

# 切削工具用超高硬度 TiSiN系コーティング材料の開発

## TiSiN Based Ultra-Hard Coating Materials

石川剛史\* Takeshi Ishikawa  
井上謙一\*\* Kenichi Inoue

切削工具用に硬度ならびに耐酸化性に優れたTiSiNコーティング材料を開発した。本技術は、従来までのコーティング材料における固溶強化コーティング材料とは異なり、ナノ結晶粒子と非晶質マトリックスから構成されるナノ複合コーティング材料であり、高硬度で耐酸化性に極めて優れる。TiSiNを被覆した切削工具は、従来コーティング材料よりも、耐摩耗性に優れ、特に高硬度金型材料の高速切削加工に好適である。

A new coating material for TiSiN cutting tools has been developed. The coating material is constructed of nano-composites with a TiSiN crystallite phase and Si rich TiSiN amorphous phase. Much higher hardness and higher oxidation resistance than in a conventional solid solution hard coating like TiAlN are obtained. TiSiN coated tools were suitable for high-speed cutting and high efficient machining of hardened die steels for molding.

### ① 緒 言

日本でのモノ作りに勝ち残っていくためには、日本でしかできない高精度・高品質加工はさることながら、同時にモノを早く、安く作る必要がある。部品や金型の加工コストを分析してみると、工具費5%、管理費25%、加工費70%が市場の平均値である<sup>1)</sup>。この数値を、早く、安くという視点から考えると、工具費を半減しても、2.5%しかコストは下がらないが、加工時間そのものを半減させれば、35%のコスト削減につながることになる。すなわち、加工時間の短縮が、モノを早く、安く製作するためのキーポイントとなる。

加工時間を短縮するための、具体的解決策としては、高速、高送り切削加工による加工時間短縮、工程を削減するための、熱処理材のダイレクトミーリングによる熱処理レス、放電加工レス、廃液を出さないドライ切削等があげられるが、何れの場合も、切削温度が著しく上昇し、激しい工具摩耗の誘発は避けて通れない問題である。このような切削環境下においては、切削温度が約1173K<sup>2)</sup>から1273K<sup>3)</sup>に達するため、工具切れ刃の酸化摩耗が新しい問題となる。

そこで、このような過酷な環境下においても、安定して切削加工が行えるように、工具摩耗を抑制し（高硬度化）、また耐熱性に優れた（耐酸化性の改善）コーティング材料の開発が重要となってきた。

切削工具用コーティング材料の開発の歴史を振り返っ

ても、TiN、TiCNからAlを添加することにより、皮膜硬度ならび耐酸化性を改善したTiAlNの開発<sup>4)</sup>に伴い、大幅な金型加工時間の短縮が図られた経緯がある。このように、切削工具表面に被覆するコーティング材料の特性改善が次世代の切削加工を切り開く鍵を握っている。

当社では、さらなる切削加工の高能率化に対応するために、これら従来のコーティング材料の改良メカニズムとは全く異なる技術により、その特性を大幅に改善し、切削加工の高能率化に成功した。本技術は、切削工具用コーティング材料としては世界で初めての試みであり、コーティングにSiを添加することにより、結晶粒をナノレベルまで微細化し、高硬度化と同時に耐酸化性の改善を達成したものである。

ここでは、物理蒸着法の中でも特にイオン化率が高く、生産性に優れるPVD（物理蒸着）によるAIP法<sup>5)</sup>で被覆した超高硬度TiSiNコーティング材料の特性ならびにTiSiN被覆切削工具による実際の金型切削加工事例について紹介する。

### ② 成膜方法

#### 2.1 AIP法の原理

AIP法の原理を図1に示す。減圧下の反応ガス雰囲気中で、カソードである金属ターゲットと、減圧容器であるアノードとの間でアーク放電を発生させると、ターゲット表面上には、ランダムに走り回る微小なアークスパ

\* 日立ツール株式会社 成田工場

\*\*日立金属株式会社 冶金研究所

\* Narita Works, Hitachi Tool Engineering, Ltd.

\*\* Metallurgical Research Laboratory, Hitachi Metals, Ltd.

