J. of the Korean Sensors Society
Vol. 16, No. 4 (2007) pp. 319 – 323

순 아르콘 캐리어 가스와 APCVD로 성장된 다결정 3C-SiC 박막의 기계적 특성

한기봉 · 정귀상†

Mechanical characteristics of polycrystalline 3C-SiC thin films using Ar carrier gas by APCVD

Ki-Bong Han and Gwiy-Sang Chung†

Abstract

This paper describes the mechanical characteristics of poly 3C-SiC thin films grown on Si wafers with thermal oxide. In this work, the poly 3C-SiC thin film was deposited by APCVD method using only Ar carrier gas and single precursor HMDS at 1100 °C. The elastic modulus and hardness of poly 3C-SiC thin films were measured using nanoindentation. Also, the roughness of surface was investigated by AFM. The resulting values of elastic modulus E, hardness H and the roughness of the poly 3C-SiC film are 305 GPa, 26 GPa and 49.35 nm respectively. The mechanical properties of the grown poly 3C-SiC film are better than bulk Si wafers. Therefore, the poly 3C-SiC thin film is suitable for abrasion, high frequency and MEMS applications.

Key Words : poly 3C-SiC, elastic modulus, hardness, mechanical properties.

1. 서 론

Si 마이크로머시닝기술을 기반으로 급속히 발전되고 있는 Si-MEMS는 고온, 고압 및 마모, 부식, 산화 등의 극한환경에서는 사용할 수 없다[1]. 최근 자동차, 조선, 우주항공 등의 수송기계 엔진용 절연재료, 마이크로 센서 및 마이크로 액추에이터 그리고 발전소 전력제어용 고용량 부품뿐만 아니라 고전력 스위치나 각종 전기회로 등의 고전력용 전자부품에 적용이 가능한 우수한 화학적, 기계적 특성을 갖는 MEMS용 재료가 절실히 필요하다[2,3]. 여러 가지 광대역 반도체 중에서도 탄화규소(SiC)는 지난 80년대 초부터 MEMS용 재료로써 연구되어 왔다[4]. SiC는 200종류 이상의 다형체가 존재하지만, 그 중에도 4H- 혹은 6H-SiC 그리고 3C-SiC만이 소자용 기판으로 사용되고 있다. 일반적으로 4H-와 6H-SiC는 단결정 웨이퍼 형태로 식각이 매우 어렵기 때문에 마이크로 구조물 제작이 불가능하다. 이에 반해 3C-SiC는 Si 혹은 절연성 기판위에 단결정과 다결정 박막을 각각 대면적으로 결정성장 시킬 수 있는 유일한 다형체이다[5,6]. 특히, 결정 성장된 3C-SiC 박막은 Si 식각 용액에 비활성 물질이기 때문에 벌크 및 표면 Si마이크로머시닝기술을 이용한 마이크로 구조물 제작이 가능하다[7]. 이러한 우수한 특성에도 불구하고 3C-SiC 박막에 대한 기계적 물성평가는 지금까지 그 연구가 미흡한 실정이다. 기계적 성질 즉, 경도(hardness)와 탄성계수(elastic modulus)는 MEMS에 대한 신뢰성과 성능에 중요한 영향을 미치기 때문에 박막의 기계적 물성은 MEMS의 설계 및 해석할 때 필수적인 자료이다.

현재, CVD법에 의한 다결정 3C-SiC 박막을 성장시킬 때 운반가스로 주로 Ar과 H_2을 사용한다. 그러나, H_2 가스는 폭발성이 있는 반면에 Ar 가스는 고온에서도 매우 안정할 뿐만 아니라 3C-SiC 박막의 성장속도를 빠르게 한다[8].

