

## Magnetron Sputtering 법을 이용한 Mo-Cu 박막의 특성

이한찬<sup>(1),(3)</sup>, 문경일<sup>(1)</sup>, 이봉주<sup>(2)</sup>, 신백균<sup>(3)</sup>  
 한국생산기술연구원<sup>(1)</sup>, 남서울대학교 전자공학과<sup>(2)</sup>, 인하대학교 전기공학과<sup>(3)</sup>

### Mo-Cu Thin-film Using Magnetron Sputtering Method and their Characterization

Han-Chan Lee<sup>(1),(3)</sup>, Kyung-il Moon<sup>(1)</sup>, Boong-joo Lee<sup>(2)</sup>, Paik-kyun Shin<sup>(3)</sup>  
 KITECH<sup>(1)</sup>, Namseoul University<sup>(2)</sup>, Inha University<sup>(3)</sup>

**Abstract** - 현재 고온 및 부식·침식 환경에 사용되는 재료는 부품의 내구성 및 신뢰성이 수명에 절대적인 영향을 준다. 따라서 내열성, 내식성의 문제를 해결하기 위한 재료의 개발과 함께 표면특성 향상을 위한 코팅기술이 지속적으로 발전되고 있다.[1] 본 연구에서는 전기접점재료의 중요한 특성인 저항·고온·고강도·고내식의 특성을 가지는 차세대 복합소재로써 Mo-Cu를 Magnetron Sputtering 법을 이용하여 박막을 제조하였다. Sputtering 변수로는 파워, 온도, Gas, 공정시간, 조성으로 정하였고 변수에 따른 박막의 특성을 분석하였다. 분석으로는 내열, 내식, 경도, XRD, SEM, EDX, EPMA, 면저항을 측정하여 조건별 비교 분석하였다.

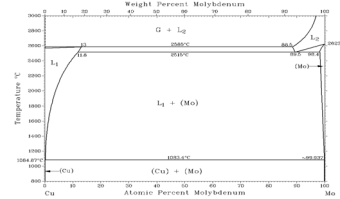
#### 1. 서론

세계적으로 전자·전기 및 반도체 산업의 급속한 발전과 자동차, 우주 항공 산업의 진보에 따라 고강도, 고온, 고내식성의 특성을 가진 재료의 연구가 활발히 진행되고 있다. 또한 여러 가지 특성을 얻기 위해서 두 가지 이상의 재료를 혼합하여 만드는 복합재료 개발이 나날이 발전해 가고 있다. 현재 복합재료 개발 산업은 산업 경쟁력의 핵심요소로 부상하고 있으며, 미래에는 이러한 복합재료의 개발이 경제 성장에 중요한 역할을 할 것으로 예상되고 있다. 현재, 이러한 많은 응용분야 중에 전기접점재료로서의 사용에 적합한 고경도, 고내열, 고내식의 특성을 가지면서 전기전도성을 요구하는 복합재료의 개발에 관한 많은 연구가 진행 중이다.[1]. 그러나 내열성, 내식성이 좋은 소재의 경우 전도성이 떨어지는 단점이 있고, 이러한 상반되는 두 가지 측면의 특성을 동시에 가질 수 있는 가능성을 지닌 소재로써 Mo-Cu 복합재료가 있다. Mo-Cu는 아직 많은 연구가 진행되지 않았지만 우수한 전기·열 전도성을 가지고 있는 것으로 확인 되어졌으며, Mo와 Cu의 함량과 공정조건에 따라 전기전도성과 내식성 등의 특성을 조절할 수 있을 것으로 예상된다.[1-2] 특히 Mo는 10.28g/cm<sup>3</sup>의 밀도와 2617°C의 높은 용점을 가지며 상대적으로 높은 열전도도(138W/m·K) 및 낮은 열팽창계수(4.8μm·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>)를 가질 뿐만 아니라 우수한 고온 기계적 특성 등으로 고온 고강도 구조재, 유리용해용전극(glass melting electrode, GME), PDP(plasma display panel) 또는 LCD(Liquid crystal display)의 박막증착용 타겟 등 다양한 응용성을 가진 재료이다. Cu는 8.96g/cm<sup>3</sup>의 밀도와 1083°C의 용점을 가지며, 우수한 열전도도(401 W/m·K)의 특성이 있어 각종 전자전기제품, 기계부품재료, 건축재 등으로 쓰이고 있다. 이러한 특성을 가진 Mo와 Cu를 이용한 복합재료로서의 많은 응용분야에 관한 연구가 진행되고 있으며, 그와 더불어 Mo-Cu 복합체를 코팅층으로 성막시켜 전기접점 뿐만 아니라 다른 전기재료 및 열전달 재료에 요구되는 내식성 및 내열성 특성을 찾는다면 적은양의 소재 사용이 가능하므로 향후 다양한 분야에 활용도가 높아질 것으로 기대된다.

