

측온저항체 온도센서용 백금 박막의 형성에 관한 연구

노상수, 최영규, 정귀상
동서대학교 전자기계공학부

The Study on Fabrication of Platinum Thin Films for RTD

Sang-Soo Noh, Young-Kyu Choi, Gwi-Y-Sang Chung
Division of Electrical and Machingical Engineering
Dongseo University

Abstract

Platinum thin films were deposited on Si-wafer by DC magnetron sputtering for RTD (Resistance Thermometer Devices). We investigated the physical and electrical characteristics of these films under various conditions, the input power, working vacuum, temperature of substrate and also after annealing these films. The Resistivity and Sheet Resistivity were decreased with increasing the temperature of substrate and the annealing time at 1000 °C. At substrate temperature 300°C, input power 7(W/cm²), working vacuum 5mtoorr and annealing conditions 1000°C, 240min we obtained 10.65 μΩ · cm, Resistivity of Pt thin film and 3800~3900ppm/°C, TCR(temperature coefficient of resistance) closed to the bulk value.

1. 서 론

일상생활뿐만 아니라 모든 산업분야에 있어서 열의 역할이 매우 중요하기 때문에 온도를 정확히 측정하기 위한 노력은 오랫동안 지속되고 있다. 최근 자동화 및 메카트로닉스 산업분야에 고정밀, 고성능, 소형, 고감도 온도센서가 절실히 요구되고 있다. 현재 널리 사용되고 있는 온도센서는 측정원리에 따라 써미스터(Thermister), 열진창(Thermo-couple), 반도체형, 측온저항체(RTD : Resistance Thermometer Device)등 여러 종류가 있다. 이 중에서도 온도에 따른 금속의 전기저항의 변화를 측정함으로써 온도를 측정하는 측온저항체에서 Pt-RTD는 저항의 온도계수가 크고 직선성이 우수하고 넓은 온도 범위에서 안정하기 때문에 Pt 코일을 이용한 운모형, 세라믹형, 유리형 등이 실용화되고 있지만, 고순도의 Pt 코일을 이용하기 때문에 기계적 특성이 나쁘며, 코일제작 및 물당에 많은 시간이 소요되고, 소형화가 불가능하며 고가인 단점을 가지고 있다. 그러나, 박막형 Pt-RTD는 이와 같은 문제점을 해결할 수 있으며 소형화, 고속응답, 저가격화가 가능하다.^{1,2)}

본 연구에서는 DC 마그네트론 스퍼터링법으로 bulk 특성을 갖는 측온저항체용 Pt 박막을 형성하기 위하여 증착면 수 및 고온 열처리에 따른 박막의 물리적, 전기적 특성을 분석하였다.

2. 실험 방법

본 실험에서는 국내에서 자체 제작한 DC 마그네트론 스

퍼터링 장비를 사용했다. 본 실험에서는 산화막이 4000Å 생장된 Si 기판과 직경이 2인치, 99.99% Pt 타겟을 사용했다. 기판과 타겟의 거리는 4.5cm이고, 99.99% 고순도 Ar 가스를 사용했으며, 주입되는 유속은 80sccm으로 고정하였다. 양호한 박막을 얻기 위해 1×10^{-6} torr 이하까지 초기 진공을 만든 후 Ar 가스를 주입하여 플라즈마를 발생시켰다. 본 스퍼터링 전에 예비 스퍼터링을 하여 타겟 표면의 산화 및 오염물질을 제거하며 잔류가스의 방출 및 플라즈마를 안정시켰다.

증착 및 고온 열처리 조건에 따른 Pt 박막의 물리적, 전기적 특성은 a-step, four-point probe, SEM, 그리고 XRD 를 사용하여 분석하였다.

3. 실험결과 및 고찰

1) 전기적 특성

증착시 흡착(adsorption)되는 입자의 surface mobility를 증가시킴으로 물리적, 전기적 양호한 특성을 갖는 박막을 얻을 수 있다. surface mobility는 높은 기판온도, 스퍼터링 voltage 증가에 따른 입사되는 입자의 운동에너지 증가 및 적당한 Ar 가스압력 등에 의해서 증가된다.³⁾ 그러나 지난치게 큰 운동에너지を持つ 입자가 입사되는 경우에는 입자가 기판에 resputtering되기 때문에 오히려 surface mobility는 감소하게 된다. 이런 점들을 고려해 볼 때, 충돌하는 입자가 결정립(grain) 형성에 미치는 영향은 기판온도가 높을수록 두드러지고 막의 두께가 두꺼워 질수록 더욱 많은 영향을 미치게 된다. 또한 막을 증착한 후 열처리를 통해 grain의 크기를 변화시킬 수 있는데 열처리 온도가 높을수록 보다 큰 grain을 얻을 수 있으며 열처리 효과 역시 막이 두꺼울수록 두드러진다.

