

## DC Magnetron Sputter로 제조된 Pt 박막의 특성

나동명 · 김영복 · 박진성<sup>†</sup>

### The characteristics of Pt thin films prepared by DC magnetron sputter

Dong-Myong Na, Young-Bok Kim, and Jin-Seong Park<sup>†</sup>

#### Abstract

Thin films of platinum were deposited on a  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ONO}(\text{SiO}_2\text{-Si}_3\text{N}_4\text{-SiO}_2)/\text{Si}$ -substrate with an 2-inch Pt(99.99 %) target at room temperature for 20, 30 and 60 min by DC magnetron sputtering, respectively X-ray diffract meter (XRD) was used to analyze the crystallinity of the thin films and field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) was employed for the investigation on crystal growth. The densification and the grain growth of the sputtered films have a considerable effect on sputtering time and annealing temperatures. The resistance of the Pt thin films was decreased with increasing deposition time and sintering temperature. Pt micro heater thin film deposited for 60 min by DC magnetron sputtering on an  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ONO-Si}$  substrate and annealed at 600 °C for 1 h in air is found to be a most suitable micro heater with a generation capacity of 350 °C temperature and 645 mW power at 5.0 V input voltage. Adherence of Pt thin film and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  substrate was also found excellent. This characteristic is in good agreement with the uniform densification and good crystallinity of the Pt film. Efforts are on progress to find the parameters further reduce the power consumption and the results will be presented as soon as possible.

**Key Words** : Pt thin film, DC magnetron sputter, resistance, thermal characteristic

## 1. 서 론

Si 마이크로머시닝(micromachining)은 마이크로 열 센서(thermal microsensors)나 가스센서의 발달에 영향을 주고 있다<sup>[1-3]</sup>. 현재까지 poly Si<sup>[4]</sup>, SiC<sup>[5]</sup>, NiFe Alloy<sup>[6]</sup>, NiCr<sup>[7]</sup>, Pt/Ti<sup>[8]</sup> 등의 박막과 Si 미세가공기술을 이용한 미세 발열체에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 특히 센서의 작동온도가 센서의 감도, 선택성, 응답시간을 최적화 시키는데 중요한 요소로 작용한다. 따라서 박막 공정으로 제조된 미세발열체는 낮은 소비 전력, 정확한 온도 제어 그리고 온도에 따른 저항 변화의 선형성이 우수 해야 한다. 그러나 Si 기판 위에 Pt 박막을 이용한 미세발열체 제작에 있어서 Pt박막과 Si 기판과의 부착특성이 나쁘기 때문에 이를 해결하기 위해 여러 buffer layer에 관한 연구가 활발하게 진행되고 있다. buffer layer를 금속으로 사용할 경우 열처리 공

정이나, 미세 발열체로 사용시 Pt박막과 반응이 일어나 고유의 Pt박막의 특성을 저하시킨다<sup>[9]</sup>. 그래서 금속 물질 보다 유전체 물질이 더욱 안정하다.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 는 비교적 높은 유전율, 높은 열 전달 특성을 가지고 있다<sup>[10]</sup>. 그리고 미세발열체를 제조 할 때 patterning방법은 대부분 리소그래피를 이용한 lift off공정으로 하였다.

따라서 본 연구에서는 리소그래피 공정이 아닌 metal mask를 이용하여 단순화된 공정을 이용하였으며, 제조 후 Pt박막의 손상(damage)을 예방하고, buffer layer로 우수한 특성을 가지는  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 박막을 Al금속박막 제조 후 산화공정이 아닌 초기에  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 를 박막을 제조 하여 사용하여, buffer layer을 금속이 아닌  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 박막과 기판의 부착력을 알아 보았으며, Pt박막을 DC magnetron sputtering법을 이용하여 증착시간과 열처리 온도 변화에 따른 저항변화 및 발열량을 측정하였다.

