

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6844704号
(P6844704)

(45) 発行日 令和3年3月17日(2021.3.17)

(24) 登録日 令和3年3月1日(2021.3.1)

(51) Int.Cl.		F I	
B 2 3 B	27/14	(2006.01)	B 2 3 B 27/14 A
B 2 3 C	5/16	(2006.01)	B 2 3 C 5/16
C 2 3 C	14/06	(2006.01)	C 2 3 C 14/06 A

請求項の数 3 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2019-536411 (P2019-536411)	(73) 特許権者	000233066 株式会社MOLDINO 東京都墨田区両国四丁目31番11号
(86) (22) 出願日	平成29年11月30日(2017.11.30)	(74) 代理人	100149548 弁理士 松沼 泰史
(86) 国際出願番号	PCT/JP2017/043027	(74) 代理人	100175802 弁理士 寺本 光生
(87) 国際公開番号	W02019/035219	(74) 代理人	100142424 弁理士 細川 文広
(87) 国際公開日	平成31年2月21日(2019.2.21)	(74) 代理人	100140774 弁理士 大浪 一徳
審査請求日	令和2年8月26日(2020.8.26)	(72) 発明者	佐々木 智也 滋賀県野洲市三上35-2 三菱日立ツール株式会社 野洲工場内
(31) 優先権主張番号	特願2017-156730 (P2017-156730)		
(32) 優先日	平成29年8月15日(2017.8.15)		
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 被覆切削工具

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

工具の表面に硬質皮膜を有する被覆切削工具であって、
前記硬質皮膜は窒化物であり、金属（半金属を含む）元素の総量に対して、アルミニウム（Al）を80原子%以上90原子%以下で含有しており、チタン（Ti）を10原子%以上20原子%以下で含有しており、金属元素（半金属を含む）と非金属元素の総量に対して、アルゴン（Ar）を0.50原子%以下で含有しており、

前記硬質皮膜はX線回折で特定される結晶構造が六方最密充填構造であり、かつ、AlN（100）面に起因する回折ピークが最大強度を示し、

平均結晶粒径が5nm以上50nm以下であり、

前記硬質皮膜の断面観察において、円相当径が1.0μm以上のドロップレットが100μm²当たり5個以下であることを特徴とする被覆切削工具。

【請求項2】

前記硬質皮膜は、金属（半金属を含む）元素と窒素、酸素、炭素、アルゴンの含有比率を100原子%とした場合、窒素の含有比率が50原子%以上であることを特徴とする請求項1に記載の被覆切削工具。

【請求項3】

前記硬質皮膜は、被加工材と接触する工具の最表層に設けられていることを特徴とする請求項1または2に記載の被覆切削工具。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、基材の表面に硬質皮膜を有する被覆切削工具に関する。

本願は、2017年8月15日に、日本に出願された特願2017-156730号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

【背景技術】

【0002】

AlとTiの窒化物皮膜（以下、AlTiNと記載する。）は耐摩耗性と耐熱性に優れた膜種であり被覆切削工具に広く適用されている。一般的にAlTiNはAlの含有比率が大きくなると、六方最密充填構造（以下、hcp構造と称する場合もある）のAlNが増加して皮膜硬度が低下することが知られている。例えば、特許文献1には、Alの含有比率を変化させたAlTiNが開示されており、Alの含有比率が大きくhcp構造を有するAlTiNは皮膜硬度が低下して工具性能が低下することが示されている。

10

【0003】

一方、近年では潤滑性や耐溶着性を改善するために、Alの含有比率が大きく、hcp構造のAlNを含有する硬質皮膜を被覆切削工具の最表層に設けることも提案されている。例えば、特許文献2には、窒化物の積層皮膜の上層にウルツ鉱型結晶構造（hcp構造）からなるAlTiNをベースにCrを含有した硬質皮膜を設けた被覆切削工具が示されている。

【0004】

20

ところで、特許文献1、2の具体的な実施例では、物理蒸着法の中でもアークイオンプレーティング法が適用されている。物理蒸着法は硬質皮膜に残留圧縮応力を付与して耐欠損性を高めるため、主にミーリング加工を行う被覆切削工具において適用されている。物理蒸着法の中でもアークイオンプレーティング法はターゲットのイオン化率が高く基材との密着性に優れるため広く利用されている。アークイオンプレーティング法ではターゲット成分をアーク放電によって蒸発させて被覆するため、硬質皮膜は不可避免的に数マイクロメートルのドロップレットを多く含有する。一方、物理蒸着法の中でもターゲット成分をアルゴンガスでスパッタリングして被覆するスパッタリング法ではドロップレットが発生し難いため平滑な硬質皮膜が得られる。但し、スパッタリング法は、アークイオンプレーティング法に比べてターゲットのイオン化率が低いため、硬質皮膜の内部に空隙を形成し易く、基材との密着性にも乏しい。そのため、一般的にスパッタリング法で被覆した硬質皮膜は、アークイオンプレーティング法で被覆した硬質皮膜に比べて耐久性が低下する傾向にある。

