

(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
2017 年 5 月 4 日(04.05.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/073787 A1

- (51) 国際特許分類:
B23B 27/14 (2006.01) C23C 16/34 (2006.01)
B23C 5/16 (2006.01) C23C 16/36 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/082338
- (22) 国際出願日: 2016 年 10 月 31 日(31.10.2016)
- (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 2015-214522 2015 年 10 月 30 日(30.10.2015) JP
特願 2015-214528 2015 年 10 月 30 日(30.10.2015) JP
特願 2016-211416 2016 年 10 月 28 日(28.10.2016) JP
- (71) 出願人: 三菱マテリアル株式会社(MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008117 東京都千代田区大手町一丁目 3 番 2 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 龍岡 翔(TATSUOKA Sho); 〒3110102 茨城県那珂市向山 1 0 0 2 番地 1 4 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 Ibaraki (JP). 佐藤 賢一(SATO Kenichi); 〒3110102 茨城県那珂市向山 1 0 0 2 番地 1 4 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 Ibaraki (JP). 柳澤 光亮(YANAGISAWA Kousuke); 〒3110102 茨城県那珂市

向山 1 0 0 2 番地 1 4 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 Ibaraki (JP). 西田 真(NISHIDA Shin); 〒3110102 茨城県那珂市向山 1 0 0 2 番地 1 4 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 Ibaraki (JP).

(74) 代理人: 志賀 正武, 外(SHIGA Masatake et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目 9 番 2 号 Tokyo (JP).

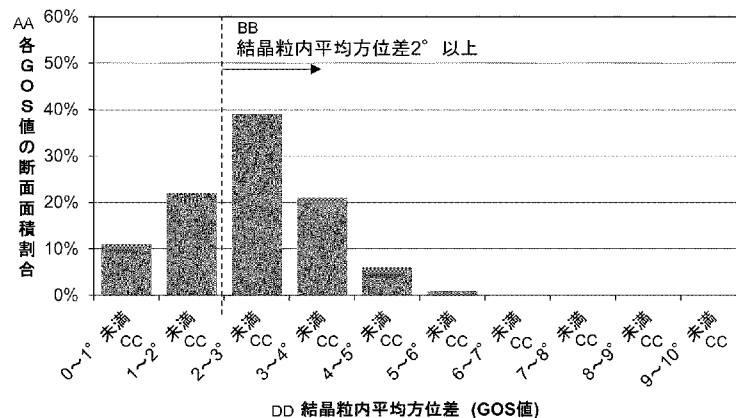
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, 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, ST, 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,

[続葉有]

(54) Title: SURFACE-COATED CUTTING TOOL, AND PRODUCTION METHOD THEREFOR

(54) 発明の名称: 表面被覆切削工具およびその製造方法



AA Cross-sectional area ratio for each GOS value
BB Average crystal grain orientation spread at least 2°
CC Less than
DD Average crystal grain orientation spread (GOS value)

(57) Abstract: In this coated tool, a hard coating layer (2) includes at least a layer (3) of a composite nitride or composite carbonitride represented by the compositional formula $(Cr_{1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$, or a layer (3) of a composite nitride or composite carbonitride represented by the compositional formula $(Ti_{1-\alpha-\beta}Al_{\alpha}Me_{\beta})(C_{\gamma}N_{1-\gamma})$. Crystal grains which form the layer (3) of the composite nitride or composite carbonitride include crystal grains which have a NaCl-type face-centered cubic structure. Crystal grains having an average crystal grain orientation spread (GOS) of at least 2° among the crystal grains having the NaCl-type face-centered cubic structure account for at least 40% by area ratio of the total area of the layer (3) of the composite nitride or composite carbonitride.

(57) 要約:

[続葉有]



WO 2017/073787 A1



ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, 添付公開書類:

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).

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

硬質被覆層 (2) が、組成式: $(Cr_{1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$ で表される複合窒化物もしくは複合炭窒化物層 (3)、または、組成式: $(Ti_{1-\alpha-\beta}Al_\alphaMe_\beta)(C_\gamma N_{1-\gamma})$ で表される複合窒化物または複合炭窒化物層 (3) を少なくとも含み、前記複合窒化物または複合炭窒化物層 (3) を構成する結晶粒は、NaCl 型の面心立方構造を有するものが存在し、該 NaCl 型の面心立方構造を有する結晶粒内に結晶粒内平均方位差 (GOS) が 2 度以上を示す結晶粒が、複合窒化物または複合炭窒化物層 (3) の全面積に対する面積割合で 40% 以上存在する被覆工具。

明 細 書

発明の名称：表面被覆切削工具およびその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、炭素鋼、合金鋼、鋳鉄等の高熱発生を伴うとともに、切刃に対して衝撃的な負荷が作用する高速断続切削加工で、硬質被覆層がすぐれた耐チッピング性を備えることにより、長期の使用に亘ってすぐれた耐摩耗性を発揮する表面被覆切削工具（以下、被覆工具という）及び表面被覆切削工具の製造方法に関するものである。

本願は、2015年10月30日に日本に出願された特願2015-214522号及び特願2015-214528号並びに2016年10月28日に日本に出願された特願2016-211416号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

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、炭窒化チタン（以下、TiCNで示す）基サーメットあるいは立方晶窒化ホウ素（以下、cBNで示す）基超高压焼結体で構成された工具基体（以下、これらを総称して工具基体という）の表面に、硬質被覆層として、Cr-Al系やTi-Al系の複合窒化物層を物理蒸着法により被覆形成した被覆工具が知られており、これらは、すぐれた耐摩耗性を発揮することが知られている。

ただ、前記従来のCr-Al系やTi-Al系の複合窒化物層を被覆形成した被覆工具は、比較的耐摩耗性にすぐれるものの、高速断続切削条件で用いた場合にチッピング等の異常損耗を発生しやすいことから、硬質被覆層の改善についての種々の提案がなされている。

[0003] 例えば、特許文献1には、ステンレス鋼やTi合金等の高速断続切削加工における耐チッピング性および耐摩耗性を向上させるために、工具基体表面に、下部層、中間層及び上部層からなる硬質被覆層を設け、下部層は、所定

の平均層厚を有し、かつ、 $Ti_{1-x}Al_xN$ 層、 $Ti_{1-x}Al_xC$ 層、 $Ti_{1-x}Al_xCN$ 層（ x は、 Al の含有割合（原子比）で、 $0.65 \leq x \leq 0.95$ ）のうち1層または2層以上からなる立方晶構造を有する $TiAl$ 化合物で構成し、中間層は、所定の平均層厚を有し、かつ、 $Cr_{1-y}Al_yN$ 層、 $Cr_{1-y}Al_yC$ 層、 $Cr_{1-y}Al_yCN$ 層（ y は、 Al の含有割合（原子比）で、 $0.60 \leq y \leq 0.90$ ）のうち1層または2層以上からなる立方晶構造を有する $CrAl$ 化合物で構成し、上部層を、所定の平均層厚を有する Al_2O_3 で構成することによって、下部層と上部層の密着強度を向上させ、これによって、耐チップング性および耐摩耗性を向上させることが提案されている。

[0004] また、特許文献2には、析出硬化系ステンレス鋼やインコネル等の耐熱合金の高速断続切削加工における耐チップング性および耐摩耗性を向上させるため、工具基体表面に、下部層、中間層及び上部層からなる硬質被覆層を設け、下部層は、所定の一層平均層厚の $Ti_{1-x}Al_xN$ 層、 $Ti_{1-x}Al_xC$ 層、 $Ti_{1-x}Al_xCN$ 層（ x は、 Al の含有割合を示し原子比で、 $0.65 \leq x \leq 0.95$ ）のうち1層または2層以上からなる立方晶結晶構造を有する Ti 化合物で構成し、中間層は、所定の一層平均層厚の $Cr_{1-y}Al_yN$ 層、 $Cr_{1-y}Al_yC$ 層、 $Cr_{1-y}Al_yCN$ 層（ y は、 Al の含有割合を示し原子比で、 $0.60 \leq y \leq 0.90$ ）のうち1層または2層以上からなる立方晶結晶構造を有する Cr 化合物で構成し、また、上部層は所定の孔径と空孔密度の微小空孔と平均層厚を有する Al_2O_3 で構成することにより、下部層と上部層の密着強度を向上させるとともに、上部層を所定の孔径と空孔密度の微小空孔を有する Al_2O_3 層とすることにより、機械的、熱的衝撃の緩和を図り、もって、耐チップング性および耐摩耗性を向上させることが提案されている。

[0005] さらに、特許文献3には、切刃に対して高負荷が作用する鋼や鋳鉄の重切削加工における硬質被覆層の耐欠損性を高めるために、工具基体表面に、（ $Al_{1-x}Cr_x$ ） N （ただし、 x は原子比で、 $x = 0.3 \sim 0.6$ ）層からなる硬質被覆層を設け、工具基体の表面研磨面の法線に対して、 $\{100\}$ 面

の法線がなす傾斜角を測定して作成した傾斜角度数分布グラフにおいて、30～40度の傾斜角区分に最高ピークが存在し、その度数合計が、全体の60%以上であり、また、表面研磨面の法線に対して、 $\{112\}$ 面の法線がなす傾斜角を測定して作成した構成原子共有格子点分布グラフにおいて、 $\Sigma 3$ に最高ピークが存在し、その分布割合が全体の50%以上である結晶配向性と構成原子共有格子点分布形態を形成することにより、 $(Al_{1-x}Cr_x)N$ 層の高温強度を向上させ、もって、重切削加工における硬質被覆層の耐欠損性を向上させることが提案されている。

[0006] また、特許文献4には、工具基体と、その基体上に形成された硬質被覆層とを備える表面被覆切削工具であって、硬質被覆層は、AlまたはCrのいずれか一方または両方の元素と、周期律表4a, 5a, 6a族元素およびSiからなる群から選ばれる少なくとも1種の元素と、炭素、窒素、酸素およびホウ素からなる群から選ばれる少なくとも1種の元素とにより構成される化合物と、塩素とを含むことにより、硬質被覆層の耐摩耗性と耐酸化性とを飛躍的に向上することが開示されている。

[0007] また、例えば、特許文献5には、 $TiCl_4$ 、 $AlCl_3$ 、 NH_3 の混合反応ガス中で、650～900℃の温度範囲において化学蒸着を行うことにより、Alの含有割合xの値が0.65～0.95である $(Ti_{1-x}Al_x)N$ 層を蒸着形成できることが記載されているが、この文献では、この $(Ti_{1-x}Al_x)N$ 層の上にさらに Al_2O_3 層を被覆し、これによって断熱効果を高めることを目的とするものであって、xの値を0.65～0.95まで高めた $(Ti_{1-x}Al_x)N$ 層の形成によって、切削性能へ如何なる影響があるかという点についてまでの開示はない。

[0008] また、特許文献6には、 $TiCN$ 層、 Al_2O_3 層を内層として、その上に、化学蒸着法により、立方晶結晶構造あるいは六方晶結晶構造を含む立方晶結晶構造の $(Ti_{1-x}Al_x)N$ 層（但し、xは0.65～0.9）を外層として被覆するとともに、該外層に100～1100MPaの圧縮応力を付与することにより、被覆工具の耐熱性と疲労強度を改善することが提案されて

いる。

先行技術文献

特許文献

- [0009] 特許文献1：日本国特開2014-208394号公報（A）
特許文献2：日本国特開2014-198362号公報（A）
特許文献3：日本国特開2009-56539号公報（A）
特許文献4：日本国特開2006-82207号公報（A）
特許文献5：日本国特表2011-516722号公報（A）
特許文献6：日本国特表2011-513594号公報（A）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0010] 近年の切削加工における省力化および省エネ化の要求は強く、これに伴い、切削加工は一段と高速化、高効率化の傾向にあり、被覆工具には、より一層、耐チップング性、耐欠損性、耐剥離性等の耐異常損傷性が求められるとともに、長期の使用に亘ってのすぐれた耐摩耗性が求められている。

しかし、前記特許文献1、2に記載されている被覆工具は、硬質被覆層の中間層として、CrAl化合物、Cr化合物を介在形成することにより、下部層と上部層の密着強度を向上させ、耐チップング性の改善を図っているものの、CrAl化合物、Cr化合物自体の強度・硬さが十分でないため、高速断続切削加工に供した場合には、耐チップング性、耐摩耗性が十分であるとはいえない。

また、前記特許文献3に記載されている被覆工具においては、 $(Al_{1-x}Cr_x)_N$ からなる硬質被覆層のCr含有割合を調整し、また、結晶配向性と構成原子共有格子点分布形態を制御することにより、硬質被覆層の強度を向上させることができ、その結果、耐チップング性、耐欠損性を高めることはできるものの、やはり $(Al_{1-x}Cr_x)_N$ 層の強度・硬さが十分でないため、長期の使用にわたってすぐれた耐チップング性、耐摩耗性を発揮することは

できず、合金鋼の高速断続切削においては工具寿命が短命であるという問題があった。

また、前記特許文献4に記載されている被覆工具は、耐摩耗性、耐酸化特性を向上させることを意図しているが、高速断続切削等の衝撃が伴うような切削条件下では、耐チップング性が十分でないという課題があった。

また、前記特許文献5に記載されている化学蒸着法で蒸着形成した($Ti_{1-x}Al_x$)N層については、Alの含有割合xを高めることができ、また、立方晶構造を形成させることができることから、所定の硬さを有し耐摩耗性にすぐれた硬質被覆層が得られるものの、靱性に劣るという課題があった。

さらに、前記特許文献6に記載されている被覆工具は、所定の硬さを有し耐摩耗性にはすぐれるものの、靱性に劣ることから、合金鋼の高速断続切削加工等に供した場合には、チップング、欠損、剥離等の異常損傷が発生しやすく、満足できる切削性能を発揮するとは言えないという課題があった。

そこで、炭素鋼、合金鋼、鋳鉄等の高熱発生を伴うとともに、切刃に対して衝撃的な負荷が作用する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、すぐれた耐摩耗性を相兼ね備える被覆工具が求められている。

課題を解決するための手段

[0011] そこで、本発明者らは、上記の観点から、工具基体表面に、少なくともCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物（以下、「 $(Cr, Al)(C, N)$ 」あるいは「 $(Cr_{1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$ 」で示すことがある）を含む硬質被覆層を設けた被覆工具、および、少なくともTiとAlの複合窒化物または複合炭窒化物（以下、「 $(Ti, Al)(C, N)$ 」あるいは「 $(Ti_{1-\alpha}Al_\alpha)(C_\gamma N_{1-\gamma})$ 」で示すことがある）を含む硬質被覆層を設けた被覆工具の耐チップング性の向上と耐摩耗性の向上をはかるべく、鋭意研究を重ねた結果、次のような知見を得た。

[0012] 即ち、従来の少なくとも1層の $(Cr_{1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$ 層、または、 $(Ti_{1-\alpha}Al_\alpha)(C_\gamma N_{1-\gamma})$ 層を含み、かつ所定の平均層厚を有する硬質被覆層は、 $(Cr_{1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$ 層、または、 $(Ti_{1-\alpha}Al_\alpha)$

）（ $C_\gamma N_{1-\gamma}$ ）層が工具基体に垂直方向に柱状をなして形成されている場合、高い耐摩耗性を有する。その反面、（ $Cr_{1-x}Al_x$ ）（ $C_y N_{1-y}$ ）層、または、（ $Ti_{1-\alpha}Al_\alpha$ ）（ $C_\gamma N_{1-\gamma}$ ）層の異方性が高くなるほど（ $Cr_{1-x}Al_x$ ）（ $C_y N_{1-y}$ ）層、または、（ $Ti_{1-\alpha}Al_\alpha$ ）（ $C_\gamma N_{1-\gamma}$ ）層の靱性が低下し、その結果、耐チップング性、耐欠損性が低下し、長期の使用に亘って十分な耐摩耗性を発揮することができず、また、工具寿命も満足できるものであるとはいえなかった。

そこで、本発明者らは、硬質被覆層を構成する（ $Cr_{1-x}Al_x$ ）（ $C_y N_{1-y}$ ）層、および、（ $Ti_{1-\alpha}Al_\alpha$ ）（ $C_\gamma N_{1-\gamma}$ ）層について鋭意研究したところ、（ $Cr_{1-x}Al_x$ ）（ $C_y N_{1-y}$ ）層、および、（ $Ti_{1-\alpha}Al_\alpha$ ）（ $C_\gamma N_{1-\gamma}$ ）層にSi、Zr、B、V、Crの中から選ばれる一種の元素（以下、「Me」で示す。）を含有させた（ $Ti_{1-\alpha-\beta}Al_\alpha Me_\beta$ ）（ $C_\gamma N_{1-\gamma}$ ）層がNaCl型の面心立方構造（以下、単に、「立方晶構造」という場合もある）を有する結晶粒を含有し該立方晶構造を有する結晶粒の結晶粒内平均方位差を2度以上とするという全く新規な着想により、立方晶構造を有する結晶粒内に歪みを生じさせ、硬さと靱性の双方を高めることに成功し、その結果、（ $Cr_{1-x}Al_x$ ）（ $C_y N_{1-y}$ ）層においては、硬質被覆層の耐チップング性ととも耐摩耗性を向上させることができるという新規な知見を見出し、また、（ $Ti_{1-\alpha-\beta}Al_\alpha Me_\beta$ ）（ $C_\gamma N_{1-\gamma}$ ）層においては、硬質被覆層の耐チップング性、耐欠損性を向上させることができるという新規な知見を見出した。

[0013] 具体的には、

（1）硬質被覆層が、少なくともCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層を含むものとして構成され、該層は、組成式：（ $Cr_{1-x}Al_x$ ）（ $C_y N_{1-y}$ ）で表した場合、特に、AlのCrとAlの含量に占める平均含有割合 x_{avg} およびCのCとNの含量に占める平均含有割合 y_{avg} （但し、 x_{avg} 、 y_{avg} はいずれも原子比）が、それぞれ、 $0.70 \leq x_{avg} \leq 0.95$ 、 $0 \leq y_{avg} \leq 0.005$ を満足し、複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する結晶粒中に立

方晶構造を有するものが存在し該結晶粒の結晶方位を、電子線後方散乱回折装置を用いて縦断面方向から解析し、結晶粒個々の結晶粒内平均方位差を求めた場合該結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒が複合窒化物または複合炭窒化物層の面積割合で40%以上存在することにより、立方晶構造を有する結晶粒に歪みを生じさせ、従来の硬質被覆層に比して、 $(Cr_{1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$ 層の硬さと靱性が高まり、その結果、耐チップング性ととも耐摩耗性が向上することを見出し、

