(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년05월27일
(11) 등록번호 10-1266253
(24) 등록일자 2013년05월15일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 14/34 (2006.01) *C23C 14/14* (2006.01)
C23C 14/58 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-0069517
(22) 출원일자 2012년06월28일
심사청구일자 2012년06월28일
(56) 선행기술조사문헌
IEEE Journal of Microelectromechanical systems Vol. 10(1), Pages 69-79(2001.3.)
Sensors and Actuators Vol. 86, Pages 165-170(2000.)

(73) 특허권자
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
김성웅
경상남도 창원시 성산구 가음동 13-3 재료연구소 아파트 306호
염종택
경상남도 김해시 장유면 삼문리 젤미마을 한림리츠빌@ 1002-1202
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이성재

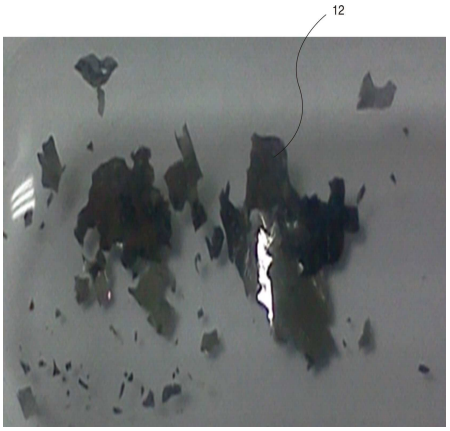
전체 청구항 수 : 총 3 항 심사관 : 최정식

(54) 발명의 명칭 **타이타늄-니켈 합금박막 및 다중 스퍼터링법을 이용한 타이타늄-니켈 합금박막의 제조 방법**

(57) 요 약

본 발명은 다중 스퍼터링장치 내부에 Ti타겟과 Ni타겟을 이격시켜 배치하고, 서로 상이한 전압을 인가하여 Ti타겟과 Ni타겟을 동시에 스퍼터링함으로써 기재에 타이타늄(Ti)과 니켈(Ni)이 혼합된 상태로 증착되어 형성된 타이타늄-니켈 합금박막에 있어서, 상기 타이타늄-니켈 합금박막은 500℃ 이상의 온도에서 30분 이상의 시간 동안 열처리(Annealing)하여 결정화됨을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도4



(72) 발명자

홍재근

경상남도 창원시 성주동 유니온빌리지 114동 502호

박찬희

경상남도 창원시 성산구 가음동 13-3 재료연구소 아파트 108호

김정한

경상남도 창원시 성산구 상남로 35 새롬 606

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	10041185
부처명	지식경제부
연구사업명	소재원천기술개발사업
연구과제명	액츄에어터용 Ti-Ni계 경사기능 고온형상기억합금 개발
주관기관	한국기계연구원 부설 재료연구소
연구기간	2011.12.01 ~ 2012.11.30

특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

다중 스퍼터링장치 내부에 이격 배치된 Ti타겟과 Ni타겟에 서로 상이한 전압을 인가하여 동시에 스퍼터링함으로써 다결정 NaCl 기재에 타이타늄(Ti)과 니켈(Ni)을 혼합한 상태로 증착하고, 다결정 NaCl 기재를 용해하여 분리한 상태로 500℃ 이상의 온도에서 30분 이상의 시간 동안 열처리(Annealing)하여 결정화되고, 수랭하여 B_2 및 능면체정(Ti_3Ni_4)상을 형성하며, 타이타늄-니켈 합금박막의 전체 중량에 대하여 43.2 내지 44.9 중량%의 타이타늄(Ti) 함량을 갖는 것을 특징으로 하는 타이타늄-니켈 합금박막.

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

Ti타겟과 Ni타겟 및 다결정 NaCl 기재를 준비하는 타겟준비단계와,

Ti타겟과 Ni타겟을 다중 스퍼터링장치 내부에 이격시켜 배치하는 타겟설치단계와,

상기 다중 스퍼터링장치의 작업 조건을 세팅하는 장치세팅단계와,

상기 다중 스퍼터링장치를 동작하여 기재에 Ti과 Ni이 혼합된 상태의 Ti-Ni 합금박막을 형성하는 박막증착단계와,

다결정 NaCl 기재를 물에 용해시켜 Ti-Ni 합금박막을 분리하는 박막분리단계와,

상기 Ti-Ni 합금박막을 500℃ 이상의 온도에서 30분 이상의 시간 동안 열처리(Annealing)하여 결정화하는 결정화단계와,

상기 결정화된 Ti-Ni 합금박막을 수랭하여 B_2 및 능면체정(Ti_3Ni_4)상을 갖는 타이타늄-니켈 합금박막을 형성하고, 타이타늄-니켈 합금박막의 전체 중량에 대하여 43.2 내지 44.9 중량%의 타이타늄(Ti)이 포함되도록 하는 기능부여단계로 이루어지며,

상기 박막증착단계에서,

상기 Ti타겟에는 350W의 전압이 인가되고 Ni타겟에는 182 내지 183W의 전압이 인가됨을 특징으로 하는 다중 스퍼터링법을 이용한 타이타늄-니켈 합금박막의 제조 방법.

청구항 7

삭제

청구항 8

제 6 항에 있어서, 상기 박막증착단계는, 7mTorr의 압력이 유지되는 아르곤 분위기에서 실시됨을 특징으로 하는 다중 스퍼터링법을 이용한 타이타늄-니켈 합금박막의 제조 방법.

