

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6652560号
(P6652560)

(45) 発行日 令和2年2月26日 (2020.2.26)

(24) 登録日 令和2年1月27日 (2020.1.27)

(51) Int. Cl.

F I

C O 4 B 35/5831 (2006.01)
B 2 3 B 27/14 (2006.01)
B 2 3 C 5/16 (2006.01)
B 2 3 B 51/00 (2006.01)

C O 4 B 35/5831
 B 2 3 B 27/14 B
 B 2 3 C 5/16
 B 2 3 B 51/00 M

請求項の数 8 (全 24 頁)

(21) 出願番号 特願2017-521711 (P2017-521711)
 (86) (22) 出願日 平成28年2月24日 (2016.2.24)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2016/055376
 (87) 国際公開番号 W02016/194416
 (87) 国際公開日 平成28年12月8日 (2016.12.8)
 審査請求日 平成30年8月21日 (2018.8.21)
 (31) 優先権主張番号 特願2015-110671 (P2015-110671)
 (32) 優先日 平成27年5月29日 (2015.5.29)
 (33) 優先権主張国・地域又は機関
 日本国 (JP)

(73) 特許権者 503212652
 住友電工ハードメタル株式会社
 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号
 (73) 特許権者 000002130
 住友電気工業株式会社
 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
 (74) 代理人 110001195
 特許業務法人深見特許事務所
 (72) 発明者 段田 麻佑
 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
 電工ハードメタル株式会社内
 (72) 発明者 岡村 克己
 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
 電工ハードメタル株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 焼結体および切削工具

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

第1材料と第2材料と第3材料とを有する焼結体であって、
 前記第1材料は、立方晶窒化硼素であり、
 前記第2材料は、ジルコニウムを含む化合物であり、
 前記第3材料は、アルミニウム酸化物であり、
 前記アルミニウム酸化物は、平均粒径が80nm以下のアルミニウム酸化物を含み、
 前記焼結体は、前記平均粒径が80nm以下のアルミニウム酸化物が前記第2材料中に
5体積%以上50体積%以下分散してなる第1領域を有し、
 前記第1領域における任意の直線上において、前記平均粒径が80nm以下のアルミニ
ウム酸化物が占める連続する距離の平均値が0.08μm以下であり、且つ、前記平均粒
径が80nm以下のアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差が0.1μm以
下であり、
 前記焼結体における前記第1領域の含有体積率は、10体積%以上50体積%以下であ
る焼結体。

【請求項 2】

前記第1領域における任意の直線上において、前記平均粒径が80nm以下のアルミニ
ウム酸化物が占める連続する距離の平均値が0.01μm以上0.05μm以下であり、
且つ、前記平均粒径が80nm以下のアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏
差が0.01μm以上0.05μm以下である請求項1に記載の焼結体。

10

20

【請求項 3】

前記第 1 領域は、前記平均粒径が 80 nm 以下のアルミニウム酸化物が前記第 2 材料中に $15\text{ 体積}\%$ 以上 $40\text{ 体積}\%$ 以下分散してなる請求項 1 または請求項 2 に記載の焼結体。

【請求項 4】

前記第 1 材料は、 $20\text{ 体積}\%$ 以上 $80\text{ 体積}\%$ 以下含まれている請求項 1 ~ 請求項 3 のいずれか 1 項に記載の焼結体。

【請求項 5】

前記第 1 材料は、 $30\text{ 体積}\%$ 以上 $60\text{ 体積}\%$ 以下含まれている請求項 1 ~ 請求項 4 のいずれか 1 項に記載の焼結体。

【請求項 6】

第 4 材料をさらに有し、

前記第 4 材料は、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化イットリウム、および、酸化ハフニウムからなる群より選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 ~ 請求項 5 のいずれか 1 項に記載の焼結体。

【請求項 7】

第 5 材料をさらに有し、

前記第 5 材料は、周期表の 4 族元素、5 族元素、6 族元素、Al、および、Si からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の元素と、炭素、窒素、および、硼素からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の元素とからなる少なくとも 1 種の化合物である請求項 1 ~ 請求項 6 のいずれか 1 項に記載の焼結体。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 請求項 7 のいずれか 1 項に記載の焼結体を含む切削工具。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、焼結体と、焼結体を含む切削工具とに関する。

【背景技術】

【0002】

立方晶窒化硼素（以下「 cBN 」とも記す）は高い硬度を有することから、これを ZrO_2 または Al_2O_3 等の結合材と焼結させた焼結体が切削工具等の工具に用いられてきた（国際公開第 2008/087940 号（特許文献 1）、国際公開第 2011/059020 号（特許文献 2）、国際公開第 2012/029440 号（特許文献 3）、国際公開第 2012/057184 号（特許文献 4））。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】 国際公開第 2008/087940 号

【特許文献 2】 国際公開第 2011/059020 号

【特許文献 3】 国際公開第 2012/029440 号

【特許文献 4】 国際公開第 2012/057184 号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

ところで、 cBN と Al_2O_3 および ZrO_2 等の結合材とを含む焼結体を用いた切削工具等は、使用条件（たとえば切削条件）によっては、欠損することがある。ここで、 ZrO_2 は焼結体に高い靱性を付与することが知られている。そのため、焼結体における ZrO_2 の濃度を高めることにより、焼結体が靱性に優れることとなるので、切削工具等の耐欠損性を改善できるのではないかと考えられる。

【0005】

しかし、焼結体における ZrO_2 の濃度を高めると、焼結体の耐摩耗性の低下を招くこ

10

20

30

40

50

とが報告されている（たとえば特許文献2）。つまり、切削工具等の耐欠損性を改善させるために焼結体における ZrO_2 の濃度を高めると、焼結体の耐摩耗性の低下を引き起こす、と考えられる。よって、従来では、焼結体における ZrO_2 の濃度を一定以上とすることにより切削工具等の耐欠損性を改善させることは現実的ではないと考えられていた。特に、切削工具等に対して高度な耐摩耗性が要求される場合には、焼結体における ZrO_2 の濃度を高めることにより焼結体の靱性を高めるという手段を採用できないと考えられていた。

【0006】

本発明は、このような状況に鑑みなされたものであって、その目的とするところは、良好な耐欠損性と良好な耐摩耗性とを両立させた焼結体を提供することにある。

10

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の一態様に係る焼結体は、第1材料と第2材料と第3材料とを有する。第1材料は、立方晶窒化硼素である。第2材料は、ジルコニウムを含む化合物である。第3材料は、アルミニウム酸化物であり、アルミニウム酸化物は、微細なアルミニウム酸化物を含む。本発明の一態様に係る焼結体は、微細なアルミニウム酸化物が第2材料中に5体積%以上50体積%以下分散してなる第1領域を有する。第1領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値が $0.08\mu m$ 以下であり、且つ、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差が $0.1\mu m$ 以下である。

20

【発明の効果】

【0008】

上記によれば、良好な耐欠損性と良好な耐摩耗性とを両立させた焼結体を提供できることとなる。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1】実施例で得られた焼結体の反射電子像を示す画像である。

【図2】実施例で得られた焼結体の反射電子像において元素を同定した結果を示す画像である。

【図3】実施例で得られた焼結体の反射電子像において ZrO_2 と Al_2O_3 とが区別された結果を示す画像である。

30

【発明を実施するための形態】

【0010】

〔本発明の実施形態の説明〕

最初に本発明の実施態様を列記して説明する。

【0011】

〔1〕本発明の一態様に係る焼結体は、第1材料と第2材料と第3材料とを有する。第1材料は、立方晶窒化硼素である。第2材料は、ジルコニウムを含む化合物である。第3材料は、アルミニウム酸化物であり、アルミニウム酸化物は、微細なアルミニウム酸化物を含む。本発明の一態様に係る焼結体は、微細なアルミニウム酸化物が第2材料中に5体積%以上50体積%以下分散してなる第1領域を有する。第1領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値が $0.08\mu m$ 以下であり、且つ、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差が $0.1\mu m$ 以下である。この焼結体では、良好な耐欠損性と良好な耐摩耗性とを両立できる。

