InSb 박막의 결정성 및 화학양론이 이동도에 미치는 영향

이정영¹ · 이병수^{2,†}

¹전북대학교 반도체과학기술학과, ²전북대학교 신소재공학부

Effects of Crystallinity and Stoichiometry on the Mobility of InSb Thin Films

Jeong-Young Lee¹ and Byung-Soo Lee^{2,†}

¹Department of Semiconductor Science and Technology, Chonbuk National University, Chonju 561-756, Korea

²Division of Advanced materials Engineering, Chonbuk National University, Chonju 561-756, Korea

(2012년 3월 19일 접수: 2012년 3월 29일 수정: 2012년 3월 30일 게재확정)

초 록: DC 마그네트론 스퍼터를 이용하여 InSb 박막을 증착하고 증착온도, 후속 열처리, 증발 차폐막 및 적층구조의 영향을 조사 하였다. 증착직후의 InSb 시편에서 증착온도의 증가와 더불어 이동도와 전자농도 모두 거의 선형적으로 증가 하였으며 이동도가 극히 낮은 영역에서의 이동도는 화학양론비보다도 결정립의 크기에 직접적으로 영향을 받는 것으로 확인 되었다. 차폐막이 없는 경우에 비하여 차폐막을 형성시킨 경우 이동도가 크게 증가 하였으며, 또한 적층구조 시편의 경우 In의 증착량 증가와 더불어 이동도가 증가 하였다. 이는 두 경우 모두 박막내의 In과 Sb의 화학양론비가 점차 정량에 가까워지기 때문인 것으로 판단된다. 차폐막을 형성시키고 열처리한 시편의 경우 열처리 시간이 길어질수록 박막의 이동도는 증가하고 있으며 박막의 최대 이동도값은 1612 cm²/Vs로 측정 되었다.

Abstract: InSb films were fabricated by DC magnetron sputtering and the effects of deposition temperature, heat treatment, passivation from evaporation and multi-layered structure were investigated. Electron mobility and electron concentration were linearly increased with deposition temperature for as-deposited specimens. It was found that the mobilities depend on the grain size rather than the stoichiometry for the samples with very low mobilities. The mobilities largely increased for the specimens with evaporation passivation compared with those without passivation layer. The mobility also increased with the amount of indium deposition in the multi-layer structured InSb films. It was found that the mobility increments in both cases are due to the matching of the stoichiometry in InSb films. For the heat treated and passivated specimens, the mobilities increased with annealing time and the maximum mobility was measured as 1612 cm²/Vs.

Keywords: DC magnetron sputtering, InSb, Mobility, Passivation, Multi-layer

1. 서 론

많은 화합물 반도체 중에서도 InSb는 작은 band gap (0.17 eV), 작은 유효질량(0.013 m_e) 그리고 높은 전자 이동도($>7 \times 10^4$ cm²/Vs)의 특성으로 인해서 장파장 적외선 소스, Hall 센서나 자기저항소자와 같은 전류 자기소자에 많이 응용 되고 있다.¹⁻⁴⁾ 이 중에서도 높은 전자 이동도를 이용하려는 연구가 많이 진행되고 있으나 이는 극히 이상적인 경우의 수치이며 실제 다결정 소자의 경우 수천 cm²/Vs 값을 나타내는 것이 보통이다. 특히 InSb의 경우 두 성분원소의 증기압이 공정온도에서 약 1000배 이상 차이가 날 정도로 현저하게 다르기 때문에 일반적인 화합물의 증착방법으로는 화학 양론비를 정확하게 조절하기가 어렵고 이것이 이론치보다 아주 낮은 이동도의 원

인이 된다. 따라서 InSb의 이동도를 향상시키기 위한 노력으로 두 원소의 화학 양론비를 정확히 맞춰야 할 뿐 아니라 또한 결정성을 증가시키는 연구가 많이 진행되고 있다.⁵⁻⁷⁾

본 연구에서는 DC 마그네트론 스퍼터를 이용하여 InSb 박막을 형성하고 각 조건에 따른 결정성과 화학 양론비가 박막의 이동도에 미치는 영향을 조사 하였다. 박막증착 후 후속 열처리 과정에 따른 결정성의 변화를 관찰하고 InSb 박막의 상부에 RF 마그네트론 스퍼터를 이용하여 SiO₂층의 차폐막을 형성하여 구성 원소의 증발을 방지하고 증착 조건 및 열처리 조건에 따른 결정성 및 이동도의 변화를 조사 하였다. 박막의 특성은 X-선 회절과 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 평가 하였으며 이동도와 전자농도는 Hall 측정 방법을 이용 하였다.

