

(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2008-73847

(P2008-73847A)

(43) 公開日 平成20年4月3日(2008.4.3)

(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	3 C 0 4 6
<b>C 2 3 C 16/30 (2006.01)</b>	C 2 3 C 16/30	4 K 0 3 0

審査請求 有 請求項の数 1 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2007-302152 (P2007-302152)	(71) 出願人	505277521 サンドビック インテレクチュアル プロ パティアー アクティブボラーグ スウェーデン国, エスイー-811 81 サンドビッケン
(22) 出願日	平成19年11月21日 (2007.11.21)	(74) 代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(62) 分割の表示	特願2001-357280 (P2001-357280) の分割	(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敬
原出願日	平成13年11月22日 (2001.11.22)	(74) 代理人	100087413 弁理士 古賀 哲次
(31) 優先権主張番号	0004272-1	(74) 代理人	100113918 弁理士 亀松 宏
(32) 優先日	平成12年11月22日 (2000.11.22)	(74) 代理人	100111903 弁理士 永坂 友康
(33) 優先権主張国	スウェーデン (SE)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 硬質の耐摩耗性被膜を被覆したボディを含む切削工具

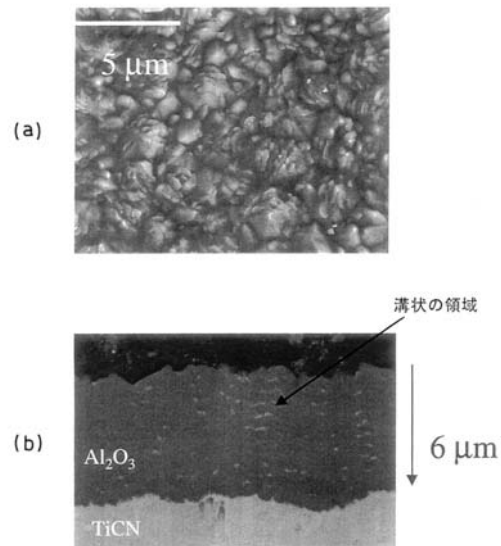
(57) 【要約】

【課題】本発明の切り屑形成機械加工用の被膜切削工具は、被膜が微細な等軸粒によって特徴付けられた少なくとも1層のアルミナ ( $Al_2O_3$ ) 層を含む。

【解決手段】本発明にしたがって、少なくとも1層が  $Al_2O_3$  から実質的になり、一つまたは複数の耐熱層で少なくとも部分的に被覆されたボディを提供する。前記  $Al_2O_3$  の層は、平均粒径が  $1\mu m$  以下の実質的に等軸の粒からなり、且つ  $0.5 \sim 1\mu m$  の平均粒径の粗い粒と  $0.5\mu m$  以下の微細粒とからなる双峰粒径分布を有する。さらに、前記  $Al_2O_3$  の層は、チタン (5 at % 以上) を含むが窒素または炭素を含まない溝状の領域を含む。この特別な顕微鏡組織は、 $Al_2O_3$  の層の成長に必要なガスを一時的に停止し、かつ  $TiCl_4$  を導入することによって達成される。

【選択図】 図 1

図 1





に対する抵抗を示すことが見込まれる。柱状粒の成長を回避するために良く知られた可能な技術の一つは、いわゆるムライト層組織を蒸着することであり、ムライト組織中で例えば  $Al_2O_3$  の柱状の成長は、米国特許第 4,984,940 号に開示するように、薄い  $0.1 \sim 1 \mu m$  の第 2 の層の成長によって著しく中断される。この第 2 の層は、第 1 の層の再核生成を阻止を可能にするために、異なる結晶組織または少なくとも異なる格子間隔を好ましく有する必要がある。このような技術の一例は、例えば第 12 回ヨーロッパ CVD 会議議事録の 8 ~ 349 頁に示されるように、約  $0.1 \sim 1 \mu m$  の個々の TiN 層の厚みを有する  $(Al_2O_3 + TiN)_x$  ムライト層組織において得られる。しかしながら、このムライト層組織は、この二つの異なるタイプの層の間での低い接着性が非常にたびたび問題になる。

10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明の目的は、硬質基板を供給することであり、または好ましくは上記の先行技術の柱状 -、または -  $Al_2O_3$  CVD 層と相違する微細組織を有する  $TiC_xN_yO_z$  層、少なくとも単一相の -  $Al_2O_3$  層で被覆した硬質基板を提供することである。また、本発明の目的は、発明した  $Al_2O_3$  層を含む高機能の工具被膜を提供することである。

