

논문 21-10-14

Ti/Au 이중층을 이용한 초전도 상전이 센서 제작

Fabrication of Superconducting Transition Edge Sensors based on Ti/Au Bilayer Formation

이영화¹, 김용함^{1,a)}

(Young Hwa Lee¹ and Yong-Hamb Kim^{1,a)})

Abstract

We report on the development of transition edge sensors for x-ray detection. The sensor technology was based on the fabrication of a superconducting film on a thin membrane. A bilayer of a superconductor, Ti, and a noble metal, Au, was e-beam evaporated on a micromachined SiNx. Another Au layer was evaporated on the two side edges of the bilayer in order not to be affected by structural imperfections at the boundaries. With the method described in the present report, the superconducting transition temperature of the device was consistently achieved to near 80 mK with a sharp transition. The energy spectrum measured with the device provided 37 eV FWHM for 5.9 x-rays. We also discuss the design and fabrication considerations as well as the performance of the device in detail.

Key Words : Transition edge sensor (TES), X-ray detection, Superconductor

1. 서 론

초전도체의 상전이 특성을 이용한 x-선 감지기(Transition Edge Sensor: TES)는 Si 기반 반도체 검출기에 비해 높은 에너지 분해능과, 검증되고 구별된 다양한 응용성을 갖는다[1]. 특히, 에너지 스펙트럼의 정밀 분석, 미소물질의 검출 등, 정밀 측정 분야 및 천체물리분야에서도 차세대 x-선 검출기로서의 역할이 기대되고 있다. 기본적으로 TES는 초전도체의 상전이 온도 영역, 즉, 저항이 0(zero)에서 일반금속의 저항 값으로 급격히 증·감하는 영역에서 동작하며, 입사 x-선 흡수에 따른 급격한 온도 변화를 감지하고 그 에너지를 결정하게 된다. 이러한 형태의 검출기는 대개 1 K 이하의 극저온 환경에서 동작하며, 초전도성 및 낮은 열잡음 등의 장점으로 인해 검출에너지의 높은 분

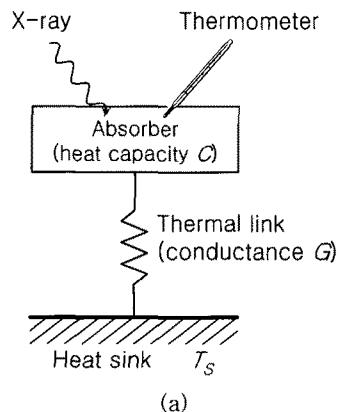
해능을 얻을 수 있다[2,3]. 현재 세계 유수의 연구 그룹들이 TES의 검출 성능의 극대화 및 실용화를 위한 경쟁이며 국내에서는 관련 연구가 미약한 실정이다[4-7]. 본 논문에서는 한국표준과학연구원에서 현재 개발 중인 초전도/금속 이중층 TES 소자의 제작 방법 및 x-선 검출 결과와 그 가능성을 검토하고 한다.

X-선 검출기는 크게 x-선을 흡수하는 흡수체 부분, 열로 변환된 에너지를 측정하는 측정 부분, 그리고 외부와의 열적 연결부 등 세부분으로 크게 나뉜다(그림 1(a)). 평형상태에서 입사된 x-선의 에너지는 흡수체의 온도증가 ΔT 를 유도하고 이를 단순히 측정해 내는 원리이다. 이때 ΔT 는 입사에너지 E 와 열용량 C 의 식 E/C 로 단순히 나타낼 수 있으며 시정수 C/G (G : 열전도도)를 갖게 된다.

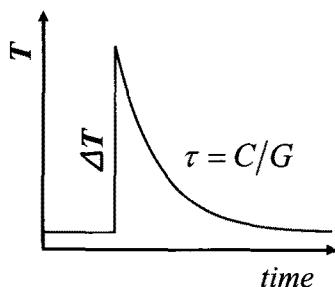
실제적으로 TES는 박막의 불균일성, 상전이의 비선형성, 그리고 제한된 동작 범위로 인해 많은 제한을 받는다. 따라서 전기적-열적 피드백(electro-thermal feedback) 기술을 적용하여 안정된 온도의 평형과, 측정의 선형성 및 동작 범위를 증대 시킨다(그림 1(b)). 박막의 온도는 줄(Joule) 가열(P)과

