

(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2004-50403  
(P2004-50403A)

(43) 公開日 平成16年2月19日(2004.2.19)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
B 2 3 B 27/14	B 2 3 B 27/14	3 C 0 4 6
B 2 3 C 5/16	B 2 3 C 5/16	4 K 0 2 9
B 2 3 P 15/28	B 2 3 P 15/28	A
C 2 3 C 14/06	C 2 3 C 14/06	L

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2003-195122 (P2003-195122)	(71) 出願人	591106875
(22) 出願日	平成15年7月10日 (2003. 7. 10)		セコ ツールズ アクティエボラグ
(31) 優先権主張番号	0202230-9		スウェーデン国, エス-7 3 7 8 2 フ
(32) 優先日	平成14年7月16日 (2002. 7. 16)		ァジェルスタ (番地なし)
(33) 優先権主張国	スウェーデン (SE)	(74) 代理人	100099759
			弁理士 青木 篤
		(74) 代理人	100077517
			弁理士 石田 敬
		(74) 代理人	100087413
			弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100082898
			弁理士 西山 雅也
		(72) 発明者	ヤコブ シェーレン
			スウェーデン国, エス-7 3 7 4 1 フ
			ァジェルスタ, リングベーゲン 1 1
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 切削工具インサートおよびその製造方法

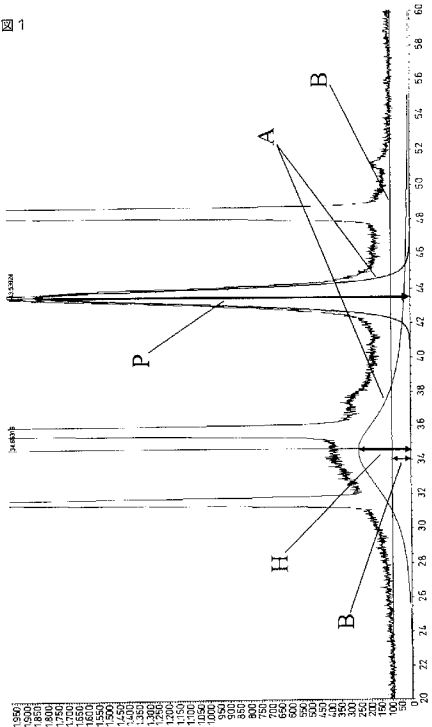
(57) 【要約】

【課題】耐酸化性、表面粗さ、層靱性、耐摩耗性等の特性を向上させた切削工具インサートを提供する。

【解決手段】基体と、下記X線回折パターンを有する少なくとも1層の皮膜とから成る切削工具インサートであって、

上記X線回折パターンは、結晶構造の存在を示す最高ピーク高さPの狭いピークと、非晶質構造の存在を示す最高ピーク高さHの広いピークとを含み、バックグラウンド強度Bに対して $H > 3 B$ 、 $P > 5 B$ であり、 $0.75 < P / H < 3$ の関係があることを特徴とする切削工具インサート。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

基体と、下記 X 線回折パターンを有する少なくとも 1 層の皮膜とから成る切削工具インサートであって、

上記 X 線回折パターンは、結晶構造の存在を示す最高ピーク高さ P の狭いピークと、非晶質構造の存在を示す最高ピーク高さ H の広いピークとを含み、バックグラウンド強度 B に対して  $H > 3 B$ 、 $P > 5 B$  であり、 $0.75 < P/H < 3$  の関係があることを特徴とする切削工具インサート。

## 【請求項 2】

請求項 1 において、上記結晶構造が立方晶であることを特徴とする切削工具インサート。 10

## 【請求項 3】

請求項 2 において、上記立方晶がオスボーンナイトであることを特徴とする切削工具インサート。

## 【請求項 4】

請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項において、上記 1 層が (Ti、Al)(O、N)

## 【請求項 5】

請求項 4 において、上記 (Ti、Al)(O、N) の組成が、 $(Ti_x Al_{1-x})(O_y N_{1-y})$ 、 $0.20 < x < 0.70$ 、 $0.15 < y < 0.35$  であることを特徴とする切削工具インサート。

