

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017年8月24日(24.08.2017)



(10) 国際公開番号
WO 2017/142058 A1

- (51) 国際特許分類:
B23B 27/14 (2006.01) C23C 16/34 (2006.01)
C23C 16/30 (2006.01) C23C 16/36 (2006.01)
C23C 16/32 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2017/005848
- (22) 国際出願日: 2017年2月17日(17.02.2017)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2016-027726 2016年2月17日(17.02.2016) JP
特願 2017-026574 2017年2月16日(16.02.2017) JP
- (71) 出願人: 三菱マテリアル株式会社(MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008117 東京都千代田区大手町一丁目3番2号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 奥出 正樹(OKUDE Masaki); 〒3110102 茨城県那珂市向山1002番地14 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 Ibaraki (JP). 西田 真(NISHIDA Shin); 〒3110102 茨城県那珂市向山1002番地14 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 Ibaraki (JP). 龍岡 翔(TATSUOKA Sho); 〒3110102 茨城県那珂市向山1002番地14 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内

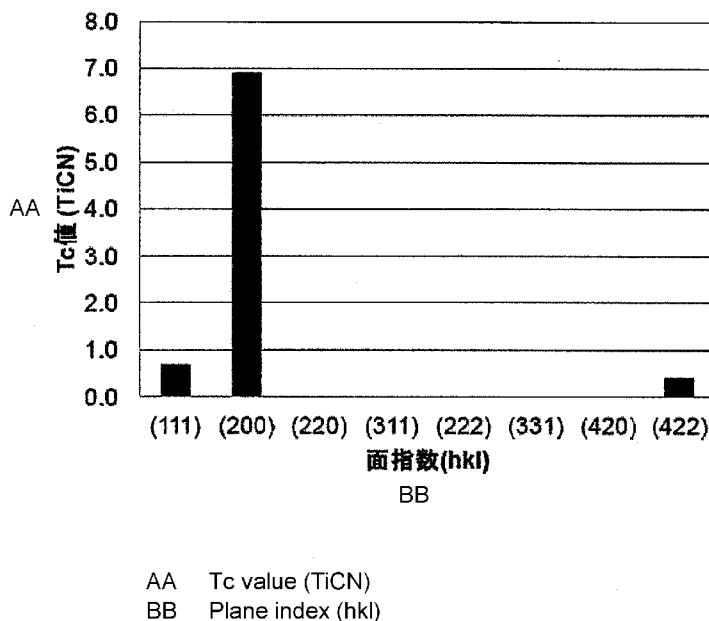
Ibaraki (JP). 佐藤 賢一(SATO Kenichi); 〒3110102 茨城県那珂市向山1002番地14 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 Ibaraki (JP). 柳澤 光亮(YANAGISAWA Kousuke); 〒3110102 茨城県那珂市向山1002番地14 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 Ibaraki (JP).

- (74) 代理人: 志賀 正武, 外(SHIGA Masatake et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目9番2号 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,

[続葉有]

(54) Title: SURFACE COATED CUTTING TOOL

(54) 発明の名称: 表面被覆切削工具



(57) Abstract: A surface coated cutting tool with a hard coating layer formed on a tool base body surface thereof, wherein the hard coating layer includes a Ti compound layer, said Ti compound layer having a total average layer thickness of 2-15μm and comprising one or more layers selected from a TiC layer, a TiN layer, a TiCN layer, a TiCO layer, and a TiCNO layer, at least one of said layer(s) being a TiCN layer; at least one of the TiCN layer(s) in the Ti compound layer demonstrates a maximum diffraction peak intensity at the (200) plane during X-ray diffraction and has an orientation index Tc(200) of 2.0 or greater; and in the Ti compound layer, crystal grains that have a columnar, vertically elongated structure with an aspect ratio of 5 or greater preferably occupy 70% or more of the area of a vertical cross-section of the Ti compound layer.

(57) 要約: 工具基体表面に、硬質被覆層が形成されている表面被覆切削工具において、前記硬質被覆層は、TiC層、TiN層、TiCN層、TiCO層およびTiCNO層から選ばれる1層または2層以上からなり、その内の少なくとも1層はTiCN層で構成された2~15μm

の合計平均層厚を有するTi化合物層を含み、該Ti化合物層中の少なくとも1層のTiCN層は、(200)面にX線回折による最大回折ピーク強度が現れ、かつ、配向性指数Tc(200)は2.0以上であり、好ましくは、Ti化合物層において、アスペクト比が5以上である柱状縦長組織を有する結晶粒が、Ti化合物層の縦断面に占める面積割合は、70面積%以上である表面被覆切削工具。

WO 2017/142058 A1



ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, 添付公開書類:

MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,

SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,

GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：表面被覆切削工具

技術分野

[0001] 本願発明は、各種の鋼や鋳鉄などの切削加工を、硬質被覆層が塑性変形を起こしやすい高負荷かつ低速条件で行った場合でも、硬質被覆層がすぐれた耐塑性変形性を有し、長期の使用に亘ってすぐれた耐摩耗性を発揮する表面被覆切削工具（以下、被覆工具という）に関する。

本願は、2016年2月17日に日本に出願された特願2016-027726号及び2017年2月16日に日本に出願された特願2017-026574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] 従来、一般に、炭化タングステン（以下、WCで示す）基超硬合金または炭窒化チタン（以下、TiCNで示す）基サーメットで構成された基体（以下、これらを総称して工具基体という）の表面に、

（a）下部層が、Tiの炭化物（以下、TiCで示す）層、窒化物（以下、同じくTiNで示す）層、炭窒化物（以下、TiCNで示す）層、炭酸化物（以下、TiCOで示す）層、および炭窒酸化物（以下、TiCNOで示す）層のうちの1層または2層以上からなるTi化合物層、

