

# AIP 코팅법에서 로의 온도가 초경합금의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향

김해지<sup>+</sup>, 전만수<sup>++</sup>, 김남경<sup>\*</sup>

(논문접수일 2005. 8. 11, 심사완료일 2005. 10. 19)

## Effect of Furnace Temperature on the Property of TiN-Coated Layer on Hard Metal by Arc Ion Plating

Hae-Ji Kim<sup>+</sup>, Man-Soo Joun<sup>++</sup>, Nam-Kyung Kim<sup>\*</sup>

### Abstract

The effect of coating temperature with regard to surface properties of TiN-coated layer on hard metal(WC-Co) are experimentally investigated. Hardness, surface roughness, TiN coating thickness and adsorption force were measured in order to evaluate the effect of coating temperature. The two-way ANOVA method is used in order to evaluate the experimental data. In AIP processing, It is concluded that the furnace temperature in the range of 400°C~500°C affected to a little increasing the number of production with the coating temperature.

**Key Words** : Arc Ion Plating(아크이온플레이팅), Furnace Temperature(로온도), Hard Metal(초경합금), Surface Property(표면성질)

## 1. 서론

금속재료의 내마모성 향상을 위한 표면처리 기술로서, 화학증착법(chemical vapor deposition, CVD)<sup>(1)</sup>을 이용한 기술 위주로 발전되어 왔다. CVD 코팅법은 피막의 균일성, 밀착력, 공구수명 등의 장점으로 절삭공구, 금형 등에 널리 사용되고 있다<sup>(2)</sup>. CVD 코팅은 약 1000°C 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 고가, 불안정성, 독성 등의 문제로 제한적으로 사용되고 있다. 이러한

<sup>+</sup> 경상대학교 대학원 기계공학과

<sup>++</sup> 경상대학교 기계항공공학부

<sup>\*</sup> 교신저자. 진주산업대학교 자동차공학과 (nkkim@jinju.ac.kr)

주소: 660-758 경남 진주시 철암동 150번지

문제를 개선시키기 위하여 500°C 이하의 온도에서 코팅이 가능한 물리증착법(physical vapor deposition, PVD)<sup>(3-5)</sup>을 이용한 코팅기술들이 개발되었다. 대표적인 PVD법에는 이온빔증착(ion beam deposition, IBD)코팅법, 스퍼터링(sputtering)코팅법, 아크이온플레이팅(arc ion plating, AIP)<sup>(6-9)</sup> 코팅법 등이 있다. 이러한 코팅법 중에서 높은 전기적 에너지를 이용하는 이온 플레이팅 코팅법이 공구 및 금형의 코팅에 많이 적용되고 있다. 그리고 이온 플레이팅 장비들은 크게 전자빔법, HCD(hollow cathode discharge)법 및 AIP 법으로 나누어진다. AIP법은 기존 방법들이 비정상 방전구역을 이용하는데 반하여 진공 아크(vacuum arc)를 사용한다는 점에서 큰 차이가 있다. 또한, AIP 코팅법은 다른 물리증착법에 비해 80% 이상의 높은 이온화율과 이온에너지로 인하여 우수한 밀착력, 박막의 균일성, 박막 두께 조절의 우수성, 코팅층 조직의 치밀성 등의 장점 때문에 가장 널리 사용되고 있다. 그러나 AIP 코팅법에서 공정변수인 온도, 진공도, N<sub>2</sub> 유입량, 바이어스 전압 등이 코팅에 미치는 영향에 관한 연구는 거의 이루어지지 않았다. 그 이유는 코팅기술이 산업계에서 공정적용 기술 위주로 발전해 왔기 때문이다.

본 논문에서는 냉간 단조용 펀치의 소재로 사용되고 있는 초경합금(WC-Co)에 대하여 AIP 코팅법에서 로의 온도가 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향을 실험적으로 평가하고자 한다.