청구항 9

삭제

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 타이타늄-니켈 합금박막 및 다중 스퍼터링법을 이용한 타이타늄-니켈 합금박막의 제조 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 별도로 준비된 Ti 타겟과 Ni 타겟을 챔버 내부에 이격 장입하고 서로 상이한 조건으로 동시에 스퍼터링하여 기재에 합금박막을 형성하고, 열처리 및 용체화처리를 실시하여 형상기억 능력을 갖도록 한 타이타늄-니켈 합금박막 및 다중 스퍼터링법을 이용한 타이타늄-니켈 합금박막의 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] Ti-Ni계 합금은 고강도와 연성을 가진 실용적인 형상기억합금에 적용될 뿐만 아니라, 다양한 마르텐사이트 변태(martensite transformation)에 의해 야기되는 사전변태(pre-treansformation)와 같은 독특한 물리적 성질을 나타내는 점에서 상당히 매력적인 기능성 재료이다.

[0003] 형상 기억 합금이란 가열 후 원래의 형상으로 되돌아 갈 수 있는 재료이다. 이러한 형상 기억 합금은 이러한 독특한 특징으로 인해 자동차, 항공 우주, 박막, 로봇공항 및 의학과 같은 분야에서 특히 유용하게 적용될 수 있다.

[0004] 이에 따라 Ni-Ti 합금은 다양한 방법으로 제조되고 있으며, 예컨대 S. Miyazaki and A. Ishida, MSE A, 273(1999) 106 에는 SiO_2기재에 크롬층과 폴리이미드층을 형성하고, 폴리이미드층에 스퍼터링을 이용하여 Ni-Ti 층을 형성하는 기술이 개시되어 있다.

[0005] 그러나, 상기한 종래의 기술로부터 Ni-Ti 층을 얻기 위해서는 KOH로 폴리이미드를 제거하고, 에칭에 의한 Cr층 제거 공정을 거치게 되므로 제조 공정이 복잡한 문제점이 있다.

[0006] 또한, Ni-Ti 합금은 순도가 낮아지고, 전형적으로 높은 가공 경화율을 가지며, 연성을 재확보하기 위하여 수많은 인 프로세스(in-process) 열처리가 요구된다.

[0007] 이러한 복잡한 제조 과정은 오염물의 잔류를 야기하게 되며, 오염물의 존재는 재료의 기계적 특성, 생체적합성(biocompatibility) 등의 에 영향을 미칠 수 있다.

[0008] 따라서, 고-순도의 형상 기억 합금을 제조하기 위해 다양한 증착 기술이 개발되고 있다.

[0009] 이중, 플라즈마를 사용하지 않는 전자빔 증발법은 고속의 증착 능력이 있으나, 증착된 박막의 밀도 등이 낮아 고성능의 품질을 보장하지 못하고 있다.

[0010] 이를 개선하기 위하여, 속도는 떨어지지만 고품질을 내기 위해 플라즈마를 이용한 다이오드 방식의 스퍼터링 증착법이 도입되기 시작하였으나, 이 방식 또한 증착 속도가 낮고, 공정 범위가 좁아 자기장을 적용하여 다소 공정 범위를 넓히고 증착 속도를 높인 마그네트론 스퍼터링 방식이 개발되어 제시되고 있다.

[0011] 이러한 스퍼터링 방식도 타겟 사용 효율이 낮고, 타겟 표면의 오염에 의한 미세 아크 발생 등의 문제가 있어 이 방식을 개량한 이중 마그네트론 스퍼터링 방식, 원통형 마그네트론 스퍼터링 방식들이 개발되고 있다.

[0012] 또한, 증착되는 박막의 품질을 높이기 위하여 유도 결합형 플라즈마 적용 스퍼터링 기술 및 최근에는 고전류 펄스형 전원을 사용한 고전력 펄스 전원 마그네트론 스퍼터링(HIPIMS) 등으로 증착하는 공정 기술이 발전하고 있다.

[0013] 국내에서는 공개특허 제2001-0021283호에 의해 이온화된 금속 증착을 위한 고밀도 플라즈마 소스에 대한 특허가 공개된 상태이며, 공개된 특허에는 감소된 면적을 가지지만 최대 타깃 커버리지를 가진 저압 플라즈마 스퍼터링 또는 연속 자기 스퍼터링에 적합한 마그네트론에 관한 기술이 개시되어 있다.

[0014] 그리고, 국내에서는 공개특허 제2007-0008369호에 의해 큰 영역 기판의 마그네트론 스퍼터링 시스템에 대한 특허가 등록된 상태이며, 등록된 특허에는 일반적으로 큰 영역 기판상의 증착 균일성을 개선하기 위하여 증가된 애노드 표면을 가지는 물리기상증착(PVD) 챔버내에서 기판의 표면을 처리하기 위한 장치 및 방법에 관한 기술이 개시되어 있다.

[0015] 그러나, 이들 공개특허에는 증착 속도와 증착율이 저하되고, 타겟이 되는 표적 재료의 사용효율이 낮은 단점을 가지며, 국부적 열의 발생으로 인한 효율성이 저하되는 단점을 가진다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0016] 상기와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 본 발명의 목적은, 별도로 준비된 Ti 타겟과 Ni 타겟을 챔버 내부에 이격 장입하고 서로 상이한 조건으로 동시에 스퍼터링하여 기재에 합금박막을 형성하며, 열처리 및 용체화처리를 실시하여 형상기억 능력을 갖도록 한 타이타늄-니켈 합금박막 및 다중 스퍼터링법을 이용한 타이타늄-니켈 합금박막의 제조 방법에 관한 것이다.

[0017] 본 발명의 다른 목적은, 기재로서 다결정 NaCl을 채택하여 보다 간소한 제조 공정으로 제조 가능한 타이타늄-니켈 합금박막 및 다중 스퍼터링법을 이용한 타이타늄-니켈 합금박막의 제조 방법을 제공하는 것에 있다.

