

Structural characterization of Al₂O₃ layer coated with plasma sprayed method

Jwayeon Kim[†], Jae Keun Yu and Yong-Tae Sul*

Department of Advanced Materials Engineering, Hoseo University, Asan 336-795, Korea

*Department of Digital Display Engineering, Moseo University, Asan 336-795, Korea

(Received May 25, 2006)

(Accepted June 16, 2006)

Abstract We have investigated plasma spray coated Al₂O₃ layers on Al-60 series substrates for development of wafer electrostatic chuck in semiconductor dry etching system. Samples were prepared without/with cooling bar on backside of samples, at various distances, and with different powder feed rates. There were many cracks and pores in the Al₂O₃ layers coated on Al-60 series substrates without cooling bar on the backside of samples. But the cracks and pores were almost disappeared in the Al₂O₃ layers on Al-60 series substrates coated with cooling bar on the back side of samples, 15 g/min. powder feed rate and various 60, 70, 80 mm working distances. Then the surface morphology was not changed with various working distances of 60, 70, 80 mm. When the powder feed rate was changed from 15 g/min to 20 g/min, the crack did not appear, but few pores appeared. Also the Al₂O₃ layer was coated with many small splats compared with Al₂O₃ layer coated with 15 g/min powder feed rate. The deposited rate of Al₂O₃ layer was higher when the process was done without cooling bar on the back side of sample than that with cooling bar on the back side of sample.

Key words Plasma spray, Al₂O₃, Electro-static chuck, PECVD, Dryetch

플라즈마 스프레이 방법으로 코팅 된 Al₂O₃ 막의 구조적 특성

김좌연[†], 유재근, 실용태*

호서대학교 신소재공학과, 아산, 336-795

*호서대학교 디지털 디스플레이공학과, 아산, 336-795

(2006년 5월 25일 접수)

(2006년 6월 16일 심사완료)

요약 반도체 드라이 에치 시스템의 웨이퍼 정전기 척에 적용하기 위해 플라즈마 스프레이 방법으로 Al-60 계열 기판에 코팅한 Al₂O₃ 코팅 막의 특성을 조사하였다. 시편 뒷면에 냉각봉이 장착되었을 때와 없을 때, 용사거리와 분말공급량을 변형하면서 Al₂O₃ 막 코팅을 하여 시편을 제작 하였다. 시편 뒷면에 냉각봉이 없을 때는 크랙과 기공이 많이 발생하였다. 시편 뒷면에 냉각봉을 장착하고 분말공급량을 15 g/min로 한 경우에 용사거리 60, 70, 80 mm에 따른 Al₂O₃ 코팅에서는 크랙과 기공은 거의 찾아볼 수 없었다. 용사거리 변화에 따른 Al₂O₃ 막 코팅의 표면형태 변화는 없었다. 같은 공정조건에서 분말 공급량을 20 g/min로 한 경우에도 크랙은 볼 수 없었으나 약간의 기공이 생겼고, 분말공급량을 15 g/min로 하였을 때 보다 작은 입자들이 많이 증착되었다. 시편 뒷면에 냉각봉이 없을 때가 시편 뒷면에 냉각봉이 장착된 경우에 비하여 증착 속도가 빨랐다.

1. 서 론

반도체 산업에서 직접회로 제조시, CVD(chemical vapor deposition), 건식식각, 또는 이온주입 공정에서 웨이퍼를 고정시키는데 척은 필수적이다. 지금까지는 웨이퍼를

고정시키기 위하여 기계적척과 진공척 등이 가장 널리 사용되고 있었다. 그러나 기계적척은 웨이퍼의 클램프가 물리는 자리를 이용하지 못하게 되거나 또는 접촉으로 인한 오염의 문제점이 있고 진공척은 진공분위기에서의 작동이 불가능하고 웨이퍼의 특정부분에 대한 응력집중으로 뒤틀림을 발생시킬 수 있는 가능성을 안고 있다. 반도체산업의 특성상 소자는 점점 작아지는 추세이고, 디자인 조건 또한 매우 엄격해져 초고집적 반도체공정 중 웨이퍼를 잡아주기 위해 더 이상 기계적척이나 진공

[†]Corresponding author

Tel: +82-41-540-5766

Fax: +82-41-548-3502

E-mail: jykim@office.hoseo.ac.kr

척은 사용하기가 어려워졌다.