（b）上部層が、酸化アルミニウム層（以下、Al₂O₃層で示す）、
以上（a）および（b）で構成された硬質被覆層が蒸着形成された被覆工具が知られているが、被削材の種類、切削条件に応じて、耐チップング性、耐欠損性、耐剥離性、耐摩耗性等の工具性能を高めるため、各種の提案がなされている。

[0003] 例えば、特許文献1には、WC基超硬合金基体の表面に、少なくとも1層のチタンの炭窒化物層を含むチタン化合物内層と、酸化アルミニウム外層とで構成された複合硬質層を被覆してなる切削工具において、前記チタン化合物内層を構成する少なくとも1層のチタンの炭窒化物層は、（220）面に

X線回折による最大ピークが現れるTiCN層であり、前記酸化アルミニウム外層は、 κ 型結晶を主体とし、かつASTMにおいて κ -Al₂O₃の面間隔2.79オングストロームの面として定義される面に最大ピークが現れる酸化アルミニウム層とすることにより、剥離、摩耗等による異常損傷の発生を防止し、工具寿命の向上を図ることが提案されている。

即ち、TiCN層は(220)面に配向することで、基体または下の層との密着力を増し、界面からの剥離が起きにくくなるため、剥離に起因する異常損傷の発生や寿命低下を抑えることができる。また、(220)面に配向したTiCN層の上に、 κ 型結晶を主体としかつASTMにおいて κ -Al₂O₃の面間隔2.79オングストロームの面として定義される面に最大ピークが現れる酸化アルミニウム層を被覆すると、前記面間距離2.79オングストロームに配向性を示す κ -Al₂O₃は被覆層表面が平滑であるために、切り屑と工具間の摩擦による異常損傷が生じにくくなり、この酸化アルミニウム層が異常損傷を起しにくく安定した耐摩耗性を示すというものである。

[0004] また、特許文献2には、工具基体表面に内層および外層を被覆形成した被覆工具において、内層を10 μ m以上の厚みを有し柱状組織からなる炭窒化チタン層を有する多層構造とし、外層を、少なくとも α 型酸化アルミニウム層を含む層とし、前記炭窒化チタン層について、(422)面と(311)面との配向性指数TC(422)、TC(311)とともに1.3以上3以下とする配向性をもたせ、また、配向性指数TC(422)とTC(311)とを除く配向性指数TC(hkl)がすべて1.5以下とすることによって、被覆工具の耐剥離性、耐摩耗性、耐クレータ性、また、破壊強度を向上させることが提案されている。

ここで、炭窒化チタン層の配向性指数TC(422)、TC(311)とともに1.3以上とし、その組織を柱状組織とすることにより、10 μ m以上の膜厚でも膜の耐破壊性を大きく向上させ耐摩耗性を向上させることが可能となり、また、切削中のチッピングによる摩耗の進行が抑制し得るとともに、切削中の被削材の溶着が起こりにくくなり、その結果、膜にかかる切削

応力の増大が防げることから耐剥離性も大幅に向上するとされている。

- [0005] また、特許文献3には、基体表面に、少なくとも1層の炭窒化チタン層を含む硬質被覆層を形成した被覆工具において、前記炭窒化チタン層の組織係数 $TC(hkl)$ のうちの配向性指数 $TC(220)$ を最大とし、また、硬度基準片の押し込み硬度を H_s とし、炭窒化チタン層の押し込み硬度を H_t とした場合、 $(H_t \text{の平均値}) / H_s \geq 3$ 、かつ、炭窒化チタン層の押し込み硬度の最大値を H_{tmax} 、最小値を H_{tmin} とした場合、 $(H_{tmax} - H_{tmin}) / (H_t \text{の平均値}) < 0.5$ とし、炭窒化チタン層の結晶配向性を制御するとともに、該炭窒化チタン層の硬度のばらつきをなくすことにより、被覆工具の耐摩耗性および耐欠損性の向上を図ることが提案されている。

先行技術文献

特許文献

- [0006] 特許文献1：日本国特開平8-300203号公報（A）
特許文献2：日本国特許平11-140647号公報（A）
特許文献3：日本国特許第5729777号公報（B）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0007] 近年の切削装置の高性能化はめざましく、一方で切削加工に対する省力化および省エネ化、さらに低コスト化の要求は強い。これに伴い、切削加工は一段と高能率化すると共に、高切り込みや高送りなどの重切削、断続切削等で切れ刃に高負荷が作用する傾向にある。前述した従来の被覆工具を鋼や鋳鉄などの通常の条件での連続切削、高速切削に用いた場合には問題はないが、従来の被覆工具を、高負荷が作用することにより、硬質被覆層が塑性変形を起こすような高負荷・低速切削加工条件に用いた場合には、硬質被覆層の塑性変形により、硬質被覆層を構成する結晶粒の脱落等が生じやすく、また、これに起因する異常摩耗が進行しやすく、これを原因として比較的短時間で工具寿命に至るという問題がある。

課題を解決するための手段

[0008] そこで、本願発明者らは、前述のような観点から、切れ刃に高負荷が作用し、硬質被覆層が塑性変形を起こしやすい高負荷・低速切削加工条件で使用した場合でも、硬質被覆層の異常損傷が発生しにくい硬質被覆層の構造について鋭意研究を行ったところ、工具基体表面に、少なくともTi化合物層を含む硬質被覆層を形成し、さらに、Ti化合物層として、少なくとも1層のTiCN層を含む層を形成し、該TiCN層の(200)配向性を高めた場合には、高負荷（特に、TiCN層表面への大きなせん断力）が作用したとしても、TiCN層がすぐれた耐塑性変形性を有するため、TiCN層を構成する結晶粒の脱落等による異常損傷の発生を抑制し得ること、また、これにより耐摩耗性の向上を図り得ることを見出したのである。

