

논문 15-10-9

## CVD 절연막을 이용한 3C-SiC 기판의 초기직접접합에 관한 연구

### A Study on Pre-bonding of 3C-SiC Wafers using CVD Oxide

정귀상\*, 정연식\*, Shigehiro Nishino\*\*

(Gwi-Yang Chung\*, Yun-Sik Chung\*, and Shigehiro Nishino\*\*)

#### Abstract

SiC direct bonding technology is very attractive for both SiCOI(SiC-on-insulator) electric devices and SiC-MEMS(micro electro mechanical system) fields because of its application possibility in harsh environments. This paper presents pre-bonding techniques with variation of HF pre-treatment conditions for SiC wafer direct bonding using PECVD(plasma enhanced chemical vapor deposition) oxide. The PECVD oxide was characterized by XPS(X-ray photoelectron spectrometer) and AFM(atomic force microscopy). The characteristics of the bonded sample were measured under different bonding conditions of HF concentration and an applied pressure. The bonding strength was evaluated by the tensile strength method. The bonded interface was analyzed by using SEM(scanning electron microscope). Components existed in the interlayer were analyzed by using FT-IR(fourier transform infrared spectroscopy). The bonding strength was varied with HF pre-treatment conditions before the pre-bonding in the range of 5.3 kgf/cm<sup>2</sup> to 15.5 kgf/cm<sup>2</sup>.

**Key Words :** 3C-SiC, Pre-bonding, CVD, SiCOI, MEMS, XPS, AFM, FT-IR, SEM, Bonding strength

#### 1. 서 론

최근 미국, 일본 등의 기술선진국에서는 고내열, 내방사성, 내부식성, 내산화성, 고열전도, 고내전압뿐만 아니라 기계적 특성이 Si 및 GaAs보다도 훨씬 우수한 특성을 갖는 탄화규소(SiC : Silicon Carbide)가 차세대 반도체로 특히, 극한 환경에서도 사용 가능한 최고의 소재로 제안되고 있다[1]. 현재, 300°C를 넘는 온도영역에서는 Si 소재로써의 한계로 인해 SOI(Si-on-insulator) 소자는 주로 저전력 고온소자로 사용되고 있다[2]. 이 때문에 200~300°C 온도범위에서는 SOI와 SiC가 함께 사용될 것이며, 300°C

이상의 고온영역에서는 향후 SiC 소자가 적용될 것으로 예상된다. 또한, 최근 급속히 발전한 Si 마이크로머시닝기술을 기반으로 극한 환경용 SiC-MEMS 분야가 크게 주목받고 있다[3]. 현재, Si 기판 위에 3C-SiC 이종결정성장은 Si와 SiC 박막 경계면에서의 큰 누설전류와 3C-SiC 박막의 높은 결합밀도 때문에 소자의 성능이 크게 떨어진다[4].

본 연구는 절연막 위에 단결정 3C-SiC 박막층을 갖는 극한 환경용 SOI(Si-on-insulator) 구조를 제작하여 3C-SiC와 Si 경계면에서의 높은 결합밀도 문제점 해결과 표면 마이크로머시닝기술에 의한 극한 환경용 MEMS에 응용하기 위한 선행기술인 3C-SiC 기판의 초기직접접합에 관한 것이다. SiC 박막상의 절연막 성장은 SiC의 화학적 결합력이 매우 크기 때문에 어렵고, 그 성장률이 매우 낮다[5]. 본 연구에서 직접접합 매개층으로 사용된 PECVD 절연막은 열산화막에 비해 증착 후 표면 거칠기가 거칠지만, 증착 온도가 낮아 thermal stress가 작고, 짧은 시간에 두꺼운 절연막의 증착이 가능하며 직접접합시 접합강

\* : 동서대학교 정보시스템공학부 메카트로닉스전공  
(부산시 사상구 주례2동 산69-1번지,

Fax: 051-328-2526

E-mail : gschung@dongseo.ac.kr)

\*\* : Dept. of Electro. & Infor. Sci., Kyoto Institute of Technology  
2002년 5월 8일 접수, 2002년 6월 19일 1차 심사완료,  
2002년 8월 5일 최종 심사완료

도가 우수하다[6]. 증착된 PECVD 절연막의 친수성 특성 및 박막내 화학조성은 FT-IR과 XPS, 박막의 표면 거칠기는 AFM, 초기접합 조건에 따른 접합력은 인장시험기, 그리고 접합계면은 SEM으로 각각 분석·평가했으며 또한, 초기접합 메커니즘의 모델링을 제시하였다.

