

다이아몬드 박막의 표면 개질을 통한 연마성능 향상에 대한 실험적 고찰

나종주 · 이구현 · 남기석 · 이상로* · 백영준**

한국기계연구원 표면연구부, *에스이 플라즈마, **한국과학기술연구원 재료연구부

An Investigation of the Enhancement of Abrasive Ability of Diamond Film by Surface Modification

Jong-Joo Rha, Koo-Hyun Lee Kee-Seok Nam, Sang-Ro Lee* and Young-Joon Baik**

Surface Engineering Department, Korea Institute of Machinery and Materials

*SE Plasma

**Department of Advanced Materials, Korea Institute of Science and Technology

Abstract – In order to identify the effect of lubricant films on abrasive abilities of diamond films, wear rates of Ruby balls slid over as grown diamond films and polytetrafluoroethylene films coated diamond films were compared by using pin-on-disk tribometer. Wear scars of Ruby balls were measured by SEM. Results showed that wear rates of Ruby balls slid over polytetrafluoroethylene coated diamond films were about 4 times larger than as grown diamond films. Coefficients of friction decreased with sliding distance at diamond disks but were almost unchanged at polytetrafluoroethylene coated ones. These results came from behaviors of wear debris, which adhered more strongly in the tracks of as grown diamond films than polytetrafluoroethylene coated ones.

Key words – abrasion, diamond, PTFE, wear.

1. 서 론

다이아몬드는 지구상에서 가장 단단한 물질로써, 보석으로서의 활용과 더불어 산업적으로 널리 사용되고 있다. 특히, 1982년 저압 다이아몬드 박막 증착법이 개발된 이후 hot filament, microwave, R.F. discharges, plasma beams, arcs 그리고 flames 등을 이용한 CVD (Chemical Vapor Deposition)법이 개발되어 다양한 기판에 다결정 다이아몬드 박막이 증착될 수 있게 되었다[1-2]. 또한 다이아몬드는 분말 형태로 제조되어 다이아몬드 휠, 다이아몬드 연마 디스크와 비철계 재료를 가공하는 cutting tool에도 코팅되어 사용되고 있다. 이러한 공구를 사용할 때 피삭재의 마모입자들이 다이아몬드 결정립 사이에 축적되게 되면 연마특성이 저하

되어 사용도중에 마모입자를 제거하는 과정을 반복하여야 한다.

최근 철계 재료를 가공하는 드릴이나 탭에 TiN이나 TiAlN 등의 고경도 박막을 코팅하여 내마모성을 향상시키고 있다. 그리고 이들 코팅층에 고체 윤활제인 MoS₂를 코팅하여 chip의 흐름을 개선할 수 있었고 생산성이 향상되었음이 보고된 바 있다[3]. 이 고체윤활 재료는 공구와 피삭재의 접촉면에서 마찰력을 낮추어 같은 압력이 인가되어도 공구가 깊이 침투될 수 있도록 하고 발생한 chip이 원활하게 제거될 수 있도록 고안한 것이다.

본 연구에서는 다이아몬드가 증착된 박막에 저마찰 재료를 코팅하였을 때 연마성능이 향상될 수 있을지를 살펴보고자 한다. 본 연구에서는 고체 윤활 박막인 PTFE를 다이아몬드 박막에 코팅하여 다이아몬드 박막의 연마성능의 거동을 살펴보았다.

†주저자 · 책임저자 : jjrha@kmail.kimm

2. 실험 방법

직경이 2 inch인 (100) Si 웨이퍼 위에 다이아몬드를 공정압력 90 Torr, 텅스텐 hot filament에 공급된 power 3500 W, 기판온도 920°C, 공정가스의 혼합비 $[CH_4]/[H_2+CH_4]=7\%$ 의 공정조건에서 120분 동안 증착하였다. 다이아몬드를 증착한 후 3인치 크기의 PTFE 타겟을 사용한 RF 마그네트론 스퍼터링 방법을 사용하여 PTFE(Polytetrafluoroethylene) 박막을 증착하였다. 이때 스퍼터링 공정 조건은 Ar 가스 압력이 4 mTorr, 타겟에 가해진 파워가 160 W, 기판의 온도는 상온인 상태에서 150분간 증착하였다.

