

# 반도체 장비용 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 코팅 진공부품의 내부식성 평가 연구

유승민<sup>a,b</sup>, 윤주영<sup>a\*</sup>, 강상우<sup>a</sup>, 신재수<sup>b</sup>, 성대진<sup>a</sup>, 신용현<sup>a</sup>

<sup>a</sup>한국표준과학연구원 진공센터, 대전 305-340

<sup>b</sup>대전대학교 신소재공학과, 대전 300-716

(2008년 3월 26일 받음)

반도체 장비용 진공코팅부품의 공정영향에 의한 내부식 성능 평가방법을 연구개발 하였다. 평가기준을 마련하기 위해 반도체 공정에서 교체된 코팅부품의 특성을 분석·평가하였다. 코팅부품의 성능을 정량적으로 측정하기 위하여 부품의 코팅막으로 많이 사용되고 있는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 막의 건식부식실험을 실시하였고 표면모폴로지, 누설전류 및 내전압측정 등을 수행하였다. 실험결과 건식부식처리 후 샘플의 누설전류량이 증가하였고, 절연내력이 크게 줄어 전기적 특성이 하향된 결과를 보였으며, 표면 모폴로지의 경우 부식시간 증가에 따라 표면 손상정도가 증가하는 것을 확인 할 수 있었다. 부식공정에 의한 이들 특성 값 변화를 이용하여 코팅부품의 공정영향에 의한 성능평가 방법을 개발할 수 있었다.

주제어 : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 반도체, 코팅부품, 내부식성, 공정영향평가

## I. 서론

반도체 산업기술이 발달함에 따라 고정정 공정환경이 요구되고, 공정용 장치에 이용되는 부품에서 발생하는 오염을 최소로 줄여야하는 과제가 새롭게 제시되고 있다.[1] 반도체 공정용 코팅부품의 사용은 정전기척, 상부전극, 챔버, 라이너 등 공정중의 화학가스 등에 노출되는 모든 부품에 적용되고 있다. 이러한 반도체 공정은 장비 내에서 많은 화학물질 등을 사용하게 됨으로 공정 챔버내의 부품이 부식되고 이로 인해 오염입자가 발생하게 된다.[2] 이것은 공정 내에서 오염원으로 작용하여 수율에 악영향을 미치게 되고, 심한 경우에는 장비가동을 정지시키게 된다. 이 문제는 국내뿐만 아니라 국외에서도 많은 관심을 보이고 있으며 이를 해결하기 위해 부품의 표면에 전해연마, 양극산화피막법, 플라즈마 용사법 등을 이용하여 코팅을 하기도 한다.[3] 따라서 이렇게 코팅된 막의 성능 향상을 위한 연구가 활발하게 진행되고 있으나 현재 반도체 공정용 코팅부품 제조업체는 규격화된 코팅막 성능평가 기술이 없어 제품개선 및 국산화에 많은 애로를 겪고 있다.[4-8]

본 연구에서는 실제 반도체공정에서 사용된 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>코팅 부품의 손상 전, 후의 성능평가를 실시하여 공정영향에 의한 코팅막의 변화를 관찰하였다.[9] 또한, 양극산화피막법

을 사용하여 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 코팅한 반도체공정용 부품을 제작한 후, 건식부식실험을 실시하여 부식성 가스에 의한 코팅막의 특성을 분석하고 이들 코팅막의 성능을 평가하였다.

## II. 실험 및 방법

### 2.1 평가용 샘플 제작

반도체 공정에서 사용되는 대부분의 코팅 부품들은 표면에 양극산화피막법을 사용하여 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 코팅막을 형성시키기 때문에 이와 동일한 코팅조건으로 샘플을 제작하였다. 양극산화피막에 의한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 코팅샘플은 황산을 전해액으로 사용한 공정법을 사용하였다. 이때 공정조건은 황산의 농도가 15 ~ 18 wt%, 욕온은 3℃, 전류밀도는 2.5 Adm<sup>-2</sup>, 인가된 표준전압은 40 V 였다. 한편 양극산화피막법의 경우 모재가 알루미늄으로 한정되고 알루미늄 고베스틸의 Al6061T6 을 사용하였다. 샘플제작은 알루미늄기관의 세척과 공정에 적합한 크기인 가로 및 세로가 각각 200 mm, 두께 4 mm 로 가공하였다. 가공된 알루미늄을 상기의 조건에 의해 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 코팅막을 약 50 μm 두께로 형성시켰다.

