



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년10월23일

(11) 등록번호 10-1563034

(24) 등록일자 2015년10월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C23C 14/06 (2006.01) **B23B 27/02** (2006.01)

C23C 16/30 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2011-7024427

(22) 출원일자(국제) 2010년03월18일

심사청구일자 2015년03월17일

(85) 번역문제출일자 2011년10월17일

(65) 공개번호 10-2012-0000084

(43) 공개일자 2012년01월03일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2010/053551

(87) 국제공개번호 WO 2010/106142

국제공개일자 2010년09월23일

(30) 우선권주장

10 2009 001 675.9 2009년03월19일 독일(DE)

(56) 선행기술조사문헌

JP2005262355 A*

KR1020010072535 A*

JP2008000879 A

JP2011521796 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

발터 악티엔게젤샤프트

독일연방공화국 데-72072 튜빙겐 테렌딩거스트라 세 53

(72) 발명자

아이블 올리버

독일 72138 키르헨텔링스푸르트 오베레 비어케 62

쉬어 파이트

독일 70771 라인켈텐-에히터당겐 오베레 게어텐 21/1

앵겔하르트 볼프강

독일 72555 메칭겐 임 바움가르텐 12

(74) 대리인

특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 12 항

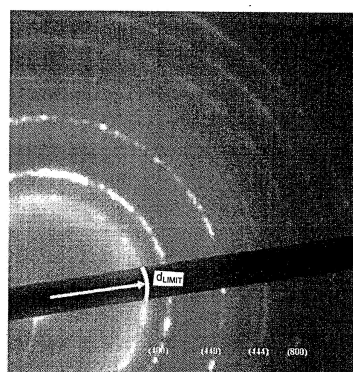
심사관 : 박준영

(54) 발명의 명칭 **절삭 공구**

(57) 요 약

본원은 기재 주본체 및 이에 도포되는 단일층 또는 다층 코팅을 가진 절삭 공구에 관한 것으로, 상기 코팅 중 적어도 하나의 층은 PVD 공정 또는 CVD 공정으로 생성되는 산화금속 층이고, 상기 산화금속 층은, 다수의 존재하는 입자내에 구조적 왜곡이 존재하는 입자 구조를 가지고, 입자의 전자 회절 이미지에는 최대 격자면 간격 (d_{LIMIT}) 까지 포인트 형상의 반사가 나타나고, 상기 간격 (d_{LIMIT}) 보다 큰 격자면 간격에 대해서는 포인트 형상의 반사가 나타나지 않지만, 비정질 구조에서는 통상적인 강도 분포가 나타난다.

대 표 도 - 도1



본원에 따른 산화알루미늄 층의 회절 이미지:
 d_{LIMIT} 는 표시되어 있고, 고리에 배열된
포인트 형상의 반사는 표 1에 따라 표시됨

명세서

청구범위

청구항 1

기재 주본체 및 이에 도포되는 단일층 또는 다층 코팅을 가진 절삭 공구로서,
 상기 코팅 중 적어도 하나의 층은 PVD 공정 또는 CVD 공정으로 생성되는 산화금속 층이고,
 상기 산화금속 층은, 다수의 존재하는 입자내에 구조적 왜곡이 존재하는 입자 구조를 가지고,
 입자의 전자 회절 이미지에선 최대 격자면 간격 (d_{LIMIT}) 까지 포인트 형상의 반사가 나타나고, 상기 간격 (d_{LIMIT})
 보다 큰 격자면 간격에 대해서는 포인트 형상의 반사가 나타나지 않지만, 비정질 구조에서는 통상적인 강도 분
 포 (intensity distribution) 가 나타나는 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

청구항 2

제 1 항에 있어서,
 입자의 전자 회절 이미지에서 상기 포인트 형상의 반사가 나타나는 최대 격자면 간격 (d_{LIMIT}) 은 0.1 nm ~ 0.6
 nm 범위에 있는 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

청구항 3

제 1 항에 있어서,
 적어도 하나의 상기 산화금속 층은, 동일한 조성 및 두께로 된 순수 결정질 산화금속 층에 비하여, 적어도 5%
 낮은 열전도성을 갖는 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

청구항 4

제 1 항에 있어서,
 적어도 하나의 상기 산화금속 층은, 동일한 조성 및 두께로 된 순수 결정질 산화금속 층에 비하여, 10% 높은 비
 커스 경도를 갖는 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,
 상기 산화금속 층은, 산화알루미늄, 산화알루미늄-크롬, 산화알루미늄-크롬-규소, 산화크롬, 산화규소, 산화이
 트륨-지르코늄, 산화이트륨-크롬 또는 금속 Al, Cr, Y, V, W, Ni, Ta, Mo, Zr, Hf 및 Si 의 혼합된 산화물 중
 하나 이상을 포함하거나, 상기 물질로 구성되는 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

청구항 6

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,
 상기 산화금속 층은 불가피한 불순물 및 제조 유도 잔류물 중 하나 이상을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 절
 삭 공구.

