(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년01월21일
(11) 등록번호 10-2068855
(24) 등록일자 2020년01월15일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 16/36 (2006.01) *C23C 16/44* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-7016209
(22) 출원일자(국제) 2012년12월14일
심사청구일자 2017년10월13일
(85) 번역문제출일자 2014년06월13일
(65) 공개번호 10-2014-0105754
(43) 공개일자 2014년09월02일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2012/075569
(87) 국제공개번호 WO 2013/087848
국제공개일자 2013년06월20일
(30) 우선권주장
11009859.7 2011년12월14일
유럽특허청(EPO)(EP)
(56) 선행기술조사문헌
EP02251122 A1*
KR1020080022072 A*
JP2004114268 A
US20060222885 A1
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
산드빅 인터렉츄얼 프로퍼티 에이비
스웨덴 에스이-811 81 산드비켄
(72) 발명자
비외르만데르 칼
스웨덴 에스-163 46 스폰가 빌드마르크스베엔 14
(74) 대리인
특허법인코리아나

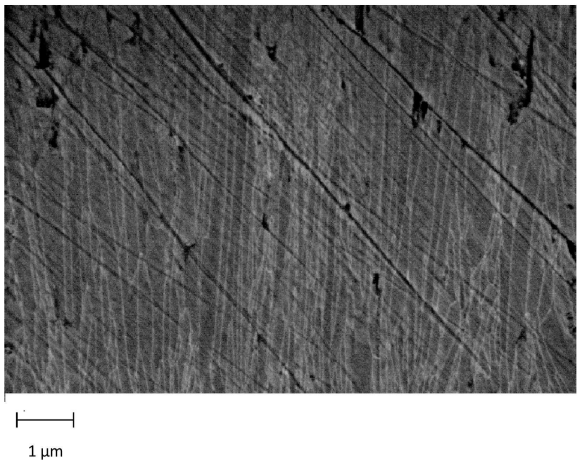
전체 청구항 수 : 총 14 항 심사관 : 정승두

(54) 발명의 명칭 **코팅된 절삭 공구 및 이의 제조 방법**

(57) 요 약

본 발명은 기재 및 표면 코팅을 포함하는 코팅된 절삭 공구를 제공하는데, 상기 코팅은 0.05 내지 0.4㎛ 의 평균 입자 폭을 가진 적어도 하나의 주상 미세 입자 MTCVD Ti(C,N) 층을 포함하는 Ti(C,N,O) 층을 포함하고, 상기 MTCVD Ti(C,N) 층에 함유된 탄소 및 질소의 합에 대한 탄소의 원자 비율(C/(C+N))은 평균 0.50 내지 0.65 이다. MTCVD Ti(C,N) 층의 증착을 포함하는 상기 코팅된 절삭 공구의 제조 방법도 제공된다.

대 표 도 - 도3



명 세 서

청구범위

청구항 1

기재 및 표면 코팅을 포함하는 코팅된 절삭 공구로서,

상기 코팅은, 주상(columnar) MTCVD Ti(C,N) 층의 최하부 및 최상부 인터페이스 사이의 중심 위치에서 상기 기재의 표면에 평행한 방향으로 직선을 따라서 상기 코팅된 절삭 공구의 레이크 면(rake face)상에, 기재의 표면 법선에 직각인 표면법선을 가진 단면상에서 측정했을 때, 0.05 내지 0.2 ㎛ 의 평균 입자 폭을 가진 적어도 하나의 주상 MTCVD Ti(C,N) 층을 갖는 Ti(C,N,O) 층을 포함하고,

상기 MTCVD Ti(C,N) 층에 함유된 탄소 및 질소의 합에 대한 탄소의 원자 비율(C/C+N))은 상기 직선을 따라서 50 ㎛ 로 이격된 10 개 지점들에서 전자 마이크로프로브 분석(electron microprobe analysis)으로 측정했을 때 평균 0.50 내지 0.65 인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 평균 입자 폭은 0.1 내지 0.2 ㎛ 인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

C/(C+N) 비율은 0.56 내지 0.60 인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 MTCVD Ti(C,N) 층은 CuKα조사(radiation)를 이용하여 측정된 X-레이 회절 패턴을 나타내고, 조직 계수(texture coefficient) TC(hkl)은

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

로서 정의되고, 여기에서,

I(hkl)는 (hkl) 반사의 측정 강도,

I_0(hkl)는 ICDD의 PDF-카드 No. 42-1489 에 따른 표준 강도,

n은 계산에서 이용된 반사의 수,

이용된 (hkl) 반사는 (111), (200), (220), (311), (331), (420), (422) 및 (511) 이고,

TC(422) 및 TC(311)의 합이 5.5 초과인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 주상 MTCVD Ti(C,N) 층의 평균 두께는 5 내지 15 ㎛ 인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항중 어느 한 항에 있어서,

Al_2O_3 층을 더 포함하는, 코팅된 절삭 공구.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

Al_2O_3 층은 2 내지 6 ㎛ 의 평균 두께를 가진 α-Al_2O_3 층인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 8

제 6 항에 있어서,

Ti(C,N,O)층은 Al_2O_3 층에 인접한 Ti(C,O) 층을 더 포함하는, 코팅된 절삭 공구.

청구항 9

CVD 프로세스를 포함하는 코팅된 절삭 공구의 제조 방법으로서, 상기 프로세스는:

기재를 진공 챔버에 제공하는 단계;

전구체를 상기 진공 챔버에 제공하는 단계;

적어도 하나의 주상 MTCVD Ti(C,N) 층을 포함하는 Ti(C,N,O) 층을 상기 기재상에 증착하는 단계;

를 포함하고,

상기 주상 MTCVD Ti(C,N) 층은, $TiCl_4$, CH_3CN 또는 다른 니트릴(nitrile), 및 H_2 로 구성된 전구체를 사용하고, 진공 챔버에 제공된 $TiCl_4$ 및 CH_3CN 또는 다른 니트릴의 체적 백분율에 기초하여 4 내지 8 의 Ti/CN 비율을 갖고서, 800 내지 850 ℃ 의 온도로 증착되고,

하나 이상의 니트릴의 가스 유동은 상기 MTCVD Ti(C,N) 층의 증착 동안에 전체 전구체 가스 유동의 0.2 내지 0.5 vol-% 인, 코팅된 절삭 공구의 제조 방법.

청구항 10

제 9 항에 있어서,

Ti/CN 비율은 6 내지 7 인, 코팅된 절삭 공구의 제조 방법.

청구항 11

제 9 항에 있어서,

상기 전구체는 $TiCl_4$, CH_3CN 및 H_2 로 이루어지는, 코팅된 절삭 공구의 제조 방법.

청구항 12

제 9 항에 있어서,

$TiCl_4$ 의 가스 유동은 상기 MTCVD Ti(C,N)층의 증착 동안에 전체 전구체 가스 유동의 2 내지 4 vol-% 인, 코팅된 절삭 공구의 제조 방법.

청구항 13

제 9 항에 있어서,

기재로부터 TiN, MTCVD Ti(C,N), HTCVD Ti(C,N) 및 Ti(C,O)를 포함하는 Ti(C,N,O) 층을 증착하는 것을 포함하는, 코팅된 절삭 공구의 제조 방법.

청구항 14

제 9 항 내지 제 13 항 중 어느 한 항에 있어서,

α-Al_2O_3 층을 증착하는 것을 더 포함하는, 코팅된 절삭 공구의 제조 방법.

청구항 15

삭제

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 화학적 증착(CVD) 코팅으로 코팅된 표면을 가진 기재를 포함하는 금속의 칩 형성 기계 가공을 위한 코팅된 절삭 공구 및 이의 제조 방법에 관한 것이다. 특히 본 발명은 적어도 하나의 미세-입자의 티타늄 카보나이트라이드 층을 포함하는 CVD 코팅을 가지는 코팅된 절삭 공구에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 금속의 칩 형성 기계 가공을 위한 절삭 공구, 예를 들어, 엔드 밀, 드릴등과 같은 라운드 공구 및, 초경합금, 서멧(cermet), 입방정 질화붕소 또는 고속도강과 같이 내구성 재료로 만들어진 인서트는 통상적으로 절삭 공구의 사용 수명을 연장시키도록 내마모성 코팅을 가진다. 내마모성 코팅은 종종 CVD를 이용하여 코팅되는데, 왜냐하면 이러한 기술이 몇가지 장점을 가지기 때문이다. 이것은 절삭 공구의 제조에서 대량의 처리량을 가능하게 하고, 복잡한 기하학적 형상에 일치하는 코팅을 가능하게 하며, 알루미나와 같은 절연 코팅층을 증착하는데 용이하게 이용될 수 있다.

