

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-64150

(P2010-64150A)

(43) 公開日 平成22年3月25日(2010.3.25)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
B 2 3 B 27/14 (2006.01)	B 2 3 B 27/14 A	3 C 0 4 6
C 2 3 C 16/40 (2006.01)	C 2 3 C 16/40	4 K 0 3 0

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 26 頁)

(21) 出願番号	特願2008-229672 (P2008-229672)	(71) 出願人	000006264
(22) 出願日	平成20年9月8日 (2008.9.8)		三菱マテリアル株式会社
			東京都千代田区大手町一丁目3番2号
		(74) 代理人	100076679
			弁理士 富田 和夫
		(74) 代理人	100139240
			弁理士 影山 秀一
		(72) 発明者	富田 興平
			茨城県那珂市向山1002-14 三菱マ
			テリアル株式会社中央研究所内
		(72) 発明者	五十嵐 誠
			茨城県那珂市向山1002-14 三菱マ
			テリアル株式会社中央研究所内

最終頁に続く

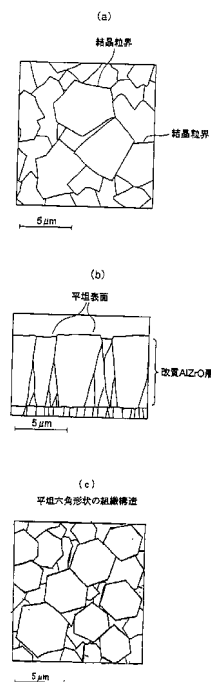
(54) 【発明の名称】 硬質被覆層がすぐれた耐チップング性を発揮する表面被覆切削工具

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 硬質被覆層が断続重切削加工で優れた耐チップング性を発揮する表面被覆切削工具の提供。

【解決手段】 硬質被覆層の中間層は、隣接する結晶粒相互の界面における(0001)、{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位の45%以上を占める結晶粒界面配列を示す改質α型Al₂O₃層、上部層は、層厚方向に垂直な面内で平板多角形状、平行な面内でたて長形状を有し、かつ、上部層を構成する結晶粒の内、面積比率で60%以上の結晶粒の内部は、少なくとも一つ以上のΣ3で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面により分断されているZr含有酸化アルミニウム層、さらに、隣接する結晶粒相互の界面における(0001)、{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位の35%以上を占める結晶粒界面配列を示すZr含有酸化アルミニウム層である。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【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、

(a) 下部層が、いずれも化学蒸着形成された、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のうちの 1 層または 2 層以上からなり、かつ、 $3 \sim 20 \mu\text{m}$ の合計平均層厚を有する Ti 化合物層、

(b) 中間層が、 $1 \sim 5 \mu\text{m}$ の平均層厚を有し、化学蒸着した状態で α 型の結晶構造を有する改質酸化アルミニウム層、

(c) 上部層が、 $1 \sim 15 \mu\text{m}$ の平均層厚を有し、化学蒸着した状態で α 型の結晶構造を有する Zr 含有酸化アルミニウム層、

上記 (a) ~ (c) からなる硬質被覆層を蒸着形成した表面被覆切削工具において、

上記 (b) の中間層は、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、六方晶結晶格子を有する前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、結晶粒の構成結晶面である (0001) 面および $\{10-10\}$ 面を選び出し、さらに、選び出した (0001) 面および $\{10-10\}$ 面において、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面 (結晶粒界面単位) における (0001) 面の法線同士および $\{10-10\}$ 面の法線同士の交わる角度を求めた場合に、前記 (0001) 面の法線同士および $\{10-10\}$ 面の法線同士の交わる角度が 15 度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位の 45% 以上の割合を占める結晶粒界面配列を示す改質酸化アルミニウム層であり、

上記 (c) の上部層は、電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察した場合に、層厚方向に垂直な面内で平板多角形状、また、層厚方向に平行な面内で層厚方向にたて長形状を有する結晶粒からなる組織構造を有する Zr 含有酸化アルミニウム層であり、

さらに、上記上部層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、六方晶結晶格子を有する前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で 1 つの構成原子を共有する格子点 (構成原子共有格子点) の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点が N 個 (但し、 N はコランダム型六方最密晶の結晶構造上 2 以上の偶数となるが、分布頻度の点から N の上限を 28 とした場合、4、8、14、24 および 26 の偶数は存在せず) 存在する構成原子共有格子点形態を $\Sigma N + 1$ で表した場合に、

上記上部層を構成する結晶粒の内、面積比率で 60% 以上の結晶粒の内部は、少なくとも一つ以上の、 $\Sigma 3$ で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面により分断されている Zr 含有酸化アルミニウム層である、

ことを特徴とする表面被覆切削工具。

【請求項 2】

前記 (c) の上部層を電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察した場合に、層厚方向に垂直な面内で平坦六角形状、また、層厚方向に平行な面内で層厚方向にたて長形状を有する結晶粒が、層厚方向に垂直な面内において全体の 35% 以上の面積割合を占める請求項 1 に記載の表面被覆切削工具。

【請求項 3】

前記 (c) の上部層は、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、六方晶結晶格子を有する前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、結晶粒の構成結晶面である (0001) 面および $\{10-10\}$ 面を選び出し、さらに、選び出した (0001) 面および $\{10-10\}$ 面において、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面 (結晶粒界面単位) における (0001) 面の法線同士および

{10-10}面の法線同士の交わる角度を求めた場合に、前記(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位の35%以上の割合を占める結晶粒界面配列を示すZr含有酸化アルミニウム層である請求項1または2に記載の表面被覆切削工具。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

この発明は、各種の銅や鋳鉄などの被削材の切削加工を、切刃に対して断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する断続重切削条件で行った場合でも、硬質被覆層がチッピングを発生することなく、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）に関するものである。

10

【背景技術】

【0002】

従来、特許文献1に示すように、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) 下部層として、いずれも化学蒸着形成された、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層以上からなり、かつ3~20μmの合計平均層厚を有するTi化合物層、

20

(b) 上部層として、2~20μmの平均層厚、および化学蒸着した状態でα型の結晶構造を有し、

電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に電子線を照射して、前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、結晶粒の構成結晶面である(0001)面および{10-10}面を選び出し、さらに、選び出した(0001)面および{10-10}面において、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面（結晶粒界面単位）における(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度を求めた場合に、前記(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位の45%以上の割合を占める結晶粒界面配列を示す改質α型酸化アルミニウム層（以下、改質α型Al₂O₃層という）、

30

以上(a)および(b)で構成された硬質被覆層を蒸着形成してなる被覆工具（以下、従来被覆工具という）が知られており、硬質被覆層の改質α型Al₂O₃層がすぐれた結晶粒界面強度を有することから、高速切削加工で硬質被覆層がすぐれた耐チッピング性を発揮することが知られている。

【0003】

また、特許文献2に示すように、上記従来被覆工具の上部層(b)に代えて、1~15μmの平均層厚、および化学蒸着した状態でα型の結晶構造を有し、さらに、

40

組成式： $(Al_{1-x}Zr_x)_2O_3$ 、（ただし、原子比で、X:0.003~0.05）、を満足すると共に、

電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に電子線を照射して、基体表面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である(0001)面および(10-10)面の法線がなす傾斜角を測定し、この場合前記結晶粒は、格子点にAl、Zr、および酸素からなる構成原子がそれぞれ存在するコランダム型六方最密晶の結晶構造を有し、この結果得られた測定傾斜角に基づいて、相互に隣接する結晶粒の界面で、前記構成原子のそれぞれが前記結晶粒相互間で1つの構成原子を共有する格子点（構成原子共有格子点）の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個（ただし、Nはコランダム型

