

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6635340号  
(P6635340)

(45) 発行日 令和2年1月22日(2020.1.22)

(24) 登録日 令和1年12月27日(2019.12.27)

(51) Int.Cl.	F 1			
<b>B23B 27/14</b>	<b>(2006.01)</b>	B 23 B	27/14	A
<b>B23C 5/16</b>	<b>(2006.01)</b>	B 23 C	5/16	
<b>B23B 51/00</b>	<b>(2006.01)</b>	B 23 B	51/00	J
<b>B23F 21/00</b>	<b>(2006.01)</b>	B 23 F	21/00	
<b>B23G 5/06</b>	<b>(2006.01)</b>	B 23 G	5/06	C

請求項の数 8 (全 29 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2016-163628 (P2016-163628)  
 (22) 出願日 平成28年8月24日 (2016.8.24)  
 (65) 公開番号 特開2018-30193 (P2018-30193A)  
 (43) 公開日 平成30年3月1日 (2018.3.1)  
 審査請求日 平成31年2月21日 (2019.2.21)

(73) 特許権者 503212652  
 住友電工ハードメタル株式会社  
 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号  
 (74) 代理人 110001195  
 特許業務法人深見特許事務所  
 (72) 発明者 吉村 光平  
 北海道空知郡奈井江町字奈井江776番地  
 住友電工ハードメタル株式会社内  
 (72) 発明者 今村 晋也  
 北海道空知郡奈井江町字奈井江776番地  
 住友電工ハードメタル株式会社内  
 (72) 発明者 金岡 秀明  
 北海道空知郡奈井江町字奈井江776番地  
 住友電工ハードメタル株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】表面被覆切削工具およびその製造方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

基材と該基材上に形成された被膜とを備えた表面被覆切削工具であって、  
 前記被膜は、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を含み、

前記-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、複数の-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の結晶粒と塩素とを含み、かつ配向性指数TC(h k l)においてTC(0 0 6)が5を超える。

前記-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、その厚み方向において前記基材側に位置する下部層と、前記基材側と反対側に位置する上部層とを含み、

前記下部層は、1.0 μmの厚みを有し、

前記上部層は、0.5 μm以上の厚みを有し、

前記塩素は、前記下部層の厚み方向において、前記基材側から遠ざかる方向に原子濃度が減少する濃度分布を有する、表面被覆切削工具。

## 【請求項 2】

前記塩素は、前記下部層における最大原子濃度が0.3原子%未満である、請求項1に記載の表面被覆切削工具。

## 【請求項 3】

前記塩素は、前記上部層における最大原子濃度が0.05原子%未満である、請求項1または請求項2に記載の表面被覆切削工具。

## 【請求項 4】

前記表面被覆切削工具は、前記下部層における前記塩素の最大原子濃度をC<sub>CIMAX-1</sub>、

10

20

前記上部層における前記塩素の最大原子濃度を  $C_{CIMAX-2}$  としたとき、 $C_{CIMAX-1} \geq C_{CIMAX-2}$  の関係を満たす、請求項 1 ~ 請求項 3 のいずれか 1 項に記載の表面被覆切削工具。

【請求項 5】

前記  $TC(006)$  は、6 を超える、請求項 1 ~ 請求項 4 のいずれか 1 項に記載の表面被覆切削工具。

【請求項 6】

前記下部層は、硫黄を含み、

前記下部層は、所定の測定点における前記塩素の原子濃度と前記測定点の前記硫黄の原子濃度とを合わせた加算値を  $C_{CIS}$  としたとき、その厚み方向において、前記基材側から遠ざかる方向に前記  $C_{CIS}$  が減少する分布を有する、請求項 1 ~ 請求項 5 のいずれか 1 項に記載の表面被覆切削工具。 10

【請求項 7】

前記下部層は、硫黄を含み、

前記下部層は、所定の測定点における前記塩素の原子濃度を前記測定点の前記硫黄の原子濃度で除した数値を  $C_{CIS}$  としたとき、その厚み方向において、前記基材側から遠ざかる方向に前記  $C_{CIS}$  が減少する分布を有する、請求項 1 ~ 請求項 6 のいずれか 1 項に記載の表面被覆切削工具。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 請求項 7 のいずれか 1 項に記載の表面被覆切削工具の製造方法であって、

前記基材上に  $CVD$  法で前記  $-Al_2O_3$  層を含む前記被膜を形成する工程を含み、 20  
該工程において、原料ガスに含まれる  $HC1$  ガスの配合量を 6 ~ 10 体積%として前記  $-Al_2O_3$  層の形成を開始し、その後前記配合量を 0.5 ~ 6 体積%まで下げる、表面被覆切削工具の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、表面被覆切削工具およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来から、基材上に被膜を形成した表面被覆切削工具が用いられている。最近、 $Al_2O_3$  の結晶配向性を変化させることによって被膜の膜質改良を図るなど、表面被覆切削工具の性能向上を狙った様々な技術が提案されている。たとえば、特開 2015-009358 号公報（特許文献 1）では、基材上の被膜に含まれる  $-Al_2O_3$  層の配向性を制御し、配向性指数  $TC(hkl)$  において  $TC(0012)$  が 5 を超え、かつロッキングカーブピーカの半値幅を 30° 以下とすることにより、耐摩耗性の向上、特に耐クレーター摩耗性を向上させた表面被覆切削工具が提案されている。 30

【0003】

欧洲特許出願公開第 2570510 号明細書（特許文献 2）では、超硬合金からなる基材上に、(0012) 集合組織を有し、かつ硫黄を 100 ppm 以上含む  $-Al_2O_3$  層を備えることにより、耐摩耗性を向上させた切削工具が提案されている。特開 2013-111722 号公報（特許文献 3）では、(0001) 配向である  $-Al_2O_3$  層のうち基材側の層の配向性を下げるにより、 $-Al_2O_3$  層と、この  $-Al_2O_3$  層と基材との間に配置される層との密着力を高めた表面被覆切削工具が提案されている。 40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】特開 2015-009358 号公報

【特許文献 2】欧洲特許出願公開第 2570510 号明細書

【特許文献 3】特開 2013-111722 号公報

【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0005】

しかしながら、上記特許文献1の表面被覆切削工具は、靭性および耐剥離性などの性能において改善の余地があった。上記特許文献2の切削工具は、耐チッピング性が不十分であった。上記特許文献3の表面被覆切削工具は、基材側の層の配向性を下げたことにより耐摩耗性が不十分となった。

## 【0006】

本発明は、上記実情に鑑みてなされ、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防いで、長寿命化を達成可能な表面被覆切削工具およびその製造方法を提供することを目的とする。

10

## 【課題を解決するための手段】

## 【0007】

本発明の一態様に係る表面被覆切削工具は、基材と該基材上に形成された被膜とを備えた表面被覆切削工具であって、前記被膜は、 $-Al_2O_3$ 層を含み、前記 $-Al_2O_3$ 層は、複数の $-Al_2O_3$ の結晶粒と塩素とを含み、かつ配向性指数TC(h k l)においてTC(006)が5を超える、前記 $-Al_2O_3$ 層は、その厚み方向において基材側に位置する下部層と、前記基材側と反対側に位置する上部層とを含み、前記下部層は、1.0 $\mu m$ の厚みを有し、前記上部層は、0.5 $\mu m$ 以上の厚みを有し、前記塩素は、前記下部層の厚み方向において、前記基材側から遠ざかる方向に原子濃度が減少する濃度分布を有する。

20

## 【0008】

さらに、本発明の一態様に係る表面被覆切削工具の製造方法は、前記基材上にCVD法で前記 $-Al_2O_3$ 層を含む前記被膜を形成する工程を含み、前記工程において、原料ガスに含まれるHClガスの配合量を6~10体積%として前記 $-Al_2O_3$ 層の形成を開始し、その後前記配合量を0.5~6体積%まで下げる。

## 【発明の効果】

## 【0009】

上記によれば、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防いで、長寿命化を達成することができる表面被覆切削工具が提供される。

30

## 【図面の簡単な説明】

## 【0010】

【図1】図1は、EDSを用いて塩素(C1)および硫黄(S)の原子濃度を測定するために設定した $-Al_2O_3$ 層内の測定点を顕微鏡写真に重ねて示した図面代用写真である。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0011】

## [本発明の実施形態の説明]

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討を重ね、本発明に到達した。 $-Al_2O_3$ 層の核生成時および結晶成長時において原料ガス中のHClの配合量を制御することにより、その厚み方向に塩素の濃度分布を持たせた。具体的には、 $-Al_2O_3$ 層の厚み方向において、基材側から遠ざかる方向に減少していく塩素の濃度分布を持たせた。これにより、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防ぐことができる表面被覆切削工具が達成されることを見出した。

40

## 【0012】

以下、まず最初に本発明の実施態様を列記して説明する。

[1] 本発明の一態様に係る表面被覆切削工具は、基材と該基材上に形成された被膜とを備えた表面被覆切削工具であって、上記被膜は、 $-Al_2O_3$ 層を含み、上記 $-Al_2O_3$ 層は、複数の $-Al_2O_3$ の結晶粒と塩素とを含み、かつ配向性指数TC(h k l)においてTC(006)が5を超える、上記 $-Al_2O_3$ 層は、その厚み方向において基材側に位置する下部層と、上記基材側と反対側に位置する上部層とを含み、上記下部層は、

50

1.0  $\mu\text{m}$  の厚みを有し、上記上部層は、0.5  $\mu\text{m}$  以上の厚みを有し、上記塩素は、上記下部層の厚み方向において、上記基材側から遠ざかる方向に原子濃度が減少する濃度分布を有する。このような構成の表面被覆切削工具は、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防いで、長寿命化を達成することができる。

