

(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
2014年9月12日(12.09.2014)



(10) 国際公開番号
WO 2014/136755 A1

- (51) 国際特許分類:
B23B 27/14 (2006.01) C01G 41/00 (2006.01)
B23C 5/16 (2006.01) C23C 14/06 (2006.01)
C01G 23/00 (2006.01) C01B 33/00 (2006.01)
C01G 37/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/055408
- (22) 国際出願日: 2014年3月4日(04.03.2014)
- (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 2013-041775 2013年3月4日(04.03.2013) JP
- (71) 出願人: 株式会社タンガロイ (TUNGALOY CORPORATION) [JP/JP]; 〒9701144 福島県いわき市好間工業団地 1 1-1 Fukushima (JP).
- (72) 発明者: 菊池 正和 (KIKUCHI, Masakazu); 〒9701144 福島県いわき市好間工業団地 1 1-1 株式会社タンガロイ内 Fukushima (JP).

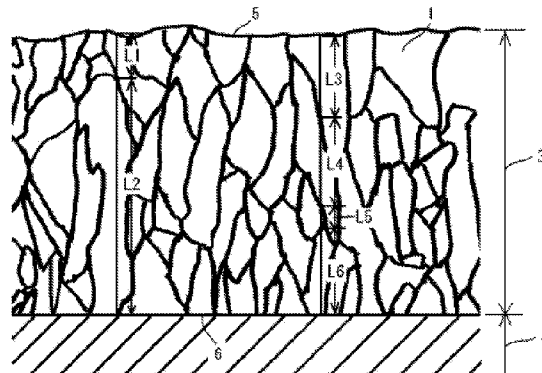
- (74) 代理人: 特許業務法人 津国, 外 (TSUKUNI & ASSOCIATES et al.); 〒1020083 東京都千代田区麹町 5-3-1 麹町ビジネスセンター Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, 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, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, 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).

[続葉有]

(54) Title: COATED CUTTING TOOL

(54) 発明の名称: 被覆切削工具

[図5]



(57) Abstract: In order to provide a coated cutting tool that has superior wear resistance and a long service life, a coated cutting tool is formed from a base material and a coating layer, wherein at least one layer of the coating layer is a coarse-grained layer that: has an average particle size (L_x) of greater than 200 nm when measured in a direction parallel to the interface of the coating layer and the base material; has the composition $(Al_aTi_bM_c)X$ (in which M represents at least one element selected from among Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Y, B and Si, a represents the atomic ratio of elemental Al to the total of elemental Al, elemental Ti and elemental M, b represents the atomic ratio of elemental Ti to the total of elemental Al, elemental Ti and elemental M, X represents at least one element selected from among C, N and O, c represents the atomic ratio of elemental M to the total of elemental Al, elemental Ti and elemental M, and a, b and c satisfy the formulae $0.30 \leq a \leq 0.65$, $0.35 \leq b \leq 0.70$, $0 \leq c \leq 0.20$, and $a+b+c=1$); and has an average layer thickness of 0.2-10 μm .

(57) 要約:

[続葉有]



WO 2014/136755 A1



添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

耐摩耗性に優れ工具寿命が長い被覆切削工具を提供することを目的とし、基材と被覆層とを含み、被覆層の少なくとも 1 層は、被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの平均粒径 L_x が 200 nm を超え、その組成が $(\text{Al}_a\text{Ti}_b\text{M}_c)\text{X}$ [但し、 M は Zr 、 Hf 、 V 、 Nb 、 Ta 、 Cr 、 Mo 、 W 、 Y 、 B および Si の少なくとも 1 種の元素を表し、 a は Al 元素と Ti 元素と M 元素の合計に対する Al 元素の原子比を表し、 b は Al 元素と Ti 元素と M 元素の合計に対する Ti 元素の原子比を表し、 X は C 、 N および O の少なくとも 1 種の元素を表し、 c は Al 元素と Ti 元素と M 元素の合計に対する M 元素の原子比を表し、 a 、 b 、 c は、 $0.30 \leq a \leq 0.65$ 、 $0.35 \leq b \leq 0.70$ 、 $0 \leq c \leq 0.20$ 、 $a + b + c = 1$ を満足する。] と表される粗粒層であり、粗粒層の平均層厚が $0.2 \sim 10\text{ }\mu\text{m}$ である被覆切削工具を提供する。

明 細 書

発明の名称：被覆切削工具

技術分野

[0001] 本発明は、被覆切削工具に関するものである。

背景技術

[0002] 鋼、鋳鉄、ステンレス鋼、耐熱合金などの切削加工には、超硬合金、サーメット、 cBN 焼結体などの基材の表面に TiN 層や $TiAlN$ 層などを形成させた被覆切削工具が広く用いられている。

[0003] 被覆切削工具の従来技術としては、 WC 基超硬合金、サーメット、セラミックス、高速度鋼等から成る母材の表面に、 IVa 、 Va 、 VIa 族金属元素および Al 、 Si から選んだ2種類以上の元素からなる合金の窒化物、酸化物、炭化物、炭窒化物又はホウ化物を物理的蒸着法により $50nm$ 以下の粒子径で構成した被膜を持つことを特徴とする表面被覆硬質部材がある（例えば、特許文献1参照。）。

[0004] また、基体表面に Ti と Al を主とする複合窒化物、複合炭化物、複合炭窒化物のいずれか一種の単層硬質膜または二種以上からなる多層硬質膜を被覆した硬質膜被覆工具において、前記硬質膜結晶粒の横方向の結晶粒径（ b ）の平均値を $0.1 \sim 0.4 \mu m$ の範囲とし、且つ、前記硬質膜の結晶粒径の縦／横比 a/b の平均値を $1.5 \sim 7$ の範囲としたことを特徴とする硬質膜被覆工具がある（例えば、特許文献2参照。）。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特許第3341328号公報

特許文献2：特許第3526392号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 近年の工作機械の高性能化はめざましく、これに伴って高速切削、高送り

加工など過酷な切削条件で切削加工が行われるようになった。このような切削条件で従来の被覆切削工具を使用すると耐摩耗性が低下するという問題があった。本発明は、従来よりも、耐摩耗性に優れ、工具寿命が長い被覆切削工具を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明者は、被覆層の耐摩耗性の向上について研究を重ね、被覆層の組成を最適化するとともに、その粒径を粗粒にすると耐摩耗性が向上し、被覆切削工具の長寿命化を実現できるという知見を得て、本発明を完成させるに至った。

[0008] すなわち、本発明の要旨は以下の通りである。

(1) 基材と、基材の表面に形成された被覆層とを含み、被覆層の少なくとも1層は、被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの平均粒径 L_x が200nmを超え、その組成が $(Al_aTi_bM_c)X$ 〔但し、MはZr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Y、BおよびSiから成る群より選択された少なくとも1種の元素を表し、XはC、NおよびOから成る群より選択された少なくとも1種の元素を表し、aはAl元素とTi元素とM元素の合計に対するAl元素の原子比を表し、bはAl元素とTi元素とM元素の合計に対するTi元素の原子比を表し、cはAl元素とTi元素とM元素の合計に対するM元素の原子比を表し、a、b、cは、 $0.30 \leq a \leq 0.65$ 、 $0.35 \leq b \leq 0.70$ 、 $0 \leq c \leq 0.20$ 、 $a+b+c=1$ を満足する。〕と表される粗粒層であり、粗粒層の平均層厚が $0.2 \sim 10 \mu m$ である被覆切削工具。

(2) a、b、cは、 $0.30 \leq a \leq 0.50$ 、 $0.50 \leq b \leq 0.70$ 、 $0 \leq c \leq 0.20$ 、 $a+b+c=1$ を満足する(1)の被覆切削工具。

(3) 粗粒層のXはNを表す(1)または(2)の被覆切削工具。

(4) 被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_x は400nmを超え1000nm以下である(1)～(3)のいずれかの被覆切削工具。

(5) 被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_x に対する被覆層と基材との界面に垂直な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_y の粒径比 (L_y/L_x) が 0.7 以上 1.5 未満である (1) ~ (4) のいずれかの被覆切削工具。

(6) 粗粒層は立方晶である (1) ~ (5) のいずれかの被覆切削工具。

(7) 粗粒層の (200) 面の X 線回折ピークの半価幅が 0.6 度以下である (6) の被覆切削工具。

(8) 被覆層は、基材の表面に形成された下層と、下層の表面に形成された粗粒層を含み、下層は、

Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Y、Al および Si から成る群より選択された金属元素の少なくとも 1 種からなる金属と、

