

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4569745号  
(P4569745)

(45) 発行日 平成22年10月27日(2010.10.27)

(24) 登録日 平成22年8月20日(2010.8.20)

(51) Int.Cl.		F I	
<b>B 2 3 C</b>	<b>5/16</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 3 C 5/16
<b>B 2 3 B</b>	<b>27/14</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 3 B 27/14 A
<b>C 2 3 C</b>	<b>16/30</b>	<b>(2006.01)</b>	C 2 3 C 16/30

請求項の数 1 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2004-178074 (P2004-178074)	(73) 特許権者	000006264
(22) 出願日	平成16年6月16日(2004.6.16)		三菱マテリアル株式会社
(65) 公開番号	特開2005-279913 (P2005-279913A)		東京都千代田区大手町一丁目3番2号
(43) 公開日	平成17年10月13日(2005.10.13)	(74) 代理人	100076679
審査請求日	平成19年3月30日(2007.3.30)		弁理士 富田 和夫
(31) 優先権主張番号	特願2003-424403 (P2003-424403)	(72) 発明者	対馬 文雄
(32) 優先日	平成15年12月22日(2003.12.22)		茨城県那珂郡那珂町向山1002-14
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		三菱マテリアル株式会社 総合研究所那珂 研究センター内
(31) 優先権主張番号	特願2004-58684 (P2004-58684)	(72) 発明者	早樋 拓也
(32) 優先日	平成16年3月3日(2004.3.3)		茨城県那珂郡那珂町向山1002-14
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		三菱マテリアル株式会社 総合研究所那珂 研究センター内

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サーメット製切削工具

(57) 【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) 下部層として、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3~20μmの合計平均層厚を有するTi化合物層、

(b) 上部層として、化学蒸着形成した状態で 型または 型の結晶構造を有し、かつ、組成式： $(Al_{1-x}Ti_x)_2O_3$ 、

で表わした場合、電子線マイクロアナライザー(EPMA)で測定して、X値が原子比で 0.01~0.05を満足するAl-Ti酸化物層の表面に、

組成式： $TiO_y$ 、

で表わした場合、オージェ分光分析装置で測定して、Y値がTiに対する原子比で1.2~1.9、を満足するTi酸化物層を0.05~1.5μmの平均層厚で化学蒸着形成した状態で、加熱変態処理を施して、前記 型または 型の結晶構造を有するAl-Ti酸化物層の結晶構造を 型結晶構造に変態してなると共に、

電界放出型走査電子顕微鏡を用い、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、電子後方散乱回折像装置を用いて、所定領域を0.1μm/stepの間隔で、前記表面研磨面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である(0001)面の法線がなす傾斜角を測定し、前記測定傾斜角のうち、0~45度の範囲

10

20

内にある測定傾斜角を0.25度のピッチ毎に区分すると共に、各区分内に存在する度数を集計してなる傾斜角度数分布グラフにおいて、2.50～10.00度の範囲内の傾斜角区分に最高ピークが存在すると共に、0～10度の範囲内に存在する度数の合計が、傾斜角度数分布グラフにおける度数全体の45～88%の割合を占める傾斜角度数分布グラフを示し、かつ1～15μmの平均層厚を有する加熱変態型Al-Ti酸化物層、以上(a)および(b)で構成された硬質被覆層を形成してなる硬質被覆層がすぐれた耐チップング性を有する表面被覆サーメット製切削工具。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

この発明は、特に鋼や鋳鉄などの高速断続切削加工で、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サーメット製切削工具（以下、被覆サーメット工具という）に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来、一般に、炭化タングステン（以下、WCで示す）基超硬合金または炭窒化チタン（以下、TiCNで示す）基サーメットで構成された基体（以下、これらを総称して工具基体という）の表面に、

(a) 下部層として、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、

(b) 上部層として、化学蒸着形成した状態で型の結晶構造を有し、かつ1～15μmの平均層厚を有する蒸着型酸化アルミニウム（以下、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>で示す）層、以上(a)および(b)で構成された硬質被覆層を形成してなる被覆サーメット工具が知られており、この被覆サーメット工具が、例えば各種の鋼や鋳鉄などの連続切削や断続切削に用いられていることも知られている。

【0003】

また、一般に、上記の被覆サーメット工具の硬質被覆層を構成するTi化合物層や蒸着型Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層が粒状結晶組織を有し、さらに、前記Ti化合物層を構成するTiCN層を、層自身の一段の強度向上を目的として、通常の化学蒸着装置にて、反応ガスとして有機炭窒化物、例えばCH<sub>3</sub>CNを含む混合ガスを使用し、700～950の中温温度域で化学蒸着することにより形成して縦長成長結晶組織をもつようにすることも知られている。

【特許文献1】特開平6-31503号公報

【特許文献2】特開平6-8010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速化の傾向にあるが、上記の従来被覆サーメット工具においては、これを鋼や鋳鉄などの通常の条件での連続切削や断続切削に用いた場合には問題はないが、特にこれを切削条件の最も厳しい高速断続切削、すなわち切刃部にきわめて短いピッチで繰り返し機械的熱的衝撃の加わる高速断続切削に用いた場合、硬質被覆層の下部層であるTi化合物層は高温強度を有し、すぐれた耐チップング性を示すものの、同上部層を構成する蒸着型Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、高温硬さおよび耐熱性にすぐれるが、機械的熱的衝撃に対してきわめて脆いものであるために、これが原因で硬質被覆層にはチップング（微小欠け）が発生し易くなり、この結果比較的短時間で使用寿命に至るのが現状である。

10

20

30

40

50

## 【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、上記の被覆サーメット工具の硬質被覆層の上部層を構成する蒸着型  $Al_2O_3$  層の耐チップング性向上をはかるべく研究を行った結果、

