

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5209960号
(P5209960)

(45) 発行日 平成25年6月12日 (2013. 6. 12)

(24) 登録日 平成25年3月1日 (2013. 3. 1)

(51) Int. Cl.

F I

C 2 3 C 14/06 (2006. 01)

C 2 3 C 14/06

L

C 2 3 C 14/34 (2006. 01)

C 2 3 C 14/06

A

C 2 3 C 14/32 (2006. 01)

C 2 3 C 14/34

N

C 2 3 C 14/22 (2006. 01)

C 2 3 C 14/32

Z

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

C 2 3 C 14/22

C

請求項の数 21 (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2007-508791 (P2007-508791)
 (86) (22) 出願日 平成17年4月18日 (2005. 4. 18)
 (65) 公表番号 特表2007-532783 (P2007-532783A)
 (43) 公表日 平成19年11月15日 (2007. 11. 15)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2005/003974
 (87) 国際公開番号 W02005/100635
 (87) 国際公開日 平成17年10月27日 (2005. 10. 27)
 審査請求日 平成20年4月14日 (2008. 4. 14)
 (31) 優先権主張番号 04405241.3
 (32) 優先日 平成16年4月19日 (2004. 4. 19)
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)

(73) 特許権者 506352212
 ビヴォット アー. エス.
 P I V O T A. S.
 チェコ共和国 7 8 7 0 1 シュンペル
 ク プルミースロヴァ 3
 (74) 代理人 100123788
 弁理士 宮崎 昭夫
 (74) 代理人 100106138
 弁理士 石橋 政幸
 (74) 代理人 100127454
 弁理士 緒方 雅昭
 (72) 発明者 コデット、 オリヴィア
 スイス国 ツェーハー 2 8 2 4 ヴィク
 エス クロス サー ビオン 2

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化アルミニウムベースの硬い耐摩耗性コーティング

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

$A1_xSi_yMe_zN$ で表される組成の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜であって、

x 、 y および z が原子分率を表し、その和が 0.95 から 1.05 であり、

Me が、ⅢⅢⅢからⅤⅤⅤⅤ族およびⅠⅠⅠ族の遷移金属の構成員から選択された 1 つの遷移金属からなる金属ドーパントであるか、あるいは、これらの構成員のうちの 2 つ以上の遷移金属の組合せからなる金属ドーパントであり、

前記構成員が、前記金属ドーピングのない被膜よりも高い固有導電率を提供し、

ケイ素含量が 0.01 y 0.4 であり、

前記 Me の含量が、0.001 z 0.08 である、

ことを特徴とする被膜。

【請求項 2】

前記 Me の含量が、0.01 z 0.05 である請求項 1 に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜。

【請求項 3】

前記 Me の含量が、0.015 z 0.045 である請求項 1 に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜。

【請求項 4】

前記 Me が、ⅢⅢⅢからⅤⅤⅤ族の遷移金属およびⅠⅠⅠ族の構成員である、請求項 1 乃至 3

のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜。

【請求項 5】

前記 Me が、V I I、V I I I または I b 族の遷移金属の構成員である、請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜。

【請求項 6】

前記 Me が、V I I、V I I I または I b 族の第 1 列 (M n、F e、C o、N i、C u) および A g の構成要素である、請求項 5 に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜。

【請求項 7】

前記 Me が前記被膜中に原子として分布した、請求項 1 から 6 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜。

10

【請求項 8】

前記 Me が窒化物の形態で前記被膜中に含まれる、請求項 1 から 7 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とした硬い耐摩耗性被膜。

【請求項 9】

前記 Me が金属の形態で前記被膜中に含まれる、請求項 1 から 7 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜。

【請求項 10】

ケイ素含量が 0 . 0 5 y 0 . 2 0 であることを特徴とする、請求項 1 から 9 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜。

20

【請求項 11】

ホウ素元素、炭素元素または酸素元素のうちの 1 つまたは複数の元素の 2 0 原子%までの添加を含むことを特徴とする、請求項 1 から 1 0 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜。

【請求項 12】

前記層の組成が、含まれる元素の少なくとも 1 つに関して、その厚方向にわたって化学的に徐々に変化することを特徴とする、請求項 1 から 1 1 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜。

