

논문 97-6-5-08

알루미늄산화막을 매개층으로 이용한 백금 미세발열체의 특성

정 귀 상*, 노 상 수*, 최 영 규*, 김 진 한**

The Characteristics of Pt Micro Heater Using Aluminum Oxide as Medium Layer

Gwiy-Sang Chung*, Sang-Soo Noh*, Young-Kyu Choi*, and Jin-Han Kim**

요 약

DC 마그네트론 스퍼터링과 반응성 스퍼터링으로 각각 증착된 알루미늄산화막과 그 위에 증착된 Pt 박막의 열처리 온도에 따른 전기적, 물리적 특성을 4침 탐침기, 주사전자현미경 및 X선 회절법을 이용하여 분석하였다. 600°C 이하의 열처리 조건에서는 알루미늄산화막은 Pt 박막과 화학적 반응 없이 Pt 박막의 SiO₂에 대한 부착특성을 개선시켰으며 그 위에 증착된 Pt 박막의 전기적 특성도 열처리 온도가 증가함에 따라 개선되었다. 그러나 700°C 이상의 열처리 온도에서는 알루미늄산화막이 절연특성이 저하되고 그 위에 증착된 Pt 박막과 반응하여 Pt 박막의 전기적 특성도 저하되었다. Pt-RTD 온도센서를 이용한 Pt 미세발열체의 발열특성 분석에서 활성영역이 작을 수로 발열체의 발열특성이 개선되었으며 활성영역 면적이 200 μ m \times 200 μ m의 구조를 갖는 Pt 미세발열체는 소비전력 1.5watts에 400°C 정도의 양호한 발열특성을 나타냈다.

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. The thermal characteristics of Pt micro heater were analyzed with Pt-RTD integrated on the same substrate. In the analysis of properties of Pt micro heater, active area was smaller size, Pt micro heater had better thermal characteristics. The temperature of Pt micro heater with active area, 200 μ m \times 200 μ m was up to 400°C with 1.5watts of the heating power.

* 동서대학교 전자기계공학부 (Div. of Electronic and mechanics Eng., Dongseo University)

** 부산지방중소기업청 (Pusan Regional Small & Medium Business Office)

※ 본 연구는 산학협동재단 및 한국과학재단 연구비 (과제번호 : 95-2-08-01-01-3) 지원에 의해 수행된 연구임

<접수일자 : 1997년 5월 2일>

1. 서 론

최근 Si 미세가공기술을 이용한 소형, 경량, 고속응답 및 대량생산이 가능한 마이크로센서의 연구가 가속화되고 있다.¹⁾ 이러한 센서들중 가스센서, 진공센서, 유량/유속센서 등은 가스분자와 센서물질 사이의

화학적 반응을 출력신호로 이용하게 된다.^[2,3] 이러한 원리에서 센서의 동작온도는 가스의 흡착(adsorption) 및 탈착(desorption) 그리고 확산에 많은 영향을 미치게 되어 센서의 동작 특성(감도, 선택성, 응답시간)을 최적화시키는데 가장 중요한 요소가 된다. 그러므로 이러한 센서들은 일정한 동작온도를 유지하기 위해 미세발열체를 장착하고 있다. 현재까지 실리콘 미세 가공기술을 이용한 미세발열체에 관한 연구는 SiC 박막,^[4] Poly Si,^[2] NiFe Alloy,^[5] NiCr,^[6] Pt/Ti,^[7] Pt/Cr^[8] 등 활발히 진행되고 있는데, 이처럼 마이크로머싱기술로 제작된 미세발열체는 저전력소비, 정확한 온도제어, 저열적 용량 그리고 센서 어레이화가 용이하다.

Pt를 이용한 미세발열체 제작에 있어서 Pt의 SiO₂에 대한 부착(adhesion)특성이 나쁘기 때문에 이를 해결하기 위하여 여러 매개층에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다. 현재 Ti 및 Cr 등 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 벌크특성을 갖기 위해서는 1000°C 이상의 고온에서 열처리를 필요로 한다.^[9] 이처럼 고온에서 Pt와의 반응 없이 부착특성을 개선시키는 매개층으로는 금속물질보다는 유전체물질이 더욱 안정하다.

