

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2019-31742

(P2019-31742A)

(43) 公開日 平成31年2月28日(2019.2.28)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 2 2 C 29/04 (2006.01)	C 2 2 C 29/04	A 3 C 0 4 6
C 2 2 C 1/05 (2006.01)	C 2 2 C 1/05	G 4 K 0 1 8
B 2 3 B 27/14 (2006.01)	B 2 3 B 27/14	B

審査請求 有 請求項の数 7 O L (全 24 頁)

(21) 出願番号	特願2018-188926 (P2018-188926)	(71) 出願人	000002130 住友電気工業株式会社
(22) 出願日	平成30年10月4日 (2018. 10. 4)		大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
(62) 分割の表示	特願2015-76541 (P2015-76541) の分割	(74) 代理人	100100147 弁理士 山野 宏
原出願日	平成27年4月3日 (2015. 4. 3)	(74) 代理人	100111567 弁理士 坂本 寛
(31) 優先権主張番号	特願2015-7283 (P2015-7283)	(72) 発明者	山西 貴翔 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
(32) 優先日	平成27年1月16日 (2015. 1. 16)	(72) 発明者	津田 圭一 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
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	Fターム(参考)	3C046 FF34 FF39 FF53 FF57

最終頁に続く

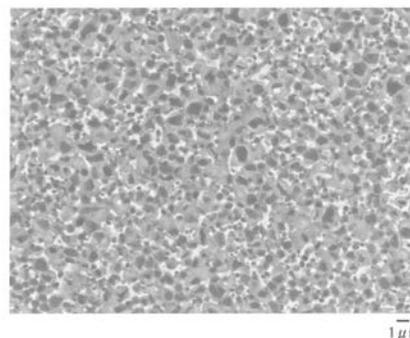
(54) 【発明の名称】 サーメット、切削工具、及びサーメットの製造方法

(57) 【要約】

【課題】過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有する切削工具の構成材料に適したサーメット、そのサーメットを用いた切削工具、及びそのサーメットの製造方法を提供する。

【解決手段】Tiを含む硬質相が、Ni及びCoの少なくとも一方を含む結合相により結合されてなるサーメットであって、このサーメットの任意の断面において硬質相が200個以上含まれる観察視野をとったとき、この観察視野内に存在する硬質相のうち、全硬質相数に対して70%以上の硬質相の粒径が、前記全硬質相の平均粒径の±30%以内であるサーメット。

【選択図】図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

Tiを含む硬質相が、Ni及びCoの少なくとも一方を含む結合相により結合されてなるサーメットであって、

このサーメットの任意の断面において硬質相が200個以上含まれる観察視野をとったとき、

この観察視野内に存在する硬質相のうち、全硬質相数に対して70%以上の硬質相の粒径が、前記全硬質相の平均粒径の $\pm 30\%$ 以内であるサーメット。

【請求項 2】

前記全硬質相の平均粒径は、 $0.5\mu\text{m}$ 以上 $5.0\mu\text{m}$ 以下である請求項1に記載のサーメット。

10

【請求項 3】

前記硬質相は、以下の第一硬質相と、第二硬質相と、第三硬質相と、を含有する請求項1又は請求項2に記載のサーメット。

第一硬質相：芯部と、前記芯部の周囲の全体を覆う周辺部と、を有する有芯構造の硬質相であり、前記芯部は、TiC、TiN、及びTiCNの少なくとも一つを主成分として構成され、前記周辺部は、W、Mo、Ta、Nb、及びCrの少なくとも一種と、Tiと、を含む複合化合物固溶体で構成される硬質相

第二硬質相：TiC、TiN、及びTiCNの少なくとも一つを主成分として構成される単相構造の硬質相

20

第三硬質相：前記複合化合物固溶体で構成される単相構造の硬質相

【請求項 4】

請求項1～請求項3のいずれか1項に記載のサーメットを基材として用いた切削工具。

【請求項 5】

前記基材の表面の少なくとも一部に被覆された硬質膜を備える請求項4に記載の切削工具。

【請求項 6】

Ti炭化物、Ti窒化物、及びTi炭窒化物の少なくとも一種を含む第一の硬質相原料粉末と、W、Mo、Ta、Nb、及びCrから選択される少なくとも一種を含む第二の硬質相原料粉末と、Co及びNiの少なくとも一方を含む結合相原料粉末とを準備する準備工程と、

30

前記第一の硬質相原料粉末と、前記第二の硬質相原料粉末と、前記結合相原料粉末とをアトライターで混合して混合粉末を作製する混合工程と、

前記混合粉末を成形して成形体を作製する成形工程と、

前記成形体を焼結する焼結工程とを備え、

前記第一の硬質相原料粉末は、Ti酸化物を出発原料とし、平均粒径が $0.5\mu\text{m}$ 以上 $5.0\mu\text{m}$ 以下、かつ粒度分布の標準偏差が $1.5\mu\text{m}$ 以下であるサーメットの製造方法。

【請求項 7】

前記焼結工程では、窒素分圧を 5.0kPa 以上 10.0kPa 以下とする窒素雰囲気下、前記成形体を 1300 以上 1500 以下に加熱する請求項6に記載のサーメットの製造方法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、切削工具の構成材料に適したサーメット、そのサーメットを用いた切削工具、及びそのサーメットの製造方法、に関する。特に、過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有する切削工具の構成材料に適したサーメットに関する。

【背景技術】

【0002】

50

従来、切削工具の本体（基材）にサーメットと呼ばれる硬質材料が利用されている。サーメットは、炭化チタン（TiC）や、窒化チタン（TiN）、炭窒化チタン（TiCN）といったTi化合物を主たる硬質相とし、コバルト（Co）やニッケル（Ni）といった鉄族金属元素を含む結合相で結合してなる。サーメットは、炭化タングステン（WC）を主たる硬質相とする超硬合金と比較して、[1]希少資源であるWの使用量を低減できる、[2]耐摩耗性に優れる、[3]鋼の切削加工における仕上げ面が美麗である、[4]軽量である、といった利点を有する。反面、サーメットには、超硬合金に比べて強度や靱性に劣り、熱衝撃に弱いため、その加工用途が限定されるという問題がある。

【0003】

サーメットの耐欠損性や耐摩耗性を高めて切削性能を向上するべく、例えば、特許文献1にはサーメットに含まれる硬質相の粒度を整粒化することが開示され、特許文献2には原料粉末を均粒化することが開示され、特許文献3には原料粉末を高純度化することが開示されている。

10

【0004】

特許文献1での硬質相の粒度の整粒化は、原料として粒度を調整した硬質相形成用原料粉末と金属結合相形成用原料粉末とを用意 混合 プレス成形 1 torr (0.133 kPa) の窒素雰囲気中で 1400 × 1 時間の焼結を経ることで行われている。

【0005】

特許文献2での原料粉末の均粒化は、原料の酸化チタン粉末と炭素粉末の混合工程において、Co及びNiの内1種又は2種を、炭窒化チタン粉末のベースで0.1～0.3重量%添加し、これらの混合粉末を1500～1750にて熱処理することで行われている。

20

【0006】

特許文献3での原料粉末の高純度化は、原料の酸化チタン粉末と炭素粉末を均一に混合し、1800から2000の温度でかつ20から40kPaの圧力に制御された水素ガス、窒素ガス中で保持した後、さらに5kPaの圧力で熱処理して脱酸素することで行われている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】特開2000-073136号公報

【特許文献2】特開2003-027114号公報

【特許文献3】特開2006-298681号公報

30

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

従来のサーメット切削工具でも、切削性能の改善効果は認められるものの、なお十分とは言えない。特に、耐欠損性のさらなる向上が望まれる。更に、工具の突発的な欠損による製品間の寿命のばらつきを低減することが望まれる。

【0009】

本発明は上記事情に鑑みてなされたもので、本発明の目的の一つは、過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有する切削工具の構成材料に適したサーメットを提供することにある。

40

【0010】

本発明の別の目的は、突発的な欠損を抑制できて製品間の耐欠損性のばらつきの小さい切削工具の構成材料に適したサーメットを提供することにある。

【0011】

本発明の更に異なる目的は、上記サーメットを基材として用いた切削工具を提供することにある。

【0012】

50

本発明の他の目的は、上記サーメットを製造できるサーメットの製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明の一態様に係るサーメットは、Tiを含む硬質相が、Ni及びCoの少なくとも一方を含む結合相により結合されてなるサーメットであって、このサーメットの任意の断面において硬質相が200個以上含まれる観察視野をとったとき、この観察視野内に存在する硬質相のうち、全硬質相数に対して70%以上の硬質相の粒径が、前記全硬質相の平均粒径の±30%以内である。

