

# 원자층 증착에 있어서 아르곤 펄스 시간이 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 박막에 미치는 효과

김기락\*·조의식\*·권상직\*\*

\*†가천대학교 전자공학과

## Effects on the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Thin Film by the Ar Pulse Time in the Atomic Layer Deposition

Ki Rak Kim\*, Eou Sik Cho\* and Sang Jik Kwon\*\*†

\*†Department of Electronics Engineering, Gachon University

### ABSTRACT

As an insulator for a thin film transistor(TFT) and an encapsulation material of organic light emitting diode(OLED), aluminum oxide (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) has been widely studied using several technologies. Especially, in spite of low deposition rate, atomic layer deposition (ALD) has been used as a process method of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> because of its low process temperature and self-limiting reaction. In the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> deposition by ALD method, Ar Purge had some crucial effects on the film properties. After reaction gas is injected as a formation of pulse, an inert argon(Ar) purge gas is injected for gas desorption. Therefore, the process parameter of Ar purge gas has an influence on the ALD deposited film quality. In this study, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> was deposited on glass substrate at a different Ar purge time and its structural characteristics were investigated and analyzed. From the results, the growth rate of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> was decreased as the Ar purge time increases. The surface roughness was also reduced with increasing Ar purge time. In order to obtain the high quality Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film, it was known that Ar purge times longer than 15 sec was necessary resulting in the self-limiting reaction.

**Key Words** : aluminum oxide (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), atomic layer deposition (ALD), Ar purge gas, growth rate, surface roughness

## 1. 서 론

알루미늄 산화막(aluminum oxide, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)의 경우 기존에 박막 트랜지스터(thin film transistor)의 절연막으로 주로 사용되다가 최근에는 유기발광 다이오드(organic light emitting diode, OLED) 소자의 박막봉지(thin film encapsulation) 기술에 널리 적용되고 있다[1-4]. OLED 소자를 플렉서블 디스플레이에 적용할 경우 기존의 유리 대신에 박막 증착을 이용한 봉지 기술이 필요한데, OLED 수분에 노출시 유기발광물질의 변성으로 인하여 소자 수명이 저하되므로, 투습도가

10<sup>-6</sup> g/m<sup>2</sup>/day 이하인 조건이 요구되고 이에 가장 적합한 무기막 barrier 물질로 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 사용되고 있다[5-7].

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>는 초기에는 알루미늄 스퍼터 타겟을 이용한 스퍼터링으로 형성되기도 하였으나, 플렉서블 기판에의 적용 가능성, 핀 홀(pin hole) 형성 여부 등을 고려하여 최근에는 주로 원자층 증착(atomic layer deposition, ALD) 공정이 사용되고 있으며, 최근에는 기존 디스플레이 공정에서 절연막 형성에 주로 사용되었던 플라즈마 기상화학증착 (plasma enhanced chemical vapor deposition, PECVD) 공정으로 대체하는 추세이다[8-9].

ALD는 낮은 증착률에도 불구하고 낮은 공정 온도 및 자기 제한 반응(self limiting reaction)으로 인한 박막 표면과 반응 가스만의 반응, 그리고 퍼지(purge) 가스를 이용한 탈

†E-mail: sjkwon@gachon.ac.kr

착(desorption)으로 인한 고품질 박막의 형성을 기대할 수 있다[10-11]. ALD공정에서 반응 기스와 퍼지 기스는 교차적으로 펄스 형태로 공급되는데, 퍼지 기스로는 주로 불활성 기스인 아르곤(Ar) 이 사용되며 보다 고품질의 박막 형성을 위해서는 충분한 퍼지 시간이 요구된다.

본 연구에서는 Ar 기스의 퍼지 시간에 따른 ALD 공정을 통하여  $Al_2O_3$  박막을 형성하고, 이의 분석을 통하여 퍼지 시간이 공정에 미치는 영향을 확인하였다. 박막 상태 및 공정 생산성을 고려한 최적의 ALD 공정 조건을 잡기 위하여  $Al_2O_3$  박막의 두께, 투과율 및 표면 상태 등을 측정하고 분석하였다.

