

초정밀 부품의 내구성 향상을 위한 질화붕소 박막의 마멸 특성에 관한 연구

Wear characteristics of boron nitride thin film for durability improvement of ultra-precision component

구경진[†], 황병하*, Lin Li-Yu**, 김대은**, 백홍구*

Kyoung-Jin Ku, Byoung-Har Hwang, Li-Yu Lin, Dae-Eun Kim and Hong-Koo Baik

Abstract

Boron nitride (BN) is a highly attractive material for wear resistant applications of mechanical components. BN is super hard and it is the second hardest of all known materials. It also has a high thermal stability, high abrasive wear resistance, and in contrast to diamond, BN does not react with ferrous materials. The motivation of this work is to investigate the tribological properties of BN for potential applications in ultra-precision components for data storage, printing, and other precision devices. In this work, the wear characteristics of BN thin films deposited on DLC or Ti buffer layer with silicon substrate using RF-magnetron sputtering technique were analyzed. Wear tests were conducted by using a pin-on-disk type tester and the wear tracks were measured with a surface profiler. Experimental results showed that wear characteristics were dependent on the sputtering conditions and buffer layer. Particularly, BN coated on DLC layer showed better wear resistant behavior. The range of the wear rates for the BN films tested in this work was about 20 to 100 $\mu\text{m}^3/\text{cycle}$

Key Words: Boron nitride (질화붕소), DLC (다이아몬드상 탄소), Friction (마찰), Pin-on-disk type tester (회전식 마찰 시험기), Wear (마모)

1. 서 론

질화붕소 (Boron Nitride, BN) 박막은 우수한 물성과 광범위한 유용성이 있다. BN 박막은 다이아몬드 다음으로 높은 경도와 화학적 열적으로 안정적이며, 내마모성이 우수하다. 특히 고온에서 금속재료에 대해 화학적 불활성을 갖는다. 이러한 장점들을 이용하기 위하여 지난 수십 년간 많은 연구가 이루어졌고, 다양한 산업분야에 응용하기 위하여 현재에도 지속적으로 연구가 이루어지고 있다.[1-4] 또한, 트라이볼로지 (Tribology) 측면에서 볼 때 경도와 내마모성이 우수하기 때문에 고온에서의 윤활 및 초경공구로 이용되어지고 있다.[5]

현재까지 DLC는 높은 경도와 낮은 마찰계수를 이용하여 VTR head, HDD에서 고체윤활제로 많이 사용되고 있다.[6-7] 아주 얇은 보호막으로 사용되고 있는 DL

C에 비해, 주로 가공용 공구로 사용되고 있는 BN은 높은 하중을 받아 상대적으로 두꺼운 보호막이 요구되는 접촉부 또는, 많은 열이 발생하는 접촉부에 활용될 수 있다. 특히 고온에서 매우 안정적이기 때문에 BN 박막을 고체윤활제로 이용하기 위한 연구가 활발히 진행 중이며, 초정밀 기계의 부품, 프린터기의 shaft, 정보저장 기기의 부품, 초정밀 기계의 shaft, 정밀부품의 보호막 등으로의 적용이 예상된다.

본 연구에서는 초정밀 시스템의 동적 접촉부위에 BN 박막을 보호층 및 윤활층으로 적용하기 위해 접촉부에서 발생하는 BN 박막의 마멸 특성에 대한 연구를 하였다. BN 박막의 물성 및 마모 특성을 분석하기 위한 실험 방법으로 BN 박막은 RF 마그네트론 스퍼터링을 이용해 3가지 조건으로 증착하였으며, 마모 실험은 자체 제작한 정밀 회전 마찰 시험기를 이용하였다. BN 시편의 경도를 측정하기 위하여 Nano-Indentor를 사용하였으며, 마

[†] 연세대학교 기계공학과

E-mail : kkj2941@yonsei.ac.kr

TEL : (02) 365-0491

* 연세대학교 금속시스템공학과

** 연세대학교 기계공학과

모 정량화를 위해 접촉식 Surface Profiler를 사용하였다.

