전자빔 증발원을 이용한 물질의 증발 특성

정재인*, 양지훈, 박혜선, 정재훈, 송민아

포항산업과학연구원 융합소재연구본부

Evaporation Characteristics of Materials from an Electron Beam Evaporation Source

J. I. Jeong*, J.H. Yang, H.S. Park, J.H. Jung, M.A. Song

Hybrid Materials Research Department, Research Institute of Industrial Science & Technology,
Gyeong-buk 790-330, Korea

(Received July 13, 2011; revised August 22, 2011; accepted August 30, 2011)

Abstract

Electron beam evaporation source is widely used to prepare thin films by physical vapor deposition because it is very effective to vaporize materials and there is virtually no limit to vaporize materials including metals and compounds such as oxide. In this study, evaporation characteristics of various metals and compounds from an electron beam evaporation source have been studied. The 180 degree deflection type electron beam evaporation source which has 6-hearth crucibles and is capable of inputting power up to 10 kW was employed for evaporation experiment. 36 materials including metals, oxides and fluorides have been tested and described in terms of optimum crucible liner, evaporation state, stability, and so on. Various crucible liners have been tried to find out the most effective way to vaporize materials. Two types of crucible liners have been employed in this experiment. One is contact type liner, and the other is non-contact type one. It has been tried to give the objective information and the most effective evaporation method on the evaporation of materials from the electron beam evaporation source. It is concluded that the electron beam evaporation source can be used to prepare good quality films by choosing the appropriate crucible liner.

Keywords: Electron beam evaporation source, Crucible and crucible liner, Evaporation characteristics, Thin films, Physical vapor deposition

1. 서 론

박막의 제조는 많은 연구의 가장 기초가 되는 시편을 만드는 과정으로 실험을 근간으로 하는 연구에서 매우 중요한 공정 중의 하나이다. 최근 탄소 나노튜브나 그래핀 등이 등장하면서 박막의 중요성은 더욱 커지고 있다. 그러나 이러한 박막의 제조는 제조하는 사람의 숙련도나 장치에 의존하는 경우가 많고 때에 따라서는 원하는 특성의 박막을 제조하는 것이 매우 어려운 작업이 되기도 한다. 따라서, 경험이 없는 연구자의 경우는 때때로 까다로

움과 번거로움을 느끼게 되며, 안정된 공정을 찾기까지 많은 시간을 소비하게 된다. 특히 부적절한 증발방법의 선정에 따른 실험 결과는 경제적인 손실을 초래할 뿐만 아니라 실험하는 사람을 좌절시키는 가장 큰 요인이 되어왔다.

일반적으로 기존에 경험하지 않은 새로운 물질의 박막을 제조할 경우는 증발원이나 증발방법의 선택에서 시행착오를 바탕으로 이루어지게 된다. 이러한 시행착오를 줄이기 위해 증발원 제조 회사 등에서 증발원과 증발방법에 관한 기초 자료를 카탈로그 형식으로 제공하는 경우가 있으며 대개의 경우는 그러한 자료를 바탕으로 실험을 시작한다.

진공증착에 의한 박막의 제조는 물리증착(PVD;

*Corresponding author. E-mail : jijjeong@rist.re.kr

Physical Vapor Deposition)과 화학증착 (CVD; Chemical Vapor Deposition)이 있으며 물리증착은 다시 증발법과 스퍼터링, 이온플레이팅 등으로 구분된다. 이 중 가열을 통해 물질을 증발시켜 박막을 제조하는 방법을 증발법 또는 협의의 진공증착(광의의 진공증착은 PVD와 CVD를 통칭하는 것임)이라 부르며 증발법에 사용되는 증발원에는 저항가열 증발원과 전자빔 증발원 그리고 유도가열 증발원 등이 이용되고 있다.

저항가열 증발원은 가격이 저렴하다는 장점은 있으나 반응성이 높은 물질을 증발시킬 경우는 증발원이 손쉽게 파손되거나 증발량이 일정하지 않아 박막의 정밀 제어가 어려울 뿐만 아니라 때에 따라서는 1 μm 이상의 후막 형성에도 어려움이 있는 등 많은 제약이 있다. 따라서 적절한 증발원의 선정이 실험의 효율성을 좌우하는 경우가 많다. 적절한 증발원의 선정과 효율적인 실험을 위해 증발원 제조회사에서는 증발원의 선정이나 증발 조건과 관련된 자료를 카탈로그 형태로 발행하고 있다¹⁻⁷⁾. 한편, 박막이나 코팅 및 증착기술관련 참고서적에서도 각종 증발원 및 증발방법과 관련된 기술을 한두 개의 장으로 별도로 다루고 있다^{8,9)}. 그러나 그러한 자료만으로는 객관적인 정보를 얻기에 충분하지 못한 경우가 많으며, 어떤 경우에는 저자 등의 경험과 일치하지 않는 정보도 포함하고 있었다.

