

다구찌 실험계획법을 이용한 탄소코팅 초박막의 마찰특성

안준양*, 김대은#, 최진용**, 신경호**

Friction Properties of Carbon Coated Ultra-thin Film using Taguchi Experimental Design

Jun Yang Ahn*, Dae Eun Kim#, Jin Yong Choi** and Keong Ho Shin**

ABSTRACT

Frictional properties of ultra-thin carbon coatings on silicon wafer were investigated based on Taguchi experimental design method. Sensitivity analysis was performed with normal load, relative humidity, deposition process, and coating thickness as the variables. It was found that despite low thickness, the carbon coating resulted in relatively low friction coefficient. Also, the frictional behavior was affected significantly by humidity and normal load.

Key Words : Deposition condition(증착조건), Relative humidity(상대습도), Taguchi experimental design(다구찌 실험계획법), Ultra-thin carbon coating film(탄소코팅 초박막)

기호설명

r_p : reflection coefficient of p polarized light
 r_s : reflection coefficient of s polarized light
 ψ : ratio of the p and s polarized light
 Δ : phase shift of the p and s polarized light
 γ_{SV} : surface free energy of solid-vapor interfaces
 γ_{SL} : surface free energy of solid-liquid interfaces
 γ_{LV} : surface free energy of liquid-vapor interfaces
 θ : contact angle
SN : ratio of signal to noise
n : number of measurement
 y_i : characteristic value
 σ : variation of characteristic value

1. 서론

지난 수십년동안 정밀기계부품의 마찰저감과 내구성향상을 목적으로 표면에 원하는 기능을 얻을 수 있는 재료를 코팅하는 방법에 대해서 지속적으로 연구되어 왔다. 최근에는 하드디스크뿐만 아니라, 다양한 MEMS 부품에서도 접촉면의 기계적특성을 향상시키기 위해서 다양한 코팅재료 및 방법에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.¹⁻⁶

특히, 탄소 코팅 필름은 독특한 비정질(amorphous) 구조로 되어있기 때문에 정밀기계부품의 표면 보호층으로서 관심을 가지게 되었다. 탄소코팅 필름은 200°C 이하의 온도에서도 합성이 가능하기 때문에 거의 모든 재료를 기판으로 사용할 수가 있

*** 2002년 3월 8일 접수
* 연세대학교 대학원 기계공학과
교신저자, 연세대학교 기계공학부
E-mail kimde@yonsei.ac.kr Tel. (02) 2123-2822
** 한국과학기술연구원 미래기술연구본부 나노소자연구센터

고, 비정질의 준안정상이므로 그 물리 화학적성질이 넓은 범위에 걸쳐 있다. 따라서, 특정 응용분야에서 요구하는 특성을 갖는 필름의 합성이 가능하다. 또한, 이 필름은 높은 경도와 밀도, 내마모성을 가지고 있고, 합성표면이 1nm 이하의 표면거칠기를 가지고 있어서 내마모, 내부식, 윤활코팅으로의 응용이 가장 활발하게 연구되어 왔다.^{7,8} 하지만, 다양한 환경과 특수한 작동조건에서의 탄소코팅 필름의 마찰특성에 대한 연구는 아직 미흡한 실정이다.

탄소코팅 필름은 매우 낮은 마찰계수를 가지고 있지만, 다른재료와 탄소코팅 필름 사이의 마찰계수는 상대습도에 크게 영향을 받는다고 알려져 있다. Liu 등은⁹ 탄소코팅 필름과 ZrO₂ 재질의 Pin 사이의 마찰 실험을 통해 0%의 저습환경에서는 마찰계수가 낮고 100%의 고습환경에서는 상대적으로 높은 마찰계수를 유지한다고 하였다. 그리고, 이들은 영하 10°C 의 저온환경에서 탄소코팅 필름은 짧은 미끄럼시간에 마찰계수가 급격히 증가한다고 하였다. Voevodin 등은¹⁰ 상대습도를 저습에서 고습으로 변화시키면서 탄소코팅 필름에 대한 마찰실험을 하였는데, 실험횟수가 어떤 시점이상이 되면 마찰계수가 습도에 따라 낮아지는 결과를 보였다. 이러한 원인으로 탄소코팅 필름표면이 초기상태와 다르게 변화하면서 수분을 흡수하여 원자간의 전단력을 감소시키기 때문이라고 설명하고 있다. 그리고, 수소를 첨가한 탄소코팅 필름과 첨가하지 않은 탄소코팅 필름에 대한 건식마찰실험을 통해, 수소가 첨가된 탄소코팅 필름은 매우 낮은 마찰계수를 가지고 표면이 흑연화되는 결과를 보여줌으로써, 수소의 첨가가 탄소코팅 필름의 마찰특성에 중요한 역할을 한다고 Ronkainen 등에¹¹ 의해서 제시되었다. 또한, 다양한 가스분위기에서 증착된 탄소코팅 필름에 대한 마찰실험을 통해 수소가 가장 많이 첨가된 필름이 가장 우수한 마찰특성을 나타낸다고 알려져 있다.¹²