2. 실험 및 분석 방법

2.1 실험시편

Fig. 1은 buffer layer없이 Si wafer위에 BN을 증착시킨 시편에 대한 마모실험 결과이다. Si wafer와 BN박막의 낮은 접착력으로 인해 BN박막이 일어났음을 확인할 수 있었다. 본 연구에서는 Fig. 1에서와 같이 Si wafer와 BN박막의 낮은 접착력으로 인해 마모 실험 시 BN박막이 일어나는 것을 방지하고, BN박막의 안정성을 높이기 위해 중간에 Buffer layer로 Ti 또는 DLC 층을 E-beam evaporation과 스퍼터링을 통해 약 20~30 nm의 두께로 먼저 증착시킨 후, RF 마그네트론 스퍼터링을 통해 총 6개의 BN 박막을 증착시켰다. BN박막의 두께는 약 100 nm로 증착되었으며, 증착조건은 Table 1과 같다.

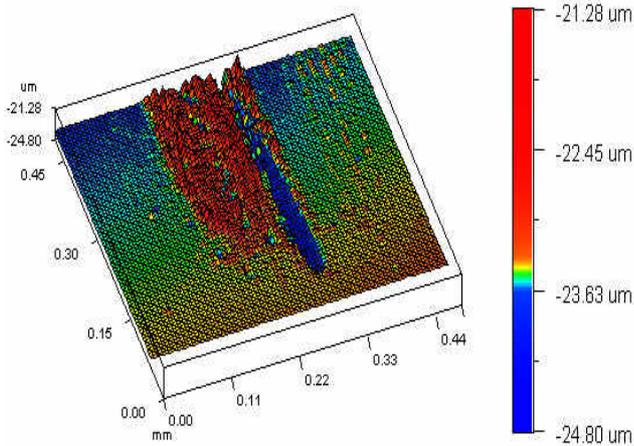


Fig. 1 Delamination of BN thin film

Table 1 Deposition conditions of BN thin film

No.	Temp. (°C)	RF Power(W)	Bias (V)	Working Pressure(mTorr)
BN1	RT	250	0	5
BN2	100	250	100	5
BN3	300	250	50	5

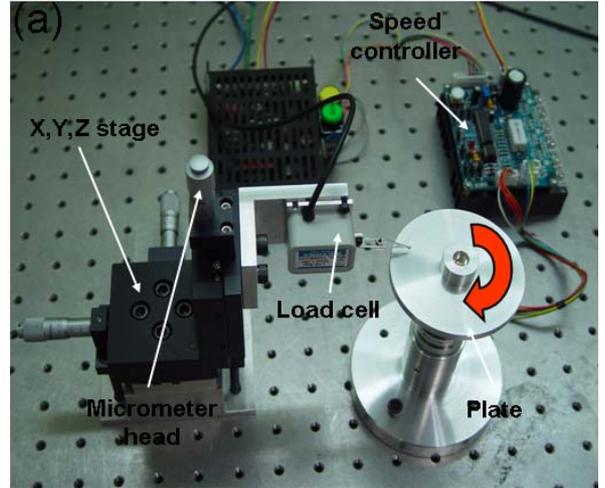


Fig. 2 (a) Micro-tribotester

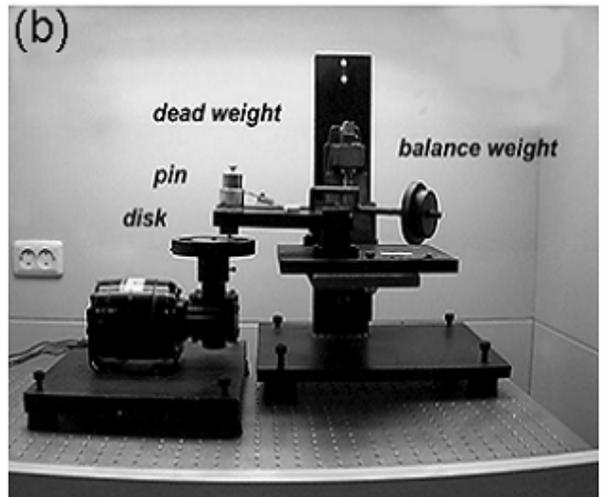


Fig. 2 (b) Macro-tribotester

2.2 실험 방법

BN박막의 마모 특성을 분석해 보기위해 Fig 2(a)와 같이 정밀 회전 마찰 시험기(Pin-on-disk-type micro-tribotester)를 자체 제작 하였다. 또한, 높은 하중에 대해서는 Fig. 2(b)와 같이 dead weight를 사용하는 마찰 시험기를 사용하였다.