また、(2)硬質被覆層が、TiとAlとMe（但し、Meは、Si、Zr、B、V、Crの中から選ばれる一種の元素）の複合窒化物または複合炭窒化物層を少なくとも含み、組成式： $(Ti_{1-\alpha-\beta}Al_{\alpha}Me_{\beta})(C_{\gamma}N_{1-\gamma})$ で表した場合、特に、AlのTiとAlとMeの含量に占める平均含有割合 α_{avg} およびMeのTiとAlとMeの含量に占める平均含有割合 β_{avg} ならびにCのCとNの含量に占める平均含有割合 γ_{avg} （但し、 α_{avg} 、 β_{avg} 、 γ_{avg} はいずれも原子比）が、それぞれ、 $0.60 \leq \alpha_{avg}$ 、 $0.005 \leq \beta_{avg} \leq 0.10$ 、 $0 \leq \gamma_{avg} \leq 0.005$ 、 $0.605 \leq \alpha_{avg} + \beta_{avg} \leq 0.95$ を満足し、複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する結晶粒中に立方晶構造を有するものが存在し該結晶粒の結晶方位を、電子線後方散乱回折装置を用いて縦断面方向から解析し、結晶粒個々の結晶粒内平均方位差を求めた場合該結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒が複合窒化物または複合炭窒化物層の面積割合で40%以上存在することにより、立方晶構造を有する結晶粒に歪みを生じさせ、従来の硬質被覆層に比して、 $(Ti_{1-\alpha-\beta}Al_{\alpha}Me_{\beta})(C_{\gamma}N_{1-\gamma})$ 層の硬さと靱性が高まり、その結果、耐チップング性、耐欠損性が向上し、長期に亘ってすぐれた耐摩耗性を発揮することを見出した。

[0014] そして、前述のような構成の $(Cr_{1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$ 層、および、 $(Ti_{1-\alpha-\beta}Al_{\alpha}Me_{\beta})(C_{\gamma}N_{1-\gamma})$ 層は、例えば、工具基体表面において反応ガス組成を周期的に変化させる以下の化学蒸着法によって成膜することができる。

[0015] (1) $(C_{r1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$ 層について

用いる化学蒸着反応装置へは、 NH_3 と H_2 からなるガス群Aと、 $CrCl_3$ 、 $AlCl_3$ 、 $Al(CH_3)_3$ 、 N_2 、 H_2 からなるガス群Bがおのおの別々のガス供給管から反応装置内へ供給され、ガス群Aとガス群Bの反応装置内への供給は、例えば、一定の周期の時間間隔で、その周期よりも短い時間だけガスが流れるように供給し、ガス群Aとガス群Bのガス供給にはガス供給時間よりも短い時間の位相差が生じるようにして、工具基体表面における反応ガス組成を、(イ) ガス群A、(ロ) ガス群Aとガス群Bの混合ガス、(ハ) ガス群Bと時間的に変化させることができる。ちなみに、本発明においては、厳密なガス置換を意図した長時間の排気工程を導入する必要は無い。従って、ガス供給方法としては、例えば、ガス供給口を回転させたり、工具基体を回転させたり、工具基体を往復運動させたりして、工具基体表面における反応ガス組成を、(イ) ガス群Aを主とする混合ガス、(ロ) ガス群Aとガス群Bの混合ガス、(ハ) ガス群Bを主とする混合ガス、と時間的に変化させることでも実現する事が可能である。

工具基体表面に、反応ガス組成(ガス群Aおよびガス群Bを合わせた全体に対する容量%)を、例えば、ガス群Aとして NH_3 : 2.0~3.0%、 H_2 : 65~75%、ガス群Bとして $AlCl_3$: 0.6~0.9%、 $CrCl_3$: 0.2~0.3%、 $Al(CH_3)_3$: 0~0.5%、 N_2 : 12.5~15.0%、 H_2 : 残、反応雰囲気圧力: 4.5~5.0 kPa、反応雰囲気温度: 750~900℃、供給周期1~5秒、1周期当たりのガス供給時間0.15~0.25秒、ガス群Aとガス群Bの供給の位相差0.10~0.20秒として、所定時間、熱CVD法を行うことにより、所定の目標層厚の $(C_{r1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$ 層を成膜する。

[0016] そして、前述のようにガス群Aとガス群Bが工具基体表面に到達する時間に差が生じるように供給する事により、結晶粒内に局所的な組成のムラ、転位や点欠陥の導入による結晶格子の局所的な歪みが形成され、その結果、硬さが向上し、その結果、特に、耐摩耗性が改善され、切刃に断続的・衝撃的

負荷が作用する合金鋼等の高速断続切削加工に供した場合においても、硬質被覆層が、長期の使用に亘ってすぐれた切削性能を発揮し得ることを見出した。

[0017] (2) $(\text{Ti}_{1-\alpha-\beta}\text{Al}_\alpha\text{Me}_\beta)$ $(\text{C}_\gamma\text{N}_{1-\gamma})$ 層について

用いる化学蒸着反応装置へは、 NH_3 と H_2 からなるガス群Aと、 TiCl_4 、 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ 、 AlCl_3 、 MeCl_n (Meの塩化物)、 N_2 、 H_2 からなるガス群Bがおのおの別々のガス供給管から反応装置内へ供給され、ガス群Aとガス群Bの反応装置内への供給は、例えば、一定の周期の時間間隔で、その周期よりも短い時間だけガスが流れるように供給し、ガス群Aとガス群Bのガス供給にはガス供給時間よりも短い時間の位相差が生じるようにして、工具基体表面における反応ガス組成を、ガス群A (第一反応ガス)、ガス群Aとガス群Bの混合ガス (第二反応ガス)、ガス群B (第三反応ガス) と時間的に変化させることができる。ちなみに、本発明においては、厳密なガス置換を意図した長時間の排気工程を導入する必要は無い。従って、ガス供給方法としては、例えば、ガス供給口を回転させたり、工具基体を回転させたり、工具基体を往復運動させたりして、工具基体表面における反応ガス組成を、ガス群Aを主とする混合ガス (第一反応ガス)、ガス群Aとガス群Bの混合ガス (第二反応ガス)、ガス群Bを主とする混合ガス (第三反応ガス) と時間的に変化させることでも実現する事が可能である。

工具基体表面に、反応ガス組成 (ガス群Aおよびガス群Bを合わせた全体に対する容量%) を、例えば、ガス群Aとして NH_3 : 2.0~3.0%、 H_2 : 65~75%、ガス群Bとして AlCl_3 : 0.6~0.9%、 TiCl_4 : 0.2~0.3%、 MeCl_n (Meの塩化物): 0.1~0.2%、 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$: 0~0.5%、 N_2 : 12.5~15.0%、 H_2 : 残、反応雰囲気圧力: 4.5~5.0 kPa、反応雰囲気温度: 700~900℃、供給周期1~5秒、1周期当たりのガス供給時間0.15~0.25秒、ガス群Aとガス群Bの供給の位相差0.10~0.20秒として、所定時間、熱CVD法を行うことにより、所定の目標層厚の $(\text{Ti}_{1-\alpha-\beta}\text{Al}_\alpha\text{Me}_\beta)$ (

$C_{\gamma}N_{1-\gamma}$) 層を成膜する。

[0018] そして、前述のようにガス群Aとガス群Bが工具基体表面に到達する時間に差が生じるように供給する事により、結晶粒内に局所的な組成のムラ、転位や点欠陥の導入による結晶格子の局所的な歪みが形成され、その結果、靱性が飛躍的に向上することを見出した。その結果、特に、耐欠損性、耐チップング性が向上し、切れ刃に断続的・衝撃的負荷が作用する合金鋼等の高速断続切削加工に用いた場合においても、硬質被覆層が、長期の使用に亘ってすぐれた切削性能を発揮し得ることを見出した。

[0019] 本発明は、前記知見に基づいてなされたものであって、

「(1) 炭化タングステン基超硬合金、炭窒化チタン基サーメット、立方晶窒化ホウ素基超高压焼結体のいずれかで構成された工具基体の表面に、硬質被覆層が形成されている表面被覆切削工具において、

(a) 前記硬質被覆層は、平均層厚 $1 \sim 20 \mu m$ の Cr と Al の複合窒化物もしくは複合炭窒化物層、または、 Ti と Al と Me (但し、 Me は、 Si 、 Zr 、 B 、 V 、 Cr の中から選ばれる一種の元素) の複合窒化物もしくは複合炭窒化物層を少なくとも含み、

(b) 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、 $NaCl$ 型の面心立方構造を有する複合窒化物または複合炭窒化物の相を少なくとも含み、

(c) 前記複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する結晶粒のうちの $NaCl$ 型の面心立方構造を有する複合窒化物または複合炭窒化物の結晶粒の結晶方位を、電子線後方散乱回折装置を用いて縦断面方向から解析し、結晶粒個々の結晶粒内平均方位差を求めた場合、該結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒が、複合窒化物または複合炭窒化物層の全面積に対する面積割合で40%以上存在することを特徴とする表面被覆切削工具。

(2) 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、 Cr と Al の複合窒化物または複合炭窒化物層であって、その組成を、

組成式: $(Cr_{1-x}Al_x)(C_{\gamma}N_{1-\gamma})$

で表した場合、複合窒化物または複合炭窒化物層の Al の Cr と Al の含量

に占める平均含有割合 x_{avg} および C の C と N の含量に占める平均含有割合 y_{avg} (但し、 x_{avg} 、 y_{avg} はいずれも原子比) が、それぞれ、 $0.70 \leq x_{avg} \leq 0.95$ 、 $0 \leq y_{avg} \leq 0.005$ を満足することを特徴とする (1) に記載の表面被覆切削工具。

(3) 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、Ti と Al と Me (但し、Me は、Si、Zr、B、V、Cr の中から選ばれる一種の元素) の複合窒化物または複合炭窒化物層であって、その組成を、

組成式： $(Ti_{1-\alpha-\beta} Al_{\alpha} Me_{\beta}) (C_{\gamma} N_{1-\gamma})$ で表した場合、複合窒化物または複合炭窒化物層の Al の Ti と Al と Me の含量に占める平均含有割合 α_{avg} 、Me の Ti と Al と Me の含量に占める平均含有割合 β_{avg} および C の C と N の含量に占める平均含有割合 γ_{avg} (但し、 α_{avg} 、 β_{avg} 、 γ_{avg} はいずれも原子比) が、それぞれ、 $0.60 \leq \alpha_{avg}$ 、 $0.005 \leq \beta_{avg} \leq 0.10$ 、 $0 \leq \gamma_{avg} \leq 0.005$ 、 $0.605 \leq \alpha_{avg} + \beta_{avg} \leq 0.95$ を満足することを特徴とする (1) に記載の表面被覆切削工具。

(4) 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、NaCl 型の面心立方構造を有する複合窒化物または複合炭窒化物の単相からなることを特徴とする (1) 乃至 (3) のいずれかに記載の表面被覆切削工具。

(5) 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、NaCl 型の面心立方構造を有する複合窒化物または複合炭窒化物の相を少なくとも 70 面積% 以上含むことを特徴とする (1) 乃至 (3) のいずれかに記載の表面被覆切削工具。

(6) 前記工具基体と前記複合窒化物または複合炭窒化物層の間に、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 層以上の Ti 化合物層からなり、 $0.1 \sim 20 \mu m$ の合計平均層厚を有する下部層が存在することを特徴とする (1) 乃至 (5) のいずれかに記載の表面被覆切削工具。

(7) 前記複合窒化物または複合炭窒化物層の上部に、少なくとも酸化アルミニウム層を含む上部層が $1 \sim 25 \mu m$ の合計平均層厚で形成されているこ

とを特徴とする（１）乃至（６）のいずれかに記載の表面被覆切削工具。

（８）前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、少なくとも、トリメチルアルミニウムを反応ガス成分として含有する化学蒸着法により成膜することを特徴とする（１）乃至（７）のいずれかに記載の表面被覆切削工具の製造方法。」

に特徴を有するものである。

なお、“結晶粒内平均方位差”とは、後述するGOS（Grain Orientation Spread）値のことを意味する。

発明の効果

[0020] 本発明の態様である表面被覆切削工具（以下、「本発明の表面被覆切削工具」または「本発明の切削工具」と称する）では、工具基体の表面に、硬質被覆層を設けた表面被覆切削工具において、硬質被覆層は、平均層厚 $1 \sim 20 \mu\text{m}$ のCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層を少なくとも含み、組成式： $(\text{Cr}_{1-x}\text{Al}_x)(\text{C}_y\text{N}_{1-y})$ で表した場合、特に、AlのCrとAlの含量に占める平均含有割合 x_{avg} およびCのCとNの含量に占める平均含有割合 y_{avg} （但し、 x_{avg} 、 y_{avg} はいずれも原子比）が、それぞれ、 $0.70 \leq x_{\text{avg}} \leq 0.95$ 、 $0 \leq y_{\text{avg}} \leq 0.005$ を満足し、複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する結晶粒中にNaCl型の面心立方構造を有するものが存在し該結晶粒の結晶方位を、電子線後方散乱回折装置を用いて縦断面方向から解析し、結晶粒個々の結晶粒内平均方位差を求めた場合、該結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒が複合窒化物または複合炭窒化物層全体に対して面積割合で40%以上存在することによって、立方晶構造を有する結晶粒内に歪みが生じるため、結晶粒の硬さと靱性が向上し、その結果、耐チップング性を損なうことなく耐摩耗性が向上するという効果が発揮され、従来の硬質被覆層に比して、長期の使用に亘ってすぐれた切削性能を発揮し、被覆工具の長寿命化が達成される。

また、前記工具基体の表面に、硬質被覆層を設けた表面被覆切削工具において、硬質被覆層は、平均層厚 $1 \sim 20 \mu\text{m}$ のTiとAlとMeの複合窒化

物または複合窒化物層を少なくとも含み、組成式： $(Ti_{1-\alpha-\beta}Al_{\alpha}Me_{\beta})(C_{\gamma}N_{1-\gamma})$ で表した場合、特に、複合窒化物または複合炭窒化物層のAlのTiとAlとMeの含量に占める平均含有割合 α_{avg} およびMeのTiとAlとMeの含量に占める平均含有割合 β_{avg} ならびにCのCとNの含量に占める平均含有割合 γ_{avg} （但し、 α_{avg} 、 β_{avg} 、 γ_{avg} はいずれも原子比）が、それぞれ、 $0.60 \leq \alpha_{avg}$ 、 $0.005 \leq \beta_{avg} \leq 0.10$ 、 $0 \leq \gamma_{avg} \leq 0.005$ 、 $0.605 \leq \alpha_{avg} + \beta_{avg} \leq 0.95$ を満足し、複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する結晶粒中に立方晶構造を有するものが存在し該結晶粒の結晶方位を、電子線後方散乱回折装置を用いて縦断面方向から解析し、結晶粒個々の結晶粒内平均方位差を求めた場合該結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒が複合窒化物または複合炭窒化物層全体に対して面積割合で40%以上存在することによって、立方晶構造を有する結晶粒内に歪みが生じるため、結晶粒の硬さおよび靱性が向上する。その結果、耐摩耗性を損なうことなく耐チップング性が向上するという効果が発揮され、従来の硬質被覆層に比して、長期の使用に亘ってすぐれた切削性能を発揮し、被覆工具の長寿命化が達成される。

図面の簡単な説明

[0021] [図1]本発明被覆工具のCrとAlの複合窒化物もしくは複合炭窒化物層、または、TiとAlとMeの複合窒化物もしくは複合炭窒化物層のNaCl型の面心立方構造(立方晶)を有する結晶粒の結晶粒内平均方位差の測定方法の概略説明図を示す。

[図2]本発明の表面被覆切削工具が有する硬質被覆層を構成するCrとAlの複合窒化物もしくは複合炭窒化物、または、TiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層の断面を模式的に表した膜構成模式図である。

[図3]本発明被覆工具の硬質被覆層を構成するCrとAlの複合窒化物層または複合炭窒化物層の断面において、NaCl型の面心立方構造(立方晶)を有する個々の結晶粒の結晶粒内平均方位差(GOS)の面積割合を示すヒストグラムの一例を示す。なお、ヒストグラム中の垂直方向の点線は結晶粒内

平均方位差が 2° の境界線を示し、図中においてこの垂直方向の点線よりも右側のバーは、結晶粒内平均方位差が 2° 以上のものを示す。以下、4図から6図においても同様である。

[図4]比較例被覆工具の硬質被覆層を構成するCrとAlの複合窒化物層または複合炭窒化物層の断面において、NaCl型の面心立方構造(立方晶)を有する個々の結晶粒の結晶粒内平均方位差(GOS)の面積割合についてのヒストグラムの一例を示す。

[図5]本発明の一実施態様に該当する本発明被覆工具の硬質被覆層を構成するTiとAlとMeの複合窒化物層または複合炭窒化物層の断面において、NaCl型の面心立方構造(立方晶)を有する個々の結晶粒の結晶粒内平均方位差(GOS値)の面積割合を示すヒストグラムの一例を示すものである。

[図6]比較例被覆工具である比較被覆工具の硬質被覆層を構成するTiとAlとMeの複合窒化物層または複合炭窒化物層の断面において、NaCl型の面心立方構造(立方晶)を有する個々の結晶粒の結晶粒内平均方位差(GOS値)の面積割合についてのヒストグラムの一例を示すものである。

発明を実施するための形態

[0022] 本発明を実施するための形態について、以下に説明する。

[0023] 硬質被覆層を構成する複合窒化物または複合炭窒化物層の平均層厚：

本発明の硬質被覆層は、化学蒸着された組成式： $(Cr_{1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$ で表されるCrとAlの複合窒化物もしくは複合炭窒化物層、または、組成式： $(Ti_{1-\alpha-\beta}Al_\alpha Me_\beta)(C_\gamma N_{1-\gamma})$ で表されるTiとAlとMeの複合窒化物もしくは複合炭窒化物層のいずれかの層を少なくとも含む。この複合窒化物または複合炭窒化物層は、高温硬さが高く、すぐれた耐摩耗性を有するが、特に平均層厚が $1 \sim 20 \mu m$ のとき、その効果が際立って発揮される。その理由は、平均層厚が $1 \mu m$ 未満では、層厚が薄いため長期の使用に亘っての耐摩耗性を十分確保することができず、一方、その平均層厚が $20 \mu m$ を越えると、その複合窒化物または複合炭窒化物層の結晶粒が粗大化し易くなり、チッピングを発生しやすくなる。したがって、その平均層

