

(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
2016 年 10 月 27 日(27.10.2016)



(10) 国際公開番号

WO 2016/171155 A1

- (51) 国際特許分類:
C04B 35/583 (2006.01) *B23B 51/00* (2006.01)
B23B 27/14 (2006.01) *B23C 5/16* (2006.01)
B23B 27/20 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/062460
- (22) 国際出願日: 2016 年 4 月 20 日(20.04.2016)
- (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 2015-086080 2015 年 4 月 20 日(20.04.2015) JP
- (71) 出願人: 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 3 3 号 Osaka (JP). 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: 石井 顕人 (ISHII, Akito); 〒6640016 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 Hyogo (JP). 原田 高志 (HARADA, Takashi); 〒6640016 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 Hyogo (JP). 岡村 克己 (OKAMURA, Katsumi); 〒6640016 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 Hyogo (JP). 久木野 暁 (KUKINO, Satoru); 〒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: 特許業務法人深見特許事務所 (FUKAMI PATENT OFFICE, P.C.); 〒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 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, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: SINTERED BODY AND CUTTING TOOL INCLUDING SAME

(54) 発明の名称: 焼結体およびそれを含む切削工具

(57) Abstract: A sintered body according to the present invention includes a first material and cubic boron nitride, wherein the first material is a partially stabilized ZrO_2 in which 5-90 vol% of Al_2O_3 is dispersed within, or at the interface among, crystal grains.

(57) 要約: 本発明の焼結体は、第 1 材料と立方晶窒化ホウ素とを含むものであって、該第 1 材料は、5~90 体積%の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 である。



WO 2016/171155 A1

明 細 書

発明の名称：焼結体およびそれを含む切削工具

技術分野

[0001] 本発明は、焼結体およびそれを含む切削工具に関する。

背景技術

[0002] 従来より、立方晶窒化ホウ素（以下「 cBN 」とも記す）と、 Al_2O_3 および Zr 化合物等とを含んだ焼結体が、切削工具等の工具に用いられている（国際公開第2008/087940号（特許文献1）、国際公開第2012/029440号（特許文献2）、特開2013-039668号公報（特許文献3））。

[0003] また、 $ZrO_2-Al_2O_3$ 系固溶体セラミックスが、各種のセラミックス部品に用いられている（国際公開第2012/153645号（特許文献4）、特開2014-189474号公報（特許文献5））。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：国際公開第2008/087940号
特許文献2：国際公開第2012/029440号
特許文献3：特開2013-039668号公報
特許文献4：国際公開第2012/153645号
特許文献5：特開2014-189474号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] cBN と、 Al_2O_3 および Zr 化合物等とを含んだ焼結体は、それを切削工具として用いた場合、遠心鋳造鋳鉄の高速切削において良好な耐摩耗性を有することが知られている。しかし、 Al_2O_3 は低靱性材料であるため、高速の長距離切削に用いた場合欠損することがあり、耐欠損性の改善が求められていた。

[0006] 本発明は、このような状況に鑑みなされたものであって、その目的とするところは、高速切削における耐欠損性が向上したとともに良好な耐摩耗性を有する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

[0007] 本発明の一態様に係る焼結体は、第1材料と立方晶窒化ホウ素とを含むものであって、該第1材料は、5～90体積%の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 である。

発明の効果

[0008] 上記によれば、高速切削における耐欠損性が向上したとともに良好な耐摩耗性を有するものとなる。

発明を実施するための形態

[0009] [本発明の実施形態の説明]

最初に本発明の実施態様を列記して説明する。

[0010] [1] 本発明の一態様に係る焼結体は、第1材料と立方晶窒化ホウ素とを含むものであって、該第1材料は、5～90体積%の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 である。この焼結体は、高速切削における耐欠損性が向上したとともに良好な耐摩耗性を有するものとなる。

[0011] [2] 上記第1材料は、5～50体積%の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 とすることができる。これにより、とりわけ高速切削における耐欠損性が向上したものとなる。

[0012] [3] 上記第1材料は、50体積%超70体積%以下（50体積%を超え70体積%以下）の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 とすることができる。これにより、とりわけ耐摩耗性に優れたものとなる。

[0013] [4] 上記第1材料は、70体積%超90体積%以下（70体積%を超え90体積%以下）の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 とすることができる。これにより、とりわけ耐摩耗性に優れたものとなる。

[0014] [5] 上記 Al_2O_3 は、その粒径が $1\ \mu m$ 以下の粒子であることが好ましい。これにより、部分安定化 ZrO_2 の靱性が向上する。

[0015] [6] 上記 Al_2O_3 は、その粒径が $0.5\ \mu m$ 以下の粒子であることがより好ましい。これにより、部分安定化 ZrO_2 の靱性がさらに向上する。

[0016] [7] 上記 Al_2O_3 は、その粒径が $0.1\ \mu m$ 以下の粒子であることがより好ましい。これにより、部分安定化 ZrO_2 の靱性がまたさらに向上する。

[0017] [8] 上記焼結体は、 $20\sim 80$ 体積%の上記第1材料を含むことが好ましい。これにより、焼結体の耐摩耗性と耐欠損性がさらに高度に両立する。

[0018] [9] 上記焼結体は、さらに第3相を含み、該第3相は、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化イットリウム、酸化ハフニウム、および ZrO からなる群より選ばれる少なくとも1種であることが好ましい。これにより、焼結性が向上し、焼結体の強度がさらに向上する。

[0019] [10] 上記焼結体は、さらに第4相を含み、該第4相は、周期表の4族元素、5族元素、6族元素、 Al 、および Si からなる群より選ばれる少なくとも1種の元素と、炭素、窒素、およびホウ素からなる群より選ばれる少なくとも1種の元素とからなる少なくとも1種の化合物であることが好ましい。これによっても焼結性が向上し、焼結体の強度がさらに向上する。

[0020] [11] 本発明の一態様は、上記のいずれかの焼結体を含む切削工具にも係わる。この切削工具は、上記の焼結体を含むことから高速切削における耐欠損性が向上したとともに良好な耐摩耗性を有したものとなる。

[0021] [本発明の実施形態の詳細]

以下、本発明の実施形態（以下「本実施形態」とも記す）についてさらに詳細に説明する。

[0022] <焼結体>

従来、 cBN と、 Al_2O_3 および Zr 化合物等とを含んだ焼結体は、それを切削工具として用いた場合、遠心鑄造鑄鉄の高速切削において良好な耐摩耗性を有することが知られていた。しかし、 Al_2O_3 は低靱性材料であるため、高速の長距離切削に用いた際、欠損する場合があります課題とされていた。

[0023] しかしながら、本発明者の研究によれば、高靱性材料である部分安定化 ZrO_2 と cBN とからなる焼結体において、微細な Al_2O_3 を特定の存在形態で含む場合、驚くべきことに耐欠損性が大幅に向上するという知見が得られた。これは恐らく、微細析出 Al_2O_3 により部分安定化 ZrO_2 の組織が強靱化され、これと cBN の本来的な特性とが相乗的に作用することにより、耐欠損性が大幅に向上したものと考えられる。なお、このような焼結体は、優れた耐摩耗性をも備えている。

