

# AIP 코팅법에서 코팅 시간이 고속도강의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향

김해지<sup>1</sup>, 전만수<sup>#</sup>

## Effect of Coating Time on the Property of TiN-Coated Layer on High Speed Steel by Arc Ion Plating

H. J. Kim, M. S. Joun

### Abstract

The effect of coating time on surface properties of the TiN-coated high speed steel(SKH51) by arc ion plating is and presented in this paper. Surface roughness, micro-hardness, coated thickness, atomic distribution of TiN and adhesion strength are measured for various coating times. It has been shown that the coating time has a deep influence more than 60 minutes on the micro-hardness, coated thickness, atomic distribution of Ti and adhesion strength of the SKH51 steels, but that the coating time has little influence on the surface roughness.

**Key Words** : Arc Ion Plating, Coating Time, High Speed Steel, TiN-Coated Layer, Surface Properties

### 1. 서론

금속재료 표면의 내마모성 향상을 위한 표면 처리기술로서 화학증착법(chemical vapor deposition, CVD)[1]과 물리증착법(physical vapor deposition, PVD)[2,3]이 널리 사용되고 있다. CVD 코팅법은 약 1000℃ 이상의 고온에서 확산공정이 이루어지기 때문에 코팅 층과 모재 사이의 뛰어난 밀착력을 보인다. 그러나 고온에서 연화를 일으키는 모재에 적용될 때는 기계적인 성질이 저하되는 문제가 발생하고 있다. 한편, 증착 온도를 낮추기 위한 방법으로 비교적 저온에서 분해가 가능한 유기금속화합물(organometallic compound)을 사용하고 있으나, 유기금속화합물이 가지고 있는 고가, 불안정성, 독성 등의 문제로 제한적으로 사용되고 있다. 한편, PVD는 500℃ 이하의 온도에서 코팅이 가능하기 때문에 많은 주목을 받아왔다. 대표

적인 PVD 법에는 이온빔증착(ion beam deposition, IBD)코팅법, 스퍼터링(sputtering)코팅법, 아크이온 플레이팅(arc ion plating, AIP) 코팅법[4,5] 등이 있다. AIP 법은 기존 방법들이 비정상 방전구역을 이용하는데 반하여 진공 아크(vacuum arc)를 사용한다는 점에서 큰 차이가 있다. 그리고 AIP 코팅법은 다른 물리증착법에 비해 우수한 밀착력, 박막의 균일성, 박막 두께 조절의 우수성, 코팅 층 조직의 치밀성 등의 장점을 지니고 있으며, 그 이유는 80% 이상의 고이온화율과 고이온에너지에 있다.

그러나 AIP 코팅법이 산업계에서 공정적용기술 위주로 발전해왔고 이 기술이 기업체의 경쟁력과 직결되기 때문에 기술교류가 미흡하고 학술적 연구가 극히 미흡한 실정이다. 최근 Kim 등[6,7]은 AIP 코팅법에서 로의 온도가 초경합금과 고속도강의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향을 평가하였다.

1. 경상대학교 대학원 기계공학과

# 교신저자 : 경상대학교 기계항공공학부

E-mail : msjoun@gnu.ac.kr

본 논문에서는 AIP 코팅법에서 여러 공정 요소 중의 하나인 코팅 시간이 고속도강(SKH51)의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향을 실험적으로 평가하고자 한다.

## 2. AIP 코팅 공정

### 2.1 AIP 코팅법의 메커니즘

Fig. 1 은 AIP 코팅의 메커니즘을 나타내었다. AIP 코팅법은 아크로 이온을 증발시켜 모재에 타겟(target) 금속을 코팅하는 기술이다. 즉,  $N_2$  가스 분위기에서 증발된 Ti 입자들의 에너지 확산운동을 이용하여 모재의 표면에 입자금속을 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. 증착이 진행되면서 모재와 코팅 층간의 밀착력이 증가하며, 모재의 표면에 코팅 층이 형성된다. Fig. 2 는 AIP 코팅기의 내부 사진을 나타낸 것이며, 회전 테이블, 히터 및 타겟 등으로 구성된다.

