

측온저항체 온도센서용 백금 박막의 증착과 그 특성

The Deposition of Platinum Thin Films for RTD and its Characteristics

정 귀 상, 노 상 수
동서대학교 메카트로닉스공학과

Gwi-Sang Chung, Sang-Soo Noh
Dept. of Mechatronics Eng., Dongseo University

Abstract - Platinum thin films were deposited on Si-wafer by DC magnetron sputtering for RTD (Resistance Thermometer Devices). We investigated the physical and electrical characteristics of these films under various conditions, the input power, working vacuum, temperature of substrate and also after annealing these films. The deposition rate was increased with increasing the input power but decreased with increasing Ar gas pressure. The resistivity were decreased with increasing the temperature of substrate and the annealing time at 1000°C. At substrate temperature 300°C, input power 7(w/cm²), working vacuum 5mtorr and annealing conditions 1000°C, 240min we obtained 10.65 μΩ · cm, resistivity of Pt thin film closed to the bulk value.

(Thermocouple), 반도체형, 측온저항체(RTD : Resistance Thermometer Device)등 여러 종류가 있다.^{1,2)} 이 중에서도 온도에 따른 금속의 전기저항의 변화를 측정함으로써 온도를 측정하는 측온저항체는 다른 형태들에 비해 호환성, 안정성, 감도, 선형성 그리고 사용 가능한 온도 범위가 넓지만 소형화가 어렵고 기계적 충격이나 진동에 약하며 고가라는 단점을 갖고 있다. 특히 Pt-RTD는 저항의 온도계수가 크고 직선성이 우수하고 넓은 온도 범위에서 안정하기 때문에 백금코일을 이용한 운모형, 세라믹형, 유리형 등이 실용화되고 있지만, 고순도의 백금코일을 이용하기 때문에 기계적 특성이 나쁘며, 코일제작 및 몰딩에 많은 시간이 소요되고, 소형화가 불가능하며 고가인 단점을 가지고 있다. 그러나, 박막형 Pt-RTD는 이와 같은 문제점을 해결할 수 있으며 소형화, 고속응답, 저가격화가 가능하다.³⁾

1. 서 론

인상생활뿐만 아니라 모든 산업분야에 있어서 열의 역할이 매우 중요하기 때문에 온도를 정확히 계측하기 위한 노력은 오랫동안 지속되고 있다. 최근 자동화 및 메카트로닉스 산업분야에 고정밀, 고성능, 소형, 고감도 온도센서가 전설히 요구되고 있다. 현재, 온도를 검출하기 위한 온도센서에서는 측정원리에 따라 써미스터(Thermister), 열전쌍

본 연구에서는 DC 마그네트론 스퍼터링법으로 bulk 특성을 갖는 측온저항체용 Pt 박막을 형성하기 위하여 증착 변수 및 고온 열처리에 따른 박막의 물리적, 전기적 특성을 분석하였다.

2. 실험 방법

본 실험에서는 국내에서 자체 제작한 DC 마그네트론 스퍼터링 장비를 사용했다. 본 실험에서는 산화막이 4000Å 성장된 실리콘기판과 직경이 2인치, 99.99% 백금 타겟을

사용했다. 기판과 타겟의 거리는 4.5cm이고, 99.99% 고순도 Ar 가스를 사용했으며, 주입되는 유속은 80 sccm으로 고정되었다. 양호한 박막을 얻기 위해 1×10^{-6} torr 이하까지 초기 진공을 만든 후 Ar 가스를 주입하여 플라즈마를 발생시켰다. 본 스퍼터링 전에 예비 스퍼터를 하여 타겟 표면의 산화 및 오염물질을 제거하며 잔류가스의 방출 및 플라즈마를 안정시켰다.

증착 및 고온 열처리 조건에 따른 Pt 박막의 물리적, 전기적 특성은 α -step, four-point probe, SEM, 그리고 XRD를 사용하여 분석하였다.

3. 실험결과 및 검토

1) 증착율

박막증착시 단차를 형성시켜 α -step을 이용하여 증착된 박막의 두께를 측정하고 시간에 따른 증착율을 계산하였다. 그림 1은 입력 power에 따른 증착율 변화를 나타낸 것이다. 증착율은 입력 power가 증가함에 따라 반응하는 Ar 이온의 평균에너지가 증가되기 때문에 스퍼터링 yield가 증가하는 것으로 사료된다.

