

# Epitaxial Growth of CeO<sub>2</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Buffer-Layer Films on Textured Ni metal substrate using RF Magnetron Sputtering

Y. J. Oh<sup>\*,a</sup>, J. S. Ra<sup>a</sup>, E. G. Lee<sup>a</sup>, C. J. Kim<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Hanbat National University, Daejeon, Korea

<sup>b</sup> Korea Atomic Energy Research Institute, Daejeon, Korea

Received 1 August 2005

## 이축정렬된 Ni 금속모재에 RF 마그네트론 스퍼터링에 의해 증착된 CeO<sub>2</sub> 및 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 완충층 박막 특성

오용준<sup>\*,a</sup>, 라정석<sup>a</sup>, 이의길<sup>a</sup>, 김찬중<sup>b</sup>

### Abstract

We comparatively studied the epitaxial growth conditions of CeO<sub>2</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin buffers on textured Ni tapes using rf magnetron sputtering and investigated the feasibility of getting a single mixture layer or sequential layers of CeO<sub>2</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> for more simplified buffer architecture. All the buffer layers were first deposited using the reducing gas of Ar/4%H<sub>2</sub> and subsequently the reactive gas mixture of Ar and O<sub>2</sub>. The crystalline quality and biaxial alignment of the films were investigated using X-ray diffraction techniques ( $\theta$ -2 $\theta$ ,  $\phi$  and  $\omega$  scans, pole figures). The CeO<sub>2</sub> single layer exhibited well developed (200) epitaxial growth at the condition of 10% O<sub>2</sub> below an 450 °C, but the epitaxial property was decreased with increasing the layer thickness. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seldom showed optimum condition for (400) epitaxial growth. The sequential architecture of CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CeO<sub>2</sub> having good epitaxial property was achieved by sputtering at a temperature of 700 °C on the initial CeO<sub>2</sub> bottom layer sputtered at 400 °C. Cracking of the sputtered buffer layers was seldom observed except the double layer structure of CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

*Keywords* : Superconducting tapes, buffer layer, CeO<sub>2</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, rf magnetron sputtering, texture

### I. 서론

고온 초전도 선재의 개발은 다양한 전력산업

에 대한 적용 가능성으로 인해 최근 많은 연구가 진행되고 있다. 이중에서도 이축 정렬된 금속 모재 위에 YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub>(YBCO) 초전도체 층을 박막으로 형성시킨 구조가 고온과 고자장에서의 안정성이 높은 것으로 알려지면서, 관련된 연구가 활발히 이루어 지고 있다 [1,2].

\*Corresponding author. Fax : +82 42 823 1639

e-mail : yjoh@hnu.ac.kr

이때 금속 모재는 주로 이축 정렬된 Ni이 이용되며, 모재의 결정성을 YBCO까지 효과적으로 전달하고 확산을 방지하기 위해 두 층 사이에 완충층(buffer layer) 박막 구조물을 채용하고 있다. 완충층 물질은 Ni 및 YBCO에 대해 동시에 화학적 구조적으로 안정해야 하므로, 여러 물질을 조합한 다층의 형태가 제안되고 있으며, 이를 위해 대표적으로 CeO<sub>2</sub>, YSZ, MgO, LaAlO<sub>3</sub>, SrTiO<sub>3</sub> 등의 물질이 연구되고 있다. 최근 긴 초전도 선재를 얻기 위한 개발이 활발히 진행되면서, 임계전류밀도와 임계온도 면에서 우수한 특성을 보이는 다층 구조로써 CeO<sub>2</sub>(seed layer)/YSZ(diffusion barrier)/CeO<sub>2</sub> (cap layer)의 3층 구조가 주목을 받고 있으며, 다수의 관련된 연구결과가 발표되고 있다 [3,4].

그러나 최근의 연구결과에 따르면, CeO<sub>2</sub>는 Ni 모재와의 결정학적 불일치로 인해 균열이 생기는 단점이 있는 것으로 알려졌다 [5]. 결함들을 해결하고 안정성을 높이기 위해서 seed layer로 다른 물질(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 등)을 사용하거나, 구조를 변경하는 방법들이 시도되고 있으나, 완충층을 위한 공정과 구조가 복잡해질수록 생산성과 비용 면에서 불리해 지는 단점이 있다. 완충층을 형성시키기 위해 현재까지 알려진 공정은 펄스 레이저 증착법(PLD), 전자빔(e-beam) 및 진공 증착법(thermal evaporation), 스퍼터링(sputtering) 및 화학기상증착법(CVD) 등이 있으며, 다층구조에 대해 층마다 다양한 공정이 적용되고 있다 [4,6-10]. 각각의 공정법들마다 장단점이 있는데, 진공증착법의 경우 상대적으로 우수한 에피택셜(epitaxial) 성장조건을 얻을

수 있는 반면에 CeO<sub>2</sub> 층에서 균열이 생기는 문제가 나타나고 있다. 스퍼터링법의 경우 형성된 박막의 치밀성이 높아 균열 발생이 적은 반면에, 이축집합조직을 형성시키기 위한 공정 조건이 까다로워, 실험의 재현성이 다소 떨어지는 단점이 보고 된다.

한편 CeO<sub>2</sub>는 fluorite 구조이며, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>는 산소가 격자당 1개씩 부족한 derivative fluorite 구조로써, 각각 YBCO와 Ni기지에 대해 상대적으로 우수한 격자 일치성을 갖고 있다(Table 1). 또한 CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>사이의 격자 일치성도 비교적 높아 두 물질간의 양립성이 우수할 것으로 예상된다.

따라서 본 연구에서는 스퍼터링법을 적용하여 균열발생을 피하면서 가능한 한 적은 물질 종류로 이루어진 완충층을 형성하는 기술을 확보하기 위해, CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 Ni 기판 위에 성장시킬 때 공정변수의 영향을 체계적으로 평가코자 하였다. 또한 CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>사이의 결정학적 양립성을 확인하기 위해 이들 물질만으로 이루어진 다층구조의 완충층을 만들어 결정학적 특성을 평가코자 하였다.