[0003] 특히, 선삭을 위한 초경합금 절삭 공구들은 CVD 코팅으로 항상 코팅되며, 이코팅은 충분한 내마모성을 제공하도록 상이한 재료들의 층 구조를 포함하는데, 여기에서 개별 층들의 조성, 마이크로구조, 조직등은 특정의 적용을 위하여 코팅의 특정한 특성들을 향상시키도록 선택된다. 오늘날 이용되는 주도적인 코팅은, Ti계 층 및 알루미나 층이며, 상기 Ti계 층은 여기에서 Ti(C,N,O) 층으로서 지칭되고, 기재의 표면상에 증착된, (TiC, TiN, Ti(C,N), Ti(C,O), Ti(C,N,O)) 층들로서 지칭되는 티타늄 카바이드, 티타늄 나이트라이드, 티타늄 카보나이트라이드, 티타늄 옥시카바이드 및 티타늄 옥시카보나이트라이드로부터 선택된 하나 또는 그 이상의 층들을 포함하며, 상기 알루미나 층은 여기에서 Al_2O_3 층으로서 지칭되고, Ti(C,N,O) 층상에 증착된다. 고온의 CVD(HTCVD) 프로세스와 비교하여 적절한 온도의 CVD (MTCVD) 프로세스들이 Ti(C,N) 층들의 증착에 대하여 유리한 것으로 증명되었다.

[0004] 라슨(Larsson) 및 루피(Ruppi)의 Thin Solid Film 402 (2002) 203-210 는, HTCVD 를 이용하여 증착된 Ti(C,N) 코팅들과 비교하여, MTCVD 를 이용하여 절삭 공구 기재상에 증착된 Ti(C,N) 코팅들의 마이크로구조 및 특성들에 대한 연구를 개시한다. HTCVD Ti(C,N) 코팅들은 0.2 ㎛ 미만의 평균 입자 크기 및, 선호되는 성장 방향이 없는 등축 입자(equiaxed grain)를 나타낸다. 대조적으로 MTCVD Ti(C,N) 코팅은 X-레이 회절 측정에서, 이후에 (422) 조직으로 지칭되는 상대적으로 큰 TC(422) 값을 나타내고, 대략 0.5㎛ 의 폭을 가진 주상 입자들을 나타낸다. 마이크로구조에서의 차이는 아세토니트릴(CH_3CN)과 같은 어그레시브(aggressive) 전구체 및 낮은 온도에 기인한다. HTCVD Ti(C,N) 코팅과 비교하여, MTCVD Ti(C,N) 코팅은 우수한 에지 칩 발생(edge chipping) 저항을 가지지만, 열악한 크레이터(crater) 마모 저항을 가진다. 그러나, 내박리성(flaking resistance)은 MTCVD Ti(C,N) 코팅들에 대하여 여전히 중요하며, 특히 간헐적인 절삭 작용을 포함하는 노듈라 주철(nodular cast iron)에서의 선삭과 같은 힘겨운 적용예에서 그러하다.

[0005] 유럽 특허 출원 EP 1 187 970 A1 은 (422) 조직을 가진 주상 Ti(C,N) 층을 개시하는데, 이것은 MTCVD 프로세스와 같이 아세토니트릴, 티타늄 테트라클로라이드, 질소 및 수소를 포함하고, 추가적으로 C_2H_4 또는 C_3H_6 와 같은 탄화수소를 포함하는 전구체를 가지고 MTCVD 프로세스를 이용하여 증착되며, 주상 Ti(C,N) 층에 포함된 탄소 및 질소의 합에 대한 탄소의 높은 원자 비율(C/C+N), 즉, 적어도 0.70 을 부여하는 것으로 개시되고, 따라서 표준적인 아세토니트릴 프로세스와 비교하여 높은 경도 및 향상된 내마모성을 제공하는 것으로 개시된다. 이러한 전구체를 이용하여 형성된 주상 Ti(C,N) 층은 0.05 내지 0.5㎛ 의 평균적인 입자 폭으로 미세 입자화되고, 높은 파괴 저항을 가진다. 향상된 경도에도 불구하고 이러한 주상 Ti(C,N) 층의 산화 저항은 불충분할 수 있는데, 특

히 코팅에서 많은 열이 발생되는 절삭 작용에 대하여 그러하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명의 목적은 절삭 작용에서 향상된 특성들을 가지는 코팅된 절삭 공구를 제공하는 것이다. 본 발명의 다른 목적은 예를 들어 높은 내박리성과 같이 향상된 내마모성을 가진 코팅된 절삭 공구를 제공하는 것이다. 본 발명의 다른 목적은 결절성 주철의 선삭 및 고속 절삭에서 높은 성능을 가지는 절삭 공구를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 목적들은 청구항 제 1 항에 따른 절삭 공구 및 제 9 항에 따른 방법에 의해 달성된다. 바람직한 실시예들은 종속항들에 개시되어 있다.

[0008] 본 발명은 기재 및 코팅을 포함하는 코팅된 절삭 공구에 관한 것으로서, 상기 코팅은, 적어도 하나의 주상 MTCVD Ti(C,N) 층의 최하부 및 최상부 인터페이스 사이의 중심 위치에서 기재의 표면에 평행한 방향의 직선을 따라서 상기 코팅된 절삭 공구의 레이크 면(rake face)상에, 기재의 표면법선에 직각인 표면법선을 갖는 단면상에서 측정된, 0.05 내지 0.4 ㎛, 바람직스럽게는 0.05 내지 0.25 ㎛, 보다 바람직스럽게는 0.1 내지 0.2 ㎛ 의 평균 입자 폭(grain width)을 갖는 적어도 하나의 주상 MTCVD Ti(C,N) 층을 포함하는 Ti(C,N,O) 층을 포함한다. 상기 MTCVD Ti(C,N) 층에 함유된 탄소 및 질소의 합에 대한 탄소의 원자 비율(C/C+N))은, 상기 직선을 따라서 50 ㎛ 로 이격된 10 개 지점들에서 전자 마이크로프로브를 이용한 전자 마이크로프로브 분석에 의해 측정되었을 때, 0.50 내지 0.65, 바람직스럽게는 0.55 내지 0.62, 보다 바람직스럽게는 0.56 내지 0.60, 가장 바람직스럽게는 0.57 내지 0.59 이다.

[0009] 본 발명의 일 실시예에서 상기 주상 MTCVD Ti(C,N) 층의 평균 두께는 5 내지 15 ㎛ 이다.

[0010] 본 발명의 미세하게 입자화된 MTCVD Ti(C,N) 층의 한가지 장점은 통상적인 MTCVD 에 비교하여 매끄러운 표면을 가능하게 한다는 것이다. 바람직스럽게는 본 발명의 MTCVD Ti(C,N) 층이 평활화 효과를 가질 수 있으며, 즉, MTCVD Ti(C,N) 층의 외측 표면은 기재 표면보다 낮은 표면 거칠기(R_Z)를 가진다.

[0011] 본 발명의 일 실시예에서, 코팅은 Ti(C,N,O) 층상에 증착된, 절삭 작용에서의 높은 내마모성을 얻기에 적합한 Al_2O_3 층 또는 다른 층들과 같은, 외측층을 더 포함하고, 선택적으로는 최외측 층으로서 증착된 칼러 층과 같이 그 위에 및/또는 그 사이에 하나 이상의 추가적인 층들을 구비한다.

[0012] 본 발명의 일 실시예에서 Ti(C,N,O) 층은 예를 들어 TiN 층과 같은 추가적인 층들을 더 포함하는데, 그 추가적인 층은 상기 MTCVD Ti(C,N) 층 이전에 기재상에 증착된 확산 방벽으로서의 역할을 한다. 추가적인 층의 다른 예는, 상기 Al_2O_3 층과 같이, 외측 층의 증착 이전에 상기 MTCVD Ti(C,N) 층에 증착된 하나 이상의 층들이다. 이들 층들은 예를 들어 기계적인 앵커링(mechanical anchoring)에 의해 외측 층의 향상된 부착성을 제공할 수 있다.

