PCVD법에 의한 저마찰 DLC 코팅막 제조 및 특성 평가에 관한 연구
Synthesis and evaluation of DLC thin film with low friction coefficient prepared by Plasma Chemical Vapor Deposition (PCVD)

이경황*[1], 박종원[1], 정재인[2], 양지훈[2], 박영희[3], 허규용[3]
[1)]포항산업과학연구원 울산산업기술연구소 (*k-hwanglee@rist.re.kr)
[2)]포항산업과학연구원 융합공정연구본부
[3)]포항산업과학연구원 마그네슘연구단

초 록 : DLC (Diamond-like Carbon) 코팅막은 저마찰, 고경도, 낮은 표면조도 등의 우수한 특성을 갖는 박막 물질로 다양한 산업분야에서 그 코팅막의 활용을 목적으로 응용연구가 활발하게 이루어지고 있다. 본 연구에서는 플라즈마 화학기상증착(PCVD) 공정을 이용하여 바이어스, 진공도, 공정 온도 등의 코팅 조건 변수를 이용하여 DLC 코팅막을 제작하였다. 또한, 코팅막은 공정 조건에 따라 증착속도, 표면 및 단면 조직, 밀착력, 경도, 마찰계수 등의 특성을 평가하였다. 플라즈마 화학기상증착법을 이용한 DLC 코팅막 제조는 상온과 175℃에서 이루어졌으며, 저온 중 DLC 코팅막 제조가 가능해짐에 따라 고분자 와 같은 저융점을 갖는 피처리물의 코팅처리가 가능하여 산업적 응용의 확대가 기대된다. SEM 표면 조직 관찰에 따른 DLC 코팅막의 표면조직과 조도는 공정조건에 따라 큰 차이는 보이지 않았지만, 밀착력에 있어서는 매우 큰 차이를 나타내었다. 스크래치 시험 결과 가장 높은 밀착력은 100 N 이상을 나타내었으며, 이때의 마찰계수는 약 0.02를 나타내었다. 가장 낮은 마찰계수는 약 0.01을 보였으며, 이때의 밀착력은 25 N을 나타내었다. 증착속도는 바이어스 전압의 증가에 따라 증가하는 경향을 나타내었으며, 온도의 증가에 따라 감소하는 경향을 나타내었다.

1.서론

DLC 코팅막은 저마찰, 고경도, 낮은 표면조도, 생체적합성 등의 우수한 특성을 갖고 있어 다양한 산업분야에의 응용을 위한 연구개발이 활발하게 이루어지고 있다. 특히, 저마찰 특성은 각종 구동 부품 및 윤활이 필요한 기계부품에 적용을 위한 코팅기술 적용이 실시되고 있다. 2006년도에는 닛산자동차가 피스톤링에 DLC 코팅막을 적용하여 3~4%의 연비향상을 시켰다는 보고와 함께 DLC에 대한 관심이 고조되었으며, 최근에는 국내의 자동차 생산 기업에서 저마찰 DLC 코팅기술을 고급 승용차 엔진부품에 적용하여 연비향상을 꾀하고 있다. 탄소원자를 주성분으로 하는 DLC 코팅막은 마찰계수가 보고되고 있는 타 경질박막에 비하여 대단히 낮은 우수한 특성을 갖고 있으며, 상대 공격성이 가장 적어 저마찰 코팅막으로 다양한 산업분야에 응용이 검토되고 있다.

