

마모 상대재 변화에 따른 TiN 극박막의 마찰 및 마모거동

송명훈 · 이재갑 · 김용석
국민대학교 금속재료공학부

Friction and Wear Behavior of Ultra-Thin TiN Film during Sliding Wear against Alumina and Hardened Steel

Myong-Hun Song, Jae Gab Lee and Yong-Suk Kim

School of Metallurgical and Materials Engineering, Kookmin University, Seoul, 136-702

(1999년 7월 29일 받음, 1999년 11월 23일 최종수정본 받음)

초 록 Reactive DC magnetron sputtering 법으로 AISI 304 스테인레스강 기판 위에 TiN 극박막을 50nm~700nm 두께로 증착한 후, 경화된 AISI 52100 강과 알루미나를 마모 상대재로 하여 박막의 미끄럼마모 시험을 상온 대기 중에서 행하고, 마모 상대재에 따른 TiN 극박막의 마찰과 마모 거동을 연구하였다. AISI 52100 강구를 마모 상대재로 한 경우, TiN 박막은 200g 이하의 마모 하중과 0.035m/sec의 낮은 미끄럼 속도 조건에서 500nm 내외의 극박으로도 마찰계수가 0.1 내외로 유지되는 우수한 내마모성을 보였다. 이같이 우수한 내마모성은 AISI 52100 강으로부터 친이된 Fe가 산화되어 TiN 박막 표면에 Fe 산화층을 형성한 때문으로 설명되었다. 그러나, 마모 상대재를 알루미나 볼로 한 경우에는 TiN 박막 위에 산화층이 형성되지 않고, 마모가 거의 되지 않는 알루미나 볼과 박막층 사이에 국부적 응력집중 등이 발생하여 시험된 전 조건 하에서 박막층의 박리 현상이 관찰되었고 높은 마찰계수가 측정되었다. 또한 기판의 평균 표면조도, Ra가 박막의 두께와 유사할 때 마찰계수가 급격히 상승하는 현상이 관찰되었다.

Abstract Ultra thin TiN films (50~700nm thickness) were deposited on AISI 304 stainless steel substrates using a reactive DC magnetron sputtering deposition process to investigate their wear and friction properties. Dry sliding wear tests of the films were carried out against hardened steel and alumina counterparts using a pin-on-disk type wear tester at room temperature. Variation of friction coefficient was measured as a function of film thickness, load, sliding speed and roughness of the substrate. Worn surfaces of the film were examined by a scanning electron microscope. Wear resistance of the TiN film increased with the increase of the film thickness. The TiN film showed relatively high wear resistance in spite of its ultra thin thickness when it is mated by the steel counterpart, while it showed poor wear resistance with the alumina counterpart. The good wear resistance with the steel counterpart was explained by the formation of oxide layers on the film surface and sound interface character between the ultra thin film and the substrate.

Key words : wear, thin films, sliding wear, nitrides, TiN, PVD

1. 서 론

진공 박막 제조 공정기술의 발달과 더불어, TiN, TiC, 그리고 Ti를 포함한 삼원계 (Ti(Al)N 등) 박막 등이 여러 용도를 위하여 개발되어 왔다. 이 가운데서 TiN 박막은 높은 경도와 용접 그리고 우수한 내마모성 및 내식성으로 인하여 현재 가장 널리 상용화되어 있다. TiN 박막은 현재까지 주로 모재 위에 증착되어 모재의 마모를 막는 내마모 박막으로 연구되어져 왔으나, 최근에는 반도체 집적회로에서의 확산 방지막, 태양전지에서의 접촉층(contact layer) 등으로 그 이용범위가 점차 확대되고 있다.^{1~10)} TiN 박막은 Ti과 N가 복합적으로 결합된 조성비로 구성되어 있는데, 박막 제조 시의 침투각(sputter angle)에 따라 TiN의 화학조성이 주로 변화하며 반응기 내에서 사용되는 스퍼터

이온의 종류(Ar⁺, Xe⁺ 등)에 따라서는 크게 변화하지 않는 것으로 보고되어 있다.¹⁾ TiN 박막의 성질은 박막 내의 결합, 박막의 결정 방위 그리고 혼합상의 유무 및 박막의 두께 등에 따라 크게 달라지는 것으로 알려져 있으며,^{11,12)} 다양한 공정 변수에 따라 크게 변화하는 TiN 박막과 기판과의 접착력은 TiN 박막의 마모특성 및 기계적 성질에 큰 영향을 미친다. TiN 박막의 두께와 접착력은 큰 관련이 없는 것으로 알려져 있고¹³⁾, 박막의 접착력이 기판의 표면 거칠기의 변화와 무관한 연구결과가 보고되어 있다.^{8,13)}

TiN 박막의 두께가 마모에 미치는 영향에 관하여는 윤활, 비윤활 조건 하에서 여러 연구가 행하여 졌으나 그 연구결과가 일치하지 않고, 두께에 따라 마모기구가 달라지는 것으로 보고되어 있다.^{14,15)} 분위기에 따른 TiN 박막의 마모 거동에 대하여는 많은 결과가 보고되어 있지 않으나, 상