40

【0012】

〔2〕本発明の一態様に係る焼結体では、第1領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値が $0.01\mu m$ 以上 $0.05\mu m$ 以下であり、且つ、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差が $0.01\mu m$ 以上 $0.05\mu m$ 以下であることが好ましい。この焼結体では、より良好な耐欠損性とより良好な耐摩耗性とを両立できる。

50

【 0 0 1 3 】

[3] 第 1 領域は、微細なアルミニウム酸化物が第 2 材料中に 1 5 体積 % 以上 4 0 体積 % 以下分散してなることが好ましい。この焼結体では、さらに良好な耐欠損性とさらに良好な耐摩耗性とを両立できる。

【 0 0 1 4 】

[4] 第 1 材料は、2 0 体積 % 以上 8 0 体積 % 以下含まれていることが好ましい。この焼結体では、より良好な耐欠損性とより良好な耐摩耗性とを両立できる。

【 0 0 1 5 】

[5] 第 1 材料は、3 0 体積 % 以上 6 0 体積 % 以下含まれていることがより好ましい。この焼結体では、さらに良好な耐欠損性とさらに良好な耐摩耗性とを両立できる。

10

【 0 0 1 6 】

[6] 本発明の一態様に係る焼結体は、第 4 材料をさらに有することが好ましい。第 4 材料は、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化イットリウム、および、酸化ハフニウムからなる群より選ばれる少なくとも 1 種であることが好ましい。この焼結体では、焼結性が向上するので、強度がさらに向上する。

【 0 0 1 7 】

[7] 本発明の一態様に係る焼結体は、第 5 材料をさらに有することが好ましい。第 5 材料は、周期表の 4 族元素、5 族元素、6 族元素、Al、および、Si からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の元素と、炭素、窒素、および、硼素からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の元素とからなる少なくとも 1 種の化合物であることが好ましい。この焼結体においても、焼結性が向上するので、強度がさらに向上する。

20

【 0 0 1 8 】

[8] 本発明の一態様に係る切削工具は、本発明の一態様に係る焼結体を含む。これにより、本発明の一態様に係る切削工具では、高速の長距離切削における耐欠損性が向上する。

【 0 0 1 9 】

[本発明の実施形態の詳細]

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

【 0 0 2 0 】

30

上述したように、c B N と Al_2O_3 および ZrO_2 等の結合材とを含む焼結体を用いた切削工具等は、使用条件（たとえば切削条件）によっては、欠損することがある。ここで、 ZrO_2 は焼結体に高い靱性を付与することが知られている。そのため、焼結体における ZrO_2 の濃度を高めることにより、焼結体が靱性に優れることとなるので、切削工具等の耐欠損性を改善できるのではないかと考えられる。

【 0 0 2 1 】

しかし、焼結体における ZrO_2 の濃度を高めると、焼結体の耐摩耗性の低下を招くことが報告されている（たとえば特許文献 2）。つまり、切削工具等の耐欠損性を改善させるために焼結体における ZrO_2 の濃度を高めると、焼結体の耐摩耗性の低下を引き起こす、と考えられる。よって、従来では、焼結体における ZrO_2 の濃度を一定以上とすることにより切削工具等の耐欠損性を改善させることは現実的ではないと考えられていた。特に、切削工具等に対して高度な耐摩耗性が要求される場合には、焼結体における ZrO_2 の濃度を高めることにより焼結体の靱性を高めるという手段を採用できないと考えられていた。なお、従来では、焼結体における ZrO_2 の濃度を高める代わりに高硬度な材料（たとえば TiC 等）を焼結体に添加することにより、焼結体において良好な耐欠損性と良好な耐摩耗性とを実現していた。

40

【 0 0 2 2 】

今般、本発明者らは、切削工具等において耐欠損性および耐摩耗性を共に改善させるという要求を満足させるために焼結体の構成を鋭意検討した。その結果、焼結体の少なくとも一部において微細なアルミニウム酸化物がジルコニウムを含む化合物に分散されること

50

により上記要求が満たされることが分かった。かかる事実は、焼結体における ZrO_2 （ジルコニウムを含む化合物の一種）の濃度を一定以上とすることにより切削工具等の耐欠損性を改善させることは現実的ではないという本技術分野における技術常識（特に、切削工具等に対して高度な耐摩耗性が要求される場合には、焼結体における ZrO_2 の濃度を高めることにより焼結体の靱性を高めるという手段を採用できないという本技術分野における技術常識）を大きく覆すものである。

【0023】

〔焼結体の構成〕

本発明者らの鋭意検討により得られた焼結体（「本実施形態の焼結体」に相当）は、第1材料と第2材料と第3材料とを有する。第1材料は、立方晶窒化硼素である。第2材料は、ジルコニウムを含む化合物である。第3材料は、アルミニウム酸化物であり、アルミニウム酸化物は、微細なアルミニウム酸化物を含む。本実施形態の焼結体は、微細なアルミニウム酸化物が第2材料中に5体積%以上50体積%以下分散してなる第1領域を有する。第1領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値が $0.08\mu m$ 以下であり、且つ、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差が $0.1\mu m$ 以下である。

【0024】

本実施形態の焼結体は、第1材料と第2材料と第3材料とのみを有していても良いが、第1材料と第2材料と第3材料とを有する限りにおいて他の任意の成分を有していても良い。他の任意の成分としては、たとえば後述の第4材料または第5材料等を挙げることができるが、後述の第4材料および第5材料に限られるものではない。また、本実施形態の焼結体は、所望される効果を示す限りにおいて、不可避不純物をさらに有していても良い。

【0025】

<第1材料>

本実施形態の焼結体に含まれる第1材料は、立方晶窒化硼素である。本実施形態の立方晶窒化硼素は、平均粒径が $0.1\mu m$ 以上 $10\mu m$ 以下の粒子形状を有することが好ましい。cBN粒子（立方晶窒化硼素からなる粒子）の平均粒径が $0.1\mu m$ 未満であれば、立方晶窒化硼素と他の粉末との混合時に凝集が起こり易いので、焼結不良を招く傾向がある。また、cBN粒子の平均粒径が $10\mu m$ を超えると、焼結体の強度低下を招く傾向がある。より好ましくは、本実施形態の立方晶窒化硼素は平均粒径が $0.1\mu m$ 以上 $5\mu m$ 以下の粒子形状を有する。

【0026】

本実施形態の立方晶窒化硼素は、焼結体中に20体積%以上80体積%以下含まれていることが好ましい。焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率が20体積%未満であれば、焼結体の硬度が低下し易くなるので、焼結体の耐摩耗性の低下を招く傾向がある。また、焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率が80体積%を超えると、焼結体において耐欠損性または耐摩耗性の低下を招く傾向がある。しかし、焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率が20体積%以上80体積%以下であれば、焼結体において耐摩耗性と耐欠損性とをより高めることができる。より好ましくは、焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率が30体積%以上60体積%以下である。これにより、焼結体において耐摩耗性と耐欠損性とをさらに高めることができる。

【0027】

なお、立方晶窒化硼素を含め、本実施形態の焼結体を構成する各成分組成は、以下のようにして確認することができる。すなわち、イオンビームを用いて焼結体に対してCP（Cross Section Polisher）加工を施すことにより、焼結体の平滑な断面（以下「CP加工面」とも記す）を形成する。次いで、走査型電子顕微鏡（SEM（Scanning Electron Microscope））を用いてCP加工面の焼結体組織を写真撮影し、得られた反射電子像を観察する。このようにして、本実施形態の焼結体を構成する各成分組成を確認することができる。また、エネルギー分散型X線分析（EDX（Energy dispersive X-ray spect

rometry)) またはオージェ電子分光法解析により、本実施形態の焼結体を構成する各成分組成を確認することもできる。

【0028】

また、cBN粒子の平均粒径は以下のようにして求めることができる。すなわち、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いてCP加工面の焼結体組織を写真撮影する。得られた反射電子像に対して画像解析ソフト(たとえば、三谷商事株式会社製の商品名「WinROOF ver. 7.4.1」)を用いた2値化処理を行って、cBN粒子の円相当径を算出する。算出されたcBN粒子の円相当径をcBN粒子の平均粒径とする。