전자빔 증발원은 냉각이 되는 Crucible에 물질을 담고 고전압의 전자빔으로 물질을 가열시켜 증발시키는 증발원으로 1960년대 이후 다양한 과학 실험에 사용되기 시작하였다. 전자빔은 고순도의 피막 제조가 가능하고 증발물의 교체가 쉬우며 고속 증발이 가능함은 물론 다층막의 제조가 용이하고 증발물의 제조 비용이 저렴하다는 장점이 있다. 이러한 장점 때문에 1970년대 이후에는 전자빔을 이용한 박막제조가 활발히 이루어졌고 이때를 즈음하여 전자빔을 이용한 물질의 증발 특성이 논문으로 발표되기도 하였다^{10,11)}.

그러나 상기 논문에서는 Crucible Liner나 최적화된 조건에서의 증발에 대한 언급이 없고 가장 일반적인 방법에서의 증발 특성만을 정리하여 보고하였기 때문에 효율적인 증발이나 Crucible Liner를 이용한 체계적인 자료는 나와 있지 않아 이에 대한 새로운 논문의 필요성이 대두되었다.

본 저자 등은 다양한 증발실험을 바탕으로 저항가열증발원의 특성을 정리하여 보고한 바 있고 특히 새로운 형태의 흑연증발원을 이용한 증발특성을 상세히 보고한 바 있다¹²⁻¹⁴⁾.

본 논문에서는 전자빔 증발에 관한 저자들의 경

험을 바탕으로 증발 실험을 진행한 물질계를 중심으로 각 물질의 증발특성과 가장 효율적인 Liner 등에 대해 기술하였다. 특히, 각종 물질의 증발 특성을 체계화 함은 물론 효율적인 증발 방법을 객관적인 Data와 함께 제공하여 박막 제조를 위한 효과적인 실험에 도움이 되고자 하였다.

2. 진공증착용 증발원

증발원이란 물리증착 공정에서 물질을 증기화 시키기 위한 소스를 말하는 것으로 크게 가열을 이용한 열증발원과 운동량 전달에 의해 증기화시키는 스퍼터링 증발원 그리고 아크에 의해 증기를 발생시키는 아크 증발원으로 나눌 수 있다. 열 증발원은 직접 또는 간접적인 방법으로 증발 물질을 고온으로 가열하여 증기화시키는 증발원을 말한다.

이러한 열증발원은 저항가열 증발원과 전자빔 증발원 그리고 유도가열 증발원으로 구분된다. 본 논문에서는 실험실에서 널리 이용되고 있는 저항가열 증발원과 전자빔 증발원에 대해 그 원리와 종류를 간략히 기술하였다.

2.1 저항가열 증발원(Resistance Heated Evaporation Source)

저항가열 증발원이란 저항이 비교적 크고 용점이 높은 내화물 금속 등을 Joule Heating에 의해 통전 가열하여 그 안에 담긴 증발물질을 증기화시키는 것으로 내화 금속(W, Ta, Mo 등)이나 흑연 그리고 금속간 복합 화합물(TiB_2 , BN) 등의 재료를 필라멘트나 보우트 또는 도가니 형태로 제작하여 사용되고 있다. 이들을 이용하면 용점이 낮고 반응성이 낮은 금속의 경우는 비교적 용이하게 증발이 가능하며 높은 순도를 가진 피막을 손쉽게 형성시킬 수가 있다¹²⁾.

그림 1은 여러 종류의 저항가열 증발원의 형태를 보여주는 그림이다.

필라멘트 증발원은 다양한 형태가 개발되어 이용되고 있다. 주로 텅스텐 와이어가 이용되며 종종 탄탈륨이나 몰리브덴 등도 이용되고 있다.

보우트 증발원은 두께가 0.1~0.5 mm인 내화물 Foil을 보우트 형태로 가공한 것으로 필라멘트에 비해 많은 양의 물질을 증발시킬 수 있다. 보우트 증발원은 내화물 금속이나 흑연 또는 금속간 복합 화합물 등의 재료가 이용되며 텅스텐 보우트의 경우는 증발면에 알루미늄을 코팅하여 증발원과 용융금속의 반응을 방지하거나 증발의 안정성을 향상시킨 보우트도 개발되어 있다. 크롬과 같이 승화성이 있

Fig. 1. Various types of resistance heated evaporation source.

