

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2007-533593

(P2007-533593A)

(43) 公表日 平成19年11月22日(2007.11.22)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C O 4 B 35/58 (2006.01)	C O 4 B 35/58 3 O 1	3 C O 4 6
C O 4 B 35/80 (2006.01)	C O 4 B 35/80 G	4 G O O 1
B 2 3 B 27/14 (2006.01)	B 2 3 B 27/14 B	

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 20 頁)

(21) 出願番号 特願2007-509541 (P2007-509541)
 (86) (22) 出願日 平成17年4月18日 (2005.4.18)
 (85) 翻訳文提出日 平成18年12月25日 (2006.12.25)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2005/013123
 (87) 国際公開番号 W02005/118505
 (87) 国際公開日 平成17年12月15日 (2005.12.15)
 (31) 優先権主張番号 10/831, 383
 (32) 優先日 平成16年4月23日 (2004.4.23)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (31) 優先権主張番号 11/101, 260
 (32) 優先日 平成17年4月7日 (2005.4.7)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

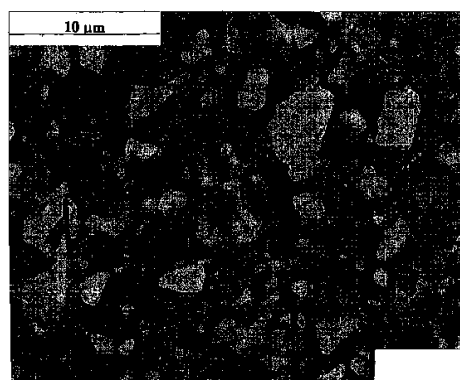
(71) 出願人 399031078
 ケンナメタル インコーポレイテッド
 Kennametal Inc.
 アメリカ合衆国 ペンシルヴェニア ラト
 ローブ テクノロジー ウエイ 1600
 1600 Technology Way
 Latrobe PA 15650-0
 231, USA
 (74) 代理人 100079049
 弁理士 中島 淳
 (74) 代理人 100084995
 弁理士 加藤 和詳
 (74) 代理人 100085279
 弁理士 西元 勝一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 酸窒化アルミニウムを含有するウイスキー強化セラミックおよびその製造法

(57) 【要約】

セラミック体 (20)、ならびにその製造法であって、該セラミック体は、酸窒化アルミニウムおよびウイスキー、(および必要に応じて) 1以上の炭窒化チタン、および/またはアルミナ、および/またはジルコニア、および/または他の成分を含有する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

酸窒化アルミニウムを含むマトリックスおよび前記マトリックス全体にわたって分布するウイスキーを含むセラミック体であって、

前記酸窒化アルミニウムが前記セラミック体の約 60 体積%から約 98 体積%を構成し、前記ウイスキーが前記セラミック体の約 2 体積%から約 40 体積%を構成する、セラミック体。

【請求項 2】

前記酸窒化アルミニウムが前記セラミックの約 65 体積%から約 85 体積%を構成し、前記ウイスキーが前記セラミックの約 15 体積%から約 35 体積%を構成する、請求項 1 記載のセラミック体。 10

【請求項 3】

前記酸窒化アルミニウムの源が、約 0.1 重量%以下の窒化アルミニウムを含有する酸窒化アルミニウム粉末である、請求項 1 記載のセラミック体。

【請求項 4】

前記酸窒化アルミニウム粉末が、約 0.1 重量%以下のアルミナを含有する、請求項 3 記載のセラミック体。

【請求項 5】

前記ウイスキーが炭化ケイ素ウイスキー含み、ASTM E384-99e1 により決定される Vickers 硬度数 (VHN) が少なくとも 15.00 であり、Evans および Charles による破壊靱性 (K_{IC}) が少なくとも約 $5.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ である、請求項 1 記載のセラミック体。 20

【請求項 6】

前記セラミック体が、切削インサートを含み、前記切削インサートがすくい面と逃げ面を有し、前記すくい面と前記逃げ面が交差して切削エッジを形成している、請求項 1 記載のセラミック体。

【請求項 7】

酸窒化アルミニウムおよび酸窒化アルミニウム以外のセラミック添加剤を含むマトリックスと、前記マトリックス全体にわたって分布するウイスキーと、を含むセラミック体であって、 30

前記酸窒化アルミニウムが前記セラミック体の約 30 体積%から約 70 体積%を構成し、

前記セラミック添加剤が前記セラミック体の約 10 体積%から約 40 体積%を構成し、前記ウイスキーが前記セラミック体の約 2 体積%から約 40 体積%を構成する、セラミック体。

【請求項 8】

前記酸窒化アルミニウムが前記セラミック体の約 35 体積%から約 55 体積%の間の量で存在し、前記セラミック添加剤が前記セラミック体の約 15 体積%から約 30 体積%の間の量で存在し、前記ウイスキーが前記セラミック体の約 15 体積%から約 35 体積%の間の量で存在する、請求項 7 記載のセラミック体。 40

【請求項 9】

前記酸窒化アルミニウムの源が、約 0.1 重量%以下の窒化アルミニウムを含有する酸窒化アルミニウム粉末である、請求項 7 記載のセラミック体。

【請求項 10】

前記ウイスキーが炭化ケイ素ウイスキーを含み、前記セラミック添加剤が炭窒化チタンを含み、ASTM E384-99e1 により決定される Vickers 硬度数 (VHN) が少なくとも約 17.00 であり、Evans および Charles による破壊靱性 (K_{IC}) が少なくとも約 $5.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ である、請求項 7 記載のセラミック体。

【請求項 11】

前記セラミック体が切削インサートを含み、前記切削インサートがすくい面と逃げ面を 50

有し、前記すくい面と前記逃げ面が交差して切削エッジを形成している、請求項 7 記載のセラミック体。

【請求項 1 2】

前記セラミック添加剤が、別々に使われている、または相互のもしくは他の要素との固溶体として使われている次の材料：炭窒化チタン、炭窒化ハフニウム、炭窒化ジルコニウム、二ホウ化チタン、二ホウ化ジルコニウム、二ホウ化ハフニウムおよび炭化ホウ素の 1 以上である、請求項 7 記載のセラミック体。

【請求項 1 3】

酸窒化アルミニウム、アルミナ、および酸窒化アルミニウムまたはアルミナ以外のセラミック添加剤を含むマトリックスと、前記マトリックス全体にわたって分布するウイスキーと、を含むセラミック体であって、

前記酸窒化アルミニウムが前記セラミック体の約 1 0 体積 % から約 2 5 体積 % を構成し、

前記アルミナが前記セラミックの約 2 5 体積 % から約 4 0 体積 % を構成し、

前記セラミック添加剤が前記セラミック体の約 1 5 体積 % から約 3 5 体積 % を構成し、

前記ウイスキーが前記セラミック体の約 2 体積 % から約 4 0 体積 % を構成する、

セラミック体。

【請求項 1 4】

前記セラミック添加剤が、別々に使われている、または相互のもしくは他の要素との固溶体として使われている次の材料：炭窒化チタン、炭窒化ハフニウム、炭窒化ジルコニウム、二ホウ化チタン、二ホウ化ジルコニウム、二ホウ化ハフニウムおよび炭化ホウ素の 1 以上である、請求項 1 3 記載のセラミック体。

【請求項 1 5】

前記酸窒化アルミニウムの源が、約 0 . 1 重量 % 以下の窒化アルミニウムを含有する酸窒化アルミニウム粉末である、請求項 1 3 記載のセラミック体。

【請求項 1 6】

前記ウイスキーが炭化ケイ素ウイスキーを含み、前記セラミック添加剤が炭窒化チタンを含み、ASTM E 3 8 4 - 9 9 e 1 により決定される V i c k e r 硬度数 (V H N) が少なくとも約 1 8 . 0 0 であり、E v a n s および C h a r l e s による破壊靱性 (K_{IC}) が少なくとも約 5 . 0 M P a \cdot m^{1/2} である、請求項 1 3 記載のセラミック体。