이러한 문제의 한계성을 개선하고 칩 웨이퍼의 생산수율을 향상시키기 위해 정전기를 이용한 웨이퍼 고정방식이 연구 개발되었다[1]. 정전기척은 진공분위기에서도 사용이 가능하고 오염의 염려가 없으며, 정전기의 작용에 의해 웨이퍼 전체에 균일하게 응력이 집중되므로 웨이퍼 표면의 평활도가 보장된다는 장점이 있다[1, 2]. 또한 웨이퍼 전체가 척에 긴밀하게 접촉하기 때문에 효과적인 냉각을 꾀할 수 있다[1, 2].

PECVD(plasma enhanced chemical vapor deposition)와 건식식각에 사용되는 mono-polar 형의 정전기척 기본원리는 하나의 전극은 척안에 있고 다른 하나의 전극은 웨이퍼에서 제공되며, 이들 전극사이의 얇은 유전체 물질로 분리되어 있다. 전압을 웨이퍼와 척 안에 존재하는 전극에 가하는 경우 정전기 힘이 웨이퍼에 작용한다. 최근에는 electron cyclotron resonance(ECR)와 같은 방법을 사용하여 플라즈마 밀도를 향상시키는 방법을 사용하고 있다. 따라서 웨이퍼 고정에 사용되는 정전기 척은 웨이퍼를 강하게 고정되어야 하고, 고밀도 플라즈마에 견딜 수 있는 물질로 이루어져야 한다.

용사법은 대기 또는 진공 중에서 금속 표면에 Al₂O₃와 같은 세라믹 피막을 입일 때 모재에 영향을 주지 않고 단 시간 내에 형성하는 기술로 최근에 산업현장에서 많이 사용하고 있다[3]. 플라즈마를 사용하는 기술로 플라즈마 가스의 종류, gun의 형상, gun power에 따라 최고온도가 변하지만 일반적인 열원으로 고용점 재료인 세라믹재료를 치밀한 피막으로 얻을 수 있는 장점이 있다[4, 5].

현재 mono-polar 세라믹 정전기척에 사용되는 유전체 물질은 플라즈마 스프레이 방법에 의한 Al₂O₃를 보통 사용하고 있으며 플라즈마 스프레이 공정조건에 따라 세라믹 피막의 구조적 특성뿐 아니라 물리적, 전기적 특성도 변하는 것으로 알려져 있으나 정확한 결과는 없다[6].

따라서 본 연구에서는 용사법을 이용하여 세라믹 재료인 Al₂O₃ 파우더를 Al-60 계열 기판에 코팅할 때 우수한 Al₂O₃ 층을 얻기 위한 연구를 하였다. 이를 위해 용사거리 및 분말 공급량의 변화에 따른 Al₂O₃ 코팅 막의 특성을 조사하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 크기가 2 mm×35 mm×45 mm인 Al-60 계열 제품을 기판으로 사용하였으며, 용사층과 기판의 밀착력 향상을 위하여 입도 #46 Al₂O₃로 기판 표면에 sand blasting 처리 하였다. Sand blasting 처리 후

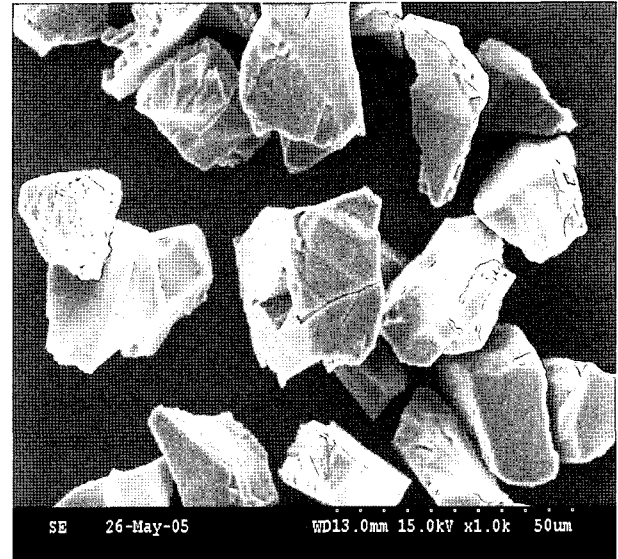


Fig. 1. SEM image of Al₂O₃ powder used in plasma spray process (×1,000).