厚を $1 \sim 20 \mu\text{m}$ と定めた。

[0024] 硬質被覆層を構成する複合窒化物または複合炭窒化物層の組成：

(1) 本発明の Cr と Al の複合窒化物または複合炭窒化物層について
組成式： $(\text{Cr}_{1-x}\text{Al}_x)(\text{C}_y\text{N}_{1-y})$ で表した場合、 Al の Cr と Al の
含量に占める平均含有割合 x_{avg} および C の C と N の含量に占める平均含有割合
 y_{avg} (但し、 x_{avg} 、 y_{avg} はいずれも原子比) が、それぞれ、 $0.70 \leq x_{\text{avg}} \leq$
 0.95 、 $0 \leq y_{\text{avg}} \leq 0.005$ を満足するように制御することが好ましい。

その理由は、 Al の平均含有割合 x_{avg} が 0.70 未満であると、 Cr と Al
の複合窒化物または複合炭窒化物層の高温硬さは十分ではなく、耐酸化性にも劣るため、合金鋼等の高速断続切削に供した場合には、耐摩耗性が十分でない。一方、 Al の平均含有割合 x_{avg} が 0.95 を超えると、相対的に Cr の平均含有割合が減少するため、脆化を招き、耐チップング性が低下する。したがって、 Al の平均含有割合 x_{avg} は、 $0.70 \leq x_{\text{avg}} \leq 0.95$ と定めた。

また、複合窒化物または複合炭窒化物層に含まれる C 成分の平均含有割合 (原子比) y_{avg} は、 $0 \leq y_{\text{avg}} \leq 0.005$ の範囲の微量であるとき、複合窒化物または複合炭窒化物層と工具基体もしくは下部層との密着性が向上し、かつ、潤滑性が向上することによって切削時の衝撃を緩和し、結果として複合窒化物または複合炭窒化物層の耐欠損性および耐チップング性が向上する。一方、 C 成分の平均含有割合 y が $0 \leq y_{\text{avg}} \leq 0.005$ の範囲を逸脱すると、複合窒化物または複合炭窒化物層の靱性が低下するため耐欠損性および耐チップング性が逆に低下するため好ましくない。したがって、 C 成分の平均含有割合 y_{avg} は、 $0 \leq y_{\text{avg}} \leq 0.005$ と定めた。

(2) 本発明の Ti と Al と Me の複合窒化物または複合炭窒化物層について
組成式： $(\text{Ti}_{1-\alpha-\beta}\text{Al}_\alpha\text{Me}_\beta)(\text{C}_\gamma\text{N}_{1-\gamma})$ で表した場合 (但し、 Me は、 Si 、 Zr 、 B 、 V 、 Cr の中から選ばれる一種の元素)、 Al の Ti と Al と Me の含量に占める平均含有割合 α_{avg} および Me の Ti と Al と Me

eの含量に占める平均含有割合 β_{avg} ならびにCのCとNの含量に占める平均含有割合 γ_{avg} (但し、 α_{avg} 、 β_{avg} 、 γ_{avg} はいずれも原子比)が、それぞれ、 $0.60 \leq \alpha_{avg}$ 、 $0.005 \leq \beta_{avg} \leq 0.10$ 、 $0 \leq \gamma_{avg} \leq 0.005$ 、 $0.605 \leq \alpha_{avg} + \beta_{avg} \leq 0.95$ を満足するように制御することが好ましい。

その理由は、Alの平均含有割合 α_{avg} が0.60未満であると、TiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層の硬さに劣るため、合金鋼等の高速断続切削に供した場合には、耐摩耗性が十分でない。

また、Meの平均含有割合 β_{avg} が0.005未満であると、TiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層2の硬さに劣るため、合金鋼等の高速断続切削に供した場合には、耐摩耗性が十分でない。一方、0.10を超えると粒界へのMeの偏析等により、TiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層の靱性が低下し、合金鋼等の高速断続切削に供した場合には、耐チップング性が十分でない。したがって、Meの平均含有割合 β_{avg} は、 $0.005 \leq \beta_{avg} \leq 0.10$ と定めた。

一方、Alの平均含有割合 α_{avg} とMeの平均含有割合 β_{avg} との和 $\alpha_{avg} + \beta_{avg}$ が0.605未満であると、TiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層の硬さに劣るため、合金鋼等の高速断続切削に供した場合には、耐摩耗性が十分でなく、0.95を超えると、相対的にTiの含有割合が減少するため、脆化を招き、耐チップング性が低下する。したがって、Alの平均含有割合 α_{avg} とMeの平均含有割合 β_{avg} との和 $\alpha_{avg} + \beta_{avg}$ は、 $0.605 \leq \alpha_{avg} + \beta_{avg} \leq 0.95$ と定めた。

ここで、Meの具体的な成分としては、Si、Zr、B、V、Crの中から選ばれる一種の元素を使用する。

Meとして、 β_{avg} が0.005以上になるようにSi成分あるいはB成分を使用した場合には、複合窒化物または複合炭窒化物層の硬さが向上するため耐摩耗性の向上が図られ、Zr成分は結晶粒界を強化する作用を有し、また、V成分は靱性を向上することから、耐チップング性のより一層の向上が

図られ、C r 成分は耐酸化性を向上させることから、工具寿命のよりいっそう長寿命化が期待される。しかし、いずれの成分も、平均含有割合 β_{avg} が 0.10 を超えると、相対的に A l 成分、T i 成分の平均含有割合が減少することから、耐摩耗性あるいは耐チップング性が低下傾向を示すようになるため、 β_{avg} が 0.10 を超えるような平均含有割合となることは避けなければならない。

また、複合窒化物または複合炭窒化物層に含まれる C の平均含有割合（原子比） γ_{avg} は、 $0 \leq \gamma_{avg} \leq 0.005$ の範囲の微量であるとき、複合窒化物または複合炭窒化物層と工具基体もしくは下部層との密着性が向上し、かつ、潤滑性が向上することによって切削時の衝撃を緩和し、結果として複合窒化物または複合炭窒化物層の耐欠損性および耐チップング性が向上する。一方、C の平均含有割合 γ_{avg} が $0 \leq \gamma_{avg} \leq 0.005$ の範囲を逸脱すると、複合窒化物または複合炭窒化物層の靱性が低下するため耐欠損性および耐チップング性が逆に低下するため好ましくない。したがって、C の平均含有割合 γ_{avg} は、 $0 \leq \gamma_{avg} \leq 0.005$ と定めた。

[0025] 複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する N a C l 型の面心立方構造を有する結晶粒個々の結晶粒内平均方位差（G O S 値）：

本発明では、電子線後方散乱回折装置を用いて、立方晶の C r と A l の複合窒化物または複合炭窒化物結晶粒の結晶粒内平均方位差、および、立方晶の T i と A l と M e の複合窒化物または複合炭窒化物結晶粒の結晶粒内平均方位差を求める。

具体的には、複合窒化物または複合炭窒化物層の表面に垂直な方向からその表面研磨面について 0.1 μ m 間隔で解析し、図 1 に示すように、隣接する測定点 P（以下、「ピクセル」ともいう）間で 5 度以上の方位差がある場合、そこを粒界 B と定義する。そして、粒界 B で囲まれた領域を 1 つの結晶粒と定義する。ただし、隣接するピクセル P 全てと 5 度以上の方位差がある単独に存在するピクセル P は結晶粒とせず、2 ピクセル以上が連結しているものを結晶粒として取り扱う。

そして、立方晶構造を有する結晶粒内のあるピクセルPと、同一結晶粒内の他のすべてのピクセル間での方位差を計算し、これを結晶粒内方位差として求め、それを平均化したものをGOS (Grain Orientation Spread) 値として定義する。概略図を図1に示す。GOS値については、例えば文献「日本機械学会論文集(A編) 71巻712号(2005-12) 論文No. 05-0367 1722~1728」に説明がなされている。

本発明における“結晶粒内平均方位差”とは、前記のGOS値を意味する。GOS値を数式で表す場合、同一結晶粒内のピクセル数を n 、同一結晶粒内の異なるピクセルPにおのおの付けた番号を i および j （ここで $1 \leq i, j \leq n$ となる）、ピクセル i での結晶方位とピクセル j での結晶方位から求められる結晶方位差を $\alpha_{ij} (i \neq j)$ とすると、

[0026] [数1]

$$GOS = \frac{\sum_{i,j=1}^n \alpha_{ij(i \neq j)}}{n(n-1)}$$

で表すことができる。

なお、結晶粒内平均方位差、GOS値は、結晶粒内のあるピクセルPと、同一結晶粒内の他のすべてのピクセル間での方位差を求め、その値を平均化した数値であると言い換えることができるが、結晶粒内に連続的な方位変化が多いと大きな数値となる。

[0027] 結晶粒内平均方位差（GOS値）は、複合窒化物または複合炭窒化物層の表面に垂直な方向からその表面研磨面について電子線後方散乱回折装置を用いて、 $25 \times 25 \mu\text{m}$ の測定範囲内での測定を $0.1 \mu\text{m}/\text{step}$ の間隔で、5視野で実施し、該複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒に属する全ピクセル数を求め、結晶粒内平均方位差を1度間隔で分割し、その値の範囲内に結晶粒内平均方位差が含まれる結晶粒の

ピクセルPを集計して上記全ピクセル数で割ることによって、結晶粒内平均方位差の面積割合を示すヒストグラムを作成する事によって求めることができる。

図3～図6に、このようにして作成されたヒストグラムの一例を示す。

[0028] (1) 本発明のCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層について

図3は、本発明のCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層の立方晶構造を有する結晶粒について求めた、結晶粒内平均方位差のヒストグラムの一例であるが、図3に示されるように、結晶粒内平均方位差(GOS)の値が2度以上である結晶粒がCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層の全面積に占める面積割合は40%以上であることが分かる。

図4は、従来のCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層の立方晶構造を有する結晶粒について求めた、結晶粒内平均方位差のヒストグラムの一例であるが、図4においては、結晶粒内平均方位差(GOS)の値が2度以上である結晶粒がCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層の全面積に占める面積割合は40%未満である。

このように、本発明のCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒は、従来のものと比較して、結晶粒内で結晶方位のばらつきが大きく、そのため、結晶粒内での歪が高くなることが硬さと靱性の向上、耐摩耗性の向上に寄与している。

そして、前記結晶粒内平均方位差を備える(Cr_{1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})層を少なくとも含む硬質被覆層を工具基体表面に被覆形成した被覆工具は、高熱発生を伴うとともに、切刃に対して衝撃的な負荷が作用する合金鋼等の高速断続切削加工で、すぐれた耐チッピング性と耐摩耗性を発揮するのである。

ただ、前記結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒の、CrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層の全面積に占める面積割合が40%未満である場合には、結晶粒の内部歪による硬さと靱性の向上効果が十分でないことから、結晶粒内平均方位差が2度以上を示す立方晶構造を有する結晶粒が

C r と A l の複合窒化物または複合炭窒化物層の全面積に占める面積割合は 40%以上とする。

好ましい複合窒化物または複合炭窒化物層の面積に対する、結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒の面積割合は45～70%である。より好ましい複合窒化物または複合炭窒化物層の面積に対する、結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒の面積割合は50～65%である。

[0029] (2) 本発明の T i と A l と M e の複合窒化物または複合炭窒化物層について

図5は、本発明の T i と A l と M e の複合窒化物または複合炭窒化物層の立方晶構造を有する結晶粒について求めた、結晶粒内平均方位差のヒストグラムの一例であるが、図5に示されるように、結晶粒内平均方位差 (G O S) の値が2度以上である結晶粒が T i と A l と M e の複合窒化物または複合炭窒化物層の全面積に占める面積割合は40%以上であることが分かる。

図6は、比較工具の T i と A l と M e の複合窒化物または複合炭窒化物層の立方晶構造を有する結晶粒について求めた、結晶粒内平均方位差のヒストグラムの一例であるが、図6においては、結晶粒内平均方位差 (G O S) の値が2度以上である結晶粒が T i と A l と M e の複合窒化物または複合炭窒化物層の全面積に占める面積割合は40%未満である。

このように、本発明の T i と A l と M e の複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒は、従来のものと比較して、結晶粒内で結晶方位のばらつきが大きく、そのため、結晶粒内での歪が高くなることから硬さと靱性の向上に寄与している。

そして、前記結晶粒内平均方位差を備える $(T i_{1-\alpha-\beta} A l_{\alpha} M e_{\beta}) (C_{\gamma} N_{1-\gamma})$ 層を少なくとも含む硬質被覆層を工具基体表面に被覆形成した被覆工具は、高熱発生を伴うとともに、切刃に対して衝撃的な負荷が作用する合金鋼等の高速断続切削加工で、すぐれた耐チップング性と耐摩耗性を発揮するのである。

ただ、前記結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒の、 T i と A l と

Meの複合窒化物または複合炭窒化物層の全面積に占める面積割合が40%未満である場合には、結晶粒の内部歪による硬さと靱性の向上効果が十分でないことから、結晶粒内平均方位差が2度以上を示す立方晶構造を有する結晶粒がTiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層の全面積に占める面積割合は40%以上とする。

このように本発明の表面被覆切削工具が有するAlとTiとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する結晶粒は、従来のTiAlN層を構成している結晶粒と比較して、結晶粒内で結晶方位のばらつきが大きく、すなわち、歪みがあるため、このことが硬さや靱性の向上に寄与している。

好ましい複合窒化物または複合炭窒化物層の面積に対する、結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒の面積割合は45～70%である。より好ましい複合窒化物または複合炭窒化物層の面積に対する、結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒の面積割合は50～65%である。

[0030] 硬質被覆層の結晶構造：

(1) 本発明のCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層について

CrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層が、NaCl型の面心立方構造を有するCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物の単相からなる場合、特に優れた耐チップング性、耐摩耗性を示す。

また、CrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層が、NaCl型の面心立方構造単相でない場合であっても、CrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層について、電子線後方散乱回折装置を用いて縦断面方向から0.1 μm間隔で解析し、幅10 μm、縦は膜厚の測定範囲内での縦断面方向からの測定を5視野で実施し、該複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒に属する全ピクセル数を求め、前記5視野での該硬質被覆層に対する測定において全測定ピクセル数との比によって、該複合窒化物または複合炭窒化物層を構成するNaCl型の面心立方構造の結晶粒の面積割合を求めたとき、NaCl型の面心立方構造の結晶粒の面積割合が70面積%未満の場合には、耐摩耗性の低下傾向がみられ、一方、この面積

割合が70面積%以上である場合には、すぐれた耐チップング性、耐摩耗性が発揮されることから、NaCl型の面心立方構造のCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物相の割合は、70面積%以上とすることが望ましい。

(2) 本発明のTiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層について

硬質被覆層が立方晶構造単相である場合、特に優れた耐摩耗性を示す。また、硬質被覆層が立方晶構造単相でない場合であっても、該硬質被覆層について、電子線後方散乱回折装置を用いて縦断面方向から0.1 μm 間隔で解析し、幅10 μm 、縦は膜厚の測定範囲内での縦断面方向からの測定を5視野で実施し、該複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒に属する全ピクセル数を求め、前記5視野での該硬質被覆層に対する測定において全測定ピクセル数との比によって、該複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒の面積割合を求めたとき、立方晶構造を有する結晶粒の面積割合が70%未満の場合には、耐摩耗性の低下傾向がみられ、一方、この面積割合が70%以上である場合には、すぐれた耐チップング性、耐摩耗性が発揮されることから、立方晶構造のTiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物の相は、70面積%以上とすることが望ましい。

[0031] 下部層および上部層：

本発明のCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層、および、本発明のTiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層は、それだけでも十分な効果を奏するが、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層以上のTi化合物層からなり、0.1～20 μm の合計平均層厚を有する下部層を設けた場合、および／または、少なくとも酸化アルミニウム層を含む上部層を1～25 μm の合計平均層厚で設けた場合には、これらの層が奏する効果と相俟って、一層すぐれた特性を創出することができる。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層以上のTi化合物層

からなる下部層を設ける場合、下部層の合計平均層厚が $0.1\mu\text{m}$ 未満では、下部層の効果が十分に奏されず、一方、 $20\mu\text{m}$ を超えると結晶粒が粗大化し易くなり、チッピングを発生しやすくなる。また、酸化アルミニウム層を含む上部層の合計平均層厚が $1\mu\text{m}$ 未満では、上部層の効果が十分に奏されず、一方、 $25\mu\text{m}$ を超えると結晶粒が粗大化し易くなり、チッピングを発生しやすくなる。

[0032] 本発明の表面被覆切削工具が有する硬質被覆層を構成するCrとAlの複合窒化物もしくは複合炭窒化物層、または、TiとAlとMeの複合窒化物もしくは複合炭窒化物層の断面を模式的に表した図を図2に示す。

[0033] つぎに、本発明の被覆工具を実施例により具体的に説明する。

なお、実施例としては、WC基超硬合金あるいはTiCN基サーメットを工具基体とする被覆工具について述べるが、工具基体として立方晶窒化ホウ素基超高压焼結体を用いた場合も同様である。

実施例 1

[0034] 原料粉末として、いずれも $1\sim3\mu\text{m}$ の平均粒径を有するWC粉末、TiC粉末、TaC粉末、NbC粉末、 Cr_3C_2 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、 98MPa 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 5Pa の真空中、 $1370\sim1470^\circ\text{C}$ 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、ISO規格SEEN1203AFSNのインサート形状をもったWC基超硬合金製の工具基体A～Cをそれぞれ製造した。

[0035] また、原料粉末として、いずれも $0.5\sim2\mu\text{m}$ 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、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、 98MPa の圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を 1.3kPa の窒素雰囲気中、温度： 1500°C に1時間保持の条件で焼結

し、焼結後、ISO規格SEEN1203AFSNのインサート形状をもったTiCN基サーメット製の工具基体Dを作製した。

[0036] つぎに、これらの工具基体A～Dの表面に、化学蒸着装置を用い、表4、表5に示される形成条件A～J、すなわち、 NH_3 と H_2 からなるガス群Aと、 CrCl_3 、 AlCl_3 、 N_2 、 H_2 からなるガス群B、およびおのこのガスの供給方法として、反応ガス組成（ガス群Aおよびガス群Bを合わせた全体に対する容量%）を、ガス群Aとして NH_3 ：2.0～3.0%、 H_2 ：65～75%、ガス群Bとして AlCl_3 ：0.6～0.9%、 CrCl_3 ：0.2～0.3%、 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ ：0～0.5%、 N_2 ：12.5～15.0%、 H_2 ：残、反応雰囲気圧力：4.5～5.0kPa、反応雰囲気温度：700～900℃、供給周期3～4秒、1周期当たりのガス供給時間0.15～0.25秒、ガス群Aとガス群Bの供給の位相差0.10～0.20秒として、所定時間、熱CVD法を行い、表7に示される結晶粒内平均方位差が2度以上を示す立方晶構造を有する結晶粒が表7に示される面積割合存在し、表7に示される目標層厚を有する $(\text{Cr}_{1-x}\text{Al}_x)(\text{C}_y\text{N}_{1-y})$ 層を含む硬質被覆層を形成することにより本発明被覆工具1～15を製造した。

