

## 질소이온주입에 의한 금형용 알루미늄의 표면개질특성

강혁진\*(서울대 대학원), 안성훈(서울대 기계항공공학부), 김경동(ABIM), 이재상(한국원자력연구소), 이재형(한국원자력연구소)

Surface modification of Aluminum for mold by nitrogen ion implantation

H. J. Kang (School of Mechanical & Aerospace Engineering, Seoul National University),

S. H. Ahn (School of Mechanical & Aerospace Engineering, Seoul National University),

K. D. Kim (ABIM Inc.),

J. S. Lee (Korea Atomic Energy Research Institute),

J. H. Lee (Korea Atomic Energy Research Institute)

### ABSTRACT

The research on surface modification technology has been advanced to change the properties of engineering material. Ion implantation is a novel surface modification technology to enhance the mechanical, chemical and electronic properties of mechanical parts. In this research, nitrogen ions are implanted into aluminum for mold to improve endurance and life span. To analyze modification of surface properties, micro hardness, friction coefficient, wear resistance, contact angle, and surface roughness were measured. Hardness of ion implanted specimens was higher than untreated specimen and friction coefficient was also improved. In this experiment, it can be expected that nitrogen ion implantation can contribute to enhance the mechanical properties of material and ion implantation technology may also be applied to other materials.

**Key Words** : Ion implantation(이온주입), surface modification(표면개질), Aluminum mold(알루미늄 금형)

### 1. 서론

현대 산업에서 기계류 부품의 고기능성이 요구됨에 따라 재료 자체의 성질과 함께 재료의 표면 성질들(surface properties)을 개선하는 방향으로 연구가 진행되고 있다. 이러한 재료 표면의 성질 개선은 표면개질이라는 방법을 통해 이루어지고 있다<sup>1</sup>.

표면개질(surface modification)이란 재료 표면의 수  $\mu\text{m}$  이내에서 여러 공정을 통해 표면에서의 성질을 바꾸어 원하는 표면특성을 얻는 방법으로 크게 두 분야로 나눌 수 있다. (1) 전기장을 이용하여 높은 에너지를 가한 이온입자들을 재료표면에 조사하여 표면의 구조나 조성을 바꾸는 이온 주입(ion implantation) 또는 이온 조사(ion irradiation)방법 (2) 재료를 보완할 수 있는 다른 성질을 갖는 물질을 박막(thin film)이나 후막(thick film)의 형태로 코팅하는 방법이 있다. 그 중 이온주입기술은 반도체 공

정에서 불순물을 주입하는 수단으로 이용되는 기술로 최근 금속 재료의 실용적인 개선이 많이 보고되고 있다. 특히 질소이온주입 기술을 공구강 소재에 적용하면 표면특성의 향상으로 인하여 공구의 수명이 향상된다고 알려져 있다<sup>2</sup>.

이러한 배경을 바탕으로 본 연구에서는 고무(rubber) 및 고분자 물질(polymer)의 금형으로 널리 쓰이는 알루미늄 재료(Dura mold)의 기능성 향상을 위해 재료의 표면에 이온주입(ion implantation)기술을 적용하여 표면개질 효과를 분석하는 실험을 진행하였다. 알루미늄은 가볍고 가공이 쉬우며 경제성이 높고 열전도도가 우수한 반면, 경도와 내마모도가 낮고 표면에서 유체와의 접촉에너지가 높은 문제점이 있어<sup>3,4</sup> 이를 극복하기 위해 질소이온을 주입하여 표면개질을 시도하였다.

알루미늄 금형(aluminum mold) 재료에 여러 조건의 질소이온주입 처리를 하였을 때 시편 표면의

개질 효과가 각각 어떻게 나타나는지 알아보기 위해 시편의 특성을 나타낼 수 있는 몇가지 주요한 물성치를 선정하여 측정하는 연구를 진행하였다. 먼저 표면의 기계적 강도가 어떻게 보장되는지 그 효과를 알아보기 위해 미소경도시험(micro hardness test)을 통해 시편의 경도 변화를 측정하였고, 이온 주입 처리된 시편의 표면에서 특정유체와의 친수성(Hydrophilic property)을 알아보기 위해 시편과 유체와의 접촉각을 측정하였다. 또한 질소이온주입 후의 표면조도(surface roughness)와 마찰계수(friction coefficient), 내마모도(wear resistance)를 측정하여 이온주입이 재료의 표면특성에 미치는 영향을 평가하였다.

