(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0103371
(43) 공개일자 2014년08월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 14/34 (2006.01) *C04B 35/453* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0016242
(22) 출원일자 2013년02월15일
심사청구일자 2013년02월15일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
현승균
인천 연수구 센트럴로 194, 201동 403호 (송도동, 더샵센트럴파크2차아파트)
강산
경상북도 경주시 용강동 대신3차아파트 1401호
박승진
경상북도 포항시 남구 동해면 약전리 하야로비1차 다동 208호
(74) 대리인
특허법인태백

전체 청구항 수 : 총 6 항

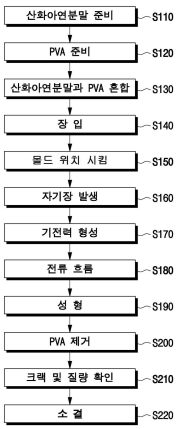
(54) 발명의 명칭 **스퍼터링 타겟 제조 방법**

(57) 요 약

본 발명은, 산화아연분말을 준비하는 단계; 바인더로서 PVA(Polyvinyl Alcohol)를 준비하는 단계; 상기 산화아연분말과 상기 PVA를 혼합하는 단계; 혼합된 상기 산화아연분말과 상기 PVA를 스퍼터링 타겟 제조용 몰드에 장입하는 단계; 상기 몰드를 압축 성형 챔버에 위치시키는 단계; 전도성이 있는 코일에 전류가 흘러 비오사바르(Biosavart) 법칙에 의해 일정 크기의 자기장을 발생시키는 단계; 시간에 따라 변화하는 자기장 속에 전도체를 위치시켜 패러데이(Faraday) 법칙에 의해 기전력(Electromotive force)을 형성시키는 단계; 저항이 있는 전도체에 발생된 기전력(electromotive force)에 의해 옴(Ohm)법칙에 의하여 전류가 흐르게 하는 단계; 초기에 발생한 자기장과 새롭게 형성된 전류 사이에 로렌츠(Lorentz)힘이 작용되도록 하여 이로부터 발생된 힘이 한쪽 방향으로 작용하면서 800 내지 1300 Mpa의 압력을 몰드에 인가하여 스퍼터링 타겟을 성형하는 자기펄스 압축단계; 상기 타겟 성형체에서 PVA를 제거하는 단계; 상기 PVA가 제거된 타겟 성형체를 소결하는 단계; 를 포함하는 스퍼터링 타겟 제조 방법; 상기 타겟 성형체에서 PVA를 제거하는 단계; 상기 PVA가 제거된 타겟 성형체를 소결하는 단계; 를 포함하는 스퍼터링 타겟 제조 방법을 제공한다.

상기한 본 발명은 산화아연과 바인더로 PVA를 사용하는 스퍼터링 타겟을 제조할 수 있고, 자기펄스 압축 성형 공정을 적용하여 스터퍼링 타겟을 제조할 수 있다.또한, 본 발명은 기존의 스터퍼링 타겟 성형공정과 비교하여 특성이 우수한 스퍼터링 타겟을 제조할 수 있다.

대 표 도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

산화아연분말을 준비하는 단계;

바인더로서 PVA(Polyvinyl Alcohol)를 준비하는 단계;

상기 산화아연분말과 상기 PVA를 혼합하는 단계;

혼합된 상기 산화아연분말과 상기 PVA를 스퍼터링 타겟 제조용 몰드에 장입하는 단계;

상기 몰드를 압축 성형 챔버에 위치시키는 단계;

전도성이 있는 코일에 전류가 흘러 비오사바르(Biosavart) 법칙에 의해 일정 크기의 자기장을 발생시키는 단계;

시간에 따라 변화하는 자기장 속에 전도체를 위치시켜 패러데이(Faraday) 법칙에 의해 기전력(Electromotive force)을 형성시키는 단계;

저항이 있는 전도체에 발생된 기전력(electromotive force)에 의해 옴(Ohm)법칙에 의하여 전류가 흐르게 하는 단계;

초기에 발생한 자기장과 새롭게 형성된 전류 사이에 로렌츠(Lorentz)힘이 작용되도록 하여 이로부터 발생된 힘이 한쪽 방향으로 작용하면서 800 내지 1300 Mpa의 압력을 몰드에 인가하여 스퍼터링 타겟을 성형하는 자기펄스 압축단계;

상기 타겟 성형체에서 PVA를 제거하는 단계;

상기 PVA가 제거된 타겟 성형체를 소결하는 단계; 를 포함하는 스퍼터링 타겟 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 준비되는 산화아연분말의 순도는 99.9%인 스퍼터링 타겟 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 준비되는 PVA는 증류수에 1:9의 비율로 용해되는 스퍼터링 타겟 제조 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 산화아연분말과 상기 PVA를 혼합하는 단계는,

상기 혼합물에 70℃의 온도를 인가하여 증류수를 증발시키는 증류수 제거 단계와,

상기 산화아연과 상기 PVA 혼합물을 분쇄하는 단계를 더 포함하는 스퍼터링 타겟 제조 방법.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 PVA는 상기 산화아연분말에 대하여 1 wt% 내지 3.0 wt%가 혼합되는 스퍼터링 타겟 제조 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 PVA가 제거된 성형체에 대하여 크랙 발생 여부와 질량을 측정하는 단계를 더 포함하는 스퍼터링 타겟 제조 방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 스퍼터링 타겟 제조 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 자기 펄스 압축 공정이 적용되는 스퍼터링 타겟 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 초박형의 평판표시소자(Flat Panel Display), 그 중에서도 액정표시소자는 동작 전압이 낮아 소비 전력이 적고 휴대용으로 쓰일 수 있는 등의 이점으로 노트북 컴퓨터, 모니터, 우주선, 항공기 등에 이르기까지 응용분야가 넓고 다양하다.

[0003] 이와 같은 평판표시소자는 박막증착공정과 박막패터닝 공정을 포함하는 다수의 공정을 수행하여 완성된다. 이중 박막증착공정은 스퍼터링 장치를 이용해 박막을 증착한다.

[0004] 이러한 스퍼터링 장치는 불활성 기체인 아르곤(Ar) 가스가 소량 존재하는 고진공 챔버(Chamber) 내에서 양극과 음극 사이에 전압을 인가하여, 양극과 음극 사이에 전기장을 생성하고, 아르곤 가스를 강한 전기장에 의해 양이온으로 이온화시킨다. 이때, 양이온들은 음으로 대전된 타겟(Target)으로 가속되어 충돌하며, 그 충격에 의해 튀어나온 타겟(target)의 증착용 물질이 기판에 증착되도록 한다.

[0005] 스퍼터링 장치는 비교적 간단한 구조로 짧은 시간에 막을 형성할 수 있기 때문에 널리 이용되고 있다.

