

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012 年 10 月 26 日(26.10.2012)



(10) 国際公開番号
WO 2012/144502 A1

- (51) 国際特許分類:
B23B 27/14 (2006.01) *C04B 35/583* (2006.01)
B23B 27/20 (2006.01) *C04B 37/00* (2006.01)
B23B 51/00 (2006.01) *C04B 37/02* (2006.01)
B23C 5/16 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/060396
- (22) 国際出願日: 2012 年 4 月 18 日(18.04.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-091933 2011 年 4 月 18 日(18.04.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 株式会社タンガロイ(TUNGALOY CORPORATION)
[JP/JP]; 〒9701144 福島県いわき市好間工業団地
1 1 - 1 Fukushima (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 梅村 崇
(UMEMURA, Takashi).
- (74) 代理人: 特許業務法人 津国, 外(TSUKUNI & ASSOCIATES et al.); 〒1000013 東京都千代田区霞
が関 3 - 7 - 1 霞が関東急ビル Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

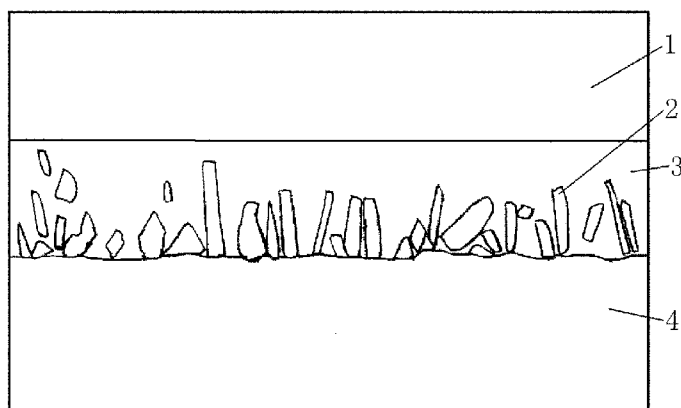
添付公開書類:

— 国際調査報告(条約第 21 条(3))

(54) Title: COMPOSITE BODY

(54) 発明の名称: 複合体

[図1]



(57) Abstract: The purpose of the present invention is to provide a composite body wherein a sintered cBN body and a hard alloy are strongly joined. The present invention provides a composite body which comprises a sintered cBN body, a hard alloy, and a joining layer lying therebetween, said sintered cBN body comprising 20 to 100mass% of cBN and 0 to 80mass% of a binder phase that comprises at least one component selected from the group consisting of: metals of Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Co, Ni and Al; carbides, nitrides, carbonitrides, borides and oxides of one or more of these metals; and mutual solid solutions of the same. The joining layer comprises both a ceramic phase and a metal phase and has a thickness of 2 to 30μm.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2012/144502 A1



本発明は、cBN焼結体と硬質合金が強固に接合した複合体を提供することを目的とし、cBN：20～100質量%、およびTi、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Co、Ni、Alの金属、これら金属の少なくとも1種の炭化物、窒化物、炭窒化物、硼化物、酸化物およびこれらの相互固溶体から成る群より選択された少なくとも1種からなる結合相：0～80質量%からなるcBN焼結体と、硬質合金と、cBN焼結体と硬質合金との間にある接合層とからなり、接合層はセラミックス相と金属相とからなり、接合層の厚さは2～30 μm である複合体を提供する。

明 細 書

発明の名称：複合体

技術分野

[0001] 本発明は、 c BN焼結体（立方晶窒化硼素焼結体）と硬質合金とが強固に接合してできた複合体に関するものである。

背景技術

[0002] c BN焼結体は非常に硬く熱伝導率が高い材料であり、その特徴を生かして切削工具などに用いられている。 c BN焼結体を製造するためには大規模な超高压高温発生装置を必要とするので、 c BN焼結体は非常に高価である。そのため超硬合金基材の切削に関与する部位のみに c BN焼結体をろう付けした c BN工具が使用されてきた。しかしながら、ろう付けによる接合では接合強度に難点があり、特に高温での強度が要求されるような切削においては十分な強度が得られないという問題があった。

[0003] ろう付けを行わずに c BN焼結体と基材を接合する方法としては、超硬合金又は工具鋼の母材と高硬度硬質合金の切刃部分の間にチタン箔を介在させた状態でプラズマ放電焼結法により一体焼結接合して形成させてなることを特徴とする切削工具がある（例えば、特許文献1参照。）。また、1対の立方晶窒化硼素焼結体の接合面に、 $0.01 \sim 1 \mu\text{m}$ のTiの膜を形成し、次に $0.01 \sim 1 \mu\text{m}$ のCu膜を形成した後、厚さ $10 \sim 1000 \mu\text{m}$ のAg, CuおよびInからなる三元系合金箔を、前記立方晶窒化硼素焼結体の接合面で挟み、得られたものを、真空中もしくは不活性ガス雰囲気中において、Ag, CuおよびInからなる三元系合金の融点以上 750 度以下の温度に加熱することを特徴とする立方晶窒化硼素焼結体の接合方法がある（例えば、特許文献2参照。）。しかしながら、これらの接合方法は、金属箔よりできた中間層が厚く、中間層の強度が低いので、 c BN焼結体と基材との接合強度が低いという問題がある。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開平8－168905号公報

