

# (110)<110> 집합조직을 가지는 박막선재용 Ag 기판의 제조

임준형, 지봉기, 이동욱, 주진호, 나완수\*, 김찬중\*\*, 홍계원\*\*\*  
성균관대학교 금속재료공학부, \*전기전자컴퓨터공학부  
\*\*한국원자력연구소 원자력재료기술개발팀  
\*\*\*한국산업기술대학교 전기공학과

## Fabrication of (110)<110> textured Ag substrate for coated conductors

Jun Hyung Lim, Bong Ki Ji, Dong Wook Lee, Jinho Joo, Wansoo Nah\*,  
Chan-Joong Kim\*\*, Gye-Won Hong\*\*\*

School of Metallurgical and Materials Engineering

\*School of Information and Computer Engineering\*, Sungkyunkwan University

\*\*The Nuclear Material Development Team, Korea Atomic Energy Research Institute

\*\*\*The Dept. of Electronic Engineering, Korea Polytechnic University

lanosjh@hanmail.net, jinho@skku.ac.kr

**Abstract** - We fabricated textured Ag substrates for coated conductor and evaluated the effects of annealing temperature on microstructural evolution, texture formation, and surface morphology. A strong {110}<110> textured Ag substrate was obtained by cold rolling and annealing at 800°C; the full-width at half-maximum(FWHM) value of {110} <110> poles was as sharp as 10°.

Surface morphology was evaluated by using Atomic force microscopy(AFM). Root-mean-square(RMS) roughness of the substrate annealed at 800°C was 39.2 nm. The substrate of strong texture and smooth surface, fabricated in our study, is considered to be suitable for use as a substrate for deposition of superconductor films.

## 1. 서 론

높은 임계전류밀도의 박막선재를 제조하기 위해서는 ab 면으로 양축 배향시킨 기판을 제조 후 epitaxial하게 초전도 박막을 증착시키거나 초전도 박막 증착 시 배향성을 인가시키는 방법들이 있다. 이러한 방법들 중 대표적인 공정법은 Ion Beam Assisted Deposition(IBAD), Inclined Substrate Deposition(ISD), 그리고 Rolling Assisted Biaxially Textured Substrate(RABiTS)가 있는데, 그 중 다결정 금속을 냉간압연과 재결정 열처리를 통해 배향성을 가지게 하는 RABiTS 법은 상압에서 진행되며 상대적으로 다른 공정법에 비해 경제적이다.

최근에는 임계전류밀도가 1 MA/cm<sup>2</sup>(at 77 K, 0 T) 이상의 선재제조가 가능하다는 연구결과가 보고 되고 있다[1].

Substrate로의 요구조건으로는 단일 집합조직을 형성하여야 하며, 증착 물질과의 격자상수의 불일치도가 작아야 한다. 이런 요구조건을 만족시키는 금속 중에 강한 집합조직을 가지는 Ni와 Ni계 합금이 광범위하게 사용되어지고 있으나 강자성의 특성 제어가 어렵고 화학적 불안정성 등의 단점으로 인해 많은 중간층을 증착하여야 하는 단점이 있다[1].

반면에 Ag는 초전도 상과의 화학적 안정성으로 인해 중간층의 증착이 필요하지 않다[2]. 그러나 Ag는 낮은 적층 결합에너지를 갖는 FCC계 금속이므로 강한 단일 집합조직을 형성시키기가 어렵다. 앞선 연구들에 의하면 압연과 재결정 열처리 공정을 통해서 일반적으로 {110}<uvw>의 다양한 집합조직이 형성된다고 보고하였으며 [2,3], 또한 압연 조건과 열처리 조건이 집합조직과 미세조직, 표면조도에 미치는 영향에 대한 연구가 체계적으로 이루어지지 않고 있다.

따라서 본 연구에서는 열처리 조건과 집합조직, 결정립의 형상, 표면 조도간의 상관관계를 살펴보았다. 집합조직의 측정을 위해 pole-figure를 이용하였으며 표면조도와 미세조직 분석을 위해 SEM과 AFM을 이용하였다.

