

실험계획법에 의한 니켈기 경질 용사코팅의 최적 공정 설계 Process Optimization for Thermal-sprayed Ni-based Hard Coating by Design of Experiments

김균택 · 김영식
K. T. Kim and Y. S. Kim

(접수일 : 2009년 9월 15일, 수정일 : 2009년 9월 30일, 채택확정 : 2009년 10월 6일)

Key Words : Thermal Spray(용사법), Ni-based Hard Coating(니켈기 경질 코팅), Analysis of Variance(분산분석), Process Optimization(최적공정설계), Design of Experiments(실험계획법), Orthogonal Array(직교배열표)

Abstract : In this work, the optimal process has been designed by $L_9(3^4)$ orthogonal array and analysis of variance(ANOVA) for thermal-sprayed Ni-based hard coating. Ni-based hard coatings were fabricated by flame spray process on steel substrate. Then, the hardness test and observation of microstructure of the coatings were performed. The results of hardness test were analyzed by ANOVA. The ANOVA results demonstrated that the acetylene gas flow had the greatest effect on hardness of the coatings. The oxygen gas flow was found to have a neglecting effect. From these results, the optimal combination of the flame spray parameters could be predicted. The calculated hardness of the coatings by ANOVA was found to lie close to that of confirmation experimental result. Thus, it was considered that design of experiments design using orthogonal array and ANOVA was useful to determine optimal process of thermal-sprayed Ni-based hard coating.

1. 서 론

최근 급격한 산업의 발달에 따라 재료들의 사용 환경은 가혹해지고, 기능적으로는 더욱 뛰어난 성능을 요구받고 있다. 이러한 요구에 부응하여 재료의 표면에 탁월한 성능을 부여할 수 있는 표면개질 기술들이 개발되어 여러 산업분야에 적용되고 있다¹⁻⁴⁾. 이러한 표면개질기술들 중 용사법은 기재(substrate)에 대한 열영향이 적고, 다양한 코팅재료를 사용할 수 있으며, 기재의 형상이나 크기에 제약이 적어 그 적용 분야가 점차 증대되고 있다⁵⁾.

산소-아세틸렌 화염을 열원으로 하는 프레임(flame) 용사법은 구조가 간단하고 운용비용이 저렴하며 분말, 선재 및 봉재 등 여러 가지 형태의 다양한 재료를 사용할 수 있어 여러 산업 현장에서 널리 사용되고 있다. 프레임 용사법에서는 산소 유

량, 아세틸렌 유량, 분말 송급률 및 용사 거리와 같은 제어가능한 요인들과 기온이나 습도와 같은 환경적 요인들이 용사 코팅층의 품질에 영향을 미친다. 산업 현장에서 프레임 용사법을 사용할 때에는 제어 요인들을 적절히 조절하여 얻고자 하는 성능을 만족시키는 최적의 공정조건을 찾아야 할 필요가 있다. 그러나 대부분의 산업 현장에서는 용사코팅의 성능에 영향을 미치는 요인들에 대한 정량적인 분석이 없이 현장 작업자의 경험과 시행착오에 의한 방법에 의존하여 공정조건을 결정하고 있다. 이러한 결과 코팅의 품질이 일정하지 못하여 불량률이 자주 발생하고, 코팅제품에 대한 신뢰성이 떨어지는 등 내구성과 생산성에 많은 문제점을 안고 있다⁶⁾. 따라서 용사법의 적용을 확대하기 위해서는 요구되는 성능을 충족시킬 수 있는 최적의 공정조건 도출과 품질관리를 위한 객관적인 방법의 정립이 필요하다.

김영식(책임저자) : 부경대학교 기계공학부
E-mail : yeongsik@pknu.ac.kr, Tel : 051-629-6155
김균택 : 부경대학교 대학원

Table 1 Chemical compositions of Ni-based powder used(wt %)

Ni	Cr	Si	B	Cu	Mo	Fe	C
53.68	14.47	6.70	17.40	2.22	1.47	2.11	1.96

Table 2 Control factors and their levels

Factors	Symbol	First level	Second level	Third level
Oxygen gas flow (ft ³ /h)	A	35	44	53
Acetylene gas flow (ft ³ /h)	B	44	55	66
Powder feed rate (lb/min)	C	24	30	36
Spray distance (mm)	D	160	200	240

