



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0004245
(43) 공개일자 2025년01월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 28/04 (2006.01) C23C 14/06 (2006.01)
C23C 14/32 (2006.01) C23C 28/00 (2006.01)
C23C 30/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C23C 28/044 (2013.01)
C23C 14/0641 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7035603
(22) 출원일자(국제) 2023년04월13일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년10월24일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2023/059666
(87) 국제공개번호 WO 2023/208597
국제공개일자 2023년11월02일
(30) 우선권주장
22170878.7 2022년04월29일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인
발터 악티엔게젤샤프트
독일연방공화국 테-72072 튀빙겐 테렌딩거스트라
세 53
(72) 발명자
리비히 얀 필립
독일 72072 튀빙겐 테렌딩거 슈트라세 53
쉬어 파이트
독일 72072 튀빙겐 테렌딩거 슈트라세 53
(74) 대리인
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 14 항

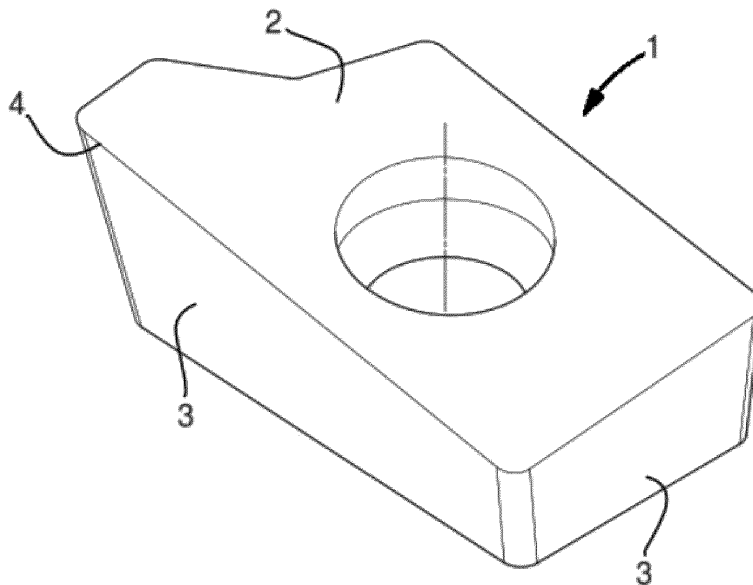
(54) 발명의 명칭 코팅된 절삭 공구

(57) 요약

본 발명은 기재, 및 제1 층, 제2 층 및 제3 층을 포함하는 코팅을 포함하는 코팅된 절삭 공구에 관한 것이고, i) 상기 제1 층은 상기 기재에 접착된 (Ti, Al)N 층이고, 상기 제1 층은, a. 0.3 내지 0.65의 원자 비 Al/(Ti+Al) b. 3.5 내지 6 MPa√m 범위의 파단 인성 c. +100 내지 -1000 MPa 범위의 실질적으로 균일한 잔류 응력 σ_1 을 갖

(뒷면에 계속)

대표도



고, ii) 상기 제2 층은 상기 제1 층에 접착된 (Ti, Al)N 층이고, 상기 제2 층은, a. 0.3 내지 0.85의 원자 비 Al/(Ti+Al) b. 상기 제1 층과의 인터페이스에서의 약 σ_1 로부터 상기 제3 층과의 인터페이스에서의 σ_3 까지의 범위인 잔류 응력 σ_2 을 갖고, σ_2 는 상기 제1 층과의 상기 인터페이스로부터 상기 제2 층에 접착된 상기 제3 층과의 상기 인터페이스를 향해 점진적으로 증가하고, 상기 제3 층과의 인터페이스에서의 상기 잔류 응력 σ_2 는 상기 제3 층에서의 잔류 응력과 실질적으로 동일하고, iii) 상기 제3 층은 원소 주기율표의 4족, 5족 또는 6족에 속하는 하나 이상의 원소들의 질화물, 또는 원소 주기율표의 4족, 5족 또는 6족에 속하는 하나 이상의 원소들과 함께 Al 및/또는 Si의 질화물로 구성되고, 상기 제3 층은 실질적으로 균일한 잔류 응력 $\sigma_3 < -1200$ MPa를 갖는다.

(52) CPC특허분류

C23C 14/325 (2013.01)

C23C 28/048 (2013.01)

C23C 28/42 (2013.01)

C23C 28/44 (2013.01)

C23C 30/005 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

기재, 및 제1 층, 제2 층 및 제3 층을 포함하는 코팅을 포함하는 코팅된 절삭 공구로서,

i) 상기 제1 층은 상기 기재에 접촉된 (Ti, Al)N 층이고, 상기 제1 층은,

a. 0.3 내지 0.65의 원자 비 Al/(Ti+Al)

b. 3.5 내지 6 MPa√m 범위의 파단 인성

c. +100 내지 -1000 MPa 범위의 실질적으로 균일한 잔류 응력 σ_1 을 갖고,

ii) 상기 제2 층은 상기 제1 층에 접촉된 (Ti, Al)N 층이고, 상기 제2 층은,

a. 0.3 내지 0.85의 원자 비 Al/(Ti+Al)

