

## TiN 나노 박막을 코팅한 AL7075-T7351 알루미늄 합금의 트라이볼로지 특성에 관한 연구

### A Study on the Tribological Characteristics of AL7075-T7351 Aluminum Alloy Coated with TiN Nano Thin Film

김광수<sup>1</sup>, 임성훈<sup>2</sup>, 김도현<sup>3</sup>, 박형준<sup>4</sup>, 허선철<sup>5\*</sup>

Kwang-Su Kim<sup>1</sup>, Sung-Hoon Im<sup>2</sup>, Do-Hyeon Kim<sup>3</sup>,  
Hyeong-Jun Park<sup>4</sup>, Sun-Cheol Huh<sup>5\*</sup>

#### 〈Abstract〉

Aluminum alloy is a material widely used in the aircraft industry. However, since it has relatively low hardness, strength and tribological properties, it is necessary to improve these properties. In this paper, a TiN thin film was coated on the surface of AL7075-T7351 using DC magnetron sputtering. The coating was performed by setting different deposition pressure, deposition time, and applied power. Then, the tribological properties of the thin film were investigated. As a result of the experiment, the hardness of the thin film was higher than that of the base material, and the specimen with the highest hardness had excellent friction coefficient, wear amount, and adhesive strength characteristics. Through this study, it was confirmed that the tribological characteristics of aluminum alloy can be improved by depositing thin films using DC magnetron sputtering.

*Keywords : Tribological Characteristics, DC Magnetron Sputtering, TiN Thin Film*

1 한국폴리텍VII대학 전기자동차과, 부교수  
E-mail: kks1013@kopo.ac.kr

2 한국폴리텍VII대학 기계시스템과, 조교수  
E-mail: malgu21c@kopo.ac.kr

3 코아오토모티브 모터 & 제어연구소, 주임연구원  
E-mail: dohyeon.kim@koaautomotive.com

4 경상국립대학교 에너지기계공학과, 석사과정  
E-mail: qgw028@gmail.com

5\* 교신저자, 경상국립대학교 스마트에너지기계공학과, 교수  
E-mail: schuh@gnu.ac.kr

1 Dept. of Electric Automobile, Korea Polytechnic VII

2 Dept. of Mechanical System, Korea Polytechnic VII

3 Motor & Control Lab, Koa Automotive Company

4 Dept. of Energy and Mechanical Engineering, Graduate School of Gyeongsang National University

5\* Dept. of Smart Energy and Mechanical Engineering, Gyeongsang National University

## 1. 서론

항공기 부품의 구조재로 널리 사용되고 있는 알루미늄 합금은 가공성이 우수하고, 가벼우며, 우수한 열전도성을 지니고 있다. 하지만 상대적으로 낮은 경도와 강도를 가진다. 또한 내마모성 및 내식성이 낮는데, 이러한 성질은 구조재의 성능 저하로 연결될 수 있다. 부품 사이의 접촉을 통해 상대운동을 하는 재료의 표면은 우수한 트라이볼로지 특성이 요구되기 때문에, 열처리, 표면처리 및 표면거칠기 개선 등 다양한 방법이 적용되고 있다. 또한 경도, 내마모성 등을 향상시키기 위한 방법으로 모재의 표면에 우수한 기계적 특성을 지니고 있는 특정한 물질의 원소를 증착하여 박막을 형성하는 스퍼터링법을 적용할 수 있다[1-3]. 스퍼터링을 통해 Ti, TiN, TiAlN 등의 박막을 생성할 수 있는데, 이중 TiN 박막은 높은 경도와 우수한 내마모성 및 내식성으로 인하여 공구코팅 등에 널리 상용화 되어 있으며, 반도체 공정에서의 확산 방지막으로도 널리 사용되고 있다[4,5]. 하지만 우수한 내마모성을 지닌 TiN 코팅재라도 상대재료와의 마찰마모에 의한 문제가 수반된다. 따라서 TiN 코팅이 기계부품의 트라이볼로지 특성에 미치는 영향을 연구할 필요가 있다[6].

본 연구에서는 항공기 부품의 구조재로 많이 사용되고 있는 AL7075-T7351 알루미늄 합금의 표면에 DC 마그네트론 스퍼터링법을 이용하여 TiN 박막을 증착하였고, 인가전력과 증착압력 그리고 증착시간의 스퍼터링 공정변수의 조건에 따른 박막의 미세구조를 관찰하고 트라이볼로지 특성을 고찰하였다.