## 2. 실 험

본 연구는 Si(100) 기판 위에 이종성장된 단결정 3C-SiC 박막을 갖는 handling 기판과 Si(100) 기판을 active 기판으로 각각 사용하였다.

그림 1은 SiCOI 구조용 3C-SiC 기판의 직접접합 공정 순서도이다. 먼저, 단일 선구체로 HMDS (hexylmethyldisilane;  $(CH_3)_6 Si_2$ ), pursing 및 운반ガ스로 Ar과 N<sub>2</sub>를 각각 사용하여 APCVD법으로 1350°C에서 3C-SiC박막을 handling 기판 위에 이종결정 성장시켰다[7]. 기본 RCA 세정 후, 성장된 3C-SiC 박막과 절연막의 화학적 결합력을 높이기 위해 1100°C에서 4 시간동안 2000Å의 열산화막을 성장했으며

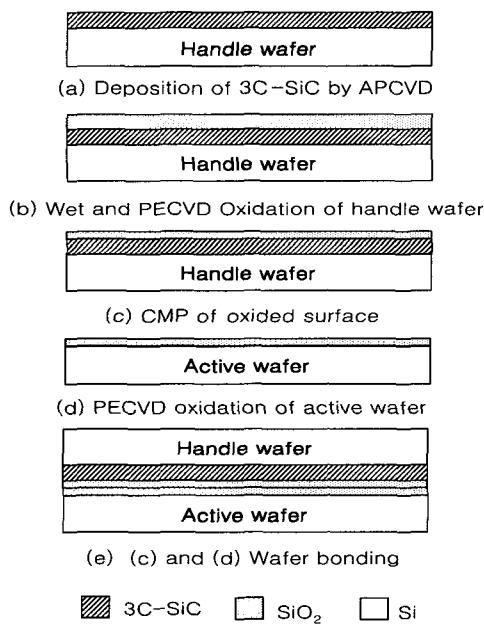


그림 1. SiCOI 구조용 3C-SiC 기판의 직접접합 공정 순서도.

Fig. 1. Process sequence of direct bonding for SiCOI structures.

[8], 300°C에서 45 분간 1 μm의 PECVD 절연막을 각각 증착하였다. 한편, active wafer는 1 μm의 PECVD 절연막을 증착하였다. 초기접합을 위해 각각의 기판을 1000°C 열처리와 CMP(chemical mechanical polishing)공정을 수행하였다[9]. 증착된 절연막 표면의 평탄도를 향상시키기 위해 사용된 CMP 공정은 104 g/cm<sup>3</sup>의 인가압력하에서 table과 head의 속도는 30 rpm 그리고 slurry는 silica(SiO<sub>2</sub>)와 14 wt%의 NH<sub>4</sub>OH (pH 10.8)를 사용해 5분간 polishing 하였다.

그림 2는 초기접합을 위한 기판의 세척공정 순서도이다. CMP공정 후 표면에 존재하는 slurry를 제거하기 위해 초음파 세척 후, HCl과 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>를 혼합한 용액과 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>와 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>를 혼합한 용액에 10분간 순차적으로 세정한 후에 질소 가스로 건조하였다. 그리고 초기접합을 위해 HF와 H<sub>2</sub>O를 각각의 농도(1.0, 1.5, 2.0, 2.5 %)로 희석한 용액에서 1분간 전처리 하였고, 전처리된 시편을 DI water에 세정하였다. 충분한 초기접합 강도를 얻기 위해서 기판접합에 영향을 미치는 이온들이 기판 표면상에 다량으로 존재할 수 있도록 건조되지 않은 상태에서 초기접합을 하였다. 초기접합시 인가하중은 각각 0.1, 0.5, 1.0 kg/cm<sup>2</sup>로 HF의 농도와 초기접합시의 인가하중에 따른 초기접합력의 변화를 비교하였다.