[0006] 여기서, 스퍼터링 타겟의 재료로는 우수한 전기적, 광학적 특성을 지닌 ITO(Indium Tin Oxide), 저온 증착 특성 및 우수한 습식 에칭성을 토대로 시장에 진입하기 시작한 IZO(Indium Zinc Oxide), 기능성 유리 및 비정질형 Si 박막형 태양전지에 사용되는 FTO(Fluorine Tin Oxide)가 있다.

[0007] 그러나 ITO 및 IZO의 핵심 소재인 In은 ZnS, 또는 CuFeS2에 10 ~ 1000 ppm가량 함유되어 잇는 희귀원소로 일본 공업 사업단의 자료에 의하면 전 세계 매장량이 약 6000 톤 정도에 불과하여, 고가의 재료이며 재료의 고갈에 따라 제조 단가가 점차 증가하고 있다. 또한 In은 과거부터 인체 유해성이 문제점으로 지적되어왔기 때문에 ITO 및 IZO의 대체 재료에 대한 개발이 시급한 상태이다.

[0008] ITO 대체재로는 광 투과성이 우수하고, 도핑(Doping)이 용이하여 도핑에 따라 높은 전도성을 갖고, 친환경, 저가 소재인 산화아연(ZnO)이 대두되고 있다. 이때, 고품질의 평판디스플레이용 ITO 스퍼터링 타겟의 경우 상대밀도가 99.5 % 이상의 초고밀도를 요구하고 있어 산화아연 스퍼터링 타겟 또한 초고밀도가 요구된다.

[0009] 그리고, 산화아연과 같은 세라믹 재료는 금속 재료와 비교하여 소성 변형기구가 턱없이 부족하므로 단순히 성형압력을 높이거나 성형시간을 길게 해주는 것만으로는 타겟의 고밀도를 얻을 수 없을 뿐만 아니라 성형이나 소결 중 쉽게 취성파괴가 발생하는 문제점이 있다.

[0010] 또한, 스퍼터링 타겟의 성형을 용이하게 하기 위해서는 PVA(Polyvinyl Alcohol), PVB(Polyvinyl Butyral)와 같은 바인더(Binder)가 혼합되지만, 바인더가 균일하게 혼합되지 못하거나, 바인더의 양이 부족하거나 과다하면 성형 및 소결 시 타겟에 크랙이 발생하는 문제점이 있다.

[0011] 따라서 기존의 성형공정과 비교하여 시간 및 비용을 절감할 수 있고, 보다 우수한 특성을 갖는 스퍼터링 타겟의 제조 방법을 필요로 하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 본 발명은 상기한 문제점을 해결하기 위해 안출된 것으로서, 산화아연과 바인더로 PVA를 사용하는 스퍼터링 타겟을 제조할 수 있는 스퍼터링 타겟 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0013] 또한, 본 발명은 자기펄스 압축 성형 공정을 적용하여 스터퍼링 타겟을 제조할 수 있는 스퍼터링 타겟 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0014] 또한, 본 발명은 기존의 타겟 성형공정과 비교하여 특성이 우수한 스퍼터링 타겟을 제조할 수 있는 스퍼터링 타겟 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0015] 상기한 목적을 달성하기 위해 본 발명은, 산화아연분말을 준비하는 단계; 바인더로서 PVA(Polyvinyl Alcohol)를 준비하는 단계; 상기 산화아연분말과 상기 PVA를 혼합하는 단계; 혼합된 상기 산화아연분말과 상기 PVA를 스퍼터링 타겟 제조용 몰드에 장입하는 단계; 상기 몰드를 압축 성형 챔버에 위치시키는 단계; 전도성이 있는 코일에 전류가 흘러 비오사바르(Biosavart) 법칙에 의해 일정 크기의 자기장을 발생시키는 단계; 시간에 따라 변화하는 자기장 속에 전도체를 위치시켜 패러데이(Faraday) 법칙에 의해 기전력(Electromotive force)을 형성시키는 단계; 저항이 있는 전도체에 발생된 기전력(electromotive force)에 의해 옴(Ohm)법칙에 의하여 전류가 흐르게 하는 단계; 초기에 발생한 자기장과 새롭게 형성된 전류 사이에 로렌츠(Lorentz)힘이 작용되도록 하여 이로부터 발생된 힘이 한쪽 방향으로 작용하면서 800 내지 1300 Mpa의 압력을 몰드에 인가하여 스퍼터링 타겟을 성형하는 자기펄스 압축단계; 상기 타겟 성형체에서 PVA를 제거하는 단계; 상기 PVA가 제거된 타겟 성형체를 소결하는 단계; 를 포함하는 스퍼터링 타겟 제조 방법을 제공한다.

[0016] 상기 준비되는 산화아연분말의 순도는 99.9% 일 수 있다.

[0017] 상기 준비되는 PVA는 증류수에 1:9의 비율로 용해될 수 있다.

[0018] 상기 산화아연분말과 상기 PVA를 혼합하는 단계는, 상기 혼합물에 70℃의 온도를 인가하여 증류수를 증발시키는 증류수 제거 단계와, 상기 산화아연과 상기 PVA 혼합물을 분쇄하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0019] 상기 PVA는 상기 산화아연분말에 대하여 1 wt% 내지 3.0 wt%가 혼합될 수 있다.

[0020] 상기 PVA가 제거된 성형체에 대하여 크랙 발생 여부와 질량을 측정하는 단계를 더 포함할 수 있다.

발명의 효과

[0021] 상기와 같은 본 발명은, 산화아연과 바인더로 PVA를 사용하는 스퍼터링 타겟을 제조할 수 있다.

[0022] 또한, 본 발명은 자기펄스 압축 성형 공정을 적용하여 스터퍼링 타겟을 제조할 수 있다.

[0023] 또한, 본 발명은 기존의 스터퍼링 타겟 성형공정과 비교하여 특성이 우수한 스터퍼링 타겟을 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0024] 도 1은 본 발명에 따른 스퍼터링 타겟 제조 방법의 구성을 나타내는 플로우 차트이다.

도 2는 본 발명에서 사용하는 산화아연 분말의 입경의 분포를 나타내는 그래프이다.

도 3은 본 발명에서 사용하는 산화아연 분말의 시작 분말의 형태의 일 예를 나타내는 사진이다.

도 4는 본 발명에서 사용하는 자기펄스압축 성형 장치의 일 예를 나타내는 도면이다.

도 5는 각각의 스퍼터링 제작 공정과 제작 공정 도중의 스퍼터링 타겟의 크랙 형성 여부를 나타내는 표이다.

도 6은 각각의 스퍼터링 제작 공정 중 바인더 제거 공정을 수행한 스퍼터링 타겟에 형성되는 크랙의 일예를 나타내는 도면이다.

도 7은 타겟 상에 형성된 크랙이 타겟 표면에 형성된 기공을 따라 전파되는 모습을 광학현미경(Optical Microscope)으로 관찰한 상태를 나타내는 사진이다.

도 8은 자기 펄스 압축 성형에 의해 완성된 산화 아연 스퍼터링 타겟의 미소 밀도 계산 결과를 나타내는 그래프이다.