본 연구에서는 미세 정밀기계 부품의 보호층 개발을 위하여 다양한 증착 조건으로 코팅된 10nm 이하의 초박막 탄소코팅의 마찰특성을 여러 가지 작동조건에 대하여 고찰 하였다.

2. 실험

2.1 시편

본 실험에 사용된 디스크 시편은 9 종류로서 0.5mm 의 두께를 가진 실리콘웨이퍼위에 탄소를 스퍼터링 방식으로 증착시켰다. 디스크 시편에 대한 증착조건을 정리하면 Table 1 과 같다.

AFM(Atomic Force Microscopy)으로 디스크 시편의 평균 표면거칠기를 측정 한 값은, 0.4~0.8nm 이다.

Table 1 Deposition conditions of specimens

Specimen	Types	Thickness[nm]
1	Ar only	3
2	Ar+H ₂ [20%]	5
3	Ar+H ₂ [40%]	7
4	Ar+H ₂ [20%]	7
5	Ar+H ₂ [40%]	3
6	Ar only	5
7	Ar+H ₂ [40%]	5
8	Ar only	7
9	Ar+H ₂ [20%]	3

상대마찰재료는 1mm 직경의 STB2 베어링볼을 사용하였고, 볼의 표면거칠기는 약 20nm, 경도는 HV 780 정도이다. 볼에 묻어있는 이물질 제거하기 위하여 실험전에 초음파세척기를 이용하여 아세톤에 담귀서 3분, 알코올에 담귀서 3분 세척한 후에 증류수로 깨끗이 닦아내어 사용하였다.

2.1.1 박막두께 측정

얇은 표면을 갖는 시편에 편광된 빛을 입사시켜 반사되어 나온 빛의 편광상태를 측정하여 시편의 정보를 알아내는 장비인 Ellipsometer 를 사용하여 실험시편의 두께를 측정하였다. 편광된 광선은 두개의 수직인 성분들의 합으로 표현될 수 있는데 하나의 성분은 입사면에 평행하게 전기장이 진동하는 것(p-polarized light)이고, 다른 하나는 입사면에 수직하게 진동하는 것(s-polarized light)이다. 이때 편광된 형태는 타원편광(elliptically polarized light)인데, Ellipsometer 로 이러한 타원을 측정하면 Psi(ψ)와 Delta(Δ)를 얻게 된다.¹³

본 실험에서는 Rotating Compensator Ellipsometer 를 사용하여 각 시편마다 세부분을 측정하였다. Fig. 1 은 Table 1 의 시편 1,2,3 과 Bare Si 에 대한

Psi(ψ)와 Delta(Δ)를 나타낸 것이다. Ellipsometry 방정식으로 표현하면 다음과 같다.

$$\tan(\psi) e^{i\Delta} = \frac{r_p}{r_s} \quad (1)$$

반사된 빛의 편광성을 측정한 결과(ψ 와 Δ)를 이용하여 시편의 모델링 오차를 줄여가며 시편의 두께를 측정한 값은 Table 2 와 같다.

Table 2 Measured thickness of specimens

Specimen	Measured Thickness [nm]
1	2.5
2	5.2
3	7.4
4	7.2
5	2.9
6	4.8
7	5.2
8	7.2
9	2.9

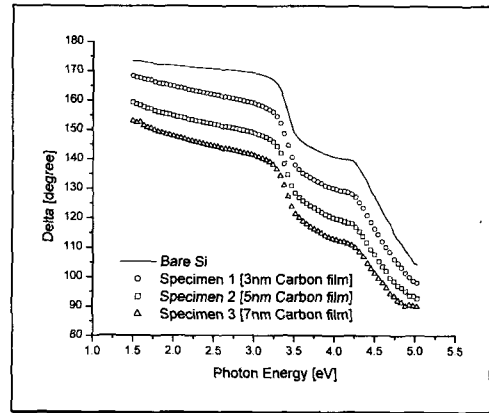
Table 2 에서 나타난 것과 같이 약간의 차이가 있기는 했지만, 전체적으로 박막의 두께가 신뢰성 있는 값을 보여주었다.

