

(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2007-229821

(P2007-229821A)

(43) 公開日 平成19年9月13日(2007.9.13)

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

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2006-50978 (P2006-50978)
 (22) 出願日 平成18年2月27日 (2006.2.27)

(71) 出願人 000006633
 京セラ株式会社
 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地
 (72) 発明者 谷淵 栄仁
 鹿児島県薩摩川内市高城町1810番地
 京セラ株式会社鹿児島川内工場内
 Fターム(参考) 3C046 FF10 FF11 FF16 FF27

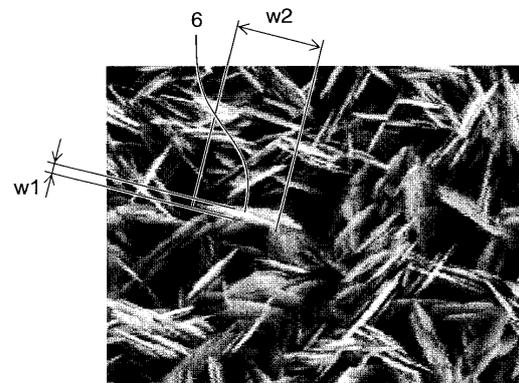
(54) 【発明の名称】 表面被覆切削工具

(57) 【要約】

【課題】 高速断続加工を含む切削加工において、長寿命な表面被覆切削工具を提供する。

【解決手段】 酸素を含むチタン化合物は、前記基体表面に平行な断面視でのアスペクト比が8～100の範囲にある針状の結晶粒子から構成されるとともに、前記酸素を含むチタン化合物相とその上層の非酸化物相との界面近傍領域では、該酸素を含むチタン化合物相と該非酸化物相との錯綜領域が存在させる。

【選択図】 図3



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基体の表面に複層からなる硬質被覆層を被着形成した表面被覆切削工具であって、前記硬質被覆層は、酸素を含むチタン化合物相と、該酸素を含むチタン化合物相に隣接し且つ 4 族元素の炭化物、窒化物、炭窒化物の群から選ばれる少なくとも一つの化合物からなる非酸化物相とを含んでおり、前記酸素を含むチタン化合物は、前記基体表面に平行な断面視でのアスペクト比が 8 ~ 100 の範囲にある針状の結晶粒子から構成されるとともに、前記酸素を含むチタン化合物相と前記非酸化物相との界面近傍領域では、前記酸素を含むチタン化合物相と前記非酸化物相との錯綜領域が存在することを特徴とする表面被覆切削工具。 10

【請求項 2】

前記酸素を含むチタン化合物の結晶粒子は、前記基体表面に垂直な断面視での平均結晶高さが 1 ~ 10 μm であることを特徴とする請求項 1 記載の表面被覆切削工具。

【請求項 3】

前記酸素を含むチタン化合物は Ti_2O_3 を含み、前記非酸化物相が TiCN および TiN の少なくとも一方からなることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の表面被覆切削工具。

【請求項 4】

前記酸素を含むチタン化合物の結晶粒子が、前記基体表面に平行な断面視での平均長軸幅が 1 ~ 4 μm 、平均短軸幅が 0.03 ~ 0.5 μm であることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか記載の表面被覆切削工具。 20

【請求項 5】

前記非酸化物相は前記硬質被覆層の表層として窒化チタン層からなり、前記基体の上面および側面の交差部上においては、前記酸素を含むチタン化合物が露出するとともに該酸素を含むチタン化合物と錯綜するように前記窒化チタン層がその一部を残存させて露出するように研磨加工されたものであることを特徴とする請求項 1 乃至 4 のいずれかに記載の表面被覆切削工具。

【請求項 6】

前記硬質被覆層の表面の最大高さ R_z が 0.5 ~ 1.5 μm であることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の表面被覆切削工具。 30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、硬質被覆層を表面に被着形成した、優れた耐欠損性および耐摩耗性等の切削特性を有する表面被覆切削工具に関する。

【背景技術】

【0002】

近年の鑄造技術向上に伴って、被削材のニアネットシェイプ化の進行、さらに高強度素材の開発により薄肉化、複雑形状化が進んでいる。また、近年の切削加工の高効率化に従って、切削速度が速い高速切削加工が増えており、切削液を使用した切削条件下であっても刃先が非常に高温になる場合がある。さらに、複雑形状を加工するために、強断续加工や連続加工を含んだ複合加工部を高速切削加工する場合も多くなってきている。 40

【0003】

従来より、超硬合金やサーメット、セラミックス等の硬質基体の表面に、 TiC 層、 TiN 層、 TiCN 層、 Al_2O_3 層および TiAlN 層等の単層または複層からなる硬質被覆層を被着形成した表面被覆切削工具が多用されている。

【0004】

しかし、このような従来 of 表面被覆切削工具では、複合加工部を高速切削する際に、高温安定性に優れるが密着性に劣る Al_2O_3 の剥離や耐酸化性に劣る TiCN 膜の拡散摩 50

耗が見られた。これが引き金となって硬質被覆層の剥離や境界損傷が発生し、切刃の欠損や異常摩耗の発生等の工具損傷により工具の長寿命化が困難であるという問題があった。

【0005】

これに対し、特許文献1や特許文献2において、硬質被覆層として柱状結晶からなるTiCN膜を用いることで、切削工具としての耐欠損性や耐チップング性が向上することが開示されている。

