

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5587858号
(P5587858)

(45) 発行日 平成26年9月10日(2014.9.10)

(24) 登録日 平成26年8月1日(2014.8.1)

(51) Int.Cl. F 1
B 2 3 B 27/14 (2006.01) B 2 3 B 27/14 B

請求項の数 7 外国語出願 (全 29 頁)

(21) 出願番号 特願2011-282756 (P2011-282756)
 (22) 出願日 平成23年12月26日(2011.12.26)
 (62) 分割の表示 特願2001-570857 (P2001-570857)
 の分割
 原出願日 平成13年3月20日(2001.3.20)
 (65) 公開番号 特開2012-91318 (P2012-91318A)
 (43) 公開日 平成24年5月17日(2012.5.17)
 審査請求日 平成24年1月11日(2012.1.11)
 (31) 優先権主張番号 09/534,710
 (32) 優先日 平成12年3月24日(2000.3.24)
 (33) 優先権主張国 米国(US)
 (31) 優先権主張番号 09/812,217
 (32) 優先日 平成13年3月19日(2001.3.19)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 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 ペンシルベニア州 15
 650-0231 ラトロブ テクノロ
 ジー ウエイ 1600
 1600 Technology Way
 Latrobe PA 15650-0
 231, USA
 (73) 特許権者 502345186
 リウ、イション
 アメリカ合衆国 15601 ペンシルヴ
 ァニア州 グリーンズバーグ マリゴール
 ド ドライブ 317

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 超硬合金工具及びその作成方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

窒素分圧を含む雰囲気中で出発粉末の圧縮された塊を焼結することによって作成される略十分に密な基体を有し、前記出発粉末が、以下の成分、即ち、コバルト、タングステン、炭素、チタン、タンタル、及びニオブ、を有し、前記基体が、掬い面と逃げ面と前記掬い面と前記逃げ面が交わった部分に切り刃とを有し、前記基体が、前記切り刃と前記掬い面及び前記逃げ面の少なくとも一つの近隣から始まり、バルク領域へ向かって内方へ延出する、深さが略均一な非層状のバインダ濃縮ゾーンを有し、また、前記バルク領域が、窒素の単一ソースが焼結雰囲気である窒素を含み、前記バインダ濃縮ゾーンが第1の窒素含量を有し、前記基体のバルク領域が第2の窒素含量を有し、前記第1の窒素含量が第2の窒素含量よりも大きく、前記切り刃及び前記基体の前記掬い面と前記逃げ面の一つ又は両方の少なくとも一部上のコーティングを含む、コーティングされた切削インサート。

【請求項 2】

前記基体のバルク領域がASTM表示番号B276-91(1996年再認可)によるC00以下の気孔率を有する、請求項1記載のコーティングされた切削インサート。

【請求項 3】

前記コーティングが、前記基体表面上に窒化チタンのベース層を含む、請求項2に記載のコーティングされた切削インサート。

【請求項 4】

前記基体のバルク領域が、ASTM表示番号B276-91(1996年再認可)によるC00より大きい気孔率を有する、請求項1記載のコーティングされた切削インサート。

【請求項5】

前記コーティングが、前記基体の表面上にチタン炭窒化物のベース層を含む、請求項4に記載のコーティングされた切削インサート。

【請求項6】

前記コバルト濃縮ゾーンが前記掬い面と前記切り刃から延出し、コバルト濃縮は前記逃げ面からは延出しない、請求項1から請求項5のいずれか1項に記載のコーティングされた切削インサート。

【請求項7】

前記逃げ面が研削された面である、請求項6に記載のコーティングされた切削インサート。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、一般に、超硬合金切削工具自体のみならず、超硬合金切削工具の作成方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ネメス(Nemeth)等に与えられた米国特許第4,610,931号(及び米国再発行特許第34,180号)及びグラブ(Grab)等に与えられた米国特許第5,955,186号に開示されているような非層状濃縮の表面ゾーンを示す超硬合金(例えば、コバルトバインダを有するタングステンカーバイド系の材料)切削インサートが提供されている。

【0003】

ヨエ(Yohe)等に与えられた米国特許第4,548,786号では、窒素を含まない脱ろうブランクが加熱処理中に窒素分圧を有する雰囲気中に露出される、表面バインダ濃縮された超硬合金切削インサートを作成する方法が開示されている。リンズコック(Lindskog)等に与えられたPCT公開特許第98/16665号では、処理の一部に窒素雰囲気をを用いて表面をバインダ濃縮した超硬合金切削インサートが開示されている。内野(Uchino)等に与えられた欧州特許第0,569,696号は、ジルコニウム及び/又はハフニウムを含み、切削エッジの下方に表面バインダ濃縮されたゾーンを有する、超硬合金切削インサートに係る。グスタフソン(Gustafson)等に与えられた欧州特許第0,603,143号は、不活性雰囲気(又は真空)中に窒素を含む縮小体を焼結した後で特定の速度で冷却する層状バインダ濃縮されたゾーンを有するコーティングされた超硬合金を生成する方法を開示する。

【0004】

ケンナメタルKC850グレードのコーティングされた切削インサート(KC850は、アメリカ、ペンシルベニア州、ラトローブ市のケンナメタル社(Kennametal Inc.)の登録商標)は、層状バインダ濃縮されたゾーンを有する。

【先行技術文献】

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献1】ネメス(Nemeth)等著、論文「エッジ強度の高いケンナメタル社製造のグレードKC850の微構造特徴及び切削パフォーマンス」(The Microstructural Features and Cutting Performance of the high Edge Strength Kennametal Grade KC850)、第10回ブランジーセミナー、メタルワークブランジー社(Metalwerke Plansee A.G.)、オーストリア、チロル地方、ロイテ市、1981年、p.613-627。

10

20

30

40

50

【非特許文献2】小堀等著、層状バインダ濃縮についての論文、「粉末及び粉末冶金」から「超硬合金の表面近傍に形成されたバインダ濃縮された層」(Binder Enriched Layer Formed Near the Surface of Cemented Carbide)、第34巻、第3号、1987年、p.129-132。

【非特許文献3】シュワルツコフ(Schwarzkopf)等著、超硬合金におけるバインダ濃縮ゾーンの発生についての論文「(W,Ti)C-WC-Co合金表面の成分変更の動力学」(Kinetics of Compositional Modification of (W,Ti)C-WC-Co Alloy Surfaces)、「材料科学及びエンジニアリング」(Materials Science and Engineering)、A105/106、1988年、p.225-231。

10

【非特許文献4】グスタフソン(Gustafson)等著、「立方超硬合金の溶解によるバインダ相濃縮」(Binder-Phase Enrichment by Dissolution of Cubic Carbides)、「耐熱金属及び硬質材料」インターナショナルジャーナル(Int. J. of Refractory Metals & Hard Materials)、No.12、1993-1994年、p.129-136。

【非特許文献5】鈴木等著、「窒素含有の焼結されたWC-B-Co合金の表面近傍に形成された脱B層」(The B-Free Layer Formed Near the Surface of Sintered WC-B-Co Alloys Containing Nitrogen)、日本金属学会誌(Nippon Kinzoku Gakkaishi)、第45巻、No.1、1981年、p.95-99。

20

【非特許文献6】鈴木等著、「窒素含有の真空中で再焼結されたWC-B-Co合金の表面近傍に形成された脱B層」(The B-Free Layer Formed Near the Surface of Vacuum-sintered WC-B-Co Alloys Containing Nitrogen)、日本金属取引学会(Transactions of the Japan Institute of Metals)、第22巻、No.11、1981年、p.758-764。

【非特許文献7】クバシュウスキ(Kubashewski)等著、「冶金学的温度化学」(Metallurgical Thermo-Chemistry)、第5版、Pergamon Press(パーガモンプレス社)、1979年。

30

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

上記論文、特許、及び製品のいくつかは十分な性能を発揮する切削インサートを開示しているし又は有しているが、より良い特性を有する製品(及び製品自体)を生成する方法を開発する必要性がまだある。この点に関して、バインダ濃縮ゾーンの深さを調整することができるように、大抵、少なくとも分圧を有する雰囲気中でブランクを焼結する方法(及び得られた製品)を提供することが望ましい。このような方法は、基体のエッジ強度と変形抵抗に最適なバランスを提供する。また、このような方法は、バインダ濃縮ゾーンの熱が通った部分の深さに優れた一貫性をも提供する。

40

【0007】

また、方法を提供するのみならず、バインダ濃縮ゾーン、特に、ASTM表示番号B276-91(1996年再認可)によるC00より大きな芯部気孔率を有する基体上に炭素の析出がみられない製品を結果的に提供することが望ましい。このような炭素析出が生じないことによってコーティングの基体への付着力が高まる。

【0008】

固溶体硬化が高められることから、非層状のバインダ濃縮(即ち、大部分のバインダ濃縮が、微量(又は少量)の層状バインダ濃縮を有する非層状タイプのものであることを意味する本質的に非層状のバインダ濃縮)の表面ゾーンを示す焼結されたままの超硬合金を提供することは有利である。これに関して、コバルト原子の間隙に存在する窒素原子を有

50

する超硬（コバルト）タングステンカーバイドの基体によって固溶体硬化が円滑となる。固溶体硬化の改善は、ASTM表示番号B276-91（1996年再認可）によるC00より大きな気孔率を示すバルク領域を有する基体に特に顕著である。このような場合、窒素の原子半径（約0.75オングストローム）は、炭素の原子半径（約0.91オングストローム）よりも小さい。

【0009】

コーティング、特に窒素（例えば、窒化チタン又はチタン炭窒化物）を含むコーティングを、窒素を含む基体の表面へ直接塗布することは有利である。ASTM表示番号B276-91（1996年再認可）によるC00以下の気孔率のバルク領域を有する基体の表面に窒化チタンのコーティングを塗布する場合、窒素の存在が、窒化チタンの核生成を促進する。チタン炭窒化物を、ASTM表示番号B276-91（1996年再認可）によるC00より大きな気孔率を示すバルク領域を有する基体表面に塗布する場合、炭素と窒素の存在がチタン炭窒化物の核生成を促進を助成する。

10

【0010】

コバルト濃縮の表面ゾーンを有する超硬（コバルト）タングステンカーバイド基体のためのコバルトバインダ中に更なる窒素を存在させることによって、基体と、例えば、窒化チタン又はチタン炭窒化物などの窒素を含有するコーティングと、の間で化学的親和性が大きくなると考えられる。化学的親和性がこのように増大することがコーティングの基体への付着力の増大につながると考えられる。

【0011】

基体の表面近傍のコバルト中の窒素の使用可能性が高くなることによってコーティングと基体の界面での脆性相が形成される可能性が低減される。相が形成される可能性が低くなると、炭素含量がより低い基体の使用が可能となる。

20

【0012】

基体中の窒素含量が高いと、タングステンカーバイドの粒子サイズが結果的に小さくなる。N/(C+N)含量の増加が、タングステンカーバイドの小粒化につながる。微小構造におけるタングステンカーバイド相含量は、N/(C+N)速度が大きくなるにつれて最大値まで大きくなる。

【0013】

このようにして、窒素含量が高い焼結されたままの超硬（コバルト）タングステンカーバイド基体を提供することが有利であると考えられることが分かる。窒素含量が高ければ高いほど、コーティング（特に窒化チタンやチタン炭窒化物などのコーティング）と基体との間の付着力が強くなる。基体表面近傍でコバルトバインダ中の窒素含量が高ければ高いほど、コーティングと基体の界面で脆性相が形成される可能性が低くなる。窒素含量が高ければ高いほど、タングステンカーバイドの粒子サイズが小さくなる。

30

【0014】

バインダ濃縮の表面ゾーンを示す焼結されたままの基体またはバインダ濃縮の表面ゾーンを含まない焼結されたままの基体のどちらかを生成するために異なる成分の出発粉末を使用することが一般に必要だった。ご理解いただけるように、1つの成分だけの出発粉末を保管（及び/又は作成）するコストに比べて、二つ以上の異なる成分の出発粉末を保存（及び/又は作成）するコストは高い。製造の観点からすると、バインダ濃縮の表面ゾーンを有する品質の焼結されたままの基体かバインダ濃縮の表面ゾーンを含まない品質の焼結されたままの基体のどちらかを選択的に生成するために単一成分の出発粉末を使用する方法を提供することが有利である。

40

【課題を解決するための手段】

【0015】

一つの形態において、本発明は、掬い面と逃げ面とこれらの面の交わった部分で切り刃とを有するタングステンカーバイド系の基体を有するコーティングされた切削インサートである。ASTM表示番号B276-91（1996年再認可）によるC00より大きな気孔率を有する基体は、炭素析出を示さない非層状のバインダ濃縮の表面ゾーンを有する

