

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810185276.6

[51] Int. Cl.

B23B 27/14 (2006.01)

B23B 51/00 (2006.01)

B23C 5/00 (2006.01)

C23C 14/24 (2006.01)

C23C 14/06 (2006.01)

C23C 14/08 (2006.01)

[43] 公开日 2009 年 7 月 1 日

[11] 公开号 CN 101468401A

[51] Int. Cl. (续)

B32B 9/00 (2006.01)

B32B 33/00 (2006.01)

[22] 申请日 2008.12.24

[21] 申请号 200810185276.6

[30] 优先权

[32] 2007.12.28 [33] JP [31] 2007-338865

[32] 2008.6.19 [33] JP [31] 2008-160053

[71] 申请人 三菱麻铁里亚尔株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 富田兴平 西山满康 长田晃

中村惠滋

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 熊玉兰 孙秀武

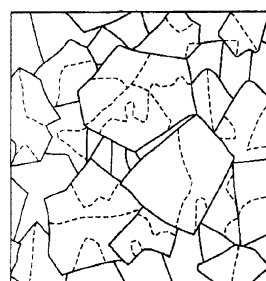
权利要求书 1 页 说明书 21 页 附图 3 页

[54] 发明名称

硬质包覆层发挥优异耐磨性的表面包覆切削工具

[57] 摘要

本发明涉及表面包覆切削工具。该表面包覆切削工具在工具基体的表面蒸镀形成有作为(a)下部的Ti化合物层,和作为(b)上部层的具有平板多边形(包括平坦六边形)且竖长状的晶粒组织结构、含有Zr的 α 型 Al_2O_3 。对于该表面包覆切削工具,上部层的晶粒中,以面积比率计为60%以上的晶粒的内部,被至少一个以上的、包括用 $\Sigma 3$ 表示的构成原子共有阵点形态的晶体点阵界面隔断。



—— 晶界
----- $\Sigma 3$ 对应界面

1. 一种表面包覆切削工具，其在由碳化钨基硬质合金或碳氮化钛基金属陶瓷构成的工具基体的表面上，蒸镀形成包括下述 (a) 下部层、(b) 上部层的硬质包覆层，

(a) 下部层为包括全体平均层厚为 $3 \sim 20\mu\text{m}$ 的 Ti 的碳化物层、氮化物层、碳氮化物层、碳氧化物层、和碳氮氧化物中的 1 层或 2 层以上的 Ti 化合物层，

(b) 上部层为具有 $2 \sim 15\mu\text{m}$ 的平均层厚，且具有 α 型的晶体结构，含有 Zr 的氧化铝层；

用场致发射型扫描电子显微镜对上述上部层进行组织观察时，具有包括在垂直于层厚方向的面内具有平板多边形、或在平行于层厚方向的面内呈竖长状的晶粒的组织结构，

对于该上部层，使用场致发射型扫描电子显微镜和电子背散射衍射图像装置，对存在于表面抛光面的测定范围内的晶粒逐个照射电子射线，测定包括六方晶晶体点阵的晶体点阵面的各个法线与上述表面抛光面的法线相交的角度，

由该测定结果算出相邻晶体点阵相互的晶体取向关系，算出各个构成晶体点阵界面的构成原子在上述晶体点阵相互间共有 1 个构成原子的阵点、即构成原子共有阵点的分布，用 $\Sigma N + 1$ 表示存在 N 个上述构成原子共有阵点间不共有构成原子的阵点的构成原子共有阵点形态时，构成上述上部层的晶粒中，以面积比率计为 60% 以上的晶粒的内部，被至少一个以上的、包括用 $\Sigma 3$ 表示的构成原子共有阵点形态的晶体点阵界面隔断，

其中，N 为刚玉型密排六方晶体的晶体结构上 2 以上的偶数，在分布频率上 N 的上限为 28 时，不存在 4、8、14、24 和 26 的偶数。

2. 如权利要求 1 所述的表面包覆切削工具，其中，用场致发射型扫描电子显微镜对上述上部层 (b) 进行组织观察时，在垂直于层厚方向的面内具有平坦六边形、或在平行于层厚方向的面内在层厚方向呈竖长状的晶粒，在垂直于层厚方向的面内占全体 35% 以上的面积比例。

硬质包覆层发挥优异耐磨性的表面包覆切削工具

技术领域

【0001】

本发明涉及表面包覆切削工具（以下称为包覆工具），该表面包覆切削工具即便在伴有高发热且对切削刃作用高负荷的高速重切削条件下，硬质包覆层也不发生崩刃，经长期使用也可发挥优异的耐磨性。

背景技术

【0002】

以往已知以下包覆工具。由碳化钨（以下用 WC 表示）基硬质合金（camented carbide）或碳氮化钛（以下用 TiCN 表示）基金属陶瓷构成的基体（以下将其统称为工具基体）的表面上蒸镀形成有包括 Ti 化合物层的下部层和包括 α 型 Al_2O_3 层的上部层作为硬质包覆层。该包覆工具中，对于上部层，使用场致发射型扫描电子显微镜和电子背散射衍射图像装置，对存在于表面抛光面的测定范围内的晶粒逐个照射电子射线，测定包括六方晶晶体点阵的晶粒的构成晶面的各个法线与上述表面抛光面的法线相交的角度。由该测定结果算出相邻晶粒的相互的晶体取向关系，算出各个构成界面的构成原子在上述晶粒相互间共有一个构成原子的阵点（构成原子共有阵点）的分布。用 $\Sigma N+1$ 表示存在 N 个上述构成原子共有阵点间不共有构成原子的阵点（其中，N 为刚玉型密排六方晶体的晶体结构上 2 以上的偶数，在分布频率上 N 的上限为 28 时，不存在 4、8、14、24 和 26 的偶数）时，在表示各 $\Sigma N+1$ 占 $\Sigma N+1$ 全体的分布比例的构成原子共有阵点分布图中， $\Sigma 3$ 存在最高峰，且由表示上述 $\Sigma 3$ 占 $\Sigma N+1$ 全体的分布比例为 60~80% 的构成原子共有阵点分布图的 α 型 Al_2O_3 层构成上部层。已知该包覆工具在高速间歇切削加工中发挥优异的耐崩刃性。

另外，对于上述包覆工具，还已知由含有少量 Zr 的 α 型 $(\text{Al}, \text{Zr})_2\text{O}_3$ 层（以下称为现有 AlZrO 层）构成的包覆工具。而且，已知该现有包覆工具也与上述一样，可在高速间隔切削加工中发挥耐崩刃性。

专利文献 1：特开 2006-198735 号公报

专利文献 2: 特开 2006 - 289557 号公报

发明内容

【0003】

近年来切削装置的高性能化显著,另一方面对切削加工的省力化和节能化、以及低成本化的要求高。随之而来,切削加工有更加高速化的趋势,但对于上述现有包覆工具,在高速连续切削或高速间歇切削中使用,上部层具有优异的高温强度,耐冲击性优异,因此在可防止崩刃等发生上优异。但是,构成硬质包覆层的上部层的上述 α 型 Al_2O_3 层、上述现有 AlZrO 层的高温强度和表面性状无法令人满意,因此在更高速条件下进行重切削加工时,不仅容易发生崩刃,而且还容易发生热塑性变形、不均匀磨损。现状是由于其引起的耐磨性的降低在较短时间内就达到使用寿命。