과제의 해결 수단

[0018] 상기한 목적을 달성하기 위한 본 발명은 다중 스퍼터링장치 내부에 Ti타겟과 Ni타겟을 이격시켜 배치하고, 서로 상이한 전압을 인가하여 Ti타겟과 Ni타겟을 동시에 스퍼터링함으로써 기재에 타이타늄(Ti)과 니켈(Ni)이 혼합된 상태로 증착되어 형성된 타이타늄-니켈 합금박막에 있어서, 상기 타이타늄-니켈 합금박막은 500℃ 이상의 온도에서 30분 이상의 시간 동안 열처리(Annealing)하여 결정화됨을 특징으로 한다.

[0019] 상기 타이타늄(Ti)은 타이타늄-니켈 합금박막의 전체 중량에 대하여 43.2 내지 44.9 중량% 포함됨을 특징으로 한다.

[0020] 상기 기재는 다결정 NaCl이 채택됨을 특징으로 한다.

[0021] 상기 Ti타겟에는 Ni타겟 보다 높은 전압이 인가됨을 특징으로 한다.

[0022] 상기 타이타늄-니켈 합금박막은 열처리 후에 급냉시에 B_2 및 Rhombohedral(Ti_3Ni_4)상을 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0023] 본 발명에 의한 다중 스퍼터링법을 이용한 타이타늄-니켈 합금박막의 제조 방법은, Ti타겟과 Ni타겟 및 기재를 준비하는 타겟준비단계와, Ti타겟과 Ni타겟을 다중 스퍼터링장치 내부에 이격시켜 배치하는 타겟설치단계와, 상기 다중 스퍼터링장치의 작업 조건을 세팅하는 장치세팅단계와, 상기 다중 스퍼터링장치를 동작하여 기재에 Ti과 Ni이 혼합된 상태의 Ti-Ni 합금박막을 형성하는 박막증착단계와, 상기 Ti-Ni 합금박막을 500℃ 이상의 온도에서 30분 이상의 시간 동안 열처리(Annealing)하여 결정화하는 결정화단계와, 상기 결정화된 Ti-Ni 합금박막을 급냉하여 B_2 및 Rhombohedral(Ti_3Ni_4)상을 형성하는 기능부여단계로 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0024] 상기 타겟준비단계에서, 상기 기재는 다결정 NaCl이 채택됨을 특징으로 한다.

[0025] 상기 장치세팅단계는, 상기 Ti타겟에 Ni타겟 보다 높은 전압이 인가되도록 설정하는 과정임을 특징으로 한다.

[0026] 상기 박막증착단계에서 상기 타이타늄(Ti)은 타이타늄-니켈 합금박막의 전체 중량에 대하여 43.2 내지 44.9 중량% 포함됨을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0027] 본 발명에서는 별개로 준비된 Ti 타겟과 Ni 타겟을 챔버 내부에 이격 장입하고 서로 상이한 조건으로 동시에 스퍼터링하여 Ti-Ni 합금박막을 제조하게 된다.

[0028] 따라서, Ti과 Ni의 조성비를 최적조건으로 맞출 수 있게 되므로 특성이 향상되는 이점이 있다.

[0029] 또한, 본 발명에서는 기재로서 NaCl을 선택적으로 채택 가능하다.

[0030] 따라서, Ti-Ni 합금박막의 제조 공정이 간소화되며 제조 원가를 절감할 수 있는 이점이 있다.

[0031] 뿐만 아니라, 열처리를 통해 조직을 결정화하고, 급냉을 통해 형상기억 기능을 부여할 수 있는 이점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0032] 도 1 은 본 발명에 의한 Ti-Ni 합금박막의 구성을 보인 개요도.

도 2 는 본 발명에 의한 Ti-Ni 합금박막을 제조하기 위한 스퍼터링 장치의 구성을 개략적으로 보인 구성도.

도 3 은 본 발명에 의한 Ti-Ni 합금박막이 기재에 증착된 모습을 보인 실물 사진.

도 4 는 본 발명에 의한 Ti-Ni 합금박막을 기재로부터 분리한 모습을 보인 실물 사진.

도 5 는 본 발명에 의한 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법을 나타낸 공정 순서도.

도 6 은 본 발명에 의한 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 각 단계별 조건 및 Ti-Ni 합금박막의 조성을 나타낸 표.

도 7 은 본 발명에 의한 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 일 단계인 박막증착단계에서 제조된 박막의 표면 및 전자선 회절 패턴을 나타낸 사진.

도 8 은 비교예1의 표면 및 전자선 회절 패턴을 나타낸 사진.

도 9 는 비교예2의 표면 및 전자선 회절 패턴을 나타낸 사진.

도 10 은 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 바람직한 실시예1의 표면 및 전자선 회절 패턴을 나타낸 사진.

도 10 은 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 바람직한 실시예2의 실물 사진.

도 11 은 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 바람직한 실시예3의 실물 사진.

도 13 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 바람직한 실시예4의 실물 사진.

도 14 는 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 바람직한 실시예5의 실물 사진 및 온도 변화에 따른 열유동 결과를 나타낸 표.

도 15 는 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 기능부여단계 완료시에 Ti-Ni 합금박막의 XRD 그래프.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0033] 이하에서는 첨부되는 도 1 내지 도 4를 참조하여 본 발명에 의한 Ti-Ni 합금박막의 구성을 설명한다.

[0034] 도 1에는 본 발명에 의한 Ti-Ni 합금박막의 구성을 보인 개요도가 도시되어 있다.

[0035] 다만, 본 발명의 사상은 이하에서 살펴보는 실시 예에 의해 그 실시 가능 상태가 제한된다고 할 수는 없고, 본 발명의 사상을 이해하는 당업자는 동일한 기술적 사상의 범위 내에 포함되는 다른 실시 예를 용이하게 제안할 수 있을 것이나, 이 또한 본 발명의 기술적 사상에 포함된다고 할 것이다.

