

(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
2017年10月5日(05.10.2017)



(10) 国際公開番号
WO 2017/170899 A1

- (51) 国際特許分類:
C04B 35/584 (2006.01) *C04B 35/599* (2006.01)
B23B 27/14 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2017/013325
- (22) 国際出願日: 2017年3月30日(30.03.2017)
- (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 2016-072222 2016年3月31日(31.03.2016) JP
- (71) 出願人: 日本特殊陶業株式会社 (NGK SPARK PLUG CO., LTD.) [JP/JP]; 〒4678525 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 Aichi (JP).
- (72) 発明者: 中山 裕子 (NAKAYAMA, Hiroko); 〒4678525 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会社内 Aichi (JP). 小村 篤史 (KOMURA, Atsushi); 〒4678525 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会社内 Aichi (JP).
- (74) 代理人: 名古屋国際特許業務法人 (NAGOYA INTERNATIONAL PATENT FIRM); 〒4600003 愛知県名古屋市中区錦一丁目20番19号 名神ビル Aichi (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, DJ, 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, KH, KN, KP, KR, KW, 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).

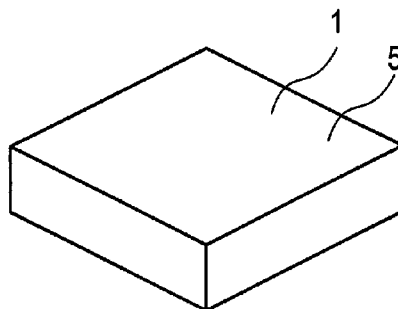
添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: SILICON NITRIDE-BASED SINTERED BODY AND CUTTING INSERT

(54) 発明の名称: 窒化珪素質焼結体及び切削インサート

FIG. 1



(57) Abstract: One of the aspects of the present invention relates to a silicon nitride-based sintered body that includes silicon nitride-based particles which are SiAlON particles or silicon nitride particles. In this silicon nitride-based sintered body, when the size of individual silicon nitride-based particles is represented by the maximum particle size of each particle, silicon nitride-based particles having a maximum particle size of 1 μm or less accounts for 70% by number or more among the total number of silicon nitride-based particles. Furthermore, in the percentage-by-number distribution of the silicon nitride-based particles regarding the maximum particle size, the maximum percentage by number, which represents a maximum value of the percentage by number of the silicon nitride-based particles, is 15% by number or more.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2017/170899 A1



本開示の一つの局面における窒化珪素質焼結体は、窒化珪素粒子又はサイアロン粒子である窒化珪素質粒子を含む窒化珪素質焼結体である。この窒化珪素質焼結体は、個々の窒化珪素質粒子の大きさを、それぞれ最大の粒径で示す場合に、全ての窒化珪素質粒子のうち、最大の粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の窒化珪素質粒子の個数の割合が70個数%以上である。しかも、最大の粒径に対する窒化珪素質粒子の個数%の分布において、窒化珪素質粒子の個数%の最大値である最大の個数%が15個数%以上である。

明 細 書

発明の名称：窒化珪素質焼結体及び切削インサート

関連出願の相互参照

[0001] 本国際出願は、2016年3月31日に日本国特許庁に出願された日本国特許出願第2016-72222号に基づく優先権を主張するものであり、日本国特許出願第2016-72222号の全内容を参照により本国際出願に援用する。

技術分野

[0002] 本開示は、窒化珪素粒子又はサイアロン粒子である窒化珪素質粒子を含む窒化珪素質焼結体及びその窒化珪素質焼結体から構成されている切削インサートに関する。

背景技術

[0003] 例えば、普通鋳鉄、ダクタイル鋳鉄、耐熱合金等を加工する切削インサートとして、例えば、窒化珪素粒子やサイアロン粒子を含む窒化珪素質焼結体を用いたものが知られている。

[0004] 下記特許文献1には、窒化珪素の針状結晶粒子について、高アスペクト比粒子の存在割合を規定する高靱性窒化珪素質焼結体の技術が開示されている。

下記特許文献2には、窒化珪素の針状結晶粒子に着目し、アスペクト比や長径を規定して、高強度化を図った窒化珪素焼結体の技術が開示されている。

[0005] 下記特許文献3には、窒化珪素の針状結晶粒子について、平均短径を1 μ m以下、平均アスペクト比を3以上に規定して、切削工具の性能を図った切削工具用窒化珪素質焼結体の技術が開示されている。

[0006] 下記特許文献4には、窒化珪素質焼結体の粒子において、平均最大径、平均短軸径、アスペクト比を規定することにより、破壊靱性を向上した窒化珪素質工具の技術が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特公平5－66901号公報

特許文献2：特開2008－285349号公報

特許文献3：特開平5－23921号公報

特許文献4：特許第4190257号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 窒化珪素質焼結体に関する技術では、窒化珪素粒子の平均粒径や最大粒子等の組織制御により、破壊靱性等を向上させているが、一層の改善が望まれている。

つまり、近年では、被削材の難削化への対応や高能率加工等の要求があり、それに伴って耐欠損性能の向上が望まれているが、従来の技術では必ずしも十分ではない場合がある。

[0009] 本開示の一局面においては、高い耐欠損性能を有する窒化珪素質焼結体及び切削インサートを提供することが望ましい。

課題を解決するための手段

[0010] (1) 本開示の一つの局面における窒化珪素質焼結体は、窒化珪素粒子又はサイアロン粒子である窒化珪素質粒子を含む窒化珪素質焼結体に関するものである。

この窒化珪素質焼結体は、各窒化珪素質粒子の大きさを、最大の粒径（即ち最大粒径）で示す場合に、全ての窒化珪素質粒子のうち、最大の粒径が1 μm 以下の窒化珪素質粒子の個数の割合が70個数%以上である。しかも、この窒化珪素質焼結体は、最大の粒径に対する窒化珪素質粒子の個数%の分布において、窒化珪素質粒子の個数%の最大値である最大の個数%（即ち最大個数%）が15個数%以上である。

[0011] （以下、この一つの局面にて規定した内容を条件1と記すこともある）

なお、個数％とは、全ての窒化珪素粒子の数に対して、目的とする範囲における個数の割合を％で表現したものである（以下同様）。

[0012] この窒化珪素質焼結体では、前記最大粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の個数％が 70 個数％以上であり、且つ、前記最大個数％が 15 個数％以上である。そのため、マトリックスとなる窒化珪素質粒子の微粒化及び均粒組織化が向上しており、微細粒子間結合相サイズ（即ち窒化珪素質粒子間における結合相の占める領域）が低減している。よって、後述する実験例からも明らかなように、窒化珪素質焼結体の強度が上がり、耐欠損性能が向上する。

[0013] （２）上述の窒化珪素質焼結体では、最大の粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の窒化珪素質粒子の個数の割合が 85 個数％以上としてもよい。

この窒化珪素質焼結体では、最大粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の個数％が 85 個数％以上であるので、後述する実験例からも明らかなように、更に窒化珪素質焼結体の強度が上がり、耐欠損性能が一層向上する。

[0014] （３）上述の窒化珪素質焼結体では、最大の粒径を所定寸法毎の各範囲に区分し、全ての窒化珪素質粒子の個数に対する各範囲の窒化珪素質粒子の個数の割合を、個数％としてもよい。

[0015] この窒化珪素質焼結体では、個数％の設定方法を例示している。

前記所定寸法の範囲（即ち寸法の幅）は、その幅が狭いほど精度の良い最大粒径の分布が得られるが、実用的には、前記所定寸法としては、例えば前記範囲（即ち幅）の中央値 $\pm 0.05\ \mu\text{m}$ （即ち $0.1\ \mu\text{m}$ の幅）を採用できる。

[0016] また、前記幅としては、 $0.1\ \mu\text{m}$ に限らず、 $0.01\ \mu\text{m} \sim 0.1\ \mu\text{m}$ の幅を採用できる。

