(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
2007 年1 月25 日 (25.01.2007)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2007/010670 A1

(51) 国際特許分類:
C04B 35/5831 (2006.01) *B23B 27/14* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2006/310200

(22) 国際出願日: 2006 年5 月23 日 (23.05.2006)

(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2005-207319 2005 年7 月15 日 (15.07.2005) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友電工ハードメタル株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC HARDMETAL CORP.) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目１番１号 Hyogo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 岡村 克己 (OKAMURA, Katsumi) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目１番１号 住友電工ハードメタル株式会社内 Hyogo (JP). 久木野 暁 (KUKINO, Satoru) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目１番１号 住友電工ハードメタル株式会社内 Hyogo (JP). 深谷 朋弘 (FUKAYA, Tomohiro) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目１番１号 住友電工ハードメタル株式会社内 Hyogo (JP).

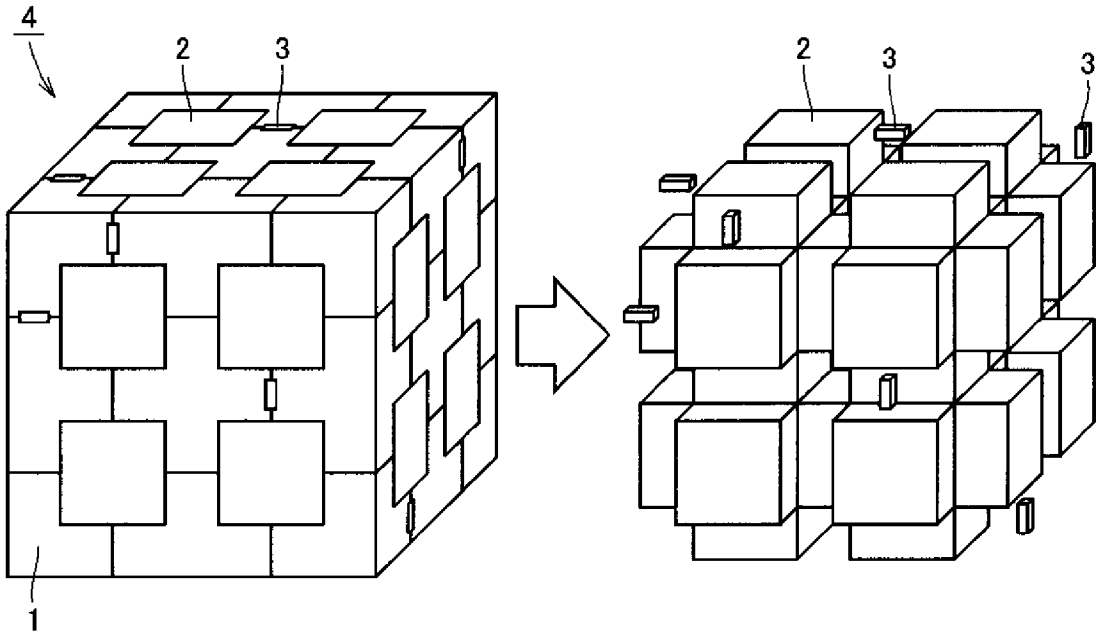
(74) 代理人: 深見 久郎, 外 (FUKAMI, Hisao et al.); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島二丁目２番７号 中之島セントラルタワー２２階 深見特許事務所 Osaka (JP).

(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, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK,

[続葉有]

(54) **Title:** COMPOSITE SINTERED COMPACT

(54) 発明の名称: 複合焼結体



(57) **Abstract:** A composite sintered compact containing at least a cubic boron nitride and a binding material, characterized in that a plurality of cubic boron nitride particles are bound to each other, and thereby the cubic boron nitride has a continuous structure, and a plurality of binding material particles being present in the region except the binding interface, in which the above cubic boron nitride particles are bound to each other, and thereby the binding material also has a continuous structure.

(57) 要約: 本発明の複合焼結体は、立方晶窒化硼素と結合材とを少なくとも含む複合焼結体であって、該立方晶窒化硼素は、複数の立方晶窒化硼素粒子が互いに結合することにより連続した構造を有し、かつ該結合材は、上記立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面を除く領域に存在する複数の結

[続葉有]

WO 2007/010670 A1

LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, 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, LS, MW, MZ, NA, 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 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

２文字コード及び他の略語については、定期発行される各*PCT*ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

合材粒子が互いに結合することにより連続した構造を有することを特徴としている。

明 細 書

複合焼結体

技術分野

[0001] 本発明は、立方晶窒化硼素と結合材とを少なくとも含む複合焼結体に関する。さらに詳細には、切削工具等の用途において特に好適に使用できる複合焼結体に関する。

背景技術

[0002] 従来より、立方晶窒化硼素を主成分とする高硬度焼結体が切削工具等の用途において用いられてきた。このような焼結体は、通常、立方晶窒化硼素とそれの強度保持等を主目的とする結合材とを含んだ複合焼結体となっており、たとえば、このような結合材の連続相(海)中に立方晶窒化硼素粒子(島)を分散させた海島構造のものが知られている(特開昭53－077811号公報(特許文献1)、特開平10－182242号公報(特許文献2))。

[0003] このような海島構造は、立方晶窒化硼素粒子同士が物理的に接触する接触部分において生じる立方晶窒化硼素の未焼結状態を回避すべく、立方晶窒化硼素粒子同士を接触させず分離することにより、立方晶窒化硼素粒子の焼結状態を促進させ、以って靭性等の強度を向上させることを目的として採用されたものである。

[0004] しかしながら、このように立方晶窒化硼素粒子同士が接触せず分離した構造(すなわち、立方晶窒化硼素粒子が不連続状に存在する構造)を有することから、立方晶窒化硼素の固有の特性である高熱伝導率という優れた特性が十分に発揮されず、これを切削工具に用いた場合には切削加工時において刃先温度の上昇を抑制できないばかりか、焼結体内部に発生した微小亀裂が靭性の低い結合材中を進展するため欠け易くなる等といった不十分な耐熱性や靭性の低下という問題を有していた。したがって、この焼結体は、断続切削や重切削・高速切削といった高能率切削に使用される切削工具に用いられた場合、満足できる工具寿命を十分に提供することができない場合があった。

[0005] 一方、上記のような焼結体の問題点を解決するために上記結合材の組成を改良す

る試みが種々提案されてきた(特公昭60－014826号公報(特開昭56－069350号公報、特許文献3)、特公昭61－054857号公報(特開昭61－179847号公報、特許文献4)、特公昭61－054858号公報(特開昭61－179848号公報、特許文献5)、特開平05－287433号公報(特許文献6))。これらの提案は、靭性を向上させるという点においてはある程度の効果を奏するものと考えられるが、立方晶窒化硼素粒子が分離し不連続構造となっていることから耐熱性の向上を抜本的に改善することは困難であった。

[0006] これに対して、立方晶窒化硼素粒子同士を互いに結合させて連続構造とした焼結体が知られている(米国特許第5639285号明細書(特許文献7))。この焼結体においては、立方晶窒化硼素粒子が連続構造となっていることから刃先温度の上昇を抑制するという耐熱性の向上効果はある程度期待できるものの、結合材が立方晶窒化硼素粒子の連続構造物の周囲に不連続的に点在する構造となっていることから、耐欠損性や耐クレーター摩耗性が劣り、その結果として靭性に劣るものであった。

[0007] これは、焼結体に含まれる立方晶窒化硼素と結合材とが異なった熱膨張係数を有することがその主な原因と考えられる。すなわち、該焼結体を用いた切削工具が切削加工時において高温に曝された場合、その温度変化(昇温のみならずその後の冷却も含む)に起因して体積変化を生ずるが、その変化量が立方晶窒化硼素と結合材とで大きく異なり、このため立方晶窒化硼素と結合材間において結合の解離が発生し、その結果結合材等が焼結体から脱落し易くなることがその原因であると推測される。

[0008] このような問題は、焼入鋼のような高硬度材料を切削する場合に特に問題となる。なぜなら、切削工具の刃先の温度が600℃以上という高温に曝されるケースが増加するからである。さらに近年では、切削加工操作において生産性の向上が求められるようになり、切削速度や送り量の増加に伴い、1000℃前後にまで刃先の温度が上昇するケースも珍しくなく、上記の問題の解決が望まれていた。

[0009] 加えて、複雑形状部品の切削加工の要求も高まり、形状の複雑化に伴う断続切削のような高能率切削では、切削工具の刃先と被削材間において離脱と接触(食い付き)が繰り返され、その離脱時に刃先が急冷されることとなるため、そのような刃先部

に含まれる上記焼結体は急激な温度変化と応力変化に曝される。このため、近年要求されている高硬度鋼の高能率加工や高速断続切削において、特に上記で指摘した問題の解決が望まれている。

[0010] したがって、このような状況の下、立方晶窒化硼素の焼結体に対して耐熱性の向上と靭性の向上とを高度に両立させることが要求されている。そして、このような要求に応える手段の開発が種々行なわれているが、これらの開発においては、上記焼結体に含まれる立方晶窒化硼素と結合材とを互いに強固に結合させることにより高い強度を得ることを前提とする検討が重ねられてきた。このため、立方晶窒化硼素と結合材とはその接触面積が大きければ大きい程有利な結合性が得られるという考えを前提として、立方晶窒化硼素と結合材とのいずれか少なくとも一方は連続した構造ではなく不連続の構造とすることにより接触面積の増大が図られてきた。

特許文献1:特開昭53－077811号公報

特許文献2:特開平10－182242号公報

特許文献3:特公昭60－014826号公報(特開昭56－069350号公報)

特許文献4:特公昭61－054857号公報(特開昭61－179847号公報)

特許文献5:特公昭61－054858号公報(特開昭61－179848号公報)