시편의 표면 거칠기는 평균 4.5~5.0(Ra)이었다. 플라즈마 스프레이 코팅 공정은 시표 뒷면에 냉각을 위한 알루미늄 봉이 없을 때와 장착되었을 때를 나누어 진행하였다. 냉각을 위해 사용한 알루미늄 봉은 지름 150 mm, 두께 200 mm, 길이 200 mm를 모재에 실리콘 접착제로 접착하였다. 사용된 Al₂O₃ 분말은 순도가 99.9%이고 입자크기는 16~30 μm인 것을 사용하였으며, 원료분말의 SEM 사진은 Fig. 1과 같다.

플라즈마 스프레이 코팅 공정을 위해서는 Aeroplasm사의 것을 사용하였다. 기존의 다른 장비와 시스템과 다르게 주 불꽃 이외에 두개의 보조 불꽃이 장착되어 용융되지 않는 입자들의 발생을 줄일 수 있도록 설계 되었다. 용사실험의 경우 용사층의 물성은 분말입자의 크기, 분말공급량, 용사거리, 용사시 기관 이동속도, Ar량, 플라즈마 power(전압, 전류)등에 영향을 받는다. 이러한 용사변수들 중에서 용사거리(60 mm, 70 mm, 80 mm), 분말공급량(15 g/min, 20 g/min)을 변화시키면서 시편을 제작하였다. 용사조건은 Table 1과 같다.

분사량 횟수는 시편 뒷면에 냉각을 위한 알루미늄 봉이 없을 때는 6회, 시표 뒷면에 냉각을 위한 알루미늄

Table 1
Process parameters of plasma spray system

Parameter	Condition
Plasma working gas	Ar
Gas flow rate	25/min
Gun Power	65 kW (75 V, 100 A)
Spray distance	60, 70, 80, 100 mm
Particle size	16~30 μm
Powder feed rate	15, 20 g/min (편차 ± 1 g)

봉이 장착된 경우에는 10회 분사를 하였다. 코팅 막 두께 측정은 단면에서 Al₂O₃ 코팅층 세 곳을 측정하여 평균값을 정했다.

이 시편의 표면은 SEM(scanning electron microscope: FEI사 QUANTA-200)을 통해 관찰하였으며 크랙과 기공 등을 조사하였다. 광학현미경(Coolpix-950)을 사용하여 모재와 용사층의 단면을 보았다. 단면을 보기위한 시편제작은 시편크기와 비슷한 크기의 몰드에 에폭시수지와 경화제를 적정 비율로 교반하여 몰딩 하였다. 시편 관찰면을 기준으로 하여 연마기를 이용, #500~#2000 사포를 순차적으로 사용하여 폴리싱 하였으며, 용을 이용하여 마무리 하였다.

3. 결과 및 고찰

Al-60 계열 기관에 최적의 Al₂O₃ 용사층을 얻고자 공정변수에 가장 영향을 많이 주는 인자로 판단되는 용사거리와 분말공급량의 플라즈마 용사조건을 변화시켜 만든 Al₂O₃ 코팅 막의 특성을 분석하였다.

Table 2와 3은 각각 용사거리와 분말공급량이 다른 상태에서 시편 뒷면에 냉각봉이 없는 경우(6회 분사)와 장착된 경우(10회) 증착한 Al₂O₃ 코팅 층의 두께를 측정한 값이다. 증착속도는 분사횟수로 나누어 계산할 때 냉각봉이 없을 경우가 장착된 경우에 비하여 증가하는 현상을 볼 수 있다. 또한 용사거리 증가할수록 Al₂O₃ 박막의 두께는 감소하고, 분말공급량이 증가할수록 Al₂O₃ 코팅의 두께는 증가하는 것을 알 수 있었다.

