

# 니켈 피복된 고속도강에의 다이아몬드 박막형성에 관한 연구

유형중\*, 최진일\*, 최용\*\*

\*단국대학교 신소재공학과, \*\*선문대학교 재료화학공학과

## 초록

Bias인가된 Hot filament CVD방법을 이용해 Ni을 RF sputtering법으로 고속도강에 피복하여 중간층으로 한후 다이아몬드 박막을 피복할 때 기판온도, Bias인가효과 및 계면층의 특성을 조사하였다. 증착시 Bias인가 할 경우 필라멘트에서 전자방출이 촉진되어 다이아몬드 핵생성과 성장을 촉진하였으며 본 실험에서 최적조건은 증착압력 20~40 torr, Bias인가전압 200V, 기판온도 700°C로 나타났으며 강에의 다이아몬드 박막 형성시 Ni은 중간층으로써 적합한 원소로 나타났다.

## 1. 서론

다이아몬드가 열역학적으로 carbon 의 안정한 형태라는 조건하에서 기상에서의 저압부착에 의한 다이아몬드 박막형성은 저온에서의 표면성장을 가능하게하고 결함이 없는 단결정성장을 형성하므로 반도체재료, 전자재료 및 광학재료에 주목받고있다.

다이아몬드 박막형성기술은 탄화수소의 분해를 포함하는 다양한 기술이 있으나 본 연구에서는 electron assisted hot filament CVD 법으로 고속도강에 다이아몬드 박막형성시 C 의 내부확산을 방지하고 막과 기판의 밀착성을 향상시킬 뿐아니라 우수한 결정성을 가진 다이아몬드 박막을 얻기위해 니켈을 interlayer 로 사용하여 박막형성시 bias 인가효과, 기판온도 및 계면분석을 통한 중간층으로서의 Ni 의 영향을 조사하였다.

## 2. 실험 방법

Fig. 1 은 본연구의 공정도르르 나타낸것인데 기판은 SKH51 강으로 10x5x1mm 로하여 polishing 한후 DC magnetron sputtering 법으로 Ni 을 두께 2  $\mu\text{m}$ 로 증착시킨후 1~5  $\mu\text{m}$ 의 다이아몬드 분말을 ethyl alcohol 에 침적시킨 suspension 한 액에 초음파진동(28 KHz)으로 표면처리하였다. 사용된가스는 메탄과 수소의 혼합가스(1%CH<sub>4</sub>+99%H<sub>2</sub>)였으며 압력은 20torr 를 유지시켰다. 증착시 필라멘트 온도는 2000°C로 하였고 기판의 온도는 500°C~800°C로 변화시켰다. Bias 전압은 100~400Voltage 로 변화시켰으며 핵생성과 성장을 관찰하기위해 주사전자현미경을 이용하였으며 결정성을 분석하기 위해 Raman spectroscope 를 이용하였다.

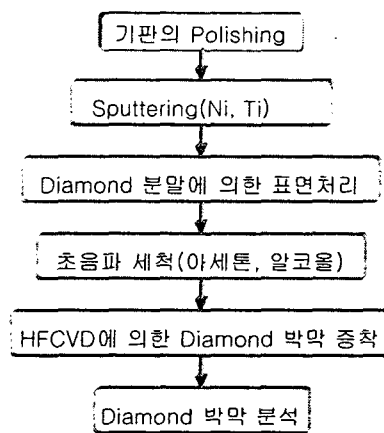
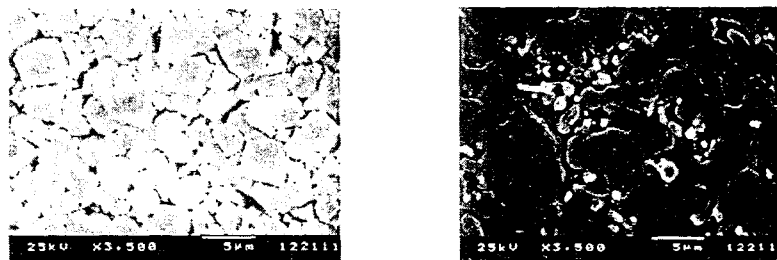


Fig. 1 Flow chart of experiment

### 3. 실험결과 및 고찰

철계금속에 다이아몬드 박막증착시에는 높은 탄소용해도와 기판과 다이아몬드 박막사이의 큰 열팽창계수차이 때문에 박막형성이 어려우므로 탄소용해를 차단하고 잔류응력을 감소시키기 위해 Ni 을 interlayer 로 하지 않은 조직(a)과 interlayer 로 한 조직(b)을 SEM 으로 나타낸것인데 Ni 을 중간층으로 한 것은 결정성이 양호한 2~5  $\mu\text{m}$ 의 결정 size 를 갖는데 반해 중간층이 없는 철계금속에서는 다이아몬드 박막이 형성되지 않는 것이 보인다. Fig. 3 은 다이아몬드결정성을 확인하기 위해 Ni 피복한 시편의 Raman spectra 분석을 나타낸것인데  $\text{sp}^3$  결합을 나타내는  $1332\text{cm}^{-1}$  에서 최대 peak 를 갖는 다이아몬드결정을 보이고 있으나  $1500\sim 1600\text{cm}^{-1}$  에서 약한 peak 나타내는 비정질 탄소 peak 도 관찰되는 것으로 보아 미소량의 비정질탄소가 포함되어 있는것으로 보인다.



