(19)国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 116348624 B
(45)授权公告日 2024.11.19

(21)申请号 202180071522.9
(22)申请日 2021.10.05
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 116348624 A
(43)申请公布日 2023.06.27
(30)优先权数据
PCT/JP2020/039756 2020.10.22 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2023.04.19
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2021/036845 2021.10.05
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2022/085438 JA 2022.04.28
(73)专利权人 住友电工硬质合金株式会社
地址 日本兵库县
专利权人 住友电气工业株式会社
(72)发明人 岩崎大继 植田晓彦 松川伦子 久木野晓 平井慧
(74)专利代理机构 北京聿宏知识产权代理有限公司 11372
专利代理师 吴大建 霍玉娟
(51)Int.Cl.
C04B 35/52(2006.01)
B01J 3/06(2006.01)
C01B 32/26(2006.01)
C22C 26/00(2006.01)
(56)对比文件
JP H0437650 A,1992.02.07
JP 2005239472 A,2005.09.08
审查员 杨静
权利要求书1页 说明书17页

(54)发明名称

金刚石烧结体以及具备金刚石烧结体的工具

(57)摘要

一种金刚石烧结体,其包含金刚石颗粒,其中,上述金刚石颗粒的含有率相对于上述金刚石烧结体为80体积%以上且99体积%以下,上述金刚石颗粒的平均粒径为0.1μm以上且50μm以下,上述金刚石颗粒的位错密度为$8.1\times10^{13}m^{-2}$以上且小于$1.0\times10^{16}m^{-2}$。

CN 116348624 B

1.一种金刚石烧结体,其包含金刚石颗粒和结合相,其中,

所述结合相包含钨和钴,

所述金刚石颗粒的含有率相对于所述金刚石烧结体为80体积%以上且99体积%以下,

所述金刚石颗粒的平均粒径为0.1μm以上且50μm以下,

所述金刚石颗粒的位错密度为$8.1\times10^{13}m^{-2}$以上且小于$1.0\times10^{16}m^{-2}$。

2.根据权利要求1所述的金刚石烧结体,其中,所述金刚石颗粒的位错密度为$1.0\times10^{15}m^{-2}$以上且$7.0\times10^{15}m^{-2}$以下。

3.根据权利要求1或2所述的金刚石烧结体,其中,

所述结合相包含选自由单质金属、合金以及金属间化合物组成的群组中的至少一种,所述单质金属、合金以及金属间化合物包含选自由元素周期表的第四族元素、第五族元素、第六族元素、铁、铝、硅以及镍组成的群组中的至少一种金属元素,或者,

所述结合相包含选自由化合物以及源自所述化合物的固溶体组成的群组中的至少一种,所述化合物以及源自所述化合物的固溶体由选自由元素周期表的第四族元素、第五族元素、第六族元素、铁、铝、硅以及镍组成的群组中的至少一种金属元素和选自由氮、碳、硼以及氧组成的群组中的至少一种非金属元素构成,

所述第六族元素为除钨之外的第六族元素。

4.一种工具,其中,所述工具具备权利要求1至3中任一项所述的金刚石烧结体。

金刚石烧结体以及具备金刚石烧结体的工具

技术领域

[0001] 本公开涉及金刚石烧结体以及具备金刚石烧结体的工具。本申请主张以2020年10月22日申请的基于专利合作条约(PCT)的国际申请PCT/JP2020/039756为基础的优先权。将该国际申请中记载的全部记载内容通过参照而援引于本说明书中。

背景技术

[0002] 金刚石烧结体具有优异的硬度,并且没有硬度的方向性以及解理性,因此广泛用于切削车刀、修整器以及冲模等工具以及挖掘钻头等。

[0003] 以往的金刚石烧结体是通过将作为原料的金刚石的粉末与烧结助剂或结合材料一起,在金刚石在热力学上稳定的高压高温(一般而言,压力为5～8GPa左右以及温度为1300～2200℃左右)的条件下进行烧结而得到的。作为烧结助剂,使用Fe、Co以及Ni等铁族元素金属、$CaCO_3$等碳酸盐等。作为结合材料,使用SiC等陶瓷等。

[0004] 例如,在日本特开2005-239472号公报(专利文献1)中公开了一种高强度-高耐磨损性金刚石烧结体,其具备平均粒径为2μm以下的烧结金刚石颗粒和余量的结合相,其特征在于,所述金刚石烧结体中的所述烧结金刚石颗粒的含有率为80体积%以上且98体积%以下,所述结合相包含在所述结合相中的含有率为0.5质量%以上且小于50质量%的选自由钛、锆、铪、钒、铌、钽、铬以及钼组成的群组中的至少一种以上的元素、和在所述结合相中的含有率为50质量%以上且小于99.5质量%的钴,所述选自由钛、锆、铪、钒、铌、钽、铬以及钼组成的群组中的至少一种以上的元素的一部分或全部作为平均粒径为0.8μm以下的碳化物颗粒而存在,所述碳化物颗粒的组织不连续,相邻的所述金刚石颗粒彼此相互结合。

[0005] 另外,在专利文献1中公开了一种高强度-高耐磨损性金刚石烧结体的制造方法,其为该高强度-高耐磨损性金刚石烧结体的制造方法,其特征在于,使用带式超高压装置在压力为5.7GPa以上且7.5GPa以下、温度为1400℃以上且1900℃以下的条件下进行烧结。

[0006] 现有技术文献

[0007] 专利文献

[0008] 专利文献1:日本特开2005-239472号公报

发明内容

[0009] 本公开的金刚石烧结体包含金刚石颗粒,其中,

[0010] 上述金刚石颗粒的含有率相对于上述金刚石烧结体为80体积%以上且99体积%以下,

[0011] 上述金刚石颗粒的平均粒径为0.1μm以上且50μm以下,

[0012] 上述金刚石颗粒的位错密度为$8.1\times10^{13}m^{-2}$以上且小于$1.0\times10^{16}m^{-2}$。

[0013] 本公开的工具具备上述金刚石烧结体。

具体实施方式

[0014] [本公开所要解决的问题]

