

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-64149

(P2010-64149A)

(43) 公開日 平成22年3月25日(2010.3.25)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
<b>B 2 3 B 27/14 (2006.01)</b>	B 2 3 B 27/14 A	3 C 0 4 6
<b>C 2 3 C 16/40 (2006.01)</b>	C 2 3 C 16/40	4 K 0 3 0

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 26 頁)

(21) 出願番号 特願2008-229671 (P2008-229671)  
 (22) 出願日 平成20年9月8日(2008.9.8)

(71) 出願人 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 富田 興平  
 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 五十嵐 誠  
 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

最終頁に続く

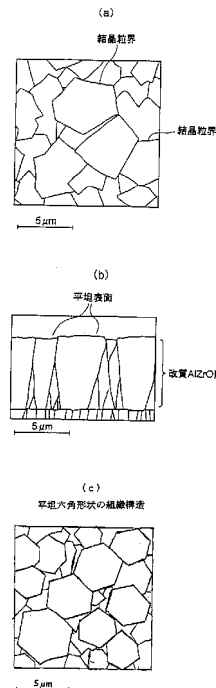
(54) 【発明の名称】 硬質被覆層がすぐれた耐チップング性を発揮する表面被覆切削工具

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 硬質被覆層が高速重切削加工ですぐれた耐チップング性を発揮する表面被覆切削工具を提供する。

【解決手段】 工具基体の表面に、(a) 下部層としてTi化合物層、(b) 中間層として、 $\gamma$ に最高ピークが存在し、かつ $\gamma$ の分布割合が60%以上である構成原子共有格子点分布グラフを示す型 $Al_2O_3$ 層、(c) 上部層として、平板多角形状かつたて長形状の結晶粒組織構造を有し、Zrを含有する型 $Al_2O_3$ を蒸着形成した表面被覆切削工具において、上部層の結晶粒の内、面積比率で60%以上の結晶粒の内部は、少なくとも一つ以上の $\gamma$ で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面により分断され、さらに、上部層の全結晶格子界面のうちの75%以上は、 $\gamma$ で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面で構成されている。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

炭化タングステン基超硬合金または炭窒化チタン基サーメットで構成された工具基体の表面に、

(a) 下部層が、いずれも化学蒸着形成された、Tiの炭化物層、窒化物層、炭窒化物層、炭酸化物層および炭窒酸化物層のうちの1層または2層以上からなり、かつ、3～20 μmの合計平均層厚を有するTi化合物層、

(b) 中間層が、1～5 μmの平均層厚を有し、化学蒸着した状態で型の結晶構造を有する酸化アルミニウム層、

(c) 上部層が、1～15 μmの平均層厚を有し、化学蒸着した状態で型の結晶構造を有するZr含有酸化アルミニウム層、

上記(a)～(c)からなる硬質被覆層を蒸着形成した表面被覆切削工具において、

上記(b)の中間層は、

電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表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、六方晶結晶格子からなる結晶格子面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で1つの構成原子を共有する格子点(構成原子共有格子点)の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個(但し、Nはコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず)存在する構成原子共有格子点形態をN+1で表した場合に、個々のN+1がN+1全体に占める分布割合を示す構成原子共有格子点分布グラフにおいて、3に最高ピークが存在し、かつ前記3のN+1全体に占める分布割合が60%以上である構成原子共有格子点分布グラフを示す酸化アルミニウム層であり、

また、上記(c)の上部層は、

電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察した場合に、層厚方向に垂直な面内で平板多角形状、また、層厚方向に平行な面内で層厚方向にたて長形状を有する結晶粒からなる組織構造を有するZr含有酸化アルミニウム層であり、

さらに、上記(c)の上部層について、

電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表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、六方晶結晶格子からなる結晶格子面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で1つの構成原子を共有する格子点(構成原子共有格子点)の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個(但し、Nはコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず)存在する構成原子共有格子点形態をN+1で表した場合に、

上記(c)の上部層を構成する結晶粒の内、面積比率で60%以上の結晶粒の内部は、少なくとも一つ以上の3で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面により分断されているZr含有酸化アルミニウム層である、

ことを特徴とする表面被覆切削工具。

## 【請求項 2】

前記(c)の上部層を電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察した場合に、層厚方向に垂直な面内で平坦六角形状、また、層厚方向に平行な面内で層厚方向にたて長形状を有する結晶粒が、層厚方向に垂直な面内において全体の35%以上の面積割合を占める請求項1に記載の表面被覆切削工具。

## 【請求項 3】

前記(c)の上部層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を

用いて解析し構成原子共有格子点形態を求めた場合、 $\Delta$ で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面が、全結晶格子界面の構成原子共有格子点分布グラフにおいて75%以上の分布割合を占める請求項1または請求項2に記載の表面被覆切削工具。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

この発明は、各種の鋼や鋳鉄などの被削材の切削加工を、高熱発生を伴うとともに、切刃に対して高負荷が作用する高送り、高切込みの高速重切削条件で行った場合でも、硬質被覆層がチップングを発生することなく、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）に関するものである。

10

【背景技術】

【0002】

特許文献1に示すように、従来、炭化タングステン（以下、WCで示す）基超硬合金または炭窒化チタン（以下、TiCNで示す）基サーメットで構成された基体（以下、これらを総称して工具基体という）の表面に、

(a) 下部層が、TiC層、TiN層、TiCN層、TiCO層およびTiCNO層のうちの1層または2層以上からなり、かつ3~20 $\mu$ mの全体平均層厚を有するTi化合物層、

(b) 上部層が、1~15 $\mu$ mの平均層厚を有し、かつ化学蒸着した状態で型の結晶構造を有すると共に、電界放出型走査電子顕微鏡を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に電子線を照射して、前記表面研磨面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である(0001)面および(10-10)面の法線がなす傾斜角を測定し、この場合前記結晶粒は、格子点にAlおよび酸素からなる構成原子がそれぞれ存在するコランダム型六方最密晶の結晶構造を有し、この結果得られた測定傾斜角に基づいて、相互に隣接する結晶粒の界面で、前記構成原子のそれぞれが前記結晶粒相互間で1つの構成原子を共有する格子点（構成原子共有格子点）の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個（ただし、Nはコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24、および26の偶数は存在せず）存在する構成原子共有格子点形態をN+1で現した場合、個々のN+1がN+1全体に占める分布割合を示す構成原子共有格子点分布グラフにおいて、 $\Delta$ に最高ピークが存在し、かつ前記 $\Delta$ のN+1全体に占める分布割合が60~80%である構成原子共有格子点分布グラフを示す改質型Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層、

20

30

以上(a)および(b)で構成された硬質被覆層を蒸着形成してなる被覆工具（以下、従来被覆工具という）が知られており、この従来被覆工具は、改質型Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層がすぐれた高温強度を有することから、高速断続切削加工ですぐれた耐チップング性を発揮することが知られている。

【0003】

また、特許文献2に示すように、上記従来被覆工具の上部層(b)の代わりに、1~15 $\mu$ mの平均層厚、および化学蒸着した状態で型の結晶構造を有し、さらに、

40

組成式： $(Al_{1-x}Zr_x)_2O_3$ 、（ただし、原子比で、X:0.003~0.05）、を満足すると共に、

電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に電子線を照射して、基体表面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である(0001)面および(10-10)面の法線がなす傾斜角を測定し、この場合前記結晶粒は、格子点にAl、Zr、および酸素からなる構成原子がそれぞれ存在するコランダム型六方最密晶の結晶構造を有し、この結果得られた測定傾斜角に基づいて、相互に隣接する結晶粒の界面で、前記構成原子のそれぞれが前記結晶粒相互間で1つの構成原子を共有する格子点（構成原子共有格子点）の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個（ただし、Nはコランダム型

50

六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24、および26の偶数は存在せず)存在する構成原子共有格子点形態をN+1で現した場合、個々のN+1がN+1全体に占める分布割合を示す構成原子共有格子点分布グラフにおいて、3に最高ピークが存在し、かつ前記3のN+1全体に占める分布割合が60~80%である構成原子共有格子点分布グラフを示すAl-Zr複合酸化物層(以下、従来AlZrO層という)、