【請求項 1 7】

前記セラミック体が、切削インサートを含み、前記切削インサートがすくい面と逃げ面を有し、前記すくい面と前記逃げ面が交差して切削エッジを形成している、請求項 1 3 記載のセラミック体。

【請求項 1 8】

酸窒化アルミニウムおよびジルコニアを含むマトリックスと、前記マトリックス全体にわたって分布するウイスキーと、を含むセラミック体であって、

前記酸窒化アルミニウムが前記セラミック体の約 3 0 体積 % から約 6 0 体積 % を構成し、

前記ジルコニアが前記セラミック体の約 1 体積 % から約 1 0 体積 % を構成し、

前記ウイスキーが前記セラミック体の約 2 体積 % から約 4 0 % 体積 % を構成する、

セラミック体。

【請求項 1 9】

前記マトリックスがさらに、酸窒化アルミニウムまたはジルコニア以外のセラミック添加剤を含み、前記セラミック添加剤が前記セラミック体の約 1 5 体積 % から約 3 5 体積 % を構成し、前記セラミック添加剤が、別々に使われている、または相互のもしくは他の要素との固溶体として使われている次の材料：炭窒化チタン、炭窒化ハフニウム、炭窒化ジルコニウム、二ホウ化チタン、二ホウ化ジルコニウム、二ホウ化ハフニウムおよび炭化ホウ素の 1 以上である、請求項 1 8 記載のセラミック体。

【請求項 2 0】

前記ウイスキーが炭化ケイ素ウイスキーを含み、前記セラミック添加剤が炭窒化チタンを含み、ASTM E384-99e1により決定されるVicker硬度数(VHN)が少なくとも約10.00であり、EvansおよびCharlesによる破壊靱性(K_{IC})が少なくとも約7.0 MPa $\cdot$ m^{1/2}である、請求項19記載のセラミック体。

【請求項21】

前記ASTM E384-99e1により決定されるVicker硬度数(VHN)が約10.00から約15.00の間である、請求項20記載のセラミック体。

【請求項22】

前記EvansおよびCharlesによる破壊靱性(K_{IC})が約7.0 MPa $\cdot$ m^{1/2}から約11.0 MPa $\cdot$ m^{1/2}の間の範囲である、請求項20記載のセラミック体。

10

【請求項23】

前記セラミック体が切削インサートを含み、前記切削インサートがすくい面と逃げ面を有し、前記すくい面と前記逃げ面が交差して切削エッジを形成している、請求項18記載のセラミック体。

【請求項24】

約0.1重量%以下の窒化アルミニウムを含有する酸窒化アルミニウム粉末、およびセラミックウイスキー、および酸窒化アルミニウム以外のセラミック添加剤粉末を含む出発粉末混合物を提供する工程と、

前記出発粉末混合物を固結させてセラミック体とする工程と、
を含む、セラミック体を製造する方法。

20

【請求項25】

前記セラミック添加剤が：
アルミナ粉末、および
ジルコニア粉末、および

別々に使われる、または相互のもしくは他の要素との固溶体として使われる次の材料：
炭窒化チタン、炭窒化ハフニウム、炭窒化ジルコニウム、二ホウ化チタン、二ホウ化ジルコニウム、二ホウ化ハフニウムおよび炭化ホウ素の1以上、

の1以上を含む、請求項24記載の方法。

【請求項26】

前記出発粉末混合物が、約10から約25体積%の間の酸窒化アルミニウム粉末および約15から約35体積%の間の炭窒化チタン粉末および約25から約40体積%の間のアルミナ粉末および約15から約35体積%の間のセラミックウイスキーを含む、請求項25記載の方法。

30

【請求項27】

前記出発粉末混合物が、約30から約60体積%の間の酸窒化アルミニウム粉末および約1から約10体積%の間のジルコニア粉末および約15から約35体積%の間のセラミックウイスキーを含む、請求項25記載の方法。

【請求項28】

前記出発粉末がさらに約15体積%から約35体積%の炭窒化チタン粉末を含む、請求項27記載の方法。

40

【請求項29】

前記出発粉末混合物が、約30から約70体積%の間の酸窒化アルミニウム粉末および約10から約40体積%の間のセラミック添加剤粉末および約2から約40体積%の間のセラミックウイスキーを含む、請求項24記載の方法。

【請求項30】

約40から約98体積%の間の酸窒化アルミニウムおよび約2から約40体積%の間のウイスキーを含む出発粉末混合物を提供する工程と、

前記出発粉末混合物を固結させてセラミック体とする工程と、
を含む、セラミック体を製造する方法。

【請求項31】

50

約 40 から約 98 体積%の間の酸窒化アルミニウムおよび約 2 から約 40 体積%の間のウイスキーを含む出発粉末混合物を提供する工程と、

前記出発粉末を約 1750℃以下の温度でホットプレスしてセラミック体とする工程と、

を含む、セラミック体を製造する方法。

【請求項 32】

ホットプレス温度が約 1600℃から約 1750℃の間である、請求項 31 記載の方法

【請求項 33】

次式にしたがってアルミナ粉末および窒化アルミニウム粉末を混合することにより、粉末混合物を形成する工程と、

$(4-x)/3$ アルミナおよび x 窒化アルミニウム (x はモルパーセントであり、約 0.31 から約 0.61 の間である)

約 0.1 モルパーセントから約 1.0 モルパーセントの間の純アルミニウム粉末を前記粉末混合物に添加する工程と、

アルミニウムを含有する前記粉末混合物を約 1600℃から約 1900℃の間の温度で約 2 時間から約 24 時間の間、流動窒素雰囲気中で反応させて、酸窒化アルミニウムを形成する工程と、

を含む、酸窒化アルミニウム粉末を製造する方法。

【請求項 34】

前記酸窒化アルミニウムが式： $Al_{(8+x)/3}O_{4-x}N_x$ を有する、請求項 33 記載の方法

【請求項 35】

前記粉末混合物に添加される前記純アルミニウム粉末が約 0.1 から約 0.2 モルパーセントの間の範囲である、請求項 33 記載の方法。

【請求項 36】

前記酸窒化アルミニウムが約 0.1 重量%以下の窒化アルミニウムを含有する、請求項 33 記載の方法。

【請求項 37】

酸窒化アルミニウムを含むマトリックスと、前記マトリックス全体にわたって分布するウイスキーと、を含むセラミック体であって、

前記酸窒化アルミニウムが前記セラミック体の約 10 から約 98 体積を構成し、前記ウイスキーが前記セラミック体の約 2 から約 40 体積%を構成する、

セラミック体。

【請求項 38】

4 μm 未満の酸窒化アルミニウム平均粒子サイズを有する、請求項 37 記載のセラミック体。

【請求項 39】

3 μm 未満の酸窒化アルミニウム平均粒子サイズを有する、請求項 37 記載のセラミック体。

【請求項 40】

1 μm 未満の酸窒化アルミニウム平均粒子サイズを有する、請求項 37 記載のセラミック体。

【請求項 41】

少なくとも 50 体積%の酸窒化アルミニウムを含む、請求項 37 記載のセラミック体。

【請求項 42】

約 1～40 体積%の炭窒化チタンを含む、請求項 37 記載のセラミック体。

【請求項 43】

約 5～15 体積%の炭窒化チタンを含む、請求項 41 記載のセラミック体。

【請求項 44】

約 15 ～ 約 35 体積 % の炭化ケイ素ウイスキーを含む、請求項 37 記載のセラミック体。

【請求項 45】

約 25 ～ 約 35 体積 % の炭化ケイ素ウイスキーを含む、請求項 43 記載のセラミック体。

【請求項 46】

前記酸窒化アルミニウム中の窒化アルミニウム含量が 0.1 重量 % 未満である、請求項 45 記載のセラミック体。

【請求項 47】

さらに焼結助剤を含む、請求項 46 記載のセラミック体。

10

【請求項 48】

少なくとも $5 \text{ Mpa}^{1/2}$ (E & C) の K_{IC} (E & C) 破壊靱性を有する、請求項 45 記載のセラミック体。

【請求項 49】

少なくとも $5 \sim 6.5 \text{ Mpa}^{1/2}$ (E & C) の K_{IC} (E & C) 破壊靱性を有する、請求項 45 記載のセラミック体。

