

AIP 법에서 질소가스 압력이 고속도강의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향

김해지#, 전만수*

Effect of Nitrogen Gas Pressure on the Property of TiN-Coated Layer of High Speed Steel by Arc Ion Plating

Hae Ji Kim[#] and Man Soo Joun^{*}

ABSTRACT

The effect of nitrogen gas pressure in arc ion plating on surface properties of the TiN-coated high speed steel(SKH51) is presented in this paper. The surface roughness, micro-particle, micro-hardness, coated thickness, atomic distribution of TiN, and adhesion strength are measured for various nitrogen gas pressures. It has been shown that the nitrogen gas pressure has a considerable effect on the surface roughness, adhesion strength, atomic distribution of TiN, and surface deposition of TiN of the high speed steels but that it has little influence on the micro-hardness and coated thickness.

Key Words : Arc Ion Plating (아크이온플레이팅), Nitrogen Gas Pressure (질소가스압력), Surface Characteristics (표면특성)

1. 서론

금속재료의 표면처리기술은 크게 화학증착법(chemical vapor deposition, CVD)^{1,2} 과 물리증착법(Physical vapor deposition, PVD)³ 으로 표면처리 기술이 발전되었으며, 특히 물리증착법은 500°C 이하의 저온공정에서 증착공정이 이루어지는 장점 때문에 금속 재료의 표면처리 기술로서 널리 사용되고 있다. 대표적인 PVD 법의 종류에는 이온빔증착(Ion beam deposition, IBD)법, 스퍼터링(Sputtering)법, 아크이온플레이팅(Arc ion plating, AIP)법^{4,5} 등이 있다. AIP 법은 다른 물리증착법과 비교하여 우수한

밀착력, 박막의 균일성, 박막 두께 조절의 우수성, 코팅층 조직의 치밀성 등의 장점을 지니고 있으며, 고이온화율과 고에너지에 그 원인이 있다. 그러나 이러한 AIP 법의 장점에도 불구하고 상용측면에서 보면, AIP 법에서 증착변수들이 코팅된 재료표면에 미치는 영향에 관한 체계적인 연구가 진행되지 못하였다. 그 이유는, 산업계에서 공정적용기술 위주로 발전해 왔고 이 기술이 기업체의 경쟁력과 직결되기 때문에 폐쇄적으로 발전되어 왔기 때문이다.

최근 AIP 법에서 증착조건이 재료 표면의 미소구조와 기계적성질에 미치는 영향에 관한 연구

☞ 접수일: 2007 년 10 월 18 일; 게재승인일: 2008 년 3 월 26 일

교신저자: 진주산업대학교 자동차공학과

E-mail: khji@jinju.ac.kr Tel. (055) 751-3647

* 경상대학교 기계항공공학부

가 수행된 바 있다.^{6,8} 그리고 Kim^{9,10} 등은 상용 AIP 장비를 이용하여 로의 온도가 초경합금과 고속도강의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향에 관하여 연구하였으며, 로의 온도가 두 재료에 미치는 영향은 거의 없다고 보고하였다.

본 논문에서는 상용 AIP 장비를 이용하여 AIP 법에서 질소가스 압력이 고속도강의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향에 관하여 실험적으로 고찰하고자 한다.

2. 실험장치 및 방법

AIP 법은 아크로 이온을 증발시켜 모재에 타겟(target) 금속을 증착시키는 기술이다. Fig. 1 은 AIP 코팅장치의 구성을 나타내고 있다. 그림에서 보는 바와 같이, AIP 법에서는 아크 파워 스플라이(Arc power supply)에서 양극(Anode) 전류를 트리거(Trigger)에 인가시키고, 아크소스(Arc source)에는 음극(Cathode) 전류를 인가시킨다.

티타늄 타겟을 이온화시키기 위하여 트리거를 작동시키면 타겟 표면에서 순간적으로 아크가 발생되어 티타늄 타겟이 이온화된다. 트리거에 의하여 발생된 아크는 진공 챔버의 내부를 플라즈마 상태로 변화시키고, 진공 챔버의 플라즈마는 이온화된 Ti⁺ 원자의 증착 속도를 가속시킨다. 모재에 TiN 을 증착시키기 위하여 반응가스로 질소(N₂)가스를 진공챔버에 투입하며, 진공 챔버의 내부는 이온화된 Ti⁺ 원자와 N₂ 원자의 상태로 생성된다. 그림에서 보는 바와 같이, 바이어스 파워 스플라이(Bias power supply)에서 음극 전류를 모재에 공급하면 TiN 으로 반응하여 모재 표면에 증착이 이루어진다.

본 실험에 사용된 고속도강(SKH51)의 화학적 조성은 Table 1 과 같다. 시편은 고속도강 봉재를 지름 20mm 와 높이 10mm 의 크기로 절단한 후 열처리하여 제작되었다. 열처리된 시편의 미소경도치(Hv)는 약 680 으로 측정되었다. 열처리된 시편의 산화막을 제거하기 위해 샌딩기(Sanding machine)에서 쇼트처리를 하였고, 증착될 실험 시편의 표면거칠기를 최소화시키기 위해 400 번에서부터 1200 번까지의 샌드페이퍼를 이용하여 순차적으로 시편을 연마하였다. 그리고 양모 휠과 다이아몬드 페이스트를 사용하여 마무리 연마를 하였다. 열처리된 시편의 표면에 존재하는 오염물질은 코팅의 밀착성

과 표면특성에 나쁜 영향을 미치므로 트라이클로로 에틸렌(Trichloro ethane)을 사용하는 초음파세정기에서 약 15 분간 세정, 헹굼, 증기탈지 등의 작업이 실시되었다.

