



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0013114
(43) 공개일자 2024년01월30일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 28/04 (2006.01) C23C 16/36 (2006.01)
C23C 16/40 (2006.01) C23C 30/00 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C23C 28/042 (2013.01)
C23C 16/36 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2023-7040132
- (22) 출원일자(국제) 2022년05월25일
심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2023년11월21일
- (86) 국제출원번호 PCT/EP2022/064141
- (87) 국제공개번호 WO 2022/248521
국제공개일자 2022년12월01일
- (30) 우선권주장
21176132.5 2021년05월27일
유럽특허청(EPO)(EP)
- (71) 출원인
에이비 산드빅 코로만트
스웨덴 811 81 산드비켄
- (72) 발명자
폰 피안트 리누스
스웨덴 811 81 산드비켄 모스베엔 10
모르안 브렌닝 칼루카
스웨덴 811 81 산드비켄 모스베엔 10
앵크비스트 얀
스웨덴 811 81 산드비켄 모스베엔 10
- (74) 대리인
특허법인코리아나

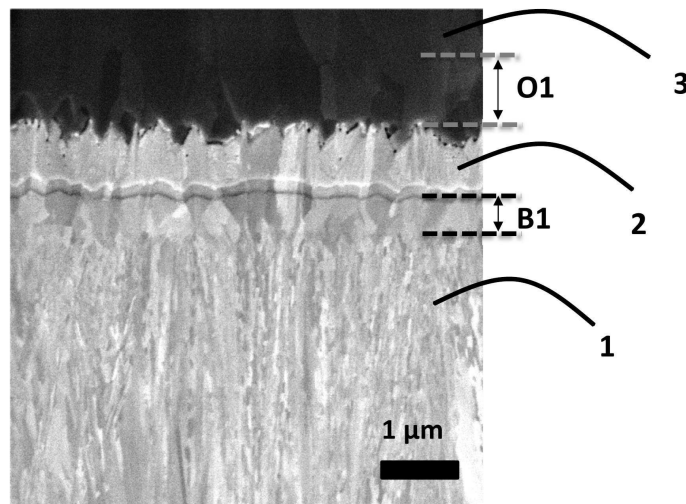
전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 **피복 절삭 공구**

(57) 요약

본 발명은 코팅으로 적어도 부분적으로 피복된 기재를 포함하는 절삭 공구에 관한 것으로, 상기 코팅은 α -Al₂O₃ 층을 포함하며, 상기 α -Al₂O₃ 층은 결합 층으로부터 1 μ m 연장되는 부분 O1 을 포함하며, 상기 α -Al₂O₃ 층의 표면 법선이 기재 표면의 표면 법선과 평행하고 상기 α -Al₂O₃ 층의 단면에서 전자 후방산란 회절 (EBSD) 로 측정될 때 상기 부분 O1 은 분석 영역의 $\geq 80\%$ 가 상기 α -Al₂O₃ 층의 표면 법선으로부터 15도 이내에 <001> 방향을 갖는 배향을 나타낸다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C23C 16/403 (2013.01)

C23C 28/044 (2013.01)

C23C 30/005 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

코팅으로 적어도 부분적으로 피복된 기재를 포함하는 절삭 공구로서, 상기 코팅은 α - Al_2O_3 층을 포함하며, 상기 α - Al_2O_3 층은 결합 층으로부터 $1\mu\text{m}$ 연장되는 부분 01 을 포함하며, 상기 α - Al_2O_3 층의 표면 법선이 기재 표면의 표면 법선과 평행하고 상기 α - Al_2O_3 층의 단면에서 전자 후방산란 회절 (EBSD) 로 측정될 때 상기 부분 01 은 분석 영역의 $\geq 80\%$, 바람직하게는 $\geq 90\%$, 더 바람직하게는 $\geq 95\%$, 가장 바람직하게는 $\geq 97\%$ 가 상기 α - Al_2O_3 층의 표면 법선으로부터 15도 이내에 <001> 방향을 갖는 배향을 나타내는, 절삭 공구.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 코팅은 Ti(C,N) 층, α - Al_2O_3 층 및 그 사이의 결합 층을 포함하고, 3 내지 $25\mu\text{m}$ 의 두께를 갖는 상기 Ti(C,N) 층은 주상 입자들로 구성되고, 상기 Ti(C,N) 층의 평균 입자 크기 D_{422} 는 CuK α 방사선으로 X-선 회절로 측정했을 때 25 내지 50 nm 이고, 상기 입자 크기 D_{422} 는 쉐러 (Scherrer) 식:

$$D_{422} = \frac{K\lambda}{B_{422}\cos\theta}$$

에 따라 (422) 피크의 반치전폭 (FWHM) 으로부터 계산되고,

D_{422} 는 Ti(C,N) 의 평균 입자 크기이고, K 는 여기서 0.9 로 설정된 형상 인자이고, λ 는 여기서 1.5405 \AA 로 설정된 CuK α 방사선에 대한 파장 길이이고, B_{422} 는 (422) 반사에 대한 FWHM 값이고, θ 는 브래그 (Bragg) 각도이고,

상기 Ti(C,N) 층은 상기 결합 층에 인접한 부분 B1 을 포함하고, 부분 B1 에서의 Ti(C,N) 입자들의 평균 입자 크기는 상기 Ti(C,N) 층의 전체 두께에 걸쳐 평균 입자 크기 D_{422} 보다 크고, Ti(C,N) 층의 상기 부분 B1 에서 Ti(C,N) 입자들은, 기재 표면과 평행하게 연장된 상기 Ti(C,N) 층의 부분 B1 의 평면도에서 TKD(Transmission Kikuchi Diffraction)로 측정했을 때 130 nm 내지 165 nm 의 평균 입자 크기를 갖는, 절삭 공구.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 상기 α - Al_2O_3 층은 Harris 식:

$$TC(hkl) = \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \left[\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \right]^{-1}$$

에 따라 정의되는, CuK α 방사선 및 θ - 2θ 스캔을 사용하는 X-선 회절에 의해 측정된, 텍스처 계수 TC(hkl) 를 나타내고,

여기서, $I(hkl)$ 은 (hkl) 반사의 측정된 강도(통합 면적)이고, $I_0(hkl)$ 은 ICDD 의 PDF-card No. 00-010-0173 에 따른 표준 강도이며, n 은 계산에 사용되는 반사들의 수이고, 사용되는 (hkl) 반사들은 (1 0 4), (1 1 0), (1 1 3), (0 2 4), (1 1 6), (2 1 4), (3 0 0) 및 (0 0 12)이며, $TC(0\ 0\ 12) \geq 7.5$, 바람직하게는 ≥ 7.7 , 더 바람직하게는 ≥ 7.8 인, 절삭 공구.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 α - Al_2O_3 층은 텍스처 계수 $TC(110) \leq 0.2$, 바람직하게는 ≤ 0.1 을 나타내는, 절삭 공구.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 α -Al₂O₃ 층의 평균 두께는 1 μ m 내지 15 μ m, 바람직하게는 3 내지 10 μ m 인, 절삭 공구.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 Ti(C,N) 층은 상기 Ti(C,N) 층의 부분 B1 에서 기재 표면과 평행하게 연장되는 평면도에서 TKD 로 측정된 배향을 나타내고, 상기 Ti(C,N) 층의 표면 법선은 기재 표면의 표면 법선과 평행하고, 분석 영역의 $\geq 93\%$, 바람직하게는 $\geq 95\%$ 는 상기 Ti(C,N) 층의 표면 법선으로부터 15도 이내에 $\langle 211 \rangle$ 방향을 갖는, 절삭 공구.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 Ti(C,N) 층의 부분 B1 의 두께는 0.5 내지 1.5 μ m, 바람직하게는 0.6 내지 0.9 μ m, 가장 바람직하게는 0.6 내지 0.8 μ m 인, 절삭 공구.

청구항 8

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 Ti(C,N) 층은 CuK α 방사선 및 Θ -2 Θ 스캔을 사용하여 측정된 바와 같은 X-선 회절 패턴을 나타내고, 상기 TC(hkl) 은 Harris 식에 따라 정의되고, 여기서 I(hkl)은 (hkl) 반사의 측정된 강도(통합 면적)이고, I₀(hkl) 은 ICDD의 PDF-card No. 42-1489 에 따른 표준 강도이고, n 은 반사들의 수이고, 계산에 사용되는 반사들은 (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0), (3 1 1), (3 3 1), (4 2 0) 및 (4 2 2) 이고, TC(422) ≥ 3 , 바람직하게는 ≥ 4 인, 절삭 공구.

