

# 초박막구조 단결정성장을 위한 수직형 LPE장치의 제작과 성능개선에 관한 연구

오 종 환\* · 홍 창 희\*\*

A Study on the Development & Performance Improvement of Vertical Type LPE System  
for a Ultra Thin Layer Single Crystal Growth

*Jong Hwan-Oh\* · Tchong Hee-Hang\*\**

## <목 차>

- |                                  |              |
|----------------------------------|--------------|
| 1. 서 론                           | 1) 전기로       |
| 2. LPE장치의 초박막 결정성장을 위한 요건        | 2) 온도제어      |
| 2.1 온도특성                         | 3) 동작특성      |
| 2.2 청결도                          | 3.2 가스계통     |
| 2.3 흑연보트                         | 3.3 흑연보트     |
| 3. 수직형 LPE장치의 제작 및 성능개선과<br>특성조사 | 3.4 초박막 결정성장 |
| 3.1 전기로와 온도제어                    | 4. 결 론       |
|                                  | 참고문헌         |

## Abstract

In this study, a vertical type LPE system has been developed for III-V semiconductor compounds single crystal growth. On the basis of the experience & basic study using this system, the system modification has been carried out for a ultra thin multi-layer single crystal. The temperature fluctuation was within  $\pm 0.006^{\circ}\text{C}$  at  $800^{\circ}\text{C}$ , temperature uniformity for graphite boat around was within  $\pm 0.15^{\circ}\text{C}$  at  $650^{\circ}\text{C}$ , and cooling rate was controllable from  $2.2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  to  $0.05^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . As a result it is considered to satisfy the condition to grow a ultra thin layer single crystal of III-V semiconductor compounds.

\* 정회원, 한국해기연수원 기관학과

\*\* 정회원, 한국해양대학교 전자통신공학과

## 1. 서론

현재 III-V 화합물 반도체의 성장방법으로 LPE(Liquid Phase Epitaxy), VPE(Vapor Phase Epitaxy), MOCVD(Metal Organic Chemical Vapor Deposition), MBE(Molecular Beam Epitaxy) 등이 있다. 이들 중 LPE를 제외한 방법은 그 우수한 특성에 비하여 장치의 가격이나 유지비가 워낙 비싸다는 단점을 가지고 있다. 이에 반해 LPE 장치는 비교적 장치의 가격이 싸고 유지비가 저렴하다는 장점이 있으나 박막 제작성능이 별로 좋지 못한 것으로 알려져 있다. 본 연구실에서는 1989년도에 LPE 장치 중 수직형 LPE 장치를 손수 설계하고 제작<sup>1)</sup>하여 III-V 화합물 반도체에 관한 기초연구를 수행한 바 있다.<sup>2)~5)</sup>

이 연구과정에서 LPE장치의 제작에 관한 노하우(Knowhow)가 상당히 축적되었고 이에 따라 LPE를 가지고도 상기 타방법에 비교할 수 있는 성능을 얻어 낼 수 있음을 알았다. 특히 최근들어 국제적으로 양자사이즈 효과(Quantum Size Effect; QSE)를 이용한 QW(Quantum Well)소자에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다.<sup>6)~8)</sup> 이러한 QW소자는 고속동작특성, 양자효율개선, 반도체레이저의 임계전류의 극소화 등의 장점이 있기 때문에 당연히 예상되는 추세라 하겠다. QW소자를 만들기 위해서는 우선 수십Å에서 수백Å 정도의 초박막 다층 결정성장이 필수적이다. 이 초박막 결정성장의 방법으로는 주로 성장층의 두께조절이 비교적 용이한 MOCVD나 MBE로 이루어져 왔으며 LPE로는 MQW(Multiple Quantum Well)구조의 에피층을 얻기가 힘들다는 선입견으로 여태까지 이에 대한 연구결과는 거의 보고된 바가 없다. 그러나 LPE로 박막성장 기술만 확보된다면 대학 연구실과 같은 비교적 소규모에서도 적은 비용으로 이 분야에 대한 연구를 수행할 수가 있다.

따라서 본 연구실에서는 기존의 장치를 설계하고 제작하였던 경험과 기초연구 과정을 통하여 얻은 노하우를 살려 LPE를 가지고도 MQW과 같은 초박막도 성장할 수 있도록 장치를 전면 수정하고 성능 개선을 시도하였다.

그 결과 LPE장치에서 가장 중요한 요건 중에 하나인 온도흔들림(Temperature Fluctuation) 특성은 800°C에서  $\pm 0.006^\circ\text{C}$  이내, 그리고 수평방향의 온도균일도(Temperature Uniformity)는 650°C에서  $\pm 0.15^\circ\text{C}$  이내로 들어 LPE의 일반적인 온도기준을 만족하는 특성을 얻을 수가 있었다. 그리고 온도냉각률은 최대 2.2°C/min, 최소 0.05°C/min 까지 안정적으로 제어할 수가 있었다. 또한 가스라인을 교체하고 아울러 흑연보트를 독자적으로 설계하고 제작하였다. 그리하여 상용화된 고가의 외국제품 온도흔들림( $\pm 0.01^\circ\text{C}$ )에 비하여 손색이 없는 장치를 만들 수가 있었다.

그리고 개선된 장치로 초박막 결정성장 실험을 수행한 결과 100Å 정도까지의 에피층을 얻을 수가 있었다. 따라서 LPE로도 재현성 있는 초박막 다층 결정성장을 할 수 있다는 사실을 확인할 수 있었다.