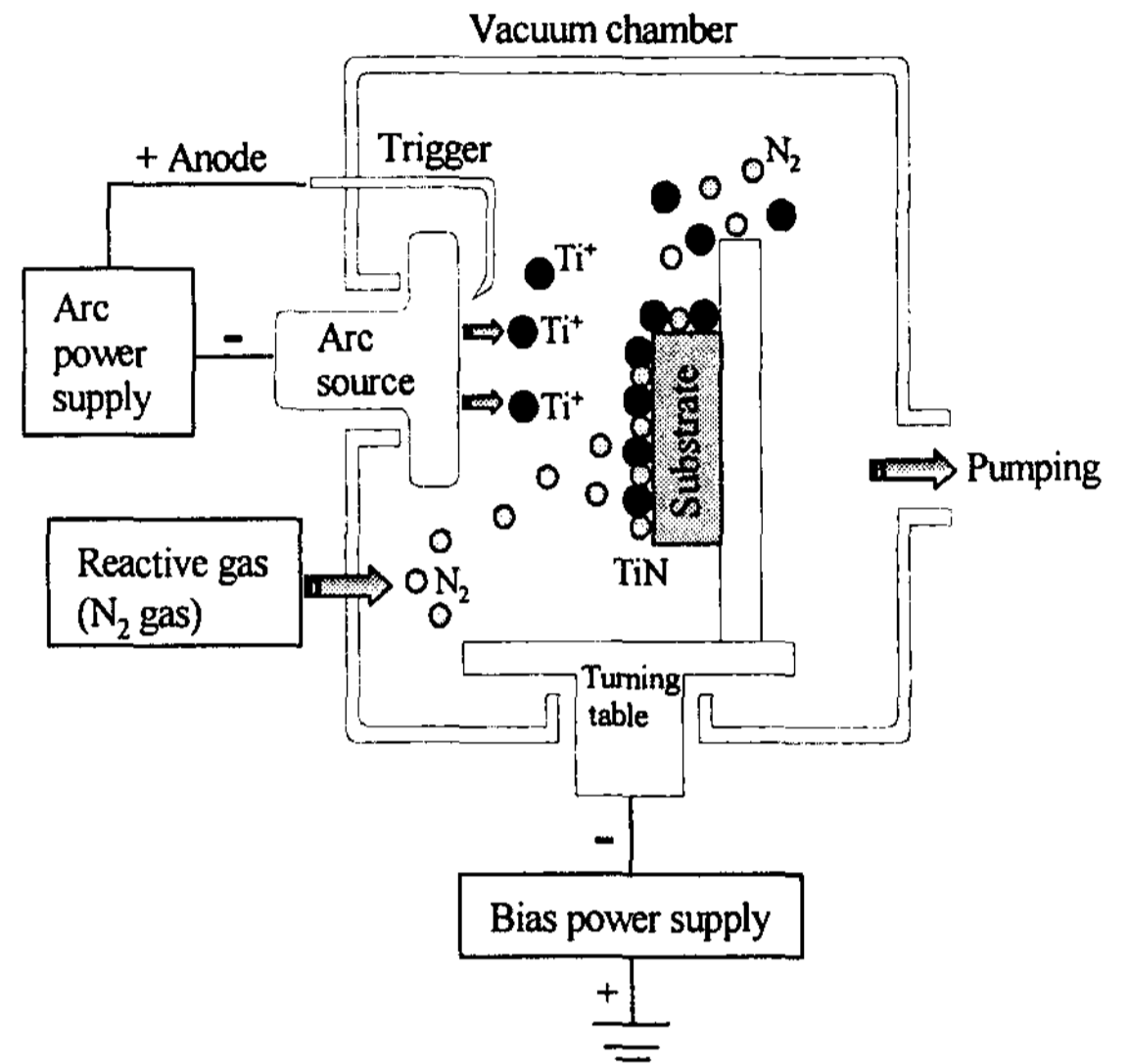


Fig. 1 Schematic illustration of the apparatus for arc ion plating

AIP 법에서는 세정(전처리), 장입, 가열, 이온세정, 증착, 냉각 등의 순서로 증착공정이 진행된다. 증착공정으로 챔버에 시편을 장입하고 저진공배기(9.9×10^{-1} Pa), 고진공배기(9.9×10^{-3} Pa) 등의 순서로 진공도를 조절하였으며 9.9×10^{-3} Pa 의 고진공에서 증착온도 450°C까지 서서히 가열하였다. 전처리된 시편에 잔류하는 불순물을 제거하기 위해 6.6×10^{-2} Pa 의 고진공에서 아르곤(Ar)가스를 투입하여 약 10 분간 이온세정을 하였다. 증착온도, 증착시간, 바이어스 전압, 아크 전류 등의 증착조건은 AIP 법의 일반 증착조건을 적용하였다. AIP 법에서는 상대적으로 저진공에서 증착공정이 이루어지기 때문에 실험목적으로 0.1 에서부터 2Pa 까지의 질소가스 압력을 선택하여 실험하였다. 본 실험에 적용된 증착조건을 Table 2 에 정리하였다.

표면거칠기는 Mitutoyo 사의 촉침식 표면조도계(SV-3000)를 이용하여 측정되었으며, 측정조건으로 측정구간 4 mm와 구간분할 0.8 mm를 사용하였다. 미소경도는 Akashi 사의 비커스경도(Vickers hardness, Hv)기를 이용하여 측정되었으며, 사용된 피라미드

형 다이아몬드 압자의 대면각은 136° 이다. 미소경도의 측정조건으로 25g 의 압입하중과 30 초의 유지시간을 설정하였다. 미소입자와 코팅 층의 두께는 주사전자현미경(Scanning electron microscope, SEM)으로 측정되었다. TiN 코팅된 표면의 Ti, N, Fe 등의 성분의 원자 분포를 정량적으로 분석하기 위하여 원소분석장비(Energy dispersive spectroscopy, EDS)를 사용하여 600 μm(가로)×600 μm(세로) 면적으로 측정되었다.

밀착력은 로크웰경도시험기(Daekyung TECH, DTR-300, load : 150kg, load time : 30 sec)를 이용하여 측정되었다.

측정의 신뢰성과 재현성을 얻기 위하여 각 시편에 대하여 5 회씩 측정하여, 그 평균치를 실측치로 취하였다.

Table 1 Chemical composition of the SHK51(wt,%)

KS	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	W	V
SKH51	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 conditions in AIP processing

Arc ion bombardment	Deposition
- Temperature(°C) : 450	- Temperature(°C) : 450
- Bias voltage(-V) : 1,000	- Bias voltage(-V) : 100
- Ar gas pressure(Pa) : 6.6×10 ⁻²	- Arc current(A) : 65
- Time(min.) : 10	- Target : Ti (purity 99.9%)
- Specimen : SKH51	- N ₂ gas pressure(Pa) : 0.1, 0.5, 1, 1.5, 2
	- Deposition time(min.) : 100

3. 실험결과 및 고찰

3.1 표면거칠기

Fig. 2 는 질소가스 압력에 따른 표면거칠기(Ra, μm) 값을 그래프로 나타내고 있다. 그림에서 보는 바와 같이, 코팅 전과 비교하여 0.1Pa 의 질소가스 압력에서는 표면거칠기 값이 급격히 나빠지는 것으로 나타났고, 0.1Pa 에서부터 1Pa 까지의 질소가스 압력에서는 질소가스 압력의 증가에 따라 표면거칠기 값이 감소하는 것으로 나타났다. 1Pa 이상의 질소가스 압력에서는 질소가스 압력의 증가에 따

