

## 인라인 스퍼터 시스템을 이용한 펄스의 주파수 변화에 따른 NbO<sub>x</sub> 박막 특성에 관한 연구

엄지미<sup>1</sup>, 오현곤<sup>2</sup>, 권상직<sup>1</sup>, 박정철<sup>1</sup>, 조의식<sup>1,a</sup>, 조일환<sup>2</sup>

<sup>1</sup> 가천대학교 전자공학과

<sup>2</sup> 명지대학교 전자공학과

### A Study on the Characteristics of NbO<sub>x</sub> Thin Film at Various Frequencies of Pulsed DC Sputtering by In-Line Sputter System

Jimi Eom<sup>1</sup>, Hyungon Oh<sup>2</sup>, Sang Jik Kwon<sup>1</sup>, Jung Chul Park<sup>1</sup>,  
 Eou Sik Cho<sup>1,a</sup>, and Il Hwan Cho<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Department of Electronics Engineering, Gachon University, Seongnam 461-701, Korea

<sup>2</sup> Department of Electronics Engineering, Myongji University, Yongin 449-728, Korea

(Received November 14, 2012; Revised November 27, 2012; Accepted November 29, 2012)

**Abstract:** Niobium oxide(Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) films were deposited on p-type Si wafers at room temperature using in-line pulsed-DC magnetron sputtering system with various frequencies. The different duty ratios were obtained by varying the frequency of pulsed DC power from 100 to 300 kHz at the fixed reverse time of 1.5 μs. From the thickness of the sputtered NbO<sub>x</sub> films, it was possible to obtain much higher deposition rate in case of pulsed-DC sputtering than RF sputtering. However, the similar leakage currents and structural characteristics were obtained from the metal-insulator-semiconductor(MIS) structure fabricated with the NbO<sub>x</sub> films and the x-ray photoelectron spectroscopy(XPS) results in spite of the different deposition rates. From the experimental results, the NbO<sub>x</sub> films sputtered by pulsed-DC sputtering are expected to be used in the fabrication process instead of RF sputtering.

**Keywords:** Niobium oxide(Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), In-line pulsed-DC Magnetron sputtering, Frequency, Leakage current, XPS

#### 1. 서 론

최근 채널층으로 산화물 반도체를 사용한 투명 박

막 트랜지스터 (thin film transistors, TFT)가 빠른 이동도 (>10 cm<sup>2</sup>/V·sec) [1], 가시광선 대역에서의 투과성, 그리고 구동의 안정성으로 인해 TFT-LCDs (liquid crystal displays), AMOLED (active matrix organic light emitting diode)와 같은 FPDs (flat panel displays)의 active matrix device로 개발되고 있다. 특히, 채널층인 산화물 반도체는 스퍼터링 공정을 이용한 저온에서의 증착이 가능하며, 대형 기판에

a. Corresponding author; es.cho@gachon.ac.kr

Copyright ©2013 KIEEME. All rights reserved.  
 This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

쉽게 제작될 수 있다. 결국, 기존의 전극, 산화물 채널층뿐 아니라 절연층까지 스퍼터로 증착할 경우 대면적 상에 상온 공정만으로 전 과정을 진행함으로써 공정시간과 비용을 획기적으로 단축시킬 수 있다 [2].

그러나 이산화규소 (SiO<sub>2</sub>)나 실리콘 질화막 (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)과 같은 절연물질은 높은 밴드갭을 갖는 특성 때문에 스퍼터링을 이용한 증착이 어려우며, 이러한 실리콘 산화물을 절연층으로 한 TFT는 절연층의 낮은 유전상수로 인하여 더 높은 구동전압을 요구한다. 이와는 달리 hafnium옥사이드 (HfO<sub>2</sub>)나 tantalum옥사이드 (TiO<sub>2</sub>), niobium옥사이드 (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)와 같은 유전상수가 큰 high-k 물질의 경우, 얇은 게이트 절연막 두께를 유지 가능하다는 장점이 있는데 [3,4], 이러한 high-k 물질의 많은 경우가 마그네트론 스퍼터링을 사용하여 증착되고 있다 [5]. 그러나 절연체 타겟을 이용한 DC (direct current) 스퍼터링의 경우 전하 축적에 의한 아크를 동반하는 문제가 발생할 수 있다. 이러한 아크 발생으로 인하여 증착이 어려워지는 문제 뿐 아니라, 형성된 박막 표면에 아크로 인한 파티클이 발생하는 등의 여러 문제로 인하여 현실적으로는 절연체 타겟 스퍼터링의 경우 DC power를 사용하는 것이 거의 불가능하다. RF (radio frequency) 스퍼터링의 경우는 높은 주파수에서의 정현파 인가에 의하여 아크 발생 가능성이 현저히 줄어들지만, 낮은 증착률로 인한 throughput 문제로 인하여 실제로 생산라인에서는 거의 사용되고 있지 않다.

