

논문 97-6-2-01

열처리 조건에 따른 백금박막 측온저항체 온도센서의 특성에 관한 연구

정귀상*, 노상수*

The Study on Characteristics of Platinum Thin Film RTD
Temperature Sensors with Annealing Conditions

Gwiy-Sang Chung*, Sang-Soo Noh*

요 약

DC 마그네트론 스퍼터링을 이용하여 측온저항체 온도센서용 백금박막을 Al_2O_3 기판위에 증착시켰다. 열처리 온도, 시간이 증가할수록 박막의 비저항 및 면저항은 감소하였다. Lift-off 방법을 이용하여 Al_2O_3 기판위에 백금 저항체를 만들었으며, 텅스텐 wire, 실버 에폭시 그리고 SOG를 이용하여 백금박막 측온저항체 온도센서를 제작하였다. 25~400°C의 온도범위에서 백금박막 측온저항체 온도센서의 저항온도계수와 저항 변화율을 조사한 결과, 열처리 온도, 시간 및 박막의 두께가 증가할수록 저항온도계수가 증가하였으며 측정 온도범위 내에서 저항값은 선형적인 변화를 보였다. 열처리 온도 1000°C, 시간 240분 그리고 박막두께 1 μ m 조건에서 백금의 벌크에 가까운 3825ppm/°C의 저항온도계수값을 얻을 수 있었다.

Abstract

Platinum thin films were deposited on SiO_2/Si and Al_2O_3 substrates by DC magnetron sputtering for RTD (resistance thermometer devices) temperature sensors. The resistivity and sheet resistivity of these films were decreased with increasing the annealing temperature and time. We made Pt resistance pattern on Al_2O_3 substrate by lift-off method and fabricated Pt-RTD temperature sensors by using W-wire, silver epoxy and SOG (spin-on-glass). In the temperature range of 25~400°C, we investigated TCR (temperature coefficient of resistance) and resistance ratio of Pt-RTD temperature sensors. TCR values were increased with increasing the annealing temperature, time and the thickness of Pt thin films. Resistance values were varied linearly within the range of measurement temperature. At annealing temperature of 1000°C, time of 240min and thin film thickness of 1 μ m, we obtained TCR value of 3825ppm/°C close to the Pt bulk value.

1. 서론

일상생활뿐 만 아니라 모든 산업분야에 있어서 열의 역할이 매우 중요하기 때문에 온도를 정확히 계측을 하기 위한 노력은 오랫동안 지속되고 있다. 최근 자동차 및 메카트로닉스 산업분야에 고정밀, 고성능, 소형, 고감도 온도센서가 절실히 요구되고 있다. 현재 널리 사용되고 있는 온도센서는 측정원리에 따라 써미스터(Thermistor), 열전쌍(Thermocouple), 반도체형, 측

* 동서대학교 전자계공학부
(Div. of Electronic and Mechanic Eng., Dongseo University)

※ 본 연구는 한국과학재단 연구비(과제번호 : 95-2-08-01-01-3) 및 동서대학교 학술연구비 지원에 의해 수행된 연구임
<접수일자 : 1996년 9월 24일>

온저항체(RTD : resistance thermometer device)등 여러 종류가 있다.^[1-2] 이 중에서도 온도에 따른 금속의 전기저항의 변화를 측정함으로써 온도를 측정하는 측온저항체는 다른 형태들에 비해 호환성, 안정성, 감도, 선형성 그리고 사용 가능한 온도 범위가 넓지만 소형화가 어렵고 기계적 충격이나 진동에 약하며 고가라는 단점을 갖고 있다. 특히 Pt-RTD는 저항의 온도계수가 크고 직선성이 우수하며 넓은 온도 범위에서 안정하기 때문에 백금 코일을 이용한 온도형, 세라믹형, 유리형 등이 실용화되고 있지만, 고순도의 백금 코일을 이용하기 때문에 기계적 특성이 나빠져, 코일제작 및 물딩에 많은 시간이 소요되고, 소형화가 불가능하며 고가인 단점을 가지고 있다. 그러나 박막형 Pt-RTD는 이와 같은 문제점을 해결할 수 있으며 소형화, 고속응답, 저가격화가 가능하다.^[3]

본 연구에서는 DC 마그네트론 스퍼터링법으로 측온저항체 온도센서용 백금박막의 최적 증착조건을 조사한 후, lift-off 방법으로 제작된 백금박막 측온저항체 온도센서의 열처리 조건에 따른 비저항, TCR(저항온도계수) 그리고 온도에 따른 TCR 변화율을 조사하였다.