【0004】

于是,本发明人出于上述观点,特别是对于在更高速条件下的切削加工中,不发生硬质包覆层崩刃、缺损、剥离等,而且经长期使用可发挥优异的耐磨性的上部层的构造进行了研究,结果得出下述见解。

(a) 包括上述现有包覆工具的现有 AlZrO 层的上部层,例如用通常的化学蒸镀装置,作为第1阶段,在下述条件下,在作为下部层的Ti化合物层的表面形成具有满足组成式 $(\text{Al}_{1-x}\text{Zr}_x)_2\text{O}_3$ (其中,以原子比计,X为0.003~0.05)、优选20~200nm(0.02~0.2 μm)的平均层厚的Al-Zr复合氧化物核(以下称为 AlZrO 核)薄膜,

反应气体组成(容量%):

AlCl_3 : 2.3~4%、

ZrCl_4 : 0.02~0.13%、

CO_2 : 1~5%、

HCl : 1.5~3%、

H_2S : 0.05~0.2%、

H_2 : 余量、

反应气氛温度: 750~900 $^{\circ}\text{C}$ 、

反应气氛压力: 6~10kPa。

接着,将加热气氛变为压力为3~13kPa的氢气氛,且将加热气氛

温度升温为 $1100 \sim 1200^{\circ}\text{C}$, 在上述条件下对上述 AlZrO 核薄膜实施加热处理的状态下, 作为第 2 阶段, 在下述条件下进行蒸镀,

反应气体组成 (容量 %):

AlCl_3 : $2.3 \sim 4\%$ 、

ZrCl_4 : $0.02 \sim 0.13\%$ 、

CO_2 : $3 \sim 8\%$ 、

HCl : $1.5 \sim 3\%$ 、

H_2S : $0.05 \sim 0.2\%$ 、

H_2 : 余量、

反应气氛温度: $1020 \sim 1050^{\circ}\text{C}$ 、

反应气氛压力: $6 \sim 10\text{kPa}$ 。

结果, 形成了具有 Zr 成分占其与 Al 成分的总量的含量比例为 $0.003 \sim 0.05$ (原子比) 组成的现有 AlZrO 层。而且, 用场致发射型扫描电子显微镜对该现有 AlZrO 层进行组织观察时, 组织结构如下: 如图 2 (a) 所示, 在垂直于层厚方向的面内观察时, 晶粒为微细的多边形, 另外, 如图 2 (b) 所示, 在平行于层厚方向的面内观察时, 在层表面存在角锥状的凹凸, 晶粒在层厚方向呈竖长状 (以下称为“凹凸多边形竖长状”)。

【0 0 0 5】

(b) 另一方面, 在作为硬质包覆层的下部层的 Ti 化合物层上用通常的化学蒸镀装置, 首先, 作为第 1 阶段, 在下述条件下进行蒸镀,

(1) 反应气体组成 (容量 %):

AlCl_3 : $1 \sim 5\%$ 、

CO_2 : $2 \sim 6\%$ 、

HCl : $1 \sim 5\%$ 、

H_2S : $0.25 \sim 0.75\%$ 、

H_2 : 余量、

(2) 反应气氛温度: $960 \sim 1010^{\circ}\text{C}$ 、

(3) 反应气氛压力: $6 \sim 10\text{kPa}$ 。

之后, 作为第 2 阶段, 在下述条件下进行蒸镀,

(1) 反应气体组成 (容量 %):

AlCl_3 : $6 \sim 10\%$ 、

ZrCl₄: 0.6 ~ 1.2 %、

CO₂: 4 ~ 8%、

HCl: 3 ~ 5 %、

H₂S: 0.25 ~ 0.6 %、

H₂: 余量、

(2) 反应气氛温度: 920 ~ 1000℃、

(3) 反应气氛压力: 6 ~ 10kPa。

结果,形成了包括平均层厚为 2 ~ 15μm 的含 Zr 的 α 型氧化铝层(以下称为“改性 AlZrO 层”)的上部层。在该条件下形成的改性 AlZrO 层,具有满足该层中 Zr 成分占其与 Al 成分的总量的含有比例为 0.002 ~ 0.01 (原子比)的组成。

【0 0 0 6】

(c) 然后,用场致发射型扫描电子显微镜对该上述改性 AlZrO 层进行组织观察。组织结构如下:如图 1(a)所示,在垂直于层厚方向的面内观察时,晶粒为大粒径的的平板多边形,另外,如图 1(b)所示,在平行于层厚方向的面内观察时,层表面几乎平坦,晶粒在层厚方向呈竖长状(以下称为“凹凸多边形竖长状”)。

特别是在上述改性 AlZrO 层的蒸镀形成之际,以进一步限定的蒸镀条件(例如,第 1 阶段的反应气体中的 H₂S 为 0.50 ~ 0.75 容量%,反应气氛温度为 980 ~ 1000℃,第 2 阶段的反应气体中的 ZrCl₄ 为 0.6 ~ 0.9 容量%,H₂S 为 0.25 ~ 0.4 容量%,反应气氛温度为 960 ~ 980℃的条件)进行蒸镀。结果,如图 1(c)所示,在垂直于层厚方向的面内观察时,晶粒为大粒径的的平坦六边形。另外,在平行于层厚方向的面内观察时,与图 1(b)所示的相同,层表面几乎平坦,晶粒在层厚方向呈竖长状。该晶粒在垂直于层厚方向的面内形成占全体 35% 以上的面积比例的组织结构。

对于该改性 AlZrO 层,使用场致发射型扫描电子显微镜和电子背散射衍射图像装置,对存在于表面抛光面的测定范围内的晶粒逐个照射电子射线,测定包括六方晶晶体点阵的晶体点阵面的各个法线与上述表面抛光面的法线相交的角度。由该测定结果算出相邻晶体点阵相互的晶体取向关系,算出各个构成晶体点阵界面的构成原子在上述晶体点阵相互间共有 1 个构成原子的阵点(构成原子共有阵点)的分布。用 $\Sigma N + 1$

表示存在N个上述构成原子共有阵点间不共有构成原子的阵点（其中，N为刚玉型密排六方晶体的晶体结构上2以上的偶数，在分布频率上N的上限为28时，不存在4、8、14、24和26的偶数）的构成原子共有阵点形态时，如图3所示，构成改性AlZrO层的平板多边形竖长状晶粒中，以面积比率计为60%以上的上述晶粒的内部被至少一个以上的、包括用 $\Sigma 3$ 表示的构成原子共有阵点形态的晶体点阵界面（以下称为 $\Sigma 3$ 对应界面）隔断。

【0007】

（d）包括以上述（b）的第1阶段和第2阶段的化学蒸镀条件（以下称为本发明条件）蒸镀形成的改性AlZrO层的上部层，其表面的晶面与垂直于该层的层厚方向的面内的晶面（例如（0001））具有相同取向。为此，（在平行于层厚方向的面内观察时，层表面形成几乎平坦的平板状，由于该表面性状而显示优异的耐崩刃性。进而，由于平板多边形竖长状的晶粒内部的 $\Sigma 3$ 对应界面的存在而提高晶粒内强度，因此与现有包覆工具的现有AlZrO层相比，具有格外优异的高温硬度、高温强度、表面性状。结果，本发明的改性AlZrO层即便在伴有高热发的同时对切削刃部作用高负荷的高速重切削加工中，也不会发生崩刃、缺损、剥离等，可长期发挥优异的耐磨性。

