



등록특허 10-2056206



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년12월16일
(11) 등록번호 10-2056206
(24) 등록일자 2019년12월10일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B23B 27/14 (2006.01) *B23C 5/16* (2006.01)
C23C 16/34 (2006.01) *C23C 16/36* (2006.01)
- (52) CPC특허분류
B23B 27/14 (2013.01)
B23C 5/16 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2015-7011593
- (22) 출원일자(국제) 2013년09월30일
심사청구일자 2018년05월31일
- (85) 번역문제출일자 2015년04월30일
- (65) 공개번호 10-2015-0064187
- (43) 공개일자 2015년06월10일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2013/076583
- (87) 국제공개번호 WO 2014/054591
국제공개일자 2014년04월10일
- (30) 우선권주장
JP-P-2012-219650 2012년10월01일 일본(JP)
- (56) 선행기술조사문현
JP2008087150 A
KR100187369 B1
US20100330360 A1

- (73) 특허권자
미츠비시 히타치 쓰루 가부시키가이샤
일본국 도쿄도 스미다구 료고쿠 4쵸메 31반 11고
- (72) 발명자
후쿠나가 유조
일본 치바켄 나리타시 신이즈미 13-2 히타치 쓰루
가부시키가이샤 나리타 고쵸내
고세키 슈호
일본 시마네켄 마쓰에시 호쿠료쵸 22반치 히타치
쓰루 가부시키가이샤 기반 기쥬쓰 젠큐 센터내
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
유미특허법인

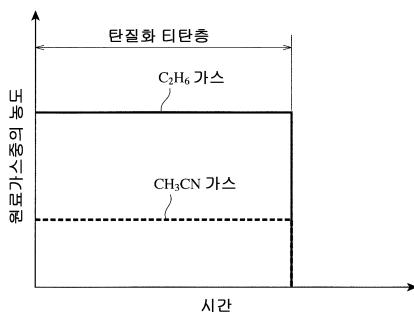
전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 서신택

(54) 발명의 명칭 경질 피막 회복 공구 및 그 제조 방법

(57) 요약

WC기 초경합금(超硬合金)으로 이루어지는 기체에 직접 화학 증착법에 의해 탄질화 티탄층을 형성하여 이루어진 경질 피막 회복 공구로서, 탄질화 티탄층이 74~81 질량%의 티탄, 13~16 질량%의 탄소 및 6~10 질량%의 질소를 함유하는 조성을 가지고, 탄질화 티탄층이 0.01~0.22 μm 의 평균 횡단면(橫斷面) 직경을 가지는 주상(柱狀) 결정 입자로 이루어지는 조직을 가지고, 기체(基體)로부터 탄질화 티탄층 내로의 W 확산층의 평균 두께가 30~200 nm이며, 탄질화 티탄층의 (422)면의 X선 회절 피크 위치 2θ 가 $122.7^\circ \sim 123.7^\circ$ 의 범위 내에 있는 경질 피막 회복 공구.

대표도 - 도1

(52) CPC특허분류

C23C 16/34 (2013.01)

C23C 16/36 (2013.01)

B23B 2228/10 (2013.01)

B23C 2228/10 (2013.01)

(72) 발명자

구보타 가즈유키

일본 치바켄 나리타시 신이즈미 13-2 히타치 쓰루

가부시키가이샤 나리타 고죠내

이노우에 겐이치

일본 시마네켄 마쓰에시 호쿠료쵸 22번지 히타치

쓰루 가부시키가이샤 기반 기쥬쓰 젠큐 센터내

명세서

청구범위

청구항 1

WC기 초경합금(超硬合金)으로 이루어지는 기체(基體)에 직접 화학 증착법에 의해 탄질화 티탄층으로 구성된 경질 피막을 형성하여 이루어진 경질(硬質) 피막 피복 공구로서,

- (a) 상기 탄질화 티탄층이 74~81 질량%의 티탄, 13~16 질량%의 탄소 및 6~10 질량%의 질소를 함유하는 조성을 가지고,
- (b) 상기 탄질화 티탄층이 0.01~0.22 μm 의 평균 횡단면(橫斷面) 직경을 가지는 주상(柱狀) 결정입자로 이루어지는 주상 결정 조직을 가지고,
- (c) 상기 기체로부터 상기 탄질화 티탄층 내로의 W 확산층의 평균 두께가 30~200 nm의 범위 내에 있고, 또한
- (d) 상기 탄질화 티탄층의 (422)면의 X선 회절 피크 위치 2θ 가 $122.7^\circ \sim 123.7^\circ$ 의 범위 내에 있는, 경질 피막 피복 공구.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 탄질화 티탄층의 평균 두께가 1~8 μm 인, 경질 피막 피복 공구.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 W 확산층에서의 결정립계(結晶粒界)가 질량비로 ($\text{Ti}_{x_1}, \text{W}_{y_1}, \text{Co}_{z_1}$)(C, N)(단, $x_1=0.20\sim0.75$ 이며, $y_1=0.2\sim0.6$ 이며, $z_1=0.05\sim0.20$ 이며, $x_1+y_1+z_1=1$ 임)에 의해 표시되는 조성을 가지고, 상기 W 확산층에서의 결정입자가 질량비로 ($\text{Ti}_{x_2}, \text{W}_{y_2}, \text{Co}_{z_2}$)(C, N)(단, $x_2=0.55\sim1$ 이며, $y_2=0\sim0.3$ 이며, $z_2=0\sim0.15$ 이며, $x_2+y_2+z_2=1$ 임)에 의해 표시되는 조성을 가지는, 경질 피막 피복 공구.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 탄질화 티탄층을 제1층으로 하고, 상기 제1층의 바로 위(直上)에 평균 두께 0.5~4 μm 의 탄질화 티탄층으로 이루어지는 제2층을 가지고, 상기 제2층이 76~85 질량%의 티탄, 10~14 질량%의 탄소 및 5~10 질량%의 질소를 함유하는 조성을 가지고, 또한 주상 결정 조직을 가지는, 경질 피막 피복 공구.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 경질 피막 피복 공구가 인서트(insert)인, 경질 피막 피복 공구.

청구항 6

제1항에 기재된 경질 피막 피복 공구를 제조하는 방법으로서,

WC기 초경합금으로 이루어지는 기체의 온도를 800~880 °C로 하고, TiCl_4 가스, N_2 가스, CH_3CN 가스, C_2H_6 가스, 및 H_2 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하여, 상기 기체에 직접 화학 증착법에 의해 상기 탄질화 티탄층을 형성하는, 방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 원료 가스가 1~3 체적%의 $TiCl_4$ 가스, 5~30 체적%의 N_2 가스, 0.1~1.5 체적%의 CH_3CN 가스, 0.5~2.5 체적%의 C_2H_6 가스, 및 잔부 H_2 가스로 이루어지는, 방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 원료 가스가 C_2H_6 가스의 50 체적% 미만의 비율로 CH_4 가스를 함유하는, 방법.

청구항 9

제6항에 있어서,

상기 원료 가스의 압력이 5~10 kPa인, 방법.

청구항 10

제6항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 탄질화 티탄층을 제1층으로 하고, 상기 제1층의 바로 위에, 76~85 질량%의 티탄, 10~14 질량%의 탄소 및 5~10 질량%의 질소를 함유하는 조성을 가지고, 또한 주상 결정 조직을 가지는 평균 두께 0.5~4 μm 의 탄질화 티탄층으로 이루어지는 제2층을 화학 증착법에 의해 형성하고, 이 때 상기 기체의 온도를 800~880 °C로 하고, $TiCl_4$ 가스, N_2 가스, CH_3CN 가스, 및 H_2 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하는, 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은, 내마모성 및 내치평성(chipping resistance)이 우수한 경질 피막 피복 공구, 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

종래부터 피삭재의 절삭 가공에는, 초경합금(超硬合金)의 기체(基體) 표면에 TiC 막, TiN 막, $TiCN$ 막, Al_2O_3 막 등 의 단층 또는 복층의 경질 피막이 형성된 표면 피복 공구가 사용되고 있다. 이와 같은 표면 피복 공구를 인코넬(Inconel)(등록상표) 등의 Ni기 내열합금, 내열 스테인레스스틸 등의 난삭성 합금의 절삭 가공에 사용하는 경우, 절삭에 의한 난삭성 합금의 가공 경화에 의해 날부에 치יפוי이 발생하거나, 날부에 용착된 난삭성 합금의 착탈을 반복함으로써 경질 피막이 박리되거나, 또한 경질 피막 박리 시에 기체 모재(母材)의 파괴도 일어난다. 이 때문에, 내마모성뿐만 아니라 내치평성도 우수한 경질 피막을 가지는 절삭 공구가 요구되고 있다.

[0003]

일본공개특허 평9-262705호는, WC기 초경합금제 기체의 표면에 입상 결정 조직을 가지는 TiN 막과 기체 성분과의 반응 고용체(固溶體)로 구성한 제1층과, 주상 결정(columnar crystal) $TiCN$ 막과 기체 성분과의 반응 고용체로 구성한 제2층으로 이루어지는 피복 절삭 공구를 개시하고 있다. 그러나, 일본공개특허 평9-262705호는 원료 가스에 $TiCl_4$ 가스, N_2 가스 및 H_2 가스를 사용하여 920°C에서 TiN 막을 성막하고 있으므로, 원료 가스가 기체와 과잉 반응하고, 기체 중의 W가 과잉으로 확산하여 제1층의 아래에 취화층(脆化層)이 형성되고, 따라서 내치평성이 악화되는 것을 알았다.

[0004]

일본 특허 제3503658호는, WC기 초경합금제 기체의 표면에 TiC 막 또는 $TiCN$ 막으로 이루어지는 하층과 주상 결정 $TiCN$ 막으로 이루어지는 중층과 TiC 막 또는 $TiCNO$ 막으로 이루어지는 상층으로 이루어지고, 하층, 중층 및 상층 모두에 기체 중의 Co가 0.01~6 질량% 포함되어 있는 피복 절삭 공구를 개시하고 있다. 그러나, 하층, 중층 및 상층에 포함되는 Co의 양이 지나치게 많으므로, 경질 피막의 경도가 낮고, 내마모성이 불충분하였다. 또한, 기체로부터 Co 및 W가 과잉으로 확산되어 있으므로, 취화층이 형성되고, 따라서 내치평성이 악화되는 것을 알았다.

[0005]

일본공개특허 제2011-36988호는, WC기 초경합금제 기체의 표면에 제1층(TiC 막)과 제2층(주상 결정 $TiCN$ 막)을 피

복하여 이루어지고, 제1층에 기체로부터 확산된 Cr 함유량 Cr_{L1} 및 Co 함유량 Co_{L1} 이 각각 질량%로 $0.1 \leq Cr_{L1} \leq 0.6$, 및 $0.6 \leq Cr_{L1}/Co_{L1} \leq 1.6$ 의 조건을 만족시키는 피복 초경합금 공구를 개시하고 있다. 그러나, 일본공개특허 제2011-36988호에서는, 원료 가스에 $TiCl_4$ 가스, CH_4 가스 및 H_2 가스를 사용하여, 제1층의 TiC막을 $930^\circ C$ 이상에서 성막하고 있으므로, 기체 성분의 제1층으로의 확산이 과다하게 되어, 내치핑성이 악화되는 것을 알았다.

[0006] 일본공개특허 제2008-87150호는, WC기 초경합금제 기체의 표면에 순차적으로, TiN막, 주상 결정 TiCN막[기체 표면에 대하여 평행한 방향에서 측정한 평균 입경이 $0.05 \sim 0.5 \mu m$ 이며, CuK α 선을 사용한 (422)면의 X선 회절 피크가 $2\Theta=121.5^\circ \sim 122.6^\circ$ 의 범위 내에 있음], 산화 알루미늄 막 및 TiN막이 형성된 피복 절삭 공구를 개시하고 있다. 주상 결정 TiCN막에 있어서, $C/(C+N)$ 은 $0.70 \sim 0.90$ 이다. 일본공개특허 제2008-87150호에서는, 기체에 직접 TiN막이 형성되어 있으므로, 기체 성분의 제1층으로의 확산이 많고, 내치핑성이 뒤떨어진다. 또한, 주상 결정 TiCN막용의 원료 가스가 $TiCl_4$ 가스, CH_3CN 가스, H_2 가스, 및 C_2H_6 가스를 함유하지만, N_2 가스를 함유하지 않으므로, 균일하며 미세한 주상의 TiCN 결정 입자가 성장하지 않고, 조대화(粗大化)가 일어나, 내치핑성의 악화의 원인이 되고 있다.

[0007] 일본 특허 제4720283호는, WC기 초경합금제 공구 기체의 표면에, 개질(改質) 탄질화 티탄층이 증착된 표면 피복 절삭 공구를 개시하고 있다. 개질 탄질화 티탄층은, $0.02 \sim 0.5 \mu m$ 의 평균 층 두께를 가지는 TiCN 박막 상에 종래의 TiCN층을 형성하여 이루어진다. TiCN 박막용의 원료 가스는 $TiCl_4$, C_3H_6 , N_2 및 H_2 로 이루어진다. WC기 초경합금의 공구 기체 C의 바로 위(直上)에, 제1층으로서 종래의 TiCN층(층 두께: $1 \mu m$)을 형성하고, 제2층으로서 TiCN 박막을 형성한 경우이지만, 종래의 TiCN막은 내마모성이 좋지 못하고, 상기 기체와의 밀착력도 낮기 때문에, 공구 수명이 짧다.

[0008] 일본 특허 제4534790호는, 공구 기체의 표면에, 하부층으로서 $3 \sim 20 \mu m$ 의 평균 층 두께를 가지는 Ti 화합물층(한층이 개질 TiCN층으로 이루어짐), 및 상부층으로서 $1 \sim 15 \mu m$ 의 평균 층 두께를 가지는 화학 증착된 산화 알루미늄층을 형성하여 이루어지는 절삭 공구를 개시하고 있다. 개질 TiCN층은, 통상의 화학 증착 장치를 사용하고, 원료 가스로서 $TiCl_4$, CH_3CN , C_2H_4 , N_2 및 H_2 를 사용하고, 기체 온도 $700 \sim 750^\circ C$, 압력 $25 \sim 40 \text{ kPa}$ 의 성막 조건 하에서 형성된다. 그러나, 본 발명자가 검토한 결과, 일본 특허 제4534790호에서는, 본 발명에서 사용하는 원료 가스(C_2H_6)에 비해 WC기 초경합금제 기체와의 반응성이 현저하게 높은 C_2H_4 를 사용하고 있으므로, 상기 기체로부터 W를 과잉으로 빨아올려 내치핑성을 악화시키는 것을 알았다. 또한, 본 발명에서 채용하는 TiCN층의 원료 가스의 압력($5 \sim 10 \text{ kPa}$)에 비해 성막 시의 원료 가스의 압력이 $25 \sim 40 \text{ kPa}$ 로 높으므로, 균일하며 미세한 주상 결정의 TiCN 결정 입자가 성장하지 않고, 조대화가 일어나, 내치핑성을 악화시키는 것을 알았다.

선행기술문헌

특허문헌

[0009] (특허문헌 0001) 일본공개특허 평9-262705호

(특허문헌 0002) 일본 특허 제3503658호

(특허문헌 0003) 일본공개특허 제2011-36988호

(특허문헌 0004) 일본공개특허 제2008-87150호

(특허문헌 0005) 일본 특허 제4720283호

(특허문헌 0006) 일본 특허 제4534790호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 따라서 본 발명의 목적은, 내치핑성 및 내마모성이 우수한 경질 피막 피복 공구를 제공하는 것이다.