## 【請求項 6】

請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項において、上記 1 層が上記皮膜の最外層であることを特徴とする切削工具インサート。 20

## 【請求項 7】

請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項において、上記基体が、超硬合金、サーメット、セラミックスまたは立方晶窒化硼素であることを特徴とする切削工具インサート。

## 【請求項 8】

金属機械加工用であって、少なくとも 1 層が (Ti、Al)(O、N) である皮膜を備えた切削工具インサートの製造方法であって、

上記 (Ti、Al)(O、N) 層を  $N_2$ 、 $O_2$  および Ar から成る反応性雰囲気中で、TiAl ターゲットを用いたアーク蒸着法により製膜し、該雰囲気は、全圧 P が  $1.0 Pa < P < 10 Pa$  であり、 $O_2 / (N_2 + O_2)$  の比 R が  $0.05 < R < 0.15$  であることを特徴とする切削工具インサートの製造方法。 30

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、超硬合金、サーメット、セラミックス、立方晶窒化硼素、または高速度鋼から成る基体と、硬質耐摩耗性耐熱皮膜とを備えた、切り屑排除 (chip removal) を行なう機械加工用の切削工具およびその製造方法に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

特許文献 1 (アメリカ合衆国特許第 4,474,849 号) に開示された靱性および耐摩耗性の優れた皮膜付き硬質合金は、硬質合金に少なくとも 1 層の皮膜を付与してあり、皮膜の少なくとも 1 層が非晶質アルミナである。 40

## 【0003】

特許文献 2 (アメリカ合衆国特許第 5,330,853 号) に開示された表面皮膜は三元系の第 1 層、第 2 層が交互積層されて成り、TiAlN<sub>x</sub> 第 1 層は窒素濃度が高く、TiAlN<sub>y</sub> 第 2 層より遥かに薄い。これら各層は TiAl ターゲットを用いたスパッタリングにより製膜する。

## 【0004】

特許文献 3 (アメリカ合衆国特許第 5,549,975 号) に開示された皮膜付き工具は 50

、サーメットから成る基体に耐摩耗層として (Ti、Me)N を被覆してある。ここで Me は、700 より高温で安定な酸化物を生成する金属の少なくとも 1 種である。製膜は蒸着とスパッタリングを組み合わせて行なう。

【0005】

特許文献 4 (アメリカ合衆国特許第 5,503,912 号) に開示された皮膜を構成する極薄層は、周期律表の IVa 族、Va 族、VIA 族の元素、Al、B から成る群から選択した少なくとも 1 種の元素の窒化物および炭窒化物の少なくとも一方を含む。

【0006】

常温常圧で平衡状態において立方晶構造を 1 層だけが持ち、他の層は別の結晶構造を持つとしても、化合物全体としては立方晶の X 線回折パターンを持つ。この皮膜は実際には、  
厚さ 0.2 ~ 50 nm の TiN 層と TiAl 層を積層したものである。 10

【0007】

特許文献 5 (アメリカ合衆国特許第 5,879,823 号) に開示された皮膜付き切削工具は、最内層が IVB 族金属とアルミニウムとの合金であり、第 2 層が PVD 製膜したアルミナ層である。

【0008】

特許文献 6 (ア特許メリカ合衆国特許第 6,254,984 号) に開示された多層皮膜は、第 1 種層の個々が周期律表 4a 族、5a 族、6a 族の元素と Al とから成る群の元素の炭化物、窒化物、炭窒化物の少なくとも 1 種であり、第 2 種層の個々が周期律表 4a 族、5a 族、6a 族の元素と Al とから成る群の元素の酸化物、炭化物、窒化物、炭窒化物の  
少なくとも 1 種が交互に積層された 2 層以上から成る。第 1 種層は隣接する第 2 種層と結  
晶方位が連続している。非晶質の外層を設けて耐酸化性を高めることも記載されている。 20

【0009】

特許文献 7 (アメリカ合衆国特許第 6,071,560 号) に開示された耐摩耗性皮膜は少なくとも 1 層の MeX 層を含んでおり、Me はチタンおよびアルミニウムであり X は窒素または炭素である。この Me 層は X 線回折によるテクスチャーが (200) テクスチャーであることが望ましい。

