

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
 【部門区分】第2部門第3区分
 【発行日】平成26年4月3日(2014.4.3)

【公開番号】特開2013-163263(P2013-163263A)
 【公開日】平成25年8月22日(2013.8.22)
 【年通号数】公開・登録公報2013-045
 【出願番号】特願2013-111221(P2013-111221)
 【国際特許分類】

B 2 3 B 27/14 (2006.01)

【F I】

B 2 3 B 27/14 A

【手続補正書】

【提出日】平成26年2月13日(2014.2.13)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

基体上に硬質の下層、中間層及び上層を物理蒸着法により形成した硬質皮膜被覆工具であって、

(a) 前記下層は、周期律表のIVa、Va及びVIa族の元素、Al及びSiからなる群から選ばれた少なくとも一種の金属元素と、N、C及びBからなる群から選ばれた少なくとも一種の非金属元素とを含有し、

(b) 前記上層は、一般式： $(Al_xCr_y)_cO_d$ （ただし、x及びyはAl及びCrの原子比率を表わす数字であり、c及びdはAlCr及びOの原子比率を表わす数字であり、 $x = 0.1 \sim 0.6$ 、 $x + y = 1$ 、 $c = 1.86 \sim 2.14$ 、及び $d = 2.79 \sim 3.21$ の条件を満たす。）により表される組成を有するとともに、型と型とが混在する結晶構造（ただし、型を主構造とする。）を有し、型の(400)面のX線回折ピーク強度 $I_{(400)}$ と型の(012)面のX線回折ピーク強度 $I_{(012)}$ との比 $(I_{(400)} / I_{(012)})$ が $0.1 \sim 0.5$ であり、かつ型構造のAlCr酸化物結晶粒の等価X線回折強度比TC(012)が $1.3 \sim 2.4$ の酸化物からなり、

(c) 前記中間層は、金属元素としてAlとCrを必須とする酸窒化物からなり、酸素濃度が前記下層側から前記上層側にかけて増加するとともに窒素濃度が前記下層側から前記上層側にかけて減少する傾斜組成を有し、その平均組成が一般式： $(Al_sCr_t)_a(N_vO_w)_b$ （ただし、s、t、v及びwはそれぞれAl、Cr、N及びOの原子比率を表わす数字であり、a及びbはAlCr及びNOの原子比率を表わす数字であり、下記条件：

$s = 0.1 \sim 0.6$ 、

$s + t = 1$ 、

$v = 0.1 \sim 0.8$ 、

$v + w = 1$ 、

$a = 0.35 \sim 0.6$ 、及び

$a + b = 1$ を満たす。）により表されることを特徴とする硬質皮膜被覆工具。

【請求項2】

請求項1に記載の硬質皮膜被覆工具において、前記上層は等価X線回折強度比TC(012)が等価X線回折強度比TC(104)より大きいことを特徴とする硬質皮膜被覆工具。

【請求項3】

請求項1又は2に記載の硬質皮膜被覆工具において、前記中間層の厚さ(Tm)が $0.1 \sim 5 \mu$

mであり、前記上層の厚さ(Tu)が0.2~8μmであり、Tm Tuの関係を満たすことを特徴とする硬質皮膜被覆工具。

【請求項4】

請求項1~3のいずれかに記載の硬質皮膜被覆工具において、前記下層の厚さが0.5~10μmであることを特徴とする硬質皮膜被覆工具。

【請求項5】

請求項1~4のいずれかに記載の硬質皮膜被覆工具において、前記中間層の前記傾斜組成における酸素濃度の前記下層側から前記上層側にかけての平均勾配が10~600原子%/μmであることを特徴とする硬質皮膜被覆工具。

【請求項6】

請求項1~5のいずれかに記載の硬質皮膜被覆工具において、前記中間層の前記傾斜組成における窒素濃度の前記下層側から前記上層側にかけての平均勾配が-650~-10原子%/μmであることを特徴とする硬質皮膜被覆工具。

【請求項7】

請求項1~6のいずれかに記載の硬質皮膜被覆工具において、前記下層が窒化物であることを特徴とする硬質皮膜被覆工具。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

しかし、本発明者によるトレース実験によると、後述の比較例8、9に示すとおり、本発明に係るAlCr窒化物中間層の成膜は困難であった。また図1A~図1Cに示すX線スペクトルから明らかなように、特許文献3のコランダム型構造の $(Al_{1-x}Cr_x)_2O_3$ 膜は(202)面に配向している。その上、この $(Al_{1-x}Cr_x)_2O_3$ 膜は1.3未満の等価X線回折強度比TC(012)を有するので、(012)面への配向が不十分である。そのため、例えば表6に示す実験番号93のように、AlCrONからなる中間皮膜の上に $(Al_{0.5}Cr_{0.5})_2O_3$ からなる混合結晶皮膜を形成しても、中間皮膜と混合結晶皮膜との密着性が十分ではない。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0010】