대습도를 달리하며 TiN 박막의 마모시험을 행한 결과, 상대습도 변화에 따라 TiN 박막의 마찰계수는 거의 변하지 않음이 알려져 있다.¹⁶⁾ 또한 미끄럼마모 속도와 마모 상대재에 따라 TiN 박막의 마모면에 형성되는 마모 부스러기(wear debris)의 화학조성이 크게 변화하는 연구결과도 발표되어 있어^{17, 18)}, 마모 상대재를 포함하는 미끄럼마모 조건이 TiN 박막의 마찰과 마모 특성에 큰 영향을 미치고 있음을 보여준다. Yoon 등은 아크 이온플레이팅법으로 고속도강 위에 μm 단위로 TiN 박막을 증착하고, 운할 조건 하에서 마모 상대재를 달리하며 TiN 박막의 마찰 마모 거동을 연구 보고하였다.¹⁵⁾ 마모 상대재가 알루미늄인 경우, 코팅층의 마모가 연삭기구에 의해 점진적으로 진행되다가 기지재가 노출되며 마모속도가 급격히 증가하였고, 코팅층의 마모 중에는 매우 낮은 마찰계수(0.1)가 측정됨을 보고하였다. 그러나 AISI 52100 강구를 마모 상대재로 한 경우에는 장시간 동안 박막의 마모가 전혀 발생하지 않다가 특정한 임계 마모거리 이후 마찰계수가 급격히 상승함을 관찰하였다. Yoon 등은 마찰계수의 급격한 상승을 박막의 박리(delamination)에 따른 현상으로 보았으며, 박리 발생에 소요되는 시간은 코팅 두께에 따라 증가하다가 일정 두께($\approx 2\mu\text{m}$) 이상에서는 다시 감소한다고 보고하였다.

본 연구는 reactive DC magnetron sputtering 방식에 의하여 증착된 50~700nm 두께의 극박 TiN 막의 마찰과 마모 특성을 분석코자 하는 목적으로 수행되었다. 종래의 μm 두께 단위의 박막보다 매우 얇은 nm 단위 두께의 TiN 극박을, 낮은 작업온도와 (200°C 내외) 빠른 증착 속도 그리고 좋은 접착 특성을 나타내는 reactive DC magnetron sputtering 공정으로 AISI 304 스테인레스 강 위에 증착시키고, 극박막의 전식 미끄럼 마찰 및 마모특성을 평가하여 극박막의 실용화 가능성을 검토하였다. 마모 시험은 박막의 두께, 미끄럼 속도, 마모 하중 그리고 기관의 거칠기를 변수로 수행하였다. 마모 상대재로는 열처리된 경화된 AISI 52100 합금강과 알루미늄 두 종류를 사용하였는데, 종류가 다른 마모 상대재가 TiN 극박의 마찰 및 마모 특성에 미치는 영향의 분석에 특별히 중점을 두었다.

2. 실험방법

TiN 박막의 증착에는 reactive DC magnetron sputtering 공정을 이용하였다. 코팅용 타겟으로 순도 99.99%의 순 티타늄판을 사용하였고, 진공 챔버의 초기 진공도를 2×10^{-6} torr로 유지시킨 후 Ar 가스를 채워 넣고, 질소의 유동량을 5sccm으로 일정하게 고정시킨 조건으로 증착 작업을 진행하였다. 증착 중 작업압력은 2×10^{-3} torr로, 온도는 200°C 로 유지하였고, 타겟과 기관 간의 거리는 4cm로 일정하게 하였다.

TiN 박막 증착용 기관으로는 AISI 304 스테인레스강 디스크를 사용하였다. 가공에 의해 축적된 에너지가 충분히 제거된 AISI 304 스테인레스강은 박막 증착 중에 그 경도가 크게 변화하지 않는 것으로 알려져 있으므로, AISI 304 스테인레스강을 기관 소재로 선택하였다. AISI 304 스테

인레스강 봉재로부터 7mm 두께의 디스크를 가공하고, 디스크 표면을 $0.05\mu\text{m}$ 알루미늄 입자 부유액 단계까지 미세 연마하였다. 이후, 10~15분 간 초음파 세척을 한 후 TiN 박막을 증착시켰다. 박막의 마모특성에는 기관의 경도와 함께 기관의 표면 거칠기도 영향을 미치는 것으로 알려져 있으므로¹⁹⁾, AISI 304 스테인레스강 디스크의 마무리 연마를 1500번 연마지, $0.3\mu\text{m}$ 와 $0.05\mu\text{m}$ 알루미늄 입자 부유액으로 각각 달리하여 기관 표면의 거칠기에 변화를 준 후, TiN 박막을 500nm의 일정한 두께로 증착하고 마모시험을 행하여, 기관의 표면 거칠기가 TiN 극박막의 마모특성에 미치는 영향을 연구하였다. α -step을 이용하여, 1500번 연마지, $0.3\mu\text{m}$ 와 $0.05\mu\text{m}$ 알루미늄 입자 부유액으로 연마된 기관의 표면 거칠기를 측정된 결과, 각각 $15\mu\text{m}$, $0.6\mu\text{m}$, 그리고 $0.1\mu\text{m}$ 의 평균조도가 측정되었다.

미끄럼마모 시험은 pin-on-disk 형식의 마모시험기를 사용하여 상온, 대기 중에서 행하였는데, 마모 시험 중에 변화하는 마찰계수를 마모 거리의 함수로 측정하였다. TiN 박막에 대한 마모 상대재로는 열처리되어 경화된 AISI 52100 강구 (경도: Hv 859, 직경: 6.35mm)와 알루미늄 볼 (경도: Hv 1950, 직경: 5mm) 두 종류를 사용하였다. 일정한 하중 하에서 박막의 두께에 따른 마모 거동의 차이를 살펴보고, 미끄럼 속도를 0.035m/sec, 0.07m/sec, 그리고 0.1m/sec로 변화시키며 미끄럼속도 변화에 따른 마모 거동의 차이를 관찰하였다. 또한 코팅 두께를 700nm로 그리고 미끄럼 속도를 0.07m/sec로 일정하게 한 조건에서 하중을 0.5N~10N으로 변화시키며 마모시험 하여, 하중에 따른 마모거동을 비교 평가하였다. 모든 마모 시험의 마모 트랙 반경은 5mm로 일정하게 하였다.

마모된 TiN 박막의 마모면을 SEM으로 관찰하고 그 마모 기구를 연구하였다. 미끄럼 마모 시 측정된 마찰계수의 변화와 마모 면의 변화 거동을 직접적으로 연계시키기 위하여, 마모 시험 직후에 마모면을 일차적으로 관찰하였고, 마모 부스러기 등을 세척한 후 재차 마모 트랙을 SEM으로 관찰하였고 EDS 분석을 행하였다.

