

Sputter 착색에 의한 Black-dyed PET 직물의 색상 및 물성변화

구 강¹ · 원은희² · 박영미^{3,*}

¹영남대학교 섬유패션학부, ²금오텍, ³영남대학교 공업기술연구소

Colour Change of Black-dyed PET Fabrics by Sputter Coloration and Their Physical Properties

Kang Koo¹, Eun Hee Won² and Young Mi Park^{3,*}

¹School of Textiles, Yeungnam Univ., Gyeongsan, Korea

²Kumotex Co., Ltd, Seoul, Korea

³Institute of Industrial Technology, Yeungnam Univ., Gyeongsan, Korea

(Received May 22, 2006/Accepted July 21, 2006)

Abstract— Black-dyed PET fabrics were sputtered with stainless steel through DC-magnetron type device to investigate the possibility of coloration effect, and then considered the morphological structure and physical characteristics such as water permeation ability and washing fastness. Change in color was estimated on the basis of CIELAB color system. The color coordination of metal plated PET was shifted to yellow-red from red-blue. Colour difference(ΔE^*) was increased by sputtering conditions with increasing ion current and treatment time. Especially, Lightness(L^*) value of PET was remarkably increased by sputtering, whereas Chroma(C^*) increased gradually. From SEM analysis, rough and uneven craters were found and thickened on the fiber surfaces with longer sputtering time. And washing fastness was a little poor and absorption ability slightly decreased. There were little changes of breaking load and breaking extension. It was evident that observed uneven craters in the plated thin layer resulted in the colour change of PET fabrics by sputtering treatments.

Keywords: DC-magnetron sputtering, Coloration effect, Thin layer, Washing fastness, Black-dyed PET

1. 서 론

Sputter 현상은 1852년 Grove가 직류방전관의 음극물질이 가스 방전으로 발생하는 고에너지의 이온 충돌에 의해 증발하여 방전관의 내벽에 음극물질의 피막이 형성되는 것을 발견함으로써 알려지기 시작한 것으로서^{1,2)}, 진공내의 음전극(target) 소재에 전계, 자계를 이용해서 고밀도의 plasma를 발생시킨 다음, 이온화된 가스 ion(argon)이 전계에 충돌하고, 그 에너지에 의해 target 소재가 분자 또는 원자 상태로 튀어나와 직물에 부착하는 것이다. 종래의

증착이나 전기도금, 화학도금과 비교해서 운동에너지가 매우 높고, 초미립자(\AA)로서 직물표면에 부착한다. 이 방법은 불활성 기체의 양이온을 음극표면에 있는 금속 target에 충돌시켜 금속원자를 비산시킴으로써 기판물질에 얇은 금속 막을 형성시키는 기술로서, 금속이나 세라믹의 가공에 주로 사용되어 왔으나, 근래에는 target에 섬유를 위치시켜 etching시키는 수단으로도 연구되고 있다³⁾.

Sputtering 장치는 가해진 power의 종류에 따라 DC와 RF sputtering으로 구분되고 있다. 그리고 증착속도 및 입자들의 운동에너지를 증가시키기 위해서 diode, triode, reactive sputtering, magnetron sputtering 등이 있다. 보통의 박막제조에서는 RF-magnetron

*Corresponding author. Tel.: +82-53-810-3898; Fax : +82-53-810-4684; e-mail: ympark9397@hanmail.net

sputtering 법을 사용하고 있으나 낮은 가격 간단한 구조, 높은 증착률 등의 장점과 더불어 종래의 장치보다 낮은 진공에서 처리가 가능하며, 막의 오염이 적어 고순도의 박막이 형성되는 DC-magnetron sputtering 법이 각광받고 있다.

진식 sputtering 법으로 박막을 형성하는 기술은 크게 물리적인 방법(Physical Vapour Deposition, PVD)과 화학적 방법(Chemical Vapour Deposition, CVD)으로 나눌 수 있다^{4,5)}. 물리적 방법으로는 진공증착, sputtering, ion-plating 등을 들 수 있으며 화학적 방법에는 CVD, 플라즈마 CVD, 플라즈마중합 등의 coating 법이 해당된다 이 가운데 진공증착과 sputtering은 기술혁신화에 의한 첨단기술로 주목받고 있다. 진공기술의 가장 기본이 되는 것은 진공증착법으로 화합물 박막을 형성할 경우, 증발원(蒸發源)에서 모재료(母材料)를 증발시키더라도 기판 위에는 성분비가 다른 막이 증착되는 경우가 발생하는 문제점이 있다. 이에 비해 sputtering 은 target 표면에 argon 이온이 충돌하여 argon 이온과 운동량을 교환한 원자가 기판위에 부착함으로써 target 재료의 순도와 형성된 막의 순도가 거의 일정하며, $10^{-2} \sim 10^3$ Torr 정도로 가스압이 높더라도 정밀한 막을 형성할 수 있다⁶⁾.

Sputtering 처리에서 진공을 이용하는 목적은 첫째, 진공에 의한 압력차를 이용하고 물리적인 에너지를 얻으며, 진공 상태에서 튀어나온 금속원자의 비행거리를 크게 하여 금속원자가 다른 기체와의 충돌에 의한 에너지의 손실을 방지한다. 둘째는 튀어나온 금속원자가 다른 기체원자와 충돌에 따른 화학적인 변화를 방지한다. 그리고 마지막으로 대기 중에서 피처리물의 표면에 산소, 질소, 물 등의 분자가 흡착해서 표면이 오염되는 것을 방지하여 피처리물의 표면을 청정하게 유지한다. 또한 sputtering 에 의해 직물표면에 금속을 부착할 경우, 종래에는 불가능한 각종 금속이나 고분자재료의 박막을 원자 또는 분자두께로 직물표면에 형성시킬 수 있어, 직물의 투습성, 통기성, 유연성, 감촉성, 보온성 및 인장성 질 등의 특성을 손상시키지 않고 기질의 표면만을 가공 또는 개질이 가능하다는 장점을 가지고 있다.

