

HRC경도시험과 스크래치 테스트를 이용한 박막의 밀착력 평가

김 성 완

한국생산기술연구원 생산기반기술본부 플라즈마가공팀 열·표면처리사업단 선임연구원

Consideration on the Evaluation of Adhesion Force of thin film with Rockwell and Scratch Tester

S. W. Kim

Korea Institute Of Industrial Technology Plasma manufacture Team
Heat & Surface Treatment R/D Team Senior Researcher

PVD, PECVD에 의한 박막은 저온에서 생성되므로 모재와 코팅층 사이에서는 확산이 거의 없어 단순히 물리적 결합이 이루어 짐에 따라 CVD나 TD와 같은 열확산 코팅층에 비해 다소 밀착력이 떨어지는 단점이 있으나 저온공정에 따른 변형이 거의 없어 공업적으로 널리 사용되고 있다. 코팅층의 개발 과정 또는 생산관리 측면에서 밀착력의 평가는 의미가 크나 아직 통일 된 규격이 없어 선진국에서는 이의 규격화를 위해 노력 하고 있는 실정이다. 여기에서는 현재 공업적으로 사용되고 있는 여러가지 측정 기법에 간략히 소개 한다. 본고의 상당 부분은 일본의 동경도립기술연구소 니히라 노부히로씨와 토의에서 얻은 결과이다.

1. HRC 경도계를 이용한 Delamination의 평가[1]

로크웰경도 시험시 얻어지는 압흔을 이용하여 간이로 평가 하는 방법으로 그림 1과 같은 한도조건분과 비교하여 막의 밀착력(adhesion)의 정도를 평가한다. 그림에서 HF1 - HF 4는 충분한 밀착력을 가지고 있는 보는 경우에 해당한다.

2. Scratch tester를 이용한 Delamination의 평가

스크래치 시험은 피막표면상에 압자에 하중을 증가시키면서 이동 할 때 피막이 파괴할 때 얻어지는

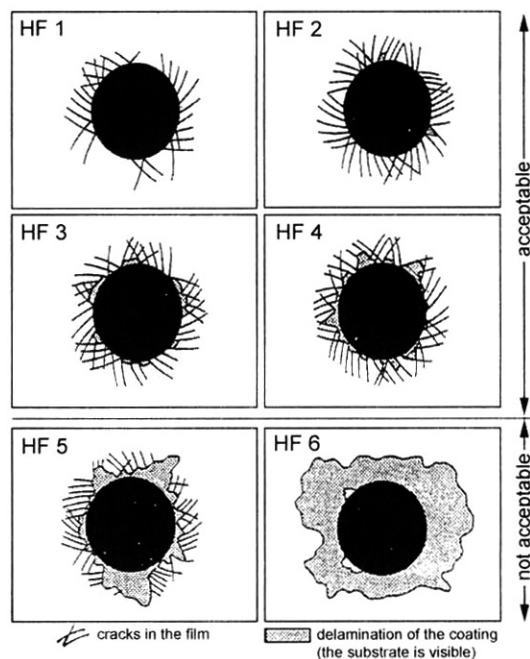


Fig. 1. Classification scheme of the HRC indentation test: HF1 to HF4 correspond to sufficient adhesion.

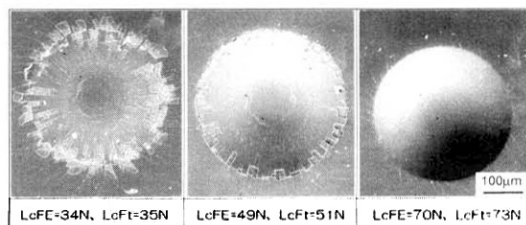


Fig. 2. TiN thin film failure by indentation test [by Nihira et al.] Film thickness 3 µm, substrate SKH 51, Load 980.7N.