청구항 9

제 1 항 내지 제 8 항 중 어느 한 항에 있어서, Ti(C,N) 의 입자 크기 D₄₂₂ 는 25 내지 40 nm, 바람직하게는 25 내지 35 nm 인, 절삭 공구.

청구항 10

제 1 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 Ti(C,N) 층의 평균 두께는 4 내지 20 μ m, 바람직하게는 5 내지 15 μ m 인, 절삭 공구.

청구항 11

제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 결합 층은 티타늄 카르복시드, 티타늄 옥시니트라이드 및 티타늄 카르복시니트라이드의 군으로부터 선택된 적어도 하나의 화합물을 포함하는, 절삭 공구.

청구항 12

제 1 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 결합 층의 평균 두께는 0.25 내지 2.5 μ m, 바람직하게는 0.5 내지 2.0 μ m 인, 절삭 공구.

청구항 13

제 1 항 내지 제 12 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 코팅의 평균 두께는 5 μ m 내지 30 μ m, 바람직하게는 10 내지 20 μ m 인, 절삭 공구.

청구항 14

제 1 항 내지 제 13 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 기재는 초경합금, 서멧 또는 세라믹인, 절삭 공구.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 기재 및 코팅을 포함하는 피복 절삭 공구에 관한 것이며, 여기서 코팅은 CVD 에 의해 디포징팅되고, Ti(C,N) 층 및 α -Al₂O₃-층을 포함한다.

배경 기술

[0002] 금속 절삭 산업에서, 피복 절삭 공구는 당업계에 잘 알려져 있다. CVD 코팅된 절삭 공구 및 PVD 코팅된 절삭 공구는 두 가지 가장 지배적인 유형의 코팅된 절삭 공구이다. 이들 코팅에 대한 이점은 코팅된 절삭 공구의 긴 공구 수명을 달성하는 데 중요한 화학적 및 연마 마모에 대한 높은 저항성이다. 알루미늄과 함께 Ti(C,N) 층을 포함하는 CVD 코팅은 예를 들어 강에서 선삭 또는 밀링에서 잘 수행하는 것으로 알려져 있다.

[0003] EP3034653A1 은 001 배향된 α -Al₂O₃ 층을 포함하는 내마모성 코팅이 제공된 피복 절삭 공구를 개시한다.

[0004] 본 발명의 목적은 매우 높은 내마모성, 특히 강에서의 금속 절삭 동안 플랭크 마모 및 크레이터 마모에 대한 증가된 내마모성을 갖는 금속 절삭용의 피복 절삭 공구를 제공하는 것이다.

발명의 내용

[0005] 상기한 목적들 중 적어도 하나는 청구항 1 에 따른 절삭 공구에 의해 달성된다. 바람직한 실시형태들은 종속 청구항들에 개시된다.

[0006] 본 발명은 코팅으로 적어도 부분적으로 피복된 기재를 포함하는 절삭 공구에 관한 것으로, 상기 코팅은 α -Al₂O₃ 층을 포함하며, 상기 α -Al₂O₃ 층은 결합 층으로부터 1 μ m 연장되는 부분 01 을 포함하며, 상기 부분 01 은 상기 α -Al₂O₃ 층의 단면에서 전자 후방산란 회절 (EBSD) 로 측정되고, 상기 α -Al₂O₃ 층의 표면 법선은 기재 표면의 표면 법선과 평행하고, 배향을 나타내며 분석 영역의 $\geq 80\%$, 바람직하게는 $\geq 90\%$, 더 바람직하게는 $\geq 95\%$, 가장 바람직하게는 $\geq 97\%$ 가 상기 α -Al₂O₃ 층의 표면 법선으로부터 15도 이내에 <001> 방향을 갖는다.

[0007] 영역 01 내의, 즉 α -Al₂O₃ 층의 최하부 내의 결합 층에 인접한 이러한 α -Al₂O₃ 층의 높은 배향은 제 1 및 제 2 플랭크 마모에 대한 및 또한 강 선삭에서의 증가된 크레이터 마모에 대한 증가된 내성에 기여하는 데 예상치 못하게 유리한 것으로 나타났다.

[0008] 본 발명의 일 실시형태에서, 절삭 공구는 코팅으로 적어도 부분적으로 피복된 기재를 포함하고, 상기 코팅은 Ti(C,N) 층, α -Al₂O₃ 층 및 그 사이의 결합 층을 포함하고, 3 내지 25 μ m 의 두께를 갖는 상기 Ti(C,N) 층은 주상 입자들로 구성되고, 상기 Ti(C,N) 층의 평균 입자 크기 D₄₂₂ 는 CuK α 방사선으로 X-선 회절로 측정했을 때 25 내지 50 nm 이고, 상기 입자 크기 D₄₂₂ 는 Scherrer 식:

$$D_{422} = \frac{K\lambda}{B_{422}\cos\theta}$$

[0009] 에 따라 (422) 피크의 반치전폭 (FWHM) 으로부터 계산되고, 여기서, D₄₂₂ 는 Ti(C,N)의 평균 입자 크기이고, K 는 여기서 0.9 로 설정된 형상 인자이고, λ 는 여기서 1.5405 Å 로 설정된 CuK α 방사선에 대한 파장 길이이고, B₄₂₂ 는 (422) 반사에 대한 FWHM 값이고, θ 는 Bragg 각도이며, Ti(C,N) 층은 결합 층에 인접한 부분 B1을 포함하고, 부분 B1 내의 Ti(C,N) 입자들의 평균 입자 크기는 전체 Ti(C,N) 층 내의 평균 입자 크기 D₄₂₂ 보다 크고, Ti(C,N) 층의 부분 B1 내에서 Ti(C,N) 입자들은 기재 표면과 평행하게 연장되는 평면도 상에서 5x5 μ m 의 분석 영역에서 TKD(Transmission Kikuchi Diffraction)로 측정했을 때 130 내지 165 nm 의 평균 입자 크기를 갖는다.

[0011] 본 발명의 일 실시형태에서, α -Al₂O₃ 층의 하부에서의 이러한 증가된 배향은 Ti(C,N) 증착의 끝에서 미세한 Ti(C,N) 입자들의 일부가 넓어지고 더 거친 입자 Ti(C,N) 부분이 형성되도록 증착 공정 조건을 변화시킴으로써 달성된다. 그 후, 공정 조건들이 다시 변경되고, 이번에는, Ti(C,N) 입자들의 최적의 외측 표면을 제공한다. 이러한 방식으로, α -Al₂O₃ 층에 대해 결합 층 이전에 증착된 유망한 층으로 알려진 거친 입자 Ti(C,N) 의 최외측 표면과 유사한 Ti(C,N) 의 최외측 표면이 형성된다. 부분 B1 에서의 평균 입자 크기가 너무 작으면, 후속하여 증착되는 α -Al₂O₃ 층의 접착력이 증가되지 않는다. 부분 B1 에서의 평균 입자 크기가 너무 크면, 후속 α -Al₂O₃

의 배향도가 감소된다.

[0012] SEM 에서 매우 미세한 입자 Ti(C,N) 의 입자 크기를 연구하는 것은, 해상도가 제한적이기 때문에 어렵다. 여기서, Ti(C,N) 층의 미세 입자 부분의 평균 입자 크기는 대신에 XRD 및 Scherrer 식을 통해 정의된다. XRD 로부터의 신호가 또한 더 조대한 입자 Ti(C,N) 부분 B1 으로부터의 정보를 포함하지만, 이 기여는 제한되는 것으로 간주된다.

[0013] 반면, 거친 입자 부분 B1 에서의 입자 크기의 연구는 Ti(C,N) 층의 단지 일부라는 도전을 가졌고, 이를 위해 매우 높은 정밀도를 갖는 방법을 선택해야 했다. 달성된 정보가 입자 크기에 관한 정보 및 또한 매우 국부적인 규모로 Ti(C,N) 입자들의 배향에 관한 정보 둘 모두를 포함하기 때문에 TKD 에 의한 평면도 연구가 선택되었다.

[0014] 본 발명의 일 실시형태에서, 상기 α -Al₂O₃ 층은 Harris 식:

$$TC(hkl) = \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \left[\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \right]^{-1}$$

[0015] 에 따라 정의되는, CuK α 방사선 및 θ -2 θ 스캔을 사용하는 X-선 회절에 의해 측정된, 텍스처 계수 TC(hkl) 를 나타내고, 여기서, I(hkl)은 (hkl) 반사의 측정된 강도(통합 면적)이고, I₀(hkl)은 ICDD 의 PDF 카드 번호 00-010-0173 에 따른 표준 강도이며, n 은 계산에 사용되는 반사들의 수이고, 사용되는 (hkl) 반사는 (1 0 4), (1 1 0), (1 1 3), (0 2 4), (1 1 6), (2 1 4), (3 0 0) 및 (0 0 12) 이며, TC(0 0 12) \geq 7.5, 바람직하게는 \geq 7.7, 보다 바람직하게는 \geq 7.8 이다.