## 2. 이온주입(ion implantation)

이온주입(ion implantation)은 주입하고자 하는 이온에 전기장을 가하여 높은 운동에너지를 갖도록 가속시켜 대상물의 표면에 충돌시켜 이온들이 재료 표면에 주입되도록 하는 공정을 말한다<sup>2</sup>.

이온주입기술은 진공 챔버(vacuum chamber)내에 있는 이온 소스에서 플라즈마(plasma)에 의해 이온화된 원소의 질량을 선별하여 원하는 이온만을 가속하여 이온빔(ion beam)을 만든 후, 만들어진 이온빔을 대상재료에 주사하여 이온을 주입하는 기술이다<sup>5</sup>.

주입되는 이온들은 보통 수십~수백 keV의 에너지를 가지고 재료의 표면에 충돌하며, 충돌된 이온들은 보통 표면에서 수~수백 나노미터(nm)의 깊이로 침투된다. 이러한 이온주입 깊이는 일반적으로 Fig. 1과 같은 가우스 분포(Gaussian distribution)를 따른다<sup>5</sup>.

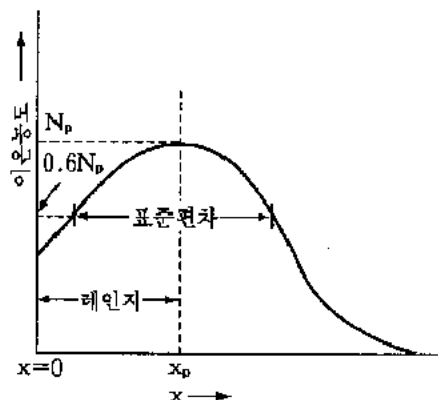


Fig. 1 Impurity distribution of ion implantation

이러한 이온의 분포는 다음과 같은 실험식에 의해서 근사적으로 설명할 수 있다.

$$N(x) = N_p \exp\left(-\frac{(x - R_p)^2}{2\Delta R_p^2}\right)$$

여기서  $x$ =이온주입방향깊이,  $R_p$ =레인지,  $\sigma_R$ =표준편차,  $N_p$ =최대불순물 이온농도를 나타낸다. 또한 최대불순물 농도  $N_p$ 는

$$N_p = 3 \times 10^{14} \frac{It}{A_1 \Delta R_p^2}$$

이 되며,  $I$ =이온빔 전류,  $t$ =주입시간,  $A_1$ =타겟결정체 범의 단면적이 된다.

## 3. 실험

표면개질효과를 분석하기 위한 이온주입시편은 총 세 개로 (1) sanding 처리된 알루미늄 시편에 80keV에서 질소이온을  $2 \times 10^{17}$  주입, (2) sanding 처리된 시편에 80keV에서 질소이온을  $5 \times 10^{17}$  주입, (3) sanding 처리만 된 시편으로 구성된다.

### 3.1 경도시험

비커스 경도측정(Vickers hardness)측정은 하중의 크기 변화에도 일정한 경도값을 갖는다는 장점이 있으나 실제 측정 시 하중의 크기변화와 압입유지시간에 따른 경도값의 변화율이 존재한다. 따라서 본 연구에서는 미소경도측정을 위해 하중을 200gf와 500gf 일 때의 조건에서 측정하였다. 이때 압입유지시간은 10 초로 모두 동일하게 유지하였다. 이와 같은 시편 위의 임의의 점 네 곳을 선택하여 경도를 측정하였다.

### 3.2 접촉각 측정

이온주입 처리된 시편의 친수성 향상여부를 판단하기 위해 특정유체를 위에서 언급한 세가지 조건의 시편의 네 곳에 떨어뜨린 후 접촉각을 측정하였다. 접촉각 시험을 위한 유체로 에폭시를 사용하였다.

