

RF-O₂ Plasma 처리한 MgO 박막의 스퍼터링 수율 측정

정원희^{1*} · 정강원¹ · 임연찬¹ · 오현주¹ · 박철우² · 최은하¹ · 서윤호¹ · 김윤기¹ · 강승언¹

¹광운대학교 전자물리학과, 서울 139-701

²한국산업기술대학교 기계공학과, 시흥 429-793

(2006년 3월 16일 받음)

RF-O₂ plasma 처리한 MgO 박막의 스퍼터링 수율을 집속이온빔 장치를 이용하여 측정하였다. 가속 전압 10 kV의 Ga 이온빔을 주사했을 때 plasma 처리하지 않은 MgO 박막의 스퍼터링 수율은 0.33 atoms/ion, RF-O₂ plasma 처리한 MgO 박막의 스퍼터링 수율은 0.20 atoms/ion 으로 RF-O₂ plasma 처리한 경우 스퍼터링 수율이 낮아졌다. 또한 XPS, AFM을 통해 plasma 처리로 인한 MgO 표면의 변화를 관찰하였다. MgO 박막에 RF-O₂ plasma 처리 한 후 XPS O 1s spectra의 binding energy와 FWHM 값이 각각 2.36 eV와 0.6167 eV 작아졌고 표면거칠기의 RMS 값 또한 0.32 nm 작아졌다.

주제어 : MgO 박막, 집속이온빔, 스퍼터링 수율, Ga 이온빔, RF-플라즈마

1. 서 론

교류형 플라즈마 표시장치(AC-PDP : AC - Plasma Display Panel)는 기체방전을 이용한 디스플레이로 얇고, 가볍고, 시야각이 넓은 장점을 가지고 있으며, 대화면에 적합한 고 선명도를 가지는 평판표시 장치로 현재 많은 연구가 수행되고 있다. AC-PDP의 상판 glass의 금속 전극은 PbO 계열의 SiO₂와 B₂O₃의 혼합물인 유전체에 덮여있다. 이 유전체는 MgO 박막으로 다시 덮여있다. MgO 박막은 이온 충돌에 의한 유전체의 손상을 보호해 결과적으로 PDP의 수명을 증가시킨다.

PDP는 대화면 구동에 유리하고 빠른 동작속도에 따른 동영상 구현에도 다른 디스플레이 디바이스에 비하여 유리하지만, 오랜 시간 정지화상을 구현하였을 때 생기는 일시적 화면 잔상(image retention)과 화면고착(image sticking)이라는 큰 문제점을 안고 있다[1, 2]. 일시적 화면 잔상현상은 구동시간이 지남에 따라 수분 이내 회복될 수 있고 회복 가능성을 높일 수 있는 기술이 상용패널에 적용되고 있지만, 형광체와 MgO 보호막의 직접적인 손상으로 인한 화면 고착현상은 PDP 수명과 직결되는 현상이며 회복 불가능한 현상이다. 따라서 유전체를 보호하기 위해 MgO 박막의 스퍼터링 수율을 낮추는 것

이 PDP의 수명을 늘리는 하나의 변수가 된다[3].

본 연구에서는 MgO 박막의 스퍼터링 수율을 낮추기 위한 방법으로 증착한 MgO 박막을 annealing 한 후 박막 표면을 RF-O₂ plasma 처리를 하였다. MgO 박막의 스퍼터링 수율 측정에는 본 연구실에서 연구, 개발한 집속이온빔 장치를 이용하였다[4]. 플라즈마 처리한 MgO 박막과 플라즈마

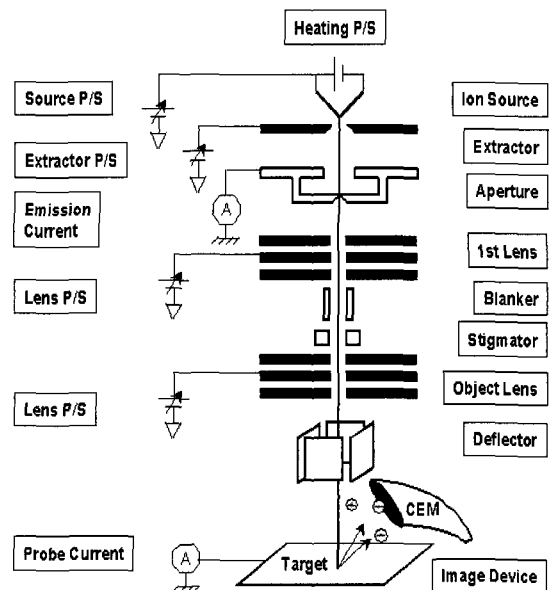


그림 1. 집속이온빔 장치의 개략도.