본 논문의 2장에서는 LPE장치의 종류와 초박막 결정성장에 필요한 LPE장치의 핵심적인 요건 등을 들고 3장에서는 장치의 구체적인 제작상세 및 개선 방법과 특성조사 및 초박막 성장결과를, 그리고 마지막 4장에서는 결론을 기술하였다.

## 2. LPE장치의 초박막 결정성장을 위한 요건

### 2.1 온도특성

LPE에서 초박막 결정성장을 위한 가장 중요한 요건으로는 성장용액과 기판의 온도제어이다. 특히 온도흔들림이 없어야 한다. 온도흔들림은 성장용액의 불안정을 유발하여 결정성장을 어렵게 하는 주 원인이 된다. 온도흔들림은  $\pm 0.05^\circ\text{C}$  이내로 유지되어야 하는 것으로 알려져 있다.

그리고 흑연보트(Graphite Boat)의 각 홀(Hole)에 담긴 성장용액의 온도균일도도 중요한 요건 중의 하나다. 수직형 LPE의 경우 성장용액이 담긴 홀을 돌려 용액을 기판과 접촉시켜 결정성장을 하게 되는데, 이 때 각 홀의 용액온도가 다르게 되면 성장조건을 벗어나게 되므로 결정성장이

되지 않을 가능성이 크고, 설사 성장이 된다하더라도 정확한 두께제어가 힘들게 된다. 일반적으로 이 온도균일도는  $\pm 0.1^\circ\text{C}$  이내로 유지되어야 하는 것으로 알려져 있다.

결정성장은 주로 온도를 일정속도로 떨어뜨리면서 수행하게 되는데 일반적으로 냉각속도(Cooling Rate)가 크지면 성장속도가 빨라지고 냉각속도가 작아지면 성장속도도 느려지기 때문에 성장층의 두께제어를 위해서 냉각속도의 제어가 대단히 중요하게 된다. 특히 초박막 결정성장을 위해서는 아주 낮은 냉각속도로 제어할 수가 있어야 한다.

## 2.2 청결도

반응관 내부가 청결하여야만 양질의 결정성장층을 얻을 수 있고 재현성유지에도 좋은 결과를 기대할 수가 있다. 일반적으로 반응관 내부는 결정성장시 5 Nine(99.999%) 이상의 고순도 수소( $\text{H}_2$ )분위기여야 하며 잔류산소 및 수분이 등이 없어야 한다. 그리고 수소가스를 치환하거나 장치가 휴지 중일 때는 계통내의 청정분위기 유지를 위하여 역시 5 Nine 이상의 순도를 가진 질소( $\text{N}_2$ )의 주입이 필요하다. 그리고 가스라인(Gas Line)과 각종 밸브, 반응관 등으로부터 오염물질이 석출되지 않아야 한다. 특히 구리(Cu)나 나트륨(Na) 성분 등은 결정성장층의 질에 치명적인 악영향을 끼치는 것으로 알려져 있다.

## 2.3 흑연보트

LPE 방법으로 결정성장을 행할 경우 흑연보트의 질과 구조에 따라 결정성장의 성패를 가름하는 중요한 변수가 된다. 흑연보트의 질과 관련한 일반적인 요건으로는 첫째 재료의 순도가 좋아야 하며, 둘째 가공의 정확도 및 평탄도가 좋아야 하고, 셋째 가공 후 처리에 의해 원래 재료의 순도를 가질 수 있어야 하고, 넷째 지속적인 청결도를 유지할 수 있어야 한다.

그리고 흑연보트의 구조는 웨이퍼의 종류나 성장목적에 알맞게 제작되어야 한다. 일반적으로 고

려하여야 할 중요한 요소는 성장용액이 기판을 지날 때 용액을 남기지 않고 완전히 끌고 나갈 수 있도록 하는 구조가 되어야 하며, 기판의 종류(특히 InP 기판)에 따라 기판의 열손상을 최소한으로 줄일 수 있는 구조이어야 한다. 그리고 성장용액 내의 각각의 성분이 각기 다른 증기압을 가지므로 이로 인한 증발과 상호 오염을 막을 수 있는 구조가 되어야 한다.

## 3. 수직형 LPE장치의 제작 및 성능개선과 특성조사

### 3.1 전기로와 온도제어

#### 1) 전기로

본 연구실에서 제작되었던 초기의 전기로는 열선으로 8.4mm $\phi$ 의 KANTAL선을 1.5cm 간격의 코일형태로 감고 석고로 안팎을 채워 원통형이 되게 성형을 한 다음 보온단열체인 유리섬유를 채워 외부와 단열을 시켰다.<sup>1)</sup> 사용된 열선의 최대 허용전력은 5kVA 정도로 설계하였다.

그러나 위와 같이 초기에 만든 전기로의 경우 초창기 단일층 성장이나 기초실험에는 큰 문제가 발생되지 않았지만 연구가 진행됨에 따라 DH(Double Hetero-structure)웨이퍼와 같은 다층박막 결정성장에는 다소 문제가 있음이 발견되었다. 초기 전기로에서는 온도흔들림은  $\pm 0.05^\circ\text{C}$  이내로 들었다. 그러나 석영관의 중앙부와 관벽과의 온도차가 800 $^\circ\text{C}$  근처에서 5 $^\circ\text{C}$  정도, 원주방향으로의 온도균일도가  $\pm 1^\circ\text{C}$  정도나 되었다. 사실은 흑연보트의 원주방향 온도균일성이  $\pm 0.1^\circ\text{C}$  이내로 유지되어야 다층박막 결정성장이 가능한데 그 값을 만족시키지 못하였기 때문에 재현성있는 다층박막 결정성장이 불가능하였다.

