

APCVD로 *in-situ* 도핑된 다결정 3C-SiC 박막의 기계적 특성

Mechanical Properties of *in-situ* Doped Polycrystalline 3C-SiC Thin Films by APCVD

김강산¹, 정귀상^{1,a}

(Kang-San Kim¹ and Gwi-Sang Chung^{1,a})

Abstract

This paper describes the mechanical properties of poly (Polycrystalline) 3C-SiC thin films with N₂ *in-situ* doping. In this work, the poly 3C-SiC film was deposited by APCVD (Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition) method using single-precursor HMDS (Hexamethyldisilane: Si₂(CH₃)₆) at 1200 °C. The mechanical properties of doped poly 3C-SiC thin films were measured by nano-indentation according to the various N₂ flow rate. In the case of 0 sccm N₂ flow rate, Young's Modulus and hardness were obtained as 285 GPa and 35 GPa, respectively. Young's Modulus and hardness were decreased according to increase of N₂ flow rate. The crystallinity and surface roughness was also measured by XRD (X-Ray Diffraction) and AFM (Atomic Force Microscopy), respectively.

Key Words : Poly 3C-SiC, In-situ doping, Mechanical properties, Nano-indentation

1. 서론

SiC는 Si에 비해 밴드갭이 2~3배이상 높고 열전도도가 3배가량 뛰어나 높은 한계 온도를 가지며 높은 화학적 안정성과 내부식성, 내산화성으로 인해 극한 환경용 M/NEMS (Micro/Nano Electro Mechanical System)에 응용하기 위한 연구가 활발하게 진행되고 있다[1]. 특히, 3C-SiC는 벌크 형태로 성장되는 4H-, 6H-SiC와 달리 Si 기판위에 박막 형태로 이종결정성장이 가능하기 때문에 M/NEMS 공정이 가능하며 미세구조물 형성이 쉽고 특히, SiO₂ 혹은 AlN 등의 다양한 기판위에 성장이 가능하여 그 응용분야가 매우 넓다[2]. 또한, 우수한 기계적 특성과 생체 적합성으로 인해 최근 차세대 RF와 바이오용 M/NEMS로써 크게 주목을 받고 있으며, *in-situ* 도핑에 의한 전기적 특성의 제어가 쉽기 때문에 관련 연구가 진행중이다[3].

그러나 SiC 박막을 M/NEMS에 응용하기 위해서는 유전상수, 비저항, 주파수특성, 전하이동도, TCR (Temperature Coefficient of Resistivity) 등과 같은 재료의 전기적, 열적 특성뿐만 아니라 경도, 탄성계수, 강도, 인성, 피로특성, 잔류응력 등과 같은 기계적 특성이 함께 분석되어야 한다. 특히, M/NEMS의 경우, 반복된 동작을 오랜 기간 동안 수행해야 하기 때문에 기계적 특성이 높아야하며 전기적 특성 제어를 위해 도핑에 따른 박막의 기계적 특성 변화 분석 또한 중요하다[4].

일반적으로, 3C-SiC 박막의 N 타입도핑에는 N 원자를 포함한 N₂ 혹은 NH₃ 등을 사용한다. 그러나 N(0.70 Å) 원자의 공유결합반지름이 C(0.77 Å)와 Si(1.17 Å)의 공유결합 반지름보다 작아서 SiC 박막 내부에 대체결합에 의한 격자 수축이 발생하기 때문에 도핑물질의 주입은 박막의 격자상수의 변형을 발생시킨다[5,6].

이러한 격자의 변형은 M/NEMS 설계단계에서 요구되는 박막의 기계적 특성에 영향을 주기 때문에 전기적 특성을 제어하는 도핑량에 따라 탄성계수와 경도를 정확하게 측정하는 것이 대단히 중요하다.

1. 울산대학교 전기전자정보시스템공학부
(울산시 남구 무거2동 산 29)

a. Corresponding Author : gschung@ulsan.ac.kr

접수일자 : 2009. 1. 15

1차 심사 : 2009. 2. 16

심사완료 : 2009. 2. 23

박막의 기계적 특성을 측정하는 방법에는 벌지 시험 (Bulge test), 마이크로 인장시험 (Micro tension test), 마이크로 캔틸레버 (Micro cantilever), 나노 압입법 (Nano indentation method) 그리고 응력 변위법 (Load deflection method) 등의 방법이 사용되고 있다[7].