Sputtering 법을 이용하여 섬유에 박막을 형성함으로써 발색성, 도전성, 자외선 차단 통기성 향균성 및 내부식성 등 각종 기능을 섬유에 부여할 수 있어 스포츠 의류, 실내장식 및 의료분야 등에 폭넓은 응용이 기대된다. 이 외에도 모, 견, 나일론 및 아라미드섬유 등에 sputter etching 처리를 함으로

써 섬유의 젖음성, 접착성 또는 심색성을 향상시킨 연구결과가 발표되고 있다⁷⁻⁹⁾. 따라서 본 연구에서는 PET 직물에 sputtering에 의한 스테인레스 금속(stainless steel) 박막형성에 따른 금속 특유의 광택과 색상발현을 색차를 통해 분석하고, 박막형성 후의 내구성과 표면 및 물성변화를 조사하였다.

2. 실험

2.1 시료

현장에서 정련, 감량(20%) 처리된 100% black-dyed 폴리에스테르 직물((주)승우무역, 평직, 경사: 75/72 ITY, 1250T/M, 165올/inch, 위사: 75/72 ITY, 1250T/M, 85올/inch)을 수세한 후 사용하였다.

2.2 Sputtering 처리

Sputtering 은 직물을 연속적으로 처리가 가능한 장치로서 다산엔지니어링에서 개발한 DC-Magnetron 형의 sputter 장치를 사용하였다. 초기진공이 $8 \sim 9 \times 10^3$ Torr 에 도달하면 분산펌프를 이용하여 진공을 $2 \sim 3 \times 10^5$ Torr 로 맞춘 후, 가스조절기를 사용하여 챔버안으로 argon 가스를 주입하면서 처리하고자 하는 진공도 3×10^3 Torr로 유지시켰다. 이 장치는 sputter 처리 시 기판에 부딪히는 sputtering된 원자나 이온들로 인하여 target 표면이나 직물표면의 온도상승을 방지하기 위해 냉각장치가 부착되어 있다. Table 1에 sputtering 조건을 제시하였다.

Table 1. Experimental conditions for sputtering

Parameters	Conditions
Nature of sputtering gas	Argon gas
Reactor pressure	3×10^3 Torr
Ion current (mA)	500, 1000, 2000
Target	Stainless steel
Distance between electrodes	6 cm
Treatment time (min)	1, 3, 7, 10, 15, 20

2.3 표면관찰

Sputtering 처리한 직물의 표면과 미처리 시료의 표면을 비교하기 위해, SEM S-4200(Hitachi Co., Japan)을 사용하였다. 시료는 0.03Torr, 12mA 에서 500sec동안 금을 증착시켜, 가속전압 3kV, 배율 15,000배로 표면 상태를 촬영하였다

2.4 측색변화

색상분광기(Macbeth Color Eye 3100, USA)를 이용하여 D_{65} 표준광원, 10도 시야의 조건에서 측색하여 a^* , b^* 로부터 색의 균일성과 처리조건에 따른 색상변화를 C^* , L^* , ΔE^* 를 측정하여 아래의 식에 의해 구한 후, 이들 값으로부터 sputtering 처리의 균일성과 착색된 정도에 의해 발색성을 알아보았다.

$$a^* = 500 [(X/X_0)^{1/3} - (Y/Y_0)^{1/3}]$$

$$b^* = 200 [(Y/Y_0)^{1/3} - (Z/Z_0)^{1/3}]$$

$$h = \tan^{-1}(b^*/a^*)$$

$$L^* = 116 (Y/Y_0)^{1/3} - 16$$

$$C^* = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2}$$

where,

$$X/X_0, Y/Y_0, Z/Z_0 > 0.01,$$

X, Y, Z ; tri-stimulus values of sample

X_0, Y_0, Z_0 ; tri-stimulus values of illumination light source($Y_0 = 1$)

$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$$

$$\text{where, } \Delta L^* = L_T^* - L_S^*,$$

$$\Delta a^* = a_T^* - a_S^*,$$

$$\Delta b^* = b_T^* - b_S^*$$

2.5 흡습성실험

Sputtering 처리 시료의 흡습성은 물방울 침투시간을 측정하여 평가하였다. 온습도 $25 \pm 2^\circ\text{C}$, $53 \pm 3\%$ 에서 시료표면에 $5\mu\text{l}$ 의 증류수를 떨어뜨린 후, 표면으로부터 증류수가 완전히 흡수된 시간을 각각 5회 측정하여 평균한 값으로 하였다.

2.6 세탁견뢰도

일반 가정용 세탁기로 세탁 15분-헹굼 25분 탈수 10분을 1회로 하여 1, 5, 10, 20회 세탁한 후 명도(L^*)와 색차(ΔE)를 측정하여 세탁에 의한 금속박막의 내구성을 평가하였다.