これら金属元素の少なくとも 1 種と、炭素、窒素、酸素および硼素から成る群より選択された非金属元素の少なくとも 1 種とからなる化合物と、

から成る群より選択された少なくとも 1 種からなる単層または多層である (1) ~ (7) のいずれかの被覆切削工具。

(9) 粗粒層は最上層である (1) ~ (8) のいずれかの被覆切削工具。

(10) 基材と、基材の表面に形成された被覆層とを含み、被覆層の少なくとも 1 層は、被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの平均粒径 L_x が 200 nm を超え、その組成が $(Al_dCr_eL_f)Z$ [但し、L は Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Mo、W、Y、B および Si から成る群より選択された少なくとも 1 種の元素を表し、Z は C、N および O から成る群より選択される少なくとも 1 種の元素を表し、d は Al 元素と Cr 元素と L 元素の合計に対する Al 元素の原子比を表し、e は Al 元素と Cr 元素と L 元素の合計に対する Cr 元素の原子比を表し、f は Al 元素と Cr 元素と L 元素の合計に対する L 元素の原子比を表し、d、e、f は、 $0.25 \leq d \leq 0.70$ 、 $0.30 \leq e \leq 0.75$ 、 $0 \leq f \leq 0.20$ 、 $d + e + f = 1$ を満足する。] と表される粗粒層であり、粗粒層の平均層厚が $0.2 \sim 10 \mu m$ である被覆切削工具。

(11) d 、 e 、 f は、 $0.40 \leq d \leq 0.70$ 、 $0.30 \leq e \leq 0.50$ 、 $0 \leq f \leq 0.20$ 、 $d \geq e$ 、 $d + e + f = 1$ を満足する (10) の被覆切削工具。

(12) 粗粒層の Z は N を表す (10) または (11) の被覆切削工具。

(13) 被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_x は 400 nm を超え 1000 nm 以下である (10) ~ (12) のいずれかの被覆切削工具。

(14) 被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_x に対する被覆層と基材との界面に垂直な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_y の粒径比 (L_y / L_x) が 0.7 以上 1.5 未満である (10) ~ (13) のいずれかの被覆切削工具。

(15) 粗粒層は立方晶である (10) ~ (14) のいずれかの被覆切削工具。

(16) 粗粒層の (200) 面の X 線回折ピークの半価幅が 0.6 度以下である (15) の被覆切削工具。

(17) 被覆層は、基材の表面に形成された下層と、下層の表面に形成された粗粒層を含み、下層は Ti 、 Zr 、 Hf 、 V 、 Nb 、 Ta 、 Cr 、 Mo 、 W 、 Y 、 Al および Si から成る群より選択された金属元素の少なくとも 1 種からなる金属と、これら金属元素の少なくとも 1 種と炭素、窒素、酸素および硼素から成る群より選択された非金属元素の少なくとも 1 種とからなる化合物とから成る群より選択された少なくとも 1 種からなる単層または多層である (10) ~ (16) のいずれかの被覆切削工具。

(18) 粗粒層は最上層である (10) ~ (17) のいずれかの被覆切削工具。

[0009] 本発明の被覆切削工具は、基材と、基材の表面に形成された被覆層とを含む。本発明の基材は被覆切削工具の基材として用いられるものであれば特に限定されないが、例えば、超硬合金、サーメット、セラミックス、立方晶窒化硼素焼結体、ダイヤモンド焼結体、高速度鋼などを挙げることができる。

その中でも、基材が超硬合金であると、耐摩耗性および耐欠損性に優れるので、さらに好ましい。

[0010] 本発明の被覆層は、被覆切削工具の被覆層として使用されるものであれば特に限定されないが、その中でも、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Y、AlおよびSiから成る群より選択された金属元素の少なくとも1種からなる金属と、これら金属元素の少なくとも1種と炭素、窒素、酸素および硼素から成る群より選択された非金属元素の少なくとも1種とからなる化合物とからなる群より選択された少なくとも1種の単層または多層であると耐摩耗性が向上するのでさらに好ましい。本発明の被覆層を構成する各層の組成は、走査電子顕微鏡（SEM）、電界放射型走査電子顕微鏡（FE-SEM）、透過電子顕微鏡（TEM）などの電子顕微鏡に付属するエネルギー分散型X線分光器（EDS）や波長分散型X線分光器（WDS）などを用いて測定することができる。

[0011] 本発明の被覆層全体の平均層厚は0.2～10μmであると好ましい。これは、本発明の被覆層全体の平均層厚が0.2μm未満では耐摩耗性を向上させる効果が少なく、10μmを超えると剥離しやすくなるためである。本発明の被覆層全体の層厚および被覆層を構成する各層の層厚は、光学顕微鏡、SEM、FE-SEM、TEMなどを用いて、金属蒸発源に対向する面の刃先から当該面の中心部に向かって50μmの位置で、5箇所以上測定し、それらの平均値を、被覆層全体の平均層厚および被覆層を構成する各層の平均層厚とした。

[0012] 本発明の1つは、被覆層の少なくとも1層が、被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの平均粒径が200nmを超え、その組成が $(Al_a Ti_b M_c) X$ [但し、MはZr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Y、BおよびSiから成る群より選択された少なくとも1種の元素を表し、XはC、NおよびOから成る群より選択された少なくとも1種の元素を表し、aはAl元素とTi元素とM元素の合計に対するAl元素の原子比を表し、bはAl元素とTi元素とM元素の合計に対するTi元素の原子比を表し

、 c はA l 元素とT i 元素とM元素の合計に対するM元素の原子比を表し、 a 、 b 、 c は、 $0.30 \leq a \leq 0.65$ 、 $0.35 \leq b \leq 0.70$ 、 $0 \leq c \leq 0.20$ 、 $a + b + c = 1$ を満足する。]と表される粗粒層である。 a が0.30未満であると粗粒になりすぎて耐欠損性が低下し、 a が0.65を超えて多くなると微粒になりすぎて耐摩耗性が低下し、 b が0.35未満であると微粒になりすぎて耐摩耗性が低下し、 b が0.70を超えて多くなると粗粒になりすぎて耐欠損性が低下する。粗粒層にはA l 元素とT i 元素以外に、Z r、H f、V、N b、T a、C r、M o、W、Y、BおよびS iから成る群より選択された少なくとも1種の元素を含んでもよいが、 c が0以上0.20以下の範囲であると、粗粒層の組織が緻密化し、粗粒層の強度が向上し、被覆層全体の耐摩耗性を高めることができる。 c が0.20を超えて多くなると、微粒になりすぎて耐摩耗性が低下する。そのため、 $0.30 \leq a \leq 0.65$ 、 $0.35 \leq b \leq 0.70$ 、 $0 \leq c \leq 0.20$ 、 $a + b + c = 1$ とした。その中でも $0.30 \leq a \leq 0.50$ 、 $0.50 \leq b \leq 0.70$ 、 $0 \leq c \leq 0.20$ 、 $a + b + c = 1$ であると、平均粒径が大きくなりやすく、耐摩耗性が向上する傾向が見られるため、さらに好ましい。XはC、NおよびOから成る群より選択された少なくとも1種の元素を表すが、その中でもXはC NまたはNを表すと耐摩耗性が向上するので好ましく、その中でもXはNを表すと耐摩耗性が向上するのでさらに好ましい。

[0013] 本発明の1つは、被覆層の少なくとも1層が、被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの平均粒径 L_x が200nmを超え、その組成が($A l_d C r_e L_f$)Z[但し、LはT i、Z r、H f、V、N b、T a、M o、W、Y、BおよびS iから成る群より選択された少なくとも1種の元素を表し、ZはC、NおよびOから成る群より選択された少なくとも1種の元素を表し、 d はA l 元素とC r 元素とL元素の合計に対するA l 元素の原子比を表し、 e はA l 元素とC r 元素とL元素の合計に対するC r 元素の原子比を表し、 f はA l 元素とC r 元素とL元素の合計に対するL元素の原子比を表し、 d 、 e 、 f は、 $0.25 \leq d \leq 0.70$ 、 $0.30 \leq e \leq 0.75$ 、 0

$\leq f \leq 0.20$ 、 $d \leq e$ 、 $d + e + f = 1$ を満足する。]と表される粗粒層である。 d が 0.25 未満であると、粗粒になりすぎて耐欠損性が低下し、 d が 0.70 を超えて多くなると、微粒になりすぎて耐摩耗性が低下し、 e が 0.3 未満であると、微粒になりすぎて耐摩耗性が低下し、 e が 0.75 を超えて多くなると、粗粒になりすぎて耐欠損性が低下する。粗粒層にはAl元素とCr元素以外に、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Mo、W、Y、BおよびSiから成る群より選択された少なくとも1種の元素を含んでもよく、 f が 0 以上 0.20 以下の範囲であると、粗粒層の組織が緻密化し、粗粒層の強度が向上し、被覆層全体の耐摩耗性を高めることができる。 f が 0.20 を超えて多くなると、微粒になりすぎて耐摩耗性が低下する。そのため、 $0.25 \leq d \leq 0.70$ 、 $0.3 \leq e \leq 0.75$ 、 $0 \leq f \leq 0.20$ 、 $d + e + f = 1$ とした。その中でも $d \leq e$ であり、 $0.40 \leq d \leq 0.70$ 、 $0.3 \leq e \leq 0.50$ 、 $0 \leq f \leq 0.20$ 、 $d + e + f = 1$ であると、平均粒径が大きくなりやすく、耐摩耗性が向上する傾向が見られるため、さらに好ましい。ZはC、NおよびOから成る群より選択された少なくとも1種の元素を表すが、その中でもZはCNまたはNを表すと耐摩耗性が向上するので好ましく、その中でもZはNを表すと耐摩耗性が向上するのでさらに好ましい。