도 9는 타겟에 인가된 압력에 따른 미소 밀도를 나타내는 그래프이다.

도 10은 각각의 스퍼터링 제작 공정에 따라 제작된 각 스퍼터링 타겟의 상대밀도를 나타내는 그래프이다.

도 11은 각각의 스퍼터링 제작 공정에 따라 제작된 각 스퍼터링 타겟의 수축률을 나타내는 그래프이다.

도 12는 각각의 스퍼터링 제작 공정에 따라 제작된 스퍼터링 타겟의 일예를 나타내는 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0025] 이하 첨부된 도면을 참조하면서 본 발명에 따른 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다.

[0026] 도 1은 본 발명에 따른 스퍼터링 타겟 제조 방법의 구성을 나타내는 플로우 차트이다.

[0027] 도 1을 참조하면, 본 발명에 따른 스퍼터링 타겟 제조 방법은 산화아연분말을 준비하는 단계(S110), PVA를 준비하는 단계(S120), 혼합하는 단계(S130), 장입하는 단계(S140), 몰드를 압축 성형 챔버에 위치시키는 단계(S150), 자기장을 발생시키는 단계(S160), 기전력(Electromotive force)을 형성시키는 단계(S170), 전류가 흐르게 하는 단계(S180), 자기펄스 압축단계(S190), PVA 제거 단계(S200), 소결 단계(S220)를 포함한다.

[0028] 우선, 산화아연(ZnO)이 준비된다(S110). 산화아연은 스퍼터링 타겟의 주 원료이다, 여기서, 준비되는 산화아연을 분말 형태로서, 순도 99.9%의 것이 준비되는 것이 바람직하다.

[0029] 도 2는 본 발명에서 사용하는 산화아연 분말의 입경의 분포를 나타내는 그래프이다. 도 2의 (a)를 참조하면, 본 발명에서 사용하는 산화아연 분말의 입경은 0.3 내지 35 ㎛ 범위 내에 있음을 알 수 있고, 도 2(b)를 참조하면, 산화아연 분말의 대부분의 입경은 2 내지 6 ㎛임을 알 수 있다. 본 실시예에서 사용하는 산화아연 분말의 평균 입경은 3.285 ㎛임을 알 수 있다.

[0030] 도 3은 본 발명에서 사용하는 산화아연 분말의 시작 분말의 형태의 일 예를 나타내는 사진으로, 전자 현미경 촬영을 통해 얻어진 사진이다.

[0031] 도 3의 (a)와 (b)를 참조하면, 산화아연 분말은 다면체 형상임을 알 수 있다.

[0032] 산화아연 분말이 준비되면, PVA(POLYVINYL ALCOHOL; 폴리비닐 알코올; 이하 PVA)가 준비된다(S120). PVA는 분말 형태인 산화아연이 소정 형태를 이룰 수 있도록 바인딩(binding) 되도록 하는 바인더(binder)이다.

[0033] 여기서, 준비되는 PVA는 분말 형태로서, 수용성인 것이 바람직하다. 본 발명에서 사용되는 PVA는 국내의 OCI 주식회사에서 생산된 순도 100%의 것(제품명 POLINOL)을 사용하기로 한다. PVA는 널리 알려진 공지의 물질이므로 이에 대한 상세한 설명은 생략하기로 한다.

[0034] 산화아연과 PVA의 준비가 완료된 후, 산화아연과 PVA를 혼합한다(S130).

[0035] PVA의 혼합량은 0.5 내지 3.0 wt%인 것이 바람직하다. 여기서, 바인더가 부족하면 성형 중에 크랙이 형성되거나, 성형 후 타겟에 크랙이 발생될 수 있다. 또한, 바인더가 과다하면 하소 및 소결 과정중에 타겟에 기공들이 형성될 수 있으므로, 바인더인 PVA의 혼합량은 적절히 조절될 수 있도록 하는 것이 바람직하다. 산

[0036] 화아연과 혼합되는 PVA에는 증류수를 추가하여, PVA가 증류수에 용해된 상태에서 혼합되는 것이 바람직하다. 이때, PVA와 증류수는 1:9의 비율인 것이 바람직하다.

[0037] 이후, 산화아연과 PVA가 혼합된 후 교반하여 소정의 혼합물을 얻는다. 그리고 혼합물에 소정의 열을 인가하여 증류수가 증발되도록 한다. 이때, 인가되는 열은 혼합물의 온도가 70℃ 이상이 되도록 하는 것이 바람직하다.

[0038] 증류수가 증발된 후, 남아있는 산화아연과 PVA 혼합물은 소정의 불규칙한 형태로서 고형화되어 있으므로, 타겟 제조를 용이하게 하기 위해 고형화된 혼합물은 별도의 기구를 이용하여 분쇄한다.

[0039] 혼합물의 분쇄 작업이 완료되면, 분쇄된 혼합물은 스퍼터링 타겟 제조용 몰드(1)에 장입한다(S140).

[0040] 여기서, 스퍼터링 타겟 제조용 몰드(1)는 후술하는 공정의 수행 도중 인가되는 압력과 열에 대하여 견딜 수 있는 금속 재료(예를 들어 스테인레스)로 제작되며, 사용자의 필요로 따라 다양한 형태와 크기로 이루어질 수 있다. 본 실시예에서 사용하는 몰드(1)는 원통형의 타겟을 제조할 수 있도록 이루어진다.

[0041] 또한, 준비되는 몰드의 개수는 사용자의 필요에 따라 하나 또는 그 이상의 개수가 될 수 있다.

[0042] 이때, 몰드에 대한 혼합물의 장입량은 몰드 당 11.2g인 것이 바람직하다.

[0043] 혼합물이 장입된 몰드(1)는 압축 성형이 수행되는 자기펄스압축 성형 장치(10)의 챔버(16) 내에 위치시키고(S150), 자기펄스압축을 수행하여 타겟을 완성한다.

[0044] 이때, 자기펄스압축 성형 작업은 대기 분위기 상에서 수행되지만, 외부의 영향을 감소시키기 위해, 진공 또는 불활성 기체 분위기 상에서 수행될 수도 있다.

[0045] 우선, 자기펄스압축(Magnetic Pulsed Compaction)에 대해 살펴보기로 한다.

[0046] 자기 펄스 압축 성형법은 마이크로초의 짧은 성형시간 동안에 최대 4 GPa의 큰 힘을 분말에 가해 성형체를 제조

하는 방법으로, 기존의 공정과 비교하여 짧은 시간동안 큰 힘을 가해 세라믹 분말의 국부적인 성형을 억제하고 분말 전체에 일정한 힘을 작용하게 하여 응력집중에 의한 타겟의 크랙 형성을 방지하며 우수한 특성을 갖는 고밀도 성형체를 보다 저렴하게 제작 가능하다.