特許文献2：特許第2557400号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 本発明は、上記問題を解決するためになされたもので、cBN焼結体と硬質合金とが強固に接合した複合体を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明者がcBN焼結体と硬質合金との接合について研究を行ったところ、cBN焼結体と硬質合金との間に、セラミックス相と金属相とからなる厚さ2～30 μ mの接合層を形成すると、cBN焼結体と硬質合金が強固に接合することを見出した。すなわち、本発明の複合体は、cBN：20～100質量%、およびTi、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Co、Ni、Alの金属、これら金属の少なくとも1種の炭化物、窒化物、炭窒化物、硼化物、酸化物およびこれらの相互固溶体から成る群より選択された少なくとも1種からなる結合相：0～80質量%からなるcBN焼結体と、硬質合金と、cBN焼結体と硬質合金との間にある接合層とからなり、接合層はセラミックス相と金属相とからなり、接合層の厚さは2～30 μ mであることを特徴とする。なお、本発明でいうcBN焼結体とは、立方晶窒化硼素（cBN）以外の窒化硼素（例えば、六方晶窒化硼素（hBN））を実質的に含有しない焼結体をいう。また、実質的に含有しないとは、窒化硼素（BN）がほぼcBNから成ることを意味し、具体的には、cBN焼結体をX線回折測定したときに、立方晶窒化硼素（cBN）以外の窒化硼素（例えば、六方晶窒化硼素（hBN））のX線回折ピークが観察されないcBN焼結体である。

発明の効果

[0007] 本発明の複合体は、cBN焼結体と硬質合金との接合強度が高いという効果

を奏する。本発明の被覆複合体は、c B N焼結体と硬質合金との接合強度が高く、被膜と複合体との密着性が高いという効果を奏する。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]本発明の複合体の断面組織の一例を示す概念図である。

発明を実施するための形態

[0009] 本発明の硬質合金は、切削工具として使用される硬質合金であれば特に限定されないが、例えば、T i、Z r、H f、V、N b、T a、C r、M oおよびWから選択される少なくとも1種の金属の炭化物、窒化物、炭窒化物およびこれらの相互固溶体から成る群より選択された少なくとも1種からなる硬質相：50～97質量%と、C o、N iおよびF eから成る群より選択された少なくとも1種を主成分とする結合相：3～50質量%とからなる硬質合金が挙げられる。本発明の硬質合金の硬質相として具体的には、W C、T i C、T i (C, N)、(T i, N b) (C, N)、(T i, W, T a) (C, N)、(T i, W, N b, Z r) (C, N)、(T i, W, M o, N b) (C, N)、Z r C、Z r (C, N)、N b C、M o₂ C、(T a, N b) (C, N)、(T a, N b, H f) (C, N)、(W, N b) (C, N)、(W, M o) (C, N)、(W, M o, N b) C、(W, T a, M o) (C, N)などを挙げることができるがこれらに限定されるものではない。これらの中でも、W C、T i (C, N)、(T i, N b) (C, N)、(T i, W, T a) (C, N)、(T i, W, N b, Z r) (C, N)を用いることが好ましく、更に好ましくはW C、T i (C, N)である。また、本発明の硬質合金の結合相は、C o、N iおよびF eから成る群より選択された少なくとも1種を主成分とする金属である。本発明の硬質合金の結合相は、C o、N iおよびF eから成る群より選択された少なくとも1種を結合相全体に対して70～100質量%含むが、主成分のC o、N i、F e以外にT i、Z r、H f、V、N b、T a、C r、M o、W、CおよびNから成る群より選択される少なくとも1種を結合相全体に対して0～30質量%の量で含んでもよい。これらの中でも、C o、N iおよびF eから成る群より選択された

少なくとも1種を結合相全体に対して85～94質量%含有し、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、CおよびNから成る群より選択される少なくとも1種を結合相全体に対して6～15質量%含有するものである。

[0010] 本発明のcBN焼結体は、cBN（立方晶窒化硼素）：20～100質量%、およびcBN以外の残部として、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Co、Ni、Alの金属、これら金属の少なくとも1種の炭化物、窒化物、炭窒化物、硼化物、酸化物およびこれらの相互固溶体から成る群より選択された少なくとも1種からなる結合相：0～80質量%からなるcBN焼結体である。本発明のcBN焼結体は、cBN：25～99質量%、結合相：1～75質量%からなるものが好ましく、更に好ましくはcBN：30～95質量%、結合相：5～70質量%からなるものである。本発明のcBN焼結体の結合相として具体的には、TiN、Ti(C, N)、TiC、TiB₂、TiBN、TiAlN、Ti₂AlN、AlN、AlB₂、Al₂O₃、ZrC、HfC、VC、NbC、TaC、Cr₃C₂、Mo₂C、ZrN、HfN、VN、NbN、Ta₂N、CrN、WC、WB、W₂B、BCoW、W、Co、Niなどを挙げることができるがこれらに限定されるものではない。なお、BCoWと記載されたものは、B、CoおよびWの化合物を意味しており、BCoW、B₂CoW₂、B₃CoW₃、B₆Co₂₁W₂、B₆CoW₃、B₁₀CoW₉などが包含される。これらの中でも、TiN、Ti(C, N)、TiC、TiB₂、TiBN、TiAlN、Ti₂AlN、AlN、AlB₂、Al₂O₃、WC、WB、W₂B、BCoW、W、Co、Niを使用することが好ましい。

[0011] 本発明の接合層は、厚さ2～30μmである。接合層の厚さが2μm未満では安定した接合強度を得ることができず、接合層の厚さが30μmを超えて厚くなると接合強度が低下することから、接合層の厚さを2～30μmとした。その中でも厚さ10～20μmが好ましい。本発明の接合層は接合界面に対してできるだけ厚さが均一に形成されることが好ましい。