50

。基体の少なくとも一部がコーティングされている。

【0016】

他の形態において、本発明は、コーティングされたタングステンカーバイド系の切削インサートを作成する方法であり、この方法において、出発粉末は混合され、生ブランクへ圧縮され、この後、生ブランクは脱ろうされる。脱ろうブランクは、焼結加熱ステップと、焼結保持ステップと、調整された冷却ステップとを有し、これらのステップは全て全体として焼結加熱ステップと焼結保持ステップの少なくとも一部の期間中に分圧を有する雰囲気中で発生し、この雰囲気は窒素分圧を有する。焼結されたままの基体は一つ以上の層によってコーティングされる。

【0017】

更に他の形態において、本発明は、少なくとも分圧を含む雰囲気中で、粉末の圧縮された塊を焼結することによって作成される超硬（コバルト）タングステンカーバイド系の基体である。基体は、掬い面と逃げ面と、それらの面が交わった部分で切り刃と、を有する。基体は、切り刃と掬い面及び逃げ面の少なくとも一つの近隣から始まり、バルク基体へ向かって内方へ延びる非層状のコバルト濃縮ゾーンを有する。バルク基体は、C00より大きな気孔率を有する。コバルト濃縮ゾーンは、炭素析出を示さず、バルクコバルト含量の約125乃至約300%のコバルト含量を有する。

【0018】

また他の形態において、本発明は、基体は、少なくとも分圧を有する雰囲気中で出発粉末の圧縮された塊を焼結することによって作成され、この出発粉末は、以下の成分、即ち、コバルト、タングステン、炭素、チタン、ニオブ、及びタンタルを含み、基体は、掬い面と逃げ面とこれら面が交わった部分にある切り刃とによって画定された外周面を有し、切り刃と掬い面及び逃げ面の少なくとも一つの近隣から始まり、バルク領域へ向かって内方へ延出する非層状のコバルト濃縮ゾーンを有し、バルク領域は、ASTM表示番号B276-91（1996年再認可）によるC00より大きな気孔率を有し、コバルト濃縮ゾーンは、炭素析出を示さないと共にバルク領域のコバルト含量の約125%乃至約300%のコバルト含量を有する。

【0019】

更に他の形態において、本発明は、窒素分圧を含む雰囲気中で、出発粉末の圧縮された塊を焼結することによって作成される十分に密な基体を有する切削インサートである。出発粉末は、以下の成分、即ち、コバルト、ニッケル、鉄、及びそれらの合金の一つ以上から選択される約3重量%～約12重量%のバインダと、約95重量%以下のタングステンと、約7重量%以下の炭素と、約13重量%以下のチタン、タンタル、ニオブ、ハフニウム、ジルコニウム、及びバナジウムなどの成分のうち一つ以上と、を含む。基体は、掬い面と逃げ面を有し、この掬い面と逃げ面が交わった部分に切り刃が設けられている。基体は、切り刃と掬い面及び逃げ面の少なくとも一つの近隣から始まり、バルク領域へ向かって内方へ延出する厚さが略均一な非層状のバインダ濃縮ゾーンを有する。バインダ濃縮ゾーンは高い窒素含量を有し、基体のバルク領域は高い窒素含量を有する。切り刃と、基体の掬い面及び逃げ面の一つ又は両方の少なくとも一部は、コーティングされる。

【0020】

他の形態において、本発明は、コーティングされた超硬合金切削インサートを作成する方法であって、以下の成分、即ち、コバルト、ニッケル、鉄、及びそれらの合金の一つ以上から選択されるバインダと、タングステンと、炭素と、チタン、タンタル、ニオブ、ハフニウム、ジルコニウム、及びバナジウムの一つ以上と、を含む、出発粉末混合物を形成する出発粉末を混合するステップと、出発粉末混合物を圧縮して生の切削インサートブランクを形成するステップと、生の切削インサートブランクを脱ろうして脱ろう切削インサートブランクを形成するステップと、最高脱ろう温度から少なくとも気孔密閉温度まで、少なくとも分圧を有し、焼結加熱工程の少なくとも一部分が窒素分圧を有する雰囲気中で、脱ろう切削インサートブランクを焼結加熱して、窒素が脱ろう切削インサートブランクに拡散し、予備焼結された切削インサートブランクを形成するステップと、少なくとも分

10

20

30

40

50

圧を有し、焼結加熱工程の少なくとも一部分が窒素分圧を有する雰囲気中で、焼結保持温度で、予備焼結された切削インサートブランクを焼結保持して、窒素が予備焼結切削インサートブランクから発生し、焼結された切削インサートブランクを形成するステップと、焼結温度から共融温度より下の目標温度まで、焼結された切削インサートブランクを調節された速度で少なくとも分圧を有する雰囲気中で冷却して、基体のバルク領域の近隣から始まり、基体のバルク領域の内方へ延出する非層状のバインダ濃縮ゾーンを含む外周面を有する焼結されたままの切削インサート基体を形成するステップと、1つ以上のコーティング層で焼結されたままの切削インサート基体をコーティングするステップと、を有する、方法である。

【0021】

更にまた他の形態において、本発明は、バインダ濃縮の表面ゾーンを示す焼結されたままの基体及びバインダ濃縮の表面ゾーンを示さない焼結されたままの基体のいずれかを選択的に作成する方法であって、有効量の窒素を含まないが、コバルト、ニッケル、鉄、それらの合金の一つ以上から選択されるバインダ合金と、タングステンと、炭素と、チタン、タンタル、ニオブ、ハフニウム、ジルコニウム、及びバナジウムの一つ以上と、を含む出発粉末を混合するステップと、混合された出発粉末を圧縮して生の切削インサートブランクを形成するステップと、生の切削インサートブランクを脱ろうして脱ろう切削インサートブランクを形成するステップと、最高脱ろう温度から少なくとも気孔密閉温度まで、第1の窒素分圧を有する雰囲気中で、このステップの略全体にわたって、脱ろう切削インサートブランクを焼結加熱して、予備焼結された切削インサートブランクを形成する、脱
 ろう切削インサートブランクを焼結加熱するステップと、焼結保持温度で、第2の窒素分
 圧を有する雰囲気中で、このステップの略全体にわたって、予備焼結された切削インサ
 ートブランクを焼結保持して、焼結された切削インサートブランクを形成するステップであ
 って、第2の窒素分圧が第1の窒素分圧以上又は第1の窒素分圧以下のいずれかであって
 もよいステップと、焼結温度から共融温度より下の目標温度まで、焼結された切削インサ
 ートブランクを冷却して、焼結されたままの切削インサート基体を形成するステップであ
 って、第2の窒素分圧が第1の窒素分圧より大きいとき、焼結されたままの切削インサ
 ート基体はバインダ濃縮の表面ゾーンを示さないが、第2の窒素分圧が第1の窒素分圧以下
 であるとき、焼結されたままの切削インサート基体はバインダ濃縮の表面ゾーンを示すス
 テップと、焼結されたままの切削インサート基体を一つ以上のコーティング層でコーティ
 ングする、ステップと、を有する方法である。

【図面の簡単な説明】

【0022】

【図1】図1は、具体的な実施の形態によるSPGN432型の切削インサートの等角図である。

【図2】図2は、図1のライン2-2に沿って切断された図1の切削インサートの断面図である。

【図3】図3は、具体的な実施の形態によるSPGN433型の切削インサートの等角図である。

【図4】図4は、図3のライン4-4に沿って切断された図3の切削インサートの断面図
 である。

【図5】図5は、本発明の実施例1によって作成された焼結されたままの切削インサート基体の外周面から数マイクロメートル選択された距離で、エネルギー分散方式のX線走査分析(EDX)技術によって測定されたバルクコバルト濃度に対するコバルト濃度を示すコバルト断面曲線である。

【図6】図6は、本発明の実施例1によって作成された焼結されたままの切削インサート基体の表面近傍の微構造を示す顕微鏡写真(倍率1500X)である。

【図7】図7は、本発明の実施例6によって作成された焼結されたままの切削インサート基体の表面近傍の微構造を示す顕微鏡写真(倍率1500X)である。

【図8】図8は、本発明の実施例1によって作成された焼結されたままの切削インサート

10

20

30

40

50

基体の隅部の微構造を示す顕微鏡写真（倍率1200X）である。

【図9】図9は、実施例X207-1によって作成された焼結されたままの切削インサート基体の表面近傍の微構造を示す10μmの距離インジケータを有する顕微鏡写真である。

【図10】図10は、実施例X207-2によって作成された焼結されたままの切削インサート基体の表面近傍の微構造を示す10μmの距離インジケータを有する顕微鏡写真である。

【図11】図11は、実施例X207-3によって作成された焼結されたままの切削インサート基体の表面近傍の微構造を示す10μmの距離インジケータを有する顕微鏡写真である。

【発明を実施するための形態】

【0023】

図面を参照すると、図1は、一般的に参照番号20で示される割出し可能な切削インサートの具体的な実施の形態を示す。切削インサート20は、掬い面24と逃げ面26の接合部（又は交差部）に切れ刃22を有する。図1に示される切削インサートは、ホーニング刃を有するSPGN432型の切削インサートであるが、出願人は、本発明が、ホーニング刃の有無に拘らず、他のタイプの切削インサートを有してもよいことも考慮に入れている。

【0024】

図2に示されるように、切削インサート20の二つの基本的な構成要素は、基体30とコーティング層32であり、（括弧で示されるように）コーティング層32は、1つ以上の層を有していてもよい。基体30は、互いに交わって基体の切り刃（又は隅部）40を形成する、掬い面24と逃げ面26を有する。掬い面36及び逃げ面38は、基体30の外周面を有する。基体30は、外周面から始まり、掬い面36から、距離「A」（図2参照）、逃げ面38から、距離「B」、内方へ延出するバインダ濃縮ゾーン42を有する。図1及び図2の具体的な実施の形態において、バインダ濃縮ゾーンは外周面から延出するが、出願人は、いくつかの状況においては、バインダ濃縮ゾーンは外周面から広がるが、基体の外周面の近傍（但し、例えば、真下ではない）を起点として、内方へ延出することも考慮に入れている。

【0025】

図1及び図2の具体的な実施の形態において、距離「A」と距離「B」は本質的に略等しいが、塗布によっては、距離「A」と距離「B」の大きさが常に等しいとは限らない。バインダ濃縮ゾーンは、距離「A」又は距離「B」よりも大きく図示されている距離「C」だけ、切り刃から内方へ延出する。しかしながら、出願人は、このような場合ばかりではないことも考慮に入れている。他の状況においては、距離「A」と距離「B」がそれぞれ距離「C」より大きい場合もあるし、距離「A」又は距離「B」の一方又は他方が距離「C」より大きい場合もある。

【0026】

バインダ濃縮ゾーン42は、非層状のバインダ濃縮又は本質的に非層状のバインダ濃縮のいずれかを有していてもよい。本質的に非層状タイプのバインダ濃縮とは、濃縮の大部分が非層状タイプのものであり、層状バインダ濃縮が微量であるものをいう。非層状タイプのバインダ濃縮は、性質がほぼ均一である。非層状バインダ濃縮は、バインダが1つの層を他の上に形成する層状バインダ濃縮とは区別される。層状のバインダ濃縮は、各々が本明細書中に組み込まれることによって参照される、前述された小堀等やネメス（Nemeth）等による論文において議論の的となっている。

【0027】

好ましい実施の形態において、基体30は、少なくとも70重量%、より好ましくは、少なくとも80重量%のタングステンカーバイドを含む、タングステンカーバイド系超硬合金材料である。バインダは、好ましくは、コバルト又はコバルト合金であるが、バインダは鉄及び/又はニッケルとそれらの合金とを有してもよい。バインダがコバルト（又は

10

20

30

40

50

コバルト合金)である場合、バルク基体に対する好ましいコバルト濃度、即ち、基体のバルク領域中のコバルト濃度は、約3重量%~約12重量%、より好ましくは、約5重量%~約8重量%、さらに好ましくは、約5.6重量%~約7.5重量%である。切削インサートの特定なコバルト含量は切削インサートの特定な用途に依存することが理解されよう。