3. 결과 및 고찰

박막 두께의 영향

200g의 마모 하중, 0.035m/sec의 미끄럼 속도 조건 하에서 행해진 50nm~700nm 두께 TiN 극박막의 미끄럼마모 시험 결과를 마모 거리에 따른 마찰계수의 변화로 그림 1에 나타내었다. 그림 1은 AISI 52100 강과 알루미늄 두 마모 상대재에 대한 TiN 박막의 마모 결과를 함께 보인다. 일차적으로 마모 상대재의 영향을 보면, 마모 상대재가 알루미늄인 경우 마찰계수의 크기가 강구를 마모 상대재로 한 경우에 비해 크고, 마모 거리에 따라 마찰계수가 좀 더 큰 폭으로 변화하고 있음을 볼 수 있다. 박막 두께의 영향으로, 그림 1은 마모 상대재의 종류와 관계없이 TiN 박막의 두께가 증가하면 마찰계수가 낮아지고 있음을 보인다. 박막의 두께가 200nm 이상이 되면 강구를 상대재로 한 경우에는 0.63m의 마모거리까지 마찰계수가 약 0.1의 값으로 거

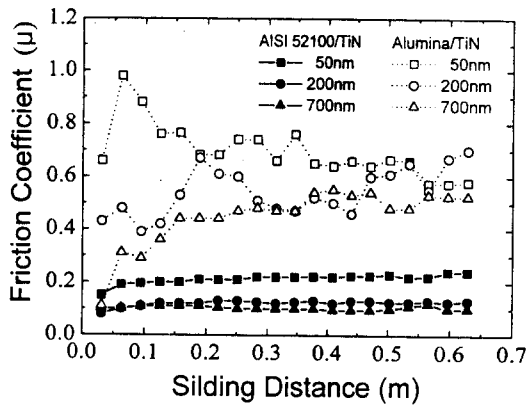


Fig. 1. Variation of the friction coefficient (μ) of TiN films with various thicknesses as a function of sliding distance. Sliding wear test of the films was performed with two different mating materials of hardened AISI 52100 steel and alumina at the load of 200g and sliding speed of 0.035m/sec.

의 일정하게 유지되고 있으나, 알루미나 볼을 상대재로 한 경우에는 박막의 두께와 크게 관계없이 마모 초기부터 마찰 계수의 변화 진폭이 크고, 약 0.2m의 마모거리 이후에는 마찰계수가 대략 0.5~0.7 범위 내에서 일정하게 유지되고 있음을 볼 수 있다. 그림 1에서 관찰되는 또 다른 특이한 점은 알루미나 볼을 마모 상대재로 한 경우 마모 시험이 시작된 직후의 마찰계수의 변화가 강구를 상대재로 한 경우에 비해 큰 점이다. TiN 박막의 두께에 따라 박막 두께가 얇은

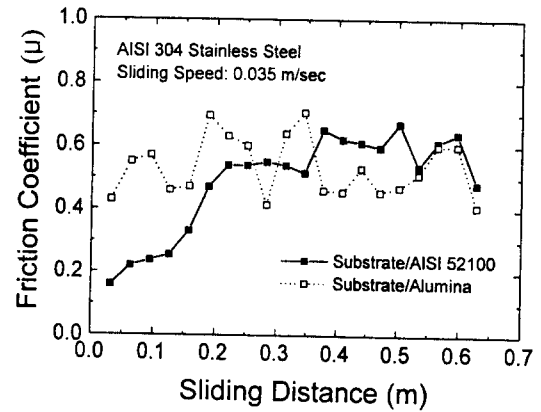


Fig. 2. Variation of the friction coefficient (μ) of AISI 304 stainless steel substrate as a function of sliding distance. Test was carried out with two different mating materials of hardened AISI 52100 steel and alumina at the load of 200g and sliding speed of 0.035m/sec.

경우에는 마찰계수가 초기에 높은 값을 보이다 점차 낮아지고, 박막 두께가 두꺼운 경우에는 초기의 낮은 값으로부터 점차 증가하고 있다. 그리고 박막의 두께가 두꺼워짐에 따라 0.5~0.7 범위의 일정한 마찰계수에 도달하는 마모거리가 증가함을 볼 수 있다.

TiN 박막이 증착되지 않은 AISI 304 스테인레스 기판과 AISI 52100 강구 그리고 알루미나 볼 간의 마모 시험을 200g 마모 하중 하에서 0.035m/sec의 미끄럼 속도로