（４）本開示の他の局面における窒化珪素質焼結体は、窒化珪素粒子又はサイアロン粒子である窒化珪素質粒子を含む窒化珪素質焼結体に関するものである。

[0017] この窒化珪素質焼結体については、各窒化珪素質粒子の大きさを、最大の粒径（即ち最大粒径）で示し、最大の粒径を所定寸法毎の各範囲に区分し、

全ての窒化珪素質粒子の個数に対する各範囲の窒化珪素質粒子の個数の割合を個数%とする。そして、窒化珪素質粒子の個数%の最大値である最大の個数%に対する5%を閾値として、その閾値以上の個数%となる複数の範囲である特定範囲を設定する。さらに、この特定範囲のうち、最大の粒径が最も小さな範囲を最小範囲とするとともに最大の粒径が最も大きな範囲を最大範囲とする。

[0018] そして、この場合において、最小範囲の中央値に対応する最大の粒径と最大範囲の中央値に対応する最大の粒径とが、 $0.1\ \mu\text{m}$ 以上 $2.0\ \mu\text{m}$ 以下の範囲内にある。

(以下、この他の局面にて規定した内容を条件2と記すこともある)

この窒化珪素質焼結体では、最大の個数%の5%以上となる特定範囲において、最小範囲の中央値に対応する最大の粒径と最大範囲の中央値に対応する最大の粒径とが、 $0.1\ \mu\text{m}$ 以上 $2.0\ \mu\text{m}$ 以下の範囲内にある。そのため、マトリックスとなる窒化珪素質粒子の微粒化及び均粒組織化が向上しており、微細粒子間結合相サイズが低減している。よって、後述する実験例からも明らかなように、窒化珪素質焼結体の強度が上がり、耐欠損性能が向上する。

[0019] なお、前記(4)の欄に示す構成と前記(1)又は前記(2)の欄に示す構成とを組み合わせてもよい。また、前記所定寸法毎の範囲としては、前記(3)の欄に示す構成と同様な範囲を採用できる。

[0020] (5) 上述の窒化珪素質焼結体では、最大の粒径が $7\ \mu\text{m}$ 以上の窒化珪素質粒子のアスペクト比が2以上としてもよい。

この窒化珪素質焼結体では、最大粒径が $7\ \mu\text{m}$ 以上の窒化珪素質粒子のアスペクト比が2以上であるので、クラック進展のディフラクション効果(即ちクラックの直線状の進展を抑制する効果:回折させる効果)が大きい。そのため、破壊靱性が向上し、耐欠損性能が向上する。

[0021] (6) 上述の窒化珪素質焼結体では、窒化珪素を80質量%以上、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で $0.1\sim 10$ 質量%、マ

グネシウムをMgO換算で0.2～6質量%含有してもよい。

[0022] この窒化珪素質焼結体では、窒化珪素質焼結体の組成を例示している。

(7) 上述の窒化珪素質焼結体では、窒化珪素を90質量%以上、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で0.3～4.5質量%、マグネシウムをMgO換算で0.2～3質量%含有してもよい。

[0023] この窒化珪素質焼結体では、窒化珪素質焼結体の組成を例示している。

(8) 上述の窒化珪素質焼結体では、サイアロンを含み、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で1～10質量%、アルミニウムをAl₂O₃換算で3～30質量%含有してもよい。

[0024] この窒化珪素質焼結体では、窒化珪素質焼結体の組成を例示している。

(9) 上述の窒化珪素質焼結体では、サイアロンを含み、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で3～7質量%、アルミニウムをAl₂O₃換算で5～25質量%含有してもよい。

[0025] この窒化珪素質焼結体では、窒化珪素質焼結体の組成を例示している。

(10) 本開示の更に他の局面における切削インサートは、上述したいずれかの窒化珪素質焼結体から構成されている切削インサートである。

[0026] このような構成の切削インサートは、後述する実験例からも明らかなように、高い耐欠損性能を有している。

この切削インサートでは、上述した構成の窒化珪素質焼結体を用いることによって、例えば、普通鋳鉄、ダクタイル鋳鉄、耐熱合金の加工を行う場合に、耐欠損性能が高いという効果がある。従って、高送りによる高能率加工化、難削材等に対する加工における長寿命化が可能であるという顕著な効果を奏する。

[0027] なお、窒化珪素粒子又はサイアロン粒子である窒化珪素質粒子を含む窒化珪素質焼結体において、下記のようにしてもよい。

つまり、個々の窒化珪素質粒子の大きさを、それぞれ最大の粒径で示すとともに、最大の粒径を所定寸法毎の各範囲に区分し、全ての窒化珪素質粒子の個数に対する各範囲の窒化珪素質粒子の個数の割合を個数%とする。そし

て、窒化珪素質粒子の個数%の最大値である最大の個数%に対する10%を閾値とし、その閾値以上の個数%となる複数の範囲である特定範囲を設定する。さらに、特定範囲のうち、最大の粒径が最も小さな範囲を最小範囲とするとともに最大の粒径が最も大きな範囲を最大範囲とする。

[0028] この場合において、最小範囲の中央値に対応する最大の粒径と最大範囲の中央値に対応する最大の粒径とが、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $2.0\mu\text{m}$ 以下の範囲内にあってもよい。

この構成によっても、窒化珪素質焼結体の強度が上がり、耐欠損性能が向上する。

[0029] <以下、本開示の各構成について説明する>

・窒化珪素質粒子とは、窒化珪素(Si_3N_4)を主成分とする粒子であり、サイアロン粒子とは、サイアロン(sialon)を主成分とする粒子である。ここで主成分とは、窒化珪素質粒子又はサイアロン粒子において、窒化珪素又はサイアロンを、それぞれ50体積%を上回る範囲で含むことを示している。なお、窒化珪素又はサイアロンを、それぞれ80体積%を上回る範囲で含んでいてもよい。

[0030] なお、サイアロンとは、周知のように、窒化珪素にAl及びOが固溶した物質である。

また、窒化珪素質粒子は、窒化珪素により構成される粒子であってもよい(但し不可避不純物を含んでいてもよい)。また、サイアロン粒子としては、サイアロンにより構成される粒子であってもよい(但し不可避不純物を含んでいてもよい)。

・窒化珪素質焼結体とは、窒化珪素(Si_3N_4)又はサイアロン(sialon)を主成分(50体積%を上回る範囲で含む)とする焼結体である。この窒化珪素質焼結体では、窒化珪素質粒子が50体積%を上回る範囲を占めている。

[0031] ・最大の粒径(最大粒径)とは、窒化珪素質粒子の径(外径)のうち最大の長さ(サイズ)を示している。

ここで、最大の粒径とは、鏡面研磨した焼結体をエッチング処理し、これを走査型電子顕微鏡で観察（即ちSEM観察）した画像から得られる最大の寸法を意味する。

[0032] ・「最大の粒径が $7\mu\text{m}$ 以上の窒化珪素質粒子のアスペクト比が2以上」であるとは、窒化珪素質焼結体に含まれる多数の窒化珪素質粒子のうち、最大の粒径が $7\mu\text{m}$ 以上の全ての粒子のアスペクト比が2以上であることを示している。

[0033] ・なお、前記希土類元素としては、例えば、La、Ce、Sm、Er、Yb等が挙げられる。

図面の簡単な説明

[0034] [図1]第1実施形態の切削インサートを示す斜視図である。

[図2]窒化珪素質粒子の最大粒径（最大長径）Xと最小短径Yとを示す説明図である。

[図3]第2実施形態の切削インサートを示す斜視図である。

[図4]窒化珪素質粒子の最大粒径と個数%との関係を示すグラフである。

[図5]窒化珪素質粒子の最大粒径の分布における Y_{max} の5%以上の最小範囲における中央値と最大範囲における中央値とを示すグラフである。

符号の説明

[0035] 1、11…切削インサート
3…窒化珪素質粒子
5、15…窒化珪素質焼結体
13…サイアロン粒子

発明を実施するための形態

[0036] [1. 第1実施形態]

[1-1. 全体構成]

まず、第1実施形態の窒化珪素質焼結体を用いて構成される切削インサートの構成について説明する。

[0037] 図1に示すように、第1実施形態の切削インサート1は、ISO規格でS

NGN120408T02020の形状を有している。

この切削インサート1は、多数の窒化珪素粒子3（図2参照）を含む窒化珪素質焼結体5から構成されている。つまり、この窒化珪素質焼結体5は、ほぼ窒化珪素粒子3（例えば80体積%以上）から構成されている。