[0015] 专利文献1的金刚石烧结体应用于切削工具等时,有时会产生刀尖的缺损。另外,近年来,要求更高效率的(例如,进给速度大的)切削加工,期待金刚石烧结体的性能的进一步提高(例如,抑制由切削加工带来的磨损等)。

[0016] 本公开是鉴于上述情况而完成的,其目的在于提供一种具有优异的耐缺损性以及优异的耐磨损性的金刚石烧结体、以及具备金刚石烧结体的工具。

[0017] [本公开的效果]

[0018] 根据本公开,能够提供一种具有优异的耐缺损性以及优异的耐磨损性的金刚石烧结体、以及具备金刚石烧结体的工具。

[0019] [本公开的实施方式的说明]

[0020] 首先,列举本公开的实施方式进行说明。

[0021] [1]本公开的一个方式所涉及的金刚石烧结体包含金刚石颗粒,其中,

[0022] 上述金刚石颗粒的含有率相对于上述金刚石烧结体为80体积%以上且99体积%以下,

[0023] 上述金刚石颗粒的平均粒径为0.1μm以上且50μm以下,

[0024] 上述金刚石颗粒的位错密度为$8.1\times10^{13}m^{-2}$以上且小于$1.0\times10^{16}m^{-2}$。

[0025] 上述金刚石烧结体具有优异的耐缺损性以及优异的耐磨损性。在此,“耐缺损性”是指针对材料加工时的工具缺损的耐性。“耐磨损性”是指针对材料加工时的工具磨损的耐性。

[0026] [2]优选地,上述金刚石颗粒的位错密度为$1.0\times10^{15}m^{-2}$以上且$7.0\times10^{15}m^{-2}$以下。通过这样规定,形成为耐缺损性以及耐磨损性更优异的金刚石烧结体。

[0027] [3]优选地,上述金刚石烧结体还包含结合相,

[0028] 上述结合相包含选自由单质金属、合金以及金属间化合物组成的群组中的至少一种,所述单质金属、合金以及金属间化合物包含选自由元素周期表的第四族元素、第五族元素、第六族元素、铁、铝、硅、钴以及镍组成的群组中的至少一种金属元素,或者,

[0029] 上述结合相包含选自由化合物以及源自上述化合物的固溶体组成的群组中的至少一种,所述化合物以及源自上述化合物的固溶体由选自由元素周期表的第四族元素、第五族元素、第六族元素、铁、铝、硅、钴以及镍组成的群组中的至少一种金属元素和选自由氮、碳、硼以及氧组成的群组中的至少一种非金属元素构成。通过这样规定,形成为耐缺损性更优异的金刚石烧结体。

[0030] [4]优选地,上述结合相包含钴。通过这样规定,形成为耐缺损性更优异的金刚石烧结体。

[0031] [5]本公开的一个方式所涉及的工具具备上述金刚石烧结体。

[0032] 上述工具具备上述金刚石烧结体,因此在各种材料的加工中具有优异的耐缺损性以及优异的耐磨损性。

[0033] [本公开的实施方式的详细内容]

[0034] 以下对本公开的实施方式的详细内容进行说明。此外,本公开并不限定于这些示例。在此,在本说明书中,“A～Z”这样的形式的表述是指范围的上限下限(即A以上且Z以

下),在A中没有单位的记载而仅在Z中记载有单位的情况下,A的单位与Z的单位相同。

[0035] 《金刚石烧结体》

[0036] 本实施方式所涉及的金刚石烧结体包含金刚石颗粒,其中,

[0037] 上述金刚石颗粒的含有率相对于上述金刚石烧结体为80体积%以上且99体积%以下,

[0038] 上述金刚石颗粒的平均粒径为0.1μm以上且50μm以下,

[0039] 上述金刚石颗粒的位错密度为$8.1\times10^{13}m^{-2}$以上且小于$1.0\times10^{16}m^{-2}$。

[0040] 上述金刚石烧结体包含金刚石颗粒。即,金刚石烧结体以作为颗粒的金刚石为基本组成。在本实施方式的一个方面中,金刚石颗粒也可以理解为金刚石的晶粒。上述金刚石烧结体优选还包含由烧结助剂和结合材料中的一者或两者形成的结合相(粘合剂)。关于上述金刚石颗粒以及上述结合相将在后面叙述。

[0041] 上述金刚石烧结体是由多个金刚石颗粒构成的多晶体。因此,上述金刚石烧结体没有单晶那样的方向性(各向异性)以及解理性,相对于全方位具有各向同性的硬度以及韧性。

[0042] 金刚石烧结体也可以在显示出本实施方式的效果的范围内包含不可避免的杂质。作为不可避免的杂质,例如可列举为氢、氧等。

[0043] <金刚石颗粒>

[0044] (金刚石颗粒的含有率)

[0045] 在本实施方式中,上述金刚石颗粒的含有率相对于上述金刚石烧结体为80体积%以上且99体积%以下,优选为80体积%以上且90体积%以下。

[0046] 金刚石烧结体中的金刚石颗粒的含有率(体积%)以及后述的结合相的含有率(体积%)可以通过使用附带扫描电子显微镜(SEM)(日本电子公司制造的“JSM-7800F”(商品名))的能量色散型X射线分析装置(EDX)(Octane Elect(オクタンエレクト)EDS系统)(以下也记作“SEM-EDX”),对金刚石烧结体实施组织观察、元素分析等来进行确认。具体的测定方法如下所述。

[0047] 首先,将金刚石烧结体的任意的位置切断,制作包含金刚石烧结体的剖面的试样。在剖面的制作中,可以使用聚焦离子束装置、横截面抛光机装置等。接着,利用SEM对上述剖面进行观察,得到反射电子图像。在反射电子图像中,存在金刚石颗粒的区域为黑色区域,存在结合相的区域为灰色区域或白色区域。利用SEM对上述剖面进行观察时的倍率适当调整为在测定视野中观察到的金刚石颗粒的数量为100个以上。例如,在金刚石颗粒的平均粒径为0.5μm的情况下,利用SEM对上述剖面进行观察时的倍率可以为10000倍。在金刚石颗粒的平均粒径为30μm的情况下,利用SEM对上述剖面进行观察时的倍率可以为200倍。