유체방울을 떨어뜨린 후 시간의 흐름에 따라 접촉각이 다소 감소하는 현상이 나타나 떨어뜨린 후 방치시켜 그 경과를 관찰하였다. 그 결과 떨어뜨린 후 20 분 경과 후에는 일정하게 유지되는 것으로 관찰되었다.

### 3.3 마찰계수 측정 및 마모시험

마찰계수와 마모도를 측정하는 여러 가지 방법 중, 본 연구에서는 이온주입 처리된 시편의 마찰계수와 마모도 측정을 위해 Pin-on-disk type의 장비를 이용하였다. 이러한 Pin-on-disk type 장비는 시편을

회전판에 고정시켜 회전시키고 그 위에 일정 하중을 가하는 방식으로 회전하는 시편에 일정한 하중으로 ball 을 접촉시켜 마찰계수와 마모도를 측정한다.

이러한 Pin-on-disk type 은 시편을 회전판에 고정시켜 회전시키고 그 위에 일정 하중을 가해 측정하는 방식으로 시편을 지그에 맞추기 위해 원형으로 가공하고 후면을 폴리싱하여 실험 시 시편이 기울어져 발생할 수 있는 오차를 최소화하였다.

먼저 Load=2N/5N, rpm=50/100, r=4mm/7mm 의 조건에서 실험을 수행하여 하중과 회전속도, 그리고 실험시 접촉하는 반경조건에 따라 측정치의 상관관계가 어떻게 변하는지 실험을 수행하였다. 실험결과 반경(track radius)과 회전속도(rpm)의 변화에 따른 마찰계수의 값에는 큰 차이를 보이지 않았으나 알려진 바와 같이 하중이 증가함에 따라 마찰계수가 증가하는 경향이 관찰되어 실제 실험 시에는 하중을 5N으로 일정하게 유지하였다<sup>6</sup>.

본 실험에서는 볼이 접촉 회전 반경 r=4mm, 회전수 N=400(회), 회전속도 rpm=100 으로 선정하여 총 마모길이는 10m 이고 선속도는 44mm/s 의 조건으로 실험하였다. 또한 마모를 위한 상대재인 볼은 직경 6mm 의 크롬강(S440C)을 선택하였다.

시편의 표면조도가 높은 이유로 마모도의 측정을 위한 장비로 AlphaSTEP 을 사용하여 마모흔적(wear track)의 단면을 상대 비교하였다.

### 3.4 표면조도측정

질소이온주입 후 표면조도의 변화를 알아보기 위해 광학식·비접촉식 표면조도기(surface roughness tester)를 이용하여 각 시편을 측정하였다. 측정 시에는 각 시편의 세 점을 선택하여 평균 거칠기값(Roughness average: Ra)과 평균조도계급값(Roughness square: Rq)을 측정하였다.

## 4. 실험결과

### 4.1 경도시험

하중이 200gf 일 때와 500gf 일 때 각 시편에 대한 실험결과는 아래의 Table 1 과 Fig. 2 에 나타난 바와 같다. 실험결과 하중이 200gf 일 때와 500gf 일 때 모두 질소이온 주입 시 경도가 향상되는 결과를 나타낸다. 또한 이온조사량(dose)의 증가에 따라 경도 향상의 정도가 커지는 것으로 나타났다. 측정 시 다이아몬드 압흔의 가로방향길이 D1, 세로방향길이 D2 를 측정하여 Hv 값을 다음 식에 의해 계산하였다.

$$Hv = 0.102 \frac{2F \sin \frac{\theta}{2}}{d^2} = \frac{1.845F}{d^2} (kg/mm^2)$$

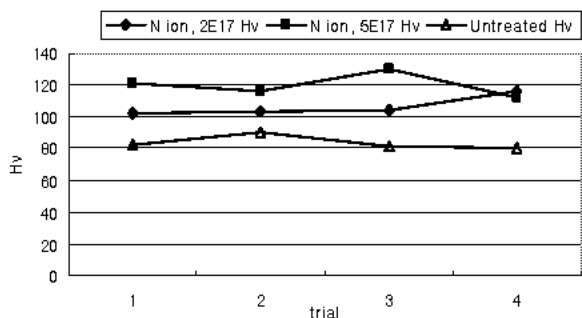
Table 1 Vickers hardness data of nitrogen ion implanted and untreated specimen

