

# C/W 다층박막 거울의 탄소층 특성 Property of Carbon Layer for C/W Multilayer Mirror

박병훈, 조형욱, 오선주, 윤권하\*, 천권수

대구가톨릭대학교 방사선학과, 전북테크노파크 방사선영상기술센터\*

## Property of Carbon Layer for C/W Multilayer Mirror

Byoung Hun Park, Hyung Wouk Choi, Sunju Oh, Kwon-Ha Yoon\*, Kwon Su Chon

Department of Radiological Science, Catholic University of Daegu, Center for Radiation Image Technology, Jeonbuk Technopark\*

### 요 약

고 에너지 X선을 이용하는 응용에서 다층박막 거울은 매우 유용하다. 고 에너지 X선은 매우 짧은 다층박막 두께를 요구한다. 두께주기가 수 나노미터로 매우 짧기 때문에 다층박막을 형성하는 층들은 서로 계면 거칠기나 상호확산에 영향을 준다. 3.25nm의 두께주기를 갖는 C/W 다층박막 거울에서 1nm의 탄소 층의 특성을 살펴보았다. 탄소의 두께가 1nm로 매우 얇아도 텅스텐과 탄소의 층들은 매우 균일하게 증착되었으며, 탄소층은 미세구조가 없는 미정질 구조를 보였다. 투과전자현미경의 회절 영상을 통해서 텅스텐과 탄소의 상호확산이 발생했다는 것을 알수있었다.

### Abstract

Multilayer mirrors are very useful for applications of high energy X-ray. X-rays of high energy require very small thickness, a few nanometers, in the d-spacing of a multilayer mirror. Each layer is composed of a multilayer mirror influences to interfacial roughness or interdiffusion which gives rise to degrade specular reflection. Carbon layer of 1 nm thick in a C/W multilayer mirror of 3.25 nm d-spacing was examined. Carbon as well as tungsten layers were very uniform, and there was no micro-structure in carbon layers. However, interdiffusion between carbon and tungsten layers was observed by a transmission electron microscope.

중심단어 : X-Ray, Multilayer Mirror, Interdiffusion, Interfacial Roughness

### I. 서 론

다층박막 거울은 X선이나 중성자를 반사시키는 광학소자로 널리 사용되고 있다<sup>[1]</sup>. 다층박막 거울은 중원소(high Z-material)와 경원소(low Z material)층이 번갈

아 가면서 적층되어 있는 구조로 되었다<sup>[2]</sup>. 중원소와 경원소 층이 하나의 쌍(bi-layer)을 이룬다. 이 두층의 두께는 다층박막 거울의 두께주기(d-spacing)로 다층박막 거울을 반사하는 빔의 파장 또는 에너지를 결정하는 중요한 요소가 된다<sup>[3]</sup>. 반사되는 X선의 파장은 다

이 논문은 2010년 한국연구재단의 지원을 받아 연구되었음(NRF-2010-000-C00016)

Corresponding Author : 천권수

주소 : 경북 경산시 하양읍 금락1리 대구가톨릭대학교 방사선학과, E-mail : kschon@cu.ac.kr, Tel : +82-10-5154-5293

투고 일자: 2010년 09월 18일, 심사일자: 2010년 09월 30일, 수정 일자: 2010년 11월 05일, 게재 확정일자: 2010년 12월 13일

층박막 거울에 입사되는 X-선의 입사각과 두께주기에 의해서 결정된다. 즉, 브래그 조건(Bragg condition)을 만족하는 X선 만이 반사된다. 다층박막이 비구면 거울 위에 코팅되어 광학소자로 사용되는 경우가 많이 있다<sup>[4]</sup>.

의료용으로 사용되는 높은 에너지의 X선을<sup>[5]</sup> 반사시키기 위해서는 두께주기가 매우 작은 다층박막 거울이 필요하다. 입사각에 의해서 두께주기가 달라질 수 있지만, 높은 에너지의 X선을 반사시키기 위해서는 대략 3 ~ 1nm 이하의 두께주기가 필요하다.

다층박막 거울에서 높은 효율로 X선을 얻기 위해서는 다층박막 거울의 균일성(uniformity)과 박막과 박막 사이의 계면 거칠기(interfacial roughness) 조절이 매우 중요하다. 두께주기가 수 나노미터 이하가 되면 다층박막을 구성하는 각 박막을 균일하게 유지하면서 계면 거칠기를 0.3nm 이하로 조절하는 것은 매우 어렵다. 따라서 높은 에너지를 갖는 X선을 반사시키기 위한 다층박막 거울을 제작하기 위해서는 수 나노미터의 두께주기를 갖는 박막의 특성을 이해할 필요가 있다.

본 논문은 ion-beam sputtering 방식으로 제작된 텅스텐(W)과 탄소(C)로 구성된 다층박막<sup>[6]</sup> 거울의 박막특성을 조사하였다.

