



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 602 18 697 T2** 2007.11.08

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 419 538 B1**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **H01L 39/00** (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: **602 18 697.8**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US02/24101**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **02 805 695.0**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2003/067672**

(86) PCT-Anmeldetag: **30.07.2002**

(87) Veröffentlichungstag  
der PCT-Anmeldung: **14.08.2003**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **19.05.2004**

(97) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung beim EPA: **07.03.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **08.11.2007**

(30) Unionspriorität:  
**308957 P 31.07.2001 US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**DE, FR, GB, IT**

(73) Patentinhaber:  
**American Superconductor Corp., Westborough,  
Mass., US**

(72) Erfinder:  
**Fritzemeier, Leslie G., Fairport, NY 14450, US;  
Verebelyi, Darren P., Oxford, MA 01540, US;  
Rupich, Martin W., Framingham, MA 01701, US;  
Zhang, Wei, Shrewsbury, MA 01545, US; Li, Qi,  
Marlborough, MA 01752, US; Li, Xiaoping,  
Westborough, MA 01581, US**

(74) Vertreter:  
**PAe Reinhard, Skuhra, Weise & Partner GbR,  
80801 München**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN UND REAKTOREN ZUR HERSTELLUNG VON SUPRALEITERSCHICHTEN**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

**Beschreibung**

## Technisches Gebiet

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen von einem Supraleitermaterial gemäß dem Oberbegriff von Anspruch 1 und wie aus "Low-Temperature Solid-State Reaction of in situ Growth of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$  Thin Films by Resistive Evaporation" von Azoulay in Journal of Applied Physics, Vol 72, Nr. 11, Seiten 5341-5343 bekannt.

## Hintergrund

**[0002]** Mehrlagige Produkte können in vielfältigen Anwendungen verwendet werden. Zum Beispiel können Supraleiter, einschließlich Oxid-Supraleiter, aus mehrlagigen Produkten hergestellt werden. Typischerweise weisen solche Supraleiter ein oder mehrere Schichten aus Supraleitermaterial und eine Schicht, die gewöhnlicher Weise als Substrat bezeichnet wird, die die mechanische Belastbarkeit des mehrlagigen Produkts verbessert, auf.

**[0003]** Im Allgemeinen kann zum Erhöhen der Belastbarkeit des mehrlagigen Supraleiters, das Substrat bestimmte andere Eigenschaften gewünschter Weise zu zeigen. Zum Beispiel kann das Substrat in gewünschter Weise eine geringere Curie Temperatur aufweisen, so dass das Substrat bei der Anwendungstemperatur des Supraleiters nicht ferromagnetisch ist. Darüber hinaus kann es für chemische Gruppen innerhalb des Substrats erwünscht sein, dass sie nicht in die Schicht des Supraleitermaterials diffundieren zu können. Darüber hinaus kann der thermische Ausdehnungskoeffizient des Substrats vorzugsweise etwa gleich dem des Supraleitermaterials sein. Zusätzlich, falls das Substrat für einen Oxid-Supraleiter verwendet wird, kann es für das Substratmaterial vorteilhaft sein gegenüber einer Oxidation relativ widerstandsfähig zu sein.

**[0004]** Für manche Materialien wie Yttrium-Barium-Kupfer-Oxid (YBCO) hängt die Fähigkeiten des Materials einen höheren Stromfluss in seinem supraleitenden Zustand bereitzustellen typischerweise von den kristallographischen Orientierungen des Materials ab. Zum Beispiel kann ein solches Material eine relativ hohe kritische Stromdichte ( $J_c$ ) aufweisen, wenn das Material biaxial strukturiert ist.

**[0005]** Nachfolgend bezeichnet eine "biaxial strukturierte Oberfläche" eine Oberfläche, bei welcher die Kristallkörner in enger Ausrichtung zu einer Richtung in der Ebene der Oberfläche oder in enger Ausrichtung zu sowohl einer Richtung in der Ebene der Oberfläche als auch einer Richtung senkrecht zu der Oberfläche sind. Ein Typ einer biaxial strukturierten Oberfläche ist eine Würfelförmig strukturierte Oberfläche, in welcher die kubischen Hauptachsen der

Kristallkörner in enger Ausrichtung mit einer Richtung senkrecht zu der Oberfläche und zu der Richtung in der Ebene der Oberfläche sind. Ein Beispiel für eine kubisch strukturierte Oberfläche ist die (100)[001] Oberfläche und Beispiele für biaxial strukturierte Oberflächen umfassen die (011)[100] und die (113)[211] Oberflächen.

**[0006]** Für bestimmte mehrlagige Supraleiter ist die Schicht des Supraleitermaterials eine epitaktische Schicht. Nachfolgend bezeichnet eine "epitaktische Schicht" eine Schicht aus einem Material deren kristallographische Orientierung von der kristallographischen Orientierung der Oberfläche einer Materialschicht, auf die die epitaktische Schicht abgeschieden wird, abgeleitet ist. Zum Beispiel ist für einen mehrlagigen Supraleiter, der eine epitaktische Schicht aus einem Supraleitermaterial abgeschieden auf einem Substrat aufweist, die kristallographische Orientierung der Schicht des Supraleitermaterials von der kristallographischen Orientierung des Substrats abgeleitet. Daher kann zusätzlich zu den oben erwähnten Eigenschaften eines Substrats es ebenso vorteilhaft für ein Substrat sein, eine biaxial strukturierte Oberfläche oder eine kubisch strukturierte Oberfläche aufzuweisen.

**[0007]** Manche Substrate weisen nicht leicht alle der oben erwähnten Eigenschaften auf, so dass ein oder mehrere Zwischenschichten, die nachfolgend als Pufferschichten bezeichnet werden, zwischen dem Substrat und der Supraleiterschichten angeordnet werden können. Die Pufferschichten) kann (können) widerstandsfähiger gegenüber einer Oxidation als das Substrat sein und/oder die Diffusion von chemischen Gruppen zwischen dem Substrat und dem Supraleiterschicht verringern. Darüber hinaus kann (können) die Pufferschichten) einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten aufweisen, der gut mit dem Supraleitermaterial abgestimmt ist.

**[0008]** In manchen Beispielen ist eine Pufferschicht eine epitaktische Schicht, so dass ihre kristallographische Orientierung von der kristallographischen Orientierung der Oberfläche, auf die die Pufferschicht abgeschieden ist, abgeleitet ist. Zum Beispiel ist in einem mehrlagigen Supraleiter, der ein Substrat, eine epitaktische Pufferschicht und eine epitaktische Schicht aus einem Supraleitermaterial (z.B. mit dem Volumenkörper des Supraleitermaterials, das biaxial strukturiert ist) aufweist, die kristallographische Orientierung der Oberfläche der Pufferschicht von der kristallographischen Orientierung der Oberfläche des Substrats abgeleitet und die kristallographische Orientierung der Schicht des Supraleitermaterials ist von der kristallographischen Orientierung der Oberfläche der Pufferschicht abgeleitet. Daher können die supraleitenden Eigenschaften, die ein mehrlagiger Supraleiter besitzt, der eine Pufferschicht aufweist, von der kristallographischen Orientierung der Ober-

fläche der Pufferschicht abhängen.

**[0009]** In gewissen Beispielen ist eine Pufferschicht nicht eine epitaktische Schicht, sondern kann unter Verwendung einer Ionenstrahlen unterstützten Abscheidung gebildet werden. Typischerweise beinhaltet eine Ionenstrahlen unterstützte Abscheidung ein Exponieren/Aussetzen einer Oberfläche gegenüber Ionen, die unter einem bestimmten Winkel bezüglich der Oberfläche gerichtet sind, während gleichzeitig ein Material abgeschieden wird. In Beispielen, in welchen eine Ionenstrahlen unterstützte Abscheidung verwendet wird, um eine Pufferschicht herzustellen, kann die kristallographische Orientierung der Oberfläche der Pufferschicht ohne Beziehung zu der kristallographische Orientierung der Oberfläche der darunter liegenden Schicht (z.B. einem Substrat, wie einem unstrukturierten Substrat) sein. Im Allgemeinen werden jedoch die Ionenstrahlen Abscheidungsparameter, wie zum Beispiel die Ionenenergie und der Strahl-Strom, die Temperatur, das Verhältnis der Anzahl von Atomen, die auf der Oberfläche ankommen bezüglich der Anzahl von Ionen, die zugleich an der Oberfläche eintreffen, und der Winkel des Einfalls auf die Oberfläche, so ausgewählt, dass die kristallographische Orientierung der Oberfläche der Pufferschicht eine geeignete Vorlage für eine Schicht schafft, die auf die Oberfläche der Pufferschicht (z.B. eine Schicht aus einem supraleitenden Material) abgeschieden wird.

**[0010]** In manchen Beispielen beinhaltet das Herstellen des Supraleitermaterials die folgenden Schritte. Eine Lösung wird auf einer Oberfläche (z.B. einer Oberfläche einer Pufferschicht) aufgebracht. Die Lösung wird erhitzt, um das Supraleitermaterial bereitzustellen.

#### Zusammenfassung

**[0011]** Im Allgemeinen betrifft die Erfindung Verfahren zum Herstellen von Supraleitern (Supraleiterfilmen, die von einem Precursor hergestellt werden). Ferner werden Reaktoren beschrieben, die verwendet werden können, um Supraleiter herzustellen und Systeme die solche Reaktoren beinhalten. Die Verfahren, Reaktoren und Systeme können verwendet werden, um in die hoch qualitativen Supraleitermaterialien, wie Supraleiterschichten, die aus einem Precursor gebildet werden (z.B. hoch qualitative Seltene-Erd -Erdalkali Kupfer Oxid Supraleitermaterialien, wie zum Beispiel YBCO) relativ schnell bereitzustellen. Zum Beispiel können die Verfahren, Reaktoren und Systeme verwendet werden, um relativ schnell Supraleitermaterialien (z.B. Supraleiterschichten, die aus einem Precursor gebildet werden) herzustellen, die eine gute kristallographische Orientierung aufweisen (z.B. YBCO mit einer c-Achse außerhalb einer Ebene und einer biaxialen Struktur in einer Ebene) und/oder guter Supraleitfähigkeit (z.B. einer kriti-

schen Stromdichte von mindestens etwa  $5 \times 10^5$  Ampere pro Quadratzentimeter und/oder eines kritischen Stroms von mindestens etwa 100 Ampere pro Zentimeter Breite).

**[0012]** Gemäß einem Aspekt weist die Erfindung ein Verfahren auf, das ein Bereitstellen eines Films, der Bariumfluorid auf einer Oberfläche eines Substrats aufweist, und ein Auftreffen-Lassen einer ersten Reaktions-Gasmischung auf den Film. Das Verfahren beinhaltet ebenso ein Aufheizen des Substrats auf eine erste Temperatur, während das erste Reaktionsgas auf den Film auftrifft, der einer chemischen Reaktion mit dem ersten Reaktionsgas unterliegt, um ein Supraleitermaterial auf der Oberfläche des Substrats zu schaffen. Das erste Reaktionsgas trifft auf dem Film unter einem Winkel auf, der etwa  $5^\circ$  bezüglich der Oberfläche des Substrats aufweist.

**[0013]** In manchen Ausführungsformen kann die Erfindung Verfahren zum Herstellen von Supraleitermaterialien (z.B. Supraleiterfilmen, die aus einem Precursor gebildet werden) mit einer relativ hohen Rate (z.B. einer c-Achsen Wachstumsrate von mindestens etwa einem Ångström pro Sekunde in einer Richtung, die im Wesentlichen senkrecht zu der Oberfläche des Substrats ist) bereitstellen. Die Supraleitermaterialien können eine gute kritische Stromdichte, einen guten kritischen Strom, und/oder eine gute kristallographische Orientierung aufweisen.

**[0014]** In bestimmten Ausführungsformen kann die Erfindung Verfahren zum Herstellen von Supraleitermaterialien (z.B. Supraleiterfilmen, die aus einem Precursor gebildet werden) in einer relativ gleichförmigen Weise bereitstellen. Zum Beispiel kann das Supraleitermaterial mit einer relativ gleichförmigen Wachstumsrate (z.B. entlang der c-Achse in einer Richtung im Wesentlichen senkrecht zu der Oberfläche des Substrats) an Punkten auf der Oberfläche die relativ weit voneinander entfernt sind (z.B. mehr als etwa 5 cm voneinander in jeder angegebenen Richtung) wachsen.

**[0015]** In manchen Ausführungsformen kann die Erfindung Verfahren zum Herstellen von Supraleitermaterialien (z.B. Supraleiterfilmen, die aus einem Precursor gebildet werden) mit einer reduzierten Bildung von unerwünschten Gas-Grenz-Schichten an der Oberfläche (z.B. unerwünschte Gas-Grenz-Schichten der Produktgase) schaffen.

**[0016]** Die Anmeldung beschreibt auch Verfahren zum Herstellen von Supraleitermaterialien (z.B. Supraleiterfilmen, die aus einem Precursor gebildet werden), wobei die Oberfläche im Wesentlichen nicht vorgeheizt ist. Zum Beispiel kann (können) das (die) Reaktionsgase) vorgeheizt werden.

**[0017]** Die Anmeldung beschreibt auch Verfahren

zum Herstellen von Supraleitermaterialien (z.B. Supraleiterfilmen, die aus einem Precursor gebildet werden) die eine relativ gleichförmige Bildung des Supraleiters über relativ große Flächen beinhalten.

**[0018]** Die Anmeldung beschreibt auch Reaktoren, die in diesen und anderen Verfahren verwendet werden können.

**[0019]** Die Anmeldung beschreibt auch einen Reaktor, der eine relativ gute Reaktionsgas-Mischung ermöglicht.

**[0020]** Die Anmeldung beschreibt auch einen Reaktor, der eine ihm wesentliche vollständige Entfernung eines Reaktionsgases) ermöglicht.

**[0021]** Eigenschaften, Aufgaben und Vorteile der Erfindung sind in der Beschreibung, den Figuren und den Ansprüchen.

#### Beschreibung der Zeichnungen

**[0022]** [Fig. 1](#) ist eine Querschnittsansicht einer Ausführungsform eines Reaktors;

**[0023]** [Fig. 2A–Fig. 2D](#) zeigen Winkel eines Gasstrahls bezüglich der Oberfläche eines Substrats;

**[0024]** [Fig. 3](#) ist eine Draufsicht auf ein Supraleiterprodukt;

**[0025]** [Fig. 4](#) ist eine Querschnittsansicht eines Reaktors;

**[0026]** [Fig. 5](#) ist eine Draufsicht auf einen Teil eines Reaktors;

**[0027]** [Fig. 6](#) ist eine Querschnittsansicht eines Reaktors im Betrieb;

**[0028]** [Fig. 7](#) ist eine Querschnittsansicht eines Supraleiterprodukts;

**[0029]** [Fig. 8](#) ist eine Querschnittsansicht eines Supraleiterprodukts; und

**[0030]** [Fig. 9](#) ist eine Querschnittsansicht eines Supraleiterprodukts.

#### Detaillierte Beschreibung

**[0031]** [Fig. 1](#) zeigt eine Querschnittsansicht eines Reaktors **100** (z.B. eines Rohrofens) zum Vorbereiten/Präparieren eines mehrlagigen Supraleiterprodukts, wie einem mehrlagigen YBCO Supraleiters.

**[0032]** Der Reaktor **100** weist ein Gehäuse **110** auf, das Öffnungen **112** und **114** aufweist. Eine obere Wand **190** des Gehäuses **110** weist Durchgänge

(z.B. Schlitze oder Düsen) **192** und **194** auf, die in fluider Wirkverbindung mit Gasgemischquellen **196** und **198** stehen. Ein Substrat **120** (z.B. ein Substrat, das eine strukturierte Legierungsschicht und darauf ein oder mehrere epitaktische Pufferschichten aufweist) ist um Rollen **130** und **140** gewickelt und die Rollen **130** und **140** werden so gedreht, dass sich das Substrat **120** durch den Reaktor **100** über die Öffnungen **112** und **114** in der durch den Pfeil angegebenen Richtung bewegt.

**[0033]** Wenn das Substrat **120** in den Reaktor **100** eintritt, durchläuft es einen Bereich **150** des Reaktors **100**, während dieser Zeit passiert eine Gasmischung **155** durch die Öffnungen **152** in der Wand **190** und ist auf das Substrat **120** gerichtet. Im Allgemeinen ist ein Film, der einen Precursor (z.B. einen Supraleiter-Precursor-Film, der Bariumfluorid und/oder andere zusätzliche Materialien, wie CuO und/oder Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> aufweist) auf der Oberfläche des Substrats **120** zumindest an manchen Punkten vorhanden, wenn es sich durch den Bereich **150** bewegt (z.B. auf der Oberfläche des Substrats **120** vorhanden, wenn es in den Bereich **150** eintritt) und der Film wird der Gasfahne **155** ausgesetzt. "Bariumfluorid" bezeichnet hierin BaF<sub>2</sub> und teilweise substituiertes BaF<sub>2</sub> (z.B. BaF<sub>2</sub> teilweise substituiert mit Yttrium und/oder Sauerstoff).

**[0034]** Das Substrat **120** passiert dann durch einen Bereich **160** des Reaktors **100**, wobei während der Zeit eine Gasmischung **165** durch Öffnungen **162** in der Wand **190** passiert und auf das Substrat **120** gerichtet ist. Bariumfluorid und/oder ein Reaktionsprodukt einer Chemie, die Bariumfluorid involviert (vergleiche nachfolgende Ausführungen) ist/sind in dem Film vorhanden, der auf der Oberfläche des Substrats **120** zumindest an manchen Punkten angeordnet ist, wenn es sich durch den Bereich **160** bewegt, und der Film, der Bariumfluorid und/oder das Reaktionsprodukt der Chemie, die Bariumfluorid involviert, aufweist, ist/sind der Gasfahne **165** ausgesetzt.

**[0035]** Das Substrat **120** durchläuft dann einen Bereich **170** des Reaktors **100**. Der Bereich **170** ist von dem Bereich **160** durch eine Wand **172** getrennt. In bestimmten Ausführungsformen ist die Wand **172** entworfen, den Fluss von Gasen zwischen den Bereichen **160** und **170** zu reduzieren (z.B. zu minimieren).

**[0036]** Im Allgemeinen können die vielfältigen Parameter, die den Reaktor **100** und das Substrat **120** betreffen, wie gewünscht geändert werden. Typischerweise werden die Parameter so ausgewählt, dass die Schicht des Supraleitermaterials (z.B. YBCO), das in dem Reaktor **100** auf der Oberfläche des Substrats **120** vorbereitet wird, relativ dick ist, eine relativ hohe kritische Stromdichte aufweist und/oder einen relativ hohen kritischen Strom aufweist. In manchen Ausführungsformen weist die Schicht des Supraleitermaterials eine Dicke von etwa 0,1 µm bis etwa 20 µm

(z.B. mindestens etwa einen Mikrometer, mindestens etwa zwei Mikrometer, mindestens etwa drei Mikrometer, mindestens etwa vier Mikrometer, mindestens etwa fünf Mikrometer, von etwa einem Mikrometer bis etwa 20  $\mu\text{m}$ , von etwa einem Mikrometer bis etwa 10  $\mu\text{m}$ , von etwa einem Mikrometer bis etwa fünf Mikrometer) auf. In manchen Ausführungsformen weist die Schicht des Supraleitermaterials eine kritische Stromdichte von mindestens etwa  $5 \times 10^5$  Ampere pro Quadratcentimeter auf (z.B. mindestens etwa  $1 \times 10^6$  Ampere pro Quadratcentimeter, mindestens etwa  $2 \times 10^6$  Ampere pro Quadratcentimeter), bestimmt bei einer Transportmessung bei 77 K in einem Eigenfeld (das heißt kein Feld ist angelegt), unter Verwendung eines ein Mikrovolt pro Zentimeter Kriteriums. In bestimmten Ausführungsformen weist das Supraleitermaterial einen hohen kritischen Strom auf (z.B. mindestens etwa 100 Ampere pro Zentimeter Breite, mindestens etwa 200 Ampere pro Zentimeter Breite, mindestens etwa 300 Ampere pro Zentimeter Breite, mindestens etwa 400 Ampere pro Zentimeter Breite, mindestens etwa 500 Ampere pro Zentimeter Breite).

**[0037]** In bestimmten Ausführungsformen werden die Reaktionsbedingungen in dem Bereich **150** so ausgewählt, dass das Bariumfluorid in dem Film, der auf der Oberfläche des Substrats **120** aufgebracht ist, ein oder mehreren chemischen Reaktionen unterliegen kann, um ein oder mehrere Zwischenprodukte (z.B. BaO) mit oder ohne dem Bilden des gewünschten Supraleiters (z.B. YBCO) zu bilden. In bestimmten Ausführungsformen führen die Reaktionsbedingungen, die in dem Bereich **150** gewählt sind, zu einem Wachstum des gewünschten Supraleiters (z.B. YBCO) mit einer Rate von beispielsweise von etwa 0,5 Ångström pro Sekunde bis etwa fünf Ångström pro Sekunde (z.B. von etwa einem Ångström pro Sekunde bis etwa drei Ångström pro Sekunde, etwa zwei Ångström pro Sekunde).

