

## 냉간가공과 열처리한 Ni 테이프에서의 집합조직 발달

### Texture development in cold-rolled and heat-treated Ni tapes

이동욱<sup>\*</sup>, 지봉기<sup>\*\*</sup>, 임준형<sup>\*\*</sup>, 주진호<sup>\*\*\*</sup>, 정충환<sup>\*</sup>, 박순동<sup>\*</sup>, 전병혁<sup>\*</sup>, 홍계원<sup>\*\*\*\*</sup>, 김찬중<sup>\*</sup>  
(Dong-Wook Lee<sup>\*</sup>, Bong Ki Ji<sup>\*\*</sup>, Jun Hyung Lim<sup>\*\*</sup>, Jinho Joo<sup>\*\*\*</sup>, Choong-Hwan Jung<sup>\*</sup>, Soon-Dong Park<sup>\*</sup>,  
Byung-Hyuk Jun<sup>\*</sup>, Gye-Won Hong<sup>\*\*\*\*</sup> and Chan-Joong Kim<sup>\*</sup>)

#### Abstract

Cube-textured Ni substrates for YBCO coated conductors were fabricated by cold-rolling and annealing of Ni powder compacts. To establish the optimum sintering temperature, tensile test was performed for the Ni rod sintered at various temperatures. The Ni rods prepared at above 1000°C showed good mechanical properties due to the complete densification of the Ni rods. The Ni rods were rolled to final thickness of 100 μm and then annealed at 1000°C for various annealing time for texture development. The texture analysis made by 2θ scan and pole-figure showed that the cube texture was developed in a short time of a few minutes. The FWHM of in-plane and out of plane texture of the prepared Ni tapes was 8-10°. The AFM surface roughness of the Ni tapes was as smooth as 3 nm.

**Key Words** : texture, FWHM, cold-rolling, annealing

#### 1. 서 론

Oak Ridge National Laboratory에서 개발한 RABiTS<sup>TM</sup>(Rolling Assisted Bi-axially Textured Substrate)법은 YBCO coated conductor의 기판 제조 방법 중에 가장 적합한 방법으로 평가되고 있다[1, 2]. Ni은 내산화성이 우수하고 YBCO 박막이나 buffer와의 격자상수가 거의 일치하기 때문에 YBCO coated conductor용 모재로 사용되고 있다. Ni을 냉간 압연으로 가공하여 선재로 만든 다음, 열처리하면 cube texture가 매우 쉽게 형성된다. 집합 조직을 갖는 Ni을 기판재료로 사용하여 그 위에 세라믹 buffer층을 증착하고, 다시 그 위에

YBCO 박막을 증착하면 1 MA/cm<sup>2</sup> 이상의 전류밀도를 쉽게 얻을 수 있다[3]. 냉간 압연과 재결정 열처리에 의해 형성되는 Ni의 cube texture는 최종 압연 두께나 그 압연률, 재결정 열처리시의 조건, 그 외 결정립의 크기, 순도 등과 같은 많은 공정변수에 의해 영향을 받는다[4, 5]. 특히 Ni의 순도, 즉 Ni에 포함된 불순물의 종류와 양에 따라 집합 조직의 발달 정도가 달라진다[6-8]. 이러한 불순물은 Ni을 용해 주조할 때 도가니로부터 혼입되기 쉽다. 따라서 집합조직이 잘 발달된 Ni 선재를 얻으려면 시편 제작 과정 중 외부로부터 오염물의 유입을 최대한 줄이는 것이 무엇보다도 중요하다. 본 연구에서는 고순도 Ni 분말을 사용하여 분말법으로 초기 성형체를 제조하여 분말내로 불순물 혼입을 최소화하였고, 분말법으로 제조한 후 소결한 시편을 가공, 1000°C에서 열처리하여 재결정 열처리 시간 변수에 따른 집합조직의 변화를 관찰하였다.