また、前記TiCN層を、アスペクト比が5以上である柱状縦長組織として形成した場合には、すぐれた耐塑性変形性に加え、柱状縦長組織によりもたらされる一段とすぐれた耐摩耗性を発揮することを見出したのである。

[0009] 本願発明は、前記知見に基づいてなされたものであって、以下の態様を有する。

(1) 炭化タングステン基超硬合金または炭窒化チタン基サーメットで構成された工具基体の表面に、硬質被覆層が形成されている表面被覆切削工具において、

(a) 前記硬質被覆層は、Tiの炭化物層、窒化物層、炭窒化物層、炭酸化物層および炭窒酸化物層から選ばれる1層または2層以上からなり、その内の少なくとも1層はTiの炭窒化物層で構成された2～15 μ mの合計平均層厚を有するTi化合物層を含み、

(b) 前記Ti化合物層中の少なくとも1層のTiの炭窒化物層は、(200)面にX線回折による最大回折ピーク強度が現れ、かつ、配向性指数 $T_c(200)$ は2.0以上であることを特徴とする表面被覆切削工具。

(2) 前記Ti化合物層の縦断面において、アスペクト比が5以上である柱状縦長組織を有する結晶粒が占める面積割合は、70面積%以上であるこ

とを特徴とする（１）に記載の表面被覆切削工具。

（３）前記Ｔｉ化合物層において、すべてのＴｉの炭窒化物層の層厚が４～１３μｍであることを特徴とする（１）または（２）に記載の表面被覆切削工具。

[0010] 次に、本願発明の一態様の被覆工具（以下、「本願発明の被覆工具」と称する）について詳細に説明する。

本願発明の被覆工具は、工具基体表面にＴｉ化合物層を含む硬質被覆層が形成され、Ｔｉ化合物層は少なくとも１層のＴｉＣＮ層を含み、該ＴｉＣＮ層の少なくとも１層は、（２００）配向度の高いＴｉＣＮ層からなっている。

[0011] 硬質被覆層：

本願発明の被覆工具の硬質被覆層は、Ｔｉ化合物層（例えば、ＴｉＣ層、ＴｉＮ層、ＴｉＣＮ層、ＴｉＣＯ層およびＴｉＣＮＯ層）を含み、Ｔｉ化合物層それ自身がすぐれた高温強度を有するとともに、工具基体表面との密着強度に優れるが、Ｔｉ化合物層の合計平均層厚が２μｍ未満の場合、前記作用を十分に発揮させることができない。

一方、Ｔｉ化合物層の合計平均層厚が１５μｍを越えるような場合には、切削加工時に作用する高負荷によって塑性変形を起し易くなり、その結果、結晶粒の脱落の発生、これによるチッピング、欠損、剥離の発生、あるいは偏摩耗の進行等の異常損傷発生の原因となる。

したがって、本願発明の被覆工具では、Ｔｉ化合物層からなる下部層の合計平均層厚は２～１５μｍと定めた。

[0012] ＴｉＣＮ層：

本願発明の被覆工具の硬質被覆層のＴｉ化合物層は、少なくとも１層のＴｉＣＮ層を含み、該層は、（２００）配向性を有するＴｉＣＮ層として構成される。

すなわち、前記少なくとも１層のＴｉＣＮ層を構成する結晶粒について、Ｘ線回折により各格子面からの回折ピーク強度を測定した場合、（２００）

面に最大の回折ピーク強度が現れる（２００）配向性を有する。

図１に、本願発明の被覆工具の硬質被覆層のＴｉＣＮ層について、Ｘ線回折により測定した各格子面からの回折ピーク強度のチャートの一例を示す。

図１からも明らかなように、本願発明の被覆工具のＴｉＣＮ層は、（２００）面についての回折ピーク強度が、他の格子面からの回折ピーク強度に比べると最大のピーク強度を示していることがわかる。

なお、Ｘ線回折は、Ｘ線回折装置としてスペクトリス社ＰＡＮａｌｙｔｉｃａｌ Ｅｍｐｙｒｅａｎを用いて、ＣｕＫα線による２θ-θ法で測定し、測定条件として、測定範囲（２θ）：３０～１３０度、Ｘ線出力：４５ｋＶ、４０ｍＡ、発散スリット：０．５度、スキャンステップ：０．０１３度、１ステップ辺り測定時間：０．４８ｓｅｃ／ｓｔｅｐという条件で測定した。

[0013] さらに、前記少なくとも１層のＴｉＣＮ層について、配向性指数Ｔ_c（ｈｋｌ）を求めた場合、本願発明の被覆工具ではＴ_c（２００）の値が２．０以上、好ましくは、３．０以上、を示す（２００）配向性を有する。

なお、配向性指数Ｔ_c（ｈｋｌ）とは、以下の式で定義されるものである。

[0014] [数１]

$$T_c(hkl) = \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \left[\frac{1}{8} \sum \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \right]^{-1}$$

[0015] 上記式中、 $I(hkl)$ は測定された（ｈｋｌ）面のピーク強度（回折強度）を示し、 $I_0(hkl)$ はＪＣＰＤＳカード（Ｊoint Ｃommittee on Powder Diffraction Standards（粉末Ｘ線回折標準））で表される（ｈｋｌ）面を構成するＴｉＣとＴｉＮの粉末回折強度の平均値を示す。また、（ｈｋｌ）は、（１１１）、（２００）、（２２０）、（３１１）、（２２２）、（３３１）、（４２０）、

