

카본 및 보론질화막의 나노다층박막 합성 및 기계적 물성 평가
 Synthesizing and mechanical properties evaluation of nano-multilayered Carbon and BN film

나종주^{1,*}, 문장원^{1,2}, 이인섭²
 (1) 한국기계연구원, 표면기술연구센터
 (2) 동의대학교, 재료금속공학과

초 록 : 카본과 BN의 합성조건을 제어하여 고경도 상과 저경도 상을 다층박막화하기 위하여 시편에 인가하는 바이어스 전압을 조절하여 박막을 합성하였다. 합성된 다층박막은 카본의 경우 흑연상을 많이 함유한 단일층 박막과 유사한 경도와 탄성계수를 보였으나 마찰계수는 2~3배 개선되었다. BN의 경우에도 2층박막화된 박막에서 FTIR분석 결과로는 50%이상의 c-BN이 합성된 것으로 나타났으며, 마모특성도 c-BN박막과 유사하였다.

peak 위치는 1374, 1384, 1387 cm^{-1} 이며 G peak 위치는 1543, 1577, 1581 cm^{-1} 이다. 한편, I_D/I_G 는 작을수록 다이아몬드 결정구조를 많이 함유한 방향을 나타내므로 Robertson 등¹⁾이 제안한 흑연 크러스터가 임계 크러스터 크기보다 작은 크러스터들로 이루어졌음을 유추할 수 있다.

1. 서 론

카본과 BN은 결정구조에 따라 높은 경도를 나타내기도 하고 낮은 경도를 나타내기도 한다. 이는 카본의 경우 흑연과 다이아몬드 결정구조를 가지고 있으며 BN의 경우에도 육방정계와 입방정계의 결정구조를 가지기 때문이다. 이들을 합성할 때 증착조건에 따라 결정구조가 달라지며 통상 고경도 결정구조를 많이 함유하는 박막을 합성할 경우 박막내 잔류응력이 높아져 박막이 쉽게 박리되는 현상이 발생한다. 이러한 박리현상을 막기 위해 기판과 박막 사이에 glue layer를 첨가하거나 박막 합성후 열처리 등을 수행하기도 한다. 그러나 이러한 방법은 박막의 사용처에 따라 제한적일 수 있다. 이에 본 연구에서는 저경도 결정구조를 많이 함유하는 박막층과 고경도 결정구조를 많이 함유하는 박막층을 다층으로 합성함으로써 잔류응력을 완화시키면서 다층박막의 효과를 얻고자 하였다.