## II. 실험방법

기지 재료로 (100) 이축 집합조직(biaxially textured)의 Ni 선재를 사용하였다. 완충층의 증착은  $1 \times 10^{-7}$  Torr의 기저압(base line pressure)을 갖는 rf 마그네트론 스퍼터링 장치를 이용하였고, 스퍼터링 타겟은 2 inch 크기의 Ce 및 Y

Table 1. Lattice mismatches of candidate buffer materials relative to YBCO and Ni substrate.

Materials	Structure Type	Lattice parameter			% Lattice mismatch	
		Cubic a (Å)	Pseudocubic a/√2 (Å)	Pseudocubic a/(2√2) (Å)	& YBCO 3.8120 (Å)	& Ni 3.5284 (Å)
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cubic bixbyite	10.604	7.498	3.749	1.68	5.89
CeO <sub>2</sub>	Fluorite	5.415	3.829	1.914	-0.44	7.85
YSZ	Fluorite	5.139	3.634	1.817	4.90	2.90

금속을 사용하였다. 이축 정렬된 Ni 금속판은 전도성 silver paste를 사용하여 가열판 위에 고정하였다. Ni 표면의 NiO 생성을 억제하기 위해, 1 mTorr의 환원성 기체(Ar+4% $H_2$ )를 사용하여 400 °C에서 약 30분 유지 하였으며, 동일 분위기에서 약 10분간의 사전 스퍼터링(pre-sputtering)을 실시한 후 증착을 시작하였다.  $CeO_2$ 의 증착은 온도조건을 제외하고 He [9] 등에 의해 보고된 2단계 공정조건을 적용하였다. 즉, 환원성 가스 분위기에서 약 10 nm 두께까지 증착 한 후, 6 mTorr의 Ar+2% $O_2$  및 Ar+10% $O_2$ 의 반응성 기체 분위기에서 최종 두께까지 증착을 하였다. 반면에  $Y_2O_3$ 의 증착은 환원성 가스 분위기에서 실시하였다. 증착온도 범위는 300~700 °C 이다. 단일층 증착 외에도  $CeO_2$ 와  $Y_2O_3$  박막의 양립성을 평가하기 위해 각각을 30분씩 교대로 증착하여, 다층 구조의 완충층을 제작하였다. 각 층의 증착 조건은 400 °C에서 초기에 환원성 가스를 적용한 첫번째 층( $CeO_2$ )을 제외하고, 반응기체와 온도를 변화시켜가며 실시하였다. 다층 구조는 Ni 도재에 2층( $CeO_2/Y_2O_3$ ), 3층( $CeO_2/Y_2O_3/CeO_2$ ) 및 7층( $CeO_2/Y_2O_3/CeO_2/CeO_2/Y_2O_3/CeO_2/CeO_2$ )의 3개 형태로 각각 제작하였다.

박막의 특성을 분석하기 위해 표면 구조 분석은 주사전자현미경(SEM) 및 원자현미경(AFM)을 사용하였고, 완충층의 결정성 분석을 위해 X-ray  $\theta$ -2 $\theta$  scan,  $\phi$ -scan 및  $\omega$ -scan (in-plane and out-of-plane), pole figure 측정을 하였다.

### III. 결과 및 고찰

#### 1. $CeO_2$ 및 $Y_2O_3$ 박막 특성

Fig. 1은 실험에 사용된 Ni 기지재료의 XRD (111) 피크 극점도(pole figure)이다. 잘 발달된 전형적인 이축정렬 집합조직 특성을 보인다. Fig. 2는 다양한 공정 조건에서 Ni 기판 위에 증착한  $CeO_2$  박막의 XRD  $\theta$ -2 $\theta$  스캔 결과이다. 초기 공정조건은 450 °C, Ar+4% $H_2$ 의 환원성 분위기로써 동일하며, 뒤이은 스퍼터링 공정은

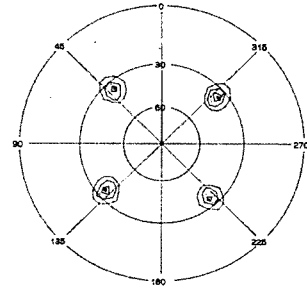


Fig. 1. X-ray [111] pole figure for the Ni tape.

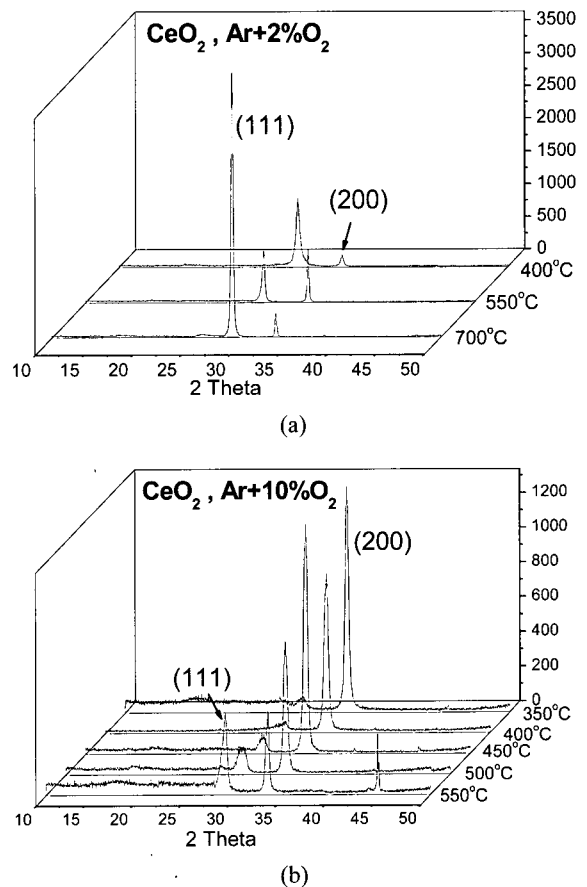
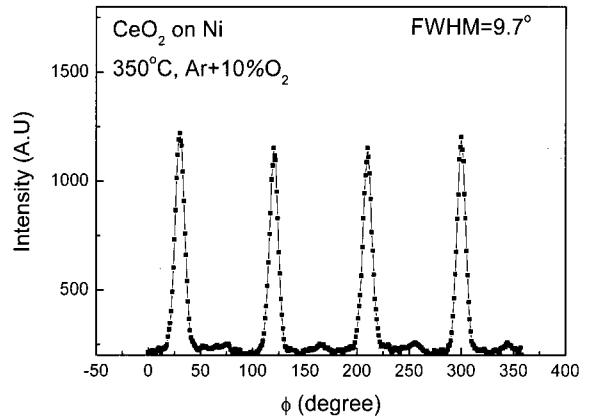