## 2. 본 론

### 2.1 실험방법

봉재 형태의 초기 시편은 순도 99.9% Ag를 plasma arc furnace를 이용하여 1 × 10<sup>-3</sup> Torr의 감압 분위기에서 용융시켰으며 급랭을 하여 주조 조직의 형성을 억제하였다. 이렇게 제조된 Ag 봉

을 단계별 감소율 10% 이하로 제어하여 전체감소율 99%까지 압연하였다. 냉간 압연된 tape 형태의 Ag 기판을 2 cm로 절단하여 tube 로에서 600°C에서 800°C까지 다양한 온도 범위에서 유지시간 30분, 승온, 냉각속도 100°C/h로 재결정 열처리를 하였다. 연속적인 압연과 재결정 열처리를 통해 제조한 Ag 기판의 미세조직 분석을 위해 광학현미경과 주사전자현미경(SEM, XL-30, ESEM-FEG)을 이용하여 관찰하였고, 집합조직 측정을 위해 X-선 goniometer(BRUKER-AXS, D5005)를 이용하여 극점도 측정을 하였다.

## 2.2 결과 및 고찰

그림 1은 (a) Ag 주조체, (b) 압연 시편, (c) 600°C 그리고 (d) 800°C로 열처리한 기판의 ab면(top view)에서의 SEM사진이다. 일반적으로 주조체가 가지는 전형적인 columnar 조직이나 표면에서 중심부로 형성되는 dendrite 조직이 형성되지 않았다. 이러한 미세조직은 압연 후 균일한 변형 brass 집합조직의 형성을 방해한다. 따라서 균일하고 미세한 등축정이 형성된 주조체는 열처리 후 시편 전체에 균일한 집합조직을 형성하는데 적합할 것으로 판단된다. 그림 1(b)는 압연 방향으로 평행한 변형띠가 보이는데 일반적으로 변형띠는 집합조직 형성에 있어 핵생성 부분으로 작용한다. 이러한 관점에서 보았을 때 기판에 있어 균일하고 압연 방향에 평행한 변형띠는 재결정 열처리 동안 균일하고 강한 집합조직을 형성함에 있어 유리하게 작용할 것이다.

그림 1(c)와 (d)는 열처리 후의 재결정된 미세조직을 보여주고 있다. 재결정 열처리 온도가 증가할수록 결정립은 등축정의 형태로 변화하고 있으며 결정립 크기도 증가하는 것을 알 수 있다. 평균 결정립 크기는 600°C와 800°C 시편에 있어 각각 8.6  $\mu\text{m}$ , 23.7  $\mu\text{m}$ 로 측정되었다. 또한

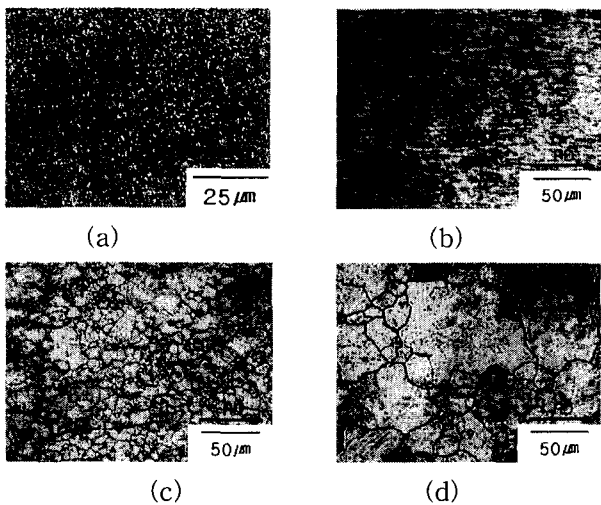


Fig. 1. The SEM micrographs of top view of (a) Ag ingot, (b) rolled tape, and substrate annealed at (c) 600°C and (d) 800°C.

재결정 열처리 온도가 800°C인 시편에서는 열적 쌍정이 관찰되었는데 이는 단일 집합조직 형성에

악영향을 미치는 것으로 보여 진다.

재결정 열처리온도와 집합조직 간의 상관관계를 살펴보기 위해 (a) rolled tape과 (b) 600°C, (c) 700°C 그리고, (d) 800°C에서 재결정 열처리 한 시편의 (111) XRD 극점도를 그림 2에 나타내었다. Rolled tape에서는 FCC 금속에서 나타나는 전형적인 변형 brass 집합조직이 보여 지고 있으며, pole의 대칭성이 매우 우수하였다. 그림 2(b), (c) 그리고 (d)는 재결정 열처리 후에 강한  $\{110\}\langle 110\rangle$  집합조직과  $\{110\}\langle 112\rangle$  집합조직이 혼재되어 있는 극점도를 나타내고 있다. 600°C에서 열처리한 시편의 경우에는 압연 공정 동안 형성된 brass 변형 집합조직의 일부인  $\{110\}\langle 112\rangle$  집합조직이 일부 열처리 온도에서 잔존하는 것으로 판단되어진다.