以上(a)および(b)で構成された硬質被覆層を蒸着形成してなる被覆工具も知られており、この被覆工具がやはりすぐれた耐チップング性を発揮することも知られている。

【特許文献1】特開2006-198735号公報

【特許文献2】特開2006-289557号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

近年の切削装置の高性能化はめざましく、一方で切削加工に対する省力化および省エネ化、さらに低コスト化の要求は強く、これに伴い、切削加工は一段と高速化、高能率化する傾向にあるが、上記従来 of 被覆工具においては、これを低合金鋼や炭素鋼などの一般鋼、さらにねずみ鉄などの普通鉄の高速切削加工、高速断続切削加工に用いた場合には特に問題はないが、特にこれを高熱発生を伴うとともに切刃に対して高負荷が作用する高送り、高切込みの高速重切削加工に用いた場合には、硬質被覆層の高温強度および表面性状が充分でないため、切刃部にチップング(微少欠け)を発生しやすくなり、また、熱塑性変形、偏摩耗の発生により耐摩耗性も低下し、これらが原因となり、比較的短時間で使用寿命に至るのが現状である。

【課題を解決するための手段】

【0005】

そこで、本発明者等は、上述のような観点から、耐チップング性の向上を図るとともに、長期の使用に亘ってすぐれた耐摩耗性を発揮する硬質被覆層について研究を行った結果、以下の知見を得た。

【0006】

(a) 上記の従来被覆工具における改質型Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、例えば、通常の化学蒸着装置にて、

反応ガス組成：容量%で、AlCl<sub>3</sub>：6~10%、CO<sub>2</sub>：10~15%、HCl：3~5%、H<sub>2</sub>S：0.05~0.2%、H<sub>2</sub>：残り、

反応雰囲気温度：1020~1050、

反応雰囲気圧力：3~5kPa、

の条件で蒸着形成することができる。

【0007】

(b) そして、上記改質型Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表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、前記表面研磨面の法線に対して、前記結晶粒の結晶面である(0001)面および(10-10)面の法線がなす傾斜角を測定し、この場合前記結晶粒は、上記の通り格子点にAlおよび酸素からなる構成原子がそれぞれ存在するコランダム型六方最密晶の結晶構造を有し、この結果得られた測定傾斜角に基づいて、相互に隣接する結晶粒の界面で、前記構成原子のそれぞれが前記結晶粒相互間で1つの構成原子を共有する格子点(構成原子共有格子点)の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がある(ただし、Nはコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24、および26の偶数は存在せず)存在する構成原子共有格子点形態をN+1で表し、個々のN+1がN+1全体に占める分布割合を示す構成原子共有格子点分布グラフを作成した場合、前記改質型Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、図4に例示される通り、3の分布割合が60~80%である構成原子共有格子点分布グラフを示す。

10

20

30

40

50

そして、上記改質型  $Al_2O_3$  層は、化学蒸着した状態で型の結晶構造を有し、すぐれた高温硬さおよび耐熱性を具備するとともに、3の分布割合が高い構成原子共有格子点形態を有することによって、従来の型  $Al_2O_3$  層自体が具備するすぐれた高温硬さと耐熱性に加えて、すぐれた高温強度を具備する。

しかし、硬質被覆層として、上記改質型  $Al_2O_3$  層を備えた被覆工具を、高熱発生を伴い、かつ、切刃に対して高送り、高切込みによる高負荷が作用するような高速重切削加工に用いた場合には、上記改質型  $Al_2O_3$  層は、その高温強度が不足するため、チッピングの発生を十分満足できる程度に防止することはできなかった。

#### 【0008】

(c) そこで、この発明では、上記(a)のような条件で蒸着形成した改質型  $Al_2O_3$  層を中間層として、その上に、上部層として、化学蒸着した状態で型の結晶構造を有するZr含有酸化アルミニウム層を更に蒸着形成することにより硬質被覆層を構成したところ、工具基体表面に、Ti化合物層からなる下部層、改質型  $Al_2O_3$  層からなる中間層およびZr含有酸化アルミニウム層からなる上部層を硬質被覆層として蒸着形成した被覆工具は、高熱発生を伴い、かつ、切刃に対して高負荷が作用する高速重切削条件下においても、一段とすぐれた高温強度と表面性状を有することにより、すぐれた耐チッピング性および耐摩耗性を発揮することを見出した。

10

#### 【0009】

(d) 上記Zr含有酸化アルミニウム層は、中間層である上記改質型  $Al_2O_3$  層の上に、例えば、

20

まず、第1段階として、

(イ) 反応ガス組成(容量%) :

$AlCl_3$  : 6 ~ 10 %、

$ZrCl_4$  : 0.1 ~ 0.3 %、

$CO_2$  : 10 ~ 15 %、

$HCl$  : 3 ~ 5 %、

$H_2S$  : 0.05 ~ 0.2 %、

$H_2$  : 残り、

(ロ) 反応雰囲気温度 ; 1020 ~ 1050 °C、

(ハ) 反応雰囲気圧力 ; 3 ~ 5 kPa、

30

の条件で第1段階の蒸着を行った後、

次に、第2段階として、

(イ) 反応ガス組成(容量%) :

$AlCl_3$  : 6 ~ 10 %、

$ZrCl_4$  : 0.6 ~ 1.2 %、

$CO_2$  : 4 ~ 8 %、

$HCl$  : 3 ~ 5 %、

$H_2S$  : 0.25 ~ 0.6 %、

$H_2$  : 残り、

(ロ) 反応雰囲気温度 ; 920 ~ 1000 °C、

40

(ハ) 反応雰囲気圧力 ; 6 ~ 10 kPa、

の条件で蒸着を行うことにより、1 ~ 15  $\mu m$ の平均層厚を有し、かつ、Al成分との含量に占めるZr成分の含有割合が0.002 ~ 0.01(但し、原子比)を満足し、化学蒸着した状態で型の結晶構造を有しZr含有酸化アルミニウム層(以下、改質AlZrO層という)を形成することができる。

#### 【0010】

(e) そして、上記改質AlZrO層を、電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察すると、図1(a)に示されるように、層厚方向に垂直な面内で見ただけの場合に、大粒径の平板多角形状であり、また、図1(b)に示されるように、層厚方向に平行な面内で見ただけの場合に、層表面はほぼ平坦であり、層厚方向にたて長形状(以下、「平板多角形たて長形状」という

50

)を有する結晶粒からなる組織構造を有する。

なお、前記改質 AlZrO 層の蒸着形成に際して、より限定した蒸着条件（例えば、第1段階における反応ガス中の H<sub>2</sub>S を 0.15 ~ 0.2 容量%、反応雰囲気温度を 1020 ~ 1030 とし、さらに、第2段階における反応ガス中の ZrCl<sub>4</sub> を 0.6 ~ 0.9 容量%、H<sub>2</sub>S を 0.25 ~ 0.4 容量%、反応雰囲気温度を 960 ~ 980 とした条件）で蒸着を行うと、図 1 (c) に示されるように、層厚方向に垂直な面内で見ただけの場合に、大粒径の平坦六角形状であり、かつ、層厚方向に平行な面内で見ただけの場合に、図 1 (b) に示されるのと同様、層表面はほぼ平坦であり、層厚方向にたて長形状を有する結晶粒が、層厚方向に垂直な面内において全体の 35% 以上の面積割合を占める組織構造が形成される。

10

#### 【0011】

(f) さらに、上記改質 AlZrO 層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表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、六方晶結晶格子からなる結晶格子面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、

この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で 1 つの構成原子を共有する格子点（構成原子共有格子点）の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点が N 個（但し、N はコランダム型六方最密晶の結晶構造上 2 以上の偶数となるが、分布頻度の点から N の上限を 28 とした場合、4、8、14、24 および 26 の偶数は存在せず）存在する構成原子共有格子点形態を N + 1 で表した場合に、

20

図 2 に示されるように、電界放出型走査電子顕微鏡で観察される改質 AlZrO 層を構成する平板多角形たて長形状の結晶粒の内、面積比率で 60% 以上の上記結晶粒の内部は、少なくとも一つ以上の、3 で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面（以下、3 対応界面という）で分断されている組織を示すようになる。

#### 【0012】

(g) また、上記改質 AlZrO 層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用いて解析し構成原子共有格子点形態を求めた場合、3 で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面が、全結晶格子界面の構成原子共有格子点分布グラフにおいて 75% 以上の分布割合を占めていることがわかる。

30

#### 【0013】

(h) 上記 (d) の第 1 段階および第 2 段階の化学蒸着条件（以下、本発明条件という）で蒸着形成された改質 AlZrO 層からなる上部層は、その表面の結晶面が、該層の層厚方向に垂直な面内における結晶面（例えば、(0001)）と同配向を有するため、（層厚方向に平行な面内で見ただけの場合、）層表面はほぼ平坦な平板状に形成され、その表面性状の故にすぐれた耐チップング性を示し、さらに、平板多角形たて長形状の結晶粒内部の 3 対応界面の存在によって結晶粒内強度が高められるため、あるいは、さらに、上部層の各結晶粒が相互に接する結晶格子界面の多くが、3 で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面（3 対応界面）として形成され、結晶粒界面強度が高められているために、従来の Zr 含有酸化アルミニウム層（例えば、前記特許文献 2 に開示されたもの）に比して、一段とすぐれた高温硬さ、高温強度を備え、すぐれた耐チップング性を示す。

