

# 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 of High Speed Steel by Arc Ion Plating

H. J. Kim, M. S. Joun

(Received April 11, 2006)

### Abstract

The effect of coating time in arc ion plating on surface properties of the TiN-coated high speed steel(SKH51) is 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 on the micro-hardness, the coated thickness, the atomic distribution of Ti and the adhesion strength of the SKH51 steels but that it has little influence on the surface roughness.

**Key Words** : Arc Ion Plating, Coating Time, High Speed Steel, Surface Properties

### 1. 서 론

금속재료 표면의 내마모성 향상을 위한 표면처리 기술로서 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. 대표적인 PVD법에는 이온빔증착(ion beam deposition, IBD)코팅법, 스퍼터링(sputtering)코팅법, 아크이온플레이팅(arc ion plating, AIP) 코팅법[4~5] 등이 있다. AIP법은 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 AIP코팅법이 산업계에서 공정적용기술 위주로 발전해왔고 이 기술이 기업체의 경쟁력과 직결되기 때문에 기술교류가 미흡하고 학술적 연구가 극히 미흡한 실정이다.

1. 경상대학교 대학원 기계공학과  
# 교신저자 : 경상대학교 기계항공공학부, 항공기부품기술연구소  
E-mail : msjoun@gsnu.ac.kr

최근 반응성이온물리증착법(reactive ion physical vapordeposition)으로 TiN 코팅 층의 마찰, 마멸, 내 부식 특성에 관한 연구가 수행된 바 있다[6]. 그리고 Kim 등[7~8]은 AIP 코팅법에서 로의 온도가 초 경합금과 고속도강의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향을 평가하였다.

본 논문에서는 상용화된 AIP 코팅 장비를 사용하여 AIP 코팅법에서 여러 공정 요소 중의 하나 인 코팅 시간이 고속도강(SKH51)의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향을 실험적으로 평가하고자 한 다.

## 2. AIP 코팅 공정

### 2.1 AIP 코팅법의 메커니즘

Fig. 1은 AIP 코팅의 메커니즘을 나타내었다. AIP코팅법은 아크로 이온을 증발시켜 모재에 타 겿(target) 금속을 코팅하는 기술이다. 즉, N<sub>2</sub> 가스 분위기에서 증발된 Ti 입자들의 에너지 확산운 동을 이용하여 모재의 표면에 입자금속을 증착시키 는 공법이다. AIP 코팅 공정에서는 높은 전류를 이용하여 Ti 입자를 부분 가열하여 증발시킨다. 증기화된 Ti 입자들이 플라즈마와 같은 코팅 보조 기구로 이동하여, 이온 상태로 전이한 후에 코팅 소재에 걸리는 바이어스 전압에 의하여 표면에 증착된다. 증착이 진행되면서 모재와 코팅 층간의 밀착력이 증가하며, 모재의 표면에 코팅 층이 형 성된다. Fig. 2는 AIP 코팅기의 내부 사진을 나타 낸 것이며, 회전 테이블, 히터 및 타겟 등으로 구 성된다.