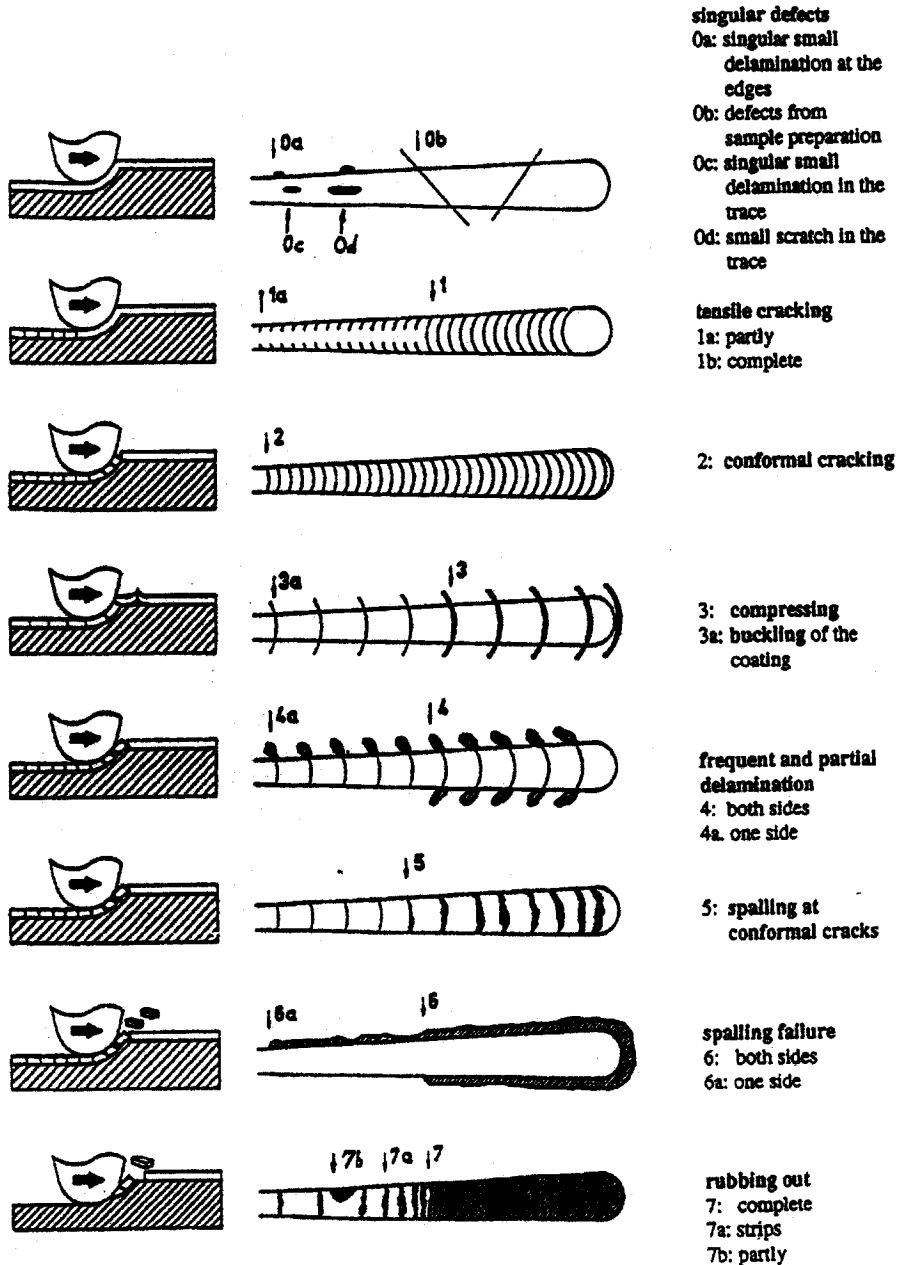


Fig. 3. Classification of different failures in scratch test traces by Bosch [2].

음파와 같은 각종 정보로부터 임계하중(Lc값)을 결정하는 방법이다. 피막의 파괴시점을 수치로 나타낼 수 있으므로 경질막의 품질(밀착성, 기계적 특성 등) 평가범으로써 널리 채용되고 있다. 하중부하 방식은 연속적으로 부하해 가는 방식과 일정하중을 부하하는

방법이 있다. 일반적으로 경질막의 평가를 위해서는 다이아몬드 압자가 이용된다.

2.1 Lc 값의 평가: Lc 값의 검출은

a) 피막 파괴시 생기는 AE(어코스트릭 에미션) 신호

(Lc AE)

- b) 막이 파괴되어 압자가 기저에 도달시 급격한 마찰력 및 압입 깊이의 변화의 변화에 따른 신호(Lc Ft)
- c) 주사흔의 현미경 관찰(Lc OM)에 의해 행한 후 세 값의 비교로부터 판정한다.

2.2 Lc 값에 영향을 미치는 인자들:

막의 밀착력 평가의 척도가 되는 Lc 값은 측정시 사용하는 압자(볼)의 크기,막의 두께 등에 의해서도 변화하므로 측정 조건을 무시한 채 Lc값 자체를 단순 비교해서는 의미가 없다.

- a) 볼 크기의 영향 : 일반적으로, 압자로는 R = 200 μm의 볼이 사용되는데, 동일한 막에 대해서, Lc 값은 사용하는 볼의 크기에 비례하는 경향을 나타내므로 동일한 막에 대해 R > 200 μm의 볼을 사용하면 측정하면 Lc 값은 증가한 값을 나타내며 R < 200 μm의 볼을 사용하여 측정하면 Lc 값은 감소한 값을 나타낸다.
- b) 막 두께의 영향 : 통상적으로 인성을 가지는 경질막에 있어서 동일 조성의 막에 대해 Lc 값은 막 두께에 비례하는 경향을 나타낸다. 따라서 동일 조건에서 성막한 동일 조성의 막이라 하더라도 그 두께가 두꺼워지면 보다 높은 Lc 값을 나타낸다. 한편 취성막의 경우, Lc 값은 막 두께에 반비례하는 경향을 나타낸다.

