

# Si 함유량에 따른 Si-DLC/DLC 코팅의 건조마찰 특성

안효석\*

(논문접수일 2007. 6. 30, 심사완료일 2007. 8. 16)

## Tribological Behavior of Si-DLC/DLC Coatings with Various Si Contents

Hyo-Sok Ahn\*

### Abstract

Although DLC coatings have good tribological properties, these are dependent on the deposition method, property of contact surface, and test condition. Si-DLC/DLC coatings with various Si content were deposited on Si substrates and tested using a reciprocating friction tester against steel balls. The results revealed that the tribological behavior of Si-DLC/DLC coatings was dependent on the Si content. The formation of transfer film and wear particles on the contact surface was greatly influenced by the Si content in DLC coatings. In particular, silicon oxide transfer film formed by tribochemical reaction contributed to reduce wear and friction.

**Key Words** : DLC Coatings(다이아몬드상 탄소 코팅), Si content(규소 함유량), tribological characteristics(윤활특성), dry test(건조 마찰), transfer film(전이막)

## 1. 서론

DLC(diamond-like carbon) 코팅은 높은 경도, 우수한 화학적 안정성 등으로 높은 정밀도를 요구하는 베어링, 기어, 절삭공구 등 기계부품의 표면 보호막으로 그 활용이 증가하고 있다. 특히 윤활 성능이 우수해 정보저장장치인 VCR의 헤드드럼이나 하드디스크의 표면막으로도 적용되고 있다. 그러나 코팅의 증착방법<sup>(1,2)</sup>, 접촉표면특성<sup>(3,4)</sup>, 접촉하는 상대재료<sup>(5)</sup>, 실험조건<sup>(6)</sup> 등에 따라 그 마찰특성이 다르게 나타난다. 따라서 적용하고자 하는 대상에 따라 이에 적합한 특

성을 가지는 DLC 코팅의 개발이 요구된다. 이 중 실리콘<sup>(7,8)</sup>을 첨가하여 DLC 코팅의 구조와 화학적 성질을 개선하여 좋은 마찰 특성을 얻으려는 연구가 진행되어 왔다. 실리콘을 함유한 DLC 코팅에 대한 연구에 있어서 실리콘의 양을 10% 이상 도핑한 경우에 대한 연구의 예는 찾아 볼 수가 없다. 본 연구에서는 DLC 코팅에 실리콘을 20at%까지 함유한 Si-DLC 코팅을 추가하여 2층 구조의 Si-DLC/DLC 코팅에 대해 실리콘 함유량이 트라이볼로지적 특성에 미치는 영향을 이해하고 관련된 마찰 및 마멸기구를 규명하고자 하였다.

\* 서울산업대학교 나노아이티공학과 (hsahn@snut.ac.kr)  
주소: 139-743 서울시 노원구 공릉2동 172

## 2. 실험

### 2.1 시편

Si-DLC/DLC 2층 구조 코팅과 Si-DLC층이 없는 단순한 DLC 코팅에 대한 건조마찰시험을 실시하기 위해 rf 플라즈마 화학기상법으로 Si-DLC 층의 실리콘 함유량은 3at%, 5 at%, 20at%로 조절하였다. 코팅의 두께는 공초점현미경(confocal microscope)을 이용해 측정된 결과 모든 시편 코팅의 두께는 약 2.7 $\mu$ m로 균일하였다. Fig. 1은 AFM의 접촉 모드를 이용하여 코팅의 표면 형상을 측정된 결과를 나타낸 것이다. 실리콘 함유량의 차이와 관계없이 표면 거칠기는 모두 약 0.2nm로 측정되었다. 따라서 코팅 두께와 표면거칠기의 차이에 의한 영향은 무시할 수 있었다.

### 2.2 시험장치 및 시험조건

신뢰성 있는 건조마찰시험을 실시하기 위해 시험 환경을 일정하게 유지할 수 있도록 방진 장치가 부착되어 있고 일정한 습도를 유지할 수 있는 항습챔버 안에 설치된 왕복동식 마찰시험장치를 사용하였다(Fig. 2 참조). 코팅된 시편의 상대재로는 3mm 직경의 베어링용 강구를 이용하였으며 초음파 세척기를 이용하여 아세톤과 메탄올에 각각 15분씩 세척