【0028】

基体30は、最も好ましくは、固溶体カーバイド及び/又は固溶体炭窒化物をも含む。具体的には、固溶体カーバイド及び/又は固溶体炭窒化物を形成する元素(例えば、チタン、タンタル、ニオブ、ハフニウム、ジルコニウム、及びバナジウム)は、互いに、及び/又は、タングステンと共に、これらの固溶体を形成する。固溶体カーバイド及び/又は固溶体炭窒化物を形成する、より好ましい元素は、チタン、タンタル、及びニオブである。タンタル含量とニオブ含量の合計が約3重量%乃至約7重量%であり、チタン含量が約0.5重量%乃至約5重量%であることが好ましい。タンタル含量とニオブ含量の合計が約5.0重量%乃至約5.9重量%であり、チタン含量が約1.7重量%乃至約2.3重量%であることが最も好ましい。

10

【0029】

本発明の一つの具体的な実施の形態において、出発粉末混合物はいかなる有効量の窒素を含まない。ここで、窒素の有効量とは、何らかの測定可能な(又は知覚できる程度の)量のバインダ濃縮を発生させることができる最小量の窒素である。従って、本実施の形態において、焼結処理中の任意の炭窒化物を形成するための焼結されたままの基体30中に存在し得る窒素の単一源は、基体が焼結処理中に露出される雰囲気中での窒素から発生する。しかしながら、以下に記述されるように、他の具体的な実施の形態においては、窒素は出発粉末混合物中に含まれる。

20

【0030】

バインダ濃縮ゾーンにおいて、固溶体カーバイド及び/又は固溶体炭窒化物は、全体的に又は場合によっては部分的に削除され、これにより、タングステンカーバイド及びコバルトはバインダ濃縮ゾーンの成分の大部分(場合によっては全て)を構成する。下位レベルの固溶体カーバイド及び/又は固溶体炭窒化物によってエッチ強度(又は堅牢性)が増すと一般的には考えられている。

【0031】

バインダ濃縮ゾーンは一般に遊離炭素を含まない。即ち、バインダ濃縮ゾーン中にはいかなる炭素フレーク(即ち、炭素透過又は炭素析出)も存在しない。バインダ濃縮ゾーンで炭素析出が生じると、コーティングの基体への接着が不十分となるので、炭素析出が発生しないことが望ましい。

30

【0032】

バインダ濃縮ゾーンにおいて、バインダ(例えば、コバルト又はコバルト合金)密度は、好ましくは、基体のバルク領域、即ち、バルク基体のバインダ密度の約125%乃至約300%の最大値に達する。バインダ濃縮ゾーンのバインダ密度の最高レベルのより好ましい範囲は、バルク基体のバインダ濃縮の約150%乃至約300%である。バインダ濃縮ゾーンのバインダ密度の最高レベルの最も好ましい範囲は、バルク基体のバインダ密度の約200重量%乃至約250%である。

40

【0033】

バインダ濃縮ゾーンは、基体の外周面を起点として、内方へ延出する。しかしながら、バインダの気化によってバインダ密度が低下した(又は除去されることもある)外周面に隣接した薄層である場合もある。このような場合において、バインダ濃縮ゾーンは、外周面近傍を起点として、そこから内方へ延出する。出願人は、バインダ濃縮ゾーンが近隣の表面から始まるという特徴は、バインダ濃縮ゾーンは表面又はその近傍から始まることを意味すると考える。

【0034】

バインダ濃縮ゾーンの厚さは、外周面(掬い面、逃げ面及び/又は切り刃)で又はその

50

近傍を起点として、距離約50 μm (μm)以下、内方へ延出してもよい。バインダ濃縮ゾーンの厚さの好ましい範囲は、約5 μm 乃至約50 μm である。より好ましい範囲は、約10 μm 乃至約40 μm である。最も好ましい範囲は、約20 μm 乃至約30 μm である。バインダ濃縮ゾーンの好ましい深さを選択する際には、一般には、基体の歪み抵抗及びエッジ強度のバランスを取る。バインダ濃縮ゾーンの深さが増すとともにエッジ強度は増すが、歪み抵抗は低下する。

【0035】

バインダ濃縮ゾーンの厚さを調整できるような焼結されたままの切削インサート基体を作成する方法を提供し得ることが望ましい。出発粉末の成分に応じて、処理パラメータ(例えば、雰囲気中での窒素分圧の大きさ、温度、及び継続時間)を変えることによって、

10

【0036】

処理パラメータを調整することによって、バインダ濃縮ゾーンの深さを調整してもよい。処理パラメータの調整によって基体中の窒素の含量が調整されると考えられる。窒素含量を調整することによって、基体のバルク領域及びバインダ濃縮の表面ゾーンに、望ましい、高い窒素含量を有する基体を提供することができる。

【0037】

図1及び図2に示されるように、三つの層を有するハードコーティング32が基体の外周面に接着される。これらの層は、基体の外周面に直接塗布されたベース層52と、ベース層52の表面に塗布された中間層54と、中間層54の表面に直接塗布された外層56と、を有する。図2は、これらの層の各々が異なる厚さであることを示すが、各層の厚さ、特定の層の数、及び各層の成分が切削インサートの特定の塗布に応じて変化し得ることを考慮に入れていることを理解されたい。

20

【0038】

一つの好ましいコーティング組織は、基体の表面に塗布されたチタン炭窒化物のベース層(厚さ4.5 μm)、ベース層表面に塗布されたアルミナ(アルファ(α))の中間層(厚さ8.5 μm 厚さ)、及び中間層の表面に塗布されたチタン炭窒化物と窒化チタンの外層(厚さ1.5 μm)を有し、これらの層は、全て、化学気相蒸着法(CVD)によって塗布される。他の好ましいコーティング組織は、基体の表面にCVDによって塗布される窒化チタンのベース層(厚さ0.5 μm)、ベース層の表面に適温の化学気相蒸着法(MT-CVD)によって塗布されるチタン炭窒化物の層(厚さ7 μm)、チタン炭窒化物のMT-CVDの層の表面にCVDによって塗布されるチタン炭窒化物の層(厚さ0.5 μm)、CVDチタン炭窒化物層の表面にCVDによって塗布されるアルミナ(カッパ(κ))の層(厚さ4 μm)、及びアルミナ層の表面にCVDによって塗布される窒化チタンの外層(厚さ1 μm)を有する。

30

【0039】

上記成分に加えて、これらの層の成分の例として、物理的気相蒸着法(PVD)によって塗布される窒化チタンアルミニウム、PVDによって塗布される二硼化チタン、チタンカーバイド、及び切削インサートのコーティング用途に適した他の材料が挙げられる。これらのコーティング層は、PVD、CVD、及び/又はMT-CVDの技術を含む一つ以上の公知の技術によって塗布され得るが、これらに限定されない。

40

【0040】

図2に示されるように、研削の用途に使用される切削インサート20については、バインダ濃縮ゾーン42が基体30の掬い面36及び逃げ面38から内方に延出することが好ましい。バインダ濃縮ゾーン42は、基体の掬い面36及び逃げ面38と略平行である。バインダ濃縮ゾーンは、基体の切り刃40からも内方へ延出する。

【0041】

例えば、旋盤などの他の材料除去の用途において、バインダ濃縮ゾーンは、基体の掬い面のみに存在する。即ち、バインダ濃縮ゾーンのみが切削インサート基体の掬い面又はそ

50

の近傍を起点として内方へ延出することが好ましい。このような場合において、バインダ濃縮ゾーンは、圧密プロセス終了後、切削インサート基体の他の面（例えば、逃げ面）から研削（等）によって除去することも一般的である。

【 0 0 4 2 】

図 3 及び図 4 に関しては、一般に 7 0 で表示される切削インサートは、四つの逃げ面 7 2 を有し、これらの逃げ面 7 2 は、一方の（上部）掬い面 7 4 と他の（底部）掬い面 7 4 と交わって、8 個の切り刃 7 8 を形成する。切削インサート 7 0 は、一般に 7 9 で示され、外周面を有する基体（図 4 参照）を有し、この外周面は掬い面 8 0 と研削された逃げ面 8 2 とを有する。基体 7 9 は、基体 7 9 の体積の大部分を有する内部バルク領域 8 4 を有する。基体 7 9 は、基体 7 9 の掬い面 8 0 から内方へ延出するバインダ濃縮ゾーン 8 6 を更に有する。バインダ濃縮の任意のゾーンは逃げ面 8 2 の近傍のバルク領域のいかなる部分にも含まれない。

10

【 0 0 4 3 】

切削インサート 7 0 に用いられる基体 7 9 の成分は、第 1 の実施の形態の切削インサート 2 0 の基体 3 0 の成分と略同じである。バインダ濃縮ゾーン 8 6 中のバインダ濃縮のレベルは、第 1 の実施の形態の切削インサート 2 0 のバインダ濃縮ゾーン 4 2 中のバインダ濃縮のレベルと略同じである。括弧 9 0 内に示されている基本的なコーティング方法は、第 1 の実施の形態の切削インサート 2 0 に対するコーティング方法 3 2 と略同じであり、ベース層 9 2、中間層 9 4、及び外層 9 6 を有する。

【 0 0 4 4 】

20

出願人は、その発明に適用可能とされる以下の科学的な理論の説明に囚われたり、限定されるものではない。出願人は、出発粉末の成分を考慮に入れ、焼結加熱ステップ、焼結保持ステップ、及び調整冷却ステップを有する焼結処理の種々の段階で所定の窒素分圧を有する雰囲気を提供することによって、バインダ濃縮ゾーンの深さを他の処理パラメータ（例えば、保持温度及び保持期間）と共に予測し次に調整できると考える。各段階の雰囲気中の窒素分圧の大きさは、ギブス（G i b b s）の自由エネルギーを用いた計算によって決定されてもよい。この計算によって、ブランクへの窒素拡散やブランクからの窒素発生を可能とするのに必要な平衡窒素分圧を求めることができる。計算毎に窒素分圧を有する雰囲気を提供することによって、出願人は、焼結プロセスの焼結加熱段階中にブランクに入る窒素の量だけでなく、焼結プロセスの焼結保持及び調整された冷却段階の間のブランクから発生する窒素が発生する範囲を調整することができ、これによって焼結されたままの切削インサート基体中のバインダ濃縮ゾーンの深さを本質的に調整することができる。以下に上記の計算をするために使用される等式の簡単な説明を行う。

30

【 0 0 4 5 】

計算の基礎をなす基本に関しては、全ての等式（1）から（8）を通して、「T」は、ケルビン（K e l v i n）の温度である、以下に説明される等式（1）は、反応 $2 T i N = 2 T i + N_2$ に対するギブスの自由エネルギーの変化を示す。

【 0 0 4 6 】

$$G_1^\circ = 161700 - 45.54T \quad (1)$$

【 0 0 4 7 】

40

以下に説明される等式（2）は、反応 $T i C = T i + C$ に対するギブスの自由エネルギーの変化を示す。

【 0 0 4 8 】

$$G_2^\circ = 44600 - 3.14T \quad (2)$$

【 0 0 4 9 】

上記の二つの反応と二つの等式の組み合わせることによって、反応 $2 T i C + N_2 = 2 T i N + 2 C$ に対するギブスの自由エネルギーの変化について下記の等式（3）が得られる。

【 0 0 5 0 】

$$G_3^\circ = -72500 + 39.22T \quad (3)$$

50

【 0 0 5 1 】

以下の等式 (4) は、反応 $2 \text{TiC} + \text{N}_2 + 2 \text{TiN} + 2 \text{C}$ が平衡に達するときの条件を示す。即ち、

【 0 0 5 2 】

$$G_3^\circ = -RT \cdot \ln K_p = -RT \cdot \ln ([a_c]^2 \cdot [a_{\text{TiN}}]^2) / ([a_{\text{N}_2}] \cdot [a_{\text{TiN}}]^2) \quad (4)、$$

【 0 0 5 3 】

等式 (4) において、 K_p は平衡定数であり、 a_i は「 i 」成分の活動度である。 G° に対するデータは、テキスト、Kubashewski 等著、「Metallurgical Thermo-Chemistry」(冶金学的温度化学)、第5版、Pergamon Press (パーガモンプレス社)、1979年、を参照したものである。

10

【 0 0 5 4 】

(a_{TiN}) / (a_{TiC}) = 1 であり、 $R = 2$ カロリー / $K \cdot \text{mol}$ であると近似させ、上記の等式 (3) と等式 (4) を等化することによって、以下に説明される等式 (5) に至る。即ち、

【 0 0 5 5 】

$$-72500 + 39.22T = -2T \cdot \ln K_p = -2T \cdot \ln (a_c^2 / a_{\text{N}_2}) \quad (5)$$