라 표면거칠기 값이 거의 일정하게 나타났다. 그 이유는 Fig. 3 의 결과에서 보는 바와 같이 질소가스 압력이 증가할수록 표면에 TiN 층의 증착이 잘된 것에 있다고 사료된다. 그리고 질소가스 압력이 증가할수록 미소입자의 양이 급격히 감소한 것도 중요한 이유 중의 하나라고 판단된다.¹¹

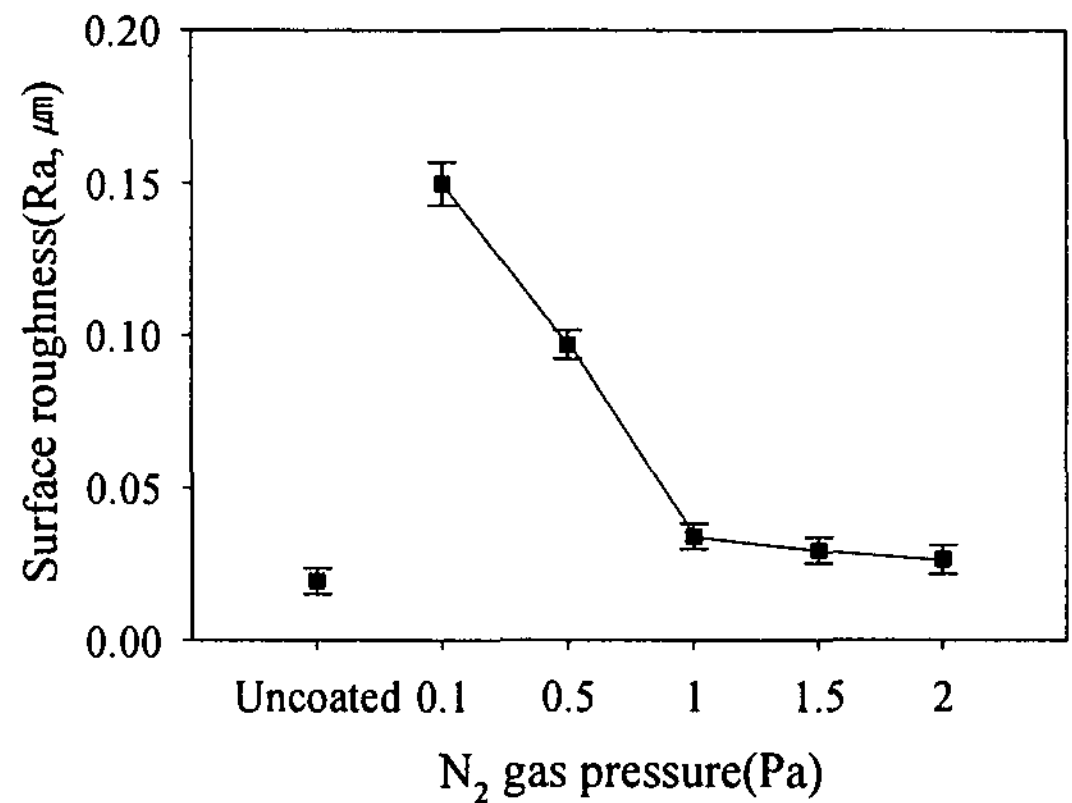


Fig. 2 Variation of surface roughness with N₂ gas pressure

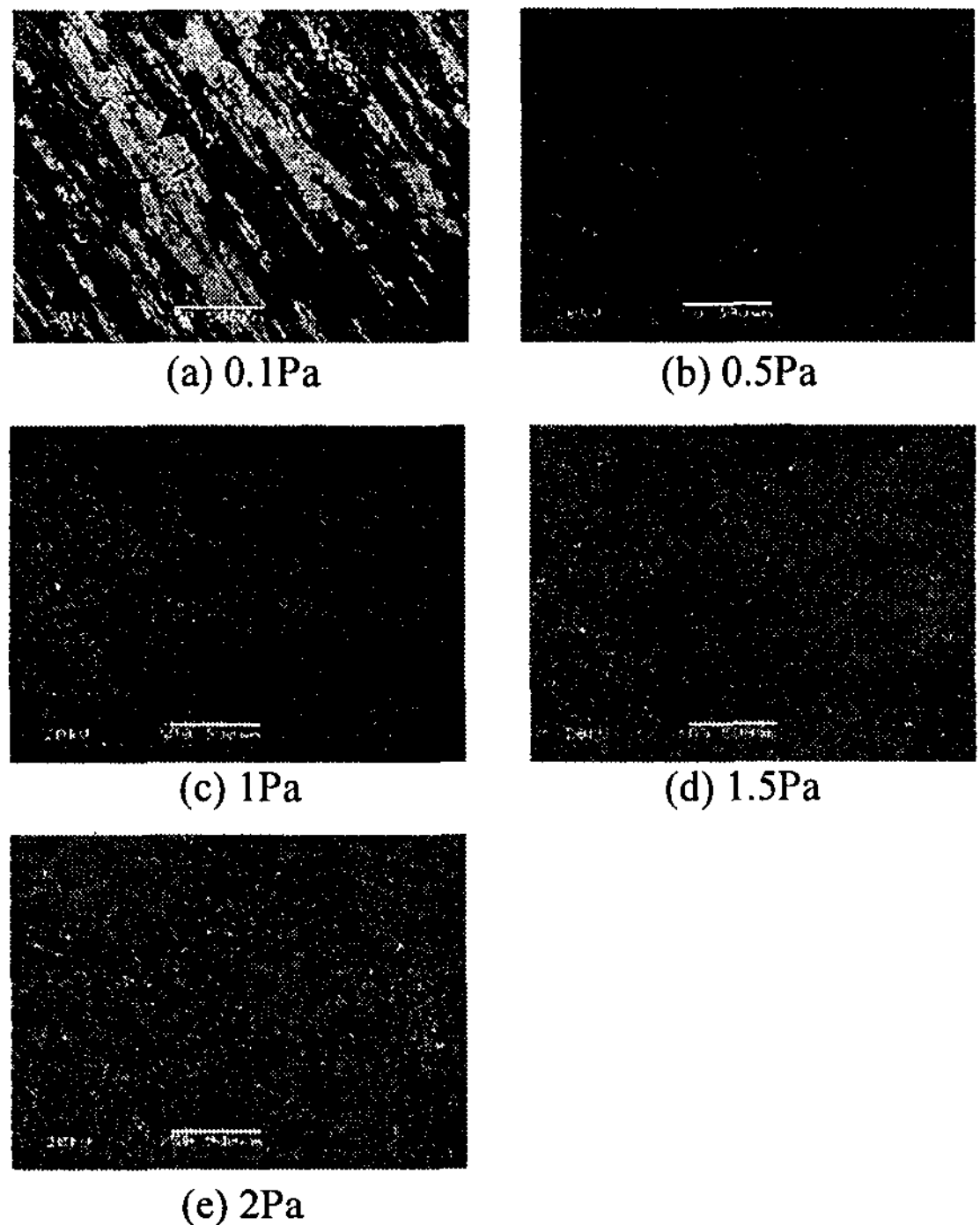


Fig. 3 SEM micrographs of the created micro-particle at different N₂ gas pressures

3.2 미소경도와 코팅층 두께

Fig. 4 는 질소가스 압력에 따른 미소경도(Hv) 값을 그래프로 나타내고 있다. 그림에서 보는 바와 같이, 0.1Pa 에서 1Pa 사이의 질소가스 압력에서는 질소가스 압력의 증가에 따라 미소경도 값은 미소하게 증가하였으며, 1Pa 이상의 질소가스 압력에서

