

AIP 코팅법에서 로의 온도가 TiN 코팅에 미치는 영향에 관한 실험적 연구

김해지¹, 이상욱¹, 전만수[#]

Experimental Study on Effect of Furnace Temperature on TiN-Coating by Arc Ion Plating

H. J. Kim, S. W. Lee and M.S. Joun

Abstract

In this paper, both effect of TiN-coating and effect of temperature in TiN-coating by arc ion plating on surface characteristics of TiN coated SKH51 steel are investigated by experiments. Hardness, surface roughness, TiN coating thickness and adsorption force are measured in order to evaluate the effects. For evaluation of the experimental data, the two-way ANOVA method is used. It is concluded that the furnace temperature in the rang of 400°C~500°C in AIP processing has very little influence on the TiN coating of the SKH51 steels.

Key Words : AIP(arc ion plating), Temperature Effect, Hardness, Surface Roughness, TiN Layer, High Speed Steel

1. 서론

금속재료의 내마모성 향상을 위하여 화학증착법(chemical vapor deposition, CVD)^{[1],[2]}에 의한 코팅 기술이 발전해 왔다. CVD 코팅법은 피막의 균일성, 밀착력, 공구수명 등의 장점으로 절삭공구, 금형 등에 널리 사용되었다^[3]. 그러나 CVD 코팅법은 고온에서 작업이 이루어지기 때문에 모재의 기계적 성질의 변화가 초래될 수 있다. 이러한 문제를 개선시키기 위하여 500°C 이하의 저온공정에서 코팅이 가능한 물리증착법(physical vapor deposition, PVD)^{[4], [5]}을 이용한 코팅기술들이 개발되었다. 대표적인 PVD 법에는 이온빔증착(ion beam deposition, IBD)코팅법, 스퍼터링(sputtering)코팅법, 아크이온플레이팅(arc ion plating, AIP)^{[6],[7],[8]} 코팅법 등이 있다. 다른 물리증착법에 비해 AIP 법은 80% 이상의

높은 이온화율과 이온에너지로 인하여 우수한 밀착력, 박막의 균일성, 박막 두께 조절의 우수성, 치밀한 조직의 코팅층 등의 장점 때문에 가장 널리 사용되고 있다. 그러나 AIP 코팅에서 공정변수인 온도, 진공도, N₂ 유입량, 바이어스 전압 등이 코팅에 미치는 영향에 대한 연구는 거의 이루어지지 않았다. 그 이유는 코팅기술이 산업계에서 공정적용 기술 위주로 발전해 왔기 때문이다.

본 논문에서는 냉간단조용 편치와 절삭공구의 소재로 사용되고 있는 고속도공구강인 SKH51 강에 대하여 AIP 코팅법에서 로내의 온도가 TiN 코팅에 미치는 영향을 실험적으로 평가하고자 한다.

2. AIP 코팅공정

AIP 코팅 공법은 아크 증발 방식(arc ion plating)

1. 경상대학교 대학원 기계공학과
교신저자 : 경상대학교 기계항공공학부
E-mail : msjoun@gsnu.ac.kr

으로써, N₂ 가스 분위기에서 증발된 Ti 입자들의 에너지 확산운동을 이용하여 모재의 표면에 입자 급속을 증착시키는 공법이다. AIP 코팅 공정에서는 높은 전류를 이용하여 Ti 입자를 부분 가열하여 증발시킨다. 증기화된 Ti 입자들이 플라즈마와 같은 코팅 보조기구로 이동하여, 이온 상태로 전이한 후에 코팅 소재에 걸리는 바이어스 전압에 의하여 표면에 증착된다. 이러한 방식으로 증착이 진행되면서 모재와 코팅 층간의 밀착력을 증가시키며, 모재의 표면에 코팅 층이 형성된다. Fig. 1은 AIP 코팅의 메카니즘을 나타내었다.

