

Coated Si_3N_4 -TiC Ceramic 공구의 마모 특성

김동원·권오관·이준근·천성순

한국과학기술원

Wear Characteristics of Coated Si_3N_4 -TiC Ceramic Tool

Dong Won Kim, Oh Kwan Kwon, Jun Kun Lee and Sung Soon Chun

Korea Advanced Institute of Science and Technology

ABSTRACT

Titanium carbide(TiC), Titanium nitride(TiN), and Titanium carbonnitride(Ti(C,N)) films were deposited on Si_3N_4 -TiC composite cutting tools by chemical vapor deposition(CVD) using TiCl_4 - CH_4 - H_2 , TiCl_4 - N_2 - H_2 , and TiCl_4 - CH_4 - N_2 - H_2 gas mixtures, respectively.

The experimental results indicate that TiC coatings compared with TiN coatings on Si_3N_4 -TiC ceramic have an improved microstructural property, good thermal shock resistance, and good interfacial bonding. However TiN coatings compared with TiC coatings have a low friction coefficient with steel and good chemical stability.

It is found by cutting test that coated insert compared with Si_3N_4 -TiC ceramic have a superior flank and crater wear resistance. And multilayer coating compared with monolayer coating shows a improved wear resistance.

1. 서 론

현재 세계적으로 사용되는 절삭공구의 대부분은 steel[1]이나 cemented carbide[2]로 되어있고, 일부분으로 요업체 절삭공구 등이 사용되고 있다. 이들 재료 중에서 cemented carbide는 낮은 경도, 소성변형, 고온화산 등이 발생하므로 공구의 수명을 단축시킨다. 따라서 이와같은 단점을 보완하기 위해 요업체 재료가 최근 주목을 받고 있다. 그 중에서도 본 실험에 사용된 Si_3N_4 -TiC 요업체 재료는 다른 요업체 재료에 비해 고온에서 기계적 성질과 내열성, 내충격성, 내마모성, 내산화성 등이 우수하여 절삭공구 뿐만 아니라 가스터빈, 고온구조재료써 주목을 받고 있다[3]. 따라서 이 재료는 주철이나 초합금을 절삭할 때 우수한 성능을 나타낸다. 그

러나 요업체 절삭공구 중에서 경도가 낮은 편에 속하며, Fe, Mn, O와 Si_3N_4 가 화학적 반응을 일으켜서 steel을 절삭할 때 심한 상면마모가 발생하기 때문에 우수한 성능을 나타내지 못하고 있는 실정이다[4, 5]. 따라서 이러한 단점을 보완하기 위해 공구의 표면에 보호피막을 입히는 것이 필수적이다.

본 연구에서는 각 증착층들의 미소경도, 열충격 저항, steel과의 마찰계수를 측정하였으며, 최종적으로 절삭시험을 통하여 증착층들의 내마모성을 조사, 규명하였다.

2. 실험방법

증착층의 화학적 분석을 위해 Auger Electron Spectroscopy(AES) 및 Electron Spectroscopy

for Chemical Analysis(ESCA)를 사용하였다. 본 실험에 사용된 AES 분석기는 PH 1610 SAM이며, $0.15 \mu\text{A}$ 와 3kV 하에서 측정되었다. 또한 본 실험에 이용된 ESCA는 Perkin-Elmer ESCA 5400 Spectrometer이며, ion current density는 $19 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 이며, 기본 진공도는 2×10^{-8} torr이었다.

증착층의 마찰계수를 측정하기 위하여 LFW-1 Wear tester를 사용하였으며, dry condition 하에서 AISI 4140인 steel을 Against Metal로 사용하였다.

절삭작업은 American사 선반을 사용해서 turning operation을 하였다. 이때의 절삭조건은 다음과 같다.

Work material ; FC 35 type steel

Cutting speed ; 250 m/min

Feed rate ; 0.2 mm/rev

Depth of cut ; 1.5 mm

Cutting fluid ; dry

절삭공구의 마모를 측정하기 위해 flank wear(V_B)와 crater wear(K_T)는 각각 tool makers microscope와 Talor-Hobson사 Talysurf을 사용하여 구하였다. 또한 각각의 마모된 형태를 광학 현미

경으로 관찰하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3-1. Si_3N_4 -TiC composite ceramic의 특성

본 시편을 만들기 위한 조합비율은 62 wt. % Si_3N_4 , 30 wt. % TiC, 6 wt. % Y_2O_3 , 2 wt. % Al_2O_3 이다. 시편의 제조는 각 분말을 위의 조성별로 평량하여 혼합한 다음, 건조 및 하소한 후 hot pressing ($1,750^\circ\text{C}$, $350 \text{ kg}/\text{cm}^2$ 분위기)를 하였다. 시편의 크기는 $14.8 \text{ mm} \times 14.8 \text{ mm} \times 4.8 \text{ mm}$ 로 직접 절삭공구로 사용가능한 시편이다. Substrate의 밀도는 $3.68 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이며, 경도는 $1,500 \text{ kg}/\text{mm}^2$ 의 값을 나타내었다.