2.1.2 접촉각 측정

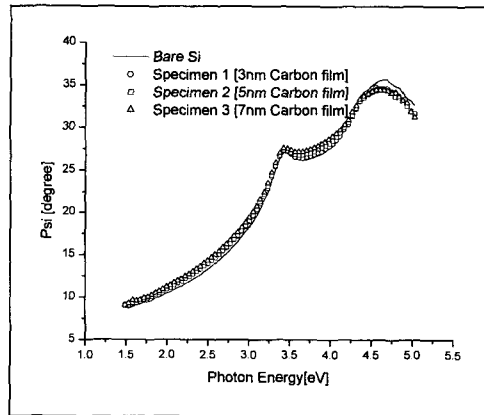
Fig. 2 와 같이 다양한 증착조건으로 코팅된 탄소 코팅 필름의 표면성질을 알아보기 위해서 접촉각을 측정하여 Young 방정식에 대입, 표면에너지를 구하였다.

$$\gamma_{SV} - \gamma_{SL} = \gamma_L \cos\theta \quad (2)$$

접촉각이 90°보다 작은 경우에는 친수성의 특성을 보이면서 높은 표면에너지를 나타내고, 90°보다 큰 경우에는 소수성의 특성을 보이면서 낮은 표면에너지를 가지게 된다. 표면거칠기가 매우 낮은 기계부품에 한해서는 표면에너지가 낮을수록 우수한 마찰특성을 가진다고 알려져있다.¹⁴



(a) Phase shift of the p and s polarized light



(b) Ratio of the p and s polarized light

Fig. 1 Ellipsometry spectrum of carbon film on Si

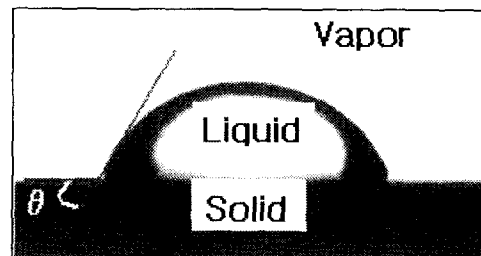


Fig. 2 Typical contact angle between solid and liquid

Fig. 3 은 시편번호 0 번인 Bare Si 이 접촉각이 작게 나타난 반면, 탄소 코팅된 시편들은 접촉각이 커지고 낮은 표면에너지를 가지게 된 것을 나타내주고 있다. 이것은 탄소 코팅 필름의 마찰특성이 향상되었음을 의미한다.

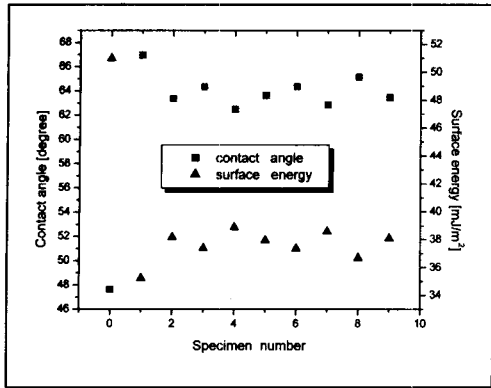


Fig. 3 Contact angle and surface energy of specimens

2.2 실험장치

본 실험에 사용된 실험장치는 Fig.4 에 나타난 바와 같은 Pin on Flat Tribotester 이다.

하드디스크 서스펜션에 부착된 볼과 왕복운동 하는 plate 사이의 접촉으로 인해 발생하는 마찰력은 반도체스트레인게이지에 의해 전압으로 변환되고, 앰프로 증폭되어 A/D board 를 통해 PC 에 저장된다. 측정된 전압값을 스트레인게이지의 교정 결과를 이용하여 마찰계수로 변환하여 최종결과를 얻었다.

미끄럼 실험 조건을 일정한 습도로 유지하기 위해서 실험장치는 아크릴로 만들어진 덮개로 씌워졌다. 고습인 경우의 상대습도는 가습기를 이용하고 20%이하의 상대습도는 건조제인 실리카겔을 이용하여 실험장치내의 습도센서를 통해 피드백시킴으로써 항습을 유지하였다.