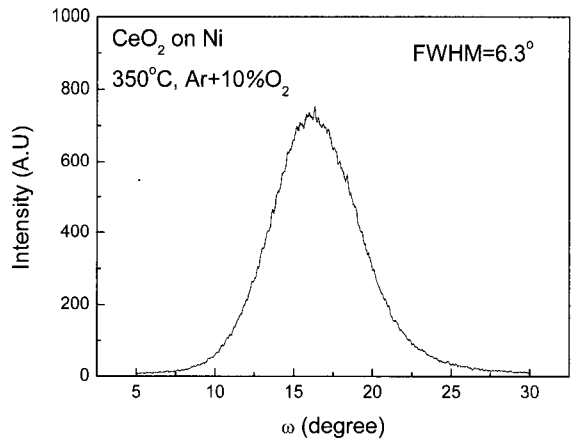
Fig. 2. XRD  $\theta$ -2 $\theta$  scans of the  $CeO_2$  films processed in (a) Ar+2% $O_2$  and (b) Ar+10% $O_2$  at various substrate temperatures after the initial deposition in reducing gas (Ar+4% $H_2$ ).

각각 Ar+2% $O_2$  및 Ar+10% $O_2$ 의 반응성 기체 분위기를 적용하였고, 공정온도 범위는 350 °C에서 700 °C의 구간이었다. 박막의 두께는 공

정조건에 따라 편차가 있었으며, 대체로 50~120 nm 범위였다. Fig. 2(a)는 2%O<sub>2</sub> 분위기를 적용한 결과이다. 550 °C 부근에서 (200)이 (111) peak와 비슷한 정도로 나타나고 있으나, 전반적으로 400~700 °C 시험구간에서는 적절한 (200) 단일 집합조직이 나타나지 않고 있다. Fig. 2(b)는 10%O<sub>2</sub>를 적용한 결과이다. 또한 Fig. 3은 온도에 따라 (200)과 (111) 피크의 세기 변화를 비교하여 정리한 결과이다. 10%O<sub>2</sub>의 경우 450 °C 미만의 온도에서는 대부분 (200) 배향성이 잘 발달되며, 500 °C 이상으로 온도가 높아지면서 (111) 배향성의 발달이 강하게 나타나고 있다. He [9] 등은 CeO<sub>2</sub>의 (100) 에피택셜 스퍼터링 조건으로 400 °C, 10%O<sub>2</sub> 분위기를 제시한 바 있다. 본 연구 결과는 10%O<sub>2</sub>의 분위기에서 이들이 제시한 온도조건뿐만 아니라, 450 °C 미만의 온도 범위에서는 우수한 (100) 결정 배향성을 보이는 것으로 나타났다. Fig. 4(a)와 (b)은 대표적으로 350 °C에서 증착된 CeO<sub>2</sub> 박막의 XRD  $\phi$ -scan 및  $\omega$ -scan 결과이며, Fig. 4(c)는 [111] pole figure이다. 측정된 XRD  $\phi$ -scan 및  $\omega$ -scan의 FWHM 값은 각각 9.7°와 6.3°로써 적절한 에피택셜 특성을 보이고 있으며, pole figure는 Ni에 대해 45° 회전된 전형적인 CeO<sub>2</sub>의 이축정렬 집합조직을 나타내고 있다.



(a)



(b)

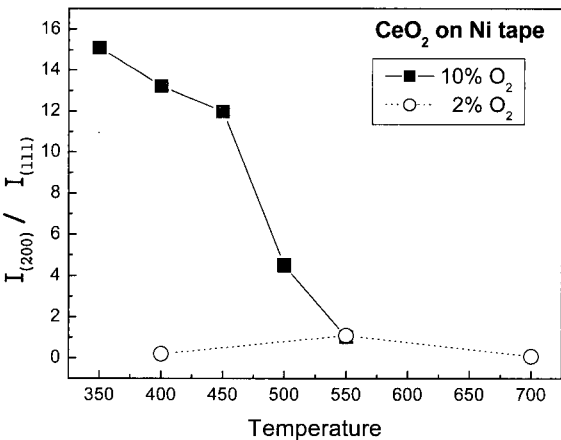
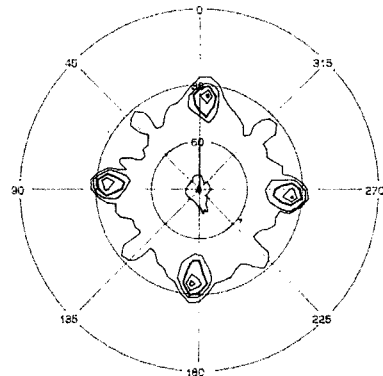


Fig. 3. The change of the ratio of (100) to (111) peak intensity of CeO<sub>2</sub> films as a function of the substrate temperature.



