



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0077464
(43) 공개일자 2020년06월30일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 35/5831 (2006.01) *C04B 35/63* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C04B 35/5831 (2013.01)
B23B 27/14 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-7026508
(22) 출원일자(국제) 2018년07월26일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2019년09월09일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2018/028011
(87) 국제공개번호 WO 2019/087481
국제공개일자 2019년05월09일
(30) 우선권주장
JP-P-2017-209056 2017년10월30일 일본(JP)

(71) 출원인
스미토모덴키고교가부시킴이샤
일본 오사카후 오사카시 주오쿠 기타하마 4쵸메 5반33고
스미또모 덴꼬오 하드메탈 가부시킴이샤
일본 효고켄 이따미시 고타키타 1쵸메 1방 1고
(72) 발명자
오카무라 가즈미
일본 5410041 오사카후 오사카시 주오쿠 기타하마 4쵸메 5반 33고 스미토모덴키고교가부시킴이샤 나이
이시이 아키토
일본 5410041 오사카후 오사카시 주오쿠 기타하마 4쵸메 5반 33고 스미토모덴키고교가부시킴이샤 나이
구키노 사토루
일본 6640016 효고켄 이따미시 고타키타 1쵸메 1-1 스미또모 덴꼬오 하드메탈 가부시킴이샤 나이
(74) 대리인
김태홍, 김진희

전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 발명의 명칭 **소결체 및 소결체를 포함하는 절삭 공구**

(57) 요약

3 체적% 이상 80 체적% 이하의 입방정 질화붕소 입자와, 결합재를 갖는 소결체로서, 상기 결합재는, 주기율표의 4족 원소, 5족 원소, 6족 원소, Al 및 Si로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제1 원소와, C, N, O 및 B로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제2 원소로 이루어지는 1종 이상의 화합물, 및 이들의 고용체(固溶體)로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상, 및 Li, Ca, Na, Sr, Ba 및 Be로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 금속 원소를 함유하고, 상기 결합재는, 상기 금속 원소를 합계로 0.001 질량% 이상 0.5 질량% 이하 함유하며, 상기 결합재는, 산소를 0.1 질량% 이상 10.0 질량% 이하 함유하는 소결체이다.

(52) CPC특허분류

B23B 27/20 (2013.01)

B23B 51/00 (2013.01)

B23C 5/16 (2013.01)

B23D 77/00 (2013.01)

B23F 21/00 (2013.01)

B23G 5/06 (2013.01)

C04B 35/6303 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

3 체적% 이상 80 체적% 이하의 입방정 질화붕소 입자와, 결합재를 갖는 소결체로서,

상기 결합재는, 주기율표의 4족 원소, 5족 원소, 6족 원소, Al 및 Si로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제1 원소와, C, N, O 및 B로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제2 원소를 포함하는 1종 이상의 화합물, 및 이들의 고용체(固溶體)로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상, 및 Li, Ca, Na, Sr, Ba 및 Be로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 금속 원소를 함유하고,

상기 결합재는, 상기 금속 원소를 합계로 0.001 질량% 이상 0.5 질량% 이하 함유하며,

상기 결합재는, 산소를 0.1 질량% 이상 10.0 질량% 이하 함유하는 것인 소결체.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 결합재는, 상기 Li 및 상기 Ca의 한쪽 또는 양쪽을 합계로 0.001 질량% 이상 0.1 질량% 이하 함유하고,

상기 결합재는, 상기 산소를 0.5 질량% 이상 5.0 질량% 이하 함유하는 것인 소결체.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 결합재는, Ti 및 Zr의 한쪽 또는 양쪽의 질화물, 상기 Li 및 상기 Ca의 한쪽 또는 양쪽, 상기 산소, 및 탄소를 함유하고,

상기 결합재는, 상기 Li 및 상기 Ca의 한쪽 또는 양쪽을 합계로 0.001 질량% 이상 0.01 질량% 이하 함유하며,

상기 결합재는, 상기 탄소를 0.001 질량% 이상 0.5 질량% 이하 함유하는 것인 소결체.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 소결체를 포함하는 절삭 공구.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 개시는 입방정 질화붕소 입자와 결합재를 갖는 소결체, 및 그것을 포함하는 절삭 공구에 관한 것이다. 본 출원은 2017년 10월 30일에 출원한 일본 특허 출원인 특허출원 제2017-209056호에 기초하는 우선권을 주장한다. 상기 일본 특허 출원에 기재된 모든 기재 내용은, 참조에 의해 본 명세서에 원용된다.

배경 기술

[0002] 철계 난삭(難削) 재료 가공, 특히 고경도 소입강(燒入鋼) 가공에는, 입방정 질화붕소(이하, 「cBN」이라고도 표기한다.) 소결체를 이용한 공구에 의한 절삭 마무리가 일반화되고 있다. 최근, cBN 소결체에 대해, 고능률 가공에 이용하는 경우의 요구가 엄격해지는 한편, 공구 수명의 향상도 요구되고 있다.

[0003] 일본 특허 공개 제2005-187260호 공보(특허문헌 1), 및 국제 공개 제2006/112156호(특허문헌 2)에는, cBN 입자에 미량의 알칼리 금속, 알칼리토류 금속, 탄소 등의 원소를 함유시킴으로써, cBN 입자 사이의 결합력을 높여, 난삭 재료 가공에 있어서의 공구 수명을 향상시키는 기술이 개시되어 있다.

[0004] 국제 공개 제2008/093577호(특허문헌 3)에는, 결합재에 미량의 천이 금속 원소 등을 배합함으로써, 난삭 재료 가공에 있어서의 cBN 소결체의 내마모성이나 내결손성을 향상시키는 기술이 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0005] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 일본 특허 공개 제2005-187260호 공보
- (특허문헌 0002) 특허문헌 2: 국제 공개 제2006/112156호
- (특허문헌 0003) 특허문헌 3: 국제 공개 제2008/093577호

발명의 내용

- [0006] 본 개시의 일 양태에 따른 소결체는, 3 체적% 이상 80 체적% 이하의 입방정 질화붕소 입자와, 결합체를 갖는 소결체로서,
- [0007] 상기 결합체는, 주기율표의 4족 원소, 5족 원소, 6족 원소, Al 및 Si로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제1 원소와, C, N, O 및 B로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제2 원소로 이루어지는 1종 이상의 화합물, 및 이들의 고용체(固溶體)로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상, 및 Li, Ca, Na, Sr, Ba 및 Be로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 금속 원소를 함유하고,
- [0008] 상기 결합체는, 상기 금속 원소를 합계로 0.001 질량% 이상 0.5 질량% 이하 함유하며,
- [0009] 상기 결합체는, 산소를 0.1 질량% 이상 10.0 질량% 이하 함유하는 소결체이다.
- [0010] 본 개시의 일 양태에 따른 절삭 공구는, 상기 소결체를 포함하는 절삭 공구이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0011] [본 개시가 해결하고자 하는 과제]
- [0012] 그러나, 특허문헌 1~3의 기술에 의해서도, 요즘의 고능률 가공에 이용하는 경우의 엄격한 요구, 및 우수한 공구 수명에 대한 요구의 양쪽을 만족할 수 없고, 한층 더한 성능의 향상이 요구되고 있다.
- [0013] 그래서, 본원은, 절삭 공구에 이용한 경우에, 고경도 소입강의 고능률 가공에 있어서도, 우수한 공구 수명을 나타내는 소결체, 및 그것을 포함하는 절삭 공구를 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [0014] [본 개시의 효과]
- [0015] 상기 양태에 의하면, 절삭 공구에 이용한 경우에, 고경도 소입강의 고능률 가공에 있어서도, 우수한 공구 수명을 나타내는 소결체를 제공하는 것이 가능해진다.
- [0016] [본 개시의 실시형태의 설명]
- [0017] 가장 먼저 본 개시의 실시양태를 열기(列記)하여 설명한다.
- [0018] (1) 본 개시의 일 양태에 따른 소결체는, 3 체적% 이상 80 체적% 이하의 입방정 질화붕소 입자와, 결합체를 갖는 소결체로서, 상기 결합체는, 주기율표의 4족 원소, 5족 원소, 6족 원소, Al 및 Si로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제1 원소와, C, N, O 및 B로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제2 원소로 이루어지는 1종 이상의 화합물, 및 이들의 고용체로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상, 및 Li, Ca, Na, Sr, Ba 및 Be로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 금속 원소를 함유하고, 상기 결합체는, 상기 금속 원소를 합계로 0.001 질량% 이상 0.5 질량% 이하 함유하며, 상기 결합체는, 산소를 0.1 질량% 이상 10.0 질량% 이하 함유하는 소결체이다.
- [0019] 본 실시형태의 소결체는, 절삭 공구에 이용한 경우에, 고경도 소입강의 고능률 가공에 있어서, 우수한 공구 수명을 나타낸다. 한편, 본 실시형태의 소결체는, 고경도 소입강에 한하지 않고, 철계 내열 합금, 니켈계 내열 합금, 티탄 합금 등의 난삭재의 고능률 가공에 있어서도, 우수한 공구 수명을 나타낸다.
- [0020] (2) 상기 결합체는, 상기 Li 및 상기 Ca의 한쪽 또는 양쪽을 합계로 0.001 질량% 이상 0.1 질량% 이하 함유하고, 상기 결합체는, 상기 산소를 0.5 질량% 이상 5.0 질량% 이하 함유하는 것이 바람직하다. 이에 의하면, 공구 수명이 더욱 향상된다.
- [0021] (3) 상기 결합체는, Ti 및 Zr의 한쪽 또는 양쪽의 질화물, 상기 Li 및 상기 Ca의 한쪽 또는 양쪽, 상기 산소,

및 탄소를 함유하고, 상기 결합재는, 상기 Li 및 상기 Ca의 한쪽 또는 양쪽을 합계로 0.001 질량% 이상 0.01 질량% 이하 함유하며, 상기 결합재는, 상기 탄소를 0.001 질량% 이상 0.5 질량% 이하 함유하는 것이 바람직하다. 이에 의하면, 공구 수명이 더욱 향상된다.

