

이온빔 보조 증착법으로 형성된 SiO₂ 박막의 특성

장도현* · 이헌주**

The Propertiese of SiO₂ Thin Film by Ion Beam Assisted Deposition Method

Do-Hyeon Jang* and Heon-Ju Lee**

ABSTRACT

In the conventionally formed thin films, it is difficult to solve many of the problems created by the columnar structure. The IAD (Ion Assisted Deposition) is a technique for improving the properties of thin films by ion bombardment. The objective of this study is to analyze the properties of thin films prepared by the IAD method. The ion beam energy extracted from the Kaufman type ion source can vary from 100 to 3000 eV. To minimize the deterioration of film by sputtering, it was maintained below 500 eV. In this experiment, the SiO₂ is deposited by the resistance evaporator on the glass or silicon wafer substrate. To investigate the properties of thin films, various test methods such as scotch tape test, pull-off test (for adhesive test), 3% NaCl test (for corrosive test), XRD test (for the understanding of crystal structures) and RBS test (for the examination of density) have been carried out. From the results of these tests, it is found that the film made by IAD method is superior to one by conventional method.

Key words : IAD, Kaufman type ion source.

1. 서론

최근 산업이 급격히 발전함에 따라 고품질 기능성 소재의 필요성이 대두되고 있는데, 광학 부품에 있어서도 고품질의 특성을 갖는 것이 요

구되고 있다. 그러나 기존의 증착 기술로서는 부착력, 굴절률, 부식력등 기계적, 광학적 특성에 문제점이 많았다. 따라서 이를 극복하기 위한 방법으로서 박막 증착시에 이온 빔을 첨가하는 방식이 급속히 발전하였다. 예를 들어 스퍼터 증착(sputter deposition), 이온 보조 증착(ion assisted deposition(IAD)), 이온 주입(ion implantation)등이 그 방법이다.

스퍼터 증착인 경우에 스퍼터링 과정은 가속

* 제주대학교 대학원
Graduate School, Cheju Nat'l Univ.
** 제주대학교 에너지공학과
Dept. of Nuclear and Energy Eng., Cheju Nat'l Univ.

된 입자가 표적 물질의 표면에 충돌할 때 운동량 전달에 이용하여 이를 수 있다. 이 때 표적 물질의 표면에 있는 원자 혹은 분자는 이러한 운동량 전달에 의해 분출된다. 분출된 원자 혹은 분자들은 표적 물질의 표면으로부터 주위 가스 상태 안으로 이동하게 되며 기판에 증착되기 전까지 다른 입자들과 충돌할 수도 있다. 이 과정은 기본적으로 원자와 원자 사이의 운동량 전달 과정이므로, 물질에 직접적인 가열도 없고 증발 처리 기술과 같은 증발원나 도가니도 필요 없어 이들과의 직접적인 반응도 없다. 따라서 장치의 형태는 어떠한 방향에서도 제한 받지 않는다.⁽¹⁾(Brown, 1989)

이온 주입은 증착 원자를 이온화시키고 가속시켜 표면에 조사함으로써 증착되는 방법이다. 이 때 증착 에너지는 기판에 걸려있는 인가전압에 의해 조절된다.⁽²⁾(Keller, 1987) 이온 보조 증착법은 증착 원자를 증발 처리 기술로 증발시킴과 동시에 이온빔을 조사하여 증착 원자의 운동도를 높여 표면에 증착시키는 기술이다.⁽³⁾(Hubler, 1989) 이 과정중에 이온빔이 물질의 표면에 조사될 경우 표면과 이온과의 반응을 유도하여 부차적인 이득을 볼 수도 있다.

실제 이온빔 첨가시 단순 진공 증착법에 의한 것보다 형성된 박막이 광학 및 기계적 특성에 있어서 우수하다고 밝혀지고 있다.⁽⁴⁾(Sakai, 1991) 본 실험에서는 IAD 방법을 응용하여 박막을 증착하는 실험을 하였다. 증발기는 열 저항법을 사용하여 증착물질을 증발시켰고 설계상 인출 에너지는 100-3000eV인 Kaufman형 이온원을 사용하였다. 증착 물질로서는 SiO를 사용하였으며 박막 증착용 기판으로서는 유리라 실리콘 웨이퍼를 사용하였다. 제작된 필름의 특성을 파악하는 방법으로는 스코치 테이프 검사와 pull-off 검사로 접착력을 검사하였으며 3% NaCl용액 검사에 의해 부식력을 비교, 평가하였다. 그리고 RBS 방법을 사용하여 성분조사 및 밀도를 검사하였고 X선 회절법을 이용하여 결정구조를 파악하였다.

II. 이론 및 방법

2.1 이온 보조 증착

이온 보조 증착법은 성장하는 경계층의 미세 구조를 개선하고, 표면에서의 코팅 입자의 접착력의 증가에 의해 필름의 성질을 증진시키기 위한 하나의 기술이다.