【0006】

また、特許文献3や特許文献4においては、TiCN膜とAl₂O₃膜の間に針状のTiCNO膜を中間層として成膜しAl₂O₃膜の付着力を向上させることが開示されている。

10

【特許文献1】特開平6-8008号公報

【特許文献2】特開平6-8010号公報

【特許文献3】特開2004-148503号公報

【特許文献4】特開2004-74324号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、上記特許文献1および特許文献2に記載されているように硬質被覆層に柱状結晶TiCN膜を導入する場合、強度に優れた柱状結晶TiCNのために耐欠損性や耐チップング性は向上するが、耐酸化性は改善されているとはいえないため、刃先の高温化による拡散摩耗現象は抑制されず、複合加工部の乾式加工や高速切削となると耐摩耗性が急激に低下して工具寿命が短くなるという問題点があった。

20

【0008】

さらに、上記特許文献3および特許文献4に記載されているように結合相に針状粒子を持つ中間層を蒸着することで中間層表面に突起が多数生成され、Al₂O₃膜と中間層との接触面積が増加することで、密着性に優れた型Al₂O₃を導入する場合、高温安定性に優れた型Al₂O₃のよって、高温での耐摩耗性は向上するが、強断続加工時にはその衝撃力のために十分であるとはいえないため、複合加工部の乾式加工や高速切削となると耐欠損性や耐チップング性が低下して工具寿命が短くなるという問題点があった。

【0009】

本発明は、上記問題点を解決するためになされたものであり、その目的は、複合加工部における乾式切削や高速切削においても優れた耐摩耗性、耐欠損性を発揮することができる、長寿命な表面被覆切削工具を提供することにある。

30

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明者は、上記課題に対し、表面被覆切削工具に高強度かつ耐酸化性に優れた被覆層を導入することで、高温条件下での耐衝撃性が高まり、その結果、高速切削かつ強断続切削による硬質被覆層の剥離や拡散摩耗を防ぐことができ、複合加工部における乾式切削や高速切削においても優れた耐摩耗性、耐欠損性を発揮する表面被覆切削工具とすることができることを知見した。

40

【0011】

すなわち、本発明の表面被覆切削工具は、基体の表面に複層からなる硬質被覆層を被着形成した表面被覆切削工具であって、前記硬質被覆層は、酸素を含むチタン化合物相と、該酸素を含むチタン化合物相に隣接し且つ4族元素の炭化物、窒化物、炭窒化物の群から選ばれる少なくとも一つの化合物からなる非酸化物相とを含んでおり、前記酸素を含むチタン化合物は、前記基体表面に平行な断面視でのアスペクト比が8~100の範囲にある針状の結晶粒子から構成されているとともに、前記酸素を含むチタン化合物相と前記非酸化物相との界面近傍領域では、前記酸素を含むチタン化合物相と前記非酸化物相との錯綜領域が存在することを特徴とする表面被覆切削工具である。

【0012】

50

ここで、前記酸素を含むチタン化合物の結晶粒子は、前記基体表面に垂直な断面視での平均結晶高さが1～10 μm であることが、切削工具の耐摩耗性および耐欠損性をより高めることができるために望ましい。

【0013】

さらに、前記酸素を含むチタン化合物は Ti_2O_3 を含み、前記非酸化物相が TiCN および TiN の少なくとも一方からなることで、耐酸化性を向上させることができるため望ましい。

【0014】

また、前記酸素を含むチタン化合物の結晶粒子が、前記基体表面に平行な断面視での平均長軸幅が1～4 μm 、平均短軸幅が0.03～0.5 μm であるで、結晶組織としての強度が向上し、チッピング、欠損を抑制する点で望ましい。

10

【0015】

さらに、前記非酸化物相は前記硬質被覆層の表層として窒化チタン層からなり、前記基体の上面および側面の交差部上においては、前記酸素を含むチタン化合物が露出するとともに該酸素を含むチタン化合物と錯綜するように前記窒化チタン層がその一部を残存させて露出するように研磨加工されたものであることで、切刃が平滑になり、チッピングや突発欠損の原因となりうる粒子の突起やくぼみ等が減少してチッピングや突発欠損の発生をより効果的に抑制する点で望ましい。

【0016】

なお、前記硬質被覆層の表面の最大高さ R_z が0.5～1.5 μm であることで、刃先が安定になり、チッピングや欠損を抑制する点で望ましい。

20

【発明の効果】

【0017】

本発明の表面被覆切削工具は、基体の表面に2層以上の多層膜を積層した構造の硬質被覆層において、表層に隣接する内層として耐酸化性および衝撃に対する耐久性をより優れたものとすることができる高アスペクト比の針状結晶の酸素を含むチタン化合物を配し、さらに表層として前記針状結晶粒子間の隙間を埋め込むように非酸化物相を形成させることで、高温状態で強い衝撃がかかっても、前記高アスペクト比針状結晶は折れにくく、かつ酸化しにくいので、優れた耐摩耗性と耐欠損性が得られる。

【0018】

したがって、耐酸化性と耐欠損性が求められる加工においても、拡散摩耗や被覆層の損傷が生じることなく、被覆層全体の摩耗や欠損を防止できる。

30

【0019】

特に、ねずみ鋳鉄(FC材)やダクタイル鋳鉄(FC D材)のような高硬度黒鉛粒子が分散した鋳鉄等の金属の高速重断続切削等のような工具切刃に高温で強い衝撃がかかる過酷な切削条件下や、さらにはこれら断続切削と連続切削とを組み合わせた複合切削条件下において、例え突発的に大きな衝撃が硬質被覆層にかかったときであっても、高強度な針状結晶が存在することで硬質被覆層がチッピングしたり欠損したりすることなく衝撃に耐えることができる結果、硬質被覆層全体のチッピングや剥離を防止できるとともに、耐摩耗性が維持される優れた切削工具が得られる。もちろん、鋼の切削においても従来工具に対して耐欠損性および耐摩耗性に優れた工具となる。