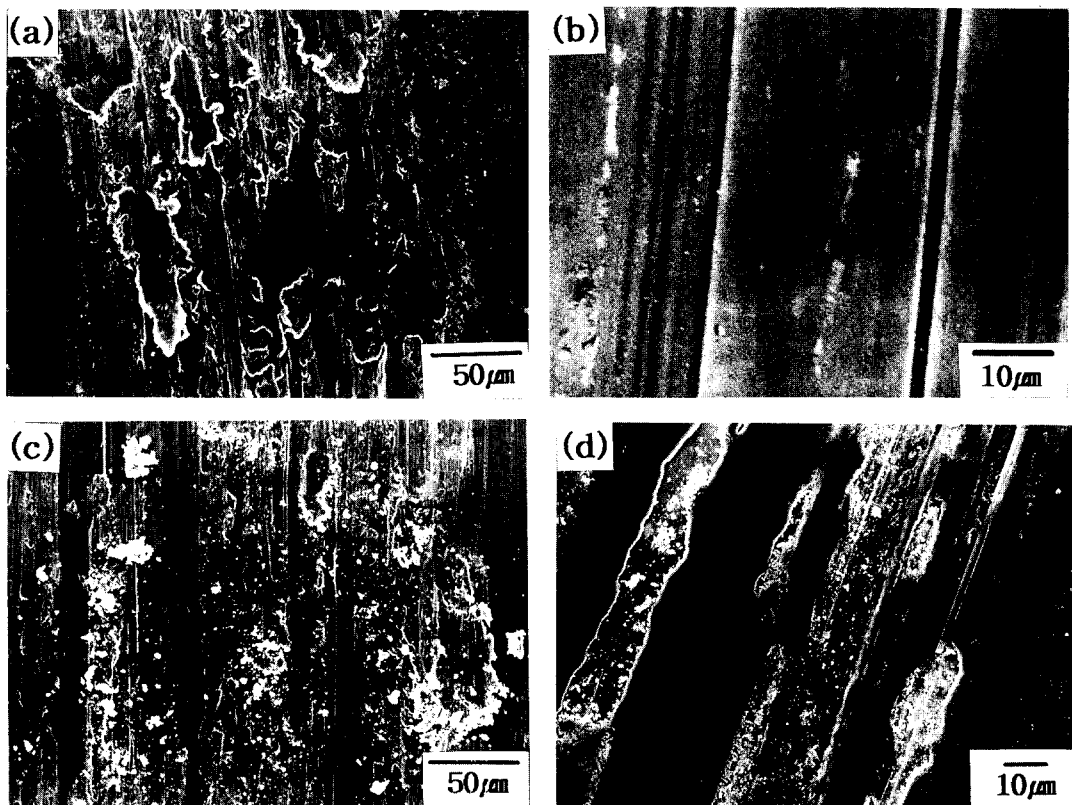


Fig. 3. SEM micrographs of worn surfaces of TiN thin film after the sliding distance of 0.63m. The sliding speed and the applied load were 0.035m/sec and 200g, respectively: (a) film thickness=50nm, counterpart= AISI 52100 steel; (b) film thickness=700nm, counterpart= AISI 52100 steel; (c) film thickness=50nm, counterpart= alumina; (d) film thickness=700nm, counterpart= alumina.

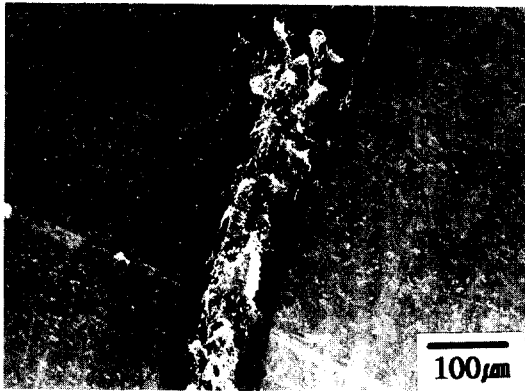


Fig. 4. SEM micrograph of the worn surface of TiN film with the thickness of 700nm after 10m sliding distance. The film was tested with AISI 52100 steel counterpart at the load of 200g. Iron oxide layers are found on the film surface.

행하고 그 결과를 그림 2에 도시하였다. 그림 2는 TiN 박막이 증착 안된 스테인레스 기관의 마찰계수가 마모 상대재가 알루미늄이나 볼인 경우에는 거의 초기부터 그리고 스테인레스 강구가 상대재인 경우에는 약 0.2m의 마모거리 이후 0.55 내외의 값으로 거의 일정해짐을 보인다. 그림 2의 결과는 그림 1에서 관찰된 알루미늄이나 볼을 상대재로 시험된 TiN 박막의 마찰계수가 0.2m 마모거리 이후 0.5~0.7 값을 일정하게 보인 것은 TiN 박막이 파손되고 기관과 알루미늄 볼 간의 직접적인 마찰의 결과임을 보인다. 그러나, AISI 52100 강구를 상대재로 한 경우에는 TiN 박막의 마찰계수가 박막의 두께가 50nm인 경우에도 그림 1에서 0.2 정도로 유지되어 기관과 강구 간의 직접적인 접촉은 이루어지지 않았음을 시사한다.

그림 3은 그림 1에 마찰계수의 변화를 보인 시편들의 0.63m 마모 거리 후의 마모면 SEM 사진들을 보인다. AISI 52100 강구를 마모 상대재로 마모 시험한 경우, 두께가 50nm인 TiN 박막에서는 소규모로 박막의 박리가 발생하고 있으나 (그림 3 (a)), 700nm 두께 박막의 마모면에서는 (그림 3 (b)) 박막의 박리는 전혀 관찰되지 않고 미끄럼 방향으로 길게 형성된 미소패임(microgrooving) 또는 미소갈림(microploing) 흔적이 보여지고 있다. 그림 3 (c)와 (d)는 알루미늄 볼로 마모시험된 50nm와 700nm 두께의 TiN 박막 마모면을 각각 나타내고 있는데, 두 경우 모두 TiN 박막층의 박리가 심하게 발생한 것을 보인다. 그림 3과 그림 1을 비교하면, 마찰계수의 크기 증가는 TiN 박막층의 박리 정도와 직접적으로 비례하고 있음을 알 수 있다.

AISI 52100 강구를 마모상대재로 한 경우, TiN 박막의 두께가 일정 크기 이상이 되면 마찰계수는 마모거리에 따라 큰 변화를 보이지 않고 거의 일정해짐을 앞에서 보였다. 실제로 700nm 두께의 TiN 박막의 마모시험을 10m의 긴 마모거리까지 마모 시험을 한 경우에도 마찰계수는 0.1~0.15의 낮은 값을 일정하게 유지하였다. 그림 4는 AISI 52100 강구를 마모상대재로 10m 거리까지 마모시험된

700nm 두께 TiN 박막의 마모면을 보여준다. EDS 분석 결과 TiN 박막 표면에서 관찰되는 부차물은 철산화물(iron oxide)로 확인되었고, 이 산화물은 AISI 52100 강구로부터 박막 표면으로 천이된 철이 마모 중에 산화되어 형성된 것으로 분석되어졌다. 강구와의 마모 시 관찰된 일정하고 낮은 박막의 마찰계수는 이와 같은 철산화층의 영향으로 이해되었다. 천이된 Fe에 의한 이 같은 철산화층은 500nm와 200nm 두께의 박막층 표면에서도 관찰되었으나 그 면적은 박막층의 두께 감소와 더불어 함께 감소하는 것으로 확인되었다. 100nm 두께 이하의 박막에서는 철산화물이 관찰되지 않았고, 이 시편에서는 마모 거리의 증가에 따라 마찰계수가 증가하는 것이 관찰되어, 철산화층이 박막 마찰계수의 상승을 억제하는 것이 재차 확인되었다.

