

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4153301号  
(P4153301)

(45) 発行日 平成20年9月24日 (2008. 9. 24)

(24) 登録日 平成20年7月11日 (2008. 7. 11)

(51) Int. Cl.	F I
<b>B 2 2 F 3/24 (2006. 01)</b>	B 2 2 F 3/24 K
<b>B 2 3 B 27/14 (2006. 01)</b>	B 2 2 F 3/24 A
<b>C 2 1 D 3/04 (2006. 01)</b>	B 2 3 B 27/14 B
<b>C 2 2 C 29/08 (2006. 01)</b>	C 2 1 D 3/04 G
<b>C 2 3 C 14/16 (2006. 01)</b>	C 2 2 C 29/08

請求項の数 10 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2002-545215 (P2002-545215)	(73) 特許権者	505277521
(86) (22) 出願日	平成13年11月23日 (2001. 11. 23)		サンドビック インテレクチュアル プロ
(65) 公表番号	特表2004-514790 (P2004-514790A)		パティアー アクティブボラード
(43) 公表日	平成16年5月20日 (2004. 5. 20)		スウェーデン国, エスイー-811 81
(86) 国際出願番号	PCT/SE2001/002600		サンドビッケン
(87) 国際公開番号	W02002/042515	(74) 代理人	100099759
(87) 国際公開日	平成14年5月30日 (2002. 5. 30)		弁理士 青木 篤
審査請求日	平成16年9月28日 (2004. 9. 28)	(74) 代理人	100077517
(31) 優先権主張番号	0004290-3		弁理士 石田 敬
(32) 優先日	平成12年11月23日 (2000. 11. 23)	(74) 代理人	100087413
(33) 優先権主張国	スウェーデン (SE)		弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100111903
			弁理士 永坂 友康
		(74) 代理人	100113918
			弁理士 亀松 宏

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 被膜付き超硬合金切削工具の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

3 ~ 12 wt% の結合相を含み、炭素含有量が飽和点未満であり、厚さ 5 ~ 100 μm の、内部と異なる表面層を備えており、H<sub>2</sub> + H<sub>2</sub>O または H<sub>2</sub> + CO<sub>2</sub> ガス雰囲気中で温度 900 ~ 1290 で、1 ~ 10 時間の脱炭処理を行なって 相含有表面層を形成した被膜付き超硬合金部材の製造方法において、

上記部材を温度 1350 ~ 1450 で、10分 ~ 10 時間、中性ガス雰囲気または真空中で熱処理することにより、前記脱炭処理中に形成された前記 相その他の相を完全に再変態させて WC + Co 相にすることを特徴とする方法。

【請求項 2】

請求項 1 において、前記超硬合金部材が WC - Co から成ることを特徴とする方法。

【請求項 3】

請求項 2 において、前記超硬合金部材が、添加成分として 3 wt% 未満の、Cr、Ti、Ta、Nb、V のうちのいずれか一つである粒成長抑制剤を添加した WC - Co から成ることを特徴とする方法。

【請求項 4】

請求項 1 において、前記超硬合金部材が、Ti、Ta、Nb、Hf、Zr のうちの少なくとも 1 種を総量で 10 wt% 以下含有する WC - Co - 相から成ることを特徴とする方法。

【請求項 5】

請求項1において、前記超硬合金部材を、 $\text{CH}_4 + \text{H}_2$ のような浸炭雰囲気中で温度範囲1200～1370、0.1～2時間にて、更に熱処理することを特徴とする方法。

【請求項6】

請求項5において、前記超硬合金部材を、中性ガス雰囲気または真空中で温度1360～1450、保持時間0.1～2時間にて、更に熱処理することを特徴とする方法。

【請求項7】

請求項6において、前記超硬合金部材を、 $\text{CH}_4 + \text{H}_2$ のような浸炭雰囲気中で温度範囲1200～1370、0.1～2時間にて、更に熱処理することを特徴とする方法。

【請求項8】

請求項1において、前記超硬合金部材を、中性雰囲気または真空中で、温度範囲1360～1450 および保持時間0.1～5時間の範囲内で複数種類の温度および保持時間を用いて、熱処理することを特徴とする方法。

【請求項9】

請求項8において、一回目の熱処理温度が二回目の熱処理温度よりも20以上高温であることを特徴とする方法。

【請求項10】

被膜付きWC + Co基超硬合金部材であって、炭素含有量が飽和点未満であり、3wt%未満の、Cr、Ti、Ta、Nb、Vのうちのいずれか一つである粒成長抑制剤を添加しまたは添加せず、平均WC粒径が0.3～3 $\mu\text{m}$ であり、3～12wt%の結合相を含み、該結合相はCo、Ni、Feのうちの少なくとも1種を含み、厚さ5～100 $\mu\text{m}$ の、内部と異なる表面層を備えている超硬合金部材において、上記表面層は、

WC粒の平均粒径が公称粒径よりも20%大きく、Coの平均含有量が公称Co含有量よりも20%以上多いか、または、

WC粒の平均粒径が公称粒径よりも20%大きく、Coの含有量が公称Co含有量よりも10%以下多い上限から、40%以下少ない下限までの範囲内であるか、または、

WC粒の平均粒径が公称粒径の $\pm 20\%$ の範囲内であり、Coの平均含有量が公称Co含有量よりも10%以上多いことを特徴とする被膜付き超硬合金部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、耐摩耗被膜を付与する前に熱処理を施すことにより特性を向上させた被膜付き超硬合金切削工具に関する。本発明は、特にWC + Co基超硬合金に適しているが、WC + Co + 相から成る超硬合金にも適用できる。ここで 相は、固溶体炭化物の総称であり、Wの他に主としてTi、TaおよびNbも含む。