30

近年では、特許文献3、4にあるようなターゲットに印加する電力を瞬間的に高くした高出力スパッタリング法が適用され始めている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開平8-209333号公報

【特許文献2】国際公開番号WO2014/002948号公報

【特許文献3】特開2011-189419号公報

【特許文献4】特開2013-202700号公報

40

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明者の検討によると、Alの含有比率が大きくhcp構造からなるAlとTiを主体とする窒化物をアークイオンプレーティング法で被覆した場合、焼入れ鋼等の切削加工において、突発的な欠損が発生したり、摩耗幅が大きくなったりして工具寿命に改善の余地があることが判明した。

【0007】

50

本発明は上記の事情に鑑み、h c p構造であるAlとTiを主体とする窒化物の耐久性を高め、耐久性に優れた被覆切削工具を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明の一態様によれば、工具の表面に硬質皮膜を有する被覆切削工具であって、前記硬質皮膜は窒化物であり、金属（半金属を含む）元素の総量に対して、アルミニウム（Al）を80原子%以上90原子%以下で含有しており、チタン（Ti）を10原子%以上20原子%以下で含有しており、金属元素（半金属を含む）と非金属元素の総量に対して、アルゴン（Ar）を0.50原子%以下で含有しており、前記硬質皮膜はX線回折で特定される結晶構造が六方最密充填構造であり、かつ、AlN（100）面に起因する回折ピークが最大強度を示し、平均結晶粒径が5nm以上50nm以下であり、前記硬質皮膜の断面観察において、円相当径が1.0μm以上のドロップレットが100μm²当たり5個以下である被覆切削工具が提供される。

10

【0009】

前記硬質皮膜は、金属（半金属を含む）元素と窒素、酸素、炭素、アルゴンの含有比率を100原子%とした場合、窒素の含有比率が50原子%以上であることが好ましい。

前記硬質皮膜は、被加工材と接触する工具の最表層に設けられていることが好ましい。

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、h c p構造であるAlとTiを主体とする窒化物を被覆した被覆切削工具について、耐久性を高めることができる。

20

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】実施例1の電子顕微鏡による断面観察写真である。

【図2】本実施例2のX線回折パターンを示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0012】

本発明者は、Alの含有比率が大きく六方最密充填構造（h c p構造）のAlNを含有するAlとTiの窒化物について、皮膜内部に含まれる欠陥を低減することで、皮膜硬度が低下しても被覆切削工具として耐久性が向上する傾向にあることを知見した。そして、Alの含有比率が大きくh c p構造からなるAlとTiの窒化物について、皮膜組織を微細化して、硬質皮膜に含まれるドロップレットと窒素以外のガス成分を低減し、更にAlN（100）面に起因するピーク強度を最大とすることで、耐久性が優れる被覆切削工具になることを知見した。以下、本発明の実施形態の詳細について説明をする。

30

本実施形態の切削工具は、工具の表面にAlとTiの窒化物を含む硬質皮膜を有する被覆切削工具である。本実施形態の被覆切削工具は、ボールエンドミル、スクエアエンドミル、ラジラスエンドミル、多刃エンドミル、インサート、ドリル、カッター、ブローチ、リーマ、ホブ、ルーター等の態様で使用することができる。

本実施形態の被覆切削工具は、例えば、高硬度鋼、ステンレス鋼、耐熱鋼、鋳鋼、炭素鋼の切削加工用に用いることができる。詳細は後段の実施例に記載するが、本実施形態の被覆切削工具は、焼き入れにより硬さ（HRC）を40以上に上げた焼き入れ鋼の切削加工において、特に優れた耐久性を発揮する。

40

【0013】

<成分組成 Al、Ti>

本実施形態に係る硬質皮膜は、窒化物であり、金属（半金属を含む）元素の総量に対して、アルミニウム（Al）を80原子%以上90原子%以下で含有しており、チタン（Ti）を10原子%以上20原子%以下で含有している。AlとTiを主体とする窒化物は耐摩耗性と耐熱性のバランスに優れる膜種であり、基材との密着性にも優れ、特にAlの含有比率を大きくすることで硬質皮膜の耐熱性がより向上する。特に、Alの含有比率を大きくすることで、工具表面に酸化保護皮膜が形成され易くなるとともに、皮膜組織が微

50

細になるため、溶着による硬質皮膜の摩耗が抑制され易くなる。

上述した Al の添加効果を十分に発揮するには、本実施形態に係る硬質皮膜は、金属（半金属を含む。以下、同様）元素全体を 100 原子%とした場合、Al を 80 原子%以上とする。一方、Al の含有比率が大きくなり過ぎると硬質皮膜の結晶構造が変化して脆弱となる。そのため、本実施形態に係る硬質皮膜は、金属元素全体を 100 原子%とした場合、Al を 90 原子%以下とする。