**[0038]** In bestimmten Ausführungsformen werden die Reaktionsbedingungen im Bereich **160** derart ausgewählt, dass ein oder mehrere Zwischenprodukte (z.B. BaO) auf der Oberfläche des Substrats **120** ein oder mehreren chemische Reaktionen unterliegen können, um ein gewünschtes Supraleitermaterial (z.B. YBCO) auf der Oberfläche des Substrats **120** herzustellen. In manchen Ausführungsformen führen die Reaktionsbedingungen, die in dem Bereich **160** ausgewählt sind, zu dem Wachstum des gewünschten Supraleiters (z.B. YBCO) mit einer Rate von z.B. zwischen etwa einem Ångström pro Sekunde bis etwa 100 Ångström pro Sekunde (z.B. zwischen etwa einem Ångström pro Sekunde bis etwa 50 Ångström pro Sekunde, von etwa einem Ångström pro Sekunde bis etwa 20 Ångström pro Sekunde).

**[0039]** In manchen Ausführungsformen verweilt ein Teil des Substrats **120** zwischen etwa einer Minute bis etwa 500 Minuten (z.B. zwischen etwa 10 Minuten

bis etwa 250 Minuten, zwischen etwa 30 Minuten bis etwa 120 Minuten, zwischen etwa 45 Minuten bis etwa 90 Minuten, für etwa 60 Minuten) in dem Bereich **150** des Reaktors **100**.

**[0040]** Wenn das Substrat **120** durch den Bereich **150** passiert, wird die Temperatur des Substrats **120** erhöht. Typischerweise ist die Temperatur des Substrats **120** beim Eintreten in den Bereich **150** etwa auf Raumtemperatur, und wenn das Substrat **120** den Bereich **150** verlässt, ist die Temperatur des Substrats **120** im Allgemeinen etwa zwischen 675 °C bis etwa 925 °C (z.B. zwischen etwa 700 °C bis etwa 900 °C, zwischen etwa 750 °C bis etwa 850 °C, zwischen etwa 775 °C bis etwa 825 °C, etwa 800 °C).

**[0041]** In bestimmten Ausführungsformen ist in die Temperaturanstiegsrate des Substrats **120** in dem Bereich **150** zwischen etwa 1 °C pro Minute bis etwa 20 °C pro Minute (z.B. zwischen etwa 2 °C pro Minute bis etwa 15 °C pro Minute, zwischen etwa 5 °C pro Minute bis etwa 10 °C pro Minute).

**[0042]** Typischer Weise enthält die Gasmischung **155** Sauerstoff, Wasser und ein oder mehrere inerte Gase (z.B. Stickstoff, Argon, Helium, Krypton, Xenon). In bestimmten Ausführungsformen ist der Druck in dem Bereich **150** etwa eine Atmosphäre, der Partialdruck von Sauerstoff beträgt etwa 200 Millitorr, der Partialdruck von Wasser beträgt etwa 20 Torr und der verbleibende Anteil der Gasumgebung ist inertes Gas.

**[0043]** In Übereinstimmung mit der Erfindung trifft die Gasmischung **155** auf das Substrat **120** unter einem Winkel ein, der im Wesentlichen nicht parallel zu der Oberfläche des Substrats **120** ist (z.B. mindestens etwa 5° bezüglich zu der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 10° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 20° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 30° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 40° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 50° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 60° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 70° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 80° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 85° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, etwa 90° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**). Zum Beispiel zeigen [Fig. 2A–Fig. 2D](#) bestimmte Winkel ( $\Theta$ ) des Gasstrahls bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**.

**[0044]** Die Temperatur des Substrats **120** in dem Bereich **160** ist üblicherweise etwa die gleiche wie die maximale Temperatur des Substrats **120** in dem Bereich **150**. In bestimmten Ausführungsformen liegt die Temperatur und des Substrats **120** im Bereich

**160** zwischen 675 °C bis etwa 925 °C (z.B. zwischen etwa 700 °C bis etwa 900 °C, zwischen etwa 750 °C bis etwa 850 °C, zwischen etwa 775 °C bis etwa 825 °C etwa 800 °C).

**[0045]** Die Temperatur des Substrats ist im Wesentlichen während der Zeit, die das Substrat **120** in dem Bereich **160** verweilt, konstant. In manchen Ausführungsformen variiert die Temperatur des Substrats **120** weniger als 20 °C im Bereich **160** (z.B. weniger als etwa 10 °C, weniger als etwa 5 °C, weniger als etwa 2 °C), während der Zeit, die das Substrat **120** in dem Bereich **160** verweilt.

**[0046]** In manchen Ausführungsformen verweilt ein Teil des Substrats **120** zwischen etwa einer Minute bis zu etwa 500 Minuten (zwischen etwa 10 Minuten bis etwa 250 Minuten, zwischen etwa 30 Minuten bis etwa 120 Minuten, zwischen etwa 45 Minuten bis etwa 90 Minuten, etwa 60 Minuten) in dem Bereich **160** des Reaktors **100**.

**[0047]** Typischerweise ist die Gasmischung **165** im Wesentlichen die gleiche wie die Gasmischung **155**. Im Allgemeinen enthält die Gasmischung **165** Sauerstoff, Wasser und ein oder mehrere inerte Gase (z.B. Stickstoff, Argon, Helium, Krypton, Xenon). In bestimmten Ausführungsformen ist der Druck des Bereichs **160** etwa eine Atmosphäre, der Partialdruck von Sauerstoff etwa 200 Millitorr, der Partialdruck von Wasser etwa 20 Torr und der verbleibende Anteil der Gasumgebung ist inertes Gas.

**[0048]** In Übereinstimmung mit der Erfindung trifft die Gasmischung **165** auf das Substrat **120** unter einem Winkel auf, der im Wesentlichen nicht parallel zu der Oberfläche des Substrats **120** ist (z.B. mindestens etwa 5° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 10° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 20° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 30° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 40° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 50° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 60° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 70° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 80° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, mindestens etwa 85° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**, etwa 90° bezüglich der Oberfläche des Substrats **120**).

**[0049]** In manchen Ausführungsformen verweilt ein Teil des Substrats **120** zwischen etwa einer Minute bis etwa 500 Minuten (z.B. zwischen etwa 10 Minuten bis etwa 250 Minuten, zwischen etwa 30 Minuten bis etwa 120 Minuten, zwischen etwa 45 Minuten bis etwa 90 Minuten, etwa 60 Minuten) im Bereich **170** des Reaktors **100**.

**[0050]** Wenn das Substrat **120** durch den Bereich **170** passiert wird die Temperatur des Substrats **120** abgesenkt. Typischerweise ist beim Eintreten in den Bereich **170** die Temperatur des Substrats **120** etwa die gleiche wie die Temperatur des Substrats **120** in dem Bereich **160**. In manchen Ausführungsformen ist, wenn das Substrat **120** in den Bereich **170** eintritt, die Temperatur des Substrats **120** zwischen 675 °C bis etwa 925 °C (z.B. zwischen etwa 700 °C bis etwa 900 °C, zwischen etwa 750 °C bis etwa 850 °C, zwischen etwa 775 °C bis etwa 825 °C, etwa 800 °C).

**[0051]** In manchen Ausführungsformen ist die Temperatur des Substrats **120**, wenn das Substrat **120** den Bereich **120** verlässt (z.B. wenn das Substrat **120** den Reaktor **100** verlässt) bei maximal etwa 300 °C (z.B. bei maximal etwa 200 °C, bei maximal etwa 100 °C, bei maximal etwa 50 °C, bei etwa Raumtemperatur).

**[0052]** Die Rate, mit der die Temperatur des Substrats **120** in dem Bereich **170** abgesenkt wird, kann wie gewünscht variiert werden. In manchen Ausführungsformen ist die Rate, mit der die Temperatur des Substrats in dem Bereich **170** abgesenkt wird, zwischen etwa 1 °C pro Minute bis etwa 20 °C pro Minute (z.B. zwischen etwa 2 °C pro Minute bis etwa 15 °C pro Minute, zwischen etwa 5 °C pro Minute bis etwa 10 °C pro Minute).

**[0053]** Im Allgemeinen trifft eine Gasfahne nicht auf das Substrat **120** in dem Bereich **170** auf. Typischerweise wird die Gasumgebung im Bereich **170** ausgewählt, um die Reaktion des Supraleitermaterials auf der Oberfläche des Substrats **120** mit Gas (en), das (die) in der Gasumgebung vorhanden ist (sind) zu reduzieren (z.B. zu minimieren). In bestimmten Ausführungsformen ist die Menge von Wasser anwesend in der Gasumgebung im Bereich **170** gering genug, so dass relativ geringe (z.B. keine) Reaktionen zwischen dem Wasser in der Gasumgebung des Bereichs **170** und dem Supraleitermaterial, gegenwärtig auf der Oberfläche des Substrats **120** auftreten. In manchen Ausführungsformen beinhaltet die Gasumgebung im Bereich **170** Sauerstoff und ein oder mehrere inerte Gase. In bestimmten Ausführungsformen weist der Druck der Gasumgebung im Bereich **170** etwa eine Atmosphäre auf.

**[0054]** Die Temperatur in den Bereichen **150**, **160** und/oder **170** kann durch Heizelemente gesteuert werden. Zum Beispiel kann der Bereich **150** in thermischer Kommunikationswirkung mit ein oder mehreren Heizelementen sein, die so gesteuert werden, dass das Substrat **120** eine gewünschte Temperatur mit einer gewünschten Rate erreicht, wenn das Substrat **120** den Bereich **150** durchläuft. Der Bereich **160** kann in thermischer Kommunikationswirkung mit einem oder mehreren Heizelementen sein, die so gesteuert werden, dass das Substrat **120** eine ge-

wünschte Temperatur mit einer gewünschten Rate erreicht, wenn es den Bereich **160** durchläuft. Der Bereich **170** kann in thermischer Kommunikationswirkung mit einem oder mehreren Heizelementen sein, die so gesteuert werden, dass das Substrat **120** eine gewünschte Temperatur mit einer gewünschten Rate erreicht, wenn das Substrat **120** den Bereich **170** durchläuft. In bestimmten Ausführungsformen können ein oder mehrere der Heizelemente für ein oder mehrere der Bereiche **150**, **160** und **170** benachbart (z.B. in Kontakt mit) den Bereichen **150**, **160** und/oder/beziehungsweise **170** sein. Die Temperatur von ein oder mehreren der Heizelemente kann zum Beispiel computergesteuert mit oder ohne der Verwendung von ein oder mehreren geeigneten Regelschleifen sein. Die Temperatur des einen oder der mehreren Heizelemente kann zum Beispiel manuell gesteuert werden.

**[0055]** In bestimmten Ausführungsformen wird der Gasdruck innerhalb der Bereiche **150**, **160** und/oder **170** unter Verwendung von einer oder mehreren Vakuumvorrichtungen (z.B. Pumpen) gesteuert. Zum Beispiel kann der Gasdruck innerhalb des Bereichs **150** durch Bereitstellen von ein oder mehreren Vakuumvorrichtungen in fluider Kommunikationswirkung mit dem Bereich **150** gesteuert werden. Der Gasdruck innerhalb des Bereichs **160** kann durch Bereitstellen von ein oder mehreren Vakuumvorrichtungen in fluider Kommunikationswirkung mit dem Bereich **160** gesteuert werden. Der Gasdruck innerhalb des Bereichs **170** kann durch Bereitstellen von ein oder mehreren Vakuumvorrichtungen in fluider Kommunikation mit dem Bereich **170** gesteuert werden.

**[0056]** Ohne dass gewünscht ist auf die Theorie festgelegt zu werden, wird angenommen dass bei erhöhten Temperaturen (z.B. zwischen etwa 675 °C bis etwa 925 °C, zwischen etwa 700 °C bis etwa 900 °C, zwischen etwa 750 °C bis etwa 850 °C, zwischen etwa 775 °C bis etwa 825 °C, etwa 800 °C) Bariumfluorid reversibel mit einem Reaktionsgase (z.B. einem Reaktionsgas, das Wasser enthält) reagieren kann, um eine BaO Supraleiter-Zwischenstufe gemäß der Gleichung zu bilden:  $\text{BaF}_2 + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{BaO} + 2\text{HF}$ .

**[0057]** Es wird ferner angenommen, dass bei diesen erhöhten Temperaturen die BaO Supraleiter-Zwischenstufe mit  $\text{Y}_2\text{O}_3$  und CuO zu YBCO gemäß der Gleichung reagieren kann:  $2\text{BaO} + \frac{1}{2} \text{Y}_2\text{O}_3 + 3\text{CuO} \leftrightarrow \text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ .

**[0058]** Es wird angenommen, dass unter Verwendung des Reaktors **100** ein oder mehrere Reaktionsgas (z.B. Wasser) relativ gut an der Oberfläche des Substrats **120** gemischt sind und dass es dort eine relativ geringe Menge von bestimmten Produktgasen (z.B. Fluorwasserstoff) gegenwärtig an der Oberfläche des Substrats **120** gibt. Es wird angenommen,

dass die Gegenwart von relativ gut gemischten Reaktionsgasen) an der Oberfläche des Substrats **120** und/oder die reduzierte Menge von Produktgasen) gegenwärtig an der Oberfläche des Substrats **120** die Fähigkeit der Reaktionsgase) (z.B. Wasser) erhöhen kann mit Bariumfluorid zu reagieren, um eine BaO-haltige Supraleiter-Zwischenstufe zu schaffen. Es wird ferner angenommen, dass dies wiederum die Qualität (z.B. mit Bezug auf die kristallographische Ausrichtung, wie der c-Achse aus der Ebene heraus und einer biaxialen Struktur in der Ebene) und/oder die Wachstumsrate (z.B. der c-Achsen Wachstumsrate in einer Richtung im Wesentlichen senkrecht zu der Oberfläche des Substrats) des gebildeten YBCO verbessert.

**[0059]** Im Allgemeinen kann der Fluss der Gasmischung **155** und/oder **165** wie gewünscht variieren. Zum Beispiel ist der Fluss der Gasmischung **155** in manchen Ausführungsformen turbulent und in bestimmten Ausführungsformen ist der Fluss der Gasmischung **155** laminar. In manchen Ausführungsformen ist der Fluss der Gasmischung **165** turbulent und in bestimmten Ausführungsformen ist der Fluss der Gasmischung **165** laminar. Ein turbulenter Gasfluss einer Gasmischung kann eine Reynolds Zahl von mindestens etwa 2100 (z.B. mindestens etwa 3000, mindestens etwa 4000, mindestens etwa 5000) aufweisen, wenn er auf die Oberfläche des Substrats **120** auftrifft. In Ausführungsformen ist der Fluss der Gasmischung **155** und/oder **165** so, dass die Reaktionsgase relativ gut an der Oberfläche des Substrats **120** gemischt werden.

**[0060]** In bestimmten Ausführungsformen ist die Grenzschicht des Reaktionsgases (z.B. Fluorwasserstoff) gegenwärtig an der Oberfläche des Substrats **120** reduziert (z.B. ist die Oberfläche des Substrats **120** im Wesentlichen frei von einer Grenzschicht aus Fluorwasserstoff). Dies kann z.B. in Fällen vorteilhaft sein, wenn der Aufbau einer Grenzschicht aus Fluorwasserstoff die Rate reduzieren kann, mit der Bariumfluorid zu der BaO Supraleiter-Zwischenstufe umgewandelt wird.

**[0061]** In manchen Ausführungsformen kann die Verwendung von wohl gemischten Reaktionsgasen zu einer relativ gleichförmigen c-Achsen Wachstumsrate über der Oberfläche des Substrats **120** in einer Richtung im Wesentlichen senkrecht zu der strukturierten Oberfläche des Substrats führen. Zum Beispiel kann, wie in [Fig. 3](#) gezeigt, die c-Achsen Wachstumsrate von YBCO am Punkt **2110** der Oberfläche des Substrats **120** im Wesentlichen die gleiche wie die der c-Achsen Wachstumsrate von YBCO in einer Richtung im Wesentlichen senkrecht zu der strukturierten Oberfläche des Substrats an einem Punkt **2120** der Oberfläche des Substrats **120** sein, wenn der Abstand zwischen den Punkten **2110** und **2120** mindestens etwa 5 cm (mindestens etwa 10

cm, mindestens etwa 15 cm, mindestens etwa 25 cm, mindestens etwa 50 cm, mindestens etwa 75 cm, mindestens etwa 100 cm, mindestens etwa 500 cm, mindestens etwa 750 cm, mindestens etwa 1 m, mindestens etwa 10 m auseinander, mindestens etwa 20 m) beträgt. Im Allgemeinen kann eine Linie, die die Punkte **2110** und **2120** verbindet in einer beliebigen Richtung entlang oder quer zu der Oberfläche des Substrats sein. Zum Beispiel kann eine Linie, die **2110** und **2120** verbindet, entlang der Breite der Oberfläche des Substrats **120** sein, kann entlang der Länge der Oberfläche des Substrats **120** sein, oder eine Kombination davon. Dies kann in bestimmten Ausführungsformen vorteilhaft sein, wenn zum Beispiel eine im Wesentlichen gleichförmige (z.B. im Wesentlichen gleiche Dicke, im Wesentlichen gleiche kristallographische Orientierung, im Wesentlichen gleiche kritische Stromdichte und/oder im Wesentlichen gleicher kritischer Strom) Supraleiterschicht über eine relativ große Oberfläche gewünscht ist, wie zum Beispiel, wenn der Supraleiter in der Form eines Bandes hergestellt wird. In bestimmten Ausführungsformen kann, wenn der Supraleiter in der Form eines Bandes ist, der Supraleiter eine Breite von mindestens etwa zwei Zentimeter (mindestens etwa fünf Zentimeter, mindestens etwa acht Zentimeter, mindestens etwa 10 Zentimeter, mindestens etwa 12 Zentimeter, mindestens etwa 15 Zentimeter, mindestens etwa 17 Zentimeter, mindestens etwa 20 Zentimeter) und/oder eine Länge von mindestens etwa 0,1 m (z.B. mindestens etwa 0,5 m, mindestens etwa einen Meter, mindestens etwa 10 m, mindestens etwa 50 m, mindestens etwa 100 m, mindestens etwa 500 m, mindestens etwa einen Kilometer) aufweisen.

**[0062]** In bestimmten Ausführungsformen kann das c-Achsen Wachstum des Supraleitermaterials (z.B. YBCO) in einer Richtung im Wesentlichen senkrecht zu der Oberfläche des Substrats **120** relativ schnell sein. Zum Beispiel kann die c-Achsen Wachstumsrate des Supraleitermaterials in einer Richtung im Wesentlichen senkrecht zu der Oberfläche des Substrats **120** mindestens etwa ein Ängström pro Sekunde betragen (z.B. mindestens etwa zwei Ängström pro Sekunde, mindestens etwa drei Ängström pro Sekunde, mindestens etwa vier Ängström pro Sekunde, mindestens etwa fünf Ängström pro Sekunde, mindestens etwa sechs Ängström pro Sekunde, mindestens etwa sieben Ängström pro Sekunde, mindestens etwa neun Ängström pro Sekunde, mindestens etwa 10 Ängström pro Sekunde).

**[0063]** Obwohl das Vorhergehende einen Reaktor beschrieben hat, in welchem das Substrat sich durch den Reaktor während der Herstellung des Supraleitermaterials bewegt, können andere Reaktoren verwendet werden, um einen oder mehrere der oben beschriebenen Vorteile zu erreichen. Zum Beispiel zeigt **Fig. 4** einen Teilschnitt eines Reaktors **1000**, der ein Gehäuse **1100** aufweist, das aufweist: Wände **1110**,

**1120**, **1130** und **1140**, ein Hezelement **1145** in thermischer Kommunikationswirkung mit dem Gehäuse **1100** und einen Träger **1150** in thermischer Kommunikationswirkung mit dem Hezelement **1145**. Das Gehäuse **1100** beinhaltet zudem Auslässe **1160** und ein Element **1170** zwischen den Auslässen **1160**, so dass das Element **1170** die Auslässe **1160** trägt (**Fig. 5**). Jeder Auslass weist eine Düse (Öffnung) **1164** auf und die Auslässe **1160** sind in fluider Kommunikationswirkung mit einer Gasquelle **1180** über eine Leitung **1185**. Das Element **1170** ist aus einem mechanisch starren und Gas-durchlässigen Material (z.B. einem Maschenmaterial, wie einem Rigimesh® Material, erhältlich von der Pall Corporation, einer gebohnten oder gefrästen metallischen oder keramischen Platte), so dass die Bereiche **1102** (als oberhalb eines Elements **1170** in **Fig. 4** dargestellt) und **1104** (als unterhalb des Elements **1170** in **Fig. 5** dargestellt) des Reaktors **1000** in fluider Kommunikationswirkung sind. Das Element **1170** ist mit einer Vakuumsvorrichtung (z.B. einer Vakuumpumpe) **1190** über eine Leitung **1195** in fluider Kommunikationswirkung.

