

논문 21-5-12

기판 온도 변화에 따른 AlN 박막 성장에 잔류 산소가 미치는 영향

Influence of Residual Oxygen on the growth of AlN Thin Films with Substrate Temperature

김병균¹, 이을택¹, 김응권¹, 정석원¹, 노용한^{1,a}

(Byoung-Kyun Kim¹, Eul-Tack Lee¹, Eung-Kwon Kim¹, Seok-Won Jeong¹, and Yonghan Roh^{1,a})

Abstract

Aluminum nitride (AlN) thin films have been deposited on Au electrodes by using reactive RF magnetron sputtering method in a gas mixture of Ar and N₂ at different substrate temperature. It was found that substrate temperature was varied in the range up to 400 °C, highly c-axis oriented film can be obtained at 300 °C with full width at half maximum (FWHM) 3.1°. Increase in surface roughness from 3.8 nm to 5.9 nm found to be associated with increase in grain size, with substrate temperature; however, the AlN film fabricated at 400 °C exhibited a granular type of structure with non-uniform grains. The Al 2p and N 1s peak in the X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) spectrum confirmed the formation of Al-N bonds. The XPS spectrum also indicated the presence of oxynitrides and oxides, resulting from the presence of residual oxygen in the vacuum chamber. It is concluded that the AlN film deposited at substrate temperature of 300 °C exhibited the most desirable properties for the application of high-frequency surface acoustic devices.

Key Words : Aluminum nitride, c-axis orientation, Substrate temperature, Residual oxygen

1. 서론

최근 무선 통신 산업의 비약적인 발전으로 고주파에서의 동작 특성이 우수한 전자 소자 및 부품에 대한 요구가 증가하고 있다. 특히 유전 및 압전 특성을 가지는 물질로써 AlN (Aluminum nitride)는 열적·화학적 안정성이 우수하고 탄성파 전파 속도 및 압전 상수가 높아 표면 탄성파 (SAW, Surface acoustic wave) 소자나 체적탄성파를 이용한 박막형 공진기 (FBAR, Film bulk acoustic resonator)에 응용하려는 연구가 활발히 이루어지고 있다[1]. AlN 박막은 우선 배향성에 따라서 다

양한 압전 특성을 가지게 되는데 이를 고주파 소자의 압전층으로 응용하기 위해서는 높은 c-축 배향성, 평탄한 표면 거칠기가 요구된다[2]. 그러나 이러한 특성은 AlN 박막의 증착 환경에 따라 크게 변하게 된다. 특히 AlN 박막 증착 시 진공 챔버 내에 존재하는 산소는 AlN 박막의 물성에 큰 영향을 미친다[3]. 본 연구에서는 반응성 RF 마그네트론 스퍼터링 방법을 이용하여 기판의 온도 변화에 따른 AlN 박막의 c-축 배향성 및 물성의 변화에 잔류 산소가 미치는 영향에 대해 알아보려고 한다.

2. 실험

고주파 소자에 적용을 위한 압전 물질의 최적화 조건을 분석하기 위해 반응성 RF 마그네트론 스퍼터링 법을 이용하여 AlN 박막을 제작하였다. 본 연구에서 사용된 기판은 Au/Si₃N₄/Si이며, 증착하

1. 성균관대학교 정보통신공학부

(경기도 수원시 장안구 천천동 300)

a. Corresponding Author : yhroh@skku.edu

접수일자 : 2008. 4. 15

1차 심사 : 2008. 4. 21

심사완료 : 2008. 4. 25

표 1. AlN 박막 증착 조건.

Table 1. Sputtering conditions of AlN thin films.

Deposition parameter	Condition
RF Power	300 W
Base pressure	7.6×10^{-7} Torr
Working pressure	3 mTorr
Target-Substrate distance	8 cm
Ar/N ₂ flow rate	19/19 sccm
Substrate temperature	RT, 200 °C, 300 °C, 400 °C

