

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5153968号

(P5153968)

(45) 発行日 平成25年2月27日(2013.2.27)

(24) 登録日 平成24年12月14日(2012.12.14)

(51) Int.Cl.

F 1

B 2 3 B 27/14 (2006.01)

B 2 3 B 27/14

A

請求項の数 8 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2012-540618 (P2012-540618)	(73) 特許権者	000006633
(86) (22) 出願日	平成24年3月30日(2012.3.30)		京セラ株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2012/058572		京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地
(87) 国際公開番号	W02012/147450	(72) 発明者	渡邊 孝
(87) 国際公開日	平成24年11月1日(2012.11.1)		京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地
審査請求日	平成24年9月5日(2012.9.5)		京セラ株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願2011-101134 (P2011-101134)	審査官	山本 忠博
(32) 優先日	平成23年4月28日(2011.4.28)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(56) 参考文献	特開2002-284589(JP, A)
早期審査対象出願			)
			特開平10-15707(JP, A)
			特開平10-71506(JP, A)
			特開2009-154219(JP, A)
			)
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 切削工具

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

窒化珪素質焼結体からなる基体と、
該基体の表面に、当該基体側から、
平均結晶幅が $0.1 \sim 0.4 \mu\text{m}$ のTiNからなる第1層と、
平均結晶幅が $0.01 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の Al_2O_3 からなる第2層と、
平均結晶幅が $0.01 \sim 0.1 \mu\text{m}$ で前記第1層の平均結晶幅よりも小さい平均結晶幅の
TiNからなる第3層と、
平均結晶幅が $0.01 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の Al_2O_3 からなる第4層と、
がこの順に積層された被覆層とを具備する切削工具。

【請求項2】

前記第1層の厚みが $0.7 \sim 1.3 \mu\text{m}$ 、前記第2層の厚みが $0.5 \sim 1.2 \mu\text{m}$ 、前
記第3層の厚みが $0.1 \sim 0.3 \mu\text{m}$ 、前記第4層の厚みが $0.5 \sim 1.2 \mu\text{m}$ である請
求項1記載の切削工具。

【請求項3】

前記第1層はアスペクト比が $3 \sim 10$ の柱状結晶からなるとともに、前記第3層はアス
ペクト比が2以下の粒状結晶からなる請求項1または2記載の切削工具。

【請求項4】

前記基体である窒化珪素質焼結体がMgの酸化物および希土類元素(Re)の酸化物を
含有するとともに、前記基体の表面におけるMgと希土類元素の酸化物は、MgOおよび

10

20

Re_2O_3 換算で合計含有量が 0.5 ~ 3.5 質量%である請求項 1 乃至 3 のいずれか記載の切削工具。

【請求項 5】

前記第 4 層の表面に、平均結晶幅が 0.01 ~ 0.3 μm で厚みが 0.1 ~ 0.5 μm にて構成される $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ (0 < x < 1) 層が積層されている請求項 1 乃至 4 のいずれか記載の切削工具。

【請求項 6】

前記第 1 層を構成する TiN の平均結晶幅が、前記第 3 層を構成する TiN の平均結晶幅よりも 1.5 ~ 15 倍大きい請求項 1 乃至 5 のいずれか記載の切削工具。

【請求項 7】

前記第 1 層の柱状結晶の平均結晶幅 w_1 と、前記基体を構成する窒化珪素粒子の平均結晶粒径 w_s との比 (w_1 / w_s) が 0.05 ~ 0.5 である請求項 3 記載の切削工具。

【請求項 8】

前記基体は、前記基体と前記被覆層との界面から前記基体の内部に向かって、界面領域、中間領域および内部領域が存在し、前記内部領域における Re 含有量 (Re_i) に対して、前記界面領域における Re の含有量 (Re_s) の比率 ($\text{Re}_s / \text{Re}_i$) が 0.1 ~ 0.8 であるとともに、前記中間領域の Re の含有量 (Re_m) が前記 Re_i に対する比率 ($\text{Re}_s / \text{Re}_i$) で 0.05 ~ 0.3 である請求項 1 乃至 7 のいずれか記載の切削工具。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は切削工具に関し、特に耐欠損性に優れた被覆層を有する切削工具に関する。

【背景技術】

【0002】

金属やプリント基板等の切削加工に広く用いられている切削工具は、超硬合金やサーメット、セラミックス等の基体の表面に、単層または多層で構成された被覆層が形成された切削工具が知られている。この被覆層としては、 TiC (炭化チタン) 層、 TiN (窒化チタン) 層、 TiCN (炭窒化チタン) 層および Al_2O_3 (酸化アルミニウム) 層等が積層された化学蒸着 (CVD) 膜が多用されている。