40

#### 【0014】

(i) したがって、硬質被覆層として、すぐれた結晶粒界面強度を有する改質 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層を中間層として備え、更に、すぐれた高温硬さ、高温強度、表面性状を有する改質 AlZrO 層を上部層として備えるこの発明の被覆工具は、従来被覆工具に比して、一段とすぐれた高温硬さ、耐熱性、高温強度を具備し、その結果として、高熱発生を伴い、かつ、高送り、高切込みによる高負荷が切刃に作用する高速重切削加工においても、チップング、欠損、剥離等を生じることなく、さらに、熱塑性変形、偏摩耗等を発生することもなく、すぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮する。

50

以上 ( a ) ~ ( i ) の研究結果を得たのである。

【 0 0 1 5 】

この発明は、上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または炭窒化チタン基サーメットで構成された工具基体の表面に、

( a ) 下部層が、いずれも化学蒸着形成された、Tiの炭化物層、窒化物層、炭窒化物層、炭酸化物層および炭窒酸化物層のうちの1層または2層以上からなり、かつ、3 ~ 20 μmの合計平均層厚を有するTi化合物層、

( b ) 中間層が、1 ~ 5 μmの平均層厚を有し、化学蒸着した状態で型の結晶構造を有する酸化アルミニウム層、

( c ) 上部層が、1 ~ 15 μmの平均層厚を有し、化学蒸着した状態で型の結晶構造を有するZr含有酸化アルミニウム層、

上記 ( a ) ~ ( c ) からなる硬質被覆層を蒸着形成した表面被覆切削工具において、

上記 ( b ) の中間層は、

電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表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、六方晶結晶格子からなる結晶格子面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で1つの構成原子を共有する格子点 ( 構成原子共有格子点 ) の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個 ( 但し、Nはコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず ) 存在する構成原子共有格子点形態をN + 1で表した場合に、個々のN + 1がN + 1全体に占める分布割合を示す構成原子共有格子点分布グラフにおいて、3に最高ピークが存在し、かつ前記3のN + 1全体に占める分布割合が60%以上である構成原子共有格子点分布グラフを示す酸化アルミニウム層であり、

また、上記 ( c ) の上部層は、

電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察した場合に、層厚方向に垂直な面内で平板多角形状、また、層厚方向に平行な面内で層厚方向にたて長形状を有する結晶粒からなる組織構造を有するZr含有酸化アルミニウム層であり、

さらに、上記 ( c ) の上部層について、

電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表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、六方晶結晶格子からなる結晶格子面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で1つの構成原子を共有する格子点 ( 構成原子共有格子点 ) の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個 ( 但し、Nはコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず ) 存在する構成原子共有格子点形態をN + 1で表した場合に、

上記 ( c ) の上部層を構成する結晶粒の内、面積比率で60%以上の結晶粒の内部は、少なくとも一つ以上の3で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面 ( 3対応界面 ) により分断されているZr含有酸化アルミニウム層である、ことを特徴とする表面被覆切削工具。

( 2 ) 前記 ( c ) の上部層を電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察した場合に、層厚方向に垂直な面内で平坦六角形状、また、層厚方向に平行な面内で層厚方向にたて長形状を有する結晶粒が、層厚方向に垂直な面内において全体の35%以上の面積割合を占める前記 ( 1 ) に記載の表面被覆切削工具。

( 3 ) 前記 ( c ) の上部層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用いて解析し構成原子共有格子点形態を求めた場合、3で表される構成原子共有

10

20

30

40

50

格子点形態からなる結晶格子界面が、全結晶格子界面の構成原子共有格子点分布グラフにおいて75%以上の分布割合を占める前記(1)または(2)に記載の表面被覆切削工具。」

に特徴を有するものである。

【0016】

以下に、この発明の被覆工具の硬質被覆層の構成層について、より詳細に説明する。

(a) Ti化合物層(下部層)

Tiの炭化物(以下、TiCで示す)層、窒化物(以下、同じくTiNで示す)層、炭窒化物(以下、TiCNで示す)層、炭酸化物(以下、TiCOで示す)層および炭窒酸化物(以下、TiCNOで示す)層のうちの1層または2層以上からなるTi化合物層は、基本的には中間層である改質型 $Al_2O_3$ 層の下部層として存在し、自身の具備するすぐれた高温強度によって硬質被覆層の高温強度向上に寄与するほか、工具基体と改質型 $Al_2O_3$ 層のいずれにも強固に密着し、よって硬質被覆層の工具基体に対する密着性向上にも寄与する作用を有するが、その合計平均層厚が $3\mu m$ 未満では、前記作用を十分に発揮させることができず、一方その合計平均層厚が $20\mu m$ を越えると、特に断続的・衝撃的な高負荷が繰り返し作用する断続重切削条件では熱塑性変形を起し易くなり、これが偏摩耗の原因となることから、その合計平均層厚を $3\sim 20\mu m$ と定めた。

10

【0017】

(b) 改質型 $Al_2O_3$ 層(中間層)

下部層の上に化学蒸着された改質型 $Al_2O_3$ 層の構成原子共有格子点分布グラフにおける3の分布割合は、反応ガスを構成する $AlCl_3$ 、 $CO_2$ 、および $HCl$ の含有割合、さらに雰囲気反応圧力を調整することによって60%以上とすることができる。この場合3の分布割合が60%未満では、高速重切削加工で、硬質被覆層にチッピングが発生しない、すぐれた高温強度向上効果を確保することができず、したがって3の分布割合は高ければ高いほど望ましいが、3の分布割合を80%を越えて高くすることは層形成上困難であることから、3の分布割合は60%以上、実際上は $60\sim 80\%$ 、と定めた。

20

改質型 $Al_2O_3$ 層は、従来の型 $Al_2O_3$ 層自体のもつすぐれた高温硬さと耐熱性に加えて、さらに一段とすぐれた高温強度を有するようになるが、その平均層厚が $1\mu m$ 未満では改質型 $Al_2O_3$ 層の有する前記の特性を硬質被覆層に十分に具備せしめることができず、一方その平均層厚が $5\mu m$ を越えると、切削時に発生する高熱と高送り、高切込みによる高負荷によって、偏摩耗の原因となる熱塑性変形が発生し易くなり、摩耗が加速するようになることから、その平均層厚を $1\sim 5\mu m$ と定めた。

30

【0018】

(c) 改質 $AlZrO$ 層(上部層)

中間層の上に化学蒸着された改質 $AlZrO$ 層からなる上部層は、その構成成分であるAl成分が、層の高温硬さおよび耐熱性を向上させ、また、層中に微量(A1との含量に占める割合で、 $Zr/(Al+Zr)$ が $0.002\sim 0.01$ (但し、原子比))含有されたZr成分が、改質 $AlZrO$ 層の結晶粒界面強度を向上させ、高温強度の向上に寄与するが、Zr成分の含有割合が $0.002$ 未満では、上記作用を期待することはできず、一方、Zr成分の含有割合が $0.01$ を超えた場合には、層中に $ZrO_2$ 粒子が析出することによって粒界面強度が低下するため、Al成分との含量に占めるZr成分の含有割合( $Zr/(Al+Zr)$ の比の値)は $0.002\sim 0.01$ (但し、原子比)であることが望ましい。

40

【0019】

上記改質 $AlZrO$ 層は、蒸着時の反応ガス組成、反応雰囲気温度および反応雰囲気圧力の各化学蒸着条件を、例えば、以下のとおり調整することによって蒸着形成することができる。

即ち、まず、

(イ) 反応ガス組成(容量%) :

50

$\text{AlCl}_3$  : 6 ~ 10 %、  
 $\text{ZrCl}_4$  : 0.1 ~ 0.3 %、  
 $\text{CO}_2$  : 10 ~ 15 %、  
 $\text{HCl}$  : 3 ~ 5 %、  
 $\text{H}_2\text{S}$  : 0.05 ~ 0.2 %、  
 $\text{H}_2$  : 残り、  
 (口) 反応雰囲気温度 ; 1020 ~ 1050 、  
 (ハ) 反応雰囲気圧力 ; 3 ~ 5 kPa、  
 の条件で第1段階の蒸着を約1時間行った後、  
 次に、