Fig. 2는 시표 뒷면에 냉각을 위한 알루미늄 봉이 없을 때 용사거리가 60 mm이고 분말공급량이 15 g/min인 조건에서 만들어진 시편의 표면 SEM 사진이다. 이 그림에서 다수의 크랙과 약간 검게 보이는 거의 구형 형태의

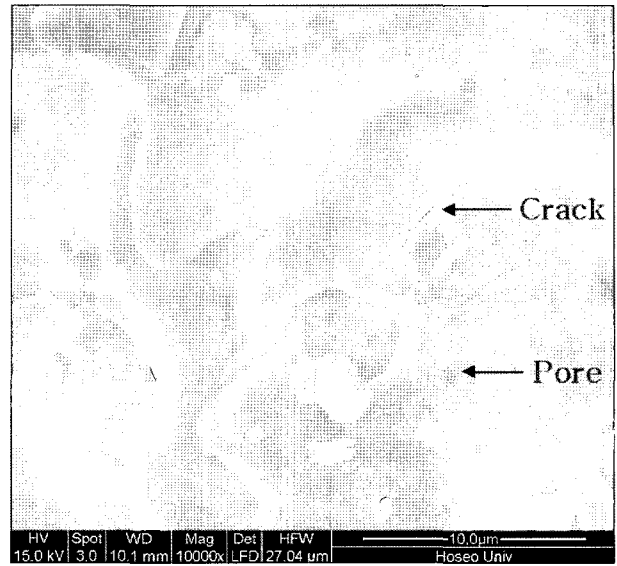


Fig. 2. SEM image of Al₂O₃ surface coated with conditions of 15 g/min powder feed rate and 60 mm working distance in plasma spray system without cooling bar on the backside of sample (×10,000).

의 기공이 많이 존재함을 볼 수 있다. 냉각봉이 없는 다른 모든 시편에서도 Fig. 2와 같은 많은 크랙과 기공을 갖고 있었다. 냉각봉이 없는 경우에는 공정 중 시편에 열에너지가 많이 축적되어 상온으로 최종 냉각시 열에너지 차에 의해 크랙이 형성되는 것으로 예측된다. 플라즈마 스프레이 내부온도는 15000 K까지 상승하는 것으로 알려져 있다[5]. 플라즈마 스프레이 공정에서 막의 증착은 lamellae 형태로 증착되며 lamellae 내에 있는 기공은 거의 구형형태이며, lamellae 사이에서 존재하는 기공은 불규칙한 형태로 존재하는 것으로 알려져 있다[7]. Fig. 2에서 보드시 기공의 형태는 구형 형태가 불규칙한 형태보다 많으며 이는 많은 기공이 lamellae 내에 존재하는 것으로 예측할 수 있다. 따라서 높은 온도에서 상온으로 냉각시 Al₂O₃ 코팅 막에 있던 gas가 외부로 분출되면서 발생하는 것으로 생각된다.

Fig. 3과 Fig. 4는 시표 뒷면에 냉각을 위한 알루미늄 봉을 장착하여 용사공정 중 시편의 온도를 110°C 이상 올라가지 않도록 한 후, 용사거리와 분말공급량에 따라 제작한 시편의 표면 SEM 사진이다. Fig. 3의 경우에는 분말공급량을 15 g/min로 고정한 상태에서 용사거리를 60 mm, 70 mm, 80 mm로 변화시킨 경우다. 이들 시편에서 크랙과 기공은 거의 볼 수 없었다. 이는 냉각봉이 존재하는 경우에 매번 코팅할 때 마다 냉각된 기관으로 열 확산 되어 최종층을 증착하는 경우에 국부적인 열응력이 발생하나 이는 열응력에 의한 에너지 측면에서 보면 매우 작아 크랙이 발생하지 않는 것으로 예측된다. 기공의 정도는 냉각봉이 장착된 경우가 냉각봉이 없는

Table 2
6 times coated Al₂O₃ thicknesses as functions of spray distances and powder feed rates without cooling bar on backside of samples

Powder feed rate	Spray distance		
	60 mm	70 mm	80 mm
15 g/min	245 μm	267 μm	223 μm
20 g/min	286 μm	278 μm	284 μm

Table 3
10 times coated Al₂O₃ thicknesses as functions of spray distances and powder feed rates with cooling bar on backside of samples

Powder feed rate	Spray distance		
	60 mm	70 mm	80 mm
15 g/min	340 μm	280 μm	280 μm
20 g/min	360 μm	290 μm	270 μm

