

원자혼합법으로 증착된 은 박막의 트라이볼로지적 특성에 관한 연구

양승호, 공호성, 윤의성

한국과학기술연구원 트라이볼로지 연구센터

A Study on the Tribological Characteristics of Thermally Evaporated Silver Films Assisted by Atomic Mixing

Seung Ho Yang, Hosung Kong, Eui-Sung Yoon

Tribology Research Center, Korea Institute of Science and Technology

Abstract - A new functionally gradient metal coating method using an atomic mixing technique was developed. In this work, the effect of silver atomic mixing on the tribological characteristics of silver films has been investigated experimentally. Atomic mixing was implemented by using the bombardment of accelerated Ar ions during the thermal evaporation coating process of silver films. Experiments were performed in dry conditions using a ball-on-disk test rig at a load range of 19.6 mN - 17.64 N and a sliding velocity of 20 mm/sec. Results showed that the life of functionally gradient silver coating was enhanced about 100 times more than that of thermally evaporated silver coating and 2 times more than that of IBAD silver coating. The functionally gradient film also showed low friction and wear compared to those of the evaporated silver and the IBAD silver coated samples.

Key words: silver, atomic mixing, ion beam assisted coating, thermal evaporation, friction

1. 서론

연금속 코팅 기술은 고체윤활 피막 형성 기술의 한 분야로서 주로 우주 항공용 베어링과 같은 특수 목적용 윤활을 수행하는 기계장치에 적용하기 위하여 연구되어왔다 [1-3]. 납, 주석 및 은으로 대표되는 이러한 연금속 코팅들은 경한 소재위에 박막의 형태로 코팅될 경우 그 마찰계수를 낮출 수 있다는 Tabor의 응착마찰이론[4]에 근거한 것으로 특히 그 열 전도도가 높아 마찰열을 쉽게 전도할 수 있다는 장점이 있지만 실질적으로 모재로 주로 사용되는 철계 합금과의 상호 용해도가 작은 금속이 대부분이어서[5] 그 접착강도가 낮기 때문에 높은 면압이 요구되

는 기계장치에의 적용은 사실상 그 한계를 드러내왔다. 따라서 자중이 무시되는 우주환경에서의 적용에 관한 연구가 그 주류를 이루었음을 알 수 있다. 연금속 코팅기술에 관한 연구는 그 초기에는 납(lead), 주석(tin), 아연(zinc) 및 은(silver)과 같은 연금속들을 전해도금 방법에 의하여 코팅한 후 그 마찰 및 마모 특성을 연구한 결과들을 볼 수 있었으나[6] 그당시의 기술로는 1 μm 이하의 균일한 연금속 박막을 형성하는 것이 사실상 어려웠다.

이와 같이 연금속을 코팅한 경우 코팅두께가 중요한 이유는 연금속 코팅의 경우에 최저의 마찰계수를 나타내는 최적의 코팅두께가 존재하며 이때 이 최적 코팅두께는 접촉

압력에 따라 변화하기 때문이다[7]. 따라서 자중이 무시되어 일반 기계보다 접촉 면압이 상대적으로 작은 우주항공용 베어링등의 접촉 운동부의 경우에 약 $1 \mu\text{m}$ 정도 두께의 연금속 박막이 필요하게 된다.

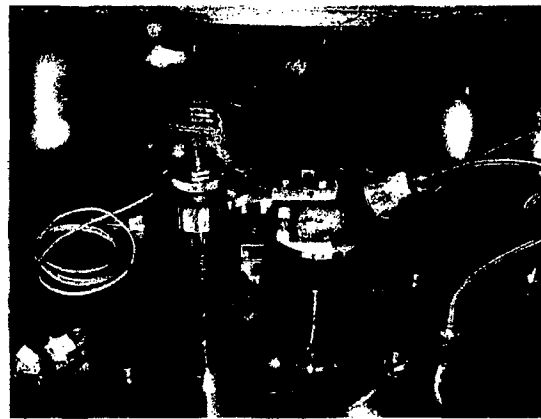
이러한 문제는 연금속의 경우 그 용해 및 기화온도가 비교적 낮다는 점을 활용하여 가열증발증착법(thermal evaporation coating)을 활용하여 연금속의 박막을 증착하는 기술에 관한 연구가 시작되면서 해결되었으나 가열증발증착법의 경우에도 코팅층의 접착강도가 요구하는 만큼 높지는 않아서 일반 기계의 접촉부위에 대한 적용에는 사실상 그 한계를 드러내어왔다[8].