- [0022] (4) 본 개시의 일 양태에 따른 절삭 공구는, 전술한 (1) 내지 (3)에 기재된 소결체를 포함하는 절삭 공구이다. 본 실시형태의 절삭 공구는, 고경도 소입강의 고능률 가공에 있어서, 우수한 공구 수명을 나타낸다.
- [0023] [본 개시의 실시형태의 상세]
- [0024] 본 개시의 일 실시형태에 따른 소결체의 구체예를, 이하에 설명한다.
- [0025] 본 명세서에 있어서 화합물 등을 화학식으로 나타내는 경우, 원자비를 특별히 한정하지 않을 때에는 종래 공지의 모든 원자비를 포함하는 것으로 하며, 반드시 화학양론적 범위의 것에 한정되는 것이 아니다. 예컨대 「TiCN」이라고 기재되어 있는 경우, TiCN을 구성하는 원자수의 비는 Ti:C:N=1:0.5:0.5에 한정되지 않고, 종래 공지의 모든 원자비가 포함된다. 또한, 본 명세서에 있어서 「A~B」라고 하는 형식의 표기는, 범위의 하한에서 상한까지(즉 A 이상 B 이하)를 의미하고, A에 있어서 단위의 기재가 없고, B에 있어서만 단위가 기재되어 있는 경우, A의 단위와 B의 단위는 동일하다.
- [0026] [소결체]
- [0027] 본 실시형태에 따른 소결체는, 3 체적% 이상 80 체적% 이하의 입방정 질화붕소 입자(이하, 「cBN 입자」라고도 표기한다.)와, 결합재를 포함하는 소결체(이하, 「cBN 소결체」라고도 표기한다.)이다. 본 실시형태에 따른 소결체는, cBN 및 결합재의 2성분을 포함하는 한, 다른 성분을 포함하고 있어도 좋고, 또한 사용하는 원재료나 제조 조건 등에 기인하는 불가피 불순물을 포함할 수 있다.
- [0028] (입방정 질화붕소 입자)
- [0029] 소결체 중의 입방정 질화붕소 입자의 함유량은, 3 체적% 이상 80 체적% 이하이다. cBN 입자는 경도, 강도, 인성(韌性)이 높고, 소결체 중의 골격으로서 작용하며, 고경도 소입강의 절삭에 견딜 수 있는 재료 강도를 유지하는 역할을 수행한다.
- [0030] cBN 입자의 함유량이 3 체적% 미만이면, 고경도 소입강의 절삭에 견딜 수 있는 재료 강도를 유지할 수 없다. 한편, cBN 입자의 함유량이 80 체적%를 초과하면, 상대적으로 결합재의 함유량이 낮아져, 내마모성이 저하된다. cBN 입자의 함유량은, 공구 수명 향상의 관점에서, 20 체적% 이상 75 체적% 이하가 바람직하고, 45 체적% 이상 65 체적% 이하가 더욱 바람직하다.
- [0031] 소결체 중의 cBN 입자의 함유량(체적%)은, 주사 전자 현미경(SEM)이 부착된 에너지 분산형 X선 분석 장치(EDX)를 이용하여, 소결체에 대해, 조직 관찰, 원소 분석 등을 실시함으로써 확인할 수 있다.
- [0032] 구체적으로는, 다음과 같이 하여 cBN 입자의 함유량(체적%)을 구할 수 있다. 먼저, 소결체의 임의의 위치를 절단하여, 단면을 포함하는 시료를 제작한다. 소결체의 단면의 제작에는, 집속 이온빔 장치, 크로스 섹션 폴리싱 장치 등을 이용할 수 있다. 다음으로, cBN 소결체의 단면을 SEM으로 2000배로 관찰하여, 반사 전자상(電子像)을 얻는다. 반사 전자상에 있어서는, cBN 입자가 존재하는 영역이 흑색 영역이 되고, 결합재가 존재하는 영역이 회색 영역 또는 백색 영역이 된다.
- [0033] 다음으로, 상기 반사 전자상에 대해 화상 해석 소프트웨어(예컨대, 미타니 쇼지(주)의 「WinROOF」)를 이용하여 2차화 처리를 행하고, 2차화 처리 후의 화상으로부터 각 면적 비율을 산출한다. 산출된 면적 비율을 체적%로 간주함으로써, cBN의 함유량(체적%)을 구할 수 있다. 한편, 이에 의해 결합재의 체적%를 동시에 구할 수 있다.
- [0034] 소결체 중의 cBN 입자의 함유량(체적%)은, 전체 원료 분말(이하, 「완성 분말」이라고도 표기한다.) 중의 cBN 분말의 함유량과 동일한 양이 된다. 따라서, 소결체의 제조 시에 있어서, 완성 분말 중의 cBN 분말의 함유량을 제어함으로써, 소결체 중의 cBN 입자의 함유량을, 원하는 범위로 조정할 수 있다.
- [0035] 입방정 질화붕소(cBN)는, 소결체에 있어서 cBN 입자로서 존재한다. cBN 입자의 평균 입경(粒徑)(D₅₀)은 특별히 한정되지 않고, 예컨대, 0.1~10.0 μm로 할 수 있다. 통상, 평균 입경이 작은 편이 cBN 소결체의 경도가 높아지는 경향이 있고, 입경의 변동이 작은 편이, cBN 소결체의 성질이 균질해지는 경향이 있다. cBN 입자의 평균 입경은, 예컨대, 0.5~4.0 μm로 하는 것이 바람직하다.
- [0036] cBN 입자의 D₅₀은 다음과 같이 하여 구해진다. 먼저 상기한 cBN 입자의 함유량의 구하는 방법에 준하여, 기재의

단면을 포함하는 시료를 제작하고, 반사 전자상을 얻는다. 계속해서, 화상 해석 소프트웨어를 이용하여 반사 전자상 중의 각 흑색 영역의 원 상당 직경을 산출한다. 5시야 이상을 관찰함으로써 100개 이상의 cBN 입자의 원 상당 직경을 산출하는 것이 바람직하다.

[0037] 계속해서, 각 원 상당 직경을 최소값으로부터 최대값까지 나열하여 누적 분포를 구한다. 누적 분포에 있어서 누적 면적 50%가 되는 입경이 D_{50} 이 된다. 한편 원 상당 직경이란, 측정된 cBN 입자의 면적과 동일한 면적을 갖는 원의 직경을 의미한다.

[0038] (결합재)

[0039] 결합재는, 주기표의 4족 원소(Ti(티탄), Zr(지르코늄), Hf(하프늄) 등), 5족 원소(V(바나듐), Nb(니오븀), Ta(탄탈) 등), 6족 원소(Cr(크롬), Mo(몰리브덴), W(텅스텐) 등), Al(알루미늄) 및 Si(규소)로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제1 원소와, C(탄소), N(질소), O(산소) 및 B(붕소)로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제2 원소로 이루어지는 1종 이상의 화합물, 및 이들의 고용체(이하, 「결합재 재료」라고도 표기한다.)로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상, 및 Li(리튬), Ca(칼슘), Na(나트륨), Sr(스트론튬), Ba(바륨) 및 Be(베릴륨)로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 금속 원소를 함유한다.

[0040] 결합재는, 탄소결성 재료인 cBN 입자를 공업 레벨의 압력 온도에서 소결 가능하게 하는 역할을 수행한다. 또한, 결합재는 철과의 반응성이 cBN보다 낮다. 따라서, 소결체가 결합재를 함유하면, 고경도 소입강의 절삭에 이용한 경우, 소결체의 화학적 및 열적 마모가 억제된다. 또한, 소결체가 결합재를 함유하면, 고경도 소입강의 고능률 가공에 있어서의 내마모성이 향상된다.