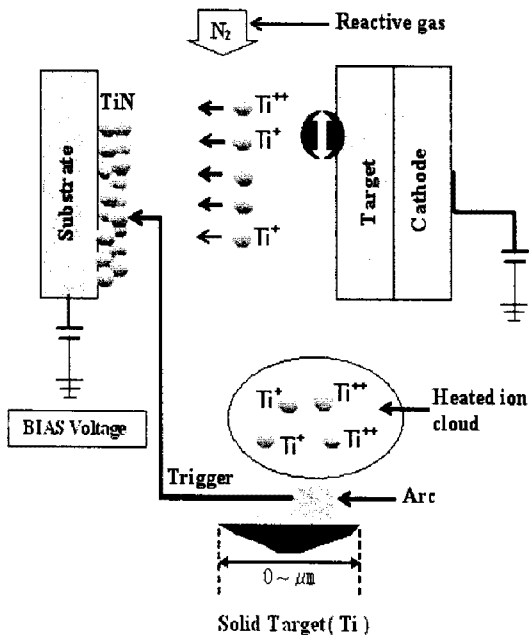


Fig. 1 Mechanism of AIP coating

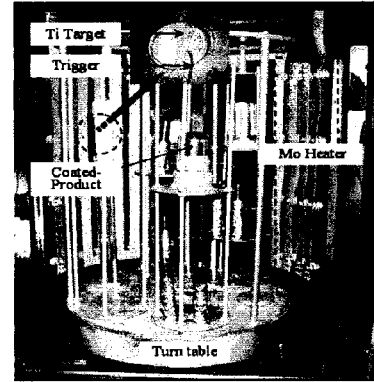


Fig. 2 Inside of AIP coating machine

### 3. 실험장치 및 방법

본 실험에 사용된 재료 SKH51 의 화학적 조성을 Table 1 에 나타내었다. 코팅 시편의 크기는 직경 20mm, 두께 10mm 이다. 사용된 시편의 평균 경도값(로크웰 C 스케일,  $HRC$ )은 62 로 측정되었다. 코팅 전에 시편의 표면 청정도를 높이기 위하여 초음파 세정기에서 약 15 분간 세정, 행균, 증기탈지 등을 수행하였다. AIP 코팅법에서 코팅 공정은 저진공 배기( $9.9 \times 10^{-2}$  Pa), 고진공 배기( $9.9 \times 10^{-3}$  Pa), 가열 등의 순서로 진행된다. 본 실험에서는 노의 온도를  $450^\circ C$  로 유지시키기 위하여 약 120 분 동안 가열하였고, 이온 세정은  $450^\circ C$  에서 10 분간 수행하였다. 그리고 코팅 시간은 10 분, 60 분, 120 분, 180 분 등으로 설정하여 실험하였다. 이온세정과 TiN 코팅의 작업 조건을 Table 2 에 정리하였다.

코팅기는 상용장비인 아크 타입의 AIP-780 코팅기를 사용하였다. 그리고 코팅 시간이 미치는 영향을 평가하기 위하여 표면의 미소경도는 미소경도시험기(AKASHI, MVK-H1, Load : 25g, Load time : 30 sec)로 측정되었다. 표면거칠기는 축침식 표면조도계(Mitutoyo, SV-3000)로 측정되었으며 측정구간 4 mm, 구간 분할 0.8 mm로 설정한 후에 중심선평균거칠기( $Ra, \mu m$ ) 값으로 나타내었다. 코팅 두께는 TiN 코팅된 시편의 단면을 절단하여 주사전자현미경(scanning electron microscope, SEM)으로 측정되었다.