b. 상기 제1 층과의 인터페이스에서의 약 σ_1 로부터 상기 제3 층과의 인터페이스에서의 σ_3 까지의 범위인 잔류 응력 σ_2 을 갖고,

σ_2 는 상기 제1 층과의 상기 인터페이스로부터 상기 제2 층에 접촉된 상기 제3 층과의 상기 인터페이스를 향해 점진적으로 증가하고,

상기 제3 층과의 상기 인터페이스에서의 상기 잔류 응력 σ_2 는 상기 제3 층에서의 잔류 응력과 실질적으로 동일하고,

iii) 상기 제3 층은 원소 주기율표의 4족, 5족 또는 6족에 속하는 하나 이상의 원소들의 질화물, 또는 원소 주기율표의 4족, 5족 또는 6족에 속하는 하나 이상의 원소들과 함께 Al 및/또는 Si의 질화물로 구성되고, 상기 제3 층은 실질적으로 균일한 잔류 응력 $\sigma_3 < -1200$ MPa를 갖는, 코팅된 절삭 공구.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 제3 층은 0.67 내지 0.85의 원자 비 Al/(Ti+Al) 또는 0.05 내지 0.2의 원자 비 Si/(Ti+Si)를 갖는 (Ti, Si)N 층 또는 입방체 (Ti, Al)N 층인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 제1 층의 파단 인성은 4 내지 5 MPa√m의 범위인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제2 층의 원자 비 Al/(Ti+Al)은 상기 제1 층과의 인터페이스로부터 상기 제3 층과의 인터페이스로 점진적으로 증가하는, 코팅된 절삭 공구.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제1 층, 상기 제2 층 및 상기 제3 층 중 적어도 하나는 조성에서 상이한 2개 이상의 교번하는 (Ti, Al)N 서브-층 타입으로 구성된 멀티층이고, 전체 원자 비는 제1항에 명시된 바와 같은, 코팅된 절삭 공구.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제1 층의 311 오배향(misorientation) 각도들의 누적 빈도 분포는 $\geq 40\%$ 가 12.5° 미만이도록 되어 있는, 코팅된 절삭 공구.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제1 층, 상기 제2 층 및 상기 제3 층은 단일 층들인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제3 층은 0.70 내지 0.85 범위의 원자 비 $Al/(Ti+Al)$ 을 갖는 (Ti, Al)N 층인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제1 층의 잔류 응력은 -300 내지 -700 MPa의 범위인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 공구는 솔리드 카바이드 드릴, 엔드 밀, 또는 인텍서블 인서트인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제2 층의 원자 비 $Al/(Al+Ti)$ 는 0.7 내지 0.85인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제1 층의 평균 그레인 크기가 50 내지 500 nm의 범위인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 13

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제1 층의 두께는 1 내지 $20\mu m$ 의 범위인, 코팅된 절삭 공구.

청구항 14

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 코팅의 두께는 3 내지 $25\mu m$ 의 범위인, 코팅된 절삭 공구.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 기재, 및 제1 층, 제2 층, 및 제3 층을 포함하는 코팅을 포함하는 코팅된 절삭 공구에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 더 높은 절삭 속도 및/또는 점점 더 까다로운 다른 절삭 작업을 견디면서 금속 기계가공을 위한 절삭 공구의 사

용 수명을 연장하고자 하는 지속적인 요구가 존재한다. 일반적으로, 금속 기계가공을 위한 절삭 공구는 PVD 방법에 의해 증착된 티타늄 알루미늄 질화물(Ti,Al)N 코팅과 같은 얇은 경질 내마모성 코팅으로 코팅된 초경합금과 같은 경질 기재 재료를 포함한다. 단일 상 입방 결정 구조체가 일반적으로 요구되지만, 입방 및 육방 구조체 둘 모두를 포함하는 혼합된 구조체보다 이러한 단일 상 입방 구조체를 제공하기 위해 알루미늄 함량에 대한 임계치가 존재하며, 이는 예를 들어, 증착 조건들에 따라 어느 정도 변할 수 있다. 더 두꺼운 코팅은 예를 들어 코팅-대-기재 인터페이스에서 바람직하지 않은 높은 응력 집중이 발생하는 소정 제한까지 증가된 수명을 부여할 수 있다는 것이 추가로 잘 알려져 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003] 본 발명의 목적은 개선된 코팅-대-기재 접착을 부여하면서 높은 파단 인성 및 낮은 잔류 압축 응력을 갖는 단일 상 입방 구조체의 (Ti, Al)N 코팅을 갖는 코팅된 절삭 공구를 제공하는 것이다.