工具基体の表面に、通常の化学蒸着装置で、下部層として、通常の条件で、上記 Ti 化合物層を形成した後、同じく通常の条件で、型または型の結晶構造を有し、かつ、

組成式： $(Al_{1-x}Ti_x)_2O_3$ 、

で現した場合、電子線マイクロアナライザー (EPMA) で測定して、X 値が原子比で、 $0.01 \sim 0.05$  を満足する Al - Ti 酸化物 [以下、 $(Al, Ti)_2O_3$  で示す] 層を蒸着形成し、

ついで、上記  $(Al, Ti)_2O_3$  層の表面に、同じく化学蒸着装置にて、

反応ガス組成：体積%で、 $TiCl_4$ ： $0.2 \sim 3\%$ 、 $CO_2$ ： $0.2 \sim 10\%$ 、

$Ar$ ： $5 \sim 50\%$ 、 $H_2$ ：残り、

反応雰囲気温度： $900 \sim 1020$ 、

反応雰囲気圧力： $7 \sim 30$  kPa、

時間： $25 \sim 100$  分、

の条件で処理して、

組成式： $TiO_y$ 、

で表わした場合、オージェ分光分析装置で測定して、Y 値が Ti に対する原子比で  $1.2 \sim 1.9$ 、を満足する Ti 酸化物層を  $0.05 \sim 1.5 \mu m$  の平均層厚で形成し、

この状態で、加熱変態処理、望ましくは圧力： $7 \sim 50$  kPa の Ar 雰囲気中、温度： $1000 \sim 1200$  に  $10 \sim 120$  分間保持の条件で加熱変態処理を施して、

上記型または型の結晶構造の  $(Al, Ti)_2O_3$  層を型結晶構造の  $(Al, Ti)_2O_3$  層に変態させると、前記変態前の  $(Al, Ti)_2O_3$  層の表面に形成した Ti 酸化物層の作用で前記型または型の結晶構造から型結晶構造への変態が全面同時に発生し、かつ前記加熱変態の進行が著しく促進されることから、変態時に発生する割れ (クラック) が同時発生的に形成されるので、きわめて微細に、かつ一様に分散分布した状態となると共に、構成成分である Ti の作用で前記加熱変態時の結晶成長が抑制され、むしろ結晶の微細化が図られるようになり、この結果形成された加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層は、変態発生割れおよび結晶粒に関して、層全体に亘って微細にして、均一化された組織を有するようになるので、機械的熱的衝撃に対してきわめて強固なものとなり、この結果としてすぐれた耐チップング性を具備するようになり、したがって、硬質被覆層の上部層が前記加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層、下部層が上記 Ti 化合物層 (この Ti 化合物層には上記の条件での加熱変態処理では何らの変化も起らない) で構成された被覆サーメット工具は、特に激しい機械的熱的衝撃を伴う高速断続切削加工でも、前記加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層が、型  $Al_2O_3$  層の本来具備するすぐれた高温硬さおよび耐熱性と同等の高温硬さと耐熱性を具備した状態で、すぐれた耐チップング性を発揮することから、高強度を有する前記 Ti 化合物層の共存と相俟って、硬質被覆層におけるチップング発生が著しく抑制され、長期に亘ってすぐれた耐摩耗性を示すようになること。

## 【0006】

(b) 上記の従来蒸着型  $Al_2O_3$  層および上記 (a) の加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層について、

電界放出型走査電子顕微鏡を用い、図 1 (a), (b) に概略説明図で示される通り、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、電子後方散乱回折像装置を用いて、所定領域を  $0.1 \mu m / step$  の間隔で、前記表面研磨面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である  $(0001)$  面の法線がなす傾斜角を測定し、前記測定傾斜角のうち、 $0 \sim 45$  度の範囲内にある測定傾斜角を  $0.25$  度のピッチ毎に区分すると共に、各区分内に存在する度数を集計してなる傾斜角度数分布グラフ

10

20

30

40

50

を作成した場合、前記従来の蒸着型  $Al_2O_3$  層は、図3に例示される通り、(0001)面の測定傾斜角の分布が0~45度の範囲内で不偏的な傾斜角度数分布グラフを示すのに対して、前記加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層は、図2に例示される通り、傾斜角区分の特定位置にシャープな最高ピークが現れ、このシャープな最高ピークは、Ti酸化物層の組成式： $TiO_Y$ におけるY値を変化させることによりグラフ横軸の傾斜角区分に現れる位置および高さが変わること。

【0007】

(c)試験結果によれば、上記Ti酸化物層の組成式： $TiO_Y$ におけるY値を、上記の通りTiに対する原子比で1.2~1.9とすると、上記シャープな最高ピークが傾斜角区分の2.50~10.00度の範囲内に現れると共に、0~10度の範囲内に存在する度数の合計(この度数合計と前記最高ピークの高さは比例関係にある)が、傾斜角度数分布グラフにおける度数全体の45~88%の割合を占める傾斜角度数分布グラフを示すようになり、この結果の傾斜角度数分布グラフで0~10度の範囲内の傾斜角度数の割合が45~88%を占め、かつ前記2.50~10.00度の範囲内に傾斜角区分の最高ピークが現れる加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層を硬質被覆層の上部層として、下部層のTi化合物層と共存した状態で蒸着形成してなる被覆サーメット工具は、上記の従来被覆サーメット工具に比して、特に高速断続切削で切削部にチッピングの発生なく、一段とすぐれた耐摩耗性を発揮するようになること。

以上(a)~(c)に示される研究結果を得たのである。

【0008】

この発明は、上記の研究結果に基づいてなされたものであって、WC基超硬合金またはTiCN基サーメットで構成された工具基体の表面に、

(a)下部層として、いずれも化学蒸着形成されたTiC層、TiN層、TiCN層、TiCO層、およびTiCNO層のうちの1層または2層以上からなり、かつ3~20 $\mu$ mの合計平均層厚を有するTi化合物層、