【0002】

被膜付き超硬合金切削工具の靱性を向上させる一般的な方法は、濃度勾配を生成する種々の焼結法によりCo濃度の高い表面層を形成させることにより行なう。大別すると下記2つの方法がある。

【0003】

1つの方法は、窒素をTiNまたはTi(C、N)の形でWC - Co - 相系合金に添加して、焼結の過程で 相を含まずCo濃度が高い厚さ30 $\mu\text{m}$ 以下の表面層を形成させる。

【0004】

もう1つの方法は、焼結温度から冷却時に冷却速度を制御して遅くし、Coが層状組織を成すCo濃度が高い表面層を形成させる。これを行なうのは、炭素含有量が炭素飽和点より多量なため遊離グラファイトが存在するWC - Co - 相基またはWC - Co基の超硬合金である。

【0005】

アメリカ合衆国特許第4,830,930号には、硬質相と結合相とを含んだ表面細粒化焼結合金部材が開示されている。表面層内の結合相の濃度は最表面が最も高く、内部の濃度に近づいていき、最表面から少なくとも深さ5 $\mu\text{m}$ の点まで結合相の濃度が低下してい

く。その製造方法は、焼結後または焼結中に、結合相の固液共存温度域内で、焼結合金の表面に脱炭処理を行なう。

【0006】

アメリカ合衆国特許第4,830,886号に開示された被膜付き超硬合金切削工具の製造方法では、適当な条件下で炭化チタン層を化学蒸着させて、この炭化チタン被膜に隣接した超硬合金基材内に相が存在する炭化チタン被膜付きインサートを形成する。その後、上記の炭化チタン表面に浸炭性ガスを接触させる処理を十分な温度で十分な時間行なうことにより、上記の相を実質的に全て単体Coと炭化タングステンに変換する。アメリカ合衆国特許第5,665,431号も同様であるが、被膜が炭窒化チタンである。

【0007】

国際公開WO99/31292には、少なくとも1層の耐摩耗層を備えた超硬合金部材が開示されており、耐摩耗層に隣接した超硬合金内の領域に特定方位を持つ三角形板状のWCが存在する。

【0008】

国際公開WO98/35071に開示された方法は、下記の工程：a)約900～約1400の温度範囲で、酸素含有雰囲気中にて、超硬合金基材の表面層から炭素を除去する工程、b)約900～約1400の範囲の基材温度で、炭素含有雰囲気中にて、基材の表面層に炭素を再導入する工程、およびc)硬質材料で基材を被覆する工程を含む。

【0009】

国際公開WO00/31314には被膜付き工具とその製造方法が開示されている。この方法は、相含有表面層を形成し、少なくとも部分的な真空中で変換処理を行なってマイクロ粗さ12マイクロインチ以上で相と繊維質炭化タングステン粒とを含む表面を得る。

【0010】

欧州公開EP-A-0560212に開示されているCo濃化表面層を備えた被膜付き超硬合金は切削工具用であり、耐摩耗性を犠牲にしないで耐チッピング性を高めた。この超硬合金にはZrおよびHfを含有する相が存在する。Co濃化表面層は内部に比べてWC粒の粒径が大きい。

【0011】

驚くべき新知見として、超硬合金インサートを先ず結合相の固相範囲内の温度で脱炭雰囲気中にて熱処理することにより相含有表面層を形成し、次いでAr等の中性雰囲気中または真空中にて結合相の固相範囲内の温度で熱処理すると、更に付加的な熱処理の有無に関わらず、表面層内の相が完全にWC+Coに逆変態(再変態)し、従来の工具に比べて靱性の向上により長寿命化する。

【0012】

図1～6、9、10に、脱炭雰囲気中での脱炭処理と中性ガス雰囲気中での熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真を示す。

【0013】

図7に、脱炭雰囲気中での脱炭処理と、中性ガス雰囲気中での熱処理と、浸炭雰囲気中での付加的な熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真を示す。

【0014】

図8に、脱炭雰囲気中での脱炭処理と、中性ガス雰囲気中での熱処理と、浸炭雰囲気中での付加的な熱処理と、中性ガス雰囲気中での更に付加的な熱処理と、浸炭雰囲気中での更に別の付加的な熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真を示す。

【0015】

以上の写真はいずれも切削工具インサートの断面で撮影した。

【0016】

本発明の方法によれば、超硬合金部材を先ず $H_2 + H_2O$ または $H_2 + CO_2$ のような脱炭雰囲気中で900～1290、望ましくは1000～1250の温度に加熱して脱炭処理を行なう(熱処理工程1)。処理時間は1～10時間である。脱炭の程度は、温度、時間、脱炭雰囲気の酸素含有量、および熱処理炉のタイプに依存する。