		[D: μm]			
		Trial No.			
Specimen		1	2	3	4
2 × 10 <sup>17</sup>	D1	61.29	58.8	62.0	53.09
	D2	59.16	60.9	57.18	59.96
	Hv	102.3	103.4	104.4	116.1
5 × 10 <sup>17</sup>	D2	54.79	57.45	52.82	56.47
	D2	56.03	54.46	51.11	58.67
	Hv	120.8	116.4	129.7	111.9
Untreated	D1	68.87	59.88	66.58	69.79
	D2	64.99	68.52	68.18	65.71
	Hv	82.8	90	81.7	80.8

(a) Load = 200gf

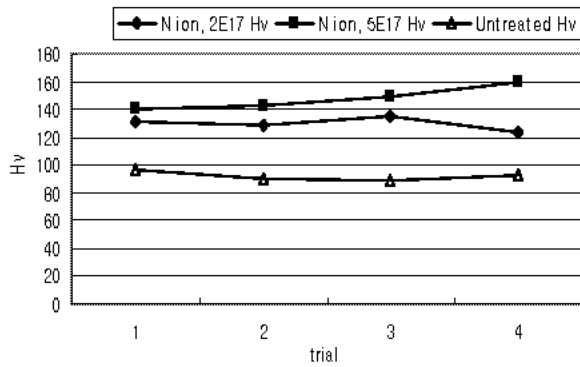
		Trial No.			
Specimen		1	2	3	4
2 × 10 <sup>17</sup>	D1	83.73	88.15	82.71	86.08
	D2	84.79	81.89	83.43	86.88
	Hv	130.6	128.3	134.4	124
5 × 10 <sup>17</sup>	D2	80.36	79.86	79.45	75.46
	D2	82.3	81.2	78.34	77.2
	Hv	140.2	142.9	149.0	159.1
Untreated	D1	90.41	101.4	102.4	99.61
	D2	105.2	100.9	101.4	100.8
	Hv	96.9	90.6	89.3	92.4

(b) Load = 500gf



(a) Load = 0.2gf

Fig. 2 Vickers hardness trend of nitrogen ion implanted and untreated specimen



(b) Load = 0.5gf

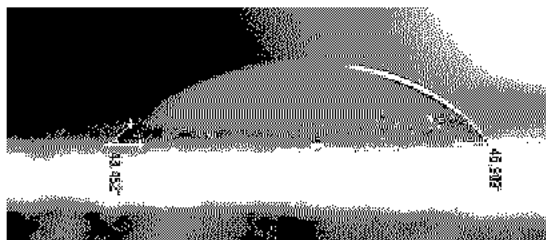
Fig. 2 Vickers hardness of nitrogen ion implanted and untreated specimen(Continued)

#### 4.2 접촉각 측정

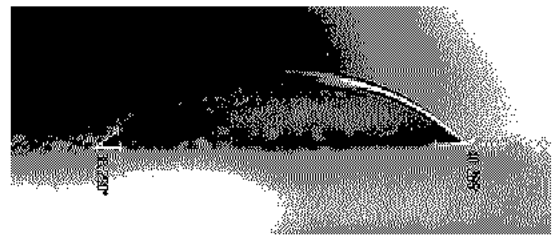
각 시편에 대한 접촉각을 측정한 결과가 Table 2 와 Fig. 3 와 같이 이온주입된 시편의 접촉각이 더 큰 것으로 나타났다. 이러한 결과는 질소이온 주입 시 표면에서의 접촉각과 표면에너지가 감소하여 재료의 유체에 대한 친수성과 유동성이 증가한다는 일련의 보고<sup>4</sup>와는 반대의 양상으로 나타나는 것을 보여준다.