미끄럼 속도와 하중의 영향

미끄럼 속도가 TiN 극박막의 마찰 및 마모 거동에 미치는 영향을 살펴보기 위하여 두께 500nm 박막의 마모 시험을 200g의 하중 하에서 미끄럼 속도를 0.035m/sec, 0.07m/sec 그리고 0.1m/sec로 달리하며 행하고, 그 결과를 그림 5에 나타내었다. 마모 상대재를 AISI 52100 강구로 한 경우에는 미끄럼속도의 증가와 함께 TiN 박막의 마찰계수가 증가하고 있으며 마모 거리에 따른 마찰계수 크기의 변화 폭도 더 커지고 있다. 그러나, 알루미늄 볼과 마찰되는 경우에는 초기의 짧은 천이 구간을 지난 후 마찰계수가 미끄럼속도와 관계없이 0.5~0.6의 값으로 일정해지며, 미끄럼속도 변화에 대한 마찰계수의 크기와 크기 변화 폭이 강구를 상대재로 한 경우에 비해 상대적으로 작다. AISI 52100 강구를 상대재로 한 경우에도 0.1m/sec의 미끄럼속도 하에서는 0.2m의 마모 거리 후에 0.6 내외의 높은 마찰계수가 측정되고 있다.

그림 6에 AISI 52100 강구를 상대재로, 미끄럼속도를 달리하며 0.63m의 마모거리까지 200g 하중 하에서 마모된, 500nm 두께 TiN 박막의 마모면 SEM 사진들을 비교하여 보였다. 미끄럼 속도 0.035m/sec로 마모된 마모면 대부분에서는 미소패임(microgrooving)과 미소갈림(microploing) 흔적이 관찰되고, 소량의 철산화물과 극히 미세

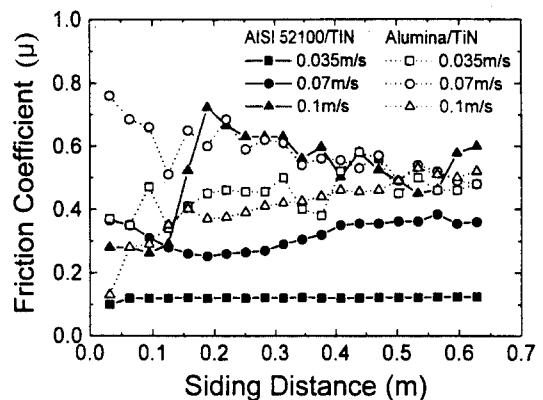


Fig. 5. Variation of the friction coefficient (μ) of TiN films with 500nm thickness as a function of sliding distance. The films were tested with two different counterparts at the load of 200g under different sliding speed conditions.

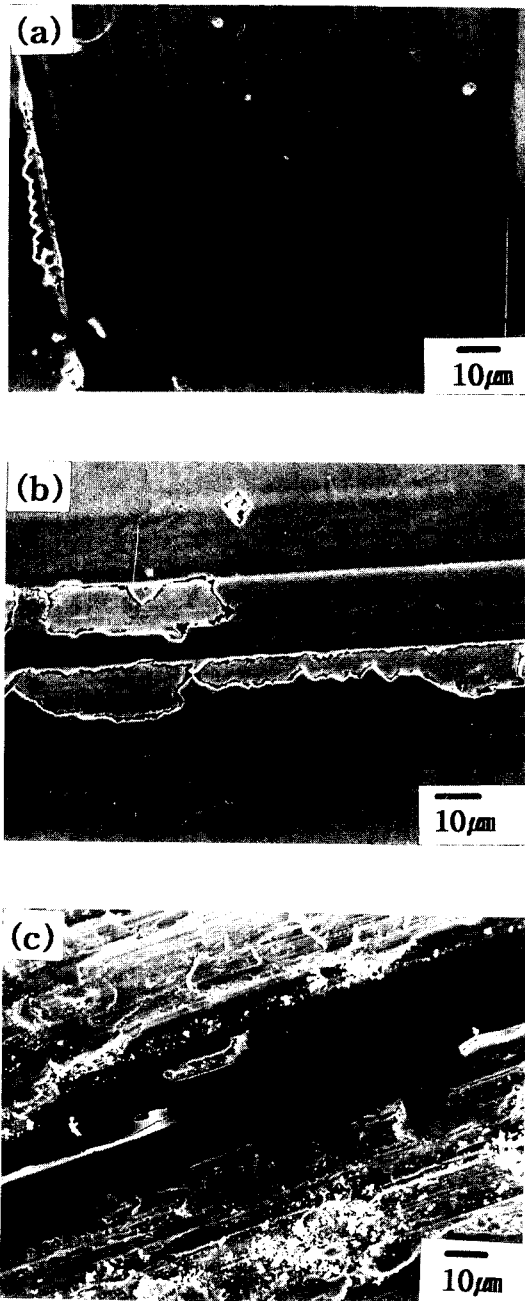


Fig. 6. SEM micrographs of worn surfaces of TiN films with 500nm thickness after the sliding distance of 0.63m. The films were tested with AISI 52100 counterpart at the load of 200g and at different sliding speeds of (a) 0.035m/sec, (b) 0.07m/sec and (c) 0.1m/sec.