청구항 7

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,
 상기 산화금속 층의 입자는 2 nm ~ 5000 nm 범위의 평균 입자 크기를 갖는 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

청구항 8

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,
적어도 하나의 산화금속 층은 이하의 증착 파라미터:
450 ~ 650℃ 의 기재 온도,
-300 ~ 0 V 의 기재 바이어스,
5 ~ 50 kW 의 전력,
0.2 ~ 0.6 Pa 의 Ar 가스로, 50 ~ 300 sccm 의 산소 유동
으로 이중 마그네트론 PVD 공정에 의해 증착되는 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

청구항 9

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,
적어도 하나의 상기 산화금속 층의 두께는 0.2 ~ 20 μm 범위인 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

청구항 10

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,
적어도 하나의 산화금속 층은, 고출력 임펄스 마그네트론 스퍼터링 (HIPIMS), 반응성 마그네트론 스퍼터링 (rMS), 아크 기상 증착 (arc PVD), 이온 도금, 전자 빔 기상 증착 및 레이저 식각으로부터 선택되는 PVD 공정에 의해 생성되는 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

청구항 11

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,
적어도 하나의 산화금속 층 이외에, 상기 코팅은, 혼합된 금속상 및 전술한 화합물들의 상 혼합물을 포함하는, 주기율표의 IVA ~ VIIa 군의 원소 및 알루미늄 및 규소 중 하나 이상으로 된 탄화물, 질화물, 산화물, 탄질화물, 산화질화물, 산화탄화물, 산화탄질화물, 붕화물, 질화붕소, 붕소탄화물, 붕소탄질화물, 붕소산화질화물, 붕소옥소탄화물, 붕소옥소탄질화물, 및 옥소질화붕소로부터 선택되는 다른 층을 포함하는 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

청구항 12

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,
상기 기재 주본체는 초경 금속, 서멧, 강 또는 고속도 강 (HSS) 로 형성되는 것을 특징으로 하는 절삭 공구.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본원은 기재 주본체 및 이에 도포되는 단일층 또는 다층 코팅을 가진 절삭 공구에 관한 것으로, 상기 코팅 중 적어도 하나의 층은 PVD 공정 또는 CVD 공정으로 생성되는 산화금속 층이다.

배경 기술

[0002] 절삭 공구는, 예를 들어, 초경 금속, 서멧, 강 또는 고속도강으로 형성되는 주본체로 구성된다. 수명을 증가시키기 위해서, 또는 절삭 성능도 향상시키기 위해서는, 주본체에 단일층 또는 다층 코팅이 종종 도포된다. 이 코팅은, 예를 들어, 경질 금속 재료층, 산화물 층 등을 포함한다. CVD 공정 (화학 기상 증착) 및/또는 PVD 공정 (물리 기상 증착) 이 코팅을 도포하기 위해서 사용된다. 코팅 내의 다수의 층은 CVD 공정 단독으로, PVD 공정 단독으로 또는 이들 공정의 조합으로 도포될 수 있다.

[0003] PVD 공정에 관해서, 예컨대 마그네트론 스퍼터링, 아크 기상 증착 (아크 PVD), 이온 도금, 전자 빔 기상 증착 및 레이저 식각 등과 같은 공정에서 다양한 변수간에는 차이가 생긴다. 공구의 코팅에 대해 가장 빈번하게 사용되는 PVD 공정 중에서 마그네트론 스퍼터링 및 아크 기상 증착이 포함된다. 따라서, 개별 PVD 공정 변

수 중에서, 또한 예컨대 펄스식 또는 비펄스식 마그네트론 스퍼터링, 또는 펄스식 또는 비펄스식 아크 기상 증착 등의 상이한 변형이 있다.

[0004] PVD 공정에 있어서의 타겟은 순금속 또는 2 종 이상의 금속의 조합을 포함할 수 있다. 타겟이 다수의 금속을 포함한다면, 이러한 금속 모두는 PVD 공정에서 형성되는 코팅 층에 동시에 포함된다.

[0005] 형성된 층에 있어서 서로에 대한 금속의 정량비는 타겟에 있어서 금속의 정량비를 따를 수 있지만, PVD 공정에서의 조건에서 별개의 금속으로서, 다른 금속보다는, 소정의 조건하에서 타겟으로부터 대량으로 용해되고 및/또는 대량으로 기체에 증착된다. 이 외에도, 순수 금속, 이러한의 금속의 산화물, 질화물, 탄화물 형태를 또한 타겟에 사용한다.

[0006] 소정의 금속 화합물을 생성하기 위해서, 예컨대, 질화물을 생성하는 질소, 산화물을 생성하는 산소, 탄화물, 탄질화물, 탄산화물 등을 생성하는 탄소 함유 화합물 (carbon-bearing compounds) 또는 대응하는 혼합 화합물을 생성하기 위한 이러한 가스의 혼합물과 같은 반응성 가스를 PVD 공정의 반응 챔버에 공급한다.

[0007] PVD 공정에 있어서, 성장 공정에 필요한 표면 에너지 및 이에 따라 원자 운동성 (atomic mobility) 을 얻기 위해서 소위 바이어스 포텐셜 (bias potential) 이 피복될 기체에 일반적으로 가해진다. 이 에너지는 성장하는 층에서 결정질 구조를 얻는데 필요하다. 예컨대, 대량의 산화금속 화합물에 가해지는 PVD 공정을 사용하여 절연층을 도포할 때, 효율적으로 가해진 바이어스 포텐셜은 층 재료의 절연 특성으로 인해 성장 공정중 층 두께를 증가시면서 감소되며, 이는 층 표면에서 성장 조건을 악화시키며 게다가, 최종적으로 성장될 비정질 구조만을 또는 주로 비정질 구조를 유발한다.

[0008] Ramm, J. 등에 의한 "코런덤 구조에서 펄스 강화식 전자 방출 (P3e™) 아크 증발 및 내마모성 Al-Cr-O 코팅의 합성" (Surface & Coating Technology 202 (2007), 876 - 883 페이지) 에는, 펄스식 아크 기상 증착 (아크-PVD) 에 의한 산화알루미늄-산화크롬 층의 증착이 개시되어 있다. 증착된 층은, 혼합된 결정질 구조를 제일 먼저 나타낸다.

[0009] Teixeira, V 등에 의한 "스퍼터링에 의한 복합물 및 나노알루미늄이트 세라믹 코팅의 증착" (Vacuum 67 (2002), 477 - 483 페이지) 에는, 마그네트론 스퍼터링에 의한 나노미터 범위에서의 얇은 산화지르코늄/산화알루미늄 층의 증착이 개시되어 있다. 이 층은 산화지르코늄의 결정질 성분 뿐만 아니라 산화알루미늄의 비정질 성분을 나타낸다.