【0014】

本発明の一態様に係る切削工具は、上記サーメットを基材として用いる。

【0015】

本発明の一態様に係るサーメットの製造方法は、準備工程と混合工程と成形工程と焼結工程とを備える。準備工程は、第一の硬質相原料粉末と、第二の硬質相原料粉末と、結合相原料粉末とを準備する。第一の硬質相原料粉末は、Ti炭化物、Ti窒化物、及びTi炭窒化物の少なくとも一種を含む。第二の硬質相原料粉末は、W、Mo、Ta、Nb、及びCrから選択される少なくとも一種を含む。結合相原料粉末は、Co及びNiの少なくとも一方を含む。混合工程は、第一の硬質相原料粉末と第二の硬質相原料粉末と結合相原料粉末とをアトライターで混合して混合粉末を作製する。成形工程は、混合粉末を成形して成形体を作製する。焼結工程は、成形体を焼結する。そして、第一の硬質相原料粉末は、Ti酸化物を出発原料とし、平均粒径が0.5µm以上5.0µm以下、かつ粒度分布の標準偏差が1.5µm以下である。

【発明の効果】

【0016】

上記サーメットは、過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有する切削工具の構成材料に適している。

【0017】

上記切削工具は、過酷な切削環境下においても耐欠損性に優れる。

【0018】

上記サーメットの製造方法は、過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有する切削工具が得られるサーメットを製造できる。

【図面の簡単な説明】

【0019】

【図1】本発明の一態様に係るサーメットの走査型電子顕微鏡写真を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0020】

《本発明の実施形態の説明》

最初に本発明の実施形態の内容を列記して説明する。

【0021】

(1)実施形態に係るサーメットは、Tiを含む硬質相が、Ni及びCoの少なくとも一方を含む結合相により結合されてなるサーメットであって、このサーメットの任意の断面において硬質相が200個以上含まれる観察視野をとったとき、この観察視野内に存在する硬質相のうち、全硬質相数に対して70%以上の硬質相の粒径が、前記全硬質相の平均粒径の±30%以内である。

【0022】

上記構成によれば、サーメット中の硬質相の粒度が実質的に均一であり、硬質相への応力集中が緩和され、欠損時の破壊起点の発生を低減できるため、耐欠損性を向上することができる。よって、切削速度や送り量の大きい断続切削のような過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有することができる。

【0023】

10

20

30

40

50

(2) 上記サーメットの一例として、前記全硬質相の平均粒径は、 $0.5\ \mu\text{m}$ 以上 $5.0\ \mu\text{m}$ 以下であることが挙げられる。

【0024】

全硬質相の平均粒径が $0.5\ \mu\text{m}$ 以上であることで、一定の破壊靱性を得ることができ、一方で平均粒径が $5.0\ \mu\text{m}$ 以下であることで、十分な硬度を得ることができる。一般的に、硬質相が微粒であるほど、耐摩耗性に優れるサーメットが得られるが、一方で耐欠損性に劣るサーメットとなってしまう。上述したように、本実施形態のサーメットの硬質相は、粒度が実質的に均一であることで耐欠損性を向上することができるため、硬質相の平均粒径が $5.0\ \mu\text{m}$ 以下であることで耐摩耗性を向上できると共に、耐欠損性にも優れるサーメットとできる。

10

【0025】

(3) 上記サーメットの一例として、前記硬質相は、以下の第一硬質相と、第二硬質相と、第三硬質相と、を含有することが挙げられる。第一硬質相は、芯部と、前記芯部の周囲の全体を覆う周辺部と、を有する有芯構造の硬質相であり、前記芯部は、TiC、TiN、及びTiCNの少なくとも一つを主成分として構成され、前記周辺部は、W、Mo、Ta、Nb、及びCrの少なくとも一種と、Tiと、を含む複合化合物固溶体で構成される硬質相である。第二硬質相は、TiC、TiN、及びTiCNの少なくとも一つを主成分として構成される単相構造の硬質相である。第三硬質相は、前記複合化合物固溶体で構成される単相構造の硬質相である。

【0026】

硬質相は、第一硬質相と、第二硬質相と、第三硬質相と、が共存していることで、各硬質相のそれぞれが果たす機能を併せ持つことができる。具体的には、高硬度な硬質相（主に、第一硬質相及び第二硬質相）が存在することで耐摩耗性に優れると共に、結合相との濡れ性に優れる硬質相（主に、第二硬質相及び第三硬質相）が存在することで、結合相との良好な濡れ性を維持したり、結合相が均一的に存在する組織としたりすることができ、耐欠損性を向上できる。また、熱特性に優れる硬質相（主に、第三硬質相）が存在することで熱伝導性を向上することができ、熱的亀裂の抑制や耐溶着性を向上できる。そのため、本実施形態のサーメットを用いた切削工具は、摩耗や欠損が生じ難いことから、工具寿命の安定化や延命化を図ることができる上に、溶着が生じ難いことで、美しい加工面を得ることができ、被削材の加工面の品質向上が期待できる。各硬質相の機能については後述する。

20

30

【0027】

(4) 実施形態に係る切削工具は、上記(1)～(3)のいずれか1つに記載のサーメットを基材として用いている。

【0028】

上記の構成によれば、過酷な切削環境下においても耐欠損性に優れる。上述のサーメットは、硬質相の粒度が実質的に均一であり耐欠損性に優れるからである。切削工具の形態は特に限定されず、例えば刃先交換型の切削チップや、ドリル、リーマなどが挙げられる。

【0029】

(5) 上記切削工具の一例として、前記基材の表面の少なくとも一部に被覆された硬質膜を備えることが挙げられる。

40

【0030】

基材に硬質膜が被覆されることで、基材の靱性や抗折力を維持したまま、耐摩耗性を向上させることができる。また、基材に硬質膜が被覆されることで、基材の刃先にチップングが生じ難くなることから、被削材の仕上げ面の状態を良好にすることができる。この硬質膜としては、例えばセラミックスや硬質炭素などが挙げられる。

【0031】

(6) 本発明の一態様に係るサーメットの製造方法は、準備工程と混合工程と成形工程と焼結工程とを備える。準備工程は、第一の硬質相原料粉末と、第二の硬質相原料粉末と

50

、結合相原料粉末とを準備する。第一の硬質相原料粉末は、Ti炭化物、Ti窒化物、及びTi炭窒化物の少なくとも一種を含む。第二の硬質相原料粉末は、W、Mo、Ta、Nb、及びCrから選択される少なくとも一種を含む。結合相原料粉末は、Co及びNiの少なくとも一方を含む。混合工程は、第一の硬質相原料粉末と、第二の硬質相原料粉末と、結合相原料粉末とをアトライターで混合して混合粉末を作製する。成形工程は、混合粉末を成形して成形体を作製する。焼結工程は、成形体を焼結する。そして、第一の硬質相原料粉末は、Ti酸化物を出発原料とし、平均粒径が $0.5\ \mu\text{m}$ 以上 $5.0\ \mu\text{m}$ 以下、かつ粒度分布の標準偏差が $1.5\ \mu\text{m}$ 以下である。

【0032】

上記構成によれば、過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有する切削工具が得られるサーメットを製造できる。また、突発的な欠損を抑制できて製品間の耐欠損性のばらつきの小さい切削工具が得られるサーメットを製造できる。これは、上記第一の硬質相原料粉末を用いることで、以下の(i)~(iii)により、抗折力の平均値が高くして製品間の抗折力のばらつきの小さいサーメットを製造できるからである。

10

【0033】

(i)硬質相の粒度を実質的に均一にし易い。上記平均粒径で且つ標準偏差が非常に小さい第一の硬質相原料粉末を用いるからである。そのため、硬質相への応力集中が緩和され、欠損時の破壊起点の発生を低減できる。

【0034】

(ii)焼結時に第一の硬質相原料粉末に対して結合相原料粉末を強固に結び付け易い。第一の硬質相原料粉末の出発原料をTi酸化物とすることで、強粉砕することなく第一の硬質相原料粉末を得ることができる。そのため、第一の硬質相原料粉末の表面性状を平滑にし易い。第一の硬質相原料粉末の表面性状が平滑であることで、焼結時に第一の硬質相原料粉末に対する結合相の濡れ性を良好にできる。

