(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0024728
(43) 공개일자 2017년03월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01L 29/06 (2006.01) *H01L 21/02* (2006.01)
H01L 29/16 (2006.01) *H01L 29/161* (2006.01)
(52) CPC특허분류
H01L 29/0669 (2013.01)
H01L 21/02606 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0120092
(22) 출원일자 2015년08월26일
심사청구일자 2015년08월26일

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
재단법인 하이브리드 인터페이스기반 미래소재 연구단
부산광역시 금정구 부산대학로 63번길 2(장전동) (부산대학교효원산학협동관6층)
(72) 발명자
한승전
경상남도 창원시 성산구 외리로34번길 13 한림푸르지오아파트 106동 202호
김광호
부산광역시 해운대구 센텀중앙로 145 더샵센텀파크1차아파트 106동1002호
안지혁
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 재료연구소 6308호
(74) 대리인
주은희

전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 **나노 필라 제조방법**

(57) 요 약

본 발명의 목적은 Ni_2Si를 길이가 긴 나노 필라 상태로 얻을 수 있는 새로운 제조방법을 제공하되, 경제적이고 실시가 용이한 제조방법을 제공하고자 하는 것이다. 그에 따라 본 발명은,

Cu, Ni 및 Si을 합금으로 만들고,

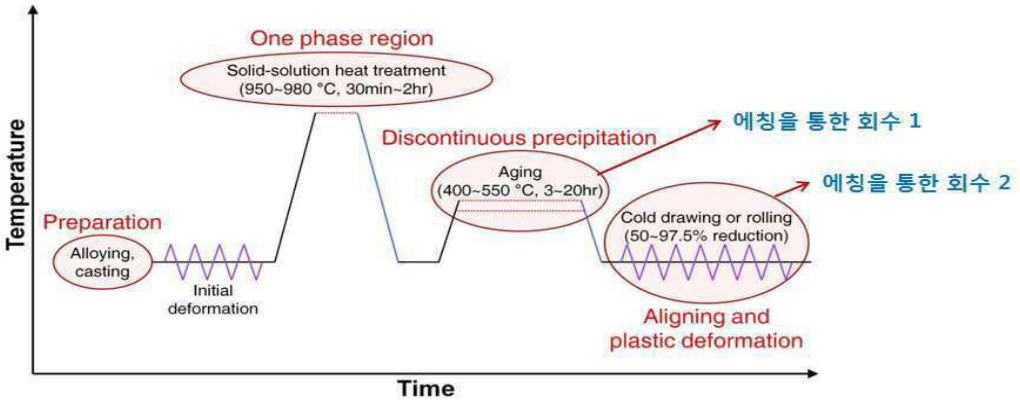
상기 합금을 900 내지 1000℃에서 30분 내지 2시간 동안 열 처리하고 냉각하여 용체화 처리하고,

400 내지 600℃에서 시효(aging) 처리하고,

인발 또는 압연처리하고,

에칭 용액으로 Cu를 제거하여 Ni_2Si 나노 필라를 회수하는 것을 특징으로 하는 Ni_2Si 나노 필라 제조방법을 제공한다.

대 표 도



(52) CPC특허분류
H01L 29/1604 (2013.01)
H01L 29/161 (2013.01)
H01L 2924/01014 (2013.01)
H01L 2924/01028 (2013.01)
H01L 2924/01029 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 2013M3A6B1078874
부처명 미래창조과학부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 글로벌프런티어연구개발사업 하이브리드 인터페이스 기반 미래 소재 연구
연구과제명 Hard 하이브리드 인터페이스 원천기반공정기술
기 여 율 1/1
주관기관 (재)하이브리드 인터페이스 기반 미래소재 연구단
연구기간 2013.09.25 ~ 2022.08.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

Cu-Ni-Si합금내에서 석출로 생성되고 회수된 Ni_2Si 나노필라.

청구항 2

Cu-Ni-Si합금에서 성장 및 인장, 배열된 후 회수된 5 내지 17 ㎚ 직경과 최대 19 ㎛ 길이를 가진 Ni_2Si 나노필라.

청구항 3

Cu, Ni 및 Si을 합금으로 만들고,

상기 합금을 900 내지 1000℃에서 30분 내지 2시간 동안 용체화처리 및 수냉하고,

400 내지 550℃에서 시효(aging) 처리하고,

에칭 용액으로 Cu를 제거하여 Ni_2Si 나노 필라를 회수하는 것을 특징으로 하는 Ni_2Si 나노 필라 제조방법.

청구항 4

제 3항에 있어서 상기합금을 인발 또는 압연처리하고,

에칭 용액으로 Cu를 제거하여 Ni_2Si 나노 필라를 회수하는 것을 특징으로 하는 Ni_2Si 나노 필라 제조방법.

청구항 5

제 3항에 있어서, 상기 합금은 열 처리 전에 냉간 가공되는 것을 특징으로 하는 Ni_2Si 나노 필라 제조방법.

청구항 6

제 3항에 있어서, Cu, Ni 및 Si을 합금 제조시, Ti 또는 V 중 하나 이상을 첨가하여 석출구동력을 높이는 것을 특징으로 하는 Ni_2Si 나노 필라 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 Ni_2Si 나노필라(nano pillar) 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] Ni_2Si는 반도체로서 게이트 물질로 사용된다. 이러한 Ni_2Si는 CVD 또는 증발법(evaporation) 등의 화학합성방법에 의해 제조되고 있다. 대한민국 등록특허 10-1055944호에서도 결함이 적은 Ni_2Si를 얻기 위해 RF 플라즈마를 이용하여 금속을 증착하고 실리콘을 금속 실리사이드로 만든다. 이를 위해 금속을 고리형 전극으로 만드는 등 매우 복잡한 공정을 실시하여야 한다. 상기 공보 외에도 기존에 알려진 Ni_2Si 제조방법은 고비용 고난도 기술에 해당한다.

[0003] 또한, Ni_2Si를 방향성과 함께 길이가 긴 나노 필라 구조로 제조하는 것이 전자의 운반 통로로서 유리하므로 이러한 나노 필라 상태로 얻을 수 있는 공정을 요한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 따라서 본 발명의 목적은 Ni_2Si를 길이가 긴 나노 필라 상태로 얻을 수 있는 새로운 제조방법을 제공하되, 경제적이고 실시가 용이한 제조방법을 제공하고자 하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0005] 상기 목적에 따라 본 발명은, 석출법을 이용하여 Ni_2Si를 길이가 긴 나노 필라를 고상에서 제조하여 이를 에칭으로 회수하는 방법으로 Ni_2Si 나노 필라를 제조하였다.

[0006] 즉, 본 발명은, Cu, Ni 및 Si을 합금으로 만들고,

[0007] 상기 합금을 900 내지 1000℃에서 30분 내지 2시간 동안 용체화 처리하고,

[0008] 400 내지 600℃에서 시효(aging) 처리하고,

[0009] 인발 또는 압연처리하고,

[0010] 에칭 용액으로 Cu를 제거하여 Ni_2Si 나노 필라를 회수하는 것을 특징으로 하는 Ni_2Si 나노 필라 제조방법을 제공한다.

[0011] 또한, 본 발명은, 상기에 있어서, 상기 합금은 열 처리 전에 냉간 가공되는 것을 특징으로 하는 Ni_2Si 나노 필라 제조방법을 제공한다.