[0010] Trinh, D.H. 등에 의한 "나노복합물 Al_2O_3 - ZrO_2 박막의 무선 주파수 이중 마그네트론 스퍼터링 증착 및 특성화" (J.Vac.Sc.Techn.A 24(2), 3월/4월 2006, 309 - 316 페이지) 에는, 정방정계 산화지르코늄의 결정질 성분 뿐만 아니라 산화알루미늄의 비정질 성분을 나타내는, 마그네트론 스퍼터링에 의한 나노미터 범위에서의 매우 얇은 산화지르코늄/산화알루미늄 층의 증착이 개시되어 있다.

[0011] WO-A-2007/121954 에는 마그네트론 스퍼터링에 의해 기체상에 경질 물질 층을 생성하는 것이 개시되어 있고, 이 경질 물질 층은 금속 원소 Al, Cr, 및 Si 뿐만 아니라 B, C, N 및 O 그룹으로부터의 비금속 원소를 포함한다. 비금속 원소에서의 산소의 원자비는 30% 보다 크다. 경질 물질 층은, 시스템 Al-Cr-Si-O 에서 결정상 및/또는 혼합상을 포함한다. Fd3m 공간군의 입방정상 또한 R-3C 공간군의 육방정상 둘 다가 형성될 수 있다.

[0012] EP-A-1 029 105 및 EP-A-1 253 215 에는, 초경 금속, 서멧 또는 세라믹 본체 및 DMS (이중 마그네트론 스퍼터링)- PVD 방법을 사용하여 증착되는 경질의 내마모성 또한 내열성 코팅을 가진 금속 가공용 피복된 절삭 공구가 개시되어 있고, 적어도 하나의 층 및 바람직하게는 최외부 층은 Al_2O_3 를 포함하고, 공구 본체 및 Al_2O_3 사이에는, 일단 존재한다면, 금속 원소 Ti, Nb, Hf, V, Ta, Mo, Zr, Cr, W 및/또는 Al 의 금속 질화물 및/또는 금속 탄화물로부터의 다른 층이 형성된다. Al_2O_3 층은 밀집하고 미립자의 결정질 γ - Al_2O_3 를 포함하고 또한 γ -시리트로부터 다른 상을 포함할 수 있다.

[0013] 그리하여, 종래 기술로부터 순수 결정질 및 순수 비정질 시스템 뿐만 아니라 비정질 매트릭스에 결정질 입자를 가진 시스템이 공지되어 있다. 결정질 상은 이중 시스템 또는 공지된 결정질 시스템의 혼합 결정질을 포함한다.

[0014] X-선 회절 및 전자 회절은 결정질 구조에서 나타나는 격자면 간격 (d-값) 을 결정하고 그리고/또는 비정질 구조를 보여주도록 산화금속 층을 조사하는 방법으로서 사용된다. 이러한 면에서, 전자 회절은 10 ~ 50 nm 의 입자 크기를 포함하는 왜곡된 입자를 조사하기 위한 저파장으로 인해 X-선 회절보다 더 유리하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0015] 본 발명의 목적은, 종래 기술에 비하여 개선된 피복 절삭 공구, 특히, 유사한 코팅 구조를 포함하는 절삭 공구에 비하여, 더 높은 경도, 개선된 마모 특성 및/또는 개선된 (저감된) 열전도성을 가지는 피복 절삭 공구를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0016] 본원에 따른 목적은, 기재 주본체 및 이에 도포되는 단일층 또는 다층 코팅을 가진 절삭 공구에 의해 달성되고,
- [0017] 상기 코팅 중 적어도 하나의 층은 PVD 공정 또는 CVD 공정으로 생성되는 산화금속 층이고,
- [0018] 상기 산화금속 층은, 다수의 존재하는 입자내에 구조적 왜곡이 존재하는 입자 구조를 가지고,
- [0019] 입자의 전자 회절 이미지는 최대 격자면 간격 (d_{LIMIT}) 까지 포인트 형상의 반사가 나타나고, 상기 간격 (d_{LIMIT}) 보다 큰 격자면 간격에 대해서는 포인트 형상의 반사가 나타나지 않지만, 비정질 구조에서는 통상적인 강도 분포 (intensity distribution) 가 나타난다.
- [0020] 전자 회절의 바람직한 방법은, 투과식 전자 현미경 (TEM) 이지만, 전자 회절 이미지를 형성하는 다른 방법이 또한 공지되어 있고 적합할 수 있다.
- [0021] 비정질 구조에 통상적인 강도 분포를 또한 발산 (diffuse) 이라고 한다. 본원에 따른 구조를 가진 다수의 존재하는 입자에 대하여 설명하면, 즉 동일한 층에서 다른 입자에 비하여 우세한 개수, 바람직하게는 50% 초과, 특히 바람직하게는 70% 초과, 및 보다 특히 바람직하게는 90% 초과인 것을 의미한다.
- [0022] 산화금속 층에서 본원에 따른 입자 구조의 전자 회절 이미지는 d -값 (격자면 간격) 에 대하여 평가되었고, 산화금속 층의 입자면에서 왜곡을 포함하는 본원에 따른 결정질 구조에 대하여, 소정의 d -값 (d_{LIMIT}) 까지만 포인트 형상의 반사가 나타나는 반면, 상기 d_{LIMIT} 보다 큰 격자면 간격 (d) 에 대해서는 고리 (rings) 에 배열되는 포인트 형상의 반사가 관찰되지 않았지만, 오히려 비정질 구조에서 발견되는 바와 같이 산란된 전자에 대하여 강도 분포가 나타남을 알게 되었다. 실험으로 구한 d -값과 예측되는 d -값 (성분 각각에 대한 표 형태 (예를 들어, ICSD 데이터베이스) 로 이용가능함) 을 비교하면, 상기 d_{LIMIT} 보다 큰 d -값을 가지는 반사가 소실됨을 알았다. d_{LIMIT} 보다 큰 격자면 간격으로, 동일한 성분의 왜곡된 구조에서 예측되거나 발견되는 적어도 하나의 반사는 본원에 따른 구조의 회절 이미지에서 소실되었다.
- [0023] 본원에 따른 산화금속 층의 결정질 구조 등에서 통상적인 회절 이미지에 대해서는 도 1 에서 산화알루미늄 층에 대하여 도시하였다. d -값 (d_{LIMIT}) 이 도시되었고 또한 고리에 배열된 포인트 형상의 반사는 $d < c$ 인 d -값에서만 관찰되는 것으로 나타났다. 회절 이미지에서, d -값은 고리 또는 디스크 형상의 반사의 중심점 쪽으로 증가한다.
- [0024] 표 1 에서는 감마 산화알루미늄에 대하여 예측되는 d -값과 실험으로 결정된 d -값을 비교하여 나타낸다. 이러한 경우에, d_{LIMIT} 는 0.2 nm 이었고, 감마 산화알루미늄의 결정질 구조에서 발생하는 0.2 nm 를 초과하는 격자면 간격을 가진 모든 반사는 나타나지 않았다. 한계값 (d_{LIMIT}) 은 전자-현미경 회절 이미지로부터 정확하게 결정될 수 있고, 그리하여 산화금속 층에서 결정질 구조의 왜곡을 정량화할 수 있다. 산화금속 층에서의 입자가 실제로 장범위 배열 (long-range order) 이 없는 구조를 포함한다는 사실로부터, 고리에 배열된 포인트 형상의 반사가 회절 이미지의 범위 ($d < d_{LIMIT}$) 에서 나타나고 또한 비정질 구조에서 통상적인 강도 프로파일이 상응하는 이미지 영역 ($d > d_{LIMIT}$) 에서 나타남을 알 수 있고, 또한 입자는 회절 이미지의 이미지 영역 둘 다에서 입자의 체적에 비례하여 강도 분포를 제공할 수 있다. 후자 ($d > d_{LIMIT}$) 에 대해서는 TEM 에서 어두운 영역 이미지로 나타내었다.