[0004] 본 발명의 또 다른 목적은 우수한 플랭크 내마모성을 갖는 코팅된 절삭 공구를 제공하는 것이다. 추가의 목적은 다양한 강 등급에서의 드릴링을 포함하는 임의의 기계가공 작업에 적용가능한 솔리드 카바이드 드릴과 같은 범용적으로 작동 가능한 공구를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0005] 본 발명은 기재, 및 제1 층, 제2 층 및 제3 층을 포함하는 코팅을 포함하는 코팅된 절삭 공구에 관한 것이고,
- [0006] i) 상기 제1 층은 상기 기재에 부착된 (Ti, Al)N 층이고, 상기 제1 층은,
- [0007] a. 0.3 내지 0.65, 바람직하게는 0.4 내지 0.65, 더 바람직하게는 0.5 내지 0.65의 원자 비 Al/(Ti+Al)
- [0008] b. 3.5 내지 6 MPa√m, 바람직하게는 4 내지 5 MPa√m 범위의 파단 인성
- [0009] c. +100 내지 -1000 MPa, 바람직하게는 -300 내지 -700 MPa 범위의 실질적으로 균일한 잔류 응력 σ_1 을 갖고,
- [0010] ii) 상기 제2 층은 상기 제1 층에 접착된 (Ti, Al)N 층이고, 상기 제2 층은,
- [0011] a. 0.3 내지 0.85, 바람직하게는 0.4 내지 0.85의 원자 비 Al/(Ti+Al),
- [0012] b. 상기 제1 층과의 인터페이스에서의 약 σ_1 로부터 상기 제3 층과의 인터페이스에서의 σ_3 까지의 범위인 잔류 응력 σ_2 을 갖고, σ_2 는 상기 제1 층과의 상기 인터페이스로부터 상기 제2 층에 접착된 상기 제3 층과의 상기 인터페이스를 향해 점진적으로 증가하고, 상기 제3 층과의 인터페이스에서의 상기 잔류 응력 σ_2 는 상기 제3 층에서의 잔류 응력과 실질적으로 동일하고,
- [0013] iii) 상기 제3 층은 원소 주기율표의 4족, 5족 또는 6족에 속하는 하나 이상의 원소들의 질화물, 또는 원소 주기율표의 4족, 5족 또는 6족에 속하는 하나 이상의 원소들과 함께 Al 및/또는 Si의 질화물로 구성되고, 상기 제3 층은 실질적으로 균일한 잔류 응력 $\sigma_3 < -1200$ MPa, 바람직하게 $\sigma_3 < -1400$ MPa, 더 바람직하게는 -5000 MPa $< \sigma_3 < -1500$ MPa를 갖는다.
- [0014] 하나의 실시예에 따르면, 실질적으로 균일한 잔류 응력은 잔류 응력의 평균 값으로부터 15%의 최대 변동 또는 바람직하게는 5%의 최대 변동을 의미한다.
- [0015] 용어 "점진적으로"는 또한 단계적 증가일 수 있고 반드시 연속적으로 증가하는 것은 아닐 수 있는 증가를 포함하는 것을 의미한다. 그러나, "점진적"은 바람직하게는 연속적인 선형 증가와 같은 연속적이고 규칙적인 증가를 의미한다.
- [0016] 하나의 실시예에 따르면, 제2 층은 입방체(Ti, Al)N 층이다.
- [0017] 하나의 실시예에 따르면, 단일 층 또는 멀티층일 수 있는 제3 층은, Al, Zr, Ti, Nb 및 Cr 중 적어도 하나를 포함하는 질화물 또는 Zr, Ti, Nb 및 Cr 중 적어도 하나와 함께 Al 및/또는 Si의 질화물로 구성될 수 있다. 상기 제3 층은 적절하게 (Ti,Al)N, (Cr,Al)N, (Ti,Si)N, CrN, TiN, 또는 NbN으로 구성될 수 있다.
- [0018] 하나의 실시예에 따르면, 제3 층은 0.67 내지 0.85의 원자 비 Al/(Ti+Al) 또는 0.05 내지 0.2의 원자 비

Si/(Ti+Si)를 갖는 (Ti,Si)N 층 또는 입방체(Ti,Al)N 층이다.

- [0019] 하나의 실시예에 따르면, 상기 제2 층의 원자 비 Al/(Ti+Al)는 상기 제1 층과의 인터페이스로부터 상기 제3 층과의 인터페이스까지, 예를 들어 0.5 내지 0.8 또는 0.55 내지 0.75로 점진적으로 증가한다.
- [0020] 제2 층에서 Al 함량의 점진적인 증가는 여러 방식으로 달성될 수 있다. 예를 들면, Al 함량의 증가는 증착 프로세스의 진행 동안에 소정 양의 Al 및 Ti 를 포함하는 타겟들의 유형과 수의 선택에 의해 달성될 수 있다. 추가로, 증착된 코팅 층들에서 Al 및 Ti 함량들은 바이어스 전압 및 아크 전류와 같은 증착 조건을 변경함으로써 변할 수 있다.
- [0021] 하나의 실시예에 따르면, 상기 제1 층, 상기 제2 층 및 상기 제3 층 중 적어도 하나는 본원에 명시된 바와 같은 전체 원자 비를 갖는 그들의 조성에서 상이한 2개 이상의 교번하는 (Ti, Al)N 서브-층 타입으로 구성된 멀티층이다.
- [0022] 하나의 실시예에 따르면, 제1, 제2, 및 제3 (Ti,Al)N 층 중 적어도 하나는, 적어도 하나의 (Ti,Al)N 서브층 타입이 0.50 내지 0.67, 바람직하게는 0.55 내지 0.67, 가장 바람직하게는 0.60 내지 0.67의 원자 비 Al/(Ti+Al)를 갖고, 적어도 하나의 (Ti,Al)N 서브층 타입이 0.70 내지 0.90, 바람직하게는 0.75 내지 0.85의 원자 비 Al/(Ti+Al)를 갖는, 그 조성에서 상이한 2개 이상의 교대하는 (Ti,Al)N 서브층 타입의 멀티층이다.
- [0023] 다중층에서 (Ti,Al)N 서브층 타입은 적합하게는 1 내지 100 nm, 바람직하게는 1.5 내지 50 nm, 가장 바람직하게는 2 내지 20 nm의 평균 두께를 가질 수 있는 나노층이다.
- [0024] 하나의 실시예에 따르면, 제1 층, 제2 층 및 제3 층은 단일 층이다.
- [0025] 하나의 실시예에 따르면, 제3 층은 0.70 내지 0.85 범위의 원자 비 Al/(Ti+Al)을 갖는 (Ti,Al)N 층이다.
- [0026] 하나의 실시예에 따르면, 제2 층의 원자 비 Al/(Al+Ti)는 0.7 내지 0.85이다.
- [0027] 하나의 실시예에 따르면, 제1 층의 평균 그레인 크기는 50 내지 500 nm, 바람직하게는 50 내지 200 nm, 및 가장 바람직하게는 70 내지 150 nm 범위이다.
- [0028] 하나의 실시예에 따르면, 제1 층의 두께는 1 μm 내지 20 μm , 예를 들어 2 μm 내지 10 μm , 예를 들어 3 μm 내지 8 μm 의 범위이다.
- [0029] 하나의 실시예에 따르면, 코팅은 3 내지 25 μm , 바람직하게는 5 내지 15 μm , 가장 바람직하게는 7 내지 12 μm 의 두께를 갖는다.
- [0030] 하나의 실시예에 따르면, 제1 층은 311 오배향 각도들의 분포를 나타낸다. 311 오배향 각도는 제1 층의 표면에 대한 법선 백터와 제1 층의 표면에 대한 법선 백터에 가장 가까운 <311> 방향 사이의 각도이다. 바람직하게는, 311 오배향 각도의 누적 빈도 분포는 $\geq 40\%$ 가 12.5° 미만이 되도록 되어 있다.
- [0031] 용어 311 오배향 각도는 가장 작은 각도, 즉 (Ti,Al)N 층에 대한 법선 백터와 (Ti,Al)N 층에 대한 법선 백터에 가장 가까운 <311> 방향 사이의 각도를 의미한다.
- [0032] 하나의 실시예에 따르면, 311 오배향 각도의 누적 빈도 분포는 50% 초과, 예를 들어 55% 초과가 12.5° 미만이 되도록 되어 있다.
- [0033] 하나의 실시예에 따르면, 311 오배향 각도의 누적 빈도 분포는 95% 미만, 예를 들어 85% 미만 또는 75% 미만인 12.5° 미만이 되도록 되어 있다.
- [0034] 하나의 실시예에 따르면, 311 오배향 각도의 누적 빈도 분포는 40 내지 85%, 예를 들어 50 내지 75%가 12.5° 미만이 되도록 되어 있다.
- [0035] 하나의 실시예에 따르면, 311 오배향 각도의 누적 빈도 분포는 5 내지 40%, 예를 들어 8 내지 25% 또는 예를 들어 10 내지 15%가 5° 미만이 되도록 되어 있다.
- [0036] 311 오배향 각도들의 분포는 전자 후방 산란 분석(EBSD)에서 결정될 수 있다. 그러나, 칼럼형 그레인 폭은 일반적으로, 특히 (Ti,Al)N 층의 제 1 마이크로미터에 대해, (Ti,Al)N 층의 두께를 증가시킴으로써 증가하고, 그레인 폭이 너무 작으면 EBSD 분석은 적합하지 않을 수 있다. 따라서, 두께 2 μm 이하의 (Ti,Al)N 층을 갖는 경우, 그레인 크기가 EBSD 분석하기에 너무 작다고 간주되면, 311 오배향 각도의 분포를 투과 전자 현미경(TEM) 분석에서 결정하는 것이 바람직하다. EBSD 또는 TEM 분석은 적절하게 절삭 예지로부터 0.7 mm의 거리

