

## Annealing Characteristic of Bi-2212 thick Films on Y211 substrate

### Y211 기판 위의 Bi-2212 후막의 후열처리 특성

<sup>1</sup>Hyeong-Gon Kang, <sup>1</sup>Sung-Hun Lim, <sup>1</sup>Dong-Chul Chong, <sup>1</sup>Sung-Woo Lim,  
and <sup>2</sup>Byoung-Sung Han

<sup>1</sup>강형곤, <sup>1</sup>임성훈, <sup>1</sup>정동철, <sup>1</sup>임성우, <sup>2</sup>한병성

*Chonbuk national Uni. electrical engineering in Korea*

*\*Ph.D course work student, \*\*professor of electrical engineering*

*전북대학교 전기공학과*

*\*박사과정, \*\*전기공학과 교수*

**Abstract-** Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O(Bi-2212) thick films were fabricated on Y211 substrate by screen printing method. And the samples were annealed in various atmospheres, respectively. Though samples had many voids, the sample annealed in N<sub>2</sub> : O<sub>2</sub> = 1:0 atmosphere and the sample in N<sub>2</sub> : O<sub>2</sub> = 0:1 showed some Bi 2212 low phase in comparison to other samples.

The thickness of Bi-2212 on Y211 substrates was about 20 μm.

#### 1. 서론

1987년 임계온도가 액체질소의 비등점 이상을 갖는 Y계 산화물 초전도체가 발견된 이후, 잇따라 Bi계, Tl계 초전도체가 개발되었고, 최근에는 Y계에서 Y대신에 Hg로 대체한 임계온도가 150K에 이르는 Hg계 화합물 초전도체가 개발되어 많은 주목을 받았다. 그러나, 제작된 초전도체를 전력, 및 전기 전자 분야에 응용하기 위해서는 선재화 및 박막화, 기술이 뒤따라야 한다. 특히 초전도 박막은 일반 구리와 같은 상전도체에 비하여 표면저항이 10<sup>-100</sup>배정도 작기 때문에 삽입 손실을 현저하게 감소시킬 수 있으며 마이크로스트립 안테나와 같은 전자파 누설 소자에 응용할 경우 많은 이득 향상을 기대할 수 있다. 선재화를 위해서는 작업 공정상 산소의 영향이 적으

며, 임계온도도 비교적 높은 Bi계가 많이 사용되고 있다. 박막화를 위해서는 결정구조나, 초전도 특성이 잘 알려진 Y계 초전도체가 주로 사용되고 있다. 현재 마이크로웨이브의 응용을 위한 우수한 특성의 초전도박막을 제작하기 위해 sputtering, MO CVD, molecular beam evaporation, Laser ablation법 등이 사용되고 있다. 이중 Laser ablation법은 우수한 특성의 박막을 제작할 수 있어 최근에 많이 사용되고 있다. 그러나, 박막제작을 위해서는 단결정 기판이 필요하고, 제작 공정 또한 고가의 장비가 필요할 뿐아니라 많은 시간과 노력이 필요하다. 그래서 한편으론 우수한 특성의 후막을 제작하여 이를 전자소자에 응용하고자 하는 노력이 많이 진행되고 있다. 후막을 제작

하기 위한 방법으로는 screen printing법<sup>1-2)</sup>, 플라즈마 용사법(plasma spraying)<sup>3-4)</sup>, sol-gel법을 이용한 침지코팅법<sup>5)</sup> 등이 있다. 후막제작은 기판에 대한 영향이 적으며, 제작하는 방법도 단순하고, 많은 시간도 필요하지 않다.

본 연구에서는 미리 제작된 Y211 초전도 기판 위에 적당한 유기 바인더와 혼합된 Bi2212 분말을 스크린 프린팅법을 이용하여, 패턴을 형성하고, 전기로에서 부분용융법으로 후막을 제작하였다. Y211 기판은 높은 열처리 온도에서도 안정한 상태로 유지될 수 있고 대면적 기판도 제작 가능하고, 가격도 비교적 싼 잇점이 있다<sup>6)</sup>. Bi계 저온상은 임계온도는 고온상에 비해 낮지만은 안정적이고, 높은 임계전류밀도 특성을 보인다. 본 논문에서는 후막을 이용한 소자개발에 앞서 Y211 기판위에 Bi계 저온상을 이용하여 패턴을 형성하고 부분열처리 공정후 여러 가지 분위기에서 후열처리를 실시하여 이의 영향을 관찰하였다. 이를 위하여 전자현미경, X-ray 분석, 임계전류밀도를 측정하였다.

## 2. 실험방법

Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SrCO<sub>3</sub>, CaCO<sub>3</sub>, CuO 분말을 2.2: 2.05 : 0.95: 2 가 되도록 칭량하였다. 여기서 열처리 공정시 Bi의 증발을 고려하여 분말을 칭량하였다. 이렇게 칭량된 분말을 아세톤을 첨가하여 막자 사발에서 고르게 혼합 분쇄하였다. 이렇게 혼합된 분말을 780℃, 800℃, 820℃에서 각각 12시간, 12시간, 50시간 하소를 실시하여 충분히 불순물을 제거하고자 하였다. 이렇게 하소된 분말을 표준망체를 이용하여 325 $\mu$ m크기로 선별하였다. 선별된 분말을 표 1과 같은 비율로 유기 바인더와 혼합하여 200목의 실크로 Y211 기판위에 프린팅을 실시하였다.