50

六方最密晶の結晶構造上 2 以上の偶数となるが、分布頻度の点から N の上限を 28 とした場合、4、8、14、24、および 26 の偶数は存在せず) 存在する構成原子共有格子点形態を $\Sigma N + 1$ で現した場合、個々の $\Sigma N + 1$ が $\Sigma N + 1$ 全体に占める分布割合を示す構成原子共有格子点分布グラフにおいて、 $\Sigma 3$ に最高ピークが存在し、かつ前記 $\Sigma 3$ の $\Sigma N + 1$ 全体に占める分布割合が 60 ~ 80 % である構成原子共有格子点分布グラフを示す改質 Al-Zr 複合酸化物層 (以下、従来 Al-ZrO 層という)、

以上 (a) および (b) で構成された硬質被覆層を蒸着形成してなる被覆工具も知られており、この被覆工具がやはりすぐれた耐チップング性を発揮することも知られている。

【特許文献 1】特開 2007-160497 号公報

【特許文献 2】特開 2006-289557 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

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く、これに伴い、切削加工は一段と高能率化する傾向にあるが、上記従来の被覆工具においては、これを低合金鋼や炭素鋼などの一般鋼、さらにねずみ鋳鉄などの普通鋳鉄の高速切削加工、高速断続切削加工に用いた場合には問題はないが、特にこれを断続重切削加工に用いた場合には、高温強度および表面性状が満足できるものではないため、切刃に対して繰り返し作用する断続的・衝撃的高負荷により、切刃部にチップング (微少欠け) を発生しやすくなるばかりか、熱塑性変形、偏摩耗の発生により耐摩耗性も低下し、これらが原因となり、比較的短時間で使用寿命に至るのが現状である。

【課題を解決するための手段】

【0005】

そこで、本発明者等は、上述のような観点から、耐チップング性の向上を図るとともに、長期の使用に亘ってすぐれた耐摩耗性を発揮する硬質被覆層について研究を行った結果、以下の知見を得た。

【0006】

(a) 上記の従来被覆工具における改質 α 型 Al_2O_3 層は、例えば、通常の化学蒸着装置にて、

反応ガス組成：容量 % で、 $AlCl_3$: 6 ~ 10 %、 CO_2 : 4 ~ 8 %、 HCl : 3 ~ 5 %、 H_2S : 0.25 ~ 0.6 %、 H_2 : 残り、

反応雰囲気温度：920 ~ 1000 °C、

反応雰囲気圧力：6 ~ 10 kPa、

の条件で蒸着形成することができる。

【0007】

(b) そして、上記改質 α 型 Al_2O_3 層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、六方晶結晶格子を有する前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、結晶粒の構成結晶面である (0001) 面および {10-10} 面を選び出し、さらに、選び出した (0001) 面および {10-10} 面において、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面 (結晶粒界面単位) における (0001) 面の法線同士および {10-10} 面の法線同士の交わる角度を求めた場合に、改質 α 型 Al_2O_3 層は、(0001) 面の法線同士および {10-10} 面の法線同士の交わる角度が 15 度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位の 45 % 以上の割合を占める結晶粒界面配列を示す。

そして、上記改質 α 型 Al_2O_3 層は、化学蒸着した状態で α 型の結晶構造を有し、すぐれた高温硬さおよび耐熱性を具備するとともに、上記のような結晶粒界面配列を有することによって、すぐれた結晶粒界面強度を備え、その結果、改質 α 型 Al_2O_3 層は、従来の α 型 Al_2O_3 層に比して、一段とすぐれた高温強度を有するようになる。

しかし、切刃に対して断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する断続重切削のような厳しい切削加工条件下で用いたような場合には、上記改質 α 型 Al_2O_3 層は、十分に満足できる高温強度を有するとはいえないため、チップングの発生を防止することができなかった。

【0008】

(c) そこで、この発明では、上記(a)のような条件で蒸着形成した改質 α 型 Al_2O_3 層を中間層として、その上に、上部層として、化学蒸着した状態で α 型の結晶構造を有するZr含有酸化アルミニウム層を更に蒸着形成し、硬質被覆層を構成したところ、工具基体表面に、Ti化合物層からなる下部層、改質 α 型 Al_2O_3 層からなる中間層およびZr含有酸化アルミニウム層からなる上部層を硬質被覆層として蒸着形成した被覆工具は、切刃に対して断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する断続重切削条件下においても、一段とすぐれた高温強度と表面性状を有するため、すぐれた耐チップング性および耐摩耗性を発揮することを見出した。

【0009】

(d) 上記Zr含有酸化アルミニウム層は、中間層である上記改質 α 型 Al_2O_3 層の上に、例えば、

まず、第1段階として、

(イ) 反応ガス組成(容量%) :

AlCl_3 : 6~10 %、

ZrCl_4 : 0.1~0.3 %、

CO_2 : 4~8 %、

HCl : 3~5 %、

H_2S : 0.25~0.6 %、

H_2 : 残り、

(ロ) 反応雰囲気温度 ; 920~1000 °C、

(ハ) 反応雰囲気圧力 ; 6~10 kPa、

の条件で30分間、第1段階の蒸着を行った後、

次に、第2段階として、

(イ) 反応ガス組成(容量%) :

AlCl_3 : 6~10 %、

ZrCl_4 : 0.6~1.2 %、

CO_2 : 4~8 %、

HCl : 3~5 %、

H_2S : 0.25~0.6 %、

H_2 : 残り、

(ロ) 反応雰囲気温度 ; 920~1000 °C、

(ハ) 反応雰囲気圧力 ; 6~10 kPa、

の条件で蒸着を行うことにより、1~15 μm の平均層厚を有し、かつ、Al成分との含量に占めるZr成分の含有割合が0.002~0.01(但し、原子比)を満足し、化学蒸着した状態で α 型の結晶構造を有しZr含有酸化アルミニウム層(以下、改質 AlZrO 層という)を形成することができる。

【0010】

(e) そして、上記改質 AlZrO 層を、電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察すると、図1(a)に示されるように、層厚方向に垂直な面内で見えた場合に、大粒径の平板多角形状であり、また、図1(b)に示されるように、層厚方向に平行な面内で見えた場合に、層表面はほぼ平坦であり、層厚方向にたて長形状(以下、「平板多角形たて長形状」という)を有する結晶粒からなる組織構造を有する。

また、前記改質 AlZrO 層の蒸着形成に際して、より限定した蒸着条件(例えば、第1段階における反応ガス中の H_2S を0.45~0.6容量%、反応雰囲気温度を980~1000 °Cとし、さらに、第2段階における反応ガス中の ZrCl_4 を0.6~0.9

容量%、 H_2S を0.25~0.4容量%、反応雰囲気温度を960~980℃とした条件)で蒸着を行うと、図1(c)に示されるように、層厚方向に垂直な面内で見た場合に、大粒径の平坦六角形状であり、かつ、層厚方向に平行な面内で見た場合に、図1(b)に示されるのと同様、層表面はほぼ平坦であり、層厚方向にたて長形状を有する結晶粒が、層厚方向に垂直な面内において全体の35%以上の面積割合を占める組織構造が形成される。

【0011】

(f)さらに、上記改質AlZrO層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、六方晶結晶格子からなる結晶格子面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、

10

この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で1つの構成原子を共有する格子点(構成原子共有格子点)の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個(但し、Nはコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず)存在する構成原子共有格子点形態を $\Sigma N+1$ で表した場合に、

