

Al₂O₃ 기판에 형성된 Titanium 박막의 전기적 및 구조적 특성

Electrical and Structural Properties of Ti Thin Films on Al₂O₃ Substrate

정운조*, 양현훈, 임정명, 김영준, 박계춘

(Woon-Jo Jeong*, Hyun-Hun Yang, Jeong-Myung Lim, Young-Jun Kim, and Gye-Choon Park)

Abstract

Ti films were deposited onto 100×100 mm alumina substrates using dc magnetron sputtering under the following conditions: substrate temperature of R.T.~400 °C, annealing temperature of 100~400 °C, and sputtering gas pressure of 4×10^{-3} Torr~ 4×10^{-2} Torr. And the films were examined by X-ray diffraction analysis (XRD), scanning electron microscopy(SEM) and 4-point measurement system. The best electrical and structural properties was obtained by substrate temperature of ~200 °C, target-substrate distance of ~14 cm and sputtering pressure of $\sim 1 \times 10^{-2}$ Torr. Also at that condition the most excellent adhesion was observed.

Key Words : Titanium, Thin film, Sputtering, Adhesion force

1. 서론

레이저, 스위칭 소자, 라우팅 소자, 수광소자 등과 같은 광전자 디바이스는 동작온도에 있어서 상당한 주의가 요구된다. 특히 레이저 디바이스에 있어서 동작온도의 변동은 중심파장의 천이, 문턱치 전류와 출력 전력의 변화를 초래하게 되어 결과적으로 시스템의 성능이 저하하게 된다. 따라서 레이저 등과 같은 광전자 디바이스에서는 동작온도의 안정성을 위하여 통상 열전냉각 소자(Thermoelectric coolers; TE)를 사용하게 되는데, 이러한 TE와 광전자 디바이스를 집적화해서 패키징할 때 기판재료의 선택이 중요하게 된다[1-3]. 열전도도의 측면에서 볼 때 이러한 Optical platform 기판 재료로는 Alumina, Sapphire, AlN, SiC 등이 사용되고, 전기전도성을 부여하기 위해 Metallization을

하게 된다. 광전자 디바이스의 전도성 재료로는 Au 박막이 주로 사용되는데, Au 박막은 비저항이 낮고 내식성이 강하며, 화학적으로 안정하다는 장점 때문에 전자산업에 있어서 널리 이용되고 있다. 그러나 Au 박막은 세라믹 등의 절연성 기판에 잘 부착되지 않는다. 부착력(adhesion force)은 박막의 내구성을 평가하는 중요한 인자가 되는데, 이를 극복하기 위하여 기판과 Au 박막 사이에 adhesive layer로서 Ti, Cr, Ni 박막을 입히게 된다. 또한 이러한 adhesive layer는 패키징 공정중 soldering이나 wire bonding 등을 행할 때 인가되는 높은 온도에서도 강한 부착력을 유지해야되고, 이를 위해서는 adhesive layer를 형성하는 공정변수들과 그 전기적, 구조적인 특성과의 상관 관계가 규명되어야 할 것이다[4-8].

본 연구에서는 알루미늄 기판상에 adhesive layer로서 Ti를 선택하여 DC magnetron sputtering으로 Ti 박막을 형성하였고, 기판온도, 스퍼터링 압력, 열처리 조건에 따른 Ti 박막의 전기적, 구조적 특성 및 알루미늄 기판과의 부착력을 고찰하였다.

* : 목포대학교 전기공학과
(전남 무안군 청계면 도림리 61,
Fax: 061-450-6426

Corresponding Author : jwjhnl@empal.com
2002년 11월 13일 접수, 2003년 1월 6일 1차 심사완료,
2003년 4월 21일 2차 심사완료, 2003년 4월 28일 최종 심사완료

2. 실험

실험에 사용된 스퍼터링 시스템은 약 3,000 Gauss의 magnet이 부착된 magnetron sputtering 장치로서, 저진공은 로타리 펌프, 고진공은 Turbo molecular pump를 사용하여 초기 진공도가 약 8×10^{-7} Torr까지 도달된다.

