

Oxygen Annealing Effect of SrTiO₃ Single Crystal Substrate Damaged by Ar⁺ Ion Milling

Ar 이온 밀링으로 손상된 단결정 SrTiO₃ 기판의 산소 열처리 효과

Heeseok Choi^{***}, Yunseok Hwang^{****}, Jin-Tae Kim^{*}, DoonHoon Lee^{**},
Soon-Gul Lee^{***}, Yong Ki Park^{*}, and Jong-Chul Park^{*}

최희석^{***}, 황윤석^{****}, 김진태^{*}, 이동훈^{**}, 이순걸^{***}, 박용기^{*}, 박종철^{*}

P.O. Box 105, YuSung, TaeJeon, Korea 305-600, ^{*}Korea Research Institute of
Standards and Science

^{**}Paichai University, ^{***}Korea University,

대전광역시 유성우체국 사서함 105,

^{*}한국표준과학연구원

^{**}배재대학교,

^{***}고려대학교,

We have studied the annealing effects of STO (SrTiO₃) single crystal substrate and the I-V properties of step-edge junctions after Ar ion milling. YBa₂Cu₃O₇ (YBCO) thin films are fabricated on the substrates by using pulsed laser deposition (PLD) and photolithography. The surface of Ar ion milled substrate was characterized with atomic force microscope (AFM) and scanning electron microscope (SEM) images. After the substrate was damaged by milling, the critical current density of YBCO thin films deposited on the substrate was lowered. The annealing of the damaged substrate at about 1000 °C recovered the critical current density to that before the milling. Furthermore the annealing helped junction formation due to high quality film and increased the yield rate for the fabrication of high quality step-edge junction.

1. 서론

Bednorz와 Müller에 의해 발견된 이래 고온초전도체는 여러 응용분야에서 활발히 연구되고 있다. 미세한 자기장을 검출할 수 있는 SQUID와 같은 능동 소자의 개발 등 그 응용범위는 확대되어가고 있다. 그러나 이러한 소자를 만들기 위

해서는 양질의 고온초전도 박막 제작 기술과 재현성 있는 조셉슨 접합제작 기술이 먼저 선결되어야 한다. 조셉슨 접합 중 하나인 grain boundary 접합은 제작과정에 따라 쌍에피택셜 접합^[1], 복결정 접합^[2], 계단형 모서리 접합^[3] 등으로 크게 나눌 수 있다. 계단형 모서리 접합은 접합의 제작과정이 단순하고 접합의 위치도 임의

로 선정할 수 있는 장점이 있다. 그러나 계단형 모서리 제작시 원하지 않는 일정부위 뿐만 아니라 기판 표면 또한 식각되어지는 문제점은 접합의 재현성 및 특성에 영향을 줄 수 있다. 이러한 문제점을 해결하기 위한 방법으로 기판의 열처리를 통해 그 특성의 변화를 알아 보았다. 기판은 단결정 STO (SrTiO_3)를 이용했으며, 식각은 Ar 이온 밀링으로 하였다.

본 연구에서는 식각한 기판표면 morphology와 기판 위에 증착시킨 YBCO ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$)박막의 임계전류밀도 (J_c)의 변화로 그 특성을 분석하였다. 또한, 계단 위에 조셉슨 접합도 제작하여 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

$5 \times 10 \text{ mm}^2$ 또는 $5 \times 5 \text{ mm}^2$ 단결정 STO 기판 위에 포토리소그래피를 이용하여 Ar ion milling으로 기판을 식각하여 그 위에 중심파장이 248 nm인 엑시머(excimer) 레이저를 사용하여 PLD법으로 YBCO 박막을 증착시켰다. 증착한 박막 위에 다시 포토리소그래피를 이용하여 마이크로브리지 형태로 패터닝을 한 후 임계전류밀도를 측정하였다. 동일한 방법으로 식각한 기판을 1050

