

RF Sputtering법에 의한 NbTi박막 제조연구

김봉서, 우병철, 하동우, 변우봉, 이희웅
한국전기연구소

NbTi Thin Film by RF Sputtering Method

KIM Bong-Seo, WOO Byung-Chul, HA Dong-Woo, BYUN Woo-Bong, LEE Hee-Woong
Korea Electrotechnology Research Institute

Abstract

At recent time, superconducting technology makes it possible to develop various devices using strong magnetic fields. As increasing with devices using high magnetic fields, magnetic shielding technology is essential in order to get high efficiency. Therefore it is necessary to establish production method and clear characteristics of suitable shielding materials. Usually, ferromagnetic metal has been used for shielding of high magnetic fields up to the present time. Instead of heavy ferromagnetic metal, we can acquire better upgraded shielding system by using of very light superconducting thin film that has a perfect diamagnetism. We would like to study basic characteristics of NbTi thin film produced by RF sputtering, investigated morphology and crystal structure of NbTi thin film by SEM and XRD, identified superconductivity measuring by critical current.

I. 서 론

초전도 기술의 급속한 발전에 따라 고자장 발생이 가능한 초전도 마그네트를 이용한 전자기기의 개발이 급속히 진전되어 초전도 용융기기의 대형화, 강자장화가 이루어지고 있다. 이와 같이 초전도 기기의 대형화 및 강자장화에 의해 필요공간 이외로의 자속누설에 의해 인체, 휴대품(magnetic card, 시계)과 정밀측정기기 등에 나쁜 영향을 미치므로 주변환경에 대한 자장 누설에 대한 관심과 제한이 강화되고 있다.

종래에는 강자장 차폐용 재료로 철 등의 투자율이 우수한 재료가 많이 사용되어왔으나, 차폐용량을 증가시키기 위해서는 대량의 차폐재료가 필요하게되어 무게 및 부피가 증가되기 때문에 대용량 기기에 적용하기에는 많은 어려운 점이 있다. 따라서 최근 초전도의 완전반자성을 이용한 강자장 차폐연구가 진행되고 있다. 본 실험에서는 강자장 차폐용 NbTi박막을 RF sputtering법으로 제조하여 NbTi박막의 특성을 조사하였다.

II. 실험

실험에 사용된 sputtering 장비는 RF magnetron sputter로서 rotary pump와 turbo molecular pump로 진공을 형성, 유지하였다. 사용된 NbTi타겟은 아크용해후 가공된 고순도의 Nb-47wt%Ti조성으로 지름이 100mm, 두께가 7mm의 것을 사용하였다. 기판은 Si wafer와 Cu plate의 2종류였고, 여러 실험 조건은 Table 1과 같다.

증착된 NbTi박막은 EDS와 ICP로 정성 및 정량분석을 하였고, α -step을 사용하여 박막의 두께를 측정하였으며, 주사전자현미경(SEM)으로 박막의 단면과 표면의 형상을 관찰하였다. 또 증착조건에 따른 박막의 결정구조를 X-선회절기(XRD)를 이용

하여 조사하였다. 제조된 NbTi 박막의 초전도 특성을 조사하기 위하여 sputtering압력을 변화시키면서 박막의 임계전류(Ic)를 액체 He의 온도에서 측정하였다.

Table 1. RF sputtering 증착조건

Target	NbTi, 99.9%(high homogeneity), Nb-47wt%Ti
Substrate	Si wafer, Cu plate
Base Pressure	2×10^{-6} Torr
Working Pressure	3×10^{-2} Torr ~ 3×10^{-4} Torr
Sputtering Power	300 ~ 500W
Substrate Temp.	R.T.