[0014] 以上のように、本発明では、被覆層の少なくとも1層の組成が、 $(Al_a Ti_b M_c)X$ または $(Al_d Cr_e L_f)Z$ で表され、TiまたはCrの含有量が上記の範囲にある場合に、耐摩耗性及び耐欠損性の両方に優れた被覆切削工具を得ることができる。なお、Tiの含有量を $0.35 \leq b \leq 0.70$ の範囲に収めた場合には、Crの含有量は 0.20 以下に抑えることが好ましく、Crの含有量を $0.3 \leq e \leq 0.75$ の範囲に収めた場合には、Tiの含有量を 0.20 以下に抑えることが好ましい。

[0015] 本発明の粗粒層は、被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの平均粒径 L_x が 200nm を超えるので、耐摩耗性に優れる。その理由は以下のように考えられる。図1に示すように被覆層の平均粒径が小さいと、切

削時に発生する外力によって、図2に示すように被覆層の結晶粒の脱落が生じやすくなる。一方、図3に示すように被覆層の平均粒径が大きいと、切削時に発生する外力によって、図4に示すように被覆層の結晶粒の脱落が生じにくい。本発明の粗粒層は、被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの平均粒径 L_x が200nmを超える。平均粒径 L_x が大きいほど優れた耐摩耗性を示すので、平均粒径 L_x が400nm以上であるとさらに好ましいが、平均粒径 L_x が1000nmを超える粗粒層の製造は困難であり、生産性を考慮すると、平均粒径 L_x は400～1000nmの範囲がさらに好ましい。また、切削時は被覆層の表面から結晶粒の脱落が生じるので、被覆層の最も表面側が粗粒層であると、すなわち最上層が粗粒層であると耐摩耗性を向上させる効果が高くなるので、さらに好ましい。本発明の粗粒層は耐摩耗性に優れる。そのため被覆層の耐摩耗性は向上し、本発明の被覆切削工具の工具寿命を長くすることができる。

[0016] 本発明において被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_x は、粗粒層の表面側界面を鏡面研磨して得られた表面組織から直径100nm以上のドロップレットを除いた組織で測定される。具体的には、粗粒層の表面側界面から深さ100nmまでを研磨等で除去し、鏡面になった表面組織で粗粒層の平均粒径 L_x を測定する。研磨方法としては、ダイヤモンドペーストやコロイダルシリカを用いて鏡面に研磨する方法や、イオンミリングなどを挙げることができる。鏡面になった粗粒層の表面組織をSEM、FE-SEM、TEM、電子線後方散乱回折装置（EBSD）などで観察して、直径100nm以上のドロップレットを除いた組織から、粗粒層のある1つの結晶粒の面積と等しい面積の円の直径をその結晶粒の粒径とする。同様の方法により、観察した表面組織中に含まれる結晶粒の粒径を求める。その後、5nm間隔の区分けした粒径を示す横軸と、5nm間隔の区分けに含まれる結晶粒全部の面積比を示す縦軸とからなる粒度分布を作成する。次に、5nm間隔の区分けの中心値（例えば、5～10nmの区分けの中心値は7.5nm）とその区分けに含まれる結晶粒全部の面積比を乗

じる。5 nm 間隔の区分けの中心値とその区分けに含まれる結晶粒全部の面積比を乗じて得られた値をすべて合計した値を粗粒層の平均粒径 L_x とする。測定装置としては、EBSD が、結晶粒の粒界が明瞭になるので好ましく、EBSD の設定としては、ステップサイズが $0.01 \mu\text{m}$ 、測定範囲が $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ 、方位差が 5° 以上の境界を粒界とみなすという設定が好ましい。なお、鏡面になった粗粒層の表面組織から直径 100 nm 以上のドロップレットとドロップレット以外の組織は容易に区別できる。鏡面の表面組織を観察すると、ドロップレットは円形であり、ドロップレットの周りには厚さ数 nm ～数十 nm の空隙ができています。また、ドロップレットは鏡面研磨中に粗粒層から抜け落ちることがある。その場合は粗粒層に円形の孔が生じる。そのため、粗粒層において直径 100 nm 以上のドロップレットとドロップレット以外の組織とは容易に区別することができる。

[0017] 本発明において被覆層と基材との界面に垂直な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_y は粗粒層の断面を鏡面研磨して得られた断面組織から幅 100 nm 以上のドロップレットを除いた組織で測定される。粗粒層の断面を鏡面研磨する方法としては、ダイヤモンド砥石により研削した後、ダイヤモンドペーストまたはコロイダルシリカを用いて研磨する方法や、イオンミリングなどを挙げることができる。鏡面になった粗粒層の断面組織を SEM、FE-SEM、TEM、EBSD などによって観察して、被覆層と基材との界面に垂直な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_y を測定することができる。具体的には粗粒層の断面組織を SEM、FE-SEM、TEM、EBSD などによって $5000 \sim 50000$ 倍に拡大して観察して得られた画像に、図 5 に示すように被覆層と基材との界面に垂直な方向に直線を 500 nm 間隔で引いた。直線が幅 100 nm 以上のドロップレットにかかった場合は、さらに 500 nm 離れた場所に直線を引いた。粗粒層の基材側界面または粗粒層の表面側界面から直線と粒界の交差した点までの長さ、もしくは、直線と粒界の交差した点から直線と粒界の交差した次の点までの長さを L_n ($n = 1, 2, 3, \dots$) とした。直線と粒界が交差しないときは粗粒層の基材側界面か

ら粗粒層の表面側界面までの長さを L_n とした。それらを平均した値を平均粒径 L_y とした。このとき測定に用いる直線の本数は、10本以上であると好ましい。なお、鏡面になった粗粒層の断面組織から幅100nm以上のドロップレットとドロップレット以外の組織は容易に区別できる。鏡面の断面組織を観察すると、ドロップレットは円形、楕円形もしくは涙滴形であり、ドロップレットの基材側の界面には厚さ数nm～数十nmの空隙ができている。また、ドロップレットは鏡面研磨中に粗粒層から抜け落ちることがある。その場合は粗粒層には円形、楕円形もしくは涙滴形の孔が生じる。そのため、粗粒層において幅100nm以上のドロップレットとドロップレット以外の組織とは容易に区別することができる。

[0018] 本発明において、被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_x に対する被覆層と基材との界面に垂直な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_y の粒径比(L_y/L_x)が1.5を超えると、切削加工中に刃先にかかる負荷により工具表面から発生したクラックが進展しやすくなり耐欠損性が低下する傾向がみられる。一方、 L_x に対する L_y の粒径比(L_y/L_x)が0.7以上1.5以下であると耐摩耗性および耐欠損性の両方が良くなる傾向が見られる。そのため、 L_x に対する L_y の粒径比(L_y/L_x)は0.7以上1.5以下であると、さらに好ましい。

[0019] 本発明の粗粒層の平均層厚は0.2～10 μ mとした。0.2 μ m未満では耐摩耗性を向上させる粗粒層の効果が少なくなり、10 μ mを超えると基材と被覆層の密着性が低下して剥離やチッピングが生じやすくなるためである。その中でも本発明の粗粒層の平均層厚は0.5～10 μ mであるとさらに好ましい。

[0020] 本発明の粗粒層が立方晶であると、硬さが高く、耐摩耗性に優れるのでさらに好ましい。その中でも、Cu-K α 線を用いたX線回折測定で得られる本発明の粗粒層の(200)面のX線回折ピークの半価幅が0.6度以下であると、本発明の粗粒層の結晶粒の脱落が抑制されるため、さらに好ましい。粗粒層の(200)面のX線回折ピークの半価幅は市販のX線回折装置を

用いて測定することができる。例えば、ターゲット：Cu、管電圧：50 kV、管電流：250 mA、Cu-K α 線、走査軸：2 θ / θ 、入射側ソーラースリット：5度、発散縦スリット2/3度、発散縦制限スリット：5 mm、散乱スリット：2/3度、受光側ソーラースリット：5度、受光スリット：0.30 mm、受光モノクロスリット：0.8 mm、X線の単色化：グラフィット受光モノクロメータ（湾曲モード）、サンプリング幅：0.01度、スキャンスピード：4度/min、ブラッグ角（2 θ ）の測定範囲を30度～70度とするX線回折測定を行うとよい。この測定条件で本発明の粗粒層のX線回折測定を行うと、本発明の粗粒層の立方晶の（200）面のX線回折ピークが観察される。このようにして得られた粗粒層の（200）面のX線回折ピークについて半価幅を測定するとよい。半価幅の測定はX線回折装置付属の解析ソフトウェアを用いてもよい。解析ソフトウェアを用いる場合、三次式近似を用いてバックグラウンド処理およびK α 2ピーク除去を行い、Pearson-VII関数を用いてプロファイルフィッティングを行った後、ピークトップ法よりピーク位置を求め、半価幅が導出される。