1. 한국표준과학연구원 나노소자연구단
(대전시 유성구 도룡동 1)

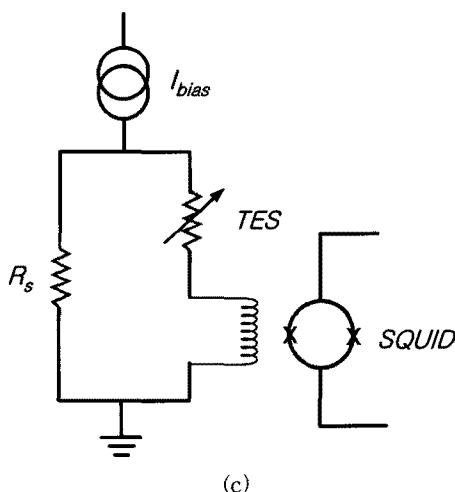
a. Corresponding Author : yhkim@kriis.re.kr
접수일자 : 2008. 2. 15
1차 심사 : 2008. 8. 28
심사완료 : 2008. 9. 22



(a)



(b)



(c)

그림 1. (a) 열량계의 개념도, (b) x-선 흡수에 따른 온도 변화, (c) 전압인가 방식이 적용된 TES 회로도.

Fig. 1. (a) Schematic diagram of calorimetric detection, (b) typical temperature change caused by absorption of an x-ray and (c) TES measurement circuit with a voltage bias.

기판으로의 열손실(G)로 결정된다. TES 박막에 일정한 출열이 가해지면 초전도 박막의 온도가 올라가고, 일정온도가 유지되는 열적 평형 상태에서는 가해준 출열이 기판으로의 열손실 값과 일치한다. 전기적-열적 피드백에서는 전압인가를 시킴으로써 열적 평형 상태를 유지시킨다. X-선 흡수 등의 외부 영향에 의해 소자(TES)의 온도가 증가하면 TES 박막의 저항도 증가하여 이에 따른 출열은 감소하게 되므로 다시 평형 온도가 유지되는 원리이다[8]. 이때 외부로부터 흡수된 에너지에 따라 출열이 변화하므로 소자에 흐르는 전류 변화를 측정하면 흡수 에너지의 단순 계산이 가능하다.

$$E = \int \Delta P_{joule} dt = V_0 \int \Delta I dt \quad (1)$$

또한, 작은 값의 저항에 흐르는 작은 양의 전류 변화를 측정하므로 초전도양자간섭소자(SQUID) 사용이 유용하다[9]. 극저온용 저잡음 dc-SQUID의 input coil을 그림 1(c)와 같이 초전도 접합을 이용하여 연결하고, 전압인가 시켜 x-선 흡수에 따른 전류변화를 측정한다.

2. 실험 방법

2.1 소자의 제작

그림 2는 본 연구원에서 개발된 TES의 개요도이다. 센서부는 $400 \times 400 \mu\text{m}^2$ 의 크기로 Ti/Au 이중층 초전도 박막을 형성시켰고, 열확산 및 기판으로의 열전달을 최소화하기 위하여 후면을 비동방식각 시킨 약 500 nm 두께의 SiN_x 막 위에 위치시켰다.

그림 3은 TES 소자 제작공정을 나타낸다. 초전도 특성 및 소재의 접근성을 고려하여 TES 감지부는 Ti/Au 박막을 이용하였다. 우선 직경 4인치 SiN_x ($500 \mu\text{m}$) 웨이퍼를 사용하였고, TES 센서부, 즉 Ti/Au 이중층은 전자선 증발(e-beam evaporation) 증착 후 lift-off 법으로 형성하였다. 또한 TES 박막 가장자리를 둘러싸고 하였다[10]. 이후 소자와 외부의 전기적 연결을 위해 Ti/Au 초전도 박막 전극을 형성 하였고, TES 중심부에 x-선 흡수체로서 1 μm 두께의 Au를 증착하였다. 마지막으로는 센서부에서 기판을 통한 직접적 열전달을 배제하기 위하여 센서 후면부 Si기판 영역을 마이크로머시닝[11]