(c)

Fig. 4. X-ray (a)  $\phi$ - and (b)  $\omega$ -scans and (c) [111] pole figure for the CeO<sub>2</sub> film deposited at 350 °C in Ar+10%O<sub>2</sub>.

CeO<sub>2</sub>를 단일막으로 사용할 경우, Ni의 확산 방지를 위해 두께를 크게 할 필요가 있다. 두께 증가에 따른 박막특성 변화를 확인하기 위해 최적공정 범위 내의 400 °C, 10%O<sub>2</sub> 조건에서 장시간 스퍼터링 한 후, 박막의 특성을 분석하였다. Fig. 5는 두께에 따른 XRD  $\theta$ -2 $\theta$  스캔 결과이다. 2h의 경우 CeO<sub>2</sub> (111) peak이 거의 나타나지 않고 있으나, 4h 및 6h 스퍼터링된 CeO<sub>2</sub> 막의 경우 (111) peak이 어느 정도 나타나고 있다. 스퍼터링 시간에 따라 단일 결정배향성이 저하되는 원인은 아직 불분명하나, 박막이 두꺼워질수록 두께방향으로 새로운 결정립이 형성될 가능성이 높아지고, 이때 다른 배향성을 갖는 결정립을 형성할 기회도 높아

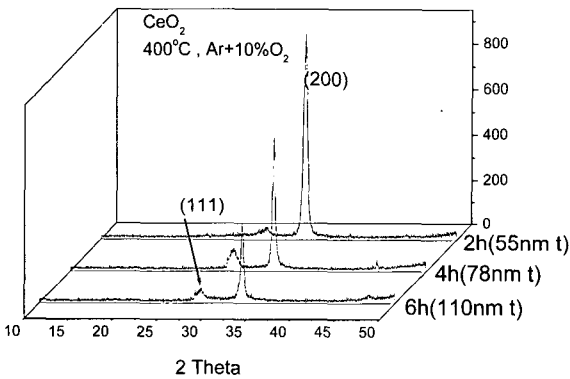


Fig. 5. XRD  $\theta$ -2 $\theta$  scans of the CeO<sub>2</sub> films deposited to the different thicknesses at 400 °C.

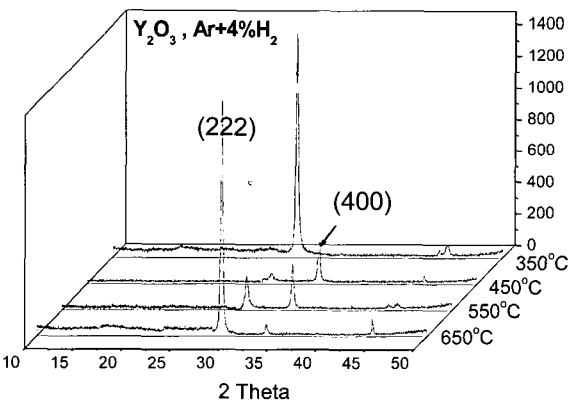


Fig. 6. X-ray diffraction patterns of the Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films processed at different substrate temperatures in Ar+4%H<sub>2</sub>.

진 것으로 추정된다. 따라서 CeO<sub>2</sub> 단일 완충층의 적용을 위해서는 얇은 박막에 적용하는 것과는 다른 새로운 공정조건의 개발이 이루어져야 할 것이다.

Fig. 6은 Ni 기지 위에 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 스퍼터링 한 결과이다. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 경우 CeO<sub>2</sub>의 경우와 달리 10% 및 2%의 산소 조건에서 350~700 °C의 온도범위에서 뚜렷한 결정배향성이 나타나지 않거나 (222) peak가 두드러졌다. 따라서 반응성 기체를 주입하지 않고, Ar+4%H<sub>2</sub>의 분위기에서만 스퍼터링 해 본 결과 Fig. 6에서 보는 바와 같이 다소의 (400) peak이 관찰 되었다. 450 °C 부근에서 (400) peak이 상대적으로 가장 높게 나타났으며, 이보다 낮거나 높은 온도에서는 (222) peak이 발달하였다. 즉, 본 실험의 경우 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 배향성은 반응성 기체 (O<sub>2</sub>)의 함량에 대단히 민감하며, 기체를 주입하는 본 실험의 조건에서는 400 °C의 좁은 범위를 제외하고는 우수한 배향성을 찾기가 어려웠다.

## 2. CeO<sub>2</sub> 및 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 다층구조특성

스퍼터링 공정으로 형성된 CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 박막층의 결정학적인 상호 양립성을 확인하기 위해 CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 박막의 다층 구조물을 만들었다. 먼저 Ni 모재 위에 CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 2층 구조를 만들었다. CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>에 대해 적용한 공정온도는 앞서 단일 층에서 구한 조건을 참조하여 각각 400 및 450 °C 이었다. Ni 모재의 산화를 막기 위해 처음 입혀지는 CeO<sub>2</sub> 박막은 초기 10분 동안 Ar+4%H<sub>2</sub>의 분위기에서 약 10 nm 정도 두께까지 박막을 만든 후, Ar+10%O<sub>2</sub> 분위기에서 계속 성막을 하였다. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 경우 O<sub>2</sub>를 주입하지 않은 순수 Ar의 분위기에서 박막을 형성시켰다. Fig. 7(a)는 각각 30분씩 증착한 CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2층 구조에 대한 XRD 분석 결과이다. (222) peak이 주로 발달하며, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (400) 결정 배향성이 나타나지 않았다. 이에 따라 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 공정 온도를 변화시켜 가며 결정 배향성 변화를 평가하여 보았다. 그 결과 Fig. 7(b)에서 보는 바와 같이 공정온도가 700 °C 일 때 가장 높은 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (400) 배향을 얻을 수 있었다. 단,

약간의 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (222) peak도 함께 관찰되었다.