최근 이러한 단점을 극복하고자 가속된 이온을 주사하여 코팅물질의 원자들에 부가적인 운동에너지를 가함으로써 코팅층의 접착강도와 그 경도를 증진시키는 이른바 IBAD(ion beam assisted deposition)방법[9,10]이 활발히 연구되어지고 있으나 이 방법 역시 코팅된 박막의 코팅층의 경도는 높으나 잔류응력이 너무 높고, 코팅층이 취화(brittle)된다는 약점을 가지고 있다. 이상과 같은 연구들을 종합해 보면 연금속을 이용하여 저마찰을 구현하려면 박막의 연금속 층을 코팅하면서 그 접착강도는 높고 상대재와 접촉하는 박막의 상층부는 전단강도가 낮고 연하며 잔류응력이 작은 코팅층이 필요하다. 이와 같이 코팅층 내에서 그 특성이 상이한 부분이 존재하는 코팅을 경사기능형 코팅(functionally gradient coating)으로 부른다.

본 연구에서는 이러한 경사기능특성을 가진 연금속의 박막을 구현하기 위하여 베어링강의 표면에 코팅되는 은 원자를 가속된 아르곤 이온을 이용하여 타격하여 원자 혼합층(atomically mixed layer)을 생성시킨 후 가열증발증착법을 통하여 전단강도가 낮고 잔류응력이 작으며 인성(ductility)이 좋은 은 박막을 은 원자 혼합층 위에 형성시킴으로서 코팅층의 접착강도가 높고 마찰계수가 낮은 새로운 경사기능형 연금속 코팅기술을 개발



(a) miniature test-rig



(b) macro test-rig

Fig. 1. Close-up views of the tribo-testers.

하고자 하였으며 그 접착강도, 마찰 및 마모 특성을 기존의 가열증발증착법 및 IBAD법으로 코팅된 은 박막의 결과들과 비교 분석하였다.

2. 실험장치 및 방법

본 논문에서는 AISI 52100 디스크 시편의 표면에 원자혼합법과 가열증발증착법을 사용하여 순수한 은(silver)을 코팅한 후 일방향 마찰 시 나타나는 마찰계수를 측정하였고, 실험 후 접촉 표면을 분석하기 위하여 광학 현미경분석 및 EPMA(electron probe micro

analyser)를 사용하여 분석을 시행하였으며 시편 볼과 디스크의 마모량을 Archard의 마모계수를 사용하여 분석하였다.

Fig. 1에는 본 연구에 사용된 실험장치들을 나타내었다. 본 실험장치들은 인위적으로 분위기 조절이 가능한 용기(chamber) 내에서 실험을 실시할 수 있게 제작되었으며 최대 접촉압력(Hertzian maximum contact pressure, Pmax) 0-400 MPa까지는 Fig. 1(a)의 미소마찰 실험장치를 사용하여 실험하였으며, 최대접촉압력 500-1000 MPa에서는 Fig. 1(b)의 마찰 실험장치를 사용하여 실험을 실시하였다.

본 실험에서는 추에 의한 하중 부과 방식을 사용하였으며 윤활유를 완전히 제거한 조건에서 정속(20 mm/sec), 건식 마찰 실험을 실시하였다.