Ti 박막 증착시 최적 조건을 도출하기 위해 기판 온도(R.T.~400 °C), 가스 압력(4~40 mTorr) 및 열처리 온도(100°C~400°C)를 변화시켰다. 기판은 Alumina(100×100mm)를 사용했으며, Ti 박막의 두께 균일성을 위해 기판과 타겟 사이의 거리는 약 14 cm 로 하여 평행하게 배치하였고 약 6 rpm의 속도로 기판 홀더를 회전시켰다. 이때 원하지 않는 조건에서 스퍼터 되는 것을 방지하기 위해 기판과 타겟 사이에 셔터를 설치하였다. 각 스퍼터 조건에서의 증착률은 두께 컨트롤러(STM-100/MF, Sycon)를 사용하여 조절하였고, 보다 정확한 두께 보정을 위해 단면 형상 측정 장치(Dektak 3, USA)로 확인하였다. Ti 박막의 부착력은 와이어 본딩 테스트 법과 Scratch Tester(S/N-A00 14-266 REVETEST, Swiss)를 사용하였고, 저항률은 4-point probe system (SR-3000, Chang-Min Tech.)을 사용하여 상온에서 측정하였다. 시편의 비대칭성과 전극 접촉부의 불균일성의 영향을 줄이기 위해 시편의 각 위치에 따른 저항을 10회 반복 측정하여 그 평균값을 취하였다. 또한 Ti 박막의 결정성을 고찰하기 위해 XRD(D/Max-2400, Rigaku)와 SEM(S3500, Hitachi) 분석을 하였고 측정된 저항값과 부착력과의 관계를 비교 분석하였다.

표 1. 스퍼터링 조건.

Table 1. Sputtering condition.

| | |
|---------------------|--|
| DC Power | -230V, 800mA |
| Substrate Temp. | R.T.~400°C |
| Sputtering Pressure | 4×10^{-4} Torr~ 4×10^{-2} Torr |
| Annealing Temp. | 100°C~400°C |

3. 결과 및 고찰

3.1 Ti 박막의 전기적 특성

그림 1은 약 180W의 DC 전력과 1×10^{-2} Torr의 스퍼터링 압력에서 제조된 Ti 박막의 기판온도에

대한 면저항의 변화를 나타내었으며, 이 때 막 두께는 약 1,000 Å 이었다. 그림에서 알 수 있듯이 실온에서는 다소 높은 약 550~750 Ω/square의 면저항이 나타나다가, 기판온도 100 °C 이상에서는 급격히 감소하여 작게는 약 23 Ω/square 까지 나타나고 있다. 또한 기판온도 100 °C 까지는 기판표면저항값의 구배가 심하게 나타나다가 200 °C 이상에서는 거의 구배가 없는 Ti 박막을 얻을 수 있었다. 이는 큰 에너지를 가지고 타겟 표면으로부터 떨어져 나온 스퍼터 입자가 기판까지 도달하는 동안 그 에너지의 상당량이 소실되었고, 그 결과 치밀하지 못하고 균일하지 못한 Ti 박막이 형성될 수밖에 없었다고 생각되며, 이를 방지하기 위해서 외부에서 추가로 기판표면에 열에너지를 공급하였고 그 결과 Ti 입자가 충분한 에너지를 가지고 기판 표면상을 표류하다가 제 위치에 정착되게끔 하였다.

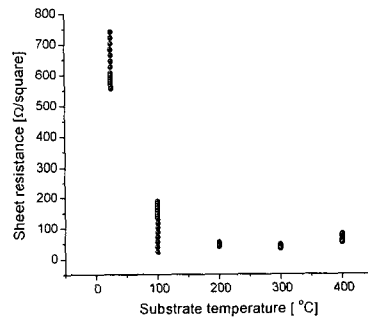


그림 1. Ti 박막의 기판온도에 따른 면저항.
Fig. 1. Sheet resistance of Ti thin film depending upon substrate temperature.