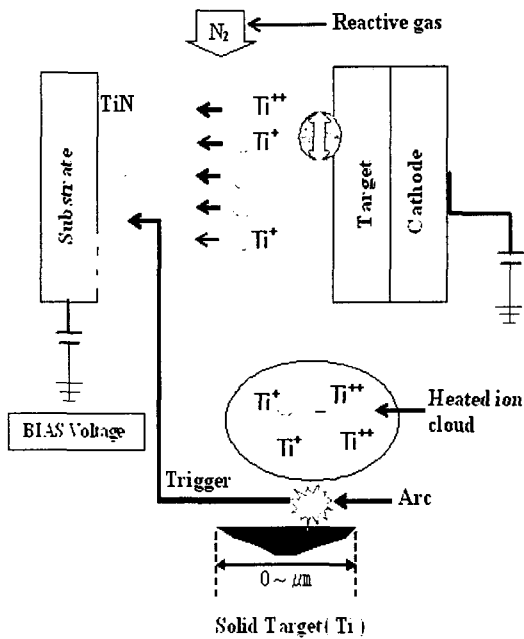


Fig. 1 Mechanism of AIP coating

3. 실험장치 및 방법

Table 1은 본 연구에 사용된 SHK51 소재의 화학적 조성을 나타내었다. 코팅 시편의 크기는 직경 20mm, 두께 10mm로 하였다. 전처리 공정에서는 시편의 표면청정도를 높이기 위하여 미세 버(burr) 제거, TE(trichloro ethane) 탈지, 초음파 세척 등을 수행하였다. Table 2에 AIP에서의 작업 조건을 정리하였다. Fig. 2는 증착온도가 450℃ 일때 로내의 온도변화를 나타내었다. 로내의 진공도는

1.5×10^{-5} torr이며, 400℃(a)에서 180분 가열한 후 420℃(b)에서 약 10분간 이온세정을 실시하였다.

로내의 온도가 코팅에 미치는 영향을 평가하기 위하여 증착온도(c)를 400, 450, 500℃ 등으로 모재 표면에 코팅을 실시하였다. 소재는 SKH51 강을 사용하였고, 증착시간은 모두 110분으로 하였다.

Fig. 3은 본 실험에 사용된 경상대수송기계부 품기술혁신센터(GTIC)의 보유 장비인 아크 타입의 AIP-780 코팅기의 사진을 나타내었다. 표면경도 측정을 위하여 로크웰경도시험기(Daekyung TECH, DTR-300, load : 150kgf, load time : 10sec)와 미소경도시험기(AKASHI, MVK-H1, load : 50gf, load time : 10sec)를 사용하였다.

표면거칠기의 측정을 위하여 측정식 표면조도계(Mitutoyo, SV-3000)를 사용하였으며, 측정구간 4mm, Lc 0.8mm에 대하여 표면거칠기를 측정 후 중심선 평균 거칠기(Ra; μm)로 나타내었다. 코팅 두께측과 밀착력 형상은 주사전자현미경(JEOL, JSM-5600LV)으로 측정하였다.

표면경도, 표면거칠기, 코팅두께측 등의 측정은 코팅 전과 후의 시편 5개에 대하여 실시되었다. 측정결과는 이원분산 분석법(two-way ANOVA)에 의하여 분석된 잔차(residual)의 정규 분포확률 그래프에 의하여 평가되었고, 통계처리 프로그램을 Minitab을 사용하였다^[9].

Table 1 Chemical composition of the SHK51 steel

Chemical composition %								
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	W	V
0.8~	0.40	0.40	0.03	0.03	3.8~	4.5~	5.5~	1.6~
0.9	less	less	less	less	4.5	5.5	6.7	2.2

Table 2 Working condition in AIP processing

Arc ion bombardment	Deposition
- Temperature : 400℃	- Temperature : 400, 450, 500℃
- Bias voltage : - 800V	- Bias voltage : - 100V
- Vacuum rate : 4×10^{-4} torr	- Vacuum rate : 7.5×10^{-3} torr
- Time : 10 min	- Time : 110 min
- Specimen : SKH51 steel	- N ₂ gas flow rate : 45 sccm

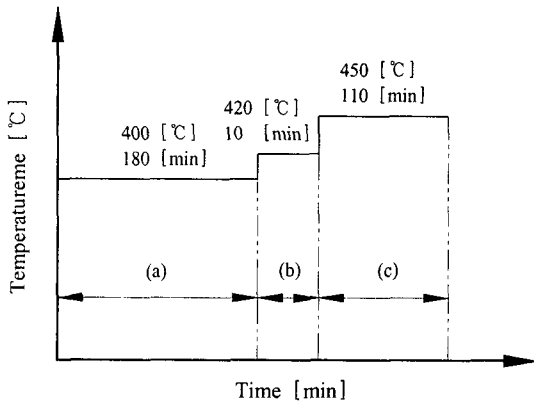


Fig. 2 Furnace temperature schedules in AIP processing

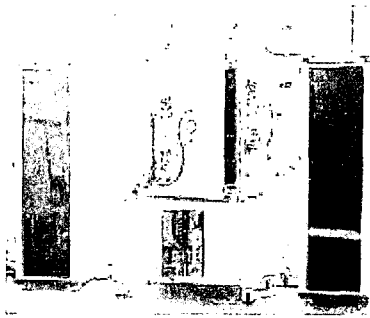


Fig. 3 An AIP-780 coating machine

4. 실험결과 및 고찰

4.1 표면경도 및 표면거칠기 영향

Fig. 4 는 로내의 온도에 따른 코팅 전과 후의 로크웰 경도(HRC)를 그래프로 나타내었다. 코팅 전의 경도의 평균은 63.04, 코팅 후의 경도의 평균은 400℃ 일때 63.12, 450℃ 일때 62.08, 500℃ 일때 62.24 로 측정되었다.