【0010】

非特許文献 1 (R. Luthier and F. Levy, J. Vac. Sci. Technol., A9(1)(1991)102) には、TiN-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> から成るセラミックターゲットを用いた RF マグネトロンスパッタリングにより TiAlON を成長させたことが記載されている。得られた構造は、(Ti、Al)Nx と非晶質 (Ti、Al)O<sub>2</sub> の混合構造であった。X 線回折パターンには、結晶相による鋭いピークと非晶質相によるなだらかな丘が含まれていた。 30

【0011】

非特許文献 2 (K. Kawata, H. Sugimura, and O. Takai, Thin Solid Films 390(2001)64) には、プラズマエンハンスド化学蒸着 (PACVD) を用いて種々の TiAlON 層を成長させたことが記載されている。

【0012】

幾つかの文献には、酸化後の処理中や高温での使用中に、(Ti、Al)N の表面に結晶質または非晶質の層が自然発生的に形成されたことが記載されている。一例として、非特許文献 3 (Muenz et al, J. Vac. Sci. Technol. 4(6)(1986)2717-2727) を参照。

【0013】

【特許文献 1】

アメリカ合衆国特許第 4,474,849 号

【特許文献 2】

アメリカ合衆国特許第 5,330,853 号

【特許文献 3】

アメリカ合衆国特許第 5, 549, 975 号

【特許文献 4】

アメリカ合衆国特許第 5, 503, 912 号

【特許文献 5】

アメリカ合衆国特許第 5, 879, 823 号

【特許文献 6】

ア特許メリカ合衆国特許第 6, 254, 984 号

【特許文献 7】

アメリカ合衆国特許第 6, 071, 560 号

【非特許文献 1】

R. Luthier and F. Levy, J. Vac. Sci. Technol., A9(1)(1991)102)

【非特許文献 2】

K. Kawata, H. Sugimura, and O. Takai, Thin Solid Films 390(2001)64

【非特許文献 3】

Muenz et al, J. Vac. Sci. Technol. 4(6)(1986)2717-2727

【非特許文献 4】

Brucker AXS(2000), Topas V2.0, General profile and structure analysis software for powder diffraction data. - User Manual, Brukers AXS, Karlsruhe, Germany.

【非特許文献 5】

Cheary, R.W., Coelho, A.A. (1992), A fundamental parameters approach to X-ray line profile fitting. - J. Appl. Cryst., 25, 109-121.

【0014】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、耐酸化性、表面粗さ、層靱性、耐摩耗性等の特性を向上させた切削工具インサートおよびその製造方法を提供することを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】

本発明によれば、1層または数層から成る皮膜を備えた皮膜付き切削工具であって、上記層のうちの少なくとも1層は結晶構造と非晶質構造とが組み合わさっており、それにより耐摩耗性および靱性が従来の皮膜付き切削工具に比べて向上している。

【0016】

すなわち、本発明によれば、基体と、下記X線回折パターンを有する少なくとも1層の皮膜とから成る切削工具インサートであって、

上記X線回折パターンは、結晶構造の存在を示す最高ピーク高さPの狭いピークと、非晶質構造の存在を示す最高ピーク高さHの広いピークとを含み、バックグラウンド強度Bに対して $H > 3B$ 、 $P > 5B$ であり、 $0.75 < P/H < 3$ の関係があることを特徴とする切削工具インサートが提供される。

【0017】

また、金属機械加工用であって、少なくとも1層が(Ti、Al)(O、N)である皮膜を備えた切削工具インサートの製造方法であって、

上記(Ti、Al)(O、N)層を $N_2$ 、 $O_2$ およびArから成る反応性雰囲気中で、TiAlターゲットを用いたアーク蒸着法により製膜し、該雰囲気は、全圧Pが $1.0Pa < P < 10Pa$ であり、 $O_2/(N_2 + O_2)$ の比Rが $0.05 < R < 0.15$ であるこ