실험계획법(design of experiments)은 각각의 인자가 특성치에 미치는 영향을 분석할 수 있도록 인자와 수준을 적절히 배치하여 실험을 설계하는 방법이다. 이 중 직교배열표(orthogonal array)를 이용한 실험계획법은 최소한의 실험횟수로서 각각의 인자가 특성치에 미치는 영향에 대해 분석할 수 있으며, 용이하게 최적조건을 도출할 수 있어 산업 현장과 공학 및 과학 실험 분야 등에 널리 적용되고 있다⁷⁻¹⁰⁾. 그러나 아직 국내에서는 용사코팅의 최적공정조건 도출이나 품질관리를 위해 실험계획법을 적용한 사례는 그리 많지 않은 실정이다.

이에 본 연구에서는 니켈기 경질 용사코팅의 최적공정 설계를 위한 연구의 일환으로, 직교배열표를 이용하여 실험계획을 세우고 실험의 결과를 바탕으로 분산분석을 수행하여 최적의 공정조건을 도출하였다. 또한 검증실험을 통해 직교배열표와 분산분석을 이용한 통계적 방법의 유효성을 입증하였다.

2. 실험방법

2.1 재료

본 실험에서 사용된 용사재료는 Sulzer Metco Co.의 니켈기 합금 분말인 16CNS로서 그 조성은 Table 1과 같다. 기재는 5 mm 두께의 SS400 강판을 사용하였으며, 용사 전 기재의 표면을 #23 알루미나 그릿트로 블라스트 처리를 하고 아세톤으로 초음파 세척을 하였다. 이와 같이 전처리된 기재의 표면에 Sulzer Metco Co.의 flame spray system(6P-II)을 사용하여 실험계획에 따라 시험편을 제조하였다.

2.2 실험계획

본 연구에서는 용사코팅층의 품질에 영향을 미치는 주요 인자로서 산소 유량, 아세틸렌 유량, 분말 송급률 및 용사 거리의 4가지를 선정하고, 인자의 수준을 각각 3가지로 하였다. 산소 유량의 경우 35, 44 및 53 ft³/h, 아세틸렌 유량의 경우 44, 55 및 66 ft³/h, 분말 송급률의 경우 24, 30 및 36 lb/min, 용사 거리는 160, 200 및 240 mm로 각각 20%의 간격을 두었다. 본 연구의 실험계획에 사용한 인자와 수준을 Table 2에 정리하였다. Table 3은 본 연구에서 사용된 4인자 3수준계의 L₉(3⁴) 직교배열표이다. 이 직교배열표의 9개 조건에 대한 시험편을 2조씩 제작하였다. 본 연구에서는 니켈기 경질 용사코팅층의 특성치를 경도로 하고, 측정된 경도를 바탕으로 분산분석을 실시하였다.

Table 3 L₉(3⁴) orthogonal array

Experimental No.	Factors			
	A	B	C	D
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

Table 4 Experimental lay out and results of hardness

Experimental No.	Factors				Measured hardness (Hv)		
	A	B	C	D	Y ₁	Y ₂	Y _{mean}
1	1	1	1	1	625.0	630.5	627.7
2	1	2	2	2	762.2	822.3	792.3
3	1	3	3	3	802.7	740.3	771.5
4	2	1	2	3	625.2	707.9	666.5
5	2	2	3	1	834.4	768.8	801.6
6	2	3	1	2	784.6	737.1	760.8
7	3	1	3	2	767.4	740.4	753.9
8	3	2	1	3	639.5	734.2	686.8
9	3	3	2	1	796.5	793.9	795.2

Table 5 Results of the analysis of variance

Symbol	Degree of freedom (DF)	Sum of squares (SS)	Mean of square (MS)	F characteristic	Contributions (%)
B	2	22626.996	11313.498	42.455	40.6
C	2	21480.319	10740.159	40.303	38.5
D	2	11105.550	5552.775	20.837	19.9
Error	2	532.959	266.480		
Total	8	55745.824			

Table 6 Results of confirmation experiment

Confirmation experiment results (Hv)			Calculated values (Hv)	Difference (Hv)
Y ₁	Y ₂	Y _{ort}	Y _{ort,cal}	Y _{ort} -Y _{ort,cal}
827.55	815.86	821.71	781.4±56.01	35.31

아울러 이 분산분석의 결과를 토대로 최적공정조건에서의 경도 추정구간을 구하고, 이 추정구간의 유효성을 입증하기 위해 검증실험을 실시하였다.