내에서 행해진다.

- [0037] 하나의 실시예에 따르면, 상기 제3 층은 최외부 층이다.
- [0038] 하나의 실시예에 따르면, 제1 층 (Ti,Al)N은 ≥ 2400 HV (15 mN 로드), 바람직하게는 2500 내지 2800 HV (15 mN 로드)의 비커스 경도를 갖는다.
- [0039] 하나의 실시예에 따르면, 제1 층 (Ti,Al)N은 ≥ 450 GPa, 바람직하게는 ≥ 500 GPa, 예를 들어 450 내지 550 또는 450 내지 500 GPa의 평면 스트레인 계수를 갖는다. 제3 (Ti,Al)N 층은 바람직하게는 450 내지 530 GPa, 보다 바람직하게는 480 내지 510 GPa의 평면 스트레인 계수를 갖는다.
- [0040] 코팅된 절삭 공구의 기재는 금속 기계가공용의 절삭 공구 분야에서 일반적인 임의의 종류일 수 있다. 기재는 초경합금, 서멧, 입방정 질화붕소(cBN), 세라믹, 다결정 다이아몬드(PCD) 및 고속도강(HSS)으로부터 적절하게 선택된다. 바람직한 하나의 실시예에서, 기재는 초경합금이다.
- [0041] 본 명세서에 추가로 설명된 바와 같은 프로세스에 의해 얻어진 본 발명의 코팅된 절삭 공구는 낮은 잔류 응력 제1 층을 갖는다. 이는, 고온을 포함하는 선택된 프로세스 조건들에서 기재 상에 제1 층을 증착함으로써 얻어진다. 이러한 프로세스는 또한 제1 층에 증가된 파단 인성을 부여한다. 프로세스는 또한, 작업 예에서 추가로 설명되는 바와 같이 온도가 선형적으로 램프 다운되면서 증착되는 제2 층의 증착을 포함한다. 이는 또한 제2 층에 걸쳐 잔류 응력 구배를 초래한다. 제3 층은 제2 층에 사용되는 최저 온도에서 증착되어 그림으로써 높은 알루미늄 함량을 갖는 (Ti,Al)N 조성의 단일 상 입방 구조체가 최외부 층으로서 증착될 수 있다. 작업편 재료의 표면 거칠기를 개선하고 표면 접착성을 낮추기 위해, 습식 블래스팅 및 드래그 마감처리가 수행될 수 있다. 제조된 코팅된 절삭 공구는 바람직하게는 솔리드 카바이드 드릴(solid carbide drill)과 같은 드릴링용의 인서트, 선삭 또는 엔드 밀용의 인서트, 또는 다른 인덱서블 인서트이다.