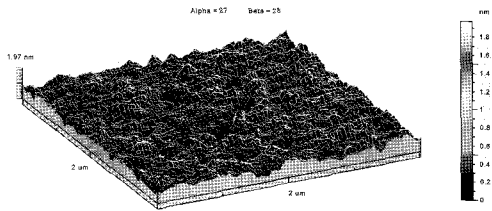


Fig. 1 Representative AFM image of Si-DLC/DLC coatings

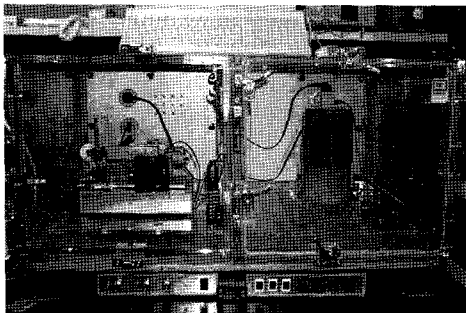


Fig. 2 Photograph of the reciprocating friction tester

한 후 마찰 시험을 실시하였다. 본 연구에서는 모든 건조마찰 시험을 4.43mm/s의 미끄럼 속도와 3mm의 왕복동 거리에서 실시하였으며 수직하중은 1.8N으로 일정하게 하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

### 3.1 마찰 및 마멸 거동

Fig. 3에 4가지 DLC 코팅의 미끄럼 시간에 대한 마찰계수의 변화를 함께 나타내었다. 실리콘의 양을 대폭 감소시킨 5% 및 3% Si-DLC/DLC 코팅의 마찰거동은 실리콘이 20% 함유된 Si-DLC의 마찰거동과 판이하게 다를 수 있다. 실리콘이 5% 함유된 코팅은 시험이 시작되고 10,000 사이클 정도에 이르기까지 약 0.025의 매우 낮은 마찰계수를 보이며 10,000 사이클부터 15,000 사이클에 이르기까지는 마찰계수가 서서히 증가하는 천이 단계를 거치고 15,000 사이클 이후에는 마찰계수가 약 0.075로 안정화되는 거동을 보였다.

실리콘이 3%인 경우는 5%인 경우보다 초기에는 마찰계수(약 0.04)가 높으나 거의 동일한 사이클(미끄럼 시간) 범위에서 천이 단계를 거친 후 약 0.07의 마찰계수로 안정화된 마찰거동을 보였다. 두 코팅의 마찰거동은 실리콘이 20%인 경우와 반대되는 경향을 보인 것으로 실리콘의 함유량이 마찰에 미치는 영향이 매우 크다는 것을 알 수 있고 Si-DLC 코팅의 사용 목적에 따라 이에 맞는 최적의 실리콘 함유량이 존재함을 제시하는 결과이다. 실리콘을 함유한 코팅들의 공통된 마찰거동은 세 경우 모두 약 10,000 사이클부터 시작하는 마찰계수의 천이 단계를 거친다는 사실이다. 이와는 대조적으로, 순수한 DLC 코팅으로만 구성된 경우, 그림에서 보는 바와 같이 실리콘을 함유한 코팅에서 볼 수 있는 마찰

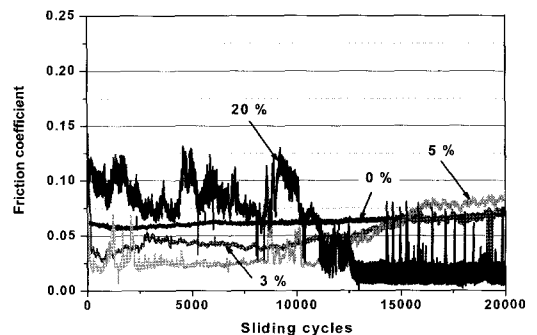


Fig. 3 Frictional behaviors of Si-DLC/DLC coatings as a function of sliding cycles

계수의 천이 거동이 나타나지 않았다. 실리콘을 함유하지 않은 순수한 DLC 코팅은 마찰계수의 급격한 변화 없이 전체 시험기간 동안 0.06~0.07 범위의 안정된 마찰계수 거동을 보였다. 또한 실리콘을 함유한 코팅과는 달리 마찰계수가 요동(fluctuation)하는 현상이 없었다. 따라서 실리콘을 함유한 DLC 코팅들에서만 관찰된 마찰계수의 요동현상은 Si-DLC 층의 마멸로 인한 산화규소계 마멸입자의 형성 및 접촉계면에서의 기계적 거동과 전이막의 형성 및 부분적 탈착 등과 관련이 있을 것으로 추측된다.

측정된 마멸면의 단면형상에 대한 정보를 공초점 현미경을 이용하여 각 사이클까지의 미끄럼 방향으로의 단위 길이당 마멸량을 계산하여 Fig. 4에 도시하였다. 실리콘의 함유량이 적을수록 마멸량이 적음을 알 수 있다. 순수한 DLC 코팅의 경우엔 표면의 마멸정도가 극히 적어 마멸면적의 측정이 가능치 않았다.

