

TiAlN 박막의 Electrical Resistivity에 대한 증착 변수의 영향

송영수 · 변요한 · 김혜인 · 윤진구 · 김인숙* · 정지원†

인하대학교 화학공학부

*삼성종합기술원 유인경연구팀

(2002년 4월 3일 접수, 2002년 7월 31일 채택)

The Effect of Deposition Parameter on Electrical Resistivity of TiAlN Thin Film

Young Soo Song, Yo Han Byun, Hye In Kim, Jin Koo Yoon, In Sook Kim* and Chee Won Chung†

School of Chemical Engineering, Inha University, Incheon 402-751, Korea

*U-Team, Samsung Advanced Institute of Technology, Suwon 440-660, Korea

(Received 3 April 2002; accepted 31 July 2002)

요 약

반응성 직류 마그네트론 스퍼터링(dc magnetron reactive sputtering)을 이용하여 N₂ flow rate와 dc power 그리고 증착 압력 등을 주요 변수로 선택하여 TiAlN 박막이 상온에서 증착 되었다. 증착된 박막에 대하여 증착 속도와 electrical resistivity가 조사되었고 결정 구조와 결정도를 알기 위하여 X-ray 회절법이 이용되었다. FESEM을 이용하여 증착된 박막의 grain 크기와 모양 및 표면이 관찰되었다. 증착 속도는 증착 압력의 변화에 대하여 일정하였으나, N₂ flow rate가 증가함에 따라 약간 감소하였고 dc power가 증가함에 따라서 비례적으로 증가되었다. Electrical resistivity는 N₂ flow rate의 변화에 대해서 일정한 값을 나타냈지만, dc power가 증가할수록 감소하는 경향을 보였으며 증착 압력이 증가할수록 증가하였다.

Abstract – TiAlN thin films were deposited at room temperature by varying nitrogen flow rate, dc power and deposition pressure by dc magnetron reactive sputtering. The deposition rate and electrical resistivity of the deposited films were investigated and x-ray diffraction(XRD) was used to examine crystalline structure and crystallinity of the film. Surface morphology and grain shape of the deposited films were observed by using field emission scanning electron microscopy(FESEM). The deposition rate was no noticeable variation for the change of deposition pressure but it was a little decrease with increasing N₂ flow rate and was proportionally increased with increasing dc power. Electrical resistivity was constant with respect to the change of N₂ flow rate but it was decreased as a dc power increased and increased as a deposition pressure increased.

Key words: TiAlN, Electrical Resistivity, Dc Magnetron Sputtering, FESEM

1. 서 론

Hard material coating의 용도로써 알려져 있는 TiN은 여러 가지 뛰어난 성질[1, 2]을 갖고 있어서 지속적인 관심 하에 연구되어져 오고 있다 [3, 4]. 그러나 hardness, adhesion, friction 그리고 oxidation resistance 등의 성질에서 결점이 있기 때문에 실질적인 응용 면에서는 제한된다. 이러한 단점을 가지고 있는 TiN의 대체 물질로서 TiAlN이 제안된다. TiAlN 박막은 기계적 표면강도가 우수하고 높은 응집력을 가지며 산소의 확산을 방지하는 등 좋은 장점을 가지고 있기 때문에 1980년대 말부터 기계적, 물리적, 화학적 특성에 대하여 활발히 연구되고 있다 [5, 6].

TiAlN 박막은 sputtering, evaporation, ion plating 등과 같은 PVD 방

법들로 제조 될 수 있는데 [7], 이러한 여러 가지 방법 중에서 반응성 직류 마그네트론 스퍼터링 증착 방법은 금속 합금 타겟을 사용하여 높은 증착 속도를 얻을 수 있으며 낮은 기판 온도를 유지할 수 있고 박막의 조성을 제어할 수 있는 장점을 가지고 있어서 일반적인 박막 증착에 많이 이용된다. 스퍼터링법을 이용하여 TiAlN 박막을 증착 할 때, 증착 압력, 기판 온도, dc power 그리고 gas flow rate 등의 증착 변수가 박막의 결정성, 미세 조직 등에 미치는 영향이 여러 연구 논문에서 보고 되고 있다 [6-8]. 그러나 이러한 TiAlN 박막에 관한 연구들은 증착 변수를 변화시켜서 증착된 박막의 조성이나 미세 구조에 대한 기계적 성질에 대하여 중점적으로 연구되어졌으며 [11-12] 증착 변수가 TiAlN 박막의 electrical resistivity에 미치는 영향에 대하여는 거의 보고 되지 않고 있다.