なお、本発明被覆工具6～13については、表3に示される形成条件で、表6に示される下部層および／または表7に示される上部層を形成した。

[0037] また、比較の目的で、工具基体A～Dの表面に、表4及び表5に示される条件かつ表8に示される目標層厚（ μm ）で本発明被覆工具1～15と同様に、少なくともCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層を含む硬質被覆層を蒸着形成した。この時には、 $(\text{Cr}_{1-x}\text{Al}_x)(\text{C}_y\text{N}_{1-y})$ 層の成膜工程中に工具基体表面における反応ガス組成が時間的に変化しない様に硬質被覆層を形成することにより比較被覆工具1～13を製造した。

なお、本発明被覆工具6～13と同様に、比較被覆工具6～13については、表3に示される形成条件で、表6に示される下部層および／または表8に示される上部層を形成した。

[0038] 参考のため、工具基体Bおよび工具基体Cの表面に、従来の物理蒸着装置

を用いて、アークイオンプレーティングにより、参考例の ($C_{r_{1-x}}Al_x$) (C_yN_{1-y}) 層を目標層厚で蒸着形成することにより、表 8 に示される参考被覆工具 14、15 を製造した。

なお、参考例の蒸着に用いたアークイオンプレーティングの条件は、次のとおりである。

(a) 前記工具基体 B および C を、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、アークイオンプレーティング装置内の回転テーブル上の中心軸から半径方向に所定距離離れた位置に外周部に沿って装着し、また、カソード電極（蒸発源）として、所定組成の $Al-Cr$ 合金を配置し、

(b) まず、装置内を排気して $10^{-2} Pa$ 以下の真空中に保持しながら、ヒーターで装置内を $500^{\circ}C$ に加熱した後、前記回転テーブル上で自転しながら回転する工具基体に $-1000 V$ の直流バイアス電圧を印加し、かつ $Al-Cr$ 合金からなるカソード電極とアノード電極との間に $200 A$ の電流を流してアーク放電を発生させ、装置内に Al および Cr イオンを発生させ、もって工具基体表面をボンバード洗浄し、

(c) 次に、装置内に反応ガスとして窒素ガスを導入して $4 Pa$ の反応雰囲気とすると共に、前記回転テーブル上で自転しながら回転する工具基体に $-50 V$ の直流バイアス電圧を印加し、かつ、前記 $Al-Cr$ 合金からなるカソード電極（蒸発源）とアノード電極との間に $120 A$ の電流を流してアーク放電を発生させ、前記工具基体の表面に、表 8 に示される目標組成、目標層厚の ($C_{r_{1-x}}Al_x$) (C_yN_{1-y}) 層を蒸着形成し、参考被覆工具 14、15 を製造した。

[0039] また、本発明被覆工具 1～15、比較被覆工具 1～13 および参考被覆工具 14、15 の各構成層の工具基体に垂直な方向の断面を、走査型電子顕微鏡（倍率 5000 倍）を用いて測定し、観察視野内の 5 点の層厚を測って平均して平均層厚を求めたところ、いずれも表 6～表 8 に示される目標層厚と実質的に同じ平均層厚を示した。

[0040] また、複合窒化物または複合炭窒化物層の平均 Al 含有割合 x_{avg} については

、電子線マイクロアナライザ（Electron-Probe-Micro-Analyser：EPMA）を用い、表面を研磨した試料において、電子線を試料表面側から照射し、得られた特性X線の解析結果の10点平均からAlの平均Al含有割合 x_{avg} を求めた。平均C含有割合 y については、二次イオン質量分析（Secondary-Ion-Mass-Spectroscopy：SIMS）により求めた。イオンビームを試料表面側から $70\mu m \times 70\mu m$ の範囲に照射し、スパッタリング作用によって放出された成分について深さ方向の濃度測定を行った。平均C含有割合 y_{avg} はCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層についての深さ方向の平均値を示す。ただしCの含有割合には、意図的にガス原料としてCを含むガスを用いなくとも含まれる不可避免的なCの含有割合を除外している。具体的には $Al(CH_3)_3$ の供給量を0とした場合の複合窒化物または複合炭窒化物層に含まれるC成分の含有割合（原子比）を不可避免的なCの含有割合として求め、 $Al(CH_3)_3$ を意図的に供給した場合に得られる複合窒化物または複合炭窒化物層に含まれるC成分の含有割合（原子比）から前記不可避免的なCの含有割合を差し引いた値を y_{avg} として求めた。

[0041] また、電子線後方散乱回折装置を用いてCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する個々の結晶粒の結晶方位を縦断面方向から解析し、隣接するピクセル間で5度以上の方位差がある場合、そこを粒界とし、粒界で囲まれた領域を1つの結晶粒とし、結晶粒内のあるピクセルと、同一結晶粒内の他のすべてのピクセル間で結晶粒内方位差を求め、結晶粒内方位差が0度以上1度未満、1度以上2度未満、2度以上3度未満、3度以上4度未満、・・・と0～10度の範囲を1度ごとに区切って、マッピングした。そのマッピング図から、結晶粒内平均方位差が2度以上となる結晶粒がCrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層全体に占める面積割合を求めた。

図3に、本発明被覆工具2について測定した結晶粒内平均方位差のヒストグラムの一例を示し、また、図4には、比較被覆工具12について測定した

結晶粒内平均方位差のヒストグラムの一例を示す。

さらに、CrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層について、電子線後方散乱回折装置を用いて縦断面方向から0.1 μm 間隔で解析し、幅10 μm 、縦は膜厚の測定範囲内での縦断面方向からの測定を5視野で実施し、該複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒に属する全ピクセル数を求め、前記5視野での測定において全測定ピクセル数との比によって、該複合窒化物または複合炭窒化物層を構成するNaCl型の面心立方構造の結晶粒が、CrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層の縦断面に占める面積割合(面積%)を求めた。

表7、表8に、これらの結果を示す。

[0042] [表1]

種 別		配 合 組 成 (質量%)					
		Co	TiC	TaC	NbC	Cr ₃ C ₂	WC
工 具 基 体	A	8.5	1.5	—	3.0	0.4	残
	B	9.0	—	1.8	0.2	—	残
	C	7.5	—	—	—	—	残

[0043] [表2]

種別		配 合 組 成 (質量%)						
		Co	Ni	ZrC	NbC	Mo ₂ C	WC	TiCN
工 具 基 体	D	8	5	1	6	6	10	残

[0044]

[表3]

硬質被覆層の構成層		形成条件 (反応雰囲気、圧力はkPa、温度は°Cを示す)		
種別	形成記号	反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気	
			圧力	温度
$(Cr_{1-x}Al_x)(C_yN_{1-y})$ 層	CrAlCN	表4参照	表5参照	表5参照
Ti化合物層	TiC	TiCl ₄ : 4.2%, CH ₄ : 8.5%, H ₂ : 残	7	900
	TiN	TiCl ₄ : 4.2%, N ₂ : 30%, H ₂ : 残	30	850
		TiCl ₄ : 4.2%, N ₂ : 35%, H ₂ : 残	50	900
	I-TiCN	TiCl ₄ : 2%, CH ₃ CN: 0.7%, N ₂ : 10%, H ₂ : 残	7	900
	TiCN	TiCl ₄ : 2%, CH ₄ : 1%, N ₂ : 15%, H ₂ : 残	13	900
	TiCO	TiCl ₄ : 4.2%, CO: 4%, H ₂ : 残	7	900
	TiCNO	TiCl ₄ : 2%, CO: 1%, CH ₄ : 1%, N ₂ : 5%, H ₂ : 残	13	900
Al ₂ O ₃ 層	Al ₂ O ₃	AlCl ₃ : 2.2%, CO ₂ : 5.5%, HCl: 2.2%, H ₂ S: 0.2%, H ₂ : 残	7	900

[0045] [表4]

硬質被覆層の形成		形成条件 (反応ガス組成はガス群Aとガス群Bの合計に対する割合を示す。)									
工程種別	形成記号	反応ガス群A組成(容量%)				反応ガス群B組成(容量%)					
本発明成膜工程	A	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.9 %	CrCl ₃ : 0.2 %	N ₂ : 12.8 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	B	NH ₃ : 3.0 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.6 %	CrCl ₃ : 0.2 %	N ₂ : 12.5 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	C	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.6 %	CrCl ₃ : 0.2 %	N ₂ : 13.5 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	D	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.8 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 14 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	E	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.7 %	CrCl ₃ : 0.2 %	N ₂ : 13 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	F	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 65 %	AlCl ₃ : 0.7 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 14.5 %	Al(CH ₃) ₃ : 0.2 %	残りH ₂			
	G	NH ₃ : 3.0 %	H ₂ : 75 %	AlCl ₃ : 0.7 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 15 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	H	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.6 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 13.5 %	Al(CH ₃) ₃ : 0.4 %	残りH ₂			
	I	NH ₃ : 2.0 %	H ₂ : 65 %	AlCl ₃ : 0.9 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 14 %	Al(CH ₃) ₃ : 0.5 %	残りH ₂			
	J	NH ₃ : 2.0 %	H ₂ : 75 %	AlCl ₃ : 0.8 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 13 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
比較成膜工程	A'	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.9 %	CrCl ₃ : 0.2 %	N ₂ : 12.8 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	B'	NH ₃ : 3.0 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.6 %	CrCl ₃ : 0.2 %	N ₂ : 12.5 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	C'	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.6 %	CrCl ₃ : 0.2 %	N ₂ : 13.5 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	D'	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.8 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 14 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	E'	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.7 %	CrCl ₃ : 0.2 %	N ₂ : 13 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	F'	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 65 %	AlCl ₃ : 0.7 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 14.5 %	Al(CH ₃) ₃ : 0.2 %	残りH ₂			
	G'	NH ₃ : 3.0 %	H ₂ : 75 %	AlCl ₃ : 0.7 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 15 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			
	H'	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.6 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 13.5 %	Al(CH ₃) ₃ : 0.4 %	残りH ₂			
	I'	NH ₃ : 2.0 %	H ₂ : 65 %	AlCl ₃ : 0.9 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 14 %	Al(CH ₃) ₃ : 0.5 %	残りH ₂			
	J'	NH ₃ : 2.0 %	H ₂ : 75 %	AlCl ₃ : 0.8 %	CrCl ₃ : 0.3 %	N ₂ : 13 %	Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂			

[0046]

[表5]

硬質被覆層の形成		形成条件 (反応雰囲気気の圧力はkPa、温度は℃を示す.)						
工程 種別	形成 記号	ガス群A		ガス群B		ガス群 Aと ガス群 Bの 供給の 位相差 (秒)	反応雰囲気	
		供給 周期 (秒)	1周期 当りの 供給 時間 (秒)	供給 周期 (秒)	1周期 当りの 供給 時間 (秒)		圧力	温度
本発明成膜工程	A	3	0.15	3	0.15	0.1	4.5	800
	B	1.5	0.15	1.5	0.15	0.1	4.7	750
	C	2.5	0.2	2.5	0.2	0.15	4.5	800
	D	1.2	0.25	1.2	0.25	0.2	4.7	900
	E	5	0.2	5	0.2	0.15	4.7	800
	F	4.5	0.2	4.5	0.2	0.1	4.7	800
	G	1	0.2	1	0.2	0.15	4.7	800
	H	2	0.25	2	0.25	0.15	5	750
	I	2.5	0.2	2.5	0.2	0.15	4.7	750
	J	4	0.2	4	0.2	0.1	5	850
比較成膜工程	A'	—	—	—	—	—	4.5	800
	B'	—	—	—	—	—	4.7	750
	C'	—	—	—	—	—	4.5	800
	D'	—	—	—	—	—	4.7	900
	E'	—	—	—	—	—	4.7	800
	F'	—	—	—	—	—	4.7	800
	G'	—	—	—	—	—	4.7	800
	H'	—	—	—	—	—	5	750
	I'	—	—	—	—	—	4.7	750
	J'	—	—	—	—	—	5	850

[0047] [表6]

種別		工具 基体 記号	硬質被覆層 (下段の数値は、該層の 目標平均層厚(μm)を示す。)		
			下部層		
			第1層	第2層	第3層
本発明被覆工具・比較被覆工具・参考被覆工具	1	A	-	-	-
	2	B	-	-	-
	3	C	-	-	-
	4	D	-	-	-
	5	A	-	-	-
	6	B	TiC (0.5)	-	-
	7	C	TiN-1 (0.3)	-	-
	8	D	TiN-1 (0.5)	I-TiCN (4)	-
	9	A	TiN-1 (0.3)	I-TiCN (2)	TiCN (0.7)
	10	B	-	-	-
	11	C	TiN-1 (0.5)	-	-
	12	D	TiC (1)	-	-
	13	A	TiN-1 (0.1)	-	-
	14	B	-	-	-
	15	C	-	-	-

[0048] [表7]

種別		工具 基体 記号	硬 質 被 覆 層							
			CrAl複合炭化物、炭窒化物層 (Cr _{1-x} Al _x)(C _y N _{1-y})						上部層 (下段の数値は、 該層の目標平均層厚 (μm)を示す。)	
			CrAlCN 成膜工程 形成記号 (表4、表5 参照)	Alの 含有 割合 x _{avg}	Cの 含有 割合 y _{avg}	結晶粒内 平均方位 差が 2度以上の 結晶粒の 面積割合 (%)	NaCl型の 面心立方構 造を有する 結晶粒の面 積割合(%)	目標 層厚 (μm)	第1層	第2層
本 発 明 被 覆 工 具	1	A	A	0.93	0.0001 以下	43	70	2	-	-
	2	B	B	0.75	0.0001 以下	67	100	8	-	-
	3	C	C	0.82	0.0001 以下	64	100	7	-	-
	4	D	D	0.74	0.0001 以下	68	98	5	-	-
	5	A	E	0.95	0.0001 以下	58	88	5	-	-
	6	B	F	0.83	0.0027	56	100	4	-	-
	7	C	G	0.76	0.0001 以下	56	100	6	-	-
	8	D	H	0.89	0.0045	55	92	7	-	-
	9	A	I	0.95	0.0018	42	82	1	-	-
	10	B	J	0.78	0.0001 以下	45	100	4	Al ₂ O ₃ (2.5)	-
	11	C	A	0.94	0.0001 以下	49	88	10	TiCN (0.5)	Al ₂ O ₃ (3)
	12	D	B	0.81	0.0001 以下	72	99	4	TiCO (1)	Al ₂ O ₃ (2)
	13	A	C	0.77	0.0001 以下	61	98	3	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (1)
	14	B	D	0.79	0.0001 以下	51	97	1	-	-
	15	C	E	0.93	0.0001 以下	63	83	3	-	-

[0049]

[表8]

種別		工具 基体 記号	硬 質 被 覆 層							
			CrAl複合炭化物, 炭窒化物層 (Cr _{1-x} Al _x)(CyN _{1-y})						上部層 (下段の数値は、 該層の目標平均層厚 (μ m)を示す。)	
			CrAlCN 成膜工程 形成記号 (表4、表5 参照)	Alの 含有 割合 x_{avg}	Cの 含有 割合 y_{avg}	結晶粒内 平均方位 差が 2度以上の 結晶粒の 面積割合 (%)	NaCl型の 面心立方構 造を有する 結晶粒の面 積割合(%)	目 標 層 厚 (μ m)	第1層	第2層
比較被覆工具	1	A	A'	0.89	0.0001 以下	12	71	2	-	-
	2	B	B'	0.79	0.0001 以下	15	100	8	-	-
	3	C	C'	0.81	0.0001 以下	8	100	7	-	-
	4	D	D'	0.73	0.0001 以下	11	99	5	-	-
	5	A	E'	0.92	0.0001 以下	9	87	5	-	-
	6	B	F'	0.85	0.0024	7	100	4	-	-
	7	C	G'	0.70	0.0001 以下	12	100	6	-	-
	8	D	H'	0.88	0.0043	8	91	7	-	-
	9	A	I'	0.93	0.0016	0	83	1	-	-
	10	B	J'	0.79	0.0001 以下	5	100	4	Al ₂ O ₃ (2.5)	-
	11	C	A'	0.90	0.0001 以下	11	86	5	TiCN (0.5)	Al ₂ O ₃ (3)
	12	D	B'	0.78	0.0001 以下	13	98	4	TiCO (1)	Al ₂ O ₃ (2)
	13	A	C'	0.79	0.0001 以下	15	96	3	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (1)
参考被覆工具	14	B	AIP	0.68	0.0001 以下	8	100	1	-	-
	15	C	AIP	0.60	0.0001 以下	9	100	3	-	-

(注)「AIP」は、アーキイオンプレーティングによる成膜を示す。

[0050] つぎに、前記各種の被覆工具をいずれもカット径125mmの工具鋼製カッタ先端部に固定治具にてクランプした状態で、本発明被覆工具1～15、比較被覆工具1～13および参考被覆工具14、15について、以下に示す

、炭素鋼の高速断続切削の一種である乾式高速正面フライス、センターカット切削加工試験を実施し、切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。

工具基体：炭化タングステン基超硬合金、炭窒化チタン基サーメット、

切削試験：乾式高速正面フライス、センターカット切削加工、

被削材：JIS・S55C幅100mm、長さ400mmのブロック材、

回転速度：815 min^{-1} 、

切削速度：320 m/min 、

切り込み：1.0 mm 、

一刃送り量：0.1 $\text{mm}/\text{刃}$ 、

切削時間：8分、

その結果を表9に示す。

[0051]

[表9]

種別		逃げ面 摩耗幅 (mm)	種別	切削試験 結果 (分)	
本 発 明 被 覆 工 具	1	0.14	比 較 被 覆 工 具	1	4.4*
	2	0.09		2	4.4*
	3	0.10		3	3.4*
	4	0.12		4	2.2*
	5	0.09		5	2.3*
	6	0.07		6	2.7*
	7	0.12		7	4.2*
	8	0.09		8	1.9*
	9	0.14		9	3.8*
	10	0.13		10	2.1*
	11	0.07		11	3.7*
	12	0.08		12	4.3*
	13	0.11		13	1.9*
	14	0.10	参 考 被 覆 工 具	14	4.0*
	15	0.11		15	4.1*