20

【0035】

(iii)サーメットの合金組織を実質的に均一にし易いことで、硬質相への応力集中が緩和されて破壊の起点の発生を低減し易い。第一の硬質相原料粉末の標準偏差が、サーメットの硬質相の粒度分布に反映されるからである。

【0036】

(7)上記サーメットの製造方法の一形態として、焼結工程では、窒素分圧を $5.0\ \text{kPa}$ 以上 $10.0\ \text{kPa}$ 以下とする窒素雰囲気下、成形体を 1300 以上 1500 以下に加熱することが挙げられる。

30

【0037】

上記の構成によれば、硬質相の粒度が実質的に均一で緻密なサーメットを製造し易い。硬質相の粒度を実質的に均一とし易いのは、窒素分圧を $5.0\ \text{kPa}$ 以上とすることで、第一の硬質相原料粉末を構成する粒子のオストワルド成長を抑制できて、相対的に大きな粒子の成長を抑制すると共に、相対的に小さな粒子の収縮を抑制できるからである。また、焼結温度を 1500 以下とすることで、第一の硬質相原料粉末を構成する粒子の粒成長を抑制し易いからである。緻密なサーメットとし易いのは、焼結温度が 1300 以上と高温で焼結するからである。

40

【0038】

《本発明の実施形態の詳細》

本発明の実施形態の詳細を、以下に説明する。なお、本発明はこれらの例示に限定されるものではなく、特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味及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。

【0039】

〔サーメット〕

実施形態に係るサーメットは、硬質相と、硬質相を結合する結合相と、不可避不純物とにより構成される。不可避不純物は、原料に含有したり、製造工程で混入したりする、酸素やppmオーダーの金属元素が挙げられる。このサーメットの主たる特徴とするところ

50

は、サーメット中の硬質相の粒度が実質的に均一である点にある。

【0040】

[硬質相]

(組成)

硬質相は、周期表4, 5, 6族金属から選ばれる少なくとも1種の金属元素と炭素(C)及び窒素(N)の少なくとも1種の元素との化合物、すなわち上記金属元素の炭化物、窒化物、炭窒化物及びこれらの固溶体から選択される少なくとも1種を含む。特に、本実施形態のサーメットは、Ti炭窒化物(TiCN)及びTiを含む炭窒化物固溶体を少なくとも含有するTiCN基サーメットである。硬質相は、以下の第一硬質相、第二硬質相、及び第三硬質相という組成が異なる3種を含有することが好ましい。これら3種の硬質相の存在形態は、走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)による顕微鏡写真の濃淡により容易に判別できる。また、各硬質相の組成は、SEM-EDX装置(SEM... Scanning Electron Microscope, EDX... Energy-dispersive X-ray Spectroscopy)を用いて定量分析が可能である。

10

【0041】

第一硬質相

第一硬質相は、芯部と、この芯部の周囲の全体を覆う周辺部と、を有する有芯構造の硬質相である。芯部は、TiC、TiN、及びTiCNの少なくとも一つを主成分として構成される。例えば、芯部は、実質的にTi化合物のみで構成されることが挙げられる。特に、芯部は、実質的にTiCNのみで構成されることが挙げられる。具体的には、TiCNを80質量%以上、さらに90質量%以上含有する。また、芯部におけるTiの含有量は、60質量%以上、さらに70質量%以上であることが挙げられる。周辺部は、Tiと、Ti以外の周期表4, 5, 6族金属から選ばれる少なくとも1種の金属と、の複合化合物固溶体で構成される。特に、周辺部は、Tiと、W、Mo、Ta、Nb、及びCrの少なくとも一種と、を含む複合化合物固溶体(複合炭窒化物固溶体)で構成されることが挙げられる。周辺部の具体的な組成は、例えば、(Ti, W)CN、(Ti, W, Mo)CN、(Ti, W, Nb)CN、(Ti, W, Mo, Nb)CNなどが挙げられる。周辺部におけるTiの含有量は、10質量%以上、さらに20質量%以上であることが挙げられる。また、周辺部におけるW, Mo, Ta, Nb, Crの合計含有量は、40質量%以上、さらに50質量%以上であることが挙げられる。第一硬質相は、高硬度な芯部の周囲の全体に亘って結合相と良好な濡れ性を有する周辺部が存在することで、サーメット中の巣の発生を低減して組織の均質化を図ることができ、硬度を安定化させることができる。また、結合相が均一的に存在する組織とできることで、耐欠損性を向上できる。従って、サーメット中に第一硬質相が存在することで、特に、耐摩耗性及び耐欠損性を向上することができる。

20

30

【0042】

第二硬質相

第二硬質相は、TiC、TiN、及びTiCNの少なくとも一つを主成分として構成される単相構造の硬質相である。例えば、第二硬質相は、実質的にTi化合物のみで構成されることが挙げられる。特に、第二硬質相は、実質的にTiCNで構成されることが挙げられる。具体的には、TiCNを80質量%以上、さらに90質量%以上含有する。Tiの含有量は、60質量%以上、さらに70質量%以上であることが挙げられる。第二硬質相は、第一硬質相に比較してTiを多く含むことにより、硬度が高く、かつ被削材に汎用される鋼との反応性が低い。従って、サーメット中に第二硬質相が存在することで、特に、耐摩耗性及び耐凝着性を向上することができる。

40

【0043】

第三硬質相

第三硬質相は、Tiと、Ti以外の周期表4, 5, 6族金属から選ばれる少なくとも1種の金属と、の複合化合物固溶体で構成される単相構造の硬質相である。特に、第三硬質

50

相は、Tiと、W、Mo、Ta、Nb、及びCrの少なくとも一種と、を含む複合化合物固溶体（複合炭窒化物固溶体）で構成されることが挙げられる。第三硬質相の具体的な組成は、例えば、(Ti, W)CN、(Ti, W, Mo)CN、(Ti, W, Nb)CN、(Ti, W, Mo, Nb)CNなどが挙げられる。第三硬質相におけるTiの含有量は、10質量%以上、さらに20質量%以上であることが挙げられる。また、第三硬質相におけるW、Mo、Ta、Nb、Crの合計含有量は、40質量%以上、さらに50質量%以上であることが挙げられる。特に、第三硬質相がWを含んでいる場合、高い硬度を維持したまま破壊靱性の向上が望める。また、第三硬質相は、硬度が若干低下するものの、硬度が一樣なことで硬質相内での亀裂進展が起こり難く、Wを含むことで熱伝導性が高い。従って、サーメット中に第三硬質相が存在することで、特に、耐欠損性及び耐熱亀裂性を向上することができる。

10

【0044】

〔粒径〕

本実施形態のサーメットの主たる特徴は、サーメットの任意の断面において硬質相が200個以上含まれる観察視野をとったとき、この観察視野内に存在する硬質相のうち、全硬質相数に対して70%以上の硬質相の粒径が、全硬質相の平均粒径の $\pm 30\%$ 以内（設定粒径範囲内）であることにある。つまり、本実施形態のサーメットは、硬質相の粒度が実質的に均一である。サーメット中の硬質相の粒度が実質的に均一であることで、硬質相への応力集中が緩和され、欠損時の破壊起点の発生を低減でき、耐欠損性を向上することができる。よって、切削速度や送り量の大きい断続切削のような過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有することができる。サーメット中の硬質相の粒度がより均一的であることで、さらに耐欠損性を向上することができるため、硬質相全体に占める設定粒径範囲内の硬質相の割合は、75%以上、さらに80%以上であることが好ましい。また、設計粒径範囲は、範囲が狭いほどサーメット中の硬質相の粒度をより均一的にできるため、全硬質相の平均粒径の $\pm 25\%$ 以内、さらに全硬質相の平均粒径の $\pm 20\%$ 以内であることが好ましい。

20

【0045】

ここで、本実施形態における硬質相の粒径は、サーメットの任意の断面（SEMによる顕微鏡写真）において硬質相が200個以上含まれる観察視野をとったとき、この観察視野を画像解析し、断面画像中の各硬質相における水平方向のferet径と垂直方向のferet径の平均値とする。また、全硬質相の平均粒径は、上記観察視野の断面画像中の硬質相のそれぞれについて水平方向のferet径と垂直方向のferet径を測定し、各硬質相の両feret径の平均値を合算して、測定硬質相数で除することで求められる。上記観察視野中の硬質相の個数は、多い方が好ましく250個以上、さらに300個以上であることが好ましい。また、観察視野を複数（例えば3視野）とり、複数の観察視野の平均値とすることもできる。

