

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6048522号  
(P6048522)

(45) 発行日 平成28年12月21日(2016.12.21)

(24) 登録日 平成28年12月2日(2016.12.2)

(51) Int.Cl.	F 1
CO 4 B 35/583	(2006.01)
B 22 F 3/14	(2006.01)
B 23 B 27/14	(2006.01)
B 23 B 27/20	(2006.01)
	CO 4 B 35/58
	C O 4 B 35/58
	C O 4 B 35/58
	B 22 F 3/14
	B 23 B 27/14
	1 0 3 E
	1 0 3 B
	1 0 3 J
	D
	B

請求項の数 10 (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2015-37074 (P2015-37074)
(22) 出願日	平成27年2月26日(2015.2.26)
(65) 公開番号	特開2016-160108 (P2016-160108A)
(43) 公開日	平成28年9月5日(2016.9.5)
審査請求日	平成28年9月9日(2016.9.9)

早期審査対象出願

(73) 特許権者	000002130 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
(74) 代理人	110001195 特許業務法人深見特許事務所
(72) 発明者	千原 健太朗 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友 電気工業株式会社 伊丹製作所内
(72) 発明者	久木野 晓 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友 電気工業株式会社 伊丹製作所内
	審査官 末松 佳記

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】焼結体および切削工具

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

硬質相粒子として立方晶型窒化ホウ素粒子を含み、熱伝導率が  $20 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  未満である、アメリカ材料試験協会規格の E 112 - 13 に規定する粒度番号が 5 以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工するための焼結体。

## 【請求項 2】

前記焼結体は、結合材と、前記硬質相粒子として前記立方晶型窒化ホウ素粒子以外に窒化ケイ素、サイアロンおよびアルミナからなる群から選ばれる少なくとも 1 種を含む異種硬質相粒子と、さらに含む請求項 1 に記載の焼結体。

## 【請求項 3】

前記異種硬質相粒子の体積  $V_H$  に対する前記立方晶型窒化ホウ素粒子の体積  $V_{BN}$  の比  $V_B$ <sub>N</sub> /  $V_H$  が、0.5 以上 1.5 以下である請求項 2 に記載の焼結体。

## 【請求項 4】

前記サイアロンは立方晶型サイアロンを含む請求項 2 または請求項 3 に記載の焼結体。

## 【請求項 5】

前記サイアロンは、さらに 型サイアロンおよび 型サイアロンの少なくとも 1 種を含み、前記 型サイアロン、前記 型サイアロンおよび前記立方晶型サイアロンのそれぞれの X 線回折のメインピークの強度の合計に対する、前記立方晶型サイアロンの X 線回折のメインピークの強度のピーク強度比率  $R_c$  が 20 % 以上である請求項 4 に記載の焼結体。

## 【請求項 6】

10

20

前記結合材は、チタン、ジルコニウム、アルミニウム、ニッケルおよびコバルトの少なくとも1種の元素、前記元素の窒化物、炭化物、酸化物、炭窒化物、ホウ化物、およびそれらの固溶体からなる群から選ばれる少なくとも1種を含む請求項2から請求項5のいずれか1項に記載の焼結体。

【請求項7】

前記焼結体中の前記硬質相粒子の含有率が、60体積%以上90体積%以下である請求項1から請求項6のいずれか1項に記載の焼結体。

【請求項8】

前記焼結体のビッカース硬度が20GPa以上である請求項1から請求項7のいずれか1項に記載の焼結体。

10

【請求項9】

前記ニッケル基耐熱合金がインコネル(登録商標)718である請求項1から請求項8のいずれか1項に記載の焼結体。

【請求項10】

請求項1から請求項9のいずれか1項に記載の焼結体を含む切削工具。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ニッケル基耐熱合金を切削加工するための焼結体およびかかる焼結体を含む切削工具に関し、特に、粒度が粗い結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工するための焼結体およびかかる焼結体を含む切削工具に関する。

20

【背景技術】

【0002】

ニッケル基耐熱合金は、ニッケルをベースとしてクロム、鉄、ニオブ、モリブデンなどを加えた合金であって、耐熱性、耐食性、耐酸化性、耐クリープ性などの高温特性に優れ、航空機のジェットエンジン、自動車のエンジン、産業用タービンなどの耐熱性用途に好適に用いられるが、切削が困難な材料である。

【0003】

このようなニッケル基耐熱合金を切削するための切削工具として、ダイヤモンドに次ぐ高い強度を有し耐摩耗性が高い立方晶型窒化ホウ素を含有する焼結体を含む切削工具が提案されている。

30

【0004】

上記のような切削工具に含まれるべき焼結体として、たとえば、国際公開第2000/0047537号(特許文献1)は、高圧相型窒化ホウ素が50体積%~78体積%と残部が結合相からなる高耐クレータ性高強度焼結体を開示する。また、特開2000-226262号公報(特許文献2)は、高圧型窒化ホウ素粒子を被覆層で覆った硬質粒子と、この硬質粒子を一体化する結合相とを焼結した高硬度高強度焼結体を開示する。また、特開2011-140415号公報(特許文献3)は、立方晶型窒化ホウ素と、第1化合物と、第2化合物とを含み、立方晶型窒化ホウ素の含有量が35体積%以上93体積%以下である焼結体を開示する。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】国際公開第2000/0047537号

【特許文献2】特開2000-226262号公報

【特許文献3】特開2011-140415号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

国際公開第2000/0047537号(特許文献1)、特開2000-226262

50

号公報（特許文献2）および特開2011-140415号公報（特許文献3）に開示される焼結体は、被切削材を切削する際の耐摩耗性は高いが、耐欠損性が高くなかったという問題点があった。切削工具の欠損は、高い寸法精度と表面性状を要求される航空機のジェットエンジン、自動車のエンジンなどの部品の切削加工において重要な問題となる。特に、アメリカ材料試験協会規格（以下、ASTMともいう）のE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削する際には、切削工具の切削刃部分に境界損傷と呼ばれる欠損が生じやすいという問題点があった。

#### 【0007】

そこで、上記の問題点を解決して、高い耐摩耗性に加えて高い耐欠損性を備える焼結体およびかかる焼結体を含む切削工具を提供することを目的とする。

10

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0008】

本発明のある態様にかかる焼結体は、硬質相粒子として立方晶型窒化ホウ素粒子を含み、熱伝導率が $20\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 未満である、アメリカ材料試験協会規格のE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工するための焼結体である。

#### 【0009】

本発明の別の態様にかかる切削工具は、上記態様の焼結体を含む切削工具である。

#### 【発明の効果】

#### 【0010】

上記によれば、高い耐摩耗性に加えて高い耐欠損性を備える焼結体およびかかる焼結体を含む切削工具を提供できる。

20

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0011】

<本発明の実施形態の説明>

本発明のある実施形態にかかる焼結体は、硬質相粒子として立方晶型窒化ホウ素粒子を含み、熱伝導率が $20\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 未満である、アメリカ材料試験協会規格（以下、ASTMともいう）のE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工するための焼結体である。本実施形態の焼結体は、熱伝導率が $20\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 未満であるため、ASTMのE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工する際の耐欠損性が高くなり、立方晶型窒化ホウ素粒子に由来する高い耐摩耗性に加えて高い耐欠損性を備える。

30

#### 【0012】

本実施形態にかかる焼結体は、結合材と、硬質相粒子として立方晶型窒化ホウ素粒子以外に窒化ケイ素、サイアロンおよびアルミナからなる群から選ばれる少なくとも1種を含む異種硬質相粒子と、をさらに含むことができる。かかる焼結体は、結合材と、硬質相粒子として、立方晶型窒化ホウ素粒子以外に、窒化ケイ素、サイアロンおよびアルミナからなる群から選ばれる少なくとも1種を含む異種硬質相粒子と、をさらに含むことにより、ASTMのE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工する際の耐欠損性が高くなり、高い耐摩耗性に加えて高い耐欠損性を備える。