본 연구에서는 Si 기판을 기본으로 고온에서 센서의 특성에 영향을 미칠 수 있는 Si과 감지 물질 및 발열체 물질 사이의 반응을 피할 수 있고, Pt의 부착특성을 향상시킬 뿐 아니라 미소패턴 형성이 용이한 알루미늄산화막과 화학적, 열적 안정성이 높으며 선형적 응답특성이 양호한 Pt를 이용하여 미세발열체를 제작하였다. 반응성 스퍼터링으로 형성되어 매개층으로 이용된 알루미늄산화막과 Pt 박막의 열처리에 따른 전기적, 물리적 특성을 4침 탐침기(four point probe), 단차 측정계(α -step), 주사전자현미경(SEM), EDS 및 X선 회절법(XRD)으로 분석하였다. 그리고 미세발열체와 온도센서를 동일 기판상에 제작한 후 발열체와 온도센서의 저항 변화율 및 인가전력에 따른 발열체의 발열특성을 분석하였다.

II. 실험 방법

2.1 열처리 시료의 제작

본 연구에 사용된 기판은 비저항이 약 $4\sim 5\Omega\text{cm}$, 두께 $530\mu\text{m}$ 의 N(100)으로 반도체공정의 기본 세척 공정을 거치고 자연산화막을 제거시킨 후 열산화막을 3000\AA 성장시킨 Si를 사용하였다. SiO₂와 Pt 박막과의 부착특성을 개선시키기 위해 알루미늄 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 전기로를 이용하여 N₂ 분위기에서 $400\sim 800^{\circ}\text{C}$ 온도범위에서 열처리를 거친 후 4침 탐침기, 단차 측정계, 주사전자현미경, 및 X선 회절법을 이용하여 분석하였다.

2.2 미세발열체의 제작

본 실험에서 미세발열체는 사진식각(photolithography) 공정과 lift-off 방법을 이용하여 제작하였다. 그림 1은 3000\AA 두께를 갖는 Pt 박막을 이용하여 동일 기판에 제작된 서로 다른 구조와 크기를 갖는 Pt 미세발열체와

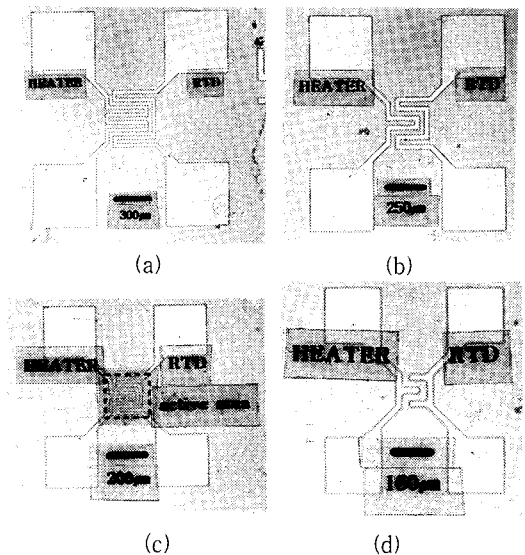


그림 1. 매개층 알루미늄산화막 위에 제작한 Pt 미세발열체와 Pt-RTD의 현미경 표면사진.
Fig. 1. Micro photograph of Pt micro heater and Pt-RTD fabricated on aluminum oxide.

Pt-RTD 온도센서를 나타낸 것이다. 제작된 미세발열체와 Pt-RTD 온도센서는 전기로를 이용하여 N₂ 분위기에서 600℃, 60분 열처리를 거친 후 그 특성을 분석하였다. SOG(spin-on-glass)를 spin coating 한 후 순차적으로 baking(100~500℃)하여 발열체 물질과 센서 물질의 보호막으로 이용하였으며 silver epoxy를 이용하여 Pt-wire를 bonding하였다. 제작된 미세발열체와 Pt-RTD 온도센서의 특성은 대류에 의한 영향을 최소화하기 위해 분위기 가스와 진공도의 제어가 가능한 밀폐시스템 내에서 흐름이 없는 대기상태에서 분석하였다.

