The Journal of the Korean Institute of Electrical and Electronic Material Engineers. Vol. 8, No. 4, pp. 478, 1995.

임계전류밀도 향상을 위한 Cu/NbTi 다층박막과 초전도 선재에서의 계면반응

논 문
8-4-12

Interfacial reactions in Cu/NbTi multilayer thin films and superconducting wires for the enhancement of critical current density

심재엽* · 백홍구* · 하동우** · 오상수** · 류강식**
(J.Y.Shim, H.K.Baik, D.W.Ha, S.S.Oh, K.S.Ryu)

Key Words(중요용어) : Critical Current Density(임계전류밀도), Differential Scanning Calorimetry, Effective Heat of Formation(유효생성열), Interfacial Reaction(계면반응)

Abstract

Cu/NbTi multilayer thin films and superconducting wires were fabricated and heat-treated with conventional annealing and analyzed by differential scanning calorimetry (DSC) as a basic study for the enhancement of J_c. Interfacial reactions of Cu/NbTi multilayer thin films and superconducting wires were investigated with optical microscope, SEM, and XRD. According to the effective heat of formation (EHF) model, Cu_3Ti was predicted as a first phase. However, considering the crystalline structure and thermodynamics, CuTi was predicted as a first phase. According to the results of DSC and XRD, Cu_2Ti was found to be the first phase, followed by the formation of Cu_4Ti. The difference in first crystalline phase between the experimental result and the predicted one was discussed. In case of Cu/NbTi superconducting wires, the compounds formed at the Cu/NbTi interface grew with annealing time and the amount of compounds formed in Nb-47wt%Ti alloy was larger than that in Nb-50wt%Ti alloy. It seemed that the incubation time for the formation of compounds in Nb-50wt%Ti alloy was longer than that formed in Nb-47wt%Ti alloy. Also, the diffusion was the rate controlling step for the growth of compounds in all specimens. These compounds were formed at 500~600℃ for 1 hour annealing and, thus, the drawing time below 1 hour must be required to minimize the growth of compounds for the enhancement of J_c.

1. 서 론

NbTi 합금계 초전도선은 가공성이 뛰어나고 수%의 스트레인을 가해도 급격한 열화가 발생하지 않기 때문에 10 Tesla 이하의 상용 초전도 자석의 코일재료로서 널리 사용되어지고 있다. 현재 가속기용이나 범용 초전도 자석에는 Nb-46.5wt%Ti 선재가 그리고 MRI 코일에는 Nb-50wt%Ti 선재가 표준화되어 사용되고 있다[1].

이러한 NbTi 합금계 초전도 선재의 임계전류밀도를 결정짓는 가장 큰 요소는 자속피닝이며 β-NbTi 고용체상에 석출한 미세한 α-Ti 상이 우선적인 자속피닝 점으로 작용한다. NbTi 합금계 초전도 선재의 임계전류밀도 향상에 기여하는 요인은 미시적인 것과 거시적인 것이 있다[2]. 미시적인 요인은 NbTi 필라멘트 내부의 미세조직에 관련된 것으로서 피닝힘과 직접적으로 연관되며 최적의 미세조직은 석출열처리와 가공에 의하여 얻어 진다. 거시적인 요인은 NbTi 합금의 화학조성의 불

* : 연세대학교 공대 금속공학과
** : 한국전기연구소 전기재료연구부 초전도연구실
접수일자 : 1995년 3월 16일
심사완료 : 1995년 6월 10일

균일, 필라멘트와 매트릭스 계면의 형상 및 필라멘트 길이 방향의 형상의 불균일성에 관련된 것으로 피닝힘을 저하시킨다.

한편, 압출가공이나 중간열처리중에 생성되는 $CuTi_2$ 화합물[3]은 Cu/NbTi 계면에 구형(nodule)모양으로 존재하며 연성이 없어서 가공시에 필라멘트의 단선을 유발하므로 선재의 임계전류밀도를 저하시키는 것으로 알려져 있다. 이와같은 선재의 임계전류밀도를 저하시키는 화합물의 성장을 억제하려면 저온 열처리 공정을 개발하거나 확산 장벽을 이용하여야 한다. 따라서, 초전도 선재의 임계전류밀도를 보다 향상시키기 위해서는 $CuTi_2$와같이 초전도 특성을 저하시키는 화합물들의 생성온도를 규명하여 이를 공정에 적용함으로써 화합물의 생성과 성장을 억제시켜야 한다.

최근 교류 선재의 개발은 선재의 두께가 더욱 미세하여짐에 따라 선재 계면에서 화합물의 반응이 더욱 중요하게 되었다. 이러한 점을 고려할 때 가공을 거친 선재는 불균일한 미세 구조를 지니고 있으며 계면 반응을 관찰하기 어려우나 다층박막은 조성의 조절이 쉽고 미세한 반응으로 생성되는 상의 관찰이 가능하다.