Fig. 7(c)는 (b)의 시료에 700°C에서 CeO<sub>2</sub> 박막을 한층 더 만든 Ni/CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CeO<sub>2</sub> 3층 구조에 대한 XRD  $\theta$ -2 $\theta$  스캔 결과이다 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 표면을 이루는 2층 구조와는 달리, CeO<sub>2</sub>가 표면을 이루는 3층 구조에서는 CeO<sub>2</sub> (111) (또는 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (222))는 나타나지 않고 완전한 (200) 단일 결정 배향성을 보였다. 이상의 결과로부터 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 층에서 (222) peak이 약간 잔류하고 있더라도, 뒤이은 CeO<sub>2</sub>층의 (200) 단일 배향성이 발달하는데 큰 영향을 미치지 않고 있음을 알 수 있었다. 그러나 Fig. 7(d)에서 보는 바와 7개 층까지 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 CeO<sub>2</sub>를 반복적으로 쌓을 경우 (층 두께 615 nm), CeO<sub>2</sub> (111) (또는 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (222)) peak이 나타나면서 최종 CeO<sub>2</sub> 박막의 (200) 결정 배향성은 다소 떨어졌다. 정확한 원인은 계면 조직분석을 통해 평가되어야 하나, 층의 반복에 따라 CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 미세한 격자 불일치성이 반복 누적되어 나타난 것으로 추정된다. Fig. 8은 3층 및 7층 구조에 대한  $\phi$ -scan 및  $\omega$ -scan 결과이며, Fig. 9는 이들의 pole figure 결과이다. 3층 구조에서는 우수한 이축정렬특성이 관찰되나, 적층횟수가 높은 7층 구조에서는 단일 결정 배향성이 점차 떨어지고 있다. 즉, 적층 반복에 따라 다른 방위의 결정성을 갖는

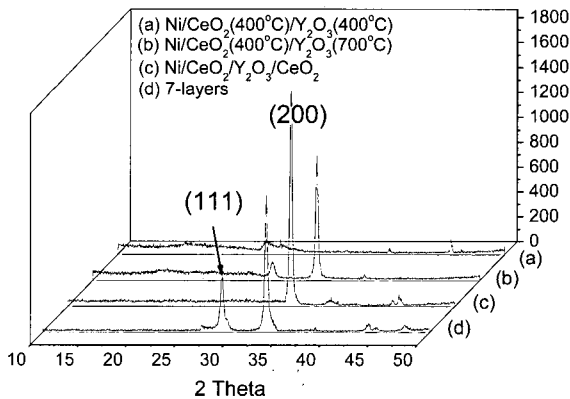
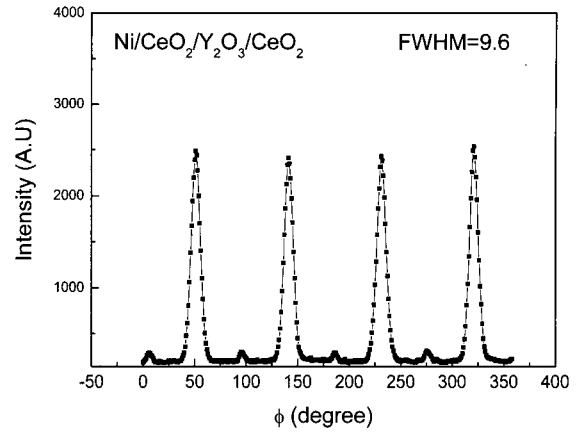
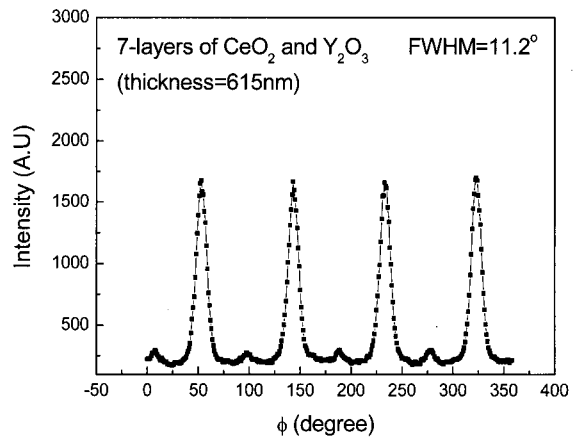


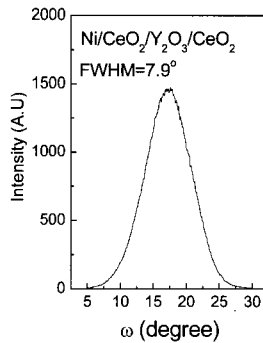
Fig. 7. X-ray diffraction patterns of the buffer layers with the architectures of (a) Ni/CeO<sub>2</sub>(400 °C)/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (400 °C), (b) Ni/CeO<sub>2</sub>(400 °C)/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (700 °C), (c) Ni/CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CeO<sub>2</sub> and (d) the 7 layers consisted of CeO<sub>2</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.



