(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2008-162882
(P2008-162882A)

(43)公開日　平成20年7月17日(2008.7.17)

(51)Int.Cl.			FI			テーマコード（参考）
C04B	35/599	(2006.01)	C04B	35/58	302C	3G046
B23B	27/14	(2006.01)	B23B	27/14	B	4G001
C04B	41/87	(2006.01)	B23B	27/14	A	
			C04B	41/87	N	

審査請求 未請求　請求項の数 5　ＯＬ　外国語出願　（全 10 頁）

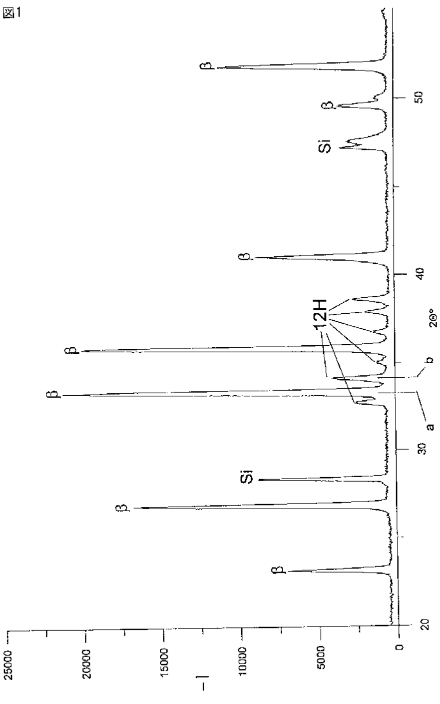
(21)出願番号　特願2007-334386 (P2007-334386)
(22)出願日　平成19年12月26日 (2007.12.26)
(31)優先権主張番号　0602810-4
(32)優先日　平成18年12月27日 (2006.12.27)
(33)優先権主張国　スウェーデン(SE)

(71)出願人　505277521
サンドビック　インテレクチュアル　プロパティー　アクティエボラーグ
スウェーデン国，エスイー－８１１　８１　サンドビッケン
(74)代理人　100099759
弁理士　青木　篤
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100087413
弁理士　古賀　哲次
(74)代理人　100113918
弁理士　亀松　宏
(74)代理人　100140121
弁理士　中村　朝幸

最終頁に続く

(54)【発明の名称】セラミック材料およびセラミクス材料製切削工具インサート

(57)【要約】
【課題】金属好ましくは耐熱超合金を機械加工するのに最適な組成を有し、良好な境界摩耗、許容できる逃げ面摩耗および十分な靭性を有する、金属切削工具用の窒化ケイ素系セラミック材料を提供する。
【解決手段】β－サイアロン（$Si_{6-Z}Al_{Z}O_{Z}N_{8-Z}$）と、結晶多形１２Ｈの相と、非晶質または部分的に結晶質の粒界相とから成り、イットリウムを含むセラミック材料であって、
ＳＥＭ写真の全面積に対する粒界相の面積の割合として測定される粒界相の量が５～１５％であり、
Ｚ値が０．７以上で１．５未満であり、
Ｃｕ－ＫαＸ線回折図形中の２θ値＝３４°での結晶多形１２Ｈの相のピーク高さと、同じ回折図形中の２θ値＝３３°でのβ－サイアロンのピーク高さの比として測定される結晶多形１２Ｈの相の量が２～２０％であり、
イットリウム含有量が３．５～５重量%、好ましくは３．９～４．５重量%であることを特徴とするセラミック材料。