## 2. 실험장치 및 방법

### 2.1 시험편

TiN 박막을 코팅할 소재는 알루미늄 합금인

AL7075-T7351로써 와이어커팅머신을 사용하여 직경  $\varnothing 32$ , 두께 10 mm의 원통형 시험편을 제작하였다. 모든 시험편은 #400, #800, #1200, #2000 메시의 방수용 사포를 이용하여 순서대로 연마하였으며, 박막의 원활한 증착 및 마모시험을 위하여 연마면의 수평을 맞추었다. 그리고  $0.3 \mu\text{m}$ 의 입자 크기를 갖는 알루미늄( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 파우더로 최종적으로 연마하였다. 연마면의 중심선 평균 거칠기( $R_a$ )는 표면조도측정기로 10회 측정하여 평균값을 내었으며, 그 값은  $0.27 \mu\text{m}$ 이다. 스퍼터링 장비로 박막을 증착할 때, 시험편의 세척상태는 박막의 접착력에 큰 영향을 끼친다. 따라서 각 시험편을 초음파세척기에서 에틸알콜 및 아세톤 용액으로 15분씩 세척하여 불순물을 제거하였다.

### 2.2 DC 마그네트론 스퍼터링

TiN 박막을 증착하는데 사용한 DC 마그네트론 스퍼터링 장치의 개략도를 Fig. 1에 나타내었다. 스퍼터링 장치는 크게 진공챔버, 전원공급장치, 가스주입장치, 기관홀더 및 타겟지지대 등으로 구성되어 있다. 일반적으로 불활성 기체인 Ar을 반응가스로 이용하며, Ar의 유량은 MFC(mass flow controller)로 정밀하게 제어된다. 고진공 상태에

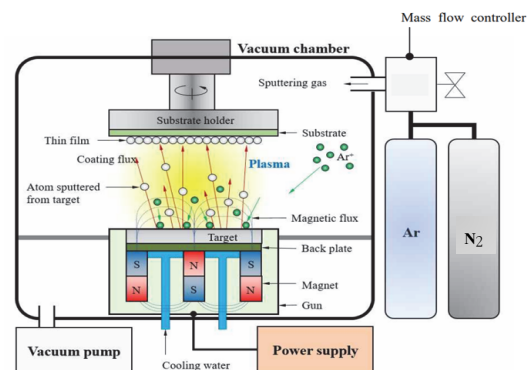


Fig. 1 Schematic of DC magnetron sputtering system

서 전력을 인가하면 방출된 전자들이 Ar 기체와 충돌하고, Ar이 이온화되면서 방출된 에너지로 인해 방전이 발생하여 플라즈마 환경이 조성된다. 그리고 이온화된 Ar이 가속되어 타겟의 표면과 충돌함으로써 타겟의 원자를 튀어나오게 하여 기판에 박막을 형성한다[7]. 본 연구에서는 순도 99.995%의 티타늄 타겟을 사용하였으며, 타겟과 기판사이의 거리는 80 mm로 고정하였다. 챔버 내 불순물 제거를 위해 초기진공을  $5.0 \times 10^{-6}$  torr로 설정하였고, TiN 박막을 형성하기 위해 Ar은 14 sccm, N<sub>2</sub>는 6 sccm으로 혼합기체 분위기를 조성하였다. Table 1에 스퍼터링 조건을 정리하였다. 스퍼터링이 완료된 후 FE-SEM으로 박막의 두께와 표면을 조사하였다.

Table 1. Deposition conditions

Condition	Value
Target	Titanium, 99.995%
Base pressure	$5.0 \times 10^{-6}$ torr
Working pressure	$2 \times 10^{-3}$ , $3 \times 10^{-3}$ torr
Gas and flow rate	Ar(14 sccm) : N <sub>2</sub> (6 sccm)
Applied power	100 W, 200 W, 300 W
Deposition time	30 min, 60 min, 90 min
Temperature	RT
Target distance	80 mm

### 2.3 경도측정

TiN 박막의 미소경도를 측정하기 위해 Frontics사의 AIS-2100 나노인덴테이션 장비를 이용하였다. 피라미드형 다이아몬드 압입자를 사용하였으며, 5회 측정하여 평균값을 산출하였다. 선행 연구에 따르면 나노인덴테이션을 이용하여 박막의 경도를 측정할 때, 박막 두께의 10% 이내로 압입해야 기판의 영향을 무시할 수 있다[8]. 본 연구에서는 여러 증착조건을 통해 얻은 박막의 두께가 약

100 nm ~ 450 nm로써 두께의 10%는 10 nm ~ 45 nm 정도이다. 여기서는 모재와 박막의 영향이 복합적으로 나타나는 부분의 경도를 살펴보기 위해 5  $\mu$ m의 압입깊이로 실험을 수행하였다.