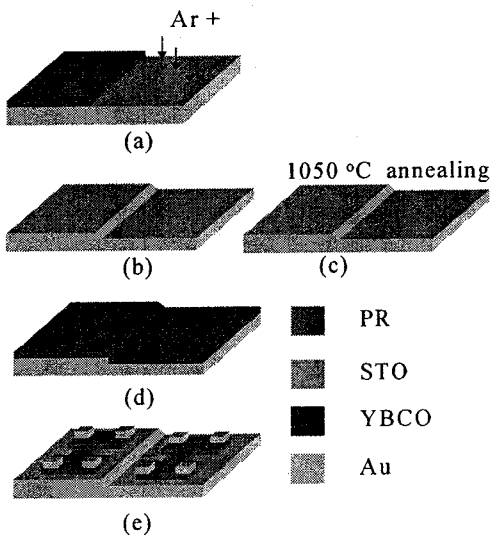


그림 1. 제작과정에 대한 개략도 (a) PR 코팅 후 Ar 이온 밀링, (b) 식각된 STO, (c) 열처리, (d)YBCO 증착, (e) 마이크로브리지 패터닝

°C에서 열처리를 한 후 박막의 임계전류밀도를 비교하였다. YBCO 증착시 산소압력과 기판의 온도는 각각 400 mTorr와 810 °C로 유지시켰고 에머지 밀도는 1.2 J/cm²이다. 증착 후 시료를 500 °C, 산소 1 기압 하에서 1 시간동안 열처리하였다. 측정을 위한 전극용 Au는 Au와 YBCO 박막 사이의 접촉 저항을 줄이기 위해서 YBCO 박막을 입힌 후 바로 rf 스퍼터링으로 입혔다^[4]. 그림 1은 제작과정의 개략도이며 시료는 (a),(b),(d),(e)와 (a),(b),(c),(d),(e)순으로 제작하였다. 시료의 임계전류밀도와 임계온도 (T_c)는 4단자법으로 측정하였다. 조셉슨 접합제작시 원하는 계단각을 얻기 위해서 ion gun과 기판의 법선각은 30°, 20°로 하였으며, 회전각은 20°, 15°로 하였다^[5]. 제작된 계단각은 약 60~70°이었으며 높이 측정은 optical interferometer와 AFM을 이용하였으며 측정된 계단의 높이는 1600~1700 Å이었다. 제작된 기판을 열처리 한 후 계단의 특성을 알기 위해서 AFM으로 분석하였고 YBCO를 증착시켜 접합을 만든 후 접합의 전류-전압 특성을 측정하였다.

3. 실험 결과 및 논의

그림 2(a)는 Ar 이온 밀링으로 식각한 표면을 1050 °C 열처리 한 STO 기판의 광학 현미경 사진이며, 그림 2(b)는 PR (photoresist)이 덮여있어 식각되지 않은 부분이다. 여기서 그림 2(a)에서 기판에 균열이 간 것처럼 보이는 것은 열처리 전 그림 2(b)와 같이 보였던 것이 열처리 후에 나타난 현상이다. 그림(a)와 (b) 부위의 차이점을 조사

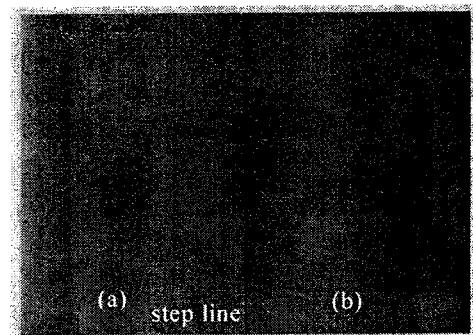


그림 2. (a) 식각된 표면, (b) PR로 덮여 있어 식각되지 않은 표면을 열처리한 STO 기판의 광학현미경 사진

표 1. STO 기판의 Ar ion milling 후, 열처리 전 후 박막의 임계전류밀도

(10^6 A/cm²)

브리지	조건	식각(無)		식각(有)	
		(a)	3 μ m	3.7	3.3
열처리전	5 μ m	4	3.8	2.1	2.4
	10 μ m	3.5		2	
	(b)	3 μ m	3.3	0.5	
열처리후	5 μ m	3.4	2.7	1.6	3
	10 μ m	3.2	2.8	3	3

하기 위해서 YBCO 박막을 증착한 후 마이크로 브리지 형태로 패터닝을 하여 각각의 부위에 대한 임계전류밀도를 측정하였다. 측정된 값은 표 1에 나타내었다.

