

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号
特許第6569376号
(P6569376)

(45) 発行日 令和1年9月4日 (2019.9.4)

(24) 登録日 令和1年8月16日 (2019.8.16)

(51) Int.Cl.	F I
B 2 2 F 3/24 (2006.01)	B 2 2 F 3/24 K
B 2 3 B 27/14 (2006.01)	B 2 3 B 27/14 B
B 2 3 B 51/00 (2006.01)	B 2 3 B 51/00 M
C 2 2 C 1/05 (2006.01)	C 2 2 C 1/05 G
C 2 2 C 29/08 (2006.01)	B 2 2 F 3/24 1 O 2 A
請求項の数 4 (全 15 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号	特願2015-159753 (P2015-159753)	(73) 特許権者	000006655
(22) 出願日	平成27年8月13日 (2015.8.13)		日本製鉄株式会社
(65) 公開番号	特開2017-36488 (P2017-36488A)		東京都千代田区丸の内二丁目6番1号
(43) 公開日	平成29年2月16日 (2017.2.16)	(74) 代理人	110001553
審査請求日	平成30年4月4日 (2018.4.4)		アセンド特許業務法人
		(72) 発明者	神田 修
			東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新
			日鐵住金株式会社内
		(72) 発明者	松本 卓也
			東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新
			日鐵住金株式会社内
		(72) 発明者	大家 賢志郎
			東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新
			日鐵住金株式会社内
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 超硬工具及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

超硬工具であって、
WC、Co、TiC及びTaCからなる群から選択される2種以上からなり、少なくともWC及びCoを含有する超硬合金成分と、第1群及び第2群から選択される2種以上からなり、少なくとも前記第1群から選択される1種及び前記第2群から選択される1種を含有し、前記超硬合金成分を100質量%とした場合の総含有量が2.0～5.0質量%である窒化物生成成分とを含有する焼結体を備え、

前記焼結体は、前記窒化物生成成分の窒化物を含有する窒化層を表層に備え、
前記窒化層は、前記窒化物生成成分の窒化物を含有する加工硬化層を表層に備える、超硬工具。

第1群：Al、V及びSi
第2群：Cr、Mo及びZr

【請求項2】

請求項1に記載の超硬工具であってさらに、
金属窒化物、金属炭化物、金属炭窒化物及び金属酸化物からなる群から選択される1種以上を含有する硬質保護層を前記加工硬化層上に備える、超硬工具。

【請求項3】

請求項1又は請求項2に記載の超硬工具を製造する方法であって、
WC、Co、TiC及びTaCからなる群から選択される2種以上からなり、少なくとも

もWC及びCoを含有する超硬合金成分と、第1群及び第2群から選択される2種以上からなり、少なくとも前記第1群から選択される1種及び前記第2群から選択される1種を含有し、前記超硬合金成分を100質量%とした場合の総含有量が2.0～5.0質量%である窒化物生成成分とを含有する焼結体を準備する工程と、

前記焼結体を窒化处理して、前記窒化物生成成分の窒化物を含有する前記窒化層を前記焼結体の表層に形成する工程と、

前記窒化層を形成する工程の後に、前記窒化層を備えた前記焼結体をショットピーニング処理して、前記窒化物生成成分の窒化物を含有する加工硬化層を前記窒化層の表層に形成する工程とを備える、超硬工具を製造する方法。

第1群：Al、V及びSi

10

第2群：Cr、Mo及びZr

【請求項4】

請求項3に記載の超硬工具を製造する方法であってさらに、

前記加工硬化層を形成する工程の後に、金属窒化物、金属炭化物、金属炭窒化物及び金属酸化物からなる群から選択される1種以上を含有する硬質保護層を前記加工硬化層上に形成する工程を備える、超硬工具を製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、超硬工具に関し、さらに詳しくは、高硬度鋼材加工用の超硬工具に関する。

20

【背景技術】

【0002】

高硬度鋼材等の鋼材を加工するために、超硬工具が利用される。超硬工具はたとえば、ねじ切削工具、冷間引き抜きプラグ及びドリット穿孔工具等である。鋼材を加工する際、超硬工具と被加工鋼材との摩擦により、超硬工具に機械的摩耗が生じる。特に、高硬度鋼材を切削加工する際は、超硬工具の機械的摩耗が早く、刃先欠損が著しい。そのため工具寿命が短くなる傾向がある。

【0003】

超硬工具の工具寿命を向上する技術が、たとえば、特許第4638373号公報（特許文献1）、特許第3621943号公報（特許文献2）、及び、特開2007-268656号公報（特許文献3）に提案されている。これらの文献では、物理蒸着法により、硬質保護層を超硬工具等の表面に形成する。

30

【0004】

具体的には、特許文献1に開示された切削工具インサートは、超硬合金のボディの表面に、物理蒸着層を形成する。物理蒸着層は、正方晶又は立方晶のジルコニアと、ジルコニアを取り囲む結晶質又は非晶質のアルミナとからなる金属酸化物である。

【0005】

特許文献2では、物理蒸着法を用いて、工具等の基材上に高硬度被膜を形成する。高硬度被膜は、Al、Cr及びSiを主成分とする金属窒化物からなり、1000℃以上での耐摩耗性に優れる、と記載されている。

40

【0006】

特許文献3では、硬質保護膜層の形成前に表面形状加工処理を行う。特許文献3に開示された切削工具は、超硬材料で構成される金属焼結体表面に軟質粒子噴射による表面洗浄および表面形状加工処理を施した後、ドライコーティング手法により硬質保護膜層を形成させることを特徴とする。

