



저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

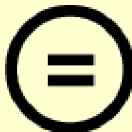
다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

공 학 석 사 학 위 논 문

코발트기 자용성 합금 코팅의
Tribology 특성에 관한 연구



2014년 2월

부 경 대 학 교 대 학 원

기 계 설 계 공 학 과

이 재 홍

공 학 석 사 학 위 논 문

코발트기 자용성 합금 코팅의
Tribology 특성에 관한 연구

지도교수 김 영 식

이 논문을 공학석사 학위논문으로 제출함

2014년 2월

부 경 대 학 교 대 학 원

기 계 설 계 공 학 과

이 재 홍

이재홍의 공학석사 학위논문을 인준함

2014년 2월



주 심 공학박사 윤 문 철 (인)

위 원 공학박사 김 선 진 (인)

위 원 공학박사 김 영 식 (인)

목 차

Abstract	iii
제 1 장 서 론	1
1.1 연구의 배경	1
1.2 연구의 목적	4
제 2 장 실험 방법 및 절차	6
2.1 실험계획법	6
2.2 시험편 제작	8
2.3 후열처리	10
2.4 특성치 측정	12
2.4.1 경도 측정	12
2.4.2 마모율 측정	14
제 3 장 결과 및 고찰	17
3.1 실험계획법에 따른 최적공정 도출	17
3.1.1 경도를 특성치로 고려한 경우의 공정최적화	17
3.1.2 마모율을 특성치로 고려한 경우의 공정최적화	21
3.1.1 다중특성치를 특성치로한 최적공정	24
3.2 후열처리 온도가 코팅층에 미치는 영향	30
3.2.1 열처리 온도가 코팅층의 미세구조에 미치는 영향	30
3.1.2 열처리 온도가 코팅층의 경도에 미치는 영향	35

3.1.2 열처리 온도가 코팅층의 마모율에 미치는 영향	37
제 4 장 결 론	43
참고문헌	44



Tribology Characteristics of Co-based Self-flux Alloy Coatings

Jae Hong Lee

Department of Mechanical Design Engineering

Graduate School

Pukyong National University

Abstract

Since the surface of materials is directly exposed to the surrounding environment, wear and corrosion damage often occurs. In order to solve these problems, thermal spray technique is spotlighted in many industries. Especially, thermally sprayed Co-based self-flux alloy coating which has excellent wear and corrosion resistance is widely used in industries that require superior surface characteristics. As self-flux alloy is inherently designed for heat-treatment after forming the coating layer, defects of coating layer such as porosity, unmelted particle and splat boundary can significantly be reduced by heat-treatment.

This paper describes process optimization for thermally sprayed Co-based self-flux alloy coating by Taguchi method and effect of heat treatment on tribology characteristics of Co-based self-flux alloy coating. Coating specimens were fabricated on steel substrates according to $L_9(3^4)$ orthogonal array using flame spray process. Microvickers hardness test and ball-on-disk type sliding wear test were performed. In order to derive the optimum process condition, the

results were analyzed by analysis of variance(ANOVA) considering a multi response signal to noise ratio(MRSN). Heat-treatments were carried out at 800, 900, 1000 and 1100°C for 30min in a vacuum chamber. For analysis of effect of heat treatment on tribology characteristics, wear test and hardness test were performed for heat-treated coating specimens. Microstructures of heat treated coating layer and wear track were examined using SEM and EDS. From the results of ANOVA, the optimal combination of the flame spray parameters on Co-based self-flux alloy coating could be predicted. The calculated hardness and wear rate of the coatings by ANOVA were found to be close to that of confirmation experimental result. In following study, effect of heat-treatment temperature on tribology characteristics of Co-based self-flux alloy coating was analyzed. The principal wear behavior of the as-sprayed coatings was splat detachment. However, dominant wear behavior of heat-treated coatings transferred to abrasive wear with increasing heat-treatment temperature.

제 1 장 서 론

1.1 연구 배경

재료들의 표면은 주위 환경에 직접적으로 노출되어 있어 마모, 부식 등의 영향을 많이 받아 표면특성이 중요시 되고 있으며, 재료들의 표면특성의 문제가 부각됨에 따라 이를 해결하기 위한 전자빔 표면개질법, 물리적 증기 증착법(physical vapor deposition), 스퍼터링 증착법(sputtering deposition) 및 용사법(thermal spray) 등의 표면개질기술들이 많이 적용되고 있다.¹⁻³⁾ 여러 표면개질법 중 용사법은 용사코팅재료를 이용하여 사용목적에 따라 다양한 코팅층 제작이 가능하며, 기재(substrate)의 열영향을 최소화 시키며 형상이나 크기의 제약 없이 빠르게 코팅층을 형성하는 등의 장점이 있어 여러 산업분야에서 폭넓게 적용되고 있다.

용사법은 1990년대 초반 스위스의 M. U. Schoop⁴⁾에 의해 개발된 것으로 화염 또는 전기아크와 같은 열원과 고압의 가스를 이용하여 재료를 용융 및 가속시켜 기재의 표면에 피복층을 형성하는 방법이다. 용사법이 개발된 초기에는 산소-연료 혼합가스의 연소 에너지를 이용하여 주로 용점이 낮은 재료만을 사용하였지만, 다양한 용사기술이 개발됨으로써 용점이 낮은 금속 재료뿐만 아니라 용점이 높은 세라믹 재료까지 사용이 가능하게 되었다.⁵⁻⁸⁾ 이처럼 다양한 재료를 용사코팅이 가능해짐으로써 석유화학, 기계

자동차, 우주항공, 조선 등의 다양한 산업분야에서 적용이 되고 있다.⁹⁻¹²⁾

여러 용사법 중 화염 용사법(flame spray)은 산소-아세틸렌 화염을 열원으로 사용하며, 다른 용사법에 비해 비교적 간단한 구조를 가지고 있고, 그 운용비용이 저렴한 장점을 가지고 있다. 하지만 열원으로 사용되는 화염의 온도가 3000℃ 정도로 고용융의 재료를 적층시키지 못하며 다른 용사법에 비해 분사속도가 빠르지 않아 코팅층 내부의 기공과 산화층과 같은 결함이 존재한다. 그럼에도 불구하고 화염 용사법의 간단한 구조와 저렴한 운용비용으로 인해 여러 산업 현장에서 널리 사용되고 있다. 특히 본질적으로 코팅층을 후열처리를 하도록 설계된 자용성 합금(self-flux alloy)을 사용하게 되면 코팅층의 내부 결함을 최소화 시킬 수 있으며 플라즈마 용사장치 또는 HVOF를 이용하여 제작한 코팅층과 비슷한 양질의 코팅층을 형성할 수 있다. 자용성합금에 포함된 원소인 B와 Si는 후열처리시 코팅층의 용점을 낮추고 유동성을 증가시키며, 재용융 동안 산화물 및 기공을 제거하고 기재와 코팅층간의 밀착성을 증가시킨다. 자용성 합금 코팅은 기계구조물이거나 그 부재에 대한 내마모성, 내부식성을 향상시키기 위한 용도로 많이 사용된다. 일반적으로 자용성 합금 코팅층의 후열처리는 화염토치를 사용하는데, 이 방법은 형상이 복잡하거나 큰 치수를 가진 부재 및 부품에 적용하는 데에는 적절하지 못하다. 또한 작업자에 따라 그 결과가 달라지므로 후열처리에 대한 일관성이 부족하며 정량적인 판단이 어려워 양질의 코팅층 제작에 어려움이 있다.

화염 용사법의 코팅층에 영향을 미치는 요인은 산소 유량, 아세틸렌 유

량, 용사 거리, 분말 송급률, 용사각 그리고 용사 속도 등의 제어 가능한 인자가 있으며, 또한 환경적 요소 같은 온도 및 습도 등의 제어 불가능한 인자 등으로 다양하다. 그러나 실제 산업현장에서는 이러한 다양한 요인들에 대한 정량적인 분석 없이 경험과 시행착오로 공정조건을 결정하고 있어, 코팅의 품질이 일정하지 못하며 신뢰성에 대한 문제점이 발생한다. 따라서 이러한 문제점을 해결하고 용사법의 적용을 확대시키기 위해서는 용사코팅에 영향을 미치는 요인들의 정량적인 분석과 함께 공정을 최적화할 필요가 있다.

한편, 다구찌 기법(Taguchi method)은 품질의 특성치에 따른 손실함수(loss function)와 S/N비(signal-to-noise ratio)의 도입으로 산포를 줄임으로써 품질의 균일화가 가능하며, 직교배열표(orthogonal array)를 사용하고 있어 공정최적화를 위한 실험 횟수를 크게 줄일 수 있다. 이러한 장점으로 인해 산업현장에서는 품질의 균일화와 공정의 최적화를 위해 이 다구찌 기법을 적극적 활용하고 있으나,¹³⁻¹⁵⁾ 다구찌 기법을 적용함에 있어 한 가지 특성치만을 고려하는 것이 일반적이다.^{16,17)} 하지만 실제로는 사용 환경이나 목적에 따라서는 2가지 이상의 특성치를 모두 고려해야할 필요가 있다.

1.2 연구의 목적

전술한 바와 같이 화염 용사법을 이용하여 코팅층을 제작하였을 때 다양한 공정변수들이 코팅층에 영향을 미치게 되지만, 실제 산업현장에서는 공정변수의 영향에 대한 정량적인 분석 없이 경험이나 시행착오에 의존하거나 제조사에서 제공한 공정조건을 이용하여 코팅을 실시하여 코팅의 품질이 일정하지 못하고 신뢰성의 문제가 발생한다. 따라서 이러한 문제점을 해결하고 용사법의 적용을 확대시키기 위해서는 용사코팅에 영향을 미치는 요인들의 정량적인 분석과 함께 공정을 최적화할 필요가 있다.

또한 실험계획법을 이용한 공정최적화에서는 한 가지 특성치만을 고려하여 최적공정조건을 도출하는 것이 일반적이다. 하지만 실제 사용 환경이나 목적에 따라서는 두 가지 이상의 특성치를 모두 고려해야할 필요가 있다.

