

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5246597号
(P5246597)

(45) 発行日 平成25年7月24日 (2013. 7. 24)

(24) 登録日 平成25年4月19日 (2013. 4. 19)

(51) Int. Cl.

F 1

B 2 3 B 27/14 (2006. 01)

B 2 3 B 27/14 A

B 2 3 B 51/00 (2006. 01)

B 2 3 B 51/00 J

B 2 3 C 5/16 (2006. 01)

B 2 3 C 5/16

C 2 3 C 16/27 (2006. 01)

C 2 3 C 16/27

請求項の数 1 (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願2009-55865 (P2009-55865)
 (22) 出願日 平成21年3月10日 (2009. 3. 10)
 (65) 公開番号 特開2010-207947 (P2010-207947A)
 (43) 公開日 平成22年9月24日 (2010. 9. 24)
 審査請求日 平成23年9月28日 (2011. 9. 28)

(73) 特許権者 000006264
 三菱マテリアル株式会社
 東京都千代田区大手町一丁目3番2号
 (74) 代理人 100076679
 弁理士 富田 和夫
 (74) 代理人 100139240
 弁理士 影山 秀一
 (72) 発明者 松木 竜一
 茨城県那珂市向山1002-14 三菱マ
 テリアル株式会社 中央研究所内
 (72) 発明者 松尾 俊彦
 茨城県那珂市向山1002-14 三菱マ
 テリアル株式会社 中央研究所内

審査官 石井 孝明

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ダイヤモンド被覆工具

(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表面に10～30 μmの膜厚のダイヤモンド皮膜が被覆されたダイヤモンド被覆工具において、

(a) 上記ダイヤモンド皮膜は、平均結晶粒径0.2～1.5 μmの配向ダイヤモンド結晶粒が、無配向ダイヤモンド結晶粒のマトリックス中に平均面積割合で30～80%分散分布する膜構造からなり、

(b) 上記配向ダイヤモンド結晶粒は、ダイヤモンド皮膜の厚さ方向に沿ってみた場合に、その結晶粒径及び面積割合が表面側に向かうほど小さな値となり、

(c) 上記ダイヤモンド皮膜について、電界放出型走査電子顕微鏡を用い、基体表面に対し垂直な皮膜断面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、前記基体表面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である(110)面および(111)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で表した場合、(110)面または(111)面の少なくともいずれかの面について、0～10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、前記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30～60%の割合を占める傾斜角度数分布グラフを示すダイヤモンド皮膜である、ことを特徴とするダイヤモンド被覆工具。

10

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

この発明は、炭化タングステン基超合金または炭窒化チタン基サーメットからなる工具基体にダイヤモンド皮膜を被覆したダイヤモンド被覆工具に関し、特に、金属材料よりも比強度、比剛性の高いCFRP（Carbon Fiber Reinforced Plastics。炭素繊維強化プラスチック）あるいは溶着性の高いAl合金等の高速切削に際し、切削初期の切削抵抗の低減を図るとともに、長期の使用に亘って、すぐれた耐摩耗性を発揮するダイヤモンド被覆工具に関するものである。

【背景技術】

10

【0002】

従来、炭化タングステン基（WC基）超合金または炭窒化チタン基（TiCN基）サーメットなどの工具基体に、ダイヤモンド皮膜を被覆したダイヤモンド被覆工具が知られており、

例えば、工具基体表面に、ダイヤモンドの結晶成長の起点となる核付着工程およびダイヤモンドを結晶成長させる結晶成長工程とを繰り返し行うことにより、結晶粒径が2 μm以下の微細なダイヤモンド皮膜を被覆したダイヤモンド被覆工具が知られており、そして、この被覆工具はダイヤモンド皮膜の凹凸が低減されることから、例えば、Al合金の切削加工で、すぐれた面精度を得られることが知られている。

【特許文献1】特開2002-79406号公報

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

近年の切削加工装置のFA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、これに伴って、切削条件はますます高速化している。上記の従来被覆工具は、これを通常条件での切削加工に用いた場合には特段の問題は生じないが、これを、一般の金属材料に比して、比強度、比剛性にすぐれるCFRPの高速切削に用いたような場合には、CFRPは炭素繊維とエポキシ系樹脂の複合材であるため工具摩耗が激しいばかりか欠損が生じやすく、工具寿命が短命であるという問題点があった。

30

また、従来被覆工具を、軟質で溶着性の高いAl合金等の高速切削に用いた場合には、切削時の高熱発生により、溶着性の高い被削材（Al合金）の切粉が、工具切刃へ溶着することにより、シャープな切刃を維持することが困難になるばかりか、欠損が生じやすくなるという問題点があった。

この結果、CFRP、Al合金等の高速切削加工に用いた場合、ダイヤモンド被覆工具の寿命は短く、しかも、被削材のバリ発生のために仕上げ面精度が粗くなり、寸法精度も劣るという問題点があった。

【課題を解決するための手段】

【0004】

そこで、本発明者等は、上述のような観点から、特に難削材であるCFRPあるいは溶着性の高いAl合金等の高速切削加工で、切削初期の切削抵抗が小さく、シャープな切刃を維持しつつ、バリの発生を抑制し、長期の使用に亘って、すぐれた耐欠損性と耐摩耗性を備えたダイヤモンド被覆工具を開発すべく鋭意研究を行った結果、以下の知見を得た。

40

即ち、図1には、本発明のダイヤモンド被覆工具の側断面の概略図を示すが、図1において、工具基体1の表面に、例えば、マイクロ波プラズマCVD法、熱フィラメントCVD法、アークプラズマCVD法等のダイヤモンド気相合成法によって、所定条件で所定層厚の無配向ダイヤモンド皮膜2を形成し、ついで、成膜条件を変更し、平均結晶粒径0.2～1.5 μmの配向ダイヤモンド結晶粒が、無配向ダイヤモンド結晶粒のマトリックス中に平均面積割合で30～80%分散分布するように、しかも、ダイヤモンド皮膜の厚さ方向に沿って、表面側に向かうほど、配向ダイヤモンド結晶粒の結晶粒径および面積割合