【請求項 50】

$5 \sim 11 \text{ Mpa}^{1/2}$ (E & C) の K_{IC} (E & C) 破壊靱性を有する、請求項 45 記載のセラミック体。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、ウイスキー強化セラミックおよびその製造法に関する。さらに詳細には、本発明は、酸窒化アルミニウム、および必要に応じて他の材料を含有するウイスキー強化セラミック、ならびにその製造法に関する。

【背景技術】

【0002】

ウイスキー強化材料、例えば、ウイスキー強化セラミックが公知である。この点に関して、米国特許第 4,543,345 号 (Wei) は、炭化ケイ素ウイスキー強化アルミナセラミック材料を記載している。米国特許第 4,789,277 号 (Rhodes ら) および米国特許第 4,961,757 号 (Rhodes ら) はそれぞれ、セラミックが炭化ケイ素-ウイスキー強化アルミナであるセラミック切削工具を開示している。

30

【0003】

米国特許第 6,447,896 号 (Augustine) は、コーティングされたセラミック切削工具であって、セラミックが炭化ケイ素ウイスキーを含有するものを開示している。Augustine の特許によると、ウイスキー強化セラミックとしての使用に好適な多くのセラミックが列挙されている。これらのセラミックは、とりわけ、アルミナ、炭窒化チタン、酸化ジルコニウムおよび酸窒化アルミニウムを含有する。

【0004】

さらに、欧州特許第 0247630 (NGK Spark Plug) は、切削工具として有用なセラミック材料に関する。そのセラミック基体は、 Al_2O_3 、 AlN 、 AlON 、 $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ (ムライト) および TiC からなる群から選択される少なくとも 1 種の材料からなるマトリックスをベースとしており、該基体はさらに前記基体に関して $5 \sim 50$ 重量 % の SiC ウイスキーを含む。

40

【0005】

欧州特許第 0861219 (Kennametal Inc.) (ならびに米国特許第 5,955,390 号および米国特許第 6,204,213 (Mehrotra ら、Kennametal Inc. に譲渡) は、炭窒化チタン-アルミナ-炭化ケイ素ウイスキーセラミックを開示している。これらのセラミックにおいて、炭窒化チタンが主なマトリックス成分である。

50

【0006】

前記セラミック材料は満足のいく性質を示すが、少なくともある状況においては、新規かつ有用なセラミック材料を開発する必要がある。これは、切削工具として有用なセラミック材料に関して特に当てはまる。

【0007】

これまで、Kennametal Inc.（米国ペンシルバニア州ラトローブ）（本特許出願の譲受人）の社内施設において行われた実験において、発明者らは、切削工具として有用なセラミック材料の成分としての酸化アルミニウムの使用を考慮してきた。酸化アルミニウムは、アルミナと類似した機械的特性を有するが、アルミナよりも高い強度および低い熱膨張係数を有する。これらの特性を考慮すると、酸化アルミニウムをセラミック中に含めることは、その熱ショック耐性を向上させると考えられる。ニッケルベースの高温合金の旋削におけるアルミナ-炭化ケイ素ウイスキー強化セラミック切削工具の主な破損メカニズムは、カットノッチの深さであると考えられていた。この破損メカニズム、すなわち、カットノッチの深さは、切削工具材料の熱ショック耐性および衝撃強さに関連すると考えられていた。

10

【0008】

過去にKennametal Inc.の社内施設において本発明者らが行った実験においても、酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素ウイスキーを含有するセラミック材料を製造する典型的な方法は、出発成分の一部としてアルミナおよび酸化アルミナを使用することだった。これらの出発成分を、約1950℃のオーダーの温度でホットプレスした。酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素ウイスキーを含有するこの粉末混合物を約1950℃のオーダーの温度でホットプレスすることにより、酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素ウイスキーは固溶体を形成し、それらの間には強力な界面が生じることが見いだされた。この界面は、ウイスキー抜け、すなわち、炭化ケイ素ウイスキーがセラミックマトリックスから抜けるのを防止した。ウイスキー抜けがないことにより、セラミック切削工具の性能特性が劣化した。

20

【0009】

ウイスキー抜けに関して、米国再発行特許第34,446号(Wei)は、2欄30行から53行で、ウイスキー抜けの考察を記載している：

単結晶ウイスキーをセラミック複合体において使用することにより、その亀裂エネルギーを吸収する能力のために、複合体の破壊靱性において有意な改善がもたらされる。さらに詳細には、ウイスキーマトリックスボンドの半径方向引っ張り応力により規定されるSiCウイスキーマトリックス界面剪断強度が比較的低いセラミックマトリックスにおいて、「ウイスキー抜け」と称するプロセスがクラッキング中に起こって、クラッキングエネルギーを吸収し、亀裂の傾向を有効に軽減し、亀裂伝播も阻害する。ウイスキー抜けは、マトリックスが亀裂形成応力に付されると生じる。亀裂面が複合体中に伝播すると、亀裂線を広げ、亀裂の反対側のセラミックマトリックス中に広がるウイスキーの多くは、亀裂が成長するかまたはセラミック中に伝播するために、破壊されるかまたはマトリックスから抜けるかの何れかである。単結晶SiCウイスキーは、破壊に対抗するために十分な引っ張り強度を有するので、亀裂が伝播するためにはマトリックスから抜けなければならない。これらのウイスキーがマトリックスから抜けると、これらは亀裂面上で相当の架橋力を示し、亀裂先端での応力強度を有効に減少させ、亀裂エネルギーを吸収する。

30

40

【0010】

Kennametal Inc.の社内施設において発明者らにより行われた実験において、炭酸化チタンが、酸化アルミニウムおよびアルミナおよび炭化ケイ素ウイスキーとともに出発粉末における成分である場合、炭酸化チタンおよび炭化ケイ素は酸化アルミニウムの形成を相当遅らせることが見いだされた。この結果を克服するために、ホットプレス温度を炭化ケイ素ウイスキーが損傷を受けるレベルまで上昇させなければならなかった。

【0011】

50

Kennametal Inc. の社内施設において発明者らにより行われた実験において、窒化アルミニウムおよびアルミナを、酸窒化アルミニウムを形成するために使用する場合、セラミックの最終組成を制御することが困難であることも見出された。さらに詳細には、これは、窒化アルミニウムおよびアルミナを出発粉末において使用する場合、製造される酸窒化アルミニウムの量の制御が困難であるためであった。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

このように、改善されたウイスキー強化セラミック材料、特に、酸窒化アルミニウムを含有する、切削工具として有用なウイスキー強化セラミック材料を提供することが非常に望ましいことがわかる。 10

【0013】

改善されたウイスキー強化セラミック材料、特に、ウイスキーがセラミックマトリックスからの満足できるクラックブリッジング抜けと見なすことができる満足できる抜けを示す、切削工具として有用な酸窒化アルミニウムを含有するウイスキー強化セラミック材料を提供することが非常に望ましいこともわかる。

【0014】

さらに、改善されたウイスキー強化セラミック材料、特に、粉末混合物のホットプレスが、炭化ケイ素ウイスキーを損なわず、酸窒化アルミニウムの粒子成長を最小限に抑えるために十分低い温度で行われる、酸窒化アルミニウムを含有する、切削工具として有用なウイスキー強化セラミック材料を提供することが非常に望ましいことがわかる。 20

【0015】

最後に、改善されたウイスキー強化セラミック材料、特に、セラミック中の酸窒化アルミニウムの量が制御された酸窒化アルミニウムを含有する、切削工具として有用なウイスキー強化セラミック材料を提供することが非常に望ましいことがわかる。