特許文献6:特開平05－287433号公報

特許文献7:米国特許第5639285号明細書

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0011] 本発明は、上記の現状に鑑みなされたものであって、その目的とするところは、耐熱性の向上と靭性の向上とを高度に両立させた立方晶窒化硼素の焼結体を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0012] 本発明者は、立方晶窒化硼素を含む複合焼結体において立方晶窒化硼素と結合材とのいずれか少なくとも一方を不連続構造としなければならないという上記従来の前提を抜本的に再考した結果、これら両者を共に連続構造とすることにより耐熱性と靭性とを共に向上させられるのではないかという知見が得られ、この知見に基づきさ

らに研究を重ねることによりついに本発明を完成するに至ったものである。

[0013] すなわち、本発明の複合焼結体は、立方晶窒化硼素と結合材とを少なくとも含む複合焼結体であって、該立方晶窒化硼素は、複数の立方晶窒化硼素粒子が互いに結合することにより連続した構造を有し、かつ該結合材は、上記立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面を除く領域に存在する複数の結合材粒子が互いに結合することにより連続した構造を有することを特徴としている。

[0014] ここで、上記結合材は、Ti、Zr、Hf、VまたはCrのいずれか1または2以上の元素と、窒素、炭素、硼素または酸素のいずれか1または2以上の元素とからなる化合物または固溶体の少なくとも一種と、アルミニウム化合物とを少なくとも含むことが好ましい。

[0015] また、上記結合材は、上記立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面において60%以下の存在確率で存在し、上記結合材粒子の連続した構造に繋がることによりその連続した構造の一部として存在するか、または上記結合材粒子の連続した構造とは孤立した不連続構造として存在することができる。

[0016] また、上記結合材は、上記立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面において、その組成がTiまたはAlを少なくとも含むものとすることができる。

[0017] また、上記結合材は、上記立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面において存在しないものとすることができる。

[0018] また、上記複合焼結体は、酸処理後の抗折力が1gf／mm^2以上70kgf／mm^2以下であることができる。

[0019] また、上記複合焼結体は、酸処理後のX線回折測定において、立方晶窒化硼素とAl_2O_3以外の化合物が実質的に検出されないことが好ましい。

[0020] また、上記立方晶窒化硼素は、上記複合焼結体中に60体積%以上85体積%以下含まれるものとすることができ、上記立方晶窒化硼素粒子は、平均粒径が2μm以上10μm以下とすることができる。

[0021] また、上記複合焼結体は、熱伝導率が60W／(m・K)以上150W／(m・K)以下であることが好ましい。

[0022] また、上記アルミニウム化合物は、アルミニウム、酸素および窒素からなる化合物お

よび／またはアルミニウム、酸素、窒素および硼素からなる化合物から構成され、その平均粒径が50nm以上1μm以下であり、かつ上記結合材中に占める割合が5体積%以上30体積%以下であることが好ましい。この場合、上記複合焼結体は、熱伝導率が70W／(m・K)以上150W／(m・K)以下となり得る。

[0023] また、本発明の切削工具は、上記いずれかに記載の複合焼結体を少なくとも一部に含んでなるものとすることができる。

発明の効果

[0024] 本発明の複合焼結体は、上記の構成を有することにより、耐熱性の向上と靭性の向上とを高度に両立させたものである。靭性の向上、とりわけ耐欠損性および耐クレーター摩耗性が向上したことにより、本発明の複合焼結体を少なくとも一部に含んでなる切削工具は、高硬度鋼の高能率加工や高速断続切削に好適に使用することができる。

図面の簡単な説明

[0025] [図1]立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面において結合材が結合材粒子の連続した構造とは孤立した不連続構造として存在する態様を概念的に示した複合焼結体の部分斜視図である。

[図2]立方晶窒化硼素粒子間の3重点において結合材が結合材粒子の連続した構造とは孤立した不連続構造として存在する態様を概念的に示した複合焼結体の部分斜視図である。

[図3]抗折力の測定方法を示す概略図である。

符号の説明

[0026] 1 立方晶窒化硼素粒子、2 結合材粒子、3 孤立した結合材、4 複合焼結体、10 被処理体、11 支柱。

発明を実施するための最良の形態

[0027] 以下、本発明についてさらに詳細に説明する。なお、以下の実施の形態の説明では、図面を用いて説明しているが、本願の図面において同一の参照符号を付したものは、同一部分または相当部分を示している。

[0028] ＜複合焼結体＞

本発明の複合焼結体は、立方晶窒化硼素と結合材とを少なくとも含むものであり、切削工具等の用途に好適に用いることができるものである。なお、本発明の複合焼結体は、立方晶窒化硼素と結合材とを少なくとも含む限り他の成分が含まれていても差し支えなく、また不可避不純物を含んでいても差し支えない。

[0029] ＜立方晶窒化硼素＞

本発明の複合焼結体に含まれる立方晶窒化硼素は、その優れた硬度と熱伝導率から切削工具等の用途において古くから用いられてきたものである。本発明においてこの立方晶窒化硼素は、後述のような連続した構造を有するものであり、該複合焼結体中において60体積％以上85体積％以下含まれるものである。より好ましくは、その下限が65体積％以上、さらに好ましくは72体積％以上であり、その上限が80体積％以下、さらに好ましくは77体積％以下である。

[0030] 立方晶窒化硼素の割合が、60体積％未満になると立方晶窒化硼素粒子同士が十分に接触することができない場合があり、後述の連続した構造を十分に有し得ないことから刃先温度の上昇を十分に抑制できず以って十分な耐熱性の向上効果が得られない場合がある。一方、85体積％を越えると後述の結合材の存在量が相対的に減少するため、耐摩耗性が著しく低下する場合がある。

[0031] なお、このような体積％は、複合焼結体の製造時において用いる立方晶窒化硼素粉末の体積％を上記の範囲（すなわち60体積％以上85体積％以下）のものとすることにより達成することができるが、複合焼結体をICP（誘導結合高周波プラズマ分光分析）による定量分析、またはSEM（走査電子顕微鏡）ないしTEM（透過型電子顕微鏡）観察により測定することができる。

[0032] また、上記立方晶窒化硼素粒子は、平均粒径が2μm以上10μm以下であることが好ましい。平均粒径が2μm未満であれば、立方晶窒化硼素粒子の表面積が大きくなるため立方晶窒化硼素粒子同士の結合部（ネックグロスと呼ばれることがある）が過剰に多くなり、後述の結合材が立方晶窒化硼素粒子の3重点や4重点などの多重点（立方晶窒化硼素粒子同士の接触界面ではなく立方晶窒化硼素粒子間の空隙をいう、以下単に3重点と記す）に入り込み、不連続で孤立状態となった結合材の存在

確率が増加するとともに界面が増えることから熱伝導率が低下する場合がある。また、平均粒径が10μmを超えると、複合焼結体の強度が低下するため、切削工具に用いた場合過酷な切削環境では刃先にチッピングが発生する場合がある。より好ましい平均粒径は、その下限が2．5μm以上、さらに好ましくは2．8μm以上であり、その上限が6μm以下、さらに好ましくは3．8μm以下である。

[0033] ＜結合材＞

本発明の結合材は、主として上記の立方晶窒化硼素を保持する作用を奏するものであり、後述のような連続した構造を有する限りその組成は特に限定されるものではない。したがって、この種の結合材として知られる従来公知のいずれの組成のものも用いることができる。

[0034] たとえば、Ti、Zr、Hf、VまたはCrのいずれか1または2以上の元素と、窒素、炭素、硼素または酸素のいずれか1または2以上の元素とからなる化合物または固溶体の少なくとも一種と、アルミニウム化合物とを少なくとも含むものを挙げることができる。これらの化合物または固溶体は、上記立方晶窒化硼素と高い結合力が得られることに加えて、化学的にも安定であることから耐摩耗性にも優れるため好ましい。

[0035] 上記化合物または固溶体としては、より具体的にはTi、Zr、Hf、VまたはCrのいずれか1または2以上の元素の窒化物、炭化物、炭窒化物、硼化物、酸化物およびこれらの固溶体のいずれか1以上のもの等を挙げることができるが、より好ましくは、Ti、Zr、Hf、VまたはCrのいずれか1または2以上の窒化物、硼化物、酸化物またはこれらの固溶体の少なくとも一種を挙げることができる。これらの化合物または固溶体は、特に立方晶窒化硼素との結合力が高いためである。

[0036] また、上記アルミニウム化合物としては、たとえばAlN、AlB_2、Al_2O_3等を挙げることができるが、特に好ましくはアルミニウム、酸素および窒素からなる化合物および／またはアルミニウム、酸素、窒素および硼素からなる化合物から構成され、その平均粒径が50nm以上1μm以下であり、かつ結合材中に占める割合（上記両者が存在する場合はその合計量）が5体積％以上30体積％以下であることが好適である。

[0037] 上記アルミニウム化合物としてAlNを用いた場合、AlNはヒートシンクに使用されるように熱伝導率に優れる材料であるため、耐熱性の向上が期待できる。しかし、AlN

は強度が低いため、これが複合焼結体中に多量に存在すると亀裂の起点となり、靭性を低下させることになる。一方、Al_2O_3を用いた場合、Al_2O_3はそれ単独でセラミックス工具として使用されることからも明らかなように硬度も高く高温でも安定であるが、熱伝導率に劣るためこれを多量に使用すると複合焼結体の熱伝導率の低下に繋がり耐熱性を低下させることになる。

[0038] これに対して、アルミニウム、酸素および窒素からなる化合物および／またはアルミニウム、酸素、窒素および硼素からなる化合物は、上記AlNやAl_2O_3よりも強度に優れ、かつAl_2O_3よりも熱伝導率に優れるため、複合焼結体に50nm以上1μm以下の平均粒径で、かつ結合材中に占める割合が5体積%以上30体積%以下とすることで、強度と熱伝導率に優れた結合材を提供することができ複合焼結体の靭性と耐熱性の向上に資するものとなる。このため、特にこれらのアルミニウム化合物が上記条件を満たして存在する場合は、複合焼結体の後述の熱伝導率が70W／(m・K)以上150W／(m・K)以下の数値を示すものとすることができる。