이에 본 연구에서는 Cu/Ti와 Cu/Nb-47wt%Ti 및 Cu/Nb-50wt%Ti 다층박막을 제조하고 Cu/Ti 계면 및 Cu/NbTi 계면에서 생성되는 최초의 결정상과 결정상들의 생성온도와 상전이를 규명하기 위하여 differential scanning calorimetry (DSC) 분석과 XRD 분석을 하였다. 한편, 유효생성열 모델을 Cu/Ti 계에 적용하여 최초의 결정상을 예측하고 실험결과와 비교 고찰하였다. 또한, Nb-47wt%Ti 및 Nb-50wt%Ti 초전도 선재의 제작과 열처리를 통하여 Cu/NbTi 계면에서 일어나는 반응과 반응으로 생성된 화합물들의 미세조직을 고찰하였다.

2. 실 험 방 법

Cu/Ti 및 Cu/NbTi 다층박막은 R.F. magnetron sputtering 장치를 사용하여 증착하였다. 증착전과 증착중의 진공도는 각각 6.0×10^{-6}Torr이하와 5.0×10^{-3}Torr로 유지하였으며 Cu, Nb 및 Ti 타겟은 99.95%, 99.9%와 99.999%의 순도를 갖고 있었다. DSC 분석을 하기 위한 시편은 NaCl 기판에 증착하였으며 NbTi 합금층은 기판을 회전시키면서 co-sputtering 방법으로 증착하였다. Cu와 Ti 및 NbTi층의 두께와 박막의 원자 조성비를 표 1에 나타내었다.

표 1. Cu/Ti 및 Cu/NbTi 다층박막의 원자조성비, bilayer 두께와 총 두께

Table 1. Atomic concentration ratios, bilayer thicknesses, and total thicknesses of Cu/Ti and Cu/NbTi multilayer thin films

	Cu : Ti	Cu : Ti	Cu : Nb-47wt%Ti	Cu : Nb-50wt%Ti
Atomic Concentration Ratio	1 : 1	2 : 1		
Bilayer Thickness (nm)	41 : 59	57 : 43	100 : 100	100 : 100
Total Thickness (nm)	1000	1000	1000	1000

DSC 분석시에 열량 변화를 보다 정확히 검출하기 위하여 bilayer의 수를 Cu/Ti 다층박막은 10층, Cu/NbTi 다층박막은 5층으로 하였다. 이때, Ti 및 NbTi 층의 산화를 방지하기 위하여 맨 아래층과 맨 위층은 Cu를 증착하였으며 두 층의 두께는 다른 Cu 층의 반으로 함으로써 bilayer의 원자조성비를 일정하게 하였다.

고상 반응에 의한 결정상의 생성과 상전이를 고찰하기 위하여 constant scanning mode DSC (Perkin-Elmer DSC-4) 분석을 하였다. 가열 속도를 분당 10~ 50℃로 하여 원하는 온도까지 가열을 한 후 상온까지 수냉하였으며 인듐(In)으로 보정한 기준선으로부터 DSC 곡선을 공제함으로써 고상 반응에 의하여 상이 생성되는 동안에 방출되는 열량을 온도의 함수로 측정하였다.

한편, Cu/NbTi 계면반응을 관찰하고자 Teledyne Wah Chang 사의 표준형과 고균질형 Nb-47wt%Ti 합금과 표준형 Nb-50wt%Ti 합금을 각각 스웨이징한 후 외경 10mm, 내경 3mm인 Cu 튜브에 넣고 압출을 하여 지름 1.5mm의 단선 초전도 선재를 제작하였다. 열처리는 간접 압출시의 온도에 해당하는 500~600℃에서 1~50 시간 하였다. 열처리시에 합금의 균질도와 조성 변화에 따라 Cu/NbTi 계면에서 생성되는 화합물과 그 성장을 고찰하였다.

DSC 분석시에 생성된 결정상을 확인하기 위하여 X-선 회절 실험을 하였으며 광학 현미경과 주

사전자현미경을 이용하여 Cu/NbTi 초전도 선재의 계면반응에 의해 생성된 화합물의 미세조직과 두께를 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 결정상의 예측

유효생성열 모델은 일반적으로 최저공정온도와 최저액상온도가 존재하고 화합물이 생성되는 이원계에서 생성되는 최초의 결정상을 예측할 수 있다. Nb/Ti 계는 고용체를 형성하고 Nb/Cu 계는 전형적인 공정계 상태도를 형성하므로 본 모델을 적용할 수 없으며 Cu/Ti 계에만 이 모델을 적용 할 수 있다. 따라서 이 모델을 이용하여 Cu/Ti 계에서 생성되는 최초의 결정상을 예측하였다.

Pretorius[4,5]가 제안한 유효생성열은

$$\Delta H' = \Delta H \cdot \frac{\text{제한원소의 유효농도}}{\text{제한원소의 화합물의 농도}} \quad (1)$$

식 (1)과 같이 생성열(ΔH)을 조성의 함수로 나타낸 것으로, 비평형 상태에 놓여 있는 박막 계면에서의 유효농도와 상의 성장시에 공급이 부족한 원소를 고려하여 고상확산 반응에 참여하는 실제 원자수를 상평형 과정에 도입한 것이다.