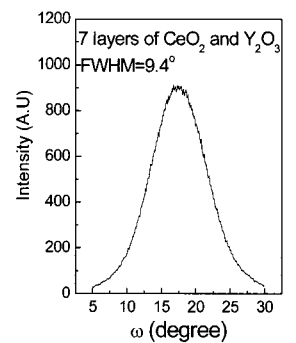
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 8. X-ray  $\phi$ -scan and  $\omega$ -scan (in-plane and out-of-plane) of the architectures of (a) and (c) Ni/CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CeO<sub>2</sub> and (b) and (d) the 7 layers consisted of CeO<sub>2</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

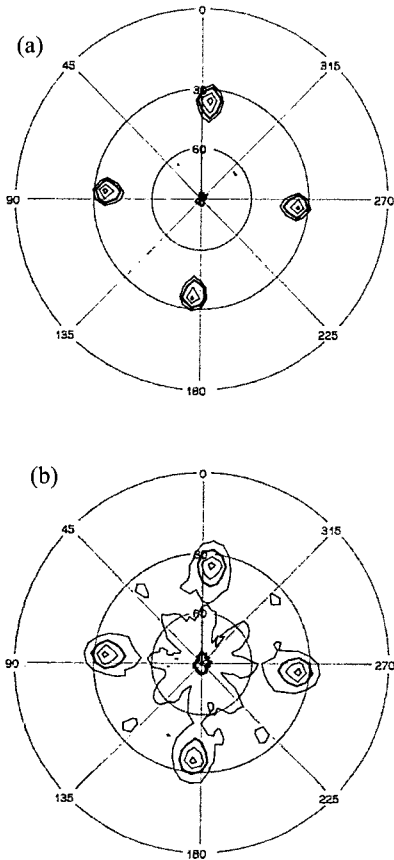


Fig. 9. [111] pole figures of the buffer layers with the architectures of (a)  $\text{CeO}_2/\text{Y}_2\text{O}_3/\text{CeO}_2$  and (b) the 7 layers consisted of  $\text{CeO}_2$  and  $\text{Y}_2\text{O}_3$ .

background가 점차 높게 나타나, 이축정렬의 강도가 현저히 약해 지는 것으로 나타났다.

### 3. 완충층의 표면 특성

$\text{CeO}_2$  표면의 건전성 여부를 확인하기 위해  $400\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 각각 다른 두께로 증착된 시료의 표면을 관찰하였다. Fig. 10은 전형적인 결과이다. 두 시편 모두 Ni 기지의 결정립계 흔적 외에 뚜렷한 표면 균열 현상은 발견되지 않았다. AFM으로 측정된 표면조직은 Fig. 11에 있다. 2시간 성막된 시료의 경우 매우 미세한 표면조직도의 치밀한 구조를 보이는 반면, 성막 시간이 길어지며 박막 두께가 커질수록 점차 거칠게 나타났다.

Fig. 12는 다층구조로 이루어진 완충층 표면의 미세조직 관찰 결과이다.  $\text{Ni}/\text{CeO}_2/\text{Y}_2\text{O}_3/\text{CeO}_2$  구조에서는 표면 균열을 거의 발견할 수 없었다. 그러나  $\text{Ni}/\text{CeO}_2/\text{Y}_2\text{O}_3$  구조에서는 Ni의 결정립계 흔적 외에 약  $1\sim 2\text{ }\mu\text{m}$  크기의 작은 균열들이 입내에 불규칙적인 형태로 존재하였다. 이전의  $\text{CeO}_2$  단일 막에서는 균열 현상이 뚜렷하게 나타나지 않았던 것을 고려할 때, 관찰된 균열들은  $400\text{ }^\circ\text{C}$  ( $\text{CeO}_2$ )와  $700\text{ }^\circ\text{C}$  ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ )로써 각 층에 대해 다른 공정온도를 적용한 것이 원인으로 판단된다.  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CeO}_2$  및 Ni의 열팽창계수는 각각  $9.1$ ,  $11.6$ ,  $13.4 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 이다. 1차 seed layer인  $\text{CeO}_2$ 층의 공정온도는  $400\text{ }^\circ\text{C}$ 이므로, 후속  $\text{Y}_2\text{O}_3$ 공정을 위해  $700\text{ }^\circ\text{C}$ 로 가열 시 Ni의 높은 열팽창률로 인해 이미 성막된  $\text{CeO}_2$  층에 인장응력이 유도되며, 이로 인해 균열이 발생

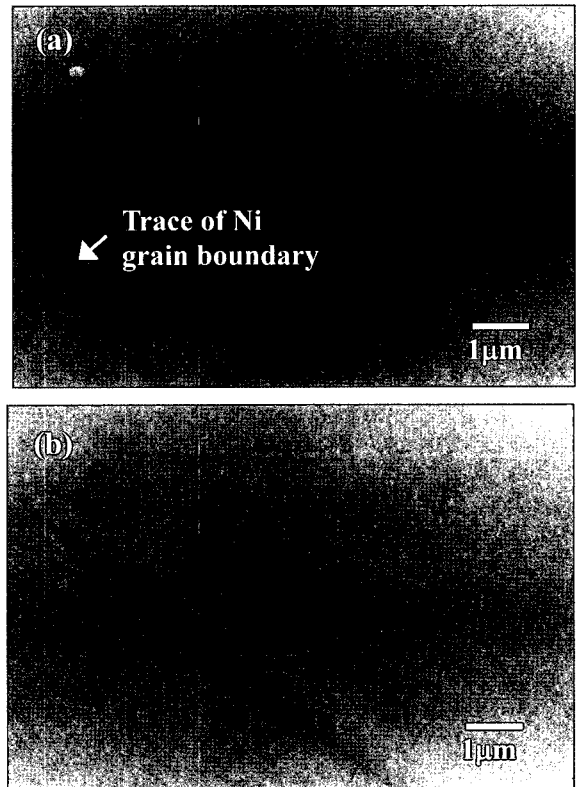


Fig. 10. SEM micrographs for the  $\text{CeO}_2$  buffers having different film thicknesses: (a) 4h (78 nm) and (b) 6h (110 nm).