[0038] 本第1実施形態では、下記の条件1を満たしている。

具体的には、窒化珪素質焼結体5に含まれる多数の窒化珪素粒子3については、各窒化珪素粒子3において最大の粒径（即ち最大長径）である最大粒径（X：図2参照）が $1\mu\text{m}$ 以下であるものの個数の割合（即ち個数%）が70個数%以上である。例えば、最大粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の個数%が85個数%以上である。しかも、最大の粒径に対する窒化珪素質粒子の個数%の分布において、窒化珪素粒子3の個数%の最大値（即ち最大個数%）が15個数%以上である。

[0039] なお、この最大粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の範囲内に、最大個数%（即ち窒化珪素粒子3の分布のピークYmax：図4参照）に対応する最大粒径が存在する。

また、本第1実施形態では、下記の条件2を満たしている。

[0040] 具体的には、最大の粒径を所定寸法毎の各範囲に区分し、全ての窒化珪素質粒子の個数に対する各範囲の窒化珪素質粒子の個数の割合を個数%とし、さらに、窒化珪素質粒子の個数%の最大値である最大の個数%に対する5%を閾値として、その閾値以上の個数%となる複数の範囲である特定範囲を設定する。そして、特定範囲のうち、最大の粒径が最も小さな範囲を最小範囲とするとともに最大の粒径が最も大きな範囲を最大範囲とする。

[0041] この場合において、最小範囲の中央値に対応する最大の粒径と最大範囲の中央値に対応する最大の粒径とが、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $2.0\mu\text{m}$ 以下の範囲内に存在する。

なお、この場合、前記5%以上となる特定範囲内に、最大個数%（即ち分布のピークYmax）に対応する最大粒径が存在する。

[0042] なお、前記中央値とは、最大の粒径を所定寸法毎の各範囲に区分し、全て

の窒化珪素粒子 3 の個数に対する各範囲の窒化珪素粒子 3 の個数の割合を個数%とした場合に、各範囲における中央値である。

[0043] さらに、最大粒径が $7\ \mu\text{m}$ 以上の窒化珪素粒子 3 のアスペクト比が全て 2 以上である。

ここで、アスペクト比とは、図 2 に示すように、窒化珪素粒子 3 の「最大長径／最大長径に直交する長さ」である。なお、最大長径が図 2 の最大粒径 X であり、最大長径に直交する長さが図 2 の最小短径 Y である。

[0044] [1 - 2. 窒化珪素粒子]

次に、窒化珪素質焼結体 5 に含まれる窒化珪素粒子 3 のサイズに関する分布について説明する。

[0045] 窒化珪素質焼結体 5 に含まれる多数の窒化珪素粒子 3 について、その最大粒径を所定寸法（例えば中央値 $\pm 0.05\ \mu\text{m}$ ）毎の各範囲に区分し、全ての窒化珪素粒子 3 の個数に対する各範囲の窒化珪素粒子 3 の個数の割合を個数%とした場合、窒化珪素粒子 3 のサイズの分布は、例えば図 4 に示すようになる。

[0046] なお、窒化珪素粒子 3 のサイズの分布は、実際には所定寸法毎に個数%を示すようなヒストグラムとなるが、図 4 では例えば各範囲の中央値の頂点（即ち個数%の値）を滑らかに繋ぐようにして、窒化珪素粒子 3 のサイズの分布を模式的に示してある。なお、前記所定寸法毎の幅が、ヒストグラムにおけるビンの幅を意味している。

[0047] なお、最大粒径 X の粒子の個数の割合（即ち頻度）である個数%は、例えば下記式（1）により求めることができる。

$$\text{最大粒径 } X \text{ の粒子の個数\%} = (\text{最大粒径 } X \text{ の粒子個数} / \text{全粒子個数}) \times 100 \quad \cdots (1)$$

なお、最大粒径を所定寸法（幅）毎の各範囲に区分する場合には、「最大粒径 X の粒子個数」は、その所定寸法（幅）内に含まれる「最大粒径 X の粒子個数」を示している。

[0048] 従って、「最大粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の個数%が 70 個数%以上」とは、例え

ば図4における斜線部分(A)の領域における個数%の和が70%以上であることを示している。

なお、「最大粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の個数%が85個数%以上」とは、例えば図4における斜線部分(A)の領域における個数%の和が85%以上であることを示している。

[0049] また、「最大個数%が15個数%以上」とは、例えば図4における最大の個数%(即ち最大個数%)である Y_{max} の値が15個数%以上であることを示している。

さらに、「最小範囲の中央値に対応する最大の粒径と最大範囲の最大の中央値に対応する最大の粒径とが、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $2.0\mu\text{m}$ 以下の範囲内にある」とは、例えば図5に示すような最大粒径の分布を考えた場合に、最大個数%の5%以上の各範囲における中央値の範囲(C1)が、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $2.0\mu\text{m}$ 以下の範囲内に存在することを示している。

[0050] つまり、図5の左右の斜線部分の領域に関して、図5の左側に示す最大粒径の小さい側の範囲(即ち最小範囲を示す図5の左側の斜線部分)の中央値(即ち最小の中央値)が示す最大粒径と、図5の右側に示す最大粒径の大きい側の範囲(即ち最大範囲を示す図5の右側の斜線部分)の中央値(即ち最大の中央値)が示す最大粒径との間の範囲が、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $2.0\mu\text{m}$ 以下の範囲内であることを示している。

[0051] なお、この最小の中央値との最大の中央値との間の範囲を、例えば図4で示した場合には、図4の(C)の範囲内においてC1の範囲(図5参照)に該当する。つまり、図4における Y_{max} (即ち最大の個数%の値) $\times 0.05$ (即ち Y_{max} の5%)以上となる範囲に該当する。

[0052] なお、「最小範囲の中央値に対応する最大の粒径と最大範囲の中央値に対応する最大の粒径とが、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1.5\mu\text{m}$ 以下の範囲内にある」とは、例えば図5に示すような最大粒径の分布を考えた場合(但し図5の5%を10%と考えた場合)、最大個数%の10%以上の各範囲における中央値の範囲(図4のB1の範囲)が、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1.5\mu\text{m}$ 以下の範囲内に

存在することを示している。

[0053] つまり、図5の左右の斜線部分の領域に関して、図5の左側に示す最大粒径の小さい側の範囲（即ち最小範囲である図5の左側の斜線部分）の中央値（即ち最小の中央値）が示す最大粒径と、図5の右側に示す最大粒径の大きい側の範囲（即ち最大範囲である図5の右側斜線部分）の中央値（即ち最大の中央値）が示す最大粒径との間の範囲が、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1.5\mu\text{m}$ 以下の範囲内であることを示している。

[0054] なお、この最小の中央値との最大の中央値との間の範囲を、例えば図4で示した場合には、図4の（B）の範囲内のB1の範囲に該当する。つまり、図4における Y_{max} （即ち最大の個数%の値） $\times 0.1$ （即ち Y_{max} の10%）以上となる範囲に該当する。

[0055] [1-3. 製造方法]

次に、第1実施形態の窒化珪素質焼結体5及び切削インサート1の製造方法を説明する。

[0056] まず、出発原料として、比表面積 $\text{BET } 8\sim 20\text{ m}^2/\text{g}$ の窒化珪素粉末を用い、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の Yb_2O_3 粉末または平均粒径 $1\mu\text{m}$ の Sm_2O_3 粉末または平均粒径 $1\mu\text{m}$ の Lu_2O_3 を2質量%、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の Al_2O_3 粉末を0.5質量%、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の MgO 粉末を2質量%、残部窒化珪素粉末の割合で配合した。

[0057] 次に、上述のように配合された粉末を、エタノールと共に、窒化珪素製の内壁を有するボールミルに入れ、粉砕メディアとして、 $\phi 2\text{ mm}$ 、 $\phi 6\text{ mm}$ 、 $\phi 10\text{ mm}$ の各窒化珪素ボール（即ちSNボール）を、1:2:7、又は、0:0:10の体積割合で配合したものを用いて、約96~240時間粉砕混合して、混合物（スラリー）を作製した。

[0058] なお、 $\phi 2\text{ mm}$ 、 $\phi 6\text{ mm}$ 、 $\phi 10\text{ mm}$ の各窒化珪素ボールを、0:0:10の体積割合で配合したものを用いた場合には、約168~240時間粉砕混合した。つまり、大きな窒化珪素ボールを多く用いた場合には、粉砕時間を長くした。