## 2. 실험 방법

Pt 박막의 부착력(adhesion)을 증가시키기 위해  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 를 RF magnetron sputtering법으로  $\text{ONO}(\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4/$

조선대학교 첨단소재공학과 (Department of Materials science and Engineering, Chosun University)

<sup>†</sup>Corresponding author: jsepark@chosun.ac.kr  
(Received : June 26, 2007, Accepted : February 23, 2007)

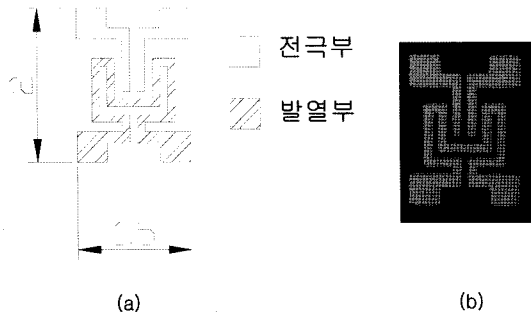


그림 1. 센서의 전극 형태  
Fig. 1. Electrode pattern of the sensor.

SiO<sub>2</sub>-Si 기판에 60 nm를 증착 하고, 900 °C에서 1시간 공기 중에서 열처리하여 buffer layer를 제조하였다.

Pt 박막은 DC magnetron sputter를 사용하여 20, 30, 60분 동안 Ar유량을 50 sccm씩 흘리면서 제조된 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ONO-Si 기판에 Fig. 1의 (a)과 같은 형태로 제조된 metal mask을 올려 놓고 증착 하여, Fig. 1의 (b)의 형태의 미세발열체를 제조 하였다.

이때 사용된 metal mask의 선폭과 선간격은 100 um으로 하였으며, 사용된 타겟은 99.99 % 순도로 Pt 금속을 사용하였고, 기체의 순도는 99.999 %였다. 기판 삽

입 전의 스퍼터 챔버 압력은  $8.0 \times 10^{-6}$  torr을 유지시켰고, 기판 삽입 전에 10분간 Pre sputter하였다. 증착시 압력은 7.5 mtorr, DC power는 50 W였다. 증착은 상온에서 실시하였고, 증착하는 동안 기판은 약 10 rpm으로 회전시켜 막의 균질성을 갖도록 하였으며, 증착막은 500 °C, 600 °C와 700 °C에서 각각 1시간씩 공기 중에서 열처리 하였다.

박막의 결정성 및 결정구조를 분석하기 위해서 X선 회절분석기(Rigaku D-Max IIIA, CuK=1.5405 Å)를 사용하였고, 표면 관찰을 위해서는 주사전자현미경(FE-SEM. Hitachi S-4700)을 이용하였다. AFM(XE-100)을 이용하여 제조된 박막의 표면 거칠기를 분석하였다. Pt 박막은 4-probe station을 사용하여 저항을 측정하였으며, 미세 히터의 발열 특성은 열전대(thermo-couple, K-type)를 이용하여 측정 하였다.

### 3. 결 과

#### 3.1. X선 회절분석

증착 시간과 열처리 온도변화에 따른 X선 회절 분석결과를 Fig. 2에 나타내었다. 열처리전과 후 모두 Pt 피크가 나타났으며, 증착 시간과 열처리 온도 변화에