700°C에서 열처리한 시편의 경우에는  $\{110\}\langle 110\rangle$  집합조직이 강하게 발달하고  $\{110\}\langle 112\rangle$  집합조직은 상대적으로 약해짐을 알 수 있다. 열처리 온도가 증가할수록  $\{110\}\langle 110\rangle$  집합조직은 다른 집합조직에 비해 우세하게 발달함을 알 수 있었고, 이는 집합조직형성 시 온도가 상승함에 따라  $\{110\}\langle 110\rangle$ 를 가진 결정립이 주변에 소량 남아있는  $\{110\}\langle 112\rangle$ 를 가진 결정립보다 우선 성장하여 이러한 현상이 발생하는 것으로 사료된다. 열처리 온도가 800°C까지 증가함에 따라  $\{110\}\langle 110\rangle$  집합조직의 (110)극의 대칭성과 집합도는 더욱 향상되었으나  $\{110\}\langle 112\rangle$  집합도도 소량 증가하는 경향을 보였다.  $\{110\}\langle 112\rangle$  집합조직은 Ag에 있어서 열적 쌍정이 발생함으로 인해 증가될 수 있는데 [2], 그림 1(d)에서 관찰되었던 열적 쌍정의 결과와도 일치한다.

극점도 측정으로부터 (110) 극의 반가폭을 측정하였다. 600°C에서 열처리한 시편의 반가폭은

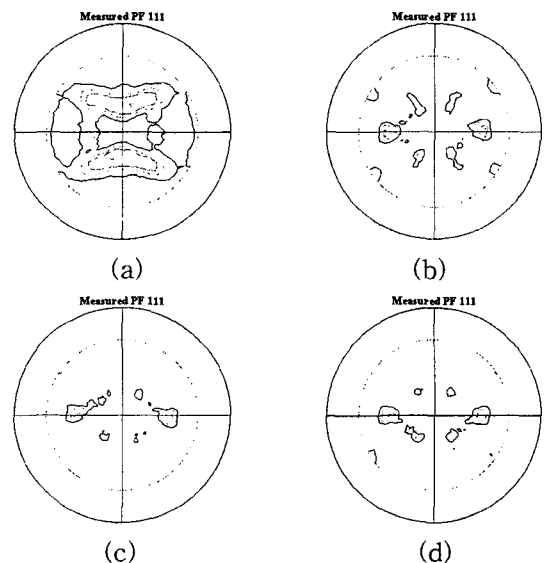


Fig. 2. (111) XRD pole-figure of (a) rolled tape and substrates annealed at (b) 600°C, (c) 700°C, and (d) 800°C

12.8°. 700°C 시편은 9.9° 그리고 800°C 시편

은 10.8°이었다. 이전의 연구에 의하면 Ag는 압연과 재결정 열처리 공정을 통하여 다양한 {110}⟨uvw⟩집합조직이 형성된다고 보고되었는데, 본 연구에서는{110}⟨110⟩ 집합조직이 형성된 것으로 관찰되며 이는 Wells et al.의 결과와 일치한다[3].

그림 3은 시편의 50 × 50 μm<sup>2</sup> 영역의 AFM (atomic force microscope) image이다. 그림 3(a)는 재결정 열처리 전의 시편, 그림 3(b-d)는 각각 재결정 열처리 온도 600°C, 700°C, 800°C인 시편의 표면을 나타내고 있다. 재결정 열처리 전의 시편은 RMS roughness가 20.9 nm로 측정이 되었다. 600°C, 700°C, 그리고 800°C에서 열처리한 시편의 표면조도는 각각 48.0, 59.0 and 39.2 nm로 측정되었다. 열처리한 시편의 경우 압연시편에 비해 약 2-3배의 표면조도 변화가 발생하였는데, 이는 열처리 동안 원자의 표면 확산으로 인한 결정립의 성장과 함께 결정립 grooving 현상으로 인한 것으로 판단된다. 600°C의 시편인 경우 RMS roughness가 높은 값을 갖는 이유는 측정 영역에서 결정립계가 많은 부분 차지하고 있기 때문에 표면 조도에는 좋지 않은 영향을 미친 것으로 사료된다. 그림 3(d)에서 보여 지듯이 800°C인 시편의 경우에는 오히려 감소하는 결과를 보이는데 이는 결정립 성장으로 인하여 측정범위에서 결정립계 영역이 감소하기 때문으로 사료된다.