[0012] 本発明の接合層は、セラミックス相と金属相とからなる。本発明の接合層のセラミックス相は、金属元素と炭素、窒素、酸素および硼素の中の少なくとも1種とからなる化合物であり、例えば、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Co、Niの炭化物、窒化物、酸化物、硼化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、炭窒酸化物、炭硼化物、窒硼化物、硼酸化物、炭窒硼化物、炭酸硼化物、窒酸硼化物、炭窒酸硼化物およびこれらの相互固溶体などを挙げることができる。また、本発明の接合層の金属相は、金属結合している相であり、例えば、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Co、Niなどの金属単体、これらの金属単体の2種以上からなる合金（金属間化合物も含む）、これらの金属単体や合金に炭素、窒素、酸素、硼素などが固溶した金属などを挙げることができる。その中でも、本発明の複合体の断面組織を観察したときに、本発明の接合層が、Tiの炭化物およびTiの炭窒化物の1種または2種からなるセラミックス相：接合層全体に対して10～80面積%と、Tiを主成分とする金属相：接合層全体に対して20～90面積%とからなると、接合層自体の強度が増し、接合強度が向上するため、好ましい。本発明の接合層におけるTiを主成分とする金属相は、Tiを金属相全体に対して50～100質量%含有する金属相であり、Ti以外の残部としてCo、Ni、Fe、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Al、C、B、OおよびNから成る群より選択された少なくとも1種を0～50質量%含有してもよい。その中でも、Co、NiおよびFeから成る群より選択された少なくとも1種を含有するTiを主成分とする金属相であると接合強度が高くなるのでさらに好ましい。具体的には、Ti：金属相全体に対して50～99.5質量%と、Co、NiおよびFeから成る群より選択された少なくとも1種：金属相全体に対して0.5～50質量%と、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Al、C、B、OおよびNから成る群より選択された少なくとも1種：金属相全体に対して0～49.5質量%とからなる金属相を挙げることができる。その中でも、Ti：金属相全体に対して85～99.5質量%と、Co、Niおよび

Feから成る群より選択された少なくとも1種：金属相全体に対して0.5～5質量%と、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Al、C、B、OおよびNから成る群より選択された少なくとも1種：金属相全体に対して0～14.5質量%とからなる金属相であると接合強度が向上するので、さらに好ましい。

[0013] 本発明の接合層は、硬質合金とcBN焼結体との間に金属箔を挟み、圧力をかけて高温にすると得られる。接合層のセラミックス相は、硬質合金に含まれるC、Nが金属箔に拡散し、金属箔の金属成分とC、Nとが反応して形成すると考えられる。金属箔はセラミックス相を形成するものであれば特に制限されないが、高硬度の炭化物、炭窒化物が形成しやすいTi、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、Wおよびこれらの相互固溶体から成る群から選択された少なくとも1種の金属箔からなると好ましい。その中でもTiを主成分とする金属箔がさらに好ましく、その中でもTi箔がさらに好ましい。

[0014] 本発明品の断面組織をSEMで観察すると、図1に示すようなセラミックス相が硬質合金側に分布した接合層が観察される。本発明の接合層におけるセラミックス相粒子は針状であると接合強度が高くなるので、好ましい。具体的には、セラミックス相粒子について、 $\left(\text{（粒子の長軸の長さ）} / \left(\text{（粒子の長軸と直交する方向の短軸の長さ）} \right) \right)$ の比が最大値となる値をアスペクト比とすると、セラミックス相粒子のアスペクト比の平均値が5以上12以下であると接合強度がさらに高くなるので好ましい。その中でも長軸の長さの平均値が1 μm 以上30 μm 以下で、アスペクト比の平均値が5以上12以下であり、Tiの炭化物およびTiの炭窒化物の1種または2種からなるセラミックス相であると、さらに好ましい。

[0015] 接合層におけるセラミックス相粒子のアスペクト比の平均値は断面方向における組織写真から測定することができる。具体的には、接合した複合体の接合面の表面に対して垂直な方向に切断または研削し、その切断面または研削面を鏡面加工し、SEM（走査型電子顕微鏡）にて例えば1000～500

0倍で接合層を観察する。断面組織から観察される接合層のセラミックス相粒子について、 $\left(\left(\text{粒子の長軸の長さ} \right) / \left(\text{粒子の長軸と直交する方向の短軸の長さ} \right) \right)$ の比が最大値となる値を粒子のアスペクト比とし、その平均値を求めることができる。本発明の接合層の厚さについても、SEMにて得た断面写真から測定することができる。

[0016] 本発明の複合体の製造方法としては、例えば、以下の方法を挙げることができる。まず、cBN焼結体と硬質合金と金属箔を用意する。cBN焼結体と硬質合金をそれぞれ鏡面研磨する。金属箔の厚さは10～40 μm にすると好ましい。これは、金属箔の厚さが10 μm 未満であると接合層の厚さが2 μm 未満になりやすく、金属箔の厚さが40 μm を超えて厚くなると接合層の厚さが30 μm を超えて厚くなりやすいためである。本発明の金属箔の厚さについてはマイクロメーターで測定することができる。cBN焼結体と硬質合金をアセトンなどの有機溶剤で脱脂と洗浄を十分に行った後、金属箔をcBN焼結体と硬質合金とで挟み、ホットプレスなどの装置を用い、0.5 kgf/cm²以上の接合圧力になるように荷重をかけて、例えば、真空中、窒素ガス雰囲気中、アルゴンガス雰囲気中またはアルゴン窒素混合ガス雰囲気中にて1000～1250℃で20～90分間保持した後、冷却する。これにより硬質合金の成分、例えば、C、Nなどが金属箔中に拡散し、Tiの炭化物、Tiの炭窒化物などのセラミックス相が金属箔中に形成する。このようにして得られたセラミックス相と金属相とからなる接合層を介してcBN焼結体と硬質合金は強固に接合する。なお、接合圧力は、900 kgf/cm²を超えて高くなると、硬質合金が塑性変形し、形状変化が大きくなりすぎるので、0.5 kgf/cm²～900 kgf/cm²の範囲が好ましく、接合圧力が100 kgf/cm²を超えて高くなると、大掛かりなプレス装置となるため、実用的には、接合圧力は0.5 kgf/cm²～100 kgf/cm²の範囲がさらに好ましく、その中でも0.5 kgf/cm²～30 kgf/cm²の範囲がさらに好ましい。また、本発明の接合層にはcBN焼結体の成分が固溶しても好ましい。なお、本発明の接合層を介して、硬質合金に