【0003】

例えば、特許文献 1 では、超硬合金基体の表面に、 TiCN 層、 Al_2O_3 層、 TiCN 層の順に被覆した切削用インサートが開示されている。

【0004】

また、特許文献 2 には、窒化珪素基体の表面に硬質被覆層を被覆し、硬質被覆層の 1 層目を結晶粒子径 1 ~ 30 nm の粒状晶を含む柱状結晶からなる窒化チタン層とした構成が記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】特開 2003 - 213455 号公報

【特許文献 2】特開 10 - 015707 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、上記特許文献 1 に記載された TiCN (TiN) 層と Al_2O_3 層とを繰り返し積層した被覆層の構成、または特許文献 2 のように窒化珪素質焼結体からなる基体の直上に成膜する TiN 層の結晶形態を、基体に隣接する部分に粒状結晶と柱状結晶とを混在させた構成でも、被覆層の密着性が不十分な場合があり、また、切削中に Al_2O_3 層にクラックが発生して被覆層がチッピングする場合があった。

【 0 0 0 7 】

発明は上記課題を解決するためになされたもので、その目的は、付着力が高くかつ耐欠損性の高い被覆層を具備する切削工具を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 8 】

本発明の切削工具は、窒化珪素質焼結体からなる基体と、
該基体の表面に、当該基体側から、
平均結晶幅が $0.1 \sim 0.4 \mu\text{m}$ の TiN からなる第1層と、
平均結晶幅が $0.01 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の Al_2O_3 からなる第2層と、
平均結晶幅が $0.01 \sim 0.1 \mu\text{m}$ で前記第1層の平均結晶幅よりも小さい平均結晶幅の
 TiN からなる第3層と、
平均結晶幅が $0.01 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の Al_2O_3 からなる第4層と、
がこの順に積層された被覆層とを具備している。

10

【発明の効果】

【 0 0 0 9 】

本発明の切削工具は、窒化珪素質焼結体からなる基体の表面に被覆層を設けるとともに、該被覆層が TiN からなる第1層と、 Al_2O_3 層からなる第2層と、 TiN 層からなる第3層と、 Al_2O_3 層からなる第4層とをこの順に積層され、かつこれらを所定の平均結晶幅にて構成することによって、付着力が高く耐欠損性の高い被覆層となり、切削工具の耐摩耗性と耐欠損性が向上する。

20

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 0 】

【図1】本発明の一実施形態に係る切削工具の被覆層を含む断面についての走査電子顕微鏡 (SEM) 写真である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 1 】

図1は、切削工具の好適例である切削工具1の被覆層3を含む断面における走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真である。

【 0 0 1 2 】

切削工具1は、図1に示すように、窒化珪素質焼結体からなる基体2と、該基体2の表面に、当該基体2側から、平均結晶幅が $0.1 \sim 0.4 \mu\text{m}$ の TiN にて構成される第1層4と、平均結晶幅が $0.01 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の Al_2O_3 にて構成される第2層5と、平均結晶幅が $0.01 \sim 0.1 \mu\text{m}$ で第1層4の平均結晶幅よりも小さい平均結晶幅の TiN にて構成される第3層6と、平均結晶幅が $0.01 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の Al_2O_3 にて構成される第4層7とが、この順で積層された被覆層3とを具備する。平均結晶幅の望ましい範囲は、第1層4が $0.2 \sim 0.3 \mu\text{m}$ 、第2層5が $0.4 \sim 1.0 \mu\text{m}$ 、第3層6が $0.01 \sim 0.05 \mu\text{m}$ 、第4層7が $0.3 \sim 1.0 \mu\text{m}$ である。

30

【 0 0 1 3 】

この時、平均結晶幅とは、被覆層3の結晶における該結晶が成長する方向と垂直な方向の結晶の幅 w の平均値の事を指し、SEM写真で撮影される視野において結晶が成長する方向と垂直な方向、すなわち基体2の表面と平行な方向に直線 (図1に示す直線L) を引いて、この直線の長さを横切る粒界の数で割った値を平均結晶幅とする。

40

【 0 0 1 4 】

基体2を構成する窒化珪素質焼結体は窒化珪素質結晶が針状結晶からなるために、基体2の表面には比較的大きな凹凸が形成される。そのために、基体2の直上には、柱状結晶になりやすく基体2の表面から引き抜かれにくい形状の TiN からなる第1層4を形成する。次に、被覆層3の耐摩耗性を向上させるために、第1層4の表面に Al_2O_3 からなる第2層5を形成する。そして、第2層5の表面に、第1層4の平均結晶幅よりも小さい $0.01 \sim 0.1 \mu\text{m}$ の平均結晶幅にて構成される TiN からなる第3層6を形成する。この第3層6は、後述する第4層7にかかる衝撃を緩和して、第4層7および第2層5のA

50

Al_2O_3 層にクラックが発生することを抑制する。さらに、第 3 層 6 の表面には、被覆層 3 の耐摩耗性を向上させるために Al_2O_3 からなる第 4 層 7 を積層する。