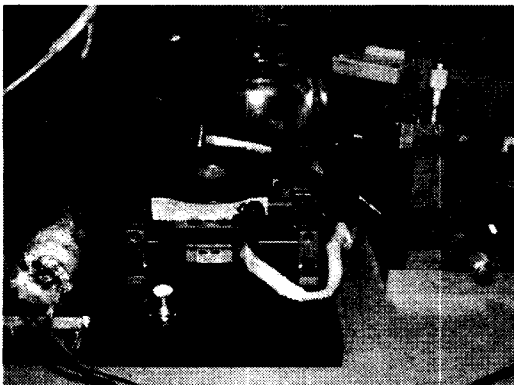


Fig.4 Pin on flat tribotester

2.3 실험내용

탄소코팅 필름의 마찰특성은 여러가지 증착조건과 실험조건에 의해 좌우되게 되며, 관련 인자들에 의해 실험결과가 영향을 받게 된다. 이처럼 복잡한 시스템을 관련인자들을 변화시키면서 최적조건을 찾기 위한 분석을 행하게 되면 너무 많은 시간과 노력이 소비되게 되고, 합리적인 분석이 어렵게 된다. 따라서, 본 연구에서는 실험계획법중의 하나인 다구찌 방법을 이용하여 탄소코팅 필름 증착조건 of 최적화를 위한 분석을 행하였다.

본 실험에서는 수직하중을 1~3gf, 미끄럼선속도를 2.85mm/s 로 설정하였고, 20±5%, 50±5%, 80±5%의 습도의 환경조건을 변화시켜가며 마찰실험을 수행하였다. 그리고, 미끄럼거리가 1.14m 가 되는 시점까지를 초기상태로, 실험이 끝나는 시점에서 이전의 1000 초까지를 정상상태로 정하여 데이터처리를 하였다.

2.3.1 인자와 직교배열표

본 실험에서 사용된 인자와 각 인자의 수준을 Table 3 에 나타내었다. 직교배열표로는 3 수준계 직교배열표의 일종인 L₉(3⁴)형을 사용하였으며, Table 4 에 나타내었다.

Table 3 Factors and levels used in this experiment

Factors	Levels		
	1	2	3
A:Normal load [gf]	1	2	3
B:R.H.[%]	20±5	50±5	80±5
C:Deposition conditions	Ar only	Ar+H ₂ [20%]	Ar+H ₂ [40%]
D:Coating thickness[nm]	3	5	7

Table 4 Orthogonal array table of L₉(3⁴)

Factor Exp.No.	A	B	C	D
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

2.3.2 결과분석

다구찌 방법은 기존의 실험계획법과는 달리 어떤 실험의 최적조건을 결정하는 기준을 특성치의 산포로 정하고 있으며 특성치의 산포가 가장 적은 실험조건을 최적조건으로 결정한다. 특성치의 산포는 S/N(Signal to Noise ratio)값에 의해 알수 있다. S/N 값은 특성치의 성질에 따라 다르게 정의 되는데 본 실험에서는 망소특성, 즉 특성치의 값이 적을수록 좋은 경우의 S/N 값을 사용하였고 그 정의는 다음과 같다.

$$SN = -10\log\left(\frac{1}{n} \sum y_i^2\right) = -10\log\sigma^2 \quad (3)$$

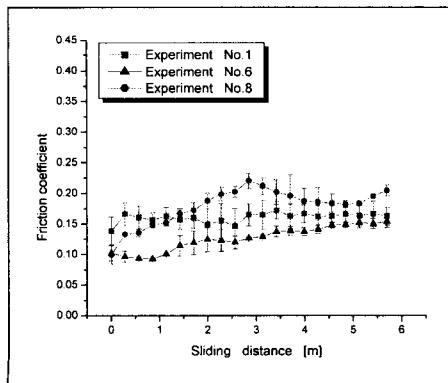
식(3)에서 S/N 값이 큰 경우가 그때의 실험시 조합한 인자들이 마찰을 줄이는데 좋은 방향으로 기여함을 나타낸다. 각각의 실험번호에 대한 S/N 값으로부터 각인자들의 효과를 간이분석법을 통하여 분석하였다. 인자들의 효과는 각 인자들의 수준이 특성값에 미치는 정도를 나타내며, 이들의 최고 최소값의 차이로써 각 인자들이 특성값에 기여하는 기여율을 계산하였다.¹⁵