2.7 인장특성

Sputtering 처리한 직물의 인장특성은 KS K 0520에 준하여 Test-metric Micro 350(Maywood Co., Ltd. England)을 사용하여 Ravelled Strip 방법으로 절단하중과 절단변형률을 측정하였다. 시험편을 $12 \times 3\text{cm}$ 의 크기로 절단하여 측정속도 $100\text{mm}/\text{min}$, 시료길이 75mm , 시료 폭 25mm 로 표준상태에서 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 SEM에 의한 표면 및 박막 두께 분석

3.1.1 표면구조

Fig. 1은 반응기의 진공도 $3 \times 10^{-3}\text{Torr}$, sputtering 시간 20분의 동일한 조건에서 이온전류를 변화시켰을 때 직물의 표면구조를 SEM으로 관찰한 사진이다. 미처리 시료의 단면은 매끈한 반면에 500mA(b), 2000mA(c)로 처리한 후에는 직물표면의 부피감의 증대와 더불어 상당히 많은 돌기가 발생하여 표면이 변화되는 것을 확연히 구별할 수 있다. 이는 sputtering 처리에 의해 폴리에스테르직물 표면에 스테인레스 금속 박막이 형성되었기 때문이다. 또한 이온전류가 높아질수록 돌기의 형태가 더 크고 굽게 보이는데, 이러한 현상은 처리시간이 일정하더라도 이온전류가 증가할수록 sputter 효율이

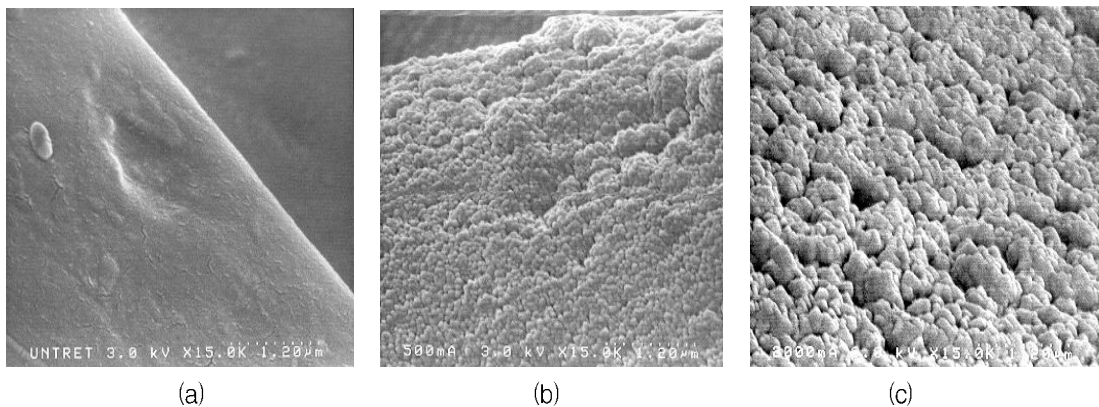


Fig. 1. SEM photographs of polyester fabric surface with or without sputtering($X15,000$) at $3 \times 10^{-3}\text{Torr}$ of gas pressure and 6 cm of electrode distance: (a) untreated, (b) 500 mA for 20 min, (c) 2000 mA for 20 min.

높다는 것으로 해석되어 진다. 또한 sputter 효율이 높다는 것은 target으로 입사되는 이온 1개당 sputter 증발되는 target 원자의 수가 많다는 것을 의미한다. 따라서 이온전류가 높을수록 sputter 증발되는 target 원자의 수가 많다는 것을 가시적으로 확인할 수 있다.

3.1.2 박막의 두께

Sputtering 처리에 영향을 미치는 요인은 다양하지만, 대표적인 것으로는 처리시간 이온전류, 직물과 target간의 거리, 가스 종류 및 target 종류 등이 있다. 그 중에서 비교적 쉽게 sputter 처리 조건을 변경시키는 인자는 처리시간이나 이온전류 또는 직물과 target간의 거리 등이며, 이러한 조건에 따라 sputtering 효율이 각각 달라진다. Sputtering 효율

은 금속의 균일성, 금속박막의 두께와 기능 부여에 있어서 성능이 달라지며, 또한 직물을 의복으로 사용할 경우 촉감에 영향을 미치기도 한다.

Fig. 2, Fig. 3 및 Fig. 4는 처리시간 및 이온전류에 따라 직물에 형성된 금속박막의 두께를 SEM으로 단면을 촬영한 것이다. 각 처리조건에 다른 스테인레스 금속 박막의 두께를 측정된 결과, 이온전류가 동일한 조건에서 sputtering 처리시간이 1분에서 20분으로 길어짐에 따라 박막의 두께가 두꺼워지는 것을 관찰할 수 있다. 500mA의 경우(Fig. 2) 1, 10, 15 및 20분 처리한 박막의 두께는 각각 0.1, 0.3, 0.7 및 0.9 μ m로 처리시간이 길수록 두꺼워지며, 이온전류가 높은 2000mA(Fig. 4)에서는 각각 0.5, 2.7, 3.7 및 6.1 μ m로 두께가 두꺼워지는 것을 확인할 수