다이아몬드 박막의 연마특성을 비교하기 위하여 ball-on-disk type의 트리보미터를 사용하여 미끄럼 운동을 하면서 마찰력을 측정하고 시험 후 상대재의 마모흔을 측정하였다. 측정 조건은 50 g의 하중에서 2.6 cm/sec의 선속도로 미끄럼 거리가 900 m가 되도록 마모시험을 진행하였다. 이때 상대재는 직경 3 mm인 루비볼을 사용하였으며 모든 시편에서 동일한 조건을 적용하였다. 루비볼을 상대재로 사용한 이유는 트리보 시험을 일반 대기중에서 진행하였기 때문에 트리보 시험 도중 대기중의 산소에 의해 상대재의 산화가 일어나는 현상을 피하기 위함이었다.

SEM를 이용하여 시편의 표면과 마모시험 후 마모 트랙의 미세조직 및 루비볼의 마모흔을 관찰하였다. 관찰된 루비볼의 마모흔 직경을 측정하여 비마모율을 계산하였다. 또한, 다이아몬드 박막의 표면형상을 AFM의 Si_3N_4 tip을 사용하여 접촉방식으로 측정하였다.

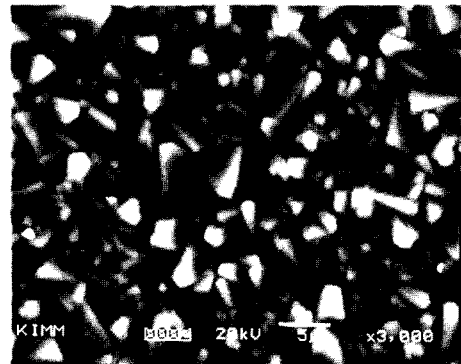
마모시험 중 다이아몬드에서 흑연화가 일어나는지를 확인하기 위하여 라만 스펙트럼을 이용하여 마모 전과 후에 라만 분석을 수행하였으며 다이아몬드가 코팅된 박막을 1 μm 입자 크기의 다이아몬드 paste로 연마한 시편과 비교하였다.

3. 실험결과 및 토의

Fig. 1(a)는 코팅된 다이아몬드 박막의 SEM 미세조직 사진이다. 각진 다이아몬드 결정립이 무질서하게 분포되어 있음을 잘 보여주고 있다. Fig. 1(b)는 이 다이아몬드 박막에 PTFE를 코팅한 후 관찰한 SEM 미세조직 사진으로써 as deposited 다이아몬드 박막과 동일한 미세조직 형상을 보여 주고 있다. Fig. 1의 (c)는 다이아몬드 박막을 연마한 후 관찰한 SEM 미세조직



(a)



(b)



(c)

Fig. 1. SEM surface micrographs of (a) as coated diamond, (b) PTFE coated diamond and (c) polished diamond on (100) Si wafer.

사진으로 각진 면이 연마되어 있음을 보여주고 있다. 그리고 Fig. 2는 다이아몬드 박막의 표면 형상을 AFM으로 측정된 것으로 RMS 표면거칠기는 0.16 μm 였다.

이들 시편에 대해 측정한 마찰계수의 측정 결과는 Fig. 3과 같다. Fig. 3(a)는 다이아몬드 박막에서 측정

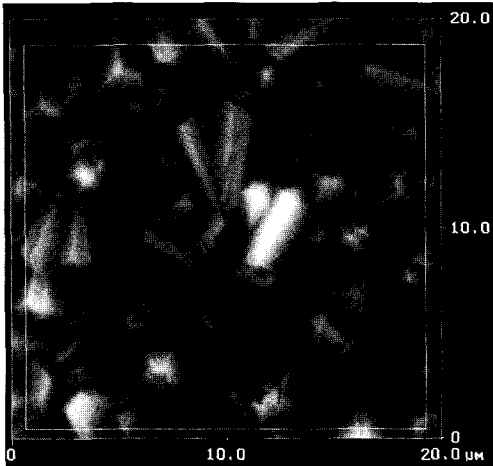


Fig. 2. Surface topograph of as grown diamond film measured by AFM.