【0008】

本发明基于上述发现而成，具有以下特征。

（1）一种表面包覆切削工具（包覆工具），其在由碳化钨基硬质合金或碳氮化钛基金属陶瓷构成的工具基体的表面上，蒸镀形成包括下述（a）、（b）的硬质包覆层，

（a）下部层为包括全体平均层厚为3~20 μm 的Ti的碳化物层、氮化物层、碳氮化物层、碳氧化物层、和碳氮氧化物层中的1层或2层以上的Ti化合物层，

（b）上部层为具有2~15 μm 的平均层厚，且具有 α 型的晶体结构，含有Zr的氧化铝层；

用场致发射型扫描电子显微镜对上述上部层进行组织观察时，具有包括在垂直于层厚方向的面内具有平板多边形、或在平行于层厚方向的面内呈竖长状的晶粒的组织结构，

对于该上部层，使用场致发射型扫描电子显微镜和电子背散射衍射

图像装置,对存在于表面抛光面的测定范围内的晶粒逐个照射电子射线,测定包括六方晶晶体点阵的晶体点阵面的各个法线与上述表面抛光面的法线相交的角度,

由该测定结果算出相邻晶体点阵相互的晶体取向关系,算出各个构成晶体点阵界面的构成原子在上述晶体点阵相互间共有1个构成原子的阵点(构成原子共有阵点)的分布,用 $\Sigma N + 1$ 表示存在N个上述构成原子共有阵点间不共有构成原子的阵点(其中,N为刚玉型密排六方晶体的晶体结构上2以上的偶数,在分布频率上N的上限为28时,不存在4、8、14、24和26的偶数)的构成原子共有阵点形态时,构成上述上部层的晶粒中,以面积比率计为60%以上的晶粒的内部被至少一个以上的、包括用 $\Sigma 3$ 表示的构成原子共有阵点形态的晶体点阵界面隔断。

(2)如上述(1)所述的表面包覆切削工具(包覆工具),其中,用场致发射型扫描电子显微镜对上述上部层(b)进行组织观察时,在垂直于层厚方向的面内具有平坦六边形、或在平行于层厚方向的面内在层厚方向呈竖长状的晶粒,在垂直于层厚方向的面内占全体35%以上的面积比例。

【0009】

下面对于本发明的包覆工具的硬质包覆层的构成层进行更详细地说明。

(a)下部层(Ti化合物层)

包括Ti的碳化物层、氮化物层、碳氮化物层、碳氧化物层、和碳氮氧化物层中的1层或2层以上的Ti化合物层,作为硬质包覆层的下部层存在。由于自身具有的优异的高温强度,除了有助于提高硬质包覆层的高温强度,此外还牢固地密合于工具基体和改性AlZrO层中任一个上。因此,具有提高对硬质包覆层的工具基体的接合强度的作用。但是,如果其平均层厚不到 $3\mu\text{m}$,则无法充分发挥上述作用。另一方面,如果其平均层厚超过 $20\mu\text{m}$,则在伴有热别高热发生的高速切削中易于引起热塑性变形,这会引起不均匀磨损,因此将其平均层厚规定为 $3\sim 20\mu\text{m}$ 。

【0010】

(b)上部层(改性AlZrO层)

对于包括在下部层上化学蒸镀有改性AlZrO层的上部层,由于其构成成分的Al成分,使层的高温硬度和耐热性提高。另外,层中微量(以

其占与 Al 的总量的比例计, $Zr/(Al + Zr)$ 为 0.002 ~ 0.01 (原子比)) 含有的 Zr 成分提高改性 AlZrO 层的晶体晶界强度, 有助于提高高温强度。但是, 如果 Zr 成分的含有比例不到 0.002, 则无法实现上述作用。另一方面, 如果 Zr 成分的含有比例超过 0.01, 则由于层中析出 ZrO_2 粒子, 晶界强度降低。因此, Zr 成分占其与 Al 的总量的含有比例 ($Zr/(Al + Zr)$ 的比值) 优选为 0.002 ~ 0.01 (原子比)。

【0011】

上述改性 AlZrO 层, 例如可通过如下调整蒸镀时的反应气体组成、反应气氛温度和反应气氛压力的各化学蒸镀条件而蒸镀形成。

即, 首先, 在下述条件下, 进行第 1 阶段的蒸镀约 1 小时。

(1) 反应气体组成 (容量%) :

$AlCl_3$: 1 ~ 5 %、

CO_2 : 2 ~ 6%、

HCl: 1 ~ 5 %、

H_2S : 0.25 ~ 0.75 %、

H_2 : 余量、

(2) 反应气氛温度: 960 ~ 1010℃、

(3) 反应气氛压力: 6 ~ 10kPa。

之后, 在下述条件下进行第 2 阶段的蒸镀。

(1) 反应气体组成 (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 : 余量、

(2) 反应气氛温度: 920 ~ 1000℃、

(3) 反应气氛压力: 6 ~ 10kPa。

由此, 如果成膜 2 ~ 15 μm 的平均层厚的蒸镀层, 则可形成 $Zr/(Al + Zr)$ 的比值以原子比计为 0.002 ~ 0.01 的改性 AlZrO 层。

【0012】

对于上述改性 AlZrO 层, 用场致发射型扫描电子显微镜进行组织观

察。如图 1(a) 所示, 在垂直于层厚方向的面内观察时, 为晶体粒径大的平板多边形, 另外, 如图 1(b) 所示, 在平行于层厚方向的面内观察时, 形成层表面几乎平坦, 且包括在层厚方向呈竖长状的晶粒(平板多边形竖长状晶粒)的组织结构。由于改性 AlZrO 层的该层表面的平坦性, 与表面存在凹凸的现有 AlZrO 层相比, 耐崩刃性格外提高。

特别是, 在上述改性 AlZrO 层的蒸镀中, 以进一步限定的条件(例如, 第 1 阶段的反应气体中的 H_2S 为 0.50 ~ 0.75 容量%, 反应气氛温度为 980 ~ 1000℃, 第 2 阶段的反应气体中的 ZrCl_4 为 0.6 ~ 0.9 容量%, H_2S 为 0.25 ~ 0.4 容量%, 反应气氛温度为 960 ~ 980℃的条件)进行蒸镀。结果, 如图 1(c) 所示, 在垂直于层厚方向的面内观察时, 为大粒径的平坦六边形。另外, 在平行于层厚方向的面内观察时, 与图 1(b) 所示的相同, 层表面几乎平坦。在层厚方向呈竖长状的晶粒在垂直于层厚方向的面内形成占全体 35% 以上的面积比例的组织结构。

应说明的是, 在现有 AlZrO 层中, 其表面的晶面具有与垂至于该层的层厚方向的面内的晶面(例如(0001))不同的取向(例如, 具有(1-102))。因此, (在平行于层厚方向的面内观察时)如图 2(b) 所示, 层表面存在角锥状的凹凸, 为此, 耐崩刃性变差。