10

(イ) 反応ガス組成 (容量%) :  
 $\text{AlCl}_3$  : 6 ~ 10 %、  
 $\text{ZrCl}_4$  : 0.6 ~ 1.2 %、  
 $\text{CO}_2$  : 4 ~ 8 %、  
 $\text{HCl}$  : 3 ~ 5 %、  
 $\text{H}_2\text{S}$  : 0.25 ~ 0.6 %、  
 $\text{H}_2$  : 残り、  
 (口) 反応雰囲気温度 ; 920 ~ 1000 、  
 (ハ) 反応雰囲気圧力 ; 6 ~ 10 kPa、

20

の条件で第2段階の蒸着を行うことによって、1 ~ 15  $\mu\text{m}$ の平均層厚の蒸着層を成膜すると、 $\text{Zr} / (\text{Al} + \text{Zr})$ の比の値が原子比で0.002 ~ 0.01である改質 $\text{AlZrO}$ 層を形成することができる。

#### 【0020】

そして、上記改質 $\text{AlZrO}$ 層について、電界放出型走査電子顕微鏡で組織観察すると、図1(a)に示されるように、層厚方向に垂直な面内で見ただけの場合に、結晶粒径の大きい平板多角形状であり、また、図1(b)に示されるように、層厚方向に平行な面内で見ただけの場合に、層表面はほぼ平坦であって、しかも、層厚方向にたて長形状を有する結晶粒(平板多角形状たて長形状結晶粒)からなる組織構造が形成され、改質 $\text{AlZrO}$ 層のこの層表面の平坦性により、表面に凹凸が存在する従来 $\text{AlZrO}$ 層(例えば、前記特許文献2に記載のもの)に比して、耐チップング性が一段と向上する。

30

#### 【0021】

また、前記改質 $\text{AlZrO}$ 層の蒸着において、より限定した条件(例えば、第1段階における反応ガス中の $\text{H}_2\text{S}$ を0.15 ~ 0.2容量%、反応雰囲気温度を1020 ~ 1030 とし、さらに、第2段階における反応ガス中の $\text{ZrCl}_4$ を0.6 ~ 0.9容量%、 $\text{H}_2\text{S}$ を0.25 ~ 0.4容量%、反応雰囲気温度を960 ~ 980 とした条件)で蒸着を行うと、図1(c)に示されるように、層厚方向に垂直な面内で見ただけの場合に、大粒径の平坦六角形状であり、かつ、層厚方向に平行な面内で見ただけの場合に、図1(b)に示されるのと同様、層表面はほぼ平坦であり、層厚方向にたて長形状を有する結晶粒が、層厚方向に垂直な面内において全体の35%以上の面積割合を占める組織構造が形成される。

40

なお、従来 $\text{AlZrO}$ 層では、その表面の結晶面が、該層の層厚方向に垂直な面内における結晶面(例えば、(0001))と異なった配向(例えば、(1-102))を有するため、(層厚方向に平行な面内で見ただけの場合、)図3(b)に示されるように、層表面に角錐状の凹凸が存在し、これが故に、耐チップング性の劣るものとなっている。

#### 【0022】

さらに、改質 $\text{AlZrO}$ 層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用い、表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、六方晶結晶格子からなる結晶格子面のそれぞれの法線が前記表面研磨面の法線と交わる角度を測定し、

この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で1つの構成原子を共有する格子点(構

50

成原子共有格子点)の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点がN個(但し、Nはコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点からNの上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず)存在する構成原子共有格子点形態をN+1で表すと、

図2に示すように、電界放出型走査電子顕微鏡で観察される改質AlZrO層を構成する平板多角形たて長形状の結晶粒の内、上記平板多角形(平坦六角形を含む)たて長形状結晶粒の内、面積比率で60%以上の結晶粒の内部は、少なくとも一つ以上の、3対応界面で分断されていることがわかる。

そして、改質AlZrO層の平板多角形(平坦六角形を含む)たて長形状結晶粒の内部に、上記の3対応界面が存在することによって、結晶粒内強度の向上が図られ、その結果として、高速重切削加工時に改質AlZrO層中にクラックが発生することが抑えられ、また、仮にクラックが発生したとしても、クラックの成長・伝播が妨げられ、耐チップング性、耐欠損性、耐剥離性の向上が図られる。

#### 【0023】

さらに、前記改質AlZrO層について、電界放出型走査電子顕微鏡と電子後方散乱回折像装置を用いて解析し構成原子共有格子点形態を求めた場合、3で表される構成原子共有格子点形態からなる結晶格子界面が、全結晶格子界面の構成原子共有格子点分布グラフにおいて75%以上の分布割合を占めており、その結果、上部層は、結晶粒内強度ばかりでなく、結晶粒が相互に接する結晶格子界面も3対応界面となっていることが観察され、結晶粒界面強度も高められ、より一段とすぐれた高温強度を備えたものとなる。

#### 【0024】

したがって、平板多角形(平坦六角形を含む)たて長形状の結晶粒の内部に3対応界面が存在し、また、結晶粒が相互に接する結晶格子界面の多くが3対応界面であり、さらに、表面平坦な表面性状を備えた改質AlZrO層からなる本発明の上部層は、高熱発生を伴うとともに、高送り、高切込みによる高負荷が切刃に対して作用する各種鋼や鋳鉄等の高速重切削加工においても、チップング、欠損、剥離等が発生することなく、また、熱塑性変形、偏摩耗等の発生もなく、すぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮する。

ただ、改質AlZrO層からなる上部層の層厚が1μm未満では、上記上部層のすぐれた特性を十分に発揮することができず、一方、上部層の層厚が15μmを超えると偏摩耗の原因となる熱塑性変形が発生しやすくなり、また、チップングも発生しやすくなることから、上部層の平均層厚を1~15μmと定めた。

#### 【0025】

参考のため、従来AlZrO層(前記特許文献2に記載のもの)について、電界放出型走査電子顕微鏡、電子後方散乱回折像装置を用い、上部層の結晶粒の組織構造および構成原子共有格子点形態を調べたところ、結晶粒の組織構造については、図3(a)、(b)に示されるような角錐状の凹凸を有し、多角形たて長形状の結晶粒からなる組織構造を有しているため、改質AlZrO層に比して、耐摩耗性は不十分であった。

また、結晶粒の構成原子共有格子点形態については、従来AlZrO層を構成する凹凸多角形たて長形状の結晶粒の内部に3対応界面が存在する結晶粒の面積比率は40%以下と少なく、また、結晶粒界面についても、3対応結晶粒界面は60~80%の間で形成されているが、結晶粒内強度の向上が図られているとはいえなかった。

したがって、硬質被覆層の上部層が従来AlZrO層で構成された被覆工具(前記特許文献2に開示された被覆工具)は、高熱発生を伴うとともに、切刃に対して高負荷が作用する高速重切削加工において、チップング、欠損、剥離等の発生を防止することはできず、また、熱塑性変形、偏摩耗等も発生し、工具性能は劣るものであった。

#### 【発明の効果】

#### 【0026】

上記のとおり、この発明の被覆工具は、すぐれた高温硬さ、耐熱性に加えて、すぐれた高温強度を有する改質型Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を中間層とするとともに、上部層を構成する改質AlZrO層を、表面平坦性を備えた平板多角形(平坦六角形を含む)たて長形状の結晶粒

10

20

30

40

50

からなる組織構造とし、さらに、上記結晶粒の内部に 3 対応界面を形成し、結晶粒内強度を強化し、加えて、結晶粒が相互に接する結晶格子界面の多くが 3 対応界面を形成し、結晶粒界面強度も強化したことにより、凹凸多角形たて長形状の結晶粒からなり、結晶粒内および結晶粒界面に、3 対応界面、3 対応結晶粒界面の少ない従来 AlZrO 層に比して、一段とすぐれた高温強度と一段とすぐれた耐摩耗性を兼備し、その結果、高熱発生を伴うとともに、高送り、高切込みによる高負荷が切刃に対して作用する各種鋼や鋳鉄等の高速重切削加工においても、硬質被覆層がすぐれた耐チッピング性、耐欠損性、耐剥離性とすぐれた耐摩耗性を発揮し、使用寿命の一層の延命化が可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0027】

