

Ti-Si-N코팅의 기계적 성질에 관한 온도와 기판 바이어스의 영향 Effects of bias voltage and temperature on mechanical properties of Ti-Si-N coatings deposited by a hybrid system of arc ion plating and sputtering techniques

이정두¹김광호^{1*}

¹부산대학교 재료공학과(E-mail: myth515@pusan.ac.kr)

초 록: 하이브리드 코팅장비를 이용해 WC-CO기판위에 Ti-Si-N박막을 증착 시켰다. 이 연구는 Ti-Si-N박막의 기계적 성질에 온도와 바이어스가 미치는 영향에 대해 실험을 하였다. 증착온도가 300℃까지 Ti-Si-N박막의 미세경도와 탄성률은 증가했지만 증착온도가 300~350℃에서는 탄성률은 감소하고 결정 성장으로 인해 미세경도는 감소하였다. 기판 바이어스는 박막과 미세구조에 압축 잔류 응력을 야기 시킨다. 그러나 기판바이어스가 -400V 이상에서는 re-sputtering에 의해 Si함량이 감소한다. Ti-Si-N 박막의 가장 우수한 기계적 성질은 300℃, -100V에서 얻을 수 있었다.

1. 서론

최근, Ti-Si-N 박막은 우수한 물리적 화학적 성질에 의해 많은 관심을 받고 있다. 이미 Ti-Si-N 박막의 미세구조는 TiN결정질과 Si₃N₄ 비정질로 구성된 nanocomposite로 되어있음을 열려졌다[1-3]. Ti-Si-N 박막은 PECVD 및 스퍼터링에 의해 합성되고 있다. 하지만 높은 이온화율, 운동에너지, 증착률을 가진 AIP(arc ion plating)에 의한 Ti-Si-N박막 합성은 자주 사용되지 않았다[6-9]. Ti-Si-N 박막의 미세구조와 기계적 성질에서 증착조건은 중요한 영향을 미친다. 증착온도와 기판 바이어스는 표면과 미세구조, 경도, 마모거동 등 기계적 성질과 관련된다[5,6].

이 논문은 AIP와 스퍼터링을 합친 하이브리드 장비를 이용해 Ti-Si-N 박막을 증착시키고 증착온도와 기판 바이어스가 박막의 미세구조와 기계적성질에 미치는 영향을 연구하였다.

2. 본론

Ti-Si-N 박막은 AIP와 스퍼터링을 합친 하이브리드 장비를 이용해 WC-CO 기판 위에 증착시키고 장비 모식도는 Fig.1에 나타냈다. 장비 양쪽 벽에 Arc건에 Ti source, 스퍼터 건에 Si source를 장착시켰다. Ar, N₂ 가스는 기판 홀더 주변에서 주입되고 Ti와 Si 타겟은 순도 99.99%를 사용했다. 기판은 두께 2mm, 직경 25mm 를 상○하였고 알코올과 아세톤을 사용해 20분간 초음파세척을 하였다. Ti-Si-N 박막의 증착조건은 Table.1에 나타내었다.

Base pressure, $\times 10^{-4}$ Pa	6.7
Working pressure, $\times 10^{-2}$ Pa	8.0
Working gas ratio	N ₂ : Ar= 3: 1
Arc material, at.%	Ti (99.99)
Sputter material, at.%	Si (99.99)
Arc current, A	60
Sputter current, A	1.0
Substrate temperature, °C	200 to 350
Substrate bias voltage, V	0 to -500
Rotational velocity of substrate, rpm	25

Table. 2. Typical deposition conditions for Ti-Si-N coatings by a hybrid coating system.

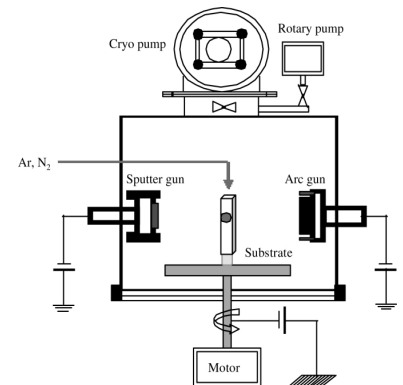


Fig.1. Schematic diagram of a hybrid system of arc ion plating and sputtering techniques for Ti-Si-N coatings.