본 실험에서는 4-point probe으로 박막의 면저항을 측정한 후 막의 두께를 곱하여 비저항을 구하였다.

그림 1은 입력 power(4~13W/cm²) 및 Ar 가스압력(3~7mtoorr)에 따른 Pt 박막의 비저항 변화를 나타낸 것이다. Pt 박막의 비저항이 4(W/cm²)에서 18.03 μΩ · cm가 7(W/cm²)에서는 16. 48 μΩ · cm로 감소하였다. 그러나 7(W/cm²) 이상의 입력 power에서는 박막의 비저항값이 오히려 증가되는 것을 볼 수 있는데, 이는 입력 Power가 증가함에 따라 지나치게 큰 운동에너지を持つ 입자가 기판에 resputtering되는 현상으로 인한 surface mobility의 감소로 박막의 특성이 저하되는 것으로 생각된다.

한편 Ar 가스압력에 따른 비저항의 변화를 보면 Ar 가스압력이 낮은 저진공의 경우 스퍼터링에 참여하는 Ar 이온의 수가 줄어들므로 인한 불안정한 플라즈마 현상으로 박막

의 전기적 특성이 저하되는 것으로 사료되며, 반면에 지나치게 Ar 가스압력이 높은 경우에 sputtering에 참가하는 Ar 이온이 증가하는 반면에 타겟으로 떨어져 나온 입자들은 산란되어 상실되거나 혹은 기판까지 충분한 운동에너지를 가지고 도달하지 못하므로 adhesion 및 전기적 특성이 나쁜 박막이 형성되며, 또 Ar 가스압력 증가에 따라 상대적으로 불순물가스(잔류가스) 압력도 증가되어 증착된 박막에 좋지 못한 영향을 미친다.

본 실험에서는 5mtorr에서 양호한 전기적 특성의 박막을 얻을 수 있었으며, 그 이상의 압력에서는 비저항값이 상당히 증가되었고 Ar 가스압력이 더 증가될수록 박막의 특성이 더 저하될 것을 쉽게 예측할 수 있었다.

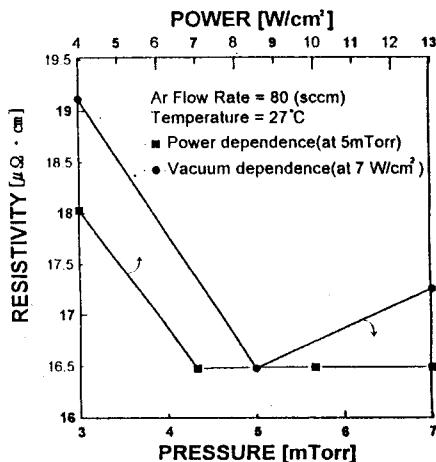


Fig. 1. Variation of Resistivity of Pt thin films deposited at increasing power and Ar pressure

그림 2는 박막증착시 기판온도에 따른 Pt 박막의 비저항 및 면저항의 변화를 나타낸 것이다. 실온에서 3700A 두께로 증착된 Pt 박막의 비저항과 면저항은 각각 $16.38 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $0.442(\Omega/\square)$ 이나 기판온도 300°C 에서 같은 두께로 증착된 박막의 비저항과 면저항의 값은 각각 $15.86 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $0.423(\Omega/\square)$ 로 감소함을 알 수 있다. 기판위에 흡착된 박막이 탈착(desorption)하기까지 기판위에 존재할 수 있는 시간은 기판의 온도가 증가함에 따라 지수함수적으로 감소하는 반면에, 기판위에서 이동할 수 있는 능력 즉 surface mobility는 기판온도 증가에 따라 지수함수적으로 증가한다. 따라서 기판온도가 낮을 때는 박막이 비정질(amorphous)이고 저밀도 특성을 갖는 반면에 기판온도가 증가함에 따라 기판위에서 이동할 수 있는 능력이 증가되어 에너지적으로 안정한 위치를 충분히 찾아갈 수 있기 때문에 박막의 구조는 다결질(polygonal crystalline)이며 동방향성 특성을 가지게 되어, 이 때의 박막은 입자 접촉압력이 커져서 저저항 특성을 나타내게 된다. 다시 기판온도가 어느 일정상태 이상이 되면 증착막은 거칠고 큰 입자로 구성되며, 이 때는 다시 저저항이 어느 정도 상승하게 되는데 이와 같은 관계는 스퍼터링시 가스압력, 유량에도 존재하고 있음을 알려져 있다.⁴⁾

본 실험에서 백금 박막의 결정화를 위한 후열처리는 quartz tube furnace를 이용하여 N_2 분위기에서 행해졌다. 열처리를 함으로서 전기적으로 불안한 상태나 구조적으로 갈라진 틈 사이가 밀착되어 distortion들이 줄어들고 grain 크기가 커짐에 따라 단결정(single crystalline) 성장을 촉진시키 전기적으로 양호한 박막을 얻을 수 있게 된다.

