

박남석*, 김창한, 김명원, 강희재

충북대학교 물리학과

1. 서론

다성분계 고체표면에서의 스퍼터링 현상은 표면개질 효과를 동반하는데 이러한 현상은 표면분석에서 뿐만아니라 최근 최첨단 기술로써 부각되고 있는 나노메타 표면가공 기술등에 하나의 커다란 문제점으로 대두되고 있다. 그러나 이온빔을 고체표면에 조사함으로써 시료표면에서는 섀터링, 편석, 확산등 여러 복잡한 물리적 현상을 수반하여 일어남으로써 아직까지 이론 뿐만 아니라 실험결과도 매우 초보적인 단계에 있다. 본 연구에서는 실험을 통하여 이온빔에 의한 고체표면에서의 개질에 관한 물리적 특성을 밝혀 내고자 한다. 사용한 Au-Cu 합금은 round robin sample 로 $Au_{0.75}Cu_{0.25}$, $Au_{0.5}Cu_{0.5}$, $Au_{0.25}Cu_{0.75}$ 와, $Cu_{0.5}Zr_{0.5}$, $Ni_{0.5}Zr_{0.5}$ 의 조성비를 갖고 있는 합금을 사용하였다.

2. 실험방법

각각의 시료를 초고진공 chamber 에 넣고, 표면에 의한 오염이 XPS 와 AES 의 측정한계치 미만이 되도록 3KeV, Ar^+ 이온으로 충분히 sputtering 하였으며, 이와 동시에 반드시 수반되는 표면개질을 XPS/AES 로 측정하였다. XPS/AES 실험에 사용한 표면분석기기는 충북대 중앙기기관의 VG ESCALAB SYSTEM 이다. Base pressure 7×10^{-11} mb 정도의 초고진공을 유지하기 위한 진공 pump로는 turbo molecular pump, titanium sublimation pump 및 이온 pump를 사용하고 있으며, X-ray source로는 Al, Mg(dual anode system)과 X-ray monochromator 가 있다. 에너지 분석기는 multichannel detector 방식의 concentric hemispherical analyser 로서 XPS 실험에서의 측정 mode 는 pass energy 를 일정하게 유지하는 fixed analyser transmission energy mode 이다. AES 측정시 사용되는 electron gun 은 rastering type 이며 SAM(scanning auger microscope) image 도 가능하다. Ar sputtering 을 위한 ion gun 이 장착되어 있으며, 1×10^{-7} mb 정도의 Ar 분위기 하에서 3Kev 의 이온에너지로 sputtering 하였다.

3. 결과 및 고찰

XPS 정량분석에서는 Au4f, Cu2p peak 와 Ni2p, Zr3d peak 를 사용하였고 standard sample 을 사용하여 합금에서의 matrix factor 를 구하여 사용하였다. AES 분석시 XPS 의 분석과 동일하게 standard sample 을 사용하여 정량분석을 하였으며 matrix factor 로는 back scattering factor, inelastic mean free path, density factor 등을 모두 고려하였다. 각각의 합금에 대한 AES 에 대한 실험결과는 표1에 나타낸 바와 같다.

(표1)

(at. ±3%)

peak(eV)	Au _{0.75} Cu _{0.25}	Au _{0.5} Cu _{0.5}	Au _{0.25} Cu _{0.75}	Cu _{0.5} Zr _{0.5}	Ni _{0.5} Zr _{0.5}
Au(MNN)2024	76.2	50.4	24.8		
Cu(LMM)920	23.8	49.6	75.2	23.7	
Ni(LMM)848					49.8
Zr(MNN)147				76.3	50.2

표에서 보는 바와 같이 AES의 high energy transition으로 측정된 결과로 얻어진 스퍼터링후, 표면의 조성비는 bulk(내부)의 조성비와 거의 같음을 알수있다. 그러므로 AuCu 가 AES/XPS 의 정량분석의 reference material 로 각광받고 있는 시료들 중에 하나이다. 또한 위의 실험결과들을 세계각국의 여러장비에서 얻은 실험결과와 비교하여 본 결과 매우 우수하게 일치하고 있음을 알 수 있었다. 그렇다고 AES/XPS 의 결과 만으로 는 시료의 표면에 변질층이 형성되지 않았다고 단정지을 수 는 없다. 왜냐하면 Au(MNN) transition Auger 전자의 평균 자유 행로 23.7Å 과 Cu(LMM) transition 의 평균 자유 행로 10.9Å을 고려하면 Auger 전자의 탈출깊이를 고려한 평균조성분 비 를 나타내므로 표면에서 ~18Å 내에 표면변질층이 형성되어 Auger energy transition 으로는 관측되지 않을 가능성도 있다. 여하튼 AuCu 는 XPS/AES 의 정량분석의 reference sample 로 충분한 가능성을 보여주고 있다. 다음은 똑 같은 정량분석법에 의하여 Cu_{0.5}Zr_{0.5} 과 Ni_{0.5}Zr_{0.5} 의 시료에서의 이온스퍼터링 효과를 알아보았다. 표에서 보는 바와같이 NiZr에서는 표면의 성분비가 내부의 성분비와 같음을 알 수 있다. 이는 이온 스퍼터링에 의하여 표면 변질층이 형성되지 않든지 혹은 AuCu 와 같이 Auger 전자의 탈출깊이 내에서 변질층이 형성되어 만족되지 않았을 가능성을 나타내고 있다. 그러나 CuZr 은 여러 면에서 물리적인 상수가 NiZr 과 비슷함에도 불구하고 표1에서 보는바와 같이 Zr 이 표면에 상당량 편석되어 있음을 알수 있다. 이는 표면변질층의 In-depth 가 AuCu나 NiZr 에 비하여 매우 깊이 분포되어 있음을 알 수 있다. 위 결과에서와 같이 이온충돌에 의한 표면 개질효과가 표면분석에 매우 민감하게 영향을 비치고 있음을 알 수 있다.