図1


【特許請求の範囲】
【請求項１】
β－サイアロン（$Si_{6-Z}Al_ZO_ZN_{8-Z}$）と、結晶多形１２Ｈの相と、非晶質または部分的に結晶質の粒界相とから成り、イットリウムを含むセラミック材料であって、
ＳＥＭ写真の全面積に対する該ＳＥＭ写真中の粒界相の面積の割合として測定した粒界相の量が５～１５％であり、
Ｚ値が０．７以上で１．５未満であり、
Ｃｕ－ＫαＸ線回折図形中の２θ値＝３４°での結晶多形１２Ｈの相のピーク高さと、同じ回折図形中の２θ値＝３３°でのβ－サイアロンのピーク高さの比として測定される、結晶多形１２Ｈの相の量が２～２０％であり、
イットリウム含有量が３．５～５重量％、好ましくは３．９～４．５重量％であることを特徴とするセラミック材料。
【請求項２】
Ｚ値が０．７～１．３であり、結晶多形１２Ｈの相の量が５～２０％である、請求項１に記載のセラミック材料。
【請求項３】
Ｚ値が１．２以上で１．５未満であり、結晶多形１２Ｈの相の量が２～１５％である、請求項１に記載のセラミック材料。
【請求項４】
請求項１から３までのいずれか１項記載のセラミック材料で作られた、切屑を発生する金属機械加工用の切削工具インサート。
【請求項５】
ＴｉＮ、Ｔｉ（Ｃ，Ｎ）、Al_2O_3または（Ｔｉ，Ａｌ）Ｎまたはこれらの組み合わせの被覆を備えている、請求項４に記載の切削工具インサート。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、良好な境界摩耗、許容される逃げ面摩耗および十分な靭性を有し、耐熱超合金（ＨＲＳＡ）とも呼ばれるニッケル基およびコバルト基の材料を機械加工するのに好適な窒化ケイ素基セラミック材料に関する。
【背景技術】
【０００２】
切削工具用途のセラミック材料は、高温硬さが高いため、高硬さで高温引張強さが高く温度拡散率が低い被加工材の機械加工に好適であり、特に、耐熱超合金（ＨＲＳＡ）とも呼ばれる種類のニッケル基およびコバルト基の材料などの自硬性材料の機械加工に好適である。
【０００３】
切削工具用の多くの窒化ケイ素基の材料は、焼結助剤として酸化アルミニウム（Al_2O_3）を使用して製造されている。アルミニウムおよび酸素は、窒化ケイ素の結晶構造中でそれぞれケイ素および窒素と置換する能力を有し、それによりＳｉ－Ａｌ－Ｏ－Ｎからなるいわゆるサイアロンセラミックを作り出し、これは、さらにカチオンMe^{n+}により安定化される。ここで、Ｍｅは、Ｙ、Ｙｂ、Ｄｙ、Ｌｕ、Ｌｉ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｓｃなどの好適なイオン半径（ｒ＜１．０Å）を持つ多くの（希土類）金属およびランタニドから選択できる。
【０００４】
多くのサイアロン相が検出および特性解析されている。例えば、Izhevskiy V A, Genova L A, Bressiani J C及びAldinger Fの"Progress in SiAlON ceramics", J.Eur.Ceram.Soc.20,2275-2295(2000)を参照。しかし、切削工具材料の主相としては、$R_XSi_{12-(m+n)}Al_{(m+n)}O_nN_{(16-n)}$（Ｒ＝イオン半径１．０Å未満の上述の金属またはランタニドの

１種、１．０＜ｍ＜２．７、ｎ＜１．２）で表わされるα－サイアロン相と、β－サイアロン相（$Si_{6-Z}Al_{Z}O_{Z}N_{8-Z}$）（０＜Ｚ＜４．２）が従来どおり使われている。

【０００５】

焼結中に、用いた原料（通常、窒化ケイ素、アルミナおよびＡｌＮまたは１２Ｈ、２１Ｒなどのある種のサイアロン「多相体」（または「結晶多形」）の混合物）は、金属またはランタニドの酸化物と共に遷移相としての溶融物を形成し、これからαおよびβ－サイアロン相が結晶化し、おそらくはＹＡＧ（上述の金属イオンＲとしてＹが使用される場合）、メリライト、Ｂ相、１２Ｈなどの他の相も結晶化する。焼結の後、結晶粒間には粒界相が残る。生じる粒界相の量は、使用される原料の組成ならびに焼結条件に影響される。