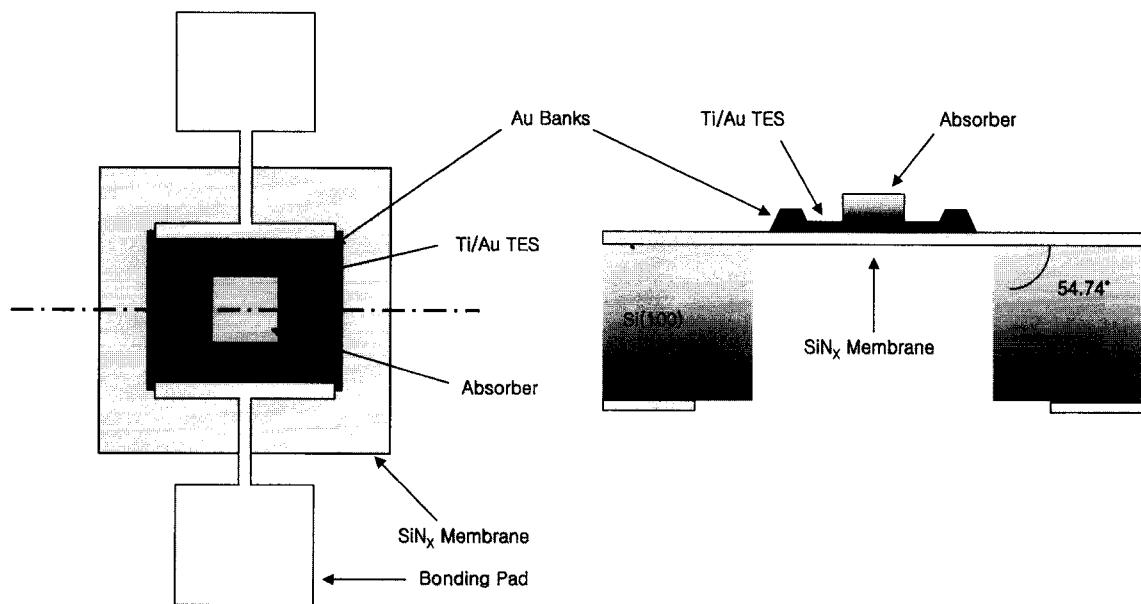


그림 2. X-선 검출용 Ti/Au 이중층 TES 소자 개요도.

Fig. 2. Top and cross-sectional view of a completed TES device for x-ray detection.

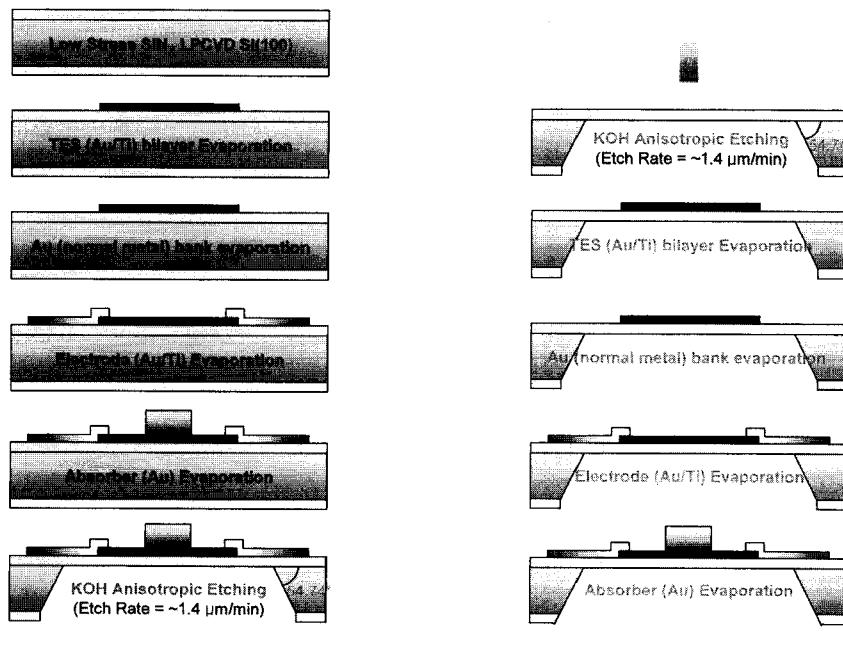


그림 3. 소자제작공정.

Fig. 3. Detailed fabrication process.