【0029】

また、焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率は以下のようにして求めることができる。すなわち、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いてCP加工面の焼結体組織を写真撮影する。得られた反射電子像では、立方晶窒化硼素が黒色領域となり、ジルコニウムを含む化合物(後述)が濃度の薄い灰色領域となり、アルミニウム酸化物(後述)が濃度の濃い灰色領域となる。この反射電子像に対して画像解析ソフトを用いた2値化処理を行うことにより、cBN粒子の占有面積を求める。求められたcBN粒子の占有面積を以下に示す式に代入すれば、焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率を求めることができる。
(焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率) = (cBN粒子の占有面積) ÷ (撮影された反射電子像の面積) × 100。

【0030】

<第2材料>

本実施形態の焼結体に含まれる第2材料は、ジルコニウムを含む化合物(以下「Zr化合物」とも記す)である。本実施形態のZr化合物には、たとえばZrO₂、ZrOまたはZrB₂等が含まれる。本実施形態のZrO₂には、立方晶ZrO₂および正方晶ZrO₂が含まれ、従来公知の部分安定化ZrO₂もまた含まれる。従来公知の部分安定化ZrO₂とは、ジルコニア以外の酸化物を固溶させることにより、ジルコニアの結晶構造中の酸素空孔が減少し、その結果、結晶構造が安定化されたZrO₂を意味し、つまり、室温下においても結晶構造(たとえば立方晶または正方晶)が安定または準安定なZrO₂を意味する。上記「ジルコニア以外の酸化物」としては、酸化カルシウムおよび酸化マグネシウムをはじめ、酸化イットリウム等の希土類酸化物を挙げることができる。従来公知の部分安定化ZrO₂は、このようなジルコニア以外の酸化物を1種または2種以上含むことができる。なお、ジルコニア以外の酸化物の固溶量は、ZrO₂に対し1~4mol%程度であることが好ましい。

【0031】

本実施形態のZr化合物は、平均粒径が1nm以上500nm以下の粒子形状を有することが好ましい。Zr化合物からなる粒子の平均粒径が1nm未満であれば、Zr化合物と他の粉末との混合時に凝集が起こり易いので、焼結不良を招く傾向がある。また、Zr化合物からなる粒子の平均粒径が500nmを超えると、焼結体の強度低下を招く傾向がある。

【0032】

また、本実施形態のZr化合物は、平均粒径が100nm以下の粒子形状を有することが好ましい。これにより、本実施形態の焼結体では、耐クラック性をより高めることができ、よって、耐欠損性をより高めることができる。より好ましくは、本実施形態のZr化合物は平均粒径が10nm以上100nm以下の粒子形状を有する。

【0033】

なお、Zr化合物からなる粒子の平均粒径はcBN粒子の平均粒径の求め方にしたがってZr化合物からなる粒子の円相当径を算出することにより求めることができる。また、焼結体におけるZr化合物の含有体積率は焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率の求め方にしたがって求めることができる。

【0034】

<第3材料>

本実施形態の焼結体に含まれる第3材料は、アルミニウム酸化物である。本実施形態のアルミニウム酸化物には、 Al_2O_3 が含まれ、本実施形態の Al_2O_3 には、 $\alpha - Al_2O_3$ および $\gamma - Al_2O_3$ が含まれる。

【0035】

本実施形態のアルミニウム酸化物は、微細なアルミニウム酸化物を含む。「微細なアルミニウム酸化物」とは、平均粒径が80nm以下であってアルミニウム酸化物（好ましくは Al_2O_3 、より好ましくは $\alpha - Al_2O_3$ ）からなる粒子を意味し、好ましくは平均粒径が1nm以上80nm以下であってアルミニウム酸化物（より好ましくは Al_2O_3 、さらに好ましくは $\alpha - Al_2O_3$ ）からなる粒子である。微細なアルミニウム酸化物については下記<第1領域>でさらに示す。

10

【0036】

本実施形態のアルミニウム酸化物は、微細なアルミニウム酸化物とは別に、平均粒径が100nm以上であってアルミニウム酸化物からなる粒子（以下「粗大なアルミニウム酸化物」とも記す）をさらに含んでも良い。粗大なアルミニウム酸化物は、それ単体で、焼結体における結合相として機能し得る。そのため、粗大なアルミニウム酸化物は、焼結体中に5体積%以上50体積%以下含まれていることが好ましい。焼結体における粗大なアルミニウム酸化物の含有体積率が5体積%未満であれば、耐摩耗性の低下を招く傾向がある。また、焼結体における粗大なアルミニウム酸化物の含有体積率が50体積%を超えると、耐欠損性の低下を招く傾向がある。より好ましくは、焼結体における粗大なアルミニウム酸化物の含有体積率は7体積%以上20体積%以下である。なお、焼結体における粗大なアルミニウム酸化物の含有体積率は焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率の求め方にしたがって求めることができる。また、粗大なアルミニウム酸化物の平均粒径は1μm以下であることがより好ましい。

20

【0037】

アルミニウム酸化物からなる粒子（アルミニウム酸化物からなる粒子には、微細なアルミニウム酸化物と粗大なアルミニウム酸化物とが含まれる）の平均粒径はcBN粒子の平均粒径の求め方にしたがってアルミニウム酸化物からなる粒子の円相当径を算出することにより求めることができる。

【0038】

<第1領域>

30

本実施形態の焼結体は、微細なアルミニウム酸化物が第2材料中に5体積%以上50体積%以下分散してなる第1領域（焼結体における結合相として機能すると考えられる）を有する。第1領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値は0.08μm以下であり、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差は0.1μm以下である。本実施形態の焼結体がこのような第1領域を有しているので、本実施形態の焼結体では良好な耐欠損性と良好な耐摩耗性とを両立できる。特に、非常に良好な耐欠損性を実現することができる。その理由としては、微細なアルミニウムによる焼結体組織の強靱化および高強度化に起因して焼結体の靱性および強度が飛躍的に向上するからである、と考えられる。

【0039】

40

好ましくは、第1領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値は0.01μm以上0.05μm以下であり、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差は0.01μm以上0.05μm以下である。本実施形態の焼結体がこのような第1領域を有していれば、焼結体においてより良好な耐欠損性とより良好な耐摩耗性とを両立できる。なお、上記「第1領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離」の測定に使用される装置（たとえば後述の走査型電子顕微鏡（SEM））の分解能を考慮すれば、上記「第1領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離」が0.001μm未満となると、その距離を測定することが難しくなる。そのため、上記「第1領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距

50

離の平均値」は0.001 μm 以上であることが好ましい。

【0040】

本実施形態の第1領域は、焼結体中に5体積%以上80体積%以下含まれていることが好ましい。焼結体における第1領域の含有体積率が5体積%未満であれば、焼結体において靱性の低下を招く傾向がある。また、焼結体における第1領域の含有体積率が80体積%を超えると、耐摩耗性の低下を招く傾向がある。より好ましくは、焼結体における第1領域の含有体積率は10体積%以上50体積%以下である。なお、焼結体における第1領域の含有体積率は焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率の求め方にしたがって求めることができる。