\* [전자우편] jyun@kriss.re.kr

## 2.2 건식부식 평가시스템 구축 및 방법

### 2.2.1 부식실험 용기 제작

Fig. 1은 건식부식 실험을 위해 자체개발한 부식테스트 용 용기로 각각의 화학가스에 대한 내식 평가를 할 수 있도록 제작 하였다. 특히, 트레이에 다수의 시편을 안치하여 평가를 함으로써 동일한 조건에서 동시에 측정이 이루어짐으로 측정오차를 줄일 수 있는 특징이 있다. 구체적으로 보면, 본 장치는 챔버의 하부면에 실험용 부식용액을 담은 화학용기가 설치되어 있으며, 내면에 관통공이 형성되어 하부에서 증발된 부식가스가 트레이 상부에 안치된 시편 코팅면인 저면에 접촉되도록 설계 제작하였다.

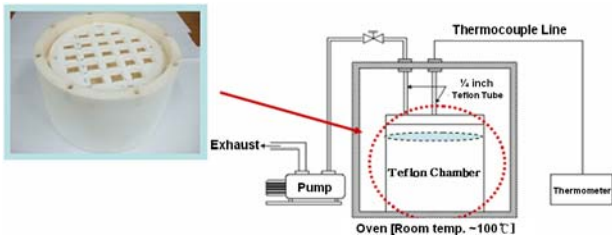


Fig. 1. HCl gas corrosion test chamber

### 2.2.2 내부식성 평가방법

본 연구에서는 코팅부품의 부식성 가스에 의한 내부식성 특성을 평가할 수 있도록 아래와 같은 평가방법을 개발하였다(Fig 2). 우선 코팅막에 가장 크게 영향을 미칠 수 있는 HCl 용액을 사용하여 자체 제작한 건식부식챔버 내부에서 부식성가스를 발생시켜 실험을 실시하였다. 실험에 사용된 HCl 용액의 순도는 34.24% 이며 건식 부식챔버 내에서 시편이 부식에 영향을 미칠 수 있는 것은 HCl 가스 밖에 없다.

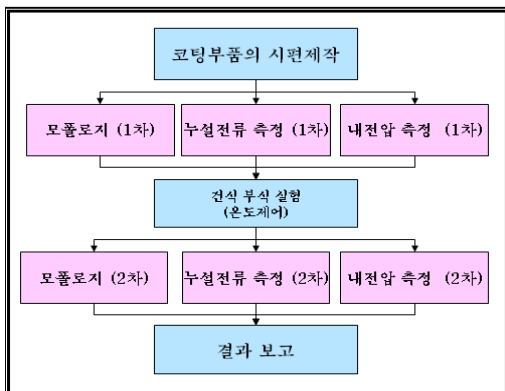


Fig. 2. Corrosion test diagram

건식부식 실험은 상온에서 부식시간을 10분 단위로 60분 까지 단계적으로 늘려가면서 실험을 실시하였다. 부식가스로 HCl 가스를 사용한 이유는 빠른 시간 내에 코팅막에 큰 영향을 미칠 수 있고 또한 현재 코팅막을 제작하는 업체들이 내산성 평가를 위해 주로 사용되고 있는 가스이기 때문이다. 이렇게 부식실험 시간의 증가에 따른 코팅막의 전기적 특성 및 표면 모폴로지의 변화를 관찰하였으며, 실제 공정에 사용되었던 코팅부품의 부식으로 인해 교체된 코팅부품의 전기적 특성 및 표면 모폴로지와 비교하여 보았다. 부식 처리된 코팅샘플은 표면상태 및 전기적 특성을 분석하였다.

샘플의 전기적 특성은 누설전류 측정기와 내전압측정 장치를 사용하였으며, 표면 모폴로지는 SEM을 사용하여 관찰하였다. 누설전류의 측정은 0~40 V까지 전압을 증가시키면서 코팅막을 통과하여 흐르는 누설전류량을 측정 하였다. 내전압의 측정은 0~3 kV까지 전압을 증가시키며 코팅막에서 절연과파괴가 일어나는 순간의 전압을 관찰하였다.

우선 전기적 특성을 관찰하기 위해 코팅막에 Au로 직경 1mm의 dot 형태 전극을 증착하고 증착된 dot 와 코팅막의 접촉을 좋게 하기 위하여 500°C에서 5분간 열처리하였다. 측정 재현성 확인을 위해 각 3개씩의 샘플을 사용하여 측정하였다.

## III. 결과 및 고찰

### 3.1 샘플 측정의 신뢰성 확인

샘플측정 결과 값의 신뢰성 확인을 위해 샘플 내 및 샘플과 샘플 사이에서의 저항측정 결과 값을 비교하였다. 측정 방법은 Fig. 3 과 같이 2개의 샘플에 임의의 위치를 선택하여 각 포인트마다 누설전류 및 내전압을 1회씩 측정하였다.