c B N焼結体の成分が拡散し、c B N焼結体に硬質合金の成分が拡散しても好ましく、さらに強固な接合が可能となる。

[0017] 接合時の温度は、1250℃を超えて高くなるとc B Nが脆弱なh B N（六方晶窒化硼素）に相変態するため接合強度が低下する。一方、接合時の温度が、1000℃未満になると、接合層が形成されにくく、接合層が形成されるまで時間がかかるので経済的に不利となる。また、保持時間が20分未満であると接合層が安定して形成されにくくなり、保持時間が90分を超えて長くなると接合は可能であるが経済的ではない。そのため、接合時の接合温度は1000～1250℃、保持時間は20～90分間とすることが好ましい。その中でも、接合温度が1050～1150℃、保持時間は30～60分間であるとさらに好ましい。

[0018] 接合するための装置としては前記ホットプレスに限らず、真空中もしくは不活性ガス中で昇温可能な装置であればいかなるものでもよい。硬質合金とc B N焼結体とを固定するために荷重をかけると好ましいが、昇温前に治具などで硬質合金とc B N焼結体とを固定して昇温し、本発明の複合体を作製することも好ましい。また、ホットプレスなどで高い荷重をかけて昇温すると、硬質合金が極微小に塑性変形してc B N焼結体との密着度が増し、その結果、低温かつ短時間で接合することが可能となるので、より好ましい。

[0019] 本発明の複合体の表面にCVD法、PVD法などにより被膜を被覆すると、耐摩耗性をさらに向上させることができる。本発明の複合体は、ろう付けされた従来のc B N工具よりも高温で被覆することが可能であり、そのため、本発明の被覆複合体は従来の被覆c B N焼結体よりも被膜と複合体との密着性を高くすることができる。本発明における被膜は、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、AlおよびSiから成る群より選択された少なくとも1種の炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物、硼化物およびこれらの相互固溶体から成る群より選択された少なくとも1種からなる。本発明の被膜として具体的には、TiC、TiN、Ti(C, N)、TiAlN、TiSiN、AlCrN、Al₂O₃などを挙げることができる。被膜は単層ま

たは2層以上の積層のいずれで構成されても好ましい。被膜の少なくとも1層は組成が異なる平均膜厚5～200nmの薄膜を交互に積層した交互積層膜でも好ましい。被膜全体の総膜厚は平均膜厚で、0.3μm未満であると耐摩耗性を向上させる効果が小さく、25μmを超えて厚くなると耐欠損性が低下する傾向がみられることから、被膜全体の総膜厚は平均膜厚で0.3～25μmであると好ましい。なお、被膜は従来からあるCVD法、PVD法によって被覆できる。

[0020] 本発明の複合体は、cBN焼結体と硬質合金との接合強度が高いので、切削工具として用いると優れた切削性能を示す。切削工具として具体的には、旋削用工具、フライス用工具、ドリル、エンドミルなど挙げることができる。ろう付けの接合強度が問題となるような過酷な使用条件下においても、本発明の切削工具用複合体は使用可能であり、本発明の切削工具用複合体は優れた切削性能を示す。また、本発明の被覆複合体は、cBN焼結体と硬質合金との接合強度が高く、被膜と複合体との密着性が高いので、切削工具用被覆複合体は優れた切削性能を示す。

実施例 1

[0021] 表1に示す組成を持つ直径30mm、厚さ1.5mmの円盤状のcBN焼結体と、表2に示す組成を持つ直径30mm、厚さ3.0mmの円盤状の硬質合金と、表3に示す厚さを持つTi箔を用意した。cBN焼結体および硬質合金について接合する面を、ダイヤモンド砥粒などを用いて鏡面研磨し、すべての試料をアセトン中で10分間超音波洗浄を行った。その後、ホットプレス装置を用いて、cBN焼結体と硬質合金の間にTi箔を挟み、試料の位置がずれないように表4に示す接合圧力になるように荷重をかけながら、真空中にて室温から表4に示す接合温度まで昇温し、表4に示す接合圧力、接合温度および保持時間で保持した後、冷却した。冷却後に荷重を下げてcBN焼結体と硬質合金とを接合した複合体を得た。

[0022]

[表1]

