

Fabrication of bi-axially textured nickel tape

양 축 정렬된 nickel tape의 제조

SeokMin Kang^{a,b}, Hee-Gyoun Lee^a, Gye-Won Hong^a, Hyoung-Seop Kim^b

강석민, 이희균, 홍계원, 김형섭

^a Korea Atomic Energy Research Institute

^b Chungnam National University

초록

고순도 니켈분말을 사용하여 성형, 소결, 압연 및 중간소둔 공정을 통해 cube-texture를 갖는 니켈테이프를 제조하였다. 제조된 니켈테이프의 texture는 성형압력, 성형체의 소결 온도 및 시간, 냉간 압하율 및 중간열처리에 따라 달라지는 것을 관찰하였다. 200Kgf/cm²의 성형압력으로 제조한 성형체를 1000°C의 온도에서 8시간 열처리한 소결체를 100~50 μm로 압연된 tape을 1000°C 1시간 열처리 할 때 가장 우수한 texture를 가지는 tape을 제조할 수 있었다.

긴 니켈테이프를 제조하기 위해 50 cm 길이의 mold에서 성형한 green-pellet을 불활성 분위기(Ar:96%-H₂:4%)에서 1000°C, 8시간동안 열처리하여 소결하였다. 400mm 길이에 17~20mm 두께의 소결체를 압연하여 100 μm 두께의 긴 니켈 테이프를 제조하였다. 제조한 테이프의 texture는 소형으로 제조한 테이프에 비해 떨어졌으며 이는 압연 시 시료에 너무 큰 인장력을 가했기 때문으로 사료된다.

I. 서론

초전도 재료를 송전선이나 변압기, 발전기 그리고 전력저장장치 등에 사용하여, 전력효율을 높이기 위해서는 장선재로 가공하여야 한다. 고온초전도 재료를 이용한 선재 개발에서는 은과 같은 금속관에 Bi계 초전도 분말을 충전하여 장선으로 가공하는 방법을 연구하여 실용화에 접근하고 있다. 그러나 Bi계의 경우 강한 자기장 하에서는 통전능력이 현저히 저하되는 성질 때문에 texture를 갖는 금속기판위에 세라믹 완충층 및 Y계 초전도 박막을 증착한 Y계 박막선재 개발을 위한 많은 연구가 진행되고 있다[1].

FCC 구조를 가진 Al, Cu, Ni와 같은 금속의 경우 냉간 압연과 열처리를 통해서 입방결정조직(cube texture)이라고 하는 집합조직(texture)이

나타나게 되는데, 단결정 수준에는 이르지 못하지만 제작조건에 따라서는 매우 우수한 결정정렬성을 보여준다. 이러한 성질을 이용하면 금속을 texturing하여 기판으로 이용할 수 있으므로 YBa₂Cu₃O_{7-x} 선재의 장선 제작을 용이하게 할 수 있다. 이 중에서 내 산화성이 큰 니켈 또는 니켈합금의 활용성이 높은 것으로 평가되고 있다. 니켈에서 cube texture 발달정도는 impurity에 의한 영향을 받기 때문에 고순도 니켈을 사용하는 것이 바람직하다. 금속을 용해·열간 가공 등의 공정을 통해 선재로 가공할 경우에 impurity 혼입은 피할 수 없으며, 따라서 분말 공정법 같이 출발물질의 조성을 그대로 유지할 수 있을 뿐 아니라 제조공정이 간단한 공정의 개발이 필요하다.

본 연구는 우수한 결정 배향성을 가진 니켈 테이프를 분말 공정을 통해 제조하는 것을 목

적으로 하고있다.

II. 실험방법 및 측정

실험은 35g의 소형시료를 이용하여 성형, 압연 및 열처리의 조건을 구한 후 800g의 대형시료를 제작하여 장선재로 제조하는 실험을 실시하였다. 실험에 사용되는 니켈은 Aldrich사의 고순도(99.999%, 200mesh) 분말을 이용하였다.

