

## Polyester 상에서 Sputter 증착되는 고 밀도 은경 박막의 물리적 특성에 미치는 공정조건 변화의 효과

리 의 재 · 황 태 수

한국생산기술연구원, 생활기반기술 Center

### The Effect of Various Process Conditions on the Physical Properties of Dense Silver Films, Prepared by Using Sputter Deposition on Polyester Substrate

RI, EuiJae and HOANG, TaeSu

KITech (SaengGiUeon), TzeonAn 330-820, R.O.

leeej@kitech.re.kr

(1998년 8월 17일 받음, 1999년 5월 28일 최종수정본 받음)

초 록 형광등으로 사용되는 전기 에너지의 40%를 절약할 수 있는 방법으로서, 그 반사갓을 특수 은 반사박막으로 처리하여 고 효율 및 내구성을 갖는 기술이 최근에 알려지고 있다. 이 박막들은 sputtering법을 이용한 것으로 주로 미국에서 생산되어지고 있다. 한편, evaporation 법으로 제작된 은 박막들은 일반적으로 반사효율에는 별문제가 없으나 부착력이 떨어지는 단점이 있다. 우리는 수년간 polyester를 기판으로 하고 몇가지 PVD 방법을 동원하여 고 반사율 및 부착력을 갖는 은경 박막을 확보하기 위해 연구를 해왔다. 그 결과, evaporation 법으로 제작된 은 박막은 96.4 %의 반사율을 보이나 부착력은 12 Kg/cm<sup>2</sup>에 불과함을 확인하였고, sputter 법으로 제작한 시편들의 반사율은 96.3 %로 비슷하였으나 부착력이 20 Kg/cm<sup>2</sup>로 거의 두배로 뛰어올라 sputter 법의 공정조건이 그 결과박막들의 물리적 특성에 미치는 긍정적 영향을 확인할 수 있었다. X-선 회절 분석결과 sputter의 경우에 (111)면이 우선성장함을 알 수 있었고, 시편의 단면으로부터 관찰된 치밀한 columnar 구조가 부착력을 향상시키고 있음이 확인되었다.

**Abstract** To save electrical energy as much as 40 % for fluorescent lighting, the reflectors coated with silver reflective thin films recently became popular with higher reflectivities and long life. The thin films fabricated by using sputtering techniques are produced mainly in U.S.A. On the other hand, some silver films deposited by using evaporation methods show low adhesion in general, although the reflectivity is no problem. We have studied various PVD methods to obtain thin films with high reflectivity and adhesion on a substrate of polyester, for a couple of years. Silver films manufactured by using evaporation showed the reflectivity of 96.4 % and the adhesion of 12 Kg/cm<sup>2</sup>, while samples manufactured by using sputtering depicted the adhesion as much as 20 Kg/cm<sup>2</sup> that is almost double, although their reflectivity was not much different. X-ray diffraction spectra for the sputtered films demonstrated a preferential growth on (111) plane and the cross-sections of the specimens revealed a dense columnar structure to result in the enhanced adhesion.

### 1. 서 론

현재 일반적으로 가정용 및 산업용으로 보급이 되어있는 조명기구용 반사갓은 주로 백색 페인트로 도장되어 있는 상태이다. 이러한 반사갓의 경우, 우선 표면에 도포한 도료의 성분중 산화티타늄 분말입자가 크기 때문에, 입자와 입자 사이에 수많은 굴곡면이 형성되고 가시광선은 난반사되어 반사율을 감소시키게 된다. 최근에는 반사효과를 향상시키기 위하여 특수 반사박막을 도포한 반사갓이 선을 보이고 있다.

이 반사박막의 경우, 반사율 저하의 주 원인인 난반사를 현저히 감소시킴으로써 1회 반사만으로 빛의 효율을 95% 이상 향상이 가능<sup>1)</sup>할 뿐만 아니라 polyester가 은경박막을 보호하고 있는 형태로 설계되어 있어, 내구성 및 내부식성

이 강하다고 보고되어있다. 이 film의 증추역할을 하는 은층은 물리증착법으로 합성되어 기판 film과의 부착력이 좋고, 또한 치밀한 조직과 광 반사율이 뛰어난 것으로 알려져 있다. 한편, 기판으로 열에 약한 polyester film을 사용하는 까닭에 공정수행 중 열에 의한 변형이 발생하지 않도록 세심한 주의가 필요하므로, 상온에서의 PVD (Physical Vapor Deposition) 방법을 사용하는 것이 적합하다고 판단<sup>2)</sup>된다.

한편 국내에서는 최근에 Al을 증착원으로 하여 evaporation법을 통해 제작된 박막을 이용하여 부착용 roll film 형태로 시판하기 시작하였다. 그러나, Al 반사갓의 경우 약 85%의 반사율을 나타내고 있어 기존의 백색 도장한 반사갓보다는 반사율이 향상이 되었지만 고품질은 아닌 상태이다. 일반적으로 evaporation법으로 제작된 반사박막은 반

사효율은 높더라도 부착력이 약한 문제가 있다.<sup>3)</sup> 그리고 sputtering<sup>(4-11)</sup>법으로 제작된 은경 박막은 주로 미국에서 생산되어지고 있는 것이 우리의 현실이다.

본 논문에서는 기판인 polyester film의 열변형이 적도록, 이러한 이유로, PVD 방법의 일종인 증착법과 sputtering법을 이용하고 증착원으로는 Ag를 사용하여, 95% 이상의 반사율을 나타낼 수 있는 고 품질의 박막을 제조할 수 있는 공정조건과, 또한 그것들이 반사율과 부착력에 미치는 영향을 조사하였다.