## II. C/W 다층박막 거울 제작

수 나노미터의 두께주기를 갖는 다층박막 거울을 제작하기 위해서는 초미세 다층박막 코팅 기술이 필요하다. 증원소와 두께주기의 비를 두께비(thickness ratio)라 한다. 두께비가 0.5일 때 텅스텐층과 탄소층의 두께가 같다. 일반적으로 수 나노미터의 두께주기를 갖는 다층박막 거울을 제작하기 위해서는 거의 1.5nm 이하의 텅스텐층과 탄소층들을 균일하게 제작할 필요가 있다.

C/W 다층박막에서 텅스텐과 탄소의 경계가 이상적인 것에 가깝게 되어야 한다. Nevot-Croce 모델<sup>[7]</sup>

$$r = r_0 e^{-2 \left( \frac{2\pi}{\lambda} \sigma_{ij} \right)^2 \sqrt{(\sin^2 \theta + n_i^2 - 1)(\sin^2 \theta + n_j^2 - 1)}} \quad (1)$$

은 계면 거칠기를 잘 모사(simulation)한다고 알려져 있다. 여기서  $r_0$ 는 이론적인 프레즈넬 계수(Fresnel coefficient)이고<sup>[3]</sup>  $\theta$ 는 X선의 입사 각도이고,  $\lambda$ 는 반사되는 엑스선의 파장이고,  $n$ 은 물질의 굴절률이고,  $i, j$ 는  $i$  번째와  $j$  번째 층을 나타내는 인자이고,  $\sigma_{ij}$ 는  $i$ 와  $j$  번째 층 사이의 상호확산을 포함한 계면 거칠기를 나타낸다. 고 에너지 X선에서 유효한 반사율을 얻기 위해서는 두 물질의 경계면에서 계면 거칠기는 대략 0.3nm rms 값 이하로 증착되어야 한다. 계면 거칠기의 값이 증가하면 이상적인 반사율은 대단히 빨리 감소한다. 특히 높은 브래그 각도에서는 계면 거칠기 효과가 상대적으로 증가함을 알 수 있다.

최근에 많이 연구되고 있는 초미세 박막을 증착하는 방법은 크게 두 가지가 있다. DC 마그네트론 스퍼터링(DC Magnetron Sputtering) 방법과 이온빔 스퍼터링 (ion beam sputtering) 방법이다. 전자는 이온빔 스퍼터링 방법에 비해 대면적의 균일한 박막을 쌓는데 장점이 있으며, 후자는 표면 거칠기 또는 계면 거칠기가 작고 대단히 얇은 초미세박막 증착에 유용하나 대면적의 박막증착에는 균일성 측면에서 단점이 있다. 이온빔 스퍼터링 방법은 다층박막 X선 거울 증착이 가능할 뿐만 아니라 초미세박막 증착이 가능하기 때문에 광학적인 성능을 최적화 시키는 관점에서 매우 뛰어난 증착 방법이다.

이온빔 스퍼터링 방법으로 증착 할 수 있는 최대 기판 크기를 100mm로 가정하고 균일도가 99.65% 이상이 되도록 하고, 표면 거칠기 또는 계면 거칠기가 0.2 ~ 0.3nm rms 값 보다 작게 되도록 기본 장치틀을 구성하였다. 주건(main gun)과 보조건(assistant gun)을 동시에 작동시킬 수 있도록 하였고 이온건(Ion gun)은 hollow cathode 형태의 50mm 건을 채택하였다. 보조건은 주건으로 증착했을 때 표면 거칠기 또는 계면 거칠기가 0.3nm 보다 나빠지면 표면을 이온 밀링(ion milling)할 수 있도록 했다. 기본 진공도는 대략  $8 \times 10^{-8}$  Torr 이고 동작(process) 진공도는 대략  $4 \times 10^{-4}$  Torr 이하 이다.

다층박막 거울을 연속적으로 제작할 수 있도록 로드락(loadlock)을 설치하여 시료를 교환할 수 있도록 하여 제작의 편의성을 최대로 하였고, 증착의 균일성을 높이기 위하여 시료를 기준 위치에서 상하 방향으로  $\pm 50$ mm로 움직일 수 있도록 하고 시편을 회전시킬

수 있도록 하였다. 주관에서 타킷(target)까지의 거리는 270mm이고, 타킷에서 시료 홀더(sample holder)의 기본 위치까지 거리는 300mm이다. 타킷을 최대 3개까지 장착할 수 있도록 하였다. 제작된 코팅장비는 사용자 편의의 인터페이스를 가지고 있을 뿐만 아니라 이온건의 빔 상태, 즉 전압 및 전류를 모니터링 할 수 있도록 하였다.