10

20

30

40

50

とを特徴とする切削工具インサートの製造方法も提供される。

【0018】

【発明の実施の形態】

本発明の切削工具は皮膜と基体とから成る。基体は、超硬合金、サーメット、高速度鋼または立方晶窒化硼素から成る。皮膜は、1層または複数層から成り、その内の少なくとも1層が結晶構造と非晶質構造との組合せから成る。この層は厚さ $0.3 \sim 20 \mu\text{m}$ 、望ましくは $0.3 \sim 10 \mu\text{m}$ である。皮膜の総厚さは $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ である。皮膜の構造は、CuK $\alpha$ 線( $\lambda = 1.54$ )を用いて、バックグラウンドレベルB、非晶質ピーク高さH、および結晶質構造の最高ピーク高さPで定量化する(図3を参照)。SPII曲線当てはめアルゴリズム〔非特許文献4、5〕を用いて、非晶質ピークと結晶質ピークに関するデータを抽出した。 10

【0019】

Chebyshevバックグラウンド回折強度〔非特許文献4、5〕( $=B$ )を $20^\circ < 2\theta < 60^\circ$ の範囲で算出した。

【0020】

本発明においては、 $H > 3B$ かつ $P > 5B$ 、 $0.75 < P/H < 3$ である。

【0021】

望ましくは、上記の層は結晶質(Ti、Al)Nオスボーナイト(NaCl)構造の(Ti、Al)(O、N)層と非晶質構造との組合せである。

【0022】

非晶質構造は、 $4^\circ < \text{FWHM} < 7^\circ$ で $20^\circ < 2\theta < 48^\circ$ の区間にある幅広のピークで同定される( $\text{FWHM} : \text{full width half maximum} = \text{半値幅}$ )。非晶質構造はブラッグ回折角が $30^\circ < 2\theta < 40^\circ$ 、望ましくは $32^\circ < 2\theta < 38^\circ$ であり、これは原子間距離 $1.9 \sim 4.4$ に対応し、ピーク値Hが中央値の $2.5$ に対応する。 20

【0023】

(Ti、Al)NのNaCl型結晶構造は、CuK $\alpha$ 線を用いた $2\theta$ 走査において、(111)面、(200)面、(220)面からの回折に対応する $2\theta = 37.5^\circ$ 、 $43.5^\circ$ 、 $63.5^\circ$ で同定される。

【0024】

本発明による層は、従来公知のようにして、基体に直接製膜するか、1層または2層以上の中間層上に製膜する。本発明の層上に更に層を製膜しても良い。 30

【0025】

(Ti、Al)(O、N)層が単層である場合の特徴は、小さい液滴が少量のみある滑らかな表面であり、触針法による測定長 $2.5 \text{ mm}$ の測定で表面粗さ $R_a < 0.2 \mu\text{m}$ である。

【0026】

(Ti $_x$ Al $_{1-x}$ )(O $_y$ N $_{1-y}$ )層の組成は、 $0.20 < x < 0.70$ 、 $0.15 < y < 0.35$ 、望ましくは $0.25 < x < 0.55$ 、 $0.20 < y < 0.30$ である。この測定は、定量EDX測定法を用い、ZAF補正を行い、 $10 \text{ kV}$ にて、作動距離 $2 \sim 5 \text{ mm}$ で行なう。 40

【0027】

この層は金属TiAlターゲットを用いたアーク蒸着により製膜する。製膜条件は、 $R_{Me} = \text{Ti at \%} / (\text{Ti at \%} + \text{Al at \%})$ として $0.20 < R_{Me} < 0.70$ の範囲で、蒸着器電流 $I_{EVA} = 6 \times 100 \text{ A}$ 、 $\text{N}_2$ 、 $\text{O}_2$ 、Arから成る反応性雰囲気を用い、 $R = \text{O}_2 / (\text{N}_2 + \text{O}_2)$ として $0.05 < R < 0.15$ の範囲で、全圧Pを $1.0 \text{ Pa} < P < 10 \text{ Pa}$ として行なう。印加バイアス電圧 $U_{BIAS}$ は $30 \text{ V} < U_{BIAS} < -600 \text{ V}$ である。