[0017] 본 발명의 일 실시형태에서, 상기 α -Al₂O₃ 층은 TC(110) \leq 0.2, 바람직하게는 \leq 0.1을 나타낸다.

[0018] 본 발명의 일 실시형태에서, Al₂O₃ 층은 α -Al₂O₃ 층이며, 바람직하게는 α -Al₂O₃ 층의 평균 두께는 1 μ m - 15 μ m, 바람직하게는 3-10 μ m 이다.

[0019] 본 발명의 일 실시형태에서, Ti(C,N) 층의 부분 B1 에서의 상기 Ti(C,N) 층은 기재 표면과 평행하게 연장되는 Ti(C,N) 층의 평면도에서 TKD 로 측정되고 적어도 5x5 μ m 의 영역에서 측정된 배향을 나타내고, 상기 Ti(C,N) 층의 표면 법선은 기재 표면의 표면 법선과 평행하고, 분석 영역의 \geq 93%, 바람직하게는 \geq 95% 는 상기 Ti(C,N) 층의 표면 법선으로부터 15도 이내의 \langle 211 \rangle 방향을 갖는다.

[0020] 결합 층에 가장 가깝고 그에 의해 또한 α -Al₂O₃ 층에 가장 가까운 \langle 211 \rangle 을 따라 높은 배향을 갖는 부분을 갖는 Ti(C,N) 층은 매우 001 배향된 α -Al₂O₃ 층을 증착하기 위한 노력에서 유리한 것으로 여겨진다. 분석 영역이 Ti(C,N) 층의 표면 법선으로부터 15도 이내의 \langle 211 \rangle 방향이 93% 미만인 경우에 후속 α -Al₂O₃ 층의 001 방향이 덜 뚜렷해진다.

[0021] 본 발명의 일 실시예에서, 코팅의 성장 방향으로 측정된 Ti(C,N) 층의 부분 B1 의 두께는 0.5 내지 1.5 μ m, 바람직하게는 0.6 내지 0.9 μ m, 가장 바람직하게는 0.6 내지 0.8 μ m 이다.

[0022] 미세 입자 Ti(C,N)은 내마모성 층으로서 유리하며, 이는 그의 높은 양의 입계로 인해 또는 층의 더 매끄럽거나 균일한 두께로 인해 야기될 수 있다. 따라서, 미세 입자인 TiCN 층의 부분은 비교적 두꺼워야 한다. 증가된 접착 및 증가된 배향에 기여하는 거친 입자 부분은 B1 부분의 두께가 비교적 제한되어야 하며, 바람직하게는 0.5 내지 1.5 μ m, 더욱 바람직하게는 0.6 내지 0.9 μ m, 가장 바람직하게는 0.6 내지 0.8 μ m 이다. 부분 B1 이 너무 얇으면 접착 및/또는 배향이 강화되지 않을 것이다.

[0023] 본 발명의 일 실시형태에서, Ti(C,N) 층은 CuK α 방사선 및 θ -2 θ 스캔을 사용하여 측정된 바와 같이 X-선 회절 패턴을 나타내고, 여기서 TC(hkl)은 Harris 식에 따라 정의되고, I(hkl) 은 (hkl) 반사의 측정된 강도(통합 면적)이고, I₀(hkl) 은 ICDD 의 PDF-card No. 42-1489 에 따른 표준 강도이고, n 은 반사들의 수이고, 계산에 사용되는 반사들은 (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0), (3 1 1), (3 3 1), (4 2 0) 및 (4 2 2)이고, 여기서 TC(422) \geq 3, 바람직하게는 \geq 4 이다.

[0024] 본 발명의 일 실시예에서, Ti(C,N)의 입자 크기 D₄₂₂ 는 25-40 nm, 바람직하게는 25-35 nm 이다. 미세 입자 Ti(C,N)과 α -Al₂O₃ 층 사이의 증가된 접착력은 Ti(C,N)의 입자 크기 D₄₂₂ 가 25-40 nm, 또는 심지어 25-35 nm

일 때와 같이 매우 미세한 입자들을 갖는 Ti(C,N) 층들에 특히 유리하다.

- [0025] 본 발명의 일 실시형태에서, Ti(C,N) 층의 평균 두께는 4-20 μm , 바람직하게는 5-15 μm 이다.
- [0026] 본 발명의 일 실시형태에서, 결합 층은 티타늄 카르복시드, 티타늄 옥시니트라이드 및 티타늄 카르복시니트라이드로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 하나의 화합물을 포함한다.
- [0027] 티타늄 카르복시드, 티타늄 옥시니트라이드 및 티타늄 카르복시니트라이드의 결합 층은 Ti(C,N) 층과 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 층 사이에 에피택셜 관계를 제공할 수 있다는 점에서 유리하다.
- [0028] 본 발명의 일 실시형태에서, 결합 층의 평균 두께는 0.25 - 2.5 μm , 바람직하게는 0.5 - 2.0 μm 이다.
- [0029] 본 발명의 일 실시형태에서, 코팅의 평균 두께는 5.0 μm - 30.0 μm , 바람직하게는 10 - 20 μm 이다.
- [0030] 본 발명의 일 실시형태에서, 기재는 초경합금, 서멧 또는 세라믹이다.
- [0031] 본 발명의 Ti(C,N)층에 포함된 탄소와 질소의 합에 대한 탄소의 원자비(C/(C+N))는 전자 현미경 분석으로 측정 시, 0.50 - 0.65 인 것이 바람직하고, 0.55 - 0.62 인 것이 보다 바람직하다.
- [0032] 본 발명의 또 다른 목적 및 특징은 이하의 정의 및 첨부 도면과 함께 고려되는 예로부터 명백해질 것이다.
- [0033] 정의
- [0034] 여기에서 사용되는 용어 "절삭 공구" 는 인서트, 엔드 밀 또는 드릴과 같은 금속 절삭 적용에 적합한 절삭 공구를 의미한다. 적용 영역은 예를 들어 강과 같은 금속의 선삭, 밀링 또는 드릴링일 수 있다.
- [0035] 방법
- [0036] Ti(C,N) 층의 평균 입자 크기, D_{422}

- [0037] Ti(C,N) 층에서 Ti(C,N) 입자들의 평균 입자 크기를 조사하기 위해, PIXcel 검출기가 장착된 PANalytical CubiX3 회절계를 사용하여 플랭크 면에 대해 X-선 회절(XRD)을 수행하였다. 샘플들의 플랭크 면이 샘플 홀더의 기준 표면에 평행하고 또한 플랭크 면이 적절한 높이에 있는 것을 보장하도록 피복 절삭 공구를 샘플 홀더들에 장착하였다. 측정에는 45 kV 의 전압 및 40 mA 의 전류로 Cu-K α 방사선이 사용되었다. 1/2 도의 산란방지 슬릿 및 1/4 도의 발산 슬릿을 사용하였다. 피복 절삭 공구로부터 회절된 강도는 20° 내지 140° 2 θ 에서, 즉 10 내지 70° 의 입사 각도 θ 에서 측정되었다. 데이터의 배경 조정 (background fitting), Cu-K α_2 스트리핑 및 프로파일 조정을 포함하는 데이터 분석은 PANalytical 의 X'Pert HighScore Plus 소프트웨어를 사용하여 수행되었다.
- [0038] PANalytical 의 X'Pert HighScore Plus 소프트웨어에서 달성된 프로파일 조정 곡선에 대한 통합된 반치전폭을 사용하여 Scherrer 식(Eq1) (Birkholz, 2006)에 따라 층의 입자 크기를 계산하였다.
- [0039] 평균 입자 크기 D_{422} 는 (422) 피크의 반치전폭으로부터 Scherrer 식에 따라 계산된다:

$$D_{422} = \frac{K\lambda}{B_{422} \cos\theta} \quad (1)$$

- [0041] D_{422} 는 Ti(C,N) 의 평균 입자 크기이고, K 는 여기서 0.9 로 설정된 형상 인자이고, λ 는 여기서 1.5405 Å 로 설정된 CuK α_1 방사선에 대한 파장 길이이고, B_{422} 는 (422) 반사에 대한 FWHM 값이고, θ 는 Bragg 각도, 즉 입사 각도이다.

