

PLD 연속 공정을 통한 YBCO coated conductor 제조

고락길, 신기철^a, Dongqi Shi, 정준기, 박유미, 최수정

송규정, 하홍수, 김호섭, 박찬, 유상임^b

한국전기연구원 초전도응용연구그룹

^a부산대학교 무기재료공학과, ^b서울대학교 재료공학부

Fabrication of YBCO coated conductors by PLD continuous reel-to-reel processing

Rock-Kil Ko, Kee-Chul Shin^a, Dongqi Shi, Jun-Ki Chung, Yu-Mi Park
Soo-Jeong Choi, Kyu-Jeong Song, Hong-Soo Ha, Ho-Sup Kim, Chan Park
and Sang-Im Yoo^b

Korea Electrotechnology Research Institute

^aDepartment of Inorganic Materials Engineering, Pusan National University

^bSchool of Materials Science & Engineering, Seoul National University

rkko@keri.re.kr

Abstract YBa₂Cu₃O_{7-δ}(YBCO) coated conductors were deposited by pulsed laser deposition (PLD) on short buffered substrate in continuous PLD reel-to-reel system. The oxide multilayer buffered substrate of architectures of CeO₂/YSZ/Y₂O₃ was fabricated by PLD at steady status.

The degree of texture of each layer was investigated using X-ray diffraction including θ -2 θ scans, ω -scans and Φ -scans analysis. Their surface morphology was observed by scanning electron microscopy (SEM). The FWHM of the X-ray ω -scans and Φ -scans indicated that YBCO and buffer layers closely replicate the in-plane and out-of-plane texture of metal tape. Critical current at 77K, self-field of 19A, critical temperature of 86K, and current density of 2MA/cm² were measured. The film also exhibits a homogeneous and dense surface morphology.

1. 서 론

전류 통전 능력과 자장에 대한 특성이 우수한 제 2 세대 초전도 선재인 coated conductor는 최근 특성 향상과 더불어 실제 전력기기로의 응용이 가능한 장선화에 대한 연구가 경쟁적으로 이루어지고 있다. 세계의 여러 그룹에서는 각각의 독특한 방법을 사용하여 장선의 coated conductor에 대한 결과를 내고 있으며, 그 결과 또한 매우 빠르게 향상되고 있다.[1]-[7]

본 연구에서는 장선의 coated conductor 제작의 전 단계로 짧은 길이의 완충층 시편을 이용

하여 YBCO를 연속 공정으로 제작하여 실제 연속 공정 시 기초 자료로 활용하고자 한다. 먼저 정지 상태에서 짧은 길이의 2축 배향된 Ni-3%W 합금 기판 위에 PLD 방법으로 CeO₂/YSZ/Y₂O₃ 구조의 buffered substrate를 제조하여 장선의 stainless steel(SS) 테이프에 붙여서 PLD reel-to-reel system에서 연속 공정으로 YBCO coated conductor를 제작하였다.

2. 실 험

2.1 완충층 제작

연속 공정을 통한 YBCO 증착을 위해 3.3mm×10mm 크기의 2축 배향된 Ni-3%W 합금 위에 정지 상태에서 CeO₂/YSZ/Y₂O₃의 완충층을 PLD법으로 증착하였다. Lamda Physik의 LPX 220i, 248nm의 KrF 엑시머레이저를 사용하였다. Seed layer로 Y₂O₃를 650°C, 4%H₂/Ar 분압 200mTorr의 환원 분위기에서 200mJ/Pulse의 에너지, 10Hz로 약 150nm 두께로 증착하였다. 계속해서 기판의 온도를 650°C, 산소 분압 0.1mTorr를 유지하면서 YSZ와 CeO₂ 층을 증착하였다. 모두 200mJ/Pulse의 에너지를 사용했으며, YSZ는 10Hz를 사용하여 약 330nm, CeO₂는 5Hz를 사용하여 약 7.5nm 두께까지 각각 증착하였다.

2.2 PLD 연속 공정 장치

본 실험에서 사용한 reel-to-reel PLD system은 PVD Products사의 PLD 2000에 연속 공정을 위한 장치들을 추가적으로 장착한 장비이다.

Main chamber를 중심으로 진공을 유지하면서 reel이 장착될 수 있는 reel chamber가 양쪽

에 있으며, 테이프의 이동 방향 및 속도, 장력은 각각 2개의 servo motor와 tension meter에 의해 조절된다. 장착된 테이프는 양방향 이동이 가능하며, 0.1mm/sec.부터 20mm/sec.까지의 속도 조절이 가능하다.

plume으로 부터 램프 히터의 오염과 증착 영역을 조절할 수 있는 housing이 chamber 내부에 장착되었으며, 증착영역은 15mm × 20mm 또는 15mm × 30mm으로 조절가능하다. 온도 제어를 위한 thermocouple은 이동하는 테이프로부터 약 2mm 떨어진 곳에 위치하여 최대한 테이프가 느끼는 온도에 근접할 수 있도록 하였다. 또한 이동 속도와 분압에 따른 테이프의 실제 온도와 설정 온도 사이의 관계를 알기 위해 stainless steel 테이프에 thermocouple을 spot welding 시킨 후 움직이면서 온도를 측정하여 보정 데이터를 획득하였다.

