

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6440814号
(P6440814)

(45) 発行日 平成30年12月19日(2018.12.19)

(24) 登録日 平成30年11月30日(2018.11.30)

(51) Int.Cl.	F I
C 2 5 F 7/00 (2006.01)	C 2 5 F 7/00 M
C 2 5 F 3/16 (2006.01)	C 2 5 F 7/00 Q
	C 2 5 F 3/16 B

請求項の数 4 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2017-500129 (P2017-500129)	(73) 特許権者	516281300
(86) (22) 出願日	平成26年3月18日 (2014. 3. 18)		ブラティット・アクチエンゲゼルシャフト
(65) 公表番号	特表2017-508893 (P2017-508893A)		スイス国, シーエイチ-2 5 4 0 グレン
(43) 公表日	平成29年3月30日 (2017. 3. 30)		ヒェン, モースシュトラーセ 6 8 - 7 8
(86) 国際出願番号	PCT/EP2014/055376	(74) 代理人	100099623
(87) 国際公開番号	W02015/139731		弁理士 奥山 尚一
(87) 国際公開日	平成27年9月24日 (2015. 9. 24)	(74) 代理人	100096769
審査請求日	平成29年2月21日 (2017. 2. 21)		弁理士 有原 幸一
		(74) 代理人	100107319
			弁理士 松島 鉄男
		(74) 代理人	100114591
			弁理士 河村 英文
		(74) 代理人	100125380
			弁理士 中村 綾子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 鋼および超硬合金基板のセラミック硬質材料層の除膜方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも一つのワークピース(10)からセラミック硬質材料層を除膜する方法であって、前記ワークピース(10)が切削工具またはホブであり、前記ワークピース(10)の表面の一部にセラミック硬質材料層を有し、前記セラミック硬質材料層の下に接着層を有し、

少なくとも1つの電極(20)が、カソードとして電解液(30)中に配置されており、

アノードとして作用する前記1つまたは複数のワークピース(10)の少なくとも一部が、前記電解液(30)中にも配置されており、

電圧パルスを生成するパルス駆動手段(40)が、前記1つまたは複数のカソードと前記1つまたは複数のアノードとの間に配置されており、

保護プラグ(54)およびホルダ(50)が設けられるようにしてなる、方法であって、

直径および高さが整合するとともに前記ホルダ(50)に圧入された保護プラグ(54)に対して、除膜対象の前記ワークピース(10)を挿入するステップと、

除膜対象の前記ワークピース(10)を備えた前記ホルダを前記パルス駆動手段(40)の正極に接触させ、前記ワークピースを前記パルス駆動手段の正極に電氣的に接続するステップと、

pH値が0.5～1.1の酸性の電解液(30)を内蔵する電解槽を選択するステッ

10

20

プと、

前記接触したホルダ（５０）を前記選択した電解槽に投入し、少なくとも１つの電極（２０）を前記ホルダ（５０）から所定の距離に配置して、前記パルス駆動手段（４０）の負極に接触させるステップと、

電源から前記ワークピース（１０）に電流を供給し、前記パルス駆動手段（４０）によって前記除膜を行うステップと、

を含み、

連続した端点検出または時間間隔ごとの除膜制御を実行し、前記端点検出が、特定の電流の確立に必要な電圧を測定または決定することを含み、前記電圧の降下が見られた後、前記電圧が再びその元の値に達した場合に端点に達するようにしてなる、方法。

10

【請求項２】

前記ワークピース（１０）が、複数のワークピース（１０）を受容することによって互いに接触させると同時に、前記被覆されていない材料表面を作用から保護した後、除膜を行うように設計されたホルダ（５０）に挿入されたことを特徴とする、請求項１に記載の方法。

【請求項３】

pH値が０．５～１．１の２～５０質量％鉍酸を電解液として用いることを特徴とする、請求項１または２に記載の方法。

【請求項４】

電源が、２０Ｖ～６０Ｖにおいて、電流制御パルスで周波数が１Ｈｚ～４０Ｈｚ、デューティサイクルが２５％超の矩形パルス形状の単極性である１０Ａ～５０Ａの電流を供給するように設計されたことを特徴とする、請求項１から３のいずれか１項に記載の方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、鋼および超硬合金基板のセラミック硬質材料層すなわち表面の一部にセラミック硬質材料層を有する鋼および超硬合金基板の除膜方法に関する。さらに、本発明は、この方法に適したホルダに関する。

【背景技術】

【０００２】

30

特に工具業界においては、超硬合金工具が用いられており、通例、炭化タングステン粒子および母材としてのコバルトで構成されている。これらの工具は、その表面特性の改善を実現するため、適用目的に応じて、真空メッキ法により、たとえば窒化チタンまたは窒化クロム等の硬質材料層で被覆されている。硬質材料層は、工具の適用目的に応じて、単層または多層として存在していてもよく、酸化物、窒化物、炭化物、または炭窒化物等の混合化合物の形態の化学元素Ａｌ、Ｔｉ、Ｃｒ、Ｓｉのうちの少なくとも１つを含む。これらの硬質材料層は、セラミック層とも称する。

【０００３】

工具を使用および再研削後に再利用する場合または不良被膜を工具から除去する場合は、硬質材料層すなわちセラミック層の除膜が必要となる。除膜が難しいのは、一方において、硬質材料層に用いられているさまざまな適用材料、および多層または単層のいずれが存在するかを把握する必要があることが原因であり、他方においては、超硬合金自体の化学的不安定性が原因である。

40

【０００４】

高速度鋼で構成された工具は、超硬合金工具と同じ硬質材料層で被覆されている。ただし、これらは、製造の費用が低く、その耐化学性のため、超硬合金工具よりも除膜がはるかに容易である。

【０００５】

除膜プロセスは、さまざまな硬質材料層に従って複数グループに分割されるが、第１のグループには、超硬合金工具および高速度鋼工具上の一体鑄造層、傾斜層、または多層と

50

して存在するTiおよびAl系層（たとえば、TiN、TiCN、TiAlN、AlTiN、TiAlN/SiN）を含む。この場合は、複合組成の過酸化水素水を用いた硬質材料層の湿式化学除去に基づくとともに、超硬合金工具が通常、保護電圧の印加によって保護される除膜方法が一般的である。厚さ2 μ mの一体鑄造硬質材料層から開始した場合の除膜時間は、4～24時間と非常に長い。同様に、こうした除膜時間が非常に長い場合に絶えず更新する必要がある化学物質の消費量は、非常に多い。たとえばAlTiCrN等の複雑な層構成の場合、この方法は役に立たない。除膜は、もはや不可能である。