한 결과로 마찰계수가 미끄럼 거리에 따라 낮아지며 마찰계수가 0.1에 도달한 후 안정화되고 있다. Fig. 3 (b)는 PTFE를 다이아몬드 박막에 증착한 시편에서 측정된 결과로 마찰계수의 변화가 미끄럼 거리에 상관없이 일정함을 보여주고 있다. Fig. 3(c)는 연마한 다이아몬드 박막에서 측정된 결과로 초기부터 마찰계수가 거리에 무관하게 0.1을 일정하게 나타내고 있음을 보여주고 있으며 이는 Fig. 3(a)의 마찰계수가 안정화되는 값에 해당한다. Fig. 3(a)에서와 같이 거리에 따른 마찰계수 감소현상에 대해 두 가지 견해가 있다. 첫째로 트리보 시험 도중 다이아몬드의 표면에서 결합구조가 sp^3 에서 sp^2 로 바뀌는 흑연화에 의해 흑연의 저마찰 특성이 나타나기 때문이라는 견해[4-6]가 있다. 두번째로는 마모입자가 다이아몬드 입자의 미소요철부위를 채우는 평탄화 과정[7]에 의해 다이아몬드 입자들이 상대재로의 침투가 어려워지기 때문이라는 견해이다. 마찰계수가 거리에 따라 감소하는 원인이 흑연화에 의한 것인지를 분석하기 위하여 마이크로 라만 스펙트럼 분석을 수행하였다. Fig. 4는 다이아몬드 디스크 시편에서 마모시험에 의해 트랙이 형성된 부위와 트랙이 아닌 부위를 비교하여 나타내었으며 Fig. 5는 PTFE가 코팅된 다이아몬드 디스크 시편의 트랙부위와 트랙이 아닌 부위를 비교한 라만 스펙트럼 분석결과를 나타내었다. 그리고 연마한 다이아몬드 시편에서의 라만 스펙트럼 분석결과도 트랙내부와 외부부 Fig. 6에 나타내었다. Fig. 4와 5는 각각 마모트랙 내부와 트랙이 아닌 부분에서 동일한 결과를 보이고 있으며 라만 피

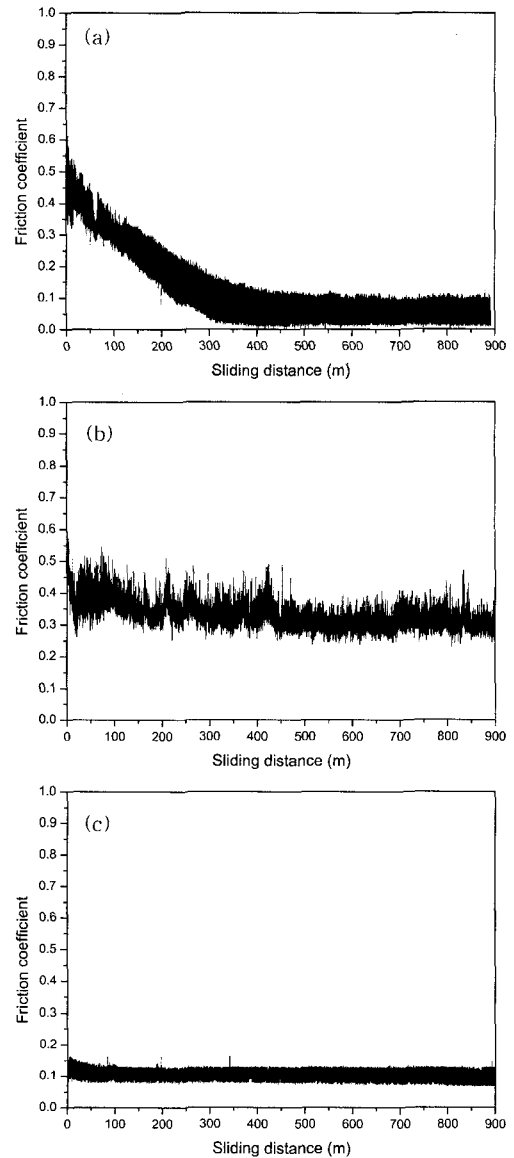


Fig. 3. Friction coefficients of the (a) diamond disk specimen, (b) PTFE coated diamond disk specimen and (c) polished diamond disk specimen when Ruby balls slid as sliders.

크는 모두 탄소결합중 다이아몬드의 sp^3 결합에 해당하는 1332 cm^{-1} [8]에서만 발견되었다. Fig. 6에서는 미약하나마 sp^2 결합에 해당하는 1502 cm^{-1} [4]에서 피크를 관찰할 수 있었으며 트랙내부와 외부는 같은 결과를 보이고 있다. 따라서 본 연구에서 수행한 실험조건에서는 트리보 시험중에 다이아몬드 표면에서 흑연화가 일어났다고 보기 어렵다.