한편, 지금까지 이루어진 용사코팅에 대한 연구는 대부분 니켈기 자용성 합금에 관한 것으로,¹⁸⁻²¹⁾ 코발트기 자용성 합금에 대한 연구는 그다지 이루어지지 않았다.^{22,23)}

본 연구에서는 코발트기 자용성 합금 코팅의 공정최적화를 위해 경도 및 마모율의 다중특성치에 대한 가중치를 고려하여 통계적 분석을 실시하였다. 이를 토대로 사용 환경이나 목적에 따른 코발트기 자용성 합금 코팅의 최적 공정 조건을 도출하고, 코팅의 품질에 영향을 미치는 인자들의 기여도를 분석하였다. 또한 도출된 최적공정 조건을 이용하여 코발트기 자용성 합금 코팅의 후열처리가 코팅층의 기계적 특성에 미치는 영향을 분석하기 위해 경

도시험 및 마모시험을 실시하여 후열처리 조건이 이들 특성에 미치는 영향을 분석하였다.



제 2 장 실험 방법 및 절차

2.1 실험계획법

본 연구에서는 용사코팅의 품질에 영향을 미치는 인자를 산소 유량, 아세틸렌 유량, 분말 송급률 및 용사 거리로 선정하고 각각의 인자에 3가지 수준을 적용시켰다. 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 실험계획법에 사용한 인자와 수준을 Table 1에 정리하였다. 직교배열표를 이용한 실험계획법에 의한 4인자 3수준의 $L_9(3^4)$ 직교배열표와 실험에 의한 특성치의 값을 Table 2에 나타내었다. 본 연구에서 코발트기 자용성 합금 코팅의 특성치를 경도와 마모율로 하여 측정된 특성치의 S/N 비를 이용해 분산분석을 실시하였다. 그리고 분산분석을 토대로 최적공정 조건에서의 추정구간을 구하고, 이 추정구간의 유효성을 입증하기 위해 검증실험을 실시하였다.

Table 1 Control factors and their levels

Factors	Symbol	1st level	2nd level	3rd 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/h)	C	24	30	36
Spray distance (mm)	D	160	200	240

Table 2 Experimental lay out

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

2.2 시험편 제작

본 연구에서 사용한 용사장치는 Sulzer Metco Co.의 flame spray system(6P-II)이고 용사재료는 Sulzer Metco Co.의 코발트기 자용성 합금 분말인 18C이다. 기재는 일반 구조용강인 SS400 강판을 40×40 mm로 가공하여 사용하였고 용사전 기재의 표면을 #23 알루미나 그릿트를 이용하여 블라스트처리를 하고 아세톤에서 초음파 세척을 하였다. 용사코팅층은 실험계획법에 따라서 용사조건을 다르게 하여 제작하였다. Fig.1과 Table 3에는 본 실험에서 사용된 코발트기 자용성 합금 분말의 SEM-image와 화학적 조성과 크기를 각각 나타내었다.



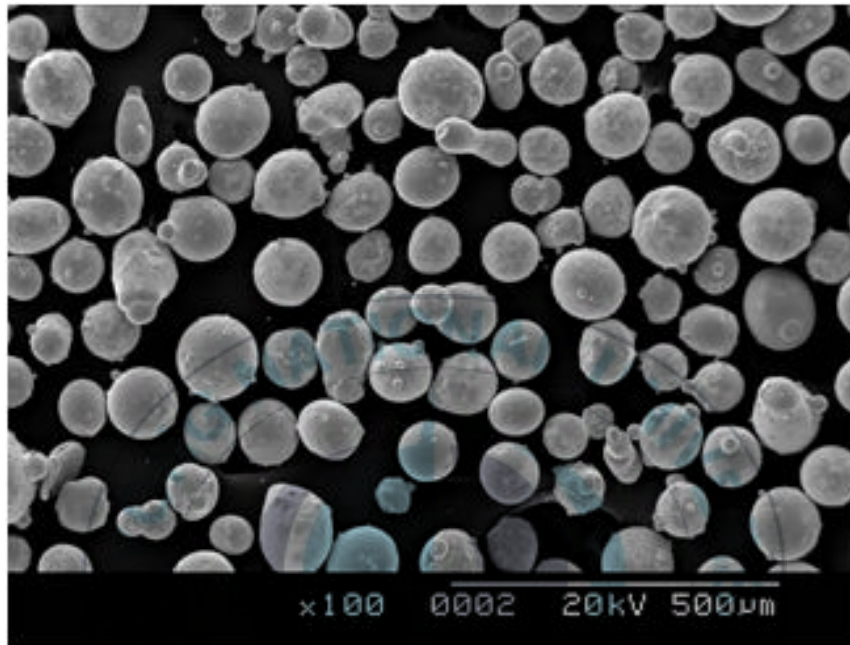


Fig.1 SEM image of Co-based powder

Table 3 Characteristics of powder used for flame spray

Composition(wt%)								Size(μ m)
Co	Ni	Cr	Mo	Si	B	Fe	C	
Bal.	27	18	6	3.5	3	2.5	0.2	53 ~ 125

2.3 후열처리

전술한 바와 같이 자용성 합금은 후열처리가 코팅층의 특성과 미세구조에 많은 영향을 미친다. 본 연구에서는 다구찌 기법을 통해 도출한 최적 공정조건으로 제작된 코팅층의 마모율과 미세구조에 미치는 영향을 후열처리 온도에 따라 분석하였다. 각각의 코팅된 시험편을 800, 900, 1000 및 1100℃로 변화시키며, 진공로에서 30분간 후열처리를 실시하였다. Table 4와 Table 5에 후열처리에 사용될 코팅층의 용사조건과 본 연구에서 사용한 후열처리조건을 나타내었다.



Table 4 Spray parameters

Oxtgen gas flow	53 (ft ³ /h)
Acetylene gas flow	55 (ft ³ /h)
Powder feed rate	36 (lb/h)
Spray distance	240 (mm)
Thickness of coating layer	700 ± 50 (μm)

Table 5 Heat treatment conditions

Temperatures	800, 900, 1000, 1100 °C
Holding time	30 min
Heating time	30 min
Atmosphere	vacuum

2.4 특성치 측정

2.4.1 경도 측정

본 연구에서는 코발트기 자용성 합금 코팅의 경도와 마모율 2가지를 특성치로 선정하였다. 경도는 코팅의 단면을 절단하여 기재의 표면으로부터 100 μm 떨어진 위치의 값을 마이크로 비커스 경도시험기(Akashi, MVK-H1)를 사용하여 측정하였다. Fig.2에 경도시험기의 개략도를 나타내었고, Table 6에는 경도시험기의 사양을 정리하여 나타내었다. 작용하중 100 g, 압입시간 10 sec의 시험조건으로 10회 측정 후 그 평균값을 취하였다.



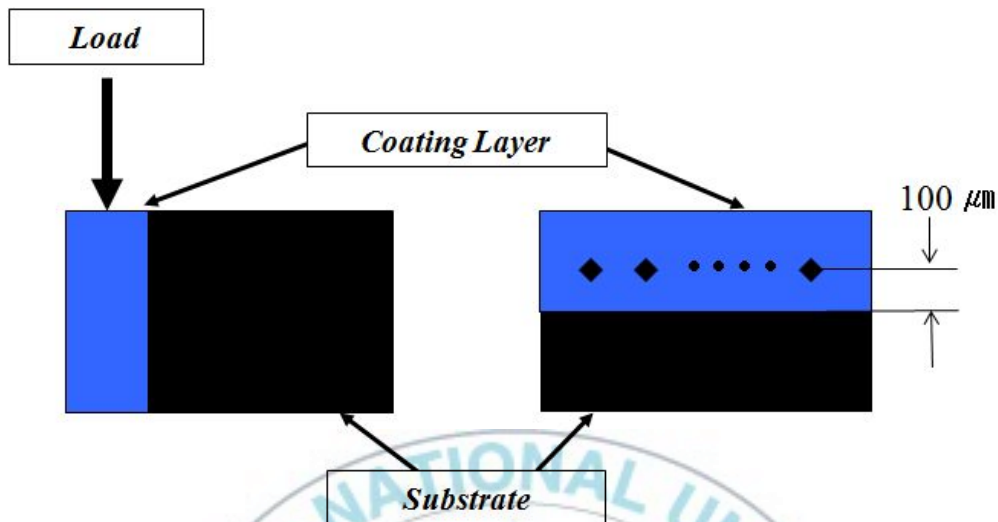


Fig.2 Schematic illustration of hardness test

Table 6 Specifications of MVK-H1

Test loading	10 / 25 /50 /100 /200 /300 /500 /1000 gf
Loading step	Automatic (loading / keeping/ release)
Keeping time	5 ~ 60 sec
Sample size	H : 90 x D : 100 mm
Optical path	Measuring / CCTV (changable)
Objective	10 x (Obv.), 40x(measuring)
Display	0.01 μm
Output	SPC / RS232C
Measuring way	Observation

2.4.2 마모율 측정

마모율을 구하기 위한 마모시험은 ball-on-disk방식의 건식마모시험기(Neoplus, MPW-100)를 사용하였다. 코팅된 시편을 #2000 연마포를 이용하여 표면조도를 일정하게 한 후 마모 실험을 실시하였다. 상대마모재는 순도 99.6%, 경도 1465 ± 10 Hv인 직경 8 mm의 Al_2O_3 ball을 사용하였다. 최적공정을 구하기 위한 시험편과 후열처리된 시험편의 마모시험 모두 동일한 조건인 작용하중 20 N, 마모회전반경 15 mm, 미끄럼속도 0.1 m/s 그리고 마모거리 1000 m로 실시하였다. 본 연구에 사용한 마모시험기의 개략도를 Fig.3에 나타내었고, Table 7에 마모시험기의 사양을 정리하여 나타내었다.



