

반응성 RF 마그네트론 스퍼터링에 의한 AlN 박막 제조 및 유압 감지 특성

석혜원^{1,2}, 김세기^{1,a}, 강양구¹, 홍연우¹, 이영진¹, 주병권²

¹ 한국세라믹기술원 전자소재·모듈팀

² 고려대학교 디스플레이 및 나노시스템 연구실

Fabrication of AlN Thin Film by Reactive RF Magnetron Sputtering and Sensing Characteristics of Oil Pressure

Hye-Won Seok^{1,2}, Sei-Ki Kim^{1,a}, Yang-Koo Kang¹, Yeon-Woo Hong¹, Young-Jin Lee¹,
and Byeong-Kwon Ju²

¹ Electronic Materials & Module Team, Korea Institute of Ceramics Engineering and Technology,
Seoul 153-801, Korea

² Display and Nanosystem Lab, Korea University, Seoul 136-701, Korea

(Received September 26, 2014; Revised October 27, 2014; November 5, 2014)

Abstract: Aluminum nitride (AlN) thin film and TiN film as a buffer layer were deposited on INCONEL 600 substrate by reactive RF magnetron sputtering at room temperature (R.T.) under 25~75% N₂/Ar atmosphere. The as-deposited AlN films at 25~50% N₂/Ar showed a polycrystalline phase of hexagonal AlN, and an amorphous phase. The peak of AlN (002) plane, which was determinant on a performance of piezoelectric transducer, became strong with increasing the N₂/Ar ratio. Any change in the preferential orientation of the as-deposited AlN films was not observed within our N₂ concentration range. The piezoelectric sensing properties of AlN module were performed using pressure-voltage measurement system. The output signal voltage of AlN module showed a linear behavior between 20~80 mV in 1~10 MPa range, and the pressure-sensing sensitivity was calculated as 3.6 mV/MPa.

Keywords: AlN thin film, RF reactive sputtering, Piezoelectric transducer, Oil pressure

1. 서 론

압력 센서는 다양한 산업에서의 자동제어 분야에서 폭넓게 활용되고 있다. 압력 센서는 압전 세라믹 및

MEMS (micro-electro-mechanical systems) 기술에 기반한 Si 압저항 방식 구조가 보편적으로 사용되고 있고, 특히 MEMS-Si 압저항 방식이 높은 신뢰성과 회로소자와의 집적화 및 마이크로 프로세스 적용 용이성 등의 장점으로 가장 보편적으로 채택되고 있다 [1,2]. 그러나 MEMS-Si 압저항 방식의 압력 센서는 pn 접합부의 누설 전류로 인하여 120℃ 이상의 온도에서는 사용이 불가능하며, 이방성 식각 기술에 의한 압력 센서용 박막 멤브레인을 제작할

a. Corresponding author; kimseiki@kicet.re.kr

Copyright ©2014 KIEEME. All rights reserved.

This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

경우, 두께를 정확하게 제어하기가 어렵다는 단점이 있다 [3]. 물론 p-SOI (poly-Si on insulator)의 압력 센서가 개발되어 200~250°C까지 내열성을 나타내지만, 선형성에 개선의 여지가 많이 있다 [4].

압전 세라믹은 인가된 기계적인 압력에 비례하여 압전체의 결정구조에 기인하는 전기분극에 의하여 전하가 발생되는데, 이를 이용하여 압력센서로 활용이 가능하다. 특히 압전 세라믹은 빠른 응답속도 및 내열성 등으로 인하여 널리 활용되고 있다. 그 중에서 Quartz와 PZT에 기반한 압력센서가 가장 널리 채택되고 있으나, Quartz는 원하는 방향으로 극성을 갖도록 하기 위하여 결정체를 가공하는데 어려움이 있으며, PZT는 사용 온도가 350°C를 넘지 못하는 한계를 가지고 있다 [5,6]. 질화알루미늄 (AlN)은 알루미늄과 질소원자가 공유 결합한 육방정계 Wurtzite 결정구조를 가지며 c축 방향으로의 Al-N 결합 길이 (4.98 Å)와 그 수직 방향으로의 Al-N 결합 길이 (3.11 Å)의 차이에 기인한 구조적인 분극을 가지는 물질로서, c축 배향에 따른 압전성을 나타낸다. 특히 AlN은 일반적인 강유전성에 기인한 큐리온도를 가지지 않으므로 그 압전성이 1,150°C에서도 발견되어 고온용 압전 변환기 (piezo electric transducer)로서의 응용이 기대되고 있어, Akiyama 등은 AlN 박막의 연소압 센서로의 적용을 보고한 바 있다 [7-9]. 또한 금속에 버금가는 높은 열전도도 ($260 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$), 높은 전기저항 ($10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 이상), 낮은 열팽창계수 (4~6 ppm/K) 및 우수한 내식성으로 반도체 소자의 기판소재, 절연 및 유전 소재 등으로의 응용이 기대되고 있다 [10-13]. 그러나 압저항식은 정적 압력 변화에 대한 감지도 가능하지만, 압전체는 본질적으로 동적 압력 변화만 감지하므로 정적 압력변화에는 취약한 바, 연소압 센서나 FBARs (film bulk acoustic resonators)와 같은 동적인 압력 변화 환경에서의 활용에 국한되어 있다 [14,15].