## 2. 아크 이온 플레이팅 코팅 공정

AIP 코팅법은 아크로 이온을 증발시켜 모재에 타겟(target) 금속을 코팅하는 기술이다. 즉, N<sub>2</sub> 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. 1은 AIP 코팅의 메커니즘을 나타내었다.

## 3. 실험장치 및 방법

본 연구에 사용된 초경합금(WC-Co) 소재의 화학적 조성을 Table 1에 나타내었다. 동일 조건하에서 실험을 하기 위하여 코팅 시편의 크기는 직경 20mm, 두께 10mm로 하였다. 전처리 공정에서는 열처리된 시편의 산화막을 제거하기

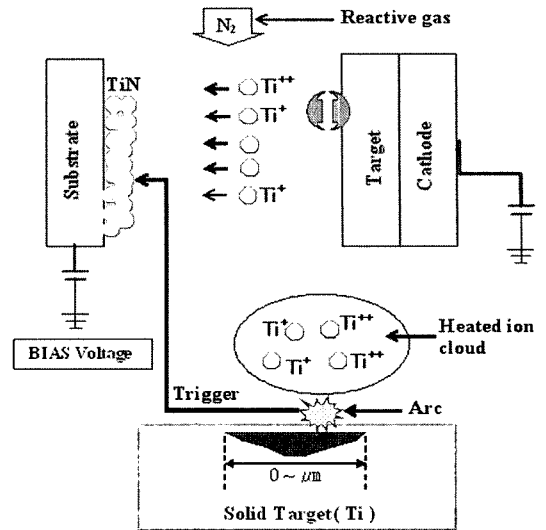


Fig. 1 Mechanism of AIP coating

위하여 쇼트처리를 하였고, 코팅될 면은 샌드 페이퍼(sand paper)로 #400~#1200까지 순차적으로 연마하였다. 그리고 최종적으로 양모 휠과 다이아몬드 페이스트로 마무리를 하였다. 시편의 표면정도를 높이기 위하여 미세 버(burr)를 제거하였다. 시편을 로에 장입하기 전에 초음파 세정 시스템에서 약 15분간 세정, 행균, 증기 탈지 등을 수행하였다. AIP 코팅법에서 이온세정과 본 코팅의 작업조건을 Table 2에 정리하였다. Fig. 2에서는 증착온도가 450°C일 때 AIP 공정에서 로의 온도변화를 나타내었다. 일정 시간 가열 후,

Table 1 Chemical composition of hard metal(WC-Co)

Chemical composition(%)				
W	Co	Ti	Ta(Nb)	C
84~90	4~7	0~1	0~2	5~6

Table 2 Working condition in AIP processing

Arc ion bombardment	Deposition
- Temperature : 400°C	- Temperature :
- Bias voltage : -800V	400, 450, 500°C
- Vacuum rate : 4×10 <sup>-4</sup> torr	- Bias voltage : -100V
- Time : 10min	- Vacuum rate : 7.5×10 <sup>-3</sup> torr
- Specimen :	- Time : 110min
WC-Co hard metal	- N <sub>2</sub> gas flow rate :
	0.75× 10 <sup>-6</sup> m <sup>3</sup> /s

본 코팅 전의 진공도는 평균적으로  $1.5 \times 10^{-5}$  torr로 유지시킨다. 그리고 400°C(a)에서 180분 가열한 후 420°C(b)에서 약 10분간 이온세정, 450°C(c)에서 110분간 코팅을 수행한다.

본 논문에서는 로의 온도가 TiN 코팅 층 성질에 미치는 영향을 평가하기 위하여 Fig. 2의 증착온도(c)를 400, 450, 500°C의 조건으로 설정하였다. 나머지 공정변수인 전압, 시간, 반응가스량 등은 모두 동일하게 설정하였다. 소재는 초경합금(WC-Co)을 사용하였고, 증착시간은 모두 110분으로 하였다. N<sub>2</sub> 가스를 공급함과 동시에 바이어스(Bias) 전압을 낮추어 TiN 코팅을 실시하였다. 코팅이 끝난 후에는 로 내의 온도가 150°C 이하가 될 때까지 계속 진공도를 유지하며 서냉하였다.