本実施形態に係る硬質皮膜は、金属元素全体を 100 原子%とした場合、Ti を 10 原子%以上とする。これにより、硬質皮膜に優れた耐摩耗性を付与することができる。一方、硬質皮膜に含有される Ti の含有比率が大きくなり過ぎると、上述した Al の含有比率を大きくする効果が得られ難い。そのため、本実施形態に係る硬質皮膜は、金属元素全体を 100 原子%とした場合、Ti を 20 原子%以下とする。

10

【0014】

被覆切削工具により優れた耐久性を付与するために、本実施形態に係る硬質皮膜は、金属元素全体を 100 原子%とした場合、Al と Ti の合計を 95 原子%以上とすることが好ましい。また、本実施形態に係る硬質皮膜は、Al と Ti の窒化物であってもよい。

本実施形態に係る硬質皮膜の金属元素の含有比率は、鏡面加工した硬質皮膜について、電子プローブマイクロアナライザー装置（EPMA）を用いて測定することができる。この場合、例えば、硬質皮膜表面の鏡面加工後、直径が約 1 μm の分析範囲を 5 点分析した平均から求めることができる。

【0015】

<結晶構造>

本実施形態に係る硬質皮膜は、X線回折で特定される結晶構造は六方最密充填構造（hcp 構造）である。つまり、本実施形態に係る硬質皮膜は、X線回折では岩塩型結晶構造（fcc 構造）のピーク強度は実質的に確認されず、hcp 構造の単相からなる。また、本実施形態に係る硬質皮膜は、hcp 構造の中でも AlN（100）面に起因する回折ピークが最大強度を示すものである。他の回折ピークが最大強度を示す場合には、硬質皮膜が脆弱となり被覆切削工具の耐久性が低下する傾向にある。本実施形態においては、AlN（100）面に起因する回折ピークの強度に次いで、AlN（101）面に起因する回折ピークの強度が大きくなる。なお、本実施形態に係る硬質皮膜は、透過型電子顕微鏡（TEM）を用いたマイクロ解析において、部分的に fcc 構造を含みうる。

20

30

【0016】

<平均結晶粒径>

本実施形態に係る硬質皮膜は、硬質皮膜の平均結晶粒径が 5 nm 以上 50 nm 以下である。硬質皮膜のミクロ組織が微細になり過ぎると、硬質皮膜の組織が非晶質に近くなるため靱性が著しく低下する。硬質皮膜の結晶性を高めて脆弱な非晶質相を低減するには、硬質皮膜の平均結晶粒径を 5 nm 以上とする。硬質皮膜の平均結晶粒径は、より好ましくは、10 nm 以上である。また、硬質皮膜のミクロ組織が粗大になり過ぎると靱性が低下するとともに、硬質皮膜の破壊単位が大きくなるため工具の損傷が大きくなる。硬質皮膜の靱性を高め、かつ、破壊単位を小さくして工具損傷を抑制するには、硬質皮膜の平均結晶粒径を 50 nm 以下とする。硬質皮膜の平均結晶粒径は、より好ましくは、40 nm 以下である。更に好ましくは、硬質皮膜の平均結晶粒径は 30 nm 以下である。

40

本実施形態に係る硬質皮膜の平均結晶粒径は、X線回折で最大強度を示す AlN（100）面に起因する回折ピークの半価幅から測定する。

【0017】

<ドロップレット>

本実施形態に係る硬質皮膜は、断面観察において円相当径が 1 μm 以上のドロップレットが 100 μm^2 当たり 5 個以下である。本実施形態では、硬質皮膜の靱性をより高めるために皮膜組織を微細化した上で、硬質皮膜の内部に含まれる物理的な欠陥を低減する。物理蒸着法で被覆する硬質皮膜では、ドロップレットが主な物理的な欠陥となりうる。とりわけ、円相当径が 1 μm 以上の粗大なドロップレットは硬質皮膜の内部で破壊の起点とな

50

りうるため、その発生頻度を低減することで、硬質皮膜の靱性を高めることができる。h c p 構造である A l と T i を主体とする窒化物の靱性を高めるために、本実施形態においては、硬質皮膜の断面観察において、円相当径が $1 \mu\text{m}$ 以上のドロップレットを $100 \mu\text{m}^2$ 当たり 5 個以下にする。より好ましくは、 $100 \mu\text{m}^2$ 当たり 3 個以下である。更に好ましくは、 $100 \mu\text{m}^2$ 当たり 1 個以下である。また、円相当径が $3 \mu\text{m}$ 以上のドロップレットが含まれないことが好ましい。より好ましくは、円相当径が $2 \mu\text{m}$ 以上のドロップレットが含まれないことが好ましい。