**[0064]** **Fig. 6** ist eine Teilschnitt-Ansicht des Reaktors **1000** während einer Verwendung um einen Film, der Bariumfluorid aufweist (und optional ein oder mehrere zusätzliche Precursor, wie zum Beispiel CuO und/oder  $Y_2O_3$ ) zu behandeln, um YBCO bereitzustellen. Ein Reaktionsgas (z.B. Wasser und/oder Sauerstoff)-Fluss von der Gasquelle **1180** entlang der Leitung **1185** tritt in die Auslässe **1160** ein, verlässt die Auslässe **1160** durch die Öffnungen **1164** und trifft auf der Oberfläche **2100** (gebildet durch einen Film, der Bariumfluorid aufweist) auf einen Artikel **2000** auf, der auf dem Träger **1150** angeordnet ist. Die Pumpe **1190** entfernt Produktgase (z.B. Fluorwasserstoff) von der Oberfläche **2100** durch das Element **1170** und die Leitung **1195**.

**[0065]** Die Gasquelle **1180**, die Leitung **1185** und die Auslässe **1160** sind typischerweise so entworfen, dass der Druck und/oder die Geschwindigkeit des Gases (der Gase), das aus den Öffnungen **1164** austritt, für die unterschiedlichen Auslässe **1160** zu einem gegebenen Zeitpunkt während der Verwendung des Reaktors **1000** im Wesentlichen gleichförmig ist. In manchen Ausführungsformen kann der Druck und/oder die Geschwindigkeit des Gases (der Gase), das aus den Öffnungen **1164** austritt, während einer Verwendung des Reaktors **1000** variiert werden.

**[0066]** In bestimmten Ausführungsformen weist der Gesamtdruck des Gases (der Gase) in der Leitung **1185** etwa atmosphärischen Druck auf. In manchen Ausführungsformen kann ein höherer oder geringerer Gesamtdruck verwendet werden. In bestimmten Ausführungsformen kann der Gasdruck während der Verwendung des Reaktors **1000** variiert werden.

**[0067]** Das Gas (die Gase), das von den Auslässen **1160** ausgegeben wird, kann auf die Oberfläche **2100** unter einem Winkel auftreffen, der im Wesentlichen nicht parallel zu der Oberfläche **2100** ist (z.B. mindestens etwa 5° bezüglich zu der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 10° bezüglich zu der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 20° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 30° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 40° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 50° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 60° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 70° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 80° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 85° bezüglich der Oberfläche **2100**, etwa 90° bezüglich der Oberfläche **2100**).

**[0068]** Die Gase (das Gas) (z.B. Produktgas(e), wie Fluorwasserstoff), die durch die Pumpe **1190** durch das Elemente **1170** und entlang der Leitung **1195** entfernt werden, verlassen die Oberfläche **2100**, so dass die Menge dieser Gase an der Oberfläche **2100** reduziert wird. In bestimmten Ausführungsformen verlässt das Gase die Oberfläche **2100** unter einem Winkel, der (im Wesentlichen nicht parallel zu der Oberfläche **2100** ist (z.B. mindestens etwa 5° bezüglich zu der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 10° bezüglich zu der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 20° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 30° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 40° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 50 Grad bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 60° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 70° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 80° bezüglich der Oberfläche **2100**, mindestens etwa 85° bezüglich der Oberfläche **2100**, etwa 90° bezüglich der Oberfläche **2100**).

**[0069]** Obwohl das Vorhergehende die Verwendung von Reaktoren beim Behandeln von Bariumfluorid, um eine Supraleiter-Zwischenstufe herzustellen, beschrieben wurde, ist die Verwendung der Reaktoren nicht in diesem Sinn eingeschränkt. In manchen Ausführungsformen können die Reaktoren verwendet werden, um eine Schicht aus einem Supraleitermaterial unter Verwendung verschiedener Supraleiter Precursor herzustellen. In bestimmten Ausführungsformen können die Reaktoren verwendet werden, um ein oder mehrere Schichten aus Material herzustellen, die nicht supraleitend sind.

**[0070]** In Ausführungsformen, in welchem ein Film, der Bariumfluorid enthält, an der Oberfläche des Substrats **120** vorliegt, wenn es in den Reaktor **100** eintritt, kann CuO und/oder Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ebenfalls in dem Film aufgebracht auf der Oberfläche des Substrats **120** vorliegen. Bariumfluorid, CuO und/oder Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> können in dem Film, der auf der Oberfläche des Substrats **120** aufgebracht ist, unter Verwendung vielfältiger Techniken hergestellt werden, einschließlich zum Beispiel Lösung-Precursor Verfahren, und/oder Gas-

phasen-Abscheidungsverfahren (z.B. chemische Gasphasen-Abscheidungsverfahren, physikalische Gasphasen-Abscheidungsverfahren, Elektronenstrahl-Abscheidungsverfahren). Kombinationen der Verfahren können verwendet werden, um eines oder mehrerer von Bariumfluorid, CuO und/oder Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> abzuscheiden.

**[0071]** Obwohl die vorhergehende Erläuterung mit Bezug auf ein Substrat erfolgte, das einen Film aufweist, der Bariumfluorid vorgesehen an seiner Oberfläche aufweist, bevor es in den Reaktor eintritt, ist die vorliegende Erfindung nicht in dieser Weise limitiert. In bestimmten Ausführungsformen können ein oder mehrere Precursor von Bariumfluorid und/oder andere geeignete Materialien in dem Film auf der Oberfläche des Substrats vorliegen, wenn es in den Reaktor eintritt und der Reaktor kann verwendet werden, um Bariumfluorid und/oder die anderen geeigneten Materialien herzustellen.

**[0072]** Typischer Weise wird in Ausführungsformen, in welchen eine Lösungsschemie verwendet wird, um Bariumfluorid und/oder andere Supraleiter Precursor vorzubereiten, eine Lösung (z.B. eine Lösung die Metall-Salze, wie Yttriumazetat, Kupferazetat, Bariumazetat und/oder fluoriertes Azetat Salz von Barium) auf einer Oberfläche (z.B. einer Oberfläche eines Substrats, wie einem Substrats, das eine Legierungsschicht mit ein oder mehreren Pufferschichten darauf aufgebracht aufweist) aufgebracht. Die Lösung kann auf der Oberfläche unter Verwendung von Standard Techniken aufgebracht werden (z.B. Aufschleudern, Eintauchen, Slot-Coating, Beschichten). Die Lösung wird getrocknet, um zumindest manche der organischen Verbindungen, die in der Lösung vorhanden sind zu entfernen (z.B. bei etwa ein Raumtemperatur oder unter geringer Hitze getrocknet) und das erzeugte Material wird in einem Ofen in einer Gas Umgebung, die Sauerstoff und Wasser aufweist, reagiert (z.B. zersetzt), um am Bariumfluorid und/oder andere geeignete Materialien herzustellen (z.B. CuO und/oder Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). In manchen Ausführungsformen können die oben erwähnten Reaktoren für einige oder alle dieser Schritte verwendet werden.

**[0073]** Beispiele für Metall-Salz-Lösungen, die verwendet werden können, folgen.

**[0074]** In manchen Ausführungsformen kann die Metallsalzlösung eine relativ geringe Menge freier Säure aufweisen. In wässriger Lösung kann dies einer Metallsalzlösung mit einem relativ neutralen pH-Wert (z.B. wieder stark sauer noch stark alkalisch) entsprechen. Die Metallsalzlösung kann verwendet werden, um die mehrlagigen Supraleiter zu präparieren, wobei eine große Vielfalt von Materialien verwendet werden, die als Unterlageschicht verwendet werden kann, auf der die Supraleiterschicht gebildet wird.



( $CX^{''''''}X^{''''''}X^{''''''}-CO(CH)_b$   $CX^{''''''}X^{''''''}X^{''''''}$ ),  $M^{''}(O_2C-(CH_2)_n-CXX^{''}X^{''})(O_2C-(CH_2)_m-CX^{''}X^{''}X^{''})$  oder  $M^{''}(OR)_2$  aufweisen.  $M^{''}$  ist das Übergangsmetall.  $a$  und  $b$  sind jeweils mindestens eins, aber geringer als eine Zahl, die das Salz unlöslich in dem Lösungsmittel (in den Lösungsmitteln) macht (z.B. von eins bis fünf). Im Allgemeinen sind  $n$  und  $m$  jeweils mindestens eins, aber geringer als eine Zahl, die das Salz unlöslich in dem Lösungsmittel (in den Lösungsmitteln) macht (z.B. von eins bis 10). Jede von  $X$ ,  $X'$ ,  $X''$ ,  $X'''$ ,  $X^{''''}$ ,  $X^{''''}$ ,  $X^{''''}$ ,  $X^{''''}$ ,  $X^{''''}$  und  $X^{''''}$ , ist H, F, Cl, Br oder I. R ist eine Kohlenstoff-haltige Gruppe, die halogeniert sein kann (z.B.  $CH_2CF_3$ ) oder nicht-halogeniert sein kann. Diese Salze umfassen zum Beispiel nicht-halogenierte Azetate (z.B.  $M^{''}(O_2C-CH_3)_2$ ), halogenierte Azetate, halogenierte Alkoxyde und nicht-halogenierte Alkoxyde. Beispiele für solche Salze umfassen Kupfer Trichlorazetat, Kupfer Tribromazetat, Kupfer Trüodazetat,  $Cu(CH_3COCHCOF_3)_2$ ,  $Cu(OOCC_7H_{15})_2$ ,  $Cu(CF_3COCHCOF_3)_2$ ,  $Cu(CH_3COCHCOCH_3)_2$ ,  $Cu(CH_3CH_2CO_2CHCOCH_3)_2$ ,  $CuO(C_5H_6N)_2$  und  $Cu_3O_3Ba_2(O-CH_2CF_3)_4$ . In bestimmten Ausführungsformen ist das Übergangsmetall Salz ein Carboxylat Salz (z.B. ein nicht-halogeniertes Carboxylat Salz), wie ein Propionat Salz eines Übergangsmetalls (z.B. ein nicht-halogeniertes Propionat Salz des Übergangsmetalls). Ein Beispiel eines nicht-halogenierten Propionat Salzes eines Übergangsmetalls ist  $Cu(O_2CC_2H_5)_2$ . In manchen Ausführungsformen ist das Übergangsmetall Salz ein einfaches Salz, wie Kupfersulfat, Kupfernitrat, Kupferiodid und/oder Kupferoxyd. In manchen Ausführungsformen kann  $n$  und/oder  $m$  den Wert Null annehmen. In bestimmten Ausführungsformen kann  $a$  und/oder  $b$  den Wert Null annehmen. Eine beispielhafte und nicht limitierende Liste von Lewis Basen umfasst Stickstoff-haltige Verbindungen wie Ammoniak und Amine. Beispiele für Amine umfassen  $CH_3CN$ ,  $C_5H_5N$  und  $R_1R_2R_3N$ . Jedes von  $R_1$ ,  $R_2$  und  $R_3$  kann unabhängig H, eine Alkylgruppe (z.B. eine gestreckte Alkylgruppe, eine verzweigte Alkylgruppe, eine aliphatische Alkylgruppe, eine nicht-aliphatische Alkylgruppe und/oder eine substituierte Alkylgruppe) oder ähnliches sein. Ohne gewünscht auf die Theorie festgelegt zu sein, wird angenommen, dass die Gegenwart einer Lewis Base in der Metallsalzlösung die Querverbindung von Kupfer während der Zwischenstufen Bildung reduzieren kann. Es wird angenommen, dass dies erreicht wird, da sich eine Lewis Base mit Kupferionen koordinieren (z.B. selektiv koordinieren) kann, wodurch die Fähigkeit von Kupfer sich quer-zu-verbinden (cross-link) reduziert wird.

**[0082]** Typischerweise wird die Metallsalzlösung auf eine Oberfläche angewandt (z.B. eine Pufferschicht Oberfläche), wie z.B. Beschichten durch Aufschleudern, Eintauchen, Webcoating, Slotcoating, Gravurecoating oder andere Techniken die dem Fachmann bekannt sind, und nachfolgend erhitzt.

**[0083]** Die abgeschiedene Lösung wird nachfolgend erhitzt, um das Supraleitermaterial (z.B. YBCO) zu schaffen. Ohne gewünscht auf die Theorie festgelegt zu werden, wird angenommen, dass in manchen Ausführungsformen, wenn YBCO hergestellt wird, die Lösung zuerst zu Bariumfluorid umgewandelt wird, der Supraleiter Precursor zu einer BaO Supraleiterzwischenstufe umgewandelt wird und nachfolgend die BaO Supraleiterzwischenstufe in YBCO umgewandelt wird.

**[0084]** In bestimmten Ausführungsformen beinhaltet das Bilden von Bariumfluorid ein Erhitzen der getrocknete Lösung von etwa Raumtemperatur auf etwa 200 °C mit einer Rate von etwa 5 °C pro Minute in einer nominalen Gasumgebung, die einen Gesamt Gasdruck von etwa 1013 hPa (760 Torr, ein Torr entspricht etwa 1,33 hPa) aufweist, und von etwa fünf Torr bis etwa 50 Torr Wasser und von etwa 0,1 Torr bis etwa 760 Torr Sauerstoff mit dem ausgleichenden inerten Gas (z.B. Stickstoff, Argon) aufweist. Die Temperatur wird dann Rampen-förmig von etwa 200 °C bis etwa 220 °C mit einer Rate von mindestens etwa einem Grad Celsius pro Minute (z.B. mindestens etwa 5 °C pro Minute, mindestens etwa 10 °C pro Minute, mindestens etwa 15 °C pro Minute, mindestens etwa 20 °C pro Minute) verändert, wobei im Wesentlichen die gleiche nominelle Gasumgebung beibehalten wird.

**[0085]** In bestimmten dieser Ausführungsformen wird Bariumfluorid durch Erhitzen der getrockneten Lösung in feuchtem Sauerstoff (z.B. mit einem Taupunkt im Bereich von etwa 20 °C bis etwa 75 °C) auf eine Temperatur in dem Bereich von etwa 300 °C bis etwa 500 °C gebildet.

**[0086]** In alternativen Ausführungsformen wird Bariumfluorid durch Erhitzen der getrocknete Lösung ausgehend von einer anfänglichen Temperatur (z.B. Raumtemperatur) auf eine Temperatur von etwa 190 °C bis etwa 215 °C (z.B. etwa 210 °C) in einem Wasserdampf Druck von etwa fünf Torr bis etwa 50 Torr Wasserdampf (z.B. von etwa fünf Torr bis etwa 30 Torr Wasserdampf, von etwa 10 Torr bis etwa 25 Torr Wasserdampf) gebildet. Der nominelle Partialdruck von Sauerstoff kann zum Beispiel von etwa 0,1 Torr bis etwa 760 Torr betragen. In diesen Ausführungsformen wird das Erhitzen bis zu einer Temperatur von etwa 220 °C bis etwa 290 °C (z.B. etwa 220 °C) in einem Wasserdampfdruck von etwa fünf Torr bis etwa 50 Torr Wasserdampf (z.B. etwa fünf Torr bis etwa 30 Torr Wasserdampf, oder von etwa 10 Torr bis etwa 25 Torr Wasserdampf) fortgesetzt. Der nominelle Partialdruck von Sauerstoff kann zum Beispiel von etwa 0,1 Torr bis etwa 760 Torr betragen. Dies wird durch ein Erhitzen von etwa 400 °C bei einer Rate von mindestens etwa 2 °C pro Minute (z.B. mindestens etwa 3 °C pro Minute, oder mindestens etwa 5 °C pro Minute) in einem Wasserdampfdruck von etwa fünf Torr bis

etwa 50 Torr Wasserdampf (z.B. von etwa fünf Torr bis etwa 30 Torr Wasserdampf, oder von etwa 10 Torr bis etwa 25 Torr Wasserdampf) gefolgt, um Bariumfluorid herzustellen. Der nominelle Partialdruck von Sauerstoff kann zum Beispiel von etwa 0,1 Torr bis etwa 760 Torr betragen.

**[0087]** In anderen Ausführungsformen beinhaltet das Erhitzen der getrocknete Lösung, um Bariumfluorid herzustellen, ein oder mehrere Schritte, bei welchen die Temperatur im Wesentlichen konstant gehalten wird (z.B. konstant innerhalb von etwa 10 °C, innerhalb von etwa 5 °C, innerhalb von etwa 2 °C, innerhalb von etwa einem Grad Celsius) für eine relativ lange Zeitspanne (z.B. mehr als etwa 1 Minute, mehr als etwa 5 Minuten, mehr als etwa 30 Minuten, mehr als etwa eine Stunde, mehr als etwa zwei Stunden, mehr als etwa vier Stunden) nachdem eine erste Temperatur auf eine Temperatur um größer als etwa Raumtemperatur angestiegen ist. In diesen Ausführungsformen kann das Erhitzen der Metallsalzlösung beinhalten mehr als eine Gasumgebung (z.B. eine Gasumgebung, die einen relativ hohen Wasserdampfdruck aufweist, und eine Gasumgebung, die einen relativ geringen Wasserdampfdruck aufweist) zu verwenden, während die Temperatur im Wesentlichen konstant (z.B. konstant innerhalb von etwa 10 °C, innerhalb von etwa 5 °C, innerhalb von etwa 2 °C, innerhalb von etwa 1 °C) für eine relativ lange Zeitspanne (z.B. mehr als etwa 1 Minute, mehr als etwa 5 Minuten, mehr als etwa 30 Minuten, mehr als etwa eine Stunde, mehr als etwa zwei Stunden, mehr als etwa vier Stunden) gehalten wird. Als ein Beispiel, kann in einer hohen Wasserdampf Druckumgebung der Wasserdampfdruck zwischen fünf Torr bis etwa 40 Torr betragen (z.B. von etwa 25 Torr bis etwa 38 Torr, wie etwa 32 Torr). Eine geringe Wasserdampf-Druckumgebung kann einen Wasserdampfdruck von weniger als etwa einem Torr aufweisen (z.B. weniger als etwa 0,1 Torr, weniger als etwa 10 Milliton, etwa fünf Milliton).

**[0088]** In bestimmten Ausführungsformen kann das Erhitzen der getrocknete Lösung, um Bariumfluorid herzustellen, das Einbringen der beschichteten Probe in einen vorgeheizten Ofen (z.B. bei einer Temperatur von mindestens etwa 100 °C, mindestens etwa 150 °C, mindestens etwa 200 °C, höchstens etwa 300 °C, höchstens etwa 250 °C, etwa 200 °C) beinhalten. Die Gasumgebung in dem Ofen kann zum Beispiel einen Gesamtgasdruck von etwa 760 Torr, einen vorbestimmten Partialdruck von Wasserdampf (z.B. etwa 10 Torr, mindestens etwa 15 Torr, höchstens etwa 25 Torr, höchstens etwa 20 Torr, etwa 17 Torr) mit einem Ausgleich, der molekulare Sauerstoff ist, aufweisen. Nachdem die beschichtete Probe die Ofentemperatur erreicht, kann die Ofentemperatur erhöht werden (z.B. auf mindestens etwa 225 °C, auf mindestens etwa 240 °C, auf höchstens etwa 275 °C, auf höchstens etwa 260 °C, etwa 250 °C) mit einer

vorbestimmten Temperaturanstiegsrate (z.B. mindestens etwa 0,5 °C pro Minute, mindestens etwa 0,75 °C pro Minute mindestens etwa 2 °C pro Minute, mindestens etwa 1,5 °C pro Minute, etwa 1 °C pro Minute). Dieser Schritt kann mit der gleichen nominellen Gasumgebung durchgeführt werden, die bei dem ersten Heizschritt verwendet wird. Die Temperatur des Ofens kann dann weiter erhöht werden (z.B. auf mindestens etwa 350 °C, auf mindestens etwa 375 °C, auf höchstens etwa 450 °C, auf höchstens etwa 425 °C, etwa 450 °C) mit einer vorbestimmten Temperaturanstiegsrate (z.B. mit mindestens etwa 5 °C pro Minute, mit mindestens etwa 8 °C pro Minute, höchstens etwa 20 °C pro Minute, mit höchstens etwa 12 °C pro Minute, etwa 10 °C pro Minute). Dieser Schritt kann bei derselben nominellen Gasumgebung durchgeführt werden, die in dem ersten Heizschritt verwendet wird.

**[0089]** In manchen Ausführungsformen kann das Präparieren (Vorbereiten) des Supraleitermaterials ein Slotcoating der Metallsalzlösung (z.B. auf ein Band, wie ein Band, das aus einem strukturierten Nickelband hergestellt ist, das darauf epitaktische Puffer und/oder der Deckschichten sequenziell aufgebracht aufweist, wie zum Beispiel  $Gd_2O_3$ , YSZ und  $CeO_2$ ). Die beschichtete Metallsalzlösung kann in einer Atmosphäre aufgebracht werden, die  $H_2O$  aufweist (z.B. zwischen etwa fünf Torr  $H_2O$  und etwa 15 Torr  $H_2O$ , von etwa neun Torr  $H_2O$  bis etwa 13 Torr  $H_2O$ , etwa 11 Torr  $H_2O$ ). Das Ausgleichsmittel der Atmosphäre kann ein inertes Gas (z.B. Stickstoff) sein. Der Gesamtdruck während der Filmabscheidung kann zum Beispiel etwa 760 Torr betragen. Der Film kann z.B. durch transportieren des beschichteten Bandes durch einen Rohrofen (z.B. einen Rohrofen, der einen Durchmesser von etwa 6,35 cm (2,5 Inch) aufweist), der einen Temperaturgradienten aufweist, zersetzt werden. Die entsprechenden Temperaturen und Gas Atmosphären des Gradienten wenn in dem Ofen, wie auch die Transportrate der Probe durch jeden Gradienten kann so ausgewählt werden, dass das Verarbeiten des Films im Wesentlichen gleich einem der zuvor beschriebenen Verfahren ist.

