

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B1)

(11)特許番号
特許第7367905号
(P7367905)

(45)発行日 令和5年10月24日(2023.10.24)

(24)登録日 令和5年10月16日(2023.10.16)

(51)国際特許分類

F I

C 2 2 C 29/08 (2006.01)

C 2 2 C 29/08

B 2 3 B 27/14 (2006.01)

B 2 3 B 27/14 B

C 2 2 C 1/051 (2023.01)

C 2 2 C 1/051 G

請求項の数 3 (全21頁)

(21)出願番号	特願2022-550915(P2022-550915)	(73)特許権者	503212652
(86)(22)出願日	令和4年3月29日(2022.3.29)		住友電工ハードメタル株式会社
(86)国際出願番号	PCT/JP2022/015577		兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号
審査請求日	令和5年4月3日(2023.4.3)	(74)代理人	110001195
早期審査対象出願			弁理士法人深見特許事務所
		(72)発明者	石田 友幸
			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	田中 佑樹
			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	広瀬 和弘
			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
		審査官	岡田 隆介

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 超硬合金

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

硬質相と結合相とからなる超硬合金であって、
前記硬質相は、炭化タングステンを主成分として含み、
前記結合相は、コバルトを主成分として含み、
前記硬質相において、面積基準での90%累積粒径D90に対する、面積基準での10%累積粒径D10の割合D10／D90は、0.30以上であり、
前記結合相において、面積基準での90%累積粒径D90に対する、面積基準での10%累積粒径D10の割合D10／D90は、0.23以上であり、
前記結合相の平均粒径は、0.25μm以上0.50μm以下であり、
前記硬質相の平均粒径は、0.30μm以上0.60μm以下である、超硬合金。

【請求項2】

クロムの含有率とバナジウムの含有率とは合計で0.6質量%以上2.1質量%以下であり、
クロムの含有率は、0.4質量%以上1.5質量%以下であり、
バナジウムの含有率は、0質量%以上0.6質量%以下である、請求項1に記載の超硬合金。

【請求項3】

前記超硬合金の断面に対しエネルギー分散型X線分析装置で元素マッピングを実行することにより得られた画像に設定された42.3μm×29.6μmの矩形の測定視野にお

いて、第1バナジウム含有粒子および第1クロム含有粒子の合計個数は2個以下であり、
前記第1バナジウム含有粒子の粒径は、1 μm 以上であり、
前記第1クロム含有粒子の粒径は、1 μm 以上である、請求項1または請求項2に記載
の超硬合金。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、超硬合金に関する。

【背景技術】

【0002】

従来から、炭化タングステン(WC)の硬質相と、コバルト(Co)の結合相とを備え
る超硬合金は、切削工具の素材として用いられている(特許文献1から特許文献4)。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【文献】特開2009-24214号公報

特開2013-60666号公報

国際公開第2018/180911号

特開2021-134364号公報

【発明の概要】

【0004】

本開示の超硬合金は、硬質相と結合相とからなる超硬合金であって、
該硬質相は、炭化タングステンを主成分として含み、
該結合相は、コバルトを主成分として含み、
該硬質相において、面積基準での90%累積粒径D90に対する、面積基準での10%
累積粒径D10の割合D10/D90は、0.30以上であり、
該結合相において、面積基準での90%累積粒径D90に対する、面積基準での10%
累積粒径D10の割合D10/D90は、0.23以上であり、
該結合相の平均粒径は、0.25 μm 以上0.50 μm 以下であり、
該硬質相の平均粒径は、0.30 μm 以上0.60 μm 以下である。

【図面の簡単な説明】

【0005】

【図1】図1は、本実施形態の超硬合金の走査型電子顕微鏡撮影画像に対して二値化処理
を行って得られた画像を示す写真代用図である。

【発明を実施するための形態】

【0006】

【本開示が解決しようとする課題】

従来から、超硬合金において、結合相を均一に分散させることや、硬質相や結合相の粒
度分布を調整することによって、超硬合金の硬度、靱性、耐摩耗性、耐塑性変形性、耐欠
損性を高められることが知られていた(例えば、特許文献1から特許文献4)。しかしな
がら、単に結合相を均一に分散させることや、単に硬質相や結合相の粒度分布を調整する
ことのみでは、特にチタン系難削材の断続加工において、溶着欠損を生じやすい場合があ
った。よって、工具材料として用いた場合に、チタン系難削材の断続加工においても長い
工具寿命を有する切削工具を提供することのできる超硬合金が求められている。

【0007】

【本開示の効果】

本開示の超硬合金によれば、チタン系難削材の断続加工においても、長い工具寿命を有
する切削工具を提供することが可能となる。

【0008】

【本開示の実施形態の説明】

最初に本開示の実施態様を列記して説明する。

(1) 本開示の超硬合金は、硬質相と結合相とからなる超硬合金であって、

該硬質相は、炭化タングステンを主成分として含み、

該結合相は、コバルトを主成分として含み、

該硬質相において、面積基準での90%累積粒径D90に対する、面積基準での10%累積粒径D10の割合 $D10/D90$ は、0.30以上であり、

該結合相において、面積基準での90%累積粒径D90に対する、面積基準での10%累積粒径D10の割合 $D10/D90$ は、0.23以上であり、

該結合相の平均粒径は、0.25 μm 以上0.50 μm 以下であり、

該硬質相の平均粒径は、0.30 μm 以上0.60 μm 以下である。

10

【0009】

本開示の超硬合金によれば、チタン系難削材の断続加工においても、長い工具寿命を有する切削工具を提供することが可能となる。

【0010】

(2) クロムの含有率とバナジウムの含有率とは合計で0.6質量%以上2.1質量%以下であり、クロムの含有率は、0.4質量%以上1.5質量%以下であり、バナジウムの含有率は、0質量%以上0.6質量%以下であることが好ましい。これによって、超硬合金における粒成長を効果的に抑制しながら粗大な析出粒子の発生を抑制できる為、より長い工具寿命を有することができる。

20

【0011】

(3) 該超硬合金の断面に対しエネルギー分散型X線分析装置で元素マッピングを実行することにより得られた画像に設定された42.3 μm ×29.6 μm の矩形の測定視野において、第1バナジウム含有粒子および第1クロム含有粒子の合計個数は2個以下であり、

該第1バナジウム含有粒子の粒径は、1 μm 以上であり、

該第1クロム含有粒子の粒径は、1 μm 以上であることが好ましい。これによって、析出した該第1バナジウム含有粒子および該第1クロム含有粒子を起点とする超硬合金の破壊を抑制できる為、より長い工具寿命を有することができる。

【0012】

〔本開示の実施形態の詳細〕

30

本開示の一実施形態（以下、「本実施形態」とも記す。）の切削工具の具体例を、以下に図面を参照しつつ説明する。本開示の図面において、同一の参照符号は、同一部分または相当部分を表すものである。また、長さ、幅、厚さ、深さなどの寸法関係は図面の明瞭化と簡略化のために適宜変更されており、必ずしも実際の寸法関係を表すものではない。