ット（数 $\mu\text{m}$ ～十数 $\mu\text{m}$ ）が形成される。このアークスポットに集中する電流密度は、 $10^6 \sim 10^8 \text{A/cm}^2$ に達するため、ジュール加熱によってターゲット材は瞬時に溶解、蒸発し、同時に多数の金属イオンが発生する。このとき、ターゲットに対抗して設置された被処理物には、バイアス電源により、任意に設定可能である負の電圧が印加されているため、放出された金属イオンは、被処理物の近傍で加速し、反応ガスイオンとともに被処理物表面に堆積する。AIP法では、イオン化率の高い条件下で成膜が行われるため、その他の手法に比べ、緻密かつ密着力の大きい皮膜が得られる特徴がある。

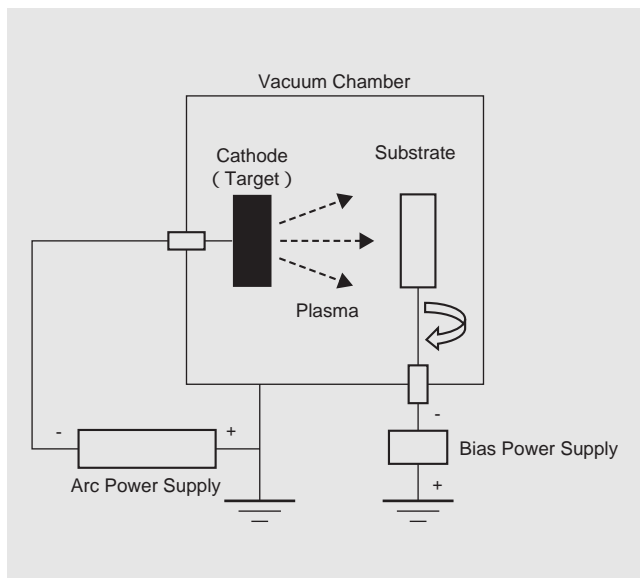


図1 AIP法の基本構成図

Fig. 1 Schematic diagram of Arc Ion Plating method (AIP).

### ③ コーティング材料の高硬度化

#### 3.1 添加元素と機械的特性

図2に、TiNへの第三元素添加量と押込み硬さの関係を示す。TiNへAlを添加したTiAlNは約55at.%で最大押込み硬さが得られているのに対し、Siを添加したTiSiNでは約20at.%で最大押込み硬さが得られ、Alを添加したものに比べ、著しい硬化が確認される。なお、Al含有量が60at.%以上のTiAlNが軟化する要因は六方晶AlNの出現によるものである。図3に、TiNへの第三元素添加量とX線回折より得られる岩塩構造型の(200)面より算出した格子定数の関係を示す。TiAlNの場合は、Al添加に伴い、格子定数が単調に減少しているのに対し、TiSiNはSi添加による格子定数の大きな変化は認められない。通常、単一固溶体を形成する場合、Tiに対してより原子半径の小さいAlやSiを添加することにより、格子定数は減少する。TiAlN皮膜においては、理論的に算出される格子定数とほぼ一致しており、このことはTiAlN固溶体を形成していることを示唆しており、TiAlNにおける硬化は、Alの固溶強化であると結論付けることができる。一方、TiSiNは、著しい硬化を示すにもかかわらず、格子

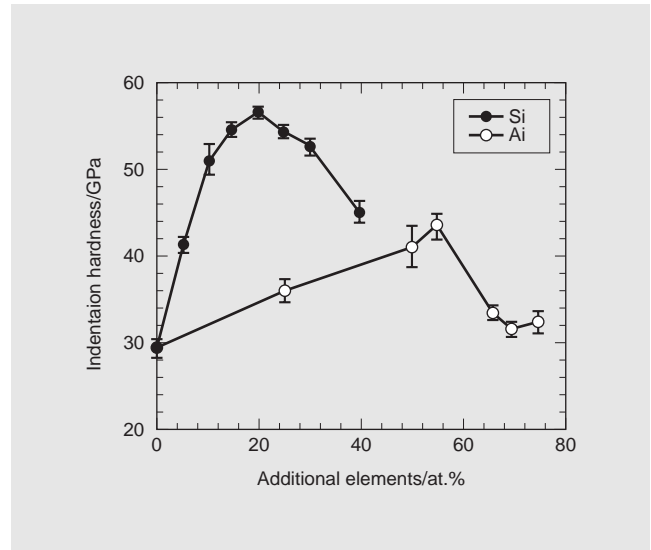


図2 TiN皮膜への第三元素添加による押込み硬さの影響

Fig. 2 Effect of additional elements on indentation hardness for TiN layer.