III. 결과 및 고찰

3.1 알루미늄산화막의 조성분석

그림 2는 반응성(Ar : O₂ = 1 : 1) 스퍼터링으로 1500Å 증착된 알루미늄산화막의 조성분석을 위해 EDS로 분석한 spectra를 나타내고 있다. 그림에서 알 수 있듯 Si 기판에 증착된 알루미늄산화막의 조성은 알루미늄이 반응성으로 산화되었음을 알 수 있고 Si 성분은 증착된 알루미늄산화막이 얇은 이유로 기판 물

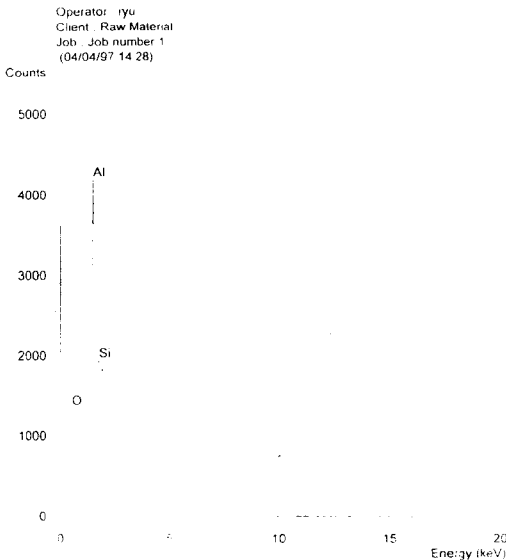


그림 2. 반응성 스퍼터링으로 증착된 알루미늄산화막의 EDS spectra(spectra accelerating voltage 20keV).

Fig. 2. EDS spectra of aluminum oxide deposited by reactive sputtering.

질이 검출된 것으로 생각된다. 각각의 성분비율은 산소 : 39.41%, 알루미늄 : 45.30%, 실리콘 : 15.29%로 나타났다.

3.2 알루미늄산화막과 Pt 박막의 열처리 특성

표 1과 그림 3은 Ar : O₂ = 1 : 1 비율로 반응성 스퍼터링으로 형성된 알루미늄산화막(두께 : 1500Å)과 그 위에 형성된 Pt 박막(두께 : 3000Å)의 열처리 온도에 따른 면저항 및 비저항의 변화를 각각 나타낸 것이다. Pt 박막의 비저항은 단차 측정계로 박막의 두께를 측정한 후 4침 탐침기로 측정된 면저항을 곱하여 산출하였다. 반응성 스퍼터링으로 형성되어 매개층으로 이용된 알루미늄산화막은 발열체 물질인 Pt와 화학적 반응 없이 Pt의 부착특성을 개선시켰으며 600℃ 이하의 열처리 조건에서는 완벽한 절연특성을 보였으나 반응성 스퍼터링시 알루미늄과 산소

표 1. 열처리 온도에 따른 알루미늄산화막의 면저항 변화

Table 1. Variations of sheet resistivity of aluminum oxide

열처리온도(℃)	400	500	600	700	800
면저항(Ω/□)	1×10 ⁷ 이상			10.47	3.13

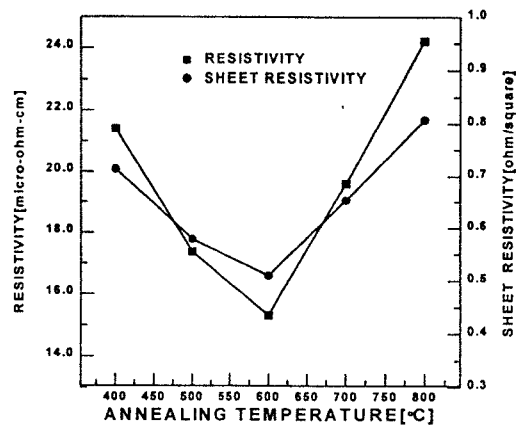


그림 3. 열처리 온도에 따른 매개층 알루미늄산화막 위에 증착된 Pt 박막의 비저항 및 면저항 변화.