코팅 시간에 따른 표면의 Ti, N, Fe 등의 성분의 원자분포를 정량적으로 분석하기 위하여 원소

분석장비(energy dispersive spectroscopy, EDS)를 사용하였다. EDS의 측정 조건은 가속 전압 20keV, 측정거리 20mm로 설정하였고, 측정 면적 600  $\mu\text{m}$  (가로)  $\times$  600  $\mu\text{m}$  (세로)으로 측정되었다. 밀착력은 로크웰경도시험기(Daekyung TECH, DTR-300, load : 150kg, load time : 30 sec)를 이용하여 측정되었다. 그리고 측정의 신뢰성과 재현성을 얻기 위하여 각 시편에 대하여 5회씩 측정하였다.

**Table 1 Chemical composition of the SHK51 steel**

Chemical composition(wt%)								
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 conditions in AIP processing**

Arc ion bombardment	Deposition
- Temperature : 450 $^{\circ}\text{C}$	- Temperature: 450 $^{\circ}\text{C}$
- Bias voltage : - 1,000V	- Bias voltage : - 125V
- Vacuum rate : $9.9 \times 10^{-2}$ Pa	- Vacuum rate : $9.3 \times 10^{-3}$ Pa
- Time : 10 min	- Target : Ti (purity 99.9%)
- Specimen : SKH51 steel	- Reative gas : $\text{N}_2$ (purity 99.9%)
	- Coating time : 10, 60, 120, 180 min

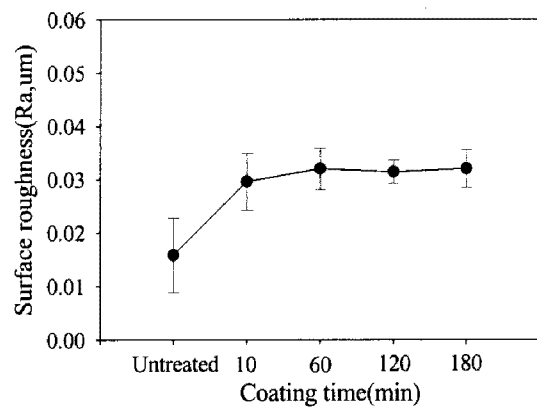
#### 4. 실험결과 및 고찰

##### 4.1 표면 거칠기와 미소경도

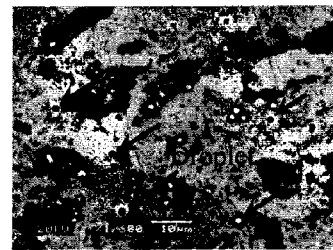
Fig. 3은 코팅 시간에 따른 표면거칠기의 변화를 그래프로 나타내고 있다. 코팅 전의 표면거칠기 값은  $0.015 \pm 0.006 \mu\text{m}$ 으로 측정되었다. 그리고 코팅 시간이 10분일 때  $0.029 \pm 0.005 \mu\text{m}$ 이고, 60분일 때  $0.032 \pm 0.003 \mu\text{m}$ 이고, 120분일 때  $0.031 \pm 0.002 \mu\text{m}$ 이고, 180분일 때  $0.032 \pm 0.004 \mu\text{m}$ 으로 측정되었다. 코팅 전과 비교하여 코팅 후의 표면 거칠기 값이 증가하고, 코팅 시간에 따른 표면 거칠기 값은 비슷한 경향을 나타내었다. 그 이유로 Fig. 4에서 보는 바와 같이 이온 세정 공정에서 진공 아크에 의해 발생된 직경 2  $\mu\text{m}$  이하의 droplet 때문에 표면거칠기 값이 증가한 것으로 사료된다.