[0039] さらに、本発明者の研究によればアルミニウム、酸素、窒素および硼素からなる化合物は立方晶窒化硼素粒子の周辺に選択的に存在することから、これらの化合物を構成する窒素や硼素は立方晶窒化硼素から供給されていると推測され、立方晶窒化硼素と結合材との結合力を強化する働きがあるものと考えられる。このため、複合焼結体の大幅な靭性の向上に資するものと推測される。

[0040] 上記平均粒径が50nm未満の場合、界面の増加により熱伝導率向上の効果が少なくなる場合があり、1μmを超えると、強度が低下する場合がある。好ましくは、その平均粒径は80nm以上0．7μm以下である。一方、上記割合が5体積%未満の場合、上記のような強度と熱伝導率の向上効果が得られないとともに立方晶窒化硼素との結合力の向上効果を十分に得られない場合があり、30体積%を超えると、相対的に靭性に優れるアルミニウム化合物以外の結合材成分の含有量が低下し複合焼結体の靭性が低下する場合がある。好ましくは、その割合は10体積%以上27体積%以下である。この体積%は、ICP(誘導結合高周波プラズマ分光分析)による定量分析や、SEM(走査電子顕微鏡)またはTEM(透過型電子顕微鏡)観察により測定することができる。

[0041] なお、上記アルミニウム、酸素および窒素からなる化合物は、好ましくは一般式$Al_XO_YN_Z$（式中X＝0．5、Y＋Z≦0．5）で表され、上記アルミニウム、酸素、窒素および硼素からなる化合物は、好ましくは一般式$Al_SB_TO_UN_V$（式中S＋T＝0．5、U＋V≦0．5）で表される。以下、これらの化合物を単に一般式$Al_XO_YN_Z$および一般式$Al_SB_TO_UN_V$で表す場合がある。

[0042] ＜連続構造＞

本発明の複合焼結体においては、上記の立方晶窒化硼素は複数の立方晶窒化硼素粒子が互いに結合することにより連続した構造を有し、かつ上記結合材は上記立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面を除く領域に存在する複数の結合材粒子が互いに結合することにより連続した構造を有する。そして、この複合焼結体は、立方晶窒化硼素と結合材とを焼結して製造されるものであり、かつこれら両者が上記のような連続した構造を有することから上記立方晶窒化硼素と上記結合材とは強固に結合したものとなる。

[0043] 本発明の複合焼結体は、このような連続した構造を採用したことにより、たとえ過酷な切削条件（たとえば上記の高硬度鋼の高能率加工や高速断続切削等）が適用される切削工具に用いられる場合であっても、十分な耐熱性と靭性とを発揮することができ、優れた工具寿命を提供することができる。

[0044] すなわち、本発明の複合焼結体においては、まず断続切削のように急激な温度変化が繰り返される条件下においても結合材等が複合焼結体から脱落することがなく、以って靭性を飛躍的に向上させることができる。従来におけるこのような脱落は、既に説明したように立方晶窒化硼素と結合材との熱膨張係数の相異がその主原因と考えられるが、たとえ温度変化時に立方晶窒化硼素と結合材との間で熱膨張係数の相異に基づく微小な亀裂が発生したとしても、結合材が連続した構造であるため当該脱落が有効に防止される。

[0045] また、立方晶窒化硼素と結合材の両者が上記のような連続した構造を有することから、従来のように結合材が不連続的に点在した構造のものに比し、立方晶窒化硼素と結合材間の結合力をより強固なものとすることができるようになった。これは、恐らくその連続した構造に起因するものと考えられるが、従来の常識、すなわち立方晶窒

化硼素と結合材とのいずれか一方を不連続的に点在した構造とすることによりこれら両者間の接触面積を増大させ、これにより強固な結合を達成しようとする従来の技術常識を根本的に覆す有利な効果である。

[0046] さらに、立方晶窒化硼素が連続した構造となっていることから、立方晶窒化硼素の固有の特性である高硬度および高熱伝導率という優れた特性を十分に発現することができ、以って優れた靭性と耐熱性とを示すものとなる。これは、立方晶窒化硼素の連続構造が優れた放熱効果を発揮することにより温度の上昇が抑制されることから耐熱性が大幅に向上するとともに、複合焼結体内部に発生した微小亀裂の進展が立方晶窒化硼素の連続構造により阻まれるため靭性もさらに向上するのではないかと考えられる。

[0047] そして、この高熱伝導率の発現という点に関して、本発明の複合焼結体はより具体的には60W／(m・K)以上150W／(m・K)以下の熱伝導率を有したものとなる。この熱伝導率は高ければ高い程切削時の刃先の温度上昇が抑制されるため、その値は高い方が好ましい。しかし、熱伝導率が150W／(m・K)を超えると、立方晶窒化硼素粒子同士の結合部位が過度に増加する結果、結合材が立方晶窒化硼素粒子の3重点に入り込み、不連続で孤立状態となった結合材の存在確率が増加する場合があるため好ましくない。なお、この熱伝導率は、レーザーフラッシュまたはキセノンフラッシュ熱拡散率測定装置によって熱拡散率を測定し、比熱および密度から算出することができる。

[0048] ここで、複数の立方晶窒化硼素粒子が互いに結合することにより連続した構造を有するとは、従来のように連続した結合材相中に立方晶窒化硼素粒子が分散したような海島構造(特許文献1、2)とは全く異なった構造を有していることを示しており、立方晶窒化硼素粒子同士が互いに結合することにより連続構造を呈することを示している。そして、この連続構造は、立方晶窒化硼素粒子同士が3次元的に結合した立体構造を呈するものと考えられる。

[0049] また、上記立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面を除く領域に存在する複数の結合材粒子が互いに結合することにより連続した構造を有するとは、従来のように立方晶窒化硼素粒子が互いに結合した構造の周囲に結合材が不連続的に点在

する構造(特許文献7)とは全く異なった構造を有していることを示しており、結合材粒子同士が互いに結合することにより連続構造を呈することを示している。そして、この連続構造は、結合材粒子同士が3次元的に結合した立体構造を呈するものと考えられる。

[0050] ここで、上記連続した構造を構成する結合材粒子の存在領域をこのように立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面を除く領域としたのは、本願の複合焼結体には以下のような各態様の構造が含まれることを明確にすることを意図したものである。すなわち、結合材がそのような立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面に存在する場合、その存在態様は、上記結合材粒子の連続した構造に繋がることによりその連続した構造の一部として存在する態様と、図1に示したように上記結合材粒子の連続した構造とは孤立した不連続構造として存在する態様の、いずれか一方もしくは両方の態様を含むことができる。また、そのような立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面において結合材が存在しない場合には、そのように結合材が存在しない態様も本願の複合焼結体には包含され得ることを明確にしたものである。

[0051] 上記図1は、立方晶窒化硼素粒子1が互いに結合する結合界面において結合材が結合材粒子2の連続した構造とは孤立した不連続構造として存在する態様を概念的に示した複合焼結体4の部分斜視図である。すなわち、中央の矢印に対して、左側に示されている複合焼結体4から立方晶窒化硼素粒子1を概念的に取り除いた状態のものが右側に示されており、その右側のものにおいて該結合界面における結合材が孤立した結合材3として存在していることが表されている。

[0052] なお、上記のように結合材が立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面に存在する場合、その存在確率は60%以下であり、上記結合材粒子の連続した構造に繋がることによりその連続した構造の一部として存在するか、または上記結合材粒子の連続した構造とは孤立した不連続構造として存在することが好ましい。そして、上記立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面におけるその結合材の組成は、TiまたはAlを少なくとも含むことが好ましい。立方晶窒化硼素粒子同士がその結合界面に結合材を含まず直接強固に結合できる形態が熱伝導率の観点からは最も好ましいが、立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面における結合材の存在確率が60%以下の範

囲内であれば立方晶窒化硼素粒子同士の連続性の確保により熱伝導率の低下を最小限に抑えることができる。しかも上記の結合材を酸素との親和性が高いTiまたはAl元素を含む成分とすればこれらの成分が焼結過程で立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面に残留してしまった吸着酸素のゲッターとして作用するため、立方晶窒化硼素内部への酸素の固溶がその原因となる立方晶窒化硼素粒子自体の変質や立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面での酸化相の生成による熱抵抗の増加を予防することができる。なお、その存在確率が60%を超えると立方晶窒化硼素より熱伝導率が低い結合材が多く存在することとなり、複合焼結体の全体としての熱伝導率が低下するため好ましくない。この点、上述の通り、立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面において結合材が存在しないことが特に好ましい。ここで、上記存在確率が60%以下とは、ある1つの立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面における複数ポイントの測定点においてAES(オージェ分光法)分析もしくはEDS(エネルギー分散形X線分光法)分析を実施した場合、全測定点のうち60%以下の測定点において結合材が検出されることを意味する。

[0053] なお、上記において立方晶窒化硼素粒子または結合材粒子が互いに結合するとは、各粒子が有する結晶の方位は互いに異なっていても良いがその各粒子間の結合界面において何らかの化学結合や物理結合、あるいは第三の化合物の介在によりこれら両粒子が互いに強固に結合していることを示している。また、上記において立方晶窒化硼素と結合材とが結合しているとは、上記粒子間の結合と同様に何らかの化学結合や物理結合、あるいは第三の化合物の介在によりこれら両者が強固に結合していることを示す。

[0054] そして、複数の立方晶窒化硼素粒子が互いに結合することにより連続した構造を有すること、およびは立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面を除く領域に存在する複数の結合材粒子が互いに結合することにより連続した構造を有することは、上記の複合焼結体に対して酸処理を施した後、その被処理体をXRD(X線回折)測定するとともに、その被処理体の外観を目視観察し、さらに抗折力を測定することにより確認することができる。