* [전자우편] jwheel15@hotmail.com

처리하지 않은 MgO 박막의 스퍼터링 수율 변화를 보았고, 플라즈마 처리 전후 MgO 박막 표면을 AFM과 XPS를 통해 분석하였다.

II. 실험 방법

그림 1은 MgO 박막의 스퍼터링 수율 측정에 사용한 FIB의 개략도이다. FIB는 별다른 가스 주입 없이 스퍼터링 수율 측정이 가능하고 고에너지 이온빔을 사용하여 스퍼터가 빠르게 진행된다[4]. 갈륨 이온빔을 가속 전압 10 kV, 이온빔 방출 직후 Faraday cup에서 측정되는 방출 전류는 5 μ A로 시료에 주사하였다. 이때 방출 전류량은 이온빔이 집속되기 전 전류량으로 시료를 스퍼터 할 때 시료 표면에 주사되는 집속된 이온빔의 전류량과는 다르다. 시료 표면에 주사되는 이온빔의 전류량은 시료 전류량에서 이차전자의 전류량을 뺀 값이다.

이번 실험에 사용된 MgO는 sintered MgO로 전자빔 증착기를 사용해 ITO glass 위에 1000 Å 증착시켰다. ITO glass는 다음과 같은 ① 알콜 10분 ② 아세톤 10분 ③ NaOH 4% 10분 ④ 린스 후 증류수 10분 ⑤ 질소가스로 건조 순서로 초음파 세척하였다. 200°C의 기판 온도에서 MgO 1000 Å을 성장한 후 300 °C에서 30분간 열처리하였다. 증착된 MgO 박막을 RF (13.56MHz) O₂-plasma로 처리하였다. 기저압력은 5.0 \times 10⁻⁶ torr이며, plasma 처리 시에는 110 mtorr를 유지하였다. 기판은 상온에서 50 W의 RF power에서 10분간 O₂-plasma 처리하였다[5]. 절연체 표면에 이온빔을 주사하게 되면 표면에 이온빔의 충전현상이 발생하게 되는데 이를 방지하기 위해 증착한 MgO 박막위에 1000 Å의 Al(알루미늄)을 전자빔 증착기를 이용해 증착하였다.

그림 2는 스퍼터링 수율 측정을 위해 FIB 내에 장착된 시료의 개략도이다. 스퍼터링 수율을 구하기 위해서는 입사된 Ga 이온의 개수를 구해야 한다. 이를 위해 시료대의 probe 전류(I_p)와 이차전자 전류(I_s)를 측정해 순수 Ga 이온빔 전류값을 구한다. 이 순수 Ga 이온빔 전류값을 전하량으로 나누어 Ga 이온의 개수를 구할 수 있게 된다. 이차전자 전류 측정을 위해 이온빔 충전 효과를 막기 위해 증착한 Al 위에 구멍 크기 250 μ m인 컬렉터를 설치한다. 이때 두께 1 mm인 테플론을 시료와 컬렉터

사이에 두어 절연시킨다. 시료 스퍼터시 이온빔을 컬렉터의 구멍 안쪽으로 주사시켜 시료가 스퍼터되는 동안 입사하는 이온빔에 의한 시료의 전류와 스퍼터 되면서 발생하는 이차전자에 의한 컬렉터의 전류 변화를 측정하게 되는 것이다.

FIB의 patterning program으로 시료에 2.5 μ m \times 2.5 μ m 넓이를 가속 전압 10 kV의 이온빔으로 patterning 한다. patterning이 될 때 시료 대에 주사되는 이온빔의 전류량은 시료 대 probe 전류값에서 이차전자의 전류값을 빼주면 된다. patterning이 시작되면 순차적으로 제일 나중에 성장시킨 Al이 부피 2.5 μ m \times 2.5 μ m \times 1000 Å 스퍼터 되고, 다음에 2.5 μ m \times 2.5 μ m \times 1000 Å의 MgO 박막이 스퍼터되며, 마지막으로 ITO가 스퍼터된다.