특히 이러한 심한 온도불균일은 성장용액간의 온도차는 물론, 성장용액과 기판간의 온도차를 가져오게 되어 결정성장에 치명적인 장애를 일으키게 되었다. 타 연구에서 보고된 바에 의하면 성장용액의 높이가 10mm 정도일 경우 성장용액의 아래쪽이 위쪽보다 약 2 $^\circ\text{C}$  정도 높다<sup>9)</sup>고 할 정도이

므로 이와 같은 원주방향의 온도편차는 DH웨이퍼와 같은 결정성장시에는 조성비 변동은 물론, 기관의 바깥쪽 보다 안쪽의 성장두께가 훨씬 커지게 되어 정상적인 성장이 힘들게 될 것이며, 특히 MQW와 같은 얇은층 성장에는 큰 문제를 야기할 것이라는 것은 자명하다고 볼 수 있다.

이러한 온도불균일의 주된 이유로는 열선을 중심이로한 전기로내부를 석고로 성형하다보니 석고의 도포상태가 균일하지 못하여 흑연보트에 전달되는 열이 고르지 못한 것이 주요원인으로 생각되었다. 그리고 8.4mm $\phi$  열선이 높이 24mm의 흑연보트를 1.5cm 간격으로 원주방향으로 에워싸고 있는 상태가 되기 때문에 흑연보트와 평행한 방향에서 가열하는 것이 아니라 약간 기울어진 상태에서 가열하고 있는 것도 한 원인으로 짐작되었다.

따라서 본 연구에서는 이러한 문제점을 보완함은 물론, 온도흔들림도 막을 수 있도록 전기로를 재설계하고 새로 제작을 하였다. 가장 큰 문제인 온도균일성 확보를 위하여 열선과 석영반응관 사이에 적절한 열용량을 가진 온도균일부를 두기로 하고 지르코늄(Zirconium) 도가니를 삽입하였다. 그리고 열선도 굵기를 줄이는 대신 길이를 길게 하여 열선이 전체 전기로에 고루 분포될 수 있도록 하였다. 따라서 본 연구에서는 2.5mm $\phi$ 의 KANTAL선을 사용하였다. 그리고 최대 허용전력은 5kVA 정도로 설계를 하되 열용량은 지르코늄 도가니의 열량을 감안하여 열선을 구동하는 변압기의 2차 전압을 다단계(110V에서부터 20V단위로 증가)로 나누어 최적치를 찾아 설정할 수 있도록 하였다. 이 열선을 1cm $\phi$ 의 코일형태로 만들어서 약 8mm 간격으로 지르코늄 도가니의 외벽을 감았으며 특히 아래부분에도 동일한 간격으로 원형으로 배열시켰다. 아래부분에도 열선을 감은 이유는 수평형 LPE의 경우 흑연보트의 모든 방향에서 열전달이 일어나고 있는 반면 수직형 LPE의 경우는 단지 원주방향에서만 열이 공급되므로 온도균일도가 떨어지는 근원적인 단점을 가지고 있어 이를 해결하기 위함이었다.

또한 전기로를 올리고 내리는 이송장치(Lifting

Gear)도 흑연보트의 온도균일성을 유지하는 데 중요한 역할을 하는 것으로 판명되어 이 장치도 전면 재설계하였다. 본 연구에서는 정밀 공작기계 등의 공작물 이송에 사용하는 고강도, 고정밀도의 직선운동 가이드(Linear Motion Guide)를 채택하여 본 장치에 맞게 개조하였다. 즉, 전기로의 한 쪽에는 볼스크류 폴(Ball Screw Pole)과 볼나사를 부착하고 반대편에는 볼 부쉬 가이드(Ball Bush Guide)를 설치하여 스크류 폴을 돌려 전기로를 오르내릴 수 있도록 하였다. 그리고 볼스크류 폴에 스톱퍼(Stopper)를 채워 전기로 바닥이 반응관 밑부분에서 약 5mm 정도 떨어진 위치에서 정지되게 조정하여 전기로가 항상 일정한 위치를 유지할 수 있도록 하였다. 이렇게 하여 전기로를 오르내리거나 고정시켜 놓을 때 상하 및 좌우로도 전혀 요동이 없게 하였으며 아주 부드럽고 안전하게 움직일 수 있도록 하였다.

그림 1은 본 연구에서 설계·제작한 전기로와 전기로 이송장치의 개략을 나타낸 것이다.

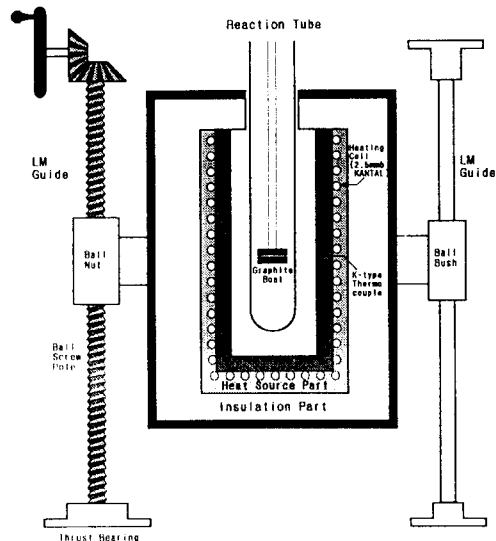


그림 1 전기로와 전기로 이송장치

## 2) 온도제어

전기로의 온도제어에 사용된 온도제어기는 일

본 PKC사의 REX-P100형 PID제어기를 선택하였다. 이 온도제어기는 6종류의 온도 프로그램이 가능하며 프로그램 각각에 16단계의 온도조건을 입력시킬 수 있도록 되어 있다. 그리고 프로그램 각각에 맞는 3종류의 PID파라미터를 입력시킬 수 있어서 일정 온도유지나 일정률의 온도하강시 그중에 적절한 PID파라미터를 입력시켜 효율적으로 온도제어를 할 수 있는 장점이 있다.

