

Reel-to-reel electropolishing of Ni alloy tapes for IBAD template

H. S. Ha^{a,*c}, H. K. Kim^b, R. K. Ko^a, H. S. Kim^a, K.J. Song^a, C. Park^a, S. I. Yoo^b,
J. H. Joo^c, S. H. Moon^b

^a Korea Electrotechnology Research Institute, Changwon, Korea

^b Seoul National University, Seoul, Korea

^c Sungkyunkwan University, Suwon, Korea

IBAD template용 니켈 합금의 연속 전해연마

하홍수^{a,*c}, 김호겸^b, 고락길^a, 김호섭^a, 송규정^a, 박찬^a, 유상임^b,
주진호^c, 문승현^b

Abstract

Ni alloy tape is electropolished to be used as a metal substrate for fabrication of IBAD (Ion-Beam Assisted Deposition)-MgO texture template for HTS coated conductor. Electropolishing is needed to obtain a very smooth surface of Ni alloy tape because the in-plane texture of templates is sensitive to the roughness of metal substrate. The critical current of YBCO coated conductor depends on the texture of YBCO that depends on the texture of the IBAD MgO layer. And so the smoothness of the metal substrate is directly related to the superconducting properties of the coated conductor. In this study, we have prepared a reel-to-reel electropolishing apparatus to polish the Ni alloy tapes for IBAD. Various electropolishing conditions were investigated to improve the surface roughness. Hastelloy tape is continuously electropolished with high polishing current density ($0.5 \sim 2 \text{ A/cm}^2$) and fast processing time ($1 \sim 3 \text{ min}$). Polished hastelloy tapes have surface roughness(RMS) of below 1 nm on a $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ from AFM and SEM.

Keywords : Electropolishing, IBAD, RMS Roughness, YBCO coated conductor, Ni alloy

I. Introduction

고온초전도 선재는 1세대인 BSCCO PIT 선재를 거쳐 2세대인 YBCO 박막선재(coated conductor)가 주목받고 있으며 현재 많은 연구가 진행되고 있다. 특히 YBCO 박막선재를 제조하기 위한 다양한 방법 중 IBAD법을 이용하여 완충층을 만들고 그 위에 YBCO 초전도층

을 PLD(Pulsed Laser Deposition)법으로 증착하는 방법이 현재 최고의 초전도 특성을 나타내고 있다 [1]. 그리고 IBAD 법으로 증착하는 MgO 층의 경우 기존의 IBAD-YSZ 층에 비해 훨씬 빠른 속도로 증착이 가능하며 또한 이축배향성 향상을 위한 최적의 두께도 10 nm 정도로 100 배 정도 작다 [2]. 따라서 IBAD-MgO 완충층으로 인해 우수한 초전도 특성과 빠른 제조공정이 동시에 이루어져 초전도선재의 제조단계 저감에 크게 기여할 것이다. 하지만 우수한 이축 배향특성을 나타내는 IBAD-MgO 완충층을 제

*Corresponding author. Fax : +82 55 280 1696
e-mail : hsha@keri.re.kr

조하기 위해서는 표면거칠기(RMS roughness)가 nm 크기 이하의 매우 매끄러운 기판재가 요구된다. 표면이 매끄러운 금속기판을 제조하기 위하여 기계적 연마법을 적용할 경우 가공속도가 느려 대량생산이 어렵고 경제적으로 부적합하다. 본 논문에서는 이러한 문제점을 해결하고 낮은 표면 거칠기를 가진 기판재를 만들 수 있는 방법으로 전해 연마법을 이용하였다. Ni기합금인 Hastelloy C-276 테이프를 이용하여 다양한 조건에서 전해연마를 실시하였다.

II. Experimental

IBAD법을 이용하여 우수한 이축배향된 YBCO 고온초전도 박막 선재를 제조하기 위해 사용되는 금속합금은 매우 높은 표면 평활도를 가진 금속 기판재를 요구한다. 본 실험에 사용된 니켈 합금인 hastelloy C-276의 조성은 다음의 Table 1과 같으며 Cr, Mo가 약 15 % 정도 첨가된 내식성이 우수한 재료이다. 두께 0.1 폭 10 mm인 테이프 형상의 hastelloy를 제조사로부터 구매하여 전해연마에 이용하였으며 일반적인 전해연마공정은 Fig. 1과 같다 [3].

Table 1. Compositions of hastelloy C-276.