다층박막 거울의 기판은 50mm × 50mm 크기의 실리콘 웨이퍼를 사용하였다. 실리콘 웨이퍼의 표면 거칠기는 대략 0.2nm rms 였다. 이 실리콘 웨이퍼 위에 텅스텐과 탄소를 각각 2.32nm, 1nm의 두께를 갖도록 하여 30층을 증착하였다. 두 물질의 두께는 증착 시간의 조절에 의해서 컨트롤 되었으며, 100mA의 ion current, 1000V의 ion voltage, 100V의 accelerator voltage의 증착 조건하에서 텅스텐과 탄소는 각각 2.182 nm/min, 0.9368nm/min 증착율(deposition rate)을 나타내었다. 설계된 C/W 다층박막 거울은 텅스텐 69초, 탄소 64초 동안 증착하여 하나의 bi-layer를 구성하였으며, 증착 시 운전 진공도(working pressure)는 0.37mTorr였으며 Ar 가스는 주관에 11SCCM, 보조관에 9SCCM을 흐르게 하였다.

### III. 다층박막 거울의 탄소층 특성

탄소는 증착될 때 주로 비정질화(amorphous) 된다. 비정질 구조는 계면 거칠기를 줄이는 효과를 가져 온다. 그러나 증착 두께가 매우 작은 경우는 섬 구조(islandstructure) 또는 표면 거칠기가 나빠진다. 이 상태의 탄소층 위에 텅스텐을 증착하면 계면의 거칠기가 나빠져 반사율의 저하를 가져온다. 탄소의 밀도보다 텅스텐의 밀도가 높기 때문에 같은 속도를 갖는 스퍼터된(sputtered) 입자들의 운동에너지는 텅스텐이 훨씬 크다. 따라서 탄소층 위에 텅스텐층이 증착될 때는 텅스텐 입자들이 탄소층을 파고들어 증착될 수 있는 가능성이 매우 높다.

텅스텐층과 탄소층이 서로 영향을 주기 때문에 탄소층의 구조를 살펴보기 위해서는 텅스텐층에 대한 신중한 접근이 요구된다. 탄소 비정질 구조의 변화를 살펴보기 위해 텅스텐의 두께를 비정질 구조를 갖도록 2nm 이상이 되도록 하였다. 만약에 텅스텐의 두께

를 탄소와 마찬가지로 1nm 정도로 하면 텅스텐층이 비정질화 되어 계면 거칠기가 증가하기 때문에 탄소층의 증착에 영향이 있기 때문에 상대적으로 두께를 두껍게 하여 탄소층의 구조를 살펴보았다. 텅스텐은 1.5nm 이상에서 비정질 구조를 갖는다는 것은 알려져 있다<sup>6)</sup>.

두께주기 3.25nm를 갖는 C/W 다층박막 거울의 시료를 focused ion milling 기법으로 투과전자현미경(TEM, transmission Electron Microscope) 시료를 만들었다. 그림1은 투과전자현미경으로 관찰한 C/W 다층박막 거울의 단면 사진을 나타낸 것이다. 검은색으로 표시된 부분이 텅스텐층이고 회색 부분이 탄소층이다. 텅스텐층과 탄소층이 매우 균일하게 증착되어 있는 것을 확인할 수 있고, 최상위 몇 층은 시료 제작과정에서 손상을 입었다는 것을 알 수 있다. 두께주기와 탄소층의 두께는 각각 3.25nm와 1nm로 시간조절에 의한 증착두께가 정확하게 조절 되었다는 것을 알 수 있다. 그리고 텅스텐과 탄소 층들의 경계 음영 대조도가 선명하게 절단되지 않은 것은 상호확산(interdiffusion)이 있다는 것을 암시한다. 그러나 1nm 두께의 탄소층은 매우 균일하다. 즉, 1nm 두께의 탄소층에는 비정질 구조이외 다른 미세 세부구조가 생기지 않는다는 것을 알 수 있다. 다층박막 거울을 설계할 때 탄소층의 두께 결정에 있어서 1nm 두께까지는 이론적인 구조를 적용할 수 있다는 것을 의미한다.

