

스퍼터링 방식에 의한 Y - Ba - Cu - O 고온 초전도 박막의 제작에 관한 연구.

(A study on the fabrication of Y - Ba - Cu - O High Tc
superconducting thin film by sputtering system.)

채 기 병 *
강 기 성
소 대 화

명지대학교 전자공학과
상지전문대학 전자과
명지대학교 전자공학과

Kee - Byung Chae *
Ki - Sung Kang
Dae - Wha Soh

MYONG JI UNIV.
SANG JI COLLEGE.
MYONG JI UNIV.

Abstract

The superconducting thin films deposited on SiO_x substrate by R.F magnetron sputter using $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ single target have been made and annealed at 940°C for 30 min. The thickness of films were 1000-2000 Å with a rate of 20-25 Å/min and superconducting properties of thin films depended on the compositions of pre-annealed the thin films. It has been analyzed by SEM photo-analysis and X-ray diffraction patterns of these samples obtained under the various conditions of this sputtering methods, and recognized the superconducting thin films by electric properties.

1. 서론

1986년 산화물 고온 초전도체의 발견은 세계적으로 높은 관심을 끌고 왔으며, 그후 실용화를 위한 연구도 급속히 진전되고 있다. 따라서 고온 초전도체의 실질적 응용에 있어서 가장 주목을 받는 분야로서, 박막을 사용하여 현재의 반도체 기술과 연결 시킬수 있다면, 차세대의 산업화에 크게 기여 할수 있을 것이다. 고온 초전도체의 박막화 기술에는 크게 나누어 하나는, 진공을 기본으로하는 물리적 방법과 다른 하나는 화학적 방법의 제작 기술이다. 현재 고온 초전도체의 박막화에는 여러가지가 있지만, 각각의 특징을 내포하고 있어 가장 좋은 제작 기술을

단언하기는 그리 쉽지 않다. 일반적으로 초전도체의 박막화에 사용되고 있는 기술로서는 화학 증착법(CVD), 진공증착법(evaporation), 분자선증착법(MBE), 스퍼터링(sputtering)(1, 2) 등의 여러 방법에 의해 가능하다. 본 연구에서는 그중에서도 공정 및 원료등을 쉽게 적용할수 있는 스퍼터링 방법을 이용하여, 반도체 공정에서 적용 가능함을 시사할 수 있는 온도 범위에서의 초전도 박막 형성에 따른 여러 특성을 실험 하였다. 또한 기판 형태와 열처리에 의한 초전도 박막 조성의 조건을 위한 특성에 대해 연구 하였다.

2. 실험 방법

본 실험에서는 RF/DC magnetron sputtering system을 이용하여 초전도 박막을 형성 하였다. 스퍼터링을 위한 target은 일반적으로 사용되는 Y-B-C-O계 세라믹 초전도 제작법을 응용하여 고상 반응법으로 직경 2 inch인 원판 형태의 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ target을 사용하였으며, Y:Ba:Cu의 조성비는 1:2:3(3)이 되도록 하였다. 그리고 RF signal matching을 향상 시키기 위하여 target에 일치하는 호를 더를 제작하고 silver paste를 이용하여 고정 시켰다. 기판으로는 SiO_x 단결정 기판을 아세톤 및 알코올과 초음파 세척을 하여 사용하였다. 사용된 기판은 buffer layer(1, 4)를 1000 Å 정도 형성하여 초전도 결정 구조와의 조건을 조성 하였다. 또한 스퍼터링 시에는 chamber내의 진공도를 2×10^{-4} Torr 정도로 일정한 압력을 유지 하였으며, 성장되는 박막의 조성과 두께를 균일하게 하기 위해

여 기판 호올더를 1rpm으로 회전시켰으며, Ar gas를 12 SCCM정도로 흘려 줌으로써 압력이 2×10^{-3} Torr 정도가 되도록 조절 하였다. 이때 기판의 온도는 580°C 로 가열 하였으며 5분 정도의 pre-sputtering을 수행한 후 30min, 60min으로 스퍼터링 함으로써 두께가 각각 900Å, 1800Å 정도의 박막을 얻을수 있었다. 조성된 박막은 열처리 전과 열처리 후로 각각 분류하여(5), 전기적 특성을 Ag-paste를 이용하여 4점접 방식으로 AC전원을 SR-510 Lock in Amp.와 3020 X-Y Recorder에 연결하여 측정(6) 하였으며, 결정 구조에 따른 미세 구조 변화를 알아보기 위하여 X-ray 분석 및 SEM사진을 이용하여 박막의 표면을 관찰 하였다. 실험에서 사용한 Sputtering 조건을 표 1에 나타 내었다.