【０００６】

金属イオンは、α－サイアロン相を安定化するほかに、焼結中のサイアロン結晶形成の触媒としても機能し、通常はβ相の細長いサイアロン粒の形成も助けるが、α－サイアロンの細長い粒もつくられる。これについては、例えば、Fang-Fang X, Shu-Lin W, Nordberg L-OおよびEkstroem T、"Nucleation and Growth of the Elongated α'-SiAlON"、J.Eur.Ceram.Soc.17(13)、1631-1638(1997)を参照されたい。用いる金属イオンの選択が非晶質相の性質に影響を与えることも明らかである。Fang-Fang X, Shu-Lin W, Nordberg L-O及びEkstroem T、"Nucleation and Growth of the Elongated α'-SiAlON"、J. Eur. Ceram. Soc. 17(13)、1631-1638(1997); Sun E Y, Becher P F, Plucknett K P, Hsueh C-H, Alexander K BおよびWaters S B, "Microstructural Design of Silicon Nitride with Improved Fracture Toughness II: Effects of Yttria and Alumina Additives"、J.Am.Ceram.Soc.81(11)2831-2840(1998); Hong Z L, Yoshida H, Ikuhara Y, Sakuma T, Nishimura TおよびMitomo M、"The effect of additives on sintering behavior and strength retension in silicon nitride with RE-disilicate"、J.Eur.Ceram.Soc.22, 527-534(2002); Becher P F, Waters S B, Westmoreland C G, Riester L, "Compositional Effects on the Properties of S-Ａｌ-RE-Based Oxynitride Glasses (RE=La,Nd,Gd,Y or Lu)、J. Am. Ceram. Soc. 85(4)、897-902(2002)を参照。β－サイアロン相$Si_{6-Z}Al_{Z}O_{Z}N_{8-Z}$のＺ値は、硬さ、靭性および焼結材料中の粒度分布に影響を与え、Ekstroem T, Nygren M,"SiAlON ceramics”、J. Am. Ceram. Soc.75(2)、259-276(1992)を参照されたい。Ｚ値は、$Si_{3}N_{4}$格子中に溶解しているＡｌとＯの量に関連がある。Ｚの理論値は、出発物質の組成から計算できる。焼結後のβサイアロン相の実際のＺ値は、Ｘ線回折分析により測定できる。測定されたＺ値は常に計算値より幾分低いが、これは、粒界相がβサイアロン相よりも酸素およびアルミナを多く含んでいるためである。

【０００７】

英国公開特許GB-A-2157282号は、α－サイアロン、ＴｉＮおよびＳｉＣなどの耐熱添加剤のある場合と無い場合があり、結晶質ＡｌＮのある場合と無い場合があるが、常に「結晶多形」サイアロン相を含む、金属切削工具への使用に好適な種類のサイアロン材料を開示している。

【０００８】

米国特許第5,370,716号は、耐熱合金および鋳鉄の高速機械加工における切削工具として使用する、β－サイアロン（$Si_{6-Z}Al_{Z}O_{Z}N_{8-Z}$で０＜Ｚ＜３）および粒界相の組成を有するセラミック材料を開示している。

【０００９】

米国特許第5,965,471号は、サイアロン粒および０．２～２０vol％の粒界相を含んでなる、耐熱合金の高速機械加工用の焼結セラミック材料を開示している。前記サイアロン相の少なくとも８０vol％が、Ｚ値が１～１．５であるβ－サイアロンである。セラミック材料は、１５３０を超えるビッカース硬度ＨＶ１を有し、ガス圧焼結により製造される。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【００１０】

