

반응성 스퍼터링에 의해 제작된 InN 박막의 특성  
(Characteristics of InN thin films fabricated by reactive sputtering)

김영호\* 광운대학교 전자재료공학과  
정성훈 광운대학교 전자재료공학과  
문동찬 광운대학교 전자재료공학과  
송복식 현대전자 PDP 사업추진팀  
김선태 대전산업대학교 재료공학과

Young-Ho Kim\* Dept. of Electronic Materials Eng., Kwangwoon University  
Sung-Hoon Chung Dept. of Electronic Materials Eng., Kwangwoon University  
Dong-Chan Moon Dept. of Electronic Materials Eng., Kwangwoon University  
Bok-Sik Song PDP project team, Hyundai Electronics Industries Co., Ltd.  
Sun-Tae Kim Dept. of Material Eng., Taejon National University of Technology

Abstract

The III-V nitride semiconductor InN thin films which have the direct bandgap in visible light wavelength region have been deposited on Si(100) substrates and AlN/Si(100) substrates by rf reactive sputtering. InN thin films have been investigated on the structural, and electrical properties according to the sputtering parameters such as total pressure, rf power, and substrate temperature. It is found that optimal conditions required for fabricating InN thin films with high crystal quality, low carrier concentration, high Hall mobility are total pressure 5mTorr, rf power 60W, substrate temperature 60°C.

InN thin films deposited on the AlN(60min.)/Si(100) substrates and AlN(120min.)/Si(100) substrates showed remarkably high crystal quality and electrical properties. It is known that AlN buffer layer is to decrease free energy at interface between InN film and Si substrate, and then promoting lateral growth of InN films.

1. 서 론

InN는 전형적인 성장 온도에서 질소의 평형 기체압과 분해압이 매우 높기 때문에 III-V족 질화물 반도체 중 가장 성장하기가 어려운 실정에 있다.<sup>1-2)</sup> 주요한 원인은 V족 성분원소가 평형 기체압보다 더 높은 압력에서 공급되기 때문이다. InN는 분해온도(dissociation temperature)가 낮고, 대규모 결정화를 촉진시키기 위해서 adatom mobility를 충분히 높게해야 하는데 이러한 성장온도에서는 질소가 결합되어 고밀도의 질소 공결자(nitrogen vacancy)가 생성되어 비화학양론적인 조성을 보이게되므로 격자변수와 관련된 많은 특성들에 영향을 주게 된다. 또한 초고진공(ultrahigh vacuum)에서

성장되지 않은 InN 박막은 물리적 특성에 영향을 줄수 있는 많은 양의 산소가 결합할 가능성이 있다.<sup>3)</sup>

본 논문에서는 고주파 반응성 스퍼터링법을 이용하여 스퍼터링 변수를 달리하여 Si(100)와 AlN/Si(100) 기판위에 InN 박막을 증착하였다. 이때 각각 스퍼터링 변수인 고주파 출력, 전체 압력, 기판 온도의 변화에 따른 박막의 결정질, 전기적 특성 변화를 관찰하여 양질의 wurtzite 결정구조의 InN 박막을 제작할 수 있는 조건을 도출하였다. AlN/Si(100) 기판의 AlN 스퍼터링 시간을 달리하여 AlN 막 두께에 따른 InN 박막의 특성 변화도 알아보았다.

## 2. 실험

본 실험에서는 고주파 스퍼터링 장치(ANELVA, SPF-210)를 사용하여 InN 박막을 제작하였다. 99.99% 순도의 디스크형 In 타겟(직경 : 4 inch)을 사용하였고, 글로우 방전 가스로는 99.999%의 아르곤과 질소 가스를 사용하였다. 아르곤 가스는 타겟의 불순물과 산화막(In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 및 전 실험에서 타겟에 증착된 질화막을 제거하기 위하여 사용하였고, 질소가스를 In의 반응가스로 사용하였다. 기판으로는 n형 Si(100), AlN/Si(100)를 사용하였다. 기판 지지대에 장착하기 전에 기판으로 사용된 Si(100), AlN/Si(100) 기판은 TCE(trichloroethylene), 아세톤(acetone), iso-propanol, 증류수(de-ionized water) 순으로 각각 5분 동안 초음파 세척기를 사용하여 세척하고 iso-propanol에 담근후 질소건으로 송풍 건조하였다.