단순한 진공 증착법으로 형성된 필름은 증착 입자의 낮은 운동도 때문에 국부적인 기둥구조를 가지며 이것은 필름 성질에서 결점의 원인이 된다. 즉 기둥사이의 공간에 미세한 물방울 혹은 습분이 흡수되어 광학적 성질과 기계적 성질의 불안정을 유발시키며 낮은 증착 밀도와 강도의 감소는 접착력, 부식력 감소의 원인이 된다. 최근 이러한 결점을 보완하고 보다 높은 질을 얻기 위해 이온빔 보조 증착법이 개발되었다.⁽⁵⁾(Wolf, 1990) 필름의 미세구조는 필름이 성장하는 동안 제어하는 것이 가장 중요하다.

이온 보조 증착법은 필름이 성장하는 동안 에너지를 가진 이온 빔을 조사하여 증착입자들의 운동도를 증가시켜 기둥 구조를 감소시키고 빈 공간을 증착 입자들로 채워 줌으로서 조밀도를 증가시킨다. 즉 이온 보조 증착법은 성장하는 필름 층의 미세 구조와 물질에서의 접착력의 증대로 필름의 성질을 증진시키기 위한 하나의 기술이다

2.2 이온과 표면과의 반응

증착중의 이온과 표면과의 반응은 도입된 증착과정에 의존한다. 설정된 에너지로 가속되어 증착면에 도입된 이온들은 그들의 에너지, 운동량, 전하를 증착 원자와 표면에 전달한다. 이러한 과정에서 나타나는 반응은 스퍼터링, 이온반사, 이온주입 등이 있다.⁽⁶⁾(Francombe, 1994)

2.2.1 스퍼터링

이온 입자들은 표적 원자와 연속적인 탄성, 비탄성 충돌에 의해 에너지를 잃는다. 이 에너지는 표적 원자에 전달되어 그들의 결합 에너지보다 높은 에너지 상태로 되어 들뜬 표적 원자들이 표면으로부터 인출 혹은 튀어나오는 현상을 스퍼터링이라 한다. 낮은 에너지 영역(1keV)

이하에서의 스퍼터링 항복은 다음의 식으로 표현될 수 있다.

$$Y(E) = 6.4 \times 10^{-3} \gamma^{4/3} E_0^{1/4} (1 - E^{*-1})^{7/2} \quad (1)$$

$$E^* = E_0 / E_{th} \quad E_{th} : \text{스퍼터링의 문턱에너지}$$

$$E_0 : \text{이온의 에너지}$$

$$\gamma = 4M_i M / (M_i + M)^2$$

스퍼터링은 이온의 에너지, 질량, 표적 원자의 결합 에너지에 의존한다. 스퍼터링이 일어날때 휘발성을 가진 원자(예를 들어 산소와 같은 물질들)들이 우선적으로 스퍼터되어 표면에서 이탈한다. 따라서 산화 필름을 형성하기 위해서는 이러한 현상은 고려해야만 한다. 또한 표면의 변화를 이끌 수도 있으면 결정 구조의 변화를 이끌 수도 있다.

이러한 스퍼터링 현상을 이용하여 증착하는 방법을 스퍼터링 증착법이라하며 증착시키고자 하는 물질에 이온빔을 조사하여 증착원자의 스퍼터링 효과를 발생시켜 인출되는 원자 혹은 분자를 기판에 증착시키는 방법이다.

2.2.2 이온 반사

이온 빔에 의해 표적 물질의 표면으로부터 산란되어 나온 1차 입자들이 입사 이온과의 충돌에 의해 다시 성장하는 필름 안으로 들어갈 수 있다. 이때 성장하는 필름은 이러한 1차 입자들을 포함할 것이며 동시에 구조적 변화를 가질 수도 있다. 또한 낮은 에너지를 가진 가벼운 이온들이 무거운 표적 원자들과의 충돌에 의해 후방산란될 수 있다. 주어진 표적 원자의 질량 M_2 와 산란각도 θ 로 부터 구할 수 있는 후방산란된 이온의 질량 M_1 의 에너지는 다음의 2차 충돌 이론식에 의해 구할 수 있다.

$$E/E_0 = \left[\frac{\sin \theta \pm (\mu^2 - \sin^2 \theta)^{1/2}}{1 + \mu} \right]^2 \quad (2)$$

$$\mu = M_2 / M_1$$

$$\theta = \text{scattering angle}$$

윗 식은 산란되는 이온의 에너지를 탄성 충돌이라는 가정 하에서 근사시킨 것이다. 이러한 충돌 과정은 입자의 에너지를 감소시킨다. 그리고 산란을 겪는 낮은 에너지의 이온들은 표면의 원자와 더불어 전하교환을 일으킬 확률이 매우 높다.

2.2.3 이온 주입

이온화 한 후 고 에너지로 가속된 이온이 표면에 조사될 경우 이러한 이온들은 표면에 주입될 수 있다. 만일 이온들이 표면에 주입될 경우 그 표면의 조성, 결합상태, 그리고 결정구조등을 변화시켜 화학적, 기계적, 광학적, 전기적인 물성을 변화시킬 수 있다. 이온들의 침투 깊이는 이온의 에너지, 질량, 그리고 표면 원자의 질량에 크게 의존한다.