도면의 간단한 설명

- [0042] 도 1은 밀링 인서트인 절삭 공구의 하나의 실시예의 개략도를 도시한다.
- 도 2는 3개의 층을 증착하는 동안 사용된 온도 및 코팅된 절삭 공구의 개략도를 도시한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0043] 도 1은 레이크 면(2), 플랭크 면(3) 및 절삭 에지(4)를 갖는 절삭 공구(1)의 하나의 실시예의 개략도를 도시한다. 절삭 공구(1)는 이러한 실시예에서 밀링 인서트이다. 도 2는 기재 본체(5) 및 제1 코팅 층(6), 제2 코팅 층(7) 및 제3 코팅 층(8)을 갖는 본 발명의 코팅된 절삭 공구의 실시예의 단면의 개략도를 도시한다.
- [0044] 방법
- [0045] 전자 후방 산란 회절 (EBSD):
- [0046] 311 오배향 각도의 누적 빈도 분포는 다음과 같이 계산되었다: (전체 분석된 표면 영역의 증분 표면적을 나타내는) 전체 EBSD 스캔의 각각의 스팟 측정에 대해, (Ti,Al)N 층의 표면 평면에 수직인 결정학적 방향은 측정된 절대 결정학적 배향(즉, 오일러 각도에서의 배향 데이터)으로부터 도출된다.
- [0047] 후속하여, 이러한 결정학적 방향과 가장 가까운 <311>-타입 방향 사이의 벡터 각도가 계산된다. 여기서 "가장 가까운"은 표면 법선과 가장 작은 가능한 각도를 포함하는 <311>-타입 방향 (모든 12개의 결정학적으로 동등한 가능성 중에서)을 지칭한다. 이러한 각도는 311 오배향 각도로서 규정된다. 각각의 측정 포인트가 분석된 구역의 동일한 분획을 구성함에 따라, 이들 각도 오배향 값들의 상대적인 빈도 분포는 311 표면 텍스처의 전체 정도를 특징으로 한다.
- [0048] 투과 전자 현미경(TEM)에서의 전자 회절:
- [0049] 샘플은 횡단면에서 적합하게 분석되는데, 즉 입사 전자 빔은 필름 평면에 평행하다. 샘플 제조 동안 비정질을 배제하기 위해, 상이한 방법이 사용될 수 있으며, 이는 i) 기계적 절삭, 글루잉, 글라잉 및 이온 폴리싱을 포함하는 전통적인 제조 및 ii) FIB를 사용하여 샘플을 절삭하고 리프트 아웃을 행하여 최종 폴리싱을 행하는 것이다. 분석의 포지션은, 예를 들어, 기재로부터 약 200 nm의 기재 근처이다.
- [0050] 그후, 샘플에 대해 SAED 데이터가 획득된다. SAED 데이터로부터, 코팅 법선에 대응하는 각도 포지션 주위에 센터링된 311 링을 따라 회절 강도 프로파일이 제공되었다. 그후, 정규화된 통합은 311 회절 스팟 및 -3-1-

1 회절 스팟 둘 다에서 각각 45 도 오배향 각도로 진행된다. 그후 2개의 통합은 하나의 강도 분포 곡선으로 조합된다. 311 회절 스팟 및 -3-1-1 회절 스팟 둘 모두로부터의 강도 분포 데이터는 데이터 포인트들의 수를 증가시킴으로써 신호 대 잡음비를 가능한 많이 감소시키기 위해 사용된다.

[0051] 소정 오배향 각도에서의 강도는 이러한 오배향을 나타내는 샘플 부피에 정비례한다. 따라서, 강도 분포 곡선은 311 오배향 각도들의 분포와 동등하다. 그후, 상응하게, 강도 분포 곡선으로부터 얻어진 누적 강도 곡선은 311 오배향 각도들의 누적 빈도 분포와 동등하다.

[0052] 비커스 경도:

[0053] 비커스 경도는 독일 Sindelfingen의 Helmut Fischer GmbH의 Picodentor HM500을 사용하여 나노 압입(로드-깊이 그래프)에 의해 측정되었다. 측정 및 계산을 위해, Oliver 및 Pharr 평가 알고리즘이 적용되었으며, Vickers 에 따른 다이아몬드 테스트 본체가 층 내로 가압되었고, 측정 동안 힘-경로 곡선이 기록되었다. 사용된 최대 로드는 15 mN(HV 0.0015) 이었으며, 로드 증가와 로드 감소에 대한 시간 기간은 각각 20 초였다. 이러한 곡선으로부터 경도를 계산하였다.

[0054] 평면 스트레인 계수:

[0055] 코팅 샘플들의 탄성 특성은 Oliver 및 Pharr 방법을 통한 나노 압입(nanoindentation)에 의해 유도된 바와 같은 소위 평면 스트레인 계수 E_{ps} 를 특징으로 한다. 나노-압입 데이터는 상기 비커스 경도에 대해 설명된 바와 같이 압입으로부터 얻었다.

[0056] 그레인 크기:

[0057] 평균 그레인 크기는 입체 라인 교차 방법에 의해 SEM 이미지로부터 결정된다: 라인 그리드는 관심의 현미경 사진에 오버레이되고, 그레인 경계 네트워크와의 라인의 교차점은 마킹된다. 인접한 교차점들 사이의 거리들의 통계치들은 3차원 그레인들의 크기를 반영한다(예를 들어, H.E. Exner, Quantitative Description of Microstructures by Image Analysis, in: Mater. Sci. Technol., Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 2006 ("Size and spacing" 섹션 15.3.5 를 포함함 - <https://doi.org/10.1002/9783527603978.mst0024>)).

[0058] PVD 경질 코팅의 형태학적 특이성(대부분 세장형 칼럼형 형상의 그레인)을 설명하기 위해, 그레인 경계 사이의 이격은 필름 평면에 평행하게 놓인 라인 상에서만 평가되었다. 결과적으로, 데이터는 코팅 평면에 평행한 그레인 폭을 반영한다.