기술을 이용하여 비등방 식각시켰다(공정 1). 그러나 이와 같은 방법, 즉, 공정 1에 따르면 후면 식각 시 약 80 °C의 용액(KOH)에 수 시간 접촉하므로 공정 온도에 의해 Ti와 Au 간 내부 확산을 촉진 시킬 수 있다. 따라서 금속간 불필요 내부 확산을 최소화하기 위한 또 다른 공정을 개발하였고, 이를 공정 2로 명명하였다. 공정 2는 먼저 후면비등방 식각을 시행하고, 이후 공정 1과 동일하게 모든 금속 공정을 수행하는 방식이다. 그럼 4는 본원에서 개발된 소자의 전면 및 후면 현미경 사진이며, 소자의 주요 설계 규격은 표 1과 같다.

표 1. TES 소자의 주요 설계 규격.

Table 1. Design specifications.

TES bilayer	Ti/Au (20 nm/100 nm)	200×200 μm^2	E-beam evaporation
Absorber	Au (1 μm)	160×160 μm^2	& Lift-off
Membrane	SiNx (500 nm)	750×750 μm^2	LPCVD

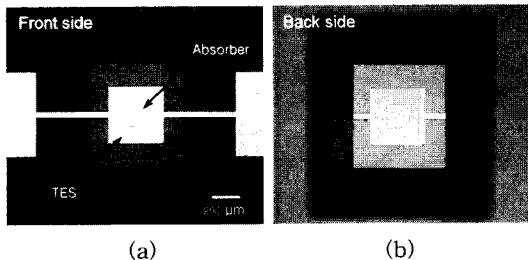


그림 4. 제작된 소자의 현미경 사진 (a) 전면부, (b) 후면부.

Fig. 4. Microscopic images of a TES (a) front side and (b) back side.

2.2 특성평가

기본적으로 초전도/금속 이중층 박막은 균접효과로 인하여 단일 초전도체와 달리 상전이 온도의 조절이 가능하며, x-선의 보다 효과적인 측정을 위해서는 안정된 전이 온도점 T_c 과, 좁은 전이 온도 폭 ΔT_c 를 가져야 한다. 본 실험에서 TES 센서부에 사용된 Ti/Au 이중층 박막의 경우 두께비의 조절로써 다양한 상전이 값을 얻을 수 있었다. 근사적으로 Ti/Au 두께 비율이 커질수록 상전이 온도는 높아진다. 그림 5에 Ti/Au 박막의 두께비율에 따른 상전이 온도의 변화를 나타내었다. 이중층의 상전이 값은 Usadel 이론을 기반으로 정형화된 공식

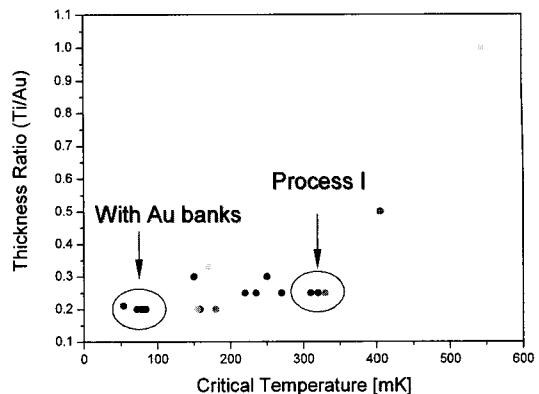


그림 5. Ti/Au 이중층의 두께 비율에 따른 전이 온도의 변화.

Fig. 5. Critical temperatures vs. thickness ratio of Ti and Au. Circles indicate different groups of measurements with and without banks.

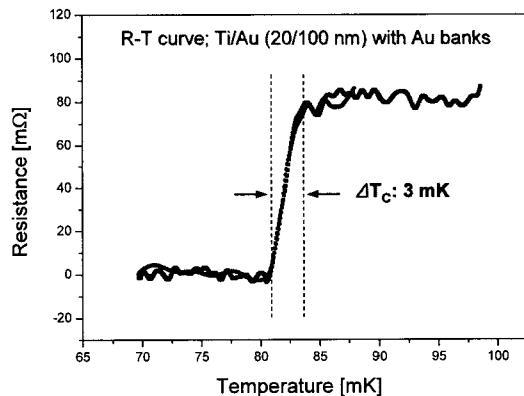


그림 6. 공정 2를 사용한 Au bank형 Ti/Au (20 nm/100 nm) 소자의 온도-저항 특성.