[0021] 基材上に形成される被覆層において、所定の層（例えば、粗粒層）に対して表面側に形成された層を上層、所定の層に対して基材側に形成された層を下層と称することができる。本発明の被覆層は、基材の表面に形成された下層と、下層の表面に形成された粗粒層を含み、下層はTi、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Y、AlおよびSiから成る群より選択された金属元素の少なくとも1種からなる金属と、これら金属元素の少なくとも1種と炭素、窒素、酸素および硼素から成る群より選択された非金属元素の少なくとも1種とからなる化合物とから成る群より選択された少なくとも1種からなる単層または多層であると、さらに好ましい。基材との密着性や耐欠損性に優れる下層と、耐摩耗性に優れる粗粒層とを積層すると、切削性能をさらに向上させることができる。本発明の粗粒層の表面に上層を形成しても良いが、被覆層の最上層は粗粒層の方が好ましい。

[0022] 本発明の被覆層はアークイオンプレーティング法、イオンプレーティング

法、スパッター法、イオンミキシング法などの種々の物理蒸着法によって形成することができる。具体的には、物理蒸着装置の反応容器内に基材を入れて、基材の表面をイオンボンバードメント処理した後に、被覆層の組成に応じた金属蒸発源を蒸発させ、反応容器内を N_2 、 CH_4 などの反応ガスで満たし、反応容器内を所定の圧力にして、基材に所定のバイアス電圧を印加して本発明の被覆層を形成するとよい。

[0023] 本発明の粗粒層を形成する方法としては、アークイオンプレーティング法を用い、金属蒸発源の中心の磁束密度を低くし、形成時の基材温度を低くすると、耐摩耗性を向上させる効果が高くなるので、さらに好ましい。具体的には、反応容器内の圧力を $0.5 \sim 5.0 \text{ Pa}$ の所定の圧力にして、基材に $-10 \text{ V} \sim -150 \text{ V}$ のバイアス電圧を印加し、金属蒸発源の中心の磁束密度を $7 \text{ mT} \sim 12 \text{ mT}$ の所定の磁束密度とし、試料の温度を $500 \sim 700^\circ\text{C}$ の所定の温度にして、本発明の粗粒層を形成すると、さらに好ましい。なお、金属蒸発源の中心の磁束密度は、ガウスメーターで測定することができる。

発明の効果

[0024] 本発明の被覆切削工具は、耐摩耗性に優れ、工具寿命が長いという効果を奏する。

図面の簡単な説明

[0025] [図1]切削試験前の平均粒径が小さい被覆層の断面組織の概念図の一例である。
。
[図2]切削試験後の平均粒径が小さい被覆層の断面組織の概念図の一例である。
。
[図3]切削試験前の平均粒径が大きい被覆層の断面組織の概念図の一例である。
。
[図4]切削試験後の平均粒径が大きい被覆層の断面組織の概念図の一例である。
。
[図5]被覆切削工具の断面組織の概念図である。

実施例 1

- [0026] 基材として、ISO規格SEKN1203AGTNインサート形状のP20相当超硬合金を用意した。アークイオンプレーティング装置の反応容器内に、表1および表2に示す被覆層の原料となる金属蒸発源を設置し、基材をアークイオンプレーティング装置の反応容器内の試料ホルダーに取り付けて、反応容器内の圧力を 1×10^{-2} Pa以下の真空とし、炉内ヒーターで基材の温度が500℃になるまで加熱した。基材の温度が500℃になった後、反応容器内の圧力が5 PaになるまでArガスを導入し、反応容器内の雰囲気はAr雰囲気とし、反応容器内の圧力を5 Paとし、基材に-1000 Vのバイアス電圧を印加するイオンボンバードメント条件でArイオンボンバードメント処理を行った。
- [0027] Arイオンボンバードメント処理後、Arガスを排出して反応容器内の圧力を 1×10^{-2} Pa以下の真空にした。試料番号1～16、19～36についてはN₂ガスを反応容器内に導入して反応容器内を圧力3 Paの窒素雰囲気にした。試料番号17、18についてはN₂ガスとCH₄ガスの分圧比がN₂ : CH₄ = 1 : 1となるように混合した混合ガスを反応容器内に導入して反応容器内の圧力3 Paの混合ガス雰囲気にした。次に炉内ヒーターで基材温度が表1および表2に示す基材温度になるまで加熱した後、基材に印加するバイアス電圧を-50 Vとし、金属蒸発源の中心の磁束密度を表1および表2に示す磁束密度とし、アーク電流を150 Aとする被覆条件で、基材の表面に表1および表2に示す被覆層を形成した。被覆層を形成した後、試料を冷却し、試料温度が100℃以下になった後で反応容器内から試料を取り出した。
- [0028]

[表1]

試料 番号	被覆層							
	被覆条件		組成	基材界面 に平行な 方向の平 均粒径Lx (nm)	基材界面 に垂直な 方向の平 均粒径Ly (nm)	Lxに対す るLyの粒 径比 (Ly/Lx)	平均 層厚 (μm)	
	磁束 密度 (mT)	基材 温度 (℃)						
発 明 品	1	10	500	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	620	180	0.29	0.2
	2	10	500	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	620	456	0.74	0.5
	3	10	500	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	620	614	0.99	3.0
	4	10	500	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	620	883	1.42	10.0
	5	10	500	(Al _{0.50} Ti _{0.50})N	570	562	0.99	3.0
	6	10	500	(Al _{0.25} Cr _{0.75})N	590	168	0.28	0.2
	7	10	500	(Al _{0.25} Cr _{0.75})N	590	420	0.71	0.5
	8	10	500	(Al _{0.25} Cr _{0.75})N	590	576	0.98	3.0
	9	10	500	(Al _{0.25} Cr _{0.75})N	590	828	1.40	10.0
	10	10	500	(Al _{0.50} Cr _{0.50})N	450	468	1.04	3.0
	11	10	500	(Al _{0.30} Ti _{0.45} W _{0.05})N	510	492	0.96	3.0
	12	10	500	(Al _{0.30} Cr _{0.45} W _{0.05})N	480	398	0.83	3.0
	13	10	500	(Al _{0.30} Ti _{0.45} Y _{0.05})N	430	396	0.92	3.0
	14	10	500	(Al _{0.50} Cr _{0.45} Y _{0.05})N	410	324	0.79	3.0
	15	10	500	(Al _{0.30} Ti _{0.45} Si _{0.05})N	430	408	0.95	3.0
	16	10	500	(Al _{0.50} Cr _{0.45} Si _{0.05})N	410	336	0.82	3.0
	17	10	500	(Al _{0.30} Ti _{0.70})CN	550	564	1.03	3.0
	18	10	500	(Al _{0.25} Cr _{0.75})CN	550	540	0.98	3.0
	19	10	700	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	480	456	0.95	3.0
	20	10	700	(Al _{0.50} Cr _{0.50})N	370	420	1.14	3.0
	21	10	700	(Al _{0.50} Ti _{0.45} W _{0.05})N	390	396	1.02	3.0
	22	10	700	(Al _{0.50} Cr _{0.45} W _{0.05})N	370	360	0.97	3.0
	23	10	700	(Al _{0.30} Ti _{0.45} Y _{0.05})N	240	276	1.15	3.0
	24	10	700	(Al _{0.50} Cr _{0.45} Y _{0.05})N	220	240	1.09	3.0
	25	10	700	(Al _{0.50} Ti _{0.45} Si _{0.05})N	240	288	1.20	3.0
	26	10	700	(Al _{0.50} Cr _{0.45} Si _{0.05})N	220	252	1.15	3.0

[0029] [表2]

試料 番号		被覆層						
		被覆条件		組成	基材界面 に平行な 方向の平 均粒径Lx (nm)	基材界面 に垂直な 方向の平 均粒径Ly (nm)	Lxに対 するLy の粒径 比 (Ly/Lx)	平均 膜厚 (μm)
		磁束 密度 (mT)	基材 温度 (℃)					
比 較 品	27	10	500	(Al _{0.70} Ti _{0.30})N	70	48	0.69	3.0
	28	10	500	(Al _{0.75} Cr _{0.25})N	180	122	0.68	3.0
	29	20	800	(Al _{0.50} Ti _{0.50})N	130	64	0.49	3.0
	30	20	700	(Al _{0.50} Cr _{0.50})N	150	96	0.64	3.0
	31	20	700	(Al _{0.50} Ti _{0.45} W _{0.05})N	120	80	0.67	3.0
	32	20	700	(Al _{0.50} Cr _{0.45} W _{0.05})N	110	68	0.62	3.0
	33	20	700	(Al _{0.50} Ti _{0.45} Y _{0.05})N	80	44	0.55	3.0
	34	20	700	(Al _{0.50} Cr _{0.45} Y _{0.05})N	60	28	0.47	3.0
	35	20	700	(Al _{0.50} Ti _{0.45} Si _{0.05})N	80	48	0.60	3.0
	36	20	700	(Al _{0.50} Cr _{0.45} Si _{0.05})N	60	32	0.53	3.0