(4 2 2) の 8 面であり、上記式の中括弧内は 8 面の平均値を示す。

[0016] 本願発明の被覆工具の少なくとも 1 層の T i C N 層は、前記したように (2 0 0) 面に X 線回折による最大ピーク強度を示し、かつ、配向性指数 $T_c(200) \geq 2.0$ という (2 0 0) 配向性を有することによって、切削加工時に T i C N 層に大きなせん断力が作用した場合でも、T i C N 層は耐塑性変形性を有するため、該層を構成する結晶粒の脱落の発生、これによるチッピング、欠損、剥離の発生、あるいは、偏摩耗の進行等の異常損傷の発生を抑制することができ、また、これにより耐摩耗性を向上させることができる。

しかし、(2 0 0) 面についての X 線回折ピーク強度が、他の格子面からの回折ピーク強度に比して最大であるといえない場合、あるいは、配向性指数 $T_c(200)$ が 4.0 未満であるような場合には、(2 0 0) 面配向性が十分でないため、耐塑性変形性向上効果が十分でなく、その結果、高負荷（高せん断力）が作用した場合の粒子の脱落防止、チッピング・欠損の発生、偏摩耗の発生を抑制することができない。

したがって、本願発明では、T i 化合物層の内の少なくとも 1 層の T i C N 層について測定した (2 0 0) 面の X 線回折ピーク強度が、他の結晶格子面のピーク強度に比して最大であることとし、また、配向性指数 $T_c(200)$ は 2.0 以上、好ましくは、3.0 以上であると定めた。

[0017] T i 化合物層中の少なくとも 1 層の T i C N 層は、柱状縦長組織を有していることが好ましい。

特に、T i C N 結晶粒の最大粒子幅 W と層厚方向の最大粒子長さ L から求められるアスペクト比が 5 以上である柱状縦長 T i C N 結晶粒の占める面積割合が、T i C N 層の縦断面面積の 70 面積%以上を占める場合には、柱状縦長組織の特徴である耐摩耗性向上効果を期待することができる。

なお、前記最大粒子幅 W、最大粒子長さ L とは、柱状縦長成長 T i C N 結晶粒について、T i C N 層の縦断面における 1 つの結晶粒を計測したとき、層厚方向に垂直な方向の結晶粒の幅（短辺）で最も大きい値を最大粒子幅 W と呼び、一方、層厚方向の結晶粒の高さ（長辺）で最も大きい値を最大粒子

長さと呼ぶ。

また、TiCN層の層厚について特に限定するものではないが、Ti化合物層を構成するすべてのTiCN層の層厚が4～13 μmであることが望ましい。

これは、TiCN層の層厚が4 μm以上になると、Tc(200)の値が大きくなる傾向を示し、高負荷切削加工における耐塑性変形性が向上するとともに、逃げ面摩耗量も減少し耐摩耗性が向上するからであり、一方、TiCN層の層厚が13 μmを超えると、塑性変形を起し易くなり、偏摩耗の進行による異常損傷が発生するという理由による。

[0018] Ti化合物層の成膜：

この発明における下部層のTi化合物層は、例えば、以下のようにして形成する。即ち、通常の化学蒸着装置を使用して、TiC層、TiN層、TiCN層、TiCO層、TiCNO層およびTiAlN層のうちの1層または2層以上からなる種々のTi化合物層を蒸着形成する。

その中で、(200)配向性の高いTiCN層、あるいは、アスペクト比が5以上である柱状縦長組織を有する結晶粒が、Ti化合物層の縦断面の70面積%以上を占めるTiCN層は、例えば、以下の蒸着方法によって形成することができる。

反応ガス組成(容量%)：TiCl₄ 1～5%、CH₃CN 0.5～1.5%、N₂ 25～40%、残部H₂、

反応雰囲気温度：750～850℃、

反応雰囲気圧力：5～10 kPa

反応雰囲気温度を低温にし、TiCN層の原料となるガス濃度比を低くすることで、(200)配向性の高い結晶組織が形成しやすくなり、またその組織は柱状縦長組織を有しやすくなる。

また、TiN層の形成時に、例えば、

反応ガス組成(容量%)：NH₃ 0.5～2.0%、TiCl₄ 0.1～0.3%、N₂ 0～10%、残部H₂、

反応雰囲気温度：750～850℃、

反応雰囲気圧力：5～8 kPa

のような条件で作成することで、アスペクト比が5以上である柱状縦長組織を有する結晶粒を形成しやすくなる。

発明の効果

[0019] 本願発明の被覆工具によれば、工具基体の表面に形成されたTi化合物層を含む硬質被覆層は、Ti化合物層として少なくとも1層のTiCN層を含み、かつ、該TiCN層の内の少なくとも1つの層は、(200)面にX線回折による最大回折ピーク強度が現れ、かつ、配向性指数 $T_c(200)$ は2.0以上である(200)配向性を有するため、すぐれた耐塑性変形性を備える。

その結果、TiCN層表面への大きなせん断力が作用する高負荷・低速切削加工条件で使用した場合でも、本願発明の被覆工具は、TiCN層の備えるすぐれた耐塑性変形性によって、結晶粒の脱落、チッピング・欠損・剥離等の異常損傷の発生を抑制することができ、長期の使用にわたってすぐれた耐摩耗性を発揮するのである。

さらに、Ti化合物層において、アスペクト比が5以上である柱状縦長組織を有する結晶粒の面積割合が、下部層の縦断面の70面積%以上であることによって、耐摩耗性をより向上させることができ、切削工具の長寿命化を図ることができる。

