

## D.C. 마그네트론 스파터링법에 의하여 증착된 TiN 다층 박막의 특성과 밀착력에 대하여

김선규, 유정광\*, 이건환\*\*, 권식철\*\*

울산대학교 공과대학 재료공학·금속공학부, \*대우전자 제2연구소

\*\*한국기계연구원 박막연구실

## The characteristics and adhesion strength of TiN multilayer deposited by D. C. magnetron sputtering

S. K. Kim, J. K Yoo\*, G. H. Lee\*\* and S. C. Kwon\*\*

Dept. of Materials and Metallurgical Engineering, University of  
 Ulsan, Ulsan, Kyung Nam, Korea 680-749

\* Dae Woo Electronics Co. 2nd Res. Inst., Dae Woo Center,  
 Chang-Ku, Seoul, Korea 100-714

\*\* Div. of Thin Film Research, Korea Institute of Metals and Machineries,  
 Chang Won, Kyung Nam, Korea 641-010

산업에 사용되는 철강재료나 기기 등에 있어서의 마모와 부식으로 인한 수명단축이나 효율감소를 막는 것은 경제적으로도 매우 중요하다. 이와 같은 요건을 만족시키기 위하여 모재 표면에 경도가 크고 내마모성이 좋은 보호피막을 입히는 연구가 활발히 진행 되어왔으며<sup>1)</sup>, 이러한 보호피막으로는 TiN, TiC 등과 같은 질화물과 탄화물 이외에 산화물 및 탄질화물 등이 주로 알려져 있다<sup>2, 3)</sup>.

내마모 응용 부문에서는 공구에 TiN을 코팅함으로써 일반공구에 비해 수배의 수명증가를 가져왔다<sup>4, 5, 6)</sup>. TiN 박막의 밀착력에 관한 연구는 다양하게 연구되어 왔으나 밀착력과 내마모에 관한 연구는 많이 이루어져 있지 않다.

DC마그네트론 스파터링을 사용하여 STS304 모재위에 Ti를 중간층으로 하고 단계별로 증착시

킨 TiN 다층박막과 Ti를 중간층으로 한 TiN 단일박막 그리고 TiN 단일박막만을 코팅한 세 종류의 시편을 준비하여 Ti중간층의 효과로 인한 밀착력 변화와 온도 변화에 따른 밀착력의 변화 및 TiN 다층박막에서 증착온도, 박막두께가 밀착력에 미치는 영향은 전 보에 보고한 바 있다<sup>7)</sup>.

본 단논문에서는 위에 기술한 세 종류의 박막으로 마모시험을 수행하여 밀착력과 내마모성과의 상관관계를 밝히고자 하였다.

TiN박막의 증착에 사용된 장비, 시편의 화학조성, 박막의 증착방법은 전보에 보고하였다<sup>7)</sup>. 마모 실험은 ball-on-disc type 마모시험기(Wazau사 Tribometer, type SST)를 사용하였다. 이 마모 시험기의 개략적인 모식도 그림 1과 같다. 이 실험 장치는 위쪽에 0~3000rpm 회전시킬 수 있는 모

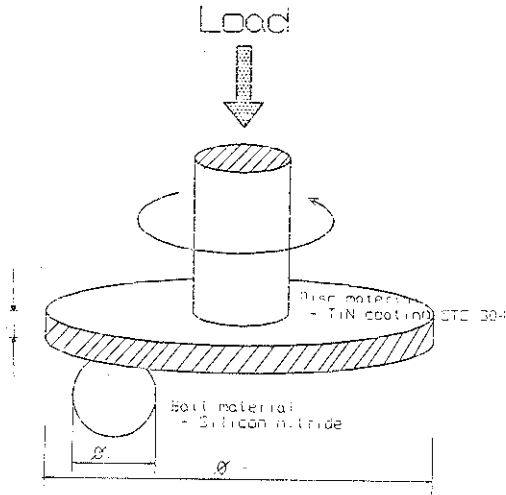
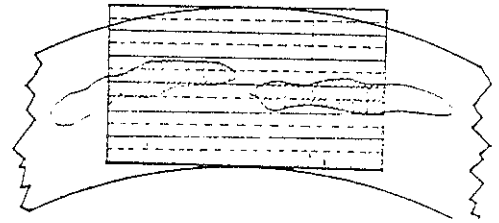


Fig. 1 Schematic diagram of sputtering wear tester.

터에 디스크시편을 부착할 수 있도록 되어 있으며 아래 쪽에 ball을 고정시킬 수 있는 시편 holder가 장착되어 있다. normal force는 lever system에 의해 가해지고 하중으로 0.2~200kgf사이에서 변화시킬 수 있다. 마모실험은 디스크에 TiN다층박막을 각 조건에 맞도록 증착시켜 실험하였고 ball은 경도 뿐 아니라 내마모 및 고온내산화성이 뛰어난 지름이 10mm인 silicon nitride를 사용하였다. 마모정도를 측정하기 위해 여러 가지 계산법들이 시도 됐지만 마모정도를 정확하게 측정할 수 있는 방법은 아직 구체적으로 제시된 것은 없다.