【0007】

上述の硬質保護層を形成して、超硬工具の工具寿命を向上する技術は数多く提案されている。一方、特開2002-210525号公報（特許文献4）は、上述の技術とは異なる技術を提案する。特許文献4に開示された超硬工具は、WC（炭化タングステン）の粉末をCo（コバルト）で焼結成形した超硬合金に窒化又は軟窒化处理を施す。この場合、

50

超硬合金のC oに微量ながら含まれる不純物（F e、M o等）が窒化され、表面の硬度が高くなる、と記載されている。

【0008】

特開昭62-250134号公報（特許文献5）では、炭化タングステンのほかに、（W、M）_xCからなるイータ相（M：金属成分）が分散した組織を有する炭化タングステン基超硬合金に、液相出現温度以上の温度で浸炭、窒化、あるいは浸炭窒化处理する。これにより、耐クラック伝播性に優れた超硬合金が製造される、と記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

10

【特許文献1】特許第4638373号公報

【特許文献2】特許第3621943号公報

【特許文献3】特開2007-268656号公報

【特許文献4】特開2002-210525号公報

【特許文献5】特開昭62-250134号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

しかしながら、上述の特許文献1～5に開示された超硬工具であっても、硬度が低い、あるいは、表面粗さが大きい場合がある。この場合、工具寿命を向上しにくい。

20

【0011】

本発明の目的は、優れた工具寿命を有する超硬工具を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本実施形態による超硬工具は、焼結体を備える。焼結体は、超硬合金成分と、窒化物生成成分とを含有する。超硬合金成分は、WC、C o、T i C及びT a Cからなる群から選択される2種以上からなり、少なくともWC及びC oを含有する。窒化物生成成分は、第1群及び第2群から選択される2種以上からなり、少なくとも第1群から選択される1種及び第2群から選択される1種を含有する。超硬合金成分を100質量%とした場合の窒化物生成成分の総含有量は2.0～5.0質量%である。焼結体は、上記窒化物生成成分の窒化物を含有する窒化層を表層に備える。窒化層は、上記窒化物生成成分の窒化物を含有する加工硬化層を表層に備える。

30

第1群：A l、V及びS i

第2群：C r、M o及びZ r

【0013】

本実施形態による超硬工具の製造方法は、準備工程、窒化处理工程、及び、加工硬化処理工程を備える。準備工程では、上述の焼結体を準備する。窒化处理工程では、焼結体を窒化处理して、窒化物生成成分の窒化物を含有する窒化層を、焼結体の表層に形成する。加工硬化処理工程では、窒化層を備えた焼結体をショットピーニング処理して、窒化物生成成分の窒化物を含有する加工硬化層を、窒化層の表層に形成する。

40

【発明の効果】

【0014】

本実施形態による超硬工具は、硬度が高く表面粗さが小さい。そのため、優れた工具寿命を有する。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】図1は、本実施形態による超硬工具の断面図である。

【図2】図2は、図1とは異なる、他の実施形態による超硬工具の断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0016】

50

本発明者らは、超硬工具の工具寿命を向上する方法について種々検討を行った。その結果、以下の知見を得た。

【0017】

超硬工具表面の硬度が高ければ、使用による機械的摩耗が抑制される。そのため、工具寿命を向上できる。超硬工具全体の硬度を高めることもできる。しかしながら、製造コストや製造効率の観点から、超硬工具の一部について硬度を高めることが好ましい。その場合は、超硬工具の硬度は、超硬工具の内部から表面に近づくにしたがって、段階的に高くなることが好ましい。これにより、工具全体が強い圧縮応力及びせん断応力に耐えうる構造となる。

【0018】

従来の超硬工具に含有される窒化物生成成分（窒化物を形成する元素）の含有量は、不純物程度であり非常に少ない。そこで、超硬工具の基材に、窒化物生成成分を含有させる。これにより、基材を窒化処理することで、基材の表層に窒化物生成成分の窒化物が生成する。窒化物生成成分の窒化物の硬度は高い。そのため、窒化処理により、超硬工具の表層の硬度が高まる。ここで、窒化物生成成分の窒化物を含有する基材の表層を窒化層と称する。

【0019】

超硬工具の表面粗さは小さいことが好ましい。表面粗さが小さければ、超硬工具使用時の摩擦係数が低くなり、潤滑性が高まる。窒化物生成成分の含有量を適切な範囲に設定することで、窒化物の過剰析出を抑制する。これにより、窒化層の硬度を高めつつ、表面粗さを小さくする。

【0020】

窒化層を有する基材にさらにショットピーニング処理を実施する。これにより、窒化層の表層には圧縮応力が付与される。そのため、窒化層の表層はさらに加工硬化する。窒化層の表層が加工硬化することで、工具寿命が向上する。ここで、ショットピーニング処理により加工硬化した窒化層の表層を加工硬化層と称する。

【0021】

ショットピーニング処理を実施することによって、基材表面の硬度が高まるだけでなく、硬質保護層を形成する場合にその密着力が高まる。ショットピーニング処理によって硬質保護層の密着力が高まる理由は以下の3つである。

【0022】

(1) 硬質保護層の下地の硬度が高ければ、硬質保護層に圧縮応力あるいはせん断応力が付加された場合に硬質保護層が変形しにくい。この場合、硬質保護層の塑性変形や破壊が抑制される。つまり、ショットピーニング処理を実施して窒化層表面の硬度をさらに高めることで、硬質保護層の密着性が高まる。