【0013】

[2] 上記塩素は、上記下部層における最大原子濃度が0.3原子%未満であることが好ましい。これにより、表面被覆切削工具の耐欠損性の向上、特に耐剥離性および耐チッピング性を向上させることができる。

【0014】

[3] 上記塩素は、上記上部層における最大原子濃度が0.05原子%未満であることが好ましい。これにより、表面被覆切削工具の耐摩耗性を向上させることができる。 10

【0015】

[4] 上記表面被覆切削工具は、上記下部層における上記塩素の最大原子濃度を $C_{\text{CIMAX-1}}$ 、上記上部層における上記塩素の最大原子濃度を $C_{\text{CIMAX-2}}$ としたとき、 $C_{\text{CIMAX-1}} \geq C_{\text{CIMAX-2}}$ の関係を満たすことが好ましい。これにより、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防ぐ効果をよりよく得ることができる。

【0016】

[5] 上記TC(006)は、6を超えることがより好ましい。これにより、表面被覆切削工具の耐摩耗性をより効果的に向上させることができる。

【0017】

[6] 上記下部層は、硫黄を含み、上記下部層は、所定の測定点における上記塩素の原子濃度と上記測定点の上記硫黄の原子濃度とを合わせた加算値を $C_{\text{CIS}}$ としたとき、その厚み方向において、上記基材側から遠ざかる方向に上記 $C_{\text{CIS}}$ が減少する分布を有することが好ましい。これにより、耐欠損性の向上、特に耐剥離性および耐チッピングをより向上させることができる。 20

【0018】

[7] 上記下部層は、硫黄を含み、上記下部層は、所定の測定点における上記塩素の原子濃度を上記測定点の上記硫黄の原子濃度で除した数値を $C_{\text{CIS}}$ としたとき、その厚み方向において、上記基材側から遠ざかる方向に上記 $C_{\text{CIS}}$ が減少する分布を有することが好ましい。これにより、耐欠損性の向上、特に耐剥離性および耐チッピングをさらに向上させることができる。 30

【0019】

[8] 本発明の一態様に係る表面被覆切削工具は、上記基材上にCVD法で上記 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層を含む上記被膜を形成する工程を含み、上記工程において、原料ガスに含まれる $\text{HC1}$ ガスの配合量を6~10体積%として上記 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層の形成を開始し、その後上記配合量を0.5~6体積%まで下げる。このような構成により、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防いで、長寿命化を達成することができる表面被覆切削工具を製造することができる。

【0020】

[本発明の実施形態の詳細]

以下、本発明の実施形態（以下「本実施形態」とも記す）についてさらに詳細に説明する。ここで、本明細書において「A~B」という形式の表記は、範囲の上限下限（すなわちA以上B以下）を意味し、Aにおいて単位の記載がなく、Bにおいてのみ単位が記載されている場合、Aの単位とBの単位とは同じである。 40

【0021】

さらに、本明細書において化合物などを化学式で表す場合、原子比を特に限定しないときは従来公知のあらゆる原子比を含むものとし、必ずしも化学量論的範囲のもののみに限定されるべきではない。たとえば「 $\text{TiAlN}$ 」と記載されている場合、 $\text{TiAlN}$ を構成する原子数の比は $\text{Ti} : \text{Al} : \text{N} = 0.5 : 0.5 : 1$ に限られず、従来公知のあらゆる原子比が含まれる。このことは、「 $\text{TiAlN}$ 」以外の化合物の記載についても同様で 50

ある。本実施形態において、チタン( Ti )、アルミニウム( Al )、ケイ素( Si )、タンタル( Ta )、クロム( Cr )などの金属元素と、窒素( N )、酸素( O )、炭素( C )などの非金属元素とは、必ずしも化学量論的な組成を構成している必要がない。

【 0 0 2 2 】

表面被覆切削工具

本実施形態に係る表面被覆切削工具は、基材と該基材上に形成された被膜とを備える。被膜は、基材の全面を被覆することが好ましい。しかしながら、基材の一部がこの被膜で被覆されていなかつたり被膜の構成が部分的に異なっていたりして本発明の範囲を逸脱するものではない。

【 0 0 2 3 】

10

表面被覆切削工具は、ドリル、エンドミル、ドリル用刃先交換型切削チップ、エンドミル用刃先交換型切削チップ、フライス加工用刃先交換型切削チップ、旋削加工用刃先交換型切削チップ、メタルソー、歯切工具、リーマ、タップなどの切削工具として好適に使用することができる。

【 0 0 2 4 】

< 基材 >

基材は、この種の基材として従来公知のものであればいずれも使用することができる。たとえば、超硬合金( たとえば、WC基超硬合金、WCのほか、Coを含み、あるいはTi、Ta、Nbなどの炭窒化物を添加したものも含む )、サーメット( TiC、TiN、TiCNなどを主成分とするもの )、高速度鋼、セラミックス( 炭化チタン、炭化ケイ素、窒化ケイ素、窒化アルミニウム、酸化アルミニウムなど )、立方晶型窒化ホウ素焼結体またはダイヤモンド焼結体のいずれかであることが好ましい。

20

【 0 0 2 5 】

これらの各種基材の中でも超硬合金( 特にWC基超硬合金 )またはサーメット( 特にTiCN基サーメット )を選択することが好ましい。これらの基材は、高温における硬度と強度のバランスに優れ、上記用途の表面被覆切削工具の基材として優れた特性を有している。基材としてWC基超硬合金を用いる場合、その組織中に遊離炭素、ならびに相または相と呼ばれる異常層などを含んでいてもよい。

【 0 0 2 6 】

30

さらに基材は、その表面が改質されたものであっても差し支えない。たとえば超硬合金の場合、その表面に脱層が形成されていたり、サーメットの場合に表面硬化層が形成されていたりしてもよい。基材は、その表面が改質されていても所望の効果が示される。

【 0 0 2 7 】

表面被覆切削工具が刃先交換型切削チップなどである場合、基材はチップブレーカーを有するものも、有さないものも含まれる。刃先稜線部は、その形状がシャープエッジ( すくい面と逃げ面とが交差する稜 )、ホーニング( シャープエッジに対してアールを付与したもの )、ネガランド( 面取りをしたもの )、ホーニングとネガランドを組み合わせたものなど、いずれの形状であってもよい。

【 0 0 2 8 】

< 被膜 >

40

被膜は、- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を含む。たとえば被膜は、- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を1層以上含み、さらに他の層を含んだ複数の層から構成することができる。

【 0 0 2 9 】

上記他の層として、TiCNO層、TiBN層、TiC層、TiN層、TiAlN層、TiSiN層、AlCrN層、TiAlSiN層、TiAlNO層、AlCrSiCN層、TiCN層、TiSiC層、CrSiN層、AlTiSiCO層、TiSiCN層などを例示することができる。

【 0 0 3 0 】

被膜は、その厚みが5～30μmであることが好ましい。さらに好ましくは、10～25μmである。この厚みが5μm未満であれば、耐摩耗性が不十分となる恐れがある。こ

50

の厚みが30μmを超えると、断続加工において被膜と基材との間に大きな応力が加わった際に、被膜の剥離または破壊が高頻度に発生する恐れがある。

【0031】

< - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層 >

- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、複数の - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>（結晶構造が 型である酸化アルミニウム）の結晶粒と塩素（Cl）とを含む。 - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、複数の - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の結晶粒を含んだ多結晶の - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を含んでいる。通常 - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の結晶粒は、約0.1~2μm程度の大きさの粒径をもつ。

【0032】

さらに - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は(006)配向している。ここで「(006)配向する」とは、後述するX線回折装置を用いた分析により得られる - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層のXRDデータにおいて、各(hkl)反射面（本実施形態において後述する8つの反射面）の配向性指数TC(hkl)を比べたとき、最も高い数値を示す反射面が(006)面であることを意味する。特に、 - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、下記式(1)で示される配向性指数TC(hkl)においてTC(006)が5を超える。

【0033】

【数1】

$$TC(hkl) = \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \left\{ \frac{1}{n} \sum_1^n \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \right\}^{-1} \quad \dots(1)$$

10

20

【0034】

式(1)中、I(hkl)は、(hkl)反射面のX線回折強度を示し、I<sub>0</sub>(hkl)は、ICDDのPDFカード番号00-042-1468による標準強度を示す。また式(1)中のnは、計算に用いた反射数を示し、本実施形態では8である。反射に用いた(hkl)面は、(012)、(104)、(110)、(006)、(113)、(024)、(116)および(300)である。

【0035】

ICDD（登録商標）とは、International Centre for Diffraction Data（国際回折データセンター）の略称である。PDF（登録商標）とは、Powder Diffraction Fileの略称である。

30

【0036】

本実施形態における - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層のTC(006)は、下記式(2)で示すことができる。

【0037】

【数2】

$$TC(006) = \frac{I(006)}{I_0(006)} \left\{ \frac{1}{8} \sum_1^8 \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \right\}^{-1} \quad \dots(2)$$

40

【0038】

「配向性指数TC(hkl)においてTC(006)が5を超える」とは、上記式(1)にTC(006)を代入してなる上記式(2)により求まる数値が5を超えることを意味する。TC(006)が5を超える - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、硬度とヤング率が過酷な切削条件に伴う衝撃および振動に対し優位になるため、耐摩耗性の向上に資することができる。

【0039】

上記TC(006)は、6を超えることが好ましい。TC(006)が大きいほど、耐摩耗性を効果的に向上させることができる。TC(006)の上限は制限されないが、計算に用いた反射面が8つであるから、8以下となる。

【0040】

50

以上のような T C ( h k l ) の測定は、X 線回折装置を用いた分析により可能となる。 T C ( h k l ) は、たとえば、X 線回折装置（商品名：「SmartLab（登録商標）」、リガク株式会社製、スキャンスピード：21.7°/分、ステップ：0.01°、スキャン範囲：15～140°）を用いて以下の条件で測定することができる。本実施形態において、X 線回折装置を用いた T C ( h k l ) の測定の結果を「XRD結果」と称する。