3. 실험결과 및 고찰

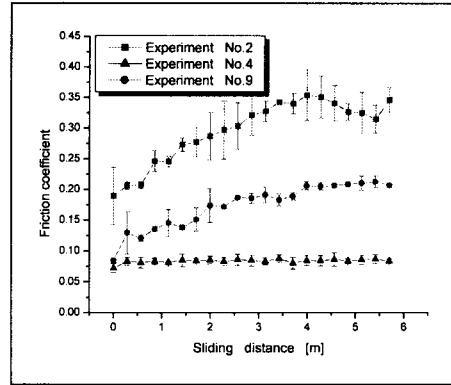
3.1 마찰특성

Fig. 5 는 Table 4 의 직교배열표에서 인자 C 에 해당하는 증착조건별로 마찰계수를 나타낸 것이다.

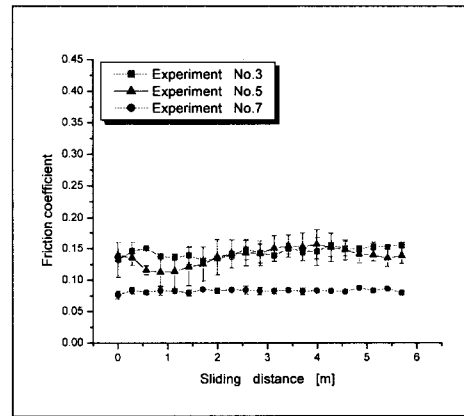
미끄럼 시작후 400 초가 되는 시점인 미끄럼 거리 1.14m 까지를 초기상태로 하고, 실험이 끝나



(a) Ar only



(b) Ar+H₂[20%]



(c) Ar+H₂[40%]

Fig. 5 Friction coefficient w.r.t. Deposition conditions

는 시점에서 이전의 1000 초까지를 정상상태로 정하여 각 실험별로 마찰계수를 평균하여 얻은 값을 Fig. 6 에 나타내었다.

Fig. 6 에 의하면 실험번호 4 와 7 인 경우에서 마찰계수가 가장 낮게 나왔으며, 두경우 모두 저습인 경우 (R.H.20±5%)이고, 증착할때 수소를 첨가했음을 Table 4 를 보면 알수 있다.

3.2 결과분석

본 실험에서 마찰계수는 낮을수록 좋으므로 망소특성을 적용하여 식(3)으로부터 초기 상태 및 정상상태의 S/N 값을 Fig.7 과 같이 구하였고, 이러한 S/N 값들을 가지고 초기 및 정상상태 마찰계수에 영향을 미치는 인자들의 수준의 합과 차를 이용하여 기여율을 계산하였다(Table 5).

Table 5 Factors affecting the friction coefficient

Factors		Sum of level			Difference of level	Affecting ratio[%]
		1	2	3		
A	Initial	8.12	11.78	10.99	3.66	48.35
	Steady	7.03	10.45	9.1	3.42	28.01
B	Initial	11.59	8.77	10.55	2.82	37.25
	Steady	11.4	6.65	8.52	4.75	38.9
C	Initial	10.07	9.93	10.9	0.97	12.81
	Steady	8.35	7.86	10.37	2.51	20.56
D	Initial	9.72	9.6	9.71	0.12	1.59
	Steady	8.18	8.68	9.71	1.53	12.53
합계					7.57	100
					12.21	

