

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5486159号
(P5486159)

(45) 発行日 平成26年5月7日(2014.5.7)

(24) 登録日 平成26年2月28日(2014.2.28)

(51) Int. Cl. F I
C O 4 B 35/583 (2006.01) C O 4 B 35/58 1 O 3 G
B 2 3 B 27/20 (2006.01) C O 4 B 35/58 1 O 3 J
 B 2 3 B 27/20

請求項の数 8 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2007-538534 (P2007-538534)	(73) 特許権者	507142155
(86) (22) 出願日	平成17年10月28日(2005.10.28)		エレメント シックス (プロダクション)
(65) 公表番号	特表2008-528413 (P2008-528413A)		(プロプライエタリィ) リミテッド
(43) 公表日	平成20年7月31日(2008.7.31)		南アフリカ国、スプリングス、ナフィールド、デビッド ロード 1
(86) 国際出願番号	PCT/IB2005/003221	(74) 代理人	110000855
(87) 国際公開番号	W02006/046125		特許業務法人浅村特許事務所
(87) 国際公開日	平成18年5月4日(2006.5.4)	(72) 発明者	カン、ネドレット
審査請求日	平成20年10月14日(2008.10.14)		南アフリカ国、ボークスバーグ、サンワードパーク、ロータス ロード 29
審査番号	不服2013-8154 (P2013-8154/J1)	(72) 発明者	アンデルシン、スティグ、エイク
審査請求日	平成25年5月7日(2013.5.7)		スウェーデン国、ロバーツフォルス、エネバッケン 28
(31) 優先権主張番号	S2004/0721		
(32) 優先日	平成16年10月29日(2004.10.29)		
(33) 優先権主張国	アイルランド (IE)		
(31) 優先権主張番号	S2004/0722		
(32) 優先日	平成16年10月29日(2004.10.29)		
(33) 優先権主張国	アイルランド (IE)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 立方晶系窒化硼素成形体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

C B N 成形体であって、

C B N 粒子と、

T i C N、T i C、T i N、及びそれらの混合物及びそれらの固溶体から選択された第二硬質相、及び二硼化チタンを組込んだマトリックス相とを含み、

前記 C B N 成形体が、35 ~ 65 体積%の C B N を含有しており、

前記二硼化チタンの (101) ピークのバックグラウンド補正後の X R D ピーク高さが、(111) C B N ピークのピーク高さの 2.52% 以上 であり、かつ 5% よりも小さい C B N 成形体。

10

【請求項 2】

第二硬質相の X R D ピークが、少なくとも 0.2° の 2θ の半値幅を有する、請求項 1 に記載の C B N 成形体。

【請求項 3】

第二硬質相の X R D ピークが、少なくとも 0.25° の 2θ の半値幅を有する、請求項 2 に記載の C B N 成形体。

【請求項 4】

第二硬質相の X R D ピークが、少なくとも 0.3° の 2θ の半値幅を有する、請求項 3 に記載の C B N 成形体。

20

【請求項 5】

第二硬質相がTiCNである、請求項1から請求項4までのいずれか1項に記載のCBN成形体。

【請求項 6】

マトリックス相が、アルミニウム又はアルミニウム系化合物である結合剤相を更に含む、請求項1から請求項5までのいずれか1項に記載のCBN成形体。

【請求項 7】

マトリックス相が、炭化タングステン及び/又はAl₂O₃を更に含む、請求項1から請求項6までのいずれか1項に記載のCBN成形体。

【請求項 8】

請求項1から請求項7までのいずれか1項に記載のCBN成形体を含む工具挿入体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、立方晶系窒化硼素(CBN)研磨材成形体に関する。

【背景技術】

【0002】

窒化硼素は、典型的には三種類の結晶形態、即ち、立方晶系(cubic)窒化硼素(CBN)、六方晶系窒化硼素(hBN)、及びウルツ鉱型立方晶系窒化硼素(wBN)で存在する。立方晶系窒化硼素はダイヤモンドの構造に類似した構造を有する窒化硼素の固い閃亜鉛鉱型をしている。CBN構造では、原子間に形成された結合が強く、即ち、共有四面体結合である。