이러한 효과를 이용하여 증착시키는 방법을 이온 주입법이라 한다. 즉 이온을 가속시켜 물리적으로 표면에 주입시키는 방법으로서 종래의 상 평형 원리에 기초를 둔 화학적 방법으로 얻을 수 없었던 새로운 물질을 형성할 수도 있어 신소재 개발에 크게 기여할 수 있다.

만일 충돌 입자가 표면을 관통할 수 있는 충분한 에너지를 가지고 있으면 고체안에서 몇치기 효과도 발생할수 있다. 특히 이러한 현상은 격자 사이의 빈 공간이 클수록 매우 크게 발생한다. 고체안에서의 이온의 비정온 이온의 에너지에 강하게 의존한다. Ar, Kr 이온인 경우 몇치기 될 확률(η)은 Carter와 Armour의 식에서

$$\text{에너지 범위가 } 100 \text{ eV} - 1 \text{ keV 일때}$$

$$0.1 < \eta(E) < 1.0$$

$$\text{에너지 범위가 } 100 \text{ eV} \text{ 보다 작을경우}$$

$$\eta(E) < 0.1$$

으로 표시될 수 있다.

따라서 이온들이 표적 물질의 표면과 충돌하면 앞서 서술한 여러가지 효과에 의해 표면의 불순물을 제거할 수 있으며, 운동량을 전달하여 응축된 입자들을 압축할 수도 있다. 또한 구조 변형을 일으켜 새로운 물질을 생성할 수도 있으며 물질의 고유의 성질을 변화시킬 수도 있다.

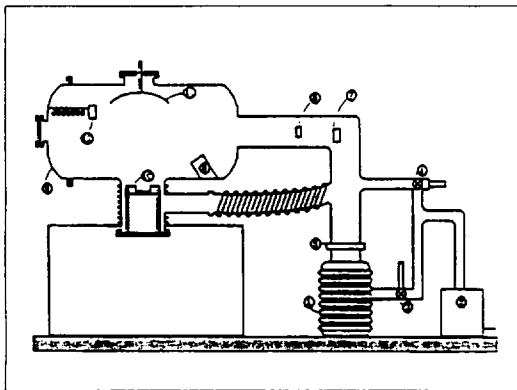
또한 박막 구성시 이온의 에너지 전달에 의한 증착입자의 운동도 증가현상, 표면의 공간 감소 효과를 얻을 수 있다. 빔이 표적 물질의 표면에 조사될 경우 일어날 수 있는 부가적인 효과는 다음과 같다.

- 운동도 전달에 기인된 응축 입자의 압축 효과.
 - o 패킹 밀도의 증가.
 - o 접착력의 강화.
- 인장 응력 감소 효과.
- 구조 변형 효과.
- 표면 세척 효과.

이러한 효과에 의해 필름의 특성을 개선할 수 있을 뿐만 아니라 종래의 상평형 원리에서 얻을 수 없던 신소재 개발을 이룰 수 있다.

2.3 실험 장치 및 방법

본 실험 장치에는 진공 장치와 박막 형성 장치로 구성되어 있으며 전체적인 장치의 배치를 Fig 1에 보인다.



- | | |
|--------------------|---------------------|
| ① diffusion pump | ⑦ 진공 게이지(pirani) |
| ② rotary pump | ⑧ ion gun |
| ③ fore line valve | ⑨ 진공챔버 |
| ④ rough line valve | ⑩ boat |
| ⑤ butterfly valve | ⑪ dome |
| ⑥ 진공 게이지(penning) | ⑫ thickness monitor |

Fig. 1 Lay out of IAD system

2.3.1 Kaufman 형 이온원

실험에서 사용된 이온 원은 Kaufman 형 이온원으로 이온 보조 증착법에 널리 사용되고 있는 형태중의 하나이다. 플라즈마 경계면에서 양질의 이온빔을 인출하기 위해서는 전극의 기하학적 구조가 매우 중요하다. 이론적으로 빔을 인출할 수 있는 최대 이온 전류는 이온의 공간 전하에 의해 결정되며 Child-Langmuir 법칙에 의해 구할 수 있다.⁽⁷⁾(Stanley, 1990)

$$j = 1.72(\xi/A)^{1/2}U^{3/2}/d^2 \quad (3)$$

j = current density (mA/cm²)

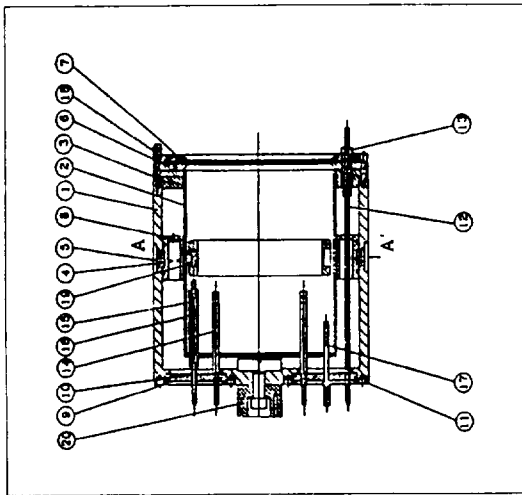
ξ = ion charge state

U = extraction voltage (kV)

d = extraction gap width (cm)