절연체 박막의 스퍼터링에서의 이러한 문제점들을 해결하기 위하여 펄스 주기적으로 (+)방향으로의 반대 전압을 인가하는 pulsed-DC 스퍼터링을 사용함으로써 DC 스퍼터링 시 발생하는 아크현상을 제거할 수 있고 [6] RF 마그네트론 스퍼터링 방법보다 더 높은 증착률을 얻을 수 있을 것으로 기대된다 [7]. 특히 high-k 절연체 박막에서의 pulsed-DC 스퍼터링 시도는 높은 증착률을 가지면서도 특성이 개선된 박막을 형성하는 방법을 제시할 것으로 기대된다.

본 실험에서는, pulsed-DC 마그네트론 스퍼터링 방법에 의하여 증착된 NbO<sub>x</sub> 박막 특성이 RF 마그네트론 스퍼터링 방법으로 증착된 것과 비교 시 동등한 박막 특성을 가지고 있고, 또한 상대적으로 높은 증착률을 가지고 있는지를 확인하기 위하여 타 공정 조건을 동일하게 유지한 후, 펄스의 주파수만을 변화시켜 박막을 증착, 형성된 박막의 구조 및 전기적 특성을 비교 분석하였다.

## 2. 실험 방법

본 실험에 사용된 인라인 스퍼터 장비는 그림 1과 같이 구성되어 있다 [8]. 기판은 2세대급인 370×470 mm<sup>2</sup> 사이즈의 유리 기판을 지그에 장착, 수직으로 세워진 상태에서 이송시키며, 이송속도는 30~150 cm/min 사이에서, 온도는 상온에서 최고 300℃까지 각각 조절 가능하다. 챔버는 로드-락 챔버와 process 챔버로 구분되며 로드-락 챔버에서는 1×10<sup>-3</sup> torr, process 챔버에서는 8×10<sup>-7</sup> torr의 고진공도 값을 얻을 수 있다.

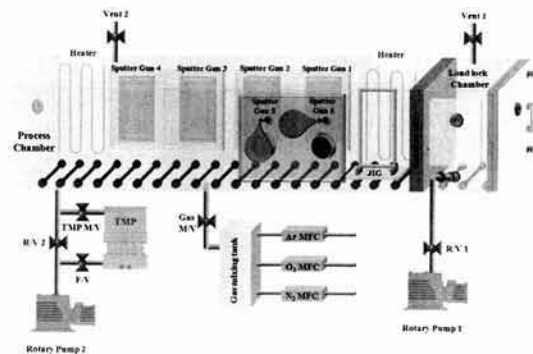


Fig. 1. Schematic of In-line sputter system.