AlN/Si(100) 기판은 고주파 반응성 스퍼터링 방법을 이용하여 Al 타겟과 질소 가스를 반응시켜서 Si(100) 기판위에 AlN 박막을 증착한 것이다. AlN 박막의 스퍼터링 조건은 표 1에 나타내었다.

Table 1. Sputtering conditions of AlN thin films.

total pressure	3mTorr
RF power	120W
sputtering time	20min ~ 120min.

스퍼터링을 수행하기 위하여 진공조를  $2 \times 10^{-6}$ Torr 이하로 빼기시킨 후에 아르곤 가스를  $5 \times 10^{-4}$ Torr가 되도록 주입하여 글로우 방전을 형성하였다. 이때 아르곤 방전동안 타겟의 불순물과 산화막(In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 및 전 실험에서 타겟에 증착된 질화막을 제거하기 위하여 20분 동안 고주파 출력 120W, 전체 압력 5mTorr의 스퍼터링 조건에서 presputtering을 수행하였다. 그런 후 반응 가스인 질소가스를 주입하면서 박막을 증착하기 전에 초기의 불안정한 상태의 플라즈마를 안정화시키고, 원하는 스퍼터링 조건으로 고주파 출력, 전체 압력, 기판 온도를 조절하면서 1시간동안 pre-sputtering을 하였다. 기판 온도는 외부에서 인위적으로 기판을 가열하지 않았을 때, 플라즈마에 의한 자연적인 기판 온도의 상승 효과에 의해서 약 60°C 정도까지의 온도 상승을 확인하였다. 표 2는 InN 박막 증착시의 스퍼터링 조건을 나타내었다.

Table 2. Sputtering conditions of InN thin films.

target	99.99% In
substrate	Si(100), AlN/Si(100)
substrate temperature	30°C ~ 350°C
base pressure	$2 \times 10^{-6}$ Torr
total pressure	3mTorr ~ 30mTorr
RF power	20W ~ 120W
reactive gas	99.999% N <sub>2</sub>
target etching	Ar : 20 min., N <sub>2</sub> : 60 min.
sputtering time	10min. ~ 120min.

## 3. 결과 및 고찰

일반적으로 전체 압력이 감소하면, 증착막은 단일 방향성을 보이게된다. 그 이유는 전체 압력이 감소할수록 플라즈마내의 입자들의 평균자유경로가 증가해서 운동 에너지가 증가하고, 박막 표면으로 도달하는 In flux가 증가하기 때문이다. 그러므로 본 논문에서는 전체 압력 5mTorr로 고정한 후 실험을 수행하였다.

5mTorr일 때 고주파 출력 변화에 따른 X-선 회절도 변화를 그림 1에 나타내었다. 모든 고주파 출력에서 c축 방향성의 wurtzite 결정 구조를 나타내는 InN(0002) 피크가 강하게 나타났다. 전체 압력이 5mTorr에서는 60W일때 InN(0002) 피크의 회절강도가 가장 크게 나타났으며, 고주파 출력이 120W로 증가하게 되면 InN(0002) 피크가 약해지고 상대적으로 다른 피크들이 증가하기 때문에 양질의 InN 박막을 얻기 위한 고주파 출력의 상한 임계치를 100W로 결정할 수 있다. 즉, 고주파 출력 60W에서 adatom mobility가 감소하며, 고주파 출력 120W에서 박막 표면에 증착되는 입자의 adatom mobility가 급격히 감소한다는 것을 의미한다. 일반적으로 우수한 결정성을 보이는 박막을 제작하기 위해서는 최적의 고주파 출력을 결정하는 것이 중요한데 이러한 최적 조건은 타겟의 직경(4 inch)와 타겟과 기판사이의 거리(48mm), 진공조의 크기 등에 따라 변한다.

전체 압력 5mTorr, 고주파 출력 60W로 고정한 후 기판 온도에 따른 증착된 InN/Si(100) 박막의 결정성 변화를 관찰하기 위해서 측정된 X-선 회절도를 그림 2에서 나타내었다. 기판을 인위적으로

가열하지 않았을 때의 기판 온도인 60°C에서 아주 강한 InN(0002) 피크가 관찰되었으나, 기판 온도가 증가하게 되면 박막 표면에 증착된 입자의 재방출 현상에 기인하여 InN(0002) 피크 강도는 약해져서 300°C에서는 거의 관찰되지 않았다. 결과적으로 c-축 우선 배향성을 갖는 InN 박막을 증착하기 위해서는 기판 온도를 낮게해야 한다.