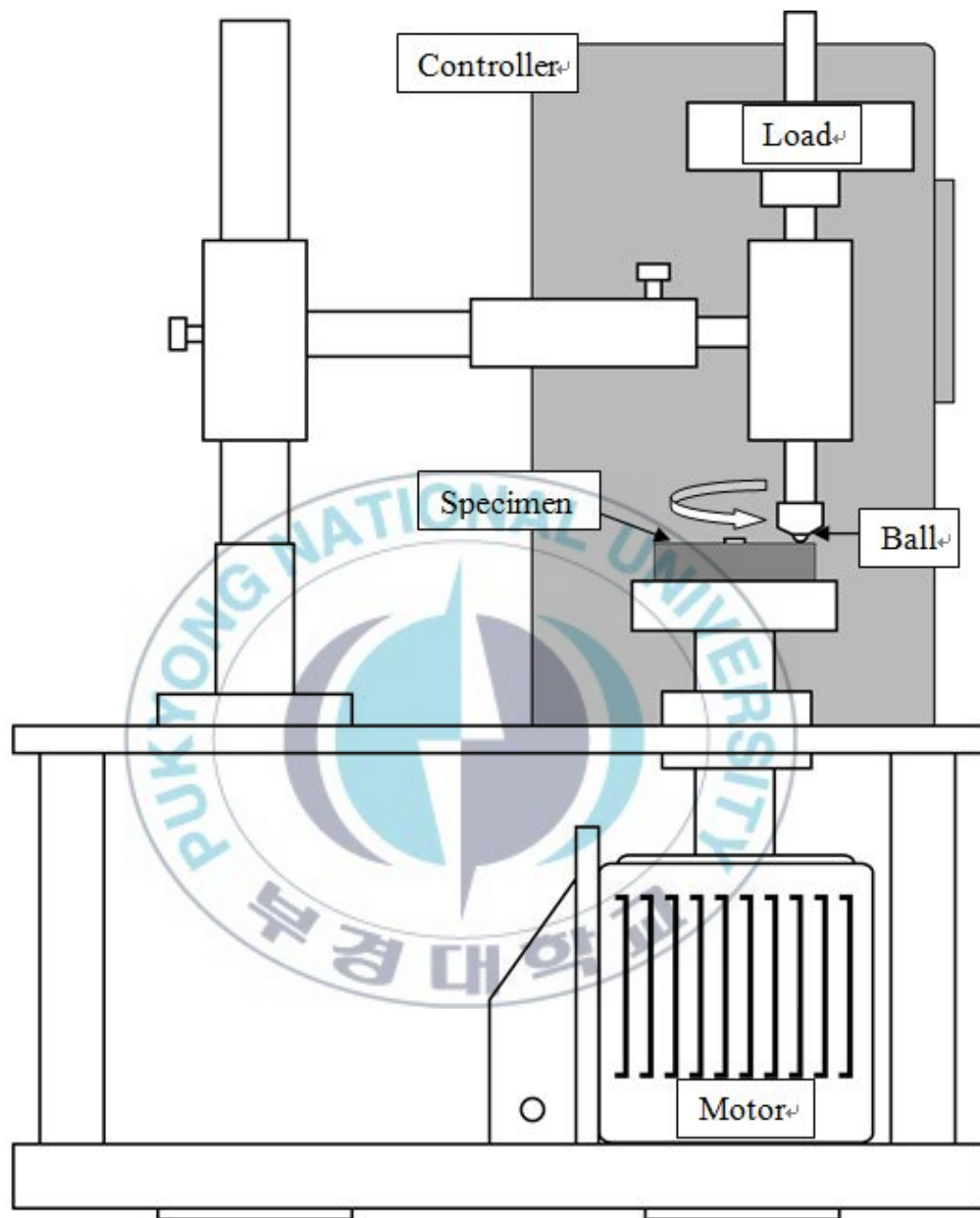


Fig.3 Schematic illustration of wear test equipment

Table 7 Specifications of MPW-110

Test modes	- Pin on disc test (one pin or three pin) (ISO 7148, ASTM G 99) - Ball on disc (one Ball or three ball) (ISO 7148) - Thrust washer test system (ASTM D 3702) - Ball on flat test (ASTM G 133)
Specification	- Max. load capacity : 2,000 N (Option 10,000 N) - Min. load capacity : 2 N - Friction sensor : 50 N or 200 N - Wear loss measuring sensor : $\pm 1 \mu\text{m}$ - Rotation speed : 1~1,500 rpm (Option 3,000 rpm) - End mode : time , cycle - Power : AC220V, single phase - Size : W 700 X D 450 X H 700 mm - Weight : about 180 kgf
Record parameters	- Rotation speed (rpm) - Friction force (N) - Sliding speed (m/sec) - Wear loss (μm) - Sliding distance (m) - Test time (sec) - Test cycle (cycle) - Friction coefficient (μ)

제 3 장 결과 및 고찰

3.1 실험계획법에 따른 최적공정 도출

3.1.1 경도를 특성치로한 경우의 공정최적화

Table 8과 Table 9에 코발트기 자용성 합금 코팅 시험편의 경도의 S/N비와 이를 바탕으로 한 분산분석의 결과를 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.²⁴⁾ 본 연구에서는 제곱합이 작은 아세틸렌 유량과 분말 송급률을 오차항으로 풀링하여 분산비를 계산한 결과, 코발트기 자용성 합금 코팅층의 경도에 가장 큰 영향을 미치는 인자는 용사거리(76%)와 산소유량(22.3%)임을 알 수 있다. Fig.4는 각각의 인자 및 수준별 경도의 S/N비를 나타낸 것이다. 그래프의 기울기는 인자가 특성치에 미치는 영향을 나타내는 것이다. 그래프의 기울기를 보면 용사거리와 산소 유량이 경도에 미치는 영향이 크다는 것을 다시 한 번 확인할 수 있다. 한편 이 그래프에서 가장 높은 값들의 조합이 최적공정 조건이다. 즉, $A_3B_3C_2D_3$ 가 본 연구에서 구해진 최적공정 조건으로 산소 유량 53 ft³/h, 아세틸렌 유량 66 ft³/h, 분말 송급률 30 lb/h, 용사 거리 240 mm이다. 경도를 특성치로 한 경우의 최적조건의 S/N비 추정구간은 신뢰도 95%

Table 8 Experimental lay out and results of S/N ratio of hardness

Experimental No.	Factors				S/N Ratio of Hardness
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	5.7128
2	1	2	2	2	5.7810
3	1	3	3	3	5.8317
4	2	1	2	3	5.7923
5	2	2	3	1	5.6481
6	2	3	1	2	5.7499
7	3	1	3	2	5.8017
8	3	2	1	3	5.8480
9	3	3	2	1	5.7396

Table 9 Results of the analysis of variance on hardness

Symbol	D.O.F	S	V	F_0	Contributions (%)
A	2	6.88E-3	3.44E-3	25.24**	22.3
D	2	2.34E-2	1.17E-2	86.13**	76.0
Error	4	5.45E-4	1.36E-4		
Total	8	3.09E-2			

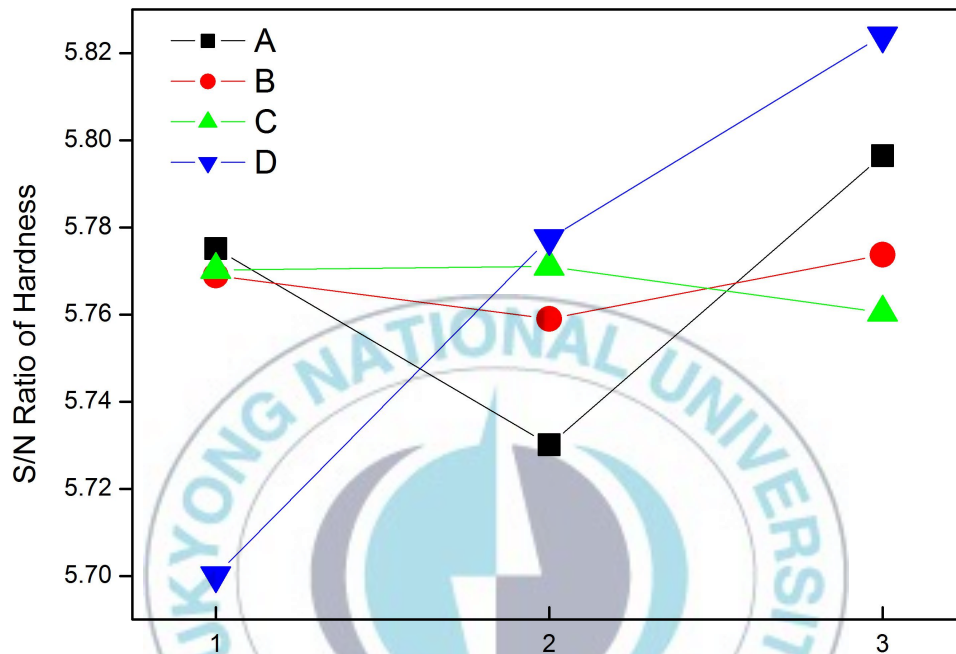


Fig.4 Interaction plots for S/N ratio of hardness

Table 10 Results of confirmation experiment

Confirmation experiment results	Calculated values	Difference
y_{mean}	$y_{\text{ort,cal}}$	$y_{\text{mean}} - y_{\text{ort,cal}}$
5.86	5.85 ± 0.04	0.01

수준에서 5.85 ± 0.04 이다.

분산분석의 결과로 얻어진 최적조건 $A_3B_3C_2D_3$ 가 직교배열표에 포함되어 있지 않으므로 확인을 위한 동일한 방법으로 검증실험을 실시하였다. 그 결과 얻어진 S/N비는 5.86이었으며, Table 10에 정리하여 나타내었다. 이 값은 분산분석을 통해 얻은 추정구간 5.85 ± 0.04 를 잘 충족시키며, 직교배열 표에 나타나 있는 어떠한 S/N비보다 높은 값을 나타내고 있다.



3.1.2 마모율을 특성치로 한 경우의 공정최적화

Table 11과 Table 12에 코발트기 자용성 합금 코팅 시험편의 마모율의 S/N비와 이를 바탕으로 한 분산분석의 결과를 각각 나타내었다. 앞서 설명한 바와 같이 분산분석을 실시한 결과, 마모율에 영향을 미치는 유효인자는 분말 송급률(66.4%)로 나타났다. 산소 유량과 용사거리는 유의수준에 미치지 못하는 못하지만 그 영향을 무시할 수 있는 인자가 아닌 것으로 생각된다. Fig.5는 각각의 인자 및 수준별 마모율을 나타낸 것이다. 마모율을 특성치로 했을 경우의 최적조건은 $A_3B_2C_3D_3$ 로 산소 유량 53 ft³/h, 아세틸렌 유량 55 ft³/h, 분말 송급률 36 lb/h, 용사 거리 240 mm이다. 마모율을 특성치로 한 경우의 최적조건에서의 S/N비 추정구간은 신뢰도 95% 수준에서 9.25 ± 0.09 이다. 분산분석의 결과로 얻어진 최적조건 $A_3B_2C_3D_3$ 가 직교배열표에 포함되어 있지 않으므로 역시 확인을 위한 검증 실험을 실시하였고, 그 결과 얻어진 S/N비는 9.30이었다. 이 값 또한 분산분석을 통해 얻은 추정구간 9.25 ± 0.09 를 잘 충족시키며, 직교배열표에 나타나 있는 어떠한 S/N비보다 높은 값을 나타내고 있다. Table 13에 검증실험에 대한 결과를 나타내었다.