- [0042] 측정으로부터 얻어진 FWHM 은 기구로부터의 확장 및 작은 입자 크기에 의해 야기된 확장을 모두 포함한다. 이를 보상하기 위해 가우시안 근사법(gaussian approximation)이 사용되었다 (Birkholz, 2006). B_{422} 는 기구적 확장 (0,00174533 라디안)을 차감한 후의 FWHM 에서의 라인 확장(라디안)이고, 식 (2) 에서 정의된다:

$$B_{422} = \sqrt{((FWHM_{\text{obs}})^2 - (FWHM_{\text{ins}})^2)} \quad (2)$$

- [0044] 여기서, B_{422} 는 입자 크기 계산에 사용되는 확장(라디안 단위)이고, $FWHM_{\text{obs}}$ 는 측정된 확장(라디안 단위)이고, $FWHM_{\text{ins}}$ 는 기구적 확장(라디안 단위)이다.

- [0045] Ti(C,N)-층 위의 가능한 추가 층들이 Ti(C,N)-층에 진입하고 전체 코팅을 빠져나가는 X-선 강도들에 영향을 미칠 것이기 때문에, 층 내의 각각의 화합물에 대한 선형 흡수 계수를 고려하여, 이들에 대한 보정이 이루어질 필요가 있다. 대안적으로, Ti(C,N)-단일 층 위의 추가 층은 XRD 측정 결과에 실질적으로 영향을 미치지 않는 방법, 예를 들어 화학적 에칭에 의해 제거될 수 있다.
- [0046] Ti(C,N)의 부분 B1의 입자 크기 및 배향
- [0047] Ti(C,N) 층의 최상부 영역에서, Al₂O₃ 층을 Ti(C,N) 층에 결합하기 위한 결합 층에 가장 가깝게 위치한 영역 B1에서, Ti(C,N)의 입자들은 접착성을 향상시키기 위해 확대된다. 이 영역에서 Ti(C,N) 입자들의 평균 입자 크기는 영역 B1의 평면도를 통해 분석된다. 이 평면도는 기재의 표면과 평행한 평면에서 연장되므로, 주상 입자들의 폭은 예를 들어 증착 입자들의 임의의 교란 없이 연구될 수 있다.
- [0048] B1 영역의 입자 영역 분석을 위한 샘플은 FIB 인-시츄 리프트 아웃(in-situ lift out) 기술 (Langford & Clinton, 2004)에 의해 관심 영역의 평면도 박막 시편을 제조함으로써 생성되었다. 샘플들은 연마된 단면들로부터 추출되었다. Ga⁺ 이온 공급원을 사용하는 Helios Nanolab 650 이 샘플 제조에 사용되었다.
- [0049] 관심 영역은 정확한 관심 영역이 시편의 중심에 있음을 보장하기 위해 79pA 이온 전류 및 30kV 가속 전압을 사용하여 표면에 크로스 에칭된 에지에 표시되었다. 이어서, 영역은 430pA 이온 전류 및 30kV 가속 전압을 사용하여 디포징된 대략 2 μm 두께의 보호 Pt-층으로 코팅되었다. 보호 Pt-디포징 후, 잘 알려진 인-시츄 리프트 아웃 기술 (Langford & Clinton, 2004)을 사용하여 샘플이 제조되었다.
- [0050] 시편들은 전자 투명성을 확보하기 위해 200nm 미만의 두께로 박막화하였다.
- [0051] 옥스포드-대칭 EBSD 검출기가 장착된 Helios Nanolab 650 에서 TKD 를 이용하여 B1 영역에서의 입자 크기를 분석하였다. 가속 전압은 20 kV, 빔 전류는 13-26nA 를 사용하였다. 적어도 5x5μm 의 영역(적어도 640 입자들)을 10nm 의 스텝 크기로 분석하였고, 스피드 1 비닝 모드(622x512 pix)를 사용하였다. 평균 입자 크기(등가 원)를 Aztec Crystal 소프트웨어 패키지(v 2.0)를 사용하여 분석하였고, Aztec Crystal 소프트웨어(v 2.0)를 사용한 하나의 오토-클린 업(auto-clean up)을 부드러운 소음 감소를 위해 적용하였다. 시편의 표면이 기재 표면과 평행하도록 샘플들을 분석하였고, 따라서 평면 배향으로부터의 코팅이 샘플 법선에 평행하도록 보장하였다. 입자 검출 임계치는 10° 및 적어도 40 픽셀의 영역으로 설정되었다.
- [0052] 배향은 설정 축으로부터 일정한 각도 편차 내에 있는 분석 영역의 양(%)으로 결정된다. 영역 B1 에 대해, <211> Ti(C,N) 방향이 표면 법선에 평행한 방향으로서 선택되었다. 배향은 <211> Ti(C,N) 방향으로부터 ≤15° 편차인 분석 영역의 양으로서 계산되었다. Aztec Crystal 소프트웨어(v 2.0)를 배향 결정에 사용하였다.
- [0053] Ti(C,N), J.Electrochem. Soc. [JESOP], (1950), vol 97, pp 299-304, 기준 패턴을 Ti(C,N) 측정을 위해 사용하였고, 측정을 위해 89개의 반사기를 사용하였다.
- [0054] 최하부 Al₂O₃-부분 O1의 배향
- [0055] 본 발명에서, 결합 층에 가까운 Al₂O₃ 층의 부분은 매우 높게 배향된다. 이 영역을 분석하기 위해, 코팅의 단면이 준비되었고, 결합 층으로부터 높이가 1 μm 로 연장되는 부분 O1 의 Al₂O₃ 입자들이 EBSD 에 의해 상세히 연구되었다. 연마된 단면들의 준비는 CNMG120408-PM 인서트들의 각각을 AKASEL 로부터의 흑색 진도성 페놀 수지에 장착하고, 이를 약 1 mm 로 연삭한 다음, 2단계: 다이아몬드 슬러리 용액을 사용하여 거친 연마(9 μm) 및 미세 연마(1 μm)로 연마함으로써 수행되었다. 콜로이드 실리카 용액을 사용한 최종 연마를 적용하였다.
- [0056] Al₂O₃ 의 최하부의 배향은 설정 축으로부터 일정한 각도 편차 내에 있는 분석 영역의 양(%)으로 결정된다. 부분 O1 에 대해, <001> Al₂O₃ 방향이 표면 법선에 평행한 방향으로서 선택되었다. 배향은 <001> Al₂O₃ 방향으로부터 ≤15° 편차인 분석 영역의 양으로 계산하였다.
- [0057] 적어도 80 μm 폭의 영역을 50nm 의 스텝 크기로 분석하고, 스피드 1 비닝 모드(622x512 pix)를 사용하였다. O1 의 배향을 분석하기 위해, O1 의 4개의 직사각형 형상의 섹션들은 폭이 10μm이고 높이가 1μm인 크기를 갖는 계면을 따라 무작위로 선택되었다. 배향은 4개의 직사각형 형상의 섹션들의 평균으로 계산되었다. 5 최근접 이웃의 레벨을 사용하는 하나의 오토-클린 업 단계 및 하나의 제로 솔루션 제거가 데이터에 적용되었다. Aztec Crystal 소프트웨어(v 2.0)를 배향 결정에 사용하였다.
- [0058] O1 부분의 배향을 옥스포드-대칭 EBSD 검출기가 모두 장착된 Zeiss Supra 55 및 Helios Nanolab 650을 사용하

여 분석하였다. 가속 전압은 20 kV, 빔 전류는 13-26 nA를 사용하였다. 최대 수집 효율을 보장하기 위해 샘플들을 70° 사전-틸팅된 샘플 홀더 상에 장착하였다.

[0059] 알루미늄(알파), Acta Crystallogr, Sec B [ACBCAR], vol 49B pp 973-980, 기준 패턴을 Al₂O₃ 측정에 사용하였고, 89개의 반사기를 측정에 사용하였다.

[0060] SEM 조사

[0061] 연마된 단면들 및 샘플 상부 표면들의 SEM 조사는 30 μm 개구 크기를 사용하여 3kV 가속 전압에서 작동되는 Carl Zeiss AG- Supra 40 유형에서 수행하였다. 이미지들은 2차 전자 검출기를 사용하여 획득하였다.

