전자빔 조사에 따른 CrAIN/SKD61의 표면경도 및 내마모도 개선효과

엄태영*·송영환*·최수현*·최진영*·허성보**·김준호**·김대일*[†]
*울산대학교 첨단소재공학부, **한국생산기술연구원 첨단하이브리드생산기술센터

Effect of Electron Irradiation on the Surface Hardness and Wear Characteristic of CrAIN Thin Film Deposited on the SKD61 Mold Steel

Tae-Young Eom*, Young-Hwan Song*, Su-Hyun Choi*, Jin-Young Choi*, Sung-Bo Heo**, Jun-Ho Kim**, Daeil Kim*,

*School of Materials Science and Engineering, University of Ulsan, Ulsan 44610, Korea **Korea Institute of Industrial Technology (KITECH), Yangsan 50635, Korea

Abstract Intense electron beam was irradiated on the CrAIN thin films deposited in SKD61 under different incident energies and then the effect of electron beam irradiation on the enhancement of surface hardness and wear resistance was investigated. Surface hardness and wear resistance of the CrAIN films is increased proportionally with the electron beam energy. While the surface hardness of as deposited CrAIN film is Hv (0.1 g·f) 450, the hardness oflectron irradiated (600 eV) film is Hv (0.1 g·f) 2050. The width of wear track of the untreated SKD61 is X_μm, while the track-width of the electron irradiated CrAIN (600 eV) film is 787 μm, respectively. From the observed results, it is supposed that the optimal electron beam irradiation can be one of the useful surface treatment technologies for the enhancement of surface hardness and wear resistance of CrAIN/SKD61, simultaneously. (Received May 31, 2017; Revised July 8, 2017; Accepted July 16, 2017)

Key words: CrAIN, SKD61, Electron beam irradiation, Surface hardness, Wear resistance

1. 서 론

수송기계 및 공구산업이 발달함에 따라 다양한 기계부품 제작에 활용되는 금속재료는 우수한 표면경도와 높은 내마모성 등이 요구되고 있으며, 이러한 물성 개선을 위하여 많은 표면개질 기술이 개발되고 있다[1, 2]. 최근 새로이 보고되는 전자빔(Electron beam irradiation) 표면개질기술은 금형재 및 다양한기계부품 재료표면에 전자빔을 조사하여 표면의 기계적 특성을 개선시키는 표면개질기술로서 재료의 표면경도, 내마모도, 그리고 내식성 또한 향상시키는데효과가 보고되었다[3]. 본 연구에서 적용된 전자빔표면개질 기술[4]은 피처리물(모재) 표면에 특정한가스이온을 주입하는 플라즈마 이온주입기술(Plasma immersion and ion implantation, PIII) 기술[5]과 달리, 플라즈마 내의 전자를 선택적으로 추출하여 모

재표면에 가속시킴으로써 충분한 표면개질 효과를 얻 을 수 있으며, 표면적이 크고 형상이 복잡한 금형재 및 기계부품의 표면개질 또한 용이한 장점이 있다[6]. 또한 전자빔을 이용한 표면개질기술은 표시소자(디스 플레이) 투명전극재의 전기광학적 특성 개선 목적에 활발히 적용되고 있다. 특히 전자빔 표면개질기술은 모재에 인가되는 전압을 조절하며 전자를 표면에 조 사시키는 방법으로 표면개질의 깊이를 조절하고, 우 수한 표면 평탄도를 확보하여, 모재표면의 내마모도 및 내부식성 또한 개선되는 효과 또한 보고되었다[7]. 특히 전자빔 조사 기술은 침질(浸(室) 등의 새로운 표면층을 형성할 수도 있으므로 피처리물의 산업 용 도에 알맞은 표면개질이 가능하다는 특징을 갖고 있 다[7]. 그리고 레이저 표면개질과 유사한 자기냉각효 과(Self-quenching)로 인하여, 재료 내부의 물성변화 없이 표면의 기계적 성질 개선이 용이한 친환경표면