한편, Ar 가스압력에 따른 증착율은 3, 5, 7mTorr에 각각 770, 730, 700($\text{\AA}/\text{min}$)으로 진공도는 증착율에 큰 영향을 미치지 못했지만, Ar 가스압력에 선형적으로 반비례함을 알 수 있다. 이와 같은 사실은 일반적으로 스퍼터링에 의한 박막형성시 증착율이 입력 power에 비례하고 진공도에는 반비례 한다는 사실과 잘 일치한다.

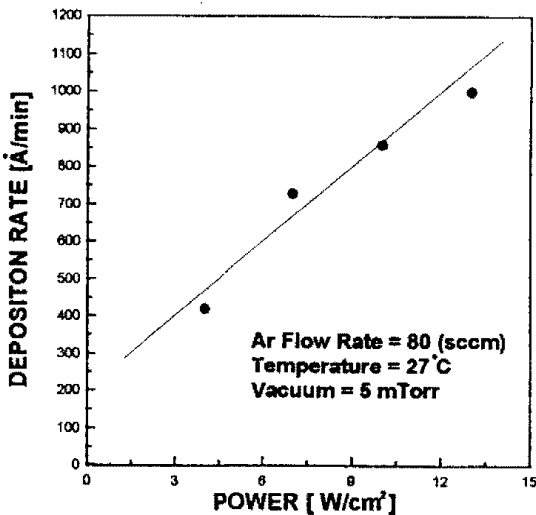


Fig. 1 Variation of the deposition rate of Pt thin films deposited at increasing power

2) 비저항(Resistivity)

4-point probe으로 박막의 면저항을 측정된 후 막의 두께를 곱하여 비저항을 구하였다. 그림 2는 Ar 가스압력이

5 mTorr일때 입력 power(4~13W/cm²)에 따른 Pt 박막의 비저항과 면저항의 변화를 나타낸 것이다. Pt 박막의 비저항이 4(W/cm²)에서 18.03 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 가 7(W/cm²)에서는 16.48 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 로 감소했으며 면저항도 0.9014(Ω/\square)에서 0.8240(Ω/\square)으로 감소하였다. 그러나 7(W/cm²) 이상의 입력 power 증가에 따라서는 비저항값이 변화를 거의 볼 수 없었다. 이는 power가 증가되면 기판에 증착되는 Pt 입자수가 많아지는 결과로 입자 반경(grain size)이 커져 입자와 입자 사이의 접촉면적이 많아져 비저항이 낮아 지지만 어느 일정 값 이상에서 power의 증가는 더 이상 박막의 비저항에 영향을 미치지 못함을 알 수 있다.

그림 3은 진공도에 따른 Pt 박막의 비저항과 면저항 변화를 나타낸 것이다. 본 실험에서는 5mTorr일 때 비교적 양호한 특성의 박막을 얻을 수 있었다.

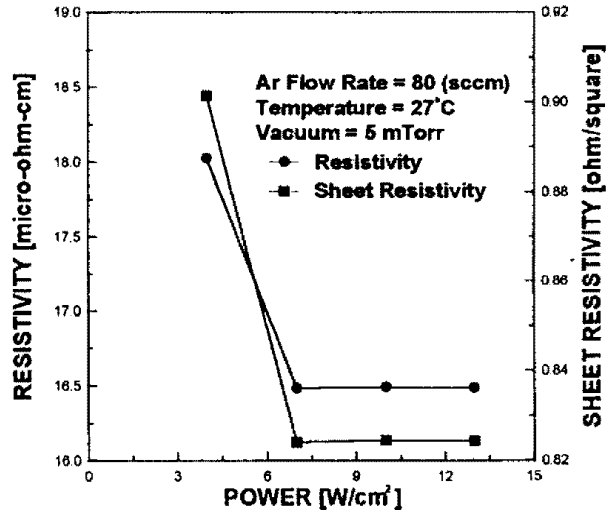


Fig. 2 Variation of the resistivity(sheet resistivity) of Pt thin films deposited at increasing power