[0024] このような知見に基づいて得られた本実施形態の焼結体は、第1材料と立方晶窒化ホウ素とを含むものであって、該第1材料は、5～90体積%（5体積%以上90体積%以下、なお本願において数値範囲を「～」を用いて表わす場合、その範囲は上限および下限の数値を含むものとする）の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 である。

[0025] このような焼結体は、第1材料と立方晶窒化ホウ素とを含む限り、他の任意の成分を含んでも差し支えない。他の任意の成分としては、たとえば後述の第3相、第4相等を挙げることができるがこれらのみに限られるものではない。また、このような焼結体は、所望される効果を示す限り、不可避不純物を含み得る。当然、このような焼結体は、第1材料と立方晶窒化ホウ素の両者のみを含むものとすることができる。

[0026] 以下、このような焼結体を構成する各成分について説明する。

<第1材料>

第1材料は、5～90体積%の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 である。換言すれば、第1材料は、5～90体積%の Al_2O_3 が部分安定化 ZrO_2 の結晶粒界または結晶粒内に分散した複合酸化物である。

[0027] ここで、部分安定化 ZrO_2 とは、従来公知の意味を有するものとし、典型的には、ジルコニア以外の酸化物を固溶させることにより、構造中の酸素空孔が減少し安定化されることで、立方晶および正方晶が室温でも安定または準安定となるような ZrO_2 をいう。上記酸化物としては、酸化カルシウムお

よび酸化マグネシウムをはじめ、酸化イットリウムなどの希土類酸化物を挙げることができる。このような酸化物を、1種または2種以上含むことができる。なお、ジルコニア以外の酸化物の固溶量は、 ZrO_2 に対して1～4 mol %程度である。

[0028] このような部分安定化 ZrO_2 は、第1材料全体に対して5～90体積%の Al_2O_3 を含む。ここで、この Al_2O_3 の含有量に注目すると、その含有量が第1材料全体に対して5～50体積%の場合、鋼難削材の高速切削が可能となる、高硬度、高強度、および高靱性が得られる。この場合のより好ましい含有量は、15～30体積%である。なお、 Al_2O_3 の含有量が5体積%未満の場合、上記のような特性が得られなくなる。

[0029] 一方、 Al_2O_3 の含有量が50体積%を超え90体積%以下となる場合、上記の含有量の場合に比し靱性が大幅に低下するものの、耐摩耗性は向上する。すなわち、 Al_2O_3 の含有量がこの範囲の場合、鋼難削材の高速切削において Al_2O_3 単体以上の耐欠損性と、5～50体積%の Al_2O_3 を含む第1材料を用いる場合以上の耐摩耗性が得られる。その含有量が50体積%超70体積%以下の範囲の方が、70体積%超90体積%以下の範囲よりもより好適に耐摩耗性が向上する。なお、 Al_2O_3 の含有量が90体積%を超える場合、 Al_2O_3 単体を超える性能が得られなくなる。

[0030] このような Al_2O_3 は、部分安定化 ZrO_2 の結晶粒界または結晶粒内に分散して存在する。すなわち、「分散して存在する」とは、微粒の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に存在することを意味する。したがって、 Al_2O_3 は1 μm 以下の粒子（結晶粒）であることが好ましく、より好ましくは0.5 μm 以下の粒子であり、さらに好ましくは0.1 μm 以下の粒子である。粒径が小さくなればなる程、靱性を向上させる傾向にあるため、粒径の下限は特に限定されないが、微粉になり過ぎると物質そのものの靱性が低下するという観点から、0.005 μm 以上とすることが好ましい。

[0031] なお、このような Al_2O_3 の粒径は焼結条件により変化するという特徴を有する。しかも、同じ焼結条件であっても、第1材料のみを焼結する場合と、

第1材料と立方晶窒化ホウ素とを混合して焼結する場合とでは、 Al_2O_3 の粒径は変化する。すなわち、第1材料のみを焼結した場合の Al_2O_3 の粒径と、第1材料と立方晶窒化ホウ素とを混合して焼結した場合の Al_2O_3 の粒径とを比較すると、同じ焼結条件（温度、圧力など）を採用しても後者の粒径（すなわち立方晶窒化ホウ素を含む焼結体中の Al_2O_3 の粒径）が前者の粒径（すなわち第1材料のみの場合の Al_2O_3 の粒径）に比し約10分の1程度の微細な粒径（結晶粒径）となる。

[0032] したがって、 Al_2O_3 の粒径（結晶粒径）が $0.1\ \mu\text{m}$ 以下となるのは、第1材料と立方晶窒化ホウ素とを混合して焼結した場合に現れる特異的な現象であり、立方晶窒化ホウ素が含まれない場合は Al_2O_3 の粒径が $0.1\ \mu\text{m}$ 以下となることはない（通常 $0.2\ \mu\text{m}$ を超える粒径となる）。

[0033] このように Al_2O_3 は、第1材料中に微細分散することにより、靱性が飛躍的に向上したものとなるが、これは Al_2O_3 による組織強靱化に起因するものと考えられる。また、 Al_2O_3 は結晶粒界または結晶粒内のいずれか一方、または両方に存在することができる。すなわち、これは Al_2O_3 の存在位置が部分安定化 ZrO_2 の特定箇所に限定されないことを意味している。

[0034] なお、 Al_2O_3 の粒径、含有量（体積%）および存在位置は、次のようにして確認することができる。すなわち、焼結体をイオンビームを用いてCP（Cross Section Polisher）加工することにより、平滑な断面を形成する。そして、その断面を走査型電子顕微鏡（SEM）で観察することにより、 Al_2O_3 の存在位置を特定するとともに、画像解析ソフトを用いた2値化処理により Al_2O_3 の円相当径と面積を算出し、この円相当径を粒径、面積を含有量とする。