[0062] Ti(C,N) 및 Al₂O₃ 의 X-선 회절 측정

[0063] 전체 층(들)의 텍스처를 조사하기 위해, PIXcel 검출기가 장착된 PANalytical CubiX3 회절계를 사용하여 절삭 공구 인서트들의 플랭크면에서 X선 회절을 수행하였다. 절삭 공구 인서트의 플랭크 면이 샘플 홀더의 기준 표면에 평행하다는 것 그리고 또한 플랭크 면이 적절한 높이에 있다는 것을 보장하도록 피복 절삭 공구 인서트는 샘플 홀더에 장착되었다. 측정에는 45 kV 의 전압 및 40 mA 의 전류로 Cu-Kα 방사선이 사용되었다. 1/2 도의 산란방지 슬릿 및 1/4 도의 발산 슬릿을 사용하였다. 피복 절삭 공구로부터 회절된 강도는 20° 내지 140° 2θ 에서, 즉 10 내지 70° 의 입사 각도 θ 에서 측정되었다.

[0064] 배경 제거, Cu-Kα₂ 스트리핑 및 데이터의 프로파일 조정을 포함하는 데이터 분석은 PANalytical 의 X'Pert HighScore Plus 소프트웨어를 사용하여 수행되었다. 이하에서 조정에 대해 일반적으로 설명한다. 이러한 프로그램으로부터 출력 (프로파일 조정 곡선들에 대한 통합된 피크 면적들) 은 그후 아래에 개시된 바와 같이 Harris 식 (3) 을 사용하여 (Ti(C,N) 또는 α-Al₂O₃ 의 층과 같은) 특정 층의 PDF 카드에 따라 표준 강도 데이터에 대한 측정된 강도 데이터의 비를 비교함으로써 층의 텍스처 계수들을 계산하는 데 사용되었다. 층이 유한하게 두꺼우므로, 상이한 2θ 각도들에서의 한 쌍의 피크들의 상대 강도들은 층을 통한 경로 길이의 차이로 인해 벌크 샘플 들인 경우와 상이하다. 따라서, 얇은 필름 보정은 TC 값들을 계산할 때에 층의 선형 흡수 계수를 또한 고려하여 프로파일 조정 곡선에 대한 추출된 통합된 피크 면적 강도들에 적용되었다. 예를 들어 α-Al₂O₃ 층 위의 가능한 추가 층들이 α-Al₂O₃ 층에 들어가서 전체 코팅을 빠져 나가는 X선 강도에 영향을 미칠 것이므로, 층의 개별 화합물의 선형 흡수 계수를 고려하여 이에 대해서도 또한 보정이 필요하다. Ti(C,N) 층이 예를 들어 α-Al₂O₃ 층 아래에 위치하는 경우, Ti(C,N) 층의 X-선 회절 측정에도 동일하게 적용된다. 대안적으로, 알루미늄 층 위의 TiN 과 같은 추가의 층은 XRD 측정 결과에 실질적으로 영향을 미치지 않는 방법, 예컨대 화학적 에칭에 의해 제거될 수 있다.

[0065] α-Al₂O₃ 층의 텍스처를 조사하기 위해 CuKα 방사선을 사용하여 X-선 회절을 수행하였으며 α-Al₂O₃ 층의 주상 입자들의 상이한 성장 방향에 대한 텍스처 계수 TC (hkl) 를 해리스 식 (3) 에 따라 계산하였다:

$$TC(hkl) = \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \left[\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \right]^{-1} \quad (3)$$

[0067] 여기서, I(hkl) = (hkl) 반사의 측정된 (통합 면적) 강도, I₀(hkl) = ICDD 의 PDF-card no 00-010-0173 에 따른 표준 강도, n = 계산에 사용될 반사의 수이다. 이 경우, 사용된 (hkl) 반사는 (1 0 4), (1 1 0), (1 1 3), (0 2 4), (1 1 6), (2 1 4), (3 0 0) 및 (0 0 12) 이다. 측정된 통합 피크 영역은 박막 보정되고 전술한 비율이 계산되기 전에 α-Al₂O₃ 층 위의 (즉, 상부의) 입자의 추가 층들에 대해 보정된다.

[0068] Ti(C,N) 층의 주상 입자들의 상이한 성장 방향에 대한 텍스처 계수 TC (hkl) 은 전술한 바와 같은 Harris 식 (3) 에 따라 계산되었으며, 여기서 I(hkl) 은 (hkl) 반사의 측정된 (통합 면적) 강도이고, I₀(hkl) 은 ICDD 의 PDF 카드 no 42-1489 에 따른 표준 강도이고, n 은 계산에 사용된 반사들의 수이다. 이 경우, 사용된 (hkl) 반사는 (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0), (3 1 1), (3 3 1), (4 2 0) 및 (4 2 2) 이다.

[0069] 피크 오버랩은 예를 들어 여러 결정질 층들을 포함하는 그리고/또는 결정질 상들을 포함하는 기재 상에 증착된 코팅의 X선 회절 분석에서 일어날 수 있는 현상이며, 이는 고려되고 보상되어야 한다는 것에 주의해야 한다. Ti(C,N) 층으로부터의 피크들과 α-Al₂O₃ 층으로부터의 피크들의 오버랩은 측정에 영향을 미칠 수 있으므로 고려

될 필요가 있다. 예를 들어 기재 내의 WC 가 본 발명의 관련 피크들에 가까운 회절 피크들을 가질 수 있다는 것에 또한 주의해야 한다.

도면의 간단한 설명

[0070]

첨부 도면을 참조하여 본 발명의 실시형태를 설명한다.

도 1 은 본 발명의 코팅 예의 단면의 주사 전자 현미경(SEM) 이미지를 도시하며, 여기서 Ti(C,N) 층(1)의 부분 B1, 결합 층(2) 및 α -Al₂O₃ 층(3)의 부분 O1 을 나타낸다.

도 2 는 기준 코팅, 샘플 A 의 일 예의 단면의 주사 전자 현미경(SEM) 이미지를 도시하며, 여기서 최상부 Ti(C,N) (1), 결합 층 (2) 및 최하부 α -Al₂O₃(3) 를 볼 수 있다.

도 3 은 비교 코팅, 샘플 G 의 일 예의 단면의 주사 전자 현미경(SEM) 이미지를 도시하며, 여기서 Ti(C,N) 층(1)의 부분 B1, 결합 층(2) 및 α -Al₂O₃ 층(3)의 부분 O1 을 나타낸다.

도 4 는 기준 코팅, 샘플 B 의 일 예의 단면의 주사 전자 현미경(SEM) 이미지를 도시하며, 여기서 최상부 Ti(C,N) (1), 결합 층 (2) 및 최하부 α -Al₂O₃(3) 를 볼 수 있다.

도 5 는 샘플 D 에서 Ti(C,N) 에 대응하는 Ti(C,N) 층이 제공된 샘플의 부분 B1 의 상부 표면의 주사 전자 현미경(SEM) 이미지를 나타내고, 여기서 부분 B1 의 최외부 표면의 모폴로지를 볼 수 있다.

도 6 은 샘플 B 에서 Ti(C,N) 에 대응하는 Ti(C,N) 층이 제공된 샘플의 Ti(C,N) 층의 상부 표면의 주사 전자 현미경(SEM) 이미지를 나타내고, 여기서 매우 미세한 입자 Ti(C,N) 의 최외부 표면의 모폴로지를 볼 수 있다.

도 7 은 기준 샘플 A 에서 Ti(C,N) 에 대응하는 Ti(C,N) 층이 제공된 샘플의 Ti(C,N) 층의 상부 표면의 주사 전자 현미경(SEM) 이미지를 나타내고, 여기서 거친 입자 Ti(C,N) 의 최외부 표면의 모폴로지를 볼 수 있다.

도 8 은 본 발명의 층들 및 부분들, Ti(C,N) 층(1), Ti(C,N) 층(1)의 부분 B1, 결합 층(2), α -Al₂O₃ 층(3), α -Al₂O₃ 층(3)의 부분 O1 및 기재(4)의 위치를 나타내는 개략적인 개요도이다.

도 9 는 B1 부분의 Ti(C,N) 입자들이 보이는 샘플 D 의 평면도의 밴드 콘트라스트 TKD 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0071]

예

[0072]

이제, 본 발명의 예시적인 실시형태가 더 상세하게 개시되고 참조 실시형태와 비교된다. 피복 절삭 공구 (인서트) 를 제조하여, 분석하고, 절삭 시험에서 시험하였다.

[0073]

초경합금 기재들은 밀링, 혼합, 분무 건조, 프레스 및 소결을 포함하는 종래의 공정을 활용하여 제조되었다. 초경합금 기재들 (인서트들) 의 ISO 유형 기하학적 형상은 CNMG-120408-PM 이었다. 초경합금의 조성은 7.2 중량% Co, 2.9 중량% TaC, 0.5 중량% NbC, 1.9 중량% TiC, 0.4 중량% TiN 및 잔부 WC 이었다.