기 앞서 기판의 오염물질을 제거하기 위해 10분간 아세톤 (Acetone), 메탄올 (Methanol) 순으로 초음파 세척한 후 탈 이온수 (Deionized water)를 이용하여 5분간 세척하였다. AlN 박막의 고주파 소자 응용의 최적 조건을 구하기 위해 RF 파워 300 W, 혼합 가스비 Ar:N₂ (=1:1), 타겟과 기판과의 거리 8 cm를 유지하고 기판의 온도를 변화시켜가며 증착하였다. 증착 조건을 표 1에 나타내었다. 각 증착 조건에서 제작된 AlN 박막의 결정성 및 물성 특성을 확인하기 위해 X-ray diffractometer (Bruker, D8 Discover) 와 X-ray photoelectron spectroscopy (ESCA2000)을 이용하였고, 표면 거칠기는 Field emission scanning electron microscopy (JEOL, JSM-6700F) 와 Atomic force microscope (Thero microscopes, CP research)를 이용하여 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1은 기판 온도변화에 따른 AlN 박막의 XRD 측정 결과를 나타낸다. AlN 박막의 (002) 피크는 $2\theta=36^\circ$ 부근에서 관찰되며, $2\theta=34.5^\circ$ 와 $2\theta=38.5^\circ$ 피크는 기판에 의한 것이다. 기판의 온도가 상온 (Room temperature)에서 증가함에 따라 박막의 (002) 우선 배향성이 증가하는 것으로 나타났으며, 400 °C에서는 (002) 우선 배향성이 급격히 감소하는 것을 알 수 있다.

그림 2는 산소가 AlN 박막의 우선 배향성에 미치는 영향을 확인하기 위해, 300 °C의 기판온도에서 AlN 박막 증착 시 산소주입에 따른 XRD 측정 결과를 나타낸 것이다. 주입한 산소의 양이 1 sccm 일때 (002) 피크가 사라지며, 5 sccm 일때 (100) 피크가 크게 성장하는 것을 확인할 수 있다. 이는 스퍼터링 방법으로 증착되는 AlN 박막의 구조적, 전기적 특성은 기판에 도달하는 입자의 에너지에 따라 변하게 된다. 기판의 온도증가는 스퍼터링된

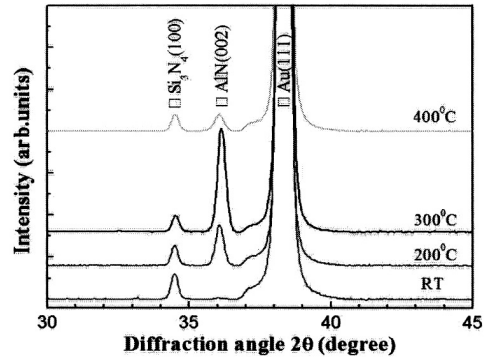


그림 1. 기판온도에 따른 AlN 박막의 XRD 패턴.
Fig. 1. XRD patterns of AlN films deposited at different substrate temperature.

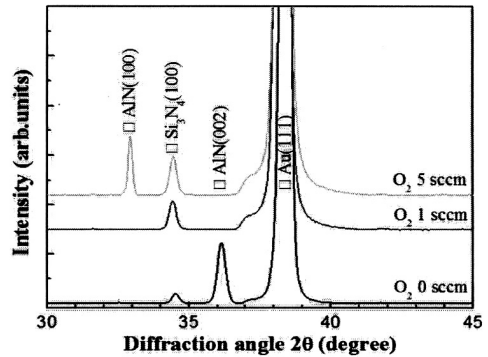


그림 2. 기판온도 300 °C에서 제작된 AlN 박막의 산소 주입에 따른 XRD 패턴.
Fig. 2. XRD patterns of AlN films deposited at substrate temperature of 300 °C as a function of oxygen concentration.

입자의 표면 이동도를 향상시켜 기판에서 수직 방향인 (002) 결정면의 성장을 향상시키게 되고, 공공 (vacancy) 형성을 억제하며, 입자와 기판과의 접합력을 향상시켜 AlN 박막의 (002) 우선 배향성을 증가시킨다. 그러나 과도한 기판 온도의 증가는 진공 챔버 내부에 존재하는 산소를 포함한 불순물이 박막 증착과정에 참여하게 되고, 이는 스퍼터링된 입자의 산란을 유발하며 에너지를 감소시켜 박막의 결함과 불일치를 증가시킨다. 또한 질소에 비해 반응성이 우수한 산소가 Al 과 결합하게 되어 AlN 박막의 (002) 우선 배향성이 저하되는 것으로 판단되며[3], 이는 산소 주입에 따른 XRD 분석 결과와도 연관성이 있다고 사료된다.