10

20

30

40

50

## 【0017】

脱炭処理の結果、実質的に 相、または $W + Co_7W_6$ 、または $W +$  相、または 相 +  $WC$  から成る  $100\ \mu m$  未満の厚い表面層が形成される。( 相は、低炭素炭化物の総称であり、通常は  $W - C - O - C$  から成り、組成比は  $M_6C$  または  $M_{1,2}C$  であり、 $M = W$  および  $Co$  で、例えば  $M_{1,2}C = Co_6W_6C$ 、 $M_6C = Co_3W_3C$ 、 $W_4Co_2C$  である。)  $WC - Co -$  相系合金の場合は、脱炭領域内には 相の他に 相も存在する。表面層内に存在する他の相は、超硬合金部材に含まれる元素の酸化物である。 $WC - Co$  系合金の場合は、表面層には  $WO_3$  および  $CoWO_4$  も存在することがある。

## 【0018】

脱炭処理温度が  $950 \sim 1050$  であると、部材表面全体にわたって脱炭層の厚さは比較的均一になり、脱炭処理温度が  $1200 \sim 1290$  であると、部材の平坦部に比べてコーナー部の脱炭層が厚くなる。

10

## 【0019】

脱炭処理工程(熱処理工程1)の後に、部材を中性ガス雰囲気または真空中で熱処理し(熱処理工程2)、それにより脱炭処理中に生成した 相その他の相を  $Co$  濃度の高い  $WC + Co$  を含む表面層に逆変態させる。この熱処理は温度  $1350 \sim 1450$  で10分~10時間、望ましくは30分~3時間行なう。適切な温度および保持時間は、熱処理後の部材の炭素含有量および脱炭程度によって選択する。強い脱炭処理を施す部材は弱い脱炭処理を施す部材に比べて保持時間を長く且つ/または熱処理温度を高くする必要がある。飽和点に近い高濃度の炭素を含む部材には熱処理温度を  $1350 \sim 1400$  の範囲から選択し、 相の生成に近い低濃度の炭素を含む部材には熱処理温度を  $1400 \sim 1450$  の範囲から選択する。熱処理工程2は、1種類の温度にて1種類の保持時間で行なうこともできるし、2種類以上の温度と2種類以上の保持時間で行なうこともできる。例えば、この熱処理の一部分を  $1375$  のような比較的低温で保持時間1.5時間行い、別の部分を  $1450$  のような比較的高温で保持時間3時間行なうことができる。

20

## 【0020】

熱処理工程2の過程においては、 $WC$  粒の形状は不変である可能性もあるし板状に変わる可能性もある。脱炭の程度と熱処理工程2の選択とによって、特定方位を持つかあるいは持たない板状 $WC$  が生成する。粒成長抑制剤を添加しない超硬合金部材では板状 $WC$  の形成が容易に起きる。

30

## 【0021】

脱炭の程度を中から弱とし熱処理工程2を低温で行なうと、部材表面に垂直に配向した板状 $WC$  の単一層が生成する。熱処理工程2を中温から高温で行なうと、特定方位を持たない板状 $WC$  が表面層に埋め込まれた形で生成する。脱炭程度を強とし熱処理工程2を高温で行なうと、超硬合金部材の表面に平行に配向した板状 $WC$  が表面層内に生成する場合がある。この平行配向した板状 $WC$  は、飽和点に近い高炭素の部材で容易に生成する。

## 【0022】

熱処理工程2の温度を  $1250 \sim 1340$  の範囲内で選択し、脱炭程度を弱から中とすると、公称 $WC$  粒径より大きい粒径の板状 $WC$  を含む表面層が形成される場合がある。この板状 $WC$  は特定の方位を持っており、板状 $WC$  の大部分が部材表面に対して垂直に配向している。 $WC$  粒の大部分が板状 $WC$  の表面単一層として存在している。保持時間および温度の選択により、板状 $WC$  を取り囲んで 相が生成する場合がある。それは、0.1時間未満~0.5時間という短い保持時間とするか、高 $Co$  ( $Co$  濃化)で0.5~2時間という中間的な保持時間とするか、非常に低 $Co$  ( $Co$  減耗)で2~4時間という長い保持時間とする、というように選択した場合である。

40

## 【0023】

特定方位を持つ板状 $WC$  を含む $WC$  単一表面層の生成を望まない場合には、熱処理を、中性ガス雰囲気中か真空中で、温度  $1350$  以上にて(熱処理工程2)、熱処理後に 相が存在するように保持時間を選択して行なう。得られる表面層は粒径の大きい $WC$  粒を含んでいて、この $WC$  粒は板状を含む場合もあるし含まない場合もある。この粒径の大きい

50

WC 粒は最表面のみではなく表面層全体に存在する。

【0024】

熱処理工程 2 の過程においては、相は WC + Co 表面層へと変態し、この表面層は大きい WC 粒を含む場合も含まない場合もあり、Co 濃度が高くなっていて、超硬合金部材の内部からの炭素を使っている。表面層内の Co 含有量は、相から WC + Co への変態が完了した直後が最高値となる。この Co 濃化した WC + Co 層の生成後に保持時間を延ばしたり、および/または、熱処理温度を高めたりすると、表面層内の Co 濃度が低下する場合がある。表面層の WC 粒が大きい場合には、熱処理保持時間を延長したり（熱処理工程 2 A）、および/または温度を高くして付加的な熱処理を行ったり（熱処理工程 2 B）すると（いずれの工程も中性雰囲気で行なう）、Co 含有量は公称 Co 含有量と同等か低くなる。熱処理工程 2 B は、2 種類以上の温度と 2 種類以上の保持時間で行なうことができる。