## 2. 실험 방법

본 연구에서 main deposition으로 e-beam 증착법과 sputtering법을 이용하여 실험을 하였다. 제작된 시편은 두께 측정, 반사율 측정, 부착력 측정, 그리고 구조적 해석을 위해 XRD, SEM, AFM 분석을 실시하였다. 기판으로는 90~97% 이상의 투과율을 갖는 두께 50 $\mu$ m polyester film (grade : SKC-SH71)을 사용하였고, 증착원으로는 순도 99.99% Ag를 사용하였다. 기판의 오염을 제거하기 위해 10% 아세톤 용액으로 5분간, 다시 에틸 알코올로 5분간 초음파 세척을 하고 DI water를 사용하여 rinsing한 후, 건조기를 사용하여 건조시켰다. 그리고 기판 holder에 고정시킨 다음, N<sub>2</sub>(gas) blowing을 실시하였다.

Evaporation의 경우, 증착물의 순도를 유지하면서 균일한 박막의 제조에 응용되는 진공증착법 중에 고출력의 전자 beam을 이용한 e-beam 증착장비를 사용하였다. 본 연구에서 사용한 시스템은 참고문헌<sup>3)</sup>에 나타내었으므로 여기에 선 생략하기로 한다. 실험을 위한 고출력의 e-beam은 직류를 인가하여 형성한다. 균일한 박막을 얻기 위하여 증착원와 기판사이의 거리는 5~15cm이내에서 조절하여 보조 실험을 한 결과, 증착 결과물의 평활도가 가장 균일하게 나타난 10cm 거리에 고정시켜 본격실험을 수행하였다. 증착시에 기판온도가 증가하면 기판인 polyester film의 열변형 문제가 예상되므로, 실온을 유지하도록 냉각수를 주입한 상태에서 행하였다. 공정압력은 4 $\times 10^{-6}$  Torr로 고정시켰고, 증착원이 e-beam에 의해 용융되도록 전류를 10~40mA 범위내에서 변화시켜 시편박막을 제작하였다.

다음으로, sputtering법의 경우에는 높은 증착율과 양질의 박막 제조에 유리한 RF sputtering 장비를 사용하였다. 본 연구에서 사용한 시스템은 참고문헌<sup>12)</sup>에 나타내었다. 증착공정을 위하여 RF power 발생기와 matching network을 조절하여 RF power를 변화시켰으며, sputter gas (Ar)의 양은 mass flow controller를 써서 조절하였다. target assembly는 영구자석을 사용한 magnetron 형태로 되어있다. 기판에는 직류 bias를 인가할 수 있도록 직류 공급기 (power supply)를 연결하였다.

Sputtering 전에 원하는 진공도를 얻기 위하여 rotary pump로 10<sup>-3</sup> Torr범위까지 pumping한 후 diffusion pump로 pumping하여 1 $\times 10^{-6}$  Torr의 진공도를 얻을 수 있었다. 원하는 진공도를 얻은 후에는 대기 중에 노출되었던 target 표면에 형성된 오염 물질을 제거하기 위하여 기

판에 증착되지 않도록, shutter로 가려준 다음 20분간 pre-sputtering을 행하였다.

균일한 박막을 얻기 위하여 target과 기판사이의 거리는 4~10cm이내에서 조절하여 보조실험을 하고 그 결과를 따라, 시편박막의 평활도가 가장 균일한 5cm에 고정시켜 본격 실험을 행하였다. 증착시에 기판온도가 증가하면 기판인 polyester film의 열변형 문제가 예상되므로, 실온을 유지하도록 냉각수를 주입한 상태에서 행하였다. RF power는 25~100 W로 변화시키며, polyester film의 물리적 특성상 기판의 온도는 실온에서 sputtering을 행하였다. sputtering gas (Ar)의 유속은 5~30sccm으로 변화시켰고, 공정압력을 5~50 mTorr로 변화시켜 실험을 하였다.

박막의 반사율 측정은 SpectroPhotometer를 사용하여 측정하였다. 가시광선 영역인 400~700nm 범위에서 광원은 6500 $^{\circ}$ C 태양표면에서 나오는 빛의 세기 (D65)를 기준으로 하였다. 이때 사용된 기기의 wavelength resolution은 3nm이다.

부착력 측정은 Sebastian pull-test 방법을 이용하여 실시하였다. 인장시 capacity 한계는 100 Kg $\cdot$ force였으며, 인장율은 2.5 Kg/sec의 조건에서 실시하였다. 시편이 polyester상에 증착시킨 상태라 유연성이 크기 때문에 접착력이 강한 epoxy를 사용하여 버팀판 (Back Plate)에 접착을 시킨 다음, stud에 epoxy를 도포하여 시편에 접착을 시킨 후 spring mounting clamp에 걸어둔다. 이 상태로 12시간 동안 유지시켜 굳힌 후 pull test를 실시하였다.