【0015】

上記被覆層 3 の構成によって、基体 2 と被覆層 3 との付着力が高くて耐欠損性の高い被覆層 3 となり、切削工具 1 の耐摩耗性と耐欠損性が向上する。

【0016】

また、TiN 層と Al_2O_3 層とは結晶形態が異なるために各層間の密着性が悪くなる傾向になるが、本実施態様によれば、各層の機能を加味しつつ TiN 層と Al_2O_3 層との界面を極力少なくしている。これに加えて、第 1 層 4 を構成する結晶の平均結晶幅は第 3 層 6 を構成する結晶の平均結晶幅よりも大きい柱状結晶とすることによって、基体 2 との密着性を向上させることができる。また、第 3 層 6 は初期欠損を抑制できるとともに、第 2 層 5 との密着性を維持することができる。なお、各層の厚みは、耐摩耗性および耐欠損性に加えて、各層の密着力を維持できる範囲に制御されている。

【0017】

ここで、第 1 層 4 の厚みが $0.7 \sim 1.3 \mu\text{m}$ 、第 2 層 5 の厚みが $0.5 \sim 1.2 \mu\text{m}$ 、第 3 層 6 の厚みが $0.1 \sim 0.3 \mu\text{m}$ 、第 4 層 7 の厚みが $0.5 \sim 1.2 \mu\text{m}$ からなることが、切削工具 1 の耐摩耗性と耐欠損性を両立させるために望ましい。

【0018】

また、第 1 層 4 はアスペクト比が $3 \sim 10$ の柱状結晶からなることが、被覆層 3 の密着性を高めるために望ましい。一方、第 3 層 6 は粒状結晶からなることが、第 2 層 5 および第 4 層 7 にかかる衝撃を緩和できる点で望ましい。柱状結晶と粒状結晶との区別は、結晶の最も長い長さが、それに直交する方向の結晶の長さに対する比（アスペクト比）で 2 より小さいものを粒状結晶、アスペクト比が 2 以上のものを柱状結晶と本発明では定義する。

なお、第 2 層 5 の Al_2O_3 層および第 4 層 7 の Al_2O_3 層は粒状結晶で構成される。また、粒状結晶の平均結晶幅も柱状結晶の平均結晶幅の測定方法と同じ方法および同じ方向で測定する。

【0019】

さらに、第 1 層 4 の柱状結晶の平均結晶幅 w_1 と、基体 2 を構成する窒化珪素粒子の平均結晶粒径 w_s との比（ w_1 / w_s ）は $0.05 \sim 0.5$ であることが、被覆層の密着力強化と耐摩耗性向上の点で望ましい。

【0020】

一方、基体 2 である窒化珪素質焼結体は、Mg の酸化物と希土類元素の酸化物を含有するとともに、基体 2 の内部領域 11 における Mg の酸化物と希土類元素の酸化物の総含有量は MgO および Re_2O_3 換算の合計量で $0.5 \sim 3.5$ 質量%であることが、耐摩耗性と耐欠損性がともに高い点で望ましい。なお、希土類元素（Re）としては、Y またはランタノイドの各元素を指し、特に Re として、La を含有することが耐チップング性を向上させる点で望ましい。

【0021】

また、基体 2 には、被覆層 3（第 1 層 4）との界面（以下、表面という場合がある。）から基体 2 の内部に向けて、後述する界面領域 9、中間領域 10 および内部領域 11 が存在する。界面領域 9 における Re の含有量（ Re_s ）は内部領域 11 における Re 含有量（ Re_i ）に対する比率（ $\text{Re}_s / \text{Re}_i$ ）で $0.1 \sim 0.8$ である。また、界面領域 9 の直下に存在する中間領域 10 における Re の含有量（ Re_m ）は前記 Re_i に対する比率（ $\text{Re}_s / \text{Re}_i$ ）で $0.05 \sim 0.3$ である。この界面領域 9 と中間領域 10 との存在によって、耐摩耗性を高めることができる。さらに、比率（ $\text{Re}_m / \text{Re}_s$ ）は $0.3 \sim 0.85$ であることが、被覆層 3 のチップングを抑制できる点で望ましい。ここで、界面領域 9 の範囲は、基体 2 の表面から $0.5 \sim 2 \mu\text{m}$ の深さであり、中間領域 10 の範囲は、界面領域 9 の終端から $2 \sim 5 \mu\text{m}$ の深さ（基体 2 の表面から $2.5 \sim 7 \mu\text{m}$ の深さ）に存在することが、基体 2 と被覆層 3 との密着性を高める点で望ましい。中間領域 10 の