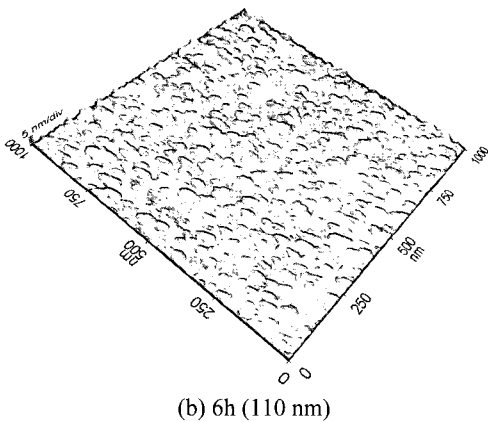
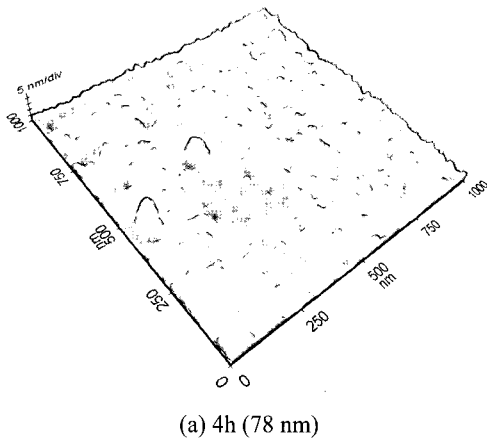


Fig. 11. AFM images for the  $CeO_2$  buffers having different film thicknesses.

한 것으로 판단된다. 그러나  $700\text{ }^\circ\text{C}$ 의 동일 온도에서 계속하여  $CeO_2$ 와  $Y_2O_3$ 를 성막한 Fig. 12(b)와 (c)의 경우 균열이 나타나지 않았는데, 이는 동일한 온도에서 계속적으로 성막시킨 후속 층들이 초기의 균열들을 덮었기 때문으로 보인다. 한편 Fig. 13은 다층의 구조에 대한 표면 AFM 분석 결과이다.  $CeO_2$  단일 박막에 비해 다소 거친 입자들을 보였다. 특이한 점은 3층 박막구조에서 Fig. 13(b)에서 보는 바와 같이 모재금속의  $\langle 010 \rangle$  방향을 따라 배향성을 갖는 표면 구조가 일부 영역에서 관찰되었다. 이에 대한 원인은 아직 불분명하나, 초기에 Ni의 결정학적인 방향을 따라 증착된 islands가 충분히 합체되어 평면방향으로 성장하기 전에

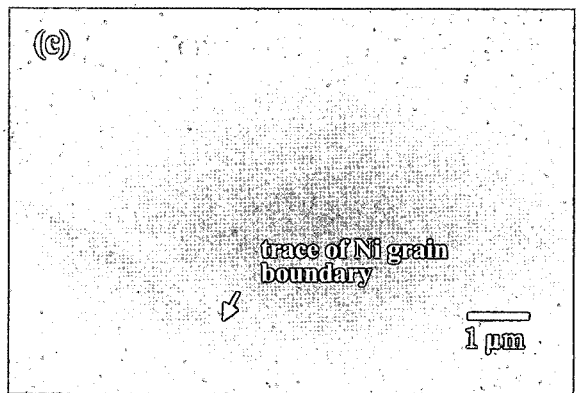
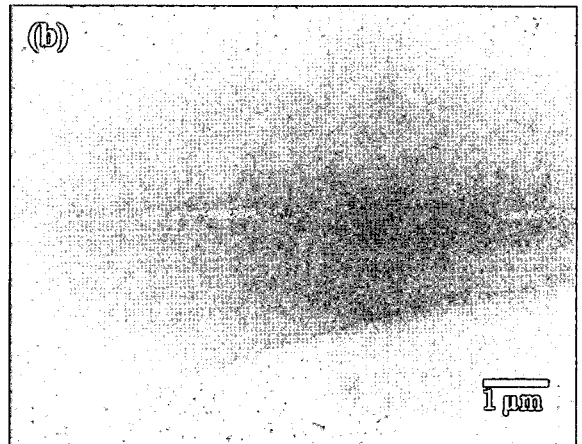
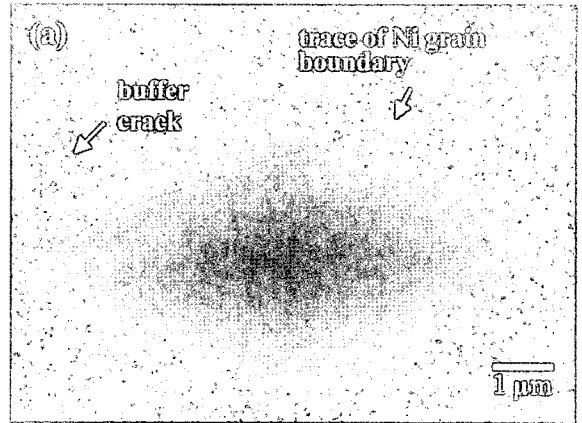


Fig. 12. SEM micrographs for the buffer layers with the architectures of (a)  $Ni/CeO_2/Y_2O_3$ , (b)  $Ni/CeO_2/Y_2O_3/CeO_2$  and (c) the 7 layers consisted of  $CeO_2$  and  $Y_2O_3$ .

새로운 박막이 뒤이어 증착 된 것과 관련이 있을 것으로 판단된다.