【請求項 13】

請求項 1 から 1 2 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜を有する物品であって、

30

前記被膜が基体上に形成されており、

前記基体が、冷間加工鋼、H S S 工具鋼、超硬合金 (W C / C o)、サーメット、立方晶窒化ホウ素、P C D、またはエンジニアリングセラミックであり、

前記物品が、ドリルでの穴あけ (drilling)、フライス削り (milling)、旋削 (削り加工: turning)、リーマ加工 (reaming)、ねじ切り (thread forming)、またはホブ加工 (hobbing) 用の工具である

ことを特徴とする物品。

【請求項 14】

前記被膜を付着させる前に前記基体に接着境界層が形成され、前記基体がイオン衝撃洗浄によって前処理されることを特徴とする、請求項 1 3 に記載の物品。

40

【請求項 15】

前記窒化アルミニウムを基礎とする硬い耐摩耗性被膜の付着の前に、遷移金属の窒化物、炭窒化物または酸窒化物を含む従来の硬い材料の基礎層が形成されることを特徴とする、請求項 1 3 または 1 4 に記載の物品。

【請求項 16】

前記基礎層の厚さが少なくとも 0 . 3 μ m であり、前記基礎層の組成が、該組成を構成する成分の少なくとも 1 つに関して前記基礎層の厚さ方向に化学的に徐々に変化することを特徴とする、請求項 1 5 に記載の物品。

【請求項 17】

50

基体上に、 $Al_xSi_yMe_zN$ の組成の被膜を堆積させる方法であって、

前記被膜が、請求項 1 から 12 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする
硬い耐摩耗性被膜であり、

前記被膜が、ネガティブのバイアスを前記基体にかけた窒素または窒素を基礎とする気
体混合物中で、 $AlSiMe$ 合金ターゲット、あるいは、一方が $AlSi$ 合金ターゲット
であり、他方が金属ドーパント Me ターゲットである 2 つの異なる型のターゲットの組合
せを用いる反応性カソードアーク蒸着技術を使用して堆積されることを特徴とする方法。

【請求項 18】

基体上に、 $Al_xSi_yMe_zN$ の組成の被膜を堆積させる方法であって、

前記被膜が、請求項 1 から 12 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする
硬い耐摩耗性被膜であり、

前記被膜が、ネガティブのバイアスを前記基体にかけた窒素または窒素を基礎とする気
体混合物中で、 $AlSiMe$ 合金ターゲット、あるいは、一方が $AlSi$ 合金ターゲット
であり、他方が金属ドーパント Me ターゲットである 2 つの異なる型のターゲットの組合
せを用いる反応性マグネトロンスパッタリング技術を使用して堆積されることを特徴とす
る方法。

【請求項 19】

基体上に、 $Al_xSi_yMe_zN$ の組成の被膜を堆積させる方法であって、

前記被膜が、請求項 1 から 12 のいずれか 1 項に記載の窒化アルミニウムを基礎とする
硬い耐摩耗性被膜であり、

前記被膜が、ネガティブのバイアスを前記基体にかけた窒素または窒素を基礎とする気
体混合物中で、 $AlSiMe$ 合金ターゲット、あるいは、一方が $AlSi$ 合金ターゲット
であり、他方が金属ドーパント Me ターゲットである 2 つの異なる型のターゲットの組合
せを用いる反応性カソードアーク蒸着技術と反応性マグネトロンスパッタリング技術の組
合せを使用して堆積されることを特徴とする方法。

【請求項 20】

前記基体上への前記被膜の堆積が、少なくとも 1 つの円筒形カソードが内部に配置され
た真空堆積室内で行われる、請求項 17 から 19 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 21】

前記被膜の前記基体上への堆積中に、前記被膜が形成される前記基体に、 DC または単
極パルス DC の負バイアス電圧が印加され、前記基体、アノードおよび堆積室の内壁の表
面が、前記被膜の前記基体上への堆積期間の全体を通じて本質的に導電性を維持する、請
求項 17 から 20 のいずれか 1 項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

発明の分野

本発明は、窒化アルミニウムを基礎とする（窒化アルミニウムベース）の硬い耐摩耗性
被膜（コーティング）、該コーティングでコーティングされた物品および該コーティング
を生成するための方法に関する。