시편으로는 직경 40 mm, 두께 6 mm의 AISI 52100 디스크를 열처리에 의하여 표면 경도를 HRC 57 - 62로 맞춘 다음, 최종 표면거칠기가 Ra 0.1 μm 가 되도록 연마/세척 후 코팅하여 사용하였으며, 시편 볼은 직경 12.7 mm, 재질 AISI 52100(grade 25; extra polished), 경도 HRC 65인 SKF사의 제품을 사용하였다

마찰계수는 로드셀(최대하중 10 N)을 사용하여 측정하였으며 또한 은 코팅의 상대재(counter part)인 시편 볼의 마모량을 정량적으로 비교하기 위하여 Archard의 마모계수(K, wear coefficient)를 사용하였다.

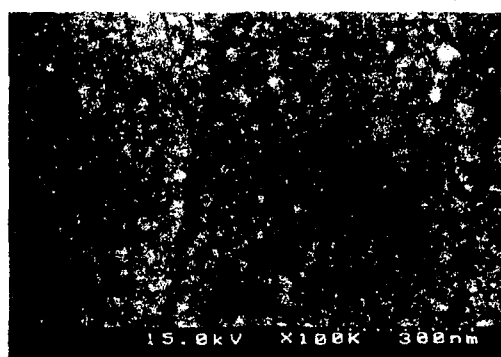
$$K = \frac{VH}{Ld}$$

이때, K는 Archad의 마모계수, V는 마모체적, d는 미끄럼거리, L은 부과된 수직하중을 나타낸다.

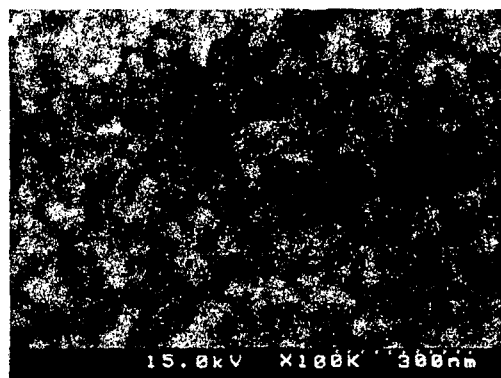
실험환경은 대기(ambient air)조건에서 실행하였으며 실험용기내의 상대습도를 일정하게 조절하여 실험하였다. 상세한 실험조건을 Table 1에 나타내었다.

Table 1. Test conditions

Test Conditions	Specimen	
	Ball	Disk
Roughness, Ra (nm)	10	100
Speed (mm/sec)	20	
Normal force (N)	0.020, 0.098	
	0.470, 0.980	
	5.880, 17.64	
Lubrication	Dry	
Environments	Ambient air,	
Temperature	Room temperature	



(a) no ion beam bombardment



(b) Ar⁺ ion beam (1.5 KeV) bombardment

Fig. 2. SEM micrographs of silver(0.1 g) coated surfaces.

코팅용 시편으로는 열처리된 AISI 52100 디스크를 사용하였으며 원자혼합층 형성공정 이후 가열증발증착 공정에 의하여 접촉강도

가 높고 표면 전단강도가 낮은 경사기능형 은 박막을 코팅하여 실험에 사용하였다. 이때 시편 디스크는 코팅전에 n-hexane을 사용하여 2분간 초음파 세척한 후 진공도 5×10^{-5} torr에서 1.5 KeV로 가속된 Ar⁺ 이온을 시편 디스크의 표면에 2분간 조사하여 표면을 cleaning하였다. Cleaning후 이온빔처리층은 9×10^{-5} torr에서 1.5 KeV로 가속된 Ar⁺ 이온을 시편 디스크의 표면에 조사하면서 순도 99.99%의 은 0.1 g을 가열증발시켜 실시하였으며 시편디스크의 표면에 은과 강(steel)의 원자 혼합층 형성 후 약 80 nm의 은 박막층을 형성시켜 이후의 은 가열증발증착 시 seed layer로 활용하였다. 가열증발증착만으로 0.1 g의 은을 증착한 시편 표면과 원자혼합법으로 0.1 g의 은을 증착한 후의 표면에 대한 SEM(scanning electron microscope) 분석 결과를 Fig. 2에 나타내었으며 이온빔 처리층에 대한 깊이방향원소분석(depth elemental analysis)의 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 원자 혼합층을 형성시킨 후 그 위에 2 μ m 두께의 은 박막층을 가열증발증착법만을 사용하여 원자혼합층위에 증착시켜 실험에 사용하였다.