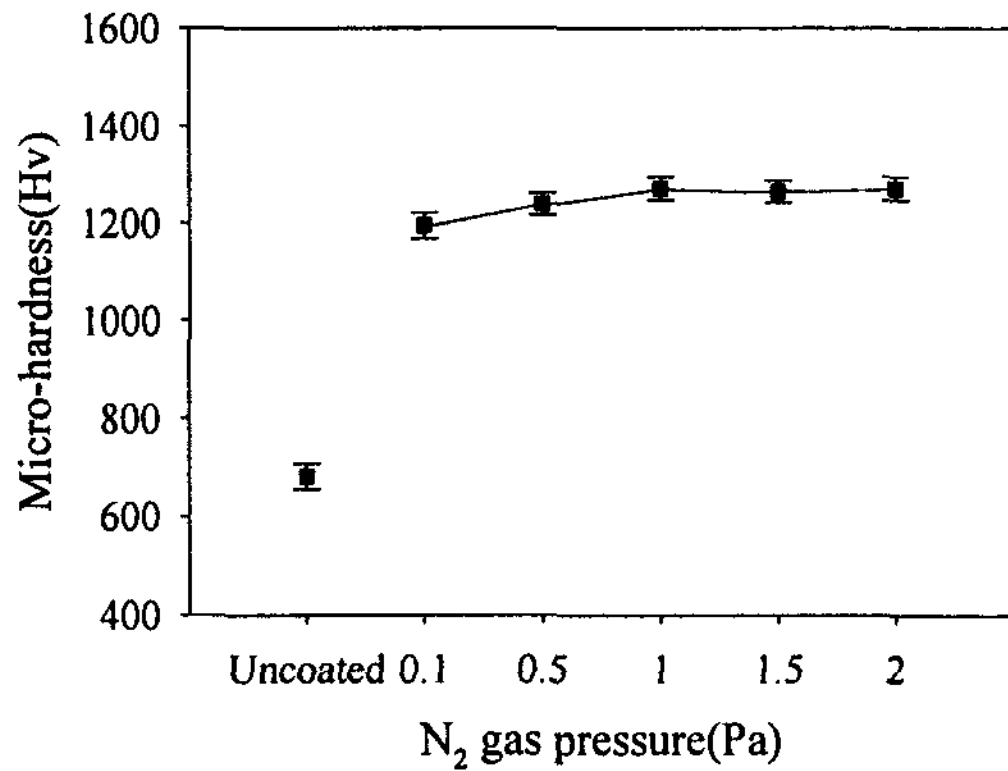


Fig. 4 Variation of micro-hardness with N₂ gas pressure

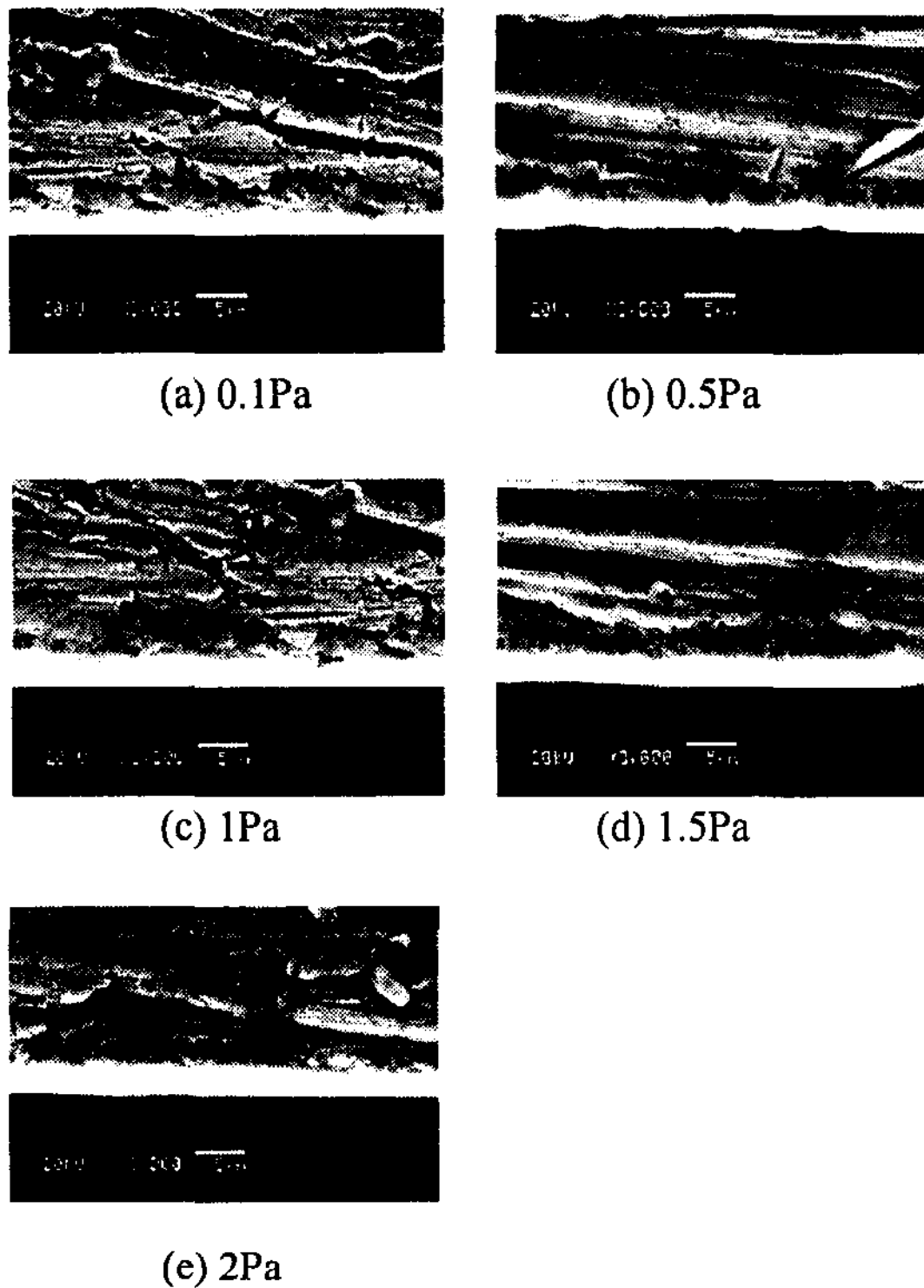
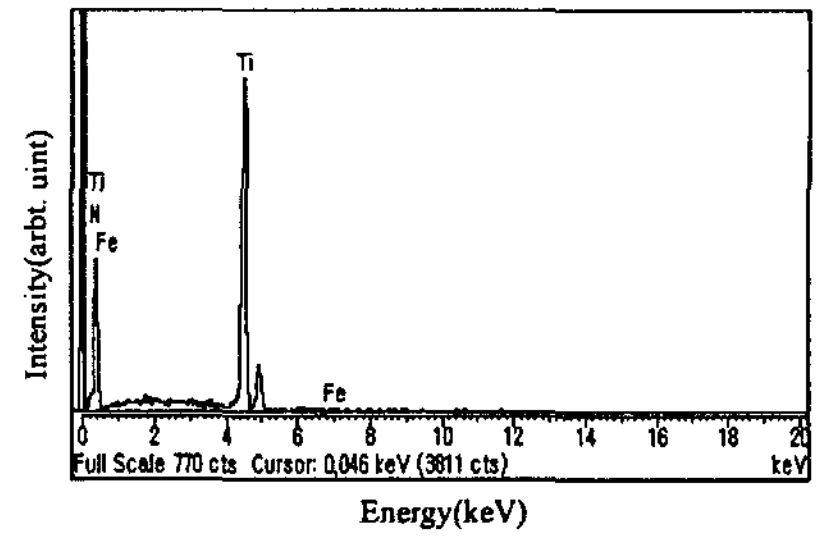