III. 결과 및 고찰

1. 증착조건에 따른 박막의 형상

제조된 박막의 EDS와 ICP 성분분석 결과, 타겟으로 사용된 NbTi bulk (Nb-47wt%Ti)와 비슷한 조성을 나타내었다.(Nb-45.6wt%Ti) 초기 타겟물질과 제조된 박막층의 Nb와 Ti의 조성변화에 의해 초전도임계온도가 변화될 수 있으나, 그 변화폭이 매우 적기 때문에 초전도 특성에는 큰 영향을 미치지 않을 것으로 생각된다.

Fig. 1은 sputtering power와 증착시간에 따른 박막두께의 변화를 나타낸 것으로 sputtering power가 증가함에 따라 박막의 두께가 증가하고, 증착시간이 증가함에 따라 박막의 두께는 거의 직선적으로 증가하고 있다.

Fig.2의 (a)-(c)에 초기 진공 2×10^{-6} Torr, sputtering 압력 3×10^{-2} Torr, sputtering power 300W, 기판온도가 상온에서 제조된 박막의 시간에 따른 단면형상을 SEM을 이용하여 조사하였다. Fig. 2에서 나타난 것과 같이 시간에 따른 두께변화는 거의 직선적으로 나타났다. 또 3×10^{-2} Torr와 같이 높은 sputtering 압력과 낮은 기판 온도에서 제조된 박막은 기공이 많은 tapered structure로 이루어져 있고 박막의 밀도가 낮으며, 경계면에 많은 기공이 분포한다. 각 경계는 기판표면과 수직방향이며, 결정의 지름은 온도가 증가함에 따라 증가되는 것으로 보고되어져 있다. Fig. 2의 (d)는 박막의 표면을 나타낸 것으로 경계면에 기공이 분포되어 있는 것을 확인할 수 있다. sputtering압력이 낮아지면 tapered structure는 감소되고, 더욱 밀도가 높은 박막이 제조되며, 박막의 특성도 향상되는 것으로 나타났다. 이에 따라 sputtering압력이 높은 경우에는 박막의 표면 상태와 거칠기가 양호하지 않았으나, sputtering압력이 낮아질수록 표면의 평활도가 더 나아짐이 관찰되었다. Fig. 3에는 Fig. 2보다 낮은

sputtering 압력(3×10^{-3} Torr, 3×10^{-4} Torr)에서 증착된 박막의 단면을 나타내었으며, sputtering 압력이 높은 것(3×10^{-2} Torr)과 비교하여 박막 밀도가 증가된 것을 알 수 있다.

2. 증착조건에 따른 박막의 결정구조

sputtering에 의해 제조된 박막의 결정구조는 일반적으로 기판온도와 종류, sputtering 압력, 방전가스의 종류와 분압 등에 의해 변화된다. 본 실험중 박막의 결정구조를 해석하는 실험에서는 기판을 Cu plate로 고정하였고, 기판의 온도를 상온으로 하였으며, 가스로 Ar만을 사용하였기 때문에 sputtering 압력이 주된 변수로 작용할 것으로 예상되어 sputtering 압력의 변화에 따른 결정구조를 조사하였다. Fig. 4에 sputtering 압력에 따른 X-선 회절분석 결과를 나타내었다. sputtering 압력이 높은 경우에는 (113)면이 주 peak로 나타났으나, sputtering 압력이 낮아질수록 (002)면 peak의 X-선 강도가 증가하여 초기 타겟물질의 X-선 pattern과 유사한 결과를 나타내었다. 박막의 X-선 회절분석 결과에 의하면, sputtering 압력이 낮아짐에 따라 박막의 구조는 안정화되는 것으로 생각되며, 구조의 안정화와 초전도입계전류 등의 전기적 특성이 관련성이 있을 것으로 예상된다.