Table 11 Experimental lay out and results of S/N ratio of wear rate

Experimental No.	Factors				S/N Ratio of Wear Rate
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	9.1373
2	1	2	2	2	9.0663
3	1	3	3	3	9.2840
4	2	1	2	3	9.0752
5	2	2	3	1	9.2432
6	2	3	1	2	9.0812
7	3	1	3	2	9.2217
8	3	2	1	3	9.2505
9	3	3	2	1	9.1309

Table 12 Results of the analysis of variance on wear rate

Symbol	D.O.F	S	V	F_0	Contributions (%)
A	2	6.94E-3	3.47E-3	2.63	12.0
C	2	3.83E-2	1.91E-2	14.50*	66.4
D	2	9.76E-3	4.88E-3	3.70	16.9
Error	2	2.64E-4	1.32E-3		
Total	8	5.76E-2			

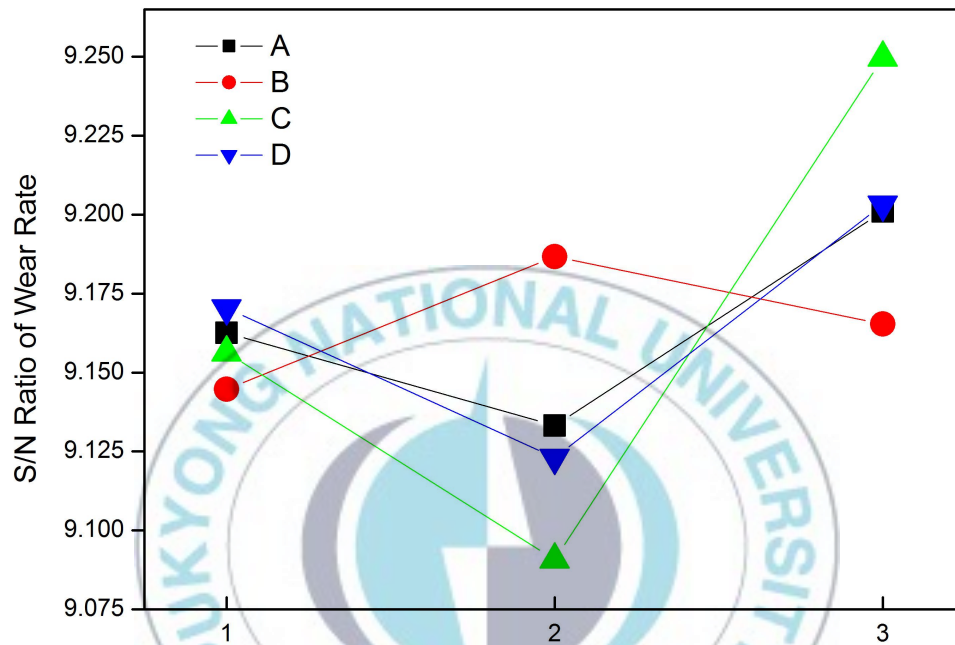


Fig.5 Interaction plots for S/N ratio of wear rate

Table 13 Results of confirmation experiment

Confirmation experiment results	Calculated values	Difference
y_{mean}	$y_{\text{ort,cal}}$	$y_{\text{mean}} - y_{\text{ort,cal}}$
9.30	9.25±0.09	0.05

3.1.3 다중특성치를 고려한 경우의 공정최적화

아래와 같은 과정을 거쳐 마모율과 경도 2가지 특성치 모두를 고려한 경우의 최적조건을 도출하였다.^{25,26)}

먼저 실험에서 얻어진 마모율과 경도에 대해 손실함수를 적용시켰다. 마모율에는 망소특성을, 경도에는 망대특성을 적용하였다. 구해진 손실함수는 각각 단위가 다르므로 정규화할 필요가 있다. 정규화는 각각의 손실함수에 손실함수 전체의 평균값을 나누어 구하였다.

다음으로는 각각의 정규화된 손실함수에 가중치를 적용시킨다. 이 값은 다음의 식으로 계산되었다.

$$TL_j = \sum_{i=1}^m w_i S_{ij}$$

여기서, TL_j 는 직교배열표상의 실험번호 j 의 가중치를 적용한 정규화된 특성치, m 은 선정한 특성치의 수, w_i 는 특성치별 가중치, S_{ij} 는 직교배열표상의 실험번호 j 의 정규화된 손실함수이다. 마지막으로 이 TL_j 을 다음의 식을 이용하여 S/N비로 변환하여 분산분석을 실시한다.

$$MRSN = -10 \log(TL_j)$$

여기서, $MRSN$ (multi response signal to noise ratio)은 다중특성치를 고려한 S/N

Table 14 MRSN ratio $w_1 \text{Hardness} = 0.5$, $w_2 \text{Wear rate} = 0.5$

Experimental No.	Loss function		Normalization		Weighting	
	Hardness	Wear rate	Hardness	Wear rate	Hardness	Wear rate
1	1.94E-06	7.29E-10	1.1231	1.0496	0.5615	0.5248
2	1.66E-06	8.58E-10	0.9598	1.2361	0.4799	0.6180
3	1.47E-06	5.20E-10	0.8541	0.7485	0.4270	0.3742
4	1.61E-06	8.41E-10	0.9351	1.2109	0.4676	0.6054
5	2.25E-06	5.71E-10	1.3035	0.8224	0.6517	0.4112
6	1.78E-06	8.29E-10	1.0309	1.1942	0.5155	0.5971
7	1.58E-06	6.00E-10	0.9152	0.8643	0.4576	0.4321
8	1.42E-06	5.62E-10	0.8226	0.8087	0.4113	0.4044
9	1.82E-06	7.40E-10	1.0557	1.0652	0.5278	0.5326

비이다.

Table 14은 경도(w_1)와 마모율(w_2)의 가중치를 각각 0.5로 했을 경우의 손실 함수와 MRSN을 정리하여 나타낸 것이고, Table 15은 그 분산분석의 결과를 나타낸 것이다. 분산분석의 결과 용사거리, 산소 유량 및 분말 송급률이 유의한 인자로 밝혀졌다. 전술한 바와 같이 경도를 특성치로 한 경우의 유의인자는 산소 유량과 용사 거리, 마모율을 특성치로 한 경우의 유의인자는 분말 송급률이었다. 이 두 특성치의 가중치를 각각 0.5로 동일하게 두었을 경우에는 하나의 특성치만을 고려했을 경우의 유의인자들이 모두 유의한 결과를 나타내고 있다.

Fig6에서 각 인자들의 최고값의 조합이 최적조건이다. 따라서 마모율과 경도에 각각 0.5의 가중치를 준 경우의 최적조건은 $A_3B_3C_3D_3$, 즉 산소 유량 53 ft^3/h , 아세틸렌 유량 66 ft^3/h , 분말 송급률 36 lb/h , 용사 거리 240 mm이다. 이 조건은 Table 3에 포함되어 있지 않으므로 이 조건에 따라 확인을 위한 검증실험을 실시하였다. 검증실험의 결과 경도와 마모율에 대한 S/N비는 각각 5.8421, 9.1869이었다. 이 값들은 경도 또는 마모율 중 어느 하나의 특성치에 대한 최적조건으로 코팅되었을 때보다는 낮은 값을 나타내지만, Table 8과 11에 나타난 경도와 마모율에 대한 S/N비와 비교해보면 경도와 마모율에서 모두 평균 이상의 값을 나타내고 있다. 특히 경도는 최적조건에서의 값과 거의 비슷한 값을 나타내고 있다.

Table 8에 가중치에 따른 최적조건과 각 인자들의 기여도를 나타내었다. 가중치의 변화에 따라서 분말 송급률과 용사 거리는 기여도의 변화가 크지만 산소 유량과 아세틸렌 유량은 그다지 큰 변화가 없다. 마모율의 가중치

Table 15 Results of the analysis of variance on MRSN

Symbol	D.O.F	S	V	F_0	Contributions (%)
A	2	0.7909	0.3955	23.64**	29.4
C	2	0.7864	0.3932	23.51**	29.2
D	2	1.0832	0.5416	32.38**	40.2
Error	2	0.0334	0.0167		
Total	8	2.6940			

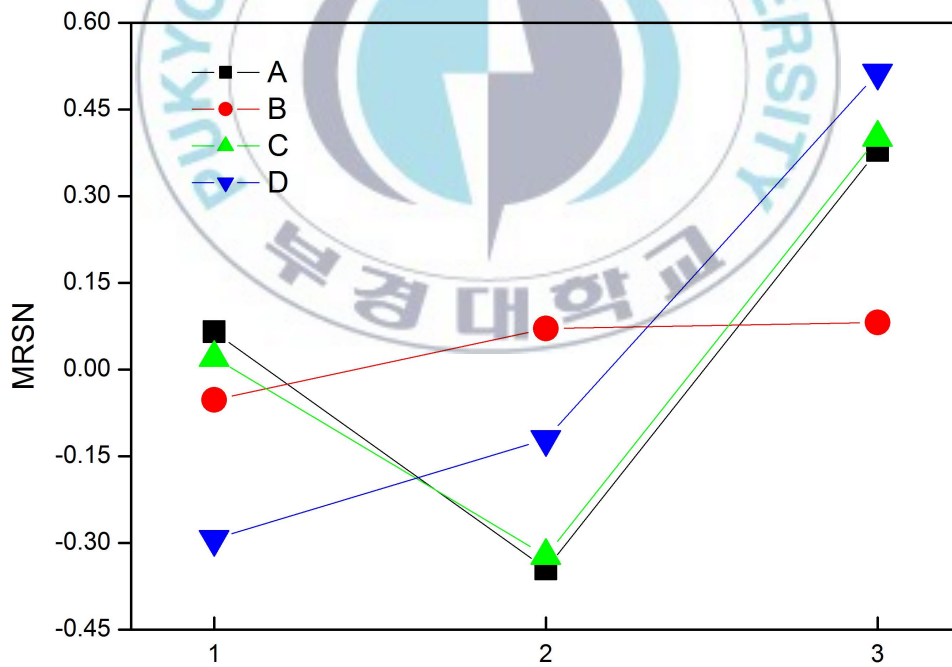


Fig.6 Interaction plots for MRSN

가 높아짐에 따라 용사거리의 기여도는 감소하고 대신 분말 송급률의 기여도가 증가한다.