【 0 0 5 6 】

上記の等式 (5) から、以下の等式 (6) が得られる。

20

【 0 0 5 7 】

$$K_p = a_c^2 / a_{\text{N}_2} = \exp [(72500 / 2T) - (39.22 / 2)] \quad (6)$$

【 0 0 5 8 】

以下の等式 (7) に照らして、 $a_{\text{N}_2} = P^\circ_{\text{N}_2} / P (= 1 \text{ atm.}) = P^\circ_{\text{N}_2}$ [単位は気圧] (7)

【 0 0 5 9 】

以下の等式 (8) は、従って、平衡分圧を示す。即ち、

【 0 0 6 0 】

$$P^\circ_{\text{N}_2} = a_c^2 / K_p \quad (8)$$

【 0 0 6 1 】

30

これは、特定の温度で、平衡な定数 K_p を計算し得ることを意味する。炭素活動度 a_c は、焼結を受ける超合金ブランクにおける変数であり、約 0.3 乃至約 1 の範囲に及ぶ。最高脱ろう温度から焼結保持温度までの温度に及ぶ範囲の平衡な窒素分圧を計算することによって、バインダ濃縮ゾーンの形成及び深さが調整され、これにより、このプロセスは予め選択された深さのバインダ濃縮ゾーンを有する焼結されたままの切削インサート基体が生成することができる。

【 0 0 6 2 】

このプロセスは一般に以下の処理ステップを有する。

【 0 0 6 3 】

第1に、ボールミル粉碎などのプロセスによって、粉末混合物は、一過性のバインダに完全配合 (又は混合) される。一つの実施の形態において、出発粉末は、有効量の窒素を含まない。他の実施の形態において、出発粉末は、窒化チタンなどの添加物として一般に添加される有効量の窒素を含む。粉末の配合は、生の切削インサートブランクに圧縮される。生の切削インサートブランクは、部分密度 (例えば、約 55%) 及び開口気孔を有する。

40

【 0 0 6 4 】

次に、生の切削インサートブランクは、(一般に水素分圧を有する雰囲気中で又は時には水素正圧を有する雰囲気中で) 周囲温度から最高脱ろう温度まで加熱することによって脱ろう (又は脱滑) するステップを受け、一過性のバインダをブランクから気化させることによって、脱ろう切削インサートブランクを形成する。この特許出願において、用語「

50

分圧」は、1気圧より下の圧力を意味し、用語「正圧」は、1気圧より大きな圧力を意味する。これらのパラメータは変化するが、一般的な加熱速度は、2.78 /分であり、一般的な最高脱ろう温度は約450 である。

【0065】

任意の次のステップとしては、脱ろう切削インサートブランクは、最高脱ろう温度で真空下で保持（例えば、期間は10分間）されてもよい。

【0066】

次のステップでは、最高脱ろう温度から、ブランクが連続気孔の密閉を表す温度を経て、一般に約1483 の最高焼結温度まで、2.78 /分の一般的な加熱速度でブランクを加熱することにより、脱ろう切削インサートブランクが焼結加熱ステップを受ける。特定のパラメータは、出発粉末の成分（特に炭素レベル及びあるとすれば窒素が含まれる範囲で）に左右されるが、焼結加熱ステップの全て又は恐らくその一部分は、選択された窒素分圧を有する雰囲気中で予め選択された温度範囲を通して所定期間中発生する。窒素分圧は、一般に、約15トルから約70トルの範囲に及ぶが、窒素分圧が高すぎると、窒素ガスが過剰にブランクに拡散するため、密閉された連続気孔率を達成する能力に悪影響を与える。焼結加熱ステップの結果として、脱ろう切削インサートブランクは、一般的に予め選択された量の窒素を含有する、予備焼結された切削インサートブランクへ変換される。

10

【0067】

出願人は、窒素分圧を有する雰囲気中で脱ろう切削インサートブランクを加熱することによって、ブランクと雰囲気の間で開口気孔率と好ましい窒素密度勾配の両方が提供されれば、窒素は、脱ろう切削インサートブランク中へ拡散され得てこのような拡散が可能となると考える。焼結加熱ステップは窒素分圧下で連続的に実行されるので、窒素は切削インサートブランクの塊を介して拡散しつづける。ブランクで連続的な開口気孔の密閉が生じるポイントに温度が達する時まで、窒素含量は、予備焼結された切削インサートブランクの塊全体において略均一である。

20

【0068】

有効量の窒素が出発粉末に含まれない実施の形態では、予備焼結された切削インサートブランク内に含まれる窒素の略全てが、焼結加熱ステップの雰囲気からくる。出発粉末混合物が有効量の窒素を含む実施の形態では、予備焼結された切削インサートブランクに含まれる窒素のわずかだけが焼結加熱ステップの雰囲気からくる。窒素は、一般に、恐らく予備焼結された切削インサートブランク内にあるチタン、タンタル、ニオブ、ジルコニウム、ハフニウム、及びバナジウムなどの炭窒化物形成元素と共に固溶体炭窒化物を形成する。好ましい炭窒化物形成元素としては、チタン、タンタル、及びニオブが挙げられる。

30

【0069】

出発粉末混合物が窒素を含むとき、焼結加熱ステップ期間の雰囲気は、窒素分圧を含まないか、このステップの一部の期間だけ、窒素分圧を含むことが可能である。しかしながら、窒素をブランクから調整なしに生成させないようにするため、雰囲気は、焼結加熱ステップ期間全体にわたって、分圧を含まなくてはならない。

【0070】

焼結加熱ステップの傾斜（ランプ）率を変えることによって、バインダ（コバルト）濃縮の表面ゾーンの深さを調整することができる。一般に、窒素分圧下で行われる焼結加熱ステップ期間中、傾斜率が下がると、バインダ濃縮の表面ゾーンの深さが増加する。窒素分圧下で行われる焼結加熱ステップ期間中、傾斜率が高くなると、バインダ（コバルト）濃縮の表面ゾーンの深さが低下する。

40

【0071】

焼結加熱ステップの終了後、予備焼結された切削インサートブランクは、ブランクが最高焼結温度で所定期間中保持される焼結保持ステップを受ける。焼結保持ステップの全て又は少なくとも一部に対して、雰囲気は窒素分圧を含む。焼結保持ステップの期間中、予備焼結された切削インサートブランク中の窒素は、ブランクから発生される。窒素発生に

50

よって、ブランクの外周面から（又は近傍から）始まってバルク基体へ向かって内方に延出するバインダ濃縮ゾーンの形成が容易になると考えられる。

【 0 0 7 2 】

焼結保持ステップの持続時間、最高焼結温度、焼結加熱ステップ期間中の窒素分圧の大きさ、及び焼結保持ステップ中の窒素分圧の大きさがそれぞれバインダ濃縮ゾーンの深さを調整する際の役割を果たすことができる。焼結保持ステップの結果として、調整された深さを有する非層状のバインダ濃縮ゾーンを示す焼結された切削インサートブランクが得られる。

【 0 0 7 3 】

焼結加熱ステップと焼結保持ステップのパラメータを調整することによって、基体の、バルク領域とバインダ濃縮の表面ゾーンでの窒素密度が調整できるだけでなく、バインダ濃縮の表面ゾーンの深さを調整することができる。本明細書中に記述されているように、出願人は、バインダ（コバルト）濃縮の表面ゾーンにおける窒素の存在によっていくつかの利点が提供されたと考える。

【 0 0 7 4 】

任意だが、予備焼結された切削インサートブランクが一旦焼結保持ステップ中に液体相段階に到達すると、ブランクは、圧力焼結処理又は高温等水圧プレス（ヒッピング）にかけてもよい。

【 0 0 7 5 】

焼結保持ステップの終了後、焼結された切削インサートブランクは、最高の焼結温度から、共融温度以下の目標温度まで、特定の冷却率で調整された冷却ステップを経る。調整された冷却ステップの間、雰囲気は、真空であってはならないが、アルゴンや窒素などのガスの分圧を有するべきであり、これによって、窒素の調整されない発生はない。しかしながら、調整された冷却ステップの全体又は一部の期間中、雰囲気は焼結保持ステップ中の窒素分圧と一般に同じ窒素分圧を含むことが好ましい。一般的な冷却率は約 1 . 0 / 分であり、一般的な共融温度は約 1 3 1 6 であり、調整された冷却ステップの最後にある一般的な目標温度は約 1 1 5 0 である。

【 0 0 7 6 】

出願人は、調整された冷却ステップ中、基体から窒素が殆ど又は全然生成されないの、バインダ濃縮ゾーンの深さ及び大きさに変化はないと信じている。出願人は、低速な冷却率（例えば、約 1 . 0 / 分）がバインダ濃縮ゾーンでの炭素の均一な拡散を可能とするので、バインダ濃縮ゾーンにおいて炭素の析出（例えば、炭素の浸透）は生じない。調整された冷却ステップの結果として、焼結されたままの略十分に密な切削インサート基体を得られる。

【 0 0 7 7 】

次に、略十分に密な切削インサート基体が周囲温度まで炉冷される炉冷ステップがある。炉冷の一般的な雰囲気はヘリウムである。

【 0 0 7 8 】

いくつかの例において、焼結されたままの十分に密な切削インサート基体は、一つ以上の表面（又は面積）上で研削され、これによって、バインダ濃縮ゾーンを除去する。研削された基体は、再び、状況に応じて、窒素分圧などの少なくとも分圧を有する雰囲気中で、真空中焼結又は焼結、即ち再焼結などの熱処理を受けてもよい。いくつかの種類の切削インサートについては、再焼結された切削インサート基体が、一つ以上の研削面（例えば、逃げ面）の少なくとも一部を有していてもよい。

【 0 0 7 9 】

焼結されたままの切削インサート基体又は研削された（又は研削された再焼結又は研削再焼結 研削）基体は、コーティングされた切削インサートを形成するために耐摩耗性のコーティングで一般的にコーティングされる。コーティングプロセスは、CVD、PVD、及びMTCVDを含む公知の技術のいずれか又は組合せであってもよい。コーティングそれ自体は、上記に識別されたように、種々の組成を有する一つ以上の層を含んでいて

10

20

30

40

50

もよい。

【0080】

本発明は、以下の実施例によって更に詳細に説明される。これらの実施例は説明のみを目的として提供される。本発明の真の精神及び範囲は、以下に説明される請求の範囲によって示されるので、本発明の範囲がこれらの実施例により制限されたり限定することを意図するものではない。

【0081】

表面バインダ濃縮ゾーンを有する微構造を示す全ての実施例に対して、バインダの濃縮ゾーンはいかなる固溶体カーバイドも固溶体炭窒化物も本質的に含まないことから、バインダ濃縮ゾーンの唯一の成分が、タングステンカーバイド及びコバルトであったことを理解されたい。加えて、バインダ濃縮ゾーンは、遊離炭素、即ち、炭素浸透又は炭素析出を含まない。

10

【0082】

実施例 1

実施例 1 に関して、出発粉末混合物は、以下の成分、6 重量%のコバルト、2.7 重量%のタンタル、2.0 重量%のチタン、及び0.8 重量%のニオブを含み、この出発粉末混合物のバランスは、タングステンと炭素であり、炭素は、6.18 重量%のレベルまで調整された。出発粉末混合物は、極微量を含むことはあっても、窒素を全く含まない。この極微量は十分に少ないため、出発粉末は有効量の窒素を含まない。従って、出発粉末中の窒素（存在したとしても）は、バインダ濃縮ゾーンの形成の際に測定できる程（又は知覚できる程）の補助的役割を果たさない。

20

【0083】

本発明の実施例 1 において、5 キログラム (kg) の粉末混合添加量が、21 キログラム、5 / 16 インチ (約 0.8 cm) の超合金サイクロイドと一緒に、内径 7.5 インチ (約 19 cm)、長さ 9 インチ (約 23 cm) のスチール製のボールミルに添加された。ヘプタンがボールミルの上部に添加されると、ミルは満杯になった。混合物は、周囲温度で約 40 時間、52 回転 / 分で回転させた。添加物からのスラリは、次に、ボールミルから開けられ、乾燥され、パラフィンが一過性のバインダとして添加され、粉末が粒状化され、これによって、十分な流動性が提供された。これらの粒状化された粉末は、次に、SNG 433 型の生の切削（旋盤）インサートブランクへ圧縮され、即ち、圧縮された出発粉末の塊が生成され、部分密度と開口気孔率も示した。

30

【0084】

生の切削インサートブランクは、周囲温度から摂氏約 450 まで水素ガスの分圧下で加熱され（即ち、脱ろうされ）、脱ろう切削インサートブランクを形成する。脱ろうステップ中は、一過性のバインダは、生の切削インサートブランクから気化される。