본 연구에서는 비교적 정적인 압력 변화를 나타내는 유압 (oil pressure)의 압력 변화에 대한 박막형 유압센서로의 적용 가능성을 검토하기 위하여, 압전성 질화알루미늄 (AlN) 박막을 상온에서 반응성 RF magnetron 스퍼터링으로 제작하여 센서 모듈을 제작하였고, 유압 변화에 대한 센싱 특성을 평가하였다.

2. 실험 방법

2.1 AlN과 TiN 버퍼층의 성막

Table 1. Deposition condition of AlN and TiN.

Item	AlN	TiN
Target	4N5-Al	4N5-Ti
Power [W/cm^2]	2	3
Working pressure [Pa]	0.6	0.6
Atmosphere [%N ₂ /Ar]	25~75	25
Substrate Temp. [°C]	Room temp.	

INCONEL 600 기판 (직경 17 mm) 상에 순도 4N5, 직경 3인치의 금속 Al과 Ti 타깃을 사용하여 반응성 RF 마그네트론 스퍼터링 장치 (LSS-01, J&L Tech, Korea)로 TiN 버퍼층 및 AlN 박막을 성막하였다. 예비 실험을 통하여 INCONEL 600 기판 상에 AlN을 직접 성막한 결과, AlN 박막에 균열이 발생하는 것이 관찰되었다. 이는 AlN의 열팽창계수 (4.9 ppm/K)와 기판인 INCONEL 600의 열팽창계수 (13.3 ppm/K)의 현격한 차이에 기인하는 것으로, AlN과 기판의 중간값의 열팽창계수를 가지는 버퍼층의 도입이 필요하였다. 또한, 버퍼층은 열팽창계수의 매칭성 외에 전극으로서의 전기적으로 금속성이 필요하므로 9.4 ppm/K의 열팽창계수와 3~7 mS/m의 금속성의 전기적 특성을 갖는 TiN을 버퍼층으로 채택하였다.

먼저 버퍼층 TiN을 성막하기 전, 기판은 성막 전에 아세톤, 에탄올, 증류수 순으로 각각 15분씩 세척하였으며, 타깃은 표면의 불순물 제거를 위하여 성막 전에 10분 간 예비 스퍼터링을 행하였다. 성막 전의 진공 챔버는 0.9 mPa 이하를 유지하였고, AlN 성막 시엔 0.6 Pa로 유지하여 박막을 성막하였다. AlN 박막은 상온에서 각각 25, 50, 75% N₂/Ar로 챔버 내의 분위기를 변화시켜가며 두께 약 1 μm 로 성막하였다. AlN과 TiN의 성막 조건을 표 1에 나타내었다.

2.2 특성 평가

INCONEL 600 기판 (직경 17 mm) 상에 성막한 AlN 박막과 TiN 버퍼층의 막 두께와 성막 속도는 surface profiler (Alpha Step 500, Tencor, USA)로 측정하였다. 결정상 분석은 XRD (Rigaku DMAX2200, Japan, Cu K α 1, 40 kV/30 mA)을 이용하여 10~70° 영역에서 측정하였다. 성막한 AlN 박막의 비저항 특성은 홀계수 측정장치 (HMS 3000, Ecopia, Korea)의 I-V특성을 이용하여 측정하였다.

유압 감지 특성 평가는 증폭 및 노이즈 제거 회로

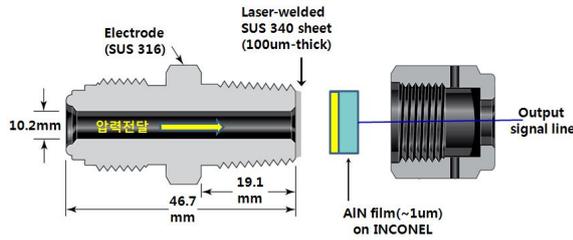


Fig. 1. Cross section of sensor module.