Focused Ion Beam

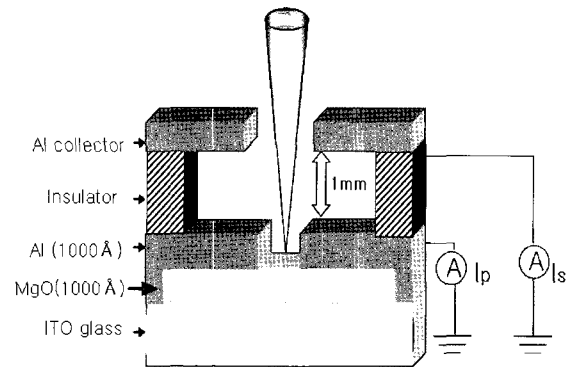


그림 2. FIB에 장착된 증착된 시료 개략도

III. 실험 결과

스퍼터링 수율이란 입사된 입자 당 떨어져 나온 시료입자의 개수로 정의 된다. 입사된 입자는 Ga 이온빔의 Ga 이온 개수이고 시료입자는 스퍼터되어진 부피안의 MgO 입자 개수가 된다. 스퍼터링 수율을 S_y로 입사한 Ga 이온 개수는 N_{Ga}로, 스퍼터되어진 부피안의 MgO 입자 개수는 N_{MgO}로, 표시하면

$$S_y = \frac{\text{제거된 시료의 원자수}}{\text{입사된 이온의 원자수}} = \frac{N_{MgO}}{N_{Ga}} (\text{atoms/ion}) \quad (1)$$

$$N_{Ga} = \{ (I_p - |I_s|) \times T_s \} / q \quad \dots (2)$$

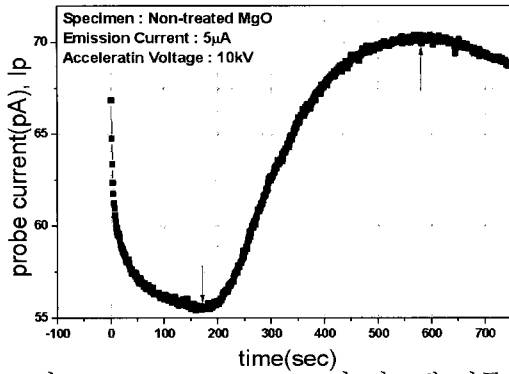


그림 3. non-treated MgO의 시료대 전류.

