

Bias voltage에 따른 TiCrAlSiN 코팅막의 미세구조 분석
Microstructural Characterization of TiCrAlSiN Thin Films Deposited with Various Bias Voltages

이재욱^{1*}, 이정용¹, P. V. Vinh², 김선규³

(1) 한국과학기술원, 신소재공학과

(2) Dept. of Solid State Physics and Electronics, Hanoi National University of Education

(3) 울산대학교, 첨단소재공학부

초 록 : Bias voltage를 달리하여 cathodic arc plasma 방법으로 Si 기판 위에 성장시킨 TiCrAlSiN 코팅막의 미세구조를 투과전자현미경으로 관찰하였다. -200 V에서 0 V로 bias voltage가 변화함에 따라 'nano-multilayered' 구조가 무너지면서 '주상형(columnar)' 구조로 코팅막의 미세구조가 변함을 알 수 있었고, EDS line scan을 통해 multilayer의 화학적 조성 변화를 확인하였다.

상(a), 제한시야회절상(b), 제한시야회절상의 투과빔 부분(c)을 나타낸 것이다. 명시야상에서 보다시피 코팅막은 나노미터 크기의 layer들이 규칙성을 가지고 적층되어 있음을 알 수 있는데 이를 고분해능 이미지로 관찰한 결과 결정립

1. 서 론

고경도 코팅막은 내마모·내구성이 요구되는 절삭공구와 같은 용도에 널리 사용되고 있는데 TiN은 대표적인 고경도 코팅막으로 내식성 및 강도의 향상을 목적으로 Al, Cr, Si과 같은 물질을 첨가하여 기계적 특성을 평가하는 연구가 진행되고 있다. 최근에는 코팅막의 단순한 기계적 특성 평가 뿐만 아니라 코팅막의 기계적 특성은 미세구조와 밀접한 연관성을 가지므로 미세구조에 따른 기계적 특성의 차이를 규명하려는 연구가 추가로 진행되고 있는 실정이다.

본 연구에서는 bias voltage만 달리하여 증착시킨 TiCrAlSiN 코팅막의 미세구조를 투과전자현미경으로 관찰하여 bias voltage에 따른 코팅막의 미세구조 변화 양상을 확인하고 이로부터 미세구조와 기계적 특성과의 상호 연관성을 규명하고자 하였다.