[0012] 또한, 본 발명은, 상기에 있어서, Cu, Ni 및 Si을 합금 제조시, Ti 또는 V 중 하나 이상을 첨가하여 석출구동력을 높이는 것을 특징으로 하는 Ni_2Si 나노 필라 제조방법을 제공한다.

[0013] 또한, 본 발명은, 상기에 있어서, 인발 또는 압연을 97.5%까지 실시되는 것을 특징으로 하는 Ni_2Si 나노 필라 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[0014] 본 발명에 따르면, 합금의 열 처리 후 시효 처리에 의해 Ni_2Si가 석출 되고, 이를 인발이나 압연에 의해 잘 정렬된 나노 필라 구조를 얻을 수 있으며, 나노 필라의 길이는 16㎛ 정도로 매우 길게 제조되었다.

[0015] 상기와 같은 Ni_2Si 나노 필라 제조방법은 용이하고도 경제적이며, 길이를 매우 길게 만들 수 있어 유용하다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1은 본 발명의 공정 개략도이다.

도 2는 본 발명의 열 처리에 따른 석출원리를 설명하는 도표이다.

도 3은 본 발명의 Ti 첨가 유무에 따른 Factsage로 계산된 Cu-Ni_2Si 상태도이다.

도 4는 구리와 Ni_2Si 나노 필라의 방위관계를 설명하는 결정도이다.

도 X는 본 발명의 Ti 및 V 첨가가 불연속 석출물의 생성을 촉진시키는 것을 보여주는 사진이다.

도 5는 초기 냉간 가공이 불연속 석출물 형성에 미치는 영향을 설명하는 실시 도표와 결과 사진이다.

도 6은 용체화 처리후 수냉이 불연속 석출물의 생성을 촉진하는 것을 보여주는 도표와 사진이다.

도 7은 불연속 석출물을 완전 석출 하는 방법을 설명하는 도표와 사진이다.

도 8은 용체화 처리 후 시효처리 하여 생성된 Ni_2Si 나노필라를 보여주는 사진이다.

도 9는 용체화 처리 후 시효처리 하여 구리기지 내에 생성된 다양한 Ni_2Si을 보여주는 사진이다.

도 10은 구리기지 내 Ni_2Si 나노 필라의 방위관계를 보여주는 사진이다.

도 11은 인발공정을 통한 Ni_2Si 나노 필라의 인장을 설명하는 도해도 이다.

도 12는 인발공정을 통한 Ni_2Si 나노 필라의 소성변형 과정을 보여주는 사진과 도해도 이다.

도 13은 인발공정에 따른 Ni_2Si 나노 필라의 조직사진들이다.

도 14는 인발공정 전후 Ni_2Si 나노 필라를 비교하는 도해도 이다.

도 15는 인발 정도에 따른 나노 필라 조직을 보여주는 사진이다.

도 16은 Ni_2Si 나노 필라 회수방법을 설명하는 개략도이다.

도 17은 Ni_2Si 나노 필라 회수 전후에 대한 사진이다.

도 18은 회수된 Ni_2Si 나노 필라 사진이다.

도 19는 인발 0% 상태에서 에칭 조건 1로 에칭되어 회수된 Ni_2Si 나노 필라 사진이다.

도 20은 인발 95% 상태에서 에칭 조건 2로 에칭되어 회수된 Ni_2Si 나노 필라 사진이다.

도 21 및 도 22는 인발 95% 상태에서 에칭 조건 3으로 에칭되고 회수된 Ni_2Si 나노 필라 사진과 EDS 분석 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 이하, 첨부도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예에 대해 상세히 설명한다.

[0018] 본 발명은, 구리(Cu)를 기지로 하여 니켈(Ni)과 실리콘(Si)을 포함하는 합금을 주조하고, 이를 900 내지 1100℃에서 가열하고 냉각하여 단상고용체를 형성하는 용체화 처리를 실시하고, 400 내지 550℃에서 가열하고 냉각하는 시효처리(aging)를 실시한 후, 인발 또는 압연으로 소성가공하며, 에칭 용액으로 구리기지를 제거하고 Ni_2Si 나노 필라를 회수한다. 시효처리 직후 회수하거나, 인발 공정 등을 통해 정렬후 에칭을 실시하여 길이가 매우 긴 Ni_2Si 나노 필라를 회수할 수 있다. 용체화 처리 시 냉각은 수냉(water quenching)으로 상온까지 온도를 낮추어 실시된다.

[0019] 이러한 전체적인 공정에 대해 공정 시간 대비 온도를 좌표로 한 공정개략도를 도 1에 도시하였다. 구리(Cu)를 기지로 하여 니켈(Ni)과 실리콘(Si)을 포함하는 합금은 상업적으로 구입이 가능하며, 본 실시예에서는 각 원소를 단일 금속 또는 Cu-Ni, Cu-Si 모합금을 사용하여 진공유도 용해를 통해 제조하였고, 고주파 유도용해 등 다른 방법으로 제조할 수도 있으며, 이는 당업자에게 자명한 기술로 구체적인 설명을 생략한다.

[0020] 도 2는 불연속 석출 구동력에 대해 설명한다.

[0021] 본 실시예에 의해 합금을 단산고용체로 만드는 용체화 처리 및 석출과정을 통해 불연속 석출물이 생성되며, 이는 다양한 생성이론으로 설명되고 있다. 열처리 중 새로운 결정립이 생성되고 이동하게 되면서 결정립의 이동경로가 고용된 원자들의 확산 경로가 됨으로써, lamella 구조의 불연속석출물이 생성된다. 특히, 불연속 석출물은 높은 석출 구동력을 지닌 다양한 합금에서 나타난다. 즉, 석출 구동력은 용질 과잉 상태인 고용체 상태에서 향상되며, 고용체를 저온으로 시효 처리함으로써 더욱 향상된다. 또한, 입도가 작을수록 불연속 석출물이 생성될 수 있는 장소가 증가하여 불연속 석출 구동력이 증가한다. 그에 따라 본 실시예는 많은 양의 니켈과 실리콘을 합금에 포함시켰고, 용체화 처리 전 냉간 가공을 통해 결정립 크기를 작게 만들어 석출 구동력을 향상시켰다. 냉간 가공은 상온에서 인발 및 압연 , 단조, 프레스 등으로 실시할 수 있다.

[0022] 한편, 석출하고자 하는 Ni_2Si 나노 필라를 위한 니켈과 실리콘 외에 미량의 다른 원소를 첨가함으로써 석출 구동력을 향상시킬 수 있다. 도 3에는 Ti을 미량 첨가하여 그러한 효과를 얻고 있음을 보인다. Factsage를 이용한 Cu-Ni_2Si의 상태도 계산결과, Ti를 첨가함으로써 구리기지의 고용도를 감소시켜 과냉각 온도차를 증가시키고 포화도 차이를 증가시켜 석출 구동력이 향상된 것을 포화곡선 그래프로 설명하고 있다.

[0023] 도 4는 구리와 Ni_2Si 나노 필라 간 방위관계를 보여준다. δ-Ni_2Si 나노 필라는 주로 [010]으로 배향되어 석출 된다.