[0041] 주기표의 4족 원소, 5족 원소, 6족 원소, Al 및 Si로 이루어지는 군에서 선택되는 제1 원소와, C, N, O 및 B로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제2 원소로 이루어지는 화합물의 구체예에 대해 하기에 설명한다.

[0042] 제1 원소와 C(제2 원소)로 이루어지는 화합물(탄화물)로서는, 예컨대, 티탄탄화물(TiC), 지르코늄탄화물(ZrC), 하프늄탄화물(HfC), 바나듐탄화물(VC), 니오븀탄화물(NbC), 탄탈탄화물(TaC), 크롬탄화물(Cr_3C_2), 몰리브덴탄화물(MoC), 텅스텐탄화물(WC), 알루미늄탄화물(Al_4C_3), 규소탄화물(SiC)을 들 수 있다.

[0043] 제1 원소와 N(제2 원소)으로 이루어지는 화합물(질화물)로서는, 예컨대, 티탄질화물(TiN), 지르코늄질화물(ZrN), 하프늄질화물(HfN), 바나듐질화물(VN), 니오븀질화물(NbN), 탄탈질화물(TaN), 크롬질화물(Cr_2N), 몰리브덴질화물(MoN), 텅스텐질화물(WN), 알루미늄질화물(AlN), 규소질화물(Si_3N_4), 티탄지르코늄질화물(TiZrN), 티탄하프늄질화물(TiHfN), 티탄바나듐질화물(TiVN), 티탄니오븀질화물(TiNbN), 티탄탄탈질화물(TiTaN), 티탄크롬질화물(TiCrN), 티탄몰리브덴질화물(TiMoN), 티탄텅스텐질화물(TiWN), 지르코늄하프늄질화물(ZrHfN), 지르코늄바나듐질화물(ZrVN), 지르코늄니오븀질화물(ZrNbN), 지르코늄탄탈질화물(ZrTaN), 지르코늄크롬질화물(ZrCrN), 지르코늄몰리브덴질화물(ZrMoN), 지르코늄텅스텐질화물(ZrWN), 하프늄바나듐질화물(HfVN), 하프늄니오븀질화물(HfNbN), 하프늄탄탈질화물(HfTaN), 하프늄크롬질화물(HfCrN), 하프늄몰리브덴질화물(HfMoN), 하프늄텅스텐질화물(HfWN), 바나듐니오븀질화물(VNbN), 바나듐탄탈질화물(VTaN), 바나듐크롬질화물(VCrN), 바나듐몰리브덴질화물(VMoN), 바나듐텅스텐질화물(VWN), 니오븀탄탈질화물(NbTaN), 니오븀크롬질화물(NbCrN), 니오븀몰리브덴질화물(NbMoN), 니오븀텅스텐질화물(NbWN), 탄탈크롬질화물(TaCrN), 탄탈몰리브덴질화물(TaMoN), 탄탈텅스텐질화물(TaWN), 크롬몰리브덴질화물(CrMoN), 크롬텅스텐질화물(CrWN), 몰리브덴텅스텐질화물(MoWN)을 들 수 있다.

[0044] 제1 원소와 O(제2 원소)로 이루어지는 화합물(산화물)로서는, 예컨대, 티탄산화물(TiO_2), 지르코늄산화물(ZrO_2), 하프늄산화물(HfO_2), 바나듐산화물(V_2O_5), 니오븀산화물(Nb_2O_5), 탄탈산화물(Ta_2O_5), 크롬산화물(Cr_2O_3), 몰리브덴산화물(MoO_3), 텅스텐산화물(WO_3), 알루미늄산화물(Al_2O_3), 규소산화물(SiO_2)을 들 수 있다.

[0045] 제1 원소와 B(제2 원소)로 이루어지는 화합물(붕화물)로서는, 예컨대, 티탄붕화물(TiB_2), 지르코늄붕화물(ZrB_2), 하프늄붕화물(HfB_2), 바나듐붕화물(VB_2), 니오븀붕화물(NbB_2), 탄탈붕화물(TaB_2), 크롬붕화물(CrB, CrB_2), 몰리브덴붕화물(MoB), 텅스텐붕화물(WB), 알루미늄붕화물(AlB_{12}), 규소붕화물(SiB_4)을 들 수 있다.

[0046] 제1 원소와 C(제2 원소) 및 N(제2 원소)으로 이루어지는 화합물(탄질화물)로서는, 예컨대, 티탄탄질화물(TiCN), 지르코늄탄질화물(ZrCN), 하프늄탄질화물(HfCN), 티탄지르코늄탄질화물(TiZrCN), 티탄니오븀탄질화물(TiNbCN), 티탄하프늄탄질화물(TiHfCN)을 들 수 있다.

- [0047] 제1 원소와 O(제2 원소) 및 N(제2 원소)으로 이루어지는 화합물(산화물)로서는, 예컨대, 티탄산화물(TiO₂), 지르코늄산화물(ZrO₂), hafnium산화물(HfO₂), 바나듐산화물(V₂O₅), 니오븀산화물(Nb₂O₅), 탄탈산화물(Ta₂O₅), 크롬산화물(Cr₂O₃), 몰리브덴산화물(MoO₃), 텅스텐산화물(WO₃), 알루미늄산화물(Al₂O₃)을 들 수 있다.
- [0048] 상기 화합물의 고용체란, 2종류 이상의 이들 화합물이 서로의 결정 구조 내에 용해되어 있는 상태를 의미하며, 침입형 고용체나 치환형 고용체를 의미한다.
- [0049] 상기 화합물은, 원자비를 특별히 한정하지 않을 때에는 종래 공지의 모든 원자비를 포함하는 것으로 하며, 반드시 화학양론적 범위의 것에 한정되는 것이 아니다. 예컨대 「TiN」이라고 기재되어 있는 경우, TiN을 구성하는 원자수의 비는 Ti:N=1:1에 한정되지 않고, 종래 공지의 모든 원자비(예컨대, TiN 및 Ti₃N₄)가 포함된다.
- [0050] 상기 화합물은, 공지의 모든 결정 구조를 가질 수 있다. 상기 화합물은, 1종류를 이용해도 좋고, 2종류 이상을 조합하여 이용해도 좋다.
- [0051] 결합재는, Li, Ca, Na, Sr, Ba 및 Be로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 금속 원소를 합계로 0.001 질량% 이상 0.5 질량% 이하 함유한다. 결합재에 이들 금속 원소를 상기한 양으로 함유시킴으로써, 고경도 소입강의 고능률 가공에 있어서, 공구 수명이 비약적으로 향상된다.
- [0052] 본 발명자들은, 종래의 cBN 소결체를 이용한 절삭 공구로 고경도 소입강의 고효율 가공을 행하고, 수명에 이른 공구의 날끝을 상세히 조사하였다. 그 결과, 결합재가 선택적으로 미소파손 및 마모되는 모습이 확인되었다. 또한 투과형 전자 현미경에 의해 손상의 기점을 조사한 결과, 결합재의 일차 입자의 내부를 기점으로 하여 균열이 발생하고 있는 것을 밝혀내었다. 결합재의 일차 입자는 단결정이며, 균열의 기점은 단결정의 격자 결함이라고 추정된다. 따라서, 이 격자 결함에, 적절한 원소를 치환할 수 있으면, 결합재의 내결손성과 내마모성을 비약적으로 개선할 수 있다고 하는 가설에 이르렀다. 본 발명자들은, 여러 가지 첨가 원소를 시행한 결과, 결합재 중에 Li, Ca, Na, Sr, Ba 및 Be로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 금속 원소를 소정량 함유시킴으로써, 미소 파괴를 억제하여, 공구 수명의 대폭적인 연장을 달성할 수 있는 것을 발견하였다.
- [0053] 결합재 중의 금속 원소의 합계 함유량이 0.001 질량% 미만이면, 결합재의 미소 파손 및 마모를 효과적으로 억제할 수 없다. 한편, 결합재 중의 금속 원소의 합계 함유량이 0.5 질량%를 초과하면, 금속의 약점인 저경도성이 현재화(顯在化)하여, 소결체의 경도 저하를 초래할 우려가 있다. 결합재 중의 금속 원소의 합계 함유량은, 공구 수명 향상의 관점에서, 0.002 질량% 이상 0.1 질량% 이하가 바람직하고, 0.004 질량% 이상 0.01 질량% 이하가 더욱 바람직하다.
- [0054] 결합재는, Li 및 Ca의 한쪽 또는 양쪽을 합계로 0.001 질량% 이상 0.1 질량% 이하 함유하는 것이 바람직하다. 이에 의하면, 공구 수명이 더욱 향상된다. Li 및 Ca의 한쪽 또는 양쪽의 합계 함유량은, 0.002 질량% 이상 0.01 질량% 이하가 보다 바람직하고, 0.004 질량% 이상 0.01 질량% 이하가 더욱 바람직하다.
- [0055] 결합재는, Li 및 Ca의 한쪽 또는 양쪽을 합계로 0.001 질량% 이상 0.1 질량% 이하 함유하고, 또한, 결합재는, 산소를 0.5 질량% 이상 5.0 질량% 이하 함유하는 것이 바람직하다. 이에 의하면, 공구 수명이 더욱 향상된다. 결합재 중의 Li 및 Ca의 한쪽 또는 양쪽의 합계 함유량은, 0.002 질량% 이상 0.01 질량% 이하가 보다 바람직하고, 0.004 질량% 이상 0.01 질량% 이하가 더욱 바람직하다. 결합재 중의 산소 함유량은, 0.5 질량% 이상 5.0 질량% 이하가 바람직하고, 1.0 질량% 이상 3.0 질량% 이하가 더욱 바람직하다.
- [0056] 결합재는, Ti 및 Zr의 한쪽 또는 양쪽의 산화물, 상기 Li 및 상기 Ca의 한쪽 또는 양쪽, 상기 산소, 및 탄소를 함유하고, 또한, 결합재는, 상기 Li 및 상기 Ca의 한쪽 또는 양쪽을 합계로 0.001 질량% 이상 0.01 질량% 이하 함유하며, 또한, 결합재는, 상기 탄소를 0.001 질량% 이상 0.5 질량% 이하 함유하는 것이 바람직하다. 이에 의하면, 공구 수명이 더욱 향상된다. 결합재 중의 상기 Li 및 상기 Ca의 한쪽 또는 양쪽의 합계 함유량은, 0.002 질량% 이상 0.007 질량% 이하가 더욱 바람직하다. 결합재 중의 탄소의 함유량은, 0.01 질량% 이상 0.20 질량% 이하가 더욱 바람직하다.
- [0057] 결합재에 포함되는 금속 원소의 종류 및 함유량(질량%)은 다음과 같이 하여 특정한다. 먼저, 소결체를 밀폐 용기 내에서 불질산(진한 질산(농도 60%):중류수:진한 불산(농도 47%)=2:2:1의 체적비 혼합의 혼합산)에 48시간 침지한다. 이에 의해, 결합재는 불질산에 전부 용해되고, cBN 입자는 용해되지 않고 용액 중에 남는다. 결합재가 용해된 용액에 대해, 고주파 유도 플라즈마 발광 분석법(ICP법)에 의해, Li, Ca, Na, Sr, Ba 및 Be의 금속 원소의 정량 측정을 행하여, 결합재 중의 각 금속 원소의 함유량을 산출한다.

