

한국전기전자재료학회 춘계 학술대회 논문집 1997.

매개층 알루미늄산화막과 백금 발열체의 열처리 효과

The Effect of Annealing Treatment with Aluminum Oxide as Medium Layer and Platinum Heater

노상수, 동서대학교 전자기계공학부

정귀상, 동서대학교 전자기계공학부

Sang-Soo Noh, Division of Electronic and Mechanics Eng., Dongseo University
Gwiy-Sang Chung, Division of Electronic and Mechanics Eng., Dongseo University

Abstract

The electrical and physical characteristics of aluminum oxide and Pt thin films on it, deposited by reactive sputtering and DC magnetron sputtering respectively, were analyzed with increasing annealing temperature(400~800°C) by four point probe, SEM and XRD. Under 600°C of annealing temperature, aluminum oxide had the properties of improving Pt adhesion to SiO₂ and insulation without chemical reaction to Pt thin films and the resistivity of Pt thin films was improved. But these properties of aluminum oxide and Pt thin films on it were degraded over 700°C of annealing temperature because aluminum oxide was changed into metal aluminum and then reacted to Pt thin films deposited on it. In the analysis of the thermal characteristics of Pt micro-heater fabricated on SiO₂/Si substrate, the temperature of Pt micro-heater is up to 410°C with the power dissipation 1.8 watts.

1. 서 론

최근 실리콘 미세가공기술을 이용한 소형, 경량, 고속응답 및 대량생산이 가능한 마이크로센서의 연구가 가속화되고 있다. 이러한 센서들 중 가스 센서, 진공 센서, 유량/유속 센서 등은 가스분자와 센서물질 사이의 화학적 반응을 출현신호로 이용하게 된다. 이러한 원리에서 센서의 동작온도는 가스의 흡착(adsorption) 및 탈착(desorption) 그리고 확산에 많은 영향을 미치게 되어 센서의 동작 특성(감도, 선택성, 응답시간)을 최적화 시키는데 가장 중요한 요소가 된다. 그러므로 이러한 센서들은 일정한 동작온도를 유지하기 위해 미세발열체를 장착하고 있으며, 마이크로머싱기술로 제작된 미세 발열체는 저전력소비, 정확한 온도제어, 저열적 용량 그리고 센서 어레이화가 용이하다.¹⁻²⁾

Pt를 이용한 미세발열체 제작에 있어서 Pt의 SiO₂에 대한 부착(adhesion)특성이 나쁘기 때문에

이를 해결하기 위하여 여러 매개층에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다. 일부 금속을 이용하여 Pt의 부착특성을 개선시키는 연구가 진행되고 있으나, 금속을 이용할 경우 Pt 박막 결정화를 위한 고온 열처리 과정에서 매개층으로 이용된 금속물질이 Pt와 반응하여 Pt가 갖는 고유특성을 저하시킬 뿐만 아니라 Pt의 부착특성을 저하시키는 결과를 가져오게 된다. Pt는 용융점($\approx 1780^{\circ}\text{C}$)이 상당히 높은 물질로 Pt 박막이 별크특성을 갖기 위해서는 1000°C 이상의 고온 열처리를 필요로 한다.³⁾ 이처럼 고온에서 Pt와 반응 없이 부착특성을 개선시키는 매개층으로는 금속물질보다는 유전체물질이 더욱 안정하다.⁴⁻⁵⁾

본 연구에서는 Si 기판을 기본으로 고온에서 센서의 특성에 영향을 미칠 수 있는 Si와 감지 물질 및 발열체 물질 사이의 반응을 피할 수 있고, Pt의 부착특성을 향상시킬 뿐 아니라, 특히 마이크로머싱기술을 위한 미소패턴 형성이 용이한 알루미늄산화막과 화학적, 열적 안전성이 높으며 선

형적 용접특성이 양호한 Pt를 이용하여 미세발열체를 제작하였다. 반응성 스퍼터링으로 형성되어 매개층으로 이용된 알루미늄산화막과 Pt 박막의 열처리에 따른 전기적, 물리적 특성을 four point probe, SEM 및 XRD로 분석하였다. 그리고 미세발열체 제작에 이용된 기판의 구조 및 종류에 따라 기판 물질의 열전도도 특성이 미세발열체의 발열특성에 미치는 영향을 평가하였다.