【0023】

(2) ショットピーニング処理を実施することで、基材表面の金属酸化物が除去される。これにより、加工硬化層表面の微細な凹凸形状が露出する。露出した加工硬化層の表面上に硬質保護層を形成すれば、アンカー効果により硬質保護層の密着性が高まる。

【0024】

(3) ショットピーニング処理により露出した加工硬化層表面は、金属窒化物の結晶粒子及びその結晶粒界からなる。硬質保護層を形成する際、その初期段階において、硬質保護層の金属イオンが結晶粒界に侵入する。結晶粒界に侵入した金属イオンは、硬質保護層形成のための種結晶へと成長する。したがって、化学的作用により硬質保護層の密着力が高まる。

【0025】

以上の知見に基づいて完成した本実施形態の超硬工具は、焼結体を備える。焼結体は、超硬合金成分と、窒化物生成成分とを含有する。超硬合金成分は、WC、Co、TiC及びTaCからなる群から選択される2種以上からなり、少なくともWC及びCoを含有する。窒化物生成成分は、第1群及び第2群から選択される2種以上からなり、少なくとも

10

20

30

40

50

第1群から選択される1種及び第2群から選択される1種を含有する。超硬合金成分を100質量%とした場合の窒化物生成成分の総含有量は2.0～5.0質量%である。焼結体は、上記窒化物生成成分の窒化物を含有する窒化層を表層に備える。窒化層は、上記窒化物生成成分の窒化物を含有する加工硬化層を表層に備える。

第1群：Al、V及びSi

第2群：Cr、Mo及びZr

【0026】

上述の超硬工具はさらに、加工硬化層上に硬質保護層を備えてもよい。硬質保護層は、金属窒化物、金属炭化物、金属炭窒化物及び金属酸化物からなる群から選択される1種以上を含有する。

10

【0027】

本実施形態による超硬工具の製造方法は、準備工程、窒化処理工程、及び、加工硬化処理工程を備える。準備工程では、上述の焼結体を準備する。窒化処理工程では、焼結体を窒化処理して、窒化物生成成分の窒化物を含有する窒化層を、焼結体の表層に形成する。加工硬化処理工程では、窒化層を備えた焼結体をショットピーニング処理して、窒化物生成成分の窒化物を含有する加工硬化層を、窒化層の表層に形成する。

【0028】

上述の超硬工具の製造方法はさらに、加工硬化処理工程の後に成膜工程を備えてもよい。成膜工程では、金属窒化物、金属炭化物、金属炭窒化物及び金属酸化物からなる群から選択される1種以上を含有する硬質保護層を加工硬化層上に形成する。

20

【0029】

以下、図面を参照して、本実施形態を詳しく説明する。図中同一又は相当部分には同一符号を付してその説明は繰り返さない。

【0030】

[超硬工具]

図1は本実施形態による超硬工具の断面図である。図1を参照して、超硬工具1は焼結体2からなる。焼結体2は、表層に窒化層3を備える。窒化層3は、焼結体2に対して窒化処理を実施することにより形成される。窒化層3は、表層に加工硬化層4を備える。加工硬化層4は、窒化層3を備えた焼結体2に対してショットピーニング処理を実施することにより形成される。

30

【0031】

[焼結体]

焼結体2は、超硬合金成分と、窒化物生成成分とを含有する。

【0032】

[超硬合金成分]

超硬合金成分は、WC、Co、TiC及びTaCからなる群から選択される2種以上からなり、少なくともWC及びCoを含有する。

【0033】

炭化タングステン(WC)は、高硬度及び高融点の炭化物であり、靱性及び抗折強度に優れる。そのため、WCは、主に重切削の環境下で工具寿命を向上する。さらに、WCの熱伝導率が高いため、切削等の加工時に、超硬工具1に発生する摩擦熱を外部へ逃がすことができる。コバルト(Co)はWCの結晶粒の粒界に介在する。CoはWC結晶粒のバインダ(結合材)として機能し、WC結晶粒の粒界すべり強度を高める。

40

【0034】

超硬合金成分はさらに、任意の成分として、炭化チタン(TiC)又は炭化タンタル(TaC)を含有してもよい。TiCはWCと比較して硬度が高い。そのため、TiCを含有した場合、超硬工具の強度が向上する。タンタル(Ta)はW及びTiと比較して、炭化物を生成し易い。Cが、WC及びTiCの生成に必要な量よりも多く含有された場合、Taは過剰分の炭素(C)と結合して化学的に安定なTaCを形成する。過剰分のCが遊離した状態で残存すると、WCの結晶粒界に存在して脆弱層となり、超硬工具の強度を低

50

下させる可能性がある。Taは、過剰分のCと結合して遊離状態のCを低減するため、遊離状態のCによる超硬工具の強度の低下を抑制できる。したがって、超硬合金成分はWC及びCoとともに、TiC及びTaCのいずれか1種以上を含有するのが好ましい。

【0035】

[窒化物生成成分]

窒化物生成成分は、下記第1群及び第2群から選択される2種以上からなり、少なくとも第1群から選択される1種及び第2群から選択される1種を含有する。

第1群：Al、V及びSi

第2群：Cr、Mo及びZr

【0036】

[第1群]

第1群のアルミニウム(Al)、バナジウム(V)及びシリコン(Si)は、Nとの親和力が高い。そのため、焼結体2を窒化处理した場合に、第1群の元素は安定な窒化物を形成する。第1群の元素の窒化物は優れた硬さを有するため、焼結体2を窒化处理すれば、表層に形成される窒化層3の硬さが高まる。第1群の元素の窒化物は、焼結体2の最表層、具体的には、表面から数10nm～数10μmの厚みの範囲に特に生成する。