Fig. 5 는 온도를 독립변수로, 로크웰 경도를 종속변수로 두었을 때 분석된 잔차의 정규 확률분포를 나타내었다. 그림에서 보는 것과 같이 거의 직선을 이루고 있으므로 정규분포를 따른다고 판단된다. 위의 결과에 의하면, 온도가 로크웰 경도에 미치는 영향은 없다고 사료된다.

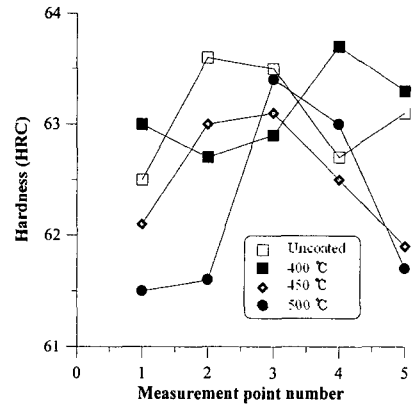


Fig. 4 Comparison of the measured Rockwell - hardnesses

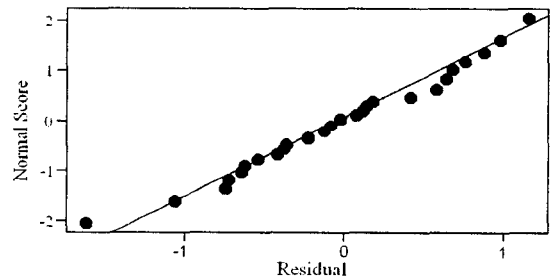


Fig. 5 Normal probability plot of the residual for the measured Rockwell-hardnesses

Fig. 6 은 코팅 전과 후의 미소경도(Hv)를 그래프로 나타내었다. 코팅 전의 미소경도의 평균은 740.12, 코팅 후의 미소경도의 평균은 400℃ 일때 1046, 450℃ 일때 1043.2, 500℃ 일때 1057.8 로 측정되었다. 코팅 전의 미소경도에 비하여 코팅 후의 미소경도가 약 60% 증가하였다. 그리고 온도 별 미소경도는 큰 변화가 없었다.

Fig. 7 은 온도를 독립변수로, 미소경도를 종속변수로 두었을 때 분석된 잔차의 정규 확률분포를 나타내었다. 그림에서 보는 것과 같이 거의 직선을 이루고 있으므로 정규분포를 따른다고 판단된다. 위의 결과에 의하면, 온도가 미소경도에 미치는 영향은 없다고 사료된다.