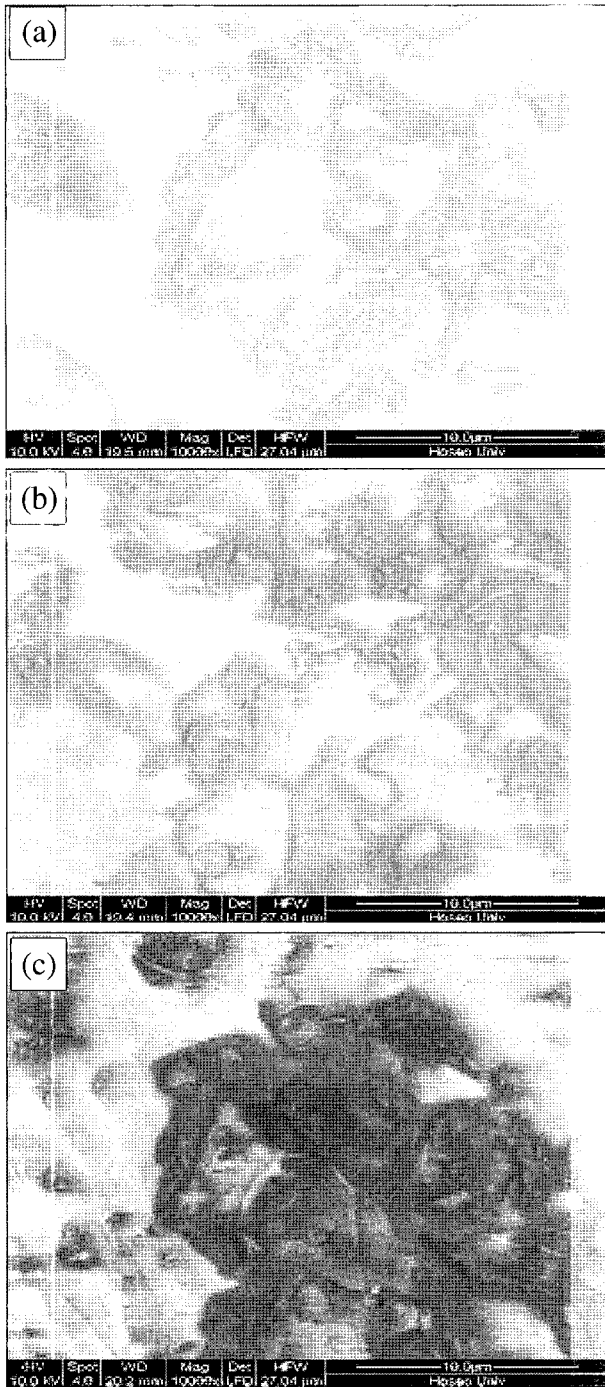


Fig. 3. SEM images of Al₂O₃ surface coated with conditions of 15 g/min powder feed rate and a) 60 mm, b) 70 mm and c) 80 mm working distances in plasma spray system with cooling bar on the backside of samples ($\times 10,000$).

경우 보다 Al₂O₃ 열에너지 축적량이 적어 용융입자 내 gas 존재량이 적어 기공의 수가 감소하는 것을 예측할 수 있다. Fig. 4는 분말공급량을 20 g/min로 고정한 상태에서 용사거리를 60 mm, 70 mm, 80 mm로 변화시킨 경우에 제작된 시편표면의 SEM 사진이다. 이 Fig.에서 분말공급량이 15 g/min 일 때와 같이 크랙은 없으나 약