따라서 본 연구에서는 thermal conductivity는 낮지만 발열체로서 높은 thermal diffusivity를 갖는 TiAlN 박막에 대하여 주요 변수인 N₂ flow rate와 dc power 그리고 증착 압력을 각각 변화시켜 증착된 박막의 electrical resistivity(ρ) 변화를 조사하였다.

†To whom correspondence should be addressed.
E-mail: cwchung@inha.ac.kr

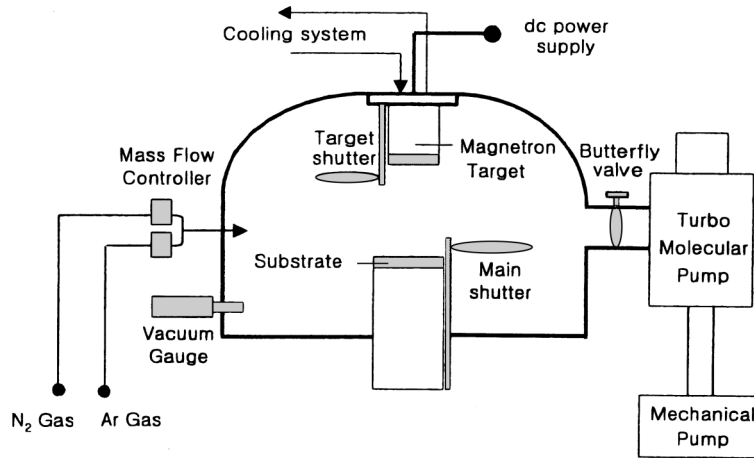


Fig. 1. Schematic diagram of the dc magnetron sputtering system.

2. 실험

TiAlN 박막은 반응성 직류 마그네트론 스퍼터 장비를 사용하여 Ar과 N₂ 혼합 가스를 주입하고 SiO₂(4,000 Å)/Si 기판 위에 상온에서 증착되었다. 본 실험에서 사용한 증착 장치의 개략적인 구조를 Fig. 1에 나타내었다.

타겟은 직경 2 inch이며 Ti와 Al이 80 : 20의 비율로 제조된 합금을 사용하였다. 일반적으로 TiAlN 박막은 증착 속도가 느린 것으로 알려져 있다. 따라서 증착 속도를 높이기 위하여 기판과 타겟과의 거리를 5 cm로 유지하였다. 균일한 박막을 얻기 위하여 12 rpm으로 기판이 회전되었고 20 sccm의 Ar 가스가 일정하게 유지되었다. TiAlN 박막은 N₂ flow rate와 dc power 그리고 증착 압력을 각각 변화시켜서 증착되었다. Target의 오염을 방지하기 위하여 증착 전에 기판 위의 main shutter가 닫혀진 상태로 일정한 20 sccm의 Ar 가스와 53 W의 dc power에서 pre-sputtering을 10분간 실시한 후 실험을 진행하였다. Mechanical pump와 연결된 turbo molecular pump를 사용하여 증착 실험전의 초기 진공은 약 4×10⁻⁶ Torr로 유지되었다.

Dektak surface profilometer를 사용하여 박막의 증착 속도가 측정되었으며 field emission scanning electron microscopy(FESEM)(H-9000, Hitachi)을 이용하여 박막의 미세 조직 및 grain의 크기와 형태 등이 관찰되었다. 또한 증착된 TiAlN 박막의 결정구조는 Cu-Kα radiation을 사용한 X-ray 회절을 이용하여 thin film 모드에서 분석되었다. TiAlN 박막의 electrical resistivity(ρ)값은 a four point probe(SR1000, Changmin)를 이용하여 얻어졌다.