[0024] 실시예의 성분별 함량과 공정 조건은 아래 표 1과 같다. 모든 비교예 및 실시예는 주조 후 70% 열간압연 하였고, 실시예 1만 용체화처리 전 50% 냉간압연 하였다. 그 후 980℃에서 1시간 용체화처리 하였고, 비교예 2는 노냉, 나머지 비교예 및 실시예는 수냉하였다. 그리고 500℃에서 6시간 까지 열처리 하여 불연속 석출물을 생성시켰다.

표 1

[0025]

	함량					공정조건	
	Cu	Ni	Si	Ti	V	용체화처리 전 냉간가공	용체화처리 후 냉각 방법
비교예1	Bal.	6	1.5	-	-	X	수냉
실시예1	Bal.	6	1.5	-	-	O	수냉
비교예2	Bal.	6	1.4	0.1	-	X	노냉
실시예2	Bal.	6	1.4	0.1	-	X	수냉
실시예3	Bal.	6	1.3	-	0.2	X	수냉

[0026] 이러한 Ni_2Si 불연속 석출물의 생성은 Ti 또는 V 첨가에 영향을 받는다. 도 5는 Ti 및 V 첨가 유무에 따른 비교예 1 및 실시예 2, 3의 석출처리 시간 별 미세조직 사진을 보여준다. 실시예 1~3을 500℃에서 1시간 3시간 열처리 한 결과 실시예 1은 Ni_2Si 3시간 열처리 후에도 불연속 석출물이 생성되지 않았지만, 실시예 2와 실시예 3은 열처리 시간 1시간, 3시간에서 Ni_2Si 불연속 석출물이 발견되었다. 이는 Ti 및 V 첨가가 Cu-Ni-Si 합금의 석출 구동력을 상승시켜 불연속 석출물의 생성을 촉진시키는 것을 의미한다.

[0027] Ni_2Si 불연속 석출물의 석출은 용체화 처리 전 초기 냉간 가공에도 영향을 받는다. 도 6는 실시예 1을 주조 및 70% 열간압연 후 50% 냉간가공 한 뒤 980℃에서 1시간의 용체화처리와 500℃에서 3시간까지의 석출처리를 거친 후 찍은 냉간가공 유무에 따른 미세조직 사진이다. 이는 실시예 1에서 냉간 가공을 실시한 경우(하) 불연속 석출물이 생성되는 것을 보여준다. 용체화 처리 전 냉간가공은 결정립의 평균 크기를 감소시키고, 이는 불연속 석출물의 생성 영역을 확대시켜 불연속 석출물의 생성을 촉진한다.

[0028] 도 7은 용체화 처리 후 냉각에 따른 불연속 석출물 생성 결과를 보여준다. 비교예 2와 실시예 2를 비교한 결과, 노냉한 비교예 2는 열처리 후 불연속 석출물이 생성되지 않지만, 수냉한 실시예 2는 불연속 석출물이 생성되었다. 이는 용체화처리 후 수냉하여 고용단상합금을 만드는 것이 석출구동력을 증가시켜 석출처리 시 불연속 석출물을 만든다는 것을 의미한다.

[0029] 불연속 석출물의 완선석출을 위하여 시효 처리하며, 이에 대해 도 8에 실시예 1로 결과를 보였다. 완전 석출을 위하여는, 다량의 용질(Ni 및 Si)을 투입하고, 용체화 처리 후 500℃ 정도에서 3시간 정도 시효처리 한다. 상술한 바와 같이 결정립의 미세화를 위해 냉간가공을 선행실시하는 것이 바람직하다. 시효 처리를 0.5시간 했을 경우(좌)는 불연속 석출물이 거의 생성되지 않았으나, 3시간 실시시(우) 불연속 석출물이 완전 석출 됨을 확인할 수 있다.

[0030] 이와 같이 구리기지 내에서 석출 된 Ni_2Si 나노 필라를 관찰하여 도 9에 수록하였다. 실시예 2를 500℃ 정도에서 3시간 정도 시효처리 한 경우, 독특한 형태를 가진 Ni_2Si 이차조직의 생성을 보였고 주 방향성을 나타냈지만, 균일하지는 않았다. 따라서 이들을 좀 더 강한 방향성으로 균일하게 배향되게 할 수 있는 조처로서 인발, 그루빙 및 압연을 실시할 수 있다. 본 발명에서는 인발을 통해 불연속 석출물을 일방향으로 정렬 및 인장하였고, 최대 면적감소비 95%까지 수행하였다.

[0031] 도 10은 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2의 구리기지 내 Ni_2Si 나노 필라의 생성 형태를 관찰한 사진이다. 니들형태의 2차상 입자의 쪼개짐 현상과 니들과 입자, 조대화된 2차상 입자들이 보였고 방향이 변화된 상태도 보였다.

[0032] 도 11에는 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2의 Ni_2Si 나노 필라의 방위관계를 도시하였으며, Ni_2Si 나노 필

라는 [010]δ-Ni_2Si는 [110]Cu와 나란하였고, [001]δ-Ni_2Si는 [001]Cu와 나란하였다.

[0033] 이와 같이 구리 기지 내에 Ni_2Si 나노 필라를 석출시키고, 인발, 그루빙 공정 또는 압연 공정을 통해 정렬 및 인장시켜 원하는 두께와 길이의 Ni_2Si 나노 필라로 만든다.

[0034] 도 12에는 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2의 Ni_2Si 나노 필라의 석출 상태를 모식적으로 나타낸 그림과 이를 인발하여 Ni_2Si 나노 필라를 일방향으로 정렬함과 동시에 그 길이를 매우 길게 연장시킨 상태를 모식도로 보이고 있다.

[0035] 도 13은 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2의 인발 공정으로 인한 Ni_2Si 나노 필라의 소성 변형 과정을 나타낸다. 도 13A에서 Cu-Ni_2Si 합금 기지와 Ni_2Si 금속간화합물 간 경계면에 강한 정합을 보여준다. 이러한 강한 정합 상태는 소성변형 시 원자들이 나노스케일로 미끄러지는 이동이 일어날 수 있게 하여 경계면에 나노스케일의 계단을 형성시킨다(도 13B). Cu-Ni_2Si의 95%에 이르는 소성변형은 경계면에서 다수의 나노스케일 지그재그형 계단을 유도한다(도 13B의 박스 안). 단결정 Ni_2Si 금속간화합물 내부에서의 격자 비틀림은 소성변형 동안 관찰되며, 결정이 결정립과 비슷한 구조로 형성된다(도 13C). 새롭게 형성된 지그재그 계단은 결정 비틀림으로 강한 정합을 유지하며, 인발 공정(도 13D)을 통해, Ni_2Si 금속간화합물로 하여금 나노스케일의 소성변형이 연속적으로 일어날 수 있게 한다. 인발 공정의 실시는 당업자 상식에 속하므로 그에 따른다.

[0036] 도 14는 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2의 인발 공정에 따른 Ni_2Si 나노 필라의 조직 사진을 보인다. 인발 정도가 증가할수록 나노필라의 직경은 감소하고 일방향 정렬성이 향상되고 인장되며, Ni_2Si 나노 필라가 파괴되지 않는 상태의 소성변형이 일어난다.

[0037] 도 15는 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2의 인발 공정 전후의 Ni_2Si 나노 필라를 비교하였으며, 시효처리 이후, 평균 직경 13.7nm 정도의 단결정 섬유 상이었던 것이(도 15A), 인발 공정 후, 평균 직경 6.7nm의 다결정 섬유 상으로 변화되었다(도 15B). 이로써 Ni_2Si 나노 필라의 평균 직경은 상온의 인발공정으로 제어될 수 있다는 것을 확인할 수 있다.