[0048] 接着,使用图像解析软件(三谷商事(株)的“Win ROOF ver.7.4.5”、“WinROOF2018”等)对上述反射电子图像进行二值化处理。上述图像解析软件基于图像信息而自动地设定适当的二值化阈值(测定者不会随意地设定阈值)。另外,发明人确认了即使在改变图像的明亮度等的情况下测定结果也没有较大的改变。根据二值化处理后的图像,计算出源自暗视野的像素(源自金刚石颗粒的像素)在测定视野的面积中所占的面积比率。通过将计算出的面积比率视为体积%,能够求出金刚石颗粒的含有率(体积%)。

[0049] 根据二值化处理后的图像,计算出源自明视野的像素(源自结合相的像素)在测定

视野的面积中所占的面积比率,由此能够求出结合相的含有率(体积%)。

[0050] 本发明的发明人确认,只要在同一试样中对金刚石烧结体中的金刚石颗粒的含有率(体积%)以及后述的结合相的含有率(体积%)进行测定,则即使变更测定视野的选择部位进行多次计算,测定结果也几乎没有偏差。即,本发明的发明人认为,即使任意地设定测定视野,结果也不会随意变化。

[0051] 此外,源自暗视野的像素源自金刚石颗粒这一情况可以通过对金刚石烧结体进行基于SEM-EDX的元素分析来进行确认。

[0052] (金刚石颗粒的平均粒径)

[0053] 金刚石颗粒的平均粒径为0.1μm以上且50μm以下,优选为0.2μm以上且40μm以下。通过使金刚石颗粒的平均粒径为0.1μm以上,金刚石颗粒被致密地烧结,形成为耐缺损性优异的金刚石烧结体。通过使金刚石颗粒的平均粒径为50μm以下,形成为没有各向异性、用作切削工具的刀尖的情况下切削稳定性优异的金刚石烧结体。

[0054] 在本实施方式中,金刚石颗粒的平均粒径是指,在任意选择的五个部位的各测定视野中,分别对多个金刚石颗粒的中值粒径d50进行测定,计算出它们的平均值而得到的值。具体的方法如下所述。

[0055] 首先,将金刚石烧结体的任意的位置切断,制作包含金刚石烧结体的剖面的试样。在剖面的制作中,可以使用聚焦离子束装置、横截面抛光机装置等。接着,利用SEM对上述剖面进行观察,得到反射电子图像。在反射电子图像中,存在金刚石颗粒的区域为黑色区域,存在结合相的区域为灰色区域或白色区域。利用SEM对上述剖面进行观察时的倍率适当调整为在测定视野中观察到的金刚石颗粒的数量为100个以上。例如,在金刚石颗粒的平均粒径为0.5μm的情况下,利用SEM对上述剖面进行观察时的倍率可以为10000倍。在金刚石颗粒的平均粒径为30μm的情况下,利用SEM对上述剖面进行观察时的倍率可以为200倍。

[0056] 对于五个SEM图像的每一个,在将在测定视野内观察到的金刚石颗粒的晶界分离后的状态下,使用图像处理软件(三谷商事(株)的“Win ROOF ver.7.4.5”、“WinROOF2018”等),计算出各金刚石颗粒的当量圆直径。此时,对于一部分出现在上述测定视野之外的金刚石颗粒,不进行计数。

[0057] 根据计算出的各金刚石颗粒的当量圆直径的分布,计算出各测定视野中的中值粒径d50,并计算出它们的平均值。该平均值相当于金刚石颗粒的平均粒径。

[0058] 此外,本发明的发明人确认,只要在同一试样中对金刚石颗粒的平均粒径进行计算,则即使变更金刚石烧结体中的测定视野的选择部位进行多次计算,测定结果也几乎没有偏差。即,本发明的发明人认为,即使任意地设定测定视野,结果也不会随意变化。

[0059] (金刚石颗粒的位错密度)

[0060] 上述金刚石颗粒的位错密度为$8.1\times10^{13}m^{-2}$以上且小于$1.0\times10^{16}m^{-2}$,优选为$1.0\times10^{15}m^{-2}$以上且$7.0\times10^{15}m^{-2}$以下。通过使金刚石颗粒的位错密度小于$1.0\times10^{16}m^{-2}$,从而形成为抑制金刚石颗粒的龟裂的产生、耐缺损性优异的金刚石烧结体。另外,上述金刚石烧结体的导热率较高。因此,能够抑制因切削加工时的刀尖的温度上升而产生的热磨损。此外,本发明的发明人确认了无法制造金刚石颗粒的位错密度小于$8.1\times10^{13}m^{-2}$的金刚石烧结体。

[0061] 以往,未关注到金刚石烧结体中的金刚石颗粒的位错密度与该金刚石烧结体的物性的相关关系。因此,本发明的发明人对金刚石烧结体中的金刚石颗粒的位错密度与金刚

石烧结体的耐缺损性以及耐磨损性的关系进行了深入研究。其结果是,首次发现与以往存在的金刚石烧结体相比,若降低金刚石颗粒的位错密度,则可抑制金刚石颗粒中的位错的滑移运动所引起的龟裂的产生,从而使耐缺损性提高。另外,首次发现若降低金刚石颗粒的位错密度,则能够抑制切削加工时的磨损。认为其理由在于,通过减少该位错密度,能够将切削加工时产生的热有效地传递至金刚石烧结体整体,能够抑制发热导致的金刚石烧结体的磨损。此外,通过该调查可知,以往的金刚石烧结体(例如,专利文献1中记载的金刚石烧结体)的金刚石颗粒的位错密度为$1.01\times10^{16}m^{-2}$以上且小于$1.18\times10^{16}m^{-2}$。