실험에 사용된 p-type 실리콘 웨이퍼 (15~30 Ω·cm) 는 지그에 장착된 370×470 mm<sup>2</sup> 글라스 위에 부착하였으며, loading 후 process 챔버 내 초기 진공도를 5×10<sup>-5</sup> torr 이하로 유지하였다. 박막 증착 전 NbO<sub>x</sub> target 표면의 각종 이물질들을 제거하고 방전의 안정화를 위해 3분 간 pre-sputtering을 실시하였다. 이후 플라즈마 생성 가스인 Ar 가스 (50 sccm)와 반응성 가스인 O<sub>2</sub> 가스 (1.5 sccm)를 주입하여 MFC (mass flow controller)에 의한 미세 조정으로 공정압력 (6 mtorr)을 설정하고 300 W 전압을 가하여 플라즈마를 발생, 증착시켰다. 증착 온도는 상온 상태를 유지하였다. Target 표면의 자연 산화를 방지하기 위해서 금속 Nb target 대신 Nb<sub>2</sub>O<sub>4.9</sub>의 조성 성분의 target이 사용되었다. 다양한 주파수 상에서 NbO<sub>x</sub> 박막의 증착이 이루어진 후, 샘플을 진공 챔버 안에 넣고 N<sub>2</sub> 가스 (200 torr) 분위기 하에서 5분 간 400℃로 열처리를 하였고, 이 위에 400 nm의 두께를 갖는 알루미늄을 shadow mask를 이용, 스퍼터링 방식으로 증착하여 MIS (metal-insulator-semiconductor) 구조를 형성하였

다. NbO<sub>x</sub> 박막의 두께는 Tencor사의 α-step 500 표면 분석기로 측정되었으며, 증착된 박막의 이온 간 결합 에너지 및 성분비를 알아보기 위해 ThermoVG사의 SIGMA PROBE electro spectroscopy for chemical analysis (ESCA) 표면 분석 장치로 측정하였다. 또한 HP 4156C analyzer 장비를 사용하여 MIS 구조의 전기적 특성 평가를 수행하였다.

### 3. 결과 및 고찰

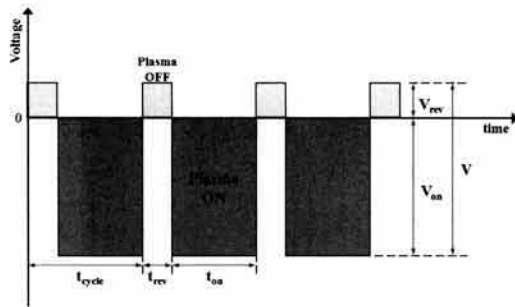


Fig. 2. Waveform of in-line sputter output voltage on pulsed-DC mode.

그림 2는 실험에 사용된 pulsed-DC 스퍼터링의 출력 전압 파형을 나타내었다. V<sub>rev</sub>는 reverse voltage를 의미하며 V<sub>on</sub>은 물질을 증착하기 위한 discharging voltage를 의미한다. Pulsed-DC의 중요한 parameter인 duty ratio는 식 (1)과 같이 정의된다.

$$duty\ ratio = \frac{t_{on}}{t_{cycle}} \tag{1}$$

t<sub>on</sub>은 plasma가 방전되고 있는 시간, 실제 증착이 진행되는 시간을 의미한다. t<sub>cycle</sub>은 한 주기 동안의 시간을 의미하며 t<sub>on</sub>과 t<sub>rev</sub>의 합으로 표현될 수 있으며, 식 (2)와 같이 주파수(F)로 나타낼 수 있다.

$$F = \frac{1}{t_{cycle}} \tag{2}$$

Pulsed-DC power의 duty ratio는 t<sub>rev</sub>와 frequency, 두 가지 parameter에 의해서 변하게 된다 [9]. 표 1에 NbO<sub>x</sub> 박막의 증착 조건을 나타내었다. pulsed-DC 스퍼터링의 경우 reverse time은 1.5 μs로 설정한 뒤 펄스

Table 1. Sputtering conditions of NbO<sub>x</sub> films.

| Mode                          | Pulsed DC |     |     |     |     | RF     |
|-------------------------------|-----------|-----|-----|-----|-----|--------|
| Power [W]                     | 300       |     |     |     |     | 300    |
| Frequency [kHz]               | 100       | 150 | 200 | 250 | 300 | 13,560 |
| Reverse time [μs]             | 1.5       |     | 1.3 |     | -   |        |
| pressure [mtorr]              | 6         |     |     |     |     | 5      |
| Ar/O <sub>2</sub> [sccm/sccm] | 50/1.5    |     |     |     |     | 50/1.5 |
| Temperature                   | R.T       |     |     |     |     | R.T    |

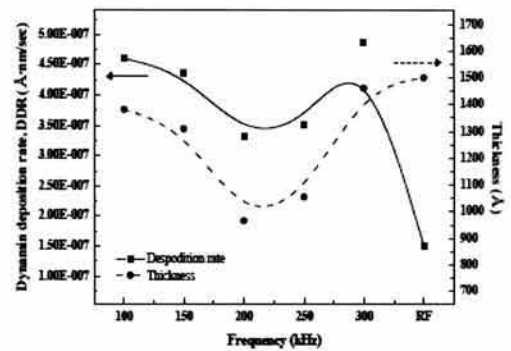


Fig. 3. Thickness and deposition rate of NbO<sub>x</sub> film sputtered with various frequencies.