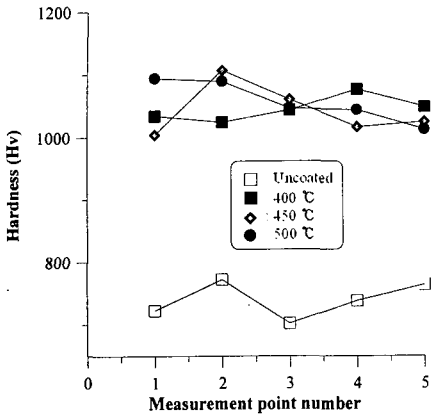


Fig. 6 Comparison of the measured Micro-hardnesses

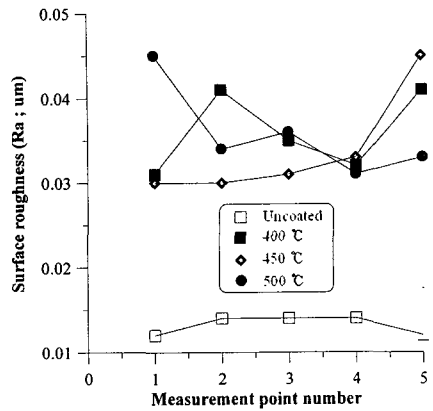


Fig. 8 Comparison of the measured surface roughnesses

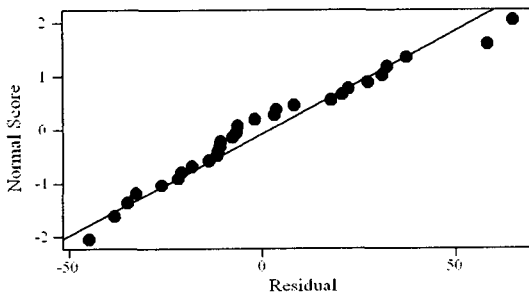


Fig. 7 Normal probability plot of the residual for Micro-hardnesses

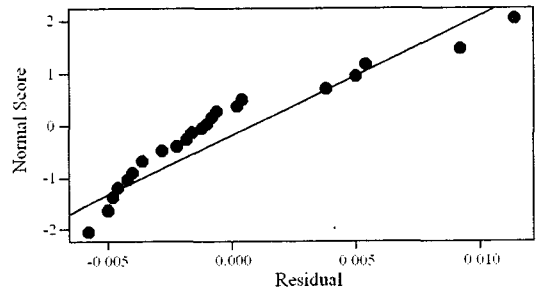


Fig. 9 Normal probability plot of the residual for surface roughnesses

Fig. 8 은 코팅 전과 후의 측정된 표면거칠기에 대하여 그래프로 나타내었다. 코팅 전의 표면거칠기의 평균(Ra)은 0.0132 μm , 로의 온도에 따른 표면거칠기의 평균은 400°C 일때 0.036 μm , 450°C 일때 0.0338 μm , 500°C 일때 0.0358 μm 으로 측정되었다.

Fig. 9 는 온도를 독립변수로, 표면거칠기를 종속변수로 두었을 때 분석한 잔차의 정규확률 분포를 나타내었다. 그림에서 보는 것과 같이 거의 직선을 이루고 있으므로 정규분포를 따른다고 판단된다. 위의 결과에 의하면, 온도가 표면거칠기에 미치는 영향은 없다고 사료된다.

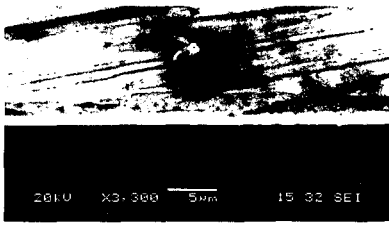
4. 2 TiN 코팅 두께의 영향

Fig. 10 은 TiN 코팅 층을 사진으로 나타낸 것이며, 그림에 흰 부분이 코팅 층이다. 로의 온도가 400°C 일때 2.45 μm , 450°C 일때 2.35 μm , 500°C 일때 2.5 μm 으로 TiN 코팅 층이 측정되었다. AIP 공

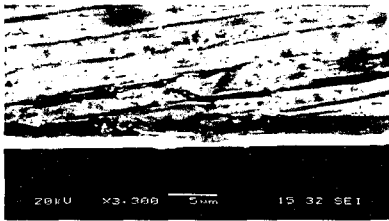
정에서 요구되는 코팅 층의 두께인 1~4 μm [10]를 만족하는 결과임을 알 수 있었다. 따라서 시험한 온도 범위 내에서 온도가 TiN 코팅 층의 두께에 미치는 영향은 크지 않음을 알 수 있었다.

4. 3 밀착력 형상

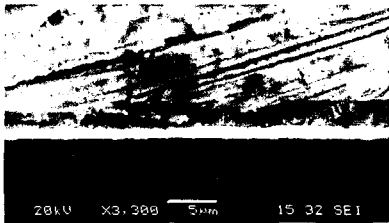
밀착력을 평가하는 방법은 테이프시험(tape test), 당겨떼내기(pull-off test), 벗겨떼내기(peel-off test), 압입자 이동 시험법(scratch test) [11] 등이 있고, 본 논문에서는 압흔 형상에 발생한 크랙의 파형을 통하여 코팅 층의 밀착력 [12]을 평가하였다. 밀착력의 판정 기준은 1 등급에서 6 등급까지로 규정되어 있고, 1 등급의 경우 압흔의 중심으로 부터 사선형태의 크랙이 생성되었을 때 TiN 코팅의 밀착력을 1 등급으로 판정한다.



(a) 400°C



(b) 450°C



(c) 500°C

Fig. 10 Cross-sectional view of TiN layer by SEM (x3,300)

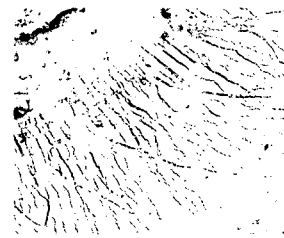
Fig. 11 은 TiN 코팅 층에 다이아몬드 압입자로 하중 150kgf 을 10 초 동안 가하여 나타난 압흔 형상을 나타낸 것이다.