또한 박막의 표면형상과 우선 성장된 결정면 등을 관찰하기 위해 XRD, 주사 전자현미경 (SEM), 그리고 AFM 분석을 실시하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 증착속도 분석결과

Sputtering의 경우에서 공정변수를 RF power, 공정압력, 그리고 Ar 유속, 등의 세가지로 하여 박막을 제작하여 증착속도를 조사하고, 그 결과를 그림 1-3에 각각 정리하였다. 그림 1에서는 RF power가 증가할수록 증착속도가 증가함을 알 수 있었다. RF power를 증가시키면 Ar의 이온화율을 증가시키고, 기판과 target 사이의 전위 차를 높이는 역할을 하여 Ar(+) 이온의 이동속도를 빠르게 하여 증착 속도가 빨라지는 것으로 사료된다.

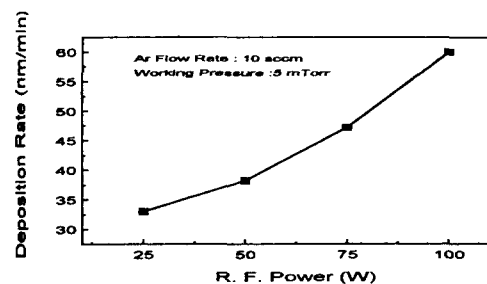


Fig. 1. Deposition Rate of R.F. Magnetron Sputtering as a Function of R.F. Power.

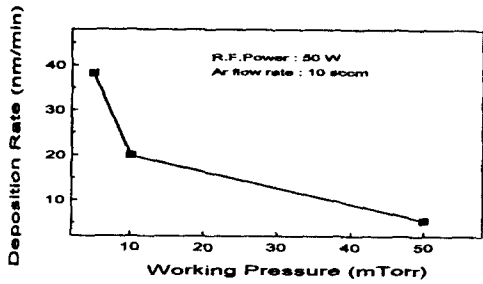


Fig. 2. Deposition Rate of R.F. Magnetron Sputtering as a Function of Working Pressure.

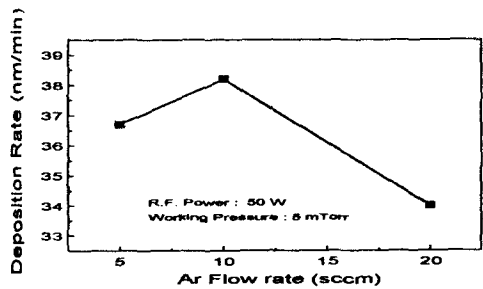


Fig. 3. Deposition Rate of R.F. Magnetron Sputtering as a Function of Ar Flow Rate.

공정압력이 증가할수록 즉, 저 진공일수록 증착속도는 현저히 감소되었음을 그림 2에서 볼 수 있다. 이것은 Ar의 양이 많아지면 Ar(+)의 이온화된 입자가 많아지게 되어 sputtering된 target 물질입자의 밀도가 높아지게 된다. 결국 입자간의 충돌의 빈도가 높아져 입자간의 scattering에 의해 기판에 도달하기 전에 기체상태에서 에너지를 잃어버리게 되어, 증착속도가 현저히 감소하게 된다. Ar 유속을 증가시켰을 경우, 그림 3에서 보이듯이 증착속도에는 큰 차이를 보이고 있지는 않다. 이것은 기본적으로 작업 도중, 진공도가 증착속도에 미치는 영향이 지배적이고, Ar 유속이 미치는 영향은 상대적으로 적다고 사료된다.

3.2. 광 반사율 측정결과

그림 4에 도표로 나타낸 e-beam 증착 실험결과에서와 같이. 전압을 7 KV로 고정시키고 전류를 10mA부터 40mA 까지 변화시켜 각각 조건에 대해 5회의 실험을 행하여 가시광선 영역에서 파장이 가장 긴 700nm로 고정하여 분석해보면, 대부분의 경우 96%이상의 반사율을 보이고 있다. 특히 전류가 30mA 인 경우가 다른 전류 값의 경우들에 비해 0.10~0.15% 정도 높은 균일한 반사율을 보이지만, 전체적으로 큰 차이를 보이고 있지는 않다. 이렇게 반사율이 높은 이유는 증착시 공정압력이 고 진공( $4 \times 10^{-6}$  Torr)이기 때문에, 평균 자유행로가 길어지게 되어 기판에 균일하게 증착되는 것으로 생각된다.

Sputtering법에 의해 제작된 박막의 경우, 반응 gas의 포획으로 인해 물리적 성질을 저하시키기도 한다. 그러나, e-beam 증착의 경우 반응 gas를 사용하지 않을 뿐 아니라, plasma를 형성하기 위해 공정압력을 저 진공으로 유지하지 않아도 되기 때문에 우수한 반사율을 보이게 됨을 확

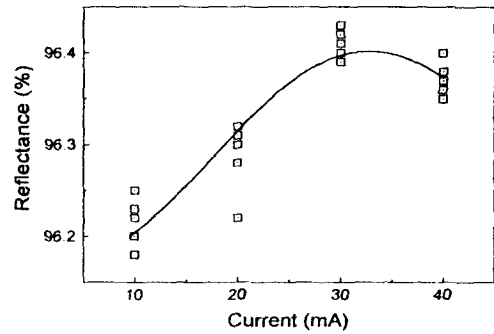


Fig. 4. The Reflectance of Ag Films, Deposited by Using E-Beam Evaporation with Various Current Values (Voltage: 7 KV, Base Pressure:  $2 \times 10^{-6}$  Torr, Working Pressure:  $4 \times 10^{-6}$  Torr, Radiated Wave Length: 700nm). Note that the differences in the reflectance are not much.