### 2.4 마모시험

각 시험편에 증착된 TiN 박막의 마찰계수, 마모량 및 마모트랙과 같은 마모특성을 파악하기 위해 R&B사의 PD-102 시험기를 이용하여 마모시험을 수행하였다. 마모시험은 Ball on disk 방식을 채용하였으며, ASTM G99 규정을 따랐다. 마모특성에 영향을 미치는 인자로는 마모거리, 시험하중, 표면조도, 미끄럼 속도, 윤활조건, 상대재 등이 있다. 본 시험에서 상대재로 사용된 직경  $\phi$  12.7의 볼(ball)은 비커스경도 Hv1400의 값을 갖는 높은 경도의 지로코니아 재질로써, 상대적으로 연질인 박막과 모재와의 마모 메커니즘을 발생시킨다. 마모시험은 시험시간 30분, 시험하중 2 N, 상온 무윤활, 미끄럼 속도 60 rpm, 마모트랙 반경 11.5 mm의 조건으로 수행하였다. 전자저울로 마모시험 전후의 시험편 무게를 5회씩 측정하여 평균값을 구했고, 그 차이를 마모량으로 계산하였다. 또한 SEM을 이용하여 마모시험으로 형성된 마모트랙을 관찰하였다.

### 2.5 접착강도 실험

Fig. 2는 박막과 모재 사이의 접착강도를 구하기 위해 사용한 Pull-off 시험의 개략도이다. Pull-off 시험은 ISO 4624 및 ASTM D4541 규정을 따랐으며, 알루미늄 dolly를 에폭시 기반의 접착제로 TiN 박막의 표면에 밀착시킨 다음 0.7 MPa/sec의 속도로 dolly를 들어 올릴 때의 강도를 측정하였다.

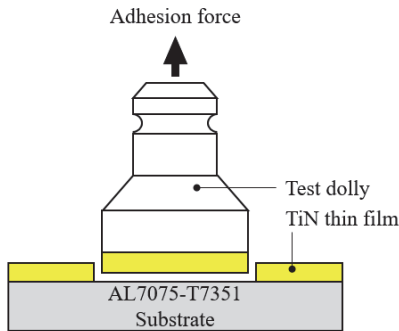


Fig. 2 Schematic of the pull-off test

### 3. 실험결과 및 고찰

#### 3.1 박막의 성분분석 및 두께

우선적으로 각각의 스퍼터링 조건에 따른 박막의 단면 형상을 관찰하고 두께를 측정하기 위해서 유리기판 위에 TiN을 증착하였다. 두께는 FE-SEM으로 측정하였고, EDS로 박막의 조성성분을 분석하였다. EDS 매핑 결과 표면에서 티타늄과 질소 원소가 검출된 것으로 보아 TiN 박막이 조성되었음을 알 수 있다. Fig. 3은 EDS 매핑 이미지이다.

증착압력을  $2.0 \times 10^{-3}$  torr로 고정한 채, 인가전력을 100 W, 200 W, 300 W, 증착시간은 30 분, 60분, 90분으로 변경하면서 박막을 증착하였다. 증착시간에 따른 두께변화는 30분에서 60분 사이에는 큰 변화가 없었는데, 이것은 N<sub>2</sub> 가스가