40

#### 【0013】

本実施形態にかかる焼結体において、異種硬質相粒子の体積 $V_H$ に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積 $V_{BN}$ の比 $V_{BN}/V_H$ とすることができる。かかる焼結体は、異種硬質相粒子の体積 $V_H$ に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積 $V_{BN}$ 比 $V_{BN}/V_H$ 0.5以上1.5以下とすることにより、高い耐摩耗性とともに高い耐欠損性を備える。

#### 【0014】

本実施形態にかかる焼結体において、上記サイアロンは立方晶型サイアロンを含むことができる。かかる焼結体は、金属との反応性が低くかつ 型サイアロンおよび 型サイア

50

ロンに比べて硬度が高い立方晶型サイアロンを含むことにより、より高い耐摩耗性を備える。

【0015】

ここで、上記サイアロンは、さらに  $\gamma$  型サイアロンおよび  $\alpha$  型サイアロンの少なくとも 1 種を含むことができ、 $\gamma$  型サイアロン、 $\alpha$  型サイアロンおよび立方晶型サイアロンのそれぞれの X 線回折のメインピークの強度の合計に対する、立方晶型サイアロンの X 線回折のメインピークの強度のピーク強度比率  $R_c$  を 20 % 以上とすることができる。かかる焼結体は、立方晶型サイアロンと、 $\gamma$  型サイアロンおよび  $\alpha$  型サイアロンの少なくとも 1 種とを含み、X 線回折のメインピークの強度に関して、 $\gamma$  型サイアロン、 $\alpha$  型サイアロンおよび立方晶型サイアロンのそれぞれの合計に対する立方晶型サイアロンの比率を 20 % 以上とすることにより、高い耐摩耗性とともに高い耐欠損性とを備える。10

【0016】

本実施形態にかかる焼結体において、上記結合材は、チタン、ジルコニウム、アルミニウム、ニッケルおよびコバルトの少なくとも 1 種の元素、かかる元素の窒化物、炭化物、酸化物、炭窒化物、ホウ化物、およびそれらの固溶体からなる群から選ばれる少なくとも 1 種を含むことができる。かかる焼結体は、上記結合材により異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子との結合が強固となり、焼結体の破壊靭性が増大するため、より高い耐欠損性を備える。

【0017】

本実施形態にかかる焼結体において、焼結体中の硬質相粒子の含有率を、60 体積 % 以上 90 体積 % 以下とすることができる。かかる焼結体は、高い耐摩耗性と高い耐欠損性とをバランスよく備える。20

【0018】

本実施形態にかかる焼結体において、焼結体のビッカース硬度を 20 GPa 以上とすることができる。かかる焼結体は、そのビッカース硬度が 20 GPa 以上であるため、高い耐摩耗性を備える。

【0019】

本実施形態にかかる焼結体において、上記ニッケル基耐熱合金をインコネル（登録商標）718 とすることができる。かかる焼結体は、ニッケル基耐熱合金の代表例である ASTM の E 112 - 13 に規定する粒度番号が 5 以下の粗い粒度の結晶粒子のインコネル（登録商標）718 の切削加工においても、高い耐摩耗性に加えて高い耐欠損性を備える。30

【0020】

本発明の別の実施形態にかかる切削工具は、上記の実施形態にかかる焼結体を含む切削工具である。本実施形態の切削工具は、上記の実施形態にかかる焼結体を含むため、ASTM の E 112 - 13 に規定する粒度番号が 5 以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金の切削加工において、耐欠損性が高くなり、高い耐摩耗性に加えて高い耐欠損性を備える。

【0021】

<本発明の実施形態の詳細>

[実施形態 1：焼結体]

{焼結体}

本発明のある実施形態にかかる焼結体は、硬質相粒子として立方晶型窒化ホウ素粒子を含み、熱伝導率が  $20 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  未満である、アメリカ材料試験協会規格（ASTM）の E 112 - 13 に規定する粒度番号が 5 以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工するための焼結体である。なお、かかる粒度番号が小さくなるにつれて、その結晶粒子は粗大になる。本実施形態の焼結体による切削加工の対象となるニッケル基耐熱合金について、上記粒度番号が 5 以下とは、その結晶粒子径が約  $50 \mu\text{m}$  以上に相当する。本実施形態の焼結体は、熱伝導率が  $20 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  未満であるため、ASTM の E 112 - 13 に規定する粒度番号が 5 以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工する際の耐欠損性が高くなり、高い耐摩耗性に加えて40

50

高い耐欠損性を備える。

【0022】

本発明者らは、ASTMのE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工する際の耐欠損性が高い焼結体を開発するため、まず、高い耐摩耗性を有する立方晶型窒化ホウ素粒子を含む焼結体を含む切削工具について、ニッケル基耐熱合金を切削するときに切削刃が受ける切削抵抗と切削刃の損傷との関係を調べた。その結果、ニッケル基耐熱合金を切削する際に、同じく難削材料である焼入鋼などと比べてもはるかに切削抵抗が高い状態で切削が行われることで、硬度の高い切屑との接触により、工具の逃げ面側から観察するとV字形状を呈する深い境界損傷が生じていることを見出した。また、この境界損傷が切削刃の内部に進展することにより、刃先の強度が低下することを見出した。

10

【0023】

本発明者らは、上記のような境界損傷の発生原因は、切削刃を形成する立方晶型窒化ホウ素粒子の熱伝導率が高いため、切削時の刃先温度が低くなることにある、と考えた。

【0024】

ダイヤモンド粒子に次いで高い熱伝導率を有する立方晶型窒化ホウ素粒子を多く含む焼結体は、その中に含まれる立方晶型窒化ホウ素粒子同士が焼結体中でネッキングを起こして連なり3次元網目状構造が形成されていることから、かかる3次元網目状構造を経由して熱伝導が増大する。特に、焼結体中に、立方晶型窒化ホウ素粒子の結合材としてコバルト(Co)やアルミニウム(Al)などの金属結合材が含まれる場合、金属結合材自体の高い熱伝導性と相まって、焼結体の熱伝導率は $70\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ となる。

20

【0025】

本発明者らは、切削工具の切削刃を形成する立方晶型ホウ素粒子を含有する焼結体の熱伝導率と切削抵抗の関係を調べた結果、焼結体の熱伝導率が高くなるにつれて、インコネル(登録商標)などのNi基耐熱合金を切削したときの切削抵抗が増大することを見出した。Ni基耐熱合金を切削する場合においては、被削材(ワーク)と切削工具の刃先との接触部分の温度が700程度まで上昇することによって、接触部分の被削材が軟化して変形応力の低下が生じ、これに伴って切削抵抗が減少する。しかしながら、立方晶型ホウ素粒子を多く含みそれらの3次元網目状構造が形成された焼結体で形成されている冷却能の高い切削工具を用いて切削加工を行うと、切削時の刃先温度が低温に維持されるため、被削材が軟化せずに切削抵抗が増大すると考えられる。

30

【0026】

上記のように、本発明者らは、切削工具の切削刃を形成する立方晶型ホウ素粒子を含有する焼結体の熱伝導率と切削抵抗の関係を調べた結果、切削工具の切削刃を形成する焼結体の熱伝導率が高いほど、切削抵抗が高く、切削刃の損傷が大きくなることを見出した。

【0027】

さらに、本発明者らは、結晶粒子の粒度が異なる複数のニッケル基耐熱合金を被削材として網羅的に切削加工を行った結果、ニッケル基耐熱合金の結晶粒子の粒度が粗くなるにしたがって、切削加工の際の切削抵抗が高くなることが分かった。特に、アメリカ材料試験協会規格のE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されているニッケル基耐熱合金の切削においては、極めて短期で、摩耗が進む前に欠損により、寿命に達することを見出した。このようにニッケル基耐熱合金は切削時に軟化しにくい材料であり、上述のように、切削工具の切削刃を形成する焼結体の熱伝導率が高くなるにつれて切削抵抗が増大するため、刃先が欠損することが考えられる。