[0038] 인발 된 Ni_2Si 나노 필라는 구리기지를 에칭으로 제거하여 회수될 수 있다. 도 16은 회수 방법을 포함한 전체적인 공정을 개략적으로 설명한다. Cu 에칭 조건은 다음과 같다.

[0039] 즉, 질산을 에칭 용액으로 하여 구리를 에칭한 다음, 에탄올에서 초음파 세척하는 것이다. 구체적인 조건은 여러 가지로 변경될 수 있으며, 3가지 예시적인 에칭조건은 다음과 같다.

[0040] 에칭 조건 1: 20ml 질산과 80ml 증류수를 혼합한 에칭 용액에 1시간 정도 상온에서 에칭하고 에탄올에서 수분(5분 내외) 동안 초음파 세척을 6회 실시한다.

[0041] 에칭 조건 2: 40ml 질산과 60ml 에탄올을 혼합한 에칭 용액으로 10분 정도 상온 에칭하고 에탄올에서 초음파 세척으로 10초 정도 분산시킨다.

[0042] 에칭 조건 3: 30ml 질산과 70ml 에탄올을 혼합한 에칭 용액에 10시간 정도 상온에서 에칭하고 에탄올로 4회 정도 세척한 후, 에탄올에서 수분(10 분 내외) 동안 초음파 세척을 한다.

[0043] 회수 전후의 Ni_2Si 나노 필라의 사진을 도 17에 나타내었다. 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2에서 에칭 조건 1에 의한 에칭으로 회수된 것으로 인발 공정은 실시되지 않은 상태의 것이다. 사진에서 알 수 있듯이, Ni_2Si 불연속 석출물은 나노필라 형태로 구리 기지 내에 성장되고, 에칭을 통해 구리를 제거하여 형태의 변화 없이 온전하게 Ni_2Si 나노필라를 회수할 수 있다.

[0044] 도 18은 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2에서 인발공정 없이 에칭 조건 1에 의한 에칭으로 회수된 경우로 δ-Ni_2Si가 성장한 부위와 δ-Ni_2Si가 없는 부위가 존재하며, 성장 방향은 주 방향이 유지됨을 알 수 있다.

[0045] 도 19에는 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2에서 인발공정 없이 에칭 조건 1에 의한 에칭으로 회수된 Ni_2Si 나노 필라의 사진으로 길이가 매우 긴(10㎛ 정도) 상태를 볼 수 있다.

[0046] 도 20은 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2에서 95% 인발 후 에칭 조건 2에 의한 에칭으로 회수된 Ni_2Si 나노 필라의 사진이다. 이는 Ni_2Si 나노 필라가 다결정 상태임을 확인할 수 있다.

[0047] 도 21은 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2에서 95% 인발 후 에칭 조건 3에 의한 에칭으로 회수된 Ni_2Si 나노 필라의 사진이다. 이는 도 19에 비해 Ni_2Si 나노 필라의 길이가 거의 두 배 정도 더 길어진 것을 확인할 수 있다. 또한 EDS분석 결과 나노필라에서는 니켈과 실리콘이 발견되었다.

[0048] 도 22는 500℃에서 6시간 석출처리한 실시예 2에서 95% 인발 후 에칭 조건 3에 의한 에칭으로 회수된 Ni_2Si 나노 필라의 다양한 상태를 보여준다.

[0049] 본 발명에 따른 Ni_2Si 나노 필라는 직경이 5 내지 17㎚였고 그 길이는 최장 19㎛였다. 따라서 본 발명에 의한 Ni_2Si 나노 필라는 기존의 제조방법에 의한 것보다 더 가는 입도와 훨씬 더 긴 길이를 가져 게이트 물질 등에 사용될 경우, 캐리어 이동 특성 등을 더욱 향상시킬 수 있다.

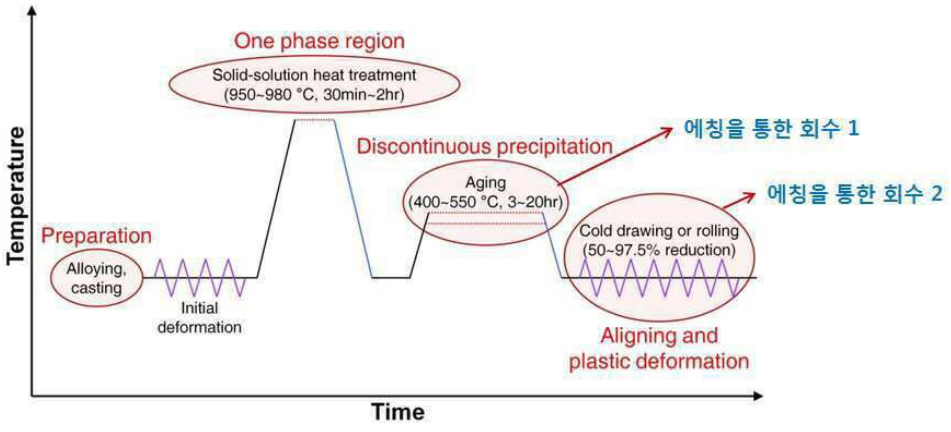
[0050] 본 발명의 권리는 위에서 설명된 실시예에 한정되지 않고 청구범위에 기재된 바에 의해 정의되며, 본 발명의 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 청구범위에 기재된 권리범위 내에서 다양한 변형과 개작을 할 수 있다는 것은 자명하다.

부호의 설명

[0051] 도면부호 없음.

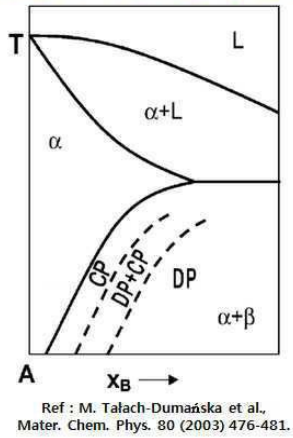
도면

도면1

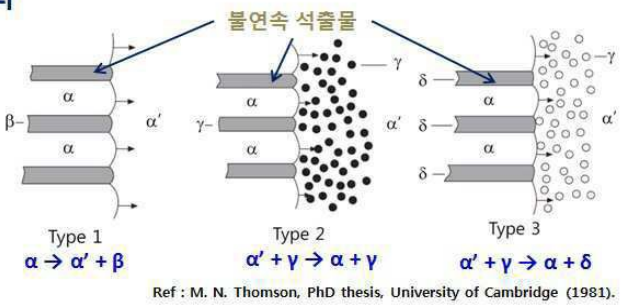


도면2

불연속 석출물의 생성 원리



Ref : M. Tałach-Dumańska et al., Mater. Chem. Phys. 80 (2003) 476-481.

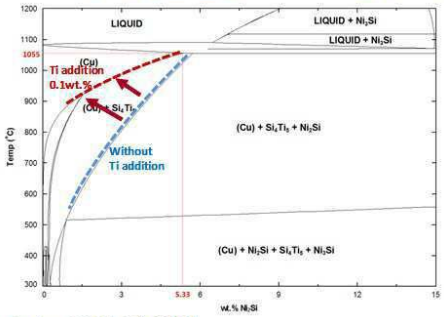


Ref : M. N. Thomson, PhD thesis, University of Cambridge (1981).