比較被覆工具、参考被覆工具の欄の*印は、
チッピング発生が原因で 寿命に至るまでの切
削時間(分)を示す。

実施例 2

[0052] 原料粉末として、いずれも $1 \sim 3 \mu\text{m}$ の平均粒径を有する WC 粉末、TiC 粉末、ZrC 粉末、TaC 粉末、NbC 粉末、 Cr_3C_2 粉末、TiN 粉末および Co 粉末を用意し、これら原料粉末を、表 10 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、 $1370 \sim 1470^\circ\text{C}$ 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、切刃部に $R: 0.07 \text{ mm}$ のホーニング加工を施すことにより ISO 規格 CNMG120412 のインサート形

状をもったWC基超硬合金製の工具基体 $\alpha \sim \gamma$ をそれぞれ製造した。

[0053] また、原料粉末として、いずれも $0.5 \sim 2 \mu\text{m}$ の平均粒径を有するTiCN（質量比でTiC/TiN=50/50）粉末、NbC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11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：1500℃に1時間保持の条件で焼結し、焼結後、切刃部分にR：0.09 mmのホーニング加工を施すことによりISO規格・CNMG120412のインサート形状をもったTiCN基サーメット製の工具基体 δ を形成した。

[0054] つぎに、これらの工具基体 $\alpha \sim \gamma$ および工具基体 δ の表面に、化学蒸着装置を用い、実施例1と同様の方法により表4及び表5に示される条件で、少なくとも $(\text{Cr}_{1-x}\text{Al}_x)$ $(\text{C}_y\text{N}_{1-y})$ 層を含む硬質被覆層を目標層厚で蒸着形成することにより、表12に示される本発明被覆工具16～30を製造した。

なお、本発明被覆工具19～28については、表3に示される形成条件で、表12に示される下部層および／または表13に示される上部層を形成した。

[0055] また、比較の目的で、同じく工具基体 $\alpha \sim \gamma$ および工具基体 δ の表面に、化学蒸着装置を用い、表4及び表5に示される条件かつ表14に示される目標層厚で本発明被覆工具と同様に硬質被覆層を蒸着形成することにより、表14に示される比較被覆工具16～28を製造した。

なお、本発明被覆工具19～28と同様に、比較被覆工具19～28については、表3に示される形成条件で、表12に示される下部層および／または表14に示される上部層を形成した。

[0056] 参考のため、工具基体 β および工具基体 γ の表面に、従来の物理蒸着装置を用いて、アークイオンプレーティングにより、参考例の $(\text{Cr}_{1-x}\text{Al}_x)$ $(\text{C}_y\text{N}_{1-y})$ 層を目標層厚で蒸着形成することにより、表14に示される参

考被覆工具 29, 30 を製造した。

なお、アーキオンプレーティングの条件は、実施例 1 に示される条件と同様の条件を用いた。

[0057] また、本発明被覆工具 16～30、比較被覆工具 16～28 および参考被覆工具 29, 30 の各構成層の断面を、走査電子顕微鏡（倍率 5000 倍）を用いて測定し、観察視野内の 5 点の層厚を測って平均して平均層厚を求めたところ、いずれも表 12～表 14 に示される目標層厚と実質的に同じ平均層厚を示した。

[0058] また、電子線後方散乱回折装置を用いて Cr と Al の複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する個々の結晶粒の結晶方位を縦断面方向から解析し、結晶粒内方位差が 0 度以上 1 度未満、1 度以上 2 度未満、2 度以上 3 度未満、3 度以上 4 度未満、・・・と 0～10 度の範囲を 1 度ごとに区切って、マッピングした。そのマッピング図から、結晶粒内平均方位差と結晶粒内方位差が 2 度以上となる結晶粒が Cr と Al の複合窒化物または複合炭窒化物層全体に占める面積割合を求めた。

さらに、Cr と Al の複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する NaCl 型の面心立方構造の結晶粒が、Cr と Al の複合窒化物または複合炭窒化物層の縦断面に占める面積割合(面積%)を求めた

その結果を表 13 および表 14 に示す。

[0059] [表10]

種 別		配 合 組 成 (質量%)							
		Co	TiC	ZrC	TaC	NbC	Cr ₃ C ₂	TiN	WC
工 具 基 体	α	6.5	-	1.5	-	2.9	0.1	1.5	殘
	β	7.6	2.6	-	4.0	0.5	-	1.1	殘
	γ	6.0	-	-	-	-	-	-	殘

[0060]

[表11]

種別		配 合 組 成 (質量%)				
		Co	Ni	NbC	WC	TiCN
工具 基体	δ	11	4	6	15	残

[0061]

[表12]

種別		工具 基体 記号	硬質被覆層 (下段の数値は、該層の目標平均層厚(μm)を示す。)			
			下部層			
			第1層	第2層	第3層	第4層
本発明被覆工具・比較被覆工具・参考被覆工具	16	α	—	—	—	—
	17	β	—	—	—	—
	18	γ	—	—	—	—
	19	δ	TiC (0.5)	—	—	—
	20	α	TiN-1 (0.1)	—	—	—
	21	β	TiN-1 (0.5)	I—TiCN (7)	—	—
	22	γ	TiN-1 (0.3)	I—TiCN (10)	TiN-2 (0.7)	—
	23	δ	TiN-1 (0.3)	I—TiCN (4)	TiCN (0.4)	TiN-2 (0.3)
	24	α	—	—	—	—
	25	β	TiN-1 (0.5)	—	—	—
	26	γ	TiC (1)	—	—	—
	27	δ	TiN-1 (0.1)	—	—	—
	28	α	TiN-1 (0.1)	—	—	—
	29	β	—	—	—	—
	30	γ	—	—	—	—

[0062]

[表13]

種別		工具 基体 記号	硬 質 被 覆 層									
			CrAl複合炭化物, 炭窒化物層 (Cr _{1-x} Al _x)(C _y N _{1-y})						上部層 (下段の数値は、該層の 目標平均層厚(μm)を示す。)			
			CrAlCN 成膜工程 形成記号 (表4、表5 参照)	Alの 含有 割合 x _{avg}	Cの 含有 割合 y _{avg}	結晶粒内 平均方位 差が 2度以上の 結晶粒の 面積割合 (%)	NaCl型の 面心立方構 造を有する 結晶粒の面 積割合(%)	目標 層厚 (μm)	第1層	第2層	第3層	第4層
本 発 明 被 覆 工 具	16	α	A	0.93	0.0001 以下	63	65	15	-	-	-	-
	17	β	B	0.77	0.0001 以下	71	100	12	-	-	-	-
	18	γ	C	0.84	0.0001 以下	58	95	20	-	-	-	-
	19	δ	D	0.71	0.0001 以下	57	95	7	-	-	-	-
	20	α	E	0.95	0.0001 以下	49	78	6	-	-	-	-
	21	β	F	0.81	0.0027	47	100	10	-	-	-	-
	22	γ	G	0.74	0.0001 以下	56	100	2	TiN-2 (0.7)	-	-	-
	23	δ	H	0.86	0.0041	67	89	3	TiCN (0.4)	TiN-2 (0.3)	-	-
	24	α	I	0.94	0.0016	40	91	7	Al ₂ O ₃ (2)	-	-	-
	25	β	J	0.76	0.0001 以下	63	100	15	TiCN (0.5)	Al ₂ O ₃ (2.5)	-	-
	26	γ	A	0.92	0.0001 以下	55	89	16	TiCO (1)	Al ₂ O ₃ (2)	-	-
	27	δ	B	0.78	0.0001 以下	58	98	4	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (1)	-	-
	28	α	C	0.78	0.0001 以下	56	96	9	TiN-2 (0.3)	TiCN (0.8)	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (3)
	29	β	D	0.76	0.0001 以下	46	93	5	-	-	-	-
	30	γ	E	0.93	0.0001 以下	55	83	9	-	-	-	-

[0063]

[表14]

種別		工具 基体 記号	硬 質 被 覆 層									
			CrAl複合炭化物, 炭窒化物層 (Cr _{1-x} Al _x) (C _y N _{1-y})						上部層 (下段の数値は、各層の目標平均層厚(μm)を示す。)			
			CrAlCN 成膜工程 形成記号 (表4、表5 参照)	Alの 含有 割合 x _{avg}	Cの 含有 割合 y _{avg}	結晶粒内 平均方位 差が 2度以上の 結晶粒の 面積割合 (%)	NaCl型の 面心立方構 造を有する 結晶粒の面 積割合(%)	目標 層厚 (μm)	第1層	第2層	第3層	第4層
比較被覆工具	16	α	A'	0.93	0.0001 以下	15	81	15	-	-	-	-
	17	β	B'	0.76	0.0001 以下	13	100	12	-	-	-	-
	18	γ	C'	0.82	0.0001 以下	9	95	20	-	-	-	-
	19	δ	D'	0.69	0.0001 以下	12	93	7	-	-	-	-
	20	α	E'	0.92	0.0001 以下	4	85	6	-	-	-	-
	21	β	F'	0.84	0.0036	8	100	10	-	-	-	-
	22	γ	G'	0.72	0.0001 以下	7	100	2	TiN-2 (0.7)	-	-	-
	23	δ	H'	0.89	0.0044	10	93	3	TiCN (0.4)	TiN-2 (0.3)	-	-
	24	α	I'	0.95	0.0023	0	86	7	Al ₂ O ₃ (2)	-	-	-
	25	β	J'	0.75	0.0001 以下	8	100	15	TiCN (0.5)	Al ₂ O ₃ (2.5)	-	-
	26	γ	A'	0.88	0.0001 以下	16	79	16	TiCO (1)	Al ₂ O ₃ (2)	-	-
	27	δ	B'	0.77	0.0001 以下	9	99	4	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (1)	-	-
参考被覆工具	28	α	C'	0.80	0.0001 以下	7	97	9	TiN-2 (0.3)	TiCN (0.8)	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (3)
	29	β	AlP	0.67	0.0001 以下	7	100	5	-	-	-	-
	30	γ	AlP	0.59	0.0001 以下	11	100	9	-	-	-	-

(注)「AIP」は、アーキオンプレーティングによる成膜を示す。

[0064] つぎに、前記各種の被覆工具をいずれも工具鋼製バイトの先端部に固定治具にてネジ止めした状態で、本発明被覆工具16～30、比較被覆工具16～28および参考被覆工具29、30について、以下に示す、炭素鋼の乾式高速断続切削試験、ダクタイル鋳鉄の湿式高速断続切削試験を実施し、いずれも切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。

切削条件1：

被削材：JIS・S55Cの長さ方向等間隔4本縦溝入り丸棒、

切削速度：345m/min、

切り込み：2.0 mm、
送り：0.1 mm / rev、
切削時間：5 分、
(通常の切削速度は、220 m / min)、
切削条件 2 :
被削材：JIS・FCD700の長さ方向等間隔4本縦溝入り丸棒、
切削速度：325 m / min、
切り込み：1.5 mm、
送り：0.1 mm / rev、
切削時間：5 分、
(通常の切削速度は、180 m / min)、
表 15 に、前記切削試験の結果を示す。

[0065]

[表15]

種別		逃げ面 摩耗幅 (mm)		種別		切削試験 結果 (分)	
		切削条件 1	切削条件 2			切削条件 1	切削条件 2
本発明被覆工具	16	0.23	0.23	比較被覆工具	16	2.7*	2.3*
	17	0.22	0.22		17	2.5*	1.9*
	18	0.14	0.10		18	4.7*	3.9*
	19	0.11	0.19		19	4.2*	4.1*
	20	0.22	0.22		20	4.1*	2.5*
	21	0.22	0.22		21	3.4*	2.7*
	22	0.12	0.21		22	4.4*	1.8*
	23	0.15	0.11		23	4.8*	4.2*
	24	0.21	0.21		24	2.2*	2.8*
	25	0.21	0.20		25	2.3*	2.4*
	26	0.18	0.12		26	4.5*	4.4*
	27	0.17	0.16		27	3.9*	2.4*
	28	0.20	0.14		28	3.7*	4.3*
	29	0.14	0.17	参考被覆工具	29	4.3*	3.7*
	30	0.18	0.12		30	3.2*	3.8*

比較被覆工具、参考被覆工具の欄の*印は、
チッピング発生が原因で寿命に至るまでの切削時間(分)を示す。

[0066] 表9、表15に示される結果から、本発明の被覆工具は、CrとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒内において、所定の結晶粒内平均方位差が存在することで、結晶粒の歪みにより、硬さが向上し、高い耐摩耗性を保ちつつ、靱性が向上する。しかも、切れ刃に断続的・衝撃的高負荷が作用する高速断続切削加工に用いた場合でも、耐チッピング性、耐欠損性にすぐれ、その結果、長期の使用に亘ってすぐれた耐摩耗性を発揮することが明らかである。

[0067] これに対して、硬質被覆層を構成するCrとAlの複合窒化物または複合

炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒内において、所定の結晶粒内平均方位差が存在していない比較被覆工具 1～13、16～28 および参考被覆工具 14、15、29、30 については、高熱発生を伴い、しかも、切れ刃に断続的・衝撃的高負荷が作用する高速断続切削加工に用いた場合、チッピング、欠損等の発生により短時間で寿命にいたることが明らかである。

実施例 3

- [0068] 原料粉末として、いずれも $1 \sim 3 \mu\text{m}$ の平均粒径を有する WC 粉末、TiC 粉末、TaC 粉末、NbC 粉末、 Cr_3C_2 粉末および Co 粉末を用意し、これら原料粉末を、表 16 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、 $1370 \sim 1470^\circ\text{C}$ 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、ISO 規格 SEEN 1203 AFSN のインサート形状をもった WC 基超硬合金製の工具基体 E～G をそれぞれ製造した。
- [0069] また、原料粉末として、いずれも $0.5 \sim 2 \mu\text{m}$ の平均粒径を有する TiCN (質量比で $\text{TiC}/\text{TiN} = 50/50$) 粉末、 Mo_2C 粉末、ZrC 粉末、NbC 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 17 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： 1500°C に 1 時間保持の条件で焼結し、焼結後、ISO 規格 SEEN 1203 AFSN のインサート形状をもった TiCN 基サーメット製の工具基体 H を作製した。
- [0070] つぎに、これらの工具基体 E～H 表面に、化学蒸着装置を用い、表 19、表 20 に示される形成条件、すなわち、 NH_3 と H_2 からなるガス群 A と、 TiCl_4 、 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ 、 AlCl_3 、 MeCl_n (但し、 SiCl_4 、 ZrCl_4 、 BCl_3 、 VCl_4 、 CrCl_2 のうちのいずれか)、 N_2 、 H_2 からなるガス群 B、およびおのおのガスの供給方法として、反応ガス組成 (ガス群

Aおよびガス群Bを合わせた全体に対する容量%)を、ガス群Aとして NH_3 : 2.0~3.0%、 H_2 : 65~75%、ガス群Bとして AlCl_3 : 0.6~0.9%、 TiCl_4 : 0.2~0.3%、 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$: 0~0.5%、 MeCl_n (但し、 SiCl_4 , ZrCl_4 , BCl_3 , VCl_4 , CrCl_2 のうちのいずれか) : 0.1~0.2%、 N_2 : 12.5~15.0%、 H_2 : 残、反応雰囲気圧力 : 4.5~5.0 kPa、反応雰囲気温度 : 700~900℃、供給周期1~5秒、1周期当たりのガス供給時間0.15~0.25秒、ガス群Aとガス群Bの供給の位相差0.10~0.20秒として、所定時間、熱CVD法を行い、表22に示される結晶粒内平均方位差が2度以上を示す立方晶構造を有する結晶粒が表22に示される面積割合存在し、表22に示される目標層厚を有する $(\text{Ti}_{1-\alpha-\beta}\text{Al}_\alpha\text{Me}_\beta)$ ($\text{C}_\gamma\text{N}_{1-\gamma}$)層からなる硬質被覆層を形成することにより本発明被覆工具31~45を製造した。

なお、本発明被覆工具36~43については、表18に示される形成条件で、表21に示される下部層および／または表22に示される上部層を形成した。

[0071] また、比較の目的で、工具基体E~Hの表面に、表19、表20に示される条件かつ表23に示される目標層厚(μm)で本発明被覆工具31~45と同様に、少なくともTiとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層を含む硬質被覆層を蒸着形成した。この時には、 $(\text{Ti}_{1-\alpha-\beta}\text{Al}_\alpha\text{Me}_\beta)$ ($\text{C}_\gamma\text{N}_{1-\gamma}$)層の成膜工程中に工具基体表面における反応ガス組成が時間的に変化しない様に硬質被覆層を形成することにより比較被覆工具31~45を製造した。

なお、本発明被覆工具36~43と同様に、比較被覆工具36~43については、表18に示される形成条件で、表21に示される下部層および／または表23に示される上部層を形成した。

[0072] また、本発明被覆工具31~45、比較被覆工具31~45の各構成層の工具基体に垂直な方向の断面を、走査型電子顕微鏡(倍率5000倍)を用

いて測定し、観察視野内の5点の層厚を測って平均して平均層厚を求めたところ、いずれも表21～表23に示される目標層厚と実質的に同じ平均層厚を示した。

[0073] また、複合窒化物または複合炭窒化物層の平均Al含有割合、平均Me含有割合については、電子線マイクロアナライザ (Electron-Probe-Micro-Analyser: EPMA) を用い、表面を研磨した試料において、電子線を試料表面側から照射し、得られた特性X線の解析結果の10点平均からAlの平均Al含有割合 α_{avg} およびMeの平均含有割合 β_{avg} を求めた。平均C含有割合 γ_{avg} については、二次イオン質量分析 (Secondary-Ion-Mass-Spectroscopy: SIMS) により求めた。イオンビームを試料表面側から $70\mu\text{m} \times 70\mu\text{m}$ の範囲に照射し、スパッタリング作用によって放出された成分について深さ方向の濃度測定を行った。平均C含有割合 γ_{avg} はTiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層についての深さ方向の平均値を示す。ただしCの含有割合には、意図的にガス原料としてCを含むガスを用いなくても含まれる不可避免的なCの含有割合を除外している。具体的にはAl(CH₃)₃の供給量を0とした場合の複合窒化物または複合炭窒化物層に含まれるC成分の含有割合 (原子比) を不可避免的なCの含有割合として求め、Al(CH₃)₃を意図的に供給した場合に得られる複合窒化物または複合炭窒化物層に含まれるC成分の含有割合 (原子比) から前記不可避免的なCの含有割合を差し引いた値を γ_{avg} として求めた。