【0037】

[第2群]

第2群のクロム(Cr)、モリブデン(Mo)及びジルコニウム(Zr)も、Nとの親和力が高い。そのため、第2群の元素も、安定な窒化物を形成する。第2群の元素の窒化物も優れた硬さを有する。第2群の元素の窒化物は、第1群の元素の窒化物よりも、表面から深い範囲に生成しやすい。具体的には、第2群の元素の窒化物は、焼結体2の表面から100μm深さの範囲に生成する。

【0038】

窒化物生成成分は、少なくとも第1群から選択される1種及び第2群から選択される1種を含有する。そのため、窒化处理により形成される窒化層3の全体に窒化物が形成される。具体的には、窒化層3の表面に向かうにしたがって、第2群の元素の窒化物だけでなく、第1群の元素の窒化物が増加する。

【0039】

[窒化物生成成分の総含有量]

超硬合金成分を100質量%とした場合の窒化物生成成分の総含有量は、2.0～5.0質量%である。窒化物生成成分の総含有量が低すぎれば、窒化处理により生成される窒化物が少なすぎる。この場合、窒化層3の硬度が低い。一方、窒化物生成成分の総含有量が高すぎれば、窒化物が過剰に生成される。この場合、焼結体2に含まれる窒化物が過剰に表面に析出するため、窒化層3の表面粗さが粗くなる。表面粗さが粗ければ、摩擦係数が高くなり、潤滑性が低下する。したがって、窒化物生成成分の総含有量は2.0～5.0質量%である。

【0040】

[窒化層]

焼結体2は、窒化層3を表層に備える。窒化層3は焼結体2の一部である。窒化層3は、焼結体2を窒化处理することにより形成される。上述のとおり、窒化層3は、窒化物生成成分の窒化物を含有する。そのため、窒化層3は優れた硬さを有する。

【0041】

焼結体2の表層である窒化層3の硬度が高ければ、切削等の加工時の摩擦に対して超硬工具の摩耗が少ない。したがって、超硬工具1の耐摩耗性が高まる。耐摩耗性が高まれば、超硬工具1の工具寿命が向上する。

【0042】

窒化層3は、2.0～5.0質量%の総含有量の窒化物生成成分により形成された窒化物を含有するため、硬度及び潤滑性が高い。さらに、窒化物生成成分の総含有量は5.0質量%以下であるため、窒化層3に過剰な窒化物は析出しない。したがって、窒化層3の

10

20

30

40

50

表面粗さは小さい。窒化層 3 は、表面粗さが小さく、窒化物生成成分により形成された窒化物を含有する。したがって、窒化層 3 の潤滑性は高い。潤滑性が高ければ、切削時に刃先が欠けるチッピングが抑制される。チッピングの大きいものは、欠損とよばれる。欠損した超硬工具は、欠損部分又は全体を交換する必要がある。そのため、潤滑性が高ければ、超硬工具 1 の工具寿命が向上する。

【0043】

窒化層 3 の厚さはたとえば、 $30\text{ }\mu\text{m}\sim 100\text{ }\mu\text{m}$ である。窒化層 3 の厚さを SEM-EDS（エネルギー分散型 X 線分析装置付き走査型電子顕微鏡）等を用いて正確に測定することは困難である。後述する窒化処理工程において、加熱時間を $0.5\sim 2$ 時間程度とすることにより、概ね $30\text{ }\mu\text{m}\sim 100\text{ }\mu\text{m}$ の窒化層 3 が形成される。窒化層 3 の厚さを $30\text{ }\mu\text{m}$ 未満とした場合であっても、窒化層 3 の硬度は高く表面粗さは小さい。しかしながら、窒化層 3 の厚さを $30\text{ }\mu\text{m}$ 以上とした場合、上述の効果を安定して得ることができる。窒化層 3 の厚さを $100\text{ }\mu\text{m}$ よりも大きくした場合でも、窒化層 3 の硬度は高く表面粗さは小さい。しかしながら、窒化層 3 の厚さを $100\text{ }\mu\text{m}$ よりも大きくした場合には、窒化処理の時間が長くなり、処理コストが増大する。

10

【0044】

[加工硬化層]

窒化層 3 は、加工硬化層 4 を表層に備える。加工硬化層 4 は窒化層 3 の一部である。加工硬化層 4 は、窒化層 3 を備えた焼結体 2 をショットピーニング処理することにより形成される。加工硬化層 4 は、窒化層 3 の表層に圧縮応力が付与されることで窒化層 3 の表層に形成された、緻密な層である。加工硬化層 4 は、上述の窒化物生成成分の窒化物を含有し、かつ、ショットピーニング処理により硬度が高められている。したがって、加工硬化層 4 の硬度は、窒化層 3 の硬度よりもさらに高い。窒化層 3 の潤滑性は高いため、加工硬化層 4 においても潤滑性は高い。さらに、窒化層 3 には過剰な窒化物が析出しないため、加工硬化層 4 においても表面粗さは小さい。加工硬化層 4 を形成することにより、超硬工具 1 の工具寿命がさらに向上する。