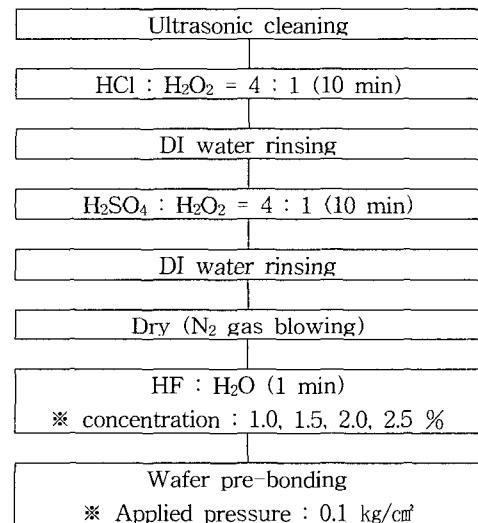


그림 2. SiC 초기접합을 위한 기판 세척 공정순서도.

Fig. 2. Cleaning process of a wafer for SiC pre-bonding.

### 3. 결과 및 고찰

그림 3는 각 공정별 박막 표면 거칠기를 AFM으로 분석한 것이다. 그림 3(a)는 APCVD 법으로 성장된 3C-SiC 박막의 표면 거칠기(RMS roughness)는 65.8 Å이다. 한편, 그림 3(b)와 (c)는 3C-SiC 박막 위에 순차적으로 열산화막과 PECVD 절연막을 각각 형성했을 경우, 표면 거칠기가 89.08 Å과 86.7 Å으로 산화 후 더욱 거친 박막 표면이 나타났다. 외부 인가하중 없는 자발적인 초기접합을 위해서는 박막 표면 거칠기가 5 Å 이하가 되어야한다[6]. 그림 3(d)는 CMP 후의 AFM 이미지로 평균 표면 거칠기가 3.97 Å으로 자발적인 접합이 가능한 매우 평坦한 박막표면을 얻었다.

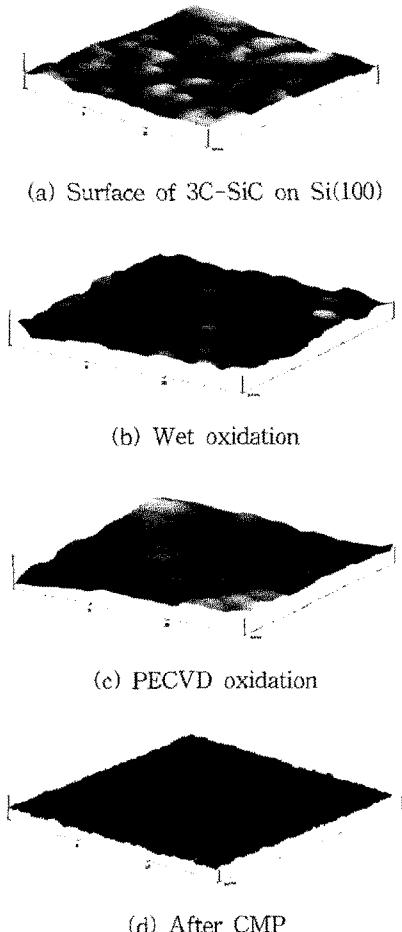


그림 3. 각 공정별 박막 표면의 AFM 이미지.

Fig. 3. AFM images according to each process sequences.

그림 4는 PECVD 공정에 의해 증착된 절연막의 화학조성을 XPS로 분석한 결과이다. 그림 4(a)는 습식산화 후 증착된 PECVD 절연막 표면을 survey