3. 결과 및 고찰

본 실험에서는 N₂ flow rate와 dc power 그리고 증착 압력을 증착의 주요 변수로서 선택하였고, 증착된 TiAlN 박막에 대하여 XRD와 FESEM의 물리적 성질과 electrical resistivity(ρ)의 전기적 성질이 조사되었다.

Fig. 2에 3.5 mTorr의 증착 압력과 53 W의 dc power를 각각 일정하게 유지하고 N₂ flow rate의 변화에 대하여 증착된 TiAlN 박막의 증착 속도와 electrical resistivity의 변화를 나타내었다. 증착 속도는 N₂ flow rate의 증가에 따라서 감소하다가 일정해지는 경향을 보이고 있다. Electrical resistivity는 N₂ flow rate가 4 sccm일 때까지 증가하고 그 이후로는 일정한 값을 나타내고 있다. 따라서 N₂ flow rate가 약 4 sccm 이상인 실험 조건에서는 TiAlN 박막의 증착 속도와 electrical resistivity는 N₂ flow rate 변화에 큰 영향을 받지 않음을 알 수 있다. N₂ flow rate

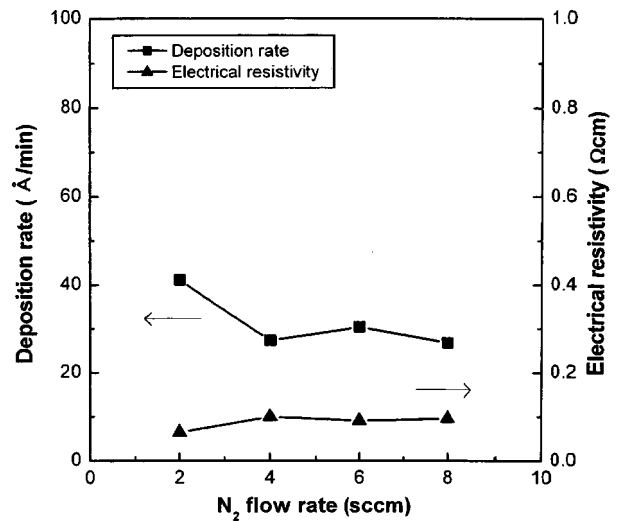


Fig. 2. Deposition rate and electrical resistivity of TiAlN films deposited as a function of N₂ flow rate; dc power: 53 W; deposition pressure: 3.5 mTorr; Ar flow rate: 20 sccm; target-to-substrate distance: 5 cm; deposition time: 20 min.

를 변화시켜서 증착된 TiAlN 박막의 X-ray 회절 패턴을 Fig. 3에서 보여주고 있다. 모든 N₂ flow rate 변화 조건에서 TiN(111), Ti₂AlN(110)의 뚜렷한 peak가 보여진다. 그러나 N₂ flow rate의 증가에 관계없이 박막의 peak는 크게 변화된 모습을 보이지 않았다. 따라서 Fig. 3의 증착 조건에서 N₂ flow rate의 변화는 박막의 결정 구조에 큰 영향을 주지 않는 것으로 생각된다. 그리고 TiN의 peak가 강하게 나타나는 것은 Ti와 Al의 비가 80 : 20인 타겟의 조성에서 기인하는 것으로 판단된다. Fig. 2와 3으로부터 N₂ flow rate의 변화에 대하여 TiAlN 박막의 증착 속도와 결정구조는 큰 영향을 받지 않는 것으로 해석되는데, 타겟에 인가되는 일정한 current에 대하여 어떤 critical N₂ flow rate 이상에서는 N₂ flow rate가 박막의 조성 및 증착 속도에 크게 영향을 주지 않는다고 보고된 것과 일치하고 있다[8]. N₂ flow rate의 변화에 의해 증착된 TiAlN 박막의 FESEM 사진을 Fig. 4에 나타내었다. 박막의 표면은 N₂ flow rate의 증가에 관계없이 균일함을 보이며 grain 크기와 모양도 유사하게 형성되는 것이 관찰되었다.