【背景技術】

【0002】

発明の背景

従来技術の説明

$Al_{1-x}Ti_xN$ に基づく層または $Al_{1-x}Ti_xSi_yN$ に基づく層は一般に、最高硬さ
に近い Ti/Al 化学量論組成範囲で使用される。 $TiAlN$ の場合、この化学量論組成
はほぼ $Al_{0.65}Ti_{0.35}N$ に相当する。この条件を超える Al 割合が選択される場合、例
えば 75 から 85 原子%の Al 割合が選択される場合には、硬さ（hardness）と耐摩耗性
（wear resistance）の両方が急激に低下することが知られている。 $Al_{1-x}Cr_xN$ およ
び同種の硬い材料に関しても本質的に同じ性質が予想され、またそうであることが知られ

10

20

30

40

50

ている。

【0003】

この軟化についての現在までの知識は、T. Suzuki, Y. Makino, M. Samandi and S. Miyake, J. Mater. Sci. 35 (2000), 4193およびA. Horling, L. Hultman, M. Oden, J. Sjölen, L. Karlsson, Surf. Coat. Technol. 191 (2005) 384、ならびにこれらの文献に引用されている参考文献に記載されている。

【0004】

一般的なコーティングはJP - A - 2003 / 225809からも知られている。

【発明の開示】

10

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

発明の概要

発明の目的

したがって第1に本発明の目的は、カソードアーク蒸着技術(cathodic arc evaporation technology)またはマグネトロンスパッタリング技術あるいはこれらの組合せを使用して容易に生成することができる硬いコーティングを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

発明の説明

20

本発明は、請求項1に記載のコーティングによってこの目的を達する。本発明の方策の結果、第1に、プロセスが実行される室の追加の操作なしで、カソードアーク蒸着技術を使用した本発明に基づく硬いコーティングによって物品をコーティングすることができる。さらにこのコーティングはパラメータに関して驚くほど硬い。

【0007】

本発明に基づくこの解決法は、 $Al_{1-x}Me_xN$ 系のAl含量を、最高硬さを与えるとしてこれまで知られている組成を大幅に上回る、窒素を除いた他の元素全体の約90原子%超まで増大させると、硬さが意外にも再び上昇することが分かったことに基づく。さらに、この傾向はケイ素の存在下で強まることが分かった。しかし、純粋なAlNまたは $Al_{1-y}Si_yN$ に非常に近いと、層の硬さは再び低下する。このことは、堆積中のイオン衝撃(イオンボンバードメント: ion bombardment)を抑制する非導電層(non-conductive layer)の蓄積によって説明することができる。

30

【0008】

本発明の目的の追加の詳細、特徴および利点は、例えば本発明に基づく方法がその中で説明された関連図面の以下の説明から得られる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明の目的の追加の詳細、特徴および利点は、例えば本発明に基づく方法がその中で説明された関連図面の以下の説明から得られる。

図面の簡単な説明

40

図面は以下のとおりである。

【0010】

図1は、本発明に基づく第1の例による室内のターゲットの配置を概略的に示す図である。図2は、本発明に基づく第2の例による室内のターゲットの配置を概略的に示す図である。図3は、イオン衝撃の不足に起因する望ましくない弱い柱状(columnar)のコーティング材料の形成を示す、 $Al_{0.91}Si_{0.09}N$ 層の断面図である。図4は、少量の金属(このケースではCr)のドーピングによりコーティングの導電率を維持することで達成された均質でかつむらのない微細な構造を示す、 $Al_{0.86}Si_{0.09}Cr_{0.05}N$ 層の断面図である。図5は、 $Al_{1-x}Cr_xSi_{((1-x)/10)}N$ 系について、硬さがコーティングの化学量論組成によって変化する様子を示す図である。すでに知られている硬さの主要な極大の他

50

に、非常に高い ($Al + Si$) 含量において予想外の第2の極大が観察された。ケイ素が加えられていない比較系 $Al_{1-x}Cr_xN$ の第2の曲線 (本発明ではない) も同様の性質を示すが、硬さは全体に小さい。