図2に示されるように、改質AlZrO層を構成する平板多角形たて長形状結晶粒の内、面積比率で60%以上の上記結晶粒の内部は、少なくとも一つ以上の、 $\Sigma 3$ で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面(以下、 $\Sigma 3$ 対応界面という)で分断されている組織を示すようになる。

20

さらに、上記改質AlZrO層について、同じく、電界放出型走査電子顕微鏡および電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に電子線を照射して、結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、結晶粒の構成結晶面である(0001)面および{10-10}面を選び出し、さらに、選び出した(0001)面および{10-10}面において、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面(結晶粒界面単位)における(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度を求め、前記(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位に占める割合(以下、交差角15度以下の結晶粒界面単位の割合という)を算出したところ、前記(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位は、全結晶粒界面単位の35%以上の割合である結晶粒界面配列を示すことが観察された。

30

【0012】

(g)上記(d)の第1段階および第2段階の化学蒸着条件(以下、本発明条件という)で蒸着形成された改質AlZrO層からなる上部層は、その表面の結晶面が、該層の層厚方向に垂直な面内における結晶面(例えば、(0001))と同配向を有するため、(層厚方向に平行な面内で見た場合、)層表面はほぼ平坦な平板状に形成され、その表面性状の故にすぐれた耐チップング性を示し、さらに、平板多角形たて長形状の結晶粒内部の $\Sigma 3$ 対応界面の存在によって結晶粒内強度が高められるため、従来の(例えば、前記特許文献2に開示されたもの)Zr含有酸化アルミニウム層に比して、一段とすぐれた高温硬さ、高温強度および耐チップング性を備える。

40

【0013】

したがって、硬質被覆層として、すぐれた結晶粒界面強度を有する改質 α 型 Al_2O_3 層を中間層として備え、更に、すぐれた高温硬さ、高温強度、表面性状を有する改質AlZrO層を上部層として備えるこの発明の被覆工具は、従来被覆工具に比して、一段とすぐれた高温硬さ、耐熱性、高温強度を具備し、その結果として、切刃に対して断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する断続重切削加工においても、チップング、欠損、剥離等を発生することなく、すぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮する。

以上(a)~(g)の研究結果を得たのである。

50

【0014】

この発明は、上記知見に基づいてなされたものであって、

「(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、

(a) 下部層が、いずれも化学蒸着形成された、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のうちの1層または2層以上からなり、かつ、3～20 μmの合計平均層厚を有するTi化合物層、

(b) 中間層が、1～5 μmの平均層厚を有し、化学蒸着した状態でα型の結晶構造を有する改質酸化アルミニウム層、

(c) 上部層が、1～15 μmの平均層厚を有し、化学蒸着した状態でα型の結晶構造を有するZr含有酸化アルミニウム層、

上記(a)～(c)からなる硬質被覆層を蒸着形成した表面被覆切削工具において、

上記(b)の中間層は、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、六方晶結晶格子を有する前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、結晶粒の構成結晶面である(0001)面および{10-10}面を選び出し、さらに、選び出した(0001)面および{10-10}面において、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面(結晶粒界面単位)における(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度を求めた場合に、前記(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位の45%以上の割合を占める結晶粒界面配列を示す改質酸化アルミニウム層であり、

上記(c)の上部層は、電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察した場合に、層厚方向に垂直な面内で平板多角形状、また、層厚方向に平行な面内で層厚方向にたて長形状を有する結晶粒からなる組織構造を有するZr含有酸化アルミニウム層であり、

さらに、上記上部層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、六方晶結晶格子を有する前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で1つの構成原子を共有する格子点(構成原子共有格子点)の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個(但し、Nはコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず)存在する構成原子共有格子点形態を $\Sigma N + 1$ で表した場合に、

上記上部層を構成する結晶粒の内、面積比率で60%以上の結晶粒の内部は、少なくとも一つ以上の、 $\Sigma 3$ で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面により分断されているZr含有酸化アルミニウム層である、

ことを特徴とする表面被覆切削工具。

(2) 前記(c)の上部層を電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察した場合に、層厚方向に垂直な面内で平坦六角形状、また、層厚方向に平行な面内で層厚方向にたて長形状を有する結晶粒が、層厚方向に垂直な面内において全体の35%以上の面積割合を占める前記(1)に記載の表面被覆切削工具。

(3) 前記(c)の上部層は、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、六方晶結晶格子を有する前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、結晶粒の構成結晶面である(0001)面および{10-10}面を選び出し、さらに、選び出した(0001)面および{10-10}面において、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面(結晶粒界面単位)における(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度を求めた場合に、前記(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位

10

20

30

40

50

が全結晶粒界面単位の35%以上の割合を占める結晶粒界面配列を示すZr含有酸化アルミニウム層である前記(1)または(2)に記載の表面被覆切削工具。」
に特徴を有するものである。

【0015】

以下に、この発明の被覆工具の硬質被覆層の構成層について、より詳細に説明する。

(a) Ti化合物層(下部層)

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化合物層は、基本的には中間層である改質 α 型 Al_2O_3 層の下部層として存在し、自身の具備するすぐれた高温強度によって硬質被覆層の高温強度向上に寄与するほか、工具基体と改質 α 型 Al_2O_3 層のいずれにも強固に密着し、よって硬質被覆層の工具基体に対する密着性向上にも寄与する作用を有するが、その合計平均層厚が3 μm 未満では、前記作用を十分に発揮させることができず、一方その合計平均層厚が20 μm を越えると、特に断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する断続重切削条件では熱塑性変形を起し易くなり、これが偏摩耗の原因となることから、その合計平均層厚を3~20 μm と定めた。

【0016】

(b) 改質 α 型 Al_2O_3 層(中間層)

上記の通り、結晶粒界面配列において、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面(結晶粒界面単位)における(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位の45%以上の割合を占める場合に、結晶粒界面強度が一段と向上するようになり、 α 型 Al_2O_3 自身のもつすぐれた高温硬さおよび耐熱性に加えて、一段とすぐれた高温強度を具備するようになるものである。

したがって、それぞれの法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位の占める割合が45%未満の場合には所望のすぐれた結晶粒界面強度を確保することはできない。

また、その平均層厚が1 μm 未満では、上記の特性を硬質被覆層に十分に具備せしめることができず、一方、その平均層厚が5 μm を越えると、断続的・衝撃的な高負荷によりチッピングが発生し易くなることから、その平均層厚を1~5 μm と定めた。

【0017】

(c) 改質AlZrO層(上部層)

中間層の上に化学蒸着された改質AlZrO層からなる上部層は、その構成成分であるAl成分が、層の高温硬さおよび耐熱性を向上させ、また、層中に微量(Alとの含量に占める割合で、Zr/(Al+Zr)が0.002~0.01(但し、原子比))含有されたZr成分が、改質AlZrO層の結晶粒界面強度を向上させ、高温強度の向上に寄与するが、Zr成分の含有割合が0.002未満では、上記作用を期待することはできず、一方、Zr成分の含有割合が0.01を超えた場合には、層中にZrO₂粒子が析出することによって粒界面強度が低下するため、Al成分との含量に占めるZr成分の含有割合(Zr/(Al+Zr)の比の値)は0.002~0.01(但し、原子比)であることが望ましい。

【0018】

上記改質AlZrO層は、蒸着時の反応ガス組成、反応雰囲気温度および反応雰囲気圧力の各化学蒸着条件を、例えば、以下のとおり調整することによって蒸着形成することができる。

即ち、まず、

(イ) 反応ガス組成(容量%) :

AlCl₃ : 6~10 %、

ZrCl₄ : 0.1~0.3 %、

CO₂ : 4~8 %、

HCl : 3~5 %、

H₂S : 0.25~0.6 %、

H₂：残り、
 (ロ) 反応雰囲気温度； 920～1000 °C、
 (ハ) 反応雰囲気圧力； 6～10 kPa、
 の条件で第1段階の蒸着を約30分間行った後、
 次に、