30

【0046】

全硬質相の平均粒径は、 $0.5\mu\text{m}$ 以上 $5.0\mu\text{m}$ 以下であることが挙げられる。全硬質相の平均粒径が $0.5\mu\text{m}$ 以上であることで、一定の破壊靱性を得ることができ、一方で平均粒径が $5.0\mu\text{m}$ 以下であることで、十分な硬度を得ることができる。一般的に、硬質相が微粒であるほど、耐摩耗性に優れるサーメットが得られるが、一方で耐欠損性に劣るサーメットとなってしまう。本実施形態のサーメットは、上述したように、粒度が実質的に均一であることで耐欠損性を向上することができるため、硬質相の平均粒径が $5.0\mu\text{m}$ 以下であることで耐摩耗性を向上できると共に、耐欠損性にも優れる。この全硬質相の平均粒径は、さらに $0.5\mu\text{m}$ 以上 $2.0\mu\text{m}$ 以下、特に $1.0\mu\text{m}$ 以上 $1.5\mu\text{m}$ 以下が挙げられる。

40

【0047】

〔結合相〕

結合相は、Ni及びCoの少なくとも一方を含み、上記硬質相を結合させる。結合相は、実質的にNi及びCoの少なくとも一方で構成されているが、硬質相の構成元素（Ti

50

, W, Mo, Ta, Nb, Cr, C, N) や、不可避不純物を含んでいてもよい。

【0048】

〔サーメットの作用効果〕

上述したサーメットによれば、サーメット中の硬質相の粒度が実質的に均一であるため、切削速度や送り量の大きい断続切削のような過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有することができる。

【0049】

〔切削工具〕

〔基材〕

切削工具の基材には、上記サーメットを用いることができる。上記サーメットは、過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有するため、切削工具の基材材料に好適である。切削工具の形態は特に限定されず、例えば刃先交換型の切削チップや、ドリル、リーマなどが挙げられる。

10

【0050】

〔硬質膜〕

上記基材は、その表面の少なくとも一部に被覆された硬質膜を備えてもよい。基材に硬質膜が被覆されることで、基材の抗折力を維持したまま、耐摩耗性を向上させることができる。また、基材に硬質膜が被覆されることで、基材の刃先にチップングが生じ難くなることから、被削材の仕上げ面の状態を良好にすることができる。硬質膜の被覆箇所は、少なくとも刃先及びその近傍であることが好ましく、基材表面の全面に亘っていてもよい。硬質膜の層数は、単層でも多層でもよい。硬質膜の膜厚（多層の場合は合計厚さ）は、1～20 μm が好ましい。硬質膜の形成方法は、熱CVD法といった化学蒸着法（CVD法）、アークイオンプレーティング法といった物理蒸着法（PVD法）のいずれも利用できる。

20

【0051】

硬質膜の組成は、周期表4, 5, 6族金属、アルミニウム（Al）、及びシリコン（Si）からなる群から選択される1種以上の元素と、炭素（C）、窒素（N）、酸素（O）、及び硼素（B）からなる群から選択される1種以上の元素との化合物、即ち、上記金属などの元素の炭化物、窒化物、酸化物、硼化物、及びこれらの固溶体からなる化合物、立方晶窒化ホウ素（cBN）、ダイヤモンド、及びダイヤモンドライクカーボン（DLC）からなる群から選択される1種以上が挙げられる。具体的な膜質は、TiCN、Al₂O₃、(Ti, Al)N、TiN、TiC、(Al, Cr)Nなどが挙げられる。

30

【0052】

〔切削工具の作用効果〕

上述の切削工具によれば、上述のサーメットを基材とすることで、過酷な切削環境下においても耐欠損性に優れる。そのため、連続切削は勿論、連続切削よりも切削環境の過酷な断続切削でも好適に利用できる。

【0053】

〔サーメットの製造方法〕

本実施形態のサーメットの製造方法は、準備工程と混合工程と成形工程と焼結工程とを備える。準備工程は、第一の硬質相原料粉末と第二の硬質相原料粉末と結合相原料粉末とを準備する。混合工程は、準備工程で準備した各粉末を混合して混合粉末を作製する。成形工程は、混合粉末を成形して成形体を作製する。焼結工程は、成形体を焼結する。このサーメットの製造方法の主たる特徴とするところは、準備する第一の硬質相原料粉末が、特定の出発原料からなる点と、平均粒径が特定の範囲を満たし、かつ粒度分布の標準偏差が小さい点とにある。

40

【0054】

〔準備工程〕

準備工程で準備する第一の硬質相原料粉末と第二の硬質相原料粉末と結合相原料粉末の配合割合は、目的とするサーメットの特性に依じて適宜選択できる。例えば、第一の硬質

50

相原料粉末：第二の硬質相原料粉末は、質量比で4：1～1：1が挙げられ、両硬質相原料粉末：結合相原料粉末は、質量比で9：1～7：1が挙げられる。

【0055】

(第一の硬質相原料粉末)

第一の硬質相原料粉末は、Ti炭化物(TiC)、Ti窒化物(TiN)、およびTi炭窒化物(TiCN)の少なくとも一種を含む。例えば、TiCN粉末を用いると、上述のサーメットの第一硬質相及び第二硬質相の生成に好適である。

【0056】

第一の硬質相原料粉末の平均粒径は、0.5 μm以上5.0 μm以下が挙げられる。第一の硬質相原料粉末の平均粒径を0.5 μm以上とすることで、抗折力を高め易く耐欠損性を向上させ易い。また、第一の硬質相原料粉末が取り扱い易い。第一の硬質相原料粉末の平均粒径は5.0 μm以下とすることで、硬度を高めて耐摩耗性を高め易い。第一の硬質相原料粉末の平均粒径は、0.7 μm以上、更には1.0 μm以上が挙げられ、3.0 μm以下、更には2.0 μm以下、1.5 μm以下、特に1.4 μm以下が挙げられる。

10

【0057】

第一の硬質相原料粉末の平均粒径は、フィッシャー法により求めた粒径である。第一の硬質相原料粉末の平均粒径は、サーメットにおける硬質相粒子の平均粒径と異なる。第一の硬質相原料粉末を構成する各粒子は、後述する混合工程、成形工程を経て粉砕され、変形する。これらの点は、後述する第二の硬質相原料粉末と結合相原料粉末でも同様である。

20

【0058】

第一の硬質相原料粉末の粒度分布の標準偏差は、1.5 μm以下が挙げられる。この標準偏差が、得られるサーメットの硬質相の粒度分布に影響する。標準偏差を1.5 μm以下とすることで、生成される硬質相の粒度分布を実質的に均一にできる。即ち、この粉末を用いることでサーメットの合金組織を実質的に均一にし易い。そのため、耐欠損性に優れる上に、抗折力の平均値が高くて製品間の抗折力のばらつきの小さいサーメットを得易い。従って、過酷な切削環境下においても優れた耐欠損性を有する上に、突発的な欠損を抑制できて製品間の耐欠損性のばらつきの小さい切削工具を構築し易い。この標準偏差は、小さいほど生成される硬質相の粒度を均一にできるため、1.0 μm以下、さらに0.5 μm以下が好ましい。ここで、第一の硬質相原料粉末の標準偏差は、マイクロトラック法による粒度分布測定により求めた値である。この点は、後述するTi酸化物の粉末でも同様である。

30

【0059】

第一の硬質相原料粉末の作製は、Ti酸化物を出発原料とすることが挙げられる。Ti酸化物を出発原料とすれば、強粉砕することなく第一の硬質相原料粉末が得られる。そのため、第一の硬質相原料粉末の表面性状を平滑にし易い。第一の硬質相原料粉末の表面性状が平滑であることで、焼結時に第一の硬質相原料粉末に対する結合相との濡れ性を良好にできる。そのため、硬質相と結合相とを強固に結び付け易く、抗折力の平均値が高くて製品間の抗折力のばらつきの小さいサーメットを得易い。従って、突発的な欠損を抑制できて製品間の耐欠損性のばらつきの小さい切削工具を構築し易い。具体的な第一の硬質相原料粉末の作製は、Ti酸化物の粉末と炭素粉末とを混合し、その混合した粉末に熱処理を施すことで行う。