【0013】

本明細書において「A～B」という形式の表記は、範囲の上限下限（すなわちA以上B以下）を意味し、Aにおいて単位の記載がなく、Bにおいてのみ単位が記載されている場合、Aの単位とBの単位とは同じである。

【0014】

本明細書において化合物などを化学式で表す場合、原子比を特に限定しないときは従来公知のあらゆる原子比を含むものとし、必ずしも化学量論的範囲のもののみに限定されるべきではない。たとえば「WC」と記載されている場合、WCを構成する原子数の比には、従来公知のあらゆる原子比が含まれる。

40

【0015】

〔実施形態1：超硬合金〕

本開示の一実施形態（以下、「本実施形態」とも記す。）は、硬質相と結合相とからなる超硬合金であって、

該硬質相は、炭化タングステンを主成分として含み、

該結合相は、コバルトを主成分として含み、

該硬質相において、面積基準での90%累積粒径D90に対する、面積基準での10%

50

累積粒径 D_{10} の割合 D_{10}/D_{90} は、 0.30 以上であり、

該結合相において、面積基準での 90% 累積粒径 D_{90} に対する、面積基準での 10% 累積粒径 D_{10} の割合 D_{10}/D_{90} は、 0.23 以上であり、

該結合相の平均粒径は、 $0.25\ \mu\text{m}$ 以上 $0.50\ \mu\text{m}$ 以下であり、

該硬質相の平均粒径は、 $0.30\ \mu\text{m}$ 以上 $0.60\ \mu\text{m}$ 以下である。

【0016】

本開示の超硬合金によれば、チタン系難削材の断続加工においても、長い工具寿命を有する切削工具を提供することが可能となる。その理由は、以下の通りと推察される。

【0017】

(a) 上記硬質相において、面積基準での 90% 累積粒径 D_{90} に対する、面積基準での 10% 累積粒径 D_{10} の割合 D_{10}/D_{90} は、 0.30 以上である為、硬質相を構成する結晶粒の粒径の差異を小さく抑えることができる。その為、超硬合金中において、硬質相を均一に分散させることができる。

【0018】

(b) また、上記硬質相の平均粒径は、 $0.30\ \mu\text{m}$ 以上 $0.60\ \mu\text{m}$ 以下である為、上記硬質相は全体として微細である。その為、上記 (a) と相俟って、超硬合金において、上記硬質相を微細とし、且つ均一に分散させることができる。これにより、工具使用時における超硬合金からの部分的な硬質相の脱落が抑制され、突発的に発生する超硬合金の損傷が抑制される為、切削工具は優れた耐欠損性を有することができる。

【0019】

(c) 更に、上記結合相において、面積基準での 90% 累積粒径 D_{90} に対する、面積基準での 10% 累積粒径 D_{10} の割合 D_{10}/D_{90} は、 0.23 以上である為、結合相を構成する結晶粒の粒径の差異を小さく抑えることができる。その為、超硬合金中において、結合相を均一に分散させることができる。

【0020】

(d) また、上記結合相の平均粒径は、 $0.25\ \mu\text{m}$ 以上 $0.50\ \mu\text{m}$ 以下である為、上記結合相は全体として微細である。その為、上記 (c) と相俟って、超硬合金において、上記結合相を微細とし、且つ均一に分散させることができる。これにより、工具使用時における超硬合金への被削材の溶着が抑制され、切削工具は優れた耐溶着性を有することができる。また、結合相が微細かつ粒径の差異が小さいため、工具使用時における粗大粒子の存在に起因する損傷の発生が抑制され、工具は優れた耐欠損性を有することができる。

【0021】

すなわち、本実施形態に係る本開示の超硬合金において、硬質相および結合相が微細であり、且つ硬質相および結合相が均一に分散していることに起因して、優れた耐溶着性と優れた耐欠損性とを兼備することができる。よって、本開示の超硬合金によれば、チタン系難削材の断続加工においても、長い工具寿命を有する切削工具を提供することが可能となる。

【0022】

<超硬合金の組成>

本実施形態の超硬合金は、硬質相と結合相とからなる。すなわち、超硬合金の硬質相と結合相の合計含有率は、 100 質量%である。本明細書において、「超硬合金は、硬質相と結合相とからなる」とは、本開示の効果を示す限り、超硬合金が、硬質相と結合相に加えて、不可避不純物を含むことができることを意味する。該不可避不純物としては、例えば、鉄、モリブデン、硫黄が挙げられる。超硬合金の不可避不純物の含有率（不純物が2種類以上の場合、これらの含有率の合計）は、 0 質量%以上 0.1 質量%未満が好ましい。超硬合金の不可避不純物の含有率は、ICP (Inductively Coupled Plasma) 発光分析（測定装置：島津製作所「ICPS-8100」（商標））により測定される。

【0023】

本実施形態の超硬合金の硬質相の含有率の下限は、 84 質量%以上、 85 質量%以上、

86質量%以上が好ましい。本実施形態の超硬合金の硬質相の含有率の上限は、92質量%以下、91質量%以下、90質量%以下が好ましい。本実施形態の超硬合金の硬質相の含有率は、84質量%以上92質量%以下、85質量%以上91質量%以下、86質量%以上90質量%以下が好ましい。

【0024】

本実施形態の超硬合金の結合相の含有率の下限は、8質量%以上、9質量%以上、10質量%以上が好ましい。本実施形態の超硬合金の結合相の含有率の上限は、16質量%以下、15質量%以下、14質量%以下が好ましい。本実施形態の超硬合金の結合相の含有率は、8質量%以上16質量%以下、9質量%以上15質量%以下、10質量%以上14質量%以下が好ましい。

【0025】

本実施形態の超硬合金は、84質量%以上92質量%以下の硬質相と、8質量%以上16質量%以下の結合相とからなることが好ましい。本実施形態の超硬合金は、85質量%以上91質量%以下の硬質相と、9質量%以上15質量%以下の結合相とからなることが好ましい。本実施形態の超硬合金は、86質量%以上90質量%以下の硬質相と、10質量%以上14質量%以下の結合相とからなることが好ましい。

【0026】

超硬合金の硬質相及び結合相のそれぞれの含有率は、ICP発光分析（測定装置：島津製作所「ICPS-8100」（商標））により測定される。

【0027】

《硬質相》

本実施形態の硬質相は、炭化タングステンを主成分として含む。ここで、「炭化タングステンを主成分として含む」とは、本開示の効果を示す限りにおいて、硬質相が炭化タングステン以外の成分を含み得ることを意味する。硬質相が炭化タングステン以外の成分を含む場合、硬質相は、炭化タングステンを80質量%以上含んでも良い。硬質相は、炭化タングステンを85質量%以上、90質量%以上、あるいは95質量%以上含んでも良い。なお、硬質相中の炭化タングステンの含有率は、ICP発光分光分析法（測定装置：島津製作所「ICPS-8100」（商標））により測定したタングステン（W）含有率を用いて、炭化タングステン（WC）含有率に換算することにより求められる。