2. 실험 방법

2.1 열처리 시료의 제작

본 연구에 사용된 기판은 비저항이 약 $4\sim 5\Omega$ cm, 두께 $530\mu\text{m}$ 의 N(100)으로 반도체공정의 기본 세척 공정을 거치고 자연산화막을 제거시킨 후 열산화막을 3000\AA 생장시킨 Si 기판을 사용하였다. SiO_2 와 Pt 박막과의 부착특성을 개선시키기 위해 Al 타겟을 이용한 반응성 스퍼터링으로 알루미늄산화막을 1000\AA 증착시켜 매개층으로 이용하였다. 발열체 물질인 Pt는 DC 마그네트론 스퍼터링으로 3000\AA 증착시켰다. 반응성 스퍼터링으로 형성된 알루미늄산화막의 열처리 특성 및 Pt 박막에 미치는 영향은 quartz tube furnace를 이용하여 N_2 분위기에서 $400\sim 800^\circ\text{C}$ 온도범위에서 열처리를 거친 후 4-point probe, SEM 및 XRD를 이용하여 분석하였다.

2.2 미세발열체의 제작

본 실험에서의 미세발열체는 상대적으로 열전도도 차이가 큰 Si 기판과 Al_2O_3 기판을 이용하여 그림 1과 같은 구조로 제작하였다.

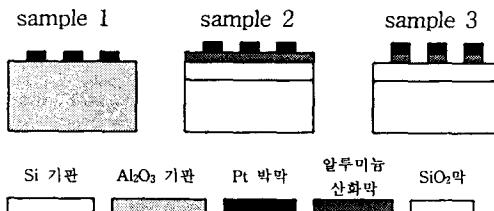


그림 1. Al_2O_3 및 Si기판을 이용하여 제작한 미세발열체 구조.

열처리전 발열체의 패턴을 사진식각공정으로 형성하고 열처리를 거친 후 특성을 분석하였다. SOG (spin-on-glass)를 spin coating 한 후 공기 중에서 100°C (30분), 200°C (30분), 350°C (30분) 그리고 500°C (30분)에서 순차적으로 baking하여 발열체 물

질의 외부와의 절연을 위한 보호막으로 이용하였으며 silver epoxy를 이용하여 W-wire를 bonding하였다. 제작된 미세발열체의 인가전력에 따른 발열체의 특성 및 열전도도 특성은 대류에 의한 열전도를 최소화하기 위해 분위기 가스와 진공도의 제어가 가능한 밀폐시스템 내에서 K형 열전대를 이용하여 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 알루미늄산화막과 Pt 박막의 열처리 특성

표 1과 그림 2는 $\text{Ar} : \text{O}_2 = 1 : 1$ 비율의 반응성 스퍼터링으로 형성된 알루미늄산화막과 그 위에 형성된 Pt 박막의 열처리 온도에 따른 면저항의 변화를 각각 나타낸 것이다. 반응성 스퍼터링으로 형성되어 매개층으로 이용된 알루미늄산화막은 발열체 물질인 Pt와 화학적 반응없이 Pt의 부착특성을 개선시켰으며 600°C 이하의 열처리조건에서는 완벽한 절연특성을 보였으나, 반응성 스퍼터링 시 알루미늄과 산소의 불완전한 결합으로 인해 그 이상의 열처리온도에서는 그 특징이 저하됨을 알 수 있다. 한편 알루미늄산화막을 매개층으로 증착된 Pt 박막은 열처리 온도가 증가할수록 Pt의 단결정성이 증가하여 면저항 및 비저항이 개선되었으나 600°C 이상에서는 불완전한 알루미늄산화막의 영향으로 그 특성이 저하되고 있음을 알 수 있다.

표 1. 열처리온도에 따른 알루미늄산화막의 면저항

열처리온도($^\circ\text{C}$)	400	500	600	700	800
면저항(Ω/\square)	∞	∞	∞	10.47	3.13

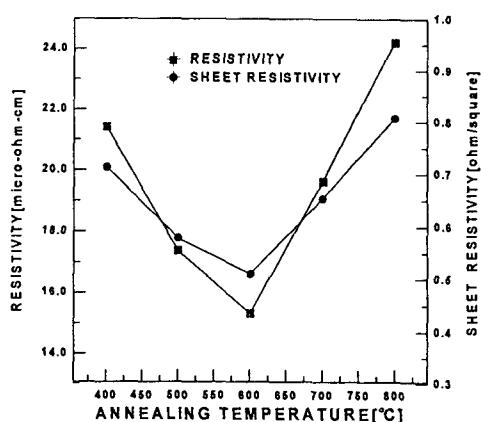


그림 2. 열처리 온도에 따른 매개층 알루미늄산화막을 이용한 Pt 박막의 비저항 및 면저항 변화.

그림 3은 알루미늄산화막 위에 증착된 Pt 박막의 열처리 온도변화에 따른 표면 SEM 사진이다. 열처리전 표면은 미소패턴 형성에 유리한 균일한 표면 특성을 보이고 있으며 600°C까지 그 특성이 크게 변화가 없으나 700°C 이상의 표면사진을 보면 그 특징이 상당히 저하됐음을 알 수 있다. 이는 알루미늄의 용융점($\approx 660^{\circ}\text{C}$) 이상의 열처리 온도에서는 산화알루미늄의 특성이 금속 알루미늄 특성을 갖게되어 금속 알루미늄의 결정립 성장에 따른 island 생성 및 Pt 박막과의 반응으로 균일한 특성이 저하되는 것으로 생각된다. 800°C 이상에서 열처리를 거친 시편의 경우 알루미늄산화막의 특성 변화에 따라 Pt 박막의 부착특성이 상당히 저하됨을 본 실험에서 확인할 수 있었다.