열처리 중 새로운 결정립이 생성되고 이동하게 되면서
고용된 원자들의 확산 경로로 사용됨.
- 결정립의 확산의 격자내부 보다 100배 이상 빠름

도면3

Factsage 계산을 통한 Cu-Ni2Si 상태도의 Ti 첨가 효과



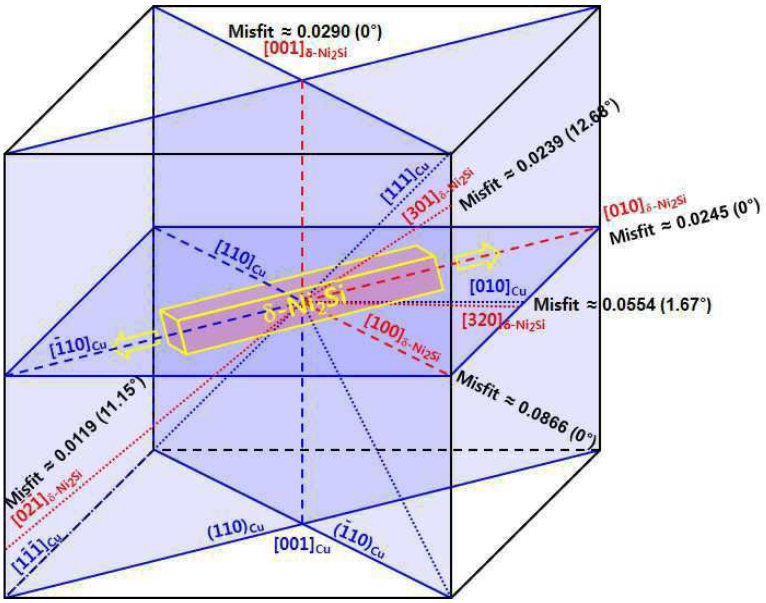
기존 연구 결과:
- 높은 부피분율의 Ni_2Si을 가진 동합금에서, 소량의 Ti 첨가는 Ni_2Si의 석출구동력을 향상시킨다.

Alloy		Cu	Ni	Si	Ti
실시예 1	Nominal	Bal.	6	1.5	-
	ICP	Bal.	6.08	1.50	-
실시예 2	Nominal	Bal.	6	1.4	0.1
	ICP	Bal.	6.02	1.38	0.13

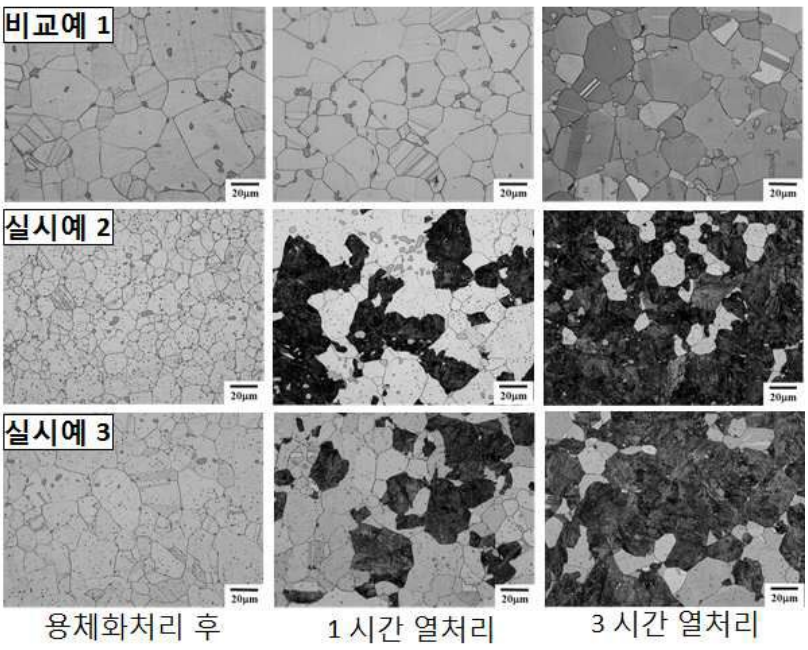
0.1wt%의 Ti 첨가
→ 구리 기지의 고용도를 감소시킨다.
→ Undercooling ΔT를 증가시킨다.
→ Saturation comp. ΔC를 증가시킨다.

Ni_2Si의 석출 구동력을 상승시킨다.

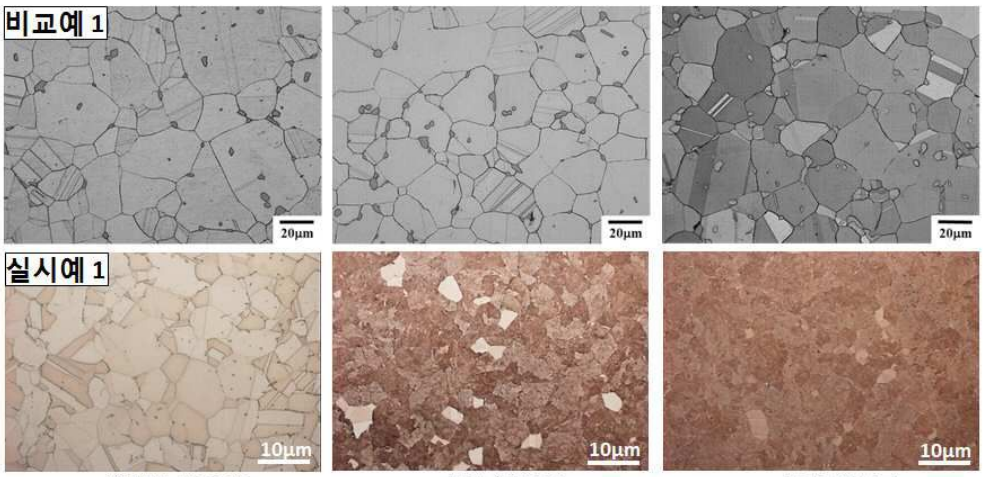
도면4


Misfit ≈ 0.0290 (0°)
[001]δ-Ni2Si
Misfit ≈ 0.0239 (12.68°)
[111]Cu
[301]δ-Ni2Si
[010]δ-Ni2Si
Misfit ≈ 0.0245 (0°)
[110]Cu
[010]Cu
Misfit ≈ 0.0554 (1.67°)
[320]δ-Ni2Si
δ-Ni2Si
[100]δ-Ni2Si
[1̄10]Cu
Misfit ≈ 0.0866 (0°)
Misfit ≈ 0.0119 (11.15°)
[021]δ-Ni2Si
[11̄1̄]Cu
(110)Cu
[001]Cu
(1̄10)Cu