50

が小さな値となるように膜を構成し、さらに、上記ダイヤモンド皮膜の(110)面または(111)面が、傾斜角度数分布グラフの0～10度の傾斜角区分で30～60%の度数を占めるような配向ダイヤモンド皮膜で構成した場合には、このダイヤモンド被覆工具は、切削初期の切削抵抗が小さく、シャープな切刃を維持しつつ、バリの発生が少なく、長期の使用に亘って、すぐれた耐欠損性と耐摩耗性を発揮するようになることを見出したのである。

【0005】

この発明は、上記知見に基づいてなされたものであって、

「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表面に10～30 μmの膜厚のダイヤモンド皮膜が被覆されたダイヤモンド被覆工具において、

(a) 上記ダイヤモンド皮膜は、平均結晶粒径0.2～1.5 μmの配向ダイヤモンド結晶粒が、無配向ダイヤモンド結晶粒のマトリックス中に平均面積割合で30～80%分散分布する膜構造からなり、

(b) 上記配向ダイヤモンド結晶粒は、ダイヤモンド皮膜の厚さ方向に沿ってみた場合に、その結晶粒径及び面積割合が表面側に向かうほど小さな値となり、

(c) 上記ダイヤモンド皮膜について、電界放出型走査電子顕微鏡を用い、基体表面に対し垂直な皮膜断面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、前記基体表面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である(110)面および(111)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で表した場合、(110)面または(111)面の少なくともいずれかの面について、0～10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、前記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30～60%の割合を占める傾斜角度数分布グラフを示すダイヤモンド皮膜である、ことを特徴とするダイヤモンド被覆工具。」

に特徴を有するものである。

【0006】

つぎに、この発明のダイヤモンド被覆工具の被覆層について、詳細に説明する。

【0007】

本発明のダイヤモンド皮膜は、無配向ダイヤモンド結晶粒と配向ダイヤモンド結晶粒によって構成するが、無配向ダイヤモンド結晶粒は、従来から知られている成膜法で形成すればよい。

例えば、通常の熱フィラメント法による化学蒸着装置を用い、

フィラメント温度 1900～2200℃、

フィラメントー基板間隔 10～30mm、

基板温度 700～850℃、

反応圧力 0.67～6.7kPa、

反応ガス CH₄：3～8vol%，H₂：残、

という条件の化学蒸着で成膜するが、この無配向ダイヤモンド皮膜は、それ自体が高硬度特性を備えるとともに、無配向ダイヤモンド皮膜中に分散分布する配向ダイヤモンド結晶粒が粗大化するのを抑制する作用を有する。

【0008】

本発明のダイヤモンド皮膜における配向ダイヤモンドは、例えば、

(110)面配向ダイヤモンドは、

フィラメント温度 2200～2400℃、

フィラメントー基板間隔 10～30mm、

基板温度 750～900℃、

反応圧力 1.33～13.3kPa、

反応ガス CH₄：0.5～3vol%，H₂：残、

(111)面配向ダイヤモンドは、
フィラメント温度 2400～2600℃、
フィラメントー基板間隔 10～30mm、
基板温度 900～1050℃、
反応圧力 1.33～13.3kPa、
反応ガス CH₄：2～6vol%，H₂：残、
という条件の化学蒸着で形成することができる。

ただ、本発明では、所定結晶粒径の配向ダイヤモンド結晶粒を、所定面積割合で無配向ダイヤモンド皮膜中に分散分布させるために、その成膜条件を、上記配向ダイヤモンドの成膜条件に加え、反応ガスとして、N₂：4.0～15vol%を使用すると効果的である。

10

【0009】

配向ダイヤモンド結晶粒の、ダイヤモンド皮膜全体としての平均結晶粒径及び平均面積割合、さらには、ダイヤモンド皮膜の厚さ方向に沿ってみた場合の厚さ位置に応じた配向ダイヤモンド結晶粒の結晶粒径及び面積割合は、主として、反応圧力、N₂ガス量によって調整することができる。

例えば、本発明で規定する(110)面配向ダイヤモンド結晶粒を蒸着成膜するための一具体例は以下のとおりである。

蒸着初期(ダイヤモンド皮膜の膜厚0～5μm)には、

フィラメント温度 2000～2300℃、

20

フィラメントー基板間隔 5～20mm、

基板温度 800～1000℃、

反応圧力 1.33～6.67kPa、

反応ガス CH₄：1～5vol%，N₂：0～1vol%，H₂：残、

という条件で蒸着し、工具基体近傍(工具基体表面から、5μmの領域。以下、基体側領域という)に、基体側領域結晶粒径0.5～2μmかつ基体側領域面積割合60～80%で配向ダイヤモンド結晶粒が分散分布するダイヤモンド皮膜を形成し、

蒸着中期(ダイヤモンド皮膜の膜厚2～10μm)には、

フィラメント温度 1900～2200℃、

フィラメントー基板間隔 5～20mm、

基板温度 750～900℃、

反応圧力 1.33～3.99kPa、

反応ガス CH₄：3～10vol%，N₂：0～2vol%，H₂：残、

という条件で蒸着し、工具基体近傍(工具基体表面から、3～8μmの領域。以下、中央部領域という)に、中央部領域結晶粒径0.3～1μmかつ中央部領域面積割合40～70%で配向ダイヤモンド結晶粒が分散分布するダイヤモンド皮膜を形成し、

30

蒸着後期(ダイヤモンド皮膜の膜厚2～10μm)には、

フィラメント温度 1900～2100℃、

フィラメントー基板間隔 5～20mm、

基板温度 700～900℃、

反応圧力 0.6～2.67kPa、

反応ガス CH₄：5～10vol%，N₂：0～2vol%，H₂：残、

という条件で蒸着し、ダイヤモンド皮膜表面近傍(皮膜表面から、5μmまでの領域。以下、表面側領域という)に、表面側領域結晶粒径0.1～0.5μmかつ表面側領域面積割合30～50%で配向ダイヤモンド結晶粒が分散分布するダイヤモンド皮膜を形成する。

40

上記条件で蒸着形成した配向ダイヤモンド結晶粒の結晶粒径は、1.5(μm)≥基体側領域結晶粒径(μm)>中央部領域結晶粒径(μm)>表面側領域結晶粒径(μm)≥0.2(μm)であって、また、同じく上記条件で蒸着形成した配向ダイヤモンド結晶粒の面積割合についても、80%≥基体側領域面積割合(%)>中央部領域面積割合(%)