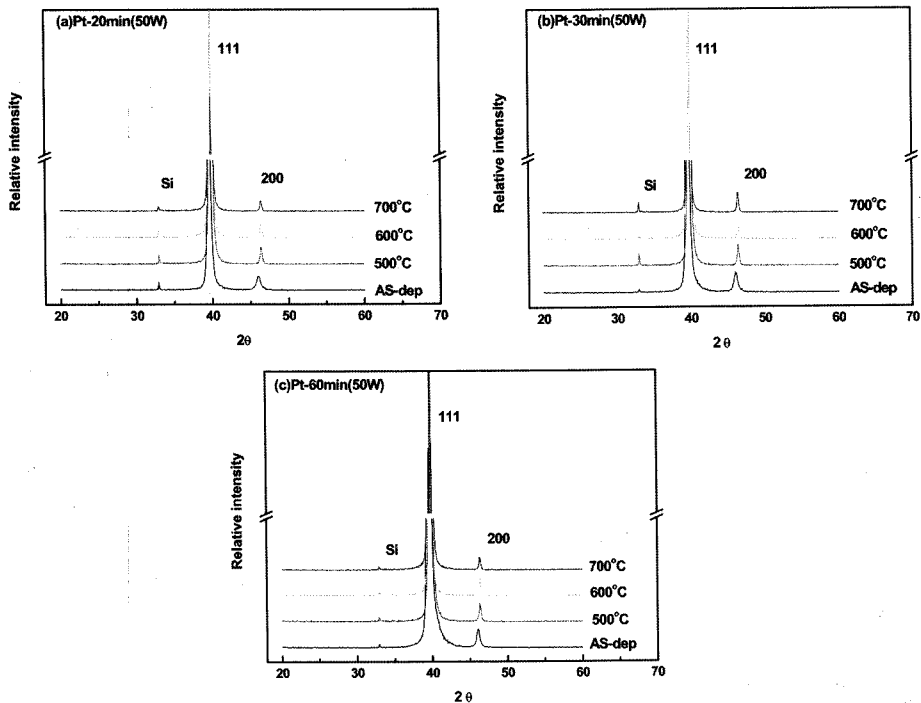


그림 2. 증착시간에 따른 X선 회절도: (a) 20분, (b) 30분 그리고 (c) 60분  
Fig. 2. XRD patterns of Pt thin film: (a) 20 min, (b) 30 min and (c) 60 min sputtering time.

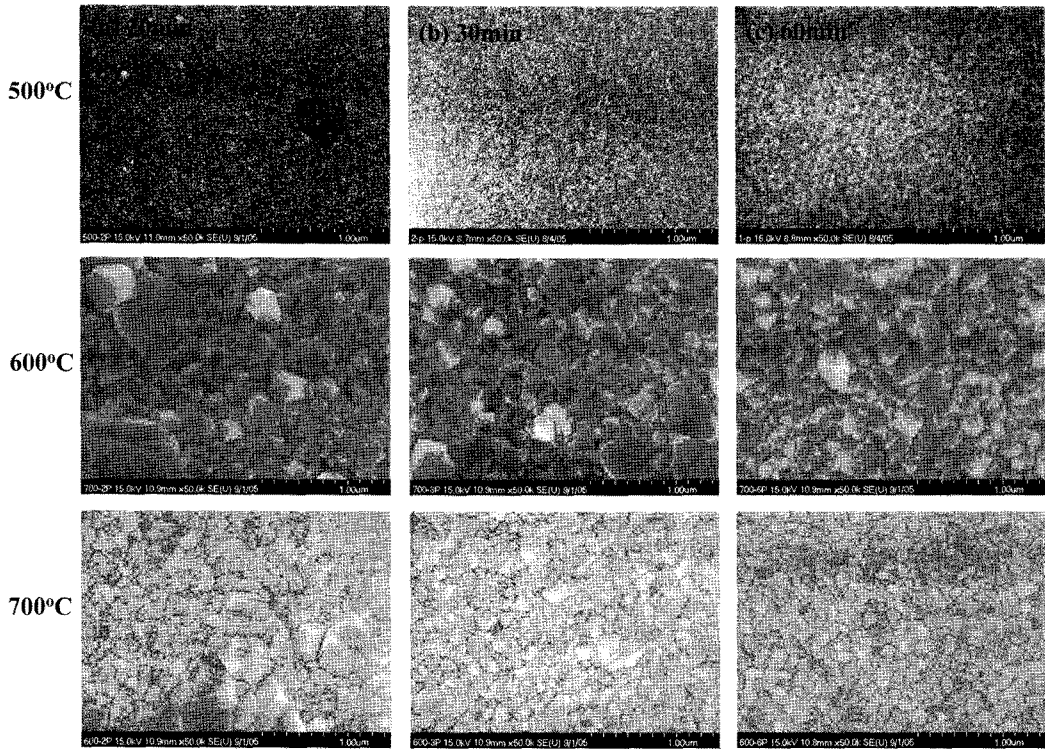


그림 3. 열처리 온도와 증착시간에 따른 전자현미경 표면사진  
Fig. 3. FE-SEM surface images as a function of annealing deposition time.

관계없이 동일한 Pt 피크가 관찰되었다.

Pt박막은 초기 증착 상태부터 안정하다는 것을 알 수 있으며, 열처리 온도 증가나 증착 시간 변화에 따른 상 변화와 방향성의 변화는 나타나지 않았다. 따라서 Pt 박막은 열처리 온도와 증착 시간 변화에 관계없이 고유한 특성을 가짐을 알 수 있다.

### 3.2. 미세구조 관찰

증착 시간과 열처리 온도 변화에 따른 FE-SEM surface images를 Fig. 3에 나타내었다. 500 °C로 열처리한 Pt 박막은 완전한 결정성장이 일어나지 않았으며, 증착 시간 증가에 따른 변화도 크게 나타나지 않았다. 600 °C에서 열처리한 경우 20분 증착한 Pt 박막은 비정상 입자성장이 일어났으며, 증착 시간이 증가함에 따라 결정의 크기가 작아지며, 균일한 입자 성장이 일어났다.