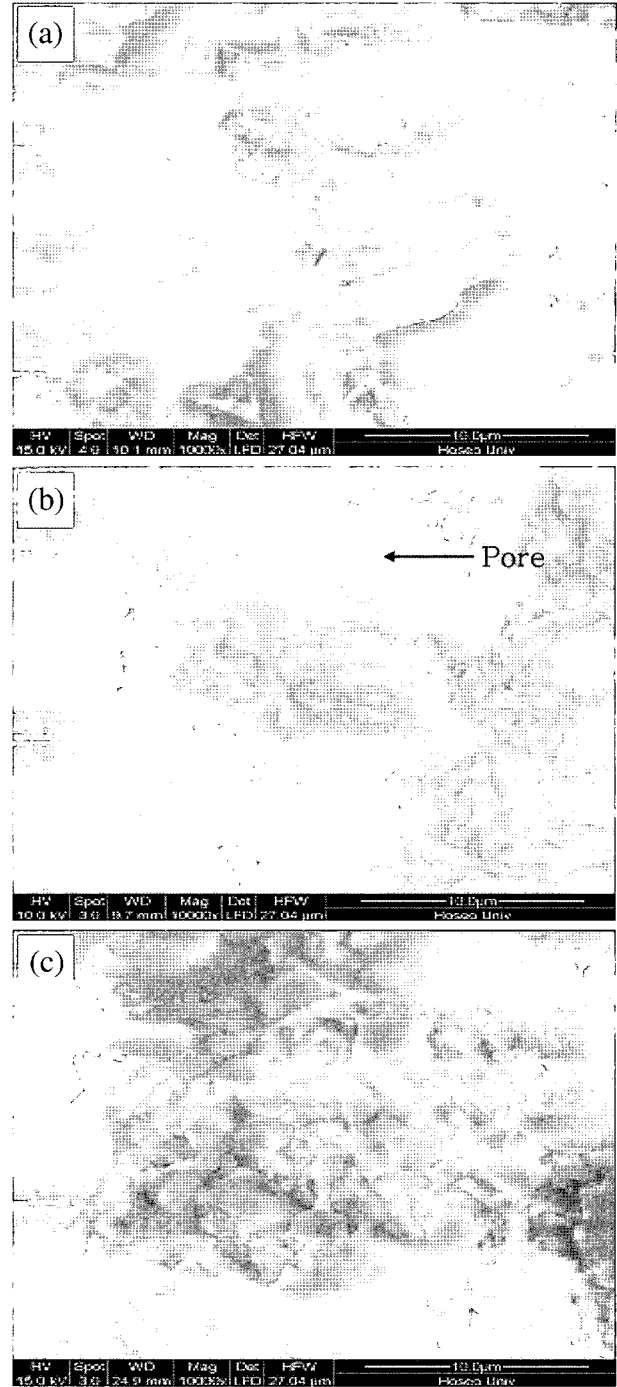


Fig. 4. SEM images of Al₂O₃ surface coated with conditions of 20 g/min powder feed rate and a) 60 mm, b) 70 mm and c) 80 mm working distances in plasma spray system with cooling bar on the backside of samples ($\times 10,000$).

간의 기공이 존재하고 작은 입자가 많이 증착되어진 것을 볼 수 있다. 이 때 기공의 생성은 20 g/min의 경우가 15 g/min 보다 공급되는 분말공급량이 많아서 분말입자들이 충분히 용해되지 못했기 때문으로, 일부 충분히 용해되지 않은 분말이 Al₂O₃ 코팅 막에 충돌한 후 떨어져 나간 것으로 생각할 수 있다. 표면상태의 변화는 플

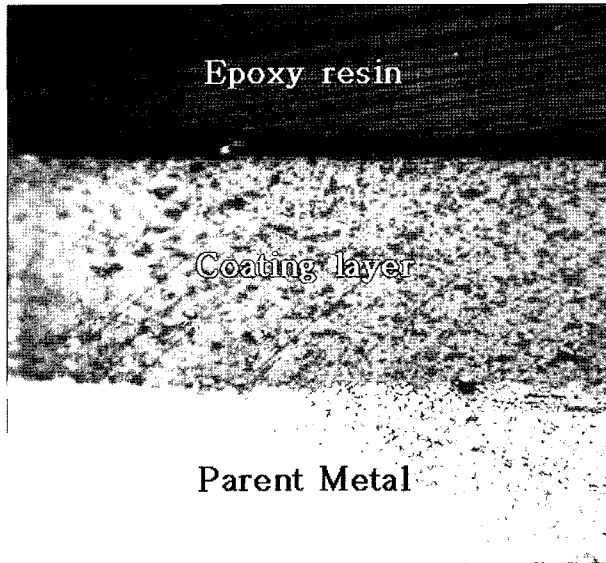


Fig. 5. $\times 100$ optical microscopy view of cross section sample optical micrographs coated with conditions of 20 g/min powder feed rate and 60 mm working distance in plasma spray system with cooling bar on the backside of samples.