[0059] 次に、前記スラリーを、湯煎し、乾燥後、目開き $250\mu\text{m}$ の篩を通して、混合粉末を得た。

次に、前記混合粉末を、 $1000\text{kgf}/\text{cm}^2$ の圧力でプレス成形して、ISO規格で工具形状がSNGN120408T02020用の成形体を得た。

[0060] 次に、この成形体を、 $1500\text{kgf}/\text{cm}^2$ の圧力で冷間等方圧加圧 (cold isostatics pressing: CIP) 成形により成形した。

続いて、このCIP成形により成形された成形体を、窒化珪素容器の中で、窒素(N_2)雰囲気、昇温速度 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 、 1750°C で2時間保持し、降温速度 $20^\circ\text{C}/\text{min}$ にて焼成を行った。なお、昇温速度が $10^\circ\text{C}/\text{min}$ より遅いと、窒化珪素粒子の粒成長が進むので、 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 以上が好ましい。

[0061] また、マイクロポアをなくすために、後工程として、熱間静水圧加圧 (hot isostatics pressing: HIP) 成形による2次焼成を行ってもよい。

上述した製造方法によって、窒化珪素質焼結体5を得た。

[0062] その後、窒化珪素質焼結体5の表面を最終的な工具形状 (ISO規格でSNGN120408T02020) となるように研磨することにより、切削インサート1を得た。

[1-4. 効果]

次に、本第1実施形態の効果を説明する。

[0063] 第1実施形態の窒化珪素質焼結体5 (従って切削インサート1) は、全ての窒化珪素粒子3のうち、最大粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の窒化珪素粒子3の個数%が70個数%以上 (例えば85個数%以上) である。しかも、最大の粒径に対する窒化珪素粒子3の個数%の分布において、窒化珪素粒子3の個数%の最大値である最大の個数% (即ち最大個数%) が15個数%以上である。

[0064] 従って、窒化珪素粒子3の微粒化及び均粒組織化が向上しており、微細粒子間結合相サイズが低減している。よって、窒化珪素質焼結体5の強度が上がり、耐欠損性能が向上する。

[0065] また、第1実施形態では、最大の個数%の5%以上となる特定領域において、前記最小範囲の中央値に対応する最大の粒径と前記最大範囲の中央値に対応する最大の粒径とが、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $2.0\mu\text{m}$ 以下の範囲内に存在する。

[0066] 従って、窒化珪素粒子3の微粒化及び均粒組織化が向上しており、微細粒子間結合相サイズが低減している。よって、この点からも、窒化珪素質焼結体5の強度が上がり、耐欠損性能が向上する。

[0067] 更に、第1実施形態では、最大粒径が $7\mu\text{m}$ 以上の窒化珪素粒子3のアスペクト比が2以上である。従って、クラック進展のディフラクション効果が大きいので破壊靱性が向上し、耐欠損性能が一層向上する。

[0068] [2. 第2実施形態]

[2-1. 全体構成]

次に、第2実施形態について説明するが、第1実施形態と同様な内容については、その説明は省略又は簡略化する。

[0069] 図3に示すように、第2実施形態の切削インサート11は、ISO規格でRNGN120700T02020の形状（即ち円柱形状）を有している。

この切削インサート11は、多数のサイアロン粒子13（前記図2参照）を含む窒化珪素質焼結体15から構成されている。つまり、この窒化珪素質焼結体15は、ほぼサイアロン粒子13（例えば80体積%以上）から構成されている。

[0070] また、サイアロン粒子13は、前記図2に例示するように、第1実施形態の窒化珪素粒子3と同様な形状である。なお、第2実施形態の窒化珪素質焼結体15は、窒化珪素粒子3がサイアロン粒子13に置き換わった以外は、基本的に第1実施形態と同様な構成を有している。

[0071] 詳しくは、下記のように、前記条件1と前記条件2とを満たしている。

条件1については、この窒化珪素質焼結体15に含まれる多数のサイアロン粒子13について、各サイアロン粒子13において最大の径（最大長径）である最大粒径（X：図2参照）が $1\mu\text{m}$ 以下であるものの個数の割合（即

ち個数%) が70個数%以上である。例えば、最大粒径が1 μm 以下の個数%が85個数%以上である。しかも、最大の粒径に対するサイアロン粒子13の個数%の分布において、サイアロン粒子13の個数%の最大値(即ち最大個数%)が15個数%以上である。

[0072] なお、この最大粒径が1 μm 以下の範囲内に、最大個数%(即ちサイアロン粒子13の分布のピーク Y_{max} : 図4参照)に対応する最大粒径が存在する。

また、条件2については、まず、サイアロン粒子13の個数%の最大値である最大の個数%に対する5%を閾値とし、その閾値以上の個数%となる複数の範囲である特定範囲を設定する。そして、その特定範囲のうち、最大の粒径が最も小さな範囲を最小範囲とするとともに最大の粒径が最も大きな範囲を最大範囲とする。

[0073] そして、この場合において、最小範囲の中央値に対応する最大の粒径と最大範囲の中央値に対応する前記最大の粒径とが、0.1 μm 以上2.0 μm 以下の範囲内に存在する。

なお、この場合、前記5%以上となる特定範囲内に、最大個数%(即ち分布のピーク Y_{max})に対応する最大粒径が存在する。

[0074] さらに、最大粒径が7 μm 以上のサイアロン粒子13のアスペクト比が全て2以上である。

[2-2. 製造方法]

次に、第2実施形態の窒化珪素質焼結体15及び切削インサート11の製造方法を説明する。

[0075] なお、第2実施形態の製造方法は、前記第1実施形態と同様な構成が多いので、異なる点を中心にして説明する。

<出発原料>

平均粒径1 μm の Yb_2O_3 粉末を5質量%、平均粒径1 μm の Al_2O_3 粉末を2質量%、平均粒径1 μm の AlN 粉末を8質量%とし、残部は窒化珪素質粉末を用いた。この窒化珪素質粉末としては、比表面積 BET 8~20 $\text{m}^2/$

g の窒化珪素粉末を用いた。

[0076] <粉碎方法>

粉碎方法は、第1実施形態と同様である。

<成形方法>

成形方法は、第1実施形態と同様である。但し、RNGN120700T2020の形状に成形した。

[0077] <焼成方法>

焼成温度は1730℃とした。

その他の製造条件は第1実施形態と同様であり、このような製造方法によって、第2実施形態の窒化珪素質焼結体15（従って切削インサート11）を製造することができる。

[0078] [2-3. 効果]

第2実施形態の窒化珪素質焼結体15（従って切削インサート11）は、全てのサイアロン粒子13のうち、最大粒径が1μm以下のサイアロン粒子13の個数%が70個数%以上である。しかも、最大の粒径に対するサイアロン粒子13の個数%の分布において、サイアロン粒子13サイアロン粒子13の個数%の最大値（即ち最大個数%）が15個数%以上である。

[0079] 従って、サイアロン粒子13の微粒化及び均粒組織化が向上しており、微細粒子間結合相サイズが低減している。よって、窒化珪素質焼結体15の強度が上がり、耐欠損性能が向上する。

[0080] また、第2実施形態では、最大の個数%の5%以上となる特定範囲において、最小範囲の中央値に対応する最大の粒径と最大範囲の中央値に対応する最大の粒径とが、0.1μm以上2.0μm以下の範囲内に存在する。

[0081] 従って、サイアロン粒子13の微粒化及び均粒組織化が向上しており、微細粒子間結合相サイズが低減している。よって、この点からも、窒化珪素質焼結体15の強度が上がり、耐欠損性能が向上する。

[0082] 更に、第2実施形態では、最大粒径が7μm以上のサイアロン粒子13のアスペクト比が2以上である。従って、クラック進展のディフラクション効

果が大きいので破壊靱性が向上し、耐欠損性能が一層向上する。

[0083] [3. 実験例]

次に、本開示の効果を確認するために行った実験例について説明する。

<実験例1>

本実験例1は、第1実施形態の窒化珪素質焼結体（従って切削インサート）に関する実験例である。

[0084] つまり、第1実施形態の実験例1として、窒化珪素粒子を主成分とする窒化珪素質焼結体（従って切削インサート）の試料を作製し、その耐欠損性等を調べたものである。