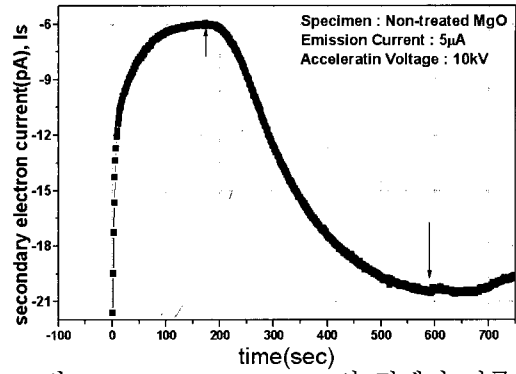


그림 4. non-treated MgO의 컬렉터 전류

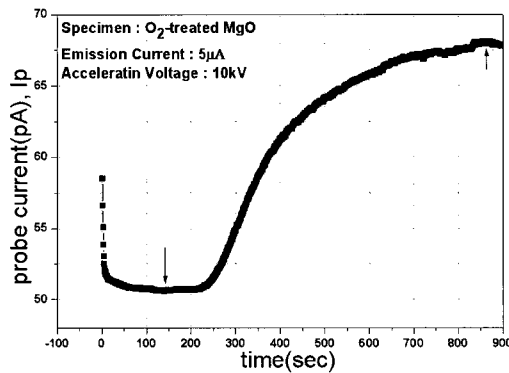


그림 5. O₂-plasma treated MgO의 시료대 전류

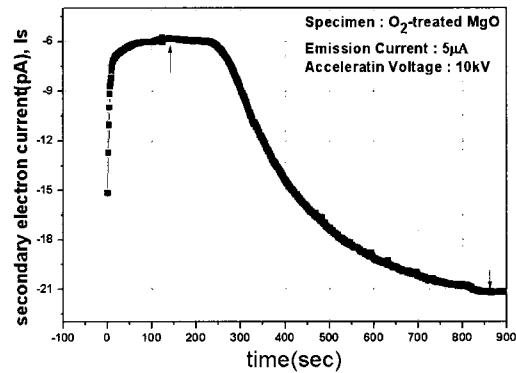


그림 6. O₂-plasma treated MgO의 컬렉터 전류

여기서 T_s 는 MgO가 스퍼터되는 총 시간이고 q 는 전하량을 나타낸다. 또한 I_p 는 MgO 박막이 스퍼터되기 시작하는 시점에 T_s 의 10%를 더해준 시점의 probe 전류값이고 I_s 는 같은 시점의 이차전자를 수집한 컬렉터 전류값이다. 그림 3은 시료가 스퍼터되면서 변하는 시료의 전류 파형이고 그림 4는 스퍼터되면서 변하는 컬렉터의 전류 파형이다. 두 개의 전류 파형을 보면 세 부분으로 나눠 생각할 수 있다. 첫 번째 부분은 두 전류량(probe current와 secondary electron current)이 모두 감소하는 부분으로 Al이 스퍼터 되는 부분이다. 두 번째는 두 전류량이 모두 증가하는 부분으로 MgO 박막이 스퍼터 되는 부분이다. 전류량이 모두 증가하는 이유는 MgO 박막이 스퍼터 되면서 방출되는 이차전자의 증가 때문이고 이로 인해 시료의 전류값이 증가 되는 것으로 생각된다. 마지막은 다시 두 전류량이 감소하는 부분으로 MgO 박막 밑에 ITO가 스퍼터 되는 부분이다. MgO 박막의 스퍼터링 수율을 구하기 위해선 두 번째 영역의 전류값만을 고려한다. non-treated MgO의 전류 파형 변화만을 보면 174초에 MgO의 스퍼터가 시작되고 579.28초에 끝

난다고 생각할 수 있다. 그러나 이는 각 박막의 경계, 즉 Al과 MgO, MgO와 ITO 경계를 정확히 구분할 수 없음을 고려하지 않은 결과 값이 된다. 따라서 MgO 박막이 스퍼터되기 시작하는 시점과 끝나는 시점에서 총 스퍼터된 시간의 10%의 시간을 더해주고 빼준 시점을 MgO가 스퍼터된 영역으로 여긴다. plasma 처리한 MgO 박막도 같은 방법으로 스퍼터된 시점을 구분한다. 표 1은 plasma 처리하지 않은 MgO와 처리한 MgO의 전류 파형분석 표이다.

표 1. non-treated MgO와 plasma treated MgO의 전류량.

	non-treated MgO	O ₂ -plasma treated MgO
스퍼터 시작 시점	214.52sec	209.1sec
총 스퍼터 된 시간(T_s)	324.24sec	584.8sec
스퍼터 시작 시점 시료대 probe 전류(I_p)	56.42pA	50.7pA
스퍼터 시작 시점 컬렉터 전류(I_s)	-6.42pA	-5.96pA
순수 Ga 이온빔 전류	50pA	44.74pA