2. 본 론

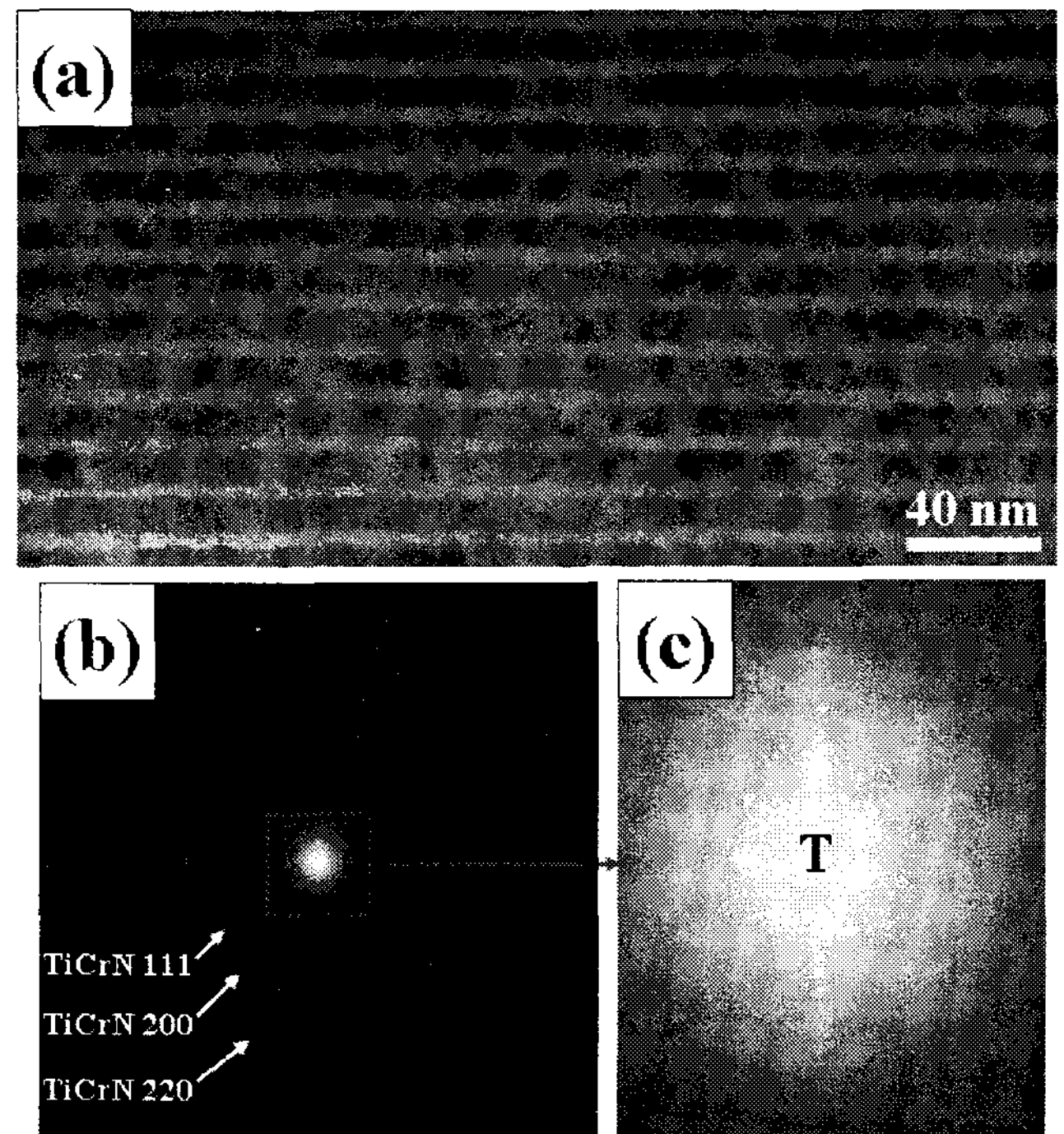
2.1 TiCrAlSiN 코팅막의 성장 및 미세구조 관찰 방법

본 연구에서는 cathodic arc plasma 방법으로 Si 기판 위에 TiCrAlSiN 코팅막을 성장하였다. 질소 압력, 성장 온도와 같은 공정 변수는 동일하게 유지한 채 bias voltage만 -200 V, -150 V, -100V, -50 V, 0 V로 달리한 총 5 종류의 시료를 준비하였다. 그 외의 자세한 성장 조건은 참고문헌 [1]에 기술하였다.

성장된 코팅막의 미세구조 관찰을 위해 단면 투과전자현미경 시편을 제작하였다. 투과전자현미경 관찰은 JEOL사의 JEM2000EX(200 kV), FEI사의 Tecnai G2 F30 S-TWIN(300 kV)를 이용하였으며 코팅막의 화학적 조성 변화 확인을 위해 HAADF detector로 얻은 이미지 상에서 point 및 line scan EDS 분석을 행하였다.

2.2 Bias voltage에 따른 TiCrAlSiN 코팅막의 미세구조 변화 양상 관찰

그림 1은 bias voltage가 -200 V인 TiCrAlSiN의 명시야



layer(명시야상의 검은 부분)와 비정질 상태와 비슷한 그림 1. Bias voltage가 -200 V인 TiCrAlSiN 코팅막의 투과전자현미경 관찰 결과. (a) 명시야상, (b) 제한시야회절상, (c) 제한시야회절상의 투과빔 부분.

layer(명시야상의 밝은 부분)가 'nano-multilayered' 구조를 이루고 있음을 확인하였다. 그리고 제한시야회절상에서 나타나는 ring 패턴을 분석하여 이는 TiCrN 상(phase)임을 확인하였다. 또한 제한시야회절상에서 주목해야 할 점은 바로 투과빔 주위에 초격자(superlattice) 구조에서 관찰되는 'superlattice spots'[2]이 관찰된다는 것인데 이는 교대로 적층되는 한 쌍의 multilayer가 규칙적인 주기성을 가지고 있음을 의미한다.