[0011] 본 발명의 다른 목적은, 이러한 경질 피막 피복 공구를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0012] 본 발명의 제1 경질 펴복 공구는, WC기 초경합금으로 이루어지는 기체에 직접 화학 증착법에 의해 탄질화 티탄층으로 구성된 경질 펴막을 형성하여 이루어지고,
- [0013] (a) 상기 탄질화 티탄층이 74~81 질량%의 티탄, 13~16 질량%의 탄소 및 6~10 질량%의 질소를 함유하는 조성을 가지고,
- [0014] (b) 상기 탄질화 티탄층이 0.01~0.22 μm 의 평균 횡단면(橫斷面) 직경을 가지는 주상 결정입자로 이루어지는 주상 결정 조직을 가지고,
- [0015] (c) 상기 기체로부터 상기 탄질화 티탄층 내로의 W 확산층의 평균 두께가 30~200 nm의 범위 내에 있고, 또한
- [0016] (d) 상기 탄질화 티탄층의 (422)면의 X선 회절 피크 위치 2θ 가 $122.7^\circ \sim 123.7^\circ$ 의 범위 내에 있는 것을 특징으로 한다.
- [0017] 상기 조성 범위 내에 있어 2θ 로 표시되는 C/N비가 적정한 범위 내이고, 탄질화 티탄층을 구성하는 주상 결정입자가 평균 횡단면 직경 0.01~0.22 μm 로 미세하고, 또한 W 확산층이 평균 두께 30~200 nm로 적정한 범위 내에 있으므로, 탄질화 티탄층은 기체의 취화를 억제하면서 기체와의 충분한 밀착력을 가지고, 또한 난삭재(難削材)의 절삭에서도 우수한 내치평성을 발휘한다.
- [0018] 상기 탄질화 티탄층의 평균 두께는 1~8 μm 인 것이 바람직하다.
- [0019] 상기 W 확산층에 있어서, 결정립계(結晶粒界)는 질량비로 $(\text{Ti}_{x_1}, \text{W}_{y_1}, \text{Co}_{z_1})(\text{C}, \text{N})$ (단, $x_1=0.20\sim0.75$ 이며, $y_1=0.2\sim0.6$ 이며, $z_1=0.05\sim0.20$ 이며, $x_1+y_1+z_1=1$ 임)에 의해 표시되는 조성을 가지고, 결정입자는 질량비로 $(\text{Ti}_{x_2}, \text{W}_{y_2}, \text{Co}_{z_2})(\text{C}, \text{N})$ (단, $x_2=0.55\sim1$ 이며, $y_2=0\sim0.3$ 이며, $z_2=0\sim0.15$ 이며, $x_2+y_2+z_2=1$ 임)에 의해 표시되는 조성을 가지는 것이 바람직하다. 이와 같이, 결정립계에는 W 및 Co가 확산되어 있지만, 결정립 내로의 W 및 Co의 확산은 결정립계보다 현저하게 억제되어 있다.
- [0020] 본 발명의 제2 경질 펴복 공구는, 상기 탄질화 티탄층을 제1층으로 하고 그 바로 위에 평균 두께 0.5~4 μm 의 질화 티탄층으로 이루어지는 제2층을 가지고, 상기 제2층이 76~85 질량%의 티탄, 10~14 질량%의 탄소 및 5~10 질량%의 질소를 함유하는 조성을 가지고, 또한 주상 결정 조직을 가진다.
- [0021] 본 발명의 제1 및 제2 경질 펴막 펴복 공구는 인서트인 것이 바람직하다.
- [0022] 제1 경질 펴막 펴복 공구를 제조하는 본 발명의 방법은, WC기 초경합금으로 이루어지는 기체의 온도를 800~880 °C로 하고, TiCl_4 가스, N_2 가스, CH_3CN 가스, C_2H_6 가스, 및 H_2 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하여, 상기 기체에 직접 화학 증착법에 의해 상기 탄질화 티탄층을 형성하는 것을 특징으로 한다.
- [0023] 상기 원료 가스는 1~3 체적%의 TiCl_4 가스, 5~30 체적%의 N_2 가스, 0.1~1.5 체적%의 CH_3CN 가스, 0.5~2.5 체적%의 C_2H_6 가스, 및 잔부 H_2 가스로 이루어지는 것이 바람직하다. 상기 원료 가스는 CH_4 가스를 C_2H_6 가스의 50 체적% 미만의 비율로 함유할 수도 있다.
- [0024] 상기 원료 가스의 압력은 5~10 kPa인 것이 바람직하다.
- [0025] 제2 경질 펴막 펴복 공구를 제조하는 본 발명의 방법은, 상기 제1 경질 펴막 펴복 공구에서와 동일한 탄질화 티탄층을 제1층으로 하고 그 바로 위에, 76~85 질량%의 티탄, 10~14 질량%의 탄소 및 5~10 질량%의 질소를 함유하는 조성을 가지고, 또한 주상 결정 조직을 가지는 평균 두께 0.5~4 μm 의 탄질화 티탄층으로 이루어지는 제2층을 화학 증착법에 의해 형성하고, 이 때 상기 기체의 온도를 800~880 °C로 하고, TiCl_4 가스, N_2 가스, CH_3CN 가스, 및 H_2 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0026] (1) 본 발명의 경질 펴막 펴복 공구는, WC기 초경합금제 기체로부터, 화학 증착법에 의해 형성된 탄질화 티탄층의 막 성장 방향에서의 30~200 nm의 범위 내의 결정립계부에 상기 기체 성분의 W 등이 확산하는 데 그치고, 종래에 비해 상기 기체 성분의 확산이 현저하게 억제된다. 따라서, 본 발명에 의하면, Ni기의 내열 합금 또는 스테인레스스틸의 난삭성 합금의 절삭 가공에 있어서, 종래와 비교하여, 전술한 기체와 탄질화 티탄층과의 밀착력

이 높을 뿐만 아니라, 상기 기체의 취화가 억제되고, 내치평성 및 내마모성이 우수한, 매우 고성능이며 장수명의 인서트, 및 이것을 구비한 절삭 장치 및 날끝 교환식 회전 절삭 공구를 제공할 수 있다.

[0027] (2) 본 발명의 경질 피막 피복 공구의 제조 방법에서는, 초경합금제 기체와의 반응성이 낮은 C_2H_6 및 상기 기체와의 반응을 억제하는 N_2 를 필수적으로 포함하는 원료 가스를 사용하여 상기 기체에 직접 화학 증착법에 의해 탄질화 티탄층을 형성하고 있으므로, 탄질화 티탄층으로의 상기 기체 성분의 W 등이 확산되는 것이 억제되어, 고성능의 경질 피막 피복 공구를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0028] 도 1은 제1 경질 피막 피복 공구의 탄질화 티탄층을 형성할 때의 원료 가스 중의 C_2H_6 가스 및 CH_3CN 가스의 농도 변화를 개략적으로 나타낸 그래프이다.

도 2는 제2 경질 피막 피복 공구의 탄질화 티탄의 제1층 및 제2층을 형성할 때의 원료 가스 중의 C_2H_6 가스 및 CH_3CN 가스의 농도 변화를 개략적으로 나타낸 그래프이다.

도 3a는 선삭용 인서트(turning insert) 기체를 개략적으로 나타낸 평면도이다.

도 3b는 물성 평가용 인서트 기체의 평면 형상 및 측면 형상을 나타내는 개략도이다.

도 4a는 실시예 1의 탄질화 티탄층(단층(單層))의 X선 회절 패턴을 나타낸 그래프이다.

도 4b는 도 4a에 있어서 $121.0^\circ \sim 125.0^\circ$ 의 2θ 의 범위를 확대한 X선 회절 패턴을 나타낸 그래프이다.

도 5는 실시예 1의 경질 피막 피복 인서트의 파단면 조직을 나타내는 주사형 전자 현미경 사진(배율: 10,000배)이다.

도 6a는 실시예 1의 경질 피막 피복 인서트에서의 기체와 탄질화 티탄층의 단면 조직을 나타내는 암시야(暗視野) 주사 투과형 전자 현미경(STEM) 사진(배율: 400,000배)이다.

도 6b는 W 확산층의 평균 두께를 구하는 방법을 나타낸 도 6a의 암시야 STEM 사진의 개략도이다.

도 7은 W 확산층의 일부를 나타낸 암시야 STEM 사진이다.

도 8은 실시예 4의 경질 피막 피복 인서트에서의 W 확산층을 나타내는 암시야 STEM 사진(배율: 4,000,000배)이다.

도 9는 비교예 5의 경질 피막 피복 인서트에서의 기체와 탄질화 티탄층의 파단면 조직을 나타내는 암시야 STEM 사진(배율: 170,000배)이다.

도 10a는 실시예 1의 인서트가 수명에 도달했을 때의 날끝을 나타내는 현미경 사진이다.

도 10b는 비교예 5의 인서트가 수명에 도달했을 때의 날끝을 나타내는 현미경 사진이다.

도 11은 밀링용 인서트의 평면 형상 및 측면 형상을 나타내는 개략도이다.

도 12는 도 11의 인서트가 장착된 날끝 교환식 회전 공구를 나타낸 개략도이다.

도 13a는 실시예 39의 탄질화 티탄층, 결합층 및 산화 알루미늄층으로 이루어지는 경질 피막의 X선 회절 패턴을 나타낸 그래프이다.

도 13b는 도 13a에 있어서 $121.0^\circ \sim 125.0^\circ$ 의 2θ 의 범위를 확대한 X선 회절 패턴을 나타낸 그래프이다.

도 14는 실시예 39의 경질 피막 피복 인서트의 파단면 조직을 나타내는 SEM 사진(배율: 10,000배)이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0029] [1] 제1 경질 피막 피복 공구

[0030] 본 발명의 제1 경질 피막 피복 공구는, WC기 초경합금으로 이루어지는 기체에 직접 화학 증착법에 의해 탄질화 티탄층을 형성하여 이루어진다. 탄질화 티탄층은 74~81 질량%의 티탄, 13~16 질량%의 탄소 및 6~10 질량%의 질소를 함유하는 조성을 가지고, 주상 결정 조직을 가진다. 탄질화 티탄층은 0.01~0.22 μm 의 평균 획단면 직경을 가지는 주상 결정입자로 이루어지는 주상 결정 조직을 가지고, 상기 기체로부터 상기 탄질화 티탄층 내로의

W 확산층의 평균 두께는 30~200 nm의 범위이다. 상기 탄질화 티탄층의 (422)면의 X선 회절 피크 위치 2θ는 122.7° ~ 123.7° 의 범위 내에 있다.

[0031] (A) 기체

강도, 경도, 내마모성, 인성(非性), 열안정성 등의 관점에서, 기체는 WC기 초경합금으로 이루어진다. WC기 초경합금은, 탄화 텅스텐(WC) 입자와, Co 또는 Co를 주체로 하는 합금의 결합상(結合相)으로 이루어지는 것이 바람직하다. 결합상은 1~13.5 질량%가 바람직하고, 3~13 질량%가 더욱 바람직하다. 결합상이 1 질량% 미만에서는 기체의 인성이 불충분하게 되고, 결합상이 13.5 질량%를 초과하면 경도(내마모성)가 불충분하게 된다. 소결 후의 WC기 초경합금의 미(未)가공면, 연마 가공면 및 날끌 처리 가공면의 전부에 본 발명의 탄질화 티탄층을 형성할 수 있다. 연마 가공을 하고 있지 않은 기체 소결면에 형성된 탄질화 티탄층도 충분히 높은 경도 및 내마모성을 가지지만, 기체의 연마면 및 날끌 처리 가공면에 형성된 탄질화 티탄층 쪽이, 결정입자가 미세하기 때문에 더욱 높은 경도 및 내마모성을 가진다.

[0033] (B) 탄질화 티탄층

인코넬(등록상표) 등의 Ni기 내열 합금, 내열 스테인레스스틸 등의 난삭성 합금을 절삭 가공하는 경우, 인서트의 경질 피막에 파삭재가 용착하는 경우가 많고, 그 결과 경질 피막의 박리가 발생할 우려가 있다. 그러므로, 경질 피막은 WC기 초경합금제 기체에 대하여 높은 밀착력을 가질 필요가 있다. 종래부터 TiN층 또는 TiC층을 베이스층으로 하는 방법이 행해지고 있지만, 기체를 900°C를 초과하는 고온에 장시간 노출할 필요가 있으므로, 기체와 TiN층과의 계면에 탈탄층이 형성되고, 기체는 부수어지기 쉽다. 이데, TiCl₄ 가스, CH₃CN 가스 및 H₂ 가스를 사용하여 TiCN막을 형성하는 것이 제안되었지만, 기체와의 밀착력이 낮고, 또한 기체와의 밀착력을 높이기 위해서는 성막 온도를 900°C를 초과하도록 할 필요가 있고, 기체 성분의 W 및 Co의 확산이 과잉으로 되는 문제 가 생긴다. 그러므로, 본 발명에서는, 후술하는 바와 같이 원료 가스에 TiCl₄ 가스, CH₃CN 가스, 기체와의 반응성의 낮은 C₂H₆ 가스, C₂H₆ 가스의 반응성을 더욱 억제하여 기체 성분의 탄질화 티탄층으로의 확산을 억제하는 N₂ 가스, 및 H₂ 가스를 사용하여, 탄질화 티탄층을 형성한다. 이와 같은 원료 가스의 사용에 의해 탄질화 티탄층의 성막 시의 기체 온도를 800~880 °C로 제어할 수 있으므로, W 확산층의 평균 두께를 30~200 nm의 범위 내로 제어할 수 있다. 이로써, 내마모성 및 내치평성이 우수한 경질 피막 피복 공구를 얻을 수 있다.

탄질화 티탄층은, 주상 조직을 가지는 동시에 전체의 조성을 Ti + C + N=100 질량%로 나타내면, 74~81 질량%의 티탄, 13~16 질량%의 탄소 및 6~10 질량%의 질소를 함유한다. 탄질화 티탄층의 조성은 후술하는 EPMA, EDS 및 AES의 측정 결과에 기초하여 구하였다. 탄질화 티탄층의 탄소 농도가 13 질량% 미만이면, WC기 초경합금 기체의 구성 성분(W)의 탄질화 티탄층 내로의 확산이 충분하지 않으므로, 탄질화 티탄층과 기체와의 밀착력이 저하되고, 탄질화 티탄층이 쉽게 박리되고, 따라서 내치평성이 저하된다. 탄소 농도가 16 질량%를 초과하면, 기체 성분의 확산이 과잉으로 되고, 따라서 탄질화 티탄층의 아래에 취화층이 형성되고, 탄질화 티탄층의 내치평성이 크게 저하된다.

탄질화 티탄층의 질소 농도가 6 질량% 미만이면, 인성이 저하되어 부수어지기 쉽고, 내치평성이 저하된다. 또한, 질소 농도가 10 질량%를 초과하면, 탄질화 티탄층의 경도가 저하되고, 내마모성이 저하된다. 탄질화 티탄층의 탄소 농도 C 및 질소 농도 N의 합계(C+N)에 대한 탄소 농도 C의 원자비: C/(C+N)은 0.61~0.73인 것이 바람직하다. C/(C+N)의 비가 0.61 미만 또는 0.73를 초과하면, 내치평성이 악화되는 경향이 있다.

탄질화 티탄층의 주상 결정입자의 평균 횡단면 직경은 0.01~0.22 μm이며, 0.05~0.20 μm인 것이 바람직하다. 「평균 횡단면 직경」이란, 상기 기체 표면에 대하여 평행한 면에서의 상기 주상 결정입자의 단면의 평균 직경을 의미한다. 평균 횡단면 직경이 0.01μm 미만인 것은 공업적으로 생산하는 것이 곤란하며, 0.22μm를 초과하면 경도가 크게 저하되어 내마모성이 저하된다.

탄질화 티탄층은, (422)면의 X선 회절 피크 위치 2θ가 122.7° ~ 123.7° 의 범위 내에 있다. X선 회절의 조건은 후술한다. (422)면의 피크 위치는 탄질화 티탄층 중의 탄소량이나 질소량 및 결정입자 직경에 의해 변화한다. X선 회절 피크 위치 2θ가 122.7° 미만이면 탄질화 티탄층의 탄소량이 많아지게 되어, 기체에 탄소가 확산하여 농축되거나, 과잉의 탄소가 원료 가스의 금속 성분과 반응하지 않고 프리 카본이 생성되고, 기체 상(上)이나 탄질화 티탄층에 잔류하여, 밀착력의 저하나 탄질화 티탄층의 인성의 저하를 초래한다. 이에 따라, 탄질화 티탄층의 내치평성이 저하된다. X선 회절 피크 위치 2θ가 123.7° 를 초과하면 탄질화 티탄층의 질소량이 과다하게 되어, 탄질화 티탄층의 막 경도가 저하되고, 내마모성이 저하된다.

- [0039] 우수한 내마모성 및 내치평성을 가지기 위해서는, 탄질화 티탄층의 평균 두께는 1~8 μm 로 하는 것이 바람직하다. 평균 두께가 1 μm 미만이면 내마모성이 저하된다. 또한, 8 μm 를 초과하여 후막(厚膜)으로 되면, 내치평성이 저하된다. 난삭재를 본 별명의 경질 피막 피복 공구를 사용하여 선삭 가공하는 경우, 탄질화 티탄층의 평균 두께는 2~5 μm 인 것이 더욱 바람직하다. 선삭 가공에서는, 피막의 박리와 함께 기체의 치평이 발생하기 쉽다. 그러나, 탄질화 티탄층의 평균 두께를 2~5 μm 로 하면 내치평성이 현저하게 우수하다.
- [0040] 나노인덴테이션(nano-indentation)(압입)법에 의해 측정한 탄질화 티탄층의 경도는 30~38 GPa인 것이 바람직하고, 32~36 GPa인 것이 더욱 바람직하다. 탄질화 티탄층의 경도가 30 GPa 미만에서는 내마모성이 뒤떨어진다. 또한 38 GPa를 초과하면 탄질화 티탄층 중의 탄소 농도가 지나치게 높아 기체로부터 기체 성분인 W의 탄질화 티탄층 내로의 확산이 증가하고, 취화(脆化)한다.
- [0041] (C) 확산층
- [0042] WC기 초경합금의 기체 성분인 W 및 Co는, 기체 중의 C와 함께 탄질화 티탄층의 형성 중에 기체로부터 탄질화 티탄층 중에 확산한다. W 및 Co의 확산량이 과잉이면 기체에 취화층이 형성되고, 내치평성이 저하된다. W 및 Co는 단독으로 확산하지는 않으며, W의 확산을 제어함으로써 Co의 확산도 제어할 수 있다. 탄질화 티탄층 중에 Co가 과잉으로 확산하면 탄질화 티탄층의 경도가 저하되어, 내마모성이 저하된다.
- [0043] W 확산층(간단히 「W 확산층」이라고 하며, 소정량의 Co를 함유할 수도 있음)의 평균 두께는 30~200 nm의 범위 내이다. W 확산층의 평균 두께가 30 nm 미만이면 W의 탄질화 티탄층으로의 확산이 불충분하고, 탄질화 티탄층의 기체에 대한 밀착력이 불충분하다. 또한 탄질화 티탄층의 박리를 기점(起点)으로 한 치평이 발생하여, 내치평성이 저하된다. 한편, W 확산층의 평균 두께가 200 nm를 초과하면 W의 확산이 과잉이 되고, 탄질화 티탄층의 아래에 취화층이 형성되고, 탄질화 티탄층의 내치평성이 저하된다. W 확산층의 평균 두께는, 원료 가스 조성 및 압력, 기체 온도 및 성막 시간에 의해 제어할 수 있다.
- [0044] 상기 확산층에 있어서, 탄질화 티탄의 결정립계의 조성은 질량비로 $(\text{Ti}_{x_1}, \text{W}_{y_1}, \text{Co}_{z_1})(\text{C}, \text{N})$ (단, $x_1=0.20\sim0.75$ 이며, $y_1=0.2\sim0.6$ 이며, $z_1=0.05\sim0.2$ 이며, $x_1+y_1+z_1=1$ 임)으로 표시되고, 탄질화 티탄 결정립 내의 조성은 질량비로, $(\text{Ti}_{x_2}, \text{W}_{y_2}, \text{Co}_{z_2})(\text{C}, \text{N})$ (단, $x_2=0.55\sim1$ 이며, $y_2=0\sim0.3$ 이며, $z_2=0\sim0.15$ 이며, $x_2+y_2+z_2=1$ 임)으로 표시된다. 결정립계 조성 및 결정립 내 조성이 전술한 요건을 만족시키지 않으면, 기체 성분의 W 및 Co의 탄질화 티탄층 내로의 확산은 불충분하거나 과잉이 된다. 확산이 불충분한 경우, 기체와 탄질화 티탄층과의 밀착력이 낮고, 탄질화 티탄층의 기체로부터의 박리 개소를 기점으로 하는 치평이 증가하여, 내치평성이 저하된다. 또한 과잉으로 확산하는 경우, 기체가 취화하여 인성이 저하되고, 탄질화 티탄층의 내치평성이 저하된다.
- [0045] 상기 결정립계 조성을 만족시킴으로써, 주로 상기 결정립계를 통과하여 탄질화 티탄층 내에 확산하는 W 및 Co량을 억제할 수 있다. 또한, W 및 Co가 상기 결정립 내에 과잉으로 확산하면 상기 탄질화 티탄층의 막 경도가 저하되거나, 주로 상기 결정립계를 통과하여 상기 탄질화 티탄층 중에 확산하는 W 및 Co가, 상기 탄질화 티탄층의 막 성장 방향에 있어서 200 nm를 초과하여 확산하고, 내치평성이 저하된다. 전술한 결정립계 및 결정립 내의 W 및 Co의 확산 거리의 특정 범위는, 원료 가스 조성, 성막 시의 기체 온도, 성막 시의 원료 가스의 압력 및 성막 시간에 의해 제어할 수 있다.
- [0046] [2] 제2 경질 피막 피복 공구
- [0047] (A) 탄질화 티탄층의 제2층
- [0048] 제2 경질 피막 피복 공구에서는, 제1 경질 피막 피복 공구에서의 탄질화 티탄층을 제1층으로 하고, 그 바로 위에 제2층으로서 탄질화 티탄층을 가진다. 제2층은, 76~85 질량%의 티탄, 10~14 질량%의 탄소 및 5~10 질량%의 질소를 함유하는 조성($\text{Ti} + \text{C} + \text{N} = 100$ 질량%)을 가지고, 주상 결정 조직을 가진다. 제1층과 마찬가지로, 제2층의 조성도 EPMA, EDS 및 AES에 의해 측정한다.
- [0049] 제2층의 탄소 농도가 10 질량% 미만이면, 경도 및 내마모성이 충분하지 않다. 제2층의 탄소 농도가 14 질량%를 초과하면, 탄질화 티탄층 중에 결함이나 프리 카본이 증가하고, 내치평성이 뒤떨어지는 문제가 생긴다. 제2층의 탄소 농도는 제1층의 탄소 농도보다 0.1 질량% 이상 낮은 것이 바람직하다. 제2층 쪽이 제1층보다 탄소 농도를 낮게 함으로써, 제2층 상에 형성되는 상층과의 밀착성이 높아지고, 내치평성이 높아진다. 제2층의 탄소 농도를 제1층의 탄소 농도보다 0.1 질량% 이상 낮게 하기 위하여, 제2층용의 원료 가스는 C_2H_6 가스를 포함하지 않고, TiCl_4 가스, N_2 가스, CH_3CN 가스 및 H_2 가스로 이루어진다.