図面の簡単な説明

[0020] [図1]本願発明の被覆工具のTiCN層について、X線回折により測定した各結晶格子面から得られた回折ピーク強度の一例を示す。

発明を実施するための形態

[0021] 本願発明の被覆工具の実施形態について、実施例に基づいて具体的に説明する。

実施例

[0022] 原料粉末として、いずれも $1\sim 3\ \mu\text{m}$ の平均粒径を有するWC粉末、TiC粉末、ZrC粉末、NbC粉末、 Cr_3C_2 粉末、TiN粉末、およびCo粉末を用意し、これら原料粉末を、表1に示される配合組成に配合し、さらにワックスを加えてアセトン中で24時間ボールミル混合し、減圧乾燥した後、98MPaの圧力で所定形状の圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を5Paの真空中、 $1370\sim 1470^\circ\text{C}$ の範囲内の所定の温度に1時間保持の条件で真空焼結し、焼結後、ISO規格CNMG120408のインサート形状をもったWC基超硬合金製の工具基体a～dをそれぞれ製造した。

[0023] また、原料粉末として、いずれも $0.5\sim 2\ \mu\text{m}$ の平均粒径を有するTiCN（質量比でTiC/TiN=50/50）粉末、ZrC粉末、TaC粉末、 Mo_2C 粉末、WC粉末、Co粉末およびNi粉末を用意し、これら原料粉末を、表2に示される配合組成に配合し、ボールミルで24時間湿式混合し、乾燥した後、98MPaの圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を1.3kPaの窒素雰囲気中、温度： 1500°C に1時間保持の条件で焼結し、焼結後、ISO規格CNMG120412のインサート形状をもったTiCN基サーメット製の工具基体eを作製した。

[0024] ついで、これらの工具基体a～dおよび工具基体eのそれぞれを、通常の化学蒸着装置に装入し、表3、表4に示される条件で、表6に示される目標層厚のTi化合物層を蒸着形成することにより、表6に示される本発明被覆工具1～13をそれぞれ製造した。

なお、表3で示すHT-TiCN層は、段落0016で示したTiCN層よりも反応雰囲気温度が高温で作製したTiCN層を示す。

また、表3において、アスペクト比が5以上である柱状縦長組織の結晶粒が形成されやすいTi化合物層の成膜条件は、TiN層-1（第1層）とTiAlN層である。

[0025] また、比較の目的で、工具基体a～dおよび工具基体eのそれぞれを、通常の化学蒸着装置に装入し、表3、表5に示される条件で、表7に示される目標層厚のTi化合物層を蒸着形成することにより、表7に示される比較例

被覆工具 1 ～ 13 をそれぞれ製造した。

[0026] 本発明被覆工具 1 ～ 13 および比較被覆工具 1 ～ 13 の Ti 化合物層の TiCN 層について、X 線回折により、各格子面からの回折ピーク強度を測定した。

図 1 に、本発明被覆工具 1 について求めたチャートを示す。

なお、X 線回折は、装置としてスペクトリス社 P A N a l y t i c a l E m p y r e a n を用い、CuK α 線による 2 θ - θ 法で測定した。

測定条件は、測定範囲 (2 θ) : 30 ～ 130 度、X 線出力 : 45 kV、40 mA、発散スリット : 0.5 度、スキャンステップ : 0.013 度、1 ステップ辺り測定時間 : 0.48 sec / step である。

上記で求めたチャートから、(200) 面からの回折ピーク強度が、他の格子面からの回折ピーク強度に対して最大であるか否かを判定した。

表 6、表 7 に、その判定結果を示す。

[0027] また、上記回折ピーク強度の測定結果に基づき、配向性指数 Tc (200) を求めた。

配向性指数 Tc (200) は、下記式によって算出した。

[0028] [数2]

$$T_c(hkl) = \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \left[\frac{1}{8} \sum \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \right]^{-1}$$

[0029] ここで、I (h k l) は測定された (h k l) 面の回折ピーク強度を示し、I₀ (h k l) は JCPDS カード (Joint Committee on Powder Diffraction Standards (粉末 X 線回折標準)) で表される (h k l) 面を構成する TiC と TiN の粉末回折強度の平均値を示す。また、(h k l) は、(111)、(200)、(220)、(311)、(222)、(331)、(420)、(422) の 8 面である。

表 6、表 7 に、上記で算出した配向性指数 $T_c(200)$ の値を示す。

[0030] また、本発明被覆工具 1～13 および比較被覆工具 1～13 の下部層の TiCN 層の縦断面について、走査型電子顕微鏡（倍率 5000 倍）を用いて、工具基体と平行な方向に $10\mu\text{m}$ 、工具基体と垂直な方向に TiCN 層の層厚分の高さの領域内に存在する TiCN 結晶粒のそれぞれについて最大粒子幅 W 、最大粒子長さ L を測定するとともに、アスペクト比 L/W の値を求め、アスペクト比 L/W が 5 以上である結晶粒が、TiCN 層の縦断面に占める面積割合を求めた。

表 6、表 7 に、上記で求めた面積割合を示す。

[0031] また、本発明被覆工具 1～13、比較例被覆工具 1～13 の硬質被覆層の各構成層の厚さを、走査型電子顕微鏡を用いて測定（縦断面測定）したところ、いずれも目標層厚と実質的に同じ平均層厚（5 点測定の平均値）を示した。

[0032] [表 1]

種 別		配 合 組 成 （質量%）						
		Co	TiC	ZrC	NbC	Cr_3C_2	TiN	WC
工 具 基 体	a	5.1	—	—	—	0.4	—	残
	b	7.2	2.0	—	2.4	—	—	残
	c	9.1	—	—	1.5	—	0.5	残
	d	8.0	—	1.0	—	—	0.3	残

[0033]

[表2]

種別		配 合 組 成 （質量%）						
		Co	Ni	ZrC	TaC	Mo ₂ C	WC	TiCN
工具 基体	e	9	8	0.5	5	4	12.5	残

[0034]

[表3]