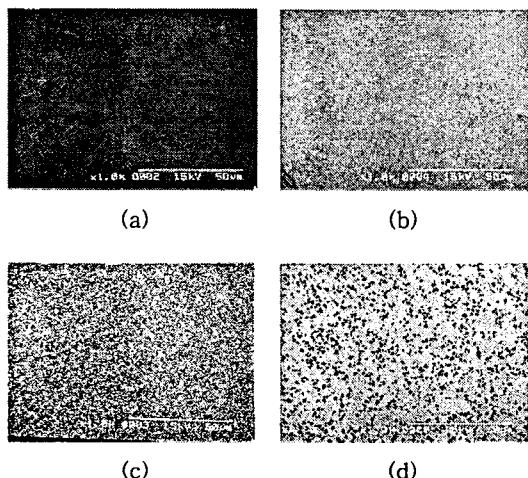


그림 3. (a) 열처리를 하지 않은, (b) 600°C, (c) 700°C 그리고 (d) 800°C 열처리한 알루미늄산화막에 증착된 Pt 박막의 표면 SEM 사진.

그림 4는 열처리 온도에 따른 알루미늄산화막의 조성변화를 분석한 XRD 회절폐턴변화를 나타낸 것이다. 열처리전 및 600°C 이하의 열처리 조건에서는 알루미늄산화막의 피크만이 $2\theta = 28.5^{\circ}$ 부근에 두드러지게 나타나는 것을 확인할 수 있으며, 600°C 이상 열처리 온도가 증가할수록 알루미늄산화막 피크는 사라지는 반면 '새로운 결정면을 나타내는 피크치가 나타남을 볼 수 있는데, JCPDS 자료 분석결과 알루미늄의 회절피크임을 알 수 있다.

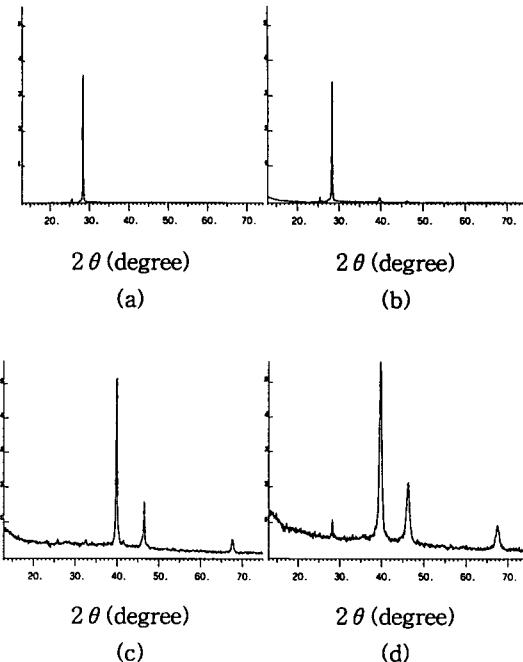


그림 4. (a) 열처리를 하지 않은, (b) 600°C, (c) 700°C 그리고 (d) 800°C 열처리한 알루미늄산화막의 XRD 회절폐턴.

3.2 미세발열체의 특성분석

그림 5는 600°C, 60분 열처리를 거친 각 sample(그림 1. 참조)의 인가전력 변화에 따른 발열체의 온도특성을 나타낸 것이다. Sample 1은 두께 650 μm 인 Al_2O_3 기판 위에 제작된 발열체의 특성으로 기판의 열전도도가 6.5(W/m · K)로 나머지 두 sample에 비해 외부와의 열적차단이 우수하여 발열특성이 비교적 양호하게 나타났으나, sample 2는 Si기판에 열산화막(3000 Å)과 알루미늄산화막(1000 Å)을 이용하여 제작한 발열체로 sample 1에 비해 발열특성이 떨어짐을 알 수 있다. 이는 열전도도가 낮은 유전체막인 열산화막이나 알루미늄산화막의 두께가 큰 열전도도(150(W/m · K))를 갖는 Si에 비해 극히 얇으므로, 본 구조에서는 아주 두꺼운 실리콘의 열전도도 특성이 지배적이게 되어 외부와의 열적차단 특성이 불량하여 발열특성이 저하됨을 알 수 있다. 본 실험에서 Sample 3의 인가전력에 따른 발열특성은 sample 2와 큰 차이가 없었으며, 극소한 차이는 측정상의 오차로 생각되어진다.