## 2. 실험 방법

$Al_2O_3$  박막을 생성하기 위해 precursor로 TMA(Tri Methyl Aluminum,  $Al(CH_3)_3$ )와 deionized water( $H_2O$ )를 사용하였다. Fig. 1은 TMA소스와  $H_2O$ 소스가 설치된 ALD 장비의 구성도이다. TMA와  $H_2O$ 소스는 자체 압력이 이송 기스(carrier gas)

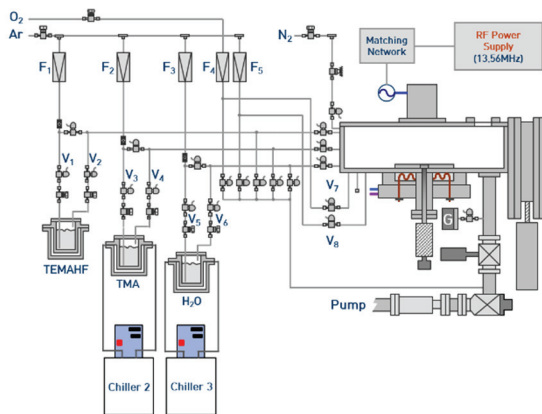


Fig. 1. Configuration of the ALD system for the formation of  $Al_2O_3$  layer.

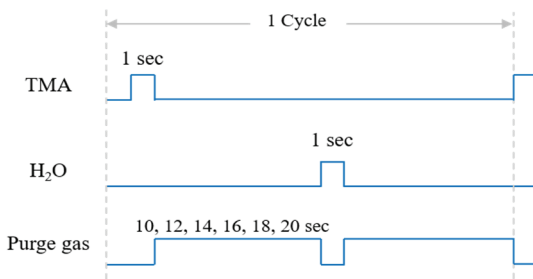


Fig. 2. Sequences of the injection pulses of the precursors and purge gas for the formation of  $Al_2O_3$  layer.

없이도 공정 챔버(process chamber)에 소스가 충분히 주입 될 정도로 높기 때문에 별도의 이송 기스는 사용하지 않는다.

소다라임 글라스(soda lime glass) 기판을 지그(Jig)위에 고정된 뒤 로드락 챔버(load lock Chamber)에 지그를 로드하고 공정챔버, 로드락 챔버 모두 5 mTorr의 진공 환경을 구성하였다. 그 다음 공정 진행 전 공정 챔버 내부의 기판 히터(substrate heater)를  $90^{\circ}C$ 의 온도가 되도록 가열하였고 공정을 진행하였다. 공정이 진행되면 로드락 챔버에 위치한 기판은 암(Arm)에 의해 프로세스 챔버로 이송된다. 공정 사이클은 다음과 같이 이루어졌다. TMA 주입, Ar 퍼지,  $H_2O$  주입, Ar 퍼지의 순서이며 precursor 주입 시간을 1초, 사이클은 100 사이클로 설정하였다. 그리고 precursor의 안정성을 위하여 소스 캐니스터(source canister)에 연결된 칠러(chiller)를 통하여 소스 캐니스터의 온도를  $20^{\circ}C$ 로 설정하였다. 마지막으로  $Al_2O_3$  박막에 최적화된 Ar 퍼지 시간을 찾아내기 위하여 퍼지 시간을 10초 부터 2초 간격으로 20초까지 10, 12, 14, 16, 18, 20초의 6가지 조건으로 Fig. 2와 같은 펄스로 공정을 진행하였다.

$Al_2O_3$  박막 시편을 제작한 뒤 박막의 두께를 알파 스텝(Alpha-step5)을 이용하여 측정하였고, UV-vis spectrometer (Perkin Elmer Lambda 35) 장비를 사용하여 투과율을 측정하였으며 박막의 거칠기 데이터를 원자힘현미경(atomic force microscope, AFM) 장비를 통해 측정하였다.