【0010】

さらに、本発明の目的は、鋼、ステンレス鋼、鋳鉄、特にノジュラー鋳鉄において改良された切削性能を備えるアルミナ被膜切削工具インサートを提供することである。

20

【課題を解決するための手段】

【0011】

驚くべきことに、反応器チャンバへと  $CO_2$ 、 $AlCl_3$ 、 $HCl$  及び  $H_2S$  のガスの流れを中断し且つ  $Al_2O_3$  成長行程を中断し、その後直ちに短期間の間  $TiCl_4$  ( $H_2$  はすでに反応器内に存在する) を導入することによって、柱状でない -  $Al_2O_3$  層が、蒸着できることが判明した。反応ガス、すなわち再び上記程度の  $AlCl_3$ 、 $HCl$ 、 $CO_2$  及び  $H_2S$  が反応器に再導入されたときに、 $Al_2O_3$  の再核生成が行なわれる。 $TiCl_4$  処理期間並びに  $TiCl_4$  濃度は重要因子であり、これは所望の結果を得る程度に最適化する必要がある。 $TiCl_4$  濃度があまりに低く及び / または処理時間があまりに短い場合に、 $Al_2O_3$  層の核生成は十分に密集していなくて、全被膜表面を十分に覆うことができない。一方で、 $TiCl_4$  濃度があまりに高く及び / または処理時間があまりに長い場合に、 $Al_2O_3$  層の間の付着があまりにも弱く、低い品位の被膜となる。

30

【0012】

すなわち、本発明の方法は、 - アルミナ層を有するボディの被膜に関し、その際にボディが、1種またはそれ以上のアルミニウムのハロゲン化物を含む水素キャリアガスと、加水分解剤及び / または酸化剤とを  $950 \sim 1000$  のボディ温度で接触する。 $Al_2O_3$  の核生成以前の CVD 反応器雰囲気中の酸化ポテンシャルは低水準に保持され、 $H_2O$ 、水蒸気、及び他の酸化種の合計濃度を好ましく  $5 ppm$  未満に保持する。この  $Al_2O_3$  の成長は、次の反応ガス、すなわち  $AlCl_3$ 、 $HCl$  及び  $CO_2$  ( $H_2$  は既に反応器内に存在する) を反応器のチャンバに順次導入することによって開始させ、この導入は、上記のごとくか、または米国特許第 5,487,625 号及び米国特許第 5,766,782 号に記載される開始手順を用い、 $Al_2O_3$  層の種々の集合組織を達成する。 $10 \sim 60$  分後に、硫黄ドーパントをこのガス混合物に添加する。 $CO_2$ 、 $AlCl_3$ 、 $HCl$  及び硫黄ドーパントが周期的に  $10 \sim 50$  分間隔で中断され、そして  $1 \sim 10\%$  の  $TiCl_4$  を反応容器内に  $1 \sim 10$  分間導入しても良く、その後再び前記程度の  $CO_2$ 、 $AlCl_3$ 、 $HCl$  及び硫黄ドーパントに置き換えられる。この手順は、所望の粒径と集合組織を有する溝状で双峰の -  $Al_2O_3$  層の組織を得るために繰り返し実施する。

40

【0013】

50

先行技術の  $Al_2O_3$  層の柱状粒とは逆に、本発明にしたがう  $Al_2O_3$  層の粒は、微細粒と粗粒との混合物である双峰組織を有し、実質的に等軸である。得られた粒径とその分布は、実施した  $TiCl_4$  処理の回数に依存する。さらに頻繁にこの  $Al_2O_3$  工程は中断され且つこの  $Al_2O_3$  表面が  $TiCl_4$  で処理され、最も小さな  $Al_2O_3$  粒になり得る。粗い  $Al_2O_3$  粒は、 $d_c = 1 \mu m$  の平均粒径を有し、且つ微細  $Al_2O_3$  粒は、 $0.1 d_c / 3$  の粒径を有する。