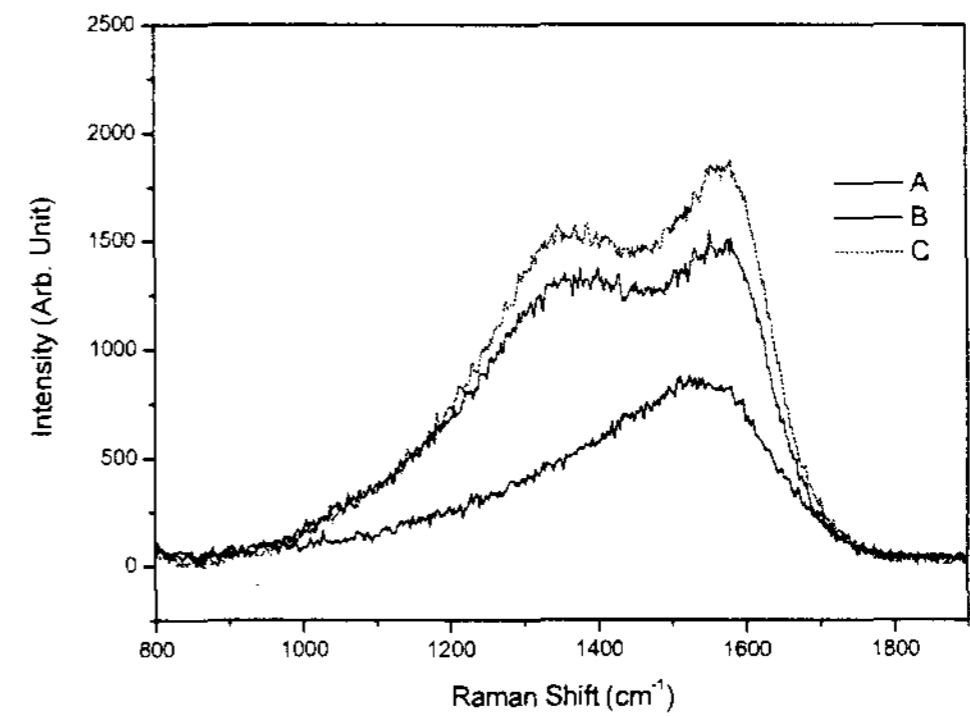


그림 1 합성조건에 따른 라만 스펙트럼 변화

2. 본 론

2.1 카본다층박막

2.1.1 실험조건

본 연구에서는 DC magnetron sputtering법으로 3인치 크기의 카본 타겟을 사용하여 카본 박막을 증착하였으며, 증착온도는 200°C, 인가파워는 500W, 증착압력은 3mTorr로 일정하게 하였으며, 기판에 인가되는 바이어스 전압을 변수로 사용하였다. 바이어스 전압이 0V일 때는 다이아몬드상이 다량 함유된 카본 박막이 합성되었으며, -200V인가되었을 경우에는 흑연상이 비교적 많이 함유된 카본 박막이 합성되었다. 바이어스 인가전압을 0V에서 유지하는 시간과 -200V에서 유지하는 시간의 비를 조절함으로써 이들 각각의 두께를 변화시켜 다층박막화하였다. 합성된 박막은 라만분석을 통하여 흑연상과 다이아몬드상의 비를 측정하였으며, 나노인덴터를 사용하여 박막의 경도와 탄성계수를 측정하였다. 또한, 진자형 트리보미터를 사용하여 저하중에서의 마찰계수와 마모속도를 측정하였다. A시편은 다이아몬드상이 다량 함유된 카본박막이고, B시편은 흑연상이 다량 함유된 카본박막이고, C시편은 다층박막화된 시편이다.

2.1.2 실험결과

그림 1에 A, B, C 세 시편의 라만 분석결과를 도시하였다. A시편에서는 많은 다이아몬드 결정구조를 가진 반면 B시편은 흑연 결정구조가 많은 시편이다. A, B, C 각각의 D

그림 2에 같은 시편에 대해 나노인덴터를 사용하여 측정된 표면경도와 탄성계수를 나타내었다. 압입깊이를 박막의 두께로 Normalize하여 도시하였다. A시편은 16GPa이상의 높은 경도를 나타내고 탄성계수도 220GPa이상임을 알 수 있다. 반면에 B시편은 2GPa이하의 경도를 보이고 있으며 탄성계수는 60GPa이하의 낮은 값을 보이고 있다. 이는 흑연상이 많이 존재할 것으로 측정된 라만분석과 일치한다. C시편은 2~4GPa의 경도와 60~80GPa 범위의 탄성계수 값을 가진다. 이는 B시편보다는 높은 경도와 탄성계수 값을 보이나 A시편에 비해서는 많이 낮은 값을 나타내고 있다. 이로써 현재의 조건으로는 다층박막의 효과를 나타내지는 못하는 것으로 보이고 있으며, 이에 대한 연구가 더 필요하다.