なお、本実験例1で示す製造条件以外は、前記第1実施形態と同様である。また、切削インサートの形状は、ISO規格で、SNGN120408T02020である。

[0085] 具体的には、下記表1に製造条件を示すように、実験に用いる試料として、実施例1～10及び比較例1～8の窒化珪素質焼結体を作製し、研磨して切削インサートとした。

なお、各試料のうち、実施例1～10が本開示の試料であり、比較例1～8が本開示の範囲外の比較例である。

[0086] ここで、実施例1～10の試料は、前記第1実施形態の条件のうち、比表面積BET、粉碎メディア、粉碎時間の条件を、下記表1に示す範囲内で変更して作製したものである。例えば、比表面積BETは11～17%の範囲で選択し、粉碎時間は96～240時間の範囲で選択した。

[0087] なお、表1では、「窒化珪素（ Si_3N_4 ）原料の比表面積BET」を単に「原料BET」と記し、「SNボールの体積比」を単に「ボール体積比」と記す（下記表3も同様である）。

[0088] なお、 $\phi 2\text{ mm}$ 、 $\phi 6\text{ mm}$ 、 $\phi 10\text{ mm}$ の各窒化珪素ボールを、0：0：10の体積割合で配合したものを用いた場合には、約168～240時間粉碎混合した。

また、比較例1～8の試料は、比表面積BET、粉碎メディア、粉碎時間

の条件のいずれかを前記実施例 1 ～ 10 の条件の範囲外に変更して作製した。

[0089] そして、各試料の切削インサートに対して、その重心を通る面で切断し、その切断面を鏡面研磨し、エッチング後、走査型電子顕微鏡による観察（即ち SEM 観察）を行った。詳しくは、SEM 観察によって、重心付近の $64\ \mu\text{m} \times 48\ \mu\text{m}$ の範囲の視野に存在する窒化珪素粒子の個数を調べた。また、各窒化珪素粒子の最大粒径 X と最小短径 Y とを調べて個々のアスペクト比（即ち X/Y ）を求めた。

[0090] また、上述のようにして測定した各窒化珪素粒子の最大粒径 X について、例えば $0.1\ \mu\text{m}$ の幅でその個数の頻度を算出して、前記図 4 に示すような最大粒径の粒度分布を求めた。

[0091] なお、測定精度を高めるために、測定は 2 視野以上行うことが好ましい。2 視野以上（例えば 2 視野の）測定を行う場合には、例えば、全ての視野のデータを用いて解析を行うことができる。

[0092] そして、上述した観察によって得られた窒化珪素粒子に関する測定データから、「最大粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の個数%（即ちデータ 1）」と「最大個数%（即ちデータ 2）」と「最大個数%の 5% 以上となる各範囲について最小の中央値に対応する最大の粒径と最大の中央値に対応する最大の粒径との範囲（即ちデータ 3）」と、「最大個数%の 10% 以上となる各範囲について最小の中央値に対応する最大の粒径と最大の中央値に対応する最大の粒径との範囲（即ちデータ 4）」と、「最大粒径が $7\ \mu\text{m}$ 以上の窒化珪素粒子のアスペクト比（即ちデータ 5）」とを求めた。その結果を、下記表 2 に記す。

[0093] なお、データ 3 とは、5% 以上の最小と最大の中央値（即ち最大個数%の 5% の粒径）であり、データ 4 とは、10% 以上の最小と最大の中央値（即ち最大個数%の 10% の粒径）である。

[0094] なお、「最大粒径が $7\ \mu\text{m}$ 以上の窒化珪素粒子のアスペクト比」とは、最大粒径が $7\ \mu\text{m}$ 以上の窒化珪素粒子について各アスペクト比を求め、その最小値を記載したものである。

[0095] 更に、各試料を用いて、切削試験を行った。詳しくは、下記の条件で普通鋳鉄の加工（ここでは旋削加工）を行い、フランク最大摩耗量と欠損に到る送り速度を調べた。その結果を下記表 2 に記す。

[0096] なお、表 2 では、データ 3 の「5 %以上の最小と最大の中央値」を単に「5 %以上の中央値 1」と記し、データ 4 の「10 %以上の最小と最大の中央値」を単に「10 %以上の中央値 2」と記し、データ 5 の「最大粒径が $7\mu\text{m}$ 以上の窒化珪素粒子のアスペクト比」を単に「アスペクト比」と記す（下記表 4 も同様であるが、表 4 では、窒化珪素粒子ではなくサイアロン粒子を示している）。また、同表 2 では、「フランク最大摩耗量」を単に「最大摩耗量」と記し、「欠損に到る送り速度」を単に「欠損送り速度」と記す。

[0097] <加工条件>

刃先処理 : $0.2 \times 20^\circ$

被削材 : FC250 (JIS)

切削速度 : $150\text{m}/\text{min}$

切込み深さ : 2.0mm

送り速度 : $0.6\text{mm}/\text{rev}$ からスタートし、各加工パスごとに
 $0.05\text{mm}/\text{rev}$ ずつ増やした

切削油 : なし (DRY)

[0098]

[表1]

	調合組成 [質量%]							原料BET [m ² /g]	ホ-ル体積比 ($\phi 2:\phi 6:\phi 10$)	粉碎 時間 [時間]	昇温 速度 [°C/min]	降温 速度 [°C/min]
	Si ₃ N ₄	Yb ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	MgO	AlN					
実施例 1	95.5	2	-	-	0.5	2	-	17	1:2:7	240	10	20
実施例 2	95.5	2	-	-	0.5	2	-	17	1:2:7	168	10	20
実施例 3	95.5	2	-	-	0.5	2	-	17	1:2:7	96	10	20
実施例 4	95.5	2	-	-	0.5	2	-	17	0:0:10	240	10	20
実施例 5	95.5	2	-	-	0.5	2	-	11	1:2:7	240	10	20
実施例 6	95.5	2	-	-	0.5	2	-	11	1:2:7	168	10	20
実施例 7	95.5	2	-	-	0.5	2	-	11	0:0:10	240	10	20
実施例 8	95.5	2	-	-	0.5	2	-	11	0:0:10	168	10	20
実施例 9	95.5	-	2	-	0.5	2	-	17	1:2:7	240	10	20
実施例 10	95.5	-	-	2	0.5	2	-	17	1:2:7	240	10	20
比較例 1	95.5	2	-	-	0.5	2	-	7	1:2:7	240	10	20
比較例 2	95.5	2	-	-	0.5	2	-	7	0:0:10	240	10	20
比較例 3	95.5	2	-	-	0.5	2	-	11	3:3:4	168	10	20
比較例 4	95.5	2	-	-	0.5	2	-	7	3:3:4	240	10	20
比較例 5	95.5	2	-	-	0.5	2	-	11	0:0:10	72	10	20
比較例 6	95.5	2	-	-	0.5	2	-	11	1:2:7	72	10	20
比較例 7	95.5	2	-	-	0.5	2	-	11	0:0:10	96	10	20
比較例 8	95.5	2	-	-	0.5	2	-	11	5:4:1	168	10	20

[表2]

