

도핑농도에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 기계적 특성

김강산 · 정귀상†

Mechanical properties of polycrystalline 3C-SiC thin films with various doping concentrations

Kang-San Kim and Gwi-sang Chung†

Abstract

This paper describes the mechanical properties of poly(polycrystalline) 3C-SiC thin films with various doping concentration, in which poly 3C-SiC thin film's mechanical properties according to the n-doping concentration $1(9.2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3})$, $3(5.2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3})$, and $5\%(6.8 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3})$ respectively were measured by nano indentation. In the case of $9.2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ n-doping concentration, Young's modulus and hardness were obtained as 270 and 30 GPa, respectively. When the surface roughness according to n-doping concentrations was investigated by AFM(atomic force microscope), the roughness of poly 3C-SiC thin films doped by 5% concentration was 15 nm, which is also the best of them.

Key Words : 3C-SiC, Young's modulus, hardness, nano indentation

1. 서 론

SiC는 Si에 비해 밴드갭이 2~3배 이상 높고 열전도도가 3배가량 뛰어나 높은 한계 온도를 가지며 높은 화학적 안정성과 내부식성, 내산화성으로 인해 극한 환경용 M/NEMS에 응용하기 위한 연구가 진행되고 있다^[1]. 특히, 3C-SiC는 bulk 형태로 성장되는 4H, 6H-SiC와 달리 Si에 박막형태로 이중결정성장되어 미세가공기술을 적용시키기가 용이하고 미세구조물 형성이 쉬우며, SiO₂ 혹은 AlN 등의 기판에 성장이 가능하여 그 응용분야가 매우 넓다^[2].

또한, 우수한 기계적 특성과 생체 적합성으로 인해 최근 차세대 RF와 Bio용 M/NEMS로써 주목을 받고 있으며 *in-suit* 도핑에 의한 전기적 특성의 제어가 쉽기 때문에 관련 연구가 진행중이다^[3].

그러나, SiC 박막을 M/NEMS에 응용하기 위해서는 유전상수, 비저항, 주파수특성, 전자이동도, TCR(temperature coefficient resistivity) 등과 같은 재료의 전기

적, 열적 특성뿐만 아니라 경도, 탄성계수, 강도, 인성, 피로특성, 잔류응력 등과 같은 기계적 특성이 함께 분석되어야 한다. 특히, M/NEMS의 경우, 반복된 동작을 오랜 기간 동안 수행해야 하기 때문에 기계적 특성이 높아야하며 전기적 특성 제어를 위해 도핑에 따른 박막의 기계적 특성 변화 분석 또한 중요하다^[4].

일반적으로, 3C-SiC 박막의 N 타입 도핑에는 N 원자를 포함한 N₂ 혹은 NH₃ 등을 사용한다. 그러나, N(0.70 Å) 원자의 공유결합반지름이 C(0.77 Å)와 Si(1.17 Å)의 공유결합 반지름보다 작아서 SiC 박막 내부에 대체결합에 의한 격자 수축이 발생하기 때문에 도핑물질의 주입은 박막의 격자상수의 변형을 발생시킨다^[5,6].

이러한 격자의 변형은 M/NEMS 설계단계에서 요구되는 박막의 기계적 특성에 영향을 주기 때문에 전기적 특성을 제어하는 도핑량에 따라 탄성계수와 경도를 정확하게 측정하는 것이 대단히 중요하다.

박막의 기계적 특성을 측정하는 방법에는 벌지 시험, 마이크로 인장시험, 마이크로 캔틸레버, 나노 압입법(nano indentation method) 그리고 응력 변위법 등의 방법이 사용되고 있다^[7]. 이 중에서 가장 유용한 방법은 압입 깊이와 하중과의 관계를 이용하여 박막의 탄성계

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

†Corresponding author: gschung@ulsan.ac.kr
(Received : March 17, 2008, Revised : April 30, 2008
Accepted : May 22, 2008)

수와 경도를 동시에 측정할 수 있고, 마이크로미터 단위 크기 시편에 대한 시험이 가능하며 결과 해석이 직접적인 나노 압입법이다^[8].

따라서, 본 연구에서는 n-도핑에 따라 다결정 3C-SiC 박막의 XRD, SEM 그리고 AFM으로 물리적 특성을 분석했으며 또한, 나노 압입법으로 기계적 특성인 탄성계수와 경도를 측정했다.