소형시료 제작을 위해서는 니켈 분말 35g을 mold에 충전하고 90kgf/cm²으로 green-pellet을 제조하여 1000°C에서 8시간동안 sintering을 하였고, 승온 속도는 1.6°C/min로 하였다. Sintering 후에 20% 압연을 실시하고 1000°C에서 1시간 열처리를 한다. 열처리 후에 50~60%정도 압연하고 1000°C에서 1시간 열처리를 실시한다. 열처리가 끝난 3mm의 시료는 200에서 50 μ m까지 압연하여 1000°C에서 1시간 동안 최종 열처리하였다.

800g을 이용한 대형시료 제작에서는 50cm 길이의 mold에 니켈 분말 800g을 충전하여 150kg/cm²의 압력으로 성형을 하였다. 성형된 green-pellet을 수소(H₂)4%와 아르곤(Ar)96%의 혼합가스에서 승온 속도가 1°C/min이고, 1000°C에서 8시간으로 sintering하였다. Sintering시 산소가 유입되면 texture에 영향이 미치므로 충분한 가스의 유입이 되어야 한다. Sintering이 끝난 green-pellet은 길이가 400mm가량이고 폭과 높이가 약 17~20mm가량이 된다. 이것을 1차 swaging을 통해서 봉의 형상으로 만들어 환원성 분위기에서 1000°C에서 4시간으로 열처리하였다. 여러 번의 swaging과 열처리를 통해서 지름이 5.2mm가량의 니켈 봉을 제작하고 그 길이는 3m가량이 된다. swaging 도중에 표면의 두께 균일성을 위해서 표면 가공을 하여야 하며, 표면이 균일하지 못 할 경우 rolling시에 균일한 인장력이 전달되지 않아서 tape 전체적으로 균일한 방향성을 얻을 수 없게 된다. 가공이 끝난 시료는 가공경화로 인한 응력 집중현상 때문에 600°C에서 1시간 동안 열처리하고 rolling을 한다.

Rolling은 초기에는 처음 두께의 10%가량으로 압연비를 조정하여 실시하고 300 μ m이하 부

터는 0.03mm가량으로 압연을 실시하여 100~50 μ m가량으로 rolling을 하게 된다. 이렇게 만들어진 니켈 테이프를 800°C에서 10분간 최종 열처리하였다. 최종 열처리한 시료의 texture 관찰을 위해 시편을 four-circle goniometer를 이용하여 2 θ -scan, pole-figure, w-scan 및 ϕ -scan을 측정하였다.

III. 결과 및 고찰

Fig.1에서는 50 μ m와 100 μ m 두께 시료의 (111) pole-figure이다. 시료는 30kgf/cm²으로 성형하여 소결 및 압연을 거쳐 3mm 두께에서 1000°C, 1시간 동안 중간 열처리한 후 50 μ m와 100 μ m까지 압연하였다. 압연 후 1000°C에서 1시간 동안 texture anneal을 행하였다. 두 시료 모두 (100)<001> cube texture를 갖는 것을 알 수 있다.

