

Title	被覆工具用 $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> CVD膜のエピタキシャル成長と高密着性に関する研究
Author(s)	石井, 敏夫
Citation	大阪大学, 2003, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/44381">https://hdl.handle.net/11094/44381</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈/a〉</a> をご参照ください。

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名	石井敏夫
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第 17405 号
学位授与年月日	平成 15 年 1 月 24 日
学位授与の要件	学位規則第 4 条第 2 項該当
学位論文名	被覆工具用 $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> CVD 膜のエピタキシャル成長と高密着性に関する研究
論文審査委員	(主査) 教授 弘津 禎彦 (副査) 教授 山本 雅彦 教授 野城 清 教授 森 博太郎

### 論文内容の要旨

本論文は、耐熱安定性と機械特性に優れた被覆工具材料の開発を目的とし、 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> CVD 膜のエピタキシャル成長と高密着性に関して研究したものであり、全 7 章から構成されている。

第 1 章では、本研究の背景と硬質皮膜の特徴を述べた後、本研究の目的と概要を記述した。

第 2 章では、本研究で開発した被覆工具の皮膜構成 TiN/Ti(C, N)/Ti(C, O)結合膜/ $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> と製法を記し、また、本工具は  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜と下地 Ti(C, N)膜間の密着性が優れ、従来品の 2～4 倍の工具寿命を示すことを述べた。

第 3 章では、X線回折により、ともに岩塩構造を持つ Ti(C, N)膜と結合膜の(211)面と  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜の(110)<sub>hex</sub> 面が超硬合金基体表面に平行に強く配向していることを明らかにした。

第 4 章では、皮膜断面の EPMA、SEM、TEM によるマイクロ解析結果を記述した。Ti(C, N)膜、結合膜、 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜間の各界面で格子縞が連続的に形成されており、構成膜は相互にエピタキシャル成長していることが判明した。また、Ti(C, N)部と結合膜部を貫く(111)双晶面が観察され、その先端部を中心にして結合膜表面に突起状結晶粒の形成が見いだされた。

第 5 章では、結合膜表面の SEM と TEM によるマイクロ解析結果の詳細を記述した。結合膜は(111)双晶を有する膜から構成され、その双晶面に沿って結合膜が隆起し薄板状の突起型結晶粒を構成することを見いだした。

第 6 章では、エピタキシャル成長部での  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜と結合膜間の結晶学的方位関係と、結合膜中と  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 中の酸素原子の位置関係に関する検討を行い、 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜のエピタキシャル成長と高密着性実現に、酸素を含む Ti(C, O)結合膜の形成と(111)双晶面に沿って隆起した結合膜表面の突起状結晶粒の形成が重要であることを明らかにした。突起状結晶粒形成は結合膜(111)面に沿う最密原子面と  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜の(001)面に沿う最密原子面との連結を容易にし、 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜の結合膜表面へのエピタキシャル成長を促進する。本突起状結晶粒の形成は  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜のエピタキシャル成長に加えて  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜に対するアンカリングの効果も担い、 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜と下地膜・結合膜との高密着性に密接に関与していると判断された。

第 7 章では、本研究の結果を総括し結論としてまとめた。

Appendix では、本研究で用いた CVD の成膜方法と成膜装置の概要を記述した。

## 論文審査の結果の要旨

高温安定性が特に優れている $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜は、機械特性が優れているTi系非酸化物膜と組み合わせて使用することにより、高硬度被削材を高効率に切削する旋削工具用の皮膜として最適になると期待されていたが、Ti系非酸化物膜との密着性が悪いため、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜被覆旋削工具は実現されていなかった。本研究では、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  CVD膜のTi系非酸化物下地膜上のエピタキシャル成長を実現させることにより、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜/Ti系非酸化物下地膜間の密着性を改善し、耐熱安定性と機械特性に優れた $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜被覆旋削工具材料を得ている。本論文はこの研究をまとめたものであり、その主な成果を要約すると次のようになる。

- (1) 従来型の $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜被覆旋削工具の特徴を検討し、下地Ti系非酸化物膜との密着性の高い $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜被覆工具を実現するには下地TiN/Ti(C, N)膜と $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜の間に、酸素を適量含んだTi(C, O)結合膜の存在が必要であることを述べている。
- (2) 皮膜構成TiN/Ti(C, N)/Ti(C, O)/ $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ の被覆工具の製作を行った結果、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜と下地Ti(C, N)膜間の密着性が優れ、従来品の2～4倍の工具寿命を示す $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ の被覆工具を実現している。
- (3)  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜と下地Ti(C, N)膜間の優れた密着性の要因をX線回折、電子顕微鏡結晶格子像観察などにより結晶学的観点から調べている。ともに岩塩構造を持つ下地のTi(C, N)膜とTi(C, O)結合膜の(211)面と、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜の(110)<sub>hex</sub>面が超合金基体表面に平行に強く配向すること、Ti(C, N)膜、結合膜、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜相互の間に一定の結晶学的な方位関係が存在し、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜が結合膜・下地膜に対してエピタキシャル成長していることを見出し、また、Ti(C, N)部と結合膜部を貫く(111)双晶面の観察、双晶面部分を中心とする結合膜表面での突起形成などを見いだしている。
- (4) 実験結果に基づき、Ti(C, O)結合膜表面の突起構造が下地膜・結合膜上への $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜のエピタキシャル成長を促進するとともに、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜/結合膜間のアンカリングの効果も担うことによって、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜と下地膜・結合膜との高密着性に密接に関与していると判断している。

以上のように、本論文は耐熱安定性と機械特性に優れた $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜被覆旋削工具材料の実現、および $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜/下地膜間の高密着性に関する重要な知見を得ており、工具材料分野の発展に寄与するところが大きいのみならず、材料工学の発展にも寄与するところが大きい。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。