

Ti/WC-Co 기판위에 나노결정 다이아몬드 박막 증착 시 DC 바이어스 효과

Effect of DC Bias on the Deposition of Nanocrystalline Diamond Film over Ti/WC-Co Substrate

김인섭, 나봉권, 강찬형*
 한국산업기술대학교 신소재공학과
 *교신저자 (E-mail: chkang@kpu.ac.kr)

초 록 : 초경합금 위에 RF Magnetron Sputter를 이용하여 Ti 중간층을 증착 후 MPECVD(Microwave Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) 시스템을 이용하여 나노결정 다이아몬드 박막을 증착하였다. 공정압력, 마이크로웨이브 전력, Ar/CH₄ 조성비, 기판온도를 일정하게 놓고 직류 bias의 인가 여부를 변수로 하고 증착시간을 0.5, 1, 2 시간으로 변화시켜 박막을 제작하였다. 제작된 시편은 FE-SEM과 AFM을 이용하여 다이아몬드 박막의 표면과 다이아몬드 박막의 표면 거칠기 등을 측정하였고, Raman spectroscopy와 XRD를 이용하여 다이아몬드 결정성을 확인하였다. Automatic Scratch 뢰이크터를 이용하여 복합박막의 층별 접합력을 측정하였다. 바이어스를 인가하지 않고 다이아몬드 박막을 증착할 경우 증착 시간이 증가할수록 다이아몬드 입자의 평균 크기가 증가하며 입자들이 차지하는 면적이 증가하는 것을 확인하였다. 그러나 1시간이 경과해도 아직 완전한 박막은 형성되지 못하고 2시간 이상 증착 시 완전한 박막을 이루는 것이 확인되었다. 이에 비해서 바이어스 전압을 인가할 경우 1시간 내에 완전한 박막을 이루었다. 표면 거칠기는 바이어스를 인가한 경우가 그렇지 않은 경우에 비해서 조금 높은 것으로 나타났다. 이러한 바이어스 효과는 표면에서의 핵생성 밀도 증가와 재핵생성 속도 증가에 기인하는 것으로 해석된다.

1. 서론

초경합금 공구에 다이아몬드 박막을 코팅하여 공구의 수명을 연장시키고자 하는 많은 연구가 있었으나 몇 가지 문제점을 보이고 있다. 그 중 가장 큰 문제점은 모재와 다이아몬드 박막 간의 밀착력이 낮다는 점이다. 이는 초경합금(WC-Co)의 기지를 이루는 Co 성분이 다이아몬드의 핵생성을 억제하고 WC의 탄소 성분이 흑연상의 생성을 촉진시켜 다이아몬드 박막의 성장을 방해하는 것으로 해석된다.

이 문제점을 해결하는 방법에는 크게 두 가지가 있다. 첫 번째 방법은 탄소의 sp²구조를 활성화시키는 초경합금 기판 표면의 Co 기지 상을 무라카미 용액(K₃Fe(CN)₆-KOH)이나 카로 산(H₂SO₄-H₂O₂)과 같은 약품들을 이용하여 제거하고 다이아몬드 박막을 증착시키는 방법이다. 그러나 Co 성분을 제거할 때 쓰이는 물질들은 인체와 환경에 유해한 물질이고 다이아몬드 코팅 층과 초경합금 표면 사이에 밀착력을 낮추는 단점이 있다. 두 번째 방법은 초경합금 위에 금속 중간층을 형성시켜 다이아몬드 박막을 증착시키는 방법이 있다.

본 연구에서는 두 번째 방법을 이용하여 실험을 진행하였다. 초경합금 안에 있는 Co와 탄소 계면 사이에서 확산장벽이 되고 WC 성분을 다이아몬드 성장 시 탄소 전구체(CH₄)와 절연시켜 원활하게 다이아몬드 결정이 생성될 수 있기 때문이다. 초경합금과 다이아몬드 모두에 친화도가 높고 열팽창계수와 밀착력 등을 고려하여 이번 실험에서는 Ti를 금속 중간층으로 이용하여 복합박막을 제작하였다.

2. 본론

지름 15 mm, 두께 3 mm의 초경합금(WC-10%Co) 위에 RF Magnetron Sputtering 방법으로 Ti 박막을 형성하고, 그 위에 MPCVD (Microwave Plasma Chemical Vapor Deposition) 방법을 이용하여 나노결정다이아몬드 박막을 증착하였다. 지름 3 인치, 두께 1/4 인치의 4N Ti 타겟을 사용하고, Ar 가스 유량 11 sccm, 공정 압력 4.5 x 10⁻³ Torr, RF 전력 100 W, 기판온도 70 °C 조건에서 2 시간 동안 Ti 박막을 증착하여 약 0.7 μm의 박막을 얻었다. 그 위에 공정 압력 110 Torr, 마이크로웨이브 전력 1.2 kW, Ar/CH₄ 가스 조성비 200/2 sccm, 기판 온도 600 °C의 조건에서 기판에 -150 V의 DC 바이어스 전압 인가 여부를 변수로 하고, 증착 시간을 30분, 1시간, 2시간으로 변화시켜 나노결정다이아몬드 박막을 제작하였다.