[0074] さらに、電子線後方散乱回折装置を用いてTiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する個々の結晶粒の結晶方位を縦断面方向から解析し、隣接するピクセル間で5度以上の方位差がある場合、そこを粒界とし、粒界で囲まれた領域を1つの結晶粒とし、結晶粒内のあるピクセルと、同一結晶粒内の他のすべてのピクセル間で結晶粒内方位差を求め、結晶粒内方位差が0度以上1度未満、1度以上2度未満、2度以上3度未満、3度以上4度未満、・・・と0～10度の範囲を1度ごとに区

切って、マッピングした。そのマッピング図から、結晶粒内平均方位差が2度以上となる結晶粒がTiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層全体に占める面積割合を求めた。その結果を表22および表23に示す。

図5に、本発明被覆工具について測定した結晶粒内平均方位差のヒストグラムの一例を示し、また、図6には、比較被覆工具について測定した結晶粒内平均方位差のヒストグラムの一例を示す。

[0075] [表16]

種 別		配 合 組 成 (質量%)					
		Co	TiC	TaC	NbC	Cr ₃ C ₂	WC
工 具 基 体	E	8.0	1.5	—	3.0	0.4	残
	F	8.5	—	1.8	0.2	—	残
	G	7.0	—	—	—	—	残

[0076] [表17]

種別		配 合 組 成 (質量%)						
		Co	Ni	ZrC	NbC	Mo ₂ C	WC	TiCN
工 具 基 体	H	8	5	1	6	6	10	残

[0077] [表18]

硬質被覆層の構成層			形 成 条 件（反応雰囲気気圧はkPa、温度は℃を示す）		
種別		形成記号	反応ガス組成（容量%）	反応雰囲気	
				圧力	温度
(Ti _{1-α-β} Al _α Me _β)(C _γ N _{1-γ})層			表19、表20参照		
Ti化合物層	TiC	TiC	TiCl ₄ :2%、CH ₄ :10%、H ₂ :残	7	850
	TiN	TiN	TiCl ₄ :4.2%、N ₂ :30%、H ₂ :残	30	780
	TiCN	TiCN	TiCl ₄ :2%、CH ₃ CN:0.7%、N ₂ :10%、H ₂ :残	7	780
	TiCO	TiCO	TiCl ₄ :4.2%、CO:4%、H ₂ :残	7	850
	TiCNO	TiCNO	TiCl ₄ :2%、CH ₃ CN:0.7%、N ₂ :10%、CO ₂ :0.3%、H ₂ :残	13	780
Al ₂ O ₃ 層	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	AlCl ₃ :2.2%、CO ₂ :5.5%、HCl:2.2%、H ₂ S:0.8%、H ₂ :残	7	800

[0078]

[表19]

硬質被覆層の形成		形成条件 (反応ガス組成はガス群Aとガス群Bの合計に対する割合を示す)			
工程 種別	形成 記号	反応ガス群A組成(容量%)		反応ガス群B組成(容量%)	
本発明成膜工程	Si-A	NH ₃ : 2.7 %	H ₂ : 68 %	AlCl ₃ : 0.8 %, TiCl ₄ : 0.2 %, SiCl ₄ : 0.1 %, N ₂ : 14.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	Si-B	NH ₃ : 3.0 %	H ₂ : 71 %	AlCl ₃ : 0.6 %, TiCl ₄ : 0.3 %, SiCl ₄ : 0.2 %, N ₂ : 13.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	Si-C	NH ₃ : 2.1 %	H ₂ : 74 %	AlCl ₃ : 0.7 %, TiCl ₄ : 0.2 %, SiCl ₄ : 0.2 %, N ₂ : 15.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0.2 %	残りH ₂
	Zr-A	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.7 %, TiCl ₄ : 0.3 %, ZrCl ₄ : 0.1 %, N ₂ : 12.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	Zr-B	NH ₃ : 2.3 %	H ₂ : 66 %	AlCl ₃ : 0.9 %, TiCl ₄ : 0.3 %, ZrCl ₄ : 0.2 %, N ₂ : 14.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0.5 %	残りH ₂
	Zr-C	NH ₃ : 2.0 %	H ₂ : 75 %	AlCl ₃ : 0.8 %, TiCl ₄ : 0.3 %, ZrCl ₄ : 0.1 %, N ₂ : 14.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	B-A	NH ₃ : 2.8 %	H ₂ : 69 %	AlCl ₃ : 0.6 %, TiCl ₄ : 0.2 %, BCl ₃ : 0.1 %, N ₂ : 13.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	B-B	NH ₃ : 2.6 %	H ₂ : 65 %	AlCl ₃ : 0.8 %, TiCl ₄ : 0.2 %, BCl ₃ : 0.1 %, N ₂ : 13.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	B-C	NH ₃ : 2.2 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.7 %, TiCl ₄ : 0.3 %, BCl ₃ : 0.2 %, N ₂ : 13.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0.5 %	残りH ₂
	V-A	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 73 %	AlCl ₃ : 0.9 %, TiCl ₄ : 0.2 %, VCl ₄ : 0.1 %, N ₂ : 14.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	V-B	NH ₃ : 3.0 %	H ₂ : 67 %	AlCl ₃ : 0.7 %, TiCl ₄ : 0.2 %, VCl ₄ : 0.1 %, N ₂ : 13.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	V-C	NH ₃ : 2.9 %	H ₂ : 72 %	AlCl ₃ : 0.8 %, TiCl ₄ : 0.3 %, VCl ₄ : 0.2 %, N ₂ : 12.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	Cr-A	NH ₃ : 2.3 %	H ₂ : 74 %	AlCl ₃ : 0.6 %, TiCl ₄ : 0.3 %, CrCl ₂ : 0.1 %, N ₂ : 13.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	Cr-B	NH ₃ : 2.7 %	H ₂ : 65 %	AlCl ₃ : 0.8 %, TiCl ₄ : 0.2 %, CrCl ₂ : 0.1 %, N ₂ : 14.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0.2 %	残りH ₂
	Cr-C	NH ₃ : 2.4 %	H ₂ : 68 %	AlCl ₃ : 0.7 %, TiCl ₄ : 0.2 %, CrCl ₂ : 0.2 %, N ₂ : 15.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
比較成膜工程	Si-a	NH ₃ : 2.4 %	H ₂ : 74 %	AlCl ₃ : 0.4 %, TiCl ₄ : 0.3 %, SiCl ₄ : 0.1 %, N ₂ : 14.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	Si-b	NH ₃ : 3.0 %	H ₂ : 60 %	AlCl ₃ : 0.8 %, TiCl ₄ : 0.1 %, SiCl ₄ : 0.2 %, N ₂ : 13.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	Si-c	NH ₃ : 3.7 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.6 %, TiCl ₄ : 0.3 %, SiCl ₄ : 0.4 %, N ₂ : 14.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0.5 %	残りH ₂
	Zr-a	NH ₃ : 2.2 %	H ₂ : 82 %	AlCl ₃ : 0.7 %, TiCl ₄ : 0.2 %, ZrCl ₄ : 0.1 %, N ₂ : 12.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 1.0 %	残りH ₂
	Zr-b	NH ₃ : 2.0 %	H ₂ : 68 %	AlCl ₃ : 1.2 %, TiCl ₄ : 0.2 %, ZrCl ₄ : 0.2 %, N ₂ : 13.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	Zr-c	NH ₃ : 2.6 %	H ₂ : 66 %	AlCl ₃ : 0.9 %, TiCl ₄ : 0.1 %, ZrCl ₄ : 0.1 %, N ₂ : 10.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	B-a	NH ₃ : 1.7 %	H ₂ : 71 %	AlCl ₃ : 0.7 %, TiCl ₄ : 0.2 %, BCl ₃ : 0.1 %, N ₂ : 15.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0.8 %	残りH ₂
	B-b	NH ₃ : 2.5 %	H ₂ : 65 %	AlCl ₃ : 0.8 %, TiCl ₄ : 0.3 %, BCl ₃ : 0.05 %, N ₂ : 13.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	B-c	NH ₃ : 2.8 %	H ₂ : 68 %	AlCl ₃ : 0.7 %, TiCl ₄ : 0.3 %, BCl ₃ : 0.2 %, N ₂ : 20.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	V-a	NH ₃ : 2.1 %	H ₂ : 69 %	AlCl ₃ : 0.5 %, TiCl ₄ : 0.4 %, VCl ₄ : 0.1 %, N ₂ : 13.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0.5 %	残りH ₂
	V-b	NH ₃ : 1.5 %	H ₂ : 75 %	AlCl ₃ : 0.8 %, TiCl ₄ : 0.2 %, VCl ₄ : 0.3 %, N ₂ : 12.5 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	V-c	NH ₃ : 2.6 %	H ₂ : 70 %	AlCl ₃ : 0.9 %, TiCl ₄ : 0.3 %, VCl ₄ : 0.1 %, N ₂ : 17.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	Cr-a	NH ₃ : 2.7 %	H ₂ : 62 %	AlCl ₃ : 1.1 %, TiCl ₄ : 0.2 %, CrCl ₂ : 0.2 %, N ₂ : 14.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0.2 %	残りH ₂
	Cr-b	NH ₃ : 2.3 %	H ₂ : 73 %	AlCl ₃ : 0.8 %, TiCl ₄ : 0.6 %, CrCl ₂ : 0.1 %, N ₂ : 7.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂
	Cr-c	NH ₃ : 3.5 %	H ₂ : 69 %	AlCl ₃ : 0.6 %, TiCl ₄ : 0.2 %, CrCl ₂ : 0.03 %, N ₂ : 13.0 %, Al(CH ₃) ₃ : 0 %	残りH ₂

[0079]

[表20]

硬質被覆層の形成		形成条件 (反応雰囲気圧力はkPa、温度は℃を示す。)						
工程 種別	形成 記号	ガス群A		ガス群B		ガス群 Aと ガス群 Bの 供給の 位相差 (秒)	反応雰囲気	
		供給 周期 (秒)	1周期 当りの 供給 時間 (秒)	供給 周期 (秒)	1周期 当りの 供給 時間 (秒)		圧力	温度
本発明成膜工程	Si-A	3	0.2	3	0.2	0.15	4.7	850
	Si-B	4	0.25	4	0.25	0.2	4.5	800
	Si-C	2	0.15	2	0.15	0.1	4.7	900
	Zr-A	5	0.25	5	0.25	0.2	5	750
	Zr-B	2	0.15	2	0.15	0.1	4.5	800
	Zr-C	1	0.15	1	0.15	0.1	4.5	700
	B-A	3	0.2	3	0.2	0.15	4.7	800
	B-B	4	0.2	4	0.2	0.15	5	800
	B-C	5	0.25	5	0.25	0.2	4.5	750
	V-A	2	0.15	2	0.15	0.1	4.7	850
	V-B	2	0.2	2	0.2	0.15	4.7	800
	V-C	1	0.15	1	0.15	0.1	5	700
	Cr-A	3	0.2	3	0.2	0.15	4.5	900
	Cr-B	4	0.25	4	0.25	0.2	4.5	800
	Cr-C	4	0.2	4	0.2	0.15	4.7	850
比較成膜工程	Si-a	—	—	—	—	—	4	600
	Si-b	—	—	—	—	—	4.7	750
	Si-c	—	—	—	—	—	5	900
	Zr-a	—	—	—	—	—	4.7	800
	Zr-b	—	—	—	—	—	4.5	950
	Zr-c	—	—	—	—	—	4.7	700
	B-a	—	—	—	—	—	5	850
	B-b	—	—	—	—	—	5.5	800
	B-c	—	—	—	—	—	4.5	650
	V-a	—	—	—	—	—	4.7	800
	V-b	—	—	—	—	—	3.5	850
	V-c	—	—	—	—	—	4.5	750
	Cr-a	—	—	—	—	—	5	800
	Cr-b	—	—	—	—	—	4.7	700
	Cr-c	—	—	—	—	—	6	950

[0080] [表21]

種別		硬質被覆層 (下段の数値は、該層の目標平均層厚(μm)を示す。)		
		下部層		
		第1層	第2層	第3層
本発明被覆工具・比較被覆工具	31	-	-	-
	32	-	-	-
	33	-	-	-
	34	-	-	-
	35	-	-	-
	36	TiC (0.5)	-	-
	37	TiN (0.3)	-	-
	38	TiN (0.5)	TiCN (1)	-
	39	TiN (0.3)	TiCN (3)	-
	40	TiN (0.3)	-	-
	41	TiN (0.5)	TiCN (2)	-
	42	TiN (0.3)	TiCN (1)	-
	43	TiN (0.1)	-	-
	44	-	-	-
	45	-	-	-

[0081] [表22]

種別		工具 基体 記号	硬質被覆層									
			TiAlMe複合炭窒化物層 $(\text{Ti}_{1-\alpha-\beta}\text{Al}_x\text{Me}_\beta)(\text{C}_z\text{N}_1-\gamma)$								上部層 (下段の数値は、 該層の目標平均層厚 (μm)を示す。)	
			TiAlMeCN 成膜工程 形成記号 (表19,20 参照)	Alの 平均 含有 割合 α avg	Meの 平均 含有 割合 β avg	AlとMeの 平均 含有 割合の和 α avg + β avg	Cの 平均 含有 割合 γ avg	立方晶結晶 粒内 平均方位 差が 2度以上の 結晶粒の 面積割合 (%)	立方晶の 面積割合 (%)	目標 層厚 (μm)	第1層	第2層
本発明被覆工具	31	E	Si-A	0.89	0.014	0.904	0.0001 以下	59	91	4	-	-
	32	F	Si-B	0.63	0.093	0.723	0.0001 以下	61	100	3	-	-
	33	G	Si-C	0.84	0.100	0.940	0.0013	52	89	7	-	-
	34	H	Zr-A	0.66	0.016	0.676	0.0001 以下	65	100	6	-	-
	35	E	Zr-B	0.77	0.085	0.855	0.0038	49	97	3	-	-
	36	F	Zr-C	0.72	0.010	0.730	0.0001 以下	44	100	4	-	-
	37	G	B-A	0.79	0.058	0.848	0.0001 以下	54	98	6	-	-
	38	H	B-B	0.91	0.013	0.923	0.0001 以下	60	75	1	-	-
	39	E	B-C	0.68	0.079	0.759	0.0046	63	100	3	-	-
	40	F	V-A	0.94	0.007	0.947	0.0001 以下	49	68	1	TiCN (0.5)	Al ₂ O ₃ (2)
	41	G	V-B	0.83	0.044	0.874	0.0001 以下	52	88	2	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (3)
	42	H	V-C	0.75	0.080	0.830	0.0001 以下	43	90	3	TiCO (1)	Al ₂ O ₃ (2)
	43	E	Cr-A	0.61	0.047	0.657	0.0001 以下	59	100	2	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (1)
	44	F	Cr-B	0.90	0.018	0.918	0.0019	62	77	5	-	-
	45	G	Cr-C	0.85	0.087	0.937	0.0001 以下	73	66	4	-	-

[0082]

[表23]

種別		工具 基体 記号	硬質被覆層									
			TiAlMe複合炭窒化物層 ($Ti_{1-\alpha-\beta}Al_{\alpha}Me_{\beta}$) ($Cz_{\gamma}N_{1-\gamma}$)								上部層 (下段の数値は、 該層の目標平均層厚 (μm)を示す。)	
			TiAlMeCN 成膜工程 形成記号 (表19,20 参照)	Alの 平均 含有 割合 α avg	Meの 平均 含有 割合 β avg	AlとMeの 平均 含有 割合の和 α avg + β avg	Cの 平均 含有 割合 γ avg	立方晶結晶 粒内 平均方位 差が 2度以上の 結晶粒の 面積割合 (%)	立方晶の 面積割合 (%)	目標 層厚 (μm)	第1層	第2層
比較被覆工具	31	E	Si-a	0.53	0.057	0.587	0.0001 以下	10	100	4	-	-
	32	F	Si-b	0.98	0.019	0.999	0.0001 以下	-	0	3	-	-
	33	G	Si-c	0.62	0.178	0.798	0.0040	8	76	7	-	-
	34	H	Zr-a	0.83	0.043	0.873	0.0105	14	96	6	-	-
	35	E	Zr-b	0.97	0.028	0.998	0.0001 以下	-	0	3	-	-
	36	F	Zr-c	0.99	0.009	0.999	0.0001 以下	-	0	4	-	-
	37	G	B-a	0.84	0.046	0.886	0.0073	5	92	6	-	-
	38	H	B-b	0.73	0.003	0.733	0.0001 以下	1	100	1	-	-
	39	E	B-c	0.67	0.086	0.756	0.0001 以下	9	97	3	-	-
	40	F	V-a	0.52	0.041	0.561	0.0037	8	100	0.5	TiCN (0.5)	Al ₂ O ₃ (2)
	41	G	V-b	0.86	0.122	0.982	0.0001 以下	0	3	2	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (3)
	42	H	V-c	0.79	0.007	0.797	0.0001 以下	15	96	3	TiCO (1)	Al ₂ O ₃ (2)
	43	E	Cr-a	0.96	0.034	0.994	0.0015	-	0	2	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (1)
	44	F	Cr-b	0.54	0.005	0.545	0.0001 以下	0	100	5	-	-
	45	G	Cr-c	0.77	0.002	0.772	0.0001 以下	4	100	4	-	-

(注1)比較被覆工具32,35,36,43は六方晶のみが観察されており、立方晶が観察されない。

[0083] つぎに、前記各種の被覆工具をいずれもカット径125mmの工具鋼製カッタ先端部に固定治具にてクランプした状態で、本発明被覆工具31～45、比較被覆工具31～45について、以下に示す、炭素鋼の高速断続切削の一種である乾式高速正面フライス、センターカット切削加工試験を実施し、切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。その結果を表24に示す。

[0084] 工具基体：炭化タングステン基超硬合金、炭窒化チタン基サーメット、
切削試験：乾式高速正面フライス、センターカット切削加工、

被削材：J I S ・ S 5 5 C 幅 1 0 0 m m、長さ 4 0 0 m m のブロック材、

回転速度：8 1 5 min^{-1} 、

切削速度：3 2 0 m/min 、

切り込み：1. 5 mm 、

一刃送り量：0. 1 mm/刃 、

切削時間：8 分、

[0085] [表24]