6 sccm의 N₂ flow rate와 3.5 mTorr의 증착 압력을 일정하게 고정하고 dc power 변화에 따라서 증착된 박막의 증착 속도와 electrical resistivity

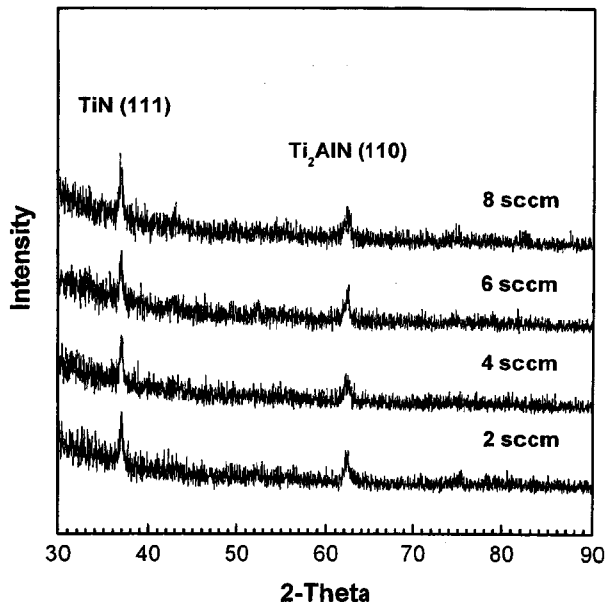
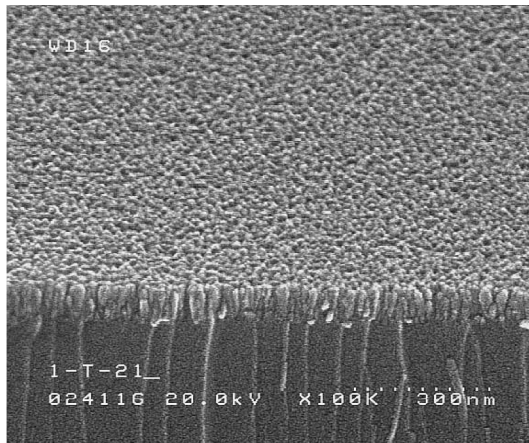
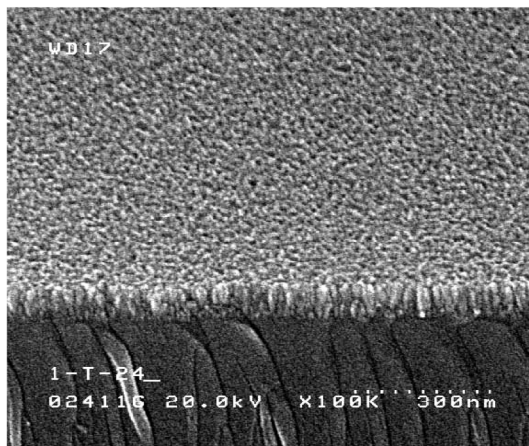


Fig. 3. XRD patterns of TiAlN thin films deposited as a function of N_2 flow rate.



(a)



(b)

Fig. 4. FESEM photograph of TiAlN films deposited as a function of N_2 flow rate. (a) 2 sccm, (b) 8 sccm

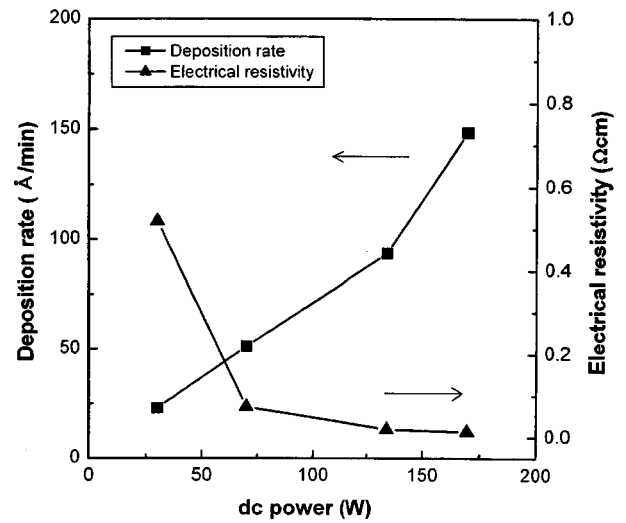


Fig. 5. Deposition rate and electrical resistivity of TiAlN films deposited as a function of dc power; deposition pressure: 3.5 mTorr; N_2 flow rate: 6 sccm; Ar flow rate: 20 sccm; target-to-substrate distance: 5 cm; deposition time: 20 min.