[†]Corresponding author

E-mail: leebys@jbnu.ac.kr

2. 실험 방법

DC 마그네트론 스퍼터를 이용하여 Corning 7059 유리 기판상에 *InSb* 박막을 증착 하였다. 기판(10 mm×10 mm)은 증착 이전에 아세톤, 메탄올, 증류수의 순서로 각각 10 분동안 초음파 세척하고 질소가스로 건조 하였으며 또한 타겟 표면의 오염원을 제거하기 위하여 20분 동안 예비 스퍼터를 실시하였다.

스퍼터에 사용된 *In*과 *Sb* 타겟은 직경 4"의 순도 99.95% 고순도화학 제품을 사용하였다. 증착 조건은 초기진공도 1.6×10^{-6} Torr, 증착압력 20mTorr 그리고 증착 온도는 상온에서 300°C까지 변화 시켰으며 증착시간은 별도 설명이 없는 한 40분으로 고정 하였다. 사용 가스는 알곤 이었으며 DC 전력은 별도 설명이 없는 한 *In*과 *Sb* 공히 327V, 0.23A(75.2W)로 하여 동시 스퍼터를 실시하였다. 박막의 열처리온도는 질소 분위기에서 450°C-500°C 사이로 하고 시간은 5분에서 60분 까지 변화 시켜 시편을 제조 하였다. *In*과 *Sb* 두 성분원소의 증기압이 공정온도에서 크게 다르기 때문에 이들의 증발 및 In_2O_3 의 형성을 방지하기 위하여 SiO_2 로 차폐막을 형성하여 증착 직후의 시편과 특성을 비교 하였다. SiO_2 차폐막은 RF 마그네트론 스퍼터를 이용하여 상온에서 3000Å 두께로 증착하였다. 이때의 증착압력은 5mTorr 그리고 RF 전력은 150W로 하였다. 또한 *InSb*의 화학양론을 조절하기 위하여 *In*과 *Sb*를 교대로 증착하여 적층구조를 형성하였으며 또한 두 원소의 증착시 DC 전력비를 변화시키면서 증착하여 각 조건에 따른 결정성 및 이동도의 변화를 조사하였다. X-선 회절 분석기는 Rigaku, RAD-3C, 주사전자 현미경은 JEOL, JSM-6400 그리고 Hall 측정기는 Keithley System 110 장비를 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 증착온도 및 후속 열처리의 영향

Fig. 1에 기판온도를 상온에서 300°C로 변화시키면서 증착시킨 *InSb* 박막의 X-선 회절 패턴을 나타내었다. 기판온도를 100°C 이하로 하였을 때에는 어떠한 결정성도 확인할 수 없었으며 200°C로 유지 하였을 때에는 *InSb* 결정들만이 존재하고 있다. 기판온도를 300°C로 높였을 때에는 *InSb* 상과 *Sb* 상이 동시에 관찰되었으며 이는 300°C에서는 녹는점이 낮은 *In*이 진공 중에서 쉽게 휘발되기 때문으로 생각된다.

Fig. 2는 상기의 시편들을 450°C에서 15분 동안 질소 분위기에서 열처리한 후의 X-선 회절 패턴이다. 열처리 전과 비교할 때 모든 시편에서 In_2O_3 상이 많이 관찰되고 있으며 *Sb*상도 동시에 관찰되고 있다. 이는 박막의 열처리 과정 동안 박막내의 *In*이 공기중의 산소와 반응하여 박막 및 결정립의 표면에 In_2O_3 상이 형성되면서 이로 인해 *InSb*의 결정을 이루고 있던 *Sb*가 분리되어 나타나는

Fig. 1. X-ray diffraction patterns of as-deposited *InSb* films at (a) room temperature, (b) 100°C, (c) 200°C, and (d) 300°C.

Fig. 2. X-ray diffraction patterns of the *InSb* films heat-treated at 450°C for 15 minutes in N_2 atmosphere. Before heat-treatment, the *InSb* films were deposited at (a) room temperature, (b) 100°C, (c) 200°C, and (d) 300°C.

Fig. 3. Mobility and carrier concentration of the *InSb* films as a function of the deposition temperature (a) before and (b) after the heat-treatment at 450°C for 15 minutes in N_2 atmosphere.

것으로 생각된다.