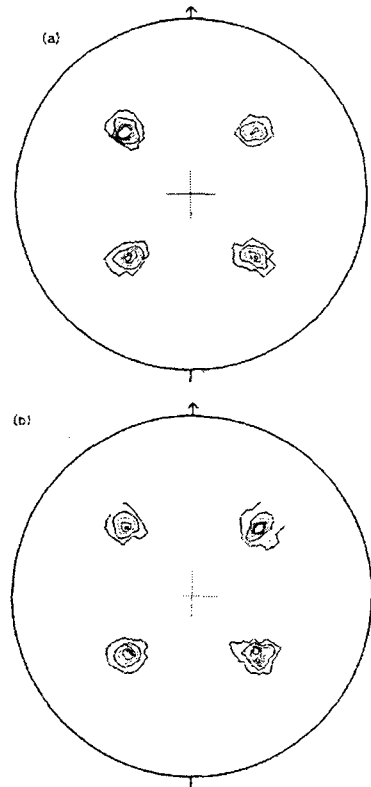
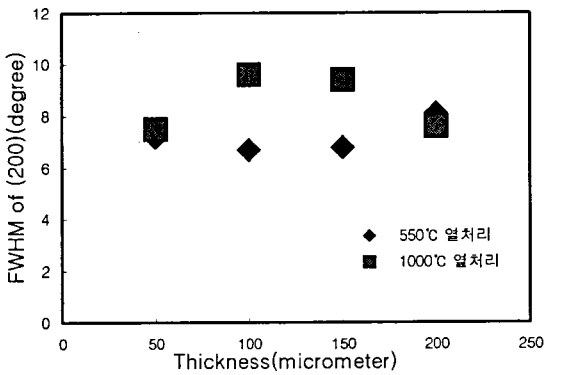


Fig.1. (111) pole-figures of the Ni substrate with a thickness of (a)50 μ m and (b) 100 μ m.

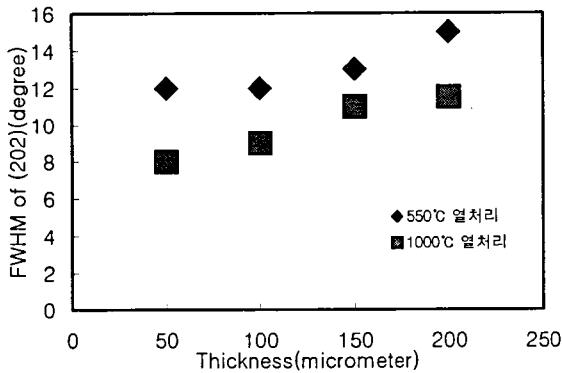
Fig.2 은 3mm 시료를 550°C와 1000°C에서 1 시간씩 중간 열처리한 후 200, 150, 100, 50 μm 로 압연하여 texture anneal 한 시료의 ω -scan 과 ϕ -scan 의 (200)면과 (202)면에 대한 FWHM(Full Width Half Maximum)를 나타내는 그림이다.

550°C에서 중간 열처리한 시료에서는 (200) 면의 배열은 10°이하로 우수하나 <001>축이 압연 방향으로 10° 이상 많이 벗어난 것을 알 수 있다. 1000°C에서 중간 열처리한 시료에서는 100~150 μm 두께일 때 (200)면이 벗어난 정도가 ~10° 로 약간 크나 <001> 축이 정렬 된 것은 550°C일 때 보다 우수하다.

1000°C에서 중간 열처리한 후 50 μm 두께로 (압하율 ~98.3%) 압연한 시료에서 (200)면과 <001>축이 cube orientation 으로부터 벗어난 정도가 10° 이하인 우수한 texture 를 얻었다.



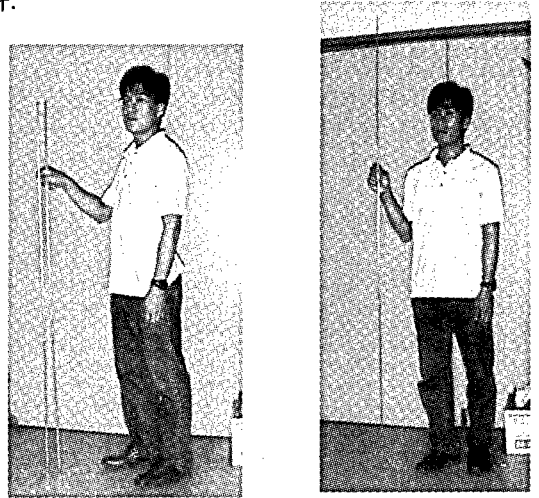
a) FWHM of (200)