[0013] 본 발명의 일 실시예에서 Ti(C,N,O) 층은 확산 방벽을 제공하기에 충분한 두께를 가지는, 바람직스럽게는 0.3 내지 0.6 ㎛ 의 두께를 가지는 최내측 TiN 층을 포함한다.

[0014] 본 발명의 일 실시예에서 Ti(C,N,O) 층은 Al_2O_3 층의 성장을 위한 넓은 표면 영역을 제공하는 최외측 Ti(C,O) 층을 포함한다.

[0015] 본 발명의 일 실시예에서 Ti(C,N,O) 층은 MTCVD Ti(C,N) 층상에 증착된 HTCVD Ti(C,N) 층을 포함한다.

[0016] 본 발명의 일 실시예에서 코팅은 기재상에 증착된 TiN/MTCVD Ti(C,N)/Ti(C,O) 에 따른 연속 층들로 이루어진 Ti(C,N,O) 층을 포함한다. 선택적으로 MTCVD Ti(C,N)과 Ti(C,O) 층들 사이에 증착된 HTCVD Ti(C,N) 층이 있다. 바람직스럽게는 TiN 층의 두께가 0.3 ㎛ 내지 0.6㎛ 이다. 바람직스럽게는 MTCVD Ti(C,N) 층의 두께가 5 내지 15 ㎛ 이고, 보다 바람직스럽게는 8 내지 12 ㎛ 이어서, 마찰 플랭크 마모(abrasive flank wear)에 대한 충분한 저항을 제공한다. 바람직스럽게는 HTCVD Ti(C,N) 층의 두께가 0.2 ㎛ 내지 0.4 ㎛ 이다. 바람직스럽게는 Ti(C,O) 층의 두께가 0.3 ㎛ 내지 0.8 ㎛ 이다. 바람직스럽게는 코팅이 Ti(C,O) 층에 증착된 Al_2O_3 층을 더 포함한다. 적용예에 따라서 Al_2O_3 층은 α-Al_2O_3 또는 κ-Al_2O_3 또는 그것의 혼합물이다. 일 예로서, 결절성 주철

의 선삭에서 사용되도록, Al_2O_3 층이 바람직스럽게는 α-Al_2O_3 이다.

[0017] 본 발명의 일 실시예에서 코팅은 2-6 ㎛, 바람직스럽게는 3 내지 5㎛ 의 두께를 가진 α-Al_2O_3 층을 포함한다.

[0018] 본 발명의 바람직한 실시예에서 코팅은 X-레이 회절 측정에서 (012) 조직으로 지칭되는 상대적으로 큰 TC (012) 값을 가진 α-Al_2O_3 층, 예컨대 US 7,163,735 B2 에 따라서 증착된 α-Al_2O_3 및 노듈라 주철의 선삭에 이용되기에 적절한 2 내지 6 ㎛, 바람직스럽게는 3 내지 5 ㎛ 의 두께를 가진다. 이러한 적용예에서 α-Al_2O_3 층은 주로 열 방벽으로서 이용되고 마모 저항성은 실질적으로 MTCVD Ti(C,N) 층에 의해 제공된다. 만약 α-Al_2O_3 층의 두께가 더욱 증가하면 내박리성이 감소되고 또한 더 거친 상부 표면을 제공할 수도 있어서, 절삭하는 동안에 코팅에 접착력을 더 초래하게 되어, 박리에 의한 마모를 증가시킬 수 있다.

[0019] 본 발명의 다른 실시예에서 상기 Al_2O_3 층은 X-레이 회절 측정에서 (001) 조직으로서 지칭되는 상대적으로 큰 TC(006) 값을 가진 α-Al_2O_3 층인데, 이것은 왜냐하면 α-Al_2O_3층의 크리스탈의 (0001) 평면의 법선(C-축)이 US 7,993,742 B2에 따라서 증착된 α-Al_2O_3와 같은 기재 표면의 법선을 향하여 정렬되기 때문이며, 또한 이것은 2 내지 6 ㎛ 의 두께, 바람직스럽게는 3 내지 5 ㎛ 의 두께를 가진다. (001) α-Al_2O_3 층의 내마모성은 두께를 증가시킴으로써 향상되지만, 너무 두꺼운 Al_2O_3 층은 내박리성을 감소시킨다.

[0020] MTCVD Ti(C,N) 층의 주상 입자는 길이 및 폭을 가지고 신장되며, MTCVD Ti(C,N) 층의 성장 방향에 따른 길이 방향 축은 기재의 표면에 직각이다. 입자 폭은 단축(uniaxe)이 아니라, 상이한 방향들로 상이해질 수 있다. 더욱이, 입자들은 전체적으로 성장 방향과 완전하게 정렬되지 않는다. 따라서 입자의 폭이 용이하게 측정되지 않는다. 본 출원의 목적을 위하여, 주상 입자들의 폭은 MTCVD Ti(C,N) 층의 성장 방향에 직각인 방향인 기재의 표면에 평행한 방향으로 연장되는 것으로 간주되며, 또한 15000X 의 배율로 MTCVD Ti(C,N) 층의 폴리싱된 단면의 주사 전자 현미경(SEM)에서 측정된다. 입자들의 경계는 인접한 입자들 사이의 콘트라스트 차이로 식별되고, 입자들의 폭은 직선을 따라서 인접한 입자의 경계들 사이의 거리로서 측정되는데, 이것에 관해서는 이후에 더 설명될 것이다.

[0021] 본 발명에 따른 절삭 공구의 일 실시예에서, MTCVD Ti(C,N) 층은 조직 계수 TC(hkl)이 다음과 같이 정의되는 X-레이 회절 패턴을 나타낸다.

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

[0022]

[0023] 여기에서, I(hkl)는 측정된 (hkl) 반사 강도, I_0(hkl)는 ICDD의 PDF-카드 No. 42-1489 에 따른 표준 강도, n는 계산에서 사용된 반사의 수, 사용된 (hkl) 반사는:(111), (200), (220), (311), (331), (420), (422) 및 (511) 이고, 여기에서 TC(422) 및 TC(311)의 합은 5.5 보다 크며, 즉, TC(422) + TC(311)> 5.5 이다. TC(422) 및 TC(311)의 합이 6 보다 큰 것이 바람직하다. 바람직스럽게는 TC(422) > TC(311) 이다.

[0024] 본 발명의 일 실시예에서 MTCVD Ti(C,N)층은 123.15-123.25 의 2Θ 위치에서 (422) 반사를 가진 X-레이 회절 패턴을 나타낸다. 보다 높은 탄소 함량이 (422) 반사의 보다 낮은 2Θ 위치에 상관되도록, (422) 반사의 2Θ 위치는 코팅내의 탄소 함량에 관련된다.

[0025] 본 발명의 일 실시예에서, MTCVD Ti(C,N) 층의 (422) 반사에 할당된 피크의 최대치 절반에서의 전체 폭(FWHM)의 값은 0.4 내지 0.5, 바람직스럽게는 0.42 내지 0.46 이다. FWHM 의 보다 높은 값이 보다 작은 입자와 상관되도록, FWHM 이 입자의 크기와 관련된다.

[0026] 본 발명의 일 실시예에서 MTCVD Ti(C,N) 층의 평균 두께는 인서트 선삭에 대하여 5 내지 15㎛, 바람직스럽게는 7 내지 12 ㎛ 이다.

[0027] 본 발명의 일 실시예에서 MTCVD Ti(C,N) 층의 평균 두께는 밀링 및 드릴링에 대하여 3 내지 7 ㎛ 이다.

[0028] MTCVD Ti(C,N) 층의 향상된 내마모성 덕분에, 기재의 인성(toughness)은 경도를 희생시키면서 증가될 수 있다.

본 발명의 일 실시예에서 기재는 Co 를 포함하는 바인더 상(binder phase)에서 WC 입자들을 포함하는 초경합금으로 만들어진다. 바람직스럽게는 Co 함량이 5.6 내지 6.4 wt-% 이다.