[0036] 또한, 본 명세서 또는 청구범위에서 사용되는 용어는 설명의 편의를 위하여 선택한 개념으로, 본 발명의 기술적 내용을 파악함에 있어서 본 발명의 기술적 사상에 부합되는 의미로 적절히 해석되어야 할 것이다.

[0037] 도면과 같이 본 발명에 의한 Ti-Ni 합금박막(이하 '합금박막(12)'라 칭함)은 기재(10) 외면에 다중 스퍼터링법을 이용하여 증착함으로써 형성된 것으로, Ti과 Ni이 혼합된 상태를 유지한다.

[0038] 상기 기재(10)는 다결정 NaCl이 채택되었으며, 선택적으로 제거되어 합금박막(12)만 남겨진 상태가 될 수 있으며, 기재(10)와 합금박막(12)이 부착된 상태를 유지할 수 있다.

[0039] 도 2는 상기 합금박막(12)을 제조하기 위한 다중 스퍼터링장치(1)의 구성을 나타낸 개요도로서, 내부에 스퍼터링을 위한 공간을 구비하는 챔버(2)와, 기재(10)가 안착되는 전극(3)과 Ti타겟(16)과 Ni타겟(17)이 각각 이격된 상태로 구비되는 스퍼터건(13)과, 상기 챔버 내부로 불활성가스를 공급하기 위한 가스공급부(14)와, 상기 챔버 내부의 기체를 외부로 배기하기 위한 가스배기부(15)를 포함하여 구성된다.

[0040] 상기 스퍼터건(13)은 다수로 구비되어 서로 다른 재질로 형성된 타겟이 각각 설치되는 구성으로, 본 발명의 실시예에서는 Ti타겟(16)과, Ni타겟(17)이 각각 설치된다.

[0041] 그리고, 상기 챔버 내부는 가스공급부를 통해 아르곤(Ar)가스가 공급되었으며, 상온(25℃)에서 Ti-Ni 합금박막(12)의 제조가 가능하다.

[0042] 도 3은 본 발명에 의한 Ti-Ni 합금박막이 기재에 증착된 모습을 보인 실물 사진이고, 도 4는 본 발명에 의한 Ti-Ni 합금박막을 기재로부터 분리한 모습을 보인 실물 사진이다.

[0043] 이하 첨부된 도 5 및 도 6을 참조하여 상기 Ti-Ni 합금박막(12)의 제조 방법을 설명한다.

[0044] 도 5는 본 발명에 의한 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법을 나타낸 공정 순서도이고, 도 6은 본 발명에 의한 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 각 단계별 조건 및 Ti-Ni 합금박막의 조성을 나타낸 표이다.

[0045] 먼저 도 5와 같이 상기 Ti-Ni 합금박막의 제조 방법은, Ti타겟(16)과 Ni타겟(17) 및 기재(10)를 준비하는 타겟준비단계(S100)와, Ti타겟(16)과 Ni타겟(17)을 다중 스퍼터링장치(1) 내부에 이격시켜 배치하는 타겟설치단계(S200)와, 상기 다중 스퍼터링장치(1)의 작업 조건을 세팅하는 장치세팅단계(S300)와, 상기 다중 스퍼터링장치(1)를 동작하여 기재(10)에 Ti과 Ni이 혼합된 상태의 Ti-Ni 합금박막(12)을 형성하는 박막증착단계(S400)와, 상기 Ti-Ni 합금박막(12)을 500℃ 이상의 온도에서 30분 이상의 시간 동안 열처리(Annealing)하여 결정화하는 결정화단계(S500)와, 상기 결정화된 Ti-Ni 합금박막(12)을 급냉하여 B_2 및 Rhombohedral(Ti_3Ni_4)상을 형성하는 기능부여단계(S600)로 이루어진다.

[0046] 상기 타겟준비단계(S100)에서 타겟은 본 발명의 실시예에서 Ti타겟(16)과 Ni타겟(17)을 별개로 준비하였으며, 상기 기재(10)는 다결정 NaCl 이 채택되었다.

[0047] 상기와 같이 기재(10)와 타겟이 준비되면 상기 타겟설치단계(S200)를 실시하게 된다. 상기 타겟설치단계(S200)는 도 2와 같이 챔버 내부에 Ti타겟(16)과 Ni타겟(17)을 이격되게 배치하는 단계이다.

[0048] 상기 타겟설치단계(S200) 이후에는 장치세팅단계(S300)가 실시된다. 상기 장치세팅단계(S300)는 아래에서 설명하게 될 실험 결과를 토대로 최적의 원자비를 갖는 Ti-Ni 합금박막(12)을 제조할 수 있도록 하는 조건을 다중 스퍼터링장치(1)에 설정하는 과정이다.

[0049] 즉, 상기 Ti타겟(16)은 도 6과 같이 Ni타겟(17) 보다 높은 전압이 인가되도록 설정된다.

[0050] 보다 구체적으로는, 상기 Ti 타겟(16)에는 350W의 전압이 인가되고 Ni타겟(17)에는 182 내지 183W의 전압이 인가될 수 있도록 설정하게 된다.

[0051] 상기 박막증착단계(S400)는 다중 스퍼터링을 실시하여 기재(10) 상면에 Ti-Ni 합금박막(12)을 형성하는 과정으로, 상기 박막증착단계(S400)가 완료되었을 때 상기 타이타늄(Ti)은 Ti-Ni 합금박막(12)의 전체 중량에 대하여 43.2 내지 44.9 중량%를 차지하게 된다.

[0052] 상기 박막증착단계(S400) 이후에는 박막분리단계(S450)가 실시된다.