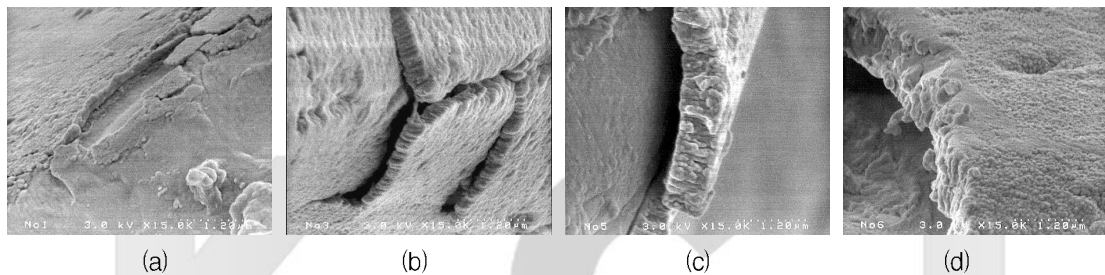


Fig. 2. Cross section of sputtered film on polyester fabrics at ion current of 500 mA(X15,000) with 3×10^{-3} Torr of gas pressure and 6 cm of electrode distance; (a) 1 min, (b) 10 min, (c) 15 min, (d) 20 min.

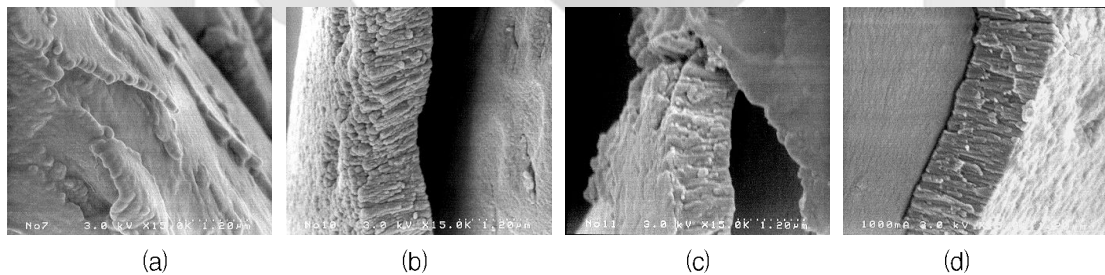


Fig. 3. Cross section of sputtered film on polyester fabrics at ion current of 1000 mA(X15,000) with 3×10^{-3} Torr of gas pressure and 6 cm of electrode distance; (a) 1 min, (b) 10 min, (c) 15 min, (d) 20 min.

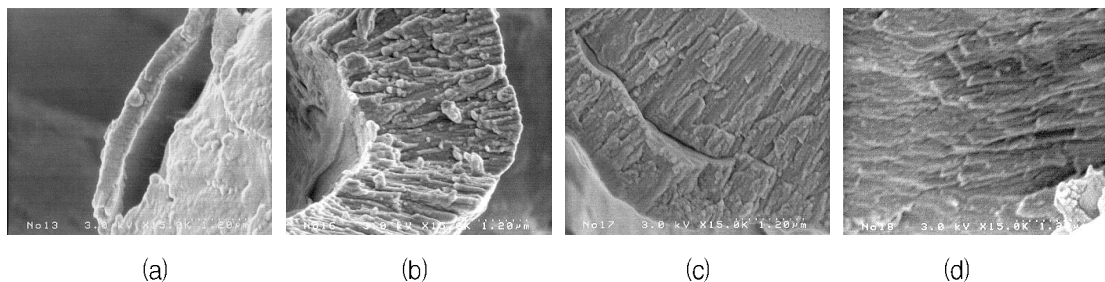


Fig. 4. Cross section of sputtered film on polyester fabrics at ion current of 2000 mA(X15,000) with 3×10^{-3} Torr of gas pressure and 6 cm of electrode distance; (a) 1 min, (b) 10 min, (c) 15 min, (d) 20 min.

있다. 또한 처리시간이 동일한 경우 이온전류가 500mA에서 1000, 2000mA로 커짐에 따라 20분 처리 후 두께가 각각 0.9, 1.3 및 6.1 μm 로 박막의 두께가 크게 차이가 나타나며, 비교적 처리시간과 이온전류에 비례하여 균일하게 박막의 두께가 형성되는 것을 알 수 있다. 따라서 이러한 sputter 조건에 따른 박막의 두께형성이 착색의 균일성과 발색에 영향이 있을 것으로 사료된다.

3.2 Sputtering 처리의 균일성 및 색상 변화

3.2.1 Sputtering의 균일성

Sputtering 처리의 균일성은 sputtering 처리한 직물표면의 색상의 균일성을 조사하여 판단하였다. 측색을 통해 얻은 X, Y, Z 값으로부터 a^* , b^* 와 h^o 값을 구하고 각 조건에 따른 색상의 변화를 Fig. 5에 제시하였다. 미처리 시료의 경우 red-blue 계열의 색상을 띄지만, sputtering 처리한 후는 yellow-red 계열의 색상을 띄는 것을 알 수 있다. 특히 이온전류와 처리시간이 증가할수록 yellow 계열의 방향과 red 계열의 방향으로 이동하고 있다. 그러나 이 값들의 증감폭은 거의 "1" 정도의 작은 수치로서, 그 색상이 균일함을 의미한다고 할 수 있다. 즉, 전체적인 색상의 조화는 sputter 처리시간과 이온전류에 거의 비례하여 yellow-red를 나타내는 결과로 균일한 색상을 나타내는 것으로 생각된다.