終端よりも深い位置が内部領域 11 となるが、内部領域 11 の組成等を測定する際には、表面から 500 μm 以上の深さの位置で測定する。

【0022】

さらに、界面領域 9 における Mg の含有量 (Mg_s) は、基体 2 の内部領域 11 における Mg 含有量 (Mg_i) に対する比率 (Mg_s / Mg_i) が 0.1 ~ 0.3 であるとともに、中間領域 10 における Mg の含有量 (Mg_m) は Mg_i に対する比率 (Mg_m / Mg_i) で 0.1 ~ 0.3 であることが、基体 2 と被覆層 3 との密着性を高める点で望ましい。また、第 1 層 4 の TiN 層において、Si 含有量 (Si_1) が基体 2 の内部領域 11 における Si 含有量 (Si_i) に対する比率 (Si_1 / Si_i) が 0.05 ~ 0.5 の比率で拡散していることが被覆層の密着力強化と耐摩耗性の点で望ましい。また、界面領域 9 における Si の含有量 Si_s は、内部領域 11 における Si の含有量 Si_i に対する比率 (Si_s / Si_i) で 0.65 ~ 0.9 であることが、被覆層 3 の密着性を高める点で望ましい。また、中間領域 10 において Si 含有量は内部領域 11 と変化がないことが、耐摩耗性の点で望ましい。各元素の含有量の測定は、電子線マイクロ分析 (EPMA) の面分析または線分析によって測定可能である。

10

【0023】

また、第 4 層 7 の表面に、平均結晶幅が 0.01 ~ 0.7 μm 、特に 0.2 ~ 0.5 μm で厚みが 0.1 ~ 1.0 μm 、特に 0.2 ~ 0.7 μm にて構成される TiC_xN_{1-x} (0 < x < 1)、特に x = 1 の TiC からなる第 5 層 8 が積層されていることが望ましい。

20

【0024】

さらに、第 1 層 4 を構成する TiN 結晶の平均結晶幅が、第 3 層 6 を構成する TiN 結晶の平均結晶幅よりも 1.5 ~ 15 倍大きいことが望ましい。これによって、基体 2 と被覆層 3 との密着性を高めることができるとともに被覆層 3 の耐チップング性を高めることができる。

【0025】

(製造方法)

上述した切削工具の製造方法の一実施形態について説明する。

【0026】

出発原料として、平均粒径 0.2 ~ 0.8 μm の窒化珪素 (Si_3N_4) 粉末と、平均粒径 1.0 ~ 1.7 μm の希土類元素 (Re) 化合物 (水酸化ランタン ($La(OH)_2$)、酸化イットリウム (Y_2O_3)、酸化イッテリビウム (Yb_2O_3)、酸化エルビウム (Er_2O_3)、酸化セリウム (Ce_2O_3) のいずれか) 粉末と、平均粒径 0.2 ~ 0.8 μm の酸化アルミニウム (Al_2O_3) 粉末と、平均粒径 1.8 ~ 4.0 μm の水酸化マグネシウム ($Mg(OH)_2$) 粉末とを混合し、プレス成形、鋳込成形、押出成形、冷間静水圧プレス成形等の公知の成形方法によって所定の工具形状に成形する。

30

【0027】

この成形体を脱脂した後、焼成鉢内にセットする際、 Si_3N_4 粉末、Si 粉末、 SiO_2 粉末の少なくとも 1 種と $Mg(OH)_2$ 粉末との混合粉末を用いてセットして蓋をし、これをカーボン製の円筒内に置いた状態で焼成炉内に載置する。そして、焼成炉内を窒素 1 気圧 (101 kPa) に置換して、1200 まで昇温速度 5 ~ 15 / 分で昇温し、その後、1840 ~ 1880 まで 1 ~ 5 / 分で昇温し、その後、1900 ~ 1950、窒素 5 ~ 10 気圧 (505 kPa ~ 1013 kPa) 雰囲気中で 1 ~ 4 時間保持して炉冷する。そして、所望によって、1500 ~ 1700、2 ~ 5 時間、170 ~ 220 MPa の条件で熱間静水圧焼成 (HIP 処理) を施して窒化珪素質焼結体を得る。そして、所望によって焼結体の表面に対して厚み研削加工 (両頭加工と外周加工) を施すとともに、切刃部にホーニング加工を施す。

40

【0028】

そして、その表面に化学気相蒸着 (CVD) 法によって被覆層を成膜する。反応ガス組成として塩化チタン ($TiCl_4$) ガスを 0.1 ~ 10 体積%、窒素 (N_2) ガスを 10

50

～60体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、成膜温度を950～1100、10～90kPaの条件で第1層(TiN層)を成膜する。このとき、第1層の成膜温度およびガス圧を調整することによって、基体と第1層との界面付近における各元素の拡散割合を制御することができる。