- [0050] 제2층의 질소 농도는 5~10 질량%가 바람직하다. 질소 농도가 5 질량% 미만이면, 제2층은 인성이 충분하지 않으며, 10 질량%를 초과하면 제2층은 내마모성이 저하된다. 제2층의 탄소 농도 C 및 질소 농도 N의 합계(C+N)에 대한 탄소 농도 C의 원자비: C/(C+N)은 0.50~0.60인 것이 바람직하다. C/(C+N)의 비가 0.50 미만 또는 0.60을 초과하면, 내마모성 및 내치평성이 악화되는 경향이 있다.
- [0051] 제2층은, 제1층과 연속하여 형성하는 것이 바람직하다. 연속하여 형성하는 경우, 주상 결정이 미세하므로, 높은 경도 및 내마모성을 가진다. 제2층에서의 주상 결정입자의 평균 횡단면 직경은 0.01~0.5 μm 가 바람직하다. 평균 횡단면 직경이 0.01 μm 미만인 것은 공업적으로 생산하기 곤란하고, 0.5 μm 를 초과하면 경도가 크게 저하된다.
- [0052] 제2층의 평균 두께는, 0.5~4 μm 가 바람직하다. 평균 두께가 0.5 μm 미만에서는 인성이 저하되어 단수명(短壽命)이 되고, 4 μm 를 초과하면 내치평성이 크게 저하된다.
- [0053] 나노인텐테이션(압입)법에 의해 측정한 제2층의 경도는 29~38 GPa인 것이 바람직하고, 31~36 GPa인 것이 더욱 바람직하다. 제2층의 경도가 29 GPa 미만에서는 내마모성이 낮고, 38 GPa를 초과하면 제2층 중의 탄소 농도가 지나치게 높아 취화하여, 내치평성이 저하된다.
- [0054] (C) 상층
- [0055] 제1층 또는 제2층 상에 상층으로서, (a) Ti, Cr, Al, Si, V, B 및 Zr로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 1종의 금속 원소와, C, N 및 O로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 1종의 비금속 원소를 필수로 하는 단층 또는 다층의 경질 피막, 또는 (b) Al 및/또는 Cr의 산화물층을 형성하는 것이 바람직하다. (b)의 경우, 제2층과 산화물층의 사이에 결합층을 형성하는 것이 바람직하다. 이하에서, (a)의 상층을 제1 상층이라고 하며, (b)의 상층을 제2 상층이라고 한다.
- [0056] (1) 제1 상층
- [0057] 제1 상층은, Ti 및 C 및 N 및/또는 O를 필수 원소로 하고, Al, Cr, Si, V, B 및 Zr로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 1종의 원소를 임의 원소로 하고, 제1층 또는 제2층과 동일한 면심 입방(fcc) 구조를 주 구조로 하는 결정 구조를 가지는 것이 바람직하다. 제1 상층의 구체예로서는, TiC, CrC, SiC, VC, ZrC, TiN, AlN, TiBN, Si₃N₄, CrN, VN, ZrN, TiAlN, TiCrN, TiSiN, TiVN, TiZrN, TiCN, TiAlCN, TiCrCN, TiSiCN, TiVCN, TiZrCN, TiBCN, TiCNO, TiAlCNO, TiCrCNO, TiSiCNO, TiZrCNO, TiVCNO, TiCO, TiAlCO, TiCrCO, TiSiCO, TiVCO, TiZrCO, TiB₂ 등을 들 수 있다.
- [0058] (2) 제2 상층
- [0059] (a) 결합층
- [0060] 화학 증착법에 의해 제2층 상에 형성하는 결합층은, Ti, Al, B 및 Zr로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 1종의 금속 원소와, C, N 및 O로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 1종의 비금속 원소를 필수로 하는 단층 또는 다층의 경질 피막이다. 이 결합층은, 제1층 또는 제2층과 Al 및/또는 Cr의 산화물층을 견고하게 접합하기 위해 형성한다. 높은 밀착력을 발휘하기 위하여, 결합층은, 제1층 또는 제2층과 동일한 결정 구조를 가지는 Ti(CN)층과, 상기 산화물층과의 밀착력이 높은 Ti(CNO)층, Ti(CO)층, (TiAl)(CNO)층 또는 (TiB)(CNO)층으로 이루어지는 다층 구조로 하는 것이 바람직하다.
- [0061] (b) Al 및/또는 Cr의 산화물층
- [0062] 결합층의 바로 위에 화학 증착법에 의해 Al 및/또는 Cr의 산화물층을 형성한다. 이 경우에, Al 및/또는 Cr의 산화물층(산화 알루미늄층, 산화 크롬층 또는 산화 알루미늄·크롬층)은, 필요에 따라 Ar, Cr 또는 양자의 합계의 함유량 중 10 원자% 이하를 Zr 및 Ti 중 적어도 1종의 원소로 치환할 수도 있다. 상기 산화물층은 α 형을 주 구조로 하는 것이 바람직하고, α 형의 단일 구조(도 13a에 나타낸 바와 같이 α 형의 X선 회절 패턴만이 관찰됨)가 더욱 바람직하다. 내열성 및 내산화성을 충분히 발휘하기 위하여, 상기 산화물층의 평균 두께는 0.5~8 μm 가 바람직하고, 1~6 μm 가 더욱 바람직하고, 2~4 μm 가 가장 바람직하다. 평균 두께가 0.5 μm 미만에서는 산화물층은 단수명이며, 8 μm 를 초과하면 밀착력이 크게 저하된다.
- [0063] [3] 제조 방법
- [0064] 제1 및 제2 경질 피복은, 열화학 증착 장치 또는 플라즈마 지원 화학 증착 장치(간단히 「CVD로(爐)」라고도 함)를 사용한 화학 증착법에 의해 형성한다. 이하 열화학 증착법의 경우를 예로 들어 본 발명의 방법을 설명

하지만, 물론 본 발명은 이것으로 한정되지 않고, 다른 화학 증착법에도 적용할 수 있다.

[0065] (A) 제1 경질 피막 회복 공구의 제조 방법

[0066] WC기 초경합금으로 이루어지는 기체를 세팅한 CVD로 내에 H₂ 가스, N₂ 가스 및/또는 Ar 가스를 흐르게 하고, 800 ~880 °C의 기체 온도까지 승온(昇溫)한 후, TiCl₄ 가스, N₂ 가스, CH₃CN 가스, C₂H₆ 가스, 및 H₂ 가스로 이루어지는 원료 가스를 CVD로 내에 흐르게 하고, 탄질화 티탄층을 형성한다.

[0067] (1) 원료 가스

[0068] 도 1에 개략적으로 나타낸 바와 같이, 원료 가스에서는, C₂H₆ 가스의 농도가 CH₃CN 가스의 농도보다 높다. C₂H₆ 가스량 및/또는 CH₃CN 가스량을 경사형 또는 계단형으로 증가시킴으로써, 최종적으로 C₂H₆ 가스의 농도를 CH₃CN 가스의 농도보다 높아지도록 할 수도 있다. 원료 가스의 구체적 조성은, TiCl₄ 가스, N₂ 가스, CH₃CN 가스, C₂H₆ 가스, 및 H₂ 가스의 합계를 100 체적%로 할 때, 1~3 체적%의 TiCl₄ 가스, 5~30 체적%의 N₂ 가스, 0.1~1.5 체적%의 CH₃CN 가스, 0.5~2.5 체적%의 C₂H₆ 가스, 및 잔부 H₂ 가스로 이루어지는 것이 바람직하다. 원료 가스는 CH₄ 가스를 C₂H₆ 가스의 50 체적% 미만의 비율로 함유할 수도 있다. C₂H₆ 가스에 대한 CH₄ 가스의 비율이 낮을수록, 얻어지는 탄질화 티탄층의 경도 및 내마모성이 높은 경향이 있다. 따라서, C₂H₆ 가스에 대한 CH₄ 가스의 비율은 30 체적% 이하가 바람직하고, 20 체적% 이하가 더욱 바람직하고, 실질적으로 0 체적%가 가장 바람직하다.

[0069] TiCl₄ 가스가 1 체적% 미만이면 균일한 탄질화 티탄층이 되지 않고 결함이 증가하고, 내치평성이 저하된다. 한편, TiCl₄ 가스가 3 체적%를 초과하면, 기체와 원료 가스가 과잉으로 반응하여, 기체와의 사이에 취화층이 형성되고 내치평성이 저하된다.

[0070] N₂ 가스가 5 체적% 미만이면, 기체와 원료 가스가 과잉으로 반응하여 기체와의 사이에 취화층이 형성되므로, 내치평성이 저하된다. 한편, N₂ 가스가 30 체적%를 초과하면 그만큼 반응 성분이 희박하게 되고, 균일한 탄질화 티탄층을 얻지 못하고 결함이 증가하고, 내치평성이 저하된다.

[0071] CH₃CN 가스가 0.1 체적% 미만이면, 반응 속도가 늦어 탄질화 티탄층의 형성에 시간이 걸리고 기체에 취화층이 형성되므로, 내치평성이 저하된다. 한편, CH₃CN 가스가 1.5 체적%를 초과하면 성장 속도가 빠르고 결정입자 직경이 조대화하여, 내치평성이 저하된다.

[0072] C₂H₆ 가스가 0.5 체적% 미만이면, 탄질화 티탄층의 탄소 농도가 불충분하게 되어, 경도가 저하하여 내마모성이 뒤떨어진다. 한편, C₂H₆ 가스가 2.5 체적%를 초과하면, 기체와 원료 가스가 과잉으로 반응하고, 기체와의 사이에 취화층이 형성되고, 내치평성이 저하된다. 기체 온도는, CVD로에 설치한 기체를 지지하는 훌더 내에 열전대를 매립하고, 이 열전대에 의해 측정한다.

[0073] (2) 성막 조건

[0074] 성막 시의 기체 온도는 800~880 °C이며, 810~870 °C가 바람직하고, 820~860 °C가 더욱 바람직하다. 기체 온도가 800°C 미만에서는 원료 가스 중의 염소가 탄질화 티탄층 중에 과잉으로 찬류하여 내마모성이 저하된다. 한편, 기체 온도가 880°C를 초과하면 기체와 원료 가스가 과잉으로 반응하고, 기체와의 사이에 취화층이 형성되고, 내치평성이 저하된다. 기체 온도는, CVD로에 설치한 기체를 지지하는 훌더 내에 열전대를 매립하고, 이 열전대에 의해 측정한다.

[0075] 원료 가스의 압력은 5~10 kPa가 바람직하다. 원료 가스의 압력이 5 kPa 미만이면, 기체와의 밀착력이 높은 탄질화 티탄층을 얻을 수 없다. 한편, 원료 가스의 압력이 10 kPa를 초과하면, 탄질화 티탄층의 결정입자 직경이 조대화하여 내마모성이 저하된다.

[0076] (B) 제2 경질 피막 회복 공구의 제조 방법

[0077] (1) 탄질화 티탄층의 제2층의 형성

[0078] (a) 원료 가스

[0079] 제1 경질 피막 회복 공구에서의 탄질화 티탄층과 동일한 탄질화 티탄층을 제1층으로 하고, CVD로에 공급하는 원료 가스를 제2층용의 원료 가스로 전환하고, 연속하여 제2층을 형성하는 것이 바람직하다. 이로써, 미세한 주상

결정이 연속하여 성장하여 제1층과 제2층의 밀착력이 높은 탄질화 티탄층을 얻을 수 있다. 도 2에 나타낸 바와 같이, 제2층의 원료 가스는, $TiCl_4$ 가스, N_2 가스, CH_3CN 가스 및 H_2 가스로 이루어지고, C_2H_6 가스를 함유하지 않는다. 그 결과, 제2층의 탄소 농도는 제1층의 탄소 농도보다 0.1 질량% 이상 낮게 할 수 있고, 제2층은 제1층과의 밀착력이 높다. 또한 제2층을 제1층에 연속하여 형성함으로써, 주상 결정입자의 조대화를 억제할 수 있고, 높은 경도 및 높은 내마모성을 유지할 수 있다. 제2층은 탄질화 티탄층의 제1층과 비교하여 탄소 농도가 낮기 때문에, 바로 위층(直上層)인 제1 상층과의 밀착력을 향상시킬 수 있다.

[0080] 제2층의 원료 가스의 구체적 조성은, $TiCl_4$ 가스, N_2 가스, CH_3CN 가스 및 H_2 가스의 합계를 100 체적%로 할 때, 1~3 체적%의 $TiCl_4$ 가스, 5~30 체적%의 N_2 가스, 0.3~2 체적%의 CH_3CN 가스, 및 잔부 H_2 가스로 이루어지는 것이 바람직하다. $TiCl_4$ 가스가 1 체적% 미만이면 성막 속도가 늦어지고, 탄질화 티탄층 중에 결함이 증가하고 내치평성이 저하된다. 한편, $TiCl_4$ 가스가 3 체적%를 초과하면, 주상 결정이 조대화하여, 내치평성이 저하된다.

[0081] N_2 가스가 5 체적% 미만이면, 탄질화 티탄층의 질소 농도가 너무 낮고 결함이 증가하고 내치평성이 저하된다. 한편, N_2 가스가 30 체적%를 초과하면, 균일한 탄질화 티탄층을 얻을 수 없다.

[0082] CH_3CN 가스가 0.3 체적% 미만이면, 성막 속도가 지나치게 늦을 뿐만 아니라, 균일한 탄질화 티탄층을 얻을 수 없다. 한편, CH_3CN 가스가 2 체적%를 초과하면, 주상 결정입자가 조대화하여 내마모성이 저하된다.

[0083] (b) 성막 조건

[0084] 제2층의 성막 시의 기체 온도는 800~880 °C가 바람직하고, 810~870 °C가 더욱 바람직하고, 820~860 °C가 가장 바람직하다. 기체 온도가 800°C 미만에서는 성막 속도가 지나치게 늦어 원료 가스 중의 염소가 제2층 중에 잔류하여 내마모성이 저하된다. 한편, 성막 온도가 880°C를 초과하면 기체와 원료 가스가 파이프로 반응하고, 결정입자가 조대화하여, 내마모성이 저하된다.

[0085] 제2층의 성막 시의 원료 가스의 압력은 5~10 kPa가 바람직하다. 원료 가스의 압력이 5 kPa 미만이면 균일한 탄질화 티탄층을 얻을 수 없다. 한편, 원료 가스의 압력이 10 kPa를 초과하면, 결정입자가 조대화하여, 내마모성이 저하된다.

[0086] (2) 제1 상층의 형성

[0087] 제2층과의 밀착력이 높은(제1층에 직접 제1 상층을 형성하는 경우에는, 제1층과의 밀착력이 높은) 제1 상층은, 공지의 화학 증착법에 의해 형성할 수 있다. 성막 온도는 700~1150 °C이면 된다. 제1 상층을 형성하는 것에 사용하는 원료 가스의 예는 하기와 같다.

[0088] 1. TiC막 $TiCl_4$ 가스, CH_4 가스 및 H_2 가스.

[0089] 2. CrC막 $CrCl_3$ 가스, CH_4 가스 및 H_2 가스.

[0090] 3. SiC막 $SiCl_4$ 가스, CH_4 가스 및 H_2 가스.

[0091] 4. VC막 VC 가스, CH_4 가스 및 H_2 가스.

[0092] 5. ZrC막 $ZrCl_4$ 가스, CH_4 가스 및 H_2 가스.

[0093] 6. TiN막 $TiCl_4$ 가스, N_2 가스 및 H_2 가스.

[0094] 7. AlN막 $AlCl_3$ 가스, NH_4 가스 및 H_2 가스.

[0095] 8. CrN막 $CrCl_3$ 가스, NH_4 가스 및 H_2 가스.

[0096] 9. Si_3N_4 막 $SiCl_4$ 가스, NH_4 가스 및 H_2 가스.