그림 2는 bias voltage가 0 V인 TiCrAlSiN 코팅막의 투과전자현미경 관찰 결과를 나타낸 것이다. 명시야상에서

보다시피 bias voltage가 -200 V인 코팅막에서 관찰되던 multilayer는 전혀 관찰되지 않고 '주상형' 구조로 코팅막이 성장되어 있음을 알 수 있다. 이러한 미세구조의 변화는 투과빔 주위에 'superlattice spots'이 나타나지 않는 것으로 재확인할 수 있었다. (그림 2. (c) 참고) Bias voltage가 -150 V, -100 V, -50 V인 코팅막을 추가로 관찰한 결과 bias voltage가 -200 V에서 0 V로 변화함에 따라 코팅막의 미세구조가 점차적으로 multilayered 구조에서 주상형 구조로 변화함을 확인하였다.

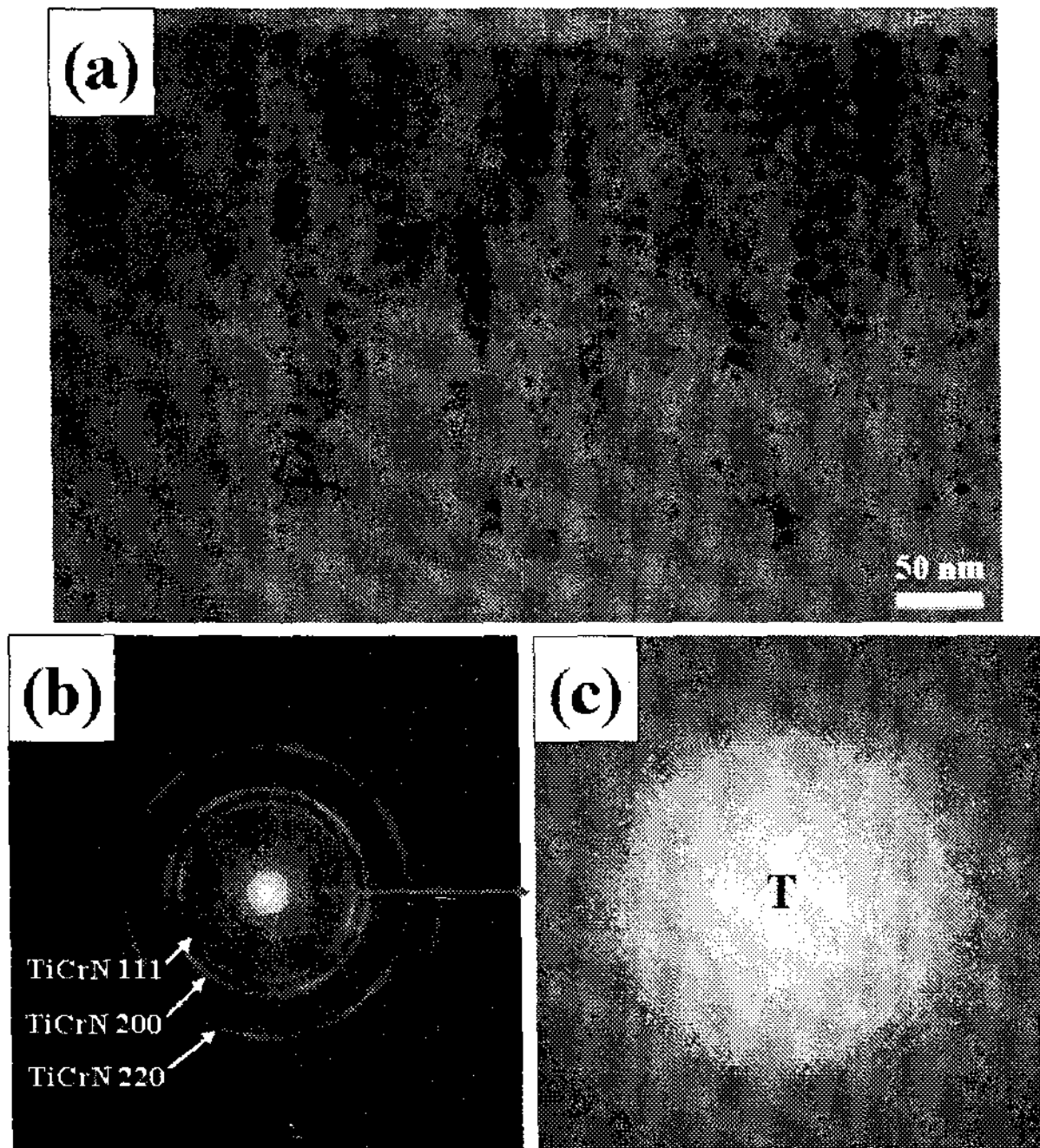


그림 2. Bias voltage가 0 V인 TiCrAlSiN 코팅막의 투과전자현미경 관찰 결과. (a) 명시야상, (b) 제한시야회절상, (c) 제한시야회절상의 투과빔 부분.

2.3 EDS line scan을 통한 nano-multilayer의 화학적 조성 변화 확인

그림 3은 HAADF(high angle annular dark field) detector를 이용하여 얻은 nano-multilayer의 이미지를 나타낸 것이다. 여기서 주의할 점은 그림 1의 명시야상에서 검은 부분으로 나타난 layer가 그림 3에서는 밝은 부분에 해당된다는 사실이다. 그림 3에 삽입된 그림은 EDS line scan 결과를 나타낸 것인데 multilayer를 따라 TiCrAlSiN 코팅막의 화학적 조성이 규칙적으로 변화함을 알 수 있다. 이러한 EDS line scan결과와 제한시야회절상의 ring 패턴 분석, 고분해능 이미지를 종합해 볼 때 TiCrAlSiN 코팅막은 결정립 상태의 TiCrN layer와 비정질 상태와 비슷한 AlSiN layer가 매우 규칙적인 주기성을 가지고 교대로 성장하여 nano-multilayer 구조를 이루고 있음을 확인하였다. 또한 경도 측정 실험을 통해 nano-multilayer 미세구조를 가지는 코팅막의 경도가 주상형 미세구조를 가지는 코팅막의 경도보다 높게 나타남을 확인함으로써 코팅막의 미세구조와 기계적 특성과의 상호 연관성을 규명하였다.