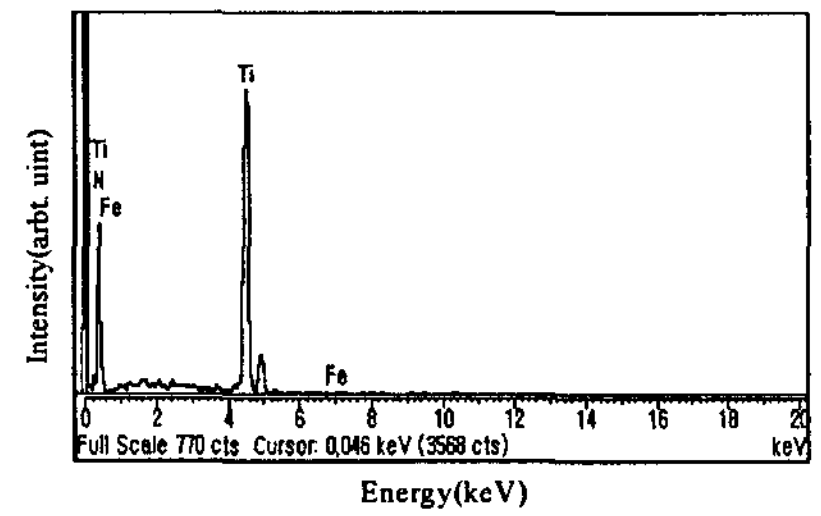


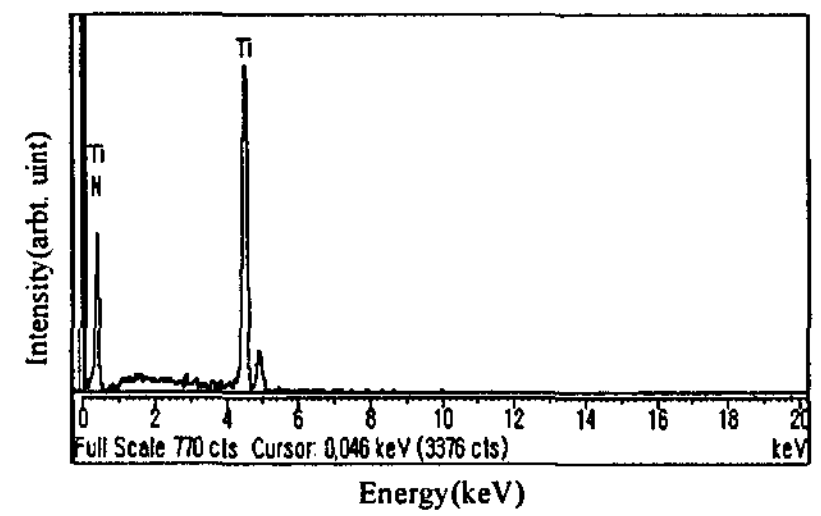
Fig. 5 Cross-sectional SEM micrographs of TiN-coated layer at different N₂ gas pressures