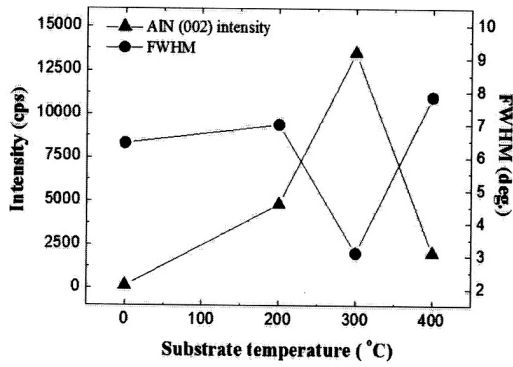


그림 3. 기판온도에 따른 AIN 박막의 (002) 피크 강도와 반치폭.

Fig. 3. (002) peak intensity and FWHM of AIN films deposited at different substrate temperature.

그림 3은 기판 온도변화에 따른 AIN 박막의 (002) 피크 강도와 XRD rocking curve로 측정된 반치폭 (FWHM, Full-width at half-maximum) 분석 결과를 나타낸 것이다. 300 °C의 기판 온도에서 증착된 AIN 박막의 반치폭은 3.1°로써 가장 우수한 값을 나타내었으며, 기판온도가 400 °C 일때 반치폭은 7.9°로 크게 증가한다. 반치폭의 크기가 작을수록 (002) 우선 배향성 및 압전 특성이 우수한 박막이므로 300 °C의 기판온도에서 증착된 AIN 박막의 경우 특성이 좋은 소자를 제작할 수 있다[4].

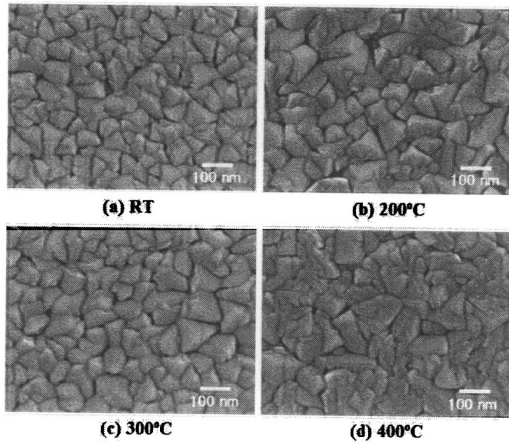


그림 4. 기판온도에 따른 AIN 박막 표면의 SEM 이미지.

Fig. 4. The surface SEM images of AIN thin films deposited at different substrate temperature.

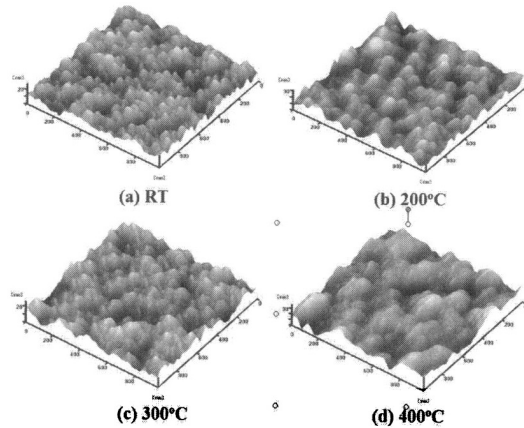


그림 5. 기판온도에 따른 AIN 박막 표면의 AFM 이미지.

Fig. 5. The surface AFM images of AIN thin films deposited at different substrate temperature.

그림 4와 그림 5는 기판 온도변화에 따른 AIN 박막의 표면 형상을 SEM 과 AFM 으로 분석한 결과이다. 상온에서 300 °C 까지의 기판온도에서는 결정립이 비교적 균일한 형태를 가지며 성장하는 것을 확인 하였으며, 기판 온도가 400 °C 일 때 결정립 크기의 균일성이 저하되는 것을 관찰할 수 있다.

그림 6은 기판 온도에 따른 AIN 박막의 결정립의 크기와 표면 거칠기 특성을 분석한 결과이다. 기판 온도가 상온에서 300 °C로 증가하면서 결정립이 성장함에 따라 표면 거칠기도 3.8 nm에서 4.5 nm

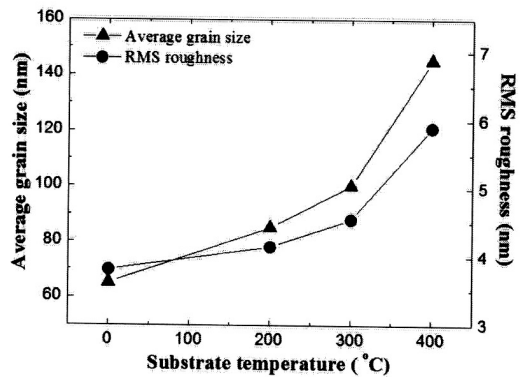


그림 6. 기판온도에 따른 AIN 박막의 결정립의 크기와 표면 거칠기 특성.