(b)上部層として、化学蒸着形成した状態で型または型の結晶構造を有し、かつ、組成式： $(Al_{1-x}Ti_x)_2O_3$ 、

で表わした場合、電子線マイクロアナライザー(EPMA)で測定して、X値が原子比で0.01~0.05を満足する  $(Al, Ti)_2O_3$  層の表面に、

組成式： $TiO_Y$ 、

で表わした場合、オージェ分光分析装置で測定して、Y値がTiに対する原子比で1.2~1.9、を満足するTi酸化物層を0.05~1.5 $\mu$ mの平均層厚で化学蒸着形成した状態で、加熱変態処理を施して、前記型または型の結晶構造を有する  $(Al, Ti)_2O_3$  層の結晶構造を型結晶構造に変態してなると共に、

電界放出型走査電子顕微鏡を用い、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、電子後方散乱回折像装置を用いて、所定領域を0.1 $\mu$ m/stepの間隔で、前記表面研磨面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である(0001)面の法線がなす傾斜角を測定し、前記測定傾斜角のうち、0~45度の範囲内にある測定傾斜角を0.25度のピッチ毎に区分すると共に、各区分内に存在する度数を集計してなる傾斜角度数分布グラフにおいて、2.50~10.00度の範囲内の傾斜角区分に最高ピークが存在すると共に、0~10度の範囲内に存在する度数の合計が、傾斜角度数分布グラフにおける度数全体の45~88%の割合を占める傾斜角度数分布グラフを示し、かつ1~15 $\mu$ mの平均層厚を有する加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層、以上(a)および(b)で構成された硬質被覆層を形成してなる、硬質被覆層がすぐれた耐チッピング性を発揮する被覆サーメット工具に特徴を有するものである。

【0009】

つぎに、この発明の被覆サーメット工具の硬質被覆層の構成層について、上記の通りに数値限定した理由を以下に説明する。

(a)下部層(Ti化合物層)の平均層厚

Ti化合物層は、自体がすぐれた高強度を有し、これの存在によって硬質被覆層が高強度

10

20

30

40

50

を具備するようになるほか、工具基体と上部層である加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  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寄与する作用をもつが、その合計平均層厚が  $3\ \mu m$  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  $20\ \mu m$  を越えると、特に高熱発生を伴う高速断熱切削で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  $3\sim 20\ \mu m$  と定めた。

#### 【0010】

(b) Ti 酸化物層の組成 (Y 値) および平均層厚

Ti 酸化物層は、上記の通り蒸着型または型  $(Al, Ti)_2O_3$  層の加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層への加熱変態を全面同時に発生させて、加熱変態時に発生する割れを微細化および均一化するほか、前記加熱変態を促進し、処理時間の短縮化によって結晶粒の成長を抑制する作用を有し、さらに、前記 Ti 酸化物層には、組成式:  $TiO_Y$  における Y 値を、上記の通り Ti に対する原子比で  $1.2\sim 1.9$  とすると、試験結果によれば、これに対応して、傾斜角度数分布グラフにおける  $2.50\sim 10.00$  度の傾斜角区分範囲内に測定傾斜角の最高ピークが現れ、かつ  $0\sim 10$  度の傾斜角区分内に存在する度数の合計割合が、傾斜角度数分布グラフにおける度数全体の  $45\sim 88\%$  となる傾斜角度数分布グラフを示す作用があり、したがって、前記 Y 値が  $1.2$  未満では、前記加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層の傾斜角度数分布グラフの  $2.50\sim 10.00$  度の範囲内に現れるピーク高さが不十分、すなわち、前記  $0\sim 10$  度の範囲内に存在する度数の合計割合が、傾斜角度数分布グラフにおける度数全体の  $45\%$  未満となってしまう、この場合上記の通り、前記加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層に所望のすぐれた高温強度を確保することができず、この結果耐チップング性に所望の向上効果が得られず、一方その Y 値が  $1.9$  を越えると、最高ピークの現れる傾斜角区分が  $10$  度を越えた傾斜角区分 になってしまい、この場合も前記加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層に所望のすぐれた高温強度を確保することができないことから、その Y 値を Ti に対する原子比で  $1.2\sim 1.9$  と定めた。

また、この場合上記 Ti 酸化物層の平均層厚が  $0.05\ \mu m$  未満では上記の作用を十分に発揮させることができず、一方前記作用は  $1.5\ \mu m$  の平均層厚で十分であり、これ以上の厚さは不必要であることから、その平均層厚を  $0.05\sim 1.5\ \mu m$  と定めた。

#### 【0011】

(c) 上部層 [加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層] の Ti の含有割合および平均層厚  
加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層は、構成成分である Al の作用ですぐれた高温硬さと耐熱性を具備し、同 Ti の作用で加熱変態時の結晶成長が抑制され、結晶が微細化された状態にあるので、加熱変態発生割れの均一微細分布と相俟って、すぐれた耐摩耗性と耐チップング性を具備するようになるが、Ti の含有割合 (X 値) が、Al との含量に占める割合で、原子比で (以下同じ)  $0.01$  未満では、十分な結晶微細化効果を発揮することができず、一方 Ti の含有割合が同  $0.05$  を越えると、六方晶結晶格子に乱れが生じ、加熱変態処理での型または型結晶構造から型結晶構造への変態を満足に行うことが困難になることから、Ti の含有割合 (X 値) を  $0.01\sim 0.05$  と定めた。

また、加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層の平均層厚が  $1\ \mu m$  未満では、硬質被覆層に十分な耐摩耗性を発揮せしめることができず、一方その平均層厚が  $15\ \mu m$  を越えて厚くなりすぎると、チップングが発生し易くなることから、その平均層厚を  $1\sim 15\ \mu m$  と定めた。