[0047] 도 4는 본 발명에서 사용하는 자기펄스압축 성형 장치(10)의 일 예를 나타내는 도면이다.

[0048] 사용자는 전도성이 있는 코일(12)에 전류가 흐르도록 조작한다. 코일(12)에 전류가 흐르면 비오사바르(Biosavart) 법칙에 의해 일정 크기의 자기장이 발생한다(S160). 이 때 발생하는 자기장의 세기는 흐르는 전류에 비례하여 다음의 식으로 표현된다.

수학식 1

[0049] $$\vec{B}(t)=\frac{\mu_0 I(t)}{4\pi}\oint_A \frac{\vec{dl}\times\vec{R}}{r^2}$$

[0050] 시간에 따라 변화하는 자기장 속에 전도체를 위치시키면 패러데이(Faraday)법칙에 의해 기전력(Electromotive force)이 형성되며(S170), 이때 생성되는 전기장의 크기는 다음의 식으로 표현된다.

수학식 2

[0051] $$\varepsilon(t)=-dint\frac{\vec{dB}}{dt}dydx$$

[0052] 저항이 존재하는 전도체에 기전력이 발생하면 옴(Ohm)의 법칙에 의해 전류가 흐르게 된다(S180). 이때 흐르는 전류는 다음의 식으로 표현된다.

수학식 3

[0053] $$I(t)=\frac{1}{R}(V-\varepsilon(t))$$

[0054] 초기에 발생한 자기장과 새롭게 형성 된 전류 사이에는 로렌츠(Lorentz) 힘이 작용하며, 그 힘의 크기는 다음의 식으로 표현된다.

수학식 4

[0055] $$\vec{F}=I(t)\oint_A d\times\vec{B}$$

[0056] 이렇게 발생한 힘이 한 방향으로 작용하면서 햄머(16)를 동작시키고, 햄머(16)의 동작 방향에 몰드(1)에 힘을 인가하여 분말의 성형이 이루어진다(S190).

[0057] 이때, 몰드(1)에 인가되는 압력은 800 내지 1300Mpa 일 수 있다.

[0058] 여기서, 상기 공정(S200)에 의해 얻어진 성형체의 밀도를 측정하도록 한다. 여기서, 별도의 언급이 없다면 성형체의 밀도는 미소 밀도(green density)이다.

[0059] 우선, 다음의 [수학식 5]에 의해 부피를 측정한다.

수학식 5

[0060] $$\rho_{mix}=(\rho_{ZnO}SC_{ZnO})+(\rho_{PVA}SC_{PVA})$$

[0061] ρ_{mix}는 ZnO 성형체의 혼합밀도 ρ_{ZnO}는 ZnO의 이론밀도(5.606 g/cm^3), ρ_{PVA}는 PVA의 이론밀도(1.29 g/cm^3), C_{ZnO}는 성형체의 ZnO %함량, C_{PVA}는 성형체의 PVA %함량이다.

[0062] 이 계산에서 혼합밀도 ρ_{mix}는 PVA를 증류수에 녹인 액체와 ZnO 분말과의 밀도 이므로 건조과정 후 수분의 증발을 고려한 순수 PVA 와 ZnO만 고려한 변환밀도의 계산이 필요하며 변환밀도는 다음의 [수학식 6]에 의해 얻을 수 있다.

수학식 6

[0063] $$\rho' = (\rho_{ZnO} \times C_{ZnO}) + (\rho_{PVA} \times C'_{PVA}) \times \frac{100}{C'_{ZnO} + C'_{PVA}}$$

[0064] C_{ZnO}는 성형체의 ZnO %함량, C'_{PVA}는 성형체의 수분을 배제한 순수 PVA %함량이다.

[0065] 성형체는 원통형이므로 성형체의 실제 밀도는 다음의 [수학식 7]에 의해 얻을 수 있다.

수학식 7

[0066] $$\rho_{act} = \frac{m}{r^2 \times \pi \times h}$$

[0067] m은 성형체의 질량, r은 성형체의 반지름, h는 성형체의 높이이다. green density는 변환밀도와 실제밀도를 이용하여 다음의 [수학식 8]에 의해 얻을 수 있다.

수학식 8

[0068] $$Green\ density(\%) = \frac{\rho_{act}}{\rho'} \times 100$$

[0069] 완성된 타겟 상에는 소정량의 PVA가 잔류하고 있다. 이후의 스퍼터링 공정에서 타겟을 사용할 때, PVA가 스퍼터링 공정에 방해가 되므로 이를 제거할 필요가 있다.

[0070] PVA를 제거하는 하소 공정이 진행된다(S200)

[0071] 하소 공정은 대기 위기에서 타겟 성형체에 대하여 열을 인가하여 수행된다. 이때 타겟 성형체의 온도는 5 ℃/m의 승온 속도로서, 상온에서 400 ℃ 까지 승온시킨다. 그리고, 1 시간동안 온도를 유지한 후, 챔버 내부에서 자연 냉각을 진행하여 PVA의 제거를 완료한다.

[0072] PVA가 제거된 성형체에 대하여는 크랙 발생 여부와 질량을 측정한다(S210). 여기서, 성형체의 크랙과 질량이 설정 범위 이내이면 스퍼터링 타겟으로서 사용하도록 한다.

[0073] 그리고, PVA가 제거된 타겟 성형체에 대하여 소결 공정이 진행된다(S220).

[0074] 타겟 성형체의 소결은 대기분위기에서 진행된다. 우선, 타겟 성형체의 온도는 5 ℃/m의 승온 속도로서, 상온에서 1300 ℃까지 승온시킨다. 이후, 최고 온도 상태에서, 4시간 동안 유지하여 소결을 진행하고 챔버 내부에서 자연 냉각을 진행한다.

[0075] 타겟 성형체에 대한 소결이 완료되면, 스퍼터링 타겟의 완성품을 얻을 수 있다.

[0076] 자기펄스 압축 성형 공정을 적용하는 본 발명에 따라 완성된 스퍼터링 타겟을 기존의 다른 공정에 의해 완성된 스퍼터링 타겟과 비교하기로 한다.

[0077] 여기서, 본 발명에 의한 스퍼터링 타겟과 비교되는 비교 대상인 스퍼터링 타겟은 일 방향성형법에 의해 완성된 스퍼터링 타겟과, 일 방향 성형법 후 냉간 등방압 가압법(Cold Isostatic Pressing; CIP; 이하 CIP)법에 의해

2차 성형된 스퍼터링 타겟이다.

[0078] 우선, 바인더 제거 공정을 수행한 타겟 성형체의 크랙 형성여부를 비교하기로 한다.

[0079] 도 5는 각각의 스퍼터링 제작 공정과 제작 공정 도중의 스퍼터링 타겟의 크랙 형성 여부를 나타내는 표이다.