Fig. 3은 본 실험에 사용된 아크타입 AIP-780 코팅기의 사진을 나타내었다. 표면경도 측정을 위하여 로크웰경도시험기(Daekyung TECH, DTR-300, load : 150kg, load time : 30sec)와 미소경도시험기(AKASHI, MVK-H1, load : 20g, load time : 30sec)를 사용하였다.

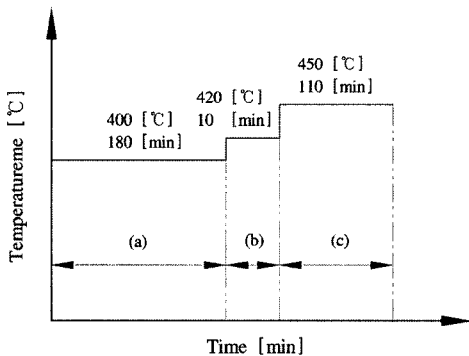


Fig. 2 The temperature variation of general furnace in AIP processing

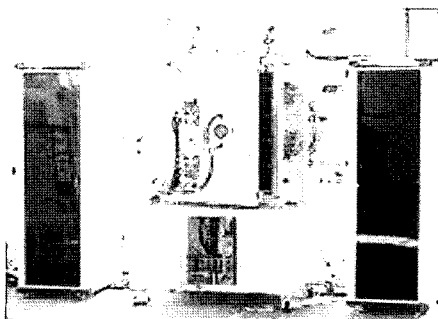


Fig. 3 AIP-780 coating machine

표면 거칠기의 측정을 위하여 촉침식 표면조도계(Mitutoyo, SV-3000)를 사용하였다. 측정구간 4mm와 cut off 0.8mm를 설정하여 표면 거칠기를 측정한 후, 중심선 평균 거칠기(Ra, μm)로 나타내었다. 코팅 두께 층과 밀착력 형상은 주사전자현미경(JEOL, JSM-5600LV)으로 측정하였다.

표면경도, 표면 거칠기, 코팅 두께 층 등의 측정은 코팅 전의 시편 5개, 각 온도별 시편 15개에 대하여 실시되었다. 측정결과와 정규성을 검증하기 위하여 이원 분산 분석(two-way ANOVA) 통계처리방법을 이용하였으며, 정규성은 잔차(residual)의 정규 확률 그래프로 나타내었다. 여기에서 잔차는 분석된 결과 중에 본질적인 불확실성을 나타내는 오차를 잔차(residual)라 하고, 표준화된 잔차들을 이용하여 정규 확률 플롯을 그렸을 때 점들이 직선상에 랜덤하게 배열되어 있으면 정규성을 만족한다고 본다. 통계처리 프로그램으로 Minitab이 사용되었다<sup>(10)</sup>.

## 4. 실험결과 및 고찰

### 4.1 표면 경도 및 표면 거칠기의 영향

본 논문에서는 로의 온도가 초경합금에 미치는 열 영향 및 coating층의 경도 영향에 대하여 로크웰 경도치와 미소경도치를 측정하여 분석하였다.

Fig. 4는 로의 온도에 따른 코팅 전과 후의 로크웰 경도치(HRC)를 그래프로 나타내었다. 코팅 전의 평균경도치와 표준편차는  $78.0 \pm 0.3$ , 코팅 후의 평균경도치와 표준편차는 400°C일 때  $77.8 \pm 0.5$ , 450°C일 때  $76.8 \pm 0.7$ , 500°C일 때  $76.3 \pm 1.1$  등으로 측정되었다. 로의 온도가 증가함에 따라