Table 2. Color change of sputtered polyester fabrics

Ion current (mA)	Treatment time (min)	a^*	b^*	h^o
	untreated	0.286	-1.529	280.605
500	1	-0.039	1.240	91.795
	3	0.433	2.859	81.093
	7	0.404	2.729	81.319
	10	0.380	2.602	81.693
	15	0.410	2.682	81.379
	20	0.462	2.949	81.587
1000	1	0.364	2.460	80.761
	3	0.296	2.146	80.248
	7	0.439	2.759	81.590
	10	0.413	2.783	82.137
	15	0.481	2.801	81.567
	20	0.495	3.042	80.961
2000	1	0.310	2.587	83.155
	3	0.224	2.138	83.221
	7	0.242	1.830	82.949
	10	0.270	2.199	82.478
	15	0.229	1.853	83.005
	20	0.264	2.221	84.030

gas pressure: 3×10^{-3} Torr, electrode distance: 6 cm

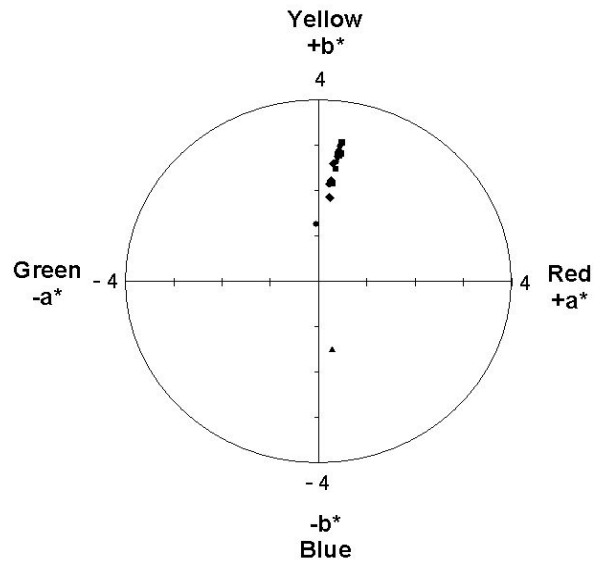


Fig. 5. Color coordination of sputtered polyester fabrics. (3×10^{-3} Torr of gas pressure and 6 cm of electrode distance)

Table 2는 여러 조건에서의 hue 값을 나타낸 것으로 500mA, 1분 처리한 시료를 제외하고는 그 값들이 모두 80~83사이에 존재하며 거의 균일한 색상을 띄고 있다. 이것은 스테인레스 금속의 고유색이 yellow-red 계열의 색이므로, 폴리에스테르 직물에 스테인레스 금속 박막이 형성되었음을 나타내고, 또한 금속박막은 금속의 고유색을 그대로 나타내는 것을 시사한다. 따라서 처리조건에 따라서 거의 균

일한 색상을 부여한다는 결과로부터 sputtering 처리는 모든 조건에서 균일하게 처리되어 이와 같은 결과를 반영한 것으로 해석할 수 있다.

3.2.2 처리조건에 따른 색상 변화

Fig. 6과 Fig. 7은 처리조건에 따른 색상변화를 나타낸 것이다. Fig. 6은 처리시간에 따른 lightness(L^*)와 chroma(C^*)의 변화를 나타낸 것으로, L^* 는 sputtering 처리시간 7분을 경계로 밝아지다가 다시 어두워지고 있으며, 이온전류가 증가할수록 밝아지는 경향을 보이고 있다. 이러한 이유는 앞서 언급한 바와 같이 sputter 효율의 차이가 이온전류와 처리시간에 의존함을 나타낸다. 즉, 처리시간이 길어지면 금속 박막의 두께가 두꺼워지면서 직물표면의 색상이 금속색상의 유채색을 띄게 되므로 7분까지는 명도가 다소 증가하지만 그 이후는 금속침착에 의해 L^* 가 감소하는 것으로 추측된다. 다만 L^* 의 감소가 이온전류에 절대적으로 비례하지는 않지만 두께가 두꺼울수록 감소량이 적은 것으로 보아 일반적으로 빛은 반사율이 클수록 L^* 가 커서 밝게 보이는 것을 고려하면 금속광택이 L^* 에 미치는 영향을 배제할 수가 없다고 생각된다. 또한 처리시간에 따른 C^* 은 처리시간과 이온전류가 증가함에 따라 그 값이 증가하는 경향을 나타내는데, 금속박막의 증착이 어느 정도 형성된 후에는 C^* 가 더 이상 증가하지 않고, L^* 의 결과와는 약간 차이가 있지만 역시 처리시간이 7분까지는 변화가 크지만 그 이후는 완만하게 상승하면서 색상이 선명해지는 것을 알 수 있다. 이러한 이유는 sputter 처리시간이 길수록 black-dyed PET 직물의 색의 분산현상이 감소하고 금속 박막의 증착에 따른 단색광인 금속고유의 yellow 계열의 색이 진해지기 때문에 L^* 의 감소결과에서와

마찬가지로 7분 이후는 C^* 가 크게 증가하지 않은 것으로 생각된다.