10

【0025】

相から WC + Co への変態完了後の保持時間中には、WC 粒の成長が起きる。超硬合金部材の他の部分においても WC 粒の成長はある程度起きるが、表面層では他の部分よりも Co 含有量が高いので WC 粒の成長が遥かに高速で起きる。保持時間と温度は、脱炭の程度に応じて選択する。表面層内の相は全て WC + Co に変態する。表面層は厚さが 5 ~ 100 μm、望ましくは 5 ~ 30 μm である。

【0026】

切削工具の刃先部の表面層厚さは平坦部の表面層厚さと同等であるか、または 5 倍以下、望ましくは 2 倍以下の範囲で刃先部の方が厚い。低温で弱く脱炭した場合または弱から中程度の脱炭をした場合および部材の Co 含有量が 8 wt% より高い場合には、厚さの変動は全くもしくは殆ど無い。強い脱炭後に得られる厚い表面層の場合は、切削工具のクリアランス側の表面層を除去することによりすくい面の表面層厚さを均一にすることが適当である。刃先部の表面層厚さを低減する可能性のあるもう 1 つの場合は、熱処理後に（通常通り熱処理前でなく）切削工具の刃先を丸めるために行なう。この場合、刃先部の表面層厚さは平坦部の表面層厚さの 10% ~ 90% であるか、場合によっては、刃先の横断面で測定して 10 ~ 100 μm の長さの範囲内で、刃先の最外部の表面層を完全に除去する。刃先部と平坦部とで表面層厚さに差が生ずるのは、脱炭処理の過程で刃先部の方が平坦部よりも大きい脱炭作用を受けるからである。場合によっては、表面層は刃先部にのみ存在してあり、刃先の最外部から 1 mm、望ましくは 0.5 mm 以下の範囲内にある。表面粗さ Ra は 10 μm 未満、望ましくは 5 μm 未満である。

20

30

【0027】

表面層内の Co 含有量は、公称 Co 含有量より少なくとも 10% 大であってもよいし、公称 Co 含有量の + 10% ~ - 40% の範囲内であってもよい。WC 粒の粒径および形状は変化していてもいなくても良い。

【0028】

表面層内の WC 粒径は部材の他の部分の公称 WC 粒径に対して、少なくとも 20%、望ましくは 30% 以上大きくて良いし、ほとんど変わらなくても良い。WC 粒径の増加は、主として粒成長抑制剤を添加していない WC - Co 部材で起きる。相の生成に近い低炭素の超硬合金系に比べて、飽和点に近い高炭素の超硬合金系の方が、WC 粒径の増加が大きい。WC 粒径が大きくなっている表面層では WC 粒径の勾配が観察される。表面層の内部寄り部分から外部寄り部分にかけて粒径が大きくなる。WC 粒径の増加の有無に関わらず Co 濃度が高くなっている表面層は、高い靱性を必要とする切削用途に適している。

40

【0029】

表面層内で WC 粒径の増加があるかまたは Co 濃化があると、靱性、高温変形抵抗、耐チッピング性の必要性の高い切削用途で工具寿命が向上する。

【0030】

熱処理工程 1 および 2 を施した後の部材は、WC 粒径および Co 含有量が公称レベルより高い表面層が形成されており、表面層内の Co 含有量を公称 Co レベルと同程度にまで、

50

または幾分低目にまで低下させることが適当である。そのためには、熱処理工程 2 の保持時間を 5 時間以下の範囲で延長して中性雰囲気または真空中にて行い（熱処理工程 2 A）、および/または、更に付加的な熱処理（一回または複数回）を 1450 以下の範囲の高温で中性雰囲気または真空中で行なう（熱処理工程 2 B）。

## 【0031】

C o 含有量の低減または調整を行なうもう 1 つの方法は、熱処理工程 2 の後に熱処理（一回または複数回）を行い、その熱処理のうち少なくとも一回は、 $CH_4 + H_2$  混合ガスを含む還元雰囲気中に行なう。

## 【0032】

熱処理工程 1、2 の後に、更に付加的な熱処理工程（熱処理工程 2 A、2 B、3、4、5）を行えば C o 量が低下する。 10

## 【0033】

熱処理工程 3 は、 $CH_4 + H_2$  のような浸炭雰囲気中で、温度範囲 1200 ~ 1370、0.1 ~ 2 時間にて行なう。

## 【0034】

熱処理工程 4 は、中性雰囲気または真空中で、温度 1350 ~ 1450、保持時間 0.1 ~ 2 時間にて行なう。

## 【0035】

熱処理工程 5 は、 $CH_4 + H_2$  のような浸炭雰囲気中で、温度範囲 1200 ~ 1370、0.1 ~ 2 時間にて行なう。 20

## 【0036】

熱処理工程 1、2、2 A、2 B または 1、2、3 を行なうと、表面層内の C o 含有量は公称 C o 含有量の  $\pm 20\%$  の変動範囲内にまで低下する。

## 【0037】

熱処理工程 1、2、2 A、2 B または 1、2、3、4 を行なうと、表面層内の C o 含有量は公称 C o 含有量の  $\pm 10\%$  の変動範囲内にまで調整される。