試料番号	cBN焼結体			
	cBN相		結合相	
	組成	cBN焼結体 全体に対する 含有量 (質量%)	組成	cBN焼結体 全体に対する 含有量 (質量%)
発明品1	cBN	60	TiN, Al ₂ O ₃ , AlN	40
発明品2	cBN	40	TiN, TiB ₂ , Al ₂ O ₃ , AlN	60
発明品3	cBN	60	Ti (C, N), Al ₂ O ₃ , AlN	40
発明品4	cBN	30	Ti (C, N), Al ₂ O ₃ , AlN	70
発明品5	cBN	85	WC, W ₂ Co ₂₁ B ₆ , Al ₂ O ₃ , Co	15
発明品6	cBN	95	WC, W ₂ Co ₂₁ B ₆ , Al ₂ O ₃	5
発明品7	cBN	60	Ti (C, N), Al ₂ O ₃ , AlN	40
発明品8	cBN	60	Ti (C, N), Al ₂ O ₃ , AlN	40
発明品9	cBN	60	TiN, Al ₂ O ₃ , AlN	40
発明品10	cBN	60	TiN, Al ₂ O ₃ , AlN	40
発明品11	cBN	60	Ti (C, N), Al ₂ O ₃ , AlN	40
発明品12	cBN	60	TiN, Al ₂ O ₃ , AlN	40
比較品1	cBN	60	TiN, Al ₂ O ₃ , AlN	40
比較品2	cBN	85	WC, W ₂ Co ₂₁ B ₆ , Al ₂ O ₃	15
比較品3	cBN	60	Ti (C, N), Al ₂ O ₃ , AlN	40
比較品4	cBN	60	Ti (C, N), Al ₂ O ₃ , AlN	40
比較品5	cBN	60	TiN, Al ₂ O ₃ , AlN	40
比較品6	cBN	60	TiN, Al ₂ O ₃ , AlN	40
比較品7	cBN	60	TiN, Al ₂ O ₃ , AlN	40

[0023]

[表2]

試料番号	硬質合金			
	硬質相		結合相	
	組成	硬質合金全 体に対する 含有量 (質量%)	組成 (質量%)	硬質合金全 体に対する 含有量 (質量%)
発明品1	WC	89	90Co-4W-5Cr-1C	11
発明品2	Ti (C, N), (Ti, W, Ta) (C, N)	86	43Co-42Ni-7Ti-3W-2Ta-2C-1N	14
発明品3	WC, (Ti, Nb) (C, N)	89	90Co-4W-1Ti-4Cr-1C	11
発明品4	WC	84	94Co-5W-2V-1C	16
発明品5	WC	89	90Co-4W-5Cr-1C	11
発明品6	Ti (C, N), (Ti, W, Nb, Zr) (C, N)	79	48Co-42Ni-5Ti-4W-1C	21
発明品7	WC	90	47Co-47Fe-5W-1C	10
発明品8	WC	95	92Co-7W-1C	5
発明品9	WC	89	90Co-4W-5Cr-1C	11
発明品10	WC	94	92Co-7W-1C	6
発明品11	WC	95	90Co-4W-5Cr-1C	5
発明品12	WC	95	90Co-4W-5Cr-1C	5
比較品1	WC	90	90Co-4W-5Cr-1C	10
比較品2	WC	84	95Co-4W-1C	16
比較品3	Ti (C, N), (Ti, W, Mo, Nb) (C, N)	79	43Co-42Ni-7Ti-3W-1Mo-2Nb-1C-1N	21
比較品4	WC	90	92Co-7W-1C	10
比較品5	WC	90	90Co-4W-5Cr-1C	10
比較品6	WC	85	92Co-7W-1C	15
比較品7	WC	89	90Co-4W-5Cr-1C	11

[0024]

[表3]

試料番号	Ti箔厚さ (μm)
発明品1	20
発明品2	10
発明品3	20
発明品4	30
発明品5	20
発明品6	35
発明品7	20
発明品8	30
発明品9	20
発明品10	20
発明品11	20
発明品12	10
比較品1	20
比較品2	20
比較品3	100
比較品4	20
比較品5	10
比較品6	20
比較品7	30

[0025] [表4]

試料番号	接合条件		
	接合温度 ($^{\circ}\text{C}$)	接合圧力 (kgf/cm^2)	保持時間 (分)
発明品1	1100	1	30
発明品2	1100	1	90
発明品3	1250	0.5	60
発明品4	1000	30	40
発明品5	1250	10	40
発明品6	1000	100	30
発明品7	1000	1	20
発明品8	1250	1	90
発明品9	1100	90	30
発明品10	1100	1	30
発明品11	1100	0.5	30
発明品12	1250	100	80
比較品1	900	1	30
比較品2	1300	1	30
比較品3	1100	1	30
比較品4	1100	0.05	60
比較品5	1200	1000	90
比較品6	1300	300	60
比較品7	1000	1	3

[0026] 得られた複合体から $10 \times 10 \times 4.5$ mm の組成分析用試験片および $10 \times 10 \times 4.5$ mm のトルク試験片をワイヤカットにて切り出した。接合層の厚さとセラミックス相のアスペクト比は SEM を用いて $1000 \sim 5000$ 倍に拡大して測定した。接合層の組成は EDS（エネルギー分散型 X 線分析装置）により分析した。また、断面組織から、接合層のセラミックス相と金属相の面積率を測定した。また、断面組織から接合層のセラミックス相の形状、アスペクト比、長軸の長さを測定した。トルク試験は市販のトルク試験機を用い、硬質合金側を固定し、cBN 焼結体側からトルクをかけ、cBN 焼結体が剥離するトルク強度を測定した。各試料の接合層の厚さと組織は表 5 に示した。なお、表 5 の接合層の金属相の組成において、主要成分は個別に質量%を示したが、微量成分は合計した質量%を括弧の前に示し、括弧内に微量元素の元素名を示した。トルク強度は表 6 に示した。

[0027]

[表5]