Cu/Ti 계의 유효생성열 값을 계산하기 위하여 Cu/Ti 계의 평형상태도상에서 유효농도를 고려하면, 공정점의 온도가 가장 낮은 875℃에서의 공정점의 조성($Cu_{0.730}Ti_{0.270}$)이 유효농도가 된다[6]. 그림 1의 유효생성열 다이아그램과 표 2[7]로부터 유효농도에서 가장 큰 음의 유효생성열 값을 갖는 상은 Cu_3Ti(-9.34 kJ/mol · atom)이다. 따라서, Cu_3Ti가 최초의 결정상으로 생성될 것으로 예측되었다. 한편, 평형상태도상에 존재하는 금속간 화합물인 Cu_2Ti에 대한 열역학 자료의 부족으로 표 2에서는 Cu_2Ti에 대한 유효생성열 값이 제시되지 않았다.

박막의 계면은 증착시에 부여되는 잔류응력 및 결함 그리고 불순물의 유입 및 기판의 표면 상태 등으로 인하여 비평형 상태에 놓이게 된다. 유효생성열은 최초의 결정상 및 상전이를 예측하는 유용한 개념이지만 유효생성열 값이 두 상에 대하여 유사한 경우에는, 비평형 상태인 박막의 계면을 고려할 때 두 상이 공존하거나 작은 음의 생성열 값을 갖는 상이 먼저 생성될 수도 있다. 예를 들어 Al/Pt 계의 경우 유효생성열 개념에 의하여 예측된 상은 Pt_5Al_{21}이지만, 이 상은 416개의 원자가 하나의 격자를 구성하는 매우 복잡한 구조를 하고

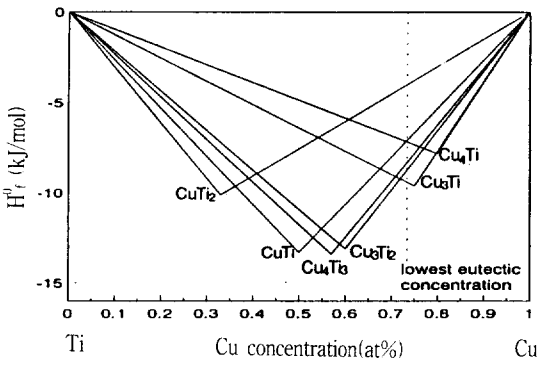


그림 1. Cu/Ti 계의 유효생성열 다이아그램

Fig. 1. Effective heat of formation diagram for Cu/Ti system

표 2. Cu/Ti 계의 유효생성열

Table 2. Effective heat of formation for Cu/Ti system

Lowest eutectic = $Cu_{0.73}Ti_{0.27}$						
Compound	Melting congruency	Limiting element	Compound composition Cu/Ti	kJ/mol · atom		Number of atoms/ cell
				△H	△H′	
$CuTi_2$	NC[1]	Ti	0.333/ 0.667	-10.1	-4.09	6
CuTi	C[2]	Ti	0.500/ 0.500	-13.3	-7.18	4
Cu_4Ti_3	NC	Ti	0.571/ 0.429	-13.4	-8.43	14
Cu_3Ti_2	NC	Ti	0.600/ 0.400	-13.1	-8.84	10
Cu_2Ti	M[3]	Cu	0.667/ 0.333	·	·	12
Cu_3Ti	M	Cu	0.750/ 0.250	-9.6	-9.34	8
Cu_4Ti	NC	Cu	0.800/ 0.200	-7.8	-7.12	10

NC[1] : noncongruency C[2] : congruency M[3] : melting congruency

있으며 실제로는 5개의 원자가 하나의 격자를 구성하는 Pt_2Al_3이 먼저 생성되는 것으로 밝혀졌다[8].

Bene는[9,10] 열역학적인 관점에서 "최저공정온도에서 가장 가까이 있는 congruently melting compound 중에서 융점이 낮은 것이 먼저 생성된다"고 제안하였으며 이 법칙은 금속/실리콘 계와 금속/금속 계에서 생성되는 최초의 결정상을 예측하는데 있어서 어느 정도 잘 맞고 있다. 이러한 관점에서 유효농도에서 가장 가까이 있는 congruently melting compound는 CuTi이다.

한편, CuTi와 Cu_3Ti의 유효생성열 값의 차이

(2.16 kJ/mol·atom)는 비교적 작으며 CuTi는 다른 상과 비교할 때 단위격자당의 원자수가 4개인 정방정계 구조로 단순한 결정구조를 갖는다. 또한, Cu_3Ti 상은 준안정하므로 다른 상이 최초의 결정상으로 생성될 수 있는 가능성을 배제할 수 없다. 따라서, 결정상의 구조적인 측면을 고려할 때 CuTi가 단위격자당의 원자수가 가장 작으며 Cu_3Ti보다 열역학적으로 안정한 상이므로 최초의 결정상으로 생성될 것으로 예측된다.