[0062] 在本说明书中,金刚石烧结体的位错密度在大型放射光设施(例如,九州同步加速器光研究中心(佐贺县))中进行测定。具体而言,通过下述方法进行测定。

[0063] 准备由金刚石烧结体构成的试验体。关于试验体的大小,观察面为3mm×6mm,厚度为0.4mm。使用平均粒径为3μm的金刚石研磨液对试验体的观察面进行镜面研磨后,在盐酸中浸渍72小时。由此,在该试验体的观察面中,结合相溶解于盐酸,金刚石颗粒残留。

[0064] 对该试验体在下述条件下进行X射线衍射测定,得到来自作为金刚石的主要方位的(111)、(220)、(311)、(331)、(422)、(440)、(531)的各方位面的衍射峰的线轮廓。

[0065] (X射线衍射测定条件)

[0066] X射线源:放射光

[0067] 装置条件:检测器NaI(通过适当的ROI将荧光截止)。

[0068] 能量:18keV(波长:0.6888Å)

[0069] 分光晶体:Si(111)

[0070] 入射狭缝:宽度3mm×高度0.5mm

[0071] 受光狭缝:双狭缝(宽度3mm×高度0.5mm)

[0072] 反射镜:铂涂层镜

[0073] 入射角:2.5mrad

[0074] 扫描方法:2θ-θscan

[0075] 测定峰:金刚石的(111)、(220)、(311)、(331)、(422)、(440)、(531)这七条。但是,在由于织构、取向等而难以取得轮廓的情况下,排除该面指数的峰。

[0076] 测定条件:在与各测定峰对应的半峰全宽中,将测定点设为九个点以上。峰顶强度为2000counts以上。由于峰的边缘也用于解析,因此测定范围为半峰全宽的10倍左右。

[0077] 通过上述的X射线衍射测定得到的线轮廓形成为包含由试验体的不均匀应变等物理量引起的真实的扩展和由装置引起的扩展这两者的形状。为了求出不均匀应变以及微晶尺寸,从所测定的线轮廓中除去由装置引起的成分,得到真实的线轮廓。真实的线轮廓通过利用伪Voigt函数对所得到的线轮廓以及由装置引起的线轮廓进行拟合,并减去由装置引起的线轮廓而得到。作为用于除去由装置引起的衍射线扩展的标准样品,使用LaB_6。另外,在使用平行度高的放射光的情况下,也能够将由装置引起的衍射线扩展视为0。

[0078] 使用修正Williamson-Hall法以及修正Warren-Averbach法对所得到的真实的线轮廓进行解析,由此算出位错密度。修正Williamson-Hall法以及修正Warren-Averbach法是用于求出位错密度的公知的线轮廓分析法。

[0079] 修正Williamson-Hall法的式子由下述式(I)表示。

[0080] [数1]

[0081] $$\Delta K=\frac{0.9}{D}+\left(\frac{\pi M^2b^2}{2}\right)^{1/2}\rho^{1/2}KC^{1/2}+O(K^2C) \quad (I)$$

[0082] 在上述式(I)中,ΔK表示线轮廓的半值宽度。D表示微晶尺寸。M表示配置参数。b表示柏氏矢量。ρ表示位错密度。K表示散射矢量。O(K^2C)表示K^2C的高次项。C表示衬度因子的平均值。

[0083] 上述式(I)中的C由下述式(II)表示。

[0084] $C=C_{h00}[1-q(h^2k^2+h^2l^2+k^2l^2)/(h^2+k^2+l^2)^2]$ (II)

[0085] 在上述式(II)中,螺旋位错和刃型位错中的各自的衬度因子C_{h00}以及与衬度因子相关的系数q使用计算码ANIZC,以滑移系为<110>{111}、弹性刚度C_{11}为1076GPa、C_{12}为125GPa、C_{44}为576GPa的方式求出。在上述式(II)中,h、k以及l分别相当于金刚石的密勒指数(hkl)。衬度因子C_{h00}在螺旋位错中为0.183,在刃型位错中为0.204。与衬度因子相关的系数q在螺旋位错中为1.35,在刃型位错中为0.30。此外,螺旋位错比率固定为0.5,刃型位错比率固定为0.5。

[0086] 另外,在位错与不均匀应变之间使用衬度因子C,成立下述式(III)的关系。在下述式(III)中,R_e表示位错的有效半径。ε(L)表示不均匀应变。

[0087] $\langle\varepsilon(L)^2\rangle=(\rho Cb^2/4\pi)\ln(R_e/L)$ (III)

[0088] 根据上述式(III)的关系和Warren-Averbach的式子,能够如下述式(IV)那样表示,作为修正Warren-Averbach法,能够求出位错密度ρ以及微晶尺寸。在下述式(IV)中,A(L)表示傅立叶级数。$A^S(L)$表示与微晶尺寸相关的傅立叶级数。L表示傅立叶长度。

[0089] $\ln A(L)=\ln A^S(L)-(\pi L^2\rho b^2/2)\ln(R_e/L)(K^2C)+O(K^2C)^2$ (IV)

[0090] 修正Williamson-Hall法以及修正Warren-Averbach法的详细内容记载于“T.Ungar and A.Borbely,“The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening:A new approach to line profile analysis”Appl.Phys.Lett.,vol.69,no.21,p.3173,1996.”以及“T.Ungar,S.Ott,P.Sanders,A.Borbely,J.Weertman,“Dislocations,grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution X-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis”ActaMater.,vol.46,no.10,pp.3693-3699,1998.”。

[0091] 本发明的发明人确认,只要在同一试样中对金刚石颗粒的位错密度进行测定,则即使变更测定范围的选择部位进行多次计算,测定结果也几乎没有偏差。即,本发明的发明人认为,即使任意地设定测定视野,结果也不会随意变化。

[0092] <结合相>

[0093] 在本实施方式中,优选地,上述金刚石烧结体还包含结合相,

[0094] 上述结合相包含选自由单质金属、合金以及金属间化合物组成的群组中的至少一种,所述单质金属、合金以及金属间化合物包含选自由元素周期表的第四族元素、第五族元素、第六族元素、铁、铝、硅、钴以及镍组成的群组(以下,也记作“群组A”)中的至少一种金属元素,或者,