Fig. 6. The grain size and surface roughness of AIN thin films deposited at different substrate temperature.

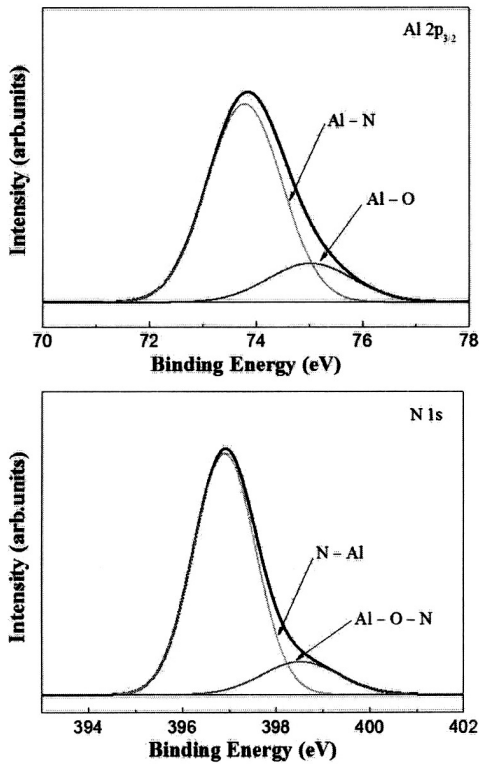


그림 7. 기판온도 300 °C에서 제작된 AlN 박막의 XPS 스펙트럼.

Fig. 7. The XPS spectrum of AlN thin film deposited at substrate temperature of 300 °C.

로 증가하였다. 기판 온도가 400 °C 일 때 표면 거칠기는 5.9 nm 로 크게 증가하는 것을 확인하였다. 이는 기판의 온도가 증가함에 따라 기판에 도달한 입자가 이동에 필요한 열적 에너지를 보상받음으로써 표면 이동도가 증가하여 결정의 성장이 촉진되지만, 과도한 기판 온도의 증가는 진공

챔버 내부에 산소분압을 증가시키게 되고, 이는 스퍼터링된 입자의 산란을 유발하며 에너지를 감소시켜 결정립의 균일성이 저하되는 것으로 판단되며, 이러한 결과는 XRD 측정 결과와도 연관성이 있다고 사료된다.

그림 7은 300 °C의 기판 온도에서 증착된 AlN 박막의 XPS 측정 결과 중 Al 2p_{3/2} 와 N 1s 스펙트럼을 나타낸다. Al 2p_{3/2} 스펙트럼에서 73.8 eV는 Al-N 결합을 나타내며 75.0 eV는 Al-O 결합을 나타낸다. N 1s 스펙트럼에서 396.9 eV는 N-Al결합, 398.5 eV는 Al-O-N결합을 나타낸다[5,6]. AlN 박막에 Al-O 결합이 존재하는데 이는 시료가 대기중에 장기간 노출될 경우 AlN 박막 표면에 Al₂O₃ 층이 형성될 수 있으며, 또한 증착과정에서 진공 챔버 내의 잔류 가스 중 O₂에 의해 형성된 결합으로도 해석될 수 있다[7,8]. 표 2는 기판 온도변화에 따른 Al 2p_{3/2} 와 N 1s 스펙트럼에서의 결합 에너지와 면적비를 나타낸다. Al 2p_{3/2} 와 N 1s 스펙트럼에서 기판 온도의 변화에 따른 결합에너지의 변화는 확인할 수가 없었다. Al 2p_{3/2} 스펙트럼에서 기판 온도가 상온에서 300 °C로 증가함에 따라 Al-N 결합과 Al-O 결합의 면적비는 82 % 와 18 %로써 비교적 균일한 값을 나타내었다. 기판 온도가 400 °C 일때 Al-N 결합과 Al-O 결합의 면적비는 75 % 와 25 %로써 Al-O 결합이 크게 증가하는 것을 확인할 수 있었으며, 이는 과도한 기판 온도의 증가에 따라 진공 챔버 내부에 존재하는 산소가 박막의 증착 과정에 참여하게 되고, 이로 인해 박막내의 Al-O 결합이 증가하는 것으로 판단되며, 이는 기존의 분석 결과와도 연관성이 있다고 사료된다[3].