전술한 바와 같이 본 연구에서는 코발트기 자용성 합금 코팅에 있어서 경도와 마모율의 다중특성치에 대한 분산분석을 통해 최적공정 조건을 도출하였고, 각 인자들의 기여도를 분석하였다. 이러한 결과를 토대로 실제 산업현장에서 사용환경이나 목적에 따라 여러 특성치를 고려한 공정최적화가 가능할 것으로 판단된다.



Table 16 Effect of weighting factor (w_1 Hardness, w_2 Wearrate)

Experimental No.	w_1	w_2	Optimum level of factors				Percentage	
			A	B	C	D	A	B
1	1	0	3	3	2	3	22.3	1.0
2	0.8	0.2	3	3	3	3	29.3	0.0
3	0.6	0.4	3	3	3	3	31.1	0.0
4	0.5	0.5	3	3	3	3	29.4	1.0
5	0.4	0.6	3	2	3	3	26.3	1.0
6	0.2	0.8	3	2	3	3	18.7	3.0
7	0	1	3	2	3	3	12.0	4.0

3.2 후열처리 온도가 코팅층에 미치는 영향

3.2.1 열처리 온도가 코팅층의 미세조직에 미치는 영향

Fig.7-10은 코발트기 자용성 합금의 as-sprayed 코팅층과 온도를 달리하여 후열처리를 실시했을 때의 단면 미세구조를 나타낸 것이다. 800℃에서 후열처리된 코팅층(Fig.8)은 as-sprayed 코팅층(Fig.7)과 거의 동일한 미세구조를 가지고 있는데, 여기에는 용융되지 않은 일부 입자들, 기공 그리고 splat간의 경계면이 잘 나타나 있다. 후열처리 온도가 증가함에 따라 코팅층의 미용융 입자와 기공 그리고 splat간의 경계면은 점차 감소하며, 1000℃로 후열처리된 코팅층(Fig.9)의 경우에는 이들이 대부분 소멸된다. 1100℃에서 후열처리된 코팅층(Fig.10)은 완전히 재용융되어 이전과는 전혀 다른 미세구조를 형성하고 있다. Fig.12은 1100℃에서 후열처리된 코발트기 자용성 합금 코팅층에 대한 EDS-mapping image를 나타낸 것이다. 이 결과에 의하면 1100℃에서 후열처리된 코발트기 자용성 합금 코팅층은 Co 및 Ni 기지 내에 Cr이 주성분인 막대모양의 화합물이 혼재되어있음을 잘 알 수 있다. 코발트기 자용성 합금의 후열처리에 관한 다른 연구로서 Kazunori Sakata 등²²⁾은 후열처리에 따른 미세구조의 변화를 관찰한 바 있는데, 1100℃이상의 온도에서 후열처리된 코팅층은 M₂B상, (Cr, Co, W)B상 및 α상의 3가지 상이 혼재되어 있음을 확인하였다. 본 연구에서는 W가 포함된 상은 관찰되지 않았는데, 이는 연구에 사용한 분말의 조성차이 때문인 것으로 판단된다.



Fig.7 Microstructure of as-sprayed coating layer

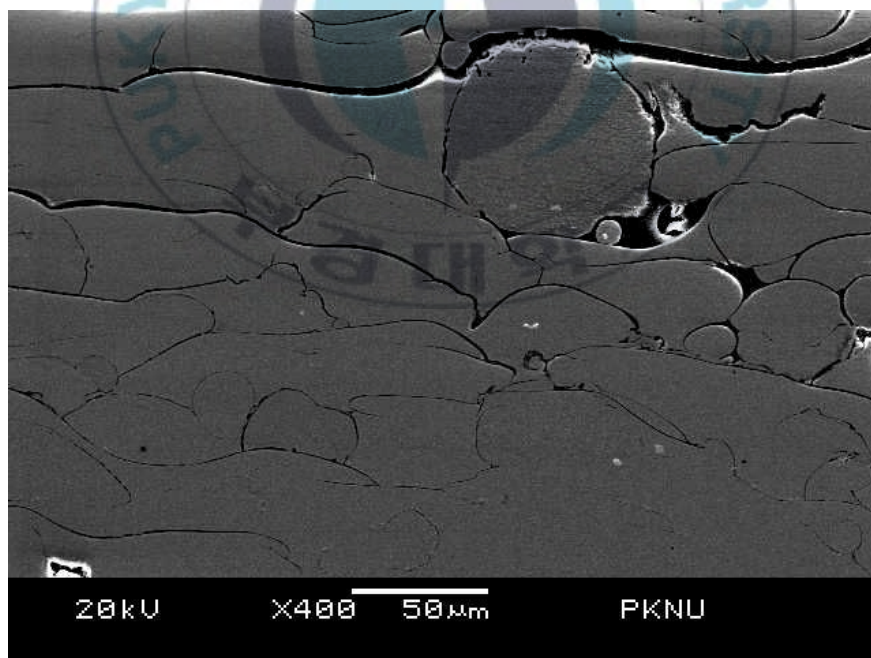


Fig.8 Microstructure of coating layer heat-treated at 800°C

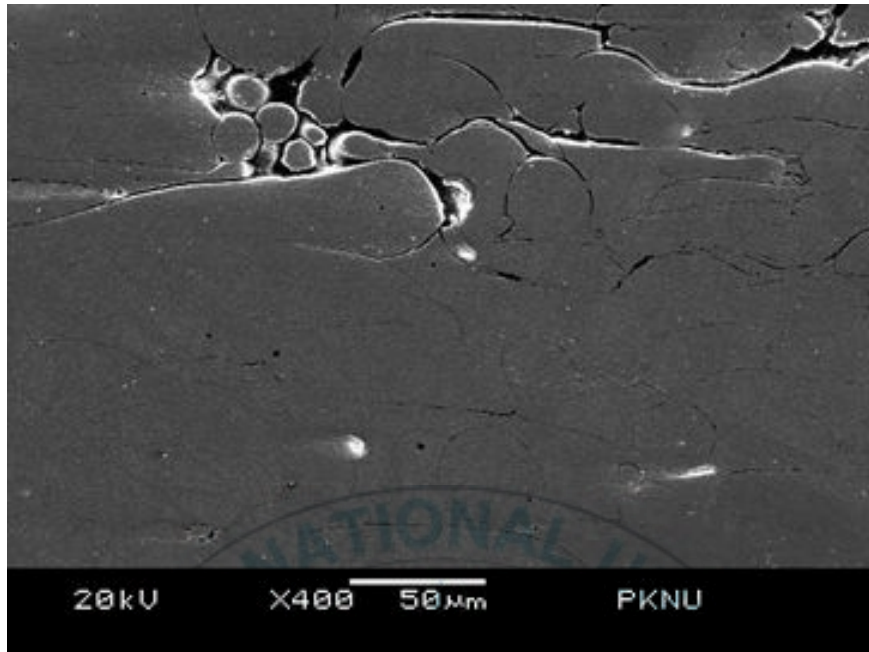


Fig.9 Microstructure of coating layer heat-treated at 900°C



Fig.10 Microstructure of coating layer heat-treated at 1000°C

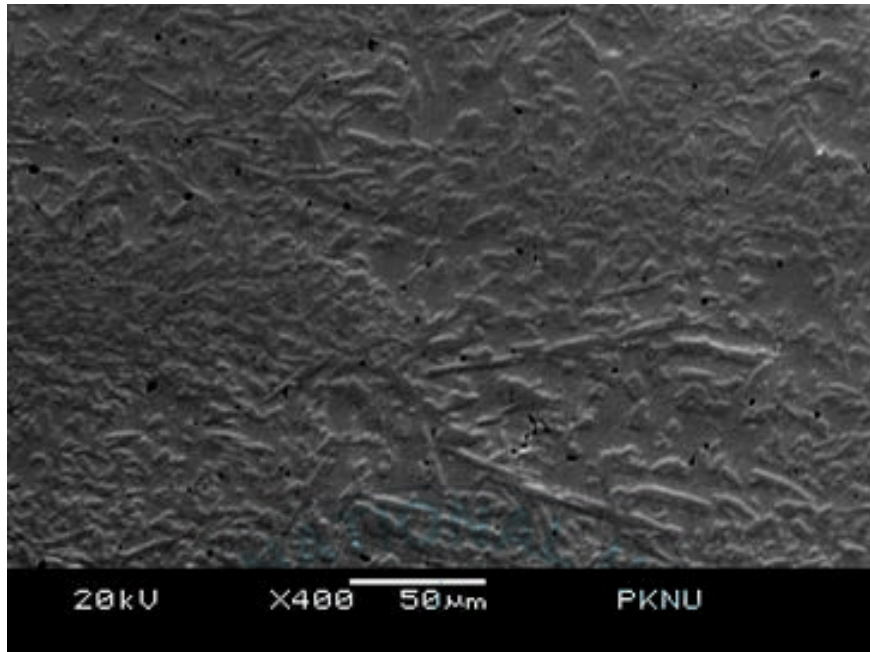
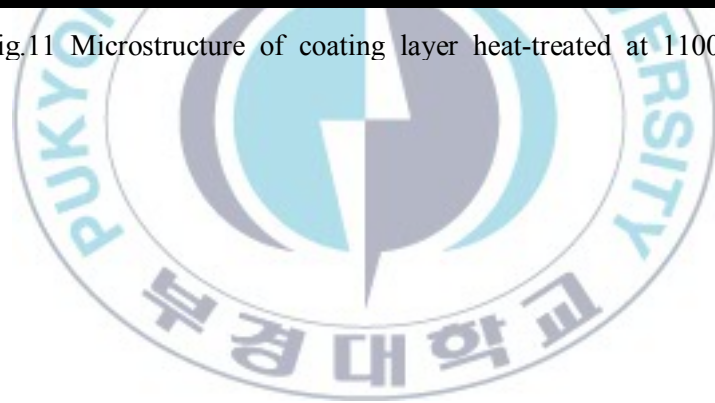
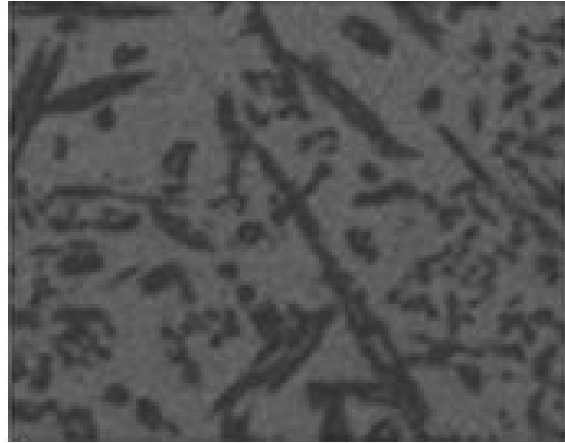
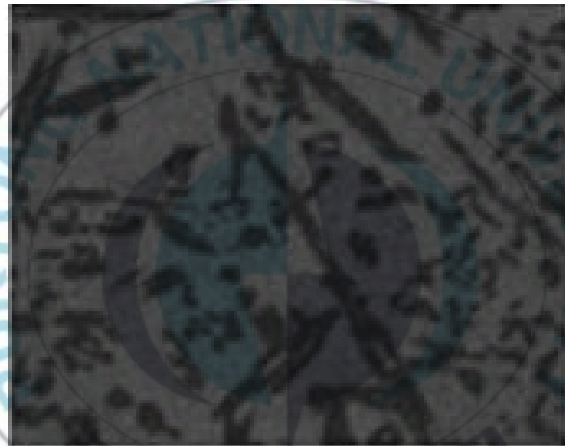