#### 【0012】

なお、切削工具の使用前後の識別を目的として、黄金色の色調を有する TiN 層を、必要に応じて蒸着形成してもよいが、この場合の平均層厚は  $0.1\sim 1\ \mu m$  でよく、これは  $0.1\ \mu m$  未満では、十分な識別効果が得られず、一方前記 TiN 層による前記識別効果は  $1\ \mu m$  までの平均層厚で十分であるという理由からである。

#### 【発明の効果】

#### 【0013】

この発明被覆サーメット工具は、機械的熱的衝撃がきわめて高い鋼や鋳鉄などの高速断続切削でも、硬質被覆層の上部層を構成する加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層がすぐれた高温硬さと耐熱性、さらにすぐれた耐チップング性を発揮することから、硬質被覆層にチップングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を示すものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

つぎに、この発明の被覆サーメット工具を実施例により具体的に説明する。

【実施例】

【0015】

原料粉末として、いずれも  $1 \sim 3 \mu m$  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、TaN 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、98 MPa 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 5 Pa の真空中、 $1370 \sim 1470$  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、切削部に R : 0.07 mm のホーニング加工を施すことにより ISO・CNMG120408 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, B, D ~ F をそれぞれ製造した。

10

【0016】

また、原料粉末として、いずれも  $0.5 \sim 2 \mu m$  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、98 MPa の圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を 1.3 kPa の窒素雰囲気中、温度： $1540$  に 1 時間保持の条件で焼結し、焼結後、切削部分に R : 0.07 mm のホーニング加工を施すことにより ISO 規格・CNMG120412 のチップ形状をもった TiCN 基サーメット製の工具基体 a ~ f を形成した。

20

【0017】

つぎに、これらの工具基体 A, B, D ~ F および工具基体 a ~ f の表面に、通常の化学蒸着装置を用い、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、硬質被覆層の下部層として Ti 化合物層を、表 5 に示される組み合わせで、かつ目標層厚で蒸着形成し、ついで同じく表 3 に示される条件にて、結晶構造が 型または 型の  $(Al, Ti)_2O_3$  層を同じく表 5 に示される組み合わせで、かつ目標層厚で蒸着形成し、ついで前記蒸着 型または 型の  $(Al, Ti)_2O_3$  層の表面に、Ti 酸化物層を同じく表 4 に示される条件で表 5 に示される組み合わせで蒸着形成した状態で、これに 30 kPa の Ar 雰囲気中、温度： $1100$  に  $20 \sim 100$  分の範囲内の所定の時間保持の条件で加熱変態処理を施して、前記蒸着 型または 型の結晶構造の  $(Al, Ti)_2O_3$  層を 型結晶構造の  $(Al, Ti)_2O_3$  層に変態させてなる加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層を硬質被覆層の上部層として形成することにより本発明被覆サーメット工具 1 ~ 11 をそれぞれ製造した。

30

40

【0018】

なお、上記本発明被覆サーメット工具 1 ~ 11 の製造に際しては、それぞれ別途試験片を用意し、この試験片を同じく化学蒸着装置に装入し、前記試験片の表面に Ti 酸化物層が形成された時点で装置から取りだし、前記 Ti 酸化物層の組成 (Y 値) および層厚をオージェ分光分析装置および走査型電子顕微鏡を用いて測定 (縦断面測定) した。この結果、いずれも目標組成および目標層厚と実質的に同じ組成および平均層厚 (5 点測定の平均値) を示した。

【0019】

また、比較の目的で、表 6 に示される通り、硬質被覆層の上部層として同じく表 3 に示さ

50

れる条件で、同じく表6に示される目標層厚の蒸着型 $Al_2O_3$ 層を形成し、かつ上記のTi酸化物層の形成および上記条件での加熱変態処理を行わない以外は同一の条件で従来被覆サーメット工具1~11をそれぞれ製造した。

#### 【0020】

ついで、上記の本発明被覆サーメット工具と従来被覆サーメット工具の硬質被覆層を構成する加熱変態型 $(Al, Ti)_2O_3$ 層と蒸着型 $Al_2O_3$ 層について、電界放出型走査電子顕微鏡を用いて、傾斜角度数分布グラフをそれぞれ作成した。

すなわち、上記傾斜角度数分布グラフは、上記の加熱変態型 $(Al, Ti)_2O_3$ 層および蒸着型 $Al_2O_3$ 層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、前記研磨面に70度の入射角度で15kVの加速電圧の電子線を1nAの照射電流で、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、 $30 \times 50 \mu m$ の領域を $0.1 \mu m / step$ の間隔で、前記表面研磨面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である(0001)面の法線がなす傾斜角を測定し、この測定結果に基づいて、前記測定傾斜角のうち、0~45度の範囲内にある測定傾斜角を0.25度のピッチ毎に区分すると共に、各区分内に存在する度数を集計することにより作成した。

#### 【0021】

この結果得られた各種の加熱変態型 $(Al, Ti)_2O_3$ 層および蒸着型 $Al_2O_3$ 層の傾斜角度数分布グラフにおいて、(0001)面が最高ピークを示す傾斜角区分、並びに0~10度の範囲内の傾斜角区分内に存在する傾斜角度数の傾斜角度数分布グラフ全体の傾斜角度数に占める割合をそれぞれ表5, 6にそれぞれ示した。