Table 2 Contact angle measurement of ion implanted and untreated specimen

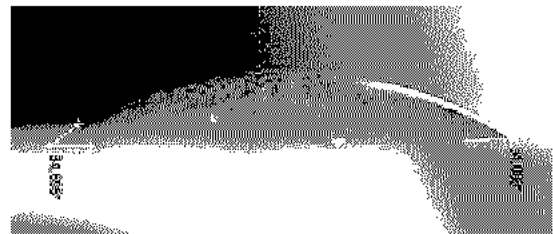
Specimen	Trial No.	Trial			
		1	2	3	4
$2 \times 10^{17}$	left	42.95	45.64	43.45	42.71
	right	40.25	41.19	46.9	43.09
$5 \times 10^{17}$	left	37.87	39.8	38.58	39.45
	right	38.16	45.0	43.67	42.31
Untreated	left	39.29	34.38	33.23	34.40
	right	34.92	35.19	33.1	34.09



(a)  $N_2$  ion implantation  $2 \times 10^{17}$



(b)  $N_2$  ion implantation  $5 \times 10^{17}$



(c) Untreated

Fig. 3 Contact angle of nitrogen ion implanted and untreated specimen

#### 4.3 마찰계수 측정 및 마모시험

질소이온주입 처리된 시편과 그렇지 않은 시편의 마찰계수와 내마모도 측정시험 결과 아래 Fig. 4 와 같이 이온조사량(dose)이 커질수록 마찰계수가 감소하는 것으로 나타났다. 이온주입하지 않은 시편의 경우 표면에서의 평균마찰계수는 0.1, 질소이온 조사량(dose)이  $2 \times 10^{17}$  인 시편은 0.075, 그리고  $5 \times 10^{17}$  인 시편은 0.06 의 평균값을 가진다. 또한 각 시편별로 마찰계수가 급상승하여 0.3 의 값을 일정하게 유지하게 되는 것은 재료의 표면이 모두 마모되어 재료 내부의 마찰계수를 나타내는 것으로 보인다. 이러한 관점에서 볼 때, 마찰계수가 급상승하는 구간이 이온주입하지 않은 시편은 회전수 80(wear distance=2,010mm)에서, 그리고 이온조사량이  $2 \times 10^{17}$  인 시편은 회전수 90 (wear distance =2,216mm), 이온조사량이  $5 \times 10^{17}$  인 시편은 회전수 120 (wear distance=3,015mm)에서 나타나는 것으로 보아 이온조사량이 클수록 내마모성이 향상되는 것을 알 수 있다. 마모흔적(wear track)의 깊이와 너비를 측정한 결과는 Table 3 과 Fig. 5 에 나타난 바와 같다.

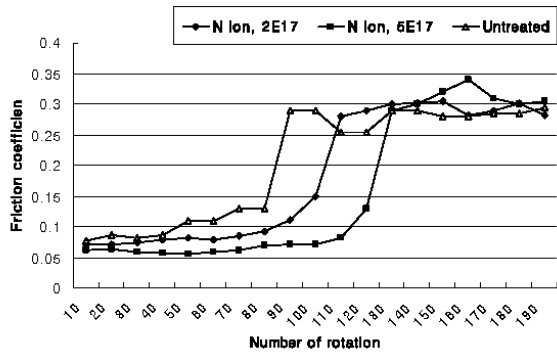
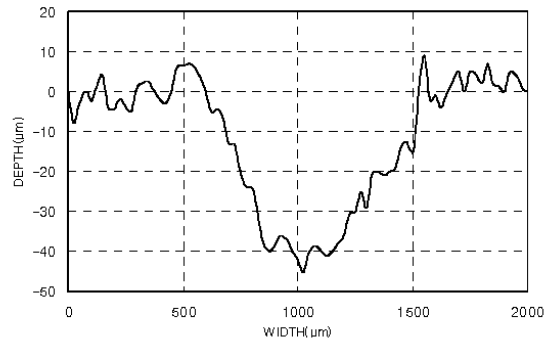


Fig. 4 Friction coefficient of ion implanted and untreated specimen

Table 3 Wear track measurement of ion implanted and untreated specimen

	Wear Depth ( $\mu\text{m}$ )		Wear Width ( $\mu\text{m}$ )	
	1	2	1	2
$2 \times 10^{17}$	33.63	41.06	556.4	504.4
$5 \times 10^{17}$	28.12	32.30	652.5	620.5
Untreated	60.19	46.83	580.4	684.5