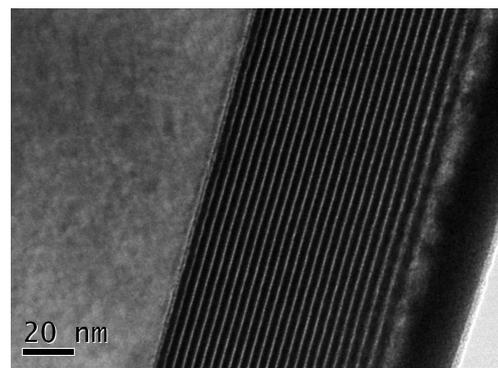


그림1. lob-beam sputtering system으로 제작된 C/W 다층박막 거울의 TEM 단면 영상

다층박막을 구성하는 각 층을 코팅(coating) 할 때에는 계면 거칠기를 포함한 각 층에 오차가 생긴다. 그

오차는 TEM 영상으로 알아내기가 어렵다. 전자빔의 회절 영상을 분석하면 그 규칙성을 살펴볼 수 있다. 그림2는 TEM 측정에서 다층박막 거울 시료를 통과한 후의 전자빔의 회절 영상을 나타낸 것이다. 텅스텐층과 탄소층이 이상적인 상태로 규칙적으로 증착되어 있으면 매우 작은 점(spot)으로 나타난다. 그리고 점들은 규칙적으로 배열하게 된다. 그림2에서는 점들이 규칙적으로 배열되어 있으나 점들이 퍼져있다. 이것은 텅스텐과 탄소 사이의 상호확산이 상대적으로 크다는 것을 의미하는 것이다. 이 상호확산은 다층박막 거울의 specular 반사율을 저하시키는 역할을 한다. 탄소층의 두께가 매우 얇을 때 즉, 1nm 일 때 상호확산이 크게 된다는 것을 의미한다.

탄소층이 미소 구조를 갖는다면 그 회절 피크(peak)들이 나타날 것이지만 그림2에서는 그러한 징후들이 발견되지 않았다. 따라서 ion-beam sputtering system으로 제작한 C/W 다층박막 거울에서 1nm 두께의 탄소층은 비정질 구조를 갖는다는 것을 알 수 있다.

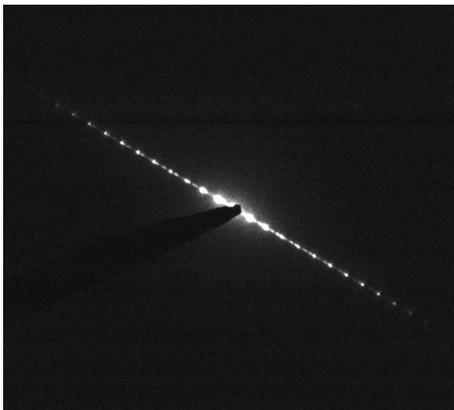


그림2. TEM으로 관찰한 C/W 다층박막 거울의 전자 회절 영상

#### IV. 고 찰

고 에너지 X선을 이용하기 위해서는 다층박막 거울의 두께주기는 매우 짧아야 한다. 즉, 수 나노미터 이하의 두께주기를 가지는 층이 수십 또는 수백 층 요구된다. 수 나노미터의 두께주기를 갖는 다층박막을 구성하고 있는 각 층의 특성은 다층박막 거울의 성능에 큰 영향을 미친다. C/W 다층박막 거울에서 1nm 두께

의 탄소층의 구조 특성을 TEM을 이용하여 분석하였다.

Ion-beam sputtering system에 의해 제작된 C/W 다층박막 거울속의 탄소 층은 매우 균일하게 증착되었다. 1nm 층은 비정질 구조를 갖고 내부의 미세구조를 나타내지 않았다. 미세구조를 만들지 않기 때문에 탄소층위에 증착되는 텅스텐과의 계면 거칠기를 줄일 수 있다. 그러나 TEM의 전자빔 회절 영상을 통해서 텅스텐과 탄소의 상호확산이 크다는 것을 밝혔다. X선의 specular 반사율이 저하될 것이라는 것을 예상할 수 있다. 따라서 C/W 다층박막 코팅 시 탄소 박막의 두께를 얇게 할 때는 두 층사이의 확산을 감소시키기 위한 연구가 필요하다.

#### 감사의 글

이 논문은 2010년 한국연구재단의 지원을 받아 연구되었음(NRF-2010-000-C00016)

#### 참고문헌

- [1] Daillant J, Gibme A, X-Ray and Neutron Reflectivity: Principles and Applications, Springer, 1999
- [2] Barbee, Jr. TW, Multilayers for x-ray optics, Proc. SPIE 1985;563:5-28
- [3] Spiller E, Soft X-Ray Optics, SPIE, 1994
- [4] Kirkpatrick P, Baez AV, Formation of optical images by X-ray, J. Opt. Soc. Amer. 1948;38:766-774
- [5] Bushberg JT, Seibert JA, Leidholdt, Jr. ME, Boone JM, The essential physics of medical imaging, Lippincott Williams & Wilkins, 2001
- [6] Chon KS, Huhng SK, Yoon KH, Interdiffusion Region in a Tungsten-Carbon Multilayer Coating of Small d-Spacing, J. Korean Phys. Soc. 2009;54:23-28
- [7] Nevot L, Croce P, Characterization of surface by grazing x-ray reflection: application to the study of polishing of some silicate glasses, Rev. Phys. Appl. 1980;15:761-780