【0006】

高速度鋼工具の場合も、複合組成の過酸化水素水を用いた硬質材料層の湿式化学除去が行われ、工具に保護電圧は印加されないが、代わりに高温で実行される。厚さ2 μ mの一体鑄造硬質材料層から開始した場合の除膜時間は、1～4時間である。

10

【0007】

第2のグループには、超硬合金工具および高速度鋼工具上のCr系層（たとえば、CrN、AlCrN）を含む。この場合は、両種の工具について、過マンガン酸塩溶液と苛性アルカリ溶液との混合物の湿式化学の適用に基づく除膜方法が一般的である。ここで、化学物質の消費量は少なく、厚さ2 μ mの硬質材料層の除膜時間は、1時間前後と比較的短い。

【0008】

第3のグループには、超硬合金工具および高速度鋼工具上のCrTi系層（たとえば、CrTiN、AlTiCrN）を含む。構造が非常に複雑なこれらの硬質材料層構成に関しては、超硬合金工具に対する化学的な除膜手順が知られていない。このような被覆工具は、機械的な方法によって除膜する必要があるため、非常に大きな労力を伴っていた。

20

【0009】

高速度鋼工具の除膜は、電解液として組成が複雑なアルカリ過氧化物溶液に依拠する電気化学的方法に基づく。除膜中に化学物質が急速に消費されるため、非常に大きな労力を伴う。さらに、AlTiCrN硬質材料層のいくつかの変異形の場合、この方法は役に立たない。

【0010】

さらに、市場で入手できる除膜プロセスについても、湿式化学領域で作用し、第1および第2のグループの超硬合金層構成に関する超硬合金工具の脆弱性について、良い結果が得られる。ただし、除膜時間は、許容できない長さであった。

30

【0011】

第1および第2のグループの高速度鋼工具の除膜の分野において、既知のプロセスは、上述の方法と同様の考え方である。

【0012】

既知の除膜プロセスを適用可能な場合に限って第3のグループのセラミック硬質材料層構成に使用する場合、超硬合金工具については、実質的に24時間を超える非常に長い除膜時間を認める必要がある。

【0013】

以下の表は、産業上既知で利用されている硬質材料層を総括したものであり、グループおよび接着促進層によってソートしている。

40

【0014】

【表 1】

#	層の種類	層構造	接着層	グループ
1	TiN	TiN	TiN	1
2	TiCN	TiN + TiCN	TiN	1
3	TiAlN	TiAlN	-	1
4		TiN + TiAlN	TiN	1
5	AlTiN	AlTiN	-	1
6		TiN + AlTiN	TiN	1
7	TiAlN/SiN	TiN + TiAlN/SiN	TiN	1
8		TiN + AlTiN/SiN	TiN	1
9		TiN + AlTiN + TiAlN/SiN	TiN	1
10		TiN + TiAlN/SiN + TiN/SiN	TiN	1
11	TiAlN/SiN/AlCrON	TiN + TiAlN/SiN + AlCrON	TiN	?
12	TiAlCrN/SiN	TiN/CrN + TiAlN/SiN + AlTiCrN/SiN + TiN/SiN	CrN o. TiN	?
13		TiN/CrN + TiAlCrN/SiN	CrN o. TiN	3
14		TiN/CrN + AlTiCrN/SiN	CrN o. TiN	3
15	CrN	CrN	CrN	2
16	AlCrN	AlCrN	-	2
17		CrN + AlCrN	CrN	2
18	AlCrN/TiAlN	CrN + AlCrN + TiAlN	CrN	2
19	AlCrN/SiN	CrN + AlCrN/SiN	CrN	2
20		CrN + AlCrN + AlCrN/SiN	CrN	2
21	CrTiN	CrTiN	CrN または TiN	3
22	AlTiCrN	AlTiCrN	-	3
23		TiN/CrN + AlTiCrN	CrN または TiN	3
24		TiN/CrN + AlCrN + AlTiCrN	CrN または TiN	3
25		TiN/CrN + AlCrN + AlCrTiN	CrN または TiN	3

【 0 0 1 5 】

超硬合金工具の除膜方法がWO 9 9 / 5 4 5 2 8 (A 1) によって知られており、硬質材料層を超硬合金工具から剥ぎ取ることができる。これにより、酸化タングステン層が超硬合金工具上に電解形成されるが、これは、機械的な後処理によって後で除去する必要がある。この方法は、非常に高速であり、第 1 および第 2 のグループについて、30 分未満の除膜時間が期待できる。ただし、形成された酸化タングステン層を機械的に後処理する必要があり、不都合である。

【 0 0 1 6 】

WO 2 0 0 3 / 0 8 5 1 7 4 (A 2) によれば、パルス電流によって構成要素から表面領域を除去する方法が知られている。例示的な構成要素としては、ニッケル/コバルト超合金製のタービン翼が示されている。除去する層は金属製であり、特に、組成が M C r A l Y であって、M は鉄、コバルト、またはニッケルから成る群のうちの 1 つの元素である。WO 2 0 0 3 / 0 8 5 1 7 4 (A 2) に開示されている形態の既知の方法は、ワークピ

ースのセラミック層すなわち表面の一部にセラミック硬質材料層を有する鋼および硬質金属基板の除膜には適していない。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0017】

本発明の目的は、第1のグループの任意の硬質材料層を超合金工具からより高速かつ容易に除去し、さらに、第2のグループの硬質材料層を超合金工具および高速度鋼工具から除膜可能であるとともに、これまでは超合金工具および高速度鋼工具から化学的に一切または一部しか除去できなかった第3のグループの硬質材料層を同等に高速かつ容易に除膜可能な除膜方法を提案することである。