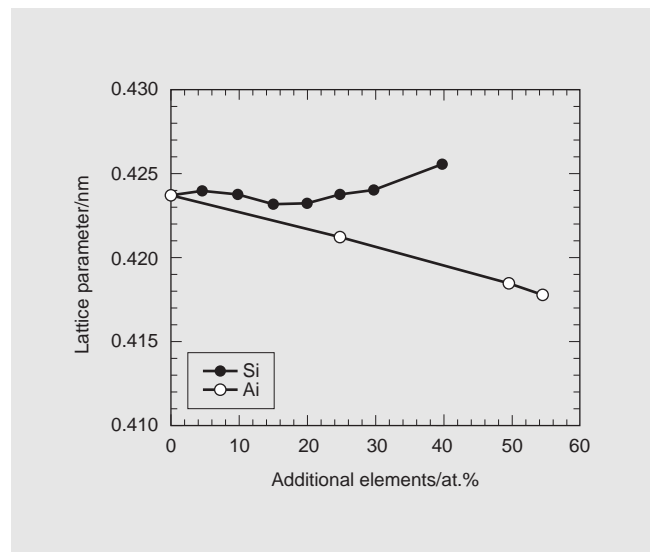


図3 TiN皮膜への第三元素添加による格子定数の影響

Fig. 3 Effect of additional elements on lattice parameter for TiN layer.

定数の大きな変化は認められない。このことから、TiSiNの著しい硬化現象は、従来コーティングの硬化メカニズムとは全く異なるメカニズムであると推測される。

#### 3.2 添加元素と断面組織

図4にSi含有量の異なるTiSiNの破断面電子顕微鏡写真、さらに図5に半価幅から算出したSi添加量に伴う結晶粒径の変化を示す。図より、Si添加量の増加に伴い、破断面組織が微細化しており、結晶粒径は添加量に対して線形で減少している。

さらに詳細にその組織を観察するために、最も高硬度を示したSi含有量20～25at.%のTiSiN皮膜に関し、透過型電子顕微鏡によりその組織を観察した。その結果を図

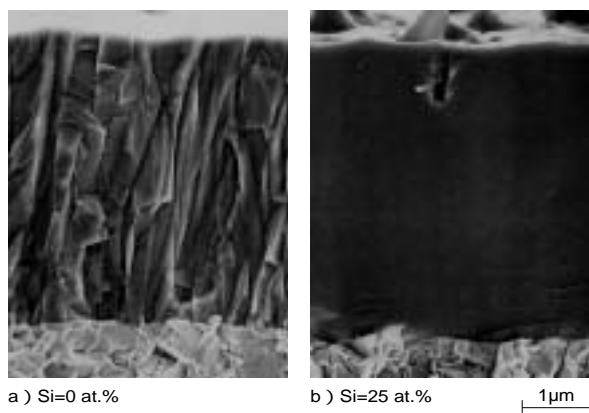


図4 TiNへのSi添加量と電子顕微鏡組織

Fig.4 FE-SEM images of TiN layer with and without Si addition.

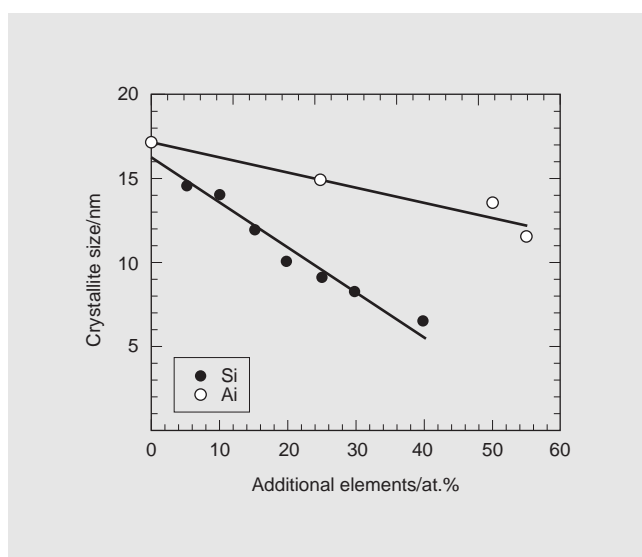


図5 TiN皮膜への第三元素添加による結晶粒径の影響

Fig. 5 Effect of additional elements on crystallite size for TiN layer.