따라서 Pt박막은 600 °C부터 결정이 성장함을 알 수 있다. 700 °C에서 열처리한 Pt 박막의 경우 600 °C 열처리한 것과 비슷한 결정성장을 보였으나, 더 작고 균일한 입자로 성장하였으며, 치밀화되었다. 따라서 Pt 박막은 열처리 온도와 증착 시간의 증가에 따라 결정

이 성장하며, 치밀화 되는 것을 알 수 있다. 또한 Pt 박막과 buffer layer로 사용된  $Al_2O_3$  박막은 Pt박막의 특성에 아무런 영향을 주지 않았으며, Tape test 결과 Pt박막과의 부착력을 개선시켰다. 증착 시간과 열처리온도 변화 따른 AFM표면 거칠기(RMS)를 Fig. 4에 나타내었다. 주사면적은  $9 \mu m^2$ 이었고, 600 °C에서 열처리한 Pt 박막경우 증착 시간에 따라 60 Å, 27 Å, 51 Å로 변화 하였다. RMS의 값이 감소하다 다시 증가하는 이유는 열처리 온도와 박막의 두께간 최적화 조건에 있음을 의미한다.

700 °C에서 열처리한 것은 77 Å, 67 Å, 44 Å로 나타났다. 증착 시간이 증가함에 따라 RMS값이 감소였다. 그러나 30분 동안 증착하여 600 °C에서 열처리한 Pt 박막보다 높은 값을 나타내었다. 이것은 600 °C에서 1 시간 열처리했을 때 30분 동안 증착한 Pt박막이 치밀화가 잘되어 나타난 결과로 생각된다.

### 3.3. 전기적 성질

증착 시간과 열처리 온도 변화에 따른 저항 변화를 Fig. 5에 나타내었다. 저항 측정은 4-probe station을 이

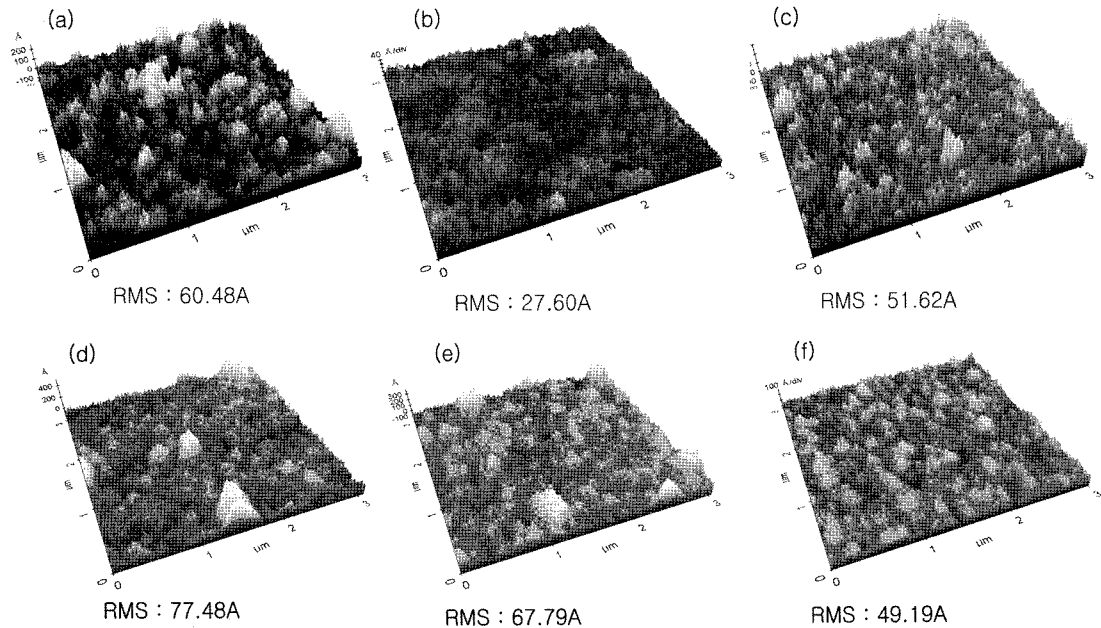


그림 4. 열처리 온도와 증착시간에 따른 원자현미경사진과 거칠기: (a), (b), (c)는 600 °C 열처리한 박막 그리고 (d), (e), (f)는 700 °C 열처리한 박막

Fig. 4. AFM images and roughness with varying Pt deposition time and annealing temperature: (a) 20 min, (b) 30 min, (c) 60 min annealed at 600 °C and (d), (e), (f) annealed at 700 °C.