## 【0038】

熱処理工程 1、2、3、4、5 を行なうと、表面層内の C o 含有量は公称 C o 含有量の -20% から -40% の範囲内にまで低下する。

## 【0039】

表面層の C o 低減方法として熱処理工程 1 + 2、1 + 2 + 2 A、1 + 2 + 2 B を行なった場合と熱処理工程 1 + 2 + 3、1 + 2 + 3 + 4、1 + 2 + 3 + 4 + 5 を行なって場合とで生ずる違いは、中性雰囲気を用いた工程 2 A、2 B は浸炭雰囲気を用いた工程 3、5 よりも部材の総炭素含有量が低いことである。 30

## 【0040】

本発明の部材は公知の被覆法により耐摩耗性被膜を被覆される。

## 【0041】

本発明の方法の適用対象の 1 つは、WC - C o 部材であり、Cr、Ti、Ta、Nb、V のような粒成長抑制剤を 3 wt% 未満、望ましくは 2.5 wt% 未満添加しても良いし添加しなくてもよく、結合相を 3 ~ 12 wt%、望ましくは 5 ~ 12 wt% 含有し、WC の平均粒径が 0.3 ~ 3  $\mu\text{m}$ 、望ましくは 0.5 ~ 1.7  $\mu\text{m}$  であり、炭素含有量が飽和炭素濃度を超えないものである。望ましくは、脱炭処理前の部材には相が存在しない。本発明の方法のもう 1 つの適用対象は、WC - C o - 相部材であり、Ti、Ta、Nb、Zr、Hf のうちの少なくとも 1 種を総量で 10 wt% 以下含有する。結合相は望ましくは C o であるが、Fe および Ni またはこれらの混合物のような他の元素を含むかこれら他の元素から成ることができる。 40

## 【0042】

第 1 の望ましい実施形態においては、熱処理工程 1 として中程度から強い脱炭を、温度 1000 ~ 1250、保持時間 2 ~ 10 時間、露点 0 ~ -30 の  $H_2 + H_2O$  雰囲気または  $H_2 + CO_2$  (  $CO_2$  量 10 ~ 20% ) 雰囲気中にて行なった後に、熱処理工程 2 50

を中性ガス雰囲気または真空中にて1360～1410、0.5～5時間行なう。

【0043】

熱処理工程1、2を行なうと、超硬合金部材の平均WC粒径より20%、望ましくは30%大きい平均粒径を持つWC粒を含む表面層が得られる。表面層は厚さ5～100μm、望ましくは10～30μmであり、平均Co含有量が公称Co含有量に対して少なくとも10%、望ましくは30%多い。

【0044】

WC粒径が大きい表面層を持つ部材は、表面層と内部との間に中間層が介在している。この中間層は、厚さが表面層と同等または200%以下の範囲で厚く、WC粒径が超硬具Au部材内部より10～30%小さい。中間層内のCo含有量は、表面層以外の公称Co含有量に対して10%以内の変動で実質的に同等であっても良いし、公称Co含有量に対して10%～30%低くても良い。Co含有量が8wt%未満で粒成長抑制剤を添加していない超硬合金部材に強い脱炭処理を施すと、WC粒径の小さい中間層が形成され得る。このような中間層は、粒成長抑制剤を添加したり、および/または、Co含有量が8wt%より高い部材には存在しない。

10

【0045】

表面層内では、大部分のWC粒は形状がほぼ変動していないが、一部は板状に変化している。WC粒径と板状WCの量は表面層内で表面に向かって増加している。弱い粒成長抑制剤を少量添加したWC-Co部材でも粒成長が起きる。しかし、VCを含む部材ではWC粒の成長は全く見られない。

20

【0046】

この実施形態による超硬合金の最も適している用途は、鋼または鋳鉄を冷却剤を用いずに断続重切削するような高い靱性を要する切削分野である。

【0047】

第2の望ましい実施形態においては、第1の実施形態による部材に更に3回の熱処理工程3、4、5を施す。熱処理工程1、2、3を行なうと、表面層内のCo含有量が公称Co含有量の20%の変動範囲内に調整される。熱処理工程1、2、3、4を行なうと、表面層内のCo含有量は公称Co含有量の10%の変動範囲内に調整され、熱処理工程1、2、3、4、5を行なうと、表面層内のCo含有量は公称Co含有量の-20%～-40%の範囲内の調整される。表面層内の平均WC粒径は第1の実施形態に対して10%の変動範囲内で同等または30%以下の範囲で大きい。

30

【0048】

Co含有量およびWC粒径について、熱処理工程3、4、5と同様な結果が得られる方法として、熱処理工程2の保持時間を延長して熱処理工程2Aにおいて、1350～1450、望ましくは1350～1400で、保持時間5時間以下、中性雰囲気または真空中で熱処理する方法があり、あるいは、熱処理工程2Bを用い1450以下の範囲の高温で保持時間1～3時間にて中性ガス雰囲気または真空中で熱処理する方法もある。この熱処理工程2Bは、複数種類の温度および複数種類の保持時間で行なうことができる。2種類の温度で行なう場合、1回目の処理温度を2回目の処理温度よりも少なくとも20、望ましくは50以上低くして行なうことが適当である。