【0011】

図6は、 $Al_{1-x}Zr_xSi_{((1-x)/5)}N$ 系について、硬さがコーティングの化学量論組成によって変化する様子を示す図である。この曲線は、ドーパントの添加が8原子%未満の領域でさえこの系の全体的な硬さが得られることを示している。図7は、直径5mmのむく超硬ドリルを使用した金属穴あけ試験の図である。試験条件は以下のとおり：焼きなました軟かい状態の冷間加工鋼 X155CrVMo12-1 (DIN1.2379) に止まり穴 (blind hole) をあける。穴の深さ15mm、 $v_c = 70\text{ m/min}$ 、送り $= 0.16\text{ mm/rev}$ 、内部冷却乳剤7%。図8は、堆積後および窒素雰囲気での800、1時間の熱処理後における、本発明に基づく組成 $Al_{0.834}Si_{0.123}Cr_{0.044}N_{0.944}$ の代表的なコーティングの斜入射X線回折図 (grazing incidence X-ray diffraction diagram) である。この図は、この系に六方 (hexagonal) 相と立方 (cubic) 相が共存していることを示している。このナノコンポジット結晶構造の熱安定性は、高温での焼なましの前と後に観察された回折ピークの類似性によって証明される。

【0012】

発明の実施形態の詳細な説明

層は主にアーク蒸着技術によって堆積形成した。 AlN ベースの層 (AlN -based layers) は、単一のターゲットから、または独立した複数のターゲットから調製することができる。至適な層は $Al_{1-x}Me_xSi_yN$ であり、至適な Me 含量は1から3原子%、 Si 含量は3から10原子%である (これは $x = 0.02 \sim 0.06$ 、 $y = 0.06 \sim 0.20$ に相当する)。

【0013】

単一カソード技術の一例を図1によって説明する。 $Al_{0.885}Si_{0.10}Cr_{0.015}$ ターゲット10は主層の生成のために使用され、純粋な Cr ターゲット20は、単独でまたはターゲット10と組み合わせて、洗浄プロセスならびに接着用として、更に、任意に基礎層形成用として、使用される。

【0014】

2つのカソードシステムを図2に示す。電極30は $AlSi$ 合金または純粋な Al となり、金属電極40は、イオン洗浄のため、任意選択のベース層の形成のために使用され、この電極は、主層 $Al_{1-x}Me_xSi_yN$ を生成するプロセス中に、 $AlSi (Al)$ とともに使用される。

【0015】

(1原子%を大幅に下回る) あまりに低い金属ドーパント含量を選択するとプロセスは不安定になる。 Al または $AlSi$ 金属の純度が最低でも99.5重量%であり、示された不純物が主に Fe である純粋な AlN または $AlSiN$ 層の場合、窒素圧力2Pa、アーク電流100Aにおけるアーク電圧は、このプロセスの間に30Vから40V超に増大し、このことはプロセス安定性とコーティング品質の両方に影響する。導電性窒化物または金属導電材料あるいはその両方の追加は、窒素雰囲気または窒素ベースの気体混合物雰囲気において、 $AlSi$ または Al 材料の蒸着プロセスを安定させる。図3および図4に、純粋な $Al_{1-y}Si_yN$ 層の断面を、 $Al_{1-x}Cr_xSi_yN$ 層との比較において示す。この差は、プロセス中のこの層の不十分な導電率に起因すると考えられる。イオン衝撃が維持されず、このことが膜成長中の粗粒化を引き起こし、その結果、機械特性が不良になる。 Al 中に Cr が1原子パーセント存在する $CrAl$ ターゲットの場合、プロセス中のアーク電圧の増大は1V以下と測定された。3原子パーセントの Cr が存在すると、この材料は付着中に重大な電圧の増大を示さず、その結果、構造が均質になり、それによって、コーティングの使用にとって重要な良好な機械特性、すなわち耐摩耗性が得られる。

【0016】

図5は、 $Al_{1-x}Cr_xSi_yN$ または $Al_{1-x}Cr_xN$ 系について、硬さがコーティング

の化学量論組成によって変化する様子を示し、図6 ($Al_{1-x}Zr_xSi_yN$) は、他のドーパントの可能性およびより高いケイ素含量を示す。

【0017】

表1に示すように、これらのコーティングの硬さが、堆積温度よりも高い温度で焼きなました後も安定しており、硬さが増大する場合さえあることは注目すべき発見である。

【0018】

この安定性は、AlN六方相と他の立方相の両方を含む(図8)この材料の2相構造によって説明することができる。このナノコンポジット(ナノ複合:nanoconposite)系は、不活性雰囲気での800℃、1時間の焼なまし後も事実上変化しない。このことは、切れ刃のところが高温になる工具細工応用向けのコーティングとしてこのような化合物を使用するための進歩を意味する。