【0003】

CBN成形体は、CBN粒子の焼結物体を含む。CBN含有量が成形体の80体積%を越えると、かなりの量のCBN対CBN(CBN-to-CBN)接触が存在する。CBN含有量が低くなると、例えば、成形体の40~60体積%の領域になると、直接CBN対CBN接触の範囲は制限される。

【0004】

CBN成形体は、一般に結合剤相、例えば、アルミニウム、珪素、コバルト、ニッケル、及びチタンも含有するであろう。

【0005】

成形体のCBN含有量がマトリックス相、即ち、非CBN相の70体積%より低くなると、一般に別の硬質相、第二相も含み、それはセラミックの性質を持つことがある。適当なセラミック硬質相の例は、第4、5、又は6族遷移金属(新しいIUPAC図表による)の炭化物、窒化物、硼化物、及び炭窒化物、酸化アルミニウム、及び炭化タングステンのような炭化物、及びそれらの混合物である。マトリックス相は、CBNを除いた組成物中の全ての成分を構成する。

【0006】

CBN成形体は、工具挿入体又は工具を形成するのに工具本体に直接結合してもよい。しかし、多くの用途では、成形体を基体/支持体材料に結合し、支持された成形構造体を形成し、次にその支持された成形構造体を工具本体に結合するのが好ましい。基体/支持体材料は、典型的には、コバルト、ニッケル、鉄、又はそれらの混合物又は合金のような結合剤と一緒に結合された焼結金属炭化物である。金属炭化物粒子は、タングステン、チタン、又はタンタルの炭化物粒子又はそれらの混合物を含むことがある。

【0007】

CBN成形体及び支持された成形構造体を製造するための既知の方法は、CBN粒子の未焼結物体を粉末マトリックス相と共に高温及び高圧条件に、即ち、CBNが結晶学的に安定である条件に適切な時間かけることを含む。用いられる高い温度及び圧力の典型的な条件は、1100以上の範囲の温度及び2GPa以上の程度の圧力である。それらの条件を維持する時間は、典型的には約3~120分である。

10

20

30

40

50

【0008】

CBNは、機械加工用具等で広い商業的用途を有する。それは砥石車、切削工具等の研磨材粒子として用いることもでき、或は慣用的電気メッキ技術を用いて工具挿入体を形成するため、工具本体に結合することができる。CBNは、CBN成形体のような結合した形態で用いることもできる。CBN成形体は良好な研磨材耐久性を有する傾向があり、熱安定性を持ち、大きな熱伝導度、良好な衝撃抵抗、及び加工品と接触している時に小さい摩擦係数を有する。CBN成形体は、基体があっても無くても、屢々使用される特定の切削又は穿孔工具の希望の大きさ及びノ又は形に切断され、次にろう付け技術を用いて工具本体に取付けられる。

【発明の開示】

10

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

CBN成形体は、肌焼き鋼、ボールベアリング鋼、及び工学的全焼き入れ鋼のような焼き入れ鋼の最終的加工のための切削工具を製造するのに広く用いられている。切削速度、供給及び切削深さ、のような使用条件の外に、CBN工具の性能は、加工片の幾何学的形態、特に「連続的切削」のような分野で知られている長時間加工片と工具が一定にかみ合っているか否か、或いは工具が、一般に「間欠的切削」のような分野で知られている間欠的方法で加工片とかみ合っているか否かに依存することが一般に知られている。