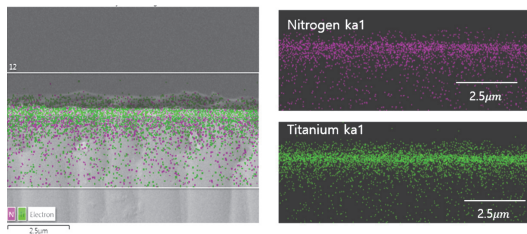
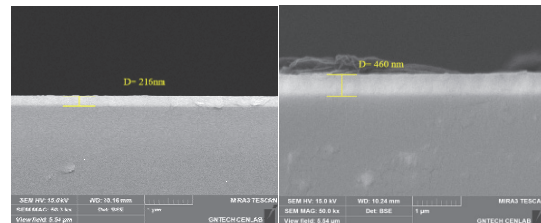
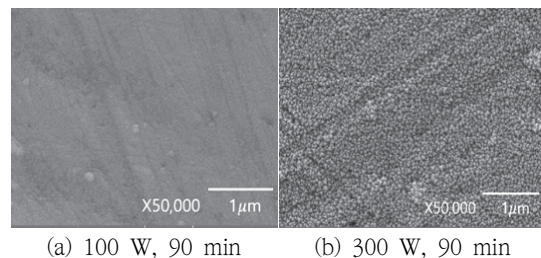


Fig. 3 EDS mapping image

반응하기까지 충분한 유량이 공급되지 않았기 때문으로 판단된다. 반면 60분에서 90분으로 증가함에 따라 약 200% 내외로 두께가 증가하였다. 인가전력에 따른 박막의 두께 변화를 살펴보면, 인가전력이 증가함에 따라 박막의 두께도 선형적으로 증가하였다. 인가전력이 증가할수록 박막이 두꺼워지는 것은, 타겟에 충돌하는 Ar 이온의 평균 에너지가 증가함으로써 타겟으로부터 더 많은 입자가 방출되어 기판에 증착하는 것으로 생각된다. Fig. 4는 TiN 박막층의 단면형상을 나타낸 것이며, Fig. 5는 TiN 박막의 표면을 SEM을 통하여 50,000 배율로 확대한 이미지이다. 인가전력이 높을수록 결정질의 박막으로 변화하는 것을 관찰할 수 있다. Fig. 6과 Fig. 7은 각각 증착시간과 인가전력의 변화에 따른 박막의 두께를 그래프로 나타낸 것이다.



(a) 100 W, 90 min (b) 300 W, 90 min  
Fig. 4 SEM image of the cross-sectional of TiN layer (×50,000)



(a) 100 W, 90 min (b) 300 W, 90 min  
Fig. 5 SEM image of the morphology of TiN layer (×50,000)