Fig. 7은 정량적인 색차(ΔE^*) 결과를 나타낸 것으로서, 표준색으로 미처리 시료를 기준으로 하였을 때, 색 공간에서의 기하학적 거리에 상당하는 수치의 차이를 ΔE^* 값으로 나타낸 것이다. Sputtering 처리 후 ΔE^* 는 처리시간과 이온전류가 증가함에 따라 확연히 증가하는 경향을 보이고 있으며, 특히 2000mA의 조건에서 3분 처리하였을 때는 40에 가까운 수치로서 이는 미처리 시료의 ΔE^* 가 20인 것과 비교할 때, 20 가까운 색차를 나타내고 있어 감각적인 색차가 많은 것을 확인할 수 있다. 그러나 7분 이후에는 색차가 서서히 약해지며, 이온전류가 증가할수록 ΔE^* 의 감소도 작아지는 것으로, Fig. 6의 L^* 와 C^* 의 결과와 비슷한 특성을 나타내고 있다. 이러한 결과는 PET 직물에 sputtering 처리를 함으로써 금속박막이 형성되어 직물표면의 색이 금속색상을

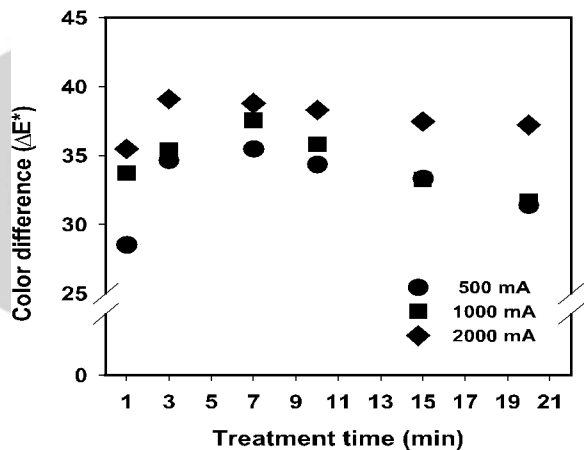


Fig. 7. Color difference (ΔE^*) of sputtered polyester fabrics. (3×10^{-3} Torr of gas pressure and 6 cm of electrode distance)

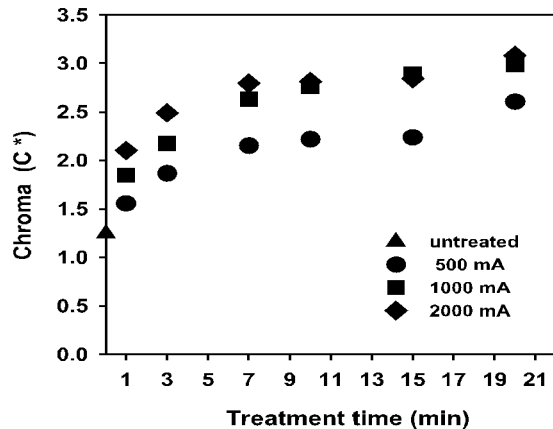
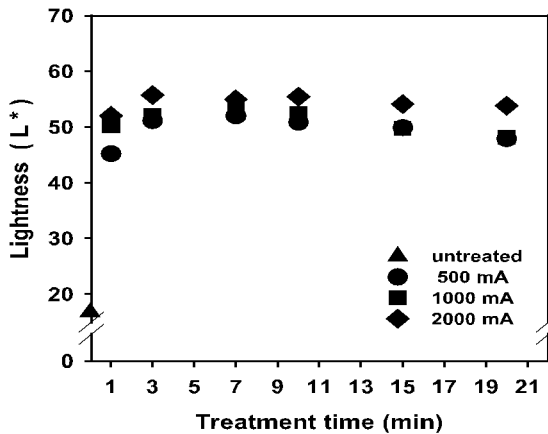


Fig. 6. Lightness (L^*) and chroma change(C^*) of sputtered polyester fabrics. (3×10^{-3} Torr of gas pressure and 6 cm of electrode distance)

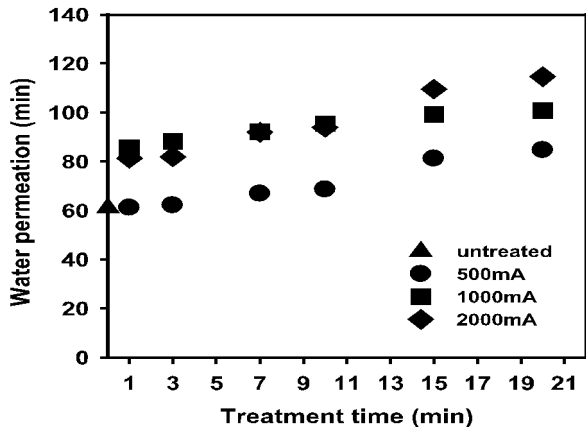


Fig. 8. Variation of water drop permeation time according to sputtered time in the various conditions. (3×10^{-3} Torr of gas pressure and 6 cm of electrode distance)

떨게 되고, 이러한 금속색상은 처리시간과 이온전류가 증가할수록 더욱 선명해지고 진한 색상으로 변화하는 것으로 설명된다. 따라서 이러한 결과로부터 무염료 가공으로서 금속박막의 처리에 의해 발색성을 나타내기 위한 직물의 고기능성부여에 요구되는 sputtering의 최적조건은 본 연구에서 진공도가 3×10^{-3} Torr이고 전극간 거리가 6cm로 고정되었을 때, 효율적인 sputter 처리시간은 7분, 그리고 이온전류는 2000mA가 적절한 것으로 판단된다.