**[0090]** Die vorhergehende Behandlung einer Metallsalzlösung kann Bariumfluorid ergeben. Vorzugsweise weist in der Precursor eine relativ geringe Defektdichte auf.

**[0091]** In bestimmten Ausführungsformen können Verfahren zum Behandeln der Lösung verwendet werden, um die Bildung von unerwünschten a-Achsen orientierten Oxidschicht-Körnern zu vermeiden, durch Unterdrückung der Bildung von der Oxidschicht, bis die benötigten Reaktionsbedingungen erreicht sind.

**[0092]** Obwohl eine Chemie mit Lösungen für die Herstellung von Bariumfluorid beschrieben wurde,

können ebenfalls andere Verfahren verwendet werden. Zum Beispiel können Festkörper oder Semi-Festkörper Precursor Materialien in der Form einer Dispersion abgeschieden werden. Diese Precursor Zusammensetzungen ermöglichen zum Beispiel die vollständige Beseitigung einer Bildung von  $\text{BaCO}_3$  in den abschließenden YBCO supraleitenden Schichten, obwohl sie auch die Steuerung einer Film-Keimbildung und eines Wachstums ermöglicht. Zwei allgemeine Ansätze werden für die Rezeptur solcher Precursor Zusammensetzungen vorgestellt.

**[0093]** In einem Ansatz werden kationische Komponenten der Precursor Zusammensetzung in Komponenten bereitgestellt, die eine feste Form annehmen, entweder als Elemente oder vorzugsweise verbunden mit anderen Elementen. Die Precursor Zusammensetzung wird in der Form ultra feiner Partikel bereitgestellt, die so zerstäubt werden, dass sie auf die Oberfläche eines geeigneten Substrats, zwischenbeschichteten Substrats oder Puffer-beschichteten Substrats aufgebracht werden und haften können. Diese ultra feinen Partikel können durch einen Aerosol-Spray, durch Verdampfen oder durch ähnliche Techniken erzeugt werden, die gesteuert werden können, um die chemische Zusammensetzungen und gewünschten Größen zu schaffen. Die ultra-feinen Partikeln können geringer als etwa 500 nm, vorzugsweise geringer als etwa 250 nm, noch bevorzugter geringer als etwa 100 nm und sogar noch bevorzugter geringer als 50 nm sein. Im Allgemeinen sind die Partikel kleiner als etwa 50% der Dicke der gewünschten finalen Filmdicke, vorzugsweise kleiner als etwa 30%, besonders bevorzugt kleiner etwa 10% der Dicke der gewünschten finalen Filmdicke. Zum Beispiel kann die Precursor Zusammensetzung ultra-feine Partikel von einem oder mehreren der Komponenten der supraleitenden Schicht in einer im Wesentlichen stöchiometrischen Mischung vorliegend in einem Trägermittel aufweisen. Das Trägermittel beinhaltet ein Lösungsmittel, ein Verflüssigungsmittel, ein Bindemittel, ein Dispergier-Mittel oder ein ähnliches System, das in der Technik bekannt ist, um eine Dispersion solcher Artikel zu erzeugen. Jedes ultra-feine Partikel kann im Wesentlichen, eine homogene Mischung solcher Komponenten aufweisen. Zum Beispiel kann jedes Partikel  $\text{BaF}_2$  und Seltene-Erd Oxide und Kupferoxide oder Seltene-ErdBarium/Kupfer Oxyfluorid beinhalten. Eine Analyse solcher Artikel würde vorzugsweise ein Verhältnis von Seltene-Erd: Barium: Kupfer von im Wesentlichen stöchiometrisch 1: 2: 3, mit einem Verhältnis von Fluor: Barium von im Wesentlichen stöchiometrisch 2: 1 aufzeigen. Diese Partikel können entweder eine kristalline oder eine amorphe Form aufweisen.

**[0094]** In einem zweiten Ansatz können die Precursor Komponenten aus elementaren Quellen präpariert werden, oder aus im Wesentlichen stöchiometrischen Verbindungen, die die gewünschten Kompo-

nenten enthalten. Zum Beispiel könnte ein Verdampfen eines Festkörpers, der eine im Wesentlichen stöchiometrische Verbindung der gewünschten REBCO Komponenten (z.B.  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ) aufweist oder eine Anzahl von Festkörpern aufweist, die jeweils eine bestimmte Komponente der gewünschten finalen supraleitenden Schicht (z.B.  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaF}_2$ ,  $\text{CuO}$ ) aufweisen, verwendet werden, um die ultra feinen Partikel zum Herstellen der Precursor Zusammensetzungen zu erzeugen. Alternativ könnte eine Spray-Trocknung oder Aerosolisierung einer Metall organischen Lösung, die im Wesentlichen eine stöchiometrische Mischung der gewünschten REBCO Komponenten aufweist, verwendet werden, um die ultra feinen Partikel herzustellen, die in den Precursor Zusammensetzungen verwendet werden. Alternativ können ein oder mehrere der kationischen Komponenten in der Precursor Zusammensetzung als ein Metall-Organischen-Salz oder eine Metall-Organischen-Verbindung bereitgestellt werden und in der Lösung vorhanden sein. Die Metall-Organischen-Lösung kann als ein Lösungsmittel oder ein Trägermittel für die anderen Festkörperelemente oder Verbindungen dienen. Gemäß dieser Ausführungsform können Dispersionsmittel und/oder Bindemittel im Wesentlichen aus der Precursor Zusammensetzung beseitigt werden. Zum Beispiel kann die Precursor Zusammensetzung ultra feine Partikel von Seltene-Erd Oxiden und Kupferoxiden im Wesentlichen in einem stöchiometrischen Verhältnis von 1: 3 zusammen mit einem Barium-haltigen Salz aufweisen, zum Beispiel Barium Trifluorazetat gelöst in einem organischen Lösungsmittel, wie Methanol.

**[0095]** Falls die supraleitende Schicht dem REBCO Typ entspricht, kann die Precursor Zusammensetzung ein Seltene-Erd Element und Kupfer in der Form ihrer Oxide; Halogenide, wie Fluoride, Chloride, Bromide und Iodide; Karboxylate und Alkoholate, zum Beispiel Azetate, die Trihaloacetate, wie Trifluorazetate, Formiate, Oxalate, Lactate, Oxyfluoride, Propylate, Zitrone und Azetylacetate und Chlorate und Nitrate aufweisen. Die Precursor Zusammensetzung kann beliebige Kombinationen solcher Elemente (Seltene-Erd Element, Barium und Kupfer) in ihren vielfältigen Formen aufweisen, die zu einer Zwischenstufe, die ein Bariumhalogenid plus einem Seltene-Erd Oxyfluorid und Kupfer (Oxyfluorid) ohne einen zusätzlichen Aufschlussschritt (Zersetzungsschritt) oder mit einem Aufschlussschritt, der wesentlich kürzer ist, als der, der für Precursor benötigt wird, wenn alle Komponenten gelöst sind, und ohne eine wesentliche Bildung von  $\text{BaCO}_3$  und welche mit einem Hochtemperatur Reaktionsverfahren behandelt werden können, um einen epitaktischen REBCO Film mit  $T_c$  von nicht geringer als 89 K und  $J_c$  größer als etwa  $500.000 \text{ A/cm}^2$  bei einer Filmdicke von einem Mikrometer oder mehr, umgewandelt werden können. Zum Beispiel könnte für eine  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  supraleitende Schicht die Precursor Zusammensetzung

Bariumhalogenid (z.B. Bariumfluorid), Yttrium Oxid (z.B.  $Y_2O_3$ ) und Kupferoxid; oder Yttrium Oxid, Barium Trifluorazetat in einer Trifluorazetat/Methanollösung und eine Mischung von Kupferoxid und Kupfer Trifluorazetat in Trifluorazetat/Methanol aufweisen. Alternativ könnten die Precursor Zusammensetzung Batrifluorazetat,  $Y_2O_3$  und CuO aufweisen. Alternativ könnte die Precursor Zusammensetzung Barium Trifluorazetat und Yttrium Trifluorazetat in Methanol und CuO aufweisen. Alternativ könnte die Precursor Zusammensetzung  $BaF_2$  und Yttrium Azetat und CuO aufweisen. In manchen bevorzugten Ausführungsformen sind im Barium-haltige Partikel als  $BaF_2$  Partikel oder als Barium Fluorazetat vorhanden. In manchen Ausführungsformen könnte der Precursor im Wesentlichen ein gelöstes Metall-organisches-Salz sein, das manche oder alle der kationischen Komponenten enthält, wobei zumindestens ein Teil von einer der Verbindungen mit kationischen Komponenten, die in fester Form vorliegen, versehen ist. In bestimmten Ausführungsformen beinhaltet der Precursor in einer Dispersion ein Bindemittel und/oder ein Dispersionsmittel und/oder (ein) Lösungsmittel.

**[0096]** Die Precursor Zusammensetzungen können auf die Oberfläche oder Puffer behandelte Substrate durch eine Vielzahl von Verfahren angewandt werden, die entworfen wurden Beschichtungen von im Wesentlichen gleichmäßiger Dicke zu erzeugen. Zum Beispiel können die Precursor Zusammensetzungen mittels einem Aufschleudern-Beschichten, einem Slot-Coating, Gravure-Coating, Tauch-Beschichten, Tape-Casting oder Aufsprühen aufgebracht werden. Das Substrat wird vorzugsweise gleichförmig beschichtet, um einen supraleitenden Film von etwa ein bis 10  $\mu m$ , vorzugsweise von ein bis 5  $\mu m$ , besonders bevorzugt von zwei bis 4  $\mu m$  zu erhalten.

**[0097]** Mehr Details sind in der PCT Veröffentlichung Nr. WO 01/08236 angegeben, die am 1. Februar 2001 veröffentlicht wurde und den Titel "Coated Conductor Thick Film Precursor" trägt.

**[0098]** In bevorzugten Ausführungsformen ist die Supraleiterschicht wohl geordnet (z.B. biaxial in der Ebene strukturiert oder mit einer c-Achse aus der Ebene heraus und biaxial in der Ebene strukturiert). In Ausführungsformen kann der Volumenkörper (Bulk) des Supraleitermaterials biaxial strukturiert sein. Eine Supraleiterschicht kann mindestens etwa einen Mikrometer dick (z.B. mindestens etwa 2  $\mu m$  dick, mindestens etwa 3  $\mu m$  dick, mindestens etwa 4  $\mu m$  dick, mindestens etwa 5  $\mu m$  dick) sein.

**[0099]** **Fig. 7** ist ein Teilschnitt eines Supraleiterartikels **5000**, der ein Substrat **5100** mit einer Oberfläche **5110**, eine Pufferschicht **5200** und eine Supraleiterschicht **5300** aufweist.

**[0100]** Vorzugsweise weist die Oberfläche **5110** eine relativ gut definierte kristallographische Orientierung auf. Zum Beispiel kann die Oberfläche **5110** eine biaxial strukturierte Oberfläche (z.B. eine (113)[211] Oberfläche) oder eine kubische strukturierte Oberfläche (z.B. eine (100)[011] Oberfläche oder eine (100)[001] Oberfläche) aufweisen. Vorzugsweise weisen die Peaks in einer Röntgen-Beugungs-Polfigur der Oberfläche **110** eine volle Halbwertsbreite von weniger als etwa  $20^\circ$  (z.B. weniger als etwa  $15^\circ$ , weniger als etwa  $10^\circ$ , oder von etwa  $5^\circ$  bis etwa  $10^\circ$ ) auf.

**[0101]** Die Oberfläche **5110** kann z.B. durch Walzen und Ausheilen präpariert werden. Die Oberfläche **5110** kann ebenso unter Verwendung von Vakuumverfahren präpariert werden, wie z.B. einer Ionenstrahl unterstützten Abscheidung, einer schrägen Substrat Abscheidung und anderen Vakuumstechniken, die in der Technik bekannt sind, um eine biaxial strukturierte Oberfläche auf z.B. einer zufällig orientierten polykristallinen Oberfläche zu erzeugen. In bestimmten Ausführungsformen (z.B. wenn eine Ionenstrahl unterstützte Abscheidung verwendet wird) muss die Oberfläche **5110** des Substrats **5100** nicht strukturiert werden (z.B. kann die Oberfläche **5110** eine zufällig orientiert polykristallin sein, oder die Oberfläche **5110** kann amorph sein).

**[0102]** Das Substrat **5100** kann aus einem Material gebildet werden, das geeignet ist einen Pufferschichtstapel und/oder eine Schicht aus einem Supraleitermaterial zu tragen. Beispiele von Supraleitermaterialien, die als Substrat **5100** verwendet werden können, umfassen zum Beispiel Metalle und/oder Legierungen, wie Nickel, Silber, Kupfer, Zink, Aluminium, Eisen, Chrom, Vanadium, Palladium, Molybdän und/oder ihre Legierungen. In manchen Ausführungsformen kann das Substrat **5100** aus einer Suprilegierung gebildet werden. In bestimmten Ausführungsformen kann das Substrat **5100** in der Form eines Objekts sein, das ein relativ großes Oberflächenvolumen (z.B. ein Band oder ein Wafer) aufweist. In diesen Ausführungsformen wird das Substrat **5100** vorzugsweise auf einem relativ flexiblen Material gebildet.

**[0103]** In manchen dieser Ausführungsformen ist das Substrat eine binäre Legierung, die zwei der folgenden Metalle aufweist: Kupfer, Nickel, Chrom, Vanadium, Aluminium, Silber, Eisen, Palladium, Molybdän, Wolfram, Gold und Zink. Zum Beispiel kann eine binäre Legierung aus Nickel und Chrom gebildet werden (z.B. Nickel und mindestens 20 Atomprozent Chrom, Nickel und von etwa fünf bis etwa 18 Atomprozent Chrom, oder Nickel und von etwa 10 bis etwa 15 Atomprozent Chrom). Als ein anderes Beispiel kann eine binäre Legierung aus Nickel und Kupfer gebildet werden (z.B. Kupfer und von etwa fünf bis etwa 45 Atomprozent Nickel, Kupfer und von etwa 10

bis etwa 40 Atomprozent Nickel, oder Kupfer und von etwa 25 bis etwa 35 Atomprozent Nickel). Als ein weiteres Beispiel kann eine binäre Legierung Nickel und Wolfram enthalten (z.B. von etwa einem Atomprozent Wolfram bis etwa 20 Atomprozent Wolfram, von etwa zwei Atomprozent Wolfram bis etwa 10 Atomprozent Wolfram, von etwa drei Atomprozent Wolfram bis etwa sieben Atomprozent Wolfram, etwa fünf Atomprozent Wolfram). Eine binäre Legierung kann ferner relativ geringe Anteile von Verunreinigungen aufweisen (z.B. weniger als 0,1 Atomprozent von Verunreinigungen, weniger als etwa 0,01 Atomprozent von Verunreinigungen, oder weniger als etwa 0,005 Atomprozent von Verunreinigungen).

**[0104]** In bestimmten dieser Ausführungsformen enthält das Substrat mehr als zwei Metalle (z.B. eine ternäre Legierung oder eine quaternäre Legierung). In manchen dieser Ausführungsformen kann die Legierung ein oder mehrere Oxid-Bildner aufweisen (z.B. Mg, Al, Ti, Cr, Ga, Ge, Zr, Hf, Y, Si, Pr, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Lu, Th, Er, Tm, Be, Ce, Nd, Sm, Yb und/oder La, wobei Aluminium der bevorzugte Oxidbildner ist), wie auch zwei der folgenden Metalle: Kupfer, Nickel, Chrom, Vanadium, Aluminium, Silber, Eisen, Palladium, Molybdän, Gold und Zink. In bestimmten dieser Ausführungsformen kann die Legierung zwei der folgenden Metalle aufweisen: Kupfer, Nickel, Chrom, Vanadium, Aluminium, Silber, Eisen, Palladium, Molybdän, Gold und Zink und kann im Wesentlichen frei von den vorher genannten Oxidbildner sein.

**[0105]** In Ausführungsformen, in welchen die Legierungen einen Oxidbildner enthalten können, können die Legierungen mindestens etwa 0,5 Atomprozent Oxidbildner (z.B. mindestens etwa ein Atomprozent Oxidbildner, mindestens etwa zwei Atomprozent Oxidbildner) und höchstens etwa 25 Atomprozent Oxidbildner (z.B. höchstens etwa 10 Atomprozent Oxidbildner, oder höchstens etwa vier Atomprozent Oxidbildner) aufweisen. Zum Beispiel kann die Legierung einen Oxidbildner beinhalten (z.B. zumindest 0,5 Aluminium), von etwa 25 Atomprozent bis etwa 55 Atomprozent Nickel (z.B. von etwa 35 Atomprozent bis etwa 55 Atomprozent Nickel, oder von etwa 40 Atomprozent bis etwa 55 Atomprozent Nickel) mit dem Ausgleich durch Kupfer. In einem anderen Beispiel kann die Legierung einen Oxidbildner enthalten (z.B. mindestens etwa 0,5 Atom Aluminium), von etwa fünf Atomprozent bis etwa 20 Atomprozent Chrom (z.B. von etwa 10 Atomprozent bis etwa 18 Atomprozent Chrom, oder von etwa 10 Atomprozent bis etwa 15 Atomprozent Chrom) mit dem Ausgleich durch Nickel. Die Legierungen können relativ geringe Mengen von zusätzlichen Metallen aufweisen (z.B. weniger als etwa 0,1 Atomprozent zusätzlicher Metalle, weniger als etwa 0,01 Atomprozent zusätzlicher Metalle, oder weniger als etwa 0,005 Atomprozent zusätzlicher Metalle).

**[0106]** Ein Substrat gebildet aus einer Legierung kann zum Beispiel durch Kombinieren der Komponenten in Pulverform, Schmelzen und Abkühlen oder z.B. durch Diffundieren der Pulverkomponenten zusammen in festem Zustand hergestellt werden. Die Legierung kann dann durch Umgestaltungsstrukturierung (z.B. Ausheilen und Walzen, Sicken, Extrudieren und/oder Ziehen) hergestellt werden, um eine strukturierte Oberfläche zu bilden (z.B. biaxial strukturiert oder kubisch strukturiert). Alternativ können die Legierungskomponenten in einer Gelee-Rollenkonfiguration (jelly roll configuration) gestapelt werden und dann Umgestaltungsstrukturierung werden. In manchen Ausführungsformen kann ein Material mit einem relativ geringen thermischen Ausdehnungskoeffizienten (z.B. Nb, Mo, Ta, V, Cr, Zr, Pd, Sb, NbTi ein Intermetall wie NiAl oder Ni<sub>3</sub>Al oder Mischungen derrer) zu einem Stab geformt werden und in die Legierung vor der Umgestaltungsstrukturierung eingearbeitet werden.

**[0107]** In manchen Ausführungsformen kann eine stabile Oxidbildung an der Oberfläche **5110** abgeschwächt werden, bis eine erste epitaktische (z.B. Puffer-) Schicht auf der biaxial strukturierten Legierungsoberfläche gebildet ist, unter Verwendung einer Zwischenschicht, die auf der Oberfläche des Substrats aufgebracht wird. Zwischenschichten, die für eine Verwendung in der vorliegenden Erfindung geeignet sind, umfassen diese epitaktischen Metall- oder Legierungsoberflächen, die keine Oberflächenoxide bilden, wenn sie Bedingungen ausgesetzt sind, wie sie durch PO<sub>2</sub> und eine Temperatur, die für das anfängliche Wachstum von epitaktischen Pufferschicht-Filmen benötigt wird, erzeugt werden. Zusätzlich kann die Pufferschicht als eine Barriere fungieren, um Substratelementen am Migrieren zu der Oberfläche der Zwischenschicht und zum Bilden von Oxiden während des anfänglichen Wachstums der epitaktischen Schicht zu hindern. In Abwesenheit einer solchen Zwischenschicht würde angenommen, dass ein oder mehrere Elemente in dem Substrat thermodynamisch-stabile Oxide an der Substratoberfläche bilden, die signifikant die Abscheidung epitaktischer Schichten, z.B. aufgrund mangels einer Struktur in dieser Oxidschicht, erschweren könnten.

**[0108]** In manchen dieser Ausführungsformen ist die Zwischenschicht ihrer Natur nach vorübergehend (transient). "Vorübergehend", wie nachfolgend verwendet, bezeichnet eine Zwischenschicht, die nach der anfänglichen Keimbildung und dem Wachsen des epitaktischen Films vollständig oder teilweise in oder mit dem biaxial strukturierten Substrat eingearbeitet ist. Selbst unter diesen Bedingungen bleiben die Zwischenschicht und das biaxial strukturierte Substrat ausgeprägt, bis die epitaktische Natur des abgesetzten Films geschaffen wurde. Die Verwendung von vorübergehenden Zwischenschichten kann bevorzugt sein, wenn die Zwischenschicht manche

unerwünschten Eigenschaften aufweist, zum Beispiel die Zwischenschicht, wie Nickel, magnetisch ist.