본 실험에 substrate로 사용되는 ceramic의 성분을 분석하기 위해 X-ray diffractometer(XRD)와 Auger Electron Spectroscopy(AES)을 사용하였다. X-선 분석결과를 Fig. 1에 나타내었다. 실험결과를 통해 관찰되듯이, 시편내의 Si_3N_4 는 모두 β - Si_3N_4 형태였으며 나머지는 TiC peak를 나타내고 있었다. 위의 결과를 뒷받침하기 위해 AES 분석결과를 Fig. 2에 나타내었다. 또한 Fig. 2에 전형

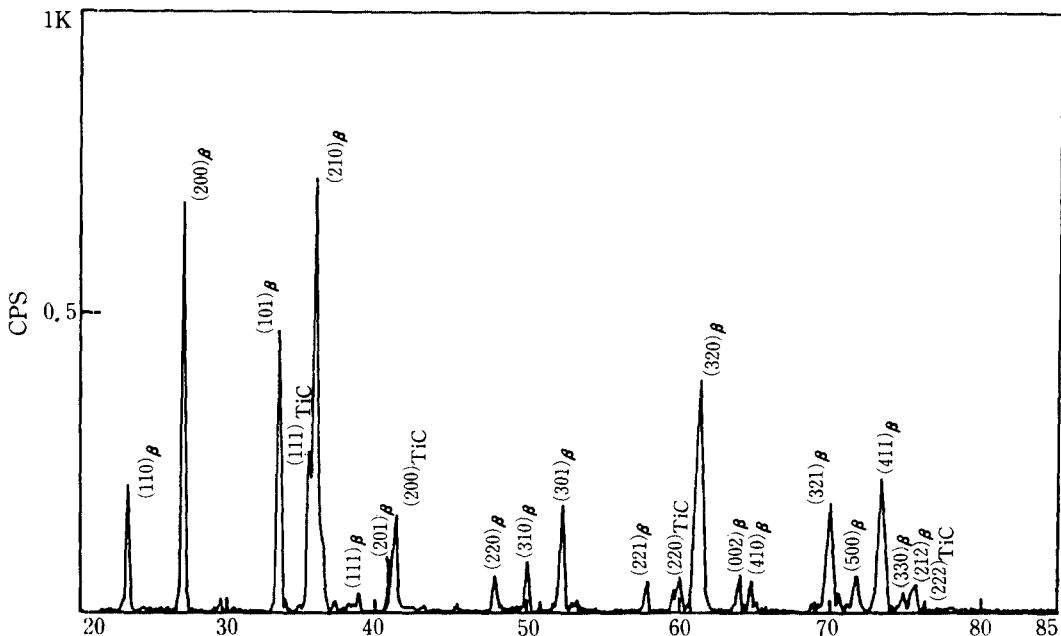


Fig.1. X-ray diffraction patterns for Si_3N_4 -TiC ceramic specimens.