Component	Wt. %
Ni	57
Cr	14.5 - 16.5
Mo	15 - 17
Fe	4 - 7
W	3 - 4.5
Co	Max 2.5
Mn	Max 1
V	Max 0.35
P	Max 0.025
C	Max 0.01
S	Max 0.01
Si	Max 0.08

먼저 hastelloy 테이프 표면에 남아있는 유기물을 제거하기 위해 알칼리 탈지제에 담가 초음파세척을 하였다. 이 후 수세과정을 거쳐 5 % 황산용액에서 중화처리를 하여 표면의 pH를 조절하여 전해연마를 용이하도록 하였다. 피연마물의 종류에 따라 전용 전해액이 사용되는데 본 실험에서는 니켈 합금에 일반적으로 사용되는 인산(H_3PO_4)과 황산(H_2SO_4)을 혼합한 전해액을 사용하였다. 전해액의 온도, 전해시간, 전류밀도(A/cm^2)를 적절히 조절하며 전해연마하였으며 최적조건을 찾고자 하였다. 수세, 중화처리 그리고 수세를 한 후 건조하여 최종 전해연마를 완료하였다.

특히 본 실험에서는 Fig. 2의 (a)와 같이 짧은 샘플을 전해연마하기 위하여 batch type으로 양극에 피연마재료를 연결하고 음극에 통전용 전극을 연결하는 Unipolar방법을 이용하였다. 그리고 수 백 m 금 초전도 선재를 제조하기 위해서 필요한 Reel-to-reel 공정을 적용하기 위하여 (b)와 같이 양극에 피연마재료를 직접 연결하지 않는 Bipolar법을 실험하였다[4]. 전해연마 후 표면을 분석하기 위하여 AFM을 이용하여 $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ 면적에서의 표면 거칠기를 측정하였다. 그리고 광학현미경 및 SEM을 이용하여 표면을 관찰하였다.

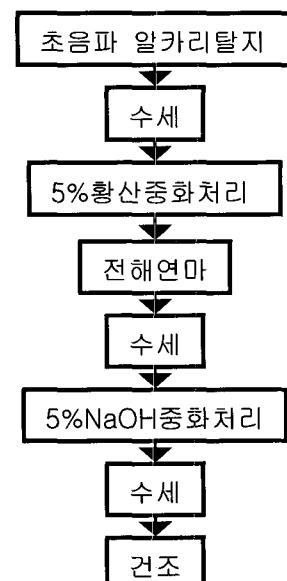


Fig. 1. Procedures of electropolishing.

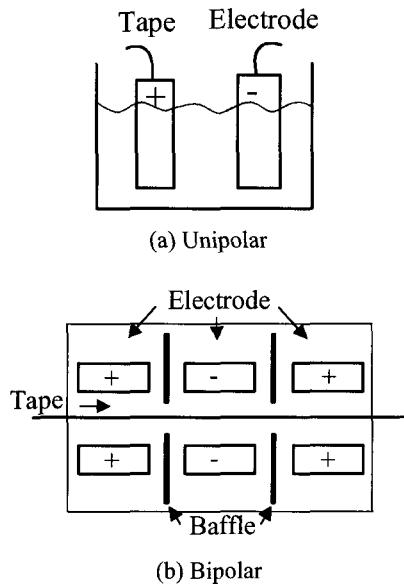


Fig. 2. Schematic layouts of electropolishing bath.

Table 2. Conditions of unipolar type electropolishing.

전해시간 (min)	전류 밀도 (A/cm ²)	온도 (°C)	비고
2	0.5	20>38	
2	1	20>42	
3	0.5	20>43	

III. Results and Discussion

니켈합금의 전해연마를 위해서 다음 Table 2의 조건으로 unipolar 법을 적용하여 짧은 샘플을 전해연마 하였다. 이때 전해액의 온도는 상온 및 60 °C로 하였으며 전해액의 농도와 기포발생을 고려하여 교반을 행하면서 실험하였다.

전해연마를 시작할 때와 종료되었을 때의 전해액의 온도를 실시간으로 측정한 결과 hastelloy의 높은 저항(130 μΩ·cm at 24 °C)으로 인한 Joule 발열로 전해액의 온도가 지속적으로 증가하였으며 60 °C로 전해연마를 시작한 경우도 약간 증가하는 경향을 보였다. 하지만 전해액의 온도에 대한 전해 특성 변화는 이후의 AFM분석 결과 거의 구별하기가 어려웠으며 따라서 본 실험 40 ~ 50 °C 범위에서 전해연

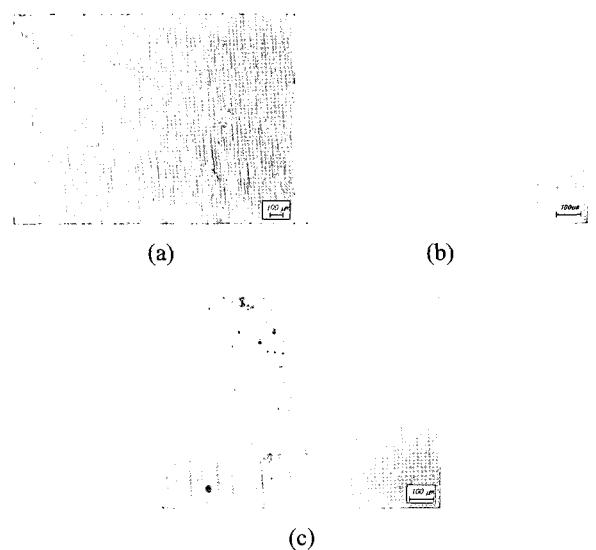


Fig. 3. Optical micrographs of (a) unelectropolished, (b) electropolished and (c) pitted tapes.