2. 실험

본 연구에서는 3단계의 과정을 통해 다결정 3C-SiC 박막을 Si(100) 기판에 성장했다; (a) 3분 동안 800 °C에서 HCl+H₂에 의해 표면세척 후, (b) 5분 동안 1000 °C에서 C₃H₈+H₂를 이용하여 탄화공정을 수행했다. (c) 1,3-DSB (1,3-disilabutane)+H₂를 이용하여 800 °C에서 30분 동안 다결정 3C-SiC 박막을 성장했으며, n-도핑을 위해 NH₃를 각각 1, 3, 5 % 첨가했다^[6].

그림 1은 나노 압입자의 측정위치를 나타내며 사용된 나노 압입자는 다이아몬드 재질로 된 berkovich팁을 사용했다. 다결정 3C-SiC 박막의 프와송비는 0.16으로 가정했다^[10].

탄성계수와 경도 값은 각각의 n-도핑된 다결정 3C-SiC 박막에 9지점에서 측정된 값을 평균했다. 압입 실험동안 외부 진동에 의한 영향을 최소화 하기위해 샘플을 순간접착제를 이용하여 알루미늄 puck에 고정했으며, 각 샘플의 실험 전후에 fused silica 시편을 이용한 팁의 cleaning 및 calibration했다.

각 회의 실험에서 압입 깊이에 따른 탄성치의 변화와 기계적 강도를 CSM(continuous stiffness measurement)모듈을 이용하여 측정했으며 압입 시험시 측정거리간의 영향을 최소화하기 위하여 압입되는 위치들은 그림 1처럼 80 um씩 간격을 두었다.

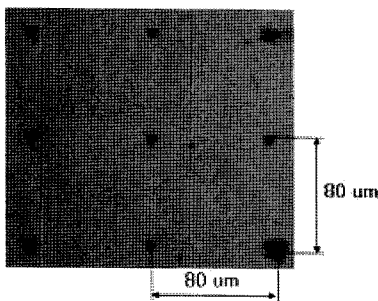


그림 1. 다결정 3C-SiC 박막의 9 포인트 측정위치
Fig. 1. Measurement positions of 9 points on poly 3C-SiC thin film.

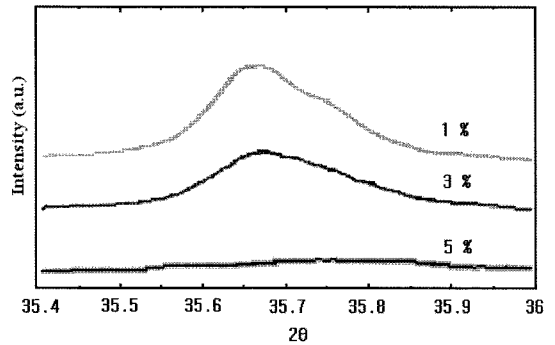


그림 2. 다결정 3C-SiC 박막의 NH₃ 도핑에 따른 XRD 스펙트럼

Fig. 2. XRD spectrum of the poly 3C-SiC thin films according to NH₃ doping rate.

3. 결과 및 고찰

각각의 조건에 따라 성장된 다결정 3C-SiC 박막의 캐리어 농도는 NH₃의 비율이 1 %일 경우, 9.2×10¹⁵ cm⁻³에서 5 %일 경우는 6.8×10¹⁷ cm⁻³로 증가했다^[6].

그림 2는 Si 기판위에 1,3-DSB+H₂+NH₃ 혼합가스를 이용하여 1, 3, 5 %로 도핑된 3C-SiC 박막의 XRD 스펙트럼이다^[11]. 도핑농도가 증가할수록 SiC(111) 피크의 위치는 2θ 증가방향으로 이동하며 피크의 크기가 감소했다. 따라서, n-도핑농도의 증가에 따라 다결정 3C-SiC 박막의 격자구조가 영향을 받으며 특히, n-도핑농도가 5 %일 때는 정상적인 SiC 격자구조를 형성하지 못함을 알 수 있다.