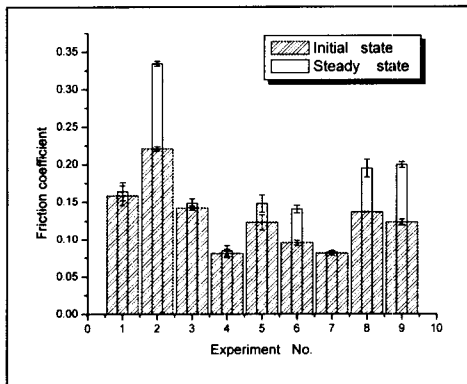


Fig. 6 Friction coefficient of initial and steady states

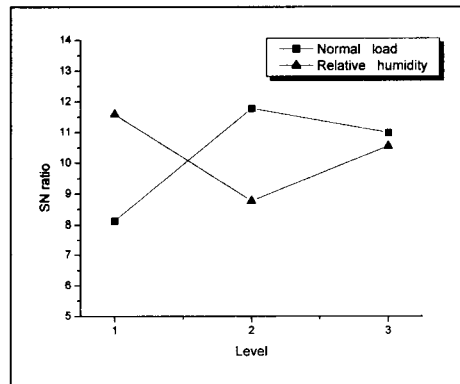


Fig. 8 Variation of SN ratio for initial states

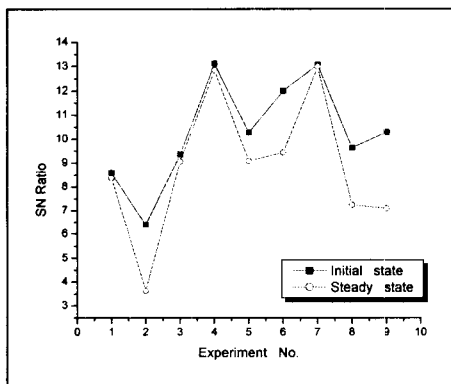


Fig. 7 SN ratio of initial and steady states

Table 5의 마찰계수에 대한 인자들의 효과와 기여율로부터 초기상태의 마찰특성에 영향을 미치는 주요인자는 수직하중, 상대습도, 증착조건, 코팅막 두께의 순으로 나타났으며, 정상상태의 마찰특성에 영향을 미치는 주요인자는 상대습도, 수직하중, 증착조건, 코팅막두께의 순서로 나타났다.

Fig. 8에서 나타난 것처럼 초기상태의 마찰특성은 접촉하중이 작은 경우 S/N 값이 낮아지고, 마찰계수가 증가하는 경향을 보이다가 접촉하중이 증가하면서 마찰계수가 감소함을 알 수 있다. 또한 저습인 경우 S/N 값이 가장 높아짐으로써 마찰계수가 감소하였다.

Fig. 9에서 나타난 것처럼 정상상태의 마찰특성은 초기상태와 마찬가지로, 저하중인 경우 S/N 값

이 낮게 나타났고, 접촉하중이 증가하면서 마찰특성이 우수해지는 것을 알 수 있다. 그리고, 저습인 경우 S/N 값이 가장 높아지고, 낮은 마찰계수를 나타내는 경향을 보였다. 점차로 습도가 증가하면서 S/N 값이 증가하여 마찰특성이 좋아지는데, 이는 미끄럼거리가 증가하면서 탄소코팅 필름이 초기상태와는 다르게 수분을 흡수하면서 원자간의 전단력이 감소하기 때문이라 사료된다. 또한, 접촉하중이 증가함에 따라 S/N 값이 높아지면서 마찰계수가 낮아지는 경향을 보이고 있다.

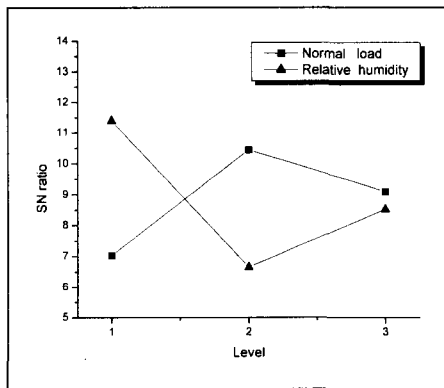


Fig. 9 Variation of SN ratio for steady states

이상과 같이 살펴본 바에 의하면, 탄소코팅 필름은 증착조건과 코팅두께와 같은 인자들을 비롯하여 실제 작동조건과 상대습도와 같은 환경에 따라 마찰특성이 크게 좌우됨을 실험을 통해 알 수 있었다.

4. 결론

본 연구에서는 다양한 증착조건으로 코팅된 초박막 탄소 코팅이 상대습도와 여러 작동 조건에 따른 마찰특성을 실험적으로 고찰하였다. 그 결과를 토대로 다음과 같은 결론을 얻었다. 우선 10nm 이하의 두께임에도 불구하고 비교적 낮은 마찰계수를 얻을 수 있었다. 또한, 초기상태와 정상상태의 마찰 특성에 영향을 가장 크게 미치는 주요인자는 접촉하중과 상대습도이다. 특히, 초기상태의 마찰 특성은 접촉하중이 작은 경우 S/N 값이 낮아지고, 마찰계수가 증가하는 경향을 보이다가 접촉하중이 증가하면서 마찰계수가 감소함을 알 수 있