마를 실시하였다. Table 2의 조건으로 전해한 후 광학 현미경으로 분석한 결과 전류 밀도가 낮은 경우 표면 scratch가 전부 없어지지 않았으며 또한 동일한 전류 밀도로 시간을 늘린 경우 Fig. 3(a)와 같이 표면에 오히려 pit가 다수 발생하였다. 하지만 1 A/cm²의 전류밀도로 2분간 전해연마한 경우 Fig. 3(b)와 같이 비교적 양호한 표면 특성을 나타낼 수 있었다.

이상의 결과로부터 reel-to-reel 방식으로 전해연마할 경우 양호한 표면거칠기를 유지하면서 보다 빠른 속도로 전해연마하는 것이 요구된다. 단일전해조를 이용하여 bipolar 법으로 선재의 이동속도를 달리하며 실험하였다. 선재의 전해조 통과시간을 이동속도로 하였으며 1 ~ 3분 정도의 범위에서 비교적 양호한 표면 상태를 나타내었다. AFM 분석 결과 Fig. 4와 같이 2 nm 이하의 높은 표면 평활도를 가졌다. 특히 전해조 통과시간을 1분 20초 하였을 때 Fig. 4(b)와 같이 5 μm × 5 μm 면적에서 1 nm 이하의 RMS값을 나타내었다.

하지만 이러한 평균 거칠기 값도 중요하지만 실제로는 전해연마된 금속 테이프의 국소적인 표면 기울기가 중요하다. 금속기판위에 증착될 MgO층이 약 10 nm 내외로 매우 얇아 약간의 국소적인 경사로도 이축배향성이 크게 저해되기 때문이다. Fig. 5에 다양한 조건의 전해연마

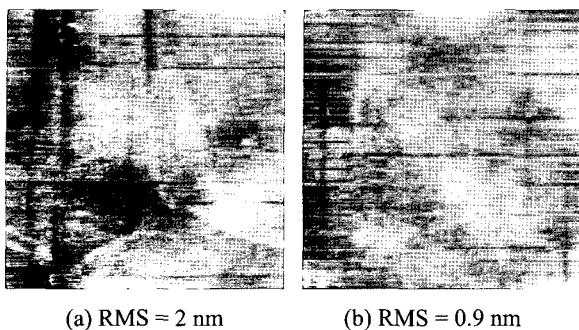


Fig. 4. AFM images of electropolished tapes with bipolar type.

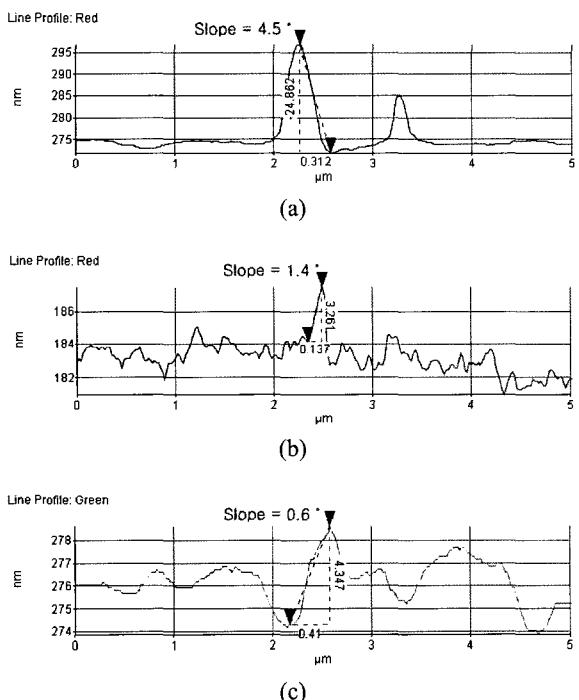


Fig. 5. Line profiles of AFM scanned surfaces of electropolished tape.

된 테이프의 국소 기울기를 측정하였다. (a)의 경우 석출물 등의 불순물에 의한 표면 결함으로 인하여 4.5°의 높은 기울기를 나타내었으며 (b)와 (c)의 경우 주로 결정입계 및 전해연마 후 잔존하는 표면 scratch의 흔적으로 인해 나타나며 기울기가 1° 내외의 양호한 값을 나타내었다.