[0053] 상기 박막분리단계(S450)는 NaCl로 형성된 기재(10)를 제거하여 기재(10)로부터 Ti-Ni 합금박막(12)을 분리하는 과정으로, 기재(10)를 제거하기 위한 종래의 복잡한 과정을 거치지 않고 물에 용해시키는 간단한 과정만으로 박막분리단계(S450)가 실시될 수 있다.

[0054] 상기 박막분리단계(S450)이후에는 결정화단계(S500)가 실시된다. 상기 결정화단계(S500)는 상기 Ti-Ni 합금박막을 500℃ 이상의 온도에서 30분 이상의 시간 동안 열처리(Annealing)하여 결정화시키는 과정이다.

[0055] 상기 결정화단계(S500) 이후에는 기능부여단계(S600)가 실시된다. 상기 기능부여단계(S600)는 Ti-Ni 합금박막(12)의 조직상을 바꾸어 요구되는 물성이나 기능을 부여하기 위한 과정으로, 본 발명의 실시예에서는 결정화된 Ti-Ni 합금박막(12)을 급냉하여 내부에 B_2 및 Rhombohedral(Ti_3Ni_4)상을 형성함으로써 형상기억 기능을을 갖도록 하는 과정이다.

[0056] 상기와 같은 과정에 따라 제조된 Ti-Ni 합금박막(12)은 도 1과 같은 상태를 가지게 된다.

[0057] 이하에서는 첨부된 도 7 내지 도 10을 참조하여 상기 결정화단계(S500)의 조건 변화에 따른 Ti-Ni 합금박막(12)의 표면 상태 및 전자선 회절 패턴을 비교한다.

[0058] 도 7은 본 발명에 의한 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 일 단계인 박막증착단계에서 제조된 박막의 표면 및 전자선 회절 패턴을 나타낸 사진이고, 도 8 및 도 9는 비교예1 및 비교예2의 표면 및 전자선 회절 패턴을 나타낸 사진이며, 도 10은 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 바람직한 실시예1의 표면 및 전자선 회절 패턴을 나타낸 사진이다.

[0059] 본 발명의 실시예에서 도면과 같이, 본 발명의 실시예에서 스퍼터링 온도, 실시시간, 아르곤 가스 공급량, 압력은 모두 동일한 조건으로 하되, Ti타겟(16)과 Ni타겟(17)에 인가되는 전압은 서로 상이하게 하였다.

[0060] 그리고, 상기 챔버의 내부 공간은 최대 10^{-3} 내지 10^{-7} 토르(torr) 정도의 진공도를 유지하는 환경을 가지게 된다. 이는 공기 속에 포함된 원하지 않는 가스(예, 산소, 질소 등)가 플라즈마가 발생할 때 함께 이온화되어, 실제 Ti-Ni 합금박막(12)을 증착하는 과정에서 불필요한 화합물을 형성시키지 않기 위한 조치이다.

[0061] 상기 챔버 내부에는 아르곤 가스 등 비활성 가스를 주입하여 플라즈마를 발생시키는데 이때에는 공정 진공도가 0.01mTorr까지 도달할 수 있다.

[0062] 본 발명의 실시 예에서는 챔버 내부의 압력을 7mTorr 로 유지하고 아르곤 분위기로 실험하였다.

[0063] Ti타겟(16)에는 350W의 전압을 인가하고 Ni타겟(17)에는 182 내지 183W의 전압 범위 내에서 가변하여 다중 스퍼터링을 실시하였다.(도 6 참조)

[0064] 먼저 도 7과 같이 박막증착단계(S400)가 완료된 Ti-Ni 합금박막(12)은 비정질 상태를 나타내었다.

[0065] 그러나 도 10과 같이 500℃에서 30분간 결정화단계(S500)를 실시한 이후에는 완전히 결정화된 것을 확인할 수 있다.

[0066] 다만, 도 8 및 도 9와 같이 결정화단계(S500)에서 열처리온도가 500℃ 미만인 400℃, 450℃인 경우에는 열처리 시간을 동일하게 실시하더라도 완전히 결정화되진 않았다.

[0067] 따라서, 상기 결정화단계(S500)는 500℃ 이상의 온도에서 30분 이상 실시됨이 바람직하다.

[0068] 첨부된 도 11 및 도 12에는 결정화단계(S500)는 500℃의 열처리온도를 유지하되, 열처리 실시 기간을 1시간과 10시간으로 늘려서 제조된 Ti-Ni 합금박막(12)으로서 열처리 후 Ti-Ni 합금박막(12)의 모양이 훼손되지 않고 유지되고 있음을 확인할 수 있다.

[0069] 또한 도 11 및 도 12의 실시예와 비교할 때 타이타늄(Ti)의 함량을 높인 도 13의 경우에도 500℃에서 1시간 동안 결정화단계(S500)를 실시하였을 때 Ti-Ni 합금박막(12)은 모양의 훼손이 발생하지 않았다.

[0070] 도 14는 다중 스퍼터링법을 이용한 Ti-Ni 합금박막의 제조방법에서 바람직한 실시예5의 실물 사진 및 온도 변화에 따른 열유동 결과를 나타낸 표로서, 500℃에서 1시간 동안 결정화단계(S500)를 실시한 후 Water quenching (기능부여단계(S600))을 실시한 Ti-Ni 합금박막(12)이다.

[0071] 사진과 같이 Ti-Ni 합금박막(12)은 가열 중 약 33.17도에서 A* 변태 온도를 보였으며, 냉각중에는 43.55도 (R 변태), 19.89도(M 변태)온도를 나타내었다.

[0072] peak의 크기는 박막 시료의 양이 작아 상대적으로 적었지만, 변태점을 확인하기에는 충분하였다. 이와 같이 열유동 측정을 수행한 결과 열처리를 통해 기능을 부여한 박막은 형상기억효과를 나타낸다는 것을 확인하였다.