Fig. 5는 코팅 시간에 따른 미소경도치의 변화

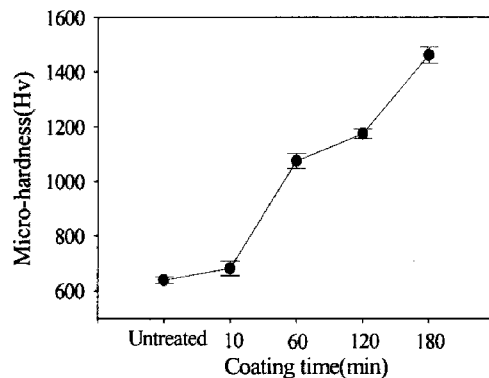
를 그래프로 나타내고 있다. 코팅 전의 미소경도치(Hv)는  $639.5 \pm 11.9$ 로 측정되었다. 그리고 코팅 시간이 10분일 때  $681.8 \pm 26.4$ 이고, 60분일 때  $1,075.4 \pm 27.7$ 이고, 120분일 때  $1,174.8 \pm 17.0$ 이고, 180분일 때  $1,462.0 \pm 29.0$ 으로 측정되었다. 코팅 전과 비교하여 코팅 시간 180분의 경우, 코팅 전에 비하여 128%의 미소경도치가 증가하였다. 그 이유로 코팅 시간이 증가함에 따라 TiN 코팅 층의 두께가 1  $\mu\text{m}$  정도로 두꺼워지기 때문이다 (4.3절 참조).



**Fig. 3 Surface roughness variation by coating time**



**Fig. 4 Droplet created by vacuum arc(SEM,  $\times 1,600$ )**



**Fig. 5 Micro-hardness variation by coating time**

#### 4.2 Ti, N, Fe 등의 성분의 원자 분포

Fig. 6 은 코팅 시간에 따른 Ti 성분의 원자 분포를 그래프로 나타내고 있다. Ti 성분의 원자 분포(%)는 코팅 시간이 10 분일 때  $35.1 \pm 2.50$  이고, 60 분일 때  $41.3 \pm 1.52$  이고, 120 분일 때  $40.6 \pm 1.13$  이고, 180 분일 때  $42.0 \pm 2.35$  로 측정되었다. 그림에서 보는 바와 같이, 코팅 시간 10 분 보다 코팅 시간 60 분 사이에서 Ti 원소의 분포가 급격히 증가하고 코팅 시간 60 분 이상에서는 큰 변화가 없음을 알 수 있었다.

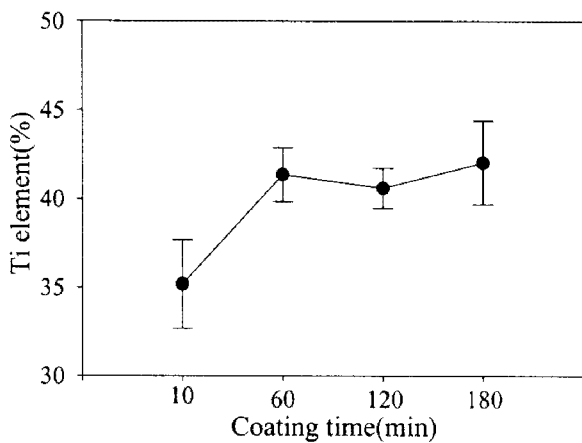


Fig. 6 An atomic distribution of Ti element by coating time

Fig. 7 은 코팅 시간에 따른 N 성분의 원자 분포를 그래프로 나타내고 있다. N 성분의 원자 분포(%)는 코팅 시간이 10 분일 때  $57.2 \pm 1.25$  이고, 60 분일 때  $58.4 \pm 1.29$  이고, 120 분일 때  $59.0 \pm 1.07$  이고, 180 분일 때  $57.9 \pm 2.39$  로 측정되었다. 코팅 시간에 따른 N 성분의 원자 분포는 상대적으로 변화가 적은 것으로 나타났다.