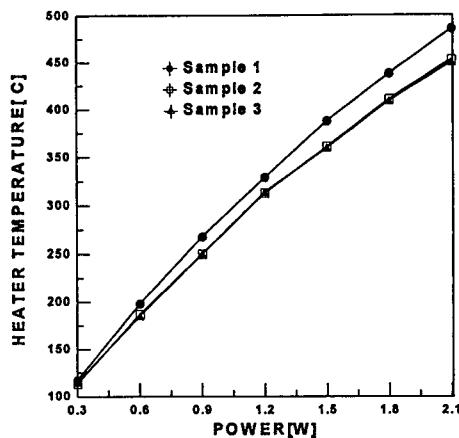


그림 5. 인가전력에 따른 각 sample의 발열특성.

4. 결 론

본 연구에서는 반응성 스퍼터링 및 DC 마그네트론 스퍼터링법으로 각각 증착된 매개층 알루미늄산화막과 Pt 박막의 열처리에 따른 전기적, 물리적 특성을 분석하였으며 미세발열체 제작에 있어 사용된 기판의 구조 및 종류에 따른 미세발열체의 발열특성을 분석하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

① 반응성 스퍼터링으로 형성된 매개층 알루미늄산화막은 발열체 물질인 Pt와 화학적 반응 없이 Pt의 부착특성을 개선시켰으며 600°C 이하의 열처리조건에서는 완벽한 절연특성을 보였으나 반응성 스퍼터링시 알루미늄과 산소의 불완전한 결합으로 인해 그 이상의 열처리 온도에서는 그 특성이 저하됨을 알 수 있다. 한편 알루미늄산화막을 매개층으로 증착된 Pt 박막은 열처리 온도가 증가할수록 Pt의 단결정성이 증가하여 면저항 및 비저항이 개선되었으나 600°C 이상에서는 불완전한 알루미늄산화막의 영향으로 그 특성이 저하됨을 알 수 있었다.

② 알루미늄산화막과 그 위에 증착된 Pt 박막의 열처리 온도 변화에 따른 표면 SEM 사진을 분석한 결과, 열처리전과 600°C 이하의 열처리 온도에서는 균일한 표면 특성을 보였으나 700°C 이상 열처리된 시편에서는 알루미늄산화막의 특성이 금속 알루미늄 특성을 갖게되어 알루미늄의 결정립 성장에 따른 island 생성 및 Pt 박막과의 반응으로

균일한 특성을 저하시켰으며 Pt 박막의 부착특성도 상당히 저하되었다.

③ 알루미늄산화막의 조성변화를 분석하기 위한 XRD 회절패턴 분석결과, 열처리전 및 600°C 이하의 열처리조건에서는 알루미늄산화막의 피크만이 $2\theta = 28.5^\circ$ 부근에 두드러지게 나타났으나 그 이상 열처리온도가 증가할수록 알루미늄산화막의 피크는 사라지는 반면 금속 알루미늄의 회절피크가 나타나 산화막의 특성이 저하됨을 알 수 있었다.

④ 상대적으로 열전도도 차이가 큰 Si 기판과 Al_2O_3 기판을 이용하여 제작된 미세발열체의 발열특성을 분석한 결과 Al_2O_3 기판 위에 제작된 발열체는 외부와의 열적차단이 우수하여 인가전력 1.8 watts에서 440°C 정도의 발열특성을 나타냈으나 Si 기판을 이용했을 경우에는 1.8 watts에서 약 410°C로 발열특성이 저하됐으며 비교적 외부로의 열손실이 많음을 확인하였다.

본 실험결과 나타난 열처리 온도, 600°C 이상에서 알루미늄산화막의 특성 저하는 반응성 스퍼터링시 기판온도의 증가 및 반응가스(Ar , O_2)의 적당한 비율로 그 특성을 개선시킬 수 있을 것으로 생각된다. 또한, 우수한 특성을 갖는 미소발열체 제작을 위해 $200\mu\text{m} \times 200\mu\text{m}$ 크기의 브릿지형 유전체 맴브레인을 이용한 $\text{Pt}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 이중층 미세발열체 및 RTD 온도센서까지 집적화시켜 그 특성을 분석하고 있다.

5. 참고 문헌

1. D. Mutschall, et. al., Trans., EUROSENSORS IX, 57-PA6, 256-257 (1995)
2. H. Baltes, et. al., The 7th Int. Conf. on Solit-State Sensors & Actuators, 736-741 (1993)
3. G. S. Chung et. al., The J. KIEEME, 9, 911-917 (1996)
4. R. D. Baxter, et. al., USA patent no. 4375056 (1980)
5. H. Furubayashi, et. al., USA patent no. 4649365 (1987)