40

【0020】

前記酸素を含むチタン化合物は、前記基体表面に平行な断面視でのアスペクト比が8～100の範囲にある針状の結晶粒子に制御し、さらにその針状結晶粒子間を非酸化物が埋め込むように形成されることにより、高い強度を有する高アスペクト比結晶の隙間に切削加工時に被削材が侵入することなく、高温での耐チッピング性を備えることが可能である。さらに酸素を含むことから、耐酸化性にも優れることで、すくい面のクレータ摩耗も抑制することができる。

【0021】

また、前記基体表面に垂直な断面視での平均結晶高さが1～10 μm であることで、耐

50

チップング性と耐摩耗性の両面を適正に備えることができる。

【0022】

さらに、前記酸素を含むチタン化合物は Ti_2O_3 を含むことで、 Ti_2O_3 は酸化物のため耐酸化性に非常に優れる。さらに前記非酸化物相が $TiCN$ および TiN の少なくとも一方からなることで、チタン原子が酸化物と非酸化物との結合力を向上させることで、膜剥離が原因となる耐チップング性を向上させることができる。

【0023】

また、前記酸素を含むチタン化合物の結晶粒子が、前記基体表面に平行な断面視での平均長軸幅が $1 \sim 4 \mu m$ 、平均短軸幅が $0.03 \sim 0.5 \mu m$ であれば、基体表面に平行な断面視でも高アスペクト比の結晶粒子となり、この高アスペクト比結晶粒子がランダムに存在することによって、クラック進展を抑制して高靱性化するために優れた耐チップング性が得られる。

10

【0024】

さらに、前記硬質被覆層の最表面層として窒化チタン層からなり、前記酸素を含むチタン化合物が露出するとともに該酸素を含むチタン化合物と錯綜するように前記窒化チタン層がその一部を残存させて露出するように研磨加工された際に、切刃付近において低摩擦である窒化チタン層と耐酸化性に優れた酸素を含むチタン化合物が存在することで、低摩擦のために切屑排出がスムーズに行われ、さらに耐酸化性に優れるために拡散摩耗を抑制することから、すくい面における耐摩耗性が向上する。さらに、窒化チタンが表層に存在することで、使用済みコーナーの識別も容易に行うことができる。

20

【0025】

なお、硬質被覆層の表面の最大高さ Rz が $0.5 \sim 1.5 \mu m$ の範囲内にある場合には、すくい面上での切屑のすべりが向上するので切屑排出がスムーズに行われるために、耐摩耗性が向上する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

本発明の表面被覆切削工具の実施の形態の一例について、スローアウェイチップ型切削工具（以下、本発明の表面被覆切削工具を単に工具と略することがある。）1の要部拡大断面図（図面代用写真）である図1、基体表面に硬質被覆層として酸素を含むチタン化合物相までを製膜した状態の要部拡大断面図（図面代用写真）である図2、図2のA方向矢視図（図面代用写真）である図3を用いて説明する。

30

【0027】

本発明の工具1は、基体2の表面に、硬質被覆層3を成膜してなる。

【0028】

ここで、本発明によれば、硬質被覆層3が、酸素を含むチタン化合物相（以下、酸素含有相と称す）4と、該酸素を含むチタン化合物相に隣接し且つ4族元素の炭化物、窒化物、炭窒化物の群から選ばれる少なくとも一つの化合物からなる非酸化物相5を含んでおり、酸素含有相4は、基体2表面に略平行な断面視でのアスペクト比が $8 \sim 100$ の範囲にある針状の結晶粒子（以下、針状粒子と称す）6から構成されているとともに、酸素含有相4と非酸化物相5との界面近傍領域では、酸素含有相4と非酸化物相5との錯綜領域7が存在することを特徴とするものである。

40

【0029】

上記錯綜領域7を作製するには、例えば酸素を含むチタン化合物からなる針状粒子から構成された針状粒子層8と、酸素を含まない4族元素の化合物からなる上部層9とを順次積層することによって可能である。

【0030】

上記針状粒子層8は、酸素を含有し、微細な形状を有するため、高強度で耐酸化性に優れるが、図2に示されるように粒子間に隙間が多く存在する。その隙間を非酸化化合物からなる上部層9で埋めることで、切削加工時の被削材の溶着を防ぎ、針状粒子層8の優れた強度と耐酸化性を発揮させることができる。

50

【0031】

つまり、上部層9で針状粒子層8の隙間を埋めないと、その隙間に被削材の溶解物や切り屑が入り込むことで被削材が溶着し、膜剥離や刃先のチッピングが発生してしまう。

【0032】

また、針状粒子6を基体2表面に平行な断面視でのアスペクト比が8を下回ると、針状粒子層8の強度が不十分となり、突発欠損等の損傷が発生してしまう。

【0033】

一方、アスペクト比が100を越えると、針状粒子6の粒子間の隙間が大きくなりすぎてしまい、上部層9を成膜するだけでは隙間を埋めることができずに被削材が溶着して膜剥離や刃先のチッピングが発生してしまう。