つぎに、この発明の被覆工具を実施例により具体的に説明する。

【実施例】

【0028】

原料粉末として、いずれも 2 ~ 4  $\mu\text{m}$  の平均粒径を有する WC 粉末、TiC 粉末、ZrC 粉末、VC 粉末、TaC 粉末、NbC 粉末、Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> 粉末、TiN 粉末、Ta<sub>2</sub>N 粉末、および Co 粉末を用意し、これら原料粉末を、表 1 に示される配合組成に配合し、さらにワックスを加えてアセトン中で 24 時間ボールミル混合し、減圧乾燥した後、98 MPa の圧力で所定形状の圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を 5 Pa の真空中、1370 ~ 1470 の範囲内の所定の温度に 1 時間保持の条件で真空焼結し、焼結後、切刃部に R : 0.07 mm のホーニング加工を施すことにより ISO・CNMG120408MA に規定するスローアウェイチップ形状をもった WC 基超硬合金製の工具基体 A ~ E をそれぞれ製造した。

【0029】

また、原料粉末として、いずれも 0.5 ~ 2  $\mu\text{m}$  の平均粒径を有する TiCN (質量比で TiC / TiN = 50 / 50) 粉末、Mo<sub>2</sub>C 粉末、ZrC 粉末、NbC 粉末、TaC 粉末、WC 粉末、Co 粉末、および Ni 粉末を用意し、これら原料粉末を、表 2 に示される配合組成に配合し、ボールミルで 24 時間湿式混合し、乾燥した後、98 MPa の圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を 1.3 kPa の窒素雰囲気中、温度 : 1540 に 1 時間保持の条件で焼結し、焼結後、切刃部分に R : 0.07 mm のホーニング加工を施すことにより ISO 規格・CNMG120408MA のチップ形状をもった TiCN 基サーメット製の工具基体 a ~ e を形成した。

【0030】

ついで、これらの工具基体 A ~ E および工具基体 a ~ e のそれぞれを、通常の化学蒸着装置に装入し、

(a) まず、表 3 (表 3 中の 1 - TiCN は特開平 6 - 8010 号公報に記載される縦長成長結晶組織をもつ TiCN 層の形成条件を示すものであり、これ以外は通常の粒状結晶組織の形成条件を示すものである) に示される条件にて、表 7 に示される目標層厚の Ti 化合物層を硬質被覆層の下部層として蒸着形成し、

(b) ついで、表 4 に示される条件にて、表 7 に示される目標層厚の改質型 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層を硬質被覆層の中間層として蒸着形成し、

(c) 次に、表 5 に示される蒸着条件により、同じく表 7 に示される目標層厚の改質 AlZrO 層を硬質被覆層の上部層として蒸着形成することにより本発明被覆工具 1 ~ 15 をそれぞれ製造した。

【0031】

また、比較の目的で、上記本発明被覆工具 1 ~ 10 において、上部層としての改質 AlZrO 層を蒸着形成せず、硬質被覆層が下部層 (表 3) と中間層 (表 4) のみからなる比較被覆工具 1 ~ 10 をそれぞれ製造した。

【0032】

さらに、参考のために、上記本発明被覆工具 11 ~ 15 において、硬質被覆層の上部層として、改質 AlZrO 層に代えて、表 6 に示される条件で、前記特許文献 2 に開示され

10

20

30

40

50

た従来 AlZrO 層を蒸着形成した参考被覆工具 11 ~ 15 をそれぞれ製造した。

#### 【0033】

ついで、上記の本発明被覆工具 1 ~ 15、比較被覆工具 1 ~ 10 および参考被覆工具 11 ~ 15 の硬質被覆層の中間層を構成する改質型 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層について、電界放出型走査電子顕微鏡および電子後方散乱回折像装置を用いて、構成原子共有格子点形態を求めた。

すなわち、改質型 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層について、まず、それぞれの表面を研磨面とした状態で、電界放出型走査電子顕微鏡の鏡筒内にセットし、前記表面研磨面に 70 度の入射角度で 15 kV の加速電圧の電子線を 1 nA の照射電流で、それぞれの前記表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に照射して、電子後方散乱回折像装置を用い、30 × 50 μm の領域を 0.1 μm / step の間隔で、前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で 1 つの構成原子を共有する格子点（構成原子共有格子点）の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点が N 個（但し、N はコランダム型六方最密晶の結晶構造上 2 以上の偶数となるが、分布頻度の点から N の上限を 28 とした場合、4、8、14、24 および 26 の偶数は存在せず）存在する構成原子共有格子点形態を N + 1 で表した場合に、構成原子共有格子点分布グラフを作成し、個々の N + 1 が N + 1 全体に占める分布割合を求め、3 の値（分布割合）を表 7、表 8 に示した。

なお、この発明でいう“表面”とは、基体表面に平行な面ばかりでなく、基体表面に対して傾斜する面、例えば、層の切断面、をも含む。

表 7、表 8 から分かるように、本発明被覆工具 1 ~ 15、比較被覆工具 1 ~ 10 および参考被覆工具 11 ~ 15 のいずれについても、改質型 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層は、N + 1 全体（上記の結果から 3、7、11、13、17、19、21、23、および 29 のそれぞれの分布割合の合計）に占める 3 の分布割合は 60% 以上（60 ~ 80%）である。

#### 【0034】

ついで、上記の本発明被覆工具 1 ~ 15 および参考被覆工具 11 ~ 15 の硬質被覆層の上部層を構成する改質 AlZrO 層および従来 AlZrO 層について、電界放出型走査電子顕微鏡、電子後方散乱回折像装置を用いて、結晶粒組織構造および構成原子共有格子点形態を調査した。

すなわち、まず、上記の本発明被覆工具 1 ~ 15 の改質 AlZrO 層および参考被覆工具 11 ~ 15 の従来 AlZrO 層について、電界放出型走査電子顕微鏡を用いて観察したところ、本発明被覆工具 1 ~ 15 では、図 1 (a)、(b) で代表的に示される平板多角形（平坦六角形を含む）状かつたて長形状の大きな粒径の結晶粒組織構造が観察された（なお、図 1 (a) は、層厚方向に垂直な面内で見たと本発明被覆工具 1 の組織構造模式図、また、図 1 (c) は、層厚方向に垂直な面内で見たと本発明被覆工具 11 の、平坦六角形状かつたて長形状の大きな粒径の結晶粒からなる組織構造模式図）。

一方、参考被覆工具 11 ~ 15 では、図 3 (a)、(b) で代表的に示されるように、多角形状かつたて長形状の結晶粒組織が観察されたが、各結晶粒の粒径は本発明のものに比して小さく、かつ、図 3 (b) から明らかなように、層表面には角錐状の凹凸が形成されていた（なお、図 3 (a)、(b) は、参考被覆工具 11 の組織構造模式図）。

#### 【0035】

つぎに、上記の本発明被覆工具 1 ~ 15 の改質 AlZrO 層、参考被覆工具 11 ~ 15 の従来 AlZrO 層について、それぞれの層を構成する結晶粒の内部に 3 対応界面が存在する結晶粒の面積割合を測定した。

まず、上記の本発明被覆工具 1 ~ 15 の改質 AlZrO 層について、その表面を研磨面とした状態で、電界放出型走査電子顕微鏡の鏡筒内にセットし、前記表面研磨面に 70 度の入射角度で 15 kV の加速電圧の電子線を 1 nA の照射電流で、それぞれの前記表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に電子線を照射して、電

子後方散乱回折像装置を用い、 $30 \times 50 \mu\text{m}$ の領域を $0.1 \mu\text{m}/\text{step}$ の間隔で、前記結晶粒の各結晶格子面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、隣接する結晶格子相互の結晶方位関係を算出し、結晶格子界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶格子相互間で1つの構成原子を共有する格子点（構成原子共有格子点）の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点が $N$ 個（但し、 $N$ はコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点から $N$ の上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず）存在する構成原子共有格子点形態を $N+1$ で表した場合に、改質AlZrO層の測定範囲内に存在する全結晶粒のうちで、結晶粒の内部に、少なくとも一つ以上の3対応界面が存在する結晶粒の面積比率を求め、その値を、3対応界面割合（%）として表7

10

次に、参考被覆工具11～15の従来AlZrO層についても、本発明被覆工具の場合と同様な方法により、従来AlZrO層の測定範囲内に存在する全結晶粒のうちで、結晶粒の内部に、少なくとも一つ以上の3対応界面が存在する結晶粒の面積比率を求め、その値を、3対応界面割合（%）として表8に示した。

#### 【0036】

表7、8に示される通り、本発明被覆工具1～15の改質AlZrO層において、3対応界面が存在する結晶粒の面積比率は、60%以上であるのに対して、参考被覆工具11～15の従来AlZrO層において、3対応界面が存在する結晶粒の面積比率は、40%以下であって、結晶粒の内部に3対応界面が存在する率は非常に小さいことがわかる。