40

【0028】

一般的に切削工具の材料については、切削工具自体の塑性変形(熱変形)や熱亀裂を防止する目的で、高い熱伝導率が求められることが多い。しかしながら、本発明者らは、ASTMのE112-13の規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金の切削加工においては、上記のように、切削工具の材料の熱伝導率の増大に伴って切削刃の刃先の境界損傷が大きくなり、切削抵抗が増大することと相まって

50

、切削刃の刃先が欠損し易くなることを見出したことから、従来の発想とは逆に、立方晶型窒化ホウ素粒子を含む焼結体の熱伝導率を低下させることを検討した。

#### 【0029】

上記の検討の結果、原料として用いる立方晶型窒化ホウ素粒子粉末の粒子径をより細かく、かつ結合材としてTiN、TiC、TiAlN、または、Al<sub>2</sub>などの無機化合物を用いることにより、焼結体の熱伝導率を低下できることが分かった。ここで、立方晶型窒化ホウ素粒子粉末の平均粒子径は、1.5 μm以下が好ましい。

#### 【0030】

または、焼結体中に立方晶型窒化ホウ素粒子より熱伝導率が低い結晶粒子を添加することにより、焼結体中の立方晶型窒化ホウ素粒子同士のネッキング形成を抑制し、焼結体の熱伝導率を低下させることに成功した。これに伴い、ニッケル基耐熱合金の切削加工において切削時の工具の刃先温度を高温に保つことができ、被削材を軟化させることにより切削抵抗が低下し、切削刃の刃先の境界損傷も低減することと相まって、切削工具の切削刃の刃先の欠損を抑制することが可能になり、本発明を完成させたものである。

10

#### 【0031】

本実施形態にかかる焼結体は、立方晶型窒化ホウ素粒子を含みつつも熱伝導率が低いことにより、ASTMのE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工する際の耐欠損性が高くする観点から、焼結体熱伝導率が20W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>未満であり、15W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>未満が好ましい。また、ASTMのE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工する際の耐摩耗性および耐欠損性をバランスよく高くする観点から、5W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>以上20W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>未満が好ましく、10W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>以上20W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>未満がより好ましく、10W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>以上15W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>未満がさらに好ましい。

20

#### 【0032】

ここで、焼結体の熱伝導率は以下のようにして求める。焼結体から直径18mm、厚み1mmの熱伝導率測定用試料を切り出し、レーザフラッシュ法熱定数測定装置を用いて比熱と熱拡散率を測定する。熱拡散率に比熱と焼結体の密度を乗じて熱伝導率を算出する。

#### 【0033】

本実施形態にかかる焼結体は、結合材と、硬質相粒子として立方晶型窒化ホウ素粒子以外に窒化ケイ素、サイアロンおよびアルミナからなる群から選ばれる少なくとも1種を含む異種硬質相粒子と、をさらに含むことが好ましい。かかる焼結体は、窒化ケイ素、サイアロンおよびアルミナからなる群から選ばれる少なくとも1種の粒子である異種硬質相粒子と、立方晶型窒化ホウ素粒子と、結合材と、を含むことにより、ASTMのE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金を切削加工する際の耐欠損性が高くなり、高い耐摩耗性に加えて高い耐欠損性を備える。かかる焼結体は、立方晶型窒化ホウ素粒子に加えて、立方晶型窒化ホウ素粒子より熱伝導率が低い異種の結晶粒子である窒化ケイ素、サイアロンおよびアルミナからなる群から選ばれる少なくとも1種を含む異種硬質相粒子が焼結体中に添加されているため、焼結体中の立方晶型窒化ホウ素粒子同士のネッキング形成が抑制され、焼結体の熱伝導率が低下する。

30

#### 【0034】

本実施形態にかかる焼結体において、異種硬質相粒子の体積V<sub>H</sub>に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積V<sub>BN</sub>の比V<sub>BN</sub>/V<sub>H</sub>を、0.5以上1.5以下とすることが好ましい。かかる焼結体は、異種硬質相粒子の体積V<sub>H</sub>に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積V<sub>BN</sub>の比V<sub>BN</sub>/V<sub>H</sub>を、0.5以上1.5以下とすることにより、高い耐摩耗性とともに高い耐欠損性を備える。比V<sub>BN</sub>/V<sub>H</sub>が0.5未満であると、硬度の高い立方晶型窒化ホウ素粒子が少ないために焼結体の硬度が低下し、焼結体を用いた切削工具の耐摩耗性が低下する場合がある。一方、比V<sub>BN</sub>/V<sub>H</sub>が1.5を超えると、焼結体中に熱伝導率の高い立方晶型窒化ホウ素粒子が過剰に存在するため、熱伝導率を20W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>未満に抑える

40

50

ことができない場合がある。

【0035】

本実施形態にかかる焼結体において、異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子とは、焼結する前にそれぞれ粉末の状態で所定量を添加し、混合する。焼結の前後でX線回折を行うと、異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子のピーク強度比に大きな変化はなく、粉末の状態で添加した異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子の体積比率が、焼結体においてもほぼそのまま維持されていることが確認された。したがって、焼結体のX線回折を行ない、異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子のX線回折ピーク強度比から、異種硬質相粒子の体積 $V_H$ に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積 $V_{BN}$ の比 $V_{BN} / V_H$ を算出することができる。上記のX線回折以外にも、CP(クロスセクションポリッシャー)装置(日本電子社製)などを用いて鏡面研磨した焼結体断面をSEM(走査型電子顕微鏡)で観察し、EDX(エネルギー分散型X線分析)を用いて結晶粒子を構成する元素を調べ、異種硬質相粒子および立方晶型窒化ホウ素粒子を特定することによってそれらの面積比率を求め、体積比率とみなすというやり方によても、異種硬質相粒子の体積 $V_H$ に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積 $V_{BN}$ の比 $V_{BN} / V_H$ を算出することができる。

10

【0036】

本実施形態にかかる焼結体において、上記サイアロンは立方晶型サイアロンを含むことが好ましい。かかる焼結体は、金属との反応性が低くかつ<sub>1</sub>型サイアロンおよび<sub>2</sub>型サイアロンに比べて硬度が高い立方晶型サイアロンを含むことにより、より高い耐摩耗性を備える。

20

【0037】

ここで、上記サイアロンは、さらに<sub>1</sub>型サイアロンおよび<sub>2</sub>型サイアロンの少なくとも1種を含み、<sub>1</sub>型サイアロン、<sub>2</sub>型サイアロンおよび立方晶型サイアロンのそれぞれのX線回折のメインピークの強度の合計に対する、立方晶型サイアロンのX線回折のメインピークの強度のピーク強度比率 $R_c$ (以下、立方晶型サイアロンのピーク強度比率 $R_c$ ともいう。)が20%以上とすることが好ましい。かかる焼結体は、立方晶型サイアロンと、<sub>1</sub>型サイアロンおよび<sub>2</sub>型サイアロンの少なくとも1種とを含み、X線回折のメインピークの強度に関して、<sub>1</sub>型サイアロン、<sub>2</sub>型サイアロンおよび立方晶型サイアロンのそれぞれの合計に対する立方晶型サイアロンのピーク強度比率 $R_c$ を20%以上とすることにより、高い耐摩耗性とともに高い耐欠損性とを備える。