Fig. 6. An R-T characteristic of Ti/Au (20 nm/100 nm) fabricated with process II.

으로 나타내기도 한다[12]. 그러나 실제적으로 이 중층의 상전이 특성은 예측이 어려운, 공정에 의존하는 실험값이다.

공정 2 및 TES 주변부 Au bank 공정을 동시에 적용한 경우, Ti/Au 0.2 비율의 소자에서 약 80 mK 대의 안정된 T_c 를 보이며 이때의 ΔT_c 는 약 3 mK으로서, 본 실험에서의 주 소자로 사용하고 그 값을 측정하였다. 그림 6에 본 소자의 온도-저

항 특성을 나타내었다. 소자의 온도를 84 mK 이 하로 냉각시키면 저항 값은 약 $80\text{ m}\Omega$ 에서 0(zero)값으로 급격히 내려가는 초전도 현상을 보이며, 온도를 증가시킬 때 다시 약 $80\text{ m}\Omega$ 으로 복귀하는 동일한 형태의 주기성을 보인다. 이와 같은 극저온 거동의 재현성은 안정된 검출기 특성을 얻기 위한 필수적 요소이다.

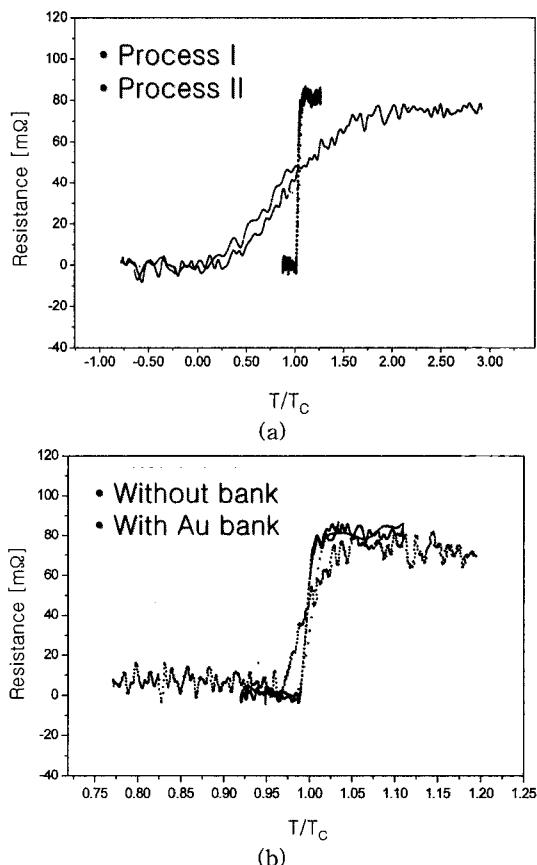


그림 7. (a) 공정 1, 2에 따른, (b) bank 구조의 유무에 따른 소자의 온도-저항 특성.

Fig. 7. Comparison of R-T curves made with different methods (a) using process I, II and (b) with bank structures.

그림 7(a)은 공정 1 및 공정 2의 비교를 위해 공정별 소자의 온도-저항 특성이다. 공정 2, 즉, 선-후면식각의 경우 확연히 상전이 폭이 감소됨을 알 수 있다. 즉, 후면식각 시 약 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 의 식각액에 약 7시간 이상 노출된 TES 이중층은 박막 계면간

Ti 확산에 의해 센서의 초전도 성능 저하가 유발된다[3]. 또한, TES 박막 가장자리의 구조적 불균일에 의한 초전도 특성 저하와 TES 주변을 Au bank로 감싼 구조의 감소된 가장자리 효과를 그림 7(b)에서 비교하였다. Au bank를 갖는 구조의 경우 확연히 줄어든 상전이 폭과 안정적 상전이 온도값을 보인다. 따라서 보다 나은 x-선 검출 효율을 위하여 이후의 실험에서는 본 구조의 TES 소자를 적용하도록 하였다.