3.2. Cu/Ti 및 Cu/NbTi 다층박막에서의 계면반응

본 절에서는 Cu/Ti 및 Cu/NbTi 다층박막에 대한 DSC 분석과 XRD 분석으로부터 확인된 결과를 유효생성열 모델로부터 예측한 결과와 비교 고찰하였다.

Cu와 Ti 층의 조성비가 1대1과 2대1인 Cu/Ti 다층박막을 상온에서부터 530℃까지 분당 20℃의 속도로 가열하였을 때의 DSC 곡선을 그림 2에 나타내었다. 두 조성에 대한 DSC 곡선에서 각각 2개씩의 발열 반응을 나타내는 피크가 생성되었다. Cu와 Ti층의 조성비가 1대1인 경우와 2대1인 경우 첫 번째 발열 피크는 각각 337℃와 344℃ 부근에서 생성되었으며 두 번째 발열 피크는 두 경우 모두 440℃ 부근에서 생성되었다. 따라서, Cu/Ti 계의 경우 고상확산에 의한 발열반응 온도는 조성비와 관계없이 거의 일정한 것을 알 수 있다.

Cu/Nb-47wt%Ti 및 Cu/Nb-50wt%Ti 다층박막을 상온에서부터 530℃까지 각각 분당 20℃의 가열속도로 DSC 분석을 하였을 때의 DSC 곡선을 그림 3에 나타내었다. 두 조성에 대한 DSC 곡선에서 각각 2개씩의 발열 반응을 나타내는 피크가 생성되었다. 첫 번째 발열 피크는 두 경우 각각 344℃와 336℃부근에서 생성되었고 두 번째 발열 피크는 두 경우 각각 444℃와 443℃부근에서 생성되었다. 따라서, Cu/NbTi 계의 경우 고상확산에 의한 발열반응 온도는 조성비와 관계없이 거의 일정하며, Cu/Ti 계에서의 발열피크 생성온도와 거의 일치한다. 그러므로, Cu/Ti 다층박막과 Cu/NbTi 다층박막으로부터 생성되는 상은 동일한 것으로 예측되었다.

첫 번째 발열 피크로부터 생성된 상을 확인하기 위하여 350℃에서 30분 동안 열처리한 Cu/Ti 다층

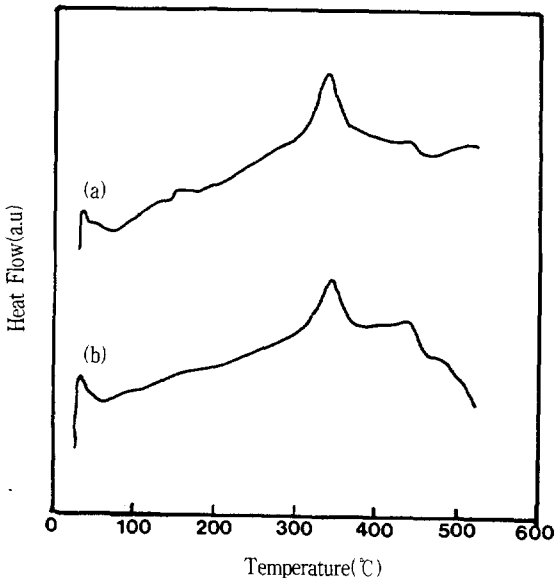


그림 2. 20℃/min으로 530℃까지 가열된 Cu/Ti 다층박막의 DSC 곡선 (a) Cu:Ti=1:1 (b) Cu:Ti=2:1

Fig. 2. DSC traces for Cu/Ti multilayer thin films heated to 530℃ with 20℃/min (a) Cu:Ti=1:1 (b) Cu:Ti=2:1

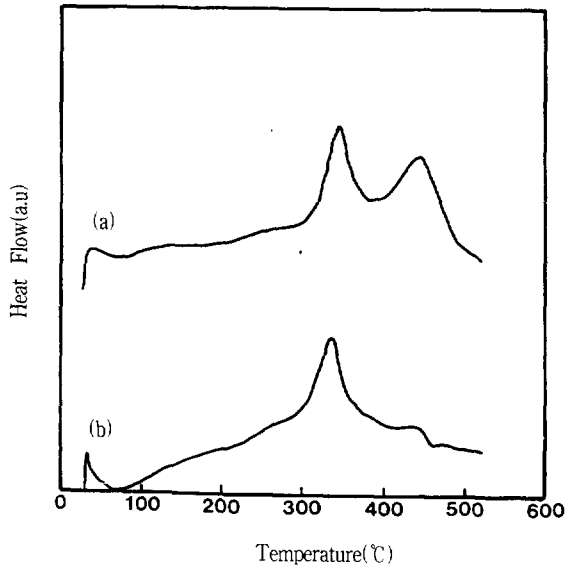


그림 3. 20℃/min으로 530℃까지 가열된 Cu/NbTi 다층박막의 DSC 곡선 (a) Nb-47wt%Ti (b) Nb-50wt%Ti

Fig. 3. DSC traces for Cu/NbTi multilayer thin films heated to 530℃ with 20℃/min (a) Nb-47wt%Ti (b) Nb-50wt%Ti