측정결과 Fig. 4 에서 알 수 있듯이, 1~4 포인트에서의

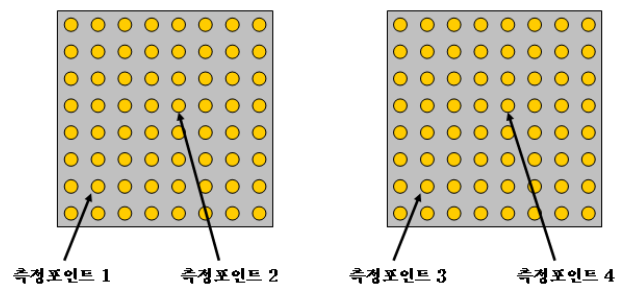


Fig. 3. Reliability measurement of the samples

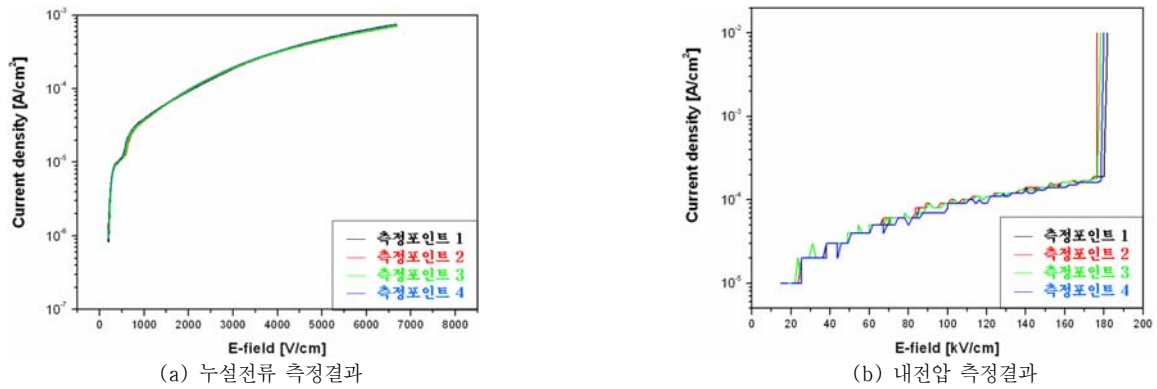


Fig. 4. Reliability measurement of the samples

누설전류와 내전압 측정결과 거의 일치하는 특성을 보여 샘플 내 및 샘플사이의 측정신뢰성을 확인하였다.

### 3.2 실제 공정 후 교체된 코팅부품의 특성평가

반도체 공정용 코팅부품의 공정영향에 의한 내부식 정량화 기준을 얻기 위해 코팅막 평가 실험을 실시하였다. 실험

을 위해 Fig. 5와 같이 반도체 라인의 공정장비에서 교체된 상부전극(upper electrode)을 이용하였다. 코팅 조건은 양극산화피막법으로 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 50μm 두께로 성장시켰고 공정에 적용하지 않은 reference 샘플과 공정 중 교체된 샘플의 전기적특성 및 모폴로지를 비교하였다.

전기적 특성평가의 경우, 코팅 두께에 의한 영향을 배제하기 위하여 전류밀도와 내전압 밀도로 나타내었다. Fig. 6 (a)

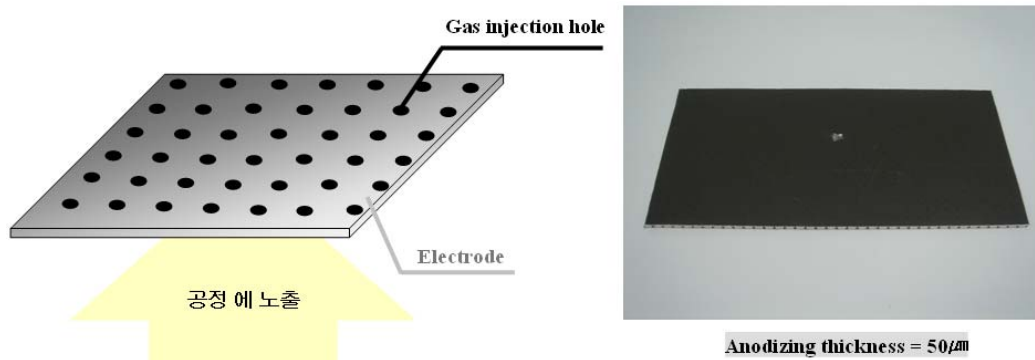


Fig. 5. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coated sample from semiconductor equipment – the upper electrode