[0095] 上述结合相包含选自由化合物以及源自上述化合物的固溶体组成的群组中的至少一种,所述化合物以及源自上述化合物的固溶体由选自由元素周期表的第四族元素、第

五族元素、第六族元素、铁、铝、硅、钴以及镍组成的群组(群组A)中的至少一种金属元素和选自由氮、碳、硼以及氧组成的群组(以下,也记作“群组B”)中的至少一种非金属元素构成。换言之,上述结合相可以为下述的(a)至(f)中的任一形态。

[0096] (a)上述结合相由选自由单质金属、合金以及金属间化合物组成的群组中的至少一种构成,所述单质金属、合金以及金属间化合物包含选自群组A中的至少一种金属元素。

[0097] (b)上述结合相包含选自由单质金属、合金以及金属间化合物组成的群组中的至少一种,所述单质金属、合金以及金属间化合物包含选自群组A中的至少一种金属元素。

[0098] (c)上述结合相由选自由化合物以及源自上述化合物的固溶体组成的群组中的至少一种构成,所述化合物以及源自上述化合物的固溶体由选自群组A中的至少一种金属元素和选自群组B中的至少一种非金属元素构成。

[0099] (d)上述结合相包含选自由化合物以及源自上述化合物的固溶体组成的群组中的至少一种,所述化合物以及源自上述化合物的固溶体由选自群组A中的至少一种金属元素和选自群组B中的至少一种非金属元素构成。

[0100] (e)上述结合相由选自由单质金属、合金以及金属间化合物组成的群组中的至少一种、以及选自由化合物以及源自上述化合物的固溶体组成的群组中的至少一种构成,所述单质金属、合金以及金属间化合物包含选自群组A中的至少一种金属元素,所述化合物以及源自上述化合物的固溶体由选自群组A中的至少一种金属元素和选自群组B中的至少一种非金属元素构成。

[0101] (f)上述结合相包含选自由单质金属、合金以及金属间化合物组成的群组中的至少一种、以及选自由化合物以及源自上述化合物的固溶体组成的群组中的至少一种,所述单质金属、合金以及金属间化合物包含选自群组A中的至少一种金属元素,所述化合物以及源自上述化合物的固溶体由选自群组A中的至少一种金属元素和选自群组B中的至少一种非金属元素构成。

[0102] 元素周期表的第四族元素例如包含钛(Ti)、锆(Zr)以及铪(Hf)。第五族元素例如包含钒(V)、铌(Nb)以及钽(Ta)。第六族元素例如包含铬(Cr)、钼(Mo)以及钨(W)。

[0103] 在本实施方式的一个方面中,上述结合相优选包含选自由钴、钛、铁、钨以及硼组成的群组中的至少一种,更优选包含钴。

[0104] 金刚石烧结体中所含的结合相的组成可以通过上述的附带SEM的EDX来进行确定。

[0105] (结合相的含有率)

[0106] 相对于上述金刚石烧结体,上述结合相的含有率优选为1体积%以上且20体积%以下,更优选为10体积%以上且20体积%以下。结合相的含有率(体积%)可以通过使用上述的附带SEM的EDX,对金刚石烧结体实施组织观察、元素分析等来进行确认。

[0107] 《工具》

[0108] 本实施方式的金刚石烧结体的耐缺损性以及耐磨损性优异,因此能够适宜地使用于切削工具、耐磨工具、磨削工具、摩擦搅拌接合用工具等。即,本实施方式的工具具备上述金刚石烧结体。上述工具在各种材料的加工中具有优异的耐缺损性以及优异的耐磨损性。在上述工具为切削工具的情况下,上述切削工具特别适于铝合金(例如,A390、AC4C)等的旋转切削加工以及车削加工。

[0109] 上述工具可以整体由金刚石烧结体构成,也可以仅其一部分(例如在切削工具的

情况下为刀尖部分)由金刚石烧结体构成。

[0110] 作为切削工具,可列举为钻头、立铣刀、钻头用可转位切削刀片、立铣刀用可转位切削刀片、铣削加工用可转位切削刀片、车削加工用可转位切削刀片、金工锯、齿轮切割工具、铰刀、丝锥、切削车刀等。

[0111] 作为耐磨工具,可以列举为冲模、划线器、划线轮、修整器等。

[0112] 作为磨削工具,可以列举为磨削磨石等。

[0113] 《金刚石烧结体的制造方法》

[0114] 本实施方式所涉及的金刚石烧结体的制造方法具备:

[0115] 准备金刚石颗粒的原料粉末和结合相的原料粉末的工序;

[0116] 将上述金刚石颗粒的原料粉末和上述结合相的原料粉末混合而得到混合粉末的工序;

[0117] 在4GPa以上且小于5GPa的烧结压力下,在1400℃以上且1550℃以下的烧结温度下,在15分钟以上且60分钟以下的烧结时间的期间内,对上述混合粉末进行烧结的工序;以及

[0118] 在6.5GPa以上且8GPa以下的保持压力下,在1600℃以上且1900℃以下的保持温度下,在50分钟以上且190分钟以下的保持时间的期间内,对上述混合粉末进行加热而使上述金刚石颗粒中的位错减少的工序。

[0119] <准备金刚石颗粒的原料粉末和结合相的原料粉末的工序>

[0120] 在本工序中,准备金刚石颗粒的原料粉末(以下也记为“金刚石粉末”)和结合相的原料粉末(以下,也记为“结合相原料粉末”)。金刚石粉末没有特别限定,可以使用公知的金刚石颗粒作为原料粉末。

[0121] 金刚石粉末的平均粒径没有特别限定,例如可以设为0.1μm以上且50μm以下。

[0122] 结合相原料粉末没有特别限定,只要是包含构成结合相的元素的粉末即可。作为结合相原料粉末,例如可列举为钴的粉末、钛的粉末等。结合相原料粉末根据作为目标的结合相的组成,可以单独使用一种粉末,也可以组合使用多种粉末。