한된 영역에서 박막층이 박리된 것이 보인다 (그림 6 (a)). 그림 6 (b)는 미끄럼 속도가 0.07m/sec로 증가할 때 부분적으로 박막의 박리가 발생하고 있음을 보여주며, 이 같은 박막층의 박리는 미끄럼속도가 증가하면서 가속화 되어, 0.1m/sec의 고속으로 마모된 마모면에서는 박막이 심하게 손상되고 스테인레스 기관의 마모가 동시에 진행된 양상이 관찰된다 (그림 6 (c)). 알루미나 볼을 상대재로 시험된 마모면에서는 미끄럼 속도의 크기와 관계 없이 시험된 세 미끄럼속도 모두에서 그림 6 (c)와 유사한 마모면이 관찰되었다. 이 같은 SEM 관찰결과는 미끄럼 속도가 증가

할수록 TiN 박막층의 박리가 촉진되고 TiN 박막층의 박리와 함께 마찰계수가 증가하였음을 보인다. TiN 박막보다 더 경한 알루미나 볼을 상대재로 한 경우에는 시험된 세 미끄럼속도 모두에서 박막층이 손상되고 마찰계수가 증가하는 현상이 관찰되었는데, 이 같은 결과는 앞 절의 박막의 두께에 따른 마모거동 결과와 일치한다. 미끄럼 속도의 변화에 따라 마모 거동의 차이가 크게 관찰된 AISI 52100 강구와 TiN 박막 간의 마찰의 경우, 500nm 두께 이상에서는 0.07m/sec의 미끄럼 속도까지 박막층의 박리가 관찰되지 않았고, 긴 마모거리까지 마찰계수가 낮게 유지되었다. 이 같은 거동은 앞 절의 두께의 영향에서 고찰된 바와 같이, AISI 52100 강구의 경도가 TiN 박막보다 낮은 때문으로, 강구로부터 박막층 표면으로 천이된 철이 산화되어 형성된 철산화층이 박막층의 마모속도를 낮추고 박리를 막은 결과로 해석된다.

TiN 극박막의 마모거동에 하중 변화가 미치는 영향을 밝히기 위하여 박막의 두께를 700nm로 일정하게 증착한 후, 미끄럼 속도를 0.07m/s로 일정하게 유지하며, 하중을 50, 100, 500, 700, 1000g으로 변화시키며 실험을 행하였다. 마모 상대재를 AISI 52100 강구로 한 경우에는 100g 이하의 하중 하에서는 50m 이상의 마모 거리까지도 박막의 박리 현상이 관찰되지 않았고 부분적인 미소패임 현상만이 관찰되었다. 그러나 하중이 증가함에 따라 TiN 박막 층의 박리가 발생하였고, 하중 증가량과 박막층의 박리가 시작되는 마모 거리는 서로 반비례하였다. 500g의 하중 하에서는 마모 초기부터 박막 층의 파괴가 관찰되었다. 마모 상대재를 알루미나 볼로 행한 마모시험에서는 경도가 높은 알루미나 볼의 마모가 거의 발생하지 않음에 따라, 볼과 박막층 사이에 극부적 응력집중 등이 있게 되어 50g의 낮은 하중 하에서도 비교적 짧은 마모 거리에서부터 박막층의 박리와 마찰계수의 상승이 관찰되었다. 이상의 결과는 TiN 박막은 그 두께가 통상적인 수 μm 내외의 두께보다 아주 작은 극박 일지라도 마모상대재가 TiN 보다 경도가 낮은 AISI 52100 강구인 경우에는 특정 조건 하에서 박막층의 손상이 없이 긴 마모 거리까지도 낮은 마찰계수를 보이는 우수한

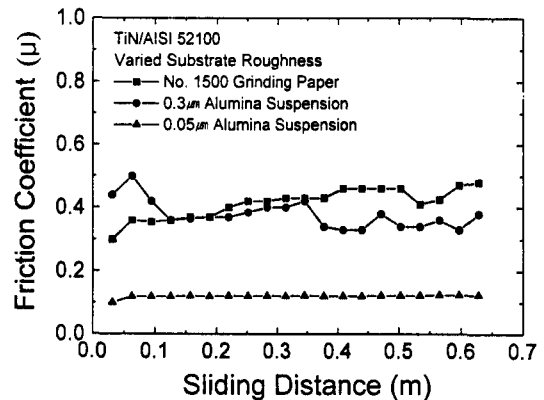


Fig. 7. Variation of the friction coefficient (μ) of TiN films with 500nm thickness as a function of sliding distance. The films were deposited on substrates with different surface finishes (roughness) and tested with the AISI 52100 steel counterpart at the load of 200g and the sliding speed of 0.035m/sec.

내마모 특성을 지닐 수 있음을 보인다. 이와 같은 특성은 TiN 극박막과 스테인레스 기판 간의 접촉력 또는 강구와의 마모 시 스테인레스 기판의 변형이 알루미늄 불과의 마모 시에 비해 더 작은 점 등이 모두 영향을 미친 결과로 생각되나 이에 관하여는 좀 더 연구가 되어져야 할 것으로 생각된다.

AISI 52100 강구를 마모 상대재로 한 TiN 박막의 미끄럼 마모는 마모 거리의 증가에 따라, 박막층의 파괴 또는 박리 없이 박막에 미소패임 (microgrooving) 과 미소갈림 (microplowing) 이 발생하는 단계, 박막층의 파괴 또는 기판으로부터의 박리가 부분적으로 발생하며 기판과 마모 상대재의 접촉이 시작되는 단계, 그리고 박막 손상이 넓은 범위로 진행되며 상대재와 기판이 전체적으로 직접 접촉하며

마모가 발생하는 세 단계로 정리될 수 있다. 마모 상대재를 AISI 52100 강구로 한 경우와 알루미늄 불로 한 경우에서의 두드러진 TiN 박막의 마모 거동의 차이는 AISI 52100 강구와의 마모 시에는 마모 하중과 마모속도 그리고 박막 두께의 넓은 조건에서 박막층의 파괴나 박리가 없는, 마찰 계수가 낮은 구간이 관찰되는 점이다. 알루미늄 불과의 미끄럼 마모 시에는 시험된 전 조건 하에서 TiN 극박막 층에 미소패임 (microgrooving) 과 미소갈림 (microplowing) 이 발생하는 단계가 생략되고, 박막층의 파괴 또는 기판으로부터의 박리가 마모 시험 초기부터 시작되어 상대재와 기판이 전체적으로 직접 접촉하는 단계가 짧은 마모 거리 후에 도달되었다. 이에 따라 알루미늄 불을 상대재로 한 시험에서