#### 【0014】

$Al_2O_3$  層の粒径は、約 4000 倍の走査型電子顕微鏡のトップビュー顕微鏡組織から決定することができる。本発明にしたがうこのような  $Al_2O_3$  層表面の顕微鏡組織を図 1 の (a) に示す。図 2 の (a) 及び図 3 の (a) に従来技術の  $Al_2O_3$  層を顕微鏡組織に示す。粒の大きさとその形状は容易に観察することができる。さらに、チタンと酸素とを含有する  $Al_2O_3$  層中の溝状の領域は、4000 ~ 6000 x 倍の研磨した横断面で目視しうる。炭素も窒素も含有しない  $Al_2O_3$  層中の溝状の領域は、いくらかのアルミニウムを含有することができる。溝状の領域は好ましくは  $0.2 \mu m$  未満の厚みであり、 $\mu m$   $Al_2O_3$  層あたりの溝状の領域の数は、1 ~ 10 を必要とする。これらは互いに緻密につながっているが、幾つかの場合はムライト層組織に似ている。 $Al_2O_3$  組織中のこれらの溝状の領域の存在が、 $Al_2O_3$  粒成長を確かに制限し、且つ完全な中間層または介在層に逆に影響することなく核生成を可能にする。

10

#### 【0015】

$Al_2O_3$  層の初期成長に適切な条件を選択することによって、例えば、米国特許第 5,487,625 号及び米国特許第 5,766,782 号にしたがって、1.3 を越える集合組織係数  $TC$  を有する (012)、(024) または (104) 方向に集合組織化した  $Al_2O_3$  層を蒸着することができた。

20

#### 【0016】

この集合組織係数  $TC$  は、次のように定義することができる。

#### 【0017】

$$TC(hkl) = [I(hkl)/I_0(hkl)] \{1/n [I(hkl)/I_0(hkl)]\}^{-1}$$

$I(hkl)$  は、 $(hkl)$  反射の測定強度であり、

$I_0(hkl)$  は、ASTM 標準粉末回折資料の標準強度であり、

$n$  は、計算で用いた反射の数であり、

$(hkl)$  は、用いた反射で、(012)、(104)、(110)、(113)、(024)、(116) であり

30

#### 【0018】

さらに具体的には被覆したボディは、超硬合金、サーメット、セラミックまたは超硬質材料の基板を有する切削工具が含まれ、硬質耐摩耗性材料からなる被膜をこの基板表面の少なくとも機能部分上に有する。この前記被膜において、少なくとも一つの層が、本発明にしたがう単一相の  $Al_2O_3$  であり、且つ前記単一相の  $Al_2O_3$  は  $0.5 \sim 2.5 \mu m$  の厚みを有する。被膜構造の別の層は、 $TiC$ 、または周期律表の群  $IVB$ 、 $VB$ 、及び  $VIB$  から選択された金属、 $B$ 、 $Al$ 、及び  $Si$  及び / またはそれらの混合物に関連する炭化物、窒化物、炭窒化物、オキシ炭化物及び / またはオキシ炭窒化物であってよい。この別の層は、化学蒸着 ( $CVD$ )、プラズマ蒸着 ( $PACVD$ )、物理蒸着 ( $PVD$ ) または低温化学蒸着 ( $MTCVD$ ) によって蒸着できる。このような別の層の少なくとも一つは、基板と接触する。切削工具の被膜の合計厚みは  $1 \sim 30 \mu m$  にすることができる。

40

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0019】

A) 化学組成が 6 wt % の  $Co$  と残部  $WC$  とを有する型番  $CNMG120412-KM$  の超硬合金切削インサートを、処理ガスとして  $TiCl_4$ 、 $H_2$ 、 $N_2$  及び  $CH_3CN$  で、 $MTCVD$  技法を用いて  $5 \mu$  の厚みの  $Ti(C, N)$  の層で被膜した。同一被覆サイクルの際のその後の処理工程において、 $x = 0.5$ 、 $Y = 0.3$  及び  $z = 0.2$  に相当する

50

化学組成を有する  $0.5 \mu\text{m}$  の  $\text{TiC}_x\text{N}_y\text{O}_z$  層が、本発明の被膜処理に従い蒸着された  $6 \mu\text{m}$  の厚みの  $-\text{Al}_2\text{O}_3$  層によってひきつづき蒸着された。 $\text{Al}_2\text{O}_3$  の核生成以前に、キャリアガス  $\text{H}_2$  (反応器内に唯一存在するガス) の酸化ポテンシャル、すなわち水蒸気濃度を、低水準の  $5 \text{ppm}$  未満に正確に調整した。

【0020】

その後、第1の  $\text{Al}_2\text{O}_3$  層工程1が開始された。 $\text{Al}_2\text{O}_3$  蒸着の際の処理条件は、次のとおりである。