(a)without interlayer

(b) on Ni interlayer

Fig. 2. Surface morphology of the diamond films.

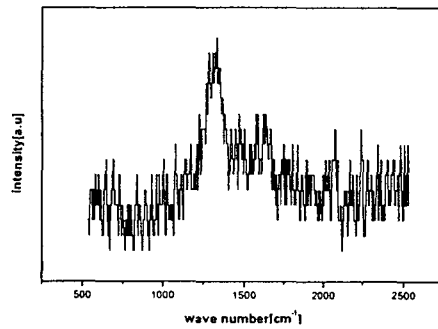
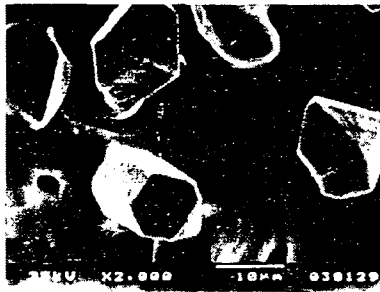
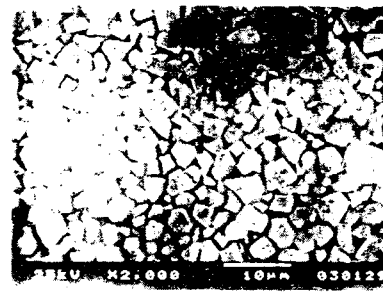


Fig. 3. Raman spectra of the diamond films grown on Ni substrate.

Fig. 4 는 낮은 핵생성밀도를 갖는 다이아몬드결정 과 높은 핵생성밀도를 갖는 결정의 morphology 를 비교하기 위하여 기판온도 700℃, 압력 200 torr, 10hr 로 일정하게하고 Bias 전압은 100V 로 한 표면조직(a)과 200V 로 한 조직(b)인데 낮은 핵생성밀도를 갖는 결정은 장시간 처리하여도 전체박막형성을 불가능하나 일단생성된 핵은 10  $\mu\text{m}$ 이상의 큰결정으로 성장하였고 고밀도 핵생성을 갖는 다이아몬드결정은 연속적인 형태의 박막을 보이고있다. 이것은 Bias 인가 증가에따라 활성탄화수소 이온의 증가로 인하여 다이아몬드 핵생성과 성장이 촉진된것으로 고려된다.



(a) low nucleation density



(b) high nucleation density

Fig. 4. Surface morphology of diamond thin films grown with low and high nucleation density.

#### 4. 결론

고속도강에 DC sputtering 방법으로 Nickel 을 피복하여 중간층으로 한후 EACVD 법으로 다이아몬드 증착시 Bias 효과 및 중간층으로서의 nickel 의 영향과 계면층을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 본 실험 조건하에서는 기판온도 700℃, 가스유량 100sccm, 압력 20~40torr, bias 인가전압 200V 에서 (111)면이 발달한 octahedron 구종의 다이아몬드 박막이 얻어졌으며 이 범위를 벗어날 경우 비정질상의 탄소가 나타났다.

2. 필라멘트에 음의전압을 인가하는 EACVD 법에서는 필라멘트에서 발생한 열전자들이 기판위의 메탄가스분해를 가속시켜 탄화수소 라디칼 농도를 증가시켜 결정립 크기는 미세하나 막성장을 빠르게 진행시켰다.

## 후기

본연구는 KOTEF (Korea Industrial Technology Foundation) 의 지역전략산업 석.박사 연구인력 양성사업 중 c-BN 피복에 의한 금형수명연장 및 단조기술개발 과제의 일환으로 수행되었습니다.

## 참고문헌

- [1] J. E. Field ; "The Property of Diamond" , Academic Press (1979)
- [2] K. Ishibor and Y. Ohira ; large area Diamond deposition by Microwave Plasma C.V.D ,  
1st cont. New diamond (1988)
- [3] J. I. Choe ; "Synthesis of Diamond thin films by hot filament CVD" j. Korea Assosiation of  
Crystal Growth 8(2)(1998)227
- [4] K. Janishowsky, W. evert , E. Kohn ; "Bias enhanced nucleation of Diamond on Si(100) in HFCVD  
system", Diam. Relat. Mater, 12(2003)336
- [5] Edmand N. Farahaugh and Alhert Feldman ; "Effects of different CH4-H2 gas composition on the  
monophology and growth of diamond grown by HFCVD" , Mater. Res. Proc, 162(1990)127