【課題を解決するための手段】

【0016】

要約すると、本発明は、酸窒化アルミニウムを含むマトリックス中に分布する約2～約40体積%のセラミックウイスキー、および必要に応じて1以上のセラミック添加剤を有する金属切削工具などのセラミック体（およびその製造法）に関する。酸窒化アルミニウムはセラミックの少なくとも10体積%、最高約98体積%までを構成する。好ましくは、セラミックは、少なくとも30体積%、より好ましくは少なくとも40体積%、最も好ましくは少なくとも50体積%の酸窒化アルミニウムを含有する。 30

【0017】

本発明の高密度化セラミックは、好ましくは4 μ m未満、好ましくは3 μ m未満、より好ましくは2 μ m以下、最も好ましくは1 μ m以下の酸窒化アルミニウム粒子サイズを有する。

【0018】

セラミック添加剤は、存在する場合、好ましくは炭窒化チタン、および／またはアルミナ、および／またはジルコニア、および／または1以上の焼結助剤である。 40

【0019】

炭窒化チタンが添加される場合、最高40体積%まで、好ましくは1～40体積%、より好ましくは5～15体積%のレベルで添加される。

【0020】

アルミナが添加される場合、最高40体積%まで、好ましくは1～40体積%のレベルで添加される。

【0021】

ある形態において、本発明は、酸窒化アルミニウムを含むマトリックスを含むセラミック体である。セラミック体はさらに、マトリックス全体にわたって分布するウイスキーを含む。酸窒化アルミニウムは、セラミック体の約60体積%から約98体積%を構成する 50

。ウイスキーはセラミック体の約 2 体積 % から約 4 0 体積 % を構成する。

【0022】

別の形態において、本発明は、酸窒化アルミニウムおよび酸窒化アルミニウム以外のセラミック添加剤を含むマトリックスを含むセラミック体である。ウイスキーはマトリックス全体にわたって分布している。酸窒化アルミニウムは、セラミック体の約 3 0 体積 % から約 7 0 体積 % を構成する。セラミック添加剤は、セラミック体の約 1 0 体積 % から約 4 0 体積 % を構成する。ウイスキーは、セラミック体の約 2 体積 % から約 4 0 体積 % 、より好ましくは、約 1 5 体積 % から約 3 5 体積 % を構成する。

【0023】

さらに別の形態において、本発明は、酸窒化アルミニウムおよびアルミナおよび酸窒化アルミニウムまたはアルミナ以外のセラミック添加剤を含むマトリックスを含むセラミック体である。ウイスキーはマトリックス全体にわたって分布している。酸窒化アルミニウムは、セラミック体の約 1 0 体積 % から約 2 5 体積 % を構成する。アルミナはセラミックの約 2 5 体積 % から約 4 0 体積 % を構成する。セラミック添加剤は、セラミック体の約 1 5 体積 % から約 3 5 体積 % を構成する。ウイスキーは、セラミック体の約 2 体積 % から約 4 0 体積 % 、より好ましくは、約 1 5 体積 % から約 3 5 体積 % を構成する。

【0024】

さらに別の形態において、本発明は、酸窒化アルミニウムおよびジルコニアを含むマトリックスを含むセラミック体である。マトリックス全体にわたってウイスキーが分布している。酸窒化アルミニウムは、セラミック体の約 3 0 体積 % から約 6 0 体積 % の間を構成する。ジルコニアはセラミック体の約 1 体積 % から約 1 0 体積 % を構成する。ウイスキーは、セラミック体の約 2 体積 % から約 4 0 体積 % を構成する。

【0025】

さらに別の形態において、本発明は、セラミック体を製造する方法であって：約 0 . 1 重量 % 以下の窒化アルミニウムを含む酸窒化アルミニウム粉末、セラミックウイスキー、および酸窒化アルミニウム以外のセラミック添加剤を含む出発粉末混合物を提供する工程；および該出発粉末混合物を固結させてセラミック体とする工程を含む方法である。

【0026】

別の形態において、本発明は、セラミック体を製造する方法であって：約 4 0 から約 9 8 体積 % の間の酸窒化アルミニウムおよび約 2 から約 4 0 体積 % の間のウイスキーを含む出発粉末混合物を提供する工程；および該出発粉末を固結させてセラミック体とする工程を含む方法である。

【0027】

さらに別の形態において、本発明は、セラミック体を製造する方法であって：約 4 0 から約 9 8 体積 % の間の酸窒化アルミニウムおよび約 2 から約 4 0 体積 % の間のウイスキーを含む出発粉末混合物を提供する工程；および該出発粉末を、約 1 7 5 0 °C 以下の温度でホットプレスしてセラミック体とする工程を含む方法である。

【0028】

さらに別の形態において、本発明は、酸窒化アルミニウム粉末を製造する方法であって：次の式 $((4-x)/3)$ アルミナおよび x 窒化アルミニウム (x はモルパーセントであり、約 0 . 3 1 から約 0 . 6 1 の間である) に従って、アルミナ粉末および窒化アルミニウム粉末を混合することにより粉末混合物を形成する工程；約 0 . 1 モル % から約 1 . 0 モル % の間の純アルミニウム粉末を該粉末混合物に添加する工程；およびアルミニウムを含有する該粉末混合物を約 1 6 0 0 °C から約 1 9 0 0 °C の間の温度で約 2 時間から約 2 4 時間、流動窒素雰囲気中で反応させて酸窒化アルミニウムを形成する工程を含む方法である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0029】

図面を参照して、図 1 は、一般に 2 0 で表される R N G 4 3 T 0 3 2 0 スタイルの切削工具を示す。切削工具 2 0 は、すくい面 2 2 および逃げ面 2 4 を有する。すくい面 2 2 お

10

20

30

40

50

よび逃げ面 24 は交差して、切削エッジ 26 をその交差部で形成し、該切削エッジは一般に円形である。切削工具 20 は一般に円筒形切削工具として示されているが、本発明の組成物は、他の形状の切削工具に製造することもできると理解されるべきである。さらに、示された具体例は切削工具であるが、本発明のセラミック組成物は、他の製品、例えば、磨耗製品および耐衝撃性部品、ならびに他の構造用途にも使用できると理解されるべきである。

【0030】

切削工具 20 は、コーティングされていない。セラミック切削工具 20 の基体は、酸窒化アルミニウムおよび炭窒化チタンおよび炭化ケイ素ウイスキーを含有する。

【0031】

前記セラミック組成物とは別の組成物として、セラミック基体はさらに、アルミナを含むことができ、その場合セラミック基体は、酸窒化アルミニウムおよび炭窒化チタンおよびアルミナおよび炭化ケイ素ウイスキーを含む。該セラミック基体は、アルミナを含み、それにより改善された化学磨耗耐性をもたらす。

【0032】

前記組成物のそれぞれに関して、本出願人らは、炭窒化チタンは、1 以上の次の材料（別々、または相互のもしくは 1 以上の他の要素との固溶体で）によって、全体的にまたは部分的に置換することができると考える：炭窒化ハフニウムおよび炭窒化ジルコニウム、炭化ボロン、二ホウ化チタン、二ホウ化ジルコニウム、および二ホウ化ハフニウム。また、前記組成物のそれぞれについて、炭化ケイ素ウイスキーは、全体的にまたは部分的に、1 以上の他のセラミックウイスキー、例えば、炭化チタンウイスキーおよび／または炭窒化チタンウイスキーおよび／または窒化チタンウイスキー（単独でまたは組み合わせで）によって、置換することができる。