윗 식에서 알 수 있듯이 최대 이온 전류는 인출 전압의 3/2 승에 비례한다. 따라서 인출 전압을 높일수록 많은 전류를 인출할 수 있지만 반면 인출 전압이 작동 압력에서의 절연파괴 값을 넘으면 빔 인출계 부근에서 방전이 일어나 빔 인출이 불안정해지고 극단적으로는 인출 불가능 현상이 발생하게 된다. 또한 이온은 전하를 가진 입자이고 질량이 전자에 비해 매우 크기 때문에 공간 전하의 영향이 매우 크다. 참고로 이온의 공간 전하량은 전자의 40 - 400 배 정도이다. 이러한 공간 전하는 이온빔의 인출을 제한하는 최대의 원인이다. 따라서 공간 전하에 의한 전류 제한을 억제하기 위해서 다공인출계(multi-aperture extraction system)와 공간전하 중화(space charge neutralization)를 이용한 이온빔 인출 방식을 사용하고 있다.⁽⁸⁾(Ensinger, 1992) 본 이온 원에는 인출계로서 플라즈마 그리드와 인출 그리드를 갖는 다공 인출방식을 택하고 있다. 이온건의 외형은 직경 19.6 cm, 길이 17.3 cm의 실린더 형태이며 재질은 연강을 사용하였다. 또한 이동시, 장착시 편리를 위하여 하부 중앙부위에 콘넥터를 설치하여 챔버내에 어느곳에서도 연결 콘넥터를 설치하여 장착할 수 있게 제작하였다. 실제 방전을 일으켜 이온

화를 시키는 곳은 아크 챔버이다. 아크 챔버는 열에 강한 스테인레스 스틸로 제작하였고 직경 14.8 cm, 길이 15.5 cm 이다. 플라즈마 그리드와 인출 그리드는 모두 구리로 제작하였으며 직경 19.6 cm, 두께 0.6 cm 의 원판의 형태이며 내부 면적중 직경이 130mm 까지 육각형의 배열로 2mm의 구멍을 가지고 있다. 또한 생성된 전자를 효율적으로 이용하기 위하여 자석을 배치하여 자장을 형성하였고 이때 자석의 배치를 위해 연강과 알루미늄을 사용하여 자석 배치함을 내경 140 mm, 외경 180mm, 높이 37mm로 제작하였다. Fig 2에 이온원의 형태를 보인다.



1	housing	11	insulate plate 2
2	arc chamber	12	electrode
3	magnetic pole	13	insulate 1
4	magnetic current	14	electrode
5	magnetic circuit	15	electrode
6	plasma gride	16	insulate 2
7	extraction grid	17	gas feeder
8	anode	18	extraction insulate
9	flange 1	19	anode insulate
10	insulate platel	20	source insulate

Fig. 2 Lay out of ion gun

고 에너지의 이온빔이 성장하는 박막에 조사될 경우 박막의 표면에 상해를 주거나 증착된

원자를 스퍼터링하여 증착율이 낮을 수도 있다. 진공 챔버내의 압력을 $1 - 2 \times 10^{-5}$ torr로 유지한 다음 이온화시킬 가스를 주입하되 가스량을 조절하기 위하여 챔버내의 압력이 $1 - 2 \times 10^{-4}$ torr 될 때까지 주입한다. 다음 가스가 안정되면 전원을 인가하여 이온빔을 생산한다.

이용 가능한 에너지는 100 - 3000 eV 까지이며 이때 최대 이온 전류는 75 mA이다. 그러나 기관에 너무 높은 에너지의 빔이 조사될 경우 기관 표면이 손상될 우려가 발생하거나 증착된 필름 입자를 스퍼터링하여 증착율이 낮을 수도 있으므로 100 - 500 eV 까지만 사용하고 있다. 또한 본 실험에서는 넓은 면적에 균일하게 분포된 이온빔이 필요하기 때문에 아크전류를 5 - 6 mA 정도에서 제한하고 있다.

· 시료 제작

IAD 공정 및 결과를 비교 분석하기 위하여 코팅 물질로는 SiO₂를 사용하였으며 피 코팅 물질로는 유리, 실리콘 웨이퍼를 사용하였다.

SiO₂

- TiO₂ 와 결합하여 multi - layer coating을 위해 자주 사용
- film composition : SiO₂
- 녹는점 : 1250°C - 1350°C
- reflective index : 550nm 에서 1.45 - 1.46
- transmittance range : 0.2 - 9(um)
- 증착 방법 : 저항 가열(R), E-beam
- 성질 : hard, resistant

2.3.2 시편 전처리 과정

시편의 증착과정에서 충분히 좋은 시편을 제작하고 광학적 성질을 증진시키기 위해 표면의 청결도는 매우 중요한 인자이다. 따라서 표면의 청결도를 높이기 위해 세척 과정은 중요하다. 세척 방법은 용매를 사용한 화학적 방법과 고진공에서 입자의 충돌에 의한 불순물 제거 방법이 있다.⁽⁹⁾(Pulker, 1984) 또한 도달진공에 도달되기까지의 과정에서 어느정도의 불순물을 제거할 수도 있으므로 이 또한 청결도를 높이는

한 방법이다.

