

RF 마그네트론 스퍼터링에 의해 실리콘이 증착된 메타아라미드 직물의 성질 분석

Properties of Silicon-deposited Meta-aramid Fabrics by RF Magnetron Sputtering

*Corresponding author

Seung Goo Lee
(lsgoo@cnu.ac.kr)

박종현, 이선영, 김춘수, 강송희, 김의화¹, 이승구*

충남대학교 유기소재공학과, ¹신한대학교 섬유소재공학과

Jong Hyeon Park, Sun Young Lee, Chun Su Kim, Song Hee Kang, Eui Hwa Kim¹ and Seung Goo Lee*

Department of Organic Materials Engineering, Chungnam National University, Daejeon, Korea

¹Department of Textile Materials Engineering, Shinhan University, Dongducheon, Korea

Received_February 12, 2017

Revised_March 15, 2017

Accepted_March 20, 2017

Textile Coloration and Finishing

TCF 29-1/2017-3/18-24

©2017 The Korean Society of

Dyers and Finishers

Abstract Meta-aramid fabric has been widely used as the reinforcement of composites due to its high flame resistance and tearing strength. Functionality such as abrasion resistance of fabric is very important for specialty fabrics used in car racing suits. In this study, to improve abrasion resistance property of meta-aramid fabric, silicon deposition was conducted by utilizing RF magnetron sputtering. The sputtering process parameters effects were investigated as sputtering power and substrate temperature. The obtained results suggest that the silicon deposition on the meta-aramid fabric has obvious effect upon increasing the abrasion resistance, the thermal insulation and the electric resistance condition for silicon deposition was established. In conclusion, the results of this study have made it possible to manufacture meta-aramids with higher abrasion strength.

Keywords meta-aramid fabric, silicon deposition, RF magnetron sputtering, sputtering power, abrasion resistance

1. 서 론

익스트림 스포츠인 모터사이클 경기에 대한 인기가 높아짐에 따라 모터사이클복에 대한 관심도 높아지고 있다¹⁾. 모터사이클 경기 도중의 착용자의 안전성 확보 차원에서 모터사이클복용 소재의 성능 조건으로 내열성과 난연성이 매우 중요하게 간주되고 있다²⁾. 이 조건을 충족하는 메타아라미드섬유는 높은 용점 및 연기발생이 낮은 수준이며 우수한 난연성을 갖는 고성능 섬유로 모터사이클뿐만 아니라 브레이크 패드, 가스켓, 열풍 필터, 산업용 벨트 및 로프, 파울 패널, 연료 탱크, 타이어 코드, 광섬유 인장 부재, 방탄 헬멧, 몸체 등에

널리 쓰이고 있다^{3,4)}. 그러나 메타 아라미드는 높은 내열성과 난연성에 비해 마모강도가 상대적으로 낮은 결점을 나타낸다. 대부분 난연성 및 내열성용으로 많이 쓰이고 있는 메타 아라미드는 강도가 필요한 분야에서 쓰이지 못하는 이유도 이러한 낮은 기계적 물성을 갖고 있기 때문이다. 최근에는 낮은 내마모성을 가지는 메타 아라미드에 파라 아라미드를 복합하여 기계적 물성을 올리는 방법이 사용되었으나 파라 아라미드의 높은 가격과 복잡한 제직공정으로 인해 메타아라미드에 고기능성 코팅가공을 하는 연구가 진행되고 있다⁵⁻¹¹⁾.

본 연구에서는 메타아라미드섬유의 비교적 낮은 내마모성을 향상시키고 메타아라미드 직물의 표면 특성

을 개선하기 위해 실리콘 증착 가공을 행하였다. 강화재로서 고온 강도 파괴 인성이 우수하고, 내마모성과 열 충격에 대한 내성이 탁월한 실리콘(Si)을 사용하였으며, 직물을 얇은 표면층으로 코팅하여 두께의 변화를 최소화하기 위해 RF 마그네트론 스퍼터링 방법을 이용하였다. 공정 변수로는 증착 시의 기판온도 및 RF 인가 전력 등을 변화시켜 실리콘이 증착된 메타아라미드 직물을 제조하였으며, 각 공정 변수에 따른 직물의 특성 변화를 분석, 검토하였다.