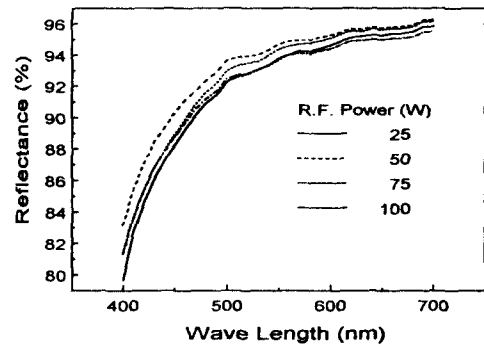


Fig. 5. The Effect of R.F. Power on the Reflectance of Ag Film (Ar Flow Rate: 10 sccm, Working Pressure: 5 mTorr).

인할 수 있다.

다음으로 sputtering 실험을 통해 제작된 시편의 반사율을 살펴보고자 한다. RF power를 25, 50, 75, 100 W로 고정하여 증착하였을 때 각각 조건에 대해 5회의 실험을 행하여 가시광선 영역에서 파장이 가장 긴 700nm에서 고정하여 RF power의 변화에 따른 증착박막의 반사율을 측정하였다. 우선 RF power가 50 W에서 96% 정도로 가장 우수한 반사율을 얻었으며, RF power를 25, 100 W 인가하는 거의 유사한 결과를 나타낸다(그림 5 참조). 각각 조건에 대해 5회씩 실험을 행하여 시편을 제작하고, 가시광선 영역에서 파장이 가장 긴 700nm에 고정하여 분석해보니, RF power 50 W에서 96.3%로 가장 높은 반사율을 나타냈으며 나머지 조건에서도 95% 이상의 높은 반사율을 나타냄을 알 수 있었다. Substrate로 polyester를 사용하기 때문에 일정 범위 이상의 강한 에너지로 충돌하여 증착될 경우, polyester에 손상을 입혀 약간의 반사율 저하의 원인이 된 것으로 추정된다. 그 결과를 그림 6에 도표로 정리했다. 그러나 일반적으로 이렇게 높은 반사율값들은 evaporation 시험결과와 비교하여 손색이 없는 것이다.

공정압력을 5, 10, 50 mTorr로 각각 변화시켜 5회의 실험을 행하여 가시광선 영역에서 파장이 가장 긴 700nm로 고정하여 분석해 본 결과, 비교적 고진공인 5 mTorr에서 실험을 했을 경우 가장 균일하며 96.3%의 높은 반사율

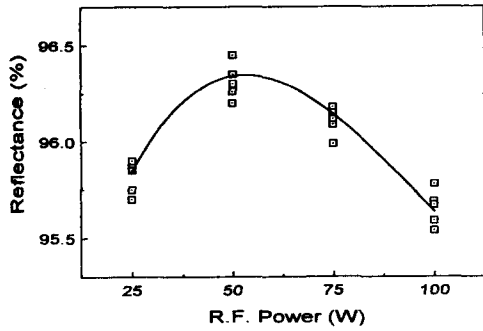


Fig. 6. Reflectances of Ag Films Deposited with Various R.F. Power Values (Ar Flow Rate: 10 sccm, Working Pressure: 5 mTorr, Radiated Wave Length: 700 nm).

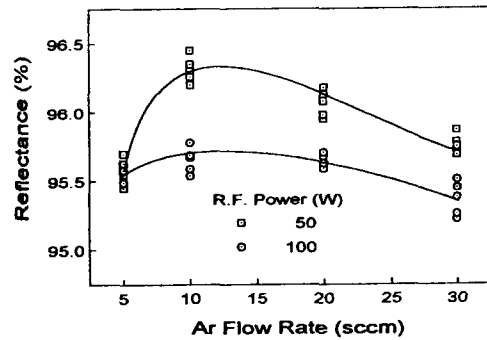


Fig. 9. Reflectances of Ag Films Deposited with Various Ar Flow Rates. (Working Pressure: 5 mTorr, Radiated Wave Length: 700 nm).

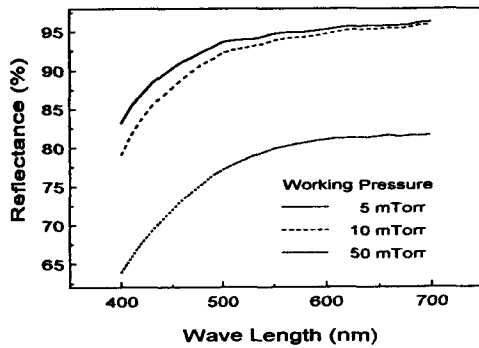


Fig. 7. The Effect of Main Pressure on the Reflectance of Ag Film (R.F. Power: 50 W, Ar Flow Rate: 10 sccm).

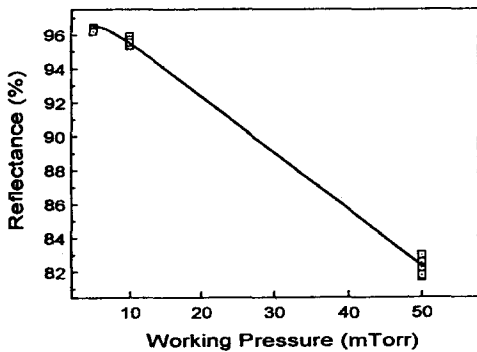


Fig. 8. Reflectances of Ag Films, Deposited with Various Main Pressure Values (R.F. Power: 50 W, Ar Flow Rate: 10 sccm, Radiated Wave Length: 700 nm).