밀착력 형상은 압흔의 중심에서 사선형태의 1 등급의 크랙 파형이 생성되었고, 거의 동일한 파형이 생성됨을 알 수 있었다.

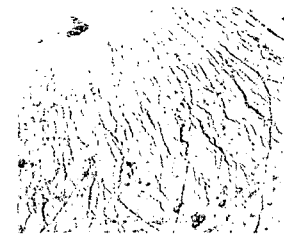
5. 결론

AIP 코팅법에서 로의 온도가 TiN 코팅에 미치는 영향에 대하여 실험과 통계학적 고찰을 통하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

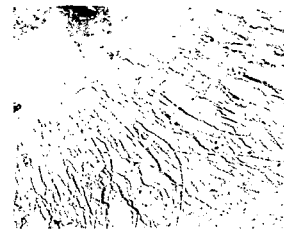
(1) SKH51 강이 코팅 전과 코팅 후에 시편의 표면에서 측정된 로크웰 경도는 거의 변화가 없었고, 미소경도는 코팅 전과 비교하여 약 60% 증가하였다. 표면거칠기는 온도변화에 따른 영향이 없었다.



(a) 400°C



(b) 450°C



(c) 500°C

Fig. 11 Cracks caused by diamond corn indentation on coated surface (SEM : x200)

(2) TiN 코팅 층은 대략 2.43 μm 으로 거의 일정하게 코팅 층이 형성되었고, 밀착력은 양호한 크랙파형이 생성됨을 알 수 있었다.

(3) SKH51 강을 사용한 AIP 코팅법에서 로의 온도 400 ~ 500°C 범위 내에서는 TiN 코팅층 형성에 미치는 영향은 없었다.

본 논문은 AIP 코팅법에서 로의 온도가 TiN 코팅에 미치는 영향을 평가하였고, 향후 다른 공정 변수에 대한 실험이 필요하다고 사료된다.

참고 문헌

- [1] L.M.Williams, D.W.Hess, 1983, Int. J. Vac. Sci. Technol., A, Vac.Surf.Films. Vol. 1, pp. 1810.
- [2] D.Byun, Y.Jin, B.Kim. J.K.Lee, D.Park, J.Hazard. ,

- 2000, *Int. J. Mater.* Vol.73, pp. 199.
- [3] C.E.Morosanu, 1990 "Thin Films by Chemical Vapor Deposition," Elsevier, Amsterdam.
- [4] Donald M. Mattox, 2000, "Physical Vapor Deposition (PVD) Processes", *Metal Finishing*, Vol. 98, pp.410-423.
- [5] L. Cunha, M. Andritschky, K. Pischow and Z. Wang, 1999, "Microstructure of CrN coatings produced by PVD techniques", *Thin Solid Films*, Vol. 355-356, pp. 465-471.
- [6] W.D. Munz, F. J. M. Hauzer, D. Schulze and B. Buil, 1991, "A new concept for physical vapor deposition coating combining the methods of arc evaporation and unbalanced-magnetron sputtering", *Int. J. Surface and Coatings Technology*, Vol. 49, pp. 161-167.
- [7] M. Benmalek and P. Gimenez J. P. Peyre and C. Tournier, 1991, "Characterization and comparison of TiN layers deposited by different physical vapour deposition processes", *Int. J. Surface and Coatings Technology*, Vol.48, pp. 181-187.
- [8] Y.S. Zou, Q.M. Wang, H. Du, G.H. Song, J.Q. Xiao, J. Gong, C. Sun and L.S. Wen, 2005, "Structural characterization of nitrogen doped diamond-like carbon films deposited by arc ion plating", *Int. J. Applied Surface Science*, Vol. 241, pp. 295-302.
- [9] ㈜이레테크, 2004, "새 Minitab 실무완성", pp. 483~535.
- [10] <http://www.balzers.co.kr>
- [11] J. H. Ouyang and S. Sasaki, 2004, "The friction and wear characteristics of cathodic arc ion-plated (V, Ti)N coatings in sliding against alumina ball", *Int. J. Wear*, Vol. 257, pp. 708-720.
- [12] C.W. Gu, H.S. Kim and S.R. Lee, 1992, "Effect of Ti Interlayer on the Adhesion of TiN Thin Films Grown by PECVD," *J. of the Korean Inst. of Met. & Mater.*, Vol. 30, No. 12, pp. 1438-1447.