가 내장된 참조 압력센서 (UNIK 5000, GE, USA, 정밀도 $\pm 0.04\%$ FS)를 장착시킨 압력-전압 변환 측정 시스템을 사용하였다. 이러한 압력-전압 측정 시스템에 AlN 박막을 센서로 장착하기 위하여 그림 1과 같이 AlN 박막 시편을 센서모듈로 제작하였다. 센서모듈은 직경 10.2 mm의 유압 전달 통로에 두께 100 μm 의 SUS 340 재질로 된 디스크 형의 쉬트를 고압으로 인한 누유를 방지하기 위하여 레이저용접으로 밀봉하고, 직경 17 mm의 AlN/ TiN/ INCONEL 600 적층 시료를 너트를 이용하여 센서모듈을 밀착시켜 다이아프래임 형태로 모듈을 제작하였다. 압전 센싱 측정시의 인가 압력은 1~10 MPa 범위에서 2 Hz의 주파수로 반복적으로 압력을 인가하였고, 인가압력에 의해 발생한 전기적 특성은 오실로스코프 (DSO 3000, Agilent, USA)를 이용하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

AlN 성막 시의 질소분압에 따른 성막속도는 질소분압이 25%일 때 1.7 nm/min에서 50%, 75%로 증가함에 따라서 1.4 nm/min 및 1.1 nm/min로 감소하는 경향을 나타내었는데, 이는 Ar에 비하여 작은 원자량을 갖는 질소분압의 증가에 따른 sputtering yield의 저하에 의한 것으로 해석할 수 있다. 또한, 질소분압에 따른 AlN 박막의 결정상은 25% 질소 분압에서 성막한 경우, 그림 2에 나타난 바와 같이 (100), (101) 면이 배향되는 것이 관찰되었으며, 50% 질소 분압에서는 (100), (101) 면의 피크는 증가하고 (002) 면이 추가로 관찰되었다. 이러한 경향은 반응성 스퍼터링에 의한 다결정질의 AlN의 성막 시, 스테인레스, 유리, Si 등의 기판의 종류에 상관없이 관찰된다 [16,17]. 또한, 그림 2에서 75% 질소 분압에서는 거의 비정질 AlN 막이 형성되는 것을 확인할 수 있다.

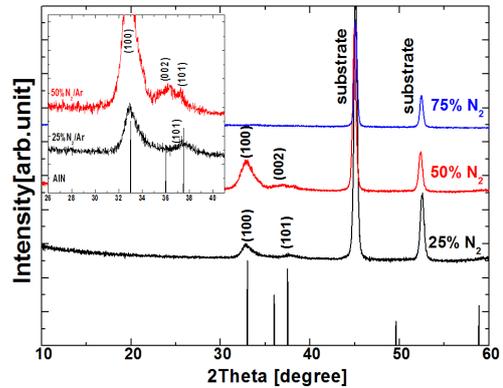


Fig. 2. XRD patterns of AlN thin films deposited on INCONEL 600 at various N_2/Ar ratio.

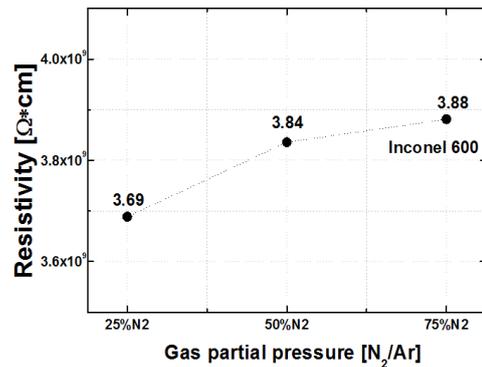


Fig. 3. Electrical resistivity of AlN thin films deposited on INCONEL 600 at various N_2/Ar ratio.

이러한 현상은 Bang 및 Nam 등도 유사한 결과를 보고하였는데, 이러한 높은 질소 분압에서는 타겟 표면의 질화로 인해 스퍼터된 입자들의 운동 에너지가 감소하여 박막의 결정성장을 억제시키므로 비정질의 박막이 형성된 것으로 사료된다 [18-20].