Fig.11 Microstructure of coating layer heat-treated at 1100℃

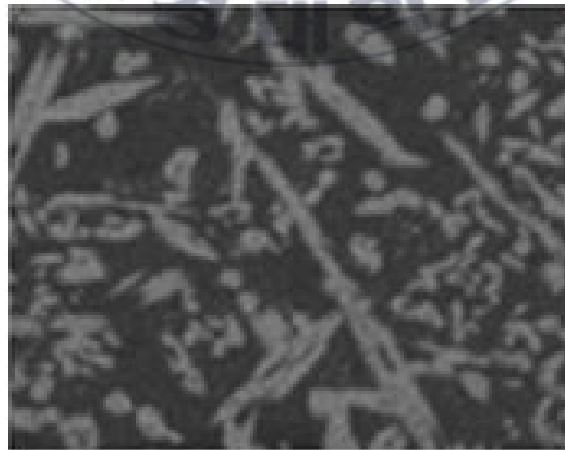




Co



Ni



Cr

Fig.12 EDS-mapping image of coating layer
heat-treated at 1100°C

3.2.2 열처리 온도가 코팅층의 경도에 미치는 영향

Fig.13는 코팅층의 후열처리 온도에 따른 경도의 변화를 나타낸 것이다. as-sprayed 코팅층이 가장 높은 경도값을 나타내고, 후열처리 온도가 높아짐에 따라 경도가 감소하는 경향을 나타낸다. 이러한 경향은 as-sprayed 상태의 코팅층의 미용융 및 반응용입자들이 후열처리 온도가 높아짐에 따라 재용융 상태에 가까워지므로써 경도가 감소된 것으로 생각된다. 한편 후열처리 온도가 높아짐에 따라 경도의 편차가 감소하고 있는데, 이는 후열처리 온도가 높아짐에 따라 코팅층 내부의 미용융입자와 기공 그리고 splat간의 경계면이 감소하여 상대적으로 균질한 코팅층을 형성하기 때문인 것으로 판단할 수 있다.

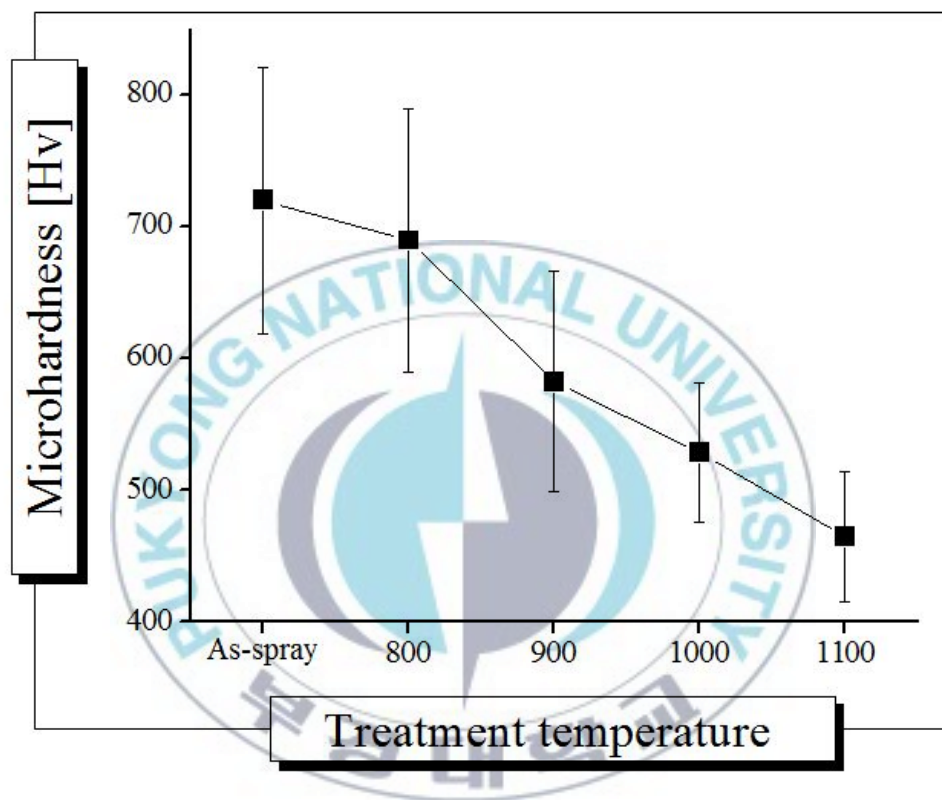


Fig.13 Variation of hardness according to temperature

3.2.3 열처리 온도가 코팅층의 마모율에 미치는 영향

Fig.14는 코팅층의 후열처리 온도에 따른 마모율의 변화를 나타낸 것이다. 마모율도 경도와 마찬가지로 후열처리온도가 증가할수록 감소하는 경향을 나타내고 있는데, 1100℃에서 후열처리된 코팅층은 as-sprayed 코팅층에 비해 약 40% 정도의 낮은 마모율을 보여주고 있다.

Fig.15과 Fig.16은 800℃ 및 1100℃로 후열처리된 코팅층의 마모트랙을 비교하여 나타낸 것이다. 1100℃에서 후열처리된 코팅층의 마모트랙은 주마모 거동으로서 연삭마모가 뚜렷이 관찰된다. 반면에 800℃에서 후열처리된 시험편은 연삭마모와 함께 splat detachment가 관찰되며, 특히 기공 주위에서 큰 splat detachment의 흔적이 관찰되었다. 또한 두 시험편의 마모흔을 비교해보면 1100℃에서 후열처리된 시험편의 마모트랙이 더욱 뚜렷하고 크게 나타난다. 이는 1100℃에서 후열처리된 시험편이 800℃에서 후열처리된 시험편보다 경도가 낮기 때문이며, 그럼에도 불구하고 1100℃에서 후열처리된 시험편의 마모율이 상대적으로 더 낮은 것은 800℃에서 후열처리된 코팅층과 달리 splat detachment가 발생하지 않기 때문인 것으로 판단된다.

Fig.17과 Fig.18는 800℃ 및 1100℃로 후열처리된 코팅층의 마모트랙 단면을 나타낸 것이다. 800℃에서 후열처리된 코팅층은 그 표면에 깊게 패인 흔적이 관찰되는데, 이는 splat detachment로 인해 생긴 흔적이다. 반면 1100℃에서 후열처리된 코팅층의 단면에서는 연삭마모의 흔적만 관찰된다. Fig.19과 Fig.20은 코팅층의 마모트랙 단면을 배율을 증가하여 찍은 SEM-image이다. 800℃에서 후열처리된 코팅층의 splat detachment의 흔적을 좀 더 정확하

게 확인 할 수 있다.

이상의 결과들을 종합해 보면, as-sprayed 상태의 코발트기 자용성 합금 코팅층의 주마모거동은 splat detachment이고, 후열처리 온도가 높아짐에 따라 splat detachment는 점차 감소하며 주마모거동은 연삭마모로 천이된다. 일반적으로는 경도가 높아질수록 마모율은 낮아지는 경향을 나타내지만,²⁸⁾ 본 연구에서는 1100℃에서 후열처리된 코팅층의 경우 상대적으로 경도가 낮음에도 불구하고 마모율이 감소하는 경향을 보였다.