50

>表面側領域面積割合(%) $\geq 30\%$ となっており、“ダイヤモンド皮膜の厚さ方向に沿ってみた場合に、その結晶粒径及び面積割合が表面側に向かうほど小さな値となり”という本発明で規定する要件を満足している。

【0010】

(111)面配向ダイヤモンド結晶粒の(平均)結晶粒径(μm)、(平均)面積割合(%)についても、前記(110)面配向ダイヤモンド結晶粒の場合と同様なことを確認している。

即ち、(111)面配向ダイヤモンド結晶粒を蒸着形成する際に、主として、反応圧力、 N_2 ガス量を調整することによって、 $1.5(\mu\text{m}) \geq \text{基体側領域結晶粒径}(\mu\text{m}) > \text{中央部領域結晶粒径}(\mu\text{m}) > \text{表面側領域結晶粒径}(\mu\text{m}) \geq 0.2(\mu\text{m})$ を満足する(111)面配向ダイヤモンド結晶粒の結晶粒径分布を形成することが可能であり、また、同時に、(111)面配向ダイヤモンド結晶粒の密度について、 $80\% \geq \text{基体側領域面積割合}(\%) > \text{中央部領域面積割合}(\%) > \text{表面側領域面積割合}(\%) \geq 30\%$ とすることが可能である。

【0011】

無配向ダイヤモンド皮膜中に分散分布する配向ダイヤモンド結晶粒の平均結晶粒径が $0.2\mu\text{m}$ 未満あるいは同結晶粒の平均面積割合が30面積%未満の場合には、ダイヤモンド皮膜の強度の向上を期待することはできないため耐欠損性の向上を望めず、一方、配向ダイヤモンド結晶粒の平均結晶粒径が $1.5\mu\text{m}$ を超える場合あるいは同結晶粒の平均面積割合が80面積%を超える場合には、ダイヤモンド皮膜からの配向ダイヤモンド結晶粒の剥離、欠落が生じやすくなるため欠損が発生しやすくなるとともに、ダイヤモンド皮膜の表面粗さが大になるため平滑性が低下し、初期切削抵抗が増大し、切削時のバリが発生しやすくなるので、配向ダイヤモンド結晶粒の平均結晶粒径は $0.2 \sim 1.5\mu\text{m}$ 、また、配向ダイヤモンド結晶粒の平均面積割合は30～80面積%と定めた。

【0012】

さらに、本発明では、ダイヤモンド皮膜の厚さ方向に沿って、表面側に向かうほど、配向ダイヤモンド結晶粒の結晶粒径及び面積割合は小さな値となるようにしていることから、ダイヤモンド皮膜表面は、特に、表面粗さが小さく平滑であるため、初期切削抵抗は小さく、仕上げ面精度の向上を図ることができ、その一方、ダイヤモンド皮膜の基体側には、結晶粒径及び面積割合の大きい配向ダイヤモンド結晶粒が存在することによって、長期の使用に亘って、十分な耐摩耗性を確保することができる。

【0013】

また、上記配向ダイヤモンド結晶粒と無配向ダイヤモンド結晶粒からなるダイヤモンド皮膜について、電界放出型走査電子顕微鏡を用い、基体表面に対し垂直な皮膜断面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、前記基体表面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である(110)面および(111)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を作成したところ、上記ダイヤモンド皮膜では、(110)面または(111)面の少なくともいずれかの面について、 $0 \sim 10$ 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、前記 $0 \sim 10$ 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30～60%の割合を占める傾斜角度数分布グラフを示すのに対して、無配向ダイヤモンド結晶粒では、(110)面、(111)面のいずれの面についても、 $0 \sim 10$ 度の範囲内の傾斜角区分に最高ピークは存在せず、かつに、前記 $0 \sim 10$ 度の範囲内に存在する度数の合計は、傾斜角度数分布グラフにおける度数全体の30%未満という小さな割合を占めるに過ぎなかった。

そして、上記(110)面、(111)面への配向を示す配向ダイヤモンド結晶粒は、無配向ダイヤモンド結晶粒に比して、すぐれた高硬度と高強度を相兼ね備えている。

【0014】

本発明では、上記の配向ダイヤモンド結晶粒と無配向ダイヤモンド結晶粒とからなるダ

10

20

30

40

50

ダイヤモンド皮膜の膜厚を、 $10 \sim 30 \mu\text{m}$ としているが、ダイヤモンド皮膜の膜厚が $10 \mu\text{m}$ 未満では長期の使用に亘っての耐摩耗性を確保することができないばかりか、厚膜化による長寿命化を図ることもできず、一方、膜厚が $30 \mu\text{m}$ を超えると、ダイヤモンド皮膜の強度が低下するとともに、皮膜表面の平滑性も低下するようになるため、切刃の欠損や切削時のバリが発生しやすくなることから、ダイヤモンド皮膜の膜厚を、 $10 \sim 30 \mu\text{m}$ と定めた。

【発明の効果】

【0015】

この発明のダイヤモンド被覆工具は、平均粒径 $0.2 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の配向ダイヤモンド結晶粒が、無配向ダイヤモンド皮膜中に平均面積割合で $30 \sim 80$ 面積%分散分布し、かつ、ダイヤモンド皮膜の厚さ方向に沿ってみた場合に、ダイヤモンド皮膜の表面側に向かうほど、配向ダイヤモンド結晶粒の結晶粒径及び面積割合が小さくなるように分散分布し、さらに、ダイヤモンド皮膜の結晶粒の (110) 面あるいは (111) 面が、皮膜の厚さ方向に強配向していることにより、ダイヤモンド皮膜が高硬度、高強度を有し、特にダイヤモンド皮膜の表面側は平滑性にすぐれ、一方、基体側は十分な耐摩耗性を保持し、さらに配向ダイヤモンド結晶粒の粗大化の防止も図られる結果、厚膜化を行った場合でも、ダイヤモンド皮膜の剥離、欠落が生じることはなく、ダイヤモンド皮膜の備えるすぐれた特性（高硬度、高強度）の劣化が生じることはない。