[0055] ここで、まず上記酸処理とは、濃硝酸(60%):蒸留水:濃フッ酸(47%)=2:2:1の

体積比混合の混合酸と所定の大きさ(長さ6mm×幅3mm×厚み0.5mmの四角形状)に切断した上記複合焼結体とを密閉容器に入れ、140℃で48時間圧力溶解させる処理をいう。

[0056] 続いて、上記酸処理を経た被処理体に対してXRD測定を行なう。この測定により、結合材成分が検出されなければ、複合焼結体から結合材が完全に除去されたことを示しており、以って上記結合材の連続した構造が確認されることになる。なぜなら、上記混合酸は結合材のみを選択的に溶解除去する作用を有するものであるが、仮に結合材が本願の構成のように連続した構造ではなく不連続構造となっている場合には、図2に示したように立方晶窒化硼素によりその周囲が取り囲まれた島状構造の孤立した結合材が存在し、このような孤立した結合材は上記酸処理により溶解除去されず被処理体中に残存すると考えられることから、結果的にXRD測定により結合材成分が検出されることになる。ただし、上記酸処理においては立方晶窒化硼素以外にAl_2O_3も溶解除去されないため、結合材がAl_2O_3を含む場合はそれが微量検出される場合がある。しかしこのような場合であっても、結合材がAl_2O_3のみで構成されることはないから、結合材を構成する他の成分の検出の有無により判断することができる。したがって、本発明の複合焼結体においては、酸処理後のX線回折測定において、立方晶窒化硼素とAl_2O_3以外の化合物が実質的に検出されないことが特に好ましい。

[0057] 上記図2は、立方晶窒化硼素粒子1間の3重点において結合材が結合材粒子2の連続した構造とは孤立した不連続構造として存在する態様を概念的に示した複合焼結体4の部分斜視図である。すなわち、中央の矢印に対して、左側に示されている複合焼結体4から立方晶窒化硼素粒子1を概念的に取り除いた状態のものが右側に示されており、その右側のものにおいて結合材粒子2が孤立した結合材3として存在していることが表されている。

[0058] なお、図1に示したように結合材が、立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面において結合材粒子の連続した構造とは孤立した不連続構造として存在する場合は、上記のX線回折測定により結合材成分として検出される場合がある。したがって、このように結合材成分が検出される場合には、後述の酸処理後の抗折力を測定することによ

り、その結合材成分の由来、すなわちその結合材が立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面において不連続構造として存在するもの（図1）であるか、立方晶窒化硼素粒子によりその周囲が取り囲まれた島状構造の孤立した不連続構造として存在するもの（図2）であるかを判断することができる。この詳細は後述する。

[0059] 次いで、被処理体の外観を目視観察する。立方晶窒化硼素が上記のような連続した構造を有さず、従来のような不連続構造である場合は、上記酸処理後は粉体状となって崩れてしまい、処理前の複合焼結体とは全く異なった外観形状となる。これに対して、立方晶窒化硼素が上記のような連続した構造を有する場合は、酸処理前の元の形状を維持したものとなる。ここで、元の形状を維持するとは、通常のろ過作業などの際の1gf／mm^2未満の加重でのハンドリングでは元の形状が2つ以上の部分に分離しないことをいう。このようにして、酸処理後の被処理体の外観を目視観察することにより立方晶窒化硼素の連続した構造を確認することができる。

[0060] なお、立方晶窒化硼素が一見連続構造を有する場合であっても各粒子同士が結合ではなく単に接触している場合は、上記酸処理後に元の形状をある程度維持するものの各粒子間の結合力が弱いことから酸処理中に被処理体のエッジ部分が一部分離したり、1gf／mm^2未満の応力下でのハンドリングで容易に崩れてしまうため、本願の連続した構造との差異を容易に区別することができる。

[0061] 続いてさらに、上記被処理体の抗折力を測定する。この測定は、図3に示したように上記四角形状（長さ6mm×幅3mm×厚み0.5mm）の被処理体10の3点を3本の支柱11（直径2mm）で支えるとともにスパンLを4mmとする条件を採用し、そのスパンLの中間部分に負荷Nを与えることにより、被処理体10が折損する場合の負荷Nを測定し、これを抗折力とすることにより求めることができる。そして、本発明ではこの抗折力が1gf／mm^2以上70kgf／mm^2以下であることが好ましい。立方晶窒化硼素が上記のように連続した構造を有するためにこのように高い抗折力が示されるのであり、立方晶窒化硼素が不連続構造の場合は抗折力は1gf／mm^2未満となる。この点、この抗折力は高ければ高い程好ましく、あえてその上限を規定する必要はないが、70kgf／mm^2を超えると立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面の存在数が過剰に多くなり、結合材が立方晶窒化硼素粒子同士の3重点に不連続状に取り込まれることが

多くなる。すなわち、前述のように結合材が立方晶窒化硼素粒子によりその周囲が取り囲まれた島状構造の孤立した不連続構造として存在する場合(図2)はこの抗折力が70kgf／mm^2を超える数値を有したものとなる。これに対して、酸処理後において結合材成分が検出される場合であっても、抗折力が70kgf／mm^2以下の数値を有する場合は、その結合材は立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面において不連続構造として存在している(図1)ことを示している。

[0062] ＜複合焼結体の製造方法＞

本発明の複合焼結体は、まず原料粉末である立方晶窒化硼素粉末と結合材粉末とを混合し、立方晶窒化硼素が六方晶窒化硼素へ変換しない圧力温度条件下で焼結するか、あるいはこの立方晶窒化硼素が六方晶窒化硼素へ変換しない圧力温度条件下での焼結中に結合材成分を外部から溶浸させることにより製造することができる。

[0063] ここで、上記混合粉末を焼結するに際してその混合粉末を焼結体作製用の高融点金属製カプセル(たとえばMo(モリブデン)製カプセル等)に充填する場合、該混合粉末をTiとAlとの合金で作製された金属箔で挟むようにして充填し、焼結することが好ましい。この金属箔は結合材を構成するものとなるが、焼結温度以下の融点を有するために焼結時において液状となり混合粉末間に浸透するため立方晶窒化硼素粒子と結合材とがそれぞれ連続した構造となることを達成できる。しかも、結合材成分の全てを予め立方晶窒化硼素粉末と混合しておくのではなく、焼結中に立方晶窒化硼素粉末と(比較的少量の)結合材粉末との混合粉末に外部から結合材成分をさらに溶浸させることとなり立方晶窒化硼素粒子同士の連続性、および結合材粒子の連続性をさらに高めた本発明の複合焼結体を製造することができる。特に、立方晶窒化硼素粒子間の微小な隙間にも上記合金が浸透するため、立方晶窒化硼素粒子の3重点に存在する結合材同士が孤立することがなく、結合材の連続構造化が促進される。

[0064] また、上記焼結に際しては立方晶窒化硼素が熱力学的に安定な所定の圧力温度条件となるように圧力履歴および温度履歴等の諸条件を制御することが好ましい。ここで、本願の諸条件を具体的に説明する前に、まず一般な立方晶窒化硼素焼結体

の焼結条件について説明する。まず、上記のような立方晶窒化硼素と結合材からなる混合粉末に対して低温で圧力を負荷し緻密化を促進した後、温度を高めて焼結することが行なわれる。たとえば常温で4～6GPaまで圧力を高めた後に1300～1800℃まで昇温し、この最高温度を維持したまま焼結される。

[0065] しかしながら、このような従来の焼結条件においては、圧力負荷の過程で硬度の低い結合材が主に破砕され、その破砕された微粒の結合材が立方晶窒化硼素粒子間に滑り込み、さらには結合材に比較し破砕されにくい硬度の高い立方晶窒化硼素粒子が結合材を囲うように配列し、これが3重点を形成することによりその微小領域での緻密化がそれ以上進行しないまま加熱により焼結されることになるものと考えられる。そしてその結果、立方晶窒化硼素粒子間に結合材が介入した領域や、立方晶窒化硼素粒子に囲まれた不連続構造の結合材領域が点在した焼結体組織構造になるものと推測される。

[0066] そこで、本願の焼結方法の具体的な条件としては、以下の諸条件が採用される。すなわち、まず立方晶窒化硼素が熱力学的に安定な条件となる圧力2～5GPa、温度1000～1500℃まで一旦加圧昇温し(加圧と昇温とを同時に実施し)、この圧力温度条件で1～5分間維持する。これにより、緻密化の進行と同時に立方晶窒化硼素粒子同士が接触している部分でまず焼結が進行する。そして、この場合結合材がこの昇温に伴い軟化するとともに塑性変形することで流動性が高まるため、立方晶窒化硼素粒子が結合材を囲うように配列する際においてもその隙間に滑り込み(浸透し)、連続構造が維持されるものと考えられる。

[0067] そして、このようにして立方晶窒化硼素および結合材がいずれも連続した構造を有するようになった後に、引き続き立方晶窒化硼素が熱力学的に安定な条件である圧力5～8GPa、温度1400～2000℃まで再度加圧昇温し(加圧と昇温とを同時に実施し)、この圧力温度条件で1～15分間維持する。これにより、立方晶窒化硼素粒子間、結合材粒子間、および立方晶窒化硼素粒子と結合材粒子間の結合力がさらに強化されるものと推測される。

[0068] なお、立方晶窒化硼素粒子および結合材粒子に対して表面改質を行なうことにより、立方晶窒化硼素粒子間、結合材粒子間、および立方晶窒化硼素粒子と結合材粒

子間の結合力をより一層強化することが可能である。ここで表面改質とは、焼結前の各原料粉末に対して、たとえば水素中でのプラズマ処理やアンモニア雰囲気中での熱処理を行なうことが挙げられる。また、立方晶窒化硼素粒子同士の直接的な結合性を高めるために焼結前の上記混合粉末に対して触媒作用を持ったメラミン等の炭素、水素および窒素からなる化合物を添加することも有効である。

[0069] ＜切削工具＞

本発明の切削工具は、上記の複合焼結体を少なくとも一部に含んでなるものである。たとえば、切削の中心的作用点となる刃先ノーズ部を上記の複合焼結体で構成することができる。また、刃先稜線部を該複合焼結体で構成したり、刃先稜線部を含むすくい面の全面を該複合焼結体で構成することもできる。さらに、切削工具の全体を該複合焼結体で構成することもできる。