이 중에서 가장 유용한 방법은 압입 깊이와 하중과의 관계를 이용하여 박막의 탄성계수와 경도를 동시에 측정할 수 있으며 마이크로미터 단위 크기 시편에 대한 시험이 가능하며 결과 해석이 직접적인 나노 압입법이다[8].

따라서, 본 연구에서는 N₂ 도핑량에 따라 다결정 3C-SiC 박막의 XRD 그리고 AFM으로 물리적 특성을 분석했으며 또한, 나노 압입법으로 기계적 특성인 탄성계수와 경도를 측정했다.

2. 실험

그림 1은 다결정 3C-SiC 결정성장을 위한 유량과 온도제어 프로파일을 도식적으로 나타낸 것이다. 본 연구에서는 열산화물이 증착된 Si(100)기판 위에 다결정 3C-SiC를 성장했으며 고순도 아르곤을 캐리어가스로 사용하여 성장온도까지 가열 후 HMDS 전구체를 주입하였다[6]. 전구체 주입 후에 온도의 안정과 잔여 전구체의 배기를 위해 각각 holding 시간을 두었다. 전구체의 반응성을 높이기 위해 고순도의 H₂를 주입했으며 가스의 유량은 각각 Ar: 5 slm, H₂: 1 slm, HMDS: 1 sccm이었다. 1200 °C에서 30분 동안 성장했으며 도핑을 위한 N₂의 유량은 0~100 sccm으로 제어했다. 도핑량에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 결정성과 표면평탄도 그리고 기계적 특성 등을 분석했다[11].

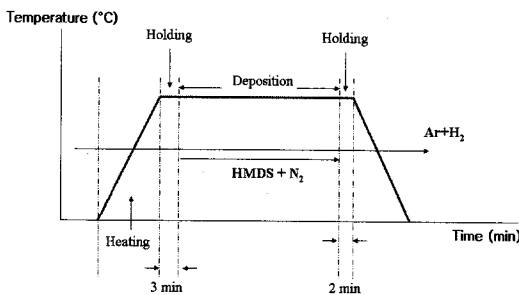


그림 1. 다결정 3C-SiC 결정성장을 위한 온도제어 프로파일.

Fig. 1. Temperature control profile for poly 3C-SiC thin film growth.

3. 결과 및 토의

그림 2는 N₂ 가스를 이용하여 0 ~ 100 sccm in-situ 도핑량에 따라 성장된 다결정 3C-SiC 박막의 XRD 스펙트럼 변화를 나타낸 것이다. 2θ = 36.5°에서 SiC(111)면의 피크가 관찰되어 다결정 3C-SiC 박막이 정상적으로 성장됨을 확인했다[8,9,13]. 그러나, N₂ 유량이 증가할수록 SiC(111)의 피크는 감소하는데 이것은 도핑량의 증가에 따라 정상적인 SiC 격자구조를 형성하지 못함을 알 수 있다. 이러한 원인은 N 원자의 영향으로 인한 스트레인의 증가로 추측된다[11].

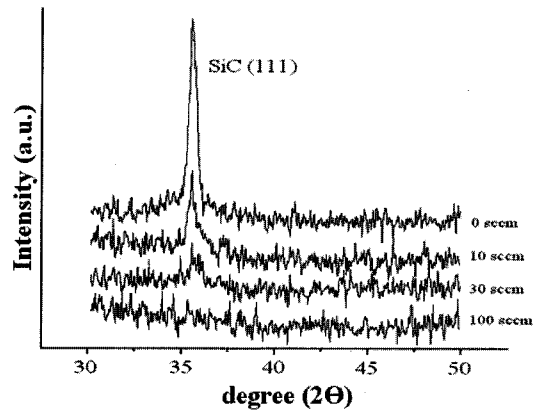


그림 2. N₂ in-situ 도핑량에 따라 성장된 다결정 3C-SiC 박막의 XRD 스펙트라.

Fig. 2. XRD spectra of the poly 3C-SiC thin films according to N₂ flow rate.

그림 3은 N₂ 주입유량에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 탄성계수의 변화를 나타낸 것이다. 나노 압입자는 다이아몬드 재질인 berkovich팁을 사용했으며 다결정 3C-SiC 박막의 프와송비는 0.16으로 가정했다[10]. 여기서, 탄성계수는 나노 압입자에 하중 인가 후, 제거할 때 곡선의 기울기로부터 구할 수 있다.

N₂ 주입유량이 0 sccm일 때, 기계적 강도에 영향을 미치는 탄성계수는 285 GPa로 측정되었다. 이것은 1999년에 보고된 260 GPa 보다 높은 수치이다[12].