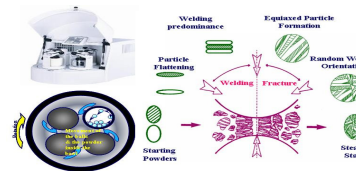
#### 2. 실험 방법

본 연구에서는 서로 고용성이 없는 Mo, Cu 분말을 Planetary Ball Mill 장비를 이용하여 복합분말을 제조하였고, 제조된 분말은 SPS 공정에 의해 타겟으로 제조되었다.[3] 그리고 타겟을 이용하여 Sputtering 법으로 박막을 제조 하였다.[4] 서로 고용성이 없는 복합체의 조성으로 박막을 제조할 때 일반적으로 단일 타겟에 각각의 전류밀도를 다르게 주어 박막을 형성하게 되는데 이 경우에 코팅층의 함량을 정확히 조절하기가 어렵다.[5] 그리하여 본 연구에서는 Mo-Cu 합금 타겟을 제조하여 정확한 조성의 박막을 제조하였고, 파워의 종류를 다르게 하여 박막의 표면조도 및 표면특성에 관한 분석도 진행하였다. 또한 직접재료로서 요구되는 전기전도성, 경도 내열성, 내식성의 특성들을 평가하였

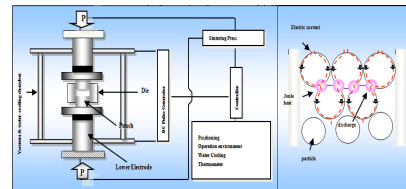
다. Fig. 1은 서로 고용성이 없는 Mo와 Cu의 상태를 보여주고, 이렇게 서로 고용성이 없는 재료들을 기계적 합금화 하기 위하여 Fig. 2에 있는 Planetary Ball Mill 장비를 이용하였다. Fig. 3은 제조된 복합분말을 이용하여 타겟을 만드는 SPS장비의 내부사진과 분말소결에 관한 원리를 보여준다.



<Fig. 1> Mo-Cu 상태도



<Fig. 2> Planetary Ball Mill 장비와 원리



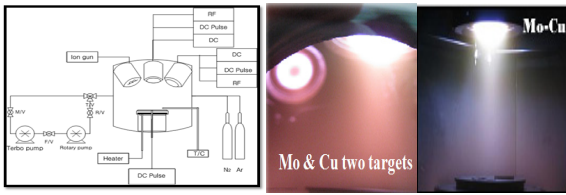
<Fig. 3> SPS 장비, SPS의 분말소결 원리

기존의 Mo, Cu 두 타겟과 SPS 공정으로 제조된 Mo-10at%Cu 단일타겟을 Sputtering 법으로 박막을 제조하여 두 박막의 단면사진, 박막두께, 조도를 비교하였고, 단일타겟을 이용하여 Table 1의 표시된 기본조건으로 박막을 제조하여 내열성, 내식성 Test를 하였다. 또한 공정시간, 파워, Gas, 온도, 타겟 조성에 변수를 주어 박막을 제조하여 경도와 면저항 값을 측정하였다.