10

【0034】

なお、本発明において針状結晶からなる酸素を含むチタン化合物粒子10の基体表面に平行な断面視平均結晶幅を測定する方法としては、膜厚方向に対し、結晶高さの中心まで膜除去加工を行った硬質被覆層3を含む断面についてX線マイクロアナライザ(EPMA)、オージェ電子分光法(AES)、透過電子顕微鏡像(TEM)などによる元素マッピングにより、各針状結晶の長軸方向の中心である位置において測定した短軸幅を値 w_1 とし、各針状結晶の長軸幅を w_2 とし、 w_2/w_1 の式で求まる値をアスペクト比とする。なお、長軸は3000倍~5000倍の観察視野で最も長く観察された結晶のものを任意箇所における3点平均値とし、短軸は5000倍の観察視野での3点平均値とする。

【0035】

ここで、上記方法にて酸素含有チタン化合物粒子10を測定した際に、基体表面に垂直な断面視での平均結晶高さ h が1~10 μm 、特に、2~7 μm の範囲内とすることが、切削工具の耐摩耗性および耐欠損性を高めるために望ましい。

20

【0036】

なお、本発明において針状結晶からなる酸素を含むチタン化合物粒子10の基体表面に垂直な断面視での平均結晶高さを測定する方法としては、硬質被覆層3を含む断面について走査型電子顕微鏡(SEM)写真(図2)、X線マイクロアナライザ(EPMA)、オージェ電子分光法(AES)、透過電子顕微鏡像(TEM)などによる元素マッピングより測定した高さを値 h とする。なお、任意箇所における10点測定した値の平均値とする。

30

【0037】

また、上記方法にてチタン化合物粒子10を測定した際に、前記基体表面に平行な断面視での平均長軸幅が1~4 μm 、特に1.5~3 μm 、平均短軸幅が0.03~0.5 μm 、特に0.07~0.3 μm の範囲内とすることが、結晶組織としての強度が向上し、チッピング、欠損を抑制する点で望ましい。

【0038】

ここで、酸素含有相4はチタンと酸素を含有する化合物、例えば、酸化チタン(Ti_2O_3 、 TiO_2)、炭酸化チタン(TiCO)、窒酸化チタン(TiNO)等を含むことで、酸化物の非常に優れた耐酸化性によって高温になりやすい乾式の高速切削において優れた耐摩耗性を発揮することができる。

40

【0039】

さらに非酸化物相5が TiCN および TiN の少なくとも一方からなることで、チタン原子が酸化物と非酸化物との結合力を向上させることで、膜剥離が原因となる耐チッピング性を向上させることが出来る。

【0040】

さらに、非酸化物相5は硬質被覆層3の表層として窒化チタンからなり、基体2の上面および側面の交差部、すなわち切刃上においては、酸素含有相4が露出するとともに非酸化物相5と錯綜するように前記窒化チタン層がその一部を残存させて露出するように研磨加工されたものであることで、切刃が平滑になって、工具損傷の要因となりうる突起やくぼみを減少させることができ、チッピングの発生をより効果的に抑制する点で望ましい

50

。

【0041】

さらに、硬質被覆層の表層として窒化チタン層からなり、前記酸素を含むチタン化合物が露出するとともに該酸素を含むチタン化合物と錯綜するように前記窒化チタン層がその一部を残存させて露出するように研磨加工された際に、切刃付近において摩擦係数の小さい窒化チタンと耐酸化性に優れた酸素含有チタン化合物が存在することで、低摩擦であるためにすくい面上での切屑のすべりがよくなって切屑排出がスムーズに行われ、さらに耐酸化性に優れるために拡散摩耗を抑制することから、すくい面における耐摩耗性が向上する点で望ましい。さらに、窒化チタンが表層に存在することで、使用済みコーナーの識別も容易に行われる点で望ましい。

10

【0042】

なお、硬質被覆層の最表面の最大高さ R_z が $0.5 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の範囲内にある場合には、上述したように被覆層表面での切屑のすべり性がさらに向上するので、切屑排出がよりスムーズとなるために、異常摩耗が発生しないため望ましい。とりわけ、硬質被覆層の最表面の最大高さ R_z に加えて、硬質被覆層の最表面の算術平均粗さ R_a が $0.05 \sim 0.3 \mu\text{m}$ の範囲内にある場合には、切屑排出をさらに良好な状態に容易に調整することができる。

【0043】

ここで、硬質被覆層3の表面の最大高さ R_z を測定する方法としては、JIS B0601'01に準拠して触針式表面粗さ測定器を用いて測定すればよく、かかる測定が困難な場合には、レーザー顕微鏡や原子間力顕微鏡等の測定器を用い、硬質被覆層3の表面5における凹凸形状を走査しながら見積もることによって測定することが可能である。この表面粗さ(R_z 、 R_a)の測定においては、触針式表面粗さ測定器を用いる場合には、カットオフ値： 0.25 mm 、基準長さ： 0.8 mm 、走査速度： 0.1 mm/秒 にて測定する。