II. 실험방법

본 실험에서는 99.99% 고순도 백금 타겟을 사용하여 SiO₂/Si 기판과 Al₂O₃(알루미나) 기판위에 DC 마그네트론 스퍼터링법으로 박막을 증착시켰다. 기판과 타겟의 거리는 4.5cm이고, 99.99% 고순도 Ar 가스를 사용했으며, 주입되는 유속은 80sccm으로 고정하였다. 양호한 박막을 얻기 위해 1×10⁻⁶Torr 이하까지 초기 진공을 만든 후 Ar 가스를 주입하여 플라즈마를 발생시켰다. 본 스퍼터링 전에 예비 스퍼터를 하여 타겟 표면의 산화 및 오염물질을 제거하며 잔류가스의 방출 및 플라즈마를 안정시켰다. 본 실험에서 조사된 최적 증착 조건(DC power density : 7W/cm², working vacuum : 5mTorr)하에서^[4] 백금박막을 증착 시킨 후 lift-off 방법을 이용하여 백금박막 저항체를 제작하였다. Silver epoxy를 이용하여 W-wire를 bonding하였으며 SOG (spin-on-glass)를 spin coating시킨 후 공기 중에서 100℃(5분), 200℃(60분), 350℃(60분) 그리고 500℃(60분)에서 순차적으로 baking하여 passivation막으로 이용하였다.

고온 열처리 조건에 따른 백금박막의 물리적, 전기

적 특성은 four-point probe, SEM, 그리고 XRD를 사용하여 분석하였다. 제작된 백금박막 측온저항체 온도센서는 항온항습조 내에서 25℃~400℃의 온도 범위에서 저항온도계수 및 저항 변화율을 측정·분석하였다.

III. 결과 및 고찰

1) 백금박막의 열처리 특성

가. 전기적 특성

열처리를 함으로서 전기적으로 불안한 상태나 구조적으로 갈라진 틈 사이가 밀착되어 비틀림(distortion)들이 줄어들고 결정립(grain) 크기가 커짐에 따라 단결정성(single crystalline) 성장을 촉진시켜 전기적으로 양호한 박막을 얻을 수 있게 된다.^[5]

그림 1은 Ar 가스압력 5mTorr, 입력 power 7W/cm² 그리고 기판온도 300℃에서 5000A의 두께로 백금박막을 증착한 후 600~1100℃에서 각각 60분간 열처리한 백금박막의 비저항 및 면저항의 변화를 나타낸 것이다. 열처리 온도가 증가함에 따라 결정립의 크기가 증가되어 단결정 성장이 촉진됨에 따라 비저항이 감소되고 있음을 알 수 있다. 그러나 1100℃에서 열처리된 박막의 경우 성장된 결정립에 의한 island 형성과 기판에 대한 백금박막의 접합력의 결여에 따른 부분적인 박막의 소실로 인해 비저항값이 상당히 증가된 것으로 사료된다.

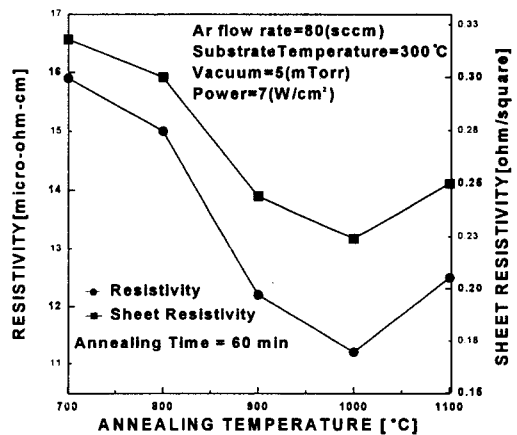


그림 1. 열처리 온도에 따른 백금박막의 비저항 및 면저항 변화

Fig. 1. Variation of resistivity and sheet resistivity of Pt thin films with increasing annealing temperature.