그림 3은 INCONEL 600 기판 상에 25~75% N_2/Ar 분위기에서 두께 약 1 μm 로 성막한 AlN 박막의 전기저항을 나타내었다. 질소분압이 높을수록 전기저항이 약간씩 증가하는 경향을 나타내었으나, 측정 오차 범위의 수준으로서 질소분압에 따른 AlN 박막의 전기저항은 큰 차이를 나타내지 않는 것으로 사료된다. 또한, 이러한 결과는 낮은 질소 분압에서 성막한 경우는 화학양론적 측면에서 Ishikawa 등이 보고한 바와 같이, Al 과잉이 예상되며, 높은 질소 분압에는 비정질상임에도 불구하고 화학양론 조성 또는

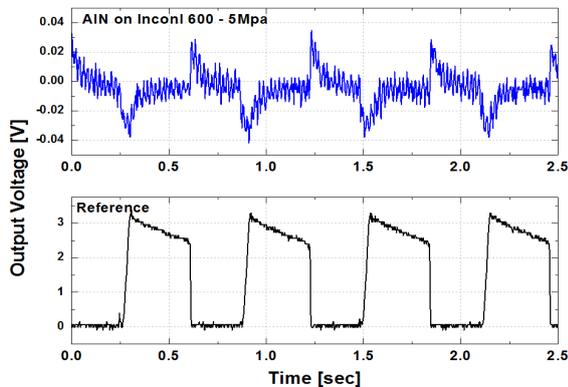


Fig. 4. Time-output voltage behavior AIN thin films deposited on INCONEL 600 at 5 MPa(@ 2 Hz).

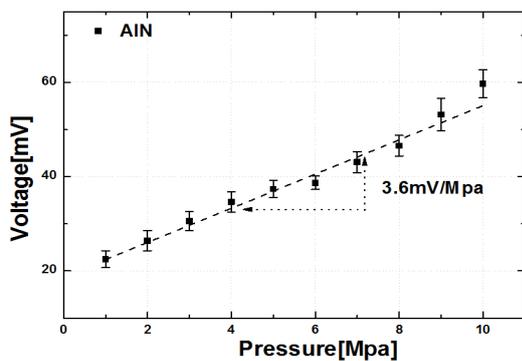


Fig. 5. Oil pressure-output voltage behavior AIN thin films deposited on INCONEL 600 at 1~10 MPa.

N 과잉으로 인하여 전기저항에 큰 변화가 나타내지 않은 것으로 사료된다 [21].

그림 4는 INCONEL 600 기판 위에 50% N_2/Ar 분위기에서 성장한 AIN 박막에 대하여 5 MPa의 압력을 2 Hz의 주파수로 반복 인가, 측정하여 인가 압력 대비 출력 전압을 측정한 결과를 전술한 증폭 및 노이즈 제거 회로가 내장된 참조 압력센서와 비교하여 나타낸 것으로서, 참조 압력센서는 Si 압저항식으로서 압력의 인가/제거 시점에 저항 변화에 따른 출력전압의 규칙적인 파형을 관찰할 수 있으며, 본 연구에서의 AIN 박막의 경우도 마찬가지로 5 MPa의 압력을 반복 인가/제거에 따라서 약 30 mV의 주기적인 출력 신호가 압력의 인가/제거 시점에 재현성 있게 출력됨을 알 수 있으며, Si 압저항식의 참조 압력센서에 비하여 AIN 압전체로부터 나오는 출력신호의 응답속도

도 신속하다는 것을 알 수 있다.

그림 5는 INCONEL 600 기판 위에 50% N_2/Ar 분위기에서 성장한 AIN 박막에 대하여 1~10 MPa의 압력 범위에서의 유압-출력전압을 측정한 결과를 나타낸 것으로서, 측정 압력 범위 내에서 직선적 비례 특성을 나타냄을 알 수 있으며, 그 감도는 약 3.6 mV/MPa를 나타내었다. 따라서 증폭 및 노이즈 제거 회로를 통하여 본 센서 모듈의 유압 변화에 대한 출력 특성의 대폭적인 향상이 기대된다.