그림 3은 n-도핑농도에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 표면과 단면 SEM을 각각 나타낸 것이다. 박막의 표면 사진은 n-도핑농도에 따른 그레인의 상태를 보여준다. 도핑농도가 증가할수록 그레인의 크기가 작아짐을 알 수 있으며, 이것은 XRD 스펙트럼 분석에서와 같이 n-도핑농도의 증가에 따른 3C-SiC 격자의 변화에 의한 것으로 사료된다. 특히, n-도핑농도가 5 %일 때는 정상적인 그레인을 형성하지 못한 비결정질 상태를 보여줄 수 있다.

그림 4는 도핑농도에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 AFM 이미지이다. N-도핑농도가 1, 3, 5 %일 때, 각각에 대한 평균 표면 거칠기의 크기는 40, 22, 15 nm로 각각 측정 되었으며, n-도핑농도가 증가할수록 표면의 거칠기는 감소했다. 이것은 n-도핑농도가 증가할수록 탄소원자가 질소원자로 치환되는 양이 증가하여 다결정 3C-SiC 그레인의 정상적인 성장을 방해하고, 상대적으로 작은 그레인의 형성으로 인해 표면의 거칠기가

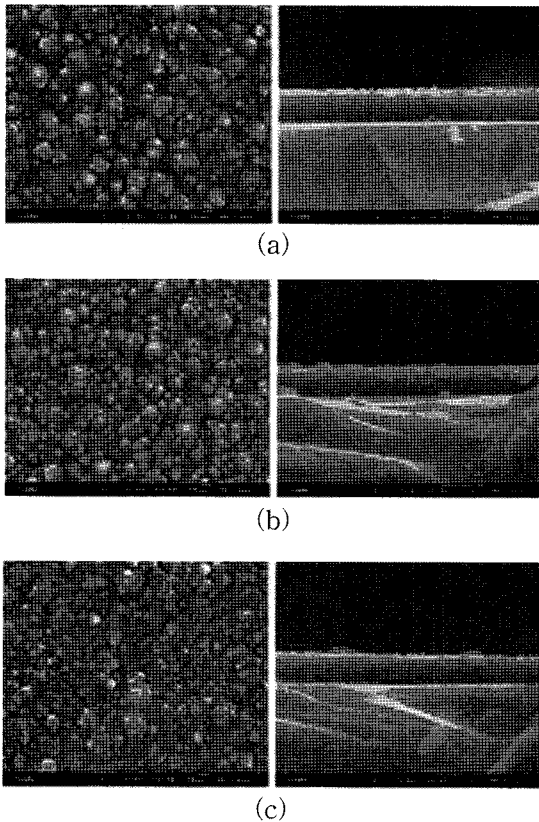


그림 3. (a) 1, (b) 3, (c) 5%로 각각 도핑 된 다결정 3C-SiC 박막의 표면과 계면의 SEM 이미지
 Fig. 3. SEM images of the surface and the cross-section of poly 3C-SiC thin films according to (a) 1, (b) 3, and (c) 5% n-doping concentration, respectively.

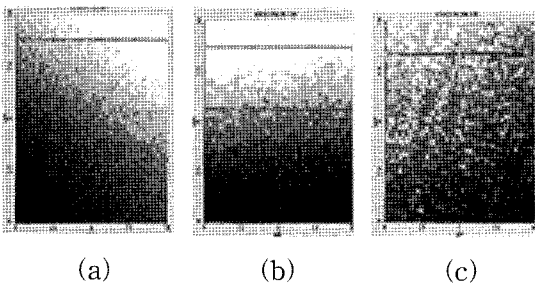


그림 4. (a) 1, (b) 3, (c) 5%로 각각 도핑된 다결정 3C-SiC 박막의 AFM 이미지
 Fig. 4. AFM images of poly 3C-SiC thin films according to (a) 1, (b) 3, and (c) 5 n-doping concentration, respectively.

양호해진 것으로 사료된다.

나노 압입실험을 통해 기계적 특성을 해석하기 위한

다결정 3C-SiC 박막의 두께는 SEM으로 확인했으며, n-도핑농도가 1, 3, 5% 일때 각각 661, 661, 581 nm였다.

나노 압입실험을 위해 사용된 역학 모델은 Oliver와 Pharr의 모델이며 무부하시의 하중과 변위 관계를 다음과 같다^[8,9]. 식 (1)에서는 부하하중을 나타내며 B , m 은 각각 실험에 의해 결정된다.