#### 【0022】

上記の各種の傾斜角度数分布グラフにおいて、表5, 6にそれぞれ示される通り、本発明被覆サーメット工具の加熱変態型 $(Al, Ti)_2O_3$ 層は、いずれも(0001)面の測定傾斜角の分布が $2.50 \sim 10.00$ 度の範囲内の傾斜角区分に最高ピークが現れ、かつ0~10度の範囲内の傾斜角区分内に存在する傾斜角度数の割合が45~88%である傾斜角度数分布グラフを示すのに対して、従来被覆サーメット工具の蒸着型 $Al_2O_3$ 層は、いずれも(0001)面の測定傾斜角の分布が0~45度の範囲内で不偏的で、最高ピークが存在せず、0~10度の範囲内の傾斜角区分内に存在する傾斜角度数の割合も25%以下である傾斜角度数分布グラフを示すものであった。

なお、図2は、本発明被覆サーメット工具2の加熱変態型 $(Al, Ti)_2O_3$ 層の傾斜角度数分布グラフ、図3は、従来被覆サーメット工具8の蒸着型 $Al_2O_3$ 層の傾斜角度数分布グラフをそれぞれ示すものである。

#### 【0023】

さらに、上記の本発明被覆サーメット工具1~11および従来被覆サーメット工具1~11について、これの硬質被覆層の構成層を電子線マイクロアナライザー(EPMA)およびオージェ分光分析装置を用いて観察(層の縦断面を観察)したところ、前者ではいずれも目標組成と実質的に同じ組成を有するTi化合物層と加熱変態型 $(Al, Ti)_2O_3$ 層からなり、かつ表面部に加熱変態処理前に蒸着形成されたTi酸化物層の存在も確認された。一方後者でも、いずれも同じく目標組成と実質的に同じ組成を有するTi化合物と蒸着型 $Al_2O_3$ 層からなることが確認された。また、これらの被覆サーメット工具の硬質被覆層の構成層の厚さを、走査型電子顕微鏡を用いて測定(同じく縦断面測定)したところ、いずれも目標層厚と実質的に同じ平均層厚(5点測定の平均値)を示した。

#### 【0024】

つぎに、上記の各種の被覆サーメット工具をいずれも工具鋼製バイトの先端部に固定器具にてネジ止めした状態で、本発明被覆サーメット工具1~11および従来被覆サーメット工具1~11について、

被削材：JIS・SCM415の長さ方向等間隔4本縦溝入り丸棒、

切削速度：400m/min、

切り込み：1.5mm、

10

20

30

40

50

送り：0.35 mm / rev、

切削時間：5分、

の条件での合金鋼の乾式高速断続切削試験（通常の切削速度は200 m / min）、

被削材：JIS・S35Cの長さ方向等間隔4本縦溝入り丸棒、

切削速度：450 m / min、

切り込み：1.5 mm、

送り：0.25 mm / rev、

切削時間：5分、

の条件での炭素鋼の乾式高速断続切削試験（通常の切削速度は250 m / min）、

被削材：JIS・FC150の長さ方向等間隔4本縦溝入り丸棒、

切削速度：550 m / min、

切り込み：1.5 mm、

送り：0.3 mm / rev、

切削時間：5分、

の条件での鋳鉄の乾式高速断続切削試験（通常の切削速度は250 m / min）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7に示した。

【0025】

【表1】

種別		配合組成（質量%）									
		Co	TiC	ZrC	VC	TaC	NbC	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	TiN	TaN	WC
工 具 基 体	A	7	—	—	—	—	—	—	—	—	残
	B	5.7	—	—	—	1.5	0.5	—	—	—	残
	D	8.5	—	0.5	—	—	—	0.5	—	—	残
	E	12.5	2	—	—	—	—	—	1	2	残
	F	14	—	—	0.2	—	—	0.8	—	—	残

【0026】

10

20

30

【表 2】

種別		配合組成 (質量%)							
		Co	Ni	ZrC	TaC	NbC	Mo <sub>2</sub> C	WC	TiCN
工 具 基 体	a	13	5	—	10	—	10	16	残
	b	8	7	—	5	—	7.5	—	残
	c	5	—	—	—	—	6	10	残
	d	10	5	—	11	2	—	—	残
	e	9	4	1	8	—	10	10	残
	f	12	5.5	—	10	—	9.5	14.5	残