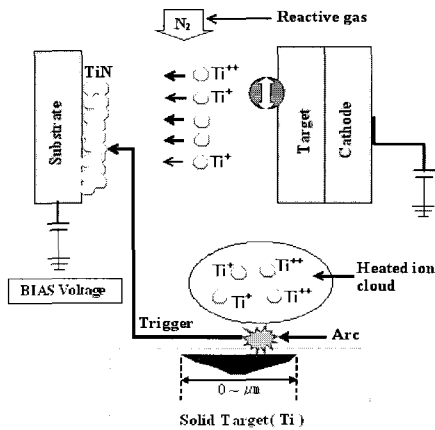


Fig. 1 Mechanism of AIP coating

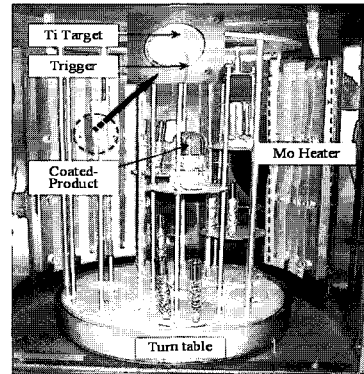


Fig. 2 Inside of an AIP coating machine

### 3. 실험장치 및 방법

본 실험에 사용된 고속도강(SKH51)의 화학적 조성은 Table 1 과 같다. 코팅 시편의 크기는 직경 20mm, 두께 10mm 이다. 사용된 시편의 평균 경도 값(로크웰 C 스케일, H<sub>R</sub>C)은 62 로 측정되었다. 코팅 전에 시편의 표면 청정도를 높이기 위하여 초 음파 세정기에서 약 15 분간 세정, 행균, 증기 탈 지 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. 로 내의 온도를 450℃로 유지시키기 위하여 약 120 분 동안 가열 하였고, 이온 세정은 450℃에서 10 분간 수행되었 다. 그리고 코팅 시간에 따른 TiN 코팅 층을 비교 하기 위하여 10 분, 30 분, 60 분, 120 분, 180 분 등의 코팅 시간이 선택되었다. 이온세정과 TiN 코팅의 작업 조건을 Table 2 에 정리하였다.

코팅기는 상용장비인 아크 타입의 AIP-780코팅 기를 사용하였다. 그리고 코팅 시간이 미치는 영 향을 평가하기 위하여 표면의 미소경도는 미소경 도시험기(AKASHI, MVK-H1, Load : 25g, Load time : 30 sec)로 측정되었다. 표면거칠기는 촉침식 표면 조도계(Mitutoyo, SV-3000)로 측정되었으며, 측정구 간 4mm, 구간 분할 0.8mm로 설정한 후에 중심선평 균거칠기(Ra, μm) 값으로 나타내었다. 코팅 두께는 TiN 코팅된 시편의 단면을 절단하여 주사전자현 미경(scanning electron microsc-ope, SEM)으로 측정되 었다. 코팅 시간에 따른 표면의 Ti, N, Fe 등의 성 분의 원자 분포를 정량적으로 분석하기 위하여 원소분석장비(energy disp-ersive spectroscopy, EDS)를 사용하였다. EDS의 측정 조건은 가속 전압 20keV, 측정거리 20mm로 설정하였고, 측정 면적은600μm

(가로)×600 $\mu$ m(세로)로 설정되었다. 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
0.8~0.9	0.40 less	0.40 less	0.03 less	0.03 less	3.8~4.5	4.5~5.5	5.5~6.7	1.6~2.2

**Table 2 Working conditions in AIP processing**

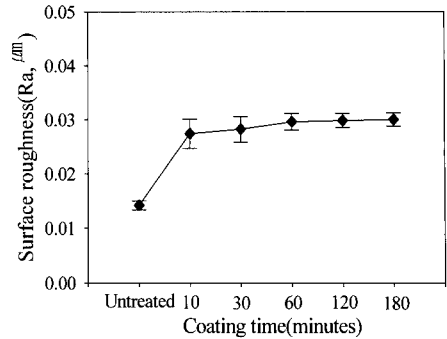
Arc ion bombardment	Deposition
- Temperature : 450 $^{\circ}$ C	- Temperature : 450 $^{\circ}$ C
- Bias voltage : - 1,000V	- Bias voltage : - 125V
- Vacuum rate : 9.9×10 <sup>-2</sup> Pa	- Vacuum rate : 9.3×10 <sup>-3</sup> Pa
- Time : 10 minutes	- Target : Ti (purity 99.9%)
- Specimen : SKH51 steel	- Reactive gas : N <sub>2</sub> (purity 99.9%)
	- Coating time : 10, 30, 60, 120, 180 minutes

#### 4. 실험결과 및 고찰

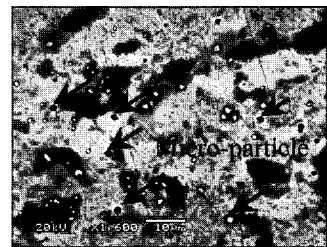
##### 4.1 표면거칠기와 미소경도

Fig. 3은 코팅 시간에 따른 표면거칠기의 변화를 그래프로 나타내고 있다. 그림에서 보는 바와 같이, 코팅 전과 비교하여 코팅 시간 10분 에서부터 표면거칠기 값은 나빠지는 경향이 나타났다. 그 이유는 Fig. 4에서 보는 바와 같이, 이온 세정 공정에서 진공 아크에 의해 발생된 직경 2 $\mu$ m 이하의 미세입자(micro-particle)[9] 때문이라고 사료된다. 상용AIP 코팅법에서는 코팅 후에 표면거칠기를 향상시키기 위하여 후처리 연마공정이 수행되지만, 연마공정에서 미세입자가 빠지면서 표면거칠기에 나쁜 영향을 미칠 수 있기 때문에 AIP 코팅에서 용이한 일이 아니다.