【0033】

セラミック切削工具 20 を製造するために、酸窒化アルミニウム、炭窒化チタン、および炭化ケイ素ウイスキーを焼結助剤と共に含む出発粉末混合物がある。焼結助剤の一例は、イットリアである。他の焼結助剤としては、マグネシア、ジルコニア、イットリウムアルミニウムガーネット、イッテルビアおよび他の希土類酸化物（例えば、酸化ランタン、酸化ユーロピウム、酸化エルビウム、酸化セリウム、酸化プラセオジウム、酸化ネオジウム、酸化プロメチウム、酸化サマリウム、酸化ガドリニウム、酸化テルビウム、酸化ジスプロシウム、酸化ホルミウム、および酸化ツリウム）が挙げられる。もう一つ別のセラミック組成物において、出発粉末混合物は、酸窒化アルミニウム、炭窒化チタン、アルミナおよび炭化ケイ素ウイスキーを焼結助剤、例えば、イットリアと共に含む。他のセラミック組成物において、セラミック用の出発粉末混合物は、酸窒化アルミニウム、アルミナ、炭化ケイ素および焼結助剤（例えば、イットリア、マグネシアなど）を含む。焼結助剤は、出発粉末混合物の約 3 体積％以下の量で存在することができる。より好ましくは、焼結助剤は、出発粉末混合物の約 1 体積％以下の量で存在することができる。ジルコニアの場合、破壊靱性をさらに改善するために、ジルコニアはさらに高いレベル、例えば、以下の実施例 3 において示すように約 5 体積％のオーダーの量で存在することができる。

【0034】

全ての出発粉末混合物に関して、酸窒化アルミニウム出発粉末は、高純度の粉末であり、従って検出可能な量の残留窒化アルミニウムを含有せず、好ましくは、検出可能な量の残留アルミナを含有しない。この点に関して、標準的な Bragg の x 線回折技術を使用した場合に、検出可能な量の残留窒化アルミニウムまたは検出可能な量の残留アルミナが存在しないことは、残留窒化アルミニウムが約 0.1 重量％以下の量で存在し、残留アルミナが約 0.1 重量％以下の量で存在することを意味する。酸窒化アルミニウム出発粉末が残留窒化アルミニウムや残留アルミナを含有しないのが最も好ましい。

【0035】

出願人らは、検出可能な量の残留窒化アルミニウムや検出可能な量の残留アルミナを含有しない酸窒化アルミニウム出発粉末を使用することに関して、いくつかの利点があると考

10

20

30

40

50

えている。この点に関して、高純度の酸窒化アルミニウム出発粉末の一つの利点は、酸窒化アルミニウムの含有量が既知であるので、セラミックの形成中における、成分を完全に反応させるために必要なホットプレス条件をよりよく予測できることである。この予測可能性により、より短時間およびより低い温度を使用して粉末混合物をホットプレスまたは固結させてセラミックとすることが可能になる。より短時間およびより低い温度を使用してセラミックをホットプレスする結果、マトリックス成分とウイスキー（例えば、炭化ケイ素ウイスキー）間の反応が少なくなり、それによりウイスキーがマトリックスから適切に抜ける、すなわち、材料の破壊靱性で測定されるマトリックスを強化する能力が維持される。

【0036】

前記利点は、アルミナおよび窒化アルミニウムを含有する粉末混合物を用いて形成されるセラミックと対照的である。この点に関して、アルミナおよび窒化アルミニウムを含有する粉末混合物を使用するプロセスの場合のセラミックを形成するための反応に対しての制御は乏しい。従って、セラミックを形成するためのホットプレスパラメーターは、アルミナおよび窒化アルミニウムを完全に反応させることができるようにより長時間、より高い温度を含まなければならない。長時間および高温を使用する結果、セラミックを形成するためにより時間およびエネルギーがかかるので、ホットプレスプロセスの効率が低下する。加えて、長時間および高温を使用する結果、ウイスキー（例えば、炭化ケイ素ウイスキー）とマトリックス成分との間の反応が増え、これはウイスキーが適切にマトリックスから抜ける能力の低下につながり得る。

【0037】

酸窒化アルミニウム出発粉末中の残留窒化アルミニウムの存在を減少または排除することにより、本発明は、炭化ケイ素ウイスキーと残留窒化アルミニウムとの間の反応を減少または排除するという利点をもたらす（炭化ケイ素および窒化アルミニウムは材料の性能を劣化させ得る固溶体を形成する）。加えて、酸窒化アルミニウム出発粉末中の残留アルミナの存在を減少または排除することにより、本発明は、残留アルミナが、高温で酸窒化アルミニウムと、材料の性能を劣化させ得る液相を形成する可能性を減少または排除するという利点をもたらす。

【0038】

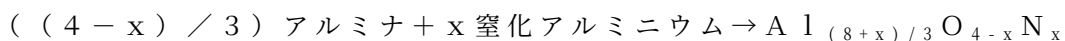
利点についてさらに言及すると、本出願人らは、高純度の酸窒化アルミニウム出発粉末を用いることにより、ホットプレス温度は約1800℃以下、好ましくは1750℃以下であり得ると考える。例えば、ホットプレス温度の一範囲は、約1600℃から約1800℃の間である。これは、アルミナおよび窒化アルミニウムを含有する出発粉末を使用するプロセスと対照的であり、そのようなプロセスでは、本質的に完全な緻密化を達成するために、約1900℃から約1975℃の範囲のホットプレス温度を必要とする。

【0039】

酸窒化アルミニウム出発粉末はまた微細であり、その平均粒子サイズは約5マイクロメートル以下、好ましくは約1.0マイクロメートル以下である。高純度の酸窒化アルミニウム粉末は、焼結アルミナおよび窒化アルミニウムの窒素雰囲気中での反応により製造される。焼結プロセスの時間および温度および圧力は、結果として得られる酸窒化アルミニウムが検出可能なアルミナまたは検出可能な窒化アルミニウムを含有しないように、慎重に制御される。

【0040】

酸窒化アルミニウム出発粉末を製造するために必要なプロセスパラメータに関して、次の反応が起こると考えられる：



（式中、xはモルパーセントであり、xは約0.31から約0.61の範囲である）。前記反応は、次のプロセスパラメータ内で起こる：約1600℃から約1900℃の間の温度範囲で約2時間から約24時間の期間、流動窒素雰囲気中。以下に記載される実施例において使用される酸窒化アルミニウムに関して、xは0.35であり、窒素雰囲気の効果

10

20

30

40

50

とバランスをとるために有効量の純粋なアルミニウム粉末が添加され、好ましくは、この量は約 0.1～約 0.2 モル%の範囲の純粋なアルミニウム粉末である。しかしながら、純粋なアルミニウム粉末の量は、出発粉末混合物の約 0.2 モル%から約 1.0 モル%の間の範囲とすることができる。酸窒化アルミニウムは、好ましい式： $\text{Al}_{2.78}\text{O}_{3.65}\text{N}_{0.35}$ を有する立方スピネル結晶相（ガンマ相）である。

【0041】

実施例 1 は、本発明のセラミックである。実施例 1 は、次の出発粉末混合物を用いて製造した：約 26.2 体積%の炭窒化チタン粉末であって、次の性質を有するもの：炭素と窒素のモル比が 50：50 であり、平均粒子サイズが約 3 マイクロメートルであり、酸素含量が約 1 重量%未満である；約 48.6 体積%の酸窒化アルミニウムであって、該酸窒化アルミニウム粉末は次の性質を有する：検出可能な窒化アルミニウムまたはアルミナを含有せず、平均粒子サイズが約 3 マイクロメートル未満である；約 25.0 体積%の炭化ケイ素ウイスキーであって、Advanced Composite Materials Corporation of Greer, South Carolina から入手した SC-9 グレードの炭化ケイ素ウイスキーであって、次の性質を有するもの：約 0.6 マイクロメートルの平均直径、および約 10～80 マイクロメートルの長さで、平均アスペクト比が約 75 であり、ウイスキー含量が約 90%より高い；および約 0.2 体積%のイットリアであって、該イットリア粉末は次の性質を有する：約 0.7 マイクロメートルの平均粒子サイズおよび約 99.95%より高い純度。