2. 실험

2.1 실험재료

2.1.1 메타아라미드직물과 실리콘

본 연구에 사용된 기판은 메타아라미드로, 열분해 점이 400℃이기 때문에 실험 변수조건인 온도에 의한 영향은 없을 것으로 사료되며, 열분해 점은 Figure 1에서 확인할 수 있다. 이물질 제거를 위하여 60℃의 증류수에 2회 수세 후 상온에서 에탄올과 아세톤에 각각 2회씩 충분히 수세하여 24시간 동안 상온 건조하는 과정을 거쳐 정련된 메타 아라미드 직물을 얻었으며, 사용된 메타 아라미드의 스펙은 Table 1에 나타내었다. 실리콘박막은 3inch Si 타겟(99.99%, DASOMRMS, Co., LTD)을 이용하여 60분 동안 증착을 진행하였으며, 증착 변수를 기판온도(℃), RF 인가전력(W)등으로 변화시키며 RF 마그네트론 스퍼터링법으로 Si박막을 증착시켰다.

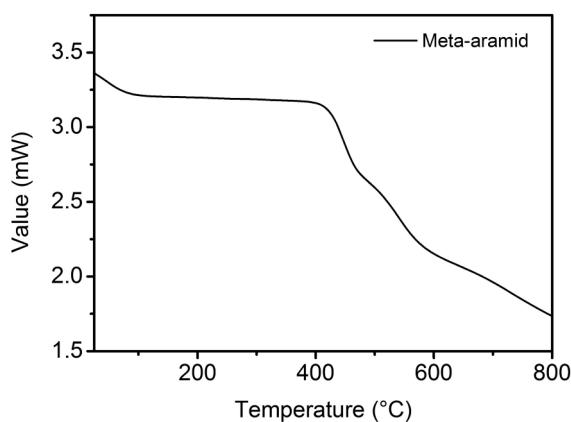


Figure 1. TGA(thermogravimetric analysis) curve of Meta-aramid.

Table 1. Characteristics of the fabric

Fiber	Fabric weave	Fabric Count (wp*wf)	Thickness (mm)	Weight (g/m ²)	Width (m)
Meta-aramid	plain	78*60	0.4	181	16.6

2.2 메타-아라미드/실리콘 복합재료 제조

본 실험에 사용된 장비는 RF 마그네트론 스퍼터링 장치로써 Figure 2에 나타내었다. RF power 10W에서 최대 300W까지 조절 가능하며 상온에서 최대 350℃까지 온도를 조절할 수 있도록 히터가 구비되어 있다. 실리콘 증착 조건은 기판온도를 상온, 100, 200, 300℃와 RF 인가전력을 20, 40, 60, 80W로 달리하여 제조하였으며, 증착시간을 60분으로 고정하여 증착을 진행하였으며, 증착 조건을 Table 2에 나타내었다.

2.3 분석

2.3.1 형태학적 분석

각 공정 조건에 따라 실리콘이 증착된 메타아라미드 직물의 표면특성과 증착된 실리콘의 크기 및 형태를 주사전자현미경(scanning electron microscope : SEM)으로 관찰하였고, 실리콘의 존재 여부 및 구성 원소 비율을 에너지 분산 분광기(energy dispersive spectroscopy : EDS)로 분석하였다.

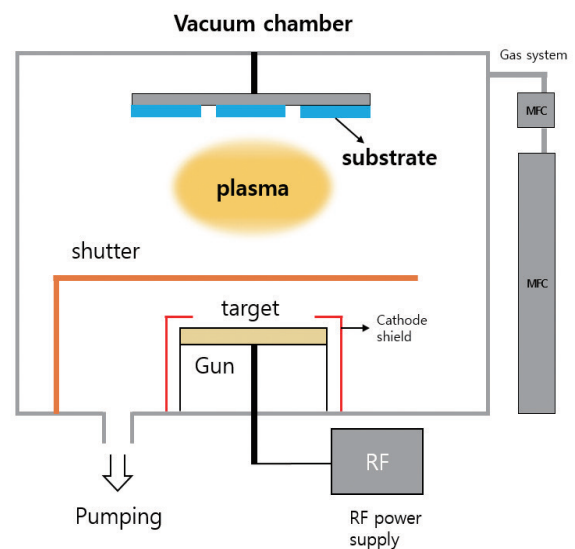


Figure 2. Schematic diagram of RF sputtering device.