[0123] <得到混合粉末的工序>

[0124] 在本工序中,将上述金刚石颗粒的原料粉末(金刚石粉末)和上述结合相的原料粉末(结合相原料粉末)混合而得到混合粉末。此时,可以将上述金刚石粉末和上述结合相原料粉末以使得金刚石烧结体中的金刚石颗粒的含有率在上述范围内的方式,以任意的配合比率混合。

[0125] 将两种粉末混合的方法没有特别限定,可以是使用磨碎机的混合方法,也可以是使用球磨机的混合方法。混合的方法可以是湿式,也可以是干式。

[0126] <对混合粉末进行烧结的工序>

[0127] 在本工序中,在4GPa以上且小于5GPa的烧结压力下,在1400℃以上且1550℃以下的烧结温度下,在15分钟以上且60分钟以下的烧结时间的期间内,对上述混合粉末进行烧结。

[0128] 在本实施方式中,从常温(23±5℃)以及大气压的状态到上述烧结压力以及烧结温度的状态为止的路径没有特别限定。

[0129] 在本实施方式的金刚石烧结体的制造方法中使用的高压高温发生装置只要是能

够得到作为目标的压力以及温度的条件的装置就没有特别限制。从提高生产性以及作业性的观点出发,高压高温发生装置优选为带式的高压高温发生装置。另外,收纳混合粉末的容器只要是耐高压高温性的材料就没有特别限制,例如优选使用钽(Ta)、铌(Nb)等。

[0130] 为了防止杂质混入金刚石烧结体中,例如,首先将上述混合粉末放入Ta、Nb等高熔点金属制的胶囊中,在真空中加热密封,从混合粉末中去除吸附气体以及空气。之后,优选进行上述的对混合粉末进行烧结的工序、以及后述的使金刚石颗粒中的位错减少的工序。在本实施方式的一个方面中,优选在上述的对混合粉末进行烧结的工序之后,不从上述高熔点金属制的胶囊中取出上述混合粉末,而在保持不变的状态下继续进行使金刚石颗粒中的位错减少的工序。

[0131] 上述烧结压力优选为4GPa以上且小于5GPa,更优选为4.5GPa以上且小于5GPa。

[0132] 上述烧结温度优选为1400℃以上且1550℃以下,更优选为1450℃以上且1550℃以下。

[0133] 上述烧结时间优选为15分钟以上且60分钟以下,更优选为15分钟以上且20分钟以下。

[0134] <使金刚石颗粒中的位错减少的工序>

[0135] 在本工序中,在6.5GPa以上且8GPa以下的保持压力、1600℃以上且1900℃以下的保持温度下,在50分钟以上且190分钟以下的保持时间的期间内,对上述混合粉末进行加热,使上述金刚石颗粒中的位错减少。由此得到本公开的金刚石烧结体。本发明的发明人认为,通过本工序,促进金刚石的溶解、再析出反应,但再析出的金刚石颗粒的位错少,因此得到位错少的金刚石烧结体。

[0136] 上述保持压力优选为6.5GPa以上且8GPa以下,更优选为6.5GPa以上且7GPa以下。

[0137] 上述保持温度优选为1600℃以上且1900℃以下,更优选为1600℃以上且1700℃以下。

[0138] 上述保持时间优选为50分钟以上且190分钟以下,更优选为60分钟以上且180分钟以下。

[0139] 实施例

[0140] 通过实施例对本实施方式更具体地进行说明。但是,本实施方式并不限定于这些实施例。

[0141] 《金刚石烧结体的制作》

[0142] <准备金刚石颗粒的原料粉末和结合相的原料粉末的工序>

[0143] 作为原料粉末,准备表1-1以及表1-2所示的平均粒径或组成的粉末。

[0144] 表1-1

[0145]

试样	金刚石颗粒的原料粉末	结合相的原料粉末
	平均粒径（μm）	组成（质量比）
1	0.5	Co, Ti (75∶25)
2	0.5	Co, Ti (75∶25)
3	0.5	Co, Ti (75∶25)
4	0.5	Co, Ti (75∶25)
5	0.5	Co, Ti (75∶25)
6	0.5	Co, Ti (75∶25)
7	0.5	Co, Ti (75∶25)
8	0.5	Co, Ti (75∶25)
9	0.5	Co, Ti (75∶25)
10	0.5	Co, Ti (75∶25)
11	0.5	Co, Ti (75∶25)
12	0.5	Co (100)
13	0.5	Co, Fe (99∶1)
14	0.5	Co, B (99∶1)
15	0.2	Co, Ti (75∶25)
16	0.5	Co, Ti (75∶25)
17	5.0	Co, Ti (75∶25)
18	30.0	Co, Ti (75∶25)
19	45.0	Co, Ti (75∶25)
20	55.0	Co, Ti (75∶25)

[0146] 表1-2

[0147]

试样	金刚石颗粒的原料粉末	结合相的原料粉末
	平均粒径（μm）	组成（质量比）
21	30.0	Co, W (95∶5)
22	30.0	Co, W (95∶5)
23	30.0	Co, W (95∶5)
24	30.0	Co, W (95∶5)
25	30.0	Co, W (95∶5)
26	30.0	Co, W (95∶5)
27	30.0	Co, W (95∶5)
28	30.0	Co, W (95∶5)
29	25.0	Co, W (95∶5)
30	30.0	Co, W (95∶5)
31	30.0	Co, W (95∶5)
32	30.0	Co (100)

[0148] 〈得到混合粉末的工序〉

[0149] 以最终得到的金刚石烧结体成为表3-1或表3-2中记载的组成的方式,以各种配合比例加入准备的各原料粉末,使用球磨机以干式进行混合,制作混合粉末。在此,如后所述,上述混合粉末在与WC-6％Co硬质合金制的圆盘接触的状态下进行烧结。因此,认为在烧结时,钴以及钨从该圆盘熔渗到金刚石烧结体中,使金刚石烧结体中的钴的含有率以及钨的含有率上升。预先考虑该钴的含有率的上升量以及钨的含有率的上升量,来决定各原料粉末的配合比例。