[0030] 得られた試料について、金属蒸発源に対向する面の刃先から当該面の中心部に向かって $50\ \mu\text{m}$ の位置で、光学顕微鏡および FE-SEM を用いて被覆層の層厚を 5箇所測定して、それらを平均したものを被覆層の平均層厚とした。被覆層の組成は FE-SEM 付属の EDS および FE-SEM 付属の WDS を用いて測定した。

[0031] 得られた試料について、被覆層の表面から深さ $100\ \text{nm}$ までをダイヤモンドペーストで研磨して、さらにコロイダルシリカを用いて鏡面に研磨した。鏡面になった被覆層の表面組織を EBSD で観察して、被覆層の平均粒径 L_x を測定した。EBSD は、ステップサイズが $0.01\ \mu\text{m}$ 、測定範囲が $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$ 、方位差が 5° 以上の境界を粒界とみなすという設定にした。被覆層のある 1つの結晶粒の面積と等しい面積の円の直径をその結晶粒の粒径とした。同様の方法により、観察した表面組織中に含まれる結晶粒の粒径を求めた。その後、 $5\ \text{nm}$ 間隔の区分けした粒径を示す横軸と、 $5\ \text{nm}$ 間隔の区分けに含まれる結晶粒全部の面積比を示す縦軸とからなる粒度分布を作成し、 $5\ \text{nm}$ 間隔の区分けの中心値とその区分けに含まれる結晶粒全部の面積比を乗じた。 $5\ \text{nm}$ 間隔の区分けの中心値とその区分けに含まれる結晶粒全部の面積比を乗じて得られた値をすべて合計した値を粗粒層の平均粒径 L_x とした。

[0032] 切断機で切断して得られた試料の断面をダイヤモンドペーストで研磨して、さらにコロイダルシリカを用いて鏡面に研磨した。鏡面になった被覆層の断面を EBSD で観察して、被覆層と基材との界面に垂直な方向で測定したときの被覆層の平均粒径 L_y を測定した。このとき EBSD は、ステップサイズが $0.01\ \mu\text{m}$ 、測定範囲が $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$ 、方位差が 5° 以上の境界を粒界とみなすという設定にした。被覆層の断面組織を EBSD で $5000 \sim 50000$ 倍に拡大した画像に、被覆層と基材との界面に垂直な方向に直線を $500\ \text{nm}$ 間隔で 10本引いた。被覆層の基材側界面または被覆層の表面側界面から直線と粒界の交差した点までの長さ、もしくは、直線と粒界の交差した点から直線と粒界の交差した次の点までの長さを L_n ($n = 1, 2$

， 3， …）とした。また、直線と粒界が交差しないときは被覆層の基材側界面から粗粒層の表面側界面までの長さを L_n とした。これらの L_n を平均した値を平均粒径 L_y とした。

[0033] 得られた試料について、ターゲット：Cu、管電圧：50 kV、管電流：250 mA、Cu-K α 線、走査軸： $2\theta/\theta$ 、入射側ソーラースリット：5度、発散縦スリット2/3度、発散縦制限スリット：5 mm、散乱スリット：2/3度、受光側ソーラースリット：5度、受光スリット：0.30 mm、受光モノクロスリット：0.8 mm、X線の単色化：グラファイト受光モノクロメータ（湾曲モード）、サンプリング幅：0.01度、スキンスピード：4度/min、ブラッグ角（ 2θ ）の測定範囲を30度～70度とするX線回折測定を行った。その結果、得られた被覆層の結晶系はすべて立方晶であることが分かった。被覆層の組成、被覆層と基材との界面に平行な方向の平均粒径 L_x 、被覆層と基材との界面に垂直な方向の平均粒径 L_y 、平均粒径 L_x に対する平均粒径 L_y の粒径比（ L_y/L_x ）、被覆層全体の平均層厚は表1および表2に記載した。

[0034] 得られた試料を下記のカッターに取り付けて切削試験1を行った。工具寿命に至るまでの加工距離は表3および表4に示した。

[切削試験1]

被削材：S45C、

切削速度：200 m/min、

送り：0.2 mm/tooth、

切り込み：2.0 mm、

切削幅：50 mm、

カッター有効径： $\phi 100$ mm、

クーラント：不使用（ドライ加工）、

工具寿命の判定：逃げ面最大摩耗幅が0.2 mmに至ったときを工具寿命とした

[0035]

[表3]

試料 番号		工具寿命に至る までの加工距離 (mm)
発 明 品	1	3.6
	2	9.1
	3	12.3
	4	14.1
	5	11.2
	6	3.4
	7	8.4
	8	11.5
	9	13.2
	10	9.4
	11	9.8
	12	8.0
	13	7.9
	14	6.5
	15	8.2
	16	6.7
	17	11.3
	18	10.8
	19	9.1
	20	8.4
	21	7.9
	22	7.2
	23	5.5
	24	4.8
	25	5.8
	26	5.0

[0036]

[表4]

試料 番号		工具寿命に至る までの加工距離 (m)
比 較 品	27	1.0
	28	2.4
	29	1.3
	30	1.9
	31	1.6
	32	1.4
	33	0.9
	34	0.6
	35	1.0
	36	0.6

[0037] 表3および表4に示すように、被覆層と基材との界面に平行な方向の平均粒径 L_x が大きい発明品は、耐摩耗性に優れるので、比較品よりも工具寿命に至るまでの加工距離が長かった。

実施例 2

[0038] 基材として、ISO規格SEKN1203AGTNインサート形状のP20相当超硬合金を用意した。アークイオンプレーティング装置の反応容器内に、表5に示す被覆層の原料となる金属蒸発源を設置し、基材をアークイオンプレーティング装置の反応容器内の試料ホルダーに取り付けて、実施例1と同様な条件でArイオンボンバードメント処理を行った。Arイオンボンバードメント処理後、Arガスを排出して反応容器内の圧力を 1×10^{-2} Pa以下の真空にした。N₂ガスを反応容器内に導入して反応容器内を圧力3 Paの窒素雰囲気にした。炉内ヒーターで基材温度が表5に示す温度になるまで加熱した後、基材に印加するバイアス電圧を-50 Vとし、金属蒸発源の中心の磁束密度を表5に示す磁束密度とし、アーク電流を150 Aとする被覆条件で、基材の表面に表5に示す被覆層を形成した。被覆層を形成した後、試料を冷却し、試料温度が100℃以下になった後で反応容器内から試料

を取り出した。

[0039] [表5]

試料番号		被覆層						
		被覆条件		組成	基材界面 に平行な 方向の平均粒径Lx (nm)	基材界面 に垂直な 方向の平均粒径Ly (nm)	Lxに対 するLy の粒径 比 (Ly/Lx)	平均 層厚 (μm)
		磁束 密度 (mT)	基材 温度 (℃)					
発明品	37	10	500	(Al _{0.36} Ti _{0.70})N	620	456	0.74	0.5
	38	10	500	(Al _{0.36} Ti _{0.70})N	620	614	0.99	3.0
	39	10	500	(Al _{0.36} Ti _{0.70})N	620	883	1.42	10.0
	40	10	500	(Al _{0.25} Cr _{0.75})N	590	420	0.71	0.5
	41	10	500	(Al _{0.25} Cr _{0.75})N	590	576	0.98	3.0
	42	10	500	(Al _{0.25} Cr _{0.75})N	590	828	1.40	10.0
比較品	43	10	500	(Al _{0.36} Ti _{0.70})N	620	993	1.60	12.0
	44	10	500	(Al _{0.25} Cr _{0.75})N	590	934	1.58	12.0
	45	20	850	(Al _{0.36} Ti _{0.70})N	180	294	1.63	3.0
	46	20	850	(Al _{0.25} Cr _{0.75})N	160	258	1.61	3.0

[0040] 得られた試料について実施例1と同じ測定条件で、被覆層の結晶系、組成、被覆層と基材との界面に平行な方向の平均粒径Lx、被覆層と基材との界面に垂直な方向の平均粒径Ly、平均粒径Lxに対する平均粒径Lyの粒径比(Ly/Lx)、被覆層全体の平均層厚を測定した。それらの結果を表5に記載した。なお、得られた試料の被覆層はすべて立方晶であった。

[0041] 得られた試料は下記の Cutter に取り付けて切削試験2、3を行った。工具寿命に至るまでの加工距離は表6に示した。なお、切削試験2は主に耐摩耗性を評価する試験であり、切削試験3は主に耐欠損性を評価する試験である。

[切削試験2]

被削材：S45C、

切削速度：250m/min、

送り：0.1mm/tooth、

切り込み：2.0mm、

切削幅：50mm、

Cutter有効径：φ100mm、

クーラント：不使用（ドライ加工）、

工具寿命の判定：逃げ面最大摩耗幅が0.2 mmに至ったときを工具寿命とした

[0042] [切削試験3]