【0029】

この時、第1層(TiN層)を成膜する前の成膜装置を昇温する際のチャンバ内の雰囲気として、ArやHe等の希ガスを80～200kPaのガス圧で充填した雰囲気です昇温し、成膜温度を1000～1100、50～80kPaの条件で第1層(TiN層)を成膜することによって、基体と被覆層との界面におけるMg、ReおよびSiの各元素の濃度分布を所定の範囲に制御することができる。なお、TiN結晶が柱状となるか粒状となるかは、成膜温度および混合ガスの圧力を変化させることによって調整可能である。

10

【0030】

次に、第2層(Al_2O_3 層)を成膜する。 Al_2O_3 層の成膜方法としては、塩化アルミニウム($AlCl_3$)ガスを3～20体積%、塩化水素(HCl)ガスを0.5～10体積%、二酸化炭素(CO_2)ガスを0.01～20体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを用い、960～1100、5～25kPaとすることが望ましく、この条件によれば基本的に $\kappa-Al_2O_3$ が生成するが、 $\alpha-Al_2O_3$ が生成する場合もある。

【0031】

さらに、反応ガス組成として塩化チタン($TiCl_4$)ガスを0.1～10体積%、窒素(N_2)ガスを10～60体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、成膜温度を800～950、10～30kPaの条件で第3層(TiN層)を成膜する。そして、引き続き、第4層(Al_2O_3 層)を成膜する。 Al_2O_3 層の成膜方法としては、塩化アルミニウム($AlCl_3$)ガスを3～20体積%、塩化水素(HCl)ガスを0.5～10体積%、二酸化炭素(CO_2)ガスを0.01～20.0体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを用い、950～1100、5～25kPaとすることが望ましく、この条件によっても $\kappa-Al_2O_3$ が生成するが、 $\alpha-Al_2O_3$ が生成する場合もある。

20

【0032】

その後、最表面に、例えば、反応ガス組成として、体積%で塩化チタン($TiCl_4$)ガスを0.1～10体積%、二酸化炭素(CO_2)ガスを0.01～10体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、成膜温度を780～1100、5～25kPaの条件にてTiCからなる第5層を成膜し、窒化珪素質焼結体の表面に被覆層を成膜した切削工具を得る。

30

【0033】

そして、所望により、形成した被覆層3表面の少なくとも切削部を研磨加工する。この研磨加工により、切削部が平滑に加工され、被削材の溶着を抑制して、さらに耐欠損性に優れた工具となる。

【実施例】

【0034】

40

(実施例1)

出発原料として、平均粒径1.2 μm のRe元素化合物として水酸化ランタン($La(OH)_2$)粉末を1.76質量%と、平均粒径0.7 μm の酸化アルミニウム(Al_2O_3)粉末を0.4質量%と、平均粒径2.5 μm の水酸化マグネシウム($Mg(OH)_2$)粉末を0.72質量%と、残部が平均粒径0.3 μm の窒化珪素(Si_3N_4)粉末との割合で調合し、バインダと溶剤とを添加した後、ミルにて72時間、粉碎、混合した。その後、乾燥して溶剤を除去して造粒粉末を作製し、この造粒粉末を98MPaの圧力でSNGN120412の切削工具形状にプレス成形した。

【0035】

脱脂後、この成形体を焼成鉢内にセットする際、 Si_3N_4 粉末とSi粉末とMg(O

50

H)₂ 粉末との混合粉末を敷き粉として成形体の周囲に充填した状態で成形体を載置して蓋をし、これをカーボン製の円筒内に置いた状態で焼成炉内に載置した。そして、焼成炉内を窒素101kPa(1気圧)に置換して、1200℃まで昇温速度10℃/分で昇温し、その後、1860℃まで2℃/分で昇温した。その後、1920℃、窒素909kPa(9気圧)雰囲気中で2時間保持し炉冷した。その後、1600℃、2時間、196MPaの条件で熱間静水圧焼成(HIP)し、さらにこの焼結体の表面を0.3mm厚み研削加工(両頭加工と外周加工)して窒化珪素質焼結体を得た。窒化珪素質焼結体の断面について走査電子顕微鏡(SEM)を用いて5000倍で組織観察を行い、画像解析にて窒化珪素粒子の平均粒径を測定したところ、0.6μmであった。