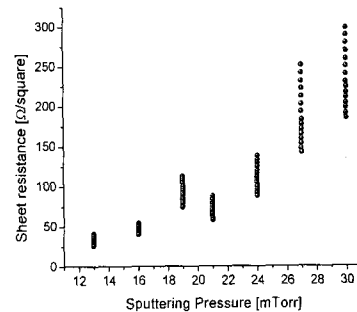


그림 2. Ti 박막의 스퍼터링 압력에 따른 면저항.
Fig. 2. Sheet resistance of Ti thin film depending upon sputtering pressure.

그림 2는 180W의 DC 전력과 200 °C의 기판온도에서 스퍼터링 압력을 변화시켰을 때 Ti 박막의 면저항 분포를 나타내었는데, 압력이 증가할수록 면저항은 거의 비례해서 증가하는 추세를 나타내고 있고, 특히 27 mTorr 이상의 스퍼터링 압력에서는 저항값의 구배 또한 심하게 나타났다. 이러한 현상이 나타나는 이유는 스퍼터된 입자가 기판까지 도달하는 동안 Ar⁺ 이온들과 충돌을 반복하게 되는데, 스퍼터링 압력이 높을수록 충돌 횟수는 증가하게 되고 결국 기판 표면에 도달하였을 때에는 Ti 입자의 에너지가 상당량 감소한 상태에서 정착하게 되어 양질의 박막이 얻어질 수 없다고 생각된다.

이상의 결과로부터 양질의 Ti가 얻어지기 위해서는 약 200 °C 정도의 기판온도 그리고 약 1×10^2 Torr의 스퍼터링 압력이 적정 조건인 것으로 판명된다. 그림 3은 이러한 조건에서 측정된 10×10 cm 크기의 기판에 형성된 Ti 박막의 면저항 분포를 나타냈으며, 최저 26.5 Ω /square에서 최고 41.5 Ω /square로 그 표준편차 값은 1.03으로서 대단히 균일한 표면 상태를 보인다. 이는 한번에 많은 개수의 디바이스를 작은 오차 범위로 장착할 수 있다는 점에서 의미가 있다고 할 수 있다.

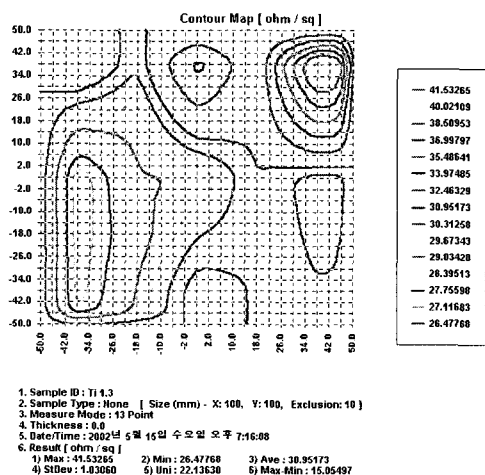


그림 3. Ti 박막의 면저항 분포도.
Fig. 3. Sheet resistance of Ti thin film. ($T_s=200$ °C, sputtering pressure= 1×10^2 Torr)

3.2 Ti 박막의 구조적 특성

약 180W의 DC 전력과 1×10^2 Torr 의 스퍼터링 압력에서 제조된 Ti 박막의 기판온도에 따른 구조

적 특성을 살펴보기 위하여 XRD 분석을 하였고, 그 결과를 그림 4에 나타내었다. Ti은 박막으로 성장되었을 때 기판온도 및 가스 압력 등의 증착 조건에 따라 (100)면 또는 (002)면이 강하게 성장된다고 보고되고 있는데[5], 본 연구에서는 (002)면보다 (100)면이 두드러지게 성장되었음을 알 수 있다. Ti 박막이 알루미늄이나 기판 상에 성장되었기 때문에 그 결정 배향성이 명확히 나타나지는 않았지만, 회절각을 좁은 범위로 세분해서 표현하면 특정한 방향의 결정면 성장 정도는 구분해 낼 수 있었다. 그림에서 보는 바와 같이 실온에서보다 100 °C 이상의 기판온도에서 (100)면의 성장이 두드러짐을 알 수 있고, 이는 치밀하면서 균일한 Ti 박막이 형성되기 위해서는 추가적인 에너지원이 필요하다고 예측한 앞서의 면저항 측정결과와 일치하는 양상을 보여주고 있다.