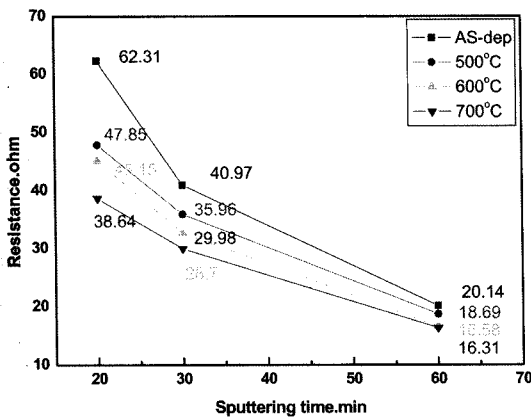


그림 5. 증착시간에 따른 백금 박막의 저항  
Fig. 5. Resistance of Pt thin film micro-heater as a function of sputtering time.

용 상온에서 실시 하였다. 증착 시간과 열처리 온도가 증가함에 따라 저항이 감소 하였으며, 이것은 Pt박막 두께의 증가와 열처리 공정을 통한 치밀화로 보여진다. 그리고 60분 증착한 Pt 박막은 열처리 온도가 700 °C로 증가하여도 그 변화량은 미세하였다. 이것은 Pt가 일정 두께 이상 증착 되면 열처리 온도증가로 인한 변

화가 미세하여 나타난 결과로 사료된다.

열전대(thermo couple)를 이용하여 측정한 발열량 변화를 Fig. 6에 나타내었다. 500 °C와 600 °C에서 열처리한 Pt박막의 경우는 인가 전압에 따른 발열량이 선형적으로 증가 하였으나 60분 증착하여 700 °C에서 열처리 한 Pt박막의 경우는 비 선형적으로 나타났다. 인가 전압 5 V를 기준으로 했을 때 60분 증착하여 600 °C에서 열처리한 Pt 박막은 350 °C정도로 일반적인 반도체식 가스 센서의 작동온도와 유사하였다.

그 특성이 6개월 이상 변화 없이 지속됨을 알 수 있었다. 그리고 600 °C에 열처리한 Pt 박막의 소비 전력 변화를 Fig. 7에 나타내었다. 인가 전압에 대한 소비 전력은 선형적으로 증가 하였으며, 5 V를 기준으로 했을 경우 20분, 30분, 60분 증착한 것은 각각 380 mW, 500 mW, 650 mW로 나타났다.

증착 시간에 따른 TCR 변화를 Fig. 8에 나타내었다. Pt의 벌크의 온도저항계수는 3927 ppm/°C이다. 온도에 따른 저항변화율은 항온 항습조에 50 °C~400 °C까지의 온도 범위에서 측정 하였다. 20분, 30분, 60분 동안 증착 하여 각각 600 °C에서 열처리한 Pt 박막의 온도저항계수는 3150 ppm/°C, 3717 ppm/°C, 2333 ppm/°C을 나타내었다. 30분 증착한 Pt박막이 가장 우수한 특성을