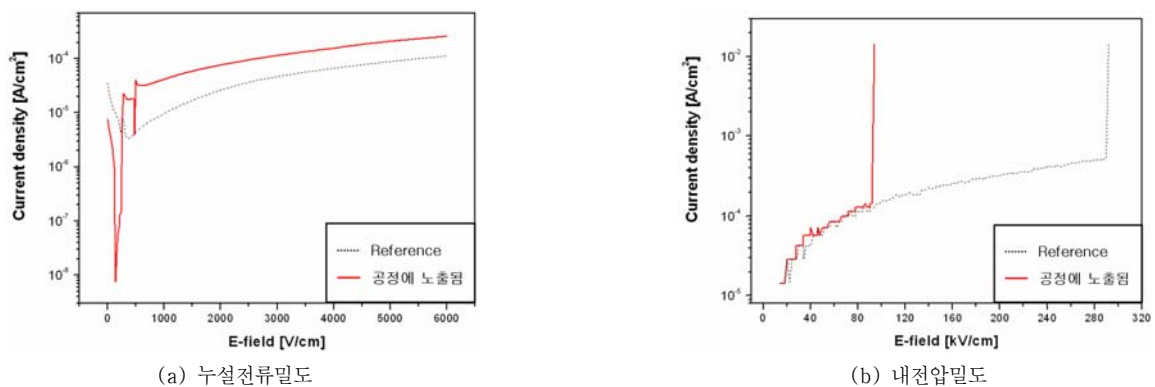
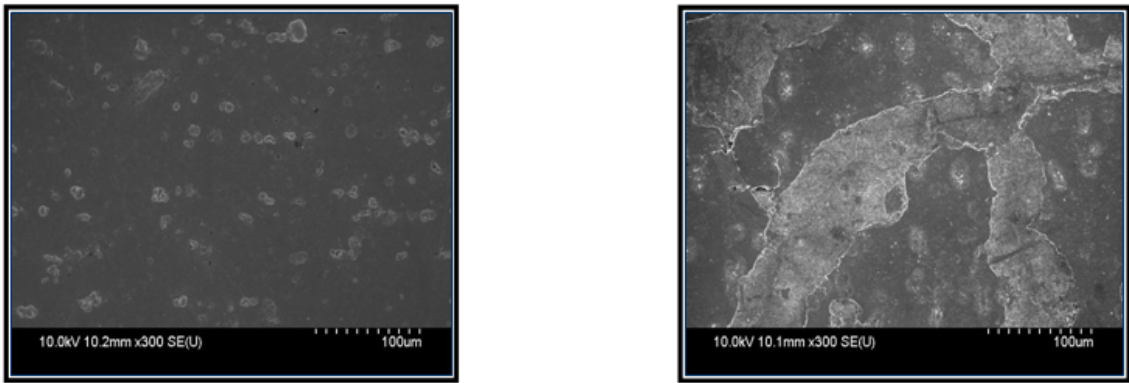


Fig. 6. Electrical results of the sample from semiconductor equipment



(a) Reference (b) 공정에 영향을 받음

Fig. 7. Morphology results of the sample from semiconductor equipment

에서 누설전류밀도 측정 결과 reference 샘플에 비해 손상 후 누설전류량이 증가한 것을 확인할 수 있었다. 내전압의 경우 누설전류량의 차이는 크게 보인 않지만 절연과피점미 reference 샘플의 측정값과 손상된 코팅면의 측정값 차이를 Fig. 6 (b)에서 알 수 있듯이 큰 차이를 나타내는 것을 발견할 수 있었다. Fig. 7의 모폴로지 관찰사진에서도 reference와 손상된 면의 표면상태 차이를 확인할 수 있었다. 손상된 면의 결과를 평가기준으로 삼아 코팅부품의 성능 평가 및 평가 절차를 구축하였으며 실제 공정 적용 코팅부품의 성능 평가 결과를 통해 부식성 가스에 의해 코팅부품의 성능이 저하되어 공정 중 문제를 발생시키는 것을 확인하였다.

이 결과를 토대로 코팅부품이 부식될 경우 누설전류, 전압특성 및 모폴로지 특성이 열화된다는 것을 확인하였고 이들 파라미터들을 이용하여 코팅부품의 내부식성 특성의 성능지수로 삼을 수 있을 것으로 판단된다.