[0029] 비록 본 발명의 실시예들이 Ti(C,N,O) 층에 있는 유일한 금속 요소로서 Ti 를 가지고 설명되었을지라도, Ti 에 추가하여 Ti(C,N,O) 층 또는 이의 개별적인 층들은, MTCVD Ti(C,N) 층의 C/(C+N) 비율 또는 입자의 폭을 현저하게 변경시키지 않는 양으로 Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W 및 Al 중 하나 또는 그 이상으로부터 선택된 원소들을 포함할 수 있다. 더욱이, C, O 및 N 중 하나 또는 그 이상에 더하여, Ti(C,N,O) 층 또는 하나 또는 그 이상의 개별적인 층들은 B 를 포함할 수도 있다. 더욱이, 상기 MTCVD Ti(C,N) 층은 MTCVD Ti(C,N) 층의 특성들에 현저한 영향을 미치지 않으면서 소량의 산소를 포함할 수 있다. 본 발명의 일 실시예에서 Ti(C,N,O) 층은 이들 추가적인 원소들중 하나 또는 그 이상을 포함한다.

[0030] 본 발명의 일 실시예에서 상기 Ti(C,N,O) 층에 증착된, 절삭 작용들에서 높은 내마모성에 적절한 상기 다른 층은 주기율표의 4a 그룹(Ti, Zr,Hf), 5a 그룹(V, Nb, Ta) 또는 6a 그룹(Cr, Mo, W) 또는 Al 또는 그것의 상호 고용체(mutual solid solution)에 속하는 원소의 산화물 및 붕소화물, 탄화물, 질화물로부터 선택된 화합물을 포함한다.

[0031] 비록 상기의 Al_2O_3 층이 2 중 층(binary layer)으로서 설명되었지만, 본 발명의 변형예에서 Al_2O_3층은, (Al,Zr)O 와 같은 3 중 또는 다중 화합물을 형성하도록 예를 들어 Zr 과 같은 하나 또는 그 이상의 원소들을 포함할 수 있다. Al_2O_3 층은 또한 상이한 조성 및 마이크로구조의 2 개 또는 그 이상의 상들로 이루어질 수 있다.

[0032] 본 발명은 CVD 프로세스를 포함하는 코팅된 절삭 공구를 제조하기 위한 방법에 관한 것으로서, 상기 프로세스는

[0033] 기재를 진공 챔버에 제공하는 단계;

[0034] 전구체를 상기 진공 챔버에 제공하는 단계;

[0035] 적어도 하나의 주상 MTCVD Ti(C,N) 층을 포함하는 Ti(C,N,O) 층을 상기 기재상에 증착하는 단계;

[0036] 를 포함하고,

[0037] 주상 MTCVD Ti(C,N) 층은 적어도 $TiCl_4$, CH_3CN 또는 다른 니트릴(nitrile) 및 H_2 를 포함하는 전구체를 사용하고, 진공 챔버에 제공된 $TiCl_4$ 및 CH_3CN 또는 다른 니트릴의 체적 백분율에 기초하여 4 내지 10, 바람직스럽게는 5 내지 8, 보다 바람직스럽게는 6 내지 7 의 Ti/CN 비율을 갖고서, 700℃ 내지 910℃, 바람직스럽게는 800℃ 내지 850 ℃, 보다 바람직스럽게는 820℃ 내지 840℃ 의 온도로 증착된다.

[0038] 기재는 Ti(C,N,O) 층을 증착하기 전에 증착된 중간 층으로서 표면 코팅을 포함할 수 있다.

[0039] Ti/CN 비율은 주상 MTCVD Ti(C,N) 층의 입자 크기를 효율적으로 제어하도록 상기 간격내에서 이용된다.

[0040] 본 발명의 일 실시예에서 MTCVD Ti(C,N) 층은 증착하는 동안 유일한 가스로서 H_2, 니트릴, $TiCl_4$ 를 갖고서 증착된다. 바람직스럽게는 니트릴이 CH_3CN 이다.

[0041] 본 발명의 일 실시예에서 $TiCl_4$ 의 유동은 MTCVD Ti(C,N) 층을 증착할 때 전체적인 전구체 가스 유동의 2 내지 4 vol-% 이다.

[0042] 본 발명의 일 실시예에서 상기 CH_3CN 또는 다른 니트릴의 가스 유동은 0.5 vol-% 미만, 바람직스럽게는 0.2 내지 0.5 vol-%, 보다 바람직스럽게는 0.4 내지 0.5 vol-% 이다.

[0043] 비교적 높은 Ti/CN 비율을 가지고 추가적인 탄화 수소를 가지지 않음으로써, 증착 프로세스중의 그을음(soot)이 회피될 수 있다. 전구체 가스중에 있는 C_2H_4 및 C_3H_6 와 같은 탄화수소의 사용에 의해 제공되는 높은 탄소 함량에서는 그을음이 문제일 수 있다.

[0044] 본 발명의 일 실시예에서 방법은 전구체로서 N_2 를 더 포함한다. 이것은 접합이 향상될 수 있고 작은 입자의 폭 및 낮은 탄소 함량이 보존되므로 유리하다. 더욱이, N_2 을 포함하는 전구체를 가지고 증착된 코팅은 챔버 안에서 두께 변화를 감소시키는 경향을 나타낸다. N_2 을 전구체로서 사용하지 않고, 오직 CH_3CN 또는 다른 니트릴을 사용하는 것의 한가지 장점은 증착 비율이 잠재적으로 더 높다는 것이다.

[0045] 본 발명의 일 실시예에서, N_2 가스의 유동은 전체 전구체 가스 유동의 40 vol-% 보다 적다.

[0046] 본 발명의 일 실시예에서, N_2 가스의 유동은 전체 전구체 가스 유동의 10 vol-% 보다 적고, 바람직스럽게는 5 vol-% 보다 적다.

[0047] 이전에 설명된 것과 함께 사용될 수 있는 다른 가능성 있는 전구체는 HCl 이다. HCl 은 챔버 안에서의 두께 변화를 감소시키는 능력 때문에 유리하다. HCl 의 단점은 증착 비율의 감소이며 Ti(C,N) 입자들의 입자 폭이 증가하는 경향이다. 비교적 낮은 800 내지 850℃ 의 온도, 바람직스럽게는 820 내지 840℃ 에서 본 발명에 따른 MTCVD Ti(C,N)의 증착을 수행함으로써, 두께 변화가 낮아지고 HCl 은 회피될 수 있으며, 그에 의하여 HCl 의 추가로부터 이어지는 입자 크기의 증가가 회피된다.

[0048] 본 발명의 일 실시예에서 주상 MTCVD Ti(C,N) 층은 2 내지 4 vol-% 의 $TiCl_4$; 0.2 내지 0.5 vol-%, 바람직스럽게는 0.4 내지 0.5 vol-% 의 니트릴, 바람직스럽게는 CH_3CN; 및, 잔부 H_2 로 이루어지는 전구체 가스 유동을 사용하고, 진공 챔버에 제공되는 $TiCl_4$ 및 니트릴의 체적 백분율에 기초하여 Ti/CN 비율 6 내지 7 을 갖고서, 800 내지 850℃, 바람직스럽게는 820 내지 840℃ 의 온도에서 증착된다.

[0049] 본 발명의 일 실시예에서 주상 MTCVD Ti(C,N) 층은 2 내지 4 vol-% 의 $TiCl_4$; 0.2 내지 0.5 vol-%, 바람직스럽게는 0.4 내지 0.5 vol-% 의 니트릴, 바람직스럽게는 CH_3CN; 10 vol-% 보다 적은 N_2 및, 잔부 H_2 로 이루어지는 전구체 가스 유동을 사용하고, 진공 챔버로 제공되는 $TiCl_4$ 및 니트릴의 체적 백분율에 기초하여 Ti/CN 비율 6 내지 7 을 갖고서, 800 내지 850℃, 바람직스럽게는 820 내지 840℃ 의 온도에서 증착된다.

[0050] 본 발명의 한가지 장점은, 프로세스에서 또는 형성된 코팅 층들에서 과도한 양의 탄소 없이도, MTCVD Ti(C,N) 층의 작은 입자 폭이 제공될 수 있다는 점이다.

[0051] 본 발명의 다른 목적, 장점 및 신규한 특징들은 첨부된 도면 및 청구 범위들과 관련하여 본 발명의 다음의 상세한 설명으로부터 명백해질 것이다.

