

Fabrication of bi-axially textured nickel tape using nickel powder

S.M Kang^{a,b}, H.S Kim^a, H.G Lee^b, C.H Jung^b, G.W Hong^c, C.J Kim^b

^aDepartment of Metallurgical Engineering, Chungnam National University

^bFunctional Materials Lab., Korea Atomic Energy Research Institute

^cKorea Polytechnic University

니켈 분말을 이용한 양축정렬된 nickel tape 의 제조

강석민^{a,b}, 김형섭^a, 이희균^b, 정충환^b, 홍계원^c, 김찬중^b

Abstract

Short-length and long-length Ni tapes were fabricated by powder processing, cold rolling and recrystallization heat treatment. In the case of the short-length Ni tape, both in-plane and out-of-plane texture were less than 10°.

In the case of the long-length Ni tape, the degree of texture is lower than that of the short-length Ni tape. The relationship between the texture formation and the processing parameter is reported.

Keywords : Ni, texture, cooled rolling

1. 서론

FCC 구조를 가진 Al, Cu, Ni 와 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 texturing 하여 기판으로 이용할 수 있으며, YBa₂Cu₃O_{7.8} 선재의 장선 제작을 용이하게 할 수 있다. 이 중에서 내 산화성이 큰 니켈 또는 니켈합금의 활용성이 높은 것으로 평가되고 있다. 니켈에서 cube texture 발달정도는 impurity 에 의한 영향을 받기 때문에 고순도 니켈을 사용하는 것이 바람직하다. 금속을 용해·열간 가공 등의 공정을 통해 선재로 가공할 경우에

impurity 혼입은 피할 수 없다. 그러나 분말 공정법은 출발물질의 조성을 그대로 유지할 수 있을 뿐 아니라 제조공정이 간단하다.

본 연구에서는 단선재를 제작하고 단선재의 최적조건에서 니켈 장선재를 제작함으로써, YBCO의 박막 선재 개발을 목적으로 하고 있다.

2. 실험방법

고순도 니켈 분말을 사용하여, 35 g의 사각형 태로 소형시료를 제작하고 성형, 압연 및 열처리의 조건을 구한 후 1400 g의 대형시료를 제작하여 장선재로 제조하였다.

실험에 사용되는 니켈은 Aldrich사의 고순도 (99.999%, 200mesh) 분말을 이용하였다.

소형시료 제작을 위해서는 니켈 분말 35g 을 mold 에 충전하고 30~90 kgf/cm² 으로 성형체를 제조하여 1000℃에서 8 시간동안 소결하였고, 승온 속도는 1.6℃/min 로 하였다. 소결 후에 50~60%정도 압연하고 550℃와 1000℃에서 1 시간 열처리를 하였다. 열처리가 끝난 시료는 200에서 50 μm까지 압연하여 650~1000℃에서 1 시간 동안 최종 열처리하였다.

장선재 제작에서는 50 cm 길이의 mold 에 니켈 분말 1400 g 을 충전하여 150~200 kg/cm² 의 압력으로 성형을 하였다. 성형 된 압분체를 수소(H₂) 4%와 아르곤(Ar) 96 %의 혼합가스에서 승온 속도가 1℃/min 이고, 1000℃에서 8 시간으로 소결하였다. 소결이 끝난 소결체는 길이가 400 mm 이고, 폭은 20 mm 높이는 30 mm 가량이다. 소결체를 swaging 을 통해서 봉상으로 만들어, 환원성 분위기에서 1000℃에서 4 시간으로 열처리 하였다. 열처리한 봉을 12 φ까지 swaging 하고 600℃에서 1 시간가량 열처리하였다. 열처리한 봉은 drawing 을 통해서 8 φ까지 지름을 줄이고 재 열처리를 통해서 내부의 응력을 제거하고 다시 지름이 6 φ까지 drawing 하면 니켈 봉의 길이는 4 m 가 된다.

Rolling 은 초기에는 처음 두께의 10% 가량으로 압연비를 조정하여 실시하고 300 μm이하 부터는 0.03mm 가량으로 압연을 실시하여 100~50 μm가량으로 rolling 을 하게 된다. 이렇게 만들어진 니켈 테이프를 650~1000℃에서 1 시간 최종 열처리하였다. 단선형태와 장선형태로 최종열처리를 실시하였다. 최종 열처리한 시료의 texture 관찰을 위해 시편을 four-circle goniometer 를 이용하여 2θ-scan, pole-figure, w-scan 및 φ-scan 을 측정하였다.

3. 결과 및 토론

Fig. 1 에서는 소형시편의 50 μm와 100 μm 두께 시료의 (111) pole-figure 그림이다. 시료는 30 kgf/cm² 으로 성형하여 소결 및 압연을 거쳐 3mm 두께에서 1000℃, 1 시간 동안 중간 열처리한 후 50 μm와 100 μm까지 압연하였다. 압연 후 1000℃에서 1 시간 동안 texture anneal 을 행하였다. 두 시료 모두 (100)<001> cube texture 를 갖는 것을 알 수 있다.