[0070] このように、本発明の切削工具は、上記の複合焼結体を少なくとも一部に含んでいる限り、その構造が特に限定されることはない。なお、切削工具の一部を本発明の複合焼結体で構成する場合、残りの部分はこの種の切削工具の基材として用いられる従来公知のいずれの基材によっても構成することが可能である。そのような基材としては、たとえば超硬合金（たとえばWC基超硬合金、WCの他、Coを含み、あるいはさらにTi、Ta、Nb等の炭窒化物等を添加したものも含む）、サーメット（TiC、TiN、TiCN等を主成分とするもの）、高速度鋼、セラミックス（炭化チタン、炭化硅素、窒化硅素、窒化アルミニウム、酸化アルミニウムおよびこれらの混合体など）、ダイヤモンド焼結体、窒化硅素焼結体等を挙げることができる。

[0071] ＜実施例＞

以下、実施例を挙げて本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0072] ＜実施例1＞

まず、Ti_XN_Y（式中X＝0．5、Y＝0．25）粉末とAl粉末とを80：20の質量比で均一に混合した後、真空炉を用いてこの混合粉末に対して真空中、1200℃で30分間の熱処理を施した。その後、超硬合金製ポットと超硬合金製ボールとからなるボールミルを用いて、上記のように熱処理を施した混合粉末を粉砕することにより、結合材用

の原料粉末を得た。

[0073] 続いて、上記で得られた結合材用の原料粉末と平均粒径3.8μmの立方晶窒化硼素粉末とを、上記のボールミルを用いて立方晶窒化硼素粉末が70体積%となるような配合比で均一に混合した。その後、この混合粉末を真空炉内に900℃で20分間保持することにより脱ガスした。

[0074] 次いで、上記のように脱ガスした混合粉末を、TiAl合金(Ti(50原子%)Al(50原子%))製の金属箔で挟んでモリブデン(Mo)製カプセルに充填後、超高圧装置を用いて圧力3GPa、温度1200℃まで加圧と同時に昇温し、この圧力温度条件下で2分間維持した。

[0075] 続いて、同装置により、圧力6．2GPa、温度1750℃まで再度加圧と同時に昇温し、この圧力温度条件下でさらに15分間維持することにより焼結を行ない、立方晶窒化硼素と結合材とを少なくとも含む本発明の複合焼結体を製造した。

[0076] そして、この複合焼結体の組成をXRD測定(便宜上、当初XRD測定と記す)により特定するとともに熱伝導率を測定した。熱伝導率の測定は、後述の酸処理前に行なうものであって上記で得られた複合焼結体を頂角80°、底辺4mm、厚さ1mmの二等辺三角形状に成型した後、レーザーフラッシュ熱拡散率測定装置によって熱拡散率を測定し、比熱および密度から熱伝導率を算出した。引き続き、この複合焼結体に対してTEM(透過電子顕微鏡)観察およびEDS分析、さらにAES分析により立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面における元素分析を実施し、該結合界面に存在する結合材の組成(構成元素の種類)と存在確率を算出した。これらの結果を以下の表1に示す。なお、表1において、立方晶窒化硼素以外のTiN(上記Ti_XN_Yを単にTiNと記す、以下同様)、TiB_2、AlN、AlB_2が結合材を構成する成分である。これらの成分は上記結合材用の原料粉末の組成とは異なっているが、これは焼結時において立方晶窒化硼素と化学反応したためであると考えられる。

[0077] 続いて、上記で製造された本発明の複合焼結体を長さ6mm×幅3mm×厚み0.5mmの四角形状に成型した後、酸処理(上記で説明した通り、濃硝酸(60%):蒸留水:濃フッ酸(47%)＝2:2:1の体積比混合の混合酸を用いて140℃で48時間圧力溶解させる処理)を施した。そして、このように酸処理を施された被処理体についてX

RD測定を行なうことにより、酸処理後の組成を特定するとともに、外観形状を目視観察した。その結果を以下の表1に示す。

[0078] 続いて、上記の被処理体を用いて、上記で図3を用いて説明した方法により抗折力を測定した。その結果を以下の表1に示す。

[0079] 一方、上記で製造された複合焼結体(酸処理前)を用いて切削工具を作製した。具体的には、上記で製造された複合焼結体を超硬合金製の基材にロウ付けし所定の形状(ISO型番:SNGA120408)に成型することにより切削工具を作製した。そして、この切削工具を用いて下記の条件にて焼入鋼を高速断続切削する切削試験を実施し、欠損までの工具寿命を調べた。その結果を以下の表1に示す。

[0080] ＜切削試験の条件＞

被削材:浸炭焼入鋼 SCM415H、HRC62

(直径100mm×長さ300mm、被削材の軸方向に6本のV溝あり)

切削速度:V＝200m／min.

送り:f＝0．15mm／rev.

切込み:d＝0．3mm

湿式／乾式:乾式

[0081] ＜実施例2～3＞

実施例1において、Ti_XN_Y(式中X＝0．5、Y＝0．25)粉末に代えてZr_XN_Y(式中X＝0．5、Y＝0．25)粉末(実施例2)、または$Ti_XC_YN_Z$(式中X＝0．5、Y＝Z＝0．125)粉末(実施例3)を用いることを除き他は全て実施例1と同様にして本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例1と同様にして測定乃至試験した各特性を以下の表1に示す。

[0082] ＜実施例4～5＞

実施例1において、70体積%という立方晶窒化硼素粉末の配合比を、75体積%(実施例4)、または65体積%(実施例5)に代えることを除き他は全て実施例1と同様にして本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例1と同様にして測定乃至試験した各特性を以下の表1に示す。

[0083] ＜比較例1＞

実施例1において、混合粉末をモリブデン(Mo)製カプセルに充填する際TiAl合金(Ti(50原子%)Al(50原子%))製の金属箔を用いなかったこと、および焼結条件を実施例1の条件に代えて従来法のように常温で圧力を5GPaまで高めた後に温度を1500℃まで昇温させて15分間焼結するという条件を採用すること、の2点を除き他は全て実施例1と同様にして比較例の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例1と同様にして測定乃至試験した各特性を以下の表1に示す。

[0084] ＜比較例2＞

比較例1に対して、さらに70体積%という立方晶窒化硼素粉末の配合比を、85体積%に代えることを除き他は全て比較例1と同様にして比較例の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例1と同様にして測定乃至試験した各特性を以下の表1に示す。

[0085] ＜比較例3～5＞

立方晶窒化硼素の複合焼結体を超硬合金製の基材にロウ付けしてなる、実施例1の切削工具と同一形状(ISO型番:SNGA120408)の市販の切削工具を準備し、実施例1と同様にして測定乃至試験した各特性を以下の表1に示す。なお、複合焼結体中の立方晶窒化硼素の体積%は、SEM(走査電子顕微鏡)により測定した。

[0086] [表1]

No.		cBN [体積%]	熱伝導率 [W/(m·K)]	cBN粒子同士の結合界面に存在する結合材 元素	cBN粒子同士の結合界面に存在する結合材 存在確率 [%]	当初XRD測定	酸処理後のXRD測定	酸処理後の外観	酸処理後の抗折力	切削試験工具寿命
実施例	1	70	72	Ti, Al	45	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	10.2 [gf/mm^2]	6.5分
	2	70	63	Ti, Al	57	cBN, ZrN, ZrB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	5.7 [gf/mm^2]	3.5分
	3	70	66	Ti, Al	55	cBN, TiCN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	7.6 [gf/mm^2]	4.1分
	4	75	75	Ti, Al	50	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	12.8 [gf/mm^2]	7.1分
	5	65	68	Ti, Al	60	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	3.2 [gf/mm^2]	3.2分
比較例	1	70	55	—	—	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	崩壊	測定不可	1.0分
	2	85	68	Ti, Al	65	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3 (cBN以外は微量検出)	元の形状維持	80 [kgf/mm^2]	1.0分
	3	70	57	—	—	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	エッジ部剥離	測定不可	1.5分
	4	65	52	—	—	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	崩壊	測定不可	0.7分
	5	55	41	—	—	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	崩壊	測定不可	0.5分

上記表において、”ｃＢＮ”は「立方晶窒化硼素」を示す。

[0087] 表1より明らかなように、実施例1～5の複合焼結体においては、酸処理後のXRD測定にて立方晶窒化硼素のみ(ただし、一部Al_2O_3を含む)が検出されたことから、複数の結合材粒子が互いに結合することにより連続した構造を結合材が有していることを示している。またこれは、立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面において不連続構造の結合材が存在しないことを同時に示している。なお、TEM観察およびEDS分析、さらにAES分析により該結合界面に結合材が存在することが確認されているため、該結合界面に存在する結合材は結合材粒子の連続した構造に繋がることによりその連続した構造の一部として存在していることを同時に示している。しかもこの事実は、酸処理後の抗折力が1gf／mm^2以上70kgf／mm^2以下となっていることからも裏付けられている。

[0088] また、実施例1～5の複合焼結体は、酸処理後において被処理体の外観形状を目視観察したところいずれも元の形状を完全に維持しており、かつ抗折力も1gf／mm^2以上70kgf／mm^2以下であることから、複数の立方晶窒化硼素粒子が互いに結合することにより連続した構造を立方晶窒化硼素が有していることを示している。

[0089] 一方、比較例1は酸処理後の外観観察において、形状の崩壊が確認されていることから立方晶窒化硼素粒子は連続した構造ではなく不連続構造となっていることを示している。このため、各実施例に比し熱伝導率が低く、切削試験における工具寿命も劣ったものとなっている。またこのため、立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面における結合材の組成と存在確率を測定することもできなかった(したがって、表1では「－」と表記した)。