【0028】

上記硬質相は、炭化タングステン以外にも、本開示の効果を示す限りにおいて、Ti、Cr、V、Mo、Ta、Nb、Zrからなる群より選択される少なくとも一種の元素の炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物、WCの製造過程で混入する不可避不純物元素及び微量の不純物元素等を含むことができる。これらの不純物元素としては、例えば、モリブデン（Mo）及びクロム（Cr）が挙げられる。該硬質相中の不純物元素の含有率（不純物元素が2種類以上の場合、合計含有率）は、0.1質量%未満であることが好ましい。該硬質相中の不純物元素の含有率は、ICP発光分析（測定装置：島津製作所製「ICPS-8100」（商標））により測定される。なお、Ti、Cr、V、Mo、Ta、Nb、Zrからなる群より選択される少なくとも一種の元素の炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物、WCの製造過程で混入する不可避不純物元素及び微量の不純物元素等が硬質相中に含まれることは、超硬合金の断面に対しエネルギー分散型X線分析装置（EDS）で元素マッピングを実行することにより特定できる。

【0029】

<90%累積粒径D90に対する、10%累積粒径D10の割合D10/D90（硬質相）>

上記硬質相において、面積基準での90%累積粒径D90に対する、面積基準での10%累積粒径D10の割合D10/D90は、0.30以上である。これによって、超硬合金中において、硬質相を均一に分散させることができる。上記硬質相において、D10/D90の下限は、0.31以上であることが好ましく、0.32以上であることがより好ましい。また、上記硬質相において、D10/D90の上限は、0.50以下であること

10

20

30

40

50

が好ましく、0.45以下であることがより好ましく、0.40以下であることが更に好ましい。また、上記硬質相において、 D_{10}/D_{90} は、0.31以上0.50以下であることが好ましく、0.31以上0.45以下であることがより好ましく、0.32以上0.40以下であることが更に好ましい。

【0030】

なお、上記硬質相において、 D_{10}/D_{90} は、下記(A1)～(E1)の手順で測定される。

【0031】

(A1) 超硬合金の任意の表面又は任意の断面を鏡面加工する。鏡面加工の方法としては、例えば、ダイヤモンドペーストで研磨する方法、集束イオンビーム装置(FIB装置)を用いる方法、クロスセクションポリッシャー装置(CP装置)を用いる方法、及びこれらを組み合わせる方法等が挙げられる。

【0032】

(B1) 超硬合金の加工面を走査型電子顕微鏡(株式会社日立ハイテクノロジーズ製「S-3400N」)で撮影する。該撮影画像を3枚準備する。3枚の画像の撮影領域はそれぞれ異なる。撮影箇所は任意に設定することができる。条件は、観察倍率3000倍、加速電圧10kV、反射電子像とする。

【0033】

(C1) 上記(B1)で得られた3枚の反射電子像を画像解析ソフトウェア(ImageJ、version 1.51j8: <https://imagej.nih.gov/ij/>)でコンピュータに取り込み、二値化処理を行う。二値化処理は、画像を取り込んだのちに、コンピュータ画面上の「Make Binary」との表示を押すことにより、上記画像解析ソフトウェアに予め設定された条件で実行される。更に、ノイズを除去するため、Despeckleを1回実施した後、Watershedを実施することで結晶粒の粒界も上記画像解析ソフトウェアに予め設定された条件で判別される。Analyze Particleで $0.002\mu\text{m}^2$ 以上の粒子を測定する。なお、二値化処理における閾値の設定は手動調整も可能であるが、本手順では手動調整は採用しない。本手順では上記の通り、「Make Binary」との表示を押すことにより二値化処理が実行される。

【0034】

二値化処理後の画像において、硬質相と、結合相とは、色の濃淡で識別できる。例えば、二値化処理後の画像において、硬質相は黒色領域で示され、結合相は白色領域で示される。上記反射電子像に対して上記画像解析ソフトウェア(ImageJ)により二値化処理を行って得られた画像を図1に示す。

【0035】

(D1) 3枚の二値化処理後の各画像中に縦960pixel×幅1280pixelの矩形の測定視野を設定する。上記画像解析ソフトウェアを用いて、3つの測定視野中の全ての硬質相(黒色領域)のそれぞれについて、円相当径(Heywood径: 等面積円相当径)を測定する。

【0036】

(E1) 3つの測定視野中の全ての硬質相に対して、面積基準での10%累積粒径(円相当径) D_{10} 、および90%累積粒径(円相当径) D_{90} を算出する。次いで、該 D_{10} を該 D_{90} で除することにより、 D_{10}/D_{90} (硬質相)を求める。

【0037】

出願人が測定した限りでは、同一の試料において測定する限りにおいては、上記測定を、測定視野の選択個所を変更して複数回行っても、測定結果のばらつきは少なく、任意に測定視野を設定しても恣意的にはならないことが確認された。

【0038】

<硬質相の平均粒径>

上記硬質相の平均粒径は、 $0.30\mu\text{m}$ 以上 $0.60\mu\text{m}$ 以下である。これによって、

10

20

30

40

50

超硬合金中において全体として硬質相を微細にすることができる。上記硬質相の平均粒径の下限は、 $0.35\text{ }\mu\text{m}$ 以上であることが好ましく、 $0.40\text{ }\mu\text{m}$ 以上であることがより好ましい。また、上記硬質相の平均粒径の上限は、 $0.55\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $0.50\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましい。また、上記硬質相の平均粒径は、 $0.35\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.55\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $0.40\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.50\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが更に好ましい。

【0039】

なお、上記硬質相の平均粒径は、下記（A2）～（B2）の手順で測定される。

【0040】

（A2）上記の D_{10}/D_{90} （硬質相）の測定方法の（A1）～（D1）の手順に従い、3つの測定視野中の全ての硬質相（黒色領域）のそれぞれについて、円相当径（Heywood径：等面積円相当径）を測定する。

【0041】

（B2）3つの測定視野中の全ての硬質相に対して、面積基準での50%累積粒径（円相当径） D_{50} を算出する。該 D_{50} は、硬質相の平均粒径に該当する。

【0042】

出願人が測定した限りでは、同一の試料において測定する限りにおいては、上記測定を、測定視野の選択個所を変更して複数回行っても、測定結果のばらつきは少なく、任意に測定視野を設定しても恣意的にはならないことが確認された。

【0043】

《結合相》

本実施形態の結合相は、コバルトを主成分として含む。ここで、「コバルトを主成分として含む」とは、結合相中のコバルトの含有率80質量%以上100質量%以下であることを意味する。なお、結合相中のコバルトの含有率は、ICP分析することにより求められる。

【0044】

上記結合相は、コバルトに加えて、鉄（Fe）、ニッケル（Ni）、合金中の溶解物（クロム（Cr）、タングステン（W）、バナジウム（V）等）を含むことができる。該結合相は、コバルトと、鉄、ニッケル、クロム、タングステン及びバナジウムからなる群より選ばれる少なくとも1種と、からなることができる。該結合相は、コバルトと、鉄、ニッケル、クロム、タングステン及びバナジウムからなる群より選ばれる少なくとも1種と、不可避不純物と、からなることができる。該不可避不純物としては、例えば、マンガン（Mn）、マグネシウム（Mg）、カルシウム（Ca）、モリブデン（Mo）、硫黄（S）、チタン（Ti）、アルミニウム（Al）などが挙げられる。なお、鉄（Fe）、ニッケル（Ni）、合金中の溶解物（クロム（Cr）、タングステン（W）、バナジウム（V）等）、不可避不純物が結合相中に含まれることは、超硬合金の断面に対しエネルギー分散型X線分析装置（EDS）で元素マッピングを実行することにより特定できる。