20

【0045】

ショットピーニング処理により、窒化層 3 の表層が高硬度化すると同時に、窒化層 3 表面の金属酸化物が除去される。そのため、加工硬化層 4 表面の微細な凹凸が露出する。加工硬化層 4 表面の微細な凹凸の大きさは顕著に小さいため、加工硬化層 4 の表面粗さは小さい。つまり、ショットピーニング処理を実施しても、表面粗さは小さいまま維持される。加工硬化層 4 表面の微細な凹凸は、表面粗さには影響を与えないが、後述する硬質保護膜の密着性に寄与する。

30

【0046】

加工硬化層 4 の厚さはたとえば、 $5\text{ }\mu\text{m}\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ である。加工硬化層 4 の厚さを $5\text{ }\mu\text{m}$ 未満とした場合であっても、加工硬化層 4 の硬度は十分に高い。しかしながら、加工硬化層 4 の厚さを $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上とした場合、加工硬化層 4 の硬度を安定して高めることができる。加工硬化層 4 の厚さを $10\text{ }\mu\text{m}$ よりも大きくした場合でも、加工硬化層 4 の硬度及び潤滑性は高い。しかし、加工硬化層 4 の厚さを $10\text{ }\mu\text{m}$ よりも大きくした場合には、ショットピーニング処理の時間が長くなり、処理コストが増大する。

40

【0047】

加工硬化層 4 を形成することにより、焼結体 2 の表面の硬度がさらに高まるだけでなく、後述する硬質保護層を形成する場合にその密着力が高まる。その理由は、以下の 3 つである。1) 硬質保護層の下地の硬度を高めることにより、硬質保護層に応力が付加された場合の硬質保護層の変形が抑制される。2) 加工硬化層 4 上に生成した金属酸化物を除去することにより露出した加工硬化層 4 表面の微細な凹凸により、アンカー効果が発揮される。3) 上述の露出した加工硬化層 4 表面の結晶粒界に、硬質保護層の金属イオンが侵入することにより、化学的に密着力が高まる。

【0048】

[硬質保護層]

50

図2は、図1とは異なる他の超硬工具10の断面図である。図2の超硬工具10は、図1の超硬工具1と比較して、硬質保護層5を加工硬化層4上に備える。超硬工具10のその他の構成は、超硬工具1と同じである。

【0049】

硬質保護層5は、超硬工具10の硬度及び潤滑性をさらに高める。硬質保護層5は、金属窒化物、金属炭化物、金属炭窒化物及び金属酸化物からなる群から選択される1種以上を含有する。硬質保護層5はたとえば、TiやAlを含む金属窒化物、金属炭化物、金属炭窒化物、金属酸化物又はこれらの複合化合物である。硬質保護層5は、焼結体2と同等又はそれ以上の硬さを有する。硬質保護層5はさらに、切削等の加工環境下において十分な化学的安定性を有する。そのため、加工対象材、たとえば、高硬度鋼材との凝着が抑制される。

10

【0050】

硬質保護層5は、加工硬化層4上に単層又は複層で形成される。硬質保護層5の表面は、下地となる加工硬化層4の表面性状の影響を受ける。

【0051】

[製造方法]

本実施形態の超硬工具1の製造方法の一例を説明する。本実施形態の超硬工具1の製造方法は、準備工程、窒化処理工程、及び、加工硬化処理工程を備える。超硬工具1が硬質保護層5を備える場合はさらに、成膜工程を備える。以下、各工程を詳述する。

【0052】

20

[準備工程]

初めに、焼結体2を製造する。焼結体2の製造方法は特に限定されない。たとえば、上述の超硬合金成分及び窒化物生成成分を含有した原料の炭化物及び金属粉末を、整粒及び混合して混合原料を製造する。混合原料を所定形状の金型で加圧成形して打ち抜きする。得られた成形体を真空中で焼成して、焼結体2を製造する。

【0053】

[窒化処理工程]

焼結体2に対して窒化処理を実施する。これにより、上述の窒化物生成成分の窒化物を含有する窒化層3を、焼結体2の表層に形成する。窒化処理は周知の方法を採用できる。たとえば、電気炉内に焼結体2、NH₃ガス、N₂ガス及び必要に応じてCO₂ガスを導入する。電気炉内を500～550℃に加熱して窒化処理を実施する。加熱時間は0.5～2時間程度が好ましい。加熱により、NH₃ガスからN原子が乖離し、焼結体2内部に窒化物が生成する。これにより、焼結体2の表層に、窒化物を含有する窒化層3が形成される。CO₂ガスを炉内へ導入した場合は、C原子が乖離する。乖離したC原子は窒化物の生成領域を拡げる。C原子により、窒化層3の安定形成が促進される。

30

【0054】

[加工硬化処理工程]

窒化層3を備えた焼結体2に対してショットピーニング処理を実施する。ショットピーニング処理には、FPB(Fine Particle Bombarding)法を適用できる。これにより、上述の窒化物生成成分の窒化物を含有し窒化層3よりも高い硬度を有する加工硬化層4を、窒化層3の表層に形成する。ショットピーニング処理は周知の方法を採用できる。たとえば、窒化層3を備えた焼結体2を装置内のテーブルに固定する。鉄又は非鉄金属の球状投射材(ショット)を、窒化層3の表面に衝突させる。投射速度はたとえば、約200m/秒である。ショットの直径はたとえば、数10μm程度である。投射方法は、遠心力又は空気圧を利用した投射方法(エアノズル式又はインペラー式)を採用できる。投射材はたとえば、鉄鋼ショット、セラミックショット、アルミナショット及び超硬ショットが利用できる。以上の工程により、本実施形態の超硬工具1を製造できる。

40

【0055】

[成膜工程]