표 1

표로 만든 데이터		실험으로 결정된
hkl	d-값 [Å]	d-값
111	4.58	-
220	2.81	-
311	2.39	-
222	2.29	-
400	1.98	1.96
422	1.62	1.51
511	1.52	1.38
440	1.40	1.18
444	1.14	1.13
		0.99
		0.87
		0.80

[0025]

[0026]

본원에 따른 공구의 코팅에 존재하는 산화금속 층은 전자 회절, 바람직하게는 투과식 전자 현미경 (TEM), 또한 X-선 회절 (XRD) 과 조합하여 매우 잘 검출될 수 있는 신규한 구조 (novel structure) 를 가진다. 전자 회절 이미지에서, 신규한 구조의 입자 특성부에는 구조적 왜곡이 나타나지만, 그럼에도 불구하고 장범위 배열 또는 결정체 종류가 있을 수 있음을 알 수 있다. 대안으로, 신규한 구조는 또한 X-선 회절 (XRD) 및 경도 측정법과 조합하여 나타낼 수 있다. XRD 에서, 신규한 구조는 적게 나타났지만, 광범위 반사 및 매우 높은 수준의 백그라운드 (background) 강도가 나타났다. 동일한 조성의 순수 비정질 구조보다 현저히 큰 경도가 나타났다. 하지만, 청구범위에 따라서, 신규한 구조는 전자 회절 데이터에 의해 본원에서 한정된다.

[0027]

전자 회절 결과를 참조하여 본원에 따른 산화금속 층의 본원에서 특정된 한정으로 인해, 본원에 따른 산화금속 층의 입자를, 순수 결정질 또는 다결정질 구조, 비정질 구조 또는 비정질 매트릭스에 다결정질 성분을 가진 구조와 구별시킨다. 본원에 따른 산화금속 층의 전자 회절 이미지 또는 이 산화금속 층의 입자 구조는 전술한 구조 중 하나에 대응하지 않지만, 대부분 비정질 매트릭스에 다결정질 성분을 가진 구조와 유사하다. 하지만, 이러한 구조의 경우에, 비정질 구조 또는 이 외의 비정질 구조에 매설된 결정질 성분이 있음을 알 수 있다. 이러한 구조의 전자 회절 이미지는, 본원에 기재된 특징을 가진 본원에 따른 구조의 전자 회절 이미지와 상이하여, 당업자가 용이하게 명확하게 구별할 수 있다.

[0028]

그리하여, 발명자가 이론에 얽매이려는 것이 아니라, 전자 회절 이미지의 결과에 따라서, 개별 입자들은 결정질 구조에서 통상적이고 또한 비정질 구조에서도 통상적인 전자 회절 반사 둘 다를 나타내는 사실로부터 본원에 따른 구조의 특이성을 알 수 있다. 즉, 본원에서는 입자에서의 "구조적 왜곡" 이라고 하고, 그렇지 않으면 결정질로 나타난다.

[0029]

놀랍게도, 본원에 따른 구조는 기재 본체의 코팅 및 전체적인 절삭 공구에 대하여 적어도 2 가지의 유리한 특징을 포함한다. 본원에 따른 종류의 산화금속 층을 가진 코팅은, 동일하거나 유사한 조성 및 두께를 가졌지만 특징적인 구조적 왜곡을 갖지 않거나 또는 특징적인 전자 회절 결과를 제공하지 않는 결정질 산화금속 층보다는 상당히 더 높은 레벨의 경도 (비커스 경도) 를 포함할 수 있음을 알 수 있다. 본원의 바람직한 실시형태에 있어서, 적어도 1 종의 산화금속 층은, 동일한 조성 및 두께로 된 순수 결정질 산화금속 층에 비하여, 10%, 바람직하게는 20%, 보다 바람직하게는 40%, 특히 바람직하게는 70% 높은 비커스 경도를 가진다.