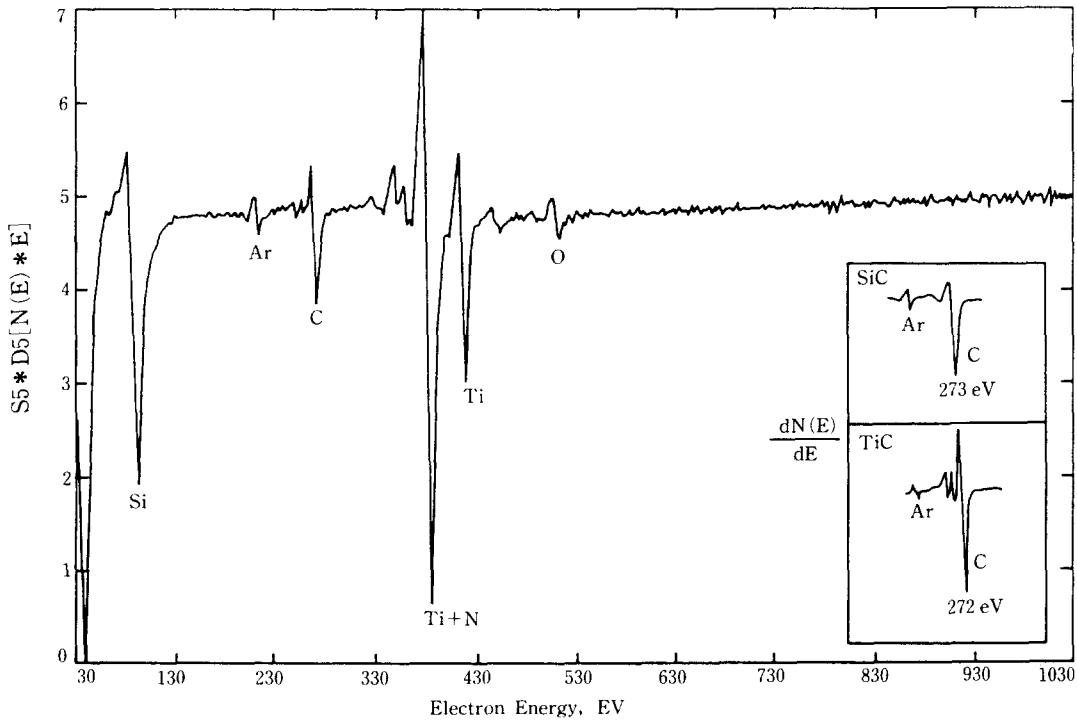


Fig.2. AES spectra of Si_3N_4 -TiC ceramic.

적인 SiC와 TiC의 carbon peak 형태도 도시하였다. 실험결과로부터 시편내의 carbon 형태는 TiC 형태의 carbide로 존재함을 알 수 있으며, Si는 383 eV에 존재하는 N와 결합하여 Si_3N_4 로 존재하고 있음을 확인하였다. 따라서 Si_3N_4 와 TiC 간에는 화학적 반응이 없었으며, 이같은 결과는 Mah et al의 결과와 일치하였다[6]. Si_3N_4 내에 존재하는 TiC 입자들은 파괴인성값을 증가시키는 역할을 한다.

위와 같은 ceramic은 주철을 절삭할 때 높은 절삭속도에서 사용가능하며 이로 인하여 높은 생산성을 나타낸다. 그러나 주철보다도 강한 재료를 절삭하기에는 경도가 부족하며, 또한 steel을 절삭할 때 피삭재내에 존재하는 Fe, Mn 등과 Si_3N_4 가 반응하여 심한 crater wear를 나타낸다. 이러한 단점을 방지하기 위해 ceramic 표면에 hard coating을 하여 우수한 기계적 성질을 갖도록 하는 것이 가장 적합한 방법으로 생각된다.

3-2. TiC와 TiN coating의 특성

Si_3N_4 -TiC ceramic 표면에 증착된 TiC 및 TiN

coating층들의 특성을 Table 1에 요약하여 나타내었다. Si_3N_4 -TiC ceramic 표면에 증착된 TiC층이 TiN층에 비해 미소경도, 미세구조적 성질, 결합강도 및 열충격저항들이 우수한 반면에, TiN층은 TiC층에 비해 steel과의 마찰계수가 낮고 chemical stability가 우수하였다. 따라서 이와같은 각각의 coating층에서 얻을 수 있는 우수한 상반된 성질들을 복합시키기 위해 Si_3N_4 -TiC ceramic 표면에 multilayer coating(TiC/Ti(C, N)/TiN)을 하는 것은 우수한 내마모성을 얻기 위해 매우 바람직한 것으로 생각된다.

3-3. Coated ceramic tool의 마모성질

실제로 절삭시험을 통하여 Si_3N_4 -TiC insert와 coated insert간에 내마모성을 비교하여, coating층의 효과를 고찰하여 보기로 하자. Fig. 3에는 Si_3N_4 -TiC 및 coated ceramic들이 steel을 절삭할 때 나타나는 flank wear 거동을 절삭시간에 따라 나타내었다. 이에 대한 절삭시험조건은 실험방법에서 설명하였다. 실험결과에서 관찰되듯이 Si_3N_4 -TiC

Table 1. Microstructural and mechanical properties of TiC and TiN coating on Si_3N_4 -TiC ceramic.

Coating material	Microstructure*	Interfacial width** (μm)	Microhardness (kgmm^{-2})	Thermal shock resistance	Friction coefficient with steel***	Chemical stability
TiC	Randomly oriented equiaxed structure	1.3	2650	good	0.44	good
TiN	Columnar structure with (220) preferred orientation	0.6	1700	poor	0.33	very good

* Microstructure at stoichiometric composition.