本発明の目的は、金属、好ましくは耐熱超合金を機械加工するのに最適な組成を有する、良好な境界摩耗、許容できる逃げ面摩耗および十分な靭性を有する、金属切削工具目的の窒化ケイ素系セラミック材料を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【００１１】

本発明は、β－サイアロン（$Si_{6-Z}Al_{Z}O_{Z}N_{8-Z}$）と、結晶多形１２Ｈの相と、非晶質または部分的に結晶質の粒界相とから成る基本構造に、３．５～５重量％、好ましくは３．９～４．５重量％のイットリウムを含むセラミック材料を提供する。β－サイアロン相はＺ値が０．７以上で１．５未満である。粒界相の量は５～１５％である。結晶多形１２Ｈの相の量は、バックグラウンドを考慮に入れ、Ｘ線回折図形中の２θ値＝３４°でのＣｕＫαピーク（ａ）のピーク高さと、同じ回折図形中の２θ値＝３３°でのβ－サイアロンによるピークのピーク高さの比として測定して２～２０％である。さらに、本発明の複合材料は、ＹＡＧ、Ｂ相および／またはメリライトを最大３％まで含むこともある。

【００１２】

本発明の材料は、耐熱超合金（ＨＲＳＡ）の機械加工用の切削工具インサートに特に有用である。そのような切削工具インサートは、ＴｉＮ、Ｔｉ（Ｃ，Ｎ）、Al_2O_3または（Ｔｉ，Ａｌ）Ｎあるいはこれらの組み合わせの被覆を備えていてよい。

【００１３】

本発明によるサイアロン材料は、混練、加圧成形および焼結などの粉末冶金法により作られる。好適な比率の窒化ケイ素、アルミナ、イットリアおよび窒化アルミニウムまたはポリフェーズ(結晶多形)２１Ｒの粉末を混練し、加圧成形してインサートブランクにする。インサートブランクを、粉末床に埋め込まずに焼結トレー上に置き、別々に予備焼き(burn off)し、ガス圧焼結炉で焼結する。焼結の最後の部分は、窒素圧力下で、１７００～１９００℃で行なう。

【００１４】

焼結後、ブランクを研磨し、所望の形状・寸法の金属切削用インサートにする。インサートは、当分野に公知のとおり、ＴｉＮ、Ｔｉ（Ｃ，Ｎ）、Al_2O_3または（Ｔｉ，Ａｌ）Ｎあるいはこれらの組み合わせの被覆を任意に備えている。

【００１５】

本発明の代表的な実施形態において、Ｚ値は０．７～１．３、好ましくは０．７以上で１未満であり、結晶多形１２Ｈの相の量は５～２０％、好ましくは６～１５％である。

【００１６】

本発明の代表的な実施形態において、Ｚ値は１．２以上で１．５未満、好ましくは１．２５以上で１．４５未満であり、結晶多形１２Ｈの相の量は２～１５％、好ましくは２～１２％である。以下において、「結晶多形１２Ｈの相」を「１２Ｈ結晶多形」あるいは単に「１２Ｈ」とも略称する。

【実施例】

【００１７】

市販のサイアロン切削工具である材料ＥおよびＧを除き、表１ａに示した配合組成の粉末原料Ｂ、Ｃ、ＦおよびＨを、サイアロン混練媒体を利用して水中で混練した。組成物ＣおよびＨは同じ原料配合組成を有するが、混練の程度が異なる。組成物Ｈに、より強い混練を施し、それによりスラリー中の酸素含有量を増加させた。有機バインダーをスラリー中に混合し、次いで、噴霧乾燥により造粒した。

【００１８】

粉末を一軸冷間プレスして、未処理体を形成し、次いで別々に６５０℃で予備焼き（burn off）した。予備焼き後の生成形体（green body）を、窒素圧力下で、最大焼結温度１８１０℃で焼結した。焼結体を研磨加工して、ISO RPGX120700T01020タイプのインサートにした。