[0059] 각각의 SEM 현미경 사진은 초경합금(증착 동안 아크 소스를 반복적으로 대면하는 기재 표면)으로 제조된 3중 회전된 테스트 인서트의 플랭크 면으로부터 촬영된 것이다. 이들은 기재 예지로부터 100 μm 의 거리에서 유래한다. 그레인 폭은 2 μm 의 정의된 코팅 높이에서 결정되었다. 최소 380번의 이격 측정이 수집되었다.

[0060] 잔류 응력:

[0061] 잔류 응력 측정은 Seifert/GE로부터의 회절계(PTS 3003)에서 $\sin^2 \psi$ -방법에 따라 수행하였다. (평행 빔을 생성하기 위한) 폴리모세판 렌즈를 갖는 $\text{CuK}\alpha$ -방사선이 분석을 위해 적용되었다(높은 인장 40 kV, 전류 40 mA). 입사 빔은 2,0 mm 핀홀에 의해 규정되었다. 회절된 빔 경로를 위해, 에너지 분산형 검출기(Meteor OD)가 적용되었다. 오일러 크레이들(Eulerian cradle)을 사용하여 각도 ψ (ψ = 시편 표면 법선과 회절 벡터 사이의 각도)만큼 시편을 틸팅하였다. {111}-입방체-TiAlN 반사를 사용하여 샘플의 잔류 응력을 측정했다. 코팅의 잔류 응력 값을 결정하기 위해 간격 $-60^\circ < \psi < 60^\circ$ ($\sin^2 \psi$ 에서 등거리)의 15 ψ 각도를 취했다. 잔류 응력의 회전 대칭 분포를 가정하여, 하나의 ϕ -방향만을 사용하였다. TiAlN의 응력 평가를 위해, X선 탄성 상수 $-s_1 = 0,491 \text{ TPa}^{-1}$ 및 $0,5s_2 = 2,780 \text{ TPa}^{-1}$ 를 적용하였다. 피크 피팅은 피크 피팅을 수행하기 위해, (κa_2 에 대해 보정하도록) Rachinger 보정 및 의사 Voigt 함수를 적용함으로써 행해졌다.

[0062] 그 자체 위에 추가로 증착된 층들을 갖는 코팅 층의 잔류 응력의 측정을 위해, 코팅 재료는 측정될 층 위에서 제거된다. 나머지 질화물 멀티층 재료 내의 잔류 응력을 크게 변화시키지 않는 재료 제거 방법을 선택하고 적용하기 위해 주의가 필요하다. 증착된 코팅 재료의 제거를 위한 적절한 방법은 폴리싱일 수 있고, 그러나 미세-그레인형 폴리싱제를 사용하여 부드럽고 느린 폴리싱이 적용되어야 한다. 거친 그레인형 폴리싱제를 사용하는 강한 폴리싱은 본 기술 분야에 공지된 바와 같이 압축성 잔류 응력을 오히려 증가시킬 것이다. 증

착된 코팅 재료의 제거를 위한 다른 적절한 방법들은 이온 에칭 및 레이저 절제이다.

두께:

층의 두께는 돔 형상의 리세스를 그라인딩하기 위해 직경 30 mm의 강 볼을 사용하여 칼로트(calotte) 그라인딩에 의해 결정되었고, 추가로 링 직경이 측정되었고, 그로부터 층 두께가 계산되었다. 절삭 공구의 레이크면(RF) 상의 층 두께의 측정은 코너로부터 2000 μm 의 거리에서 수행되었고, 플랭크 면(FF) 상의 측정은 플랭크면의 중간에서 수행되었다.

파단 인성

조사된 코팅의 파단 인성을 정량화하기 위해, Sebastiani 등 [1, 2 및 4]에 의해 개발된 바와 같은 마이크로-필러 스플리팅(micro-pillar splitting) 기술이 적용되었다. 이러한 테스트 방법에서, 날카로운 인텐터 팁은 샘플 재료의 미크론-스케일 필러의 상단 면 상에 센터링된다. 필러가 인텐터의 로드를 받게 되면, 힘이 필러의 파괴 - 즉, 스플리팅 - 까지 연속적으로 증가된다. 인텐터 접촉부로부터 나오는 균열에 대한 임계 응력 강도 인자, 즉 스플리팅 파단 인성은 이때 다음 등식을 통해 임계 스플리팅팅력으로부터 유도될 수 있다.

$$K_c = \gamma (E/H) P_c/R^{3/2}, \quad (1)$$

여기서 γ 는 테스트된 재료의 탄성 플라스틱 특성(영률 E 및 경도 H의 비)에 종속된 비례 계수를 나타내는 한편, 한편 R은 필러의 반경을 나타낸다. 상기 등식은 반타원형 표면 균열의 분석 모델을 기반으로 하며, CZ-FEM(Cohesive Zone Finite Element Modeling)[2]에 의해 검증되었다.