- [0058] 결합재 중의 금속 원소의 함유량(질량%)은, 소결체의 제조 공정에 있어서, 결합재 원료 분말에, Li, Ca, Na, Sr, Ba, Be의 금속 원소의 분말, 또는 이들 금속 원소의 질화물이나 붕질화물의 분말을, 소결체에 있어서의 결합재 중의 금속 원소의 함유량이 원하는 질량%가 되는 양으로 첨가함으로써 제어할 수 있다.
- [0059] Li원(Li源)으로서는, 리튬금속, 질화리튬, 붕질화리튬, 붕질화리튬칼슘 등의 분말을 이용할 수 있다. Ca원으로서, 질화칼슘, 붕질화칼슘, 붕질화리튬칼슘 등의 분말을 이용할 수 있다. Na원으로서, 질화나트륨, 붕질화나트륨 등의 분말을 이용할 수 있다. Sr원으로서, 질화스트론튬, 붕질화스트론튬 등의 분말을 이용할 수 있다. Ba원으로서, 질화바륨, 붕질화바륨 등의 분말을 이용할 수 있다. Be원으로서, 질화베릴륨, 붕질화베릴륨 등의 분말을 이용할 수 있다. 한편, 금속 원소의 첨가 방법은, 상기한 방법에 한정되지 않고, 결합재 중의 금속 원소의 함유량을 원하는 범위로 설정할 수 있는 방법이면, 어느 방법도 채용할 수 있다.
- [0060] (탄소)
- [0061] 질화물을 주성분으로 하는 결합재에서는, 탄소(C)를 0.001 질량% 이상 0.5 질량% 이하 함유하는 것이 바람직하다. 탄소의 함유량이 0.001 질량% 미만이면, 탄소가 고용되는 것에 의한 소결체의 강도 향상의 효과를 얻을 수 없을 우려가 있다. 한편, 탄소의 함유량이 0.5 질량%를 초과하면, 탄소가 결합재 재료 중에서 완전히 고용된 형태를 유지할 수 없고, 유리 탄소로서 존재하여, 소결체의 강도를 저하시킬 우려가 있다. 결합재 중의 탄소의 함유량은, 0.01 질량% 이상 0.20 질량% 이하가 더욱 바람직하다.
- [0062] 결합재 중의 탄소(C)의 함유량(질량%)은 다음과 같이 하여 측정한다. 먼저, 소결체를 밀폐 용기 내에서 불질산(진한 질산(농도 60%):중류수:진한 불산(농도 47%)=2:2:1의 체적비 혼합의 혼합산)에 48시간 침지한다. 이에 의해, 결합재는 불질산에 전부 용해되고, cBN 입자는 용해되지 않고 용액 중에 남는다. 결합재가 용해된 용액에 대해, 적외선 흡수법에 의해, 탄소의 정량 측정을 행하여, 탄소 함유량을 산출한다.
- [0063] 결합재 중의 탄소(C)의 함유량(질량%)은, 결합재 원료 분말 및 금속 원소의 분말 등을 포함하는 결합재 혼합 분말에, 멜라민(C₃H₆N₆)이나 폴리아미드([-NH(CH₂)₅CO-]_n) 등의 유기물을 첨가하고, 그 후의 소결 공정에 있어서의 열처리 온도, 시간, 분위기를 제어함으로써, 원하는 범위로 조정할 수 있다. 또한, 결합재 혼합 분말과 cBN 분말을 초경합금제의 불 밀로 혼합할 때에, 불 밀로부터 오염물로서 혼입되는 WC(탄화텅스텐)를 탄소 공급원으로 할 수도 있다.
- [0064] (산소)
- [0065] 본 실시형태의 소결체에는, 소결체의 제조 공정 중에 산소가 혼입된다. 예컨대, 결합재 원료 분말의 분쇄 및 혼합 공정 중에, cBN 분말과 결합재 원료 분말의 혼합 공정 중에, cBN 분말과 결합재 원료 분말을 포함하는 완성 분말의 보관 중에, 이들 분말을 공기 중의 산소에 노출시킴으로써, 산소가 혼입된다.
- [0066] 결합재 중의 산소(O)의 함유량은, 0.1 질량% 이상 10.0 질량% 이하이다. 결합재 중의 산소의 함유량을 0.1 질량% 미만으로 하기 위해서는, 제조 비용이 지나치게 높아질 우려가 있다. 한편, 결합재 중의 산소의 함유량이 10.0 질량%를 초과하면, 실질적으로 산화물의 특성, 즉 취약함이 현재화하여, 소결체의 내결손성이 저하될 우려가 있다. 결합재 중의 산소의 함유량은, 0.5 질량% 이상 5.0 질량% 이하가 바람직하고, 1.0 질량% 이상 3.0 질량% 이하가 더욱 바람직하다.
- [0067] 결합재 중의 산소(O)의 함유량(질량%)은 다음과 같이 하여 측정한다. 먼저, 소결체를 밀폐 용기 내에서 불질산(진한 질산(농도 60%):중류수:진한 불산(농도 47%)=2:2:1의 체적비 혼합의 혼합산)에 48시간 침지한다. 이에 의해, 결합재는 불질산에 전부 용해되고, cBN 입자는 용해되지 않고 용액 중에 남는다. 결합재가 용해된 용액에 대해, 적외선 흡수법에 의해, 산소의 정량 측정을 행하여, 산소 함유량을 산출한다.
- [0068] 결합재 중의 산소(O)의 함유량(질량%)은, 소결체의 제조 공정에 있어서의 제조 조건의 제어나, cBN 분말과 결합재 원료 분말을 포함하는 완성 분말 중의 산소량의 제어 등에 의해 행할 수 있다. 소결체의 균일성이나 구성 입자의 미세화의 관점에서, 완성 분말에 환원 처리를 행함으로써, 산소량을 제어하는 것이 바람직하다.
- [0069] 환원 처리는, 예컨대, 완성 분말을, 저산소 분압인 질소 분위기 하에서 가열하여 행한다. 가열 온도는 1500~2000℃가 바람직하고, 1800~2000℃가 더욱 바람직하다. 1800℃ 이상으로 가열함으로써, 효율적으로 환원 처리를 행할 수 있다. 또한, 가열 온도를 2000℃ 이하로 함으로써, 완성 분말 중의 입자가 용융되어 조대화(粗大化)하는 것을 방지할 수 있다. 따라서, 가열 후의 완성 분말의 평균 입경이, 가열 전보다 증대하는 것을 방지할 수 있다.