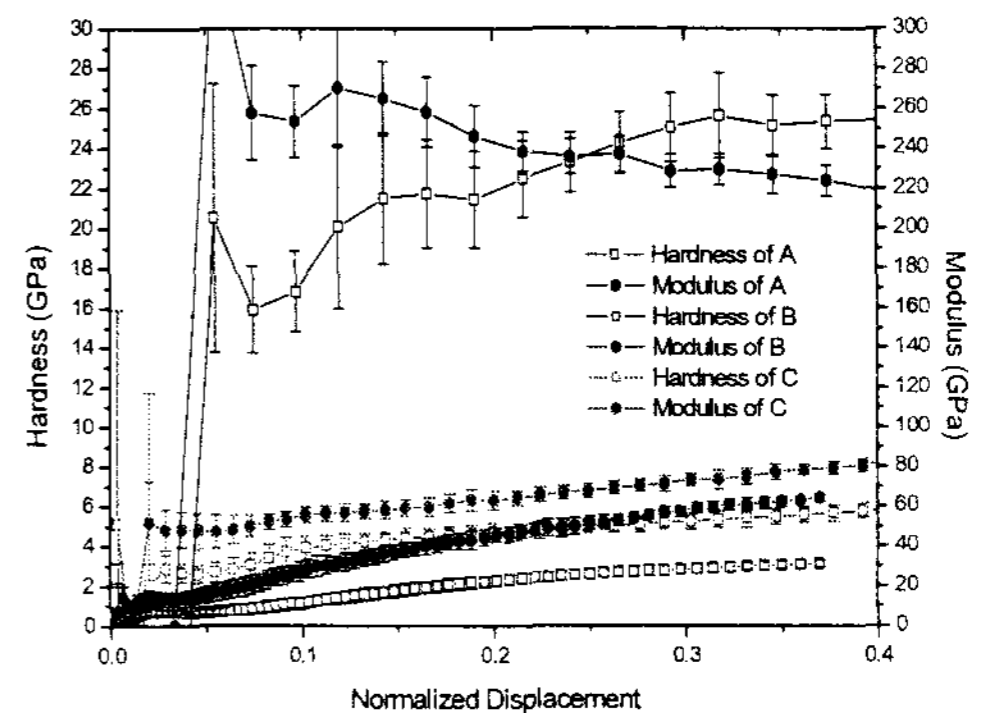


그림 2 합성조건에 따른 경도와 탄성계수 변화

그림 3에 이들 시편을 진동형 트리보미터²⁾를 사용하여 측정된 마찰계수를 인가하중에 대해 도시하였다. 다이아몬드상이 가장 많은 A시편에서 가장 높은 마찰계수를 보였고 다층박막으로 제조된 C시편에서 가장 낮은 마찰계수를 보이고 있다. 이는 인가하중이 100mN이하의 낮은 값에서는 표면에서 흑연화가 발생하지 않아 마찰계수가 낮아지지 않는 것으로 판단된다. 또한, B시편과 같이 흑연상이 더 많은 시편에 비해서도 낮은 값을 보이는 것은 C시편의 경도와 탄성계수가 높아 접촉면적이 작아 마찰계수가 더 낮아지는 것으로 판단된다.