(イ) 反応ガス組成 (容量%)：
 AlCl₃： 6～10 %、
 ZrCl₄： 0.6～1.2 %、
 CO₂： 4～8 %、
 HCl： 3～5 %、
 H₂S： 0.25～0.6 %、
 H₂：残り、

(ロ) 反応雰囲気温度； 920～1000 °C、
 (ハ) 反応雰囲気圧力； 6～10 kPa、
 の条件で第2段階の蒸着を行うことによって、1～15 μmの平均層厚の蒸着層を成膜すると、Zr/(Al+Zr)の比の値が原子比で0.002～0.01である改質AlZrO層を形成することができる。

【0019】

そして、上記改質AlZrO層について、電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察すると、図1(a)に示されるように、層厚方向に垂直な面内で見た場合に、結晶粒径の大きい平板多角形状であり、また、図1(b)に示されるように、層厚方向に平行な面内で見た場合に、層表面はほぼ平坦であって、しかも、層厚方向にたて長形状を有する結晶粒 (平板多角形状たて長形状結晶粒) からなる組織構造が形成され、改質AlZrO層のこの層表面の平坦性により、表面に凹凸が存在する従来AlZrO層 (例えば、前記特許文献2に記載のもの) に比して、耐チップング性が一段と向上する。

【0020】

また、前記改質AlZrO層の蒸着において、より限定した条件 (例えば、第1段階における反応ガス中のH₂Sを0.45～0.6容量%、反応雰囲気温度を980～1000 °Cとし、さらに、第2段階における反応ガス中のZrCl₄を0.6～0.9容量%、H₂Sを0.25～0.4容量%、反応雰囲気温度を960～980 °Cとした条件) で蒸着を行うと、図1(c)に示されるように、層厚方向に垂直な面内で見た場合に、大粒径の平坦六角形状であり、かつ、層厚方向に平行な面内で見た場合に、図1(b)に示されるのと同様、層表面はほぼ平坦であり、層厚方向にたて長形状を有する結晶粒が、層厚方向に垂直な面内において全体の35%以上の面積割合を占める組織構造が形成される。

なお、従来AlZrO層では、その表面の結晶面が、該層の層厚方向に垂直な面内における結晶面 (例えば、(0001)) と異なった配向 (例えば、(1-102)) を有するため、(層厚方向に平行な面内で見た場合、) 図3(b)に示されるように、層表面に角錐状の凹凸が存在し、これが故に、耐チップング性の劣るものとなっている。

【0021】

さらに、改質AlZrO層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、六方晶結晶格子からなる結晶格子面のそれぞれの法線が前記表面研磨面の法線と交わる角度を測定し、

この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で1つの構成原子を共有する格子点 (構成原子共有格子点) の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個 (但し、Nはコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず) 存在する構成原子共有格子点形態をΣN+1で表すと、

図2に示すように、改質AlZrO層を構成する上記平板多角形 (平坦六角形を含む)

たて長形状結晶粒の内、面積比率で60%以上の結晶粒の内部は、少なくとも一つ以上の、 $\Sigma 3$ 対応界面で分断されていることがわかる。

そして、改質AlZrO層の平板多角形（平坦六角形を含む）たて長形状結晶粒の内部に、上記の $\Sigma 3$ 対応界面が存在することによって、結晶粒内強度の向上が図られ、その結果として、断続重切削加工時に改質AlZrO層中にクラックが発生することが抑えられ、また、仮にクラックが発生したとしても、クラックの成長・伝播が妨げられ、耐チップング性、耐欠損性、耐剥離性の向上が図られる。

【0022】

さらに、上記改質AlZrO層について、同じく、電界放出型走査電子顕微鏡および電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に電子線を照射して、結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、結晶粒の構成結晶面である(0001)面および{10-10}面を選び出し、さらに、選び出した(0001)面および{10-10}面において、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面（結晶粒界面単位）における(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度を求め、前記(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位に占める割合（以下、交差角15度以下の結晶粒界面単位の割合という）を算出したところ、前記(0001)面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位は、全結晶粒界面単位の35%以上の割合である結晶粒界面配列を示すことが観察されており、このような結晶粒界面配列によって、結晶粒界面強度の向上が図られる。

【0023】

したがって、平板多角形（平坦六角形を含む）たて長形状結晶粒の内部に $\Sigma 3$ 対応界面が存在し、表面平坦な表面性状を備えた改質AlZrO層からなる本発明の上部層は、切削に対して断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する各種鋼や鋳鉄等の断続重切削加工においても、チップング、欠損、剥離等が発生することなく、すぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮する。

ただ、改質AlZrO層からなる上部層の層厚が1 μ m未満では、上記上部層のすぐれた特性を十分に発揮することができず、一方、上部層の層厚が15 μ mを超えると偏摩耗の原因となる熱塑性変形が発生しやすくなり、また、チップングも発生しやすくなることから、上部層の平均層厚を1～15 μ mと定めた。

【0024】

なお、参考のため、従来AlZrO層について、電界放出型走査電子顕微鏡、電子後方散乱回折像装置を用い、上部層の結晶粒の組織構造および構成原子共有格子点形態を調べたところ、結晶粒の組織構造については、図3(a)、(b)に示されるような角錐状の凹凸を有し、多角形たて長形状の結晶粒からなる組織構造を有しているため、改質AlZrO層に比して、耐摩耗性は不十分であった。

また、結晶粒の構成原子共有格子点形態については、従来AlZrO層を構成する凹凸多角形たて長形状結晶粒の内部に $\Sigma 3$ 対応界面が存在する結晶粒の面積比率は、40%以下と少なく、結晶粒内強度の向上は図られていなかった。

したがって、硬質被覆層の上部層が従来AlZrO層で構成された被覆工具（前記特許文献2に開示された被覆工具）は、断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する断続重切削加工において、チップング、欠損、剥離等の発生を防止することはできず、さらに、耐摩耗性も満足できるものではなかった。

【発明の効果】

【0025】

上記のとおり、この発明の被覆工具は、すぐれた高温硬さ、耐熱性に加えて、すぐれた高温強度を有する改質 α 型Al₂O₃層を中間層とするとともに、上部層を構成する改質AlZrO層を、表面平坦性を備えた平板多角形（平坦六角形を含む）たて長形状の結晶粒からなる組織構造とし、さらに、上記結晶粒の内部に $\Sigma 3$ 対応界面を形成し、結晶粒内強

度を強化したことにより、凹凸多角形たて長形状の結晶粒からなり、結晶粒内に $\Sigma 3$ 対応界面の少ない従来AlZrO層に比して、一段とすぐれた高温強度と一段とすぐれた耐摩耗性を兼備し、その結果、各種の鋼や鋳鉄などを、切刃に対して断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する断続重切削条件下で切削加工した場合にも、硬質被覆層がすぐれた耐チッピング性、耐欠損性、耐剥離性とすぐれた耐摩耗性を発揮し、使用寿命の一層の延命化が可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

つぎに、この発明の被覆工具を実施例により具体的に説明する。

【実施例】

【0027】

原料粉末として、いずれも $2 \sim 4 \mu\text{m}$ の平均粒径を有するWC粉末、TiC粉末、ZrC粉末、VC粉末、TaC粉末、NbC粉末、 Cr_3C_2 粉末、TiN粉末、Ta₄N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、切刃部にR:0.07mmのホーニング加工を施すことによりISO・CNMG120408MAに規定するスローアウェイチップ形状をもったWC基超硬合金製の工具基体A～Eをそれぞれ製造した。