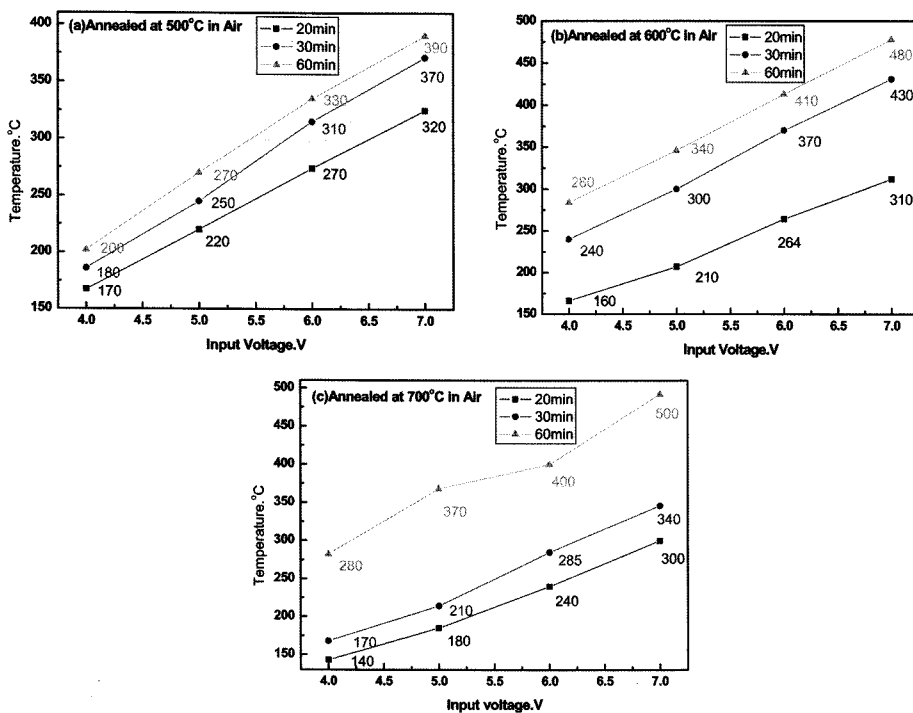


그림 6. 인가 전압에 따른 백금 박막의 발열 특성: (a), (b), (c)는 각각 500 °C, 600 °C, 700 °C 열처리한 박막  
 Fig. 6. Thermal characteristics of Pt thin film micro-heater as a function of input voltage. Annealed at (a) 500 °C, (b) 600 °C and (c) 700 °C.

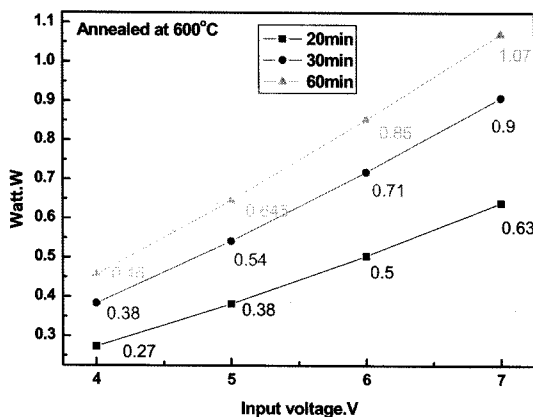


그림 7. 인가전압에 따른 백금박막의 소비전력  
 Fig. 7. The power consumption of Pt thin film micro-heater as a function of input voltage.

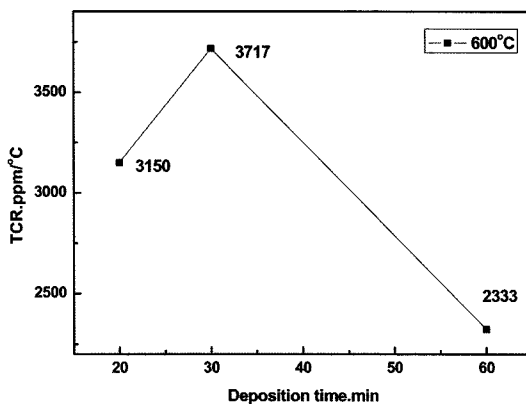


그림 8. 증착시간에 따른 백금 박막의 온도저항계수  
 Fig. 8. TCR of Pt thin film micro-heater as a function of deposition time.

나타냈으며, 증착 시간이 60분으로 증가 했을 경우 다시 감소 하였다. 이것은 AFM표면 거칠기가 27 Å에서 51 Å로 증가한 것으로 알 수 있듯이 600 °C에서 열처리 했을 때 증착 시간 증가로 인한 Pt박막의 결정이 성장하는 과정으로 나타난 결과로 생각된다.