박막에 대한 XRD 분석 결과를 그림 4(a)에 나타내었다. 그림 4(a)에서는 Cu와 Cu_2Ti에 의한 회절피크가 관찰되었으며 이로부터 Cu_2Ti가 최초의 결정상으로 생성되었음을 알 수 있다. 한편, 반응하고 남아 있을 것으로 예상되는 Ti에 의한 회절피크가 미약하게 관찰되었다. 또한, 그림 4(b)에 의하면 Cu/Nb-50wt%Ti 다층박막을 370℃까지 분당 20℃로 가열한 경우에도 Cu_2Ti가 최초의 결정상으로 생성되었으며 Cu/Ti 이원계 박막에서 생성된 최초의 결정상과 일치하였다. 그러나, 이러한 결과는 3.1절에서 예측된 최초의 결정상과 일치하지 않는다. 한편, 표 2에 제시된 바와 같이 Cu_2Ti의 생성열에 대한 열역학 자료가 부족하다. 따라서, Cu/Ti 계에서 생성되는 최초의 결정상을 정확하게 예측하기 위해서는 Cu_2Ti에 대한 열역학적인 고찰이 더 진행되어야 한다.

두 번째 발열 피크로부터 생성된 상을 확인하기 위하여 그림 3의 조건으로 DSC 실험을 거친 두 박막시편에 대한 XRD 분석결과를 그림 5에 나타내었다. 그림 5에서 보듯이, Cu와 Ti에 의한 회절

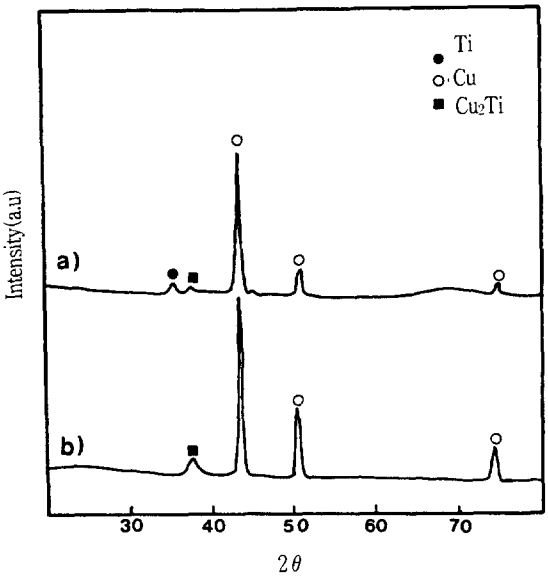


그림 4. 열처리된 Cu/Ti 및 Cu/Nb-50wt%Ti 다층 박막의 X-선 회절패턴

Fig. 4. XRD patterns for (a) Cu/Ti and (b) Cu/Nb-50wt%Ti multilayer thin films heat treated

피크와 Cu_2Ti 및 Cu_4Ti에 의한 회절피크가 관찰되었다. 이로부터 두 번째 발열피크로부터 생성된 상은 Cu_4Ti이며 Cu_2Ti가 먼저 생성된 후 Cu_4Ti가 생성되는 것임을 알 수 있다. 따라서, 이러한 결과에 의하면 Cu_2Ti와 Cu_4Ti 조성사이에 존재하는 Cu_3Ti상은 준안정하여 bypass되는 것으로 생각된다.

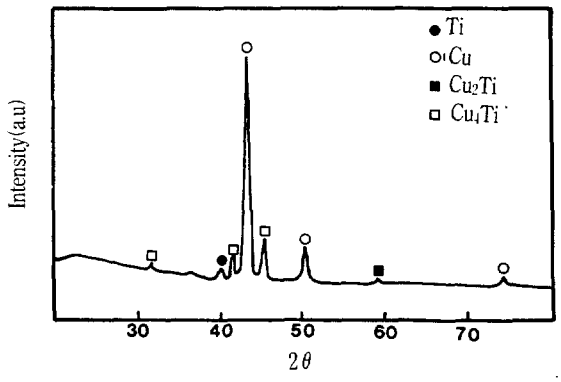


그림 5. 20℃/min으로 530℃까지 가열된 Cu/Nb-50wt%Ti 다층박막의 X-선 회절패턴

Fig. 5. XRD pattern for Cu/Nb-50wt%Ti multilayer thin film heated to 530℃ with 20 ℃/min

3.3. Cu/NbTi 초전도 선재에서의 계면반응

본 절에서는 NbTi 초전도 선재의 열처리시 Cu/NbTi계면에서 일어나는 반응과 반응생성물의 미세조직 및 NbTi합금의 조성변화에 따라 계면에서 생성되는 화합물에 관하여 고찰하였다. 화합물의 미세조직과 생성량이 초전도 선재의 임계전류밀도 특성에 미치는 영향에 관하여 논하였다.