【0041】

第1領域における任意の直線上において微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値、および、その距離の標準偏差は、以下のようにして求めることができる。すなわち、まず、焼結体を鏡面研磨し、走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて第1領域の焼結体組織を80000倍で写真撮影する。得られた反射電子像では組成に対応した濃淡のコントラストが観察され、走査型電子顕微鏡（SEM）に付属のエネルギー分散型X線分析（EDX）を用いて各種元素の重なり状態から化合物を推定する。得られた反射電子像では、立方晶窒化硼素が黒色領域となり、Zr化合物が濃度の薄い灰色領域となり、アルミニウム酸化物が濃度の濃い灰色領域となる。

【0042】

次いで、上記反射電子像に任意の直線を10本以上引く。このとき、直線と微細なアルミニウム酸化物またはZr化合物との接点の個数の合計が50以上となるように、直線の本数を決めることが好ましい。また、直線のそれぞれと微細なアルミニウム酸化物またはZr化合物との接点が3個以上となるように、直線を引くことが好ましい。その後、引いた直線において微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離（長さ）を測定し、その平均値および標準偏差を求める。

【0043】

「微細なアルミニウム酸化物が第2材料中に分散」しているとは、微細なアルミニウム酸化物がZr化合物（たとえば、上記部分安定化ZrO₂等）の結晶粒界または結晶粒内に分散して存在していることを意味する。微細なアルミニウム酸化物の存在位置は次のようにして確認することができる。すなわち、まず、イオンビームを用いて焼結体に対してCP加工を施すことにより、CP加工面を形成する。次いで、走査型電子顕微鏡（SEM）を用いてCP加工面を観察する。このようにして、微細なアルミニウム酸化物の存在位置を確認することができる。

【0044】

微細なアルミニウム酸化物の平均粒径が小さい方が、焼結体の強度を高めることができる。たとえば、微細なアルミニウム酸化物の平均粒径は、好ましくは50nm以下であり、より好ましくは30nm以下である。なお、微細なアルミニウム酸化物の平均粒径が小さくなり過ぎると、アルミニウム酸化物自身の靱性が低下し易くなる。そのため、微細なアルミニウム酸化物の平均粒径は、5nm以上であることが好ましい。

【0045】

第1領域における微細なアルミニウム酸化物の含有体積率は5体積%以上50体積%以下である。第1領域における微細なアルミニウム酸化物の含有体積率が5体積%未満であれば、焼結体において良好な耐欠損性と良好な耐摩耗性とを両立することが難しくなる。また、第1領域における微細なアルミニウム酸化物の含有体積率が50体積%を超えると、焼結体の靱性の大幅な低下を招くので、焼結体の耐欠損性が大幅に低下する。好ましくは、第1領域における微細なアルミニウム酸化物の含有体積率は15体積%以上40体積%以下である。なお、第1領域における微細なアルミニウム酸化物の含有体積率は焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率の求め方にしたがって求めることができる。

【0046】

<第4材料>

本実施形態の焼結体は、上記第1～第3材料以外に、第4材料をさらに有することができる。第4材料は、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化イットリウム、および酸化ハフニウムからなる群より選ばれる少なくとも1種であることが好ましい。このような第4材料が焼結体に含まれていれば、焼結性が向上するので、焼結体の強度がさらに向上する。

【0047】

第4材料は、平均粒径が $0.05\mu\text{m}$ 以上 $5\mu\text{m}$ 以下の粒子形状を有することが好ましい。第4材料からなる粒子の平均粒径が $0.05\mu\text{m}$ 未満であれば、第4材料と他の粉末との混合時に凝集が起こり易いので、焼結不良を招く傾向がある。また、第4材料からなる粒子の平均粒径が $5\mu\text{m}$ を超えると、焼結体の強度低下を招く傾向がある。

10

【0048】

本実施形態の第4材料は、焼結体中に5体積%以上50体積%以下含まれていることが好ましい。焼結体における第4材料の含有体積率が5体積%未満であれば、焼結体の強度が十分に向上しない傾向がある。また、焼結体における第4材料の含有体積率が50体積%を超えると、焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率の確保が難しくなるので、焼結体の硬度の低下を招く傾向がある。より好ましくは、本実施形態の第4材料は焼結体中に10体積%以上30体積%以下含まれている。

【0049】

なお、第4材料からなる粒子の平均粒径はcBN粒子の平均粒径の求め方にしたがって第4材料からなる粒子の円相当径を算出することにより求めることができる。また、焼結体における第4材料の含有体積率は焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率の求め方にしたがって求めることができる。

20

【0050】

<第5材料>

本実施形態の焼結体は、上記第1～第3材料以外に、第5材料をさらに有することができる。第5材料は、第4材料と共に、本実施形態の焼結体に含まれていても良い。

【0051】

本実施形態の第5材料は、周期表の4族元素、5族元素、6族元素、Al、およびSiからなる群より選ばれる少なくとも1種の元素と、炭素、窒素、および硼素からなる群より選ばれる少なくとも1種の元素とからなる少なくとも1種の化合物であることが好ましい。このような第5材料が焼結体に含まれていれば、焼結性が向上するので、焼結体の強度がさらに向上する。

30

【0052】

上記化合物の具体例としては、たとえば、TiC、TiN、TiB₂、TiCrN、ZrC、ZrN、ZrB₂、AlCrN、AlN、AlB₂、SiC、Si₃N₄、HfC、HfN、VC、VN、NbC、TaC、CrC、CrN、Cr₂N、MoC、または、WC等を挙げることができる。これらの化合物が単独で本実施形態の焼結体に含まれていても良いし、これらの化合物の2種以上が組み合わせられて本実施形態の焼結体に含まれていても良い。

【0053】

第5材料は、平均粒径が $0.05\mu\text{m}$ 以上 $5\mu\text{m}$ 以下の粒子形状を有することが好ましい。第5材料からなる粒子の平均粒径が $0.05\mu\text{m}$ 未満であれば、第5材料と他の粉末との混合時に凝集が起こり易いので、焼結不良を招く傾向がある。また、第5材料からなる粒子の平均粒径が $5\mu\text{m}$ を超えると、焼結体の強度低下を招く傾向がある。

40

【0054】

本実施形態の第5材料は、焼結体中に5体積%以上50体積%以下含まれていることが好ましい。焼結体における第5材料の含有体積率が5体積%未満であれば、焼結体の強度が十分に向上しない傾向がある。また、焼結体における第5材料の含有体積率が50体積%を超えると、焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率の確保が難しくなるので、焼結体の硬度の低下を招く傾向がある。より好ましくは、本実施形態の第5材料は焼結体中

50

に 10 体積 % 以上 30 体積 % 以下含まれている。

【0055】

なお、第 5 材料からなる粒子の平均粒径は c B N 粒子の平均粒径の求め方にしたがって第 5 材料からなる粒子の円相当径を算出することにより求めることができる。また、焼結体における第 5 材料の含有体積率は焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率の求め方にしたがって求めることができる。

【0056】

[焼結体の製造]

本実施形態の焼結体は、以下のようにして製造することができる。すなわち、まず、焼結体の原料を準備する。次いで、準備した焼結体の原料を混合した後、焼結させる。このようにして、本実施形態の焼結体を製造することができる。以下、工程ごとに示す。

10

【0057】

< 焼結体の原料の準備 >

焼結体の原料として、第 1 領域を形成することとなる材料（以下「第 1 領域用材料」と記す）と立方晶窒化硼素とを準備する。第 1 領域用材料は次に示す方法にしたがって製造されたものであることが好ましい。また、焼結体の原料として、第 1 領域用材料および立方晶窒化硼素とは異なる材料（たとえば粗大なアルミニウム酸化物、第 4 材料または第 5 材料等）をさらに準備しても良い。

【0058】

< 第 1 領域用材料の作製 >

20

第 1 領域用材料は、たとえば、以下のような中和共沈法またはゾル - ゲル法によって得ることができる。

【0059】

（中和共沈法）

中和共沈法とは、以下の工程 A および工程 B を含む方法である。このような方法は、たとえば 2013 年に発表された論文（J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, Vol. 60, No.10, P428-435）に記載されている。