#### 4. 결 론

RF magnetron sputter을 이용하여 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>박막을 ONO-Si기판 위에 증착 하여 buffer layer를 형성 시키고 DC magnetron sputter를 이용하여 증착 시간을 변화 시키

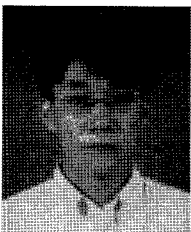
면서 Pt박막을 제조 하였다.  $Al_2O_3$ 박막은 Pt박막과 반응 없이 Pt박막과의 부착력을 개선시켰다. Pt박막의 600 °C에서부터 결정화 되었으며, 증착시간과 열처리 온도가 증가하면서 결정이 미세하게 성장하였고, 치밀화되었다. 증착시간과 열처리 온도 변화에 따른 발열량 특성은 센서용 heater로의 사용 가능성이 있으며, 패턴을 Planar 타입으로 설계하여 Pt 손실을 방지 하였으며, heater와 electrode를 따로 증착하지 않아 공정을 단조롭게 하였다. Heater와 electrode를 박막화 함으로써, 양산성을 개선 하였고, 소자크기를 축소하여 소비전력을 낮출 수가 있었다.

## 감사의 글

이 논문은 2006년 정부(교육인적자원부)의 재원으로 한국학술진흥재단의 지원을 받아 수행된 연구임(KRF-2006-005-J00901).

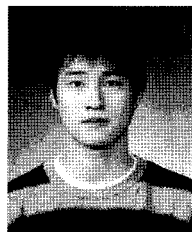
## 참고 문헌

- [1] A. Glaniger, A. Jachimowicz, F. Kohl, R., Chabivcovsky, and G. Urban, "Wide range semiconductor flow sensors?", *Sensors & Actuators A*, vol. A85, pp. 139-146, 2000.
- [2] G. Bedö, H. Fannasch, and R. Müller, "A silicon flow sensor for gases and liquids using AC measurements?", *Sensors & Actuators*, vol. A85, pp. 124-132, 2000.
- [3] S. Astie, A. M. Gué, E. Scheid, and J. P. Guillemet, "Design of a low power  $SnO_2$  gas sensor integrated on silicon oxynitride membrane", *Sensors & Actuators B*, vol. 67, pp. 84-88, 2000.
- [4] M. A. Gajda and H. Ahmed, "Applications of thermal silicon sensors on membranes", *Sensors & Actuators A*, vol. 49, pp. 1-9, 1995.
- [5] Li Qiu, Obermeier E., and Schubert, "A microsensor with integrated heat sink and flow guide for gas sensing application", *Trans. Eurosensor. IX*, vol. 130-C2, pp. 520-523, 1995.
- [6] U. Dibbern, "A substrate for thin-film gas sensors in microelectronic technology", *Sensors & Actuator B*, vol. 2 pp. 63-70, 1990.
- [7] Mutschall, D. Scheibe and C. Obermeier, E., "Basic micro module for chemical with on chip heater and buried sensor structure", *Trans. Eurosensor. IX*, vol. 57-PA6, pp. 139-143, 1994.
- [8] W.-Y. Chung, C.-H. Shim, D.-D. Lee, and S.-D. Choi, "Tin oxide microsensor for LPG monitoring", *Sensor & Actuators B*, vol. 20, pp. 139-143, 1994.
- [9] 정귀상, 노상수, 최영규, 김진한, "알루미늄산화막을 매개층으로 이용한 백금 미세 발열체의 특성", *센서학회지*, 제6권, 제5호, pp. 400-406, 1997.
- [10] 공대영, 은덕수, 배영호, 이종현, "직접 접합에 의한  $Al_2O_3$  SOI 구조 제작", *센서학회지*, 제14권, 제3호, pp. 206-210, 2005.



나 동 명

- 1979년 3월 19일생
- 2005년 조선대학교 신소재공학과 졸업 (공학사)
- 2005년~현재 조선대학교 첨단소재공학과 석사과정
- 주관심분야 : 센서재료, 전자세라믹스, 반도체 재료



김 영 복

- 1981년 11월 26일
- 2007년 조선대학교 신소재공학과 졸업 (공학사)
- 2007년~현재 조선대학교 첨단소재공학과 석사과정
- 주관심분야 : 전자세라믹스, 센서재료



박 진 성 (Jinseong Park)

- 1962년 3월 2일생
- 1990년 2월 KAIST 재료공학과 박사
- 1990년~1993년 3월 삼성전자 반도체연구부 구조 선임연구원
- 1998년 1월~12월 미국 CISM(Center for Industrial Sensor and Measurement) 객원연구원
- 1993년~현재 조선대학교 신소재공학과 교수
- 주관심분야 : 센서기술&재료, 전자세라믹스, 반도체재료