30

【0038】

上記の立方晶型サイアロンの強度比率 $R_c$ は、異種硬質相粒子に占める立方晶型サイアロンの割合に相当する指標である。かかる立方晶型サイアロンのピーク強度比率 $R_c$ は、焼結体を400番(篩の目の間隔が38μm)の篩を通過するダイヤモンド砥粒で成形されたダイヤモンド砥石(以下、400番のダイヤモンド砥石という。)を用いて平面研削し、Cu-Kの特性X線を用いて平面研削面を測定したX線回折パターンから、立方晶型サイアロンのメインピークである(311)面のピーク強度 $I_{c(311)}$ と、<sub>1</sub>型サイアロンのメインピークである(201)面のピーク強度 $I_{(201)}$ と、<sub>2</sub>型サイアロンのメインピークである(200)面のピーク強度 $I_{(200)}$ を求めることができる。これらのピーク強度の値を用いて、立方晶型サイアロンのピーク強度比率 $R_c$ は下記の(I)式により算出できる。立方晶型サイアロンのピーク強度比率 $R_c$ が20%未満では、焼結体の硬度が低下し、耐摩耗性が低下する場合がある。

40

【0039】

$$R_c = I_{c(311)} / (I_{c(311)} + I_{(201)} + I_{(200)}) \times 100 \quad \dots \quad (I)$$

【0040】

本実施形態にかかる焼結体において、上記結合材は、チタン(Ti)、ジルコニウム(Zr)、アルミニウム(Al)、ニッケル(Ni)およびコバルト(Co)の少なくとも1種の元素、元素の窒化物、炭化物、酸化物、炭窒化物、ホウ化物、およびそれらの固溶体からなる群から選ばれる少なくとも1種を含むことが好ましい。かかる焼結体は、上記結合材により異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子との結合が強固となり、焼結体の

50

破壊靭性が増大するため、高い耐欠損性を備える。

【0041】

ここで、上記結合材は、たとえば、Al、Ni、Coなどの金属元素、TiAlなどの金属間化合物、TiN、ZrN、TiCN、TiAlN、 $Ti_2AlN$ 、 $TiB_2$ 、AlB<sub>2</sub>などの化合物などが、好適に用いられる。かかる結合材を含有することにより、焼結体中の異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子との結合が強固になる。加えて、結合材自身の破壊靭性が大きい場合には焼結体の破壊靭性も増大するため、耐欠損性が増大する。

【0042】

本実施形態にかかる焼結体において、焼結体中の硬質相粒子の含有率（これは、硬質相粒子として立方晶型窒化ホウ素粒子を含む場合は立方晶型ホウ素粒子の含有率を意味し、硬質相粒子として異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子とを含む場合は異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子の合計含有率を意味する。したがって、硬質相粒子の含有率は、硬質相粒子が異種硬質相粒子を含まない場合に異種硬質相粒子の含有率が0体積%と考へると、異種硬質相粒子の有無を問わず、異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子の合計含有率と定義できる。）は、60体積%以上90体積%以下であることが好ましい。かかる焼結体は、高い耐摩耗性と高い耐欠損性とをバランスよく備える。硬質相粒子の含有率（異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子の合計含有率）が60体積%未満であると、焼結体の硬度が低下し、耐摩耗性が低下する場合がある。硬質相粒子の含有率（異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子の合計含有率）が90体積%を超えると、焼結体の破壊靭性が低下し、耐欠損性が低下する場合がある。

10

【0043】

本実施形態にかかる焼結体において、異種硬質相粒子、立方晶型窒化ホウ素粒子および結合材は、焼結する前にそれぞれ粉末の状態で所定量を添加し、混合する。焼結の前後でX線回折を行うと、異種硬質相粒子、立方晶型窒化ホウ素粒子および結合材のピーク強度比に大きな変化はなく、粉末の状態で添加した異種硬質相粒子、立方晶型窒化ホウ素粒子および結合材の体積比率が、焼結体においてもほぼそのまま維持されていることが確認された。上記のX線回折以外にも、CP装置などを用いて鏡面研磨した焼結体断面をSEM観察し、EDXを用いて結晶粒子を構成する元素を調べ、異種硬質相粒子、立方晶型窒化ホウ素粒子および結合材を特定することによってその面積比率を求め、体積比率とみなすというやり方によつても、焼結体に含まれる異種硬質相粒子、立方晶型窒化ホウ素粒子および結合材の体積比率を特定することができる。

20

【0044】

本実施形態にかかる焼結体において、焼結体のビッカース硬度は20GPa以上であることが好ましく、22GPa以上であることがより好ましい。かかる焼結体は、そのビッカース硬度が20GPa以上であるため、高い耐摩耗性を備える。ビッカース硬度が20GPa未満になると、耐摩耗性が低下する場合がある。

30

【0045】

本実施形態の焼結体のビッカース硬度は、ベークライト樹脂に埋め込んだ焼結体を9μmと3μmのダイヤモンド砥粒を用いてそれぞれ30分間研磨した後、焼結体の研磨面にビッカース硬度計を用いて、10kgfの荷重でダイヤモンド圧子を押し込むことにより測定できる。ダイヤモンド圧子を押し込むことによって生じた圧痕からビッカース硬度H<sub>VH0</sub>を求める。さらに、圧痕から伝播している亀裂長さを測定し、JIS R 1607:2010（ファインセラミックスの室温破壊じん（靭）性試験方法）に準拠したIF（Indentation Fracture；圧子圧入）法により破壊靭性値を求める。

40

【0046】

本実施形態にかかる焼結体において、上記ニッケル基耐熱合金はインコネル（登録商標）718であることが好ましい。かかる焼結体は、ニッケル基耐熱合金の代表例であるASTMのE112-13に規定する粒度番号が5以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるインコネル（登録商標）718の切削加工においても、高い耐摩耗性に加えて高い耐欠損性を備える。

50

## 【0047】

ここで、インコネル（登録商標）718は、主に、50～55質量%のニッケル（Ni）、17～21質量%のクロム（Cr）、4.75～5.50質量%のニオブ（Nb）、2.80～3.30質量%のモリブデン（Mo）および約12～24質量%の鉄（Fe）などを含む合金であり、時効硬化処理により生じるNb化合物によって高温強度に優れ、航空機ジェットエンジン、各種高温構造部材に使用されている。一方で、切削加工の観点では、工具材料との親和性が高いために工具の摩耗が促進され、被削材の高温強度が強いために欠損が生じやすい難削材料である。

## 【0048】

## {焼結体の製造方法}

10

本実施形態にかかる焼結体の製造方法は、特に制限はないが、高い耐摩耗性に加えて高い耐欠損性を備える焼結体を効率よく製造する観点から、異種硬質相粒子粉末を作製する工程と、異種硬質相粒子粉末と立方晶型窒化ホウ素粒子粉末と結合材粉末とを混合する工程と、焼結工程と、を備える。以下、工程順に説明する。

## 【0049】

## (異種硬質相粒子粉末を作製する工程)

異種硬質相粒子粉末として、平均粒径が5μm以下の窒化ケイ素粉末およびアルミナ粉末に加えて、以下の方法に示して合成されるα型サイアロン粉末とc型サイアロン粉末を用いることができる。

## 【0050】

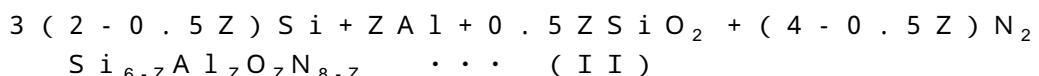
20

$Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z}$  (Zは0より大きく4.2以下)の化学式で示されるα型サイアロンは、シリカ( $SiO_2$ )、アルミナ( $Al_2O_3$ )と炭素(C)を出発原料として、一般的な大気圧の窒素雰囲気下での炭素還元窒化法を用いて合成することができる。

## 【0051】

また、下記の(I I)式で示される、大気圧以上の窒素雰囲気下での金属シリコンの窒化反応を応用した高温窒化合成法を用いることによっても、α型サイアロンの粉末を得ることができる。