種別		逃げ面 摩耗幅 (mm)	種別		切削試験 結果 (分)
本 発 明 被 覆 工 具	31	0.14	比 較 被 覆 工 具	31	3.5*
	32	0.17		32	1.8*
	33	0.13		33	4.9*
	34	0.15		34	3.8*
	35	0.12		35	1.6*
	36	0.18		36	2.0*
	37	0.09		37	5.4*
	38	0.10		38	5.7*
	39	0.08		39	6.7*
	40	0.12		40	4.5*
	41	0.07		41	2.8*
	42	0.09		42	6.4*
	43	0.15		43	1.9*
	44	0.12		44	3.1*
	45	0.14		45	4.0*

比較被覆工具の欄の*印は、チッピング発生が原因で 寿命に至るまでの切削時間(分)を示す。

実施例 4

[0086] 実施例 2 と同一の原料粉末を用い、同一配合組成（表 1 0 および表 1 1 を参照。）にて混合し、同一製造方法（段落 0 0 5 2 および 0 0 5 3 を参照。）により、I S O 規格 C N M G 1 2 0 4 1 2 のインサート形状をもった W C 基

超合金製の工具基体 $\alpha \sim \gamma$ およびTiCN基サーメット製の工具基体 δ をそれぞれ製造した。

[0087] つぎに、これらの工具基体 $\alpha \sim \gamma$ および工具基体 δ の表面に、化学蒸着装置を用い、実施例3と同様の方法により表19及び表20に示される条件で、少なくとも $(Ti_{1-\alpha-\beta}Al_{\alpha}Me_{\beta})(C_{\gamma}N_{1-\gamma})$ 層を含む硬質被覆層を目標層厚で蒸着形成することにより、表26に示される本発明被覆工具46～60を製造した。

なお、本発明被覆工具49～58については、表18に示される形成条件で、表25に示される下部層および／または表26に示される上部層を形成した。

[0088] また、比較の目的で、同じく工具基体 $\alpha \sim \gamma$ および工具基体 δ の表面に、化学蒸着装置を用い、表19および表20に示される条件かつ表27に示される目標層厚で本発明被覆工具と同様に硬質被覆層を蒸着形成することにより、表27に示される比較被覆工具46～60を製造した。

なお、本発明被覆工具49～58と同様に、比較被覆工具49～58については、表18に示される形成条件で、表25に示される下部層および／または表27に示される上部層を形成した。

[0089] また、本発明被覆工具46～60、比較被覆工具46～60の各構成層の断面を、走査電子顕微鏡（倍率5000倍）を用いて測定し、観察視野内の5点の層厚を測って平均して平均層厚を求めたところ、いずれも表25～表27に示される目標層厚と実質的に同じ平均層厚を示した。

また、前記本発明被覆工具46～60、比較被覆工具46～60の硬質被覆層について、実施例3に示される方法と同様の方法を用いて、平均Al含有割合 α_{avg} 、平均Me含有割合 β_{avg} 、平均C含有割合 γ_{avg} 、結晶粒における立方晶結晶相の占める面積割合を求めた。

[0090] さらに、電子線後方散乱回折装置を用いてTiとAlの複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する個々の結晶粒の結晶方位を縦断面方向から解析し、結晶粒内方位差が0度以上1度未満、1度以上2度未

満、2度以上3度未満、3度以上4度未満、・・・と0～10度の範囲を1度ごとに区切って、マッピングした。そのマッピング図から、結晶粒内平均方位差と結晶粒内方位差が2度以上となる結晶粒がTiとAlとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層全体に占める面積割合を求めた。その結果を表26および表27に示す。

[0091] [表25]

種別		下 部 層 (下段の数値は、該層の目標平均層厚(μm)を示す。)			
		第1層	第2層	第3層	第4層
本発明被覆工具・比較被覆工具	46	—	—	—	—
	47	—	—	—	—
	48	—	—	—	—
	49	TiC (0.5)	—	—	—
	50	TiN (0.3)	—	—	—
	51	TiN (0.5)	TiCN (7)	—	—
	52	TiN (0.3)	TiCN (10)	TiN (0.7)	—
	53	TiN (0.3)	TiCN (12)	—	—
	54	—	—	—	—
	55	TiN (0.5)	TiCN (6)	—	—
	56	TiC (1)	—	—	—
	57	TiN (0.1)	TiCN (8)	—	—
	58	TiN (0.1)	TiCN (4)	—	—
	59	—	—	—	—
	60	—	—	—	—

[0092] [表26]

種別		工具 基体 記号	硬質被覆層											
			TiAlMe複合炭窒化物層 (Ti _{1-α-β} Al _α Me _β)(C _{2γ} N _{1-γ})								上部層 (下段の数値は、該層の 目標平均層厚(μm)を示す。)			
			TiAlMeCN 成膜工程 形成記号 (表19,20 参照)	Alの 平均 含有 割合 α avg	Meの 平均 含有 割合 β avg	AlとMeの 平均 含有 割合の和 α avg + β avg	Cの 平均 含有 割合 γ avg	立方晶結晶 粒内 平均方位 差が 2度以上の 結晶粒の 面積割合 (%)	立方晶の 面積割合 (%)	目標 層厚 (μm)	第1層	第2層	第3層	第4層
本発明被覆工具	46	α	Si-A	0.90	0.017	0.917	0.0001 以下	57	93	12	-	-	-	-
	47	β	Si-B	0.80	0.097	0.697	0.0001 以下	63	100	15	-	-	-	-
	48	γ	Si-C	0.84	0.098	0.938	0.0015	54	85	20	-	-	-	-
	49	δ	Zr-A	0.68	0.021	0.701	0.0001 以下	66	100	10	-	-	-	-
	50	α	Zr-B	0.76	0.082	0.842	0.0043	47	95	11	-	-	-	-
	51	β	Zr-C	0.75	0.013	0.763	0.0001 以下	41	100	8	-	-	-	-
	52	γ	B-A	0.77	0.055	0.825	0.0001 以下	53	99	6	TiN (0.7)	-	-	-
	53	δ	B-B	0.92	0.010	0.930	0.0001 以下	64	72	10	TiCN (0.4)	TiN (0.3)	-	-
	54	α	B-C	0.65	0.083	0.733	0.0049	60	100	9	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (4)	-	-
	55	β	V-A	0.93	0.006	0.936	0.0001 以下	51	66	7	TiCN (0.5)	Al ₂ O ₃ (5)	-	-
	56	γ	V-B	0.82	0.047	0.867	0.0001 以下	48	85	8	TiCO (0.5)	Al ₂ O ₃ (2)	-	-
	57	δ	V-C	0.74	0.084	0.824	0.0001 以下	40	87	10	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (3)	-	-
	58	α	Cr-A	0.60	0.042	0.642	0.0001 以下	56	100	8	TiN (0.3)	TiCN (0.5)	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (5)
	59	β	Cr-B	0.91	0.023	0.933	0.0024	65	75	13	-	-	-	-
	60	γ	Cr-C	0.83	0.090	0.920	0.0001 以下	70	63	16	-	-	-	-

[0093]

[表27]

種別			工具 基体 記号		硬質被覆層										
					TiAlMe複合炭窒化物層 (Ti _{1-α-β} Alx _α Me _β)(Cz _γ N _{1-γ})							上部層 (下段の数値は、該層の 目標平均層厚(μm)を示す。)			
												第1層	第2層	第3層	第4層
			TiAlMeCN 成膜工程 形成記号 (表19,20 参照)	Alの 平均 含有 割合 α avg	Meの 平均 含有 割合 β avg	AlとMeの 平均 含有 割合の和 α avg + β avg	Cの 平均 含有 割合 γ avg	立方晶結晶 粒内 平均方位 差が 2度以上の 結晶粒の 面積割合 (%)	立方晶の 面積割合 (%)	目標 層厚 (μm)					
比較被覆工具	46	α	Si-a	0.55	0.051	0.601	0.0001 以下	14	100	12	-	-	-	-	
	47	β	Si-b	0.96	0.028	0.988	0.0001 以下	-	0	15	-	-	-	-	
	48	γ	Si-c	0.63	0.175	0.805	0.0046	5	72	22	-	-	-	-	
	49	δ	Zr-a	0.86	0.047	0.907	0.0112	17	93	10	-	-	-	-	
	50	α	Zr-b	0.95	0.045	0.995	0.0001 以下	-	0	11	-	-	-	-	
	51	β	Zr-c	0.99	0.008	0.9980	0.0001 以下	-	0	8	-	-	-	-	
	52	γ	B-a	0.86	0.053	0.913	0.0064	3	90	6	TiN (0.7)	-	-	-	
	53	δ	B-b	0.72	0.002	0.722	0.0001 以下	1	100	14	TiCN (0.4)	TiN (0.3)	-	-	
	54	α	B-c	0.65	0.092	0.742	0.0001 以下	11	99	9	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (4)	-	-	
	55	β	V-a	0.53	0.053	0.583	0.0034	6	100	7	TiCN (0.5)	Al ₂ O ₃ (5)	-	-	
	56	γ	V-b	0.88	0.111	0.991	0.0001 以下	0	5	8	TiCO (0.5)	Al ₂ O ₃ (2)	-	-	
	57	δ	V-c	0.77	0.009	0.779	0.0001 以下	20	98	10	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (3)	-	-	
	58	α	Cr-a	0.94	0.056	0.996	0.0012	-	0	8	TiN (0.3)	TiCN (0.5)	TiCNO (0.3)	Al ₂ O ₃ (5)	
	59	β	Cr-b	0.55	0.006	0.556	0.0001 以下	0	100	13	-	-	-	-	
	60	γ	Cr-c	0.79	0.003	0.793	0.0001 以下	8	100	16	-	-	-	-	

(注1) 比較被覆工具47,50,51,58は六方晶のみが観察されており、立方晶が観察されない。

[0094] つぎに、前記各種の被覆工具をいずれも工具鋼製バイトの先端部に固定治具にてネジ止めした状態で、本発明被覆工具46～60、比較被覆工具46～60について、以下に示す、炭素鋼の乾式高速断続切削試験、鋳鉄の湿式高速断続切削試験を実施し、いずれも切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。

切削条件1：

被削材：JIS・S55Cの長さ方向等間隔4本縦溝入り丸棒、

切削速度：355m/min、

切り込み：2.0mm、

送り：0.12mm/rev、

切削時間：5分、

(通常の切削速度は、220m/min)、

切削条件 2 :

被削材 : J I S ・ F C D 7 0 0 の長さ方向等間隔 4 本縦溝入り丸棒、

切削速度 : 3 3 5 m / m i n 、

切り込み : 1 . 5 m m 、

送り : 0 . 1 2 m m / r e v 、

切削時間 : 5 分、

(通常の切削速度は、1 8 0 m / m i n) 、

表 2 8 に、前記切削試験の結果を示す。

[0095] [表28]

種別		逃げ面 摩耗幅 (mm)		種別		切削試験 結果 (分)	
		切削条件 1	切削条件 2			切削条件 1	切削条件 2
本発明被覆工具	46	0.14	0.11	比較被覆工具	46	2.1*	2.5*
	47	0.18	0.15		47	1.3*	1.8*
	48	0.13	0.12		48	3.4*	3.7*
	49	0.15	0.13		49	2.7*	3.0*
	50	0.10	0.09		50	1.5*	1.6*
	51	0.19	0.17		51	1.2*	1.4*
	52	0.08	0.06		52	3.6*	4.0*
	53	0.09	0.08		53	3.8*	4.3*
	54	0.06	0.04		54	4.2*	4.5*
	55	0.11	0.11		55	3.0*	3.4*
	56	0.06	0.05		56	2.7*	3.1*
	57	0.07	0.06		57	4.4*	4.8*
	58	0.16	0.13		58	1.6*	1.5*
	59	0.13	0.11		59	2.4*	2.9*
	60	0.15	0.12		60	2.9*	3.3*

比較被覆工具の欄の*印は、
チッピング発生が原因で寿命に至るまでの切削時間(分)を示す。

[0096] 表 2 4、表 2 8 に示される結果から、本発明の被覆工具は、硬質被覆層を

構成するAlとTiとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒内において、所定の結晶粒内平均方位差が存在することで、結晶粒の歪みにより、硬さが向上し、高い耐摩耗性を保ちつつ、靱性が向上する。しかも、切れ刃に断続的・衝撃的高負荷が作用する高速断続切削加工に用いた場合でも、耐チッピング性、耐欠損性にすぐれ、その結果、長期の使用に亘ってすぐれた耐摩耗性を発揮することが明らかである。

[0097] これに対して、硬質被覆層を構成するAlとTiとMeの複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する立方晶構造を有する結晶粒内において、所定の結晶粒内平均方位差が存在していない比較被覆工具31～45、46～60については、高熱発生を伴い、しかも、切れ刃に断続的・衝撃的高負荷が作用する高速断続切削加工に用いた場合、チッピング、欠損等の発生により短時間で寿命にいたることが明らかである。

産業上の利用可能性

[0098] 前述のように、本発明の被覆工具は、炭素鋼、合金鋼、鋳鉄等の高速断続切削加工ばかりでなく、各種の被削材の被覆工具として用いることができ、しかも、長期の使用に亘ってすぐれた耐チッピング性、耐摩耗性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。

符号の説明

- [0099]
- 1 工具基体
 - 2 硬質被覆層
 - 3 複合窒化物または複合炭窒化物層
 - B 粒界
 - P 測定点（ピクセル）

請求の範囲

[請求項1] 炭化タングステン基超硬合金、炭窒化チタン基サーメット、立方晶窒化ホウ素基超高压焼結体のいずれかで構成された工具基体の表面に、硬質被覆層が形成されている表面被覆切削工具において、

(a) 前記硬質被覆層は、平均層厚 $1 \sim 20 \mu\text{m}$ の Cr と Al の複合窒化物もしくは複合炭窒化物層、または、 Ti と Al と Me (但し、 Me は、 Si 、 Zr 、 B 、 V 、 Cr の中から選ばれる一種の元素) の複合窒化物もしくは複合炭窒化物層を少なくとも含み、

(b) 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、 NaCl 型の面心立方構造を有する複合窒化物または複合炭窒化物の相を少なくとも含み、

(c) 前記複合窒化物または複合炭窒化物層を構成する結晶粒のうちの NaCl 型の面心立方構造を有する複合窒化物または複合炭窒化物の結晶粒の結晶方位を、電子線後方散乱回折装置を用いて縦断面方向から解析し、結晶粒個々の結晶粒内平均方位差を求めた場合、該結晶粒内平均方位差が2度以上を示す結晶粒が、複合窒化物または複合炭窒化物層の全面積に対する面積割合で40%以上存在することを特徴とする表面被覆切削工具。

[請求項2] 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、 Cr と Al の複合窒化物または複合炭窒化物層であって、その組成を、

組成式: $(\text{Cr}_{1-x}\text{Al}_x)(\text{C}_y\text{N}_{1-y})$

で表した場合、複合窒化物または複合炭窒化物層の Al の Cr と Al の含量に占める平均含有割合 x_{avg} および C の C と N の含量に占める平均含有割合 y_{avg} (但し、 x_{avg} 、 y_{avg} はいずれも原子比) が、それぞれ、 $0.70 \leq x_{\text{avg}} \leq 0.95$ 、 $0 \leq y_{\text{avg}} \leq 0.005$ を満足することを特徴とする請求項1に記載の表面被覆切削工具。

[請求項3] 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、 Ti と Al と Me (但し、 Me は、 Si 、 Zr 、 B 、 V 、 Cr の中から選ばれる一種の元素)

の複合窒化物または複合炭窒化物層であって、その組成を、



で表した場合、複合窒化物または複合炭窒化物層のAlのTiとAlとMeの含量に占める平均含有割合 α_{avg} 、MeのTiとAlとMeの含量に占める平均含有割合 β_{avg} およびCのCとNの含量に占める平均含有割合 γ_{avg} （但し、 α_{avg} 、 β_{avg} 、 γ_{avg} はいずれも原子比）が、それぞれ、 $0.60 \leq \alpha_{avg}$ 、 $0.005 \leq \beta_{avg} \leq 0.10$ 、 $0 \leq \gamma_{avg} \leq 0.005$ 、 $0.605 \leq \alpha_{avg} + \beta_{avg} \leq 0.95$ を満足することを特徴とする請求項1に記載の表面被覆切削工具。

[請求項4] 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、NaCl型の面心立方構造を有する複合窒化物または複合炭窒化物の単相からなることを特徴とする請求項1乃至3のいずれか一項に記載の表面被覆切削工具。

[請求項5] 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、NaCl型の面心立方構造を有する複合窒化物または複合炭窒化物の相を少なくとも70面積%以上含むことを特徴とする請求項1乃至3のいずれか一項に記載の表面被覆切削工具。

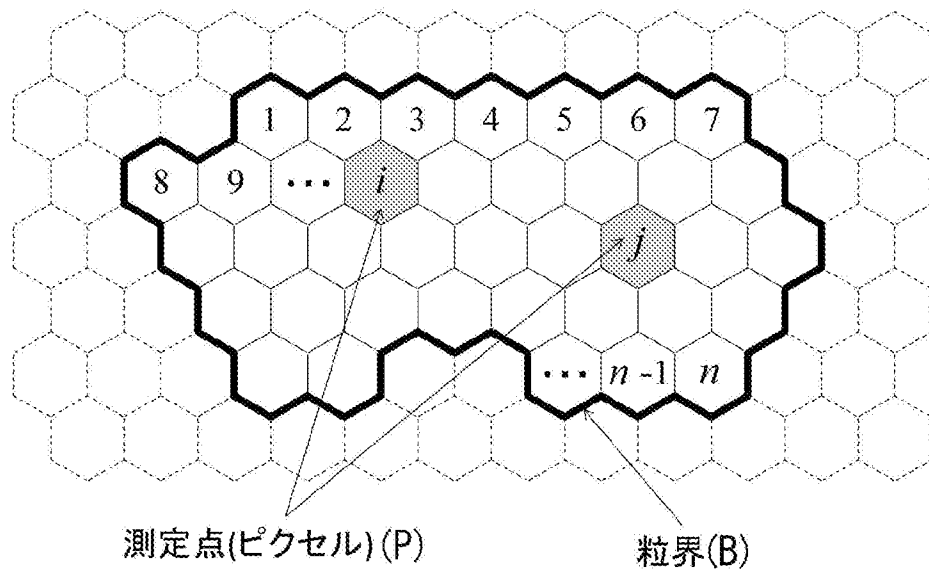
[請求項6] 前記工具基体と前記複合窒化物または複合炭窒化物層の間に、Tiの炭化物層、窒化物層、炭窒化物層、炭酸化物層および炭窒酸化物層のうちの1層または2層以上のTi化合物層からなり、 $0.1 \sim 20 \mu\text{m}$ の合計平均層厚を有する下部層が存在することを特徴とする請求項1乃至5のいずれかに一項に記載の表面被覆切削工具。