는 물질은 텅스텐 와이어에 습식법으로 도금한 후 증착용 증발원으로 사용하는 경우도 있다.

이외에도 특수한 용도에 사용되는 저항가열 증발원이 있다. 알루미늄이나 흑연 Crucible에 텅스텐 Basket 또는 탄탈륨 Box를 씌워서 간접가열을 통해 증발시키는 증발원은 “Crucible Heater”라는 명칭으로 사용되고 있으며, SiO와 같은 승화성 물질의 증발에는 “Baffled Boat”가 사용되는데 이 보우트는 거대 입자가 박막에 혼입되는 것을 막기 위해 증발물의 위치와 증기 방출 위치를 다르게 한 것이 특징이다.

저항가열 증발원용 전원은 주로 저전압, 대전류의 교류전원을 이용하고 있다. 전류의 정밀 제어가 필요할 경우 종종 직류 전원을 이용하기도 하나 특별한 경우를 제외하고는 가격이 저렴한 교류전원을 이용하는 것이 일반적이다. 보우트 증발원의 경우 10 V, 300 A의 전원이 이용되며 필라멘트 증발원의 경우는 20 V, 100 A의 전원이 많이 이용되고 있다. 물론 흑연이나 TiB₂, BN 등 증발원의 Volume이 큰 보우트를 사용할 경우는 500 A 이상의 대전류용 전원이 이용되기도 한다.

2.2 전자빔 증발원(Electron Beam Evaporation Source)

저항가열 증발원은 경제적이면서 간편한 증발원이기는 하나 증발원 전체가 가열되기 때문에 피막층의 오염이나 증발물과의 반응에 의한 파손 등의 문제가 있으며 가장 중요한 문제점으로 고용점 물질의 증발은 곤란하다는 것이다. 이를 해결할 수 있는 증발원으로 전자빔 증발원이 있으며 현재 가장 널리 이용되고 있는 증발원 중의 하나이다.

전자빔 증발원은 전자빔(Electron Beam) 또는 전자총(Electron Beam Gun)이라 부르는 전자발생원에

Fig. 2. Schematic diagram of electron beam evaporation source.

기반을 두고 있는 증발원이다. 이러한 전자빔 증발원은 원리적으로 모든 종류의 물질에 대해 증발이 가능하다는 것이 특징이다^{8,9)}.

전자빔을 이용한 증발은 기본적으로 물질을 고온으로 녹인 상태에서 증발을 시키되 증발물을 담은 용기가 냉각이 되고 있으므로 용기가 가열되지 않아 순도가 높은 피막을 제조하는데 용이하다는 장점이 있다.

그림 2는 전자빔 증발원의 개략도를 보여주고 있다. 전자빔은 열전자 방출을 위한 필라멘트와 방출된 전자를 집속하고 Crucible에 위치하도록 제어하는 영구자석, 전자빔의 위치와 Scan 범위를 제어하는 전자석 그리고 수냉이 되는 Crucible로 구성되어 있다. 필라멘트에는 수 kV 이상의 음의 전압이 인가되어 전자를 가속시키며 이 가속전압과 전류가 증발물질을 가열하는 에너지로 작용한다.

전자빔은 전자를 집속하여 원하는 위치에 제어되 전자빔의 휨 각도 즉, 편향각에 따라 180도-bent 방식과 270도-bent 방식으로 구분된다. 180도-bent 방식은 Crucible의 표면과 필라멘트가 동일한 평면상 즉, 180도의 각도를 이루고 있으며 270도-bent 방식은 필라멘트가 Crucible 아래 부분에 위치하여 Crucible과 필라멘트가 270도의 각도를 이룬다. 그림 2와 같은 형태로 구성되어 있는 것이 270도-bent 방식의 전자빔 증발원이다. 180도-bent 방식은 필라멘트가 평면상에 노출되어 있어서 Splash 등으로 발생된 거대 입자에 의해 필라멘트가 쉽게 손상될 수 있기 때문에 수명이 짧다는 단점이 있다. 반면에 270도-bent 방식은 필라멘트가 평면상에 노출되지 않고 가려져 있기 때문에 상대적으로 수명이 길다.