본 연구에서는 PID제어기의 온도제어와 전기로 자체의 온도를 측정하기 위하여 미국 OMEGA ENGINEERING사의 K-type CA 열전대를 사용하였다. 일반적으로 열전대는 주성분의 성분비율 오차에 의한 특성차이도 있고 부성분의 함유비율에 의해서도 상당한 차이가 나기 때문에 시중에서 널리 사용되고 있는 공업용 열전대의 경우 그 성분비율을 믿을 수가 없고 특히 같은 열전대라고 하더라도 부위에 따라 성분비가 고르게 분포되어 있지 않는 경우가 많기 때문에 조금 비싸기는 하지만 신뢰성 있는 제조회사의 제품을 사용하는 것이 바람직할 것으로 생각된다.

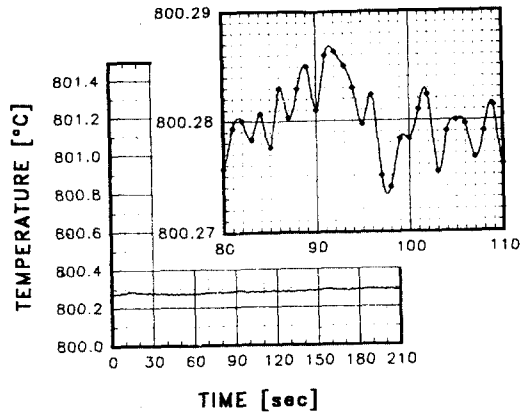
외부온도변화에 의한 제어온도의 변화를 막기 위하여 고순도로 정제한 증류수를 얼려 만든 얼음물로 0℃의 기준온도를 만들어 사용하였다. 그리고 기준온도인 Ice Point의 열전도를 보다 향상시키기 위하여 유리관속에 수은을 넣고 여기에 보상도선과 열전대의 연결단자가 담기도록 하였다.

그리고 전기로의 열선구동은 SCR을 역병렬로 구성하고 ON-OFF 주기를 일정(본 연구에서는 주로 20초로 설정)하게 제어하는 방식을 택하였다.

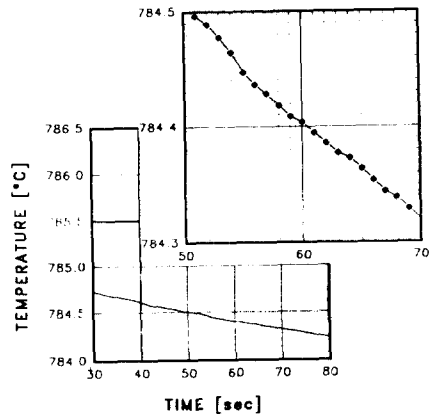
### 3) 동작특성

이상과 같이 제작한 전기로의 동작특성을 다음과 같이 각각 조사하였다. 온도흔들림 특성을 그림 2의 (a)와 (b)에 나타낸다. 이 특성은 800℃에서 성장재료를 녹여 안정화시키는 상태에서와 0.5℃/min로 냉각시키면서  $\mu$ V미터로 미소한 전압의 변화를 각각 측정하였다. 그림에서 보는 대로 일정온도로 유지하는 경우  $\pm 0.006^\circ\text{C}$  이내로 드는 것을 알 수 있다. 일부 데이터의 경우 잡음(Noise)

이 포함되어 있지만 잡음이 아니라고 하더라도 아주 양호한 특성을 나타내고 있다는 것을 알 수 있다. 그리고 냉각시에는 잡음이 흡수되어 상대적으로 아주 곱게 나타나고 있다. 이로써 목표치로 삼았던  $\pm 0.05^\circ\text{C}$ 의 1/10 이하에 해당하는 우수한 동작특성을 얻을 수 있었다.



(a) 일정온도로 유지할 경우



(b) 일정률로 냉각할 경우

그림 2 온도흔들림 특성

전기로의 원주방향과 수직방향의 온도분포 특성을 측정하기 위하여 K-type 열전대를 반응관의 벽면에서 약 5mm 정도 떨어진 상태에서 원주방향과 수직방향으로도 움직일 수 있도록 설치하고 흑연보트의 홀 숫자(8개)와 동일하게 기관에서 시작하여 반

응관 주위를 45° 간격으로 8등분하여 돌려가면서 원주방향의 온도분포를 측정하였다. 그리고 각 흑연보트의 기관을 중심으로 하여 위로(+방향) 4cm, 아래로(-방향) 4cm, 모두 9cm에 걸쳐 1cm간격으로 열전대를 이동하여 수직방향의 온도분포를 측정하였다.

전기로의 원주방향과 수직방향의 온도분포 특성을 그림 3에 나타낸다. 전기로의 수평방향 즉, 흑연보트의 원주방향의 온도특성을 보면 기관위치의 경우 650°C 근처에서 ±0.15°C 이내로 든다는 것을 알 수 있다. 이는 LPE의 일반적인 온도기준(±0.1°C 이내)보다 약간 못 미치지만 실제로 측정점의 위치가 용액홀에서 약 2cm 정도 바깥이라는 것을 감안한다면 실제 흑연보트의 각 용액홀의 온도차는 이보다 훨씬 작을 것으로 짐작된다. 이로써 당초 가장 큰 문제점으로 지적되었던 수평방향의 온도불균일이 말끔히 해소되었음을 확인할 수 있다.