Fig. 3. Resistivity and sheet resistivity of Pt thin films deposited on aluminum oxide as medium layer with annealing temperature.

의 불완전한 결합으로인해 그 이상의 열처리 온도에 서는 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 특징이 저하되고 있음을 알 수 있다.

그림 4은 알루미늄산화막 위에 증착된 Pt 박막의 열처리 온도변화에 따른 표면 주사전자현미경 사진이다. 열처리전 표면은 미소패턴 형성에 유리한 균일한 표면 특성을 보이고 있으며 600°C까지 그 특징이 크게 변화가 없으나 700°C 이상의 표면사진을 보면 그 특징이 상당히 저하됨을 알 수 있다. 600°C 이상의 열처리 온도에서는 알루미늄산화막의 특징이 금속 알루미늄 특성을 갖게되어, 금속 알루미늄의 결정립 성장에 따른 island 생성 및 Pt 박막과의 반응으로 균일한 특성을 저하되는 것으로 사료된다. 800°C 이상에서 열처리를 거친 시편의 경우 알루미늄산화막 특성변화에 따라 Pt 박막의 부착특성이 상당히 저하됨을 본 실험에서 확인할 수 있었다.

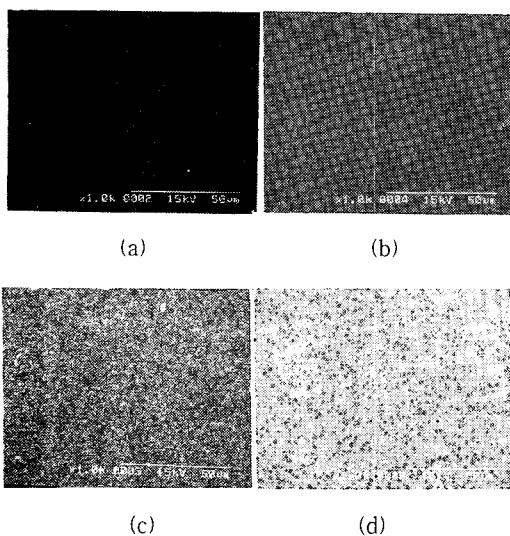


그림 4. (a) 열처리를 하지 않은, (b) 600°C, (c) 700°C, (d) 800°C 열처리한 알루미늄산화막에 증착된 Pt 박막의 표면 주사전자현미경 사진.

Fig. 4. SEM pictures of Pt thin films deposited on aluminum oxide (a) without annealing, with annealing (b) 600°C, (c) 700°C and (d) 800°C of annealing temperature.

그림 5은 열처리 온도증가에 따른 알루미늄산화막의 조성변화를 분석한 X선 회절패턴 변화를 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 회절피크로 확인되었다.

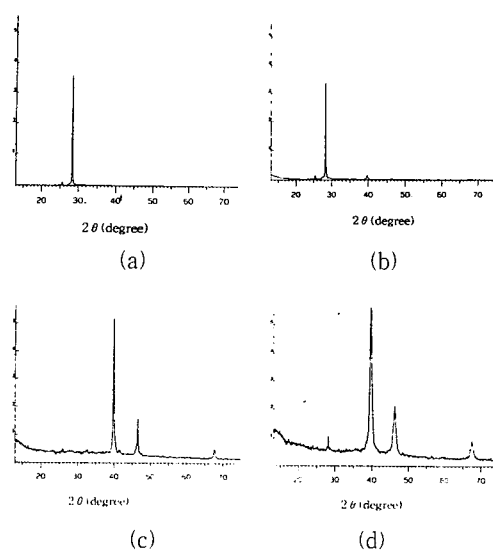


그림 5. (a) 열처리를 하지 않은, (b) 600°C, (c) 700°C, (d) 800°C 열처리한 알루미늄산화막의 X선 회절패턴.