- [0070] 가열 시간은, 완성 분말의 산소 함유량이 10.0 질량% 이하가 될 때까지 계속하면 특별히 제한은 없고, 예컨대, 1~12시간으로 할 수 있다. 환원 처리 시의 산소 분압은, 1×10^{-29} atm 이하의 저산소 분압으로 하는 것이 바람직하다. 이러한 저산소 분압 하에서 가열함으로써, 산소의 함유량이 10.0 질량% 이하가 되는 것과 같은 환원 처리를, 효율적으로 진행시킬 수 있다. 그 외, 수소 분위기나 암모니아 분위기 하에서의 환원 열처리도 유효하다.
- [0071] [소결체의 제조 방법]
- [0072] 본 실시형태의 소결체는, 예컨대 하기의 방법으로 제조할 수 있다.
- [0073] 결합재 원료 분말인, 주기울표의 4족 원소, 5족 원소, 6족 원소, Al 및 Si로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제1 원소와, C, N, O 및 B로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 제2 원소로 이루어지는 1종 이상의 화합물, 또는 이들의 고용체의 분말을 준비한다.
- [0074] 상기 결합재 원료 분말에, Li, Ca, Na, Sr, Ba 및 Be로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 금속 원소, 또는 이들 금속 원소의 질화물이나 붕화물로 이루어지는 금속 원소 함유 분말을, 결합재 중의 금속 원소의 함유량이 합계로 0.001 질량% 이상 0.5 질량% 이하가 되는 것과 같은 양으로 첨가하고, 볼 밀로 혼합하여, 결합재 혼합 분말을 얻는다. 이때, 탄소원이 되는 멜라민이나 폴리아미드 등의 유기물을 첨가하여, 혼합해도 좋다.
- [0075] 결합재 혼합 분말 중의 산소의 함유량이 10 질량%를 초과하는 경우에는, 결합재 혼합 분말을 저산소 분압인 질소 분위기 하에서 가열하여, 환원 처리를 행한다. 예컨대, 환원 처리 시의 산소 분압 1×10^{-29} atm 이하, 환원 온도 1800℃, 환원 시간 2시간으로 함으로써, 결합재 혼합 분말 중의 산소의 함유량을 10 질량% 이하로 저감할 수 있다. 동일한 조건에서, 환원 시간이 5시간인 경우, 산소의 함유량을 5 질량% 이하로 저감할 수 있고, 환원 시간이 10시간인 경우, 산소의 함유량을 1~3 질량%로 저감할 수 있다.
- [0076] 다음으로, 결합재 혼합 분말과 cBN 분말을, 원하는 체적비로 준비하고, 볼 밀이나 비드 밀을 이용해서 혼합하여 완성 분말을 얻는다. cBN 입자의 극표면은, 소결 후에 부생성물이 된다. 이 때문에, 소결체 중의 cBN 입자의 함유율(체적%)은, 완성 분말 중의 cBN 분말의 함유율(체적%)보다 0~2% 정도 저하된다. 따라서, 완성 분말 중의 cBN 분말의 투입 함유율은, 소결에 의한 cBN의 감소량을 고려하여 결정한다.
- [0077] 상기 완성 분말에 대해, 상기 결합재 혼합 분말에 대한 환원 처리와 동일한 처리를 행함으로써, 결합재 중의 산소량을 저감하여, 목표의 산소량으로 조정하는 것도 가능하다.
- [0078] 다음으로, 완성 분말을 Mo제 캡슐에 충전하고, 초고압 장치에 의해, 압력 5.0~8.0 GPa, 온도 1400℃까지 가압 승온하며, 이 압력 및 온도에서 1~30분간 유지하여 소결시킴으로써, 소결체를 얻는다.
- [0079] [절삭 공구]
- [0080] 본 실시형태의 절삭 공구는, 상기 소결체를 포함하는 절삭 공구이다. 본 실시형태의 절삭 공구는, 공구 전체가 상기 소결체로 이루어지는 것에 한하지 않고, 공구의 일부(특히 날끝 부위(절삭날부) 등)만이 상기 소결체로 이루어지는 것도 포함한다. 예컨대, 초경합금 등으로 이루어지는 기체(基體)(지지체)의 날끝 부위만이 상기 소결체로 구성되는 것도, 본 실시형태에 따른 절삭 공구에 포함된다. 이 경우에는, 문언상, 그 날끝 부위를 절삭 공구로 간주하는 것으로 한다. 환언하면, 상기 소결체가 절삭 공구의 일부만을 차지하는 경우라도, 절삭 공구라고 부르는 것으로 한다.
- [0081] 본 실시형태에 따른 절삭 공구의 형상 및 용도는 특별히 제한되지 않는다. 예컨대 드릴, 엔드 밀, 드릴용 날끝 교환형 절삭 팁, 엔드 밀용 날끝 교환형 절삭 팁, 프레이즈 가공용 날끝 교환형 절삭 팁, 선삭 가공용 날끝 교환형 절삭 팁, 메탈 소(metal saw), 기어 절삭 공구, 리머, 탭, 크랭크 샤프트의 핀 밀링 가공용 팁 등을 들 수 있다.
- [0082] **실시예**
- [0083] 본 실시형태를 실시예에 의해 더욱 구체적으로 설명한다. 단, 이들 실시예에 의해 본 실시형태가 한정되는 것은 아니다.
- [0084] <시료 1-1>
- [0085] 초경합금제의 포트 및 볼을 이용하여 $TiN_{0.5}$ 와 Al을 88:12의 질량비로 혼합한 분말을, 진공 중에서 1200℃, 30분간 열처리한 후, 분쇄하여, 결합재 원료 분말 A(표 1에 있어서, 결합재 원료 분말의 항목에 「 $TiN_{0.5}:Al$ 」이라고

표기한다. 이하, 「TiN_{0.5}:Al」이라고도 표기한다.)를 얻었다. 마찬가지로, ZrN_{0.5}와 Al을 88:12의 질량비로 혼합한 분말을, 진공 중에서 1200℃, 30분간 열처리를 한 화합물을 분쇄하여, 결합재 원료 분말 B(표 1에 있어서, 결합재 원료 분말의 항목에 「ZrN_{0.5}:Al」이라고 표기한다. 이하, 「ZrN_{0.5}:Al」이라고도 표기한다.)를 얻었다.

[0086] 결합재 원료 분말 A(TiN_{0.5}:Al)와 결합재 원료 분말 B(ZrN_{0.5}:Al)를 질량비 1:1로 혼합하여, 결합재 원료의 혼합 분말을 얻었다. 이 결합재 원료의 혼합 분말에, 질화리튬 분말(표 1에 있어서, 금속 원소 함유 분말의 항목에 「Li₃N」이라고 표기한다.)을 첨가한 후, 재차 혼합하여 결합재 혼합 분말을 얻었다. 질화리튬 분말의 첨가량은, 결합재 혼합 분말 중의 질화리튬 분말의 양이 0.005 질량%가 되는 양을 첨가하였다.

[0087] 다음으로 평균 입경 3 μm의 cBN 분말과 상기 결합재 혼합 분말을, 체적비로 55:45의 배합비로 혼합하여, 완성 분말을 얻었다. 이 완성 분말을 Mo제 캡슐에 충전 후, 초고압 장치에 의해, 압력 7 GPa, 온도 1400℃까지 가압 승온하고, 이 압력 및 온도에서 15분간 유지하여, 소결체를 얻었다.

[0088] 얻어진 소결체에 포함되는 결합재 중의 주요한 재료를 표 1에 나타낸다. 표 1에 나타나는 바와 같이, 시료 1-1에서는, 결합재 중의 주요한 재료는, 티탄질화물, 및 지르코늄질화물이었다.

[0089] 소결에 의해, cBN 분말과 결합재 혼합 분말은 반응하여, 부생성물이 생성된다. 부생성물은 결합재 중에 포함된다. 시료 1-1에서는, 부생성물은, 예컨대, 알루미늄질화물, 알루미늄붕화물, 알루미늄산화물, 티탄붕화물, 지르코늄붕화물, 지르코늄산화물이었다. 이들 부생성물은, XRD로 동정(同定)할 수 있다.