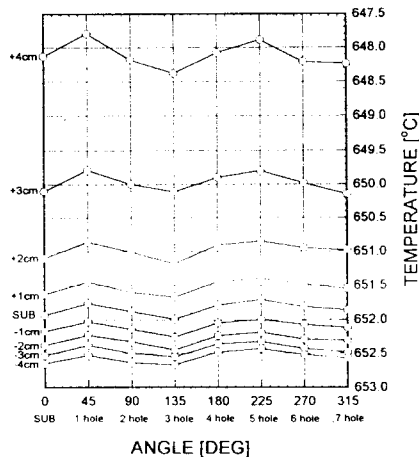


그림 3 원주방향과 수직방향의 온도분포 특성

전기로의 상하 위치에 따른 수직방향의 온도구배를 보면, 전기로의 바닥에서 위로 올라 갈수록 온도가 떨어지고 있음을 볼 수 있다. 이는 전기로의 아래부분에도 열선을 배치하였기 때문에 이 부분의 온도가 높은 것으로 보인다. 흑연보트의 아래쪽 4cm에서부터 위쪽으로 갈수록 약 0.1~0.25°C/cm 정도 떨어지다가 흑연보트에서 부터는 약 0.3~1.7°C/cm 정도로 비교적 크게 온도가 떨어

지고 있는 것을 볼 수 있다. 이와 같은 수직방향의 온도특성상 흑연보트를 더 밑으로 내리면 균인한 온도특성을 유지할 수 있지만 전기로의 바닥과 석영반응관이 닿아 파손될 염려가 있기 때문에 본 연구에서는 전기로의 바닥과 반응관 사이를 5mm 정도 되게 조정하였다.

그리고 최대 온도상승률은 5°C/min, 온도 냉각률은 최대 2.2°C/min, 최소 0.05°C/min까지 안정적으로 제어할 수가 있었다. 따라서 LPE에서 주로 사용하는 영역(1~0.1°C/min)을 포함하여 정확히 제어를 할 수 있어 결정성장에 필요한 온도제어 조건은 갖출 수가 있었다. 특히 0.1°C/min 이하까지 제어를 할 수가 있어 냉각률이 작을 수록 결정성장 속도가 낮으므로 MQW 웨이퍼와 같은 초박막 결정성장도 가능한 온도조건을 얻을 수가 있었다.

### 3.2 가스계통

초기 LPE장치의 제작에서는 장치자체를 저가로 제작하는 데에 목적을 두고 전체 가스계통을 직경 6.5mmφ의 구리관과 구리밸브를 사용하였다. 그리고 계통내의 가스순도에 관한 사항은 설계상 고려하지 않았기 때문에 가스 청정용 보조부품들은 부착하지 않았다. 결과적으로 구리관의 구리성분과 순도가 높지 않은 가스로 인한 오염으로 인해 에피성장에는 다소 무리가 따를 것으로 예상되었으나 기초실험이나 결정성장자체에는 큰 문제가 없음을 알 수가 있었다. 그러나 연구가 진행됨에 따라 양질의 결정성장층을 얻는 데에는 많은 문제점이 발견되었다.

따라서 본 연구에서는 가스라인 전체를 전면 수정보완하였다. 가스라인은 고순도의 SUS 튜브로 교체하고 밸브류도 SUS 재질의 고진공 밸브로 교환하였다. 분위기가스인 수소와 질소도 5 Nine의 특수가스를 사용하였다. 그리고 수소분배에서 압력조정기(Regulator)를 거쳐 나온 수소가스는 잔류 산소성분과 수분을 제거하기 위하여 수소청정기(Purifier) 앞단에 2개의 산소제거기(O<sub>2</sub> Remover)와 건조기(Dryer)를 각각 직렬로 삽입하고, 미립자를 제거하기 위한 필터(Particle Filter)

를 설치하였다. 수소청정기는 Matheson사의 8371형으로 팔라듐 확산셀(Pd Diffusion Cell)을 통하여 수소를 원자상태로 분해하여 수소분자로 재합성하는 원리로 되어있다. 이런 계통을 거친 수소가스는 유량계(Flow Meter)를 통하여 정확하게 유입량을 조정한다. 다음 5mm $\phi$  석영튜브를 통하여 반응관의 아래부분까지 내린 후 반응관에 인입되도록 하였다. 또한 반응관 출구측에 압력계(Compound Pressure Gauge)를 설치하여 진공배기 상태의 확인 및 질소나 수소의 Purge시점을 인지하여 수동으로 출구측 밸브를 조작할 수 있도록 하였다. 그리고 가스 배기라인의 끝에는 가스계통과 외부와의 격리장치로 실리콘유 버블러(Si Oil Bubbler)를 설치하여 성장시 배출되는 수소가스와 외부공기와의 차폐 및 배출가스의 연소시의 안전을 도모하도록 하였다. 그리고 기존의 진공펌프가 450rpm으로 10<sup>-2</sup> Torr 정도 유지하던 것을 1,200rpm의 고성능 진공펌프로 교체하여 10<sup>-3</sup> Torr 범위로 진공도를 높였다.

### 3.3 흑연보트

LPE 방법으로 결정 성장을 행할 경우 흑연보트는 그 재질과 구조 및 가공정도에 따라 성장의 가능성 및 성장층의 양부 여부를 결정할 수 있는 직접적인 요인이 될 수 있다. 일반적으로 LPE에 사용될 수 있는 흑연은 Grain Size가 작아야 하며 가공이 용이하고 불순물이 거의 함유되어 있지 않아야 한다. 본 연구에서는 대부분 LPE장치에 사용되는 POCO사의 DEP 3-2 제품을 사용하였다. 이 흑연의 Core Size는 0.4 $\mu$ m, Particle Size는 3 $\mu$ m 이하이다.