【0042】

実施例 1 の出発粉末混合物は、酸窒化アルミニウムおよび炭窒化チタンおよびイットリア粉末をブレンドし、次いで炭化ケイ素ウイスキーを該粉末混合物中にブレンドして、これらを出発粉末混合物の全体にわたって完全かつ均一に分布させることにより形成した。次に、該粉末混合物を次の条件下：約 1700℃の温度で、約 1 時間、約 5000 ポンド／平方インチ (psi) (34.5 MPa) の圧力下、真空または保護雰囲気（例えば、窒素）中のいずれかでホットプレスした。

【0043】

以下に記載する表 1 は、実施例 1 のセラミック材料の選択された物理的性質を記載するものである。性質に関して、密度はグラム／立方センチメートルで記載する。密度は、ASTM B311-93 (2000) (粉末冶金学に関する密度決定のための試験法 (2%未満の多孔率を含む材料)) に記載されている手順に従って測定した。ヤング率 (E) はギガパスカル (GPa) で記載し、ASTM E111-97 のヤング率、接線係数、およびコード係数のための標準的試験法により決定した。Vicker の硬度数 (VHN) はギガパスカル (GPa) で記載し、ASTM E384-99e1、材料の微細圧入のための標準的試験法 (18.5 キログラムの負荷) により決定した。破壊靱性 (K_{IC}) は $\text{M} \cdot \text{Pa} \cdot \text{m}^{1/2}$ で記載し、Evans および Charles による論文 (標題「圧入による破壊靱性の決定」、Journal American Ceramic Society 59, Nos. 7-8, 371-372 ページ (1976) において記載されている方法 [18.5 キログラムの負荷] により決定した。

【0044】

【表 1】

実施例 1 の選択された性質

性質	密度 (g/cc)	ヤング率 (GPa)	VHN (GPa)	Evans & Charles の破壊靱性 (K_{IC})
実施例 1	3.94 (密度の理論値は 3.96 g/cc に等しい)	394	19.13	5.80

図 2 は、実施例 1 のセラミックの微細構造の SEM 顕微鏡写真である。図 2 は、均一に分布した針状炭化ケイ素ウイスキーおよび不規則な形状の炭窒化チタンを示し、これらの

それぞれは酸窒化アルミニウムと容易に識別できる。この点に関して、炭窒化チタンは明相であり、酸窒化アルミニウムは暗相である。

【0045】

既に述べたように、本発明のセラミックの他の組成物があり、これらの組成物の一つは、酸窒化アルミニウム、炭窒化チタン、アルミナおよび炭化ケイ素ウイスキーを含む。実施例2に関して、以下の表2は、出発粉末混合物（約0.3体積%のイットリア焼結助剤は表2に記載されていない）を体積パーセントで記載しており、そして以下で述べられるいくつかの他の性質を記載している。

【0046】

【表2】

実施例2の出発粉末の組成（体積%）および選択された性質

実施例	炭窒化チタン	アルミナ	酸窒化アルミニウム	炭化ケイ素ウイスキー	密度 (g/cc)	温度 (°C)	E (GPa)	VHN (GPa)	K _{IC} & C (MPa·m ^{1/2})
2	22.4%	36.6%	15.7%	25.0%	4.02	1700	443	21.45	5.33

実施例2の粉末混合物中の出発粉末の性質は、出発粉末が同じである限り、実施例1における出発粉末の性質と同じである。さらに、アルミナ粉末は次の性質を有する：約0.6マイクロメートル以下の平均粒子サイズ、および約0.1重量%以下の不純物含量。実施例2のプロセスパラメータは、実施例1と同じである。実施例2を試験するために使用した試験基準は、実施例1を試験するために使用したものと同じであった。

【0047】

実施例3は、本発明のセラミックのもう一つ別の組成物であり、炭窒化チタン、酸窒化アルミニウム、ジルコニア（おそらくは多少のハフニア）および炭化ケイ素ウイスキーを含む。以下の表3は、出発粉末組成物およびセラミック材料の選択された性質を記載する。実施例3の粉末混合物中の出発粉末の性質は、出発材料が同じである限り、実施例1および実施例2におけるものと同じである。加えて、ジルコニア粉末成分は次の性質を有する：多少のハフニアを含み得る単斜晶系ジルコニアであって、その平均粒子サイズは約1.0マイクロメートル以下であり、ジルコニア含量とハフニア含量の合計が成分の約98.5重量%以上であり、ハフニア含量が成分の約2.5重量%以下である。プロセスパラメータは、ホットプレス温度が1680°Cである以外は、実施例1と同じである。実施例3を試験するために使用した試験基準は実施例1を試験するために使用したものと同じであった。

【0048】

【表3】

実施例3の出発粉末組成（体積パーセント）および選択された性質

実施例	炭窒化チタン	酸窒化アルミニウム	炭化ケイ素ウイスキー	ジルコニア	密度 (g/cc)	温度 (°C)	E (GPa)	VHN (GPa)	K _{IC} & C (MPa·m ^{1/2})
3	22.5%	47.5%	25.0%	5.0%	3.99	1680	403	11.44	9.83

本発明のセラミックのもう一つ別の組成物は、酸窒化アルミニウム、アルミナおよび炭化ケイ素ウイスキーを含む。処理パラメータは実施例1についてと同じであると予想される。

【0049】

実施例4は本発明のセラミックのもう一つ別の組成物であり、酸窒化アルミニウム、炭化ケイ素ウイスキー、イットリアの形態の焼結助剤を含む。表4は、出発粉末組成物およ

10

20

30

40

50

びセラミックの選択された性質を記載する。実施例 4 の出発粉末の性質は、実施例 1 ～ 3 における対応する出発粉末と同じであった。実施例 4 の処理パラメータは実施例 1 と同じであった。実施例 4 を試験するために使用した試験基準は、実施例 1 を試験するために使用したものと同じであった。

【0050】

【表 4】

実施例 4 の出発粉末組成および選択された性質

実施例	イ ッ ト リ ア	酸窒化 アルミ ニウム	炭 化 ケ イ 素 ウ イ ス カ ー	密度 (g / c c)	温度 (℃)	E (G P a)	V H N (G P a)	K _{1c} E & C (M P a · m ^{1/2})
4	0.2 5%	74. 75	25.0	3.56	1700	360	17.4 6	5.80

図 3 は、実施例 4 の微細構造を示す S E M 顕微鏡写真である。この点に関して、図 3 は、S i C ウィスカーが、針状形態を有し、灰色であり、残りが酸窒化アルミニウムマトリックスであることを示す。図 3 における輝点は、アルミナー炭化チタンミリングメディアからの炭窒化チタンの人工産物であると考えられる。

【0051】

以下の表 2 および 3 は、実施例 1 ～ 実施例 4 のセラミックの選択された 1 つから製造された切削工具についての金属切断試験結果を、2 つの他の先行技術の切削工具と比較して記載する。先行技術の切削工具の一つ、すなわち、工具 No. A は、約 38 体積%の炭窒化チタン、約 37 体積%のアルミナおよび約 25 体積%の炭化ケイ素ウィスカーに等しい組成を有する。他の先行技術の切削工具、すなわち、「アルミナー S i C_w 工具」は次のような典型的な組成（その分析に基づいて）を有する：69.75 体積%のアルミナ、約 25 体積%から約 32.5 体積%の間の炭化ケイ素ウィスカーおよび約 0.25 体積%の焼結助剤。「アルミナー S i C_w 工具」は、少なくとも 2 つの商業的供給源から入手可能である。一つのこのような供給源は、Greenleaf Corporation（ペンシルバニア州 Saegertown）であり、このようなセラミック切削工具を WG-300 の名称で販売している。もう一つ別のこのような供給源は、Sandvik Coromant Company（スウェーデン）であり、このようなセラミック切削工具を「CC670」の名称で販売している。