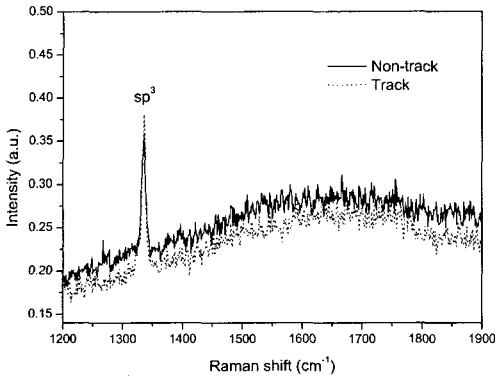


Fig. 4. The Raman spectrum analysis of track and non-track regions in diamond disk specimen.

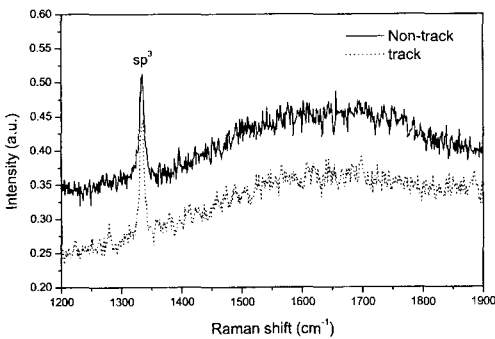


Fig. 5. The Raman spectrum analysis of track and non-track regions in PTFE coated diamond disk specimen.

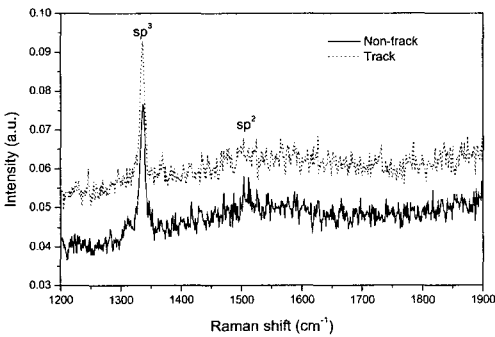
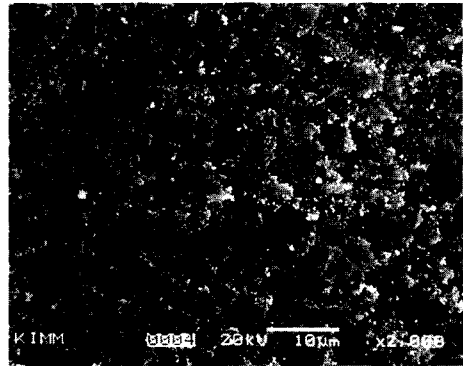
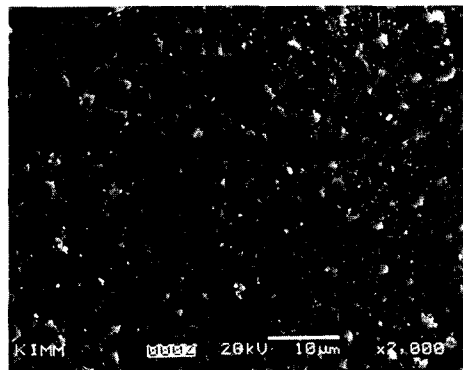


Fig. 6. The Raman spectrum analysis of track and non-track regions in polished diamond disk specimen.

Fig. 7은 트리보 실험 후 박막 시험편의 마모 트랙을 SEM으로 관찰한 것으로 (a)는 다이아몬드 박막의 마모트랙을 관찰한 것이고 (b)는 다이아몬드 박막에 PTFE를 코팅한 시험편에서의 마모트랙을 관찰한 것이다. Fig. 7에서 볼 수 있는 바와 같이 두 시험편에서 마모입자 량이 뚜렷한 차이를 보이고 있다. 이 결과는



(a)



(b)

Fig. 7. SEM micrographs of tracks in (a) the diamond disk specimen and (b) the PTFE coated diamond disk specimen slid by Ruby ball.