对于该改性 AlZrO 层, 使用场致发射型扫描电子显微镜和电子背散射衍射图像装置, 对存在于表面抛光面的测定范围内的晶粒逐个照射电子射线, 测定包括六方晶晶体点阵的晶体点阵面的各个法线与上述表面抛光面的法线相交的角度。由该测定结果算出相邻晶体点阵相互的晶体取向关系, 算出各个构成晶体点阵界面的构成原子在上述晶体点阵相互间共有 1 个构成原子的阵点(构成原子共有阵点)的分布。用 $\Sigma N + 1$ 表示存在 N 个上述构成原子共有阵点间不共有构成原子的阵点(其中, N 为刚玉型密排六方晶体的晶体结构上 2 以上的偶数, 在分布频率上 N 的上限为 28 时, 不存在 4、8、14、24 和 26 的偶数)的构成原子共有阵点形态时, 如图 3 所示, 可知构成改性 AlZrO 层的上述平板多边形(包括平坦六边形)竖长状晶粒中, 以面积比率计为 60% 以上的晶粒的内部, 被至少一个以上的、 $\Sigma 3$ 对应界面隔断。

在改性 AlZrO 层的平板多边形(包括平坦六边形)竖长状晶粒的内部, 存在上述 $\Sigma 3$ 对应界面。由此, 可实现晶粒内强度的提高。结果, 在高速重切削加工时, 可抑制改性 AlZrO 层中发生崩刃。另外, 即便发

生崩刃，也可以阻碍崩刃的扩大、传播，可实现耐崩刃性、耐缺损性、耐剥离性的提高。

【0013】

因此，在平板多边形（包括平坦六边形）竖长状晶粒的内部存在 $\Sigma 3$ 对应界面，包括具备表面平坦的表面性状的改性 AlZrO 层的本发明上部层，即便在伴有各种钢、铸铁等高发热且对切削刃部作用高负荷的高速重切削加工中，也不会发生崩刃、缺损、剥离等，可长期发挥优异的耐磨性。

但是，如果包括改性 AlZrO 层的上部层的层厚小于 $2\mu\text{m}$ ，则无法充分发挥上述上部层的优异的特性。另一方面，如果上部层的层厚超过 $15\mu\text{m}$ ，则容易发生由不均匀磨损引起的热塑性变形，还容易发生崩刃。因此，将上部层的平均层厚规定为 $2\sim 15\mu\text{m}$ 。

【0014】

应说明的是，对于硬质包覆层的上部层包括现有 AlZrO 层的现有包覆工具，使用场致发射型扫描电子显微镜、电子背散射衍射图像装置，考察上部层的晶粒的组织结构和构成原子共有阵点形态。对于晶粒的组织结构，具有图 2(a)、(b) 所示的角锥状的凹凸，具有包括多边形竖长状的晶粒的组织结构，因此与改性 AlZrO 层相比，耐磨性不充分。

另外，对于晶粒的构成原子共有阵点形态，构成现有 AlZrO 层的凹凸多边形竖长状晶粒的内部存在的 $\Sigma 3$ 对应界面的晶粒的面积比例小至 40% 以下，无法实现晶粒内强度的提高。因此，硬质包覆层的上部层由现有 AlZrO 层构成的现有包覆工具，在伴有高发热的同时对切削刃部作用高负荷的高速重切削加工中，无法防止崩刃、缺损、剥离等的发生，进而无法满足耐磨性。

【0015】

如上所述，本发明的包覆工具，对于构成上部层的改性 AlZrO 层，制成包括具备表面平坦性的平板多边形（包括平坦六边形）竖长状的晶粒的组织结构。进而，在上述晶粒内部形成 $\Sigma 3$ 对应界面，强化了晶粒内强度。因此，与包括凹凸多边形竖长状的晶粒、将晶粒内 $\Sigma 3$ 对应界面少的现有 AlZrO 层作为上部层的现有包覆工具相比，除了现有 AlZrO 层具有的高温硬度、耐热性，还兼具格外优异的高温强度和格外优异的耐磨性。结果，在伴有高发热的同时对切削刃部作用高负荷的高速重切

削条件下切削加工各种钢或铸铁等时,也可以发挥硬质包覆层优异的耐崩刃性、耐缺损性、耐剥离性和优异的耐磨性,可进一步延长使用寿命。

附图说明

图1(a)是对于包括本发明包覆工具1的改性AlZrO层的上部层,在垂直于层厚方向的面内利用场致发射型扫描电子显微镜观察而得到的显示平板多边形的晶粒组织结构的示意图。(b)是同样地在平行于层厚方向的面内利用场致发射型扫描电子显微镜观察而得到的表示层表面几乎平坦、层厚方向呈竖长状的晶粒组织结构的示意图。(c)是对于本发明包覆工具11的包括改性AlZrO层的上部层,在垂直于层厚方向的面内利用场致发射型扫描电子显微镜观察而得到的显示平坦六边形的晶粒组织结构的示意图。

图2(a)对于包括现有包覆工具1的现有AlZrO层的上部层,在垂直于层厚方向的面内利用场致发射型扫描电子显微镜观察而得到的显示多边形的晶粒组织结构的示意图。(b)是同样地在平行于层厚方向的面内利用场致发射型扫描电子显微镜观察而得到的表示层表面具有角锥状的凹凸、层厚方向呈竖长状的晶粒组织结构的示意图。

图3是对于包括本发明包覆工具1的改性AlZrO层的上部层,使用场致发射型扫描电子显微镜和电子背散射衍射图像装置测定的在垂直于厚度方向的面内的晶界解析图。实线表示用场致发射型扫描电子显微镜观察的平板多边形的晶体晶界,虚线表示通过电子背散射衍射图像装置测定的 $\Sigma 3$ 对应界面。

具体实施方式

【0016】

下面,通过实施例更具体地说明本发明的包覆工具。

实施例

【0017】

作为原料粉末,准备平均粒径均为 $2\sim 4\mu\text{m}$ 的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、TaN粉末、和Co粉末。将这些原料粉末按表1所示的配合组成配合。再加入蜡,在丙酮中球磨混合24小时,减压干燥。之后,在98MPa的压力

下冲压成形为规定形状的压粉体。将该压粉体在 5Pa 的真空中、于 1370 ~ 1470℃ 的范围内的规定温度保持 1 小时的条件下真空烧结。烧结后,通过对切削刃部实施 R: 0.07mm 的珩磨加工,分别制造具有 ISO CNMG120408MA 规定的可转位刀片形状 (throw away tip) 形的 WC 硬质合金制的工具基体 A ~ E。

【0018】

另外,作为原料粉末,准备平均粒径均为 0.5 ~ 2 μ m 的 TiC 粉末(以质量比计 TiC/TiN = 50/50)粉末、Mo₂C 粉末、ZrC 粉末、NbC 粉末、TaC 粉末、WC 粉末、Co 粉末、和 Ni 粉末。将这些原料粉末按表 2 所示的配合组成配合。用球磨湿式混合 24 小时,干燥。之后,在 98MPa 的压力下冲压成形为压粉体。将该压粉体在 1.3kPa 的氮气氛中、温度 1540℃ 下保持 1 小时的条件下烧结。烧结后,通过对切削刃部实施 R: 0.07mm 的珩磨加工,形成具有 ISO CNMG120408MA 规定的刀片 (tip) 形状的 TiCN 基金属陶瓷制的工具基体 a ~ e。