박막의 두께와 표면은 SEM(Hitachi, S-4200)를 사용해 분석했고 화학조성은 EPMA(Shimadzu, EPMA1600), 미세구조는 XRD(PHILIPS, X'Pert-MPD System)를 사용해 분석하였다.

이전의 실험에서 Si가 약 7at.%일때 경도가 가장 좋게 나왔고 이를 기초로 하여 아크와 스퍼터 전류를 60A와 1.0A로 고정을 시키고 기판 바이어스를 -100V로 Ti-Si-N박막을 증착시켰다. Fig.2는 Ti-Si(7 at.%)N 박막의 온도에 따른 미세경도와 탄성률을 보여준다. Ti-Si(7 at.%)N 박막의 탄성률은 온도가 증가할수록 증가하고 이것은 증착온도의 증가와 이온의 표면 이동도가 증가하여 나타난 것 이다[5]. Ti-Si(7 at.%)N 박막은 낮은 증착온도에서는 낮은 원자 이동도 때문에 높은 밀도의 격자 결함과 구멍이 많은 계면을 가진다. Ti-Si(7 at.%)N 박막의 미세구조는 온도가 증가할수록 표면 이동도의 증가로 인해 더 밀집된 결정질을 얻을 수 있다. 그러므로 온도가 증가할수록 Ti-Si(7 at.%)N 박막의 탄성률은 증가한다. 그리고 Ti-Si(7 at.%)N 박막의 탄성률은 PECVD나 스퍼터링에 의해 증착된 다른 Ti-Si-N 박막보다 높은 값을 가진다[4]. 하지만 Ti-Si(7 at.%)N 박막의 미세경도는 증착온도가 300℃까지 증가할 때 미세경도 값도 같이 증가하지만 300~350℃ 사이에서는 다시 감소함을 알 수 있었다. Ti-Si(7 at.%)N 박막이 300℃까지 온도가 증가할 때 더 치밀화된 미세구조에 의해서 경도가 증가하고 이것은 높은 표면이동도와 온도 때문이다. 하지만 300~350℃사이에서 경도가 감소하는 것은 높은 증착온도에 의한 결정립 성장 때문이다.

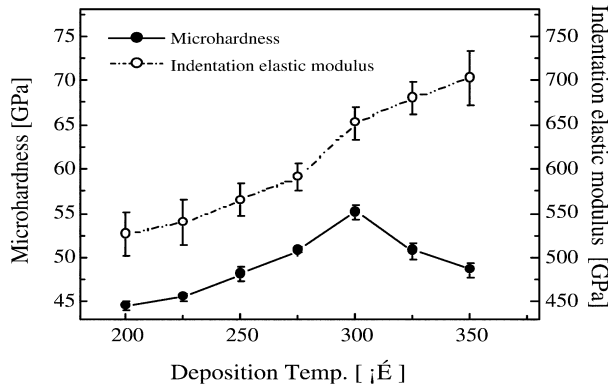


Fig. 2. Microhardness and indentation elastic modulus of Ti-Si(approx. 7 at.%)₂N coatings as a function of deposition temperature.

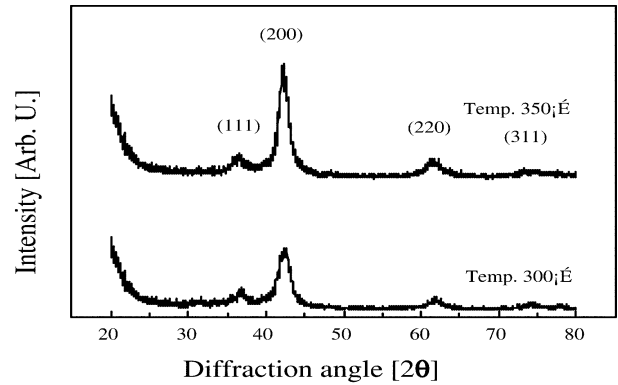
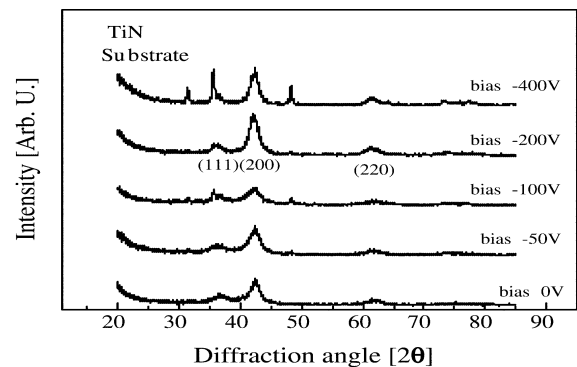
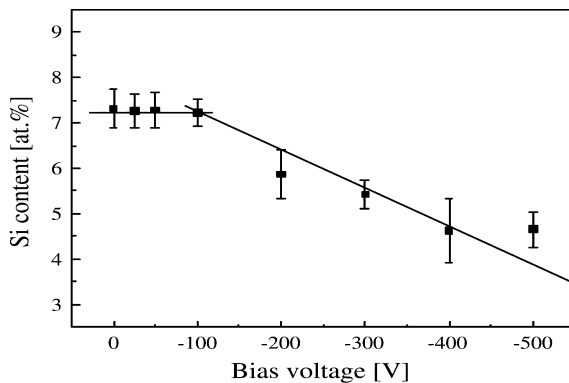