[0035] 本実施形態の第1材料の原料は、たとえば以下のような中和共沈法またはゾルーゲル法によって得ることができる。

[0036] （中和共沈法）

中和共沈法とは、以下の工程Aおよび工程Bを含む方法である。このような方法は、たとえば2013年に発表された論文（J. Jpn. Soc. Powder

Powder Metallurgy, Vol.60, No.10, P428-435) に記載されている。

- [0037] 工程A：ジルコニウム塩とイットリウム塩とアルミニウム塩を用い、ジルコニア (ZrO_2) およびイットリア (Y_2O_3) としてのモル比率が 98.2 : 1.8 ~ 98.8 : 1.2 で、しかも、イットリアを添加したジルコニアおよびアルミナ (Al_2O_3) としてのモル比率が 10 : 90 ~ 95 : 5 となるように混合し、混合溶液を調製する工程。なお、上記においてジルコニア (ZrO_2) に固溶される酸化物としてイットリア (Y_2O_3) を例示しているが、酸化物はこれのみに限られるものではない。
- [0038] 工程B：上記工程Aで得られた混合溶液にアルカリを添加することにより中和を行ない、ジルコニウムとイットリウムとアルミニウムを共沈させて沈殿物を得、当該沈殿物を乾燥させた後、650~750℃で7~12時間熱処理し、更に850~950℃で0.5~3時間仮焼成することにより Y_2O_3 安定化 $ZrO_2-Al_2O_3$ 固溶体粉体を調製する工程。
- [0039] ここで、上記工程Aのジルコニウム塩としては、オキシ塩化ジルコニウム ($ZrOCl_2$)、オキシ硝酸ジルコニウム ($ZrO(NO_3)_2$) 等を挙げることができ、イットリウム塩としては、塩化イットリウム (YCl_3)、硝酸イットリウム ($Y(NO_3)_3$) 等を挙げることができ、アルミニウム塩としては、塩化アルミニウム ($AlCl_3$) 等を挙げることができる。また、混合溶液とする溶媒としては、硝酸、塩酸等を挙げることができる。
- [0040] (ゾルーゲル法)
- ゾルーゲル法とは、以下の工程Xを含む方法である。このような方法は、たとえば2011年に発表された論文 (J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, Vol.58, No.12, P727-732) に記載されている。
- [0041] 工程X：ゾルーゲル法を用いて ZrO_2 に対し 0.3~1.7 mol % Y_2O_3 を添加した ZrO_2 (99.7~98.3 mol % ZrO_2 - 0.3~1.7 mol % Y_2O_3) - 5~90 mol % Al_2O_3 の非晶質固溶体粉体を調製し、得られる非晶質固溶体粉体を結晶化温度以上で仮焼して結晶質の ZrO_2 固溶体粉体を調製する工程。

[0042] (その他の方法)

本実施形態の第1材料は、上記の2方法以外の方法によっても得ることができる。すなわち、部分安定化 ZrO_2 と Al_2O_3 とをビーズミルまたはボールミルのような粉碎機を用いてエタノール等の溶媒中で混合しスラリーを得る。次いで、このスラリーを用いて造粒することにより第1材料を得ることができる。造粒手段は特に限定されず、熔融造粒、噴霧造粒等を挙げることができる。

[0043] なお、このようにして得られた造粒物(第1材料)は、次のような方法で強度を向上させることができる。

(1) 熱処理炉(たとえば $1000^{\circ}C$ 、真空中、3時間)で焼結する。

(2) 造粒物の前駆段階の上記スラリーにバインダー(たとえば一般的バインダーであるPVB(ポリビニルブチラル))を10質量%添加する。

[0044] 以上のように、第1材料は、各種の方法で得ることができ、その製造方法は特に限定されない。

[0045] このような第1材料は、焼結体中に20~80体積%の割合で含有されることが好ましい。その割合が20体積%未満では、耐摩耗性および耐欠損性が低下する場合がある。またその割合が80体積%を超えると、硬度が低下し耐摩耗性が低下する場合がある。第1材料のより好ましい割合は、30~60体積%である。

[0046] また、このような第1材料は、 $0.01 \sim 1 \mu m$ の平均粒径を有することが好ましい。 $0.01 \mu m$ 未満の場合、他の粉末と混合する際、凝集しやすいため焼結不良となる傾向があり、 $1 \mu m$ を超えると、焼結時粒成長により強度が低下する傾向がある。より好ましい平均粒径は、 $0.1 \sim 0.5 \mu m$ である。

[0047] このような第1材料の平均粒径は以下のようにして求めることができる。すなわち、焼結体をイオンビームを用いてCP(Cross Section Polisher)加工することにより、平滑な断面を形成し、その断面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察し、画像解析ソフトを用いた2値化処理により第1材料の

円相当径を算出し、それを平均粒径とすることができる。

[0048] なお、この第1材料を含め、本実施形態の焼結体を構成する各成分組成およびその含有割合は、走査型電子顕微鏡（SEM）によりCP加工面を測定した反射電子像、EDX（エネルギー分散型X線分析）、もしくはオージェ電子分光法解析により確認することができる。

[0049] <立方晶窒化ホウ素>

本実施形態の焼結体に含まれる立方晶窒化ホウ素は、0.1～5 μm の平均粒径を有することが好ましい。0.1 μm 未満の場合、他の粉末と混合する際、凝集しやすいため焼結不良となる傾向があり、5 μm を超えると、焼結時粒成長により強度が低下する傾向がある。

[0050] このような立方晶窒化ホウ素の粒径は、応力集中が無く高強度になるという観点から均一であることが好ましく、このためここでいう平均粒径とは正規分布を示すことが好ましい。粒径が大きい粒子や小さい粒子が含まれる場合、そこに応力が集中してしまい強度が低くなるため、平均粒径は正規分布を示し、均一であることが好ましい。

[0051] このような立方晶窒化ホウ素は、焼結体中に20～80体積%の割合で含有されることが好ましい。その割合が20体積%未満では、硬度が低下し耐摩耗性が低下する場合がある。またその割合が80体積%を超えると、耐摩耗性および耐欠損性が低下する場合がある。立方晶窒化ホウ素のより好ましい割合は、40～60体積%である。

[0052] なお、立方晶窒化ホウ素の平均粒径は以下のようにして求めることができる。すなわち、焼結体をイオンビームを用いてCP（Cross Section Polisher）加工することにより、平滑な断面を形成し、その断面を走査型電子顕微鏡（SEM）で観察し、画像解析ソフトを用いた2値化処理により立方晶窒化ホウ素の円相当径を算出し、それを平均粒径とすることができる。

[0053] また、立方晶窒化ホウ素の含有割合は、走査型電子顕微鏡（SEM）によりCP加工面を測定した反射電子像の画像解析ソフトを用いた2値化処理により面積を測定し、求めることができる。

[0054] <第3相>

本実施形態の焼結体は、上記の第1材料および立方晶窒化ホウ素以外に、さらに第3相を含むことができる。このような第3相は、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化イットリウム、酸化ハフニウム、およびZrO₂からなる群より選ばれる少なくとも1種であることが好ましい。焼結体がこのような第3相を含むことにより、焼結性が向上し、焼結体の強度がさらに向上する。

[0055] このような第3相は、0.05～5 μmの平均粒径を有することが好ましい。0.05 μm未満の場合、他の粉末と混合する際、凝集しやすいため焼結不良となる傾向があり、5 μmを超えると、焼結時粒成長により強度が低下する傾向がある。

[0056] また、このような第3相は、焼結体中に5～50体積%の割合で含有されることが好ましい。その割合が5体積%未満では、焼結体の強度が十分に向上しない場合がある。またその割合が50体積%を超えると、高硬度cBNの割合が低下し、焼結体の硬度が低下する場合がある。第3相のより好ましい割合は、10～30体積%である。