### 3.3 표준화 샘플의 건식부식실험 결과

Fig. 2의 절차에 따라 코팅샘플의 건식부식실험 전후의 특성을 관찰하였다. 1분~90분까지의 부식시간에 따른 샘플의 전기적 특성평가 결과를 Fig 8 에 나타내었다. 부식시간이 증가할수록 샘플의 누설 전류밀도는 점차적으로 증가하였다. 이런 현상은 부식이 진행됨에 따라 코팅막의 표면이 손상되어 누설전류가 증가한 것으로 판단된다. 한편 내전압 시험에 있어서 부식시간이 증가함에 따라 절연과피가 저 전압에서 일어나는 경향을 확인 할 수 있었다.

건식부식 실험결과에 따른 표면 사진을 Fig. 9에 나타내었다. 전기적 특성 변화와 비교해 보면, 표면상태의 거칠기

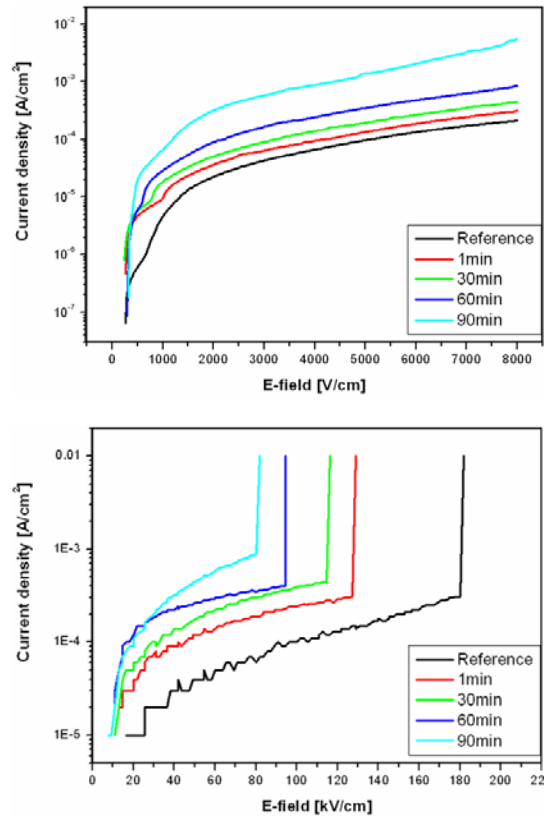


Fig. 8. Electrical result of the samples

와 손상도는 전류밀도에 비례하며, 내전압의 경우도 누설 전류밀도가 커질수록 절연과피지점이 떨어지는 것을 확인할 수 있었다. Fig. 9 (b)~(e) 에서 알 수 있는 것과 같이, 부식실험 후에 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 코팅막 표면에 불규칙한 크기들의 기공들이 생겨나 있는 것을 확인 할 수 있다.