10

【課題を解決するための手段】

【0018】

本発明の目的は、請求項1に係る方法によって達成される。まず、本発明の方策による結論として、セラミック被覆超合金ワークピースおよびセラミック硬質材料層を有するワークピースの場合は、接着層または硬質材料層に至るまでセラミック層を除去する方法が提供される。このように、特にセラミック層が存在しない領域において、化学的作用からワークピースが保護される。本発明によれば、場合により第2のステップにおいてのみ、すなわち、既知かつ一般的であるように、保護電圧を工具に印加した状態で過酸化溶液を用いて、非常に薄い接着促進層が除去される。

【0019】

20

本発明に係る方法ステップの除膜時間が分オーダーであり、また、第2の従来ステップにおいても、接着層が非常に薄いために分オーダーであるという事実から、硬質金属は作用を受けない。したがって、WO2003/085174(A2)の方法の不都合すなわち除膜対象の表面層が存在しない領域においてワークピースが作用を受けることがなくなる。

【0020】

TiN接着促進層のない第1および第3のグループの硬質材料層構成の場合、本発明に係る方法では、除膜時間が短くなるが、この場合、硬質金属が作用を受けるため、再研削、艶出し、またはマイクロブラスト等の機械的な方法による後処理が必要となる。高速度鋼工具の場合、本発明に係る方法は、第2および第3のグループのセラミック硬質材料層を対象とする。TiNで構成された接着促進層が存在する場合は、新規の方法によって、この層まで除膜が行われ、第2のステップにおいては、従来方法によって、この非常に薄い接着促進層が除去される。これは、高温の過酸化溶液によって行われる。TiN接着促進層が存在しない場合は、この方法によって完全な除膜が行われる。ただし、別のステップにおいては、従来技術に係る高温の従来の過酸化溶液除膜槽を用いることにより、この新たな方法の使用時に生じ得る変色を取り除くのが望ましい。

30

【0021】

端点検出が、所定の電流の確立に必要な電圧を測定または検出することを含み、電圧の降下が見られた後、電圧が再びその元の値に達した場合に端点に達すると都合が良い。

【0022】

40

ワークピースが、直径が異なるワークピースを受容することによって互いに接触させると同時に、被覆されていない材料表面を作用から保護した後、除膜を行えるように設計されたホルダに挿入されていると、特に都合が良い。

【0023】

酸性電解液として、pH値が0.5～1.1の2～50%鉬酸、好ましくはpH値が0.09～0.7で化合物濃度 $c = 0.81 \sim 4.54 \text{ mol/dm}^3$ の5～25%硝酸、最も好ましくはpH値が-0.12～-0.41で化合物濃度 $c = 1.32 \sim 2.58 \text{ mol/dm}^3$ の8～15%硝酸が適かつ有利な電解液であり、塩基性電解液として、1Lの水と、pH値が13.1～14.8で化合物濃度 $c = 0.14 \sim 6.9 \text{ mol/dm}^3$ の10ml～500mlの50%苛性アルカリ溶液、好ましくはpH値が13.4

50

～14.1で化合物濃度 $c = 0.27 \sim 1.36 \text{ mol/dm}^3$ の20ml～100mlの50%苛性アルカリ溶液、最も好ましくはpH値が13.6～14.0で化合物濃度 $c = 0.40 \sim 1.0 \text{ mol/dm}^3$ の30ml～80mlの50%KOHと、4g～55gの酸化剤、好ましくは化合物濃度 $c = 0.06 \sim 0.23 \text{ mol/dm}^3$ の10g～35gの過マンガン酸塩、最も好ましくは化合物濃度 $c = 0.095 \sim 0.158 \text{ mol/dm}^3$ の15g～25gの過マンガン酸カリウムとから成る溶液が適当かつ有利な電解液であることが分かっている。

【0024】

酸性電解液の場合は、電源が、電流制御パルスで、好ましくは単極性、最も好ましくは周波数が1Hz～40Hz、好ましくは2Hz～20Hz、最も好ましくは3Hz～8Hzで、サンプリングレート（デューティサイクル）が25%超、好ましくは50%超、最も好ましくは75%超の矩形パルス形状の単極性である10A～50A、好ましくは20A～40A、最も好ましくは26A～35Aの電流を供給すると都合が良い。

10

【0025】

これに対して、塩基性電解液の場合は、電源が、電流制御パルスで、好ましくは単極性、最も好ましくは周波数が5Hz～40Hz、好ましくは10Hz～35Hz、最も好ましくは20Hz～30Hzで、サンプリングレートが10Hz～35Hz、最も好ましくは20Hz～30Hzおよびサンプリングレート（デューティサイクル）が50%未満、好ましくは35%未満、最も好ましくは25%未満の矩形パルス形状の単極性である50A～200A、好ましくは80A～150A、最も好ましくは90A～115Aの電流を供給すると都合が良い。

20

【0026】

複数のワークピースに対して上記方法を実行するための有利なホルダは、電気接点を備えた導電性ベースハウジングおよび少なくとも1つの電流源、異なるプラグ用の穿孔開口およびシールを有する、異なるプラグ用の穿孔開口およびシールを有するカバーを備え、異なるプラグは、好ましくは直径が異なる穿孔が設けられている。

【0027】

ホルダ、ベースハウジング、カバー、および電流源レールが、電氣的絶縁被膜で被覆されており、絶縁材料が、化学物質に対する耐性を有し、接触表面には適用されておらず、直径が異なるワークピースを受容するために直径が異なる穿孔が設けられたプラグが、耐化学性の非導電性材料で電氣的に構成されている、好ましくはポリオキシメチレンで構成されていると都合が良い。これにより、化学物質がワークピースとプラグとの間に浸透することを防止するため、プラグにOリングを設けることができる。

30

【0028】

複数の領域の表面が被覆されていないワークピース、特に、ホブを伴う上記方法を実行するための有利なホルダは、アノードとして機能すると同時に、受容対象のワークピースを化学的作用から保護するとともに、好ましくは直立状態でワークピースを保持するように電気接点および電流源を備えた鋼取り付け台が組み込まれた絶縁ベースプレートに有する。カソードとして提供されるとともに電気接点を介して接触可能な導電性シリンダは、他の箇所での化学的作用からワークピースを保護するプラスチックプラグ60を有する。これにより、さまざまなサイズおよび形状のワークピースを覆って接触させるため、シリンダ、プラスチック取り付け台、および鋼取り付け台が、交換可能に構成されている。