참고적으로 Au 흡수층 유무에 따른 소자의 극저온 거동을 살펴보았다. 그림 8은 Au 흡수층을 형성하지 않았을 때의 온도-저항 곡선이다. 상전이 온도는 약 58.5 mK 에서 형성되었고, 상전이 폭은 약 0.5 mK 의 우수한 값을 보인다. 이는 $1\text{ }\mu\text{m}$ 이상의 Au 흡수층 중착 공정시 발생되는 지속적인 열원이 TES 박막, 즉, 내부 Ti/Au 계면간 확산에 미치는 영향이 배제되므로 보이는 결과로 추정된다.

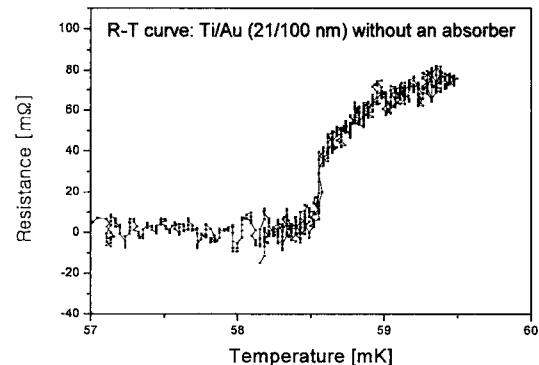


그림 8. 흡수층을 형성하지 않은 소자의 온도-저항 특성.

Fig. 8. A typical R-T curve of a TES without an absorber.

3. X-선 스펙트럼 결과

그림 9는 앞에서 기술한 공정 2와 Au bank를 이용한 TES 소자의 x-선 스펙트럼 측정 결과이다. 선원으로는 ^{55}Fe 의 방사능 x-선을 사용하였다. 전용 샘플홀더를 단열자기냉동고(Adiabatic Demagnetization Refrigerator, ADR)에 부착하여 극저온을 만들고 dc-SQUID를 이용 소자에 흐르는 전류변화를 측정하였다. 기관의 온도(T_s)는 TES의 T_c 보다 낮게 유지하고 전압인가 방식으로 전류를 보내어 소자

의 온도를 T_c 에 맞추면 전기적-열적 피드백 현상으로 안정된 동작상태에 있게 된다. X-선 한 개가 1 μm 두께의 Au 흡수체에 흡수되면 전기적-열적 피드백 현상으로 인한 전류변화 웨尔斯를 연결된 dc-SQUID로 측정하였다. 그림 9는 약 2000개의 x-선에 대한 신호크기 분포이다.

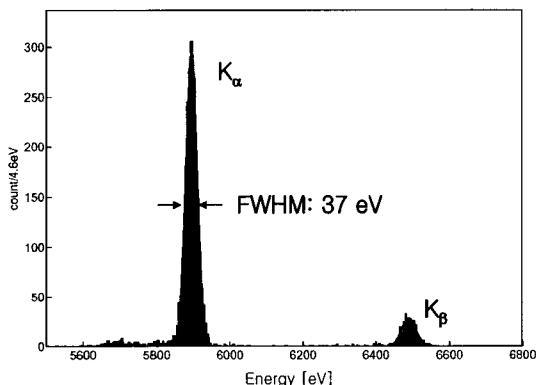


그림 9. 공정 2 및 Au bank 구조의 x-선 스펙트럼 결과.

Fig. 9. Measured x-ray spectrum using a TES with Au bank structures after process II.

측정한 에너지 스펙트럼은 5.9 keV의 x-선에 대해 약 37 eV FWHM (Full Width at Half Maximum)의 분해능을 보이며, 이는 현재 국내 발표된 x-선 에너지 분산검출(Energy Dispersive Spectrometer, EDS) 분야에서는 최고의 값이다. 또한, Si(Li)기반 EDS 와는 현격하게 향상된 에너지 분해능을 보인다. 결론적으로 Au bank 구조를 갖는 TES 소자는 높은 분해능과 안정된 상전이 온도-저항 특성을 보이며, 차후 개발될 TES 소자의 기본 자료로써 충분한 가능성을 제시하였다.

4. 결 론

본 논문에서는 x-선 검출기를 개발하였고, 그 특성을 조사하였다. 개발된 검출기는 Ti/Au 이중층을 센서부로 하여 극저온에서의 초전도 상전이 특성을 이용하였다. Ti/Au 이중층은 그 두께비로서 상전이 온도를 조절할 수 있으며, 현재 100 mK 이하의 동작점을 추구하고 있다. 또한 TES 가장자리에 Au bank 구조를 추가하고, 선-후면 비등방

식각 공정을 택해 후면 식각시 KOH 용액 가열에 의한 Ti의 금속간 내부화산을 방지하였다.