(c) Untreated

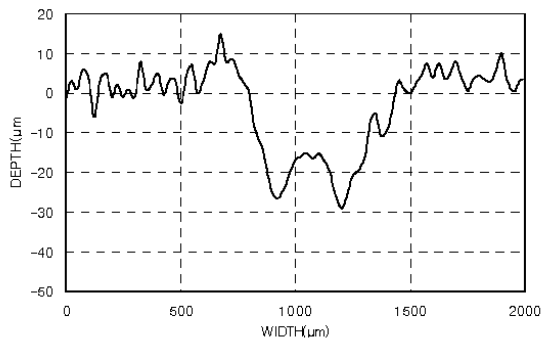
Fig. 5 Wear track measurement of ion implanted and untreated specimen

#### 4.4 표면조도측정

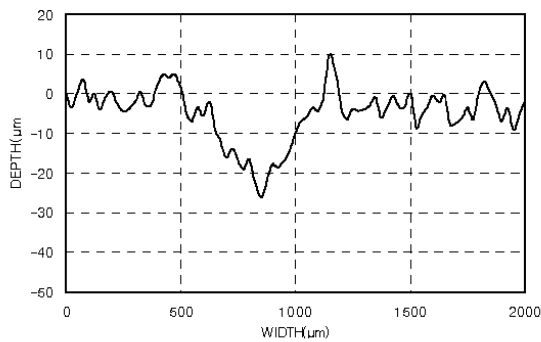
측정결과 Table. 4 및 Fig. 6 과 같이 Ra 와 Rq 의 값은 시편 간 편차가 크고 일정한 경향을 보이지 않아 개선효과를 결론 내리기에 무리가 있었다. 이는 시편의 표면이 sanding 처리된 탓에 측정부위에 따라 편차가 발생하여 일반화된 경향을 얻을 수 없었다.

Table 4 Surface roughness measurement of ion implanted and untreated specimen

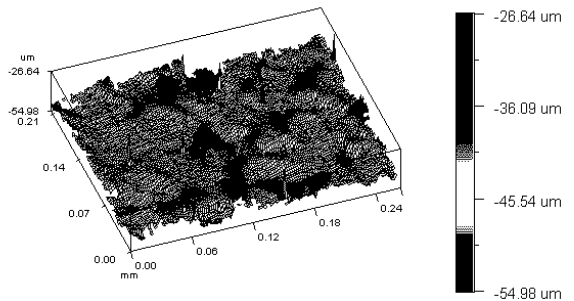
	Ra ( $\mu\text{m}$ )		Rq ( $\mu\text{m}$ )	
	1	2	1	2
$2 \times 10^{17}$	27.05	41.06	3.345	3.622
$5 \times 10^{17}$	28.12	32.30	3.637	2.932
Untreated	60.19	46.83	3.372	3.330



(a)  $\text{N}_2$  ion implantation  $2 \times 10^{17}$

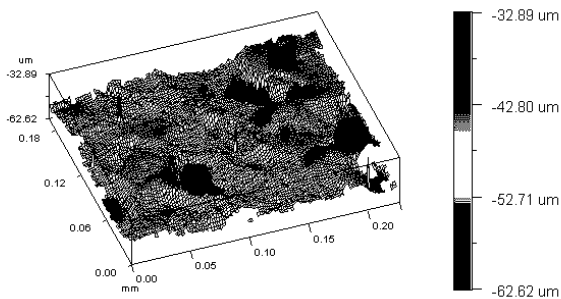


(b)  $\text{N}_2$  ion implantation  $5 \times 10^{17}$

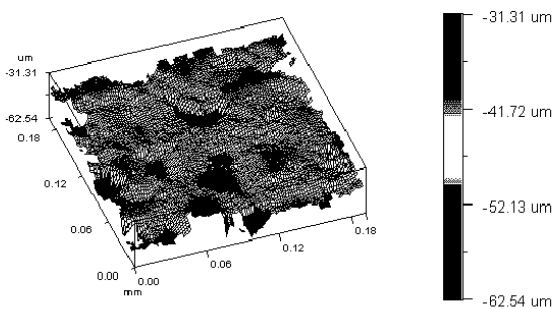


(a)  $\text{N}_2$  ion implantation  $2 \times 10^{17}$

Fig. 6 Surface roughness measurement of ion implanted and untreated specimen



(b) N<sub>2</sub> ion implantation  $5 \times 10^{17}$



(c) Untreated

Fig. 6 Surface roughness measurement of ion implanted and untreated specimen (Continued)

## 5. 결론

이온 주입된 시편의 표면개질현상을 측정하기 위해 경도와 접촉각, 마찰계수 그리고 마모도를 측정하는 실험을 진행하였다. 이온주입조건이 강화될수록 경도는 향상되는 결과를 얻었다.