10

【0019】

【表1】

試料 番号 (#)	Al (原子%)	Si (原子%)	Cr (原子%)	密度 [g/cm ³]	ナノハードネス [Gpa]	
					堆積時	800℃の焼 なましされた もの
703	90.5	6.1	3.4	2.7	40.5	40.9
763	83.4	12.3	4.4	3.1	38.7	40.8
759	84.2	12.2	3.7	3.3	37.3	38.9
767	83.6	12.3	4.1	3.6	37.3	38.8
117	76.9	17.3	4.8	3.7	38.3	39.5

20

表1. 超硬合金上の $Al_{1-x}Cr_xSi_yN$ コーティングの熱安定性。組成は窒素を除いた組成を示す。窒素含量は、ラザフォード後方散乱分光(RBS)分析によって全てのコーティングで 50 ± 1 原子%であると決定された。

【0020】

上記の4つの実施例のプロセスパラメータを以下の表に示す。

30

【0021】

【表 2】

表 2

実施例 1: 2カソード法(two cathode solution)(アーク法)

構成:	ターゲット1 Cr(部分的に遮蔽) ターゲット2 $\text{Al}_{0.88}\text{Si}_{0.12}$ 合金または混合物(ブレンド)
コーティング:	$\text{Al}_{0.85}\text{Si}_{0.10}\text{Cr}_{0.05}\text{N}$
コーティングの厚さ:	3.0 μm
プロセスシーケンス:	高真空 $P < 1 \times 10^{-5} \text{hPa}$ までポンピング 真空中でプロセス温度、例えば 450°C まで加熱 Arプラズマエッチング、Ar流量 200sccm、バイアス -750V、2分 アーク金属イオンエッチング、バイアス -1200V、Crアーク 60A、Ar流量 15sccm、5分 接着層、CrN、Cr電流 120A、カソード2オフ、 $P(\text{N}_2) 1 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -120V、5分 堆積、AlSi電流 130A、Cr50A、 $P(\text{N}_2) 3 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -75V

10

【0022】

20

【表 3】

表 3

実施例 2: 単一カソード法(single cathode solution)(アーク法)

構成:	ターゲット1 Ti ターゲット2 $\text{Al}_{0.90}\text{Si}_{0.08}\text{Cr}_{0.02}$ 合金またはブレンド
コーティング:	$\text{Al}_{0.91}\text{Si}_{0.06}\text{Cr}_{0.03}$
コーティングの厚さ:	2.5 μm
プロセスシーケンス:	高真空 $P < 1 \times 10^{-5} \text{hPa}$ までポンピング 真空中でプロセス温度、例えば 450°C まで加熱 Arプラズマエッチング、Ar流量 200sccm、バイアス -750V、2分 アーク金属イオンエッチング、バイアス -900V、4分、Crアーク 55A、Ar流量 15sccm 接着層、TiN、電流 125A、 $P(\text{N}_2) 1 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -120V、カソード2オフ、2分 堆積、AlSiCr電流 125A、Tiオフ、 $P(\text{N}_2) = 3 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -75V
上記付着ステップの前の任意選択のベース層:	Ti電流 120A、カソード2オフ、 $P(\text{N}_2) 1 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -75V、3分

30

40

【0023】

【表 4】

表 4

実施例 3: 傾斜中間層 (gradient interlayer) を有する単一カソード法 (アーク法)