15mm × 30mm 증착영역에 대해 300mTorr 이하의 압력에서는 온도 편차 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 의 온도 균등도를 갖는다. 지름 3 inch ceramic target 4개가 동시에 장착 가능하며, target은 자전 및 rastering을 통해 효율적인 target의 ablation이 가능하다. target과 이동 중인 tape와의 거리는 reel chamber에 위치한 tape guide roller에 의해 65mm로 고정되게 된다.

2.3 YBCO 증착

정지 상태에서 PLD로 증착된 완충층 기판을 폭 9mm, 두께 0.1mm인 stainless steel 테이프에 silver paste로 붙여서 준비된 reel에 감고, 이를 reel-to-reel PLD system에서 연속 공정으로 YBCO 초전도체를 증착하였다.

기판 온도 810°C , 산소 분압 300mTorr의 분위기에서 기판을 0.1mm/sec.로 이동 시키면서 $1.5\text{J}/\text{cm}^2$, 100Hz의 레이저 에너지로 증착하였다. YBCO 증착 후 chamber의 진공을 파기하지 않고, 온도를 550°C 로 유지한 상태에서 산소를 500Torr 주입하여, 30분 동안 in-situ로 후열처리를 하였다.

증착된 시료는 열적 안정성과 외부로부터의 물리적인 손상 및 전기적인 연결을 위해 rf sputter를 이용하여 30mTorr의 Ar 분위기에서 100W의 에너지로 30분 동안 silver 보호층을 약 $1\mu\text{m}$ 두께로 증착하였다.

2.4 특성 평가

증착된 각 층의 결정학적 분석을 위해 Bruker사의 GADDS(General Area Detector Diffraction System)를 갖춘 D8 DISCOVER XRD를 사용하여 θ - 2θ scan, ω -scan, Φ -scan을 수행하였다.

SEM(Hitachi S-2700)을 통해 박막 표면의 미세 조직을 관찰 했으며, Stylus profilometer(Tencor, Alpha-step 500)를 이용하여 박막의 두께를 측정하였다.

전기적인 특성 평가를 위해 일반적인 4단자법

을 사용하여 self-field, 77K에서의 I_c 및 T_c 를 측정하였다.

3. 실험 결과

정지 상태에서 증착된 완충층은 거울과 같은 좋은 표면을 가짐을 확인할 수 있었고, YBCO까지 증착된 시료는 상온에서 약 20mV이하의 저항을 가졌다. Fig. 1은 증착된 시료의 θ - 2θ scan를 보여준다. buffer 층과 YBCO 층 모두 (0CL) 방향으로 성장하였다.

Table. 1은 각 층에 대한 XRD ω -scans과 Φ -scans으로 부터의 FWHM를 나타낸다. CeO_2 는 두께가 얇아 충분한 intensity를 얻지 못하여 측정할 수 없었다. out of plane의 정렬도를 나타내는 ω -scan은 기판의 5.9° 로 부터 최종 YBCO에서는 4.6° 로 작아졌으며, in-plane인 Φ -scan의 경우 7° 에서 단지 0.6° 만이 커짐으로 매우 좋은 epitaxial 성장이 이루어졌음을 알 수 있다.

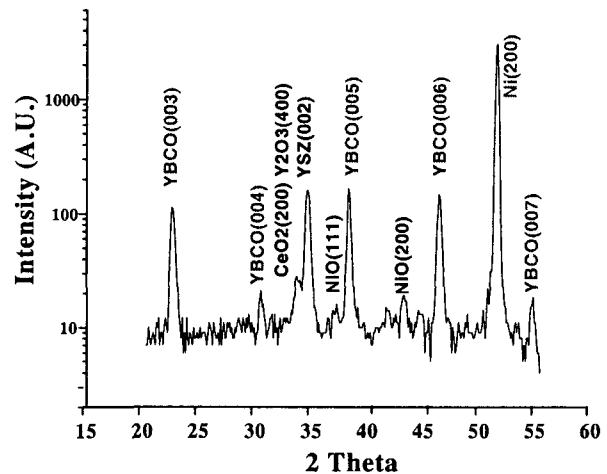


Fig. 1. θ - 2θ scan of YBCO/ CeO_2 /YSZ/Y₂O₃ on textured NiW

Table 1. FWHM from of 285/7.5/330/150 nm thick YBCO/ CeO_2 /YSZ/Y₂O₃ on textured NiW