	データ 1 1 μ m以下 の個数% [%]	データ 2 最大個数% [%]	データ 3 5%以上の 中央値1 [μ m]	データ 4 10%以上の 中央値2 [μ m]	データ 5 7スパン比	最大 摩耗量 [mm]	欠損 送り速度 [mm/rev]	総合 評価
実施例 1	92	21	0.1~1.2	0.1~1.0	3.2	0.5	1.9	◎
実施例 2	85	16	0.1~1.4	0.1~1.0	2.9	0.6	1.8	○
実施例 3	90	20	0.1~1.8	0.2~1.7	2.5	0.6	1.8	○
実施例 4	71	15	0.1~2.2	0.2~1.5	2.2	0.8	1.7	△
実施例 5	75	15	0.1~2.8	0.1~1.6	2.5	0.9	1.7	△
実施例 6	68	14	0.1~1.8	0.1~1.2	2.5	0.6	1.8	○
実施例 7	64	12	0.1~1.9	0.1~1.4	2.2	0.8	1.7	△
実施例 8	67	14	0.1~2.0	0.1~1.6	2.4	0.9	1.7	△
実施例 9	93	26	0.2~1.1	0.2~0.8	2.9	0.6	1.9	◎
実施例 10	95	26	0.1~1.1	0.1~0.8	3.4	0.5	1.9	◎
比較例 1	66	13	0.1~2.2	0.2~1.8	2.5	1	1.5	×
比較例 2	67	14	0.08~2.2	0.2~1.7	2.4	1	1.5	×
比較例 3	69	15	0.08~2.2	0.2~1.8	2.4	1	1.6	×
比較例 4	64	14	0.1~2.2	0.2~1.7	1.8	1.5	初期欠損	××
比較例 5	71	13	0.08~2.0	0.2~1.8	1.7	1.3	初期欠損	××
比較例 6	68	15	0.08~1.8	0.1~1.6	2.4	0.9	1.6	×
比較例 7	68	16	0.08~1.8	0.1~1.6	1.7	1.1	1.5	×
比較例 8	70	12	0.1~2.6	0.1~2.0	2.4	1.3	初期欠損	××

[0100] なお、表2において、総合評価の「◎」はフランク最大摩耗量が最も少なく、且つ、欠損に到る送り速度が最も大きいもの（即ち最も優れた特性のもの）

の)を示している。「○」はフランク最大摩耗量が0.6mmと少なく、且つ、欠損に到る送り速度が1.8mm/revの優れた特性のものを示している。「△」はフランク最大摩耗量が0.8~0.9mmとやや少なく、且つ、欠損に到る送り速度が1.7mm/revとやや優れた特性のものを示している。「×」はフランク最大摩耗量が0.9mm以上で、且つ、欠損に到る送り速度が1.6mm/rev以下の好ましくない特性のものを示している。「××」は初期欠損が生じたものを示している。

[0101] この表2から明らかなように、前記条件1を満たす実施例1~5、9、10では、フランク最大摩耗量が少なく(0.9mm以下)、且つ、欠損に到る送り速度が大きく(1.7mm/rev以上)耐欠損性が高いので好適である。

[0102] このうち、実施例1~3、9、10では、フランク最大摩耗量がより少なく(0.6mm以下)、且つ、欠損に到る送り速度がより大きい(1.8mm/rev以上)ので、一層好適である。

[0103] また、前記条件2を満たす実施例1~3、6~10では、フランク最大摩耗量が少なく(0.9mm以下)、且つ、欠損に到る送り速度が大きい(1.7mm/rev以上)ので好適である。

[0104] 一方、比較例1~3、7は、フランク摩耗量が多く、且つ、欠損に到る送り速度が小さいので好ましくない。また、比較例4、5、8は、初期欠損が発生しており好ましくない。さらに、比較例6は、欠損に到る送り速度が小さいので好ましくない。

[0105] <実験例2>

本実験例2は、第2実施形態の窒化珪素質焼結体(従って切削インサート)に関する実験例である。

[0106] つまり、第2実施形態のサイアロン粒子を主成分とする窒化珪素質焼結体として、第2実施形態のサイアロン焼結体(従って切削インサート)の試料を作製し、その耐欠損性等を調べた。なお、切削インサートの形状は、ISO規格で、RNGN120700T02020である。

[0107] 具体的には、下記表 3 に製造条件を示すように、実験に用いる試料として、実施例 1 1、1 2 及び比較例 9 のサイアロン焼結体を作製し、研磨して切削インサートとした。なお、前記表 3 に記載されている製造条件等以外については、前記実験例 1 と同様である。

[0108] なお、各試料のうち、実施例 1 1、1 2 が本開示の試料であり、比較例 9 が本開示の範囲外の比較例である。

そして、本実験例 2 において作製した各試料の切削インサートに対して、前記実験例 1 と同様にして、SEM 観察を行い、重心付近の $64\ \mu\text{m} \times 48\ \mu\text{m}$ の範囲の視野に存在するサイアロン粒子の個数を調べた。また、各サイアロン粒子の最大粒径 X と最小短径 Y とを調べて個々のアスペクト比（即ち X/Y ）を求めた。

[0109] また、上述のようにして測定した各サイアロン粒子の最大粒径 X について、例えば $0.1\ \mu\text{m}$ の幅でその個数の頻度を算出して、最大粒径の粒度分布を求めた。

そして、上述した観察によって得られたサイアロン粒子に関する測定データから、実験例 1 と同様に、データ 1～5 を求めた。その結果を、下記表 4 に記す。

[0110] 更に、各試料を用いて、切削試験を行った。詳しくは、下記の条件で耐熱合金の加工（即ち旋削加工）を行い、フレーキングまたは欠損に到る加工距離を調べた。その結果を下記表 4 に記す。

[0111] <加工条件>

刃先処理 : $0.2 \times 20^\circ$

被削材 : インコネル 718

切削速度 : 180 m/min

切込み深さ : 1.5 mm

送り速度 : 0.2 mm/rev

切削油 : あり (WET)

[0112]

[表3]

	調合組成 [質量%]							原料BET [m ² /g]	ボ-ル体積比 (φ2:φ6:φ10)	粉碎 時間 [時間]	昇温 速度 [℃/min]	降温 速度 [℃/min]
	Si ₃ N ₄	Yb ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	MgO	AIN					
実施例11	85	5	-	-	2	-	8	11	1:2:7	240	10	20
実施例12	85	5	-	-	2	-	8	17	1:2:7	240	10	20
比較例 9	85	5	-	-	2	-	8	7	1:2:7	240	10	20

[0113] [表4]

	データ 1	データ 2	データ 3	データ 4	データ 5	加工距離 [km]	寿命要因	総評価
	1 μm 以下の 個数 % [%]	最大個数 % [%]	5% 以上の 中央値 1 [μm]	10% 以上の 中央値 2 [μm]	75% 以上の 中央値 5 [μm]			
実施例 11	86	18	0.2 ~ 1.6	0.2 ~ 1.1	7.7	1.6	フレッキング	○
実施例 12	93	22	0.2 ~ 1.0	0.2 ~ 0.9	9.5	2	フレッキング	◎
比較例 9	64	15	0.1 ~ 2.2	0.2 ~ 1.8	4.2	1.5	欠損	×

[0114] なお、表4において、総合評価の「◎」はフレーキングに到るまでの加工距離が最も長いもの（即ち最も優れた特性のもの）を示している。「○」はフレーキングに到るまでの加工距離が次に長いもの（即ち優れた特性のもの）を示している。「×」は欠損に到るまでの加工距離が短いもの（即ち好ましくない特性のもの）を示している。

[0115] この表4から明らかなように、前記条件1を満たす実施例11、12では、フレーキングに到るまでの加工距離が最も長く好適である。

一方、比較例9は、欠損に到るまでの加工距離が短いので、好ましくない。

[0116] [4. 他の実施形態]

尚、本開示は前記実施形態になんら限定されるものではなく、本開示を逸脱しない範囲において種々の態様で実施しうることはいうまでもない。

[0117] （1）例えば、上述したように、本開示は、窒化珪素粒子を含む窒化珪素質焼結体だけでなく、サイアロン粒子を含む窒化珪素質焼結体についても同様に適用できる。

また、前記図4に示すような窒化珪素粒子の分布は、窒化珪素質粒子がサイアロン粒子の場合も同様である。

[0118] （2）また、サイアロンの形態（即ち結晶相）としては、 α 、 β 、ポリタイプを、例えば用途に応じた所定の比率で含むものを採用できる。即ち、サイアロンの形態については、特に限定しない。

[0119] （3）また、本開示の窒化珪素質焼結体の組成としては、例えば、窒化珪素を80質量%以上、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で0.1～10質量%、マグネシウムをMgO換算で0.2～6質量%含有する組成が挙げられる。また、窒化珪素を90質量%以上、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で0.3～4.5質量%、マグネシウムをMgO換算で0.2～3質量%含有する組成が挙げられる。また、サイアロンを含み、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で1～10質量%、アルミニウムをAl₂O₃換算で3～30質量%含有する

組成が挙げられる。また、サイアロンを含み、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で3～7質量%、アルミニウムを Al_2O_3 換算で5～25質量%含有する組成が挙げられる。