상기의 증착직후와 열처리 후의 시편들의 이동도와 전자농도의 변화를 측정하였으며 그 결과를 Fig. 3 (a)와 (b)에 나타내었다. 증착 직후의 *InSb* 시편에서는 이동도와 전자농도 모두 증착 온도가 증가함에 따라 거의 선형적으로 증가 하였으며 이는 박막을 이루는 결정립의 크기가 증착온도와 더불어 증가하기 때문이다. Fig. 1에서 관찰한 바와 같이 200°C에서 증착한 시편의 *InSb* 경우 결정립만이 존재하고 있어서 300°C에서 증착된 시편보다 이동도 값이 클 것으로 예상 하였으나 300°C에서 증착된 시편에서 이동도가 증가된 값을 보이고 있다. 이는 이동도가 극히 낮은 영역에서는 화학 양론비 보다도 박막을 이루는 결정립의 크기에 직접적으로 영향을 받기 때문인 것으로 생각된다. 열처리한 시편의 경우, 100°C에서 증착되었던 박막이 가장 큰 이동도를 보이고 있다. 전반적으로 증착 직후에 비하여 열처리한 시편이 이동도와 전자농도 모두 현저하게 증가하였다. 그러나 측정된 이동도가 수십 cm^2/Vs 에 불과한 이유는 박막 표면뿐 아니라 결정립계에도 In_2O_3 가 형성 되어 전자의 이동을 방해하기 때문으로 생각 된다.

Fig. 4. X-ray diffraction patterns of the SiO_2 passivated and heat-treated (450°C, 15 minutes in N_2 atmosphere) *InSb* films which were deposited at 200°C with different *Sb/In* sputter power ratio of (a) 1.0, (b) 0.93, (c) 0.87, and (d) 0.81.

3.2. 차폐막의 영향

전술한 바와 같이 열처리 과정중 *In*의 산화에 의한 In_2O_3 상이 형성되어 *InSb* 결정의 화학 양론의 불균형 현상이 발생하고 있을 뿐 아니라 열처리한 시편에서 *Sb* 상이 관찰되는 것은 *In* 원소가 부족하다는 것을 반영하고 있어서 *Sb*의 양을 감소시켜 증착한 시편을 제조 하였다. *In*의 증착시 전력은 75.6W로 고정시키고 *Sb*의 증착 인가 전력은 61.4W에서 75.6W 범위 내에서 *Sb/In*의 스퍼터 전력비를 0.81에서 1.0 까지 변화시키면서 증착 하였다. 이때의 증착온도는 200°C로 하였다. 이렇게 증착한 박막의 상부에 SiO_2 를 상온에서 스퍼터 증착하여 *InSb* 막과 공기와의 접촉을 차단하고 증발을 방지 하는 차폐막을 형성 하였다. 이와 같이 *Sb*의 증착량을 조절하고 SiO_2 층으로 차폐한 후 450°C로 15분 동안 N_2 분위기에서 열처리한 시편의 X-선 회절 패턴을 Fig. 4에 나타내었다. *Sb/In*의 스퍼터 전력비가 1.0에서 0.81로 감소하면서 *Sb*의 증착량이 감소함에 따라 *Sb* 석출상의 피크 강도가 점차 감소하고 있었으며 이에 따라 In_2O_3 상이 전혀 관찰되지 않았다. 이들 시편의 전자 이동도와 전자 농도 측정 결과를 Fig. 5에 나타내었다. 차폐막을 형성시킨 경우의 시편이 그렇지 않은 경우에 비해 약 두 배 정도의 이동도 향상을 보

Fig. 5. Mobility change of heat-treated(450°C, 15 minutes in N_2 atmosphere) $InSb$ films which were deposited at 200°C with different Sb/In sputter power ratio of (a) 1.0, (b) 0.93, (c) 0.87, and (d) 0.81.

이고 있었으며 Sb 의 양이 감소함에 따라 이동도는 증가하는 경향을 보이고 있다. 이는 Sb 의 양이 감소함에 따라 박막의 화학양론비가 정량에 가까워진다는 것을 반영하고 있다.