이와같이 프린팅이 실시된 샘플을 그림 1과 같은 부분용융법 공정에 따라 산소 분위기에서 열처리를 실시하였다. 모든 열처리 공정을 마치고 질소와 산소의 비율이 3:1, 1:0, 0:1인 전기로에서 각각 열처리를 실시하였다.

표 1. 제작된 잉크 성분  
Table 1. Organic additives in the paste

성분	잉크	무게비율 (wt%)
결합제	Ethyl cellulose	3
가소제	Glycerol	0.8
분산제	Triolein	0.2
용매	Butyl carbitol	26
원료분말	Bi-2212 혼합분말	70

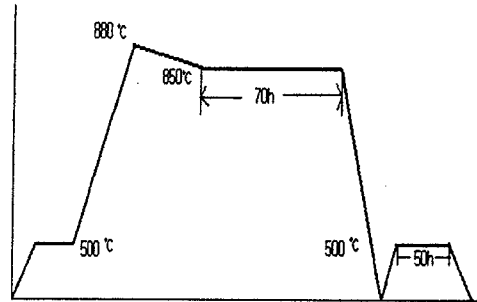


그림 1 열처리 공정

Fig. 1. heating process

또한 후열처리를 실시하지 않은 샘플도 준비하여 그 특성을 서로 비교하고자 하였다. 이 후열처리는 500℃ 전기로에서 20시간 실시하였다. 이렇게 준비된 샘플들을 SEM, X-ray, 임계전류밀도 측정 시스템을 이용하여 그의 특성을 조사하였다.

## 3. 실험 결과 및 고찰

그림 2는 기판으로 사용한 Y211 기판의 전자현미경 사진이다. 그림에서 보는 것과 같이 Y211상

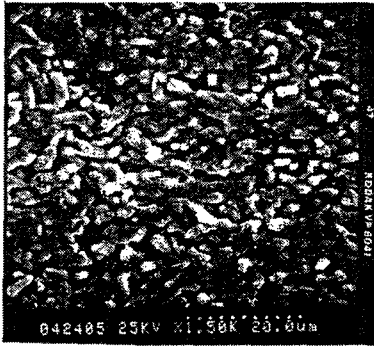


그림 2. Y211 기판의 전자현미경 사진  
Fig. 2. SEM micrograph of Y211 substrate

의 특징인 막대형태의 상들이 고르고, 조밀하게 성장되어 있는 것을 확인할 수 있다. 이 기판은 Y211 분말을 프레스를 이용하여 직경 15mm, 두께 5mm로 성형한 후 1100°C 전기로에서 24시간 열처리하여 제작하였다.

그림 3은 제작된 샘플들의 x-ray 패턴이다. 전 샘플에서 Bi 2212상들이 고르게 형성되어 있는 것을 확인할 수 있다.

그림 4는 여러 가지 후열처리 분위기에서 열처리된 샘플들의 전자 현미경 사진이다. 전 샘플에서 많은 기공들을 볼 수 있다. 특히 후열처리 하지 않은 샘플과 질소가 다량 공급된 샘플에서는 큰 기공들이 많이 형성되어 있고, 초전도 상도 뚜렷하게 형성되어 있지 않다. 그러나, 여전히 많은 기공을 가지고 있지만, 질소와 산소가 1:0, 0:1의 비율에서 열처리된 샘플은 판상의 초전도 상이 조금씩 생성되어 있음을 확인할 수 있다. 이러한 많은 기공들로 인해 전 샘플에서 4mA의 낮은 임계전류밀도를 얻었다. 이는 높은 임계전류밀도를 갖는 Y211위의 후막을 제작하기 위해서는 기판의 특성을 개선할 필요성과, 후열처리 분위기의 영향을 고려해야 함을 보여준다.

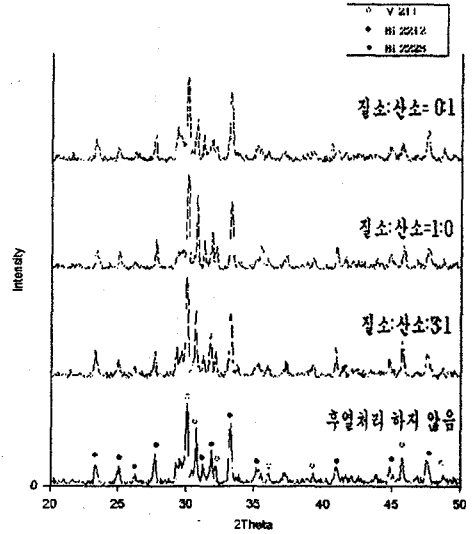
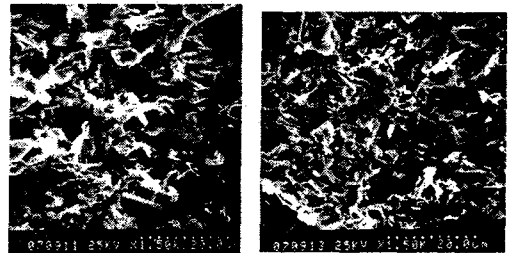
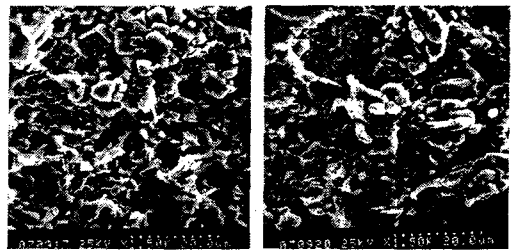