40

【0029】

本発明に従って用いられる上述の要素のほか、特許請求の範囲に係る要素および以下の例示的な実施形態に記載の要素は、それぞれのサイズ、形状、材料および技術設計の使用の観点での除外による如何なる特定の条件の影響も受けず、その結果、各適用分野において知られている選択基準を制限なく使用可能である。

【0030】

本発明の目的の別途詳細、利点、および特徴については、以下の説明および対応する図面から明らかとなるであろう。ただし、本発明に係るセラミック硬質材料層の除膜方法は

50

、一例として示している。図面の内容は、以下の通りである。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 3 1 】

【図 1】本発明の第 1 の例示的な実施形態に係る、複数のワークピース用のホルダを伴う方法を実行するための構成の模式図である。

【図 2】複数のワークピース（この場合は、電解液中に位置決めするシャフト工具）を取り付けるホルダの斜視図である。

【図 3】図 2 に係る、機能要素の詳細図である。

【図 4】図 2 および図 3 に係る、ホルダの側面図である。

【図 5】本発明の第 2 の例示的な実施形態に係る、方法を実行するための構成の模式図である。

10

【図 6】図 5 の構成に係る、除膜対象の表面が 2 つの被覆されていない領域間に位置付けられたワークピース（この場合は、ホブ）を取り付ける別のホルダの斜視図である。

【図 7】図 6 に係る、機能要素の詳細図である。

【図 8】図 2 ～図 4 に係る、シャフト工具が挿入されたホルダの斜視図すなわち写真である。

【図 9】図 2 ～図 4 に係る、シャフト工具が挿入されたホルダの図すなわち写真である。

【図 10】図 8 および図 9 に係る、除膜後のシャフト工具の図すなわち写真である。

【図 11】図 5 ～図 7 に係る、ホルダに挿入するワークピースの斜視図すなわち写真である。

20

【図 12】端点検出に利用可能な電圧曲線の図である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 3 2 】

第 1 のグループおよび第 3 のグループの硬質材料層は、層厚が $0.5 \mu\text{m}$ 未満の TiN 接着促進層を工具と実際の硬質材料層との間に備えた層構造を有し得る。これは、実際の機能的な硬質材料層への移行期間を構成する。

【 0 0 3 3 】

第 1 および第 3 のグループのこれら硬質材料層は、適当な湿式化学手法を用いるとともに電気パルスを印加することによって、表面から TiN で構成された接着層まで非常に短時間で選択的に除膜可能であることが分かっている。

30

【 0 0 3 4 】

さらに、硬質材料層が硬質金属工具と硬質材料層との間に TiN 接着層を有していない場合は、同じ湿式化学手法および電気パルスによって、除膜を同等に高速に実行可能であることが実験から明らかとなっている。このことは、第 2 のグループの硬質材料層に関して特に当てはまる。ただし、この場合、硬質金属工具は、その表面が作用を受けるため、後処理を行う必要がある。

【 0 0 3 5 】

さらに、第 2 および第 3 のグループの硬質材料層は、適当な湿式化学手法において電気パルスにより、表面から TiN で構成された接着層まで、または TiN で構成されたこのような接着層がない場合、高速度鋼工具の表面まで、非常に短時間で選択的に除膜可能であることが実験で分かっている。

40

【 0 0 3 6 】

高速度鋼工具上の第 1 のグループの硬質材料層は、この方法で除膜できない。この場合に使用する湿式化学手法が高速度鋼基板を破壊してしまうためである。

【 0 0 3 7 】

パルス除膜の場合は、被覆工具が正極（電気的アノード）として機能する一方、鋼シールドまたは鋼リング等の金属体が負極（電気的カソード）として機能する。使用する電解液は、硬質材料層中のセラミック成分によって決まる。

【 0 0 3 8 】

そこで、上記のように分類された硬質材料層の場合は、2 つの異なる電解液媒体を採用

50

する。すなわち、第1のグループの硬質材料層すなわちTi、Al系層の場合は、ここに記載の例示的な実施形態において、pH値が-0.23~-0.41の10~15%硝酸($c = 1.67 \sim 2.58 \text{ mol/l}$)から成る酸性電解液を採用し、第2および第3のグループの硬質材料層すなわちCrおよびCrTi系層の場合は、ここに記載の例示的な実施形態において、50mLの50%KOH($c = 0.67 \text{ mol/l}$)および20.6gの過マンガン酸カリウム($c = 0.13 \text{ mol/l}$)を含む1Lの水から成り、溶液のpH値が13.5である塩基性電解液を採用する。ここに記載の例示的な実施形態において、両電解液は、室温で動作する。ここで、除膜が開始となるまでは、パルス発生器によって均一な正電流パルス信号が誘導される。厚さ2 μm の硬質材料層から開始した場合の除膜時間は、当該硬質材料層、使用する電解液、および使用する工具材料に応じて、10秒~5分である。

10

【0039】

所与の工具の印加電流は、被覆表面によって決まるため、工具の直径および形状、セラミック被膜の種類、ひいては電解液によっても決まり、実験で具体的に決定することができる。塩基性電解液中で除膜される層厚3 μm の第2のグループの種類の被膜を備えた超硬合金エンドミル($\phi = 8 \text{ mm}$ 、被覆長40mm)の印加電流は、およそ10~11Aである。上記と同じ超硬合金エンドミル工具であるが、酸性電解液中で除膜される第1のグループの種類の層で被膜されている場合の印加電流は、3Aである。複数の工具がホルダに固定されている場合、これらの工具は、並列回路の抵抗として作用する。

【0040】

20

高速度鋼工具の場合も、超硬合金工具の場合と同じ依存関係が分かっている。塩基性電解液中で除膜される直径6mm~12mmの高速度鋼工具の印加電流は、10~11Aである。酸性電解液中では、工具が破壊されてしまうため、これに相当する除膜は不可能である。

【0041】

また、この種の除膜には、パルスの周波数およびその機能形状も重要なパラメータである。好ましくは均一形状、最も好ましくは矩形双極パルス形状の電流制御パルスモードが用いられる。塩基性電解液の場合のパルスの周波数は、5Hz~40Hz、好ましくは10Hz~35Hz、最も好ましくは20Hz~30Hzであり、50%未満、好ましくは35%未満、最も好ましくは25%未満のサンプリングレート(デューティサイクル)が用いられる。酸性電解液の場合、周波数は、1Hz~40Hz、好ましくは2Hz~20Hz、最も好ましくは3Hz~8Hzであり、50%超、好ましくは70%超、最も好ましくは85%超のサンプリングレート(デューティサイクル)が用いられる。