Crucible은 증발물을 담은 용기의 역할을 하며 물질을 담은 부분을 Pocket 또는 Hearth라 부르고 Pocket의 개수에 따라 4-pocket 또는 8-pocket Crucible이라 부른다. Hearth라는 용어를 사용할 경

Fig. 3. Photos of electron beam evaporation sources¹⁵⁾.

우는 4-hearth Crucible이라 부르며 본 논문에서는 Heath라는 용어를 사용하였다.

전자빔을 이용한 물질의 증발은 음의 고전압이 걸린 필라멘트에서 방출된 열전자가 고에너지로 Crucible에 집속되어 Crucible에 담긴 증발물을 가열하여 이루어진다.

그림 3은 다양한 전자빔 증발원의 사진을 보여주고 있다¹⁵⁾. 본 전자빔은 (주)일본전자(JEOL)에서 박막 제조용으로 가장 널리 판매하고 있는 것으로 빔 편향각은 180도와 270도를 기본으로 하고 있다.

전자빔 증발원용 전원은 일반적으로 고전압 저전류 방식의 직류 전원을 이용한다. 실험실용으로는 전압의 경우 5~10 kV, 전류는 0.2~1 A 사이의 전원이 가장 널리 이용된다.

3. 실험 장치 및 방법

모든 실험은 전자빔 증발원이 장착된 진공증착 시스템에서 이루어 졌다.

그림 4는 본 연구에 사용된 진공증착 시스템의 사진 및 개략도이다.

진공용기는 SUS 304로 만들어진 지름 650 mm의

원통형 형태이며, 유회전 펌프(Rotary Pump)와 부스터 펌프(Booster Pump) 및 액체질소(LN₂) Trap이 달린 유확산 펌프(Diffusion Pump)로 이루어진 배기계, 전자빔 증발원을 포함하는 내부장치 그리고 히터가 내장되어 최고 300°C까지 가열할 수 있는 기관 홀더로 이루어져 있다. 진공도는 30분 이상 배기하였을 때 3×10^{-5} Torr 이하를 얻을 수 있다.

전자빔 증발원은 국내 진공장치 전문회사인 (주)유니백에서 제작한 것으로 6-hearth Crucible이 장착된 180°-bent 방식의 전자빔 증발원이며 최대 10 kW (10 kV, 1 A)의 출력을 얻을 수 있는 전원 장치가 부착되어 있다.

그림 5는 본 연구에 사용된 전자빔의 사진을 보여주고 있다. Crucible에는 증발물이 담겨 있고 열전자를 방출하는 필라멘트는 앞쪽에 위치하고 있음을 볼 수 있다.

증발 물질은 특수한 경우를 제외하고는 적당한 순도(99.9+ %)를 가진 2~10 mm 크기의 산탄형(Shot)이나 낱알형(Grain) 또는 Ball 형상을 사용하였으며, 제조업체가 진공 증발용으로 제작한 것을 구입하여 그대로 사용하였다. 증발도중의 증발원 상태는 지름이 150 mm인 시창을 통해 관찰하였다. 모든 증발 실험은 증발중의 진공도가 5×10^{-5} Torr 이하인 상태에서 이루어졌다.

증발원과 기관 사이의 거리는 300 mm를 기준으로 하였다. 기관은 박막의 상태를 가장 잘 파악할 수 있는 Slide Glass와 Si Wafer를 주로 사용하였고 경우에 따라서는 스테인리스 강판 또는 냉연강판 등을 사용하기도 하였다.

증발 도중 가스 방출이 심하여 진공도가 나빠지는 경우에는 낮은 전력에서 열처리 시간을 지속하

Fig. 4. The photograph (a) and the schematic diagram (b) of the experimental system.

Fig. 5. 180°-bent type electron beam evaporation source.

여 가스가 충분히 방출되도록 하거나 Power 공급을 중단했다가 다시 공급하는 것을 반복함으로써 원하는 진공도를 유지하였다. 한편, 녹는점이 낮거나 증기압이 높아 충분히 탈가스가 안된 상태에서 증발되는 물질은 순간적으로 증발 Power를 증가시켜 탈가스 시킨 다음 Power를 낮추어 원하는 증발율을 얻는 방법으로 실험을 진행하였다.