[0052] 본 발명의 실시예들은 첨부된 도면을 참조하여 설명될 것이다.

도면의 간단한 설명

[0053] 도 1a 는 본 발명의 일 실시예에 따른 코팅의 단면도이다.

도 1b 는 코팅의 MTCVD Ti(C,N)층에서의 입자 폭의 측정을 개략적으로 도시하는 도 1a 의 확대 부분이다.

도 2 는 도 1a 의 코팅의 MTCVD Ti(C,N)층에서의 입자 폭의 분포를 나타내는 히스토그램이다.

도 3 은 본 발명의 일 실시예에 따른 코팅의 단면도로서, 코팅된 절삭 공구는 기재의 중질 원소들을 코팅으로 확산시키는 열처리를 받았다.

도 4 는 종래 기술에 따른 코팅의 단면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0054] 실시예 1

[0055] 본 발명의 일 실시예에 따른 코팅된 절삭 공구들이 제조되었다. 우선, 6.0 wt-% Co 및 나머지 WC 의 조성, (DIN IEC 60404-7에 따른 Foerster Koerzimat CS1.096 을 사용하여) 17.52 kA/m 의 Hc 값 및, HV3=1.6 GPa 의 경도를 가진 초경합금 CNMG120412-KM 기재들이, 분말을 가압하고 가압된 동체를 소결함으로써 제조되었다. 코팅 증착(coating deposition) 이전에 기재들은 습식 블라스팅(wet blasting)에 의해 대략 35 ㎛ 로 모서리를 라운딩(rounding)하였다. 0.4 ㎛ 의 TiN, 9.1 ㎛ 의 MTCVD Ti(C, N), 0.2 ㎛ 의 HTCVD Ti(C,N) 및 0.6 ㎛ 의 Ti(C, O)의 연속 층으로 이루어지고 약 10.3 ㎛ 의 전체 두께를 가진 Ti(C,N,O) 층, (012) 조직(texture)과 약 3.8 ㎛ 의 두께를 가진 α-Al_2O_3 층, 및 0.7㎛ 의 TiC/TiN 칼러 층으로 이루어진 코팅이 CVD 에 의해 기재에 증착되었다. 코팅은 표 1 에 설명된 바와 같이 MTCVD Ti(C, N) 층 및 α-Al_2O_3 층의 성장을 위한 증착 조건들을 이용하는 방사상 가스 유동을 가지는 CVD 반응기에서 증착되었다. α-알루미나 층의 성장 이전에 산화 및 핵형성 단계(nucleation step)들이 수행되었다. 증착 이후에, 코팅된 절삭 공구들은 습식 블라스팅을 받아 레이크 면

(rake face)들에 있는 칼러 층이 제거되었다.

[0056] 도 1a 는 코팅된 절삭 공구들중 하나의 레이크 면상에 있는 기재의 코팅 및 최외측 부분에 대한 단면 SEM 이미지를 15000 X 의 배율로 도시한다. MTCVD Ti(C, N) 층은 미세한 주상 입자(fine columnar grain)를 가진 주상 구조를 가진다. MTCVD Ti(C,N) 층의 입자 크기를 평가하기 위하여, 입자의 폭은 도 1b 에 개략적으로 도시된 바와 같이 SEM 이미지로 측정되었으며, 다음에 더 설명될 것이다. 최소 입자 폭은 26 nm 이고, 최대 입자 폭은 474 nm 이고, 평균 입자 폭은 140 nm 이고, 중간 입자 폭은 118 nm 이었다. 도 2 를 참조하면, MTCVD Ti(C,N) 층의 입자 폭 분포를 나타내는 히스토그램이 이러한 측정에 기초하여 만들어졌다. 측정된 입자의 폭들은 30 내지 470 nm 까지는 40 nm 폭의 분리 간격(bins)으로, 470 nm 내지 570 nm 까지는 20 nm 폭의 분리 간격(bins)으로 분포되어 있다. 측정된 입자 폭들의 최대 빈도는 70 내지 110 nm 의 간격내에 있다.

[0057] 도 3 을 참조하면, 입자 폭의 결정을 위해 사용된 코팅된 절삭 공구는 1.5 시간 동안 1100℃ 의 온도로 55 mbar 의 H_2 의 기체 흐름에서 열처리를 받는데, 이는 기재의 무거운 원소들, 즉, W 및/또는 Co 를 MTCVD Ti(C, N) 층의 입자 경계로 확산시켜서 SEM 이미지에 콘트라스트를 부여하기 위한 것이다. 30000 X 의 배율에서 확산은 입자들 사이의 밝은 선으로서 관찰될 수 있고, 입자 폭은 도 3 에 도시된 바와 같이 밝은 선들 사이의 거리로서 판단된다. 입자 폭은 기재의 표면으로부터 대략 4-5 ㎛ 의 위치에서 기재에 평행한 10 ㎛ 선을 따라서 측정되었다. 최소 입자 폭은 73 nm 이고, 최대 입자 폭은 390 nm 이고, 평균 입자 폭은 162 nm 이고, 중간 입자 폭은 146 nm 이었다. 측정된 입자 폭들의 최대 빈도는 110 내지 150 nm 내에 있다.

[0058] 표 2 에 제시된 MTCVD Ti(C,N) 층 및 α-Al_2O_3 층의 주상 입자들의 우선 성장 방향(preferential growth direction)을 나타내는 조직 계수(texture coefficent) TC(hkl)는 다음에 설명되는 바와 같이 실시예 1 에 따라서 제작된 코팅된 절삭 공구들상의 X-레이 회절에 의해 판단되었다. MTCVD Ti(C,N)은 (311)에 대해서도 큰 값을 가지는 강한 (422) 조직을 가진다. α-Al_2O_3 층은 (012) 조직을 가진다.

[0059] MTCVD Ti(C,N) 층은 2Θ=123.22° 에서 (422) 반사의 피크(peak)를 가지는 X 레이 회절 패턴을 나타내는데, 이것은 다음에 설명된 바와 같이 판단되었다. 이러한 피크 위치는 0.57 의 MTCVD Ti(C,N)층에서의 C/(C+N) 비율에 대응한다. X 레이 회절에 의해 탄소 함량을 판단하는데 이용된 제 2 방법은 리트벨트 정련(Rietveld refinement)을 이용하는 것이다. 이러한 접근 방식으로부터의 결과는 피크 위치로부터의 결과와 같다. (422) 반사 피크의 FWHM 은 0.44° 이다. 성분 분석(Elemental analysis)도 다음에 설명된 바와 같은 전자 마이크로 프로브 분석에 의한 입자 폭의 판단을 위하여 수행되었는데, 이것은 0.58 의 MTCVD Ti(C,N) 층 안의 C/(C+N) 비율을 나타내었다.

[0060] 실시예 2

[0061] 종래 기술에 따른 코팅된 절삭 공구는 실시예 1 의 코팅된 절삭 공구를 시험할 때 기준으로서의 역할을 하도록 제조되었다. 우선, 초경합금 CNMG120412-KM 기재들이 분말을 가압하고 가압된 동체를 소결함으로써 제조되며, 상기 기재는 5.2 wt-% Co, 0.23 wt-% Cr 카바이드 및 나머지의 WC 의 조성을 가지고, (DIN IEC 60404-7 에 따른 Foerster Koerzimat CS 1.096 을 사용한) 22.91kA/m 의 Hc 값을 가지며, HV3=1.8GPa 의 경도를 가진다. 코팅 증착(coating deposition) 이전에 기재들은 습식 블라스팅(wet blasting)에 의해 대략 35 ㎛ 로 모서리가 라운딩(rounding)되었다. 0.4 ㎛ 의 TiN, 9.8 ㎛ 의 MTCVD Ti(C,N), 0.2 ㎛ 의 HTCVD Ti(C,N) 및 0.6 ㎛ 의 Ti(C,O) 로 약 10.3 ㎛ 의 전체 두께를 가진 연속 층으로 이루어진 Ti(C,N,O) 층, (012) 조직(texture) 및 대략 4.0 ㎛ 의 두께를 가진 α-Al_2O_3 층 및, 1.2 TiN/TiC 칼러 층으로 이루어진 코팅은 CVD 에 의해 기재상에 증착되었다. MTCVD Ti(C,N) 층의 성장을 위한 증착 조건들은 표 1 에 설명되어 있다. 증착 이후에, 코팅된 절삭 공구들은 습식 블라스팅을 받아 레이크 면(rake face)에 있는 칼러 층을 제거하였다.