【0036】

次に、その表面に化学気相蒸着(CVD)法によって被覆層を成膜した。成膜条件は表1の条件を用いた。なお、試料No.1の被覆層の成膜条件は、第1層のTiN層は、表1のTiN2の混合ガス組成を用いて、成膜温度が1010℃、ガス圧が30kPaで成膜し、第2層のAl₂O₃層は、表1のAl₂O₃1混合ガス組成を用いて、成膜温度が1005℃、ガス圧が9kPaで成膜し、第3層のTiN層は、表1のTiN1の混合ガス組成を用いて、成膜温度が880℃、ガス圧が16kPaで成膜し、第4層のAl₂O₃層は、表1のAl₂O₃2の混合ガス組成を用いて、成膜温度が1005℃、ガス圧が9kPaで成膜し、第5層のTiC層は、表1のTiCの混合ガス組成を用いて、成膜温度が1010℃、ガス圧が15kPaで成膜した。試料No.2~17については、第1層のTiN層を表1のTiN2で、第2層のAl₂O₃層を表1のAl₂O₃1で、第3層のTiN層を表1のTiN1で、第4層のAl₂O₃層を表1のAl₂O₃2で、第5層を表1のTiC、TiCNまたはTiN2のいずれかの条件を用いて成膜した。そして、被覆層3の表面をすくい面側から30秒間ブラシ加工して試料No.1~17の切削工具を作製した。

【0037】

【表1】

条件	混合ガス組成 (体積%)	成膜温度 (℃)	圧力 (kPa)
TiN1	TiCl ₄ :2.0,N ₂ :33,H ₂ :残	800~950	16
TiN2	TiCl ₄ :2.0,N ₂ :30,H ₂ :残	950~1100	30
TiC	TiCl ₄ :3.0,CH ₄ :7,H ₂ :残	1000~1100	15
TiCN	TiCl ₄ :2.5,N ₂ :23,CH ₃ CN:0.4,H ₂ :残	865	9
Al ₂ O ₃ 1	AlCl ₃ :1.5,HCl:2,CO ₂ :4,H ₂ :残	960~1100	9
Al ₂ O ₃ 2	AlCl ₃ :1.5,HCl:2,CO ₂ :4,H ₂ S:0.3,H ₂ :残	960~1100	9

【0038】

そして、走査電子顕微鏡(SEM)を用いて各層の厚みと各層を構成する結晶を観察して平均結晶幅とアスペクト比を見積もった。また、EPMA(電子線マイクロアナライザー)にて基体のMgと希土類元素の含有量を測定し、MgOおよびRe₂O₃換算で総含有量を算出した。

【0039】

さらに、この切削工具を用いて下記の条件により、断続切削試験を行い、耐欠損性を評価した。

被切削材：FCD-450 スリーブ材

切削速度：500m/分

送り量：0.5mm/rev

切り込み量：2.0mm

切削条件：湿式切削

評価項目：10分加工後、切刃のフランク摩耗量とチップング状態をデジタルスコープにて観察した。結果は表2に示した。

【0040】

【表2】

試料 No	被覆層 ¹⁾					酸化物 総含有量 (質量%)	w_1/w_5 ²⁾	w_1/w_3 ³⁾	逃げ面 摩耗量 (mm)	切刃状態
	第1層	第2層	第3層	第4層	第5層					
1	TiN (柱状 1.0) [0.2 7.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.5]	TiN (粒状 0.05) [0.05 1.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (0.5) [0.4]	TiC (粉状 0.4) [0.3]	2.5	0.3	4.0	0.15	異常なし
2	TiN (柱状 0.4) [0.4 2.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.5]	TiN (柱状 0.1) [0.05 2.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.4]	TiC (粒状 0.4) [0.3]	2.7	0.5	8.0	0.22	異常なし
3	TiN (柱状 1.0) [0.1 10.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.5]	TiN (粒状 0.1) [0.01 1.5]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.4]	TiC (粒状 0.4) [0.3]	2.7	0.2	10.0	0.23	異常なし
4	TiN (柱状 1.0) [0.2 5.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.5]	TiN (粒状 0.1) [0.031 1.5]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.4]	-	2.0	0.3	6.7	0.2	異常なし
5	TiN (柱状 1.0) [0.1 5.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.5]	TiN (粒状 0.1) [0.01 1.5]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.4]	TiN (粒状 0.5) [0.2]	2.1	0.3	10.0	0.25	異常なし
6	TiN (柱状 1.0) [0.1 10.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.5]	TiN (粒状 0.1) [0.05 1.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.4]	TiCN (柱状 0.5) [0.4]	2.5	0.2	2.0	0.27	異常なし
7	TiN (柱状 1.0) [0.15 8.0]	Al ₂ O ₃ (α) (1.0) [0.9]	TiN (柱状 0.1) [0.1 2.0]	Al ₂ O ₃ (α) (1.0) [0.8]	TiC (粒状 0.4) [0.3]	1.7	0.3	1.5	0.27	異常なし
8	TiN (柱状 1.2) [0.2 12.0]	Al ₂ O ₃ (α) (1.0) [0.9]	TiN (粒状 0.1) [0.01 1.0]	Al ₂ O ₃ (α) (1.0) [0.8]	TiC (粒状 0.4) [0.3]	1.5	0.2	20.0	0.28	異常なし
9	TiN (柱状 0.8) [0.12 8.0]	Al ₂ O ₃ (α) (1.0) [0.9]	TiN (柱状 0.3) [0.1 3.0]	Al ₂ O ₃ (α) (1.0) [0.8]	TiC (粒状 0.4) [0.3]	2.0	0.3	1.2	0.28	異常なし
10	TiN (柱状 1.0) [0.13 10.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (4.0) [0.9]	TiN (粒状 0.1) [0.1 1.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (4.0) [1.0]	TiC (粒状 0.4) [0.4]	3.0	0.2	1.3	0.29	異常なし
11	TiN (柱状 1.0) [0.2 5.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (4.0) [0.9]	TiN (粒状 0.1) [0.01 1.7]	Al ₂ O ₃ (κ) (4.0) [1.0]	TiC (粒状 0.5) [0.4]	0.4	0.3	20.0	0.3	異常なし
12	TiN (粒状 0.1) [0.1 5.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.9]	TiN (柱状 0.5) [0.01 2.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [1.0]	TiC (粒状 0.5) [0.3]	3.1	0.2	10.0	0.29	異常なし
13	TiN (粒状 0.1) [0.2 2.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (0.3) [0.5]	TiN (柱状 0.5) [0.04 2.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (0.4) [0.4]	TiC (粒状 0.5) [0.3]	2.0	0.3	5.0	0.29	異常なし
14	TiN (柱状 1.0) [0.15 7.0]	TiCN (0.5) [0.4]	Al ₂ O ₃ (α) (1.0) [0.8]	TiCN (0.5) [0.4]	TiN (粒状 1.0) [0.2]	2.5	0.3	-	0.5	欠損
15	TiN (粒状 0.1) [0.1 0.9]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.5]	TiN (粒状 0.1) [0.1 0.9]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.5]	TiC (粒状 0.4) [0.3]	2.1	0.2	1.0	0.48	剥離
16	TiN (柱状 1.0) [0.2 5.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.1) [2.0]	TiN (粒状 0.1) [0.01 1.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.2) [1.0]	TiC (粒状 0.4) [0.3]	2.2	0.3	20.0	0.41	チップング
17	TiN (粒状 1.0) [0.2 1.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [0.9]	TiN (柱状 0.5) [0.5 3.0]	Al ₂ O ₃ (κ) (1.0) [1.0]	TiC (粒状 0.4) [0.3]	2.2	0.3	0.4	0.5	剥離