- Lc1 : singular defects / tensile cracking
- Lc2 : conformal cracking
- Lc3 : compressing
- Lc4 : frequent and partial delaminations
- Lc5 : spalling at conformal cracks
- Lc6 : spalling off
- Lc7 : rubbing out

3. 마찰 마모시험을 통한 박막의 평가- 시험조건 선정

3.1 환경변수: dry 무윤활, 증류수, 파라핀오일 등

3.2 하중 및 속도 변수: 모사하고자 하는 시스템에 맞추어 결정

- 시험시 하중 및 속도 조건에 따라 전혀 다른 마모 양상을 나타내기도 하므로 다양한 조건들에 대해 시도하는 것이 바람직함.
- TiN박막의 마모특성 평가시 1-10N의 하중은 디스크와 볼이 점 접촉임을 감안할 때 결코 작은 하중이 아님.

3.3 중요한 변수: 표면조도

- 표면조도에 따라 박막의 마모거동이 달라지는데, 상대재가 막에 비해 경한 물질의 경우, 표면조도가 증가할수록 마찰계수는 감소하는 경향을 나타내며, 상대재가 막에 비해 연한 물질의 경우, 표면조도가 증가할수록 마찰계수는 증가하는 경향을 나타낸다.
- 상대재가 경한 물질인 경우 시험속도를 약 1 cm/s의 저속으로 하면 표면조도가 마찰계수에 미치는 영향을 관찰할 수 있다. 시험속도가 너무 빨라지면 조도에 의한 영향이 관찰되지 않는다.

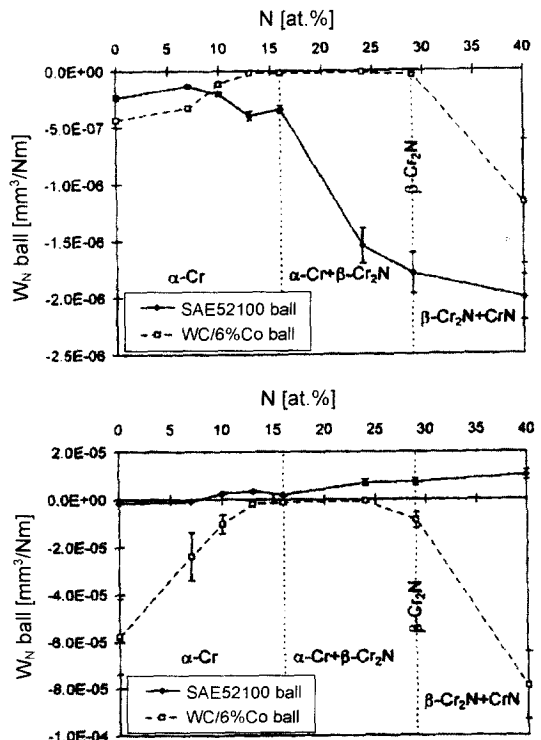


Fig. 4. Normalized ball(a) and disc wear(b) against SAE52100 and WC/6%Co balls.

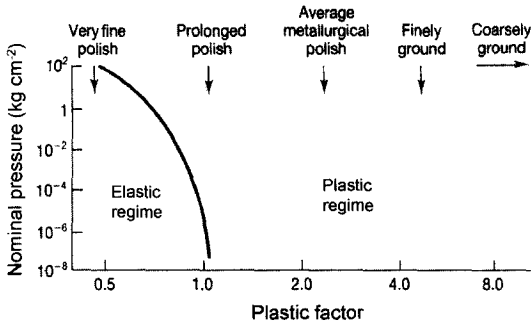


Fig. 5. The dependence of asperity deformation mode on plasticity index Ψ for aluminum surfaces with different roughnesses.

3.4 상대재의 선정 및 평가

3.4.1 상대재의 선정: 모사하고자 하는 특정 시스템에 대한 경우가 아니면 하중 및 속도 변수의 경우와 마찬가지로 기본적으로는 다양한 상대재에 대해 시험을 실시한다.

- 막의 경도를 기준으로,

경한 재료들에 대한 시험 : SiC, WC 등 → 산화마모경향

중간 정도의 경도에 대한 시험 : Al_2O_3

연질 재료들에 대한 시험 : SUJ2, SUS304 등 → 응착마모경향

3.4.2 평가 : 상대재, 피막재, 그리고 마모분에 대한 무게, 부피, 성분상의 변화를 관찰한다.

