

**Microwave Plasma assisted Hot Filament CVD system에 의한 고속도강/c-BN  
박막의 제조 및 계면층 특성에 관하여**  
The characteristic properties of boundary layer in high speed steel/c-BN thin  
films by Microwave Plasma assisted Hot Filament CVD system

최진일 (단국대학교 신소재공학과)

이건영\*(단국대학교 신소재공학과)

유형종 (단국대학교 신소재공학과)

## 1. 서론

인공재료인 c-BN은 다이아몬드 다음가는 고경도, 열적안정성, 높은 열전도율을 가지고 있으며 다이아몬드와는 달리 철계 금속에 대해 화학적으로 매우 안정하기 때문에 다이아몬드의 응용이 제한 (carbide-forming metal과 반응하여 분해)되고 있는 철강제품의 가공공구, 내마모 코팅재료로 기대를 모으고 있다.

현재 절삭공구, 금형 또는 정밀요소기계 부품 등의 정밀도와 성능 및 내구성 향상이 요구되고 사용 환경이 가혹해 짐에 따라 이들 부품의 표면특성 향상이 필수적으로 요구되고 있으며 이에 따라 새로운 박막재료 및 박막기술에 대한 수요는 급증하고 있다.

따라서 외국의 경우 TiN, TiC 및  $Al_2O_3$  박막의 한계를 극복하고 철강제품의 내마모, 내식 등의 보호 코팅으로서 상온은 물론 고온에서도 안정성이 다이아몬드보다 우수한 초경질 c-BN 박막에 대한 필요성을 인식, 이에 대한 기초 및 응용연구가 꾸준히 진행되어 왔다. c-BN 박막기술은 현재 실용화 단계에 있는 다이아몬드 박막기술에 비하여 5~10년 정도 뒤떨어져 있는 분야로서 현재 시점이 연구개발 시기로서 적절한 것으로 판단되며 철강제품의 보호코팅 이외에도 반도체 및 광학, 유전 특성이 우수하여, 다이아몬드와 함께 차세대 박막재료로 각광을 받고 있다.

c-BN 박막기술은 세계적으로도 최근에 시작된 최첨단의 기술이므로 빠른 시일 내에 기초연구를 수행하여 결과를 얻는다면 세계 기술을 선도할 수 있으므로 본 연구에서는 문헌 및 기술자료 분석을 통하여 기상합성법으로 장치를 설계 제작하여 그 운용기술을 확보하고 기초실험을 통하여 c-BN의 합성 가능성 및 특성 파악 그리고 합성된 박막의 결정상과 미세구조 분석을 수행하고자 함.

## 2. 실험 방법

합성실험용 기판으로는 절삭용 공구 제작에 주로 쓰이는 냉간 고속도 공구강인 SKH-51(0.8~0.9%C, 0.4%Si, 0.4%Mn, 0.03%P, 0.03%S, 3.8~4.5%Cr, 4.5~5.5%Mo, 5.5~6.7%W, 1.6~2.2%V)을 10×5×1mm 크기로 절단한 다음 polishing 한 다음, 10% HF (HF(55%) : 50ml - 물 : 225ml) 에 5분간 침적하는 표준 RCA procedure 에 준해 세척하였다. 그리고 다이아몬드 분말(1~5 $\mu$ m)을 매탈에서 초음파진동처리하여 30분간 표면처

리한 후 아세톤 및 에탄올로 초음파 세척하였다. 표면 처리한 시편은 Microwave Plasma assisted Hot Filament CVD system을 사용하여 BN 박막을 증착하였다.

본 연구에서는 적은 실험 횟수로 효과적인 요인효과 추정 및 최적공정을 결정하기 위하여 합리적인 실험계획법(DOE, Design of Experiment)중의 다구찌 실험계획법(Taguchi method)을 이용하였다. 이 방법은 직교배열표(Orthogonal array table)라는 실험계획을 이용하여 실험을 수행하고, 그 결과를 2차손실함수 또는 품질특성함수인 S/N ratio로 고려하여 분산분석(Analysis of Variance, ANOVA)함으로써 실험인자의 기여도와 공정의 최적 조건을 결정하였다.

본 실험에서 선정한 5가지 공정인자는 Substrate Bias (DC power),  $B_2H_6$ ,  $NH_3$ 의 flow rate, Total Gas Pressure, Substrate temperature 를 선정하였다.

증착한 c-BN막의 형상을 관찰하기 위하여 SEM을 사용하였고, 막의 성분은 FT-IR과 Raman spectroscopy를 사용하여 확인하였다. 또한 기계적인 특성을 측정하기 위하여 마모 시험과 경도시험을 실시하였다.

### 3. 결과 요약

고속도강에 c-BN을 증착하는데 있어서 c-BN의 특성은 다음과 같이 요약할 수 있다.

(1) 문헌 및 기술자료 분석을 통해 Microwave Plasma Hot Filament CVD 공정을 선정하여 설계 및 장치를 제작하여 그 운용기술을 확보 하였다.

(2) FT-IR과 Raman spectroscopy 분석한 결과 주로 h-BN 박막이었으나 기판의 온도와  $B_2H_6$ 와  $NH_3$ 의 유량을 조절하고 Microwave plasma와 DC bias 전력 조건하에서는 c-BN의 형성이 촉진되었다.

(3) 명확한 c-BN상의 흡수 밴드를 보이는 시편에 대해 SEM 분석을 한 결과 증착된 c-BN의 결정구조는 cubic-octahedral형태이고 그 크기는 2~5 $\mu m$ 로 나타났으며 그 결정성이 우수한 것을 알 수 있다.

(4) 마모시험 결과 고속도강에 c-BN을 증착함으로써 내마모성이 현저히 증가되었음을 알 수 있고, 또한 미소 경도계에 의한 경도시험 결과도 c-BN을 증착한 후 현저히 증가되었음을 알 수 있다.

### 참고문헌

1. Z.Song, F.Zhang, Y.Guo, G.Chen, Appl.Phys.Lett., 64(21) (1994) 2669
2. 최진일, Synthesis of diamond thin films by hot-filament CVD, Journal of Korean Association of Crystal Growth Vol. 8, No.2 P227, 1998
3. Akiyoshi Chayahara, Haruki Yokoyama, Takeshi Imura and Yukio Osaka, Jpn. J. Appl. Phys Vol. 26, No.9, September, 1987, P.P.L 1435-L1436
4. S.J. Zhang, G.H.Chen, J.X. Deng, Vacuum 66 (2002) 65-70
5. Masaki Okamoto, Yoshiharu Utsumi and Yukio Osaka, Jpn. J. Appl. Phys Vol. 29, No.6, June, 1990, P.P.L 1004-L1006