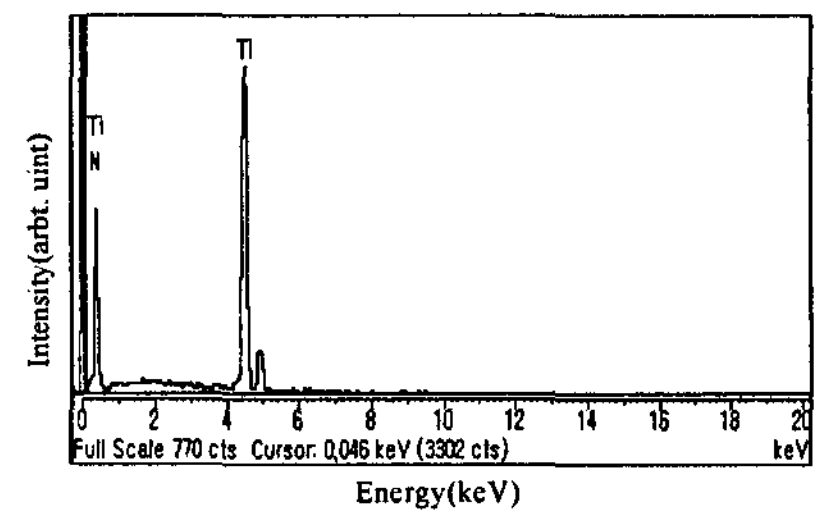
(a) 0.1Pa



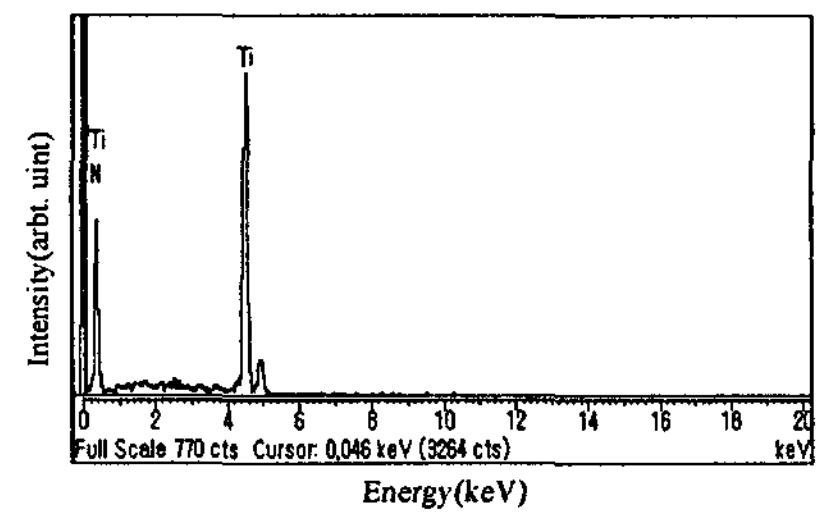
(b) 0.5Pa



(c) 1Pa



(d) 1.5Pa



(e) 2Pa

Fig. 6 EDS spectrums of the TiN-coated surface at different N₂ gas pressures

는 질소가스 압력이 증가하여도 미소경도 값은 거의 변화가 없는 것으로 나타났다.

Fig. 5 는 SEM 으로 측정된 TiN 코팅 층의 단면 사진을 나타내었으며, 그림에서 흰색 부분이 TiN 코팅 층이다. Fig. 5(a)는 질소가스 압력이 0.1Pa 일 때의 결과이며, 코팅 층의 두께는 $2.3 \pm 0.1 \mu\text{m}$ 이다. Fig. 5(b)는 질소가스 압력이 0.5Pa 일 때의 결과이며, 코팅 층의 두께는 $2.5 \pm 0.1 \mu\text{m}$ 이다. Fig. 5(c)는 질소가스 압력이 1Pa 일 때의 결과이며, 코팅 층의 두께는 $2.7 \pm 0.1 \mu\text{m}$ 이다. Fig. 5(d)는 질소가스 압력이 1.5Pa 일 때의 결과이며, 코팅 층의 두께는 $2.7 \pm 0.1 \mu\text{m}$ 이다. Fig. 5(e)는 질소가스 압력이 2Pa 일 때의 결과이며, 코팅 층의 두께는 $2.8 \pm 0.1 \mu\text{m}$ 이다. 결과적으로 0.1Pa 에서부터 1Pa 까지의 질소가스 압력에서는 질소가스 압력의 증가에 따라 코팅 층의 두께는 미소하게 증가하였으며, 1Pa 이상의 질소가스 압력에서는 질소가스 압력이 증가하여도 코팅 층의 두께는 거의 변화가 없는 것으로 나타났다.

3.3 Ti, N, Fe 등의 원자분포

Fig. 6 은 EDS 로 측정된 Ti, N, Fe 등의 성분 분석결과를 나타내고 있다. 그림에서 보는 바와 같이, 0.1Pa 에서 0.5Pa 사이의 질소가스 압력에서는 Ti, N, Fe 등의 성분이 모두 관찰되었으며, 1Pa 이상의 질소가스 압력에서는 Ti 와 N 의 성분만 관찰되었다. Fig. 7 은 Fig. 6 에서 관찰된 성분의 원자분포(%)에 대하여 정량적인 결과를 그래프로 나타내고 있다. 0.1Pa 에서 1Pa 사이의 질소가스 압력에서는 Ti 원자분포는 급격히 증가하였으며, 1Pa 이상일 때의 Ti 원자분포는 거의 변화가 없었다. N 원자분포는 질