被削材：SCM440、

切削速度：250 m/min、

送り：0.4 mm/tooth、

切り込み：2.0 mm、

切削幅：105 mm、

カッター有効径： ϕ 125 mm、

クーラント：不使用（ドライ加工）、

工具寿命の判定：試料が欠損に至ったときを工具寿命とした

[0043] [表6]

試料番号		切削試験2	切削試験3
		工具寿命に至るまでの加工距離 (m)	工具寿命に至るまでの加工距離 (m)
発明品	37	9.1	6.9
	38	12.3	6.4
	39	14.1	5.3
	40	8.4	6.7
	41	11.5	6.1
	42	13.2	5.1
比較品	43	7.9	3.2
	44	7.5	3.0
	45	2.4	2.8
	46	2.1	2.6

[0044] 表6に示すように、被覆層と基材との界面に平行な方向の平均粒径 L_x が大きい発明品は、耐摩耗性および耐欠損性に優れるので、比較品よりも工具寿命に至るまでの加工距離が長かった。

実施例 3

[0045] 基材として、ISO規格SEKN1203AGTNインサート形状のP20相当超硬合金を用意した。アークイオンプレーティング装置の反応容器内に、表7に示す被覆層の原料となる金属蒸発源を設置し、基材をアークイオンプレーティング装置の反応容器内の試料ホルダーに取り付けて、実施例1と同様な条件でアライオンボンバードメント処理を行った。アライオンボンバードメント処理後、Arガスを排出して反応容器内の圧力を 1×10^{-2} Pa以下の真空にした。N₂ガスを反応容器内に導入して反応容器内を圧力3 Paの窒素雰囲気にした。炉内ヒーターで基材温度が表7に示す基材温度になるまで加熱した後、基材に印加するバイアス電圧を-50 Vとし、金属蒸発源の中心の磁束密度を表7に示す磁束密度とし、アーク電流を150 Aとする被覆条件で、基材の表面に表7に示す被覆層を形成した。被覆層を形成した後、試料を冷却し、試料温度が100℃以下になった後で反応容器内から試料を取り出した。

[0046] [表7]

試料番号		被覆層							
		被覆条件		組成	基材界面に平行な方向の平均粒径Lx (nm)	基材界面に垂直な方向の平均粒径Ly (nm)	Lxに対するLyの粒径比 (Ly/Lx)	半輻幅 (°)	平均層厚 (μm)
		磁束密度 (mT)	基材温度 (℃)						
説明品	47	10	550	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	600	588	0.98	0.30	3.0
	48	10	550	(Al _{0.30} Ti _{0.30})N	550	528	0.96	0.58	3.0
比較品	49	20	850	(Al _{0.30} Ti _{0.30})N	110	56	0.51	0.68	3.0
	50	10	550	(Al _{0.70} Ti _{0.30})N	60	40	0.67	0.80	3.0

[0047] 得られた試料について実施例1と同じ測定条件で、被覆層の結晶系、組成、被覆層と基材との界面に平行な方向の平均粒径L_x、被覆層と基材との界面に垂直な方向の平均粒径L_y、平均粒径L_xに対する平均粒径L_yの粒径比(L_y/L_x)、被覆層の平均層厚を測定した。なお、得られた試料の被覆層はすべて立方晶であった。さらに、粗粒層の(200)面のX線回折ピークについて、MDI社製XRD解析ソフトウェアJADE ver. 6を用い、三次式近似でバックグラウンド処理およびKα2ピーク除去を行い、Pearson-VII関数を用いてプロファイルフィッティングを行った後、ピ

ークトップ法よりピーク位置を求め、半価幅を導出した。それらの結果は表 7 に記載した。

[0048] 得られた試料は下記のカッターに取り付けて切削試験 4 を行った。工具寿命に至るまでの加工距離は表 8 に示した。

[切削試験 4]

被削材：SCM440、

切削速度：200m/min、

送り：0.1mm/tooth、

切り込み：2.0mm、

切削幅：50mm、

カッター有効径：φ100mm、

クーラント：不使用（ドライ加工）、

工具寿命の判定：逃げ面最大摩耗幅が 0.2mm に至ったときを工具寿命とした

[0049] [表8]

試料番号		切削試験4
		工具寿命に至るまでの加工距離 (m)
発明品	47	9.4
	48	8.4
比較品	49	3.4
	50	2.4

[0050] 表 8 に示すように、被覆層と基材との界面に平行な方向の平均粒径 L_x が大きく、被覆層の (200) 面の X 線回折ピークの半価幅の小さい発明品は、耐摩耗性に優れるので、比較品よりも工具寿命に至るまでの加工距離が長い。

実施例 4

[0051] 基材として、ISO規格SEKN1203AGTNインサート形状のP20相当超硬合金を用意した。アークイオンプレーティング装置の反応容器内に、表9に示す被覆層の原料となる金属蒸発源を設置し、基材をアークイオンプレーティング装置の反応容器内の試料ホルダーに取り付けて、実施例1と同様な条件でArイオンボンバードメント処理を行った。Arイオンボンバードメント処理後、Arガスを排出して反応容器内の圧力を 1×10^{-2} Pa以下の真空にした。N₂ガスを反応容器内に導入して反応容器内を圧力3 Paの窒素雰囲気にした。炉内ヒーターで基材温度が700℃になるまで加熱した後、基材に印加するバイアス電圧を-50Vとし、金属蒸発源の中心の磁束密度を20mTとし、アーク電流を150Aとする被覆条件で、表9に示すA層とB層とを交互に被覆して、基材の表面に交互積層構造の下層を形成した。

[0052] 引き続き、炉内ヒーターで試料温度が表9に示す最上層の試料温度になるまで加熱した後、基材に印加するバイアス電圧を-50Vとし、金属蒸発源の中心の磁束密度を表9の最上層の磁束密度とし、アーク電流を150Aとする被覆条件で、下層の表面に、表10に示す最上層を形成した。最上層を形成した後、試料を冷却し、試料温度が100℃以下になった後で反応容器内から試料を取り出した。

[0053]

[表9]

試料 番号	被覆層										被覆 層全 体の 平均 層厚 (μm)	
	下層 (交互積層構造)					最上層						
	A層		B層		A+B 積層 周期 (nm)	積層 周期 の繰 返し 数 (回)	下層 全体 の平 均層 厚 (μm)	被覆条件 被覆 速度 (nm)	試料 温度 ($^{\circ}\text{C}$)	組成		最上 層の 平均 層厚 (μm)
	組成	平均 層厚 (nm)	組成	平均 層厚 (nm)								
発 明 品	(Al _{0.73} Ti _{0.27})N	100	(Al _{0.50} Ti _{0.50})N	100	200	10	2.0	10	550	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	2.0	4.0
	(Al _{0.73} Ti _{0.27})N	100	(Al _{0.50} Cr _{0.50})N	100	200	10	2.0	10	550	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	2.0	4.0
	(Al _{0.73} Ti _{0.27})N	100	(Al _{0.50} Ti _{0.50})N	100	200	10	2.0	10	550	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	2.0	4.0
	(Al _{0.73} Ti _{0.27})N	100	(Al _{0.50} Cr _{0.50})N	100	200	10	2.0	10	550	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	2.0	4.0
比 較 品	(Al _{0.73} Ti _{0.27})N	100	(Al _{0.50} Ti _{0.50})N	100	200	10	2.0	20	850	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	2.0	4.0
	(Al _{0.73} Ti _{0.27})N	100	(Al _{0.50} Cr _{0.50})N	100	200	10	2.0	20	850	(Al _{0.30} Ti _{0.70})N	2.0	4.0
	(Al _{0.73} Ti _{0.27})N	100	(Al _{0.50} Ti _{0.50})N	100	200	10	2.0	10	550	(Al _{0.70} Ti _{0.30})N	2.0	4.0
	(Al _{0.73} Ti _{0.27})N	100	(Al _{0.50} Cr _{0.50})N	100	200	10	2.0	10	550	(Al _{0.70} Ti _{0.30})N	2.0	4.0

[0054] 得られた試料について、金属蒸発源に対向する面の刃先から当該面の中心部に向かって50 μm の位置で、光学顕微鏡、FE-SEMおよびTEMを用いて下層のA層とB層の組成と平均層厚、下層のA層の層厚と下層のB層の層厚とを合計した積層周期、積層周期の繰返し数、最上層の組成と平均

層厚、被覆層全体の平均層厚を測定した。なお、下層のA層、下層のB層、最上層、被覆層全体の各層厚については5箇所測定し、それらを平均して、各層の平均層厚とした。また、下層のA層、下層のB層、最上層のそれぞれの組成を、FE-SEM付属のEDS、FE-SEM付属のWDS、TEM付属のEDS、TEM付属のWDSを用いて測定した。それらの結果は表9に記載した。得られた試料について実施例1と同じ測定条件でX線回折測定を行い、最上層の結晶系を測定した。なお、得られた試料の最上層はすべて立方晶であった。また、実施例1と同じ測定条件で被覆層と基材との界面に平行な方向の最上層の平均粒径 L_x 、被覆層と基材との界面に垂直な方向の最上層の平均粒径 L_y 、平均粒径 L_x に対する平均粒径 L_y の粒径比(L_y/L_x)を測定した。それらの結果は表10に記載した。