을 얻었다(그림 7 참조). 특히 50 mTorr에서 반사율이 81.68%로 현저히 감소하는데, working pressure의 영향을 그림 8의 도표로 보면 분명해진다. 저진공일수록 Ar 이온의 밀도가 커지고, sputtering된 타겟 입자의 밀도 또한 커지게 되고, 결국 입자간의 scattering에 의해 에너지를 잃게되어 균일한 막질이 형성되지 못하기 때문이라 사료된다.

한편, Ar 유속을 5, 10, 20, 30 sccm으로 변화시키고, 또한 RF power 50 W, 100 W로 변화를 주어 실험한 결과, Ar 10 sccm의 경우가 다른 경우들 보다 다소 우수함을 알 수 있었다. 그리고, 앞에서 관찰한 결과와 같이 RF power 100 W 보다는 50 W 인가할 때 더욱 우수한 반사

율이 얻어지고 있다. RF power 100 W 인가 시는 Ar 유속을 변화에 관계없이 결과시편이 균일한 반사율을 나타냄으로써, RF power가 증가함에 따라 Ar 유속의 영향은 감소함을 알 수 있다. 이러한 경향은 그림 9를 보면 더욱 쉽게 알 수가 있다.

### 3.3. 부착력 측정결과

진공증착 실험을 통해 직류 power를 7 KV로 고정시킨 후, 전류를 각각 10, 20, 30, 40 mA로 변화시켜 실험을 행한 다음 증착층과 기관사이의 부착력을 측정해 보았다. 5회의 실험을 행하여 평균치를 분석해 본 결과 동일한 조건 하에서 단지 전류만을 증가시키에 따라, 그림 10과 같이 부착력이 평균 6 ~ 12 kg/cm<sup>2</sup> 범위에서 일차 선형적으로 단조 증가함을 알 수 있다. 이것은 전류가 증가함에 따라 E-Beam으로부터 나오는 전자의 에너지가 강하기 때문에 증착원이 증기 상에서 그에 비례하는 에너지로 기관에 증착되기 때문이라 생각된다.

Sputtering 실험을 살펴보면, RF power를 25, 50, 75, 100 W로 RF power의 변화에 대해 5회의 실험을 행하여 부착력의 평균치를 분석해 본 결과, RF power를 증가시키에 따라 부착력이 평균 14~20kg/cm<sup>2</sup> 범위에서 단조증가하고 있음을 알 수 있었다. 이것은 에너지가 증가함에 따라 plasma가 강해지고 반응을 촉진시키기 때문이라 생각되어

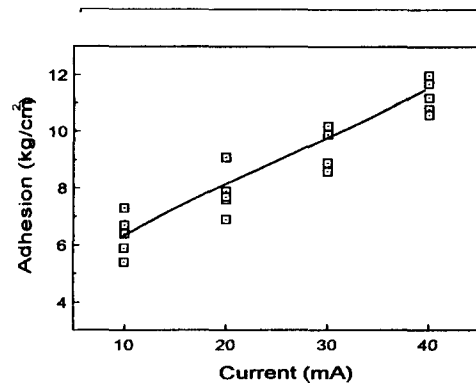


Fig. 10. The Effect of Current on the Adhesion of Ag Films, Deposited by Using E-Beam Evaporation (Voltage: 7 KV, Base Pressure:  $2 \times 10^{-6}$  Torr, Working Pressure:  $4 \times 10^{-6}$  Torr).

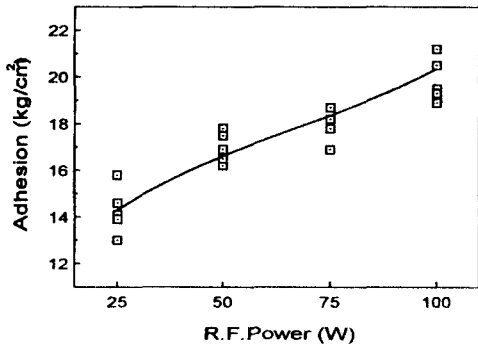


Fig. 11. The Effect of R.F. Power on the Adhesion of Ag Films, Deposited by Using Sputtering. (Ar Flow Rate : 10 sccm, Working Pressure : 5 mTorr).

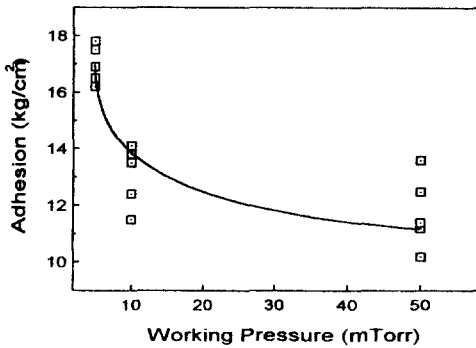


Fig. 12. The Effect of Main Pressure on the Adhesion of Ag Films, Deposited by Using Sputtering (R.F. Power : 50 W, Ar Flow Rate : 10 sccm).

진다. 그 결과를 그림 11로 나타내었는데, 거의 RF power의 증가에 따라 증착 층과 기판사이의 부착력이 거의 일차적으로 증가함을 알 수 있다.

또한 앞에서 살펴본 e-beam 증착실험 결과와 비교하여 보면 약 2배 정도로 부착력이 더 강한 것을 알 수 있다. 이것으로 단순히 substrate에 증착원이 응축에 의해 박막이 형성되는 진공증착법보다는 plasma 분위기에서 가속된 타겟에 의해 증착이 이루어지는 sputtering법이 더 강한 에너지를 가지고 모재에 증착됨을 확인할 수 있었다.