【0060】

工程 A では、ジルコニウム塩（第 2 材料となる塩）とイットリウム塩（第 2 材料に含まれても良い材料となる塩）とアルミニウム塩（第 3 材料となる塩）と所定の溶媒とを用いて、混合溶液を調製する。このとき、混合溶液において、ジルコニア（ ZrO_2 ）とイットリア（ Y_2O_3 ）とのモル比率が「 $ZrO_2 : Y_2O_3 = 98.2 : 1.8 \sim 98.8 : 1.2$ 」となるように、しかもイットリアを添加した ZrO_2 とアルミナ（ Al_2O_3 ）とのモル比率が「（ Y_2O_3 を添加した ZrO_2 ）： $Al_2O_3 = 50 : 50 \sim 90 : 10$ 」となるように、上記 3 種類の金属塩を混合することが好ましい。なお、 ZrO_2 に固溶される酸化物としては、 Y_2O_3 に限定されず、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、または、 Y_2O_3 以外の希土類酸化物であっても良い。

30

【0061】

工程 B では、上記工程 A で得られた混合溶液にアルカリを添加することにより中和を行ない、ジルコニウムとイットリウムとアルミニウムとを共沈させて沈殿物を得る。得られた沈殿物を乾燥させた後、650～750 で 7～12 時間熱処理し、更に 850～950 で 0.5～3 時間仮焼成する。このようにして、 Y_2O_3 安定化 $ZrO_2 - Al_2O_3$ 固溶体粉体（第 1 領域用材料）が得られる。

40

【0062】

ここで、上記工程 A のジルコニウム塩としては、オキシ塩化ジルコニウム（ $ZrOCl_2$ ）、オキシ硝酸ジルコニウム（ $ZrO(NO_3)_2$ ）等を挙げることができる。イットリウム塩としては、塩化イットリウム（ YCl_3 ）、硝酸イットリウム（ $Y(NO_3)_3$ ）等を挙げることができる。アルミニウム塩としては、塩化アルミニウム（ $AlCl_3$ ）等を挙げることができる。また、混合溶液とする上記所定の溶媒としては、たとえば、水、硝酸、塩酸等を挙げることができる。

50

【0063】

(ゾル - ゲル法)

ゾル - ゲル法とは、以下の工程 X を含む方法である。このような方法は、たとえば 2011 年に発表された論文 (J. Jpn. Soc. Powder Power Metallurgy, Vol.58, No.12, P727-732) に記載されている。

【0064】

工程 X では、ゾル - ゲル法を用いて、 ZrO_2 (第 2 材料) に対し $0.3 \sim 1.7 \text{ mol } 1\% Y_2O_3$ (第 2 材料に含まれても良い酸化物) を添加した $ZrO_2 (99.7 \sim 98.3 \text{ mol } 1\% ZrO_2 - 0.3 \sim 1.7 \text{ mol } 1\% Y_2O_3) - 10 \sim 50 \text{ mol } 1\% Al_2O_3$ (第 3 材料) の非晶質固溶体粉体を調製する。得られた粉体を結晶化温度以上で仮焼する。このようにして、結晶質の ZrO_2 固溶体粉体 (第 1 領域用材料) が得られる。

10

【0065】

(その他の方法)

本実施形態の第 1 領域用材料は、以下に示す方法によっても得ることができる。すなわち、ビーズミルまたはボールミルのような粉砕機を用いて部分安定化 ZrO_2 と Al_2O_3 とをエタノール等の溶媒中で混合しスラリーを得る。次いで、このスラリーを用いて造粒する。このようにして、第 1 領域用材料を得ることができる。造粒手段は特に限定されず、たとえば、熔融造粒、または、噴霧造粒等であることが好ましい。

【0066】

なお、上記方法により得られた第 1 領域用材料は、下記 (1) または下記 (2) により強度を向上させることができる。

20

(1) 第 1 領域用材料を熱処理炉 (たとえば 1000°C 、真空中、3 時間) で焼結する。

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

【0067】

< 焼結 >

ビーズミルまたはボールミル等を用いて、得られた第 1 領域用材料と立方晶窒化硼素と必要に応じてその他の材料 (たとえば粗大なアルミニウム酸化物、第 4 材料または第 5 材料等) とを混合する。その後、得られた混合物を焼結する。たとえば、 1300°C 以上 1700°C 以下の温度および 10 MPa 以上 7 GPa 以下の圧力で 10 分間以上 60 分間以下、焼結することが好ましい。より好ましくは、 4 GPa 以上 7 GPa 以下の圧力で焼結を行う。焼結方法としては、特に限定されないが、放電プラズマ焼結 (SPS (Spark Plasma Sintering))、ホットプレスまたは超高压プレス等を用いることができる。

30

【0068】

なお、アルミニウム酸化物からなる粒子であって第 1 領域用材料に含まれる粒子は、その粒径が焼結条件により変化するという特徴を有する。しかも、同じ焼結条件であっても、第 1 領域用材料のみを焼結する場合と、第 1 領域用材料と立方晶窒化硼素とを混合して焼結する場合とでは、上記粒子 (アルミニウム酸化物からなる粒子であって第 1 領域用材料に含まれる粒子) の粒径は異なる。すなわち、第 1 領域用材料のみを焼結した場合の上記粒子の粒径と、第 1 領域用材料と立方晶窒化硼素とを混合して焼結した場合の上記粒子の粒径とを比較すると、同じ焼結条件 (温度、圧力など) を採用しても後者の粒径 (すなわち立方晶窒化硼素を含む焼結体中の上記粒子の粒径) が前者の粒径 (すなわち第 1 領域用材料のみの場合の上記粒子の粒径) に比し約 10 分の 1 程度の微細な粒径 (結晶粒径) となる。

40

【0069】

したがって、上記粒子 (アルミニウム酸化物からなる粒子であって第 1 領域用材料に含まれる粒子) の粒径 (結晶粒径) が $0.1 \mu\text{m}$ 以下となるのは、第 1 領域用材料と立方晶窒化硼素とを混合して焼結した場合に現れる特異的な現象である。つまり、第 1 領域用材料と立方晶窒化硼素とを混合して焼結することにより、微細なアルミニウム酸化物が得ら

50

れ、よって、第1領域を有する焼結体が得られることとなる。

【0070】

また、本発明者らは、第1領域用材料と立方晶窒化硼素とを混合して低温且つ高压で焼結させると、アルミニウム酸化物からなる粒子であって第1領域用材料に含まれる粒子の粒径がさらに小さくなること、および、第1領域用材料と立方晶窒化硼素とを混合して高温且つ低压で焼結させると、アルミニウム酸化物からなる粒子であって第1領域用材料に含まれる粒子の粒径が比較的大きくなることを確認している（後述の実施例参照）。これらを考慮して焼結条件を設定することが好ましい。

【0071】

また、本発明者らは、得られた焼結体のX線回析スペクトルから、得られた焼結体がZr化合物として立方晶ZrO₂または正方晶ZrO₂だけでなくZrO、ZrB₂またはZrOとZrB₂との両方を含んでいることを確認している。本発明者らは、第1領域用材料と立方晶窒化硼素とを混合して焼結することにより何らかの化学反応が起こり、その結果、ZrOおよびZrB₂が生成されたのではないかと考えている。

【0072】

〔切削工具〕

上述したように、本実施形態の焼結体は、良好な耐欠損性と良好な耐摩耗性を示す。そのため、本実施形態の焼結体を切削工具等に使用することが好適である。すなわち、本実施形態の切削工具は、本実施形態の焼結体を含むものである。

【0073】

ここで、本実施形態の切削工具としては、たとえば、ドリル、エンドミル、ドリル用刃先交換型切削チップ、エンドミル用刃先交換型切削チップ、フライス加工用刃先交換型切削チップ、旋削加工用刃先交換型切削チップ、メタルソー、歯切工具、リーマ、タップ、または、切削バイト等を挙げることができる。