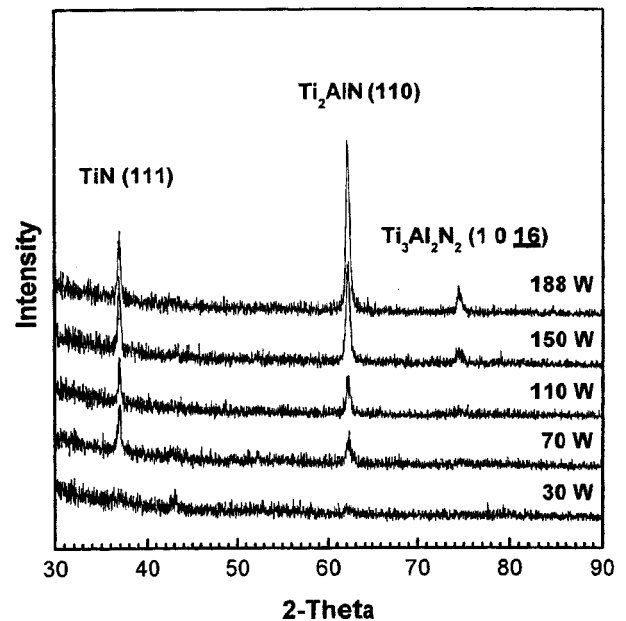
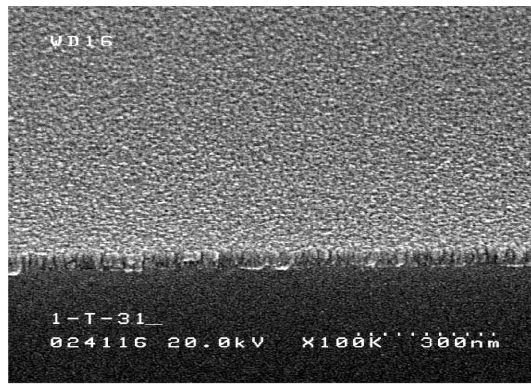
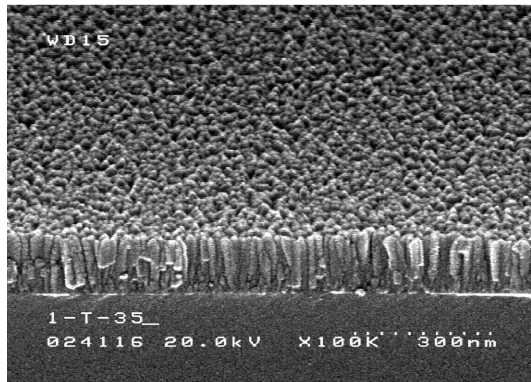


Fig. 6. XRD patterns of TiAlN thin films deposited as a function of dc power.