【0028】

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、 Mo_2C 粉末、ZrC粉末、NbC粉末、TaC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： 1540°C に1時間保持の条件で焼結し、焼結後、切刃部分にR:0.07mmのホーニング加工を施すことによりISO規格・CNMG120408MAのチップ形状をもったTiCN基サーメット製の工具基体a～eを形成した。

【0029】

ついで、これらの工具基体A～Eおよび工具基体a～eのそれぞれを、通常の化学蒸着装置に装入し、

(a) まず、表3（表3中の1-TiCNは特開平6-8010号公報に記載される縦長成長結晶組織をもつTiCN層の形成条件を示すものであり、これ以外は通常の粒状結晶組織の形成条件を示すものである）に示される条件にて、表7に示される目標層厚のTi化合物層を硬質被覆層の下部層として蒸着形成し、

(b) ついで、表4に示される条件にて、表7に示される目標層厚の改質 α 型 Al_2O_3 層を硬質被覆層の中間層として蒸着形成し、

(c) 次に、表5に示される蒸着条件により、同じく表7に示される目標層厚の改質AlZrO層を硬質被覆層の上部層として蒸着形成することにより本発明被覆工具1～15をそれぞれ製造した。

【0030】

また、比較の目的で、上記本発明被覆工具1～10において、上部層としての改質AlZrO層を蒸着形成せず、硬質被覆層が下部層と中間層のみからなる比較被覆工具1～10をそれぞれ製造した。

【0031】

さらに、参考のために、上記本発明被覆工具11～15において、硬質被覆層の上部層として、改質AlZrO層に代えて、表6に示される条件で、前記特許文献2に開示された従来AlZrO層を蒸着形成した参考被覆工具11～15をそれぞれ製造した。

【0032】

10

20

30

40

50

ついで、上記の本発明被覆工具 1 ～ 15、比較被覆工具 1 ～ 10 および参考被覆工具 11 ～ 15 の硬質被覆層の中間層を構成する改質 α 型 Al_2O_3 層について、電界放出型走査電子顕微鏡および電子後方散乱回折像装置を用いて、結晶粒界面配列を調査した。

すなわち、改質 α 型 Al_2O_3 層について、まず、それぞれの表面を研磨面とした状態で、電界放出型走査電子顕微鏡の鏡筒内にセットし、前記表面研磨面に 70 度の入射角度で 15 kV の加速電圧の電子線を 1 nA の照射電流で、それぞれの前記表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に照射して、電子後方散乱回折像装置を用い、 $30 \times 50 \mu\text{m}$ の領域を $0.1 \mu\text{m}/\text{step}$ の間隔で、前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、結晶粒の構成結晶面である (0001) 面および {10-10} 面を選び出し、さらに、選び出した (0001) 面および {10-10} 面において、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面（結晶粒界面単位）における (0001) 面の法線同士および {10-10} 面の法線同士の交わる角度を求め、前記 (0001) 面の法線同士および {10-10} 面の法線同士の交わる角度が 15 度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位に占める割合（以下、交差角 15 度以下の結晶粒界面単位の割合という）を算出した。

なお、ここでいう“表面”とは、基体表面に平行な面ばかりでなく、基体表面に対して傾斜する面、例えば、層の切断面、をも含む。

本発明被覆工具 1 ～ 15、比較被覆工具 1 ～ 10 および参考被覆工具 11 ～ 15 のいずれについても、改質 α 型 Al_2O_3 層は、いずれも交差角 15 度以下の結晶粒界面単位の割合が 45 % 以上の結晶粒界面配列を示すことを確認した。

【0033】

ついで、上記の本発明被覆工具 1 ～ 15 および参考被覆工具 11 ～ 15 の硬質被覆層の上部層を構成する改質 AlZrO 層および従来 AlZrO 層について、電界放出型走査電子顕微鏡、電子後方散乱回折像装置を用いて、結晶粒組織構造および構成原子共有格子点形態を調査した。

すなわち、まず、上記の本発明被覆工具 1 ～ 15 の改質 AlZrO 層および参考被覆工具 11 ～ 15 の従来 AlZrO 層について、電界放出型走査電子顕微鏡を用いて観察したところ、本発明被覆工具 1 ～ 15 では、図 1 (a)、(b) で代表的に示される平板多角形（平坦六角形を含む）状かつたて長形状の大きな粒径の結晶粒組織構造が観察された（なお、図 1 (a) は、層厚方向に垂直な面内で見た本発明被覆工具 1 の組織構造模式図、また、図 1 (c) は、層厚方向に垂直な面内で見た本発明被覆工具 11 の、平坦六角形状かつたて長形状の大きな粒径の結晶粒からなる組織構造模式図）。

一方、参考被覆工具 11 ～ 15 では、図 3 (a)、(b) で代表的に示されるように、多角形状かつたて長形状の結晶粒組織が観察されたが、各結晶粒の粒径は本発明のものに比して小さく、かつ、図 3 (b) から明らかなように、層表面には角錐状の凹凸が形成されていた（なお、図 3 (a)、(b) は、参考被覆工具 11 の組織構造模式図）。

【0034】

つぎに、上記の本発明被覆工具 1 ～ 15 の改質 AlZrO 層、参考被覆工具 11 ～ 15 の従来 AlZrO 層について、それぞれの層を構成する結晶粒の内部に $\Sigma 3$ 対応界面が存在する結晶粒の面積割合を測定した。

まず、上記の本発明被覆工具 1 ～ 15 の改質 AlZrO 層について、その表面を研磨面とした状態で、電界放出型走査電子顕微鏡の鏡筒内にセットし、前記表面研磨面に 70 度の入射角度で 15 kV の加速電圧の電子線を 1 nA の照射電流で、それぞれの前記表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に電子線を照射して、電子後方散乱回折像装置を用い、 $30 \times 50 \mu\text{m}$ の領域を $0.1 \mu\text{m}/\text{step}$ の間隔で、前記結晶粒の各結晶格子面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で 1 つの構成原子を共有する格子点（構成原子共有格子点）の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点が N 個（但し、N はコランダム型六方最密晶の結晶構造上 2 以上の偶数となるが、分布

頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず）存在する構成原子共有格子点形態を $\Sigma N + 1$ で表した場合に、改質AlZrO層の測定範囲内に存在する全結晶粒のうちで、結晶粒の内部に、少なくとも一つ以上の $\Sigma 3$ 対応界面が存在する結晶粒の面積比率を求め、その値を表7に示した。

次に、参考被覆工具11～15の従来AlZrO層についても、本発明被覆工具の場合と同様な方法により、従来AlZrO層の測定範囲内に存在する全結晶粒のうちで、結晶粒の内部に、少なくとも一つ以上の $\Sigma 3$ 対応界面が存在する結晶粒の面積比率を求め、その値を表8に示した。

【0035】

表7、8に示される通り、本発明被覆工具1～15の改質AlZrO層において、 $\Sigma 3$ 対応界面が存在する結晶粒の面積比率は、60%以上であるのに対して、参考被覆工具11～15の従来AlZrO層において、 $\Sigma 3$ 対応界面が存在する結晶粒の面積比率は、40%以下であって、結晶粒の内部に $\Sigma 3$ 対応界面が存在する率は非常に小さいことがわかる。

【0036】

また、本発明被覆工具11～15の改質AlZrO層および参考被覆工具11～15の従来AlZrO層について、電界放出型走査電子顕微鏡を用いて、層厚方向に垂直な面内に存在する、大粒径の平坦六角形状の結晶粒の面積割合を求めた。この値を表7、表8に示す。