3. 증착조건에 따른 입계전류

sputtering 압력의 변화에 따른 초전도 입계전류의 측정 결과를 Fig. 5에 나타내었다. sputtering 압력을 3×10^{-2} Torr와 3×10^{-3} Torr로 하여 제조한 2 종류의 박막으로 입계전류를 측정 한 결과 sputtering 압력이 높은 3×10^{-2} Torr에서는 입계전류를 측정할 수 없었으나, sputtering 압력이 낮은 3×10^{-3} Torr에서 제조된 박막에서는 입계전류가 관찰되었고, 또한 이 시편에 여러 종류의 자장을 인가하여 자장의 변화에 따른 박막의 입계전류를 측정할 수 있었다. 즉 sputtering 압력이 높은 곳에서 제조된 박막은 초전도성이 나타나지 않았으나, sputtering 압력이 낮아지면 초전도체가 됨을 알 수 있었다. 압력을 3×10^{-3} Torr, sputtering power를 300W로 30분 증착한 박막의 경우, 자장을 인가하지 않으면 약 56A의 입계전류를 나타내고, 외부자장이 증가할수록 초기에는 급격히 감소하고, 어떤 범위에서는 일정한 값을 가지다가 입계전류가 나타나지 않음을 관찰하였고, 이것은 제2종 초전도체에 자장을 인가하는 경우의 자기적 특성과 일치함을 알 수 있었다.

IV. 결 론

RF sputtering법에 의해 각 실험 조건에서 제조된 NbTi박막의 실험 결과 다음과 같다.

1. 증착시간과 sputtering power의 증가에 따라 NbTi박막의 두께는 거의 직선적으로 증가하였고, sputtering 압력이 높은 경우의 박막조직은 밀도가 낮고 경계면에 많은 기공을 포함하고 있으며, sputtering 압력이 낮아짐에 따라 박막의 밀도가 증가하였다.

2. (002)면이 주peak인 타겟을 사용하여 NbTi박막을 증착한 경우, sputtering 압력이 높은 곳에서는 (113)면이 주peak로 나타났으나, sputtering 압력이 낮아짐에 따라 (002)면의 peak가 증가하여 타겟과 유사한 구조를 나타내었다.

3. 높은 sputtering 압력(3×10^{-2} Torr)에서 제조된 박막은 초전도성을 나타내지 않았으나, sputtering 압력이 낮은 진공도 (3×10^{-3} Torr)에서 제조된 박막은 초전도성을 나타내었고, 외부자장의 증가에 따라 박막의 입계전류는 감소하였다.

VI. 참고문헌

1. Rointan F. Bunshah, "Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings", Noyes Publications, p.201
2. S. Ogawa et al, "The study of superconducting NbTi films for magnetic shield", in Proc. 11th Int. Cryo. Engin. Conf.,

(1988), p.484

3. S. Sato et al, "The magnetic screening with NbTi", in "Proc. 9th Int. Cryo. Engin. Conf.," (1982), p.115

4. S. Ogawa et al, "Possibility of high magnetic field screening with large scale superconducting NbTi-Cu multilayer film", Advances in Cryogenic Engin., (1992), p.505

5. A. Shimizu M. Inoue, IEEE, Transaction on Magnetics, MAG-17, (1981), p.2146

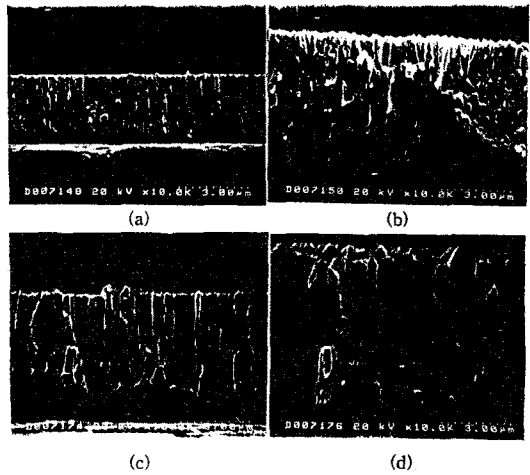


Fig. 1 sputtering power와 시간에 따른 박막의 두께변화 (3×10^{-2} Torr, R.T)