【0085】

脱ろう切削インサートブランクは、約 450 で、10 分間、真空保持された。

【0086】

真空保持ステップに続いて焼結加熱ステップが行われた。この焼結加熱ステップにおいて、流動する窒素ガスが導入され、これによって、雰囲気は、脱ろう切削インサートブランクが約 450 から約 1483 の最高焼結温度まで約 2.78 / 分の速度で加熱された全時間にわたって、約 70 トルの窒素分圧を有した。脱ろう切削インサートブランクは予備焼結された切削インサートブランクに変換された。

40

【0087】

焼結加熱ステップに続いて焼結保持ステップが行われた。焼結保持ステップの開始時には、窒素分圧は約 15 トルまで減圧され、温度は、約 1483、約 90 分、保持された。予備焼結された切削インサートブランクは、焼結されたままの切削インサートブランクへ変換され、これらのブランクは略十分な密度を示した。

【0088】

焼結保持ステップに続いて調整冷却ステップが行われた。調整冷却ステップにおいて

50

、窒素分圧は、約 15 トルで残留し、焼結されたままの切削インサートブランクは、約 1315 の共融温度より下の約 1150 の温度に達するまで、約 1.0 / 分の割合で冷却された。

【0089】

次に、炉冷ステップがヘリウム分圧下で行われた。ヘリウム分圧下では、焼結されたままの切削インサートブランクは、38 の周囲温度まで炉冷されることができた。上記の処理ステップから得られた製品は、焼結されたままの切削インサート基体であった。

【0090】

図5及び図6に示されるように、焼結されたままの切削インサート基体の微構造は、基体の外周面を起点として内方へ、約30 μm、延出する本質的に非層状のバインダ濃縮ゾーンを示した。この点に関して、濃縮の大部分は非層状のバインダ濃縮であって、層状バインダ濃縮は微量であった。図5のコバルトプロファイルに関しては、バインダ濃縮ゾーンの最高レベルのコバルト濃度は、バルク基体のコバルト濃度の約200%～約250%であった。図5の顕微鏡写真に関しては、バインダ濃縮ゾーンに対する気孔率の速度はC00であった。バルク基体に対する気孔率の速度はC02であった。

10

【0091】

図8に示されるように、実施例1のステップに従って行われる焼結されたままの切削インサート基体の隅部の微構造は、基体の隅部を起点として約20 μm内方へ延出する本質的に非層状のバインダ(即ち、コバルト)濃縮ゾーンを示した。図8に示される特定の基体は、図5及び図6によって表される基体と全く同じでないにしても、出願人は、バインダ濃縮ゾーン中の最高レベルのコバルト濃度がバルクコバルト含量の約200%乃至250%の範囲であると推定する。

20

【0092】

実施例1A

調整冷却ステップの間、窒素分圧が70トルであったこと以外は、実施例1と同様の成分の粉末混合物が実施例1と同様に調製され、圧縮され、処理された。この分析によって、基体の外周面から内方へ、深さ29 μm、延出する本質的に非層状のバインダ濃縮ゾーンが得られたことを示した。バインダ濃縮ゾーンの見掛け気孔率はC00であり、バルク基体の見掛け気孔率はC02であった。

【0093】

30

実施例2

実施例2において、生切削インサートブランクが実施例1と同じ粉末混合物から圧縮されて、SNG432型の生の切削インサートブランクが形成された。焼結保持ステップが約45分間続いた以外、処理ステップは、実施例1を処理するために使用されたステップと同じであった。本質的に非層状のバインダ濃縮ゾーン深さは、約23 μmであり、バインダ濃縮ゾーン中の最高レベルのコバルト濃度は、バルク基体のコバルト濃度の約200%乃至約250%であった。バインダ濃縮ゾーンの気孔率はC00であり、バルク基体に対する気孔率はC02であった。

【0094】

実施例2A

40

調整された冷却ステップが70トルの窒素分圧で行われた以外は、実施例2の粉末混合物と同じ粉末混合物は、実施例2と同様に調製され、処理された。基体の表面を起点として、深さ約23 μm、内方へ延びる本質的に非層状のバインダ濃縮が得られた。バインダ濃縮ゾーンの見掛け気孔率はC00であり、バルク基体の見掛け気孔率はC02であった。

【0095】

実施例3、3A、及び3B

実施例3、3A、及び3Bにおいて、実施例1の粉末混合物と同様に生の切削インサートブランクが粉末混合物から圧縮された。窒素雰囲気、焼結加熱ステップ中、焼結保持ステップ中、及び調整冷却ステップ中、70トルで保持されたのを除いて、生の切削イン

50

サートブランクは、実施例 1 の処理と同様に処理された。実施例 3、3 A、及び 3 B において、これらの焼結されたままの切削インサート基体の各々が、外周面を起点として、深さ、それぞれ、約 10、10、及び 10.4 μm 、内方、バルク基体へ向かって延出する、本質的に非層状のバインダ濃縮ゾーンを有していた。基体の各々について、バインダ濃縮ゾーンの気孔率は C 0 0 であり、バルク基体の気孔率は C 0 2 だった。

【 0 0 9 6 】

実施例 3 C 及び 3 D

調整された冷却率が 11.1 / 分であったことを除いて、実施例 3 の粉末混合物と同じ成分の粉末混合物が、実施例 3 と同様に調製され処理された。実施例 3 C 及び 3 D は、外周面から、深さ、それぞれ、10 μm 、13 μm 、延出したバインダ濃縮ゾーンを示した。各実施例に対して、バインダ濃縮ゾーンの見掛気孔率は C 0 0 であり、バルク基体の気孔率は C 0 2 だった。

10

【 0 0 9 7 】

実施例 6

実施例 6 について、実施例 1 と同じ粉末混合物が実施例 1 と同様に処理され、焼結されたままの切削インサート基体を得た。焼結されたままの切削インサート基体は研削され、これにより、掬い面と逃げ面が研削されたままの面を現わした。研削された焼結されたままの切削インサートブランクは、1483 で、約 45 分間、真空状態で、再焼結された。

【 0 0 9 8 】

研削された面を有する再焼結され研削された切削インサート基体が製品として得られた。再焼結され研削された切削インサート基体は、研削された面の外周を起点として内方へ深さ約 30 μm 延出した本質的に非層状のバインダ濃縮ゾーンを有する。バインダ濃縮ゾーンにおける最高レベルのコバルト濃度は、約 200% 乃至約 250% だった。図 7 に関しては、顕微鏡写真が、バインダ濃縮ゾーンの気孔率が C 0 0 であり、バルク基体に対しては C 0 2 だったことを示している。

20

【 0 0 9 9 】

実施例 1057A 乃至実施例 1059C

更なる実施例 1057A 乃至 C、実施例 1058A 乃至 C、及び実施例 1059A 乃至 C は、実施例 1 と同様に出発粉末を用いて調整され、実施例 1057A 乃至 C、実施例 1058A 乃至 C、及び実施例 1059A 乃至 C の炭素レベルは、それぞれ、6.24 重量%、6.21 重量%、及び 6.18 重量% であった。

30

【 0 1 0 0 】

実施例 1057A、1057B、1058A、1058B、1059A、及び 1059B について、処理は、以下のステップ、即ち、水素正圧を有する雰囲気中で 2.78 / 分の割合で 450 / 分まで加熱する脱ろうステップと、15 トルの窒素分圧（実施例 1057-59A）又は 70 トルの窒素分圧（実施例 1057-59B）のいずれかを有する雰囲気中で 450 から 1483 まで焼結加熱するステップと、15 トルの窒素分圧を有する雰囲気中で 1483 で 45 分間焼結保持するステップと、15 トルの窒素分圧を有する雰囲気中で、1483 乃至 1149 まで、11.1 / 分の割合で調整冷却するステップと、周囲温度まで炉冷するステップと、を有している。実施例 1057-59A が 15 トルの窒素分圧を有する雰囲気中で焼結加熱ステップを実行したこと、及び実施例 1057-59B が 70 トルの窒素分圧を有する雰囲気中で実行されたことを除いて、処理は全て同じだった。実施例 1057A-1059B の各々の芯部気孔率は C 0 0 であった。以下の表 1 は、非層状のバインダ濃縮ゾーンの表面からの深さ（ μm ）を示す。

40

【 0 1 0 1 】

【表 1】

実施例1057A-1059Bに対するバインダ濃縮ゾーンの深さ

実施例	1057A	1058A	1059A	1057B	1058B	1059B
深さ (μm)	15	16	15	22	24	23

【0102】

表1は、焼結加熱ステップがより高い窒素分圧(70トル:15トル)を有する雰囲気中で実行されたとき、バインダ濃縮ゾーンの平均深さ(23 μm :15.7 μm)が大きくなったことを示す。

10

【0103】

脱ろうステップが水素分圧を有する雰囲気中で行われたこと及び調整冷却ステップが0.94 /分の速度で行われたことを除いて、実施例1057C、1058C、及び1059Cは、実施例1057B乃至1059Bと同様に処理された。以下の表2は、バインダ濃縮の深さ(μm)とバルク基体の気孔率を示す。表2の結果は、これらのパラメータにおける差は、バインダ濃縮の深さを変化させないが、水素分圧下での脱ろうステップ中に形成されたCタイプの気孔率を有するバルク基体を安定化させ得たことを示す。

【0104】

【表 2】

実施例1057B-1059Cの気孔率と濃縮深さ

実施例	1057B	1058B	1059B	1057C	1058C	1059C
濃縮の深さ (μm)	22	24	23	24	22	23
芯部気孔率	C00	C00	C00	C04	C02	C02

20

【0105】

実施例TC1198乃至TC1211

六つの更なる実施例(TC1209、TC1211、TC1205、TC1207、TC1198、及びTC1200)により、切削インサートが作成され、製品化された切削インサートに対する性能テストが行われた。各実施例に対して、出発粉末は、実施例1と同様であり、炭素レベルは以下の表3に説明されるように調整された。

30

【0106】

【表 3】

実施例TC1196-TC1211の成分及び性能特性

実施例 /成分	TC1209	TC1211	TC1205	TC1207	TC1198	TC1200
炭素含量 (wt. %)	6.0579	6.0766	6.0954	6.1142	6.1330	6.1517
芯部気孔率	C00	C00	C02	C02	C02	C04
濃縮の深さ (μm)	31	31	29	30	33	32
ツールの平均 寿命 (450sf m)	306	339	412	434	492	545
ツールの平均 寿命(750 sfm)	484	468	485	381	569	526

40

【0107】

50

上記の粉末混合物は、C N M G 4 3 2 - M G 5 型の切削インサートの生の切削インサートブランクへ圧縮された。生の切削インサートブランクは約 5 5 % の部分密度と開口気孔率を有した。

【 0 1 0 8 】

生の圧縮は全て以下のステップによって処理される。即ち、(1) 2 つの部分を持つ脱ろうステップ：(a) 1 8 から 4 0 0 まで 2 . 7 8 / 分の速度で水素分圧下で加熱し、4 0 0 で 1 2 0 分間保持すること、及び (b) 水素分圧下で、4 0 0 から 5 1 0 まで、2 . 7 8 / 分の速度で加熱し、1 2 0 分間保持すること、(2) 7 0 トルの窒素分圧下で、5 1 0 から 1 4 7 0 まで、2 . 7 8 / 分の速度で加熱する焼結加熱ステップ、(3) 1 5 トルの窒素分圧下で、1 4 7 0 で、9 0 分間、保持する焼結保持ステップ、(4) 1 5 トルの窒素分圧下で、0 . 9 4 / 分の速度で、1 4 7 0 から 1 1 5 0 まで冷却する調整冷却ステップ、(5) ヘリウム分圧下で 1 1 5 0 から 3 8 まで炉冷する炉冷ステップ、及び (6) 基体を C V D でコーティングして、4 . 5 μ m 厚さの炭窒化チタンの内側層と、8 . 5 μ m 厚さのアルミナの間層と、1 . 5 μ m 厚さの炭窒化チタン / 窒化チタンの外層とを形成するステップである。上記の表 3 は、目視で決定された基体の外周平面からのバインダ濃縮ゾーン厚さ (μ m) とバルク基体の気孔率即ち芯部気孔率を表す。