그림 6은 Nb-47wt%Ti 표준시료로 제조한 초전도 선재의 600℃ 열처리에서 열처리시간의 변화에 따른 미세조직을 나타내고 있다. 그림 6(a)에 의하면 1시간 열처리한 경우 Cu/NbTi 계면에서 화합물이 생성되었으며, 열처리 시간이 1시간에서 50시간으로 길어짐에 따라 화합물 입자는 계속하여 성장하고 있음을 알 수 있다.

이러한 화합물은 구형(nodule)의 모양을 갖고 있으며 일반적으로 압출가공 조건(550-650℃)하에서 Cu/NbTi 계면에 불연속적으로 생성되어 선재의 길이 방향으로 불균일하게 성장한다[11,12]. 또한, 이러한 화합물들은 매우 단단하여 단면적을 감소시켜 선재의 길이를 증가시키기 위한 인발 및 신선공정에서 화합물이 가공되지 않아 필라멘트의 단선을 유발하며 필라멘트의 균일한 단면적을 유지하지 못하여 초전도 선재의 임계전류밀도를 저하

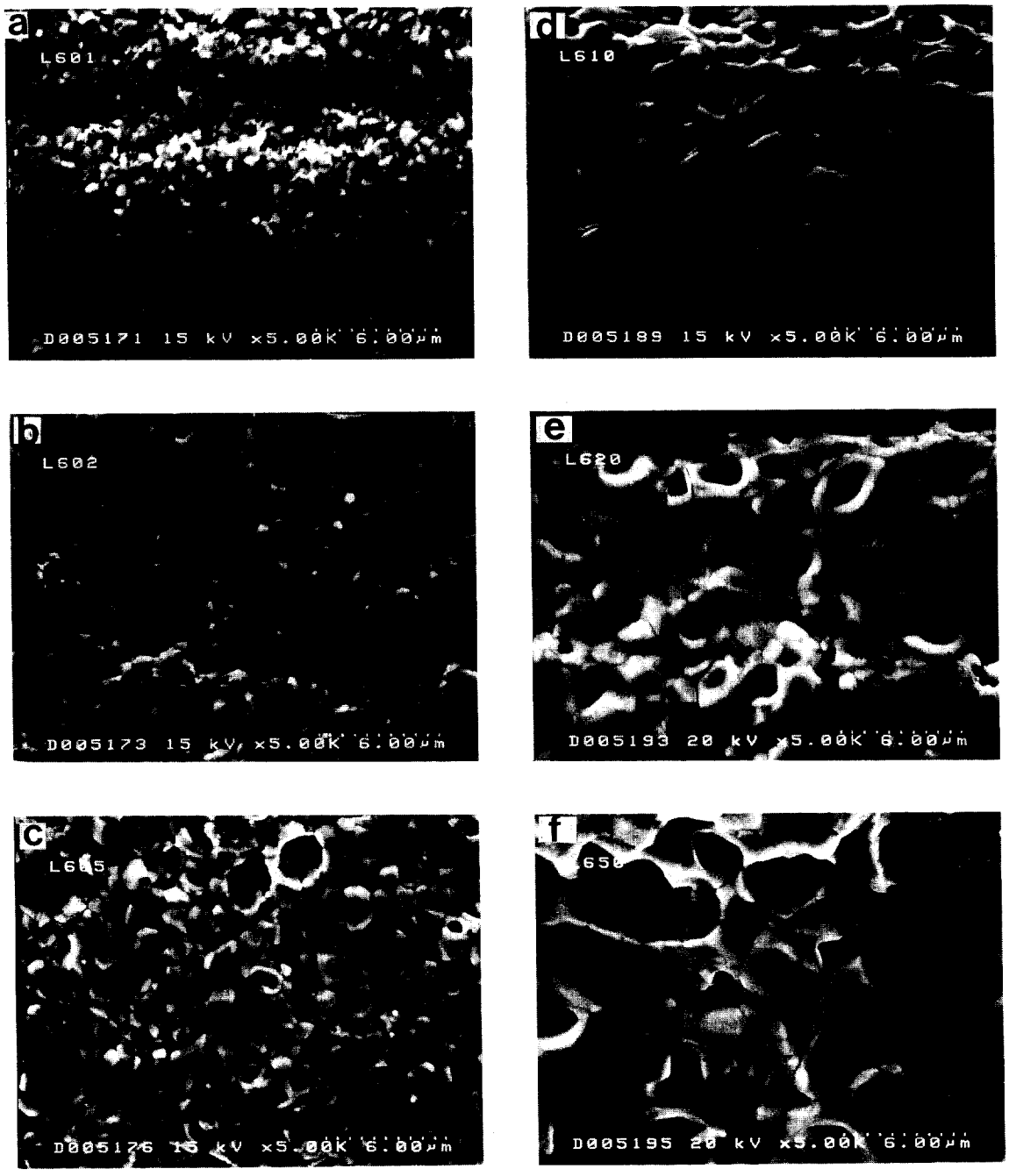


그림 6. 600℃에서 열처리된 Nb-47wt%Ti 표준시료의 미세구조 (a) 1, (b) 2, (c) 5, (d) 10, (e) 20, (f) 50 시간