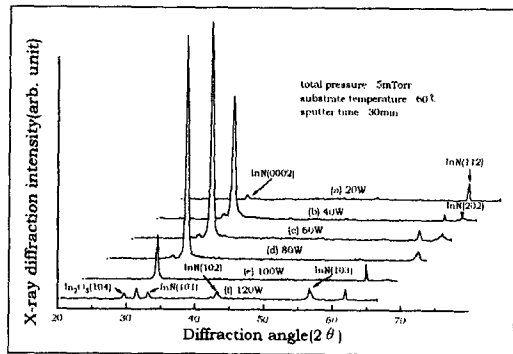


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of InN/Si(100) thin film with rf power.

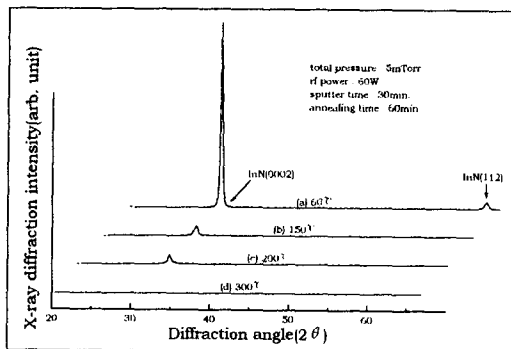


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of InN/Si(100) thin film with substrate temperature.

완충층으로 사용한 AlN 스퍼터링 시간을 변화시켜 증착된 AlN/Si(100) 기판위에 형성한 InN 박막의 X-선 회절도 변화를 그림 3에 나타내었다. AlN를 증착하지 않은 Si 기판위에 증착 InN 박막은 단일 배향성이 우수했으나, AlN20(sputter time : 20min.)과 AlN30(sputter time:30min.)에서는 InN 박막의 단일 배향성이 상당히 감소하였다. 그러나 AlN60(sputter time : 60min.)과 AlN120(sputter time : 120min.)위에 성장된 InN 박막은 다시 우수한 단일

배향성을 보였다. 이러한 현상은 완충층으로 사용된 AlN 박막이 Si 기판과 InN 막사이의 계면 자유 에너지를 감소시켜서 측면성장(lateral growth)을 촉진시키고, InN와 동일한 이중 에피택셜 관계를 갖는 결정핵 자리를 제공하기 위해서는 일정 두께가 요구되기 때문이다. AlN20과 AlN30은 약 900Å 이하의 두께이고, 얇은 막에서의 높은 전위밀도(dislocation density) 때문에 상부층인 InN 박막의 결정질에 악영향을 미치게 된다.

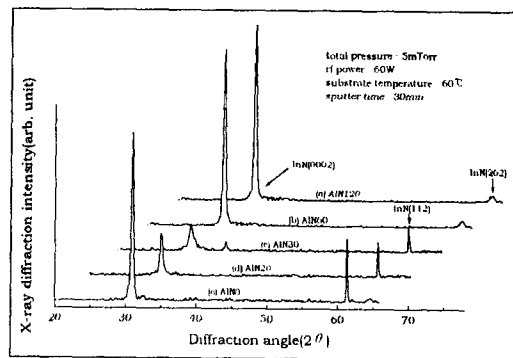


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of InN/AlN/Si(100) thin film with AlN sputter time.

InN 박막의 전기전도 특성에 고주파 출력의 변화가 미치는 영향을 알아보기 위해 측정된 홀 이동도와 캐리어 농도를 그림 4에 나타내었다. 낮은 고주파 출력인 20W, 40W와 높은 고주파 출력인 120W에서는 불균일한 표면과 결정립계 분포에 기인하여 낮은 홀 이동도를 보였으나, 고주파 출력 60W에서 가장 높은 홀 이동도를 보였다. 많은 연구자들에 의하면 InN 박막이 낮은 홀 이동도를 보이는 원인으로 InN 박막의 표면과 계면(grain boundary-grain boundary) 산란 상태나 질소 결함 자리(nitrogen defect site), 특히 결정립계에 의한 것으로 보고하고 있다. 특히 결정립계에 의한 산란 현상은 결정립계 내부(intergrain boundary)에 존재하는 국부적인 결함(localized defect)으로부터의 산란과 전하 캐리어 포획(charge carrier trapping)에 기인한다.<sup>4)</sup>

기판 온도를 달리하여 증착된 InN/Si(100) 박막에서 측정된 홀 효과에 대해서 그림 5에 나타내었다. X-선 회절 측정에서 우수한 c-축 배향성을 보였으며, 평탄한 표면 형상과 결정립 크기가 크고 균일한 결정립 분포를 갖은 60°C에서 증착된 InN