[0073] 그리고, 상기 기능부여단계(S600)를 실시한 이후 Ti-Ni 합금박막(12)에는 도 15와 같이 형상기억 기능을 가지는 B_2 및 Rhombohedral(Ti_3Ni_4)상을 포함하는 것을 확인하였다.

[0074] 이러한 본 발명의 범위는 상기에서 예시한 실시예에 한정하지 않고, 상기와 같은 기술범위 안에서 당업계의 통상의 기술자에게 있어서는 본 발명을 기초로 하는 다른 많은 변형이 가능할 것이다.

부호의 설명

[0075]

1. 다중 스퍼터링장치
10. 기재
12. Ti-Ni 합금박막
13. 스퍼터건
14. 가스공급부
15. 가스배기부
16. Ti타겟
17. Ni타겟

S100. 타겟준비단계

S200. 타겟설치단계

S300. 장치세팅단계

S400. 박막증착단계

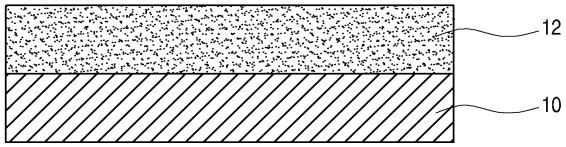
S450. 박막분리단계

S500. 결정화단계

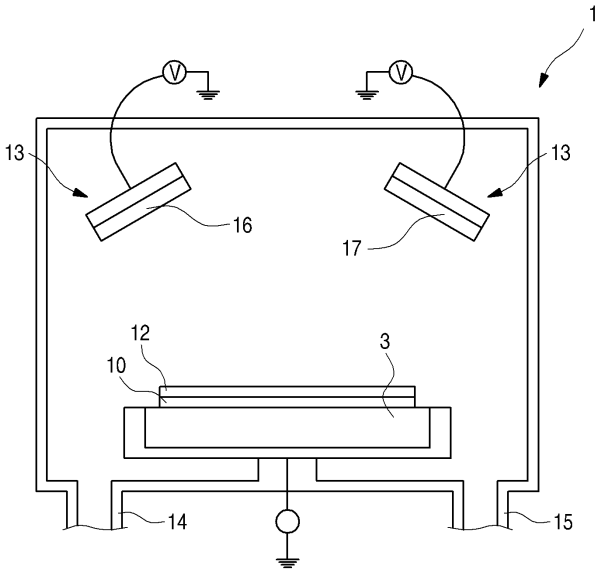