### 3.2 마멸이면 및 마멸입자의 분석

각 코팅층의 마멸면과 상대재인 강구의 마멸면에 대해 광학현미경을 이용해 분석해 본 결과, 시험 사이클이 증가됨에 따라 실리콘이 함유된 DLC 코팅은 마멸트랙의 크기도 증가하고 선명해 짐을 확인할 수 있었다. 순수한 DLC 코팅의 마찰면에서는 마멸의 흔적이 거의 없음을 확인할 수 있었다. 강구의 마찰면에서도 Si-DLC 코팅들과 접촉한 강구의 마찰면에 비해 매우 작은 마찰 흔적만을 발견할 수 있었다. 이 경우에는, 강구의 마찰면에 형성되는 전이막도 매우 미약한 것으로 관찰되었다. Fig. 5는 미끄럼접촉 사이클을 2000, 125000 과 20000 사이클 경과 시킨 후에 실리콘이 3% 함유된 Si-DLC 코팅의 마멸트랙 주변에 측정된 마멸입자와 상대재인 강구의 마멸면에 형성된 전이막을 보여 주는 주사전

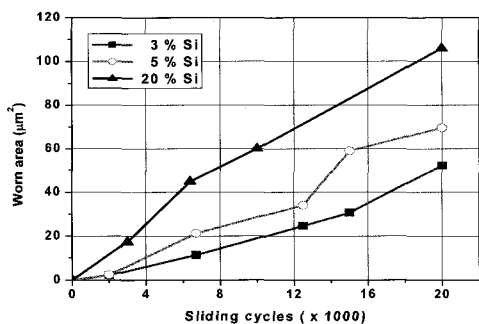


Fig. 4 Wear loss of Si-DLC/DLC coatings as a function of sliding cycles

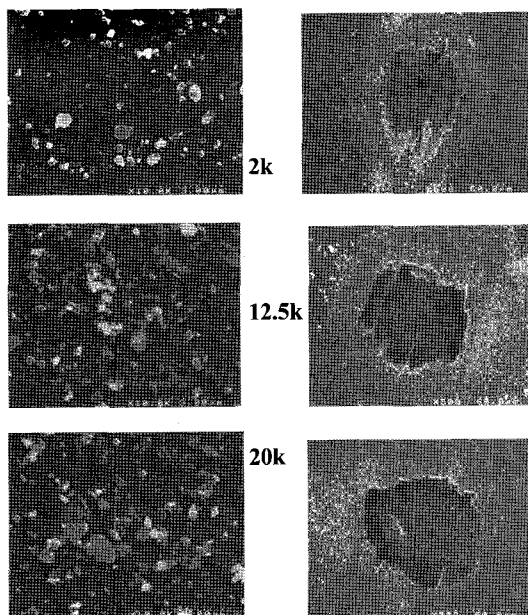


Fig. 5 SEM micrographs of wear debris taken from outside of the wear track of 3% Si-DLC/DLC coating surfaces and worn surfaces of counterpart steel ball

자현미경 사진이다. 실리콘 함유량이 적은 코팅의 경우, 20% Si-DLC/DLC 코팅에서 볼 수 있는, 미끄럼 시간 증가에 따라 마멸입자 크기가 증가하고 얇은 평판형 마멸입자 수가 증가하는 경향을 찾아볼 수 없었다. 강구의 마멸면에 형성된 전이막은 20%Si-DLC/DLC 코팅과 접촉한 강구에 형성된 전이막보다 매끄럽고 원형으로 잘 형성되어 있었다. 이러한 전이막의 형태의 차이는 Fig. 4에 보인 실리콘 함유량에 따른 마멸량의 차이와 연관이 있는 것으로 보인다. 20%Si-DLC/DLC 코팅과 접촉한 강구에서는 전이막이 원형을 형성하지 않고 여러 군데 떨어져 나간 불규칙한 모양을 띄고 있고 떨어져 나간 입자들이 큰 평판형 입자로 관찰되었다. 마멸된 부위는 코팅 표면에서 응착마멸로 생성된 마멸입자가 응집되고 압착된 후 물질전이를 통해 다시 달라 붙어 원형 모양의 전이막을 형성하는 단계를 거치며 다시 전이막 일부가 마멸입자로 떨어져 나가는 순환 메커니즘이 작용한 것으로 추측된다. 그러나 실리콘 함유량이 적은 Si-DLC/DLC에서는 원형의 전이막이 잘 형성되고 있어 전이막으로부터의 마멸입자 생성 빈도가 감소되었음을 추측할 수 있으며 이 것이 곧 전체 마멸량의 상대적 감소로 나타난 것으로 보인다.