마찰계수의 경우도 경도와 마찬가지로 이온조사량이 가장 높은  $5 \times 10^{17}$  주입이 측정 데이터 상으로 가장 낮은 수치를 기록하였다. 그러나 이온주입된 시편의 마찰계수는 이온처리되지 않은 시편에 비해 낮은 수치를 보이나, 측정거리가 증가함에 따라 표면에서의 마모가 이루어져 최종적으로는 이온주입 처리되지 않은 상태와 비슷한 수치와 경향을 나타낸다.

마모흔적 측정의 경우 시편간의 상대적인 비교를 하였다. 그 결과 이온주입된 시편의 마모도는 이온주입 처리되지 않은 시편보다 폭과 깊이가 작은 형태의 마모흔적을 보여 이온주입효과는 내마모도의 향상을 가져온다는 결론을 얻을 수 있었다.

표면조도에 대한 측정결과 이온주입 효과 전후의 차이가 거의 없었는데, 이는 시편으로 사용한 알루미늄의 표면이 sanding 처리되어 있어 그 자체만으로 높은 Ra 값을 지니므로 정확한 평가가 어려

웠기 때문이다.

그러나 접촉각 측정의 경우 표면의 접촉각이 감소하여 표면 에너지가 감소하고 친수성이 향상될 것으로 예상하였으나, 이온주입 처리된 시편의 접촉각은 그렇지 않은 시편에 비해 큰 접촉각을 가지는 것으로 나타났다.

이상의 실험을 통해 본 연구에서는 질소이온 주입시의 금형용 알루미늄 재료의 표면개질 현상을 분석하여 이온주입이 기계류 부품의 내구성 및 요구되는 특성의 향상이 어떠한 형태로 일어나는지에 대한 연구를 진행하였다. 또한 이를 바탕으로 고강도 기계류 부품뿐 만 아니라 초정밀 부품 및 금형과 전자부품, 의료용 기구 및 생체조직적합 인공뼈 등의 다양한 분야에 이온주입기술을 이용하여 요구되는 특성을 향상시킬 수 있는 폭넓은 가능성을 제시하였다. 더불어 이온원이나 이온주입 조사량, 조사시간 등의 조건을 다양하게 한 후 실험을 여러 조건에서 시행하여 물성치 개선 효과에 대한 데이터를 축적하는 것도 필요한 연구라고 할 수 있다.

## 후 기

이 연구는 서울대학교 BK21 과 (주)ABIM 의 지원으로 수행하는 “이온주입 기계류 부품의 특성 개질 연구”의 일환으로 수행되었으며 이에 감사드립니다..

## 참고문헌

1. Sudarshan, T., and Bhat, D., “Surface Modification Techniques”, Metallurgical Soc., Penn(1968)
2. Dearnaley, G., “Ion Implantation Metallurgy”, ed., C. M. Preece and J. K. Hivoven, AIME, Warrendale, Pa (1980)
3. Jagielski J., Piatkowska, A., Aubert, P., Legrand-Buscema, C., Le Paven, C., Gawlik G, Piekoszewski, J., and Werner, Z., "Effects of high dose nitrogen implantation into aluminum", Vacuum 70 (2003) 147-152
4. Tetsuji Yamanishi, Yoshihito Hara, Ryuhei Morita, Kingo Azuma, Etsuo Fujiwara, Mitsuyasu Yatsuzuka, "Profile of implanted nitrogen ions in Al alloy for mold materials", Surface & Coatings Technology, 136 (2001) 223-225
5. Jaeger, Richard C., “Introduction to microelectronic fabrication”, Prentice Hall (2002)
6. Goode, D., “Wear mechanisms in ferrous alloys”, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B39 (1989) 512-530