したがって、この発明のダイヤモンド被覆工具を、CFRP、Al合金等の高速切削加工に用いた場合であっても、初期切削抵抗が小さく、シャープな切刃を維持したまま、バリを発生することもなく、すぐれた仕上げ面精度を確保することができ、さらに、すぐれた耐欠損性および耐摩耗性を長期の使用に亘って発揮するものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

つぎに、この発明のダイヤモンド被覆工具を実施例により具体的に説明する。ここでは、ダイヤモンド被覆工具を、エンドミル、ドリルに適用した場合について述べるが、本発明はこれに限定されるものではなく、各種の切削工具に適用することが可能である。

【実施例1】

【0017】

原料粉末として、平均粒径： $5.5 \mu\text{m}$ を有する中粗粒WC粉末、同 $0.8 \mu\text{m}$ の微粒WC粉末、同 $1.3 \mu\text{m}$ のTaC粉末、同 $1.2 \mu\text{m}$ のNbC粉末、同 $1.2 \mu\text{m}$ のZrC粉末、同 $2.3 \mu\text{m}$ の Cr_3C_2 粉末、同 $1.5 \mu\text{m}$ のVC粉末、同 $1.0 \mu\text{m}$ の $(\text{Ti}, \text{W})\text{C}$ 〔質量比で、 $\text{TiC}/\text{WC} = 50/50$ 〕粉末、および同 $1.8 \mu\text{m}$ のCo粉末を用意し、これら原料粉末をそれぞれ表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、 100MPa の圧力で所定形状の各種の圧粉体にプレス成形し、これらの圧粉体を、 6Pa の真空雰囲気中、 $7^\circ\text{C}/\text{分}$ の昇温速度で $1370 \sim 1470^\circ\text{C}$ の範囲内の所定の温度に昇温し、この温度に1時間保持後、炉冷の条件で焼結して、直径が 13mm の工具基体形成用丸棒焼結体を形成し、さらに前記の丸棒焼結体から、研削加工にて、切刃部の直径×長さが $10 \text{mm} \times 22 \text{mm}$ の寸法、並びにねじれ角 30° の2枚刃スクエア形状をもったWC基超硬合金製の工具基体（エンドミル）C-1～C-8をそれぞれ製造した。

【0018】

ついで、これらの工具基体（エンドミル）C-1～C-4の表面をアセトン中で超音波洗浄し、乾燥した後、酸溶液によるエッチングおよび／またはアルカリ溶液によるエッチング処理を行い、さらに、ダイヤモンド粉末スラリー液を用いて超音波洗浄器で超音波処理を行なった後、

（a）まず、

フィラメント温度 2000°C 、

フィラメントー基板間隔 15mm 、

基板温度 800℃、
反応圧力 2.66kPa、
反応ガス CH₄：4.5vol%，H₂：残、
という条件で蒸着し、工具基体の表面に、無配向ダイヤモンド皮膜を成膜し、
(b) ついで、成膜条件を変更し、上記配向ダイヤモンド皮膜の表面に、

フィラメント温度 2300℃、
フィラメントー基板間隔 15mm、

基板温度 850℃、
反応圧力 2.0kPa、

反応ガス CH₄：1.5vol%，N₂：0.5vol%，H₂：残、
という条件で、配向ダイヤモンド結晶粒を形成し、

(c) 上記(a)、(b)の成膜工程を繰り返し行い、さらに、成膜の進行とともに、(b)の成膜工程における反応ガス成分であるN₂の含有割合を2vol%までに次第に増加させていくことにより、

(d) 表2に示される平均結晶粒径、平均面積割合の配向ダイヤモンド結晶粒が無配向ダイヤモンド皮膜中に分散分布し、かつ、同じく表2に示されるようにダイヤモンド皮膜の厚さ方向に沿って、表面側に向かうほど、配向ダイヤモンド結晶粒の結晶粒径及び面積割合が小さくなるように分散分布した目標膜厚のダイヤモンド皮膜を成膜することにより、本発明のダイヤモンド被覆エンドミル（以下、本発明エンドミルという）1～4をそれぞれ製造した。

【0019】

また、前記工具基体（エンドミル）C-5～C-8の表面に上記と同様のコーティング前処理を行なった後、

(e) まず、

フィラメント温度 2000℃、
フィラメントー基板間隔 15mm、

基板温度 800℃、
反応圧力 2.66kPa、

反応ガス CH₄：4.5vol%，H₂：残、
という条件で蒸着し、工具基体の表面に、無配向ダイヤモンド皮膜を成膜し、

(f) ついで、成膜条件を変更し、上記配向ダイヤモンド皮膜の表面に、

フィラメント温度 2500℃、
フィラメントー基板間隔 15mm、

基板温度 950℃、
反応圧力 2.0kPa、

反応ガス CH₄：3.5vol%，N₂：1.0vol%，H₂：残、
という条件で、配向ダイヤモンド結晶粒を形成し、

(g) 上記(e)、(f)の成膜工程を繰り返し行い、さらに、成膜の進行とともに、(f)の成膜工程における反応ガス成分であるN₂の含有割合を2vol%までに次第に増加させていくことにより、

(h) 表2に示される平均結晶粒径、平均面積割合の配向ダイヤモンド結晶粒が無配向ダイヤモンド皮膜中に分散分布し、かつ、同じく表2に示されるようにダイヤモンド皮膜の厚さ方向に沿って、表面側に向かうほど、配向ダイヤモンド結晶粒の結晶粒径及び面積割合が小さくなるように分散分布した目標膜厚のダイヤモンド皮膜を成膜することにより、本発明のダイヤモンド被覆エンドミル（以下、本発明エンドミルという）5～8をそれぞれ製造した。

【0020】

比較の目的で、上記の工具基体（エンドミル）C-1～C-4の表面に上記と同様のコーティング前処理を施した状態で、上記実施例1の(a)と同一の条件で、上記工具基体（エンドミル）の表面に、表3に示される目標膜厚の無配向ダイヤモンド結晶粒のみから