[0090] また、比較例2は酸処理後の外観観察において、元の形状が維持されていたことから一応立方晶窒化硼素粒子は互いに結合した連続した構造となっているものと考えられる。しかし、酸処理後に微量の結合材成分(TiN、TiB_2、AlN、AlB_2、Al_2O_3)がXRD測定により検出され、また酸処理後の抗折力が70kgf／mm^2を超えることから、結合材が立方晶窒化硼素の連続した構造に取り囲まれた、孤立した不連続構造として存在していることを示している。このため、切削試験における工具寿命が劣ったものとなっている。

[0091] また、比較例3～5は、酸処理後において被処理体を目視観察したところ、いずれも

元の形状が維持されていないこと(比較例3はエッジ部が剥離しており、比較例4および5は崩壊していること)が確認され、立方晶窒化硼素粒子同士の結合が不十分で不連続な構造であることを示している。またこのため、立方晶窒化硼素粒子同士の結合界面における結合材の組成と存在確率を測定することはできなかった(したがって、表1では「－」と表記した)。なお、市販品を用いているためこれらの比較例については抗折力は測定できなかった。

[0092] そして、実施例1～5の切削工具は、切削試験の結果、比較例1～5の切削工具に比し2倍以上の工具寿命を有していた。これは、実施例の各複合焼結体が、複数の立方晶窒化硼素粒子が互いに結合することにより連続した構造を有する立方晶窒化硼素と、複数の結合材粒子が互いに結合することにより連続した構造を有する結合材とを含むことにより、耐熱性と靭性とが高度に両立されており、以って工具寿命が大幅に延長されたことを示している。

[0093] ＜実施例6＞

実施例1で用いた立方晶窒化硼素粉末に対して、マイクロ波反応装置を用いて1.333×10^4Pa(100torr)の減圧水素気流中において1000℃で30分間マイクロ波プラズマによる水素プラズマ処理を実施した。その後、このようにして得られた粉末を再度撹拌した後、上記と同じ条件による水素プラズマ処理を5回繰り返すことによって、表面処理を施した立方晶窒化硼素粉末を得た。

[0094] そして、このようにして得られた立方晶窒化硼素粉末を実施例1で用いた立方晶窒化硼素粉末に代えて使用することを除き、他は全て実施例1と同じ製造条件で本発明の複合焼結体を得た。この複合焼結体について、実施例1と同様にして測定乃至試験した各特性を以下の表2に示す。

[0095] ＜実施例7＞

実施例4で用いた立方晶窒化硼素粉末に対して、アンモニア雰囲気中で1200℃の熱処理を30分間実施することによって、表面処理を施した立方晶窒化硼素粉末を得た。

[0096] そして、このようにして得られた立方晶窒化硼素粉末を実施例4で用いた立方晶窒化硼素粉末に代えて使用することを除き、他は全て実施例4と同じ製造条件で本発

明の複合焼結体を得た。この複合焼結体について、実施例1と同様にして測定乃至試験した各特性を以下の表2に示す。

[0097] ＜実施例8＞

実施例1において、結合材用の原料粉末と平均粒径3.8μmの立方晶窒化硼素粉末とを、ボールミルを用いて立方晶窒化硼素粉末が65体積%となるような配合比で均一に混合した後、実施例1と同条件で脱ガスし、このように脱ガスした混合粉末に対してメラミン樹脂粉末（市販品）を3質量%添加することを除き、他は全て実施例1と同じ製造条件で本発明の複合焼結体を得た。この複合焼結体について、実施例1と同様にして測定乃至試験した各特性を以下の表2に示す。

[0098] [表2]

No.		cBN [体積%]	熱伝導率 [W/(m·K)]	cBN粒子同士の結合界面に存在する結合材		当初XRD測定	酸処理後のXRD測定	酸処理後の外観	酸処理後の抗折力	切削試験工具寿命
				元素	存在確率 [%]					
実施例	6	70	80	Ti, Al	15	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2	cBN	元の形状維持	12.7 [gf/mm^2]	7.8分
	7	75	88	—	0	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2	cBN	元の形状維持	15.2 [gf/mm^2]	8.5分
	8	65	76	Ti, Al	25	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	5.6 [gf/mm^2]	3.5分

上記表において、”ｃＢＮ”は「立方晶窒化硼素」を示す。

[0099] 表2の各結果より明らかなように、上記実施例6～8の複合焼結体は、いずれも立方晶窒化硼素は複数の立方晶窒化硼素粒子が互いに結合することにより連続した構造を有し、かつ結合材は複数の結合材粒子が互いに結合することにより連続した構造を有するものであった。

[0100] また、実施例6～8の複合焼結体を用いた切削工具は、それぞれ対応する立方晶窒化硼素含有率を示す実施例1、4、5の複合焼結体を用いた切削工具よりも工具寿命がさらに向上していた。また、実施例6～8の複合焼結体は、立方晶窒化硼素粒子が互いに結合する結合界面における結合材の存在確率が、実施例1、4、5の複合焼結体におけるその存在確率よりもさらに低くなっており、このため実施例6～8の複合焼結体は、実施例1、4、5の複合焼結体よりもいずれも熱伝導率に優れるものであった。このような結果は、次のような理由によるものと考えられる。

[0101] すなわち、実施例6では、水素プラズマ処理による表面処理を施した立方晶窒化硼素粉末の表面において酸素が有効に除去されるとともに、同時に表面が水素基で終端されるものと考えられる。そして、このように表面に存在する水素基は、高温高圧下において触媒作用を示し、立方晶窒化硼素粒子同士の結合力がさらに強化されたために上記のような結果が得られるものと推測される。

[0102] また、実施例7では、アンモニア処理による表面処理を施した立方晶窒化硼素粉末の表面において酸素が有効に除去されるとともに、同時に表面がアミノ基で終端されるものと考えられる。そして、このように表面に存在するアミノ基は、高温高圧下において触媒作用を示し、立方晶窒化硼素粒子同士の結合力がさらに強化されたために上記のような結果が得られるものと推測される。

[0103] また、実施例8では、メラミン粉末を3質量%添加したことにより、立方晶窒化硼素粒子の周辺に炭素遊離基(たとえば－CH_3基)、水素遊離基(たとえば－H基)および窒素遊離基(たとえば－NH_2基)として存在しているものと考えられる。そして、この炭素遊離基は立方晶窒化硼素粒子表面に存在するB_2O_3等の酸素不純物と反応してこれを除去する作用を示し、水素遊離基および窒素遊離基は立方晶窒化硼素の多結晶化を促進する触媒作用を示すと考えられ、立方晶窒化硼素粒子同士の結合力が強化されたために上記のような結果が得られるものと推測される。

[0104] ＜実施例9＞

まず、Ti_XN_Y（式中X＝0.5、Y＝0．25）粉末とAl粉末とを80：20の質量比で均一に混合した後、真空炉を用いてこの混合粉末に対して真空中、1200℃で30分間の熱処理を施した。その後、超硬合金製ポットと超硬合金製ボールとからなるボールミルを用いて、上記のように熱処理を施した混合粉末を粉砕することにより、結合材用の原料粉末を得た。

[0105] 続いて、上記で得られた結合材用の原料粉末と平均粒径2.8μmの立方晶窒化硼素粉末とを、上記のボールミルを用いて立方晶窒化硼素粉末が80体積％となるような配合比で均一に混合した。その後、この混合粉末を真空炉内に900℃で20分間保持することにより脱ガスした。

[0106] 次いで、上記のように脱ガスした混合粉末を、TiAl合金（Ti（50原子％）Al（50原子％））製の金属箔で挟んでモリブデン（Mo）製カプセルに充填後、超高圧装置を用いて圧力3．5GPa、温度1200℃まで加圧と同時に昇温し、この圧力温度条件下で1．5分間維持した（第1加圧昇温）。

[0107] 続いて、同装置により、圧力6．5GPa、温度1850℃まで再度加圧と同時に昇温し（第2加圧昇温）、この圧力温度条件下でさらに15分間維持することにより焼結を行ない、立方晶窒化硼素と結合材とを少なくとも含む本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例1と同様にして当初XRD測定、熱伝導率測定（酸処理前）、酸処理後のXRD測定、酸処理後の外観観察、および酸処理後の抗折力測定を行なった結果を以下の表3に示す。

[0108] ＜実施例10＞

実施例9において、立方晶窒化硼素粉末を77体積％となるような配合比で均一に混合することを除き、他は全て実施例9と同様にして本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例9と同様にして測定した各特性を以下の表3に示す。

[0109] ＜実施例11＞

実施例9において、立方晶窒化硼素粉末を72体積％となるような配合比で均一に混合することを除き、他は全て実施例9と同様にして本発明の複合焼結体を製造した

。この複合焼結体について、実施例9と同様にして測定した各特性を以下の表3に示す。

[0110] ＜実施例12＞

実施例9において、立方晶窒化硼素粉末を65体積%となるような配合比で均一に混合することを除き、他は全て実施例9と同様にして本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例9と同様にして測定した各特性を以下の表3に示す。

[0111] ＜実施例13＞

実施例9において、立方晶窒化硼素粉末を65体積%となるような配合比で均一に混合すること、および圧力6．5GPa、温度1850℃の条件下での維持時間を60分間とすることを除き、他は全て実施例9と同様にして本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例9と同様にして測定した各特性を以下の表3に示す。

[0112] ＜実施例14＞

実施例9において、立方晶窒化硼素粉末を65体積%となるような配合比で均一に混合すること、および圧力6．5GPa、温度1850℃の条件下での維持時間を40分間とすることを除き、他は全て実施例9と同様にして本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例9と同様にして測定した各特性を以下の表3に示す。

[0113] ＜実施例15＞

実施例9において、立方晶窒化硼素粉末を65体積%となるような配合比で均一に混合すること、および圧力6．5GPa、温度1850℃の条件下での維持時間を20分間とすることを除き、他は全て実施例9と同様にして本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例9と同様にして測定した各特性を以下の表3に示す。