4. 결과 및 고찰

전자빔 증발은 일반적으로 별도의 Crucible Liner (Hearth Liner라고 부르기도 하나 본 논문에서는 Bare Hearth와의 구분을 위해 Crucible Liner로 사용함)를 사용하지 않고 Bare Hearth 상태로 증발시키는 것이 바람직하나 열전도율이 높아서 열 손실에 의해 증발율이 낮은 물질이나 Bare Hearth의 재료인 무산소동과 반응하거나 또는 심한 Splash 등이 발생할 경우는 Crucible Liner를 사용하면 보다 효과적으로 물질을 증발시키는 것이 가능하다.

저자 등의 경험에 의하면 Crucible Liner를 두 가지로 분류할 수 있는데 그 하나는 Hearth와 Liner가 충분히 접촉되어 열전달이 원활하게 이루어지는

Contact Type의 Liner이고 다른 하나는 Hearth와 Liner가 서로 떨어진 상태로 열전달이 잘 이루어지지 않는 상태인 Non-contact Type Liner이다.

표 1은 Crucible Liner를 두 가지로 구분하고 Liner의 특징과 사용환경을 정리하여 나타낸 것이다. 비교를 위해 Liner를 사용하지 않는 Bare Hearth도 같이 정리 하였다.

Crucible Liner로 주로 사용하는 재료는 Mo이나 W과 같은 내화물 금속과 흑연이나 $TiB_2 \cdot BN$ 과 같이 통전이 되는 고온 내화 재료가 이용되고 있다. 또한 Contact Type Liner의 경우는 Cu를 사용하기도 한다. Cu Crucible Liner의 경우는 전자빔의 전력이 비교적 낮은 상태에서 증발되는 산화물의 증발에 많이 이용한다. 한편 알루미늄을 Crucible Liner로 사용하는 경우도 있는데 알루미늄을 Crucible Liner로 사용할 경우는 전자빔의 Path가 되는 전선을 연결하여 Charging을 막아주어야 한다. Charging을 방지하는 방법에는 통전이 되는 내화물을 Wire형상으로 가공하여 사용하거나 Liner가 깨지면서 용융물이 Liner의 깨진 틈으로 스며들게 하여 통전시키는 방법이 있다.

그림 6은 당 연구실에서 보유한 각종 Crucible Liner와 다양한 저항가열 증발원의 사진을 보여주고 있다. Carbon Crucible의 경우는 흑연이나 비정질탄소 모두 이용이 가능하나 밀도가 높은 소재를 이용하는 것이 바람직하며 특히, 증발원 소재 제조 회사에서 진공증착용으로 제조한 것을 사용하는 것이 좋다.

표 2에 본 논문에서 실험한 다양한 물질의 증발 특성을 정리하였다. 증발물(Evaporant)은 우선 금속을 원소기호의 알파벳 순으로 정리한 다음 산화물을 비롯한 화합물의 증발 특성을 그 뒤에 정리하였다. 특정 물질에 대해서는 증발후에 촬영한 Crucible 사진을 실어 독자들의 이해를 돕고자 하였다.

증발 특성은 증발에 사용한 물질의 형태(Charge Form)와 Crucible Liner를 선정하고 기타 특성을 나

Table 1. Types, characteristics and useable environments of crucible liners. Bare hearth was also included for comparison

Type	Configuration	Materials	Application & Feature
Bare Hearth	No liner	-	- Widely used method in EB Evaporation - Suitable for high melting temperature evaporants with high thermal conductivity
Contact Liner	The Liner is in contact with hearth	Cu, C, Mo, W, $TiB_2 \cdot BN$	- Used when the hearth react with evaporant or when splash occurs - Suitable for the evaporants reacting with liner when the evaporation occurs at high Temperature
Non-contact Liner	The Liner is not in contact with hearth	C, Mo, W, $TiB_2 \cdot BN$	- Used for low melting temperature evaporants with high thermal conductivity - Effective for evaporation of Ag, Au, and Cu