40

【0049】

この実施形態による超硬合金の最も適した用途は、冷却剤を用いてステンレス鋼を断続切削する場合のように、大きな熱サイクルによって熱亀裂や熱剥離が発生し、高い靱性を必要とする切削分野である。

【0050】

第3の望ましい実施形態においては、従来量の粒成長抑制剤を含有するWC-Co基部材に弱から中程度の脱炭熱処理(熱処理工程1)を施す。この脱炭熱処理は、950～1000のような比較的低温で10時間以下、露点+15～+25のH<sub>2</sub>+H<sub>2</sub>O雰囲気中に行うこともできるし、あるいは、1250のような比較的高温で1～2時間、露点-20～-30のH<sub>2</sub>+H<sub>2</sub>O雰囲気中に行うこともできる。この脱炭処理を

50

行なうと、厚さ10 $\mu\text{m}$ 以下の薄い表面層が形成される。Arのような中性ガス雰囲気または真空中での熱処理工程(熱処理工程2)は、1350~1410 で20分~3時間行なう。得られる表面層は、Co含有量が公称Co含有量より少なくとも10%、望ましくは30%高い。平均WC粒径は超合金部材の他の部分と変わらないかまたは20%以下の範囲で大きい。表面層の厚さは5~20 $\mu\text{m}$ 、望ましくは5~10 $\mu\text{m}$ である。

【0051】

この実施形態による超合金の最も適した用途は、刃先半径が比較的小さい切削工具インサートを用いて高い靱性を要する切削分野である。

【0052】

実施例1~11

従来のように製造した切削工具インサートCNMG120412に、本発明により表1に示した熱処理を施した。表2に、得られた表面層を示す。このインサートに被膜を付与した後、切削試験を行った。熱処理しないインサートと対比して試験結果を表2に示す。

【0053】

【表1】

表 1

【 0 0 5 4 】  
【 表 2 】

実施例No.	超硬合金組成	熱処理 1	熱処理 2	熱処理 3, 4, 5
1	WC+5.0w%Co	1250°C, 4h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1410°C, 1h, 30mbar Ar	なし
2	WC+5.0w%Co	1250°C, 4h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1410°C, 1h, 30mbar Ar	1330°C, 0.5h, H <sub>2</sub> +CH <sub>4</sub>
3	WC+5.0w%Co	1250°C, 4h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1410°C, 1h, 30mbar Ar	1330°C, 0.5h, H <sub>2</sub> +CH <sub>4</sub> +1410°C, 0.5h 真空 +1330°C, 0.5h, H <sub>2</sub> +CH <sub>4</sub>
4	WC+6.0w%Co	1250°C, 2h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1410°C, 1h, 30mbar Ar	なし
5	WC+6.0w%Co	980°C, 10h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1390°C, 1h, 30mbar Ar	なし
6	WC+9.5w%Co, 1.2w%TaC, 0.3w%NbC	1250°C, 4h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1410°C, 1h, 30mbar Ar	なし
7	WC+10.0w%Co, 0.5w%Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	1030°C, 8h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1410°C, 1h, 30mbar Ar	なし
8	WC+10.0w%Co, 0.5w%Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	1250°C, 6h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1410°C, 2h, 30mbar Ar	なし
9	WC+3.7w%Co, 1.5w%TaC, 0.5w%NbC	985°C, 5h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1410°C, 1.5h, 真空	なし
10	WC+5.0w%Co	1250°C, 4h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1410°C, 1h, 30mbar Ar	1330°C, 0.5h, H <sub>2</sub> +CH <sub>4</sub> +1410°C, 0.5h 真空
11	WC+5.8w%Co, 3.5w%TiC, 2.3w%TaC, 3.5w%NbC	1250°C, 4h, H <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O	1380°C, 2.0h, Ar	なし

10

20

30

40

表 2  
実施例No.

実施例No.	表面層：厚さ、Co含有量 WC粒径+形状	部材内部WC粒径 ( $\mu\text{m}$ )	被膜：CVD-MTCVD, PVD	比較例に対する 工具寿命の増加
1A	18 $\mu\text{m}$ , 8.0w%Co, 3.2 $\mu\text{m}$ WC, >50%WC(板状) Fig 1	1.5	5 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 $\mu\text{m}$ TiN	30%
1B, 比較	5.0w%Co, 1.5 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	1.5	5 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O+0.5 $\mu\text{m}$ TiN	30%
2A	18 $\mu\text{m}$ , 5.5w%Co, 3.3 $\mu\text{m}$ WC, >30%WC(板状) Fig 7	1.6	5 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 $\mu\text{m}$ TiN	40%
2B, 比較	5w%Co, 1.7 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	1.7	5 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 $\mu\text{m}$ TiN	40%
3A	18 $\mu\text{m}$ , 4.0w%Co, 3.6 $\mu\text{m}$ WC, >30%WC(板状) Fig 8	1.7	5 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 $\mu\text{m}$ TiN	50%
3B, 比較	5w%Co, 1.7 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	1.7	5 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 $\mu\text{m}$ TiN	50%
4A	15 $\mu\text{m}$ , 9.0w%Co, 2.2 $\mu\text{m}$ WC, 10%WC(板状) Fig 2	1.5	3 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 3 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	45%
4B, 比較	6w%Co, 1.5 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	1.5	3 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 3 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	45%
5A	10 $\mu\text{m}$ , 9.0w%Co, 1.7 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状) Fig 3	1.6	3 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	30%
5B, 比較	6w%Co, 1.6 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	1.6	3 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	30%
6A	25 $\mu\text{m}$ , 14.0w%Co, 2.2 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状) Fig 4	1.9	5 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C,O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	40%