**[0109]** Beispielhafte Zwischenmetallschichten umfassen Nickel, Gold, Silber, Palladium und deren Legierungen. Zusätzliche Metalle oder Legierungen können Legierungen von Nickel und/oder Kupfer beinhalten. Epitaktische Filme oder Schichten, die auf einer Zwischenschicht abgeschieden sind, können Metalloxide, Kalkogenide, Halogenide und Nitride umfassen. In manchen Ausführungsformen oxidiert die Zwischenmetallschicht nicht unter Bedingungen der epitaktischen Filmabscheidung.

**[0110]** Es sollte Sorge getragen werden, dass die abgeschiedene Zwischenschicht nicht vollständig in das Substrat eingearbeitet oder nicht vollständig in das Substrat eindiffundiert bevor die Keimbildung und das Wachstum der anfänglichen Pufferschicht-Struktur dafür sorgt, dass die epitaktische Schicht geschaffen ist. Dies bedeutet, dass nach einem Auswählen des Metalls (oder Legierung) nach geeigneten Eigenschaften, wie einer Diffusionskonstante in der Substrat-Legierung, thermodynamischer Stabilität gegenüber einer Oxidation unter verwendeten epitaktischen Pufferschicht Wachstumsbedingungen und Übereinstimmung der Gitterstruktur mit der epitaktischen Schicht, die Dicke der abgeschiedenen Metallschicht an die Abscheidungsbedingungen der epitaktischen Schicht angepasst werden muss, insbesondere an die Temperatur.

**[0111]** Ein Abscheiden der Zwischenmetallschicht kann in einem Vakuum-Verfahren, wie in einem Aufdampfen oder Sputtern, oder mit elektrochemischen Mitteln, wie einer Galvanik (mit oder ohne Elektroden) erfolgen. Die abgeschiedenen Zwischenmetallschichten können oder können nicht nach der Abscheidung (in Abhängigkeit der Substrattemperatur während der Abscheidung) epitaktisch sein, aber eine epitaktische Orientierung kann nachfolgend während einer nach-Abscheidungs Wärmebehandlung erhalten werden.

**[0112]** In bestimmten Ausführungsformen kann Schwefel auf der Oberfläche der Zwischenschicht gebildet werden. Schwefel kann auf der Oberfläche der Zwischenschicht zum Beispiel durch Aussetzen der Zwischenschicht in einer Gasumgebung, die eine Schwefelquelle enthält (z.B.  $H_2S$ , eine Tantalfolie oder eine Silberfolie) und Wasserstoff (z.B. Wasserstoff, oder eine Mischung aus Wasserstoff und einem inerten Gas, zum Beispiel 5% Wasserstoff/Argon Gasmischung) für eine Zeitspanne (z.B. von etwa 10 Sekunden bis etwa einer Stunde, von etwa 1 Minute bis etwa 30 Minuten, von etwa 5 Minuten bis etwa 15 Minuten). Dies kann unter einer erhöhten Temperatur durchgeführt werden (z.B. bei einer Temperatur von etwa 450 °C bis etwa 1100 °C, von etwa 600 °C bis etwa 900 °C, 850 °C). Der Druck des Wasserstoffs

(oder Wasserstoff/inerte Gasmischung) kann relativ gering sein (z.B. geringer als etwa ein Torr, weniger als etwa  $1 \times 10^{-3}$  Torr, weniger als etwa  $1 \times 10^{-6}$  Torr) oder relativ hoch (z.B. größer als etwa ein Torr, größer als etwa 100 Torr, größer als etwa 760 Torr).

**[0113]** Ohne auf die Theorie festgelegt gewünscht zu werden, wird angenommen, dass das Aussetzen der strukturierten Substratoberfläche einer Schwefelquelle unter diesen Bedingungen zur Bildung einer Superstruktur (z.B. einer  $c(2 \times 2)$  Superstruktur) von Schwefel auf der strukturierten Substratoberfläche führen kann. Es wird ferner angenommen, dass die Superstruktur effektiv beim Stabilisieren (z.B. chemisch und/oder physikalisch Stabilisieren) der Oberfläche der Zwischenschicht sein kann.

**[0114]** Obwohl ein Ansatz zum Bilden einer Schwefel-Superstruktur beschrieben wurde, können auch andere Verfahren zum Bilden solcher Superstrukturen verwendet werden. Zum Beispiel kann eine Schwefel-Superstruktur (z.B.  $S c(2 \times 2)$ ) durch Anwenden einer geeigneten organischen Lösung auf die Oberfläche der Zwischenschicht durch Erhitzen auf eine geeignete Temperatur in einer geeigneten Gasumgebung gebildet werden.

**[0115]** Darüber hinaus wird angenommen, obwohl das Bilden einer Schwefel-Superstruktur auf der Oberfläche der Zwischenschicht beschrieben wurde, dass andere Superstrukturen ebenfalls effektiv beim Stabilisieren (z.B. chemisch und/oder physikalisch Stabilisieren) der Oberfläche sein können. Zum Beispiel wird angenommen, dass eine Sauerstoff-Superstruktur, eine Stickstoff-Superstruktur, eine Kohlenstoff-Superstruktur, eine Kalium-Superstruktur, eine Caesium-Superstruktur, eine Lithium-Superstruktur oder eine Selen-Superstruktur auf der Oberfläche aufgebracht effektiv zum Erhöhen der Stabilität der Oberfläche sein können.

**[0116]** In anderen Ausführungsformen kann eine Pufferschicht unter Verwendung einer Ionenstrahlunterstützten Abscheidung (IBAD) gebildet werden. Bei dieser Technik wird ein Pufferschicht-Material unter Verwendung von z.B. einer Elektronenstrahl Verdampfung, Sputter-Abscheidung oder einer gepulsten Laserabscheidung verdampft, während ein Ionenstrahl (z.B. einen Argon-Ionenstrahl) auf eine glatte amorphe Oberfläche eines Substrats gerichtet wird, auf die das verdampfte Pufferschicht-Material abgeschieden wird.

**[0117]** Zum Beispiel kann die Pufferschicht unter Verwendung einer Ionenstrahl-unterstützten Abscheidung durch Verdampfen eines Pufferschicht-Materials gebildet werden, das eine Steinsalz-Struktur (z.B. ein Material, das eine Steinsalz-Struktur aufweist, wie ein Oxid, einschließlich MgO oder ein Nitrid) auf eine glatte amorphe Oberfläche (z.B.

eine Oberfläche, die eine mittlere (Effektivwert, rms) Rauigkeit von weniger als 100 Angström aufweist) auf ein Substrat, so dass das Pufferschicht-Material eine Oberfläche mit einer im Wesentlichen Ausrichtung (z.B. etwa 13° oder weniger) sowohl in der Ebene als auch aus der Ebene aufweist.

**[0118]** Diese Bedingungen, die während eines Abscheidens des Pufferschicht-Materials verwendet werden, können zum Beispiel eine Substrattemperatur von etwa 0 °C bis etwa 750 °C umfassen (z.B. von etwa 0 °C bis etwa 400 °C, von etwa Raumtemperatur bis etwa 700 °C, von etwa Raumtemperatur bis etwa 400 °C), eine Abscheidungsrate von etwa 1,0 Angström pro Sekunde bis etwa 4,4 Angström pro Sekunde, einer Ionenenergie von etwa 200 Elektronenvolt bis etwa 1200 Elektronenvolt und/oder einem Ionenfluss von etwa 110 Mikroampere pro Quadratzentimeter bis etwa 120 Mikroampere pro Quadratzentimeter.

**[0119]** In manchen Ausführungsformen, wenn IBAD verwendet wird, wird das Substrat aus einem Material gebildet, das eine polykristalline, nicht-amorphe Grundstruktur (z.B. eine Metalllegierung, wie eine Nickellegierung) mit einer glatten amorphe Oberfläche aufweist, die aus einem anderen Material (z.B. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) gebildet ist.

**[0120]** In bestimmten Ausführungsformen kann eine Mehrzahl von Pufferschichten durch epitaktisches Wachstum auf einer ursprünglichen IBAD Oberfläche abgeschieden werden. Jede Pufferschicht kann immer wesentlichen eine Ausrichtung (z.B. etwa 13 Grad oder weniger) sowohl in der Ebene als auch aus der Ebene aufweisen.

**[0121]** Ein Puffermaterial kann unter Verwendung von Lösungsphasentechniken präpariert werden, einschließlich einer Metall-organischen Abscheidung, wie zum Beispiel in S.S. Shoup et al, J. Am. Cer. Soc., Band 81, 3019; D. Beach et al. Ma. Res. Soc. Symp. Proc. Band 495, 263 (1988); M. Paranthaman et al., Superconductor Sci. Tech. Band 12, 319 (1999) ; D.J. Lee et al., Japanese J. Appl. Phys., Band 38, L178 (1999) and M.W. Rupich et al. I.E.E.E. Trans. on Appl. Supercon. Band. 9, 1527. In bestimmten Ausführungsformen können Beschichtungsverfahren zum Abscheiden von einer oder einer Kombination beliebiger der Oxid Schichten auf strukturierten Substraten verwendet werden; jedoch können sie besonders geeignet für ein Abscheiden der anfänglichen (Saat) Schicht auf einem strukturierten Metallsubstrat sein. Die Funktion der Saatschicht ist 1) ein Schutz des Substrats vor einem Oxidieren während einem Abscheiden der nächsten Oxid Schicht, wenn dies in einer für das Substrat oxidierenden Atmosphäre (z.B. einem Magnetron Sputter-Abscheiden von Yttrium Oxid stabilisierten Zirkonium Oxid aus einem Oxid Target) erfolgt; 2) als epi-

taktische Vorlage für ein Wachstum der nachfolgenden Oxid Schichten. Um diesen Anforderungen gerecht zu werden, sollte die Saatschicht epitaktisch über die gesamte Oberfläche des Metallsubstrats aufgewachsen werden und frei von jeglichen Verunreinigungen sein, die das Abscheiden der nachfolgenden epitaktischen Oxid Schichten beeinträchtigen können.

**[0122]** Das Bilden der Oxid Pufferschichten kann derart ausgeführt werden, dass ein Benetzen einer darunter liegenden Substratsschicht begünstigt wird. Zusätzlich kann in bestimmten Ausführungsformen das Bilden von Metall Oxid Schichten unter Verwendung von Metall Alkoxid Precursoren (z.B. „sol gel“ Precursoren) durchgeführt werden, in welchen der Grad einer Kohlenstoffverunreinigung stark gegenüber anderen bekannten Verfahren, die Metall Alkoxid Precursoren verwenden, reduziert werden.

**[0123]** Falls die unterhalb des Substrats liegende Oxidschicht nicht ausreichend durch eine Metallsalzlösung bedeckt ist, die zum Bilden der Oxidschicht verwendet wird, wird die Oxidschicht nicht die gewünschte Schutzwirkung des Substrats gegenüber einem Oxidieren während einem Abscheiden der nachfolgenden Oxidschichten schaffen, wenn sie in einer bezüglich des Substrats oxidierenden Atmosphäre ausgeführt wird und wird keine vollständige Vorlage für das epitaktische Wachstum der nachfolgenden Schichten bilden. Durch Erhitzen eines Solgel-Films und dadurch dem Precursor ermöglichen in die Substrat Korngrenzen-Bereiche zu fließen, kann sich eine vollständige Bedeckung ergeben. Das Erhitzen kann eine relativ geringe Temperatur aufweisen, zum Beispiel von etwa 80 °C bis etwa 320 °C, z.B. von etwa 100 °C bis etwa 300 °C oder von etwa 100 °C bis etwa 200 °C. Solche Temperaturen können für etwa eine bis etwa 60 Minuten, zum Beispiel von etwa zwei bis etwa 45 Minuten oder von etwa 15 bis etwa 45 Minuten aufrechterhalten werden. Der Schritt des Erhitzens kann auch unter Verwendung höherer Temperaturen für eine kürzere Zeitspanne durchgeführt werden, zum Beispiel kann ein Film innerhalb von 2 Minuten bei einer Temperatur von 300 °C verarbeitet werden.

**[0124]** Dieser Schritt des Erhitzens kann nachfolgend oder gleichzeitig mit dem Trocknen überschüssigen Lösungsmittels aus dem Solgel-Film durchgeführt werden. Er muss jedoch vor dem Zersetzen des Films durchgeführt werden.

**[0125]** Die Kohlenstoffverunreinigung, die eine herkömmliche Oxidfilm-Herstellung in einer reduzierenden Umgebung (z.B. 4%H<sub>2</sub>-Ar) begleitet, wird als das Ergebnis eines unvollständigen Entfernens der organischen Komponenten des Films angenommen. Die Gegenwart von Kohlenstoff-haltigen Verunreinigungen C<sub>x</sub>H<sub>y</sub> und C<sub>a</sub>H<sub>b</sub>O<sub>c</sub> in oder nahe der Oxidschicht

kann nachteilig sein, da sie die epitaktische Abscheidung von nachfolgenden Oxidschichten verändern kann. Zusätzlich ist es wahrscheinlich, dass die gefangenen Kohlenstoff-haltigen Verunreinigungen, die in dem Film vergraben sind, während der Verfahrensschritte der nachfolgenden Oxidschichten oxidiert werden kann, die oxidierende Atmosphären verwenden können. Die Oxidation der Kohlenstoff-haltigen Verunreinigungen kann zu einer Kohlendioxid-bildung und dem nachfolgenden Abplatzen des Films und möglicherweise einem Abblättern des Films oder zu anderen Defekten in der gesamten Struktur führen. Daher ist es unerwünscht Kohlenstoff-haltigen Verunreinigungen zu ermöglichen, aus Metallalkoxid Verbindungen zu entstehen, um nur nachdem die Oxidschicht gebildet ist oxidiert zu werden. Vorzugsweise werden die Kohlenstoff-haltigen Verunreinigungen oxidiert (und dadurch von der Filmstruktur als Kohlendioxid entfernt zu werden), wenn das Zersetzen stattfindet. Ebenso kann die Gegenwart von Kohlenstoff-haltigen Spezies an oder nahe der Filmoberflächen das epitaktische Wachstum von nachfolgenden Oxidschichten verhindern.

**[0126]** Gemäß besonderen Ausführungsformen kann nach einem Bedecken eines Metallsubstrats oder einer Pufferschicht die Metallsalzlösung Luft-getrocknet werden und dann in einem anfänglichen Zersetzungsschritt erhitzt werden. Alternativ kann die Metallsalzlösung direkt in einem anfänglichen Zersetzen Schritt in einer Atmosphäre erhitzt werden, die bezüglich des Metallsubstrats reduzieren wirkt. Sobald die Oxidschicht anfänglich auf dem Metallsubstrat in der gewünschten epitaktischen Orientierung keimt, wird der Sauerstoffpegel des Verfahrens-Gases erhöht, zum Beispiel durch Hinzufügen von Wasserdampf oder Sauerstoff. Der Keimbildungs-Schritt benötigt von etwa 5 Minuten bis etwa 30 Minuten und findet unter typischen Bedingungen statt.

**[0127]** In bestimmten Ausführungsformen kann eine epitaktische Pufferschicht unter Verwendung eines Niedrig-Vakuum Dampfabscheidungsverfahrens (z.B. einem Verfahren, das bei einem Druck von mindestens etwa  $1 \times 10^{-3}$  Torr ausgeführt wird) gebildet werden. Dieses Verfahren kann ein Bilden der epitaktischen Schicht unter Verwenden einer relativ hohen Geschwindigkeit und/oder eines fokussierten Gasstrahls des Pufferschicht-Materials beinhalten.

**[0128]** Das Pufferschicht-Material in dem Gasstrahl kann eine Geschwindigkeit größer als etwa einen Meter pro Sekunde (z.B. größer als etwa 10 m/s oder größer als etwa 100 m/s) aufweisen. Zumindest etwa 50% des Pufferschicht-Materials in dem Strahl kann auf die Zieloberfläche einfallend sein (z.B. mindestens etwa 75% des Pufferschicht-Materials in dem Strahl kann auf die Ziel-Oberfläche einfallend sein oder mindestens etwa 90% des Pufferschicht-Materials in dem Strahl kann auf die Zieloberfläche einfallend sein).

lend sein).

**[0129]** Das Verfahren kann ein Platzieren einer Zieloberfläche (z.B. einer Substrat-Oberfläche oder einer Pufferschicht Oberfläche) in einer Niedrig-Vakuum Umgebung beinhalten und ein Erhitzen der Zieloberfläche auf eine Temperatur beinhalten, die größer als die Schwellwert-Temperatur zum Bilden einer epitaktischen Schicht des gewünschten Materials auf der Zieloberfläche in einer Hoch-Vakuum Umgebung ist (z.B. bei weniger als etwa  $1 \times 10^{-3}$  Torr, wie zum Beispiel weniger als etwa  $1 \times 10^{-4}$  Torr) und andererseits identischen Bedingungen beinhalten. Ein Gasstrahl, deren das Pufferschicht-Material und optional ein inertes Trägergas enthält, wird auf die Zieloberfläche mit einer Geschwindigkeit von mindestens etwa einem Meter pro Sekunde gerichtet. Ein Konditionierungsgas ist in der Niedrig-Vakuum Umgebung vorgesehen. Das Konditionierungsgas kann in dem Gas Strahl enthalten sein oder das Konditionierungsgas kann in die Niedrig-Vakuums Umgebung in einer anderen Weise eingebracht werden (z.B. in die Umgebung einlecken). Das Konditionierungsgas kann mit Spezies (z.B. Verunreinigungen) reagieren, die an der Zieloberfläche vorhanden sind, um die Spezies zu entfernen, wodurch die Keimbildung der epitaktischen Pufferschicht verbessert werden kann.

**[0130]** Die epitaktische Pufferschicht kann auf einer Zieloberfläche unter Verwendung eines Niedrig-Vakuums (z.B. mindestens etwa  $1 \times 10^{-3}$  Torr, mindestens etwa 0,1 Torr oder mindestens etwa einem Torr) bei einer Oberflächentemperatur unterhalb der Temperatur, die zum Wachsen der epitaktischen Schicht unter Verwendung einer physikalischen Gasabscheidung in einem Hoch-Vakuum (z.B. bei höchstens etwa  $1 \times 10^{-4}$  Torr), aufgewachsen werden. Die Temperatur der Zieloberfläche kann zum Beispiel von etwa 25 °C bis etwa 800 °C (z.B. von etwa 500 °C bis etwa 800 °C oder von etwa 500 °C bis etwa 650 °C) betragen.

**[0131]** Die epitaktische Schicht kann mit einer relativ hohen Rate aufgewachsen werden, wie zum Beispiel mit mindestens etwa 50 Ångström pro Sekunde.

**[0132]** In alternativen Ausführungsformen kann eine epitaktische Pufferschicht durch Sputtern von einem Metall oder einem Metallalkoxid-Target mit einem hohen Durchsatz abgeschieden werden. Ein Erhitzen des Substrats kann durch Ohm'sches Heizen oder Vorspannen eines elektrischen Potentials erreicht werden um eine epitaktische Gestaltung zu erhalten. Eine Abscheidungs-Wartezeit kann verwendet werden, um einen Oxid epitaktischen Film von einem Metall oder ein Metall Oxid Target zu bilden.

**[0133]** Die Oxidschicht, die typischerweise auf Substraten vorhanden ist, kann unter Aussetzen der Substratoberfläche mit energetischen Ionen innerhalb ei-

ner reduzierenden Umgebung entfernt werden, welches auch als Ionenstrahl-Ätzen bekannt ist. Das Ionenstrahl-Ätzen kann zum Reinigen des Substrats vor dem Film-Abscheiden durch Entfernen von verbliebenen Oxid oder Verunreinigungen von dem Substrat und zum Erzeugen einer im Wesentlichen Sauerstoff-freien vorzugsweise biaxial-strukturierten Substratoberfläche verwendet werden. Dies erhöht den Kontakt zwischen dem Substrat und nachfolgend abgeschiedenem Material. Energetische Ionen können durch vielfältige Ionenstrahlkanonen erzeugt werden, zum Beispiel solche die Ionen wie Ar<sup>+</sup> auf eine Substratoberfläche beschleunigen. Vorzugsweise werden Gitter-Ionenquellen mit Ionenstrahl-Spannungen größer als 150 Elektronenvolt verwendet. Alternativ kann ein Plasma in einem Bereich nahe der Substratoberfläche erzeugt werden. Innerhalb diesem Bereich wechselwirken Ionen chemisch mit einer Substratoberfläche, um Material von dieser Oberfläche zu entfernen, einschließlich Metall Oxiden, um eine im Wesentlichen Sauerstoff-freie Metalloberfläche herzustellen.

**[0134]** Ein anderes Verfahren um Oxidschichten von einem Substrat zu entfernen, ist das Substrat elektrisch vorzuspannen. Wenn das Substrat Band oder der Draht negativ bezüglich des Anoden-Potenzials gemacht wird, wird es einem dauerhaften Bombardement von Ionen aus dem Gas vor dem Abscheiden (falls das Target verschlossen ist) oder während der gesamten Film-Abscheidung ausgesetzt sein.