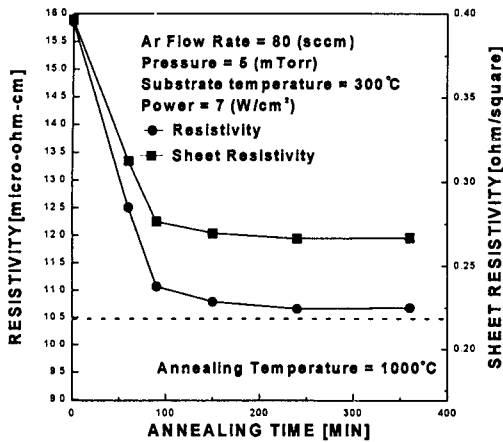


그림 2. 1000°C에서 열처리 시간에 따른 백금박막의 비저항 및 면저항 변화.

Fig. 2. Variation of resistivity and sheet resistivity of Pt thin films annealing time at 1000°C.

그림 2는 그림 1에서와 같은 증착조건하에서 4000 Å의 두께로 백금박막을 증착시킨 후 1000°C에서 열처리 시간에 따른 박막의 비저항 및 면저항의 변화를 나타낸 것이다. 열처리를 거치지 않은 박막의 비저항 및 면저항이 $15.86 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $0.396(\Omega/\square)$ 인 반면에 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. 그림 2에서 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 열처리 조건에서는 결정립의 성장에 따른 부분적 island 형성에 의해 비저항값이 다소 증가되었음을 알 수 있다.

나. 물리적 특성

본 실험에서 표면분석에 이용된 시료는 최적 증착 조건으로 확인된 Ar 가스압력 5mTorr, 입력 power $7\text{W}/\text{cm}^2$ 에서 두께가 4000Å로 제작된 시료이다. 그림 3(a)는 기판(SiO_2/Si) 위에 증착된 박막의 표면을 10000배 확대하여 촬영한 표면 상태를 나타낸 SEM 사진이다. 일반적인 전자소자 제조에 사용되는 실리콘 기판의 표면은 대단히 평탄한 거울면 상태이다. 이 기판위에 마그네트론 스퍼터링으로 형성된 백금박막도 SEM 사진에서 알 수 있듯이 거울면과 같이 대단히

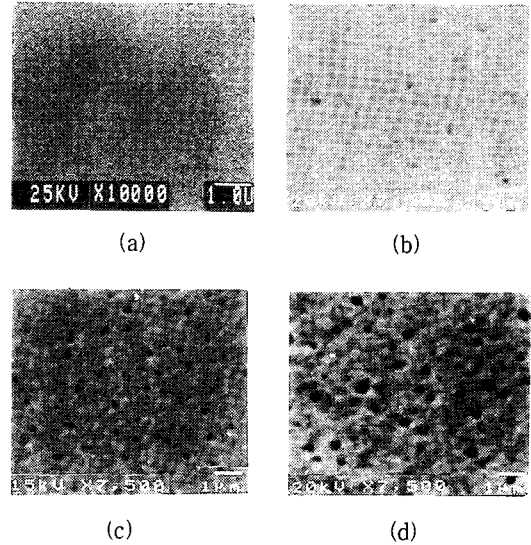


그림 3. 열처리를 (a) 거치지 않은 시료, (b) 800°C, (c) 900°C, (d) 1000°C에서 60분간 열처리 거친 백금박막의 SEM 표면 사진.

Fig. 3. SEM surface morphology pictures of Pt thin films (a) without and with annealing at (b) 800°C, (c) 900°C, (d) 1000°C for 60 min.

균일한 박막으로 증착되어 있음을 알 수 있다. 그림 3(b), (c), (d)는 증착된 박막을 각각 800, 900, 1000°C에서 60분간 열처리한 후 7500배 확대한 박막의 표면 상태를 나타내는 SEM 사진이다. 그림 3(a), (b)를 비교할 때, 박막을 열처리함으로써 결정립이 생성됨을 알 수 있다. 열처리 온도가 증가함에 따라 결정립의 생성이 더욱 활발해지고 이러한 결정립이 서로 뭉쳐져 전체 표면적은 줄어들게 되고 기판위엔 막이 없는 부분, 즉 hole의 크기가 생성되고 조금씩 커짐을 볼 수 있다.