저마찰 DLC 코팅막의 저온 코팅기술은 고분자 표면의 가스 침투억제막 (gas barrier성), 고광택 흑색화, 내마모 저마찰 코팅을 실시하여 고분자 표면의 보호 및 심미성 부여를 위한 연구개발이 진행 중에 있어, DLC 저온 코팅기술 개발은 기계 기반 산업을 비롯하여 화학 산업에 이르기까지 다양한 응용 기술개발이 추진 중에 있다. 또한, 고체윤활피막과 같이 윤활유를 필요로 하지 않는 코팅막 연구는 미국, 일본 및 유럽선진국들에서 이미 오래전부터 진행되어 실용화되고 있으며, 현재 더욱 더 뛰어난 고성능의 고체윤활막 개발을 위한 연구가 활발하게 진행되고 있다. 일반적으로 고체윤활막으로 이용되고 있는 재료는 연질금속인 Ag, Pb, Au등과 층상구조 물질의 MoS_2, Graphite 그리고 고분자재료인 테프론(PTFE)등이 있다. 이들 각각의 윤활코팅막 재료들은 윤활특성에 다소 차이가 있으므로 습도, 온도, 진공 혹은 대기, 모재의 종류 등의 사용 환경에 따른 적절한 선정이 필요하다. 고분자 표면 보호를 위한 DLC 기술은 현재 일본에서 음료 PET병의 내부에 DLC 박막을 코팅하여 산소가 음료병 내부로 침투하는 것을 방지하기위한 Gas barrier 박막으로 활용하고 있다. 또한, 전기전자 산업 분야에서의 DLC 박막은 Flexible Display로 이용되는 고분자 필름상에 Gas barrier 특성 부여를 위한 기술개발이 검토되고 있으며, Touch Screen Panel 표면에 DLC 박막을 코팅하여 내구특성을 향상시키고자 하는 움직임이 있다. 이에 더하여, 환경문제의 하나로 대두되고 있는 고무·수지 등의 고분자 재료의 마찰 · 마모 에 의한 분진발생을 억제하는 기술을 검토 중에 있으며, 그 대안으로 고분자에 탄소계 박막 코팅을 통해 Oil Powderless 실현을 위한 연구가 2002년부터 진행되고 있다.

2.본론

2.1 실험방법

저마찰 DLC 코팅막은 플라즈마 화학기상증착법을 이용하여 제작하였으며, 가스는 아세틸렌 가스를 이용하여 SKD 61과 실리콘 기판상에 코팅막을 제작하였다. 기판은 진공용기에 장입 전 아세톤과 알코올에 각각 10분씩 초음파 세척기를 이용하여 전처리 하였다. 그림 1은 PCVD 장치 개략도를 보인다. 기판을 진공용기에 장입하고 진공을 1.5 x 10^{-5}로 배기하였다. 기판의 표면 전처리는 아르곤 가스를 진공용기에 투입하여 4.5 x 10^{-2} 에서 각각의 코팅 온도에서 바이어스 전원을 700V 인가하여 10분간 Ion Bombardment 전처리를 실시하였다. DLC 코팅은 아세틸렌 가스를 65sccm 공급하여 0.05Torr와 0.1Torr에서 각각 30분간 코팅을 실시하였으며, 공정변수는 Taguchi 실험계획법에 따라 진공도, 온도, 바이어스 전압을 변화시켜 코팅막을 제작하였다. 코팅 속도는 FE-SEM을 이용하여 코팅막의 단면을 관찰하여 코팅 두께를 측정하여 코팅시간을 나누어 구하였으며, 코팅막의 밀착력, 경도, 마찰계수는 scratch test, 초미소경도계, Ball-on-disk를 이용하여 측정하였으며, 표면 조직 및 조도는 FE-SEM과 AFM을 이용하여 관찰하였다. 표 1은 코팅막 제작 공정변수를 타나낸다.

표 1 공정변수

공정변수	실험범위	단위
바이어스 전압	400 ~ 700	V
진공도	0.1, 0.05	Torr
온도	상온, 175	℃
코팅시간	20, 30	min.