***This value is measured by AES depth profile.

***The friction coefficient in dry condition.

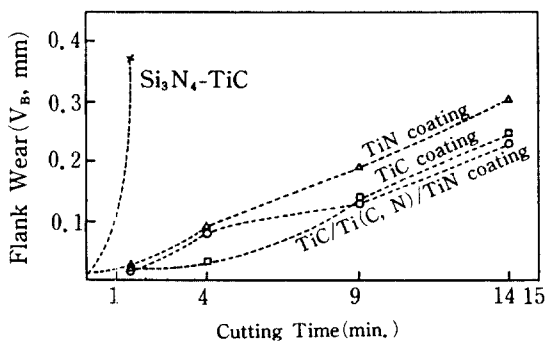


Fig.3. Average flank wear with time for different tools(cutting spnd: 250m/min, feed rate: 0.3 mm/rev, depth of cut: 1.5 mm, workmaterial: SM48C, cutting fluid: dry).

ceramic에 비해 TiN coated insert의 경우 내마모성이 약 9배 정도 증가하였으며, TiC 및 multilayer coated insert의 경우에는 내마모성이 약 12배 정도 증가하였다.

이와 같이 coated insert의 경우 uncoated insert에 비해 내마모성이 증가하는 이유에 대해 고찰하여 보기로 하자. Flank wear는 주로 abrasive wear와 diffusion wear에 의해 발생된다[7]. Abrasive wear에 가장 큰 영향을 공구의 표면경도, 피삭재의 hard particle 및 마찰시 soft 재료에서 발생하는 ploughing들이다. 반면에 diffusion wear는 주로 마찰열에 의해 영향을 많이 받는다[7].

TiC coated insert의 경우, TiC층의 표면경도 ($2,650 \text{ kg/mm}^2$)가 Si_3N_4 -TiC의 표면경도 ($1,500 \text{ kg/mm}^2$)보다 훨씬 크기 때문에 abrasive wear가

매우 적게 발생하며, 또한 steel과 TiC coating층의 마찰계수 (0.44)가 steel과 Si_3N_4 -TiC의 마찰계수 (0.58)보다 적으므로 마찰열이 덜 발생하여 diffusion wear도 덜 발생한다. 따라서 TiC coated insert의 경우, Si_3N_4 -TiC ceramic에 비해 Flank wear가 덜 발생하게 된다.

TiN coated insert의 경우, steel과 TiN coating층의 마찰계수 (0.33)가 steel과 Si_3N_4 -TiC 세라믹의 마찰계수 (0.58)에 비해 훨씬 적으므로, TiN coating층의 경우가 Si_3N_4 -TiC보다 thermal softening이 덜 발생하여 TiN coating의 고온경도가 Si_3N_4 -TiC의 고온경도보다 크기 때문에 abrasive wear가 덜 발생한다. 또한 steel과 TiN coating층의 마찰계수가 적으므로, 마찰열에 의한 diffusion wear도 덜 발생한다. 따라서 TiN coated insert의 경우, Si_3N_4 -TiC 세라믹에 비해 Flank wear가 덜 발생한다.

TiC coating층의 표면경도 ($2,650 \text{ kg/mm}^2$)가 TiN coating층의 표면경도 ($1,700 \text{ kg/mm}^2$)보다 훨씬 크므로, flank wear TiN coated insert 일 때보다 TiC coated insert에서 덜 발생하게 된다고 생각된다.

Fig. 4는 flank face에서 발생된 마모형태를 광학 현미경으로 관찰하여 나타낸 결과이다. Si_3N_4 -TiC ceramic은 1분 30초 절삭 후에, coated insert들은 14분 절삭 후에 발생된 마모형태이다. Fig. 4에서 관찰되듯이, Si_3N_4 -TiC ceramic에서 average flank wear width (V_B)가 가장 넓게 나타났으며, multilayer coated insert의 경우에 V_B 가 제일 좁게