공정압력을 5, 10, 50 mTorr로 각각 변화시켜 실험을 행한 후, 부착력을 측정해 본 결과를 그림 12에 도표로 나타내었다. 각각 5회의 실험을 행하여 평균치를 분석해 본 결과 5 mTorr의 진공도에서는 평균 17kg/cm<sup>2</sup>의 부착력을 나타내었으나, 50 mTorr의 진공도에서는 부착력이 평균 11kg/cm<sup>2</sup>로 측정이 되었다. 이러한 결과로 진공도가 좋아질수록 즉 고진공에서 공정을 행할수록 부착력이 증가함을 알 수 있다. 이것은 앞에서 살펴본 바와 같이 타겟 물질의 평균 자유 행로가 길어지게 되고, sputtering된 타겟 입자의 밀도가 높아져 입자간의 충돌에 의해 증착되기 전에 에너지 손실의 발생과 반응gas나 불순물에 의한 오염이 적기 때문이라 사료된다.

Ar 유속을 5, 10, 20 sccm로 변화시키고, RF power는 50 W, 100 W로 각각 고정하여 5회의 실험을 행하여 실험

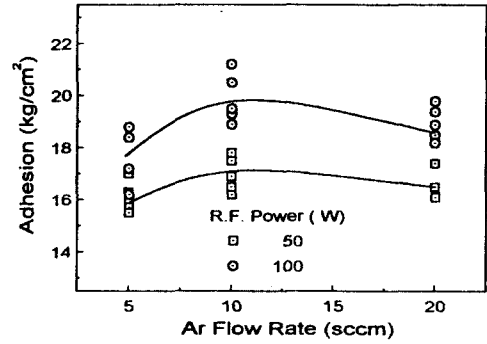


Fig. 13. The Effect of Ar Flow Rate on the Adhesion of Ag Films, Deposited with a Working Pressure of 5 mTorr.

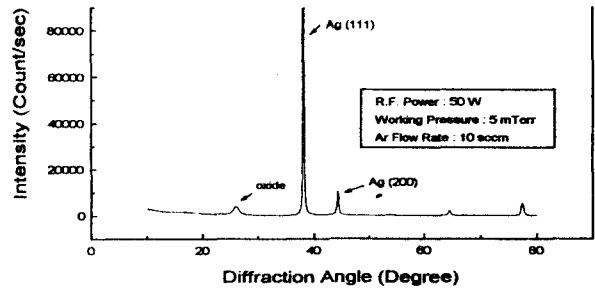


Fig. 14. A Typical X-ray Diffraction Spectrum of Ag Film Deposited by Using an RF Sputtering.

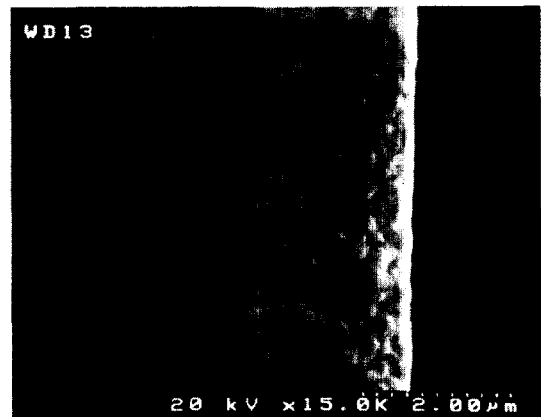
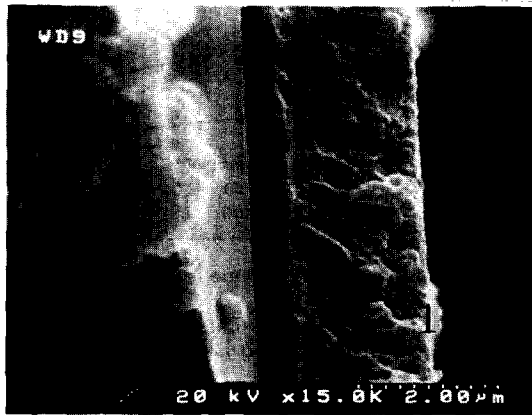


Fig. 15. A Typical SEM Micrograph of Ag Films, Deposited by Using Sputtering on Polyester Substrate. (R.F. Power : 50 W, Ar Flow Rate : 10 sccm, Working Pressure : 5mTorr).

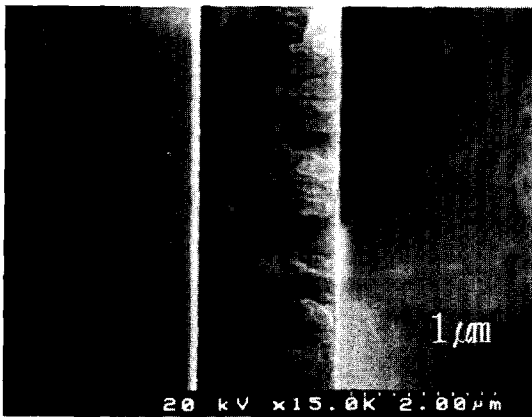
한 후 평균치를 분석해 보았다. Ar 유속 10 sccm의 경우가 RF power 50 W 인가 시 평균 17 Kg/cm<sup>2</sup>, RF power 100 W 인가 시 20 Kg/cm<sup>2</sup>로 부착력이 우수하였다. 이것을 그림 13에 정리했으며, 위의 결과로 앞에서 살펴본 다른 공정조건들이 미치는 영향력보다는 적지만, 공정 중에 일정량의 유속을 갖는 범위가 있는 것으로 사료되며, 본 실험장치와 공정조건에서는 Ar 유속 10 sccm의 경우가 최적의 공정조건임을 알았다.