Table 2. Deposition conditions of sputtering

Sample	Deposit time (min)	Substrate temperature (°C)	Sputtering power (W)
1	60	200	20
2	60	200	40
3	60	200	60
4	60	200	80
5	60	25	60
6	60	100	60
7	60	300	60

2.3.2 마모강도 특성 분석

각 공정 조건에 따라 실리콘이 증착된 메타아라미드 직물의 마모강도 분석을 위해 굴곡마모시험기(Abrasion testing machine) (SDL ATLAS, Model M282)를 사용하여 굴곡 마모 시험을 진행하였다. 굴곡시험 및 시편 제조는 KS K 0607에 의거하여 이루어졌으며, 각 조건별로 10개의 시편이 측정에 사용되었다.

2.3.3 열전도율 특성 분석

실리콘이 증착된 메타아라미드 직물의 열전도율 특성을 KES-F7 Thermo Labo II (Kato Tech, Japan)를 이용하여 분석하였다. 온도 20°C, 습도 65%RH의 실험환경에서 분석하였고, 다음과 같은 식(1)로부터 열전도율을 계산하였다.

$$K = \frac{W \times D}{A \times \Delta T} \dots\dots\dots (1)$$

where,

K : thermal conductivity (W/m · K)

D : thickness

A : area of test hotplate

ΔT : temperature difference of sample

W : heat flow loss (W)

2.3.4 전기저항 특성 분석

실리콘이 증착된 메타아라미드 직물의 전기저항을 밀리옴미터(Agilent technologies, 4338B)를 이용하여 분석하였다. 온도 20°C, 습도 65%RH의 실험환경에서 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 메타아라미드/실리콘 복합재료의 특성

3.1.1 형태학적 분석

Figure 3은 각 공정 변수에 따라 실리콘이 증착된 메타아라미드 직물의 표면형태를 SEM으로 관찰한 결과를 제시한 것이다. Figure 3 (A)는 가스압력 6 mtorr, RF 스퍼터링 전력 60W, 아르곤과 산소의 혼합비 100:50 에서 기판 온도를 상온, 100, 200, 300°C로 변화시키고, (B)는 가스압력 6 mtorr, 기판 온도 200°C, 아르곤과 산소의 혼합비 100:50에서 스퍼터링 전력을 20, 40, 60, 80W로 변화시켜 실리콘 박막을 증착한 메타아라미드 직물의 표면형태를 나타내고 있다. 기판 온도와 인가 전력이 높아질수록 실리콘의 증착이 대체로 증가하는 것을 관찰할 수 있었으며, 기판 온도 200°C, 인가 전력 60W 조건에서 가장 높은 증착도를 보였다. 이러한 경향은 EDS 분석을 통해서도 확인할 수 있었으며, Figure 4에 나타내었다. Figure 4 (a)를 보면 200°C까지는 기판 온도 증가에 기인한 높은 표면 이동에 의해 실리콘 입자가 성장하나 기판 온도가 300°C 이상으로 증가하면, 실리콘이 더 이상 성장하지 않은 것으로 분석되었다. 이는 기판과 실리콘 박막의 열팽창계수의 차이로 인해 기계적 응력이 발생되어 실리콘 입자의 성장을 저해시켰기 때문인 것으로 사료된다. 또한 인가 전력이 증가할수록 실리콘의 비율이 대체로 증가하지만, 80W에서는 다소 감소하였다. 이는 인가 전력이 어느 수준 이상이 되면 입자간 충돌로 타겟 입자가 시편 위에 증착된 실리콘 입자를 외부로 방출시키기 때문으로 사료되며, 이러한 결과는