【 0 1 0 9 】

下記の表 4 は、本明細書中に記述される実施例に対する溝付き鋼棒試験の結果を示す。表 4 は、第 1 のセットのパラメータにより実行された溝付き鋼棒旋盤試験により平均工具寿命 (分) を表し、第 2 のセットのパラメータにより実行された溝付き鋼 (A I S I 4 1 L 5 0) 棒旋盤試験により平均工具寿命 (分) を表す。第 1 の試験パラメータは、4 5 0 表面フィート (1 3 7 1 6 c m) / 分の速度を有する。旋盤送りは、0 . 0 1 5 インチ (0 . 3 8 c m) / 回転で開始され、1 0 0 インパクト当り 0 . 0 0 5 インチ (0 . 0 1 2 7 c m) ずつ増分され、0 . 0 5 0 インチ (0 . 1 2 7 c m) / 回転まで増加された。切込み深さは、0 . 1 0 0 インチ (0 . 2 5 4 c m) だった。ドライ旋盤だった。第 2 の試験パラメータは、7 5 0 表面フィート (2 2 8 6 0 c m) / 分の速度を有する。0 . 0 1 5 インチ (0 . 3 8 c m) / 回転で始まり、1 0 0 インパクト当り 0 . 0 0 5 インチ (0 . 0 1 2 7 c m) ずつ増分され、0 . 0 5 0 インチ (0 . 1 2 7 c m) / 回転まで増加された。切込み深さは、0 . 1 0 0 インチ (0 . 2 5 4 c m) だった。ドライ旋盤だった。

【 0 1 1 0 】

表 4 は、また、これらの試験目的のために識別される二つの商業用等級 K M T A と K M T B に対する性能結果も示す。K M T A 切削インサートについては、基体が、深さ約 2 5 μ m 、バルクコバルト含量の最大コバルト含量約 2 0 0 % の非層状コバルト (バインダ) 濃縮ゾーンを示し、バルク気孔率が A 0 0 - B 0 0 - C 0 0 であった。K M T A 切削インサートのコーティング組織は、厚さ約 2 μ m の炭窒化チタンのベース層と厚さ約 4 μ m の炭化チタンの中間層と厚さ約 1 . 5 μ m のアルミナの外層とを有し、これら三つの層は、全て C V D 法によって塗布された。

【 0 1 1 1 】

K M T B の切削インサートについては、基体は、深さ約 2 0 μ m のバルクコバルト含量の最大コバルト含量が約 3 0 0 % の層状バインダ濃縮ゾーンを示し、バルク気孔率は、C 0 4 乃至 C 0 6 であった。K M T B 切削インサートのコーティング組織は、厚さ 4 . 5 μ m の炭化チタンのベース層と、厚さ 3 . 5 μ m の炭窒化チタンの中間層と、厚さ 3 μ m の窒化チタンの外層とを有し、これら三つの層は全て C V D 法によって塗布された。

【 0 1 1 2 】

以下の表 4 は、実施例 T C 1 2 0 9 、 T C 1 2 1 1 、 T C 1 2 0 5 、 T C 1 2 0 7 、 T C 1 1 9 8 、 及び T C 1 2 0 0 における工具寿命及び故障モードを示す。表 4 は、バルク基体の気孔率、結果 (分) 、三つに分かれた運転別の工具寿命基準、及び平均工具寿命 (分) を示す。旋盤テストは、5 0 0 表面フィート (1 5 2 4 0 c m) / 分の速度、0 . 0

14インチ(0.036cm)/回転送り、0.100インチ(254cm)の切込み深さでAISI4340鋼加工物上で実行され、旋盤はドライで冷却剤は使わなかった。工具寿命基準は、0.015インチ(0.038cm)の逃げ面摩耗(fw)、0.030インチ(0.076cm)の最大逃げ面摩耗(mfw)、0.030インチ(0.076cm)の刃先摩耗(nw)、0.030インチ(0.076cm)の切欠き深さ(dn)、及び0.004インチ(0.010cm)の凹部摩耗深さ(cr)を有した。

【0113】

【表4】

AISI4340鋼加工物の旋盤試験結果

実施例	バルク気孔率	運転1(分)	運転2(分)	運転3(分)	平均工具寿命(分)
TC1209	C00	36.1 nw-cr	35.0nw	31.8nw	34.3
TC1211	C00	35.6 fn-nw	30.6nw	30.9nw	32.4
TC1205	C02	35.0nw	31.0nw	30.1nw	32.0
TC1207	C02	37.7nw	36.1nw	30.5nw	34.8
TC1198	C04	29.4nw	32.2nw	30.2nw	30.6
TC1200	C06	30.1 nw-cr	30.2nw	25.8nw	28.7
KMT A	A00 /B00	19.4cr	20.3nw	20.1nw	19.9
KMT B	C08 (最小)	17.7cr	16.4nw	18.0nw	17.4

10

20

【0114】

実施例TC1247AからTC1247C

更なる実施例TC1247A乃至TC1247C、TC1248A乃至TC1248C、及びTC1249A乃至TC1249Cが調製された。これらの実施例において、出発粉末混合物は、以下の成分(重量%)、即ち、6.0コバルト、2.59タンタル、2.00チタン、0.91ニオブ、及び均衡量のタングステン及び炭素を含んでいた。炭素は、実施例TC1247A-C、TC1248A-C、及びTC1249A-Cがそれぞれ、6.15、6.10、及び6.07重量%の炭素レベルを有するように調整された。出発粉末混合物は、0.63重量%の窒化チタンを含み、0.5重量%のチタン含量に寄与し、これにより、有効量の窒素がこれらの実施例の出発粉末混合物中に生じた。

30

【0115】

これらの実施例の処理は、以下のステップを有する。水素分圧中の2段階の脱ろうステップは周囲温度から400まで5.36/分の増加率で加熱し、30分間保持し、次に、400乃至510まで5.36/分の増加率で加熱し、次に15分間保持するステップと、70トルの窒素分圧を有する雰囲気中で510から1468まで加熱する焼結加熱ステップと、15トル(実施例TC1247A、TC1248A、及びTC1249A)、45トル(実施例TC1247B、TC1248B、及びTC1249B)、又は70トル(実施例TC1247C、TC1248C、及びTC1249C)のいずれかの窒素分圧を有する雰囲気下で1468で保持する焼結保持ステップと、15トル(実施例TC1247A、TC1248A、及びTC1248A)、45トル(実施例TC1247B、TC1248B、及びTC1248B)、又は70トル(実施例TC1247C、TC1248C、及びTC1248C)のいずれかの窒素分圧を有する雰囲気下で1468から1149(共融温度以下の温度)まで0.94/分の速度で冷却する調整冷却ステップと、1149から周囲温度まで冷却するヘリウム雰囲気下での炉冷ステップと、を有するステップを有した。

40

【0116】

下記の表5は、実施例TC1247、TC1247、及びTC1249での出発粉末混

50

合物の炭素含量（重量％）、焼結保持ステップにおける窒素分圧（トル）、バインダ濃縮ゾーンの深さ（ μm ）、及びバルク基体の気孔率を示す。

【0117】

【表5】

実施例TC1247-49の特性

実施例/出発炭素含量/焼結保持ステップの窒素分圧	バインダ領域の深さ (μm)	芯部気孔率
TC1247A/6.15/15トル	57	A04-B00-C06
TC1247B/6.15/45トル	46	A04-B00-1-C06
TC1247C/6.15/70トル	39	A04-B00-C06
TC1248A/6.10/15トル	54	A02-B00-C05
TC1248B/6.10/45トル	43	A02-B00-1-C04
TC1248C/6.10/70トル	32	A02-B00-C05
TC1249A/6.07/15トル	49	A02-B00-1-C02
TC1249B/6.07/45トル	35	A02-B00-1-C02
TC1249C/6.07/70トル	28	A02-B00-1-C02

10

20

【0118】

上記の結果を見ると、窒素を含む出発粉末混合物については、焼結保持ステップ中の窒素分圧が大きくなればなるほど、その結果、バインダ濃縮ゾーンの深さが小さくなるのが分かる。これらの結果によって、焼結保持ステップが異なる窒素分圧下で行われたとしても、バルク基体の気孔率は略一貫した状態のままであることが分かる。最終的に、これらの結果によって、出発粉末混合物の炭素レベルがバインダ濃縮ゾーンの深さに影響を与えることが分かる。

【0119】

実施例TC1247A、TC1248A、及びTC1249Aのそれぞれと同じ出発粉末混合物の成分を有する実施例TC1247D、TC1248D、及びTC1249Dは、以下のステップ、即ち、(1)水素分圧下（例えば、5トル乃至30トル）で周囲温度から593 まで加熱し15分間保持する脱ろうステップ、(2)593 から1121 まで真空（75ミクロン以下）で焼結加熱し、10分間保持する焼結加熱ステップ、(3)1121 から1288 まで更に真空で焼結加熱し、10分間保持する焼結加熱ステップ、(4)15トルのアルゴン雰囲気下で1288 から1482 まで焼結加熱するステップ、(5)15トルのアルゴン雰囲気下で1482 で45分間焼結保持するステップ、及び(6)277 /分の冷却率で1482 から52 まで冷却する冷却ステップ、に従って処理される。

30

表5は、出発粉末の炭素レベル（重量％）、バインダ濃縮ゾーンの深さ（ μm ）、及びバルク気孔率を示す。

40

【0120】

【表6】

実施例1247D-1249Dの特性

実施例	炭素レベル (wt. %)	バインダ濃縮ゾーンの深さ (μm)	気孔率
TC1247	6.15	18	A02-B00-(>>C08)
TC1248	6.10	16	A02-B00-1-C05
TC1249	6.07	16	A02-B00-2-C00

【0121】

50

上記の結果を見ると、処理に真空が含まれると、窒素分圧を有する雰囲気下で処理されたときよりもバインダ濃縮ゾーン深さが小さくなることが分かる。

【0122】

同じ成分で種々の幾何学及びサイズを有する5821の切削インサートブランクは、異なる位置で加熱され、ブランクのバルク基体の濃縮の一貫性と気孔率を求めた。出発粉末混合物の組成は、以下の成分からなる。即ち、6.00重量%のコバルト、2.61重量%のタンタル、2.00重量%のチタン、0.88重量%のニオブ、及び均衡量のタングステン及び炭素を含み、炭素レベルは、6.13重量%に等しくなるように調整された。これらの処理は、実施例TC1198 - TC1211に記述されたステップと同様の基体を作成するステップを有する。

10

【0123】

焼結されたままの切削インサートの基体を加熱を通して種々の位置からサンプリングすることによって、バインダ濃縮の深さが23乃至26 μ mの間でのみ変化し、バルク基体の気孔率がA00 - B00 - C04及びA00 - B00 - C06の間でのみ変化することが分かった。全加熱を通して種々の位置で取った焼結されたままの切削インサート基体の特性の一貫性は優れていた。

【0124】

この特許出願において記述された上記の実施例に対して、出発粉末混合物の組成は、成分元素の重量%で表された。しかしながら、実際は、元素のいくつかは、化合物の粉体中に存在していることが一般的である。例えば、タングステン - チタンカーバイド粉末は、タングステン、チタン、及び炭素を粉末混合物へ添加させ、タンタル - ニオブのカーバイドは、タンタル、ニオブ、及び炭素を粉末混合物へ添加させ、超硬（コバルト）タングステンカーバイド粉末は、タングステン、コバルト、及び炭素を粉末混合物へ添加する。

20

【0125】

上述のように、出願人は、基体のバルク領域のみならず、バインダ濃縮の表面ゾーンにおける窒素の存在によって、いくつかの利点が提供されると考える。出願人は、バルク領域とバインダ濃縮ゾーン中により高い（又は所望される高さの）レベルの窒素を所有すると、出願人が考える、焼結されたままの超硬（コバルト）タングステンカーバイド基体を生成する方法へ適用し得る科学的理論の以下の記述によって、本発明を限定するものではない。

30

【0126】

焼結されたままの基体、特に、バインダ濃縮ゾーンにおいてより高いレベルの窒素を得るために、焼結保持ステップ中は高い窒素分圧を維持すべきであると出願人は考える。このようなより高い窒素分圧によって、バインダ（例えば、コバルト）から窒素原子が発生しないようにするか、少なくとも限定するに違いない。