【0045】

<90%累積粒径 D_{90} に対する、10%累積粒径 D_{10} の割合 D_{10}/D_{90} （結合相）>

上記結合相において、面積基準での90%累積粒径 D_{90} に対する、面積基準での10%累積粒径 D_{10} の割合 D_{10}/D_{90} は、0.23以上である。これによって、超硬合金中において、結合相を均一に分散させることができる。上記結合相において、 D_{10}/D_{90} は、0.24以上であることが好ましく、0.25以上であることがより好ましい。また、上記結合相において、 D_{10}/D_{90} は、0.5以下であることが好ましく、0.45以下であることがより好ましく、0.4以下であることが更に好ましい。また、上記結合相において、 D_{10}/D_{90} は、0.23以上0.5以下であることが好ましく、0.24以上0.45以下であることがより好ましく、0.25以上0.4以下であることが更に好ましい。

【0046】

なお、上記結合相において、 D_{10}/D_{90} は、下記（A3）～（C3）の手順で測定される。

【0047】

（A3）硬質相の D_{10}/D_{90} の測定方法に記載の（A1）～（C1）と同一の手順で超硬合金の断面の二値化処理後の画像を得る。

【0048】

（B3）得られた3枚の二値化処理後の各画像中に縦960 pixel×幅1280 pixelの矩形の測定視野を設定する。上記画像解析ソフトウェアを用いて、3つの測定視野中の全ての結合相（白色領域）のそれぞれについて、円相当径（Heywood径：等面積円相当径）を測定する。

10

【0049】

（C3）3つの測定視野中の全ての結合相に対して、10%累積粒径（円相当径） D_{10} 、および90%累積粒径（円相当径） D_{90} を算出する。次いで、該 D_{10} を該 D_{90} で除することにより、 D_{10}/D_{90} （結合相）を求める。

【0050】

出願人が測定した限りでは、同一の試料において測定する限りにおいては、上記測定を、測定視野の選択個所を変更して複数回行っても、測定結果のばらつきは少なく、任意に測定視野を設定しても恣意的にはならないことが確認された。

【0051】

＜結合相の平均粒径＞

20

上記結合相の平均粒径は、 $0.25\mu\text{m}$ 以上 $0.50\mu\text{m}$ 以下である。これによって、超硬合金中において全体として結合相を微細にすることができる。上記結合相の平均粒径は、 $0.23\mu\text{m}$ 以上であることが好ましく、 $0.25\mu\text{m}$ 以上であることがより好ましい。また、上記結合相の平均粒径は、 $0.47\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $0.45\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましい。上記結合相の平均粒径は、 $0.23\mu\text{m}$ 以上 $0.47\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $0.25\mu\text{m}$ 以上 $0.45\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましい。

【0052】

なお、上記結合相の平均粒径は、下記（A4）～（B4）の手順で測定される。

【0053】

30

（A4）上記の D_{10}/D_{90} （結合相）の測定方法の（A3）～（B3）の手順に従い、3つの測定視野中の全ての識別相（白色領域）のそれぞれについて、円相当径（Heywood径：等面積円相当径）を測定する。

【0054】

（B4）3つの測定視野中の全ての結合相に対して、面積基準での50%累積粒径（円相当径） D_{50} を算出する。該 D_{50} は、結合相の平均粒径に該当する。

【0055】

出願人が測定した限りでは、同一の試料において測定する限りにおいては、上記測定を、測定視野の選択個所を変更して複数回行っても、測定結果のばらつきは少なく、任意に測定視野を設定しても恣意的にはならないことが確認された。

40

【0056】

＜クロムの含有率およびバナジウムの含有率＞

クロムの含有率とバナジウムの含有率とは合計で0.6質量%以上2.1質量%以下であることが好ましい。なお、ここで、クロムの含有率とバナジウムの含有率とは合計で0.6質量%以上2.1質量%以下である限りにおいて、クロムの含有率とバナジウムの含有率との比率は問わない。クロムの含有率とバナジウムの含有率とは合計で0.8質量%以上1.9質量%以下であることがより好ましく、1.0質量%以上1.7質量%以下であることが更に好ましい。

＜クロムの含有率＞

本実施形態の超硬合金のクロムの含有率は、0.4質量%以上1.5質量%以下である

50

ことが好ましい。クロムは炭化タングステン粒子の粒成長抑制作用を有する。クロムの含有率が前記の範囲であると、粗大粒の発生を効果的に抑制でき、超硬合金の耐溶着性と耐欠損性とを更に向上することができる。クロムの含有率は、0.4質量%以上であることが好ましく、0.5質量%以上であることがより好ましく、0.6質量%以上であることが更に好ましい。また、クロムの含有率は、1.5質量%以下であることが好ましく、1.4質量%以下であることがより好ましく1.3質量%以下であることが更に好ましい。また、クロムの含有率は、0.5質量%以上1.4質量%以下であることがより好ましく、0.6質量%以上1.3質量%以下であることが更に好ましい。なお、上記クロムは、結合相中に固溶体として存在し得る。また、 Cr_3C_2 として析出し、硬質相として存在し得る。上記クロムは、結合相中に固溶体として存在することが好ましい。

10

【0057】

超硬合金のクロム含有率は、ICP発光分光分析法により測定される。

【0058】

＜バナジウムの含有率＞

バナジウムの含有率は、0質量%以上0.6質量%以下であることが好ましい。バナジウムは炭化タングステン粒子の粒成長抑制作用を有する。バナジウムの含有率が前記の範囲であると粗大粒の発生を効果的に抑制でき、超硬合金の耐溶着性と耐欠損性とを更に向上することができる。バナジウムの含有率は、0.1質量%以上であることが好ましく、0.2質量%以上であることがより好ましい。また、バナジウムの含有率は、0.55質量%以下であることが好ましく、0.5質量%以下であることがより好ましい。また、バナジウムの含有率は、0.1質量%以上0.55質量%以下であることがより好ましく、0.2質量%以上0.5質量%以下であることが更に好ましい。なお、上記バナジウムは、結合相中に固溶体として存在し得る。またVCとして析出し、硬質相として存在し得る。上記バナジウムは、結合相中に固溶体として存在することが好ましい。

20

【0059】

超硬合金のバナジウムの含有率は、ICP発光分光分析法により測定される。

【0060】

＜第1バナジウム含有粒子の第1クロム含有粒子の粒子数＞

本開示の超硬合金の断面に対しエネルギー分散型X線分析装置で元素マッピングを実行することにより得られた画像に設定された $42.3\mu\text{m} \times 29.6\mu\text{m}$ の矩形の測定視野において、第1バナジウム含有粒子および第1クロム含有粒子の合計個数は2個以下であり、該第1バナジウム含有粒子の粒径は、 $1\mu\text{m}$ 以上であり、該第1クロム含有粒子の粒径は、 $1\mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。