【００１９】

多孔性は、材料の顕微鏡組織観察により求めた。ＣｕＫα線を用いたＸ線回折によりＺ値を測定した。また、図１に示したように、回折角２θ＝３４°での１２Ｈの回折ピーク（図１中のｂ）の高さと、回折角２θ＝３３°でのβ－サイアロンの回折ピーク（図１中のａ）の高さとの比として、１２Ｈ結晶多形の量を測定した。

【００２０】

図２は、サイアロン材料Ｃの後方散乱モードにおける倍率４０００倍でのＳＥＭ（走査電子顕微鏡）写真である。灰色の領域はβ－サイアロンおよび１２Ｈ結晶多形であり、白色の領域は粒界相である。この図の全面積に対するこの相の面積の割合として測定した粒界相の量は１０％である。

【００２１】

表１ｂに、焼結した材料の組成および諸性質をまとめて示す。

【００２２】

【表１ａ】

表１ａ　原料の配合組成（wt%）

材料	Si_3N_4	Al_2O_3	21R-F	Y_2O_3	TiN
B	58.35	7.9	14.54	4.24	16.3
C	68.62	9.28	17.11	4.99	0
E	N/A	N/A	N/A	(7%Yb)	0
F	68.86	15	10.69	4.99	0
G	N/A	N/A	N/A	N/A	0
H	68.62	9.28	17.11	4.99	0

N/A：データなし

【００２３】

【表１ｂ】

表１ｂ　焼結材料の組成および性質

材料	実測Ｚ値	β－サイアロン	１２Ｈ	α－サイアロン	Y	多孔性[2)]	粒界相
		wt%[5)]	wt%[1)]	wt%[5)]	wt%		wt%[3)]
B	0.94	N/A [4)]	20	－	3.64	A02/B00	9
C	0.9	N/A [4)]	15	－	3.93	A02/B00	14
E	0.59	70	0	30	7 (Yb)	A00/B00	11
F	1.4	100	0	－	3.93	A04/B00	10
G	1.7	100	0	－	3.5	A02/B00	13
H	1.3	N/A [4)]	5	－	3.93	A02/B00	14

N/A：データなし

【００２４】

１）Ｘ線回折図形中の２θ値３４°での１２Ｈピークの高さと同じＸ線回折図形中の２θ値３３°でのβ－サイアロンピークの高さの比として測定。

２）ISO 4505 Standard on Metallographic Determination of Porosityによる。

３）ＳＥＭ写真の全面積に対する同写真中のこの相による面積の割合として測定。

４）１２Ｈのパーセンテージが定量的に測定できないため、β－サイアロンの比率を測定することが不可能。

５）Ｘ線回折により検出可能な、試料中の結晶質材料の比率として表示。

【００２５】

〔実施例１〕

表１ａの組成Ｂ、ＣおよびＦによるインサートを、速度２２５ｍ／分、送り０．１ｍｍ／回転および切り込み深さ２．５ｍｍで、Inconel 718の長手方向に沿った旋削加工で試験した。冷却液を使用した。１試験サイクルが加工時間３０秒に相当する試験サイクルでインサートを試験した。毎回新品のインサートを用いて２回の試験を行ない、１ｍｍの境界摩耗または０．５ｍｍ逃げ面摩耗深さ（ＶＢ）までに、各インサートが耐えたサイクルの数を記録した。表２に、得られた寿命を２回の試験の平均値（分）で示す。サンプルＣは、逃げ面摩耗および境界摩耗に対する耐性の点で明らかな優位を示した。サンプルＢは、組成の点でサンプルＣと基本的に同じであるがＴｉＮが添加されていて、著しい境界摩耗を示し、これはサンプルＢにとって寿命を限定する因子であった。