[0030]

예를 들어, CVD 에 의해 증착되는 조대한 결정질 산화알루미늄 층 (3 μm 두께; 본원에 따르지 않음) 에 대하여 1700 HV 의 비커스 경도가 측정되었다. 비교를 위해서, 이중 마그네트론 PVD 공정에 의해서 본원에 따른 종류로 된 동일한 두께 (3 μm) 의 산화알루미늄 층을 증착시켰고, 2300 HV 의 비커스 경도가 측정되었다. 본원에 따른 종류의 산화알루미늄-크롬 층의 경우에, 혼합된 타겟 (70 원자% 의 Al 및 30 원자% 의 Cr) 으로 이중 마그네트론 PVD 공정에 의해 증착됨으로써, 3800 HV 의 비커스 경도가 측정되었다.

- [0031] 그리하여, 전자 회절 이미지에서 그 밖에는 동일한 화학적 조성 및 층 두께를 가진 본원에 따르지 않는 구조와 명확하게 구별될 수 있는, 본원에 따른 구조는 대응하는 결정질 또는 조대한 결정질 구조와 비교하여 경도에 있어서 상당히 증가하는 것으로 나타났다.
- [0032] 이론에 얽매어려운 것은 아니라, 발명자들은, 격자면들의 서로에 대한 상대 슬라이딩을 변경함으로써, 결정질 층 또는 종래 기술에 따른 비정질 매트릭스에 결정질을 가진 결정질 층에 비하여, 본원에 따른 층의 경도에 있어서 비정상적인 증가를 설명하였다. 본원에 따른 종류의 결정질 시스템에서, 결정질 격자면들이 서로에 대하여 슬라이딩함으로써 소성 변형이 발생하고, 가장 밀집하게 패킹된 구조에서의 격자면이 특히 바람직한 슬라이딩면이다. 심한 왜곡에 의한 격자 구조의 붕괴로 인해, 격자면의 슬라이딩 운동이 발생하기가 더 어렵게 되어, 변형 용량을 저감시키고 또한 그에 따라서 경도를 증가시킨다.
- [0033] 게다가, 본원에 따른 층에서는, 순수 결정질 시스템에 비하여 낮은 정도의 열전도성을 나타내고, 또한 공구의 수명면에서 상당한 장점을 제공할 수 있다. 전자 발산 및 XRD 측정의 결과를 참조하여, 발명자들은 입자의 구조적 왜곡이 교란된 구조에서 자유 경로 길이를 저감시키기 때문에 포논 (phonon) 산란을 증가시킨다는 점에서, 대응하는 순수 결정질 시스템에 비하여 열전도성이 저감하는 것을 설명한다. 측정으로부터, 본원에 따른 Al_2O_3 층은 CVD 공정을 사용하여 증착되는 조대한 결정질 Al_2O_3 층보다 약 10% 낮은 비열전도성을 가지는 것으로 나타났다. 그리하여, 본원의 바람직한 실시형태에 있어서, 적어도 1 종의 산화금속 층은, 동일한 조성 및 두께로 된 순수 결정질 산화금속 층에 비하여, 적어도 5%, 바람직하게는 적어도 10%, 특히 바람직하게는 적어도 15% 낮은 열전도성을 가진다.
- [0034] 본 발명의 다른 유리한 실시형태는 이하 설정된다.
- [0035] 본원의 일 실시형태에 있어서, 상기 산화금속 층은 산화알루미늄, 산화알루미늄-크롬, 산화알루미늄-크롬-규소, 산화크롬, 산화규소, 산화이트륨-지르코늄, 산화이트륨-크롬 또는 금속 Al, Cr, Y, V, W, Ni, Ta, Mo, Zr, Hf 및/또는 Si 의 혼합된 산화물을 포함하거나, 상기 산화금속 층은 상기 물질로 된 입자로 구성된다.
- [0036] 본원의 다른 실시형태에 있어서, 산화금속 층은 불가피한 불순물 및/또는 제조 유도 잔류물, 바람직하게는 아르곤 (Ar), 질소 (N_2) 및/또는 헬륨 (He) 을 더 포함한다.
- [0037] 바람직하게는, 본원에 따른 산화금속 층의 입자는 2 nm ~ 5000 nm, 바람직하게는 5 nm ~ 2000 nm, 보다 바람직하게는 10 nm ~ 1000 nm, 특히 바람직하게는 20 nm ~ 100 nm 범위의 평균 입자 크기를 가진다.
- [0038] 유리하게는, 본원에 따른 적어도 1 종의 산화금속 층은 이하의 증착 파라미터로 이중 마그네트론 PVD 공정에 의해 증착될 수 있다:
- [0039] 300 ~ 800°C, 바람직하게는 450 ~ 650°C, 특히 바람직하게는 약 550°C 의 기재 온도,
- [0040] -300 ~ 0 V, 바람직하게는 약 -150 V 의 기재 바이어스,
- [0041] 5 ~ 50 kW, 바람직하게는 약 20 kW 의 전력,
- [0042] 0.2 ~ 0.6 Pa 의 Ar 가스로, 50 ~ 300 sccm, 바람직하게는 150 sccm 의 산소 유동.
- [0043] 본원의 다른 실시형태에 있어서, 적어도 1 종의 산화금속 층의 두께는 0.2 ~ 20 μm 범위, 바람직하게는 0.5 ~ 10 μm 범위, 특히 바람직하게는 1 ~ 5 μm 범위이다.
- [0044] 본원에 따른 적어도 1 종의 산화금속 층은, 특히 바람직하게는 고출력 임펄스 마그네트론 스퍼터링 (HIPIMS), 반응성 마그네트론 스퍼터링 (rMS), 아크 기상 증착 (arc PVD), 이온 도금, 전자 빔 기상 증착 및 레이저 식각으로부터 선택되는 PVD 공정에 의해 생성되는 것이 바람직하다.
- [0045] 본원의 다른 실시형태에 있어서, 적어도 1 종의 산화금속 층 이외에, 상기 코팅은, 혼합된 금속상 및 전술한 화합물들의 상 혼합물을 포함하는, 주기율표의 IVa ~ VIIa 군의 원소 및/또는 알루미늄 및/또는 규소로 된 탄화물, 질화물, 산화물, 탄질화물, 산화질화물 (oxynitrides), 산화탄화물 (oxycarbides), 산화탄질화물 (oxycarbonitrides), 붕화물, 질화붕소, 붕소탄화물 (borocarbides), 붕소탄질화물 (borocarbonitrides), 붕소 산화질화물 (boro oxynitrides), 붕소옥소탄화물 (boro oxocarbides), 붕소옥소탄질화물 (boro oxocarbonitrides), 및 옥소질화붕소 (oxoboronitrides) 를 포함한다.
- [0046] 본원의 다른 실시형태에 있어서, 기재 주본체는 초경 금속, 서멧, 강 또는 고속도 강 (HSS) 로 형성된다.