1)被覆層 (結晶形態、層厚み(μ m))、[平均結晶幅(μ m)、アスペクト比]

Al₂O₃層 (層厚み(μ m))、[平均結晶幅(μ m)] 括弧書きで結晶型を記載。

TiC層 (結晶形態、層厚み(μ m))、[平均結晶幅(μ m)]

2) w_1/w_5 : 第1層におけるTiNの平均結晶幅/基体におけるSi₃N₄結晶の平均粒径

3) w_1/w_3 : 第1層における平均結晶幅/第3層における平均結晶幅

10

20

30

40

【 0 0 4 1 】

表 1、2 より、第 2 層の Al_2O_3 層の平均結晶幅が $1.5 \mu m$ よりも大きい試料 No. 16 では、被覆層にチッピングが発生した。また、第 3 層である TiN 層の平均結晶幅が $0.1 \mu m$ を越える試料 No. 17 では被覆層の剥離が発生した。さらに、第 1 層と第 3 層の TiN 層の構成が同じ試料 No. 15 でも被覆層の剥離が発生した。また、被覆層の層構成が異なる試料 No. 14 では、切刃において欠損が発生した。

【 0 0 4 2 】

これに対して、本発明に従う被覆層の構成からなる試料 No. 1 ~ 13 では、被覆層のチッピングや剥離がなく、逃げ面摩耗量も小さいものであった。

(実施例 2)

実施例 1 の試料 No. 1 の試料において、第 1 層の TiN 層の成膜条件を表 3 のように変更すること以外は、基体および第 2 層以降の各層を実施例 1 と同じ条件で窒化珪素質焼結体からなる基体の表面に被覆層を成膜した。

【 0 0 4 3 】

得られた試料の基体と被覆層との界面付近について、加速電圧 $15 kV$ 、照射電流 $2 \times 10^{-7} A$ の条件で EPMA 分析を行い、La、Mg および Si の分布状態を確認した。基体の界面領域、中間領域、内部領域での分布状態について表 3 ~ 5 に示した。表では、基体の内部または各被覆層における含有量を基準にしてその比を記載した。また、その他の特性についても実施例 1 と同様に評価した。