[0090] <시료 1-2~시료 1-6>

[0091] 기본적으로, 시료 1-1과 동일한 방법으로 소결체를 제작하였다. 시료 1-1과 상이한 점은, 혼합 분말에 첨가하는 질화리튬 분말을, 시료 1-2에서는 질화칼슘 분말(표 1에 있어서, 금속 원소 함유 분말의 항목에 「Ca₃N₂」라고 표기한다.), 시료 1-3에서는 질화나트륨 분말(표 1에 있어서, 금속 원소 함유 분말의 항목에 「Na₃N」이라고 표기한다.), 시료 1-4에서는 질화스트론튬 분말(표 1에 있어서, 금속 원소 함유 분말의 항목에 「Sr₃N₂」라고 표기한다.), 시료 1-5에서는 질화바륨 분말(표 1에 있어서, 금속 원소 함유 분말의 항목에 「Ba₃N₂」라고 표기한다.), 시료 1-6에서는 질화베릴륨 분말(표 1에 있어서, 금속 원소 함유 분말의 항목에 「Be₃N₂」라고 표기한다.)로 각각 치환한 것이다. 또한, 시료 1-2에서는, 결합재 중의 탄소 함유량이 0.100 질량%가 되도록, 결합재 원료의 혼합 분말에 멜라민(C₃H₆N₆)을 첨가하였다.

[0092] 얻어진 소결체에 포함되는 결합재 중의 주요한 재료를 표 1에 나타낸다. 표 1에 나타나는 바와 같이, 시료 1-2~시료 1-6에서는, 결합재 중의 주요한 재료는, 티탄질화물, 및 지르코늄질화물이었다.

[0093] 소결에 의해, cBN 분말과 결합재 혼합 분말은 반응하여, 부생성물이 생성된다. 부생성물은 결합재 중에 포함된다. 시료 1-2~시료 1-6에서는, 부생성물은, 예컨대, 알루미늄질화물, 알루미늄붕화물, 알루미늄산화물, 티탄질화물, 티탄붕화물, 티탄산화물, 지르코늄질화물, 지르코늄붕화물, 지르코늄산화물이었다. 이들 부생성물은, XRD로 동정할 수 있다.

[0094] <시료 1-7~시료 1-12>

[0095] 기본적으로, 시료 1-1과 동일한 방법으로 소결체를 제작하였다. 시료 1-1과 상이한 점은, 결합재 원료 분말로서, 이하에 설명하는 결합재 원료 분말 A~F를 이용한 점이다. 이들의 결합재 원료 분말과, 금속 원소 함유 분말(질화리튬 분말)을 이용하여 완성 분말을 제작하고, 이 완성 분말을 소결하여 소결체를 얻었다.

[0096] 시료 1-7에서는 결합재 원료 분말 A(TiN_{0.5}:Al)만을 이용하였다. 시료 1-8에서는 결합재 원료 분말 B(ZrN_{0.5}:Al)만을 이용하였다.

[0097] 시료 1-9에서는, TiN과 ZrN을 혼합한 후에, 아르곤 분위기 중에서 2000℃, 30분간 열처리함으로써, 티탄지르코늄질화물(TiZrN)을 제작하였다. 결합재 원료 분말 A(TiN_{0.5}:Al)와 티탄지르코늄질화물(표 1에 있어서, 결합재 원료 분말의 항목에 「TiZrN」이라고 표기한다.)을 질량비 1:2로 혼합하여, 결합재 원료 분말 C(이하, 「TiN_{0.5}:Al, TiZrN」이라고도 표기한다.)를 얻었다.

[0098] 시료 1-10에서는, ZrO₂와 탄소(카본)를 혼합한 후에, 질소 분위기 중에서 1800℃, 30분간 열처리하여, 환원 탄

질화함으로써, 지르코늄탄질화물(ZrCN)을 제작하였다. 결합재 원료 분말 A(TiN_{0.5}:Al)와 지르코늄탄질화물(표 1에 있어서, 결합재 원료 분말의 항목에 「ZrCN」이라고 표기한다.)을 질량비 1:2로 혼합하여, 결합재 원료 분말 D(이하, 「TiN_{0.5}:Al, ZrCN」이라고도 표기한다.)를 얻었다.

- [0099] 시료 1-11에서는, 시판되는 티탄질화물(표 1에 있어서, 결합재 원료 분말의 항목에 「TiCN」이라고 표기한다.) 원료와 결합재 원료 분말 D(「TiN_{0.5}:Al, ZrCN」)를 질량비 1:1로 혼합하여, 결합재 원료 분말 E(이하, 「TiN_{0.5}:Al, ZrCN, TiCN」이라고도 표기한다.)를 얻었다.
- [0100] 시료 1-12에서는, TiO₂와 ZrO₂와 탄소(카본)를 혼합한 후에, 질소 분위기 중에서 2200℃, 30분간 열처리하여, 환원 탄질화함으로써, 티탄지르코늄탄질화물(TiZrCN)을 제작하였다. 결합재 원료 분말 A(TiN_{0.5}:Al)와 티탄지르코늄탄질화물(표 1에 있어서, 결합재 원료 분말의 항목에 「TiZrCN」이라고 나타낸다.)을 질량비 1:2로 혼합하여, 결합재 원료 분말 F(이하, 「TiN_{0.5}:Al, TiZrCN」이라고도 표기한다.)를 얻었다.
- [0101] 얻어진 소결체에 포함되는 결합재 중의 주요한 재료를 표 1에 나타낸다. 표 1에 나타나는 바와 같이, 결합재 중의 주요한 재료는, 시료 1-7에서는 티탄질화물, 시료 1-8에서는 지르코늄질화물, 시료 1-9에서는 티탄지르코늄질화물, 시료 1-10에서는 지르코늄탄질화물, 시료 1-11에서는 티탄탄질화물 및 지르코늄탄질화물, 시료 1-12에서는 티탄지르코늄탄질화물이었다.
- [0102] 소결에 의해, cBN 분말과 결합재 혼합 분말은 반응하여, 부생성물이 생성된다. 부생성물은 결합재 중에 포함된다. 시료 1-7~시료 1-12에서는, 부생성물은, 예컨대, 알루미늄질화물, 알루미늄붕화물, 알루미늄산화물, 티탄질화물, 티탄붕화물, 티탄산화물, 지르코늄질화물, 지르코늄산화물이었다. 이들 부생성물은, XRD로 동정할 수 있다.
- [0103] <시료 1-13~시료 1-18>
- [0104] 기본적으로, 시료 1-1과 동일한 방법으로 소결체를 제작하였다. 시료 1-1과 상이한 점은, 결합재 원료 분말로서, 시료 1-13은 결합재 원료 분말 A(TiN_{0.5}:Al)만, 시료 1-14는 결합재 원료 분말 B(ZrN_{0.5}:Al)만, 시료 1-15는 결합재 원료 분말 C(TiN_{0.5}:Al, TiZrN)만, 시료 1-16은 결합재 원료 분말 D(TiN_{0.5}:Al, ZrCN)만, 시료 1-17은 결합재 원료 분말 E(TiN_{0.5}:Al, ZrCN, TiCN)만, 시료 1-18은 결합재 원료 분말 F(TiN_{0.5}:Al, TiZrCN)만을 이용한 것, 그리고 혼합 분말에 첨가하는 질화리튬(Li₃N) 분말을, 질화칼슘(Ca₃N₂) 분말로 치환한 것이다. 또한, 시료 1-13~1-15에서는, 결합재 중의 탄소 함유량이 0.100 질량%가 되도록, 결합재 원료의 혼합 분말에 멜라민(C₃H₆N₆)을 첨가하였다.
- [0105] 얻어진 소결체에 포함되는 결합재 중의 주요한 재료를 표 1에 나타낸다. 표 1에 나타나는 바와 같이, 결합재 중의 주요한 재료는, 시료 1-13에서는 티탄질화물, 시료 1-14에서는 지르코늄질화물, 시료 1-15에서는 티탄지르코늄질화물, 시료 1-16에서는 지르코늄탄질화물, 시료 1-17에서는 티탄탄질화물 및 지르코늄탄질화물, 시료 1-18에서는 티탄지르코늄탄질화물이었다.
- [0106] 소결에 의해, cBN 분말과 결합재 혼합 분말은 반응하여, 부생성물이 생성된다. 부생성물은 결합재 중에 포함된다. 시료 1-13~시료 1-18에서는, 부생성물은, 예컨대, 알루미늄질화물, 알루미늄붕화물, 알루미늄산화물, 티탄질화물, 티탄붕화물, 티탄산화물, 지르코늄질화물, 지르코늄산화물이었다. 이들 부생성물은, XRD로 동정할 수 있다.
- [0107] <시료 1-19~시료 1-21>
- [0108] 기본적으로, 시료 1-1과 동일한 방법으로 소결체를 제작하였다. 시료 1-1과 상이한 점은, 결합재 원료의 혼합 분말에 첨가하는 질화리튬(Li₃N) 분말의 양을, 결합재 중의 리튬(Li)의 양이 표 1에 나타나는 양이 되도록 변경한 것, 결합재 중의 탄소 함유량이 표 1에 나타나는 양이 되도록 결합재 원료의 혼합 분말에 멜라민(C₃H₆N₆)을 첨가한 것이다.
- [0109] 얻어진 소결체에 포함되는 결합재 중의 주요한 재료를 표 1에 나타낸다. 표 1에 나타나는 바와 같이, 시료 1-19~시료 1-21은, 결합재 중의 주요한 재료는, 티탄질화물 및 지르코늄질화물이었다.
- [0110] 소결에 의해, cBN 분말과 결합재 혼합 분말은 반응하여, 부생성물이 생성된다. 부생성물은 결합재 중에 포함된다.