전해연마 이전의 hastelloy 테이프를 분석한 결과 $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ 면적에서 약 50 ~ 100 nm의

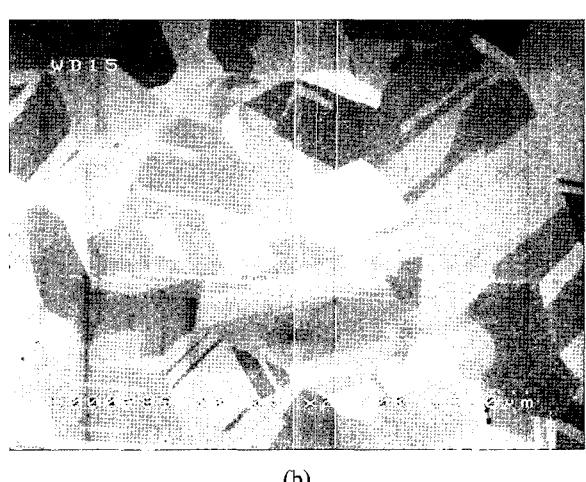
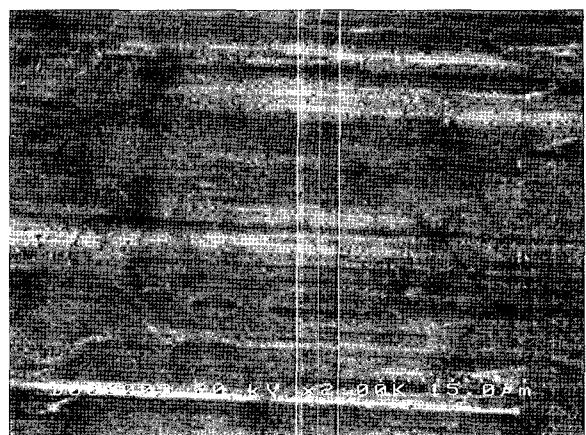


Fig. 6. SEM micrographs of (a) unelectropolished and (b) electropolished hastelloy tapes.

RMS 거칠기를 나타내었다. 전해연마 후 hastelloy 테이프의 표면거칠기도 낮아졌을 뿐만 아니라 표면조성 및 조직도 달라진다. Fig. 6은 이러한 결과를 잘 보여준다. 전해연마전 표면 결함 및 변형 영역(a)은 전해연마 후 깨끗한 결정립이 표면에 나타나고 변형영역이 제거되었음을 알 수 있다. 이러한 표면 변형 영역 제거는 향후 산화물 박막을 증착시 국소 응력 불균형에 따른 박막의 박리 가능성을 최소화 할 수 있다.

IV. Conclusion

초전도 박막선재용 IBAD-MgO template을 제조하기 위해 사용되는 기판재인 hastelloy C-276 테이프를 전해연마하였다.

짧은 샘플의 경우 1 A/cm^2 의 전류밀도로 2분간 전해연마 하였을 때 양호한 표면 특성을 나타냄을 알 수 있었다.

긴 선재의 경우 reel-to-reel 방식으로 전해연마시 전해조 통과시간을 1분 20초 하였을 때 $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ 면적에서 1 nm 이하의 RMS값을 나타내었다.

표면기울기를 관찰한 결과 주로 결정입계 및 전해연마 후 잔존하는 표면 scratch의 흔적으로 인해 나타나며 기울기가 1° 내외로 양호하였다.

전해연마 이전 테이프 표면은 거칠 뿐만 아니라 표면결함 및 변형영역이 존재하지만 전해연마 후 변형되지 않은 깨끗한 결정립이 표면에 나타나며 또한 표면변형영역이 제거되었음을 알 수 있었다.

Acknowledgments

본 연구는 21세기 프론티어 연구개발사업인 차세대 초전도응용기술개발 사업단의 연구비지원에 의해 수행되었습니다.

References

- [1] Robert Hawsey "Overview of U.S. high-temperature superconductivity program for electric power", IDW 2004, Kyongju, (2004)
- [2] Groves J R, Arendt P N, Foltyn S R, DePaula R F, Peterson E J, Holesinger T G, Coulter J Y, Springer R W, Wang C P and Hammond R H, IEEE Trans. Appl. Supercond., 9, 1964, (1999).
- [3] 間宮富士雄, 山口 裕, 渡 輿七 “化學研磨와 電解研磨”, 鎮書店(1997).
- [4] Sascha Kreiskott, Paul N Arendt, Lawrence E Bronisz, Steve R Foltyn and Vladimir Matias, “Continuous electropolishing of hastelloy substrates for ion -beam assisted deposition of MgO”, Supercond. Sci. Technol., 16, 613-616 (2003).