따라서, 본 연구에서는 운반가스를 Ar만을 사용하여 APCVD법으로 열 산화막이 형성된 Si 기판위에 3C-

울산대학교 전기전자정보시스템공학부(School of Electrical Eng., University of Ulsan)

†Corresponding author: gschung@ulsan.ac.kr
(Received : June 13, 2007, Accepted : July 5, 2007)

SiC 박막을 성장시킨 후, AFM을 통하여 박막의 표면 거칠기를 측정하였고 또한, 다결정 3C-SiC 박막의 기계적 물성 즉, 기계적 강도에 영향을 미치는 탄성계수와 기계적 마모와 밀접한 관계를 가지는 경도를 나노 압입법을 이용하여 분석 및 평가하였다.

2. 실 험

2.1. 다결정 3C-SiC 박막 성장

본 연구에서는 다결정 3C-SiC 박막을 결정 성장시키기 위하여 Si와 C의 공급원으로 Organosilane 화합물인 HMDS(hexamethyldisilane)와 운반 가스로 Ar만을 사용하였다. 액상 HMDS를 bubbler내에 넣고, Ar을 bubbler 내에 주입시켜 HMDS를 반응 관내로 흐르게 하여 유량을 제어하였다. 이때 bubbler내의 온도를 23 ℃로 일정하게 유지시켰다. 열 산화막이 형성된 Si 기판위에 1100 ℃에서 HMDS의 유량을 2 sccm 주입하여 30분 동안 성장시켰다. 성장이 끝난 후, 성장된 박막을 안정화시키기 위하여 HMDS의 공급을 중단하고 25분 동안 실온까지 냉각시켰다. 다결정 3C-SiC 박막이 성장됨을 확인하기 위해서 XPS와 GDS 분석으로 박막의 Si와 C성분비가 1:1임을 확인하였다[9]. 그림 1은 APCVD로 성장된 직경 2인치 다결정 3C-SiC 박막의 광학 사진으로 균일하며 거울면을 갖는 것으로 확인되었다.

2.2. 기계적 특성 측정

나노 압입법은 압입자를 박막에 압입하여 하중과 압입 깊이를 이용하여 박막의 기계적 특성을 측정하는

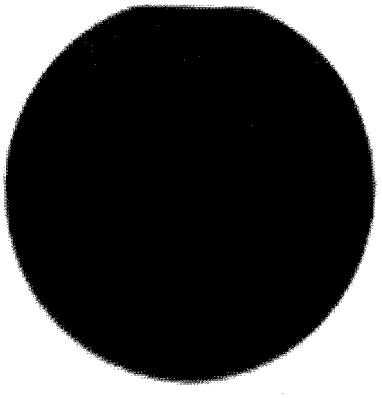

그림 1. 열산화된 Si 기판위에 성장된 2인치 다결정 3C-SiC 박막의 표면 사진
Fig. 1. Surface photography of 2" poly 3C-SiC thin films grown on thermally oxidized Si wafers.

기술이다. 접촉역학을 기초로 Oliver와 Pharr의 모델에서 무 부하시의 하중과 변위관계를 다음과 같이 가정한다[10].

$$P=B(h-h_f)^m \tag{1}$$

식 (1)에서 P는 부하 하중을 나타내고, B, m은 각각 실험에 의해 결정한다. h_f는 하중 제거시 잔류변위를 나타낸다. 식 (1)을 압입 깊이에 따라 미분하면 다음과 같이 주어진다.

$$S=\frac{dP}{dh}_{h=h_{max}}=Bm(h_{max}-h_f)^{m-1} \tag{2}$$

여기서, S는 강성 값을 나타낸다.

유효 탄성계수을 포함한 식으로 강성 값을 나타내면 식 (3)과 같다.

$$S=\frac{dP}{dh}=\frac{2}{\sqrt{\pi}}\sqrt{A}E_r \tag{3}$$

여기서, A는 압입자의 접촉면적을 나타낸다. 식 (2)과 식 (3)에서 유효 탄성계수E_r은 다음과 같이 구할 수 있다.

$$E_r=\frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A}}Bm(h_{max}-h_f)^{m-1} \tag{4}$$

또한, 시험편과 압입자의 조합에서 유효 탄성계수E_r은 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$\frac{1}{E_r}=\frac{(1-\nu^2)}{E}+\frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \tag{5}$$

여기서, E, ν, E_i, ν_i는 각각 시험편의 탄성계수, 시험편의 포아송비, 압입자의 탄성계수 그리고 압입자의 포아송비를 각각 나타낸다. 따라서, 식 (4)와 식 (5)에서 시험편의 탄성계수을 구할 수 있다.