루비볼에서 생성된 마모입자들이 다이아몬드 박막 시험편에는 상대적으로 많이 잔류해 있는 반면 PTFE를 코팅한 시험편에서는 적게 관찰되고 있다. 이 결과를 통해 다이아몬드 박막의 경우 미끄럼 운동시 미끄럼 거리가 증가함에 따라 루비볼의 마모입자들이 접촉면에 쌓이게 되어 미소요철간의 부분이 채워지는 평탄화 현상이 일어나서 [7] 접촉면에서 아주 높은 돌기들만이 루비볼을 침투하게 되어 거리에 따라 마찰계수가 낮아진다. 반면에 PTFE를 다이아몬드 박막에 코팅하였을 때는 마모입자들이 쉽게 마모트랙에서 빠져나갈 수 있기 때문에 미끄럼 운동 동안 평탄화 현상이 일어나지 않기 때문에 초기와 같이 많은 돌기들이 루비볼을 침투할 수 있고 이는 거리에 따라 마찰계수가 변하지 않는 것으로 나타난다. 돌기들의 침투 깊이에 따른 마찰계수의 거동은 K. Komvopoulos 등 [9]의 연구결과에 잘 나타나 있다. 이들은 접촉면에서 운할상태의 변화와 돌기들의 반각이 전체 마찰계수에 미치는 영향을 slip

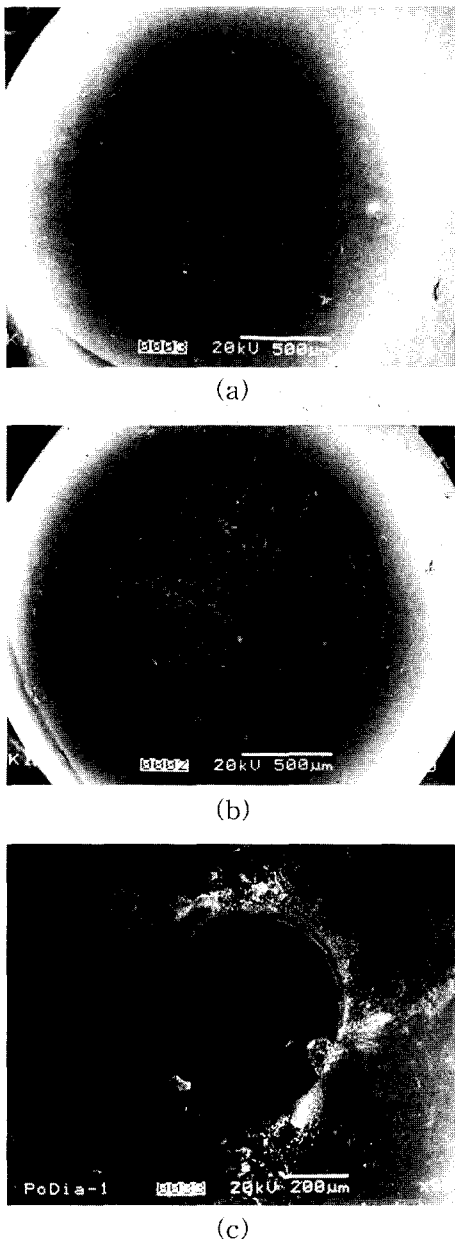


Fig. 8. SEM micrographs of wear scars on Ruby balls induced by abrasion with (a) diamond disk specimen, (b) PTFE coated diamond disk specimen and (c) polished diamond disk specimen.

line analysis를 통해 도시하였으며 이들의 결과는 돌기 표면에서 윤활상태가 뛰어날 수록 돌기들이 상대재로 깊이 침투할 수 있고, 돌기들이 상대재로 깊이 침투할 수록 마찰계수가 크게 나타남을 정량적으로 보여주고 있다. 이들 결과를 토대로 본 연구를 고찰해 보면

Fig. 3(a)와 (b)에서 초기 마찰계수에 큰 차이점이 없는 것은 PTFE를 코팅하여도 다이아몬드 돌기 표면의 윤활상태가 개선되지 않는 것으로 판단된다.

이상의 마찰계수 거동이 비마모율에 미치는 차이를 확인하기 위하여 상대재인 루비볼의 마모흔을 관찰하였다. Fig. 8에 마모시험 후 상대재인 루비볼에 만들어진 마모흔의 SEM 미세조직 사진을 나타내었다. Fig. 8(a)는 다이아몬드 박막에 의해 형성된 마모흔을 나타낸 것이며 (b)는 PTFE를 코팅한 다이아몬드 박막에 의해 형성된 마모흔을 보여주고 있다. 그리고 (c) 연마한 다이아몬드 박막에 의해 형성된 마모흔을 나타낸다. 이들 마모흔의 직경을 측정하여 비마모율을 계산하였으며 사용된 식은 식(1)과 같다.