주파수를 100 kHz 부터 300 kHz까지 50 kHz씩 증가시켰으나 power supply의 특성 상 duty ratio가 60% 이하로는 동작하지 않아 300 kHz의 주파수를 인가하였을 때는 reverse time이 자동으로 1.3 μs로 설정이 되었다. 상대적으로 높은 주파수 (13.56 MHz)를 갖는 RF 스퍼터링 방식으로도 박막을 증착, pulsed-DC 스퍼터링 방식으로 증착된 박막과의 특성 차이를 알아보하고자 하였다.

그림 3은 각기 다른 펄스 주파수로 증착된 NbO<sub>x</sub> 박막의 증착률 (dynamic deposition rate, DDR) 및 두께 측정 결과이다. DDR은 in-line deposition system에서 증착률을 산출하는데 사용되는 parameter이며 식 (3)과 같이 정의된다.

$$DDR = \frac{t \times s}{n} \tag{3}$$

t(Å)는 증착된 박막의 평균 두께, s(mm/s)는 jig의 이동 속도, n은 왕복한 횟수를 나타낸다. 플라즈마의 off time이 고정되어 있고, 펄스의 주파수가 증가할 수

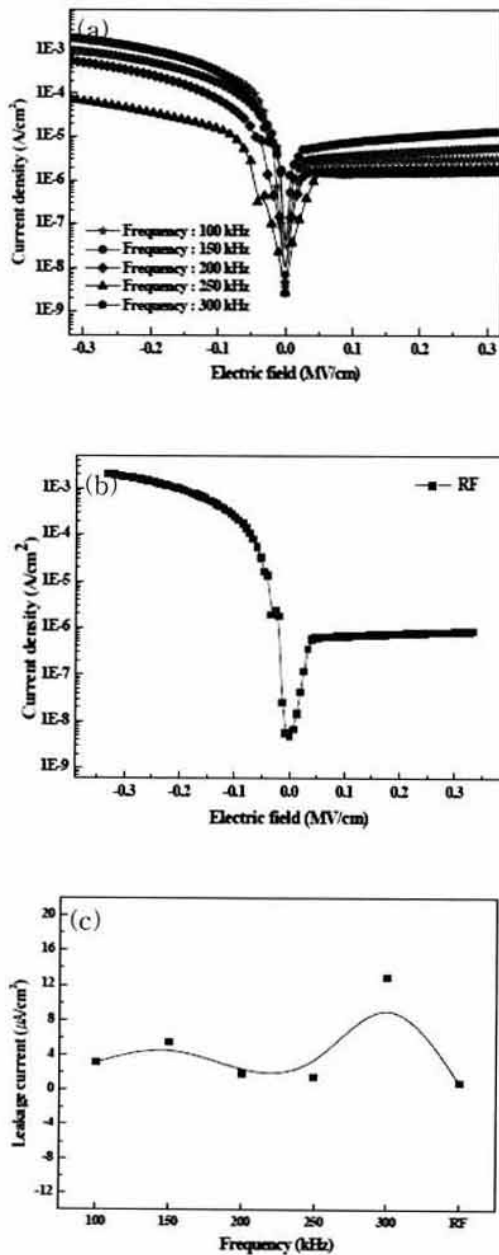


Fig. 4. Characteristics of leakage current of NbO<sub>x</sub> thin films deposited by (a) pulsed DC sputtering, (b) RF sputtering, and (c) at the electric field of 0.3 MV/cm.