[†]Corresponding author. E-mail : dkim84@ulsan.ac.kr Copyright © The Korean Society for Heat Treatment

개질 기술로 향 후 상당한 응용이 예상된다. 본 연구에 사용된 SKD61과 CrAIN 박막은 금형재와 고경도, 내마모도 개선효과를 위하여 활용하는 재료로서, 일부 압출금형재의 경우, 표면마모와 부식으로인한 내구성 저하 및 사용연한 단축으로 수익성 감소문제가 발생하여 금형재의 높은 경도 및 내마모특성이 요구되고 있다. 따라서 본 연구에서는 SKD61 금형소재에 RF 마그네트론 스퍼터를 이용하여 CrAIN 박막을 증착하고 질소플라즈마를 이용한전자빔 표면개질을 실시하여 전자빔 조사 에너지에따른 CrAIN 박막의 표면경도 및 내마모도 개선 효과를 연구분석 하였다.

2. 실험 방법

Fig. 1에 RF마그네트론 스퍼터를 이용한 CrAIN 박막(두께 500 nm) 증착 과 질소 플라즈마 전자빔 표면개질에 이용한 장비의 구조를 나타내었으며, Table 1에는 박막증착 및 전자빔 조사 조건을 나타내었다. SKD61 모재시편은 지름 30 mm, 두께

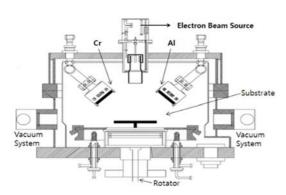


Fig. 1. A schematic diagram of electron beam source and magnetron sputtering system.

7 mm 크기로 제작하였으며. 증착된 CrAIN 박막표면 에 전자빔 조사를 위하여 고밀도 유도결합 질소 플 라즈마(Inductive Coupled Nitrogen Plasma)를 형 성시킨 후 박막표면에 특정 전압(150, 300, 450, 600 eV)을 인가하며 전자빔 표면개질을 실시하였다. 전자빔 조사 에너지에 따른 표면경도 변화는 나노인 덴터 (Nano-indenter, MTS-XP)로 측정하였다. 박막 의 결정성 분석은 X-선 회절분석기(X-ray diffraction, Cu-k α λ =0.154 nm, X'pert pro MRD, Philips) 한국기초과학지원연구원 대구센터)을 이용하였으며. 표면거칠기 변화는 3차원 표면조도기(3D profiler, Bruker, Vision64)를 이용하여 분석하였다. 박막의 내마모도 측정은 Silicon Nitride(Si₂N₄) 구를 적용 한 Ball-on-disc type의 마모시험기(㈜제이앤엘테크, JLTB-02)를 이용하여 각각 159 rpm, 3000 cycle, 1.0 N 조건에서 실시하였고, CrAIN 박막의 밀착력은 스크래치 테스터(Scratch tester, J&L Tech)로 측정 하였다. 스크래치 테스트의 하중은 10 mm의 구간에 서 1 N씩 40 N까지 증가했으며, 측정 후, 다이아몬 드 팁의 경로를 광학현미경으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 2에 CrAIN 증착 이전의 SKD61 금형재와 전자빔 조사 에너지에 따른 CrAIN /SKD61 피처리물의 XRD 분석결과를 나타내었다. 증착 이전의 SKD61 강재에서 강한 Fe(110) 회절피크가 검출되었고, CrAIN 박막 증착과 전자빔 조사 이후에는 결정립 미세화에 따른 Fe(110) 회절피크의 세기 (intensity) 감소와 반가 폭(Full width half maximum, FWHM) 수치의 증가가 확인되었으며, 미약한 CrN(220) 및 AIN(202) 회절피크 또한 동시에 검출

Table 1.	The dep	osition	conditions	of the	CrAlN 1	films
----------	---------	---------	------------	--------	---------	-------

Parameters	Cr Condition	Al Condition	
Base pressure (Torr)	5.0×10^{-6}		
Deposition pressure (Torr)	4.0×10^{-3}		
Power density (W/cm ²)	4.0	3.0	
Deposition rate (nm/Min)	3.4	4.3	
Gas flow rate (Ar/N ₂ sccm)	10/5		
Electron beam irradiation energy (eV)	150, 300, 450, 600		

되었다. 이상의 XRD 분석을 통하여 질소 플라즈마 전자빔 개질을 통하여 SKD61 강재 표면에 크롬질 화물 CrN과 알루미늄 질화물(AIN)이 형성됨을 알 수 있었다.