[0057] なお、第3相の平均粒径は以下のようにして求めることができる。すなわち、焼結体をイオンビームを用いてCP (Cross Section Polisher) 加工することにより、平滑な断面を形成し、その断面を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察し、画像解析ソフトを用いた2値化処理により第3相の円相当径を算出し、それを平均粒径とすることができる。

[0058] また、第3相の含有割合は、走査型電子顕微鏡 (SEM) によりCP加工面を測定した反射電子像、もしくはオージェ電子分光法による元素分析により第3相の領域を確認した上で、画像解析ソフトを用いた2値化処理により面積を測定し求めることができる。

[0059] <第4相>

本実施形態の焼結体は、上記の第1材料および立方晶窒化ホウ素以外に、さらに第4相を含むことができる。第4相は、上記の第3相とともに焼結体

中に含まれていても良い。

[0060] このような第4相は、周期表の4族元素（Ti、Zr、Hfなど）、5族元素（V、Nb、Taなど）、6族元素（Cr、Mo、Wなど）、Al、およびSiからなる群より選ばれる少なくとも1種の元素と、炭素、窒素、およびホウ素からなる群より選ばれる少なくとも1種の元素とからなる少なくとも1種の化合物であることが好ましい。焼結体がこのような第4相を含むことにより、焼結性が向上し、焼結体の強度がさらに向上する。

[0061] 上記の化合物の具体例を挙げると、たとえばTiC、TiN、TiB₂、TiCrN、ZrC、ZrN、ZrB₂、AlCrN、AlN、AlB₂、SiC、Si₃N₄、HfC、HfN、VC、VN、NbC、TaC、CrC、CrN、Cr₂N、MoC、WC等を挙げることができる。第4相は、これらの化合物1種単独でまたは2種以上を組合わせて構成されることができる。

[0062] このような第4相は、0.05～5 μmの平均粒径を有することが好ましい。0.05 μm未満の場合、他の粉末と混合する際、凝集しやすいため焼結不良となる傾向があり、5 μmを超えると、焼結時粒成長により強度が低下する傾向がある。

[0063] また、このような第4相は、焼結体中に5～50体積%の割合で含有されることが好ましい。その割合が5体積%未満では、焼結体の強度が十分に向上しない場合がある。またその割合が50体積%を超えると、高硬度cBNの割合が低下し、焼結体の硬度が低下する場合がある。第4相のより好ましい割合は、10～30体積%である。

[0064] なお、第4相の平均粒径は以下のようにして求めることができる。すなわち、焼結体をイオンビームを用いてCP（Cross Section Polisher）加工することにより、平滑な断面を形成し、その断面を走査型電子顕微鏡（SEM）で観察し、画像解析ソフトを用いた2値化処理により第4相の円相当径を算出し、それを平均粒径とすることができる。

[0065] また、第4相の含有割合は、走査型電子顕微鏡（SEM）によりCP加工面を測定した反射電子像、もしくはオージェ電子分光法による元素分析によ

り第4相の領域を確認した上で、画像解析ソフトを用いた2値化処理により面積を測定し求めることができる。

[0066] <製造方法>

本実施形態の焼結体は、従来公知の製造方法により製造することができ、特にその製造方法が限定されるものではない。

[0067] たとえば、原料として第1材料、cBN、およびその他の成分（たとえば第3相粒子、第4相粒子等）を、ビーズミル、ボールミル等にて混合する。次いで、1300～1700℃の温度および10MPa～7GPaの圧力で10～60分間焼結することにより得ることができ、特に4～7GPaで行なうことが好ましい。焼結方法は特に限定されないが、放電プラズマ焼結（SPS）、ホットプレス、超高压プレスなどを用いることができる。

[0068] <切削工具>

本実施形態の焼結体は、上記のように優れた耐欠損性、耐摩耗性等の特性を示すため切削工具などに用いることが好適である。すなわち、本実施形態の切削工具は、上記の焼結体を含むものである。

[0069] ここで、上記切削工具としては、ドリル、エンドミル、ドリル用刃先交換型切削チップ、エンドミル用刃先交換型切削チップ、フライス加工用刃先交換型切削チップ、旋削加工用刃先交換型切削チップ、メタルソー、歯切工具、リーマ、タップ、切削バイト等を挙げることができる。

[0070] なお、上記の切削工具は、その全体が本実施形態の焼結体で構成されていても良いし、その一部（たとえば刃先部分）のみが本実施形態の焼結体で構成されていても良い。また、このような切削工具は、その表面にコーティング膜が形成されていても良い。

実施例

[0071] 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>

原料として、60体積%のcBNと40体積%の第1材料とを準備した。

c B Nは平均粒径 $2 \mu\text{m}$ であり、第1材料は下記のように中和共沈法により作製されたものであって、第1材料全体に対して30体積%の Al_2O_3 が固溶した部分安定化 ZrO_2 であり、粒径は $0.01 \mu\text{m}$ であった。

[0073] (第1材料(前駆体)の作製)

第1材料は、前述の通り、2013年に発表された論文(J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, Vol.60, No.10, P428-435)に基づき下記の方法により作製できる。

[0074] すなわち、まずオキシ塩化ジルコニウム($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)と塩化アルミニウム(AlCl_3)と塩化イットリウム(YCl_3)とを水に加え、 ZrO_2 と Y_2O_3 とのモル比率が「 $\text{ZrO}_2 : \text{Y}_2\text{O}_3 = 98.5 : 1.5$ 」で、しかも Y_2O_3 を添加した ZrO_2 と Al_2O_3 とのモル比率が「(Y_2O_3 を添加した ZrO_2) : $\text{Al}_2\text{O}_3 = 75 : 25$ 」となるように混合水溶液を調製する。

[0075] 次に、この混合水溶液にアンモニア水溶液を添加し、ZrとYとAlとを同時中和にて共沈させ、得られた沈殿物を濾過・水洗した後、乾燥を行なうことによって、非晶質水和ジルコニア($75\text{mol}\% (98.5\text{mol}\% \text{ZrO}_2 - 1.5\text{mol}\% \text{Y}_2\text{O}_3) - 25\text{mol}\% \text{Al}_2\text{O}_3$) 固溶体粉体を調製する。

[0076] 続いて、上記で得られた固溶体粉体を、 700°C で空气中9時間の条件で仮焼し(熱処理し)、更に 900°C で1時間仮焼して第1材料(前駆体)である結晶質の ZrO_2 (Al_2O_3 、 Y_2O_3 固溶)粉体を得る。この第1材料(前駆体)は、第1材料全体に対して30体積%の Al_2O_3 が固溶した部分安定化 ZrO_2 である。