\* : 한국원자력연구소 원자력재료기술개발팀  
(대전광역시 유성구 덕진동 150번지,  
E-mail : cjkim2@kaeri.re.kr)  
\*\* : 성균관대학교 신소재공학부  
\*\*\* : 성균관대학교 금속재료공학부  
\*\*\*\* : 한국산업기술대학교 전자공학과

## 2. 실험

고순도 Ni 분말(99.99 %, 100 mesh, Aldrich사) 40g을 고무 몰드에 충전한 후 200 MPa의 정수압(CIP : Cold Isostatic Press)을 가하여 rod 형태( $\phi$ : 8.3 mm, l : 130 mm)의 성형체를 제작하였다. 최적의 소결 조건을 찾기 위해 성형체를 다양한 온도에서 소결한 후 ASTM 규정[9]에 따라 인장시험을 하였다. 인장 시편(gage length : 30.0 mm,  $\phi$  : 6.0 mm)은 ASTM의 규격[9]에 맞춰 제작하였고, 인장시험시 장비는 INSTRON사 No. 4485이었으며 인장시 crosshead speed는 5 mm/min이었다. 인장 시험 결과를 토대로 1100°C에서 6hr 동안 소결한 시편을 단계별 두께 감소율 5 %로 최종 두께 약 100  $\mu$ m까지 압연하였으며, 최종적인 단면 감소율은 98.6 %이었다.

시간 변수에 따른 집합조직의 변화를 관찰하기 위해 1000°C에서 0분부터 60분까지 6분 단위로 각각 재결정 열처리를 하였다. 소결을 비롯하여 최종 재결정 열처리 등 공정 중 열처리시의 분위기는 96 % Ar + 4 % H<sub>2</sub> 혼합가스를 사용한 환원분위기에서 시행하였다.

시편의 집합조직 분석은 XRD  $\theta$ -2 $\theta$  scan과 극점도를 이용하였고, AFM을 통해 Ni 선재의 표면조도를 측정하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1 인장시험

Rod형태의 Ni 성형체의 최적 소결 조건을 찾기 위해 1000, 1050, 1100, 1150°C에서 각각 6 hr동안 소결한 후 인장시편으로 제작하여 인장시험을 시행하였다. 그림 1은 인장시험 후 각 소결 온도별 인장시편들의 사진들이고, 그림 2에는 시험 결과에 따른 각 온도별 시편들의 최대인장강도, 연신율, 항복강도를 나타내었다. 그림 2에서 보듯이, 1000°C에서 소결한 시편은 고온에서 소결한 시편에 비해 기계적 특성이 떨어진다. 이는 이 온도에서 치밀화가 완전하게 일어나지 않았기 때문으로 사료된다. 100  $\mu$ m 두께까지 가공을 하기 위해서는 소결체의 충분한 기계적 특성이 요구되기 때문에 이 결과를 토대로 본 연구에서는 Ni 성형체를 1100°C에서 6hr동안 소결하였다.

### 3.2 열처리 시간에 따른 집합조직 변화 및 표면 조도

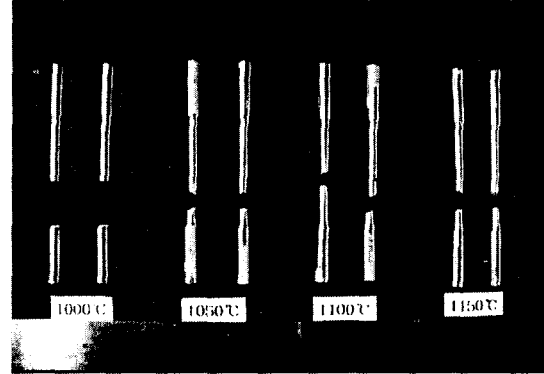


그림 1. 각 소결 온도별 인장시편의 인장시험 후 사진.

Fig. 1. The photographs of specimens sintered at various temperatures for 6 h after tensile test.

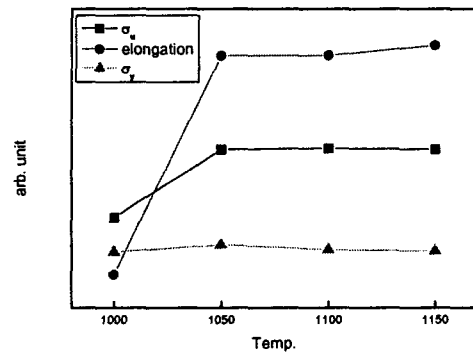
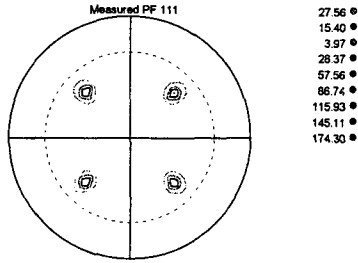


그림 2. 각 소결 온도별 인장시험 결과.