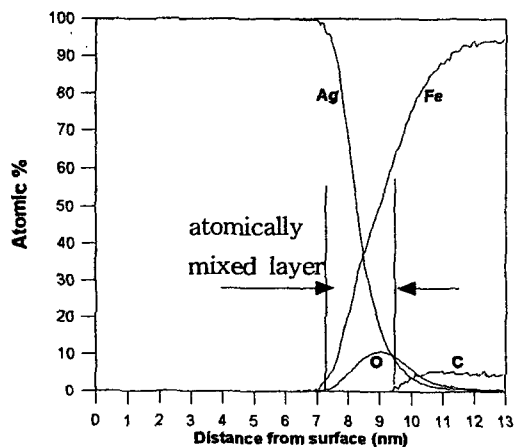


Fig. 3. Auger depth elemental analysis results of atomically mixed silver/steel interface.

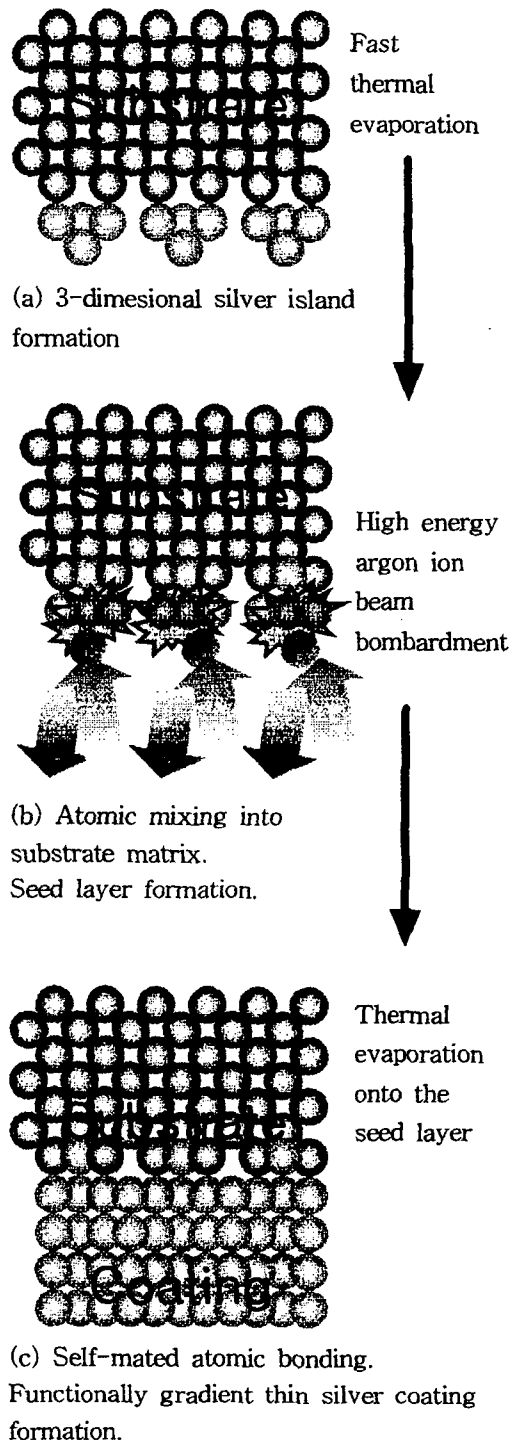


Fig. 4. A schematic figure showing the procedure of functionally gradient silver film deposition.

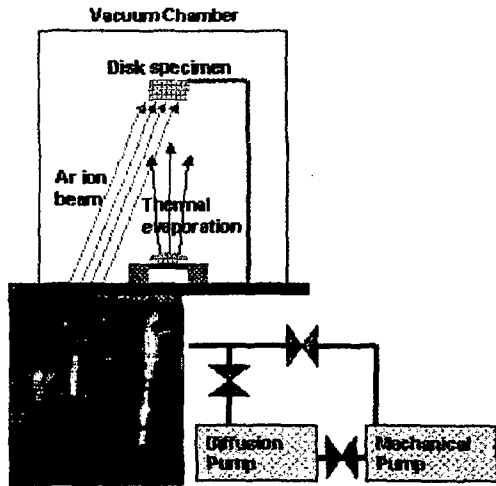


Fig. 5. Coating device.