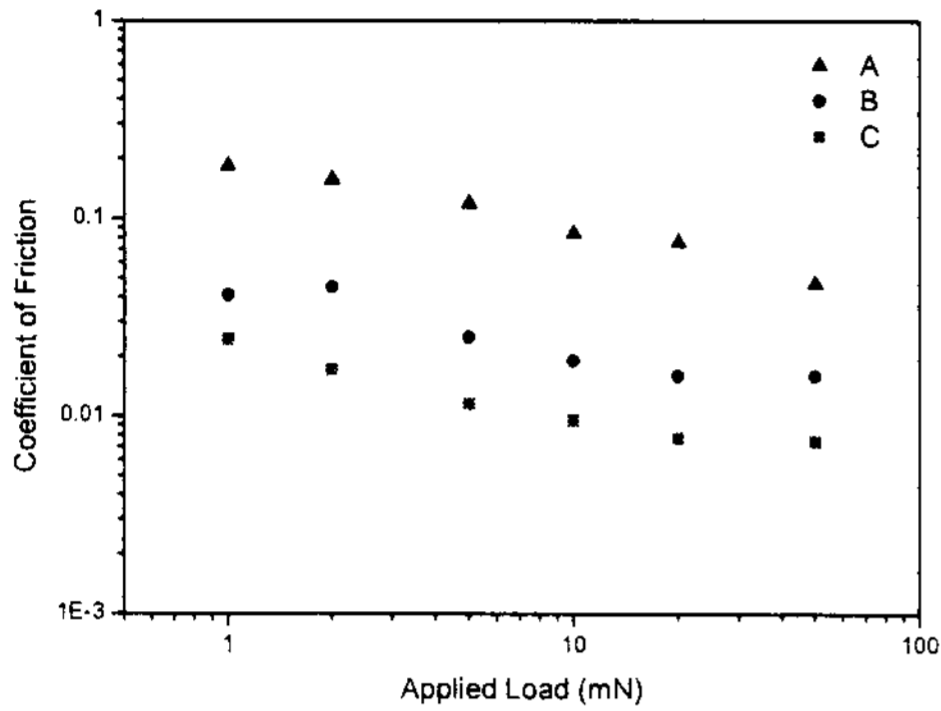


그림 3 합성조건에 따른 마찰계수의 변화

2.2 BN다층박막

2.2.1 실험조건

BN박막을 합성하기 위해 unbalanced DC magnetron sputtering법으로 2인치 크기의 보론 타겟을 사용하여 질소와 아르곤 혼합가스($N_2/Ar=9$)를 흘려주면서 증착하였으며, 증착온도는 350°C, 인가파워는 150W, 증착압력은 1.6mTorr로 일정하게 하였으며, 기판에 인가되는 바이어스 전압을 변수로 사용하였다. 바이어스 전압이 0V일 때는 h-BN박막이 합성되었으며(E시편), -50V에서 15분, -150V에서 30분을 인가하여 2층박막 BN 시편을 제조하였다(F시편). -230V인 가되었을 경우에는 90%이상의 c-BN박막이 합성되었으나 바로 박리가 되는 문제가 발생하여 450°C에서 -300V로 인가하여 많은 c-BN함량을 가지는 시편을 제조하였으며(D시편), 이들 시편은 c-BN함량을 확인하기 위하여 FTIR분석을 수행하였으며, 마모실험을 수행하였다.

2.1.2 실험결과

그림 4에 D, E, F시편에 대한 FTIR측정결과를 도시하였다. D시편에서는 약 64%의 c-BN함량이 포함되어 있으며, E시편에서는 53%의 c-BN이 포함되어 있으며, F시편에서는 h-BN만이 합성되었다. 이들 시편에서 마모실험을 수행하였다. 이때 상대재로써 직경 3mm인 루비볼을 사용하였으며, 인가하중 50g, 회전속도 15.7mm/sec의 조건에서 5000회 수행한 후 마모트랙을 측정된 결과를 그림 5에 도시하였다. 마모깊이는 시편 D, E, F에 대해 23nm, 4.6 μ m, 21nm였다. 마찰계수는 0.3, 0.25, 0.4로 측정되었다.