[0097] 10. VN막 VC 가스, NH_4 가스 및 H_2 가스.

[0098] 11. ZrN막 $ZrCl_4$ 가스, N_2 가스 및 H_2 가스.

- [0099] 12. Ti(CN)막 TiCl₄ 가스, CH₄ 가스, N₂ 가스 및 H₂ 가스, 또는 TiCl₄ 가스, CH₃CN 가스, N₂ 가스 및 H₂ 가스.
- [0100] 13. (TiAl)N막 TiCl₄ 가스, AlCl₃ 가스, N₂ 가스 및 NH₃ 가스.
- [0101] 14. (TiSi)N막 TiCl₄ 가스, SiCl₄ 가스, N₂ 가스 및 NH₃ 가스.
- [0102] 15. (TiB)N막 TiCl₄ 가스, N₂ 가스 및 BC₁₃ 가스.
- [0103] 16. TiZr(CN)막 TiCl₄ 가스, ZrCl₄ 가스, N₂ 가스, CH₄ 가스 및 H₂ 가스, 또는 TiCl₄ 가스, ZrCl₄ 가스, N₂ 가스, CH₃CN 가스 및 H₂ 가스.
- [0104] 17. TiAl(CN)막 TiCl₄ 가스, AlCl₃ 가스, N₂ 가스, CH₄ 가스, NH₃ 가스 및 H₂ 가스, 또는 TiCl₄ 가스, AlCl₃ 가스, N₂ 가스, CH₃CN 가스 및 H₂ 가스.
- [0105] 18. TiSi(CN)막 TiCl₄ 가스, SiCl₄ 가스, N₂ 가스, CH₄ 가스, NH₃ 가스 및 H₂ 가스, 또는 TiCl₄ 가스, SiCl₄ 가스, N₂ 가스, CH₃CN 가스 및 H₂ 가스.
- [0106] 18. TiCr(CN)막 TiCl₄ 가스, CrCl₃ 가스, N₂ 가스, CH₄ 가스, NH₃ 가스 및 H₂ 가스, 또는 TiCl₄ 가스, CrCl₃ 가스, N₂ 가스, CH₃CN 가스 및 H₂ 가스.
- [0107] 19. TiV(CN)막 TiCl₄ 가스, VCl₃ 가스, N₂ 가스, CH₄ 가스, NH₃ 가스 및 H₂ 가스, 또는 TiCl₄ 가스, VCl₃ 가스, N₂ 가스, CH₃CN 가스 및 H₂ 가스.
- [0108] 20. TiZr(CN)막 TiCl₄ 가스, ZrCl₃ 가스, N₂ 가스, CH₄ 가스, NH₃ 가스 및 H₂ 가스, 또는 TiCl₄ 가스, ZrCl₃ 가스, N₂ 가스, CH₃CN 가스 및 H₂ 가스.
- [0109] 21. Ti(CNO)막 TiCl₄ 가스, N₂ 가스, CH₄ 가스, CO 가스 및 H₂ 가스, 또는 TiCl₄ 가스, N₂ 가스, CH₃CN 가스, CO 가스 및 H₂ 가스.
- [0110] 22. TiAl(CNO)막 TiCl₄ 가스, AlCl₃ 가스, N₂ 가스, CH₄ 가스, CO 가스 및 H₂ 가스, 또는 TiCl₄ 가스, AlCl₃ 가스, N₂ 가스, CH₃CN 가스, CO 가스 및 H₂ 가스.
- [0111] 23. Ti(CO)막 TiCl₄ 가스, N₂ 가스, CH₄ 가스, CO 가스, CO₂ 가스 및 H₂ 가스.
- [0112] 24. TiB₂막 TiCl₄ 가스, BC₁₃ 가스, H₂ 가스.
- [0113] (3) 제2 상층(결합층+Al 및/또는 Cr의 산화물층)의 형성
- [0114] (a) 결합층의 형성
- [0115] 제2층과 상기 산화물층과의 밀착력을 높이기 위하여, 양층의 접합층으로서 결합층을 형성한다. 결합층은, 적어도 제2층과의 밀착력이 높은 충과, 상기 산화물층과의 밀착력이 높은 충을 가지는 다층 피막인 것이 바람직하다. 어느 충도 공지의 화학 증착법에 의해 형성할 수 있다. 결합층의 성막 온도는 950~1050 °C이며, 예를 들면, 약 1000°C이면 된다.
- [0116] 제2층과의 밀착성이 높은 결합층으로서는, Ti(CN)막, TiN막 또는 TiC막 등을 예로 들 수 있다. Ti(CN)막은, 예를 들면, TiCl₄ 가스, N₂ 가스, CH₄ 가스 및 잔부 H₂ 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하여 형성할 수 있다. TiN막은, TiCl₄ 가스, N₂ 가스 및 H₂ 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하여 형성할 수 있다. TiC막은, TiCl₄ 가스, CH₄ 가스 및 H₂ 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하여 형성할 수 있다.
- [0117] 상기 산화물층과의 밀착력이 높은 충으로서는, Ti(NO)막, Ti(CO)막, Ti(CNO)막, (TiAl)(CNO)막 또는 (TiB)(CNO)막 등을 들 수 있다. Ti(NO)막은, TiCl₄ 가스, N₂ 가스, CO 가스, CO₂ 가스 및 H₂ 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하여 형성할 수 있다. Ti(CO)막은, TiCl₄ 가스, CH₄ 가스, CO 가스, CO₂ 가스 및 H₂ 가스로 이

루어지는 원료 가스를 사용하여 형성할 수 있다. Ti(CNO)막은, TiCl₄ 가스, CH₄ 가스, N₂ 가스, CO 가스, CO₂ 가스 및 H₂ 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하여 형성할 수 있다. (TiAl)(CNO)막은, TiCl₄ 가스, AlCl₃ 가스, CH₄ 가스, N₂ 가스, CO 가스, CO₂ 가스 및 H₂ 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하여 형성할 수 있다. (TiB)(CNO)막은, TiCl₄ 가스, BCl₃ 가스, CH₄ 가스, N₂ 가스, CO 가스, CO₂ 가스 및 H₂ 가스로 이루어지는 원료 가스를 사용하여 형성할 수 있다.

[0118] 제2층과의 밀착성이 높은 결합층 및 상기 산화물층과의 밀착력이 높은 결합층의 막 두께는 모두, 0.1~2 μm이면 되고, 0.3~1 μm가 바람직하다. 막 두께가 0.1μm 미만에서는 단수명이며, 2μm를 초과하면 밀착력이 크게 저하된다.

[0119] (b) Al 및/또는 Cr의 산화물층의 형성

[0120] 산화 알루미늄은 공지의 화학 증착법에 의해 형성할 수 있다. 예를 들면, 335°C로 보온한 Al 금속片面(金屬片面)에 HCl 가스 및 H₂ 가스를 흐르게 함으로써 발생시킨 AlCl₃ 가스와, CO₂ 가스와, H₂S 가스와, HCl 가스와, H₂ 가스를 800~1050 °C(예를 들면, 약 1000°C)로 보온한 CVD로 내에 흐르게 하고, 화학 증착법에 의해 결합층 상에 산화 알루미늄을 형성한다. 산화 크롬층 및 산화 알루미늄·크롬층도 공지의 화학 증착법에 의해 형성할 수 있다.

[0121] (C) 경질 피막 피복 후의 날끝 처리

[0122] 경질 피막 피복 후의 표면을 브러시, 벼핑 또는 블라스트(blast) 등에 의해 기계적으로 가공함으로써, 경질 피막의 표면이 평활화되어 내치평성이 우수하게 된다. 또한, 투사재(投射材)에 알루미나 입자, 지르코니아 입자 또는 실리카 입자 등의 세라믹스 분말을 사용하고, 습식 또는 건식의 블라스트법에 의한 경질 피막 피복 후의 날끝 처리를 행하면, 경질 피막의 표면이 평활화되는 동시에 경질 피막의 인장(引張) 잔류 응력이 제거 또는 저감되어, 내치평성이 우수하게 되므로 바람직하다. 투사 압력은, 투사재나 경질 피막의 막 두께에 의해 적절하게 조정한다. 예를 들면, WC기 초경합금 기체 상에 피복되는 경질 피막의 총 두께가 8~20 μm인 경우, 평균 입경 30μm의 알루미나 분말을 사용하여, 투사 압력을 0.20~0.40 MPa로 하는 것이 바람직하다. 또한 경질 피막의 총 두께가 2~8 μm인 경우에는, 투사 압력을 0.10~0.20 MPa로 하는 것이 바람직하다.

[0123] 본 발명을 이하의 실시예에 의해 더욱 상세하게 설명하지만, 물론 본 발명은 이들로 한정되는 것은 아니다. 이하의 실시예 및 비교예에 있어서, 유량(ml/분)은 1 기압 및 25°C에서의 분당의 ml이다. 그리고, 실시예 및 비교 예에서는 인서트를 예로 들어 제1 및 제2 경질 피막 피복 공구를 구체적으로 설명하지만, 본 발명의 경질 피막 피복 공구는 물론 인서트로 한정되지 않으며, 예를 들면, 솔리드(solid) 공구도 범위 내이다.

[0124] 실시예 1

[0125] (1) 제1 경질 피막 피복 도구로서의 탄질화 티탄층의 단층을 피복한 선삭용 인서트의 제작

[0126] 도 3a에 나타낸 WC기 초경합금(Co 5.2 질량%, Cr 0.4 질량%, WC 94.4 질량%, 및 불가피한 불순물로 이루어지는 조성을 가짐)제의 선삭용 인서트 기체(DNMG150408)(1)와, 도 3b에 나타낸 WC기 초경합금(Co 7.5 질량%, TaC 3.2 질량%, TiC 1.7 질량%, TiN 0.3 질량%, ZrC 0.3 질량%, WC 87.0 질량%, 및 불가피한 불순물로 이루어지는 조성을 가짐)제의 물성 평가용 인서트 기체(SEE42TN-G9)(2)를 각각 호닝(honing) 처리하였다.

[0127] 양 인서트 기체(DNMG150408 및 SEE42TN-G9)(1, 2)를 CVD로 내에 세팅하고, H₂ 가스를 흐르게 하면서 CVD로 내의 기체 온도를 850°C로 상승시켰다. 그 후, 기체 온도 850°C에서, 81.7 체적%의 H₂ 가스, 15.0 체적%의 N₂ 가스, 1.5 체적%의 TiCl₄ 가스, 0.5 체적%의 CH₃CN 가스, 및 1.3 체적%의 C₂H₆ 가스로 이루어지는 조성의 원료 가스를 6,700 ml/분의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 8 kPa로 한 조건 하에서, 양 인서트 기체의 바로 위에 화학 증착법에 의해 평균 두께 3.0μm의 탄질화 티탄층을 형성하였다. 양 인서트의 탄질화 티탄층의 전체면에, 투사재로서 평균 입경 30μm의 알루미나 분말을 포함하는 슬러리에 의해, 투사 압력 0.10 MPa의 조건 하에서 웨트 블라스트 처리를 행하여, 경질 피막 피복 공구(선삭용 인서트 및 물성 평가용 인서트)를 얻었다.

[0128] (2) 막 두께의 측정

[0129] 탄질화 티탄층의 평균 두께는, 피막면에 대하여 5°의 각도로 경사지게 연마함으로써 얻은 랩면(lapped surface)을 무라카미 시약을 사용하여 에칭하고, 에칭면의 임의의 5개소를 1,000배의 광학 현미경으로 관찰함으

로써 각 층의 막 두께를 측정하고, 평균함으로써 구하였다.

[0130] (3) 결정 구조의 측정

[0131] 탄질화 티탄층의 결정 구조를 동정(同定)하기 위해, X선 회절 장치(PANalytical사에서 제조한 EMPYREAN)에 의해, 관(管) 전압 45 kV 및 관 전류 40 mA로 CuK α 1선(파장 λ 는 0.15405 nm임)을, 상기 물성 평가용 인서트(SEE42TN-G9)의 구조면에 형성된 탄질화 티탄층의 표면에 조사(照射)하였다. 도 4a는, 2θ 가 $9^\circ \sim 145^\circ$ 인 범위의 X선 회절 패턴을 나타낸다. 도 4b는, 도 4a에 대하여 2θ 가 $121.0^\circ \sim 125.0^\circ$ 인 범위를 확대한 X선 회절 패턴이며, 123.0° 부근에 탄질화 티탄의 (422)면의 회절 피크가 관찰되었다. 도 4a에서는, 기체의 WC의 회절 피크와 함께 탄질화 티탄층의 Ti(CN)의 회절 피크가 관찰되었다.

[0132] (4) 탄질화 티탄층의 결정 조직의 관찰 및 주상 결정입자의 평균 획단면 직경의 측정

[0133] 배율 10,000배의 주사형 전자 현미경(SEM, 주식회사 히타치 제작소 제조, S-4200)을 사용하여, 상기 물성 평가용 밀링 인서트(SEE42TN-G9)의 호닝 처리한 절삭날부의 탄질화 티탄층의 파단면을 관찰했다. 그 결과, 도 5에 나타낸 바와 같이 탄질화 티탄층이 주상 결정 조직을 가지는 것이 확인되었다. 도 5로부터 밝혀진 바와 같이, 실시예 1의 탄질화 티탄층은 매우 미세한 결정입자로 이루어져 있었다. 도 5로부터 구한 탄질화 티탄 결정입자의 평균 획단면 직경 d는, $0.09\mu\text{m}$ 였다.

[0134] (5) 조성의 측정

[0135] 탄질화 티탄층 중의 Ti, C 및 N의 함유량은 전자 프로브 마이크로 분석 장치(EPMA, 일본 전자 주식회사 제조, JXA-8500F)에 의해, 가속 전압 10 kV, 조사 전류 0.05 uA, 및 빔 직경 $0.5\mu\text{m}$ 의 조건 하에서 측정하였다. 얇은 하층이나 직상층(直上層)의 조성은, 전계 방사형 투과 전자 현미경(TEM, 일본 전자 주식회사 제조, JEM-2010F)에 탑재된 에너지 분산형 X선 분광기(EDS, NORAN사 제조, UTW형 Si(Li) 반도체 검출기, 빔 직경 약 1 nm), 및 주사형 오제이 전자 분광 장치(PHI제조, SMART200형, 가속 전압 10 kV, 시료 전류 10 nA, 전자 프로브 직경 $0.1\mu\text{m}$ 이하)를 사용하여 분석하였다. EPMA, EDS 및 오제이 전자 분광법(AES)에 의한 조성 분석은, 각각 임의의 5개소의 막 두께 방향 중심 위치에서 행하였고, 평균값을 구하였다.

[0136] 탄질화 티탄층의 결정립계 및 결정립 내의 조성은 TEM에 탑재된 EDS(빔 직경 0.2 nm)를 사용하여 분석하였다. 결정립계의 금속 성분의 질량비는 $x_1=0.47$, $y_1=0.43$, 및 $z_1=0.10$ 이며, 결정립 내의 금속 성분의 질량비는 $x_2=0.86$, $y_2=0.11$, 및 $z_2=0.03$ 이었다. 결과를 표 1에 나타내었다.

[0137] (6) W 확산층의 평균 두께의 측정

[0138] 탄질화 티탄층 중의 W 확산층의 평균 두께를 측정하기 위하여, 경질 피막 피복 공구로부터 시료를 절단하고, 절단편을 연마한 후, 딥플링(dimpling) 및 Ar 이온 밀링을 행하여 단면 조직 관찰용의 시료로 만들었다. 이 시료에 대하여, 가속 전압 120 kV로 암시야 STEM상을 관찰했다. 결과를 도 6a에 나타내었다.

[0139] 도 6a에 나타낸 바와 같이, 주로 탄질화 티탄 결정입자의 결정립계를 따라 확산하는 기체 성분의 W는 암시야 STEM상에 있어서 백색 선형으로 분포되어 있다. W의 확산 상태를 명료하게 나타내기 위하여, STEM상의 임의의 결정립 내 영역의 평균 강도 및 표준 편차 σ 를 구하고, 각 픽셀 강도 - 평균 강도 - 3σ 의 화상 처리를 행한 결과를 도 7에 나타낸다. 이와 같이 하여 구한 W의 확산된 입계에 대하여, 도 6b에 개략적으로 나타낸 바와 같이, W의 확산 영역의 선단부(화상 처리를 행한 암시야 STEM상 상에서 백색 선의 선단부)를 연결하는 포락선(包絡線)과 기체의 사이의 영역을 W 확산층으로 하였다. 각 시야에서의 W 확산층의 평균 두께는, W 확산층의 면적 S를 W 확산층의 길이 L로 나누셈함으로써 구할 수 있다. 이에, 임의의 3개의 시야에 대하여 S/L을 구하고, 이것을 평균함으로써 W 확산층의 평균 두께를 구하였다. 그 결과, W 확산층의 평균 두께는 68 nm였다.

[0140] (7) 경도의 측정

[0141] Si 단결정(單結晶)을 표준 시료로 하는 초미소 압입 경도 시험기(주식회사 에이오닉스 제조, ENT-1100)를 사용하여, 나노인덴테이션(압입)법에 의하여, 탄질화 티탄층의 경도를 두께 방향의 중심 위치에서 5회 측정하고, 평균하였다. 측정 조건은, 최대 부하: 4900 mN, 부하 속도: 49 mN/초, 및 유지 시간: 1초였다. 결과를 표 1에 나타내었다.

[0142] (8) 성능 평가

[0143] 탄질화 티탄층을 피복한 선삭용 인서트를 사용하여, 난삭재인 인코넬 718(52.5 질량%의 Ni, 19.0 질량%의 Cr,

18.5 질량%의 Fe, 5.0 질량%의 (Nb+Ta), 3.0 질량%의 Mo, 0.8 질량%의 Ti, 0.5 질량%의 Al, 및 0.04 질량%의 C를 함유하는 조성을 가짐)을 피삭재로 하고, 하기 선삭 조건 하에서 탄질화 티탄층의 박리의 유무 및 공구 수명을 평가했다. 탄질화 티탄층의 플랭크 마모 폭(flank wear width)이나 치평의 유무는, 배율 100배의 광학 현미경으로 관찰함으로써 평가했다. 공구 수명은, 최대 플랭크 마모 폭이 0.350 mm를 초과했을 때, 또는 치평이 발생했을 때의 가공 시간으로 하였다. 결과를 표 2에 나타내었다.