[0077] 引続き、上記で準備したc B Nと第1材料(前駆体)とをボールミルを用いて混合し、混合物を得た。

[0078] 続いて、上記の混合物を5等分し、圧力7 GPaかつ焼結温度を表1記載の温度として15分間維持して焼結することにより焼結体No. 1～焼結体No. 5の5種の焼結体を得た。

[0079] このようにして得られた焼結体No. 1～焼結体No. 5について、上記

のようにCP加工を施すことにより、その断面をSEMで10000倍以上150000倍以下の倍率で観察することにより、第1材料中の Al_2O_3 の存在位置を特定するとともに、画像解析ソフト（商品名：「WinROOF ver. 6. 5. 3」、三谷商事株式会社製）を用いた2値化処理により Al_2O_3 の円相当径（粒径）と含有量を算出した。その結果、粒径は、以下の表1の通りであり、含有量は原料とほぼ一致すること（30体積%であって存在位置は結晶粒界または結晶粒内）が確認できた。また同時に、cBNの平均粒径と第1材料の平均粒径を確認したところ、cBNの平均粒径は原材料の平均粒径と一致していたが、第1材料中の Al_2O_3 の粒径は焼結温度に依存して変化することが確認できた。

[0080] また、同焼結体No. 1～焼結体No. 5について、CP加工面を走査型電子顕微鏡（SEM）により測定した反射電子像、もしくはオーグエ電子分光法による元素分析によりcBNおよび第1材料の領域を確認した上で、上記の画像解析ソフトを用いた2値化処理により面積を測定したところ、各焼結体は第1材料とcBNとを含み、第1材料とcBNとの割合が原料比と一致することも確認できた。なお、第1材料は、上記の通り、30体積%の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 である。

[0081] 次に、焼結体No. 1～焼結体No. 5の各焼結体を用いて、CNMA 120408、ネガランド角度 15° 、ネガランド幅0.12mmの形状の切削工具を作製し、以下の切削条件で高速切削の切削試験を行なった。

[0082] （切削条件）

切削速度：900m/min

送り：0.2mm

切込み：0.3mm

湿式／乾式：湿式（クーラント：エマルジョン）

装置：LB4000（オークマ社製）

被削材：遠心鑄造鑄鉄（緻密パーライト、デンドライト組織等を有するFC250（ネズミ鑄鉄））

被削材の形状：円筒状（外径 ϕ 95 mm）

（切削試験）

10.0 km 切削後の逃げ面摩耗量（ μ m）を測定するとともに、12.0 km 切削後の摩耗形態および欠損状況を観察した。その結果を表1に示す。

[0083] なお、比較例として焼結体No. 6を作製し、上記と同様の切削試験を行った。その結果も表1に示す。

[0084] なお、焼結体No. 6は、次のようにして作製した。すなわち、60体積%のcBN（上記と同じ）、34体積%の ZrO_2 （平均粒径0.05 μ m）、6体積%の Al_2O_3 （平均粒径2 μ m）の各粉末を準備した。 ZrO_2 および Al_2O_3 の各粉末は第1材料に置き換わるものであり、 ZrO_2 粉末は Al_2O_3 を含んでいない（表1において Al_2O_3 粉末の平均粒径は便宜上第1材料中の平均粒径の欄に記載した）。

[0085] そして、これらの各粉末を上記と同様に混合し、その混合物を焼結温度を1400℃の一通りとすることを除き、上記と同様にして焼結することにより焼結体No. 6を得た。

[0086]

[表1]

焼結体 No.	焼結温度 (°C)	第1材料中の Al_2O_3 の粒径(μm)	10.0km 切削後の 逃げ面摩耗量(μm)	12.0km 切削後の摩耗形態 および欠損状況
1	1350	0.02	152	正常摩耗
2	1400	0.05	155	正常摩耗
3	1500	0.1	158	正常摩耗
4	1600	0.5	160	微小チッピング
5	1700	1	162	微小チッピング
6	1400	2	166	欠損
7	1300	0.25	135	欠損
8	1350	0.3	134	欠損
9	1400	0.4	134	欠損
10	1500	0.6	132	欠損

[0087] 表1より明らかな通り、実施例の焼結体No. 1～No. 5は、比較例の焼結体No. 6に比し、10.0km切削後の逃げ面摩耗量が小さく耐摩耗性に優れているとともに、12.0km切削後の摩耗形態も良好であり、耐欠損性に優れていることが確認できた。

[0088] なお、焼結体No. 1～No. 5を比較すると、焼結温度が低くなるほど、 Al_2O_3 の平均粒径が小さくなっており、耐摩耗性および耐欠損性の両者ともにより優れることが確認できた。

[0089] <参考実験>

上記で準備した第1材料（前駆体）のみを用いて、焼結温度を表1記載の温度とすることを除き、他は全て上記と同様にして焼結体No. 7～焼結体No. 10の4種の焼結体を得た。そして上記と同様にして切削試験を行なった。

[0090] 焼結体No. 7～焼結体No. 10について、上記と同様にして Al_2O_3 の粒径を測定した結果および切削試験の結果を上記の表1に示す。

[0091] 表1より明らかなように、焼結温度が低くなるのに従い Al_2O_3 の粒径は小さくなる傾向を示したが、いずれも焼結体No. 1～焼結体No. 5（すなわち、第1材料とcBNとを混合して焼結したもの）の Al_2O_3 の粒径に比し、5～10倍程度大きくなっていた。また、12.0km切削後において、いずれも欠損を生じた。

[0092] 以上より、第1材料とcBNとを混合して焼結すると、極めて小さい粒径の Al_2O_3 が生成され、靱性が強化されることが追認できた。

[0093] <実施例2>

焼結体中の第1材料の含有量を以下の表2の通り変更することを除き、他は全て実施例1の焼結体No. 3（すなわち焼結温度が1500℃のもの）と同様にして、7種類の焼結体を作製した（焼結体No. 3a、No. 3b、No. 3c、No. 3d、No. 3e、No. 3f、No. 3g）。

[0094] そして、これら7種類の焼結体を用いて、実施例1と同じ切削試験を行なった。その結果を以下の表2に示す。

[0095] なお、これら7種類の焼結体について実施例1と同様の方法により、第1材料中の Al_2O_3 の存在位置を特定するとともに、 Al_2O_3 の円相当径（粒径）と含有量を算出したところ、実施例1の焼結体No. 3と同様であることが確認できた。また、実施例1と同様の方法により、各焼結体の組成（第1材料の含有量）が表2記載の通りであることを確認した。

[0096]

[表2]

焼結体 No.	第1材料の 含有量(体積%)	10.0km 切削後の 逃げ面摩耗量(μm)	12.0km 切削後の摩耗形態 および欠損状況
3a	10	180	微小チッピング
3b	20	170	微小チッピング
3c	30	163	正常摩耗
3	40	158	正常摩耗
3d	50	151	正常摩耗
3e	60	148	正常摩耗
3f	80	135	微小チッピング
3g	90	133	チッピング