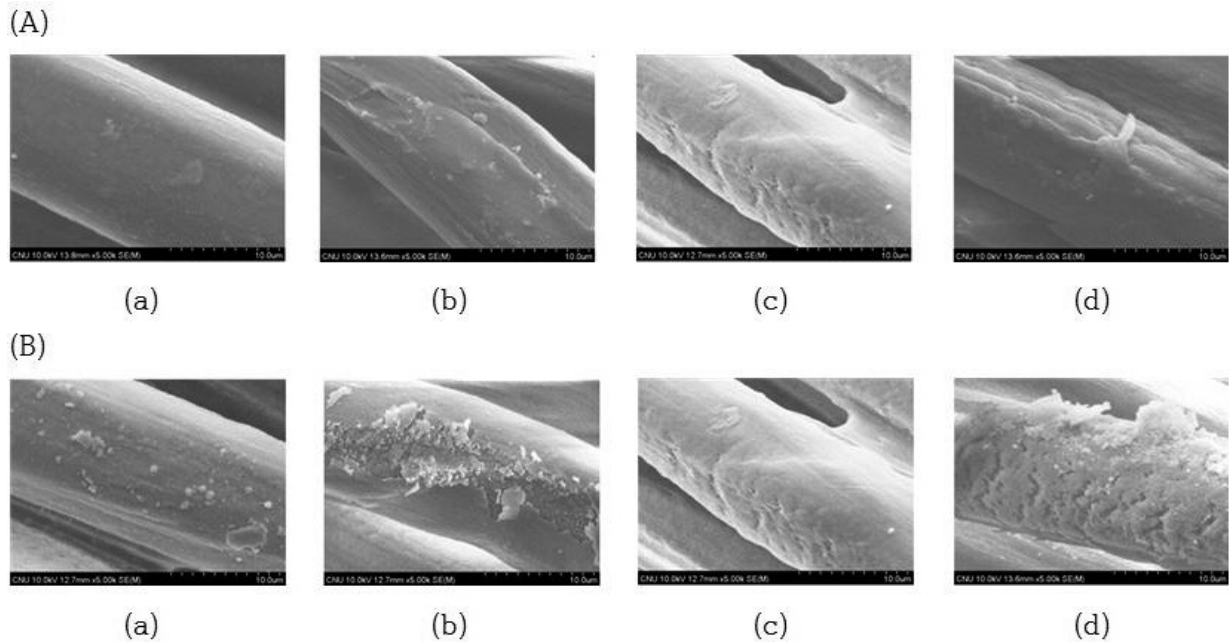


Figure 3. Surface images of the Si deposited meta-aramid fabrics with sputtering parameters(SEM, $\times 5000$); (A) substrate temperature (a) 25°C, (b) 100°C, (c) 200°C, (d) 300°C (sputtering power : 60W), (B) sputtering power (a) 20W, (b) 40W, (c) 60W, (d) 80W (substrate temperature : 200°C).

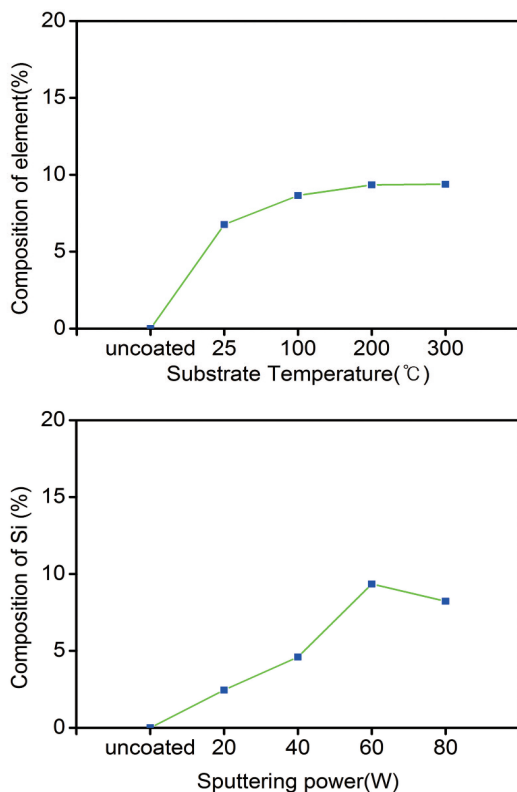


Figure 4. Chemical composition of the silicon deposited meta-aramid fabric surface with sputtering parameters by EDS; composition of element with (a) substrate temperature, (b) sputterin.

Figure 3 (d)에서 표면형상을 통해서도 확인할 수 있다.