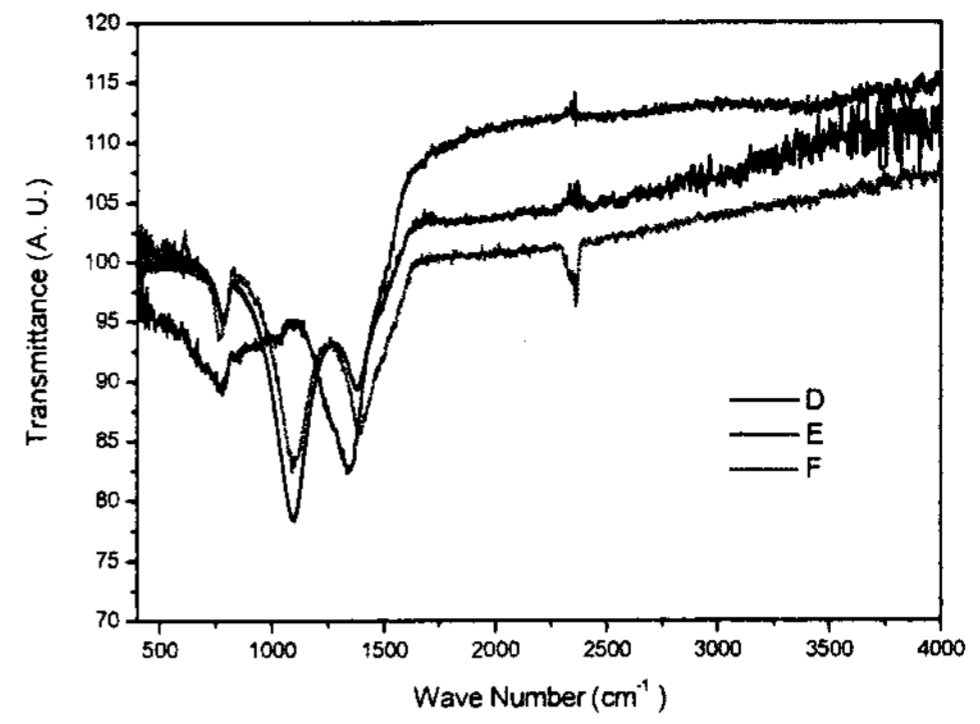


그림 4 합성조건에 따른 BN박막의 FTIR 피크 변화

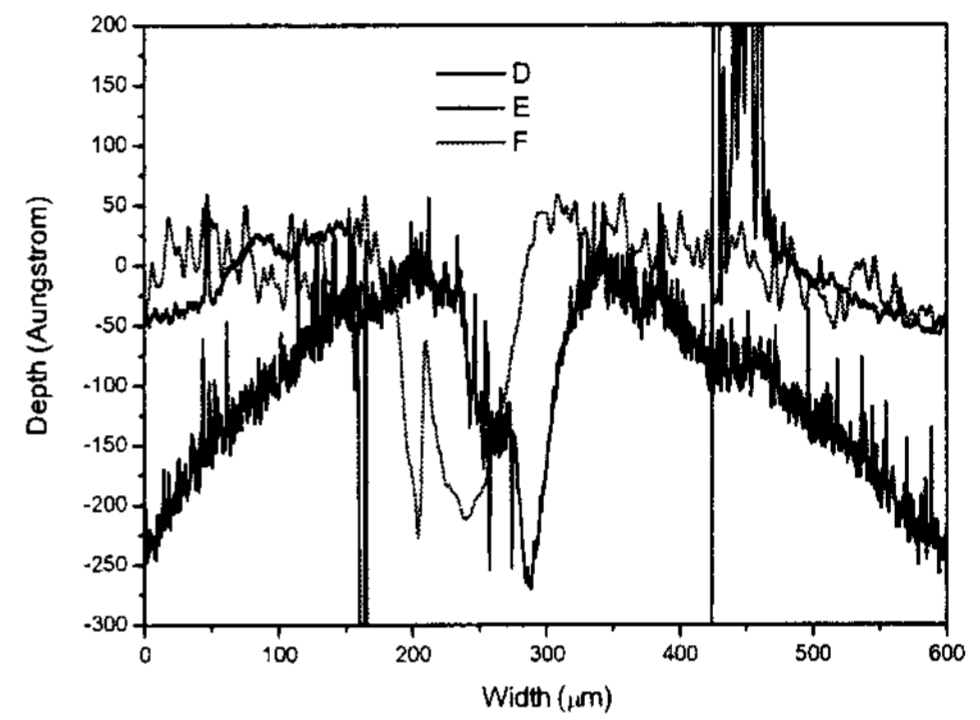


그림 5 합성조건에 따른 마모깊이의 변화

3. 결 론

본 실험에서 수행한 조건에서 카본 박막이나 BN박막의 다층박막화를 통해 카본박막에서는 매우 낮은 마찰계수를 얻을 수 있었으며, BN박막에서는 c-BN함량이 높은 BN과 유사한 기계적 특성을 보이고 있다. 하지만, 다층박막에 의한 효과인 경도가 증가하는 등의 특성 개선은 확인할 수 없었다.

참 고 문 헌

- [1] J. Robertson, "Review of "Properties of Diamond-like Carbon", Surf. Coat. Technol., 50, 185-203 (1992)
- [2] J.J. Rha, S.C. Kwon, J.R. Cho, S. Yim, and N. Saka, "Creation of ultra-low friction and wear surfaces for micro-devices using carbon films", Wear, 259, 765-770 (2005)
- [3] Y. Liu, A. Erdemir, and E.I. Meletis, "A study of the wear mechanism of diamond-like carbon films", Surf. Coat. Technol., 82, 48-56 (1996)
- [4] Y. Liu, A. Erdemir, and E.I. Meletis, "An investigation of relationship between graphitization and frictional behavior of DLC coatings", Surf. Coat. Technol., 86-87, 564-568 (1996)