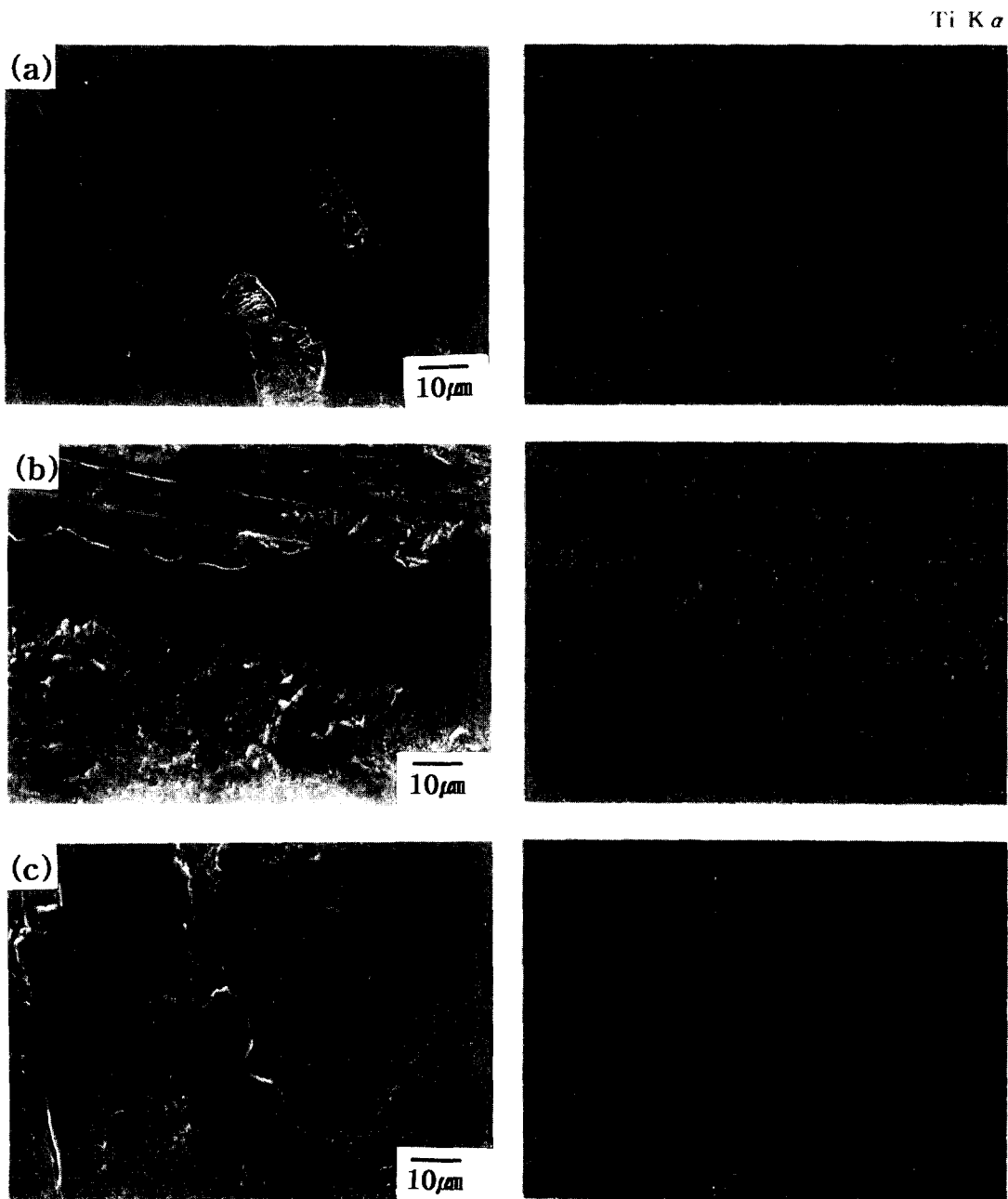


Fig. 8. SEM micrographs and EDS element mapping of a Ti of the worn surfaces of TiN films after sliding distance of 0.63m. The AISI 304 stainless steel substrates had varied surface roughness by different surface finishes of (a) polished by 0.05µm alumina suspension; (b) polished by 0.3µm alumina suspension; (c) grinded by #1500 grinding paper.

는 시험된 모든 미끄럼 속도와 두께, 그리고 하중 조건에서 마찰계수의 차이가 관찰되지 않았다.