30

【0042】

工具に残るTiN接着層は、基材すなわち高速度鋼または超硬合金に適した湿式化学方法によって後で除膜される。たとえば、過酸化水素水を用いる場合は、保護電圧の印加によって超硬合金工具が保護されるが、これにより、5~10分以内でTiN接着層を除去可能である。このような短い時間では、超硬合金が作用を受けない。

【0043】

TiN接着層を含まない硬質材料層のパルス法による除膜の場合は、酸性および塩基性電解液において、超硬合金が作用を受ける。このため、再研削、マイクロブラスト、または艶出しによる後処理が必要である。また、塩基性電解液の適用によって、わずかな作用が高速度鋼工具に生じ得る。ただし、この作用は、最小限でしかないため、表面の光学的曇りはわずかである。

40

【0044】

たとえばエンドミル工具のシャフト等の被覆されていない表面は、酸性および塩基性電解液においてパルス法的作用を受けるため、保護プラグを備えた適当なホルダで覆う必要がある。シャフト工具の場合は、パルス除膜方法に対して、保護プラグを備えたホルダが具体的に開発されている。ただし、このホルダは、たとえば超硬合金への作用が生じ得る他の化学的除膜方法にも利用可能である。ホルダは、直径が異なるシャフト工具を受容す

50

る目的を果たすことにより、これらを接触させると同時に被覆されていないシャフト表面を作用から保護した後、パルス法でこれを除膜する。

【 0 0 4 5 】

シャフト工具のホルダ 5 0 は、電気接点を備えた導電性ベースハウジング 5 2 および少なくとも 1 つの電流源、例示的な本実施形態においては、電流源レール 5 6、異なるプラグ 5 4 用の穿孔開口およびシールを有するカバー 5 5 を備え、異なるプラグは、好ましくは直径が異なる穿孔が設けられている。ベースハウジング 5 2、カバー 5 5、および電流源レール 5 6 は、絶縁体で被覆されており、絶縁材料は、化学物質に対する耐性を有する必要があるが、接触表面には適用されていなくてもよい。直径が異なるシャフト工具を受容するために直径が異なる穿孔が設けられたプラグ 5 4 は、耐化学性の非導電性材料で構成されている。高さが異なる被覆されていないシャフト長を覆うため、プラグの高さは変化する。化学物質がシャフトとプラグ 5 4 との間に浸透することを防止するため、プラグ 5 4 に O リングが設けられている。さらに、図 3 には、工具 1 0 の基礎となる接触レール 5 7 および両面接触コイル 5 8 を示しており、接触レール 5 7 は、接触コイルの固定装置として機能する。

10

【 0 0 4 6 】

案内プラグとの組み合わせによるホルダの使用特有の特徴として、パルス除膜とそれに続く T i N 接着層の除去の後には、プラグと被覆シャフト表面との間および / または自由シャフト表面と電解液との間に微小な重なりが存在するため、除膜されていない表面またはわずかに作用を受けた表面の小さなリングがシャフト工具に残る、という事実がある。

20

【 0 0 4 7 】

ホルダの特殊な一実施形態は、直径が異なるホブ等を受容する目的を果たすことにより、これらを接触させると同時に被覆されていない材料表面を作用から保護した後、パルス法でこれらを除膜する。

【 0 0 4 8 】

ホルダは、絶縁取り付け台 7 4 が組み込まれ、受容対象のワークピース 1 0 を化学的作用から保護するとともに、好ましくは直立状態でワークピース 1 0 を保持するベースプレート 7 5 を備える。ワークピースの電気接点 7 6 がアノードとして機能し、カソードとして提供されるとともに電気接点を介して接触可能な導電性シリンダ 7 2 と、他の箇所での化学的作用からワークピース 1 0 を保護する絶縁プラグ 6 0 とが存在する。さまざまなサイズおよび形状のワークピース 1 0 を覆って接触させるため、シリンダ 7 2、絶縁取り付け台 7 4、および絶縁プラグ 6 0 は、交換可能である。

30

【 0 0 4 9 】

ここに記載の例示的な実施形態 (図 1 に示す) においては、以下のように、シャフト工具の除膜方法が実行される。

【 0 0 5 0 】

1 . 直径および高さが整合するとともにホルダ 5 0 に圧入された保護プラグに対して、除膜対象のシャフト工具 1 0 を挿入する。

【 0 0 5 1 】

2 . 除膜対象のシャフト工具 1 0 を備えたホルダを電流パルスドライバ 4 0 の正極に接触させる。

40

【 0 0 5 2 】

3 . 使用する電解槽 3 0 を決定する必要がある。すなわち、第 1 のグループの層の場合は酸性電解液であり、第 2 および第 3 のグループの層の場合は塩基性電解液である。

【 0 0 5 3 】

4 . 接触したホルダ 5 0 を選択した電解槽に投入する。

【 0 0 5 4 】

5 . 鋼製の 2 つの電極 2 0 をホルダの両面に載置し、後者を電流パルスドライバの負極に接触させる。鋼製の電極のシャフト工具までの距離は、0 . 5 c m ~ 最大 2 . 5 c m である。

50

【 0 0 5 5 】

6 . パルス発生器 4 0 においては、シャフト工具（直径 6 mm ～ 1 2 mm ）に対して条件を調整する。これにより、1 回の除膜に 9 つのシャフト工具を前提とする。ここに記載の例示的な実施形態におけるホルダは、9 つの工具の場合に対して設計されている。

【 0 0 5 6 】

【表 2】

第1のグループの層:	第2および第3のグループの層:
実施例1: シャフト工具の数 9 直径 12 mm 電流: 15 A 電圧 (U_{0Max}): 40 V 電流制御, パルス形状:矩形 周波数 5 Hz 対称性/サンプリングレート: 98%	実施例1: シャフト工具の数 9 直径 12 mm 電流: 100 A 電圧 (U_{0Max}): 50 V 電流制御, パルス形状:矩形 周波数 25 Hz 対称性/サンプリングレート: 20%
実施例2: シャフト工具の数 9 直径 6 mm 電流: 15 A 電圧 (U_{0Max}): 40 V 電流制御, パルス形状:矩形 周波数 5 Hz 対称性/サンプリングレート: 98%	実施例2: シャフト工具の数 9 直径 6 mm 電流: 100 A 電圧 (U_{0Max}): 50 V 電流制御, パルス形状:矩形 周波数 25 Hz 対称性/サンプリングレート: 20%