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of Ti-Si-N coating s deposited at deposition temperatures of 300 and 350 °C.

Fig. 3.은 증착온도 300, 350°C의 Ti-Si(7 at.%)₂N 박막의 XRD패턴이다. 350°C의 XRD패턴은 300°C의 XRD패턴보다 높은 피크 강도와 작은 FWHM을 보여주고 이 결과는 350°C의 Ti-Si(7 at.%)₂N 박막의 결정립의 크기가 300°C보다 크다는 것을 말한다. Fig. 4.는 증착온도 300°C에서의 기판바이어스의 영향에 따른 Si 함량을 나타내었다. 기판 바이어스가 -100V까지는 Si 함량이 약 7 at.%로 거의 일정하게 나타났다. 그러나 기판바이어스가 -100V보다 커지면 Si 함량이 직선적으로 감소한다. 다른 코팅 공정보다 AIP 공정은 이온화률(84%)이 더 높다고 알려졌다. 그러므로 하이브리드 코팅 시스템에서 AIP공정에서 발생하는 Ti 이온이 스퍼터에서 발생하는 Si 이온보다 더 크다. -100V보다 큰 기판바이어스에서는 Ti이온이 더 기판에 영향을 미칠 것이다. -100V이상의 기판바이어스에서 리스퍼터링 현상에 의해 Si 함량의 감소에 기여 할 것이라고 생각된다. Fig. 5.는 다양한 기판 바이어스에 의한 XRD 패턴을 나타내고 있다. -100V까지 기판 바이어스가 증가할수록 TiN(200) 피크의 강도가 감소하고 퍼짐 현상을 볼 수 있다. 이 퍼짐 현상은 이온충격에 의해 박막의 잔류응력을 야기 시키기 때문이다. 하지만 기판바이어스를 다시 증가시키면 TiN(200) 피크의 강도는 증가하고 다시 날카로워짐을 볼 수 있다. 이것은 Fig. 4.에서 별수있는 리스퍼터링에 의한 Si 함량의 감소로 인한 결과이다. Si함량이 점차적으로 감소하면 Ti-Si-N 박막의 nanocomposite 특성을 감소시키고 TiN결정질의 결정립의 크기를 증가시킨다.



3. 결론

Ti-Si-N 박막은 AIP와 스퍼터링을 합친 하이브리드 장비를 이용해 WC-CO 기판위에 기판 바이어스와 증착온도를 변화시키며 증착시켰다. Ti-Si-N 박막은 기판 바이어스와 온도의 영향을 받아 물성이 달라지고 300°C의 증착온도와 -100V의 기판 바이어스일때 물성이 가장 좋게 나왔다.

참고문헌

1. S. Veprek, S. Reiprich, L. Shizhi, Appl. Phys. Lett. 66 (20) (1995) 2640.
2. E.-A. Lee, K.H. Kim, Thin Solid Films 420-421 (2002) 371.
3. S.H. Kim, J.K. Kim, K.H. Kim, Thin Solid Films 420-421 (2002) 360.
4. M. Diserens, J. Patscheider, F. Le'vy, Surf. Coat. Technol. 120-121 (1999) 158.
5. F. Vaz, L. Rebouta, Ph. Goudeau, T. Girardeau, J. Pacaud, J.P. Rivie're, A. Traverse, Surf. Coat. Technol. 146-147 (2001) 274.