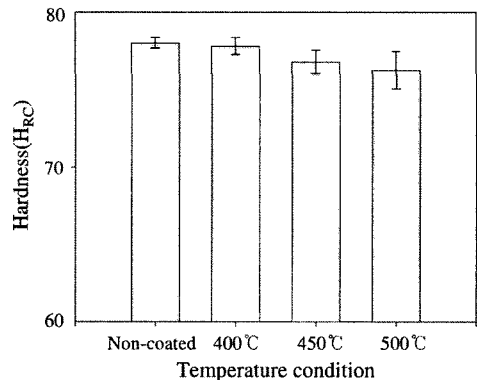


Fig. 4 Rockwell-hardness with the temperature of TiN coatings

미소하게 낮아지는 경향을 알 수 있었다.

Fig. 5는 온도를 독립변수로, 로크웰 경도치를 종속변수로 두었을 때 분석된 잔차의 정규 확률분포를 나타내고 있다. 그림에서 보는 바와 같이 잔차는 0을 기준으로 +2~-2 범위 내에서 선형(linear)을 이루고 있어 측정된 결과들은 정규분포를 따른다고 사료된다.

Fig. 6은 코팅 전과 후의 미소 경도치(Hv)를 그래프로 나타내고 있다. 코팅 전의 평균 미소 경도치와 표준편차는 1498±7.5로 나타났다. 코팅 후의 평균 미소 경도치와 표준편차는 400℃일 때 1856±11.7, 450℃일 때 1858±13.5, 500℃일 때 1912±7.5 등으로 측정되었다. 코팅 전의 평균 미소경도치 비교하여 코팅 후의 전체 평균 미소경도치가 약 25.2% 증가하였다. 그리고 시험한 온도 범위 내에서는 500℃에서 우수한 결과를 얻을 수 있었다.

Fig. 7은 온도를 독립변수로, 미소 경도치를 종속변수로 두었을 때 분석된 잔차의 정규 확률분포를 나타내고 있다.

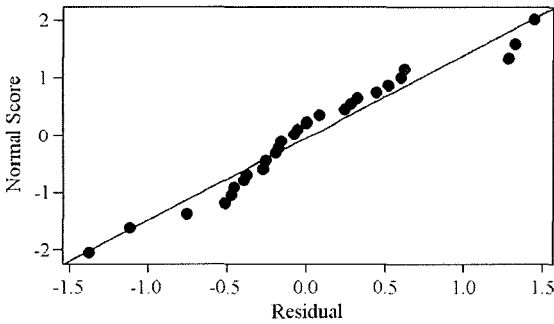


Fig. 5 Normalized probability plot of the residual for Rockwell-hardness

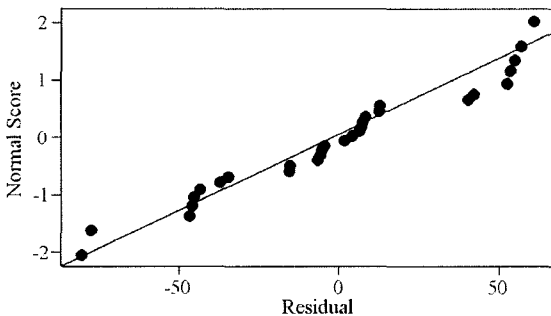


Fig. 7 Normalized probability plot of the residual for Micro-hardness

그림에서 보는 바와 같이 잔차는 0을 기준으로 +2~-2 범위 내에서 선형을 이루고 있어 측정된 결과들은 정규분포를 따른다고 사료된다.

Fig. 8은 코팅 전과 후의 측정된 표면 거칠기에 대하여 그래프로 나타내고 있다. 코팅 전의 표면 거칠기의 평균(Ra, μm)과 표준편차는 0.019±0.004로 나타났다. 로의 온도에 따른 표면 거칠기의 평균과 표준편차는 400℃일 때 0.072±0.001, 450℃일 때 0.047±0.001, 500℃일 때 0.025±0.002 등으로 측정되었다. 온도가 증가함에 따라 표면 거칠기는 낮아지는 경향을 알 수 있었다.