【0074】

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

【0075】

また、本実施形態の焼結体の用途としては、切削工具に限定されず、たとえば摩擦攪拌工具などを挙げることができる。

【実施例】

【0076】

以下、実施例を挙げて本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0077】

〔焼結体No. 1〕

〔焼結体の作製〕

以下のようにして、焼結体No. 1を作製した。

【0078】

<原料の準備>

焼結体No. 1の原料として、55体積%の第1材料（平均粒径が2 μmのcBN粒子）と25体積%の第1領域用材料（平均粒径が0.1 μmの粒子）と15体積%の第3材料（平均粒径が0.5 μmのα-Al₂O₃からなる粒子）と焼結助剤として5体積%の金属Al（平均粒径が2.0 μmの粒子）とを準備した。なお、第1領域用材料は次に示すようにして作製されたものであった。

【0079】

<第1領域用材料の作製>

中和共沈法とは、2013年に発表された論文（J. Jpn. Soc. Powder Power Met

10

20

30

40

50

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

【0080】

まず、オキシ塩化ジルコニウム ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) と塩化アルミニウム ($AlCl_3$) と塩化イットリウム (YCl_3) とを水に加え、混合溶液 (本実施例では混合水溶液) を調製する。このとき、 ZrO_2 と Y_2O_3 とのモル比率が「 $ZrO_2 : Y_2O_3 = 98.5 : 1.5$ 」となるように、しかも Y_2O_3 を添加した ZrO_2 と Al_2O_3 とのモル比率が「(Y_2O_3 を添加した ZrO_2) : $Al_2O_3 = 75 : 25$ 」となるように、上記3種類の金属塩を混合する。

【0081】

次いで、得られた混合水溶液にアンモニア水溶液を添加し、 Zr と Y と Al とを同時中和にて共沈させる。得られた沈殿物を濾過および水洗した後、乾燥を行う。このようにして、非晶質水和ジルコニア ($75\text{ mol}\% (98.5\text{ mol}\% ZrO_2 - 1.5\text{ mol}\% Y_2O_3) - 25\text{ mol}\% Al_2O_3$) 固溶体粉体を得る。

【0082】

続いて、得られた非晶質水和ジルコニア固溶体粉体を、 700°C で空気中で9時間の条件で仮焼し (熱処理し)、更に 900°C で1時間仮焼して結晶質の ZrO_2 (Al_2O_3 、 Y_2O_3 固溶) 粉体 (第1領域用材料) を得る。

【0083】

< 焼結 >

ボールミルを用いて、準備した焼結体 No. 1 の原料を混合した。得られた混合物を Nb 製カプセルに充填し、そのカプセルを超高圧発生装置の容器内にセットした。焼結圧力 7 GPa 、焼結温度 1450°C で15分間焼結させた。このようにして、焼結体 No. 1 を得た。

【0084】

[焼結体組織の評価]

得られた焼結体 No. 1 に対して、イオンビームを用いた CP 加工を行った。これにより、焼結体 No. 1 には CP 加工面が形成された。その後、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて CP 加工面の焼結体組織を写真撮影した。このとき、加速電圧を 10 kV とし、 30000 倍の視野を写真撮影した。得られた写真 (反射電子像) を図1に示す。

【0085】

また、走査型電子顕微鏡 (SEM) に付属のエネルギー分散型 X 線分析 (EDX) により得られた反射電子像において元素を同定し、ジルコニウムとアルミニウムと酸素とが検出された領域を特定した (図2 (a) ~ (c))。反射電子像では、 Zr 化合物は濃度の薄い灰色領域となり、アルミニウム酸化物は濃度の濃い灰色領域となる。よって、ジルコニウムは黒色領域 (立方晶窒化硼素と特定) で囲まれた領域内に均一に存在し (図2 (a) に示す画像)、アルミニウムは上記黒色領域で囲まれた領域内に点在し (図2 (b) に示す画像)、酸素は上記黒色領域で囲まれた領域内に均一に存在する (図2 (c) に示す画像) ということが分かった。

【0086】

次いで、上記写真撮影された領域を、加速電圧を 2 kV として、 80000 倍の倍率で写真撮影した。得られた写真 (反射電子像) において、半径が $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以上の領域であって平均粒径が 80 nm 以下の Al_2O_3 粒子 (微細なアルミニウム酸化物) が5体積%以上50体積%以下存在する領域 (第1領域) に対して、次の解析を実施した。まず、画像解析ソフト (三谷商事株式会社製の商品名「WinROOF ver. 7.4.1」) を用いて、2値化処理により ZrO_2 と Al_2O_3 とを区別した (図3)。図3では、 ZrO_2 が濃度の薄い灰色領域となり、 Al_2O_3 が濃度の濃い灰色領域となる。上記第1領域に任意の直線 (2本以上) を引き、その直線上において上記 Al_2O_3 粒子が占める連続する距離を求め、その平均値および標準偏差を算出した。また、上記直線上において ZrO_2 が占める連続する距離を求め、その平均値および標準偏差を算出した。算出結果を表1に示す。

【 0 0 8 7 】

[高速切削試験]

得られた焼結体 No. 1 を用いて、TCGW110208、ネガランド角度 15°、ネガランド幅 0.12 mm の形状を有する切削工具を作製した。得られた切削工具に対して、以下に示す切削条件でマシニングセンタによる高速切削試験を実施した。

【 0 0 8 8 】

(切削条件)

切削速度：900 m/min.

送り速度：0.4 mm/rev.

切込み：0.3 mm

クーラント：湿式（エマルジョン 20 倍希釈）。

【 0 0 8 9 】

(マシニングセンタ)

NV5000 α1A/40（DMG 森精機株式会社製の品番）。

【 0 0 9 0 】

(被削材)

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

形状：円筒状（外径：85 mm、内径：75 mm）。

【 0 0 9 1 】

(切削試験)

4.0 km 切削後の最大逃げ面摩耗量（ μm ）を測定するとともに、0.2 mm 以上のチッピングが発生するまでの欠損寿命（km）を測定した。その結果を表 1 に示す。

【 0 0 9 2 】

[焼結体 No. 2 ~ 4]

表 1 に示すように焼結条件を変更したことを除いては焼結体 No. 1 の作製方法にしたがって、焼結体 No. 2 ~ 4 を作製した。焼結体 No. 1 の評価方法にしたがって、得られた焼結体 No. 2 ~ 4 の焼結体組織を評価し、また、得られた焼結体 No. 2 ~ 4 に対して高速切削試験を行った。その結果を表 1 に示す。

【 0 0 9 3 】

【表 1】

	焼結体 No.	焼結条件		原料の配合量(体積%)				焼結体組織						高速切削試験			
								第1領域									
		cBN		第1領域用 材料 (中和共沈)		第3 材料		焼結 助剤		微細な アルミニウム酸化物		微細なアルミニウム酸化物が 占める連続する距離				Zr化合物が 占める連続する距離	
										平均 粒径 (nm)	体積含有率 (体積%)	平均値 (μm)	標準偏差 (μm)			平均値 (μm)	標準偏差 (μm)
実施例	1	7	1450	55	25	15	5	5	28	7.5	0.03	0.03	0.06	0.07	4.0km切削時の 最大逃げ面摩耗量 (mm)	12.0	
実施例	2	7	1350	55	25	15	5	5	5	7.1	0.005	0.005	0.008	0.009	0.130	11.5	
実施例	3	7	1800	55	25	15	5	5	80	7.6	0.08	0.08	0.1	0.1	0.115	10.2	
比較例	4	6	1800	55	25	15	5	5	300	7.5	0.3	0.3	0.9	0.9	0.150	4.0	

【0094】

[焼結体No. 5]

[焼結体の作製]

第1領域用材料を以下のようにして作製したことを除いては焼結体No. 1の作製方法にしたがって、焼結体No. 5を作製した。焼結体No. 1の評価方法にしたがって、得られた焼結体No. 5の焼結体組織を評価し、また、得られた焼結体No. 5に対して高速切削試験を行った。その結果を表2に示す。