#### 【0041】

特性 X 線： Cu - K

管電圧： 45 kV

管電流： 200 mA

フィルター： 多層ミラー

光学系： 集中法

X 線回折法： -2 法

X 線照射範囲： ピンホールコリメーターを使用し、直径 0.3 μm の範囲に X 線を照射。

#### 【0042】

< -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の厚み >

-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、その厚みが 2～15 μm であることが好ましい。これにより、耐摩耗性と耐欠損性とを両立させることができる。-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の厚みを 2 μm 未満とすれば、摩耗が進みやすくなる恐れがある。この厚みが 15 μm を超えると耐欠損性が低下する恐れがある。

#### 【0043】

（上部層および下部層）

さらに -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、その厚み方向において基材側に位置する下部層と、基材側と反対側に位置する上部層とを含む。下部層は、1.0 μm の厚みを有する。この下部層は、後述する C1 の濃度分布を測定するために定められる基材側から 1 μm の領域を指す。上部層は、0.5 μm 以上の厚みを有する。上部層の厚みの上限値は、14 μm である。

#### 【0044】

上部層が 0.5 μm 以上の厚みを有することにより、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の基材側とは反対側において、後述する C1 の濃度が極めて低い部分が十分な厚みを有することになるため、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の結晶粒に備わる耐摩耗性に C1 が悪影響を及ぼすことがなくなる。ただし、上部層の厚みが 14 μm を超えると、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を含む被膜全体が厚くなるため、断続加工において被膜と基材との間に大きな応力が加わった際に、被膜の剥離または破壊が高頻度に発生する恐れがある。

#### 【0045】

本実施形態において被膜の厚み、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の厚み、ならびに -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の上部層の厚みは、それぞれ平均厚みを意味する。これらの厚みは、電界放出型走査電子顕微鏡（FE-SEM：Field Emission Scanning Electron Microscopy）用い、次のような手法により測定することができる。

#### 【0046】

まず被膜で被覆された基材を、基材のすくい面の法線と平行な平面で切断し、その断面を露出させる。続いて、この露出させた断面を研磨することにより観察用研磨面を作製する。被膜の厚みを測定する場合、この観察用研磨面に現れた被膜部分を含む任意の 5 か所（5 視野）を 5000 倍の倍率により観察して、その厚みを求める。最後に上記 5 視野の値の平均値を求め、これを被膜の平均厚みとすることができます。-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層、ならびに -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の上部層の厚みを測定する場合、観察用研磨面に現れた -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層部分、ならびに -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の上部層部分を含むそれぞれ任意の 5 か所（5 視野）を、5000 倍の倍率により観察して、その厚みを求める。最後に上記 5 視野の値の平均値を求め、これをそれぞれ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層、ならびに -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の上部層の平均厚みとすることができる。ここで -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、その下部層が基材側から 1 μm の領域を指し

10

20

30

40

50

、この下部層を除く -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層の残りの厚みを上部層の厚みとして算出するものである。

【0047】

被膜で被覆された基材の断面の研磨については、従来公知の方法を用いることができる。たとえば、基材の断面に対してアルゴンイオンを用いたイオンミーリング処理を行なうことにより、平滑化した観察用研磨面を得ることができる。Arイオンによるイオンミーリング処理の条件は、たとえば以下のとおりである。

加速電圧： 6 kV

照射角度： 基材のすくい面の法線から 0 - 5°

照射時間： 6 時間。

10

【0048】

その後、上記の平滑化された観察用研磨面を、FE-SEMを用いて解析すればよい。

【0049】

< -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層に含まれる塩素の濃度分布 >

-  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層に含まれる塩素（以下、元素記号である「C1」で記す場合がある）は、下部層の厚み方向において、基材側から遠ざかる方向に原子濃度が減少する濃度分布を有している。たとえば、これを概念的に説明すれば、下部層の厚み方向において基材側から遠ざかる方向へ順にA点、B点、C点を設定する場合、A点のC1の原子濃度 > B点のC1の原子濃度 > C点のC1の原子濃度となる濃度分布を有している。このようなC1の濃度分布の形態により、基材との間で優れた密着力が得られるため、工具の耐欠損性を飛躍的に向上させることができる。

20

【0050】

ここで、塩素の「下部層の厚み方向において、基材側から遠ざかる方向に原子濃度が減少する濃度分布」とは、下部層の厚み方向において、塩素の原子濃度が基材側から遠ざかる方向に減少する部分が含まれていればよいことを意味する。さらに、下部層における基材との界面（下部層の基材側に隣接する層（TiCN層、TiCNO層など）がある場合には、その層との界面）に接する点をX点とし、下部層の基材側とは反対側に隣接する層との界面に接する点をY点としたとき、これらの点のC1の原子濃度を測定すれば、必ずX点のC1の原子濃度 > Y点のC1の原子濃度となる濃度分布を有することを意味する。

【0051】

30

上記塩素の原子濃度が基材側から遠ざかる方向に減少する部分が含まれ、かつX点のC1の原子濃度 > Y点のC1の原子濃度となる限り、基材側から遠ざかる方向においてC1の原子濃度が一定となる部分があってもよい。さらに、基材側から遠ざかる方向に原子濃度が増加する部分があってもよいし、C1が含まれていない部分などがあってもよい。

【0052】

塩素は、下部層における最大原子濃度が、0.3原子%未満であることが好ましい。さらに好ましくは、0.02 ~ 0.2原子%である。下部層における最大原子濃度の下限値は、0.01原子%である。塩素の下部層における最大原子濃度が0.3原子%以上であると、塩素濃度が高過ぎることにより基材との間での密着力が不十分となる恐れがある。

【0053】

40

塩素は、上部層における最大原子濃度が、0.05原子%未満であることが好ましい。さらに好ましくは、0 ~ 0.04原子%である。上部層における最大原子濃度の下限値は、0原子%である。塩素の上部層における最大原子濃度が0.05原子%以上であると、塩素濃度が高過ぎることにより被膜の耐摩耗性が低下する恐れがある。

【0054】

さらに本実施形態において、下部層における塩素の最大原子濃度をC<sub>CIMAX-1</sub>、上部層における塩素の最大原子濃度をC<sub>CIMAX-2</sub>としたとき、C<sub>CIMAX-1</sub> > C<sub>CIMAX-2</sub>の関係を満たすことが好ましい。これにより、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防ぐ効果をよりよく得ることができる。C<sub>CIMAX-1</sub>とC<sub>CIMAX-2</sub>との関係は、C<sub>CIMAX-1</sub> > 3 C<sub>CIMAX-2</sub>を満たすことがより好ましい。C<sub>CIMAX-1</sub>とC<sub>CIMAX-2</sub>との関係

50

の限界値は、 $C_{CIMAX-1} = 10 C_{CIMAX-2}$ であり、 $C_{CIMAX-1} < 2 C_{CIMAX-2}$ である。 $C_{CIMAX-1} < 2 C_{CIMAX-2}$ の関係となれば、塩素の濃度が下部層と上部層とにおいて等価となることに近づくため、優れた耐摩耗性と耐欠損性とを両立させる効果が不十分となる傾向がある。 $C_{CIMAX-1} > 10 C_{CIMAX-2}$ の関係となれば塩素の濃度の差が下部層と上部層との間で大きくなり過ぎ、耐欠損性が不十分となる傾向がある。

#### 【0055】

上記 $C_{CIMAX-1}$ は、下部層の厚み方向において、下部層と基材との界面または下部層と下部層の基材側に隣接する層( $TiCN$ 層、 $TiCNO$ 層など)との界面から $0.5 \mu m$ までの領域に現れることが好ましい。下部層における塩素の最小原子濃度を $C_{CIMIN-1}$ としたとき、この $C_{CIMIN-1}$ はその厚み方向において、下部層と基材側とは反対側に隣接する層との界面から $0.5 \mu m$ までの領域に現れることが好ましい。 $C_{CIMAX-1}$ は $0.1 \sim 0.3$ 原子%であることが好ましく、 $C_{CIMIN-1}$ は $0.01 \sim 0.05$ 原子%であることが好ましい。

#### 【0056】

このほか、 $C_{CIMAX-1}$ と $C_{CIMIN-1}$ との差は $0.5$ 原子%以上であることがさらに好ましい。この差は、 $2$ 原子%以内とすればよい。 $C_{CIMAX-1}$ と $C_{CIMIN-1}$ との差が $2$ 原子%を超えて大きくなると、耐欠損性が不十分となる恐れがある。以上のような $C_1$ の濃度分布の形態により、被膜と基材との間で優れた密着力が得られるため、工具の耐欠損性を飛躍的に向上させることができる。

#### 【0057】

ここで $-Al_2O_3$ 層の下部層および上部層に含まれる $C_1$ の原子濃度は原子%で表される。具体的には、 $C_1$ の原子濃度は $-Al_2O_3$ 層に含まれる全元素種の原子数の合計を分母とし、 $C_1$ の原子数を分子とする原子組成百分率 $[C_1 / (\text{全元素種}) \times 100]$ で表すことができる。たとえば、 $-Al_2O_3$ 層に含まれる元素種が、 $Al$ 、 $O$ 、 $C$ 、 $C_1$ 、 $Ti$ 、 $S$ である場合、 $C_1$ の原子濃度は $Al$ の原子数、 $O$ の原子数、 $C$ の原子数、 $C_1$ の原子数、 $Ti$ の原子数および $S$ の原子数の合計を分母とし、 $C_1$ の原子数を分子とする原子組成百分率 $[C_1 / (Al + O + C + C_1 + Ti + S) \times 100]$ で表すことができる。