6に示す。図より、規則的な原子配列を有した数ナノメートルの領域（図中1）と原子配列が明瞭に認められない領域（図中2）が存在する。図7に、その規則的な原子配列を示す領域と原子配列が不規則な領域の1nm領域の電子線回折結果を示す。図より、規則配列領域（1）は岩塩構造からなる結晶質相であり、また不規則配列領域（2）は明瞭な回折スポットが認められないことから、非晶質相であると考えられる。また、夫々の1nm領域をEDS分析により定量分析を行った結果、結晶質相は金属元素中のSi含有量が3～8at.%であったことに対し、非晶質相は23～26at.%であった。このことから、TiSiN中の一部のSiは固溶体としてTiSiN格子内に固溶しておらず、微量のTiSiN結晶の周囲にSiリッチ非晶質相として存在し、結果としてTiSiN結晶の成長を抑制し、結晶粒微細化により、硬化したものとする。しかしながら、Si含有量が30at.%以上においても結晶粒の微細化が確認されるものの、硬度が低下している。本硬度低下現象は、組織中の非晶質相が占める面積が増加し、粒界すべりを

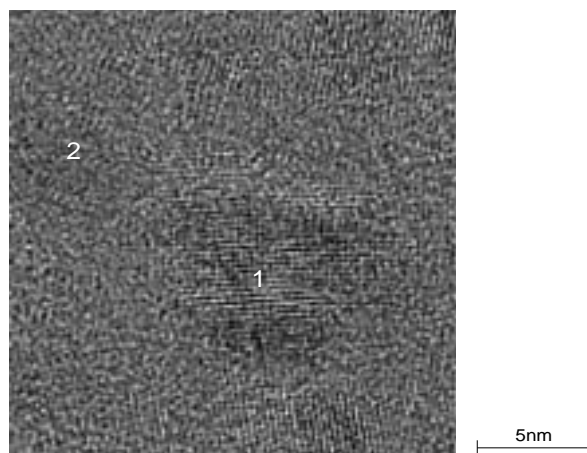


図6 Ti75-Si25Nの透過型電子顕微鏡写真

Fig. 6 HR-TEM images of Ti75-Si25N layer.

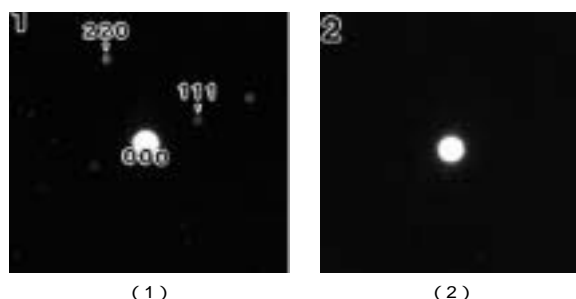


図7 Ti75-Si25Nのナノ領域電子線回折写真

Fig. 7 Electron diffraction of nano etched area in Ti75-Si25N layer, (1) crystallized area and (2) amorphous area.

起こすためである<sup>6)</sup>と考えられているが、現時点では明らかではない。以上のように、TiSiNは従来のコーティング材料とは全く異なる組織構造を有したナノ結晶構造皮膜である。

#### ④ コーティング材料の耐酸化性

##### 4.1 添加元素と耐酸化性

TiSiNの耐酸化性について解説する。図8にTiSiNのSi含有量と酸化層の厚さの関係を示す。評価は、大気中1273Kで一時間保持した後、断面の酸化スケールの厚さを測定することにより行った。酸化層の厚さが厚いほど、耐酸化性に乏しいことを意味する。図より、Si含有量増加に伴い、酸化層の厚さが減少し、耐酸化性に優れている。上記酸化環境下においては、従来皮膜であるTiNおよびTiAlNは、酸化が基材でまで達する環境であり、著しく耐酸化性の改善が図れていることがわかる。