10

【 0 0 2 7 】

20

【 表 3 】

硬質被覆層の構成層		形成条件 (反応雰囲気中の圧力はkPa, 温度は°Cを示す)		
種別	目標組成 (原子比)	反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気	
			圧力	温度
TiC	TiC	TiCl <sub>4</sub> :4.2%, CH <sub>4</sub> :8.5%, H <sub>2</sub> :残	7	1020
TiN(第1層)	TiN	TiCl <sub>4</sub> :4.2%, N <sub>2</sub> :30%, H <sub>2</sub> :残	30	900
TiN(その他層)	TiN	TiCl <sub>4</sub> :4.2%, N <sub>2</sub> :35%, H <sub>2</sub> :残	50	1040
I-TiCN	I-TiC <sub>0.5</sub> N <sub>0.5</sub>	TiCl <sub>4</sub> :4.2%, N <sub>2</sub> :20%, CH <sub>3</sub> CN:0.6%, H <sub>2</sub> :残	7	900
TiCN	TiC <sub>0.5</sub> N <sub>0.5</sub>	TiCl <sub>4</sub> :4.2%, N <sub>2</sub> :20%, CH <sub>4</sub> :4%, H <sub>2</sub> :残	12	1020
TiCO	TiC <sub>0.5</sub> O <sub>0.5</sub>	TiCl <sub>4</sub> :4.2%, CO:4%, H <sub>2</sub> :残	7	1020
TiCNO	TiC <sub>0.3</sub> N <sub>0.3</sub> O <sub>0.4</sub>	TiCl <sub>4</sub> :4.2%, CO:3%, CH <sub>4</sub> :3%, N <sub>2</sub> :20%, H <sub>2</sub> :残	20	1020
蒸着α型Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlCl <sub>3</sub> :2.2%, CO <sub>2</sub> :5.5%, HCl:2.2%, H <sub>2</sub> S:0.2%, H <sub>2</sub> :残	7	1000
蒸着κ型MO:A	Ti(X値):0.01	AlCl <sub>3</sub> :3.27%, TiCl <sub>4</sub> :0.03%, CO <sub>2</sub> :5.5%, HCl:2.2%, H <sub>2</sub> S:0.2%, H <sub>2</sub> :残	7	950
蒸着θ型MO:B	Ti(X値):0.015	AlCl <sub>3</sub> :4.24%, TiCl <sub>4</sub> :0.07%, CO <sub>2</sub> :5.5%, HCl:2.2%, H <sub>2</sub> S:0.2%, H <sub>2</sub> :残	7	800
蒸着κ型MO:C	Ti(X値):0.02	AlCl <sub>3</sub> :3.23%, TiCl <sub>4</sub> :0.07%, CO <sub>2</sub> :5.5%, HCl:2.2%, H <sub>2</sub> S:0.2%, H <sub>2</sub> :残	7	950
蒸着θ型MO:D	Ti(X値):0.025	AlCl <sub>3</sub> :4.19%, TiCl <sub>4</sub> :0.11%, CO <sub>2</sub> :5.5%, HCl:2.2%, H <sub>2</sub> S:0.2%, H <sub>2</sub> :残	7	800
蒸着κ型MO:E	Ti(X値):0.03	AlCl <sub>3</sub> :3.20%, TiCl <sub>4</sub> :0.10%, CO <sub>2</sub> :5.5%, HCl:2.2%, H <sub>2</sub> S:0.2%, H <sub>2</sub> :残	7	950
蒸着θ型MO:F	Ti(X値):0.035	AlCl <sub>3</sub> :4.15%, TiCl <sub>4</sub> :0.15%, CO <sub>2</sub> :5.5%, HCl:2.2%, H <sub>2</sub> S:0.2%, H <sub>2</sub> :残	7	800
蒸着κ型MO:G	Ti(X値):0.04	AlCl <sub>3</sub> :3.17%, TiCl <sub>4</sub> :0.13%, CO <sub>2</sub> :5.5%, HCl:2.2%, H <sub>2</sub> S:0.2%, H <sub>2</sub> :残	7	950
蒸着θ型MO:H	Ti(X値):0.05	AlCl <sub>3</sub> :4.09%, TiCl <sub>4</sub> :0.22%, CO <sub>2</sub> :5.5%, HCl:2.2%, H <sub>2</sub> S:0.2%, H <sub>2</sub> :残	7	800

[表中、MOは(Al, Ti)<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を示す]

【 0 0 2 8 】

10

20

30

40

50

【表 4】

Ti酸化物層		形 成 条 件		
種別	目標組成 (原子比)	反応ガス組成(体積%)	反応雰囲気	
			圧力 (kPa)	温度 (°C)
ア	TiO <sub>1.20</sub>	TiCl <sub>4</sub> :0.5%、CO <sub>2</sub> :0.2%、Ar:40%、H <sub>2</sub> :残	30	1020
イ	TiO <sub>1.35</sub>	TiCl <sub>4</sub> :3%、CO <sub>2</sub> :5%、Ar:40%、H <sub>2</sub> :残	7	1000
ウ	TiO <sub>1.50</sub>	TiCl <sub>4</sub> :3%、CO <sub>2</sub> :10%、Ar:50%、H <sub>2</sub> :残	14	1000
エ	TiO <sub>1.60</sub>	TiCl <sub>4</sub> :1%、CO <sub>2</sub> :4.5%、Ar:40%、H <sub>2</sub> :残	7	1000
オ	TiO <sub>1.75</sub>	TiCl <sub>4</sub> :1%、CO <sub>2</sub> :8%、Ar:10%、H <sub>2</sub> :残	7	950
カ	TiO <sub>1.90</sub>	TiCl <sub>4</sub> :0.2%、CO <sub>2</sub> :5%、Ar:5%、H <sub>2</sub> :残	7	900

10

20

【 0 0 2 9 】

【表5】

種別	工具 基体 記号	硬質被覆層 (括弧内:目標層厚:μm)					Ti酸化物層		変態α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層			
		第1層	第2層	第3層	第4層	第5層	記号	目標 層厚 (μm)	(0001)面が 最高ピークを示 す傾斜角区分 (度)	0~10 度の傾斜 角区分の 度数割合 (%)		
本 発 明 被 覆 サ ー メ ッ ト 工 具	1	A	TiN (1)	I-TiCN (17.5)	TiN (1)	TiCNO (0.5)	蒸着θ 型MO :B(15)	ア	0.25	8.50-8.75	55	10
	2	B	TiCN (1)	I-TiCN (8.5)	TiCO (0.5)	蒸着κ 型MO :A(9)	-	エ	0.5	3.25-3.50	77	
	3	D	TiC (1)	I-TiCN (9)	蒸着θ 型MO :D(3)	-	-	イ	0.05	7.75-8.00	60	
	4	E	TiN (1)	I-TiCN (4.5)	TiCO (0.5)	蒸着κ 型MO :E(5)	-	ア	1.2	2.50-2.75	68	
	5	F	TiN (0.5)	I-TiCN (1.5)	TiC (0.5)	TiCNO (0.5)	蒸着κ 型MO :G(3)	ウ	1.5	3.50-3.75	83	20
	6	a	TiC (1)	I-TiCN (19)	蒸着κ 型MO :G(15)	-	-	エ	0.9	2.50-2.75	88	
	7	b	TiC (0.5)	I-TiCN (9)	TiCO (0.5)	蒸着θ 型MO :H(10)	-	オ	0.75	9.75 -10.00	45	
	8	c	TiN (1)	TiC (1)	TiCN (7)	TiCO (1)	蒸着θ 型MO :D(15)	ウ	1.5	9.25-9.50	50	30
	9	d	TiN (1)	TiC (1)	I-TiCN (8)	蒸着κ 型MO :C(3)	-	オ	1	6.25-6.50	72	
	10	e	TiC (1)	I-TiCN (4)	TiCNO (1)	蒸着θ 型MO :F(5)	-	ウ	0.5	8.25-8.50	58	
	11	f	TiCN (0.5)	TiC (2)	TiCNO (0.5)	蒸着θ 型MO :B(3)	-	カ	1.1	9.00-9.25	48	