[0114] ＜実施例16＞

実施例9において、立方晶窒化硼素粉末を65体積%となるような配合比で均一に混合すること、および第2加圧昇温を5．5GPa、1850℃、維持時間を10分間とする

ことを除き、他は全て実施例9と同様にして本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例9と同様にして測定した各特性を以下の表3に示す。

[0115] ＜実施例17＞

実施例9において、立方晶窒化硼素粉末を65体積%となるような配合比で均一に混合すること、および第2加圧昇温を5．5GPa、1700℃、維持時間を15分間とすることを除き、他は全て実施例9と同様にして本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例9と同様にして測定した各特性を以下の表3に示す。

[0116] ＜実施例18＞

実施例9において、立方晶窒化硼素粉末を65体積%となるような配合比で均一に混合すること、および第2加圧昇温を5．5GPa、1550℃、維持時間を15分間とすることを除き、他は全て実施例9と同様にして本発明の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例9と同様にして測定した各特性を以下の表3に示す。

[0117] ＜比較例6＞

実施例9において、立方晶窒化硼素粉末を65体積%となるような配合比で均一に混合すること、混合粉末をモリブデン（Mo）製カプセルに充填する際TiAl合金（Ti（50原子%）Al（50原子%））製の金属箔を用いなかったこと、および焼結条件を実施例9の条件に代えて従来法のように常温で圧力を5．5GPaまで高めた後に温度を1550℃まで昇温させてこの条件で30分間焼結するという条件を採用すること、の3点を除き他は全て実施例9と同様にして比較例の複合焼結体を製造した。この複合焼結体について、実施例9と同様にして測定した各特性を以下の表3に示す。

[0118] [表3]

No.		cBN [体積%]	熱伝導率 [W/(m·K)]	当初 XRD 測定	酸処理後の XRD 測定	酸処理後の外観	酸処理後の抗折力 [kgf/mm^2]
実施例	9	80	150	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3, AlON	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	70
	10	77	95	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3, AlON	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	10
	11	72	85	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3, AlON	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	1
	12	65	77	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3, AlON	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	0.01
	13	65	120	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3, AlON	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	0.01
	14	65	100	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3, AlON	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	0.01
	15	65	95	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3, AlON	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	0.01
	16	65	72	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3, AlON	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	0.008
	17	65	70	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3, AlON	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	0.006
	18	65	65	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3, AlON	cBN, Al_2O_3	元の形状維持	0.001
比較例	6	65	50	cBN, TiN, TiB_2, AlN, AlB_2, Al_2O_3	cBN, Al_2O_3	崩壊	測定不可

上記表において、"ｃＢＮ"は「立方晶窒化硼素」を示す。

[0119] 表3の各結果より明らかなように、上記実施例9～18の複合焼結体は、いずれも立方晶窒化硼素は複数の立方晶窒化硼素粒子が互いに結合することにより連続した

構造を有し、かつ結合材は複数の結合材粒子が互いに結合することにより連続した構造を有するものであった。

[0120] これに対して、比較例6は酸処理後の外観観察において、形状の崩壊が確認されていることから立方晶窒化硼素粒子は連続した構造ではなく不連続構造となっていることを示している。このため、各実施例に比し熱伝導率が低く、後述の切削試験における工具寿命も劣ったものとなっている。

[0121] さらに、実施例9～18および比較例6で得られた複合焼結体をTEM(透過電子顕微鏡)観察することにより結合材粒子に含まれるアルミニウム化合物の平均粒径を測定するとともに、EDS分析およびAES分析にてその元素分析を実施することにより結合材中に占める割合を測定した。その結果を以下の表4に示す。

[0122] 一方、実施例9～18および比較例6で得られた複合焼結体(酸処理前)を用いて切削工具を作製した。具体的には、上記で製造された各複合焼結体を超硬合金製の基材に各々ロウ付けし所定の形状(ISO型番:SNGA120408)に成型することにより切削工具を作製した。そして、この切削工具を用いて下記の条件にて軸受け鋼を粗切削する切削試験を実施し、欠損までの工具寿命を調べた。その結果を以下の表4に示す。

[0123] ＜切削試験の条件＞

被削材:軸受け鋼 SUJ2、HRC63

(直径100mm×長さ300mm、丸棒)

切削速度:V＝100m／min.

送り:f＝0．15mm／rev.

切込み:d＝0．4mm

湿式／乾式:乾式

[0124] [表4]

No.		アルミニウム化合物の平均粒径	$Al_xO_YN_Z$の結合材中に占める割合	$Al_SB_TO_UN_V$の結合材中に占める割合	$Al_xO_YN_Z$と$Al_SB_TO_UN_V$との結合材中に占める合計割合	切削試験 工具寿命
実施例	9	0.5μm	17体積%	8体積%	25体積%	12.5分
	10	0.6μm	16体積%	6体積%	22体積%	21.5分
	11	0.5μm	15体積%	5体積%	20体積%	21.5分
	12	0.5μm	15体積%	3体積%	18体積%	19分
	13	2.5μm	28体積%	7体積%	35体積%	10.5分
	14	1μm	22体積%	5体積%	27体積%	17.5分
	15	0.7μm	20体積%	4体積%	24体積%	20分
	16	80nm	7体積%	1.5体積%	8.5体積%	18分
	17	50nm	4体積%	1体積%	5体積%	17.5分
	18	40nm	2.5体積%	1体積%	3.5体積%	10分
比較例	6	21nm	2体積%	0体積%	2体積%	3分

[0125] EDS分析およびAES分析により、立方晶窒化硼素と結合材との界面に$Al_XO_YN_Z$と$Al_SB_TO_UN_V$が検出されたとともに、結合材粒子同士の界面において$Al_XO_YN_Z$が検出された。結合材成分であるこれらのアルミニウム化合物のうち$Al_SB_TO_UN_V$は、恐らくアモルファスとして存在しているためXRD測定では検出されなかったと推定される。

[0126] 切削試験の結果、実施例9～18は比較例6に比し工具寿命が長かった。この理由

は、各実施例の複合焼結体は立方晶窒化硼素と結合材の両者がいずれも連続した構造を有しているためであると考えられる。

[0127] なお、実施例13ではアルミニウム化合物の平均粒径が他の実施例に比し大きいことから複合焼結体の強度が他の実施例に比し低下したものと考えられる。さらに実施例13は、$Al_XO_YN_Z$と$Al_SB_TO_UN_V$の結合材に占める割合が30体積%を超えており、相対的に靭性に優れるアルミニウム化合物以外の結合材成分の含有量が低下しているものと考えられる。このため、実施例13はその工具寿命が他の実施例に比し低下したものと推測される。

[0128] また、実施例18ではアルミニウム化合物の平均粒径が他の実施例に比し小さいことから複合焼結体の熱伝導率が他の実施例に比し低下したものと考えられる。さらに実施例18は、$Al_XO_YN_Z$と$Al_SB_TO_UN_V$の結合材に占める割合が5体積%未満であり、アルミニウム化合物の大部分がAlNとAl_2O_3として存在しているものと考えられる。このため、実施例18はその工具寿命が他の実施例に比し低下したものと推測される。

[0129] 以上の結果を総合すると、平均粒径が50nm以上1μm以下であり、かつ結合材中に占める割合が5体積%以上30体積%以下である$Al_XO_YN_Z$と$Al_SB_TO_UN_V$の少なくとも1種を、結合材中のアルミニウム化合物として含む本発明の複合焼結体を切削工具に用いると、長い工具寿命が得られることが理解される。これは、$Al_XO_YN_Z$と$Al_SB_TO_UN_V$が上記の通り複合焼結体の耐熱性と靭性とを向上させているためであると考えられる。

[0130] 以上のように本発明の実施の形態および実施例について説明を行なったが、上述の各実施の形態および実施例の構成を適宜組み合わせることも当初から予定している。

[0131] 今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

請求の範囲

[1] 立方晶窒化硼素と結合材とを少なくとも含む複合焼結体(4)であって、

前記立方晶窒化硼素は、複数の立方晶窒化硼素粒子(1)が互いに結合することにより連続した構造を有し、かつ

前記結合材は、前記立方晶窒化硼素粒子(1)が互いに結合する結合界面を除く領域に存在する複数の結合材粒子(2)が互いに結合することにより連続した構造を有することを特徴とする複合焼結体(4)。

[2] 前記結合材は、Ti、Zr、Hf、VまたはCrのいずれか1または2以上の元素と、窒素、炭素、硼素または酸素のいずれか1または2以上の元素とからなる化合物または固溶体の少なくとも一種と、アルミニウム化合物とを少なくとも含むことを特徴とする請求項1記載の複合焼結体。

[3] 前記アルミニウム化合物は、アルミニウム、酸素および窒素からなる化合物および／またはアルミニウム、酸素、窒素および硼素からなる化合物から構成され、その平均粒径が50nm以上1μm以下であり、かつ前記結合材中に占める割合が5体積%以上30体積%以下であることを特徴とする請求項2記載の複合焼結体(4)。

[4] 前記複合焼結体(4)は、熱伝導率が70W／(m･K)以上150W／(m･K)以下であることを特徴とする請求項3記載の複合焼結体(4)。

[5] 前記結合材は、前記立方晶窒化硼素粒子(1)が互いに結合する結合界面において60%以下の存在確率で存在し、前記結合材粒子(2)の連続した構造に繋がることによりその連続した構造の一部として存在するか、または前記結合材粒子(2)の連続した構造とは孤立した不連続構造として存在することを特徴とする請求項1記載の複合焼結体(4)。

[6] 前記結合材は、前記立方晶窒化硼素粒子(1)が互いに結合する結合界面において、その組成がTiまたはAlを少なくとも含むことを特徴とする請求項5記載の複合焼結体(4)。