$$\text{Specific wear rate} = \frac{\text{Wear volume of wear scar}}{\text{Sliding distance Applied load}} \text{ [m}^3\text{/Nm]} \tag{1}$$

측정된 마모흔의 직경은 각각 1.09 mm, 1.52 mm, 0.41 mm였으며, 이를 비마모율로 환산하면 각각 1.0×10^{-13} , 3.7×10^{-13} , 1.5×10^{-15} m³/Nm였다. 이는 PTFE를 다이아몬드 박막에 코팅하였을 때 상대재인 루비볼의 비마모율이 코팅하지 않았을 때에 비해 약 4배 증가하였음을 보여주고 있다.

Fig. 8의 루비볼의 마모흔을 살펴보면 (a)의 경우 깊은 스크래치가 간헐적으로 미끄럼 운동 방향을 따라서 형성되어 있음을 볼 수 있으며 (b)의 경우 많은 스크래치가 겹쳐 있어 분간하기 어려울 정도였다. 반면에 (c)의 경우는 깊은 스크래치를 거의 관찰할 수 없었다. 이를 통하여 미끄럼 운동 중 접촉상태를 유추할 수 있다. 즉, Fig. 8(a)로부터 다이아몬드 박막에 대해 미끄럼 운동을 할 경우 접촉하는 돌기들 중 깊이 침투하는 돌기의 수가 초기에 비해 마모시험이 진행됨에 따라 감소하는 반면, (b)로부터 PTFE를 코팅한 다이아몬드 박막의 경우는 초기상태를 계속 유지하고 있음을 알 수 있다. 이는 앞서 마찰계수의 거동이 마모입자에 의한 평탄화 과정에 기인하고 있음과 일치한다.

4. 결 론

PTFE를 다이아몬드 박막에 코팅함으로써 상대재로 루비볼을 사용하여 미끄럼 운동을 하였을 때 비마모율이 약 4배 증가함을 관찰하였다. 이에 대한 원인으로

는 다이아몬드 박막 시편의 미세요철 부위에 루비볼의 마모입자가 채워지는 평탄화현상에 의한 것으로 판단된다. 이 결과를 토대로 다이아몬드 휠이나 다이아몬드 코팅 공구의 표면에 PTFE를 증착함으로써 마모입자들이 마모트랙에서 쉽게 제거될 수 있도록 하여 다이아몬드 공구의 절삭 및 연마성능을 향상시킬 수 있을 것으로 기대된다.

참고 문헌

1. May, P.W., "CVD Diamond-a new Technology for Future?," Endeavour Magazine, Vol 19, No. 3, pp.101-106, 1995.
2. Ehrhardt, H., "New developments in the field of superhard coatings," Surf. Coat. Technol., Vol. 74-75, pp.29-35, 1995.
3. T. Cselle, "New directions in drilling," Manufacturing Engineering, August, pp.77-80, 1995.
4. Erdemir, A., Bindal, C., Pagan, J. and Wilbur, P., "Characterization of transfer layers on steel surfaces sliding against diamond-like hydrocarbon films in dry nitrogen," Surface Coat. Technol., Vol. 76-77, pp.559-563, 1995.
5. Meletis, E. I., Erdemir, A. and Fenske, G. R., "Tribological characteristics of DLC films and duplex plasma Nitriding/DLC coating treatments," Surf. Coat. Technol., Vol. 73, pp. 39-45, 1995.
6. Ronkainen, H., Likonen, J., Koskinen, J. and Varius, S., "Effect of tribofilm formation on the tribological performance of hydrogenated carbon coatings," Surf. Coat. Technol., Vol. 79, pp. 87-94, 1996.
7. 양승호, 공호성, 윤의성, 김대은, "은 박막이 코팅된 베어링강의 마찰거동에 미치는 마모입자의 영향에 대한 실험적 고찰," 한국윤활학회지, 제17권, 제3호, pp. 221-227, 2001.
8. Tsai, H. and Bogy, D.B., "Characterization of diamondlike carbon films and their application as overcoats on thin-film media for magnetic recording," J. Vac. Sci. Technol. A5, pp. 3287-3312, 1987.
9. K. Komvopoulos, N. Saka and N.P. Suh, "Plowinfriction in dry and lubricated metal sliding," J. Tribology, Vol. 108, pp.301-312, 1986.