Fig. 3에 전자빔 조사에너지에 따른 CrAIN/SKD61 피처리물의 표면경도를 나타내었다. 전자빔조사 이전의 표면경도는 Hv(0.1 g·f) 487이었으나전자빔조사 에너지에 비례하여 표면경도값은 Hv(0.1 g·f) 1000, Hv(0.1 g·f) 1400, Hv(0.1 g·f) 1700, Hv(0.1 g·f) 2050로 증가함을 알 수 있었다. 이와같은 표면경도의 증가는 CrAIN 박막 증착 후 질소

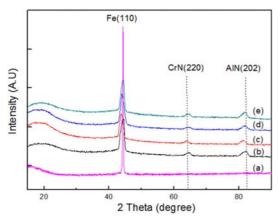


Fig. 2. XRD pattern as a function of electron radiation energy. (a) CrAlN, (b) CrAlN (150 eV), (c) CrAlN (300 eV), (d) CrAlN (450 eV), (e) CrAlN (600 eV).

플라즈마 발생 및 전자빔 조사에 의하여 표면에 CrN과 AlN 질화막 생성과 국부적인 용융이 발생한 이후에 급격히 자기냉각(Self-quenching) 되는 현상에 의한 결정립 미세화로 인하여 재료의 경도가 향상된 것으로 사료된다.

Fig. 4은 전자빔 조사에너지에 따른 CrAIN 박막의 표면거칠기 변화를 3차원 형상측정기를 이용하여 분석한 결과이다. SKD61 강재의 표면거칠기는 21.19 nm이었으나. 600 ev 전자빔이 조사된 CrAIN 박막의 표면조도는 최소 7.77 nm로 감소하여 상대적으로 평탄한 표면거칠기가 확보되었다. 이러한 전자빔 조사에 따른 표면평탄화 경향은 앞서 보고된 Y. Uno [1]의 선행 연구와 유사한 결과로서 전자빔 표면개질된 CrAIN 박막이 SKD61 강재 보다 낮은 마찰계수를 갖게 되어 금형제품의 완성도가 향상되고 피처리물의 내마모도 또한 개선됨을 예견할 수 있었다.

Fig. 5는 전자빔 조사 에너지에 따른 CrAIN/ SKD61 피처리물의 마모트랙을 나타낸 것이다. 증착이전의 SKD61 피처리물의 마모트랙의 폭은 1260 μm, CrAIN 증착 이후의 마모 폭은 817 μm, 전자빔 조사 조건이 600 eV로 증가할 경우는 최소 659 μm로 감소함을 보였다. 전자빔 조사 이전의 시편(Fig. 4(b)는 비교적 넓은 마모트랙을 보이고 있지만, 전자빔 조사 조건 600 eV 조건에서는 축소된마모트랙을 볼 수 있다. 이상과 같이 전자빔 조사에너지에 따른 CrAIN/SKD61 내마모도의 반비례 특

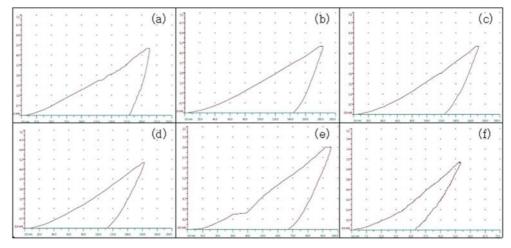


Fig. 3. Surface hardness as a function of electron radiation energy. (a) SKD61, (b) CrAlN, (c) CrAlN (150 eV), (d) CrAlN (300 eV), (e) CrAlN (450 eV), (f) CrAlN (600 eV).