따라서 본 실험에서 사용된 마모측정법은 코팅층의 박리정도를 알기 위한 것으로써 그림 2와 같이 마모자극위에 투명한 모눈필름을 놓아 코팅층의 박리 정도를 측정할 수 있도록 하였으며 전마모 자극의 다섯 군데를 무작위로 선택하게 계산한 값의 평균치를 spalling rate로 하였다.

그림 3은 여러 온도에서 증착한 Ti를 중간층으로 한 TiN 다층박막을 마모하중 1.0kgf으로 1000번 회전시켰을 때 나타나는 마모자극들이다. 마모로 인해 박리가 일어나면 마모자극상에 검게 나타나는데 각 온도에 따라 미세한 마모 변화를 볼 수



$$\text{Spalling rate}(\%) = \frac{S_2}{S_1} \times 100$$

( $S_1$ : total area     $S_2$ : spalling area)

Fig. 2 Calculation of the spalling rate.

있지만 이 마모조건에서는 큰 변화는 찾아볼 수 없다. 전보에 보고한 바와 같이 이들 다층박막은 1.5kgf~2.1kgf의 임계 하중을 지녔으므로<sup>7)</sup> 이 시편들은 1.0kgf의 마모하중을 충분히 지탱할 수 있음을 알 수 있다. 증착온도가 증가함에 따라 임계하중이 증가함<sup>7)</sup>에도 불구하고 그림 3(d)은 (c)에 비해 마모자극상에 다소의 검은 부분이 많은 것은 400℃에서 코팅된 시편 표면부에 결정립들이 조대화 됨에 따라 마모시험시 상대재로 쓰인 silicon nitride ball이 경질박막인 TiN 코팅층과 접촉이전에 연질 Ti결정립(Hv150)과 silicon nitride ball이 우선적으로 응착됨에 따라, 마모자극상에 얼룩이 많이 발생하는 것으로 판단된다. 400℃에서 증착된 코팅층 표면에 Ti결정립이 생성된 현상은 전보에 보고하였다<sup>7)</sup>. 그림 4는 마모하중 1.5kgf에서 500번 회전시켰을 때 나타나는 마모자극들이다. 주어진 하중 1.5kgf은 상온과 200℃에서 증착된 시편의 임계하중을 초과하거나 같은 것으로 증착온도에 따라 뚜렷한 마모 변화를 볼 수 있다.

그림 4(a), (b)를 보면 검게 나타난 부분이 박리가 일어난 부분으로 1.5kgf 하중시 코팅층의 파괴가 완전히 일어났음을 볼 수 있다. 위의 결과로 볼 때 마모하중이 코팅층의 임계하중보다 크면 코팅층간의 파괴인 cohesive파괴와 코팅층과 모재사이의 파괴인 adhesive 파괴가 동시에 발생하여 초기 수 회전만에 코팅층이 완전히 소멸된다. 그림 4(c)와 (d)에서는 마모로 인한 코팅층의 부분