40

【0060】

Ti酸化物の粉末は、平均粒径が0.5 μm以上5.0 μm以下、かつ粒度分布の標準偏差が1.5 μm以下であることが挙げられる。この出発原料の平均粒径及び標準偏差が、第一の硬質相原料粉末の平均粒径及び粒度分布の標準偏差に実質的に反映される。即ち、Ti酸化物の粉末の平均粒径が0.5 μm以上5.0 μm以下、かつ標準偏差が1.5 μm以下であることで、平均粒径が0.5 μm以上5.0 μm以下、かつ標準偏差が1.5 μm以下の第一の硬質相原料粉末が得られる。

【0061】

50

炭素粉末の平均粒径は、Ti 酸化物の平均粒径に対応して適宜選択でき、例えば、0.3 μm 以上 1.0 μm 以下が挙げられる。炭素粉末の割合は、炭素粉末と Ti 酸化物との合計を 100 質量% とするとき、例えば、8 質量% 以上 11 質量% 以下が挙げられる。

【0062】

上記熱処理の条件は、窒素雰囲気下、1500 以上 1800 以下で 0.5 時間以上 5.0 時間以下とすることが挙げられる。更に、この温度は 1500 以上 1650 以下、処理時間は 0.5 時間以上 1.5 時間以下が挙げられる。熱処理温度を 1500 以上や処理時間を 0.5 時間以上とすることで、Ti 酸化物と炭素粉末とを十分に反応させられて第一の硬質相原料粉末（例えば TiCN 粉末）を作製できる。熱処理温度を 1800 以下や処理時間を 1.5 時間以下とすることで、得られる第一の硬質相原料粉末（例

10

20

【0063】

（第二の硬質相原料粉末）

第二の硬質相原料粉末は、周期表 4, 5, 6 族金属（ただし Ti を除く）から選ばれる少なくとも一種の金属、具体的には、W, Mo, Ta, Nb, および Cr から選択される少なくとも一種を含むことが挙げられる。この第二の硬質相原料粉末の存在形態は、これらの少なくとも一種の金属と、炭素（C）及び窒素（N）の少なくとも一種の元素との化合物（例えば、炭化物粉末や炭窒化物粉末、固溶体粉末など）からなることが挙げられる。この周期表 4, 5, 6 族金属（ただし Ti を除く）の炭化物粉末や炭窒化物粉末、固溶

【0064】

第二の硬質相原料粉末の平均粒径は、0.5 μm 以上 3.0 μm 以下が好ましく、2.0 μm 以下、さらには 1.0 μm 以下としてもよい。第二の硬質相原料粉末の平均粒径を 0.5 μm 以上とすることで、抗折力を高め易く耐欠損性を向上させ易い。また、第二の硬質相原料粉末が取り扱い易い。第二の硬質相原料粉末の平均粒径を 3.0 μm 以下とすることで、硬度を高めて耐摩耗性を高め易い。

【0065】

（結合相原料粉末）

結合相原料粉末は、上述のサーメットの結合相を構成する。結合相原料粉末は、Co および Ni の少なくとも一方の鉄族金属を含む。結合相原料粉末の平均粒径は、0.5 μm 以上 3.0 μm 以下が好ましく、2.0 μm 以下、さらには 1.0 μm 以下としてもよい。結合相原料粉末の平均粒径を 0.5 μm 以上とすることで、焼結した際、サーメットの硬質相間に結合相を行き渡らせ易く、硬質相と強固に結合させられる。結合相原料粉末の平均粒径を 3.0 μm 以下とすることで、焼結した際、硬質相間の間隔が広くなり難く緻密なサーメットを作製し易い。

30

【0066】

〔混合工程〕

混合工程では、第一の硬質相原料粉末と、第二の硬質相原料粉末と、結合相原料粉末とをアトライターなどの混合機で混合して混合粉末を作製する。この混合時には必要に応じて成形助剤（例えば、パラフィン）を添加してもよい。

40

【0067】

アトライターは、回転軸と、その回転軸の周方向に突出する複数の攪拌棒とを備える混合機である。そのアトライターの周速（回転速度）は 100 m/min 以上 400 m/min 以下、混合時間は 1.5 時間以上 15 時間以下が挙げられる。アトライターの周速および混合時間が共に規定範囲内であれば、原料粉末の混合が十分となって、サーメット中に結合相溜まりや凝集相の形成を抑制できる。混合条件の好ましい値は、アトライターの周速：200 m/min 以上 300 m/min 以下、混合時間：1.5 時間以上 5 時間以下である。なお、アトライターによる混合は、超硬合金製のボール状メディアを利用して

50

行なっても良いし、メディアレスで行なっても良い。

【0068】

[成形工程]

成形工程では、上記混合粉末を金型に充填し、プレス成形して成形体を作製する。プレス圧力は、原料粉末の組成によって適宜変更することができ、例えば50MPa以上250MPa以下が挙げられる。プレス圧力は、90MPa以上110MPa以下がより好ましい。

【0069】

[焼結工程]

焼結工程では、上記成形体を焼結して焼結体を作製する。この焼結工程では、段階的な焼結を行うことが好ましい。例えば、成形助剤の除去期間、第一昇温期間、第二昇温期間、保持期間、第一冷却期間、第二冷却期間を有する焼結を行うことが挙げられる。

10

【0070】

成形助剤の除去期間は、成形助剤の揮発温度まで昇温する期間のことで、例えば350以上500以下まで成形体を加熱する。

【0071】

第一昇温期間では真空雰囲気にて1200以上1300以下程度まで成形体を加熱する。この第一昇温期間における昇温速度は、例えば2 /分以上20 /分以下程度が挙げられる。

【0072】

第二昇温期間では、5.0kPa以上10.0kPa以下の窒素雰囲気にて1300以上1500以下程度まで成形体を加熱する。この第二昇温期間における昇温速度は、例えば2 /分以上20 /分以下程度が挙げられる。

20

【0073】

本実施形態のサーメットの製造方法の主たる特徴は、第二昇温期間において、5.0kPa以上10.0kPa以下の高い窒素分圧で昇温することにある。窒素分圧が5.0kPa未満であると、焼結中に脱窒が起こり易くなり、相対的に炭素量が多くなり易い。炭素量が多いと液相出現温度が下がり、液相に晒される時間が長くなるためにオストワルド成長による固溶再析出が促進され、大きな粒子は成長してより粗粒となり、小さな粒子は収縮してより微粒となる。特に、第一硬質相の周辺部や第三硬質相は、窒素量が少ない(炭素量が多い)ほど、成長し易い。そのため、粒子の粒度が不均一となる。一方、窒素分圧が5.0kPa以上であることで、上記オストワルド成長を抑制することができる。よって、窒素分圧を5.0kPa以上とした焼結工程を経て得られる焼結体(サーメット)において、硬質相の粒度を実質的に均一とできる。窒素分圧が10.0kPa以上では各粒子の粒成長の抑制効果の変化はみられない。

30

【0074】

第二昇温期間の焼結温度は、1300以上であることで、緻密な焼結体(サーメット)とできる。焼結温度は、高過ぎると、各原料粉末、特に第一の硬質相原料粉末を構成する各粒子が粒成長し易くなり、得られる焼結体(サーメット)の硬質相の粒度分布が広くなり易く、硬質相の粒度が不均一となることがある。そのため、第一の硬質相原料粉末の標準偏差が1.5μm以下である場合、焼結温度は、低い方が好ましく、1400以下、さらに1350以下とすることが好ましい。

40

【0075】

保持期間では、第二昇温期間の最終温度で0.5時間以上3時間以下、成形体を保持する。保持時間を0.5時間以上とすることで、焼結中の脱窒を抑制し易い。保持時間を3時間以下とすることで、第一の硬質相原料粉末を構成する粒子の粒成長を抑制できる。

【0076】

第一冷却期間では、真空雰囲気にて1000以上1300以下程度まで成形体を冷却する。この第一冷却期間における冷却速度は、例えば2 /分以上20 /分以下程度が挙げられる。上記温度範囲までの冷却速度を2 /分以上とすることで、硬質相の粒成

50

長を抑制し易い。上記温度範囲までの冷却速度を20 /分以下とすることで、サーメットの表面性状を平滑にし易い。

【0077】

第二冷却期間では、窒素雰囲気にて室温まで成形体を加圧冷却する。この第二冷却期間における冷却速度は、例えば2 /分以上100 /分以下程度が挙げられる。第二冷却期間での冷却速度を2 /分以上とすることで、緻密なサーメットを作製し易い。第二冷却期間での冷却速度を100 /分以下とすることで、結合相の染み出しを抑制し易い。