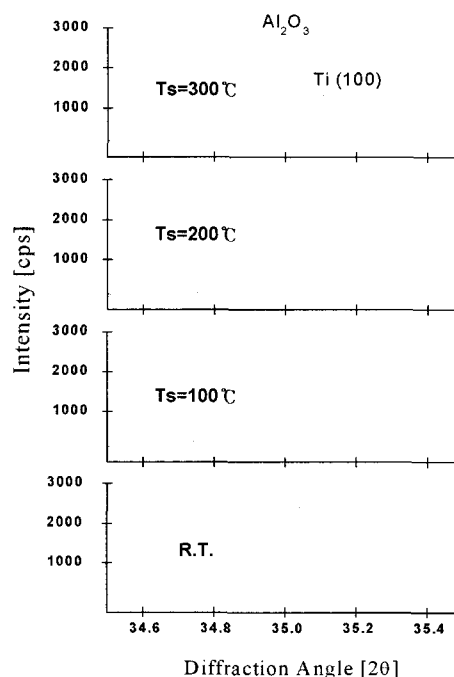


그림 4. Ti 박막의 기판온도에 따른 XRD 패턴.
Fig. 4. X-ray diffraction patterns of Ti films depending upon substrate temperature.

이러한 결과로 미루어 볼 때 증착 도중이 아닌 증착된 후에 전기로에서 열처리를 한 경우에도 비슷한 결과가 나오지 않을까 하는 추론을 할 수 있었으며, 이를 확인하기 위하여 실온에서 증착된 Ti

박막을 100 °C~400 °C 온도로 대기중에서 100 °C 간격으로 열처리하였고 XRD 분석 결과를 그림 5에 나타내었다. 그림에서 알 수 있듯이 열처리한 경우의 Ti 박막의 (100)면은 열처리하지 않았을 때에 비해 변화가 거의 없었다. 그러나 열처리하는 과정에서 대기중의 산소가 Ti 박막에 영향을 미칠 수 있다는 관점에서 EDX 분석을 행하였는데 마찬가지로 뚜렷한 변화는 관찰할 수 없었다. 이로부터 후열처리는 Ti 박막의 물성에 별다른 영향을 미치지 않는다는 것을 알 수 있었다.

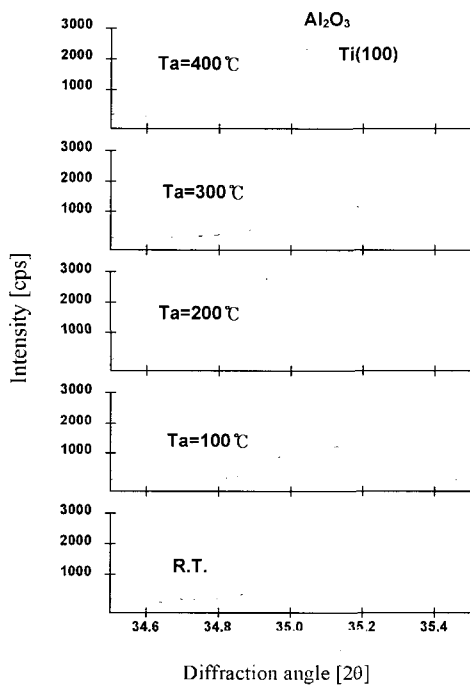


그림 5. Ti 박막의 열처리 온도에 따른 XRD패턴.
Fig. 5. X-ray diffraction patterns of Ti films depending upon heat-treatment temperature.

3.3 Ti 박막의 미세구조

Ti 박막의 미세구조를 살펴보기 위해 기판온도, 가스압력 및 열처리 온도에 따른 SEM 분석을 하였는데, 실험에 사용된 알루미늄 기판이 다결정 구조이고 증착된 Ti 박막이 알루미늄 기판의 grain 형상을 따라 성장되는 관계로 Ti 박막의 표면 형상의 변화는 뚜렷하게 관찰되지 않았다. 하지만 부착력 테스트 결과 다른 스퍼터링 변수보다는 기판온도가 부착력에 크게 영향을 미친다는 것이 확인