硬質被覆層(Ti化合物層)		形成条件 (反応雰囲気気の圧力はkPa, 温度は°Cを示す)		
種別	形成記号	反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気	
			圧力	温度
TiC層	TiC	TiCl ₄ :5%, CH ₄ :10%, H ₂ :残	7	1020
TiN層-1(第1層)	TiN-①	NH ₃ :1.5%, TiCl ₄ :0.15%, N ₂ :2%, H ₂ :残	5	800
TiN層-2(第1層)	TiN-②	TiCl ₄ :5%, N ₂ :35%, H ₂ :残	20	850
TiN層(その他の層)	TiN-③	TiCl ₄ :5%, N ₂ :30%, H ₂ :残	20	900
HT-TiCN層	HT-TiCN	TiCl ₄ :4%, CH ₄ :1%, N ₂ :25%, H ₂ :残	10	1000
TiCO層	TiCO	TiCl ₄ :4%, CO:5%, H ₂ :残	15	900
TiCNO層	TiCNO	TiCl ₄ :4%, CO:2%, CH ₄ :2%, N ₂ :10%, H ₂ :残	30	950
TiAlN層	TiAlN	NH ₃ :1.5%, TiCl ₄ :0.15%, AlCl ₃ :0.6%, N ₂ :2%, H ₂ :残	5	800

[0035] [表4]

TiCN層 形成種別	形 成 条 件 (反応雰囲気気の圧力はkPa, 温度は°Cを示す)		
	反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気	
		圧力	温度
A	TiCl ₄ :2%、CH ₃ CN:0.8%、N ₂ :30%、残部:H ₂	5	800
B	TiCl ₄ :1%、CH ₃ CN:0.5%、N ₂ :25%、残部:H ₂	7	850
C	TiCl ₄ :5%、CH ₃ CN:1.5%、N ₂ :40%、残部:H ₂	10	750
D	TiCl ₄ :1.5%、CH ₃ CN:1.0%、N ₂ :35%、残部:H ₂	5	830

[0036]

[表5]

TiCN層 形成種別	形 成 条 件 (反応雰囲気中の圧力はkPa、温度は℃を示す)		
	反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気	
		圧力	温度
a	TiCl ₄ :2%、CH ₃ CN:0.5%、N ₂ :30%、残部:H ₂	7	900
b	TiCl ₄ :8%、CH ₃ CN:1.5%、N ₂ :40%、残部:H ₂	5	850
c	TiCl ₄ :1.5%、CH ₃ CN:0.4%、N ₂ :50%、残部:H ₂	10	800
d	TiCl ₄ :4%、CH ₃ CN:2.0%、N ₂ :20%、残部:H ₂	5	780

[0037]

[表6]

種別	工具 基体 記号	硬質被覆層						TiCN層			
		第1層	第2層	第3層	第4層	目標 平均 層厚 (μm)	TiCN層 形成種別	(200)面の 回折ピーク 強度は 最大か?	Tc(200) の値	アスペクト比 5以上の 結晶粒の 面積割合 (面積%)	
本発明被覆工具	1 a	TiN-① (0.3)	TiCN (7)			7.3	A	Yes	6.9	82	
	2 b	TiC (0.5)	TiAlN (1)	TiCN (5)		6.5	B	Yes	4.7	77	
	3 c	TiAlN (0.5)	TiCO (0.3)	TiCN (8)		8.8	C	Yes	2.2	74	
	4 d	TiN-① (0.3)	TiCNO (0.2)	TiCN (1.5)		2.0	D	Yes	2.0	70	
	5 e	TiN-② (0.3)	TiAlN (1.5)	TiCN (13)	TiN-③ (0.2)	15.0	A	Yes	6.3	85	
	6 b	TiC (1)	TiN-① (0.3)	TiCN (4.5)		5.8	C	Yes	4.2	72	
	7 d	TiAlN (1)	TiCN (6)			7.0	D	Yes	5.0	67	
	8 c	TiN-② (0.5)	TiC (0.5)	TiAlN (1)	TiCN (7)	9.0	C	Yes	5.6	72	
	9 e	TiN-① (0.2)	HT-TiCN (1)	TiCN (5)		6.2	B	Yes	3.5	75	
	10 a	TiAlN (2)	TiCN (9)	TiN-③ (0.3)		11.3	A	Yes	6.1	80	
	11 c	TiN-① (0.2)	TiCO (0.3)	TiCN (5)		5.5	D	Yes	4.0	64	
	12 a	TiN-① (0.3)	HT-TiCN (0.5)	TiCN (7.5)	TiN-③ (0.2)	8.5	C	Yes	3.4	73	
	13 d	TiC (0.5)	TiN-① (1.5)	TiCN (3)		5.0	B	Yes	5.2	63	

(注)下部層のカッコ内の数値は、各層の目標平均層厚(μm)を示す。

[0038]

[表7]

種別	工具 基体 記号	硬質被覆層							TiCN層			
		第1層	第2層	第3層	第4層	目標 平均 層厚 (μm)	TiCN層 形成種別	(200)面の 回折ピーク 強度は 最大か?	Tc(200) の値	アスペクト比 5以上の 結晶粒の 面積割合 (面積%)		
比較例被覆工具	1 a	TiN-① (0.3)	TiCN (7)			7.3	a	No	0.7	50		
	2 b	TiC (0.5)	TiAlN (1)	TiCN (5)		6.5	b	No	0.8	57		
	3 c	TiAlN (0.5)	TiCO (0.3)	TiCN (8)		8.8	d	No	0.4	60		
	4 d	TiN-① (0.3)	TiCNO (0.2)	TiCN (1.5)		2.0	c	No	1.8	15		
	5 e	TiN-② (0.3)	TiAlN (1.5)	TiCN (13)	TiN-③ (0.2)	15.0	b	No	0.5	66		
	6 b	TiC (1)	TiN-① (0.3)	TiCN (4.5)		5.8	a	No	1.0	45		
	7 d	TiAlN (1)	TiCN (6)			7.0	a	No	1.3	56		
	8 c	TiN-② (0.5)	TiC (0.5)	TiAlN (1)	TiCN (7)	9.0	d	No	0.6	49		
	9 e	TiN-① (0.2)	HT-TiCN (1)	TiCN (5)		6.2	c	No	1.6	33		
	10 a	TiAlN (2)	TiCN (9)	TiN-③ (0.3)		11.3	a	No	0.8	55		
	11 c	TiN-① (0.2)	TiCO (0.3)	TiCN (5)		5.5	c	No	1.9	41		
	12 a	TiN-② (0.3)	HT-TiCN (0.5)	TiCN (7.5)	TiN-③ (0.2)	8.5	d	No	1.1	37		
	13 d	TiC (0.5)	TiN-① (1.5)	TiCN (3)		5.0	b	No	1.5	10		