4. 결론

본 연구에서는 반응성 RF 마그네트론 스퍼터링법을 이용하여 기판의 온도 변화에 따른 AlN 박막

표 2. 기판온도에 따른 Al 2p_{3/2} 와 N 1s 스펙트럼에서의 결합 에너지와 면적비.

Table 2. The BE and relative area under the peaks of Al 2p_{3/2} and N 1s as a function of substrate temperature.

Core level	Peak assignment	RT		200°C		300°C		400°C	
		BE (eV)	Area (%)	BE (eV)	Area (%)	BE (eV)	Area (%)	BE (eV)	Area (%)
Al 2p _{3/2}	Al-N	73.6	81	73.7	82	73.8	82	73.8	75
	Al-O	74.9	19	74.9	18	75.0	18	74.8	25
N 1s	N-Al	396.7	87	396.9	88	396.9	86	396.8	84
	Al-O-N	398.4	13	398.5	12	398.5	14	398.2	16

의 c-축 배향성 및 물성의 변화에 대해 조사하였다. XRD 측정 결과로부터, 기판 온도가 300 °C 일 때 가장 우수한 (002) 우선 배향성을 얻을 수 있었으며, 이때 반치폭은 3.1° 로 나타났다. SEM 과 AFM을 이용하여 표면 형상 및 표면 거칠기를 분석한 결과 기판의 온도가 증가할수록 결정립의 크기가 증가하며 표면 거칠기도 3.8 nm 에서 5.9 nm 로 증가하는 것을 확인하였다. XRD 스펙트럼을 통하여 Al 2p_{3/2} 피크의 73.8 eV 에서 Al-N 결합이 형성되고 N 1s 피크의 396.9 eV 에서 N-Al 결합이 나타나는 것을 확인하였으며, 400 °C의 기판 온도에서 Al-O 결합이 크게 증가함에 따라 AlN 박막의 (002) 우선 배향성이 저하되는 것을 관찰할 수 있었다. 기판의 온도 변화를 통해 우수한 c-축 배향성을 갖는 AlN 박막을 제작할 수 있으며 이를 고주파 소자의 압전층으로 응용할 수 있다.

참고 문헌

- [1] A. Fathimulla and Amir A. Lakhani, "Reactively rf magnetron sputtered AlN films as a gate dielectric", J. Appl. Phys., Vol. 54, No. 8, p. 4586, 1983.
- [2] T. Hsiosaki, K. Harada, and A. Kawabata, "Low-temperature growth of piezoelectric AlN film and its optical and acoustical properties", Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 21, p. 69, 1982.
- [3] R. S. Naik, R. Reif, J. J. Lutsky, and C. G. Sodini, "Low-temperature deposition of highly textured aluminum nitride by direct current magnetron sputtering for applications in thin-film resonators", J. Electrochem. Soc., Vol. 146, No. 2, p. 691, 1999.
- [4] H. P. Lobl, M. Klee, R. Milsom, R. Dekker, C. Metzmacher, W. Brand, and P. Lok, "Materials for bulk acoustic wave (BAW) resonators and filters", J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 21, p. 2633, 2001.
- [5] A. Mahmood, R. Machorro, S. Muhl, J. Heiras, F. F. Castillon, M. H. Farias, and E. Andrade, "Optical and surface analysis of DC-reactive sputtered AlN films", Diamond Relat., Vol. 12, No. 8, p. 1315, 2003.
- [6] J. Acosta, A. Rojo, O. Salas, and J. Oseguera, "Process monitoring during AlN deposition by reactive magnetron sputtering", Surf. Coat. Technol., Vol. 201, No. 18, p. 7992, 2007.
- [7] D. Manova, V. Dimitrova, W. Fukarek, and D. Karpuzov, "Investigation of d.c-reactive magnetron-sputtered AlN thin films by electron microprobe analysis, X-ray photoelectron spectroscopy and polarised infra-red reflection", Surf. Coat. Technol., Vol. 106, No. 2, p. 205, 1998.
- [8] V. I. Dimitrova, D. I. Manova, and D. A. Dechev, "Study of reactive DC magnetron sputtering deposition of AlN thin films", Vacuum, Vol. 49, No. 3, p. 193, 1998.