試料番号	接合層							備考	
	厚さ (μm)	セラミックス相			金属相		接合層全 体に対す る含有量 (面積%)		
		形状	アスペ クト比 の平均 値	長軸の長 さの平均 値 (μm)	組成	組成 (質量%)			
発明品1	20	針状	5	10	Ti(C,N), TiC	50	87Ti-4Co-9[W,Cr,C,O,N]	50	-
発明品2	8	針状	5	4	Ti(C,N), TiC	45	82Ti-3Co-2Ni-13[W,Ta,C,O,N]	55	-
発明品3	18	針状	6	12	Ti(C,N), TiC	60	90Ti-2Co-8[W,Cr,C,O,N]	40	-
発明品4	28	針状	7	20	Ti(C,N), TiC	20	89Ti-2Co-9[W,C,O,N]	80	-
発明品5	18	針状	6	14	Ti(C,N), TiC	75	65Ti-20Co-15[W,Cr,C,O,N]	25	-
発明品6	29	針状	5	25	Ti(C,N), TiC	12	95Ti-1Co-1Ni-3[W,Nb,C,O,N]	88	-
発明品7	19	粒状	1	3	Ti(C,N), TiC	60	82Ti-3Co-2Fe-13[C,O,N]	40	-
発明品8	27	針状	6	20	Ti(C,N), TiC	80	60Ti-28Co-12[W,Cr,C,O,N]	20	-
発明品9	18	針状	6	9	Ti(C,N), TiC	48	87Ti-4Co-9[W,Cr,C,O,N]	52	-
発明品10	17	針状	5	12	Ti(C,N), TiC	75	83Ti-2Co-15[W,C,O,N]	25	-
発明品11	20	針状	5	12	Ti(C,N), TiC	65	84Ti-3Co-13[W,Cr,C,O,N]	35	-
発明品12	2	針状	8	1	Ti(C,N), TiC	78	89Ti-3Co-8[W,Cr,C,O,N]	22	-
比較品1	20	生成せず	-	-	-	0	99Ti-1[C,O]	100	-
比較品2	16	針状	8	6	Ti(C,N), TiC	85	60Ti-20Co-20[W,Cr,Al,C,N,O]	15	cBN焼結体中にhBN が生成した
比較品3	97	針状	7	25	Ti(C,N), TiC	55	82Ti-3Co-2Ni-13[W,Nb,Mo,C,O,N]	45	-
比較品4	-	-	-	-	-	-	-	-	分析前に剥離した
比較品5	-	-	-	-	-	-	-	-	塑性変形した
比較品6	15	針状	6	6	Ti(C,N), TiC	30	85Ti-5Co-10[W,C,O,N]	70	cBN焼結体中にhBN が生成した
比較品7	30	生成せず	-	-	-	0	99Ti-1[C,O]	100	-

[0028]

[表6]

試料番号	トルク強度 (N・m)
発明品1	22
発明品2	24
発明品3	23
発明品4	19
発明品5	25
発明品6	19
発明品7	19
発明品8	23
発明品9	24
発明品10	21
発明品11	20
発明品12	20
比較品1	1
比較品2	12
比較品3	9
比較品4	－
比較品5	－
比較品6	2
比較品7	1

[0029] 表6より発明品はトルク強度が高いことが分かる。比較品1は接合温度が低く、十分に接合層が形成されなかったため、ほとんど接合できていなかった。比較品2はトルク強度が低かった。比較品2は接合層とcBN焼結体との界面で剥離したが、cBN焼結体の剥離した面を少し研磨し、その研磨面をX線回折測定したところhBNのX線回折ピークが観察された。これは、1300℃と高温での接合であるためにcBN焼結体中のcBNがhBNに相変態したためと考えられる。すなわち、比較品2は硬さの高いcBNが硬さの低いhBNに相変態したため、トルク強度が低下したと考えられる。比較品3はTi箔厚さが厚いため、接合層厚さも厚くなり、トルク強度が低下した。比較品4は、接合圧力が低く、加熱時の密着度が不十分であったため、接合界面に隙間が発生し、剥離した。比較品5は接合圧力が高く、接合中に硬質合金が塑性変形して接合することができなかった。比較品6はトルク強度が低かった。比較品6は接合層とcBN焼結体との界面で剥離したが、cBN焼結体の剥離した面を少し研磨し、その研磨面をX線回折測定したとこ

ろ hBN の X 線回折ピークが観察された。これは比較品 2 と同様に、接合温度が高く、cBN 焼結体中の cBN が hBN に相変態し、トルク強度が低下したためと考えられる。比較品 7 は保持時間が短く、十分に接合層が形成されなかったため、トルク強度が低下した。

実施例 2

[0030] 組成が 60 質量% cBN－40 質量% 結合相（結合相の組成：TiN、Al₂O₃、AlN）である直径 30 mm、厚さ 1.5 mm の円盤状の cBN 焼結体と、組成が 89 質量% WC－11 質量% 結合相（結合相の組成：95 質量% Co－4 質量% W－1 質量% C）である直径 30 mm、厚さ 4.0 mm の円盤状の硬質合金を用意し、これらの接合する面をダイヤモンド砥粒などを用いて鏡面研磨した。また、厚さ 20 μm の Ti 箔を準備した。これらの試料をアセトン中で 10 分間超音波洗浄を行った。その後、ホットプレス装置を用いて、cBN 焼結体と硬質合金との間に Ti 箔を挟み、試料の位置がずれないように圧力 1 kgf/cm² の荷重をかけながら、真空中にて室温から 1100℃ まで昇温し、1100℃ の接合温度で 30 分間保持した後、冷却した。冷却後に荷重を下げて、cBN 焼結体と硬質合金とを接合した複合体を得た。得られた複合体をワイヤカットにより切り出し、研削加工により ISO 規格 CNGA 120408 形状切削インサートに加工した工具 1 を作製した（発明品 1 相当品）。また、工具 1 の表面に PVD 法により平均膜厚 3 μm の Ti（C，N）膜を被覆した工具 2 を作製した。比較品として、組成が 60 質量% cBN－40 質量% 結合相（結合相の組成：TiN、Al₂O₃、AlN）である直径 30 mm、厚さ 1.5 mm の円盤状の cBN 焼結体から、3×3×1.5 mm 形状に切り出し、従来の cBN 工具と同様に超硬合金製基板にろう付けし、ISO 規格 CNGA 120408 形状切削インサートに加工して工具 3 を得た。