<Table 1> Sputtering 공정 변수(□=기본조건)

Pre-sputter	[Dc-pulse, 5mtorr, 600V, 10Minute]
Base pressure	[2x10 <sup>-5</sup> Torr]
Gas flux	[36sccm]
Process Pressure	[10mTorr]
Substrate	[Si-wafer]
Process time(Minute)	[20], 40, 60
Power	RF 300W, DC Pulse 300W, DC 200W, [300W], 400W
Gas flow ratio	[Ar(36)], Ar : N <sub>2</sub> (30:6)
Temperature	[25°C], 100°C, 200°C, 300°C
Target	Mo-5at%Cu, [Mo-10at%Cu], Mo-20at%Cu, Mo-30at%Cu, Mo-40at%Cu, Mo-50at%Cu

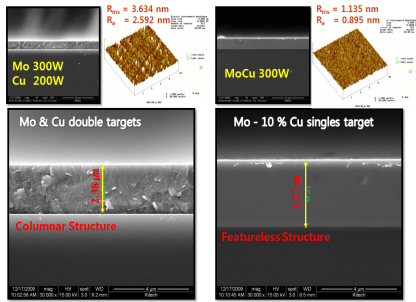
그림 Fig. 4 는 Sputter 의 모식도와 두 타겟과 단일 타겟을 이용하여 Sputtering 하는 사진이다.



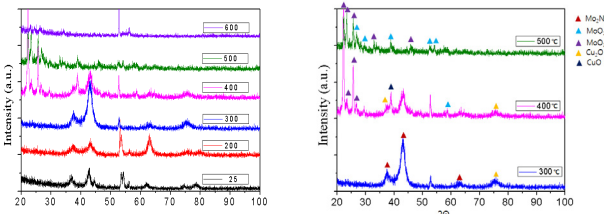
<Fig. 4> Sputter 모식도, Sputtering 사진

### 3. 결과 및 고찰

Fig. 5 는 Mo, Cu 두 타겟과 Mo-10at%Cu 단일타겟을 이용하여 Sputtering 한 박막의 단면 SEM 사진과 표면 AFM 사진이다. 두 타겟으로 제조된 박막보다 단일타겟으로 제조된 박막이 Featureless 하고 낮은 조도값을 가지는 결과를 얻었다. Fig. 6 은 내열성 Test를 위해 박막에 온도를 가함으로써 상을 변화를 보여주는 XRD DATA 이다. 400도 이상부터 박막이 산화되어 산화막이 생성되는 것을 확인 할 수 있었다. 또한 염수분무(NaCl 5wt%함유)법으로 내식성 Test를 진행한 결과 48시간(2일)이 지난 후부터 박막에 손상이 가는 것을 확인 할 수 있었다.

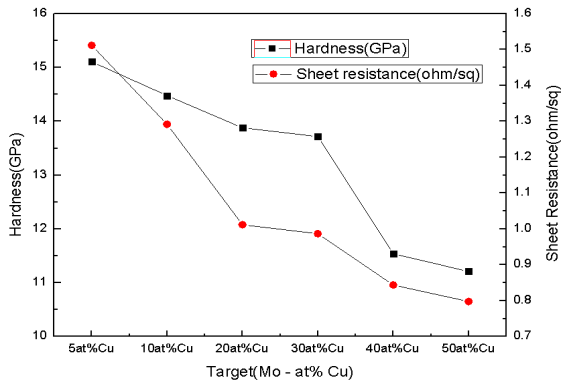


<Fig. 5> Two Target, Single Target SEM, AFM 비교 DATA

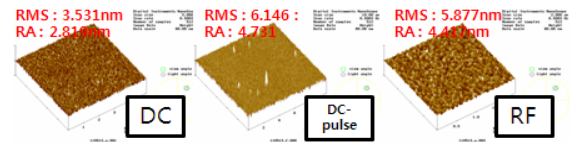


<Fig. 6> 온도에 따른 Mo-10at%Cu 박막의 XRD DATA

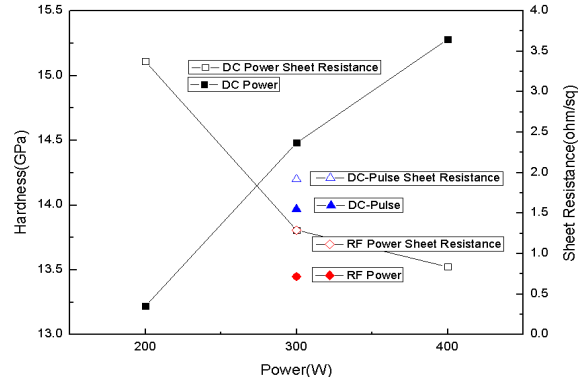
Fig. 7 은 타겟조성에 따른 경도값(Nano Indentor 값)과 면저항 값(4 Point Probe 값)을 나타내는 그래프이다. at%Cu 의 함유량이 증가할수록 경도값과 면저항이 값이 줄어드는 것을 확인 할 수 있었다. Fig. 8 은 파워에 따른 조도값을 보여주는 그림이고, Fig. 9 는 파워 종류에 따른 박막의 경도값과 면저항값을 나타내고, 파워 종류 중 경도가 높고 면저항 값과 조도값이 작은 DC 파워를 200W, 400W 실험을 추가하여 나타낸 DATA다. 그 결과 파워가 증가할수록 경도값이 증가하는 것을 관찰하였고, 면저항 값 또한 감소하는 것을 확인 하였다.