그림 3. 샘플의 X-ray 패턴  
Fig. 3. X-ray patterns of samples



(a) 후열처리 하지 않음 (b) 질소:산소=3:1



(c) 질소:산소 = 1:0 (d) 질소:산소 = 0:1

그림 4. 시편의 전자현미경 사진  
Fig. 4. SEM micrographs of samples

## 참 고 문 헌

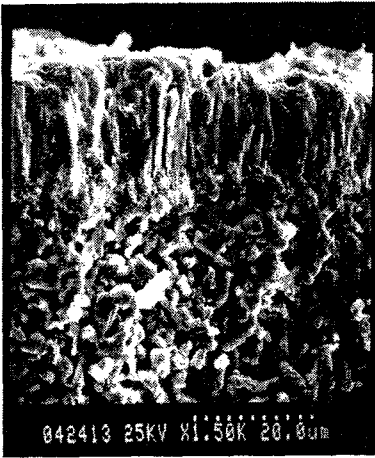


그림 5. 샘플의 측단면 사진  
Fig. 5. Cross section of sample

그림 5는 제작된 샘플을 절단하여 측 단면을 현미경으로 촬영한 것이다. Bi저온상과 기판인 Y211상을 확연하게 구분할 수 있고, 성장된 Bi저온상의 두께는 평균 20 $\mu$ m 정도였다.

### 4. 실험 결과

Y211 기판 위에서 Bi-2212를 가지고 후막을 제작하였다. 제작된 샘플들에서 Bi계 저온상들을 확인할 수 있었으나, 전자 현미경 촬영 결과 전 샘플에서 많은 기공들이 발견되었다. 이는 낮은 임계전류밀도의 원인이 되고, 우수한 초전도 상을 갖는 후막을 제작하기 위해서는 먼저 Y211기판의 특성을 개선해야 함을 보여 준다. 질소와 산소의 비율이 1:0, 0:1인 샘플에서 여전히 많은 기공들이 있었으나, 비교적 양호한 초전도 상들도 형성되어 있음을 확인할 수 있었다. 이를 볼 때 Y211 기판을 이용하여 Bi계 저온상 초전도 후막을 제작할 때 높은 임계전류밀도를 얻기 위해서는 적절한 질소와 산소의 비율을 가진 전기로에서 열처리를 해야 하는 것과, 열처리시 기공들을 줄일 수 있도록 Y211 기판의 특성도 개선해야 함을 알 수 있었다.

- (1) U. V. Varadaraju, G. V. S. Rao, K.D. Chandrasekharan, and A. Baradarajan, "Superconductivity Behaviour in Screen-Printed  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  Films," *Thin Solid Films*, 164, pp. 119-122 (1988)
- (2) M. Sacchi, F. Sirotti, B. Morten, and M. Prudenziati, "High  $T_c$  Superconductivity in Y-Ba-Cu-O Screen-printed Films," 53 (12) pp. 1110-1112 (1988).
- (3) N. Mori, Y. Itoi, and M. Okuyama, "Superconducting Y-Ba-Cu-O Thick Films on Silicon and alumina Substrates Prepared by the plasma Spraying Method," *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol. 28, No. 2, L239-L240 (1989).
- (4) B.Gudmundsson, H.Wang, R.A.Neiser, B.Katz, and H. Herman, "The Effect of Heat Treatment Environment on the Superconducting Properties of Plasma-sprayed  $YBa_2Cu_3O_y$  Deposits," *J. Appl. Phys.*, 67 pp. 2653-2655 (1990)
- (5) Y. Masuda, R. Ogawa, Y. Kawate, K. Matsubara, T.Tateish, and S. Saka, "preparation of  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  Superconducting Films Through the Sol-Gel Method Using Metal Alkoxides as Starting Materials," *J. Mater. Res.*, Vol. 7, No. 4, pp 819-826 (1992)
- (6) K. Nakahigashi, K. Yoshiara, M. Kogachi, S. Nakanish, H. Sasakura, S. Minamigawa, N. fukuoka and A. Yanase *Jpn. J. Appl. Phys.* 27 (1988) L747.

이 연구는 전북대학교 메카트로닉스 센터의 지원을 받아 수행되었습니다.