20

【0044】

なお、本発明の工具1に使用する基体2としては、炭化タングステン(WC)、炭化チタン(TiC)または炭窒化チタン(TiCN)と、所望により周期律表第4、5、6族金属の炭化物、窒化物、炭窒化物の群から選ばれる少なくとも1種からなる硬質相をコバルト(Co)および/またはニッケル(Ni)の鉄族金属から成る結合相にて結合させた超硬合金やサーメット、または窒化珪素(Si_3N_4)や酸化アルミニウム(Al_2O_3)質セラミック焼結体、立方晶窒化ホウ素(cBN)、ダイヤモンドを主体とした超硬質焼結体等の硬質材料、または炭素鋼、高速度鋼、合金鋼等の金属等の高硬度材料を用いるとよい。図1に示す例では、炭化タングステン(WC)を主成分とした硬質相とコバルト(Co)からなる結合相とで構成される超硬合金にて基体2が構成されている。基体2が超硬合金からなる場合には、硬度および靱性のバランスが良くて高速乾式切削加工や鋳鉄加工をする際にも安定した切削加工をすることができる。

30

【0045】

(本発明の表面被覆切削工具の製造方法)

また、上述した本発明の表面被覆切削工具1を製造するには、まず、上述した硬質合金を焼成によって形成しうる金属炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物等の無機物粉末に、金属粉末、カーボン粉末等を適宜添加して混合し、プレス成形、鋳込成形、押出成形、冷間静水圧プレス成形等の公知の成形方法によって所定の工具形状に成形した後、真空中または非酸化性雰囲気中にて焼成することによって、上述した硬質材料からなる基体2を作製する。そして、上記基体2の表面に所望によって研磨加工や切刃部のホーニング加工を施す。

40

【0046】

次に、その表面に例えば化学気相蒸着(CVD)法によって被覆層3を成膜する。

【0047】

まず、反応ガス組成として塩化チタン(TiCl_4)ガスを $1.0 \sim 4.0$ 体積%、窒素

50

(N_2) ガスを 5.0 ~ 60 体積%、残りが水素 (H_2) ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を 800 ~ 900 、10 ~ 30 kPa の条件下で下地層である TiN 層を成膜する。

【0048】

次に、例えば、反応ガス組成として、体積%で塩化チタン ($TiCl_4$) ガスを 1.0 ~ 4.0 体積%、窒素 (N_2) ガスを 0 ~ 60 体積%、アセトニトリル (CH_3CN) ガスを 0.1 ~ 2.0 体積%、残りが水素 (H_2) ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、成膜温度を 780 ~ 880 、5 ~ 20 kPa にて炭窒化チタン層を成膜する。

【0049】

次いで反応ガス組成として塩化チタン ($TiCl_4$) ガスを 0.1 ~ 3 体積%、メタン (CH_4) ガスを 0.1 ~ 10 体積%、窒素 (N_2) ガスを 5 ~ 60 体積%、残りが水素 (H_2) ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を 950 ~ 1100 、5 ~ 30 kPa として結合層を成膜する。

【0050】

次に、酸素含有化合物層 4 を成膜する。この時、 $TiCN$ 組成酸素含有化合物の反応ガス組成として塩化チタン ($TiCl_4$) ガスを 1.2 ~ 2.5 体積%、二酸化炭素 (CO_2) ガスを 1.0 ~ 3.0 体積%、メタン (CH_4) ガスを 1.0 ~ 10 体積%、窒素 (N_2) ガスを 5 ~ 60 体積%、残りが水素 (H_2) ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を 950 ~ 1100 、5 ~ 20 kPa とする。または、 $TiCO$ 組成酸素含有化合物の反応ガス組成として塩化チタン ($TiCl_4$) ガスを 1.2 ~ 2.5 体積%、二酸化炭素 (CO_2) ガスを 1.0 ~ 3.0 体積%、メタン (CH_4) ガスを 1.0 ~ 10 体積%、残りが水素 (H_2) ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を 950 ~ 1100 、5 ~ 20 kPa とする。

【0051】

さらに、 $TiNO$ 組成酸素含有化合物の反応ガス組成として塩化チタン ($TiCl_4$) ガスを 1.2 ~ 2.5 体積%、二酸化炭素 (CO_2) ガスを 1.0 ~ 3.0 体積%、窒素 (N_2) ガスを 5 ~ 60 体積%、残りが水素 (H_2) ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を 950 ~ 1100 、5 ~ 20 kPa とする。

【0052】

ここで、本実施態様によれば、酸素含有化合物層 4 形成時の反応ガスにおいて、塩化チタン ($TiCl_4$) と二酸化炭素 (CO_2) の合計流量 $V_{TiCl_4+CO_2}$ (L/min) を CVD 炉有効体積 V_a (L) で割った比率 $V_{TiCl_4+CO_2}/V_a$ が 0.015 ~ 0.035 であるとすくい面断面方向の酸素含有化合物のアスペクト比が 8 ~ 20 の範囲に制御ができる。ここで $V_{TiCl_4+CO_2}/V_a$ が 0.015 以下の場合、酸素含有化合物のアスペクト比が小さくなる。また、 $V_{TiCl_4+CO_2}/V_a$ が 0.035 以上の場合、酸素含有化合物のアスペクト比が大きくなる。