[0062] 표 2 에 제시된 MTCVD Ti(C,N) 층 및 α-Al_2O_3 층의 주상 입자들의 우선 성장 방향(preferential growth direction)을 나타내는 조직 계수(texture coefficent) TC(hkl)는 다음에 설명되는 바와 같이 판단되었다. MTCVD Ti(C,N) 층은 (311)에 대해서도 큰 값을 가지는 강한 (422) 조직을 가진다. α-Al_2O_3 층은 (012) 조직을 가진다.

[0063] MTCVD Ti(C,N) 층은 2Θ=123.47° 에서 (422) 반사의 피크(peak)를 가지는 X 레이 회절 패턴을 나타내는데, 이것은 다음에 설명된 바와 같이 판단되었다. 이러한 피크 위치는 0.52 의 MTCVD Ti(C,N) 층에서의 C/(C+N) 비율에 대응한다. (422) 반사의 피크의 FWHM 은 0.27° 이다. 성분 분석(Elemental analysis)도 다음에 설명된 바와 같은 마이크로 프로브 분석에 의해 수행되었으며, 0.56 의 MTCVD Ti(C,N) 층에서의 C/(C+N) 비율을 나타내었다.

[0064] 도 4 는 기준 코팅 및 코팅된 절삭 공구의 레이크 면상의 기재의 최외측 부분의 단면 SEM 이미지를 도시한다. MTCVD Ti(C, N) 층은 MTCVD Ti(C,N) 층을 통해 연장되는 거친 주상 입자(coarse columnar grain)를 가진 주상 구조를 갖는다.

[0065] 실시예 3

[0066] 코팅된 절삭 공구들은 실시예 1에서와 같은 Ti(C,N,O) 층을 갖지만, 4.2 ㎜ 의 층 두께를 가진 상이한 α-Al_2O_3 층을 구비하고, X-레이 회절에 의해 측정되는 바로서 실시예 1 의 α-Al_2O_3 층에서보다 더 높은 TC(006)을 제공하는 상이한 α-Al_2O_3 과정을 사용하여 제조되었다.

[0067] 실시예 4

[0068] 코팅된 절삭 공구들은 실시예 3 에서와 같은 Ti(C,N,O) 층 및 α-Al_2O_3 층을 가지고 실시예 1 에 따라서 제조되었지만, MTCVD Ti(C,N) 층은 830℃ 대신에 870℃ 에서 증착되었다. 단면 SEM 이미지들에서 관찰되는 바와 같이 높은 증착 온도는 실시예 1 및 실시예 3 에서 보다 훨씬 미세한 입자의 MTCVD Ti(C,N) 층을 초래하였다.

표 1

[0069]

	TiN	MTCVD Ti(C,N) 실시예 1	MTCVD Ti(C,N) 실시예2	HTCVD Ti(C,N)	Ti(C,O)	α-Al_2O_3	TiN/TiC/TiN/ TiC/TiN	
							TiN	TiC
전구체	부피%	부피%	부피%	부피%	부피%	부피%	부피%	부피%
H_2	60.2	96.6	82.25	76.9	90.9	83.0	49.1	93.3
N_2	38.3	-	7.83	15.4	-	-	49.1	-
CH_4	-	-	-	5.1	-	-	-	-
HCl	-	-	7.83	-	-	5.5	-	-
CO	-	-	-	-	6.1	-	-	-
$TiCl_4$	1.5	2.95	1.44	2.6	3.0	-	1.7	2.5
CH_3CN	-	0.45	0.65	-	-	-	-	-
CO_2	-	-	-	-	-	8.8	-	-
H_2S	-	-	-	-	-	0.55	-	-
$AlCl_3$	-	-	-	-	-	2.2	-	-
총 가스유량 (l/h)	3655	5600	7660	1950	3300	9100	7020	4770
온도 (°C)	930	830	885	1010	1010	1010	1010	1010
압력 (mbar)	160	80	55	55	55	55	atm	atm
Ti/CN 비	-	6.6	2.2	-	-	-	-	-
층 두께 (μm)							0.3	0.15
	0.4	9.1	9.8	0.2	0.6	3.8	1.2	

표 2

[0070]

MTCVD Ti(C,N)	TC(111)	TC(200)	TC(220)	TC(311)	TC(331)	TC(420)	TC(422)	TC(511)
실시예 1	0.22	0.42	0.18	1.47	0.41	0.10	4.62	0.58
실시예 2	0.37	1.07	0.35	2.61	1.10	0.24	1.94	0.32

[0071] 실시예 5

[0072] 실시예 1 및 실시예 2 의 코팅된 절삭 공구들은 다음의 조건하에서 간헐적인 외부 축방향 절삭 작용 및 면 절삭 작용을 포함하여, 냉각제 없이 노듈라 주철(nodular cast iron) 09.2 GGG60 의 선삭(turning)으로 시험되었다.

[0073] 절삭 속도, V_C 350 m/min

[0074] 이송, f_n 0.3 mm/rev

[0075] 절삭 깊이, a_p 4 mm

[0076] 시간/구성 요소, T_c 1.25 min/piece

[0077] 시험된 공구들에 대한 공구 수명의 판단 기준은 작업물의 치수 공차로부터의 편차(deviation)이었다. 최신 기술을 나타내는 실시예 2 의 코팅된 절삭 공구는 12 개의 부재(piece)들을 절삭하도록 되었다. 본 발명의 실시예의 일 예를 나타내는 실시예 1 의 코팅된 절삭 공구는 18 개의 부재들을 절삭하도록 되었다. 노듈라 주철의 간헐적인 건식 절삭은 불충분한 산화 저항(oxidation resitance) 뿐만 아니라, 힘드는 절삭 작동 및 박리 발생과 그밖의 불연속적인 마모 메카니즘이어서, 종종 공구 수명을 제한한다. 이러한 시험에서 양 공구 변형예들은 우수한 산화 저항을 나타내지만, 실시예 1 의 공구는 실시예 2 의 공구보다 우수한 성능을 발휘하는데 이는 보다 우수한 내박리성 때문이다. 실질적으로 α-Al_2O_3 층의 조직에서만 코팅된 절삭 공구들과 상이한 실시예 3 의 코팅된 절삭 공구들은 이러한 성능 시험에서 실시예 1 의 코팅된 절삭 공구들과 동일한 유리한 성능을 나타내었다.

[0078] 실시예 6

[0079] 실시예 1 및 실시예 2 의 코팅된 절삭 공구들은 다음의 조건하에서 연속적인 내부 축방향 조화(roughing) 절삭 작동을 포함하여, 냉각제와 함께 노듈라 주철(nodular cast iron) (09.2 GS500 HB220)의 선삭(turning)으로 시험되었다.

[0080] 절삭 속도, V_C 160 m/min

[0081] 이송, f_n 0.35 mm/rev

[0082] 절삭 깊이, a_p 3 mm

[0083] 시간/구성 요소, T_c 1.5 min/piece

[0084] 시험된 공구들에 대한 공구 수명 판단 기준은 작업물의 치수 공차로부터의 편차이었다. 최신 기술을 나타내는 실시예 2 의 코팅된 절삭 공구는 15 개의 부재들을 절삭하도록 되었다. 본 발명의 실시예의 일 예를 나타내는 실시예 1 의 코팅된 절삭 공구는 22 개의 부재들을 절삭하도록 되었다. 실시예 3 의 마모 메카니즘과는 대조적으로 이러한 시험에서의 공구 수명은 박리 마모 저항에 의해 제한되는데, 이는 실시예 1 의 코팅된 절삭 공구에서 더 우수하다. 실질적으로 α-Al_2O_3 층의 조직에서만 코팅된 절삭 공구들과 상이한 실시예 3 의 코팅된 절삭 공구들은 이러한 성능 시험에서 실시예 1 의 코팅된 절삭 공구들과 동일한 유리한 성능을 나타내었다.

[0085] 실시예 7

[0086] 실시예 3 및 4 의 코팅된 절삭 공구들은 다음의 조건하에서 냉각제와 함께 간헐적인 절삭 작동을 포함하는 노듈라 주철 SS0717 의 길이 방향 선삭으로 시험되었다.