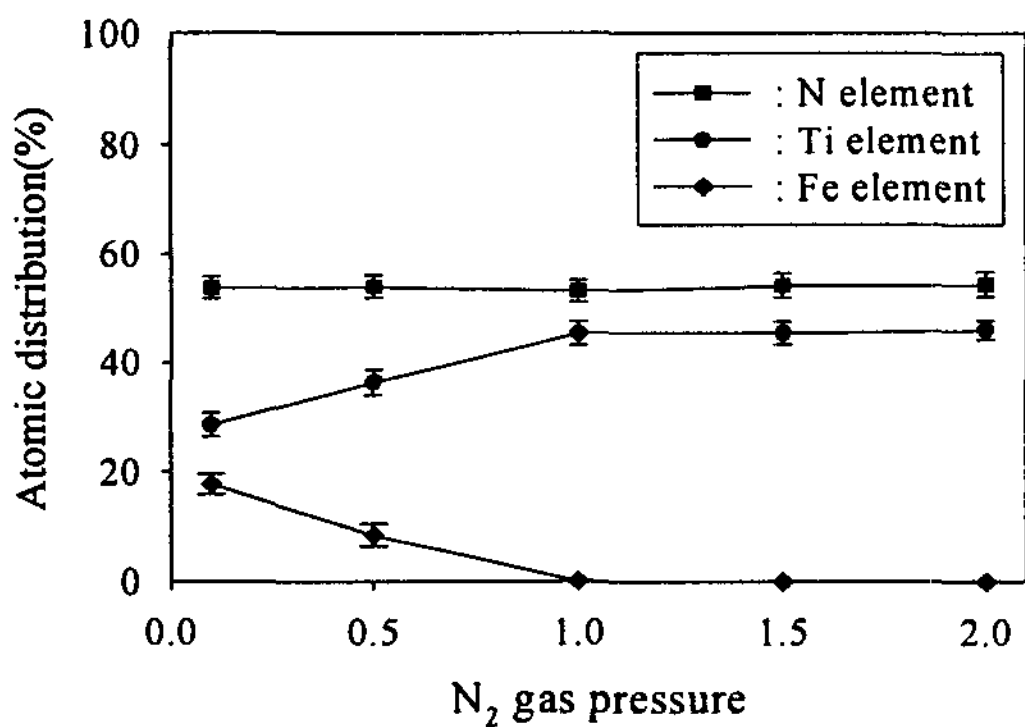
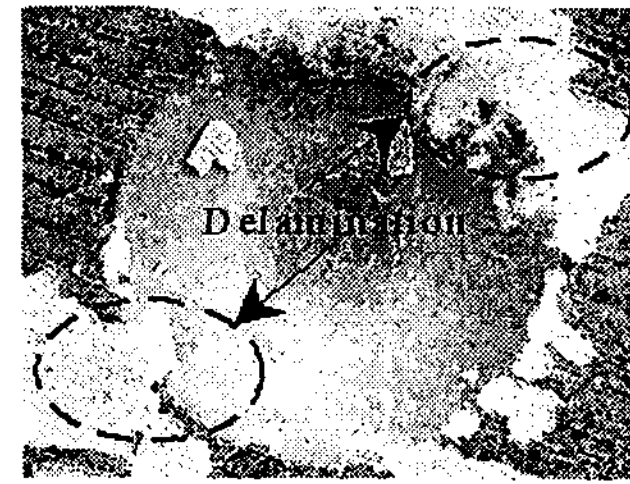
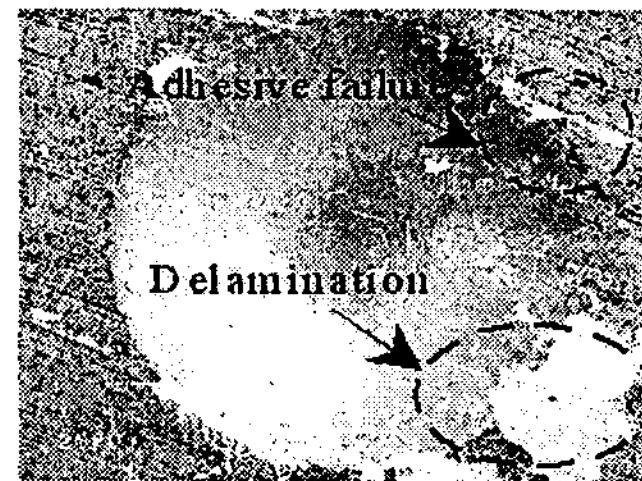


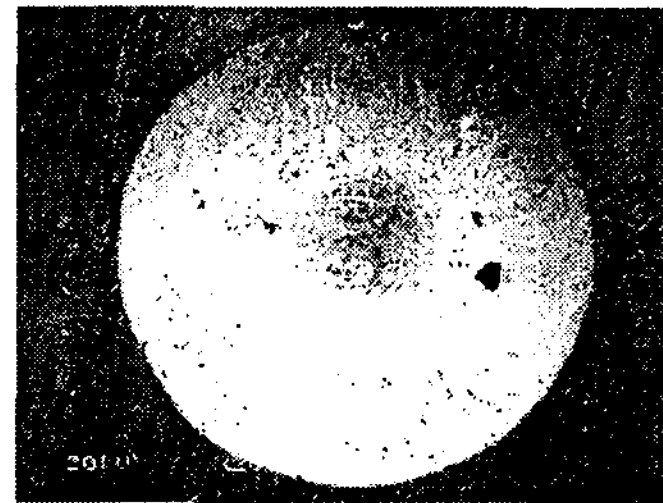
Fig. 7 Variation in the atomic distribution of Ti, N and Fe elements with N₂ gas pressure



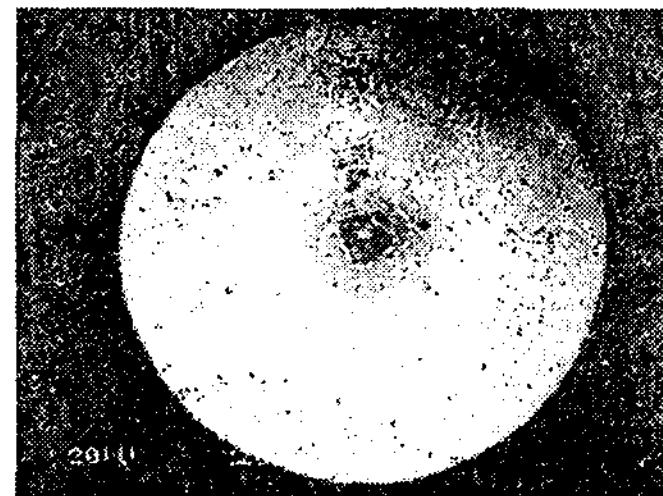
(a) 0.1Pa (HF6 grade)



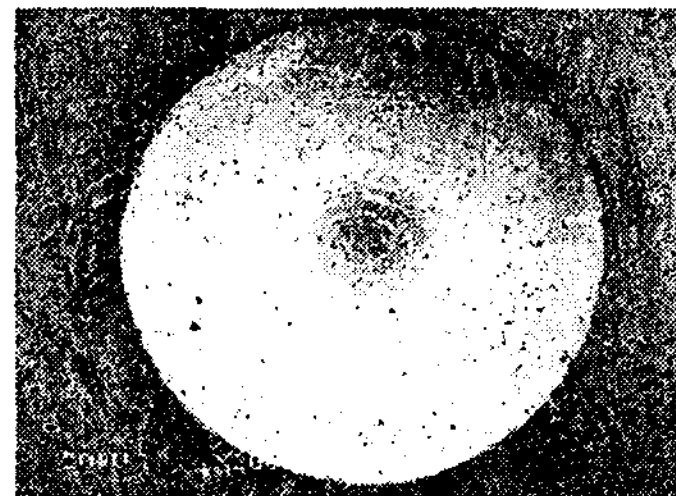
(b) 0.5Pa (HF5 grade)



(c) 1Pa (HF1 grade)



(d) 1.5Pa (HF1 grade)



(e) 2Pa (HF1 grade)

Fig. 8 SEM micrographs of adhesions in the TiN-coated layer at different N₂ gas pressures

소가스 압력이 증가하여도 거의 영향을 받지 않는 것으로 나타났다. 0.1Pa 와 1Pa 사이의 질소가스 압력에서는 Fe 원자분포는 큰 폭으로 감소하였으며, 1Pa 이상의 질소가스 압력에서 Fe 원자분포는 거의 변화가 없는 것으로 나타났다.