한편, 경도는 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$H=\frac{P}{A} \tag{6}$$

여기서, P는 압입 하중이며 A는 접촉 투영 면적을 나타낸다.

그림 2는 다결정 3C-SiC 박막의 기계적 물성값을 측정하기 위하여 인덴터의 압입한 지점들을 나타낸 것이다. 기계적 물성값은 한 개의 박막 시험편에 대해 16개 지점에서 기계적 물성을 측정한 후, 이들 각각을 평균한 값으로 나타내었다. 각각의 압입되는 지점과 지점사이의 영향을 최소화하기 위해 간격을 50 μm로 하였다.

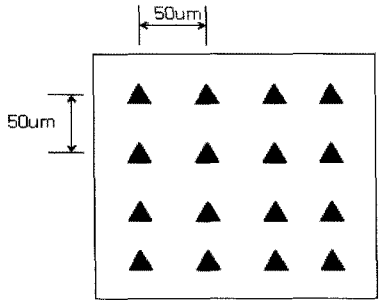

그림 2. 나노 압입자의 측정위치
Fig. 2. The measurement position of nanoindenter.

나노 압입법은 나노 압입자 XP의 연속 강성 측정(CMS)방법을 사용하여 압입 깊이에 따른 탄성계수와 경도를 각각 측정하였다.

압입자는 다이아몬드 재질로 된 Berkovich형 팁을 사용하였고, 다결정 3C-SiC 박막의 시편을 알루미늄 퍽(Puck)에 고정하였다. 정밀한 측정을 위하여 실험전 후에 표준 시험편 Fused Silica를 이용하여 압입자를 세척 및 보정하였다. 측정시 다결정 3C-SiC의 프와송 비는 0.16으로 가정하였다[11].

3. 결과 및 고찰

Si 기판위에 이종성장시킨 다결정 3C-SiC 박막의 두께 그리고 3C-SiC 박막과 Si기판의 경계면 특성을 SEM으로 분석했으며 또한, 나노압입법을 이용하여 기계적 물성을 측정할 때 영향을 미치는 표면의 거칠기를 AFM으로 평가했다.

그림 3은 열산화된 Si 기판위에 이종성장시킨 다결정 3C-SiC 박막의 표면과 단면의 SEM을 나타낸 것이

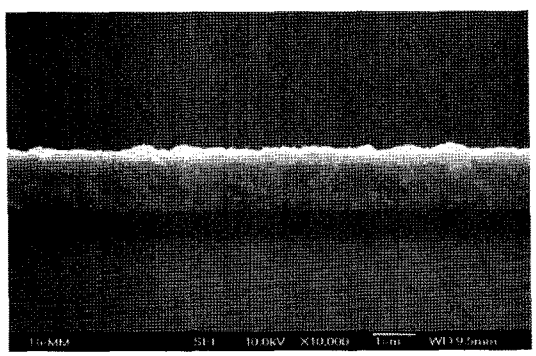

그림 3. 성장된 다결정 3C-SiC 박막의 단면의 SEM 이미지
Fig. 3. SEM image of cross section of grown poly 3C-SiC thin films.

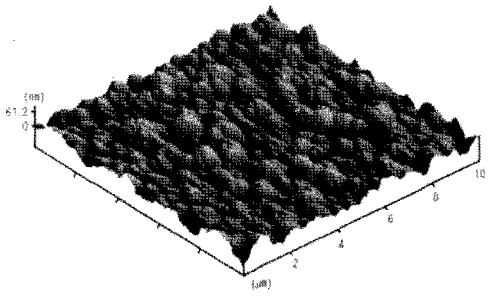

그림 4. 열산화된 Si 기판위에 성장된 다결정 3C-SiC 박막의 AFM 이미지
Fig. 4. AFM image of grown on thrmal oxided Si substrate poly 3C-SiC thin films.