본 실험에서는 용매를 사용한 화학적 방법으로 세척을 실시하였으며 10^{-4} torr 정도에서 이온빔을 조사하는 방법도 겸하여 실시하였다. 또한 초기 도달진공 10^{-5} torr 까지의 과정에서 휘발성 불순물이 어느정도 제거되었을 것으로 판단된다. 유리인 경우 다음과 같은 세척 과정을 거친 다음 챔버에 장착하였다.

증류수 (5분) --> 증류수 + 초음파 세척기 (10분) --> 60 %의 질산용액 (1분) --> 증류수 세척 --> 아세톤 + 초음파 세척기 (10분) --> 증류수 세척 --> 증류수 + 초음파 세척 실리콘 웨이퍼는 제작된 박막 검사중 RBS test 를 위해 사용하였으며 이경우 세척은 아세톤으로 표면을 닦아주어 바로 장착하였다. 이와같은 세척방법은 다량의 세척물을 세척하기에는 부적합하지만 오염물질을 배출하지 않는다는 점에서 의의가 있다.

장착한 시편은 이온 빔 조사 유무에 따라 다음 세가지로 나누어 실시하였다.

- 1) 보통박막 : 세척 과정을 거친 후 진공도가 10^{-5} torr 정도에서 이온빔 없이 두께 1.5 kA 으로 증착하여 필름을 형성한 박막
- 2) IBC 박막 : 세척 과정을 거친 후 이온빔($50 \mu\text{A}/\text{cm}^2$)을 조사하여 표면을 세척 후 진공도가 10^{-5} torr 정도에서 이온빔 없이 두께 1.5 kA 으로 박막구성
- 3) IAD 박막 : 세척 과정을 거친 후 이온빔($50 \mu\text{A}/\text{cm}^2$)을 조사하여 표면을 세척 후 진공도가 10^{-4} torr 정도에서 이온빔($10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$) 첨가하여 두께 1.5 kA 으로 박막구성

이러한 방법으로 박막을 증착한 이유는 이온빔이 초기에 기판에 조사될 때 빔에 의한 기판의 세척효과에 의해 기판에 증착되는 증착율 및 그 밖의 타 효과를 비교 분석할 수 있기 때문이

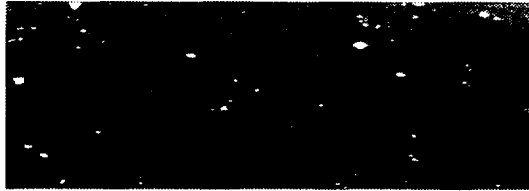
며 또한 빔이 성장하는 필름층에 주는 효과를 구분할 수 있기 때문이다. 제작된 필름의 특성을 파악하기 위하여 NaCl 용액을 사용하여 부식에 대한 적응력을 검사하였고 스코치 테이프와 pull-off 검사기를 사용하여 접착력을 검사하였다. 또한 성분 및 두께를 RBS 방법을 이용하여 검사하였고 X선 회절을 이용하여 결정구조를 분석하였다.

III. 결과 및 고찰

3.1 부식 검사

제작된 필름의 특성중 부식에 대한 특성을 파악하기 위하여 3% NaCl 수용액을 사용하였다. 3% NaCl 수용액은 부식용액의 표준용액으로서 ASTM규격 인공해수와 부식특성이 유사하다고 보고되어 있으므로 이 용액을 부식용액으로 채택하여 검사하였다. 각기 다른 방법으로 제작된 필름을 이 용액에 넣은후 6시간 경과후 박막의 상태를 SEM으로 관찰하였다. 그 결과 단순 진공 증착 방법에 의해 제작된 박막에서는 4시간 후 표면 전체적으로 부식된 흔적이 보이고 있으며 6시간 경과 후 박막에서는 부식된 흔적이 현저하게 나타났다. IBC 방법에서 제작된 박막에서는 초기에는 부식된 흔적이 거의 보이지 않았으나 6시간 경과 후 부식된 흔적이 조금 보이고 있다. 그 반면 IAD 방법에 의해 제작된 박막에서는 6시간 경과 후에도 표면에서 부식 흔적이 거의 나타나고 있지 않았다. Fig 3에 관찰된 표면을 보인다. 이러한 효과는 상대적으로 에너지가 큰 빔이 응축되는 증착입자에 운동도를 전달하여 입자의 운동도가 증가되고 증착된 막의 패킹밀도를 증가시키며 기둥구조를 감소시켜 기둥구조의 간극을 통한 미세한 물방울의 침투를 억제한 결과라고 볼 수 있다. 또한 IBC 박막에서는 초기 기판에 조사된 빔에 의해 표면의 청결도가 증가되어 접착력의 향상되었음을 알 수 있다. Fig 3에서 (a)는 단순 진공 증착법에 의해 제작된 필름을 검사한 사진이다. 필름 전체적으로 퍼져있는 부식의 흔적을 볼 수 있다. (b)는