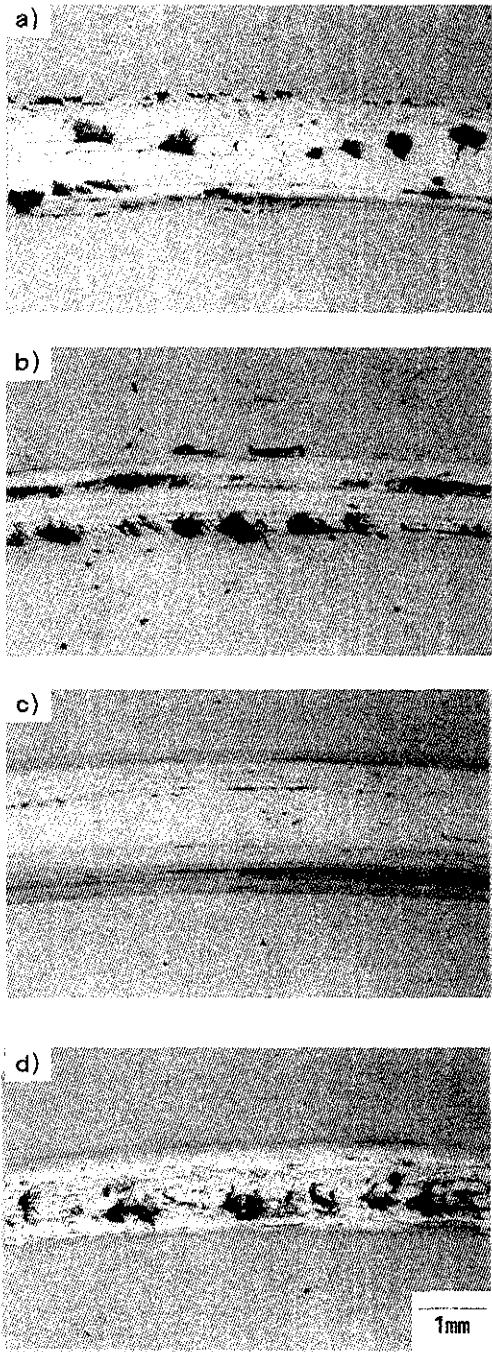


Fig.3 Optical micrographs of wear tracks for multilayer samples deposited at 25°C, 200°C, 300°C, and 400°C (1kgf, 1000rpm).

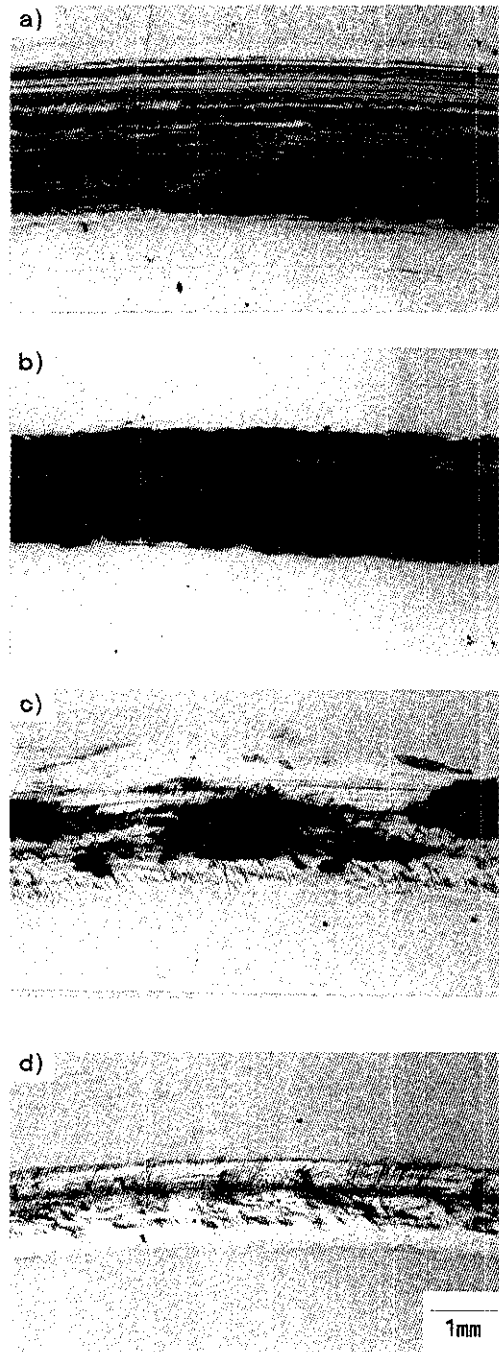


Fig.4 Optical micrographs of wear tracks for TiN multilayer at various deposition temperatures (1.5kgf, 500rpm).  
(a) 25°C, (b) 200°C, (c) 300°C, and (d) 400°C

박리를 볼 수 있는데 코팅층의 밀착력이 우수하여 마모하중이 시편의 임계 하중을 초과하지 못하며 spalling rate는 50%를 초과하지 않는 것으로 나타났다. 특히 4(c)에서는 마모 자국 주위에 균열의 발생을 볼 수 있는데 이는 연속된 하중으로 인해 발생하는 피로마모(fatigue wear)에 기인한 것으로 사료된다. 그림 5는 1.5kgf 마모하중에서 1000번 회전시켰을 때 나타나는 마모자국들이다.