[0047]

측정 방법

[0048]

1. 전자 회절 (TEM)

[0049]

전자 회절 실험을 본원에서 참조하면, 이러한 실험은 이하의 조건, 측정 파라미터, 장치 등으로 실시된 TEM 측정이다.

[0050]

투과식 전자 현미경:

[0051]

a) 짜이스 (Zeiss) 912 오메가

[0052]

소스 (Source) LaB6

[0053]

전자 회절용 미세 영역 구멍: 750 nm

[0054]

또는

[0055]

b) 지올 (Jeol) 2000FXII

[0056]

소스 (Source) LaB6

[0057]

전자 회절용 미세 영역 구멍: 200 nm

[0058]

샘플 조제: 표면 평행

[0059]

코팅된 기재 본체를 수득하여, 기재 표면에 평행하게 증착된 층을 가진 300 μm 두께의 샘플이 생성되었고, 100 μm 로 박육화되었으며, 초음파 코어 구멍 천공기 (bore) 로 형상 절단되었고 또한 연마 홀더상에서 코팅층과 접착되었다. 그 후, 이 샘플은 기재측에서부터 다양한 입자 크기 (50 μm , 25 μm , 9 μm 및 3 μm) 를 가진 다이아몬드 필름상에서 연삭함으로써 20 μm 까지 수동으로 박육화되었다. 그 후, Al 링은 접착되었고, 샘플은 기재측으로부터 아르곤 이온으로 4 kV, 25 mA 에서 이온 에칭 설치물 (Baltec RES 100) 에서 에칭되었고 또한 전자 투명해질 때까지 박육화되었다.

[0060]

샘플 조제: 단면

[0061]

코팅된 기재 본체를 수득하여, 기재 표면에 평행하게 기재 재료를 분리시킴으로써, 증착된 코팅을 가지고 잔류 두께가 1 mm 인 샘플이 생성되었다. 1 mm 두께의 잔류부 중 2 개는 표면 (코팅의 외측; 면끼리) 에서 함께 접착되었고, 이 샌드위치로부터 작은 스트립부가 절단되었으며, 스트립부는 작은 튜브부에 매설되었다. 상기 튜브부는 디스크로 절단되었고, 이 디스크는 양측으로부터 다이아몬드 필름에 의해 연마되었으며, 양측은 오폭해졌다. 4 kV, 25 mA 에서 이온 에칭 설치물 IPIS 에 의해 양측으로부터 에칭을 실시하였다.

[0062]

2. XRD

[0063]

XRD 측정을 본원에서 참조하면, 이 XRD 측정은 이하의 조건, 측정 파라미터, 장치 등에 의해 실시되었다.

[0064]

XRD 측정은, 30 KV 의 양극 전압에서 코발트 음극을 가진 복사선 공급원을 사용하여 브루커 (Bruker) 로부터 미세회절측정기 (microdiffractometer) 에서; 30 mA 의 양극 전류에서, 흑연 주 분광기 (monochromator) (그리하여, 공급원으로부터 Co-K α 복사선만이 사용됨) 에서 실시되었다. 검출기는 브루커 XAS D8-GADDS 디스커버리 검출기이었다. X-선 빔은 단일모세관으로 300 μm 의 직경에 집중되었다.

[0065]

측정 형상: 비스듬하게 입사 (입사각은 일정하고, 브래그 각 (Bragg angle) 은 변경됨)

[0066]

3. 비커스 경도 결정

[0067]

본원에서 비커스 경도 측정을 참조하면, 이 비커스 경도 측정은 이하의 조건, 측정 파라미터, 장치 등으로 실시되었다.

[0068]

경도 측정은 1 min 의 부하 주기 (부하비 = 15 mN/min) 로 15 mN 의 시험 부하로 Fischerscope@H100 (독일 Sindelfingen 에 소재하는 Helmut Fischer GmbH) 에서 실시되었다. 비커스 피라미드가 시험 선단으로 사용되었다. 천공 깊이의 해상도 (resolution) 는 ± 2 nm 이었고, 부하의 해상도는 ± 0.04 mN 이었다. 측정하기 전에, 샘플은 표면 조도때문에 연마되어 소자 (demagnetised) 되었다.

[0069]

4. 열전도성 결정

[0070]

본원에서 열전도 측정을 참조하면, 이 열전도 측정은 이하의 조건, 측정 파라미터, 장치 등으로 실시되었다.