본 연구에서 사용된 경사기능형 박막의 코팅 공정에 대한 개략도를 Fig. 4에 나타내었으며, 본 연구에 사용된 증착 장치를 Fig. 5에 나타내었다.

시편은 증착 전 및 증착 후 헥산(hexane)을 사용하여 초음파 세척한 후 질소가스로 세척하였으며 최종적으로 실험장치에 장착 후 진공분위기(4×10^{-5} torr)에서 5분간 유지하여 최종 세척한 후 Table 1과 같이 실험 조건을 조절하여 실험하였다.

코팅두께는 시편 증착 시 증착 장치에 함께 장입하여 코팅한 steel plate의 코팅면을 Alpha-Step을 이용하여 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3-1. 최적의 이온빔 처리층 두께 도출

최적의 이온빔 처리층의 두께를 산출하기 위하여 전체 은 코팅두께를 $2 \mu\text{m}$ 로 일정하게 정한 후 원자혼합층의 두께를 변경하여 실험한 결과를 Fig. 6에 나타내었다.

이때, 실험하중은 10 g(200 MPa, Hertzian maximum contact pressure), 미끄럼속도는 20 mm/sec이었으며 건식미끄럼 실험을 통하여 대기중에서 코팅층이 파손되는 시점까지 실험한 결과를 나타내었다. 이로부터 최

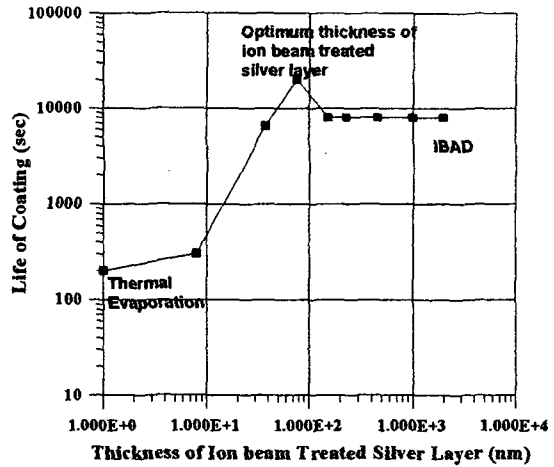
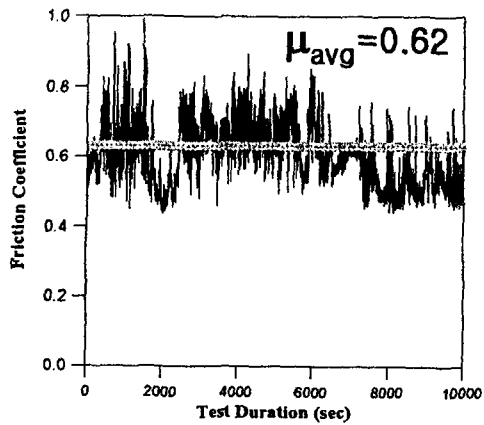


Fig. 6. Life of coatings for various silver films treated by Ar ion beam bombardment.

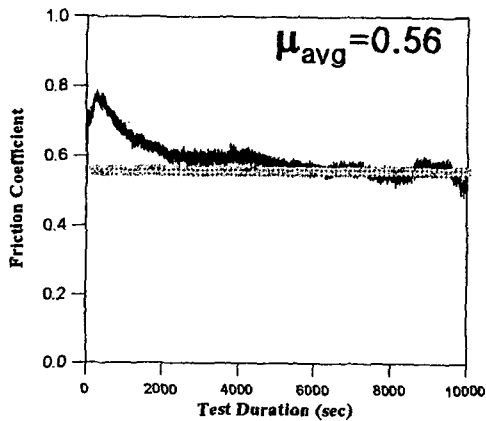
적의 이온빔 처리층 두께인 80 nm를 선택할 경우 가열증발증착법 대비 100배, IBAD법 대비 2배 이상의 코팅층 수명을 얻을 수 있음을 알 수 있었다. 따라서 본 논문에서는 최적의 이온빔 처리 두께인 8 nm를 선택하여 경사기능형 은 코팅층을 형성시켜 사용하였다.