록 플라즈마가 방전되는 시간은 줄어들게 되므로 증착률은 낮아질 것으로 기대된다. 또한 높은 펄스 주파수를 가질수록 이온 충돌이나 channeling/resputtering의 효과가 증가하여 낮은 증착률을 가질 것으로 기대된다. 비록 pulsed-DC 스퍼터링 방식으로 증착된 박

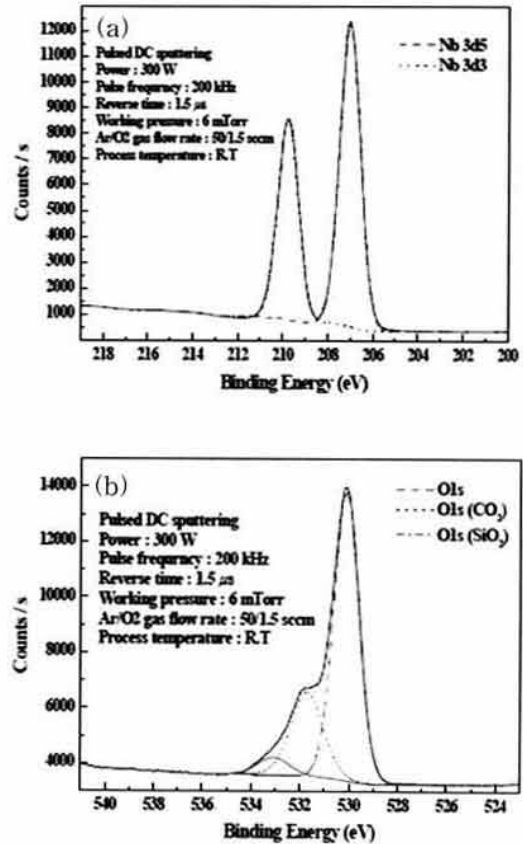


Fig. 5. (a) Nb 3d doublet and (b) O 1s curve in pulsed DC sputtered NbO<sub>x</sub> film measured by XPS.

막이 주파수에 따른 유의차를 보여주지는 못하였지만, 40~50배 이상의 높은 주파수를 갖는 RF 스퍼터링 방식과 비교해보면, 매우 높은 증착률을 보여주고 있다. Pulsed-DC power의 다양한 주파수로 증착된 NbO<sub>x</sub> 박막과 RF 스퍼터링으로 증착된 박막의 전기적 특성을 비교하여 보았다.

그림 4(a)는 pulsed-DC 스퍼터링으로 증착된 박막의 누설전류 특성을 나타내었고, 4(b)는 RF 스퍼터링으로 증착된 박막의 누설전류 특성을 나타내었으며 4(c)는 전기장이 0.3 MV/cm일 때, pulsed-DC, RF sputtering에 의하여 증착된 NbO<sub>x</sub> 박막의 누설전류 크기를 나타내었다. Pulsed-DC power의 펄스 주파수가 250 kHz인 경우 전기적 특성이 가장 우수하였으며 이 경우 RF 스퍼터링으로 증착된 박막의 누설전류 레벨과 거의 동일함을 확인할 수 있었다. 각각 다른 스퍼터링 방식으로 증착된 NbO<sub>x</sub> 박막의 이온 간 결합 에너지와 성분비를 XPS (X-ray photoelectron spectroscopy)를 이용, 분석하였다.

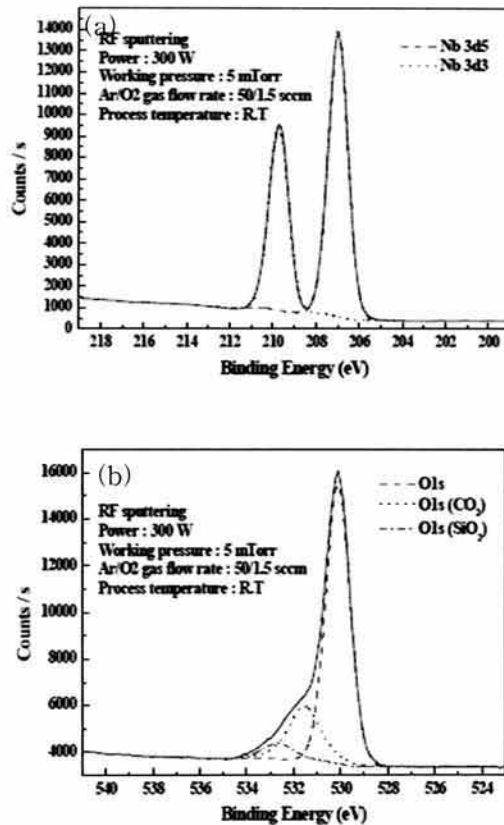


Fig. 6. (a) Nb 3d doublet and (b) O 1s curve in RF sputtered NbO<sub>x</sub> film measured by XPS.