다. 박막의 두께는 750 nm이고, 밀도가 매우 균일하며 기판의 뒤틀림이나 계면간의 결함이 없는 양질의 박막이 증착됨을 알 수 있다.

그림 4는 Ar을 운반가스로 사용하여 열산화된 Si 기판위에 성장된 다결정 3C- SiC 박막의 AFM 이미지를 나타낸 것이다. 평균 거칠기의 값은 49.35 nm으로 측정 되었다. 여기서, Ar과 를 혼합한 운반가스를 사용하여 성장시킨 다결정 3C-SiC 박막의 표면 거칠기인 9.92 nm에 비해 약 5배 정도 큼을 알 수 있다[12]. 표면 거칠기는 구조물의 진동을 감쇠시키는 재료의 감쇠비에 영향을 미친다[13].

그림 5는 다결정 3C-SiC 박막에 대한 압입자가 하중을 가할 때와 하중을 제거할 때의 압입 깊이와 압입 하중과의 관계를 나타낸 것이다. 본 연구에서는 Si 기판의 영역인 1100 nm까지 압입함으로서 3C-SiC 박막과 Si 기판의 기계적 성질사이의 상대적인 값을 평가했다.

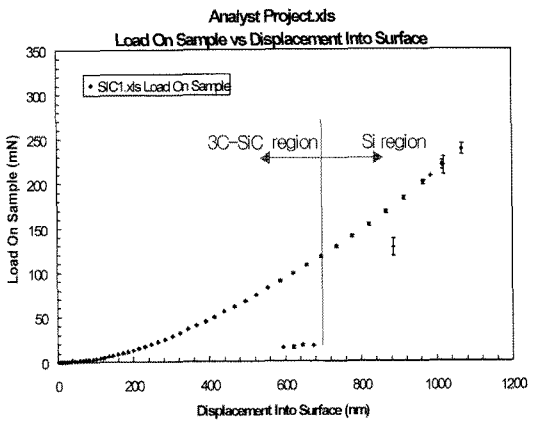

그림 5. 다결정 3C-SiC 박막에 대한 하중-변위곡선
Fig. 5. Load-displacement curve of poly 3C-SiC thin films.

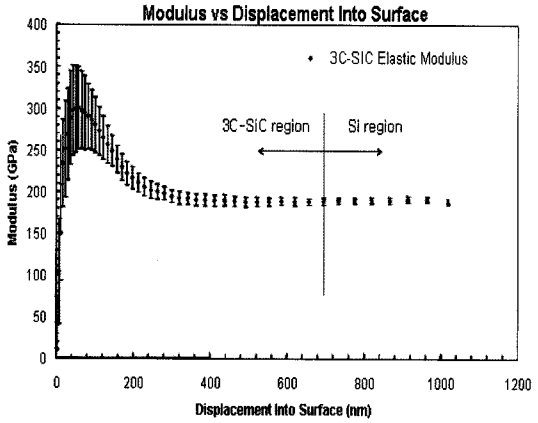

그림 6. 다결정 3C-SiC 박막의 깊이에 따 른 탄성계수
Fig. 6. Elastic modulus according to depth of poly 3C-SiC thin films.

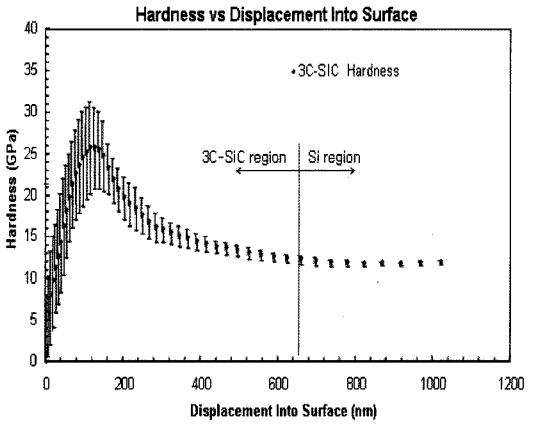

그림 7. 다결정 3C-SiC 박막의 깊이에 따 른 경도 변화
Fig. 7. Hardness variations according to depth of poly 3C-SiC thin films.