#### 【0058】

$C_1$ の原子濃度は、上述の $-Al_2O_3$ 層の平均厚みなどを測定するのに用いた観察用研磨面に対し、FE-SEMを付帯したエネルギー分散型X線分析装置(EDS: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)を用いて分析することによって測定可能である。

#### 【0059】

たとえば、FE-SEMを付帯したEDS(商品名(型番):「S U 6 6 0 0」、株式会社日立ハイテクノロジーズ社製)により $C_1$ の原子濃度を測定することができる。測定時には、FE-SEMの加速電圧を $15 kV$ に設定する。さらにEDSの条件として、フレーム数: 150、選択原子:  $C$ 、 $O$ 、 $Al$ 、 $S$ 、 $C_1$ 、 $Ti$ にそれぞれ設定する。図1に示すように、 $-Al_2O_3$ 層1の基材側の層( $TiCN$ 層2)との界面部( $TiCNO$ 層3)から被膜の表面側へ向け、厚み方向に所定の間隔で測定点4を複数設定し、これらの測定点において $-Al_2O_3$ 層1に含まれる $C$ 、 $O$ 、 $Al$ 、 $S$ 、 $C_1$ 、 $Ti$ の原子濃度をそれぞれ測定することにより、上述した原子組成百分率に基づいて $C_1$ の原子濃度を特定することができる。

#### 【0060】

図1には、EDSを用いて $C_1$ の原子濃度および後述する $S$ の原子濃度を測定するためには設定される $-Al_2O_3$ 層1内の測定点4が、顕微鏡写真に重ねられて示されている。図1において、基材(図示せず)上に $TiCN$ 層2が形成され、この $TiCN$ 層2上に $TiCNO$ 層3が積層され、 $TiCNO$ 層3上に $-Al_2O_3$ 層1がそれぞれ被膜として積層されている。分析では、 $-Al_2O_3$ 層1の $TiCN$ 層2との界面部である $TiCNO$ 層3と接する点から、被膜の表面側へ厚み方向に所定の間隔(たとえば、 $0.2 \mu m$ 毎)

10

20

30

40

50

で、測定点4（第1測定点41、第2測定点42、第3測定点43、第4測定点44、第5測定点45）を設定した。これにより、第1測定点41から第5測定点45の各測定点において、それぞれC1の原子濃度および後述するSの原子濃度を算出した。ただし図1には、下部層において設定した測定点4のみが表されている。上述の測定点は、下層部の厚み方向における基材側の界面から被膜表面側の界面までのC1の原子濃度および後述するSの原子濃度を測定できるように、等間隔に複数（少なくとも5点）設定することが好みしい。

#### 【0061】

下部層におけるC1の最大原子濃度は、上述した測定点でそれぞれ算出したC1の原子濃度の最大値を求ることにより算出することができる。上部層におけるC1の最大原子濃度は、下部層と同様にして算出することができる。 10

#### 【0062】

＜下部層に含まれる塩素と硫黄との関係＞

本実施形態において下部層は、硫黄（以下、元素記号である「S」で記す場合がある）を含むことが好みしい。下部層は、所定の測定点における塩素の原子濃度と該測定点の硫黄の原子濃度とを合わせた加算値をC<sub>C1/S</sub>としたとき、その厚み方向において、基材側から遠ざかる方向にC<sub>C1/S</sub>が減少する分布を有することが好みしい。

#### 【0063】

さらに下部層は、所定の測定点における塩素の原子濃度を該測定点の硫黄の原子濃度で除した数値をC<sub>C1/S</sub>としたとき、その厚み方向において、基材側から遠ざかる方向にC<sub>C1/S</sub>が減少する分布を有することが好みしい。ここで、所定の測定点における硫黄の原子濃度が0at%であった場合、C<sub>C1/S</sub>の値は50とするものとする。C<sub>C1/S</sub>の分布は、基材側から遠ざかる方向に一貫して増加する事なく、単調に減少する事さらに好みしい。本実施形態に係る表面被覆切削工具は、下部層において上述のような塩素と硫黄との関係を有することにより、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防ぐ効果を飛躍的に向上させることができる。 20

#### 【0064】

たとえば、これらを概念的に説明すれば、以下のとおりとなる。すなわち、所定の測定点における塩素の原子濃度と該測定点の硫黄の原子濃度とを合わせた加算値C<sub>C1/S</sub>については、下部層の厚み方向において基材側から遠ざかる方向へ順にD点、E点、F点を設定する場合、D点のC<sub>C1/S</sub>の値>E点のC<sub>C1/S</sub>の値>F点のC<sub>C1/S</sub>の値となる分布を有している。 30

#### 【0065】

さらに「下部層の厚み方向において、基材側から遠ざかる方向にC<sub>C1/S</sub>が減少する分布」とは、下部層の厚み方向において、C<sub>C1/S</sub>の値が基材側から遠ざかる方向に減少する部分が含まれていればよいことを意味する。下部層における基材との界面（下部層の基材側に隣接する層（TiCN層、TiCNO層など）がある場合には、その層との界面）に接する点をT点とし、下部層における下部層の基材側とは反対側に隣接する層との界面に接する点をU点としたとき、これらの点のC<sub>C1/S</sub>の値は、必ずT点のC<sub>C1/S</sub>の値>U点のC<sub>C1/S</sub>の値となる分布を有する。 40

#### 【0066】

C<sub>C1/S</sub>の値が基材側から遠ざかる方向に減少する部分が含まれ、かつT点のC<sub>C1/S</sub>の値>U点のC<sub>C1/S</sub>の値となる限り、基材側から遠ざかる方向においてC<sub>C1/S</sub>の値が一定となる部分があつてもよい。さらに、基材側から遠ざかる方向にC<sub>C1/S</sub>の値が増加する部分があつてもよい。

#### 【0067】

さらに所定の測定点における塩素の原子濃度を該測定点の硫黄の原子濃度で除した数値C<sub>C1/S</sub>についても、上記D点、E点およびF点で算出する場合、D点のC<sub>C1/S</sub>の値>E点のC<sub>C1/S</sub>の値>F点のC<sub>C1/S</sub>の値となる分布を有する。上記T点およびU点で算出したとき、必ずT点のC<sub>C1/S</sub>の値>U点のC<sub>C1/S</sub>の値となる。C<sub>C1/S</sub>の値が基材側から遠ざかる

方向に減少する部分が含まれ、かつ T 点の  $C_{Cl/S}$  の値 > U 点の  $C_{Cl/S}$  の値の値となる限り、基材側から遠ざかる方向において  $C_{Cl/S}$  の値が一定となる部分があつてもよく、基材側から遠ざかる方向に  $C_{Cl/S}$  の値が増加する部分があつてもよい。特に、 $C_{Cl/S}$  の分布については、下部層の厚み方向において基材側から遠ざかる方向に必ず減少する分布を有することがより好ましい。その場合、 $C_{Cl/S}$  の分布は、基材側から遠ざかる方向において  $C_{Cl/S}$  の値が一定となる部分および基材側から遠ざかる方向に  $C_{Cl/S}$  の値が増加する部分を有していない。

#### 【 0 0 6 8 】

ここで上記の  $C_{ClS}$  および  $C_{Cl/S}$  を、硫黄の濃度分布の観点から説明する。すなわち下部層に含まれる硫黄は、たとえば、その厚み方向において基材側から遠ざかる方向にその原子濃度が一定であつてもよいし、一定でなくてもよい。硫黄の原子濃度は一定でない場合、たとえば基材側から遠ざかる方向に C 1 の原子濃度が減少すれば減少し、C 1 の原子濃度が増加すれば増加するというように、C 1 の原子濃度と連動して増減する分布を有することが好ましい。この場合、硫黄の原子濃度の増減の幅は、C 1 の原子濃度の増減の幅よりも小さいことが好ましい。

#### 【 0 0 6 9 】

下部層に含まれる S の原子濃度は、C 1 の原子濃度と同様に原子%で表される。したがって、S の原子濃度は -  $Al_2O_3$  層に含まれる全元素種の原子数の合計を分母とし、S の原子数を分子とする原子組成百分率 [ S / (全元素種) × 100 ] で表すことができる。たとえば、-  $Al_2O_3$  層に含まれる元素種が、Al、O、C、Cl、Ti、S である場合、S の原子濃度は [ S / (Al + O + C + Cl + Ti + S) × 100 ] で表すことができる。

#### 【 0 0 7 0 】

S の原子濃度も、C 1 の原子濃度の測定方法と同じ方法により測定することができる。したがって、所定の測定点ごと（たとえば図 1 における第 1 測定点 4 1 ~ 第 5 測定点 4 5 ）において S の原子濃度および C 1 の原子濃度が特定されることにより、 $C_{ClS}$  および  $C_{Cl/S}$  の値も定まることとなる。

#### 【 0 0 7 1 】

< -  $Al_2O_3$  層における -  $Al_2O_3$  の結晶粒の粒径 >

本実施形態では、-  $Al_2O_3$  層における -  $Al_2O_3$  の結晶粒の粒径の測定を、上述した観察用研磨面を用いて行うことができる。具体的には、その観察用研磨面に現れた -  $Al_2O_3$  層の表面（ $Al_2O_3$  層の基材側とは反対側に隣接する層がある場合には、その層との界面）から -  $Al_2O_3$  層の基材側へ 0.5  $\mu m$  離れた箇所を F E - S E M で 500 倍の倍率により観察する。-  $Al_2O_3$  の結晶粒の粒径は、その顕微鏡像から切片法を用いて測定することができる。本実施形態で用いる切片法とは、特定の幅を横切る粒子の数を数え、その幅を粒子数で除することで粒径を算出する方法である。