3.3 흡습성

금속으로 코팅된 직물은 표면이 금속으로 박막이 형성되기 때문에 구성사간의 이동이 감소되어 흡습성이 결여되기 쉬운데, 물방울 침투시간을 측정하여 직물표면의 흡습성에 대해 알아보고 그 결과를 Fig. 8에 나타내었다. 미처리된 경우 물방울 침투시간이 61.24분인데 비해, sputtering 처리함에 따라 물방울 침투시간이 증가하는 경향을 볼 수 있다. 특히 이온전류가 1000mA 이상이 되면 물방울 침투시간이 증가하며 2000mA, 20분에서는 미처리 시료보다 2배의 시간이 걸리는데 이러한 결과는 폴리에스테르 직물 표면에 금속박막이 형성되어 박막의 두께가 두꺼워지게 됨에 따라 흡습성이 더욱 결여되어 물방울 침투시간이 길어지는 것으로 보인다. 그러나 흡습성이 결여되는 반면, 금속박막에 의해 도전성 표면이 형성됨으로써 대전성이 부여되기 때문에 정전기발생을 방지하는 효과를 기대할 수 있다¹⁰⁾. 즉, 적절한 sputtering은 폴리에스테르 직물의 소수성 기질에 의한 정전기의 발생을 줄임과 동시에 직물의 촉감에도 효과적인 변화가 있을 것으로 예상된다.

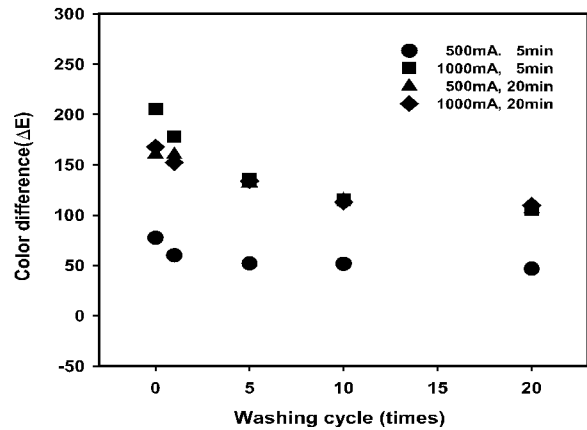


Fig. 9. Variation of color difference (ΔE) according to washing cycle of sputtered polyester fabrics. (3×10^{-3} Torr of gas pressure and 6 cm of electrode distance)

3.4 세탁견뢰도

직물을 의복으로 착용하는 경우는 물론 그 이외의 용도로 사용하였을 경우 내구성은 매우 중요하므로 sputtering 처리에 의해 형성된 스테인레스 금속 박막 층의 내세탁성에 대해 평가하였다. 박막이 형성된 직물을 가정용 세탁기를 이용하여 세탁시간 10분을 1회로 하여 각각 세탁 1회, 5회, 10회, 20회 세탁한 후 색차(ΔE)를 측정하여 Fig. 9에 나타낸 것과 같이 세탁 전에 비해서 세탁 후 ΔE 값이 감소하였다. 이것은 세탁에 의해 박막이 탈리되는 것으로 SEM으로 그 표면을 관찰한 것이 Fig. 10이다. 세탁을 20회 실시한 후 표면을 관찰한 결과 세탁 전의 표면에 비해 세탁 후에는 세탁과정 중 기계적인 마찰과 접힘 등에 의한 균열현상과 함께 박막이 불규칙적으로 탈리되는 현상이 관찰된다. 한편, 박막의 내구성은 직물의 조직이나 실의 종류에 따라서는 영향을 받는데, 본 연구에서 사용한 실은 100% 폴리에스테르 필라멘트로 매끄럽고 표면이 평활하다. 이러한 형태는 요철모양 표면이나 파일



Fig. 10. SEM photographs of sputtered polyester fabrics before and after washing (X15,000). (3×10^{-3} Torr of gas pressure and 6 cm of electrode distance, 1000 mA, 20 min)

조직처럼 표면이 비교적 평활하지 않는 것에 비해 쉽게 박막이 탈리될 것으로 생각된다. 또한 박막내 구성은 sputtering 처리 조건에 의해서도 달라지는데, 진공도, 처리시간, 이온전류, 직물과 target 간의 거리 및 가스 종류 등이 주요 요인이라고 할 수 있다. 본 실험에서는 동일한 진공도와 target 과 직물 간의 거리는 6cm로 고정한 조건에서 처리시간과 이온전류만을 달리하여 sputtering 처리를 하였으므로 진공도를 높인다는 것은 펌프 용량을 늘려야 하는 단점이 있으므로 target과 직물간의 거리를 줄여 sputter 입자의 이동거리를 최단거리로 하면 운동에너지의 감소로 sputtering 효과도 높아질 것으로 기대된다.

3.5. 절단하중과 절단신도

Sputtering 처리에 의해 스테인레스 금속 박막이 코팅된 직물의 절단하중과 절단신도를 Table 3에 나타내었다. 그 결과 이온전류가 500, 1000mA 일 때, 절단하중과 절단신도는 각각 $\pm 3\text{kgf}$ 와 $\pm 6\%$ 로 거의 차이가 나지 않지만, 2000mA에서는 처리시간이 1분

에서 3분 사이는 앞의 결과와 마찬가지로 큰 차이가 없다가 7분 처리한 후에는 절단신도가 25.1%로써 미처리 시료에 비해 약 10% 감소한다. 또한 10분간 처리한 후에는 직물이 많이 손상된 것을 알 수 있으며, 특히 15분과 20분 처리한 후에는 sputtering에 의해 직물자체의 변형이 생긴 것을 육안으로 확인할 수 있었다. 이것은 금속이 sputtering 되어 직물표면에 증착되는 과정에서 고에너지를 지닌 채 충돌하기 때문에 발생하는 열에너지에 의해 직물이 손상되는 것이라 생각된다. Sputtering 처리에 의해 직물의 절단강도와 절단신도를 해석하는데 있어서 두 가지 측면을 고려하면 금속이 코팅됨으로써 직물에 미치는 영향과 sputtering 처리시의 sputtering 현상이 직물에 미치는 영향이 있다. Table 3에서 스테인레스 금속 박막이 직물에 코팅된 후, 증착된 금속에 의해서는 절단하중과 절단신도가 변화되지 않는 것으로 보아 전자는 아님을 알 수 있다. 그러나 sputtering 처리시간에 따라서는 처리 전과 후의 강신도 차이가 나는 것을 확인할 수 있다. 따라서 동일한 금속을 사용하였을 경우, 금속 자체가 직물표