- [0144] 피삭재: 인코넬 718
- [0145] 가공 방법: 연속 선삭
- [0146] 인서트 형상: DNMG150408
- [0147] 절삭 속도: 40 m/분
- [0148] 이송 속도: 0.20 mm/rev.
- [0149] 절입량(cutting depth): 0.8 mm
- [0150] 수용성 절삭유 사용
- [0151] 실시예 2~21
- [0152] 제1층의 성막 조건을 표 1에 나타낸 바와 같이 변경한 점 이외에는, 실시예 1과 동일한 방법에 의해 경질 피막 피복 인서트를 제작하고, 물성 및 성능을 평가했다. 실시예 4의 경질 피막 피복 인서트의 W 확산층을 도 8에 나타낸다. 도면 중, "4"는 결정입자를 나타내고, "5"는 결정립계에 확산된 W를 나타낸다.
- [0153] 비교예 1~8
- [0154] 비교예 1~3에서는, WC기 초경합금 기체에 직접 피복하는 TiCN층의 성막 조건을, 표 3에 기재된 조건으로 변경한 점 이외에는, 실시예 1과 동일한 방법에 의해 경질 피막 피복 인서트를 제작하고, 물성 및 성능을 실시예 1과 마찬가지로 평가했다. 비교예 4~8에서는, WC기 초경합금 기체에 직접 피복하는 TiN층, TiC층, 및 TiCN층의 성막 조건을, 표 5 및 표 6에 기재된 조건으로 변경한 점 이외에는, 실시예 1과 동일한 방법에 의해 경질 피막 피복 인서트를 제작하고, 물성 및 성능을 실시예 1과 마찬가지로 평가했다.
- [0155] 비교예 1에서는, 실시예 1과 동일한 기체의 바로 위에, C₂H₆ 가스를 함유하지만 CH₃CN 가스를 함유하지 않는 원료 가스를 사용하여, 단층의 탄질화 티탄층을 형성하였다. 비교예 2에서는, 실시예 1과 동일한 기체의 바로 위에, CH₃CN 가스를 함유하지만 C₂H₆ 가스를 함유하지 않은 원료 가스를 사용하여, 단층의 탄질화 티탄층을 형성하였다. 비교예 3에서는, 실시예 1과 동일한 기체의 바로 위에, 일본공개특허 제2008-87150호의 표 1 중의 발명품 1 및 2와 동일한 방법에 의해, 단층의 탄질화 티탄층을 형성하였다. 비교예 4에서는, 실시예 1과 동일한 기체의 바로 위에, 일본공개특허 평9-262705호의 표 3 중, 본 발명의 피복 절삭 공구 1과 동일한 방법에 의해, 질화 티탄층 및 탄질화 티탄층을 형성하였다. 비교예 5에서는, 실시예 1과 동일한 기체의 바로 위에, 일본공개특허 제2008-87150호의 표 1 중의 발명품 1 및 2와 동일한 방법에 의해, 질화 티탄층 및 탄질화 티탄층을 형성하였다. 비교예 6에서는, 실시예 1과 동일한 기체의 바로 위에, 일본 특허 제3503658호와 동일한 방법에 의해, 탄화 티탄층 및 탄질화 티탄층을 형성하였다. 비교예 7에서는, 실시예 1과 동일한 기체의 바로 위에, 일본 특허 제4720283호의 표 6중의 본 발명 피복 서메트 공구 3과 마찬가지로, TiCN층 및 TiCN층 박막 i를 형성하였다. 비교예 8에서는, 실시예 1과 동일한 기체의 바로 위에, 일본 특허 제4534790호의 표 5 중의 종래 TiCN층을 형성하고, 그 바로 위에 일본 특허 제4534790호의 표 4 중의 개질 TiCN층(g)을 형성하였다.
- [0156] 비교예 5의 질화 티탄층에서의 W 확산층을 도 9에 나타낸다. 질화 티탄층 내로의 W 확산층의 평균 두께는 1255 nm였다.
- [0157] 실시예 1~21에 대하여, 제1층(탄질화 티탄층)의 성막 조건 및 물성(조성, 조직, 막 두께, 평균 횡단면 직경 d, 경도, 및 (422)면의 2θ 피크 위치)을 표 1에 나타내고, 절삭 평가 결과를 표 2에 나타낸다.
- [0158] 비교예 1~3에 대하여, 기체 직상층(TiCN층)의 성막 조건 및 물성(조성, 조직, 막 두께, 평균 횡단면 직경 d, 경도, 및 (422)면의 2θ 피크 위치)을 표 3에 나타내고, 절삭 평가 결과를 표 4에 나타낸다. 비교예 4~8에 대하여, 제1층의 성막 조건 및 제2층의 성막 조건 및 물성(조성, 조직, 막 두께, 평균 횡단면 직경 d, 경도, 및 (422)면의 2θ 피크 위치)을 표 5 및 표 6에 나타내고, 절삭 평가 결과를 표 7에 나타낸다. 그리고, 실시예 1~21 및 비교예 1~8의 각 층의 조성은, 각 층의 두께 방향 중앙에 대응하는 위치에서 측정하였다.

[0159]

[표 1-1]

예No.	제1층[TiCN층]의 성막 조건					
	기체온도 (°C)	원료가스 압력 (kPa)	원료 가스의 조성(체적%)			
			H ₂	N ₂	TiCl ₄	CH ₃ CN
실시 예1	850	8	81.7	15	1.5	0.5
실시 예2	800	8	81.7	15	1.5	0.5
실시 예3	820	8	81.7	15	1.5	0.5
실시 예4	860	8	81.7	15	1.5	0.5
실시 예5	880	8	81.7	15	1.5	0.5
실시 예6	850	5	81.7	15	1.5	0.5
실시 예7	850	10	81.7	15	1.5	0.5
실시 예8	850	8	91.7	5	1.5	0.5
실시 예9	850	8	86.7	10	1.5	0.5
실시 예10	850	8	76.7	20	1.5	0.5
실시 예11	850	8	66.7	30	1.5	0.5
실시 예12	850	8	82.2	15	1	0.5
실시 예13	850	8	81.2	15	2	0.5
실시 예14	850	8	80.2	15	3	0.5
실시 예15	850	8	82.1	15	1.5	0.1
실시 예16	850	8	81.2	15	1.5	1
실시 예17	850	8	80.7	15	1.5	1.5
실시 예18	880	8	80.9	15	1.5	0.1
실시 예19	850	8	82.5	15	1.5	0.5
실시 예20	850	8	81	15	1.5	0.5
실시 예21	850	8	80.5	15	1.5	0.5

[0160]

[0161]

[표 1-2]

예No.	제1층[TiCN층]의 물성								
	조성(질량%)				조성	막두께 (μ m)	$d^{(1)}$ (μ m)	경도 (GPa)	(422)면의 2θ 피크 위치
	Ti	C	N	C/(C+N)					
실시예1	78.4	14.8	6.8	0.69	주상	3	0.09	35	123.4
실시예2	78.5	14.5	7	0.67	주상	3	0.1	34	123.5
실시예3	78.5	14.6	6.9	0.68	주상	3	0.1	34	123.5
실시예4	78.3	14.9	6.8	0.69	주상	3	0.13	35	123.4
실시예5	78.6	15	6.4	0.7	주상	3	0.16	32	123.3
실시예6	78.9	14.2	6.9	0.67	주상	3	0.07	34	123.2
실시예7	78.7	14.3	7	0.67	주상	3	0.22	30	123.3
실시예8	78.2	15.2	6.6	0.7	주상	3	0.2	31	123.3
실시예9	78.4	14.8	6.8	0.69	주상	3	0.09	34	123.4
실시예10	78.5	14.2	7.3	0.66	주상	3	0.12	33	123.2
실시예11	78.5	14	7.5	0.65	주상	3	0.15	34	123.5
실시예12	78.3	14.3	7.4	0.66	주상	3	0.07	35	123.3
실시예13	78.7	14.5	6.8	0.68	주상	3	0.1	34	123.4
실시예14	78.6	14.8	6.6	0.69	주상	3	0.15	33	123.2
실시예15	77.2	15.8	7	0.69	주상	3	0.08	34	123.6
실시예16	78.2	14.8	7	0.68	주상	3	0.12	33	123.1
실시예17	78.2	14.6	7.2	0.67	주상	3	0.2	31	123.6
실시예18	77.2	13.8	9	0.61	주상	3	0.22	30	123.7
실시예19	77	14	9	0.61	주상	3	0.21	30	123.6
실시예20	78	15.5	6.5	0.7	주상	3	0.07	36	122.8
실시예21	78	16	6	0.73	주상	3	0.06	37	122.7

[0162]

주: (1) 평균 획단면 직경.

[0164]

[표 1-3]

예No.	W확산층의 평균 두께 (nm)	제1층[TiCN층]의 결정 조성(질량비)					
		결정립계의 금속 성분의 조성 [$Ti_{x_1}W_{y_1}Co_{z_1}$]			결정립내의 금속 성분의 조성 [$Ti_{x_2}W_{y_2}Co_{z_2}$]		
		x ₁	y ₁	z ₁	x ₂	y ₂	z ₂
실시 예1	68	0.47	0.43	0.1	0.86	0.11	0.03
실시 예2	32	0.67	0.25	0.08	0.93	0.06	0.01
실시 예3	45	0.6	0.31	0.09	0.91	0.08	0.01
실시 예4	85	0.39	0.48	0.13	0.85	0.1	0.05
실시 예5	150	0.28	0.58	0.15	0.66	0.23	0.11
실시 예6	33	0.56	0.35	0.09	0.88	0.1	0.02
실시 예7	182	0.25	0.59	0.16	0.73	0.21	0.06
실시 예8	152	0.31	0.54	0.15	0.76	0.19	0.05
실시 예9	118	0.43	0.46	0.11	0.89	0.08	0.03
실시 예10	52	0.49	0.41	0.1	0.88	0.09	0.03
실시 예11	36	0.71	0.23	0.06	0.98	0.02	0.01
실시 예12	148	0.35	0.5	0.15	0.77	0.17	0.06
실시 예13	54	0.45	0.43	0.12	0.88	0.09	0.03
실시 예14	38	0.56	0.35	0.09	0.94	0.05	0.01
실시 예15	192	0.29	0.57	0.14	0.63	0.25	0.12
실시 예16	54	0.55	0.36	0.09	0.84	0.13	0.03
실시 예17	172	0.37	0.51	0.12	0.68	0.22	0.1
실시 예18	30	0.75	0.2	0.05	1	0	0
실시 예19	35	0.65	0.28	0.07	0.92	0.05	0.01
실시 예20	181	0.31	0.54	0.15	0.63	0.24	0.13
실시 예21	200	0.2	0.6	0.2	0.55	0.3	0.15

[0165]

[0166]

[표 2]

예No.	절삭평가	
	치평 ⁽¹⁾	수명 ⁽²⁾ (분)
실시예1	없음	40
실시예2	없음	25
실시예3	없음	30
실시예4	없음	30
실시예5	없음	25
실시예6	없음	25
실시예7	없음	15
실시예8	없음	20
실시예9	없음	40
실시예10	없음	40
실시예11	없음	25
실시예12	없음	25
실시예13	없음	40
실시예14	없음	25
실시예15	없음	20
실시예16	없음	40
실시예17	없음	10
실시예18	없음	10
실시예19	없음	10
실시예20	없음	20
실시예21	없음	15

[0167]

주: (1) 수명에 도달했을 때의 치평의 유무.

[0169] (2) 공구 수명.

[0170]

[표 3-1]

예No.	기체 직상층[TiCN층]의 성막 조건						
	기체 온도 (°C)	압력가스 입력(kPa)	압력가스의 조성(체적%)				
			H ₂	N ₂	TiCl ₄	CH ₃ CN	
비교예1	850	8	66	32.2	0.5	0	C ₂ H ₆ /1.3
비교예2	850	8	83	15	1.5	0.5	—
비교예3	880	8	95	0	1.5	0.3	C ₂ H ₆ /3.2

[0171]

[표 3-2]

예No.	기체 직상층[TiCN층]의 물성								
	조성(질량%)				조직	막두께 (μm)	d ⁽¹⁾ (μm)	경도 (GPa)	
	Ti	C	N	C/(C+N)					
비교예1	78.5	17.2	4.3	0.8	주상	3	0.08	39	122.5
비교예2	77.9	12.7	9.4	0.57	주상	3	0.51	26	123.7
비교예3	77.9	14.5	7.6	0.66	주상	3	0.48	29	122.3

[0173]

주: (1) 평균 횡단면 직경.

[0175]

[표 3-3]

예No.	W화산층의 평균 두께 (nm)	기체 직상층[TiCN층]의 결정 조성(질량비)					
		결정립계의 금속 성분의 조성 [$Ti_{x_1}Wy_1Coz_1$]			결정립내의 금속 성분의 조성 [$Ti_{x_2}Wy_2Coz_2$]		
		x ₁	y ₁	z ₁	x ₂	y ₂	z ₂
비교예1	1862	0.17	0.61	0.22	0.52	0.32	0.16
비교예2	5	0.93	0.05	0.02	1	0	0
비교예3	1120	0.13	0.62	0.25	0.53	0.31	0.16

[0176]

[0177]

[표 4]

예No.	질삭평가	
	치평 ⁽¹⁾	수명 ⁽²⁾ (분)
비교예1	있음	3
비교예2	없음	5(박리)
비교예3	있음	5

[0178]

주: (1) 수명에 도달했을 때의 치평의 유무.

[0180] (2) 공구 수명.

[0181]

[표 5-1]

예No.	기체 직상층[TiN층, TiC층, TiCN층]의 성막 조건							
	막 종류	기체 온도 (°C)	원료가스의 압력(kPa)	원료가스의 조성(체적%)				
				H ₂	N ₂	TiCl ₄	CH ₃ CN	CH ₄
비교예4	TiN	920	6.7	73	25	2	—	—
비교예5	TiN	880	40	48.8	48.8	2.4	—	—
비교예6	TiC	1030	13.3	93	—	2	5	—
비교예7	TiCN	850	12	74.8	20	4.2	—	1
비교예8	TiCN	850	15	74.8	20	4.2	—	1

[0182]

[표 5-2]

예No.	기체 직상층[TiN층, TiC층, TiCN층]의 물성							
	조성(질량%)				조직	막두께 (μ m)	d ⁽¹⁾ (μ m)	경도 (GPa)
	Ti	C	N	C/(C+N)				
비교예4	78	—	22	—	입상	1.1	0.25	23
비교예5	77	—	23	—	입상	1	0.26	23
비교예6	79	21	—	—	입상	1	0.27	36
비교예7	78.6	12.6	8.8	0.59	주상	1	0.33	26
비교예8	78.5	12.5	9	0.58	입상	1	0.34	26

[0184]

주: (1) 평균 횡단면 직경.

[0186]

[표 5-3]

예No.	W 확산층의 평균 두께 (nm)	기체 직상층[TiN층, TiC층, TiCN층]의 결정 조성 (질량비)					
		결정립계의 금속성분의 조성 [$Ti_{x_1}W_{y_1}Co_{z_1}$]			결정립내의 금속성분의 조성 [$Ti_{x_2}W_{y_2}Co_{z_2}$]		
		x ₁	y ₁	z ₁	x ₂	y ₂	z ₂
비교예4	1452	0.38	0.38	0.24	0.77	0.15	0.08
비교예5	1255	0.27	0.48	0.25	0.72	0.19	0.09
비교예6	2181	0.12	0.53	0.35	0.66	0.22	0.12
비교예7	10	0.86	0.11	0.03	1	0	0
비교예8	9	0.86	0.12	0.02	1	0	0

[0187]

[0188]

[표 6-1]

예No.	제2층[TiCN층]의 성막 조건						
	기체 온도 (°C)	원료가스 압력 (kPa)	원료가스의 조성(체적%)				
			H ₂	N ₂	TiCl ₄	CH ₃ CN	탄화수소 가스 /농도
비교예4	910	6.7	77.4	20	2	0.6	—
비교예5	880	8	95	0	1.5	0.3	C ₂ H ₆ /3.2
비교예6	1030	13.3	73	20	2	—	CH ₄ /5.0
비교예7	770	12	64.6	30	0.36	—	C ₃ H ₆ /5.0
비교예8	730	40	76.2	20	0.8	0.8	C ₂ H ₄ /2.2

[0189]

[0190]

[표 6-2]

예No.	제2층[TiCN층]의 물성							
	조성(질량%)				조직	막두께 (μm)	d ⁽¹⁾ (μm)	(422)면의 20 피크 위치
	Ti	C	N	C/(C+N)				
비교예4	79.9	12.2	7.9	0.61	주상	1.9	0.53	28
비교예5	78.4	14.8	6.8	0.69	주상	2	0.48	29
비교예6	78.6	11.2	10.2	0.52	주상	2	0.85	26
비교예7	77.6	17.2	5.2	0.77	주상	2.5	0.34	29
비교예8	77.4	16.8	5.8	0.74	주상	2	0.35	29
								122.3

[0191]

주: (1) 평균 횡단면 직경

[0192]

[표 7]

예No.	절삭평가	
	치핑 ⁽¹⁾	수명 ⁽²⁾ (분)
비교예4	있음	5
비교예5	있음	5
비교예6	있음	3
비교예7	없음	5(박리)
비교예8	없음	3(박리)

[0193]

주: (1) 수명에 도달했을 때의 치핑의 유무.

[0194]

(2) 공구 수명.

[0197] 난삭재(인코렐 718)의 선삭 가공에서도, 실시예 1~21의 경질 펴복 인서트의 공구 수명은 모두 10분 이상으로, 비교예 1~8의 공구 수명의 2배 이상 길므로, 종래에는 없던 고성능 인서트인 것을 알 수 있다. 이는, 실시예 1~21의 경질 펴복 인서트에서의 W 확산층의 평균 두께가 30~200 nm의 범위 내에 있으므로, 기체와의 밀착성이 높을 뿐만 아니라 기체의 취화가 적고, 내치평성이 우수하고, 또한 제1층의 막 경도가 높고 내마모성이 우수하기 때문이다.