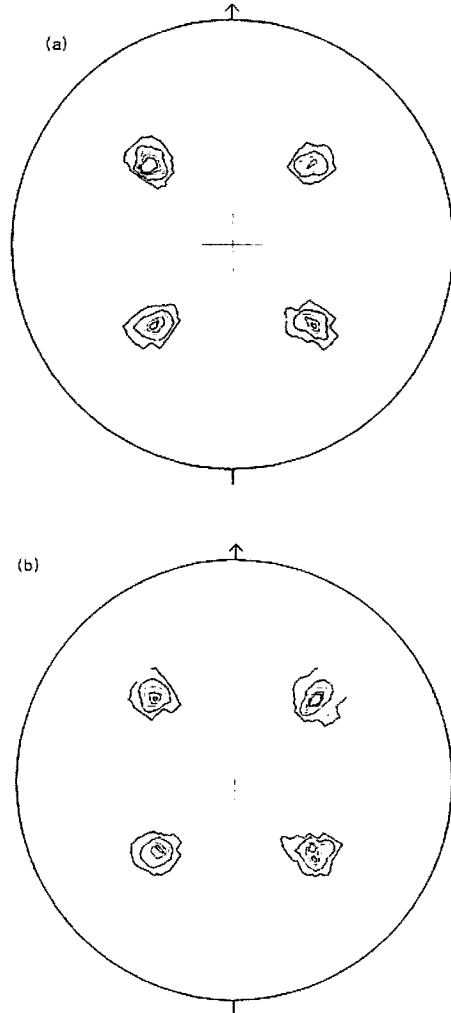


Fig. 1. (111) pole-figures of the Ni substrate with a thickness of (a) 50 μm and (b) 100 μm.

Fig. 2 은 3mm 시료를 550℃와 1000℃에서 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℃에서 중간 열처리한 시료에서는 (200)면의 배열은 10°이하로 우수하나 <001>층이 압연 방향으로 10° 이상 많이 벗어난 것을 알 수 있다. 1000℃에서 중간 열처리한 시료에서는 100~150 μm 두께일 때 (200)면이 벗어난 정도가

~10° 로 약간 크나 <001> 축이 정렬 된 것은 550℃일 때 보다 우수하다.

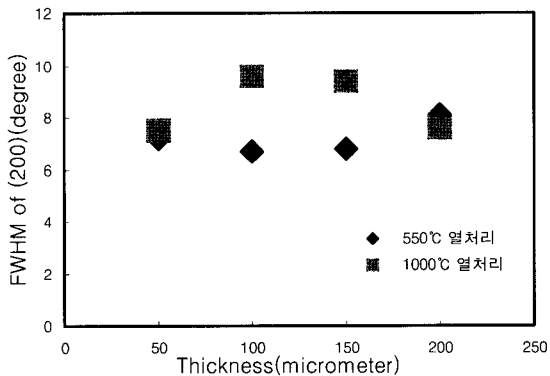
1000℃에서 중간 열처리한 후 50 μm 두께로 (압하율 ~98.3%) 압연한 시료에서 (200)면과 <001>축이 cube orientation 으로부터 벗어난 정도가 10° 이하인 우수한 texture 를 얻었다.

이러한 단선재의 결과를 토대로 장선재를 열처리하고 압연하였다. Fig 3 은 reduction ratio 를 5%와 10%로 하여 실험한 시료에서 50 μm 두께를 가진 니켈 선재를 texture annealing 온도가 750~1000 °C까지 열처리하여 얻은 결과이다. 낮은 온도 보다는 높은 온도에서 열처리한 시편의 강도비가 높은 것을 알 수 있다 하지만 Ni(111)은 약간 나타나고 있다.

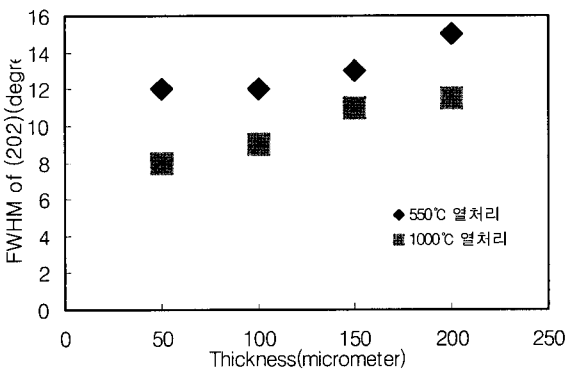
Fig. 4는 200, 150, 100, 50 μm 로 압연된 시편을 1000 °C에서 1 시간 열처리 했을 때 나

타난 강도비를 나타낸 것이다. 이 조건에서도 마찬가지로 Ni(111)은 나타나고 있으나, 두께가 줄어 들수록 강도비는 커지는 것으로 나타났다.