なるダイヤモンド皮膜を成膜することにより、比較ダイヤモンド被覆エンドミル（以下、比較エンドミルという）１～４をそれぞれ製造した。

【００２１】

さらに比較の目的で、上記の工具基体（エンドミル）Ｃ－５～Ｃ－８の表面に上記と同様のコーティング前処理を施した状態で、上記実施例１の（ｂ）と同一の条件で、上記工具基体（エンドミル）の表面に、表３に示される目標膜厚の配向ダイヤモンド皮膜のみを蒸着形成することにより、比較ダイヤモンド被覆工具としての比較ダイヤモンド被覆エンドミル（以下、比較エンドミルという）５～８をそれぞれ製造した。

【００２２】

つぎに、上記本発明エンドミル１～８および上記比較エンドミル１～８のダイヤモンド皮膜について、電界放出型走査電子顕微鏡を用い、基体表面に対し垂直な皮膜断面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、前記基体表面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である（１１０）面および（１１１）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を作成した。

【００２３】

図２に、一例として、比較エンドミル１の無配向ダイヤモンド結晶粒の（１１０）面についての傾斜角度数分布グラフを示すが、比較エンドミル１～４の無配向ダイヤモンド結晶粒の（１１０）面および１１１面の傾斜角度数分布グラフは、いずれもほぼ同様な傾斜角度数分布グラフを示し、０～１０度の範囲内の傾斜角区分には特段のピークが存在せず、０～１０度の範囲内に存在する度数の合計も、傾斜角度数分布グラフにおける度数全体の２５％以下にすぎない小さな値であった。

図３には、一例として、本発明エンドミル３の配向ダイヤモンド結晶粒の（１１０）面についての傾斜角度数分布グラフを示すが、本発明エンドミル１～４のダイヤモンド皮膜の（１１０）面の傾斜角度数分布グラフは、いずれもほぼ同様な傾斜角度数分布グラフを示し、０～１０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、前記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３０～６０％の割合を占めた。

図４には、一例として、本発明エンドミル６の配向ダイヤモンド結晶粒の（１１１）面についての傾斜角度数分布グラフを示すが、本発明エンドミル５～８のダイヤモンド皮膜の（１１１）面の傾斜角度数分布グラフは、いずれもほぼ同様な傾斜角度数分布グラフを示し、０～１０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、前記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３０～６０％の割合を占めた。

【００２４】

表２、表３に、本発明エンドミル１～８および上記比較エンドミル１～８のダイヤモンド皮膜について測定された最高ピークが存在する傾斜角区分、０～１０度の範囲内に存在する度数割合を示す。

【００２５】

また、表２、表３には、本発明エンドミル１～８および比較エンドミル５～８のダイヤモンド皮膜について、上記皮膜断面の測定結果から得られる皮膜断面における配向ダイヤモンド結晶粒個々を画像解析装置により処理することによって算出したダイヤモンド皮膜の層厚方向の各位置（基体側、中央部、表面側）における配向ダイヤモンド結晶粒の結晶粒径を、また、ダイヤモンド皮膜全体としての配向ダイヤモンド結晶粒の平均結晶粒径を示した。

さらに、表２には、本発明エンドミル１～８のダイヤモンド皮膜について、同様の処理によって算出したダイヤモンド皮膜の層厚方向の各位置（基体側、中央部、表面側）における配向ダイヤモンド結晶粒の面積割合（面積％）を、また、ダイヤモンド皮膜全体としての配向ダイヤモンド結晶粒の平均面積割合（面積％）を示した。

【0026】

つぎに、上記本発明エンドミル1～8および上記比較エンドミル1～8のうち、
本発明エンドミル1、2、5、6および比較エンドミル1、2、5、6については、
被削材－平面寸法：100mm×250mm、厚さ：5mmの、炭素繊維と熱硬化型エ
ポキシ系樹脂が直交積層構造を持つ炭素繊維強化樹脂複合材（CFRP）の板材、

切削速度：240 m/min、

切断加工：（5 mm）、

テーブル送り：1500 mm/分、

エアブロー、

の条件（切削条件A）での上記CFRPの乾式高速切断加工試験、

本発明エンドミル3、4、7、8および比較エンドミル3、4、7、8については、

被削材－平面寸法：100mm×250mm、厚さ：50mmの、JIS・ADC12
の板材、

切削速度：420 m/min、

溝深さ（切り込み）：径方向（ae）2.5mm、軸方向（ap）8mm、

テーブル送り：1200 mm/分、

エアブロー、

の条件（切削条件B）での上記Al合金の乾式高速側面切削加工試験、

をそれぞれ行い、いずれの切削加工試験でも切刃部に欠損が発生するまでの切削溝長、あ
るいは、被削材にバリが発生するまでの切削溝長を測定した。

これらの測定結果を表4にそれぞれ示した。

【0027】

【表1】

種別	工具 基体 記号	配 合 組 成 （ 質 量 % ）							
		Co	(Ti, W)C	TaC	NbC	ZrC	Cr ₃ C ₂	VC	WC
工具基体 （エンドミル）	C-1	5	5	—	—	—	—	—	中粗粒：残
	C-2	6	—	1	0.5	—	—	—	微粒：残
	C-3	6	—	1	—	1	0.5	0.5	微粒：残
	C-4	8	—	—	—	—	0.5	0.5	微粒：残
	C-5	9	25	10	1	—	—	—	中粗粒：残
	C-6	10	—	—	—	—	1	—	微粒：残
	C-7	12	17	9	1	—	—	—	中粗粒：残
	C-8	6	—	—	—	—	0.5	—	中粗粒：残

【0028】

【表 2】

種別	工具 基体 記号	ダイヤモンド皮膜層										
		結晶粒径(μm)			平均 結晶 粒径 (μm)	面積割合(面積%)			平均 面積 割合 (面積 %)	最高ピーク が存在する 傾斜角区分 (度)	0~10度の 範囲内の 度数割合 (%)	目標 膜厚 (μm)
		基 体 側	中 央 部	表 面 側		基 体 側	中 央 部	表 面 側				
1	C-1	2.3	1.2	0.5	1.2	65	48	33	52	3.00~3.25	35	8
2	C-2	2.5	1.4	0.5	1.4	68	52	36	58	3.00~3.25	38	10
3	C-3	2.1	1.5	0.6	1.6	70	57	43	64	2.75~3.00	46	12
4	C-4	2.4	1.8	0.6	1.7	68	63	47	66	3.00~3.25	52	15
5	C-5	3.2	1.3	0.5	1.5	72	50	36	55	2.75~3.00	40	8
6	C-6	3.4	1.5	0.6	1.7	74	55	38	62	2.75~3.00	44	10
7	C-7	3.3	1.6	0.6	2.0	77	62	46	67	3.00~3.25	51	12
8	C-8	3.1	1.9	0.7	2.1	78	68	49	73	2.75~3.00	57	15
本発明エントリル												