[請求項7] 前記複合窒化物または複合炭窒化物層の上部に、少なくとも酸化アルミニウム層を含む上部層が $1 \sim 25 \mu\text{m}$ の合計平均層厚で形成されていることを特徴とする請求項1乃至6のいずれか一項に記載の表面被覆切削工具。

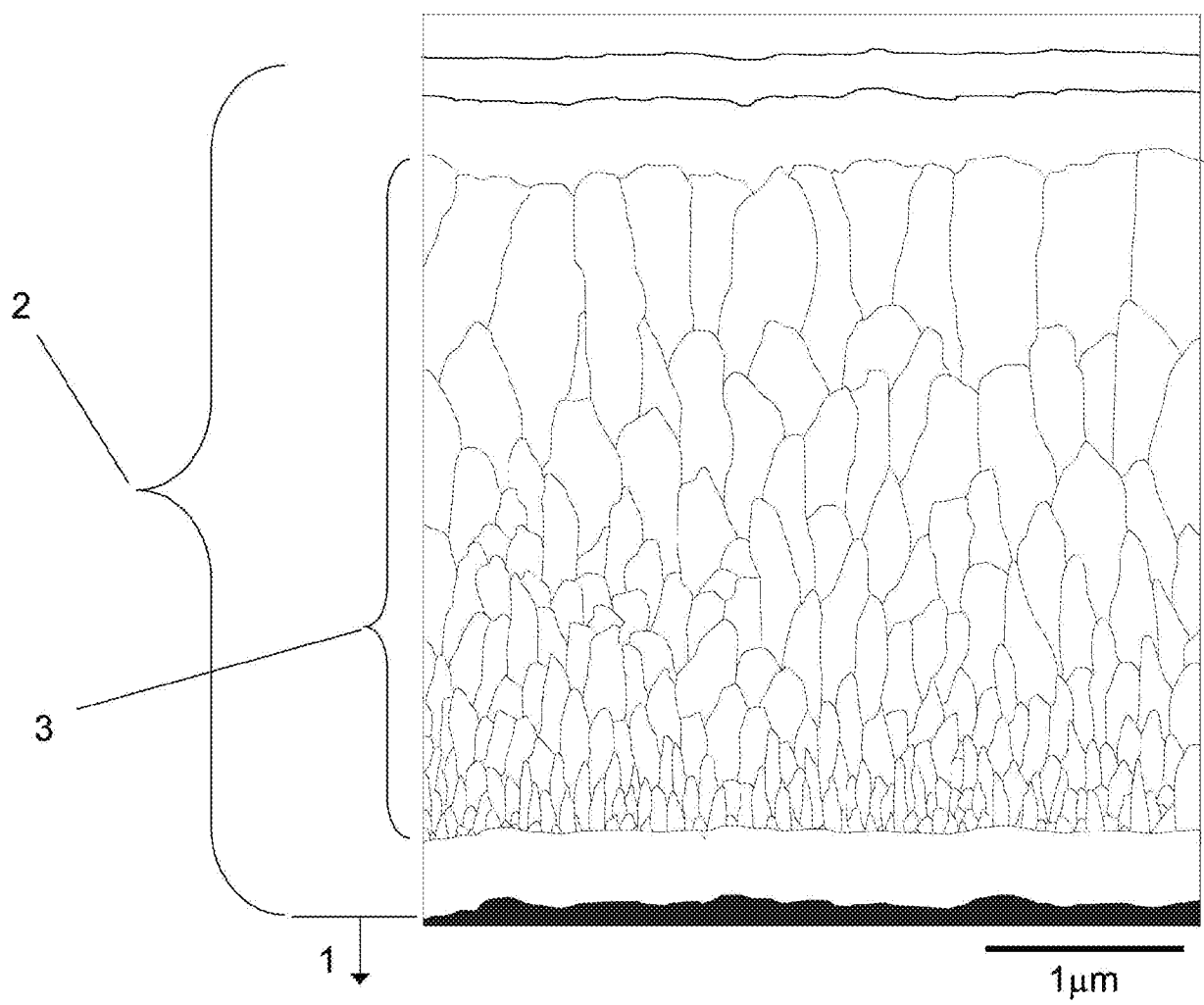
[請求項8] 前記複合窒化物または複合炭窒化物層は、少なくとも、トリメチルアルミニウムを反応ガス成分として含有する化学蒸着法により成膜することを特徴とする請求項1乃至7のいずれか一項に記載の表面被覆

切削工具の製造方法。

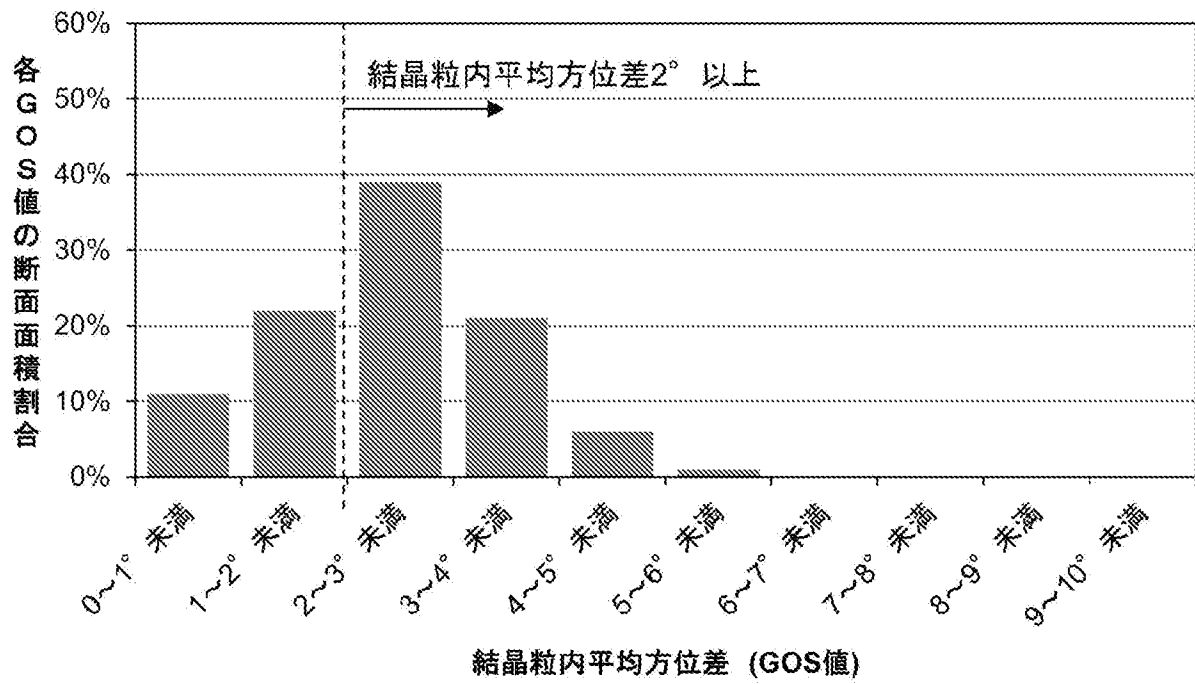
[図1]



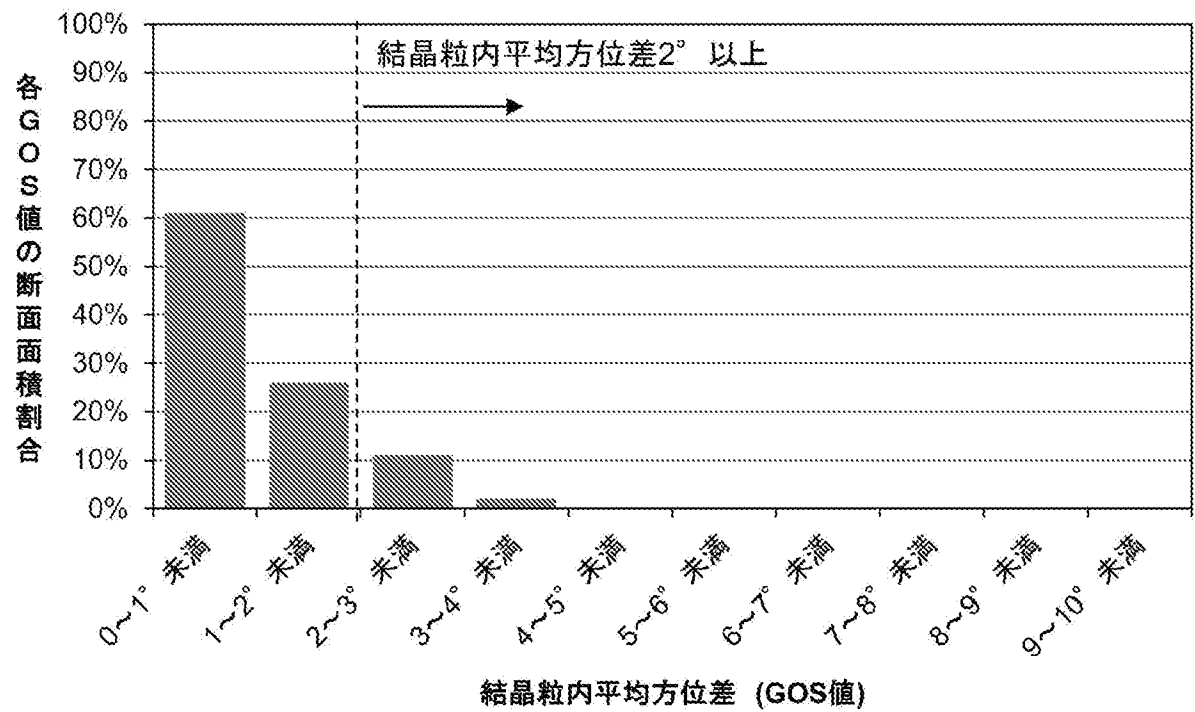
[図2]



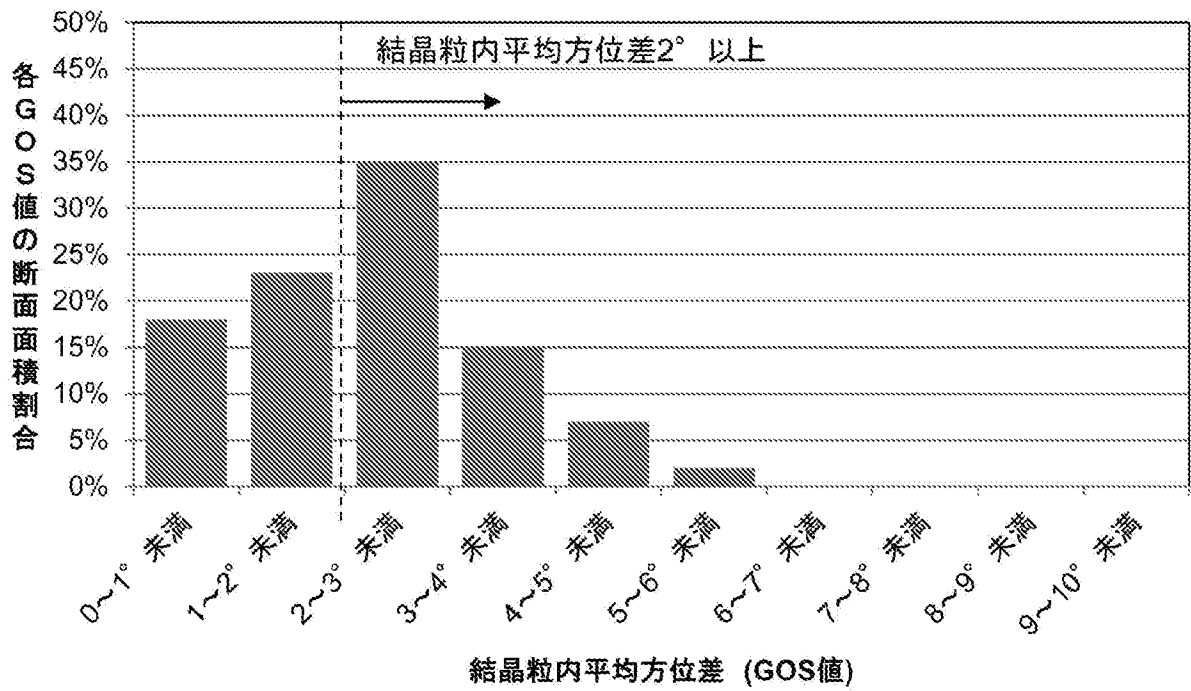
[図3]



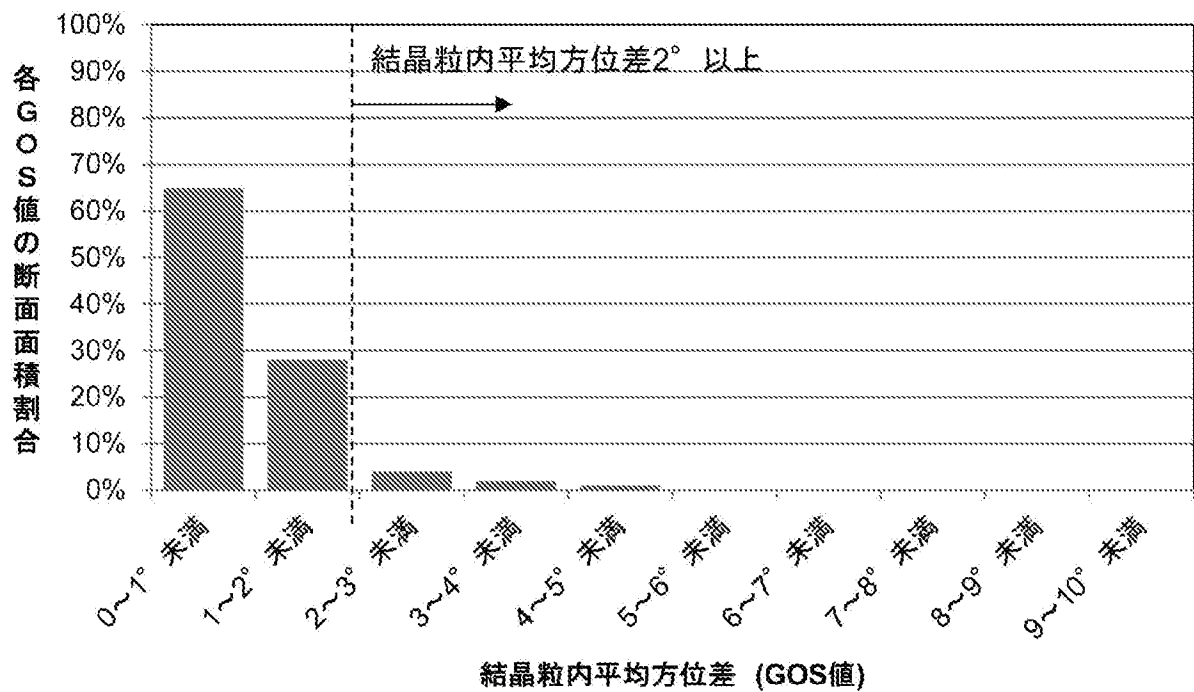
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/082338

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B23B27/14(2006.01)i, B23C5/16(2006.01)i, C23C16/34(2006.01)i, C23C16/36(2006.01)i

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, 51/00, B23C5/16, B23P15/28, C23C16/30-16/42, 14/06-14/20

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 1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2017 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2017

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

WPI

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	WO 2015/163391 A1 (Mitsubishi Materials Corp.), 29 October 2015 (29.10.2015), claim 1; tables 7, 13, 18; fig. 3 (Family: none)	1, 3-8 2
Y	JP 2015-157351 A (Mitsubishi Materials Corp.), 03 September 2015 (03.09.2015), claim 1; tables 7 to 8, 15 to 16 & CN 104789938 A	1, 3-8
Y	JP 2012-528733 A (Seco Tools AB), 15 November 2012 (15.11.2012), claim 1; table 1 & US 2012/0114437 A1 claim 1; table 1 & WO 2010/140959 A1 & CN 102449195 A	1, 3-8

☒ 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
18 January 2017 (18.01.17)

Date of mailing of the international search report
31 January 2017 (31.01.17)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/082338

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2006-181706 A (Sumitomo Electric Hardmetal Corp.), 13 July 2006 (13.07.2006), claim 1; table 2 (Family: none)	1, 3-8
A	JP 2013-139065 A (Mitsubishi Materials Corp.), 18 July 2013 (18.07.2013), paragraph [0013] (Family: none)	1-8
A	Hidehiko KIMURA, Yun WANG, Yoshiaki AKINIWA, Keisuke TANAKA, "Misorientation Analysis of Plastic Deformation of Austenitic Stainless Steel by EBSD and X-Ray Diffraction Methods", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers (Series A), 2005.12, vol.71, no.712, 1722 to 1728	1-8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. B23B27/14(2006.01)i, B23C5/16(2006.01)i, C23C16/34(2006.01)i, C23C16/36(2006.01)i

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 (IPC))

Int.Cl. B23B 27/14, 51/00, B23C 5/16, B23P 15/28, C23C 16/30- 16/42, 14/06- 14/20

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	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017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)

WPI

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
Y A	WO 2015/163391 A1 (三菱マテリアル株式会社) 2015.10.29, [請求項1], 表7, 13, 18, 図3 (ファミリーなし)	1, 3-8 2
Y	JP 2015-157351 A (三菱マテリアル株式会社) 2015.09.03, [請求項1], 表7-8, 15-16 & CN 104789938 A	1, 3-8
Y	JP 2012-528733 A (セコ ツールズ アクティエボラージ) 2012.11.15, [請求項1], 表1 & US 2012/0114437 A1, CLAIM1, TABLE1 & WO 2010/140959 A1 & CN 102449195 A	1, 3-8

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	「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
「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	「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
「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)	「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
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」 同一パテントファミリー文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日

18.01.2017

国際調査報告の発送日

31.01.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

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)

山本 忠博

3C

9531

電話番号 03-3581-1101 内線 3324

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
Y	JP 2006-181706 A (住友電工ハードメタル株式会社) 2006. 07. 13, [請求項 1], 表 2 (ファミリーなし)	1, 3-8
A	JP 2013-139065 A (三菱マテリアル株式会社) 2013. 07. 18, 段落[0013] (ファミリーなし)	1-8
A	木村英彦, 王イン, 秋庭義明, 田中啓介, EBSD 法および X 線回折法 によるステンレス鋼の塑性変形におけるミスオリエンテーションの 解析, 日本機械学会論文集 (A 編), 2005. 12, 第 71 巻 712 号, 1722-1728	1-8