構成:	ターゲット1 Cr ターゲット2 $\text{Al}_{0.82}\text{Si}_{0.15}\text{Cr}_{0.03}$ 合金またはブレンド
コーティング:	$\text{Al}_{0.84}\text{Si}_{0.12}\text{Cr}_{0.04}\text{N}$
コーティングの厚さ	4.0 μm
:	
プロセスシーケンス:	高真空 $P < 1 \times 10^{-5} \text{hPa}$ までポンピング 真空中でプロセス温度、例えば 475°C まで加熱 Ar プラズマエッチング、Ar 流量 200 sccm、バイアス -750V、1分 アーク金属イオンエッチング、バイアス -1000V、5分、Cr アーク 60A、Ar 流量 15 sccm 接着層 (任意)、CrN、Cr 電流 125A、カソード 2 オフ、 $P(\text{N}_2) 1 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -120V、2分 傾斜中間層、 $\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x\text{Si}_{((1-x)/7)}\text{N}$ 、 $P(\text{N}_2) 2 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -75V、Cr 125A \rightarrow 75A、AlSiCr 75 \rightarrow 140A、5分 堆積、AlSiCr 130A、カソード 1 オフ、 $P(\text{N}_2) = 5 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -40V

10

20

【 0 0 2 4 】

【表 5】

表 5

実施例 4: 傾斜中間層を有する 2 カソード法 (アーク法)

構成:	ターゲット1 Zr (部分的に遮蔽) ターゲット2 $\text{Al}_{0.82}\text{Si}_{0.18}$ 合金またはブレンド
コーティング:	$\text{Al}_{0.835}\text{Si}_{0.140}\text{Zr}_{0.025}\text{N}$
コーティングの厚さ	3.0 μm
:	
プロセスシーケンス:	高真空 $P < 1 \times 10^{-5} \text{hPa}$ までポンピング 真空中でプロセス温度、例えば 450°C まで加熱 Ar プラズマエッチング、Ar 流量 200 sccm、バイアス -750V、1分 アーク金属イオンエッチング、バイアス -1200V、5分、Zr アーク 70A、Ar 流量 15 sccm 接着層 (任意)、ZrN、Zr 電流 120A、カソード 2 オフ、 $P(\text{N}_2) 1 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -120V、2分 傾斜中間層、 $\text{Al}_{1-x}\text{Zr}_x\text{Si}_{((1-x)/5.2)}\text{N}$ 、 $P(\text{N}_2) 2 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -60V、Zr 125A \rightarrow 60A、AlSiCr 75 \rightarrow 140A、10分 堆積、AlSi 電流 140A、Zr 60A、 $P(\text{N}_2) 2.5 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -60V

30

40

【 0 0 2 5 】

【表 6】

表 6

実施例 5: 単一カソードスパッタリング法 (アークボンディング層を含むスパッタリング法)

Configuration:	ターゲット1 Cr (アークターゲット)
ターゲット2	$\text{Al}_{0.82}\text{Si}_{0.15}\text{Cr}_{0.03}$ 合金またはブレンド (スパッタリングマグネトロン)
コーティング:	$\text{Al}_{0.81}\text{Si}_{0.14}\text{Cr}_{0.05}\text{N}$
コーティングの厚さ	2.0 μm
:	
プロセスシーケン	高真空 $P < 1 \times 10^{-5} \text{hPa}$ までポンピング
ス:	真空中でプロセス温度、例えば 400°C まで加熱 Ar プラズマエッチング、Ar 流量 200sccm 、バイアス -750V 、 1 分 アーク金属イオンエッチング、バイアス -1000V 、5 分、Cr アーク 60A 、Ar 流量 15sccm 接着層 (任意)、CrN、Cr アーク電流 125A 、カソード 2 オフ、 $P(\text{N}_2)$ $1 \times 10^{-2} \text{hPa}$ 、バイアス -120V 、2 分 付着、AlSiCr マグネトロンスパッタリングターゲット 10kW 、カソ ード 1 (アーク) オフ、 $P(\text{Ar} + \text{N}_2) = 2.2 \times 10^{-3} \text{hPa}$ 、 $P(\text{N}_2) =$ $5 \times 10^{-4} \text{hPa}$ 、バイアス -150V

10

20

【0026】

なお、本発明を実行するための実験条件は全般的に、同じ出願人による WO - A - 02 / 50865 および EP - A - 1357577 に開示されている。上記の文献は参照によって本出願の開示に包含される。