なお、ここで言う「大粒径の平坦六角形状」の結晶粒とは、
「電界放出型走査電子顕微鏡により観察される層厚方向に垂直な面内に存在する粒子の直径を計測し、10粒子の平均値が3～8 μm であり、頂点の角度が100～140°である頂角を6個有する多角形状である。」
と定義する。

【0037】

さらに、本発明被覆工具11～15の改質AlZrO層および参考被覆工具11～15の従来AlZrO層について、中間層（改質 α 型 Al_2O_3 層）について測定したのと同様な方法で、それぞれ隣接する結晶粒相互の界面（結晶粒界面単位）における（0001）面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度を求め、前記（0001）面の法線同士および{10-10}面の法線同士の交わる角度が15度以下の結晶粒界面単位が全結晶粒界面単位に占める割合（以下、交差角15度以下の結晶粒界面単位の割合という）を算出した。

この値を表7、表8に示す。

【0038】

本発明被覆工具1～15、比較被覆工具1～10および参考被覆工具11～15の硬質被覆層の各構成層の厚さは、走査型電子顕微鏡を用いて測定（縦断面測定）したが、いずれの場合も、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。

【0039】

つぎに、上記の本発明被覆工具1～15、比較被覆工具1～10および参考被覆工具11～15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

被削材：JIS・S30Cの長さ方向等間隔4本縦溝入り丸棒、

切削速度： 220 m/min、

切り込み： 4.0 mm、

送り： 0.6 mm/rev、

切削時間： 10 分、

の条件（切削条件Aという）での炭素鋼の乾式断続重切削試験（通常の切削速度、送り量および切り込み量は、それぞれ、200 m/min、0.4 mm/rev、3 mm）、

被削材：JIS・SNM439の長さ方向等間隔4本縦溝入り丸棒、

切削速度： 220 m/min、

切り込み： 3 mm、
送り： 0.35 mm/rev.、
切削時間： 5 分、

の条件（切削条件Bという）でのニッケルクロムモリブデン合金鋼の乾式断続重切削試験（通常の切削速度、送り量および切込み量は、それぞれ、200m/min.、0.3mm/rev.、2mm）、

被削材：JIS・FCD450の長さ方向等間隔4本縦溝入り丸棒、
切削速度： 200 m/min.、
切り込み： 2 mm、
送り： 0.45 mm/rev.、
切削時間： 5 分、

の条件（切削条件Cという）でのダクタイル鋳鉄の湿式断続重切削試験（通常の切削速度、送り量および切込み量は、それぞれ、120m/min.、0.25mm/rev.、2mm）、

を行い、いずれの切削試験でも切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。この測定結果を表9に示した。

【0040】

【表 1】

種 別	配 合 組 成 (質量%)									
	Co	TiC	ZrC	VC	TaC	NbC	Cr3C2	TiN	TaN	WC
工 具 基 体	A	7	-	-	-	-	-	-	-	残
	B	5.7	-	-	1.5	0.5	-	1.2	-	残
	C	5.7	2.3	-	-	-	1	-	-	残
	D	8.5	-	0.5	-	-	0.5	-	-	残
	E	12.5	2	-	-	-	-	1	2	残

【 0 0 4 1 】

10

20

30

【表 2】

種別	配 合 組 成 (質量%)							
	Co	Ni	ZrC	TaC	NbC	Mo ₂ C	WC	TiCN
a	12	6	—	10	—	10	16	残
b	7	7	—	5	—	7.5	—	残
c	5	—	—	—	1	6	10	残
d	9	6	—	11	2	—	—	残
e	8	5	1	8	—	10	10	残

【 0 0 4 2 】

10

20

30

【表 3】

硬質被覆層の下部層	形成条件 (反応雰囲気、圧力はkPa、温度は°Cを示す)	反応雰囲気	
		圧力	温度
TiC層	TiCl ₄ :4.2%, CH ₄ :8.5%, H ₂ :残	7	1020
TiN層(第1層)	TiCl ₄ :4.2%, N ₂ :30%, H ₂ :残	30	900
TiN層(その他の層)	TiCl ₄ :4.2%, N ₂ :35%, H ₂ :残	50	1040
I-TiC _{0.5} N _{0.5} 層	TiCl ₄ :4.2%, N ₂ :20%, CH ₃ CN:0.6%, H ₂ :残	7	900
TiCN層	TiCl ₄ :4.2%, N ₂ :20%, CH ₄ :4%, H ₂ :残	12	1020
TiCO層	TiCl ₄ :4.2%, CO:4%, H ₂ :残	7	1020
TiCNO層	TiCl ₄ :4.2%, CO:3%, CH ₄ :3%, N ₂ :20%, H ₂ :残	20	1020

【0043】

10

20

30

40

【表 4】

改質 α 型 Al_2O_3 層	形 成 条 件 (反応雰囲気中の圧力はkPa, 温度は°Cを示す)		
	反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気	
形成 記号		圧力	温度
イ	AlCl_3 : 6%, HCl : 3%, CO_2 : 6%, H_2S : 0.25%, H_2 : 残	6	920
ロ	AlCl_3 : 8%, HCl : 4%, CO_2 : 4%, H_2S : 0.4%, H_2 : 残	8	960
ハ	AlCl_3 : 10%, HCl : 5%, CO_2 : 8%, H_2S : 0.6%, H_2 : 残	10	1000

【 0 0 4 4 】

10

20

30

40

【表 5】

改質AlZrO層		形成条件 (反応雰囲気、圧力はkPa、温度は°Cを示す)		
形成 記号		反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気	
			圧力	温度
A	第1段階	AlCl ₃ :6%, ZrCl ₄ :0.3%, HCl:3%, CO ₂ :4%, H ₂ S:0.25%, H ₂ :残	6	930
	第2段階	AlCl ₃ :6%, ZrCl ₄ :1.2%, HCl:3%, CO ₂ :5%, H ₂ S:0.4%, H ₂ :残	6	930
B	第1段階	AlCl ₃ :7%, ZrCl ₄ :0.1%, HCl:4%, CO ₂ :5%, H ₂ S:0.3%, H ₂ :残	7	1000
	第2段階	AlCl ₃ :7%, ZrCl ₄ :1.0%, HCl:4%, CO ₂ :6%, H ₂ S:0.3%, H ₂ :残	7	1000
C	第1段階	AlCl ₃ :8%, ZrCl ₄ :0.2%, HCl:5%, CO ₂ :6%, H ₂ S:0.4%, H ₂ :残	10	980
	第2段階	AlCl ₃ :8%, ZrCl ₄ :0.8%, HCl:4%, CO ₂ :6%, H ₂ S:0.25%, H ₂ :残	10	980
D	第1段階	AlCl ₃ :10%, ZrCl ₄ :0.1%, HCl:5%, CO ₂ :8%, H ₂ S:0.6%, H ₂ :残	8	940
	第2段階	AlCl ₃ :10%, ZrCl ₄ :0.6%, HCl:3%, CO ₂ :8%, H ₂ S:0.6%, H ₂ :残	8	940
E	第1段階	AlCl ₃ :9%, ZrCl ₄ :0.2%, HCl:4%, CO ₂ :7%, H ₂ S:0.5%, H ₂ :残	7	980
	第2段階	AlCl ₃ :9%, ZrCl ₄ :0.9%, HCl:5%, CO ₂ :5%, H ₂ S:0.25%, H ₂ :残	7	980
F	第1段階	AlCl ₃ :8%, ZrCl ₄ :0.3%, HCl:4%, CO ₂ :5%, H ₂ S:0.3%, H ₂ :残	6	960
	第2段階	AlCl ₃ :8%, ZrCl ₄ :0.7%, HCl:4%, CO ₂ :4%, H ₂ S:0.3%, H ₂ :残	6	960