【0078】

上述したサーメットの製造方法により得られた焼結体(サーメット)は、製造過程において原料粉末のオストワルド成長や粒成長を抑制できたことから微粒であり、かつ硬質相の粒度が実質的に均一である。

【0079】

[サーメットの製造方法の作用効果]

上述したサーメットの製造方法によれば、Ti酸化物を出発原料とすると共に、平均粒径が0.5 μm以上5.0 μm以下、かつ粒度分布の標準偏差が1.5 μm以下の第一の硬質相原料粉末を用いることで、サーメットの硬質相の粒度を実質的に均一にし易い。その上、焼結時に第一の硬質相原料粉末に対して結合相原料粉末を強固に結び付け易い上に、第一の硬質相原料粉末の粒度を維持し易い。そのため、硬質相への応力集中を緩和できて、欠損時の破壊起点が発生し難いサーメットを製造できる。その上、抗折力の平均値が高く、製品間の抗折力のばらつきの小さいサーメットを製造できる。従って、過酷な切削環境下においても耐欠損性に優れる切削工具が得られるサーメットを製造できる。その上、突発的な欠損を抑制できて製品間の耐欠損性のばらつきの小さい切削工具が得られるサーメットを製造できる。

【0080】

《試験例1》

サーメットを実際に作製し、サーメットの組成・組織、粒度、及び靱性・硬度を調べた。

【0081】

[試料1~8、101~103]

試料1~8、101~103のサーメットの作製は、準備工程 混合工程 成形工程 焼結工程の順に行なった。

【0082】

[準備工程]

(第一の硬質相原料粉末)

第一の硬質相原料粉末として、TiCN: 0.7~1.4 μm、TiC: 1.2 μmを用意した。平均粒径は、フィッシャー法によって測定した。平均粒径の測定方法は、第二の硬質相原料粉末及び結合相原料粉末でも同様である。上記TiCN粉末については、表1に示す標準偏差のものを用いた。標準偏差は、マイクロトラック法による粒度分布測定により求めた。標準偏差の測定方法は、後述する試験例4のTi酸化物の粉末でも同様である。

【0083】

(第二の硬質相原料粉末)

第二の硬質相原料粉末として、WC粉末、Mo₂C粉末、NbC粉末、TaC粉末、Cr₃C₂粉末を用意した。用意した各粉末の平均粒径は、WC: 1.2 μm、Mo₂C: 1.2 μm、NbC: 1.0 μm、TaC: 1.0 μm、Cr₃C₂: 1.4 μmである。

【0084】

(結合相原料粉末)

結合相原料粉末として、Co粉末とNi粉末とを用意した。用意した各粉末の平均粒径は、Co: 0.7 μm、Ni: 2.6 μmである。

10

20

30

40

50

【 0 0 8 5 】

〔 混合工程 〕

表 1 に示す質量割合となるように第一の硬質相原料粉末と第二の硬質相原料粉末と結合相原料粉末とを配合し、更に溶媒であるエタノールと、成形助剤であるパラフィンとをアトライターによって混合し、スラリー状の混合原料を作製した。パラフィンの配合量は、全体の 2 質量%とした。アトライターによる混合条件は、周速 2 5 0 m / m i n で 1 . 5 ~ 1 5 時間 (試料 N o . 1 ~ 3 , 6 , 7 , 1 0 3 は 1 . 5 時間、試料 N o . 4 , 5 , 8 , 1 0 1 は 1 5 時間、試料 N o . 1 0 2 は 5 時間) とした。原料粉末のスラリーから溶媒を揮発させて、混合粉末を得た。

【 0 0 8 6 】

〔 成形工程 〕

作製した混合粉末を金型内に充填し、9 8 M P a の圧力でプレス成形して成形体を作製した。成形体の形状は、I S O 規格の S N G 4 3 2 とした。

【 0 0 8 7 】

〔 焼結工程 〕

作製した上記成形体を焼結した。具体的には、まず成形体を 3 7 0 まで加熱し、成形助剤であるパラフィンを除去した (除去期間) 。次いで、真空雰囲気にて 1 2 0 0 まで成形体を昇温した (第一昇温期間) 。そして、窒素分圧を 1 0 . 0 k P a とした窒素雰囲気にて 1 5 0 0 まで成形体を昇温し (第二昇温期間) 、その状態で成形体を 1 時間保持した (保持期間) 。その後、真空雰囲気で 1 1 5 0 まで冷却し (第一冷却期間) 、さらに、窒素雰囲気にて室温まで加圧冷却を行ない (第二冷却期間) 、焼結体 (サーマット) を得た (試料 N o . 1 ~ 8 、 1 0 1 ~ 1 0 3) 。

【 0 0 8 8 】

〔 サーマットの組成及び組織 〕

得られた各試料のサーマットの断面を S E M (日本電子株式会社製 J S M - 7 0 0 0 F) により調べた。代表して、試料 N o . 1 のサーマットの S E M 写真 (5 0 0 0 倍) を図 1 に示す。その結果、黒色の粒子 (第一硬質相) 、黒色の粒子の周囲の全体が灰色の領域に覆われている粒子 (第二硬質相) 、灰色の粒子 (第三硬質相) が確認された。各粒子間には、結合相が存在することも確認された。

【 0 0 8 9 】

上記各粒子の組成を S E M - E D X 装置により調べた。黒色の粒子は、実質的に T i C N で構成されていた。灰色の粒子は、T i 及び W による複合炭窒化物固溶体で構成されていた。結合相は、実質的に C o により構成されていた。

【 0 0 9 0 】

なお、サーマット全体における各元素の含有量は、混合粉末における各元素の含有量に等しい。そのため、試料 N o . 1 における T i の含有量は、5 0 質量%程度、W の含有量は、1 8 質量%程度であった。

【 0 0 9 1 】

他の試料のサーマットについても、上述したように、組成及び組織を調べた。その結果、いずれのサーマットも、試料 N o . 1 と同様に、第一硬質相、第二硬質相、第三硬質相が確認され、各硬質相間には、結合相が存在することが確認された。また、各硬質相を構成する黒色の粒子は、実質的に T i C N で構成されており、灰色の粒子は、T i と、W、M o、T a、N b、及び C r の少なくとも一種と、を含む複合炭窒化物固溶体で構成されていた。

【 0 0 9 2 】

〔 硬質相の粒度 〕

また、得られた各試料のサーマットについて、S E M 写真 (5 0 0 0 倍) と、画像解析装置 : M a c - V I E W (株式会社マウンテック製) とを用いて、サーマットの任意の断面において硬質相が 2 0 0 個以上含まれる観察視野 (3 3 μ m × 2 5 μ m) を取得し、この観察視野内の各硬質相の粒径と、全硬質相の平均粒径と、を求めた。各硬質相の粒径は

10

20

30

40

50

、この観察視野において、各硬質相について、水平方向の f e r e t 径と垂直方向の f e r e t 径とを測定して、その平均値とした。また、全硬質相の平均粒径は、上記観察視野において、全硬質相のそれぞれについて測定して求めた f e r e t 径の平均値を合算して、測定硬質相数で除することで求めた。そして、全硬質相のうち、全硬質相の平均粒径の $\pm 30\%$ 以内（設定粒径範囲内）の粒径を有する硬質相の数を調べ、全硬質相に占める設定粒径範囲内の硬質相の割合を調べた。全硬質相の平均粒径と、全硬質相に占める設定粒径範囲内の硬質相の割合の、各結果を表 1 に併せて示す。

【 0 0 9 3 】

〔サーメットの韌性・硬度〕

得られた各試料のサーメットについて、韌性（ $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ）、及びビッカース硬度（ GPa ）を、それぞれ J I S R 1 6 0 7（1995年）、及び J I S Z 2 2 4 4（2009年）に従って求めた。その結果を表 1 に併せて示す。