**[0135]** Dieses Ionen-Bombardement kann den Draht oder die Band Oberfläche von absorbierten Gasen reinigen, die andernfalls in den Film eingebettet werden könnten und ebenso das Substrat auf angehobene Abscheidungs-Temperaturen erhitzen. Solch ein Ionen-Bombardement kann zudem vorteilhaft durch Verbessern der Dichte oder Glätte des epitaktischen Films sein.

**[0136]** Nach einem Bilden einer geeignet strukturierten im Wesentlichen Oxid-freien Substratoberfläche kann ein Abscheiden einer Pufferschicht beginnen. Ein oder mehrere Pufferschichten, die jeweils ein einzelnes Metall oder eine Oxidschicht enthalten, können verwendet werden. In manchen Ausführungsformen wird dem Substrat ermöglicht durch eine Vorrichtung zu laufen, die geeignet ist die Schritte der Abscheidungsverfahren dieser Ausführungsformen durchzuführen. Falls zum Beispiel das Substrat in der Form eines Drahtes oder eines Bandes ist, kann das Substrat linear von einer Ausgaberolle zu einer Aufnahmerolle geführt werden und die Schritte können auf das Substrat angewandt werden, während es zwischen den beiden Rollen verläuft.

**[0137]** Gemäß manchen Ausführungsformen werden die Substratmaterialien auf erhöhte Temperaturen erhitzt, die geringer als etwa 90% des Schmelz-

punkt des Substratmaterials, aber größer als die Schwellwert-Temperatur zum Bilden einer epitaktischen Schicht des gewünschten Materials auf dem Substratmaterial in einer Vakuumumgebung mit der vorbestimmten Abscheide-Rate sind. Um die geeignete Pufferschicht Kristallstruktur und die Pufferschicht Ebenheit zu bilden, werden hohe Substrattemperaturen im Allgemeinen bevorzugt. Typische untere Grenztemperaturen für das Wachstum von Oxidschichten auf Metall sind etwa 200 °C bis etwa 800 °C, vorzugsweise 500 °C bis 800 °C und besonders bevorzugt 650 °C bis 800 °C. Vielfältige wohl bekannte Verfahren wie Strahlungs-Heizen, Konvektions-Heizen und Leitungs-Heizen sind für kurze (2 cm bis 10 cm) Längen eines Substrats geeignet, aber für längere (1 m bis 100 m) Längen sind diese Techniken nicht mehr gut geeignet. Ebenso muss, um die gewünschten hohen Durchsatzraten in einem Herstellungsverfahren zu erreichen, der Substratdraht oder das Band sich bewegen oder zwischen Abscheide-Stationen während des Verfahrens bewegt werden. Gemäß besonderen Ausführungsformen werden die Substrate durch Ohm'sches Erhitzen erhitzt, das heißt indem ein Strom durch das Metallsubstrat geschickt wird, welches einfach für große Längen Herstellungsverfahren skalierbar ist. Dieser Ansatz funktioniert gut, während er gleichzeitig ein schnelles Bewegen zwischen den Zone ermöglicht. Eine Temperaturregelung kann unter Verwenden von optischen Pyrometern und Rück gekoppelten Systemen durch Steuern der zugefügten Leistung in das erhitze Substrat erreicht werden. Der Strom kann durch Elektroden in das Substrat eingespeist werden, die mit dem Substrat an mindestens zwei unterschiedlichen Segmenten des Substrats in Kontakt sind. Zum Beispiel können falls das Substrat in der Form eines Bandes oder eines Drahtes zwischen Rollen geführt wird, die Rollen selbst als Elektroden dienen. Die Elektroden können ebenso vollständig unabhängig von jeglichen Führungen oder Rollen sein. In manchen Ausführungsformen wird der Strom in das Band zwischen Strom-Rädern eingespeist.

**[0138]** Damit das Abscheiden auf einem Band durchgeführt wird, das die geeignete Temperatur aufweist, wird das Metall oder Oxid Material, das auf das Band abgeschieden wird, vorzugsweise in einem Bereich zwischen den Strom-Rädern abgeschieden. Da die Strom-Räder effiziente Wärmesenken sein können und somit das Band in Bereichen nahe der Räder abkühlen, kann es vorteilhaft sein, nicht in Bereichen nahe der Räder abzuschneiden. In dem Fall eines Sputterns wird das geladene Material, das auf das Band abgeschieden wird, vorzugsweise nicht durch andere geladene Oberflächen oder Materialien nahe dem Sputter-Flusspfad beeinflusst. Aus diesem Grund wird in die Sputter-Kammer vorzugsweise so konfiguriert, dass Komponenten und Oberflächen, die den Sputter-Fluss beeinflussen oder ablenken, einschließlich Kammerwänden und anderen Ab-

scheidungselementen an Orten beanstandet von der Abscheidungszone angeordnet, so dass sie nicht den gewünschten linearen Flusspfad und ein Abscheiden von Metall oder Metall Oxid in Bereichen des Bandes bei der guten Abscheidungstemperatur verändern können.

**[0139]** In bestimmten Ausführungsformen kann eine Pufferschicht (und/oder eine Schicht eines Supraleitermaterials) konditioniert werden (z.B. thermisch konditioniert und/oder chemisch konditioniert), wodurch eine nachfolgende Schicht auf einer konditionierten Oberfläche gebildet wird. Die konditionierte Oberfläche der Materialschicht kann biaxial strukturiert sein (z.B. (113)[211] oder (100)[011]) oder kubisch strukturiert sein (z.B. (100)[001]), Peaks in einer Röntgen Beugungs-Polfigur aufweisen, die eine volle Halbwertsbreite von weniger als etwa 20° (z.B. weniger als etwa 15°, weniger als etwa 10° oder von etwa 5° bis etwa 10°) aufweisen, glatter als vor einem Konditionieren sein, bestimmt durch ein hochauflösendes Rasterelektronenmikroskop oder ein Atomkraftmikroskop, eine relativ hohe Dichte aufweisen, eine relativ geringe Dichte von Verunreinigungen aufweisen, eine erhöhte Haftkraft zu anderen Materialschichten aufzeigen (z.B. eine Supraleiterschicht oder eine Pufferschicht) und/oder eine relativ geringe zackige Kurven-Breite gemessen durch Röntgenstrahlenbeugung aufzeigen.

**[0140]** "Chemisches Konditionieren" wie hierin verwendet, bezeichnet ein Verfahren, in welchem ein oder mehrere chemische Spezies (z.B. Gasphasen chemische Spezies und/oder Lösungsphasen chemische Spezies) verwendet werden, um Änderungen in der Oberfläche einer Materialschicht zu bewirken, wie einer Pufferschicht oder einer Supraleiter-Materialschicht, so dass die sich ergebende Oberfläche ein oder mehrere der oben genannten Eigenschaften aufzeigt.

**[0141]** "Thermisches Konditionieren" wie hierin verwendet bezeichnet ein Verfahren, in welchem eine erhöhte Temperatur verwendet wird, mit oder ohne einem chemischen Konditionieren, um Änderungen in der Oberfläche einer Materialschicht zu bewirken, wie einer Pufferschicht oder einer Supraleiter-Materialschicht, so dass die sich ergebende Oberfläche ein oder mehrere der oben genannten Eigenschaften aufzeigt. Ein thermisches Konditionieren kann mit oder ohne Verwendung eines chemischen Konditionierens durchgeführt werden. Vorzugsweise erfolgt ein thermisches Konditionieren in einer kontrollierten Umgebung (z.B. bei kontrolliertem Gasdruck, kontrollierter Gasumgebung und/oder kontrollierter Temperatur).

**[0142]** Ein thermisches Konditionieren kann ein Erhitzen der Oberfläche der Pufferschicht auf eine Temperatur von mindestens etwa 5 °C oberhalb der Ab-

scheidungstemperatur oder der Kristallisationstemperatur der darunter liegenden Schicht beinhalten (z.B. von etwa 15 °C bis etwa 500 °C oberhalb der Abscheidungstemperatur oder der Kristallisationstemperatur der darunter liegenden Schicht, von etwa 75 °C bis etwa 300 °C oberhalb der Abscheidungstemperatur oder der Kristallisationstemperatur der darunter liegenden Schicht oder von etwa 150 °C bis etwa 300 °C oberhalb der Abscheidungstemperatur oder der Kristallisationstemperatur der darunter liegenden Schicht). Beispiele für solche Temperaturen liegen von etwa 500 °C bis etwa 1200 °C (z.B. von etwa 800 °C bis etwa 1050 °C). Ein thermisches Konditionieren kann unter vielfältigen Druckbedingungen durchgeführt werden, z.B. oberhalb atmosphärischen Drucks, unterhalb atmosphärischen Drucks oder bei atmosphärischen Druck. Ein thermisches Konditionieren kann ebenso unter einer Vielfalt von Gasumgebungen durchgeführt werden, wie einer chemischen Konditionierungsumgebung (z.B. einer oxidierenden Gasumgebung, einer reduzierenden Gasumgebung) oder einer inerten Gasumgebung.

**[0143]** "Abscheidungstemperatur" wie hierin verwendet, bezeichnet die Temperatur, bei welcher die konditionierte Schicht abgeschieden wurde.

**[0144]** "Kristallisationstemperatur" wie hierin verwendet, bezeichnet die Temperatur, bei welcher eine Schicht eines Materials (z.B. die unterhalb liegende Schicht) eine kristalline Form annimmt.

**[0145]** Ein chemisches Konditionieren kann Vakuum Techniken beinhalten (z.B. reaktives Ionen Ätzen, Plasma Ätzen und/oder Ätzen mit Fluorverbindungen, wie  $\text{BF}_3$  und/oder  $\text{CF}_4$ ). Chemische Konditionierungstechniken werden zum Beispiel in Silicon Processing for the VLSI Era, Band 1, Hrsg. S. Wolf und R.N. Tanber, ff. 539-574, Lattice Press, Sunset Park, CA, 1986 offenbart.

**[0146]** Alternativ oder zusätzlich kann ein chemisches Konditionieren Lösungsphasen Techniken beinhalten, wie in Metallurgy and Metallurgical Engineering Series, 3-te Ausgabe George L. Kehl, McGraw-Hill, 1949 beschrieben. Solche Techniken können ein Kontaktieren der Oberfläche der darunter liegenden Schicht mit einer relativ milden Säurelösung beinhalten (z.B. einer Säurelösung, die weniger als 10% Säure, weniger als etwa zwei Prozent Säure oder weniger als ein Prozent Säure aufweist). Beispiele für milde Säurelösungen umfassen Perchlorsäure, Salpetersäure, Flussläufe, Salzsäure, Essigsäure und gepufferte Säurelösungen. In einer Ausführungsform ist die milde Säurelösung etwa ein ein-prozentige wässrige Salpetersäure. In bestimmten Ausführungsformen können Bromid-haltige und/oder Brom-haltige Verbindungen (z.B. eine wässrige Brom-Lösung) verwendet werden, um die Oberfläche einer Pufferschicht oder einer Supralei-

terschicht zu konditionieren.

[0147] Materialien die für die Pufferschichten verwendet werden können umfassen zum Beispiel  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TbOx}$ ,  $\text{GaOx}$ ,  $\text{YSZ}$ ,  $\text{LaAlO}_3$ ,  $\text{SrTiO}_3$ ,  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{LaNiO}_3$ ,  $\text{LaCuO}_3$ ,  $\text{SrTuO}_3$ ,  $\text{NdGaO}_3$ ,  $\text{NdAlO}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{AlN}$ ,  $\text{NbN}$ ,  $\text{TiN}$ ,  $\text{VN}$  und  $\text{ZrN}$ .

[0148] Im Allgemeinen kann die Dicke einer Schicht **5200** wie gewünscht variiert werden. In manchen Ausführungsformen ist die Schicht **200** von etwa 0,01  $\mu\text{m}$  bis etwa 5  $\mu\text{m}$  dick (z.B. von etwa 0,02  $\mu\text{m}$  bis etwa einen Mikrometer dick, von etwa 0,02  $\mu\text{m}$  bis etwa 0,75  $\mu\text{m}$  dick).

[0149] In bestimmten Ausführungsformen werden vielfältige Pufferschichten verwendet. Vielfältige Kombinationen von Pufferschicht Materialien und/oder Pufferschicht Dicken können verwendet werden. In manchen Ausführungsformen wird eine Schicht aus  $\text{Y}_2\text{O}_3$  oder  $\text{CeO}_2$  (z.B. von etwa 20 nm Dicke bis etwa 50 nm Dicke) auf der Oberfläche **110** (z.B. unter Verwendung einem Elektronenstrahl-Verdampfen) abgeschieden. Eine Schicht aus  $\text{YSZ}$  (z.B. von etwa 0,1  $\mu\text{m}$  Dicke bis etwa 0,5  $\mu\text{m}$  Dicke) wird auf der  $\text{Y}_2\text{O}_3$  oder  $\text{CeO}_2$  Oberfläche mittels Sputtern (z.B. Magnetron Sputtern) abgeschieden. Eine  $\text{CeO}_2$  Schicht (z.B. 20 nm dick) wird (z.B. mittels Magnetron Sputtern) auf der  $\text{YSZ}$  Oberfläche abgeschieden. Die Oberfläche von ein oder mehreren dieser Schichten können chemisch konditioniert und/oder thermisch konditioniert werden.

[0150] Obwohl manche Architekturen für mehrlagige Artikel geschrieben wurden, ist die vorliegende Erfindung nicht auf diese Weise beschränkt. Andere Architekturen können ebenso verwendet werden. Zum Beispiel zeigt [Fig. 8](#) einen Teilschnitt einer Ausführungsform eines Artikels **6000**, der eine Deckschicht **5400** zwischen einer Pufferschicht **5200** und einer Supraleiterschicht **5300** aufweist. Die Deckschicht **5400** kann aus einem Material (z.B. einem Keramik Oxid) gebildet sein, dass eine Vorlage für das Bilden (z.B. das epitaktische Abscheiden) der Schicht **5300** (z.B. das epitaktische Abschalten von YBCO) schafft. Exemplarische Deckmaterialien beinhalten  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  und  $\text{SrTiO}_3$ .

[0151] Vielfältige Kombinationen von Pufferschichten und Supraleiter-Materialschichten können verwendet werden. Zum Beispiel können mehrfache Pufferschichten zwischen dem Substrat und der Supraleiterschicht angeordnet sein. Als ein anderes Beispiel können mehrfache Lagen von Supraleitermaterial verwendet werden. Als ein zusätzliches Beispiel können Kombinationen von Pufferschichten und Supraleiterschichten (z.B. alternierend Pufferschichten und Supraleiterschichten) verwendet werden.

[0152] Andere Anordnungen können ebenso ver-

wendet werden.

[0153] [Fig. 9](#) ist ein Querschnitt einer Ausführungsform eines Supraleiterartikels **7000**, der Substrate **5100a** und **5100b**, Pufferschichten **5300a** und **5200b**, Supraleiterschichten **5300a** und **5300b** und eine Verbindungsschicht **5500** aufweist.

[0154] Solch eine mehrlagige Architektur kann ein verbessertes Strom-Aufteilen, geringere Hysteresse-Verluste bei alternierenden Strombedingungen, eine verbesserte elektrische und thermische Stabilität und verbesserte mechanische Eigenschaften schaffen. Nützliche Leiter können gebildet werden, die mehrere Bänder aufweisen, die relativ zueinander gestapelt sind und/oder laminiert sind, um eine ausreichende Strombelastbarkeit, Formbeständigkeit und mechanische Stärke zu schaffen. Solche Ausführungsformen können Mittel zum Verbinden beschichteter Band-Segmente und zum Terminieren von beschichteten Band-Stapeln oder Leiter Elementen schaffen.

[0155] Darüber hinaus wird erwartet, dass diese Architektur signifikante Vorteile für Wechselstromanwendungen schaffen kann. Es ist belegt, dass Wechselstromverluste invers proportional zu der effektiven kritischen Stromdichte innerhalb des Leiters sind, spezifischer zu der Querschnittfläche, innerhalb welcher der Strom transportiert wird. Für einen mehr-fasrigen Leiter wäre dies die Fläche des Bündels von supraleitenden Fasern, ausschließlich jeglichem Ummantelungsmaterial um das Bündel. Für eine "von Angesicht zu Angesicht" Architektur würde die „Bündel“-kritische Stromdichte nur die Hochtemperatur Supraleiterfilme und die Dicke der Verbindungsschicht Struktur umfassen. Die Verbindungsschicht **5500** kann aus einer oder mehreren Schichten gebildet werden und beinhaltet vorzugsweise mindestens eine Edelmetallschicht. Beispielhafte Edelmetalle beinhalten zum Beispiel Silber, Gold, Palladium und Platin. Edelmetalle schaffen einen geringen Grenzschnitt-Widerstand zwischen der HTS-Schicht und der Verbindungsschicht **5500**. Zusätzlich kann die Verbindungsschicht **5500** eine zweite Schicht eines einfachen Metalls (z.B. Kupfer oder Aluminium oder Legierungen von einfachen Metallen) aufweisen. In bestimmten Ausführungsformen ist die Verbindungsschicht **5500** aus einer Legierung gebildet, die ein oder mehrere Edelmetalle aufweist. In Gleichstrom Anwendungen würden zusätzliche Angesicht-zu-Angesicht Drähte gebündelt oder gestapelt werden, um die benötigte Strombelastbarkeit und Geometrie für eine gegebene Anwendung zu schaffen.

[0156] Zusätzlich könnte der Hochtemperatur Supraleiterfilm auf der Oberfläche der Bänder behandelt werden, um lokale Unterbrechungen zu erzeugen, das heißt nicht-supraleitende Bereiche oder Streifen in dem Film ausschließlich entlang der Länge des

Bandes (in der Stromflussrichtung). Die Verbindungsschicht **5500**, die auf dem Hochtemperatursupraleiterfilm abgeschieden ist, würde dann zum Überbrücken der nicht-supraleitenden Zonen mit einem verformbaren einfach-Metall Bereich dienen. Eine Verschiebung in der Kanten-Justierung der dünnen Streifen oder Fasern, gleich einem Ziegelmauer („running bond brick“-Muster, würde ermöglichen den Strom auf mehrere schmale supraleitende Fasern sowohl quer zu den Verbindungsschichten und zu den benachbarten Fasern zu übertragen, wobei die Redundanz erhöht und die Stabilität verbessert wird.

**[0157]** In allen Ausführungsformen kann eine einfach-Metall Schicht entlang der Kante des Leiters vorgesehen sein um hermetisch die Hochtemperatur Supraleiterfilme zu versiegeln und eine Stromübertragung in den Film und falls notwendig von dem Film in das Substrat zu schaffen.

**[0158]** In manchen Ausführungsformen können beschichtete Leiter in einer Weise hergestellt werden, die auftretende Verluste in Wechselstrom Anwendungen minimiert. Die Leiter werden mit mehrfachen Leitungspfaden hergestellt, wobei jeder dieser Pfadsegmente aufweist, die sich über mindestens zwei leitende Schichten erstreckt und sich weiter zwischen diesen Schichten ausdehnt.

**[0159]** Jede supraleitende Schicht weist eine Mehrzahl von leitfähigen Pfadsegmenten auf, die sich entlang der Breite der Schicht erstrecken, von einer Kante zu einer anderen, und die Pfadsegmente weisen ebenso eine Komponente in einer Richtung entlang der Länge der supraleitenden Schicht auf. Die Pfadsegmente in der supraleitenden Schichtoberfläche sind in elektrisch-leitender Wirkungsverbindung mit Zwischenschicht-Verbindungen, die dazu dienen einem Strom von einer supraleitenden Schicht zu einer anderen fließen zu können. Pfade, die aus Pfadsegmenten gebildet sind, sind periodisch angeordnet, so dass ein Stromfluss im Allgemeinen zwischen zwei supraleitenden Schichten in zwei-Schicht Ausführungsformen alterniert und die Schichten durch die Zwischenschicht-Verbindungen durchquert.

**[0160]** Supraleitende Schichten können konstruiert werden eine Vielzahl von Pfadsegmenten aufzuweisen, die sich sowohl über ihre Breite und entlang ihrer Länge erstrecken. Zum Beispiel können supraleitende Schichten so gemustert sein, dass ein hoher Widerstand oder eine vollständig isolierende Barriere zwischen jedem der Mehrzahl von Pfadsegmenten erreicht wird. Zum Beispiel kann ein regelmäßig periodisches Feld mit diagonalen Pfadsegmenten auf die Schicht entlang der gesamten Länge des Bandes überlagert sein. Ein Strukturieren von supraleitenden Schichten, um solche Felder zu erzeugen, kann durch eine Vielzahl von dem Fachmann bekannten

Mitteln erreicht werden, einschließlich zum Beispiel Laser-Ritzen, mechanisches Schneiden, Implantieren, lokales chemisches Behandeln durch eine Maske und andere bekannte Verfahren. Ferner können die supraleitenden Schichten angepasst werden, um den leitfähigen Pfadsegmenten in ihren Oberflächen zu ermöglichen mit leitenden Zwischenschicht-Verbindungen, die zwischen den Schichten verlaufen, an oder nahe ihrer Kanten elektrisch wechselzuwirken. Die Zwischenschicht-Verbindungen werden typischerweise einfach leitend (nicht-supraleitend) sein, aber in speziellen Konfigurationen können sie ebenso supraleitend sein. Zwischenschicht-Verbindungen schaffen eine elektrische Wirkverbindung zwischen supraleitenden Schichten, die durch nicht-leitendes oder einem Material mit hohem Widerstand getrennt sind, das zwischen den supraleitenden Schichten angeordnet ist. Solch nicht-leitfähiges oder Material mit hohem Widerstand kann auf einer supraleitenden Schicht abgeschieden werden. Durchgänge können an den Kanten des isolierenden Materials hergestellt werden, um das Einführen von Zwischenschicht-Verbindungen zu ermöglichen, gefolgt von einer weiteren Supraleiterschicht. Man kann eine seitenverkehrte Konfiguration mit beschichteten Leitern durch Strukturieren einer supraleitenden Schicht in Fasern parallel zu der Achse des Bandes und Aufwickeln des Bandes in einer spiralförmigen Reise um eine zylindrische Form erreichen.