[0055] [表10]

試料番号		最上層		
		基材界面に 平行な方向 の平均粒径 L_x (nm)	基材界面に 垂直な方向 の平均粒径 L_y (nm)	L_x に対する L_y の粒径比 (L_y/L_x)
発明品	51	550	576	1.05
	52	530	528	1.00
	53	500	516	1.03
	54	480	456	0.95
比較品	55	100	48	0.48
	56	90	40	0.44
	57	55	32	0.58
	58	50	24	0.48

[0056] 得られた試料は下記のカッターに取り付けて切削試験5を行った。工具寿命に至るまでの加工距離は表11に示した。

[切削試験5]

被削材：SCM440、

切削速度：250m/min、

送り：0.1mm/tooth、

切り込み：2.0 mm、

切削幅：50 mm、

カッター有効径： ϕ 100 mm、

クーラント：不使用（ドライ加工）、

工具寿命の判定：逃げ面最大摩耗幅が0.2 mmに至ったときを工具寿命とした

[0057] [表11]

試料番号		切削試験5
		工具寿命に至るまでの加工距離 (m)
発明品	51	9.2
	52	8.4
	53	8.3
	54	7.3
比較品	55	2.9
	56	2.4
	57	1.9
	58	1.4

[0058] 表11に示すように、被覆層と基材との界面に平行な方向の平均粒径 L_x が大きい発明品は、耐摩耗性に優れるので、比較品よりも工具寿命に至るまでの加工距離が長かった。

符号の説明

- [0059] 1 被覆層の結晶粒
 2 被覆層の結晶粒が脱落したところ
 3 被覆層
 4 基材
 5 表面側界面

6 基材側界面

請求の範囲

- [請求項1] 基材と、基材の表面に形成された被覆層とを含み、被覆層の少なくとも1層は、被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの平均粒径 L_x が200nmを超え、その組成が $(Al_aTi_bM_c)X$ 〔但し、MはZr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Y、BおよびSiから成る群より選択された少なくとも1種の元素を表し、XはC、NおよびOから成る群より選択された少なくとも1種の元素を表し、aはAl元素とTi元素とM元素の合計に対するAl元素の原子比を表し、bはAl元素とTi元素とM元素の合計に対するTi元素の原子比を表し、cはAl元素とTi元素とM元素の合計に対するM元素の原子比を表し、a、b、cは、 $0.30 \leq a \leq 0.65$ 、 $0.35 \leq b \leq 0.70$ 、 $0 \leq c \leq 0.20$ 、 $a + b + c = 1$ を満足する。〕と表される粗粒層であり、粗粒層の平均層厚が $0.2 \sim 10 \mu m$ である被覆切削工具。
- [請求項2] a、b、cは、 $0.30 \leq a \leq 0.50$ 、 $0.50 \leq b \leq 0.70$ 、 $0 \leq c \leq 0.20$ 、 $a + b + c = 1$ を満足する請求項1に記載の被覆切削工具。
- [請求項3] 粗粒層のXはNを表す請求項1または2に記載の被覆切削工具。
- [請求項4] 被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_x は400nmを超え1000nm以下である請求項1～3のいずれか1項に記載の被覆切削工具。
- [請求項5] 被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_x に対する被覆層と基材との界面に垂直な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_y の粒径比(L_y/L_x)が0.7以上1.5未満である請求項1～4のいずれか1項に記載の被覆切削工具。
- [請求項6] 粗粒層は立方晶である請求項1～5のいずれか1項に記載の被覆切削工具。
- [請求項7] 粗粒層の(200)面のX線回折ピークの半価幅が0.6度以下で

ある請求項6に記載の被覆切削工具。

[請求項8] 被覆層は、基材の表面に形成された下層と、下層の表面に形成された粗粒層を含み、下層は、
 Ti 、 Zr 、 Hf 、 V 、 Nb 、 Ta 、 Cr 、 Mo 、 W 、 Y 、 Al および Si から成る群より選択された金属元素の少なくとも1種からなる金属と、
 これら金属元素の少なくとも1種と炭素、窒素、酸素および硼素から成る群より選択された非金属元素の少なくとも1種とからなる化合物と、
 から成る群より選択された少なくとも1種からなる単層または多層である請求項1～7のいずれか1項に記載の被覆切削工具。

[請求項9] 粗粒層は最上層である請求項1～8のいずれか1項に記載の被覆切削工具。

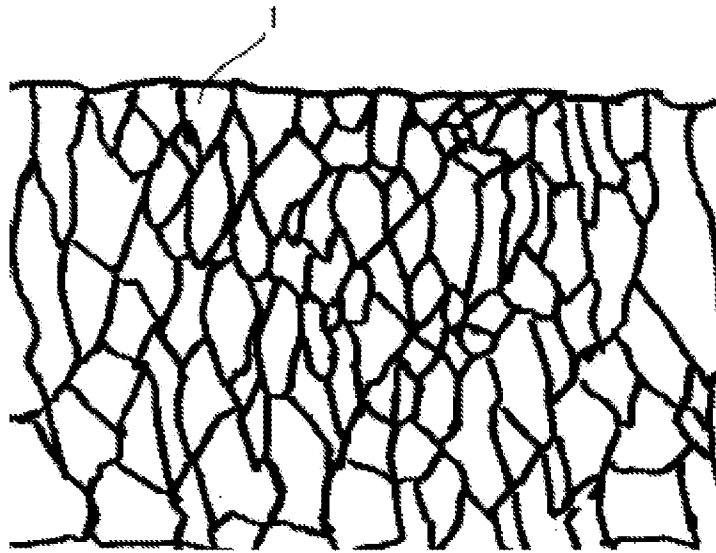
[請求項10] 基材と、基材の表面に形成された被覆層とを含み、被覆層の少なくとも1層は、被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの平均粒径 L_x が 200nm を超え、その組成が $(Al_dCr_eL_f)Z$ 〔但し、 L は Ti 、 Zr 、 Hf 、 V 、 Nb 、 Ta 、 Mo 、 W 、 Y 、 B および Si から成る群より選択された少なくとも1種の元素を表し、 Z は C 、 N および O から成る群より選択される少なくとも1種の元素を表し、 d は Al 元素と Cr 元素と L 元素の合計に対する Al 元素の原子比を表し、 e は Al 元素と Cr 元素と L 元素の合計に対する Cr 元素の原子比を表し、 f は Al 元素と Cr 元素と L 元素の合計に対する L 元素の原子比を表し、 d 、 e 、 f は、 $0.25 \leq d \leq 0.70$ 、 $0.30 \leq e \leq 0.75$ 、 $0 \leq f \leq 0.20$ 、 $d + e + f = 1$ を満足する。〕と表される粗粒層であり、粗粒層の平均層厚が $0.2 \sim 10\mu\text{m}$ である被覆切削工具。

[請求項11] d 、 e 、 f は、 $0.40 \leq d \leq 0.70$ 、 $0.30 \leq e \leq 0.50$ 、 $0 \leq f \leq 0.20$ 、 $d \geq e$ 、 $d + e + f = 1$ を満足する請求項10

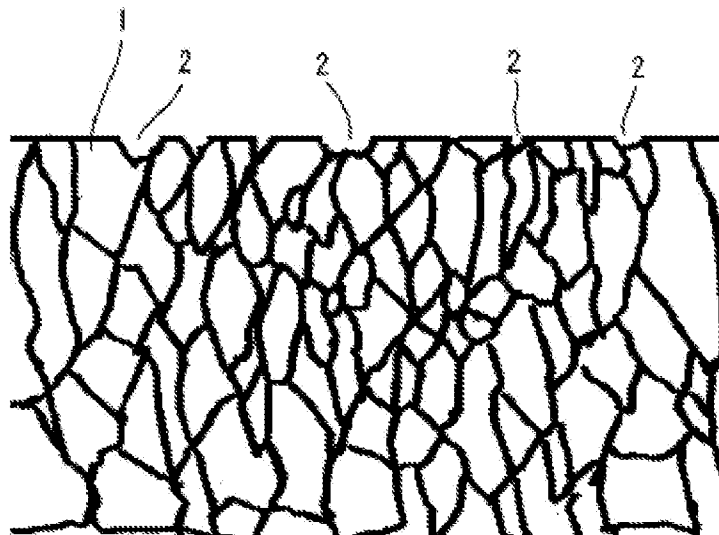
に記載の被覆切削工具。

- [請求項12] 粗粒層のZはNを表す請求項10または11に記載の被覆切削工具。
- [請求項13] 被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_x は400nmを超え1000nm以下である請求項10～12のいずれか1項に記載の被覆切削工具。
- [請求項14] 被覆層と基材との界面に平行な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_x に対する被覆層と基材との界面に垂直な方向で測定したときの粗粒層の平均粒径 L_y の粒径比(L_y/L_x)が0.7以上1.5未満である請求項10～13のいずれか1項に記載の被覆切削工具。
- [請求項15] 粗粒層は立方晶である請求項10～14のいずれか1項に記載の被覆切削工具。
- [請求項16] 粗粒層の(200)面のX線回折ピークの半価幅が0.6度以下である請求項15に記載の被覆切削工具。
- [請求項17] 被覆層は、基材の表面に形成された下層と、下層の表面に形成された粗粒層を含み、下層はTi、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Y、AlおよびSiから成る群より選択された金属元素の少なくとも1種からなる金属と、これら金属元素の少なくとも1種と炭素、窒素、酸素および硼素から成る群より選択された非金属元素の少なくとも1種とからなる化合物とから成る群より選択された少なくとも1種からなる単層または多層である請求項10～16のいずれか1項に記載の被覆切削工具。
- [請求項18] 粗粒層は最上層である請求項10～17のいずれか1項に記載の被覆切削工具。