30

該第1バナジウム含有粒子は、超硬合金中の硬質相として存在する。第1バナジウム含有粒子は、主にバナジウムと炭素からなり、更に不純物を含むことができる。該不純物としては、W、Ti、Mo、Ta、Nb、Cr、N、Oが挙げられる。第1バナジウム含有粒子の不純物の含有率は30質量%以下とすることができる。該不純物の含有率はICP発光分光分析法により測定される。

【0061】

該第1クロム含有粒子は、超硬合金中の硬質相として存在する。第1クロム含有粒子は、主にクロムと炭素からなり、更に不純物を含むことができる。該不純物としては、W、Ti、Mo、Ta、Nb、V、N、Oが挙げられる。第1クロム含有粒子の不純物の含有率は30質量%以下とすることができる。該不純物の含有率はICP発光分光分析法により測定される。

40

【0062】

本開示の超硬合金の断面に対しエネルギー分散型X線分析装置で元素マッピングを実行することにより得られた画像に設定された $42.3\mu\text{m} \times 29.6\mu\text{m}$ の矩形の測定視野において、第1バナジウム含有粒子および第1クロム含有粒子の合計個数は2個以下であることが好ましい。第1クロム含有粒子、または第1バナジウム含有粒子が超硬合金中に多く存在すると、超硬合金の耐欠損性が低下する傾向がある為である。第1バナジウム含

50

有粒子および第1クロム含有粒子の粒子数は合計で、1個以下がより好ましく、0個、すなわち、第1バナジウム含有粒子および第1クロム含有粒子が存在しないことが更に好ましい。

【0063】

超硬合金の断面に対しエネルギー分散型X線分析装置（EDS）で元素マッピングを実行することにより得られた画像に設定された $42.3\mu\text{m} \times 29.6\mu\text{m}$ の矩形の測定視野において、第1バナジウム含有粒子の個数および第1クロム含有粒子の個数は、以下の手順で測定される。すなわち、任意の超硬合金の断面に対し、電子顕微鏡を用いて3000倍の倍率の観察画像を得る。次いで、該観察画像中における $42.3\mu\text{m} \times 29.6\mu\text{m}$ 矩形の任意の一視野において、第1クロム含有粒子の数量と、第1バナジウム含有粒子の個数とをカウントすることにより、第1クロム含有粒子の個数と、第1バナジウム含有粒子の個数とを得ることができる。

10

【0064】

上記の測定を、上記観察画像中に任意に設定された5視野について行い、それぞれの視野において第1バナジウム含有粒子および第1クロム含有粒子の合計個数を求める。5視野の該合計個数の平均を算出する。該平均を本実施形態における第1バナジウム含有粒子および第1クロム含有粒子の合計個数とする。

【0065】

出願人が測定した限りでは、同一の試料において測定する限りにおいては、上記測定を、測定視野の選択箇所を変更して複数回行って、測定結果のばらつきは少なく、任意に測定視野を設定しても恣意的にはならないことが確認された。

20

【0066】

〔実施形態2：超硬合金の製造方法〕

超硬合金に含まれる硬質相を全体として微細にする方法として、原料として粒径の小さい硬質粒子粉末を用いることと、後述する混合工程において硬質粒子粉末とコバルト粒子粉末とに加えて、クロム粒子粉末およびバナジウム粒子粉末を混合することが考えられる。しかし、単に原料として粒径の小さい硬質粒子粉末を用い、且つクロム粒子粉末およびバナジウム粒子粉末を混合するだけでは、超硬合金中において硬質相間の隙間を十分に小さく抑えることができない為、結合相が粗粒になり易い傾向があった。また、このような場合、超硬合金中においてクロム粒子とバナジウム粒子とが析出することに起因して、超硬合金に含まれる結合相を分散させることが困難な場合があった。本発明者等は、本実施形態の超硬合金を得るための製造条件を鋭意検討の結果、最適な製造条件を新たに見出した。本実施形態の超硬合金の製造方法の詳細について、以下に説明する。

30

【0067】

本実施形態の超硬合金は、代表的には、原料粉末の準備工程、混合工程、成形工程、焼結工程、冷却工程を前記の順で行うことにより製造することができる。以下、各工程について説明する。

【0068】

＜準備工程＞

準備工程は、超硬合金を構成する材料の全ての原料粉末を準備する工程である。原料粉末としては、硬質相の原料である炭化タングステン粉末、結合相の原料であるコバルト（Co）粉末、粒成長抑制剤として、炭化クロム（ Cr_3C_2 ）粉末および炭化バナジウム（VC）粉末が挙げられる。該粒成長抑制剤によって超微粒の炭化タングステン粒子により構成される硬質相の粒径を小さく抑えることができる。炭化タングステン粉末、コバルト粉末、炭化クロム粉末、炭化バナジウム粉末は、市販のものを用いることができる。

40

【0069】

炭化タングステン粉末（以下、「WC粉末」とも記す。）としては、微粒のWC粉末（平均粒径： $0.5\mu\text{m}$ 以上 $1.0\mu\text{m}$ 以下）と、超微粒のWC粉末（平均粒径： $0.2\mu\text{m}$ 以上 $0.4\mu\text{m}$ 以下）とを準備する。これによって、超硬合金中の硬質相を全体として微粒にすることができる。また、微粒の炭化タングステン粒子間の隙間を超微粒の炭化タ

50

ングステン粒子が埋めることによって、コバルトの平均自由行路を低下させることができる為、全体として結合相の粒径を小さく抑えることができる。上記のような２種類のWC粉末を準備することにより、超硬合金中の硬質相を全体として微粒にし、且つ全体として結合相の粒径を小さく抑えられることは、本発明者らが鋭意検討の結果、新たに知見したものである。

【0070】

本明細書において、原料粉末の平均粒径とは、FSSS (Fisher Sub-Sieve Sizer) 法により測定される平均粒径を意味する。該平均粒径は、Fisher Scientific社製の「Sub-Sieve Sizer モデル95」(商標)を用いて測定される。WC粉末に含まれる各WC粒子の粒径は、マイクロトラック社製の粒度分布測定装置(商品名:MT3300EX)を用いて測定される。

10

【0071】

コバルト粉末の平均粒径は、0.5 μm 以上1.5 μm 以下とすることができる。炭化クロム粉末の平均粒径は、0.7 μm 以上3.5 μm 以下とすることができる。炭化バナジウム粉末の平均粒径は、0.1 μm 以上1.2 μm 以下とすることができる。これらの平均粒径は、Fisher Scientific社製の「Sub-Sieve Sizer モデル95」(商標)を用いて測定される。

【0072】

《混合工程》

混合工程は、準備工程で準備した各原料粉末を混合する工程である。混合工程により、各原料粉末が混合された混合粉末が得られる。混合粉末における各原料粉末の配合量は、超硬合金の硬質相、結合相などの各成分の含有率を考慮して、適宜調整される。