[0074]

코팅 디포짓션 전에, 소결 공정으로부터 기재 표면 상의 임의의 잔류물을 제거하기 위해 기재를 마일드 블라스팅 처리에 노출시켰다.

[0075]

CVD 증착

[0076]

소결된 기재는 10.000 1/2 인치 크기 절삭 인서트들을 수용할 수 있는 Ionbond Type 크기 530 의 방사형 CVD 반응기에서 CVD 코팅되었다. 시험 및 분석될 샘플들을 챔버의 중간으로부터 그리고 플레이트의 중심과 주변부 사이의 플레이트의 반경의 절반을 따른 위치에서 선택하였다. 질량 유동 제어기들은 예를 들어 CH₃CN 의 높은 유동이 설정될 수 있도록 선택되었다.

[0077]

400 mbar 및 885 °C 의 공정으로 약 0.2 μm TiN 의 제 1 최내측 코팅을 모든 기재 상에 증착시켰다. 48.8 부피% H₂, 48.8 부피% N₂ 및 2.4 부피% TiCl₄ 의 기체 혼합물을 사용하였다.

[0078]

그 후, Ti(C,N) 층 증착에 이어, 모든 샘플 A-G는 다음에 따라 상이한 Ti(C,N) 으로 증착되었다. 기준 샘플 A 는 표 1 에 나타낸 바와 같은 공정 단계 V 및 W 로 증착되었다. 샘플 B-G 에 대해 공정 단계 X 로 시작하기 전

에 885 °C 로부터 870 °C 로의 온도 조정을 80 mbar 에서 50 부피% H₂ 및 50 부피% N₂ 에서 수행하였다. 기준 샘플 B 의 Ti(C,N) 층을 표 1 에 나타낸 바와 같이 공정 단계 X 로 증착시켰다. 샘플 C-G 에 대해서, Ti(C,N) 층들은 표 1 및 표 2 에 나타낸 바와 같은 증착 시간들을 사용하여 공정 단계 X, Y 및 Z 로 증착되었다. 공정 시간들은 모든 샘플에 대해 대략 동일한 총 Ti(C,N) 층 두께에 도달하도록 조정되었다.

표 1

파라미터	공정 단계 X	공정 단계 Y	공정 단계 Z	공정 단계 V	공정 단계 W
H ₂	잔부	잔부	잔부	잔부	잔부
N ₂		42.97%	7.76%	37.57%	7.76%
TiCl ₄	2.95%	1.17%	2.38%	2.95%	2.38%
CH ₃ CN	0.45%	2.08%	0.65%	0.45%	0.65%
HCl		10.82%	7.76%		7.76%
총 가스 유동 [l/h]	5600	3421	7734	5590	7734
압력 [mbar]	80	70	70	55	55
온도 [°C]	870	870	870	885	885
공정 시간 [min]	표 2 참조		15	10	270

[0079]

표 2

샘플	공정 단계 X [minutes]	공정 단계 Y [minutes]
B	260	-
C	243	5
D	240	15
E	238	20
F	235	30
G	230	45

[0080]

[0081]

0.7 내지 0.9 μm 두께의 결합 층이 4개의 별개의 반응 단계들로 구성된 공정에 의해 Ti(C,N) 층의 최상부 상에 1000 $^{\circ}\text{C}$ 에서 증착되었다. 먼저 400 mbar 에서 TiCl_4 , CH_4 , N_2 , HCl 및 H_2 를 사용하여 8분간 HTCVD Ti(C,N) 단계를 수행한 다음, 70 mbar 에서 7분간 TiCl_4 , CH_3CN , CO , N_2 및 H_2 를 사용하여 제 2 단계(Ti(C,N,O)-1)를 수행하고, 그 다음 70 mbar 에서 5분간 TiCl_4 , CH_3CN , CO , N_2 및 H_2 를 사용하여 제 3 단계(Ti(C,N,O)-2)를 수행하고, 마지막으로 70 mbar 에서 6분간 TiCl_4 , N_2 및 H_2 를 사용하여 제 4 단계(TiN) 를 수행한다. 제 3 증착 단계 동안, CO 가스 유동은 표 3 에 나타낸 바와 같이 시작 값으로부터 정지 값으로 연속적으로 선형적으로 증가되었다. 다른 모든 기체의 유동은 일정하게 유지되었으나, 전체 기체 흐름이 증가하므로, 이로 인하여 모든 기체의 농도에 다소 영향을 미쳤다. 후속하는 Al_2O_3 핵형성의 시작 이전에, 결합 층은 CO_2 , CO , N_2 및 H_2 의 혼합물에서 4분 동안 산화되었다.

[0082]

결합 층 디포지션의 세부사항은 표 3 에 기재되어 있다.

표 3

결합 층 디포짓션

결합 층	압력 [mbar]	H ₂ [vol%]	N ₂ [vol%]	CH ₄ [vol%]	HCl [vol%]	CO [vol%]	TiCl ₄ [vol%]	CH ₃ CN [vol%]	CO ₂ [vol%]
온도 증가	55	잔부	25						
HTCVD Ti(C,N)	400	잔부	25.5	3.4	1.7	-	1.55	-	-
Ti(C,N, O)-1	70	잔부	12.0	-	1.2	1.2	1.5	0.40	-
Ti(C,N, O)-2	70	잔부	31.5 - 30.6	-	-	1.6 - 4.6	3.15 - 3.06	0.65- 0.63	-
TiN	70	잔부	32.3	-	-	-	3.23	-	-
산화	55	잔부	30	-	-	12.5	-	-	3.7

[0083]

[0084]

결합 층 위에 α-Al₂O₃ 층이 증착되었다. 모든 α-Al₂O₃ 층은 1000°C, 55 mbar 에서 두 단계로 증착되었다. 1.2 vol-% AlCl₃, 4.7 vol-% CO₂, 1.8 vol-% HCl 및 잔부 H₂ 를 사용한 제 1 단계는 약 0.1μm α-Al₂O₃ 를 제공하고, 아래에 개시된 제 2 단계는 약 5μm 의 총 α-Al₂O₃ 층 두께를 제공한다. α-Al₂O₃ 층의 제 2 단계는 1.16 % AlCl₃, 4.65 % CO₂, 2.91 % HCl, 0.58 % H₂S 및 잔부 H₂ 를 사용하여 증착되었다.

[0085]

코팅 분석

[0086]

층 두께는 주사 전자 현미경을 사용하여 절삭 공구 샘플들의 레이크면 상에서 측정되었다. 샘플 A - G 의 코팅의 층 두께를 표 4 에 나타낸다.

표 4

층 두께

샘플	TiN+Ti(C,N) + 결합 층 두께 [μm]	단계 Y/Z 의 공정 시간 [min/min]	단계 Y 로부터의 두께 부분 [μm]	단계 Z 로부터의 두께 부분 [μm]	두께 부분 B1 [μm]	Al ₂ O ₃ 두께 [μm]
A	10.4	0/0	-	-	-	5.0
B	8.7	0/0	-	-	-	4.5
C	9.4	5/15	≈0,1	≈0,4	≈0,5	4.3
D	9.2	15/15	≈0,2	≈0,5	≈0.7	4.6
E	8.7	20/15	≈0.3	≈0.4	≈0.7	4.8
F	9.4	30/15	≈0.5	≈0.4	≈0.9	5.3
G	8.7	45/15	≈0.5	≈0.4	≈0.9	4.2

[0087]

[0088]

Ti(C,N) 층들의 입자 크기는 전체 Ti(C,N) 층 및 결합 층에 가까운 부분 B1 모두에서 평균으로서 분석되었다. 결과가 표 5 에 제시되어 있다.

[0089]

Ti(C,N) 층의 부분 B1 에서의 Ti(C,N) 입자들의 배향 및 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 층의 01 부분에서의 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 입자들의 배향을 분석하였다. 결과가 표 5 에 제시되어 있다.

[0090]

기준 샘플 A 의 Ti(C,N) 층의 입자 크기는 XRD 로 분석하기에는 너무 크며, Scherrer 식은 약 0.2 μm 보다 큰 입자 크기에 대해 유효한 것으로 간주되지 않는다. 이 층의 평균 입자 크기는 단면 SEM 이미지에서 측정시 200 nm 보다 크다.