【0019】

然后,将这些工具基体 A ~ E 和工具基体 a ~ e 分别装入通常的化学蒸镀装置,首先利用表 3 (表 3 中的 1-TiCN 表示特开平 6-8010 号公报记载的竖长生长晶体组织的 TiCN 层的形成条件,除此之外表示通常的粒状晶体组织的形成条件)所示的条件,以表 6 所示的组合和目标层厚,将 Ti 化合物层蒸镀形成为硬质包覆层的下部层。

接着,利用表 4 所示的蒸镀条件,通过同样地将表 6 所示的目标层厚的改性 AlZrO 层蒸镀形成为硬质包覆层的上部层,分别制造本发明包覆工具 1 ~ 15。

【0020】

另外,为了比较,在与本发明包覆工具 1~15 相同条件下蒸镀形成下部层后,作为硬质包覆层的上部层,在表 5 所示的条件下,以表 7 所示的组合和目标层厚形成 AlZrO 层,由此分别制造现有包覆工具 1 ~ 15。

【0021】

接着,对于构成上述本发明包覆工具 1 ~ 15 和现有包覆工具 1 ~ 15 的硬质包覆层的上部层的改性 AlZrO 层和现有 AlZrO 层,使用场致发射型电子显微镜、电子背散射衍射图像装置,考察晶粒组织结构和构成原子共有阵点形态。

即,首先,对于上述本发明包覆工具 1~15 的改性 AlZrO 层和现有包覆工具 1~5 的现有 AlZrO 层,使用场致发射型扫描电子显微镜观察。对于本发明包覆工具,观察到图 1(a)、(b) 代表性地表示的平板多边形(包括平坦六边形)且竖长状的大粒径的晶粒组织结构(应说明的是,图 1(a) 是垂直于层厚方向的面内观察到的本发明包覆工具 1 的组织结构示意图,而图 1(c) 是垂直于层厚方向的面内观察到的本发明包覆工具 11 的平坦六边形且竖长状的大粒径晶粒组织结构示意图。

另一方面,对于现有包覆工具,如图 2(a)、(b) 代表性地所示,观察到多边形且竖长状的晶粒组织。但是,各晶粒的粒径比本发明的小,且从图 2(b) 可以明显看出层表面形成了角锥状的凹凸(应说明的是,图 2(a)、(b) 是现有包覆工具 1 的组织结构示意图)。

【0022】

接着,对于上述本发明包覆工具 1~15 的改性 AlZrO 层和现有包覆工具 1~5 的现有 AlZrO 层,测定构成各层的晶粒的内部存在 $\Sigma 3$ 对应界面的晶粒的面积比例。

首先,对于上述本发明包覆工具 1~15 的改性 AlZrO 层,以使其表面为抛光面的状态,固定在场致发射型扫描电子显微镜的镜筒内。对上述表面抛光面,以 1nA 的照射电流,向各个上述表面抛光面的测定范围内存在的具有六方晶晶体点阵的晶粒分别以 70 度的入射角度照射 15kV 的加速电压的电子射线。使用电子背散射衍射图像装置,对 $30 \times 50 \mu\text{m}$ 的区域以 $0.1 \mu\text{m}/\text{步}$ 的间隔,测定上述晶粒的各晶体点阵面的各法线与上述表面抛光面的法线相交的角度。由该测定结果,算出相邻晶体点阵相互的晶体取向关系,算出构成晶体点阵界面的各构成原子在上述晶体点阵相互间共有 1 个构成原子的阵点(构成原子共有阵点)的分布。用 $\Sigma N + 1$ 表示存在 N 个(其中, N 为刚玉型密排六方晶体的晶体结构上 2 以上的偶数,在分布频率上 N 的上限为 28 时,不存在 4、8、14、24 和 26 的偶数。)上述构成原子共有阵点间不共有构成原子的阵点的构成原子共有阵点形态时,求出改性 AlZrO 层的测定范围内存在的所有晶粒中,在晶粒内部存在至少一个以上的 $\Sigma 3$ 对应界面的晶粒的面积比例,将其值示于表 6。

接着,对于现有包覆工具 1~15 的现有 AlZrO 层,也通过与本发明包覆工具时的相同的方法,求出现有 AlZrO 层的测定范围内存在的所有

晶粒中，在晶粒内部存在至少一个以上的 $\Sigma 3$ 对应界面的晶粒的面积比例，将其值示于表 7。

【0 0 2 3】

如表 6、表 7 所示，在本发明包覆工具的改性 AlZrO 层中，存在 $\Sigma 3$ 对应界面的晶粒的面积比例为 60 % 以上。与此相对，在现有包覆工具的现有 AlZrO 层中，存在 $\Sigma 3$ 对应界面的晶粒的面积比例为 40 % 以下。可知晶粒内部存在的 $\Sigma 3$ 对应界面率非常小。

【0 0 2 4】

进而使用扫描型电子显微镜测定(纵切面测定)本发明包覆工具 1 ~ 15 和现有包覆工具 1 ~ 15 的硬质包覆层的构成层的厚度。均显示了与目标层厚基本相同的平均层厚(测定 5 点的平均值)。

另外，对于本发明包覆工具 11 ~ 15 改性 AlZrO 层，使用场致发射型扫描电子显微镜，求出垂直于层厚方向的面内存在的大粒径平坦六边形晶粒的面积比例，将其值示于表 6。

应说明的是，本发明所说的“大粒径的平坦六边形”的晶粒是指“计测通过场致发射型扫描电子显微镜观察的垂直于厚度方向的面内存在的粒子的直径，10 个粒子的平均值为 3 ~ 8 μm ，具有顶点的角度为 100 ~ 140° 的 6 个顶角的多边形。”。

【0 0 2 5】

接着，对于上述本发明包覆工具 1 ~ 15 和现有包覆工具 1 ~ 15 的各种包覆工具，均在工具钢制车刀的前端部用固定夹具螺栓固定，在该状态下进行以下试验。

[切削条件 A]

被切削材料：JIS S45C 的圆棒

切削速度：450m/min

切深：2.5mm

进给：0.7mm/rev

切削时间：8 分钟

在上述条件下进行碳素钢的干式高速高进给切削试验(通常的切削速度和进给量分别是 250m/min、0.3mm/rev)。

[切削条件 B]

被切削材料：JIS SCM440 的圆棒

切削速度：320m/min

切深：2.2mm

进给：0.3mm/rev

切削时间：5 分钟

在上述条件下进行铬钼合金钢的干式高速高切深切削试验（通常的切削速度和切深量分别是 250m/min、1.5mm）。

[切削条件 C]

被切削材料：JIS FC300 的圆棒

切削速度：545m/min

切深：5.6mm

进给：0.6mm/rev

切削时间：5 分钟

在上述条件下进行铸铁的湿式高速高切深切削试验（通常的切削速度和切深量分别是 350m/min、2.5mm）。

所有的切削试验均测定切削刃的后刀面磨耗宽度。该测定结果见表 8。

【0026】

表 1

类别		配合组成 (质量%)									
		Co	TiC	ZrC	VC	TaC	NbC	Cr ₃ C ₂	TiN	TaN	WC
工具 基体	A	7	-	-	-	-	-	-	-	-	余量
	B	5.7	-	-	-	1.5	0.5	-	1.2	-	余量
	C	5.7	2.3	-	-	-	-	1	-	-	余量
	D	8.5	-	0.5	-	-	-	0.5	-	-	余量
	E	12.5	2	-	-	-	-	-	1	2	余量