[0087] 절삭 속도, V_C 250 m/min

[0088] 이송, f_n 0.2 mm/rev

[0089] 절삭 깊이, a_p 2.5-2 mm

[0090] 실시예 3 의 절삭 공구는 내박리성에서 실시예 4 의 절삭 공구보다 우수하였다.

[0091] 본 출원의 목적을 위하여, 특히 상기 실시예들에 대하여, 코팅의 특성을 판단하기 위한 방법들은 다음과 같이 정의된다.

[0092] 코팅의 개별적인 층들의 입자 크기 및 두께를 평가하기 위하여, 코팅된 절삭 공구는 코팅된 절삭 공구의 레이크 면상에서 기재의 표면 법선에 직각인 표면 법선을 가진 폴리싱된 단면을 얻도록 절삭되고, 연마되고

폴리싱된다.

[0093] 층의 두께는 광학 마이크로스코프를 이용하여 측정된다.

[0094] 입자 폭의 측정을 달성하기 위하여, 전자 채널링(electron channelling)에 의하여 MTCVD Ti(C,N) 층에서 상이한 방위의 입자들 사이에 충분한 콘트라스트를 제공하는 매끈한 표면을 얻을 필요가 있다. 따라서 입자 폭 측정의 목적을 위하여, 단면의 폴리싱(polishing)은 다음의 단계들을 포함한다:

[0095] - (Microdiamant AG 로부터의)오일 베이스의 다이아몬드 현탁물을 이용하는 페이퍼에서의 거친 폴리싱으로서, 이것은 2 dl 의 오일마다 0.7 g 의 다이아몬드 입자들 및 9 ㎛ 의 평균 다이아몬드 입자 크기를 가진다 (Mobil Velocite no. 3),

[0096] - (Microdiamant AG 로부터의)오일 베이스의 다이아몬드 현탁물을 이용하는 페이퍼에서의 미세 폴리싱으로서, 이것은 2 dl 의 오일마다 0.7 g 의 다이아몬드 입자들 및 1 ㎛ 의 평균 다이아몬드 입자 크기를 가진다 (Mobil Velocite no. 3),

[0097] - 220s 에 대한 35 N 의 압력 및 150 rev/min 에서 0.06 ㎛ 의 평균 입자 크기를 가진 Al_2O_3 입자(1-20%) 및 SiO_2(10-30%)의 혼합물을 포함하는 현탁물(Masterpolish 2, Buehler)을 드리핑(dripping)시키면서 부드러운 천(soft cloth)을 이용하는 산화물 폴리싱.

[0098] 입자의 폭은 도 1b 에 개략적으로 도시된 바와 같이 작업 거리 5 ㎜ 및 5.0 kV 에서 얻어진 SEM 에서 15000X 배율의 폴리싱된 단면의 SEM 마이크로그래프로부터 측정된다. 입자의 경계는 인접한 입자들 사이의 콘트라스트 차이에 의해 식별되고, 입자의 폭은, MTCVD Ti(C,N) 층의 최하부 및 최상부 계면(interfacial surface) 사이의 중심 위치에서, 기재의 표면에 평행한 방향으로 10 ㎛ 직선을 따라서, 식별된 인접 입자 경계들 사이의 거리로서 측정된다. 20 ㎚ 보다 작은 입자 폭들은 SEM 이미지에서 용이하게 식별되지 않고 고려되지 않는다.

[0099] 주상 MTCVD Ti(C,N) 층은 트윈 주상 입자(twinned columnar grain)를 포함하고, 상기 방법에서 입자 경계로서 계산되도록 의도되지 않는 다른 불규칙적인 결함 또는 전위(dislocation)를 포함할 수 있다. 트윈 경계들이 식별되어서 배제될 수 있는데, 왜냐하면 트윈 경계를 통과할 때 트윈 입자(twin grains)들의 대칭성 및 방위는 콘트라스트에서의 그 어떤 실질적인 차이를 발생시킬 수 없기 때문이다. 따라서, 트윈 주상 입자는 입자의 폭을 판단할 때 하나의 입자으로서 취급되도록 의도된다. 그러나, 때때로 이것은 검증이 어려울 수 있으며 입자 사이의 경계로서 트윈 경계를 계산하는 것은 평균적인 입자 폭의 값을 감소시킬 것이다. 입자 폭 측정에서의 이러한 어려움을 극복하도록, 예를 들어 실시예 1 에서 이용된 방법에 따라서 입자 경계들 안으로 기재의 무거운 원소들을 확산시키는 것이 포함된 방법이 이용될 수 있다. 이것은 무거운 원소들이 상기 언급된 결함 또는 전위로 확산될 수 없기 때문에 유리하다. 내부 확산된 바인더(in-diffused binder)를 보기 위한 단면을 준비하기 위하여, 단면들은 산화물 폴리싱 단계 없이 오직 거친 폴리싱 단계 및 미세 폴리싱 단계만을 겪는다. 이것은 산화물 폴리싱에 의해 얻어진 것보다 더 큰 표면 거칠기를 제공하며, 따라서 콘트라스트는 완전히 달라질 것이며 조성물 모드의 백스캐터 콘트라스트(composition mode backscatter contrast)는 내부 확산된 무거운 원소들이 안에 있는 입자 경계를 보이도록 하는데 이용된다.

[0100] MTCVD Ti (C,N) 층의 조직을 조사하기 위하여, PIXcel 검출기가 설치된 PANalytical CubiX^3 를 이용하여 X-레이 회절이 플랭크 면상에서 수행된다. 코팅된 절삭 공구들은 샘플 홀더에 장착되는데, 이는 샘플들의 플랭크 면이 샘플 홀더의 기준 표면과 평행하고 플랭크 면이 적절한 높이에 있는 것을 보장한다. Cu-K_α X-레이들이 측정을 위하여 이용되는데, 이것은 45 kV 의 전압 및 40 mA 의 전류를 가진다. 1/2 도의 슬릿 및 스캐터링 방지기(anti-scatter) 및 1/4 도의 발산 슬릿들이 이용된다. TiCN 피크들이 발생했을 때 코팅된 절삭 공구로부터의 회절 강도는 대략 2Θ 로 측정되고, 이는 10° 내지 70° 범위의 입사각 Θ 에 걸쳐 대략 20° 내지 140° 도이다.

[0101] 배경 차감(background subtraction) 및 Cu-K_α 스트리핑(stripping)을 포함하는 데이터 분석은 PANalytical 의 X'pert HighScore 소프트웨어를 이용하여 수행되며, 이로부터 나오는 적분된 피크 영역들은 MTCVD Ti(C,N) 층의 조직 계수 TC(hkl)를 계산하도록 이용되는데, 이것은

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

[0102]

[0103] 에 따른 표준 강도 데이터(standard intensity data)에 대한 측정 강도 데이터의 비율을 비교함으로써 X'pert Industry 소프트웨어를 이용하여 이루어지며, 여기에서, I(hkl)는 (hkl) 반사의 측정 영역 강도, I_0(hkl)는 ICDD의 PDF-카드 No. 42-1489 에 따른 표준 강도, n은 계산에서 이용된 반사의 수, 이용된 (hkl) 반사는:(111), (200), (220), (311), (331), (420), (422) 및 (511) 이다.

[0104] MTCVD Ti(C,N) 층은 제한적으로 두꺼운 필름이기 때문에, 동일한 화합물의 한쌍의 피크들의 상대적인 강도는, Ti(C,N) 층을 통한 경로 길이에서의 차이 때문에, 벌크 샘플(bulk sample)에 대한 것들과는 상이하다. 따라서, TC 값을 계산할 때, Ti(C,N)의 선형 흡수 계수도 고려하여, 얇은 필름의 보정(thin film correction)이 적분 피크 영역 강도에 적용된다. 상기 실시예에서 이용된 기재들이 WC 이기 때문에, WC(111) 피크에 의한 TiCN(311)의 겹침을 보정하도록 추가의 보정이 적용된다. 이것은 다른 WC 피크, 즉, TiCN(311) 영역 강도로부터의 WC(101)의 영역 강도를 25 % 차감함으로써 이루어진다. MTCVD Ti(C,N) 층 위의 가능한 추가의 층들은 MTCVD Ti(C,N) 층에 진입하고 전체 코팅에서 나가는 X-레이 강도에 영향을 미칠 것이기 때문에, 층에 있는 개별적인 화합물에 대한 선형 흡수 계수를 고려하여, 이들에 대해서도 보정이 이루어질 필요가 있다.