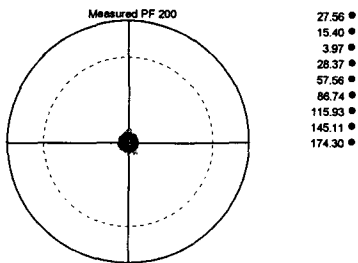
Fig. 2.  $\sigma_u$ (UTS), elongation,  $\sigma_y$ (yield strength) of specimens sintered at various temperature for 6 h.

Ni의 집합조직은 냉간 압연과 열처리에 의해 발달하며, 특히 최종적인 열처리에 의해 크게 영향을 받는다. 100  $\mu$ m까지 압연된 Ni 선재에서 열처리 시간에 따른 집합조직의 형성, 발달 정도를 알아보고자 1000°C에서 0분부터 60분까지 6분 간격으로 각각 열처리를 한 후 극점도 분석을 하였다.

그림 3은 1000°C에서 60분간 열처리한 시편의 (111)과 (200) 극점도이다. (111) 극점도에서 (111) 극점의 대칭성이 매우 우수하게 나타났으며, (200) 극점도에서도 역시 (200)극점이 정중앙에 위치하였다.

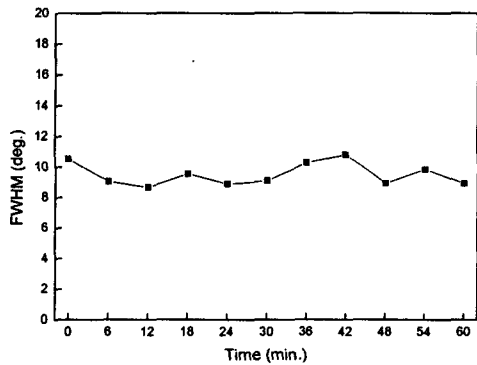


(a)

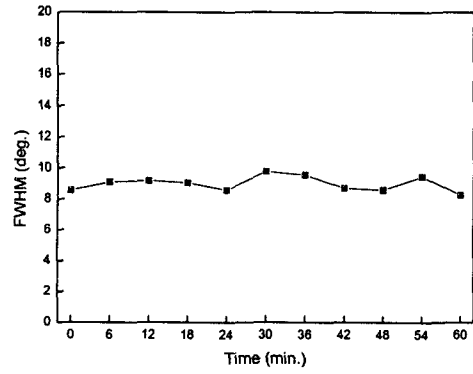


(b)

그림 3. 1000°C에서 60분간 열처리한 Ni 시편의 (a) (111), (b) (200) 극점도.  
 Fig. 3. (a) (111) and (b) (200) pole figures of Ni tapes annealed at 1000°C for 60 min.



(a)



(b)

그림 4. 1000°C에서 각 열처리 시간에 따른 (a) (111)과 (b) (200) 극점도의 반가폭 변화.  
 Fig. 4. The variations of FWHM showing (a) in-plane and (b) out-of-plane textures of Ni tapes annealed at 1000°C for various annealing time.

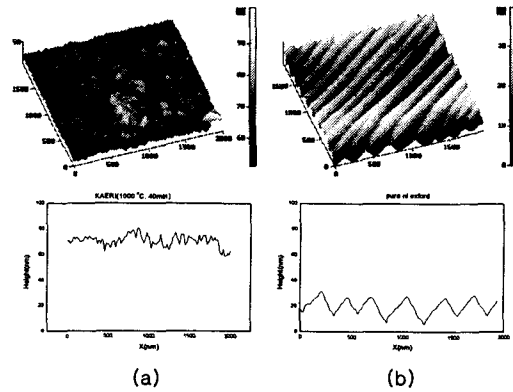


그림 5. (a) 본연구에서 제작한 Ni 시편과 (b) 미국 Oxford사의 Ni 시편의 AFM 표면 사진.  
 Fig. 5. AFM surface morphologies of Ni tape of (a) this study and (b) Oxford.