【0028】

実際の製膜条件ファクターは個々の装置に依存する。必要な構造がどのようにして得られ 50

るか、そして本発明による製膜条件にどのような変更を加えるかは、当業者であれば容易に分かる範囲の事項である。

【0029】

本発明の皮膜付き切削工具は、鋼、硬化鋼、ステンレス鋼に特に有用であり、望ましくはステンレス鋼のフライス加工に用いる。

【0030】

【実施例】

〔実施例1〕

(Ti、Al)(O、N)層を市販の薄膜用アーク蒸着製膜装置で製膜した。

【0031】

超合金(組成: 6wt%Co、94wt%WC)の基体を鏡面研磨して用いた。切削試験に用いるインサートは全て同一バッチで被覆した。

【0032】

製膜前に、基体をアルカリ溶液の超音波浴中、脱イオン水中、およびアルコール中で洗浄した。基体を回転ホルダーに取り付けた。カソードと基体との最小間隔は約100mmであった。

【0033】

実際に製膜を開始する前に、基体を赤外線ヒータで20分加熱した。

【0034】

次いで、(Ti、Al)(O、N)の製膜を行なった。 $R_{GAS} = O_2 / (N_2 + O_2)$  20  
として $R_{GAS} =$ 、0、0.026、0.079、0.18、0.24に変えた種々の混合ガスを用いた。蒸着器電流は $6 \times 100A$ とし、基体バイアスを120V、全圧2.0Paとした。製膜中の温度は520とし、2基の赤外線パイロメータで測温した。

【0035】

生成した皮膜厚さは4.0 $\mu m$ であった。

【0036】

基体電流密度は1.2mA/cm<sup>2</sup>であった。

【0037】

X線回折の結果、全ての皮膜に立方晶オースボナイト構造が認められた。製膜中の酸素レベルを低くした皮膜には、非晶質構造の広いピークも認められた。非晶質構造が最も顕著 30  
に認められたのは、 $O_2 / (N_2 + O_2)$ の比が0.079と0.18の場合であり、これらそれぞれ実測酸素濃度10at%と22at%に対応していた。これらの測定はEDX測定法で行なった。

【0038】

破壊横断面を走査電子顕微鏡観察した結果、酸素レベルが低い $O_2 / (N_2 + O_2) = 0$ および0.026で製膜した層は柱状構造になっており、それぞれ皮膜中の酸素レベルは2at%および10at%であった。この柱状構造は酸素レベルが高くなると消失する(図2参照)。非晶質ピーク強度H/Bを下記の表に示す。

【0039】

硬さおよびヤング率を微小圧子法(nanoindentation)により測定した。 40  
結果を下記の表に示す。硬さおよびヤング率は酸素レベルの増加に伴い低下しており、これに対応して製膜時の酸素添加により靱性が上昇する。

【0040】

密着性および靱性をREVE試験により測定した。ダイヤモンド触針を用い、荷重10~100Nの範囲で行なった。全ての層は良好な密着性(>60N)を示し、高酸素レベルの層は低酸素レベルの層より脆化傾向が少なかった。このREVE試験により、本発明の層は酸素を用いないで製膜した層に比べて靱性が大幅に向上していることが分かった。

【0041】

Pertometer装置を用い、触針式プロファイルメータにより表面粗さRaを測定した。AFM(原子間力顕微鏡)を用いて測定すると、皮膜無しの基体の表面粗さはR 50

a < 5 nmであり、層の粗さ測定には影響ない。表 1 から明らかなように、酸素含有量が増加すると表面粗さが減少する。酸素を用いた場合と用いない場合とを比較すると表面粗さの差が歴然としている。

【 0 0 4 2 】

【 表 1 】

表 1 (Ti、Al) (O、N) の酸素レベルと諸特性

No.	$\phi O_2 /$ ( $\phi N_2 + O_2$ )	H (GPa)	E (GPa)	Ra ( $\mu m$ )	H/B	P/B	構造
1a	0	34.7	600	0.26	1.9	12.1	柱状
1b	0.026	28.8	420	0.16	1.5	29.9	柱状
1c	0.079	31.1	440	0.15	5.8	6.5	微粒 *2
1d	0.18	N/A *1	N/A *1	0.12	4.7	20.2	微粒 *2
1e	0.24	N/A *1	N/A *1	0.09	2.9	38.2	微粒 *2