3.3. 적층구조의 영향

$InSb$ 박막의 화학 양론비를 조절하기 위한 다른 방법으로 In 과 Sb 를 200°C에서 교대로 증착하여 차폐막/ In,Sb 교대층/기판의 적층구조를 형성하였다. Sb 층의 증착 시간은 180초로 고정 하였으며 In 층은 180초에서 270초까지는

30초 간격으로 증착 시간을 추가하고 최종적으로 330초로 증착 하였다. 증착 순서는 기판으로부터 In 및 Sb 의 순서로 11층을 적층하였다. 적층 박막의 열처리 전과 500°C에서 15분간 열처리한 시편 단면의 FE-SEM 사진을 각각 Fig. 6 와 Fig. 7에 보여주고 있다. 열처리 전에는 적층구조를 관찰할 수 있었으나 열처리 후에는 결정성장과 동시에 다층 구조가 사라졌음을 알 수 있다.

Fig. 8에 In 의 추가 증착 시간에 따른 $InSb$ 박막의 열처리 후의 이동도 변화를 보여주고 있다. 그림에서 In 층의 추가 증착시간에 따라 이동도는 크게 증가하고 있음을 알 수 있으며 이는 In 의 증가로 인해 박막의 화학양론비가 점차 정량에 가까워지고 있기 때문으로 생각된다. 열처리 조건이 적층구조 박막의 특성에 어떠한 영향을 미치는지 조사하기 위하여 각각의 시편에 대하여 온도를 500°C로 하고 열처리 시간을 5분에서 60분 까지 변화시킨 후 이동도를 측정 하였다. 그 결과를 Fig. 9에 나타내었다. 열처리 시간이 길어질수록 박막의 이동도는 증가하고 있으며 이때 최대 박막의 이동도는 $1612 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ 로 측정 되었다.

4. 결 론

(1) 증착직후의 $InSb$ 시편에서 증착온도의 증가와 더불어 이동도와 전자농도 모두 거의 선형적으로 증가 하였으며 이동도가 극히 낮은 영역에서의 이동도는 화학양론비보다도 박막을 이루는 결정립의 크기에 직접적으로 영향을 받는 것으로 판단되었다.

Fig. 6. Cross sectional scanning electron micrographs of $InSb$ multi-layered films deposited at 200°C with different deposition time of Sb/In (a) 180/180, (b) 180/210, (c) 180/240, and (d) 180/270 seconds.

Fig. 7. Cross sectional scanning electron micrographs of heat-treated *In/Sb* multi-layered films which were deposited at 200°C with different deposition time of *Sb/In* (a) 180/180, (b) 180/210, (c) 180/240, and (d) 180/270 seconds.

Fig. 8. Variation of mobilities with additional *In* sputtering time for the multi-layered *InSb* films.

Fig. 9. Variation of mobilities with heat-treatment time and with additional *In* sputtering time for the multi-layered *InSb* films.

(2) 증발 차폐막을 형성시킨 경우 약 100%의 이동도 향상을 보였으며 *Sb*의 스퍼터 인가전력을 감소시켜 박막의 화학양론비가 정량에 가까워질수록 박막의 이동도는 증가하였다.

(3) 적층구조 시편의 경우 *In*층의 증착시간과 더불어 이동도는 크게 증가 하였으며 이는 *In*의 증가로 인해 박막의 화학양론비가 점차 정량에 가까워지기 때문으로 판단된다.

(4) 차폐막을 형성시킨 시편에서 열처리 시간이 길어질수록 박막의 이동도는 증가하였으며 박막의 최대 이동도는 1612 cm²/Vs의 값을 보였다

감사의 글

본 연구는 2006년도 전북대학교 연구교수 연구비 지원에 의하여 연구되었음

참고문헌

1. J. Heremans, "Solid state magnetic field sensors and applications", *J. Phys. D*, 26(8), 1149 (1993).
2. P. G. Kornreich, L. Walsh, J. Flattery and S. Isa, "Proposed size-effect high electron mobility transistor", *Solid-State Electronics*, 29(4), 421 (1986).
3. T. Ashley, A. B. Dean, C. T. Elliott, G. J. Pryce, A. D. Johnson and H. Willis, "Uncooled high-speed *InSb* field-effect transistors", *Appl. Phys. Lett.* 66(4), 481 (1995).

4. K. Sugiyama, "Molecular beam epitaxy of InSb films on CdTe", J. Crystal Growth, 60(2), 450 (1982).
5. E. B. Dale and G. Senecal, "Annealing effects in evaporated InSb films", J. Appl. Phys., 33(8), 2526 (1962).
6. M. Tomisu, N. Inoue and Y. Yasuoka, "Annealing effect of vacuum evaporated InSb films", Vacuum, 47(3), 242 (1996).
7. J. F. Spivak and J. A. Carrol, "High-Mobility InSb thin films by recrystallization", J. Appl. Phys., 36(7), 2321 (1965).