FESEM으로 각 시편의 표면을 관찰한 결과를 Fig 1과 Fig. 2에 나타내었다. 30분 증착한 시편에서 약 0.5 ~ 0.7 μm 크기의 입자가 많이 관찰되었다. 각 입자는 20 ~ 30 nm의 결정립으로 이루어져 있다. 1시간 이상 증착한 시편에서 bias를 인가한 것과 안 한 것이 차이를 보였다. Bias를 인가하지 않은 것은 시간이 증가함에 따라서 입자의 크기가 성장하고 단위면적당 입자의 숫자가 감소하고, 실리콘 기판 위에서 입자들이 차지하는 면적이 증가하였다. 그러나 bias를 인가한 것은 1시간 이후부터는 입자들이 서로 붙어 완전한 박막을 형성함을 확인할 수 있었다.

각 시편의 표면 거칠기를 AFM을 이용하여 측정한 결과는 Bias를 인가한 시편의 표면 거칠기는 85.1 nm로 Bias를 인가하지 않은 시편의 표면 거칠기인 52.9 nm에 비해 증가하는 것을 확인할 수 있었다.

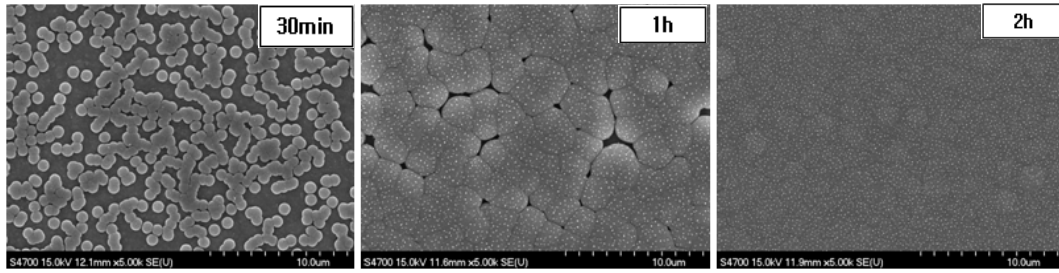


Fig. 1. DC 바이어스를 인가하지 않은 NCD/Ti/WC-Co 복합박막의 표면 FESEM 사진

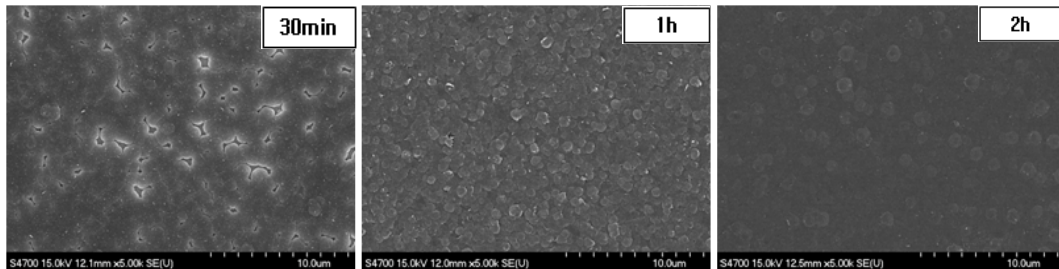


Fig. 2. DC 바이어스를 인가한 NCD/Ti/WC-Co 복합박막의 표면 FESEM 사진

3. 결론

초경합금에 금속중간층을 증착하고 그 위에 Ar/CH₄의 분위기에서 MPCVD법을 이용하여 나노결정질 다이아몬드 박막을 형성 할 때의 bias효과에 대해서 조사하였다. bias를 인가하였을 경우 CH₄의 분해를 촉진시키고 웨이퍼와 다이아몬드 입자의 이차핵생성을 증가시켜 빠르게 박막을 얻을 수 있었다. 하지만 bias를 인가하지 않고 얻은 다이아몬드 박막에 비해서 표면이 거친 박막을 얻었기 때문에 앞으로 추가의 연구를 통해 개선해야 할 것이다.

참고문헌

1. M. G. Peters, R. H. Gummings, US Patent, 5(1993), 236
2. R. Haubner, A Lindlbauer, B. Lux, Diamond Rel. Mater, 2(1993), 1505
3. X. M. Meng, W. Z. Tang, Hei, C. M. Li, S. J. Askari, G. C. Chen, F. X. Lu, Int. J. Refract. Met. Hard Mat., 26(2008), 485