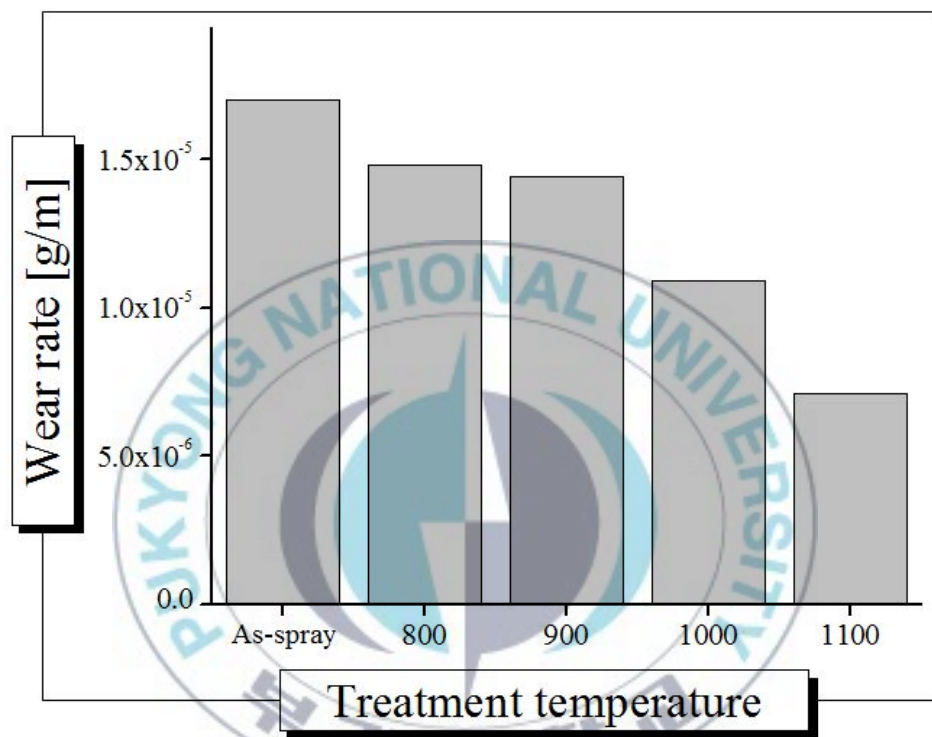


Fig.14 Variation of wear rate according to temperature

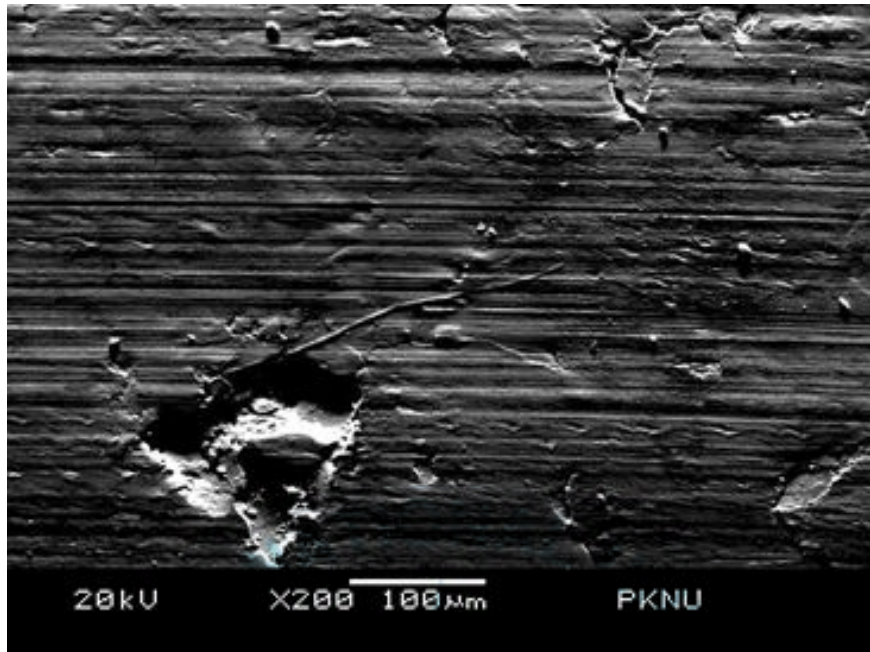


Fig.15 Microstructure of wear track heat-treated at 800°C

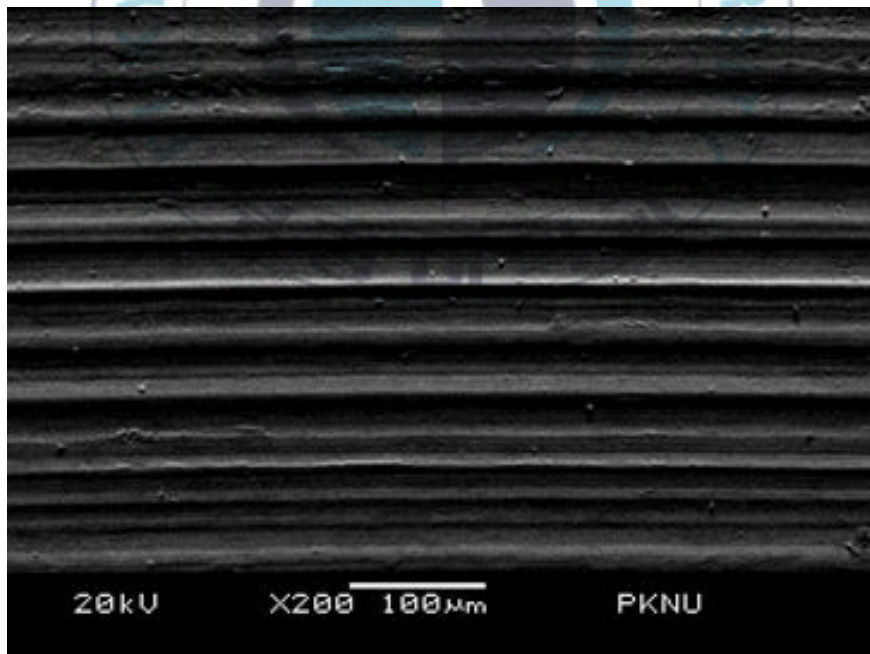


Fig.16 Microstructure of wear track heat-treated at 1100°C

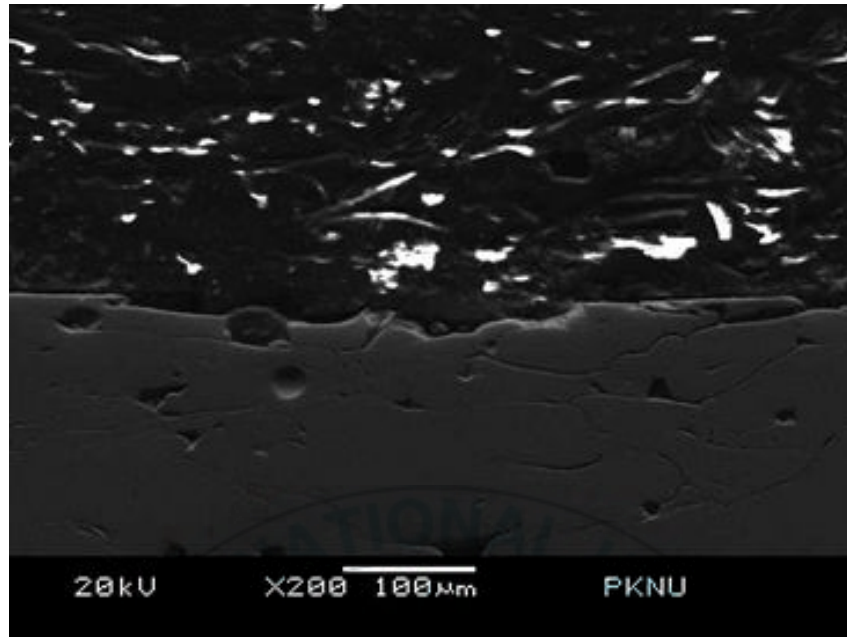


Fig.17 Microstructure of cross section of wear track heat-treated at 800°C(x200)

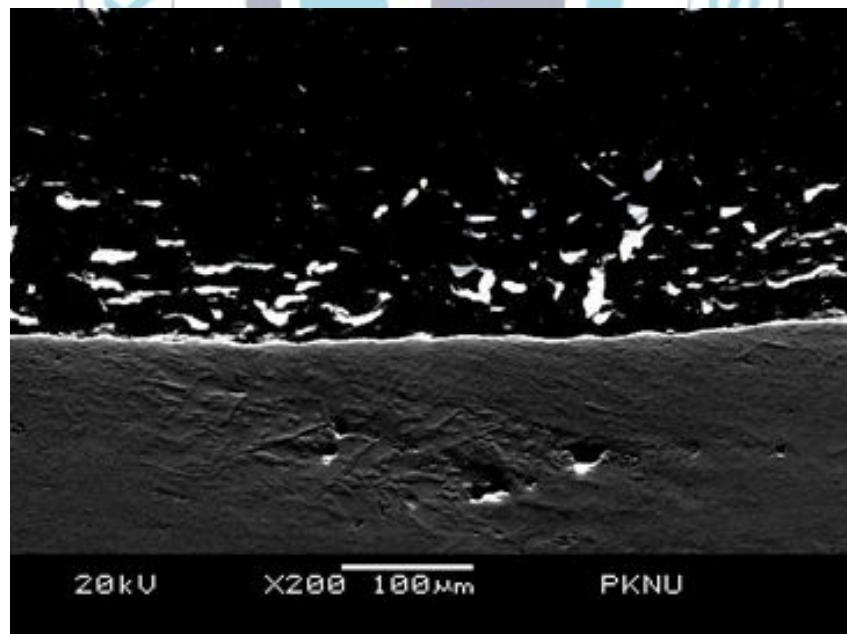


Fig.18 Microstructure of cross section of wear track heat-treated at 1100°C(x200)

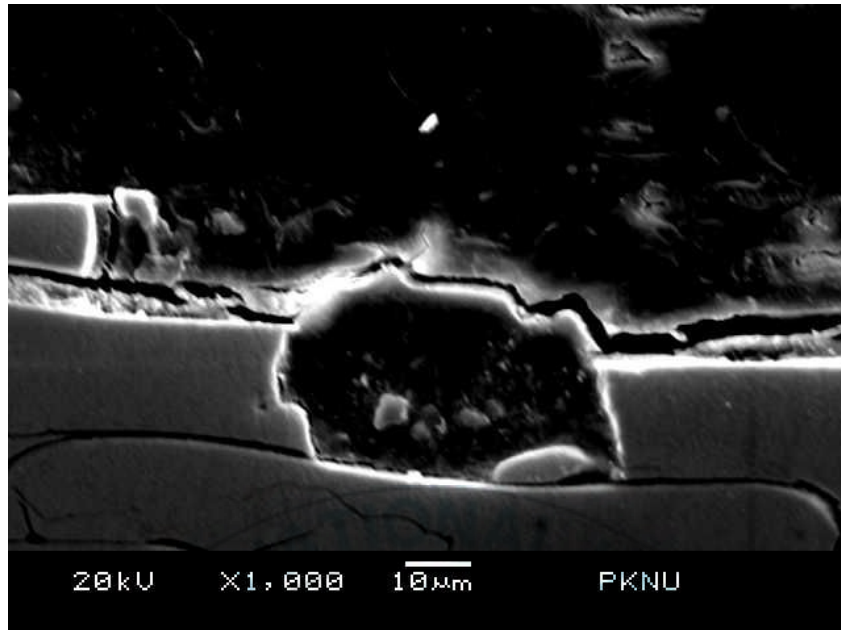


Fig.19 Microstructure of cross section of wear track heat-treated at 800°C(x1000)

