

CVD로 제조한 다이아몬드 박막의 핵생성 밀도가 Morphology에 미치는 영향

박영수, 김성훈, 이조원

삼성종합기술원 신소재연구실
440-600 수원우체국 사서함 111

1. 서론

다이아몬드 박막은 성장면에 따라 서로 다른 결합 밀도를 갖게된다. 다이아몬드 박막의 광투과성과 내마모성등과 같은 물리적 특성은 증착층의 표면 morphology와 성장면에 의존하게 된다. 따라서 사용하는 목적에 따라 다이아몬드 박막의 morphology를 조절하는 것이 중요한 기술임을 알 수 있다. 다이아몬드 박막을 증착하는 경우 많은 형태의 morphology가 얻어지며, 이러한 morphology는 공정 변수에 따라 크게 변화한다. Kobashi 등[1]은 최초로 다이아몬드 박막의 morphology 변화를 체계적으로 연구하였다. 이들은 반응 가스중의 메탄 농도 변화에 따라 다이아몬드 박막의 morphology가 (111)에서 (100) 그리고 cauliflower로 변화한다고 하였다. 또한 증착 온도 변화에 의한 morphology 변화에 관해서도 많은 연구가 이루어져있다[2,3].

다이아몬드 박막은 위에서 언급한 공정 변수 이외에도 기판의 초기 상태-전처리 상태, 기판의 화학종, 핵생성 밀도-에 따라 크게 변화한다. Morphology에 미치는 이러한 기판 초기 상태의 영향에 관해서는 많은 연구가 이루어져 있으며[4,5,6] 대부분의 결과에서 기판 초기 상태의 변화가 핵생성 밀도에 영향을 미쳤고 결과적으로 morphology가 변화하였다고 기술하고 있다. 하지만 지금까지의 모든 발표들이 핵생성 밀도만의 영향을 분리해서 고찰하지 못하였다는 문제점이 있다.

따라서 본 연구에서는 morphology에 대한 핵생성 밀도만의 효과를 관찰하고자 하였으며 이를 위해서 핵생성과 성장을 분리시켰다. 핵생성 밀도는 기판의 전처리 조건(전처리 시간 및 전처리 분말의 크기)을 변화시켜 조절하였다. 핵생성 밀도가 높은 조건과 낮은 조건의 기판을 준비하여 다이아몬드 박막을 성장시켰으며 이때의 morphology 변화를 주사전자 현미경으로 관찰하였다.

2. 연구 방법

다이아몬드의 증착을 위해 ASTeX사에서 제작한 microwave plasma CVD (HPMM, 1.5kW)를 사용하였다. 기판은 <100> 방위의 Si wafer를 사용하였으며 다이아몬드의 핵생성 밀도를 높이기 위하여 초음파 세척에 의한 전처리를 하였다. 전처리에 사용된 다이아몬드 분말의 크기는 평균 입도가 10 μm , 30 μm 이었다. 증착은 핵생성 단계와 성장 단계로 나누어서 행하였으며 모든 실험에서 핵생성 단계의 조건은 일정하게 하였다. 표 1에 핵생성 단계와 성장 단계의 실험 조건을 나타내었다.

3. 결과 및 고찰

그림 1은 초음파 전처리 시간 변화에 따른 다이아몬드의 핵생성 밀도 변화를 나타낸 것이다. 30 μm 다이아몬드 분말로 전처리 하는 경우 전처리 시간이 증가함에 따라 핵생성 밀도가 증가하며 약 10^{10} 개/ cm^2 을 가지면서 포화되는 것을 볼 수 있다. 전처리 분말의 크기에 따른 핵생성 밀도의 변화에서 핵생성 밀도는 크기가 큰 다이아몬드 분말로 전처리할 때 향상되는 것을 알 수 있다.

30 μm 다이아몬드 분말로 7시간 전처리 한 기판(A 기판으로 명명, 핵생성 밀도 10^{10} 개/ cm^2)과 10 μm 로 10분간 전처리 한 기판 (B 기판으로 명명, 핵생성 밀도 1.5×10^7 개/ cm^2)을 이용하여 다이아몬드 박막을 성장시켰다. 다이아몬드 박막의 성장은 하나의 반응관에서 핵생성이 끝난후 곧바로 연이어서 표 1에서의 성장 조건으로 행하였다. 증착 온도가 600 $^{\circ}\text{C}$ 인 경우 A 기판에서는 (100)가 기판에 거의 평행한 형상을 하고 있는 구조가 얻어졌지만 B 기판에서는 cauliflower 형태가 얻어졌다. 또한 증착 온도 650 $^{\circ}\text{C}$ 에서 A 기판위에는 (100)+cauliflower 형태가 관찰되었지만 B 기판위에 증착된 박막은 cauliflower 형태로만 존재하는 것을 알 수 있었다. Raman 분석 결과 핵생성 밀도가 높은 조건에서 성장된, 즉 A 기판위에 성장된 다이아몬드 박막이 B 기판위에 성장된 박막에 비해 quality가 우수한 것을 알 수 있었다.