표 1 (a)에서 나타난 값들을 보면 식각한 기판의 임계전류밀도는 식각되지 않은 박막의 임계전류밀도 보다 작게 나타나는 것을 알 수 있다. 즉, Ar 이온 밀링에 의해 기판 식각시 기판이 손상됨을 확인할 수 있었다. 표 1 (b)의 값들은 열처리를 하고 나서 식각되지 않은 부위와 식각된 부위 위에 증착된 박막의 임계전류밀도를 보여주는데 열처리 후 임계전류밀도가 높게 나타남을 알 수 있다. 이는 식각에 의해 손상된 기판표면이 열처리 후 회복되는 정도를 알 수 있는 지표가 되었다.

그림 4는 STO 기판의 식각후 열처리 유무를 비교한 AFM 2차원 사진이다. 그림 4(a)는 기판 식각후 찍은 사진이며 표면 거칠기는 6.60 Å를 가진다. 그림 4(b)는 열처리 한 후 사진이며 표면 거칠기는 3.43 Å를 갖는다. 결국 열처리를 함으로써 기판의 거칠기는 좋아졌으며 이는 YBCO 박막증착시 중요한 요소가 될 것이다. 상용품 STO 기판은 기계적 연마 때문에 표면 거칠기가 수 Å를 갖는데, 산소 1기압, 1000 °C에서 열처리를 하였을 경우 표면의 요철은 줄고 재결정성장이 형성된다^[6]. 즉, 열처리시 식각된 부위와 식각되지 않은 부위는 모두 재결정 성장이 이루어 지지만 식각된 기판표면에서 재결정성의 정도가 더 크게 나타났다.

그림 4는 STO 기판 위에 계단을 제작하고 열처리 후 AFM으로 관찰한 3차원 영상이다. 계단형 모서리의 열처리 특성은 열처리 후에도 뭉그러짐이 없었고 경사각 또한 열처리 전과 같았다.

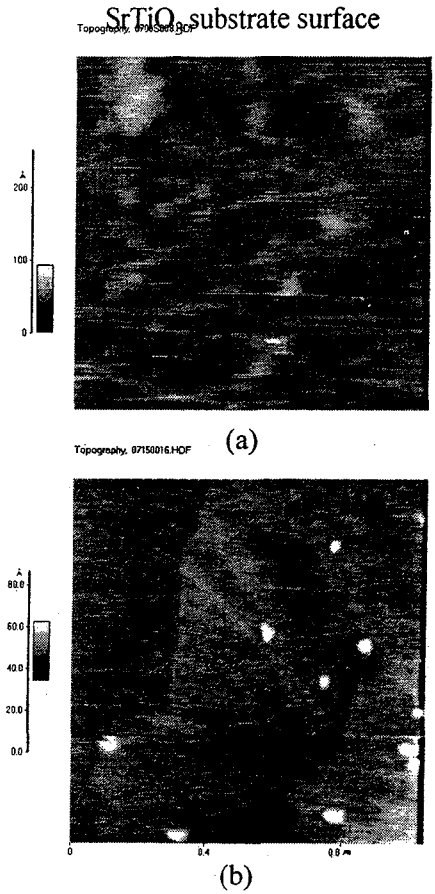


그림 3. Ar ion milling 후 STO 기판의 표면 AFM 사진, (a)식각된 기판의 표면 (표면 거칠기 = 6.60 Å), (b)식각 후 열처리한 기판표면 (표면 거칠기 = 3.43 Å)