[0031] 工具 1、2 および 3 を用いて焼入鋼断続加工を行った。加工条件は切削速度 $V_c = 100 \text{ m/min}$ 、切り込み $a_p = 0.5 \text{ mm}$ 、送り $f = 0.25 \text{ mm/rev}$ 、クーラントは無しとし、2 本の U 型スロットが入った丸棒を外

径旋削加工した。その結果、工具 3 は切削時間 8 分でろう付け部から大きく欠損した。一方、工具 1 は切削時間 20 分までは加工可能であったが、切削時間 20 分で c B N 焼結体にフレーキングが発生した。しかしながら、工具 1 は c B N 焼結体と硬質合金との接合面で剥がれることはなかった。工具 2 は切削時間 27 分で c B N 焼結体にフレーキングが発生したが、工具 1 と同様に接合面で剥がれることはなかった。以上のように、工具 1 は接合強度が高く切削工具として優れた性能を発揮し工具寿命を延長することができた。工具 1 の表面に被膜を被覆した工具 2 では、さらに工具寿命を延長することができた。一方、工具 3 は、切削初期にろう付け部から欠損した。

産業上の利用可能性

[0032] 本発明によれば、c B N 焼結体と硬質合金との接合強度が高い複合体、および c B N 焼結体と硬質合金との接合強度が高く、被膜と複合体との密着性が高い被覆複合体を得ることができる。本発明の複合体および被覆複合体は、切削工具として用いると優れた切削性能を示す。

符号の説明

- [0033]
- 1 c B N 焼結体
 - 2 接合層のセラミックス相
 - 3 接合層の金属相
 - 4 硬質合金

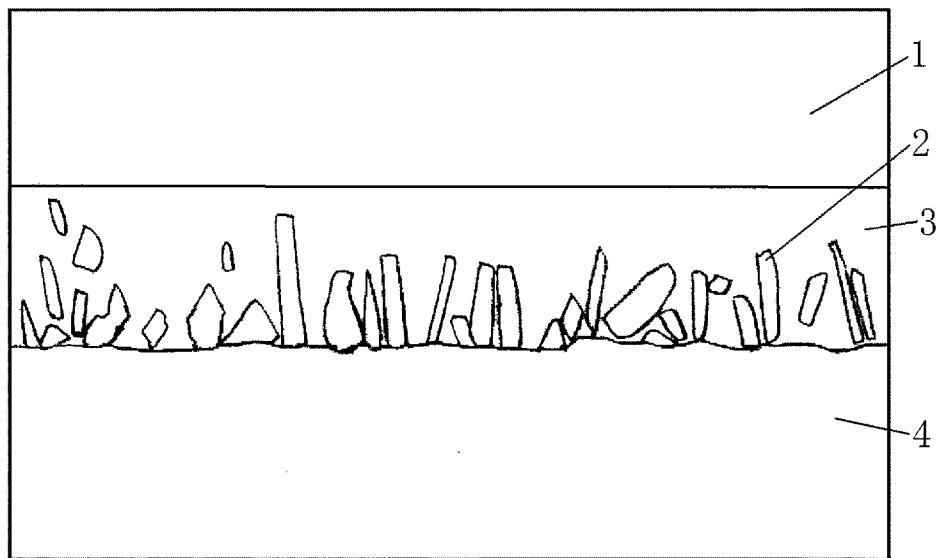
請求の範囲

- [請求項1] cBN：20～100質量%、およびTi、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Co、Ni、Alの金属、これら金属の少なくとも1種の炭化物、窒化物、炭窒化物、硼化物、酸化物およびこれらの相互固溶体から成る群より選択された少なくとも1種からなる結合相：0～80質量%からなるcBN焼結体と、硬質合金と、cBN焼結体と硬質合金との間にある接合層とからなり、接合層はセラミックス相と金属相とからなり、接合層の厚さは2～30 μ mである複合体。
- [請求項2] 接合層のセラミックス相がTiの炭化物およびTiの炭窒化物の1種または2種からなる請求項1に記載の複合体。
- [請求項3] 接合層のセラミックス相が針状である請求項1または2に記載の複合体。
- [請求項4] 接合層の金属相がTiを主成分とする金属からなる請求項1～3のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項5] 接合層の金属相がCo、NiおよびFeから成る群より選択された少なくとも1種を含有するTiを主成分とする金属からなる請求項1～4のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項6] 接合層の金属相が、Ti：金属相全体に対して50～99.5質量%と、Co、NiおよびFeから成る群より選択された少なくとも1種：0.5～50質量%と、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Al、C、B、OおよびNから成る群より選択された少なくとも1種：金属相全体に対して0～49.5質量%とからなる金属相である請求項1～5のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項7] 接合層の金属相が、Ti：金属相全体に対して85～99.5質量%と、Co、NiおよびFeから成る群より選択された少なくとも1種：金属相全体に対して0.5～5質量%と、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Al、C、B、OおよびNから成る群より選