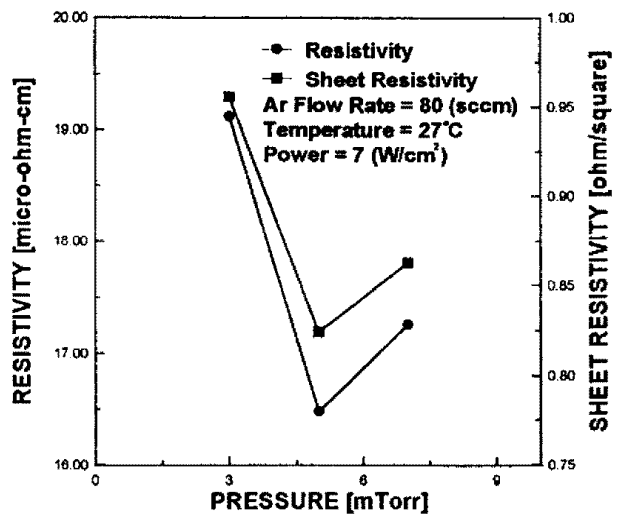


Fig. 3 Variation of the resistivity(sheet resistivity) of Pt thin films deposited at increasing Ar pressure

그림 4는 박막증착시 기판온도에 따른 Pt 박막의 비저항 및 면저항의 변화를 나타낸 것이다. 실온에서 3700Å 두께로 증착된 Pt 박막의 비저항과 면저항은 각각 $16.38 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $0.442(\Omega/\square)$ 이나 기판온도 300°C 에서 같은 두께로 증착된 박막의 비저항과 면저항의 값은 각각 $15.86 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $0.4233(\Omega/\square)$ 로 감소함을 알 수 있다. 기판온도가 증가할 수록 양호한 전기적 특성의 박막을 얻을 수 있는데, 이는 기판 온도가 낮을 때는 박막이 비정질이고 저밀도 특성을 갖는 반면에 기판온도가 높아짐에 따라 막 구조는 다결정이며 동방향성 특성을 가지게 되어 이때 박막은 입자 접촉압력이 커져서 저저항 특성을 나타내게 된다. 다시 기판온도가 어느 일정상태 이상이 되면 증착막은 거칠고 큰 입자로 구성되며 수지상 구조(resinous structure)를 형성하게 된다. 이 때는 다시 저항율이 어느 정도 상승하게 되는데 이와 같은 사실은 스퍼터링시 가스압력, 유량에도 관계됨이 입증되었다.⁴⁾

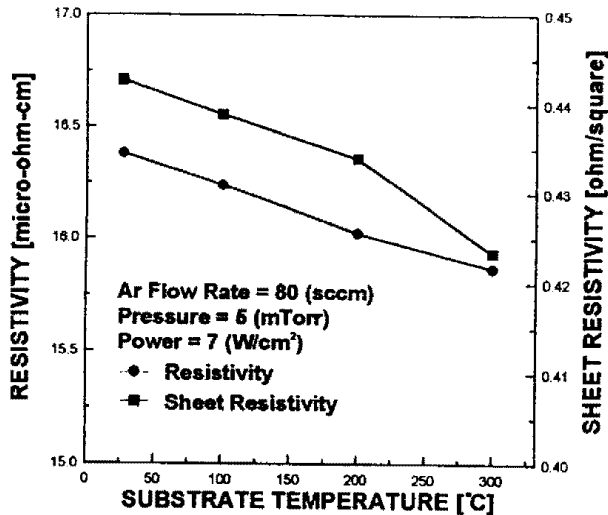


Fig. 4 Variation of the resistivity(sheet resistivity) of Pt thin films deposited at increasing substrate temperature

본 실험에서 백금 박막의 결정화를 위한 후열처리하는 quartz tube furnace를 이용하여 N_2 분위기에서 행해졌다. 열처리를 함으로서 전기적으로 불안한 상태나 구조적으로 갈라진 틈 사이가 밀착되어 distortion들이 사라지게 되어 전기적으로 양호한 박막을 얻을 수 있게 된다.⁵⁾

그림 5는 Ar 가스압력 5(mTorr), 입력 power 7(W/cm²) 그리고 기판온도 300°C 에서 4000Å의 두께로 Pt 박막을 증착후 1000°C 에서 열처리 시간에 따른 박막의 비저항 및 면저항의 변화를 나타낸 것이다. 열처리를 거치지 않은 박막의 비저항 및 면저항이 $15.86 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $0.396(\Omega/\square)$ 인 반면에 1000°C , 240분 열처리를 거친 시료의 비저항과 면저항은 각각 $10.65 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $0.266(\Omega/\square)$ 으로 Pt의 bulk 비저항

값 $10.5 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 에 가까운 양호한 특성을 볼 수 있었다. 그림 5에서 직선으로 표시된 부분이 Pt의 bulk 비저항값을 나타내고 있다. 전체적으로 열처리 시간에 따라 뚜렷한 박막의 비저항 및 면저항의 변화를 볼 수 있었으나, 1000°C , 240분 그 이상 시간에 대한 열처리에는 큰 의미가 없음을 보여주고 있다.