3.4. 미세구조 분석결과

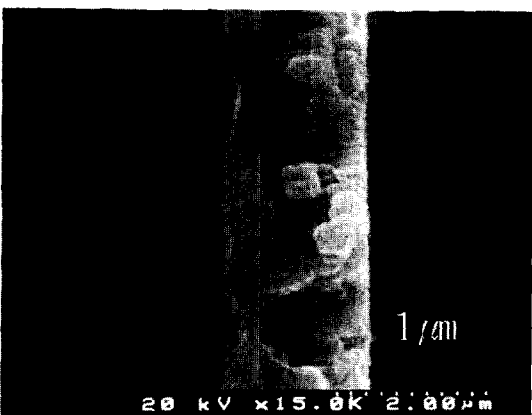
Sputter 시편의 X-선 회절 분석 결과, 전체적으로 (111) 면, (200) 면으로 결정성장됨을 알 수 있으며,



(a)



(b)

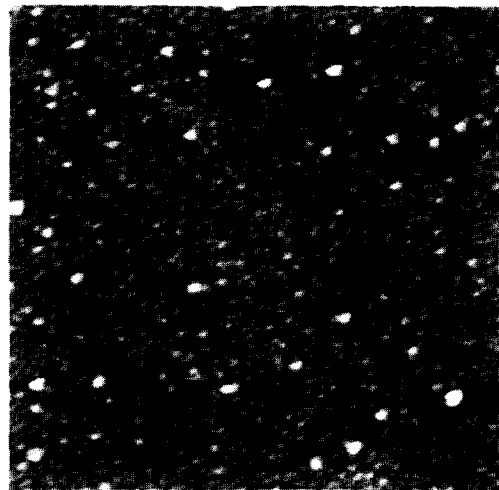


(c)

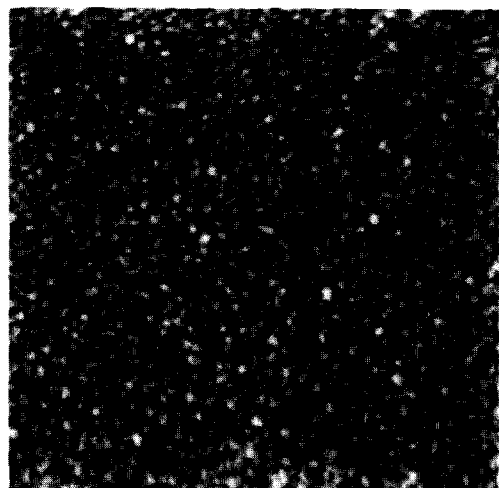
Fig. 16. Typical SEM Micrographs of Ag Films Deposited on the Glass Substrate, by Using (a) Evaporation (D.C. Power : 7 KV, Current : 30 mA), (b) Sputtering (R.F. Power : 50 W), and (c) Sputtering (R.F. Power : 100 W).



(a)



(b)



(c)

Fig. 17. Typical AFM Surface Morphologies of Ag Films Deposited on the Polyester Substrate, by Using (a) Evaporation (D.C. Power : 7 KV, Current : 30 mA), (b) Sputtering (R.F. Power : 50 W), and (c) Sputtering (R.F. Power : 100 W).

<111> 방향이 우선 성장방위를 알았다. 이것은 evaporation 시험결과에서 우선성장 방위가 <100> 방향<sup>3)</sup>인 것과는 다른 결과이므로 흥미롭다. 여기서 Ag의 용점이 962°C로 비교적 낮아 원자들의 이동도가 크기 때문에 열처리를 하지 않았지만 상온에서도 결정화가 일어나는 것을 확인했다. 전체적으로 일정한 결정성장 방위를 나타내고 있음을 그림 14에 정리한 대표적인 XRD 결과로 확인할 수 있다. 시편간에 보이는 약간의 intensity의 차이는 두께의 차에 의한 것으로 사료된다.

다음으로 SEM을 통해 과단면을 살펴보면, sputter deposition의 시편에서 기판에 가까운 부분은 작은 알갱이 모양으로 성장하다가 점점 cone의 형태의 column들이 기판에 대해 수직인 방향으로 조금 길게 성장한 형태를 보이고 있다(그림 15 참조). 그림 16은 cross-section을 명확하게 관찰하기 위한 시편으로, polyester film에 직접 증착하여 준비할 때의 어려움때문에, 대신 기판을 glass로 하여 증착을 하고 그 박막을 사용하여 조사한 결과의 단면사진이다. 우선 그림 16(a)는 e-beam 증착에 의해 제작된 시편으로, 박막이 성장했다기 보다는 응축된 형상을 하고 있다. 그림 16(b) 및 (c)는 RF sputtering법에 의해 제작한 시편으로, RF power가 증가할 때 column들의 두께가 굵어지지만, column과 column들 사이의 치밀도가 떨어지는 것을 알 수 있다. 여기서 column들의 두께가 가늘고, 밀도가 좋다는 것은 표면에서 빈 공간이 없도록 치밀하게 증착이 되어 있다는 것으로, 결과적으로 반사율을 향상시키는 것을 확인할 수 있었다.