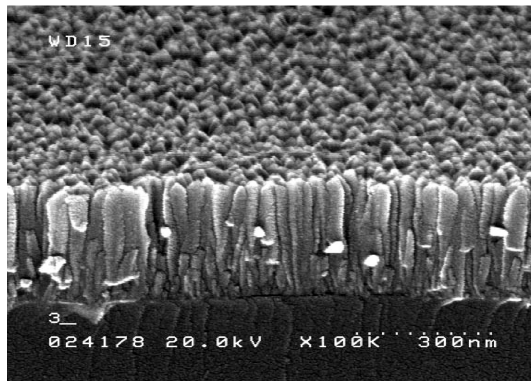
의 변화가 Fig. 5에서 보여진다. 증착 속도는 dc power가 커짐에 따라서 증가하지만 electrical resistivity는 dc power가 70 W일 때까지 급격히 감소하고 그 이후에서는 미미하게 감소하고 있다. Fig. 2에서 N_2 flow rate의 변화에 의하여 증착된 박막의 electrical resistivity와 비교하면 Fig. 5의 dc power 변화에 따라서 증착된 박막의 electrical resistivity는 낮은 dc power에서 상대적으로 큰 값을 가지는 것을 알 수 있다. 이것은 낮은 dc power에서 조밀한 박막이 형성되기 때문에 electrical resistivity가 커지는 것으로 해석된다. Fig. 6은 일정한 3.5 mTorr의 증착 압력과 6 sccm의 N_2 flow rate에서 dc power의 변화에 의하여 증착된 TiAlN 박막의 XRD 패턴을 보여준다. N_2 flow rate를 변화하여 박막을 증착한 경우에서 보인 것과 같이 dc power의 증가에 따라서 TiN과 Ti_2AlN peak의 intensity가 증가되는 것이 관찰된다. 또한 150 W에서는 $Ti_3Al_2N_2$



(a)



(b)



(c)

Fig. 7. FESEM photograph of TiAlN films deposited as a function of dc power. (a) 30 W, (b) 110 W, (c) 188 W

(1016)의 peak가 나타나고 dc power가 증가하면서 intensity의 세기가 커지는 것을 관찰할 수 있다. 따라서 dc power 변화에 따라서 TiN과 Ti₂AlN의 peak가 관찰되고 새로운 Ti₃Al₂N₂의 peak가 보이는 것을 통하여 dc power가 TiAlN 박막의 결정 구조에 큰 영향을 주는 것을 알 수 있다. Fig. 7에 dc power 변화에 따라서 증착된 TiAlN 박막의 FESEM 사진을 나타내었다. dc power가 증가함에 따라서 grain은 칼럼 형태의 모양으로 성장되며 크기가 증가되는 모습이 관찰되어진다. 또한 낮은 dc power일수록 박막이 조밀하게 형성되는 것이 관찰된다.

Dc power를 53 W, N₂ flow rate를 6 sccm으로 각각 일정하게 유지하고 증착 압력을 변화시켜서 증착된 박막의 증착 속도와 electrical resistivity가 Fig. 8에 보여진다. 증착 압력의 증가에 대하여 증착 속도는 약간 증가하다가 일정하게 유지되는 것이 관찰되며, electrical

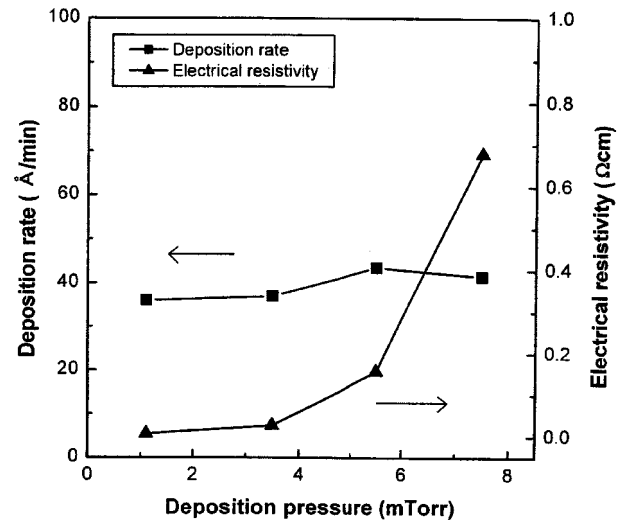


Fig. 8. Deposition rate and electrical resistivity of TiAlN films deposited as a function of deposition pressure; dc power: 53 W; N₂ flow rate: 6 sccm; Ar flow rate: 20 sccm; target-to-substrate distance: 5 cm; deposition time: 20 min.