[0080] 도 5를 참조하면, 각각의 공정에 따라 스퍼터링 타겟을 제작하는 도중, 공정 조건에 따라 타겟에 크랙이 발생될 수 있음을 나타내고 있다. 여기서, 본 발명에 의해 스퍼터링 타겟을 성형하는 경우, 바인더의 양이 1.5wt%인 경우에는 크랙이 발생하지 않았음을 알 수 있다. 따라서, 본 발명은 바인더인 PVA가 1.5wt%로 사용되고, 후술하는 비교 대상 타겟도 바인더인 PVA가 1.5wt%로 사용된다.

[0081] 도 6은 각각의 스퍼터링 제작 공정 중 바인더 제거 공정을 수행한 스퍼터링 타겟에 형성되는 크랙의 일예를 나타내는 도면이다.

[0082] 도 6의 (a)는 크랙이 형성되지 않은 정상의 스퍼터링 타겟의 일예를 나타낸다.

[0083] 여기서, 세라믹 재료인 스퍼터링 타겟의 성형이나 소결 중 다음과 같은 형태의 크랙이 발생될 수 있다.

[0084] 첫째, 가해준 성형 압력에 비해 성형체에 바인더가 부족하면 성형 중에 크랙이 형성되거나, 성형 후 성형체 내부에 잔류응력이 축적되고 이 잔류응력이 하소 및 소결 과정 중에 풀리면서 타겟에 크랙이 형성될 수 있다. 이 경우 크랙의 형성은 주로 타겟의 모서리나 벽면에 수평방향으로 발생한다. 이때의 타켓의 크랙 형성예는 도 6의 (b)에 나타난 바와 같다.

[0085] 둘째, 가해준 성형 압력에 비해 성형체에 바인더가 과다하면 하소 및 소결 과정중에 바인더가 증발하면서 표면에 조대한 기공들을 형성하고 수축이 일어나는 동안 이러한 기공들을 중심으로 크랙이 형성되고 전파될 수 있다. 이 경우, 크랙의 형성은 주로 타겟의 상단부에 수직방향으로 발생한다. 이때의 타켓의 크랙 형성예는 도 6의 (c)에 나타난 바와 같다.

[0086] 한편, 도 7은 타겟 상에 형성된 크랙이 타겟 표면에 형성된 기공을 따라 전파되는 모습을 광학현미경(Optical Microscope)으로 관찰한 상태를 나타내는 사진이다.

[0087] 도 7의 (a)와 (b)는 산화아연과 2wt%의 PVA가 혼합되어 완성된 타겟의 크랙 상태를 나타낸다. 이때, 도 7의 (b)는 도 6의 (a)를 보다 크게 확대한 사진으로서, 도면을 참조하면, 크랙은 기공을 따라 진행됨을 알 수 있다. 따라서, 바인더 과다에 의해 타겟에 기공량이 많아지는 것을 방지할 필요가 있다.

[0088] 또한, 스퍼터링 타겟의 미소 밀도(green density) 및 상대밀도 측정에 대해 살펴보기로 한다.

[0089] 방법에서 언급한 것과 같이 미소 밀도는 부피 측정법으로, 상대밀도는 아르키메데스법으로 밀도를 측정하여 계산하였다.

[0090] 이는, 성형체의 바인더로 사용된 PVA는 수용성이므로, 성형체의 미소 밀도 측정에 아르키메데스법을 이용할 경우 정확한 측정이 어렵고, 성형체 표면의 PVA가 물에 녹아 이후 바인더 제거 공정 및 소결과정에서 타겟에 크랙이 형성될 수 있기 때문이다.

[0091] 도 8은 자기 펄스 압축 성형에 의해 완성된 산화 아연 스퍼터링 타겟의 미소 밀도 계산 결과를 나타내는 그래프이다.

[0092] 도 8을 참조하면, 미소 밀도는 PVA 함량이 1.5wt%와 2.5 wt%에서는 높게 나타났지만, 상대적으로 2wt%와 3 wt%에서는 낮게 나타남을 알 수 있다.

[0093] 도 9를 참조하면, 일 방향 압축 성형을 실시한 성형체의 미소 밀도는 성형압력이 높아질수록 커지는 경향을 보였고, 일 방향 압축 성형 후 180 MPa의 성형압력으로 10 분간 CIP 성형을 2차로 진행한 타겟의 미소 밀도는 더 큰 미소 밀도를 얻을 수 있었다. 또한 CIP 성형압력은 180 MPa로 고정하였지만 전 단계인 일 방향 성형 압력이 커짐에 따라 미소 밀도가 증가하는 경향을 보였다.

[0094] 자기 펄스 압축 성형법으로 제작된 스퍼터링 타겟은 일 방향 압축 성형에 의해 제작된 스퍼터링 타겟 보다 약 6 ~ 8 %, CIP 성형 보다는 약 3 ~ 5 % 높은 미소 밀도를 보이는 것을 확인할 수 있었다.

[0095] 도 10은 각각의 스퍼터링 제작 공정에 따라 제작된 각 스퍼터링 타겟의 상대밀도를 나타내는 그래프이다.

[0096] 도 10을 참조하면, 각각의 공정에서 상대밀도는 모든 시편이 98 ~100 %로 측정됨을 알 수 있다.

[0097] 도 11은 각각의 스퍼터링 제작 공정에 따라 제작된 각 스퍼터링 타겟의 수축률을 나타내는 그래프이다.

[0098] 도 11을 참조하면, 본 발명에 따라 제작된 스퍼터링 타겟의 경우 수축율이 약 30 %, 일 방향 압축 성형 한 스퍼터링 타겟의 경우 약 40 %, 일 방향 압축 성형 후 CIP 성형 한 스퍼터링 타겟의 경우 약 35 %의 결과를 나타냄을 알 수 있다.

[0099] 상기와 같은 비교 결과를 종합하여 설명하면 다음과 같다.

[0100] 성형 방법이 다르면 성형 조건이 달라지게 되므로, 최종 제작되는 스퍼터링 타겟의 특성도 달라진다. 먼저 성형체의 강도는 성형체의 미소 밀도와 연관이 있는데, 이는 도 8과 도 9에 도시된 바와 같이, MPC의 경우가 가장 높고, CIP, 일 방향 압축 성형 순임을 알 수 있다.

[0101] 도 12는 각각의 스퍼터링 제작 공정에 따라 제작된 스퍼터링 타겟의 일예를 나타내는 도면이다.

[0102] 도면을 참조하면, 도 12의 (a)는 본 발명에 의해 제작된 스터터링 타겟의 사시도로서, 그 강도가 높아 치수 정밀도가 다른 공정에 비해 매우 우수하고 표면 거칠기도 우수함을 알 수 있다.

[0103] 도 12의 (b)는 일 방향 압축에 의해 제작된 스터터링 타겟의 사시도로서, 타겟 성형 시 성형체의 강도가 낮아 성형 후 몰드에서 꺼낼 때 모서리 부분에 손상이 발생됨을 알 수 있다.

[0104] 도 12의 (b)는 일 방향 압축 후 CIP 성형에 의해 제작된 스터터링 타겟의 사시도로서, 성형체의 표면이 거칠게 나타남을 알 수 있다.