표 5

부분 O1 및 B1 의 입자 크기 및 배향

샘플	Ti(C,N) 층의 평균 입자 크기 D ₄₂₂ [nm]	Ti(C,N) 의 B1 의 평균 입자 크기 [nm]	Ti(C,N), <211> 로부터 ≤ 15° 에서의 부분 B1 의 배향 [%]	Al ₂ O ₃ , <001> 로부터 ≤ 15° 에서의 부분 O1 의 배향 [%]
A	n.a	B1 부분 없음	B1 부분 없음	60.1
B	31	B1 부분 없음	B1 부분 없음	94.8
C	28	115	91.7%	96.18
D	27	146	98.5%	98.3
E	27	157	96.6%	90.0
F	29	208	76.6%	70.4
G	27	168	85.3%	78.9

(n.a.= 미분석)

[0091]

[0092]

Ti(C,N) 및 α-Al₂O₃ 층의 텍스처 계수를 X-선 회절을 사용하여 분석하고, 그 결과를 표 6 및 표 7 에 제시한다.

표 6

샘플들에서의 α-Al₂O₃ 층에 대한 텍스처 계수

샘플	TC(104)	TC(110)	TC(113)	TC(024)	TC(116)	TC(214)	TC(300)	TC(0012)
A	0.02	0.25	0.01	0.07	0.01	0.03	0.00	7.61
B	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	7.99
C	0.02	0.03	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00	7.94
D	0.01	0.07	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00	7.89
E	0.01	0.08	0.00	0.02	0.01	0.00	0.00	7.89
F	0.09	0.09	0.00	0.03	0.06	0.01	0.01	7.70
G	0.03	0.17	0.00	0.05	0.03	0.01	0.00	7.72

[0093]

표 7

샘플들에서의 Ti(C,N) 층에 대한 텍스처 계수 TC(422)

샘플	TC(422)
A	3.94
B	3.95
C	3.43
D	4.14
E	4.06
F	3.19
G	3.74

[0094]

[0095] 성능 시험

[0096] 피복 상태의 절삭 공구들을 고합금 강인 공작물 재료 Ovako 825B (100CrMo7-3) 에서 종방향 선삭 작업으로 2개의 병렬 절삭 시험인 절삭 시험 1 및 절삭 시험 2 로 시험하였다. 절삭 속도 V_c 는 220 m/분 이었고, 공급 f_n 은 0.3 mm/revolution 이었고, 절삭 깊이는 2 mm 이었고, 수혼화성 절삭 유체를 사용하였다. 기계가공은 수명 기준의 종료에 도달할 때까지 계속되었다. 절삭 공구당 하나의 절삭 에지를 평가하였다.

[0097] 공구 수명 기준은 1차 또는 2차 플랭크 마모가 0.3 mm 초과일 때 또는 크레이터 면적(노출된 기재)이 0.2 mm^2 초과일 때 도달된 것으로 간주되었다. 이들 기준 중 임의의 것이 충족되자마자, 샘플의 수명에 도달한 것으로 간주되었다. 절삭 시험의 결과를 표 8 및 표 9 에 나타내었다.

표 8

절삭 시험 1

샘플	30분 후의 플랭크 마모		40분 후의 크레이터 마모
	1차 플랭크 마모 [mm]	2차 플랭크 마모 [mm]	크레이터 면적 [mm ²]
A	0.26	0.25	0.13
C	0.25	0.24	0
D	0.27	0.22	0
E	0.24	0.21	0
F	0.29	0.27	0.04
G	0.28	0.24	0.07

[0098]

표 9

절삭 시험 2

샘플	수명까지의 절삭 시간 [min.]	도달 수명
A	54	크레이터 마모 >0.2
D	86	크레이터 마모 >0.2
E	82	크레이터 마모 >0.2

[0099]

[0100]

표 8 에서 볼 수 있듯이, 모든 본 발명의 샘플 D 및 E 는 높은 내마모성을 보인 반면, 샘플 A, F 및 G 는 01 부분의 낮은 배향으로 인해 크레이터를 형성하는 것으로 나타났다. 표 9 에 나타난 바와 같이, 샘플 D 및 E 는 매우 높은 성능의 기준 샘플인 기준 샘플 A 와 비교하여 강의 금속 절삭에서 플랭크 및 크레이터 마모에 대해 높은 저항성을 나타낸다.

[0101]

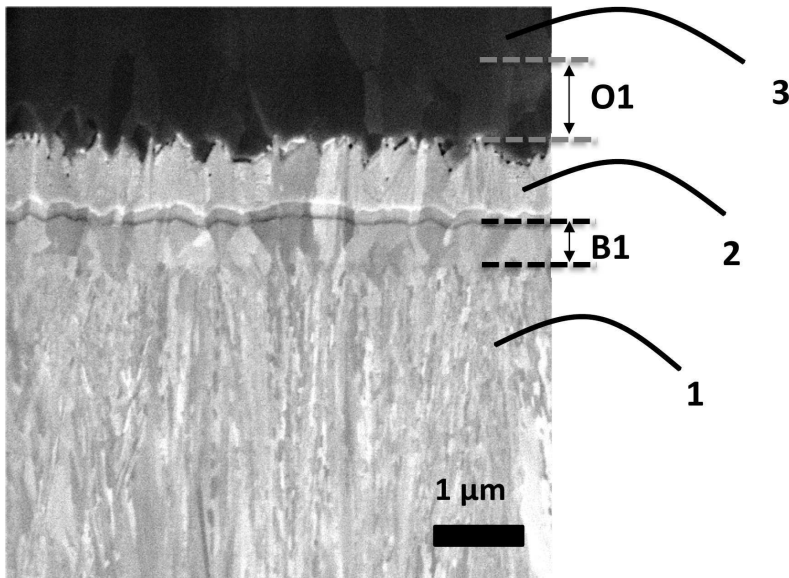
절삭 공구를 또한 연마 습식 블라스팅에 노출시킴으로써 평가하였다. 블라스팅은 절삭 공구의 레이크 면에서 실시되었다. 블라스터 슬러리는 물 중에 20 부피% 의 알루미늄으로 이루어졌고, 절삭 인서트의 레이크 면과 블라스터 슬러리의 방향 사이의 각도는 90° 이었다. 건 노즐과 인서트의 표면 사이의 거리는 약 145 mm 였다. 건에 대한 슬러리의 압력은 모든 샘플들에 대해 1.8 bar 인 반면, 건에 대한 공기의 압력은 2.2 bar 였다. 알루미늄 그릿들은 F230 mesh (FEPA 42-2:2006) 였다. 면적 단위당 블라스팅에 대한 평균 시간은 4.4초 였다. 샘플 B 및 C 는 습식 블라스팅을 견딜 수 없었으며, 샘플 B 의 코팅은 심한 플레이킹을 보였고, 샘플 C 는 스팟 와이즈 플레이킹을 보였다. 다른 모든 샘플들은 코팅의 파괴 없이 습식 블라스팅을 견디었다.

[0102]

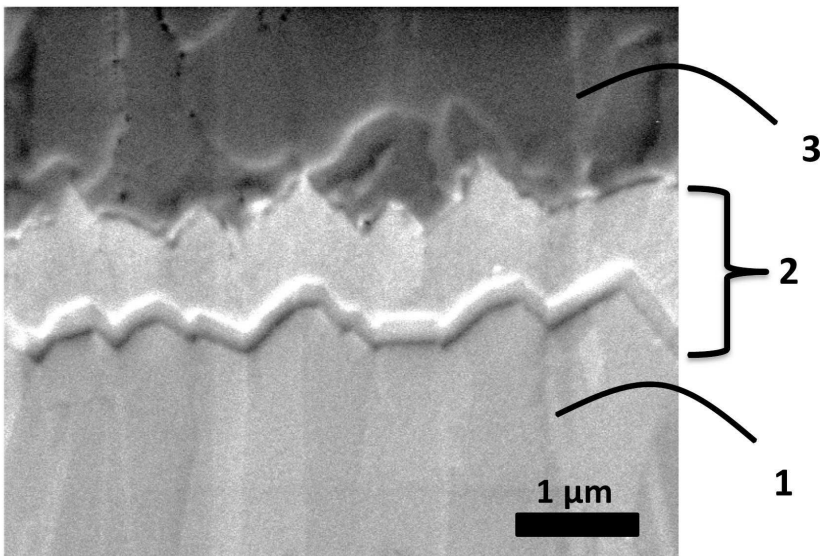
다양한 예시적인 실시형태들과 관련하여 본 발명을 설명하였지만, 본 발명은 개시된 예시적인 실시형태들로 한정되지 않으며, 오히려 첨부된 청구항들 내에 다양한 수정 및 균등물을 포함하려는 것임을 이해하여야 한다. 또한, 본 발명의 임의의 개시된 형태 또는 실시형태는 설계 선택의 일반적인 문제로서 임의의 다른 개시되거나 설명되거나 제안된 형태 또는 실시형태에 통합될 수 있다는 것을 인식하여야 한다. 따라서, 여기에 첨부된 청구항들의 범위에 의해 제시된 바에 의해서만 제한되려는 것이다.