4000Å 두께로 증착된 백금박막의 열처리에 따른 박막의 상(phase) 생성 특성에 관한 열처리 효과를 알아보기 위하여 열처리 전과 1000°C에서 60, 240분간 열처리한 시료의 XRD 패턴 변화의 결과를 그림 4(a), (b), (c)에 각각 나타내었다. 열처리하기 전의 경우, SiO_2/Si 기판위에 증착된 박막은 fcc 결정 상태의 백금에서 주로 나타나는 (111) 배향 방향의 회절 피크가 39.5° 만 나타난다. 또한 박막에 의한 회절 강도가 단결정성인 기판에 의한 회절 강도와 유사한 값을 가지는 것으로 보아 증착된 박막은 거의 단결정성에 가까운

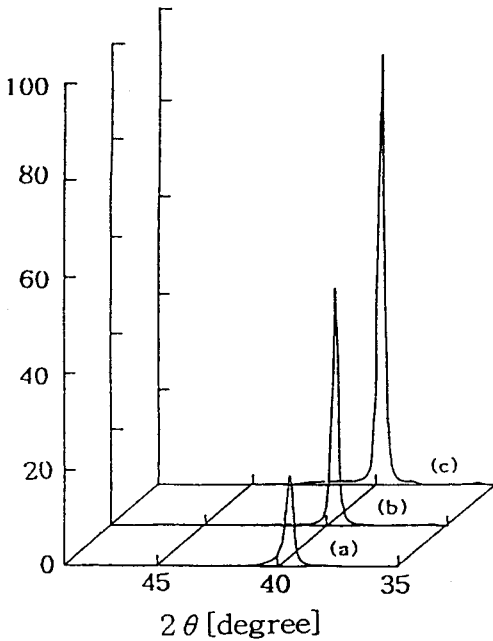


그림 4. 1000 °C에서 열처리 (a)거치지 않은 시료, (b)60분, (c)240분 거친 백금박막의 X-선 회절 패턴.

Fig. 4. XRD pattern of Pt thin films (a)without and with annealing for (b)60min, (c)240min at 1000°C.

결정성을 가짐을 알 수 있다. 그림 4(b), (c)에서 알 수 있듯이 1000°C에서 60, 240분 열처리 시간이 증가함에 따라 시편의 X선 회절 패턴은 상변이 결정 회절각 변화가 거의 관찰되지 않으며, 회절 강도가 증가됨을 알 수 있다. 따라서 열처리에 의해서 박막의 결정성도 증가됨을 알 수 있다.

2) 백금박막 측온저항체 온도센서의 특성

그림 5는 본 실험에서 Al_2O_3 기판위에 lift-off 방법으로 제작된 백금박막 측온저항체를 나타낸 표면사진으로 선폭은 50 μm 이다.

그림 6은 최적 증착조건하에서 4000Å 두께로 증착된 백금박막을 이용하여 제작된 백금박막 측온저항체 온도센서의 열처리 온도에 따른 TCR 변화를 나타낸 것이다. 열처리를 거치지 않은 경우 TCR값이 3029ppm/°C 정도로 나타났으나 열처리를 해 줌으로 TCR값이 상당히 개선되는 것을 볼 수 있다. 그리고 열처리 온도가 증가 할

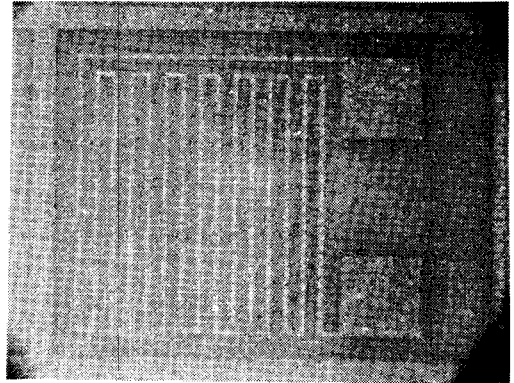


그림 5. 백금박막 측온저항체 온도센서의 패턴.
Fig. 5. Pt-RTD temperature sensor pattern.

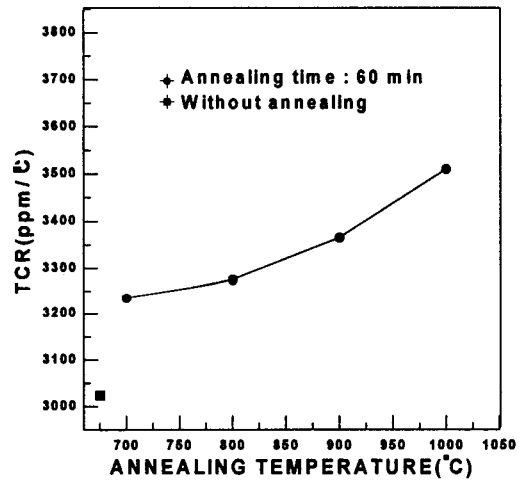


그림 6. 열처리 온도에 따른 백금박막 측온저항체 온도 센서의 TCR 변화.