부식 시간 1분부터 표면부식이 시작되는 것을 확인 할 수 있으며, 초기 부식은 Fig. 9 (b)와 같이 표면에 기공이

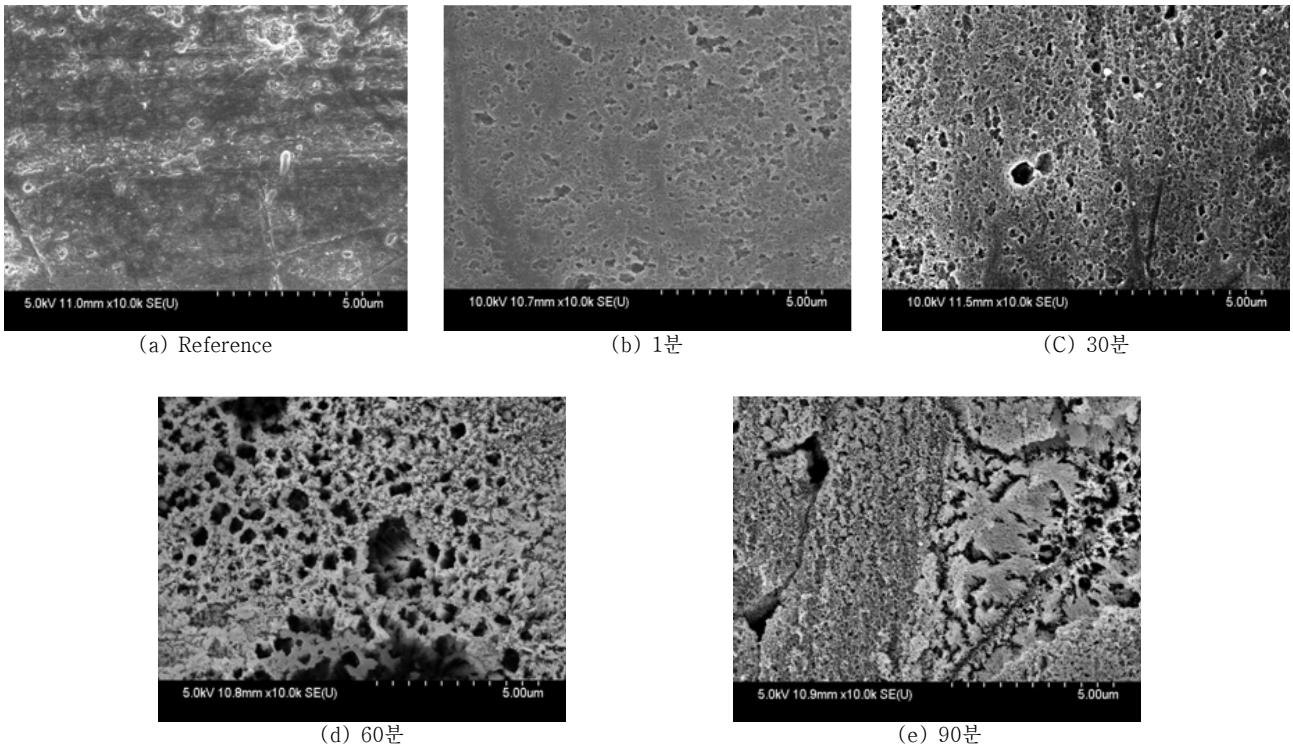


Fig. 9. Morphology of the samples after corrosion test

발생하여 기공의 크기가 커지며 수가 증가하는 형태로 진행된다. 30분 후에는 기공의 크기가 2  $\mu\text{m}$  미만의 크기를 보이지만, 시간이 흘러 부식이 점차 진행됨에 따라 Figure 9 (d),(e)와 같이 5~10  $\mu\text{m}$  크기의 기공들로 표면을 구성하게 된다. 90분 이후 표면상태의 변화는 거의 나타나지 않았으며 누설전류 밀도나 내전압 밀도의 값도 큰 차이는 보이지 않는다. 실제공정에서 교체된 코팅부품을 평가하여 정한 손상기준과 비교하기 위해 교체되는 누설전류밀도 값과 내전압 밀도의 값을 관찰해 보면 누설전류 밀도의 경우 약 30분 부식실험 결과와 비슷한 값을 나타냈으며 내전압 밀도의 경우에는 60분 부식실험 결과 값과 같은 비슷한 값을 나타내었다. 실제 평가 시에는 30분 정도 부식실험으로도 샘플간의 차이를 확인 할 수 있을 것으로 판단된다.

### 3.3 반도체 공정용 부품코팅업체에서 제작한 코팅막의 평가

위의 방법들을 이용하여 각 업체에서 제조한 다양한 코팅부품 샘플들을 입수하여 이들의 내부식성 성능평가 실험을 하였다. 업체선정은 현재 반도체 공정에 사용되는 코팅

부품을 납품하는 업체를 기준으로 하여 양극산화피막법을 사용하는 업체로 선정하였으며, 동일한 조건으로 샘플을 제작하였다. 샘플제작 공정조건은 양극산화피막법으로 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 코팅막을 50  $\mu\text{m}$  두께로 성장시켜 제작하였다. 실험은 Fig 2의 건식부식 실험 모식도에 따라 진행하였으며 각 업체별 실험조건은 앞서 실시한 건식부식 실험과 동일하게 하였다. 건식부식 실험결과 Fig. 10과 같은 전기적 특성과 Fig. 11과 같은 모폴로지 관찰 결과를 얻었다. 전기적 특성 평가를 통해 각 업체별 코팅막의 특성을 파악할 수 있었다. Fig. 10의 화살표 초기값은 각 업체별 샘플의 아무런 손상이 없는 초기상태를 측정된 결과이며 후기값은 부식실험을 실시한 후의 측정 결과를 나타낸 것이다. 이 실험은 부식실험을 30분 실시하여 나온 결과를 표시하였다. 화살표의 초기 값이 오른쪽으로 갈수록 샘플의 초기 전기적 특성이 좋은 것이며 반대로 왼쪽에 있을수록 초기 특성이 나쁘다는 것을 의미한다. 화살표는 길이가 길어질수록 부식에 의한 영향으로 손상이 많이 되었음을 의미하며 반대로 짧을수록 부식 실험에 의한 영향을 적게 받은 것으로 해석할 수 있다. 누설전류 밀도에서는 A와 C 업체가 부식에 의한 영향에 있어서 누설전류의 변화가 가장 적은 것을 알 수