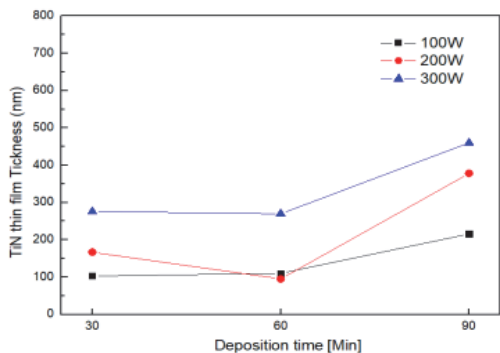


Fig. 6 TiN thin film thickness according to deposition time

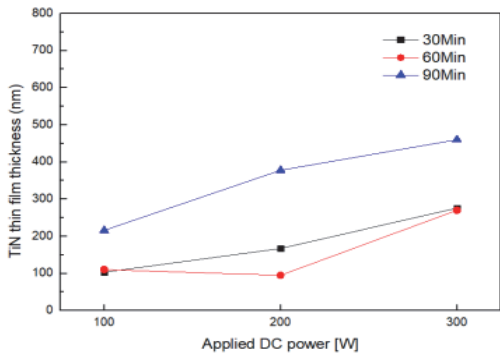


Fig. 7 TiN thin film thickness according to applied power

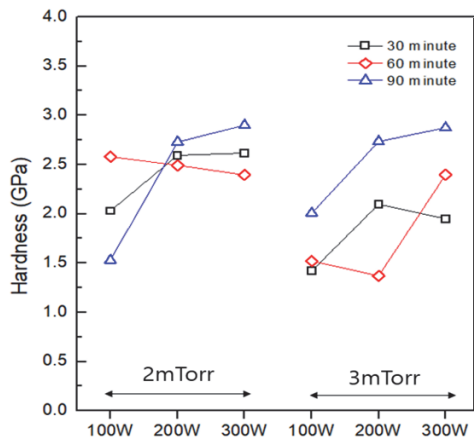


Fig. 8 TiN thin film hardness according to deposition condition

### 3.2 경도측정 결과

모재인 알루미늄 합금의 경도는 약 1.21 GPa 이었는데, TiN 박막의 경도를 측정한 결과 모재에 비하여 높은 경도를 나타내었다. 박막의 두께가 매우 얇기 때문에 경도는 모재의 영향을 받는다. 따라서 TiN 박막의 경도는 압입자의 압입 깊이가 TiN 박막 두께와 거의 동일한 수준으로 실험을 수행하였기에 단순한 지표로서 활용가능하며, 박막의 고유한 값이라기보다는 공정변수에 따른 미세조직의 변화에 기인한다[9]. Fig. 8은 증착조건에 따른 경도를 나타낸 것이다. 전반적으로 인가전력이 증가할수록 경도도 증가하는 경향을 보였으나, 증착시간 30분 및 60분의 조건에서 오히려 감소한 경우도 있었는데, 이것은 증착시간이 충분하지 않아 N<sub>2</sub>가스와 반응 및 결정립의 성장이 충분하지 않아서 박막의 특성이 불안정하기 때문인 것으로 사료된다. 반면, 증착시간이 90분인 경우에는 일관성 있는 박막특성을 얻을 수 있었다. 실험결과를 살펴보면 증착시간 90분, 인가전력 300 W, 증착압력이 2×10<sup>-3</sup> torr일 때와 3×10<sup>-3</sup> torr일 때 가장 높은 경도를 얻었는데, 그 값은 2.88 GPa로써 모재의 값보다 약 2.4배 높은 경도를 보였다. 이는 상대적으로 높은 증착압력으로 조직의 치밀도를 좋게 하였고, 높은 인가전력과 긴 증착시간으로 박막의 두께가 상대적으로 두꺼워서 모재의 영향이 작았으며, 결정입자의 크기가 커지고 결정성이 증가해 높은 경도를 보이는 것으로 판단한다.

### 3.3 마모시험 결과

Table 2와 Table 3, Table 4에 각 조건별 마모량과 마찰계수, 마모트랙의 폭을 정리하였다. 마모시험 결과 마모량과 마찰계수는 유사한 경향을



Table 2. Results of wear loss

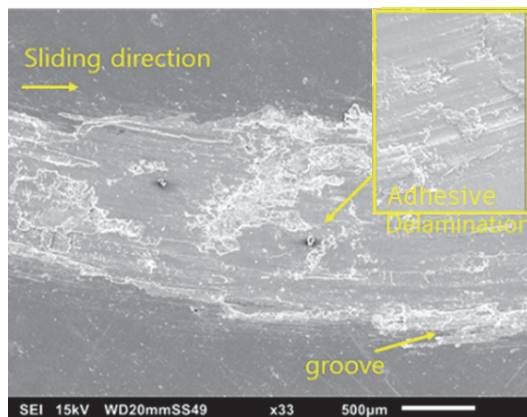
Wear loss (mg)	Applied power								
	100 W			200 W			300 W		
Time Pressure	30 min	60 min	90 min	30 min	60 min	90 min	30 min	60 min	90 min
$2 \times 10^{-3}$ torr	1.43	0.83	0.87	2.90	2.77	1.37	1.83	1.90	0.10
$3 \times 10^{-3}$ torr	0.57	0.87	0.43	0.40	2.03	1.80	3.40	1.36	0.90

Table 3. Results of friction coefficient

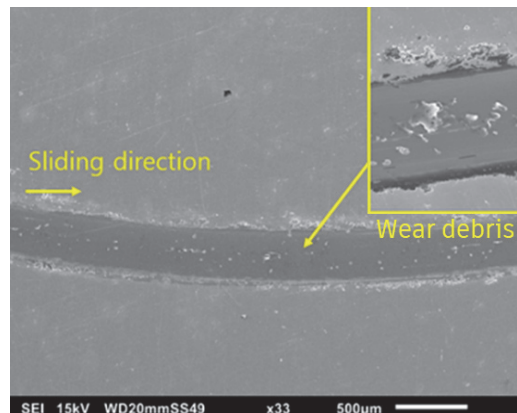
Friction coefficient	Applied power								
	100 W			200 W			300 W		
Time Pressure	30 min	60 min	90 min	30 min	60 min	90 min	30 min	60 min	90 min
$2 \times 10^{-3}$ torr	0.34	0.23	0.27	0.23	0.38	0.34	0.32	0.24	0.15
$3 \times 10^{-3}$ torr	0.22	0.30	0.19	0.21	0.29	0.29	0.41	0.29	0.30