【００２６】

【表２】

表2

材料	平均寿命 (分)
B	1.5
C	3.5
F	2.75

【００２７】

〔実施例２〕

表１ａの組成Ｂ、Ｃ、ＦおよびＧによるインサートを、速度２８０ｍ／分、送り０．２ｍｍ／回転および切り込み深さ２．５＋２．５ｍｍで、Inconel 718の肩部の両面切削で試験した。冷却液を使用した。１試験サイクルが上記の面加工に相当する試験サイクルで、毎回新品のインサートを用いた３回の試験を行なった。刃の破壊または１．０ｍｍ以上の逃げ面摩耗深さ（ＶＢ）まで各インサートが耐えたサイクルの数を記録した。表３に、全３回の試験の平均値を示す。材料Ｃはここでも、更に組成Ｈの材料が、試験した材料中で最良の性能であった。

【００２８】

【表３】

表3

材料	平均寿命 (サイクル数)
B	6.3
C	13.7
F	7
G	9.7
H	15.3

【００２９】

〔実施例３〕

表１ａの組成Ｃ、Ｅ、ＦおよびＧによるインサートを、速度２５０ｍ／分、送り０．２ｍｍ／回転および切り込み深さ２．５＋２．５ｍｍで、Inconel 718の肩部の両面切削で試験した。冷却液を使用した。１試験サイクルが上記の面加工に相当する試験サイクルで

、毎回新品のインサートを用いて３回の試験を行なった。刃の破壊または１．０ｍｍ以上の逃げ面摩耗深さ（ＶＢ）まで各インサートが耐えたサイクルの数を記録した。表４に、結果を全３回の試験の平均値で示す。

【００３０】

材料Ｃ（Ｚ値＝０．９でのβ－サイアロン）は材料Ｅに非常に近い性能を有するが、後者はＺ値＝約０．６の市販のα／β－サイアロンであり、通常であれば材料Ｃよりも著しく高い靭性を持つと考えられるものである。

【００３１】

【表４】

表４

材料	平均寿命（サイクル数）
C	9.7
E	10
F	6
G	8.7

【００３２】

〔実施例４〕

表１ａの組成ＣおよびＥによるインサートを、速度２２５ｍ／分、送り０．１２４ｍｍ／回転および切り込み深さ１．５ｍｍで、Inconel 718の長手方向に沿った旋削加工で試験した。冷却液を使用した。１試験サイクルが加工時間３０秒に相当する試験サイクルでインサートを試験した。毎回新品のインサートを用いて３回の試験を行ない、０．５ｍｍの境界摩耗長さまたは逃げ面摩耗深さ（ＶＢ）までに、各インサートが耐えたサイクルの数を記録した。表５に、試験結果を平均値で示す。サンプルＣは、サンプルＥよりも長い寿命を示した。