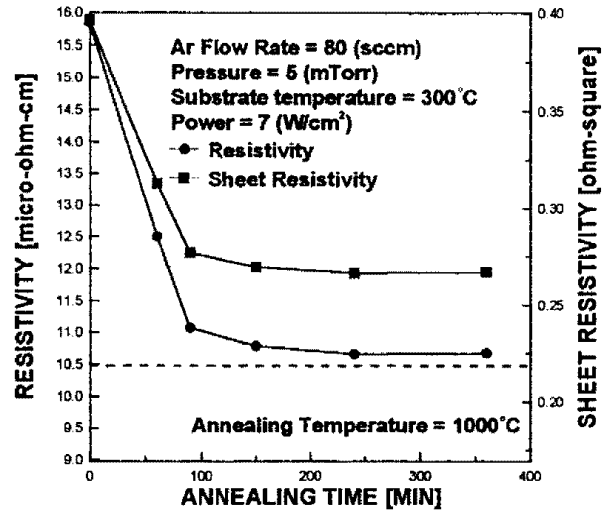
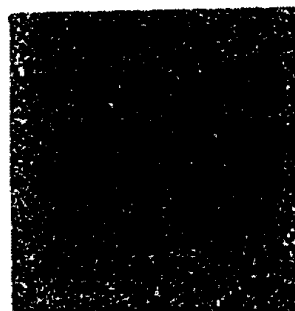


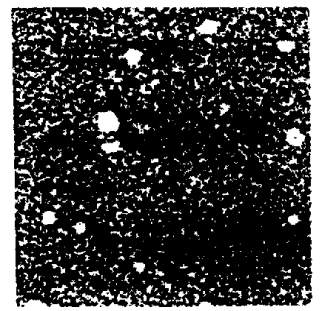
Fig. 5 Variation of the resistivity(sheet resistivity) of Pt thin films deposited with increasing annealing time at 1000°C

3) 표면분석

그림 6(a)는 기판(SiO_2/Si) 위에 증착된 박막의 표면을 1000배 확대하여 촬영한 표면 상태를 나타낸 SEM 사진이다. 일반적인 전자소자 제조에 사용되는 실리콘 기판의 표면은 대단히 평탄한 거울면 상태이다. 이 기판 위에 마그네트론 스퍼터링으로 형성된 Pt 박막도 SEM 사진에서 알 수 있듯이 거울면과 같이 대단히 균일한 박막으로 증착되어 있음을 알 수 있다. 그림 6(b), (c), (d)는 증착된 박막을 1000°C 에서 각각 60, 150, 240분 열처리한 후 1000배 확대한 박막의 표면 상태를 나타내는 SEM 사진이다. 그림 6(a)와 (b)를 비교할 때, 박막을 열처리함으로써 흰반점이 나타나며 결정립(grain)이 생성됨을 알 수 있다. 이러한 흰반점은 열처리 시간을 증가함에 따라 급격히 감소됨을 볼 수 있으며 백금박막의 결정립이 형성됨을 보여주고 있다.



(a)



(b)

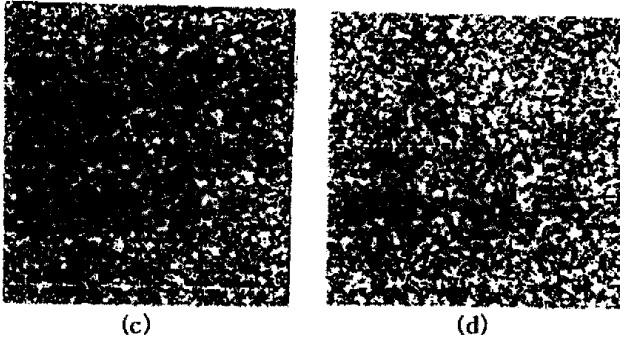


Fig. 6 SEM surface morphology pictures of the samples (a) without and (b) with the heat treatment at 1000°C for 60 min, (c) 120 min and (d) 240 min

4000Å 두께로 증착된 Pt박막의 열처리에 따른 박막의 상 생성 특성에 관한 열처리 효과를 알아보기 위하여 열처리 전과 1000°C에서 60, 240분간 열처리한 시편의 XRD 패턴 변화의 결과를 그림 7(a), (b), (c)에 각각 나타내었다.