【0010】

加工片の幾何学的形態に依存して、CBN工具は、一つの処理サイクル内で連続的及び間欠的の両方の切削を受けるのが普通であり、更に、連続的切削対間欠的切削の比率は、その現場によって広く変化する。この分野での広範な研究により、これらの異なった切削方式が、工具の切削刃を含むCBN材料に非常に異なった要求を課すことになることが発見されている。主な問題は、工具が破損又は欠損することにより破滅して駄目になる傾向があり、切削速度を増大して一層生産性を大きくすることが市場で益々要求されてきていることにより悪化していることである。これは、典型的には、工具の規則的な取り替えを必要とする工具の寿命を短くする結果になる。このことは、今度は、製造コストを増大する結果になるのが典型的であり、それは欠点になる。一層効率的な機能を果たし、例えば、改良された破損抵抗及び摩耗強度を示す改良されたCBN系材料を開発することが望ましい。

20

30

【0011】

US6,316,094には、一つの平均粒径のCBN粒子が結合相により結合されているCBN焼結物体が記載されている。粉末組成物を焼結して焼結本体を生成させる。この粉末組成物は、超音波混合及び摩擦粉碎(attrition milling)のような種々の混合法を用いて形成する。US6,316,094では、摩擦粉碎は最も能力の低い混合法であることが示されている。

【0012】

US4,334,928には、CBN粒子及び種々のチタン含有化合物を含む窒化硼素焼結成形体が開示されている。チタン含有化合物は、典型的には、予め反応し、焼結成形体に形成し、それを次に粉碎する。CBN成形体は、更に、一つの平均粒径を有するCBNを含む。CBN成形体を製造するのに、焼結処理で比較的低い温度が用いられている。

40

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明によれば、CBN成形体は、CBN、及びマトリックス相で、TiCN、TiC、TiN、及びそれらの混合物及びそれらの固溶体から選択された第二硬質相、及び最大量の二硼化チタンを組込んだマトリックス相を含み、この場合、(101)二硼化チタンピーク(バックグラウンド補正後)のXRDピーク高さが、(111)CBNピークのピーク高との12%より小さく、好ましくはCBNピーク高さの10%より小さく、一層好ましくはCBNピーク高さの5%より小さい。

【0014】

50

更に本発明によれば、チタン系第二硬質相についてXRD分析で測定した時、ピークは、 2θ で少なくとも 0.2° 、好ましくは 2θ で少なくとも 0.25° 、一層好ましくは 2θ で少なくとも 0.3° の半値幅(FWHM)値を有する。

【0015】

CBN成形体は、35～75体積%、好ましくは35～65体積%のCBNを含むのが典型的である。

【0016】

マトリックス相は、更に結合剤相を含む。結合剤相はアルミニウムでもよい。アルミニウムは、アルミニウムとして、又はアルミニウムの結合した形態、例えば、窒化アルミニウム、二硼化アルミニウム、アルミ化チタン及び/又はそれらの組合せとして存在してもよいことが認められるであろう。マトリックス相は、更に炭化タンゲステン及び/又は Al_2O_3 を含んでいてもよい。

10

【0017】

本発明の更に別の態様によれば、上に規定したようなCBN成形体を含む工具挿入体が与えられる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

本発明は、CBN成形体、特に、CBNと、上に定義したようなマトリックス相で、チタン系第二硬質相及び非常に僅かな量の二硼化チタンを組込んだマトリックス相を含むCBN成形体に関する。

20

【0019】

二硼化チタンは、典型的には、CBNと、炭窒化チタンのようなチタン化合物を含む第二硬質相との反応の結果としてCBN成形体中に存在する。 TiB_2 は、CBN粒子と第二硬質相粒子との間の結合剤として働くのが典型的である。しかし、もし余りにも多くの量の二硼化チタンがCBN材料中に存在すると、その材料の摩耗抵抗が増大するのが典型的であるのに対し、破損及び欠損抵抗が低下するであろう。大きな TiB_2 含有量を有するCBN材料の摩耗抵抗の増大は、恐らく TiB_2 の大きな硬度によるものである。破損及び欠損抵抗の低下は、恐らく材料の熱膨張係数の異方性に関連している。 TiB_2 は六方晶系の結晶構造を有する(CBN、 AlN 、炭窒化チタンは、全て六方晶系結晶構造を有する)ので、 TiB_2 は、熱膨張係数の異方性により、CBNと第二硬質相材料との間に残留応力を生ずる。このことが、CBNと第二硬質相との界面の弱体化をもたらし、強度を失わせる結果になり、従って、破損及び欠損抵抗が要求される用途で実質的な性能の低下を与える結果になる。