3-2. 기존 코팅방법과의 트라이볼로지적 특성 비교

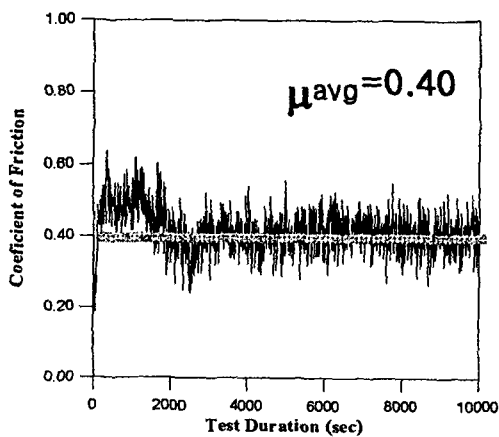
80 nm의 이온빔 처리두께를 갖는 $2 \mu\text{m}$ 의 은 코팅의 마찰 마모 특성을 기존의 방법으로 동일한 코팅두께만큼 증착된 은 박막들과 그 마찰 계수 및 마모를 비교하였다. 본 실험은 실험하중 10 g(200 MPa, Hertzian maximum contact pressure), 미끄럼속도 20 mm/sec, 미끄럼거리 1 km, 대기중 건식으로 실시하였으며 그 결과를 각각 Fig. 7과 Fig. 8에 나타내었으며 코팅의 상대제인 시편볼의 마모량은 볼 마모흔(wear scar)을 체적으로 환산하여 Archard의 마모계수로 Fig. 9에 나타내었다.



(a) Thermal evaporation coating



(b) IBAD coating



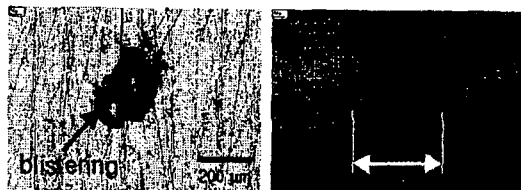
(c) Coating assisted by atomic mixing

Fig. 7. Friction coefficients of silver coated surfaces.

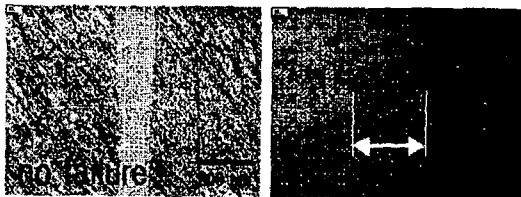
Fig. 7과 Fig. 8로부터 안정구간의 평균마찰계수는 가열증발증착, IBAD, 경사기능형은 코팅의 순으로 감소함을 알 수 있었다. 이때, 가열증발 증착법으로 코팅한 은 코팅층은 실험초기에 곧바로 파손되어 불과 디스크의 직접접촉으로 인하여 높은 마찰계수를 나타내었음을 알 수 있었으며 IBAD법으로 코팅한 은 코팅층은 부분적으로 blistering이 발생하였지만 코팅층이 완전히 파손되지는 않았으며 따라서 이 경우는 은 코팅층이 보호층의 역할을 하여 불과 디스크의 직접접촉을 차단하여 가열증발증착된 은 코팅의 경우보다 낮은 마찰 계수를 나타내었다.



disk ball
(a) Thermal evaporation coating



disk ball
(b) IBAD coating



disk ball
(c) Coating assisted by atomic mixing

Fig. 8. Optical micrographes the contact surfaces of ball and disk specimens(after 1 km sliding).