되었고, 이러한 현상이 나타나는 원인을 살펴보기 위해 기판을 슬라이드 글라스로 대체한 다음 동일한 스퍼터링 조건에서 Ti 박막을 성장시켰다. 이때 스퍼터링 압력은 약 1×10^{-2} Torr, DC 전력은 약 180W이고 열처리는 하지 않았다. 그 표면 형상을 그림 6에 나타내었는데 200°C 이하의 기판온도에서보다 200°C 이상의 기판온도에서 더 치밀한 표면구조가 관측되었고 이러한 현상은 스퍼터된 Ti 입자들이 추가로 열에너지를 공급받음으로 인해서 Kinetic Energy가 증대되었기 때문이라는 것을 알 수 있다. 통상 스퍼터된 입자들의 Kinetic Energy는 수십 eV로 알려져 있고 이는 가열 증착법이나 E-beam 증착법보다는 훨씬 큰 에너지이나 본 연구에서 목표로 하는 30N 이상의 부착력을 얻을 수 없었고 이를 위해서는 추가적인 에너지 공급이 필수적이라는 것을 확인하였다.

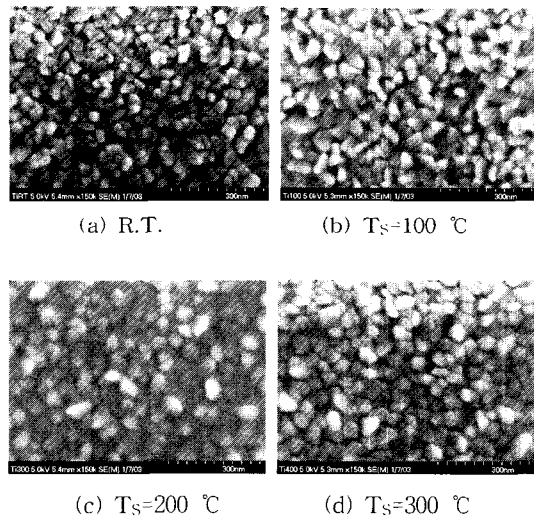


그림 6. Ti 박막의 기판온도에 따른 SEM사진.
Fig. 6. SEM photographs of Ti films depending upon substrate temperature.

3.4 Ti 박막의 부착력 테스트

이상의 결과로부터 양질의 Ti가 얻어지기 위해서는 약 200 °C 정도의 기판온도 그리고 약 1×10^{-2} Torr의 스퍼터링 압력이 적정 조건인 것으로 생각되는데, 본 연구의 목적은 제조된 Ti 박막이 알루미늄 기판과 강한 밀착력을 갖는 것이므로 부착력 시험을 하였다. 코팅층의 부착력 측정방법에는 인장시험법(Pull-off Test), 원심력 측정법, 집착테이

프 시험법, 전자기 밀착력 시험법, 3점 굽힘 시험법, Scratch법 등 여러 가지가 있는데[9,10], 우선 비교적 손쉬운 인장시험법을 시행하였다. 테스트를 위해 먼저 Ti 박막 위에 Au 박막을 스퍼터링하였고, 시험용 wire를 땀납으로 접착시킨 다음 인장력을 가하였다. 그림 7(a)는 실온에서 1×10^{-2} Torr의 압력으로 증착한 샘플로 Ti/Au 박막이 쉽게 기판과 분리되었고, 이에 반해 그림 7(b)는 동일한 압력으로 200℃의 기판온도에서 성장된 샘플로 Ti/Au 박막의 분리 현상은 전혀 발견되지 않아 뛰어난 부착력을 가지고 있음을 알 수 있었다.

하지만 이러한 인장시험법은 코팅층의 부착력을 정량화된 수치로 표현하는데 어려움이 있어서, Scratch 밀착력 측정장치(S/N-A00 14-266 REVETEST, Swiss)를 사용하여 동일한 샘플에 대하여 테스트하였고 그 결과를 표 2에 나타내었다. 사용된 측정 장치의 최대 인가하중은 100 N/min인데, 표에서 보는 바와 같이 기판온도가 200 ℃ 이상의 경우에는 그 측정범위가 초과될 정도의 대단히 뛰어난 부착력을 보이고 있다.