20

【0073】

混合粉末における微粒のWC粉末の配合量は、例えば、50.0質量%以上71.0質量%以下とすることができる。

【0074】

混合粉末における超微粒のWC粉末の配合量は、例えば、10質量%以上29質量%未満とすることができる。

【0075】

混合粉末におけるコバルト粉末の配合量は、例えば、6質量%以上16質量%以下とすることができる。混合粉末におけるコバルト粉末の配合量は、8質量%超16質量%以下とすることが好ましい。

30

【0076】

混合粉末における炭化クロム粉末の配合量は、例えば、0.4質量%以上1.5質量%以下とすることができる。

【0077】

混合粉末における炭化バナジウム粉末の配合量は、例えば、0質量%以上0.7質量%以下とすることができる。混合粉末における炭化バナジウム粉末の配合量は、0質量%以上0.6質量%以下とすることが好ましい。また、混合粉末における炭化クロム粉末の配合量と、混合粉末における炭化バナジウム粉末の配合量との合計は、0.6質量%以上2.1質量%以下であることが好ましい。

40

【0078】

混合方法としては、粒径が異なる粒子(微粒の炭化タングステン粒子および超微粒の炭化タングステン粒子)をそのまま維持するため、粉碎を抑えた混合方式を用いる。具体的には、ボールミル、アトライター、カルマンミキサーなどを用いる。特に、カルマンミキサーのようなメディアレス混合機による混合方法では、WC粉末中の各WC粒子の粉碎を抑制し易い。混合時間は、各混合方法によって適宜調整することができる。粉碎が強い場合、上記組成の利点を発揮しづらくなる。

【0079】

また、コバルトは展延性に富み、混合過程で薄い板状の形状に変化する。上記の微粒の

50

コバルトの形態を維持するため、少なくとも混合時間の半分が経過した後に投入することが望ましい。

【0080】

混合工程の後、必要に応じて混合粉末を造粒してもよい。混合粉末を造粒することで、後述する成形工程の際にダイ又は金型へ混合粉末を充填し易い。造粒には、公知の造粒方法が適用でき、例えば、スプレードライヤー等の市販の造粒機を用いることができる。

【0081】

＜成形工程＞

成形工程は、混合工程で得られた混合粉末を所定の形状に成形して、成形体を得る工程である。成形工程における成形方法及び成形条件は、一般的な方法及び条件を採用すればよく、特に問わない。所定の形状としては、例えば、切削工具形状（例えば、小径ドリルの形状）とすることが挙げられる。

【0082】

＜焼結工程＞

焼結工程は、成形工程で得られた成形体を焼結して、焼結体を得る工程である。本開示の超硬合金の製造方法においては、焼結温度は1400℃以上とする。これによって、結合相の流動が促進され、また硬質粒子の再配列が促進される為、結合相を超硬合金中に均一に分散させることができる。焼結温度が1400℃未満であると、結合相が均一に分散しにくい傾向がある。上記のような焼結温度で焼結工程を実行することにより、結合相を超硬合金中に均一に分散させられることは、本発明者らが鋭意検討の結果、新たに知見したものである。

【0083】

また、焼結温度は1500℃以下とすることが好ましい。焼結温度が1500℃を超えると、硬質相の粒成長が生じ易い傾向がある。また、本開示の超硬合金の製造方法においては、焼結時間は加熱保持後0.5時間以上2時間以下とすることができる。

【0084】

＜冷却工程＞

冷却工程は、上記焼結体を冷却する工程である。本開示の超硬合金の製造方法においては、冷却工程は5℃/分以上の降温速度で実行される。これによって、結合相への固溶量を高く保つことができる為、CrとVとの析出を抑制することができる。なお、ここで、「降温速度が5℃/分である」とは、毎分5℃の速度で温度が低下することを意味する。上記のような降温速度で冷却工程を実行することにより、CrとVとの析出を抑制できることは、本発明者らが鋭意検討の結果、新たに知見したものである。降温速度は、15℃/分以上であることが好ましい。

【0085】

冷却時の雰囲気は、特に限定されず、N₂ガス雰囲気又はAr等の不活性ガス雰囲気とすることが挙げられる。冷却時の圧力は、特に限定されず、加圧してもよいし減圧してもよい。上記加圧のときの圧力は、例えば、100kPa以上7000kPa以下とすることが挙げられる。本実施形態の一側面において、上記冷却工程は、Arガス雰囲気中で、上記焼結体を常温にまで冷却することが挙げられる。

【実施例】

【0086】

本実施の形態を実施例によりさらに具体的に説明する。ただし、これらの実施例により本実施の形態が限定されるものではない。

【0087】

＜超硬合金の作製＞

＜準備工程＞

試料No. 1～21、25、27～34の超硬合金を作製するため、原料粉末として、表1の「混合粉末の組成」欄に示す平均粒径を有する原料粉末（すなわち、炭化タングステン（WC）粉末、コバルト（Co）粉末、炭化クロム（Cr₃C₂）粉末、炭化バナジ

10

20

30

40

50

ウム（V C）粉末）を準備した。

【0088】

＜混合工程＞

各原料粉末を表1及び表2に示される配合量で混合し、混合粉末を作製した。表1及び表2の「配合量〔質量%〕」とは、混合粉末の合計質量に対する、各原料粉末の割合を示す。混合は、表1及び表2に記載の混合時間で、ボールミルを用いて実行した。得られた混合粉末をスプレードライ乾燥して造粒粉末とした。

【0089】

＜成形工程＞

得られた造粒粉末をプレス成形して、 $\phi 6\text{ mm}$ の丸棒形状の成形体を作製した。

10

【0090】

＜焼結工程＞

成形体を焼結炉に入れ、真空中、表1及び表2の「焼結温度〔℃〕」欄に示される温度、表1の「焼結時間〔h〕」欄に示される時間の条件で焼結することにより、焼結体を得た。

【0091】

＜冷却工程＞

焼結完了後、該焼結体をアルゴン（Ar）ガス雰囲気中、表1及び表2に記載の降温速度で冷却することにより、超硬合金を得た。

【0092】

20

30

40

50

【表 1】

Table 1

試料 No.	混合粉末の組成										混合 時間 [h]	焼結 温度 [°C]	焼結 時間 [h]	降温 速度 [°C/min]
	WC 粉末(微粒)		WC 粉末(超微粒)		Co 粉末		Cr ₃ C ₂ 粉末		VC 粉末					
	平均 粒径 [μm]	配合量 [質量%]	平均 粒径 [μm]	配合量 [質量%]	平均 粒径 [μm]	配合量 [質量%]	平均 粒径 [μm]	配合量 [質量%]	平均 粒径 [μm]	配合量 [質量%]				
1	0.5	65.0	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1450	1	30
2	0.5	64.9	0.3	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.4	8	1450	1	30
3	0.5	64.9	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.4	8	1470	1	30
4	0.8	65.0	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1450	1	30
5	0.5	65.7	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	0.3	0.8	0.3	8	1450	1	30
6	0.5	65.5	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	0.5	0.8	0.3	8	1450	1	30
7	0.5	64.6	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.4	0.8	0.3	8	1450	1	30
8	0.5	64.3	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.7	0.8	0.3	8	1450	1	30
9	0.5	65.3	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	-	0	8	1450	1	30
10	0.5	65.1	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.2	8	1450	1	30
11	0.5	64.8	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.5	8	1450	1	30
12	0.5	64.6	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.7	8	1450	1	30
13	0.5	65.0	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1450	1	5
14	0.5	65.0	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1400	1	30
15	0.5	65.0	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1360	1	30
16	-	0	0.2	86.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1450	1	30
17	0.8	86.7	-	0	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1450	1	30
18	0.5	71.0	0.2	21.7	1.2	6.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1450	1	30
19	0.5	68.0	0.2	21.7	1.2	9.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1450	1	30
20	0.5	62.0	0.2	21.7	1.2	15.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1450	1	30