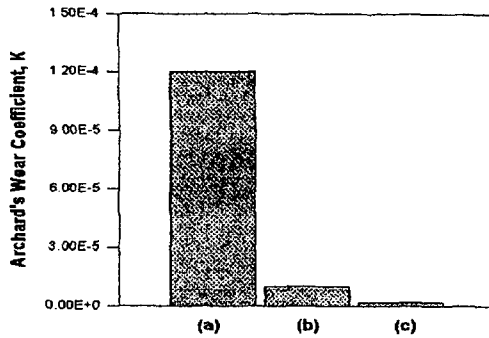


Fig. 9. Archard's wear coefficients of specimen balls tested with (a) thermally evaporated silver coating, (b) IBAD silver coating, (c) functionally gradient silver coating(after 1 km sliding).

경사기능형 은 코팅의 경우 원자 혼합에 의하여 모재와의 접합강도가 높고 특히 코팅층의 임계전단강도가 낮아서 보호층으로서의 역할과 고체윤활층으로서의 역할을 동시에 나타낸 것으로 사료되었다.

또한 코팅시편의 상대재인 볼의 마모량을 Archard의 마모계수를 통하여 나타내면 Fig. 9와 같은데 이 경우에도 전술한바와 동일하게 경사기능형 은 코팅을 적용하여 실험한 볼 시편에서 최저값이 나타났고 가열증발증착법으로 은을 증착하여 실험한 볼 시편에서 최대값이 나타남을 알 수 있었다. 이로부터 은 코팅층은 상대재의 표면에 대해서도 보호층의 역할을 나타냄을 알 수 있었다.

4. 결론

이상과 같은 연구를 통하여 다음과 같은 결론을 도출할 수 있었다.

(1) 원자혼합법을 이용하여 모재와의 접착수명이 우수한 경사기능형 연금속 박막코팅법을 개발하였다.

(2) 본 연구에서 개발된 연금속 박막증착법을 사용하여 은을 코팅한 후 실험한 결과 기존의 가열증발증착법 및 IBAD코팅법보다 마찰과 마모가 낮은 우수한 특성을 확인할 수 있었다.

후기

본 연구는 과학기술부가 지원하는 특정 연구개발 사업 중 중점국가연구개발사업과, 국가지정연구실사업의 연구비지원으로 수행되었습니다.

참고문헌

- Hilton, M. R. and Fleischauer, P. D., "Applications of Solid Lubricant Films in Space," Surface and Coatings Technology, Vol.54/55, pp.435-441, 1992.
- Roberts, E. W., "Thin Solid Lubricant Films in Space," Tribology International, Vol.23, No.2, pp.95-104, 1990.
- Clauss, F. J., Solid Lubricants and Self Lubricating Solids, Chap.3, pp.45-50, Academic Press, New York and London, 1972.
- Bowden, F. P. and Tabor, D., The Friction and Lubrication of Solids, Part II, pp.52-86, 1964.
- Rabinowicz, E., Friction and Wear of Materials, 2nd Edition, John Wiley & Sons, pp.28-31, 1995.
- Tsuya, Y. and Takagi, R., "Lubricating Properties of Lead Films on Copper," Wear, Vol.7, pp.131-143, 1964.
- Halling, J., "The Role of Surface Films In the Frictional Behavior of Lubricated and Dry Contacts-A Unifying Influence in Tribological Theory," ASLE Transactions, Vol.24, No.4, pp.528-536, 1982.

8. Jang D. and Kim, D. E., "Tribological behavior of Ultra-Thin Soft Metallic Deposites on Hard Substrates," Wear, Vol. 196, pp.171-179, 1996.
9. Jincheng, X., Caixia, J., Meizheng, G. and Tianmin, H., "The study on the tribological properties of pure iron treated by IBAD," Wear, Vol.217, Issue 1, No.15 April, pp. 110-116, 1998.
10. Erdemir, A., Busch, D. A. Erck, E., R., Fenske, G. R .and Lee, R. "Ion-Beam-Assisted Deposition of Silver Films on Zirconia Ceramics for Improved Tribological Behavior," STLE, Vol.47, No.10, pp. 867-872, 1990.