

비대칭 마그네트론 스퍼터링법에 의해 합성된 AISI304박막의
내부식특성에 관한 연구

Study on the Corrosion Behavior of AISI304 Film Synthesized
by Unbalanced Magnetron Sputtering

*김 광 석, 이 상 울, 정 재 원, 김 범 석 (한국항공대학교 항공재료공학과)

1. 서론

습식 표면처리의 일종인 습식 크롬도금은 상대적으로 낮은 증착온도, 경제성, 높은 증착율, 피도금체의 형태에 그리 영향을 받지 않는 장점 때문에 광범위하게 이용되고 있으나, 도금표면에 존재하는 미세 균열에 의한 내식성 저하와 6가크롬액 사용에 따른 많은 양의 독성 유기물 생성에 의한 공해유발 때문에 지구 환경보호를 위한 무역규제인 G.R.(Green Round)에 의해 산업적인 규제를 받고 있어 그 사용이 억제되고 있는 실정이다. 따라서 국내에서는 이러한 산업적인 규제 극복의 일환으로 진공표면처리기술을 이용한 박막제조에 관한 연구가 활발히 진행되고있다. 그 중 PVD법의 일종인 비대칭 마그네트론 스퍼터링기술은 자장강도 변화에 의하여 플라즈마 밀도를 증가시켜 기판에 입사하는 이온의 양과 유속을 증대시켜 박막의 증착속도를 크게 증가시킨다는 점에서 주목받고 있는 진공증착법이다. 따라서 본 실험에서는 습식 크롬도금에 준하는 내식성 박막을 합성하고자 가격이 매우 저렴하고, 높은 내식성 및 강도, 인성등의 기계적성질이 우수한 오스테나이트 스테인리스강인 AISI304강을 타겟으로 사용하여 비대칭 마그네트론 스퍼터링법으로 내식성 박막을 합성하고, 그 부식 특성을 습식 크롬도금과 비교, 분석하였다.

2. 실험방법

AISI304박막의 합성

본 실험에서는 부식에 취약한 S45C강을 모재로 선택하였고, 모재의 표면을 SiC 연마재 #2000까지 연마한 후, 아세톤과 알코올 등의 순으로 10분간 초음파 세척 후 건조하여 사용하였다. AISI304강 박막 합성은 직경 100mm, 두께 10mm의 디스크 형태의 AISI304강을 타겟으로 사용한 비대칭 마그네트론 스퍼터링법을 이용하였다. 코팅전 초기 진공도를 2×10^{-5} torr까지 배기한 후 Ar gas와 반응성 gas(O_2 , N_2)를 넣어 작업 진공도는 2×10^{-3} torr를 항상 유지하였다. 타겟과 모재와의 거리는 50mm, 모재에 인가하는 바이어스 전압은 -150V, 타겟 power density는 $36.96W/cm^2$ 으로 고정시켰 6분간 코팅하였다. 공정 시 분위기 온도는 모재와 박막의 밀착력을 향상시키기 위해 300°C에서 실행하였으며, 코팅처리 전 300°C에서 30분간 유지하고 코팅처리 후에도 300°C에서 30분간 유지하였다. 공정변수로는 반응성 gas인 O_2 , N_2 의 flow양 조절하여 AISI304강 박막을 합성하였다.

박막의 특성분석방법

공정변수인 O₂, N₂의 flow양 조절하여 합성한 AISI304강 박막의 단면조직을 관찰하기 위하여 SEM(HITACHI S-2400)을 이용하였으며, 코팅박막의 우선결정 방위와 조성비를 알아보기 위해 XRD 및 AES분석을 실시하였다. XRD분석 조건은 Cu-K α 선을 이용하여 저압 30KV, 전류 80mA, 주사속도 4deg/mim에서 수행하였다. 합성된 박막표면의 경도측정은 Mitutoyo MVK-G2 Knoop 미소경도기로 시험하중 50gf에서 10초간 압입 하였으며, 각 시험하중에서 10회 측정하여 최대, 최소 값을 제외한 나머지 값들의 산술 평균치를 경도 값으로 취하였다.

공정변수에 따라 합성한 박막들과 습식 크롬도금의 부식특성 차이를 알아보기 위해 염수 분무시험과 동전위 분극시험을 실시하였다. 염수분무시험은 35°C분위기에서 5 \pm 1%의 NaCl용액을 0.7kgf/cm²의 압력으로 50, 100시간 실시하였고, 동전위 분극시험은 EG&G사의 M273A 장비를 사용하여 AISI304강 박막이 코팅된 S45C시편을 working electrode로, 흑연을 counter electrode로, 포화 칼로멜 전극을 reference electrode로 사용하였고, 3.5%NaCl 용액을 부식액으로, potentiodynamic 분극시험은 2mv/sec의 속도로 -800mV에서 1000mV까지 전위를 변화시켜 이에 대한 부식 전류밀도의 변화를 측정하여 각각의 시편에 대한 부식특성을 평가하였다.

3.결과 요약

마그네트론 스퍼터링법을 이용한 STS304 스테인리스강 박막의 합성 시 첨가 가스인 질소와 산소의 양이 증가할수록 박막의 표면 경도는 증가하였으며, 질소가 9sccm 정도 첨가했을 때는 경도가 Hk 990-1100 정도였으며, 산소를 첨가했을 때에도 비슷함 양상을 나타내었다. XRD 분석결과 질소는 스테인리스 박막에 고용된 형태로 존재하는 것으로 분석되었다. 박막의 밀착력은 질소와 산소의 양이 증가할수록 박막의 잔류응력이 높아져 나빠지는 것으로 나타났으며, 박막의 내부식특성을 관찰하기 위해 염수분무시험과 동전위 분극시험을 실시하여 습식 크롬도금과 비교, 분석한 후 발표할 예정이다.

4. 참고문헌

1. G.K. Muralidhar, J. Musil : J. Vac. Sci. Technol., A14 (1996) 2182
2. J. Koskinen, P. Torri, J.P. Hirvonen, A. Mahiout, A. Stanishevsky : Surf. & Coat. Technol. 80 (1996) 57
3. B.A. Shedden, F.N. Kaul, M. Samandi, B. Window : Surf. & Coat. Technol., 97 (1997) 102
4. J.Y.Choi, W.Jin : J. Kor Inst. Met. & Mater., 36 (1998) 356
5. M. Ohring : The mater. sci. of thin films, (1992) 224
6. J.A. Thornton : Z. Metall Kunde,, 75 (1984) 11
7. D.S. Rickerby, S.J. Bell : Surf. Coat. Technol., 39-40 (1989) 315
8. R.F. Bunshh : J. Vac. Sci. Technol., A11 (1974) 633
9. P.J. Kelly, R.D. Arnell : Surf. & Coat. Technol., 86-87 (1989) 425
10. M.P.Ryan, N.J.Laycock : J. The Electrochemical Socierty , 146(1) 91-97 (1999)
11. H.C. Choe, K.H. Kim : J. Kor Inst. Met. & Mater., 35 (1997) 338