수직형 LPE장치에 사용되는 흑연보트의 일반적인 구조는 성장용액을 담을 수 있는 용액홀더(Solution Holder)와 기판이 놓이게 되는 기판홀더(Substrate Holder) 두 부분으로 되어 있다. 본 연구에서는 여러번의 Up-grade과정을 거쳤으며 최종적으로 설계한 구조를 보면 흑연보트의 전체 크기를 58mm $\phi$ 로 하고 용액홀더와 기판홀더의 두께를 각각 12mm로 하여 전체 두께는 24mm로 하였

다. 그리고 로딩(Loading) 과정에서 상하 각 홀더를 제위치에 쉽게 맞출 수 있도록 하고 또한 성장시 용액홀더를 회전시킬 때 중심이 흐트러지는 것을 막기 위하여 용액홀더와 기판홀더를 덕이지게 요철을 주었다. 기판자리의 크기는 전체 흑연보트의 크기에 제한을 받을 수밖에 없기 때문에 초기에는 8mm $\times$ 8mm로 제작하였으나 후에 제작한 흑연보트의 경우 전체 흑연보트 허용최대까지 키워 9.5mm $\times$ 9.5mm로 하였다. 그리고 성장용액 홀을 5개에서 7개로 늘려 DH웨이퍼도 성장이 가능하게 하였다.

특히 본 연구에서는 용액의 Wipe-off가 잘되지 않아서 발생하는 Melt Carry-over<sup>10)</sup>의 문제를 해결하기 위하여 다음과 같이 설계를 하였다. 첫째로 각 성장용액 홀의 형태를 초기 원형에서 정사각형으로 하였다. 이것은 기판이 사각형이고 용액 홀은 원형이기 때문에 기판의 가장자리는 용액의 접촉이 되지 않아 성장을 시킬 수가 없을 뿐만 아니라 Melt Back을 하더라도 Melt Back되지 않은 부분이 생겨나므로 이 부분으로 성장용액이 지나가는 경우 Wipe-off가 잘되지 않아 Melt Carry-over가 되고 또한 In Drop이 많이 남게 되는 문제점을 해결하기 위함이었다. 둘째로 기판이 로딩되었을 때 기판과 용액홀더 사이의 간격이 기판의 종류(GaAs, InP)와 두께를 감안하여 30~50 $\mu$ m 정도가 되도록 설계하였고 기판의 크기를 용액홀더보다 크게 설계하였다. 기판과 용액홀더와의 간격이 75 $\mu$ m 이상이 되면 성장용액의 Wipe-off가 불량하여 Melt Carry-over가 발생하며, 이로 인해 에피층의 질이 현저히 저하되고 동시에 조성 불균일을 초래할 수도 있다. 그리고 25 $\mu$ m이하로 작게 되면 기판의 Edge부분에서 생긴 Over Growth나 Particle 등에 의해 발생된 이상성장 부분이 Wipe-off시 성장용액이 지나갈 때 자국을 남기게 하여 에피층의 질을 저하시킬 뿐만 아니라 소자로 사용될 수 있는 웨이퍼 면적을 줄여주는 결과를 초래하게 된다.<sup>11)</sup> 그리고 기판자리의 Edge 부분을 가급적 직각으로 가공하여 Wipe-off가 잘 되게 하였다.

그리고 또하나의 중요한 문제 중의 하나가

기판의 열손상을 막을 수 있는 구조로 설계를 하여야 한다는 점이다. III-V 화합물 반도체의 성장에서 V족 화합물의 증기압이 III족 보다 높아 고온에서 증발이 심하게 일어나게 되므로 기판을 심하게 열손상시켜 성장에 치명적인 장애를 주게 된다. 특히, P성분의 증발은 아주 심한 것으로 보고되고 있다.<sup>2), 12)</sup> 이 열손상된 부분을 제거하기 위하여 Melt Back을 하지만 손상정도가 심하면 Melt Back으로도 이를 완전히 해결할 수 없게 된다. 따라서 기판 위에 Cover Crystal을 덮는 방법이 주로 사용되고 있다. 본 연구에서는 11mm×11mm 정도의 Cover Crystal을 덮을 수 있는 구조로 흑연보트를 설계하였다. 아울러 본 연구에서는 Cover Crystal을 덮는 경우, 같은 Cover Crystal을 1~2회 밖에 사용할 수 없기 때문에 이를 해결하기 위하여 Cover Crystal자리 위에 홈을 파고 그 홈의 바닥에 1mm $\phi$ 의 작은 구멍을 촘촘히 뚫고 그 속에 GaAs Poly Crystal이나 InP Poly Crystal 조각을 넣어 As나 P성분이 계속 공급되도록 하여 기판의 열손상을 줄여

주는 방법을 고안하였다. 실제 실험결과 InP기판의 경우 성장직전의 표면상태는 GaAs Cover Crystal을 사용한 경우와 거의 동일하거나 우수한 표면상태를 유지하고 있다는 사실을 확인할 수 있었으며 670 $^{\circ}$ C까지도 거의 열손상을 입지 않았음을 알 수 있었다. 그리고 성장용액 내의 V족 원소와 Zn과 같은 증기압이 높은 물질이 증발되어 용액상호간에 오염이 되는 것을 방지하기 위하여 각 성장용액 홈에 뚜껑을 만들어 성장시 항상 덮을 수 있도록 하였다.