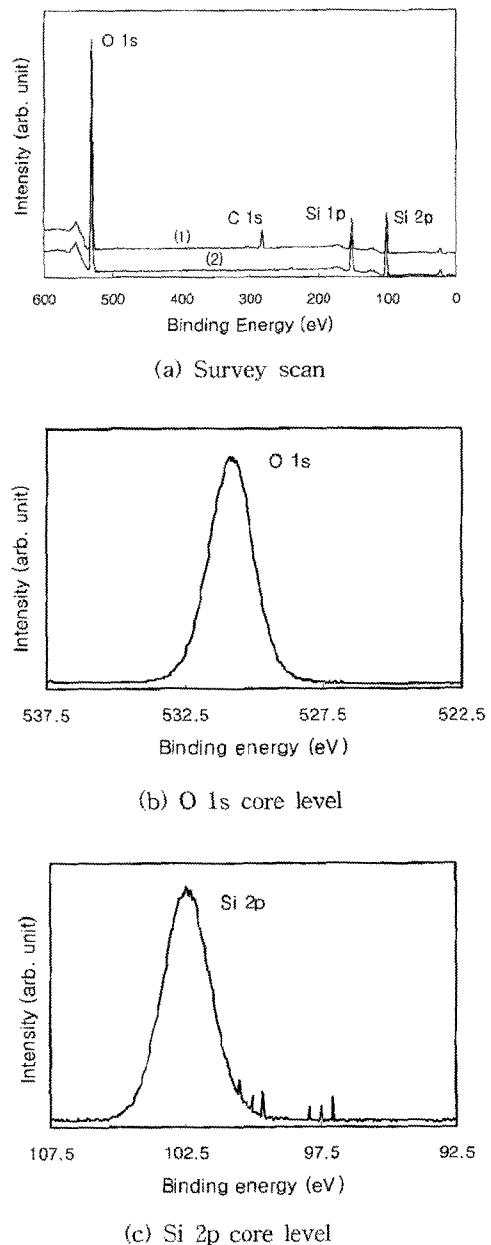


그림 4. PECVD 절연막의 XPS spectra; (a) survey scan, (b) O 1s 그리고 (c) Si 2p.

Fig. 4. XPS spectra of PECVD oxide; (a) survey scan, (b) O 1s and (c) Si 2p.

scan한 것이다. 그래프 (1)에서는 C 피크가 282.5 eV에서 나타났지만, 30초간 아르곤 이온( $\text{Ar}^+$ ) 스터터링으로 절연막을 각은 후에는 그래프 (2)처럼 절연막내 화학조성에서는 C가 나타나지 않는다. 이 C 피크는 측정시 대기의 오염이며, 절연막내 화학조성은 Si과 O가 주성분인  $\text{SiO}_2$ 가 나타났다. 그림 4(b)와 (c)는 O 1s와 Si 2p 피크를 narrow scan한 것으로 O 1s 피크의 결합에너지인 530.8 eV, Si 2p 피크의 결합에너지인 102.5 eV로 각각 나타났다. 이는 다른 연구결과들과 일치하였다[10,11].

그림 5는 HF 전처리 용액의 농도에 따른 PECVD 절연막 평탄도의 변화를 각각 나타낸 것이다. 표면의 거칠기는 전처리를 행하므로 대체적으로 거칠어지며, 특히 직접접합의 경우, 접합력은 기판 표면의 거칠기에 크게 의존한다. HF 농도가 증가함에 따라 접합력이 증가하나 2.5 %의 HF 농도에서 초기접합력이 다소 감소하는 것은 박막표면의 거칠기가 많이 거칠어졌기 때문으로 사료된다.

그림 6은 HF 전처리 용액의 농도(1.0, 1.5, 2.0, 2.5 %)에 따른 PECVD 절연막의 FT-IR spectra를 나타낸 것이다.  $1090\text{cm}^{-1}$  주변에서 투과되는 파장영역은 siloxane(Si-O-Si) 결합구조의 stretching,  $820\text{cm}^{-1}$  주변의 파장영역은 bending,  $450\text{cm}^{-1}$ 의 파장영역에서는 rocking이 나타났다[12].  $1600\sim1800\text{cm}^{-1}$ 의 영역은 공기중의 수증기에 의한 투과를 나타낸다.  $3200\sim3500\text{cm}^{-1}$ 사이의 영역은 접합면에서의  $\text{H}_2\text{O}$ 분자에 의한 투과이다.  $3550\text{cm}^{-1}$ 에서의 피크는 서로 수소결합(hydrogen-bonded)된 두 개의 인접한 OH-group상 때문이다.  $3650\text{cm}^{-1}$ 에서의 피크는 복합적으로

로 수소결합된 여러 개의 인접한 OH-group상 때문이다. 그리고  $3750\text{cm}^{-1}$ 에서는 단일 OH-group 때문에 나타나는 결과이다[13]. 이상과 같이 나타난 결과에서 초기접합력에 크게 영향을 미치는 OH-group이나 OH-group사이의 수소결합이 존재함을 확인할 수 있다.