- [0071] 열전도를 측정하기 위해서, 코팅을 가진 기재는 표면 중 단지 하나상에서 81℃ 온도까지 균일하게 가열되었다. 그 후, 이 가열을 종료하고, 상기 기재는 코팅된 측을 양호한 열 전도체인 대형 금속부에 도포한다. 기재는 이러한 측정 작업에서 열 저장소로서 작용한다. 양호한 열 전도체인 대형 금속부는, 기재 가열 온도 이하, 바람직하게는 주변 온도인 적절하게 일정한 온도에서 가열조 (heating bath) 로서 작용한다. 가열 유동은 열 저장소로부터 코팅을 통하여 가열조로 유동하고, 그럼으로써 기재를 냉각시킨다. 측정값은, 시간에 따라서, 코팅으로부터 멀리 떨어진 기재측상의 기재 온도이다. 비열전도 상수는 냉각 곡선으로부터 결정되었다. 실험은 비교할 다양한 층에 대하여 동일한 조건하에서 실시되었다.
- [0072] 본 발명의 신규한 코팅은, 절삭 공구의 내마모성, 수명 및/또는 절삭 특성을 개선시키고 그리고/또는 적합화하는 가능한 방법에 의해 광범위한 스펙트럼을 펼친다.
- [0073] 절삭 공구상의 코팅의 내마모성, 수명 및 절삭 특성은 다양한 인자, 예를 들어 절삭 공구의 주 본체의 재료, 코팅에서의 층의 시킨스, 특성 및 조성, 다양한 층의 두께, 및 특히 절삭 공구로 실시되는 절삭 작업의 특성에 따른다. 상이한 레벨의 내마모성은, 가공할 작업물의 특성, 각각의 가공 공정 및 가공 작업, 예를 들어 고온 성장 또는 부식성 냉각 유체의 사용 등의 다른 조건에 따라서, 하나의 동일한 절삭 공구에 대하여 발생한다. 또한, 가공 작업에 따라서, 공구의 사용 수명, 즉 수명을 더 크게 또는 더 적게 정도로 영향을 줄 수 있는 상이한 종류의 마모간을 구별한다. 그리하여, 절삭 공구의 추가의 개량 및 개선은, 어떠한 공구의 특성이 개선되는지 또한 종래 기술에 비하여 필적가능한 조건하에서 평가되는지에 대하여 항상 고려된다.
- [0074] 동일한 재료로 된 코팅으로 종래 기술에 비하여 본원에 따른 코팅에 의해 개선되는 절삭 공구의 주요 특성으로는 상기 코팅의 경도이다. 본원에 따른 현저하게 높은 코팅의 경도는 TEM 측정에 따라서 본원에 따른 코팅에 의해 발견되는 유일한 구조적 특성에 기여한다.
- [0075] 산화금속 층 또한 이와 관련된 통상적으로 본원에 따른 코팅에 의해 놀랍게 달성되는 전체 층의 열전도성 저감은, 금속 및 복합 물질의 절삭 가공시에 상기 절삭 공구를 사용하면 매우 긍정적인 효과를 가진다. 열전도성의 저감으로 인해, 내열충격성을 향상시키고 또한 그리하여 콤 균열 (comb cracking) 에 대한 저항을 증가시킨다.
- [0076] 본원에 따른 소정의 실시형태에 대한 본원에 기재된 모든 개별 특징은, 기술적으로 의미있고 가능한 한, 본원에 따른 실시형태의 모든 다른 기재된 특징과 조합될 수 있고, 이러한 조합은 본원의 상세한 설명내에 기재되어 있다. 그리하여, 보다 잘 파악가능하게 하기 위해서 본원에서는 모든 가능합 조합에 대한 개별적인 구별을 없앴다.
- [0077] 본 발명의 다른 장점, 특징 및 실시형태는 이하의 실시예에 의해 설명된다.

도면의 간단한 설명

- [0078] 도 1 은 본원에 따른 산화알루미늄 층의 회절 이미지를 도시한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0079] 초경 금속 기재에는 PVD 코팅 설치물 (Flexicoat; 네덜란드 Venlo 에 소재하는 Hauzer Techno Coating BV) 에서 이중 마그네트론 공정으로 단일층 코팅이 형성되었다. 이 기재의 형상은 SEHW120408 또는 ADMT 160608-F56 (DIN-ISO 1832 에 따름) 이었다. 층을 증착하기 전에, 설치물은 1×10^{-5} mbars 로 평가되었고, 초경 금속 표면은 170 V 바이어스 전압으로 아르곤 이온 에칭에 의해 세정되었다.

- [0080] **실시예 1**

- [0081] **산화금속: Al₂O₃**

- [0082] - PVD 공정: 이중 마그네트론

- [0083] - 타겟: Al 사각형 타겟 (81 cm × 16 cm)

- [0084] - 증착: 기재 온도: 550℃

- [0085] 기재 바이어스 전압: -150 volts

- [0086] (DC 펄스화 100 kHz, 2 μs 오프 타임)

[0087]	전력:	20 kW
[0088]	산소 유동:	0.6 Pa 로 150 sccm
[0089]		Ar 가스
[0090]	층 두께:	2.1 μm

[0091] 비교예 1

[0092] 산화금속: Al_2O_3

[0093]	- PVD 공정:	단일 마그네트론
[0094]	- 타겟:	Al 사각형 타겟 (81 cm \times 16 cm)
[0095]	- 증착:	기재 온도: 550 $^{\circ}\text{C}$
[0096]		기재 바이어스 전압: -120 volts
[0097]		전력: 10 kW
[0098]		산소 유동: 0.6 Pa 로 150 sccm
[0099]		(Ar 가스)
[0100]		층 두께: 1.9 μm

[0101] 실시예 2

[0102] 산화금속: $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$

[0103]	- PVD 공정:	이중 마그네트론
[0104]	- 타겟:	Al/Cr - (70/30 원자%) 사각형 타겟 (81 cm \times 16 cm)
[0105]	- 증착:	기재 온도: 550 $^{\circ}\text{C}$
[0106]		기재 바이어스 전압: -100 volts
[0107]		(DC 펄스화 70 kHz, 4 μs 오프 타임)
[0108]		전력: 20 kW
[0109]		산소 유동: 0.2 Pa 로 150 sccm
[0110]		(Ar 가스)
[0111]		층 두께: 3.3 μm