## 3. 결 과

Fig. 3은 Ar 퍼지 시간 별 조건에 따라 측정된  $Al_2O_3$  박막의 두께를 나타낸 것이다. 알파스텝을 이용하여 각 조건 별로 4번의 측정 결과를 평균을 구하였다. 퍼지 시간을 10초로 하였을 때는 알파스텝으로 측정된  $Al_2O_3$  박막의 두께는  $582 \text{ \AA}$ , 12초일 때는  $537 \text{ \AA}$ , 14초일 때는  $451 \text{ \AA}$ , 16초일 때는  $346 \text{ \AA}$ , 18초일 때는  $334 \text{ \AA}$ , 20초일 때는  $237 \text{ \AA}$ 로 Ar 퍼지 시간이 증가함에 따라  $Al_2O_3$  박막의 두께가 선형적으로 감소하는 것을 알 수 있다.

다음으로 투과율을 측정한 결과를 Fig 4에 나타내었다. 파장대역이  $380 \text{ nm} \sim 780 \text{ nm}$ 에서 평균을 낸 값을 보면 두께 1 mm의 소다 라임 글라스의 투과율은 91.26%이고 Ar 퍼지 시간이 10초일 때 90.79%, 12초일 때 90.79%, 14초일 때 90.85%, 16초일 때 91.01%, 18초일 때 91.04%, 20초일 때 90.69%이다. 퍼지 시간이 증가함에 따라 투과율 또한 미미하게 높아지는 것을 알 수 있으나 모든 조건에서 90%가 넘는 투과율을 보여준다. 따라서 그림 상에서는 소다라임 글라스에서의 투과율이나  $Al_2O_3$  박막이 입혀진 시편에서의 투과율 구분이 거의 나타나지 않는 것을 볼 수 있다.

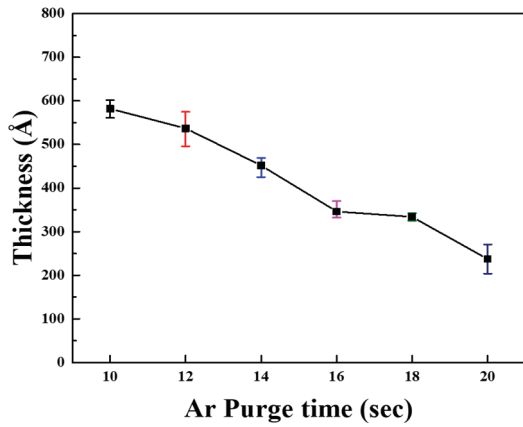


Fig. 3. Thickness of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin film depending on the Ar purge time

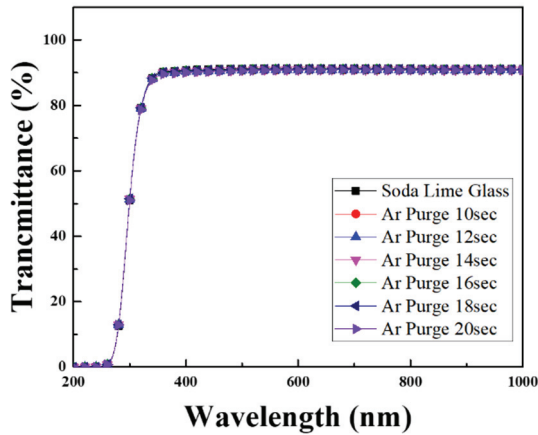


Fig. 4. Transmittance of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin film depending on the Ar purge time.

Fig 5는 Ar 퍼지 시간에 따라 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 박막의 표면 거칠기를 AFM으로 측정한 결과이다. Ar 퍼지 시간이 증가함에 따라 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 박막의 표면 거칠기 또한 감소하는 것을 알 수 있다. 즉, 퍼지 시간이 10초인 경우는 표면거칠기의 평균값이 약 4.5 nm인 반면 14초 까지는 서서히 감소하다가 14초 이후에는 급격히 감소하며 18초인 경우 표면 거칠기의 평균값이 약 0.8 nm까지 감소하는 것을 볼 수 있다. 이는, Ar 퍼지 시간이 충분히 길어야 TMA 펄스에 의해 주입되었던 precursor가 충분히 제거되어 자기 제한적 반응이 가능해진다는 것을 보여준다.