50

さらに、加工硬化層 4 上に硬質保護層 5 を形成する場合、成膜工程を実施する。具体的には、窒化層 3 及び加工硬化層 4 を備えた焼結体 2 に対して、周知の成膜工程を実施する。たとえば、物理蒸着法、化学蒸着法及び溶融塩浴処理法のいずれかを実施する。物理蒸着は、たとえば以下の方法で行うことができる。硬質保護層 5 を構成する金属元素を用いた混合粉末を、円板形状に加圧成形して成形体を製造する。成形体を真空焼結後、スパッタ法又はアークイオンプレーティング法を用いて、金属成分から金属イオンを電磁氣的に励起させる。その後、装置気相中に窒素ガス等を充填させる。充填された窒素ガスは分解して窒素イオンとなる。励起した金属イオンは、直流バイアス電源制御により負に帯電した焼結体 2 の表面に引き付けられる。窒素イオンと金属イオンとが焼結体 2 の表面で化学結合することにより、加工硬化層 4 の表面に硬質保護層 5 が形成される。

10

【実施例】**【0056】****[焼結体作製]**

2 種類の基材を作製した。基材 A は、超硬合金成分として、WC：85 質量%、Co：10 質量%、TiC：3 質量%、TaC：2 質量%を混合した。基材 B は、超硬合金成分として、WC：90 質量%、Co：10 質量%を混合した。基材 A 又は B に、表 1 に示す窒化物生成成分を添加し、各試験番号の混合原料を製造した。

【0057】

【表 1】

TABLE 1

試験 番号	基材	窒化物生成成分含有量(質量%)							加工 硬化 処理	性能評価項目				
		第1群			第2群					加工硬化層		硬質保護層		
		Al	V	Si	Cr	Mo	Zr	合計		硬度; Hv1.0 [－]	表面粗さ; Ra [μm]	ナノ硬度 [GPa]	表面粗さ; Ra [μm]	密着力 [N]
1	A	1.0	－	－	1.0	－	－	2.0	有り	2,050	0.30	21.0	0.30	120
2	A	1.0	1.0	－	1.0	－	－	3.0	有り	2,120	0.28	23.5	0.29	120
3	A	1.0	－	－	1.0	1.0	－	3.0	有り	2,080	0.29	22.0	0.30	120
4	A	2.0	－	－	2.0	－	－	4.0	有り	2,180	0.26	25.0	0.25	120
5	A	－	2.0	－	－	2.0	－	4.0	有り	2,300	0.20	28.0	0.18	120
6	A	－	－	2.0	－	－	2.0	4.0	有り	2,030	0.27	20.8	0.25	120
7	A	1.0	1.0	－	1.0	1.0	－	4.0	有り	2,180	0.26	23.0	0.25	120
8	A	1.0	－	1.0	1.0	－	1.0	4.0	有り	2,110	0.28	22.5	0.26	120
9	A	3.0	－	－	2.0	－	－	5.0	有り	2,200	0.25	26.0	0.23	120
10	A	3.0	1.0	－	1.0	－	－	5.0	有り	2,280	0.24	24.0	0.20	120
11	A	1.0	1.0	－	3.0	－	－	5.0	有り	2,150	0.26	23.0	0.25	120
12	B	2.0	－	－	2.0	－	－	4.0	有り	2,100	0.26	24.8	0.25	120
13	A	3.0	1.0	－	1.0	1.0	－	6.0	有り	2,350	0.45	25.5	0.44	120
14	A	3.0	1.0	－	3.0	－	－	7.0	－	(窒化処理後に基材に割れが発生したため、評価不能)				
15	B	－	－	－	－	－	－	0.0	有り	1,700	0.45	19.0	0.30	80
16	A	0.5	－	－	0.5	－	－	1.0	有り	1,770	0.40	18.0	0.35	100
17	A	1.0	－	－	0.5	－	－	1.5	有り	1,820	0.32	18.3	0.30	90
18	A	1.0	1.0	－	－	－	－	2.0	有り	1,780	0.36	17.9	0.33	80
19	A	－	2.0	－	－	2.0	－	4.0	無し	(2,030)	(0.22)	26.0	0.26	90
20	B	－	2.0	－	－	2.0	－	4.0	無し	(1,960)	(0.23)	25.0	0.26	90

*試験番号19及び試験番号20では、窒化層の硬度; Hv1.0及び表面粗さ; Raを測定し、その後硬質保護層を形成した。

【0058】

混合原料を整粒及び混合し、200MPaで加圧成形した。得られた成形体に対して、

10

20

30

40

50

大気中にて、1000℃で仮焼結を実施した。加熱時間は2時間であった。仮焼結後の成形体に対して、真空中にて、1500～1700℃で本焼結を実施して焼結体を製造した。加熱時間は2時間であった。得られた焼結体をNH₃ガス及びCO₂ガスを導入した電気炉で500～550℃に加熱し、窒化処理を実施した。窒化処理における均熱時間は2時間であった。窒化層を備えた焼結体に対して、10μmの鋼球を0.5MPaで60秒間投射して、ショットピーニング処理を実施した。以上の工程により、超硬工具を製造した。試験番号14においては、窒化処理後に割れが生じたため、以降の試験は実施しなかった。試験番号19及び試験番号20においては、ショットピーニング処理を実施しなかった。そのため、加工硬化層なしで以降の試験を実施した。

【0059】

10

[ビッカース硬さ試験]

加工硬化層が形成された各超硬工具に対して、ビッカース硬さを測定した。ビッカース硬さはJIS規格Z2244(2009)に基づいて実施し、試験荷重は9.80N(1kgf)とした。測定結果を表1に示す。試験番号19及び試験番号20においては、加工硬化層を形成しなかったため、窒化層に対してビッカース硬さ試験を実施した。