【0052】

表 5 は、INCONEL 718 の丸棒の湿潤（浸水冷却液）旋削試験からの試験結果（平均工具寿命（分））を示し、切削パラメータは次の通りであった：速度は約 900 表面フィート／分（295.3 表面メートル／分）であり、フィードは約 0.006 インチ／回転（0.152 ミリメートル／回転）であり、カットノッチの深さは 0.06 インチ（1.52 ミリメートル）であった。切削工具は次の形状：RNG43T0320 を有していた。破損基準は次の通りであった：逃げ面磨耗、前端磨耗、およびトレイルエッジ磨耗は約 0.04 インチ（または 1.016 ミリメートル）未満であり、カットノッチ深さ（DOCN）磨耗は約 0.08 インチ（または 2.032 ミリメートル）未満であった。

【0053】

【表 5】

INCONEL 718 の丸棒に関する旋削試験結果

工具	平均工具寿命（分）
実施例 1	6.0
実施例 2	5.6
工具 A	4.0
アルミナー S i C _w 工具	6.0

表 6 は、INCONEL 718 の丸棒の湿潤（浸水冷却液）旋削試験からの試験結果（

10

20

30

40

50

平均工具寿命（分））を示し、切削パラメータは次の通りであった：速度は約 900 表面フィート／分（295.3 表面メートル／分）であり、フィードは約 0.006 インチ／回転（0.152 ミリメートル／回転）であり、カット深さは 0.06 インチ（1.52 ミリメートル）であった。切削工具は次の形状：RNG43T0320 を有していた。破損基準は次の通りであった：最大逃げ面磨耗、前端磨耗、およびトレイルエッジ磨耗は約 0.04 インチ（または 1.016 ミリメートル）未満であり、ノッチカット深さ（DOCN）磨耗は約 0.08 インチ（または 2.032 ミリメートル）未満であった。表 3 において、工具寿命と併記した記号は、破損形態を反映し、「ch」はチップ化を意味し、「MW」は最大磨耗を意味し、「DN」はカットノッチ深さ磨耗を意味する。

【0054】

10

【表 6】

INCONEL 718 の丸棒に関する旋削試験結果（工具寿命（分））

工具	Rep. 1	Rep. 2	Rep. 3	平均工具寿命（分）
実施例 1	4.0 ch	6.0	4.2 MW	4.7
実施例 4	4.0 ch	6.0 ch	5.7 MW	5.2
工具 A	4.0	n/a	6.0 ch	5.0
アルミナー Si C _w 工具	4.0 ch	4.5 DN	6.0 ch	4.8

表 7 は、INCONEL 718 の偏心棒の旋削試験からの試験結果（工具寿命（分））を示し、切削パラメータは次の通りであった：速度は約 500 表面フィート／分（164 表面メートル／分）であり、フィードは約 0.006 インチ／回転（0.152 ミリメートル／回転）であり、カット深さは 0.02～0.04 インチ（0.508～1.02 ミリメートル）であった。切削工具は次の形状：RNG43T0320 を有していた。破損基準は次の通りであった：逃げ面磨耗、前端磨耗、およびトレイルエッジ磨耗は約 0.04 インチ（または 1.016 ミリメートル）未満であり、カットノッチ深さ（DOCN）磨耗は約 0.08 インチ（または 2.032 ミリメートル）未満であった。表 3 において、工具寿命と併記した記号は、破損形態を反映し、「BK」は破損を意味し、「DN」はカットノッチ深さ磨耗を意味する。

20

【0055】

30

【表 7】

INCONEL 718 の偏心棒に関する旋削試験結果

工具	Rep. 1	Rep. 2	平均工具寿命（分）
実施例 4	2.1 DN	4.1 DN	3.1
工具 A	3.0 BK	4.6 DN	2.3
アルミナー Si C _w 工具	2.0 DN	1.5 DN	1.8

表 8 は、INCONEL 718 の偏心棒の旋削試験からの試験結果（平均工具寿命（分））を示し、切削パラメータは次の通りであった：速度は約 500 表面フィート／分（164 表面メートル／分）であり、フィードは約 0.006 インチ／回転（0.152 ミリメートル／回転）であり、カットノッチ深さは 0.02～0.04 インチ（0.508～1.02 ミリメートル）であった。切削工具は次の形状：RNG43T0320 を有していた。破損基準は次の通りであった：逃げ面磨耗、前端磨耗、およびトレイルエッジ磨耗は約 0.04 インチ（または 1.016 ミリメートル）未満であり、カットノッチ深さ（DOCN）磨耗は約 0.08 インチ（または 2.032 ミリメートル）未満であった。

40

【0056】

【表 8】

INCONEL 718 の偏心棒に関する旋削試験結果 (平均工具寿命 (分))

工具	平均工具寿命 (分)
実施例 1	1. 8
実施例 2	1. 0
実施例 3	1. 4
工具 A	1. 7
アルミナー SiC _w 工具	2. 2

ストレート旋削および偏心棒の旋削におけるセラミック切削インサートについての試験結果から判断すると、これらの試験は、異なる特性を示すと理解すべきである。ストレート旋削試験は、セラミック切削インサートの磨耗特性を示す。セラミック切削インサートの靱性は、偏心棒試験により示される。

【0057】

表 5 に記載される INCONEL 718 のストレート旋削についての結果に関して、炭化ケイ素強化酸窒化アルミニウム-炭窒化チタンセラミック切削工具の性能は、工具 A セラミック切削工具よりも良好であり (6. 0 v s 4. 0 分)、INCONEL 718 のストレート旋削におけるアルミナー SiC_w 工具セラミック切削工具と拮抗していた (6. 0 v s 6. 0 分)。ストレート旋削はセラミック切削工具の耐摩耗性の尺度である。酸窒化アルミニウム-炭窒化チタン-アルミナー炭化ケイ素ウイスキーセラミック切削工具の性能は、工具 A よりも良好であるが (5. 6 v s 4. 0 分)、アルミナー SiC_w セラミック切削よりも若干劣っていた (5. 6 v s 6. 0 分)。

【0058】

表 6 に記載されている INCONEL 718 のストレート旋削についての結果に関して、炭化ケイ素強化酸窒化アルミニウム-炭窒化チタンセラミック切削工具の性能は、工具 A セラミック切削工具よりも若干劣り (4. 7 v s 5. 0 分)、アルミナー SiC_w 工具セラミック切削工具とは基本的に競合していた (4. 7 v s 4. 8 分)。酸窒化アルミニウム-炭化ケイ素セラミック切削工具の性能は、工具 A よりも若干良好であり (5. 2 v s 5. 0 分)、アルミナー SiC_w セラミック切削工具よりも良好であった (5. 2 v s 4. 8 分)。

【0059】

表 7 に記載されている INCONEL 718 の偏心棒の旋削に関する試験結果に関して、酸窒化アルミニウム-炭化ケイ素セラミック切削工具の性能は、工具 A よりも良好であり (3. 1 v s 2. 3 分)、アルミナー SiC_w セラミック切削工具よりも良好であった (3. 1 v s 1. 8 分)。偏心棒の旋削の試験は、セラミック切削工具の強靱性の尺度である。

【0060】

表 8 に記載されている INCONEL 718 の偏心棒の旋削に関する試験結果に関して、酸窒化アルミニウム-炭窒化チタン-炭化ケイ素ウイスキーセラミック切削工具は工具 A よりも若干良好な工具寿命を有するが (1. 8 v s 1. 7 分)、アルミナー SiC_w セラミック切削工具よりも短い工具寿命を有する (1. 8 v s 2. 2 分)。酸窒化アルミニウム-炭窒化チタン-アルミナー炭化ケイ素ウイスキーセラミック切削工具は、工具 A よりも短い工具寿命を有し (1. 0 v s 1. 7 分)、アルミナー SiC_w セラミック切削工具よりも短い工具寿命を有していた (1. 0 v s 2. 2 分)。酸窒化アルミニウム-炭窒化チタン-ジルコニア-炭化ケイ素ウイスキーセラミック切削工具は、工具 A よりも短い工具寿命を有し (1. 4 v s 1. 7 分)、アルミナー SiC_w セラミック切削工具よりも短い工具寿命を有していた (1. 4 v s 2. 2 分)。