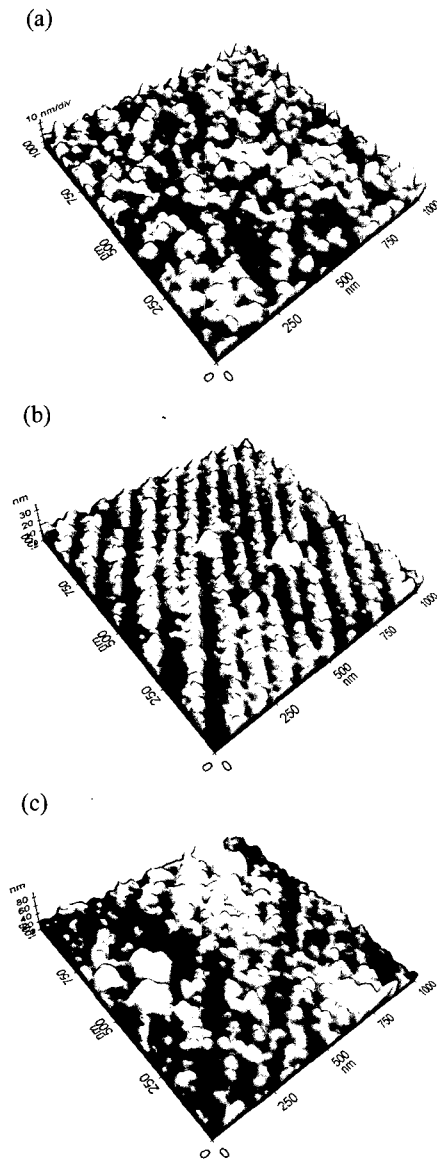


Fig. 13. AFM images of the buffer layers: (a) Ni/CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (b) Ni/CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CeO<sub>2</sub> and (c) the 7 layers consisted of CeO<sub>2</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

#### IV. 결론

이측 정렬된 Ni 기판 위에 CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 에피택셜 성장에 미치는 마그네트론 스퍼터링 공정변수의 영향을 평가하였으며, 그 결과는 아래와 같이 요약된다.

1. CeO<sub>2</sub>는 450 °C 미만의 온도에서 환원성 기체(Ar+4%H<sub>2</sub>)와 반응성 기체(Ar+10%O<sub>2</sub>)의 2 단계 공정에 의해 Ni 모재 위에 우수한 (200) 에피택셜 특성을 보였다. 반면에 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>는 반응성 기체를 사용할 경우 온도와 관계없이 (400) 결정 배향성이 나타나지 않았으며, 환원성 기체 분위기에서는 약 450 °C 부근에서 다소의 (400) 결정 배향성을 보였다.

2. Ni 기판 위에 스퍼터링으로 CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 반복 적층한 결과, CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CeO<sub>2</sub> 3층 적층 구조에서 가장 우수한 (200) 단일 결정 배향성을 보인 반면에, 적층을 7개 층까지 반복할 경우 결정 배향성이 낮아졌다. 이는 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 CeO<sub>2</sub>의 결정 불일치성이 누적되어 나타난 것으로 판단된다.

3. CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 단일 완층층에서는 균열이 거의 발견되지 않았다. Ni 위에 성막된 CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 이층구조에서는 층간의 공정온도차에 의해 미세 균열이 발견되었으나, 계속적으로 CeO<sub>2</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 적층이 반복되면서 균열현상은 거의 소멸되었다.

#### Acknowledgments

This work was supported by the KEESRI (Korea Electric Engineering and Science Research Institute), which is funded by MOCIE (Ministry of Commerce, Industry, and Energy).

#### References

- [1] E.D. Specht, F.A. List, D.F. Lee, K.L. More, A. Goyal, W.B. Robbins and D. O'Neill, "Uniform texture in meter-long YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> tape," *Physica C*, 382, 342-348 (2002).
- [2] S. Annavarapu, L. Fritzemeier, Q. Li, A. Malozemoff, V. Prunier, M.W. Rupich, C. Thieme, W. Zhang, M. Gopal, I. Seleznev, M.J. Cima, M. Paranthaman, A. Goyal and D.F. Lee, "Progress towards a low-cost coated conductor technology," *Physica C*, 341-348,

- 2319-2322 (2000).
- [3] D.P. Norton, A. Goyal, J.D. Budai, D.K. Christen, D.M. Kroeger, E.D. Specht, Q. He, B. Saffian, M. Paranthaman, C.E. Klaubunde, D.F. Lee, B.C. Sales and F.A. List, "Epitaxial YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> on Biaxially Textured Nickel (001): An Approach to Superconducting Tapes with High Critical Current Density," *Science*, 274, 755-757 (1996).
- [4] R.I. Chakaliva, C. Cai, T. Woodcock, T.W. Button, J.S. Abell and E. Maher, "Fabrication and characterization of YBCO coated nickel-based tapes with various buffer layers," *Physica C*, 372-376, 846-850 (2002).
- [5] Sanghyun Oh, Jaean Yoo, Kyuhan Lee, JunHo Kim and D. Youm, "Comparative study on the crack formations in the CeO<sub>2</sub> buffer layers for YBCO films on textured Ni tapes and Pt tapes," *Physica C*, 308, 91-98 (1998).
- [6] T.J. Jackson, B.A. Glowacki and J.E. Evetts, "Oxidation thermodynamics of metal substrates during the deposition of buffer layer oxides," *Physica C*, 296, 215-223 (1998).
- [7] S.M. Lim, H.S. Kim, K.C. Chung and D. Youm, "Comparative studies on the growth conditions of CeO<sub>2</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> buffer layers on NiW tapes," *Supercond. Sci. Technol.*, 17, 148-154 (2004).
- [8] T. Aytug, J.Z. Wu, B.w. Kang, D.T. Verebelyi, C. Cantoni, E.D. Specht, Q.A. Goyal, M. Paranthaman and S.K. Christen, "An all-sputtered buffer layer architecture for high-J<sub>c</sub> YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-8</sub> coated conductors," *Physica C*, 340, 33-40 (2000).
- [9] Qing He, D.K. Christen, J.D. Budai, E.D. Specht, D.F. Lee, A. Goyal, D.P. Norton, M. Paranthaman, F.A. List and D.M. Kroeger, "Deposition of biaxially-oriented metal and oxide buffer-layer films on textured Ni tapes: new substrates for high-current, high-temperature superconductors," *Physica C*, 275, 155-161 (1997).
- [10] F.A. List, A. Goyal, M. Paranthaman, D.P. Norton, E.D. Specht, D.F. Lee and D.M. Kroeger, "High J<sub>c</sub> YBCO films on biaxially textured Ni with oxide buffer layers deposited using electron beam evaporation and sputtering," *Physica C*, 302, 87-92 (1998).