10

20

30

【 0 0 5 7 】

7 . 直ちに除膜を開始する。

【 0 0 5 8 】

8 . 第 1 のグループのシャフト工具 1 0 の場合は、端点検出を利用する。

【 0 0 5 9 】

第 1 のグループの工具の場合は、意外にも、端点検出として機能し得る効果が検出されている。除膜時間中は、電源が電流の機能を提供するため、一定かつ厳密に安定した電流が生成される。除膜プロセスにおいては、工具の表面ひいては抵抗が変化するという事実のため、電圧の降下が見られる。窒化チタン層に達した場合は、電圧がその元の値に達するまで、抵抗が増加する。これにより、電圧曲線は、およそ 2 ～ 1 0 V の範囲であり、およそ 2 ～ 4 V の電圧差が予想される。

40

【 0 0 6 0 】

第 2 および第 3 のグループの工具の場合は、2 0 ～ 3 0 秒ごとに電流供給が停止され、シャフト工具を備えたホルダが除膜に関して制御される。

【 0 0 6 1 】

9 . 厚さ 2 μ m の層の場合は、硬質材料層の組成に応じて、工具または T i N 接着層までの除膜を 1 0 秒 ～ 3 0 分以内に完了する。

【 0 0 6 2 】

その後、従来の湿式化学手法によって、T i N 接着層を完全に除膜する。T i N 接着層がない場合の除膜にも、同じパルス除膜時間を要する。これ以上の化学的な除膜は必要な

50

いが、基板の作用のため、機械的な後処理を実行する。

【 0 0 6 3 】

図 5 に示すように、ホブを除膜する例示的な一実施形態においては、わずかに異なるプロセスが提供される。

【 0 0 6 4 】

1 . 除膜対象のホブ 1 0 を電流パルスドライバ 3 0 の正極に接触させ、図 6 および図 7 に係る保護プラグ 6 0 が設けられたホルダに投入する。

【 0 0 6 5 】

2 . 使用する電解槽 3 0 を決定する必要がある。すなわち、第 1 のグループの層の場合は酸性電解液であり、第 2 および第 3 のグループの層の場合は塩基性電解液である。

10

【 0 0 6 6 】

3 . 接触したホブ 1 0 を選択した電解槽 3 0 に投入する。ホブ周りの 0 . 5 c m ~ 最大 2 . 5 c m の距離において、金被覆されたステンレス鋼製の鋼リング電極を中心に配置する。この鋼電極をパルス発生器 3 0 の負極に接触させる。

【 0 0 6 7 】

4 . パルス発生器 3 0 においては、ホブ 1 0 に対して条件を調整する。

【 0 0 6 8 】

【表 3】

第1のグループの層:	第2および第3のグループの層:
実施例1: ホブの直径 47 mm 高さ 1510 mm 電流: 30 A 電圧 (U_{0Max}): 40 V 電流制御, パルス形状:矩形 周波数 5 Hz 対称性/サンプリングレート: 98%	実施例1: ホブの直径 47 mm 高さ 1510 mm 電流: 30 A 電圧 (U_{0Max}): 50 V 電流制御, パルス形状:矩形 周波数 25 Hz 対称性/サンプリングレート: 20%
実施例2: ホブの直径 33 mm 高さ 110 mm 電流: 30 A 電圧 (U_{0Max}): 40 V 電流制御, パルス形状:矩形 周波数 5 Hz 対称性/サンプリングレート: 98%	実施例2: ホブの直径 33 mm 高さ 110 mm 電流: 30 A 電圧 (U_{0Max}): 50 V 電流制御, パルス形状:矩形 周波数 25 Hz 対称性/サンプリングレート: 20%

20

30

40

【 0 0 6 9 】

5 . パルス発生器 3 0 をオンにする。直ちに除膜を開始する。

【 0 0 7 0 】

6 . 2 0 ~ 3 0 秒ごとに電流供給を停止し、ホブ 1 0 を備えたホルダ 5 0 を除膜に関して制御する。

【 0 0 7 1 】

7 . 厚さ 2 μ m の層の場合は、硬質材料層の組成に応じて、T i N 接着層までの除膜を 1 分 ~ 1 0 分以内に完了する。

【 0 0 7 2 】

50

その後、従来の湿式化学手法によって、TiN接着層を完全に除膜する。TiN接着層がない場合の除膜にも、同じパルス除膜時間を要する。これ以上の化学的な除膜は必要ないが、基板の作用のため、機械的な後処理を実行する。

【実施例】

【0073】

[実施例1]

保護プラグを有する特別開発のホルダに対して、厚さ $3.4\mu\text{m}$ のAlTiN層（層種類表：層#6）およびTiN接着促進層を備えた9つの超合金シャフト工具（スパイラルドリル $d=12\text{mm}$ 、Kタイプ）を挿入し、電解液として作用する10%硝酸溶液に浸漬して、周波数5Hzおよびサンプリングレート98%の15Aのパルス電流 I_{Function} でTiN接着層まで除膜した。鋼電極の超合金工具までの距離は、 $1\sim2\text{cm}$ とした。除膜時間は2分であり、端点検出によって終了とした。

10

【0074】

最先端技術に係る別のプロセスステップにおいては、シャフト工具への保護電圧の印加の下、過酸化物除膜槽において、TiN接着層を完全に除膜する。ここで、除膜時間は、およそ5~10分である。除膜後、走査型電子顕微鏡では、工具への作用が確認されなかった。

【0075】

[実施例2]

厚さ $7.2\mu\text{m}$ のAlTiN層（層種類表：層#6）、Al、Ti、Nから成る着色カパー層、およびTiN接着促進層を備えた超合金ホブ（ $d=470\text{mm}$ ）を電解液として作用する12%硝酸溶液に浸漬して、周波数5Hzおよびサンプリングレート98%の30Aのパルス電流 I_{Function} でTiN接着層まで除膜した。リング鋼電極の超合金工具までの距離は、 1.5cm とした。除膜時間は、3分とした。