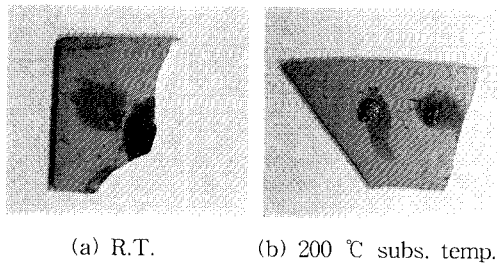


그림 7. 인장시험법에 의한 부착력 측정.

Fig. 7. Adhesion-measurement by Pull-off Test.

표 2. Scratch Test에 의한 Ti 박막의 부착력.
Table 2. Adhesion force of Ti thin film by scratch Test.

| Substrate Temp. | Adhesion force |
|-----------------|----------------|
| R. T. | 10~12 N |
| 100 ℃ | 15~16 N |
| 200 ℃ | above 100N |
| 300 ℃ | above 100N |

4. 결 론

본 연구에서는 알루미늄 기판상에 adhesive layer로서 Ti를 선택하여 DC magnetron sputtering으로 Ti 박막을 형성하였고, 기판온도, 스퍼터링 압력, 열처리 조건에 따른 Ti 박막의 전기적, 구조적 특성 및 알루미늄 기판과의 부착력을 고찰하였으며 다음과 같은 결론을 얻었다.

Ti 박막의 전기적, 구조적인 특성으로부터 최적의 Ti 스퍼터링 조건은 약 200 ℃의 기판온도, 약 14 cm의 타겟-기판간 거리 및 약 1×10^{-2} Torr의 스퍼터링 압력으로 판단되며, 이와 같은 스퍼터링 조건에서 형성된 Ti 박막의 부착력은 약 100 N 이상으로 대단히 우수하여 광전자 디바이스 등의 Optical platform 기판재료의 Metallization용 adhesive layer로서 적합한 특성을 나타내었다.

참고 문헌

- [1] D. G. Ivey, S. Ingrey, J. P. Noel, and W. M. Lau, "Microstructural study of Ti/Pt/Au contacts to p-InGaAs", Material Sci. and Eng., Vol. B49, p. 66, 1997.
- [2] D. H. Ko, E. H. Kim, and H. D. Lee, "Micro-structure analyses of the titanium films formed by ionized sputtering process", Thin solid Films, Vol. 340, p. 13, 1999.
- [3] P. Oberhauser and R. Abermann, "Influence of substrate properties on the growth of titanium films", Thin Solid Films, Vol. 350, p. 59, 1999.
- [4] T. Sonoda, A. Watazu, and K. Naganuma, "Coating of superplastic Ti-alloy substrate with Ti and Ti-O films by magnetron DC sputtering", Thin Solid Films, Vol. 386, p. 227, 2001.
- [5] Y. Hoshi, E. Suzuki, and H. Shimizu, "Control of crystal orientation of Ti thin films by sputtering", Electrochimica Acta, Vol. 44, p. 3945, 1999.
- [6] 정운조, 박계춘, "산화아연 박막의 전기저항률 변화에 관한 연구", 전기전자재료학회논문지, 11권, 8호, p. 601, 1998.
- [7] W. J. Jeong, S. K. Kim, J. U. Kim, G. C. Park, and H. B. Gu, "Properties of indium

tin oxide transparent conductive thin films at various substrate and annealing temperature", Trans. on EEM, Vol. 3 No. 1, p. 18, 2002.

- [8] W. J. Jeong and G. C. Park, "Structural and optical properties of CuInS₂ thin films fabricated by electron-beam evaporation", Trans. on EEM, Vol. 4, No. 1, p. 7, 2003.
- [9] R. Jacobsson and B. Kruse, "Measurement of adhesion of thin evaporated films on glass substrate by means of the direct pull method", Thin Solid Film, Vol. 15, p. 71, 1973.
- [10] J. E. Pawel and C. J. Mchargue, "Testing of adhesion of thin films to substrates", J. Adhesion Sci. Technol., Vol. 2, p. 369, 1988.