20

#### 【0037】

さらに、上記の本発明被覆工具1～15の改質AlZrO層および参考被覆工具11～15の従来AlZrO層のそれぞれの層の結晶粒界面についても、電界放出型走査電子顕微鏡および電子後方散乱回折像装置を用いて、構成原子共有格子点形態を求めた。

すなわち、改質AlZrO層、従来AlZrO層について、まず、それぞれの表面を研磨面とした状態で、電界放出型走査電子顕微鏡の鏡筒内にセットし、前記表面研磨面に70度の入射角度で15kVの加速電圧の電子線を1nAの照射電流で、それぞれの前記表面研磨面の測定範囲内に存在する六方晶結晶格子を有する結晶粒個々に照射して、電子後方散乱回折像装置を用い、 $30 \times 50 \mu\text{m}$ の領域を $0.1 \mu\text{m}/\text{step}$ の間隔で、前記結晶粒の各結晶面のそれぞれの法線が基体表面の法線と交わる角度を測定し、この測定結果から、隣接する結晶粒相互の結晶方位関係を算出し、結晶粒界面を構成する構成原子のそれぞれが前記結晶粒界面相互間で1つの構成原子を共有する格子点（構成原子共有格子点）の分布を算出し、前記構成原子共有格子点間に構成原子を共有しない格子点が $N$ 個（但し、 $N$ はコランダム型六方最密晶の結晶構造上2以上の偶数となるが、分布頻度の点から $N$ の上限を28とした場合、4、8、14、24および26の偶数は存在せず）存在する構成原子共有格子点形態を $N+1$ で表した場合に、構成原子共有格子点分布グラフを作成し、個々の $N+1$ が $N+1$ 全体に占める分布割合を求め、結晶格子界面の3の分布割合を、3対応界面割合（%）として表7、表8に示した。

30

表7、表8から分かるように、本発明被覆工具1～15の改質AlZrO層においては、3対応界面割合は75%以上であるのに対して、参考被覆工具11～15の従来AlZrO層では、いくつか、3対応界面割合は75%以下となっており、結晶粒相互の界面に3対応界面が存在する率の下限値が小さいことがわかる。

40

#### 【0038】

また、本発明被覆工具11～15の改質AlZrO層および参考被覆工具11～15の従来AlZrO層について、電界放出型走査電子顕微鏡を用いて、層厚方向に垂直な面内に存在する、大粒径の平坦六角形状の結晶粒の面積割合を求めた。この値を表7、表8に示す。

なお、ここで言う「大粒径の平坦六角形状」の結晶粒とは、

「電界放出型走査電子顕微鏡により観察される層厚方向に垂直な面内に存在する粒子の直

50

径を計測し、10粒子の平均値が3～8 μmであり、頂点の角度が100～140°である頂角を6個有する多角形状である。」

と定義する。

【0039】

ついで、本発明被覆工具1～15、比較被覆工具1～10および参考被覆工具11～15の硬質被覆層の各構成層の厚さを、走査型電子顕微鏡を用いて測定（縦断面測定）したが、いずれの場合も、目標層厚と実質的に同じ平均層厚（5点測定の平均値）を示した。

【0040】

つぎに、上記の本発明被覆工具1～15、比較被覆工具1～10および参考被覆工具11～15について、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

被削材：JIS・S30Cの丸棒、

切削速度：450 m/min、

切り込み：2.5 mm、

送り：0.7 mm/rev、

切削時間：8分、

の条件（切削条件Aという）での炭素鋼の乾式高速連続重切削試験（通常の切削速度、送り量および切り込み量は、それぞれ、250 m/min、0.2 mm/rev、1.5 mm）、

被削材：JIS・SCr420Hの丸棒、

切削速度：430 m/min、

切り込み：5 mm、

送り：0.35 mm/rev、

切削時間：5分、

の条件（切削条件Bという）でのクロム鋼（熱処理あり）の乾式高速連続重切削試験（通常の切削速度、送り量および切り込み量は、それぞれ、250 m/min、0.2 mm/rev、1.5 mm）、

被削材：JIS・FC250の丸棒、

切削速度：550 m/min、

切り込み：6.0 mm、

送り：0.45 mm/rev、

切削時間：5分、

の条件（切削条件Cという）での鋳鉄の湿式高速連続重切削試験（通常の切削速度、送り量および切り込み量は、それぞれ、400 m/min、0.3 mm/rev、2.5 mm）、

を行い、いずれの切削試験でも切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。この測定結果を表9に示した。

【0041】

10

20

30

【表 1】

種別	配 合 組 成 (質量%)									
	Co	TiC	ZrC	VC	TaC	NbC	Cr3C2	TiN	TaN	WC
A	7	-	-	-	-	-	-	-	-	残
B	5.7	-	-	-	1.5	0.5	-	1.2	-	残
C	5.7	2.3	-	-	-	-	1	-	-	残
D	8.5	-	0.5	-	-	-	0.5	-	-	残
E	12.5	2	-	-	-	-	-	1	2	残

工 具 基 体

10

20

30

【 0 0 4 2 】

【表 2】

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

工 具 基 体

10

20

30

【 0 0 4 3 】

【表 3】

硬質被覆層の下部層	形成条件 (反応雰囲気気) (反応雰囲気は°Cを示す)	
	反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気 圧力 温度
TiC層	TiCl <sub>4</sub> : 4. 2%, CH <sub>4</sub> : 8. 5%, H <sub>2</sub> : 残	7 1020
TiN層(第1層)	TiCl <sub>4</sub> : 4. 2%, N <sub>2</sub> : 30%, H <sub>2</sub> : 残	30 900
TiN層(その他の層)	TiCl <sub>4</sub> : 4. 2%, N <sub>2</sub> : 35%, H <sub>2</sub> : 残	50 1040
1-TiC <sub>0.5</sub> N <sub>0.5</sub> 層	TiCl <sub>4</sub> : 4. 2%, N <sub>2</sub> : 20%, CH <sub>3</sub> CN: 0. 6%, H <sub>2</sub> : 残	7 900
TiCN層	TiCl <sub>4</sub> : 4. 2%, N <sub>2</sub> : 20%, CH <sub>4</sub> : 4%, H <sub>2</sub> : 残	12 1020
TiCO層	TiCl <sub>4</sub> : 4. 2%, CO: 4%, H <sub>2</sub> : 残	7 1020
TiCNO層	TiCl <sub>4</sub> : 4. 2%, CO: 3%, CH <sub>4</sub> : 3%, N <sub>2</sub> : 20%, H <sub>2</sub> : 残	20 1020

【 0 0 4 4 】

10

20

30

40

【表 4】

改質 $\alpha$ 型 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層	形 成 条 件 (反応雰囲気中の圧力はkPa, 温度は $^{\circ}\text{C}$ を示す)		
	反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気	
		圧力	温度
イ	$\text{AlCl}_3$ : 6%, $\text{HCl}$ : 3%, $\text{CO}_2$ : 10%, $\text{H}_2\text{S}$ : 0.05%, $\text{H}_2$ : 残	3	1020
ロ	$\text{AlCl}_3$ : 8%, $\text{HCl}$ : 5%, $\text{CO}_2$ : 12%, $\text{H}_2\text{S}$ : 0.2%, $\text{H}_2$ : 残	5	1030
ハ	$\text{AlCl}_3$ : 10%, $\text{HCl}$ : 4%, $\text{CO}_2$ : 15%, $\text{H}_2\text{S}$ : 0.15%, $\text{H}_2$ : 残	4	1050