【 0 0 9 4 】

【 表 1 】

試料 No.	原料粉末の組成(質量%)								TiCN粉末の 標準偏差 (μm)	硬質相粒径 (μm)	設定粒径範囲内の 硬質相の割合 (%)	靱性 ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)	硬度 (GPa)	
	TiCN	TiC	WC	Mo_2C	NbC	TaC	Cr_3C_2	Co						Ni
1	64	0	20	0	0	0	0	16	0	1.2	1.2	73	7.0	15.1
2	64	0	20	0	0	0	0	8	8	1.2	1.3	76	7.1	15.2
3	59	0	20	0	0	0	5	16	0	1.2	1.3	72	7.3	15.1
4	57	0	20	7	0	0	0	16	0	0.3	0.8	77	6.6	15.7
5	61	6	17	0	0	0	0	8	8	0.3	0.7	71	6.5	15.8
6	57	0	20	0	7	0	0	8	8	1.2	1.5	72	7.2	15.3
7	57	0	20	0	0	7	0	8	8	1.2	1.5	77	7.2	14.9
8	57	0	20	0	0	0	0	0	23	0.3	0.8	76	6.5	16.0
101	64	0	20	0	0	0	0	16	0	3.2	0.7	51	6.0	14.2
102	60	0	24	0	0	0	0	16	0	3.2	1.2	59	6.3	13.9
103	67	0	17	0	0	0	0	8	8	3.2	2.2	44	4.9	12.5

【 0 0 9 5 】

10

20

30

40

50

表 1 に示すように、原料粉末として、標準偏差が $1.5 \mu\text{m}$ 以下である TiCN 粉末を用いた試料 No. 1 ~ 8 のサーメットは、全硬質相の平均粒径の $\pm 30\%$ 以内（設定粒径範囲内）の硬質相が、全硬質相に対して 70% 以上存在していた。つまり、サーメット中の硬質相の粒度が実質的に均一であった。これは、原料粉末自体の粒度が実質的に均一であったことにもよるが、焼結時に高い窒素分圧として加熱を行ったことで、原料粉末（各粒子）のオストワルド成長を抑制できたことによると考えられる。試料 No. 1 ~ 8 のサーメットは、硬度が約 15GPa 以上と高硬度であった。これは、全硬質相の平均粒径が $1.5 \mu\text{m}$ 以下と微粒であることによると考えられる。特に、試料 No. 1 ~ 8 のサーメットは、全硬質相に対して 70% 以上の硬質相が設定範囲内の粒径である、つまり 70% 以上の硬質相は最大でも $1.95 \mu\text{m}$ の粒径であり、硬質相が均一的に微粒であるため、高硬度であると考えられる。特に、全硬質相の平均粒径が $1.0 \mu\text{m}$ 未満であると、硬度が 15.7GPa 以上とさらに高硬度であった。また、試料 No. 1 ~ 8 のサーメットは、靱性が $6.5 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 以上と高靱性であった。これは、硬質相の粒度が実質的に均一であることによると考えられる。

10

【0096】

《試験例 2》

試験例 2 では、サーメットの組成・組織、粒度、及び靱性・硬度に及ぶ焼結工程の影響を調べた。具体的には、焼結温度と窒素分圧との影響を調べた。

【0097】

上記試料 No. 1 で用いた混合粉末によって得られた成形体を焼結するにあたり、第二加熱期間における焼結温度と窒素分圧とを変えて焼結体（サーメット）を作製し（試料 No. 11 ~ 14、111 ~ 113）、サーメットの組成・組織、粒度、及び靱性・硬度を調べた。第二加熱期間における焼結温度と窒素分圧とを表 2 に示す。その他の条件（除去期間、第一加熱期間、第一冷却期間、第二冷却期間など）については、試験例 1 と同様である。

20

【0098】

得られた各試料のサーメットの断面を、試験例 1 と同様に調べた。その結果、第一硬質相、第二硬質相、第三硬質相、及び各硬質相間に存在する結合相、が確認された。また、各硬質相を構成する黒色の粒子は、実質的に TiCN で構成されており、灰色の粒子は、Ti と W とを含む複合炭窒化物固溶体で構成されていた。

30

【0099】

また、得られた各試料のサーメットについて、試験例 1 と同様に、各硬質相の粒径と、全硬質相の平均粒径と、を求めた。そして、全硬質相のうち、全硬質相の平均粒径の $\pm 30\%$ 以内（設定粒径範囲内）の粒径を有する硬質相の数を調べ、全硬質相に占める設定粒径範囲内の硬質相の割合を調べた。全硬質相の平均粒径と、全硬質相に占める設定粒径範囲内の硬質相の割合の、各結果を表 2 に併せて示す。

【0100】

さらに、得られた各試料のサーメットについて、試験例 1 と同様に、靱性（ $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ）、及びピッカース硬度（ GPa ）を求めた。その結果を表 2 に併せて示す。

【0101】

40

【表 2】

試料 No.	焼結温度 (°C)	窒素分圧 (kPa)	硬質相粒径 (μm)	設定粒径範囲内の 硬質相の割合 (%)	靱性 ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)	硬度 (GPa)
11	1300	10	1.2	83	7.5	15.3
12	1300	5	1.2	78	7.3	15.1
13	1450	5	1.3	75	7.0	15.3
14	1500	5	1.2	71	6.8	15.2
111	1500	1	1.4	67	6.3	14.8
112	1400	1	1.4	65	6.0	14.0
113	1600	10	1.7	63	6.0	14.8

【0102】

表 2 に示すように、窒素分圧が 5 kPa 以上の窒素雰囲気下で、焼結温度が 1300 以上 1500 以下の加熱とした試料 No. 11 ~ 14 のサーメットは、全硬質相の平均粒径の $\pm 30\%$ 以内（設定粒径範囲内）の硬質相が、全硬質相に対して 70% 以上存在していた。つまり、サーメット中の硬質相の粒度が実質的に均一であった。これは、5 kPa 以上と高い窒素分圧としたことで、焼結による原料粉末（各粒子）のオストワルド成長を抑制できたことによると考えられる。試料 No. 11 ~ 14 のサーメットは、硬度が約 15 GPa 以上と高硬度であり、靱性が $6.8 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 以上と高靱性であった。特に、窒素分圧を 10 kPa とした試料 No. 1 のサーメットは、設定粒径範囲内の硬質相が、全硬質相に対して 83% も存在しており、特に靱性が $7.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ と非常に高靱性であった。このことから、窒素分圧は高いほどオストワルド成長を抑制でき、硬質相の粒度をより均一とでき、靱性の向上に効果的であることがわかる。

【0103】

一方、窒素分圧が 1 kPa と低い試料 No. 111, 112 のサーメットは、設定粒径範囲内の硬質相が、全硬質相に対して 67% 以下と少なく、靱性が $6.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 以下、硬度が 14.8 GPa 以下と共に低かった。これは、窒素分圧が低いことで、焼結による原料粉末（各粒子）のオストワルド成長を抑制できず、生成された硬質相の粒度分布が不均一となったことによると考えられる。また、オストワルド成長を抑制できないことで、大きな粒子は成長してより粗粒となることで粗大な硬質相が存在することとなり、硬度が低下したと考えられる。このことから、原料粉末自体の粒度が実質的に均一であったとしても、焼結時の窒素分圧が低いと硬質相がオストワルド成長してしまい、硬質相の粒度を実質的に均一とすることは困難であるということがわかる。また、焼結温度が 1600 と高温である試料 No. 113 のサーメットは、設定粒径範囲内の硬質相が、全硬質相に対して 63% と少なく、靱性が $6.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、硬度が 14.8 GPa と共に低かった。これは、焼結温度が高いことで、焼結による原料粉末（各粒子）の粒成長を抑制できず、生成された硬質相の粒度分布が不均一となったことによると考えられる。

【0104】

《試験例 3》

上記試験例 1 及び試験例 2 で得られた一部の試料を用いて切削工具を作製し、作製した切削工具で実際に切削試験を行った。切削試験は、耐欠損性試験である。

【0105】

試料 No. 1, 4, 11, 14, 101, 103, 111 のサーメットにそれぞれ平面

研磨処理及び刃先処理を施して、SNG432形状の刃先交換型チップ（切削工具）を作製した。

【0106】

得られた切削工具を用いて、切削速度：300m/min、送り量：0.2mm/rev、切り込み量：1.5mm、湿式の条件で、S35Cの溝数4本の被削材を断続旋削加工し、切削工具が欠損するまでの衝撃回数を計測して、耐欠損性を評価した。その結果を表3に示す。

【0107】

【表3】

試料 No.	衝撃回数
1	7695
4	6843
11	9912
14	8367
101	3569
103	2027
111	4441

10

20

【0108】

表3に示すように、全硬質相の平均粒径の $\pm 30\%$ 以内（設定粒径範囲内）の硬質相が、全硬質相に対して70%以上存在する試料No.1, 4, 11, 14は、衝撃回数が6800以上と高く、耐欠損性に優れることがわかった。これは、サーメット中の硬質相の粒度が実質的に均一であることで、硬質相への応力集中が緩和され、欠損時の破壊起点の発生を低減できたことによると考えられる。