Fig. 5. XRD patterns of aluminum oxide (a) without annealing, with annealing (b) 600°C, (c) 700°C and (d) 800°C of annealing temperature.

3.3 Pt-RTD 및 Pt 미세발열체의 특성분석

본 실험에서 Pt-RTD의 온도에 따른 저항 변화율은 항온 항습조에서 25~450°C까지의 온도범위에서 측정하였다. 본 실험결과 각 sample(1~4)의 저항 변화율은 거의 차이가 없었으며, 그림 6는 sample 1, 3의 온도에 따른 저항 변화율을 나타낸 것이다. 각 sample의 저항 온도계수(TCR)는 sample 1 : 2712ppm/°C, sample 2 : 2685ppm/°C로 큰 차이는 없었으나 Pt의 벌크특성에 못 미쳤다. 이와 같이 벌크특성을 갖지 못하는 것은 금속

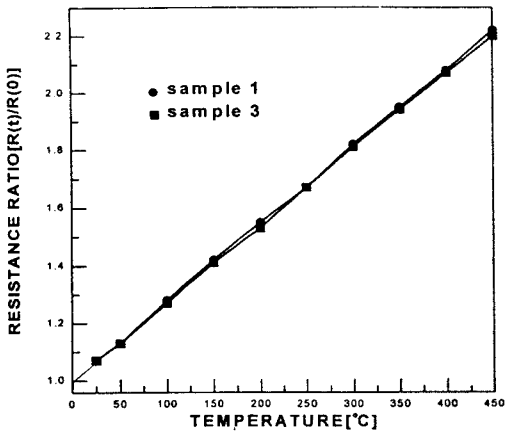


그림 6. 온도에 따른 Pt-RTD의 저항변화율.
Fig. 6. Resistance ratio of Pt-RTD with increasing temperature.

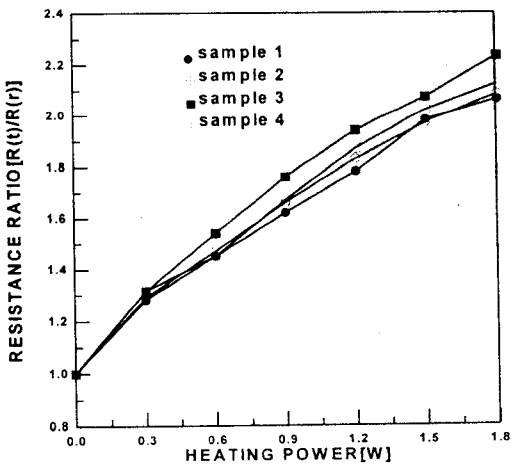


그림 7. 인가전력에 따른 알루미늄산화막 위에 제작된 Pt 미세발열체의 저항 변화율.
Fig. 7. Resistance ratio of Pt micro heater fabricated on aluminum oxide with increasing heating power.

박막 내부에 존재하는 많은 구조적 결함에 의한 것으로 Pt 박막의 경우 벌크특성을 갖는 최소 두께가 일반적으로 $1\mu\text{m}$ 정도로 알려져 있다.^[10] 그러나 본 센서에 이용된 Pt 박막의 두께(3000Å)가 충분히 두껍지 못한 이유와 스피터링 시스템을 다른 물질과 병행하여 사용함에 따른 불순물 유입의 결과로 벌크특성에 못 미치는 특성이 나타난 것으로 사료된다. 백금 전용 스피터

링 시스템을 이용하고 보다 두꺼운 Pt 박막을 이용한다면 그 특성을 개선시킬 수 있고, 보다 높은 온도에서 열처리를 한다면 더욱 개선 될 것으로 사료된다.^[11]

그림 7은 Pt 미세발열체의 인가전력에 따른 자체발열에 의한 발열체의 저항 변화율을 나타낸 것이다. 전체적으로 동일 인가전력에서 active area(활성영역 : 발열체와 온도센서가 위치한 부분)의 면적이 적을수록 발열체의 외부로의 열손실이 적어져 저항 변화율이 크게 나타남을 알 수 있고, sample 4의 경우 발열체 pattern의 구조 및 기하학적 문제로 기대에 못 미치는 결과가 나타난 것으로 사료된다.