도핑농도의 증가에 따라 결정성의 감소와 함께 탄성계수 또한 감소했으며 10, 40 sccm일때, 245 GPa과 150 GPa로 각각 측정되었다.

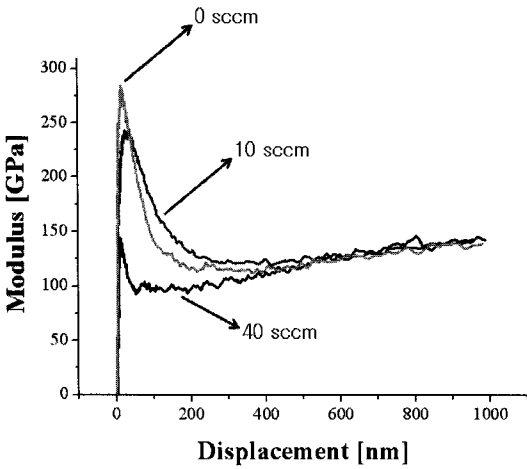


그림 3. N₂ 도핑유량에 의한 다결정 3C-SiC 박막의 탄성계수.
 Fig. 3. Variations of the elastic modulus of poly 3C-SiC thin films according to N₂ flow rate.

그림 4는 N₂ 주입유량에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 경도값의 변화를 나타낸 것이다. N₂ 주입유량이 0, 10, 40 sccm일때, 경도값은 각각 35, 29, 14 GPa였다. N₂ 주입유량이 증가할수록 탄성계수의 변화와 유사하게 경도 또한 감소함을 알 수 있다.

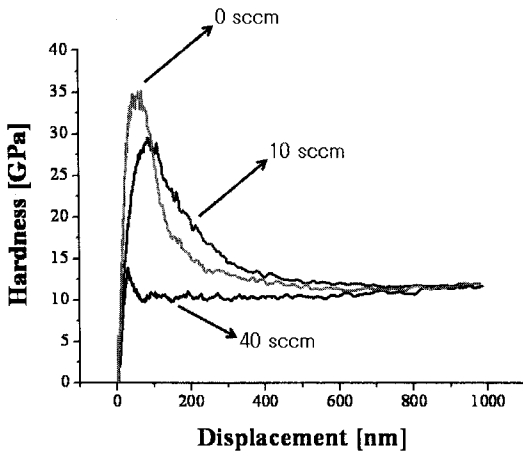


그림 4. N₂ 주입유량에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 탄성계수.
 Fig. 4. Variations of the elastic modulus of poly 3C-SiC thin films according to N₂ flow rate.

그림 5는 도핑유량에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 AFM 이미지이다. N₂ 주입유량이 0, 10, 40, 100 sccm일때, 각각에 대한 평균 표면 거칠기의 크기는 2.826, 3.276, 4.478, 12.86 nm로 증가했으며 그레인의 크기 또한 도핑유량의 증가에 따라 1.997 x 10² nm에서 8.744 x 10² nm로 증가했다. 이러한 현상은 높은 도핑유량에 의해 불순물의 표면 coverage가 증가됨으로 인하여 SiC의 표면확산의 제한에 의한 결과로 보고된바 있다[12]. XRD의 결과와 비교해 볼 때, SiC의 표면확산의 제한에 의해 그레인의 크기는 증가 했지만, 결정성은 감소하였음을 알 수 있다. 도핑에 의한 결정성의 감소는 박막의 기계적 특성에도 영향을 미침을 확인했다.

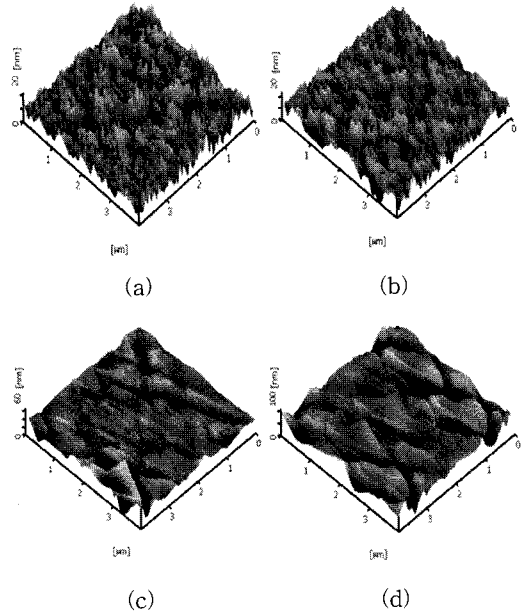


그림 5. (a) 0, (b) 10, (c) 40, (d) 100 sccm으로 각각 도핑된 다결정 3C-SiC 박막의 AFM 이미지.
 Fig. 5. AFM images of poly 3C-SiC thin films according to (a) 0, (b) 10, (c) 40 and (d) 100 sccm N₂ flow rate, respectively.