【 0 0 4 4 】

【 表 3 】

試料 No	前処理条件		第1層の成膜条件			La分布状態				
	ガス種	圧力 (kPa)	成膜温 度(°C)	圧力 (kPa)	第1層 ¹⁾	第2層	第1層	界面領域 La_s/La_i	中間領域 La_m/La_i	La_m/La_s
18	Ar	101	1020	80	TiN (柱状 1.0) [0.25 6.0]	<0.05	<0.05	0.22	0.08	0.36
19	He	101	1010	50	TiN (柱状 1.0) [0.22 5.5]	<0.05	<0.05	0.30	0.25	0.83
20	N ₂	101	1000	70	TiN (柱状 1.0) [0.18 7.0]	<0.05	<0.05	0.12	0.22	1.83
21	N ₂	50	950	100	TiN (柱状 1.0) [0.17 6.3]	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	-
22	Ar	80	1020	70	TiN (柱状 1.0) [0.23 6.5]	<0.05	0.15	0.30	0.11	0.37

1) 第1層 ((結晶形態), 層厚み(μm)), [平均結晶幅(μm), (アスペクト比)]

【 0 0 4 5 】

【表 4】

試料 No	Mg分布状態				Si分布状態			
	第2層	第1層	界面領域 Mg_s/Mg_i	中間領域 Mg_m/Mg_i	第2層	第1層	界面領域 Si_s/Si_i	中間領域
18	<0.05	<0.05	0.25	0.18	<0.05	0.15	0.75	なし
19	<0.05	<0.05	0.25	0.22	<0.05	0.20	0.82	なし
20	<0.05	<0.05	0.18	0.20	<0.05	0.07	0.60	なし
21	<0.05	<0.05	0.10	0.08	<0.05	<0.05	0.45	なし
22	<0.05	<0.05	0.22	0.22	<0.05	0.11	0.73	なし

【 0 0 4 6 】

【表 5】

試料 No	酸化物量 (質量%)	$w_1/w_s^{2)}$	$w_1/w_3^{3)}$	逃げ面摩耗量 (加工最終) (mm)	切刃状態
18	2.5	0.87	4.00	0.12	異常なし
19	2.5	0.37	3.52	0.21	異常なし
20	2.5	0.30	2.88	0.24	異常なし
21	2.5	0.28	2.72	0.18	異常なし
22	2.5	0.38	3.68	0.28	異常なし

2) w_1/w_s : 第1層におけるTiNの平均結晶幅/基体における Si_3N_4 結晶の平均粒径3) w_1/w_3 : 第1層における平均結晶幅/第3層における平均結晶幅

【 0 0 4 7 】

表 3 ~ 5 より、基体 2 の表面から $500\mu m$ 以上の深さの内部領域における Re 含有量 (Re_i) に対して、基体 2 と被覆層 3 との界面領域における Re の含有量 (Re_s) の比率 (Re_s/Re_i) が $0.05 \sim 0.30$ であり、かつ界面の直下の基体 2 の表面近傍に Re の含有量 (Re_m) が少ない中間領域が存在する試料 No. 18、19 では、それ以外の試料 No. 20 ~ 22 に対してより優れた切削性能を発揮することが確認された。

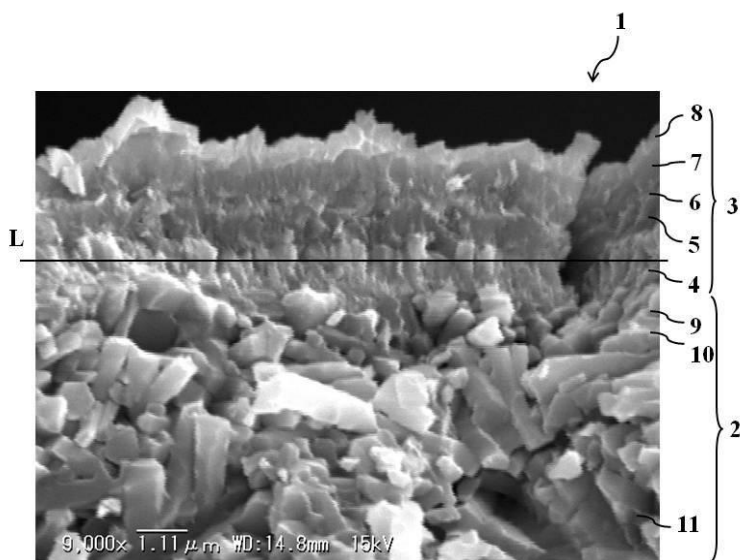
【符号の説明】

【 0 0 4 8 】

- 1 切削工具
- 2 基体
- 3 被覆層
- 4 第1層 (T i N 層)
- 5 第2層 (A l ₂ O ₃ 層)
- 6 第3層 (T i N 層)
- 7 第4層 (A l ₂ O ₃ 層)
- 8 第5層 (T i C _x N _{1-x} 層)
- 9 界面領域
- 10 中間領域
- 11 内部領域

10

【 図 1 】



フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B23B 27/14,

B23C 5/16,

B23B 51/00,

B23P 15/28,

C23C 16/00-16/56