Fig. 8 은 코팅 시간에 따른 Fe 성분의 원자 분포를 그래프로 나타내고 있다. Fe 성분의 원자 분포(%)는 코팅 시간이 10 분일 때  $6.96 \pm 1.42$  이고, 60 분일 때  $0.18 \pm 0.43$  이고, 120 분일 때  $0.30 \pm 0.24$  이고, 180 분일 때  $0.03 \pm 0.14$  로 측정되었다. 코팅 시간이 증가함에 따라 Fe 성분의 원자 분포는 감소하는 경향을 나타내었다. 그리고 코팅 시간 10 분에서는 코팅 시편의 표면에 완전하게 코팅 층이 생성되지 않은 것으로 사료된다. 또한, 시험된 코팅 시간 범위내에서는 60 분 이상에서 완전한 코팅 층이 생성되었다고 사료된다.

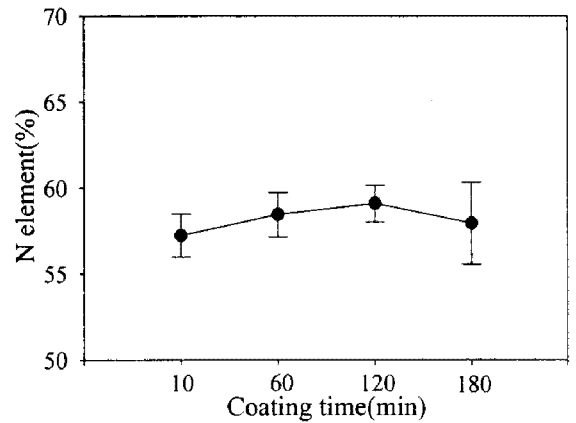


Fig. 7 An atomic distribution of N element by coating time

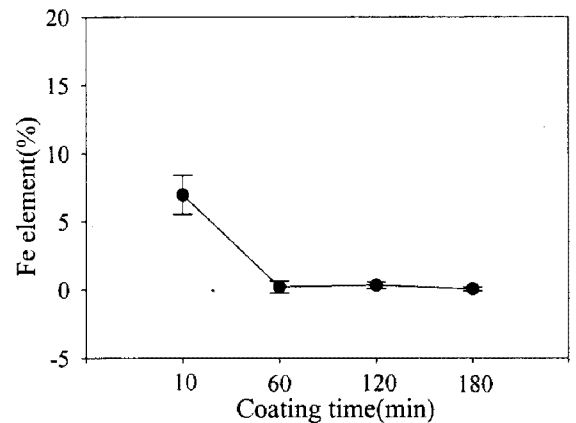
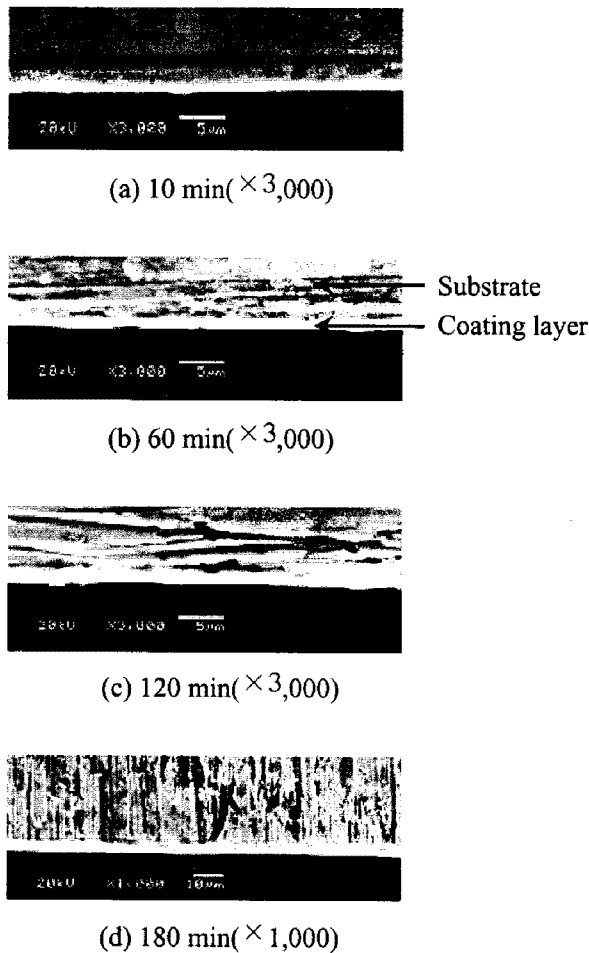