Table 3. Breaking load and breaking extension of sputtered polyester fabrics in various conditions

Ion current (mA)	Treatment time (min)	Breaking load (kgf)	Breaking extension (%)
		untreated	22.5
500	1	23.3	34.2
	3	24.2	34.9
	7	23.6	35.2
	10	23.3	33.7
	15	23.9	34.2
	20	23.9	35.6
	1000	1	24.9
3		23.9	33.7
7		22.3	31.8
10		24.1	31.8
15		22.0	30.9
20		22.7	32.3
2000		1	21.1
	3	20.1	30.1
	7	20.1	25.1
	10	—	—
	15	—	—
	20	—	—

gas pressure; 3×10^{-3} Torr, electrode distance: 6 cm

면에 코팅됨으로써 미치는 영향은 거의 없으나, 금속이 sputtering 될 때 발생하는 에너지에 의한 영향은 아주 크다고 볼 수 있다. 따라서 폴리에스테르 직물의 절단하중과 절단신도에 영향을 미치지 않는 sputtering의 최적조건은 2000mA의 이온전류와 7분 이하의 처리시간이 적절함을 알 수 있다.

4. 결 론

본 실험에서는 100% 폴리에스테르 직물에 건식 처리법인 sputtering 처리를 하여 금속박막의 착색 효과와 물리적인 변화를 검토하였다. sputtering 처리는 argon 가스 분위기 에서 진공도 3×10^{-3} Torr, target과 시료간의 거리를 6cm 로 고정하고 처리시간과 이온전류를 각각 달리하여 직물 표면에 스테인레스 금속박막을 형성하였으며, 금속으로 착색된 폴리에스테르 직물의 색차를 측정하여 색의 균일성과 착색정도를 알아보고, sputtering 처리 직물의 흡습성의 변화, SEM을 통한 표면구조의 관찰과 박막의 두께를 측정하였으며, 세탁견뢰도, 절단강도와 절단신도 등을 통하여 물리적인 변화를 비교한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) sputtering 처리 직물은 표면에 금속박막이 형성됨을 가시적으로 확인할 수 있으며, 단면관찰에 의해 이온전류와 처리시간이 증가할수록 금속박막의 두께는 두꺼워지는 것이 확인되었다.
- 2) sputtering 처리 직물의 색차는 처리시간과 이온전류가 높아질수록 금속두께에 비례하여 큰 색차변화를 나타내었으며, 색의 균일성은 red-blue 경향에서 yellow-red 경향으로 이동함에 따라 sputtering 이 금속광택을 부여하는 효과가 있음을 알 수 있었다.
- 3) sputtering에 의한 직물의 내구성 평가로, 세탁견뢰도는 다소 불량하였으며, sputtering 처리 전후, 직물의 절단하중과 절단신도의 변화는 거의 없고, 흡습성은 감소함을 나타내었다.

감사의 글

이 연구는 (재)한국산업기술재단의 지역혁신인력양성사업의 지원과 산업자원부의 지방기술혁신사업(RTI04-01-04)의 연구비지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. 和佐清孝, 早川 茂, “스파ッタ技術”, 共立出版株式會社, 1988.
2. 金原 榮, “스파ッタ링現象”, 東京大學出版會, 東京, 1989.
3. K. Koo and T. Wakida, Surface Characteristics of Sputter-etched Poly(ethylene terephthalate) and Nylon 6 Films, *Sen-i Gakkaishi*, **48**(1), 15-20(1992).
4. 高分子學會 高分子表面研究會 編, “高分子表面技術”, 日刊工業新聞社, pp.196-214, 1987.
5. 毛利直夫, 南 忠南, 成官義和, “高機能 코팅의實際技術”, 第4章, CMC シーエ ムシー, 1984.
6. R. V. Stuart 著, 毛利 衛, 數坂 昭夫 共譯, “眞空・薄膜・스파ッタ링”, 技報堂出版株式會社, 1988.
7. H. Iino, S. Tokino, J. M. Ryu, M. Chen, M. Suzuka, T. Wakida and K. Koo, Change in Color of Dyed Wool and Nylon 6 Fabrics by Sputter Etching, *Sen-I Gakkai*, **52**(4), 213-223(1996).
8. D. S. Bodas, S. J. Patil, A. B. Mandale and S. A. Gangal, RF Sputter Deposition of Poly-(tetrafluoroethylene) Films as Masking Materials for Silicon Micromachining, *Journal of Applied Polymer Science*, **91**(2), 1183-1192(2004).
9. K. Koo, T. Wakida, Y. Sato, P. K. Pak and T. Kimura, Adhesive Property of Several Engineering Plastic Films Treated with Sputter Etching and Argon Low Temperature Plasma, *Sen-i Gakkaishi*, **49**(3), 137-142(1993).
10. Y. C. Cho and K. Koo, Coloration on Polyester Fabric with Sputtering, *J. Kor. Fiber Soc.*, **34**(9), 598-603(1997).