그림 3은 Ar 가스압력 5(mtorr), 입력 power 7(W/cm²)

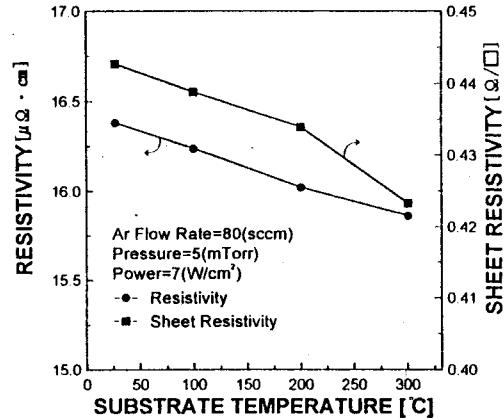


Fig. 2. Variation of Resistivity(Sheet Resistivity) Pt thin films deposited at increasing substrate temperature

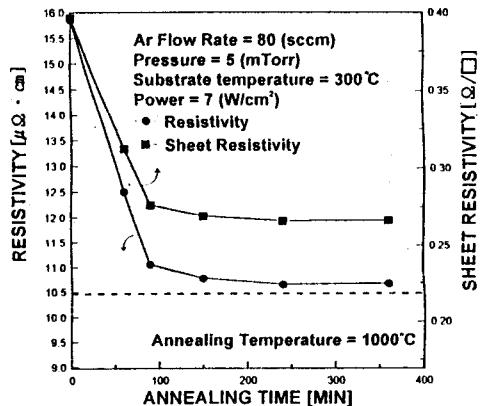


Fig. 3. Variation of Resistivity(Sheet Resistivity) Pt thin films deposited with increasing annealing time at 1000°C

그리고 기판온도 300°C 에서 증착조건에서 4000A의 두께로 백금박막을 증착후 1000°C 에서 열처리 시간에 따른 박막의 비저항 및 면저항의 변화를 나타낸 것으로, 1000°C , 240분 열처리를 거친 시료의 비저항과 면저항은 각각 $10.65 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $0.266(\Omega/\square)$ 으로 백금의 bulk 비저항값 $10.5 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 에 가까운 양호한 특성을 볼 수 있었다. 그림에서 점선은 백금의 bulk 비저항값을 나타낸 것이다. 전체적으로 열처리 시간에 따라 뚜렷한 박막의 비저항 및 면저항의 변화를 볼 수 있으나, 1000°C , 240분 그 이상 시간에 대한 열처리조건에서는 결정립의 성장에 따른 부분적 island 형성에 의해 비저항값이 다소 증가되었음을 알 수 있다.

2) 물리적 특성

그림 4(a)는 기판(SiO_2/Si) 위에 증착된 박막의 표면을 1000배 확대하여 활영한 표면 상태를 나타낸 SEM 사진이다. 일반적인 전자소자 제조에 사용되는 실리콘 기판의 표면은 대단히 평坦한 거울면 상태이다. 이 기판 위에 마그네트론 스퍼터링으로 형성된 Pt 박막도 SEM 사진에서 알 수 있듯이 거울면과 같이 대단히 균일한 박막으로 증착되어 있음을 알 수 있다. 그림 4(b), (c), (d)는 증착된 박막을 각각 800 , 900 , 1000°C 에서 60분간 열처리한 후 7500배 확대한 박막의 표면 상태를 나타낸 SEM 사진이다. 그림 4(a)와 4(b)를 비교할 때, 박막을 열처리함으로 grain이 생성됨을

알 수 있다. 열처리 온도가 증가함에 따라 결정립의 생성이 더욱 활발해지고 이러한 island가 서로 뭉쳐져 전체 표면적은 줄어들게 되고 기판 위엔 락이 없는 부분 즉 hole의 크기가 생성되고 조금씩 커짐을 볼 수 있다.