【0021】

工程	1	2	3	4
$\text{CO}_2$	4%	4%	0%	5%
$\text{AlCl}_3$	4%	4%	0%	4%
$\text{H}_2\text{S}$	-	0.2%	0%	0.2%
$\text{HCl}$	1.5%	5%	0%	5%
$\text{H}_2$	残部	残部	残部	残部
$\text{TiCl}_4$	-	-	5%	-
圧力	6000Pa (60mbar)	6000Pa (60mbar)	6000Pa (60mbar)	6000Pa (60mbar)
温度	1000	1000	1000	1000
期間	30分	20分	5分	20分

10

$\text{Al}_2\text{O}_3$  層は、工程1、2及び3を連続させて蒸着し、その後工程2と3を9回繰り返し工程4で処理を終結した。したがって、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  処理は中断されそして合計で10回  $\text{TiCl}_4/\text{H}_2$  で処理された。

20

【0022】

蒸着された  $-\text{Al}_2\text{O}_3$  の XRD 分析が、強い集合組織を示し、(012)面での1.7の集合組織係数 TC (012) を有し、また (024)面での1.5の集合組織係数 TC (024) を有した。

【0023】

図1の(a)と同様の上面で撮影した走査型電子顕微鏡の顕微鏡写真から、粒径を測定した。粗粒は  $0.9 \mu\text{m}$  の平均粒径を有し、微細粒は  $0.3 \mu\text{m}$  の平均粒径を有した。

【0024】

B)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  処理を先行技術の技法にしたがって行ったのを除きA)に記載するような、すなわち  $\text{TiCl}_4/\text{H}_2$  処理を除外し且つ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  が290分処理されたのを除きA)記載されたと同じ処理で、A)の超合金基板を、 $5 \mu\text{m}$  の  $\text{Ti}(\text{C}, \text{N})$ 、 $0.5 \mu\text{m}$  の  $\text{TiC}_x\text{N}_y\text{O}_z$  及び  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $6 \mu\text{m}$ ) で被覆した。これは、図2の(a)の約  $2 \mu\text{m}$  の平均粒径を有する  $-\text{Al}_2\text{O}_3$  相から実質的になる  $\text{Al}_2\text{O}_3$  層が得られた。

30

【0025】

C) 工程3を先行技術の  $\text{TiN}$  処理工程で置き換えたのを除きA)に示すように、A)の超合金基板を、 $5 \mu\text{m}$  の  $\text{Ti}(\text{C}, \text{N})$ 、 $0.5 \mu\text{m}$  の  $\text{TiC}_x\text{N}_y\text{O}_z$  及び上面の  $6 \mu\text{m}$  のムライト層の  $\text{Al}_2\text{O}_3$  の被膜で被覆した。この  $\text{TiN}$  行程の処理因子を次に示す。2%の  $\text{TiCl}_4$ 、40%の  $\text{N}_2$ 、58%の  $\text{H}_2$ 、及び3分の処理時間である。これは、11層の  $\text{Al}_2\text{O}_3$  と10層の  $\text{TiN}$  からなるムライト層の被膜が得られた。 $\text{Al}_2\text{O}_3$  層は、 $-\text{Al}_2\text{O}_3$  相からなることが測定された。

40

【0026】

A)、B)及びC)の被膜工具インサートは、150メッシュの  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉末で全て湿潤ブラストがなされ、被膜面を滑らかにした。

【0027】

この切削インサートは、その後ノジュラ-鋳鉄における正面切削作業でエッジラインとすくい面との剥離に関して試験された。機械加工した加工物の形状は、切れ刃が各回転の際に2回中断するようにした。

50

## 【0028】

切削資料

速度：170 m / 分

切り込み深さ：2.0 mm

送り：0.1 mm / 回転

インサートは加工物の面を一回切削した。この試験は非常に明確で、ノジュラ - 鋳鉄を切削する場合は必要とされる。

## 【0029】

炭化物基板までの剥離が生じる切削あたりのエッジラインのパーセントは、試験した各インサートに対して、並びに切削インサートのすくい面に生じる剥離範囲を記録した。

10

## 【0030】

その結果を4個のインサートの平均値で次の表に示す。

## 【0031】

	剥離 エッジライン	すくい面
A) - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 単一の相 / 溝状 (本発明)	0 %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 相の単なる 点状の剥離
B) - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (先行技術)	90 %	激しい Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 剥離
C) ムライト層 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / TiN (先行技術)	70 %	TiN と Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層と の間の剥離