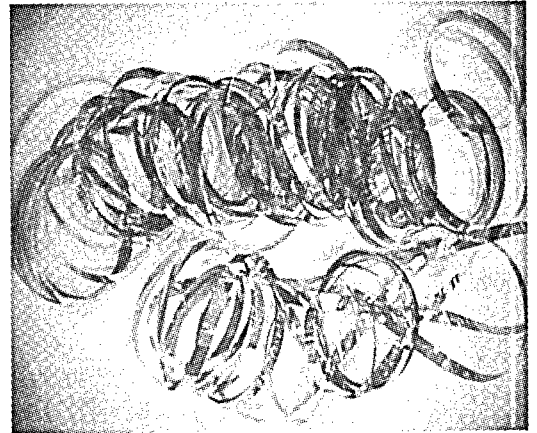
b) FWHM of (202)

Fig.2. FWHM of (200) and (202)

Fig.3 은 니켈을 스웨이징을 통해서 제작된 봉 크기와 형상 그리고 테이프를 나타내고 있다.



a) 8.4mm 와 5.2mm 니켈 장봉

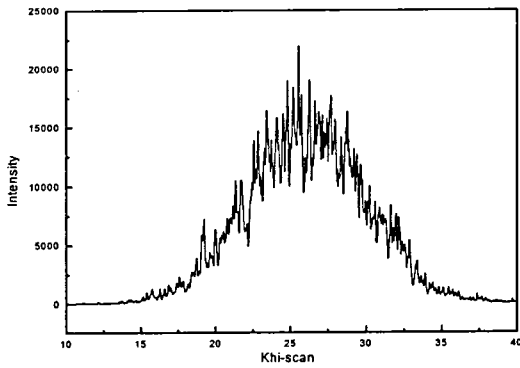


b) 니켈 테이프

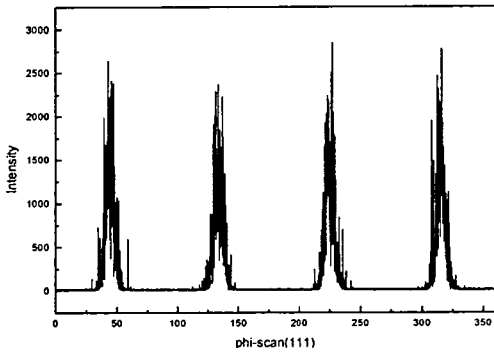
Fig.3. 스웨이징 후 니켈 봉과 테이프의 형상

Fig.4 는 (200)면에 대한 ω -scan 과 (111)면에 대한 ϕ -scan 결과이다. ϕ 5.2mm 의 swaging 한 시료를 승온 속도 2°C/min 로 600°C에서 1 시간 중간 열처리 한 후 90 μm 로 압연하여 환원성 분위기(수소(4%):아르곤(96%))에서 최종 열처리를 800°C로 10 분하여 얻은 시료이다.

ω -scan 과 ϕ -scan 에서 측정 한 (200)면과 (111)면의 FWHM 값으로부터 (200)면과 <001> 축이 cube orientation 으로부터 벗어난 값이 10° 이하인 우수한 texture 를 얻었다.



a) 90 μm 에 대한 khi-scan



b) 90 μm 에 대한 (111) phi-scan

Fig.4. 90 μm 로 압연된 니켈 테이프의 XRD 결과

감사의 글

본 연구는 과학기술부의 연구비지원으로 수행되었습니다.

참고문헌

- [1] X.D.Wu, S.R. Foltyn, P.N. Arendt, W.R. Blumenthal, I.H. Campbell, J.D. Cotton, J.Y. Coulter, W.L. Helts, M.P. Maley, H.F. safar, and J.L. smith, Appl. Phys. Lett. 67, 2397 (1995)
- [2] H.G Lee, H.S Oh, G.W Hong, Progress in Superconductivity Vol.1, No.2 pp 120-124