Table 4. Results of wear track

Wear track (mm)	Applied power								
	100 W			200 W			300 W		
Time Pressure	30 min	60 min	90 min	30 min	60 min	90 min	30 min	60 min	90 min
$2 \times 10^{-3}$ torr	1.28	1.12	1.19	1.33	1.44	1.21	1.29	1.23	0.40
$3 \times 10^{-3}$ torr	0.92	1.01	0.89	0.95	1.29	1.24	1.42	1.14	0.88



(a)  $3 \times 10^{-3}$  torr, 300W, 30min



(b)  $2 \times 10^{-3}$  torr, 300W, 90min

Fig. 9 SEM image of wear track

Table 5. Results of adhesion strength

Adhesion strength (MPa)	Applied power								
	100 W			200 W			300 W		
Time Pressure	30 min	60 min	90 min	30 min	60 min	90 min	30 min	60 min	90 min
$2 \times 10^{-3}$ torr	20.1	22.3	21.6	14.6	13.4	16.8	18.6	9.3	23.1
$3 \times 10^{-3}$ torr	7.5	11.5	22.5	13.0	15.4	8.2	4.1	16.2	10.9

보였다. 마모량 측정결과 증착압력  $3 \times 10^{-3}$  torr, 증착시간 30분, 인가전력 300 W의 조건일 때 가장 많은 3.4 mg으로 측정되었다. 충분하지 않은 증착시간에서 얇은 두께의 영향과 박막층 내부의 결합력이 낮아서 마모량이 많아지게 된 것으로 사료된다. 이 증착조건에서 마찰계수가 가장 컸으며, 마모트랙의 폭도 두 번째로 넓었다. 반면, 증착압력  $2 \times 10^{-3}$  torr, 증착시간 90분, 인가전력 300 W의 조건일 때 가장 적은 0.1 mg의 마모량을 보였다. 이때의 조건에서 경도가 가장 높았고, 마찰계수와 마모트랙의 폭이 가장 작았다. Fig. 9는 마모량이 가장 많을 때와 가장 적을 때의 마모트랙을 보여주는데, 마모량이 가장 많은 Fig. 9(a)의 마모트랙의 폭은 1.42 mm이고, 마모량이 가장 작은 Fig. 9(b)의 마모트랙의 폭은 0.4 mm로써 약 3.55배 차이가 났다. Fig. 9(a)는 초기 단계에서 미세 흠에 의한 연삭마모 메커니즘을 보이면서, 미끄럼 방향을 따라 응착마모 양상으로 변하게 된다. 이때 마모트랙의 파괴를 수반하고 응착된 박막 층이 뜰어져 분리되는 응착마모에 의한 박리(adhesive delamination)를 관찰할 수 있다. Fig. 9(b)를 살펴보면 상대적으로 마모트랙의 폭이 좁고, 매끄러운 마모면을 보인다. 마모면에서 마모입자들이 많이 관찰되었는데, 이것은 TiN 박막이 지르코니아 불 상대재로부터 연마저항이 크다는 것을 의미한다.

### 3.4 접착강도 측정 결과

접착강도 실험결과를 Table 5에 나타내었다. 대체로 인가전력 100 W의 조건으로 증착한 박막의 접착강도가 높았다. 증착압력  $2 \times 10^{-3}$  torr, 인가전력 100 W일 때 증착시간 30분, 60분, 90분에서의 접착강도가 각각 20.1 MPa, 22.3 MPa, 21.6 MPa로써 비슷한 접착강도를 보였는데, 이 조건의 시험편에서는 Pull-off 시험에서 박막의 박리가 거의 나타나지 않았다. 접착강도가 가장 우수한 증착조건은 증착압력  $2 \times 10^{-3}$  torr, 증착시간 90분, 인가전력 300 W의 조건일 때로 23.1 MPa의 접착강도를 보였다. 이 조건에서 경도, 마모량, 마찰계수, 마모트랙 특성도 가장 우수했다. 반면, 접착강도가 가장 낮은 조건은 증착압력  $3 \times 10^{-3}$  torr, 증착시간 30분, 인가전력 300 W의 조건일 때로 4.1 MPa의 접착강도를 보였는데, 이 조건하에서 경도, 마모량, 마찰계수, 마모트랙 특성이 좋지 않았다.