## 【0052】



30

## 【0053】

Si粉末(平均粒径0.5～45μm、純度96%以上、より好ましくは純度99%以上)、 $SiO_2$ 粉末(平均粒径0.1～20μm)およびAl粉末(平均粒径1～75μm)を所望のZ値に応じて秤量した後、ボールミルやシェイカーミキサーなどで混合し、

α型サイアロン合成用の原料粉末を準備する。このとき上記の(I I)式以外にも、Al成分として窒化アルミニウム( $AlN$ )やアルミナ( $Al_2O_3$ )を適宜組み合わせて用いることも可能である。α型サイアロン粉末を合成する温度としては、2300～2700

が好ましい。また、α型サイアロン粉末を合成する容器に充填する窒素ガスの圧力は1.5MPa以上であることが好ましい。このようなガス圧に耐え得る合成装置としては、燃焼合成装置、あるいはHIP(熱間静水圧プレス)装置が適している。また、市販のα型サイアロン粉末やβ型サイアロン粉末を用いてもよい。

40

## 【0054】

次に、α型サイアロン粉末やβ型サイアロン粉末を1800～2000の温度かつ40～60GPaの圧力で処理することにより、その一部を立方晶型サイアロンに相変態させることができる。たとえば、相変態のための処理に衝撃圧縮プロセスを用いる場合には、衝撃圧力を40GPa程度とし、温度を1800～2000とすることによって、立方晶型サイアロンとα型サイアロンおよび/またはβ型サイアロンが混在した異種硬質相粒子粉末を得ることができる。このとき、衝撃圧力と温度を変化させることにより、異種硬質相粒子に占める立方晶型サイアロンの比率を制御することができる。

## 【0055】

50

(異種硬質相粒子粉末と立方晶型窒化ホウ素粒子粉末と結合材粉末とを混合する工程) 上記のようにして作製された異種硬質相粒子粉末および平均粒径 0.1 ~ 3  $\mu\text{m}$  の立方晶型窒化ホウ素粒子粉末に、チタン (Ti)、ジルコニウム (Zr)、アルミニウム (Al)、ニッケル (Ni) およびコバルト (Co) からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の元素、元素の窒化物、炭化物、酸化物、炭窒化物、ホウ化物、およびそれらの固溶体からなる群から選ばれる少なくとも 1 種の結合材粉末を添加して混合する。結合材粉末としては、たとえば平均粒径 0.01 ~ 1  $\mu\text{m}$  の Al、Ni、Co などの金属元素粉末、平均粒径 0.1 ~ 20  $\mu\text{m}$  の TiAl などの金属間化合物粉末、平均粒径 0.05 ~ 2  $\mu\text{m}$  の TiN、ZrN、TiCN、TiAlN、Ti<sub>2</sub>AlN、TiB<sub>2</sub>、AlB<sub>2</sub> などの化合物粉末が好適に用いられる。結合材粉末は、異種硬質相粒子粉末、立方晶型窒化ホウ素粒子粉末および結合材粉末の合計に対して 10 ~ 40 体積% 添加することが好ましい。結合材粉末の添加量が 10 体積% 未満であると、焼結体の破壊靭性が低下して耐欠損性が低下する場合があり、添加量が 40 体積% を超えると、焼結体の硬度が低下して耐摩耗性が低下する場合がある。

#### 【0056】

混合に際しては、メディアとして 3 ~ 10 mm 程度の窒化ケイ素製またはアルミナ製のボールを用いて、エタノールなどの溶媒中で 12 時間以内の短時間のボールミル混合を行うか、超音波ホモジナイザーや湿式ジェットミルなどのメディアレス混合装置を用いて混合することにより、異種硬質相粒子粉末、立方晶型窒化ホウ素粒子粉末および結合材粉末が均一分散された混合スラリーを得ることができる。

上記のようにして得られた混合スラリーを、自然乾燥、スプレードライヤーあるいはスラリードライヤーなどにより乾燥させて、混合粉末を得る。

#### 【0057】

##### (焼結工程)

油圧プレスなどを用いて混合粉末を成形した後、ベルト型超高压プレス装置などの高圧発生装置を用いて、3 ~ 7 GPa の圧力下、1200 ~ 1800 の温度で焼結する。焼結に先立って混合粉末の成形体を予備焼結し、ある程度緻密化させたものを焼結することも可能である。また、SPS (放電プラズマ焼結) 装置を用いて、30 ~ 200 MPa の圧力下、1200 ~ 1600 の温度に保持することによっても焼結することができる。

#### 【0058】

##### [実施形態 2 : 切削工具]

本発明の別の実施形態にかかる切削工具は、上記の実施形態 1 にかかる焼結体を含む切削工具である。本実施形態の切削工具は、実施形態 1 にかかる焼結体を含むため、ASTM の E 1112 - 13 に規定する粒度番号が 5 以下の粗い粒度の結晶粒子で形成されるニッケル基耐熱合金の切削加工において、耐欠損性が高くなり、高い耐摩耗性に加えて高い耐欠損性を備える。本実施形態の切削工具は、耐熱合金などの難加工性材料を、高速度で切削加工するのに好適に用いることができる。航空機や自動車のエンジン部品に使用されるニッケル基耐熱合金は、高い高温強度を有しているために切削抵抗が高く、切削工具が摩耗、欠損しやすい難加工性材料であるが、本実施形態の切削工具は、ニッケル基耐熱合金の切削加工においても、優れた耐摩耗性および耐欠損性を発揮する。とりわけ、航空機エンジン部品に用いられるインコネル (登録商標) 718 の切削加工において、切削速度を 100 m/min 以上とすることで優れた工具寿命を発揮する。

#### 【実施例】

#### 【0059】

##### (実施例 1)

異種硬質相粒子として、C 型窒化ケイ素粒子粉末 (電気化学工業社製 SN-F1、平均粒径 2  $\mu\text{m}$ )、C 型サイアロン粒子粉末 (Zibo Hengshi Technology Development Co., Ltd 製 Z-2、平均粒径 2  $\mu\text{m}$ )、および C 型アルミナ粒子粉末 (大明化学社製 TM-D、平均粒径 0.1  $\mu\text{m}$ ) に加えて、以下に示される方法によって合成される C 型サイアロン粒子粉末を用いた。

10

20

30

40

50

## 【0060】

c型サイアロン粒子粉末を作製するため、c型サイアロン粒子粉末500gと、ヒートシンクとして作用する銅粉末9500gと、を混合して得られた混合物を鋼管に封入した後、温度1900、衝撃圧力40GPaとなるように設定した量の爆薬を用いて衝撃圧縮することにより、立方晶型サイアロン粒子粉末を合成した。衝撃圧縮後鋼管内の混合粉末を取り出し、酸洗浄により銅粉を除去して合成粉末を得た。X線回折装置（パナリティカル社製X'Pert Powder、Cu-K線、2θ法、電圧×電流：45kV×40A、測定範囲：2θ=10~80°、スキャンステップ：0.03°、スキャン速度：1ステップ/秒）を用いて、合成粒子粉末を分析したところ、立方晶型サイアロン（JCPDSカード：01-074-3494）とc型サイアロン（JCPDSカード：01-077-0755）が同定された。合成粒子粉末のX線回折パターンから、立方晶型サイアロンのメインピークである（311）面のピーク強度 $I_{c(311)}$ と、c型サイアロンのメインピークである（200）面のピーク強度 $I_{(200)}$ を求め、上記の（I）式から算出した立方晶型サイアロンのピーク強度比率 $R_c$ は95%であった。