【００３３】

【表５】

表５

材料	平均寿命（分）
C	3.75
E	3.2

【図面の簡単な説明】

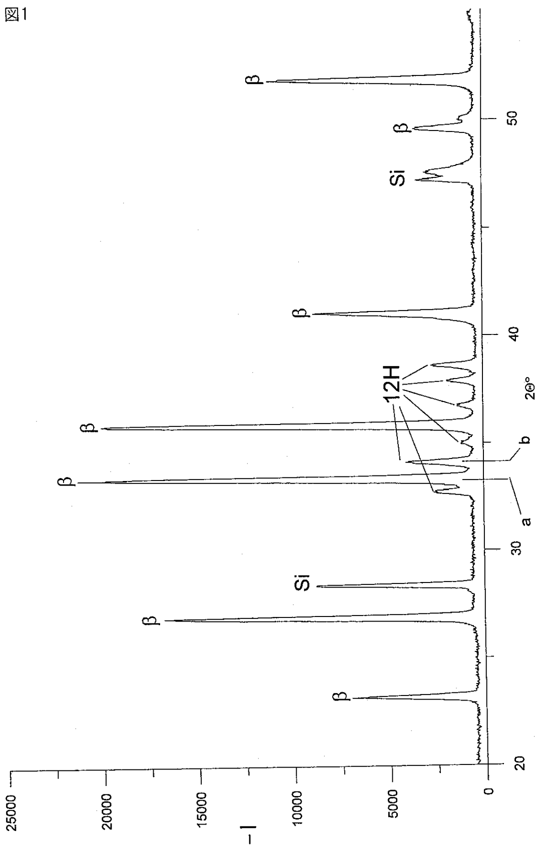
【００３４】

【図１】図１は、本発明によるサイアロン材料のＸ線回折図形を示し、βがβ－サイアロンを、１２Ｈが結晶多形１２Ｈの相（$6AlN \cdot SiO_2$）を表し、Ｓｉが内部標準として添加したケイ素のピークを表す。

【図２】図２は、本発明によるサイアロン材料の後方散乱モードでの倍率４０００倍のＳＥＭ（走査電子顕微鏡）写真であり、灰色の粒がβ－サイアロン（若干の場合には１２Ｈ結晶多形）であり、明るい領域が粒界相である。

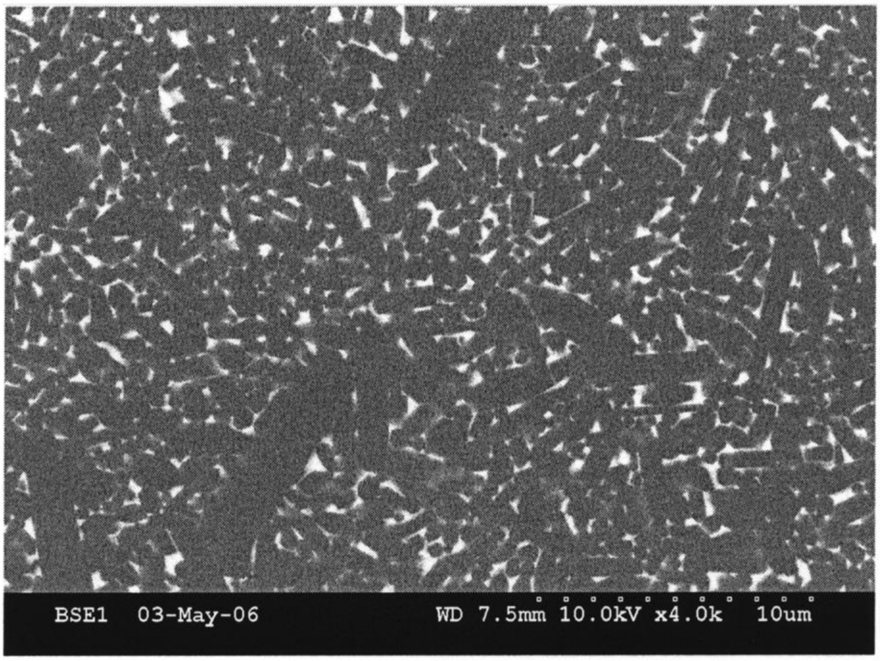
【図１】

図1


β
Si
12H
a
b
2θ°
I
20
30
40
50
0
5000
10000
15000
20000
25000

【図２】

図2


BSE1 03-May-06 WD 7.5mm 10.0kV x4.0k 10um

フロントページの続き

(74)代理人 100111903
弁理士 永坂 友康
(72)発明者 エリク オーソルズ
スウェーデン国，エスエー １４１ ３１ フデンゲ，リングベーゲン ３９

Ｆターム(参考) 3C046 FF04 FF10 FF13 FF16 FF33 FF42 FF47 FF55
4G001 BA03 BA09 BA32 BA38 BA51 BA52 BB01 BB51 BB52 BC17
BC23 BC24 BC34 BC43 BC49 BC52 BC54 BC55 BC72 BD18
BE03 BE26

【要約の続き】
【選択図】図１

【外国語明細書】
2008162882000001.pdf