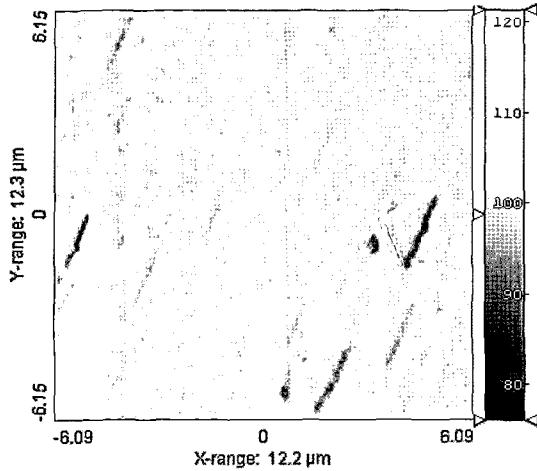


그림 7. non-treated MgO의 AFM 사진

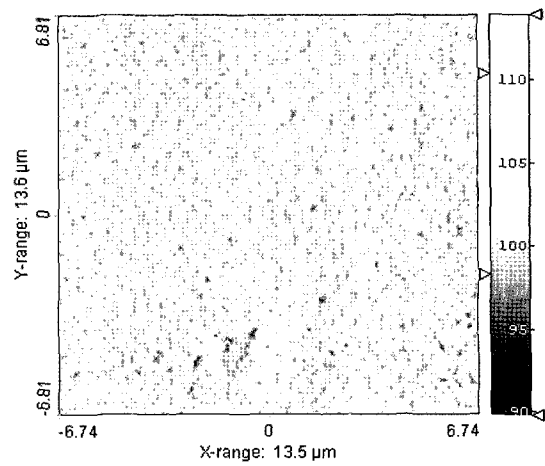
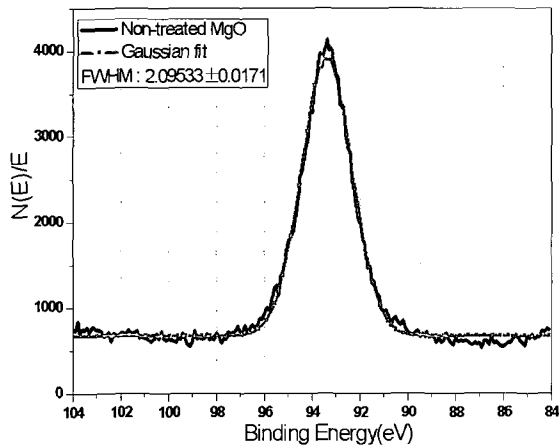
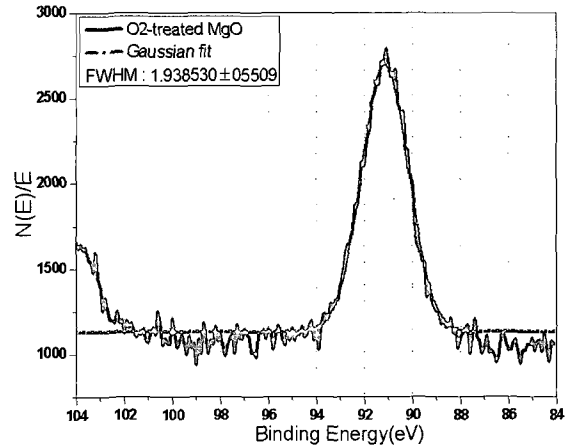


그림 8. O₂-treated MgO의 AFM 사진



(a)



(b)

그림 9. XPS Mg 2s spectra (a) non-treated MgO (b) O₂-treated MgO

N_{Ga} 는 $I_p - I_s$ 한 순수 Ga 이온빔 전류량을 전하량으로 나눠주면 된다. N_{MgO} 는 스퍼터 되어진 MgO 원자의 개수이다. MgO의 밀도값 3.56 g/cm^3 에 스퍼터 되어진 부피 $2.5 \mu\text{m} \times 2.5 \mu\text{m} \times 1000 \text{ \AA}$ 를 곱하면 스퍼터된 MgO의 총 질량이 된다. 이를 MgO 입자 하나의 질량으로 나눠준 것이 N_{MgO} 이다[4]. 이렇게 구한 값들을 식 (1)과 (2)에 대입해 스퍼터링 수율을 구하면 이온빔의 가속전압이 10 kV 일 때 non-treated MgO는 0.33 atoms/ion, RF-O₂ plasma treated MgO는 0.20 atoms/ion 으로 스퍼터링 수율이 감소되었다. 이온빔의 가속전압이 증가 할 수록 이온빔의 주사 각도가 커질 수록 스퍼터링 수율도 커지게 된다. [5, 6].

그림 7은 non-treated MgO의, 그림 8은 plasma treated MgO의 AFM 사진이다.

면적 거칠기의 RMS (root-mean-square) 값이 2.27 nm에서 1.95 nm로 거칠기가 감소되었다. 이는 plasma에 의해 MgO의 표면이 식각된 것으로 보인다.