【0053】

さらに、酸素含有化合物層 4 形成時の反応ガスにおいて、二酸化炭素 (CO_2) の流量を塩化チタン ($TiCl_4$) の流量で割った比率 $CO_2/TiCl_4$ (流量比) が 0.7 ~ 2.0 の範囲にあると酸化含有化合物の結晶高さを 1.0 ~ 10 μm の範囲に容易に制御ができる。 $CO_2/TiCl_4$ (流量比) が 0.7 以下の場合、塩化チタンに対する酸素が十分に存在しないためと、酸素含有化合物の結晶高さが小さくなる傾向にある。また、 $CO_2/TiCl_4$ (流量比) が 2.0 以上の場合、酸素含有化合物の結晶高さが非常に大きくなる傾向にあった。さらに、上記比率 $V_{TiCl_4+CO_2}/V_a$ (L/min) が 0.015 ~ 0.035、 $CO_2/TiCl_4$ (流量比) が 0.7 ~ 2.0 の範囲であり、 $V_{TiCl_4+CO_2}/V_a$ が 0.015 ~ 0.035 の範囲である場合、三酸化二チタン (Ti_2O_3) の存在が確認された。なお、 Ti_2O_3 の存在は、X線回折法により、任意箇所を測定した後同定を行い決定した。

【0054】

10

20

30

40

50

次に、針状結晶である酸素含有化合物を埋め込む膜の反応ガスにおいて、TiCN組成酸素含有化合物の反応ガス組成として塩化チタン(TiCl₄)ガスを0.5~1.2体積%、メタン(CH₄)ガスを1.0~10体積%、窒素(N₂)ガスを5~60体積%、残りが水素(H₂)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を950~1100、6kPaとする。

【0055】

または、TiC組成酸素含有化合物の反応ガス組成として塩化チタン(TiCl₄)ガスを0.5~1.2体積%、メタン(CH₄)ガスを1.0~10体積%、残りが水素(H₂)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を950~1100、6kPaとする。

10

【0056】

さらに、TiN組成酸素含有化合物の反応ガス組成として塩化チタン(TiCl₄)ガスを0.5~1.2体積%、窒素(N₂)ガスを5~60体積%、残りが水素(H₂)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を950~1100、6kPaとする。ここで、本実施態様によれば、針状結晶間の隙間を埋め込むために、気相から成膜面に吸着した原料ガスがすぐに表面で結晶化することなく、表面拡散が十分に可能な表面拡散時間を長くした。具体的には、極力減圧状態とし、さらに原料ガスの成分比率を減少させることで、表面に吸着した原料ガス成分が、他の原料ガスと衝突する頻度を低下させることで、表面を原料ガス成分が拡散し、針状結晶間の隙間や凹部に埋め込まれるように入り込むことが可能である。

20

【0057】

さらに上層部は場合により、アルミナ層、窒化チタン、窒化ジルコニウムなどを成膜することで、耐摩耗性の向上が可能である。そして、所望により、成膜した被覆層3表面の少なくとも切刃部を研磨加工する。この研磨加工により、被覆層3中に残存する残留応力が開放されてさらに耐欠損性に優れた工具となる。

【0058】

なお、上記方法はCVD法について説明しているが、その他の成膜方法(物理蒸着法、プラズマCVD等)を用いた製造方法でも本発明の工具1は作製可能である。

【実施例】

【0059】

平均粒径1.5μmの炭化タングステン(WC)粉末に対して、平均粒径1.2μmの金属コバルト(Co)粉末を6質量%の割合で添加、混合して、プレス成形により切削工具形状(CNMA120408)に成形した後、脱バインダ処理を施し、0.01Paの真空中、1500で1時間焼成して超硬合金を作製した。さらに、作製した超硬合金にブラシ加工にですくい面より刃先処理(ホーニングR)加工を施した。

30

【0060】

次に、上記超硬合金に対して、化学気相蒸着(CVD)法により各種の硬質被覆層を製膜して試料No.1~12の表面被覆切削工具を作製した。各試料No.毎の膜構成を表2に示した。なお、表2の各層の成膜条件は表1に示した。

【0061】

また、硬質被覆層を被覆した後、試料の表面を研磨して最表面層の層厚を表2に記載の値に調整し、表面粗さを表2の値に調整した。

40

【表 1】

被覆層	混合ガス組成(体積%)	成膜温度 (°C)	圧力 (kPa)
TiN1	TiCl ₄ :2.0,N ₂ :30,H ₂ :残	865	16
TiCN1	TiCl ₄ :1.7,N ₂ :43,CH ₃ CN:0.5,H ₂ :残	865	9
TiCN2	TiCl ₄ :1.7,N ₂ :35,CH ₄ :6,H ₂ :残	1010	15
TiCNO1-1	TiCl ₄ :1.9,CH ₄ :2.7,N ₂ :18.6,CO ₂ :2.2,H ₂ :残	1010	9
TiCNO1-2	TiCl ₄ :1.5,CH ₄ :2.5,N ₂ :20.1,CO ₂ :2.9,H ₂ :残	1010	9
TiCNO1-3	TiCl ₄ :1.9,CH ₄ :6.1,N ₂ :28.6,CO ₂ :1.9,H ₂ :残	1010	9
TiCNO1-4	TiCl ₄ :1.4,CH ₄ :15.5,N ₂ :31.1,CO ₂ :0.7,H ₂ :残	1010	9
TiCNO1-5	TiCl ₄ :1.6,CH ₄ :19.3,N ₂ :28.9,CO ₂ :0.3,H ₂ :残	1010	9
TiCO1-1	TiCl ₄ :2.0,CH ₄ :4.5,CO ₂ :3.3,H ₂ :残	1010	9
TiCO1-2	TiCl ₄ :1.7,CH ₄ :12.5,CO ₂ :1.3,H ₂ :残	1010	9
TiCO1-3	TiCl ₄ :1.2,CH ₄ :6.0,CO ₂ :2.0,H ₂ :残	1010	9
TiCO1-4	TiCl ₄ :2.1,CH ₄ :6.9,CO ₂ :2.3,H ₂ :残	1010	9
TiNO1-1	TiCl ₄ :1.2,N ₂ :37.5,CO ₂ :1.2,H ₂ :残	1010	9
f-TiC	TiCl ₄ :0.8,CH ₄ :5,H ₂ :残	1000	6
f-TiN	TiCl ₄ :0.8,N ₂ :30%,H ₂ :残	1000	6
f-TiCN	TiCl ₄ :0.8,N ₂ :25,CH ₄ :5,H ₂ :残	1000	6
TiCNO2	TiCl ₄ :0.6,CH ₄ :4.5,N ₂ :15,CO ₂ :1.5,H ₂ :残	1010	12
TiCO2	TiCl ₄ :0.7,CH ₄ :6,CO ₂ :1.6,H ₂ :残	1010	12
Al ₂ O ₃	AlCl ₃ :0.3~1.5,CO ₂ :0.3~3.0,H ₂ S:0.3,H ₂ :残	1010	9
ZrN	ZrCl ₄ :1.0~4.0,N ₂ :2~30,H ₂ :残	1010	16
TiN2	TiCl ₄ :2.0,N ₂ :30,H ₂ :残	1010	16