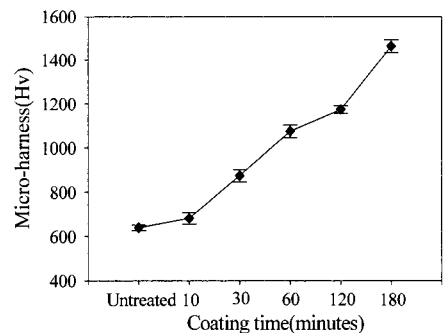
Fig. 5 는 코팅 시간에 따른 미소경도치의 변화를 그래프로 나타내고 있다. 그림에서 보는 바와 같이, 코팅 전과 비교하여 코팅 시간 60분 이상에서 미소경도치가 급격히 증가하였다. 그리고 코팅 전의 미소경도치와 비교하여 코팅시간이 180분일 때에 약 128%의 미소경도치가 증가하였다.



**Fig. 3 Variation of surface roughness with coating time**



**Fig. 4 Droplet created by vacuum arc(SEM,×1,600)**



**Fig. 5 Variation of micro-hardness with coating time**

그 이유로 코팅 시간이 증가함에 따라 TiN코팅층의 두께가 1 $\mu$ m정도로 두꺼워지기 때문이다(4.3 절 참조).

##### 4.2 Ti, N, Fe 등의 성분의 원자 분포

Fig. 6은 코팅 시간에 따른 Ti 성분의 원자 분포(%)를 그래프로 나타내고 있다. Ti 성분의 원자 분포는 그림에서 보는 바와 같이, 코팅 시간 10분에서 코팅 시간 60분 사이에서 Ti 원자의 분포가 급격히 증가하고 코팅 시간 60분 이상에서는 큰 변화가 없다.

AIP 코팅법에서 코팅 시간이 고속도장의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향

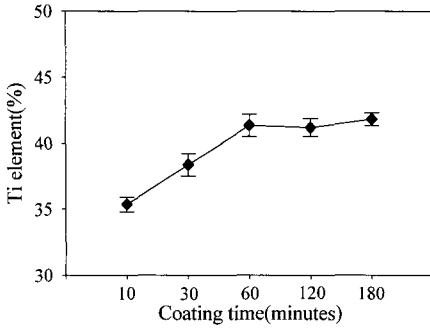


Fig. 6 Atomic distribution of Ti element with coating time

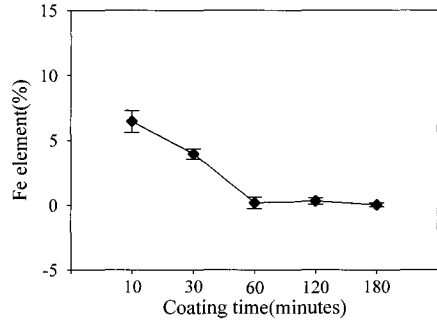


Fig. 8 Atomic distribution of Fe element with coating time

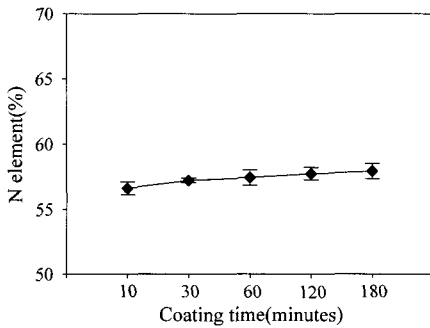


Fig. 7 Atomic distribution of N element with coating time

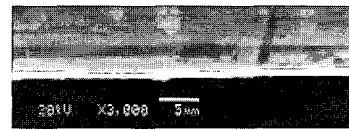
Fig. 7은 코팅 시간에 따른 N 성분의 원자 분포 (%)를 그래프로 나타내고 있다. N 성분의 원자 분포의 경우, 코팅 시간 10분에서부터 180분 사이에서는 변화가 상대적으로 적었다.

Fig. 8은 코팅 시간에 따른 Fe성분의 원자 분포 (%)를 그래프로 나타내고 있다. Fe 성분의 원자 분포는 그림에서 보는 바와 같이, 코팅 시간 10분에서 60분 사이는 코팅 시간에 따라 비교적 큰 폭으로 감소하였고, 코팅 시간 60분 이상에서는 큰 변화가 없음을 알 수 있었다. Fe원자의 분포 측면에서 보면, 코팅 시간이 60분 이상에서 완전한 코팅 층이 생성된다는 것을 알 수 있다.