도면

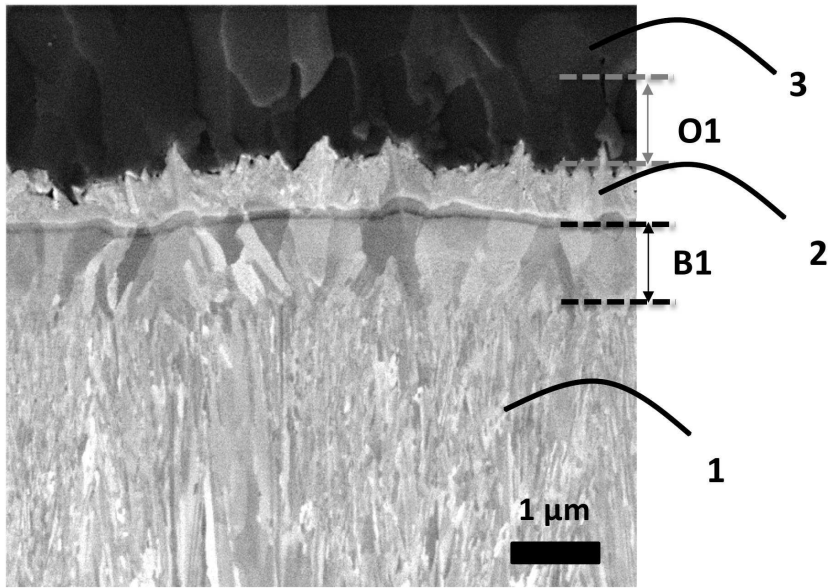
도면1



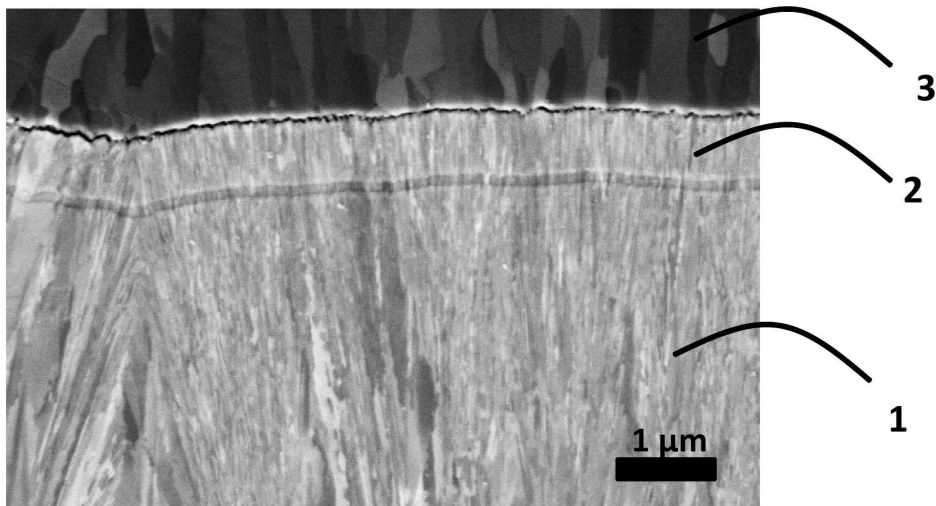
도면2



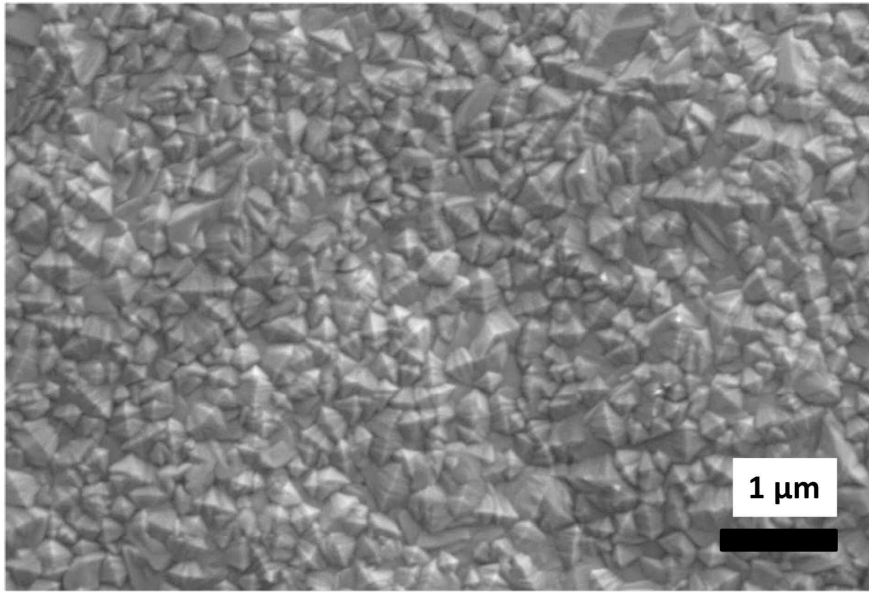
도면3



도면4



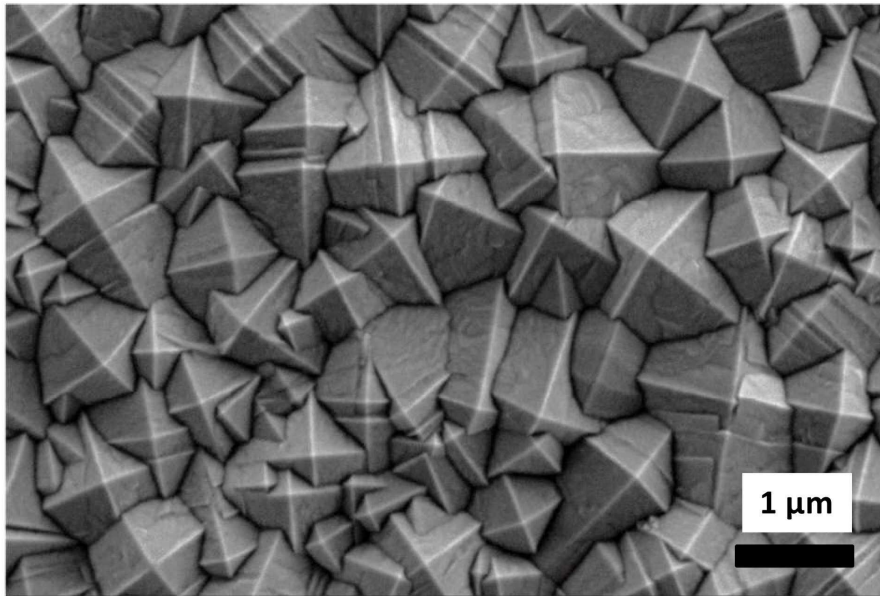
도면5



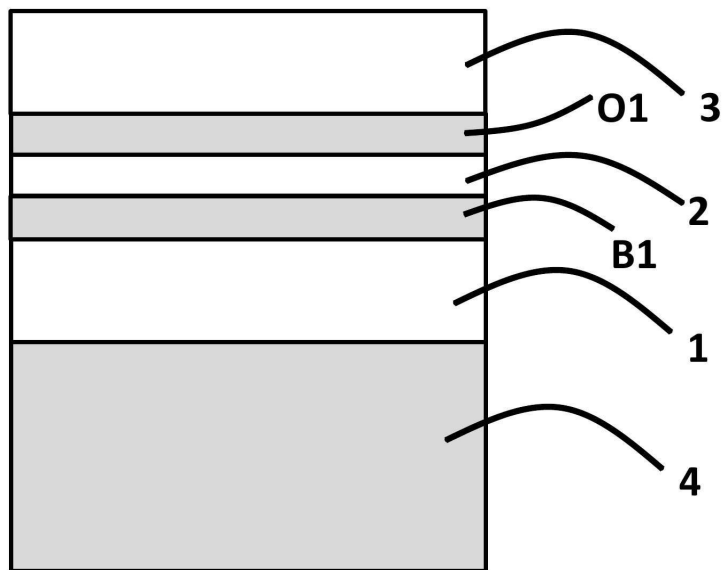
도면6



도면7



도면8



도면9