Fig. 8 An atomic distribution of Fe element by coating time

#### 4.3 코팅 두께 층과 밀착력

Fig. 9 는 코팅 시간에 따라 증착된 TiN 코팅 층의 두께 사진을 나타낸 것이다. Fig. 9(a)는 코팅 시간 10 분일 때 결과이며, 두께는  $1 \mu\text{m}$  이고, Fig. 9(b)는 60 분일 때  $2 \mu\text{m}$  이다. Fig. 9(c)는 120 분일 때  $2.8 \mu\text{m}$  이고, Fig. 9(d)는 180 분일 때  $4 \mu\text{m}$  이다. 시험된 코팅 시간 범위내에서는 코팅 시간이 1 시간씩 증가함에 따라 코팅 층의 두께가  $1 \mu\text{m}$  이내로 두꺼워졌다. 그리고 TiN 코팅이 요구되는 코팅 층의 범위[8]인  $2 \sim 4 \mu\text{m}$  은 최소 60 분 이상 소요되는 것으로 나타났다.

밀착력[9]은 니히라 노부히로[10]가 제안한 로크웰경도 시험법으로 측정되었다. 제안된 밀착력의 등급은 HF 1에서 HF 6 까지 구분되며, HF 1에서 HF 4 등급까지가 충분한 밀착력을 가지고 있다고 평가된다.

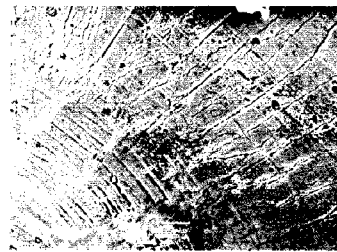
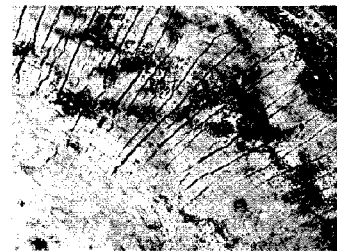
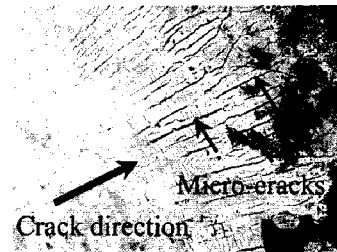
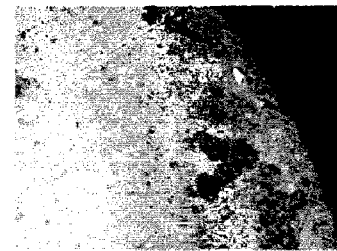


**Fig. 9 Cross-sectional micro-structure of TiN coated layer by SEM**

Fig. 10 은 압흔에 생성된 TiN 코팅 층의 크랙 파형을 SEM 사진으로 나타낸 것이다. Fig. 10(a)는 코팅 시간이 10 분일 때의 결과이며, 크랙 파형이 관찰되지 않았다. 그 이유는 Fig. 9(a)에서 보는 바와 같이 1  $\mu\text{m}$  이하의 코팅 층에 기인되기 때문이다. 그리고 코팅 시간 60 분과 120 분일 때의 경우, Fig. 10(b)와 Fig. 10(c)에서 보는 바와 같이 크랙과 크랙사이의 파형 폭이 약 10  $\mu\text{m}$  이하로 나타났고, Fig. 10(d)의 코팅 시간 180 분에서는 파형 폭이 약 10  $\mu\text{m}$  이상으로 나타났다. 밀착력은 코팅 시간 60 분 이상에서 HF 4 급 이상의 양호한 밀착력을 나타냈다. 그리고 밀착력은 시험된 코팅 시간 범위 내에서는 코팅 시간 120 분에서 상대적으로 밀착력이 우수하다고 사료된다.