Fig. 9는 온도를 독립변수로, 표면 거칠기를 종속변수로 두었을 때 분석된 잔차의 정규 확률분포를 나타내고 있다. 그림에서 보는 바와 같이 잔차는 0을 기준으로 +2~-2 범위 내에서 선형을 이루고 있어 측정된 결과들은 정규분포를 따른다고 사료된다.

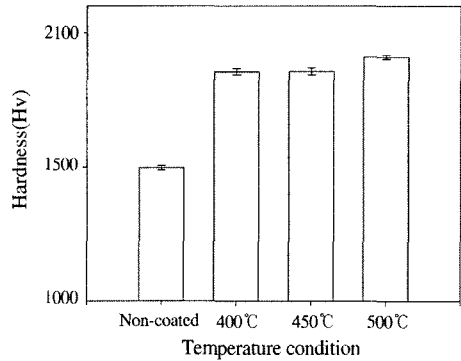


Fig. 6 Micro-hardness with the temperature of TiN coatings

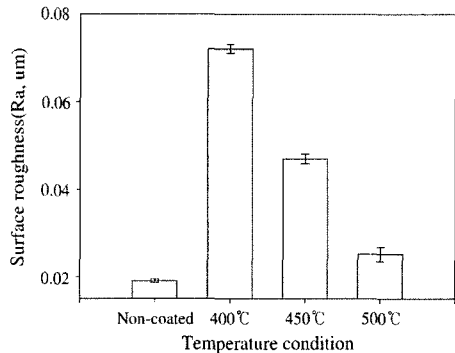


Fig. 8 Surface roughness with the temperature of TiN coatings

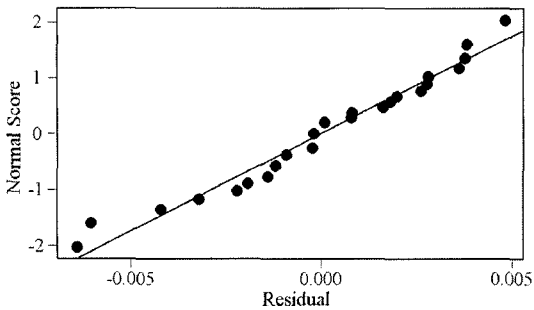


Fig. 9 Normalized probability plot of the residual for surface roughness

#### 4.2 TiN 코팅 두께의 영향

Fig. 10은 TiN 코팅 층을 사진으로 나타낸 것이다. TiN 코팅 층은 로의 온도가 400℃일 때 2.25μm, 450℃일 때 2.01μm, 500℃일 때 1.95μm 등으로 측정되었다. AIP 공정에서 코팅 층의 두께 1~4μm<sup>(11)</sup>을 만족하는 결과임을 알 수 있었다. 따라서 시험한 온도 범위 내에서 온도가 TiN 코팅 층의 두께에 미치는 영향은 적음을 알 수 있었다.

#### 4.3 밀착력 형상의 영향

밀착력을 평가하는 기존의 방법은 테이프시험(tape test),

당겨떼내기(pull-off test), 벗겨떼내기(peel-off test), 압입자 이동 시험법(scratch test)<sup>(12)</sup> 등이 있다. 본 논문에서는 위의 시험법에 비교하여 소요시간 단축, 분석법이 쉬운 압흔에 의하여 발생된 크랙의 파형분석법을 제시하였다. 이를 통하여 코팅 층의 밀착력을 평가하였다<sup>(13)</sup>. 밀착력의 판정 기준은 1등급에서 6등급까지로 규정되어 있고, 1등급의 경우 압흔의 중심으로부터 사선형태의 크랙이 생성되었을 때 TiN 코팅의 밀착력을 1등급으로 판정한다.