(4) なお、前記各実施形態における1つの構成要素が有する機能を複数の構成要素に分担させたり、複数の構成要素が有する機能を1つの構成要素に発揮させたりしてもよい。また、前記各実施形態の構成の一部を、省略してもよい。また、前記各実施形態の構成の少なくとも一部を、他の前記実施形態の構成に対して付加、置換等してもよい。なお、特許請求の範囲に記載の文言から特定される技術思想に含まれるあらゆる態様が本発明の実施形態である。

請求の範囲

- [請求項1] 窒化珪素粒子又はサイアロン粒子である窒化珪素質粒子を含む窒化珪素質焼結体において、
- 個々の前記窒化珪素質粒子の大きさを、それぞれ最大の粒径で示す場合に、
- 全ての前記窒化珪素質粒子のうち、前記最大の粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の前記窒化珪素質粒子の個数の割合が70個数%以上であり、
- 且つ、前記最大の粒径に対する前記窒化珪素質粒子の個数%の分布において、前記窒化珪素質粒子の個数%の最大値である最大の個数%が15個数%以上である、窒化珪素質焼結体。
- [請求項2] 前記最大の粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の前記窒化珪素質粒子の個数の割合が85個数%以上である、請求項1に記載の窒化珪素質焼結体。
- [請求項3] 前記最大の粒径を所定寸法毎の各範囲に区分し、前記全ての窒化珪素質粒子の個数に対する前記各範囲の前記窒化珪素質粒子の個数の割合を、前記個数%とした、請求項1又は2に記載の窒化珪素質焼結体。
- [請求項4] 窒化珪素粒子又はサイアロン粒子である窒化珪素質粒子を含む窒化珪素質焼結体において、
- 個々の前記窒化珪素質粒子の大きさを、それぞれ最大の粒径で示すとともに、
- 前記最大の粒径を所定寸法毎の各範囲に区分し、前記全ての窒化珪素質粒子の個数に対する前記各範囲の前記窒化珪素質粒子の個数の割合を個数%とし、
- さらに、前記窒化珪素質粒子の個数%の最大値である最大の個数%に対する5%を閾値として、該閾値以上の個数%となる複数の前記範囲である特定範囲を設定し、
- 該特定範囲のうち、前記最大の粒径が最も小さな範囲を最小範囲とするとともに前記最大の粒径が最も大きな範囲を最大範囲とした場合に

、

前記最小範囲の中央値に対応する前記最大の粒径と前記最大範囲の中央値に対応する前記最大の粒径とが、 $0.1\ \mu\text{m}$ 以上 $2.0\ \mu\text{m}$ 以下の範囲内にある、窒化珪素質焼結体。

[請求項5] 前記最大の粒径が $7\ \mu\text{m}$ 以上の前記窒化珪素質粒子のアスペクト比が2以上である、請求項1～4のいずれか1項に記載の窒化珪素質焼結体。

[請求項6] 窒化珪素を80質量%以上、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で $0.1\sim 10$ 質量%、マグネシウムを MgO 換算で $0.2\sim 6$ 質量%含有する、請求項1～5のいずれか1項に記載の窒化珪素質焼結体。

[請求項7] 窒化珪素を90質量%以上、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で $0.3\sim 4.5$ 質量%、マグネシウムを MgO 換算で $0.2\sim 3$ 質量%含有する、請求項1～5のいずれか1項に記載の窒化珪素質焼結体。

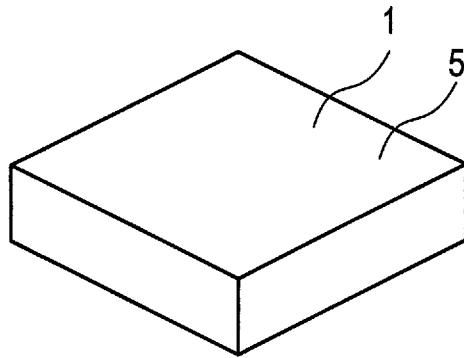
[請求項8] サイアロンを含み、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で $1\sim 10$ 質量%、アルミニウムを Al_2O_3 換算で $3\sim 30$ 質量%含有する、請求項1～5のいずれか1項に記載の窒化珪素質焼結体。

[請求項9] サイアロンを含み、イットリウムまたは希土類元素の1種以上を酸化物換算で $3\sim 7$ 質量%、アルミニウムを Al_2O_3 換算で $5\sim 25$ 質量%含有する、請求項1～5のいずれか1項に記載の窒化珪素質焼結体。

[請求項10] 前記請求項1～9のいずれか1項に記載の窒化珪素質焼結体から構成されている、切削インサート。

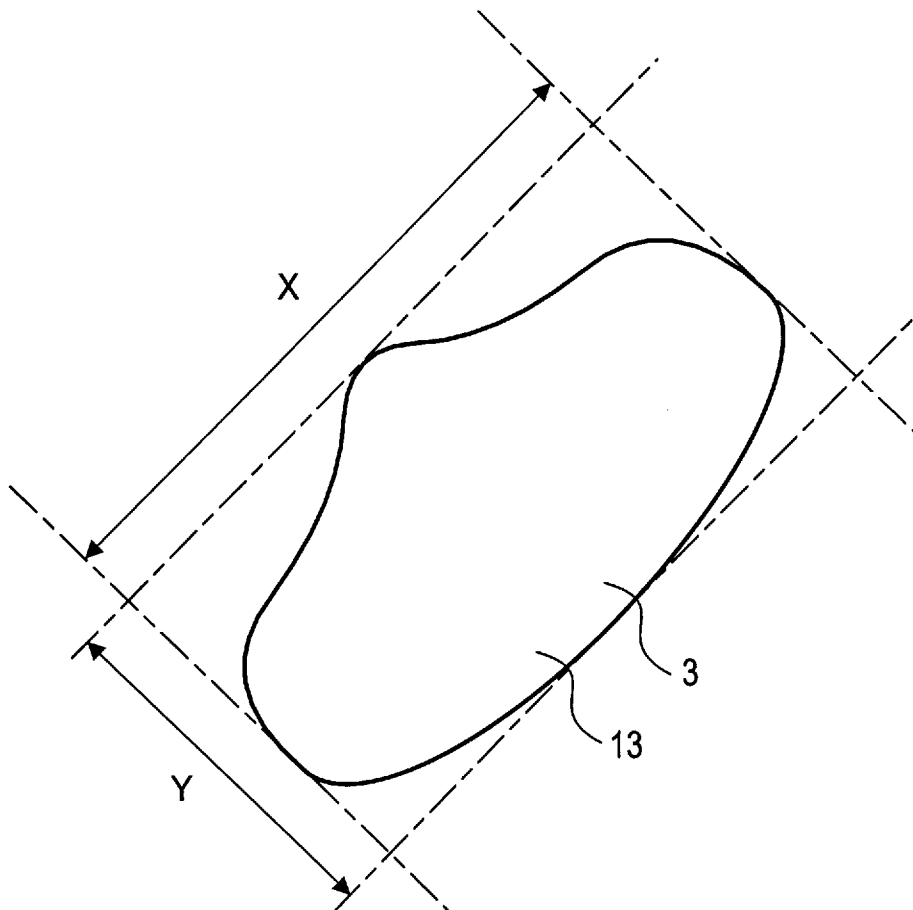
[図1]

FIG. 1



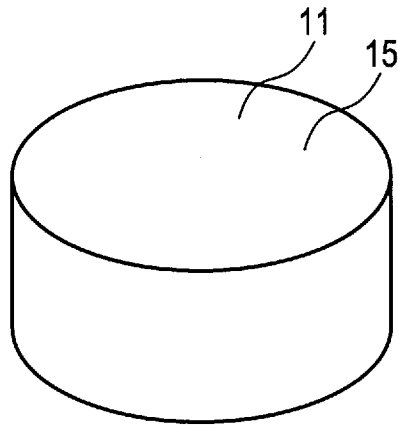
[図2]