Fig. 5에서는 100, 50 의 극점도를 보여주고 있는데 여기서도 약간의 Ni(111)이 나타나고 있는 것을 볼 수 있다. 그러나 상당히 우수한 cube-texture 를 가지는 것을 볼 수 있다. 그러나 반각폭 값이 단선재에 비하면 상당히 넓고 폭도 크다는 것을 볼 수 있다. Cube-texture 는 이루어 졌지만 단선재에 비하면 좋지 못한 결과를 보여주고 있다. 이것은 초기에 형태가 단선재는 사각이고 장선재의 경우는 원통형이기 때문에 압연과정에서 원통형이 받는 압연력이 사각에 비하여 분산되고 원통형에서도 초기부터



a) FWHM of (200)



b) FWHM of (202)

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

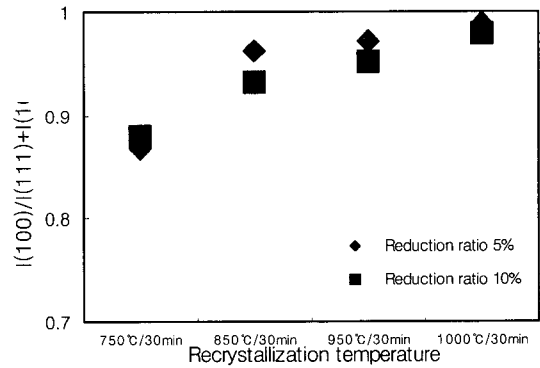


Fig. 3. I(100)/I(111)+I(100) ratio with recrystallization temperature of reduction ratio 5% and 10%.

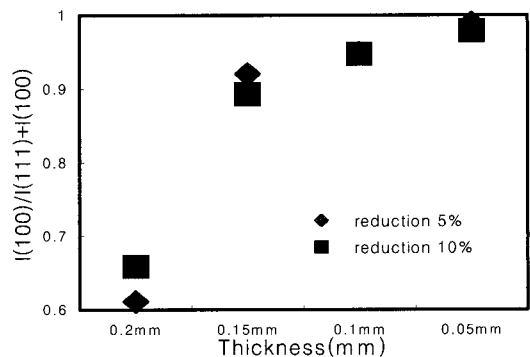


Fig. 4. I(100)/I(111)+I(100) ratio with thickness of reduction ratio 5% and 10%.

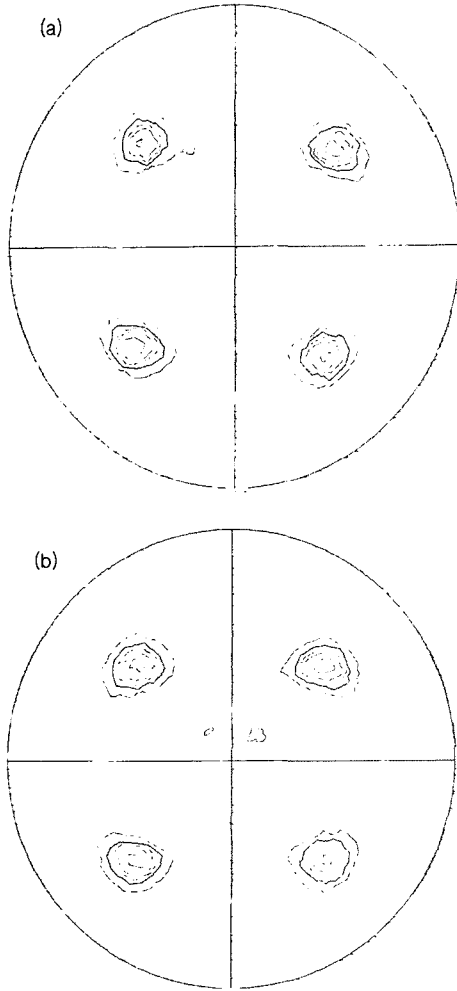


Fig. 5. (111) pole-figures of the Ni tape with a thickness of (a) 50 μm and (b) 100 μm .

압연력을 받는 중앙부와 외각부의 압연력의 차이에 의해서 이와 같은 단선재에 비하면 좋지 못한 texture 를 가지는 것으로 사료된다.

4. 결론

1. 단선재의 경우 ideal cube orientation 에서 in-plane 이나 out-of-plane 의 FWHM 가 10° 이하의 우수한 tape 을 제조할 수 있었다.
2. 장선재의 경우 ideal cube orientation 에서 in-plane 이나 out-of-plane 인이 단선재 보다 는 많이 벗어나 있지만 cube texture 는 우수하게 이루어 졌다.
3. 단선재에 비하여 장선재의 texture 가 떨어지는 이유는 초기에 단선재는 사각형을 이루고 있고, 장선재는 원통형을 이루고 있어 압연과정에서 받는 압력의 차이가 다르고, 장선의 경우 초기에 중앙부와 외각부의 압연률이 달라지기 때문으로 사료 된다.

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
- [3] SeokMin Kang, Hee-Gyoun Lee, "Fabrication of bi-axially textured nickel tape", 고온 초전도학회 (2000)
- [4] A.Goyal, S.X. Ren, E.D. Specht, micron No.30, 463-478(1999)