30

【0020】

本発明は、初めてその問題を認識し、材料の性能を最適にすることができるレベルまでCBNと第二硬質相粒子との間の TiB_2 含有量を低下することによりその問題を解決するものである。CBN成形体中のこれらの TiB_2 の最適量は、材料中の測定されたCBNのピーク高さに対する TiB_2 のX線回折ピーク高さの比を用いて定量化されている。

【0021】

本発明の別の特徴は、CBN材料が第二硬質相を含み、それが大きなXRDピーク幅拡大を示すことである。第二硬質相のXRDピーク幅拡大(小さい回折角で)は、この相が非常に微細な粒径を有し、化学性の変動も含むことを示している。これらの独特な特徴により材料の性質を改良し、これにより切削刃の大きな欠損抵抗及び破損抵抗が要求される用途で向上した性能を与える。第二硬質相の特性は、第二硬質相材料のXRDピークの半値幅(FWHM)測定値を用いることにより規定されている。

40

【0022】

CBN成形体材料のX線検査は、40kV及び45mAの発電機設定でCu放射線を配備した垂直回折測定器を用いて行われた。典型的なXRD走査を 2θ を 0.02° のステップサイズにして、1ステップ当たり5秒で、 2θ を $20^\circ \sim 65^\circ$ の範囲で行なった。収集したXRD走査をバックグラウンド補正し、FWHM測定を行う前に $K\alpha - 2$ を濾波した

50

。FWHM測定は、データーに曲線を適合し、ピーク位置を決定した後に行なった。FWHM測定は、炭窒化チタン、窒化チタン、及び炭化チタンのピークについて(111)及び(200)面で行なった。ピーク位置を同定した直後にピーク高さを測定した。CBNピーク高さは(111)面で測定したのに対し、TiB₂高さは(101)面で測定した。

【0023】

本発明のCBN成形体は、CBN粒子と、粉末状のマトリックス相との混合物を作ることにより製造した。この混合物中のCBN粒子は単一峰型でもよく、即ち、CBN粒子の全てが同じ平均粒径を有するか、又は多峰型、即ち、CBN粒子が少なくとも二つの平均粒径を有する粒子の混合物から構成されている。CBNが多峰型である場合、CBNは双峰型であるのが好ましく、即ち、CBNは二つの平均粒径を有する粒子からなる。

10

【0024】

マトリックス相は、更に結合剤相を含んでいてもよく、それは例えば、アルミニウムであるが、それに限定されるものではない。アルミニウムは、アルミニウムとして、又はアルミニウムの結合した形態、例えば、窒化アルミニウム、二硼化アルミニウム、アルミ化チタン、及びそれらの組合せとして存在していてもよい。

【0025】

炭窒化チタンが第二硬質相である場合、それは準化学量論的のもの、即ち、Ti(C_{1-x}N_x)_y (式中、xは、炭素に対する窒素の固溶体濃度を示し、yはチタンに対する全炭窒化物物質の比を示す)になるであろう。典型的には焼結前に、TiCNを結合剤相、例えば、アルミニウムと、それが存在する場合には予め反応させることができる。このことは、化学量論的炭窒化チタン、アルミ化チタンの反応生成物、及び未反応相をもたらすであろう。