Fig. 6. Microstructures of Nb-47wt%Ti standard samples annealed at 600℃ for (a) 1, (b) 2, (c) 5, (d) 10, (e) 20, (f) 50 h

시킨다. 즉, 이 불균일한 화합물층은 4.2K의 헬륨 온도에서 전류의 수송이 일어날 때 수송전류의 직선적인 경로를 막게 된다. 따라서, 불균일한 화합물층 부분에서는 초전자의 스케터링이 일어나서 joule 열이 발생하고 joule 열의 축적과 전도과정에 의하여 보다 낮은 전류에서 NbTi 초전도 선재의

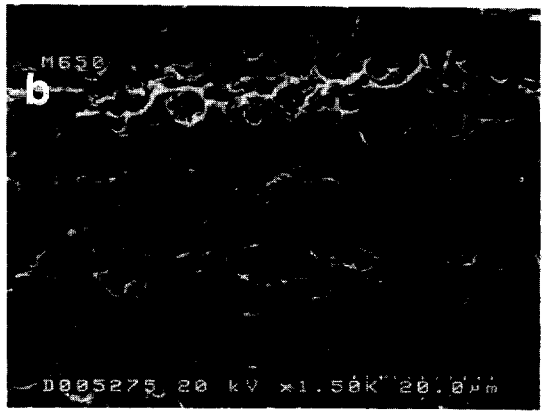
임계온도를 넘어서게 되어 순간적으로 상전도화가 일어난다. 결국, Cu/NbTi 계면에 생성되는 화합물은 초전도 선재의 임계전류밀도에 제한을 준다.

그림 6에서 생성된 화합물 입자는 1시간 열처리 시에도 이미 생성되었으며 장시간 열처리함에 따라 계속하여 성장하므로 화합물 입자의 성장과 이에 의한 불균일한 계면구조의 형성을 억제하기 위해서는 초전도 선재의 압출가공시의 공정시간을 1시간 이하로 단축하여야 한다.

계면반응으로 생성된 화합물의 변화를 관찰하고자 균질도와 조성이 다른 3가지의 초전도 선재를 600℃에서 50시간 열처리한 후 시료표면을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 그림 7에 나타내었다. Nb-47wt%Ti 표준시료와 Nb-47wt%Ti 고균질시료의 경우 Cu/NbTi 계면에서 화합물이 성장하였으며 두 시편에서의 입자들은 크기가 거의 비슷한 정도로 관찰되었다. 한편, Nb-50wt%Ti 표준시료의 경우는 계면 반응물이 매우 적은 것으로 나타났다. 또한, 3가지의 초전도 선재를 500℃에서 50시간 열처리하였을 경우에는 600℃에서 열처리한 경우보다 화합물 입자의 크기가 작았으나 조성과 균질도의 차이에 따른 경향은 같게 나타났다(500℃ 열처리 결과는 제시하지 않음).

그림 7과 500℃ 열처리결과를 종합하면 Nb-47wt%Ti 두 시료의 경우 보다 Nb-50wt%Ti 표준시료의 경우 화합물 층의 생성량이 더 적은 것으로 나타났다. 따라서, Nb-50wt%Ti 표준시료의 경우 화합물 층의 생성에 대한 잠복기가 긴 것으로 생각되나 이에 대한 정확한 기구를 규명하지 못하였으며 이에 대한 연구가 더 진행되어야 한다.

화합물 입자의 성장기구를 규명하기 위하여 세



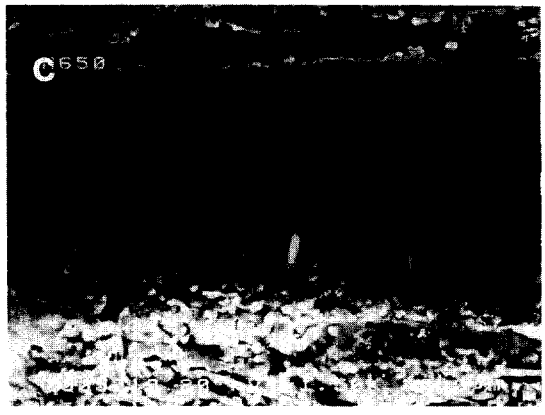


그림 7. 600℃에서 50시간 열처리한 시료의 미세구조 (a) Nb-47wt%Ti 표준, (b) Nb-47wt%Ti 고균질, (c) Nb-50wt%Ti 표준

Fig. 7. Microstructures of NbTi standar samples annealed at 600℃ for 50 hours (a) Nb-47wt%Ti standard, (b) Nb-47wt%Ti high homogeneous, (c) Nb-50wt%Ti standard

가지 시편을 600℃에서 열처리하였으며 열처리시간에 따른 화합물 입자크기의 변화를 그림 8에 나타내었다. 그림 8에 의하면 Nb-47wt%Ti 표준시료와 고균질시료 및 Nb-50wt%Ti 표준시료에서 화합물 입자들은 열처리시간이 길어짐에 따라 모두 parabolic한 성장을 하고 있다. 따라서, 화합물 입자들의 성장은 확산에 의하여 지배됨을 알 수 있다.