resistivity는 3.5 mTorr까지는 일정하고 그 이후로 증가되는 것이 관찰된다. 따라서 Fig. 2의 N₂ flow rate를 변수로 증착된 TiAlN 박막의 증착 속도와 마찬가지로 증착 압력은 증착 속도에 큰 영향을 주지 않지만 electrical resistivity에 대해서는 큰 영향을 주는 변수임을 확인할 수 있다. 증착 압력의 변화에 대하여도 XRD 및 FESEM 사진이 조사되었다. 증착 압력을 변수로 하여 증착된 TiAlN 박막은 Fig. 3의 N₂ flow rate 변화에 대하여 분석된 XRD 패턴에서 보인 것과 동일하게 모든 조건에서 TiN(111)와 Ti₂AlN(110)의 peak가 뚜렷하게 보여졌다. 또한 증착 압력의 증가에 관계없이 peak의 intensity도 크게 변화된 모습을 보이지 않았다. 따라서 N₂ flow rate의 변화와 마찬가지로 증착 압력의 변화도 TiAlN 박막의 결정구조에 큰 영향을 주지 않는 것으로 생각된다. FESEM 사진에 의하면 변화된 모든 증착 압력 범위에서 증착된 박막의 표면구조나 grain의 크기에서 큰 영향을 보이지 않는 것이 확인되었다.

4. 결 론

발열체로서 높은 thermal diffusivity를 갖는 TiAlN 박막이 N₂ flow rate와 dc power 그리고 증착 압력 등을 변수로 하여 증착 되었다. 증착된 박막들은 증착 속도, 결정 구조, 박막의 grain 형태 등의 관점에서 분석되었고 electrical resistivity의 변화를 살펴보기 위하여 a four point probe를 사용하여 sheet resistance가 측정되었다.

증착 속도는 증착 압력의 증가에 대하여 거의 일정하였고 N₂ flow rate의 증가에 대해서는 약간 감소하다가 일정해졌다. 그러나 dc power의 증가에 대해서는 점진적으로 증가하였다. Electrical resistivity는 N₂ flow rate의 변화에 대하여 큰 변화를 보이지 않았으나 dc power가 증가함에 따라서 70 W까지 급격히 감소하며 이후로는 약간 감소되는 것이 관찰되었다. 증착 압력의 변화에 대해서는 3.5 mTorr의 증착 압력 이후에 크게 증가하는 것을 알 수 있었다. 또한 낮은 dc power와 높은 증착 압력에서의 electrical resistivity가 N₂ flow rate의 변화에 의해 증착된 박막의 electrical resistivity 값보다 상대적으로 큰 수치를 나타내는 것으로 확인되었다.

따라서 본 실험에서 발열체로서 적합한 TiAlN 박막은 낮은 dc power와 높은 증착 압력에서 증착 되어야 한다는 결론을 얻을 수 있었다.

감 사

이 논문은 인하대학교 청정기반기술연구소의 지원에 의하여 연구되었다.

참고문헌

- Huang, C. T. and Duh, J. G.: *Surf. Coat. Technol.*, **81**, 164(1996).
- Carson, R. T., Givens, J. H., Savage, H. S., Lee, Y. W., Rigsbee, J. M. and Croisant, W. J.: *Thin Solid Films*, **204**, 285(1991).
- Yun, J.-Y. and Rhee, S.-W.: *Korean J. of Chem. Eng.*, **13**, 510(1996).
- Kim, D.-H. and Kim, B.-Y.: *Korean J. of Chem. Eng.*, **17**, 449(2000).
- Munz, W. D.: *J. Vac. Sci. Technol. A*, **4**, 2717(1986).
- Knotek, O., Munz, W. D. and Leyendecker, T.: *J. Vac. Sci. Technol. A*, **5**, 2173(1987).
- Knotek, O. and Leyendecker, T.: *J. Solid State Chem.*, **70**, 318(1987).
- Shew, B.-Y. and Huang, J.-L.: *Surf. Coat. Technol.*, **71**, 30(1995).
- Cheng, Y. H., Tay, B. K., Lau, S. P. and Shi, X.: *J. Appl. Phys.*, **89**, 6192(2001).
- Musil, J. and Hruby', H.: *Thin Solid Films*, **365**, 104(2000).
- Hsieh, J. H., Liang, C., Yu, C. H. and Wu, W.: *Surf. Coat. Technol.*, **108**, 132(1998).
- Chen, Y. I. and Duh, J. G.: *Surf. Coat. Technol.*, **48**, 163(1991).