[0105] 상기한 본 발명은 산화아연과 바인더로 PVA를 사용하는 스퍼터링 타겟을 제조할 수 있고, 자기펄스 압축 성형 공정을 적용하여 스터퍼링 타겟을 제조할 수 있다.또한, 본 발명은 기존의 스터퍼링 타겟 성형공정과 비교하여 특성이 우수한 스퍼터링 타겟을 제조할 수 있다.

[0106] 본 발명은 도면에 도시된 실시예를 참고로 설명되었으나 이는 예시적인 것에 불과하며, 본 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 이로부터 다양한 변형 및 균등한 다른 실시예가 가능하다는 점을 이해할 것이다. 따라서, 본 발명의 진정한 기술적 보호 범위는 첨부된 특허청구범위의 기술적 사상에 의하여 정해져야 할 것이다.

부호의 설명

[0107] 1: 몰드

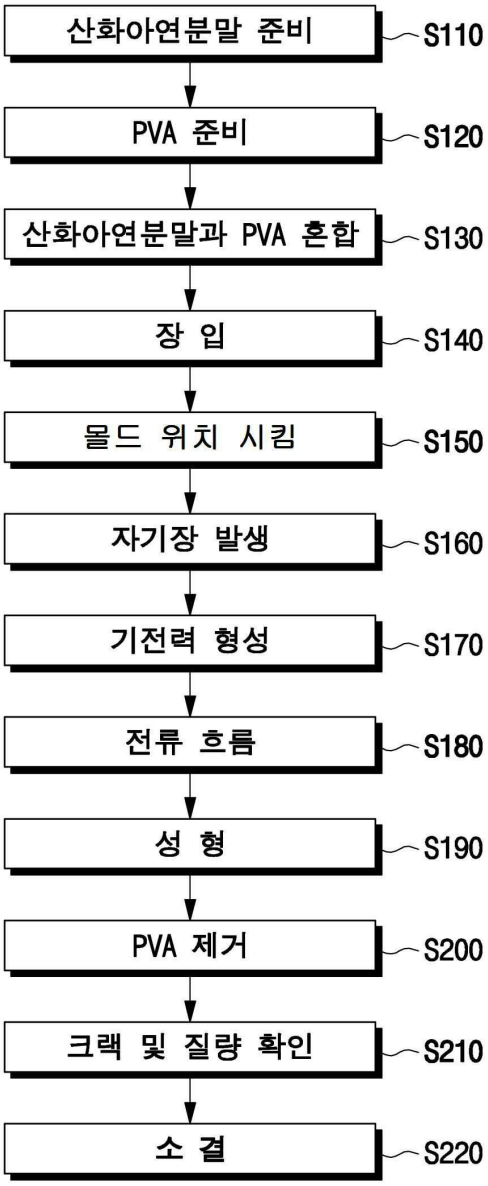
10: 자기펄스압축 성형 장치

12: 코일

16: 햄머

도면

도면1

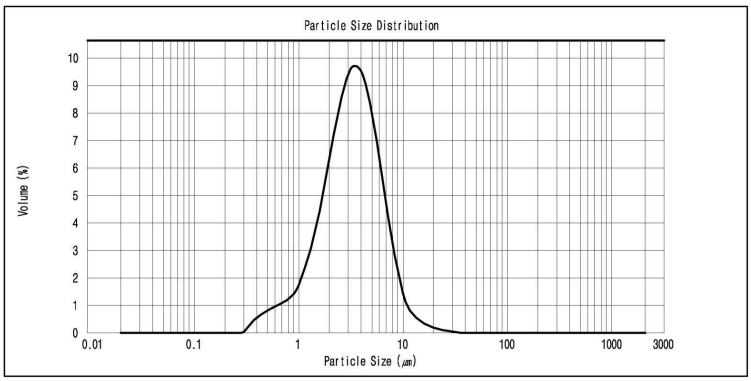

산화아연분말 준비
S110
PVA 준비
S120
산화아연분말과 PVA 혼합
S130
장 입
S140
몰드 위치 시킴
S150
자기장 발생
S160
기전력 형성
S170
전류 흐름
S180
성 형
S190
PVA 제거
S200
크랙 및 질량 확인
S210
소 결
S220

도면2

(a)

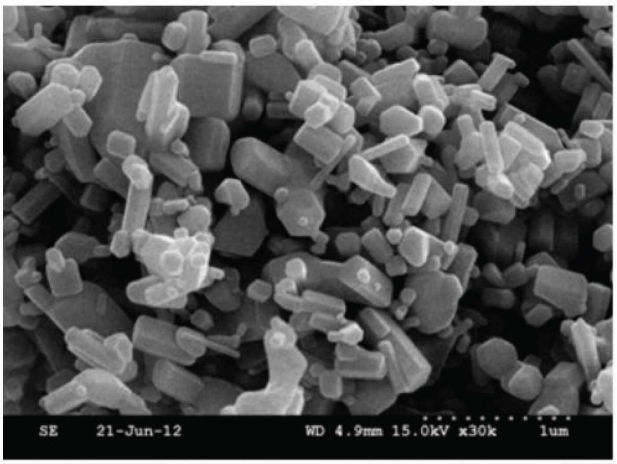
Size(㎛)	Volume In %	Size(㎛)	Volume In %	Size(㎛)	Volume In %
0.105	0.00	1.096	2.14	11.482	0.69
0.120	0.00	1.259	2.83	13.183	0.44
0.138	0.00	1.445	3.70	15.136	0.31
0.159	0.00	1.660	4.74	17.378	0.23
0.182	0.00	1.905	5.85	19.953	0.14
0.209	0.00	2.188	6.93	22.909	0.10
0.240	0.00	2.512	7.87	26.303	0.08
0.275	0.00	2.884	8.51	30.200	0.04
0.316	0.04	3.311	8.75	34.674	0.00
0.363	0.26	3.802	8.54	39.811	0.00
0.417	0.44	4.365	7.85	45.709	0.00
0.479	0.61	5.012	6.79	52.481	0.00
0.550	0.75	5.754	5.49	60.256	0.00
0.631	0.85	6.607	4.14	69.183	0.00
0.724	0.95	7.586	2.88	79.433	0.00
0.832	1.09	8.710	1.88	91.201	0.00
0.955	1.30	10.000	1.15	104.713	0.00
1.096	1.64	11.482		120.226	

(b)