[0198] 이에 비해, 단층의 탄질화 티탄층을 가지는 비교예 1 및 비교예 3에서는, W 확산층의 평균 두께가 1,000 nm 이상이므로, 선삭 가공에 있어서 공구 날부에 펴삭재가 용착하고, 착탈을 반복할 때, 공구의 기체의 일부와 펴막이 박리하여 치璜이 발생하고, 공구 수명이 짧았다. 또한, 단층의 탄질화 티탄층을 가지는 비교예 2의 경질 펴복 인서트에서는, 기체 성분 W의 확산이 관찰되지 않으며, 기체와 탄질화 티탄층과의 밀착성이 뒤떨어져, 박리하여 공구 수명이 짧았다. 비교예 4~6의 경질 펴복 인서트도, W 확산층의 평균 두께가 1,000 nm 이상이며, 공구 날부에 펴삭재가 용착하고, 착탈을 반복할 때, 기체의 일부와 경질 펴막과의 박리에 의해 치璜이 발생하고, 공구 수명이 짧았다. 비교예 7 및 8의 경질 펴복 인서트는, W 확산층의 평균 두께가 30 nm 미만이며, 밀착성이 뒤떨어지는 경질 펴막이 박리하여, 공구 수명이 짧았다. 도 10a는 실시예 1의 인서트가 수명에 도달했을 때의 날끝을 나타내고, 도 10b는 비교예 4의 인서트가 수명에 도달했을 때의 날끝을 나타낸다. 비교예 4의 인서트는 날끝이 크게 치璜하여 수명이 짧지만, 실시예 1의 인서트는 날끝이 크게 치璜하지 않고 장수명이며, 내치평성이 우수하였다.

[0199] 실시예 22~26

[0200] 제1층의 평균 두께

[0201] 실시예 1과 동일한 기체에 직접, 성막 시간만을 적절하게 변경하여 제1층의 막 두께를 1.0~8.0 μm 로 형성한 점 이외에는, 실시예 1과 동일한 방법에 의해 경질 펴복 인서트를 제작하였다. 이들 인서트에 대하여, 실시예 1과 마찬가지로 측정한 물성을 표 8에 나타내고, 절삭 평가 결과를 표 9에 나타낸다.

[0202] [표 8-1]

예No.	제1층[TiCN층]의 물성							
	조성(질량%)				조직	막두께 (μm)	$d^{(1)}$ (μm)	(422)면의 20 파크 위치
	Ti	C	N	C/(C+N)				
실시예1	78.4	14.8	6.8	0.69	주상	3	0.09	35
실시예22	78.4	14.9	6.7	0.69	주상	1	0.07	35
실시예23	78.2	14.9	6.9	0.68	주상	2	0.08	36
실시예24	78.3	14.6	7.1	0.67	주상	4	0.11	35
실시예25	78.3	14.5	7.2	0.67	주상	6	0.12	34
실시예26	78.2	14.6	7.2	0.67	주상	8	0.12	34

[0203]

[0204] 주: (1) 평균 획단면 직경.

[0205] [표 8-2]

예No.	W 확산층의 평균 두께 (nm)	제1층[TiCN층]의 결정조성(질량비)					
		결정립계의 금속성분의 조성 [$\text{Ti}_{x_1}\text{W}_{y_1}\text{Co}_{z_1}$]			결정립내의 금속성분의 조성 [$\text{Ti}_{x_2}\text{W}_{y_2}\text{Co}_{z_2}$]		
		x_1	y_1	z_1	x_2	y_2	z_2
실시예1	68	0.47	0.43	0.1	0.86	0.11	0.03
실시예22	32	0.74	0.21	0.05	1	0	0
실시예23	55	0.56	0.35	0.09	0.95	0.04	0.01
실시예24	90	0.41	0.47	0.12	0.87	0.1	0.03
실시예25	132	0.39	0.49	0.12	0.8	0.16	0.04
실시예26	145	0.4	0.48	0.12	0.77	0.18	0.05

[0206]

[0207]

[표 9]

예No.	절삭평가	
	치평 ⁽¹⁾	수명 ⁽²⁾ (분)
실시 예1	없음	40
실시 예22	없음	10
실시 예23	없음	25
실시 예24	없음	35
실시 예25	있음	10
실시 예26	있음	10

[0208]

주: (1) 수명에 도달했을 때의 치평의 유무.

(2) 공구 수명

[0211]

실시예 22~26의 경질 피막 피복 인서트의 공구 수명은 모두 10분 이상으로, 비교예 1~8의 공구 수명의 2배 이상 길었다. 그리고, 실시예 22~24에 비해, 실시예 25 및 26은 막 두께가 두꺼우므로, 절삭 초기의 치평은 발생하지 않았지만, 공구 날끝으로의 피삭재의 용착에 의한 날끝의 치평에 의해 약간 단수명이 되었다.

[0212]

실시예 27

[0213]

<제1층 + 제2층>

[0214]

실시예 1과 동일한 기체의 바로 위에 실시예 1과 동일한 방법에 의해 제1층을 형성하였다. 이어서, 연속하여, 표 10에 나타낸 바와 같이, 기체 온도 700°C에서, 83.0 체적%의 H₂ 가스, 15.0 체적%의 N₂ 가스, 1.5 체적%의 TiCl₄ 가스, 및 0.5 체적%의 CH₃CN 가스로 이루어지는 조성의 원료 가스를 6,600 ml/분의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 8 kPa로 한 조건 하에서, 화학 증착법에 의해 평균 두께 1.0 μm의 제2층(탄질화 티탄층)이 형성된 경질 피막 피복 인서트를 제작하였다. 이 인서트에 대하여, 실시예 1과 동일한 방법으로 측정한 제2층의 물성을 표 10에 나타내고, 절삭 평가 결과를 표 12에 나타낸다.

[0215]

실시예 28 및 29

[0216]

<제1층 + 제2층>

[0217]

실시예 1과 동일한 기체의 바로 위에 실시예 1과 동일한 방법에 의해 제1층을 형성하였다. 이어서, 연속하여, 표 10에 나타낸 바와 같이, 제2층을 성막할 때, 기체 온도를 850°C(실시예 28) 및 1,000°C(실시예 29)로 한 점 이외에는, 실시예 27과 동일한 방법에 의해, 화학 증착법에 의해 평균 두께 1.0 μm의 제2층(탄질화 티탄층)이 형성된 경질 피막 피복 인서트를 제작하였다. 이들 인서트에 대하여, 실시예 1과 동일한 방법으로 측정한 제2층의 물성을 표 10에 나타내고, 절삭 평가 결과를 표 12에 나타낸다.

[0218]

[표 10-1]

예No.	제2층[TiCN층]의 성막 조건					
	기체 온도(°C)	원료가스압력(kPa)	원료가스의 조성(체적%)			
			H ₂	N ₂	TiCl ₄	CH ₃ CN
실시 예27	800	8	83	15	1.5	0.5
실시 예28	850	8	83	15	1.5	0.5
실시 예29	1000	8	82	15	1.5	—

[0219]

[0220]

[표 10-2]

예No.	제2층[TiCN층]의 물성							
	조성(질량%)				조직	막두께 (μ m)	$d^{(1)}$ (μ m)	경도 (GPa)
	Ti	C	N	C/(C+N)				
실시 예27	79.4	11.3	9.3	0.55	주상	1	0.1	31
실시 예28	78.4	12.4	9.2	0.57	주상	1	0.12	33
실시 예29	79	11	10	0.52	주상	1	0.22	30

[0221]

주: (1) 평균 횡단면 직경.

[0222]

실시 예 30

[0223]

<제1층 + 제1 상층>

[0224]

실시 예 1과 동일한 기체의 바로 위에 실시 예 1과 동일한 방법에 의해 제1층을 형성하였다. 이어서, 연속하여, 표 11에 나타낸 바와 같이, 제1 상층(TiZrCN층)을 성막할 때, 기체 온도 850°C에서, 77.5 체적%의 H₂ 가스, 20.0 체적%의 N₂ 가스, 0.5 체적%의 TiCl₄ 가스, 1.0 체적%의 CH₃CN 가스 및 1.0 체적%의 ZrCl₄ 가스로 이루어지는 조성의 원료 가스를 6,600 ml/분의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 8 kPa로 한 조건 하에서, 화학 증착법에 의해 평균 두께 1.0 μ m의 제1 상층이 형성된 경질 피막 피복 인서트를 제작하였다. 이 인서트에 대하여, 실시 예 1과 동일한 방법에 의해 측정한 물성을 표 11에 나타내고, 성능 평가 결과를 표 12에 나타낸다.

[0225]

실시 예 31~37

[0226]

<제1층 + 제1 상층>

[0227]

실시 예 1과 동일한 기체의 바로 위에 실시 예 1과 동일한 방법에 의해 제1층을 형성하였다. 이어서, 연속하여, 표 11에 나타낸 기체 온도, 원료 가스의 조성 및 압력으로 한 성막 조건 하에서, 화학 증착법에 의해 평균 두께 1.0 μ m의 제1 상층이 형성된 경질 피막 피복 인서트를 제작하였다. 이들 인서트에 대하여, 실시 예 1과 동일한 방법에 의해 측정한 물성을 표 11에 나타내고, 성능 평가 결과를 표 12에 나타낸다.

[0228]

[표 11-1]

예No.	제1 상층의 성막 조건							
	막 종류	기체 온도 (°C)	원료가스 압력 (kPa)	원료가스의 조성(체적%)				
				H ₂	N ₂	TiCl ₄	CH ₃ CN	
실시 예30	TiZrCN	850	8	77.5	20	0.5	1	ZrCl ₄ /1.0
실시 예31	TiAlCN	800	8	77	20	0.5	1	AlCl ₃ / 1.0, NH ₃ /0.5
실시 예32	TiSiCN	950	5	77	20	0.5	1	SiCl ₄ / 1.0, NH ₃ /0.5
실시 예33	TiN	950	10	74	25	1	—	—
실시 예34	TiAlN	750	5	78	20	0.5	—	AlCl ₃ / 1.0, NH ₃ /0.5
실시 예35	TiAlSiN	850	5	77.5	20	0.5	—	AlCl ₃ / 1.0, SiCl ₄ / 0.5, NH ₃ /0.5
실시 예36	TiC	1000	10	93	—	2	—	CH ₄ /5.0
실시 예37	ZrN	1020	5	73.5	25	—	—	ZrCl ₄ /1.5

[0229]

[0231]

[표 11-2]

예No.	제1 상층의 물성						
	조성(질량%)					조직	막두께 (μ m)
	Ti	Me ⁽²⁾	C	N	C/(C+N)		
실시 예30	76	Zr 4.5	12.3	7.2	0.63	주상	1
실시 예31	73.2	Al 8.2	12.1	6.5	0.65	주상	1
실시 예32	76.9	Si 35	12.4	7.2	0.65	주상	1
실시 예33	76.5	—	—	23.5	0	입상	1
실시 예34	50.8	Al 25.0	—	24.2	0	입상	1
실시 예35	65.7	AlSi 12.0	—	22.3	0	입상	1
실시 예36	75.5	—	24.5	—	—	입상	1
실시 예37	—	Zr 76.2	—	23.8	0	입상	1

[0232]

주: (1) 평균 횡단면 직경.

[0234]

(2) Me 원소는 Zr, Al, Si, AlSi 또는 Zr로 이루어진다.

[0235]

[표 12]

예No.	절삭평가	
	치평 ⁽¹⁾	수명 ⁽²⁾ (분)
실시 예1	없음	40
실시 예27	없음	25
실시 예28	없음	30
실시 예29	없음	20
실시 예30	없음	35
실시 예31	없음	35
실시 예32	없음	25
실시 예33	없음	25
실시 예34	없음	30
실시 예35	없음	30
실시 예36	없음	25
실시 예37	없음	25
비교예1	있음	3

[0236]

주: (1) 수명에 도달했을 때의 치평의 유무.

[0237]

(2) 공구 수명.

[0238]

표 12로부터 밝혀진 바와 같이, 실시 예 27~37은, 비교예 1에 비해 2배 이상의 공구 수명을 가지고 있었다.

[0239]

실시 예 38

[0240]

<제1층 + 제2층 + 제2 상층(결합층+산화물층)>

[0241]

실시 예 1과 동일한 기체의 바로 위에 실시 예 1과 동일한 방법에 의해 제1층을 형성하였다. 이어서, 연속하여, 표 13에 나타낸 바와 같이, 기체 온도 850°C에서, 88.0 체적%의 H₂ 가스, 10.0 체적%의 N₂ 가스, 1.5 체적%의 TiCl₄ 가스, 및 0.5 체적%의 CH₃CN 가스로 이루어지는 원료 가스를 6,600 ml/분의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 8 kPa로 한 조건 하에서, 화학 증착법에 의해 평균 두께 1.0 μ m의 제2층을 형성하

였다.

[0243] 다음으로, Ti(CN)층 및 Ti(CNO)층으로 이루어지는 결합층을 형성하기 위하여, 먼저 기체 온도 1,000°C에서, 63.5 체적%의 H₂ 가스, 32.0 체적%의 N₂ 가스, 3.2 체적%의 CH₄ 가스, 및 1.3 체적%의 TiCl₄ 가스로 이루어지는 조성의 원료 가스를 6, 300 ml의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 20 kPa로 한 조건 하에서, 평균 두께 0.5μm의 제2층의 Ti(CN)층을 형성하였다. 연속하여 기체 온도 1,000°C에서, 61.3 체적%의 H₂ 가스, 30.7 체적%의 N₂ 가스, 3.0 체적%의 CH₄ 가스, 1.2 체적%의 TiCl₄ 가스, 3.0 체적%의 CO 가스, 및 0.8 체적%의 CO₂ 가스로 이루어지는 조성의 원료 가스를 6,500 ml/분의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 20 kPa로 한 조건 하에서, 평균 두께 0.5μm의 Al₂O₃층의 Ti(CNO)층을 형성하였다.

[0244] 이어서, 기체 온도 1,010°C에서, 9.2 체적%의 AlCl₃ 가스, 85.3 체적%의 H₂ 가스, 4.3 체적%의 CO₂ 가스, 0.2 체적%의 H₂S 가스, 및 1.0 체적%의 HCl 가스로 이루어지는 조성의 원료 가스를 4,700 ml의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 10 kPa로 한 조건 하에서, 평균 두께 1μm의 α형 산화 알루미늄 층을 형성하였다. 그 후, 실시예 1과 마찬가지로 웨트 블라스트 처리를 행하였다. 실시예 1과 동일한 방법에 의해 측정한 제2층의 물성을 표 13에 나타내고, 절삭 평가 결과를 표 14에 나타낸다.

[0245]

[표 13-1]

예No.	제2층[TiCN층]의 성막 조건					
	기체 온도 (°C)	원료가스 압력 (kPa)	원료가스의 조성(체적%)			
			H ₂	N ₂	TiCl ₄	CH ₃ CN
실시예38	850	8	88	10	1.5	0.5

[0246]

[표 13-2]

예No.	제2층[TiCN층]의 조성 및 물성							
	조성(질량%)				조직	막두께 (μm)	d ⁽¹⁾ (μm)	경도 (GPa)
	Ti	C	N	C/(C+N)				
실시예38	78.7	12.4	8.9	0.58	주상	1	0.11	33

[0247]

주: (1) 평균 획단면 직경.

[0248]

[표 14]

예No.	제2 상층			절삭평가	
	제2층 층 결합층	Al ₂ O ₃ 층 층 결합층	산화물층	치평 ⁽¹⁾	수명 ⁽²⁾ (분)
실시예28	—	—	—	없음	30
실시예38	Ti(CN)	Ti(CNO)	α-Al ₂ O ₃	있음	10
비교예1	—	—	—	있음	3

[0249]

주: (1) 수명에 도달했을 때의 치평의 유무.

[0250]

(2) 공구 수명.

[0251]

표 14로부터 밝혀진 바와 같이, 실시예 38은, 비교예 1에 비해 2배 이상의 공구 수명을 가지고 있었다. 그리고, 실시예 28과 38을 비교하면, 실시예 38은, 실시예 28에 제2 상층이 더욱 부가된 구성이며, 막 두께가 두꺼워졌기 때문에, 경질 피막의 마모의 진행과 함께 공구 날끝에 피삭재가 용착하여 날끝이 치평하고, 수명이 약간 짧아지는 경향을 나타낸다.