[0097] 表2より明らかなように、いずれの焼結体も優れた耐摩耗性と耐欠損性を示した。

<実施例3>

第1材料中の Al_2O_3 の含有量を以下の表3の通り変更することを除き、他は全て実施例1の焼結体No. 3と同様にして、7種類の焼結体を作製した(焼結体No. 3t、No. 3u、No. 3v、No. 3w、No. 3x、No. 3y、No. 3z)。

[0098] 上記焼結体の内、焼結体No. 3tは、第1材料が Al_2O_3 のみで構成されるもの(すなわち Al_2O_3 の含有量が100体積%となる Al_2O_3 単体からなるもの)であり、このような Al_2O_3 として大明化学工業製TM-DARを用いた。また、他の焼結体に含まれる第1材料は、実施例1と同じジルコニウム塩とアルミニウム塩とイットリウム塩を用い、ジルコニア(ZrO_2)とイットリア(Y_2O_3)とのモル比率が「 $\text{ZrO}_2 : \text{Y}_2\text{O}_3 = 98.2 : 1.8 \sim 98.8 : 1.2$ 」で、しかもイットリアを添加したジルコニアとアルミナ(Al_2O_3)とのモル比率($(\text{Y}_2\text{O}_3$ を添加した $\text{ZrO}_2) : \text{Al}_2\text{O}_3$)が、それぞれ10:90(No. 3u)、30:70(No. 3v)、50:50(No. 3w)、55:45(No. 3x)、75:25(No. 3)、85:15(No. 3y)、95:5(No. 3z)となるように混合水溶液を調製することを除き、実施例1の第1材料と同様にして調製した。

[0099] そして、これら7種類の焼結体を用いて、実施例1と同じ切削試験を行な

った。その結果を以下の表 3 に示す。

[0100] なお、これら 7 種類の焼結体について実施例 1 と同様の方法により、第 1 材料中の Al_2O_3 の存在位置を特定するとともに、 Al_2O_3 の円相当径（粒径）と含有量を算出したところ、 Al_2O_3 の含有量を除き実施例 1 の焼結体 No. 3 と同様であることが確認できた。また、実施例 1 と同様の方法により、各焼結体の組成を確認したところ、 Al_2O_3 の含有量を除き実施例 1 の焼結体 No. 3 と同様であることが確認できた。

[0101] なお、第 1 材料中の Al_2O_3 の含有量は、上記のように中和共沈法による調製時に Al_2O_3 の含有量を調整したものある。

[0102]

[表3]

焼結体 No.	第1材料中の Al_2O_3 の含有量(体積%)	10.0km 切削後の 逃げ面摩耗量(μm)	12.0km 切削後の摩耗形態 および欠損状況
3t	100	欠損	欠損
3u	90	117	刃先チップピング及び境界摩耗部の損傷
3v	70	124	刃先チップピング
3w	55	130	刃先チップピング
3x	50	146	刃先微小チップピング
3	30	152	正常摩耗
3y	15	158	正常摩耗
3z	5	161	正常摩耗

[0103] 表3より明らかなように、焼結体No. 3tを除きいずれの焼結体も優れた耐摩耗性と耐欠損性を示した。とりわけ、第1材料中の Al_2O_3 の含有量が5～50体積%である焼結体No. 3、No. 3x、No. 3y、およびNo. 3zは、良好な耐欠損性を示し、第1材料中の Al_2O_3 の含有量が50体積%超90体積%以下である焼結体No. 3u、No. 3v、およびNo. 3wは、良好な耐摩耗性を示した。

[0104] <実施例4>

焼結体中の第1材料（含有量：40体積％）を、23体積％の第1材料と17体積％の表4記載の第3相および／または第4相とに置き換えることを除き、他は全て実施例1の焼結体No. 3と同様にして、24種類の焼結体を作製した（焼結体No. 301～No. 324）。

[0105] そして、これら24種類の焼結体を用いて、実施例1と同じ切削試験を行った。その結果を以下の表4に示す。

[0106] なお、これら24種類の焼結体について実施例1と同様の方法により、第1材料中の Al_2O_3 の存在位置を特定するとともに、 Al_2O_3 の円相当径（粒径）と含有量を算出したところ、実施例1の焼結体No. 3と同様であることが確認できた。

[0107] また、各焼結体のCP加工面を走査型電子顕微鏡（SEM）により測定した反射電子像、もしくはオージェ電子分光法による元素分析によりcBN、第1材料、第3相、および第4相の領域を確認した上で、上記の画像解析ソフトを用いた2値化処理により面積を測定し、cBN、第1材料、第3相、および第4相の各組成および含有量が上記および表4記載のものと同一であることが確認できた。

[0108]

[0109] 表4より明らかなように、いずれの焼結体も優れた耐摩耗性と耐欠損性を示した。

＜実施例5＞

焼結体中の第1材料（含有量：40体積%）を、以下の第1材料（1）～第1材料（6）にそれぞれ置き換えることを除き、他は全て実施例1の焼結体No. 3と同様にして、6種類の焼結体を作製した。

[0110] [第1材料（1）]

部分安定化ZrO₂粉末（商品名：「TZ-3Y」、東ソー製、平均粒径：45nm）とAl₂O₃粉末（商品名：「TM-DAR」、大明化学製、平均粒径：0.1μm）とを、溶媒（エタノール）中でボールミルを用いて混合し、混合スラリーを得た。なお、両粉末の混合割合は、焼結体中での含有割合がZrO₂が34体積%、Al₂O₃が6体積%（第1材料中に占める割合：15体積%）となるように混合した。

[0111] 次いで、上記で得られた混合スラリーをスプレードライヤー（商品名：「FR125」、プリス製）により造粒（噴霧造粒）することにより造粒粉末を得た。

[0112] 続いて、この造粒粉末を熱処理炉を用いて「1000℃、真空中、3時間」という条件により焼結することにより、強度を強化した造粒物である第1材料（1）を得た。

[0113] [第1材料（2）]

部分安定化ZrO₂粉末とAl₂O₃粉末とを、焼結体中での含有割合がZrO₂が28体積%、Al₂O₃が12体積%（第1材料中に占める割合：30体積%）となるように混合することを除き、他は全て第1材料（1）と同様にして第1材料（2）を得た。

[0114] [第1材料（3）]

部分安定化ZrO₂粉末とAl₂O₃粉末とを、焼結体中での含有割合がZrO₂が20体積%、Al₂O₃が20体積%（第1材料中に占める割合：50体積%）となるように混合することを除き、他は全て第1材料（1）と同様にして

第1材料(3)を得た。

[0115] [第1材料(4)]

部分安定化 ZrO_2 粉末(商品名:「TZ-3Y」、東ソー製、平均粒径:45nm)と Al_2O_3 粉末(商品名:「TM-DAR」、大明化学製、平均粒径:0.1 μm)とを、バインダーとしてポリビニルブチラル(商品名:「エスレックB」、積水化学工業株式会社製)を10質量%添加した溶媒(エタノール)中でボールミルを用いて混合し、混合スラリーを得た。なお、両粉末の混合割合は、焼結体中での含有割合が ZrO_2 が34体積%、 Al_2O_3 が6体積%(第1材料中に占める割合:15体積%)となるように混合した。