【0060】

[表面粗さ測定試験]

各試験番号の加工硬化層の表面粗さを測定した。具体的には、株式会社ミットヨ製、Surf Scan、SV-600型表面粗さ測定器を用いて評価した。表面粗さ触針(ダイヤモンド製; 外径25μm)を用い、室温、荷重; 0.1N、測定速度; 0.5mm/秒として、加工硬化層の任意表面を試験片の長手方向及び長手方向と直交する方向の双方10mm長で計測し、双方向の平均値を以て表面粗さとした。表面粗さは、JIS規格B0601(1994)に定める「算術平均粗さ; Ra」を採用した。測定結果を表1に示す。試験番号19及び試験番号20においては、加工硬化層を形成しなかったため、窒化層の表面粗さを測定した。

20

【0061】

[成膜工程]

各試験番号の超硬工具の加工硬化層上に硬質保護層を成膜した。成膜工程として物理蒸着法(PVD)を用いた。Ti及びAlを用いた混合粉末を、円板形状に加圧成形して成形体を製造した。成形体を真空焼結後、スパッタ法を用いて、金属成分を電気的に励起させた。その後、装置気相中に窒素ガスを充填させた。励起させた金属成分と焼結体の成分とを、窒化層の表面上にて化学結合させて、TiAl-Nからなる硬質保護層を3.0μm厚で成膜した。試験番号19及び試験番号20においては、窒化層上に硬質保護膜を成膜した。

30

【0062】

[ナノ硬度測定試験]

硬質保護層のナノ硬度を測定した。ナノ硬度の測定には、ナノインデントアー(Agilent Technologies社製、XP/DCM)を用いた。押込圧子; ダイヤモンド製バーコピッチ型を用いて、以下の条件で測定した。押込方法; 連続剛性方式、荷重; 200μN、振動周波数; 45Hz、振動振幅幅; 2nm、最大押込深さ; 1.5μm、室温、測定15箇所(間隔は70μm)。押込深さ1.0μm地点のナノ硬度を、硬質保護層のナノ硬度と定義した。結果を表1に示す。

40

【0063】

[硬質保護層の表面粗さ測定試験]

硬質保護層が形成された超硬工具に対して、表面粗さを測定した。表面粗さ測定試験は、上述の表面粗さ測定試験と同様に行った。結果を表1に示す。

【0064】

[硬質保護層密着力測定試験]

硬質保護層の加工硬化層に対する密着力を測定した。密着力の測定には、CSM Instruments社製、Revetest Scratch Tester、N27-

50

486型のスクラッチ式試験機を使用した。ダイヤモンド製触針；外径200 μ m（N2-4996型）を荷重；0～100N間で、室温、走査速度10mm/分、荷重速度100N/分で走査させた。異常振動信号が検出された荷重値と、走査動画写真にて硬質保護層の剥離もしくは破壊が確認された時点の荷重値とを比較して、低い方の荷重値を密着力として定義した。測定結果を表1に示す。試験番号19及び試験番号20においては、加工硬化層を形成しなかったため、硬質保護層の窒化層に対する密着力を測定した。

【0065】

[評価結果]

評価結果を表1に示す。表1を参照して、試験番号1～試験番号12の超硬工具の窒化物生成成分の総含有量は適切であり、その製造方法は適切であった。そのため、加工硬化処理後において、試験番号1～試験番号12の超硬工具のビッカース硬さは2000以上であり、優れた硬度を示した。さらに、試験番号1～試験番号12の超硬工具の加工硬化処理後の表面粗さRaは0.30 μ m以下であり、優れた潤滑性を示した。

10

【0066】

試験番号1～試験番号12の超硬工具はさらに、硬質保護層を形成した場合、その密着力が120Nであり、優れた密着力を示した。試験番号1～試験番号12の超硬工具は、硬質保護層を形成した場合、ナノ硬度が20GPa以上となり、優れた硬度を示した。試験番号1～試験番号12の超硬工具は、硬質保護層を形成した場合であっても、表面粗さRaが0.30 μ m以下であり、加工硬化層と同等かそれ以上の優れた潤滑性を示した。

20

【0067】

一方、試験番号13の超硬工具は、窒化物生成成分の総含有量が5.0質量%を超えた。そのため、加工硬化処理後の表面粗さRaが0.30 μ mを超えた。試験番号13の超硬工具は、硬質保護層を形成した後においても、表面粗さRaが0.30 μ mを超え、潤滑性が低かった。窒化物が過剰に表面に析出し、窒化層の凹凸が大きくなったため加工硬化層の凹凸が大きくなり、硬質保護層に加工硬化層の凹凸が反映されたと考えられる。

【0068】

試験番号14の超硬工具は、窒化物生成成分の総含有量が5.0質量%を大きく超えた。そのため、窒化処理後に基材に割れが発生した。

【0069】

試験番号15の超硬工具は、窒化物生成成分を含有しなかった。そのため、加工硬化処理後においてビッカース硬さが2000未満となり、硬度が低かった。さらに、試験番号15の超硬工具の加工硬化処理後の表面粗さRaは0.45 μ mであり、潤滑性が低かった。試験番号15の超硬工具は、硬質保護層を形成した後において、ナノ硬度が20GPa未満となり、硬度が低かった。さらに、試験番号15の超硬工具は、硬質保護層の密着力が80Nであり、硬質保護層の密着力が低かった。