【 0 0 4 5 】

10

20

30

40

【表 5】

改質AlZrO層		形成条件 (反応雰囲気はkPa, 温度は°Cを示す)		
形成 記号	反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気		
		圧力	温度	
A	第1段階	AlCl <sub>3</sub> : 6%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.3%, HCl: 3%, CO <sub>2</sub> : 10%, H <sub>2</sub> S: 0.05%, H <sub>2</sub> : 残	3	1020
	第2段階	AlCl <sub>3</sub> : 6%, ZrCl <sub>4</sub> : 1.2%, HCl: 3%, CO <sub>2</sub> : 5%, H <sub>2</sub> S: 0.4%, H <sub>2</sub> : 残	3	940
B	第1段階	AlCl <sub>3</sub> : 7%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.1%, HCl: 4%, CO <sub>2</sub> : 12%, H <sub>2</sub> S: 0.10%, H <sub>2</sub> : 残	4	1030
	第2段階	AlCl <sub>3</sub> : 7%, ZrCl <sub>4</sub> : 1.0%, HCl: 4%, CO <sub>2</sub> : 6%, H <sub>2</sub> S: 0.3%, H <sub>2</sub> : 残	4	920
C	第1段階	AlCl <sub>3</sub> : 8%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.2%, HCl: 4%, CO <sub>2</sub> : 13%, H <sub>2</sub> S: 0.15%, H <sub>2</sub> : 残	5	1040
	第2段階	AlCl <sub>3</sub> : 8%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.8%, HCl: 4%, CO <sub>2</sub> : 6%, H <sub>2</sub> S: 0.25%, H <sub>2</sub> : 残	5	980
D	第1段階	AlCl <sub>3</sub> : 10%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.1%, HCl: 5%, CO <sub>2</sub> : 15%, H <sub>2</sub> S: 0.2%, H <sub>2</sub> : 残	3	1020
	第2段階	AlCl <sub>3</sub> : 10%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.6%, HCl: 3%, CO <sub>2</sub> : 8%, H <sub>2</sub> S: 0.6%, H <sub>2</sub> : 残	3	960
E	第1段階	AlCl <sub>3</sub> : 9%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.2%, HCl: 5%, CO <sub>2</sub> : 14%, H <sub>2</sub> S: 0.15%, H <sub>2</sub> : 残	4	1050
	第2段階	AlCl <sub>3</sub> : 9%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.9%, HCl: 5%, CO <sub>2</sub> : 5%, H <sub>2</sub> S: 0.4%, H <sub>2</sub> : 残	4	1000
F	第1段階	AlCl <sub>3</sub> : 8%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.3%, HCl: 4%, CO <sub>2</sub> : 13%, H <sub>2</sub> S: 0.1%, H <sub>2</sub> : 残	5	1020
	第2段階	AlCl <sub>3</sub> : 8%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.7%, HCl: 4%, CO <sub>2</sub> : 4%, H <sub>2</sub> S: 0.3%, H <sub>2</sub> : 残	5	950

【表 6】

従来Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層		形成条件 (反応雰囲気中の圧力はkPa, 温度は°Cを示す)		
形成 記号	反応ガス組成 (容量%)	反応雰囲気		
		圧力	温度	
a	第1段階	AlCl <sub>3</sub> : 2.3%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.13%, HCl: 2.0%, CO <sub>2</sub> : 4%, H <sub>2</sub> S: 0.2%, H <sub>2</sub> : 残	10	800
	第2段階	AlCl <sub>3</sub> : 2.3%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.1%, HCl: 2.0%, CO <sub>2</sub> : 7%, H <sub>2</sub> S: 0.1%, H <sub>2</sub> : 残	6	1020
b	第1段階	AlCl <sub>3</sub> : 2.7%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.08%, HCl: 1.5%, CO <sub>2</sub> : 5%, H <sub>2</sub> S: 0.1%, H <sub>2</sub> : 残	8	750
	第2段階	AlCl <sub>3</sub> : 2.7%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.13%, HCl: 1.5%, CO <sub>2</sub> : 8%, H <sub>2</sub> S: 0.2%, H <sub>2</sub> : 残	8	1030
c	第1段階	AlCl <sub>3</sub> : 3.5%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.05%, HCl: 2.5%, CO <sub>2</sub> : 3%, H <sub>2</sub> S: 0.15%, H <sub>2</sub> : 残	9	840
	第2段階	AlCl <sub>3</sub> : 3.5%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.08%, HCl: 2.5%, CO <sub>2</sub> : 5%, H <sub>2</sub> S: 0.15%, H <sub>2</sub> : 残	9	1050
d	第1段階	AlCl <sub>3</sub> : 4%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.02%, HCl: 3.0%, CO <sub>2</sub> : 1%, H <sub>2</sub> S: 0.05%, H <sub>2</sub> : 残	6	900
	第2段階	AlCl <sub>3</sub> : 4%, ZrCl <sub>4</sub> : 0.02%, HCl: 3.0%, CO <sub>2</sub> : 3%, H <sub>2</sub> S: 0.05%, H <sub>2</sub> : 残	10	1040

【表 7】

種別	硬質被覆層													
	下部層[Ti化合物層]				中間層[改質α型Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層]			上部層[改質Al <sub>2</sub> ZrO層]						
	工具 基体 記号	第1層 (μm)	第2層 (μm)	第3層 (μm)	第4層 (μm)	中間層 形成 記号	目標 層厚 (μm)	Σ3 対応 界面の 割合 (%)	上部層 形成 記号	Zrの 含有割合 [Zr/ (Al+Zr)] (原子比)	目標 層厚 (μm)	Σ3対応界面 を内部に 有する 結晶粒比率 (面積%)	平坦 六角形状 結晶粒の 面積割合 (面積%)	Σ3 対応 界面の 割合 (%)
1	a	TiN (1)	I-TiCN (17.5)	TiN (1)	TiCNO (0.5)	イ	1	60	A	0.01	6	72	30	77
2	A	TiCN (1)	I-TiCN (8.5)	TiCO (0.5)	-	ロ	1	62	B	0.007	1	63	0	75
3	b	TiN (1)	I-TiCN (4)	TiC (4)	TiCNO (1)	ハ	1	61	C	0.005	3	60	15	76
4	B	TiC (1)	I-TiCN (9)	-	-	イ	3	65	A	0.012	2	61	20	78
5	c	TiN (1)	I-TiCN (4.5)	TiCNO (0.5)	-	ロ	3	67	B	0.007	10	74	25	79
6	C	TiN (0.5)	I-TiCN (1.5)	TiC (0.5)	TiCNO (0.5)	ハ	3	69	C	0.006	12	71	27	80
7	d	TiN (0.5)	I-TiCN (10)	TiC (2)	TiCNO (0.3)	ハ	3	71	F	0.003	8	68	18	83
8	D	TiN (1)	TiCN (19)	-	-	イ	2	65	A	0.01	15	65	6	84
9	e	TiC (0.5)	I-TiCN (9)	TiCO (0.5)	-	ロ	2	63	B	0.008	7	66	24	81
10	E	TiN (1)	TiC (1)	TiCN (7)	TiCO (1)	ハ	2	66	C	0.006	14	73	18	75
11	A	TiN (0.3)	I-TiCN (5)	TiCNO (0.7)	TiCO (0.1)	ハ	2	68	D	0.002	5	80	35	76
12	a	TiN (1)	I-TiCN (10)	TiCO (0.5)	-	イ	5	75	E	0.0041	4	70	83	85
13	B	TiN (0.5)	I-TiCN (12)	TiN (0.5)	TiCNO (0.2)	ロ	5	78	D	0.0021	1	63	77	79
14	b	TiN (0.6)	I-TiCN (7)	TiCNO (0.3)	-	イ	4	72	E	0.004	3	72	68	75
15	C	TiN (0.4)	I-TiCN (3)	TiCN (0.5)	TiCO (0.1)	ロ	4	77	D	0.0022	1	73	72	82

本 発 明 被 覆 工 具

(下部層の欄の括弧内数字は目標層厚)

【表 8】

種別	工具 基体 記号	硬質被覆層												
		下部層[Ti化合物層]				中間層[改質α型Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層]				上部層[従来AlZrO層]				
		第1層 (μm)	第2層 (μm)	第3層 (μm)	第4層 (μm)	中間層 形成 記号	目標 層厚 (μm)	Σ3 対応 界面の 割合 (%)	上部層 形成 記号	Zrの 含有割合 [Zr/ (Al+Zr)] (原子比)	目標 層厚 (μm)	Σ3対応界面 を内部に 有する 結晶粒比率 (面積%)	平坦 六角形状 結晶粒の 面積割合 (面積%)	Σ3 対応 界面の 割合 (%)
比較 被覆 工具	1	本発明被覆工具1に同じ				イ	6	67	-	-	-	-	-	-
	2	本発明被覆工具2に同じ				ロ	3	63	-	-	-	-	-	-
	3	本発明被覆工具3に同じ				ハ	4	72	-	-	-	-	-	-
	4	本発明被覆工具4に同じ				イ	5	75	-	-	-	-	-	-
	5	本発明被覆工具5に同じ				ロ	12	73	-	-	-	-	-	-
	6	本発明被覆工具6に同じ				ハ	11	70	-	-	-	-	-	-
	7	本発明被覆工具7に同じ				ハ	15	77	-	-	-	-	-	-
	8	本発明被覆工具8に同じ				イ	13	79	-	-	-	-	-	-
	9	本発明被覆工具9に同じ				ロ	9	72	-	-	-	-	-	-
	10	本発明被覆工具10に同じ				ハ	17	67	-	-	-	-	-	-
参考 被覆 工具	11	本発明被覆工具11に同じ				ハ	1	62	a	0.049	6	40	10	63
	12	本発明被覆工具12に同じ				イ	2	60	b	0.003	7	15	7	62
	13	本発明被覆工具13に同じ				ロ	3	64	c	0.0016	3	3	8	65
	14	本発明被覆工具14に同じ				イ	4	67	d	0.0035	3	20	5	71
	15	本発明被覆工具15に同じ				ロ	5	66	a	0.05	2	7	3	72