図9に、1173Kで一時間保持した後のTiAlN (Al=50at.%)、TiSiN (Si=25at.%)の表層付近の破断面

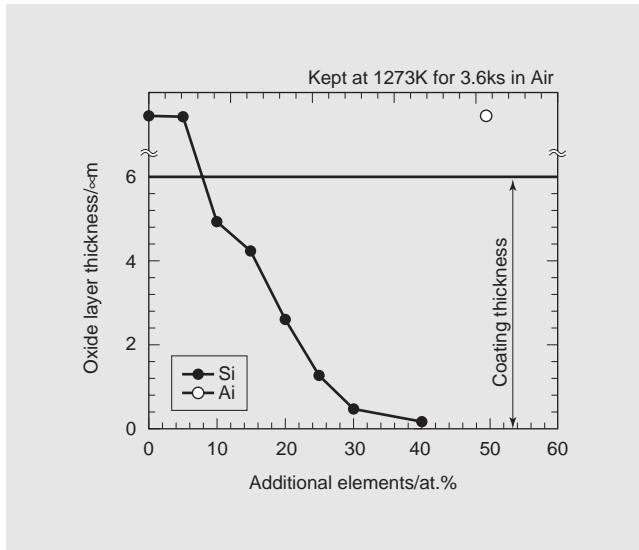


図8 TiNへのSi含有量と酸化層の厚さの影響

Fig. 8 Effect of additional elements on oxide layer thickness for TiN layer.

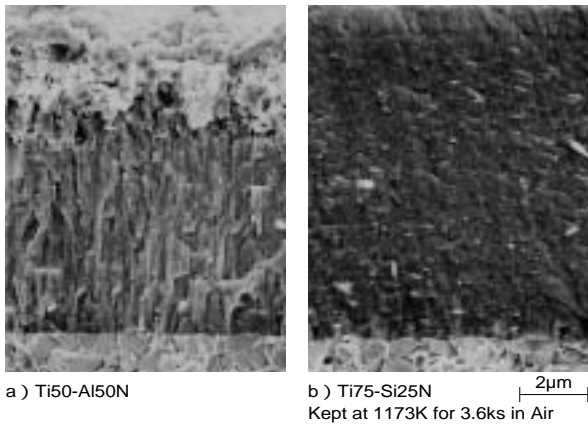


図9 酸化後の破断面電子顕微鏡写真

Fig. 9 SEM images of cross section after oxidation.

電子顕微鏡写真を示す。図より、TiAlNは表層に粗大な酸化物を形成していることが確認できるが、TiSiNに関しては、酸化層がほとんど確認できない。

TiAlNの場合、酸化物生成自由エネルギーの関係から、最外層に緻密で安定なAl酸化物を形成し、その直下にTi酸化物を形成する。TiAlNはこのAl酸化物の保護効果により、TiN、TiCNよりも酸化性に優れ、高速切削を助長できた。しかしながら、さらなる高速切削加工への展開には十分ではない。その理由は、酸化開始温度もさることながら、図9に示すように、Al酸化物の直下に強度の低いTi酸化物を形成し、摩耗環境下において、Ti酸化物から脱落してしまい、Al酸化物が有効に作用しないためである。TiSiNの場合は、最外層にTi酸化物を形成し、その直下に緻密で安定なSi酸化物を形成するため、動的環境下においても、緻密なSi酸化物が脱落し難く、酸化摩耗が改善される。また、図9に示すようにTiAlNのような明瞭な結晶粒界が存在しないことも、酸素の内向拡散に有効であると考えられる。

## 5 切削加工特性

### 5.1 切削工具への展開

TiSiNコーティングは極めて高硬度を有する材料であるがゆえに、基材との密着強度に乏しい。従って、本コーティング材料を切削工具に適用にするあたり、密着強化層、応力緩和層として、例えばTiAlN系コーティング材料との積層膜にすることにより、その効果を発揮することができる。積層周期ならびに層構造は、各種アプリケーションにより最適構造が存在し、各用途に応じて最適化することにより、性能を改善することができる。従って、TiSiNをそのまま被覆しても必ずしも良い成果が得られるわけではない。ミーリング用途に用いられる工

