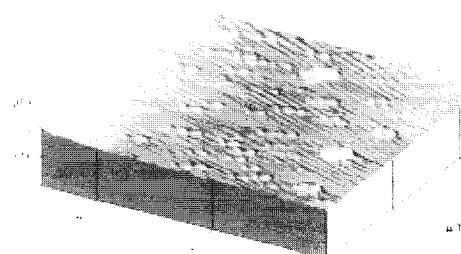


그림 9. 니켈 기판의 AFM 표면 사진.

Fig. 9. AFM surface image of Ni tape.

량의 국부적인 결합들은 완충층이나 초전도층 증착 시 방향성을 갖는 박막 성장을 저해하는 요소로 작용할 수 있다. 그러므로, 보다 좋은 특성의 박막을 증착시키기 위해서는 Ni 기판 표면의 특성을 향상시키기 위한 추가적인 연구가 필요할 것으로 사료된다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 YBCO 박막선재용 Ni 기판을 분말야금법으로 제조하였으며, 성형체 제조 시 압력의 영향과 재결정 열처리 온도와 시간이 집합도에 미치는 영향에 대해 평가하였다. 냉간정수압을 적용시킴으로써 기판의 집합도는 단일축 압력에 의한 것보다 더 강하게 나타났으며, 이는 냉간정수압에 의해 성형체가 더 높은 밀도와 균일한 밀도분포를 갖는 것과 연관이 있는 것으로 판단된다.

냉간정수압을 이용하여 제조된 기판에서 400°C에서 열처리한 시편의 극점도에서는 잔존하고 있는 변형 집합조직의 극점도와 재결정 집합조직의 극점도가 혼재되어 나타나는 모습을 관찰할 수 있었으며, 500°C 이상의 온도에서 열처리한 시편들의 극점도에서는 잔존하는 변형 집합조직을 관찰할 수 없었으며, 전형적인 cube 집합조직의 극점도 결과를 나타내었다. 재결정 열처리 온도가 400~100°C로 증가함에 따라 결정립의 크기는 45~75 μm 정도로 큰 변화를 보이지 않았으나, 결정립계는 잔물결형의 다소 거친 형태에서 보다 매끄럽고 직선형으로 변화를 보였다.

1000°C에서 열처리한 후 측정된 집합도는 강한 4회전 대칭과 [111] // ND를 가지고 있으며, 집합도의 정도는 재결정 열처리 시간에 따라 큰 변화없이 in-plane과 out-of-plane의 반가폭이 각각 9.5°~10.53°와 8.57°~9.85°의 범위에서 측정되었다. 또한 EBSD 결과 결정립계 중 99%가 저경각입계를 형성하고 있음을 알 수 있었다. AFM 결과는, 표면의 상태에 따라 조금 차이가 있었으며 RMS값은 결정립 내부에서 최소 1.68 nm에서 최대 7.61 nm, 평균 3 nm로 측정되었다. 본 연구에서 분말야금법에 의해 제조된 Ni 기판은 강한 cube 집합조직을 가지며 저경각입계의 비율이 높아 YBCO 박막선재의 증착에 적용될 수 있을 것으로 판단된다.

#### 감사의 글

“본 연구는 21세기프론티어 연구개발사업인 차

세대초전도응용기술개발 사업단의 연구비 지원에 의해 수행되었습니다”

#### 참고 문헌

- [1] 소대화, 박정철, 이영매, 추순남, “후막전착 YBCO 초전도선재 제조연구(1)”, 전기전자재료학회논문지, 12권, 10호, p. 937, 1999.
- [2] 김성민, 이상렬, “레이저 증착법에 의한 CeO<sub>2</sub> 완충막의 증착과 완충막에 의한 YBCO 박막의 경정성 및 특성의 변화”, 전기전자재료학회논문지, 12권, 10호, p. 967, 1999.
- [3] 전희석, 허창희, 한경보, 전창훈, 이상렬, “마이크로파 소자용용을 위한 YBCO 박막의 두께 및 증착온도에 관한 특성연구”, 전기전자재료학회논문지, 15권, 6호, p. 539, 2002.
- [4] A. Goyal, J. D. Budai, D. M. Kroeger, D. P. Norton, E. D. Specht, and D. K. Christen, US patent No. 5, 741, 377, 1998.
- [5] D. P. Norton C. Park, C. Prouteau, D. K. Chriaten, M. F. Chisholm, J. D. Buidai, S. J. Pennycook, A. Goyal, E. Y. Sun, D. F. Lee, D. M. Kroeger, E. Specht, M. Paranthaman, and N. D. Browning, “Epitaxial YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> films on rolled-textured metals for high-temperature superconducting applications”, Mater. Sci. Eng., B, Vol. 56, p. 86, 1998.
- [6] Hee-Gyoun Lee, Young-Min Lee, Hyung-Shik Shin, Chan-Joong Kim, and Gye-Won Hong, “Parameters on the texture development of CeO<sub>2</sub> films directly deposited on a Ni metal substrate by chemical vapor deposition”, Mater. Sci. Eng., B, Vol. 90, No. 1-2, p. 20, 2002.
- [7] E. D. Specht, A. Goyal, D. F. Lee, F. A. List, D. M. Kroeger, M. Paranthaman, R. K. Williams, and D. K. Chriaten, “Cube-textured nickel substrates for high-temperature superconductors”, Supercon. Sci. Technol., Vol. 11, p. 945, 1998.
- [8] B. De Boer, J. Eickemeyer, N. Reger, L. Fernandez, G. R., J. Richter, B. Holzapfel, L. Schultz, W. Prusseit, and P. Berberich, “Cube textured nickel alloy tapes as substrates for YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>-coated conductors”, Acta Mater., Vol. 49, p. 1421,

2001.

- [9] V. Boffa, T. Petrisor, S. Ceresara, L. Ciontea, F. Fabbri, and P. Scardi, "Laser-ablation deposition of CeO<sub>2</sub> thin films on biaxially textured nikel substrates", *Physica C*, Vol. 312, p. 202, 1999.
- [10] Chau-Yun Yang, A. Pashitski, A. Polyanskii, D. C. Larbalestier, S. E. Babcock, A. Goyal, F. A. List, C. Park, M. Paranthaman, D. P. Norton, D. F. Lee, and D. M. Kroeger, "Microstructural homogeneity and electromagnetic connectivity of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> grown on rolling-assisted biaxially textured coated conductor substrates", *Physica C*, Vol. 329, p. 114, 2000.
- [11] T. G. Chirayil, M. Paranthaman, D. B. Beach, D. F. Lee, A. Goyal, R. K. Williams, X. Cui, D. M. Kroeger, R. Feenstra, D. T. Verebelyi, and D. K. Chisten, "Epitaxial growth of La<sub>2</sub>Zr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> thin films on rolled Ni-substrates by sol-gel process for high T<sub>c</sub> superconducting tapes", *Physica C*, Vol. 336, p. 63, 2000.
- [12] F. Czerwinski and J. A. Szpunar, "Controlling the surface texture of nickel for high temperature oxidation inhibition", *Corrosion Sci.*, Vol. 41, p. 729, 1999.