20

## 【図面の簡単な説明】

## 【0032】

【図1】図1の(a)は、本願発明にしたがう Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層の走査型電子顕微鏡 (SEM) の顕微鏡組織写真であり、且つ図1の(b)は、本願発明にしたがう Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層の研磨断面の高倍率の SEM の顕微鏡組織写真である。

【図2】図2の(a)は、従来技術の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層の SEM の顕微鏡組織写真であり、且つ図2の(b)は、従来技術にしたがう Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層の研磨断面の高倍率の SEM の顕微鏡組織写真である。

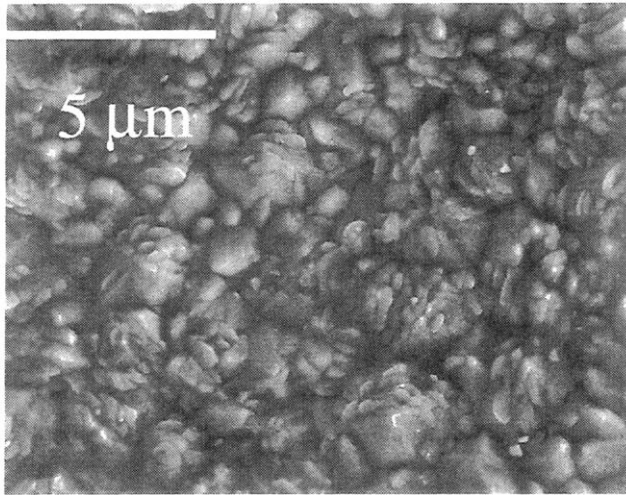
30

【図3】図3の(a)は、従来技術のムライト層の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / TiN 被膜の SEM の顕微鏡組織写真であり、且つ図3の(b)は、従来技術にしたがう Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / TiN ムライト層の研磨断面の高倍率の SEM の顕微鏡組織写真である。

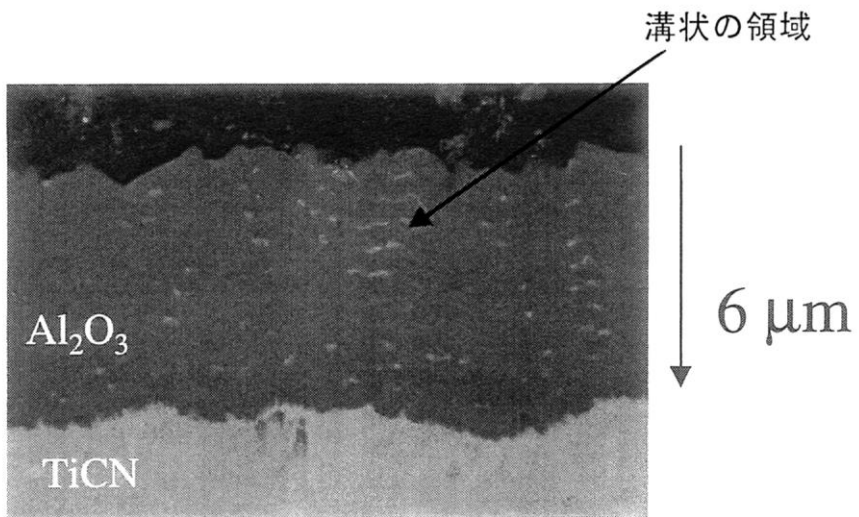
【図1】

図1

(a)



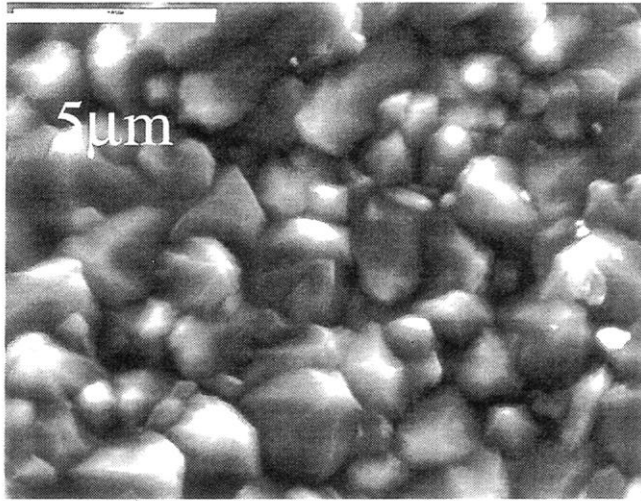
(b)