이때 압입자에 최대 하중 240 mN까지 인가하였다.

그림 6은 열산화된 Si기판위에 이종성장시킨 다결정 3C-SiC 박막의 압입 깊이에 따른 탄성계수를 나타낸 것이다. 여기서, 탄성계수 E는 그림 5의 하중과 변위곡선에서 압입자에 하중을 인가했다가 제거할 때 곡선의 기울기로부터 계산했다. 다결정 3C-SiC 박막의 탄성계수는 압입 초기에는 측정치의 편차가 크다가 압입 깊이가 깊어짐에 따라 작아짐을 알 수 있다.

AFM을 이용하여 표면 거칠기를 측정한 값과 나노압입법으로 기계적 물성을 측정한 값을 살펴보면, 박막의 표면에서는 탄성계수의 편차가 가장 심하다가 평균 거칠기인 49 nm이후의 압입깊이에서는 점차 작아지는 것으로 보아 나노압입법으로 측정된 3C-SiC 박막의 탄성계수는 표면 거칠기의 영향을 받고 있다고 사료된다.

또한, SEM에서 알 수 있듯이 깊이 750 nm까지는 3C-SiC 박막이고, 그 밑에는 Si 기판이기 때문에 나노압입법을 사용하여 기계적 물성치를 측정할 때 압입깊이가 깊어짐에 따라 탄성계수가 감소하다가 그 이후에는 일정하게 되는 것은 3C-SiC 박막 밑에 있는 Si 기판의 영향에 의한 것이며 깊이가 750 nm이하에서는 탄성계수가 180 GPa인 것으로 보아 Si 영역인 것으로 사료된다. 따라서, 3C-SiC 박막영역에서는 압입깊이에 따른 탄성계수의 값이 일정한 구간이 없으므로 일반적으로 사용되는 10 % 법칙을 적용하여 다결정 3C-SiC 박막은 깊이 75 nm에서 탄성계수 E값을 측정하였다. 이때 다결정 3C-SiC 박막의 탄성계수 값은 305 GPa임을 알 수 있다. 이는 Si의 탄성계수 180 GPa에 비해 170 % 큰 것으로 다결정 3C-SiC 박막은 기계적 특성이 우수함을 알 수 있다.

그림 7은 다결정 3C-SiC 박막의 압입 깊이에 따른 경도 H를 나타낸 것이다. 여기서, 경도 H는 압입시 인가된 하중을 압입 자의 투영 면적으로 나눈 값으로 구했다. 10 % 법칙을 적용하여 박막은 깊이 75 nm에서 경도 값 H를 측정하였다. 이때 다결정 3C-SiC 박막의 경도 값은 26 GPa임을 알 수 있다. 이는 Si의 경도 8.3 GPa과 비교할 때 313 %이상 큰 것으로 Si에 비해 내마모성이 우수함을 알 수 있다.

4. 결 론

본 연구에서는 Ar만을 운반가스로 사용하여 열산화된 Si 기판위에 APCVD법으로 다결정 3C-SiC박막을 이종성장시킨 후, 이를 AFM과 나노압입법을 이용하여 표면 거칠기와 기계적 특성을 분석 및 평가하였다. 표면 거칠기는 Ar과 H_2을 혼합하여 운반가스로 사용하여 성장시킨 다결정 3C-SiC박막에 비해 5배정도 큼을 알 수 있다. 또한, 다결정 3C-SiC 박막은 Si에 비해 기계적 강도와 내마모성에 영향을 미치는 탄성계수와 경도가 각각 1.7 그리고 3배 이상 큰 값을 가짐을 확인하였다.