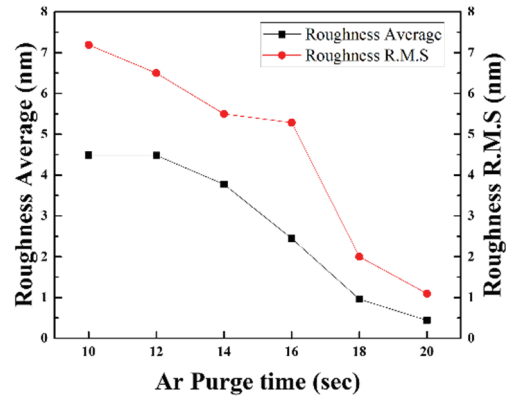


Fig. 5. Surface roughness of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin film depending on the Ar purge time.

Fig 6(a)와 (b)는 각각 퍼지 시간이 10초일 때와 20초일 때의 표면 거칠기를 AFM 3차원 이미지로 나타낸 것이다. Fig 6으로부터 Fig 5와 동일하게 퍼지 시간에 따른 표면의 거칠기가 확연히 차이 나는 것을 확인할 수 있다.

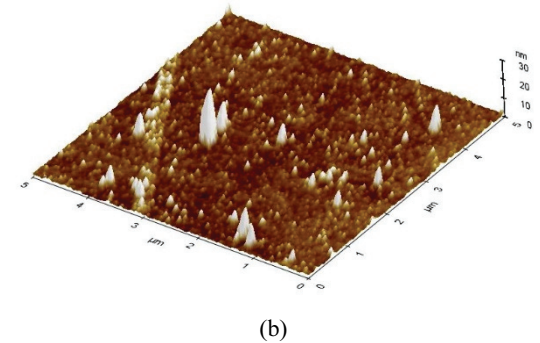
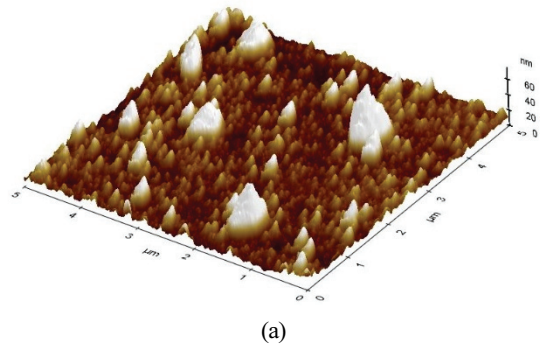


Fig. 6. 3D AFM image of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin film for the Ar purge time of (a) 10 sec and (b) 20 sec.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 ALD 장비를 통해 증착된  $\text{Al}_2\text{O}_3$  박막의 Ar 가스 퍼지 시간에 따른 특성의 변화에 대해서 알아보았다. Ar 가스 퍼지 시간을 10초부터 2초 간격으로 20초까지의 범위에서  $\text{Al}_2\text{O}_3$  박막을 증착하였을 때, Ar 가스 퍼지 시간이 증가할수록  $\text{Al}_2\text{O}_3$  박막의 두께는 감소하는 경향을 보였다. 박막의 투과율은 약간의 변화는 있었지만 모든 샘플의 투과율이 90% 이상을 유지하였으며 박막이 형성되지 않은 bare 유리 기판에서의 투과율과 거의 변화가 없었다. Ar 퍼지 시간이 20초까지 증가함에 따라 표면 거칠기(nm)는 1 nm까지 감소하는 것을 볼 수 있었다. 따라서, ALD 방법으로  $\text{Al}_2\text{O}_3$  박막 증착 시 Ar의 퍼지 시간이 박막의 특성에 매우 크게 작용하는 것을 알 수가 있었다.