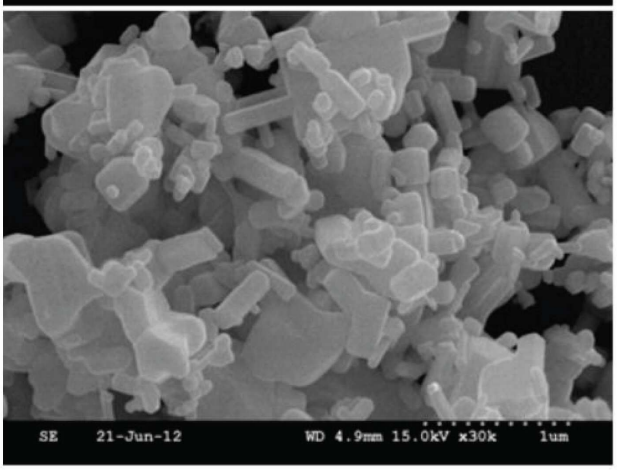


도면3

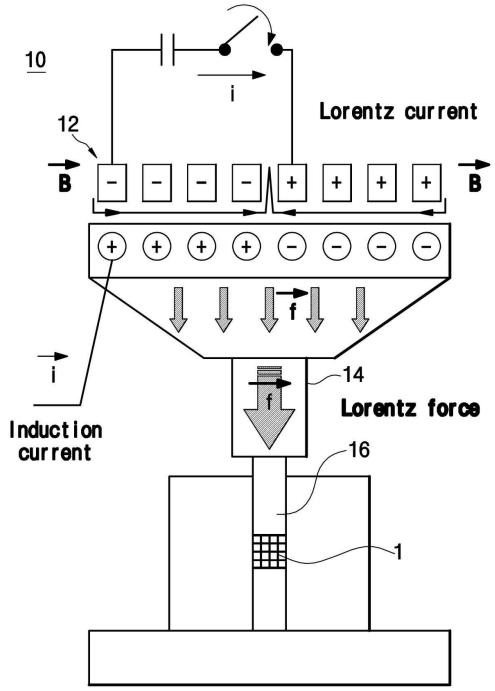
(a)



(b)



도면4

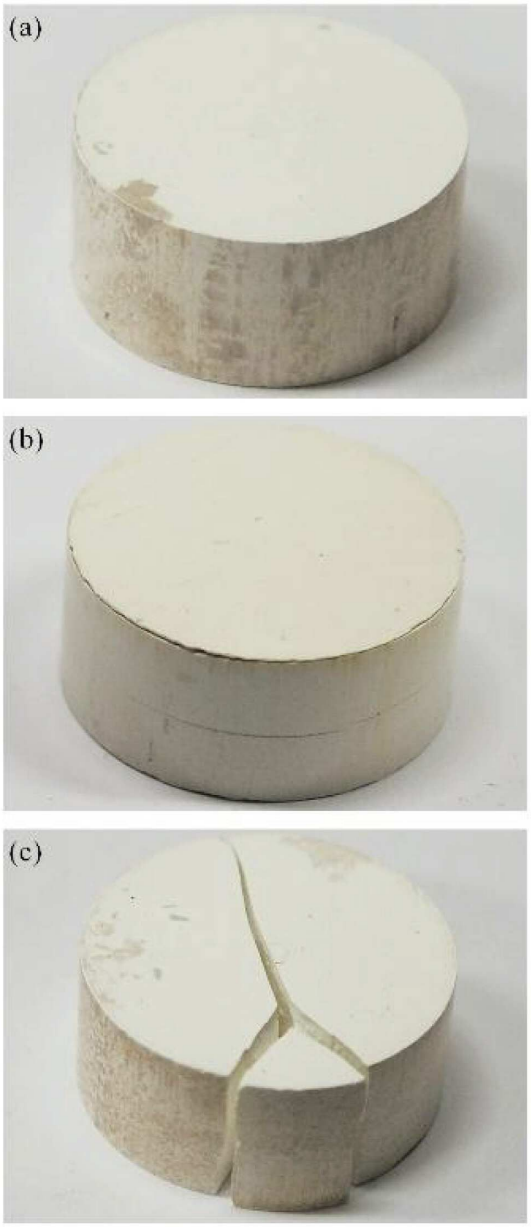

10
i
Lorentz current
12
B
B
f
i
14
f
Lorentz force
Induction
current
16
1

도면5

다양한 방법으로 성형 된 ZnO 타켓의 크랙 형성 여부

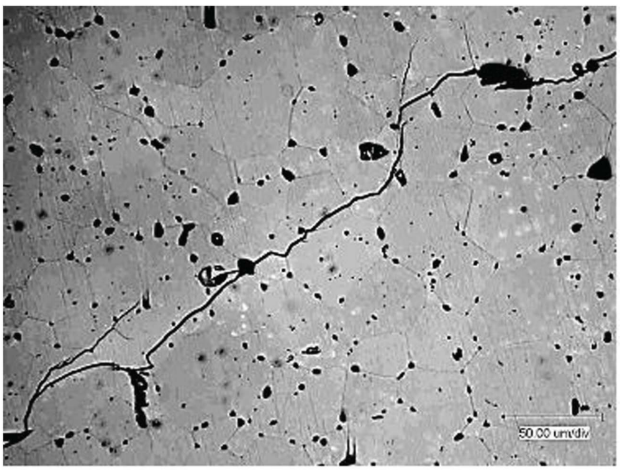
성형방법	성형압력 (MPa)	PVA함량 (wt%)	시편번호 (#)	크랙형성	크랙형성시기
자기펄스압축	1300	1.0	1	O	성형중
			2	O	
			3	O	
	1000		4	O	
	800		5	O	소결중
	800	1.5	1	X	-
			2	X	
			3	X	
			4	X	
			5	X	
	800	2.0	1	O	하소중
			2	O	
			3	O	
			4	O	
			5	O	
	800	2.5	1	O	
			2	O	
			3	O	
			4	O	
			5	O	
	800	3.0	1	O	
			2	O	
			3	O	
			4	O	
			5	O	
일방향 성형	109	1.5	1	X	-
			2	X	
			3	X	
	128		1	X	
			2	X	
			3	X	
	147		1	X	
			2	X	
			3	X	
	166		1	X	
			2	X	
			3	X	
일방향 성형 2차 정수압 프레스	62/180		1	O	하소중
			2	O	
			3	O	
	81/180		1	X	-
			2	O	하소중
			3	X	-
	100/180		1	X	-
			2	O	하소중
			3	X	-