## 【0061】

試料No.1-1~1-13のそれぞれについて、異種硬質相粒子粉末と立方晶型窒化ホウ素粒子粉末（昭和電工社製SBN-F G1-3、平均粒径2μm）の合計量30gに、結合材としてTiN粉末（日本新金属社製TiN-01、平均粒径1μm）を表1に示す割合で添加した。試料No.1-3および1-4は、c型サイアロン粒子粉末とc型サイアロン粒子粉末をともに添加し、焼結体に含まれるサイアロン中のc型サイアロン粒子の比率を変化させた。ここで、試料No.1-1~1-15のそれぞれについて、結合材粉末の添加量（体積%）は、表1に示す焼結体中の異種硬質相粒子、立方晶型窒化ホウ素粒子および結合材の合計量に対する結合材の体積比率（体積%）と同じとした。また、試料No.1-1~1-13のそれぞれについて、異種硬質相粒子粉末および立方晶型窒化ホウ素粒子粉末の配合は、表1に示す焼結体中の異種硬質相粒子の体積 $V_H$ に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積 $V_{BN}$ の比 $V_{BN}/V_H$ と同じ体積比になるようにした。配合後の試料No.1-1~1-13の粉末をそれぞれ、60ミリリットルのエタノールおよび6mmの窒化ケイ素ボール200gと共に、容量150ミリリットルのポリスチレン製ポットに投入し、12時間のボールミル混合を行い、混合スラリーを調整した。ポットから取り出した混合スラリーを自然乾燥させた後、目開き45μmの篩を通して焼結用粉末を作製した。

## 【0062】

また、異種硬質相粒子粉末を添加せず、立方晶型窒化ホウ素粒子粉末と結合材のTiN粉末のみを混合した試料No.1-14を作製した。試料No.1-14においては、立方晶型窒化ホウ素粒子粉末として、微細な立方晶型窒化ホウ素粒子粉末（昭和電工社製SBN-F G-1、平均粒径1μm）を用いた。

## 【0063】

また、異種硬質相粒子粉末を添加せず、立方晶型窒化ホウ素粒子粉末と結合材のCo粉末（Umicore社製HMP）のみを混合した試料No.1-15を作製した。試料No.1-15においては、立方晶型窒化ホウ素粒子粉末として、No.1-1~1-13と同じものを用いた。

## 【0064】

上述のようにして作製した試料No.1-1~1-15の焼結用粉末を、直径20mmの高融点金属カプセルに真空封入した後、ベルト型超高压プレス装置を用いて圧力5GPaに加圧しながら、温度1500に通電加熱して焼結体を作製した。

## 【0065】

焼結体の表面を400番のダイヤモンド砥石を用いて平研研削した後、上記X線回折装置を用いて上記研削面のX線回折を行った。得られた回折パターンから、立方晶型サイアロンの（311）面のピーク強度 $I_{c(311)}$ とc型サイアロンの（200）面のピーク強度 $I_{(200)}$ を求め、立方晶型サイアロンのピーク強度比率 $R_c$ （ $R_c = I_{c(311)} / (I_{(200)}$ ）

$C_{(311)} + I_{(200)} \times 100$  を算出した。その結果、立方晶型サイアロンを加えた試料 N o . 1 - 3 ~ 1 - 7 のいずれの焼結体においても、立方晶型サイアロンのピーク強度比率  $R_c$  の値は焼結の前後でほとんど変化がなかった。

#### 【 0 0 6 6 】

焼結体の断面を C P 装置を用いて鏡面研磨した後、 F E - S E M ( 電界放射型走査型電子顕微鏡 ) を用いて焼結体の組織を観察し、 F E - S E M に付属の E D X ( エネルギー分散型 X 線分光法 ) を用いて焼結体の組織の結晶粒子を構成する元素を調べ、上記の S E M 画像における異種硬質相粒子、立方晶型窒化ホウ素粒子および結合材を特定した。この S E M 画像を三谷商事社製 W i n R O O F を用いて画像処理することにより、異種硬質相粒子、立方晶型窒化ホウ素粒子および結合材の面積比率を求め、この面積比率を体積比率とみなすというやり方によって、焼結体に含まれる異種硬質相粒子、立方晶型窒化ホウ素粒子および結合材の体積比率を特定した。その結果、試料 N o . 1 - 1 ~ 1 - 1 3 のいずれの焼結体においても、焼結体中の異種硬質相粒子の体積  $V_H$  に対する立方晶型窒化ホウ素粒子粉末の体積  $V_{BN}$  の比  $V_{BN} / V_H$  は、粉末配合時の異種硬質相粒子粉末の体積に対する立方晶型窒化ホウ素粒子粉末の体積の比にほぼ一致していた。また、試料 N o . 1 - 1 ~ 1 - 1 5 のいずれの焼結体においても、焼結体中の硬質相粒子の含有率 ( 異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子の合計含有率 ) ( 体積 % ) は、硬質相粒子粉末の配合比率 ( 異種硬質相粒子粉末と立方晶型窒化ホウ素粒子粉末の合計配合比率 ) ( 体積 % ) にほぼ一致していた。

#### 【 0 0 6 7 】

焼結体から直径 1 8 m m 、厚み 1 m m の熱伝導率測定用試料を切り出し、レーザフラッシュ法熱定数測定装置 ( N E T Z C H 社製 L F A 4 4 7 ) を用いて比熱と熱拡散率を測定した。熱拡散率に比熱と焼結体の密度を乗じて熱伝導率を算出した。その結果を表 1 に示す。

#### 【 0 0 6 8 】

焼結体から硬度測定用の試料を切り出し、ベークライト樹脂に埋め込んだ後、試料を 9  $\mu m$  と 3  $\mu m$  のダイヤモンド砥粒を用いてそれぞれ 3 0 分間研磨した。試料の研磨面にピッカース硬度計 ( A K A S H I 社製 H V - 1 1 2 ) を用いて、 1 0 k g f の荷重でダイヤモンド圧子を押し込み、ダイヤモンド圧子を押し込むことによって生じた圧痕からピッカース硬度  $H_{V10}$  を求めた。さらに、圧痕から伝播している亀裂長さを測定し、 J I S R 1 6 0 7 : 2 0 1 0 ( ファインセラミックスの室温破壊じん ( 鞣 ) 性試験方法 ) に準拠した I F 法により破壊靱性値を求めた。その結果を表 1 に示す。

#### 【 0 0 6 9 】

次に、焼結体を D N G A 1 5 0 4 1 2 型 ( I S O 型番 ) のロウ付けチップ形状に加工し、アメリカ材料試験協会規格 ( A S T M ) の E 1 1 2 - 1 3 に規定する粒度番号 5 の粗い粒度の結晶粒子のインコネル ( 登録商標 ) 7 1 8 ( 大同スペシャルメタル社製 ) の旋削加工における工具寿命を評価した。下記の条件で外径円筒旋削試験を行い、工具刃先の逃げ面摩耗量または欠損量のいずれかが、先に 0 . 2 m m に達する切削距離を求め、かかる切削距離を工具寿命 ( k m ) とした。その結果を表 1 に示す。工具寿命に到った原因が摩耗によるものか、あるいは欠損によるものかという寿命要因についても表 1 に記載する。

#### 【 0 0 7 0 】

##### < 切削条件 >

本実施例における切削条件は以下のとおりである。

- ・被削材：インコネル ( 登録商標 ) 7 1 8 ( 溶液化・時効硬化処理材、ロックウェル硬度 H R C ( 先端半径 0 . 2 m m かつ先端角 1 2 0 ° のダイヤモンド円錐を使い 1 5 0 k g f の負荷をかけたもの ) が 4 1 相当品、 A S T M の E 1 1 2 - 1 3 に規定する粒度番号 5 の粒度 )
- ・工具形状： D N G A 1 5 0 4 1 2 型 ( I S O 型番 )
- ・刃先形状：チャンファー角度 - 2 0 ° × 幅 0 . 1 m m
- ・切削速度： 2 0 0 m / m i n