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

여기서, h_f 는 하중 제거시 잔류변위를 나타낸다. 식 (1)을 압입 깊이에 따라 미분하면, 다음과 같이 주어진다.

$$S = \left. \frac{dp}{dh} \right|_{h=h_{\max}} = Bm(h_{\max}-h_f)^{m-1} \tag{2}$$

여기서, S 는 강성값을 나타낸다. 유효 탄성계수 E_r 을 포함한 식으로 강성값을 나타내면 다음과 같다.

$$S = \frac{dp}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{AE_r} \tag{3}$$

여기서, A 는 압입자의 접촉면적을 나타낸다. 식 (2)와 (3)에서 유효 탄성계수 E_r 은 다음과 같이 주어진다.

$$E_r = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \tag{4}$$

또한 시험편과 압입자의 조합에서 유효 탄성계수 E_r 은 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 와 ν 는 각각 박막의 탄성계수와 포아송비이며, E_i 와 ν_i 는 각각 나노 압입자의 탄성계수와 포아송비이다.

따라서, 식 (4)와 (5)에서 탄성계수 E 를 구할 수 있다.

한편, 경도 H 는 다음과 같이 나타 수 있다.

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

여기서, P 는 압입 하중을 나타내고, A 는 접촉 투영면적을 나타낸다.

그림 5는 n-도핑 농도에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 탄성계수의 변화를 보여준다. 여기서, 탄성계수는 나노 압입자에 하중 인가후, 제거할 때 곡선의 기울기로부터 구할 수 있다.

N-도핑농도가 1%일 때, 기계적 강도에 영향을 미치

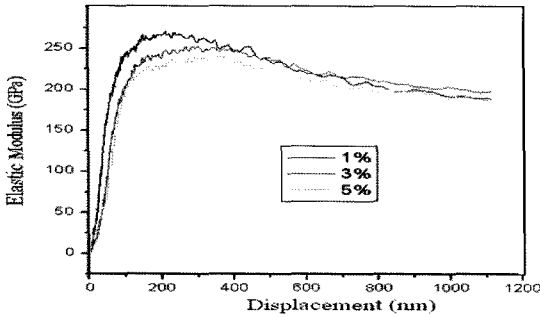


그림 5. N-도핑농도에 의한 다결정 3C-SiC 박막의 탄성계수
Fig. 5. Variations of the elastic modulus of poly 3C-SiC thin films according to N doping concentration.

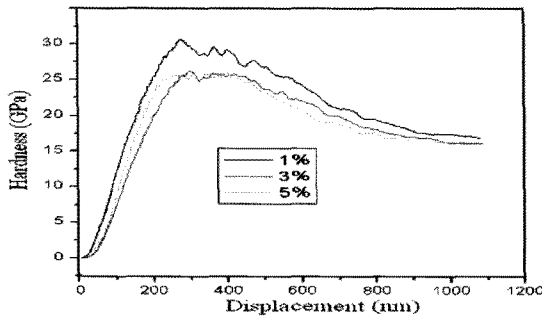


그림 6. N의 도핑농도에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 경도 변화
Fig. 6. Variations of the hardness of poly 3C-SiC thin films according to N doping concentration.

는 탄성계수는 270 GPa로 측정되었다. 이것은 1999년에 보고된 260 GPa 보다 높은 수치이다^[2]. 도핑농도의 증가에 따라 탄성계수는 감소하였으며 3, 5%일 때, 249, 236 GPa로 측정되었다.

그림 6은 n-도핑농도에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 경도 값의 변화를 나타낸 것이다. N-도핑농도가 1, 3, 5%일 때, 경도 값은 각각 30, 26, 25 GPa이었다. N-도핑농도가 증가할수록 탄성계수의 변화와 유사하게 경도 또한 감소함을 알 수 있다. 따라서, n-도핑농도가 증가할수록 SiC 격자내에 질소원소가 탄소원소위치에 치환되어 SiC 고유의 격자상수가 감소하고, 기계적 성질인 탄성계수와 경도가 감소하는 것으로 사료된다.

4. 결 론

본 연구에서는 n-도핑농도에 따른 다결정 3C-SiC 박막의 결정성과 계면 그리고 표면 거칠기를 각각 XRD, SEM, AFM으로 분석했으며 나노 압입법을 이용하여

도핑에 따른 박막의 탄성계수와 경도를 측정했다.