【0027】

表 2

类别		配合组成 (质量%)							
		Co	Ni	ZrC	TaC	NbC	Mo ₂ C	WC	TiCN
工 具 基 体	a	12	6	-	10	-	10	16	余量
	b	7	7	-	5	-	7.5	-	余量
	c	5	-	-	-	1	6	10	余量
	d	9	6	-	11	2	-	-	余量
	e	8	5	1	8	-	10	10	余量

【0028】

表 3

硬质包覆层的 下部层	形成条件 (反应气氛的压力用 kPa 表示, 温度用℃表示)		
	反应气体组成 (容量%)	反应气氛	
		压力	温度
TiC 层	TiCl ₄ : 4.2%, CH ₄ : 8.5%, H ₂ : 余量	7	1020
TiN 层(第 1 层)	TiCl ₄ : 4.2%, N ₂ : 30%, H ₂ : 余量	30	900
TiN 层(其他层)	TiCl ₄ : 4.2%, N ₂ : 35%, H ₂ : 余量	50	1040
1- TiC _{0.5} N _{0.5} 层	TiCl ₄ : 4.2%, N ₂ : 20%, CH ₃ CN: 0.6%, H ₂ : 余量	7	900
TiCN 层	TiCl ₄ : 4.2%, N ₂ : 20%, CH ₄ : 4%, H ₂ : 余量	12	1020
TiCO 层	TiCl ₄ : 4.2%, CO: 4%, H ₂ : 余量	7	1020
TiCNO 层	TiCl ₄ : 4.2%, CO: 3%, CH ₄ : 3%, N ₂ : 20%, H ₂ : 余量	20	1020

【 0 0 2 9 】

表 4

改性 Al ₂ O ₃ 层		形成条件 (反应气氛的压力用 kPa 表示, 温度用 °C 表示)	
形成符号	反应气体组成 (容量%)	反应气氛	
		压力	温度
A	第 1 阶段	AlCl ₃ : 1%, HCl: 3%, CO ₂ : 2%, H ₂ S: 0. 3%, H ₂ : 余量	6 1010
	第 2 阶段	AlCl ₃ : 6%, ZrCl ₄ : 1. 2%, HCl: 3%, CO ₂ : 5%, H ₂ S: 0. 4%, H ₂ : 余量	6 950
B	第 1 阶段	AlCl ₃ : 2%, HCl: 4%, CO ₂ : 3%, H ₂ S: 0. 25%, H ₂ : 余量	10 1000
	第 2 阶段	AlCl ₃ : 7%, ZrCl ₄ : 1. 0%, HCl: 4%, CO ₂ : 6%, H ₂ S: 0. 3%, H ₂ : 余量	8 970
C	第 1 阶段	AlCl ₃ : 4%, HCl: 5%, CO ₂ : 4%, H ₂ S: 0. 5%, H ₂ : 余量	10 980
	第 2 阶段	AlCl ₃ : 8%, ZrCl ₄ : 0. 8%, HCl: 4%, CO ₂ : 6%, H ₂ S: 0. 25%, H ₂ : 余量	10 920
D	第 1 阶段	AlCl ₃ : 5%, HCl: 1%, CO ₂ : 6%, H ₂ S: 0. 75%, H ₂ : 余量	9 960
	第 2 阶段	AlCl ₃ : 10%, ZrCl ₄ : 0. 6%, HCl: 3%, CO ₂ : 8%, H ₂ S: 0. 6%, H ₂ : 余量	9 1000
E	第 1 阶段	AlCl ₃ : 2%, HCl: 2%, CO ₂ : 4%, H ₂ S: 0. 6%, H ₂ : 余量	8 980
	第 2 阶段	AlCl ₃ : 9%, ZrCl ₄ : 0. 9%, HCl: 5%, CO ₂ : 5%, H ₂ S: 0. 25%, H ₂ : 余量	8 960
F	第 1 阶段	AlCl ₃ : 3%, HCl: 3%, CO ₂ : 5%, H ₂ S: 0. 75%, H ₂ : 余量	7 990
	第 2 阶段	AlCl ₃ : 8%, ZrCl ₄ : 0. 7%, HCl: 4%, CO ₂ : 4%, H ₂ S: 0. 3%, H ₂ : 余量	7 970

【 0 0 3 0 】

表 5

现有 AlZrO 层		形成条件 (反应气氛的压力用 kPa 表示, 温度用℃表示)		
形成符号		反应气体组成 (容量 %)	反应气氛	
			压力	温度
a	第 1 阶段	AlCl ₃ :2. 3%, ZrCl ₄ :0. 13%, HCl:2. 0%, CO ₂ :4%, H ₂ S:0. 2%, H ₂ :余量	10	800
	第 2 阶段	AlCl ₃ :2. 3%, ZrCl ₄ :0. 1%, HCl:2. 0%, CO ₂ :7%, H ₂ S:0. 1%, H ₂ :余量	6	1020
b	第 1 阶段	AlCl ₃ :2. 7%, ZrCl ₄ :0. 08%, HCl:1. 5%, CO ₂ :5%, H ₂ S:0. 1%, H ₂ :余量	8	750
	第 2 阶段	AlCl ₃ :2. 7%, ZrCl ₄ :0. 13%, HCl:1. 5%, CO ₂ :8%, H ₂ S:0. 2%, H ₂ :余量	8	1030
c	第 1 阶段	AlCl ₃ :3. 5%, ZrCl ₄ :0. 05%, HCl:2. 5%, CO ₂ :3%, H ₂ S:0. 15%, H ₂ :余量	9	840
	第 2 阶段	AlCl ₃ :3. 5%, ZrCl ₄ :0. 08%, HCl:2. 5%, CO ₂ :5%, H ₂ S:0. 15%, H ₂ :余量	9	1050
d	第 1 阶段	AlCl ₃ :4%, ZrCl ₄ :0. 02%, HCl:3. 0%, CO ₂ :1%, H ₂ S:0. 05%, H ₂ :余量	6	900
	第 2 阶段	AlCl ₃ :4%, ZrCl ₄ :0. 02%, HCl:3. 0%, CO ₂ :3%, H ₂ S:0. 05%, H ₂ :余量	10	1040