<Fig. 7> Mo-at%Cu 코팅층 조성에 따른 박막의 경도, 면저항 DATA



<Fig. 8> 파워에 따른 박막의 조도값



<Fig. 9> 파워에 따른 박막의 경도, 면저항 DATA

### 4. Conclusion

1. 서로 고용성이 없는 Mo, Cu 분말을 Planetary Ball Mill 장비를 이용하여 복합분말 제조가 가능하였고, 제조된 분말을 SPS 공정을 통해서 단일타겟을 제조하는데 성공하였다.
2. 단일타겟을 Sputter에 장착하여 박막을 증착하는데 성공하였고, 기존의 두 타겟을 이용한 박막과 비교하였을 때 코팅층의 두께가 약 1 $\mu$ m 더 두꺼웠으며 조도값(Ra : 0.895, Rms : 1.135)도 더 낮았다. 그리고 단면이 더 Featureless 하였다.
3. 기본조건으로 제조된 박막에 온도를 가한 후, XRD 로 Peak 을 분석한 결과 400도부터 Cu<sub>2</sub>O, MoO<sub>2</sub>, MoO<sub>3</sub> 와 같은 산화 Peak 들이 검출되었다. 또한 염수분무법(NaCl 5wt%함유)을 이용하여 내식성 Test 결과 48시간(2일)이 지난후 표면에 부식현상이 일어났다.
4. 코팅층 조성에 따른 경도값과 면저항값을 측정하였을 때, Mo 의 함유량이 많은 Mo-5at%Cu 때 경도값이 15.11GPa 로 가장 높고 면저항값 또한 1.512ohm/sq 로 가장 높았다. at%Cu 의 함유량이 증가할수록 경도값과 면저항값이 줄어드는 것을 알 수 있었고, 점접재료 사용특성에 중요한 경도값과 저항 값을 조성의 변화시켜 조절이 가능하다는 것을 확인 할 수 있었다.
5. DC, DC-pulse, RF 파워에 300W를 인가하였을 때 DC 파워에서 조도값이(RMS : 3.531nm, RA : 2.819nm) 가장 낮았고, DC 파워에 200W, 400W 인가하여 추가 실험한 결과 W를 높게 인가함에 따라 경도값은 증가하였고, 면저항 값은 감소하는 결과를 도출하였다.

### [참 고 문 헌]

- [1] Peng Song, Jigui Cheng, LeiWan, Jingsong Zhao, YifangWang, Yanbo Cai, "Preparation and characterization of Mo-15 Cu superfine powders by a gelatification-reduction process" Journal of Alloys and Compounds 476 (2009) 226 - 230.
- [2] 김종욱, " RF 파워에 따라 스퍼터된 Al doped ZnO 박막의 구조적, 광학적, 전기적 특성 " 전기전자재료학회논문지, Vol. 24, No. 3, pp. 177-181, March 2011.
- [3] Mamoru Otori, "Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS)" Materials Science and Engineering A, Volume 287, Issue 2, Pages 183-188, 15 August 2000.
- [4] J. Musil, P. Baroch, J. Vlček, K.H. Nam, J.G. Han, "Reactive magnetron Sputtering of thin films: present status and trends" Thin Solid Films, Volume 475, Issues 1-2, Pages 208-218, 22 March 2005.
- [5] Dheepa Srinivasan, P.R. Subramanian, "Kirkendall porosity during thermal treatment of Mo - u nanomultilayers, Materials" Science and Engineering A 459 (2007) 145 - 50

<Acknowledgement> "본 연구는 지식경제부 산업원천기술개발사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다."