また、硬質皮膜の表面についても、円相当径が $1 \mu\text{m}$ 以上のドロップレットが、 $100 \mu\text{m}^2$ 当たり 5 個以下であることが好ましい。より好ましくは、硬質皮膜の表面のドロップレットは $100 \mu\text{m}^2$ 当たり 3 個以下である。更に好ましくは、硬質皮膜の表面のドロップレットは $100 \mu\text{m}^2$ 当たり 1 個以下である。

10

【0018】

硬質皮膜の断面観察においてドロップレットを評価するには、硬質皮膜を鏡面加工した後、収束イオンビーム法で加工し、透過型電子顕微鏡を用いて鏡面加工された面を 5, 000 ~ 10, 000 倍で複数の視野を観察する。また、硬質皮膜の表面のドロップレットの個数は、走査型電子顕微鏡 (SEM) 等を用いて硬質皮膜の表面を観察することで求めることができる。

【0019】

< アルゴン (Ar) 含有量 >

本実施形態に係る硬質皮膜は、金属元素と非金属元素の総量に対して、アルゴン (Ar) を 0.5 原子% 以下で含有する。

20

硬質皮膜の欠陥となるドロップレットは、スパッタリング法を適用することで発生頻度を低減させることができる。一方、スパッタリング法ではアルゴンイオンを用いてターゲット成分をスパッタリングするため、スパッタリング法で被覆した硬質皮膜はアルゴンを少なからず含有する。とりわけ、アルゴンは結晶粒界に濃化し易く、結晶粒径が微粒になるとアルゴンの含有比率が大きくなる傾向になる。但し、アルゴンの含有比率が大きくなると、結晶粒界において粒子同士の結合力が低下する。本実施形態に係る硬質皮膜のように、h c p 構造である A l と T i を主体とする窒化物においては、過剰に含まれるアルゴンは欠陥となりうるため、その含有比率を一定以下にすることが有効である。具体的には、本実施形態に係る硬質皮膜は、金属元素と非金属元素の総量に対して、アルゴンを 0.50 原子% 以下で含有する。より好ましくは、本実施形態の硬質皮膜はアルゴンを 0.40 原子% 以下で含有する。更に好ましくは、本実施形態の硬質皮膜はアルゴンを 0.30 原子% 以下で含有する。

30

【0020】

スパッタリング法において、硬質皮膜に含まれるアルゴンの含有比率を限りなく 0 原子% に近づけようとする、アルゴンの流量が小さくなり過ぎてスパッタリングが安定しない。また、仮にアルゴンの含有比率が 0 原子% に近づくとしても、靱性、耐熱性、耐磨耗性といった切削工具に適用する硬質皮膜としての基本的な特性が損なわれうる。本実施形態に係る硬質皮膜は、アルゴンの含有比率の下限は特段限定するものではないが、スパッタリング法を安定させて、切削工具に適用する硬質皮膜としての基本的な皮膜特性を確保するために、アルゴンを 0.10 原子% 以上で含有させることが好ましい。より好ましくは、硬質皮膜にアルゴンを 0.15 原子% 以上で含有させる。

40

【0021】

本実施形態に係る硬質皮膜のアルゴンの含有比率は、上述した金属元素の含有比率の測定と同様に、鏡面加工した硬質皮膜について、電子プローブマイクロアナライザー装置 (EPMA) を用いて測定することができる。上述した金属元素の含有比率の測定と同様に、鏡面加工後、直径が約 $1 \mu\text{m}$ の分析範囲を 5 点分析した平均から求めることができる。

本実施形態に係る硬質皮膜は、非金属元素としては窒素以外に微量のアルゴン、酸素、炭素が含まれうる。硬質皮膜におけるアルゴンの含有比率は、金属 (半金属を含む) 元素と窒素、酸素、炭素、アルゴンの含有比率を 100 原子% として求めることができる。ま

50

た、本実施形態に係る硬質皮膜は、金属（半金属を含む）元素と窒素、酸素、炭素、アルゴンの含有比率を100原子%とした場合、窒素の含有比率が50原子%以上であることが好ましい。これにより硬質皮膜に窒化物が十分に形成されて耐久性が優れる傾向にある。但し、窒素の含有比率が高くなり過ぎると、硬質皮膜が自己破壊を起こし易くなるので、52%以下にすることが好ましい。なお、評価においては小数点以下の値は切り捨てて求めればよい。

【0022】

<アルミニウム（Al）、チタン（Ti）以外の金属元素>

本実施形態に係る硬質皮膜には、AlとTi以外の金属元素を含有しても良い。例えば、本実施形態に係る硬質皮膜は、耐摩耗性や耐熱性などの向上を目的として、周期律表の4a族、5a族、6a族の元素およびSi、B、Yから選択される1種または2種以上の元素を含有することもできる。これらの元素は硬質皮膜の皮膜特性を向上させるために一般的に含有されるものであり、被覆切削工具の耐久性を著しく低下させない範囲で添加可能である。