【0031】

表6

类别		工具 基体 符号	硬质包覆层								
			下部层 (Ti化合物层)				上部层 (改性AlZrO层)				
			第1层 (μm)	第2层 (μm)	第3层 (μm)	第4层 (μm)	上部层 形成符号	Zr的含有比例 [Zr/ (Al+Zr)] (原子比)	目标层厚 (μm)	内部具有 $\Sigma 3$ 对应界面的 晶粒比例 (面积%)	平坦六边形 晶粒的 面积比例 (面积%)
本 发 明 包 覆 工 具	1	a	TiN (1)	I-TiCN (17.5)	TiN (1)	TiCNO (0.5)	A	0.01	2	60	0
	2	A	TiCN (1)	I-TiCN (8.5)	TiCO (0.5)	—	C	0.004	15	84	20
	3	b	TiN (1)	I-TiCN (4)	TiC (4)	TiCNO (1)	B	0.006	8	77	15
	4	B	TiC (1)	I-TiCN (9)	—	—	D	0.002	7	73	18
	5	c	TiN (1)	I-TiCN (4.5)	TiCNO (0.5)	—	A	0.008	9	80	16
	6	C	TiN (0.5)	I-TiCN (1.5)	TiC (0.5)	TiCNO (0.5)	D	0.003	11	86	7
	7	d	TiN (0.5)	I-TiCN (10)	TiC (2)	TiCNO (0.3)	B	0.005	13	90	25
	8	D	TiN (1)	TiCN (19)	—	—	C	0.004	4	64	10
	9	e	TiC (0.5)	I-TiCN (9)	TiCO (0.5)	—	A	0.007	5	62	0
	10	E	TiN (1)	TiC (1)	TiCN (7)	TiCO (1)	B	0.006	12	88	5
	11	A	TiN (0.3)	I-TiCN (5)	TiCNO (0.7)	TiCO (0.1)	E	0.005	5	72	35
	12	a	TiN (1)	I-TiCN (10)	TiCO (0.5)	—	F	0.004	7	83	57
	13	B	TiN (0.5)	I-TiCN (12)	TiN (0.5)	TiCNO (0.2)	F	0.003	6	89	73
	14	b	TiN (0.6)	I-TiCN (7)	TiCNO (0.3)	—	E	0.005	8	78	80
	15	C	TiN (0.4)	I-TiCN (3)	TiCN (0.5)	TiCO (0.1)	F	0.004	10	74	62

(下部层的栏目的括号内数字是目标层厚)

【0032】

表 7

类别	工具 基体 符号	硬质包覆层							
		下部层 (Ti化合物层)				上部层 (现有AlZrO层)			
		第1层 (μm)	第2层 (μm)	第3层 (μm)	第4层 (μm)	上部层 形成符号	Zr的 含有比例 [Zr/ (Al+Zr)] (原子比)	目标层厚 (μm)	内部具有 $\Sigma 3$ 对应界面的 晶粒比例 (面积%)
现有 包 覆 工 具	1	与本发明包覆工具1相同				a	0.04	3	6
	2	与本发明包覆工具 2相同				b	0.02	14	38
	3	与本发明包覆工具 3相同				c	0.009	10	35
	4	与本发明包覆工具 4相同				d	0.003	9	21
	5	与本发明包覆工具 5相同				c	0.008	8	17
	6	与本发明包覆工具 6相同				d	0.004	12	8
	7	与本发明包覆工具 7相同				a	0.05	15	12
	8	与本发明包覆工具 8相同				b	0.01	6	7
	9	与本发明包覆工具 9相同				a	0.05	2	2
	10	与本发明包覆工具 10相同				b	0.015	7	5
	11	与本发明包覆工具 11相同				c	0.008	5	20
	12	与本发明包覆工具 12相同				d	0.004	8	18
	13	与本发明包覆工具 13相同				a	0.06	11	15
	14	与本发明包覆工具 14相同				c	0.007	4	10
	15	与本发明包覆工具 15相同				d	0.003	7	9

【 0 0 3 3 】

表 8

类别		后刀面磨耗宽度(mm)			类别		切削试验结果(分钟)		
		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)
本发明包覆工具	1	0.43	0.41	0.38	现有包覆工具	1	2.0*	0.8*	1.0*
	2	0.42	0.42	0.43		2	6.5*	3.2*	3.6*
	3	0.21	0.18	0.20		3	6.0	3.0	3.5
	4	0.20	0.19	0.22		4	6.2	2.8	3.2
	5	0.19	0.20	0.18		5	6.5	3.2	3.4
	6	0.25	0.26	0.24		6	5.0*	2.2*	2.5*
	7	0.26	0.25	0.27		7	4.8*	2.4*	2.2*
	8	0.34	0.33	0.32		8	4.0	2.0	2.3
	9	0.33	0.31	0.30		9	2.8	1.0	1.5
	10	0.27	0.28	0.27		10	2.5	1.5	1.8
	11	0.16	0.16	0.15		11	3.0	2.5	3.2*
	12	0.12	0.13	0.13		12	3.2	2.0	3.0
	13	0.13	0.12	0.11		13	3.0*	1.8*	2.5
	14	0.10	0.11	0.12		14	2.2	1.2	2.0*
	15	0.11	0.12	0.11		15	2.6	1.5	2.0*

现有包覆工具的切削试验结果表示直至崩刃或由于后刀面磨耗(寿命判定基准:后刀面磨耗宽度为 0.5mm)而达到寿命为止的切削时间(分钟)。

应说明的是,栏中的*符号表示由于崩刃而达到寿命的情况。

【 0 0 3 4 】

由表 6~8 所示的结果得到如下结论。本发明的包覆工具,其构成上部层的含 Zr 的氧化铝层(改性 AlZrO 层)作为平板多边形(平坦六

边形) 竖长状的晶粒的组织结构而构成, 而且晶粒内部存在至少一个以上的 $\Sigma 3$ 对应界面的晶粒的面积比例高。由此, 除了现有包覆工具的现有 AlZrO 层具有的高温硬度、高温强度、耐热性, 还兼具格外优异的表面平坦性和格外优异的高温强度。结果, 在伴有高热发的同时对切削刃部作用高负荷的高速重切削条件下的切削加工中使用各种钢或铸铁等时, 硬质包覆层也可以发挥优异的耐崩刃性、耐缺损性、耐剥离性和格外优异的耐磨性, 可进一步延长使用寿命。与此相对, 对于蒸镀形成现有 AlZrO 层作为硬质包覆层的上部层的现有包覆工具 1~15, 在高速重切削条件下, 高温强度不充分, 同时易于促进磨耗, 结果在较短时间内达到使用寿命。

【0035】

如上所述, 本发明的包覆工具, 不要说在各种钢或铸铁等的通常条件下的切削加工, 即便是伴有特别高热发的同时对切削刃部作用高负荷的高速重切削条件下的切削加工中, 硬质包覆层也显示出格外优异的耐磨性, 经长期使用可发挥优异的切削性。因此, 可令人十分满意地应对切削装置的高性能化以及切削加工的省力化和节能化、以及低成本化。