정밀 회전 마찰 시험기는 load cell에 의해 수평방향으로 작용되는 마찰력과 수직방향으로 작용되는 적용하중을 측정 할 수 있도록 마찰력 센서를 구성 하였다. 마찰력 센서부의 load cell은 0.01 mN의 마찰 분해능을 가지는 상용화된 load cell을 이용하였다. 최종적으로 Labview 프로그램을 통하여 신호를 관찰 및 저장 하도록 하였다. 정밀

Table 2 Test conditions of BN thin film

Type	Pin-on-disk
Ball	WC (Tungsten Carbide) Ball (R: 0.75 mm)
Specimen	BN
Load	0.5, 1, 5, 20 gf
Sliding Cycle	1200, 2400, 4800
Velocity	40 rpm
Lubrication	No

회전 마찰 시험기의 수직 작용력과 마찰력의 값은 load cell로부터 나오는 voltage 신호를 보정 (calibration)하여 감지 할 수 있으며, Fig. 2(a)의 장비 구성과 같이 마이크로미터 헤드의 z축 이송 거리에 따른 수직 작용력의 값을 보정하여 사용하였다. 적용하중은 스케일에 따른 마모 메커니즘을 파악하기 위해 0.5 gf ~ 20 gf를 적용하였으며, HDD용 서스펜션을 캔틸레버로 하여 직경 1.5 mm의 WC (Tungsten carbide)볼을 부착하여 실험하였다. 그 외의 실험 조건은 Table 2에 기술하였다.

2.3 시편분석

2.3.1 Hardness 분석

각 시편들의 경도를 측정하기 위하여 Nano indenter를 이용하여 각 시편마다 8~9곳의 경도를 측정하였고, 결과는 Fig. 3에 나타내었다. Fig. 3에서 보듯이 tip의 압입깊이에 따라 경도가 변하는 것을 확인 할 수 있으며, BN박막의 두께가 약 100 nm이고, Nano indenter tip의 끝단 직경은 약 40 nm이다. 이를 고려하여 40 nm이하의 압입에서는 tip의 영향을 받을 수 있고, 박막 두께의 1/2 이상의 압입에서는 기판의 영향을 받을 수 있으므로 경도는 40~50 nm 범위의 평균값을 측정하였다.

그 결과 BN2의 경도가 가장 높게 나타났다. Table 3은 각각의 BN 시편의 다른 영역에서 측정된 9개의 경도 값에 대한 40~50 nm에서의 평균값을 나타내었다.

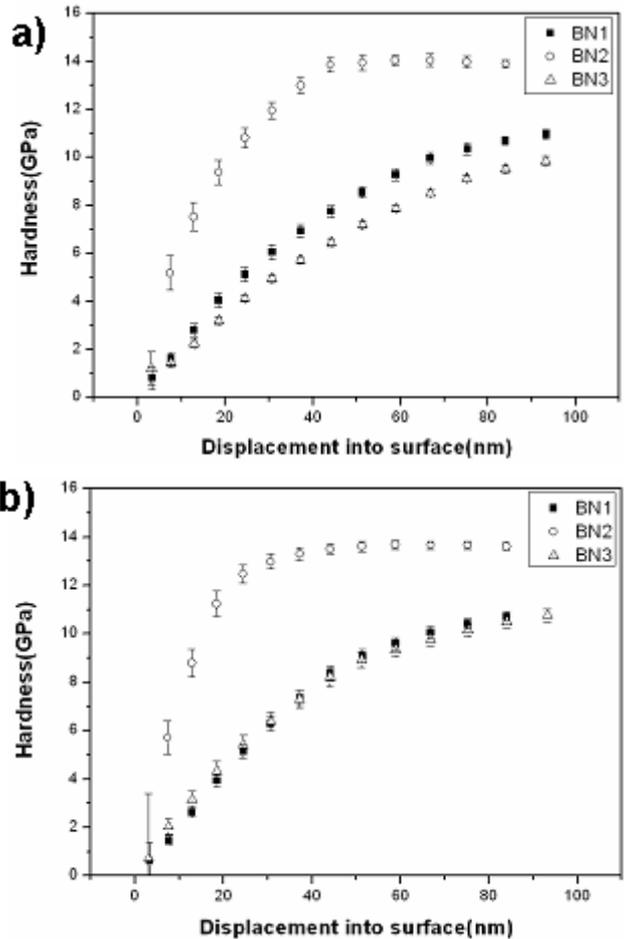


Fig. 3 Hardness of BN specimen with a) DLC layer b) Ti layer

Table 3 Average hardness of BN thin film

No.	Hardness with Ti layer (GPa)	Hardness with DLC layer (GPa)
BN1	7.84	8.44
BN2	13.84	13.51
BN3	6.54	8.28