기판 거칠기의 영향

기판의 거칠기 변화가 TiN 극박막의 미끄럼 마모 거동에 미치는 영향을 규명하기 위하여, AISI 304 스테인리스 기판의 표면 마무리 가공을 달리한 후 TiN 박막을 500nm 두께로 증착하고, 동일 조건 하에서 마모 시험을 행한 후 표면 거칠기의 차이와 마찰계수의 변화 간의 관계를 살펴보았다. 그림 7은 AISI 52100 강구를 마모 상대재로 한 거칠기의 차이가 있는 TiN 박막의 초기 마찰계수의 변화를 보여주고 있다. 마모 시험은 마모 하중 200g, 미끄럼 속도 0.035m/s 하에서 0.63m의 마모 거리까지 행해졌다. 그림은 0.05 μ m 알루미늄 입자 부유액으로 최종 연마된 기판 위에 증착된 TiN 박막은 매우 낮은 마찰계수를 시험된 마모 거리 전 구간에서 일정하게 유지하고 있음을 보인다. 그러나, 0.3 μ m 알루미늄 입자 부유액과 1500번 연마지로 최종 연마된 기판위의 박막은 초기 마모 거리에서부터 높은 마찰계수를 보인다. 0.3 μ m 부유액으로 마무리 가공된 기판의 평균 표면 조도 (Ra)는 대략 0.6 μ m로 측정되었는데, 이 값은 증착된 박막의 두께 500nm와 비교적 유사한 수치이다. 이 같은 결과는 기판의 평균 표면 조도 (Ra)가 코팅층의 두께와 같아질 때 코팅층의 마모속도가 급격히 증가한다는 기 발표된 연구 결과¹⁷⁾와 일치하고 있다. 1500번 연마지로 마무리 연마된 기판 상의 TiN 박막과 0.3 μ m 부유액으로 마무리 연마된 기판 상의 TiN 박막은 표면 조도의 차이가 큼에도 불구하고, 크게 차이가 나지 않는 초기 마찰계수의 변화를 보이고 있는데, 일단 박막의 박리가 시작되면 마찰계수는 거의 일정해짐을 나타낸다. 알루미늄 볼을 마모 상대재로 한 경우에는 기판의 표면 거칠기에 따른 TiN 박막의 초기 마찰계수 변화가 강구를 상대재로 한 경우에 비해 분명하게 관찰되지 않았다. 그림 8은 그림 7의 마찰계수의 변화를 보인 시편 마모면의 SEM 관찰 결과와 EDS 분석 결과를 보인다. 그림 8의 SEM 사진과 EDS 분석 결과는 기판의 표면 거칠기가 증가할수록 박막의 박리가 더 촉진되었음을 잘 보여준다. 이같은 결과는 미끄럼 마모의 경우도 마찰 마모에서와 같이 초기 마모나 박리의 시발점이 박막 표면의 돌출부가 되므로, 기판의 초기 표면거칠기가 증가함에 따라 마찰계수와 마모량이 증가한 것으로 해석된다.

4. 결 론

Reactive magnetron sputtering 법으로 AISI 304 스테인레스강 기판 위에 TiN 극박막을 50nm~700nm 두께로 증착하고, 마모 상대재와 박막 두께 그리고 미끄럼 마모 속도를 변수로 마모 시험을 행하고 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) TiN 극박막은 AISI 52100 강구를 마모 상대재로 한 경우, 200g 이하의 마모 하중과 0.035m/sec의 낮은 미끄럼 속도 조건에서 500nm 내외의 극박으로도 마찰계수가 0.1 내외로 유지되는 우수한 내마모성을 보였다.

2) AISI 52100 강구와의 마모 시 관찰된 우수한 내마모성은 미끄럼 마모 초기 단계에서 AISI 52100 강구로부터 Fe가 TiN 박막 표면으로 천이되고 이들이 산화되어 TiN

박막 표면에 산화층을 형성한 때문으로 설명되었다.

3) 알루미늄 볼을 마모 상대재로 한 경우에는 TiN 박막 위에 산화층이 형성되지 않고, 알루미늄 볼의 마모가 거의 발생하지 않음에 따라 볼과 박막층 사이에 국부적 응력집중 등이 발생하여 시험된 전 조건 하에서 박막층의 박리 현상이 관찰되었고 높은 마찰계수가 측정되었다.

4) 기판의 평균 표면조도, Ra가 박막의 두께와 유사한 크기가 되었을 때 마찰계수가 급격히 상승하는 현상이 관찰되었다.

참 고 문 헌

1. W. Pamler, M. Huttinger and W. Bensch, *Thin Solid Films*, **174**, 143 (1989).
2. F. Arezzo, P. Gimondo, M. Hashimoto, N. Ono, and T. Takahashi, *Thin Solid Films*, **290-291**, 226 (1996).
3. Y. Y. Gun, J. F. Lin and C. F. Ai, *Wear*, **194**, 12 (1996).
4. F. S. Shieu, Y. C. Sung, L. H. Cheng, J. H. Huang and G. P. Yu, *Corrosion Science*, **39** (5), 893 (1997).
5. H. D. Kim, S. S. Cho, *J. Kor. Inst. Surf. Eng.*, **31** (1), 34 (1998).
6. J. Y. Choi, O. H. Nam, I. W. Lee and M. I. Kim, *J. Kor. Inst. Met. Mater.* **32** (32), 196 (1994).
7. H. S. Shin, J. K. Han, H. K. Chang and K. J. Koh, *J. Kor. Inst. Surf. Eng.* **27** (1), 36 (1994).
8. H. Y. Kim, W. S. Beak, S. C. Kwon and K. H. Kim, *J. Kor. Inst. Surf. Eng.* **26** (5), 225 (1993).
9. B. NavinSek, P. Panjan and J. Krusic, *Thin Solid Film*, **98**, 809 (1998).
10. W. D. Sproul, *Thin Solid Films*, **107**, 141 (1983).
11. R. F. Hochman, A. Erdemir, F. J. Dolan and R. L. Thom, *Vac. Sci. Technol.*, **A3** (6), 2348 (1985).
12. P. Hedenquist, M. Olsson and S. Soderberg, *Wear*, **130**, 123 (1989).
13. H. S. Cheng, T. P. Chang and W. D. Sproul, in *Mechanics of Coating* (eds., D. Dowson, C. M. Taylor and M. Godet), p. 81, Elsevier, Amsterdam (1989).
14. Y. L. Su, S. H. Yao, Z. L. Leu, C. S. Wei and C. T. Wu, *Wear*, **213**, 165 (1997).
15. K. J. Yoon, S. J. Cho, S. S. Kim, M. S. Yoon and S. H. Yang, *Wear*, **170**, 101 (1993).
16. H. Sander and D. Petersohn, in *Thin Films in Tribology* (eds. D. Dowson et al.), p. 483, Elsevier, Amsterdam (1993).
17. I. L. Singer, S. Fayeulle and P. D. Ehni, *Wear*, **149**, 375 (1991).
18. E. Vancoille, J. P. Celis and J. R. Roos, *Wear*, **165**, 41 (1993).
19. E. H. Sirvio, M. sulonen and H. Sundquist, *Thin Solid Films*, **96**, 93 (1982).