표1. Sputtering conditions

| | |
|--------------------|---|
| RF input power | : 60 W |
| Gas pressure | : 2×10^{-3} Torr |
| Sputtering gas(Ar) | : 12 SCCM |
| Substrate Temp | : 580°C |
| Growth rate | : 20-25 Å/min |
| Target | : $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ sintered powder |
| Substrate | : SiO_x (1000Å) |

3. 결과 및 고찰

본 실험에서는 SiO_x 기판을 사용하여 기판의 조건과 초전도체의 결정 구조를 근접하기 위하여 buffer layer를 1000Å 정도 형성후 열처리 전의 비정질과 열처리 후 결정질의 Y-Ba-Cu-O계 초전도에 대하여 고찰 하였다. 열처리 전의 비정질은 상온에서 무한 저항으로 측정 할수 있었으며, 940°C 에서 30분간 열처리된 박막은 상온에서 20-30Ω 정도를 측정 할수 있었다. Fig.1. (a)에서는 Y-Ba₂Cu₃O_x계 세라믹 초전도체 하소분말의 X-ray분석 결과와 (b)에서 Hot isostatic press에 의한 원판형 2 inch Target의 X-ray 분석, 그리고 (c)에서 초전도 박막에서의 2θ가 32.4°부근에서의 peak를 비교하여 나타냈다. 결국 박막의 기본 조건으로 Target의 기본 특성이 조성된 박막의 특성에 영향을 미칠수 있음을 알수 있었다.

Fig.2.에서는 sputtering 조건과 열처리 조건이 같은 즉, 열처리에 의한 표면 형상의 변화를 나타내는 SEM 사진이며, 여기서 (a)는 sputtering time이 30min 에서 열처리 전 박막의 표면 사진이며, (b)는 같은 조건에서 열처리 후의 사진으로 기판 표면에 성장된 입자들의 형상을 관찰 할 수 있다. 또한 (c)는 1시간 sputtering하여 열처리하기 전의 표면 사진으로써, 이와 같은 조건에서 열처리후의 기판 표면에 입자들이 성장된 현상들을 (d)의 사진에서 관찰할 수 있었다.

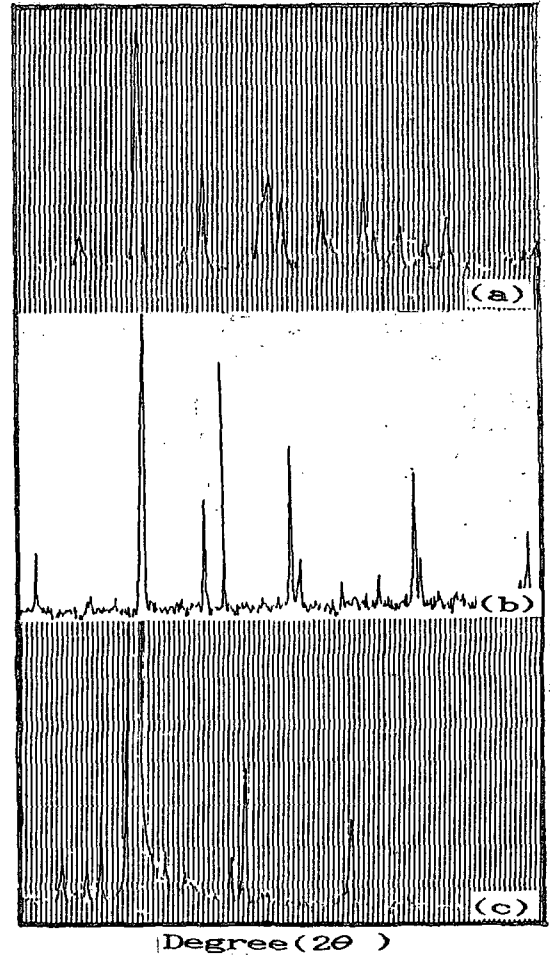
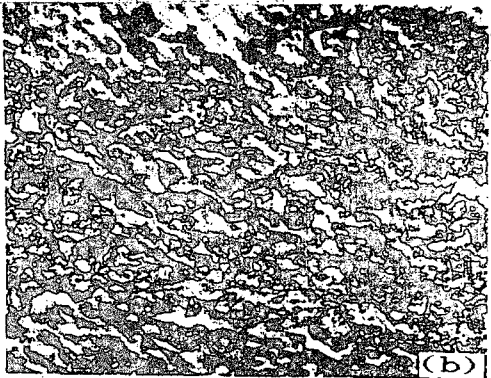


Fig.1. X-ray patterns for $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ superconducting thin films. (a) calcinated powder, (b) sintered powder(Target), (c) superconducting thin film.