10

【0023】

<成分組成 酸素（O）、炭素（C）>

本実施形態に係る硬質皮膜は窒化物であるが、上述したアルゴン以外にも微量の酸素と炭素を含有しうる。これらの元素は窒化物の中に微量な酸化物や炭化物を形成するため、硬質皮膜の靱性を低下させうる。硬質皮膜に不可避免的に含有される酸素と炭素を膜厚方向にわたって低減することができれば、hcp構造からなるAlとTiを主体とする窒化物の靱性を高めることができる。なお、本実施形態に係る硬質皮膜では、不可避不純物として酸素の方が炭素よりも多い傾向にある。

20

【0024】

本実施形態に係る硬質皮膜では、硬質皮膜に含有される微細な酸化物を極力少なくするため、膜厚方向にわたって酸素の含有比率を5.0原子%以下とすることが好ましい。より好ましくは、酸素の含有比率を4.0原子%以下とする。また、硬質皮膜に含有される微細な炭化物を極力少なくするため、膜厚方向にわたって炭素の含有比率を3.0原子%以下とすることが好ましい。より好ましくは、炭素の含有比率を1.5原子%以下とする。

【0025】

膜厚方向の酸素と炭素の含有比率は、走査型X線光電子分光装置を用いて求めることができる。そして、酸素と炭素の含有量は、炭素、窒素、酸素、金属（半金属を含む）元素の合計の含有比率を100原子%として求めればよい。硬質皮膜の最表面では、大気からの付着による不可避不純物である酸素と炭素が多く検出されるため、皮膜表面からの深さ50nmの位置から膜厚方向に分析を行う。

30

また、本実施形態に係る硬質皮膜は、アルゴン以外に他の希ガスを含有した混合ガスを用いてスパッタリングすれば、アルゴン以外の希ガスも含有しうる。

【0026】

本実施形態の被覆切削工具は、硬質皮膜の密着性をより向上させるため、必要に応じて、工具の基材と硬質皮膜との間に別途中間層を設けてもよい。例えば、金属、窒化物、炭化物、炭化物のいずれかからなる層を工具の基材と硬質皮膜との間に設けてもよい。また、本実施形態に係る硬質皮膜上に、本実施形態に係る硬質皮膜と異なる成分比や異なる組成を有する硬質皮膜を別途形成させてもよい。さらには、本実施形態に係る硬質皮膜と、別途本実施形態に係る硬質皮膜と異なる組成比や異なる組成を有する硬質皮膜とを相互積層させてもよい。

40

【0027】

本実施形態に係る硬質皮膜は、被加工材と接触する工具の最表層に設けることで、工具表面に十分な量の酸化保護皮膜が形成されて溶着を抑制する効果が十分に奏されるので好ましい。

【0028】

50

本実施形態に係る硬質皮膜の被覆では、3個以上のAlTi系合金ターゲットを用いて、ターゲットに順次電力を印加して、電力が印加されるターゲットが切り替わる際に、電力の印加が終了するターゲットと電力の印加を開始するターゲットの両方のターゲットに同時に電力が印加されている時間を設けるスパッタリング法を適用する。このようなスパッタリング法はターゲットのイオン化率が高い状態が被覆中に維持されて、微粒でかつ、ミクロレベルで緻密な硬質皮膜が得られるとともに、不可避免的に含有されるアルゴン、酸素および炭素が少ない傾向にある。そして、スパッタリング装置の炉内温度を450以上として予備放電を実施し、炉内に導入する窒素ガスの流量を60 s c c m以上、アルゴンガスの流量を70 s c c m以上200 s c c m以下とすることが好ましい。また、炉内圧力を0.5 Pa ~ 0.7 Paとすることが好ましい。

10

【0029】

電力パルスの最大電力密度は、1.0 kW/cm²以上とすることが好ましい。更には、1.2 kW/cm²以上とすることが好ましい。但し、ターゲットに印加する電力密度が大きくなり過ぎると成膜が安定し難い。また、電力密度が大きすぎるとスパッタリング法であってもドロップレットの発生頻度が高くなる傾向にある。そのため、電力パルスの最大電力密度は、3.0 kW/cm²以下とすることが好ましく、更には、電力パルスの最大電力密度は、2.0 kW/cm²以下とすることが好ましい。また、電力の印加が終了する合金ターゲットと電力の印加を開始する合金ターゲットの両方の合金ターゲットに同時に電力が印加されている時間は5マイクロ秒以上20マイクロ秒以下とすることが、硬質皮膜の基本的な特性を高めてドロップレットを低減させるのに好ましい。また、基材に印加する負圧のバイアス電圧は、-80 V ~ -40 Vとすることが好ましい。

20

【実施例1】

【0030】

<工具>

工具として、組成がWC (bal.) - Co (8.0質量%) - Cr (0.5質量%) - VC (0.3質量%)、WC平均粒度0.6 μm、硬度93.9 HRA (ロックウェル硬さ、JIS G 0202に準じて測定した値)からなる超硬合金製の2枚刃ボールエンドミル (ボール半径3 mm、三菱日立ツール株式会社製)を準備した。