IBC 방법으로 제작된 필름이며 부식의 흔적은 미세하게 보이고 있다. (c)는 IAD 방법으로 제작한 필름을 검사한 사진이며 여기에서는 거의 부식의 흔적을 볼 수 없다.(Fig. 3의 사진은 부식이 많이 일어난 곳을 선택해서 찍은것임)



a) Conventional film



(b) IBC film

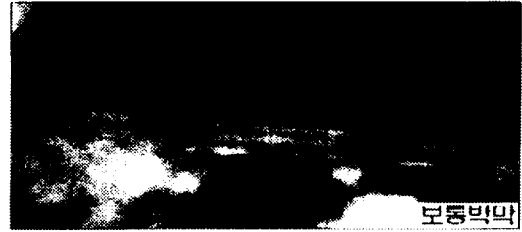


(c) IAD film

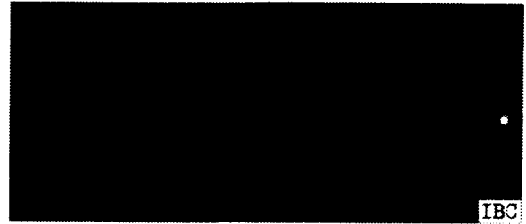
Fig 3 The Corrosion test with 3% NaCl liquid solution

3.2 접착력 검사

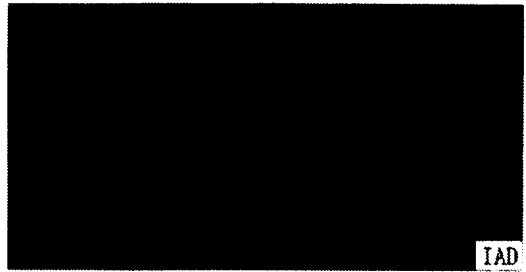
일반 시중에서 구입할 수 있는 스코치 테이프를 제작된 각각의 필름에 부착을 시킨 다음 3분 경과후 테이프를 제거하고 표면을 검사하였다. Fig 4에 결과를 보인다. (a)는 단순 증착법에 의한 필름이며 (b)는 IBC, (c)는 IAD에 의해 증착된 필름의 검사 결과이다. 그 결과 단순 증착법에 의한 필름에서는 육안으로 필름이 일부 박리 현상을 관찰할 수 있었다. 이것은 기관의 청결도와 증착입자의 운동도가 모두 낮은 상태에서



(a)



(b)



(c)

Fig. 4 Scotch tape test

증착되어 기관과 증착물질간의 계면에 불순물등이 존재하여 결합도가 낮은 박막이 형성된 결과이다. 또 국부적인 기둥구조가 형성되어 그 공간을 타 물질이나 기포가 차지함으로써 발생하는 접착력의 감소로서 설명될 수 있다. IBC 방법으로 제작된 박막에서는 약간의 박리 흔적이 관찰되었다. 이는 빔에 의한 초기 기관의 세척 효과에 의한 것으로 판단된다. IAD 방법으로 제작된 필름에서는 박리 흔적이 전혀 나타나지 않았다. 이는 초기 기관의 청결도가 증가하는 것과 더불어 증착입자의 운동도가 증가하여 기둥구조를 감소시킴과 동시에 공간을 증착입자 혹은 이온들로 채움으로서 접착력이 증가된 것

으로 판단된다. 또 에너지가 높은 이온의 충돌에 의하여 기판과 박막구성 입자들이 부분적인 혼합(mixing)을 이룰 가능성도 존재한다. pull-off 시험에 있어서도 동일한 결과를 보였다. 형성된 박막을 아크릴 판에 접착하여 양쪽 방향으로 동일한 힘을 가한 결과 보통 박막인 경우 380 Kg/mm²에서 파단현상을 보였으나 IAD 박막인 경우에는 420 Kg/mm² 이상에서 파단되었다. 이러한 결과는 앞서 서술한 스코치 테이프 검사에서 나타나는 효과에 기인한 것으로 판단된다.