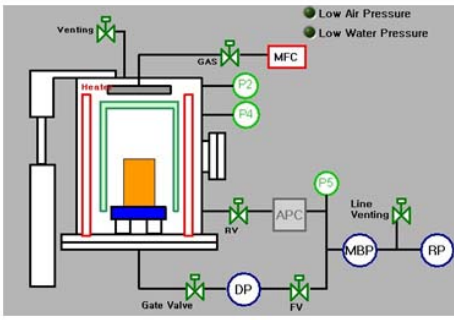

Fig. 1 Scheme of the PCVD apparatus

2.2 코팅속도 및 표면 관찰

코팅두께는 시험편의 단면을 FE-SEM으로 관찰하여 두께를 측정하였으며, 코팅시간으로 나눈 값을 코팅속도로 나타내었다. 코팅속도에 미치는 바이어스 전압, 진공도, 증착온도에 대한 영향을 그림 2에 나타낸다. 코팅속도는 바이어스 전압의 증가에 따라 증가하는 경향을 나타내었으며, 진공도는 0.05 torr 보다 0.1 torr에서 제작된 코팅막의 코팅속도가 빠르게 나타났다. 또한, 코팅속도는 온도가 증가함에 따라 느려지는 경향을 나타내었다. 표면 조직은 온도가 증가함에 따라 다소 몰포로지의 크기가 증가하고 거칠어지는 경향을 나타내었다. 그림 3은 각각의 증착조건에서 얻어진 DLC 코팅막의 표면 조직을 보인다.

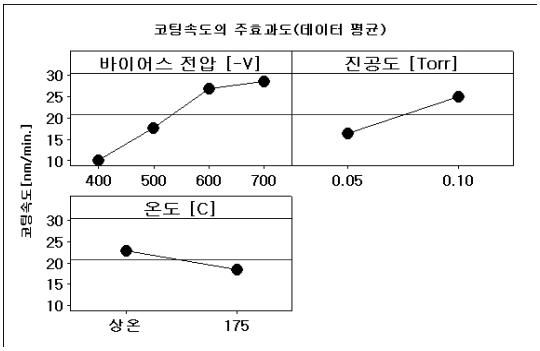

Fig. 2 Influence of Bias V., vacuum and temperature on deposition rate

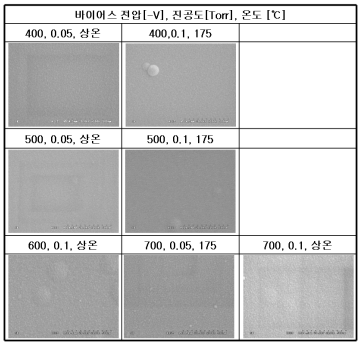

Fig. 3 SEM image of DLC films

2.3 마찰계수

그림 4는 공정변수에 따라 제작된 DLC 코팅막의 Ball-on-disk를 이용하여 측정한 마찰계수 측정 결과를 보인다. 가장 낮은 마찰계수는 진공도 0.05 torr, 바이어스 전압 600V, 증착온도 175℃에서 제작한 코팅막에서 약 0.02를 나타내었으며, 상온에서 제조된 막은 진공도 0.1 torr와 바이어스전압 600V에서 제작한 막이 마찰계수 약 0.2를 나타내었다.

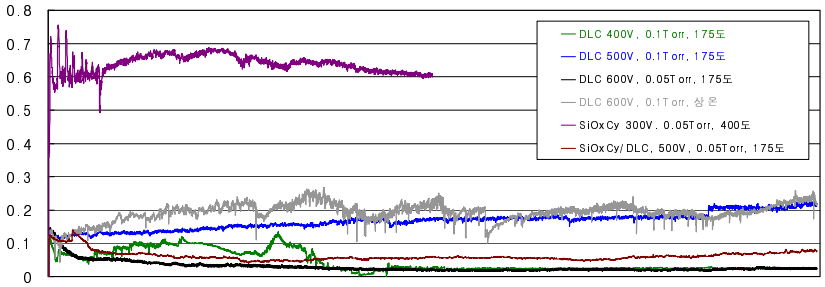

Fig. 4 Friction coefficient of DLC films

3. 결론

플라즈마 화학기상증착법 (PCVD)을 이용하여 제작한 DLC 코팅막에 대한 연구에서 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 상온에서 약 0.2의 마찰계수를 나타내는 DLC 코팅을 제조하는 것이 가능했다.
2. 스크래치 시험 결과 100N 이상의 밀착력과 약 0.02의 마찰계수를 나타내는 DLC 코팅막은 바이어스 전압 600V, 진공도 0.05 torr, 코팅온도 175 ℃에서 얻어 졌다.

참고문헌

1. J. Robertson, Surf. Coat. Tech., vol. 50(1992) pp. 185-203.
2. Y. Liu et al., Surf. Coat. Tech., vol. 82(1996) pp. 48-56.