[7] 前記結合材は、前記立方晶窒化硼素粒子(1)が互いに結合する結合界面において存在しないことを特徴とする請求項1記載の複合焼結体(4)。

[8] 前記複合焼結体(4)は、酸処理後の抗折力が1gf／mm^2以上70kgf／mm^2以下

であることを特徴とする請求項1記載の複合焼結体(4)。

[9] 前記複合焼結体(4)は、酸処理後のX線回折測定において、立方晶窒化硼素とAl_2O_3以外の化合物が実質的に検出されないことを特徴とする請求項1記載の複合焼結体(4)。

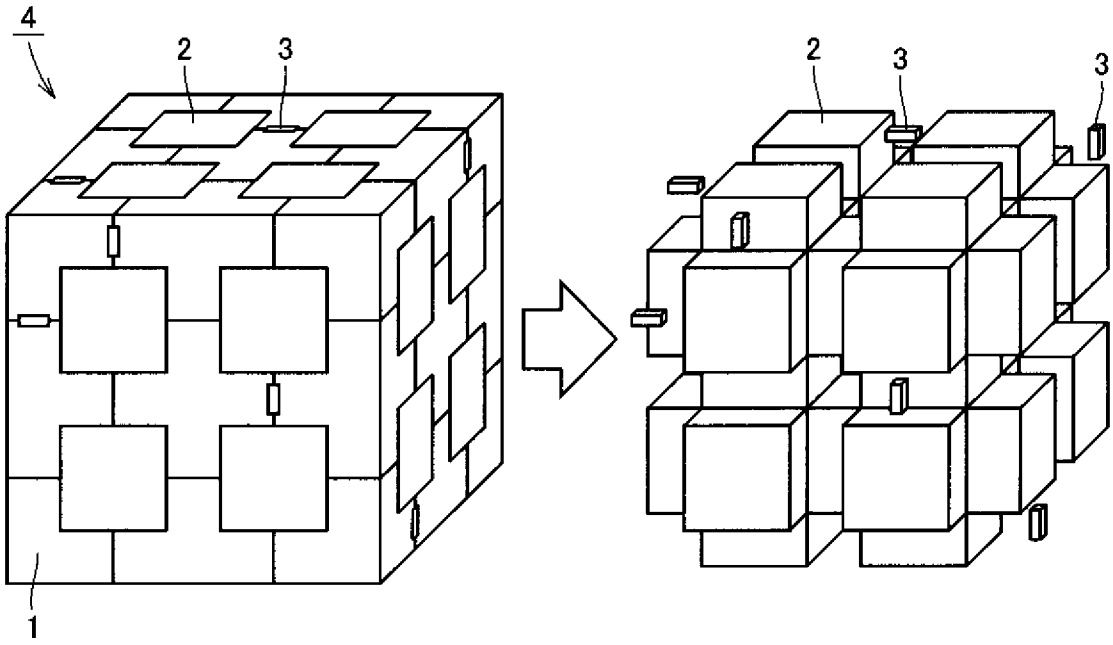
[10] 前記立方晶窒化硼素は、前記複合焼結体(4)中に60体積%以上85体積%以下含まれることを特徴とする請求項1記載の複合焼結体(4)。

[11] 前記立方晶窒化硼素粒子(1)は、平均粒径が2μm以上10μm以下であることを特徴とする請求項1記載の複合焼結体(4)。

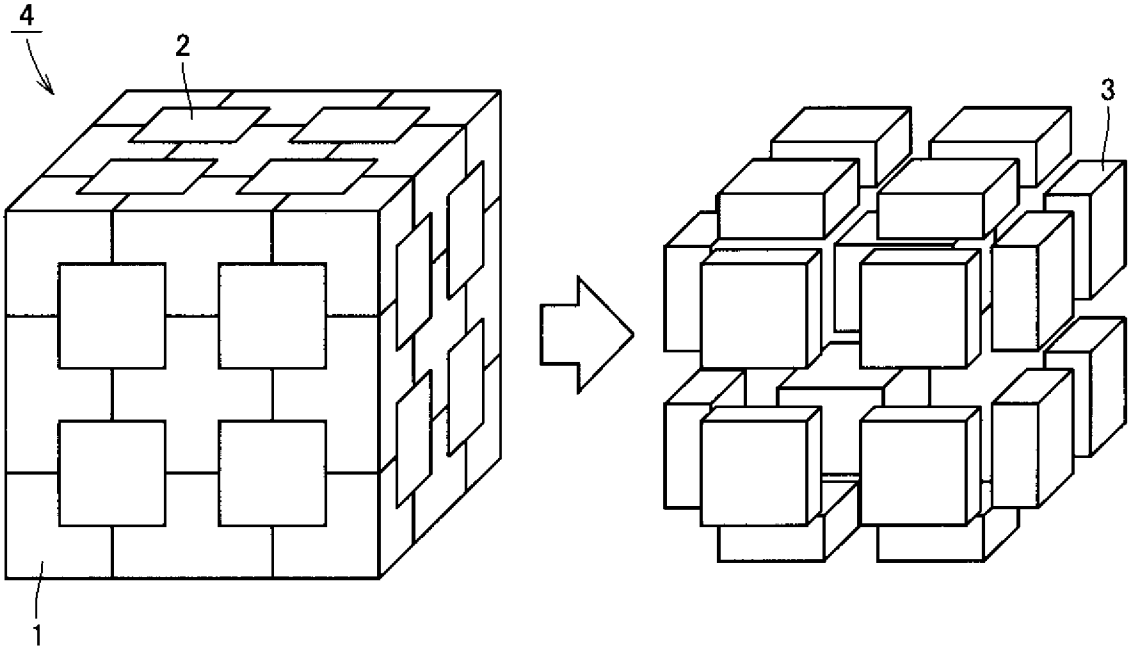
[12] 前記複合焼結体(4)は、熱伝導率が60W／(m・K)以上150W／(m・K)以下であることを特徴とする請求項1記載の複合焼結体(4)。

[13] 請求項1記載の複合焼結体(4)を少なくとも一部に含んでなる切削工具。

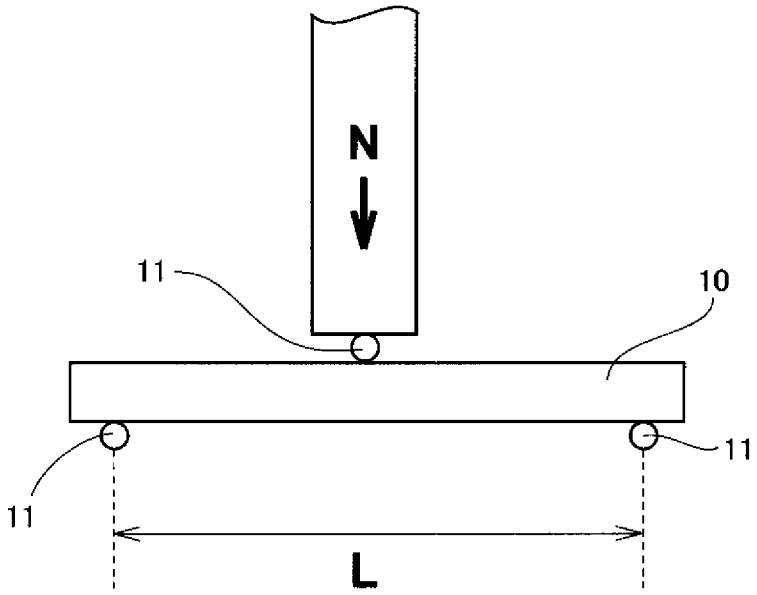
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2006/310200

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C04B35/5831(2006.01), ***B23B27/14***(2006.01)

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)
C04B35/583(2006.01)-***35/5835***(2006.01), ***B23B27/14***(2006.01)

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	1996-2006
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2006	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2006

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 8-126903 A (Mitsubishi Materials Corp.), 21 May, 1996 (21.05.96), Claim 1; Par. No. [0009]; Fig. 1 (Family: none)	1-3,5-7, 9-11,13 4,8,12
X	JP 2005-187260 A (Sumitomo Electric Hardmetal Corp.), 14 July, 2005 (14.07.05), Claim 1; Par. No. [0019] & US 2005/143252 A1 & EP 1547990 A2	1-13
Y	JP 2005-82815 A (Sumitomo Electric Hardmetal Corp.), 31 March, 2005 (31.03.05), Tables 1, 2 (Family: none)	4,12

☒ 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	Date of mailing of the international search report
08 June, 2006 (08.06.06)	20 June, 2006 (20.06.06)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2006/310200

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 10-182242 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 07 July, 1998 (07.07.98), Claim 3 & US 6001758 A & EP 839776 A2	8
A	JP 2004-160637 A (General Electric Co.), 10 June, 2004 (10.06.04), Claims & US 2004/2418 A1 & EP 1378497 A1	1-13

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２００６／３１０２００

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　*C04B35/5831(2006.01), B23B27/14(2006.01)*

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（ＩＰＣ））

Int.Cl.　*C04B35/583(2006.01)-35/5835(2006.01), B23B27/14(2006.01)*

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	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２００６年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２００６年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２００６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）

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	関連する請求の範囲の番号
X	JP 8-126903 A（三菱マテリアル株式会社）1996.05.21，請求項１，【０００９】，図１　（ファミリーなし）	1-3,5-7,9-11,13
Y		4,8,12
X	JP 2005-187260 A（住友電工ハードメタル株式会社）2005.07.14，請求項１，【００１９】　& US 2005/143252 A1 & EP 1547990 A2	1-13
Y	JP 2005-82815 A（住友電工ハードメタル株式会社）2005.03.31，表１，表２　（ファミリーなし）	4,12

☑　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 ０８．０６．２００６	国際調査報告の発送日 ２０．０６．２００６
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 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）　４Ｔ　８９２８ 三崎　仁 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４６５

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	関連する請求の範囲の番号
Y	JP 10-182242 A（住友電気工業株式会社）1998.07.07, 請求項３　& US 6001758 A & EP 839776 A2	8
A	JP 2004-160637 A（ゼネラル・エレクトリック・カンパニイ）2004.06.10, 特許請求の範囲　& US 2004/2418 A1 & EP 1378497 A1	1-13