【0031】

本実施例1~3、比較例1では、スパッタ蒸発源を6機搭載できるスパッタリング装置を使用した。これらの蒸着源のうち、AlTi系合金ターゲット3個を蒸着源として装置内に設置した。なお、寸法が16 cm、厚み12 mmのターゲットを用いた。本実施例1~3は使用するAlTi系合金ターゲットの組成を同じにした。

30

工具をスパッタリング装置内のサンプルホルダーに固定し、工具にバイアス電源を接続した。なお、バイアス電源は、ターゲットとは独立して工具に負のバイアス電圧を印加する構造となっている。工具は、毎分2回転で自転しかつ、固定治具とサンプルホルダーを介して公転する。工具とターゲット表面との間の距離は100 mmとした。

導入ガスは、Ar、およびN₂を用い、スパッタリング装置に設けられたガス供給ポートから導入した。

【0032】

<ボンバード処理>

まず工具に硬質皮膜を被覆する前に、以下の手順で工具にボンバード処理を行った。スパッタリング装置内のヒーターにより炉内温度が430になった状態で30分間の加熱を行った。その後、スパッタリング装置の炉内を真空排気し、炉内圧力を5.0 × 10⁻³ Pa以下とした。そして、Arガスをスパッタリング装置の炉内に導入し、炉内圧力を0.8 Paに調整した。そして、工具に-170 Vの直流バイアス電圧を印加して、Arイオンによる工具のクリーニング (ボンバード処理) を実施した。

40

【0033】

<硬質皮膜の被覆>

次いで、以下の手順でAlとTiの窒化物を工具上に被覆した。

50

本実施例 1 と比較例 1 については、炉内温度を 430 に保持したまま、そして、スパッタリング装置の炉内に Ar ガスを 160 sccm で導入し、その後、N₂ ガスを 120 sccm で導入して炉内圧力を 0.60 Pa とした。工具に -60 V の直流バイアス電圧を印加して、そして、Al と Ti を含有する合金ターゲットに印加される電力の 1 周期当りの放電時間を 4.0 ミリ秒、電力が印加される合金ターゲットが切り替わる際に、電力の印加が終了する合金ターゲットと電力の印加を開始する合金ターゲットの両方の合金ターゲットに同時に電力が印加されている時間を 10 マイクロ秒として、3 個の AlTi 系合金ターゲットに連続的に電力を印加して、工具の表面に約 3.0 μm の硬質皮膜を被覆した。このとき、電力パルスの最大電力密度は、1.5 kW/cm²、平均電力密度は 0.37 kW/cm² とした。

10

本実施例 2 については、Ar ガスを 160 sccm で導入し、その後、N₂ ガスを 160 sccm で導入して炉内圧力を 0.68 Pa とした以外は、本実施例 1 と同様の条件で硬質皮膜を被覆した。

本実施例 3 については、Ar ガスを 160 sccm で導入し、その後、N₂ ガスを 160 sccm で導入して炉内圧力を 0.68 Pa とし、工具に -80 V の直流バイアス電圧を印加した以外は、本実施例 1 と同様の条件で硬質皮膜を被覆した。

【0034】

比較例 2 ~ 6 は、アークイオンプレーティング法で被覆した試料を準備した。

比較例 2 ~ 3 については、永久磁石をターゲットの背面に配置したアークイオンプレーティング装置で被覆した。また、比較例 4 ~ 6 については、コイル磁石をターゲットの背面に配置したアークイオンプレーティング装置で被覆した。いずれの試料も、Ar イオンにより工具のクリーニングを実施して、炉内圧力を 5.0×10^{-3} Pa 以下に真空排気して、炉内温度を 500 とし、炉内圧力が 3.2 Pa になるように N₂ ガスを導入した。工具に -120 V の直流バイアス電圧を印加して、そして、Al と Ti を含有する合金ターゲットに 200 A の電流を印加して、工具の表面に約 3.0 μm の硬質皮膜を被覆した。

20

【0035】

<皮膜組成>

硬質皮膜の皮膜組成は、電子プローブマイクロアナライザー装置（株式会社日本電子製 JXA-8500F）を用いて、付属の波長分散型電子プローブ微小分析（WDS-E PMA）で硬質皮膜の皮膜組成を測定した。物性評価用のボールエンドミルを鏡面加工して、加速電圧 10 kV、照射電流 5×10^{-8} A、取り込み時間 10 秒とし、分析領域が直径 1 μm の範囲を 5 点測定してその平均値から硬質皮膜の金属含有比率および金属成分と非金属成分の合計における Ar の含有比率を求めた。