도면5

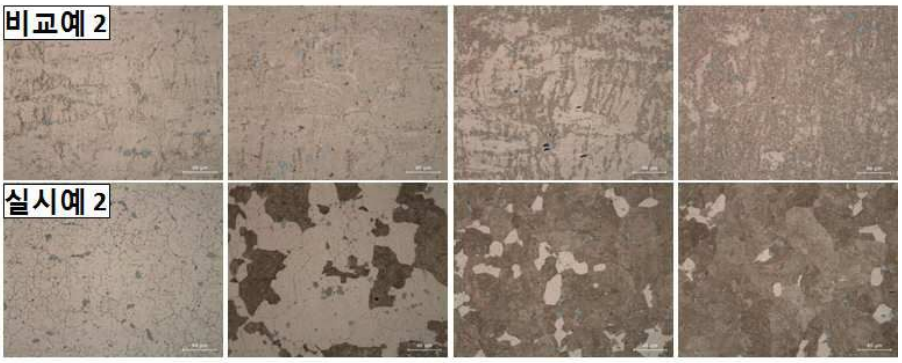

비교예 1
실시예 2
실시예 3
20μm
용체화처리 후
1 시간 열처리
3 시간 열처리

도면6



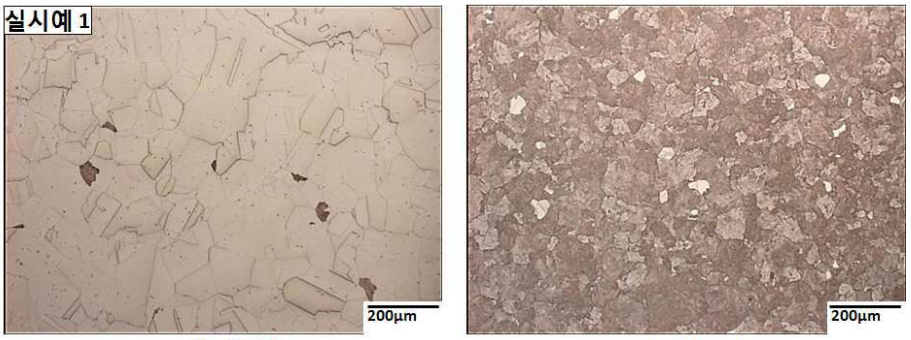
용체화처리 후 1 시간 열처리 3 시간 열처리

도면7



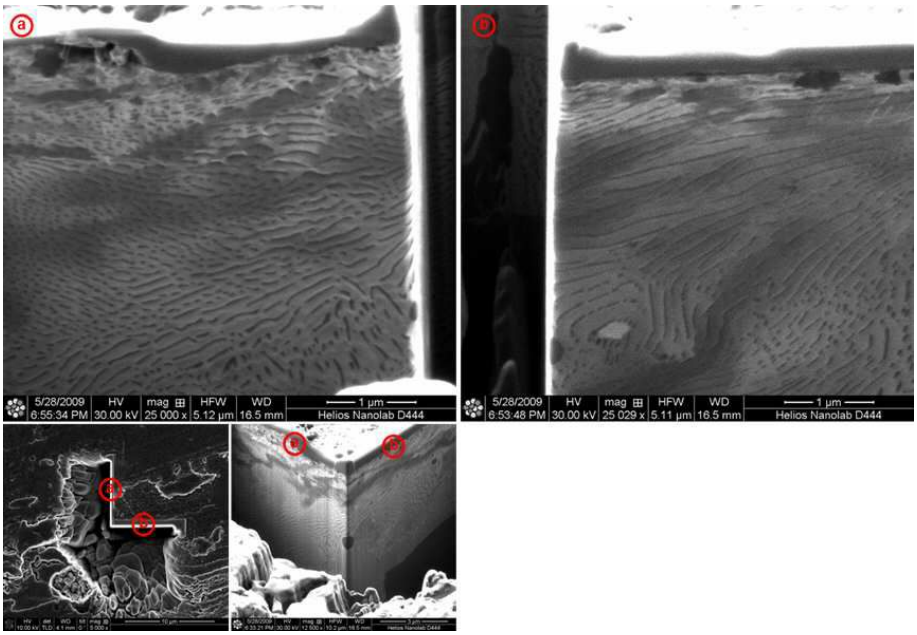
10분 열처리 60분 열처리 180분 열처리 360분 열처리

도면8

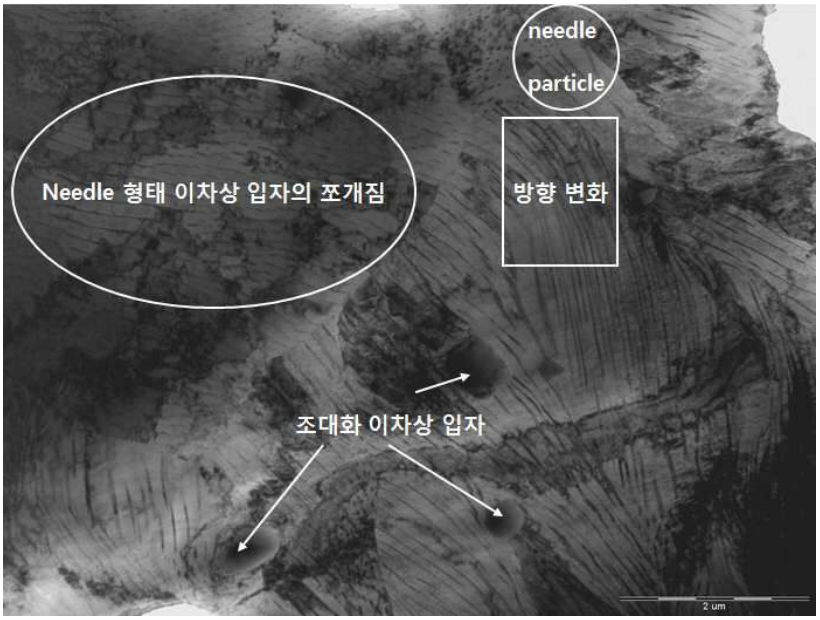


30분 열처리 180분 열처리

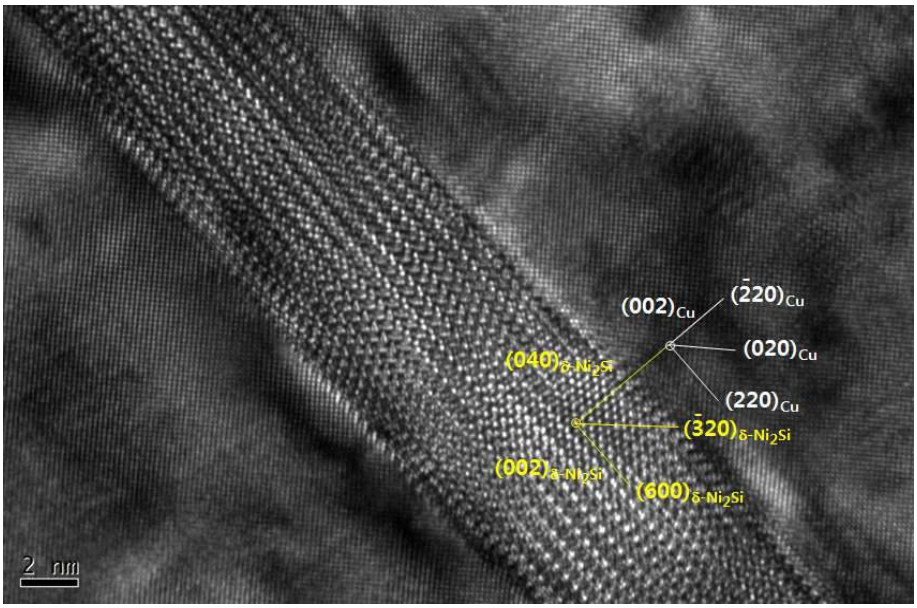
도면9


a
b
5/28/2009 6:55:34 PM HV 30.00 kV mag 25 000 x HFW 5.12 µm WD 16.5 mm 1 µm Helios Nanolab D444
5/28/2009 6:53:48 PM HV 30.00 kV mag 25 029 x HFW 5.11 µm WD 16.5 mm 1 µm Helios Nanolab D444