20

【0026】

第二硬質相の微細な粒径を達成する一つの方法は、CBNとマトリックス相との混合物を生成させるのに摩擦粉碎を用いることであることが判明している。摩擦ミル(attrition mill)は、垂直か又は水平の形態で高速度で回転する攪拌器を具えた閉じた粉碎室からなる。用いられる粉碎媒体は0.2~15mmの粒径範囲にあるのが典型的であり、粉碎が目的である場合、粉碎媒体は高密度を有する焼結炭化物であるのが典型的である。小さな直径の高密度媒体と組合せた攪拌器の大きな回転速度により、極めて大きなエネルギーが与えられる。更に、摩擦粉碎での大きなエネルギーは、スラリーに大きな剪断を与える結果になり、それは非常に成功した粉末の同時分散又は混合を与える。摩擦粉碎は、慣用的ボールミル、回転ボールミル、プラネタリボールミル、振動又は攪拌ボールミルのような他の方法よりも一層微細な粒子及び一層よい均一性を焼結成形体で達成する。摩擦粉碎を「二段階」式処理で用いた場合に特にそのようになり、それにより第二硬質相及び用いた場合の結合剤相を、摩擦粉碎を用いて粉碎し、典型的には、ナノ粒径の粒子、一般に約200~約500nmの粒径を有する粒子からなる微細混合物を生成させる。得られた微細混合物とCBN粒子とを更に摩擦粉碎に掛け、均質な混合物を生成させる。

30

【0027】

「二段階」摩擦粉碎法を用いる利点は、焼結のために非常に微細な出発材料が典型的に得られることである。微細な第二硬質相及び結合剤相粒子は、大きな比表面積、従って、CBNと第二硬質相粒子との非常に良好な焼結をもたらす反応性を有するのが好ましい。同様に、第二硬質相粒子の粒径が小さいと、それらに大きな比表面積を与え、従って、第二硬質相粒子間に同様に良好な結合を与える。更に、第二硬質相粒子の粒径が小さいとは、一層均質な成形体を与える結果になり、そのことは、成形体を工具挿入体の形成に用いた場合、その工具挿入体の性能を一層よくする結果になるのが典型的である。

40

【0028】

CBNと粉末マトリックス相との混合物をCBNが結晶学的に安定な上昇させた温度及び圧力条件にかけ、CBN成形体を生成させる。そのような条件及び方法は当分野でよく

50

知られている。

【0029】

しかし、本発明によるCBN成形体を製造するのに、他の効果的な方法を用いてもよく、そのような成形体を製造する方法は、上述したものに限定されるものではないことは理解されるであろう。

【0030】

成形体のCBN含有量は、次のやり方で決定した：

試料片をワイヤーEDMを用いて切断し、次に研磨する。CBN成形体の研磨表面を走査電子顕微鏡を用いて分析した。CBNの推定平均粒径により、適当な倍率、3000、5000、及び7000倍の倍率での後方散乱電子像を選択した。(もし平均粒径が1 μ mより小さいならば、7000倍の倍率を用いた；もし平均CBN粒径が1 μ mより大きく、2 μ mより小さいならば、5000倍の倍率を用いた。もし平均粒径が2 μ mより大きく、3 μ mより小さいならば、3000倍の倍率を用いた)。試料を満足に表すためには、少なくとも30の画像を用いた。

10

【0031】

収集したグレースケール像を段階毎に分析した。最初に、グレースケール像を電気的に処理し、画像中のCBN粒子を同定した。この処理は、CBN粒子が一つの相として同定された場合、グレースケール像を二元画像へ変換するためにCBNのためのグレースケール閾値を用いることを含んでいる。残余の相はマトリックス相(非CBN相)である。次に同定したCBN粒子全ての全面積を測定し、各像について全CBN面積の%を計算する。次に典型的には、30より多い画像からの全ての測定値の平均値を取ることにによりCBN面積の平均値を計算する。CBN面積の%を、材料の全CBN含有量に相当するものとして取る。