3.1.2 마모강도

Figure 5 (a)와 (b)는 각각 기관 온도와 인가 전력 변수 조건에 따라 마모가 종결될 때까지의 횟수를 나타낸 것이다. 여기서 실리콘을 증착시킨 시편은 실리콘을 증착하지 않은 시편보다 더 높은 마모강도를 나타냈다. 이는 메타아라미드직물 표면에서 실리콘이 슬립현상을 유발하여 마모를 저해하기 때문으로 사료된다. 또한, 기관 온도 및 인가 전력이 높을수록 마모강도가 점차 높아진다는 것을 볼 수 있었으나, Figure 5 (a)에서의 기관 온도 조건 300°C와 (b)에서의 인가 전력 조건 80W에서는 마모횟수가 다소 감소하였다. 이는 EDS분석에서의 기관 온도 및 인가 전력에 따른 증착 직물의 실리콘(Si) 조성비 변화 경향과 대체로 일치하는 것으로 나타났다.

따라서 이는 실리콘의 증착도는 마모강도와 직접적인 상관관계가 있다는 것을 알 수 있으며, 이와 같은 결과로부터 실리콘을 내마모 특성 향상을 위한 가공재료 이용하였을 때, 메타아라미드 직물의 마모강도를 효과적으로 향상시킬 수 있음을 시사한다.

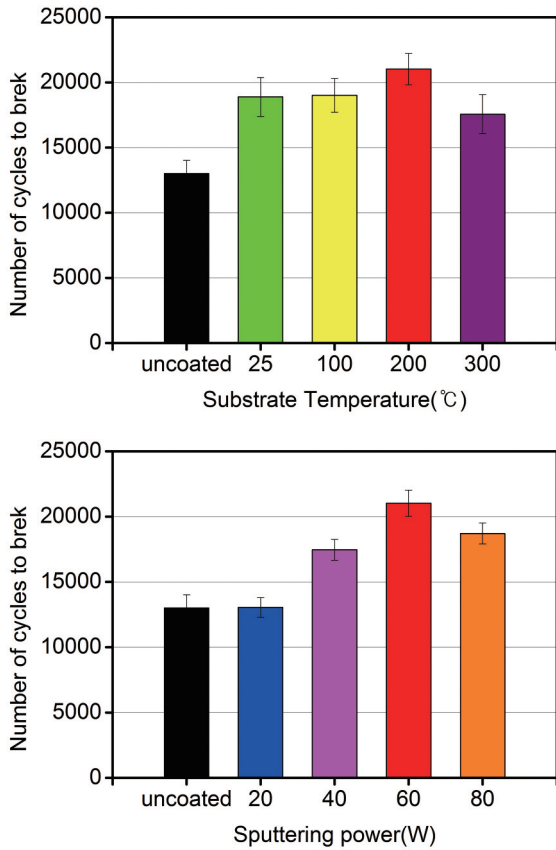


Figure 5. Number of cycles to break with (a) substrate temperature, (b) sputtering power.

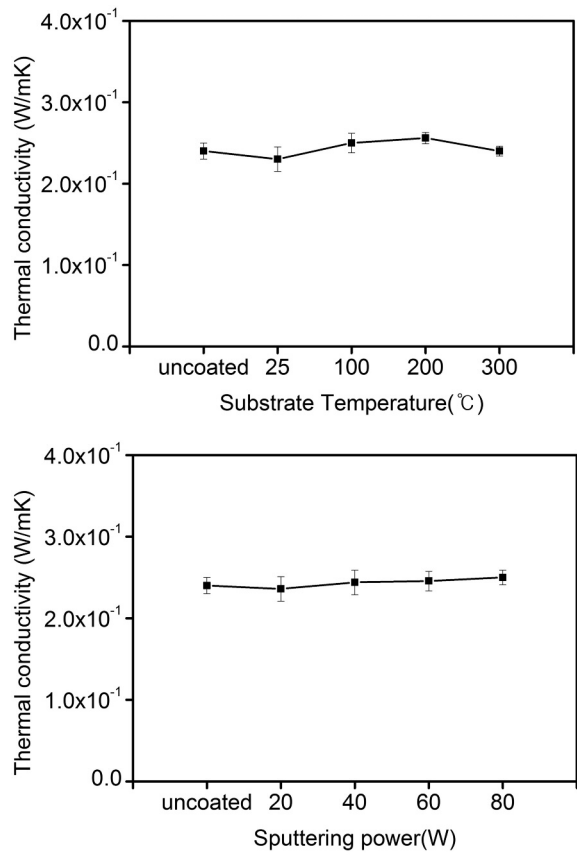


Figure 6. Thermal conductivity of silicon deposited meta-aramid fabric with (a) substrate temperature, (b) sputtering.