**[0161]** Ob wohl bestimmte Supraleitermaterialien und ihre Verfahren zum Präparieren beschrieben worden (z.B. YBCO) können auch andere Supraleitermaterialien verwendet werden. Solche Supraleitermaterialien umfassen zum Beispiel andere Seltene-Erd Alkali Erdmetalloxide als YBCO, einschließlich Seltene-Erd Kupferoxide andere als YBCO, wie GdBCO und ErBCO.

**[0162]** Obwohl bestimmte Ausführungsformen von Reaktoren beschrieben wurden, ist darüber hinaus die Erfindung nicht in dieser Weise beschränkt.

**[0163]** Als ein Beispiel können ein oder mehrere Auslässe in thermischer Wirkverbindung mit einem oder mehreren Heizmitteln sein. Dies kann zum Beispiel ein Vorheizen von einem oder mehreren Reaktionsgasen vor einem kontaktieren der Oberfläche des Supraleiter-Precursors ermöglichen. In diesen Ausführungsformen können ein oder mehrere Wände des Reaktors ebenso in thermischer Verbindung mit einem oder mehreren Heizmitteln sein oder die Wände können nicht in thermischem Kontakt mit einem Heizmitteln sein. In manchen Ausführungsformen kann der Supraleiter Precursor im Wesentlichen unvorgeheizt vor einem Kontakt mit den Reaktionsgasen sein.

**[0164]** In einem anderen Beispiel können die Öffnungen in den Auslässen so angeordnet sein, dass

die Gase, durch verschiedene Düsen ausgegeben, interagieren können (z.B. zum Erhöhen eines Mischens von Reaktionsgasen). In manchen Ausführungsformen können die Gase vor einem Kontaktieren der Oberfläche des Supraleiter Precursors interagieren. Dies kann zum Beispiel ein Mischen von Reaktionsgasen und/oder eine Gleichförmigkeit des Reaktionsgas-Flusses verbessern.

**[0165]** Als ein zusätzliches Beispiel können bestimmte Auslässe in fluider Wirkverbindung mit nur einer Reaktionsgas Quelle sein, während andere Auslässe in fluider Wirkverbindung mit einer oder mehreren unterschiedlichen Reaktionsgas Quellen sind. Zum Beispiel können bestimmte Auslässe in fluider Wirkverbindung mit einer oder mehreren Quellen von gasförmigem Wasser sein, während andere Auslässe in fluider Wirkverbindung mit einer oder mehreren Quellen von gasförmigem Sauerstoff sind. Kombination solcher Anordnungen können ebenfalls verwendet werden.

**[0166]** In einem weiteren Beispiel können ein oder mehrere Auslässe verwendet werden, um Gase auszugeben, die relativ inert sind (z.B. Gase die im Wesentlichen keine chemische Rolle spielen). Solche Gase können zum Beispiel Stickstoff, Argon, Neon, Krypton und Xenon umfassen. Diese Gase können zum Beispiel mit Reaktionsgasen gemischt werden, bevor sie durch einen Auslass ausgegeben werden.

**[0167]** In einem anderen Beispiel kann der Reaktor eingerichtet sein den Artikel (z.B. das Band) dahin durch zu transportieren. Zum Beispiel kann ein Förderband verwendet werden. Alternativ oder zusätzlich kann eine Rolle-zu-Rolle Vorrichtung verwendet werden.

**[0168]** In einem noch weiteren Beispiel kann der Reaktor eingerichtet sein den Artikel (z.B. das Band) auszureizen, bevor oder während er durch den Reaktor bewegt wird. Zum Beispiel kann ein Ohm'sches Heizen verwendet werden.

**[0169]** Obwohl die Verwendung von Reaktoren in bestimmten Verfahren zum Herstellen von Supraleitermaterialien aus bestimmten Precursoren beschrieben wurde, können auch andere Precursoren verwendet werden. Im Allgemeinen können die Reaktoren mit einem beliebigen Precursor verwendet werden, der in der Lage ist behandelt zu werden, um ein Supraleitermaterial zu bilden (z.B. ein Seltene-Erd Erdalkali Kupferoxid, wie YBCO). Solche Precursoren können zum Beispiel durch chemische Gasphasenabscheidung, physikalische Gasphasenabscheidung und/oder Sprüh-Pyrolyse präpariert werden. Andere Techniken, die dem Fachmann bekannt sind, können ebenso verwendet werden, um einen geeigneten Supraleiter Precursor zu schaffen. Diese Precursoren können verwendet werden, um Supralei-

ter-Zwischenprodukte während des Verfahrens der Supraleiter Material Bildung zu bilden. Solche Zwischenprodukte können zum Beispiel Halogenid-Zwischenprodukte und/oder Karbonat-Zwischenprodukte sein.

**[0170]** Darüber hinaus können die Reaktoren vielfältige Formen aufweisen. In bestimmten Ausführungsformen kann der Reaktor eine einzige Einheit sein. In manchen Ausführungsformen kann der Reaktor aus individuellen Kammern gebildet sein.

**[0171]** Die folgenden Beispiele sind nur illustrativ und nicht als einschränkend gedacht.

#### Beispiel I

**[0172]** Ein epitaktischer YBCO Film wurde wie nachfolgend beschriebenen präpariert.

**[0173]** Ein biaxial-strukturiertes 95 Atomprozent Nickel/5 Atomprozent Wolfram-Legierung Substrat wurde durch kaltes Walzen und durch Ausheilen in der Form eines Bandes (75 µm dick und 1 cm breit) präpariert. Eine zwei Mikrometer dicke Schicht aus Nickel wurde auf der Oberfläche des Substrats gebildet und eine C2X2 Schwefel-Superstruktur wurde auf der Nickel-Schicht gebildet.

**[0174]** Epitaktische Oxid-Pufferschichten wurden sequenziell abgeschieden, um einen Stapel mit der Struktur Substrat/  $Y_2O_3$ /YSZ/ $CeO_2$  zu bilden. Die  $Y_2O_3$  Saatsschicht (50 nm dick) wurde durch Elektronenstrahl-Verdampfen abgeschieden. Sowohl die YSZ-Banierenschicht (300 nm dick) und die  $CeO_2$  Deckschicht (30 nm dick) wurden durch RF-Sputtern abgeschieden.

**[0175]** Eine Kupfer-Propionat, Barium Trifluoracetat, Yttrium Trifluoracetat basierte Lösung wurde auf die  $CeO_2$  Deckschicht Gewebe-beschichtet (web coated). Der Film wurde bei 60 °C in feuchter Luft getrocknet und dass sich ergebende Material wurde in einer feuchten Sauerstoffatmosphäre bei einer Temperatur von bis zu 400° Celsius zu einem Bariumfluorid-basierten Precursorfilm mit stöchiometrischen Mengen von Kupfer und Yttrium für die nachfolgende YBCO Bildung zersetzt.

**[0176]** Der Precursor Film wurde fortlaufend umgewandelt, um ein epitaktisches supraleitendes YBCO in einem 1,5 m Röhren Ofen in einer feuchten Umgebung mit geringem Sauerstoff Partialdruck zu bilden. Der Ofen wies drei Zonen auf. Die Verweilzeit in jeder der Zonen war 60 Minuten. Schlitze trennten die erste und dritte Zone von der ambienten Umgebung. Den Gasen in den ersten und zweiten Zonen wurde gestattet sich zu mischen, aber ein Schlitz trennte die zweite und dritte Zone, so dass ein Mischen der Gase in diesen Zonen minimiert wurde. Die erste und zwei-

te Zone weisen jeweils eine Aufprall-Düse auf, die aus engen Schlitzen gebildet ist, die in ein Zentimeter Intervallen angeordnet sind und senkrecht etwa einen Zentimeter von der Band Oberfläche angeordnet sind, um einen schrägen Fluss zu schaffen.

**[0177]** Die Aufprall-Düsen wurden verwendet, um eine Gasmischung aus N<sub>2</sub> (Ausgleich), O<sub>2</sub> (0,015 Volumenprozent) und Wasser (2,6 Volumenprozent) bereitzustellen. Der Gasfluss verlässt die Schlitze mit einer Geschwindigkeit von einem Meter pro Sekunde. Die Gase wurden aus der ersten und zweiten Zone mit einem Vakuum entfernt, um den Druck nominell oberhalb einer Atmosphäre zu halten. Das dritte Zonengas war trocken, wobei das Wasser durch N<sub>2</sub> ersetzt war.

**[0178]** Die Temperatur des Substrats wurde von 400 °C auf 790 °C erhöht, als es durch die erste Aufprallzone bewegt wurde mittels Ohm'schen Heizelementen, die außerhalb der Quarz-Röhre angeordnet waren. Die Temperatur des Substrats wurde bei 790 °C in der zweiten Zone mittels Ohm'schen Heizelementen gehalten, die außerhalb der Quarz-Röhre angeordnet waren. Die Temperatur des Substrats wurde auf 300 °C in der dritten Zone verringert, getrennt von der ersten und der dritten Zone.

**[0179]** Die sich ergebende YBCO Filmdicke betrug 1,2 µm, gemessen mittels einer SEM Querschnittanalyse. RBS Daten zeigten, dass der Film die Masse eines stöchiometrischen 1,0 µm Films vollständiger Dichte enthielt.

**[0180]** Eine 3 µm dicke Silber Deckschicht wurde auf der Oberfläche der YBCO Schicht abgeschieden. Eine Sauerstoffbehandlung bei atmosphärischem Druck wurde verwendet, um das YBCO zu oxidieren (500 °C für 30 Minuten, gefolgt durch eine Rampe hinunter auf 300 °C bei einem Grad Celsius pro Minute, gefolgt durch eine Rampe hinunter auf Raumtemperatur).

**[0181]** Das sich ergebende Material hatte eine kritische Stromdichte von etwa einer Million Ampere pro Quadratzentimeter.

### Patentansprüche

#### 1. Verfahren mit den Schritten:

Bereitstellen eines Films, der Bariumfluorid auf einer Oberfläche eines Substrats aufweist; Auftreffenlassen einer ersten Reaktionsgasmischung auf den Film, und Erhitzen des Substrats auf eine erste Temperatur, während des Auftreffenlassens des ersten Reaktionsgases auf den Film, der einer chemischen Reaktion mit dem ersten Reaktionsgas unterliegt, um ein supraleitendes Material auf der Oberfläche des Substrats zu bilden,

**dadurch gekennzeichnet**, dass das erste Reaktionsgas auf dem Film unter einem Winkel von wenigstens 5° bezüglich der Oberfläche auf das Substrat auftrifft.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Winkel geringer als etwa 10° bezüglich der Oberfläche des Substrats ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1, wobei vor dem Auftreffenlassen des ersten Reaktionsgases auf die Oberfläche des Films der Film ferner Kupferoxid und Yttriumoxid aufweist.

4. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die erste Reaktionsgasmischung Wasser enthält.

5. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die erste Temperatur mindestens etwa 675°C ist.

6. Verfahren nach Anspruch 1, das ferner ein Richten einer zweiten Reaktionsgasmischung auf die Oberfläche des Substrats beinhaltet, während das Substrat eine erste Temperatur aufweist.

7. Verfahren nach Anspruch 6, wobei die erste Reaktionsgasmischung unterschiedlich von der zweiten Reaktionsgasmischung ist.

8. Verfahren nach Anspruch 6, wobei während die zweite Reaktionsgasmischung auf die Oberfläche des Substrats gerichtet ist, eine Temperatur des Supraleitermaterials in etwa gleich der ersten Temperatur ist.

9. Verfahren nach Anspruch 8, wobei die erste Temperatur mindestens etwa 675°C beträgt.

10. Verfahren nach Anspruch 6, wobei das zweite Reaktionsgas auf die Oberfläche des Substrats unter einem Winkel gerichtet ist, der mindestens etwa 5° bezüglich der Oberfläche des Substrats beträgt.

11. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Substrat eine Legierung aufweist.

12. Verfahren nach Anspruch 11, wobei das Substrat ferner mindestens eine Schicht eines Puffermaterials aufweist, die auf der Legierung aufgebracht ist.

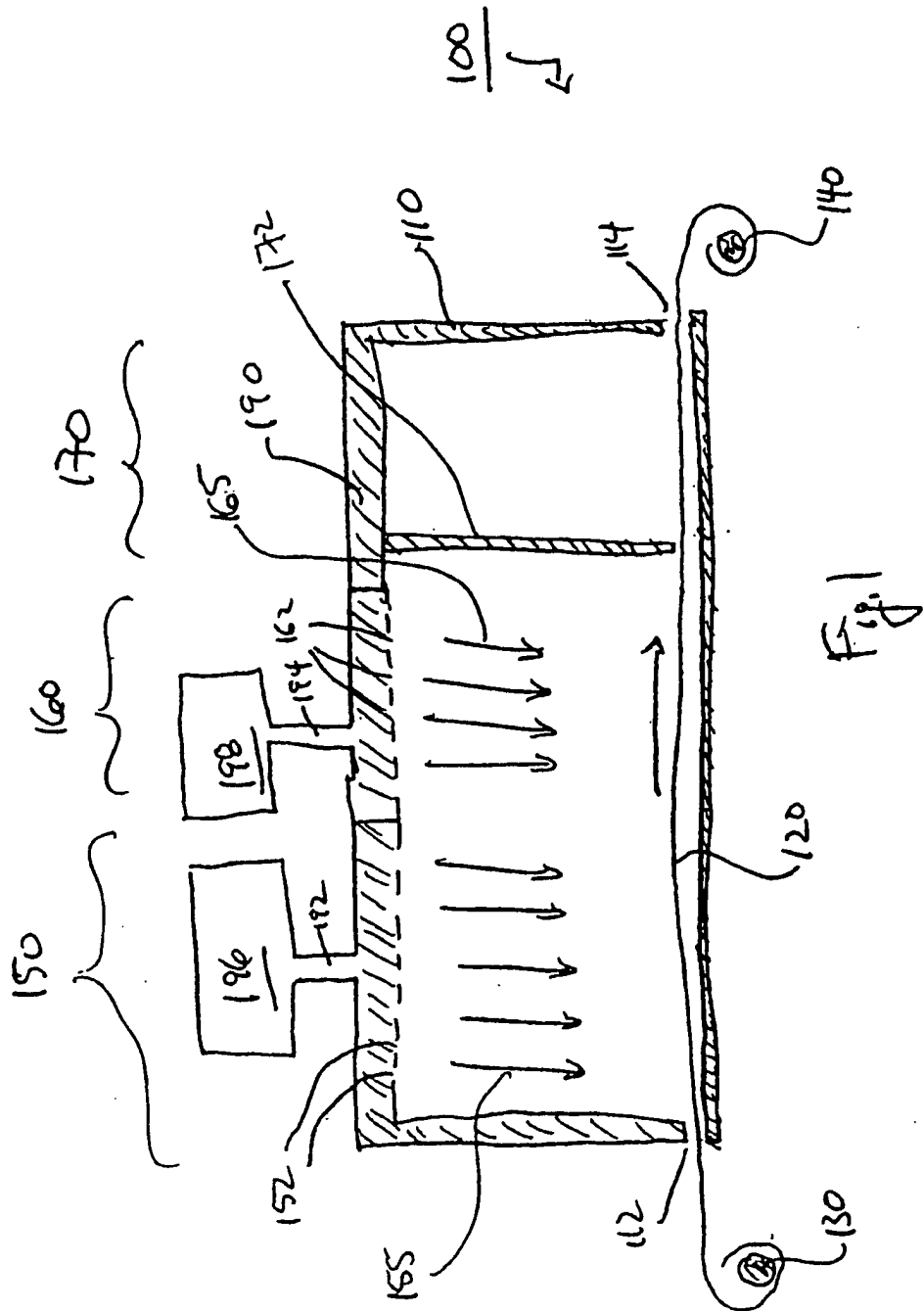
13. Verfahren nach Anspruch 1, das ferner beinhaltet: Bereitstellen einer Precursorlösung auf der Oberfläche des Substrats und Behandeln des Precursorlösungs, um den Film zu bilden, der Bariumfluorid auf der Oberfläche des Substrats enthält.

14. Verfahren nach Anspruch 1, das ferner ein Entfernen mindestens eines Gases von dem Film auf

dem Substrat unter einem Winkel aufweist, der im Wesentlichen parallel zu der Oberfläche des Substrats ist.

15. Verfahren nach Anspruch 1, wobei vor einem Auftreffenlassen des ersten Reaktionsgases auf die Oberfläche des Films der Film ferner Kupferoxid und ein Seltene-Erden-Oxid aufweist.