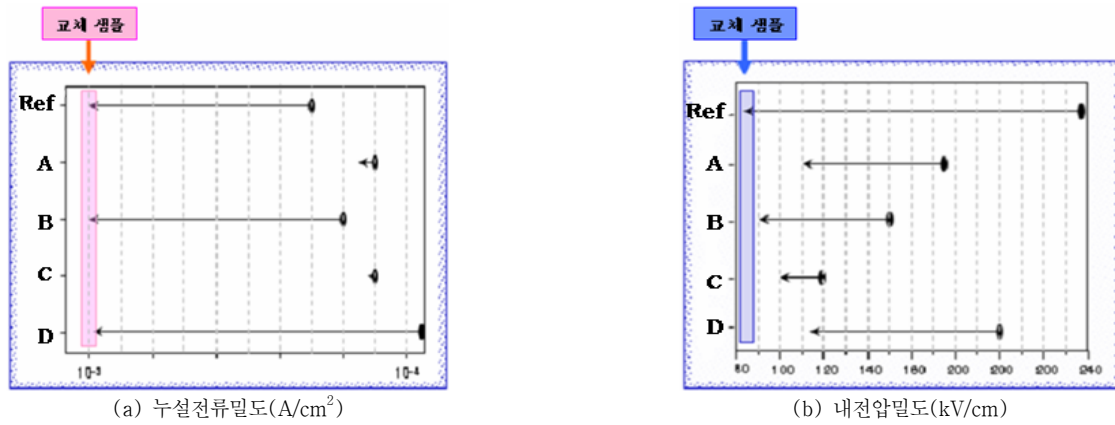


Fig. 10. Electrical results of the various samples

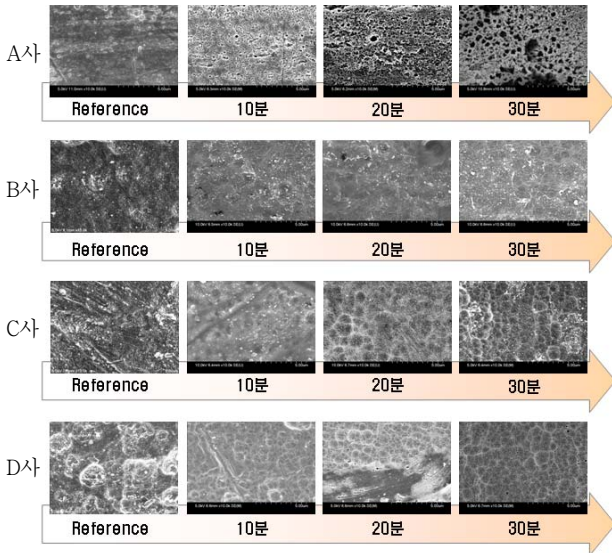


Fig. 11. Morphology of the various samples

있다. D 업체의 경우 초기 값이 가장 우수하지만 부식실험 영향으로 교체기준 값에 도달하였으므로 내 부식성이 다른 업체에 비해 떨어진다고 볼 수 있다. 내전압 밀도에서 A업체는 다른 업체에 비해 낮은 변화를 나타내어 우수한 내산성 특성을 나타냈지만 C업체는 내전압 밀도에서 취약성을 확인할 수 있었다. 누설전류의 경우 작은 변화에도 표면에서 아크가 발생하여 공정에 치명적인 영향을 끼칠 수 있기 때문에 작은 변화에도 주의가 필요로 하며, 내전압의 경우 부품의 수명과 관련되어 교체시기를 정하는데 중요한 기준이 될 것이다. 특히 내전압의 경우 미세한 누설전류 값의 변화를 관찰하기 힘들기 때문에 누설전류와 내전압 값을 따로 측정하였다. 이는 같은 조건의 코팅막을 만들었지만 업체별로 공정 과정과 환경이 다르기 때문에 나타나는 현

상으로 판단된다. Fig. 11의 각 업체별 모폴로지 관찰 결과는 건식부식 실험으로 인해 표면이 부식되는 경향을 나타낸 것을 부식실험 10분 단위로 나누어 SEM으로 관찰한 것이다. Reference 사진과 비교하였을 때 A 업체 코팅막의 표면상태 변화가 다른 업체에 비해 손상정도가 미미한 것을 확인할 수 있었다. 최종적으로 A업체 코팅막의 성능이 가장 뛰어난 것을 확인할 수 있었으며 이러한 방법으로 실제 반도체 공정장비에 적용되는 다양한 코팅샘플의 성능의 평가가 가능하다.