【0127】

超硬（コバルト）タングステンカーバイドのコバルトバインダの窒素活動度は、以下の等式に基づいて計算され得る。

$$1 / 2 N_2 (p_{N_2}) \quad N (a_N) \quad (1 A)$$

$$G = G^\circ + R T \ln K \quad (2 A)$$

40

【0128】

式中、 p_{N_2} は、窒素分圧であり、Kは、化学反応速度の定数であり、Gは、ギブスの自由エネルギーである。平衡において、 $G = 0$ のとき、Kは、以下の等式で表される。

$$K = \exp [- G^\circ / R T] = a_N / (p_{N_2})^{1/2} \quad (3 A)$$

【0129】

焼結温度（T）、例えば、焼結保持ステップの温度において、窒素活動度（ a_N ）は窒素分圧によって決定される。実際、 a_1 から a_2 までの窒素活動度の増加は、以下の等式のP1からP2までの窒素分圧における増加によって求められる。

$$P_2 / P_1 = (a_2 / a_1)^2 \quad (4 A)$$

例えば、一定温度において、処理の窒素活動度を二倍にするためには、即ち、15トルの

50

窒素分圧で、 a_2 / a_1 速度を2に等しくするには、窒素分圧を4倍の60トルまで引き上げて、等式(4A)を満たさなければならない。

【0130】

実施例X207-1乃至X207-3

実施例X207-1からX207-3までについては、出発粉末混合物は以下の成分、即ち、6重量%のコバルト、2.7重量%のタンタル、2.0重量%のチタン、0.8重量%のニオブ、及び出発粉末混合物の残部は、タングステンと炭素であった。出発粉末混合物中、2重量%のチタン、即ち、約100%のチタンは、主発粉末混合物中の窒化チタンから生成されるので、出発粉末混合物は有効量の窒素を含み、この窒素はバインダ濃縮ゾーンの形成を補助する役割を果たした。

10

【0131】

実施例X207-1からX207-3に対して、5キログラム(kg)の粉末混合添加量が、21キログラム、5/16インチ(約0.8cm)の超硬合金サイクロイドと一緒に、内径7.5インチ(約19cm)、長さ9インチ(約23cm)のスチール製のボールミルに添加された。ヘプタンをボールミルの上部に添加しミルを満杯にした。混合物は、周囲温度で約40時間、52回転/分で回転した。添加物からのスラリは、次に、ボールミルから空けられて乾燥され、パラフィンが一過性のバインダとして添加され、粒子が粒状化されて、十分な流動性を提供する。これらの粒状化された粉末は、次に、SNG433型の生の切削(旋盤)インサートブランクへ圧縮され、即ち、圧縮された出発粉末となり、部分密度と開口気孔率を示した。

20

【0132】

実施例X207-1乃至X207-3の生成のために一般的な処理パラメータが以下に記述される。

【0133】

実施例X207-1乃至X207-3の全てについて、生の切削インサートブランクは、周囲温度から約510(950°F)まで水素ガスの分圧下で加熱され(即ち、脱ろうされ)、脱ろう切削インサートブランクを形成した。脱ろうステップ中は、一過性のバインダは、生の切削インサートブランクから気化された。脱ろう切削インサートブランクは、約510で10分間真空保持された。

【0134】

真空保持ステップに続いて焼結加熱ステップが行われた。この焼結加熱ステップにおいて、流動する窒素ガスが導入され、これによって、雰囲気は、脱ろう切削インサートブランクが、約510から約1468の最高焼結温度まで、約2.78/分の速度で加熱された時間全体にわたって窒素分圧(即ち、表7の焼結加熱窒素分圧[P1])を有した。焼結加熱窒素分圧[P1]はこれらの実施例とは異なり、特定の窒素分圧については以下の表7で説明される。脱ろう切削インサートブランクは、予備焼結された切削インサートブランクへ変換された。

30

【0135】

焼結加熱ステップに続いて焼結保持ステップが行われた。焼結保持ステップの開始時には、窒素分圧は増すか、変わらないままか、表7に示された焼結保持窒素分圧(P2)まで下げ、温度は、約1468(2675°F)で約90分間維持された。予備焼結された切削インサートブランクは焼結されたままの切削インサートブランクへ変換され、これらのブランクは略十分な密度を示した。

40

【0136】

焼結保持ステップに続いて調整された冷却ステップが行われた。調整された冷却ステップにおいて、窒素分圧は約15トルのままであり、焼結されたままの切削インサートブランクは、約1315の共融温度より下の約1150(2100°F)に達するまで、約1.0/分(1.7°F/分)の速度で、冷却された。

【0137】

次のステップは、焼結されたままの切削インサートブランクが38の周囲温度まで炉

50

冷されるヘリウム分圧下の炉冷ステップであった。上記の処理ステップから得られた製品は焼結されたままの切削インサート基体であった。

【0138】

焼結加熱窒素分圧及び焼結保持窒素分圧（共にトルで示される）以外に、表7は、基体のバルク領域の気孔率、バインダ濃縮の表面ゾーンの深さ（μm）、及びバインダ濃縮の表面ゾーン中のコバルトの最大レベルを含む他の特性を示す。バインダ濃縮の表面ゾーン中のコバルトの最大レベルは、バルク領域のコバルト含量のパーセンテージとして表される。バルク領域の気孔率は、ASTM表示番号B-276-91（1996年再認可）によって求められた。

【0139】

【表7】

実施例X207-1乃至X207-3の選択された処理パラメータ及び特性

実施例/特性	X207-1	X207-2	X207-3
焼結加熱窒素分圧 [P1]	15トル	15トル	70トル
焼結保持窒素分圧 [P2]	70トル	15トル	15トル
バインダ濃縮ゾーン深さ (μm)	26 μm	42 μm	65 μm
バインダ濃縮の表面ゾーンの最大コバルト含量	約210%	約225%	約175%
バルク領域の気孔率	A02-B00-C00	A02-B00-C00	A02-B00-C03

【0140】

実施例X207-1乃至X207-3を見ると、バインダ濃縮の表面ゾーンの深さは、焼結保持窒素分圧及び/又は焼結加熱窒素分圧を選択することによって、調整されることが分かる。出願人は、焼結保持窒素分圧（P2）が焼結保持窒素分圧（P1）の約4倍の大きさである場合においてもバインダ濃縮が発生することに気付いた。実施例X207-1乃至X207-3においては、表面ゾーンにおけるバインダ濃縮の性質は本質的に非層状のバインダ濃縮である。

【0141】

実施例1059-4乃至1059-6

実施例1059-4乃至1059-6は、炭素含量が6.18重量%に等しくなるように調整されたことを除いては、実施例1の成分と同じ成分を有していた。実施例1059-4乃至1059-6は、実施例X207-1乃至X207-3のそれぞれと同じように処理された。表8は、焼結加熱ステップ用窒素分圧（P1）及び焼結保持ステップ用窒素分圧（P2）だけでなく、基体のバルク領域の気孔率、バインダ濃縮の表面ゾーンの深さ（μm）、及びバインダ濃縮の表面ゾーン中の最大コバルト含量を表す。バインダ濃縮の表面ゾーン中の最大コバルト含量は、バルク領域のコバルト含量のパーセンテージとして表される。バルク領域の気孔率は、ASTM表示番号B-276-91（1996年再認可）によって求められた。

【0142】

【表8】

実施例1059-4乃至1059-6の選択された処理パラメータ及び特性

実施例/特性	実施例1059-4	1059-5	1059-6
焼結加熱窒素分圧 [P1]	15トル	15トル	70トル
焼結保持窒素分圧 [P2]	70トル	15トル	15トル
バインダ濃縮ゾーン深さ (μm)	なし	16 μm	22 μm
バインダ濃縮ゾーンの濃縮の度合	適用不可能	約180%	約210%
バルク領域の気孔率	A02-B00-C00	A02-B00-C00	A02-B00-C02

【0143】

実施例1059-4乃至1059-6を見ると、これらの実施例は、コバルト濃縮ゾーンの深さが焼結加熱ステップ及び/又は焼結保持ステップにおける窒素分圧を調節することによって調整され得る（即ち、予測可能な方法で変化し得る）ことが分かる。更に、これらの実施例1059-4乃至1059-6は、少なくとも深さ5 μmのバインダ濃縮の

10

20

30

40

50

表面ゾーン又はバインダ濃縮の表面ゾーンを含まないことのいずれかの表す焼結されたままの基体が、同一成分の出発粉末から作成されることを示す。この処理の特質は、一つの出発粉末混合物を保存又は作成するだけで、二つの異なる焼結されたままの基体、つまり、二つの異なる焼結されたままの基体において、焼結されたままの基体のうちの一つはバインダ濃縮の表面ゾーンを有し、他の焼結されたままの基体はバインダ濃縮の表面ゾーンを示さないものを作成することを可能にする。

【0144】

熱1723及び熱1660の実施例

熱1723の六つの実施例は、以下の表9に示される。熱1723のこれらの実施例は、焼結加熱ステップ中の窒素分圧が70トルであり、焼結保持ステップ中の窒素分圧が15トルであり、加熱ステップの昇温率が1.11 /分(2°F/分)であったことを除いては、実施例1のような方法で処理される。熱1723の実施例の成分は、各実施例の炭素レベルが表11に説明される値まで調整されたことを除いては、実施例1と同じ成分であった。TC1206/RH-1723及びTC1199/RH-1723は、焼結プロセスの前に少なくとも一つの研削された表面を有する焼結されたままの基体を有した。バインダ濃縮ゾーンに関する特性は研削された表面から決定された。

【0145】

以下の表9は、コバルト濃縮の深さ(μm)、ASTM表示番号B-276-91(1996年再認可)による基体のバルク領域の気孔率、磁気飽和値(ガウス・cm³/グラム)、保磁力(H_c)(エルステッド)、及び材料密度(g/cm³)を表す。

【0146】

【表9】

熱1723からの実施例の特性

[P1=70トル、P2=15トル、焼結加熱昇温率=1.11°C/分]

実施例/ [wt%炭素]	コバルト 濃縮の深 さ(μm)	気孔率	MS (ガウス・ cm ³ /グラ ム)	H _c (エルステ ッド)	密度 (g/cm ³)
TC1205-1 723 [6.095 4%]	40	A02-C00-1-C 01	9.5	157	14.01
TC1207-1 723 [6.114 2%]	43	A02-B00-C02	9.4	162	14.01
TC1198-1 723 [6.133 0%]	40	A02-B00-1-C 03	9.6	151	13.99
TC1200-1 723 [6.151 7%]	40	A02-B00-(C0 3)C05	9.6	149	13.98
TC1206/R H-1723	45	A02-B00-C03	9.5	147	13.99
TC1199/R H-1723	43	A02-B00-C05	9.5	151	13.98

【0147】

熱1660の六つの実施例は、焼結加熱ステップの昇温率がより早い2.78°F(5°C)/分だったことを除いては、加熱1723の実施例と同様に処理された。実施例TC1206/RH-1660とTC1199/RH-1660は、焼結プロセスより前に少なくとも一つの研削された面をもった焼結されたままの基体を有した。バインダ濃縮ゾーンに関する特性は、研削された面から求められた。以下の表10は、コバルト濃縮の深さ(μm)、ASTM表示番号B-276-91(1996年再認可)による基体のバルク領域の気孔率、磁気飽和値(ガウス・cm³/グラム)、保磁力(H_c)(エルステッド)、及び材料密度(g/cm³)を表す。

【 0 1 4 8 】

【 表 1 0 】

熱 1 6 6 0 の実施例の特性

実施例/ [wt%炭素]	コバルト 濃縮の深さ (μm)	気孔率	MS (ガウス・ $\text{cm}^3/\text{グラム}$)	H_c (エルステ ット)	密度 (g/cm^3)
TC1205-1660 [6.0954%]	29	C00	9.5	159	14.00
TC1207-1660 [6.1142%]	30	(C02) C03	9.5	158	14.00
TC1198-1660 [6.1330%]	33	(C03) C05	9.7	153	13.98
TC1200-1660 [6.1517%]	32	(C05) C06	9.7	150	13.96
TC1206/RH-1660	32	C02	9.4	165	14.01
TC1199/RH-1660	33	C05	9.6	158	13.98

10

【 0 1 4 9 】

熱 1 7 2 3 及び熱 1 6 6 0 の例に関しては、焼結加熱ステップ中の昇温率は焼結加熱ステップが窒素分圧下で発生するときバイнда濃縮の深さに影響を与えることが明らかとなる。全ての例に対して、コバルト濃縮の深さは、焼結加熱ステップ中、より緩慢な昇温率 (1.11 /分 : 2.78 /分) で増加した。

【 0 1 5 0 】

熱 1 7 2 4 の実施例

熱 1 7 2 4 の六つの実施例は、焼結保持ステップ中の窒素分圧が 1.5 トルであったこと以外は、熱 1 6 6 0 の実施例と同様の方法で処理された。実施例 TC 1 2 0 6 / R H - 1 7 2 4 及び TC 1 1 9 9 / R H - 1 7 2 4 は、焼結プロセスの前に少なくとも一つの研削された面を有する焼結されたままの基体を有した。バイнда濃縮ゾーンに関する特性は、研削された面から求められた。以下の表 1 1 は、コバルト濃縮の深さ (μm)、ASTM 表示番号 B - 2 7 6 - 9 1 (1 9 9 6 年再認可) によるバルク基体の気孔率、磁気飽和値 (ガウス・ $\text{cm}^3/\text{グラム}$)、保磁力 (H_c) (エルステッド)、及び材料密度 (g/cm^3) を表す。