N-도핑농도가 감소할수록 다결정 3C-SiC 박막의 기계적 특성에 영향을 미치는 탄성계수와 경도 그리고 박막 표면 그레인 크기의 증가를 확인했으며 표면 거칠기는 도핑농도가 증가할수록 감소했다. 이는 XRD 분석에서 알 수 있듯이 SiC 박막 형성 과정에서 질소 원자가 탄소원자로 치환되어 그레인의 성장과 SiC 격자상수를 감소시키는 현상이며 이것은 기계적 성질인 탄성계수와 경도에도 영향을 주는 것을 확인하였다.

따라서, 박막 성장시 n-도핑을 통해 전기적 특성뿐만 아니라 기계적 특성 그리고 표면 거칠기를 제어함으로써 극한환경, RF 그리고 바이오용 SiC-M/NEMS 분야에 유용하게 사용 가능할 것으로 기대된다.

감사의 글

본 연구는 교육과학기술부와 한국산업기술재단의 지역혁신인력양성사업과 지식경제부 지방기술혁신사업 (B0009720) 지원으로 수행되었음.

참고 문헌

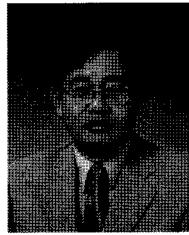
- [1] J. A. Powell and L. G. Matus, "Recent developments in SiC", in *Proc. 1st Int. Amorphous and crystalline Silicon Carbide and Related Materials*, Germany, pp. 2-12, 1989.
- [2] Z. Qin, P. Han, and Y. D. Zheng, "Characterization of 4H-SiC grown on AlN/Si(100) by CVD", *Thin Solid Films*, vol. 515, pp. 580-582, 2006.
- [3] Mo Li, H. X. Tang, and M. L. Roukes, "Ultra-sensitive NEMS-based cantilevers for sensing, scanned probe and very high-frequency applications", *Nature Nanotechnology*, vol. 2, pp. 114-120, 2007.
- [4] J. A. Powell, Neudeck, L. G. Matus, and J. B. Petit, "Progress in silicon carbide semiconductor technology", in *Mmat. Soc.symp. Proc.*, vol. 242, pp. 495-505, 1992.
- [5] B. J. Wijesundara, D. Gao, C. Carraro, R. T. Howe, and R. Maboudian, "Nitrogen doping of polycrystalline 3C-SiC films grown using 1,3-disilabutane in a conventional LPCVD reactor", *J. Crystal Growth*, vol. 259, pp. 18-25, 2003.
- [6] J. Zhang, R. T. Howe, and R. Maboudian, "Electrical characterization of n-type polycrystalline 3C-SiC thin films deposited by 1,3-disilabutane", *J. Electrochemical Soc.*, vol. 153, pp. 548-551, 2006.
- [7] J. J. Vlassak and W. D. Nix, "A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and

- poission's ratio of thin films", *J. Materials Res.*, vol. 7, no. 7, pp. 3242-3249, 1992.
- [8] J. Koskinen, "Microtensile testing of free standing polysilicon fibers of various grain sizes", *J. Micro-mech. Microeng.*, vol. 3, no. 1, pp. 13-17, 1993.
- [9] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments", *J. Materials Research*, vol. 7, pp. 1564-1583, 1992.
- [10] K. B. Han and G. S. Chung, "Mechanical characteristics of polycrystalline 3C-SiC thin films using Ar carrier gas by APCVD", *J. Kor. Sensors Soc.*, vol. 16, no. 4, pp. 319-323, 2007.
- [11] J. Zhang, C. Carraro, R. T. Howe, and R. Maboudian, "Electrical, mechanical and metal contact properties of polycrystalline 3C-SiC films for MEMS in harsh environments", *Surface & Coatings Tech.*, vol. 201, pp. 8893-8898, 2007.
- [12] S. Roy, C. Zorman, M. Mehregany, R. DeAnna, and C. Deeb, "The mechanical properties of polycrystalline 3C-SiC films grown on polysilicon substrates by atmospheric pressure chemical vapor deposition", *J. Appl. Phys.*, vol. 99, pp. 044108-044121, 2006.



김 강 산(Kang-San Kim)

- 2008년 2월 울산대학교 전기전자정보시스템공학부 석사졸업
- 현재 울산대학교 대학원 전기전자정보시스템공학부 박사과정
- 주관심분야 : SiC-M/NEMS



정 귀 상(Gwi-Sang Chung)

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