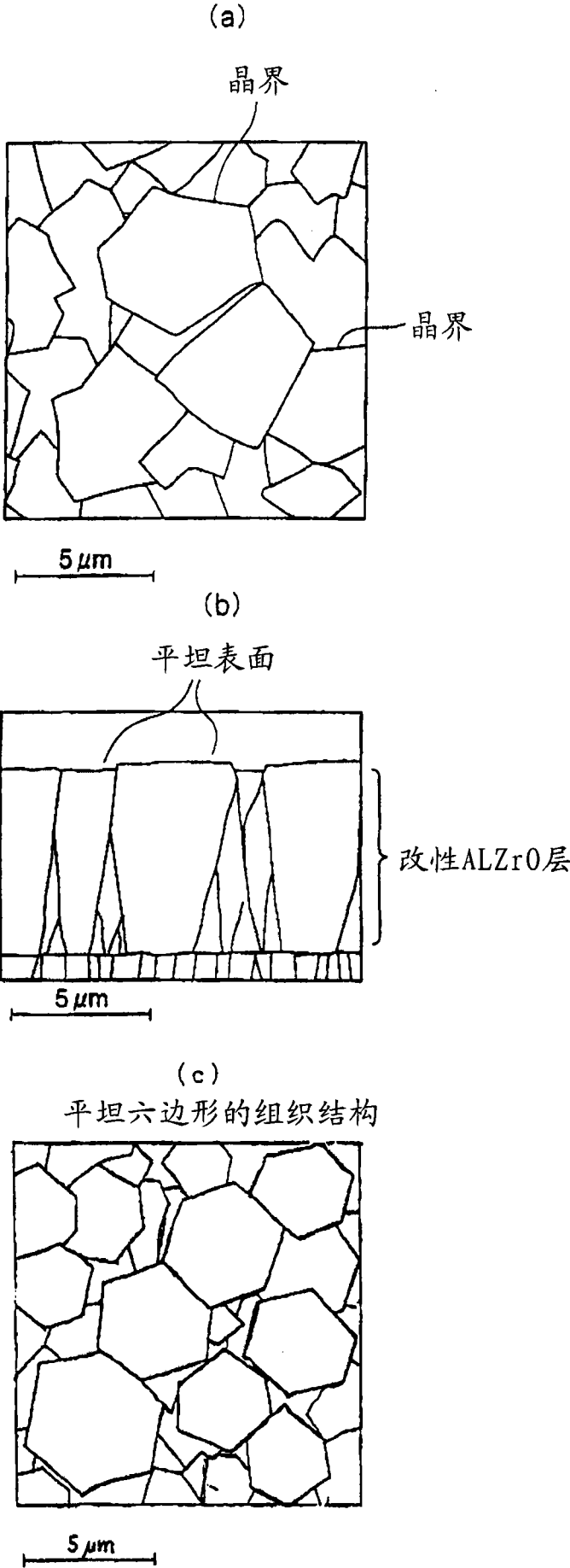


图 1

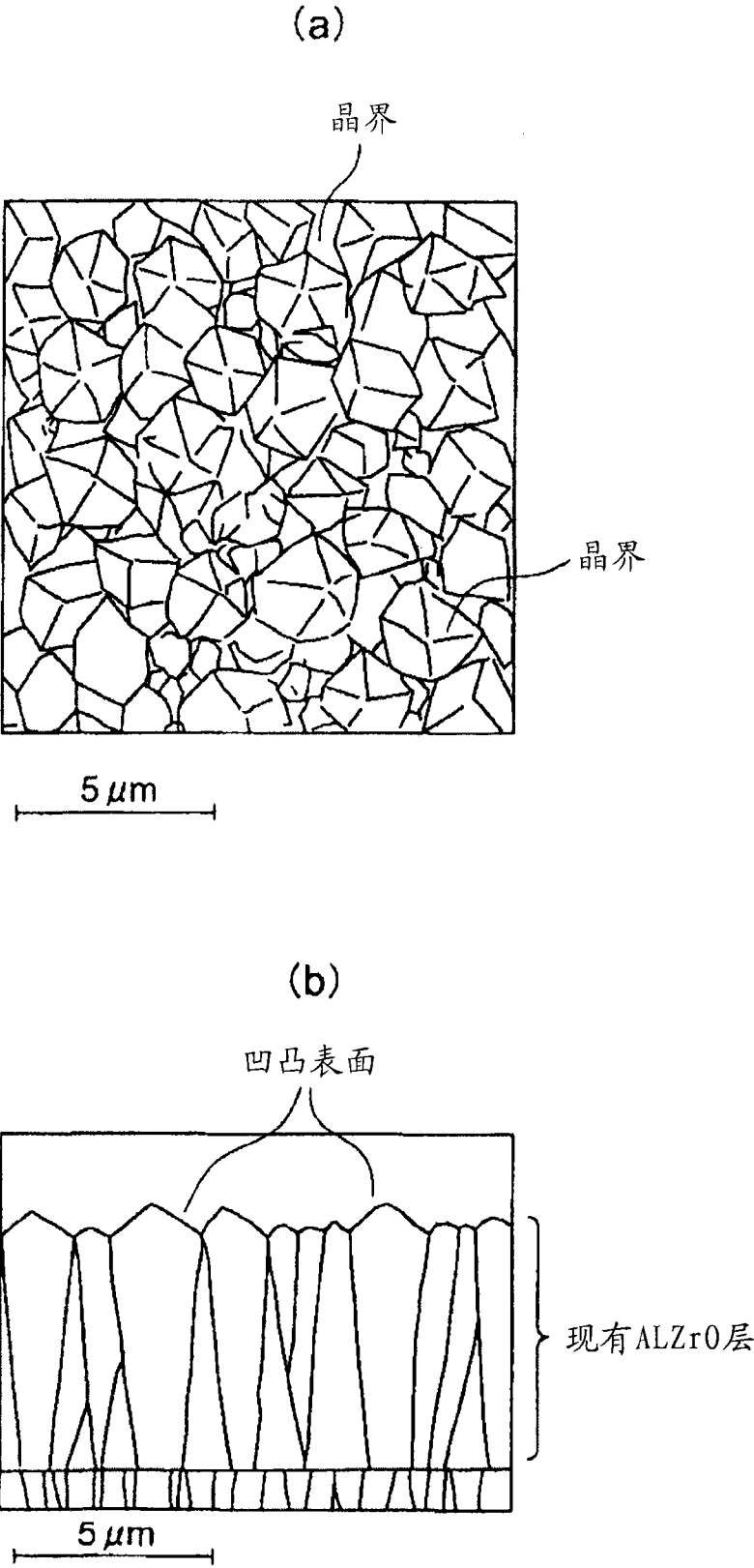


图 2

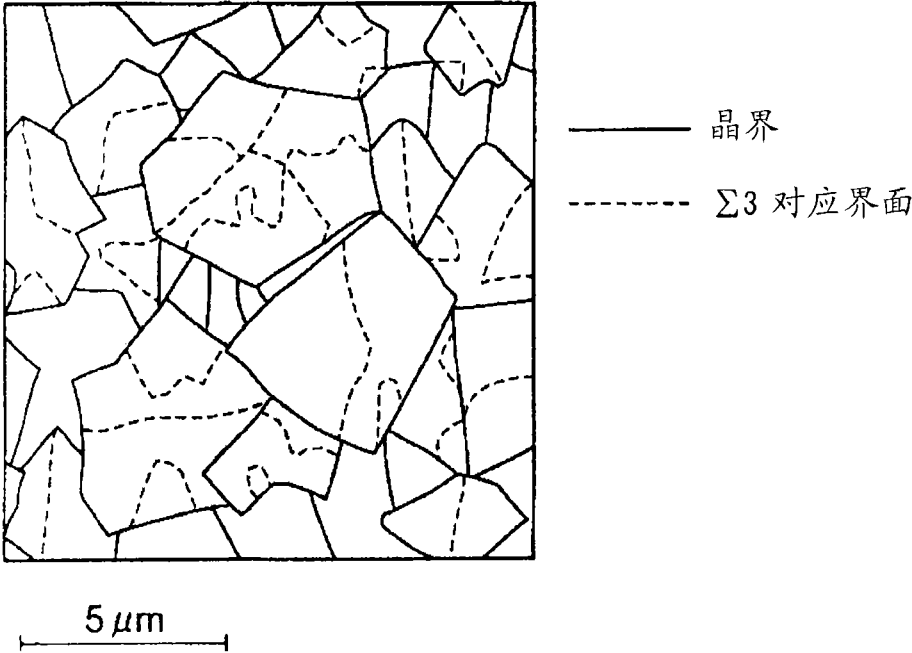


图 3