#### 【 0 0 7 2 】

-  $Al_2O_3$  層は、その表面またはその基材側とは反対側に隣接する層との界面に平行であつて、かつ該表面または該界面から 0.5  $\mu m$  の深さに位置する測定面において、粒径が 0.2 ~ 2  $\mu m$  である -  $Al_2O_3$  の結晶粒が 20 ~ 80 面積% を占めることが好ましい。この測定面において、20 ~ 80 面積% を占める -  $Al_2O_3$  の結晶粒の粒径が 0.2  $\mu m$  未満であれば、耐欠損性が低下する恐れがある。この粒径が 2  $\mu m$  を超えると、耐摩耗性が低下する恐れがある。

#### 【 0 0 7 3 】

-  $Al_2O_3$  の結晶粒の粒径の上限値は、好ましくは 1.85  $\mu m$  以下である。一方、この粒径の下限値は 0.2  $\mu m$  であり、0.2  $\mu m$  未満とならない限り、好ましい値である。このような粒径の範囲であれば、耐摩耗性と同時に耐欠損性を向上させることができる。上記測定面において粒径が 0.2 ~ 2  $\mu m$  である -  $Al_2O_3$  の結晶粒の占める割合が、20 面積% 未満であつたり、80 面積% 以上であつたりすると、耐欠損性および耐摩耗性の両立が困難となる。粒径が 0.2 ~ 2  $\mu m$  である -  $Al_2O_3$  の結晶粒が占める

10

20

30

40

50

さらに好ましい割合は、50～70面積%である。

【0074】

<他の層>

被膜は上述のとおり、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層以外に他の層を含むことができる。そのような他の層として、たとえばTiCN層を挙げることができる。このTiCN層は耐摩耗性に優れるため、被膜により好適な耐摩耗性を付与することができる。TiCN層は、とりわけMT-CVD (medium temperature CVD) 法により形成することができる。MT-CVD法は約800～1000というCVD法の中でも比較的低温で成膜することができ、成膜時の加熱による基材のダメージを低減することができる。TiCN層は、たとえば、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層と基材との間(後述する中間層)に配置することができる。被膜は、後述する最表面層、中間層なども他の層として含むことができる。 10

【0075】

(最表面層)

被膜は、その表面にTiの炭化物、窒化物または硼化物のいずれかを主成分とする最表面層が配置されてもよい。最表面層は、被膜において最も表面側に配置される層である。ただし、刃先稜線部を含む領域においては形成されない場合もある。最表面層は、たとえば、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層上に他の層が形成されていない場合、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の直上に配置される。

【0076】

「Tiの炭化物、窒化物または硼化物のいずれかを主成分とする」とは、Tiの炭化物、窒化物および硼化物のいずれかを90質量%以上含むことを意味する。さらに、好ましくは不可避不純物を除きTiの炭化物、窒化物および硼化物のいずれかからなることを意味する。 20

【0077】

最表面層を構成した場合、明瞭な色彩色を呈するなどの効果によって、切削使用後の切削チップのコーナー識別(使用済み部位の識別)が容易となる。

【0078】

最表面層は、平均厚みが0.05～1μmであることが好ましい。最表面層の平均厚みの上限は好ましくは0.8μmであり、さらに好ましくは0.6μmである。この平均厚みの下限は好ましくは0.1μmであり、さらに好ましくは0.2μmである。この平均厚みを0.05μm未満とすれば、耐欠損性が十分に得られない恐れがある。この平均厚みが1μmを超えると、最表面層に隣接する層との密着性が低下する恐れがある。 30

【0079】

(中間層)

被膜は、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層と基材との間に中間層を有することが好ましい。中間層の例として、TiN層、TiCN層、TiCNO層、TiBN層などが例示される。たとえば中間層は-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層と、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層および基材の間に配置されることにより、被膜中における-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の密着性を高めることができる。中間層は、公知の方法により形成可能である。 40

【0080】

TiCN層およびTiBN層は、平均厚みが2～20μmであることが望ましい。この平均厚みを2μm未満とすれば摩耗が進みやすくなる恐れがある。この平均厚みが20μmを超えると耐欠損性が低下する恐れがある。

【0081】

またTiN層は、平均厚みが0.3～1μmであることが好ましい。この範囲の厚みにより、被膜中の-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の密着性をさらに高めることができる。TiN層は、より好ましくは、0.4～0.8μmである。TiN層、TiCN層、TiCNO層、TiBN層などの中間層の厚みは、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の厚みの測定に用いた方法と同じ方法により測定することができる。

【0082】

以上より、本実施形態に係る表面被覆切削工具は、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防いで、長寿命化を達成することができる。

【0083】

表面被覆切削工具の製造方法

本実施形態に係る表面被覆切削工具の製造方法は、基材上にCVD法で $-Al_2O_3$ 層を含む被膜を形成する工程を含む。該工程においては、原料ガスに含まれるHC1ガスの配合量を6~10体積%として $-Al_2O_3$ 層の形成を開始し、その後上記配合量を0.5~6体積%まで下げる。

【0084】

<被膜を形成する工程>

10

表面被覆切削工具は、基材上に被膜を、化学気相蒸着(CVD)法により形成することによって好適に製造することができる。CVD法を用いると、成膜温度が800~1200であるので物理蒸着法と比較して高く、基材との密着性が向上する。被膜のうち、 $-Al_2O_3$ 層以外の他の層を形成する場合、それらの層は従来公知の方法で形成することができる。 $-Al_2O_3$ 層およびその他の層の厚みは、成膜時間を適宜調節することにより調整することができる(各層の成膜速度は、約0.5~2.0μm/時間である)。

【0085】

( $-Al_2O_3$ 層の形成)

$-Al_2O_3$ 層は、CVD法を用い、以下の方法によって形成することができる。

【0086】

20

まず、基材上に他の層を介して、または介さずに公知の方法でTiCN層を形成し、このTiCN層の表面にTiCNO層を形成する。さらに、TiCNO層の表面を酸化し、 $-Al_2O_3$ の結晶粒の核生成を行なう。引き続き、 $-Al_2O_3$ の結晶を成長させて $-Al_2O_3$ 層を形成し、 $-Al_2O_3$ 層の下部層および上部層を形成する。このうち $-Al_2O_3$ 層の下部層を形成する際には、原料ガスに配合されるHC1ガスの配合量を6~10体積%で開始し、その後上記配合量を0.5~6体積%まで下げる。 $-Al_2O_3$ 層の上部層を形成する際は、原料ガスに配合されるHC1ガスの配合量を0.5~6体積%で一定とすればよい。

【0087】

原料ガスのHC1ガス以外の各組成ガスの配合量は、AlCl<sub>3</sub>が1.3~2.5体積%、COが1~5体積%、CO<sub>2</sub>が0.4~3体積%、H<sub>2</sub>Sが0.4~3体積%であり、残部がH<sub>2</sub>である。HC1ガスの配合量の変動分については、原料ガスの残部を占めるH<sub>2</sub>ガスの配合量を調節することにより調整すればよい。これにより、その他のガスの配合量およびCVD装置の炉内温度、炉内圧力を不变とすることができます。さらに、CVD装置の炉内温度は、970~1020、炉内圧力は、70~110hPaである。TiCNO層の表面は、原料ガスの組成のうちのCOおよびCO<sub>2</sub>によって酸化される。

30

【0088】

ここで $-Al_2O_3$ 層の下部層を形成する際のHC1ガスの配合量の変動について説明する。上述のとおり、下部層を形成する際、その開始時の原料ガスにおけるHC1ガスの配合量は6~10体積%である。好ましくは8~10体積%である。その後上記配合量を0.5~6体積%まで下げた後、下部層の形成を完了させる。上記配合量は0.5~4体積%まで下げることが好ましい。HC1ガスの配合量の変動形態は、時間の経過とともに連続的に配合量を下げる形態をとってもよく、一定時間ごとに階段状(多段的)に配合量を下げる形態をとってもよく、6~10体積%から0.5~6体積%まで瞬間的(急降下)に配合量を下げる形態をとってもよい。いずれの形態であっても、その厚み方向において基材側から遠ざかる方向にC1の原子濃度が減少する濃度分布を有する $-Al_2O_3$ 層を形成することができる。HC1ガスの配合量を6~10体積%から0.5~6体積%まで下げるのに必要な時間については、形成しようとする $-Al_2O_3$ 層およびこの下部層の厚みに応じて適宜調整すればよい。

40

【0089】

50

従来、 $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 層を形成する原料ガスに含まれるH C 1ガスの配合量は、 $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 層を形成開始時において0.5~2体積%程度であった。この理由は、 $\text{-Al}_2\text{O}_3$ の結晶粒の核生成を行なうのに、C 1成分が少ないことが好ましいと考えられていたからである。しかしながら、この条件で形成された $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 層は、密着力が不十分であつて耐チッピング性、耐欠損性に改善の余地があった。さらに従来の $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 層において本実施形態における上部層に相当する箇所を形成する際には、H C 1ガスの配合量は5~8体積%程度であり、本実施形態よりも配合量が多い傾向にあった。しかし、H C 1ガスの配合量が多いと、 $\text{-Al}_2\text{O}_3$ の結晶粒中または結晶粒界にC 1の不純物が数多く含まれることとなり、耐摩耗性の低下につながっていた。

## 【0090】

10

本実施形態では、これらの課題を上述した条件で $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 層を形成し、厚み方向において基材側から遠ざかる方向にC 1の原子濃度が減少する濃度分布を有する下部層を含むことにより解決し、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防いで、長寿命化を達成することが可能となった。