\*1) 測定せず、\*2) <0.1  $\mu m$

【 0 0 4 3 】

〔 実施例 2 〕

実施例 1 で用いたものと同じタイプのインサートを被覆した。皮膜は、柱状構造を持つ 2 元系の (Ti、Al) N 層と、その上の非晶質および結晶質が混合した (Ti、Al) (O、N) 層とから成る。

【 0 0 4 4 】

皮膜形成前の前処理を実施例 1 と同様に行った。製膜プロセスは、N<sub>2</sub> 雰囲気、2.0 Pa で、6 個のカソードを用いて Ti Al を蒸着することにより行なった。基体のバイアスは -120 V、蒸着器電流は 6 × 100 A であった。製膜温度は 520 °C であった。この層の厚さは 2.0  $\mu m$  であった。

【 0 0 4 5 】

皮膜の第 2 層は実施例 1 のサンプル 1 c と同一であった。

【 0 0 4 6 】

皮膜の総厚さは 4.0  $\mu m$  であった。

【 0 0 4 7 】

X 線回折パターンにより単層皮膜と二層皮膜とを識別することは可能である。この解析のためのパラメータ諸値の設定は当業者が容易にできる範囲内である。

【 0 0 4 8 】

ここで得られた皮膜を 2 a と呼ぶ。

【 0 0 4 9 】

〔 実施例 3 〕

超硬合金切削工具インサート (組成: 6 wt % Co、0.5 wt % TaC、93.5 wt % WC) で種々の皮膜厚さのものを用いて鋼 (SS 1672、AISI - 1042、DIN - Ck 45) の旋削加工を行なった。

【 0 0 5 0 】

10

20

30

40

50

## &lt; 皮膜 &gt;

実施例 1、実施例 2 の各皮膜と、従来公知の 2 種類の皮膜すなわち TiN 皮膜と (Ti、Al)N 皮膜とを比較した。

## 【0051】

## &lt; 切削条件 &gt;

インサート形状 : SNUN120408

切削速度 : 250 m / 分

切り込み深さ : 1.5 mm

送り : 0.35 mm

## &lt; 切削結果 : 工具寿命 &gt;

1 a	20 分	本発明範囲外
1 b	28 分	本発明範囲外
1 c	32 分	本発明
1 d	16 分	本発明範囲外
1 e	10 分	本発明範囲外
2 a	22 分	本発明
TiN	12 分	従来例
(Ti、Al)N	18 分	従来例

## 〔実施例 4〕

超硬合金切削工具インサート (組成 : 13 wt % Co、87 wt % WC) で実施例 1、実施例 2 で説明した種々の皮膜のものを用いて、ステンレス鋼 (SS2343、AISI-316、DIN-X5CrNiMo 17 13 3) の角型端面フライス加工 (square shoulder milling operation) を行なった。

## 【0052】

## &lt; 切削条件 &gt;

インサート形状 : XOMX090308TR-ME06

切削速度 : 260 mm / 分

切り込み深さ : 3.0 mm

送り : 0.23 mm

切削幅 : 5 mm

構成刃先に起因するチッピング (欠け) による刃先の破損を工具寿命の判断基準とした。切削試験の結果、同一の基体について、実施例 2 で説明した二層皮膜を被覆したものは他の皮膜を被覆したものに比べて長寿命であることが分かった。

## 【0053】

## &lt; 切削結果 : 工具寿命 &gt;

1 a	14 分	本発明範囲外
1 b	12 分	本発明範囲外
1 c	12 分	本発明
1 d	8 分	本発明範囲外
1 e	6 分	本発明範囲外
2 a	16 分	本発明
TiN	8 分	従来例
(Ti、Al)N	14 分	従来例

## 〔実施例 5〕

超硬合金ドリル (組成 : 10 wt % Co、90 wt % WC) で実施例 1、実施例 2 で説明した種々の皮膜のものを用いて、鋼 (SS1672、AISI-1042、DIN-Ck45) の貫通穴ドリル加工を行なった。