【0045】

10

20

30

40

【表 6】

従来AlZrO層		形成条件 (反応雰囲気、圧力はkPa、温度は°Cを示す)		
形成 記号		反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気	
			圧力	温度
a	第1段階	AlCl ₃ : 2.3%, ZrCl ₄ : 0.13%, HCl: 2.0%, CO ₂ : 4%, H ₂ S: 0.2%, H ₂ : 残	10	800
	第2段階	AlCl ₃ : 2.3%, ZrCl ₄ : 0.1%, HCl: 2.0%, CO ₂ : 7%, H ₂ S: 0.1%, H ₂ : 残	6	1020
b	第1段階	AlCl ₃ : 2.7%, ZrCl ₄ : 0.08%, HCl: 1.5%, CO ₂ : 5%, H ₂ S: 0.1%, H ₂ : 残	8	750
	第2段階	AlCl ₃ : 2.7%, ZrCl ₄ : 0.13%, HCl: 1.5%, CO ₂ : 8%, H ₂ S: 0.2%, H ₂ : 残	8	1030
c	第1段階	AlCl ₃ : 3.5%, ZrCl ₄ : 0.05%, HCl: 2.5%, CO ₂ : 3%, H ₂ S: 0.15%, H ₂ : 残	9	840
	第2段階	AlCl ₃ : 3.5%, ZrCl ₄ : 0.08%, HCl: 2.5%, CO ₂ : 5%, H ₂ S: 0.15%, H ₂ : 残	9	1050
d	第1段階	AlCl ₃ : 4%, ZrCl ₄ : 0.02%, HCl: 3.0%, CO ₂ : 1%, H ₂ S: 0.05%, H ₂ : 残	6	900
	第2段階	AlCl ₃ : 4%, ZrCl ₄ : 0.02%, HCl: 3.0%, CO ₂ : 3%, H ₂ S: 0.05%, H ₂ : 残	10	1040

【表 7】

種別	工具 基体 記号	硬質被覆層												
		下部層[Ti化合物層]					中間層[改質α型Al ₂ O ₃ 層]			上部層[改質AlZrO層]				
		第1層 (μm)	第2層 (μm)	第3層 (μm)	第4層 (μm)	中間層 形成 記号	目標 層厚 (μm)	交差角15度 以下の結晶 粒界面単位 の割合(%)	上部層 形成 記号	Zrの 含有割合 [Zr/ (Al+Zr)] (原子比)	目標 層厚 (μm)	Σ3対応界面 を内部に 有する 結晶粒比率 (面積%)	平坦 六角形状 結晶粒の 面積割合 (面積%)	交差角15度 以下の結晶 粒界面単位 の割合(%)
1	a	TiN (1)	I-TiCN (17.5)	TiN (1)	TiCNO (0.5)	イ	1	45	A	0.01	6	68	18	45
2	A	TiCN (1)	I-TiCN (8.5)	TiCO (0.5)	—	ロ	1	47	B	0.007	1	60	0	35
3	b	TiN (1)	I-TiCN (4)	TiC (4)	TiCNO (1)	ハ	1	50	C	0.006	3	62	35	37
4	B	TiC (1)	I-TiCN (9)	—	—	イ	3	62	A	0.012	2	65	21	42
5	c	TiN (1)	I-TiCN (4.5)	TiCNO (0.5)	—	ロ	3	60	B	0.008	10	72	5	46
6	C	TiN (0.5)	I-TiCN (1.5)	TiC (0.5)	TiCNO (0.5)	ハ	3	63	C	0.0062	12	70	45	53
7	d	TiN (0.5)	I-TiCN (10)	TiC (2)	TiCNO (0.3)	ハ	3	64	D	0.002	8	67	23	51
8	D	TiN (1)	TiCN (19)	—	—	イ	2	56	E	0.0044	15	69	47	63
9	e	TiC (0.5)	I-TiCN (9)	TiCO (0.5)	—	ロ	2	58	F	0.003	7	71	28	42
10	E	TiN (1)	TiC (1)	TiCN (7)	TiCO (1)	ハ	2	55	E	0.0043	14	74	50	38
11	A	TiN (0.3)	I-TiCN (5)	TiCNO (0.7)	TiCO (0.1)	ハ	2	54	E	0.0042	5	84	82	39
12	a	TiN (1)	I-TiCN (10)	TiCO (0.5)	—	イ	5	67	B	0.008	4	69	9	47
13	B	TiN (0.5)	I-TiCN (12)	TiN (0.5)	TiCNO (0.2)	ロ	5	73	C	0.0064	1	82	64	38
14	b	TiN (0.6)	I-TiCN (7)	TiCNO (0.3)	—	イ	4	62	D	0.0021	3	70	7	39
15	C	TiN (0.4)	I-TiCN (3)	TiCN (0.5)	TiCO (0.1)	ロ	4	65	E	0.0041	1	83	65	37

本発明被覆工具

(下部層の欄の括弧内数字は目標層厚)

(下部層の欄の括弧内数字は目標層厚)

本 発 明 被 覆 工 具

【0047】

10

20

30

40

【表 8】

種別	工具 基体 記号	硬質被覆層												
		下部層[Ti化合物層]				中間層[改質 α 型 Al_2O_3 層]				上部層[従来 AlZrO 層]				
		第1層 (μm)	第2層 (μm)	第3層 (μm)	第4層 (μm)	中間層 形成 記号	目標 層厚 (μm)	交差角15度 以下の結晶 粒界面単位 の割合(%)	上部層 形成 記号	Zrの 含有割合 [Zr/ (Al+Zr)] (原子比)	目標 層厚 (μm)	Σ 3対応界面 を内部に 有する 結晶粒比率 (面積%)	平坦 六角形状 結晶粒の 面積割合 (面積%)	交差角15度 以下の結晶 粒界面単位 の割合(%)
比較 被 覆 工 具	1	本発明被覆工具1に同じ				イ	7	48	-	-	-	-	-	-
	2	本発明被覆工具2に同じ				ロ	2	45	-	-	-	-	-	-
	3	本発明被覆工具3に同じ				ハ	4	40	-	-	-	-	-	-
	4	本発明被覆工具4に同じ				イ	5	45	-	-	-	-	-	-
	5	本発明被覆工具5に同じ				ロ	13	53	-	-	-	-	-	-
	6	本発明被覆工具6に同じ				ハ	15	67	-	-	-	-	-	-
	7	本発明被覆工具7に同じ				ハ	11	63	-	-	-	-	-	-
	8	本発明被覆工具8に同じ				イ	17	64	-	-	-	-	-	-
	9	本発明被覆工具9に同じ				ロ	9	68	-	-	-	-	-	-
	10	本発明被覆工具10に同じ				ハ	6	72	-	-	-	-	-	-
参考 被 覆 工 具	11	本発明被覆工具11に同じ				ハ	16	57	a	0.05	2	10	0	30
	12	本発明被覆工具12に同じ				イ	1	69	b	0.0032	3	5	5	5
	13	本発明被覆工具13に同じ				ロ	2	75	c	0.015	6	23	10	2
	14	本発明被覆工具14に同じ				イ	3	66	d	0.003	5	40	7	8
	15	本発明被覆工具15に同じ				ロ	4	63	a	0.05	5	11	8	12