Fig. 6과 Fig. 7은 3%와 5%Si-DLC/DLC 코팅의 6,800

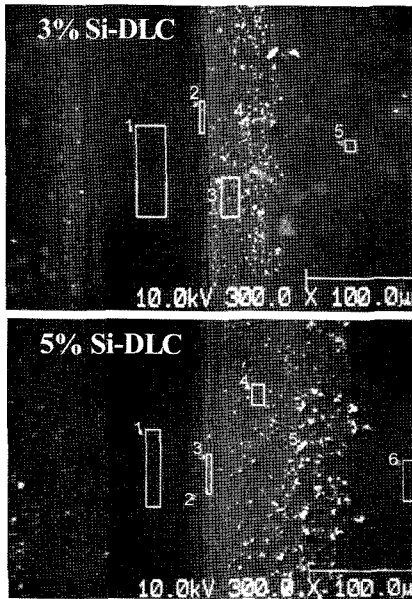


Fig. 6 SEM micrographs of wear track for 3% and 5% Si-DLC/DLC coatings after 6.8k cycles

사이클 시험 후의 마멸면과 주변에 대한 전자주사현미경 사진과 AES 분석결과이다. 두 코팅 모두 마멸이면 내의 표면인 측정부위 1과 2 에서는 실리콘 산화물이 형성되었을 가능성이 크며 마멸입자인 측정부위 5(5%Si-DLC/DLC)와 4(3% Si-DLC/DLC)를 분석한 결과를 보면 Fig. 4에 보인 20% Si-DLC/DLC 코팅에서의 마멸입자보다 산화가 더욱 진행된 상태임을 보인다. 따라서 강구와 3%나 5% Si-DLC 코팅의 마찰접촉은 20%Si-DLC보다 산화가 더욱 심하게 진행되어 이 때 형성된 산화실리콘계 전이막과 마멸입자가 마찰과 마멸을 감소시키는 특성이 큰 것으로 판단된다.

지금까지 조사한 결과에 의하면 Si-DLC/ DLC 코팅의 실리콘 함유량의 증가가 마찰면과 마멸입자 및 전이막의 형성과 그 구성에 영향을 미치는것으로 결론을 지을 수 있다. 본 연구에서 실시한 건조마찰시험 시의 실험실 습도는 40~50도였는데 DLC 코팅의 경우 습도가 마찰마멸에 미치는 영향이 크다는 이전의 연구 결과들을 고려할 때 본 시험에서도 습도에 의해 마찰마멸 거동이 다소 영향을 받았을 것으로 예상된다. 습한 분위기에서 마찰계수를 낮추고 마멸을 줄이는 데에는 산화실리콘 마멸입자가 역할을 한다는 연구 결과가 이미 보고된 바 있고 줄 형태의 산화실리콘이 접촉 계면에서 Si-DLC와 직접 접촉을 하면서 마찰을 저감시킨다는 연구 결과도 발표된 바 있다. 본 연구에서도 이와 맥락을 같

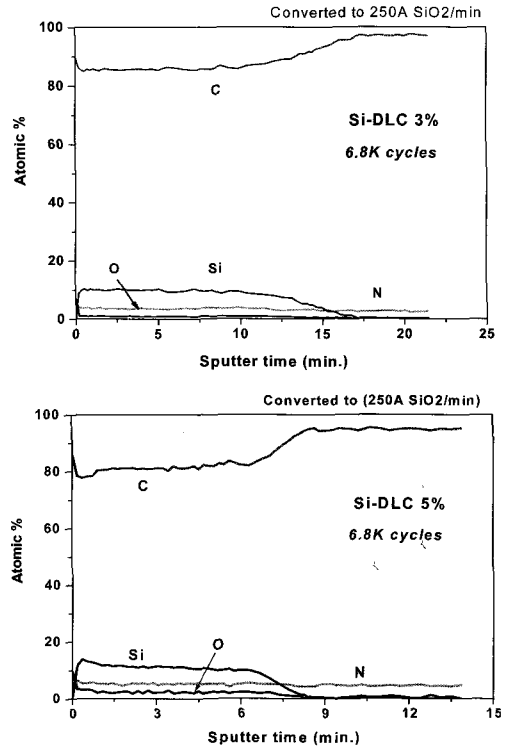


Fig. 7 AES depth profiles of wear track for 3% and 5% Si-DLC/DLC coatings after 6.8k cycles