3.1.3 열전도율

기판 온도와 인가 전력에 따른 실리콘이 증착된 메타아라미드 직물의 열전도율을 측정된 결과를 Figure 6에 나타내었다. 실리콘이 증착된 메타아라미드 직물의 열전도율은 기판의 온도가 높아짐에도 불구하고 유의한 변화가 없는 것으로 나타났다. 이는 실리콘 자체의 열전도율은 149W/m·K로 비교적 높은 편이라 본 공정 변수 범위에서 증착은 직물의 열전도율 변화를 유발하지 않는 것으로 보인다. 이로부터 실리콘을 내마모성 향상을 위한 가공재로서 사용하여도 직물의 열전도율의 변화 없이 내마모 특성을 향상할 수 있음을 알 수 있다.

3.1.4 전기 저항

Figure 7 (a)와 (b)는 다양한 기판 온도와 인가 전력의 변화가 실리콘이 증착된 메타아라미드 직물의 전기 저항에 미치는 영향을 살펴본 결과를 나타낸 것이다. 기판 온도와 인가 전력이 높아짐에 따라 실리콘이 증착

된 메타아라미드 직물의 전기 저항은 증가하다가 기판 온도 200°C와 인가 전력 60W에서 최대값을 가지고, 그 이후 다소 감소하는 경향을 보였다. 기판 온도와 인가 전력이 증가함에 따라 전기 저항이 증가한 것은 실리콘 증착도가 증가하면서 실리콘 자체의 높은 전기 저항이 증착 직물의 전체 전기 저항에 주로 지배적인 영향을 주기 때문이며, 전기 저항이 최대값 이후 다소 감소하는 경향은 마모강도와 유사한 이유로 실리콘의 증착도에 의한 상관관계로 사료된다.

4. 결 론

본 연구에서는 RF 마그네트론 스퍼터링 가공 기술을 통해 메타아라미드 직물에 대한 실리콘 증착의 최적 조건을 확립하였다. 다양한 기판 온도와 인가 전력을 이용하여 실리콘이 증착된 메타아라미드 직물을 제조하였으며, 기판 온도와 인가 전력 조건의 변화를 통해 증

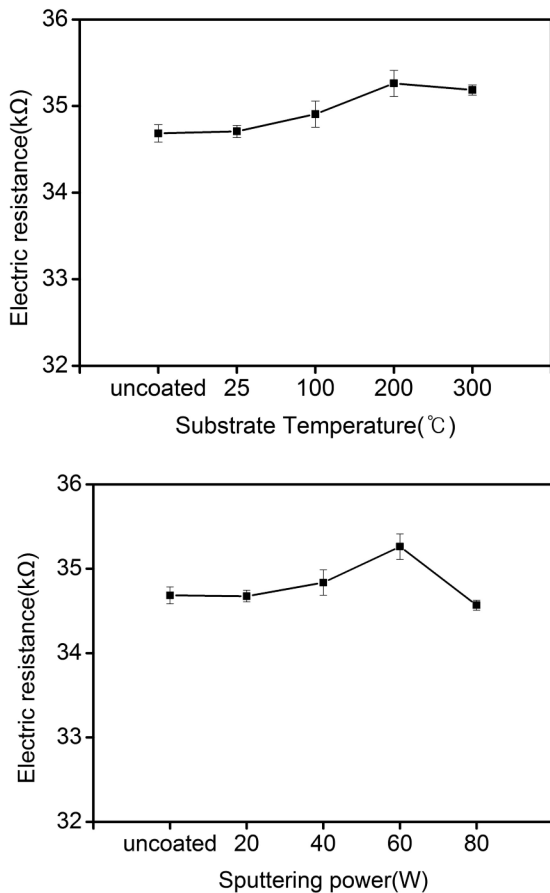


Figure 7. Variations of electric resistance of Silicon deposited fabric by RF magnetron sputtering with (a) substrate temperature, (b) sputtering power.