10

20

30

【 0 0 6 2 】

得られた工具について、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて表 2 に記載する被覆層が観察できるように研磨加工して各層の断面方向からみたミクロな組織状態を観察し、針状結晶部の状態を観察して結晶高さを測定した。また、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いた元素マッピングにより、研磨加工して針状部の基体と平行方向からみたミクロな元素分布状態を観察し、針状結晶部の長軸と短軸状態を観察した。また、Ti₂O₃ 結晶の存在は、X線回折法 (XRD) により測定した。表面粗さは触針式表面粗さ計により、刃先近傍領域にて 3 箇所測定して平均値とした。結果は表 2 に示した。

【表 2】

試料 No	硬質被覆層 ^{*1,2}				酸化物層							表面粗さ	
	下層 左側が母材側	酸素含有 化合物層 ^{*3}	埋込層	上層	条件		すくい面方向断面			膜厚方向断面		Rz (μm)	Ra (μm)
					$V_{\text{TICN}+\text{CO}_2}/V_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ^{*4}	CO_2/TIC_4 ^{*5}	長軸 (μm)	短軸 (μm)	アスペクト比	結晶高さ (μm)			
1	TiCN(0.7)/TiCN(5.0)/TiCN2(0.5)	TiCN01-1 (あり)	f-TiN (1.0)	Al ₂ O ₃ (2)/TiN2(1.5→0.5)	0.025	1.2	2.7	0.14	20	4	0.60	0.07	
2	TiN1(1.0)/TiCN1(2.0)/TiCN2(0.5)	TiCO1-1 (あり)	f-TiN (1.2→0.4)	-	0.028	1.6	2	0.07	30	6.5	0.70	0.07	
3	TiN1(0.1)/TiCN1(8.0)/TiCN2(0.5)	TiNO1-1 (あり)	f-TiCN (2.0)	TiCN02(0.1)/Al ₂ O ₃ (2)/ TiN2(1→0.6)	0.02	1	3.8	0.48	8	3	1.00	0.18	
4	TiN1(5.0)/TiCN1(2)/TiCN2(0.5)	TiCN01-2 (あり)	f-TiN (1.5→1)	-	0.028	1.9	1.2	0.03	40	8	1.00	0.24	
5	TiCN1(3)/TiN1(1)/ TiCN1(3)/TiCN2(0.3)	TiCN01-3 (あり)	f-TiN (2.0→1)	-	0.03	1	4	0.27	15	9	0.60	0.35	
6	TiN1(0.3)/TiCN1(2)/TiN1(1)/ TiCN1(2)/TiCN2(0.4)	TiCO1-2 (あり)	f-TiC (2.2)	Al ₂ O ₃ (2)/TiN2(1.5→0.5)	0.015	0.8	2.3	0.19	12	1	1.20	0.06	
7	TiN1(1.2)/TiCN1(5.0)	TiCO1-3 (あり)	f-TiC (2.5)	TiCO2(0.2)/Al ₂ O ₃ (2)/ ZrN(1.5→0.5)	0.017	1.6	1.8	0.05	35	2	0.90	0.06	
8	TiN1(2.0)/TiCN2(0.5)	TiCO1-4 (あり)	f-TiC (1.2)	TiN2(2→0.8)	0.026	1.1	4	0.16	25	5	0.70	0.06	
9	TiN1(0.3)/TiCN1(4.0)/TiCN2(0.5)	TiCN01-4 (なし)	-	Al ₂ O ₃ (3)/TiN2(1.8→0.6)	0.021	0.5	5	0.50	10	0.8	4.50	1.90	
10	TiN1(0.3)/TiCN1(4)/TiN1(0.3)/ TiCN1(4)/TiCN2(0.4)	TiCN01-5 (なし)	f-TiN (1.5→0.7)	-	0.02	0.2	0.2	0.02	9	0.5	1.20	0.50	
11	TiCN1(3)/TiN1(1)/ TiCN1(3)/TiCN2(0.3)	-	f-TiN (2.5→1.5)	-	-	-	-	-	-	-	0.50	0.07	
12	TiN1(1.5)/TiCN1(7)	-	-	TiCN02(0.1)/Al ₂ O ₃ (2)/ TiN2(1→0.6)	-	-	-	-	-	-	0.90	0.03	