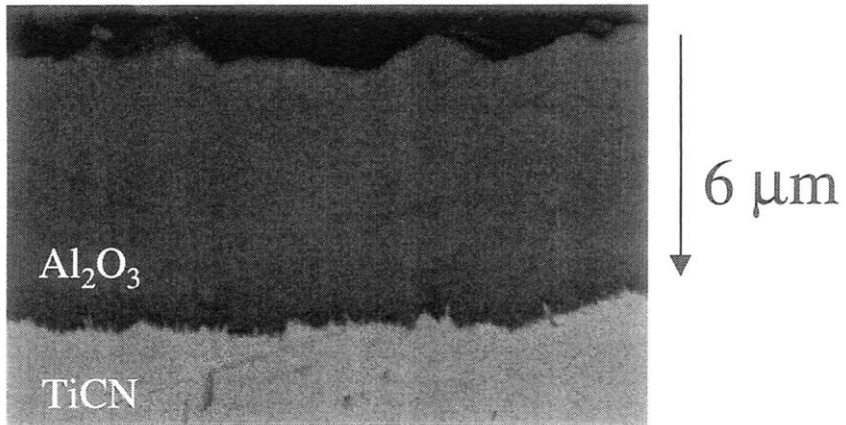
【 図 2 】

図 2

(a)



(b)

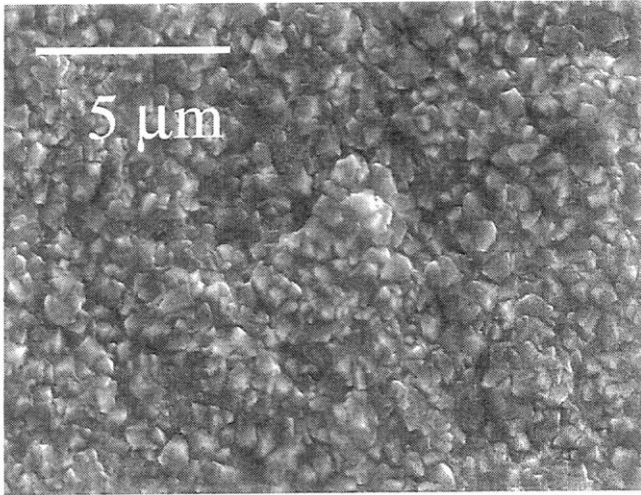




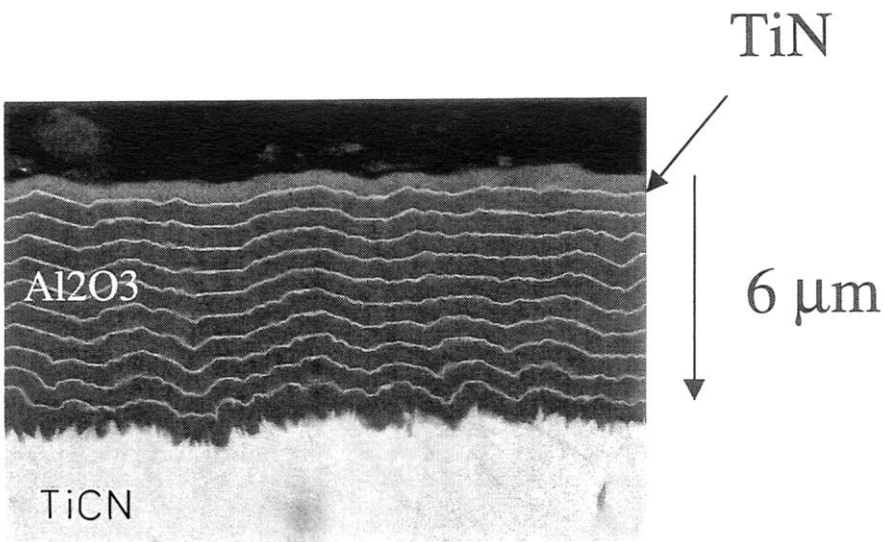
【 図 3 】

図3

(a)



(b)



---

フロントページの続き

(72)発明者 ビョーン, リュングベルイ

スウェーデン国, エス - 1 2 2 4 4 エンスケデ, クルステータルベージェン 9 6

(72)発明者 ラルス - アンデルス ブドジンスキー

スウェーデン国, エス - 1 4 1 4 6 フッディングゲ, ダルヘルムスベージェン 4

Fターム(参考) 3C046 FF13 FF22 FF23 FF24

4K030 AA03 AA13 AA14 AA17 AA18 BA18 BA36 BA38 BA41 BA42

BA43 BB12 CA03 FA10 HA01 JA06 JA10 JA11 LA22