#### IV. 결 론

차세대 반도체 소자가 극미세화됨에 따라 작은 오염원에도 큰 영향을 받을 수 있다. 따라서 고청정 공정환경이 요구 되고 있으며 공정에 사용되는 코팅부품의 성능이 새로운 문제점으로 제기되고 있다. 즉 공정영향에 의해 부식되어 손상된 코팅부품은 반도체 공정 중에 오염원으로 작용하게 되어 수율에 큰 영향을 미칠 수도 있게 된다. 따라서 이들 코팅막의 내부식 특성을 평가할 수 있는 규격화된 방법이 현장에서 요구되고 있으나 아직 마땅한 측정방법이 없는 형편이다.

본 연구에서는 코팅부품의 내부식 특성을 정량화할 수 있는 새로운 평가방법을 개발하기 위하여 반도체장비용 코팅막으로 가장 많이 사용되는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 막 코팅샘플을 제조한 후 자체 제작한 건식부식 방식에 의해 부식에 따른 코팅샘플의 특성을 관찰하였다. 건식부식 실험결과 부식성 가스의 영향으로 부식실험 시간이 증가할수록 코팅부품의 절연

성과 절연내력이 떨어지는 것을 확인할 수 있었다. 부식시험을 30분 실시한 결과 공정에서 교체된 부품의 평가결과 값과 거의 일치하는 것을 확인 할 수 있었다. 또한 부식시간이 증가함에 따라 코팅막의 손상도가 심해지는 것을 확인할 수 있었다. 따라서 이러한 측정방법을 통하여 부식성가스에 의한 영향으로 손상된 코팅부품의 특성 변화를 측정함으로써 코팅부품의 평가 방법 및 평가 절차를 세울 수 있다. 또한 반도체 공정용 코팅부품을 제작하는 각 업체를 대상으로 개발 된 평가방법을 적용해본 결과 성능평가를 할 수 있었으며 성능평가 결과를 토대로 반도체 공정 라인에서 사용되는 코팅부품의 성능을 쉽게 평가할 수 있다는 것을 확인할 수 있었다.

### 참고 문헌

- [1] D. B. Graves, IEEE Transactions on Plasma Science **22**, 30 (1994).
- [2] Hattori, T. and Koyata, S. Application and Identification System in ULSI Wafer Processing, Solid State Technology **34**, S1~S6 (1991).
- [3] S. K. Kim and J. Y. Chang. Journal of the Korean Vacuum Society **15**, 273 (2006).
- [4] Yao Weilian, Mater. Mechanical Eng. **18**, 6-14 (1994).
- [5] W. J. Yoo and Ch. Steinbruchel, Appl. Phys. Lett. **60**, 1073 (1992).
- [6] G. S. Selwyn and K. L. Haller, J. Vac. Sci. Technol. **A11**, 1132 (1993).
- [7] G. M. Jellum and D. B. Graves, J. Appl. Phys. **67**, 6410 (1990).
- [8] G. S. Selwyn, Jpn. J. Appl. Phys. **32**, 368 (1993).
- [9] J. M. Steigerwald, S. P. Murarka, R. J. Gutmann, Chemical Mechanical Planarization of Microelectronic Materials (Wiley, New York) (1997), pp.65.

## **A Study of a Method to Evaluate the Corrosion Resistance of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coated Vacuum Components for Semiconductor Equipment**

S. M. You<sup>1,2</sup>, J. Y. Yun<sup>1\*</sup>, S. W. Kang<sup>1</sup>, J. S. Shin<sup>2</sup>, D. J. Seong<sup>1</sup>, Y. H. Shin<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Vacuum Center, Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon 305-340*

<sup>2</sup>*Department of Materials Science and Engineering, Daejeon University, Daejeon 300-716*

(Received March 26, 2008)

This study is concerned with the evaluation of the corrosion resistance of coated semiconductor equipment parts with various processes. To select the appropriate basis for evaluation, replacement parts were observed during the semiconductor manufacturing process.

This study also ran a dry corrosion test using Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, which is mostly used as a coating material. This test quantitatively measured the efficiency of coated parts. Surface morphology, leakage current and breakdown voltage were also evaluated. This study showed that a dry corrosion process led to the drop of electrical properties, for example, the leakage current increase and the dielectric strength decrease. The surface morphology test displayed that surface damage is largely dependent on the exposure time to corrosive environments.

By using the values that changed during the corrosion process, it may be possible to contrive a method to evaluate the efficiency of coated parts with various processes.

Keywords : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, semiconductor, coated element, corrosion resistance, breakdown

\* [E-mail] jyun@kriss.re.kr