2.3 특성치 측정

전술한 바와 같이 본 연구에서 특성치로 선정된 코팅층의 경도를 마이크로 비커스 경도시험기 (Akashi, MVK-H1)를 사용하여 측정하였다. 하중 500 g, 압입시간 10 sec의 시험조건으로, 한 시험편 당 15회 경도를 측정하여 그 평균값을 취하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 분산분석

직교배열표에 따라 제작된 니켈기 경질 용사코팅 시험편의 경도를 Table 4에, 이를 바탕으로 한 분

산분석의 결과를 Table 5에 각각 나타내었다. 분산분석은 각각의 인자들의 특성치의 제곱합(sum of squares)을 구하고 제곱합이 가장 적은 인자항을 오차항(error)으로 풀링(pulling)하여 오차항의 자유도(degree of freedom)와 오차의 제곱합으로 각인자항의 제곱합을 나누어 분산비(variance ratio)를 구하였다. 경도의 분산분석 결과 산소 유량은 다른 세 인자들에 비하여 매우 적은 제곱합을 나타내었는데, 이는 산소 유량이 경도에 미치는 영향은 매우 작다는 것을 의미한다. 따라서 산소 유량을 오차항으로 풀링하여 다시 분산분석을 수행한 결과를 Table 5에 나타내었다. 이 결과에 의하면 용사코팅의 경도에 대해 가장 큰 영향을 미치는 인자는 아세틸렌 유량이고(40.6%), 나머지 인자들은 순서대로 분말 송급률(38.5%)과 용사거리(19.9%)인 것을 알 수 있다. Table 4에 나타난 시험편의 경도 측정

결과를 바탕으로 각각의 인자 및 수준별 평균을 정리하여 Fig. 1에 나타내었다. 그래프의 기울기는 특성치에 미치는 영향을 나타낸다. 전술한 바와 같이 아세틸렌 유량(B)과 분말 송급률(C)이 영향을 많이 미치며 산소 유량(A)은 그다지 영향을 미치지 않는 것을 나타내고 있다. 각각의 인자에 대해 가장 높은 값을 가지는 수준들의 조합이 최적공정조건이다. 본 연구에서의 최적공정조건은 A₃B₃C₃D₂, 즉 산소 유량 55 ft³/h, 아세틸렌 유량 66 ft³/h, 분말 송급률 36 lb/min, 용사 거리 200 mm이다. 한편 신뢰도 95% 수준에서 구한 최적공정조건에서의 경도 추정구간은 781.4±56.01 Hv이다.

이 최적공정조건이 직교배열표에 포함되어있지 않으므로 이의 검증을 위하여 최적공정조건으로 새로이 용사코팅 시험편을 2조 제작하였다. 검증을 위해 제작된 용사코팅 시험편에 대해 2.3에서 기술한 것과 동일한 방법으로 경도를 측정하여 그 결과를 Table 6에 나타내었다. 검증실험 결과 경도의 평균은 821.71 Hv로서, 분산분석을 통해 계산된 신뢰도 95%에서의 추정구간 781.4±56.01 Hv를 잘 만족시킨다. 또한 검증실험의 결과 측정된 경도가 직교배열표상에 제시된 9개 조건으로 제조된 시험편의 경도보다 더 높게 나타나고 있다.

본 연구에서와 같이 4인자 3수준인 경우, 전체실험법에서는 81회의 실험을 고려해야 하는데 반해 직교배열표와 분산분석을 이용하는 경우 1회의 검증실험을 포함한 10회의 실험만으로도 최적공정조건을 도출할 수 있었다. 또한 검증실험을 통하여 직교배열표와 분산분석을 이용한 통계적인 기법으로 용사코팅의 최적공정조건을 도출하는 것은 매우 유효한 것으로 확인되었다.