이러한 극점의 대칭적 분포는 집합조직이 잘 발달되었음을 의미한다. 그림 3에 나타난 극점도의 반가폭(FWHM)은 (a) (111)과 (b) (200)에서 각각 8.93°, 8.27°로 비교적 우수하였다.

그림 4는 1000°C에서 열처리 시간을 0분부터 60분까지 6분 단위로 각각 열처리한 시편들의 반가폭 변화를 나타낸 그림이다. 그림 4에서 보면 각

열처리 시간에 따른 반가폭은 8~10°이며, 열처리 시간의 변화에 따른 반가폭의 큰 변화나 경향은 관찰되지 않았다.

그림 5는 Ni 선재의 표면에 대한 AFM 사진이다. AFM 표면 분석 결과, RMS 표면 거칠기가 약 3 nm로 표면이 대단히 매끈하였다. 이는 비교시편으로 사용한 미국 Oxford사 Ni 선재의 표면 거칠기인 5 nm 보다도 상대적으로 우수한 표면조도로서, 본 연구에서는 Ni 선재의 압연시 표면을 미세 연마한 롤러를 사용하였기 때문으로 사료된다.

#### 4. 결 론

Ni 고순도 분말을 사용하여 분말야금법으로 성형, 소결한 후 냉간 압연과 열처리를 거쳐 Ni 선재로 제조하였다. 열처리 시간에 따른 집합조직의 변화를 보기 위해 열처리 시간을 0분부터 60분까지 각각 6분 단위로 변화시켰고, 그에 따른 집합조직의 변화를 분석하였다.

(1) 1000°C에서 열처리 시간을 변화시켜 열처리한 시편들의 (111), (200) 극점도로부터 반가폭을 측정된 결과, in-plane texture는 12분동안 열처리하였을 때 8.67°, out-of-plane texture는 60분동안 열처리하였을 때 8.27°로 가장 우수한 값을 나타내었다. 그 외 시편들의 반가폭도 8~10° 범위였으며, 이는 본 연구에서 제작한 Ni 선재의 집합조직이 비교적 우수하였음을 나타내는 것으로 사료된다.

(2) 열처리 시간의 변화에 따른 각 시편들의 반가폭은 큰 변화가 없었다.

(3) AFM으로 관찰한 Ni 선재의 표면조도는 약 3~4nm로 상당히 우수한 값을 나타내었다.

#### 감사의 글

본 연구는 21세기 프론티어 연구개발사업인 차세대초전도응용기술개발 사업단의 연구비 지원에 의해 수행되었습니다.

#### 참고 문헌

[1] A. Goyal, D. P. Norton, J. D. Budai, M. Paranthaman, E. D. Specht, D. M. Kroeger, D. K. Christen, Q. He, B. Saffian, F. A. List, D. F. Lee, P. M. Martin, C. E. Klabunde, E. Hatfield and V. K. Silkkka, Appl. Phys. Lett, 69, 1975, 1996.

[2] 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.

[3] A. Goyal, F. A. List, J. Mathis, M. Paranthaman, E. D. Specht, D. P. Norton, C. Park, D. F. Lee, D. M. Kroeger, D. K. Christen, J. D. Budai and P. M. Martin, J. superconductivity, 481, 11, 1998.

[4] G. Wassermann, "Texturen metallischer Werkstoffe," 109, 1939.

[5] H. G. Müller, Metallkde, 31, 161-167, 1939.

[6] C. S. Barrett and T. B. Masalski, Structure of metals, 3rd ed, McGraw-Hill pp.570, 1966.

[7] B. De Boer, J. Eickemeyer, N. Reger, L. Fernandez, G. R., J. Richter, B. Holzapfel, L. Schultz, W. Prusseit and P. Berberich, Acta Mater., 49, 1421-1428, 2001.

[8] J. Eickemeyer, D. Selbmann, R. Opitz, B. De Boer, B. Holzapfel, L. Schultz and U. Miller, Supercond. Sci. Technol., 14, 152-159, 2001.

[9] "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials", ASTM, E8M-93, 160.