	ω -scan(deg.)	Φ -scan(deg.)
YBCO	4.6 (005)	7.6 (103)
YSZ	7.9 (002)	7.3 (111)
Y ₂ O ₃	6.6 (004)	7.2 (222)
NiW	5.9 (002)	7.0 (111)

Fig. 2.는 I_c 와 T_c 에 대한 I-V 및 T-R curve를 보여준다. 4단자법을 사용하여 전류 통 전 실

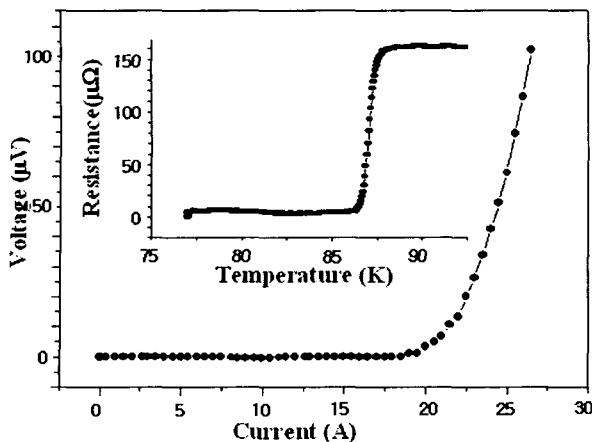


Fig. 2. I-V and T-R curve of YBCO coated conductor by PLD continuous reel-to-reel processing



Fig. 3. SEM image of YBCO film

험을 통해 $I_c = 19A$ 를 얻었으며, $T_c = 86K$ 이였다. YBCO 위에 step을 만들고 측정한 실제적인 두께는 약 285nm였으며, 이는 여러 부분의 두께를 평균하여 얻은 것이다. 이로부터 J_c 는 $2.0MA/cm^2$ 이다.

Fig.3.은 SEM image를 통한 YBCO의 표면 상태를 보여주고 있다. 5천배율의 image로 균일하고 치밀한 표면을 보여주고 있다.

4. 결 론

정지상태에서 texuted Ni-3%W 위에 증착된 $CeO_2/YSZ/Y_2O_3$ 의 구조를 갖는 완충층 위에 PLD 연속공정을 통해 $I_c = 19A$, $J_c = 2MA/cm^2$, $T_c = 86K$ 인 양질의 YBCO coated conductor를 제작할 수 있었다. 짧은 시료를 이용하여 장선의 coated conductor 제작을 위한 연속 공정과 비슷한 환경에서 YBCO의 증착조건을 알 수 있었다. 또한 연속 공정 시 발생 할 수 있는 예상치 못한 문제점에 대한 정보를 얻을 수 있었고 이는 장선의 YBCO coated conductor 제작에 있어서 도움이 될 것으로 사료된다.

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

(참 고 문 헌)

- [1] V. Selvamanicken et al., "High-current Y-Ba-Cu-O coated conductor using metal organic chemical-vapor deposition and ion-beam-assisted deposition", *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, vol. 11, no.1, pp. 3379-3381, March 2001.
- [2] Y. Iijima, K. Kakimoto, M. Kimura, K. Takeda, and T. Saitoh, "Reel to reel continuous formation of Y-123 coated conductors by IBAD and PLD method", *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, vol. 11, no.1, pp. 2816-2821, March 2001.
- [3] A. Usoskin, H. C. Freyhardt, A. Issaev, J. Dzick, J. Knoke, M. P. Oomen, M. Leghissa, and H. W. Neumueller, "Large-area YBCO-coated stainless steel tapes with high critical currents", *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, vol. 13, no.2, pp. 2452-2457, June 2003.
- [4] M. W. Rupich et al., "YBCO coated conductors by an MOD/RABiTS™ Process", *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, vol. 13, no.2, pp. 2458-2461, June 2003.
- [5] R. Nemetschek, W. Prusseit, B. Holzapfel, J. Eickemeyer, U. Miller, and E. Maher, *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, vol. 13, no.2, pp. 2477-2480, June 2003.
- [6] V. Matisa, B. J. Gibbons, A. T. Fendikoglu, S. Kreiskott, L. Bronisz, and D. Peterson, "Accelerated coated conductor program at Los Alamos National Laboratory", *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, vol. 13, no.2, pp. 2488-2491, June 2003.
- [7] V. Selvamnickam, et al. "Scale up of high-performance Y-Ba-Cu-O coated conductors", *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, vol. 13, no.2, pp. 2492-2495, June 2003.