【 0 1 5 1 】

【 表 1 1 】

熱 1 7 2 4 の実施例の特性

実施例/ [wt%炭素]	コバルト 濃縮の深さ (μm)	気孔率	MS (ガウス・ $\text{cm}^3/\text{グラム}$)	H_c (エルス テッド)	密度 (g/cm^3)
TC1205-1660 [6.0954%]	43	A02-B00-C0	9.2	156	14.04
TC1207-1724 [6.1142%]	43	A02-C00-C00	8.9	162	14.05
TC1198-1724 [6.1330%]	39	A02-B00-1-(C02) C03	9.0	165	14.02
TC1200-1724 [6.1517%]	43	A02-B00-C03	9.2	150	14.00
TC1206/RH-1724	57	A02-B00-C03	8.9	148	14.03
TC1199/RH-1724	60	A02-B00-1-C03 (C05)	8.9	151	14.02

40

【 0 1 5 2 】

熱 1 7 2 4 の実施例と熱 1 6 6 0 の実施例を比較すると、焼結保持ステップ中の窒素分圧が下がるにつれてバイнда濃縮の深さが増すことが分かる。

【 0 1 5 3 】

以上、出願人が切削インサートの製造のみならず、切削インサートそれ自体の生成するための新しく有用な方法を発明したことが明白である。種々の温度で、平衡な窒素分圧

50

の計算を行うことによって、出願人は超硬合金の焼結されたままの焼結切削インサート基体に生成するバインダ濃縮ゾーンの深さを調整することができる。出願人はまた、調整された冷却工程を使うことにより、バインダ濃縮ゾーンの炭素析出を避けることができる。出願人はまた、一貫したバルク気孔率を有する切削インサート基体を提供することができる。

【 0 1 5 4 】

焼結加熱ステップと焼結保持ステップにおいて窒素の活動度を計算することによって、出願人は、バインダ濃縮ゾーンの深さを調整することができる。出願人は更にバルク領域とバインダ濃縮ゾーンを含む焼結されたままの基体の窒素含量を調整する（例えば、増加させる）ことができると考える。所望される高い窒素含量を有する焼結されたままの基体は、ASTM表示番号B 2 7 6 - 9 1（1996年再認可）による気孔率C 0 0より大きな気孔を示すバルク領域を有する基体には特に、固溶体硬化が容易となるコバルト原子の間隙に存在する窒素原子を有する。

10

【 0 1 5 5 】

バルク基体のASTM表示番号B 2 7 6 - 9 1（1996年再認可）による気孔率がC 0 0以下のバルク領域と所望される高い窒素含量を有するバインダ濃縮ゾーンとを有する焼結されたままの基体が、基体の表面上に層として窒化チタンを塗布する間に窒化チタンの核化の促進を助けることが考えられる。ASTM表示番号B 2 7 6 - 9 1（1996年再認可）による気孔率がC 0 0より大きなバルク領域と好適に高い窒素含量を有するバインダ濃縮ゾーンを有する焼結されたままの基体が基体の表面上の層としてチタン炭窒化物の添加の間にチタン炭窒化物の核化の促進を助けるにちがいない。

20

【 0 1 5 6 】

更なる窒素をコバルトバインダ中に付与することによって、基体と、例えば、窒化チタン又は炭窒化チタン等の窒素含有コーティングの間での化学的な親和性を高めることができるのである。基体の表面近くのコバルトの窒素の使用可能性が高くなることによって、コーティングと基体の界面での脆性相の形成の可能性を低減される。

【 0 1 5 7 】

基体におけるより高い窒素含量はタングステンカーバイドの粒子の大きさを結果的に小さくすると考えられる。 $N / (C + N)$ 含量の増加によってタングステンカーバイドの粒子サイズが小さくなる。微小構造におけるタングステンカーバイド相含量は、 $N / (C + N)$ 速度が大きくなるにつれて、最大値まで大きくなる。

30

【 0 1 5 8 】

全ての特許、特許出願、及び記載項目、及び取り上げた他の文書は参照するために本明細書中に組み込まれている。

【 0 1 5 9 】

本明細書の他の実施例は、本発明に開示された明細書又は実施から当業者に明白である。以下の請求項によって表される本発明の真の精神及び範囲を逸脱することなく本発明において記述された明細書及び如何なる実施例も説明のみを目的としていることを理解されたい。

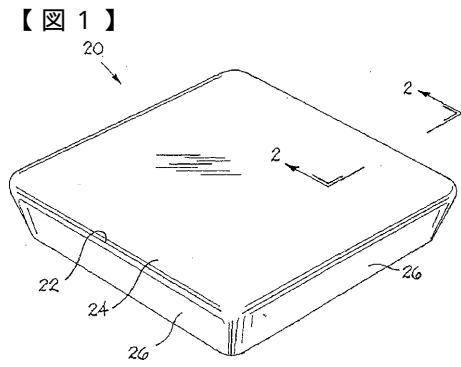


FIG. 1

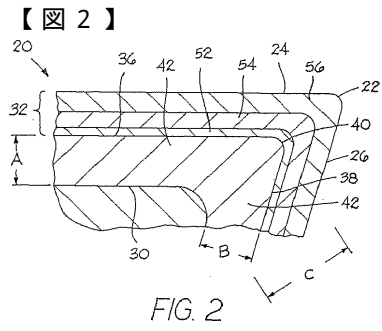


FIG. 2

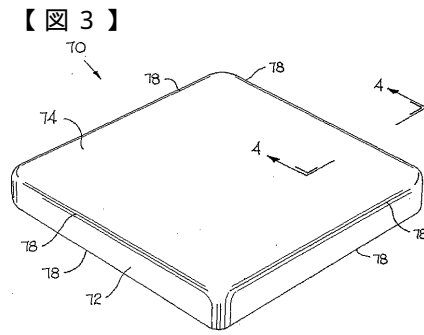


FIG. 3

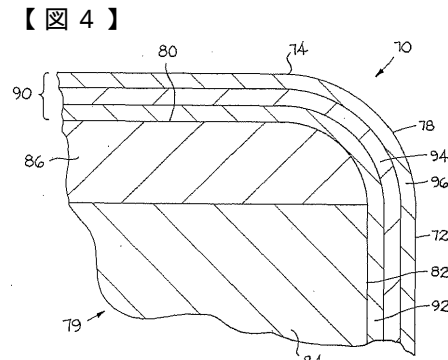


FIG. 4

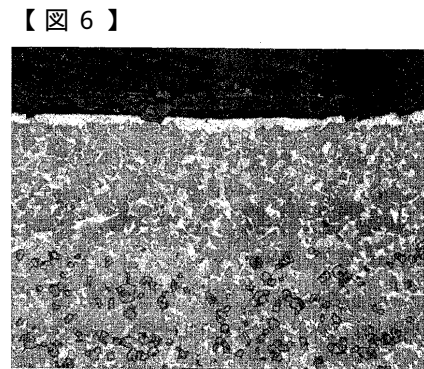
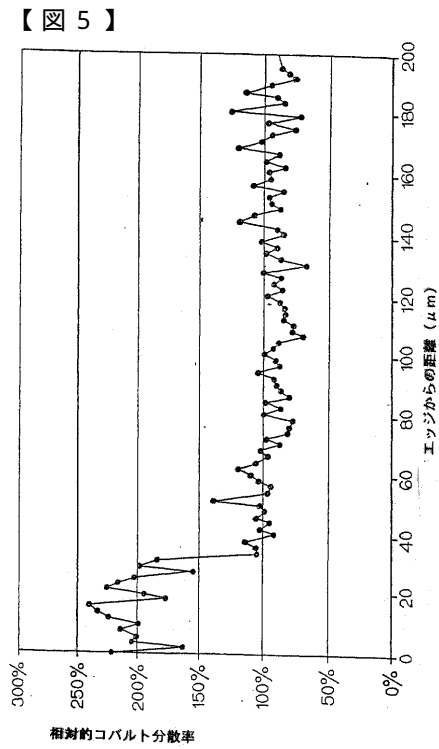


FIG. 6

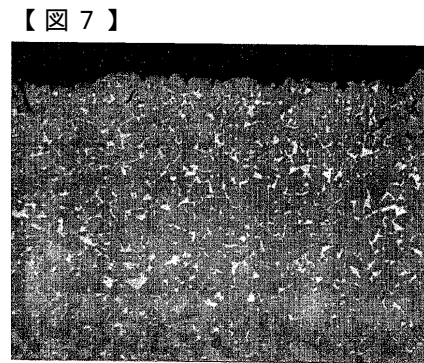


FIG. 7

【 8 】

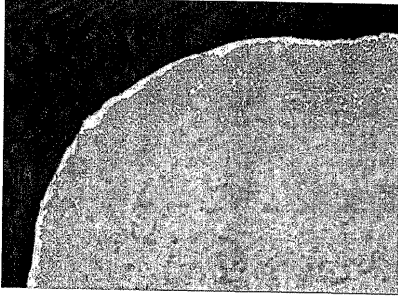


FIG. 8

【 1 0 】

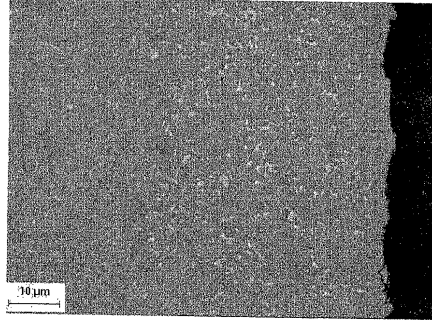


FIG. 10

【 9 】

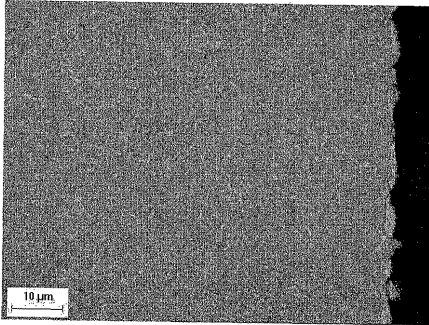


FIG. 9

【 1 1 】

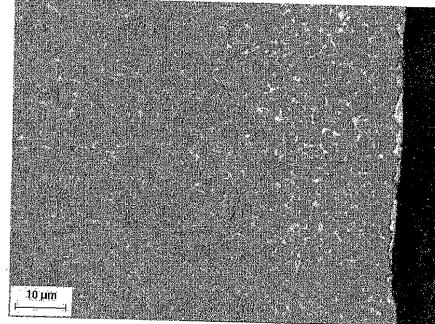


FIG. 11

フロントページの続き

(73)特許権者 502345197

ボットビル、ドナルド、エー．

アメリカ合衆国 1 5 6 0 1 ペンシルヴァニア州 グリーンスバーグ クリアビュー ドライブ
1 3 1 0

(73)特許権者 502345201

クラブ、ジョージ、ピー．

アメリカ合衆国 1 5 6 0 1 ペンシルヴァニア州 グリーンスバーグ プリムローズ ドライブ
4 0 0

(73)特許権者 502345212

グリーンフィールド、マーク、エス．

アメリカ合衆国 1 5 6 0 1 ペンシルヴァニア州 グリーンスバーグ チェシャー ドライブ
1 1 9

(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

(72)発明者 リウ、イション

アメリカ合衆国 1 5 6 0 1 ペンシルヴァニア州 グリーンスバーグ マリゴールド ドライブ
3 1 7

(72)発明者 ボットビル、ドナルド、エー．

アメリカ合衆国 1 5 6 0 1 ペンシルヴァニア州 グリーンスバーグ クリアビュー ドライブ
1 3 1 0

(72)発明者 クラブ、ジョージ、ピー．

アメリカ合衆国 1 5 6 0 1 ペンシルヴァニア州 グリーンスバーグ プリムローズ ドライブ
4 0 0

(72)発明者 グリーンフィールド、マーク、エス．

アメリカ合衆国 1 5 6 0 1 ペンシルヴァニア州 グリーンスバーグ チェシャー ドライブ
1 1 9

審査官 足立 俊彦

(56)参考文献 特開平06-093473(JP,A)

米国特許第05716170(US,A)

米国特許第05955186(US,A)

JISハンドブック 工具-1980,日本,財団法人 日本規格協会,1980年 4月12
日,第505-510頁

(58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)

B23B 27/14,27/20,51/00

B23C 5/16

B23P 15/28