【 0 0 5 5 】  
【 表 3 】

表2 続き 実施例No.	表面層：厚さ、Co含有量 WC粒径+形状	部材内部WC粒径 ( $\mu\text{m}$ )	被膜：CVD-MTCVD, PVD	比較例に対する 工具寿命の増加
6B, 比較	9.5w%Co, 1.9 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	1.9	5 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C, O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
7A	14 $\mu\text{m}$ , 14.0w%Co, 1.2 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状) Fig 6	0.9	0.5 $\mu\text{m}$ TiN+12 $\times$ 6 $\mu\text{m}$ TiN, TiAlN 多層	55%
7B, 比較	10w%Co, 0.9 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	0.9	0.5 $\mu\text{m}$ TiN+12 $\times$ 6 $\mu\text{m}$ TiN, TiAlN 多層	
8A	45 $\mu\text{m}$ , 11-15.0w%Co, 2.0 $\mu\text{m}$ WC, 5-20%WC(板状) Fig 5	0.9	0.5 $\mu\text{m}$ TiN+12 $\times$ 6 $\mu\text{m}$ TiN, TiAlN 多層	30%
8B, 比較	10w%Co, 0.9 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	0.9	0.5 $\mu\text{m}$ TiN+12 $\times$ 6 $\mu\text{m}$ TiN, TiAlN 多層	
9A	15 $\mu\text{m}$ , 6.0w%Co, 1.4 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	1.2	5 $\mu\text{m}$ TiCN+0.5 $\mu\text{m}$ TiN	40%
9B, 比較	3.7w%Co, 1.2 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	1.2	5 $\mu\text{m}$ TiCN+0.5 $\mu\text{m}$ TiN	
10A	18 $\mu\text{m}$ , 5.0w%Co, 3.5 $\mu\text{m}$ WC, >30%WC(板状)	1.7	5 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C, O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 $\mu\text{m}$ TiN	45%
10B, 比較	5w%Co, 1.7 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	1.7	5 $\mu\text{m}$ TiN-TiCN-Ti(C, O)+ 5 $\mu\text{m}$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +0.5 $\mu\text{m}$ TiN	
11A	14 $\mu\text{m}$ , 9.0w%Co, 2.9 $\mu\text{m}$ WC, 20%WC(板状)	2.3	0.5 $\mu\text{m}$ TiN+12 $\times$ 6 $\mu\text{m}$ TiN, TiAlN 多層	30%
11B, 比較	5.8w%Co, 2.3 $\mu\text{m}$ WC, <5%WC(板状)	2.3	0.5 $\mu\text{m}$ TiN+12 $\times$ 6 $\mu\text{m}$ TiN, TiAlN 多層	

10

20

30

40

【図面の簡単な説明】

【図1】 図1は、脱炭雰囲気中での脱炭処理と中性ガス雰囲気中での熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真である。

【図2】 図2は、脱炭雰囲気中での脱炭処理と中性ガス雰囲気中での熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真である。

【図3】 図3は、脱炭雰囲気中での脱炭処理と中性ガス雰囲気中での熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真である。

【図4】 図4は、脱炭雰囲気中での脱炭処理と中性ガス雰囲気中での熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真である。

50

【図5】 図5は、脱炭雰囲気中での脱炭処理と中性ガス雰囲気中での熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真である。

【図6】 図6は、脱炭雰囲気中での脱炭処理と中性ガス雰囲気中での熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真である。

【図7】 図7に、脱炭雰囲気中での脱炭処理と、中性ガス雰囲気中での熱処理と、浸炭雰囲気中での付加的な熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真である。

【図8】 図8に、脱炭雰囲気中での脱炭処理と、中性ガス雰囲気中での熱処理と、浸炭雰囲気中での付加的な熱処理と、中性ガス雰囲気中での更に付加的な熱処理と、浸炭雰囲気中での更に別の付加的な熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真である。

【図9】 図9は、脱炭雰囲気中での脱炭処理と中性ガス雰囲気中での熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真である。