【表 6】

種別	工具 基体 記号	硬質被覆層 (括弧内:目標層厚)					蒸着 $\alpha$ - $Al_2O_3$ 層			
		第1層	第2層	第3層	第4層	第5層	(0001)面 が最高ピークを示す傾 斜角区分 (度)	0~10 度の傾斜 角区分の 度数割合 (%)		
従 来 被 覆 サ ー メ ッ ト 工 具	1	A	TiN (1)	I-TiCN (17.5)	TiN (1)	TiCNO (0.5)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (15)	存在せず	12	10
	2	B	TiCN (1)	I-TiCN (8.5)	TiCO (0.5)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (9)	—	存在せず	17	
	3	D	TiC (1)	I-TiCN (9)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (3)	—	—	存在せず	25	
	4	E	TiN (1)	I-TiCN (4.5)	TiCO (0.5)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (5)	—	存在せず	10	20
	5	F	TiN (0.5)	I-TiCN (1.5)	TiC (0.5)	TiCNO (0.5)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (3)	存在せず	19	
	6	a	TiN (1)	I-TiCN (19)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (15)	—	—	存在せず	22	
	7	b	TiC (0.5)	I-TiCN (9)	TiCO (0.5)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (10)	—	存在せず	15	
	8	c	TiN (1)	TiC (1)	TiCN (7)	TiCO (1)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (15)	存在せず	23	30
	9	d	TiN (1)	TiC (1)	I-TiCN (8)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (3)	—	存在せず	21	
	10	e	TiC (1)	I-TiCN (4)	TiCNO (1)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (5)	—	存在せず	20	
	11	f	TiCN (0.5)	TiC (2)	TiCNO (0.5)	蒸着 $\alpha$ 型 $Al_2O_3$ (3)	—	存在せず	11	40

【0031】

【表 7】

種 別	逃げ面摩耗幅(mm)			種 別	切削試験結果				
	合金鋼	炭素鋼	鋳鉄		合金鋼	炭素鋼	鋳鉄		
本発明被覆サーメット工具	1	0.15	0.14	0.17	従来被覆サーメット工具	1	1.5分で 使用寿命	1.6分で 使用寿命	1.8分で 使用寿命
	2	0.10	0.10	0.11		2	1.5分で 使用寿命	1.5分で 使用寿命	1.7分で 使用寿命
	3	0.18	0.16	0.19		3	1.7分で 使用寿命	1.8分で 使用寿命	2.0分で 使用寿命
	4	0.15	0.14	0.15		4	2.0分で 使用寿命	2.2分で 使用寿命	2.1分で 使用寿命
	5	0.17	0.17	0.19		5	2.5分で 使用寿命	2.7分で 使用寿命	2.5分で 使用寿命
	6	0.11	0.10	0.12		6	0.8分で 使用寿命	0.9分で 使用寿命	0.8分で 使用寿命
	7	0.16	0.15	0.17		7	1.2分で 使用寿命	1.2分で 使用寿命	1.4分で 使用寿命
	8	0.13	0.12	0.13		8	1.1分で 使用寿命	1.2分で 使用寿命	1.3分で 使用寿命
	9	0.17	0.15	0.18		9	1.5分で 使用寿命	1.6分で 使用寿命	1.7分で 使用寿命
	10	0.19	0.18	0.20		10	1.6分で 使用寿命	1.7分で 使用寿命	1.9分で 使用寿命
	11	0.23	0.20	0.24		11	1.8分で 使用寿命	1.9分で 使用寿命	2.1分で 使用寿命

(表中、使用寿命は硬質被覆層に発生したチップングが原因)

## 【0032】

表5～7に示される結果から、本発明被覆サーメット工具1～11は、いずれも硬質被覆層の上部層が、(0001)面の傾斜角が2.50～10.00度の範囲内の傾斜角区分で最高ピークを示すと共に、0～10度の傾斜角区分範囲内に存在する度数の合計割合が45～88%を占める傾斜角度数分布グラフを示す加熱変態型(Al, Ti)<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層で構成され、機械的熱的衝撃がきわめて高く、かつ高い発熱を伴う鋼や鋳鉄の高速断続切削でも、前記加熱変態型(Al, Ti)<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層がすぐれた耐チップング性を発揮することから、切刃部のチップング発生が著しく抑制され、すぐれた耐摩耗性を示すのに対して、硬質被覆層の上部層が、(0001)面の測定傾斜角の分布が0～45度の範囲内で不偏的で、最高ピークが存在しない傾斜角度数分布グラフを示す蒸着型Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層で構成された従来被覆サーメット工具1～11においては、いずれも高速断続切削では前記蒸着型Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層が激しい機械的熱的衝撃に耐えられず、切刃部にチップングが発生し、比較的短時間で使用寿命に至ることが明らかである。