4. 결 론

NbTi 초전도 선재의 임계전류밀도를 향상시키

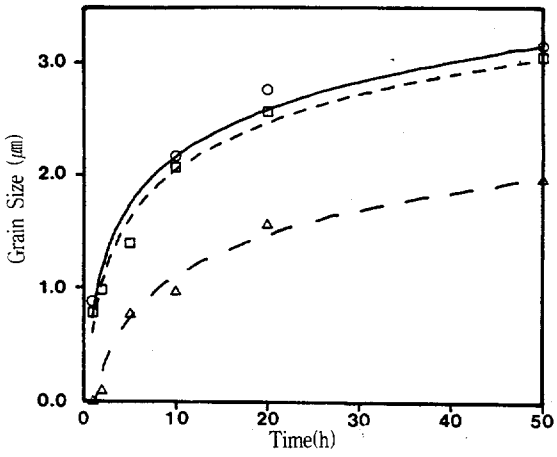


그림 8. 600℃에서 열처리 시간에 대한 화합물 입자의 크기 (a) Nb-47wt%Ti 표준:○, (b) Nb-47wt%Ti 고균질:□, (c) Nb-50wt% Ti 표준:△

Fig. 8 Plot for grain sizes of compounds vs heating time at 600℃, (a) Nb-47wt%Ti standard:○, (b) Nb-47wt%Ti high homogeneous:□, (c) Nb-50wt%Ti standard:△

기 위한 기초 연구로서 Cu/NbTi 다층박막과 초전도 선재를 제조하고 DSC 분석 및 열처리를 통하여 계면반응을 고찰하였으며 유효생성열 모델을 Cu/Ti 계에 적용한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

유효생성열 모델에 따르면 Cu_3Ti가 최초의 결정상으로 생성될 것으로 예측되었으나 결정학적 구조와 열역학적인 측면을 고려할 때 CuTi가 최초의 결정상으로 생성될 것으로 예측되었다. DSC 분석에 의하면 조성에 관계없이 2개씩의 발열피크가 생성되었으며 첫 번째와 두 번째 발열피크는 340℃와 440℃ 근처에서 생성되었다. 첫 번째 발열피크로부터 생성된 상은 Cu_2Ti였으며 Cu_2Ti는 Cu_4Ti로 전이하였다. 이 결과는 모델로부터 예측된 것과는 다르며 Cu_2Ti에 대한 열역학 자료가 추가되어야 정확한 최초의 결정상의 예측이 될 것으로 사료된다.

Cu/NbTi 계면에서 생성된 화합물은 열처리시간에 따라 성장하였으며 Nb-50%Ti 표준시료에서보다 Nb-47%Ti 시료에서 그 생성량이 많았다. 이러한 것은 Nb-50%Ti 시료의 경우 화합물의 생성에 필요한 시간이 긴 것으로 사료된다. 또한, 세 가지 시편에서의 화합물 입자의 성장은 확산에 의하여 지배됨을 확인하였다. 한편, 500~600℃에서 한 시간 열처리시에도 화합물은 생성되었으며 이 화합물의 성장을 억제하기 위해서는 압출공정시의 공정시간을 1시간 이하로 단축하여야 한다.

참 고 문 헌

1. D. C. Larbalestier, A. W. West, W. Starch,W. Warnes, P. Lee, W. K. McDonald, P. O'Larey, K. Hemachalam, B. Zeitlin. R. Scanlan and C. Taylor, IEEE Trans, Vol. Mag-21, p269, (1985)
2. W. H. Warnes and D. C. Larbalestier, Cryogenics., Vol 26, p643, (1986)
3. D. C. Larbalestier and A. W. West, Acta Metall., Vol. 32, p1871, (1984)
4. R. Pretorius, A. M. Vredenberg, and F. W. Saris, J. Appl. Phys. Vol 70, p3636, (1991)
5. R. Pretorius, MRS Symp. Proc. Vol 25, p15, (1984)
6. T. B. Massalski, L. H. Bennett, and H. Baker, *Binary Alloy Phase Diagrams* Vol 2, p1494
7. R. Pretorious, and T. K. Marais and C. C. Theron, Materials Sci. and Eng., Vol 10, p1, (1993)
8. R. Ferro, A. Capelli, A. Borsese and G. Centineo, Att. Accad. Naz. Nncei. Cl. Sci. Fis. Mat. Nat. Rend., Vol 45, p54, (1986)
9. R. M. Walser and R. W. Bene, Appl. Phys. Lett. Vol 28, p624, (1976)
10. R. W. Bene, Appl. Phys. Lett. Vol 41, p529, (1982)
11. P. J. Lee and D. C. Larbalestier, Acta Metall., Vol. 35, p2523, (1987)
12. D. C. Larbalestier, P. J. Lee and R. W. - Samuel, Adv. Cryogenic Engng., Vol 32, p715, (1986)

감사의 글

본 연구는 1993/1994년도 한국전력공사의 지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.