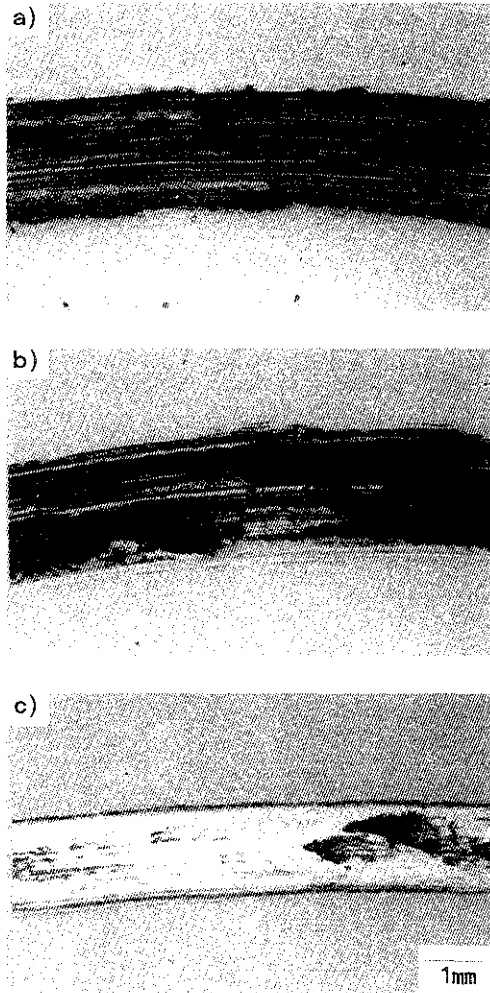


Fig. 5 Optical micrographs of wear tracks for TiN multilayer at various deposition temperatures (1.5kgf, 1000rpm). (a) 200°C, (b) 300°C, and (c) 400°C

그림 4와 같은 마모하중에 회전수만 변화시킨 것으로서 용착마모와 피로마모로 인해 300°C까지 상당한 마모상태를 보이고 있다.

그러나 400°C에서 증착된 TiN 다층박막의 경우 높은 밀착력(임계하중: 2.1kgf)으로 인해 이 마모 조건에서도 여전히 코팅층이 존재함을 알 수 있다. 그림 6은 앞에서 보았던 각각의 마모조건에 따른 각각 다른 온도에서 증착된 코팅층의 spalling rate를 나타내었는데 각 코팅층의 임계 하중에 따라 spalling rate가 상당한 차이가 나타남을 알 수가 있다. 임계 하중이 마모하중에 비해 훨씬 높은 400°C에서 코팅된 시편(임계하중 2.1kgf)은 각 마모조건에서 거의 33%이하의 spalling rate를 보이고 있다. 그림 7은 1.5kgf에서부터 3.8kgf에 이르는 다양한 임계하중을 나타내는 여러 코팅층을 각 마모조건에서 마모실험을 하였을 때 나타나는 spalling rate를 종합적으로 나타낸 것으로서, 임계하중이 증가하면 spalling rate는 감소함을 알 수 있다.

결론적으로, 코팅층의 임계하중이 2.8kgf 이상일 경우에는 위의 마모조건 범위내에서는 3%이하의 spalling rate를 보였다. 임계하중 이하의 마모하중에서의 마모특성은 가해진 하중과 상관없이 회전수에만 의존하였고 임계하중 이상의 마모하중에서의 마모특성은 가해진 하중에 크게 의존하였다. 마지막으로 임계하중과 spalling rate를 그

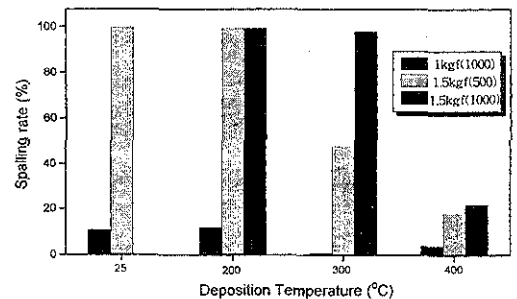


Fig. 6 Spalling rate vs. deposition temperature for TiN multilayer (Numbers in parentheses refer to rpm).

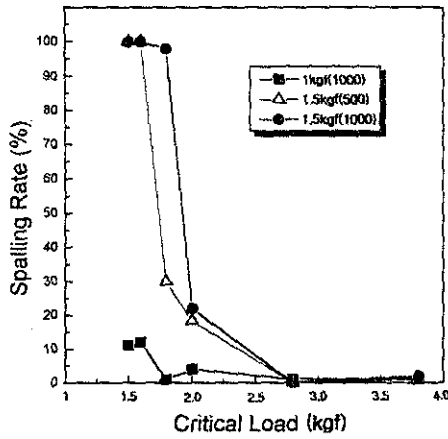


Fig. 7 Spalling rate vs. critical load at different wear loads & cycles.

래프화함으로써 밀착력과 내마모특성의 상관관계를 정량적으로 알 수 있었으며 임계하중이 증가함에 따라 spalling rate는 감소함을 알 수 있었다.

## 참고 문헌

1. K. K. Yee : Int. Mats. Rev., 1(1078)19
2. J. T. K. Clack, A. I. Forster, M. L. Sims, M. A. M. Swidzinski and D. Young : Proc. 4th European Conf. on CVD(1983)385
3. Y. Enomoto, K. Yamanaka and K. Shibuki: Wear(1987)291
4. R. Mayer and H. R. Stock : J. Vac. Sci. Technol., A4(6)(1986)2726
5. J. E. Sundgren and H. T. G. Hentzell : J. Vac. Sci. Technol., A4(5)(1986)2259
6. L. E. Murr: Thin Solid Films, 64(1979)77
7. 김선규, 유정광, 이건환, 권식철 : 한국표면공학회지, 29,4(1996)