- (a) 300W-30min (b) 300W-60min
(c) 500W-30min (d) 500W-60min

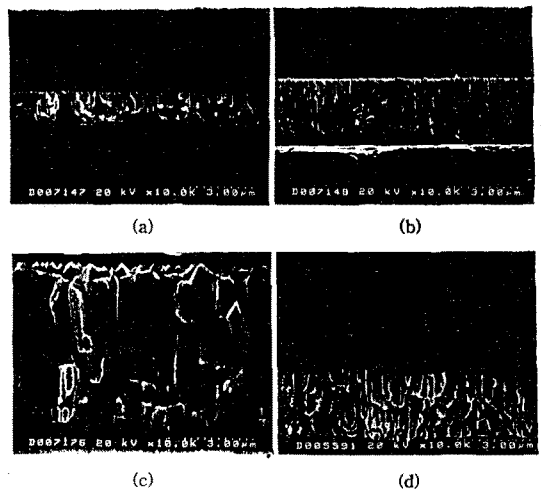


Fig. 2 증착시간에 따른 박막의 형상 (3×10^{-2} Torr, R.T)

- (a) 300W-10min (b) 300W-30min
(c) 300W-60min (d) 표면 조직

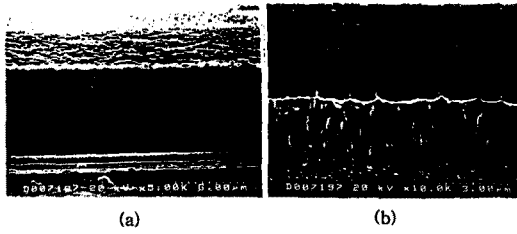


Fig. 3 sputtering 압력에 따른 박막의 단면형상(500W-60min)
 (a) 3×10^{-3} Torr (b) 3×10^{-4} Torr

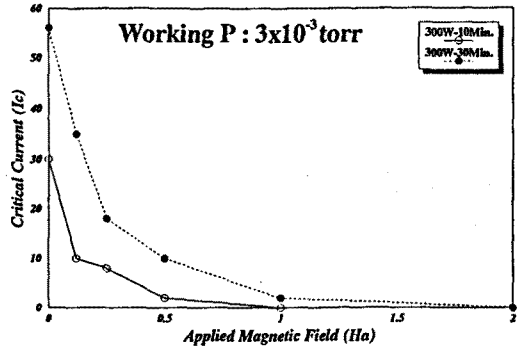


Fig. 5 외부자장에 따른 박막의 임계전류

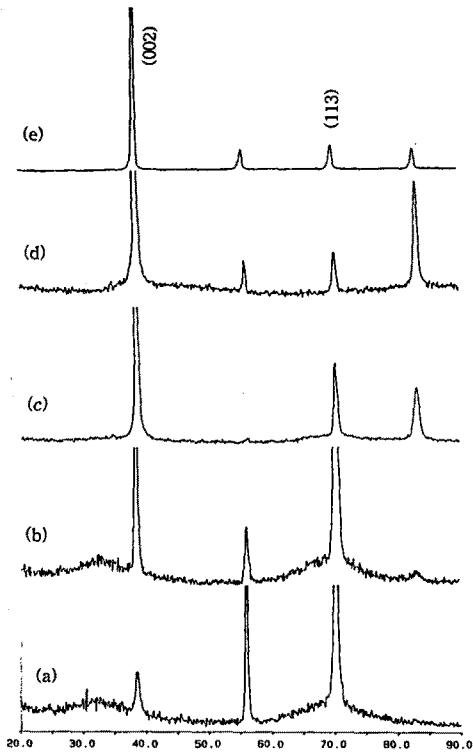


Fig. 4 sputtering 압력에 따른 XRD patterns
 (a) 3×10^{-2} Torr (b) 1×10^{-2} Torr (c) 8×10^{-3} Torr
 (d) 3×10^{-4} Torr (e) 타겟