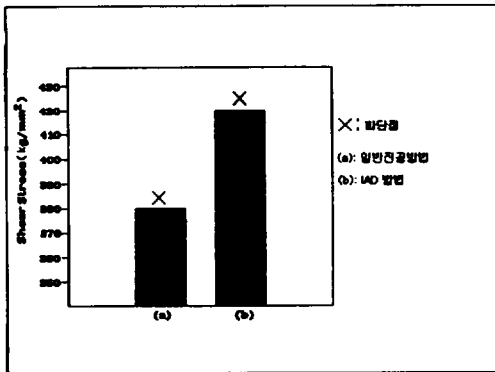


Fig. 5 pull-off test

3.3 러더포드 후방산란 스펙트럼(RBS) 검사
증착된 필름의 조성과 밀도를 검사하기 위하여 러더포드 후방산란 스펙트럼 검사를 실시하였다. 이 방법은 이온빔을 이용하여 구성 원소의 성분 및 두께를 측정할 수 있는 절대 측정법이며 입사 이온의 종류와 에너지 그리고 표적물질의 종류에 따라 수십 μm/cm²까지도 측정이 가능하다. 이 방법에 의해 시료의 두께 Nt(atoms/cm²)는 다음 식으로 구할 수 있다.

$$Nt = \frac{\Delta E}{\epsilon} \quad (5)$$

$$\epsilon = \frac{K}{\cos \theta_1} \epsilon(E_i) + \frac{1}{\cos \theta_2} \epsilon(E_o)$$

ε는 저지단면적 인자이며 E_i, E_o는 입사 및 탈출시의 평균에너지이며 θ₁, θ₂는 입사각과 탈출각을 말한다. ΔE는 스펙트럼의 에너지 폭을 의

미한다. 기판은 실리콘 웨이퍼를 사용하였으며 각 방법에 따라 분석하기 위하여 3개의 시료를 제작 하였으며 증착물질로는 SiO를 사용하였다. 또한 SiO₂ 필름을 제작하기 위하여 증착 과정중에 챔버내에 산소 가스를 투입하였다. 산소 가스는 진공도가 1.0 × 10⁻⁴ torr로 될때까지 투입하였으며 이때의 밀도는 이상기체 상태 방정식에 의해 약 2.988 × 10¹² molec./cm³ 정도이다. 시료 1로서 단순 진공 증착법에 의해 두께 1.5 kA 정도 증착한 필름을 검사 하였다. 그 결과 조성에 있어서 실리콘(Si)과 산소(O)의 비율이 1 : 2.8 이었으며 밀도는 3.84 × 10⁻⁶ g/cm³ 이었다. 시료 2로서 IBC 방법에 의해 증착한 필름을 검사하였다. 그 결과 실리콘과 산소(O)의 조성비는 1 : 2.5 이었으며 밀도는 4.174 × 10⁻⁶ g/cm³ 이었다. 시료 3으로서 IAD 방법으로 증착된 필름의 특성을 검사하였으며 그 결과 실리콘과 산소(O)의 조성비율이 1 : 2.0 이었으며 밀도는 4.87 × 10⁻⁶ g/cm³ 이었다. 시료 1의 결과에서 필름의 성분 조성중 산소의 비율이 높아진 것은 주입된 산소 가스에 기인한 것으로 판단된다. 시료 2에서는 초기 이온빔에 의해 기판의 청결도가 증가하고 그 결과 증착율 및 조밀도가 증가하여 주위 산소가스가 필름안에 차지할 수 있는 공간이 시료 1보다 줄어든 것으로 판단된다. 시료 3에서는 목적으로 한 SiO₂ 필름이 형성되었음을 보인다. 이는 증착 과정중에도 이온빔을 첨가함으로써 필름이 형성될 때 증착 입자의 운동도를 증가시켜 국부적인 기동구조가 감소됨으로서 빈 공간이 줄었거나 혹은 그 공간을 증착 입자와 이온들로 채워줌으로서 주위 산소가스가 과다하게 유입되는 것을 방지했다고 판단된다. 밀도측정 결과에서도 단순 진공증착법에 의한 박막보다는 IBC 박막은 8.7 % 증가되었으며 IAD박막은 26.8%가 증가되어 가장 조밀한 것으로 판명되었다.

3.4 결정구조

형성된 박막의 결정구조를 분석하기 위하여 X선 회절 방법에 의해 분석하였다. 시편은 이온

빔 조사여부에 따라 세종류로 제작하였으며 증착물질은 SiO₂를 사용하였다. Fig. 6의 그림에는 두께 1.5 kÅ으로 SiO₂를 증착한 박막을 검사한 결과이다. 그림에 나타낸 바와 같이 보통박막에서는 육방구조와 정방구조가 혼합된 다결정구조를 나타내고 있으나 IBC박막과 IAD박막에서는 빔이 첨가되면서 (221)방향의 정방구조가 선택적으로 증가함을 볼 수 있다.