3. 실험결과

3.1 Surface profile 분석

실험에 사용된 BN박막의 cycle에 따른 마멸을 알아보기 위하여 실험이 끝난 후 각 시편에 대하여 접촉식 Surface profiler를 통하여 5회 이상 마모의 정도를 측정하였다. 먼저 Fig. 4는 DLC와 Ti Buffer layer위의 BN1 시편에 20 gf의 하중으로 4800 cycle의 실험 후 표면의 profile이다.

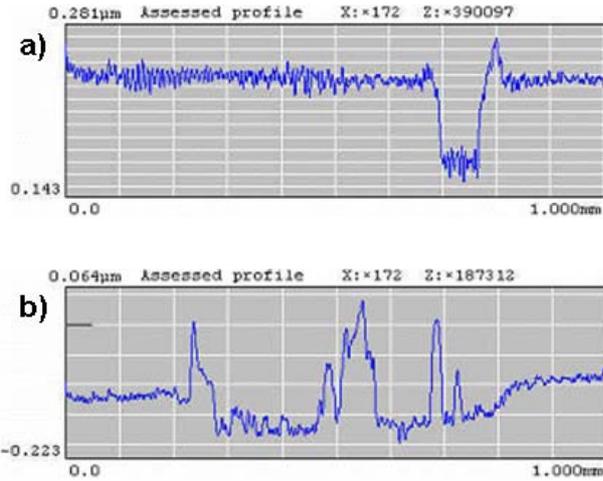


Fig. 4 Profile of BN1 specimen with a) DLC layer
b) Ti layer

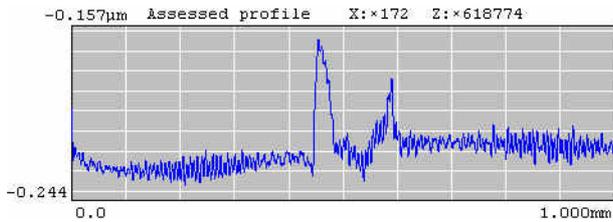


Fig. 5 Profile of BN3 specimen with Ti layer

DLC layer 위에 증착된 BN박막은 안정적인 마모가 발생되어 정량화 할 수 있었지만 Ti layer 위에 증착된 BN박막은 실험 후 표면이 위로 돌출 되어 지는 것을 확인 할 수 있었다. 이러한 현상은 Ti layer위에 증착된 BN3 시편에 대해 더 낮은 하중 5 gf와 더 작은 cycle인 1200 cycle로 실험하였을 때도 Fig. 5와 같이 발생 되었다. BN3 시편에 대해 Table 4와 같은 조건으로 실험 하였으며, 표면 Profile은 Fig. 6과 같다. 1 gf의 하중과 2400 cycle로 실험 하였을 때는 실험 후 두 시편 모두에서 Burr가 상당히 높게 형성되었음을 확인 할 수 있다.