그림 7는 고정된 인가하중( $0.1\text{kg/cm}^2$ )하에서 HF 농도(1.0, 1.5, 2.0, 2.5 %)에 따른 초기접합된 접합기판들의 접합강도를 나타낸 것이다. HF 농도에 따른 초기 접합강도는 HF 농도가 증가할수록 최소 5.3  $\text{kgf/cm}^2$ 에서 최대 약  $15.5\text{kgf/cm}^2$ 까지 증가했다. 특히 HF 농도가 2.0 %에서 최대의 초기접합 강도를 갖는 것으로 나타났고, 그 이상의 농도에서는 접합강도가 다소 감소하는 결과가 나타났다[14].

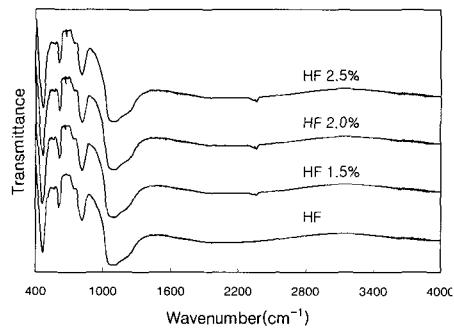


그림 6. HF 농도에 따른 PECVD 산화막의 FT-IR transmittance spectra.

Fig. 6. FT-IR transmittance spectra of PECVD oxide with variation of HF concentration.

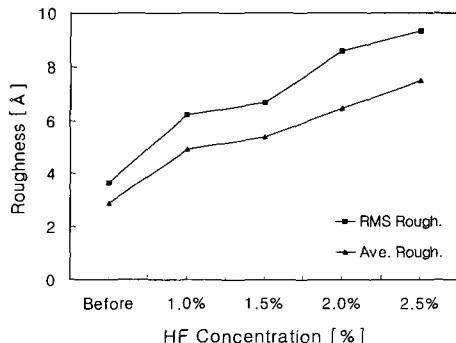


그림 5. HF 농도에 따른 PECVD 산화막의 표면 거칠기.

Fig. 5. Surface roughness of PECVD oxide with variation of HF concentration.

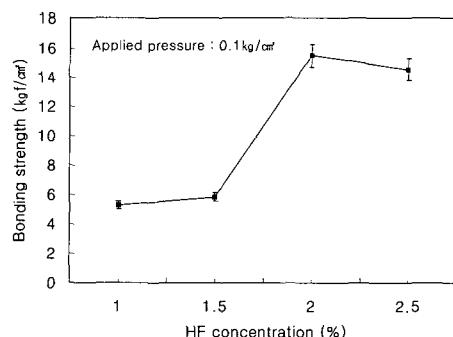


그림 7. HF 전처리 농도에 따른 초기접합력.

Fig. 7. Pre-bonding strength due to HF concentration.

그림 8은 초기접합강도가 가장 크게 나타난 희석된 HF(2.0 %)용액에서 인가하중(0.1, 0.5, 1.0 kg/cm<sup>2</sup>)의 변화에 따른 초기접합 강도의 변화를 나타낸 것이다. 초기접합강도는 인가하중의 증가에 따라 조금씩 증가하는데, 이것을 그림 7의 HF 농도 변화에 따른 접합강도의 변화와 비교해 볼 때, 접합강도는 초기접합시의 인가하중의 무게보다는 HF 농도 변화에 크게 의존함을 알 수 있다.

그림 9는 HF 전처리후 DI water 세정과정에 의한 직접접합의 초기접합 모델링을 나타낸 것이다. 각각의 기판 표면에 존재하는 OH-group들이 초기접합을 행함으로서 hydrogen bridges가 형성된다. 이 때 서로 연결된 두 개의 bridge 때문에 OH-group들은 실온에서도 물(H<sub>2</sub>O)분자를 생성하며, 이전의 상

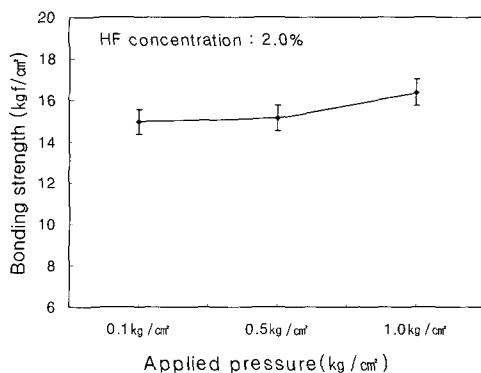


그림 8. 인가하중에 따른 초기접합력.