【表 3】

種別		工具 基体 記号	ダイヤモンド皮膜層					
			配向ダイヤモンド			無配向ダイヤモンド		目標 膜厚 (μm)
			平均 結晶 粒径 (μm)	最高ピーク が存在する 傾斜角区分 (度)	0~10度の 範囲内の 度数割合 (%)	最高ピーク が存在する 傾斜角区分 (度)	0~10度の 範囲内の 度数割合 (%)	
比較 エンドミル	1	C-1	-	-	-	ピークなし	17	8
	2	C-2	-	-	-	ピークなし	14	10
	3	C-3	-	-	-	ピークなし	16	12
	4	C-4	-	-	-	ピークなし	13	15
	5	C-5	3.9	3.00~3.25	55	-	-	8
	6	C-6	4.2	3.25~3.50	62	-	-	10
	7	C-7	4.6	3.00~3.25	66	-	-	12
	8	C-8	4.9	3.25~3.50	72	-	-	15

【0030】

【表 4】

種 別		切削溝長(m)		種 別		切削溝長(m)	
		切削条件 A	切削条件 B			切削条件 A	切削条件 B
本発明 エンドミル	1	4.5	-	比較 エンドミル	1	0.4	-
	2	6.5	-		2	0.6	-
	3	-	4.0		3	-	0.3
	4	-	5.7		4	-	0.5
	5	7.2	-		5	0.7	-
	6	7.8	-		6	0.9	-
	7	-	6.3		7	-	0.6
	8	-	7.0		8	-	0.7

【実施例 2】

【0031】

上記の実施例1で製造した直径が13mmの丸棒焼結体を用い、この丸棒焼結体から、研削加工にて、溝形成部の直径×長さが10mm×22mmの寸法、並びにねじれ角30度の2枚刃形状をもったWC基超硬合金製の工具基体（ドリル）D-1～D-8をそれぞれ製造した。

【0032】

ついで、これらの工具基体（ドリル）D-1～D-4の切刃に、ホーニングを施し、上記実施例1と同様のコーティング前処理を施した後、上記実施例1の（a）～（c）と同一の条件で、工具基体（ドリル）D-1～D-4の表面に、表5に示される（平均）結晶粒径、（平均）面積割合の配向ダイヤモンド結晶粒が無配向ダイヤモンド皮膜中に分散分布する、同じく表5に示される目標膜厚のダイヤモンド皮膜を成膜することにより、本発明のダイヤモンド被覆ドリル（以下、本発明ドリルという）1～4をそれぞれ製造した。

10

【0033】

また、前記工具基体（ドリル）D-5～D-8の切刃に、ホーニングを施し、上記実施例1と同様のコーティング前処理を施した後、上記実施例1の（e）～（g）と同一の条件で、工具基体（ドリル）D-5～D-8の表面に、表5に示される（平均）結晶粒径、（平均）面積割合の配向ダイヤモンド結晶粒が無配向ダイヤモンド皮膜中に分散分布する、同じく表5に示される目標膜厚のダイヤモンド皮膜を成膜することにより、本発明ドリル5～8をそれぞれ製造した。

20

【0034】

比較の目的で、上記の工具基体（ドリル）D-1、D-2、D-5、D-6の表面に、ホーニングを施し、上記実施例1と同様のコーティング前処理を施した後、上記実施例1の（a）と同一の条件で、上記工具基体（ドリル）の表面に、表6に示される目標膜厚の無配向ダイヤモンド結晶粒のみからなるダイヤモンド皮膜を成膜することにより、比較ダイヤモンド被覆ドリル（以下、比較ドリルという）1、2、5、6をそれぞれ製造した。

【0035】

さらに比較の目的で、上記の工具基体（ドリル）D-3、D-4、D-7、D-8の表面に上記実施例1と同様のコーティング前処理を施した後、上記実施例1の（b）と同一の条件で、上記工具基体（ドリル）の表面に、表6に示される目標膜厚の配向ダイヤモンド結晶粒のみからなるダイヤモンド皮膜を成膜することにより、比較ダイヤモンド被覆ドリル（以下、比較ドリルという）3、4、7、8をそれぞれ製造した。

30

【0036】

つぎに、上記本発明ドリル1～8および上記比較ドリル1～8のダイヤモンド皮膜について、電界放出型走査電子顕微鏡を用い、基体表面に対し垂直な皮膜断面研磨面の測定範囲内に存在する結晶粒個々に電子線を照射して、前記基体表面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である（110）面および（111）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を作成し、表5、6に、最高ピークが存在する傾斜角区分、0～10度の範囲内に存在する度数割合を示した。

40

【0037】

また、表5、表6には、本発明ドリル1～8および比較ドリル5～8のダイヤモンド皮膜について、上記皮膜断面の測定結果から得られる皮膜断面における配向ダイヤモンド結晶粒個々を画像解析装置により処理することによって算出した、ダイヤモンド皮膜の層厚方向の各位置（基体側、中央部、表面側）における配向ダイヤモンド結晶粒の結晶粒径を、また、ダイヤモンド皮膜全体としての配向ダイヤモンド結晶粒の平均結晶粒径を示した。

さらに、表5には、本発明ドリル1～8のダイヤモンド皮膜について、同様の処理によって算出した、ダイヤモンド皮膜の層厚方向の各位置（基体側、中央部、表面側）における配向ダイヤモンド結晶粒の面積割合を、また、ダイヤモンド皮膜全体としての配向ダイ