Table 4 Test condition of BN3 specimen

	1	2	3	4
Cycle	1200	1200	2400	2400
Load(gf)	0.5	1	0.5	1

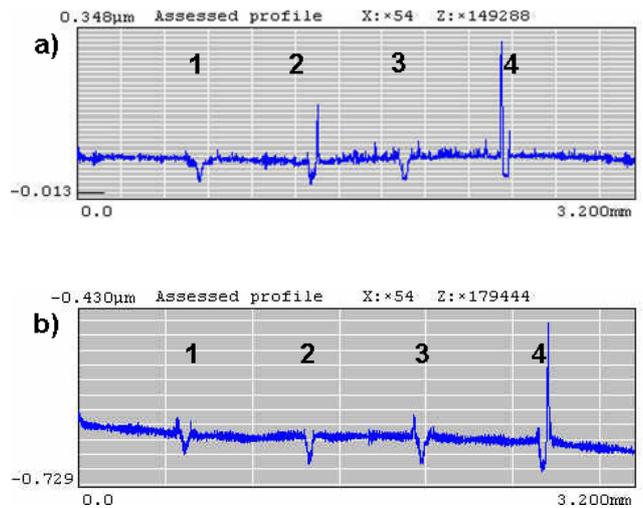


Fig. 6 Profile of BN3 specimen with a) DLC layer
b) Ti layer

위의 실험 조건에서는 안정적인 마모가 발생하였음을 확인 할 수 있다. Table 4의 조건으로 가장 높은 경도를 지닌 BN2 시편에 실험을 한 결과 Ti layer위에 증착된 BN박막에서는 마모 트랙 가운데 부분이 위로 돌출되어짐을 확인 하였고, DLC layer위에 증착된 BN 박막에서는 거의 마모가 발생 하지 않았음을 Fig. 7에서 확인 할 수 있다.

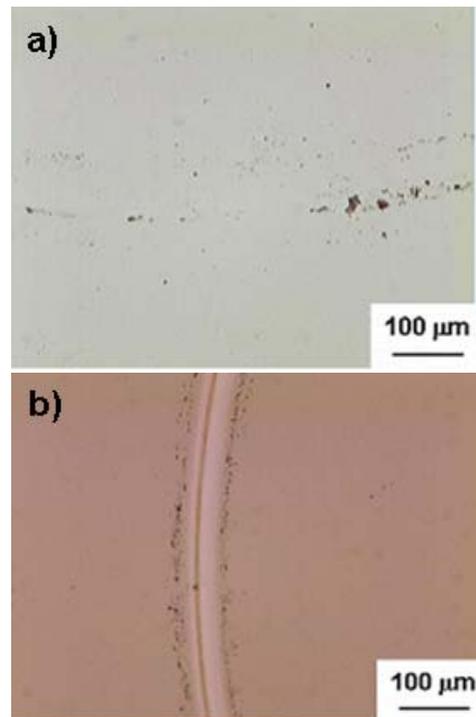


Fig. 7 Optical microscope image of BN2 specimen wear track with a) DLC layer b) Ti layer

3.2 EDX 분석

BN1 과 BN2 시편 중 Ti buffer layer위에 증착된 BN 박막은 실험 후 안정적인 마모가 발생하지 않고, 가운데 부분이 돌출 되어졌다. 이를 확인해 보기 위하여, EDX (Energy Dispersive X-ray Spectrometer)를 이용하여 트랙 가운데 부분을 측정해 보았다. 그 결과, 두 시편모두 Ball로 사용하였던 W (Tungsten)와 C (Carbon)성분이 검출 되지 않았으며, Si와 Ti성분이 검출 되어졌다. 이를 통하여 Ball의 성분들이 시편으로 전이되지 않았음을 확인 할 수 있었다.

3.3 마모 특성

안정적인 마모가 발생한 BN3 시편에 대한 cycle에 따른 마멸율을 계산하였다. 계산 방법은 접촉식 surface profiler를 이용하여 트랙의 중심부를 기준으로 5곳의 width와 depth를 측정하여 단면의 표면적을 구한 뒤, 평균값을 계산하여 이용하였다. 마지막으로 전체 원주의 길이를 곱하여 마모량을 구하였고, cycle로 나눔으로써 cycle에 따른 마멸율을 구하였다. 결과 값은 Fig. 8에 그래프로 나타내었다.

DLC buffer layer를 갖는 시편은 약 21 ~ 31 $\mu\text{m}^3/\text{cycle}$ 로 나타났고, Ti buffer layer위에 증착된 시편에서는 약 61 ~ 103 $\mu\text{m}^3/\text{cycle}$ 로 마멸율이 약 3 배정도 높게 나타났다. 같은 하중에서 cycle수가 증가함에 따라 마멸율이 다소 증가하는 것을 확인 할 수 있다.