20

【0076】

[実施例3]

保護プラグを有する特別開発のホルダに対して、厚さ $3.7\mu\text{m}$ のTiAlN/SiN層（層種類表：層#7）およびTiN接着促進層をそれぞれ備えた9つの超合金ロッド（ $d=6\text{mm}$ 、Kタイプ）を挿入し、電解液として作用する12%硝酸溶液に浸漬して、周波数5Hzおよびサンプリングレート98%の15Aのパルス電流 I_{Function} でTiN接着層まで除膜した。鋼電極の超合金工具までの距離は、 $1\sim2\text{cm}$ とした。除膜時間は2分であり、端点検出によって終了とした。

30

【0077】

[実施例4]

保護プラグを有する特別開発のホルダに対して、厚さ $3.1\mu\text{m}$ のAlTiCrN層（層種類表：層#23）およびTiN接着促進層を備えた9つの超合金シャフト工具（ $d=12\text{mm}$ 、Kタイプ）を挿入し、1Lの H_2O 、50mlのKOH（50%）、20.6gの KMnO_4 という組成の過マンガン酸カリウムの塩基性溶液に浸漬して、周波数25Hzおよびサンプリングレート20%の100Aのパルス電流 I_{Function} でTiN接着層まで除膜した。鋼電極の超合金工具までの距離は、 $1\sim2\text{cm}$ とした。除膜時間は、2分とした。最先端技術に係る別のプロセスステップにおいては、シャフト工具への保護電圧の影響の下、過酸化物除膜槽において、TiN接着層を完全に除膜する。ここで、除膜時間は、およそ5~10分とした。除膜後、走査型電子顕微鏡では、工具への作用が確認されなかった。

40

【0078】

[実施例5]

厚さ $5.7\mu\text{m}$ のAlTiCrN層（層種類表：層#23）およびTiN接着促進層を備えた超合金ホブ（ $d=470\text{mm}$ ）を電解液として作用する1Lの H_2O 、50mlのKOH（50%）、20.6gの KMnO_4 という組成の過マンガン酸カリウムの塩基性溶液に浸漬して、周波数25Hzおよびサンプリングレート20%の30Aのパルス電

50

流 $I_{Function}$ で TiN 接着層まで除膜した。リング鋼電極の超硬合金工具までの距離は、 $1 \sim 2 \text{ cm}$ とした。

【0079】

[実施例6]

保護プラグを有する特別開発のホルダに対して、それぞれ厚さ $3.4 \mu\text{m}$ の $AlTiCrN$ 層（層種類表：層#22）を備えるが TiN 接着促進層は備えない9つの超硬合金ロッド（ $d = 10 \text{ mm}$ 、Kタイプ）を挿入し、電解液として作用する 1 L の H_2O 、 50 ml の KOH （ 50% ）、 20.6 g の $KMnO_4$ という組成の過マンガン酸カリウムの塩基性溶液に浸漬して、周波数 25 Hz およびサンプリングレート 20% の 100 A のパルス電流 $I_{Function}$ で TiN 接着層まで除膜した。鋼電極の超硬合金工具までの距離は、 $1 \sim 2 \text{ cm}$ とした。除膜時間は、2分とした。基板は、作用を受けていた。その後、作用を受けた表面を 1.5 bar で湿式ブラストした。表面を REM で調べた。この場合は、表面の粗化を認識可能である。

10

【0080】

比較となるミル削り試験において、一方では、 TiN 接着層なしに除膜した後、再被膜した超硬合金工具を使用し、他方では、被覆のみを施した新たな工具を使用して、以下の作業ステップを実行した。

- TiN 接着層を伴わない $AlTiCrN$ での被膜
- パルス法 / $KMnO_4$ 塩基での除膜
- 1.2 bar での $F400 \text{ A}$ による湿式ブラスト
- 前面の湿式尖鋭化（除膜工具および1つの新工具）
- $Otec$ での縁部処理（ $KV1: 2 / 25 \text{ rpm} / 5 \text{ 分}$ ）
- $AlCrN$ での被膜
- $Otec$ ：クルミ研磨（上塗り）
- 品質管理： $Alicon$ 、 SEM
- $Fehlmann$ ：ミル削り試験！

20

これにより、以下の結果が得られた。超硬合金エンドミルの再処理を一度行うだけで、新たな工具と比較して約 80% の長い工具寿命が可能である。

【0081】

[実施例7]

保護プラグを有する特別開発のホルダに対して、厚さ $2.8 \mu\text{m}$ の $AlCrTiN$ 層（層種類表：層#25）および TiN 接着促進層をそれぞれ備えた8つの高速度鋼工具（ $d = 6 \text{ mm}$ 、標準）を挿入し、電解液として作用する 1 L の H_2O 、 50 ml の KOH （ 50% ）、 20.6 g の $KMnO_4$ という組成の過マンガン酸カリウムの塩基性溶液に浸漬して、周波数 25 Hz およびサンプリングレート 20% の 100 A のパルス電流 $I_{Function}$ で TiN 接着層まで除膜した。鋼電極の超硬合金工具までの距離は、 $1 \sim 2 \text{ cm}$ とした。除膜時間は、2分とした。最先端技術に係る別のプロセスステップにおいては、シャフト工具への保護電圧の影響の下、過酸化物除膜槽において、 TiN 接着層を完全に除膜する。ここで、除膜時間は、およそ $10 \sim 15 \text{ 分}$ とした。

30

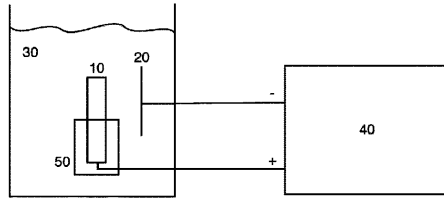
【0082】

[実施例8]