4. 결론

본 연구에서는 질화알루미늄(AIN) 박막을 상온에서 반응성 RF magnetron 스퍼터링으로 25~75% N_2/Ar 조건에서 제작하여 유압 (oil pressure) 감지 특성을 평가하였다. 상온, 25% 질소 분압에서 성장한 AIN 박막의 결정상은 (100), (101)면이 우선 배향되었으며, 50% 질소 분압에서는 (100), (101) 면이 증가하였고 압전성 발현의 근원이 되는 (002) 면이 선택적으로 성장되었고, 75% 질소 분압에서는 거의 비정질의 AIN 막이 형성됨을 확인할 수 있었다. 이러한 높은 질소 분압에서는 타겟 표면의 질화로 인해 스퍼터된 입자들의 운동 에너지가 감소하여 박막의 결정성장을 억제시키므로 비정질의 박막이 형성된 것으로 사료된다. 또한, 성장한 AIN 박막의 전기저항은 $3.7\sim 3.9\times 10^9 \Omega \cdot cm$ 로서 본 연구에서의 질소분압 범위 내에서는 큰 차이를 나타내지 않는 것으로 확인되었다. 50% 질소 분압에서 성장한 AIN 박막센서 모듈에 5 MPa의 압력을 반복 인가/제거함에 따라서 약 30 mV의 주기적인 출력신호가 재현성 있게 출력됨을 알 수 있었다. 1~10 MPa의 압력 범위에서의 압력-출력전압 특성은 인가 압력이 증가함에 따라 직선적 비례 특성을 나타냄을 알 수 있었으며, 그 감도는 약 3.6 mV/MPa를 나타내어 유압센서로서 우수한 출력 특성을 확인할 수 있었으며, 증폭 및 노이즈 제거 회로를 통하여 본 센서 모듈의 유압 변화에 대한 출력 특성의 대폭적인 향상이 기대된다.

감사의 글

본 연구는 한국세라믹기술원 세라믹실용화사업 (KCP 12068-1)의 연구비 지원에 의해 수행되었음을 공지하며 이에 감사드립니다.

REFERENCES

- [1] A. Bosseboeuf, J. P. Grandchamp, C. Breluzeau, S. Lani, J. Palomo, and D. Bouville., *Microsystem. Technol.*, **12**, 1063 (2006).
- [2] T. Sugimoto, *Ceramics Japan*, **38**, 686 (2003).
- [3] X. Li, Q. Liu, S. Pang, K. Xu, H. Tang, and C. Sun, *Sensor. Actuat. A. Phys.*, **179**, 277 (2012).
- [4] G. S. Chung, *Sensor. Actuat. A.*, **39**, 241 (1993).
- [5] D. Zheng, T. Zhang, and Y. Hu, *Meas. Sci. Technol.*, **18**, 3777 (2007).
- [6] R. A. Wolf, and S. T. McKinstry, *J. Appl. Phys.*, **95**, 1397 (2004).
- [7] M. Akiyama, T. Kamohara, K. Kano, A. Teshigahara, Y. Takeuchi, and N. Kawahara, *Adv. Mater.*, **21**, 593 (2009).
- [8] M. Akiyama, C. N. Xu, M. Kodama, I.U.K. Nonaka, and T. Watanabe, *J. Am Ceram. Soc.*, **84**, 1917 (2001).
- [9] M. Akiyama and N. Ueno, *Bull. Ceram. Soc. Jpn.*, **39**, 696 (2004).
- [10] A. Zoroddu, F. Bermardini, and P. Ruggerone, *Phys. Rev. B*, **64**, 045208 (2001).
- [11] H. Liu, F. Zeng, G. Tang, and F. Pan, *Appl. Surf. Sci.*, **270**, 225 (2013).
- [12] C. Ozgit, I. Donmez, M. Alevli, and N. Biyikli, *Thin Solid Films*, **520**, 2750 (2012).
- [13] Z. An, C. Men, Z. Xu, P. K. Chu, and C. Lin, *Surf. Coat. Technol.*, **196**, 130 (2005).
- [14] M. Akiyama, *Ceramics*, **44**, 144 (2009).
- [15] R. B. Karabalin, M. H. Matheny, X. L. Feng, E. Defay, G. Le Rhun, C. Marcoux, S. Hentz, P. Andreucci, and M. L. Roukes, *Appl. Phys. Lett.*, **95**, 103111 (2009).
- [16] H. W. Seok, S. K. Kim, Y. G. Kang, Y. J. Lee, Y. W. Hong, and B. K. Ju, *J. Sen. Sci. & Tech.*, **23**, 94 (2014).
- [17] M. Ishihara, S. I. Li, H. Yumoto, K. Akashi, and Y. Ide, *Thin Solid Films*, **316**, 152 (1998).
- [18] J. H. Bang, D. H. Chang, S. J. Kang, D. G. Kim, and Y. S. Yoon, *Inst. Electronic. Inform. Engineers*, **43**, 247 (2006).
- [19] H. P. Loeb, M. Klee, C. Metzmacher, W. Brand, R. Milsom, and P. Lok, *Mater. Chemistr. Phys.*, **79**, 143 (2003).
- [20] C. K. Nam, S. W. Choi, H. G. Chun, and T. Y. Cho, *J. Kor. Vac. Soc.*, **6**, pp.44-49 (1997).
- [21] T. Ishikawa, M. Masuda, and Y. Hayashi, *Mat. Trans.*, **43**, 1138 (2002).