- 択された少なくとも1種：金属相全体に対して0～14.5質量%とからなる金属相である請求項1～6のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項8] 硬質合金は、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、MoおよびWの炭化物、炭窒化物およびこれらの相互固溶体から成る群より選択された少なくとも1種からなる硬質相：50～97質量%と、残部として、Co、NiおよびFeから成る群より選択された少なくとも1種を主成分とする結合相：3～50質量%とからなる硬質合金である請求項1～7のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項9] 接合層が硬質合金と、cBN焼結体との間に金属箔を挟み、0.5kgf/cm²以上の接合圧力で、真空中、窒素ガス雰囲気中、アルゴンガス雰囲気中またはアルゴン窒素混合ガス雰囲気中にて1000～1250℃で20～90分間保持することにより形成されたものである請求項1～8のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項10] 金属箔の厚さが10～40μmである請求項9に記載の複合体。
- [請求項11] 金属箔がTi箔である請求項9または10に記載の複合体。
- [請求項12] 接合圧力が0.5kgf/cm²～900kgf/cm²の範囲である請求項9～11のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項13] 接合圧力が0.5kgf/cm²～100kgf/cm²の範囲である請求項9～12のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項14] 接合圧力が0.5kgf/cm²～30kgf/cm²の範囲である請求項9～13のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項15] 接合温度が1050～1150℃、保持時間が30～60分間である請求項9～14のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項16] cBN焼結体が、X線回折測定したときに、立方晶窒化硼素（cBN）以外の窒化硼素のX線回折ピークが観察されないcBN焼結体である請求項1～15のいずれか1項に記載の複合体。
- [請求項17] 請求項1～16のいずれか1項に記載の複合体の表面に被膜を被覆した被覆複合体。

- [請求項18] 被膜は、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Al、Siの炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物、硼化物およびこれらの相互固溶体から成る群より選択された少なくとも1種からなり、被膜全体の総膜厚は平均膜厚で0.3～25 μm である請求項17に記載の被覆複合体。
- [請求項19] 請求項1～16のいずれか1項に記載の複合体を切削工具として用いる切削工具用複合体。
- [請求項20] 請求項17または18に記載の被覆複合体を切削工具として用いる切削工具用被覆複合体。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/060396

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B23B27/14(2006.01)i, B23B27/20(2006.01)i, B23B51/00(2006.01)i, B23C5/16(2006.01)i, C04B35/583(2006.01)i, C04B37/00(2006.01)i, C04B37/02(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B23B27/14, B23B27/20, B23B51/00, B23C5/16, C04B35/583, C04B37/00, C04B37/02, B23K20/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	Yohei SATO, Yuta MAENO, Mitsuru NAKAMURA, Takashi UMEMURA, "Solid State Diffusion Bonding between cBN and C. C. used by insert materials", Japan Welding Society Zenkoku Taikai Koen Gaiyo, 28 March 2011 (28.03.2011), 88th series, pages 40 to 41	1-20
X A	JP 8-206902 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 13 August 1996 (13.08.1996), paragraphs [0068] to [0082] & US 5712030 A & EP 714719 A1 & KR 10-0187614 B1 & CN 1137959 A	1-2, 4-20 3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
11 May, 2012 (11.05.12)

Date of mailing of the international search report
22 May, 2012 (22.05.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/060396

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	Microfilm of the specification and drawings annexed to the request of Japanese Utility Model Application No. 60414/1984 (Laid-open No. 172765/1985) (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 15 November 1985 (15.11.1985), specification, page 4, line 2 to page 7, line 3; table 1 (Family: none)	1-20
A	JP 2004-291037 A (Mitsubishi Materials Corp.), 21 October 2004 (21.10.2004), paragraphs [0020] to [0029]; fig. 1 to 4 & US 2004/0094333 A1 & EP 1384793 A2 & KR 10-2004-0010399 A & CN 1494977 A	1-20

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. B23B27/14(2006.01)i, B23B27/20(2006.01)i, B23B51/00(2006.01)i, B23C5/16(2006.01)i,
C04B35/583(2006.01)i, C04B37/00(2006.01)i, C04B37/02(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. B23B27/14, B23B27/20, B23B51/00, B23C5/16, C04B35/583, C04B37/00, C04B37/02, B23K20/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	佐藤 陽平、前野 祐太、中村 満、梅村 崇, 「インサート材を用いた c B N と超合金の固相拡散接合」, 溶接学会全国大会講演概要, 2011.03.28, 第 88 集, p40-41	1-20
X	JP 8-206902 A (住友電気工業株式会社) 1996.08.13, 段落【0068】-【0082】 & US 5712030 A & EP 714719 A1	1-2, 4-20
A	& KR 10-0187614 B1 & CN 1137959 A	3

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 1 . 0 5 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

2 2 . 0 5 . 2 0 1 2

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官 (権限のある職員)

小川 真

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 3 2 4

3 C

3 9 3 4

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	日本国実用新案登録出願 59-60414 号(日本国実用新案登録出願公開 60-172765 号)の願書に添付した明細書及び図面の内容を撮影したマイクロフィルム (住友電気工業株式会社) 1985. 11. 15, 明細書第 4 ページ第 2 行-第 7 ページ第 3 行, 第 1 表 (ファミリーなし)	1-20
A	JP 2004-291037 A (三菱マテリアル株式会社) 2004. 10. 21, 段落 【0020】 - 【0029】, 図 1-4 & US 2004/0094333 A1 & EP 1384793 A2 & KR 10-2004-0010399 A & CN 1494977 A	1-20