(注) 下部層のカッコ内の数値は、各層の目標平均層厚(μm)を示す。

[0039] つぎに、本発明被覆工具1～13、比較例被覆工具1～13の各種の被覆工具について、いずれも工具鋼製バイトの先端部に固定治具にてネジ止めした状態で、次の切削条件A、切削条件Bで切削試験を実施した。

《切削条件A》

被削材：SUS630，

切削速度：120m/min，

切り込み：3.0mm

送り：0.3 mm / rev.

切削時間：5 分間

の条件でのステンレス鋼丸棒の乾式連続高切り込み切削試験。

《切削条件 B》

被削材：SUS304,

切削速度：200 m / min,

切り込み：2.0 mm

送り：0.3 mm / rev,

切削時間：5 分間

の条件でのステンレス鋼4本スリット材の乾式断続切削試験。

上記の切削試験における切れ刃の逃げ面摩耗幅を測定するとともに、チップング、欠損、剥離等の異常損傷の発生状況を肉眼で観察した。

表8、表9に、この試験結果を示す。

[0040]

[表8]

種 別		切削条件A		種 別		切削条件A	
		逃げ面 摩耗幅 (mm)	異常損傷 発生の有無			逃げ面 摩耗幅 (mm)	異常損傷 発生の有無
本 発 明 被 覆 工 具	1	0.19	なし	比 較 例 被 覆 工 具	1	※1.7分	あり
	2	0.24	なし		2	※1.2分	あり
	3	0.26	なし		3	※1.4分	あり
	4	0.31	なし		4	※0.6分	あり
	5	0.14	なし		5	※2.5分	あり
	6	0.21	なし		6	※1.5分	あり
	7	0.32	なし		7	※2.1分	あり
	8	0.20	なし		8	※1.0分	あり
	9	0.24	なし		9	※1.1分	あり
	10	0.18	なし		10	※2.0分	あり
	11	0.31	なし		11	※2.3分	あり
	12	0.23	なし		12	※1.5分	あり
	13	0.36	なし		13	※0.3分	あり

(比較例被覆工具の欄の※印は、異常損傷の発生が原因で
使用寿命に至るまでの切削時間(分)を示す。)

[表9]

種 別		切削条件B		種 別		切削条件B	
		逃げ面 摩耗幅 (mm)	異常損傷 発生の有無			逃げ面 摩耗幅 (mm)	異常損傷 発生の有無
本 発 明 被 覆 工 具	1	0.16	なし	比 較 例 被 覆 工 具	1	※1.4分	あり
	2	0.20	なし		2	※1.8分	あり
	3	0.29	なし		3	※1.5分	あり
	4	0.30	なし		4	※0.4分	あり
	5	0.11	なし		5	※2.5分	あり
	6	0.18	なし		6	※1.1分	あり
	7	0.32	なし		7	※1.3分	あり
	8	0.23	なし		8	※1.7分	あり
	9	0.19	なし		9	※1.0分	あり
	10	0.14	なし		10	※2.2分	あり
	11	0.31	なし		11	※2.0分	あり
	12	0.27	なし		12	※1.5分	あり
	13	0.33	なし		13	※0.6分	あり

(比較例被覆工具の欄の※印は、異常損傷の発生が原因で
使用寿命に至るまでの切削時間(分)を示す。)

[0042] 表8、表9に示される結果から、本発明被覆工具1～13は、硬質被覆層のTi化合物層として、耐塑性変形性にすぐれるTiCN層が存在するため、TiCN結晶粒の脱落、これを原因とするチッピング、欠損、剥離の発生もなく、すぐれた耐摩耗性を発揮する。

これに対して、比較例被覆工具1～13は、高負荷・低速切削加工においては、TiCN結晶粒の脱落、チッピング・欠損・剥離等の異常損傷の発生により、比較的短時間で使用寿命に至ることが明らかである。