【0061】

実施例 5 は、本発明のセラミックのもう一つ別の具体例である。実施例 5 は、次の出発粉末混合物：約 9. 07 体積%の、50：50 の炭素と窒素のモル比を有する炭窒化チタ

ン粉末（H. D. S t a r k グレード D）；次の性質を有する約 60.68 体積%の酸窒化アルミナ粉末：検出可能な窒化アルミニウムまたはアルミナを含まず、平均粒子サイズが 3 μm 未満である；約 30 体積%の炭化ケイ素ウイस्カー、グレード S C - 9；および約 0.25 体積%のイットリア粉末、H. C. S t a r k、グレード C を用いて製造された。

【0062】

実施例 5 の粉末混合物は、酸窒化アルミニウム、炭窒化チタンおよびイットリア粉末をブレンドし、次いで炭化ケイ素ウイस्カー中にブレンドすることにより形成された。粉末混合物を次の条件下：約 1780℃の温度で、約 1 時間、約 35 MPa の圧力、真空中でホットプレスした。緻密化され、ホットプレスされたビレットを次に切断し、インデックス可能な切削インサートに研削した。

10

【0063】

緻密化された実施例 5 材料の酸窒化アルミニウム平均粒子サイズは、約 2 ~ 3 μm であった。この材料の優れた高温硬さを以下の表 9 に示す：

【0064】

【表 9】

V i c k e r 高温硬さ (500 g)、G P a

温度	硬度 ($\bar{x}$ of 5)
室温	19.51
200℃	16.45
400℃	15.42
600℃	14.02
800℃	12.17
1000℃	10.17

20

室温で、この実施例 5 の材料は、約 94.2 ~ 約 94.8 の範囲の R o c k w e l l A 硬度、約 17.0 ~ 約 19.5 G P a の範囲の V i c k e r 硬度、約 5.0 ~ 約 6.5 MPa $\text{m}^{1/2}$ の K_{IC} - E + C 破壊靱性、および約 3.65 ~ 約 3.69 g / c c の密度を有する。

【0065】

従って、本発明のセラミック材料は、改善されたウイस्カー強化セラミック材料であり、特に切削工具として有用な、酸窒化アルミニウムを含有するウイस्カー強化セラミック材料であることは明らかである。さらに、本発明のセラミックは、改善されたウイस्カー強化セラミック材料であり、特に、切削工具として有用な、酸窒化アルミニウムを含有するウイस्カー強化セラミック材料であり、前記ウイस्カーは満足できる抜けを示すことは明らかである。加えて、本発明のセラミック材料は、改善されたウイस्カー強化セラミック材料であり、特に、切削工具として有用な、酸窒化アルミニウムを含有するウイस्カー強化セラミック材料であり、粉末混合物のホットプレスは、炭化ケイ素ウイस्カーを損なわないために十分低い温度で行われることは明らかである。最後に、本発明のセラミックは、改善されたウイस्カー強化セラミック材料であり、特に、切削工具として有用な、酸窒化アルミニウムを含有するウイस्カー強化セラミック材料であり、セラミック中の酸窒化アルミニウムの量が制御されている。

30

40

【0066】

本明細書において特定された特許および他の文献は、出典明示により本発明の一部として組み込まれる。本発明の他の具体例は、本明細書において開示された本発明の明細および実施を考慮すると、当業者に明らかであろう。明細書および実施例は例示のみを目的とし、本発明の範囲を限定することを意図しない。本発明の真の範囲および精神は、以下の請求の範囲により示される。

【0067】

[関連出願]

50

本出願は、同時係属中の出願番号 10 / 8 3 1 , 3 8 3 (2 0 0 4 年 4 月 2 3 日 提 出) の一部継続出願である。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 8 】

【図 1】 R N G 4 3 T 0 3 2 0 スタイルのセラミック切削工具の等角図であり、本発明のセラミックはこのスタイルの切削工具として有用である。

【図 2】 実施例 1 の微細構造の 3 0 0 0 倍に等しい倍率での走査電子顕微鏡 (S E M) により撮影された顕微鏡写真である。

【図 3】 実施例 4 の微細構造の 3 0 0 0 倍に等しい倍率での走査電子顕微鏡 (S E M) により撮影された顕微鏡写真である。

10

【図 1】

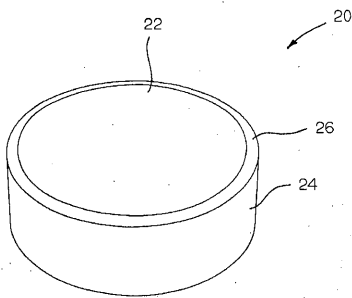


FIG. 1

【図 3】

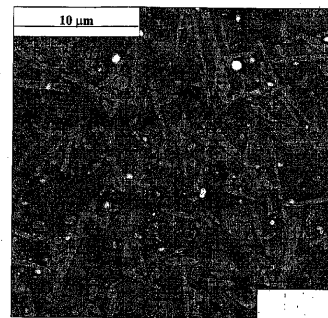


FIG. 3

【図 2】

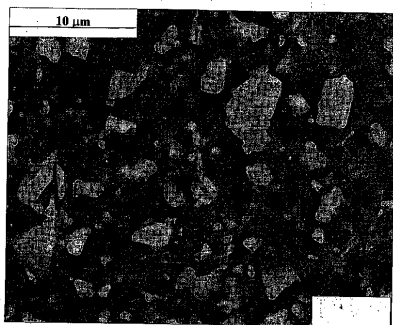


FIG. 2

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US05/13123

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC(7) : C04B 35/81, 35/58 US CL : 501/95.3, 96.1 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) U.S. : 501/95.3, 96.1 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched 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	EP 0247630 A (SUZUKI et al) 31 January 1996 (31.01.1996), page 9, examples 1-6.	1-32, 37-50
A	US 4,543,345 A (WEI) 24 September 1985 (24.09.1985), column 2, lines 6-62.	1-50
A	US 4,961,757 A (ROHDES et al) 09 October 1990 (09.10.1990), column 5, lines 29-43.	1-50
A	US 4,801,564 A (BABA) 31 January 1989 (31.01.1989), column 2, lines 54-64.	1-50
A	US 6,447,896 A (AUGUSTINE) 10 September 2002 (10.09.2002), column 3, lines 42-67.	1-50
A	JP 64-061375 A (TOSHIBA TUNGALOY CO LTD) 08 March 1989 (08.03.1989), abstract	1-50
A	US 11-092228 A (TOSHIBA CORP) 06 April 1999 (06.04.1999), abstract.	1-50
☐ 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	"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
"B"	earlier application or patent published on or after the international filing date	"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
"I"	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)	"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
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	
Date of the actual completion of the international search 25 October 2005 (25.10.2005)		Date of mailing of the international search report 04 NOV 2005
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. (703) 305-3230		Authorized officer Karl E. Group Telephone No. 571-272-1700

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, 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, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SE, SG, SK, SL, SM, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 イェクレー、ラッセル、エル.

アメリカ合衆国 1 5 6 5 0 ペンシルバニア州 ラトローブ ブランウェル ドライブ 1 1 0

(72)発明者 ダブリュユー、シャングア

アメリカ合衆国 1 5 6 5 0 ペンシルバニア州 ラトローブ ノース シェナンドウ ドライブ
2 1 9

Fターム(参考) 3C046 FF33

4G001	BA03	BA06	BA09	BA14	BA22	BA36	BA43	BA44	BA45	BA51
	BA57	BA86	BB06	BB09	BB14	BB22	BB36	BB43	BB44	BB45
	BB51	BB57	BB86	BC42	BD12	BD13	BD18	BE22		