S600. 기능부여단계

도면

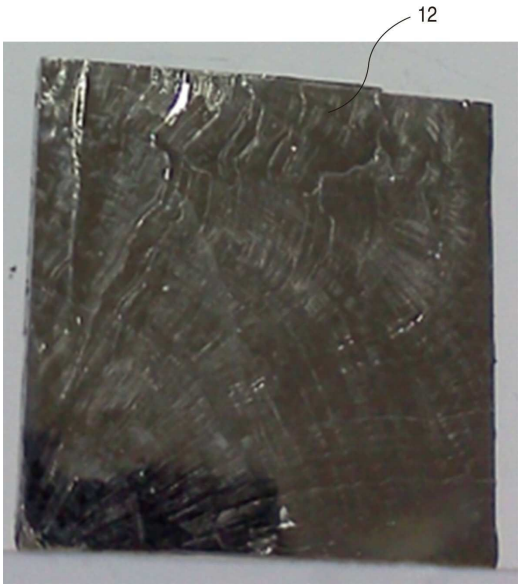
도면1



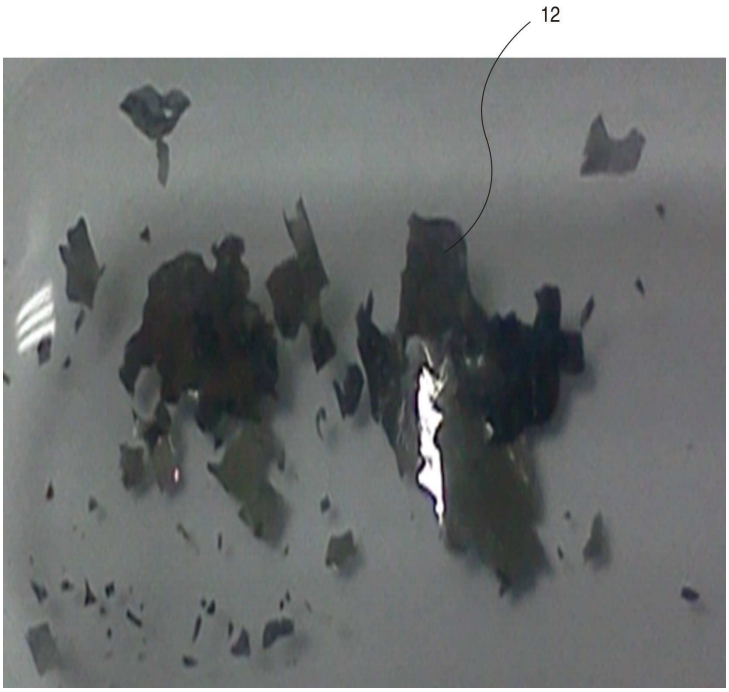
도면2



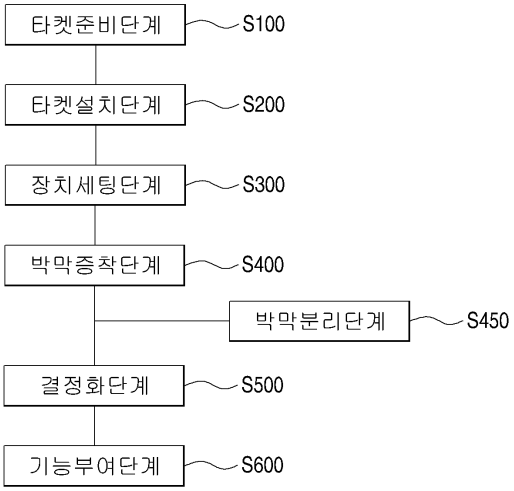
도면3



도면4



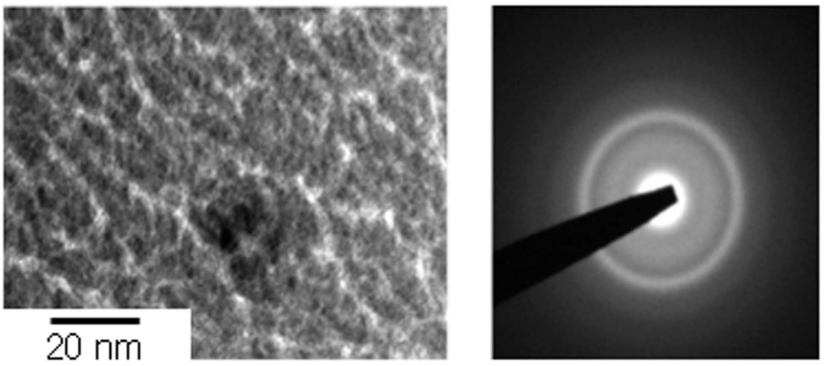
도면5



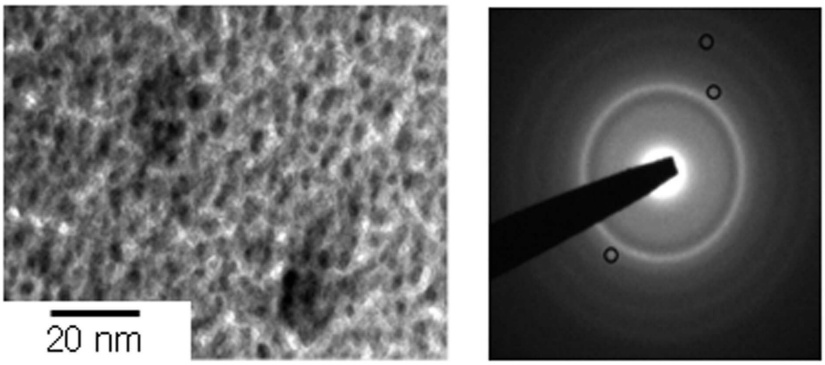
도면6

Sample	Ti Power (W)	Ni Power (W)	Pressure (mtorr)	Ar Gas (cc)	Time (sec)	Temp (℃)	Thickness (nm)	Ratio Ti:Ni (At%)	Ratio Ti:Ni (Wt%)
1	350	182	7	50	14500	25	5037.42	49.9:50.1	44.9:55.1
2	350	183	7	50	14500	25	5027.42	48.3:51.7	43.2:56.8