【 0 0 9 3 】

10

20

30

40

50

【表 2】

Table 2

試料 No.	混合粉末の組成										混合 時間 [h]	焼結 温度 [°C]	焼結 時間 [h]	降温 速度 [°C/min]
	WC 粉末(微粒)		WC 粉末(超微粒)		Co 粉末		Cr ₃ C ₂ 粉末		VC 粉末					
	平均 粒径 [μm]	配合量 [質量%]	平均 粒径 [μm]	配合量 [質量%]	平均 粒径 [μm]	配合量 [質量%]	平均 粒径 [μm]	配合量 [質量%]	平均 粒径 [μm]	配合量 [質量%]				
21	0.5	59.0	0.2	21.7	1.2	18.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1450	1	30
25	0.5	65.0	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.3	8	1450	1	30
27	0.5	65.5	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	0.4	0.8	0.4	8	1450	1	30
28	0.5	64.5	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.5	0.8	0.3	8	1450	1	30
29	0.5	64.7	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.6	8	1450	1	30
30	0.5	64.2	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.5	0.8	0.6	8	1450	1	30
31	0.5	65.8	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	0.5	-	0	8	1450	1	30
32	0.5	64.0	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.6	0.8	0.7	8	1450	1	30
33	-	0	0.2	91.7	1.2	6.0	1.5	1.6	0.8	0.7	8	1450	1	30
34	0.8	65.1	0.2	21.7	1.2	12.0	1.5	1.0	0.8	0.2	8	1450	1	30

【0094】

以上の工程を実行することにより、表2に示した構成を有し且つ丸棒形状の試料No. 1～21、25、27～34の超硬合金を作製した。

【0095】

《評価》

各試料の超硬合金について、超硬合金の組成（硬質相の含有率、結合相の含有率）、硬質相中の炭化タングステン粒子の含有率、結合相中のコバルトの含有率、硬質相におけるD10／D90、硬質相の平均粒径、結合相におけるD10／D90、結合相の平均粒径、クロムの含有率、バナジウムの含有率、超硬合金の断面を走査型電子顕微鏡で撮像した画像における第1バナジウム含有粒子の面積および第1クロム含有粒子の面積の合計の面積百分率を測定した。

【0096】

<超硬合金の組成（硬質相の含有率、結合相の含有率）の特定>

試料No. 1～21、25、27～34の超硬合金について、硬質相の含有率を実施形

10

20

30

40

50

態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「硬質相の含有率 [体積 %]」の項に記す。また、試料 No. 1～21、25、27～34 の超硬合金について、結合相の含有率を実施形態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「結合相の含有率 [体積 %]」の項に記す。

【0097】

＜硬質相中の炭化タングステン粒子の含有率及び結合相中のコバルトの含有率の測定＞

試料 No. 1～21、25、27～34 の超硬合金について、硬質相中の炭化タングステン粒子の含有率を、実施形態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「硬質相中 WC 粒子含有率 [質量 %]」の項に記す。また、試料 No. 1～21、25、27～34 の超硬合金について、結合相中のコバルトの含有率を、実施形態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「結合相中 Co 含有率 [質量 %]」の項に記す。

【0098】

＜硬質相における D10/D90、及び結合相における D10/D90 の測定＞

試料 No. 1～21、25、27～34 の超硬合金について、硬質相における D10/D90 を、実施形態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「D10/D90 (硬質相)」の項に記す。また、試料 No. 1～21、25、27～34 の超硬合金について、結合相における D10/D90 を、実施形態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「D10/D90 (結合相)」の項に記す。

【0099】

＜硬質相の平均粒径、及び結合相の平均粒径の測定＞

試料 No. 1～21、25、27～34 の超硬合金について、硬質相の平均粒径を、実施形態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「硬質相の平均粒径 [μm]」の項に記す。また、試料 No. 1～21、25、27～34 の超硬合金について、結合相の平均粒径を、実施形態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「結合相の平均粒径 [μm]」の項に記す。

【0100】

＜クロムの含有率およびバナジウムの含有率の測定＞

試料 No. 1～21、25、27～34 の超硬合金について、クロムの含有率を、実施形態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「Cr 含有率 [質量 %]」の項に記す。また、試料 No. 1～21、25、27～34 の超硬合金について、バナジウムの含有率を、実施形態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「V 含有率 [質量 %]」の項に記す。

【0101】

＜第 1 バナジウム含有粒子の粒子数および第 1 クロム含有粒子の粒子数の合計の測定＞

試料 No. 1～21、25、27～34 の超硬合金について、第 1 バナジウム含有粒子の粒子数および第 1 クロム含有粒子の粒子数の合計を、実施形態 1 に記載の方法により求めた。得られた結果をそれぞれ表 3 及び表 4 の「第 1 V 粒子 + 第 1 Cr 粒子面積百分率 [%]」の項に記す。

【0102】

10

20

30

40

50

【表 3】

Table 3

試料 No.	硬質相 の含有率 [質量%]	結合相 の含有率 [質量%]	硬質相中 WC 含有率 [質量%]	D10/D90 (硬質相)	硬質相の 平均粒径 [μm]	結合相中 Co 含有率 [質量%]	D10/D90 (結合相)	結合相の 平均粒径 [μm]	Cr 含有率 [質量%]	V 含有率 [質量%]	Cr 含有率 +V 含有率 [質量%]	第1V 粒子 + 第1Cr 粒子 粒子数[個]	耐久損 性[m]	耐溶着 性[μm]
1	88	12	100	0.31	0.40	100	0.25	0.35	1.0	0.3	1.3	0	210	20
2	88	12	100	0.33	0.40	100	0.27	0.35	1.0	0.3	1.3	0	230	17
3	88	12	100	0.31	0.40	100	0.29	0.35	1.0	0.3	1.3	0	250	15
4	88	12	100	0.32	0.60	100	0.25	0.48	1.0	0.3	1.3	0	160	34
5	88	12	100	0.26	0.52	100	0.22	0.53	0.3	0.3	0.6	0	90	41
6	88	12	100	0.30	0.48	100	0.23	0.42	0.5	0.3	0.8	0	170	26
7	88	12	100	0.31	0.37	100	0.25	0.32	1.4	0.3	1.7	2	200	18
8	88	12	100	0.32	0.29	100	0.21	0.31	1.7	0.3	2.0	8	100	9
9	88	12	100	0.30	0.43	100	0.23	0.40	1.4	0	1.4	0	170	31
10	88	12	100	0.30	0.43	100	0.24	0.37	1.0	0.2	1.2	0	180	28
11	88	12	100	0.31	0.36	100	0.25	0.33	1.0	0.5	1.5	2	190	19
12	88	12	100	0.32	0.31	100	0.25	0.31	1.0	0.7	1.7	4	120	11
13	88	12	100	0.31	0.37	100	0.25	0.33	1.4	0.3	1.7	6	130	14
14	88	12	100	0.31	0.38	100	0.23	0.36	1.0	0.3	1.3	0	170	23
15	88	12	100	0.32	0.35	100	0.22	0.39	1.0	0.3	1.3	0	100	31
16	88	12	100	0.34	0.24	100	0.23	0.27	1.0	0.3	1.3	0	90	4
17	88	12	100	0.30	0.68	100	0.20	0.57	1.0	0.3	1.3	0	80	52
18	94	6	100	0.32	0.36	100	0.26	0.26	1.0	0.3	1.3	0	110	7
19	91	9	100	0.31	0.38	100	0.25	0.31	1.0	0.3	1.3	0	150	17
20	85	15	100	0.30	0.43	100	0.24	0.37	1.0	0.3	1.3	0	170	29