## 【0091】

ここで、本実施形態では、上述したH C 1ガスの変動に加え、原料ガスに含まれるH<sub>2</sub>Sガスの配合量も変動させて $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 層を形成することも好ましい。H<sub>2</sub>Sガスの配合量の変動形態は、たとえばH C 1ガスの変動と同じとする。具体的には、H C 1ガスの配合量が連続的に減少する場合、H<sub>2</sub>Sガスの配合量も連続的に減少させる。H C 1ガスの配合量が階段状で減少する場合には、H<sub>2</sub>Sガスの配合量も階段状で減少させる。あるいはH C 1ガスの配合量が瞬間的(急降下)に減少する場合、H<sub>2</sub>Sガスの配合量も瞬間的に減少させる。ただし、H<sub>2</sub>Sガスの配合量の減少率は、H C 1ガスの配合量の減少率よりも小さくする。本実施形態では原料ガスに含まれるH<sub>2</sub>Sガスの配合量を一定として

20

$\text{-Al}_2\text{O}_3$ 層を形成することも好ましい。これにより $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 層を形成すれば、上記C<sub>Cl/S</sub>およびC<sub>Cl/S</sub>が共に、下部層の厚み方向において基材側から遠ざかる方向に減少する分布を有することになる。したがって、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損をより防ぐことができる表面被覆切削工具を製造することができる。

## 【実施例】

## 【0092】

30

以下、実施例を挙げて本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

## 【0093】

## 実施例1

## &lt;基材の調製&gt;

J I S (Japanese Industrial Standard) B 4120 (2013)に規定されるCNMG120408の形状を有する超硬合金母材(住友電気工業製)からなる基材を準備した。準備した基材を、試料A 1~A 8と名付けた8グループに分類した。基材は一つのグループに4個ずつ存在する。これらの基材は、90.0wt%のWCと、5.0wt%のCoと、1.0%のTaCと、2.0wt%のNbCと、2.0wt%のTiCとからなる組成を有する。後述するように、試料A 1~A 6が実施例であり、試料A 7~A 8が比較例である。

40

## 【0094】

## &lt;被膜の形成&gt;

試料A 1~A 8の基材をCVD装置内にセットし、その表面にそれぞれCVD法で被膜を形成した。被膜の形成条件に関し、 $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 層を除く各層の形成条件を表1に記載した。

## 【0095】

【表1】

	原料ガス組成(体積%)	成膜条件		
		温度 (°C)	圧力 (hPa)	全ガス量 (L/min)
TiN	TiCl <sub>4</sub> =2%、N <sub>2</sub> =25%、H <sub>2</sub> =残り	900	200	60
TiCN	TiCl <sub>4</sub> =2%、CH <sub>3</sub> CN=0.5%、N <sub>2</sub> =20%、H <sub>2</sub> =残り	850	80	95
TiCNO	TiCl <sub>4</sub> =1%、CO=1%、CH <sub>4</sub> =5%、N <sub>2</sub> =10%、H <sub>2</sub> =残り	1000	250	60

## 【0096】

10

被膜は、基材側から順に0.3μmのTiN層、8μmTiCN層、0.3μmのTiCNO層、6μmの-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層となるように形成した。表2において試料A1～A8の層構造およびその厚み(μm)を示した。表2には-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の上部層の厚み(μm)も示した。

## 【0097】

【表2】

試料No.	層構造および厚み (μm)	上部層厚み (μm)
A1	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6.0)	5.0
A2	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6.0)	5.0
A3	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6.0)	5.0
A4	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6.0)	5.0
A5	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6.0)	5.0
A6	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6.0)	5.0
A7	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6.0)	5.0
A8	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6.0)	5.0

20

## 【0098】

30

-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、CVD法でTiCN層の表面に形成したTiCNO層の表面を酸化することで-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の結晶粒の核生成を行ない、引き続き-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の結晶粒を成長させて形成した。-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を形成するための原料ガスの各成分の配合量、HC1ガスの配合量の変動およびその変動形態を表3に記載した。

## 【0099】

40

-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の下層部は、たとえば試料A1では、原料ガスに含まれるHC1ガスの配合量を10体積%として下部層の形成を開始し、3段階(階段状)でHC1ガスの配合量を下げ、具体的には8体積%、6体積%、4体積%の順にHC1ガスの配合量を下げた後、下部層の形成を完了した。引き続きHC1ガスの配合量を4体積%で一定とし、上部層を形成した。表3に示すとおり試料A1～A8においては、H<sub>2</sub>Sガスの配合量は-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を形成する全過程において一定とした。

## 【0100】

【表3】

試料 No.	炉内 温度 (°C)	炉内 圧力 (hPa)	H <sub>2</sub> (体積%)	CO (体積%)	CO <sub>2</sub> (体積%)	AlCl <sub>3</sub> (体積%)	H <sub>2</sub> S (体積%)	下部層形成 開始時 HCl (体積%)	下部層形成 終了時 HCl (体積%)	下部層形成時 HCl ガス 変動形態	上部層形成時 HCl (体積%)
A1	1000	75	殘部	2	0.5	2	0.6	10	4	階段状	4
A2	1000	75	殘部	2	0.5	2	0.6	10	4	連続的	4
A3	1000	75	殘部	2	0.5	2	0.6	10	4	急降下	4
A4	1000	75	殘部	2	0.5	2	0.6	10	6	階段状	6
A5	1000	75	殘部	2	0.5	2	0.6	10	6	連続的	6
A6	1000	75	殘部	2	0.5	2	0.6	10	6	急降下	6
A7	1000	75	殘部	2	0.5	2	0.6	10	10	フラット	10
A8	1000	75	殘部	1	1	2	0.3	10	4	階段状	4

## 【0101】

ここで、表3のHClガスの変動形態の欄において、「階段状」とは、一定時間ごとに階段状にHClガスの配合量を下げる形態をいい、「連続的」とは、時間の経過とともに連続的にHClガスの配合量を下げる形態をいい、「急降下」とは、10体積%から4または6体積%まで瞬間にHClガスの配合量を下げる形態をいい、「フラット」とは、HClガスの配合量が一定である形態をいう。以上により、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の形成方法(40)20)30)10)は、

H C 1 ガスの配合量の変動量および変動形態)が異なる試料 A 1 ~ A 8 の表面被覆切削工具を製造した。

【 0 1 0 2 】

< 試験の内容 >

実施例 1 では上述のとおり、試料 A 1 ~ A 8 につき各 4 個の表面被覆切削工具が製造されている。その 4 個の工具のうち 1 個目に対し、逃げ面に X 線を照射し、上述した条件の下で X 線回折法を用いて - A <sub>1</sub><sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の T C ( 0 0 6 ) を測定した。2 個目に対し、上述の測定方法により E D S を用いて - A <sub>1</sub><sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の C 1 の原子濃度および S の原子濃度を測定した。3 個目に対して耐摩耗性を評価し、4 個目に対して耐欠損性を評価した。

【 0 1 0 3 】

特に、- A <sub>1</sub><sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の下部層における C 1 の原子濃度および S の原子濃度のは、その厚み方向に等間隔に測定した。具体的には、下層部が - A <sub>1</sub><sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の基材側に隣接する T i C N O 層との界面から 1 . 0  $\mu\text{m}$  の厚みを有するため、被膜断面における - A <sub>1</sub><sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の基材側に隣接する T i C N O 層との界面と接する点から被膜表面側へ 0 . 2  $\mu\text{m}$  毎に測定点 ( 第 1 測定点 ~ 第 5 測定点 ) を設定した。これにより下部層の C 1 の原子濃度および S の原子濃度を算出した ( 図 1 参照 )。さらに、C 1 の原子濃度および S の原子濃度の算出に基づき、これらの測定点における塩素の原子濃度と該測定点の硫黄の原子濃度とを合わせた加算値 C<sub>C1/S</sub>、および上記測定点における塩素の原子濃度を該測定点の硫黄の原子濃度で除した数値 C<sub>C1/S</sub> 也算出した。

【 0 1 0 4 】

耐摩耗性および耐欠損性の評価方法は、それぞれ以下に示すとおりである。表 4 において、試料 A 1 ~ A 8 に関する - A <sub>1</sub><sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の T C ( 0 0 6 ) 、各測定点での C 1 の原子濃度、下部層および上部層における C 1 の最大原子濃度、ならびに各測定点での S の原子濃度を示した。さらに表 5 において、試料 A 1 ~ A 8 に関する各測定点での加算値 C<sub>C1/S</sub> および数値 C<sub>C1/S</sub> 、ならびに耐摩耗性および耐欠損性の評価を性能ランクとともに示した。

【 0 1 0 5 】

< 耐摩耗性評価 >

被削材 : S U J 2

切削速度 : 3 0 0 m / m i n

送り : 0 . 3 m m / r e v

切込み : 1 . 5 m m

切削油 : 湿式

評価 : 基材が露出した部分の最大幅が 0 . 1 m m を超えるまでの時間を評価。

【 0 1 0 6 】

具体的には、耐摩耗性の評価においては、上述の表面被覆切削工具をそれぞれ N C 旋盤にセットし、上記の被削材の切削を開始したときから、切削により工具表面が摩耗などして基材が露出した部分の最大幅が 0 . 1 m m を超えるまでの時間を評価した。この時間が長いほど耐摩耗性に優れていると評価することができる。

【 0 1 0 7 】

< 耐欠損性評価 >

被削材 : S C M 4 3 5 溝材

切削速度 : 1 5 0 m / m i n

送り : 0 . 2 m m / r e v

切込み : 1 . 5 m m

切削油 : 湿式

評価 : 5 分切削後のチッピング状態を目視で比較。5 分経過までにチッピングまたは欠損などにより切削が継続不可能となった場合、その時間を評価。

【 0 1 0 8 】

具体的には、耐欠損性の評価においては、上述の表面被覆切削工具をそれぞれ N C 旋盤

10

20

30

40

50

にセットし、被削材を上記の条件で5分切削し、その時点でのチッピング状態を目視で比較した。5分経過までにチッピングまたは欠損などにより切削が継続不可能となった場合には、その時点に至る時間を評価した。5分切削後のチッピング状態が摩耗（正常摩耗）に留まり、チッピングまたは欠損が認められないほど、耐欠損性に優れていると評価することができる。さらに、チッピングまたは欠損に至るまでの時間が長いほど耐欠損性に優れていると評価することができる。