필러는 집속 이온 빔(FIB) 밀링에 의해 관심의 코팅으로부터 마이크로-기계가공되었다. 연속적으로 감소하는 직경의 동심 링 패턴을 이용하는 단일-패스 밀링 전략이 필러의 테이퍼를 최소화하도록 사용되었다. 따라서, FIB 프로브 전류는 15 nA(초기 러핑)으로부터 300 pA의 최종 폴리싱 전류로 연속적으로 낮춰졌다. 모든 테스트된 필러는 7 μm 의 직경 및 ~1.3의 종횡비를 특징으로 한다(높이 대 직경 비, > 1은 필러 스플리팅 기술[2]에 의해 요구됨). 임의의 FIB 밀링 전에, 구조화된 샘플 표면은 공칭 그레인 크기가 40 nm인 콜로이드성 실리카 현탁액(Struers OPS 0.04 μm)을 사용하여 조심스럽게 폴리싱되었다. 이러한 단계는 증착된 상태 그대로의 코팅 표면 상에 존재하는 임의의 거칠기를 제거하는 역할을 한다. 100 nm 이하의 상단 코팅이 이러한 절차에 의해 제거된다. 이러한 표면 준비 후에, 마이크로-필러는 운반 기관의 "노즈 반경" 근처에서, 절삭 예지로부터 ~120 μm 의 거리에 일관되게 위치되었다. 필러의 로딩은 3면 피라미드형 큐브 코너 다이아몬드 인텐터(공칭 표면 각도 35.26°) 사용하여 Fischer Picodenter HM500 나노 압입 시스템(Helmut Fischer GmbH, Sindelfingen, Germany)에서 수행하였다. 실험은 1mN/s의 일정한 로딩 레이트를 사용하여 로드 제어 방식으로 수행되었다. 각각의 코팅 및 샘플 상태에 대해 최소 12개의 테스트가 파단 실험(대부분의 경우들에서 20개의 테스트)의 고유 산란을 설명하기 위해 수행되었다. 샘플 스테이지 및 팁 포지셔닝의 정확도는 측정 결과들을 왜곡시키지 않기 위해 사용된 필러 반경의 10% 내에 있는 것으로 실험적으로 검증되었다[3]. 등식(1)에 따라 파괴 인성을 계산하기 위해, 코팅 특정-계수는 참조 [4]에서 Ghidelli 등에 의해 발표된 데이터로부터 유도되었다.

측정은 이미 코팅된 공구의 단면을 제조함으로써 또는 기계적 폴리싱 또는 집속 이온-빔 기계가공을 통해 상단 층을 조심스럽게 제거함으로써 수행될 수 있다.

[1] M. Sebastiani, K.E. Johanns, E.G. Herbert, F. Carassiti, G.M. Pharr, A novel Pillar indentation splitting test for measuring fracture toughness of thin ceramic coatings, Philos. Mag. 95 (2015) 1928-1944. <https://doi.org/10.1080/14786435.2014.913110>.

[2] M. Sebastiani, K.E. Johanns, E.G. Herbert, G.M. Pharr, Measurement of fracture toughness by nanoindentation methods: Recent advances and future challenges, Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. 19 (2015) 324-333.

<https://doi.org/10.1016/j.cossms.2015.04.003>.

[3] C.M. Lauener, L. Petho, M. Chen, Y. Xiao, J. Michler, J.M. Wheeler, Fracture of Silicon: Influence of rate, positioning accuracy, FIB machining, and elevated temperatures on toughness measured by pillar indentation splitting, Mater. Des. 142 (2018) 340-349.

- [0075] <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.01.015>.
- [0076] [4] M. Ghidelli, M. Sebastiani, K.E. Johanns, G.M. Pharr, Effects of indenter angle on micro-scale fracture toughness measurement by pillar splitting, J. Am. Ceram. Soc. 100 (2017) 5731-5738.
- [0077] <https://doi.org/10.1111/jace.15093>.
- [0078] 예 1
- [0079] WC-Co 기재를 코팅의 증착 전에 플라즈마 에칭(센터 빔 에칭)에 의해 전처리하여 약 1 μm 를 제거하여 유기 잔류물을 제거하고 기재의 사전 그라인딩으로 인한 표면 손상 및 잔류 응력을 완화시켰다. 에칭은 다음의 추가 프로세스 조건에서 600℃의 온도에서 수행되었다:
- [0080] I: 140 A
- [0081] U_{bias} : 170 V
- [0082] p_{Ar} : 0.21 Pa
- [0083] t_{etch} : 65 분
- [0084] 아크-증착된 (Ti, Al)N 3층의 코팅은 언급된 순서로 제1 베이스 층, 제2 중간 층 및 제3 상부 층을 초경합금 기재 상에 증착함으로써 제조되었다. WC-Co 기반 기재 상에 증착된 $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.60}$ 타겟으로부터 제1 층 및 제2 층을 제조하였다. 기재는 6 wt% Co 및 잔부 WC의 조성을 가졌다. 증착은 다음의 프로세스 파라미터를 갖는 Balzers Innova Arc-PVD system(Oerlikon Balzers Coating AG, Balzers, Liechtenstein)에서의 캐소드 아크 증착을 사용하여 행해졌다:
- [0085] (Ti,Al)N의 제1 (베이스)층:
- [0086] 타겟 재료: $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.60}$
- [0087] 타겟 크기: 원형 150mm
- [0088] 아크 전류: 4x 200 A
- [0089] 압력: 5 Pa
- [0090] 온도: 600 °C
- [0091] 총 압력: 5 Pa (N_2)
- [0092] 아르곤 압력: 0 Pa(0 sccm Ar)
- [0093] 바이어스 전위: -40V
- [0094] 양쪽 2중 및 3중 회전
- [0095] 소스 구성 APO, mag 14
- [0096] 약 3.1 μm 의 층 두께가 증착되었다.
- [0097] (Ti,Al)N의 제2 (중간)층:
- [0098] 타겟 재료: $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.60}$
- [0099] 타겟 크기: 원형 150mm
- [0100] 아크 전류: 2 x 200 A
- [0101] 압력: 5 Pa (N_2)
- [0102] 온도: 600 내지 300℃
- [0103] 총 압력: 5 Pa(N_2 압력)