라즈마 스프레이 상태가 변형된 것으로 예상되며, 분말 공급량이 플라즈마 스프레이 상태에 영향을 준다는 보고는 이를 잘 설명해 주고 있다[8]. Fig. 5는 용사거리가 60 mm에서 분말공급량을 20 g/min로 증착한 Al_2O_3 코팅 막과 기판의 단면을 100배로 나타낸 광학현미경 사진으로 Al_2O_3 층과 기판 사이의 단면을 잘 나타내 주고 있다. 이 그림들에서 Al_2O_3 층과 기판이 불균일하게 접합한 모양을 나타내는데 이것은 시편 제작시 접착력 증가를 위한 sand blasting 처리로 인한 것이다.

4. 결 론

반도체 드라이 에치 시스템의 웨이퍼 정전기 척에 적용하기 위해 플라즈마 스프레이 방법으로 Al-60 계열 기판에 코팅한 Al_2O_3 막의 특성을 조사하였다. 시편 뒷면에 냉각봉이 장착되었을 때와 없을 때, 용사거리와 분말공급량을 변형하면서 Al_2O_3 막의 코팅을 하여 시편을 제작 하였다. 시편 뒷면에 냉각봉이 없을 때는 크랙과 기공이 많이 발생하였다. 이 때 생기는 크랙은 용사공정시 공정 중 시편에 열에너지가 많이 축적되어 상온으로 최종 냉각시 열에너지 차에 의해 크랙이 형성되는 것으로 설명하였고, 기공은 열에너지 축적에 의해 높은 온도에서 상온으로 냉각시 모재에 있던 gas가 외부로 분출되면서 발생하는 것으로 설명하였다. 시편 뒷면에 냉각

봉을 장착하고 분말공급량을 15 g/min로 한 경우에 용사거리 60, 70, 80 mm에 따른 Al_2O_3 코팅에서는 크랙과 기공은 거의 찾아볼 수 없었으며, 용사거리 변화에 따른 Al_2O_3 코팅의 구조적 특성의 변화는 없었다. 같은 공정 조건에서 분말 공급량을 20 g/min로 한 경우에도 크랙은 볼 수 없었으나 약간의 기공이 생겼고, 분말 공급량을 15 g/min로 하였을 때 보다 작은 입자들이 많이 증착되었다. 이것은 20 g/min의 경우가 15 g/min의 경우 보다 들어가는 분말공급량이 많아서 분말입자들이 충분히 용융되지 못한 상태에서 용해되지 않은 분말 이 Al_2O_3 코팅 막에 충돌 한 다음 떨어져 나간 것으로 설명하였다. 시편 뒷면에 냉각봉이 없을 때가 시편 뒷면에 냉각봉이 장착된 경우에 비하여 증착속도가 빨랐다.

감사의 글

본 과제는 교육인적자원부·산업자원부·노동부의 출연금으로 수행한 산학협력중심대학육성사업의 연구결과입니다.

참 고 문 헌

- [1] G.A. Wardly, "Electrostatic wafer chuck for electron beam microfabrication", Review of Science Instruments 44(10) (1973) 1506.
- [2] L.D. Hartsough, "Electrostatic wafer holding", Solid State Technology 34(4) (1993) 87.
- [3] W. Tabakoff, "Erosion resistance of superalloys and different coating exposed to particulate flows at high temperature", Surf. Coat. Technol. 120/121 (1999) 542.
- [4] P. Fauchais, E. Bourdin and J.F. Ceudert, "Generalities on the physical and chemical processes in the a thermal plasma", International Chemical Engineering 23(2) (1983) 238.
- [5] E. Pfender, "Plasma jet behavior and modeling associated with the plasma spray process", Thin Solid Films 238 (1994) 228.
- [6] S. Gowri and G. Uma Shankar, "Expert system for process optimization of atmospheric plasma spraying of high performance ceramics", Journal of Materials Processing Technology 63 (1997) 724.
- [7] D.P.H. Hasselman, "Effect of some parameters on microstructure and hardness alumina coatings prepared by the air plasma spraying process", Journal of the American Ceramic Society 53(9) (1970) 490.
- [8] W. Ma, W.X. Pan and C.K. W, "Preliminary investigations on low-pressure laminar plasma spray processing", Surface and Coating Technology 191 (2005) 166.