Table 2. XPS binding energies and atomic ratio for pulsed-DC sputtered and RF sputtered NbO<sub>x</sub> films.

|       | Pulsed-DC |         | RF        |         |
|-------|-----------|---------|-----------|---------|
|       | peak (eV) | At. (%) | peak (eV) | At. (%) |
| Nb3d3 | 209.78    | 0       | 209.75    | 0       |
| Nb3d5 | 207.02    | 30.36   | 206.99    | 31.44   |
| O1s   | 530.12    | 47.88   | 530.11    | 50.95   |

그림 5(a)는 pulsed-DC power의 펄스 주파수가 200 kHz일 때 증착된 박막의 Nb3d doublet이다. Nb 3d3과 Nb 3d5의 경우 binding energy가 각각 209.78 eV, 207.02 eV이며 그림 6(a), 표 2와 비교해 보면 RF 스퍼터링으로 증착된 박막의 측정 결과와 거의 일치함을 확인할 수 있었다. 산소의 경우도 마찬가지로 파수가 250 kHz인 pulsed-DC와 RF 스퍼터링으로 증착된 박막이 동일한 peak 발생 energy를 가지는 것을 확인할 수 있었다. 박막의 성분비 또한 표 2와 같이 거의 유사함을 확인할 수 있었다.

#### 4. 결론

본 연구에서, in-line pulsed DC magnetron 스퍼터링 방법과 RF 스퍼터링 방법으로 증착된 NbO<sub>x</sub> 박막의 특성 차이를 알아보기 위해 펄스 주파수를 변화시켜 비교 분석한 결과 pulsed-DC 스퍼터링 방식이 RF 스퍼터링 방식보다 높은 증착률을 얻었으며 각각의 방식으로 증착된 NbO<sub>x</sub> 박막의 누설전류 레벨과 이온간 결합에너지, 성분비를 확인한 결과 차이가 없음을 확인하였다. 그러나 pulsed-DC 스퍼터링으로 증착된 박막의 추가 특성 개선이 필요할 것으로 보이며, 이를 위한 추가 연구가 진행 중에 있다.

#### 감사의 글

이 논문은 2012년도 정부 (교육과학기술부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 기초연구사업임. (No. 2012-0003655, No. 2012-0003891)

#### REFERENCES

- [1] M. Ito, M. Kon, N. Ikeda, M. Ishizaki, Y. Ugajin, and N. Sekine, *IEICE Trans. Electron.*, E90-C, 2105 (2007).
- [2] H. Kumomi, K. Nomura, T. Kamiya, and H. Hosono, *Thin Solid Films*, 516, 1516 (2008).
- [3] N. C. Su, S. J. Wang, C. C. Huang, Y. H. Chen, H. Y. Huang, C. K. Chiang, C. H. Wu, and A. Chin, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 49, 04DA12 (2010).
- [4] Y. Han, K. Cho, J. Yun, and S. Kim, *J. KIEEME*, 24, 710 (2011).
- [5] R. Drese, Ch. Liesch, O. Kappertz, R. Jayavel, M. Wuttig, *J. Appl. Phys.*, 91, 4863 (2002).
- [6] M. Meissner, T. Tolg, P. Baroch, and J. Musil, *Plasma Process and Polymers*, 8, 500 (2011).
- [7] H. C. Barshilia and K. S. Rajam, *Surf. Coat. Technol.*, 201, 1827 (2006).
- [8] M. H. Ahn, E. S. Cho, and S. J. Kwon, *J. KIEEME*, 22, 772 (2009).
- [9] M. H. Ahn, E. S. Cho, and S. J. Kwon, *Appl. Surf. Sci.*, 258, 1242 (2011).