[0252]

실시예 39

[0253]

(1) 제1층(탄질화 티탄층), 제2층(탄질화 티탄층), 및 제2 상층(결합층 및 산화물층)을 피복한 밀링용 인서트의

제작

- [0257] 도 11에 나타낸 WC기 초경합금(Co 11.5 질량%, TaC 1.5 질량%, Cr 0.7 질량%, WC 86.3 질량%, 및 불가피한 불순물로 이루어지는 조성을 가짐)제의 밀링용 인서트 기체(RDMT10T3MOTN)(6)와 물성 평가용 인서트 기체(SEE42TN-G9)(2)를 호닝 처리하였다.
- [0258] 이들 2종의 인서트 기체(6, 2)를 CVD로 내에 세팅하고, H₂ 가스를 흐르게 하면서 CVD로 내의 기체 온도를 850°C로 상승시켰다. 그 후, 기체 온도 850°C에서 81.7 체적%의 H₂ 가스, 15.0 체적%의 N₂ 가스, 1.5 체적%의 TiCl₄ 가스, 0.5 체적%의 CH₃CN 가스, 및 1.3 체적%의 C₂H₆ 가스로 이루어지는 원료 가스를 6,700 ml/분의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 7 kPa로 한 조건 하에서, 양 인서트 기체(6, 2)의 바로 위에 화학 증착법에 의해 평균 두께 2.0μm의 탄질화 티탄층(제1층)을 형성하였다. 또한 연속하여 850°C 및 7 kPa로, 88.0 체적%의 H₂ 가스, 10.0 체적%의 N₂ 가스, 1.5 체적%의 TiCl₄ 가스, 및 0.5 체적%의 CH₃CN 가스로 이루어지는 원료 가스를 6,600 ml/분의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 화학 증착법에 의해 평균 두께 1.5μm의 탄질화 티탄층(제2층)을 형성하였다.
- [0259] 다음으로, Ti(CN)층 및 Ti(CNO)층으로 이루어지는 결합층을 형성하기 위하여, 먼저 기체 온도 1,000°C에서, 63.5 체적%의 H₂ 가스, 32.0 체적%의 N₂ 가스, 3.2 체적%의 CH₄ 가스, 및 1.3 체적%의 TiCl₄ 가스로 이루어지는 원료 가스를 6,300 ml/분의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 20 kPa로 한 조건 하에서, 평균 두께 0.5μm의 Ti(CN)층을 형성하였다. 연속하여 기체 온도 1,000°C에서, 61.3 체적%의 H₂ 가스, 30.7 체적%의 N₂ 가스, 3.0 체적%의 CH₄ 가스, 1.2 체적%의 TiCl₄ 가스, 3.0 체적%의 CO 가스, 및 0.8 체적%의 CO₂ 가스로 이루어지는 원료 가스를 6,500 ml/분의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 20 kPa로 한 조건 하에서, 평균 두께 0.5μm의 Ti(CNO)층을 형성하였다.
- [0260] 또한, 기체 온도 1,010°C에서, 9.2 체적%의 AlCl₃ 가스, 85.3 체적%의 H₂ 가스, 4.3 체적%의 CO₂ 가스, 0.2 체적%의 H₂S 가스, 및 1.0 체적%의 HCl 가스로 이루어지는 원료 가스를 4,700 ml/분의 유량으로 CVD로에 흐르게 하고, 상기 원료 가스의 압력을 10 kPa로 한 조건 하에서, 평균 두께 2μm의 α형 산화 알루미늄층을 형성하였다. 인서트의 α형 산화 알루미늄층의 전체면에, 투사재로서 평균 입경 30μm의 Al₂O₃ 분말을 포함하는 슬러리를 사용하여, 투사 압력 0.30 MPa의 조건 하에서 웨트 블라스트 처리를 행하고, 경질 피막을 회복한 밀링 용 인서트를 얻었다.
- [0261] (2) 막 두께의 측정
- [0262] 제1층, 제2층, 결합층 및 α형 산화 알루미늄층의 각각의 평균 두께는, 피막 면에 대하여 2°의 각도로 경사지게 연마함으로써 얻은 랩면을 무라카미 시약을 사용하여 에칭하고, 에칭면의 임의의 5개소를 1,000배의 광학 현미경으로 관찰함으로써 각 층의 막 두께를 측정하고, 평균함으로써 구하였다. 제1층과 제2층은, 원료 가스에 의한 조성의 차이를 반영한 명암의 차이에 의해 식별할 수 있다.
- [0263] (3) 결정 구조의 측정
- [0264] 실시예 1과 동일한 방법에 의해, 상기 본 발명의 밀링용 인서트(물성 평가용의 밀링 인서트(SEE42TN-G9)(2)의 구조면의 표면에 X선을 조사하고, 결정 구조를 측정하였다. 도 13a는 2θ가 10° ~ 145°의 범위의 X선 회절 패턴의 측정 결과를 나타낸다. 도 13b는 도 13a에서의 2θ가 121.0° ~ 125.0°의 범위를 확대한 X선 회절 패턴이며, 탄질화 티탄층의 (422)면의 회절 최강 피크가, 2θ가 123.0° ~ 123.5°의 사이에 있는 것을 나타낸다. 도 13a의 X선 회절 패턴으로는, Ti(CN)막의 회절 피크와 함께, α형 산화 알루미늄의 회절 피크가 관찰되었다.
- [0265] (4) 제1층, 제2층(탄질화 티탄층)의 결정 조직의 관찰 및 주상 결정입자의 평균 획단면 직경의 측정
- [0266] 배율 10,000배의 주사형 전자 현미경(SEM, 주식회사 히타치 제작소 제조, S-4200)을 사용하여, 물성 평가용 밀링 인서트(SEE42TN-G9)의 호닝 처리한 절삭날 부의 경질 피막의 파단면을 관찰한 결과, 도 14에 나타낸 바와 같이 탄질화 티탄층(제1층과 제2층)이 주상 결정 조직을 가지는 것이 확인되었다.
- [0267] (5) 조성의 측정
- [0268] 제1층, 제2층, 및 제2 상층의 Ti, C 및 N의 함유량은, 실시예 1과 동일한 방법에 의해 측정하였다. 얇은 하층이나 직상층, 결정립계 및 결정립 내의 조성은, 전계 방사형 투과 전자 현미경(TEM, 일본 전자 주식회사 제조,

JEM-2010F)에 탑재된 에너지 분산형 X선 분광기(EDS), 및 주사형 오제이 전자 분광 장치(PHI 제조, SMART200형, 가속 전압 10 kV, 시료 전류 10 nA, 전자 프로브 직경 $0.1\mu\text{m}$ 이하)를 사용하여 분석하였다. EPMA, EDS 및 오제이 전자 분광법(AES)에 의한 조성 분석은, 각각 임의의 5개소의 막 두께 방향 중심 위치에서 행하였고, 평균값을 구하였다.

[0269] (6) W 확산층의 평균 두께의 측정

실시예 1과 동일한 방법에 의해, 제1층(탄질화 티탄층) 중의 W 확산층의 평균 두께를 측정하였다. 그 결과, 제1층에서의 W 확산층의 평균 두께는 90 nm였다. 또한, 제1층의 결정립계의 금속 성분의 질량비는 $x_1=0.40$, $y_1=0.48$, 및 $z_1=0.12$ 이며, 제1층의 결정립 내의 금속 성분의 질량비는 $x_2=0.83$, $y_2=0.12$, $z_2=0.03$ 이였다. 이들 측정 결과를 표 15에 나타낸다.

[0271] (7) 경도의 측정

Si 단결정을 표준 시료로 하는 초미소 압입 경도 시험기(주식회사 에이오닉스 제조, ENT-1100)를 사용하여, 나노인덴테이션(압입)법에 의해, 제1층과 제2층의 경도를 각각의 두께 방향의 중심 위치에서 5회 측정하고, 평균하였다. 측정 조건은, 최대 부하: 4900 mN, 부하 속도: 49 mN/초, 및 유지 시간: 1초였다. 결과를 표 15 및 표 16에 나타낸다.

[0273] (8) 성능 평가

얻어진 밀링용 인서트(6)을, 도 12에 나타낸 바와 같이, 날끝 교환식 회전 공구(7)의 공구 본체(71)의 선단부(72)에 고정용 나사(73)에 의해 장착하고, 하기 전작 조건 하에서 경질 피막의 박리 및 공구 수명을 평가했다. 인서트(6)의 체결 수단으로서는, 쇄기에 의한 클램프(clamp) 등의 공지의 체결 수단을 채용할 수 있다.

[0275] 난삭재인 SUS316을 피삭재로 하고, 하기 밀링 가공 조건 하에서 경질 피막의 박리 및 공구 수명을 평가했다. 경질 피막의 플랭크 마모 폭이나 치핑의 유무는, 배율 100배의 광학 현미경으로 관찰함으로써 평가했다. 공구 수명은, 최대 플랭크 마모 폭이 0.350 mm를 초과했을 때, 또는 치핑이 발생했을 때의 가공 시간으로 하였다. 결과를 표 17에 나타낸다.

[0276] 피삭재: SUS316(오스테나이트계 스테인레스스틸)

[0277] 가공 방법: 연속 밀링 가공

[0278] 사용 공구: ARS3032R

[0279] 인서트 형상: RDMT10T3MOTN

[0280] 절삭 속도: 200 m/분

[0281] 1날당 피드(feed): 0.20 mm/tooth

[0282] Z 방향의 절입: 1 mm

[0283] 직경 방향의 절입: 16 mm

[0284] 단일날 가공

[0285] 에어 블로우

[0286] 비교예 11 및 12

[0287] 제1층 및 제2층의 성막 조건을 표 18 및 표 19에 나타낸 바와 같이 변경한 점 이외에는, 실시예 39과 동일한 방법에 의해 경질 피막 피복 절삭 인서트를 제작하고, 물성 및 성능을 측정하였다.

[0288] 비교예 11에서는 CH_3CN 가스를 함유하지 않은 원료 가스를 사용하였다. 비교예 12에서는 C_2H_6 가스를 함유하지 않은 원료 가스를 사용하였다.

[0289] 실시예 39에 대하여, 제1층의 성막 조건 및 물성을 표 15에 나타내고, 제2층의 성막 조건 및 물성을 표 16에 나타내고, 결합층 및 산화물층의 구성 및 절삭 평가 결과를 표 17에 나타낸다.

[0290] 비교예 11 및 12에 대하여, 제1층의 성막 조건 및 물성을 표 18에 나타내고, 결합층의 구성 및 절삭 평가 결과

를 표 19에 나타낸다.

[표 15-1]

예No.	제1층[TiCN층]의 성막 조건						
	기체 온도(°C)	원료가스의 압력(kPa)	원료가스의 조성(체적%)				
			H ₂	N ₂	TiCl ₄	CH ₃ CN	C ₂ H ₆
실시 예39	850	7	81.7	15	1.5	0.5	1.3

[표 15-2]

예No.	제1층[TiCN층]의 물성								
	조성(질량%)				조직	막두께(μm)	d ⁽¹⁾ (μm)	(422)면의 20 퍼크 위치	
	Ti	C	N	C/(C+N)					
실시 예39	78.3	14.9	6.8	0.69	주상	2	0.09	35	123.3

주: (1) 평균 횡단면 직경.

[표 15-3]

예No.	W 확산층의 평균 두께(nm)	제1층[TiCN층]의 결정조성(질량비)					
		결정립계의 금속성분의 조성 [Ti _{x1} Wy ₁ Coz ₁]			결정립내의 금속성분의 조성 [Ti _{x2} Wy ₂ Coz ₂]		
		x ₁	y ₁	z ₁	x ₂	y ₂	z ₂
실시 예39	90	0.4	0.48	0.12	0.85	0.12	0.03

[표 16-1]

예No.	제2층[TiCN층]의 성막 조건						
	기체 온도(°C)	원료가스 압력(kPa)	원료가스의 조성(체적%)				
			H ₂	N ₂	TiCl ₄	CH ₃ CN	C ₂ H ₆
실시 예39	850	7	88	10	1.5	0.5	—

[표 16-2]

예No.	제2층[TiCN층]의 조성 및 물성 값							
	조성(질량%)				조직	막두께(μm)	d ⁽¹⁾ (μm)	
	Ti	C	N	C/(C+N)				
실시 예39	78.4	13	8.6	0.6	주상	1.5	0.1	35

주: (1) 평균 횡단면 직경.

[표 17]

예No.	결합층			절삭평가	
	제2층 층 결합층	Al ₂ O ₃ 층 결합층	산화물층	치핑 ⁽¹⁾	수명 ⁽²⁾ (분)
실시 예39	Ti(CN)	Ti(CNO)	α-Al ₂ O ₃	없음	25

주: (1) 수명에 도달했을 때의 치핑의 유무.

(2) 공구 수명.

[0307]

[표 18-1]

예No.	제1층[TiCN층]의 성막 조건						
	기체 온도(°C)	원료가스 입력(kPa)	원료가스의 조성(체적%)				
			H ₂	N ₂	TiCl ₄	CH ₃ CN	탄화수소 가스/농도
비교예11	850	7	64.5	32.2	2	0	C ₂ H ₆ /1.3
비교예12	850	7	82	15	1.5	1.5	—

[0308]

[표 18-2]

예No.	제1층[TiCN층]의 물성							
	조성(질량%)				조직	막두께(μm)	d ⁽¹⁾ (μm)	(422)면의 20파크 위치
	Ti	C	N	C/(C+N)				
비교예11	78.5	17.1	4.4	0.8	주상	3.5	0.1	39 122.5
비교예12	78	12.8	9.2	0.58	주상	3.5	0.52	27 123.6

[0310]

주: (1) 평균 횡단면 직경.

[0311]

[표 18-3]

예No.	W 확산층의 평균 두께(nm)	제1층[TiCN층]의 결정조성(질량비)					
		결정립계의 금속성분의 조성 [Ti _{x1} W _{y1} Co _{z1}]			결정립내의 금속성분의 조성 [Ti _{x2} W _{y2} Co _{z2}]		
		x ₁	y ₁	z ₁	x ₂	y ₂	z ₂
비교예11	2345	0.1	0.65	0.25	0.56	0.24	0.2
비교예12	7	0.88	0.09	0.03	1	0	0

[0312]

[표 19]

예No.	제2 상층			절삭평가	
	제2층 층 결합층	Al ₂ O ₃ 층 결합층	산화물층	치핑 ⁽¹⁾	수명 ⁽²⁾ (분)
비교예11	Ti(CN)	Ti(CNO)	α-Al ₂ O ₃	있음	3
비교예12	Ti(CN)	Ti(CNO)	α-Al ₂ O ₃	없음	5

[0313]

주: (1) 수명에 도달했을 때의 치핑의 유무.

[0314]

(2) 공구 수명.

[0315]

실시예 39의 경질 피막 피복 인서트의 공구 수명은 모두 25분으로, 비교예 11 및 12의 공구 수명의 2배 이상 길고, 매우 고성능인 것을 알았다. 이는, 실시예 39의 경질 피막 피복 인서트에서의 W 확산층의 평균 두께가 30~200 nm의 범위 내이므로, WC기 초경합금 기체와의 밀착성이 높고, 또한 상기 기체의 취화가 억제되어 내치핑성이 우수하고, 제1층(탄질화 티탄층)의 막 경도가 높고 내마모성이 우수하기 때문이다.

[0316]

이에 비해, 비교예 11의 인서트에서의 W 확산층의 평균 두께가 1,000 nm를 초과하며, 공구 날부에 피삭재가 용착하고, 착탈을 반복할 때, 기체의 일부와 제1층의 사이에서 박리하고 치핑이 발생하고, 공구 수명이 짧았다. 비교예 12의 인서트는, 기체 성분 W의 확산이 30 nm 미만이며, 기체와 제1층과의 밀착성이 뒤떨어져, 제1층이 박리하고, 공구 수명이 짧았다.

[0317]

실시예 40~42

[0318]

<제1층의 평균 두께>

[0322] 실시예 39과 동일한 기체에 직접, 제1층 및 제2층의 성막 시간만을 적절하게 변경한 점 이외에는 실시예 39와 동일한 방법에 의해, 제1층의 막 두께를 0.9~5.0 μm 로 형성하고, 또한 제2층의 막 두께를 1.0~2.6 μm 로 형성하였다. 이어서, 실시예 39와 마찬가지로, 연속하여 결합층 및 α 형 산화 알루미늄막을 형성하고, 그 후 웨트 블라스트 처리를 행하여 본 발명의 밀링용 인서트를 제작하고, 물성 및 성능을 평가했다.

[0323] 실시예 40~42에 대하여, 제1층(탄질화 티탄층)의 물성을 표 20에, 제2층의 막 두께를 표 21에, 제2 상층의 구성 및 절삭 평가 결과를 표 22에 나타낸다.

[표 20-1]

예No.	제1층[TiCN층]의 조성 및 물성 값								
	조성(질량%)				조직	막두께 (μm)	$d^{(1)}$ (μm)	경도 (GPa)	
	Ti	C	N	C/(C+N)					
실시예39	76.5	14.7	8.8	0.63	주상	2	0.12	34	123.5
실시예40	76.9	14.5	8.6	0.63	주상	0.9	0.08	34	123.4
실시예41	76.6	14.6	8.8	0.62	주상	1.5	0.14	34	123.5
실시예42	76.9	14.6	8.5	0.63	주상	5	0.15	34	123.5

[0325] [0326] 주: (1) 평균 횡단면 직경.

[0327] [표 20-2]

예No.	W 화산층의 평균 두께 (nm)	제1층[TiCN층]의 결정조성(질량비)					
		결정립계의 금속성분의 조성 [$\text{Ti}_{x_1}\text{W}_{y_1}\text{Co}_{z_1}$]			결정립내의 금속성분의 조성 [$\text{Ti}_{x_2}\text{W}_{y_2}\text{Co}_{z_2}$]		
		x_1	y_1	z_1	x_2	y_2	z_2
실시예39	90	0.4	0.48	0.12	0.83	0.12	0.05
실시예40	81	0.68	0.24	0.08	0.95	0.03	0.02
실시예41	93	0.65	0.26	0.09	0.91	0.06	0.03
실시예42	95	0.4	0.53	0.07	0.81	0.14	0.05

[0328] [0329] [표 21]

예No.	제2층	
	막 종류	막두께 (μm)
실시예39	TiCN	1.5
실시예40	TiCN	2.6
실시예41	TiCN	2
실시예42	TiCN	1

[0330]

[0331]

[표 22]

예No.	제2 상층			절삭평가	
	제2층 층 결합층	Al_2O_3 층 층 결합층	산화물층	치평 ⁽¹⁾	수명 ⁽²⁾ (분)
실시 예 39	Ti(CN)	Ti(CNO)	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	없음	25
실시 예 40	Ti(CN)	Ti(CNO)	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	없음	10
실시 예 41	Ti(CN)	Ti(CNO)	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	없음	20
실시 예 42	Ti(CN)	Ti(CNO)	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	없음	15
비교예 11	Ti(CN)	Ti(CNO)	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	있음	3

[0332]

주: (1) 수명에 도달했을 때의 치평의 유무.

(2) 공구 수명

[0333]

표 22로부터 밝혀진 바와 같이, 제1층(탄질화 티탄층)의 평균 두께가 1~5 μm 인 경우에는, 15분 이상의 공구 수명을 가지고, 종래에는 없던 고성능을 나타내는 것을 알 수 있다.

[0334]

실시예 43

[0335]

< C_2H_6 가스의 CH_4 가스 치환>

[0336]

표 23에 나타내는 바와 같이, 제1층의 원료 가스를 구성하는 탄화수소 가스로서의 C_2H_6 가스 25 체적%를 CH_4 가스로 치환한 점 이외에는, 실시예 39와 동일한 방법에 의해, 본 발명의 밀링용 인서트를 제작하고, 절삭 평가를 행하였다. 결과를 표 23에 나타낸다.

[0337]

실시예 44

[0338]

표 23에 나타내는 바와 같이, 제1층의 원료 가스를 구성하는 탄화수소 가스로서의 C_2H_6 가스 45 체적%를 CH_4 가스로 치환한 점 이외에는, 실시예 39와 동일한 방법에 의해, 본 발명의 밀링용 인서트를 제작하고, 절삭 평가를 행하였다. 결과를 표 23에 나타낸다.

[0339]

비교예 13

[0340]

표 23에 나타내는 바와 같이, 제1층의 원료 가스를 구성하는 탄화수소 가스 전량을 CH_4 가스로 변경한 점 이외에는, 실시예 39와 동일한 방법에 의해, 비교예 13의 밀링용 인서트를 제작하고, 절삭 평가를 행하였다. 결과를 표 23에 나타낸다.