【図10】 図10は、脱炭雰囲気中での脱炭処理と中性ガス雰囲気中での熱処理とを行なった後の表面層の走査電子顕微鏡写真である。

10

【図1】

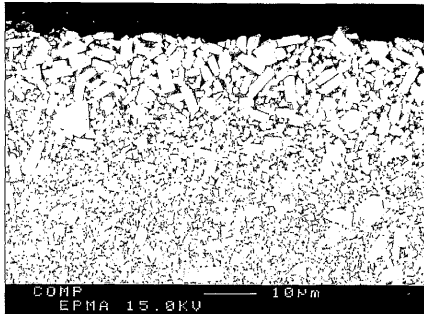


Fig. 1

【図2】

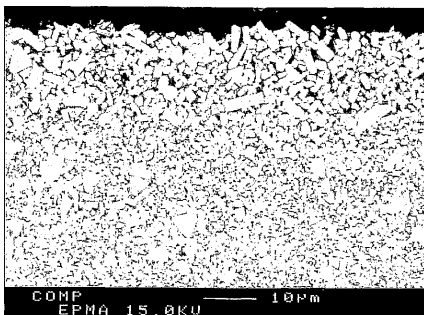


Fig. 2

【図3】

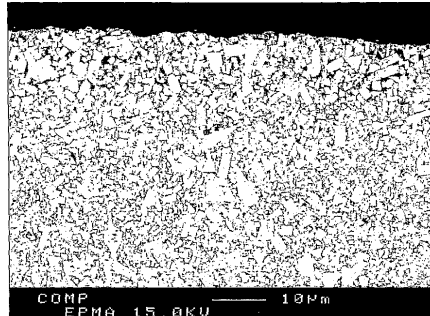


Fig. 3

【図4】

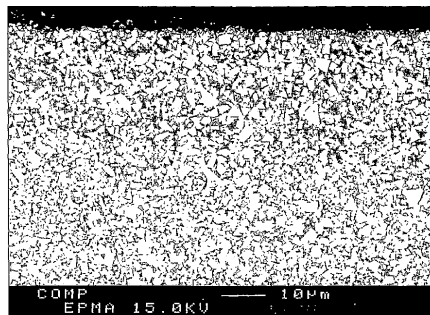


Fig. 4

【 5 】

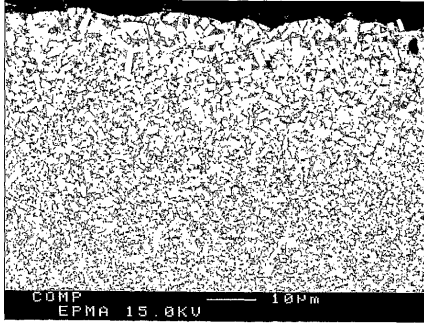


Fig. 5

【 7 】

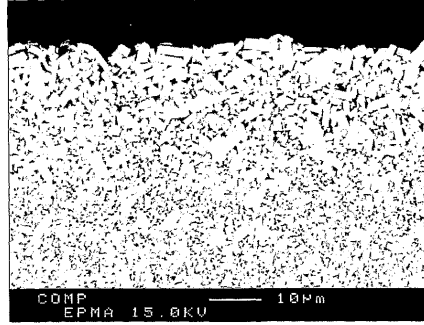


Fig. 7

【 6 】

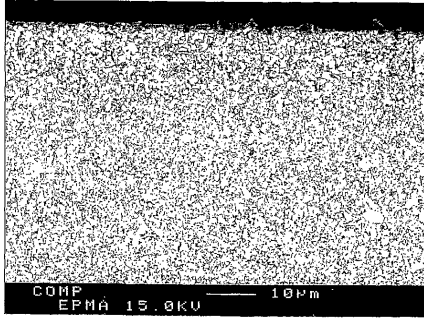


Fig. 6

【 8 】

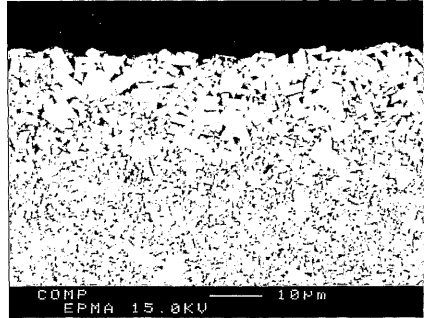


Fig. 8

【 9 】

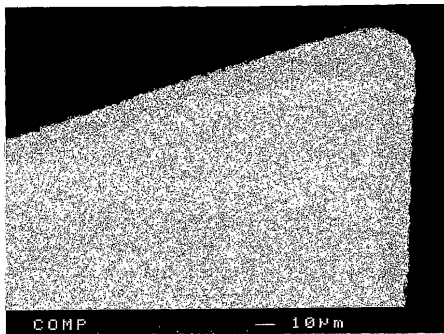


Fig. 9

【 10 】

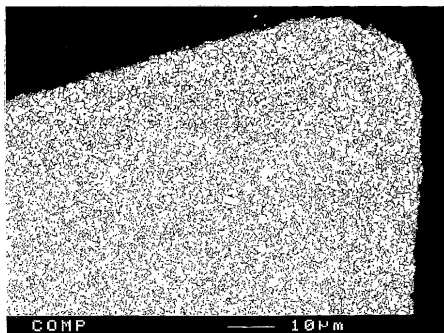


Fig. 10

## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
C 2 3 C 16/30 (2006.01) C 2 3 C 14/16 B  
C 2 3 C 16/30

(74)代理人 100082898

弁理士 西山 雅也

(72)発明者 ミクス, マリアン

スウェーデン国, エス - 1 2 7 3 0 スケルホルメン, オルグリユテベージェン 2 2 6

審査官 國島 明弘

(56)参考文献 国際公開第00/031314(WO, A1)  
国際公開第99/031292(WO, A1)  
特開昭61-179846(JP, A)  
特開昭62-250134(JP, A)  
特開平04-187740(JP, A)  
特開昭63-169356(JP, A)  
特開平04-120274(JP, A)  
特開平06-093473(JP, A)  
特表2002-508449(JP, A)  
特表2001-511219(JP, A)  
米国特許第4860886(US, A)  
特開2001-150206(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B22F 3/24  
B23B 27/14  
C21D 3/04  
C22C 29/08  
C23C 14/16  
C23C 16/30