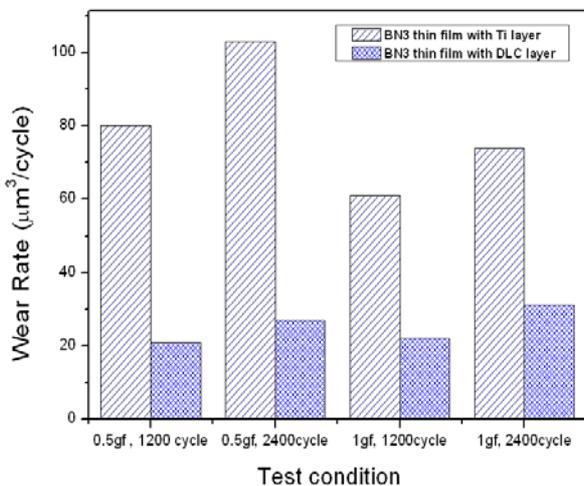


Fig. 8 Wear rates of BN3 specimen

4. 결론

본 연구에서는 정밀 회전 마찰 시험기를 이용하여 두 종류의 Buffer layer 위에 RF 마그네트론 스퍼터링으로 증착된 BN 박막의 마모 특성에 대하여 고찰하였다.

1) 실험결과 우수한 내마모성을 갖는 DLC buffer layer 위에 증착된 BN 박막에서 상대적으로 마멸율이 낮음을 확인 할 수 있었다. DLC buffer layer BN 박막의 마멸율은 21 ~ 31 $\mu\text{m}^3/\text{cycle}$ 이며 Ti buffer layer BN 박막의 마멸율은 61 ~ 103 $\mu\text{m}^3/\text{cycle}$ 으로 나타났다.

2) 본 실험에서 사용한 BN 박막 증착 조건 중 상대적으로 높은 Bias voltage(100V)를 걸어준 시편의 경도가 가장 높았으며 마멸율도 가장 낮게 나왔다. 이는 상대적으로 높은 Bias voltage로 인해 가장 고르게 증착되어진 것으로 판단된다.

3) 마멸율은 같은 하중에서 cycle이 증가함에 따라 조금 증가하였다. 이는 실험이 진행됨에 따라 Ball과 박막에 마모가 발생함에 따라 마모입자에 따른 plowing 효과의 증가 때문으로 판단된다.

4) 경도와 상관없이 Ti buffer layer위에 증착된 BN박막에서는 마모 트랙 가운데 부분이 돌출되어짐을 확인 할 수 있었다. EDX 측정 결과 볼의 성분이 검출되지 않았으므로, 이는 Ti layer가 DLC layer에 비해 상대적으로 무르기 때문에 발생된 것으로 판단된다.

후 기

이 논문은 한국 과학재단 2007년도 나노 원천 기술 개발 사업 (과제번호 : M1-0203-00-0031)의 지원을 받아 이루어졌으며, 이에 관계자 여러분께 감사드립니다.

참고문헌

- [1] J. Deng and G. Chen, 2006, "Surface properties of cubic boron nitride thin films", applied surface science, Vol.252, pp.7766-7770
- [2] C. B. Samantaray and R. N. Singh, 2005, "Review of synthesis and properties of cubic boron nitride thin

- films", *International Materials Reviews*, Vol.50, No.6, pp.313-344
- [3] W. J. Zhang, S. Matsumoto, K. Kurashima and Y. Bando, 2001, "Structure analysis of cBN films prepared by DC jet plasma CVD from an Ar-N₂-BF₃-H₂ gas system", *Diamond and Related Materials*, Vol.10, pp.1881-1885
- [4] P. B. Mirkarimi, K. F. McCarty and D. L. Medlin, 1997, "Review of advances in cubic boron nitride film synthesis", *Material Science and Engineering R*, Vol.21, pp.47-48
- [5] M. Keunecke, E. Wiemann, K. Weigel, S. T. Park and K. Bewilogua, 2006, "Thick c-BN coatings - Preparation, properties and application tests", *Thin solid films*, Vol.515, pp.967-972
- [6] A. R. Machcha, F. E. Talke and M. H. Azarian, 1996, "An investigation of nano-wear during contact recording", *Wear*, Vol.197, pp.211-220
- [7] R. Banddorf, H. Luthje and T. Staedler, 2004, "Influencing factors on microtribology of DLC films for MEMS and microactuators", *Diamond and Related Materials*, Vol.13, pp.1491-1493