4. 결론

본 연구에서는 N₂ 주입유량에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 결정성과 표면 거칠기의 변화를 각각 XRD와 AFM으로 분석했으며 나노 압입법을

이용하여 도핑에 따른 박막의 탄성계수와 경도를 측정했다.

N₂ 주입유량이 증가할수록 다결정 3C-SiC 박막의 결정성은 감소하고 표면 거칠기가 증가했다. 이러한 현상은 높은 도핑유량에 의해 불순물의 표면 coverage가 증가됨으로 인하여 SiC의 표면확산이 제한되어 발생한 현상으로 그래인의 크기는 증가 했지만, 결정성은 충분히 확보하지 못한 것으로 사료된다. 탄성계수와 경도 또한, N₂ 주입유량의 증가에 따라 감소했으며 탄성계수와 강도는 N₂ 주입유량이 0 sccm일때, 285 GPa과 35 GPa로 각각 측정되었다. 이 수치는 단결정 Si의 180 GPa와 13 GPa보다 높은 수치이다.

따라서, 박막성장시 전기적 특성을 제어하는 N₂ 주입유량에 따른 기계적 특성과 표면 거칠기의 변화는 SiC-M/NEMS 분야에서 유용하게 사용 가능할 것으로 기대된다.

참고 문헌

- [1] J. A. Powell and L. G. Matus, "Recent developments in SiC", in Proc. 1st Int. Amorphous & crystalline SiC & Related Mat., Germany, p. 2, 1989.
- [2] G. S. Chung and K. S. Kim, "Raman scattering characteristics of polycrystalline 3C-SiC thin films deposited on AlN buffer layer", J. of KIEEME(in Korean), Vol. 21, No. 6, p. 493, 2008.
- [3] M. Li, H. X. Tang, and M. L. Roukes, "Ultra-sensitive EMS-based cantilevers for sensing, scanned probe and very high-frequency applications", Nature Nano-tech., Vol. 2, p. 114, 2007.
- [4] J. A. Powell, Neudeck, L. G. Matus, and J. B. Petit, "Progress in silicon carbide semiconductor technology", in Mmat. Soc. Symp. Proc., Vol. 242, p. 495, 1992.
- [5] M. B. J. Wijesundara, D. Gao, C. Carraro, R. T. Howe, and R. Maboudian, "Nitrogen doping of polycrystalline 3C-SiC films grown using 1,3-disilabutane in a conventional LPCVD reactor", J. of Crystal Growth, Vol. 259, p. 18, 2003.
- [6] J. Zhang, R. T. Howe, and R. Maboudian, "Electrical characterization of n-type polycrystalline 3C-SiC thin films deposited by 1,3-disilabutane", J. Electrochem. Soc., Vol. 153, p. 548, 2006.
- [7] J. J. Vlassak and W. D. Nix, "A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and poisson's ratio of thin films", J. Mat. Res., Vol. 7, p. 3242, 1992.
- [8] J. Koskinen, "Microtensile testing of free standing polysilicon fibers of various grain sizes", J. Micromech. Microeng., Vol. 3, p. 13, 1993.
- [9] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments", J. Mat. Res., Vol. 7, p. 1564, 1992.
- [10] K. B. Han and G. S. Chung, "Mechanical characteristics of polycrystalline 3C-SiC thin films using Ar carrier gas by APCVD", J. of the Korean Sen. Soc., Vol. 16, p. 319, 2007.
- [11] K. S. Kim and G. S. Chung, "Characteristics of in-situ doped polycrystalline 3C-SiC thin films for M/NEMS applications", J. of the Korean Sen. Soc., Vol. 17, p. 325, 2008.
- [12] M. B. J. Wijesundara, C. R. Stoldt, C. Carraro, R. T. Howe, and R. Maboudian, "Nitrogen doping of polycrystalline 3C-SiC films grown by single-source chemical vapor deoposition", Thin Solid Films, Vol. 419, p. 69, 2002.
- [13] G. S. Chung, K. S. Kim, and K. B. Han, "Growth of polycrystalline 3C-SiC thin films using HMDS single precursor", J. of KIEEME(in Korean), Vol. 20, No. 2, p. 156, 2007.