## 【0054】

## &lt; 切削条件 &gt;

ドリルタイプ : SD25-6、0-32-6R5

10

20

30

40

50



切削速度 : 80 m / 分

切り込み深さ : 2.4 mm

送り : 0.16 mm

< 切削結果 : 工具寿命 ( 穴あけ個数 ) >

1 a	1 0 0 0	本発明範囲外
1 b	1 2 0 0	本発明範囲外
1 c	1 6 0 0	本発明
1 d	6 0 0	本発明範囲外
1 e	2 0 0	本発明範囲外
2 a	1 0 0 0	本発明

【 0 0 5 5 】

【 発明の効果 】

本発明によれば、耐酸化性、表面粗さ、層靱性、耐摩耗性等の特性を向上させた切削工具インサートが提供される。

【 図面の簡単な説明 】

【 図 1 】 図 1 は、本発明による層の X 線回折パターンであり、A は 順じた曲線、H は非晶質のピーク高さ、P は皮膜中の結晶質の最高ピーク、B はバックグラウンドレベルである。

【 図 2 】 図 2 は、本発明によるサンプルの破壊断面の走査電子顕微鏡 ( S E M ) 写真である。

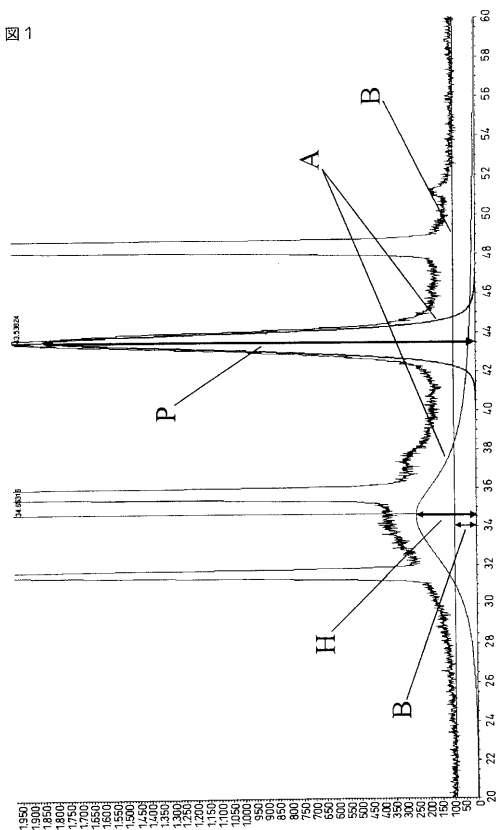
【 図 3 】 図 3 は、酸素濃度の異なる層についての  $20^{\circ} < 2\theta < 90^{\circ}$  の区間の  $0 \sim 2$  の X 線回折パターンである。

10

20

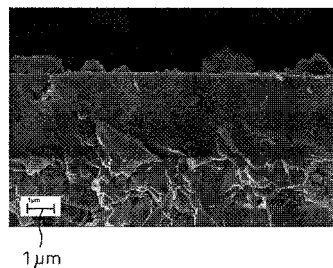
【 図 1 】

図 1



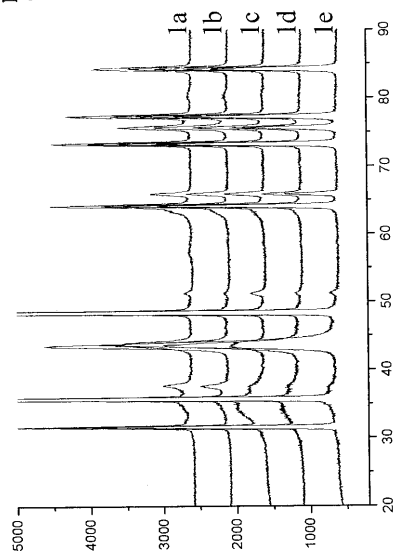
【 図 2 】

図 2



## 【 図 3 】

図 3



---

フロントページの続き

(72)発明者 ラルス フリスク

スウェーデン国, エス - 7 3 7 3 1 ファジエルスタ, ウッゲルボベージェン 2 0 アー

F ターム(参考) 3C046 FF03 FF04 FF05 FF10 FF13 FF35

4K029 AA02 AA04 BA41 BC02 BD05 DC04 DD06