## 5. 결론

본 연구에서는 AIP 코팅법에서 코팅 시간이 코



**Fig. 10 Crack types on TiN coated layer after indentation( SEM,  $\times 1,100$ )**

속도강(SKH51)의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향을 실험적으로 고찰하였다. 코팅 시간의 변화에 따른 코팅 표면의 성분 분포는 EDS 로 측정하였고, 시간에 따른 코팅 층의 두께 변화량은 SEM 으로 측정하였다. 그리고 코팅 시간 변화에 따른 코팅 층의 표면거칠기, 미소경도, 밀착력 등의 기계적 성질에 대하여 정량화를 시도하였다.

결론적으로 표면거칠기는 코팅 전과 비교하여 나빠졌다. 그 이유는 이온 세정 공정에서 발생된 직경 2  $\mu\text{m}$  이하의 Droplet 에 기인된다. 그리고 시험된 코팅 시간 범위내에서는 코팅 시간 60 분 이상에서 미소경도, 코팅 두께, 밀착력, Ti 성분의 원자 분포 등에 영향을 미친다.

## 후 기

본 연구는 한국산업기술재단에서 지원한 지역 혁신인력양성사업 및 2006 년도 지방대학혁신역량 강화사업(NURI)의 일환으로 실시된 연구 결과의 일부임.

## 참 고 문 헌

- [1] B. Lux, R. Haubner and C. Wohlrab, 1989, "Chemically vapour-deposited hard coatings : Applications and selection guidelines", Int. J. Surface and Coatings Tech., Vol. 38, pp. 267~280.
- [2] M. Benmalek, P. Gimenez, P. Peyre and C. Tournier, 1991, "Characterization and comparison of TiN layers deposited by different physical vapour deposition processes", Int. J. Surface and Coatings Tech., Vol. 48, pp. 181~187.
- [3] K. S. Fancey, 1995, "A coating thickness uniformity model for physical vapour deposition systems", Int. J. Surface and Coatings Tech., Vol. 71, pp. 16~29.
- [4] K. Akari, H. Tamagaki and T. Kumakiri, 1990, "Reduction in macroparticles during the deposition of TiN films prepared by arc ion plating", Int. J. Surface and Coatings Tech., Vol. 43~44, pp. 312~323.
- [5] G. H. Kang, H. Uchida and E. S. Koh, 1994, "Macro-particle-free TiN films prepared by arc ion-plating process", Int. J. Surface and Coatings Tech., Vol. 68~69, pp. 141~145.
- [6] H.J. Kim, M.S. Joun and N.K. Kim, 2006, "Effect of Furnace Temperature on the Property of TiN-Coated Layer on Hard Metal by Arc Ion Plating", J. of the Korean Society of Machine Tool, Vol. 15, No. 1, pp.49~55.
- [7] H.J. Kim, S.W. Lee and M.S. Joun, 2006, "Experimental Study on effect of Furnace Temperature on TiN-Coating of High Speed Steel by Arc Ion Plating", J. of the Korean Society of Precision Eng., Vol. 23, No. 2, pp.97~103.
- [8] J.S. Kim, 2001, "Tendency of PVD coating technology on Metal cutting tools", J. of the Korean Society of Precision Eng., Vol. 18, No. 8, pp.11~17.
- [9] K.H. Kim, D.S. Han and S.K. Kim, 2003, "Adhesion properties of arc ion-plated TiN coatings with WC particle size, Co content and surface roughness", Int. J. Surface and Coatings Tech., Vol. 163-164, pp 605~609.
- [10] S.W. Kim, 2004, "Technical Materials: Consideration on the Evaluation of Adhesion Force of thin film with Rockwell and Scatch Tester", J. of the Korean Society for Heat Treatment, Vol. 17, No. 6, pp 365~369.