30

【0036】

<結晶構造・結晶粒径>

硬質皮膜の結晶構造は、X線回折装置（株式会社Panalytical製 EMPYREA）を用い、管電圧 45 kV、管電流 40 mA、X線源 CuK（ $\lambda = 0.15405$ nm）、2θ が 20 ~ 80 度の測定条件で確認を行った。また、最大強度を示す回折ピークの半価幅から、硬質皮膜の平均結晶粒径を算出した。

40

【0037】

<皮膜硬さおよび弾性係数>

硬質皮膜の皮膜硬さおよび弾性係数は、ナノインデンテーションテスター（エリオニクス（株）製 ENT-2100）を用いて分析した。分析は、皮膜の最表面に対し試験片を 5 度傾けた皮膜断面を鏡面研磨後、皮膜の研磨面内で最大押し込み深さが膜厚の略 1/10 未満となる領域を選定した。押し込み荷重 49 mN/秒の測定条件で 10 点測定し、値の大きい側の 2 点と値の小さい側の 2 点を除いた 6 点の平均値から求めた。

【0038】

<切削試験>

作製した被覆切削工具を用いて切削試験を行った。表 1 に分析結果および切削試験結果

50

を示す。切削条件は以下の通りである。

(条件) 乾式加工

- ・ 工具：2枚刃超硬ボールエンドミル
- ・ 型番：HGOB2060、ボール半径3.0mm
- ・ 切削方法：底面切削
- ・ 被削材：STAVAX(52HRC)(Bohler Uddeholm株式会社製)
- ・ 切り込み：軸方向、0.2mm、径方向、0.2mm
- ・ 切削速度：188.4m/min
- ・ 一刃送り量：0.2mm/刃
- ・ 切削距離：500m
- ・ 評価方法：切削加工後、工具顕微鏡を用いて倍率50倍で観察し、工具と被削材が擦過した幅を測定し、そのうちの擦過幅が最も大きかった部分を最大摩耗幅とした。

各試料について、皮膜特性および皮膜組織を観察した。皮膜特性および切削評価の結果を表1に示す。

【0039】

【表 1】

試料No	皮膜組成 (原子%)	Ar含有量 (原子%)	最大強度を示す 結晶構造	平均 結晶粒径 (nm)	ナインテンション 硬度 (GPa)	弾性係数 (GPa)	最大 摩耗幅 (μm)
本実施例1	(Al83Ti17)N	0.19	hcp(100)	8	24	300	51
本実施例2	(Al81Ti19)N	0.22	hcp(100)	9	27	330	45
本実施例3	(Al81Ti19)N	0.24	hcp(100)	8	25	310	47
比較例1	(Al91Ti9)N	0.17	hcp(102)	9	24	320	剥離
比較例2	(Al71Ti29)N	0	fcc(200)	8	32	440	69
比較例3	(Al77Ti23)N	0	hcp(100)	6	25	310	66
比較例4	(Al69Ti31)N	0	fcc(200)	7	28	350	72
比較例5	(Al79Ti21)N	0	hcp(100)	7	27	320	剥離
比較例6	(Al91Ti9)N	0	hcp(100)	7	27	370	剥離

【0040】

本実施例のX線回折結果の一例として、図2に本実施例2のX線回折結果を示す。図2に例示するように、本実施例1～3はいずれもfcc構造に起因するピークは確認されず、hcp構造のAlN(100)面に起因するピークが最大であった。

本実施例1～3は、突発的な剥離が発生せず、最大摩耗幅が最も小さく、アークイオンプレーティング法で被覆した比較例2～6に比べて優れた耐久性を示すことが確認された。とりわけ、比較例2はfcc構造からなる従来のAlとTiの窒化物であるが、本実施例1～3は比較例2に対して最大摩耗幅が $10\mu\text{m}$ 以上も抑制されている。これは、本実施例1～3は、皮膜内部に含まれるドロップレットやアルゴン等の欠陥が少ないため、

10

20

30

40

50

h c p 構造の硬質皮膜であっても耐久性が高くなり、A l の含有比率が大きい効果が奏されたと推定される。特に優れた耐久性を再現した本実施例 2、3 については、金属（半金属を含む）元素と窒素、酸素、炭素、アルゴンの含有比率を 1 0 0 原子とした場合、窒素の含有比率が 5 0 原子%以上となっており、硬質皮膜に窒化物が十分に形成されていたことにより優れた耐久性が得られたと推定される。

図 1 に本実施例 1 の断面観察写真を示す。本実施例 1 に係る硬質皮膜は極めて平滑であることが確認される。また、本実施例 1 に係る硬質皮膜は、断面観察において円相当径が 1 . 0 μ m 以上のドロップレットが 1 0 0 μ m² 当たり 1 個以下であることを確認した。なお、円相当径が 3 . 0 μ m 以上のドロップレットは確認されなかった。一方、アークイオンプレーティング法で被覆した比較例 2 ~ 6 の硬質皮膜には円相当径が 1 . 0 μ m 以上のドロップレットが 1 0 0 μ m² 当たり数十個も確認された。また、円相当径が 3 . 0 μ m 以上のドロップレットも多数確認された。特に比較例 6 は、本実施例 1 と同様に h c p (1 0 0) 面の回折ピークが最大強度を示していたが剥離が生じた。これは、ドロップレットが多いために靱性が低下し、早期に剥離したと推定される。