20

【0032】

マトリックス相は、更に炭化タンゲステン及び/又はAl₂O₃を含んでいてもよい。これらの材料は、高温高压焼結中に第二硬質相粒子の粒子成長を防止又は減少させる結晶粒成長抑制剤としての機能を果たすのが典型的である。

【0033】

本発明のCBN成形体は、焼き入れ鋼、熱間及び冷間加工工具鋼、ダイ鋼、肌焼き鋼、高速度鋼、及び展性ねずみ鋳鉄を機械機構するための工具挿入体として特別な用途を有する。しかし、本発明のCBN成形体の用途は、上に列挙したものに限定されるものではないことは認められるであろう。

30

【実施例】

【0034】

次に、本発明を次の実施例により例示するが、本発明は、それらに限定されるものではない。

【0035】

実施例1

平均粒径1.4 μ mの準化学量論的(sub-stoichiometric)炭窒化チタン粉末、Ti(C_{0.7}N_{0.3})_{0.8}を、平均粒径5 μ mのAl粉末と混合した。Ti(C_{0.7}N_{0.3})_{0.8}とAlとの質量比は、90:10であった。その粉末混合物をチタンカップ中にプレスし、圧粉体を形成し、真空中で1025 \pm 30分間加熱し、次に破碎し、粉碎した。その粉末混合物を次に4時間摩擦粉碎した。平均粒径が0.7 μ mの約30重量%のCBN及び平均粒径が2 μ mの残余のCBNを含むCBN粉末混合物を、65全体積%のCBNが得られるような或る量でスラリーに添加した。CBN含有スラリーを、摩擦粉碎を用いて1時間粉碎混合した。スラリーを真空中で乾燥し、圧粉体へ成形し、55キロパール(5.5 GPa)で約1300 \pm で焼結し、CBN成形体を形成した。

40

【0036】

X線回折分析により、焼結した材料は、CBN及び炭窒化チタンの外に、TiB₂、A

50

1 N、 Al_2O_3 、及びWCを少量含んでいた。(111)面からのCBNピーク高さの%として表した(101)面からのXRD TiB_2 ピーク高さは3.68%であった。(111)及び(200)面の炭窒化チタンピークのFWHM値は、それぞれ2°で0.315及び0.331°であった。

【0037】

画像分析により測定したCBN含有量は、5000倍で取った40の後方散乱電子SEM像の分析の平均値として53.4面積%であった。面積%は、体積%と実質的に同じである。

【0038】

実施例2

平均粒径1.4 μm の準化学量論的炭窒化チタン粉末、 $Ti(C_{0.7}N_{0.3})_{0.8}$ を、平均粒径5 μm のAl粉末と混合した。 $Ti(C_{0.7}N_{0.3})_{0.8}$ とAlとの質量比は、90:10であった。その粉末混合物をチタンカップ中にプレスし、圧粉体を形成し、真空中で1025 \pm 30分間加熱し、次に破碎し、粉碎した。その粉末混合物を次に4時間摩擦粉碎した。平均粒径が0.7 μm の約30重量%のCBN及び平均粒径が2 μm の残余のCBNを含むCBN粉末混合物を、45全体積%のCBNが得られるような或る量でスラリーに添加した。CBN含有スラリーを、摩擦粉碎を用いて1時間粉碎混合した。スラリーを真空中で乾燥し、圧粉体へ成形し、55キロパスカル(5.5 GPa)で約1300 \pm で焼結し、CBN成形体を形成した。

【0039】

X線回折分析により、焼結した材料は、CBN及び炭窒化チタンの他に、 TiB_2 、AlN、 Al_2O_3 、及びWCを少量含んでいた。(111)面からのCBNピーク高さの%として表した(101)面からのXRD TiB_2 ピーク高さは4.19%であった。(111)及び(200)面の炭窒化チタンピークのFWHM(半値幅)値は、それぞれ2°で0.522及び0.582°であった。

【0040】

画像分析により測定したCBN含有量は、5000倍で取った50の後方散乱電子SEM像の分析の平均値として38.5面積%であった。面積%は、体積%と実質的に同じである。