【図面の簡単な説明】

【0027】

【図 1】本発明に基づく第 1 の例による室内のターゲットの配置を概略的に示す図である。

30

【図 2】本発明に基づく第 2 の例による室内のターゲットの配置を概略的に示す図である。

【図 3】イオン衝撃の不足に起因する望ましくない弱い柱状 (columnar) のコーティング材料の形成を示す、 $\text{Al}_{0.91}\text{Si}_{0.09}\text{N}$ 層の断面図である。

【図 4】少量の金属 (このケースでは Cr) のドーピングによりコーティングの導電率を維持することで達成された均質でかつむらのない微細な構造を示す、 $\text{Al}_{0.86}\text{Si}_{0.09}\text{Cr}_{0.05}\text{N}$ 層の断面図である。

【図 5】 $\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x\text{Si}_{((1-x)/10)}\text{N}$ 系について、硬さがコーティングの化学量論組成によって変化する様子を示す図である。すでに知られている硬さの主要な極大の他に、非常に高い ($\text{Al} + \text{Si}$) 含量において予想外の第 2 の極大が観察された。ケイ素が加えられていない比較系 $\text{Al}_{1-x}\text{Cr}_x\text{N}$ の第 2 の曲線 (本発明ではない) も同様の性質を示すが、硬さは全体に小さい。

40

【図 6】 $\text{Al}_{1-x}\text{Zr}_x\text{Si}_{((1-x)/5)}\text{N}$ 系について、硬さがコーティングの化学量論組成によって変化する様子を示す図である。この曲線は、ドーパントの添加が 8 原子% 未満の領域でさえこの系の全体的な硬さが得られることを示している。

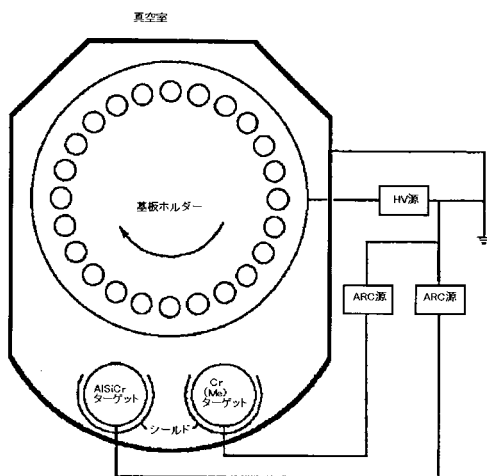
【図 7】直径 5 mm のむく超硬ドリルを使用した金属穴あけ試験の図である。試験条件は以下のとおり: 焼きなました軟かい状態の冷間加工鋼 X155CrVMo12-1 (DIN 1.2379) に止まり穴 (blind hole) をあける。穴の深さ 15 mm、 $v_c = 70 \text{m/分}$ 、送り = 0.16mm/rev 、内部冷却乳剤 7%。

【図 8】堆積 (付着) 後および窒素雰囲気での 800、1 時間の熱処理後における、本

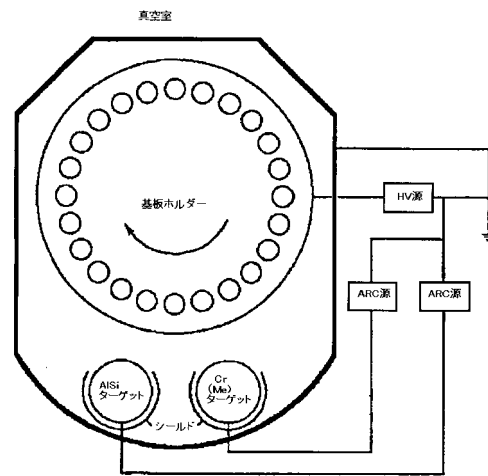
50

発明に基づく組成 $\text{Al}_{0.834}\text{Si}_{0.123}\text{Cr}_{0.044}\text{N}_{0.944}$ の代表的なコーティングの斜入射 X 線回折図 (grazing incidence X-ray diffraction diagram) である。この図は、この系に六方 (hexagonal) 相と立方 (cubic) 相が共存していることを示している。このナノコンポジット結晶構造の熱安定性は、高温での焼なましの前と後に観察された回折ピークの類似性によって証明される。