Evaporant	Charge Form	Crucible Liner	Cond. T. (Min)	State at Dep. (Scan or not)	Rate ($\text{\AA}/\text{s}$ @kW)	Stability	Visual Clue	Crucible Photo
Cr	Grain (3-5mm)	Bare Heath or Cu Liner	2	Sublime (Inevitable)	20 @0.5	Good	Deep Blue	
	Splash occurs at high power. Rate decrease as time passes.							
Cu	Grain (3-5mm)	Mo (Non-contact)	3	Melt (Scan)	15 @0.1	Excellent	Green	
	Evaporation characteristics are similar to Ag.							
Dy	Lump (10×10×10mm)	Cu (Contact)	2	Semi-melt (Scan)	10 @0.5	Fair	Bright	
	Spark can occur when cleaning the hearth.							
Fe	Ball (5-10mm)	Bare Hearth	3	Melt (No Scan)	10 @2.0	Excellent	Bright	
	A lot of splash can occur during melting. Stable after conditioning.							
Gd	Lump (10×10×10mm)	Bare Hearth or Cu Liner	3	Melt	20 @1.5	Excellent	Bright	
	Very high deposition rate possible.							
Ge	Grain (3-5mm)	Cu (Contact)	5	Melt (Scan)	20 @2.0	Good	Bright	
	A lot of splash can occur during melting.							
In	Shot (3-5mm)	Mo Liner (Non-contact)	1	Melt	15 @1.5	Excellent	Violet	
	Very high evaporation rate possible even at low power.							
La	Lump (10×10×10mm)	Bare Hearth	3	Melt	2 @3.0	Good	Bright	
	Spark can occur when cleaning the hearth.							
Mg	Ball (5-10mm)	Cu (Contact)	1	Sublime (Inevitable)	20 @0.1	Good	Green	
	Very high evaporation rate possible even at low power.							
Mn	Grain (3-5mm)	Cu Liner (Contact)	2	Semi-melt (Inevitable)	20 @0.5	Good	Green	
	Rapid increase of evaporation rate as power increases.							
Mo	Grain (3-5mm)	Bare Hearth	3	Melt	30 @4	Fair	Very Bright	
	Very bright evaporation surface. Eye protection required.							
Ni	Ball (5-10mm)	Bare Hearth or Cu Liner	3	Melt (No Scan)	10 @2	Excellent	Bright	
	A lot of splash can occur during melting. High power conditioning required.							

Evaporant	Charge Form	Crucible Liner	Cond. T. (Min)	State at Dep. (Scan or not)	Rate ($\text{\AA}/\text{s}$ @kW)	Stability	Visual Clue	Crucible Photo
Pb	Ball (3-5mm)	Cu Liner (Contact)	2	Melt	30 @0.1	Excellent	Red	
	Evaporation characteristics are similar to In.							
Pd	Sheet (10×10×1mm)	Bare Hearth	3	Semi-melt	50 @2.0	Good	Bright	
	Sublimes at low power. Very low rate at sublimation state.							
Pt	Wire Cut (1mmφ)	Bare Hearth	3	Melt	10 @4.0	Good	Bright	
	Very bright evaporation surface. Eye protection required.							
Si	Grain (3-5mm)	Mo Liner (Non-contact)	3	Melt	10 @1.0	Good	Bright	
	Mo liner can react with Si at high power.							
Sn	Shot (3-5mm)	Cu Liner (Contact)	1	Melt	15 @1.5	Excellent	Red	
	Very stable evaporation possible.							
Ta	Sheet (10×10×1mm)	Bare Hearth	3	Semi-melt	50 @4.0	Good	Very Bright	
	Very bright evaporation surface. Eye protection required.							
Ti	Plate (10×10×1mmT)	Bare Hearth	3	Melt (No Scan)	30 @3.5	Excellent	Blue	
	A lot of splash occurs with grain evaporant during melting. Plate shape evaporant is desirable.							
Y	Grain (2-5mm)	Bare Hearth	3	Melt (Scan)	5 @1.0	Good	Light Violet	
	Splash occurs at the early stage of evaporation.							
Zn	Ball (3-5mm)	Cu (Contact)	1	Melt (Scan)	40 @0.2	Good	Violet	
	Vapors can pollute the chamber interior.							
Zr	Plate (10×10×1mmT)	Bare Hearth	3	Melt	20 @3.5	Excellent	Very Bight	
	Evaporation characteristics are similar to Ti.							
Al ₂ O ₃	Ball (3-5mm)	Cu (Contact)	3	Semi-melts (Scan)	10 @1.0	Excellent	Very Bright	
	Very stable evaporation after conditioning.							
Cr ₂ O ₃	Grain (5-10mm)	Cu (Contact)	1	Sublimes (Inevitable)	10 @0.8	Good	Green	
	Splash occurs at higher power. Rate decrease as time passes.							