30

【0070】

試験番号16及び試験番号17の超硬工具は、窒化物生成成分の総含有量が2.0質量%未満であった。そのため、加工硬化処理後においてビッカース硬さが2000未満となり、硬度が低かった。さらに、試験番号16及び試験番号17の超硬工具の加工硬化処理後の表面粗さRaは0.30 μ mを超え、潤滑性が低かった。試験番号16及び試験番号17の超硬工具は、硬質保護層を形成した後において、ナノ硬度が20GPa未満となり、硬度が低かった。さらに、試験番号16及び試験番号17の超硬工具は、硬質保護層の密着力が120N未満であり、硬質保護層の密着力が低かった。

40

【0071】

試験番号18の超硬工具は、第2群の窒化物生成成分を含有しなかった。そのため、加工硬化処理後においてビッカース硬さが2000未満となり、硬度が低かった。さらに、試験番号18の超硬工具の加工硬化処理後の表面粗さRaは0.30 μ mを超え、潤滑性が低かった。試験番号18の超硬工具は、硬質保護層を形成した後において、ナノ硬度が20GPa未満となり、硬度が低かった。さらに、試験番号18の超硬工具は、硬質保護層の密着力が120N未満であり、硬質保護層の密着力が低かった。

50

【0072】

試験番号19の超硬工具の窒化物生成成分の含有量は適切であったものの、加工硬化処理を実施しなかった。そのため、試験番号19の超硬工具は、窒化処理後におけるビッカース硬さが2030となった。これは、試験番号19と同じ化学組成である試験番号5の超硬工具の加工処理後のビッカース硬さ2300よりも低い値であった。さらに、試験番号19の超硬工具は硬質保護層の密着力が120N未満であり、硬質保護層の密着力が低かった。

【0073】

試験番号20の超硬工具の窒化物生成成分の含有量は適切であったものの、加工硬化処理を実施しなかった。そのため、試験番号20の超硬工具は、窒化処理後におけるビッカース硬さが1960となった。これは、試験番号20と同じ化学組成である試験番号12の超硬工具の加工処理後のビッカース硬さ2100よりも低い値であった。さらに、試験番号20の超硬工具は硬質保護層の密着力が120N未満であり、硬質保護層の密着力が低かった。

10

【0074】

以上、本発明の実施の形態を説明した。しかしながら、上述した実施の形態は本発明を実施するための例示に過ぎない。したがって、本発明は上述した実施の形態に限定されることがなく、その趣旨を逸脱しない範囲内で上述した実施の形態を適宜変更して実施することができる。

【符号の説明】

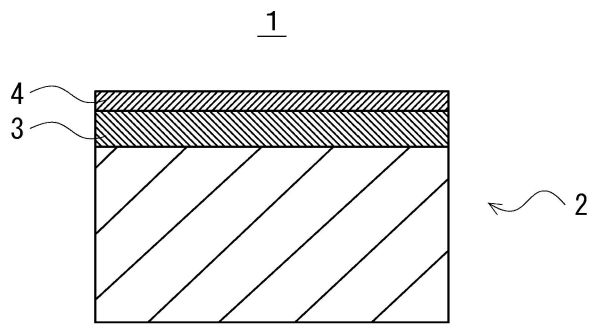
20

【0075】

- 1, 10 超硬工具
- 2 焼結体
- 3 窒化層
- 4 加工硬化層
- 5 硬質保護層

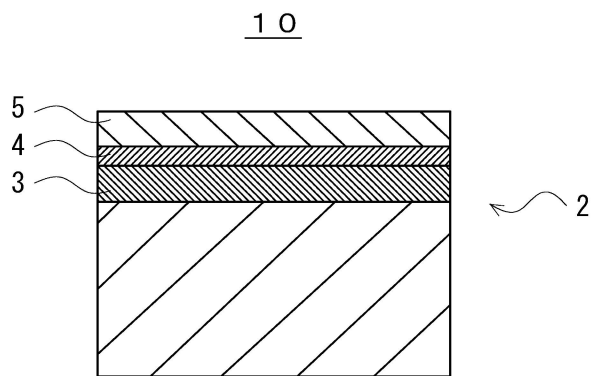
【図 1】

FIG. 1



【図 2】

FIG. 2



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		
C 2 2 C	32/00	(2006.01)	B 2 2 F	3/24 F
C 2 3 C	8/24	(2006.01)	C 2 2 C	29/08
C 0 4 B	35/56	(2006.01)	C 2 2 C	32/00 P
			C 2 3 C	8/24
			C 0 4 B	35/56 2 6 0

審査官 米田 健志

(56)参考文献 特開 2 0 1 2 - 0 4 5 6 6 1 (J P, A)
 特開平 0 2 - 2 5 4 1 4 4 (J P, A)
 特開平 0 7 - 0 2 6 3 6 8 (J P, A)
 特開 2 0 0 7 - 0 5 6 3 3 3 (J P, A)
 特開昭 5 6 - 1 5 0 1 8 4 (J P, A)
 特開 2 0 0 2 - 2 1 0 5 2 5 (J P, A)
 特開 2 0 0 8 - 2 6 4 9 8 8 (J P, A)
 特開 2 0 0 7 - 2 6 8 6 5 6 (J P, A)
 米国特許出願公開第 2 0 0 9 / 0 0 9 8 3 7 2 (U S, A 1)
 特開 2 0 1 6 - 0 7 8 1 3 6 (J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
 B 2 2 F 1 / 0 0 ~ 8 / 0 0