선택된 소자를 SQUID 시스템을 이용하여 측정한 결과, 현재 약 80 mK 대의 전이온도, 즉, 동작 범위에서 5.9 keV의 x-선에 대하여 약 37 eV의 분해능(FWHM)을 보이고 있으며, 본 TES 소자의 x-선 검출기로서의 직접적 응용을 위해서는 좀더 높은 분해능이 필요한 실정이다. 현재 분해능을 높일 수 있는 방법은 크게 다음의 몇 가지로 요약할 수 있다. 먼저 현재 SQUID 측정 시스템을 최적화하는 방법이다. 여기에는 TES 전용의 신호대 잡음비가 우수한 SQUID 소자를 적용 또는 개발하는 것과 각 측정 TES 소자에 대응한 내부 병렬저항의 최적화를 포함한다. 또 하나는 소자 자체의 성능향상이다. TES 소자에 있어서 특성, 급격한 초전도 상전이 거동은 분해능 향상에 필수적이다. 본 Ti/Au 이중층 초전도 박막의 경우에는 Ti의 내부화산이 문제가 된다. 따라서 Ti의 열화산을 최소화하기 위하여 선-후면식각법과 함께 Au 흡수층 형성시 전기도금법 또는 스퍼터링 법을 적용하여 공정시간을 최소화할 예정이다.

결론적으로, TES 제작 공정 및 측정조건의 최적화 등 추가연구를 통해 더욱 정밀하고 신뢰도 있는 소자를 개발하고, 다중배열 형태의 x-선 검출 실용기로서 TES의 적용과 검출 능력 확대를 기대한다.

참 고 문 헌

- [1] K. Tanaka, T. Morooka, K. Chinone, M. Ukibe, F. Hirayama, M. Ohkubo, and M. Koyanagi, "Strong, easy-to-manufacture, transition edge x-ray sensor", Appl. Phys. Lett., Vol. 77, No. 25, p. 4196, 2000.
- [2] H. Kudo et al., "High sensitive x-ray microcalorimeter using Bi-Au microabsorber for imaging applications", Jap. J. Appl. Phys., Vol. 43, No. 3, p. 1190, 2004.
- [3] R. Fujimoto et al., "Development of X-ray microcalorimeters for future Japanese astronomy missions", RIKEN Review, No. 47, p. 30, 2002.
- [4] K. D. Irwin, G. C. Hilton, D. A. Wollman, and J. M. Martinis, "X-ray detection using a superconducting transition-edge sensor microcalorimeter with electrothermal feedback", Appl. Phys. Lett., Vol. 69, p. 1945, 1996.

- [5] <http://constellation.gsfc.nasa.gov>
- [6] M. Nahum and J. M. Martinis, "Hot electron microcalorimeters as high-resolution x-ray detectors", *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 66, No. 23, p. 3203, 1995.
- [7] M. P. Bruijn et al., "Development of an array of transition edge sensors for application in x-ray astronomy", *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A*, Vol. 520, p. 443, 2004.
- [8] K. D. Irwin, "An application of electrothermal feedback for high resolution cryogenic particle detection", *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 66, No. 15, p. 1998, 1995.
- [9] 김상재, "초전도 SQUID 자기센서의 응용", *전기전자재료*, 14권, 5호, p. 33, 2001.
- [10] G. C. Hilton, J. M. Martinis, K. D. Irwin, N. F. Bergren, D. A. Wollman, M. E. Huber, S. Deiker, and S. W. Nam, "Microfabricated transition-edge x-ray detectors", *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, Vol. 11, p. 739, 2001.
- [11] 박홍우, 주병권, 박윤권, 박정호, 김철주, 염상섭, 서상희, 오명환, "결정의 존성 식각/기판접합을 이용한 MEMS용 구조물의 제작", *전기전자재료학회논문지*, 11권, 10호, p. 815, 1998.
- [12] J. M. Martinis, G. C. Hilton, K. D. Irwin, and D. A. Wollman, "Calculation of T_c in a normal-superconductor bilayer using the microscopic-based Usadel theory", *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A*, Vol. 444, p. 23, 2000.