Fig. 8. Pre-bonding strength with variation of applied pressure.

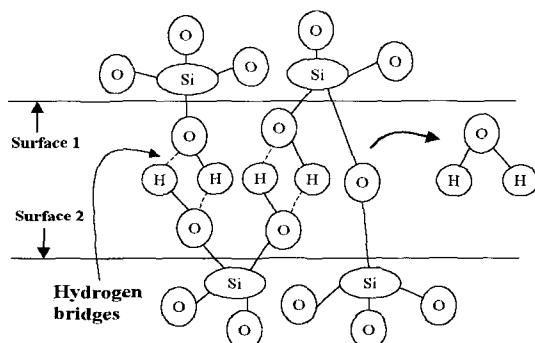


그림 9. HF 전처리와 DI water 세정을 병행한 직접 초기접합을 위한 모델링.

Fig. 9. Modeling for direct bonding by combination of HF pre-treatment with DI water rinse.

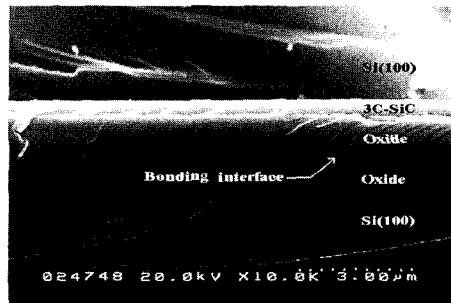


그림 10. 열처리후 접합경계면의 SEM image.

Fig. 10. SEM image of bonding interface after annealing.

호(수소)결합 (Si:OH-OH:Si)은 siloxane(Si-O-Si)결합을 형성한다. 초기접합시 얻어지는 강한 접합력은 실온에서 형성된 다수의 물(H<sub>2</sub>O) 분자로 인한 Si-O-Si 결합구조의 형성 때문이라 사료되며[15], HF 전처리와 DI water 세정을 병행한 후 초기접합력은 기존에 알려져 있던 6~8 kgf/cm<sup>2</sup>의 접합력[16]과 비교할 때 높은 접합강도를 얻을 수 있었다.

그림 10은 초기접합강도가 가장 크게 나타난 HF 전처리 용액의 농도 2.0 %와 초기접합시 인가하중 0.1 kg/cm<sup>2</sup>에서 초기접합 후, 1100°C에서 60분간 N<sub>2</sub> 분위기에서 열처리를 수행한 기판의 접합경계면 부분을 나타낸 SEM 사진으로 PECVD 절연막 경계면이 열처리를 행하므로 화학적 반응에 의해 접합경계가 존재하지 않는 단일 절연막이 형성됨을 확인할 수 있다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 Si(100) 기판 위에 이종 성장된 3C-SiC 박막 위에 접합 매개층으로 PECVD 절연막을 중착시킨 handling 기판과 Si(100) 기판 위에 PECVD 절연막을 중착시킨 active 기판의 초기직접 접합을 수행하였다.

- HF 농도(1.0, 1.5, 2.0, 2.5 %)에 따른 초기접합강도(최소 5.3 kgf/cm<sup>2</sup>에서 최고 15.5 kgf/cm<sup>2</sup>)는 HF 농도가 높을수록 크게 나타났으며, 인가하중(0.1, 0.5, 1.0 kg/cm<sup>2</sup>)에 따른 접합강도의 변화는 작은 하중사이에서는 큰 변화가 없는 것으로 나타났다.
- HF 전처리와 DI water에 세정을 병행한 상태에

서 건조하지 않고 초기접합을 수행한 결과 상온에서도 충분한 접합력을 나타냈으며 이는 상온에서의 초기접합시 발생하는 다수의 물( $H_2O$ ) 분자에 의한 Si-O-Si(siloxane)결합 때문이라 사료된다.

3. 초기접합 후,  $N_2$  분위기에서 열처리( $1100^\circ C$ , 60 min)를 수행한 결과 접합면의 접합강도가 벌크와 거의 동등한 것으로 나타났다.