Es folgen 8 Blatt Zeichnungen



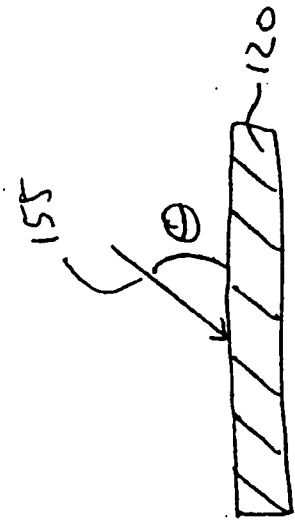


Fig. 2B

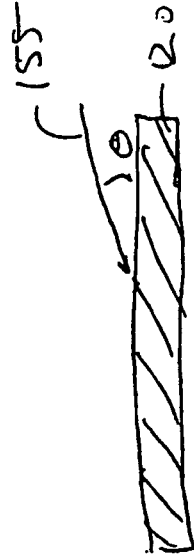


Fig. 2D

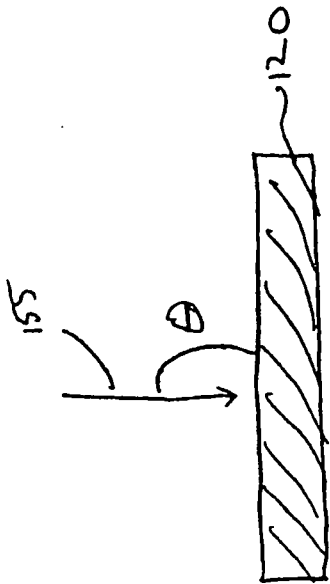


Fig. 2A

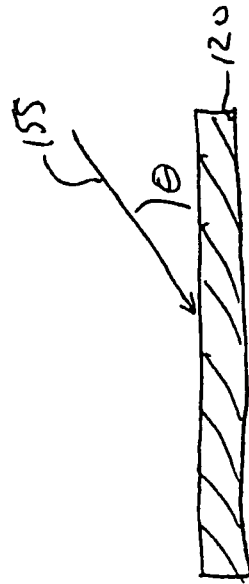
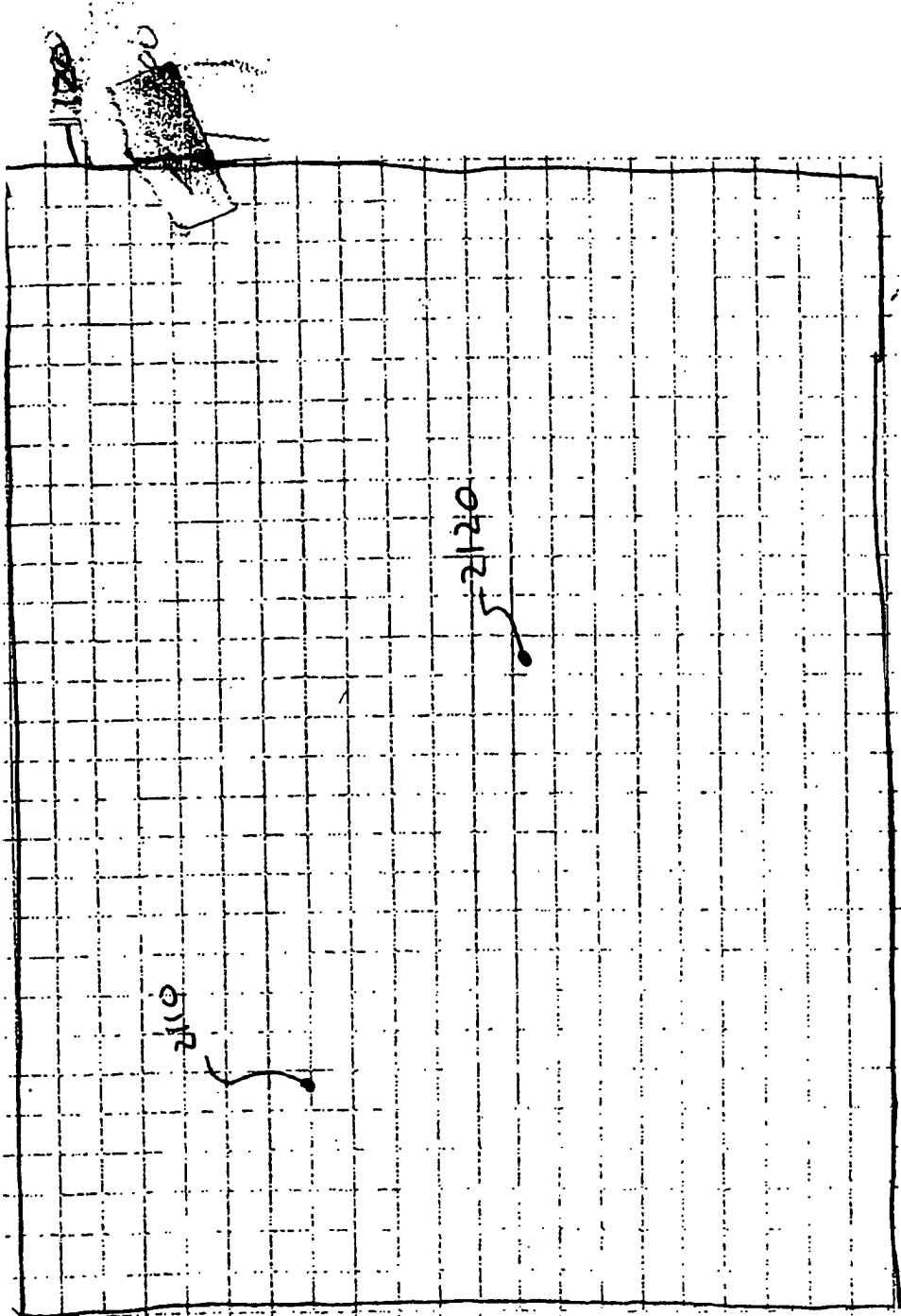
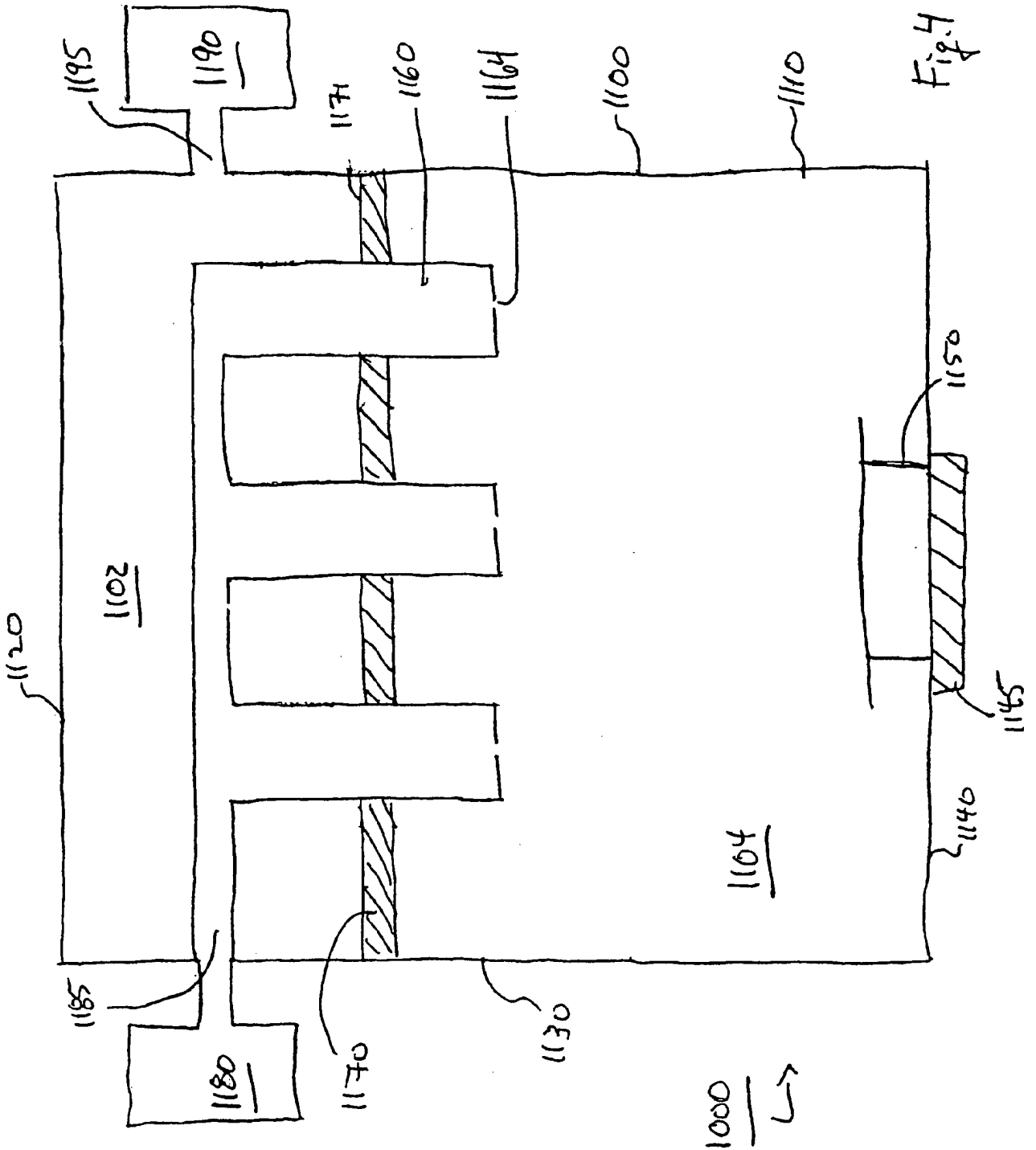


Fig. 2C



02  
01R



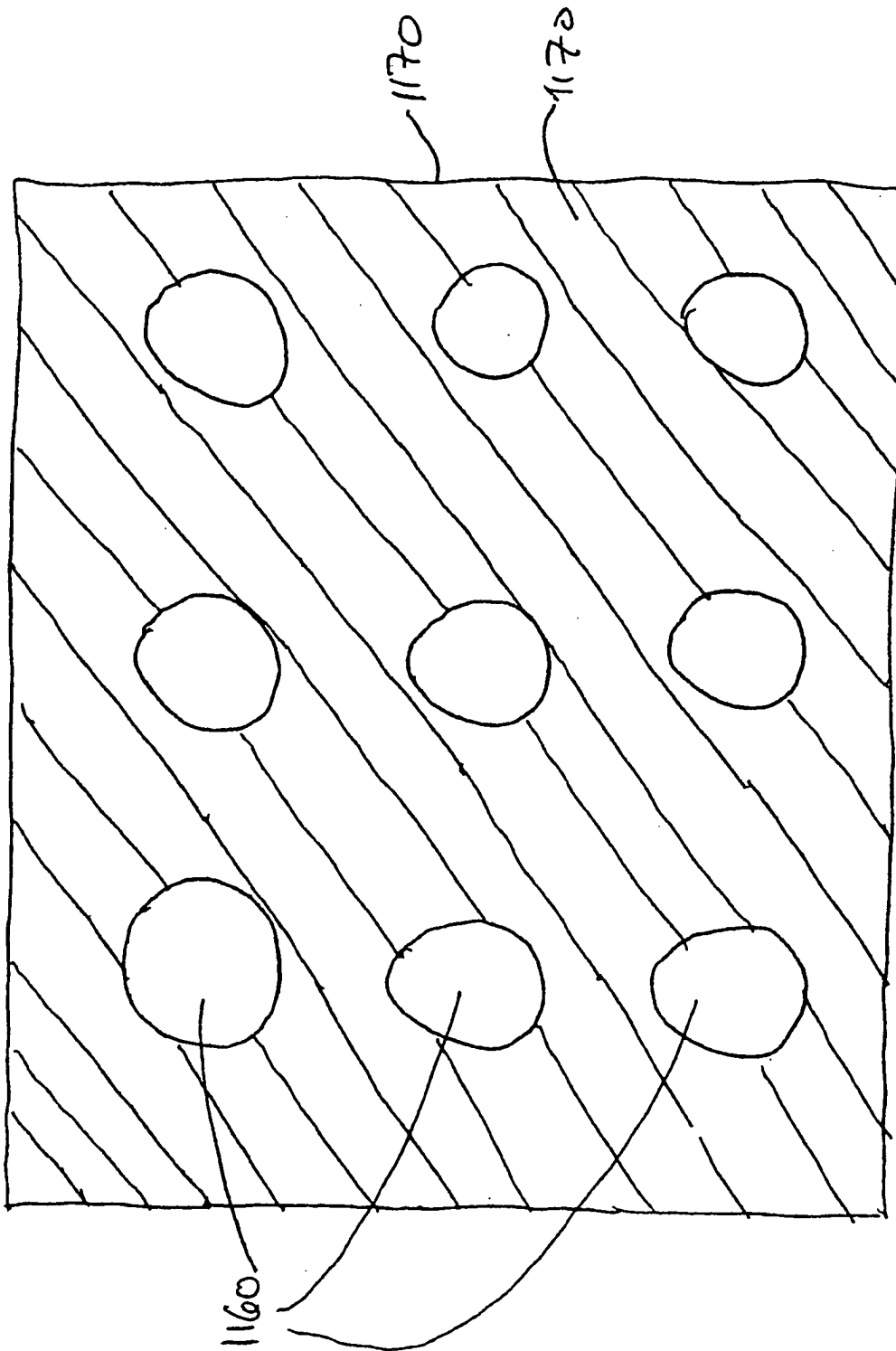


Fig. 5

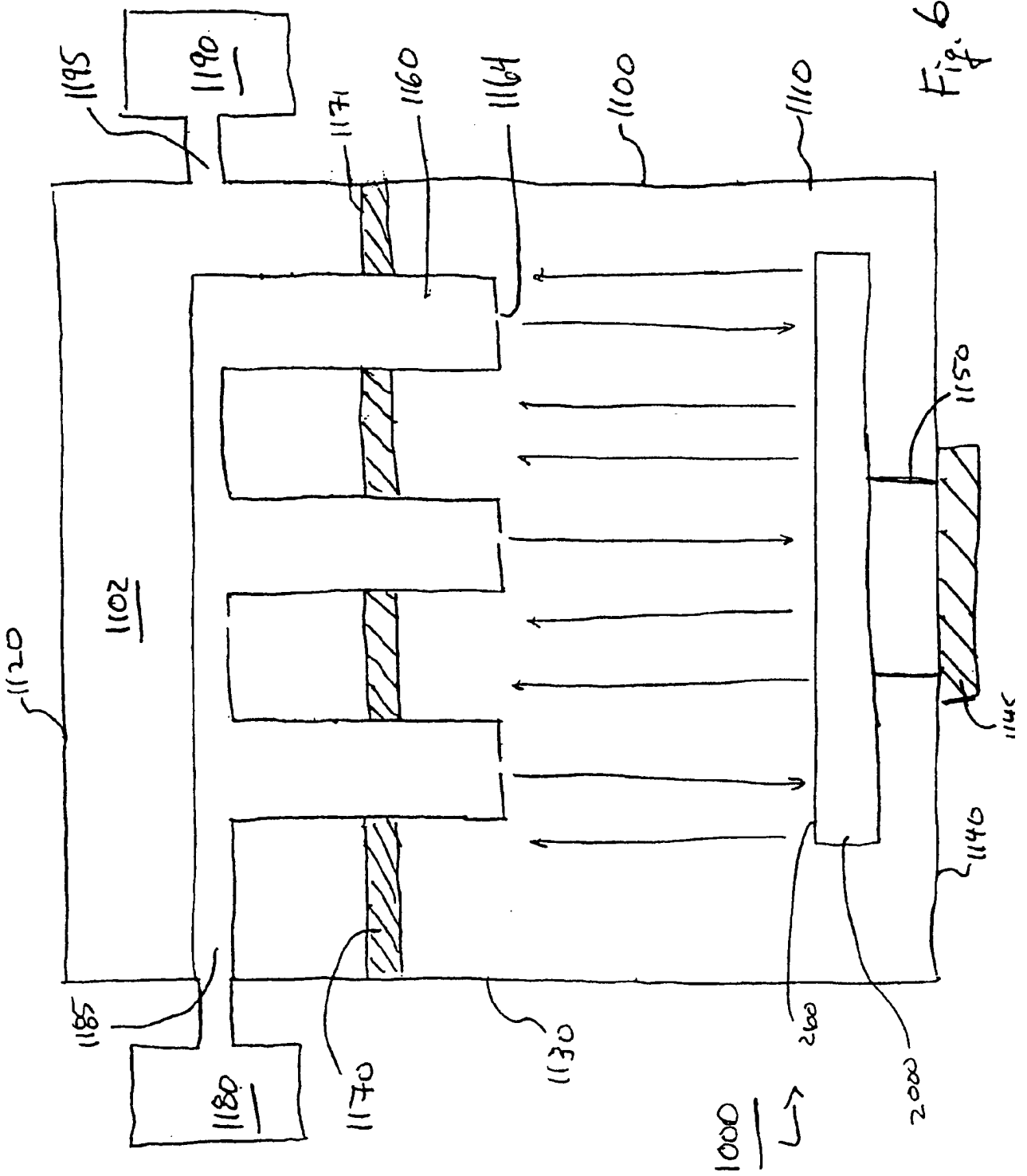


Fig. 6

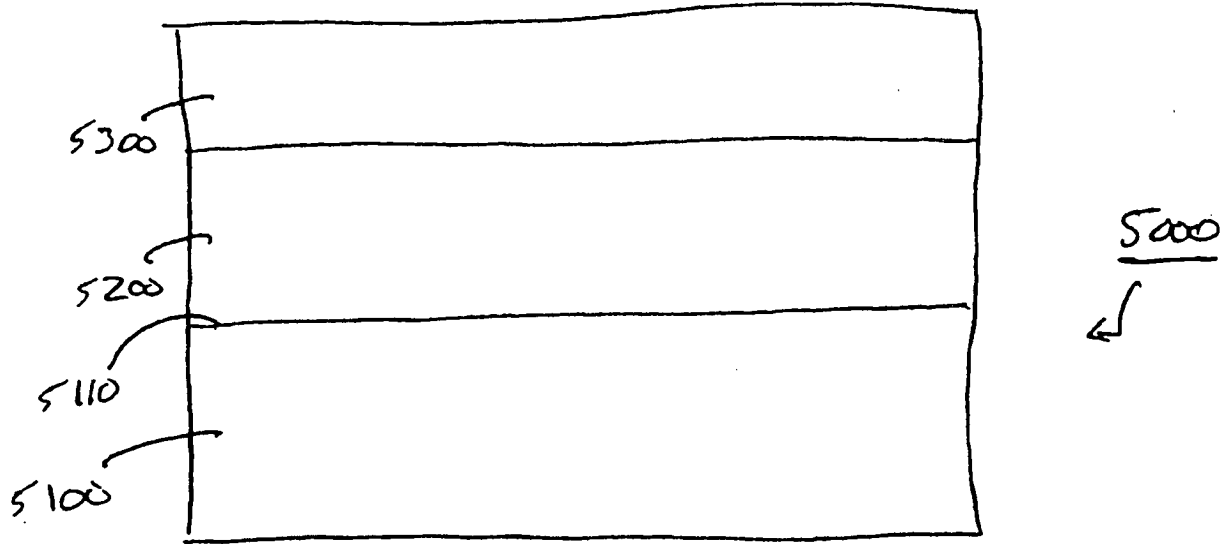


Fig. 7

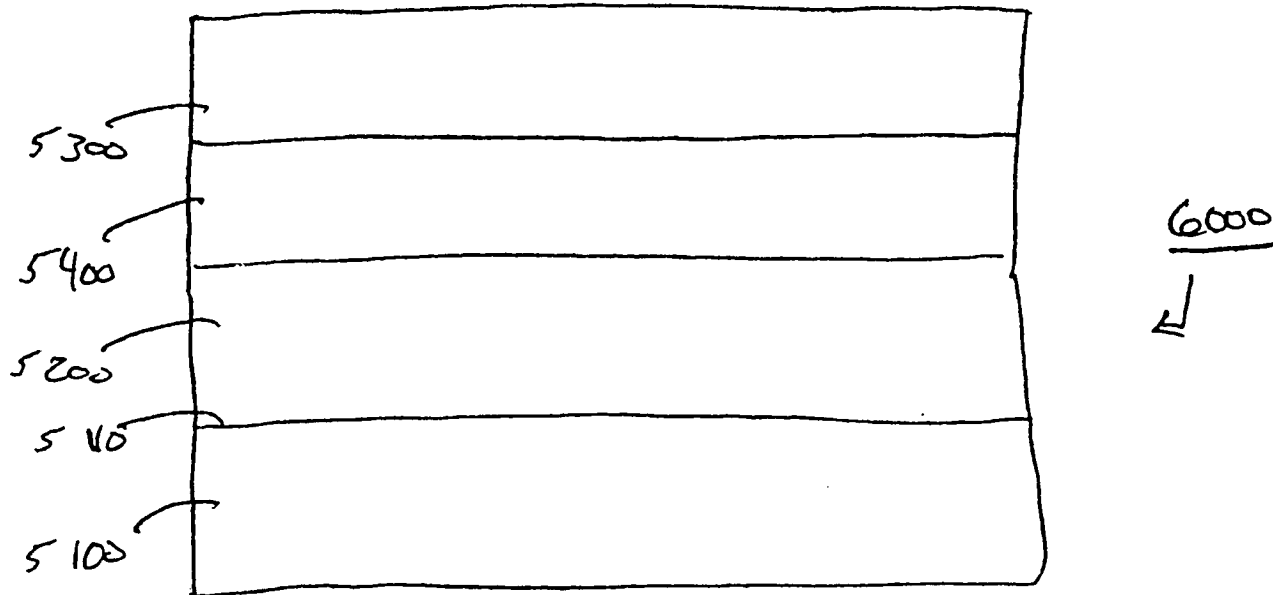


Fig. 8

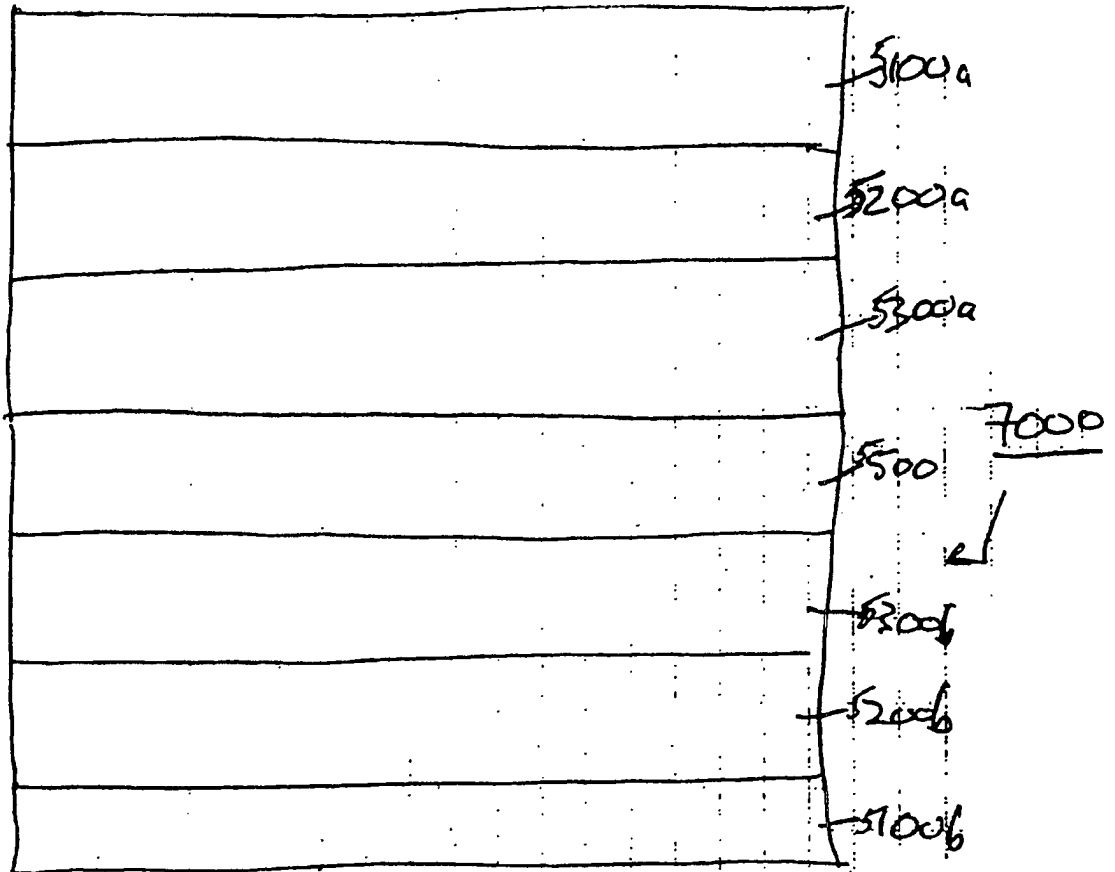


Fig 9