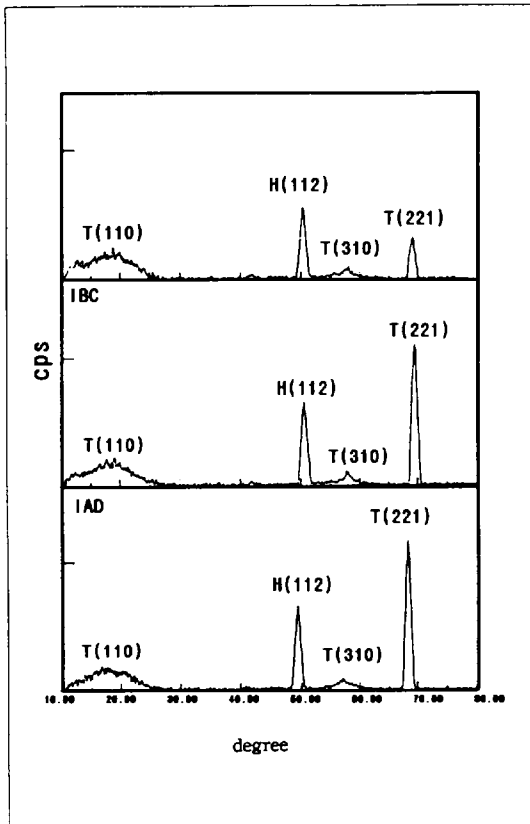


Fig. 6 XRD test

IV. 결 론

필름의 광학적 특성을 증가시키기 위한 방법의 하나로 널리 연구 개발중인 이온 보조 증착법을 응용하여 박막을 제작하는 실험을 수행하였다. Kaufman 형 이온원을 사용하여 이온빔을

생성하였다. 박막 구성 물질로 SiO₂ 물질을 사용하여 형성된 필름의 결과를 비교하였다. 또한 빔의 효과와 필름의 광학적 특성에 미치는 영향을 조사하기 위하여 빔의 조사 여부에 따라 세 부분으로 나누어 필름을 제작 하였다.

조사된 이온빔의 세기는 IBC 방법에서는 기판의 세척 효과를 기대하여 500 eV에서 50 μ A/cm²의 이온빔을 조사하였으며 IAD 방법에서는 스퍼터링 효과를 줄이기 위해 증착 과정시에는 이온빔의 세기를 200 eV에서 10 μ A/cm²로 줄여서 조사하였다. 3% NaCl 용액의 부식 검사에서 빔을 조사하지 않은 보통 박막보다는 빔을 조사한 IBC, IAD 박막이 개선되었음을 확인하였다. 특히 증착 과정전과 과정중에 빔을 조사한 IAD 박막이 가장 우수하였다. 그리고 스코치 테이프와 pull-off 검사 결과에서도 IAD박막이 우수하였고, RBS 검사 결과에서도 IAD 방법에 의해 형성된 박막이 4.87 $\times 10^{-6}$ g/cm³ 밀도로 가장 조밀한 것으로 판명되었다. 이러한 결과에서 이온빔이 초기에 기판을 세척하는 효과가 있으며 또한 증착 과정에서의 이온빔의 조사 여부는 필름의 광학적 성질을 개선하는데 큰 영향을 주는 것으로 판명되었다. 녹는점이 매우 높은 물질인 경우 저항 가열 방식으로는 증착과정이 불안정하여 실험을 수행하지 못했다. 이러한 물질인 경우에는 전자빔 증착법이 보다 효율적이므로 차후 전자빔 증착법을 이용하여 증착 과정을 수행하고자 한다.

이상의 실험 결과는 단층 박막의 특성을 조사한 것이다. 이러한 결과는 다층 박막의 구성, 특성 연구에 기초가 될 것이며 기계적, 광학적 특성이 우수한 고품질의 비 반사 박막, 전 반사 박막 형성에 많은 도움이 될 것이다.

끝으로 본 연구를 할 수 있도록 지원을 하여 주신 동림산업의 이현구 사장님, 원자력연구소의 최병호 박사님에게 감사드립니다. 또한 시편을 검사하는데 도움을 주신 표준연구소의 신동주님, 자원연구소의 우형주 박사님, 김준관님 그리고 성균관 대학교의 한건전 교수님께 감사드립니다. 실험에 동고동락을 같이한 김수훈 학우

에게 감사드리며 지도하여주신 이현주 교수님께 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. Brown, IAN. G., 1989, The physics and technology of ion source, John Wiley & Sons, U.S.A. pp. 429
2. Keller, John. H. and Robinson, J.W., 1987, Ion source and implantation system, Materials Science and Engineering, 90, pp. 423-432.
3. Hubler. G. K., 1989, Fundamentals of ion beam assisted deposition: Technique and film properties, Materials science and engineering., Vol. pp. 181 - 192.
4. Sakai. S., Ogata, K. and Andoh, Y., 1991, Crystal structure of aluminum films prepared by ion beam assisted technology, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, B59/60, pp. 288-291.
5. Wolf, G. K., 1990, Modification of mechanical and chemical properties of thin films by ion bombardment, Surface and Coatings technology., 43/44, pp. 920 - 935.
6. Francombe, Maurice. H., 1994, Physics of thin films, Academic Press, U.S.A, pp. 5-50.
7. Stanley Hunphries. Jr., 1990, Charged particle beams, John Wiley & Sons, U.S.A., pp. 1-132.
8. Ensinger, W., 1992, Ion sources for ion beam assisted thin-film deposition, Rev. Sci. Instrum., 63(11), pp. 5217-5233
9. Pulker, H. K., 1984, Coatings on glass, Elsevier, New York, pp.52 - 63. Roth, A., 1976, Vacuum Technology, North - Holland, U.S.A, pp. 496