比較例 1 は、本実施例と同様にドロップレットやアルゴン等の欠陥は少ないが、h c p 構造の (1 0 2) 面が最大強度を示したので靱性が低下し、早期に剥離が発生したと推定される。

【 0 0 4 1 】

本実施例に係る硬質皮膜についてマイクロ解析を行った。本実施例に係る硬質皮膜は、走査型 X 線光電子分光装置を用いた分析において、皮膜表面からの深さ 5 0 n m の位置から膜厚方向にわたって酸素が 1 . 5 ~ 3 . 0 原子%であり、炭素が 1 . 0 原子%以下であり、酸素と炭素を僅かに含有していることが確認された。

また、透過型電子顕微鏡で組織観察した場合、5 0 n m × 5 0 n m の範囲内で、長径が 1 0 n m 以上になる空隙は 1 個以下であり、マイクロレベルで緻密になっていることが確認された。

【 実施例 2 】

【 0 0 4 2 】

実施例 2 では、実施例 1 で評価した本実施例 1 ~ 3、比較例 1 について、工具と被削材を変更して評価した。

実施例 2 では、工具として、組成が W C (b a l .) - C o (8 . 0 質量%) - C r (0 . 5 質量%) - V C (0 . 3 質量%)、W C 平均粒度 0 . 6 μ m、硬度 9 3 . 9 H R A (ロックウェル硬さ、J I S G 0 2 0 2 に準じて測定した値) からなる超硬合金製の 2 枚刃ボールエンドミル (ボール半径 3 m m、三菱日立ツール株式会社製) を準備した。

切削条件は以下の通りである。

(条件) 乾式加工

- ・ 工具：2 枚刃超硬ボールエンドミル
- ・ 型番：H G O B 2 0 6 0、ボール半径 3 . 0 m m
- ・ 切削方法：底面切削
- ・ 被削材：D A C 5 5 (4 7 H R C) (日立金属株式会社製)
- ・ 切り込み：軸方向、0 . 2 m m、径方向、0 . 2 m m
- ・ 切削速度：1 8 8 . 4 m / m i n
- ・ 一刃送り量：0 . 2 m m / 刃
- ・ 切削距離：1 5 0 m

・ 評価方法：切削加工後、工具顕微鏡を用いて倍率 5 0 倍で観察し、工具と被削材が擦過した幅を測定し、そのうちの擦過幅が最も大きかった部分を最大摩耗幅とした。

各試料について、皮膜特性および皮膜組織を観察した。切削評価の結果を表 2 に示す。

【 0 0 4 3 】

【表 2】

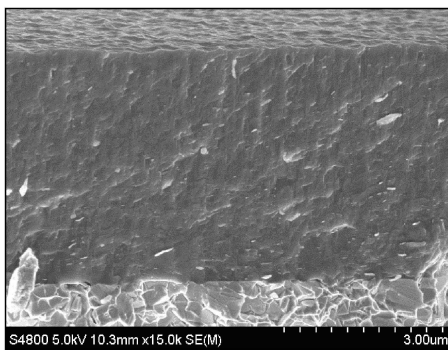
試料No	最大摩耗幅 (μm)
本実施例 1	143
本実施例 2	85
本実施例 3	75
比較例 1	剥離

10

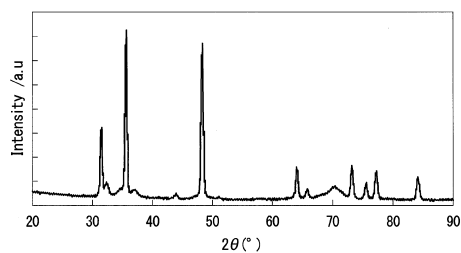
【0044】

実施例 2 においても、本実施例 1 ~ 3 は安定した摩耗形態を示した。一方、h c p 構造の (102) 面が最大強度を示した比較例 1 は早期に剥離した。特に、本実施例 2、3 については、本実施例 1 ~ 3 の中でも、金属 (半金属を含む) 元素と窒素、酸素、炭素、アルゴンの含有比率を 100 原子とした場合、窒素の含有比率が 50 原子%以上となっており、本実施例 1 に比べても最大摩耗幅が大きく低減された。

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

審査官 山本 忠博

- (56)参考文献 国際公開第2014/142190(WO, A1)
特開2005-344148(JP, A)
特開2011-189419(JP, A)
国際公開第2015/186413(WO, A1)
特表2008-545063(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B23B 27/14, 51/00,
C23C 14/06,
B23C 5/16,
B23D 43/00, 77/00,
B23F 21/00,
WPI