결과적으로 흑연보트의 구조에 관한 웨이퍼의 종류나 성장목적 등과 관련하여 다양한 아이디어가 속출할 것으로 예상된다. 그러나 이 부분은 다소 각자의 경험에 따른 노하우 및 특허에 속하는 사항도 많기 때문에 발표하지 않는 사실도 많으리라 짐작된다. 앞으로 여태까지의 고정관념을 깨고 용액홀 대신 기판을 회전시킨다든지 성장용액을 기판에 발라주는 구조 등과 같은 형태도 검토해볼 필요가 있다고 생각된다.

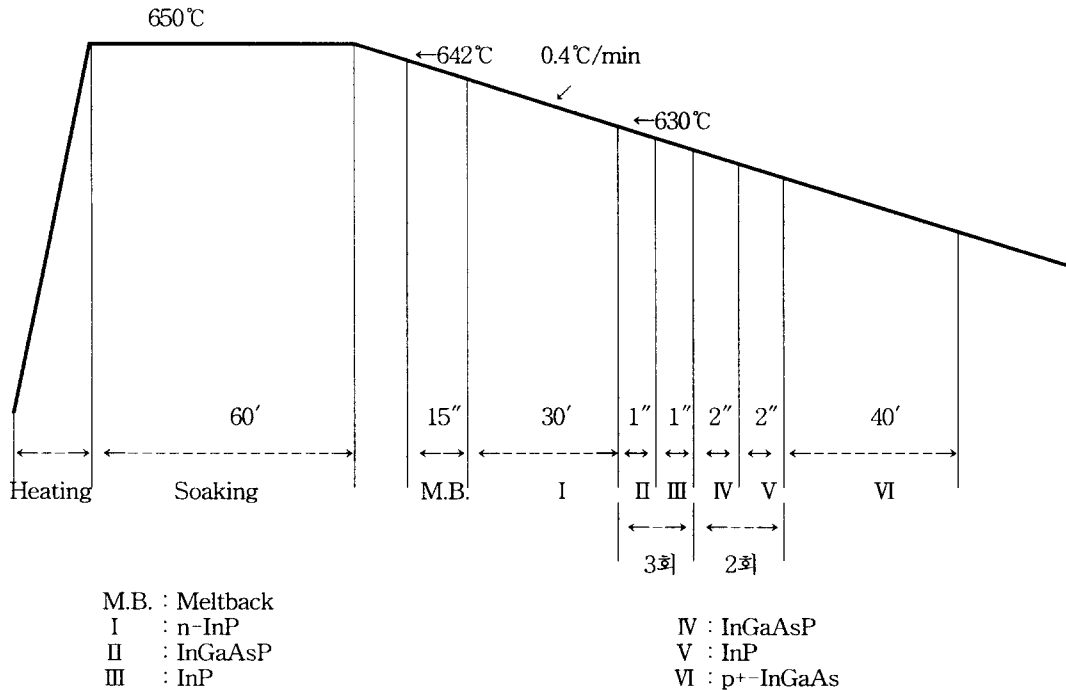


그림 4 MQW웨이퍼 성장을 위한 온도프로그램



### 3.4 초박막 결정성장

본 절에서는 위와 같이 하여 개선된 수직형 LPE 장치를 이용하여 InGaAsP/InP MQW 웨이퍼를 제작한 예를 정리하여 소개하기로 한다.

그림 4는 초박막 성장을 위한 온도프로그램을 나타낸 것이다. 2상용액법(Two Phase Solution Method)을 이용하여 650°C에서 60분간 Soaking을 하고 0.4°C/min의 속도로 냉각하면서 642°C에서 15초간 Meltback을 하고 n-InP층을 30분간 성장시킨 다음 630°C에서 InGaAsP층과 InP층을 교대로 1초간 3회, 2초간 2회 반복하여 QW층을 성장시키고 마지막으로 p'-InGaAs층을 40분간 성장시켰다.

그림 5는 이렇게 성장한 웨이퍼를 잘라 단면을 에칭(Etching)하여 SEM으로 촬영한 것이다. 그림에서 보면 InP와 InGaAsP의 최소두께가 각각 130Å과 100Å 정도임을 알 수 있다. 그리고 모든 성장층이 매우 균일하게 성장되었음을 알 수 있다. 그리고 초기 성장률이 비교적 크고 성장이 계속되면서 일정한 성장률을 가진다는 것도 알 수 있다.

이로써 본 연구에서 제작하고 개선한 LPE장치로도 초박막 다층성장을 할 수 있다는 것을 확인할 수 있었다. 그리고 이를 기초로한 계속된 연구에서도 장치의 성능을 입증할 수 있는 좋은 결과를 얻을 수 있었다.

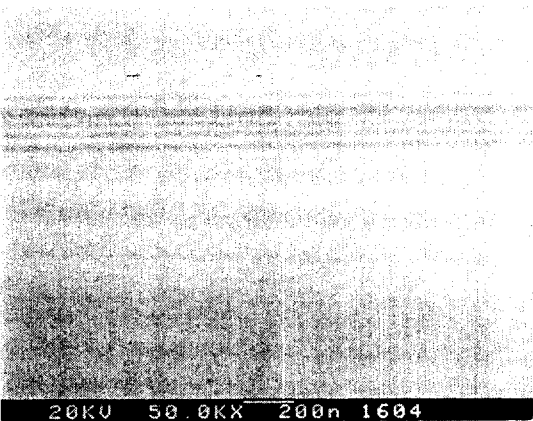


그림 5 성장된 InGaAsP/InP MQW 웨이퍼의 단면 SEM사진

## 4. 결 론

본 연구에서는 III-V 화합물 반도체의 초박막 다층 결정성장을 위하여 대학 연구실 규모에서 실현할 수 있는 수직형 LPE장치를 설계하고 제작하였으며, 이 제작경험과 기초연구 과정을 통하여 얻은 노하우를 살려 장치를 전면 수정하고 성능을 개선하였다.