상대재가 무른 재료일 경우: 주요한 마모 모드는 응착마모이며, 피막에 비해 무르므로 마모시험시 피막처리된 디스크 표면에 응착을 일으킨다. 마모시험 전후 디스크의 무게를 측정하면 디스크 무게가 증가하는 경우가 있다. 따라서, 마모량을 평가하는 경우 시험전후 상대재의 무게 변화 혹은 부피 변화를 측정한다.

상대재가 경한 재료일 경우 : 주로 디스크의 마모량을 체크하게 되는데 주로 마모트랙에서의 폭을 측정한다.

정성적인 평가 : 마모트랙, 상대재 혹은 마모분에 대한 SEM 및 EDS등의 분석장비를 이용, 응착, 산화물의 형성 및 분포 성분의 전이등을 관찰하여 마모 모드의 변화를 판정한다.

3.5 Pin-on-disk sliding wear test 결과 예 :

- Cr(N)막의 N 함유량에 따른 마모특성에 대한 시험

3.5.1 시험조건

상대재 : 경한 재질-WC/6%Co ball, 무른 재질-SAE52100(d = 10 mm, Ra<0.25 μ m)

하중 및 속도 : 10N, 0.1m/s (track dia = 15-30 mm) / 습도 : 50%

3.5.2 결과

- Steel ball에 대한 시험결과:

- 1) 모든 코팅재에 대해 코팅재인 디스크 쪽으로 steel 성분원소의 전이 발생
- 2) 마찰계수는 약 0.7 기록(steel-steel 마찰의 경우와 비슷한 값)
- 3) steel ball의 마모부피는 Cr(N) 피막의 정도에 비례해 증가
- 4) Cr(N) 피막의 정도에 비례해 코팅된 디스크의 wear volume 증가

- WC ball에 대한 시험결과 :

- 1) 마찰계수는 마찬가지로 약 0.7
- 2) 질소농도 = 0, >0.29 일 때 마찰계수 증가, failure 발생
- 3) 초경 볼의 마모부피는 steel ball의 경우와 같이 Cr(N) 피막의 정도에 비례하여 증가하는 경향
- 4) N농도 \leq 0.1 film failure에 기인하는 높은 디스크 마모율
N농도0.1-0.16일 때, expanded bcc Cr phase 디스크 마모율은 높은 마찰계수에도 불구하고 낮은 값을 나타냄.

3.6 소성지수 Ψ

$$\Psi = \frac{E}{H} \left(\frac{\sigma^*}{r} \right)^{1/2}$$

여기서 E elastic modulus

H indentation hardness

σ^* 돌기높이의 표준편차

R 돌기선단에서의 평균곡률반경

소성 접촉하는 돌기의 비율은 소성지수 및 수직하중에

의해 정해지는데 소성지수에 의해 영향이 보다 크다.

$\Psi < 0.6$ 일 때 탄성접촉 : 돌기에서의 소성변형은 매우 높은 하중에 의해서만 발생

$\Psi \geq 1$ 일 때 소성접촉 : 돌기는 아주 작은 하중에 의해서도 소성변형을 일으킴

금속의 경우 소성지수는 0.1 - 100의 값을 가지며 표면 거칠기가 감소할수록 그 값이 감소하여 fine polishing일 경우 겨우 elastic 영역에 들어가게 된다. 반면 세라믹 혹은 폴리머의 경우 E/H 는 금속의 약 1/10의 값을 가지며 소성접촉보다는 탄성접촉의 경향성이 크다.

낮은 표면에너지는 마찰, 마모에 있어서 상대재가 표면에서 응착이 일어나기 어려운 정도, 낮은 마찰계수와 관계가 되며, 높은 경도는 높은 내마모성과 관계가 깊다. 작은 영률 E 을 가지는 재료는 변형 에너지를 탄성적으로 축적할 수 있으므로 경도 H 는 크나 탄성변형한도가 작은 재료보다도 abrasive

wear에 대한 마찰마모 특성이 우수하다. DLC막의 경우 TiN막에 비해 탄성회복을 나타내는 탄성변형률이 크고 낮은 영률을 가지므로 보다 우수한 마찰마모 특성이 예상된다.

밀착력측정 방법에 따라 다른값이 얻어지지만 시험과정 중 얻어지는 여러가지 정보로부터 유용한 정보를 얻을 수 있다. 현재 본 연구팀은 DLC층의 스크래치테스트 과정에서 생기는 정보를 가지고 임계값 전후 마찰계수의 변화를 고려한 응력해석 및 마모양상으로부터 응력분포 및 계면의 역할을 조사하고 있어 추후 보다 상세한 보고를 하려고 한다.

참고문헌

1. J. Palmers et al., Surface and Coatings Technology 74-75 (1995) 162-167.
2. P. J. Burnett and D. S. Rickerby, Thin Solid films, 154 (1987) 403-416; 157 (1987) 233-254.