【0095】

< 第 1 領域用材料の作製 >

ゾル - ゲル法とは、2011年に発表された論文 (J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, Vol.58, No.12, P727-732) に記載されている。

【0096】

すなわち、まず、 $Zr - i - (OC_3H_7)_4$ 、 $Al(OC_3H_7)_3$ 、 $Y(OC_3H_7)_3$ を2 - プロパノール中で2時間処理した後、 NH_4OH を添加する。このとき、 ZrO_2 に対して1.5モル%の Y_2O_3 および2.5モル%の Al_2O_3 となるように、これら3種類の化合物を混合する。次いで、78℃にて24時間還流することによって、加水分解生成物を得る。続いて、この加水分解生成物を遠心分離した後、熱水で洗浄する。熱水で洗浄したものを、真空中、120℃で乾燥する。このようにして、非晶質固溶体粉体を得る。

10

【0097】

得られた非晶質固溶体粉体を、空气中で700℃で9時間の条件で仮焼し(熱処理し)、更に空气中で900℃で1時間仮焼する。このようにして、結晶質の $ZrO_2(Al_2O_3, Y_2O_3固溶)$ (第1領域用材料)を得る。

【0098】

[焼結体No. 6 ~ 8]

表2に示すように焼結条件を変更したことを除いては焼結体No. 5の作製方法にしたがって、焼結体No. 6 ~ 8を作製した。焼結体No. 1の評価方法にしたがって、得られた焼結体No. 6 ~ 8の焼結体組織を評価し、また、得られた焼結体No. 6 ~ 8に対して高速切削試験を行った。その結果を表2に示す。

20

【0099】

【表 2】

	焼結体 No.	焼結条件		原料の配合量(体積%)				焼結体組織						高速切削試験	
								第1領域							
		微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離		Zr化合物が占める連続する距離		4.0km切削時の最大逃げ面磨耗量(mm)		欠損寿命(km)							
		平均値(μm)	標準偏差(μm)	平均値(μm)	標準偏差(μm)										
		圧力 (GPa)	温度 (°C)	cBN	第1領域用材料 (ノズル-ゲル)	第3材料	焼結助剤	アルミニウム酸化物平均粒径(nm)	体積含有率(体積%)	平均値(μm)	標準偏差(μm)	平均値(μm)	標準偏差(μm)		
実施例	5	7	1450	55	25	15	5	39	7.4	0.05	0.05	0.08	0.07	0.113	12.4
実施例	6	7	1400	55	25	15	5	28	7.5	0.02	0.01	0.05	0.03	0.115	12.0
実施例	7	7	1800	55	25	15	5	76	7.8	0.08	0.08	0.1	0.1	0.102	10.2
実施例	8	7	1300	55	25	15	5	5	7.0	0.002	0.002	0.005	0.005	0.125	11.2

【0100】

[焼結体No. 9 ~ 13]

焼結体の原料の配合比率を表3に示す配合比率に変更したことを除いては焼結体No. 1の作製方法にしたがって、焼結体No. 9 ~ 13を作製した。焼結体No. 1の評価方法にしたがって、得られた焼結体No. 9 ~ 13の焼結体組織を評価し、また、得られた焼結体No. 9 ~ 13に対して高速切削試験を行った。その結果を表3に示す。

【0101】

10

20

30

40

【表 3】

	焼結体 No.	焼結条件		原料の配合量(体積%)				焼結体組織						高速切削試験		
								第1領域								
		圧力 (GPa)	温度 (℃)	cBN	第1領域用 材料 (中和共沈)		第3 材料	焼結 助剤	微細な アルミニウム酸化物		微細なアルミニウム酸化物物が 占める連続する距離		Zr化合物が 占める連続する距離			4.0km切削時の 最大逃げ面摩耗量 (mm)
					平均 粒径 (nm)	体積含有率 (体積%)			平均値 (μm)	標準偏差 (μm)	平均値 (μm)	標準偏差 (μm)				
実施例	9	7	1450	15	70	10	5	39	20	0.004	0.003	0.009	0.009	0.135	9.4	
実施例	10			20	65	10	5	36	18	0.004	0.002	0.008	0.008	0.133	9.8	
実施例	11			30	55	10	5	30	15	0.003	0.002	0.008	0.008	0.121	10.7	
実施例	12			60	25	10	5	28	7.8	0.003	0.003	0.008	0.1	0.158	12.0	
実施例	13			80	5	10	5	32	1.5	0.002	0.002	0.005	0.006	0.163	9.0	

【 0 1 0 2 】

[焼結体 No . 1 4 ~ 2 5]

第 1 領域用材料の配合比率を 2 5 体積% から 1 5 体積% に変更したこと、および、表 4 に示す第 4 材料または第 5 材料を焼結体の原料として用いたことを除いては焼結体 No . 1 の作製方法にしたがって、焼結体 No . 1 4 ~ 2 5 を作製した。焼結体 No . 1 の評価方法にしたがって、得られた焼結体 No . 1 4 ~ 2 5 の焼結体組織を評価した。その結果を表 5 に示す。

【 0 1 0 3 】

10

20

30

40

50

また、以下に示す方法にしたがって、得られた焼結体 No. 14 ~ 25 に対して高速切削試験を行った。

【0104】

〔高速切削試験〕

得られた焼結体 No. 14 ~ 25 を用いて、TCGW110208、ネガランド角度 15° 、ネガランド幅 0.12 mm の形状を有する切削工具を作製した。得られた切削工具に対して、以下に示す切削条件でマシニングセンタによる高速切削試験を実施した。

【0105】

（切削条件）

切削速度：600 m/min .

10

送り速度：0.3 mm/rev .

切込み：0.2 mm

クーラント：湿式（エマルジョン 20 倍希釈）。

【0106】

（マシニングセンタ）

NV5000 α 1A/40（DMG 森精機株式会社製の品番）。

【0107】

（被削材）

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

20

形状：円筒状（外径：80 mm、内径：70 mm）。

【0108】

（切削試験）

7.0 km 切削後の最大逃げ面摩耗量（ μm ）を測定するとともに、0.2 mm 以上のチッピングが発生するまでの欠損寿命（km）を測定した。その結果を表 5 に示す。

【0109】

【表 4】

	焼結体 No.	焼結条件		原料の配合量 (体積%)														焼結 助剤	
				第1領域用 材料 (中和共沈)	第3 材料	第4材料				第5材料									
		cBN	Y ₂ O ₃			CeO	MgO	HfO	AlCrN	TiCrN	ZrC	ZrN	TiC	TiN	Si ₃ N ₄				
実施例	14	7	1450	55	15	15	10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5	
	15			55	15	15	-	5	5	-	-	-	-	-	-	-	-	5	
	16			55	15	15	15	-	-	-	10	-	-	-	-	-	-	5	
	17			55	15	15	15	-	-	-	-	10	-	-	-	-	-	5	
	18			55	15	15	15	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-	5	
	19			55	15	15	15	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-	5	
	20			55	15	15	15	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	5	
	21			55	15	15	15	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	5	
	22			55	15	15	15	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	5
	23			55	15	15	15	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5
実施例	24			55	15	15	2	-	-	-	8	-	-	-	-	-	5		
25	55			15	15	2	-	-	-	-	-	-	8	-	-	5			