本発明の硬質皮膜被覆工具は、基体上に硬質の下層、中間層及び上層を物理蒸着法により形成したもので、

(a) 前記下層は、周期律表のIVa、Va及びVla族の元素、Al及びSiからなる群から選ばれた少なくとも一種の金属元素と、N、C及びBからなる群から選ばれた少なくとも一種の非金属元素とを含有し、

(b) 前記上層は、一般式： $(Al_xCr_y)_cO_d$ （ただし、x及びyはAl及びCrの原子比率を表わす数字であり、c及びdはAlCr及びOの原子比率を表わす数字であり、 $x=0.1\sim0.6$ 、 $x+y=1$ 、 $c=1.86\sim2.14$ 、及び $d=2.79\sim3.21$ の条件を満たす。）により表される組成を有するとともに、型と型とが混在する結晶構造（ただし、型を主構造とする。）を有し、型の(400)面のX線回折ピーク強度 $I_{(400)}$ と型の(012)面のX線回折ピーク強度 $I_{(012)}$ との比 $(I_{(400)}/I_{(012)})$ が0.1~0.5であり、かつ型構造のAlCr窒化物結晶粒の等価X線回折強度比TC(012)が1.3~2.4の窒化物からなり、

(c) 前記中間層は、金属元素としてAlとCrを必須とする酸窒化物からなり、酸素濃度が前

記下層側から前記上層側にかけて増加するとともに窒素濃度が前記下層側から前記上層側にかけて減少する傾斜組成を有し、その平均組成が一般式： $(Al_sCr_t)_a(N_vO_w)_b$ （ただし、 s 、 t 、 v 及び w はそれぞれAl、Cr、N及びOの原子比率を表わす数字であり、 a 及び b はAlCr及びNOの原子比率を表わす数字であり、下記条件：

$s = 0.1 \sim 0.6$ 、

$s + t = 1$ 、

$v = 0.1 \sim 0.8$ 、

$v + w = 1$ 、

$a = 0.35 \sim 0.6$ 、及び

$a + b = 1$ を満たす。）により表されることを特徴とする。

前記下層、中間層及び上層はいずれも、物理蒸着法により形成されたために残留圧縮応力を有する。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0035

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0035】

物理蒸着法により形成したAlCr酸化物は化学蒸着法により形成したAlCr酸化物より密度が低いので、密着力に劣るものであった。この問題を解決するため、本発明では、(a) 所定の酸素濃度及び窒素濃度の傾斜を有するAlCr酸窒化物中間層を設けることにより、下層とAlCr酸化物上層との密着性を高め、(b) AlCr酸化物上層の結晶構造を、立方晶(fcc)構造を有するAlCr酸窒化物中間層中の結晶粒の(111)面と整合性が良い 型と 型とが混在する結晶構造（ただし、 型を主構造とする。）とし、型の(400)面のX線回折ピーク強度 $I_{(400)}$ と 型の(012)面のX線回折ピーク強度 $I_{(012)}$ との比 $(I_{(400)}) / I_{(012)}$ を $0.1 \sim 0.5$ とし、かつ(c) (111)面に配向したAlCr酸窒化物中間層上に、TC(012)が $1.3 \sim 2.4$ のAlCr酸化物結晶粒組織を有する上層を形成することにより、中間層に対する高い密着力及び高い耐熱性を達成し、もって工具寿命を長くした。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0039】

TC(012)は $1.3 \sim 2.4$ であり、 $1.4 \sim 2.4$ が好ましく、 $1.5 \sim 2.4$ がより好ましく、 $1.8 \sim 2.4$ が更に好ましい。TC(012)が大きいことは、AlCr酸化物結晶粒が(012)面（基体表面に対して垂直）に強く配向していること、即ち、AlCr酸化物結晶粒が[012]方向に優先的に成長し、縦長の微細結晶粒になったことを示す。このように成長したAlCr酸化物結晶粒からなる上層は密度が高く、AlCr酸化物結晶粒の脱落抑制効果に優れている。TC(012)が1.8以上である場合、微細な結晶粒がより縦長に成長したので、密着性及びAlCr酸化物結晶粒の脱落抑制効果が非常に高い。しかしTC(012)が2.4を超えると、工具寿命はかえって短くなる傾向がある。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0078

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0078】

(6) 上層における 型構造AlCr酸化物結晶粒の比率

上層における微小相を構成する 型構造AlCr酸化物結晶粒の比率は、SEM又は透過型電子顕微鏡（TEM）によるミクロ観察では難しいので、X線回折パターンから求めた。図3のX線回折パターンから求めた 型の(400)面のX線回折ピーク強度 $I_{(400)}$ と 型の(012)面のX線回折ピーク強度 $I_{(012)}$ との比 $(I_{(400)} / I_{(012)})$ は0.4であった。従って、本発明の硬質皮膜被覆工具において、 $(I_{(400)} / I_{(012)})$ は0.1～0.5であり、0.1～0.4が好ましい。この範囲を外れるとTC(012)が1.3以上のものが得られず、また従来より高性能にならない。