[0341]

[표 23]

예No.	제1층용 원료가스의 조성(체적%)						절삭평가	
	H_2	N_2	TiCl_4	CH_3CN	탄화수소 가스/농도		박리 ⁽¹⁾	수명 ⁽²⁾ (분)
					C_2H_6	CH_4		
실시 예 39	81.3	15	1.5	1	1.2	—	없음	25
실시 예 43	81.3	15	1.5	1	0.9	0.3	없음	16
실시 예 44	81.3	15	1.5	1	0.66	0.54	없음	12
비교예 13	81.3	15	1.5	1	—	1.2	있음	5

[0342]

주: (1) 2분간의 절삭 후의 박리의 유무.

(2) 공구 수명.

[0343]

표 23으로부터 밝혀진 바와 같이, 제1층의 원료 가스를 구성하는 탄화수소 가스로서의 C_2H_6 가스의 각각 25 체적% 및 45 체적%를 CH_4 가스로 치환하여 제조한 실시예 43 및 실시예 44의 경질 피막 피복 인서트는 매우 양호한

절삭 성능을 가지고 있었다. 이에 비해, 탄화수소 가스로서 CH_4 가스 100 체적%를 사용하여 제조한 비교예 13의 경질 희박 희복 인서트는 단수명이였다.

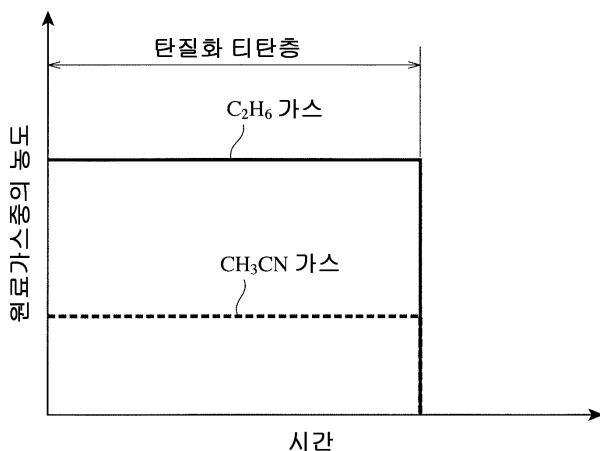
부호의 설명

[0348]

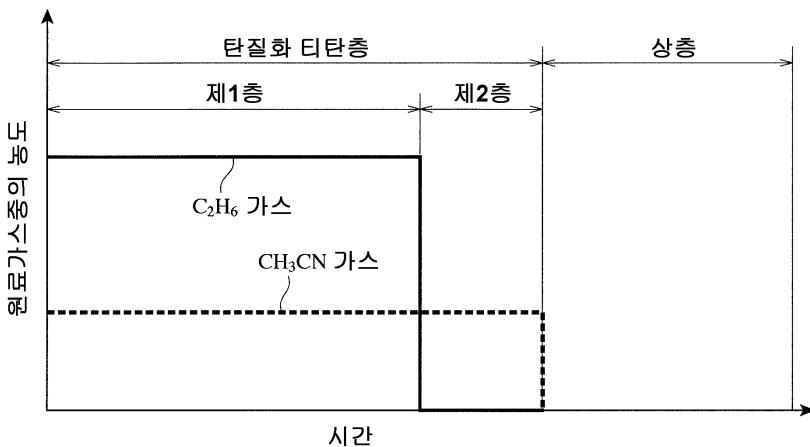
- 1: 선삭용 인서트 기체(선삭용 인서트)
- 2: 물성 평가용 인서트 기체(물성 평가용 인서트)
- 4: 탄질화 티탄 결정입자
- 5: 결정립계
- 6: 밀링용 인서트 기체(밀링용 인서트)
- 7: 날끝 교환식 회전 공구
- 71: 공구 본체
- 72: 선단부
- 73: 고정용 나사

도면

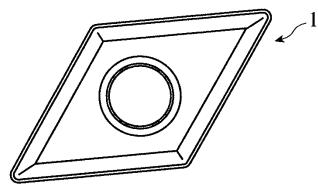
도면1



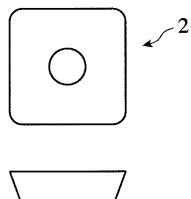
도면2



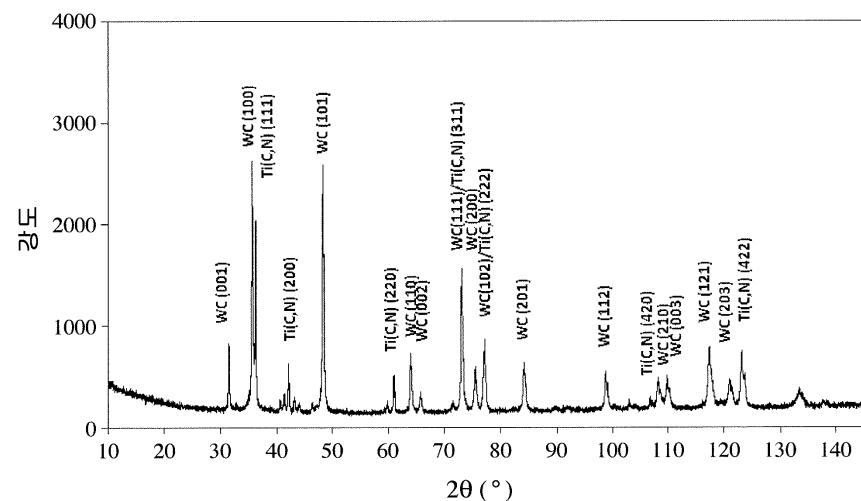
도면3a



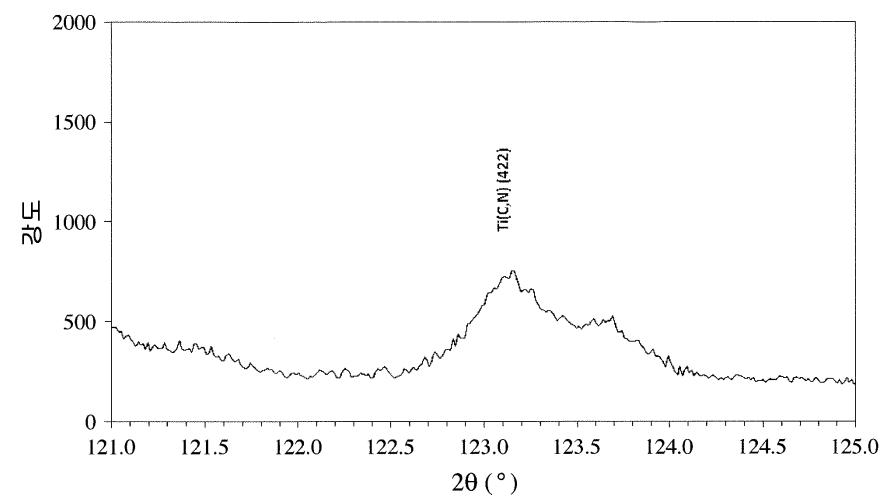
도면3b



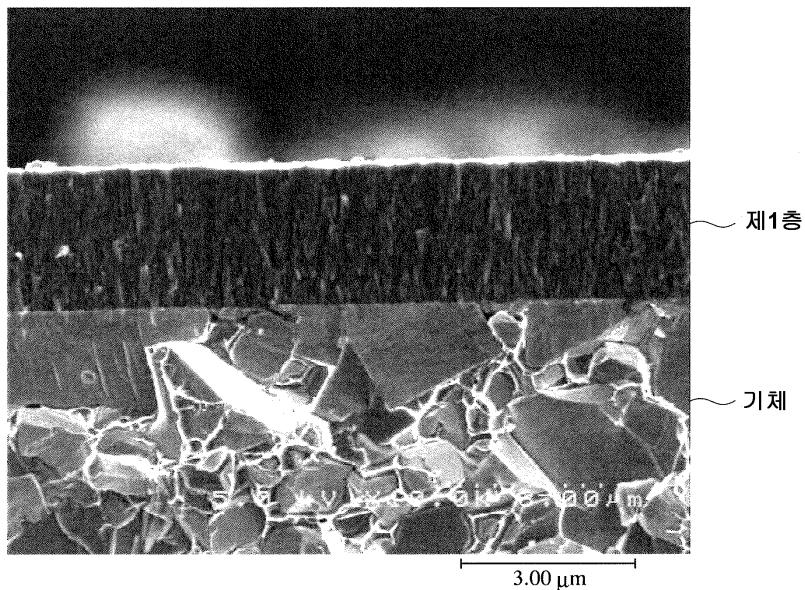
도면4a



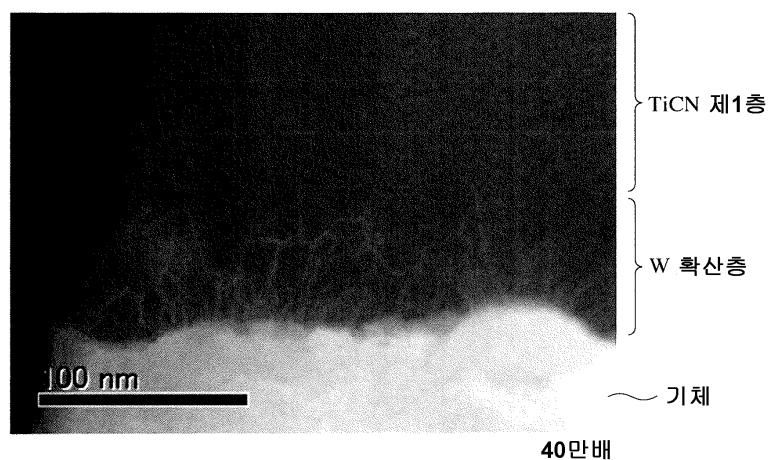
도면4b



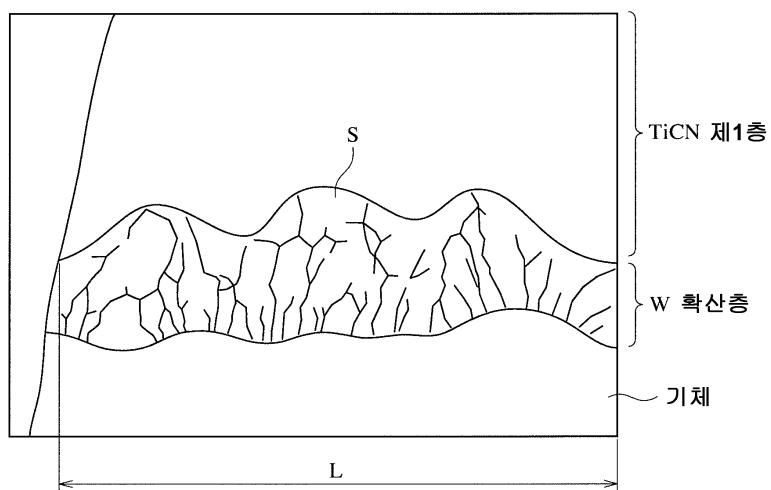
도면5



도면6a



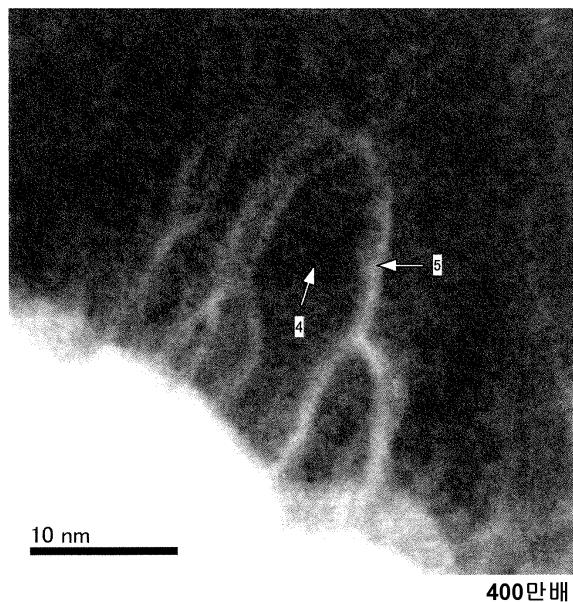
도면6b



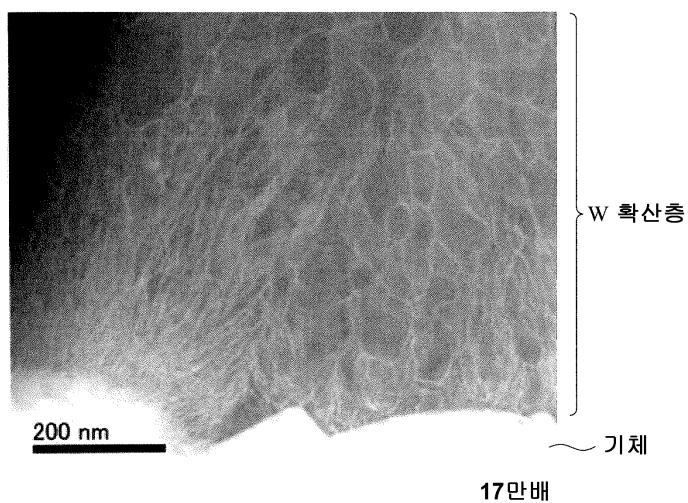
도면7



도면8



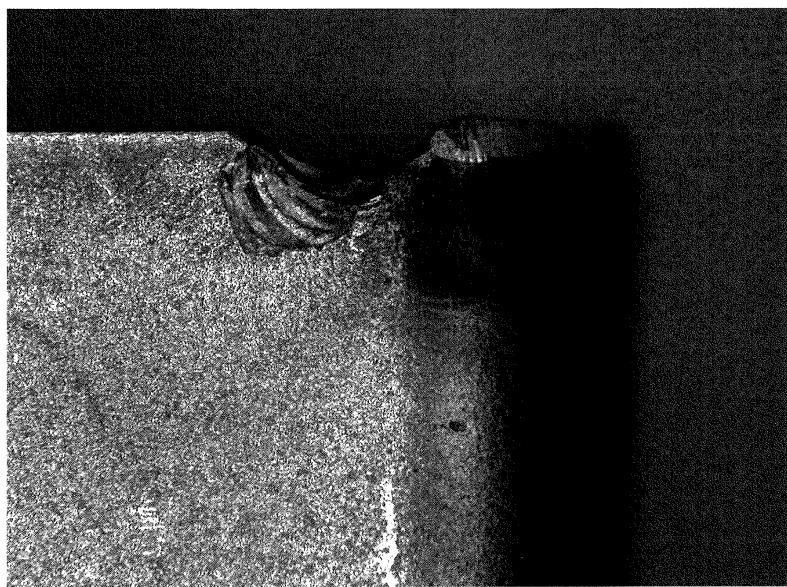
도면9



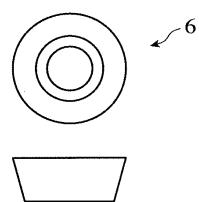
도면10a



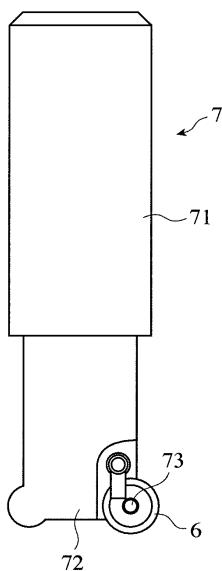
도면10b



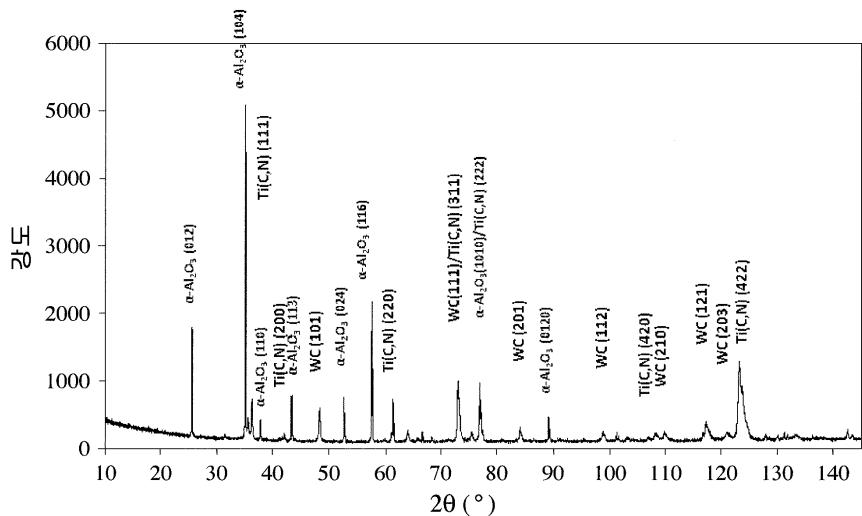
도면11



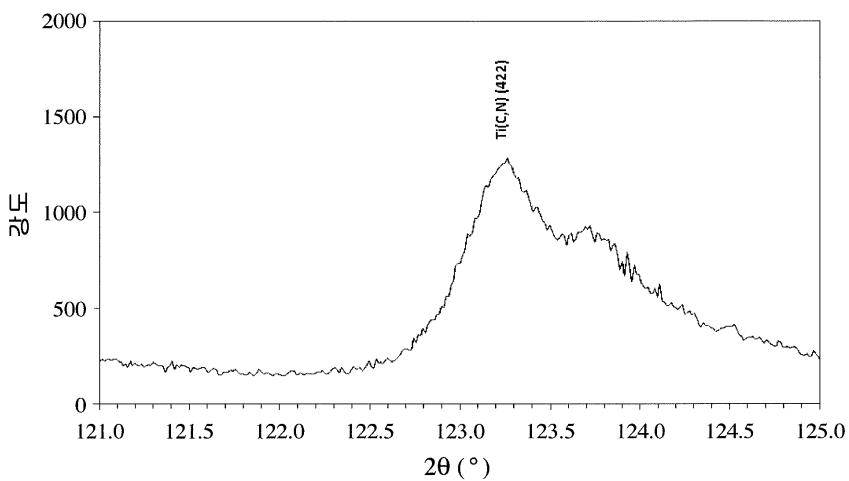
도면12



도면13a



도면13b



도면14