따라서, 운반가스로 Ar만을 사용하여 성장시킨 다결정 3C-SiC 박막의 표면 거칠기가 크기 때문에 방진을 필요로 하는 MEMS분야의 재료뿐만 아니라 다결정 3C-SiC 박막의 기계적 강도와 마모를 필요로 하는 극한 환경, 고주파수를 필요로 하는 RF 그리고 바이오용 MEMS의 설계 및 해석에 유용하게 사용될 것으로 기대된다.

감사의 글

본 연구는 산업자원부의 지역혁신 인력양성사업과 교육인적자원부의 Post BK21사업 연구결과로 수행되었습니다.

참고 문헌

[1] M. R. Werner and W. R. Fahrner, "Review on material microsensors, system, and devices for high-temperature and harsh environment applications", *IEEE Trans. on Indus. Electro.*, vol. 48, pp. 249-257, 2001.

[2] P. M. Sarro, "Silicon carbide as a new MEMS technology", *Sen. & Actuators A*, vol. 82, pp. 210-218, 2000.

[3] G. kotzar, M. Freas, P. Abel, A. Fleischman, S. Roy, C. Zorman, J. M. Moran, and J. Melzak, "Evaluation of MEMS materials of construction for implantable medical devices", *Bio Materials*, vol. 23, pp. 2727-2750, 2002.

[4] J. A. Powell and L. G. Matus, "Recent developments in SiC", in Proc. 1st Int. Conf. Amorphous and crystalline Silicon Carbide and Related Materials, West Germany, pp. 2-12. 1989.

[5] S. Nishino, J. A. powell, and H. A. Will, "Production of large-area single-crystal wafers of cubic SiC for semiconductor devices", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 42, pp. 460-467, 1983.

[6] J. A. Powell, neudeck, L. G. Matus, and J. B. Petit, "Progress in silicon carbide semiconductor technology", *in Materials. Res. Soc. Symp. Proc.*, vol. 242, pp. 495-505, 1992.

[7] D. Gao, B. J. Wijesundara, C. Carraro, R. T. Howe, and R. Mabudian, "Recent progress toward manufacturable polycrystalline SiC surface micromachining technology", *IEEE Sensors J.*, vol. 4, pp. 441-448, 2004.

[8] N. Norfell, S. Nishino, J. W. Yang, C. Jacob, and P. Pirouz, "Growth of SiC using hexamethyldisilane in a hydrogen-poor ambient", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 64, pp. 1647-1649, 1994.

[9] G. S. Chung, K. S. Kim, and K. B. Han, "Growth of ploycrystalline 3C-SiC thin films using HMDS single precursor", KIEEME, vol. 20, no. 2, pp. 155-161, 2007.

[10] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An improved tech nique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments", *J. of Materials Research*, vol. 7, pp. 1564-1583, 1992.

[11] K. M. Jackson, "Fracture strength, elastic modulus and poisson's ration of polcrystalline 3C-SiC thin-film silicon carbide found by microsample tensile testing", *Sen. & Actuators A*, vol. 125, pp. 34-40, 2005.

[12] G. S. Chung, K. S. Kim, and J. H. Jeong, "Growth of polycrystalline 3C-SiC thin films for M/NEMS applications by CVD", *J. of the Korean Sensors Soc.*, vol. 16, no. 2, pp. 85-90, 2007.

[13] X. M. H. Huang, "Ultrahigh and microwave frequency nanomechanical system", Ph. D. Thesis, California Institute of Technology, pp. 30-37, 2004.

한 기 봉 (Ki-Bong Han)

- 1986년 2월 부산대학교 (공학박사)
- 현재 울산대학교 전기전자정보시스템공학부 연구교수
- 주관심 분야 : SiC-M/NEMS

정 귀 상 (Gwiy-Sang Chung)

- 1992년 3월 Toyahash Univ. of Tech. (공학박사)
- 1993년 2월 ETRI 선임연구원
- 2004년 2월 UC Berkeley 연구교수
- 현재 울산대학교 전기전자정보시템공학부 교수
- 주관심 분야 : SOI, SiC, AlN, ZnO-M/NEMS