3.4 Pt 미세발열체의 발열특성

그림 8은 600°C, 60분 열처리를 거친 각 sample(그림1 참조)의 인가전력에 변화에 따른 발열체의 발열특성을 나타낸 것이다. 자체발열에 의한 발열체의 저항 변화율에서도 알 수 있었던 전체적으로 활성영역의 면적이 작을수록 대류에 의한 열손실 및 Si 기판의 전도에 의한 열손실이 줄어들게 되어 발열특성이 개선되고 있음을 알 수 있다. 활성영역의 면적이 $200\mu\text{m} \times 200\mu\text{m}$ 인 sample 3의 경우 인가전력 1.5watts에서 발열특성이 400°C 정도로 기존 유전체 멤브레인구조에 Cr을 부착층으로 이용한 Pt 미세발열체의 발열특성(heating power : 1.7watts, heater temperature : 420°C)^[8]보다 양호한 발열특성을

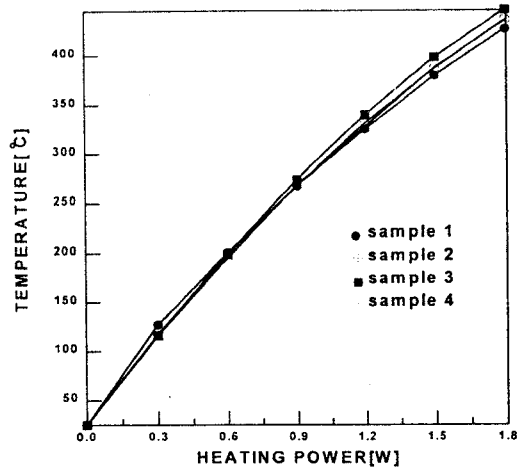


그림 8. 알루미늄산화막 위에 제작된 Pt 미세발열체의 발열특성.
Fig. 8. Thermal characteristics of Pt micro heater fabricated on aluminum oxide.

나타내고 있다. 이는 본 연구에서 device 크기를 소형 화합에 따라 외부로의 열손실을 효과적으로 줄일 수 있게 되고, 또한 유전체막인 알루미늄산화막을 이용함으로써 고온 열처리시 발열체물질인 Pt와 반응을 피할 수 있어 Pt의 고유특성을 유지할 수 있다는 사실에 기인된 것으로 사료된다. 한편 활성영역 면적이 $160\mu\text{m} \times 160\mu\text{m}$ 로 가장 작은 sample 4의 경우 발열체로 이용되는 저항패턴이 RTD가 민감하게 감지할 수 있는 활성 영역에 위치한 저항 패턴의 저항치 보다 이 영역 외에 위치한 저항 패턴의 저항치가 오히려 크게 나타남에 따른 문제로 사료된다.

IV. 결 론

본 연구에서는 반응성 스퍼터링 및 DC 마그네트론 스퍼터링으로 각각 증착된 매개층 알루미늄산화막과 Pt 박막의 열처리에 따른 전기적, 물리적 특성을 분석하였으며, 매개층 알루미늄산화막을 이용하여 Pt-RTD와 Pt 미세발열체를 동일 기판내에 제조한 후 미세발열체의 발열특성을 분석하였다.

반응성 스퍼터링으로 형성된 매개층 알루미늄산화막은 발열체 물질인 Pt와 화학적 반응없이 Pt의 부착특성을 개선시켰으며 600°C 이하의 열처리 조건에서는 완벽한 절연특성을 보였으나, 반응성 스퍼터링시 알루미늄과 산소의 불완전한 결합으로 인해 그 이상의 열처리 온도에서는 그 특성이 저하됨을 알 수 있었다. 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 4침 탐침기, 단차 측정계, 주사전자현미경, 및 X선 회절법을 통해 알 수 있었다. Pt-RTD를 이용한 활성영역의 크기가 다른 각 sample의 발열특성 분석에서 활성영역의 면적이 작을수록 대기 가스의 대류에 의한 열손실과 Si 기판의 열전도에 의한 열손실이 줄어들게 되어 발열특성이 개선됨을 알 수 있었으며, 활성영역의 면적이 $200\mu\text{m} \times 200\mu\text{m}$ 인 Pt 미세발열체의 경우 인가전력 1.5watts 에서 400°C 의 높은 발열특성을 나타내었다.