FIG. 2



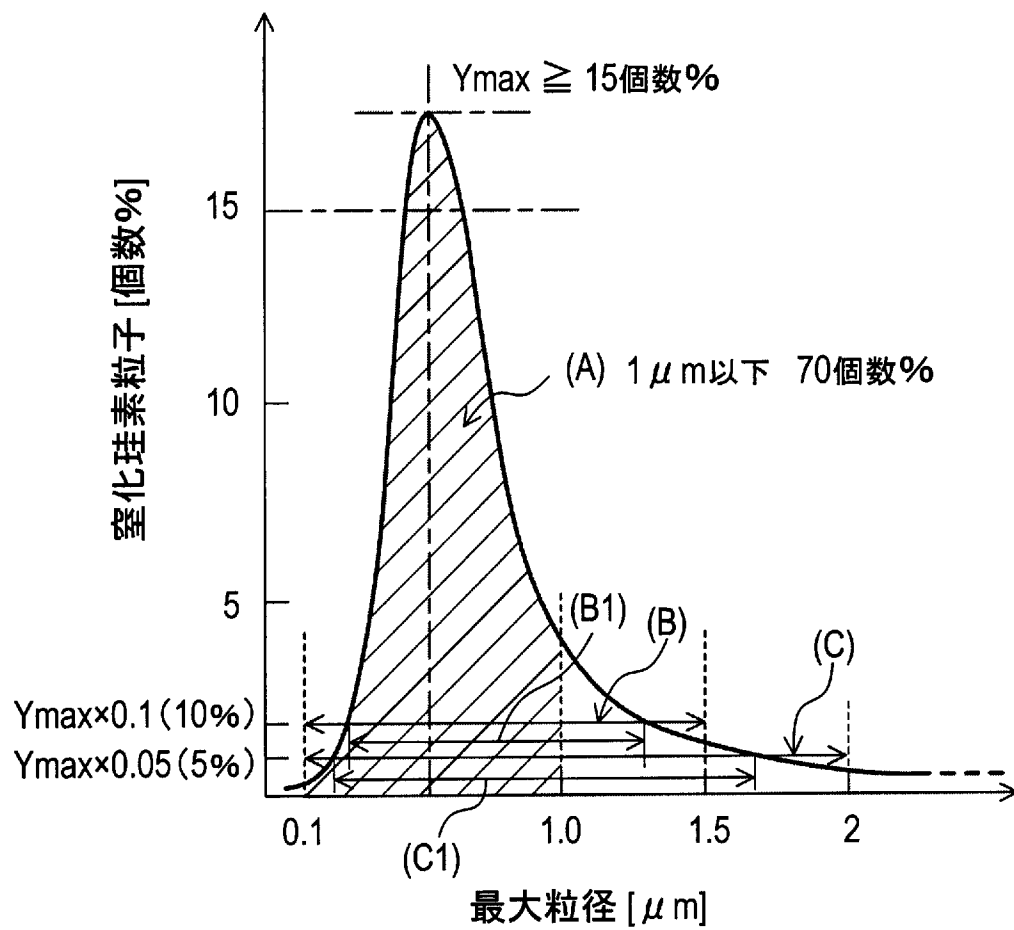
[図3]

FIG. 3

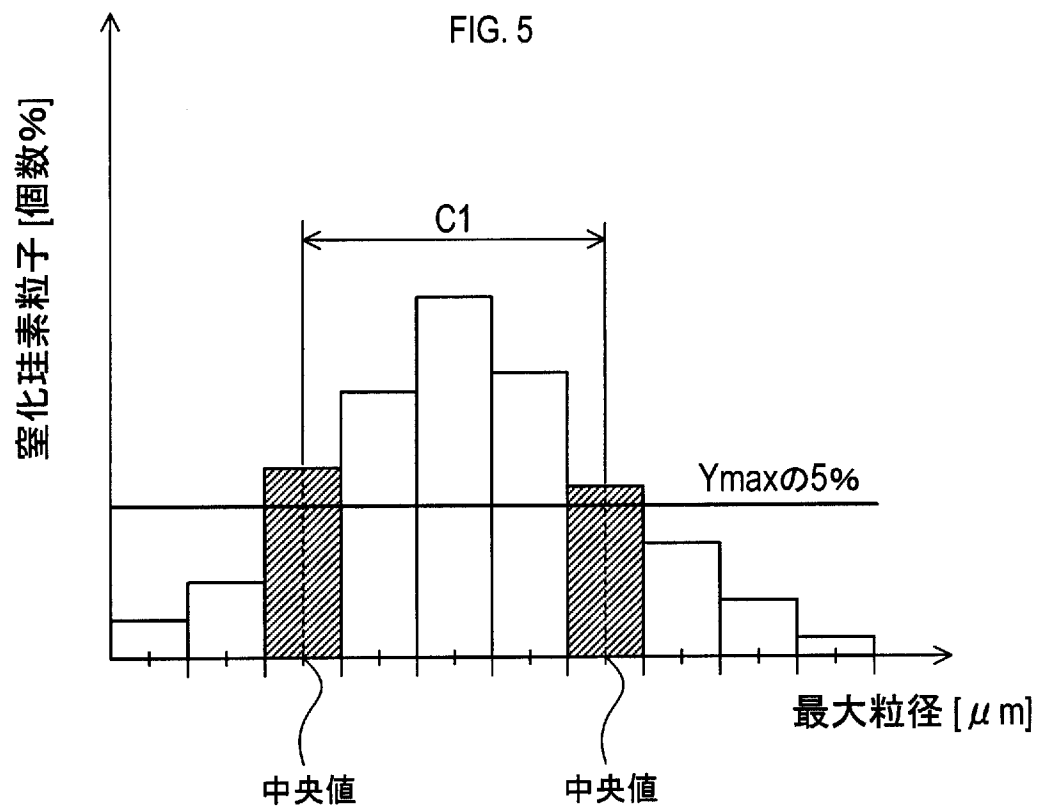


[図4]

FIG. 4



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/013325

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C04B35/584(2006.01)i, B23B27/14(2006.01)i, C04B35/599(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)

C04B35/584, B23B27/14, C04B35/599

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	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

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

JSTPlus(JDreamIII), JST7580(JDreamIII), JSTChina(JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y A	JP 8-104571 A (Director General, Agency of Industrial Science and Technology), 23 April 1996 (23.04.1996), claims; paragraphs [0033] to [0035]; table 1 & US 5767026 A claims; examples; table 1 & WO 1996/010546 A1 & EP 732313 A1 & CN 1134693 A	1-3, 6-9 5, 10 4
X Y A	JP 7-223865 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 22 August 1995 (22.08.1995), claims; paragraphs [0030] to [0032]; table 1 & EP 667323 A2 claims; examples; table 1	1, 3, 4, 6-9 5, 10 2

☒ 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
31 May 2017 (31.05.17)

Date of mailing of the international search report
13 June 2017 (13.06.17)

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/JP2017/013325

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2014-141359 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 07 August 2014 (07.08.2014), claims; paragraph [0088]; table 1 (Family: none)	5, 10
Y	JP 2008-69031 A (Kyocera Corp.), 27 March 2008 (27.03.2008), claims; paragraphs [0002], [0023], [0047]; table 1 (Family: none)	5, 10

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C04B35/584(2006.01)i, B23B27/14(2006.01)i, C04B35/599(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 (IPC))

Int.Cl. C04B35/584, B23B27/14, C04B35/599

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017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), JST7580 (JDreamIII), JSTChina (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
X Y A	JP 8-104571 A (工業技術院長) 1996.04.23, 特許請求の範囲、[0033] - [0035]、表1 & US 5767026 A, Claims, Examples, Table 1 & WO 1996/010546 A1 & EP 732313 A1 & CN 1134693 A	1-3, 6-9 5, 10 4
X Y A	JP 7-223865 A (住友電気工業株式会社) 1995.08.22, 特許請求の範囲、[0030] - [0032]、表1 & EP 667323 A2, Claims, Examples, Table 1	1, 3, 4, 6-9 5, 10 2

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

31.05.2017

国際調査報告の発送日

13.06.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

小野 久子

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

4 T

4035

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	JP 2014-141359 A (住友電気工業株式会社) 2014. 08. 07, 特許請求の範囲、[0 0 8 8]、表 1 (ファミリーなし)	5, 10
Y	JP 2008-69031 A (京セラ株式会社) 2008. 03. 27, 特許請求の範囲、[0 0 0 2]、[0 0 2 3]、[0 0 4 7]、表 1 (ファミリーなし)	5, 10