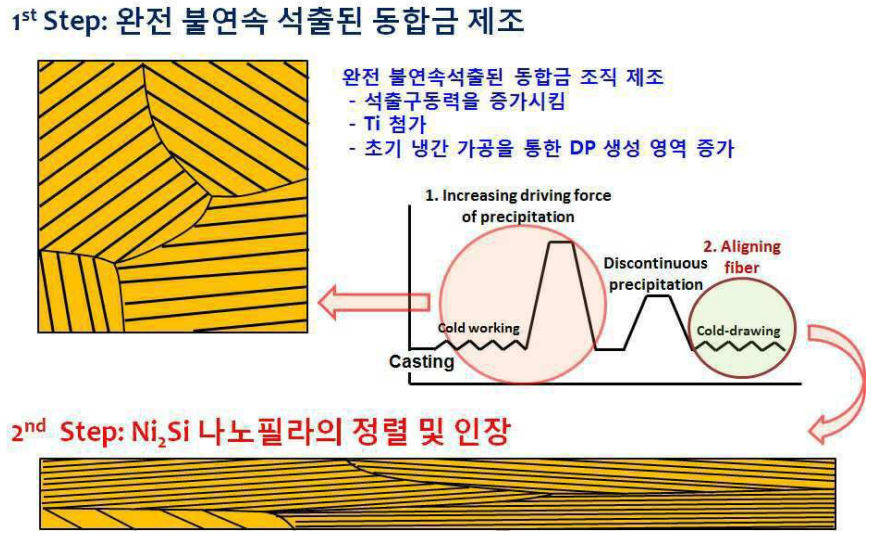
도면10


needle
particle
Needle 형태 이차상 입자의 쪼개짐
방향 변화
조대화 이차상 입자
2 um

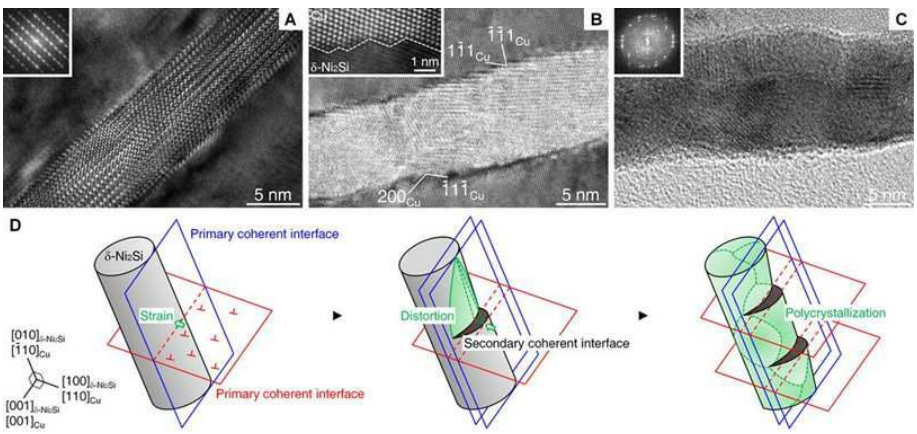
도면11



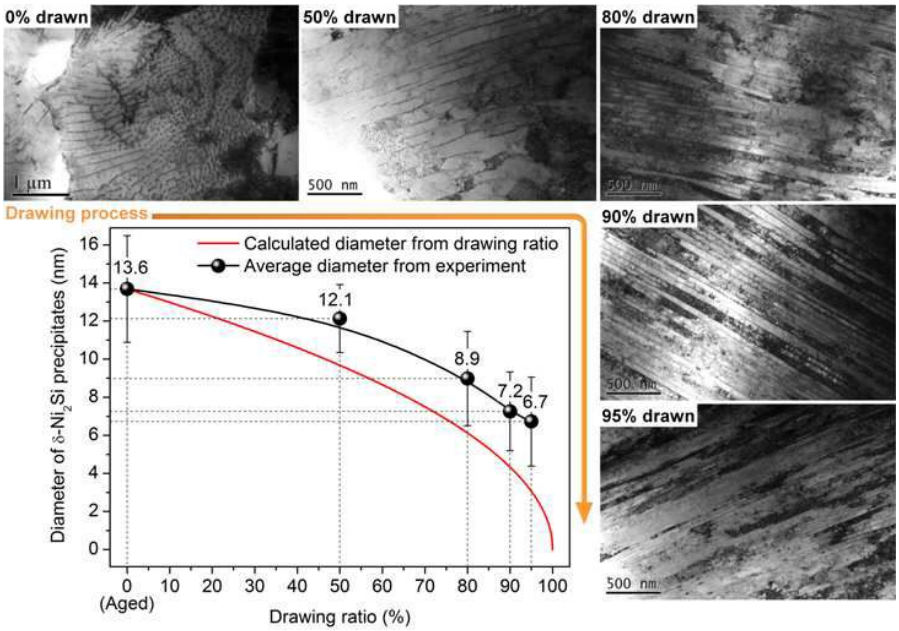
도면12



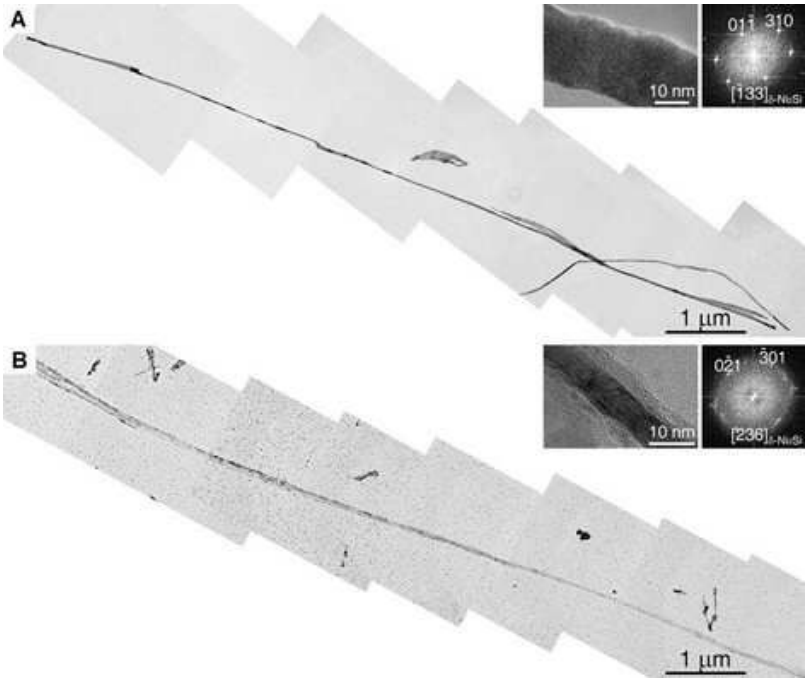
도면13



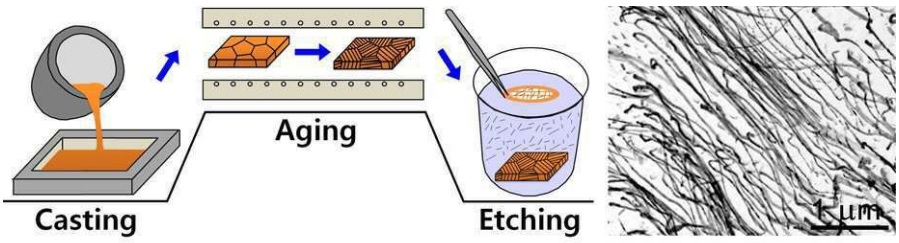