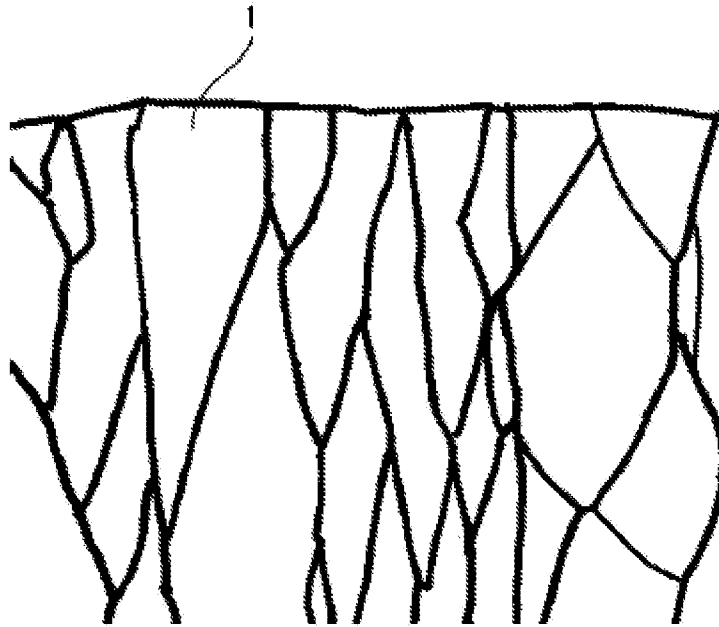
[図1]



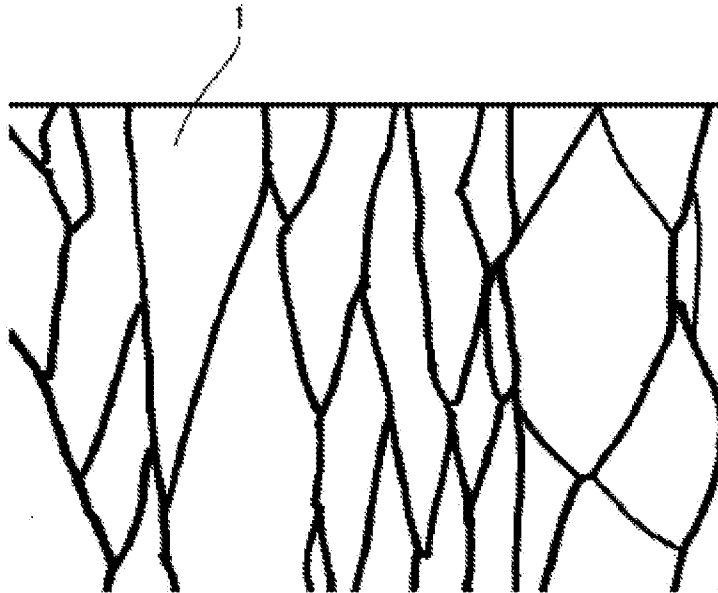
[図2]



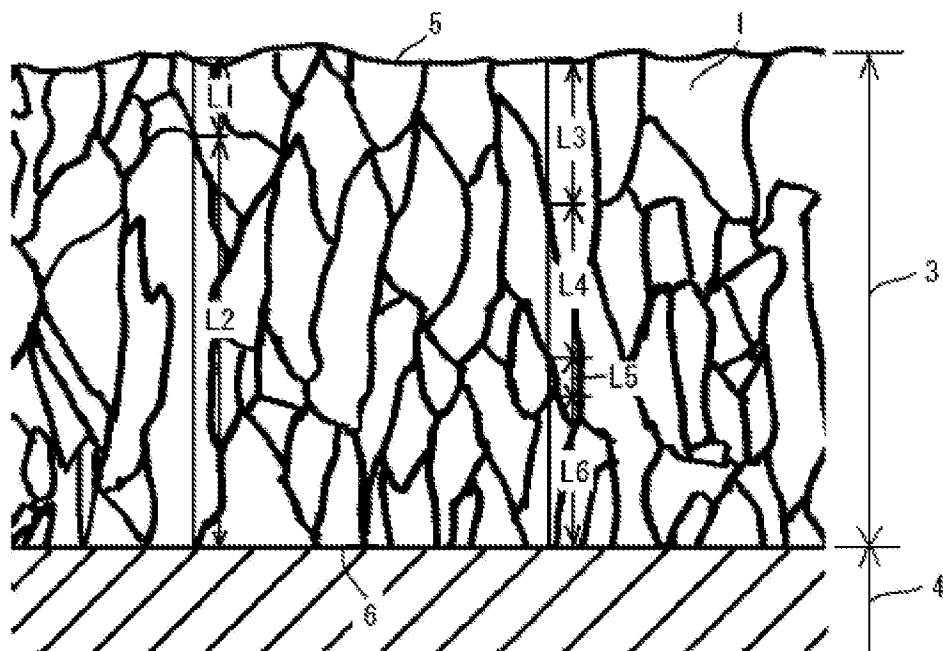
[図3]



[図4]



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/055408

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B23B27/14(2006.01)i, B23C5/16(2006.01)i, C01G23/00(2006.01)i, C01G37/00(2006.01)i, C01G41/00(2006.01)i, C23C14/06(2006.01)i, C01B33/00(2006.01)n

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, B23C5/16, C01G23/00, C01G37/00, C01G41/00, C23C14/06, C01B33/00

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	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2009-50997 A (Kyocera Corp.), 12 March 2009 (12.03.2009), paragraphs [0036] to [0044] & US 2008/0075543 A1 & DE 102007046380 A	1-18
A	US 2004/0110039 A1 (SECO TOOLS AB), 10 June 2004 (10.06.2004), paragraphs [0010], [0026] & EP 1400609 A1	1-18
A	Dale A. Delisle, James E. Krzanowski, Surface morphology and texture of TiAlN/CrN multilayer coatings, Thin Solid Films, 2012.12.01, 524, 100-106, WWW.elsevier.com/locate/tsf	1-18



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
26 May, 2014 (26.05.14)

Date of mailing of the international search report
03 June, 2014 (03.06.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/055408

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 2006-239792 A (Hitachi Tool Engineering Ltd.), 14 September 2006 (14.09.2006), paragraphs [0015] to [0017] (Family: none)	1-18
A	JP 2012-61539 A (Mitsubishi Materials Corp.), 29 March 2012 (29.03.2012), paragraphs [0007] to [0008] & CN 102699363 A	1-18

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. B23B27/14(2006.01)i, B23C5/16(2006.01)i, C01G23/00(2006.01)i, C01G37/00(2006.01)i,
C01G41/00(2006.01)i, C23C14/06(2006.01)i, C01B33/00(2006.01)n

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（I P C））

Int.Cl. B23B27/14, B23C5/16, C01G23/00, C01G37/00, C01G41/00, C23C14/06, C01B33/00

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 4 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 4 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 4 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）

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 2009-50997 A（京セラ株式会社）2009.03.12, 段落【0036】～【0044】 & US 2008/0075543 A1 & DE 102007046380 A	1 - 1 8
A	US 2004/0110039 A1（SECO TOOLS AB）2004.06.10, 段落【0010】、【0026】 & EP 1400609 A1	1 - 1 8
A	Dale A. Delisle, James E. Krzanowski, Surface morphology and	1 - 1 8

☒ 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

2 6 . 0 5 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

0 3 . 0 6 . 2 0 1 4

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
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）

大川 登志男

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 3 2 4

3 C

3 7 3 7

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
	texture of TiAlN/CrN multilayer coatings, Thin Solid Films, 2012.12.01, 524, 100-106, WWW.elsevier.com/locate/tsf	
A	JP 2006-239792 A (日立ツール株式会社) 2006.09.14, 段落【0015】～【0017】 (ファミリーなし)	1 - 18
A	JP 2012-61539 A (三菱マテリアル株式会社) 2012.03.29, 段落【0007】～【0008】 & CN 102699363 A	1 - 18