었다. 또한, 정상상태에서의 마찰 특성은 저하중인 경우, S/N 값이 낮아지면서 마찰특성이 나빠지고, 저습인 경우 S/N 값이 가장 높아지고 낮은 마찰계수를 나타내는 경향을 보였다. 상대습도가 점차로 증가하면서 마찰특성이 좋아졌으며, 이것은 탄소코팅이 시간이 지날수록 수분을 흡수하면서 원자들간의 전단력이 감소되었기 때문이라고 사료된다. 이와 같이 초박막 탄소코팅은 실제 작동 환경과 조건에 따라 마찰특성이 영향을 받는다는 것을 알 수 있었다.

후 기

본 연구는 한국과학재단 지정 연세대학교 정보저장기기 연구센터(과제번호 : 2001-G-0201)의 지원을 받아 이루어졌으며, 이에 관계자 여러분께 감사드립니다.

참고문헌

- Ledermann, N., Baborowski, J., Muralt, P., Xantopoulos, N. and Tellenbach, J.-M., "Sputtered silicon carbide thin films as protective coating for MEMS applications," *Surface Coatings and Technology*, Vol. 125, pp. 246-250, 2000.
- Fu, Y., Huang, W., Du, H., Huang, X., Tan, J. and Gao, X., "Characterization of TiNi shape-memory alloy thin films for MEMS applications," *Surface Coatings and Technology*, Vol. 145, pp. 107-112, 2001.
- Kim, B. J., Liebau, M., Huskens, J., Reinhoudt, D. N. and Brugger, J., "A self-assembled monolayer-assisted surface microfabrication and release technique," *Microelectronic Engineering*, Vol. 57-58, pp. 755-760, 2001.
- Krauss, A. R., Auciello, O., Gruen, D. M., Jayatissa, A., Sumant, A., Tucek, J., Mancini, D. C., Moldovan, N., Erdemir, A., Ersoy, D., Gardos, M. N., Busmann, H. G., Meyer, E. M. and Ding, M. Q., "Ultranocrystalline diamond thin films for MEMS and moving mechanical assembly devices," *Diamond and Related Materials*, Vol. 10, pp. 1952-1961, 2001.
- Cao, D. M., Wang, T., Feng, B., Meng, W. J. and Kelly, K. W. "Amorphous hydrocarbon based thin

- films for high-aspect-ratio MEMS applications,” *Thin Solid Films*, Vol. 398-399, pp. 553-559, 2001.
6. 박용식, 이재모, 김대은, “TAA 신호를 이용한 하드디스크의 헤드/디스크 인터페이스 분석,” *한국정밀공학회지*, 제 18 권, 제 3 호, pp. 107-114, 2001.
 7. Grill, A., “Diamond-like carbon : state of the art,” *Diamond and Related Materials*, Vol. 8, pp. 428-434, 1999.
 8. 안준양, 김대은, “하드디스크 DLC 필름의 마찰 마모특성에 대한 온도와 습도의 영향,” *대한기계학회 추계학술대회논문집 A*, pp. 876-881, 2001.
 9. Liu, Y., Erdemir, A. and Meletis, E. I., “Influence of environmental parameters on the frictional behavior of DLC coatings,” *Surface and Coatings Technology*, Vol. 94-95, pp. 463-468, 1997.
 10. Voevodin, A. A., Phelps, A. W., Zabinski, J. S. and Donley, M. S., “Friction induced phase transformation of pulsed laser deposited diamond-like carbon,” *Diamond and Related Materials*, Vol. 5, pp. 1264-1269, 1996.
 11. Ronkainen, H., Varjus, S., Koskinen, J. and Holmberg, K., “Differentiating the tribological performance of hydrogenated and hydrogen-free DLC coatings,” *Wear*, Vol. 249, pp. 260-266, 2001.
 12. Erdemir, A., Nilufer, I. B., Eryilmaz, O. L., Beschliesser, M. and Fenske, G. R., “Friction and wear performance of diamond-like carbon films grown in various source gas plasmas,” *Surface and Coatings Technology*, Vol. 120-121, pp. 589-593, 1999.
 13. 안일신, *Ellipsometry*, 한양대학교 출판부, 2000.
 14. Maugis, D., *Contact, Adhesion and Rupture of Elastic Solids*, Springer, 2000.
 15. 송서일, *실험계획법*, 한경사, 2001.