착 직물의 형태학 및 마모강도 등 다양한 특성을 분석하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 기판 온도 및 인가 전력이 증가함에 따라 메타아라미드직물 표면에 증착된 실리콘 입자 크기는 증가하였다. 적당한 기판 온도가 되면 입자들이 에너지를 얻어서 기판 표면 위 이동이 증가하여, 쉽게 서로 모여 입계 크기를 넘은 안정한 클러스터를 형성하여 박막으로 성장하며 박막 밀도가 향상되었다. 또한, 인가 전력이 증가할수록 증착 속도가 증가하여 증착률이 증가되었다.
2. 마모강도 및 열전도율 분석 결과, 실리콘 증착은 주어진 마모 조건 하에서 메타아라미드 직물의 내마모성에 뚜렷한 영향을 미치며, 실리콘 증착이 메타아라미드 직물의 열전도율에는 유의한 영향을 미치지 않았다. 이로부터 실리콘을 내마모성 향상을 위한

가공재로서 사용하여도 직물의 열전도율의 변화 없이 내마모성을 향상시킬 수 있음을 알 수 있었다.

3. 형태학 특성 및 마모 특성 결과를 고려할 때, 기판 온도 200°C 및 인가 전력 60W의 증착 조건이 실리콘(Si) 코팅을 위한 최적 조건으로 확립되었다.

감사의 글

본 연구는 섬유생활스트림간협력기술개발사업(과제번호 10052525)의 지원 및 관리로 수행되었습니다.

References

1. N. N. Baeva, E. A. Manyukov, S. F. Sadova, L. V. Konovalova, and G. S. Negodyaeva, Sorption and Desorption Properties of Meta/Para-aramid Fibres, *Fibre Chemistry*, **39**(3), 205(2007).
2. C. C. Foo, G. B. Chai, and L. K. Seah, Mechanical Properties of Nomex Material and Nomex Honeycomb Structure, *Composite Structures*, **80**(4), 588(2007).
3. L. Yao, K. T. Kim, and J. Y. Kim, Fabrication of Meta-aramid Fibrid by Precipitation, *Fibers and Polymers*, **13**(3), 277(2012).
4. I. Padleckiene, A. Abraitene, L. Valaseviciute, S. Krauledas, R. Puodziuniene, and L. Jovaisiene, Mechanical and Thermal Properties of Meta-aramid, Viscose FR and Polyester FR Knitted Materials, *Mechanika*, **18**(5), 174(2013).
5. L. R. Yao and J. Y. Kim, The Microstructure and Mechanical Property of Meta-aramid Nanofiber Web for High Temperature Filter Media, In: *Advanced Materials Research, Trans Tech Publications*, **175**(4), 318(2011).
6. K. Ramani, W. J. Weidner, and G. Kumar, Silicon Sputtering as a Surface Treatment to Titanium Alloy for Bonding with PEKEKK, *International J. of Adhesion and Adhesives*, **18**(6), 401(1998).
7. L. A. Marques, J. E. Rubio, M. Jaraiz, L. A. Bailon, and J. J. Barabolla, Dose Effects on Amorphous Silicon Sputtering by Argon Ions : A Molecular Dynamics Simulation, *J. of Applied Physics*, **81**(3), 1488(1997).
8. G. Xu, P. Jin, M. Tazawa, and K. Yoshimura, Optical

- Investigation of Silicon Nitride Thin Films Deposited by RF Magnetron Sputtering, *Thin Solid Films*, **425**(1), 196(2003).
9. M. Vila, D. Caceres, and C. Prieto, Mechanical Properties of Sputtered Silicon Nitride Thin Films, *J. of Applied Physics*, **94**(12), 7868(2003).
 10. A. Bendjerad, S. Boukhtache, A. Benhaya, A. Lahmar, M. Zergoug, and D. Luneau, RF Magnetron Sputtering Deposition of NiO/Ni Bilayer and Approach of the Magnetic Behavior using the Preisach Model, *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, **428**, 377(2017).
 11. Y. Ishil, T. Kaneko, K. Okimura, H. Shindo, and M. Isomura, Fabrication of Amorphous Silicon Nitride Thin Films by Radio-Frequency Sputtering Assisted by an Inductively Coupled Plasma, *Thin Solid Films*, **624**(10), 49(2017).