- [0104] 아르곤 압력: 0 Pa(0 Ar sccm)
- [0105] 바이어스 전위: -40볼트
- [0106] 소스 구성 APO, mag 14
- [0107] 온도는 코팅 단계 동안 600℃ 내지 300℃로 선형으로 램프 다운되었다. 제2 층을 1.5 μ m의 두께로 성장시켰다.
- [0108] (Ti,Al)N의 제3 (상단) 층 :
- [0109] 타겟 재료: Ti_{0.27}Al_{0.73}
- [0110] 타겟 크기: 원형 150mm
- [0111] 아크 전류: 2 x 120 A
- [0112] 온도: 300℃
- [0113] 총 압력: 2 Pa
- [0114] 아르곤 유동: 300sccm
- [0115] 바이어스 전위: -80볼트
- [0116] 소스 구성 APO, mag 14
- [0117] 약 1.4 μ m 의 층 두께가 증착되었다. 따라서 6 μ m의 총 두께를 갖는 코팅을 제조하였다.
- [0118] 제1 층의 잔류 응력: - 600MPa
- [0119] 제1 층의 파단 인성: 4.1MPa $\sqrt{m}$
- [0120] 제1 층의 경도: 2600 HV
- [0121] 제1 층의 평면 스트레인 계수: 520 GPa
- [0122] 전자 후방 산란 회절(EBSD) 분석이 (Ti,Al)N의 제1 (베이스) 층 상에서 행해졌다. "방법" 섹션에 설명된 바와 같이, 311 오배향 각도의 누적 빈도 분포가 계산되었다. (Ti,Al)N의 제1 (베이스) 층은 111 오배향 각도의 약 62%가 12.5도 미만이고, 311 오배향 각도의 약 13%가 5도 미만이도록 311 오배향 각도의 누적 빈도 분포를 나타낸다.
- [0123] (Ti,Al)N의 제3 (상단) 층은 111-텍스처를 나타낸다. (Ti,Al)N의 제3 (상단) 층에 대한 111 오배향 각도들의 누적 빈도 분포는 111 오배향 각도들의 >50%가 10도 미만이게 되도록 111 오배향 각도들의 누적 빈도 분포가 되게 하는 것으로 추정된다.
- [0124] 예 2 (비교)
- [0125] 코팅 두께가 예 1의 코팅의 총 두께에 필적하게 하도록 5.9 μ m의 두께로 제조된 것을 제외하고는, 예 1의 제1 (베이스) 층의 제조에 따른 비교로서 베이스 층을 제조하였다.
- [0126] 예 3
- [0127] DMG MORI DMU65 MonoBlock 수직 3-축 기계에서 다음에 따라 다양한 작업편 재료에 대해 드릴링 테스트를 수행하였다. 이러한 예 3에서, 강은 예 1 및 예 2의 코팅에 따라 준비된 코팅으로 제조된 코팅된 절삭 공구로 기계가공되었다. 임계 플랭크 마모에 대한 구멍의 수는 아래 표 1에 테스트된 공구에 표시된다.
- [0128] 작업편 재료: 강 C45, 1.1191 (705 N/mm²)
- [0129] 절삭 속도, v_c: 200 m/min
- [0130] 피드/회전: 0.28 mm/회전
- [0131] 드릴링 깊이: 30mm
- [0132] 구멍 타입: 관통 구멍

[0133] KSS: 에멀전, 7%; 40 bar

[0134]

[0135] 표 1

	임계 플랭크 마모에 대한 구멍 수
예 1의 샘플 (본 발명)	3995
예 2의 샘플 (참조)	3055

[0136]

[0137] 표 1로부터 주목되는 바와 같이, 예 1(본 발명)에 따른 코팅을 갖는 3개의 층형 공구는 예 2(참고)의 단일 층형 코팅에 비해 연장된 공구 수명을 갖는다.

[0138] 예 4

[0139] 예 4에서는 42CrMo4강에 대해 아날로그 테스트를 수행하였다.

[0140] 작업편 재료: 42CrMo₄, (EN-JL1040; 215HB)

[0141] 절삭 속도, Vc: 105 m/min

[0142] 피드/회전: 0.2 mm/회전

[0143] 드릴링 깊이: 30mm

[0144] 구멍 타입: 관통 구멍

[0145] KSS: 에멀전, 6%; 40 bar

[0146] 표 2

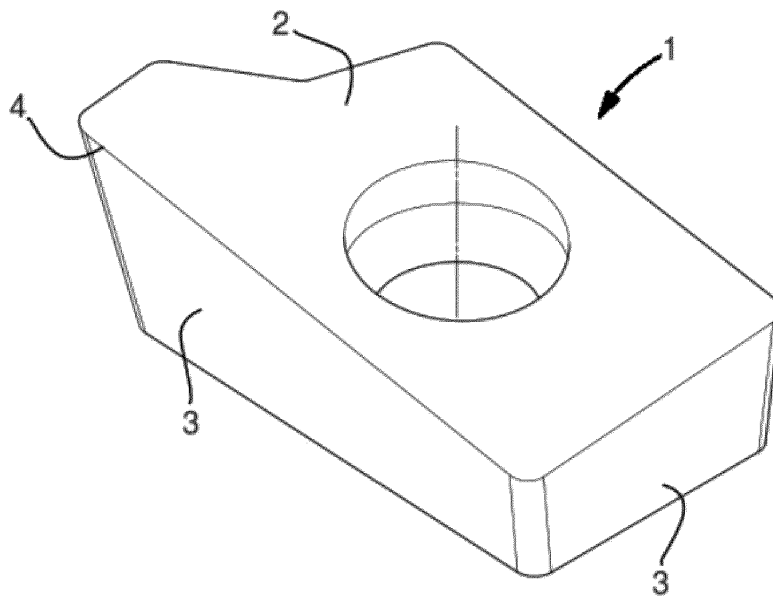
	임계 플랭크 마모에 대한 구멍 수
예 1	1692
예 2 (비교)	744

[0147]

[0148] 표 2에서, 동일한 참조와 비교하여 본 발명에 대해 임계 플랭크 마모에 대해 상당히 더 높은 내마모성이 나타났다.

도면

도면1



도면2