그 결과 LPE장치에서 가장 중요한 요건 중에 하나인 온도흔들림(Temperature Fluctuation) 특성은 800°C에서  $\pm 0.006^\circ\text{C}$  이내, 그리고 수평방향의 온도균일도(Temperature Uniformity)는 650°C에서  $\pm 0.15^\circ\text{C}$  이내로 들어 LPE의 일반적인 온도 기준(온도흔들림 ;  $\pm 0.05^\circ\text{C}$  이내, 온도균일도 ;  $\pm 0.5^\circ\text{C}$  이내)을 만족하는 특성을 얻을 수가 있었다. 그리고 최대 온도상승률은  $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 였고, 온도냉각률은 최대  $2.2^\circ\text{C}/\text{min}$ , 최소  $0.05^\circ\text{C}/\text{min}$ 까지 안정적으로 제어할 수가 있었다. 따라서 LPE에서 주로 사용하는 영역( $1\sim 0.1^\circ\text{C}/\text{min}$ )을 포함하여 정확히 제어를 할 수 있어 결정성장에 필요한 온도제어 조건은 갖출 수가 있었다. 특히  $0.1^\circ\text{C}/\text{min}$  이하까지 제어를 할 수가 있어 냉각률이 작을 수록 결정성장 속도가 낮으므로 MQW 웨이퍼와 같은 초박막 결정성장도 가능한 온도조건을 얻을 수가 있었다. 또한 양질의 결정성장층을 얻기 위하여 가스라인을 교체하였으며 흑연보트도 독자적으로 설계하고 제작하였다. 그리하여 상용화된 고가의 외국제품에 손색이 없는 장치를 만들 수가 있었다. 그리고 개선된 장치로 초박막 결정성장 실험을 수행한 결과 100Å 정도까지의 에피층을 얻을 수 있었다. 이로써 자체 제작한 수직형 LPE장치로도 초박막 다층 결정성장을 할 수 있다는 사실을 확인할 수 있었다.

따라서 본 연구에서 제작하고 개선한 수직형 LPE장치를 바탕으로 III-V 화합물 반도체에 관한 보다 다양한 연구를 수행할 수 있는 토대를 구축할 수가 있었다.

## 감사의 글

본 연구는 1991. 10~1994. 9까지 수행된 한국 과학재단지원 협력연구과제의 연구결과중 일부입니다. 그리고, 본 연구의 수행중 부산지방공업기술원으로부터 SEM장비를 이용할 수 있도록 배려를 해주셨습니다. 이에 도움을 주신 분들께 감사드립니다.

## 참고 문헌

- 1) 오중환, 조호성, 홍창희, "III-V 화합물 반도체 단결정 성장을 위한 수직형 LPE장치의 제작", 한국물리학회지 응용물리, vol 3, pp. 188~193, 1989.
- 2) 오중환, 조호성, 홍창희, "LPE에 있어서 InP 기판의 열손상 상태와 Melt Back특성", 한국물리학회지 응용물리, vol 2, pp. 278~283, 1989.
- 3) 조호성, 오중환, 홍창희, "PN접합형 Photodiode 제작에 관한 연구", 대한전자공학회 논문지, vol 26, pp. 1652~1657, 1989.
- 4) 홍창희, 조호성, 오중환, 김경식, 김재창, "수직형 LPE에 의한 InGaAsP(1.3 $\mu$ m)/InP 다층박막 결정성장", 한국향해학회지, vol 14, pp. 77~82, 1990.
- 5) 김경식, 김재창, 조호성, 홍창희, "수직형 LPE에 의한 InGaAsP/InP MQW 단결정성장에 관한 연구", 대한전자공학회 부산·경남지부 추계 논문발표회 논문집, pp. 48~53, 1990.
- 6) Y. Arakawa and A. Yariv, "Quantum well lasers---Gain, spectra, dynamics", IEEE J. Quantum Electron., vol. QE-22, pp. 1887~1899, 1986.
- 7) R.G. Waters, D.K. Wagner, D.S. Hill, P.L. Tihanyi and B.J. Vallner, "Highpower conversion efficiency quantum well diode lasers", Appl. Phys.Lett., vol. 51, pp. 1318~1319, 1987.
- 8) H.C. Hsieh, "Nonlinear optical waveguide directional coupler employing multiple quantum well structure", J.Appl.Phys.Lett., vol. 64, pp. 1696~1730, 1988.
- 9) U. Konig and W. Keck, "Influence of cooling rate on convection during LPE growth of GaAs and (Ga,Al)As", J. Crystal Growth, vol. 65, pp. 588~595, 1983.
- 10) R.B. Wilson, P. Besonmi and R.J. Nelson, "Investigation of melt carry-over during liquid phase epitaxy ; I. Growth of Indium phosphide", J. Electrochem. Soc., vol. 132, pp. 172~176, 1985.
- 11) J.J. Coleman, N. Holonyak, Jr., and M.J. Ludowise, "Melt removal and planar growth of In<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub>As<sub>1-z</sub>P<sub>z</sub> heterojunctions", Appl.Phys.Lett., vol. 28, pp. 363~365, 1976.
- 12) H. Asai and K. Oe, "Ga<sub>x</sub>In<sub>1-x</sub>P liquid phase epitaxial growth on (100) GaAs substrates", J.Appl.Phys., vol. 53, pp. 6849~6851, 1982.