도면14



도면15

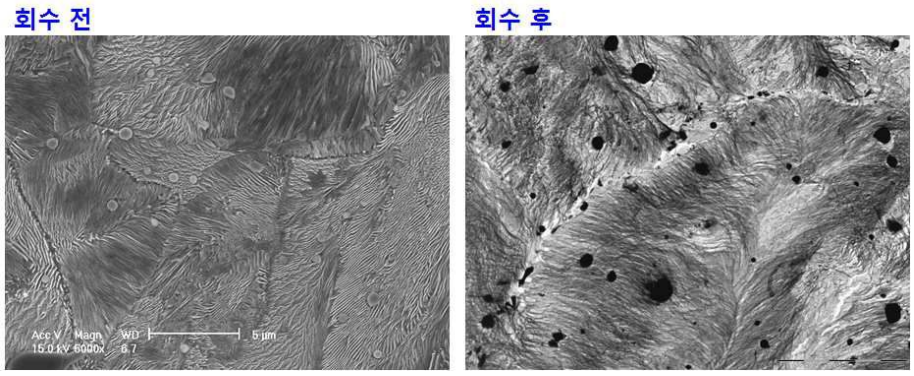


도면16

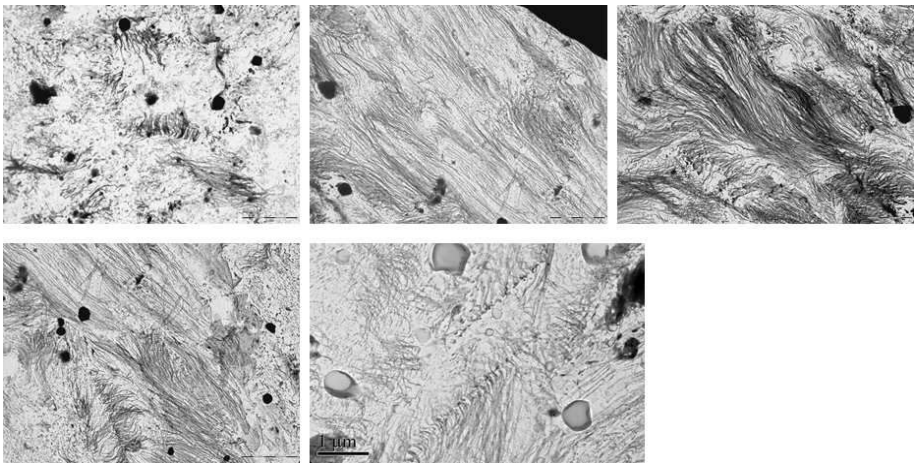


Ni_2Si 나노와이어 회수 공정 개략도

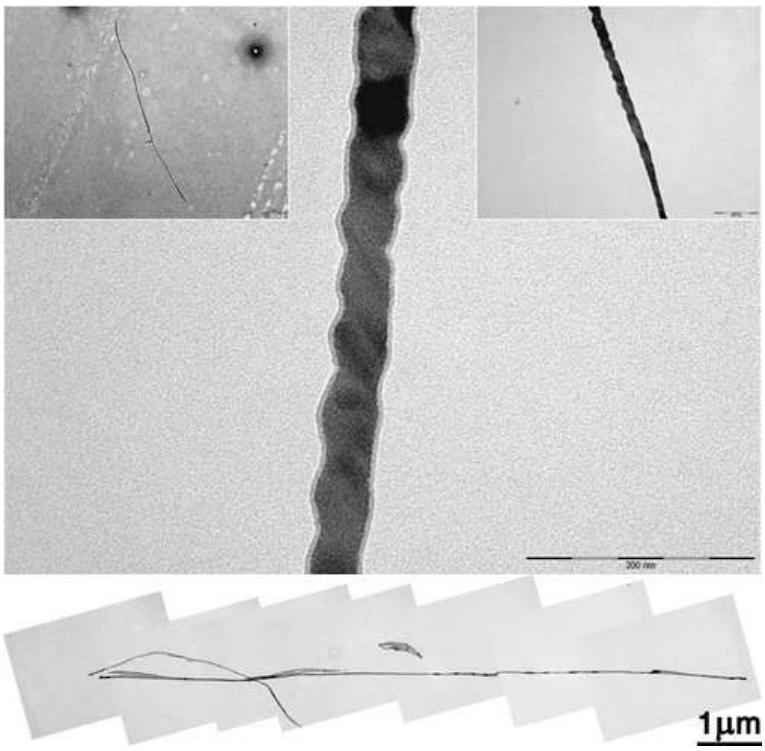
도면17



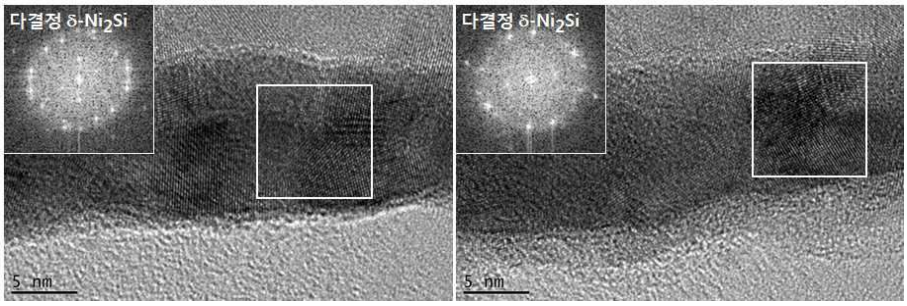
도면18



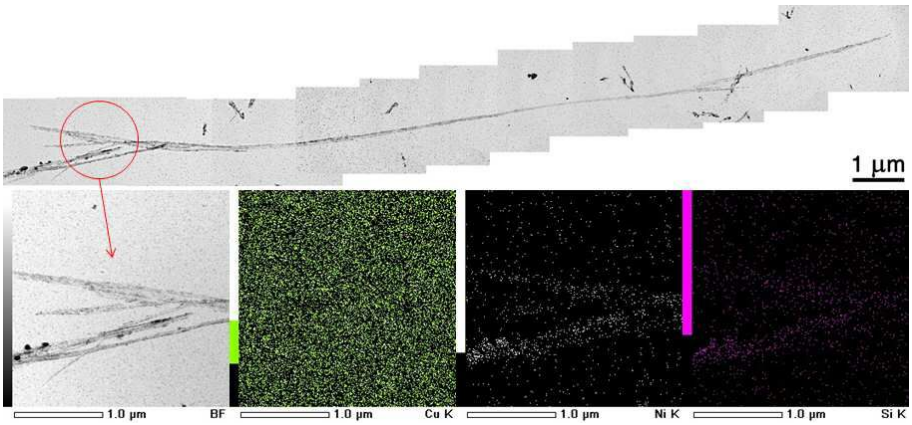
도면19



도면20



도면21



도면22