【 0 1 1 0 】

10

20

30

40

【表 5】

	焼 結 体 No.	焼結体組織						高速切削試験	
		第 1 領域							
		微細な アルミニウム酸化物		微細なアルミニウム酸化物が 占める連続する距離		Zr化合物が 占める連続する距離			
		平均 粒径 (nm)	体積含有率 (体積%)	平均値 (μ m)	標準偏差 (μ m)	平均値 (μ m)	標準偏差 (μ m)	7.0km切削時の 最大逃げ面摩耗量 (mm)	欠損寿命 (km)
実施例	14	34	4.2	0.02	0.02	0.05	0.06	0.153	13.1
実施例	15	38	4.0	0.02	0.02	0.07	0.08	0.164	13.7
実施例	16	30	4.0	0.03	0.02	0.06	0.07	0.162	12.9
実施例	17	35	4.5	0.03	0.02	0.04	0.05	0.135	15.0
実施例	18	29	4.8	0.03	0.03	0.06	0.05	0.145	14.6
実施例	19	36	3.8	0.02	0.02	0.06	0.06	0.147	13.4
実施例	20	32	4.7	0.03	0.02	0.04	0.05	0.172	12.4
実施例	21	32	4.8	0.05	0.06	0.06	0.06	0.178	13.5
実施例	22	28	4.7	0.03	0.03	0.07	0.07	0.166	13.1
実施例	23	31	3.6	0.02	0.02	0.05	0.06	0.180	11.8
実施例	24	40	4.5	0.03	0.02	0.08	0.10	0.141	14.8
実施例	25	39	4.6	0.03	0.03	0.08	0.07	0.157	13.8

【0111】

[考察]

< 焼結体 No. 1 ~ 4 >

焼結体 No. 4 では、焼結体 No. 1 ~ 3 に比べて、4.0 km 切削後の最大逃げ面摩耗量 (μ m) が大きく、欠損寿命 (km) が短かった。このことから、第 1 領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値が 0.08 μ m 以下であり、且つ、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差が 0.1 μ m 以下であれば、切削工具において良好な耐欠損性と良好な耐摩耗性とを両立できることが分かった。

【0112】

また、焼結体 No. 1 では、焼結体 No. 2 ~ 3 に比べて、欠損寿命 (km) がさらに長かった。このことから、第 1 領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値が 0.01 μ m 以上 0.05 μ m 以下であり、且つ、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差が 0.01 μ m 以上 0.05 μ m 以下であれば、切削工具の耐欠損性がより良好となることが分かった。

10

20

30

40

50

【 0 1 1 3 】

< 焼結体 No . 5 ~ 8 >

焼結体 No . 5 ~ 8 では、4 . 0 k m 切削後の最大逃げ面摩耗量 (μm) および欠損寿命 (k m) とともに、焼結体 No . 1 ~ 3 と同様の傾向を示した。このことから、第 1 領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値が 0 . 0 8 μm 以下であり、且つ、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差が 0 . 1 μm 以下であれば、第 1 領域用材料の作製方法に関係なく、切削工具において良好な耐欠損性と良好な耐摩耗性とを両立できることが分かった。

【 0 1 1 4 】

また、焼結体 No . 5 ~ 6 では、焼結体 No . 7 ~ 8 に比べて、欠損寿命 (k m) がさらに長かった。この結果によっても、第 1 領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値が 0 . 0 1 μm 以上 0 . 0 5 μm 以下であり、且つ、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差が 0 . 0 1 μm 以上 0 . 0 5 μm 以下であれば、切削工具の耐欠損性がより良好となることが分かった。

【 0 1 1 5 】

< 焼結体 No . 9 ~ 1 3 >

焼結体 No . 9 ~ 1 3 では、4 . 0 k m 切削後の最大逃げ面摩耗量 (μm) および欠損寿命 (k m) とともに、焼結体 No . 1 ~ 3 と同様の傾向を示した。このことから、第 1 領域における任意の直線上において、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の平均値が 0 . 0 8 μm 以下であり、且つ、微細なアルミニウム酸化物が占める連続する距離の標準偏差が 0 . 1 μm 以下であれば、立方晶窒化硼素の配合量または第 1 領域用材料の配合量にそれほど依存することなく、切削工具において良好な耐欠損性と良好な耐摩耗性とを両立できることが分かった。

【 0 1 1 6 】

また、焼結体 No . 1 1 ~ 1 2 では、焼結体 No . 9、1 0 および 1 3 に比べて、欠損寿命 (k m) がさらに長かった。このことから、焼結体における立方晶窒化硼素の含有体積率が 3 0 体積 % 以上 6 0 体積 % 以下であれば、切削工具の耐欠損性がより良好となることが分かった。

【 0 1 1 7 】

< 焼結体 No . 1 4 ~ 2 5 >

焼結体 No . 1 4 ~ 2 5 では、7 . 0 k m 切削後の最大逃げ面摩耗量 (μm) は焼結体 No . 1 ~ 3 よりも若干大きな値を示したが、欠損寿命 (k m) は焼結体 No . 1 ~ 3 よりも長かった。これらのことから、焼結体が第 4 材料または第 5 材料をさらに有していれば、切削工具の耐摩耗性を高めることができ、また、切削工具の耐欠損性を非常に高めることができることが分かった。

【 0 1 1 8 】

今回開示された実施の形態はすべての点で例示であって、制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した実施の形態ではなく請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味、および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

10

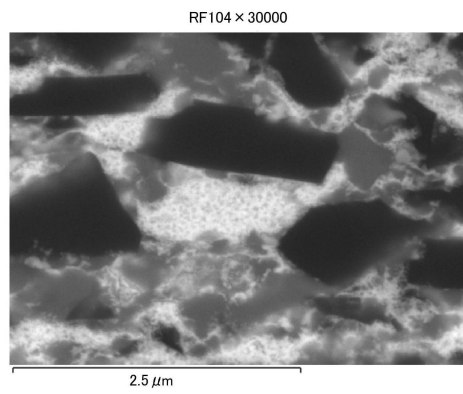
20

30

40

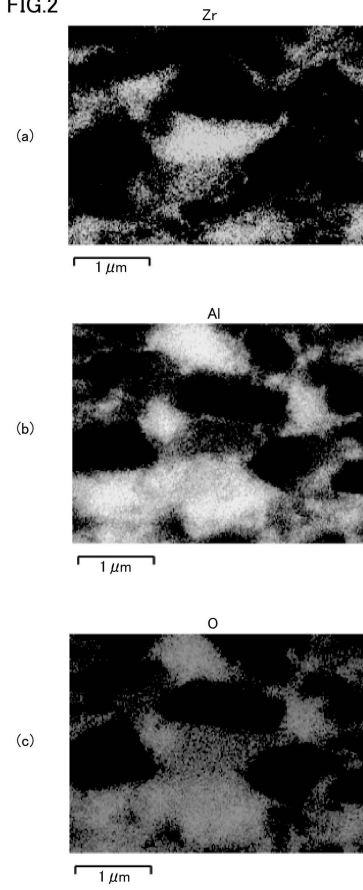
【図 1】

FIG.1



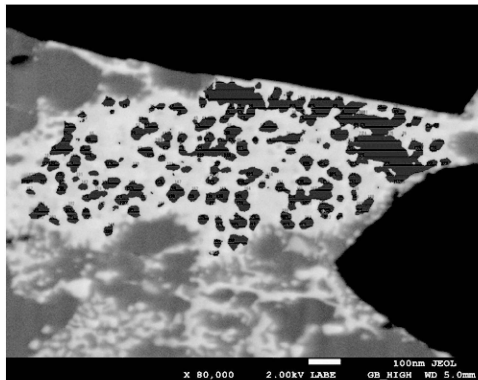
【図 2】

FIG.2



【図 3】

FIG.3



フロントページの続き

(72)発明者 久木野 暁

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内

審査官 小川 武

(56)参考文献 国際公開第2008/087940(WO, A1)

国際公開第2011/059020(WO, A1)

国際公開第2012/029440(WO, A1)

国際公開第2012/057184(WO, A1)

特開昭64-065073(JP, A)

J. Angseryd, M. Elfving, E. Olsson and H.-O. Andren, Detailed microstructure of a cBN based cutting tool material, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Elsevier, 2009年 3月, Volume 27, Issue 2, Pages 249-255

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C04B 35/00 - 35/84

B23B 27/14