[0150] 〈对混合粉末进行烧结的工序〉

[0151] 接着,将上述混合粉末以与WC-6％Co硬质合金制的圆盘接触的状态放入Ta制的胶囊中,在真空中加热密闭。之后,使用高压高温发生装置,以表2-1或表2-2所示的烧结压力、烧结温度以及烧结时间对上述混合粉末进行烧结。

[0152] 〈使金刚石颗粒中的位错减少的工序〉

[0153] 继对上述混合粉末进行烧结的工序之后,以表2-1或表2-2所示的保持压力、保持温度以及保持时间对上述混合粉末进行加热处理。此外,对于试样8以及试样28,未进行本工序。经过以上的工序,制造试样1～32的金刚石烧结体。

[0154] 表2-1

[0155]

试样	进行烧结的工序			使位错减少的工序		
	烧结压力 (GPa)	烧结温度 (℃)	烧结时间 (min)	保持压力 (GPa)	保持温度 (℃)	保持时间 (min)
1	4.9	1500	15	7	1650	180
2	4.9	1500	15	7	1650	160
3	4.9	1500	15	7	1650	140
4	4.9	1500	15	7	1650	120
5	4.9	1500	15	7	1650	100
6	4.9	1500	15	7	1650	80
7	4.9	1500	15	7	1650	60
8	7	1500	30	—	—	—
9	7	1500	30	7	1650	40
10	4.9	1500	15	7	1650	120
11	4.9	1500	15	7	1650	120
12	4.9	1500	15	7	1650	120
13	4.9	1500	15	7	1650	120
14	4.9	1500	15	7	1650	120
15	4.9	1500	15	7	1650	120
16	4.9	1500	15	7	1650	120
17	4.9	1500	15	7	1650	120
18	4.9	1500	15	7	1650	120
19	4.9	1500	15	7	1650	120
20	4.9	1500	15	7	1650	120

[0156] 表2-2

[0157]

试样	进行烧结的工序			使位错减少的工序		
	烧结压力 (GPa)	烧结温度 (℃)	烧结时间 (min)	保持压力 (GPa)	保持温度 (℃)	保持时间 (min)
21	4.9	1500	15	7	1650	180
22	4.9	1500	15	7	1650	160
23	4.9	1500	15	7	1650	140
24	4.9	1500	15	7	1650	120
25	4.9	1500	15	7	1650	100
26	4.9	1500	15	7	1650	80
27	4.9	1500	15	7	1650	60
28	7	1500	30	—	—	—
29	7	1500	30	7	1650	35
30	4.9	1500	15	7	1650	120
31	4.9	1500	15	7	1650	120
32	4.9	1500	15	7	1650	120

[0158] 《金刚石烧结体的特性评价》

[0159] 〈金刚石烧结体的组成〉

[0160] 对金刚石烧结体中的金刚石颗粒与结合相的含有率(体积比)进行测定。具体的测定方法与上述的[本公开的实施方式的详细内容]一栏所记载的方法相同,因此不重复其说明。确认到在各试样中,金刚石烧结体中的金刚石颗粒的含有率如表3-1以及表3-2(参照“含有率”一栏)所示。

[0161] 〈金刚石颗粒的平均粒径〉

[0162] 对金刚石烧结体中的金刚石颗粒的平均粒径进行测定。具体的测定方法与上述的[本公开的实施方式的详细内容]一栏所记载的方法相同,因此不重复其说明。将结果示于表3-1以及表3-2(参照“平均粒径”一栏)。

[0163] 〈结合相的组成〉

[0164] 通过SEM-EDX确定金刚石烧结体中的结合相的组成。具体的测定方法与上述的[本公开的实施方式的详细内容]一栏所记载的方法相同,因此不重复其说明。将结果示于表3-1以及表3-2(参照“结合相的组成”一栏)。

[0165] 〈金刚石颗粒的位错密度〉

[0166] 对金刚石烧结体中的金刚石颗粒的位错密度进行测定。具体的测定方法与上述的[本公开的实施方式的详细内容]一栏所记载的方法相同,因此不重复其说明。将结果示于表3-1以及表3-2(参照“位错密度”一栏)。

[0167] 《具备金刚石烧结体的工具的评价》

[0168] 〈切削试验1:车削加工试验〉

[0169] 分别使用如上述那样制作的试样1～14的金刚石烧结体制作切削工具(保持件:CSRP R3225-N12,刀片:SPGN120304,在刀片的刀尖部分具备上述金刚石烧结体的工具),并实施车削加工试验。车削加工试验的切削条件如下所示。在上述车削加工试验中,切削距离

(km)越长,则越能够评价为耐缺损性、耐磨损性优异的切削工具。将结果示于表3-1。在切削试验1中,试样1～7、试样10以及试样12～14相当于实施例。试样8、试样9以及试样11相当于比较例。

[0170] (车削加工试验的切削条件)

[0171] 被切削件:A390(φ120mm×280mm)

[0172] 切削速度:800m/分钟

[0173] 进给量:0.12mm/rev

[0174] 切口:0.5mm

[0175] 冷却剂:wet

[0176] 评价方法:对被切削件的外径进行车削加工,对切削工具的平均后刀面磨损宽度达到250μm为止的切削距离(km)进行测定

[0177] <切削试验2:车削加工试验>

[0178] 分别使用如上述那样制作的试样15～20的金刚石烧结体制作切削工具(保持件:CSRP R3225-N12,刀片:SPGN120308,在刀片的刀尖部分具备上述金刚石烧结体的工具),并实施车削加工试验。车削加工试验的切削条件如下所示。在上述车削加工试验中,切削距离(km)越长,则越能够评价为耐缺损性、耐磨损性优异的切削工具。

[0179] 将结果示于表3-1。在切削试验2中,试样15～19相当于实施例。试样20相当于比较例。

[0180] (车削加工试验的切削条件)

[0181] 被切削件:Ti-6Al-4V(φ120mm×280mm)

[0182] 切削速度:250m/分钟

[0183] 进给量:0.1mm/rev

[0184] 切口:0.4mm

[0185] 冷却剂:wet

[0186] 评价方法:对被切削件的外径进行车削加工,对切削工具的平均后刀面磨损宽度达到200μm为止的切削距离(km)进行测定

[0187] 表3-1

[0188]