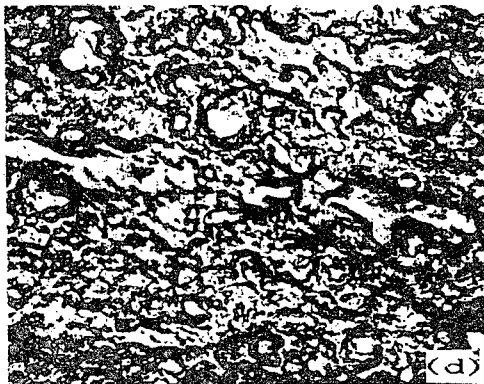
(a) sputtered film for 30 min.



(b) sputtered for 30min and annealing at 940°C.



(c) sputtered for 60min.



(d) sputtered for 60min and annealing at 940°C.

Fig.2. SEM photographs of $YBa_2Cu_3O_x$ thin film.

Fig.3. (a)는 열처리된 박막의 특성으로 반도체 특성을 나타내며, (b)는 열 처리후 초전도 박막의 초전도 특성 변화를 보이는 것으로, 온도가 상온에서 저온으로 내려감에 따른 T_c 특성을 보이고 있다. 결국(a)에서 온도가 상온에서 저온으로 떨어짐에 따라서 저항이 증가 하는 현상과 (b)에서 만족할만한 bulk초전도체의 좋은 특성은 아니지만 50k정도에서의 zero현상을 관찰 할 수 있었다. 따라서 양질의 초전도 박막을 얻기 위한 높은 임계 온도와 높은 임계 전류 밀도는 초전도 특성을 나타내는 양질의 박막을 얻음으로써 실용화를 위한 최적화에 한층 기대 할수 있을 것이다.

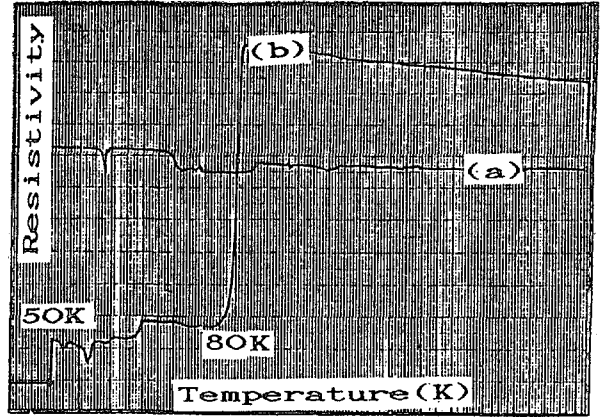


Fig.3. Temperature dependence of electrical resistivity of $YBa_2Cu_3O_x$ thin film.

4. 결론

본 연구에서는 RF 마그네트론 sputtering 방법을 사용하여 $YBa_2Cu_3O_x$ 고온 초전도체 박막을 SiO_x 기판에 제작하고, 그 특성을 분석하여 다음의 결과를 얻을수있었다.

1. 기판 결정화를 위해서 1000 Å 정도의 SiO_x buffer layer을 형성하여, 초전도 박막을 조성 할수 있었다.
2. 열처리전 비정질 상태의 박막은 940°C에서 30min정도 열처리하여 결정질 막을 형성할수 있었다.
3. Target 형성 조건은 박막 증착 조건의 영향을 좌우하므로 소결체 분말의 하소및 소결 처리하여 초전도 특성이 좋은 양질 Target을 제작 하므로써, 박막의 질을 향상 시킬수 있었다.

결과적으로 초전도 박막으로 소자의 실용화는 박막 제작의 기술에 따른 양질의 초전도 박막을 형성 하기위한 최적 조건을 설정 함으로써 임계온도 와 임계전류 밀도의 증가를 동시에 얻을수 있을 것으로 사료된다.

Reference

1. J.Shinohara, Y.Ikegami, and T. Kawamoto "Advances in Superconductivity", pp641-645,(1988)
2. K. Char, A.D.Kent, A.Kapitulnik, M.R. Beasley and T.h. Geballe ; Appl. Phys.Lett. 51 1370 (1987)
3. M.Muroi, T.Matsui, Y.Koinuma, Y.Okomura, K.Tsuch, M.Nagano, and K.Mukae, J.Mat,Res.4,781(1989)
4. H.Asano, K. Tanobe, Et al,Jan.J.Apply.Phys.26(7), L1221(1987)
5. 堂山昌男, 山本良一, 超傳導材料, 東京大學 出版會, p257(1987)
6. 소대화.강기성.채기병."추계학술대회논문집".p36(1990).