50

ヤモンド結晶粒の平均面積割合を示した。

【0038】

つぎに、上記本発明ドリル1～8および比較ドリル1～8のうち、
本発明ドリル1～4および比較ドリル1～4については、

被削材－平面寸法：100mm×250mm、厚さ：8mmの、炭素繊維と熱硬化型エポキシ系樹脂が直交積層構造を持つ炭素繊維強化樹脂複合材（CFRP）の板材、

切削速度：180 m/min、

送り：0.06 mm/rev、

貫通穴：（8 mm）、

の条件（切削条件C）での上記CFRPの乾式高速穴あけ切削加工試験、

10

本発明ドリル5～8および比較ドリル5～8については、

被削材－平面寸法：100mm×250mm、厚さ：15mmの、JIS・ADC12の板材

切削速度：220 m/min、

送り：0.09 mm/rev、

貫通穴：（15 mm）、

の条件（切削条件D）での上記Al合金の乾式高速穴あけ切削加工試験、

をそれぞれ行い、いずれの乾式高速穴あけ切削加工試験でも、切刃部に欠陥が発生するまで、あるいは、被削材にバリが発生するまでの穴あけ加工数を測定した。

この測定結果を表7にそれぞれ示した。

20

【0039】

【表 5】

種別	工具 基体 記号	ダイヤモンド皮膜層										
		結晶粒径(μm)			平均 結晶 粒径 (μm)	面積割合(面積%)			平均 面積 割合 (面積 %)	最高ピーク が存在する 傾斜角区分 (度)	0~10度の 範囲内の 度数割合 (%)	目標 膜厚 (μm)
		基 体 側	中 央 部	表 面 側		基 体 側	中 央 部	表 面 側				
1	D-1	2.2	1.3	0.5	1.3	64	47	34	48	3.00~3.25	38	8
2	D-2	2.4	1.5	0.5	1.4	67	51	36	50	2.75~3.00	40	10
3	D-3	2.1	1.5	0.6	1.8	68	55	42	54	3.00~3.25	45	12
4	D-4	2.3	1.8	0.6	1.7	70	60	45	58	3.00~3.25	50	15
5	D-5	3.3	1.6	0.6	1.6	71	49	39	51	3.00~3.25	42	8
6	D-6	3.2	1.7	0.6	1.8	73	54	39	54	2.75~3.00	44	10
7	D-7	3.5	1.9	0.7	2.1	76	60	45	59	3.00~3.25	49	12
8	D-8	3.4	1.8	0.6	2.1	76	67	48	65	3.00~3.25	55	15
本 発 明 ド リ ル												

本発明ドリル

【0040】

10

20

30

40

【表 6】

種別		工具 基体 記号	ダイヤモンド皮膜層					
			配向ダイヤモンド			無配向ダイヤモンド		目標 膜厚 (μm)
			平均 結晶 粒径 (μm)	最高ピーク が存在する 傾斜角区分 (度)	0～10度の 範囲内の 度数割合 (%)	最高ピーク が存在する 傾斜角区分 (度)	0～10度の 範囲内の 度数割合 (%)	
比較 ドリル	1	D-1	—	—	—	ピークなし	14	8
	2	D-2	—	—	—	ピークなし	18	10
	3	D-3	3.8	3.25～3.50	61	—	—	12
	4	D-4	4.0	3.00～3.25	63	—	—	15
	5	D-5	—	—	—	ピークなし	15	8
	6	D-6	—	—	—	ピークなし	16	10
	7	D-7	4.2	3.00～3.25	65	—	—	12
	8	D-8	4.3	3.00～3.25	71	—	—	15

【 0 0 4 1 】

【表 7】

種 別		穴あけ加工数(穴)		種 別		穴あけ加工数(穴)	
		切削条件 C	切削条件 D			切削条件 C	切削条件 D
本 発 明 ド リ ル	1	480	—	比 較 ド リ ル	1	41*	—
	2	520	—		2	56*	—
	3	570	—		3	60*	—
	4	620	—		4	77*	—
	5	—	1850		5	—	122
	6	—	2210		6	—	158
	7	—	2360		7	—	140
	8	—	2680		8	—	173

なお、比較ドリルの欄の*印は、欠損発生、バリ発生を原因として寿命に至るまでの穴あけ加工数(穴)を示す。

【0042】

表2～7に示される結果から、本発明ダイヤモンド被覆工具としての本発明エンドミル1～8および本発明ドリル1～8は、配向ダイヤモンド結晶粒がすぐれた高硬度、高強度を備えるとともに、無配向ダイヤモンド皮膜中に所定(平均)結晶粒径、所定(平均)面積割合、所定の配向性を有する配向ダイヤモンド結晶粒が分散分布しているため、配向ダイヤモンド結晶粒の粗大化が防止され、ダイヤモンド皮膜表面の平滑性にすぐれ、かつ、ダイヤモンド皮膜全体としての硬度、強度が向上し、しかも、厚膜化が可能であり、その結果、金属材料よりも比強度、比剛性の高いCFRPあるいは溶着性の高いAl合金等の高速切削に際し、切削初期抵抗が小さく、シャープな切刃を維持しつつ、バリの発生を抑制し、長期の使用に亘って、すぐれた耐欠損性と耐摩耗性を発揮するのに対して、無配向ダイヤモンド皮膜のみ、あるいは、配向ダイヤモンド皮膜のみを被覆した比較エンドミル1～8、比較ドリル1～8においては、強度が劣りまた厚膜化ができないため、切刃の劣化、バリの発生等が生じるとともに、欠損の発生、耐摩耗性の劣化により工具寿命が短命なものであった。

【0043】

上述のように、この発明のダイヤモンド被覆工具は、通常条件での切削加工は勿論のこと、金属材料よりも比強度、比剛性の高いCFRPあるいは溶着性の高いAl合金等の高速切削においても、切刃の劣化、バリの発生を防止し、長期の使用に亘って、すぐれた耐欠損性と耐摩耗性を発揮するものであるから、切削加工装置のFA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】