试样	金刚石烧结体				性能评价	
	金刚石颗粒		结合相的组成（质量比）	位错密度 ($\times10^{15}m^{-2}$)	评价方法	切削距离 (km)
	平均粒径 (μm)	含有率 (体积%)				
1	0.5	90.0	Co, Ti, W (84∶14∶2)	0.1	切削试验1	10.3
2	0.5	90.0	Co, Ti, W (83∶15∶2)	0.9		17.4
3	0.5	90.0	Co, Ti, W (83∶15∶2)	1.2		18.1
4	0.5	90.0	Co, Ti, W (83∶15∶2)	5.8		20.2
5	0.5	90.0	Co, Ti, W (83∶15∶2)	6.9		17.9
6	0.5	90.0	Co, Ti, W (83∶15∶2)	7.1		17.5
7	0.5	90.0	Co, Ti, W (82∶16∶2)	9.8		11.6
8	0.5	90.0	Co, Ti, W (80∶18∶2)	10.2		初期缺口
9	0.5	90.0	Co, Ti, W (80∶18∶2)	11.5		初期缺口
10	0.5	81.0	Co, Ti, W (82∶16∶2)	5.8		10.1
11	0.5	79.0	Co, Ti, W (82∶16∶2)	5.8		初期缺口
12	0.5	90.0	Co, W (98∶2)	5.8		16.7
13	0.5	90.0	Co, Fe, W (97∶1∶2)	5.8		20.1
14	0.5	90.0	Co, B, W (97∶1∶2)	5.8		20.2
15	0.2	90.0	Co, Ti, W (83∶15∶2)	5.8	切削试验2	3.5
16	0.5	90.0	Co, Ti, W (83∶15∶2)	5.8		4.0
17	5.0	90.0	Co, Ti, W (83∶15∶2)	5.8		4.2
18	30.0	90.0	Co, Ti, W (84∶14∶2)	5.8		4.5
19	45.0	90.0	Co, Ti, W (84∶14∶2)	5.8		5.0
20	55.0	90.0	Co, Ti, W (84∶14∶2)	5.8		初期缺口

[0189] 〈结果〉

[0190] 根据切削试验1的结果，试样1～7、试样10以及试样12～14的切削工具（实施例的切削工具）得到了切削距离为10.1km以上的良好的结果。另一方面，试样8、试样9以及试样11的切削工具（比较例的切削工具）在切削加工的初期阶段产生缺口，无法求出切削距离。由以上的结果可知，实施例的切削工具与比较例的切削工具相比，耐缺损性、耐磨损性优异。

[0191] 根据切削试验2的结果，试样15～19的切削工具（实施例的切削工具）得到了切削距离为3.5km以上的良好的结果。另一方面，试样20的切削工具（比较例的切削工具）在切削加工的初期阶段产生缺口，无法求出切削距离。由以上的结果可知，实施例的切削工具与比较例的切削工具相比，耐缺损性、耐磨损性优异。

[0192] 〈切削试验3：车削加工试验〉

[0193] 分别使用如上述那样制作的试样21～32的金刚石烧结体制作切削工具（保持件：CSRP R3225-N12，刀片：SPGN120304，在刀片的刀尖部分具备上述金刚石烧结体的工具），并

实施车削加工试验。车削加工试验的切削条件如下所示。在上述车削加工试验中，切削距离(km)越长，则越能够评价为耐缺损性、耐磨损性优异的切削工具。将结果示于表3-2。在切削试验3中，试样21～27、试样30以及试样32相当于实施例。试样28、试样29以及试样31相当于比较例。

[0194] (车削加工试验的切削条件)

[0195] 被切削件:AC4C(φ120mm×280mm)

[0196] 切削速度:1200m/分钟

[0197] 进给量:0.2mm/rev

[0198] 切口:1.2mm

[0199] 冷却剂:wet

[0200] 评价方法:对被切削材料的外径进行车削加工，对切削工具的平均后刀面磨损宽度达到250μm为止的切削距离(km)进行测定

[0201] 表3-2

[0202]

试样	金刚石烧结体				性能评价	
	金刚石颗粒		结合相的组成（质量比）	位错密度 ($\times10^{15}m^{-2}$)	评价方法	切削距离 (km)
	平均粒径 (μm)	含有率 (体积%)				
21	30.0	95.0	Co, W (93∶7)	0.2	切削试验3	12.2
22	30.0	95.0	Co, W (93∶7)	0.8		18.8
23	30.0	95.0	Co, W (93∶7)	1.1		20.3
24	30.0	95.0	Co, W (93∶7)	4.5		23.5
25	30.0	95.0	Co, W (93∶7)	6.8		19.9
26	30.0	95.0	Co, W (93∶7)	7.3		18.4
27	30.0	95.0	Co, W (93∶7)	9.9		13.7
28	30.0	95.0	Co, W (94∶6)	10.1		初期缺口
29	25.0	95.0	Co, W (94∶6)	11.8		初期缺口
30	30.0	98.0	Co, W (95∶5)	4.5		13.0
31	30.0	99.2	Co, W (95∶5)	4.5		初期缺口
32	30.0	95.0	Co, W (98∶2)	4.5		15.5

[0203] <结果>

[0204] 根据切削试验3的结果，试样21～27、试样30以及试样32的切削工具(实施例的切削工具)得到了切削距离为12.2km以上的良好的结果。另一方面，试样28、试样29以及试样31的切削工具(比较例的切削工具)在切削加工的初期阶段产生缺口，无法求出切削距离。由以上的结果可知，实施例的切削工具与比较例的切削工具相比，耐缺损性、耐磨损性优异。

[0205] 如以上那样对本公开的实施方式以及实施例进行了说明，但从最初起也预定将上述的各实施方式以及实施例的构成适当组合或进行各种变形。

[0206] 应当认为本次公开的实施方式以及实施例在所有方面都是示例，而不是限制性

的。本发明的范围不是由上述的说明表示,而是由权利要求书表示,意图包含与权利要求书等同的意思以及范围内的全部变更。