Fig. 6. Variation of the TCR of Pt-RTD temperature sensors with increasing annealing temperature.

수록 백금박막의 전기적, 구조적 결점들이 줄어들므로 TCR값이 더욱 증가되고 있음을 알 수 있다.

그림 7은 4000Å 두께의 백금박막으로 제작된 백금박막 측온저항체 온도센서로 1000°C에서 열처리 시간에 따른 TCR값 변화를 나타낸 것이다. 열처리 시간이 길어짐에 따라 전기적으로 불안한 상태나 구조적으로 갈라진 틈 사이가 밀착되어 distortion들이 줄어들고 grain 크기가 커짐에 따라 단결정(single crystalline)

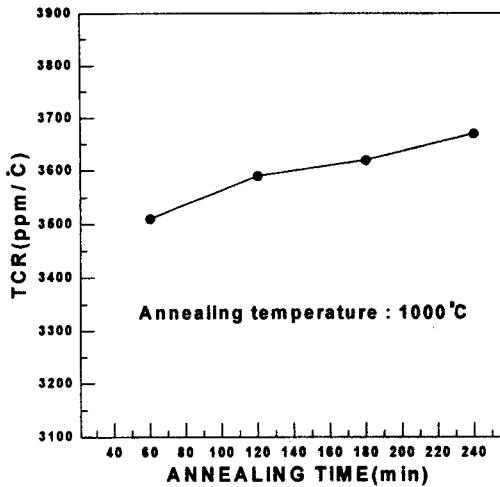


그림 7. 1000°C에서 열처리 시간에 따른 백금박막 측온저항체 온도센서의 TCR 변화.
Fig. 7. Variation of the TCR of Pt-RTD temperature sensors with increasing annealing time at 1000°C.

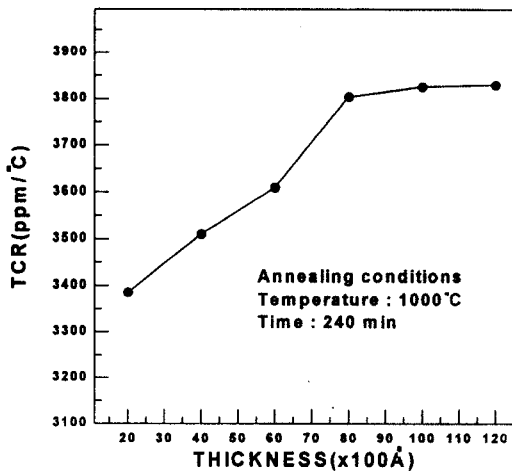


그림 8. 백금박막 두께에 따른 백금박막 측온저항체 온도센서의 TCR 변화.
Fig. 8. Variation of the TCR of Pt-RTD temperature sensors with increasing thickness of Pt thin films.

성장을 촉진시켜 박막의 특성이 bulk 성질에 가까워져 TCR값도 증가되고 있음을 알 수 있다.

얇은 금속박막은 내부에 많은 구조적 결함이나 결

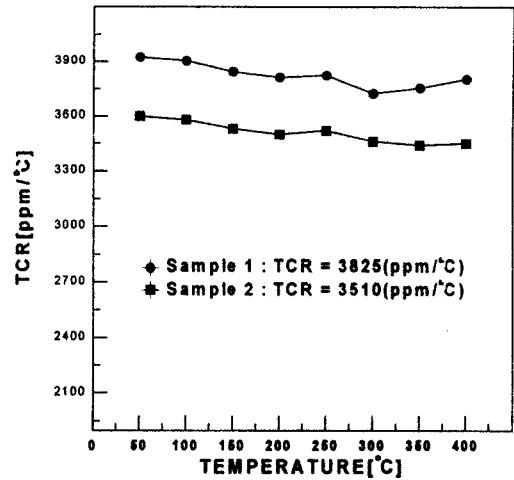


그림 9. 온도에 따른 백금박막 측온저항체 온도센서의 저항온도계수 변화율.
Fig. 9. TCR variations of Pt-RTD temperature sensors with increasing temperature.

