

北海道大学工学部 ○吉田武史 義家敏正 岡田亜紀良 浜田弘一 石田巖  
住友電工㈱ 飛岡正明 北海道住電精密㈱ 柴田功

### 1 緒言

切削加工の高能率化、低コスト化に応えるために、工具表面に硬質セラミックスを被覆したコーティッド工具は、旋削加工の分野における中心的な工具となっている。このようなコーティッド工具は、超硬合金を母材として、その表面に数 $\mu\text{m}$ の厚さで硬質セラミックスをコーティングした切削工具であり、母材の韌性とコーティング層の耐摩耗性が調和しており現在の切削加工の要求に最も適合しているものである。コーティングの方法には、CVD法とPVD法がある。CVD法では、そのプロセス中の高温加熱による母材の変質を避けることができず、鋼のフライス切削のように厳しい断続切削にはあまり使用されていない。一方、PVD法によるコーティッド超硬合金は、母材の強度低下が見られないため、鋼のフライス加工のような断続切削に強いなど優れた性能が期待されている。

ここでは、CVD法とPVD法によるコーティッド工具の特性の違いをTiC膜の微細構造と組成を比較することにより検討した。

### 2 実験方法

2.1 試料 試料は超硬合金母材(WC-10wt%Co)の表面にCVD法( $1000^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{TiCl}_4 + \text{H}_2 + \text{CH}_4 \rightarrow \text{TiC} + 4\text{HCl} + \text{H}_2$ )およびイオンプレーティング法( $500^{\circ}\text{C}$ ,  $2\text{Ti} + \text{C}_2\text{H}_2 \rightarrow 2\text{TiC} + \text{H}_2$ )によって、TiCをコーティングしたものを作成した。

2.2 TEM試料作製法 CVDおよびPVD法によりTiC膜をコーティングしたコーティッド超硬合金をそれぞれFig. 1に示すように、 $2 \times 1 \times 0.5$ (mm)に切断し、コーティング膜同士を向い合わせて接着する。これをFig. 2のように直径3mmの電子顕微鏡試料支持用モリブデンリングに固定する。その後、Fig. 3のようにダイヤモンドホイールでくぼみを付け、試料中央の厚さを $20\text{ }\mu\text{m}$ 程度まで薄くした後、イオンシンニングにより試料の中央に穴を開ける。穴の周囲は鋭くさび型になっており、この穴の周囲の極めて薄くなった部分をTEMで観察する。これらの試料でTiC膜およびTiC/WC界面の微細構造をTEMを用いて観察し、さらにEDX(エネルギー分散X線)により界面付近の組成分析を行った。

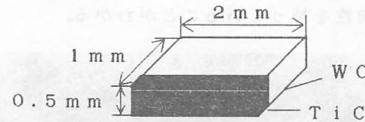


Fig. 1 試料の切斷

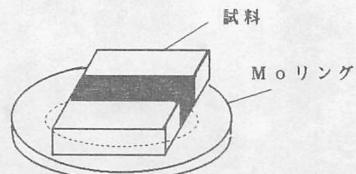


Fig. 2 試料のマウント

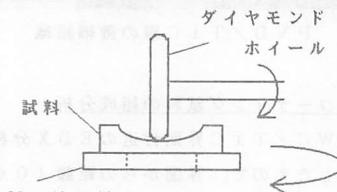


Fig. 3 ディンプリング

### 3 実験結果および考察

#### 3.1 CVD-TiC膜の組織観察

Fig. 4にCVD-TiC膜の組織を示す。結晶粒は比較的大きく、界面から $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 範囲では、その粒径が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ 以下の微細な結晶からなり、表面に近づくにつれて粒径は増加し表面付近では $1\text{ }\mu\text{m}$ に達する。

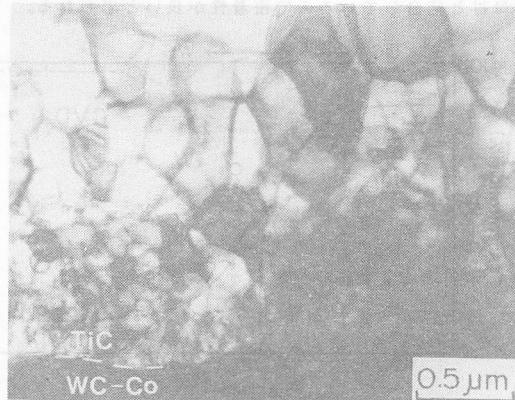


Fig. 4 CVD/TiC膜の微細組織

### 3. 2 PVD-TiC膜の組織観察

Fig. 5にPVD-TiC膜の組織を示す。PVD-TiCはCVDの場合に比べ非常に細かい結晶粒からなり、それらは界面に垂直に伸びた柱状組織をなしている。また電子線回折像から、これらの微細な結晶粒は強い方向性を持っていることがわかる。