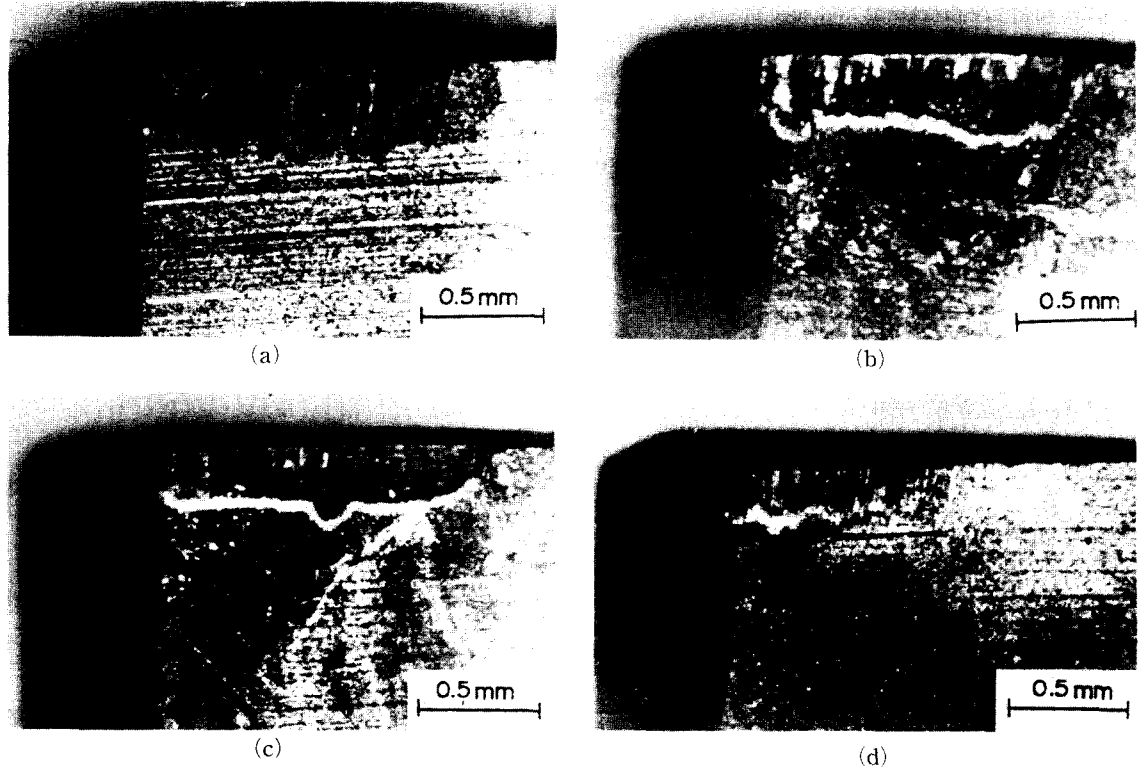


Fig.4. Flank wear of different tools(feed rate: 0.3 mm/rev, depth of cut: 1.5 mm) (a) Si_3N_4 -TiC ceramic(1.5 min), (b) Si_3N_4 -TiC/TiN coating(14 min), (c) Si_3N_4 -TiC/TiC coating(14 min), (d) Si_3N_4 -TiC/multilayer coating(14 min).

나타났다. 따라서 flank wear는 Si_3N_4 -TiC 세라믹에서 제일 심하게 발생하였으며, multilayer coating된 insert에서 가장 적게 발생하였음을 알 수 있다.

Fig.5에는 steel을 절삭할 때 나타나는 crater wear 거동을 절삭시간에 따라 나타내었다. Si_3N_4 -TiC 세라믹에 비해, TiC coated insert의 경우 내마모성이 8배 정도 증가하였으며, TiN 및 multilayer coating된 insert의 경우는 Si_3N_4 -TiC 세라믹에 비해 12배 정도 증가하였다.

Crater wear는 adhesive와 diffusion wear에 의해 주로 발생된다[7-9]. 따라서 steel과 insert와의 마찰계수 및 Fe와의 반응성 정도가 crater wear에 가장 큰 영향을 미친다[9].

Si_3N_4 -TiC 세라믹에서 crater wear가 심하게 나타나는 이유는 다음과 같다. steel을 절삭할 때 steel내에 존재하는 Fe, Mn 등과 같은 원소들이

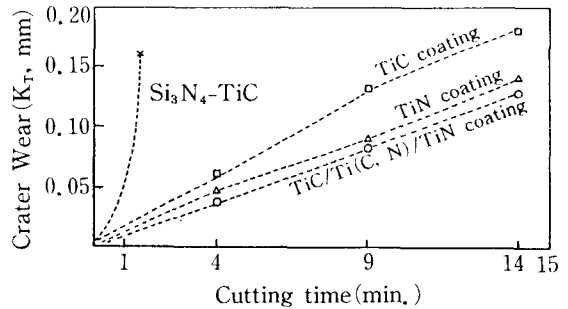


Fig.5. Crater wear with time for different tools(cutting speed: 250m/min, feed rate: 0.3 mm/rev, depth of cut: 1.5 mm, workmaterial: SM48C, cutting fluid: dry).

crater face에 부착되어 심한 adhesive wear를 발생시키는 것으로 보고되었다[9, 10]. 또한 steel과 Si_3N_4 -TiC 세라믹과의 마찰계수 (0.58)가 크므로, 마찰열에 의해 diffusion wear가 심하게 발생한다.