*1 ()は膜厚みを示す。単位は μm である。
 *2 表裏層欄の()の数字は、左の数字が成膜直後の膜厚で、右の数字は研磨後の膜厚
 *3 酸素含有化合物層欄の()は、Ti₂O₃の有無を示す。
 *4 成膜条件欄の $V_{\text{TICN}+\text{CO}_2}/V_{\text{Al}}$ は、TiCl₄とCO₂の合計流量(L/min)を炉内有効体積(L)で割ったもの
 *5 成膜条件欄のCO₂/TiCl₄は、TiCl₄とCO₂の流量(L/min)の比率

10

20

【0063】

そして、この工具を用いて下記の条件により、軽断続切削試験および強断続切削試験を行い、耐摩耗性および耐欠損性を評価した。

【0064】

(軽断続切削条件)

被削材 : FC300 1本溝入円筒材

工具形状 : CNMA120408

切削速度 : 350 m / 分

送り速度 : 0.3 mm / rev

切り込み : 1.5 mm

切削時間 : 20分

切削液 : エマルジョン15% + 水85% 混合液

評価項目 : 顕微鏡にて切刃を観察し、フランク摩耗量・先端摩耗量を測定

(強断続切削条件)

被削材 : FCD700 4本溝入円筒材

工具形状 : CNMA120408

切削速度 : 450 m / 分

送り速度 : 0.45 mm / rev

切り込み : 2 mm

切削液 : エマルジョン15% + 水85% 混合液

評価項目 : 欠損に至る衝撃回数

衝撃回数1000回時点で顕微鏡にて切刃の状態を観察

結果は表3に示した。

30

40

【表 3】

試料 No.	摩耗試験:摩耗量(mm)	耐欠損試験 欠損した 衝撃回数(回)	硬質被覆層の状態
	逃げ面摩耗		
1	0.14	4600	損傷無し
2	0.16	4300	損傷無し
3	0.15	3800	損傷無し
4	0.15	3600	損傷無し
5	0.16	4500	損傷無し
6	0.17	4400	損傷無し
7	0.17	3900	損傷無し
8	0.15	3700	損傷無し
9	0.30	2300	剥離
10	0.25	2500	チップング、膜剥離
11	0.26	1900	チップング
12	0.32	2200	チップング、膜剥離

10

【0065】

表1～3より、非酸化物相および針状のチタン化合物相のどちらかが存在しない、または針状結晶が適正ではない試料No. 9～12ではチップングが発生して耐欠損性に劣るものであった。

20

【0066】

これに対して、本発明に従い、酸素を含む針状チタン化合物相に非酸化物チタン化合物相を埋め込んだ層が存在する試料1～8では、連続切削においても断続切削においても長寿命であり、耐欠損性および耐チップング性とも優れた切削性能を有するものであった。

【図面の簡単な説明】

【0067】

【図1】本発明の表面被覆切削工具の実施の形態の一例における硬質被覆層の層構成を示した要部拡大断面図（図面代用写真）である。

【図2】本発明の表面被覆切削工具における基体表面に硬質被覆層として酸素を含むチタン化合物相までを製膜した状態の要部拡大断面図（図面代用写真）である。

30

【図3】図2のA方向矢視図（図面代用写真）である。

【符号の説明】

【0068】

1：工具（表面被覆切削工具）

2：基体

3：硬質被覆層

4：酸素を含むチタン化合物相

5：非酸化物相

6：針状の結晶粒子

7：酸素を含むチタン化合物相と非酸化物相との錯綜領域

40

8：針状粒子層

9：上部層

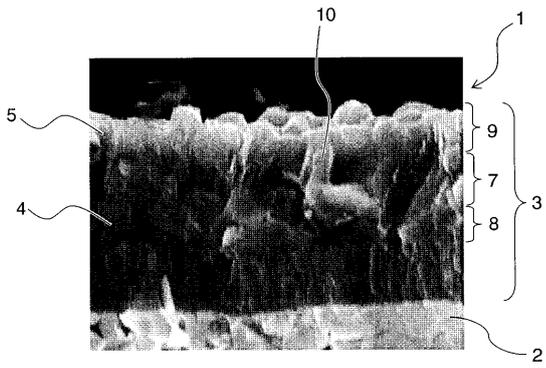
10：酸素を含むチタン化合物の針状粒子

h：断面方向からみた酸素を含むチタン化合物相の平均結晶高さ（ μm ）

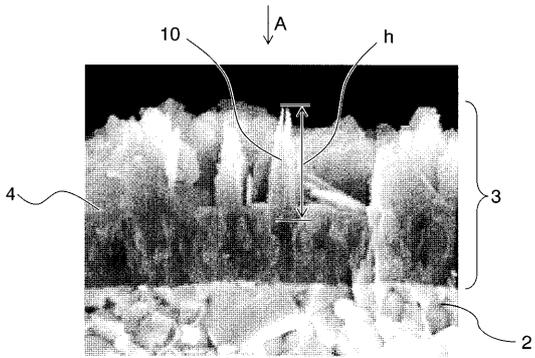
w1：基体に平行な断面視野での酸素を含むチタン化合物相の短軸幅（ μm ）

w2：基体に平行な断面視野での酸素を含むチタン化合物相の長軸幅（ μm ）

【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】