10

20

30

40

50

- ・切り込み：0.3mm
  - ・送り速度：0.2mm/rev
  - ・湿式条件（水溶性油剤）
- 【0071】

【表1】

試料 No.	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	1-8	1-9	1-10	1-11	1-12	1-13	1-14	1-15
異種硬質相粒子種 ケイ素化室	$\beta$ - ケイ素化室														
硬質相粒子の含有率 (vol%)	70	70	70	70	70	70	70	95	90	70	60	55	60	60	70
結合材の含有率 (vol%)	30	30	30	30	30	30	30	5	10	30	40	45	40	40	30
比 $V_{BN}/V_H$	1	1	1	1	0.4	0.5	1.6	1	1	1.5	1.5	0.4	—	—	—
$c$ -サイロンの比- $\kappa$ 強度 比率 (%)	—	0	15	20	90	90	—	—	—	—	—	—	—	—	—
熱伝導率 ( $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ )	18	15	16	15	5	7	22	18	18	15	19	12	4	19	35
焼結体の物性 焼結比- $\kappa$ 硬度 (GPa)	21.0	21.2	22.4	23.0	20.2	21.5	32.0	28.5	26.5	20.5	30.5	19.6	20.1	25.2	28.0
切削性能 寿命要因	5.0	5.4	5.8	6.0	4.8	5.3	6.4	4.8	5.0	5.4	5.8	5.6	5.2	3.8	4.5
備考	切削距離 (km)	0.4	0.4	1.0	0.3	0.6	0.2	0.3	0.5	0.6	0.6	0.3	0.4	0.3	0.1
	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	摩耗	欠損	欠損	摩耗	欠損	摩耗	摩耗	実施例	実施例	比較

【0072】

表1を参照して、熱伝導率が  $2.2 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$  である試料No. 1-7の焼結体は切削距離が  $0.2 km$  で工具寿命に到り、また、熱伝導率が  $3.5 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$  である試料

No. 1-15 の焼結体は切削距離が 0.1 km で工具寿命に到った。熱伝導率が  $20 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  未満である試料 No. 1-1~1-6 および 1-8~1-14 の焼結体は、切削距離が 0.3~1.0 km で工具寿命に到り、試料 No. 1-7 または 1-15 の焼結体に比べて工具寿命が 1.5~10 倍に大きく延びた。

#### 【0073】

試料 No. 1-1 においては、焼結体を構成する異種硬質相粒子が 型窒化ケイ素粒子であり、ビッカース硬度が 21.0 GPa に止まった。その結果、切削距離 0.4 km で摩耗により工具寿命に到った。

#### 【0074】

試料 No. 1-2 においては、焼結体を構成する異種硬質相粒子が 型サイアロン粒子であり、ビッカース硬度が 21.2 GPa に止まった。その結果、切削距離 0.4 km で摩耗により工具寿命に到った。 10

#### 【0075】

試料 No. 1-3 においては、焼結体を構成する異種硬質相粒子に立方晶型サイアロン粒子が含まれるが、立方晶型サイアロンのピーク強度比率  $R_c$  が 15% と充分ではなく、ビッカース硬度が 22.4 GPa に止まった。その結果、切削距離 0.4 km で摩耗により工具寿命に到った。

#### 【0076】

試料 No. 1-5 においては、焼結体を構成する異種硬質相粒子の体積  $V_H$  に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積  $V_{BN}$  の比  $V_{BN} / V_H$  が 0.4 と小さいため破壊靭性が低く、切削距離 0.3 km で欠損により工具寿命に到った。 20

#### 【0077】

試料 No. 1-7 においては、熱伝導率が  $22 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  と大きく、焼結体を構成する異種硬質相粒子の体積  $V_H$  に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積  $V_{BN}$  の比  $V_{BN} / V_H$  が 1.6 と大きいため、熱伝導率が  $22 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$  となった。その結果、切削時の工具の刃先温度の低下に伴い切削抵抗が増大し、刃先の境界損傷の増大と相まって、工具の刃先が欠損することにより切削距離 0.2 km で工具寿命に到った。

#### 【0078】

試料 No. 1-8 においては、焼結体中の硬質相粒子の含有率（異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子の合計含有率）が 95 体積% と大きいため、破壊靭性が 4.8 MPa  $\cdot \text{m}^{1/2}$  となった。その結果、工具の刃先が欠損することにより切削距離 0.3 km で工具寿命に到った。 30

#### 【0079】

試料 No. 1-12 においては、焼結体中の硬質相粒子の含有率（異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子の合計含有率）が 55 体積% と小さいため、ビッカース硬度が 19.6 GPa に止まった。その結果、切削距離 0.3 km で摩耗により工具寿命に到った。

#### 【0080】

試料 No. 1-13 においては、焼結体を構成する異種硬質相粒子の体積  $V_H$  に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積  $V_{BN}$  の比  $V_{BN} / V_H$  が 0.4 と小さいため熱伝導率が極めて低く、切削距離 0.3 km で摩耗により工具寿命に到った。 40

#### 【0081】

試料 No. 1-14 においては、微粒な立方晶窒化ホウ素粒子と、結合材として TiN 粉末と、用いたため、熱伝導率が  $20 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  未満となり、試料 No. 1-15 よりも長い工具寿命を示した。しかし、焼結体に異種硬質相粒子を含まないため破壊靭性が低く、切削距離 0.3 km で欠損により工具寿命に到った。

#### 【0082】

これに対して、焼結体を構成する異種硬質相粒子の立方晶型サイアロンのピーク強度比率  $R_c$ 、焼結体を構成する異種硬質相粒子の体積  $V_H$  に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の比  $V_{BN} / V_H$ 、および / または焼結体中の硬質相粒子の含有率（異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子の合計含有率）を適切な範囲に制御した試料 No. 1-4、1-6、お 50

より 1 - 9 ~ 1 - 11 では、ビックアース硬度と破壊靱性をうまくバランスさせることができ、結果として、摩耗もしくは欠損により工具寿命に到る切削距離を 0.5 km 以上に延ばすことができた。

#### 【0083】

一方、異種硬質相粒子を含まない試料 No. 1 - 15 は、熱伝導率が  $35 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  となった。その結果、切削時の工具の刃先温度の低下に伴い切削抵抗が増大し、刃先の境界損傷の増大と相まって、工具の刃先が欠損することにより切削距離 0.1 km で工具寿命に到った。

#### 【0084】

(実施例 2)

10

実施例 1 と同様にして衝撃圧縮で合成した立方晶型サイアロンのピーク強度比率  $R_c$  が 95 % の c 型サイアロン粒子粉末を、試料 No. 2 - 1 ~ 2 - 10 の焼結体の作製に用いる異種硬質相粒子粉末とした。立方晶型窒化ホウ素粒子粉末には、実施例 1 の試料 No. 1 - 1 ~ 1 - 13 で用いたものと同じ立方晶型窒化ホウ素粒子粉末（昭和電工社製 SBN - F G1 - 3）を用いた。

#### 【0085】

試料 No. 2 - 1 ~ 2 - 10 のそれぞれについて、異種硬質相粒子粉末と立方晶型窒化ホウ素粒子粉末の合計量 30 g に、異種硬質相粒子粉末、立方晶型窒化ホウ素粒子粉末および結合材粉末の合計量に対する結合材粉末の含有率が 20 体積 % となるように、表 2 に示す結合材粉末を配合した。このとき、試料 No. 2 - 1 ~ 2 - 10 のそれぞれについて、異種硬質相粒子粉末および立方晶型窒化ホウ素粒子粉末の配合は、焼結体中の異種硬質相粒子の体積  $V_H$  に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積  $V_{BN}$  の比  $V_{BN} / V_H$  である 1 と同じ体積比になるようにした。また、結合材粉末として TiCN 粉末（日本新金属社製 TiN - TiC 50 / 50、平均粒径 1  $\mu\text{m}$ ）、TiN 粉末（日本新金属社製 TiN - 01、平均粒径 1  $\mu\text{m}$ ）、TiAl 粉末（共立マテリアル社製 TiAl）、Al 粉末（ミナルコ社製 300F）、Co 粉末（Umicore 社製 HMP）、ZrN 粉末（日本新金属社製 ZrN - 1）、および  $\text{Ti}_2\text{AlN}$  粉末（平均粒径 1  $\mu\text{m}$ ）を使用した。試料 2 - 8 ~ 2 - 10 においては、セラミックス成分の TiN、TiCN、 $\text{Ti}_2\text{AlN}$  を質量比で 2 に対し、金属成分である Co もしくは Al を 1 とした配合比で併用した。