【0109】

【表4】

試料 No.	XRD 結果 TC(006)	C1 の濃度(原子%)					S の濃度(原子%)							
		測定点 第 1	第 2	第 3	第 4	測定点 第 5	下部層最大 (C <sub>CIMAX-1</sub> )	上部層最大 (C <sub>CIMAX-2</sub> )	C <sub>CIMAX-1</sub> ≥ 2C <sub>CIMAX-2</sub>	測定点 第 1	第 2	第 3	第 4	測定点 第 5
A1	5.56	0.161	0.151	0.113	0.08	0.022	0.161	0.024	YES	0.006	0.006	0.005	0.006	0.005
A2	6.11	0.181	0.144	0.107	0.066	0.031	0.181	0.035	YES	0.006	0.005	0.006	0.006	0.005
A3	5.88	0.175	0.17	0.168	0.112	0.043	0.175	0.043	YES	0.005	0.006	0.006	0.005	0.004
A4	5.42	0.163	0.148	0.131	0.108	0.091	0.163	0.095	NO	0.005	0.005	0.005	0.006	0.006
A5	5.73	0.157	0.151	0.125	0.113	0.101	0.157	0.111	NO	0.005	0.006	0.006	0.006	0.006
A6	6.01	0.161	0.158	0.152	0.111	0.099	0.161	0.107	NO	0.006	0.006	0.005	0.005	0.006
A7	5.83	0.169	0.172	0.171	0.162	0.169	0.172	0.177	NO	0.005	0.005	0.006	0.005	0.006
A8	3.88	0.172	0.151	0.101	0.081	0.049	0.172	0.049	YES	0.006	0.006	0.005	0.005	0.006

【 0 1 1 0 】

10

20

30

40

【表5】

試料 No.	測定点	C <sub>ClS</sub>					C <sub>Cl/s</sub>					切削性能		
		第1 測定点	第2 測定点	第3 測定点	第4 測定点	第5 測定点	第1 測定点	第2 測定点	第3 測定点	第4 測定点	第5 測定点	耐摩耗性 時間(分)	耐欠損性 状態/ 時間(分)	性能ランク
A1	0.167	0.157	0.118	0.086	0.027	26.83	25.17	22.6	13.33	4.4	17.1	正常摩耗	A	
A2	0.187	0.149	0.113	0.072	0.036	30.17	28.8	17.83	11	6.2	17.9	正常摩耗	A	
A3	0.18	0.176	0.174	0.117	0.047	35	28.33	28	22.4	10.75	16.8	正常摩耗	A	
A4	0.168	0.153	0.136	0.114	0.097	32.6	29.6	26.2	18	15.17	13.0	摩耗乱れ	B	
A5	0.162	0.157	0.131	0.119	0.107	31.4	25.17	20.83	18.83	16.83	13.5	摩耗乱れ	B	
A6	0.167	0.164	0.157	0.116	0.105	26.83	26.33	30.4	22.2	16.5	13.9	摩耗乱れ	B	
A7	0.174	0.177	0.177	0.167	0.175	33.8	34.4	28.5	32.4	28.17	12.3	チッピング	C	
A8	0.178	0.157	0.106	0.086	0.055	28.67	25.17	20.2	16.2	8.17	7.1	チッピング	C	

## 【0 1 1 1】

表5中、記号Aなどで示した性能ランクは、以下のように定義される。

A：耐摩耗性および耐欠損性が非常に優れている（基材が露出した部分の最大幅が0.1mmを超えるまでの時間（分）が15分超であり、かつ耐欠損性の状態が正常摩耗である

)

B : 耐摩耗性および耐欠損性が優れている（基材が露出した部分の最大幅が0.1mmを超えるまでの時間（分）が10分超15分以下であり、かつ耐欠損性の状態が正常摩耗または微小なチッピングによる摩耗乱れがある状態である）

C : 耐摩耗性または耐欠損性が不十分である（少なくとも基材が露出した部分の最大幅が0.1mmを超えるまでの時間（分）が10分以下であるか、または耐欠損性の状態がチッピングもしくは欠損（切削が継続不可能となり、その時間を表記した場合を含む）である）。

#### 【0112】

<評価結果>

10

表4、5から理解されるように、試料A1～A6である実施例において、試料A7～A8である比較例より、優れた耐摩耗性および耐欠損性を備えると評価することができた。すなわち、塩素が $-Al_2O_3$ 層における下部層の厚み方向において、基材側から遠ざかる方向に原子濃度が減少する濃度分布を有する試料A1～A6の表面被覆切削工具は、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防いで、長寿命化を達成することができると理解される。

#### 【0113】

特に、塩素の下部層における最大原子濃度が0.3原子%未満であること、上部層における最大原子濃度が0.05原子%未満であること、下部層における塩素の最大原子濃度を $C_{CIMAX-1}$ 、上部層における塩素の最大原子濃度を $C_{CIMAX-2}$ としたとき、 $C_{CIMAX-1} \geq C_{CIMAX-2}$ の関係を満たすことのいずれかの要件を少なくとも満たす試料A1～A3の耐摩耗性、耐欠損性評価はさらに優れていた。試料A1～A6において、 $C_{CIS}$ はいずれも、下部層の厚み方向において基材側から遠ざかる方向に減少する分布を有していた。

20

#### 【0114】

実施例2

<基材の調製>

実施例1と同じ組成および同じ形状(CNMG120408)を有する超硬合金母材(住友電気工業製)からなる基材を準備した。準備した基材を、試料B1～B8と名付けた8グループに分類した。基材は一つのグループに4個ずつ存在する。後述するように、試料B1～B6が実施例であり、試料B7～B8が比較例である。

30

#### 【0115】

<被膜の形成>

$-Al_2O_3$ 層を除き、実施例1と同じ条件で、試料B1～B8の基材を化学気相蒸着装置内にセットし、その表面にそれぞれCVD法で被膜を形成した(表1参照)。

#### 【0116】

被膜は、基材側から順に0.3μmのTiN層、8μmTiCN層、0.3μmのTiCN層、10μmの $-Al_2O_3$ 層となるように形成した。表6において試料B1～B8の層構造およびその厚み(μm)を示した。表6には $-Al_2O_3$ 層の上部層の厚み(μm)も示した。

40

#### 【0117】

【表6】

試料No.	層構造および層厚 (μm)	上部層厚み (μm)
B1	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10)	9.0
B2	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10)	9.0
B3	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10)	9.0
B4	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10)	9.0
B5	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10)	9.0
B6	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10)	9.0
B7	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10)	9.0
B8	基材/TiN(0.3)/TiCN(8.0)/TiCNO(0.3)/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10)	9.0

## 【0118】

- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、CVD法でTiCN層の表面に形成したTiCNO層の表面を酸化することで - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の結晶粒の核生成を行ない、引き続き - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の結晶粒を成長させて形成した。 - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を形成するための原料ガスの各成分の配合量、HC1ガスの配合量の変動量およびその変動形態を表7に記載した。

## 【0119】

特に実施例2では、上述したHC1ガスの変動とともに、原料ガスに含まれるH<sub>2</sub>Sガスの配合量も変動させる例を含ませた。H<sub>2</sub>Sガスの配合量の変動量については表7に記載した。

## 【0120】

- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の下層部は、たとえば試料B1では、原料ガスに含まれるHC1ガスの配合量を10体積%として下部層の形成を開始し、3段階(階段状)でHC1ガスの配合量を下げ、具体的には8体積%、6体積%、4体積%の順にHC1ガスの配合量を下げた後、下部層の形成を完了した。原料ガスに含まれるH<sub>2</sub>Sガスの配合量を1体積%として下部層の形成を開始し、3段階(階段状)でその配合量を下げ、具体的には0.8体積%、0.7体積%、0.5体積%の順にHC1ガスの配合量を下げた後、下部層の形成を完了した。引き続きHC1ガスの配合量を4体積%、H<sub>2</sub>Sガスの配合量を0.5体積%でそれぞれ一定とし、上部層を形成した。

## 【0121】

試料B2では、下部層を形成するに際し、原料ガスに含まれるHC1ガスの配合量を試料B1と同じ様に3段階(階段状)で下げる一方、原料ガスに含まれるH<sub>2</sub>Sガスの配合量を0.6体積%として一定とした。さらに、たとえば試料B3では、下部層を形成するに際し、原料ガスに含まれるHC1ガスの配合量を試料B1と同じ様に3段階(階段状)で下げる一方、原料ガスに含まれるH<sub>2</sub>Sガスの配合量を0.5体積%として開始し、3段階(階段状)でその配合量を上げ、具体的には0.7体積%、0.8体積%、1体積%の順にH<sub>2</sub>Sガスの配合量を上げた後、下部層の形成を完了した。

## 【0122】

10

20

30

40

【表7】

試料 No.	炉内 温度 (°C)	炉内 圧力 (hPa)	H <sub>2</sub> (体積%)	CO (体積%)	CO <sub>2</sub> (体積%)	AlCl <sub>3</sub> (体積%)	下部層形成 開始時 HCl (体積%)	下部層形成 終了時 HCl (体積%)	下部層形成 変動形態	上部層形成 時 HCl ガス (体積%)	下部層形成 開始時 H <sub>2</sub> S (体積%)	下部層形成 終了時 H <sub>2</sub> S (体積%)
B1	1000	75	殘部	2	0.5	2	10	4	階段状	4	1.0	0.5
B2	1000	75	殘部	2	0.5	2	10	4	階段状	4	0.6	0.6
B3	1000	75	殘部	2	0.5	2	10	4	階段状	4	0.5	1.0
B4	1000	75	殘部	2	0.5	2	10	6	階段状	6	1.0	0.5
B5	1000	75	殘部	2	0.5	2	10	6	階段状	6	0.6	0.6
B6	1000	75	殘部	2	0.5	2	10	6	階段状	6	0.5	1.0
B7	1000	75	殘部	2	0.5	2	10	10	フラット	10	0.6	0.6
B8	1000	75	殘部	1	1	2	10	4	階段状	4	0.6	0.6