#### 감사의 글

본 논문은 산업통상자원부 ‘산업혁신인재성장지원사업’의 재원으로 한국산업기술진흥원(KIAT)의 지원을 받아 수행된 연구임(2020년 차세대 디스플레이 공장·장비·소재 전문인력 양성사업, 과제번호: P0012453).

#### 참고문헌

1. S. Hu, K. Lu, H. Ning, Z. Zheng, H. Zhang, Z. Fang, R. Yao, M. Xu, L. Wang, L. Lan, J. Peng, and X. Lu, “High Mobility Amorphous Indium-Gallium-Zinc-Oxide Thin-Film Transistor by Aluminum Oxide Passivation Layer”, IEEE Electron Device Letters, Vol. 38, pp. 879-882, 2017.
2. Y. Nam, H.-O. Kim, S. H. Cho, C.-S. Hwang, T. Kim, S. Jeon, and S.-H. K. Park, “Beneficial effect of hydrogen in aluminum oxide deposited through the atomic layer deposition method on the electrical properties of an indium-gallium-zinc oxide thin-film transistor”, J. of Information Display, Vol. 17, pp. 65-71, 2016.
3. H. Park, Y. Nam, J. Jin, and B.-S. Bae, “Space Charge-Induced Unusually-High Mobility of Solution Processed Indium Oxide Thin Film Transistor with Ethylene Glycol Incorporated Aluminum Oxide Gate Dielectric”, RSC Advances, Vol. 00, pp. 1-3, 2015.
4. H.-Y. Li, Y.-F. Liu, Y. Duan, Y.-Q. Yang, and Y.-N. Lu, “Method for Aluminum Oxide Thin Films Prepared through Low Temperature Atomic Layer Deposition for Encapsulating Organic Electroluminescent Devices”, Materials, Vol. 8, pp. 600-610, 2015.
5. S.-H. K. Park, J. Oh, C.-S. Hwang, J.-I. Lee, Y. S. Yang, and H. Y. Chu, “Ultrathin Film Encapsulation of an OLED by ALD”, Electrochemical and Solid-State Letters, Vol. 8, H21, 2005.
6. A. P. Ghosh, L. J. Gerenser, C. M. Jarman, and J. E. Fornalik, “Thin-film encapsulation of organic light-emitting devices”, Applied Physics Letters Vol. 86, 223503, 2005
7. Y. Y. Qing, and D. Yu, “Optimization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Films Deposited by ALD at Low Temperatures for OLED Encapsulation”, The Journal of Physical Chemistry C Vol. 118, pp. 18783-18787, 2014.
8. R. Katamreddy, R. Inman, G. Jursich, A. Soulet, and C. Takoudis, “ALD and Characterization of Aluminum Oxide Deposited on Si(100) using Tris(diethylamino) Aluminum and Water Vapor”, J. Electrochemical Society, Vol. 153, pp. C701-C706, 2006.
9. S. K. Kim, S. W. Lee, C. S. Hwang, Y.-S. Min, J. Y. Won, and J. Jeong, “Low Temperature (<100°C) Deposition of Aluminum Oxide Thin Films by ALD with O<sub>3</sub> as Oxidant”, J. Electrochemical Society, Vol. 153, pp. F69-F76, 2006.
10. J. B. Kim, D. R. Kwon, K. Y. Oh, and C. M. Lee, “Improvement in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dielectric behavior by using ozone as an oxidant for the atomic layer deposition technique”, Journal of the Korean Vacuum Society, Vol. 11, No.3, pp.183-188, 2002.
11. C. W. Jeong, J. S. Lee, and S. K. Joo, “Growth and Characterization of Aluminum Oxide(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Thin Films by Plasma-Assisted Atomic Layer Controlled Deposition”, J. Kor. Inst. Met. & Mater. Vol.38, No.10, 2000.

접수일: 2021년 12월 6일, 심사일: 2021년 12월 13일,  
게재확정일: 2021년 12월 15일