이 하는 경향을 실리콘 함유량의 다소에 관계없이 모든 Si-DLC 코팅에서 관찰할 수 있었다. 그러나 실리콘의 다소에 따라 마찰면에 형성된 전이막이나 마멸입자의 산화실리콘의 성상에 차이가 있을 것으로 보이며 전이막을 구성한 작은 입자들 사이의 응착성(cohesion)에도 차이가 있어 전이막의 부분적 탈착과 평판형 마멸입자의 형성, 마멸입자의 전이부착 효율 등 다양한 면에서 영향을 미쳐 실리콘 함유량에 따라 Si-DLC 코팅의 마찰마멸 거동이 차이가 나는 것으로 예상된다. 순수한 DLC 코팅의 마찰면과 상대재인 강구의 마멸면에 대한 AES 분석결과를 보면 6,800 사이클과 20,000 사이클 시험을 실시한 코팅층 마멸이면 사이에 마멸 트랙의 크기 차이를 관찰할 수 없으며 화학조성도 거의 일치하고 있음을 알 수 있다. 강구의 마멸면도 두 시험조건에 의한 크기의 차이를 찾을 수 없다. 두 조건에서, 강구의 마찰면의 중심부인 영역 1은 거의 산화철로 구성되어 있고 소량의 탄소 성분이 검출되었으나 이것만으로는 전이막의 형성 여부를 결론지을 수 없다.

#### 4. 결론

실리콘의 양을 3%와 5%로 감소시킨 Si-DLC 코팅층은 실리콘 20%인 코팅층과는 판이한 마찰특성을 보였으며 마멸 특성은 20%Si-DLC 코팅에 비해 우수한 것으로 판명되었다. Si-DLC코팅의 실리콘 함유량의 증감이 마찰면과 마멸입자 및 전이막의 형성과 그 조성에 영향을 미치는 것으로 보인다. 실리콘 함유량의 다소에 따라 마찰면에 형성된 전이막이나 마멸입자의 산화실리콘의 성상에 차이가 있을 것으로 추측되며 전이막을 구성한 작은 입자들 사이의 응착성 (cohesion)에도 차이가 있어 전이막의 부분적 탈착과 평판형 마멸입자의 형성, 마멸입자의 전이부착 효율 등 다양한 면에서 영향을 미칠 것으로 예상된다.

#### 후 기

본 논문은 서울특별시가 지원하는 전략산업 혁신클러스터 육성 지원사업(3D Microsystem Packaging을 위한 접합 공정 및 장비개발)으로 지원되어 수행하였습니다.

#### 참 고 문 헌

- (1) Ronkainen, H., Varjus, S., Koskinen, J. and Holmberg, K., 2001, "Differentiating the Tribological Performance of Hydrogenated and Hydrogen-free DLC coatings," *Wear*, Vol. 249, pp. 260~266.
- (2) Jun, Q., Jianbin, L., Shizhu, W., Jing, W. and Wenzhi, L., 2001, "Mechanical and Tribological Properties of Non-hydrogenated DLC Films Synthesized by IBAD," *Surface and Coatings Technology*, Vol. 128-129, pp. 324~328.
- (3) Jiang, J. and Arnell, R. D., 2000, "The Effect of Substrate Surface Roughness on the Wear of DLC Coatings," *Wear*, Vol. 239, pp. 1~9.
- (4) Vladimirov, A. B., Trakhtenberg, I. S., Rubshtein, A. P., Plotnikov, S. A., Bakunin, O. M., Korshunov, L. G. and Kuzmina, E. V., 2000, "The Effect of Substrate and DLC Morphology on the Tribological Properties Coating," *Diamond and Related Materials*, Vol. 9, pp. 838~842.
- (5) Liu, H., Tanaka, A. and Kumagai, T., 1999, "Influence of Sliding Mating Materials on the Tribological Behavior of Diamond-like Carbon Films," *Thin Solid Films*, Vol. 352, pp. 145~150.
- (6) Cuong, P. D., Ahn, H. S., Kim, C. H. and Kim, D. I., 2002, "Tribological Properties of Ultra-thin Diamond-like Carbon Coating at Various Humidity," *ASIATRIB 2002 Int. Conf.*, pp. 161~162.
- (7) Wu, W. J., Pai, T. M. and Hon, M. H., 1998, "Wear Behavior of Silicon-containing Diamond-like Carbon Coatings," *Diamond and Related Materials*, Vol. 7 pp. 1478~1484.
- (8) Gilmore, R. and Hauert, R., 2000, "Comparative Study of the Tribological Moisture Sensitivity of Si-free and Si-containing Diamond-like Carbon Films," *Surface and Coatings Technology*, Vol. 133-134, pp. 437~442.