본 연구에서 나타난 700°C 이상의 열처리 조건에서 알루미늄산화막의 특성 저하는 반응성 스퍼터링시 기판온도의 증가, 입력 power 변화 및 반응가스(Ar, O₂)의 적당한 비율로 그 특성을 개선시킬 수 있을 것으로

사료된다. 또 발열체 및 센서의 외부와의 열적 차단을 위한 브릿지형 유전체 멤브레인 구조를 이용한다면, 보다 양호한 발열특성을 갖는 미세발열체 제작할 수 있을 것으로 기대된다.

참 고 문 헌

- [1] P. M. Sarro, Sensor technology strategy in silicon, Sensors and Actuators A, 31, 138-143, 1992.
- [2] M. A. Gajda, et. al., Applications of thermal silicon sensors on membranes, Sensors and Actuators A, 49, 1-9, 1995.
- [3] L. Qiu, et. al., A microsensor with integrated heat sink and flow guide for gas flow sensing application, Trans. EUROSENSOR IX, 130-C2, 520-523, 1995.
- [4] V. V. Luchinin, Microtechnology and equipment for manufacturing SiC-based sensors of physical values for extreme operation condition, The 7th Conf. on Sensor Technology, 30-37, 1996.
- [5] U. Dibbern, A substrate for thin film gas sensors in microelectronic technology, Sensors and Actuator B, 2, 63-67, 1990.
- [6] D. Mutschall, et. al., Basic micro module for chemical sensors with on chip heater and buried sensor structure, Trans. EUROSENSORS IX, 57-PA6, 256-257, 1995.
- [7] W. Y. Chung, et. al., Tin oxide microsensor for LPG monitoring, Sensors and Actuators B, 20, 139-143, 1994.
- [8] S. H. Lee, et. al., A thermal properties of micro hot plate and the characteristics of Pt/Cr bilayers due to annealing temperature, Korean Sensors Society, 5, 5, 69-77, 1996.
- [9] G. S. Chung, et. al., The study on formation of platinum thin films for RTD temperature sensor, J. KIEEME, 9, 911-917, 1996.
- [10] R. D. Baxter, et al., Thin Film Resistance Thermometer Device with A Predetermined Temperature Coefficient of Resistance and Its Method of Manufacture, USA patent no. 4375056,

1980.

- [11] G. S. Chung, et. al., The study on characteristics of platinum thin film RTD temperature sensors with annealing conditions, Korean Sensors Society, 6, 2, 81-86, 1997.

著 者 紹 介

정 귀 상

『센서학회지 제1권 제1호』 논문 92-16, p. 131 참조
현재 동서대학교 전자기계공학부 교수.

노 상 수

『센서학회지 제6권 제2호』 논문 97-6-2-01, p. 6 참조
현재 동서대학교 대학원 전자공학과 석사과정.



최 영 규

1956년 8월 26일생. 1983년 중앙대학교 전자공학과 졸업(공학사), 1989년 일본 교토대학 전자공학과 졸업(공학석사), 1992년 일본 교토대학 전자공학과 졸업(공학박사), 1992년 일본 후쿠이대학 전자공학과 강사, 1995년 3월 - 현재 동서대학교 전자기계공학부 교수.



김 진 한

1958년 10월 16일생. 1980년 부산대학교 금속공학과 졸업(공학사), 1982년 동대학교 대학원 졸업(공학석사), 1983년 삼미종합특수강(주) 연구원, 1993년 일본 동북대학교 졸업(공학박사), 1993년 일본 구주공업연구소 연구원, 1995년 12월 - 현재 부산지방 중소기업청 공업연구사.