3.2 미세조직

Fig. 2(a)와 (b)는 각각 전술한 직교배열표상의 9개 조건중 경도가 가장 낮은 시험편(experimental No. 1, 627.7 Hv)과 가장 높은 시험편(experimental No. 5, 801.6 Hv)의 미세조직 사진이다. Fig. 2(a)에서는 용융입자가 기체에 부딪혀서 적층된 스플랫(splat)이 넓게 퍼지지 않은 상태로 적층되어 있고, 스플랫과 스플랫 간에 틈이 생겨 기공을 형성하고 있는 것이 관찰된다. 이러한 미세구조를 가지는 것은 코팅분말이 용사과정에서 완전히 용융되지 않은 상태로 적층되어 스플랫이 충분히 넓게 형성되지 못하였고 스플랫간의 결합력이

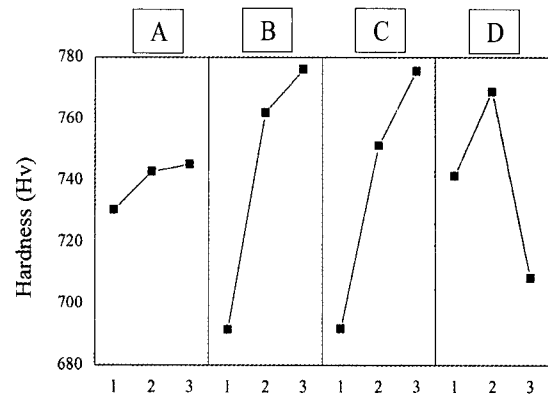


Fig. 1 Interaction plots for hardness of thermal-sprayed Ni-based hard coating

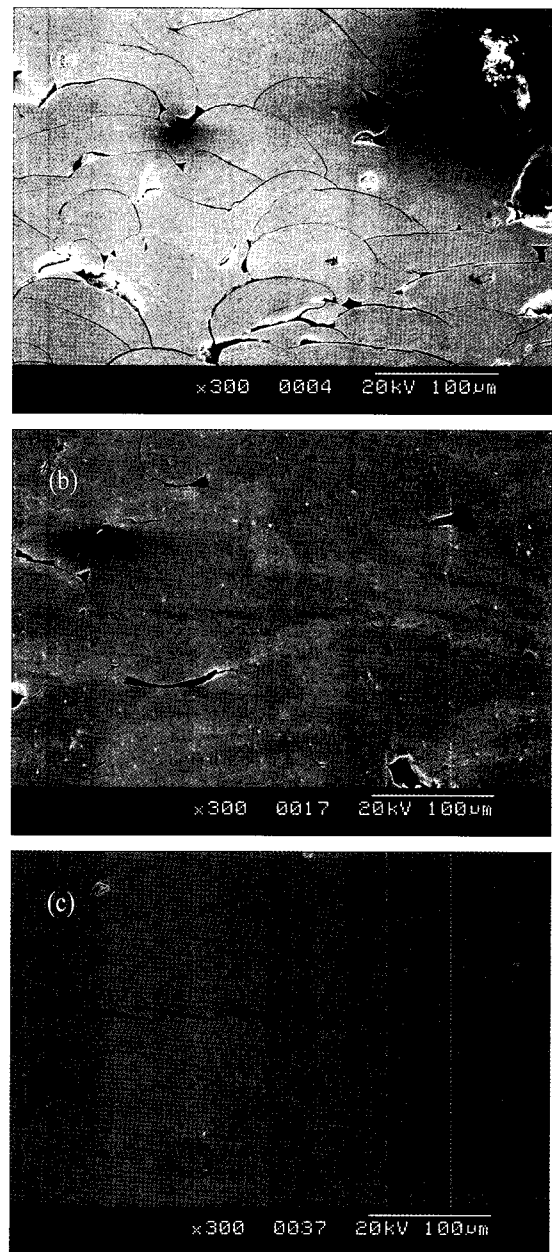


Fig. 2 Microstructure coatings : (a) experimental No. 1, (b) experimental No. 5, (c) confirmation experiment

매우 약하기 때문이다. 이와 같은 스플랫간의 약한 결합력이 코팅층의 경도가 낮게 나타나는 원인인 것으로 판단된다. 반면 Fig. 2(b)에서는 둥근 형상의 미용용 입자들이 일부 관찰되지만 스플랫들이 넓게 적층되어 있을 뿐 아니라 스플랫간의 틈이 매우 적은 것을 확인할 수 있다. 이러한 미세구조는 Fig. 2(a)의 경우와 달리 코팅분말이 충분히 용융되어 넓은 스플랫을 형성하고 또한 스플랫간의 결합력이 강하여 미용용 입자가 일부 포함되어 있음에도 불구하고 경도가 높게 나타나는 원인인 것으로 판단된다. 다른 조건의 코팅시험편에서도 스플랫간의 계면이 적게 관찰되는 시험편이 상대적으로 높은 경도를 나타내었다. Fig. 2(c)는 최적공정조건으로 제작된 코팅시험편(821.71 Hv)의 미세조직 사진이다.