[0116] 次に、上記で得られた混合スラリーをスプレードライヤー(商品名:「FR125」、プリス製)により造粒(噴霧造粒)することにより造粒粉末を得、これを第1材料(4)とした。

[0117] [第1材料(5)]

部分安定化 ZrO_2 粉末と Al_2O_3 粉末とを、焼結体中での含有割合が ZrO_2 が28体積%、 Al_2O_3 が12体積%(第1材料中に占める割合:30体積%)となるように混合することを除き、他は全て第1材料(4)と同様にして第1材料(5)を得た。

[0118] [第1材料(6)]

部分安定化 ZrO_2 粉末と Al_2O_3 粉末とを、焼結体中での含有割合が ZrO_2 が20体積%、 Al_2O_3 が20体積%(第1材料中に占める割合:50体積%)となるように混合することを除き、他は全て第1材料(4)と同様にして第1材料(6)を得た。

[0119] そして、上記のようにして得られた6種類の焼結体を用いて、実施例1と同じ切削試験を行なった。その結果を以下の表5に示す。

[0120] なお、これら6種類の焼結体について実施例1と同様の方法により、第1材料中の Al_2O_3 の存在位置を特定するとともに、 Al_2O_3 の円相当径(粒径)と含有量を算出したところ、第1材料の粒径はほぼ0.15 μm であり、

Al_2O_3 の粒径は $0.1\ \mu\text{m}$ であり、 ZrO_2 と Al_2O_3 の焼結体中での含有割合がほぼ上記の通りとなっていることを確認した。

[0121] また、各焼結体のCP加工面を走査型電子顕微鏡（SEM）により測定した反射電子像、もしくはオージェ電子分光法による元素分析によりcBN、 ZrO_2 、および Al_2O_3 の領域を確認した上で、上記の画像解析ソフトを用いた2値化処理により面積を測定したところ、cBN、 ZrO_2 、および Al_2O_3 の各組成および含有量が原料配合時のものとほぼ同じであることが確認できた。

[0122] [表5]

第1材料の種類	10.0km 切削後の逃げ面摩耗量(μm)	12.0km 切削後の摩耗形態および欠損状況
第1材料(1)	170	微小チッピング
第1材料(2)	166	微小チッピング
第1材料(3)	163	微小チッピング
第1材料(4)	175	微小チッピング
第1材料(5)	172	微小チッピング
第1材料(6)	170	微小チッピング

[0123] 表5より明らかなように、いずれの焼結体も優れた耐摩耗性と耐欠損性を示した。

<実施例6>

焼結体中の第1材料を、以下のようにして作製した第1材料（この第1材料を便宜上「第1材料A」とする）に置き換えること（すなわち焼結体原料の第1材料前駆体を以下の「第1材料A」に置き換えること）を除き、他は全て実施例1の焼結体No. 3と同様にして、焼結体を作製した（この焼結体を便宜上「焼結体No. 601」とする）。

[0124] （第1材料Aの作製）

第1材料Aは、前述の通り、2011年に発表された論文（J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, Vol.58, No.12, P727-732）に基づき下記の方法（ゾルーゲル法）により作製できる。

[0125] すなわち、まず $\text{Zr}-i-(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ 、 $\text{Al}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$ 、 $\text{Y}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$

)₃を2-プロパノール中で2時間処理した後、NH₄OHを添加する。次いで、78℃にて24時間還流することによって、加水分解生成物を得る。続いて、この加水分解生成物を遠心分離した後、熱水で洗浄する。

[0126] 引続き、上記で洗浄したものを真空中、120℃で乾燥することにより前駆体を得る。配合比はZrO₂に対して、1.5モル%のY₂O₃および25モル%のAl₂O₃となるように調合する。このようにして得られた前駆体（粉体）を700℃で空气中9時間の条件で仮焼し（熱処理し）、更に900℃で1時間仮焼して第1材料Aである結晶質のZrO₂（Al₂O₃、Y₂O₃固溶）粉体を得る。この第1材料Aは、第1材料全体に対して30体積%のAl₂O₃が固溶した部分安定化ZrO₂である。

[0127] 一方、上記の焼結体No. 601中の第1材料A（含有量：40体積%）を、23体積%の第1材料Aと17体積%の表6記載の第3相および／または第4相とに置き換えることを除き、他は全て焼結体No. 601と同様に、16種類の焼結体を作製した（焼結体No. 602～No. 617）。

[0128] そして、これら17種類の焼結体を用いて、実施例1と同じ切削試験を行った。その結果を以下の表6に示す。

[0129] なお、これら17種類の焼結体について実施例1と同様の方法により、第1材料中のAl₂O₃の存在位置を特定するとともに、Al₂O₃の円相当径（粒径）と含有量を算出したところ、実施例1の焼結体No. 3と同様であることが確認できた。

[0130] また、各焼結体のCP加工面を走査型電子顕微鏡（SEM）により測定した反射電子像、もしくはオージェ電子分光法による元素分析によりcBN、第1材料、第3相、および第4相の領域を確認した上で、上記の画像解析ソフトを用いた2値化処理により面積を測定したところ、cBN、第1材料、第3相、および第4相の各組成および含有量が上記および表6記載のものと同一であることが確認できた。

[0131]

[表6]

焼結体 No.	第3相(体積%)						第4相(体積%)						10.0km 切削後の 逃げ面摩耗量(μm)	12.0km 切削後の摩耗 形態および欠損状況
	Al ₂ O ₃	CeO	MgO	HfO	ZrO	TiCrN	AlCrN	ZrC	ZrN	TiC	TiN	Si ₃ N ₄		
601	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	155	正常摩耗
602	17	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	141	微小チッピング
603	-	-	-	-	-	-	17	-	-	-	-	-	143	正常摩耗
604	-	-	-	-	-	-	-	17	-	-	-	-	160	チッピング
605	-	-	-	-	-	-	-	-	17	-	-	-	161	チッピング
606	-	-	-	-	-	-	-	-	-	17	-	-	150	正常摩耗
607	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	17	-	153	チッピング
608	10	-	-	-	-	-	7	-	-	-	-	-	140	正常摩耗
609	10	-	-	-	-	-	-	-	-	7	-	-	145	正常摩耗
610	10	-	-	-	-	-	5	-	-	2	-	-	144	正常摩耗
611	-	-	-	-	-	-	10	-	-	7	-	-	146	正常摩耗
612	10	7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	155	正常摩耗
613	10	-	7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	153	微小チッピング
614	10	-	-	7	-	-	-	-	-	-	-	-	157	微小チッピング
615	-	-	-	-	-	17	-	-	-	-	-	-	160	微小チッピング
616	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	17	164	微小チッピング
617	10	-	-	-	7	-	-	-	-	-	-	-	150	微小チッピング