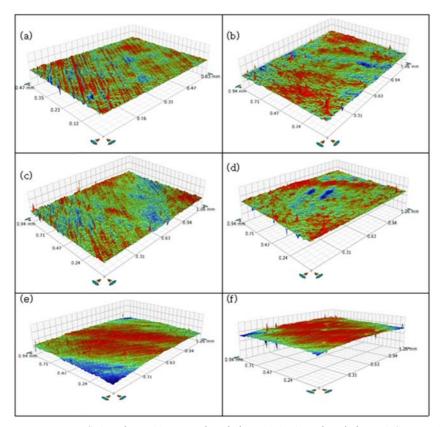


Fig. 4. Surface roughness of CrAlN films. (a) Before irradiation, (b)-(f) After irradiation. (a) SKD61, (b) CrAlN, (c) CrAlN (150 eV), (d) CrAlN (300 eV), (e) CrAlN (450 eV), (f) CrAlN (600 eV).

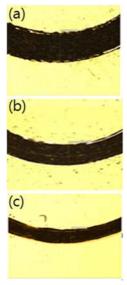


Fig. 5. Abrasion track of CrAlN films as a function of electron radiation energy. (a) SKD61, (b) CrAlN, (c) CrAlN (600 eV).



Fig. 6. Frictional force images by scratch testing of CrAlN films. (a) CrAlN, (b) CrAlN (300 eV), (c) CrAlN (600 eV).

성이 확인되어 최적화된 전자빔 조사 조건을 통하여 내마모도를 효율적으로 향상 시킬 수 있음을 알 수 있었다.

Fig. 6는 전자빔 조사 에너지에 따른 CrAIN 박막의 스크래치 테스트결과이다. 전자빔 조사 이전의 박막은 18 N에서 깨어졌고, 전자빔 조사에너지가 증가함에 따라 600 eV 처리된 박막은 31 N에서 박막이깨어졌다. 이상의 스크래치 측정 결과를 Fig. 3과비교하면, 전자빔 조사에 의하여 시편표면에 CrN,

AIN 등의 질화막이 형성되어 경도가 높아지고, 밀착력 또한 제고되어, CrAIN/SKD61의 표면경도는 박막의 밀착력과 관련됨을 알 수 있었다.

3. 결 론

본 연구에서는 RF magnetron sputter를 이용하여 500 nm의 CrAIN 박막을 SKD61 금형소재에 증착하고 전자빔 표면조사에 따른 CrAIN/SKD61 피처리물의 표면경도와 내마모도의 변화를 고찰하여 다음의 결론을 얻었다.

- 1. 전자빔 조사 이후에는 결정립미세화에 따른 Fe(110) 회절피크의 세기감소와 반가 폭(FWHM)의 증가가 확인되었으며, CrN(220) 및 AIN(202) 회절 피크 또한 동시에 검출되었다.
- 2. 전자빔 조사에너지가 증가할수록 표면의 국부적 인 용융이 발생한 이후에 급격히 자기냉각(Self-

quenching)되는 현상에 의한 결정립 미세화로 인한 표면의 경도는 증가하여 전자빔 조사에너지 $600 \, \mathrm{eV}$ 조건에서는 $\mathrm{Hv}(0.1 \, \mathrm{g\cdot f})$ 2050가 측정되었다. 전자빔 조사 에너지와 내마모도 또한 비례하여 향상됨을 알수 있었다.

Acknowledgment

이 논문은 2016년 산업통상자원부의 재원으로 첨 단하이브리드 가공기술 고도화 및 실용화 사업 지원 을 받아 수행된 연구임(M0000529).

Reference

Y. Uno, A. Okada, K. Uemura, P. Raharjo, T. Furukawa and K. karato: Science Direct, 29 (2005) 449-455.