[0112] 비교예 2

[0113] 산화금속: $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$

[0114]	- PVD 공정:	아크 기상 증착
[0115]	- 타겟:	Al/Cr - (70/30 원자%) 원형 소스 (16 cm 직경)
[0116]	- 증착:	기재 온도: 550 $^{\circ}\text{C}$
[0117]		증발기 전류: 2 \times 160 A
[0118]		바이어스 전압: -60 V (양극성)

[0119] 산소 유동: 150 sccm (Ar 가스 없음)

[0120] 층 두께: 2.5 μm

[0121] TEM 측정 결과에서는, 실시예 1 및 실시예 2 에 따른 Al_2O_3 및 $(\text{Al},\text{Cr})_2\text{O}_3$ 층이 대부분의 존재하는 입자내에 구조적 왜곡을 갖지만 그럼에도 불구하고 일종의 광범위 배열 또는 결정질이 있는 본원에 따른 구조를 가지는 것으로 나타났다. XRD 에서, 코팅은 몇 개이지만 광범위한 반사 및 백그라운드에 대한 매우 높은 레벨의 강도를 나타내었다.

[0122] 이와는 반대로, TEM 및 XRD 측정 결과에서는, 또한 비교예 1 에 따른 Al_2O_3 는 완전히 비정질이었고, 비교예 2 에 따른 $(\text{Al},\text{Cr})_2\text{O}_3$ 층은 결정질인 것으로 나타났다.

[0123] 실시예 및 비교예에 따른 층의 비커스 경도를 결정하기 위한 작업에서는, 본원에 따른 구조가 동일한 조성으로 된 비정질 구조보다 현저히 더 높은 레벨의 경도를 가지는 것으로 나타났다 (표 2 참조).

[0124] 표 2 : 비커스 경도 결정

	비커스 경도 [HV]
[0125] 실시예 1:	2720 HV
[0126] 비교예 1:	1064 HV
[0127] 실시예 2:	3800 HV
[0128] 비교예 2:	2500 HV

[0130] 열전도성

[0131] 전술한 방법에 따라서, 층 두께에 대해서, 실시예 1 에 따른 Al_2O_3 코팅의 열전도성은 CVD 공정에서 증착된 조대한 결정질 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 코팅 (층 두께: 5 μm) 에 비교되었다. 본원에 따른 Al_2O_3 코팅의 열전도성은, 실시예 1 에 따라서, CVD 공정을 사용하여 도포되는 코팅보다 약 10% 낮았다.

[0132] 밀링 시험

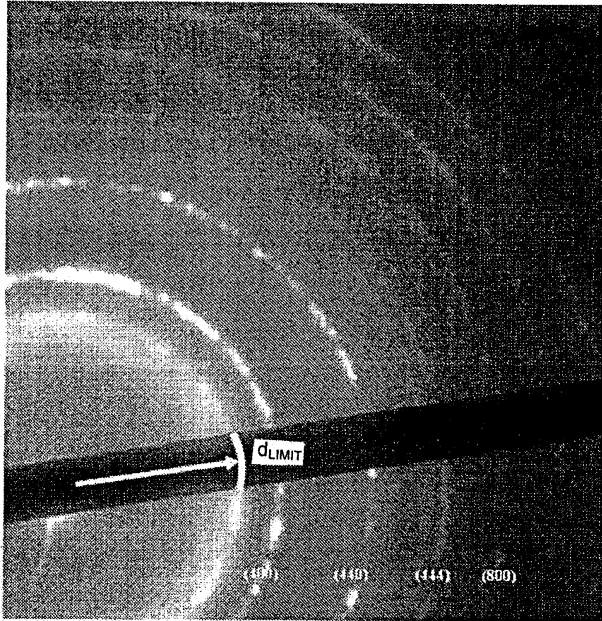
[0133] 42CrMoV4 강 (1.7226; 강도: 850 MPa) 을 포함하는 작업물에서의 밀링 시험시, 실시예 및 비교예로부터의 절삭 공구를 조사하였다. 이러한 시험에서, 밀링은, 절삭 속도 $V_c = 235 \text{ m/min}$, 날 이송률 $f_z = 0.2 \text{ mm/날}$ 및 절삭 깊이 3 mm 에서 윤활제를 냉각시키지 않고 다운컷 모드에서 실시되었다. 공구 직경은 125 mm 이었고, 절삭 폭은 98 mm 이었으며, 돌출 (overhang) 은 5 mm 이었고, 경사각 κ 은 45° 이었으며, 전방 경사각은 0° 이었다. 마모는, 릴리프면에서, 800 mm, 1600 mm, 2400 mm, 3200 mm, 4000 mm 및 4800 mm 의 거리를 밀링한 후, (주절삭날에서) mm 단위로 평균 마모 표시 폭 (VB) 로서 측정되었다. 이하의 마모 표시 폭 (V_{Bmax}) 을 볼 수 있다 (표 3):

[0134] 표 3: 밀링 시험

[0135] 밀링 거리 [mm]	마모 표시 폭 (V_{Bmax}) [mm]	
	실시예 1	비교예 1
[0136] 800	0.02	0.03
[0137] 1600	0.03	0.05
[0138] 2400	0.03	0.06
[0139] 3200	0.04	0.09
[0140] 4000	0.06	0.12
[0141] 4800	0.08	0.13

도면

도면1



본원에 따른 산화알루미늄 층의 회절 이미지;
 d_{LIMIT} 는 표시되어 있고, 고리에 배열된
 포인트 형상의 반사는 표 1 에 따라 표시됨