다. 시료 1-19~시료 1-21에서는, 부생성물은, 예컨대, 알루미늄질화물, 알루미늄붕화물, 알루미늄산화물, 티탄질화물, 티탄붕화물, 티탄산화물, 지르코늄질화물, 지르코늄산화물이었다. 이들 부생성물은, XRD로 동정할 수 있다.

[0111] <시료 1-22~시료 1-24>

[0112] 기본적으로, 시료 1-2와 동일한 방법으로 소결체를 제작하였다. 시료 1-2와 상이한 점은, 결합재 원료의 혼합 분말에 첨가하는 질화칼슘(Ca_3N_2) 분말의 양을, 결합재 중의 칼슘(Ca)의 양이 표 1에 나타나는 양이 되도록 변경한 것, 결합재 중의 탄소 함유량이 표 1에 나타나는 양이 되도록 결합재 원료의 혼합 분말에 멜라민($\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_6$)을 첨가한 것이다.

[0113] 얻어진 소결체에 포함되는 결합재 중의 주요한 재료를 표 1에 나타낸다. 표 1에 나타나는 바와 같이, 시료 1-22~시료 1-24는, 결합재 중의 주요한 재료는, 티탄질화물 및 지르코늄질화물이었다.

[0114] 소결에 의해, cBN 분말과 결합재 혼합 분말은 반응하여, 부생성물이 생성된다. 부생성물은 결합재 중에 포함된다. 시료 1-22~시료 1-24에서는, 부생성물은, 예컨대, 알루미늄질화물, 알루미늄붕화물, 알루미늄산화물, 티탄질화물, 티탄붕화물, 티탄산화물, 지르코늄질화물, 지르코늄산화물이었다. 이들 부생성물은, XRD로 동정할 수 있다.

[0115] <시료 1-25>

[0116] 기본적으로, 시료 1-2와 동일한 방법으로 소결체를 제작하였다. 시료 1-2와 상이한 점은, cBN 분말과 결합재 혼합 분말의 혼합비를, 체적비로 3:97로 변경한 것, 결합재 중의 탄소 함유량이 표 1에 나타나는 양이 되도록 결합재 원료의 혼합 분말에 멜라민($\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_6$)을 첨가한 것이다.

[0117] 얻어진 소결체에 포함되는 결합재 중의 주요한 재료를 표 1에 나타낸다. 표 1에 나타나는 바와 같이, 시료 1-25는, 결합재 중의 주요한 재료는, 티탄질화물 및 지르코늄질화물이었다.

[0118] 소결에 의해, cBN 분말과 결합재 혼합 분말은 반응하여, 부생성물이 생성된다. 부생성물은 결합재 중에 포함된다. 시료 1-25에서는, 부생성물은, 예컨대, 알루미늄질화물, 알루미늄붕화물, 알루미늄산화물, 티탄질화물, 티탄붕화물, 티탄산화물, 지르코늄질화물, 지르코늄산화물이었다. 이들 부생성물은, XRD로 동정할 수 있다.

[0119] <시료 1-26>

[0120] 기본적으로, 시료 1-1과 동일한 방법으로 소결체를 제작하였다. 시료 1-1과 상이한 점은, cBN 분말과 결합재 혼합 분말의 혼합비를, 체적비로 80:20으로 변경한 것, 결합재 중의 탄소 함유량이 표 1에 나타나는 양이 되도록 결합재 원료의 혼합 분말에 멜라민($\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_6$)을 첨가한 것이다.

[0121] 얻어진 소결체에 포함되는 결합재 중의 주요한 재료를 표 1에 나타낸다. 표 1에 나타나는 바와 같이, 시료 1-26은, 결합재 중의 주요한 재료는, 티탄질화물 및 지르코늄질화물이었다.

[0122] 소결에 의해, cBN 분말과 결합재 혼합 분말은 반응하여, 부생성물이 생성된다. 부생성물은 결합재 중에 포함된다. 시료 1-26에서는, 부생성물은, 예컨대, 알루미늄질화물, 알루미늄붕화물, 알루미늄산화물, 티탄질화물, 티탄붕화물, 티탄산화물, 지르코늄질화물, 지르코늄산화물이었다. 이들 부생성물은, XRD로 동정할 수 있다.

[0123] <시료 1-27>

[0124] 기본적으로, 시료 1-1과 동일한 방법으로 소결체를 제작하였다. 시료 1-1과 상이한 점은, 질화리튬 분말 등의 금속 원소의 분말을 첨가하지 않는 것, 결합재 중의 탄소 함유량이 표 1에 나타나는 양이 되도록 결합재 원료의 혼합 분말에 멜라민($\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_6$)을 첨가한 것이다.

[0125] 얻어진 소결체에 포함되는 결합재 중의 주요한 재료를 표 1에 나타낸다. 표 1에 나타나는 바와 같이, 시료 1-27은, 결합재 중의 주요한 재료는, 티탄질화물 및 지르코늄질화물이었다.

[0126] 소결에 의해, cBN 분말과 결합재 혼합 분말은 반응하여, 부생성물이 생성된다. 부생성물은 결합재 중에 포함된다. 시료 1-27에서는, 부생성물은, 예컨대, 알루미늄질화물, 알루미늄붕화물, 알루미늄산화물, 티탄질화물, 티탄붕화물, 티탄산화물, 지르코늄질화물, 지르코늄산화물이었다. 이들 부생성물은, XRD로 동정할 수 있다.