그림 9와 10은 각 시료의 XPS Mg 2s spectra와 O 1s spectra이다. 각각의 그래프는 Gaussian fit를 하여 line+symbol으로 나눴고 이를 결과 값으로 하였다. Mg 2s spectra의 binding energy의 피크 값이 93.54 eV에서 plasma 처리 이후 91.18 eV로 감소하였고 O 1s spectra의 binding energy도 피크 값이 535.55 eV에서 plasma 처리 이후 533.19 eV로 감소하였다. 각 fit의 FWHM(full width half maximum)도 Mg spectra는 2.095 eV에서 1.9385 eV로 O spectra는 3.1562 eV에서 2.5395 eV로 plasma 처리 이후 감소 하였다.

이러한 변화들은 MgO 표면에 불순물이 제거되고

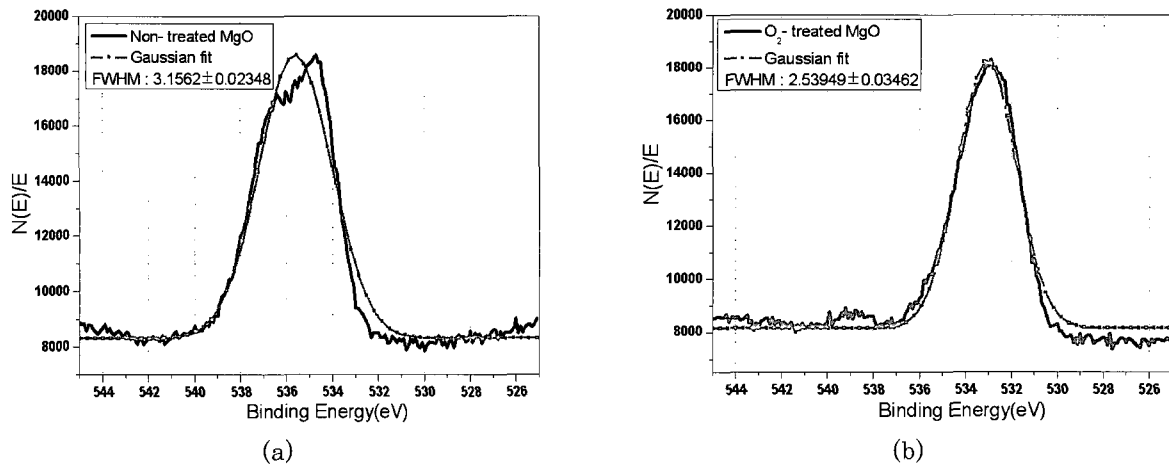


그림 10. XPS O 1s spectra (a) non-treated MgO (b) O₂-treated MgO

순수 MgO의 비율이 높아졌음을 의미한다. 또한 Mg 2s spectra와 O 1s spectra의 Gaussian fit의 면적을 계산하여 두 종류의 상대적인 양을 비교했을 때 non-treated MgO의 경우 [O]/[Mg] = 4.73 개이고 plasma treated MgO의 경우 [O]/[Mg] = 8.36 개로 plasma 처리 이후 O의 개수가 Mg에 비해 상대적으로 증가되었음을 알 수 있다. 이는 MgO 표면근처의 Mg와 O의 화학적 변화를 일으킨 것으로 생각된다. MgO 박막 표면에 plasma 처리를 하게 되면 MgO 표면에서의 여러 물리·화학적 반응으로 인해 이차전자방출계수의 증가[7, 8]와 PDP 패널의 aging 시간 감소[9]라는 특성의 향상 뿐 아니라 MgO의 스퍼터링 수율을 낮추는 효과가 있음을 확인 하였다.