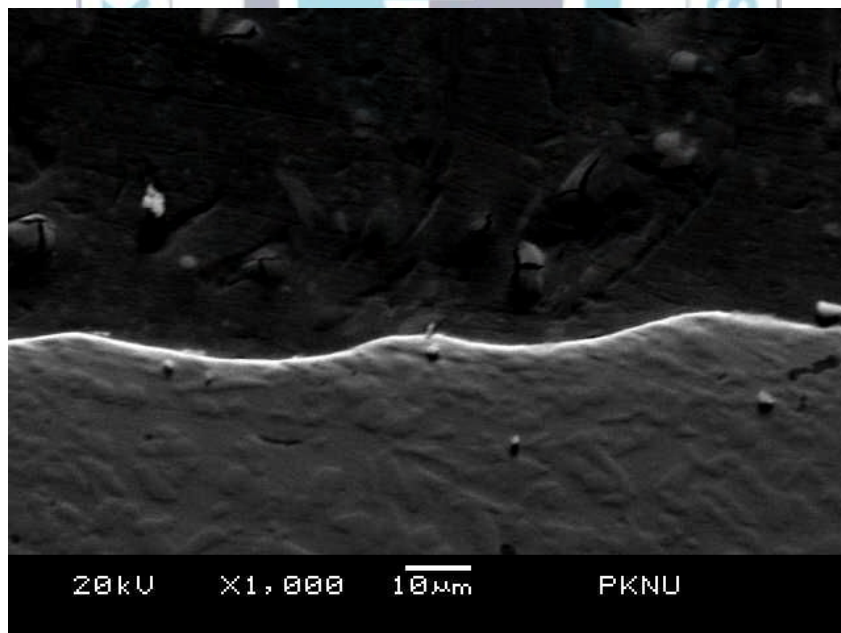


Fig.20 Microstructure of cross section of wear track heat-treated at 1100°C(x1000)

제 4 장 결 론

본 연구에서는 내부식성, 내마모성 향상을 위해 산업분야에서 널리 사용되는 코발트기자유성합금 코팅의 공정최적화를 위해 경도 및 마모율의 다중특성치에 대한 가중치를 고려하여 통계적 분석을 실시하였다. 그리고 후열처리가 코팅층의 기계적 특성에 미치는 영향을 분석하기 위해 화염 용사법으로 제작된 코발트기 자유성 합금 코팅층을 진공가열로에서 후열처리하고, 경도시험 및 마모시험을 실시하여 후열처리 조건이 이들 특성에 미치는 영향을 분석하였다. 주요한 결과를 요약하면 다음과 같다.

1) 코발트기 자유성 합금 용사코팅의 경도에 영향을 미치는 인자는 산소 유량과 용사 거리이며, 마모율에 영향을 미치는 인자는 분말 송급률이다.

2) 경도를 특성치로 했을 경우의 최적공정조건은 산소 유량 $53 \text{ ft}^3/\text{h}$, 아세틸렌 유량 $66 \text{ ft}^3/\text{h}$, 분말 송급률 $30 \text{ lb}/\text{min}$, 용사 거리 240 mm 이고, 마모율을 특성치로 했을 경우 코팅의 최적공정조건은 산소 유량 $53 \text{ ft}^3/\text{h}$, 아세틸렌 유량 $55 \text{ ft}^3/\text{h}$, 분말 송급률 $36 \text{ lb}/\text{min}$, 용사 거리 240 mm 이다.

3) 경도와 마모율의 가중치를 각각 0.5로 한 다중특성치를 고려할 경우의 최적조건 코팅은 하나의 특성치만을 고려했을 때의 최적조건 코팅보다

낮은 S/N비를 나타내지만, 경도와 마모율 모두 평균 이상의 S/N비를 나타내는 양호한 코팅을 얻을 수 있다.

4) 가중치를 고려한 다중특성치에 대한 통계적 분석으로 사용환경이나 목적에 따른 최적공정조건의 도출 및 각 인자의 기여도의 영향을 쉽게 분석할 수 있다.

5) 후열처리 온도가 높아짐에 따라서 코팅층 내의 기공 및 미용융입자들이 점차 감소하며 1100°C로 후열처리를 할 경우 코팅층은 완전히 재용융되었다.

6) 후열처리 온도가 높아질수록 코팅층의 경도와 마모율은 함께 감소하는 경향을 나타내었다.

7) as-sprayed 코팅층, 800°C 및 900°C로 후열처리된 코팅층의 마모시험에 있어서는 연삭마모거동과 splat detachment가 함께 관찰되며, 1000°C 및 1100°C에서 후열처리된 코팅층의 경우에는 연삭마모거동만 관찰되었다.

8) as-sprayed 코팅층의 주마모거동은 splat detachment이며, 후열처리 온도가 높아짐에 따라서 연삭마모로 천이된다.

참 고 문 헌

- (1) L. A. Dobrzański, and K. Lukaszewicz, "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, 2004.
- (2) J. F. Li, L. Li and F. H. Stott, "Statistical approach for minimizing cracks in combined flame spraying and laser surface modification of refractory ceramics" *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 563, Issue2, pp. 249-255, 2004.
- (3) K. Ghosh, T. Troczynski and A. C. D. Chakrader, "Aluminum-silicon carbide coating by plasma spraying", *J. of Thermal Spray Technology*, No. 7, pp. 78-86, 1998.
- (4) M. U. Schoop, "A New Process (Spray Process) for the Production of Metallic Coatings", *Metallurgical and Chemical Engineering*, Vol. 8, Issue 7, pp. 404-406, 1910.
- (5) M. U. Schoop, "Metal Plating with the Airbrush," *Scientific American*, Vol 1, p 346, 1913.
- (6) R. M. Poorman, H. B. Sargent, and H. Lamprey, "Method and Apparatus Utilizing Detonation Waves for Spraying and Other Purposes," U.S. Patent No. 2714563, 1955.

- (7) E. Muehlberger, "A High Energy Plasma Coating Process", 7th International Metal Spraying Conference, London, England, p. 58, 1973.
- (8) Browning Engineering Co. "Jet-Kote - Revolutionary Hypersonic Spraying", Technical Documentation, West Lebanon, NH, USA, 1980.
- (9) L. Pawlowski, "The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings", John Wiley & Sons, NY, USA, 1995.
- (10) A. Vardelle, M. Vardelle, R. Mcpherson, and P. Fauchais, "Study of the Influence of Particle Temperature and Velocity Distribution within a Plasma Jet Coating Formation", 9th International Thermal Spraying Conference, Hague, Netherlands, p. 30, 1980.
- (11) M. Li, P. D. Christofides, "Modeling and Analysis of HVOF Thermal Spray Process Accounting for Powder Size Distribution", Chemical Engineering Science, Vol. 58, Issues 3-6, pp. 849-857, 2003.
- (12) Rodolphe Bolot, Marie-Pierre Planche, Hanlin Liao, Christian Coddet, "A three-dimensional model of the wire-arc spray process and its experimental validation", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 200, Issues 1-3, pp. 94-105, 2008.
- (13) N. Yusoff, M. Ramasamy, S Yusup, 2011, "Taguchi's parametric design approach for the selection of optimization variables in a refrigerated gas plant", Chemical Engineering Research and Design, Vol.e 89, Issue 6, pp. 665-675, 2011.

- (14) G. Kaushik, and I. S. Thakur, "Isolation and characterization of distillery spent wash color reducing bacteria and process optimization by Taguchi approach", *International Biodeterioration & Biodegradation*, Vol. 63, Issue 4, pp. 420-426, 2009.
- (15) W. Fang et al., "Processing optimization, surface properties and wear behavior of HVOF spraying WC-CrC-Ni coating", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 209, Issue 7, pp. 3561-3567, 2011.
- (16) 김균택, 김영식, "실험계획법에 의한 니켈기 경질 용사코팅의 최적 공정 설계", *한국동력기계공학회지*, 제13권, 제5호, pp. 89-94, 2009.
- (17) 김균택, 김영식, "STS316 용사코팅의 최적 공정 설계", *한국해양공학회지* 제24권, 제1호, pp. 161-165, 2010.
- (18) H. Akebono, J. Komotori and M. Shimizu, 2008, " Effect of coating microstructure on the fatigue properties of steel thermally sprayed with Ni-based self-fluxing alloy", *International Journal of Fatigue*, Vol. 30, pp. 814-821.
- (19) H. J. Kim, S. Y. Hwang, C. H. Lee and P. Juvanon, 2003, "Assessment of wear performance of flame sprayed and fused Ni-based coatings", *Journal of Surface and Coatings Technology*, Vol. 172, pp. 262-269.
- (20) H. Chen, C. Xu, J. Qu, I. M. Hutchings, P. H. Shipway and J. Liu, 2005, " Sliding wear behaviour of laser clad coatings based upon a nickel-based self-fluxing alloy co-deposited with conventional and

- nanostructured tungsten carbide-cobalt hardmetals", Journal of Wear, Vol. 259, pp. 801-806.
- (21) 김균택, 김영식, “니켈기 자용성 합금 코팅층의 마모거동에 미치는 상대마모재의 영향”, 한국동력기계공학회지, 제11권, 제4호, pp. 92-97, 2007.
- (22) J. H. Chang, J. M. Chou, R. I. Hsieh and J. L. Lee, 2009, "Influence of fusing temperature on microstructure, wear and corrosion resistance of induction melted bimetal of Co-based alloy and AISI 4140 steel", Journal of Materials Chemistry and Physics, vol. 188, pp. 314-321.
- (23) K. Sakata, K. Nakano, Y. Matsubara and K. Ogi, 2007, "Microstructure Control of Thermally Sprayed Co-Based Self-fluxing Alloy Coatings by diffusion Treatment", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 16 No. 5-6, pp. 991-997.
- (24) 박성현 (2009), “현대실험계획법”, 민영사, 서울.
- (25) S. Saravanan, G. Nagarajan and S. Sampath, 2012, "Combined effect of injection timing, EGR and injection pressure in NO_x control of a stationary diesel engine fuelled with crude rice bran oil methyl ester", Journal of Fuel, Vol. 104, pp. 409-416.
- (26) 김균택, 김영식, “다구찌 기법을 이용한 용사코팅의 공정 최적화”, 한국동력기계공학회지, 제16권, 제2호, pp. 54-59, 2012.
- (27) R. G. Bayer, 2002, "Wear Analysis for Engineers", HNB Publishing.