[0127] <시료 1-28>

- [0128] 기본적으로, 시료 1-1과 동일한 방법으로 소결체를 제작하였다. 시료 1-1과 상이한 점은, 결합재 원료의 혼합 분말에 첨가하는 질화리튬 분말의 양을, 결합재 중의 리튬(Li)의 양이 표 1에 나타나는 양이 되도록 변경한 것, 결합재 중의 탄소 함유량이 표 1에 나타나는 양이 되도록 결합재 원료의 혼합 분말에 멜라민($C_3H_6N_6$)을 첨가한 것이다.
- [0129] 얻어진 소결체에 포함되는 결합재 중의 주요한 재료를 표 1에 나타낸다. 표 1에 나타나는 바와 같이, 시료 1-28은, 결합재 중의 주요한 재료는, 티탄질화물 및 지르코늄질화물이었다.
- [0130] 소결에 의해, cBN 분말과 결합재 혼합 분말은 반응하여, 부생성물이 생성된다. 부생성물은 결합재 중에 포함된다. 시료 1-28에서는, 부생성물은, 예컨대, 알루미늄질화물, 알루미늄붕화물, 알루미늄산화물, 티탄질화물, 티탄붕화물, 티탄산화물, 지르코늄질화물, 지르코늄산화물이었다. 이들 부생성물은, XRD로 동정할 수 있다.
- [0131] <소결체 중의 입방정 질화붕소 입자 함유량의 측정>
- [0132] 시료 1-1~시료 1-28의 각 소결체의 입자의 위치를 아르곤 이온빔 장치를 이용하여 절단하고, 단면을 포함하는 시료를 제작하였다. 다음으로, cBN 소결체의 단면을 SEM으로 2000배로 관찰하여, 반사 전자상을 얻었다.
- [0133] 다음으로, 얻어진 반사 전자상에 대해 화상 해석 소프트웨어(미타니 쇼지(주)의 「WinROOF」)를 이용하여 2차화 처리를 행하고, 2차화 처리 후의 화상으로부터 cBN 입자가 존재하는 흑색 영역의 면적 비율을 산출함으로써, cBN 입자의 함유량(체적%)을 구하였다. 각 시료의 소결체 중의 cBN 입자의 함유율은, 표 1에 나타나는 완성 분말 중의 cBN 함유율과 거의 동일(소결체 중의 cBN 입자의 함유율은, 완성 분말 중의 cBN 분말의 함유율보다, 0~2% 정도 저하되어 있었다.)하게 되어 있는 것을 확인하였다.
- [0134] <결합재 중의 탄소 함유량의 측정>
- [0135] 시료 1-1~시료 1-28의 각 소결체를 밀폐 용기 내에서 불질산(진한 질산(농도 60%):중류수:진한 불산(농도 47%)=2:2:1의 체적비 혼합의 혼합산)에 48시간 담갔다. 48시간 후에 관찰한 결과, 결합재는 불질산에 전부 용해되고, cBN 입자는 용해되지 않고 남아 있었다. 결합재가 불질산에 용해되어 있는 용액에 대해, 적외선 흡수법에 의해 탄소를 정량 측정하여, 결합재 중의 탄소 함유량을 산출하였다. 각 시료의 탄소 함유량은, 표 1에 나타나는 결합재 중의 탄소 함유량과 동일하게 되어 있는 것을 확인하였다. 한편, 표 1 중 「-」로 표기된 개소는, 소결체의 제작 시에 탄소원을 첨가하지 않는 것을 의미하고 있다. 따라서, 이러한 시료에서는, 본 측정에 있어서 탄소 함유량이 검출 한계 이하였다.
- [0136] <결합재 중의 금속 원소의 함유량의 측정>
- [0137] 상기한 탄소 함유량의 측정 방법에 있어서 얻어진 결합재가 용해된 불질산 용액에 대해, Li, Ca, Na, Sr, Ba 및 Be의 각 금속 원소를 고주파 유도 플라즈마 발광 분석법(ICP법)에 의해 정량 측정하여, 결합재 중의 각 금속 원소의 함유량을 산출하였다. 각 시료의 각 금속 원소의 함유량은, 표 1에 나타나는 결합재 중의 금속 원소의 함유량과 동일하게 되어 있는 것을 확인하였다. 한편, 표 1 중 「-」로 표기된 개소는, 소결체의 제작 시에 금속 원소원을 첨가하지 않는 것을 의미하고 있다. 따라서, 이러한 시료에서는, 본 측정에 있어서 금속 원소의 함유량이 검출 한계 이하였다.
- [0138] <결합재 중의 산소 함유량의 측정>
- [0139] 상기한 탄소 함유량의 측정 방법에 있어서 얻어진 결합재가 용해된 불질산 용액에 대해, 적외선 흡수법에 의해 산소를 정량 측정하여, 결합재 중의 산소 함유량을 산출하였다. 각 시료의 산소 함유량을, 표 1에 나타낸다.
- [0140] <절삭 시험>
- [0141] 시료 1-1~시료 1-28의 각 소결체를 초경합금제의 기재에 납땜하고, 소정의 형상(ISO 형식 번호: CNGA120408)으로 성형함으로써 절삭 공구를 제작하였다. 이 절삭 공구를 이용하여, 하기의 조건으로 0.1 km 절삭하였다.
- [0142] 피삭재: 칩탄 소입강 SCM415H, 경도 HRC60, $\phi 100 \times 300L$, 환봉(丸棒)
- [0143] 절삭 조건: 절삭 속도 $V_c=250$ m/min., 이송 $f=0.1$ mm/rev., 절입 $d=0.1$ mm, DRY
- [0144] 0.1 km 절삭 후에, 날끝의 여유면측을 광학 현미경으로 관찰하여, 여유면 마모폭을 측정하였다. 여유면 마모폭이 0.1 mm를 초과할 때까지, 0.1 km 절삭, 및 여유면 마모폭의 측정의 사이클을 반복하고, 여유면 마모폭이 0.1 mm를 초과한 시점에서의 절삭 거리를 공구 수명으로 판정하였다.

표 1

시료 번호	결합재 원료 혼합 분말	결합재 혼합 분말	금속 원소 함유 분말	연성 분말 cBN 함유량 (체적%)	결합재 중의 주요한 재료	결합재 중의 금속 원소의 함유량(질량%)						결합재 중의 산소 함유량 (질량%)	결합재 중의 탄소 함유량 (질량%)	절삭 시험 수명 (km)
						Li	Ca	Na	Sr	Ba	Be			
1-1	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al	Li ₃ N		55	티탄질화물 지르코늄질화물	0.005	-	-	-	-	-	2.0	-	10.5
1-2	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Ca ₃ N ₂		55	티탄질화물 지르코늄질화물	-	0.005	-	-	-	-	2.1	0.100	11.9
1-3	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al	Na ₃ N		55	티탄질화물 지르코늄질화물	-	-	0.005	-	-	-	2.4	-	10.3
1-4	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al	Sr ₃ N ₂		55	티탄질화물 지르코늄질화물	-	-	-	0.005	-	-	3.3	-	10.2
1-5	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al	Ba ₃ N ₂		55	티탄질화물 지르코늄질화물	-	-	-	-	0.005	-	2.7	-	9.8
1-6	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al	Be ₂ N ₂		55	티탄질화물 지르코늄질화물	-	-	-	-	-	0.005	2.2	-	9.6
1-7	TiN _{0.5} :Al	Li ₃ N		55	티탄질화물	0.005	-	-	-	-	-	3.0	-	8.7
1-8	ZrN _{0.5} :Al	Li ₃ N		55	지르코늄질화물	0.005	-	-	-	-	-	3.5	-	10.1
1-9	TiN _{0.5} :Al TiZrN	Li ₃ N		55	티탄지르코늄 질화물	0.005	-	-	-	-	-	3.7	-	10.3
1-10	TiN _{0.5} :Al ZrCN	Li ₃ N		55	지르코늄탄질화물	0.005	-	-	-	-	-	4.1	-	10.6
1-11	TiN _{0.5} :Al ZrCN TiCN	Li ₃ N		55	티탄탄질화물 지르코늄탄질화물	0.005	-	-	-	-	-	2.5	-	10.9
1-12	TiN _{0.5} :Al TiZrCN	Li ₃ N		55	티탄지르코늄 탄질화물	0.005	-	-	-	-	-	2.2	-	11.3
1-13	TiN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Ca ₃ N ₂		55	티탄질화물	-	0.005	-	-	-	-	3.5	0.100	8.9
1-14	ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Ca ₃ N ₂		55	지르코늄질화물	-	0.005	-	-	-	-	3.3	0.100	11.6
1-15	TiN _{0.5} :Al TiZrN C ₃ H ₃ N ₃	Ca ₂ N ₂		55	티탄지르코늄 질화물	-	0.005	-	-	-	-	3.2	0.100	10.5
1-16	TiN _{0.5} :Al ZrCN	Ca ₂ N ₂		55	지르코늄탄질화물	-	0.005	-	-	-	-	3.7	-	10.7
1-17	TiN _{0.5} :Al ZrCN TiCN	Ca ₂ N ₂		55	티탄탄질화물 지르코늄탄질화물	-	0.005	-	-	-	-	2.9	-	11.1
1-18	TiN _{0.5} :Al TiZrCN	Ca ₃ N ₂		55	티탄지르코늄 탄질화물	-	0.005	-	-	-	-	2.7	-	11.5
1-19	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Li ₃ N		55	티탄질화물 지르코늄질화물	0.001	-	-	-	-	-	1.4	0.001	8.6
1-20	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Li ₃ N		55	티탄질화물 지르코늄질화물	0.1	-	-	-	-	-	5.0	0.100	9.5
1-21	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Li ₃ N		55	티탄질화물 지르코늄질화물	0.5	-	-	-	-	-	10.0	0.500	8.7
1-22	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Ca ₂ N ₂		55	티탄질화물 지르코늄질화물	-	0.001	-	-	-	-	1.2	0.001	8.8
1-23	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Ca ₂ N ₂		55	티탄질화물 지르코늄질화물	-	0.1	-	-	-	-	4.9	0.100	9.7
1-24	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Ca ₃ N ₂		55	티탄질화물 지르코늄질화물	-	0.5	-	-	-	-	9.9	0.500	8.9
1-25	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Ca ₂ N ₂		3	티탄질화물 지르코늄질화물	-	0.005	-	-	-	-	3.2	0.150	7.3
1-26	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Li ₃ N		80	티탄질화물 지르코늄질화물	0.005	-	-	-	-	-	3.7	0.200	6.5
1-27	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	-		55	티탄질화물 지르코늄질화물	-	-	-	-	-	-	1.3	0.150	4.0
1-28	TiN _{0.5} :Al ZrN _{0.5} :Al C ₃ H ₃ N ₃	Li ₃ N		55	티탄질화물 지르코늄질화물	0.8	-	-	-	-	-	14.2	0.800	4.3

[0145]

[0146] 시료 1-1~시료 1-26은, 실시예에 상당하고, 시료 1-27 및 시료 1-28은 비교예에 상당한다. 시료 1-1~시료 1-26의 공구는, 시료 1-27, 1-28에 비해, 고경도 소입강의 고능률 가공에 있어서, 공구 수명이 긴 것을 알 수 있었다.

[0147] 이번에 개시된 실시형태는 모든 점에서 예시이고, 제한적인 것이 아니라고 생각되어야 한다. 본 발명의 범위는 전술한 실시형태가 아니라 청구의 범위에 의해 나타나고, 청구의 범위와 균등의 의미, 및 범위 내에서의 모든 변경이 포함되는 것이 의도된다.