Table 2. Continued

Evaporant	Charge Form	Crucible Liner	Cond. T. (Min)	State at Dep. (Scan or not)	Rate (Å/s @kW)	Stability	Visual Clue	Crucible Photo
ITO (95:5 wt%)	Grain (3-5mm)	Cu (Contact)	2	Semi-melts (Scan)	5 @0.3	Good	Violet	
	Splash occurs at high power.							
MgF ₂	Grain (5-10mm)	Cu (Contact)	3	Semi-melts (Scan)	30 @0.1	Excellent	White	
	Splash occurs at higher power. Rate decrease as time passes.							
MgO	Tablet (10mmφ)	Cu (Contact)	3	Semi-melts	20 @1.5	Excellent	Bright	
	Very stable evaporation after conditioning.							
SiO ₂	Grain (3-5mm)	Cu (Contact)	2	Semi-melts (Scan)	20 @1.0	Excellent	Bright	
	Satble evaporation possible.							
TiO ₂	Grain (3-5mm)	Cu (Contact)	2	Melts	10 @1.0	Excellent	Bright	
	Sometimes oxygen gas admitted for stoichiometry reasons.							
Y ₂ O ₃	Grain (3-5mm)	Cu (Contact)	3	Semi-melts (Scan)	20 @2.0	Good	Bright Red	
	Splash occurs at the early stage of evaporation.							

INFICON)를 이용하여 기관과 동일한 위치에서 측정하였다. 증발율은 Liner의 사용유무, 증발전의 증발물질의 양, 증발중의 압력 등 수 많은 인자에 의존하는 양이므로 매우 임의적인 성격을 가지며 특히 표 2에 제시된 증발율은 최적의 Crucible Liner를 사용하였을 때의 값이므로 주의를 요한다.

증발의 안정성(Stability)은 증발도중 증발율의 일정한 정도와 용융 또는 승화 그리고 Semi-melt 상태에서의 안정성, Splash의 발생여부나 기관에 덩어리가 형성되는가의 여부 등을 종합적으로 고려하여 평가하였다. 그러나 증발의 안정성은 실험하는 사람의 관점에 따라 다를 수 있으므로 주의할 필요가 있다. 본 논문에서의 증발의 안정성은 Fair, Good, Excellent의 3가지로 구분하였는데, 증발 도중에 종종 Splash가 발생하고 증발율의 변화가 심할 경우는 Fair로, Splash의 발생은 거의 없으나 증발율의 변화가 있을 경우는 Good으로 Splash 발생이 전혀 없고 증발율의 변화도 거의 없는 경우는 Excellent로 구분하여 표기하였다.

시각적인 단서(Visual Clue)는 시창으로 증발원 표면 및 증발원 바로 위의 상태를 관찰한 것으로 이

는 증발이 잘 일어나는가의 여부를 판단하는 기준이 될 수 있다. 즉, 두께 측정기가 없을 경우에도 Visual Clue와 같은 상태가 되면 안정적인 증발이 일어나고 있다는 증거가 되는 것이다.

마지막으로 증발특성을 종합한 결과 또는 특기사항을 비교란에 기술하였다.

산화물을 비롯한 화합물의 경우는 유리 상에서는 투명한 피막이 형성되었고 실리콘 웨이퍼 상에서는 조건에 따라 피막의 색상이 붉은색에서 보라색까지 변화되어 투명박막의 간섭효과가 나타남을 확인할 수 있었다.

Al의 경우 융점은 비교적 낮으나 기화되는 온도(Vaporizing Temperature)가 높고 열전도율이 매우 높기 때문에 전력이 낮은 실험용 전자빔으로는 높은 증발율로 증발시키기가 까다로운 물질중의 하나이다.

TiB₂·BN Crucible Liner의 경우는 안정적인 증발은 가능하나 증발율을 높이기 위해 전자빔의 전력을 증가시키면 증발원의 온도가 올라가 Al이 TiB₂·BN Crucible Liner에 Wetting 되면서 Crucible 표면을 타고 올라가 넘치는 현상이 발생한다.

한편, 흑연이나 비정질탄소를 이용할 경우는 일정 전력 이상에서는 Al과 탄소가 반응하여 Crucible이 파손되는 현상이 관찰되었다.

당 연구실에서는 알루미늄을 고속으로 증발해야 할 경우에는 알루미늄 Crucible Liner를 이용하였다. 그러나 알루미늄 Liner는 통전이 되지 않기 때문에 통전을 위한 장치나 수단이 필요한데, 이때는 다음과 같은 방법을 이용하면 된다. 우선, 알루미늄 Liner에 Al을 장입하고 전자빔 전력을 높이면 증발물과 알루미늄 사이의 열팽창 차이에 의해 알루미늄 Liner에 Crack이 발생하게 되고 그 Crack 사이로 증발물이 스며들어 통전이 이루어지게 된다. 일단 통전이 발생하면 알루미늄 Liner가 증발물의 열이 Crucible로 빠져나가는 것을 막아주기 때문에 낮은 전력에서도 안정적이면서 고속의 증발이 이루어지게 된다. 다만, 사용 횟수가 증가하면 Crack의 수가 늘어나 동일한 증발율을 얻기 위해서는 점차로 전자빔의 전력을 높여야 하는 번거로움이 있다.