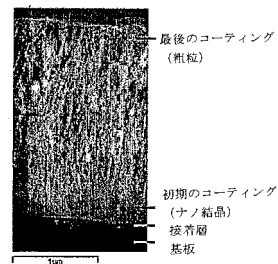
【図 1】



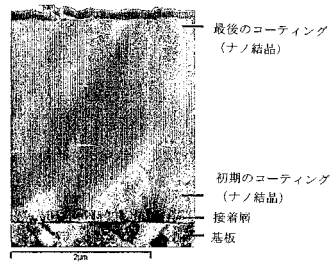
【図 2】



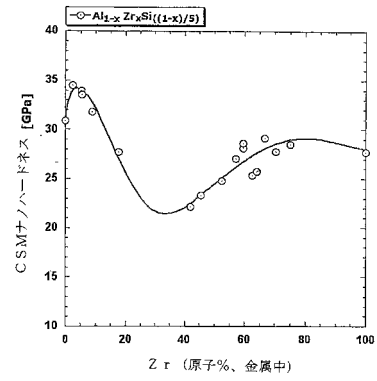
【図 3】



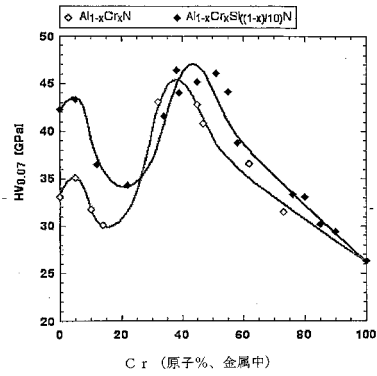
【図 4】



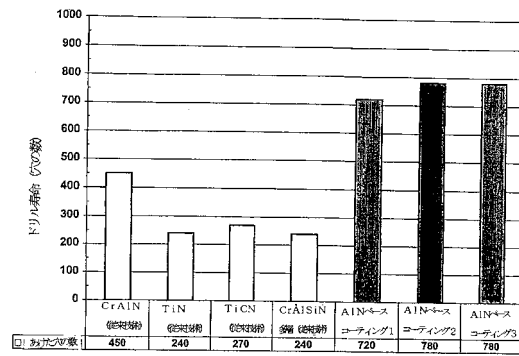
【図 6】



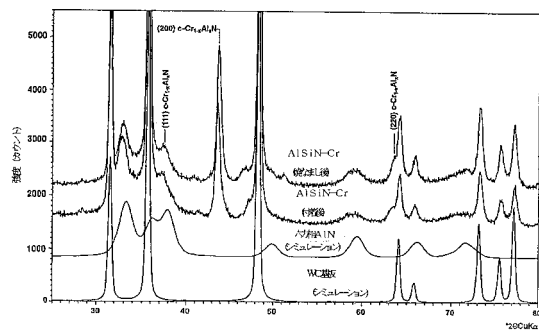
【図 5】



【図 7】



【図 8】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

B 2 3 B 27/14 (2006.01)

B 2 3 B 51/00

J

B 2 3 C 5/16 (2006.01)

B 2 3 B 27/14

A

C 2 3 C 26/00 (2006.01)

B 2 3 C 5/16

C 2 3 C 26/00

C

(72)発明者 ジレク、 モジミル

チェコ共和国 ツェーツェット - 7 8 7 0 1 シュンペルク ヤノウシコヴァ 9 7 3 / 1 2

(72)発明者 モルステイン、 マークス

スイス国 ツェーハー - 2 5 4 0 グレンヒエン イム コルンフェルト 1 6

(72)発明者 シマ、 ミカル

チェコ共和国 ツェーツェット - 7 8 8 2 0 ドルニ ストゥデンキー ドルニ ストゥデンキ
ー 1 5 6

審査官 若土 雅之

(56)参考文献 特開 2 0 0 3 - 0 7 1 6 1 0 (J P , A)

特開 2 0 0 3 - 2 0 5 4 0 4 (J P , A)

特開平 0 7 - 3 1 0 1 7 4 (J P , A)

特表 2 0 0 1 - 5 1 6 6 5 5 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B名)

C 2 3 C 1 4 / 0 0 - 1 4 / 5 8

B 2 3 B 2 7 / 1 4

B 2 3 B 5 1 / 0 0

B 2 3 C 5 / 1 6

C 2 3 C 2 6 / 0 0