Fig. 11은 TiN 코팅 층에 다이아몬드 압입자로 하중 150kg을 30초 동안 가하여 나타난 압흔 형상을 나타낸 것이다. 밀착력 형상은 압흔의 중심에서 사선형태로 1등급의 크랙 파형이 생성되었고, 시험한 온도 범위 내에서 거의 동일한 크랙 파형이 나타났다.

#### 4.4 온도변화에 따른 TiN 코팅 후의 펀치 수명 비교

냉간단조 공정 중의 하나인 후방압출로 생산되는 단조품(자동차용 베어링 축)에 대하여 온도 조건에 따라 TiN 코팅된 초경 펀치의 수명을 평가하였다.

Fig. 12 (a)는 TiN 코팅된 펀치를, Fig. 12 (b)는 냉간단조 후의 제품 형상을 나타내었다.

Fig. 13은 코팅 전과 코팅 후에 초경 펀치를 사용하여 실공정 적용후의 생산량을 비교하여 나타내었다. 그림에

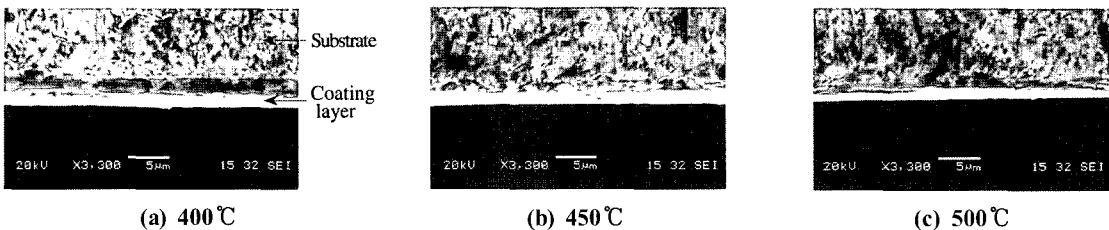


Fig. 10 Cross-sectional micro-structure of TiN coated layer by SEM

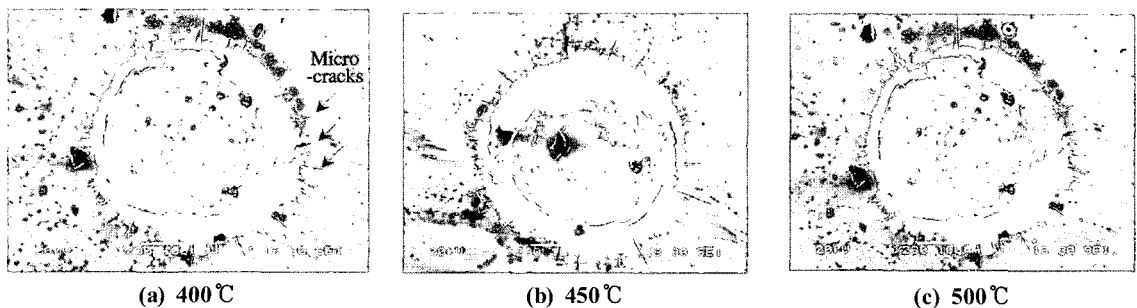


Fig. 11 Crack types on TiN coated layer after indentation(SEM : ×230)