IV. 결 론

본 연구는 AC-PDP에서 유전체와 전극의 보호막으로 사용되는 MgO 보호막의 스퍼터링 수율을 낮추기 위해 RF-O₂ plasma treatment를 제안하였다. 이에 따른 스퍼터링 수율을 짐속이온빔 장치를 사용해 측정하였으며, XPS와 AFM을 통해 MgO 박막의 표면 변화를 관찰하였다. RF-O₂ plasma treatment 후 MgO 표면 거칠기가 감소되고 불순물이 제거되는 한편 표면에 산소의 함유량이 늘어난 것을 확인했다. 표면 거칠기의 감소는 O₂ plasma에 의해 표면이 스퍼터 되어서 매끄러워진 것으로 보인다. 산소의 함유량이 늘어난 것은 plasma treatment에 의해 MgO 표면에서 물리적 반응 뿐

만이 아닌 화학적 반응이 일어난 것으로 생각할 수 있다. plasma treatment하기 전 MgO 박막의 스퍼터링 수율은 0.33 atoms/ion에서 plasma treatment한 후 스퍼터링 수율은 0.20 atoms/ion으로 낮아졌다. 스퍼터링 수율은 물질의 화학적 결합이 강할수록 낮아지게 된다[10]. 즉, RF-plasma treatment에 의해 MgO 박막 표면의 결합이 강해져 스퍼터링 수율이 낮아진 것으로 보인다. 본 실험을 통해서 RF-O₂ plasma 처리로 MgO 보호막의 내스퍼터성이 향상됨을 알았다.

감사의 글

이 연구는 2005년도 광운대학교 교내 학술 연구비와 산업자원부에서 지원하는 차세대신기술 개발 과제인 "이온빔 이용 나노가공용 장비개발" 사업으로부터 지원을 받아 연구되었으며, 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

- [1] J. H. Choi, Y. Jung, K. B. Jung, S. B. Kim, P. Y. Oh, H. S. Jung, K. Y. Sung, and E. H. Choi, The 10th International Display Workshops, Fukuoka, Japan, 913 (2003).
- [2] J. W. Han, H. S. Tae, and S. I. Chien, The 10th International Display Workshops, Fukuoka, Japan, 917 (2003).
- [3] 정진만, 임재용, 조태승, 김태영, 조대식, 조광

- 섭, 최은하, 한국물리학회지 **40**, 6 (2000).
- [4] 한정우, 오현주, 초동철, 최은하, 김태환, 조광섭, 강승언, 한국진공학회지 **10**, 4 (2001).
- [5] 정재천, 유세기, 조재원 Journal of the Korean Institute of Electrical and Electronic Material Engineers **18**, P259 (2005).
- [6] D. Z. Xie, B. K. A. Ngoi, A. S. Ong, Y. Z. Fu, and B. H. Lim, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **211**, 363 (2003).
- [7] M. Tokura, K. Amano, M. Kamiya, A. Iwayama, and H. Uchiike, Technical Report of IEICE, EID**94-47**, 19 (1994).
- [8] M. O. Aboelfotch and O. Sahni, IEEE Trans, Electron Devices ED-**28**, 645 (1981).
- [9] S. H. Lee, B. J. Rhee, M. H. Joo, J. W. Kang, J. S. Chung, and M. H. Park, Surf. and Coat. Tech. **171**, 247 (2003).
- [10] A. J. Steckl and I. Chyr, J. Vac. Sci. Technol. B **17**, 362 (1999).

Measurement of Sputtering Yield of RF-O₂ Plasma treated MgO Thin Films

W. H. Jeong^{1*}, K. W. Jeong¹, Y. C. Lim¹, H. J. Oh¹, C. W. Park², E. H. Choi¹, Y. H. Seo¹
Y. K. Kim¹, and S. O. Kang¹

¹*Department of Electrophysics, Kwangwoon University, Seoul 139-701*

²*Department of Mechanical engineering Korea polytechnic University, Siheung 429-739*

(Received March 16, 2006)

We measured sputtering yield of RF O₂-plasma treated MgO protective layer for AC-PDP(plasma display panel) using a Focused Ion Beam System(FIB). A 10 kV acceleration voltage was applied. The sputtering yield of the untreated sample and the treated sample were 0.33 atoms/ion and 0.20 atoms/ion, respectively. The influence of the plasma-treatment of MgO thin film was characterized by XPS and AFM analysis. We observed that the binding energy of the O 1s spectra, the FWHM of O 1s spectra and the RMS(root-mean-square) of surface roughness decreased to 2.36 eV, 0.6167 eV and 0.32 nm, respectively.

Keywords : MgO thin film, FIB, Sputtering yield, Ga ion beam, RF-plasma

* [E-mail] jwhee115@hotmail.com