産業上の利用可能性

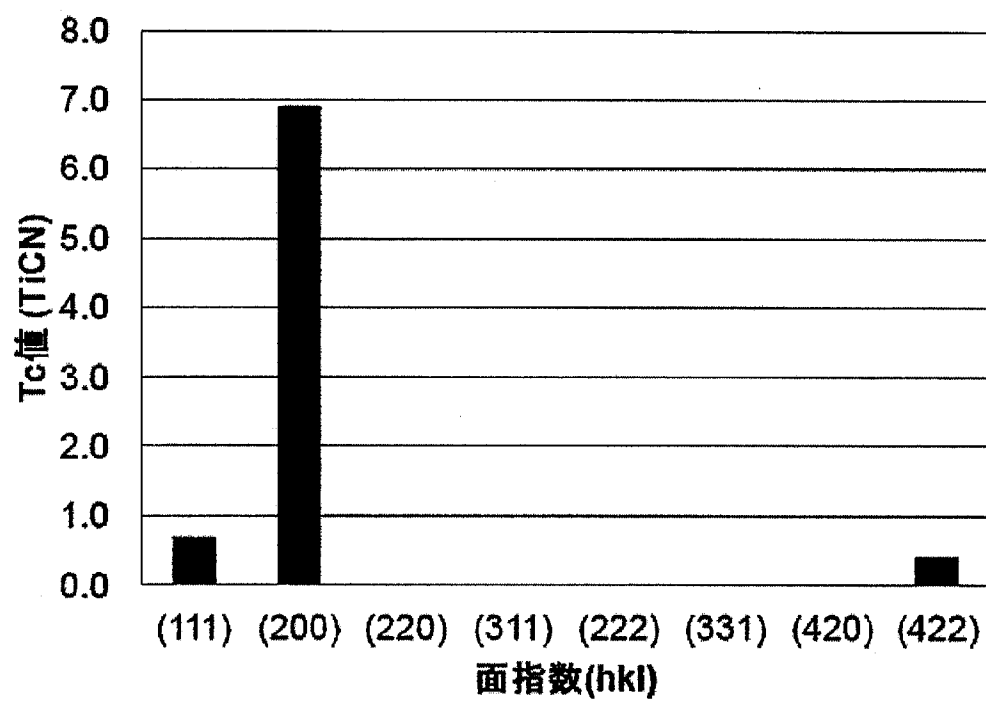
[0043] 前述のように、本願発明の被覆工具は、切れ刃に高負荷(大きなせん断力)

が作用する高負荷・低速切削において特にすぐれた切削性能を発揮するが、各種鋼や鋳鉄などの通常の条件での連続切削や断続切削にも勿論用いることができる。

請求の範囲

- [請求項1] 炭化タングステン基超硬合金または炭窒化チタン基サーメットで構成された工具基体の表面に、硬質被覆層が形成されている表面被覆切削工具において、
- (a) 前記硬質被覆層は、Tiの炭化物層、窒化物層、炭窒化物層、炭酸化物層および炭窒酸化物層から選ばれる1層または2層以上からなり、その内の少なくとも1層はTiの炭窒化物層で構成された2～15 μm の合計平均層厚を有するTi化合物層を含み、
- (b) 前記Ti化合物層中の少なくとも1層のTiの炭窒化物層は、(200)面にX線回折による最大回折ピーク強度が現れ、かつ、配向性指数 $T_c(200)$ は2.0以上であることを特徴とする表面被覆切削工具。
- [請求項2] 前記Ti化合物層の縦断面において、アスペクト比が5以上である柱状縦長組織を有する結晶粒が占める面積割合は、70面積%以上であることを特徴とする請求項1に記載の表面被覆切削工具。
- [請求項3] 前記Ti化合物層において、すべてのTiの炭窒化物層の層厚が4～13 μm であることを特徴とする請求項1または2に記載の表面被覆切削工具。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/005848

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B23B27/14(2006.01)i, C23C16/30(2006.01)i, C23C16/32(2006.01)i, C23C16/34(2006.01)i, C23C16/36(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B23B27/14, 51/00, B23C5/16, B23P15/28, C23C16/30-16/42, 14/06-14/08

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 8-47999 A (Sandvik AB.), 20 February 1996 (20.02.1996), paragraph [0022] & US 5800868 A column 5, lines 7 to 24 & CN 1112863 A	1-3
A	WO 2012/144088 A1 (Sumitomo Electric Hardmetal Corp.), 26 October 2012 (26.10.2012), table 3 & US 2012/0270037 A1 table 3 & EP 2703102 A1 & CN 102858483 A	1-3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
24 April 2017 (24.04.17)

Date of mailing of the international search report
09 May 2017 (09.05.17)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/005848

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2015-500148 A (Sandvik Intellectual Property AB.), 05 January 2015 (05.01.2015), table 2 & US 2014/0308083 A1 table 2 & WO 2013/087848 A1 & EP 2604720 A1 & CN 104053815 A	1-3
A	WO 2014/142190 A1 (Hitachi Tool Engineering Ltd.), 18 September 2014 (18.09.2014), table 3-1; fig. 4(a) (Family: none)	1-3
A	WO 2014/198881 A1 (Sandvik Intellectual Property AB.), 18 December 2014 (18.12.2014), table 4 & US 2016/0136786 A1	1-3

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. B23B27/14(2006.01)i, C23C16/30(2006.01)i, C23C16/32(2006.01)i, C23C16/34(2006.01)i, C23C16/36(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. B23B 27/14, 51/00, B23C 5/16, B23P 15/28, C23C 16/30-16/42, 14/06-14/08

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 8-47999 A (サンドビック アクティエボラーグ) 1996.02.20, 段落[0022] & US 5800868 A, 5欄7-24行 & CN 1112863 A	1-3
A	WO 2012/144088 A1 (住友電工ハードメタル株式会社) 2012.10.26, 表3 & US 2012/0270037 A1, TABLE 3 & EP 2703102 A1 & CN 102858483 A	1-3
A	JP 2015-500148 A (サンドビック インテレクチュアル プロパテ ィー アクティエボラーグ) 2015.01.05,	1-3

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

24.04.2017

国際調査報告の発送日

09.05.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

山本 忠博

3C

9531

電話番号 03-3581-1101 内線 3324

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
	表 2 & US 2014/0308083 A1, TABLE 2 & WO 2013/087848 A1 & EP 2604720 A1 & CN 104053815 A	
A	WO 2014/142190 A1 (日立ツール株式会社) 2014. 09. 18, 表 3-1, 図 4(a) (ファミリーなし)	1-3
A	WO 2014/198881 A1 (SANDVIK INTELLECTUAL PROPERTY AB) 2014. 12. 18, Table 4 & US 2016/0136786 A1	1-3