【 0 0 4 9 】

【表 9】

種 別	逃げ面摩耗幅(mm)			種 別	切削試験結果(分)				
	切削条件(A)	切削条件(B)	切削条件(C)		切削条件(A)	切削条件(B)	切削条件(C)		
本発明被覆工具	1	0.22	0.18	0.20	比較被覆工具	1	6.0*	3.7*	3.5
	2	0.25	0.22	0.25		2	5.8	3.9*	3.6*
	3	0.22	0.17	0.17		3	5.7*	3.7	3.8*
	4	0.21	0.18	0.19		4	5.9	3.8	3.7
	5	0.41	0.37	0.38		5	2.7*	2.3*	1.9*
	6	0.42	0.40	0.41		6	2.5*	2.2*	1.8*
	7	0.39	0.37	0.39		7	2.0*	1.3*	1.1*
	8	0.38	0.39	0.42		8	1.9*	1.8	1.6*
	9	0.22	0.19	0.21		9	3.3	2.7	2.5
	10	0.41	0.40	0.44		10	1.0*	1.0*	0.5*
	11	0.15	0.12	0.14	参考被覆工具	11	2.2	2.1*	1.9*
	12	0.21	0.20	0.23		12	2.4*	2.3*	2.1*
	13	0.14	0.14	0.15		13	3.5	2.8*	2.7*
	14	0.12	0.11	0.13		14	3.7*	3.3	3.4*
	15	0.16	0.15	0.17		15	3.3	3.2*	3.5

比較被覆工具及び参考被覆工具の切削試験結果は、チップングまたは逃げ面摩耗(寿命判定基準:逃げ面摩耗幅0.5mm)が原因で寿命に至るまでの切削時間(分)を示す。

なお、欄中の\*印は、チップングが原因で寿命に至った場合を示す。

## 【0050】

表7～9に示される結果から、本発明被覆工具1～15は、硬質被覆層の中間層である改質型 $Al_2O_3$ 層の3分布割合が60%以上の高い比率を示し、すぐれた高温強度を有することに加えて、上部層を構成する改質 $AlZrO$ 層が、平板多角形(平坦六角形)たて長形状の結晶粒の組織構造を有し、また、結晶粒の内部に少なくとも一つ以上の3対応界面が存在する結晶粒の面積比率60%以上と高く、さらに、結晶粒が相互に接する結晶格子界面の多くが3対応界面であることによって、一段とすぐれた表面平坦性と一段とすぐれた高温強度を兼備し、あるいは、更に、改質 $AlZrO$ 層がよりすぐれた結晶

粒界面強度を有し、その結果、高熱発生を伴うとともに高送り、高切込みにより切刃に対して高負荷が作用する高速重切削条件で各種の鋼、鋳鉄などの切削加工を行った場合でも、硬質被覆層が一段とすぐれた耐チップング性を発揮し、長期の使用にわたってすぐれた耐摩耗性を示し、使用寿命の一層の延命化を可能とするものである。

これに対して、硬質被覆層の上部層として改質 AlZrO 層が形成されていない比較被覆工具 1 ~ 10 および硬質被覆層の上部層として従来 AlZrO 層が形成された参考被覆工具 11 ~ 15 においては、チップング発生、摩耗促進等によって、比較的短時間で使用寿命に至ることが明らかである。

#### 【0051】

上述のように、この発明の被覆工具は、各種の鋼や鋳鉄などの通常条件の切削加工は勿論のこと、高熱発生を伴うとともに切刃に対して高負荷が作用する高速重切削加工でも、チップングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を示し、長期に亘ってすぐれた切削性能を發揮するものであるから、切削装置の高性能化並びに切削加工の省力化および省エネ化、さらに低コスト化に十分満足に対応できるものである。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0052】

【図1】(a)は、本発明被覆工具1の改質 AlZrO 層からなる上部層について、層厚方向に垂直な面内での電界放出型走査電子顕微鏡による観察で得られた、平板多角形状の結晶粒組織構造を示す模式図であり、(b)は、同じく、層厚方向に平行な面内での電界放出型走査電子顕微鏡による観察で得られた、層表面がほぼ平坦であり、層厚方向にたて長形状を有する結晶粒組織構造を示す模式図であり、(c)は、本発明被覆工具11の改質 AlZrO 層からなる上部層について、層厚方向に垂直な面内での電界放出型走査電子顕微鏡による観察で得られた、平坦六角形状の結晶粒組織構造を示す模式図である。

【図2】本発明被覆工具1の改質 AlZrO 層からなる上部層について、電界放出型走査電子顕微鏡および電子後方散乱回折像装置を用いて測定した、層厚方向に垂直な面における粒界解析図であり、実線は、電界放出型走査電子顕微鏡で観察される平板多角形状の結晶粒界を示し、太実線は、電界放出型走査電子顕微鏡で観察される平板多角形状の結晶粒界であると同時に 3 対応粒界面を示し、破線は、電子後方散乱回折像装置により測定された 3 対応界面を示す。

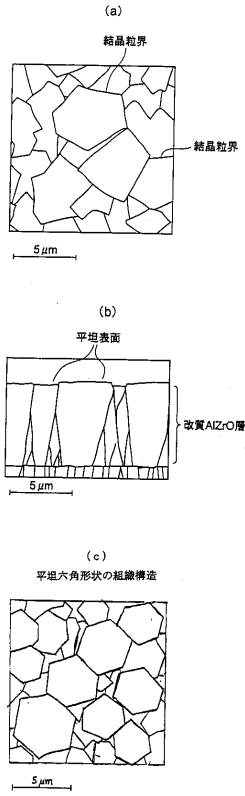
【図3】(a)は、比較被覆工具11の従来 AlZrO 層からなる上部層について、層厚方向に垂直な面内での電界放出型走査電子顕微鏡による観察で得られた、多角形状の結晶粒組織構造を示す模式図であり、(b)は、同じく、層厚方向に平行な面内での電界放出型走査電子顕微鏡による観察で得られた、層表面で角錐状の凹凸を有し、層厚方向にたて長形状を有する結晶粒組織構造を示す模式図である。

10

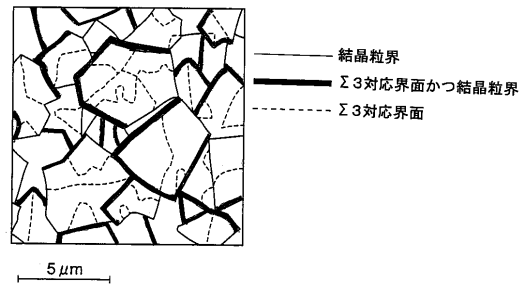
20

30

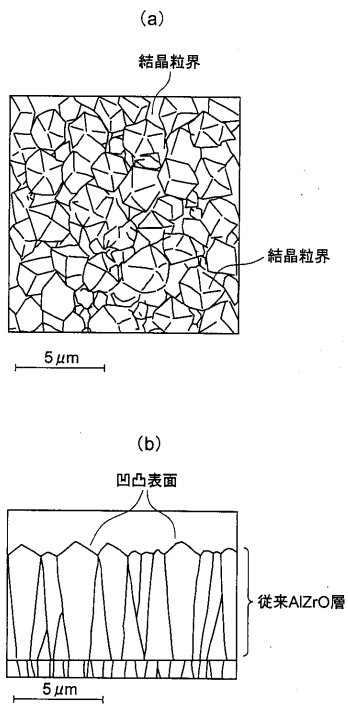
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



---

フロントページの続き

(72)発明者 長田 晃

茨城県那珂市向山 1 0 0 2 - 1 4 三菱マテリアル株式会社中央研究所内

(72)発明者 中村 恵滋

茨城県那珂市向山 1 0 0 2 - 1 4 三菱マテリアル株式会社中央研究所内

Fターム(参考) 3C046 FF03 FF05 FF09 FF10 FF13 FF16 FF17 FF22 FF25

4K030 AA03 AA09 AA14 AA17 AA18 BA36 BA38 BA41 BA42 BA43

BB12 CA03 FA10 JA01 LA22