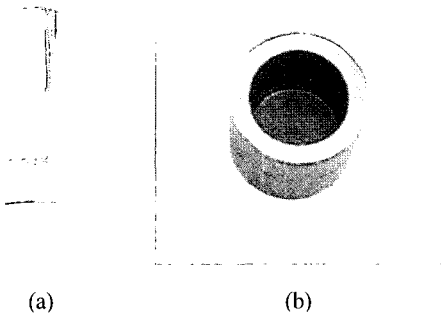


Fig. 12 Examples of TiN coated punch and forging part

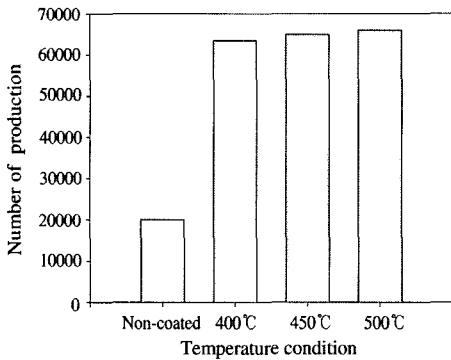


Fig. 13 Number of production with the temperature of TiN coating

서 보는 바와 같이 코팅 전에는 약 20,000개, 400°C일 때 63,000개, 450°C일 때 64,500개, 500°C일 때 65,000개를 생산하였다. 코팅 전에 비하여 펀치의 수명이 약 3배 정도 향상되었다. 그리고 온도 변화에 따라 TiN 코팅된 펀치의 경우, 로의 온도가 올라 갈수록 펀치의 사용회수가 증가함을 보였다. 그 원인은 다른 온도에 비해 500°C에서 미소경도치가 높았고, 표면 거칠기는 낮았기 때문으로 사료된다.

### 5. 결론

AIP 코팅법에서 로의 온도가 초경합금의 TiN 코팅 층 성질에 미치는 영향에 대하여 실험과 통계학적 고찰을 통하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

- (1) 초경합금(WC-Co)의 코팅 전과 코팅 후에 측정된 로크웰 경도치는 온도가 증가함에 따라 미소하게 낮아진다. 미소 경도치는 코팅전과 비교하여 전체에 대한 평균치

로 약 25.2% 증가하였다. 표면 거칠기는 온도가 증가함에 따라 낮아진다.

- (2) TiN 코팅 층은 대략 2.07 $\mu$ m으로 거의 일정하게 코팅 층이 형성되었고, 밀착력 형상은 양호한 크랙 파형이 생성되었다.
- (3) TiN 코팅한 펀치는 약 3배 이상의 사용회수가 증가되었으며 로의 온도가 증가함에 따라 TiN 코팅된 펀치의 수명이 약간 증가하였다.

### 참고 문헌

- (1) Lux, B., Haubner, R. and Wohlrab, C., 1989, "Chemically vapour-deposited hard coatings : Applications and selection guidelines," *Int. J. Surface and Coatings Tech.*, Vol. 38, pp. 267~280.
- (2) Morosanu, C.E., 1990, "Thin Films by Chemical Vapor Deposition," *Elsevier*, Amsterdam.
- (3) Benmalek, M., Gimenez, P., Peyre, P. and Tournier, C., 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.
- (4) Fancey, K. S., 1995, "A coating thickness uniformity model for physical vapour deposition systems," *Int. J. Surface and Coatings Tech.*, Vol. 71, pp. 16~29.
- (5) Cunha, L., Andritschky, M., Pischow, K. and Wang, Z., 1999, "Microstructure of CrN coatings produced by PVD techniques," *Thin Solid Films*, Vol. 355~356, pp. 465~471.
- (6) Akari, K., Tamagaki, H. and Kumakiri, T., 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.
- (7) Kang, G. H., Uchida, H. and Koh, E. S., 1994, "Macroparticle-free TiN films prepared by arc ion-plating process," *Int. J. Surface and Coatings Tech.*, Vol. 68~69, pp. 141~145.
- (8) Lee, M. J., Kim, K. L. and Ryu, B. H., 2000, "A Study for Cutting Resistance of TiN Coated Tools," *J. of the Korean Society of Machine Tool*, Vol. 9, No. 2, pp. 87~95.

- (9) Fengqun, L. and Zhiming, Yu., 2001, "The corrosion resistance and wear resistance of thick TiN coatings deposited by arc ion plating," *Int. J. Surface and Coatings Tech.*, Vol. 145, pp. 80~87.
- (10) Iretech,Ltd, 2004, "New Minitab Manual", pp. 483~535.
- (11) Kim, J. S., 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.
- (12) Ouyang, J. H. and Sasaki, S., 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.
- (13) Gu, C. W., Kim, H. S. and Lee, S. R., 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.