사진에서 볼 수 있듯이 기공이 거의 없고 스플랫간의 경계면도 거의 관찰되지 않는데, 이러한 결과가 시험편의 경도가 직교배열표상의 9개 조건에 대한 정도보다 높게 나타나는 것으로 판단된다.

이상의 결과들로부터 용사코팅 시험편의 경도는 스플랫간의 결합력과 코팅내의 기공에 영향을 받으며, 최적공정조건으로 제작된 코팅 시험편은 상대적으로 경도가 높을 뿐 아니라 미세조직 또한 양호한 것을 알 수 있다.

4. 결 론

본 연구에서는 니켈기 경질 용사코팅의 최적공정설계를 위한 연구의 일환으로, 직교배열표를 이용하여 실험계획을 세우고 실험의 결과를 바탕으로 분산분석을 수행하여 최적의 공정조건을 도출하였다. 또한 검증실험을 통해 직교배열표와 분산분석을 이용한 통계적 방법의 유효성을 입증하였다. 주요한 결과를 요약하면 다음과 같다.

1) 용사코팅의 정도에 가장 큰 영향을 미치는 인자는 아세틸렌 유량이며 산소 유량은 그 영향이 매우 작다.

2) 분산분석을 통해 도출한 최적공정조건은 산소 유량 55 ft³/h, 아세틸렌 유량 66 ft³/h, 분말 송급률 36 lb/min, 용사 거리 200 mm이다. 이 최적공정조건하에서 제작된 용사코팅이 가장 높은 경도를 나타내며 미세조직도 양호하다.

3) 최적공정하에서의 정도 추정구간은 781.4±56.01 Hv이며, 검증실험의 결과 측정된 정도는

821.71 Hv로서 추정구간을 잘 만족한다.

4) 니켈기 경질 용사코팅을 제조하기 위한 최적 공정 설계에 있어서 직교배열표와 분산분석을 이용한 통계적 기법이 매우 유효하다.

참고 문헌

1. V. P. Rotshtein et al., 2004, "Surface modification and alloying of metallic materials with low-energy high-current electron beams", Surface and Coatings Technology, Vol. 180-181, pp. 377~381.
2. M. Åstrand et al., 2004, "PVD-Al₂O₃-coated cemented carbide cutting tools", Surface and Coatings Technology, Vol. 188-189, pp. 186~192.
3. L. A. Dobrzański and K. Lukaszewicz, 2004, "Erosion resistance and tribological properties of coatings deposited by reactive magnetron sputtering method onto the brass substrate" Journal of Materials Processing Technology, Vol. 157-158, pp. 317~323.
4. J. F. Li, L. Li and F. H. Stott, 2004, "Statistical approach for minimizing cracks in combined flame spraying and laser surface modification of refractory ceramics", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 563, Issue 2, pp. 249~255.
5. K. Ghosh, T. Troczynski and A. C. D. Chaklader, 1998, "Aluminum-silicon carbide coating by plasma spraying", J. of Thermal Spray Technology, No. 7, pp. 78~86.
6. K. Cooke et al., 2007, "Optimisation of the electric wire arc-spraying process for improved wear resistance of sugar mill roller shells", Surface & Coatings Technology, Vol. 202, pp. 185~188.
7. W. Fang et al., 2008, "Processing optimization, surface properties and wear behavior of HVOF spraying WC - CrC - Ni coating", J. Mater. Process. Technol., Vol. 209, pp. 3561~3567.
8. Robert L. Mason, Richard F. Gunst and James L. Hess, 2003, "Statistical design and

analysis of experiments with applications to engineering and science", A John Wiley & Sons Inc., Hoboken, New Jersey, p. 109.

9. Christel Pierlot et al., 2008, "Design of experiments in thermal spraying: A review", Surface & Coatings Technology, Vol. 202, pp. 4483~4490.
10. J. Paulo Davim, 2003, "Design of optimisation of cutting parameters for turning metal matrix composites based on the orthogonal arrays", J. Mater. Process. Technol., Vol. 132, pp. 340~344.