박막이 높은 홀 이동도와 낮은 캐리어 농도를 갖는 가장 우수한 전기적 특성을 보였다. 특히 기판 온도가 증가하게 되면 질소원자의 resputtering과 reevaporation 현상이 증가하기 때문에 질소가 결핍되어 비화학량론적인 조성을 보이게되어 많은 수의 질소 공결자가 생성되므로 캐리어 농도는 약  $10^{20} \text{cm}^{-3}$  이상의 높은 값으로 증가한다. 그러나 250°C에서 다소 높은 홀 이동도를 보이는 것은 평탄한 표면이 전기전도에 영향을 미치는 표면산란을 완화시키기 때문으로 사료된다.

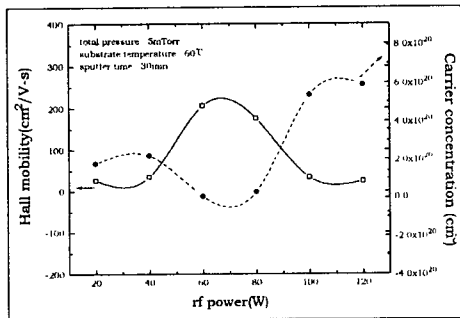


Fig. 4. Hall mobility and Carrier concentration of InN/Si(100) thin film with rf power.

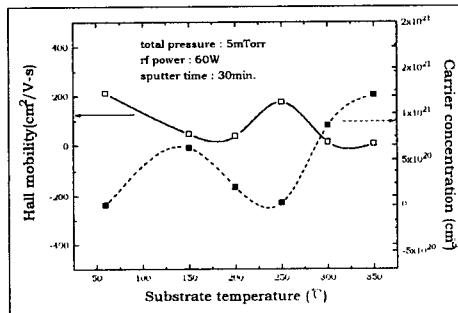


Fig. 5. Hall mobility and Carrier concentration of InN/Si(100) thin film with substrate temperature.

InN/AlN/Si(100) 박막의 전기적 특성을 알아보기 위해서 측정된 결과를 그림 6에 나타내었다. 우수한 단일 방향성과 평탄한 표면에 기인하여 AlN<sub>0</sub>, AlN<sub>60</sub>, AlN<sub>120</sub>에서 낮은 캐리어 농도와 높은 홀 이동도를 보이는 우수한 특성이 관찰되었다.

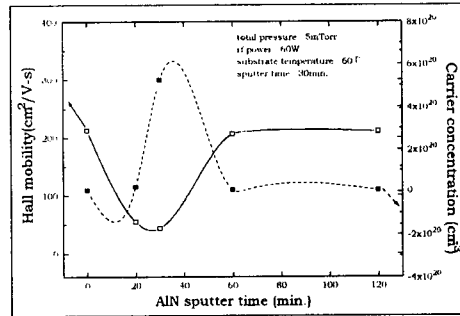


Fig. 6. Hall mobility and Carrier concentration of InN/AlN/Si(100) thin film with AlN sputter time.

#### 4. 결론

고주파 반응성 스퍼터링에 의하여 제작된 InN 박막을 스퍼터링 변수에 대해서 홀 효과와 XRD를 측정된 결과 우수한 결정질을 보이는 조건인 전체 압력 5mTorr, 고주파 출력 60W, 기판 온도 60°C에서 가장 높은 홀 이동도와 가장 낮은 캐리어 농도를 보였으며, 평탄한 표면 형상과 균일한 결정립 분포를 갖는 InN 박막을 얻을 수 있었다. 우수한 단일 방향성과 평탄한 박막 표면에 기인하여 AlN<sub>0</sub>, AlN<sub>60</sub>, AlN<sub>120</sub>에서 낮은 캐리어 농도와 높은 홀 이동도를 보이는 우수한 특성이 관찰되었다.

#### 참고 문헌

1. J. B. MacChesney, P. M. Bridenbaugh and P. B. O'Connor, Mater. Res. Bull., Vol.5, pp.783(1970)
2. R. D. Jones and K. Rose, J. Phys. Chem. Solids, Vol.48, pp.587(1987)
3. "Properties of Group III-Nitrides", edited by James H. Edgar, INSPEC(1994)
4. D. M. Malta, J. A. von Windheim, and B. A. Fox, Appl. Phys. Lett. Vol.62, pp.1221(1993)