각 시편에 있어 결정립계 폭과 깊이를 그림 3에 나타내었다. 600°C인 시편의 경우 평균적인 결정립계의 폭은 1.76 μm, 깊이는 0.083 μm로 측정되었다. 이러한 값은 열처리 온도가 증가할수록 급격히 증가하는 양상을 보이는데, 700°C인 시편은 폭과 깊이가 각각 2.00 μm, 0.17 μm 이었고, 800°C인 경우에는 4.48 μm, 0.27 μm로 측정되었다. 이는 thermal grooving이 급격히

grooving은 열처리 온도와 시간이 증가할수록 발달하는 것으로 알려져 있다. 이러한 thermal grooving은 초전도나 중간층 증착 시 균일한 막 형성을 저해하고 또한 초전도 박막에 있어 weak-link로 작용하여 국부적인 임계전류밀도의 저하를 초래할 수 있다.

초전도 박막용 기판은 강한 집합조직과 함께 우수한 표면 조도 등을 가져야하기 때문에 700-800°C의 온도범위에서 thermal grooving을 저하시킬 수 있는 열처리 온도와 시간 공정변수의 최적화가 필요할 것으로 판단된다.

### 3. 결 론

열처리 온도조건이 집합조직, 결정립의 형상, 표면 조도에 미치는 상관관계에 대한 연구를 진행하였다. 균일한 인장력을 가하여 연속적인 냉간압연을 하였으며 600°C- 800°C범위에서 재결정 열처리를 행하였다. 재결정 열처리한 시편에서 반가폭 10° 내외의 강한 {110}⟨110⟩집합조직이 형성되었다.

표면 조도를 분석한 결과 800°C시편에서 RMS roughness가 39.2 nm로 측정되어 우수한 표면 조도를 가지는 것으로 판단된다. 그러나 열처리 온도가 증가할수록 thermal grooving이 증가하는 것으로 나타났다. 이것은 중간층과 초전도박막의 균일한 증착을 저해하여 weak-link로 작용하여 임계전류밀도의 감소를 초래할 것으로 판단된다.

그러나 본 연구에서 제조된 Ag 기판은 기존의 연구결과에 비해 강한 집합조직과 우수한 표면 조도를 가지므로 초전도 박막용 기판의 적용이 가능할 것으로 사료된다.

### [참 고 문 헌]

- [1] A. Goyal et al., "Texture formation and grain boundary networks in rolling assisted biaxially textured substrates and in epitaxial YBCO films on such substrates", *Micron*, 30, 463-478, 1999
- [2] T. A. Gladstone et al., "Control of texture in Ag and Ag-alloy substrates for super-conducting tapes", *Supercond. Sci Technol.*, 13, 1399-1407, 2000
- [3] J J Wells et al., "{110}⟨110⟩ textured Ag ribbons for biaxially aligned YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> coated conductor tapes", *Supercond. Sci Technol.*, 13, 1390-1398, 2000

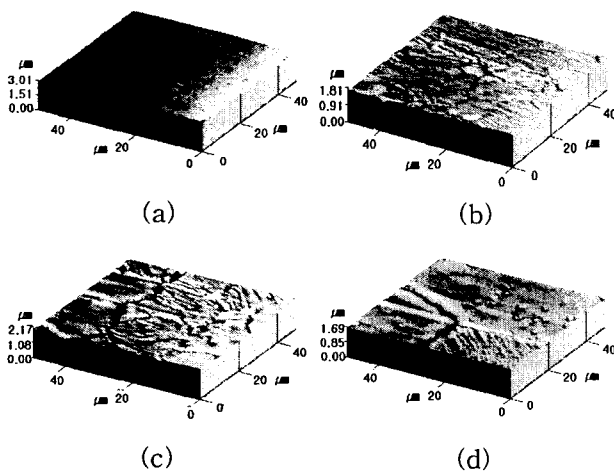


Fig. 3. AFM profiles showing surface morphology of (a) rolled tape, and substrate annealed at (b) 600°C, (c) 700°C, and (c) 800°C.

본 연구는 21세기프론티어 연구개발사업인 차세대초전도응용기술개발 사업단의 연구비 지원에 의해 수행되었습니다.

발달하는 것을 의미하는데, 일반적으로 thermal