【 0 1 0 3 】

10

20

30

40

50

【表 4】

Table 4

試料 No.	硬質相 の含有率 [質量%]	結合相 の含有率 [質量%]	硬質相中 WC 含有率 [質量%]	D10/D90 (硬質相)	硬質相の 平均粒径 [μm]	結合相中 Co 含有率 [質量%]	D10/D90 (結合相)	結合相の 平均粒径 [μm]	Cr 含有率 [質量%]	V 含有率 [質量%]	Cr 含有率 +V 含有率 [質量%]	第1V粒子 + 第1Cr粒子 粒子数[個]	耐欠損 性[m]	耐溶着 性[μm]
21	82	18	100	0.28	0.47	100	0.20	0.54	1.0	0.3	1.3	0	70	48
25	88	12	100	0.31	0.40	80	0.23	0.37	1.0	0.3	1.3	0	140	14
27	88	12	100	0.30	0.49	100	0.23	0.48	0.4	0.4	0.8	0	140	34
28	88	12	100	0.31	0.34	100	0.23	0.32	1.5	0.3	1.8	3	160	14
29	88	12	100	0.31	0.36	100	0.25	0.33	1.0	0.6	1.6	3	150	15
30	88	12	100	0.30	0.30	100	0.24	0.29	1.5	0.6	2.1	8	120	10
31	88	12	100	0.26	0.55	100	0.21	0.55	0.5	0	0.5	0	80	48
32	88	12	100	0.31	0.25	100	0.24	0.27	1.6	0.7	2.3	12	80	6
33	94	6	100	0.32	0.20	100	0.24	0.20	1.6	0.7	2.3	18	40	3
34	88	12	100	0.31	0.60	100	0.24	0.50	1.0	0.3	1.3	0	150	37

【0104】

<切削試験>

試料No. 1～21、25、27～34の超硬合金からなる切削工具を用いて、以下の切削条件で切削試験を実行し、耐欠損性と耐溶着性を評価した。耐欠損性は、欠損が100 μmに達するまでの切削長 (m) に基づいて評価した。該切削長が100 m超である場合、耐欠損性が優れていることを意味する。また、耐溶着性は、欠損時点における平均の溶着幅 (μm) に基づいて評価した。該溶着幅が40 μm以下である場合、耐溶着性が優れていることを意味する。得られた結果 (すなわち、切削長および溶着幅) を表3及び表4の「耐欠損性 [m]」の項と「耐溶着性 [μm]」の項とに記す。

(切削条件)

被削材：Ti-6Al-4V (チタン合金 (チタン系難削材))

切削速度：120m/min

送り：0.1mm/刃

軸方向切込み：2mm

径方向切込み：0.5mm

水溶性冷却液の有無：有り

【0105】

<結果>

試料No. 1～4、6～7、9～14、18～20、25、27～30、34の超硬合金は、実施例に該当する。一方、試料No. 5、8、15～17、21、31～33は、比較例に該当する。試料No. 1～4、6～7、9～14、18～20、25、27～30、34の超硬合金 (実施例) からなる切削工具は、試料No. 5、8、15～17、21、31～33の超硬合金 (比較例) からなる切削工具に比べ、チタン系難削材の断続加工においても耐欠損性に優れ、長い工具寿命を有することが確認された。

10

【0106】

更に試料No. 1～4、6～7、9～14、18～20、25、27～30、34の超硬合金 (実施例) からなる切削工具は、試料No. 5、8、15～17、21、31～33の超硬合金 (比較例) からなる切削工具に比べ、特にチタン系難削材の断続加工においても耐溶着性に優れ、長い工具寿命を有することが確認された。

20

【0107】

よって、試料No. 1～4、6～7、9～14、18～20、25、27～30、34の超硬合金は、チタン系難削材の断続加工においても、長い工具寿命を有することが分かった。

【0108】

以上のように本開示の実施の形態および実施例について説明を行なったが、上述の各実施の形態および実施例の構成を適宜組み合わせたり、様々に変形することも当初から予定している。

【0109】

今回開示された実施の形態および実施例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および実施例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。

30

【符号の説明】

【0110】

D10 10%累積粒径、D50 50%累積粒径、D90 90%累積粒径

40

50

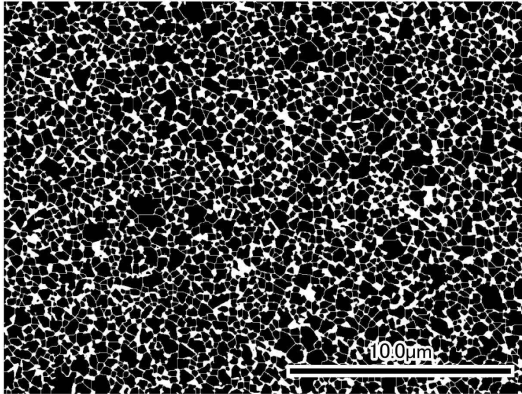
【要約】

超硬合金は、硬質相と結合相とからなる超硬合金であって、前記硬質相は、炭化タングステンを主成分として含み、前記結合相は、コバルトを主成分として含み、前記硬質相において、面積基準での90%累積粒径D90に対する、面積基準での10%累積粒径D10の割合 $D10/D90$ は、0.30以上であり、前記結合相において、面積基準での90%累積粒径D90に対する、面積基準での10%累積粒径D10の割合 $D10/D90$ は、0.23以上であり、前記結合相の平均粒径は、0.25 μm 以上0.50 μm 以下であり、前記硬質相の平均粒径は、0.30 μm 以上0.60 μm 以下である、超硬合金。

【図面】

【図1】

FIG.1



10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開 2 0 0 6 - 3 2 8 4 5 2 (J P , A)
特開 2 0 1 2 - 0 5 2 2 3 7 (J P , A)
(58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)
C 2 2 C 2 9 / 0 8
C 2 2 C 1 / 0 5 1