그림 17은 polyester film에 증착한 Ag층을 AFM으로 관찰한 표면사진으로, 앞에서 살펴본 것과 같이 표면사진에서도 에너지가 커질수록 입도가 커지는 양상을 보이고 있다. 이것은 초기 핵 생성 입자가 커지고, column들도 두껍게 성장하기 때문에 계면에서 반사효율을 감소시키는 것으로 사료된다. 특이한 점은 진공증착의 경우, 표면사진에서는 sputtering법에 의해 제작된 박막보다는 표면이 상당히 거칠게 나타나 보인다는 것이다. 이러한 겉보기 표면상태는 실험 데이터와 항상 일치되는 것은 아니며, 특히 계기를 사용하여 측정된 반사율 값은 모두 상당히 높기 때문에 큰 차이는 없는 것으로 나타났다.

#### 4. 결 론

E-beam 증착은 최대 96.4%의 반사율을 보이지만 부착력은 12Kg/cm<sup>2</sup> 정도로, sputtering의 경우의 20 Kg/cm<sup>2</sup>보다 현저히 떨어짐을 확인하였다. 전체적으로 진공도가 좋을수록 즉, 고진공에서의 공정이 반사율과 부착력이 우수하였다. 이것은 고진공일수록 증착입자가 방해될 더 받으면서 증착이 가능하기 때문이다.

Sputtering 증착 공정조건을 RF power : 50 W, working pressure : 5 mTorr, Ar flow rate : 410 sccm으로 하여 박막시편을 제작하였을 경우가 최대 96.3%의 반사율(조사과장 : 700nm)을 보여, 이것이 가장 최적의 조건임을 알 수 있었다.

증착속도는 동일한 공정조건하에서 RF power를 증가시키며 따라 즉 인가하는 에너지가 커질수록 단조증가하는 경향을 보였다. 또한 진공도가 작아질수록 증착속도는 단조감소함을 알 수 있었다. 이것은 진공도가 좋을수록 증착시 방해될 적게 받으면서 증착되기 때문이라 사료된다. Ar 유속을 변화시켜 보았더니, 10 sccm까지는 증가하지만 그 이상의 유속에서는 감소하는 경향을 보였다.

반사율은 RF power 50 W에서 96.3%로 가장 우수하였으며, 오히려 인가압력이 증가할수록 감소하는 경향을 나타내는데, 이것은 에너지가 증가할수록 강한 에너지로 충돌하여 기판인 polyester film에 손상을 주기 때문이라 사료된다. 진공도가 고진공으로 갈수록 반사율은 증가하는데, 이것은 sputtering된 입자간의 충돌이 적어지고, Ar이온의 밀도도 작아지기 때문이라 추정된다. Ar 유속의 변화를 통해서 큰 차이는 없지만 일정한 조건 즉 본 실험에서는 10sccm의 유속에서 우수한 반사율을 보이고 있다. RF power가 증가할수록 강한 에너지로 증착되므로 부착력은 증가함을 알 수 있었다. 공정압력은 고진공일수록 평균자유행로가 길어져 입자간의 충돌이 적어지기 때문에 증가하는 경향을 나타낸다.

X-선 회절 분석 결과 evaporation의 경우에는 (100)면이, sputtering의 경우에는 (111)면이 우선 성장방위를 나타내며, Ag의 용점이 962°C로 비교적 낮아 원자들의 이동도가 크므로 상온에서도 결정화가 일어나는 것으로 사료된다. 구조적으로 columnar 구조로 성장함을 통하여 그 cross-section을 관찰한 결과로 부터 알 수 있었으며, RF power가 증가할수록 column들의 두께가 굵어지지만, column과 column들 사이의 밀도가 떨어지는 것으로 보아 결과적으로 부착력과 반사율에 상관관계를 갖고 영향을 미치는 것으로 나타났다.

#### 참 고 문 헌

1. CPF, "Sterling Silver Reflector," Engineering Manual. (사적 자료)
2. 리 의재, "각종 전자부품에 사용되는 금속박막 제조기술의 국내 상황에 관한 연구," 한국생산기술연구원, (1992).
3. 황 태수와 리 의재, "Polyester 상에서 E-Beam 증착법으로 합성한 은경박막의 물성," 생산기술 9월호, 한국생산기술연구원, (1998)
4. Brian Champman, "Glow Discharge Process," John Wiley & Sons, NewYork, (1980), p. 178.
5. J.A. Thorton & J.E. Greene, Handbook of Deposition Technologies for films and Coatings (2nd Ed.), Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, U.S. A., (1993).
6. Brian Champman, "Glow Discharge Process," John Wiley & Sons, NewYork, (1980), p. 52.
7. S. Ismat Shah, Handbook of Thin film Process Technology, IOP Publications, Bristol, UK, (1995).

8. Kiyotaka Wasa & Shigeru Hayakawa, "Handbook of Sputter Deposition Technology; Principles, Technology and Applications," Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, U.S.A., (1992), p. 23.
9. J.A. Thorton, SAE Transactions, **82**, (1974), p. 1787.
10. John L. Vossen & Werner Kern, "Thin film Processes," Academic Press Inc., NewYork, U.S.A. (1978), p. 164.
11. Kaufman, H.R., J. Vac. Sci. Tech., **15**, (1978), p. 272.
12. 리 의재, 중소기업 생산기술개발 지원사업 연구보고서, 한국생산기술연구원, 1997. 11.