## 【0123】

ここで、表7のHClガスの変動形態の欄における「階段状」、「連続的」および「急降下」の用語の意味は、表3のそれらと同じである。以上により、-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の形成方法(HClガスの配合量の変動量、変動形態およびH<sub>2</sub>Sガスの配合量の変動量)が異なる試料B1～B8の表面被覆切削工具を製造した。

## 【0124】

10

20

30

40

50

## &lt; 試験の内容 &gt;

実施例2では上述のとおり、試料B1～B8につき各4個の表面被覆切削工具が製造されている。この4個の工具のうち1個目に対し、逃げ面にX線を照射し、上述した条件の下でX線回折法を用いて<sup>10</sup> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層のTC(006)を測定した。2個目に対し、上述の測定方法によりEDSを用いて<sup>10</sup> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層のC1の原子濃度およびSの原子濃度を測定した。3個目に対して耐摩耗性を評価し、4個目に対して耐欠損性を評価した。

## 【0125】

特に、<sup>10</sup> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の下部層におけるC1の原子濃度およびSの原子濃度のは、その厚み方向に等間隔に測定した。具体的には、下層部が<sup>10</sup> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の基材側に隣接するTiCNO層との界面から1.0μmの厚みを有するため、被膜断面における<sup>10</sup> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の基材側に隣接するTiCNO層との界面と接する点から被膜表面側へ0.2μm毎に測定点(第1測定点～第5測定点)を設定した。これにより下部層のC1の原子濃度およびSの原子濃度を算出した(図1参照)。さらに、C1の原子濃度およびSの原子濃度の算出に基づき、これらの測定点における塩素の原子濃度と該測定点の硫黄の原子濃度とを合わせた加算値C<sub>C1/S</sub>、および上記測定点における塩素の原子濃度を該測定点の硫黄の原子濃度で除した数値C<sub>C1/S</sub>も算出した。

## 【0126】

耐摩耗性、耐欠損性および性能ランクの評価方法は、実施例1と同じである。表8において、試料B1～B8に関する<sup>20</sup> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層のTC(006)、各測定点でのC1の原子濃度、下部層および上部層におけるC1の最大原子濃度、ならびに各測定点でのSの原子濃度を示した。さらに表9において、試料B1～B8に関する各測定点での加算値C<sub>C1/S</sub>および数値C<sub>C1/S</sub>、ならびに耐摩耗性および耐欠損性の評価を性能ランクとともに示した。

## 【0127】

【表 8】

試料 No.	TC(006)	Cl の濃度(原子%)					S の濃度(原子%)					
		第 1 測定点	第 2 測定点	第 3 測定点	第 4 測定点	第 5 測定点	上部層最大 ( $C_{ClMAX-1}$ )	$C_{ClMAX-1} \geq$ $2C_{ClMAX-2}$	第 1 測定点	第 2 測定点	第 3 測定点	第 4 測定点
B1	5.77	0.167	0.147	0.129	0.101	0.052	0.167	0.054	YES	0.011	0.009	0.007
B2	6.07	0.178	0.151	0.113	0.092	0.048	0.178	0.05	YES	0.006	0.005	0.006
B3	5.93	0.155	0.129	0.105	0.072	0.038	0.155	0.044	YES	0.003	0.005	0.007
B4	5.66	0.18	0.171	0.152	0.127	0.112	0.18	0.112	NO	0.011	0.01	0.008
B5	5.99	0.177	0.151	0.144	0.125	0.095	0.177	0.101	NO	0.005	0.006	0.006
B6	6.12	0.168	0.147	0.131	0.106	0.089	0.168	0.098	NO	0.004	0.006	0.007
B7	5.72	0.162	0.155	0.159	0.163	0.165	0.170	0.170	NO	0.006	0.006	0.005
B8	4.01	0.166	0.133	0.105	0.084	0.041	0.166	0.044	YES	0.005	0.005	0.006

【 0 1 2 8 】

10

20

30

40

【表9】

試料 No.	C <sub>cls</sub>					C <sub>Cl/S</sub>					切削性能		
	第1 測定点	第2 測定点	第3 測定点	第4 測定点	第5 測定点	第1 測定点	第2 測定点	第3 測定点	第4 測定点	第5 測定点	耐摩耗性 時間(分)	耐欠損性 状態/時間(分)	性能ランク
B1	0.178	0.156	0.136	0.106	0.055	15.18	16.33	18.43	20.2	17.33	17.3	摩耗乱れ	B
B2	0.184	0.156	0.119	0.097	0.054	29.67	30.2	18.83	18.4	8	20.5	正常摩耗	A
B3	0.158	0.134	0.112	0.081	0.048	51.67	25.8	15	8	3.8	21.4	正常摩耗	A
B4	0.191	0.181	0.16	0.133	0.116	16.36	17.1	19	21.17	28	13.9	摩耗乱れ	B
B5	0.182	0.157	0.15	0.131	0.1	35.4	25.17	24	20.83	19	15.2	摩耗乱れ	B
B6	0.172	0.153	0.138	0.115	0.1	42	24.5	18.71	11.78	8.09	14.7	摩耗乱れ	B
B7	0.168	0.161	0.164	0.17	0.169	27	25.83	31.8	33	27.17	14.3	3.3	C
B8	0.171	0.138	0.111	0.089	0.047	33.2	26.6	17.5	16.8	6.83	9.1	3.0	C

【0129】

&lt;評価結果&gt;

表8、9から理解されるように、試料B1～B6である実施例において、試料B7～B8である比較例より、優れた耐摩耗性および耐欠損性を備えると評価することができた。

10

20

30

40

50

すなわち、塩素が -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層における下部層の厚み方向において、基材側から遠ざかる方向に原子濃度が減少する濃度分布を有する試料 B 1 ~ B 6 の表面被覆切削工具は、優れた耐摩耗性を備え、かつ剥離、チッピングなどの被膜の欠損を防いで、長寿命化を達成することができると理解される。

#### 【0130】

特に、塩素の下部層における最大原子濃度が 0.3 原子%未満であること、上部層における最大原子濃度が 0.05 原子%未満であること、下部層における塩素の最大原子濃度を  $C_{\text{CIMAX-1}}$ 、上部層における塩素の最大原子濃度を  $C_{\text{CIMAX-2}}$  としたとき、 $C_{\text{CIMAX-1}} \geq C_{\text{CIMAX-2}}$  の関係を満たすことのいずれかの要件を少なくとも満たす試料 B 1、試料 B 2、試料 B 3 の耐摩耗性、耐欠損性評価はさらに優れていた。 10

#### 【0131】

さらに、-  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層の厚み方向において、基材側から遠ざかる方向に  $C_{\text{ClS}}$  が減少する分布を有し、かつ基材側から遠ざかる方向に  $C_{\text{Cl/S}}$  が減少する分布を有する試料 B 2、B 3 は、試料 B 1 よりも、さらに優れた耐摩耗性、耐欠損性を有することができた。

#### 【0132】

表 4、5、8、9 から明らかなように、実施例の表面被覆切削工具は、耐摩耗性、耐欠損性が優れていた。以上の結果、各実施例は各比較例に比して優れ、長寿命化を果たすことができるといえる。

#### 【0133】

以上のように本発明の実施の形態および実施例について説明を行なったが、上述の各実施の形態および実施例の構成を適宜組み合わせたり、様々に変形したりすることも当初から予定している。 20

#### 【0134】

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって、制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した実施の形態ではなく請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味、および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

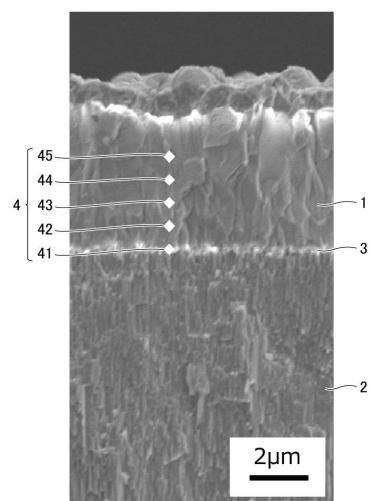
#### 【符号の説明】

#### 【0135】

1 -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層、2  $\text{TiCN}$ 層、3  $\text{TiCNO}$ 層、4 測定点、4 1 第 1 測定点、4 2 第 2 測定点、4 3 第 3 測定点、4 4 第 4 測定点、4 5 第 5 測定点。 30

## 【図1】

図1



---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
B 2 3 D 77/00 (2006.01) B 2 3 D 77/00  
C 2 3 C 16/40 (2006.01) C 2 3 C 16/40

(72)発明者 パサート アノンサック  
北海道空知郡奈井江町字奈井江776番地 住友電工ハードメタル株式会社内  
(72)発明者 小野 聰  
北海道空知郡奈井江町字奈井江776番地 住友電工ハードメタル株式会社内

審査官 小川 真

(56)参考文献 特開2011-93003 (JP, A)  
特開2013-129030 (JP, A)  
特開2014-18886 (JP, A)  
特許第5872746 (JP, B1)  
国際公開第2015/099047 (WO, A1)  
特開2002-263914 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
B 2 3 B 27 / 14  
B 2 3 B 51 / 00  
B 2 3 C 5 / 16  
B 2 3 D 77 / 00  
B 2 3 F 21 / 00  
B 2 3 G 5 / 06  
C 2 3 C 16 / 40  
DWPI (Derwent Innovation)