【0048】

10

20

30

40

【表 9】

種 別		逃げ面摩耗幅(mm)			種 別		切削試験結果(分)		
		切削条件(A)	切削条件(B)	切削条件(C)			切削条件(A)	切削条件(B)	切削条件(C)
本発明被覆工具	1	0.39	0.35	0.32	比較被覆工具	1	5.3	3.2	3.0*
	2	0.38	0.33	0.33		2	3.7	2.5	2.5
	3	0.27	0.23	0.22		3	5.8	3.3	3.2
	4	0.25	0.22	0.21		4	5.7	3.5	3.3
	5	0.46	0.37	0.34		5	3.8*	2.7*	2.6*
	6	0.43	0.38	0.35		6	3.2*	2.0*	1.8*
	7	0.44	0.42	0.39		7	3.1*	2.2	2.0*
	8	0.45	0.39	0.42		8	2.0*	1.4*	1.2*
	9	0.40	0.35	0.37		9	3.8	2.7	2.7
	10	0.43	0.42	0.41		10	2.2*	1.2*	1.0*
	11	0.20	0.17	0.15	参考被覆工具	11	3.3	2.3	2.2
	12	0.19	0.18	0.16		12	2.4*	1.9	1.8*
	13	0.18	0.17	0.17		13	3.3*	2.5*	2.4*
	14	0.17	0.15	0.13		14	5.5	3.3	3.3
	15	0.16	0.14	0.14		15	5.6*	3.6*	3.5

比較被覆工具及び参考被覆工具の切削試験結果は、チップングまたは逃げ面摩耗(寿命判定基準:逃げ面摩耗幅0.5mm)が原因で寿命に至るまでの切削時間(分)を示す。

なお、欄中の*印は、チップングが原因で寿命に至った場合を示す。

【0049】

表7～9に示される結果から、本発明被覆工具1～15は、いずれも硬質被覆層の中間層である改質α型 Al_2O_3 層が交差角15度以下の結晶粒界面単位の割合が45%以上の結晶粒界面配列を示し、すぐれた結晶粒界面強度、すぐれた高温強度を有するとともに、上部層を構成する改質 $AlZrO$ 層が、平板多角形(平坦六角形)たて長形状の結晶粒の組織構造を有し、さらに、結晶粒の内部に少なくとも一つ以上のΣ3対応界面が存在する結晶粒の面積比率が高いことにより、一段とすぐれた表面平坦性と一段とすぐれた高温強度を兼備し、あるいは、更に、改質 $AlZrO$ 層がよりすぐれた結晶粒界面強度を有し、その結果、切刃に対して断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する断続重切削条件で各種の鋼、鋳鉄などの切削加工を行った場合でも、硬質被覆層が一段とすぐれた耐チップ

グ性を発揮し、長期の使用にわたってすぐれた耐摩耗性を示し、使用寿命の一層の延命化を可能とするものである。

これに対して、硬質被覆層の上部層として改質 A l Z r O 層が形成されていない比較被覆工具 1 ～ 1 0 および硬質被覆層の上部層として従来 A l Z r O 層が形成された参考被覆工具 1 1 ～ 1 5 においては、チッピング発生、摩耗促進によって、比較的短時間で使用寿命に至ることが明らかである。

【 0 0 5 0 】

上述のように、この発明の被覆工具は、各種の鋼や鋳鉄などの通常条件の切削加工は勿論のこと、切刃に対して断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する断続重切削加工でも、チッピングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を示し、長期に亘ってすぐれた切削性能を発揮するものであるから、切削装置の高性能化並びに切削加工の省力化および省エネ化、さらに低コスト化に十分満足に対応できるものである。

【図面の簡単な説明】

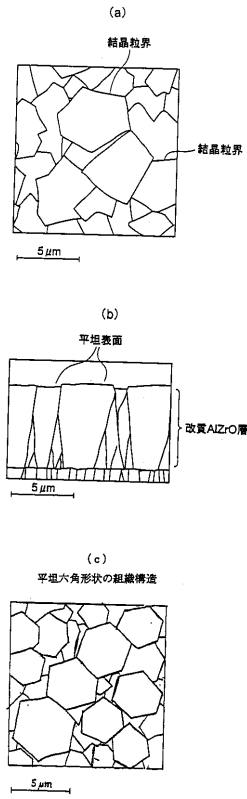
【 0 0 5 1 】

【図 1】（a）は、本発明被覆工具 1 の改質 A l Z r O 層からなる上部層について、層厚方向に垂直な面内での電界放出型走査電子顕微鏡による観察で得られた、平板多角形状の結晶粒組織構造を示す模式図であり、（b）は、同じく、層厚方向に平行な面内での電界放出型走査電子顕微鏡による観察で得られた、層表面がほぼ平坦であり、層厚方向にたて長形状を有する結晶粒組織構造を示す模式図であり、（c）は、本発明被覆工具 1 1 の改質 A l Z r O 層からなる上部層について、層厚方向に垂直な面内での電界放出型走査電子顕微鏡による観察で得られた、平坦六角形状の結晶粒組織構造を示す模式図である。

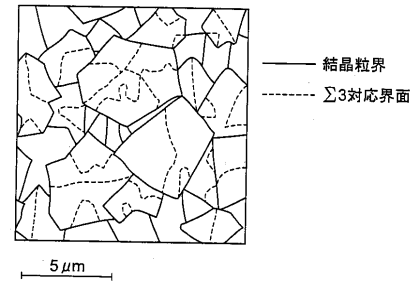
【図 2】本発明被覆工具 1 の改質 A l Z r O 層からなる上部層について、電界放出型走査電子顕微鏡および電子後方散乱回折像装置を用いて測定した、層厚方向に垂直な面における粒界解析図であり、実線は、電界放出型走査電子顕微鏡で観察される平板多角形状の結晶粒界を示し、破線は、電子後方散乱回折像装置により測定された $\Sigma 3$ 対応界面を示す。

【図 3】（a）は、比較被覆工具 1 の従来 A l Z r O 層からなる上部層について、層厚方向に垂直な面内での電界放出型走査電子顕微鏡による観察で得られた、多角形状の結晶粒組織構造を示す模式図であり、（b）は、同じく、層厚方向に平行な面内での電界放出型走査電子顕微鏡による観察で得られた、層表面で角錐状の凹凸を有し、層厚方向にたて長形状を有する結晶粒組織構造を示す模式図である。

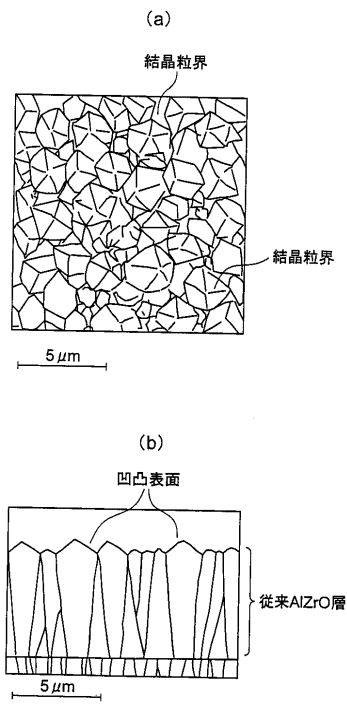
【図 1】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

(72)発明者 長田 晃

茨城県那珂市向山 1 0 0 2 - 1 4 三菱マテリアル株式会社中央研究所内

(72)発明者 中村 恵滋

茨城県那珂市向山 1 0 0 2 - 1 4 三菱マテリアル株式会社中央研究所内

F ターム(参考) 3C046 FF03 FF05 FF09 FF10 FF13 FF16 FF17 FF22 FF25

4K030 AA03 AA09 AA17 BA36 BA38 BA41 BA42 BA43 BB12 CA03

FA10 JA01 LA22