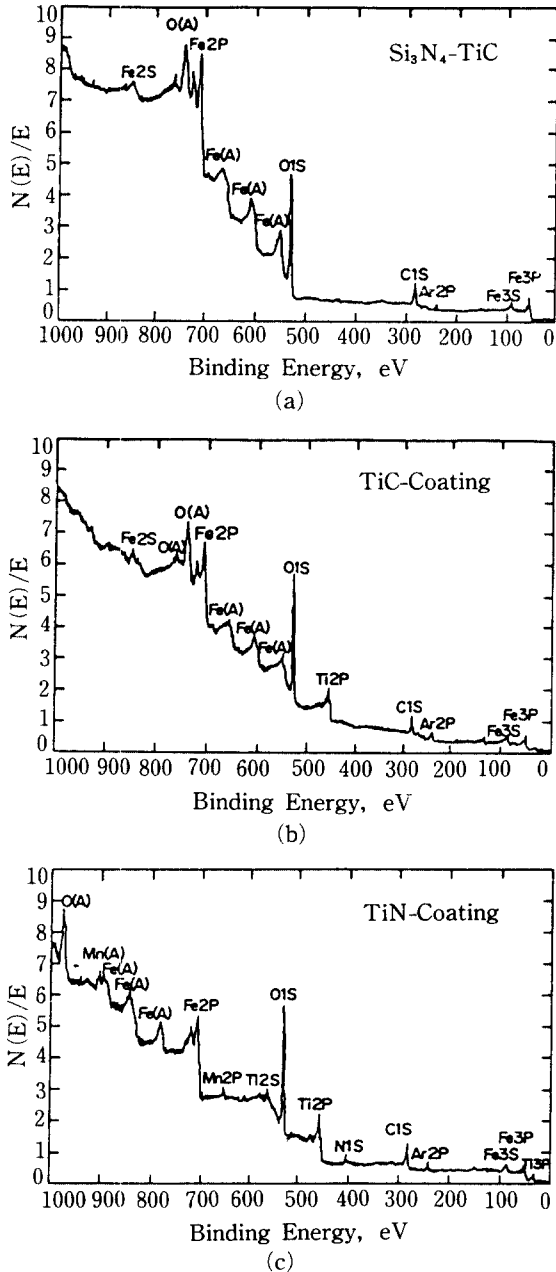


Fig.6. ESCA spectrum of Si_3N_4 -TiC coating, and TiN coating after cutting.

따라서 Si_3N_4 -TiC 세라믹에서 심하게 crater wear가 발생되는 것으로 생각된다.

실제로 절삭시험 후에 uncoated insert 및 coated insert들의 crater면에 존재하는 성분 원소

들을 확인하기 위해 ESCA 분석하였다. 절삭 후에 각각 insert들의 ESCA spectrum을 Fig. 6에 나타내었다. Si_3N_4 -TiC 세라믹의 경우는 1분 30초 절삭 후에, coating층들은 9분 절삭 후에 나타난 표면상태이다. Fig. 6에서 쉽게 관찰되듯이, Fe원소가 crater면에 부착되어 crater wear를 발생시킴을 확인할 수 있다. 또한 Fig. 6(a) 및 (b)의 경우에는 X-ray source로 Mg을 사용하여 Mn 2p (652 eV) peak와 Fe(A) (659 eV) peak가 중첩되기 때문에 Mn원소의 존재를 확인하기 어려웠으나, Al X-ray source를 사용한 경우 (Fig. 6(c))에는 Mn 2p peak와 Fe(A) peak가 중첩되지 않아 Mn원소의 존재를 확인할 수 있었다. 따라서 steel내의 Fe원소 이외에 Mn원소도 crater wear를 발생시키는 원소임을 알 수 있었다. 또한 Fig. 6을 자세히 관찰하여 산화물 존재를 확인하면, coated insert의 경우 (Fig. 6(b), (c))에는 Fe_2O_3 이외에 titanium oxide층이 존재하였으나 Si_3N_4 -TiC 세라믹의 경우 (Fig. 6(a))에는 Fe_2O_3 층만이 존재하였다. 이와같은 사실을 확인하기 위해, 절삭후 coated insert에 대한 Ti 2p peak의 ESCA spectrum을 Fig. 7에 나타내었다. 즉, TiC coating의 경우 (Fig. 7(a)), Ti 화합물은 TiO_2 , TiO 및 TiC 형태로 존재하였으며, TiN coating의 경우 (Fig. 7(b))에는 TiO_2 와 TiN의 Ti 화합물이 존재함을 확인할 수 있었다. 결국, coated insert의 경우에는 TiC 및 TiN coating층 이외에 titanium oxide층이 존재하였다. 이와같은 TiO_2 층은 TiC 및 TiN coating층과 함께 존재하여 고온에서 고체 윤활제 역할을 하며, 또한 피삭제 내의 Fe원소가 insert내로 확산하지 못하도록 diffusion barrier 역할을 한다고 보고되었다[11, 12]. 따라서 diffusion이나 adhesive wear가 발생하지 않도록 억제하여 주는 역할을 한다.