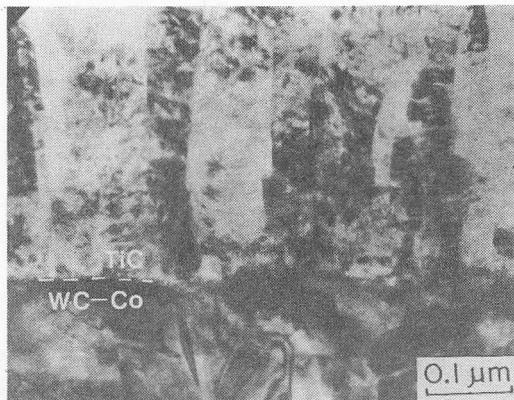


Fig. 5 PVD/TiC膜の微細組織

### 3. 3 CVDコーティング試料の組成分析

Fig. 6はWC/TiC界面付近のEDX分析の結果をプロットしたもので、界面からの距離(0点より左がTiC膜、右がWC-Co母材)と組成との関係を示したものである。(ただしEDXではCは検出されない。) Fig. 6より界面付近のTiC膜には10~30wt%のWが存在していることがわかる。またWCの結合材として使用されているCoが母材の界面付近で母材内部より高い濃度で存在している。これはCVD法による処理温度が1000°Cという高温であり、拡散層を形成しているためである。このようにCVD法によるコーティング膜は、熱拡散を伴って母材と結合しているので密着性が良いと思われる。

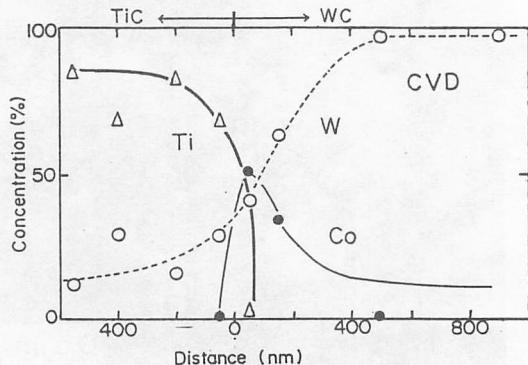


Fig. 6 CVD試料のEDX分析

### 3. 4 PVDコーティング試料の組成分析

Fig. 7からTi、WおよびCoの濃度は界面でステップ状に急激に変化しており界面を越えた拡散は少ない。PVD法による処理温度は500°C程度と低いため、界面における相互の拡散層は非常に薄く、コーティング膜の密着性はCVDに比べて低いと考えられる。

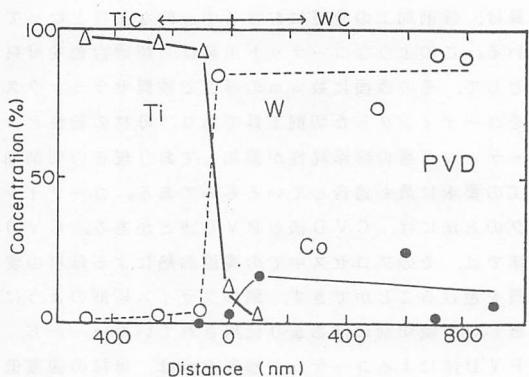


Fig. 7 PVD試料のEDX分析

### 3. 5 CVDとPVDの違いに関する考察

工具表面にコーティングされたTiC膜は極めて硬度が高く、耐摩耗性の高いものであるが、工具寿命は表面層の摩滅のみで決まるのではなく、コーティング膜が母材から剥離することが大きな要素となっている。PVDとCVDでは界面構造からCVDの方が密着性に優れると推定されるが、TiC膜の表面に発生したクラックは界面を通して母材中に容易に伝播し、母材ごと剥離脱落すると考えられる。さらに、CVDではTiCの結晶粒径が大きく、表面の均一性で劣っておりクラックが入りやすい組織となっている。一方、PVDでは、母材とコーティング膜との密着性はCVDほど期待できないが、処理温度が低いことから、母材自体の変質に伴う強度の劣化は少ないであろう。TiC膜は前述のごとく、極めて微細で緻密な組織を形成しており表面の一様性は高い。すなわち、クラックが発生してもそれが粒界に沿って広く伝播することなく、また界面に到達したクラックはそこで停止するか、界面に沿って進み母材中に進入することは少ないのである。