B 기판 위에서 얻어진 cauliflower 형태의 다이아몬드 박막을 장시간 성장시킨 결과 완전한 결정면을 갖는 형태로 성장하는 것을 관찰할 수 있었으며 이때의 morphology는 A 기판에서와 같이 (100)면이 기판에 거의 평행하게 존재하는 형태임을 알 수 있었다. 이러한 결과는 다이아몬드 박막의 morphology는 핵생성 밀도 변화에 따라 초기에는 큰 차이를 보이지만 장시간 성장시키는 경우 결국에는 동일한 morphology를 갖게 됨을 알 수 있다. 또한 초기에 비정질 카본의 증착 형태와 같았던 cauliflower 구조가 증착 시간 증가에 따라 매끈한 결정면으로 성장되어 가는 것을 관찰하였다. 이러한 관찰 결과로 부터 다이아몬드 박막의 morphology는 입자 하나의 형상을 관찰하여 예측할 수 없고, 따라서 다이아몬드 박막이 또다른 성장 기구에 의해 성장된다는 것을 나타내는 것이다.

참고문헌

- [1] K. Kobashi, K. Nishimura, Y. Kawate and T. Horiuchi, Phys. Rev. B, 38(6) (1988) 4067.
- [2] S. Matsumoto, Y. Sato, M. Tsutsumi and N. Setaka, J. Mater. Sci., 17 (1982) 3106.
- [3] B. V. Spitsyn, L.L. Bouliv and B. V. Deryagin, J. Cryst. Growth, 52 (1981) 219.
- [4] S. Nakao, M. Doda, H. Watatani and S. Maruno, Jpn. J. Appl. Phys., 30(7) (1991) L1195.
- [5] F. Togashi, K. Kobayashi and M. Mitsuhashi, J. Cryst. Growth 128 (1993) 418.
- [6] K.V. Ravi and C.A. Koch, Appl. Phys. Lett., 57(4) (1990) 348.

Table 1. Two-step process for nucleation and growth of diamond films.

실험 변수	핵 생성 단계	성장 단계
Microwave Power(W)	1300 W	1000 W
Pressure (Torr)	60 Torr	25 Torr
Gas Flow Rate (sccm)	500 sccm	500 sccm
H ₂	495 sccm	475 sccm
CH ₄	5 sccm	25 sccm
Heater Temperature (℃)	850 ℃	550~750℃
Time	10 min	8 h

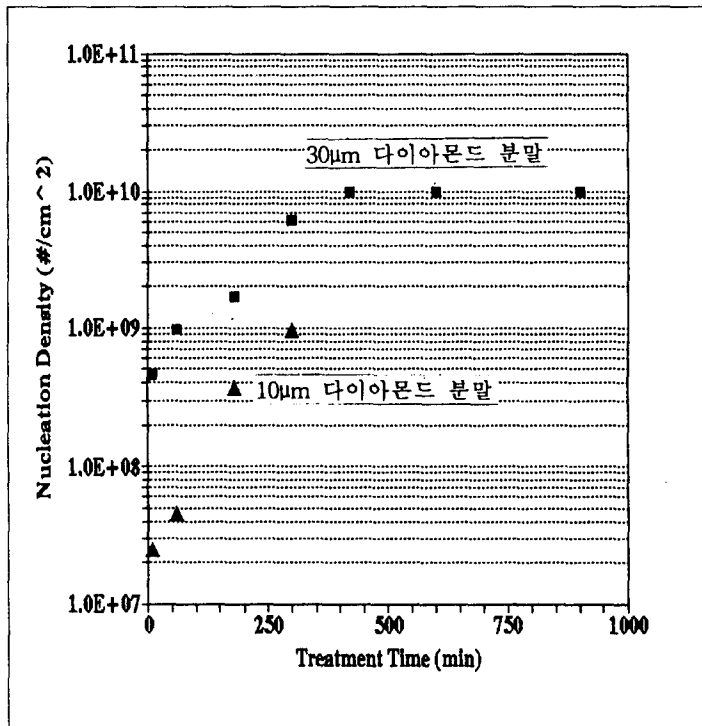


그림 1 전처리 시간 변화에 따른 핵생성 밀도