정입계가 존재해서 전자가 산란되고 또한 박막표면 자체도 산란의 커다란 영향이 되므로 금속의 bulk 특성과 다른 값을 보이게 된다. 백금의 경우 bulk 특성을 나타내는 최소 두께는 1 μ m 정도로 알려져 있는데^[6] 그림 8에서 TCR값이 두께가 증가할수록 급격히 증가하다가 1 μ m 이상에서 일정하게 나타나는 본 연구의 결과와 잘 일치함을 알 수 있다.

그림 9는 TCR값이 각각 3825ppm/°C인 sample 1과 3510ppm/°C인 sample 2인 백금박막 측온저항체 온도센서의 온도 변화에 따른 저항 변화율을 나타낸 것이다. sample 1, sample 2의 TCR값의 표준편차를 분석한 결과 각각 20.1, 19.6ppm/°C로 양호하게 나타났으며 그림에서 알 수 있듯이 온도에 따른 TCR 변화가 양호한 특성을 보이고 있다.

IV. 결 론

본 연구에서는 백금박막을 99.99% 고순도 백금 타겟을 이용하여 SiO₂/Si 기판과 Al₂O₃ 기판위에 DC 마그네트론 스퍼터링법으로 증착하였다. 최적 증착조건하에서 형성된 백금박막의 열처리 조건에 따른 특성 및 lift-off 방법으로 제작된 백금박막 측온저항체 온도센서의 열처리 조건, 박막의 두께에 따른 특성을 분석하

였다. 백금박막 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 백금의 bulk에 가까운 양호한 특성을 나타냈다. 그러나, 1000°C, 240분 그 이상 시간에 대한 열처리는 결정립 성장에 따른 부분적 island 형식으로 비저항값이 다소 증가함을 알 수 있었다. 백금박막 측온저항체의 TCR값은 열처리 온도(700~1000°C)가 증가할수록 그리고 1000°C에서 열처리 시간이 길어질수록 증가됨을 알 수 있었다. 한편 두께에 따른 백금박막 측온저항체 온도센서의 특성은 박막두께가 증가할수록 TCR값이 큰 변화로 증가되었고 박막두께 1 μm 에서는 3825ppm/°C 백금의 bulk에 가까운 값을 얻었으며 온도에 따른 저항 변화율도 상당히 우수한 직선성을 나타내었다. 그러나 1 μm 이상의 두께에 대한 TCR값의 변화는 없었다. 본 연구의 결과에 나타난 백금의 bulk 특성에 다소 못 미치는 비저항 및 TCR값은 스퍼터링 시스템을 다른 물질과 병행하여 사용함에 따른 불순물 유입의 결과로 사료되며, 백금 전용 스퍼터링 시스템을 이용한다면 더욱 양호한 특성을 얻을 수 있을 것으로 예상된다.

참고문헌

- [1] G. C. M Meijer and C. H. Voorwinder, A Novel BiCMOS Signal Processor for Pt-100 Temperature Sensors with Microcontroller Interfacing, Sensors and Actuators A, 25, 613-620 (1991).
- [2] P. P. L. Regtien, Linearization Circuit and Method, Patent Applic. PCT IE/89/00865 (Feb, 1990).
- [3] T. D. McGee, Principles and Methods for Temperature Measurement, Wiley, New York (1988).
- [4] 정귀상, 노상수, 측온저항체 온도센서용 백금박막 형성에 관한 연구, 전기전자재료학회지, 9, 911-917 (1996).
- [5] H. Yongde, C. Lujin, L. Hong and G. Shuping, NTC Thermally Sensitive Powder Materials for Thick-Film Thermistors A, 35, 269-272 (1993).
- [6] R. D. Baxter and P. J. Freud, Thin Film Resistance Thermometer Device with A Pre-determined Temperature Coefficient of Resistance and Its Method of Manufacture, USA patent no. 4375056 (1980).

著 者 紹 介



정 귀 상

1961년 6월 20일생. 1983년 2월 영남대학교 전자공학과 졸업. 1985년 동대학교 대학원 전자공학과 석사. 1992년 3월 일본 도요하시기술과학대학 시스템정보공학과 박사. 1992년 3월 한국전자통신연

구소 선임연구원. 현재 동서대학교 전자기계공학부 메카트로닉스공학전공 조교수



노 상 수

1973년 2월 29일생. 1996년 동서대학교 전자공학과 졸업. 현재 동서대학교 전자공학과 석사과정.