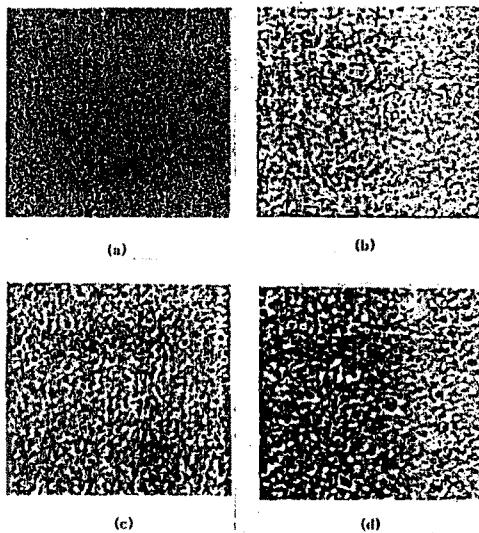


Fig. 4. SEM surface morphology pictures of the samples (a) without and (b) with the heat treatment at 1000°C for 60min, (c) 120min, (d) 240min

4000Å 두께로 증착된 Pt 박막의 열처리에 따른 박막의 상 생성 특성에 관한 열처리 효과를 알아보기 위하여 열처리 전과 1000°C에서 60, 240분간 열처리한 시편의 XRD 패턴 변화의 결과를 그림 5(a), (b), (c)에 각각 나타내었다. 열처리하기 전의 그림을 보면 SiO₂/Si 기판 위에 증착된 박막은 fcc 결정 상태의 백금에서 주로 나타나는 (111) 배향 방향이 39.5°에서 (111)회절피크만 나타난다. 또한 박막에 의한 회절강도가 단결정인 기판에 의한 회절강도와 유사한 값을 가지는 것으로 보아 증착된 박막은 거의 단결정에 가까운 결정성을 가짐을 알 수 있다. 그림 5(a), (b), (c)에서 알 수 있듯이 1000°C에서 60, 240분 열처리 시간이 증가함에 따라 시편의 XRD패턴은 상변이 결정 회절각 변화가 거의 관찰되지 않으며, 회절강도가 증가됨을 알 수 있다. 따라서 열처리에 의해서 박막의 결정성도 증가됨을 알 수 있다.

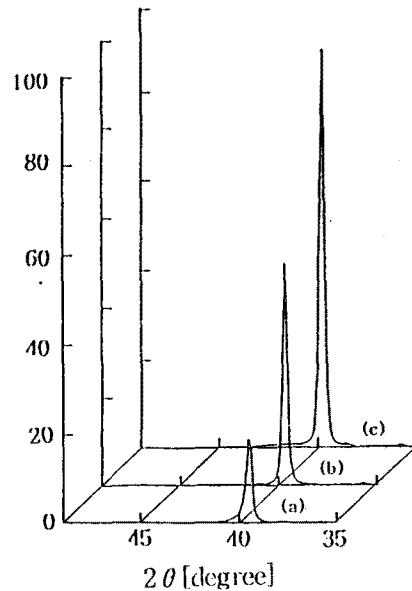


Fig. 5. XRD pattern of the samples (a) without and (b) with the heat treatment at 1000°C for 60min, (c) 240min

4. 결 론

본 연구에서는 DC 마그네트론 스퍼터링법으로 Pt 박막을 증착하여 Ar 가스 압력, 입력 power, 기판온도 그리고 증착 후 열처리에 따른 박막의 물리적, 전기적 특성을 분석했으며, 이를 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

- ① 증착된 박막의 비저항 및 면저항은 입력 power와 Ar 가스압력에 영향을 받으며, 기판 온도가 높을수록 양질의 박막을 얻을 수 있었다.
- ② 증착후 열처리 온도가 높을수록, 열처리 시간이 길수록 비저항 및 면저항의 특성이 좋아졌으며, 특히 1000°C에서 240분 열처리한 박막의 비저항은 $10.65 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 로 Pt의 bulk에 가까운 양호한 특성을 나타냈다.
- ③ 열처리를 거친 시편의 SEM에 의한 표면구조 관찰 및 XRD패턴 분석결과 열처리 시간이 길어질수록 박막의 결정질이 크게 향상됨을 알 수 있었다.

참고논문

- 1) F. Volklein, A. Wiegand and V. Baier, High-sensitivity radiation thermopiles made of Bi-Sb-Te films, Sensors and Actuators A, Vol 29, pp 87-29 (1991)
- 2) A. W. Van Herwaarden and P. M. Sarro, Thermal sensors based on the seebeck effect, Sensors and Actuators, Vol 10, pp 321-346 (1988)
- 3) Kiyotaka Wasa, Handbook of Sputter Deposition Technology, Noyes Publications, pp 10-19 (1992)
- 4) William W. Y. Lee, High resistivity of DC sputtered metal films, J. App. Phys, Vol 42, pp 4366-4377 (1971)