이상에서 기술한 결론으로부터 단결정 3C-SiC 박막 성장기술과 직접접합기술을 이용한 극한환경 MEMS용 SiCOI 구조로서 유용하게 적용될 것으로 기대된다.

### 감사의 글

본 논문은 과학기술부의 2001년도 지역기술개발 연구사업 지원에 의해 연구되었으며, 이에 감사 드립니다.

### 참고 문헌

- [1] Y. T. Yang, K. L. Ekinci, X. M. H. Huang, L. M. Schiavone, and M. L. Roukes, "Monocrystalline silicon carbide nanoelectro mechanical systems", *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 78, No. 2, p. 165, 2001.
- [2] G. S. Chung and K. D. Kang, "The fabrication of a SDB SOI substrate by electrochemical etch-stop", *J. of KIEEME(in Korea)*, Vol. 13, p. 431, 2000.
- [3] M. Mehregany and C. A. Zorman, "SiC MEMS: opportunities and challenges for applications in harsh environments", *Thin-Solid Films*, Vol. 355, p. 518, 1999.
- [4] F. Wischmeyer, W. Wondark, D. Leidich, and E. Niemann, "CVD growth of 3C-SiC on SOI(100) substrates with optimized interface structure", *Mater. Sci. Eng.*, Vol. B61, p. 563, 1999.
- [5] G. Lucovsky, H. Niimi, A. Golz, and H. Kurz, "Differences between silicon oxycarbide regions at SiC-SiO<sub>2</sub> prepared by plasma-assisted oxidation and thermal oxidations", *Appl. Surf. Sci.*, Vol. 123, p. 435, 1998.
- [6] M. Wiegand, M. Reiche, U. Gosele, K. Gutjahr, D. Stolze, R. Longwitz, and E. Hiller, "Wafer bonding of silicon wafer covered with various surface layers", *Sensors & Actuators*, Vol. 86, p. 91, 2000.
- [7] K. I. Na, Y. S. Chung, J. G. Ryu, and G. S. Chung, "Characterization of 3C-SiC grown on Si(100) wafer", *Proc. 2001 Autumn Conf. KIEEME*, Vol. 14, No 1, p. 533, 2001.
- [8] C. I. Harris and V. V. Afanas'ev, "SiO<sub>2</sub> as an insulator for SiC devices", *Microelectronic Eng.*, Vol. 36, p. 167, 1997.
- [9] H. S. Lee, S. H. Lim, M. K. Kim, and B. S. Han, "Surface characteristic of silicon-oxide film by CMP polishing", *J. of KIEEME(in Korean)*, Vol. 12, No. 7, p. 481, 1999.
- [10] M. Sreemany, T. B. Ghosh, B. C. Pai, and M. Chakraborty, "Xps studies on the oxidation behavior of SiC particles", *Mater. Res. Bull.*, Vol. 33, No. 2, p. 189, 1998.
- [11] R. J. Iwanowski, K. Fronc, W. Paszkowicz, and M. Heinonen, "XPS and XRD study of crystalline 3C-SiC grown by sublimation", *J. Alloys & Compounds*, Vol. 286, p. 143, 1999.
- [12] M. T. Kim, "Deposition kinetics of silicon dioxide from tetraethylorthosilicate by PE-CVD", *Thin-Solid Films*, p. 60, 2000.
- [13] H. Nakanishi, T. Nishimoto, R. Nakamura, S. Shoji, and A. Yotsumoto, "Studies on SiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> bonding with hydrofluoric acid : room temperature and low stress bonding technique for MEMS", *Proc. of 10th IEEE MEMS Workshop*, p. 609, 1998.
- [14] A. Berthold, B. Jackoby, and M. J. Vellekoop, "Wafer-to-wafer fusion bonding of oxidized silicon to silicon at low temperatures", *Sensors & Actuators*, Vol. A68, p. 410, 1998.
- [15] G. Krauter, A. Schumacher, and U. Gosele, "Low temperature silicon direct bonding for application in micromechanics : bonding energies for different combinations of oxides", *Sensors & Actuators*, Vol. A70, p. 271, 1998.
- [16] R. Stengl, T. Tan, and U. Gosele, "A model for the silicon wafer bonding process", *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol. 28, No. 10, p. 1735, 1989.