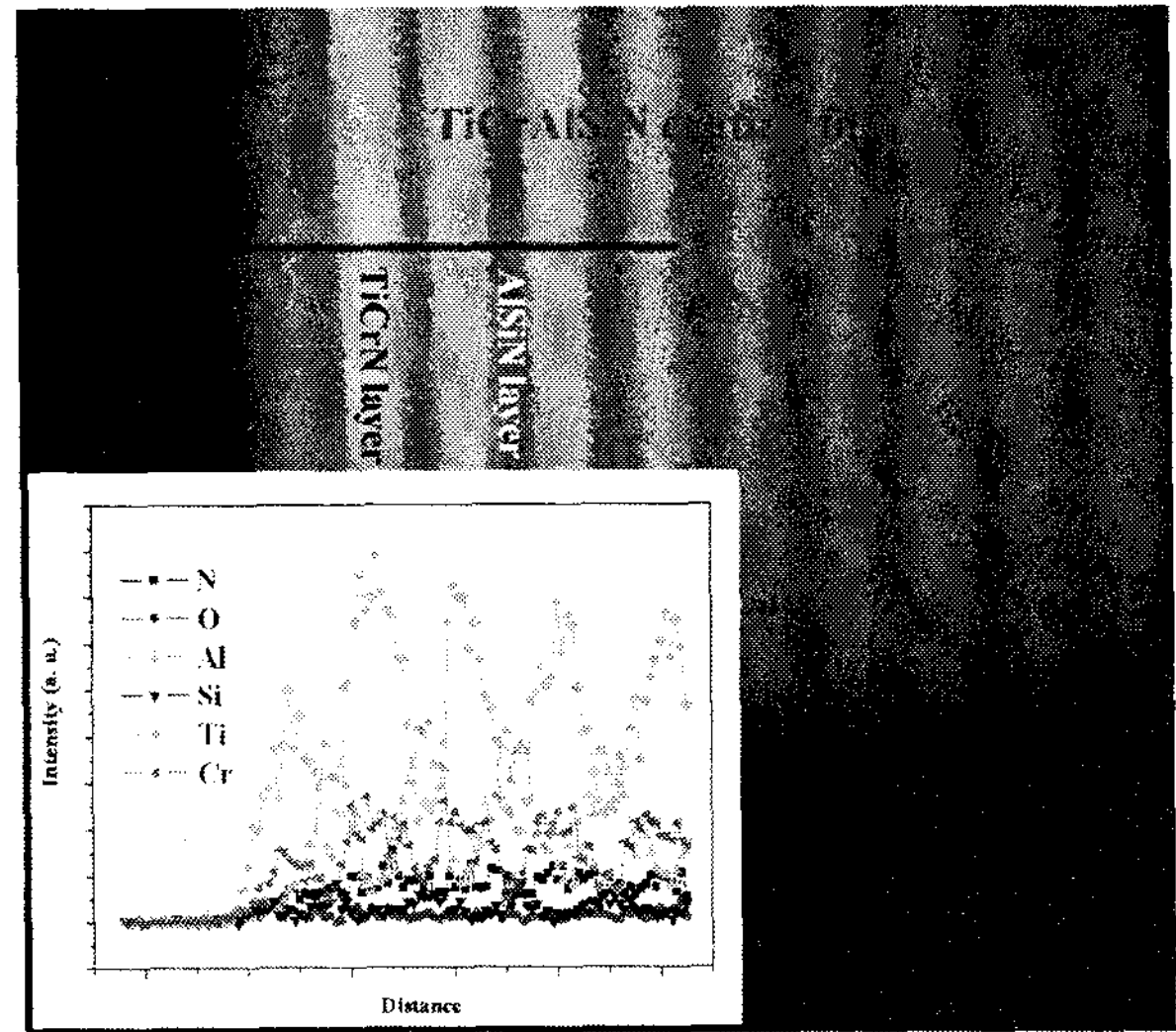


그림 3. Bias voltage가 -200 V인 TiCrAlSiN 코팅막에서 관찰되는 nano-multilayer의 EDS line scan 결과

3. 결 론

Bias voltage를 달리하여 성장시킨 TiCrAlSiN 고경도 코팅막의 미세구조를 투과전자현미경으로 관찰하여 bias voltage에 따른 코팅막의 미세구조 변화 양상을 확인하고 이를 경도 측정 실험 결과와 비교하여 코팅막의 미세구조와 기계적 특성과의 상호 연관성을 확인하였다. 또한 EDS line scan, 제한시야회절상, 고분해능 이미지를 통해 nano-multilayer를 이루는 각 layer의 상(phase)을 규명하였다.

감 사 의 글

본 연구는 과학기술부 및 한국과학재단 우수연구센터사업 (센터번호 : R11-2000-086-0000-0 플라즈마응용표면기술연구센터)지원으로 수행 되었습니다.

참 고 문 헌

- [1] S.K. Kim, P.V. Vinh, J.H. Kim and T. Ngoc, "Deposition of superhard TiAlSiN thin films by cathodic arc plasma deposition", Surf. Coat. Technol., vol. 200, No. 5-6, p. 1391, 2005.
- [2] David B. Williams and C. Barry Carter, "Transmission electron microscopy: a textbook for materials science", Plenum Press, p. 246, 1996.