[0132] 表6より明らかなように、いずれの焼結体も優れた耐摩耗性と耐欠損性を

示した。

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たり、様々に変形することも当初から予定している。

[0133] 今回開示された実施の形態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実施の形態ではなく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

- [請求項1] 第1材料と立方晶窒化ホウ素とを含む焼結体であって、
前記第1材料は、5～90体積%の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 である、焼結体。
- [請求項2] 前記第1材料は、5～50体積%の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 である、請求項1に記載の焼結体。
- [請求項3] 前記第1材料は、50体積%超70体積%以下の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 である、請求項1に記載の焼結体。
- [請求項4] 前記第1材料は、70体積%超90体積%以下の Al_2O_3 が結晶粒界または結晶粒内に分散した部分安定化 ZrO_2 である、請求項1に記載の焼結体。
- [請求項5] 前記 Al_2O_3 は、その粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の粒子である、請求項1～請求項4のいずれか1項に記載の焼結体。
- [請求項6] 前記 Al_2O_3 は、その粒径が $0.5\mu\text{m}$ 以下の粒子である、請求項5に記載の焼結体。
- [請求項7] 前記 Al_2O_3 は、その粒径が $0.1\mu\text{m}$ 以下の粒子である、請求項6に記載の焼結体。
- [請求項8] 前記焼結体は、20～80体積%の前記第1材料を含む、請求項1～請求項7のいずれか1項に記載の焼結体。
- [請求項9] 前記焼結体は、さらに第3相を含み、
前記第3相は、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化イットリウム、酸化ハフニウム、および ZrO からなる群より選ばれる少なくとも1種である、請求項1～請求項8のいずれか1項に記載の焼結体。
- [請求項10] 前記焼結体は、さらに第4相を含み、
前記第4相は、周期表の4族元素、5族元素、6族元素、 Al 、お

よびSiからなる群より選ばれる少なくとも1種の元素と、炭素、窒素、およびホウ素からなる群より選ばれる少なくとも1種の元素とからなる少なくとも1種の化合物である、請求項1～請求項9のいずれか1項に記載の焼結体。

[請求項11] 請求項1～請求項10のいずれか1項に記載の焼結体を含む切削工具。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/062460

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C04B35/583(2006.01)i, B23B27/14(2006.01)i, B23B27/20(2006.01)i, B23B51/00(2006.01)i, B23C5/16(2006.01)i

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, B23B27/14, B23B27/20, B23B51/00, B23C5/16

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	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

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

JSTPlus (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2012/057183 A1 (Sumitomo Electric Hardmetal Corp.), 03 May 2012 (03.05.2012), claims; paragraphs [0020], [0029]; examples; table 1 (Family: none)	1-11
Y	WO 2012/057184 A1 (Sumitomo Electric Hardmetal Corp.), 03 May 2012 (03.05.2012), claims; paragraphs [0020], [0029]; examples; table 1 & JP 5841050 B2 & US 2013/0079215 A1 claims; paragraphs [0035], [0050]; examples; tables & EP 2633930 A1 & CA 2794396 A1 & CN 102821898 A & KR 10-2013-0122705 A	1-11

☒ 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
23 May 2016 (23.05.16)

Date of mailing of the international search report
31 May 2016 (31.05.16)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/062460

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2012/029440 A1 (Sumitomo Electric Hardmetal Corp.), 08 March 2012 (08.03.2012), claims; examples; table 1 & JP 5732663 B2 & US 2012/0208006 A1 claims; examples; table 1 & EP 2612719 A1 & CA 2778198 A1 & KR 10-2012-0062015 A & CN 102665976 A	1-11
Y	WO 2011/059020 A1 (Tungaloy Corp.), 19 May 2011 (19.05.2011), claims; paragraph [0011] & US 2012/0304544 A1 claims; paragraph [0011] & EP 2500332 A1 & CN 102666435 A	1-11
Y	JP 2014-520063 A (Diamond Innovations Inc.), 21 August 2014 (21.08.2014), claims; paragraph [0014] & US 2012/0329632 A1 claims; paragraph [0042] & WO 2012/177467 A1 & CA 2836778 A1 & CN 103764595 A & KR 10-2014-0047655 A	1-11

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））			
Int.Cl. C04B35/583(2006.01)i, B23B27/14(2006.01)i, B23B27/20(2006.01)i, B23B51/00(2006.01)i, B23C5/16(2006.01)i			
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（I P C））			
Int.Cl. C04B35/583, B23B27/14, B23B27/20, B23B51/00, B23C5/16			
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 1 9 2 2 - 1 9 9 6 年 日本国公開実用新案公報 1 9 7 1 - 2 0 1 6 年 日本国実用新案登録公報 1 9 9 6 - 2 0 1 6 年 日本国登録実用新案公報 1 9 9 4 - 2 0 1 6 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）			
JSTPlus (JDreamIII)			
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 請求項の番号	
Y	W0 2012/057183 A1（住友電工ハードメタル株式会社）2012.05.03, 特許請求の範囲、[0020]、[0029]、実施例、表1（ファミリーなし）	1-11	
Y	W0 2012/057184 A1（住友電工ハードメタル株式会社）2012.05.03, 特許請求の範囲、[0020]、[0029]、実施例、表1 & JP 5841050 B2 & US 2013/0079215 A1, 特許請求の範囲, [0035], [0050], 実施例, 表 & EP 2633930 A1 & CA 2794396 A1 & CN 102821898 A & KR 10-2013-0122705 A	1-11	
☒ 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 2 3 . 0 5 . 2 0 1 6		国際調査報告の発送日 3 1 . 0 5 . 2 0 1 6	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（I S A / J P） 郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5 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） 小野 久子 電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 6 5	4 T 4 0 3 5

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 請求項の番号
Y	WO 2012/029440 A1 (住友電工ハードメタル株式会社) 2012. 03. 08, 特許請求の範囲、実施例、表 1 & JP 5732663 B2 & US 2012/0208006 A1, 特許請求の範囲, 実施例, 表 1 & EP 2612719 A1 & CA 2778198 A1 & KR 10-2012-0062015 A & CN 102665976 A	1-11
Y	WO 2011/059020 A1 (株式会社タンガロイ) 2011. 05. 19, 特許請求の範囲、[O O 1 1] & US 2012/0304544 A1, 特許請求の範囲, [0011] & EP 2500332 A1 & CN 102666435 A	1-11
Y	JP 2014-520063 A (ダイヤモンド イノベーションズ インコーポレーテッド) 2014. 08. 21, 特許請求の範囲、[O O 1 4] & US 2012/0329632 A1, 特許請求の範囲, [0042] & WO 2012/177467 A1 & CA 2836778 A1 & CN 103764595 A & KR 10-2014-0047655 A	1-11