3.4 밀착력

밀착력은 로크웰경도 시험법¹²으로 측정되었다. 제안된 밀착력의 등급은 HF1 에서 HF6 까지 구분되며, 등급이 낮을수록 밀착력은 좋고 등급이 높을수록 밀착력은 나쁘다. 그리고 HF1 에서 HF4 등급까지가 공업적으로 사용될 수 있는 충분한 밀착력을 가지고 있다는 것으로 평가한다.¹¹

Fig. 8 은 SEM 으로 측정된 질소가스의 압력에 따른 밀착력의 사진을 나타내고 있다. Fig. 8(a)는 질소가스 압력이 0.1Pa 일 때의 결과이며, 코팅 층의 표면에서 층분리(Delamination) 현상이 관찰되고 있다. Fig. 8(b)는 질소가스 압력이 0.5Pa 일 때의 결과이며, 코팅 층의 표면에서 응착파괴와 층분리 현상이 관찰되고 있다. 1Pa 이상의 질소가스 압력에서는 코팅 층의 표면에서 응착파괴나 층분리 현상이 관찰되지 않았다.

밀착력은 0.1Pa 의 질소가스 압력에서는 HF6 등급이고, 0.5Pa 의 질소가스 압력에서는 HF5 등급이다. 1Pa 이상의 질소가스 압력에서는 밀착력이 HF1 등급으로 관찰되었다. 밀착력은 질소가스 압력이 증가할수록 우수하였고 상대적으로 낮은 질소가스 압력에서는 밀착력이 낮은 것으로 나타났다. 그리고 시험된 질소가스 압력의 범위 내에서는 1Pa 이상의 질소가스 압력에서 공업적으로 사용될 수 있는 HF4 등급 이상의 밀착력이 관찰되었다.

4. 결론

본 논문에서는 상용 AIP 장비를 이용하여 다양한 질소가스 압력의 조건에서 질소가스 압력이 고속도강의 TiN 코팅 층 성질에 미치는 영향에 관하여 실험적으로 고찰하였다. 질소가스 압력의 변화에 따른 TiN 코팅된 표면의 원자분포는 EDS 로 측정하였고, TiN 코팅 층의 두께와 미소입자는 SEM 으로 측정하였다. 그리고 질소가스 압력의 변화에 따른 TiN 코팅 층의 표면 거칠기, 미소경도, 밀착력 등으로 표면특성을 분석하였다.

실험된 질소가스 압력의 범위 내에서는 질소가

스 압력의 증가에 따라 표면거칠기, 미소입자, 밀착력, TiN 의 표면증착, Ti, N, Fe 등의 성분분포 등에 비교적 큰 영향을 미쳤으며, 반면 미소경도와 TiN 코팅 층의 두께에 질소가스의 압력이 큰 영향을 주지 못하였다.

참고문헌

1. Lux, B., Haubner, R. and Wohlrab, C., "Chemically Vapour-Deposited Hard Coatings: Applications and Selection Guidelines," *Int. J. Surface and Coatings Tech.*, Vol. 38, Issue 2, pp. 267-280, 1989.
2. Dearnley, P. A., Thompson, V. and Grearson, A. N., "Machining ferrous materials with carbides coated by chemical vapour deposition I: Interfacial conditions," *Int. J. Surface and Coatings Tech.*, Vol. 29, Issue 3, pp. 157-177, 1986.
3. Benmalek, M., Gimenez, P., Peyre, P. and Tournier, C., "Characterization and Comparison of TiN Layers Deposited by Different Physical Vapour Deposition Processes," *Int. J. Surface and Coatings Tech.*, Vol. 48, Issue 3, pp. 181-187, 1991.
4. Fancey, K. S., "A Coating Thickness Uniformity Model for Physical Vapour Deposition Systems," *Int. J. Surface and Coatings Tech.*, Vol. 71, Issue 3, pp. 16-29, 1995.
5. Mattox, D., "Ion Plating-Past, Present and Future," *Int. J. Surface and Coatings Tech.*, Vol. 133-134, pp. 517-521, 2000.
6. Yoon, S. Y., Lee, Y. B. and Kim, K. H., "A Comparative Study on Mechanical Properties of TiN and TiAlN Films Prepared by Arc Ion Plating Technique," *J. of the KISE*, Vol. 35, No. 4, pp. 199-205, 2002.
7. Matsue, T., Hanabusa, T. and Ikeuchi, Y., "Dependence to Processing Conditions of Structure in TiN Films Deposited by Arc Ion Plating," *Int. J. of Vacuum*, Vol. 74, Issues 3-4, pp. 647-651, 2004.
8. Matsue, T., Hanabusa, T. and Ikeuchi, Y., "The Structure of TiN Films Deposited by Arc Ion Plating," *Int. J. of Vacuum*, Vol. 66, Issues 3-4, pp. 435-439, 2002.
9. Kim, H. J., Joun, M. S. and Kim, N. K., "Effect of Furnace Temperature on the Property of TiN-Coated

- Layer on Hard Metal by Arc Ion Plating,” J. of the KSMT, Vol. 15, No. 1, pp. 49-55. 2006.
10. Kim, H. J., Lee, S. W. and Joun, M. S., “Experimental Study on Effect of Furnace Temperature on TiN-Coating of High Speed Steel by Arc Ion Plating,” J. of the KSPE, Vol. 23, No. 2, pp. 97-103, 2006.
 11. Kang, G. H., Uchida, H. and Koh, E. S., “A Study on the Surface Structure of Ti Cathode and the Macroparticle of TiN Films Prepared by the Arc Ion Plating Process,” Int. J. of Surface and Coating Tech., Vol. 86-87, pp. 421-424, 1996.
 12. Kim, S. W., “Consideration on the Evaluation of Adhesion Force of Thin Film with Rockwell and Scratch Tester,” J. of the KSHT, Vol. 17, No. 6, pp. 365-369, 2004.