결론적으로 coated insert의 경우가 uncoated insert에 비해 crater wear가 덜 발생하는 이유는, TiC 및 TiN coating이 Si_3N_4 -TiC 세라믹에 비해 steel과의 마찰계수 및 Fe와의 용해도가 적으며, 절삭할 때 TiO_2 층이 각각의 coating층과 함께 존재하여 윤활제 및 diffusion barrier 역할을 하기 때문이다. 또한 TiN층이 TiC coating층에 비해 crater wear가 덜 발생하는 이유는, 앞에서 관찰한 바와

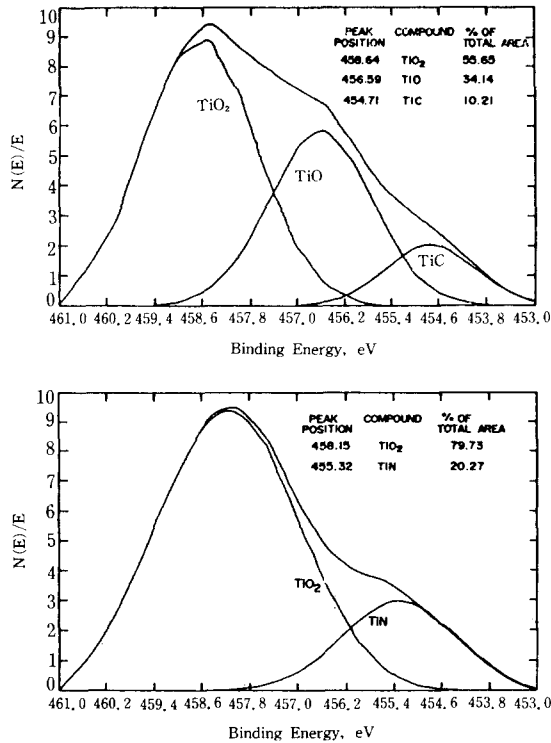


Fig.7. ESCA spectrum of the 2P peak of TiC and TiN coating after sputter cleaning: (a) TiC coating, (b) TiN coating.

같이 TiN coating층이 TiC coating층에 비해 steel과의 마찰계수 및 Fe와의 용해도가 낮기 때문이다.

Fig. 8에는 crater면에서 발생된 마모 형태를 광학현미경으로 관찰하여 나타내었다. Si₃N₄-TiC 세라믹의 경우는 1분 30초 절삭 후에, coating층들은 14분 절삭 후에 나타난 마모형태이다. Fig. 8에서 관찰되듯이, Si₃N₄-TiC 세라믹에서 가장 심하게 마모되었으며, multilayer coated insert에서 마모가 제일 적게 발생하였음을 알 수 있었다.

마지막으로 monolayer coating층과 multilayer coating층 간에 내마모성을 비교·분석하여 보자.

실제로 절삭작업을 할 때, flank와 crater가 동시에 발생하며, 이중 심하게 일어나는 마모에 의해 공구의 수명이 단축된다. Fig. 3과 Fig. 5에서 관찰한 바에 의하면, TiN coating층은 flank wear에 의해 쉽게 마모가 발생하며, TiC coating층은 crater wear에 의해 우선적으로 마모가 일어난다. 그러나 multilayer coating (TiC/Ti(C, N)/TiN)층의 경우