## 4. 결론

본 논문에서는 물리적 증착방법인 DC 마그네트론 스퍼터링을 이용하여 AL7075-T7351 소재의 표면을 TiN 박막으로 코팅하였고, 경도, 마찰마모 및 접착강도와 같은 트라이볼로지 특성을 조사하였다. 이 연구를 통해 얻은 결론은 다음과 같다.

### 1) 박막의 두께

TiN 박막은 인가전력이 증가함에 따라 그 두께도 증가함을 확인하였고, 이는 타겟 물질에 충돌하는 이온에너지가 증가하였음을 의미한다.

### 2) 경도

모재의 경도보다 TiN 박막을 코팅하였을 때 경도가 더 높게 측정되었다. 충분한 증착시간과 인가전력의 증가는 박막을 두껍게 하여 모재의 영향을 작게 하였으며, 결정입자의 크기와 결정성을 증가시켜 경도를 높였다.

### 3) 마모 및 접착강도

경도가 가장 높은 시험편은 연삭마모 양상을 보이면서, 마찰계수 및 마모량 특성이 가장 우수하였고, 접착강도도 가장 높았다. 반면, 경도가 가장 낮은 시험편의 경우에는 응착마모와 박리가 발생하여 가장 큰 마찰계수 및 마모량을 나타내었고, 접착강도는 가장 낮았다. 이는 TiN 박막의 경도가 마찰마모 및 접착강도 특성에 직접적인 영향을 미치는 것으로 해석된다.

본 연구를 통해 DC 마그네트론 스퍼터링을 이용하여 TiN 박막을 증착함으로써, 알루미늄 합금의 트라이볼로지 특성을 향상시킬 수 있음을 확인하였다.

## 참고문헌

- [1] J. H. An, S. H. Im, H. Kang, H. Kim, Y. Y. Yoo, J. P. Noh, and S. C. Huh, "A Study on the Wear Characteristics of Al7075 with Changes in Surface Roughness and Ti Thin Film Deposition Time," *Advanced in Materials Science and Engineering*, Vol. 2020, (2020).
- [2] S. W. Song, H. C. Choe, and Y. M. Kim, "Processing and Characterization of RF Magnetron Sputtered TiN Films on AISI 420 Stainless Steel," *Journal of The Korean Institute of Surface Engineering*, vol. 39, no. 5, pp. 199-205, (2006).
- [3] Y. H. Yang, I. W. Lyo, S. J. Park, and Y. S. Oh, "Tribology and Phase Evolution of Cr-Mo-N Coatings with Different Interlayer Condition," *Journal of The Korean Institute of Surface Engineering*, vol. 44, no. 6, pp. 269-276, (2011).
- [4] K. H. Ko, J. H. Ahn, J. S. Bae, and H. S. Chung, "Effects of Composition on the Wear Characteristics of Ti(C, N) Films," *Korea Journal of Materials Research*, vol. 5, no. 8, pp. 960-965, (1995).
- [5] M. H. Song, J. G. Lee, and Y. S. Kim, "Friction and Wear Behavior of Ultra-Thin TiN Films during Sliding Wear against Alumina and Hardened Steel," *Korea Journal of Materials Research*, vol. 10, no. 1, pp. 62-68, (2000).
- [6] S. Y. Chun, "A Comparative Study of Superhard TiN Coatings Deposited by DC and Inductively Coupled Plasma Magnetron Sputtering," *Journal of The Korean Institute of Surface Engineering*, vol. 46, no. 2, pp. 55-60, (2013).
- [7] S. H. Im, D. H. Kim, H. J. Kim, K. S. Kim, and S. C. Huh, "A Study on the Wear Characteristics of Al Alloy by Design of Experiments," *Journal of Power System Engineering*, vol. 25, no. 3, pp. 46-55, (2021).
- [8] J. H. Han, K. R. Lee, K. S. Kim, and S. Y. Lee, "Principle and Application of Nanoindentation Test," *Journal of The Korean Society for Precision Engineering*, vol. 19, pp. 19-26, (2002).
- [9] Y. J. Kang, J. H. Bae, H. Park, and Y. R. Cho, "Measurement of Intrinsic Hardness of Deposited Chromium Thin Films by Nanoindentation Method and Influencing Factors," *Korean Journal of Metals and Materials*, vol. 58, no. 3, pp. 207-215, (2020).