【0041】

実施例3

平均粒径1.4 μm の準化学量論的炭窒化チタン粉末、 $Ti(C_{0.5}N_{0.5})_{0.8}$ を、平均粒径5 μm のAl粉末とタンブラー混合機を用いて混合した。 $Ti(C_{0.5}N_{0.5})_{0.8}$ とAlとの質量比は、90:10であった。その粉末混合物をチタンカップ中にプレスし、圧粉体を形成し、真空中で1025 \pm 30分間加熱し、次に破碎し、粉碎した。その粉末混合物を次に4時間摩擦粉碎した。平均粒径が0.7 μm の約30重量%のCBN及び平均粒径が1.4 μm の残余のCBNを含むCBN粉末混合物を、55全体積%のCBNが得られるような或る量でスラリーに添加した。CBN含有スラリーを、摩擦粉碎を用いて1時間粉碎混合した。スラリーを真空中で乾燥し、圧粉体へ成形し、55キロパスカル(5.5 GPa)で約1300 \pm で焼結し、CBN成形体を形成した。

【0042】

X線回折分析により、焼結した材料は、CBN及び炭窒化チタンの他に、 TiB_2 、AlN、 Al_2O_3 、及びWCを少量含んでいた。(111)面からのCBNピーク高さの%として表した(101)面からのXRD TiB_2 ピーク高さは2.52%であった。(111)面についての炭窒化チタンピークのFWHM(半値幅)値は、2°で0.593°であった。

【0043】

画像分析により測定したCBN含有量は、5000倍で取った40の後方散乱電子SEM像の分析の平均値に基づき48.1面積%であった。面積%は、体積%と実質的に同じである。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 4 】

実施例 4

平均粒径 $1.4 \mu\text{m}$ の準化学量論的炭化チタン粉末、 $\text{TiC}_{0.8}$ を、平均粒径 $5 \mu\text{m}$ の Al 粉末と混合した。 $\text{TiC}_{0.8}$ と Al との質量比は、 $90:10$ であった。その粉末混合物をチタンカップ中にプレスし、圧粉体を形成し、真空中で $1025 \text{ }^{\circ}\text{C}$ へ 30 分間加熱し、次に破砕し、粉碎した。その粉末混合物を次に 4 時間摩擦粉碎した。平均粒径が $1.4 \mu\text{m}$ の約 30 重量%の CBN を含む CBN 粉末混合物を、 50 全体積%の CBN が得られるような或る量でスラリーに添加した。 CBN 含有スラリーを、摩擦粉碎を用いて 1 時間粉碎混合した。スラリーを真空中で乾燥し、圧粉体へ成形し、 55 キロバール (5.5 GPa) で約 $1300 \text{ }^{\circ}\text{C}$ で焼結し、 CBN 成形体を形成した。

10

【 0 0 4 5 】

X線回折分析により、焼結した材料は、 CBN 及び炭化チタンの外に、 TiB_2 、 AlN 、 Al_2O_3 、及び WC を少量含んでいた。 (111) 面からの CBN ピーク高さの%として表した (101) 面からの XRD TiB_2 ピーク高さは 4.88% であった。 (111) 及び (200) 面の炭窒化チタンピークの FWHM 値は、それぞれ 2θ で 0.392 及び 0.389° であった。

【 0 0 4 6 】

画像分析により測定した CBN 含有量は、 5000 倍で取った 45 の後方散乱電子 SEM 像の分析の平均値として 43.98 面積%であった。面積%は、体積%と実質的に同じである。

20

フロントページの続き

合議体

審判長 川端 修

審判官 真々田 忠博

審判官 吉水 純子

- (56)参考文献 特開昭63-145726(JP,A)
特開2000-247746(JP,A)
特開平05-017233(JP,A)
特開平10-218666(JP,A)
特開2001-302218(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22C 26/00、29/02