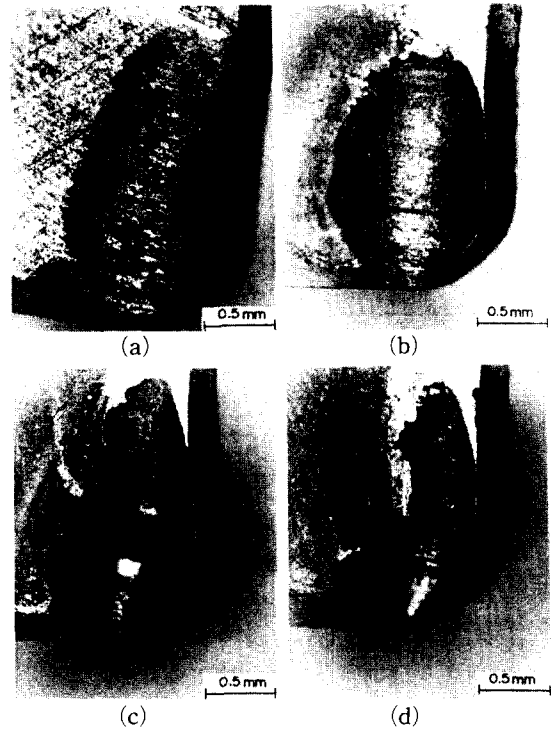


Fig.8. Crater wear of different tools(cutting speed: 250m/min, depth of cut: 1.5 mm, feed rate: 0.3 mm/rev; (a) Si₃N₄-TiC ceramic(1.5 min), (b) Si₃N₄-TiC coating (14 min), (c) Si₃N₄-TiC/TiN coating(14 min), (d) Si₃N₄-TiC/multilayer coating(14 min).

에는 flank wear는 TiC coating층에 의해 억제되며, crater wear는 TiN coating층에 의해 방지할 수 있기 때문에 monolayer coating층에서와 같이 우선적인 마모에 의해 공구가 파손되지 않는다. 따라서 monolayer coating층에 비해 multilayer coating층이 더 우수한 내마모성을 갖는다.

결론적으로 multilayer coating층은 그 coating층의 우수한 성질들이 복합되어지기 때문에 매우 바람직한 마모특성을 나타내는 것으로 생각된다.

이상과 같은 실험결과를 통해, coated Si₃N₄-TiC ceramic tool에서도 coated cemented carbide에서 얻어질 수 있는 우수한 coating층 효과가 얻어질 수 있었다. 즉, coated Si₃N₄-TiC ceramic tool은 uncoated Si₃N₄-TiC ceramic tool에 비해 내마모성이 8~12배 정도 향상되었다. 이와같이 화학증착법에 의한 hard coating은 ceramic tool 표면의 기

계적 성질을 개선시킬 수 있는 바람직한 표면처리 기술로 생각된다.

4. 결 론

1. Si_3N_4 -TiC ceramic에 증착된 TiC층이 TiN층에 비해 미세구조적 성질, 미소경도, 열충격 저항이 우수한 반면에 TiN층은 TiC층에 비해 steel과의 마찰계수가 적고, chemical stability도 우수하였다.

2. Steel을 절삭할 때 Si_3N_4 -TiC ceramic에 비해 flank wear resistance가 TiC coated insert의 경우 12배 정도 증가하였으며, TiN coated insert의 경우 9배 정도 증가하였다. 또한 crater wear resistance는 TiN coated insert의 경우 12배 정도 증가하였으며, TiC coated insert의 경우 8배 정도 증가하였다.

3. Steel을 절삭할 때 multilayer coated insert가 monolayer coated insert보다 내마모성이 우수하였다.

4. Coated insert의 경우 내마모성이 uncoated insert에 비해 증가하는 이유는 경도가 우수하며, steel과의 마찰계수 및 용해도가 낮으며, titanium oxide층이 coating층과 함께 존재하여 solid lubri-

cant 및 diffusion barrier로 작용하기 때문이다.

REFERENCES

- (1) E. Horvath and A.J. Perry, *Wear*, 48(1978) 217.
- (2) J.J. Oakes, *Thin Solid Films*, 107(1983) 159.
- (3) M. Fukuhara, K. Fukazawa, and A. Fukawa, *Wear*, 102(1985) 195.
- (4) G.J. Tennenhouse and F.D. Runkle, *Wear*, 110(1986) 75.
- (5) G.J. Tennenhouse, A. Ezis, and F.D. Runkle, *J. Am. Ceram. Soc.*, 68(1985) C-30.
- (6) T.I. Mah, M.G. Mendiratta, and H.A. Lipsitt, *Ceramic Bulletin*, 60(1980) 1229.
- (7) J.P. Chubb and J. Billingham, *Wear*, 61(1980) 283.
- (8) M.B. Peterson and W.O. Winer, *Wear Control Handbook*, The Am. Soc. Mech. Eng., (1980) 894.
- (9) P.A. Dearnley, *Journal of Engineering Materials and Technology*, 107(1985) 68.
- (10) B.M. Kramer and N.P. Suh, *Journal of Engineering for Industry*, 102(1980) 303.
- (11) R.F. Bunshah, *Thin Solid Films*, 107(1983) 21.
- (12) H. Solnick-Legg and K.O. Legg, *J. Vac. Sci. Technol.*, A4(6), Nov/Dec (1986) 2844.