알루미늄 박막은 증착율에 따라 반사율이 현저히 달라진다. 따라서 고 반사율의 박막을 얻고자 하는 경우에는 증발율을 최대한 높여서 제조하는 것이 유리하다.

Si는 Bare Hearth를 이용하여도 증발이 가능한데 많은 Splash가 발생하므로 주의를 요한다. 따라서 Mo Crucible Liner를 이용하여 증발시키는 것이 바람직하며 이 경우에도 전자빔의 전력을 너무 높게 하지 않는 것이 중요하다. 특히 증착 중의 압력이 2×10^{-5} Torr 보다 높을 경우 잔류 가스와 Si가 반응하므로 주의를 요한다.

5. 결 론

전자빔 증발원을 이용하여 여러 가지 물질의 증발 특성을 조사하였다. Crucible Liner는 두 가지로 구분하여 실험하였고, 다양한 종류의 Liner를 이용한 증발 실험을 실시하고 각 물질의 증발에 가장 적합한 Liner를 선정하였다. 특히, 증발의 안정성을 최우선적으로 고려하였다.

본 실험에서의 많은 결과는 시창을 통해 파악될 수 있었으며 따라서 전자빔 증발원을 사용하는데 있어서 시창의 역할이 매우 크다는 것을 알 수 있다. 증발원이 Chamber 바닥에 평행하게 설치되어 있기 때문에 증발원 표면을 직접 관찰하기 어려운 경우가 많은데 본 연구에서는 증발원 뒤쪽에 거울을 설치하여 증발원을 관찰하는 방법을 이용하였다.

전자빔 증발은 일반적으로 많은 경험을 필요로 하는 것으로 알려져 있으나, 본 논문의 결과에서 알 수 있듯이 적절한 Crucible Liner를 선정하고 사전 정보를 알고 있으면 많은 종류의 물질을 손쉽게 양질의 박막으로 제조 할 수 있음을 알 수 있다.

저자 등은 앞으로 물질계를 더욱 확장하여 보다 많은 종류의 물질에 대해 전자빔 증발원을 이용한 효율적인 피막 제조 방법과 그 조건을 제시할 예정이다.

후 기

본 논문은 지식경제부의 WPM(World Premier Materials) 사업을 수행하는 스마트 강판소재 사업단의 연구비 지원에 의하여 연구되었습니다.

참고문헌

1. Vacuum Evaporation Sources, Catalogue by R. D. Mattis Company, Long Beach, California, U.S.A. (1989).
2. Vacuum Evaporation Sources, Catalogue by Jori Resources Corp., Ventura, California, U.S.A. (1989).
3. Evaporation Sources, Catalogue by Vac's Metal Corp., Tokyo, Japan (1989).
4. Graphite Applications, Catalogue by Toyo Tanso, Osaka, Japan (1990).
5. <http://www.plansee.com/english/index.html>.
6. http://www.lesker.com/newweb/FrameSets/Frameset_Evaporation_Sources.cfm.
7. "Evaporation Sources and Crucibles", Catalogue by PLANSEE Corp., 715 DE.01.01 (3000) RWF.
8. P. M. Martin, Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings (Elsevier Inc., 2005), Chap. 4.
9. R. F. Bunshah, Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, 2nd Ed., (Noyes Publications, 1994), Chap. 4.
10. E. B. Graper, J. Vac. Sci. Technol. 8 (1971) 333.
11. E. B. Graper, J. Vac. Sci. Technol. A 5(4) (1987) 2718.
12. 정재인, 임병문, 문종호, 홍재화, 강정수, 이영백, 한국표면공학회지 24(1) (1991) 25.
13. J. I. Jeong, B. M. Lim, J. H. Moon, J. H. Hong, J. S. Kang, Y. P. Lee, J. Vac. Sci. Technol. A 12(3) (1994) 873.
14. 정재인, 양지훈, 한국표면공학회지 42(1) (2009) 1.
15. http://www.jeol.co.jp/products/product/jebg_ebg_bs_jst/index.htm