## 【0033】

上述のように、この発明の被覆サーメット工具は、各種鋼や鋳鉄などの通常の条件での連続切削や断続切削は勿論のこと、特に厳しい切削条件となる高速断続切削でもすぐれた耐

10

20

30

40

50

チッピング性を示し、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】

【0034】

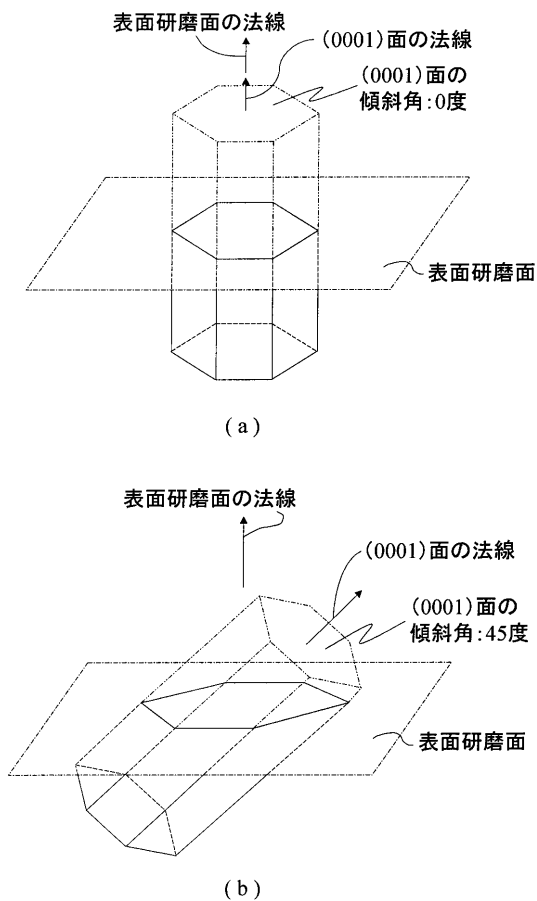
【図1】硬質被覆層を構成する各種加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層および蒸着型  $Al_2O_3$  層における結晶粒の  $(0001)$  面の傾斜角の測定範囲を示す概略説明図である。

【図2】本発明被覆サーメット工具2の硬質被覆層を構成する加熱変態型  $(Al, Ti)_2O_3$  層の  $(0001)$  面の傾斜角度数分布グラフである。

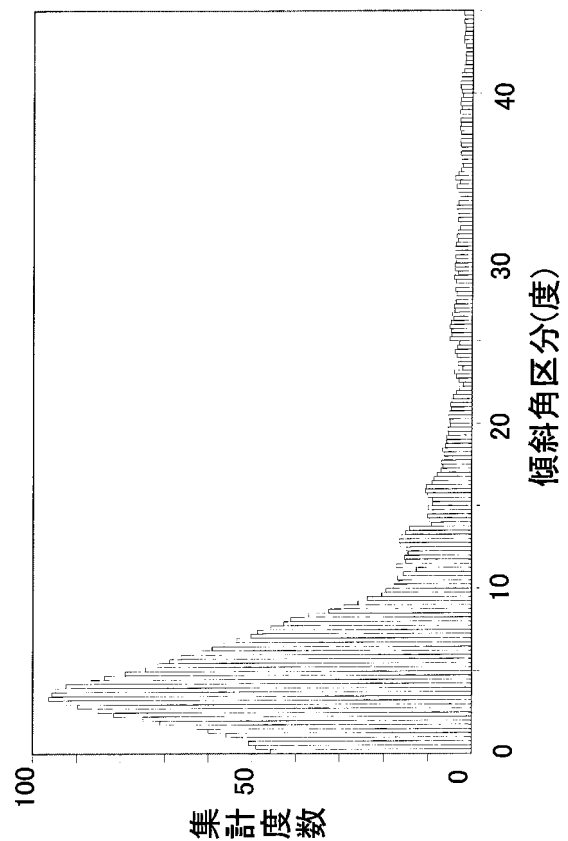
10

【図3】従来被覆サーメット工具8の硬質被覆層を構成する蒸着型  $Al_2O_3$  層の  $(0001)$  面の傾斜角度数分布グラフである。

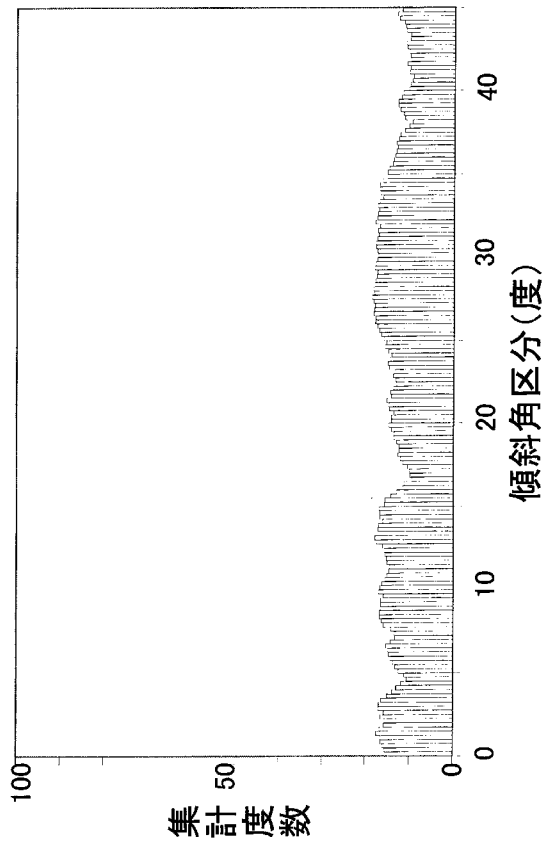
【図1】



【図2】



【図3】



---

フロントページの続き

(72)発明者 大鹿 高歳

茨城県結城郡石下町大字古間木1511番地 三菱マテリアル株式会社 筑波製作所内

審査官 小川 真

(56)参考文献 欧州特許出願公開第01288335(E P, A1)

特開2002-160106(J P, A)

特開平11-323574(J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B23C 5/16

B23B 27/14

B23B 51/00

B23P 15/28

C23C 16/30

Science Direct