도면6

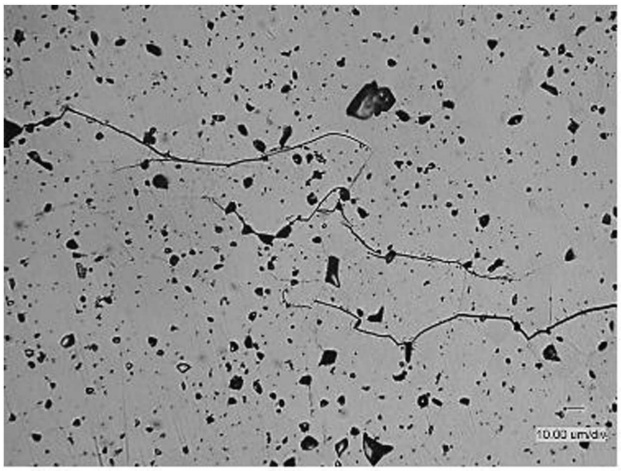


도면7

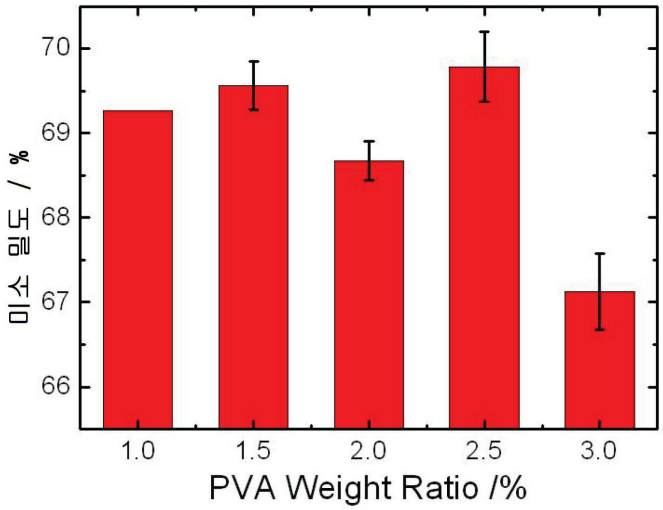
(a)


50.00 um/div

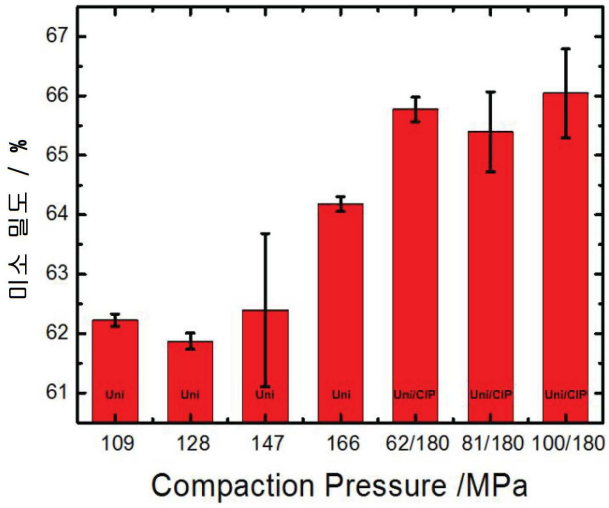
(b)


10.00 um/div

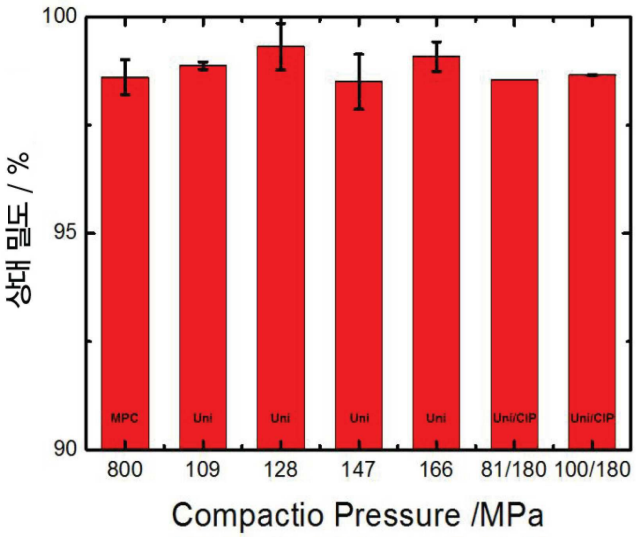
도면8


70
69
68
67
66
미소 밀도 / %
1.0
1.5
2.0
2.5
3.0
PVA Weight Ratio /%

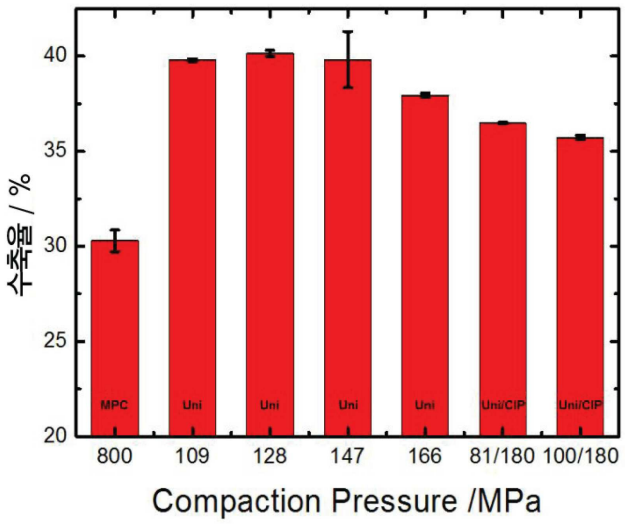
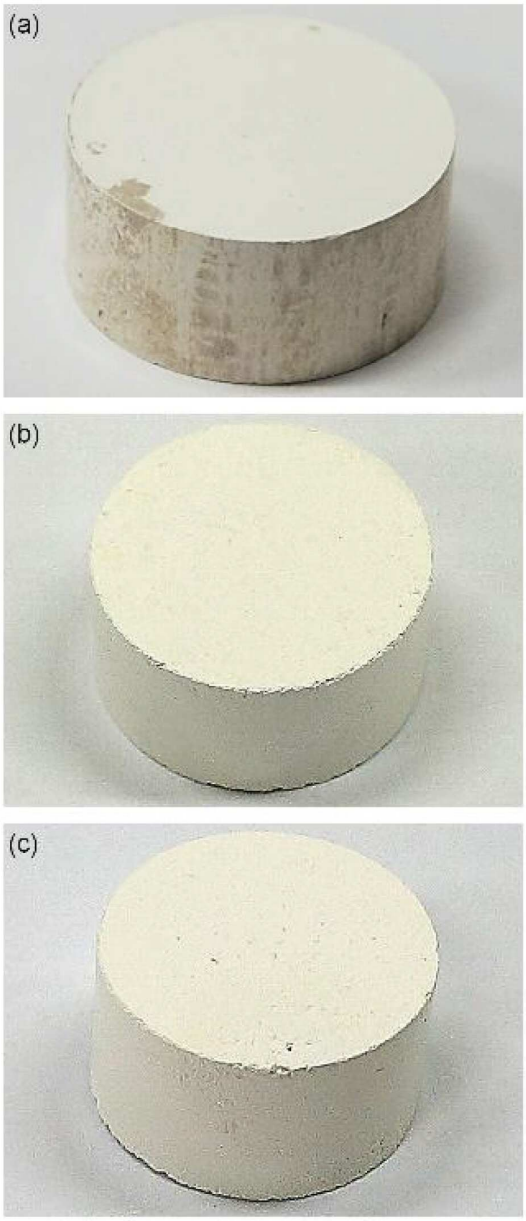
도면9



도면10



도면11



도면12