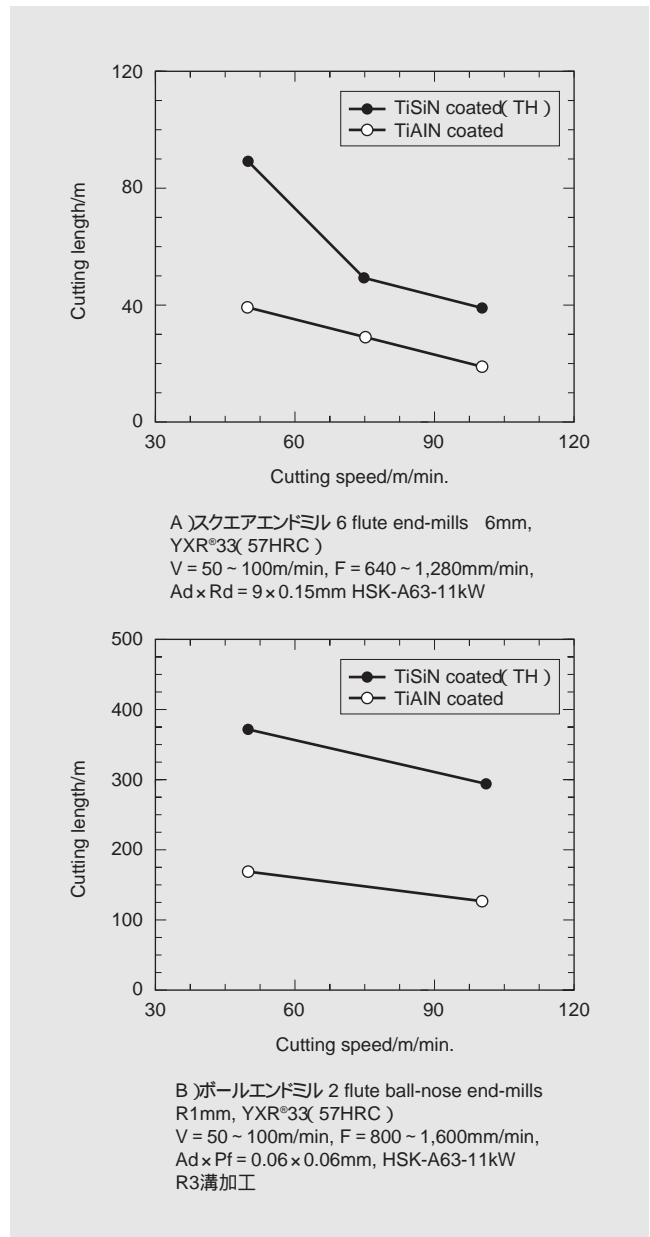


図10 高硬度ダイス鋼切削における切削速度に対する切削距離の関係

Fig. 10 Cutting performance of TiSiN coated end-mills on hardened die steel, A) square end-mill, B) ball-end mill.



表1 THコーティングエンドミルによる加工費低減事例

Table 1 Example of reduction in machining cost by TH coated end-mills.

Application	Mold materials	Improvement	Reduction in machining cost
Plastic mold for car	SKD11-62HRC	Machining speed 40 ~ 280% increase	39% reduction
Mold for slide core	SKD61-48HRC	Efficiency increase	49% reduction
Metal forming mold for P.C.	SKD11-62HRC	Tool life increase	19% reduction
Mold for piston clutch	DH21-48HRC	Efficiency increase	45% reduction
Mold for car ( door )	SKD61-52HRC	Efficiency increase	46% reduction
Forming die	SKD61-51HRC	Efficiency increase	76% reduction
Forming die	SKD51-62HRC	Tool life and efficiency increase	70% reduction
	DC53-63HRC	Machining time 1/5, Tool cost 1/2	
	SKS3-62HRC	A day's work reduced to 15min work	99% reduction

ンドミルにTiSiN系積層膜を採用したコーティング材料を当社ではTHコーティングと命名した。このTHコーティングの切削特性ならびに実際の金型加工で使用して頂いた事例について紹介する。

## 5.2 ダイス鋼の高速切削加工

図10に、高硬度ダイス鋼（YXR®33：57HRC）切削における切削速度に対する切削距離の関係を示す。（A）がスクエアエンドミル，（B）がボールエンドミルによる切削事例である。（A）に関しては，同一切削条件において，TiAlN被覆工具に対し，2倍の切削距離，また同一切削距離で比較すると切削速度を2倍向上させることができる。（B）に関しても同様であり，切削速度を2倍向上させても，従来コーティングよりも摩耗量が少ない。