[0105] 탄소 함량을 평가하기 위하여, CuK_{α} 조사(radiation)를 이용하여 얻어진 X 레이 회절 패턴에서의 (422) 반사의 회절 각도(2Θ)가 판단된다. (422) 반사의 위치는 높은 탄소 함량이 낮은 (422) 반사 각도와 상관되도록 코팅내의 탄소 함량에 관련된다. TiC_0N_1 으로부터 TiC_1N_0 까지 간격에서의 C/N 비율은 회절 각도(2Θ)에 대한 선형 종속(linear dependence)을 나타내어, (422) 반사의 위치를 측정함으로써 C/N 비율에 대한 정보를 추출할 수 있게 한다.

[0106] 탄소 함량을 판단하는데 이용되는 제 2 방법은 위에서 설명된 바와 같이 수집된 완전한 회절 패턴에 리트벨트 정련(Rietveld refinement)을 이용하는 것이다. 상기 정련으로부터 TiCN 상에 대한 격자 파라미터들상의 데이터를 추출할 수 있다. 격자 파라미터는 위에서 설명된 바와 같이 C/N 비율과 선형으로 변하기도 한다. 이러한 접근 방식으로부터의 결과는, 탄소 함량을 찾도록 사용된 파라미터가 회절 각도였던 결과와 상호 관계가 잘 맞는다.

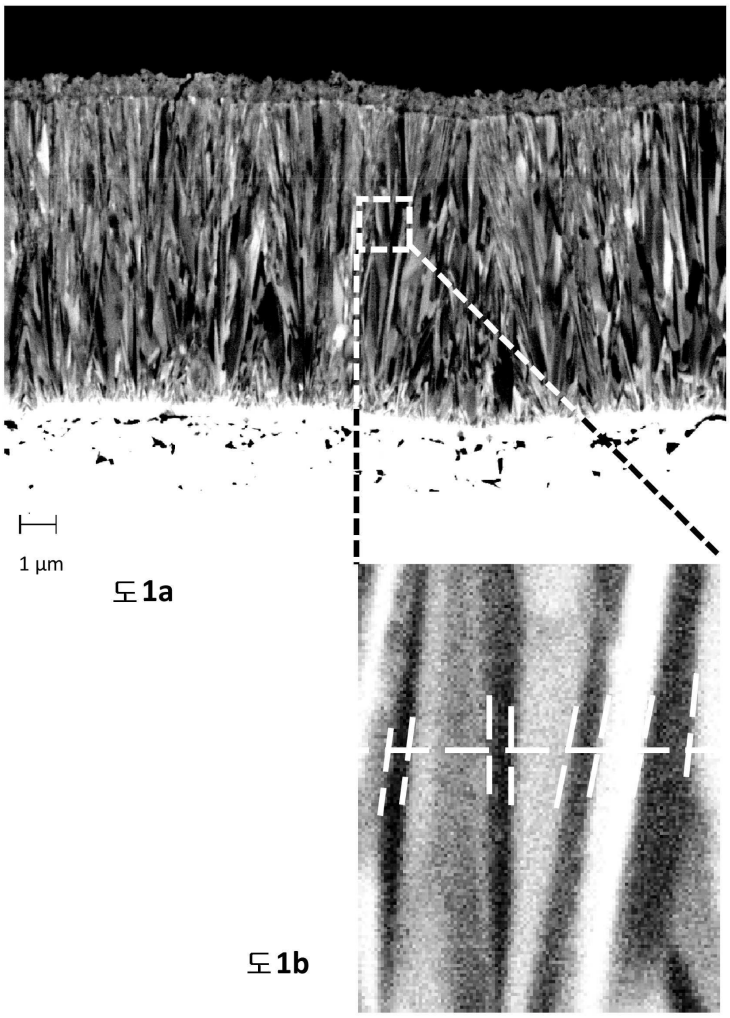
[0107] (422) 반사도 입자 폭을 평가하는데 이용된다. 이것은 디프랙토그램(diffractogram)에서 피크의 FWHM 을 판단함으로써 달성된다. FWHM 은 폭의 큰 값이 작은 입자와 상관되도록 입자의 크기와 관련된다.

[0108] MTCVD Ti(C,N) 층의 C/(C+N) 비율을 판단하기 위하여, JEOL 전자 마이크로프로브 JXA-8900R 을 이용하는 전자 마이크로브 분석에 의해 성분 분석 수행되는데, 상기 전자 마이크로프로브에는 파장 분산 스펙트로미터(wavelength dispersive spectrometer, WDS)가 설치된다. MTCVD Ti(C,N) 층의 평균 조성의 분석은, 원자수, 흡수 및 형광성에 대한 보정과 함께, 10kV, 29nA, TiCN 표준을 이용하여, MTCVD Ti(C,N) 층의 최하부 및 최상부 계면 사이의 중심 위치에서, 기재의 표면에 평행한 방향에서 직선을 따라 50 ㎛ 의 간격으로 10 개 지점에서 MTCVD Ti(C,N) 층에 있는 플랭크 면(flank face)상의 폴리싱된 단면상에서 수행된다. 실시예 1 에서, 기재와 MTCVD Ti(C,N) 층 사이의 인터페이스로부터 4 내지 6 ㎛ 의 거리에 있는 MTCVD Ti(C,N) 코팅내에 지점들이 배치되었다.

[0109] 본 발명이 다양한 예시적인 실시예들과 관련하여 설명되었지만, 본 발명은 개시된 예시적인 실시예들에 국한되지 않으며, 반대로, 첨부된 청구 범위내에서 다양한 변형 및 등가의 구성들을 포함하려는 의도이다.

도면

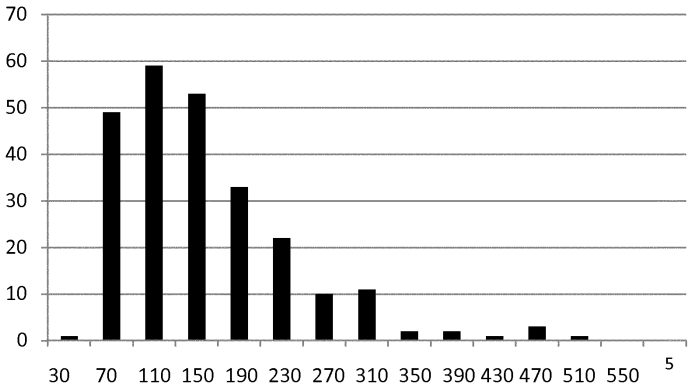
도면1



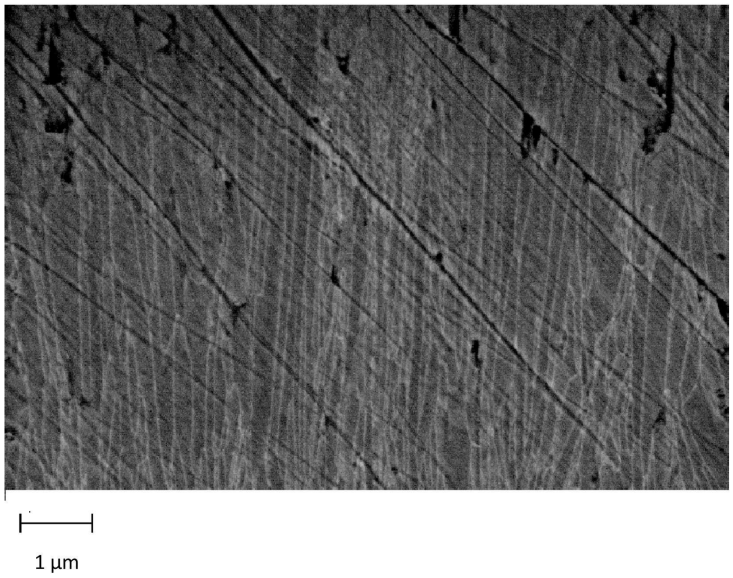
도1a

도1b

도면2



도면3



도면4