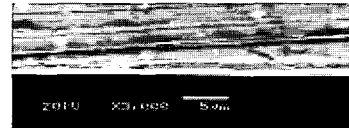
그 이유는 Fig. 8에서 보는 바와 같이, TiN 코팅에서는 Fe 성분이 코팅 층의 성질에 영향을 미치지 때문이다.

#### 4.3 코팅 두께 층과 밀착력

Fig. 9는 코팅 시간의 증가에 따라 증착된 TiN코팅 층의 두께 사진을 SEM으로 나타낸 것이다.



(a) 10 minutes(×3,000)



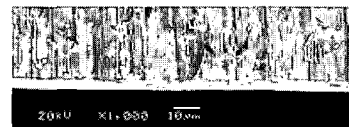
(b) 30 minutes(×3,000)



(c) 60 minutes(×3,000)

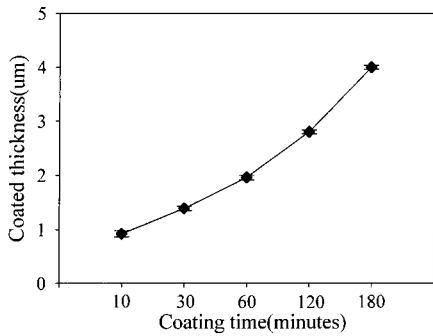


(d) 120 minutes(×3,000)



(e) 180 minutes(×1,000)

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



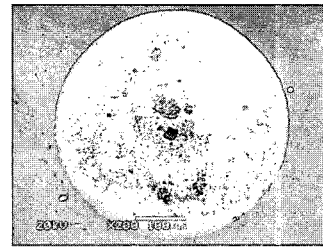
**Fig.10 Variation of coated thickness with coating time**

Fig. 9(a)는 코팅 시간 10분일 때 결과이며 두께는 1 $\mu$ m이고, Fig. 9(b)는 30분일 때의 결과이며 두께는 1.4 $\mu$ m이다. Fig. 9(c)는 60분일 때의 결과이며 두께는 2 $\mu$ m이고, Fig. 9(d)는 120분일 때의 결과이며 두께는 2.8 $\mu$ m이다. 그리고 Fig. 9(e)는 180분일 때의 결과이며 두께는 4 $\mu$ m으로 측정되었다. Fig. 10에서 보는 바와 같이, 시험된 코팅 시간 범위내에서는 코팅 시간이 1시간씩 증가함에 따라 코팅 층의 두께가 1 $\mu$ m정도 두꺼워졌다. 그리고 TiN 코팅에서 요구하는 코팅 층의 두께 범위[10]인 2~4 $\mu$ m을 얻는 데는 최소 60분 이상의 코팅 시간이 소요되는 것으로 나타났다.

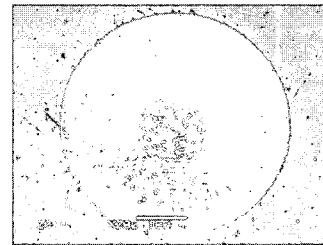
밀착력[11]은 로크웰경도 시험법[12]으로 측정되었다. 제안된 밀착력의 등급은 HF1에서 HF 6까지 구분되며, 등급이 낮을수록 밀착력은 좋고 등급이 높을수록 밀착력은 나쁘다. 그리고 HF1에서 HF4 등급까지가 공업적으로 사용될 수 있는 충분한 밀착력을 가지고 있다는 것으로 평가한다.

Fig. 11은 압흔에 생성된 TiN 코팅 층의 크랙 파형 사진을 SEM으로 나타낸 것이며, 화살표는 미소 크랙을 나타낸 것이다. Fig. 11(a)는 코팅 시간이 10분일 때의 결과이며, 크랙 파형이 관찰되지 않았다. 그 이유는, Fig. 9(a)에서 보는 바와 같이 1 $\mu$ m 이하의 코팅 층에 기인되기 때문이다. Fig. 11(b)는 코팅 시간이 30분일 때의 결과이며, 미소한 크랙 파형이 나타났다. 그리고 Fig. 11(c), Fig. 11(d) 및 Fig. 11(e)에서 보는 바와 같이, HF 4등급 이상의 크랙 파형은 코팅 시간이 60분 이상일 때에 관찰되었다.