## 5.3 超高硬度材の切削加工

65HRCを超える超高硬度材の切削加工においても，その効果が確認されている。このような超高硬度材の加工は従来まで放電加工や研削加工が主体であり，放電電極の作製等に大きな加工コストを費やしていた。THコーティング工具を用いることにより，粉末高速度鋼（HAP®40:67HRC，HAP®72:70HRC）の切削加工も加工能率を低下させることなく，安定して加工することができる。また，超硬合金（87.5HRA）のボールエンドミルによる面取り切削加工も，切削速度96m/minで30分安定して切削加工を行うことができ，仕上がり精度も研削加工に比べ同等以上であり，放電加工や研削加工を切削加工に置き換えることができる可能性がある。

## 5.4 金型加工におけるコスト低減事例

当社では，TH<sup>7)</sup>，CS<sup>7)</sup>，ATコーティング<sup>8)</sup>に代表される加工能率を向上させることができる最新コーティング材料をコーティングした工具により，顧客の加工時間を半減させる提案を「加工半減キャンペーン」と称して，実施させて頂き，数々の効果を認めて頂いている。表1に，実際に顧客により評価して頂いたTHコーティングエンドミルによる加工費低減事例を紹介する。加工費の計算方法としては，次式による評価が最も顧客の加工費に近似しており，簡易的に評価することができる<sup>1)</sup>。

$$K=M \times T_c + (Y + M + T_d) / P \dots\dots\dots (1)$$

ここで，K：加工費（¥／本），P：工具寿命（個／本），T<sub>d</sub>：工具交換（分／本），M：機械費（¥／分），T<sub>c</sub>：

加工時間（分／個），Y：工具費（¥／本）である。

表1より，実際の金型加工においても，大幅な加工コストの低減が確認された。これらに代表される最新工具を活用して頂いて，今後も顧客と伴にさらなる加工費低減に取り組んでいきたい。

## 6 結 言

金型加工のコスト低減に対して，高速・高能率加工を可能にする高性能硬質皮膜被覆切削工具が望まれている。本研究では，硬質皮膜にSiを添加することで，結晶粒子を微細化することに成功し，以下の結論を得た。

- (1) 最適Si含有量におけるTiSiNの硬度は，約57GPaであり極めて高硬度を示した。
- (2) 最適Si含有量におけるTiSiNの耐酸化性は，TiAlNよりも格段に優れ，1273Kにおいても安定した耐熱性を示した。
- (3) 最適Si含有量におけるTiSiNを被覆したTHコーティングエンドミルは，高硬度材の高能率切削加工が可能であり，金型加工の低コスト化に有効である。

## 7 今後の展開

本技術の開発により，従来まで困難とされていた超高硬度材の切削加工や超高速切削の可能性が明確になり，次世代の切削加工への展開が期待される。また本技術は，切削工具に限定されるべきではなく，耐摩耗性を要求される各種用途に活用して頂きたい。例えば，パンチ，ダイス，電極等においてはすでにその効果が確認されており，今後さらに活用できるアプリケーションを顧客と伴に開発していきたいと考える。

## 参考文献

- 1) 長森信幸：機械と工具，工業調査会，2004年5月別冊，(2004)，p.87.
- 2) 升田雅博：精密工学会誌，Vol.66，No.11，(2000)，p.1745.
- 3) 岡田康孝：砥粒加工学会誌，Vol.47，No.11，(2003)，p.581.
- 4) O.Knotek et al.：J.Vac.Sci.Techol.，Vol.A4，(1986)，p.2695.
- 5) 神戸製鋼所，機械エンジニアリングカンパニー，ホームページ，AIP

- 6) S.Veprek et al. : Surf. Coat. Tec. 108-109 , ( 1998 ) , pp.138-147.
- 7) 石川剛史 : 機械と工具 , 第45巻 , 第12号 , ( 2001.12 ) , p.67.
- 8) 石川剛史 : 機械と工具 , 第48巻第3号 , ( 2004.03 ) , p.61.



石川剛史

*Takeshi Ishikawa*

日立ツール株式会社 成田工場



井上謙一

*Kenichi Inoue*

日立金属株式会社 冶金研究所