厚さ $2.6 \mu\text{m}$ の $AlTiCrN$ 層（層種類表：層#22）を備えるが TiN 接着促進層は備えない高速度鋼ホブ（ $d = 700 \text{ mm}$ ）を電解液として作用する 1 L の H_2O 、 50 ml の KOH （ 50% ）、 20.6 g の $KMnO_4$ という組成の過マンガン酸カリウムの塩基性溶液に浸漬して、周波数 25 Hz およびサンプリングレート 20% の 30 A のパルス電流 $I_{Function}$ で TiN 接着層まで除膜した。鋼電極の高速度鋼ホブまでの距離は、 1.0 cm とした。除膜時間は、11分とした。最先端技術に係る別のプロセスステップにおいては、高温の過酸化物除膜槽において、パルス除膜により形成された褐変を取り除く。ここで、槽中の滞在時間は、およそ 5 分 とした。

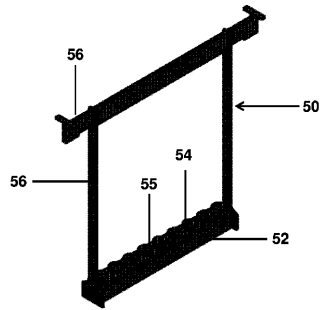
40

【図 1】



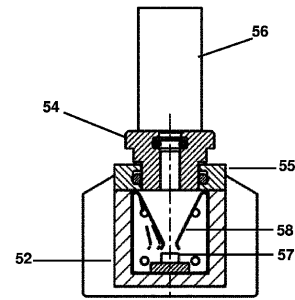
Figur 1

【図 2】



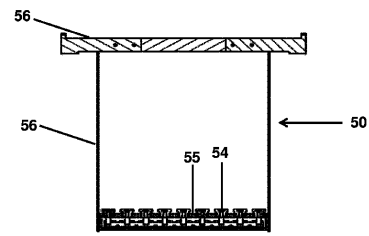
Figur 2

【図 3】



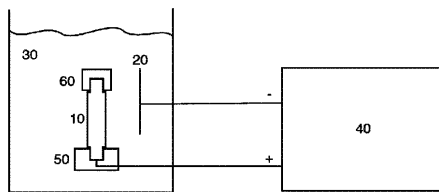
Figur 3

【図 4】



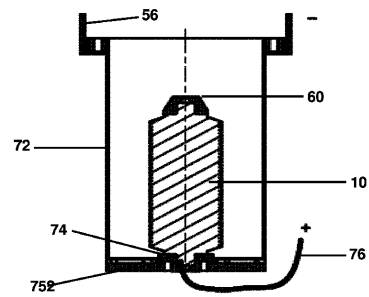
Figur 4

【図 5】



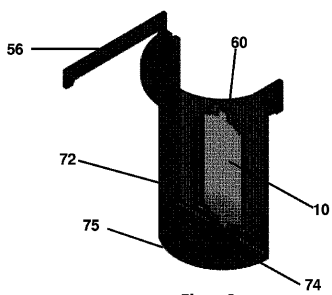
Figur 5

【図 7】



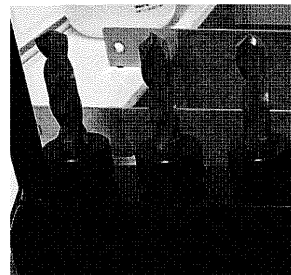
Figur 7

【図 6】



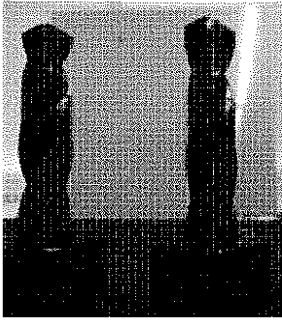
Figur 6

【図 8】



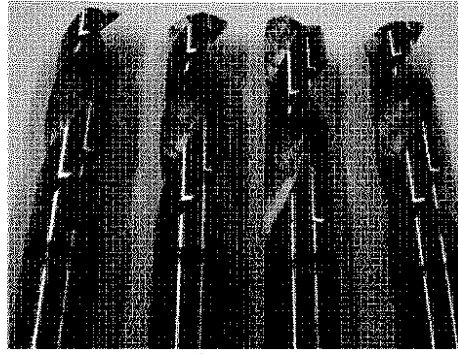
Figur 8

【図 9】



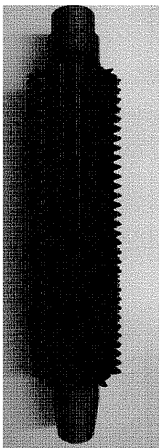
Figur 9

【図 10】



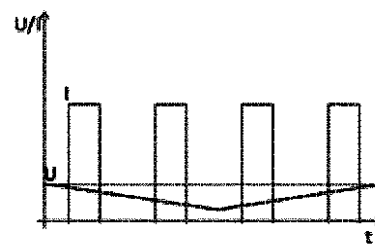
Figur 10

【図 11】



Figur 11

【図 12】



Figur 12

フロントページの続き

- (74)代理人 100142996
弁理士 森本 聡二
- (74)代理人 100166268
弁理士 田中 祐
- (74)代理人 100170379
弁理士 徳本 浩一
- (74)代理人 100180231
弁理士 水島 亜希子
- (72)発明者 ヴィッテル, ビルギット
スイス国, 2 5 4 0 グレンヒェン, シェーネックシュトラーク 9
- (72)発明者 ラーツ, グンナル
スイス国, 2 5 4 0 グレンヒェン, ビールシュトラーク 1 4 8
- (72)発明者 ビューヒェル, クリスティアン
スイス国, 2 5 5 5 ブリュック, ラインシュトラーク 5
- (72)発明者 プロハスカ, ヤン
スイス国, 2 5 4 5 ゼルツァッハ, バーンヴェーク 1 6
- (72)発明者 リュムケマン, アンドレアス
スイス国, 3 2 9 7 ロイツィゲン, コールリュティシュトラーク 1 2
- (72)発明者 ヴェルクリ, ペーター
スイス国, 4 5 0 0 ゾロトゥルン, レーティシュトラーク 1 7
- (72)発明者 チェレ, ティボ
スイス国, 4 5 1 5 オーバードルフ, ライネルトシュトラーク 5 7

審査官 國方 康伸

- (56)参考文献 米国特許出願公開第2008/0029407 (US, A1)
特開2003-293791 (JP, A)
特表2002-512309 (JP, A)
米国特許出願公開第2003/0168350 (US, A1)
米国特許第06531049 (US, B1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C 2 5 F 1 / 0 0 - 7 / 0 0