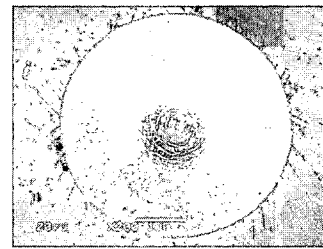
로크웰경도 시험법에 의하여 밀착력을 평가한 결과, 코팅 시간이 10 분과 30 분에서는 HF6 등급으로 평가되었다. 그리고 코팅 시간이 60 분일 때는 HF4 등급이며, 코팅 시간이 120 분일 때는 HF1



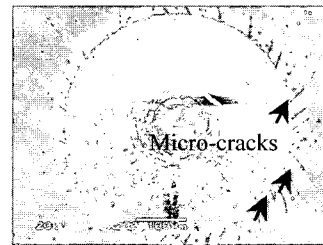
**(a) 10 minutes**



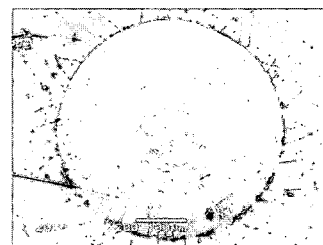
**(b) 30 minutes**



**(c) 60 minutes**



**(d) 120 minutes**



**(e) 180 minutes**

**Fig.11 Cracks of the TiN coated layer after indentation (SEM,  $\times 1,100$ )**

등급으로 평가되었다. 코팅 시간이 180 분일 때는 HF 3 등급으로 평가되었다.

밀착력은 코팅 시간이 120 분일 때가 가장 우수한 것으로 평가되었다.

## 5. 결 론

본 연구에서는 AIP 코팅법에서 코팅 시간이 고속도강(SKH51)의 TiN 코팅층 성질에 미치는 영향을 실험적으로 고찰하였다. 코팅 시간의 변화에 따른 코팅 표면의 성분 분포는 EDS로 측정하였고, 시간에 따른 코팅 층의 두께 변화량은 SEM으로 측정하였다. 그리고 코팅 시간 변화에 따른 코팅 층의 표면거칠기, 미소경도, 밀착력 등의 기계적 성질에 대하여 정량화를 시도하였다.

표면거칠기는 코팅 전과 비교하여 나빠졌다. 그 이유로 이온 세정 공정에서 진공 아크에 의해 발생된 직경  $2\mu\text{m}$  이하의 미세입자 때문이다.

앞에서 진술한 바와 같이, 상업용 AIP 코팅법에서는 미세입자를 줄이는 것은 어렵지만, 후처리 연마 공정을 통하여 표면거칠기를 다소 향상시킬 수 있을 것으로 사료된다.

그리고 미소경도치는 코팅 시간 60분 이상에서 급격하게 증가되었다. Ti 원자의 분포는 코팅 시간 10분과 60분 사이에서 급격히 증가하였고, N 원자의 분포는 시험된 코팅 시간 범위내에서는 변화가 적었다. 그리고 Fe 원자의 분포는 코팅 시간이 60분 이상에서 급격히 감소하는 경향을 보였다.

코팅 시간이 60분을 경과하여 코팅 시간이 1시간씩 증가함에 따라 코팅 층의 두께가  $1\mu\text{m}$  정도 두꺼워졌다. 밀착력은 코팅 시간 120분에서 가장 우수한 것으로 나타났다.

## 후 기

본 연구는 산업자원부의 지역혁신인력양성사업, 2 단계 BK21 사업의 일환으로 실시된 연구 결과의 일부임.

## 참 고 문 헌

[1] B. Lux, R. Haubner, 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, 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, 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, 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] 김희동, 김인수, 성동영, 이민구, 2003, 집합조직이 존재하는 TiN 코팅 층의 마찰, 마멸, 내부식 특성에 관한 연구, 한국소성가공학회지, 제 12 권, 제 4 호, pp. 394~400.
- [7] H. J. Kim, M. S. Joun, 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.
- [8] H. J. Kim, S. W. Lee, 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.
- [9] M. D. Huang, G. Q. Lin, Y. H. Zhao, C. O. S, L. S. Wen, C. A. Dong, 2003, Macro-particle reduction mechanism in biased arc ion plating of TiN, Int. J. Surface and Coatings Tech., Vol. 176, pp. 109~114.
- [10] 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.
- [11] K. H. Kim, D. S. Han, 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.

[12] 김성완, 2004, HRC 경도시험과 스크래치 테스트를 이용한 박막의 밀착력 평가, 한국열처리공학회지, 제 17 권, 제 6 호, pp. 365~369.