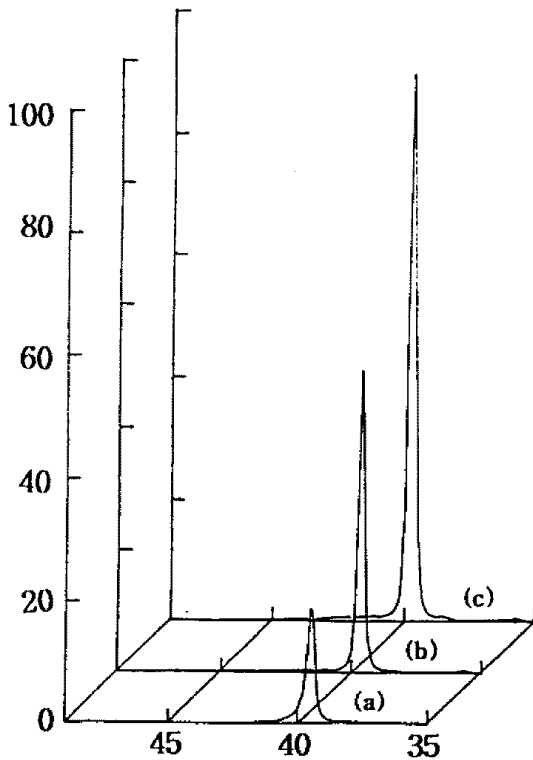


Fig. 7 XRD pattern of the samples (a) without and (b) with the heat treatment at 1000°C for 60 min, (c) 240 min

열처리하기 전의 그림을 보면 SiO₂/Si 기판 위에 증착된 박막은 fcc 결정 상태의 백금에서 주로 나타나는 (111) 배향 방향이 39.5°에서 (111)회절피크만 나타난다. 또한 박막에 의한 회절강도가 단결정인 기판에 의한 회절강도와 유사한 값을 가지는 것으로 보아 증착된 박막은 거의 단결정에 가까운 결정성을 가짐을 알 수 있다. 그림 7(a), (b), (c)

에서 알 수 있듯이 1000°C에서 60, 240분 열처리 시간이 증가함에 따라 시편의 XRD패턴은 상변이 결정 회전각 변화가 거의 관찰되지 않으며, 회전강도가 증가됨을 알 수 있다. 따라서 열처리에 의해서 박막의 결정성도 증가됨을 알 수 있다.

4. 결 론

본 연구에서는 DC 마그네트론 스퍼터링법으로 Pt 박막을 증착하여 Ar 가스 압력, 입력 power, 기판온도 그리고 증착후 열처리에 따른 박막의 물리적, 전기적 특성을 분석했으며, 이를 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

- ① 입력 power에 따라 증착율은 선형적으로 증가했으나, Ar 가스압력이 증가할 때는 증착율은 감소하였다.
- ② 증착된 박막의 비저항 및 면저항은 입력 power와 Ar 가스압력에 영향을 받으며, 기판 온도가 높을수록 양질의 박막을 얻을 수 있었다.
- ③ 증착후 열처리 시간이 길수록 비저항 및 면저항의 특성이 좋아졌으며, 특히 1000°C에서 240분 열처리한 박막의 비저항은 10.65 μΩ·cm로 백금의 bulk에 가까운 양호한 특성을 나타냈다.
- ④ 열처리를 거친 시편의 SEM에 의한 표면구조 관찰 결과 열처리 시간이 길어질수록 박막의 결정성이 크게 향상됨을 알 수 있었다.
- ⑤ 1000°C 열처리 시간에 따른 Pt박막의 XRD 패턴 분석 결과 열처리 시간이 증가함에 따라 결정상태의 백금에서 주로 나타나는 (111)배향 방향이 39.5°에서 (111)회절 피크만 나타났고, 열처리 시간이 증가할 수록 회절강도가 증가되었으며 박막의 결정성도 증가됨을 알 수 있었다.

본 연구는 한국과학재단연구비(과제번호 : 95-2-08-01-01-3) 및 동서대학교 학술연구비 지원에 의해 수행되었음.

5. 참고문헌

- 1) F. Volklein et al, Sensors & Actuators A, 29, 87-29 (1991).
- 2) A. W. Van Herwaarden et al Sensors & Actuators, 10, 321-346 (1988).
- 3) P. Ciureanun et al, Thin Film Sensors, 214-252, Inst. Phys. (1991)
- 4) W. William et al, J. App Phys., 42, 4366-4377 (1971).
- 5) H. Gurubayashi et al., USA Patent, No. 4649365 (1987)