【0044】

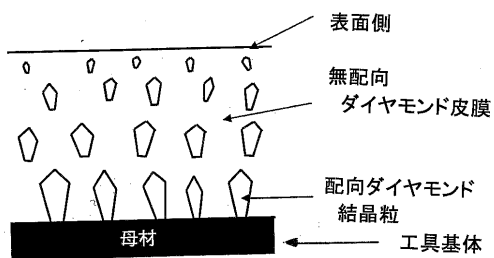
【図1】ダイヤモンド被覆工具の側断面概略図。

【図2】比較エンドミル1の無配向ダイヤモンド結晶粒の(110)面についての傾斜角度数分布グラフ。

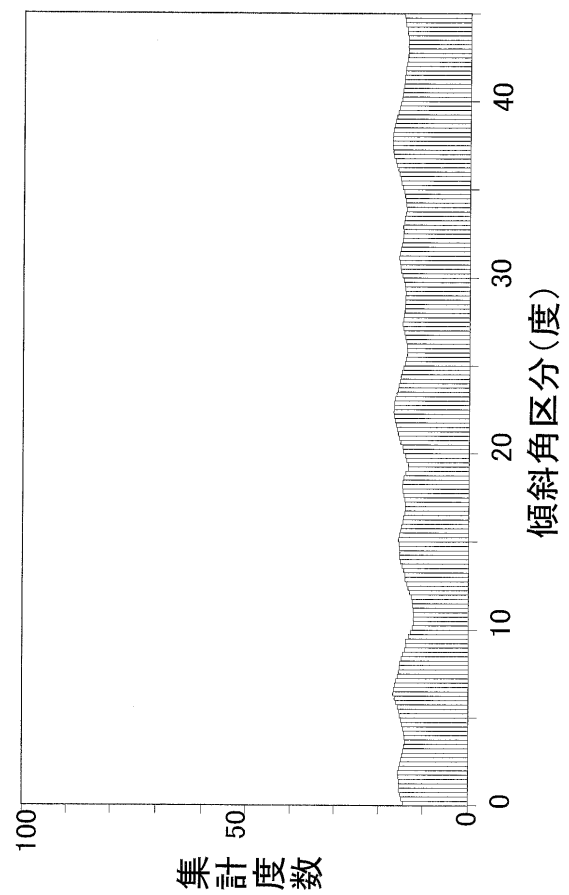
【図 3】本発明エンドミル 3 の配向ダイヤモンド結晶粒の (1 1 0) 面についての傾斜角度数分布グラフ。

【図 4】本発明エンドミル 6 の配向ダイヤモンド結晶粒の (1 1 1) 面についての傾斜角度数分布グラフ。

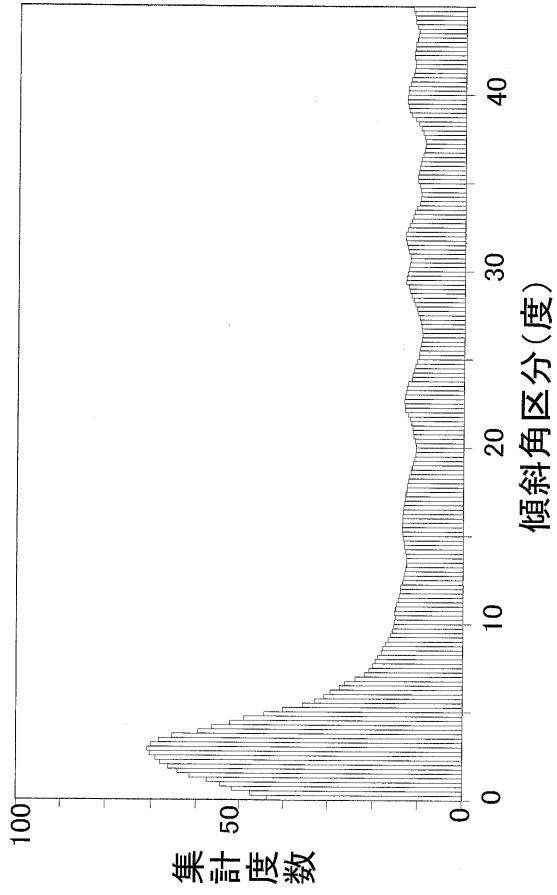
【図 1】



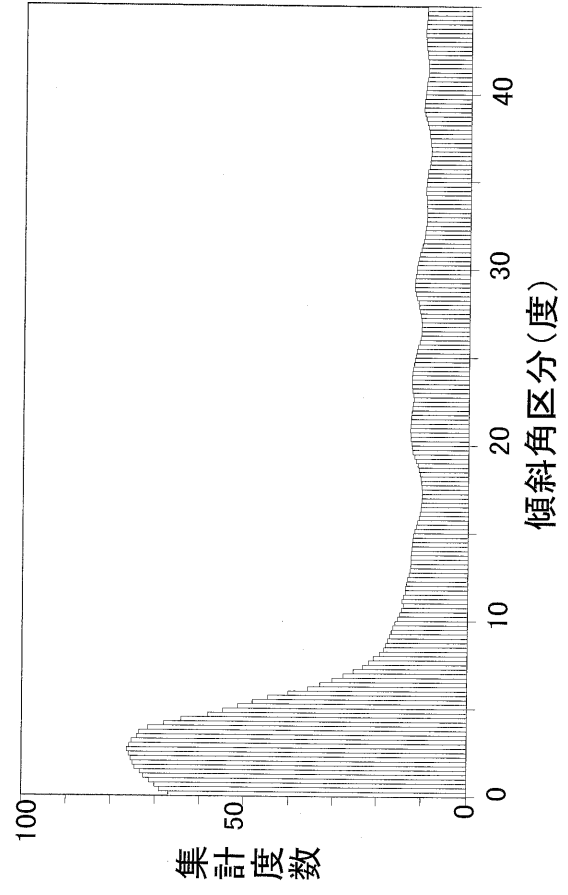
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開昭62-107068 (JP, A)

特開昭63-307196 (JP, A)

特開平10-071527 (JP, A)

特開平05-104307 (JP, A)

特開2009-248221 (JP, A)

A. Guise, N. Bozzolo, S. Barrat, E. Bauer-Grosse, Crystal orientation distribution in highly oriented diamond films investigated by SEM and TEM, Diamond and Related Materials, Elsevier, 2006年 2月13日, vol.15, p531-535

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B23B 27/14

B23B 51/00

B23C 5/16

C23C 16/27