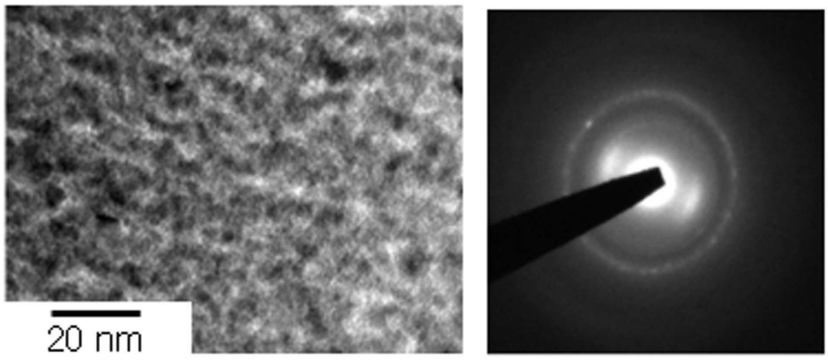
도면7



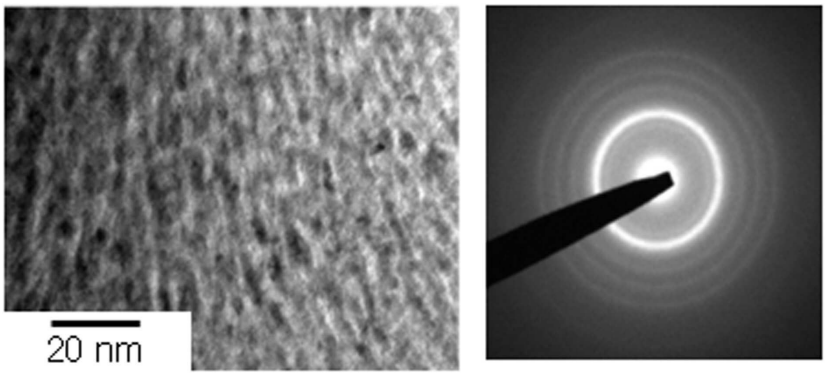
도면8



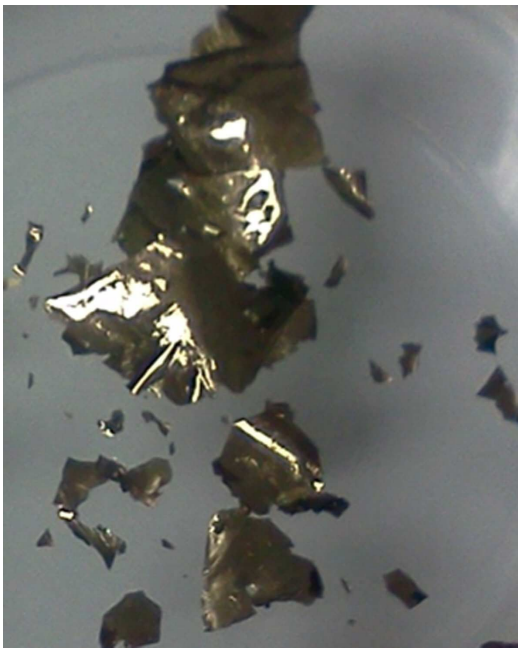
도면9



도면10



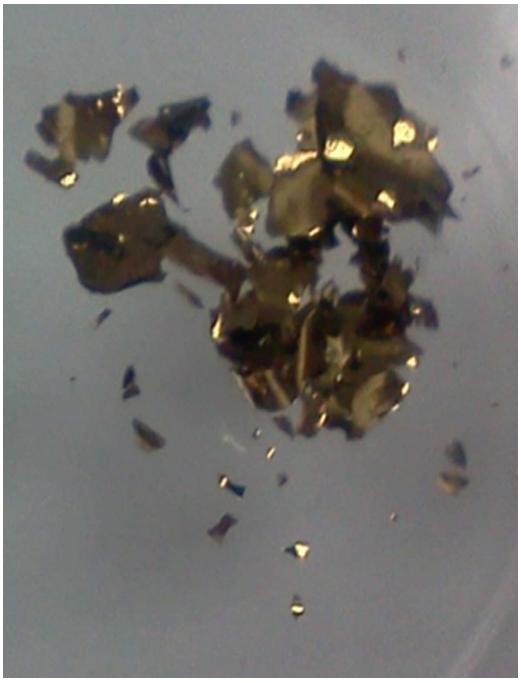
도면11



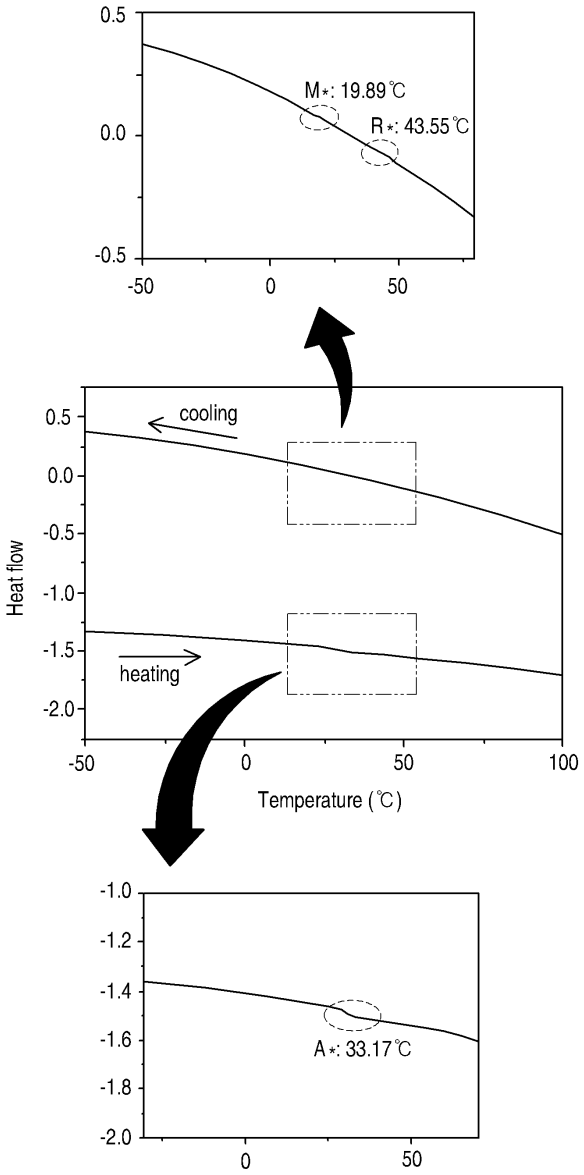
도면12



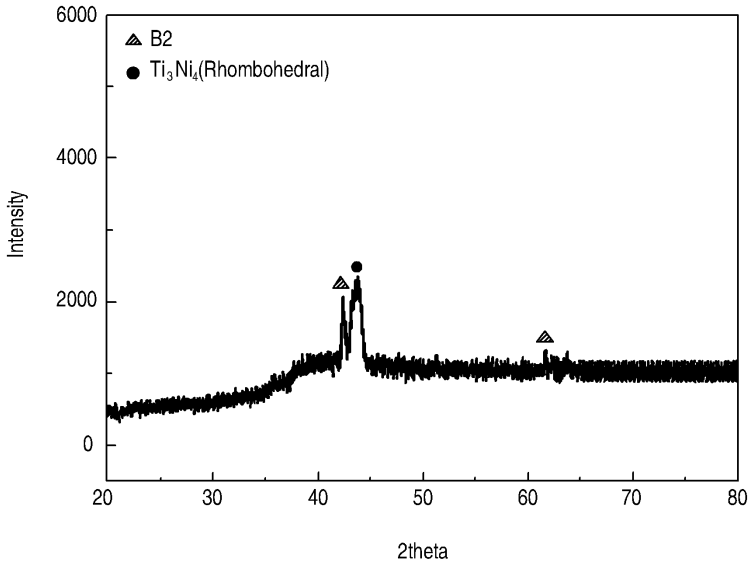
도면13



도면14


0.5
0.0
-0.5
-50
0
50
M*: 19.89℃
R*: 43.55℃
cooling
heating
Heat flow
-0.5
-1.0
-1.5
-2.0
100
Temperature (℃)
-1.0
-1.2
-1.4
-1.6
-1.8
-2.0
A*: 33.17℃

도면15



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 제1항, 제3항

【변경전】

Rhombohedral

【변경후】

능면체정

【직권보정 2】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 제1항, 제3항

【변경전】

Water quenching 하여

【변경후】

수랭하여