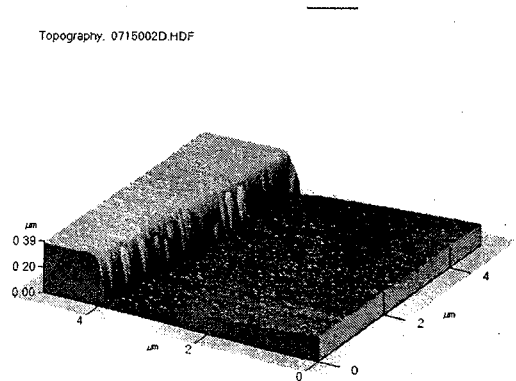


그림 4. 열처리 후 계단형 모서리의 AFM 사진

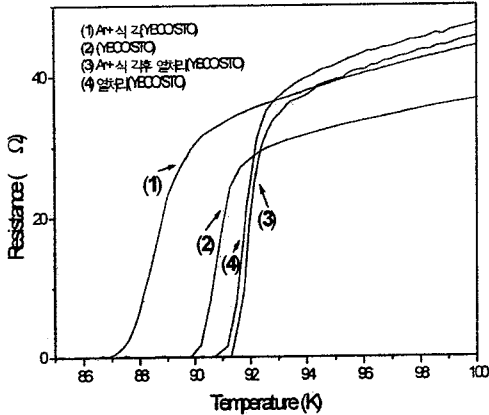


그림 5. STO 기판의 열처리 전 후 증착시킨 YBCO 박막의 임계온도 (T_c)의 비교

그림 5은 열처리 전 후 박막을 증착하여 임계온도를 측정된 결과이다. 열처리 전은 그림 6 (1), (2)이며 (3), (4)는 열처리 후의 임계온도를 나타낸다. 박막의 임계온도도 열처리를 함으로써 좋아짐을 알 수 있다.

본 연구에서는 계단형 조셉슨 접합을 만드는 과정 중 Ar 이온 밀링에 의한 기판 표면의 손상 유무를 확인하였고 열처리를 통해 손상된 기판이 다시 회복됨을 알았다. 마지막으로 이러한 과정을 거쳐 제작된 계단은 열처리 후 접합의 형성에도 좋은 특성을 보였으며, 열처리를 통해 제작한 접합의 수율이 향상됨을 확인하였다.

그림 6는 그 위에 YBCO 박막을 증착시켜 제작한 계단형 모서리 접합의 전류-전압 곡선은 전형적인 RSJ(Resistively Shunted Junction) 모델을 따르고 있다. 이때 접합의 측정온도는 77 K 이었으며 접합폭은 3 μm 였다.

4. 결론

Ar 이온 밀링으로 계단형 모서리 제작시 단결정 STO기판의 표면은 손상됨을 알 수 있었다. 이는 열처리를 통해 식각된 기판표면의 회복정도는 기판의 morphology를 통해서 알 수 있었으며, 그 위에 증착시킨 YBCO 박막의 임계전류밀도와 임계온도를 통해서 다시 한번 확인 할 수 있었다.

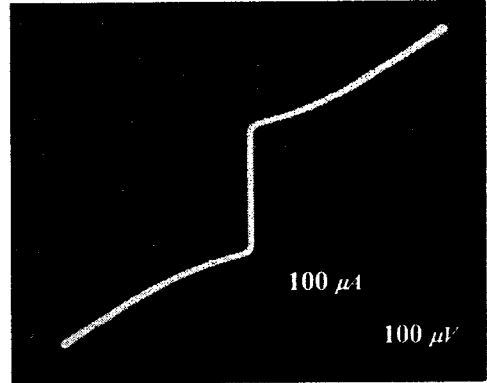


그림 6. 열처리 한 계단형 모서리 위에 제작한 접합을 77K에서 측정한 전류-전압 특성곡선

참고문헌

- [1] D. Dimos, P. Chaudhari, J. Mannhart, and F. K. LeGoues, Phys. Rev. Lett. 61, 219 (1988).
- [2] K. Char, M. S. Coclough, S. M. Garrison, N. Newman, and G. Zaharchuk, Appl. Phys. Lett. 59, 733 (1991).
- [3] R. W. Simon, J. F. Burgh, K. P. Daly, W. D. Dozier, R. Hu, A. E. Lee, J. A. Luine, H. M. Manasevit, C. E. Platt, S. M. Schwarzbeck, D. St. John, M. S. Wire, and M. J. Zani, Science and Technology of thin film superconductors 2, 549, edited by R. D. McConnell and R. Noufi, Plenum Press, New York (1990).
- [4] Yunsung Huh, Jin-Tae Kim, Yunseok Hwang, Yongsup. Park, Youngjin So, In-Seon Kim, Soon-Gul Lee, Gwangseo Park, Yong Ki Park and Jong-Chul Park, Jpn. J. Appl. Phys., 37, 2478(1998).
- [5] Byung-Chang Nam, In-Seon Kim, Soon-Gul Lee, Jong-Chul Park and Yong Ki Park, Korea Journal of Materials Research Vol. 8, 950 (1998).
- [6] Hea-Ryong Lim, Dong Ho Kim, Im-Seon Kim, Yong Ki Park and Jong-Chul Park, Sea Mulli Vol. 38, 109 (1998).