#### 【0086】

20

上記の配合後の試料 No. 2 - 1 ~ 2 - 10 の粉末をそれぞれ、60 ミリリットルのエタノールおよび 6 mm の窒化ケイ素ボール 200 g とともに、容量 150 ミリリットルのポリスチレン製ポットに投入し、12 時間のボールミル混合を行い、スラリーを調整した。ポットから取り出したスラリーを自然乾燥させた後、目開き 45  $\mu\text{m}$  の篩を通して焼結用粉末を作製した。

#### 【0087】

上述のようにして作製した試料 No. 2 - 1 ~ 2 - 10 の焼結用粉末を、直径 20 mm の高融点金属カプセルに真空封入した後、ベルト型超高压プレス装置を用いて圧力 5 GPa に加圧しながら、温度 1500 に通電加熱して焼結体を作製した。

#### 【0088】

30

焼結体の表面を 400 番のダイヤモンド砥石を用いて平研研削した後、X 線回折装置を用いて研削面の X 線回折を行った。得られた回折パターンから、立方晶型サイアロンの (311) 面のピーク強度  $I_{c(311)}$  と c 型サイアロンの (200) 面のピーク強度  $I_{c(200)}$  を求め、立方晶型サイアロンのピーク強度比率  $R_c$  ( $I_{c(311)} / (I_{c(311)} + I_{c(200)}) \times 100$ ) を算出した。その結果を、表 2 に示す。

#### 【0089】

CP 装置を用いて焼結体の断面を鏡面研磨した後、実施例 1 と同様のやり方によって、焼結体に含まれる異種硬質相粒子、立方晶型窒化ホウ素粒子および結合材の体積比率を特定した。その結果、試料 No. 2 - 1 ~ 2 - 10 のいずれの焼結体においても、焼結体中の異種硬質相粒子の体積  $V_H$  に対する立方晶型窒化ホウ素粒子の体積  $V_{BN}$  の比  $V_{BN} / V_H$  は

40

50

ほぼ 1 であった。また、焼結体中の硬質相粒子の含有率（異種硬質相粒子と立方晶型窒化ホウ素粒子の合計含有率）は、ほぼ 80 体積 % であった。

#### 【 0 0 9 0 】

焼結体から直径 18 mm、厚み 1 mm の熱伝導率測定用試料を切り出し、実施例 1 と同様にして、試料 No. 2-1 ~ 2-10 のそれぞれの焼結体の熱伝導率を算出した。その結果を表 2 に示す。

#### 【 0 0 9 1 】

焼結体から硬度測定用の試料を切り出し、実施例 1 と同様にして、試料 No. 2-1 ~ 2-10 のそれぞれの焼結体のビッカース硬度  $H_{V10}$  と破壊靱性値を求めた。その結果を表 2 に示す。

10

#### 【 0 0 9 2 】

次に、焼結体を DNGA 150412 型 (ISO 型番) のロウ付けチップ形状に加工し、ASTM の E 112-13 に規定する粒度番号 2 の粗い粒度の結晶粒子のインコネル（登録商標）713C の旋削加工における工具寿命を評価した。下記の条件で外径円筒旋削試験を行い、工具刃先の逃げ面摩耗量または欠損量のいずれかが、先に 0.2 mm に達する切削距離を求め、かかる切削距離を工具寿命 (km) とした。その結果を表 2 に示す。工具寿命に到った原因が摩耗によるものか、あるいは欠損によるものかという寿命要因についても表 2 に記載する。

#### 【 0 0 9 3 】

< 切削条件 >

20

本実施例における切削条件は以下のとおりである。

- ・被削材：インコネル（登録商標）713C（溶態化・時効硬化処理材、ロックウェル硬度 HRC が 40 相当品、ASTM の E 112-13 に規定する粒度番号 2 の粒度）
- ・工具形状：DNGA 150412 型 (ISO 型番)
- ・刃先形状：チャンファー角度 - 20° × 幅 0.1 mm
- ・切削速度：150 m/min
- ・切り込み：0.2 mm
- ・送り速度：0.1 mm/rev
- ・湿式条件（水溶性油剤）

#### 【 0 0 9 4 】

30

【表2】

試料 No.	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7	2-8	2-9	2-10
結合材種	TiN	TiCN	TiAl	Al	Co	ZrN	Ti <sub>2</sub> AlN	TiN+Co	TiCN+Al	TiN+Al
C-4170ンのピーク強度 比率(%)	90	85	72	56	60	82	79	70	75	69
熱伝導率(W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	10	11	13	19	19	10	12	14	12	13
焼結 体の 物理性 比ッカース硬度 (GPa)	25.0	25.4	24.5	21.8	21.4	25.3	24.2	24.2	24.7	25.6
切削 性能 破壊靱性 (MPa·m <sup>1/2</sup> )	5.5	5.6	6.0	7.8	8.0	6.0	6.2	6.8	7.0	6.8
切削 性能 寿命要因	切削距離(km)	0.7	0.8	0.8	0.5	0.5	0.7	0.8	1.0	1.2
備考	実施 例	欠損 実施 例	摩耗 実施 例	欠損 実施 例	摩耗 実施 例	摩耗 実施 例	摩耗 実施 例	摩耗 実施 例	摩耗 実施 例	摩耗 実施 例

## 【0095】

表2を参照して、熱伝導率が20W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>未満、特に10W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>以上20W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>未満である試料No.2-1~2-10の焼結体は、切削距離が0.5~1.2kmの長い工具寿命を有していた。

## 【0096】

結合材に金属成分を用いた試料No.2-4および2-5では、焼結体の破壊靱性が高いものの、熱伝導率が比較的高いため、欠損により工具寿命が切削距離0.5kmであった。

## 【0097】

これに対して、結合材がセラミックスもしくは金属間結合材である試料No.2-1~2-3、2-6および2-7では、熱伝導率とビッカース硬度をうまくバランスさせることができ、結果として、摩耗もしくは欠損により工具寿命に到る切削距離を0.7km以上に延ばすことができた。

**【 0 0 9 8 】**

また、これに対して、結合材にセラミックスと金属成分を併用した試料No. 2-8 ~ 2-10では、ビッカース硬度と破壊靭性に優れるため、工具寿命に到る切削距離が1.0 km以上となった。

**【 0 0 9 9 】**

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特許請求の範囲によって示され、特許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。

**【 産業上の利用可能性 】**

10

**【 0 1 0 0 】**

上述のように、立方晶型窒化ホウ素粒子を含有する焼結体は、硬度と靭性に優れる立方晶型窒化ホウ素粒子と、熱伝導率の低いセラミックス粒子を共存させることにより、切削抵抗が高く、軟化しにくいニッケル基耐熱合金などの難削材料の切削加工において耐摩耗性に優れるという特長に加え、切削工具の刃先の耐欠損性を向上させる工具材料を提供するものである。実施例においてはインコネル（登録商標）の切削における効果を開示したが、本焼結体は、インコネル（登録商標）などの耐熱合金以外に、チタン（Ti）などの難削材料の切削加工においても、優れた耐摩耗性と耐欠損性を発揮し、特に高速切削加工への適用が可能である。

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
B23B 27/20

(56)参考文献 特開2011-189421(JP,A)  
特開2014-217933(JP,A)  
国際公開第2011/111261(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C04B 35/583-35/5835  
C04B 37/02  
B23B 27/14-27/20