【0109】

《試験例4》

試験例1と同様に準備工程 混合工程 成形工程 焼結工程の順に各工程を経て、試料21~25のサーメットを作製し、サーメットの抗折力と、このサーメットでできた切削加工の切削性能（欠損確率）とを調べた。

【0110】

〔試料21~25〕

〔準備工程〕

第一の硬質相原料粉末として、表4に示す平均粒径でかつ標準偏差のTiCN粉末を用意した。試料21~25のTiCN粉末の準備は、以下のようにして作製することで行った。試料21~23のTiCN粉末の作製は、平均粒径が1.2 μm で、標準偏差が1.2 μm のTi酸化物の粉末と炭素粉末とを混合し、窒素雰囲気下、1700℃で1時間の熱処理を施すことで行った。試料24, 25のTiCN粉末の作製は、Ti酸化物の粉末の平均粒径及び標準偏差をそれぞれ0.7 μm 及び0.3 μm とした点を除き、試料21と同様にして行った。第二の硬質相原料粉末と結合相原料粉末は、試験例1と同じ種類で同じ平均粒径のものを用意した。

40

【0111】

〔混合工程〕

混合工程では、アトライターによる混合条件を周速250m/minで5時間とした点を除き、試験例1と同様にして表4に示す質量割合となるように各粉末を混合した。

【0112】

50

〔成形工程〕

成形工程では、試験例 1 と同様にして同様の形状の成形体を作製した。

【0113】

〔焼結工程〕

焼結工程では、第二昇温期間において、窒素分圧を 5.0 kPa とした窒素雰囲気にて 1450 まで成形体を昇温した点を除き、試験例 1 と同様にして焼結体（サーメット）を得た（試料 21 ~ 25）。

【0114】

〔試料 211、212〕

試料 211、212 はそれぞれ、表 4 に示すように標準偏差が 1.5 μm 超（ここではいずれも 2.5 μm ）の TiCN 粉末を用いた点が試料 21 との主たる相違点である。試料 211、212 の TiCN 粉末の作製はそれぞれ、Ti 酸化物の粉末の平均粒径及び標準偏差を 2.7 μm 及び 2.5 μm とした点を除き、試料 21 と同様に行った。

10

【0115】

〔試料 213〕

試料 213 は、表 4 に示すように標準偏差が 1.5 μm 超（ここでは 2.1 μm ）の TiCN 粉末を用いた点と、TiCN 粉末に対して Co と Ni とが合計で 0.1 ~ 0.3 質量% 含まれている点とが試料 21 との主たる相違点である。試料 213 の TiCN 粉末を作製は、平均粒径及び標準偏差が 1.8 μm 及び 2.1 μm の Ti 酸化物の粉末と炭素粉末に加えて、得られる TiCN 粉末に対して Co と Ni との合計が 0.1 ~ 0.3 質量% となるように Co と Ni とを添加し、窒素雰囲気中、1700 で 0.5 時間の熱処理を施すことを行った。

20

【0116】

〔試料 221 ~ 223〕

試料 221 ~ 223 は、TiCN 粉末の出発原料が Ti 酸化物ではなく、水酸化 Ti の粉末である点と、表 4 に示すように TiCN 粉末の粒度分布における標準偏差が 1.5 μm 超（ここではいずれも 3.2 μm ）である点とが試料 21 との主たる相違点である。試料 221 ~ 223 の TiCN 粉末の作製は、平均粒径が 1.4 μm で、標準偏差がいずれも 3.2 μm の水酸化 Ti の粉末と炭素粉末とを混合し、窒素雰囲気下、1700 で 0.5 時間の熱処理を施すことを行った。

30

【0117】

〔抗折力の測定〕

各試料 21 ~ 25, 211 ~ 213, 221 ~ 223 のサーメットの抗折力を測定した。ここでは、各試料のサーメットを 8 個ずつ用意し、8 個の抗折力の平均値及び抗折力の標準偏差を測定した。その結果を表 1 に示す。抗折力の測定は、「ファインセラミックスの室温曲げ強さ試験方法 JIS R 1601 (2008)」に準拠して行った。

【0118】

【表 4】

試料	原料粉末の組成(質量%)								TiCN粉末の 平均粒径 μm	TiCN粉末の 標準偏差 um	抗折力 平均 GPa	抗折力 標準偏差 GPa
	TiCN	WC	Mo ₂ C	NbC	TaC	Cr ₃ C ₂	Co	Ni				
21	64.0	20.0	0.0	0.0	0.0	0.0	8.0	8.0	1.2	1.2	2.4	0.08
22	57.0	20.0	7.0	0.0	0.0	0.0	16.0	0.0	1.2	1.2	2.2	0.11
23	57.0	20.0	0.0	7.0	0.0	0.0	8.0	8.0	1.2	1.2	2.3	0.14
24	57.0	20.0	0.0	0.0	7.0	0.0	8.0	8.0	0.7	0.3	2.5	0.09
25	59.0	20.0	0.0	0.0	0.0	5.0	16.0	0.0	0.7	0.3	2.4	0.10
211	64.0	20.0	0.0	0.0	0.0	0.0	8.0	8.0	2.7	2.5	2.0	0.23
212	57.0	20.0	7.0	0.0	0.0	0.0	16.0	0.0	2.7	2.5	2.0	0.25
213	64.0	20.0	0.0	0.0	0.0	0.0	8.0	8.0	1.8	2.1	2.1	0.20
221	64.0	20.0	0.0	0.0	0.0	0.0	8.0	8.0	1.4	3.2	1.9	0.27
222	64.0	20.0	0.0	0.0	0.0	0.0	8.0	8.0	1.4	3.2	1.8	0.28
223	57.0	20.0	7.0	0.0	0.0	0.0	16.0	0.0	1.4	3.2	1.6	0.33

10

20

30

【0119】

表4に示すように、試料21～25の抗折力の平均値は、いずれも2.2GPa以上であり、試料211～213、221～223に比較して高い。また、試料21～25の抗折力の標準偏差は、いずれも、0.20GPa未満、更には0.15GPa以下であり、試料211～213、221～223に比較して小さい。このことから、Ti酸化物を出発原料とし、平均粒径が0.5μm以上5.0μm以下、更には3.0μm以下で、かつ粒度分布の標準偏差が1.5μm以下のTiCN粉末を用いることで、抗折力の平均値が高く、製品間の抗折力のばらつきの小さいサーメットを製造できることが分かる。

40

【0120】

〔切削試験〕

各試料のサーメットを基材とする切削工具を作製し、作製した切削工具で切削試験を行った。サーメットに研削加工(平面研磨)を施した後、刃先処理加工を施してチップを

50

得た。そして、そのチップをバイトの先端に固定し、切削工具を得た。得られた切削工具を用いて表 5 に示す条件で断続切削加工を行ない、切削性能を調べた。ここでは、切削性能として欠損確率（（欠損数 / 8 個）× 100）を求め、製品間の耐欠損性のばらつきに関して評価した。その結果を表 6 に示す。

【 0 1 2 1 】

【表 5】

切削条件	
被削材	S45C-溝材 (溝本数:4)
切削速度 V_c (m/min)	100
送り f (mm/rev)	0.25
切り込み量 a_p (mm)	1.5
切削環境	DRY
評価法	欠損確率(破損率) N=8

10

【 0 1 2 2 】

【表 6】

試料	欠損確率(%)
21	12.5
22	18.8
23	12.5
24	18.8
25	0.0
211	43.8
212	43.8
213	34.4
221	43.8
222	59.4
223	68.8

20

30

【 0 1 2 3 】

表 6 に示すように、試料 2 1 ~ 2 5 の欠損確率はいずれも 3 0 % 以下、更には 2 0 % 以下であり、試料 2 1 1 ~ 2 1 3、2 2 1 ~ 2 2 3 に比較して非常に低い。このことから、Ti 酸化物を出発原料とし、平均粒径が 0 . 5 μ m 以上 5 . 0 μ m 以下、更には 3 . 0 μ m 以下で、かつ粒度分布の標準偏差が 1 . 5 μ m 以下の Ti C N 粉末を用いて作製したサーメットを切削工具の基材として用いることで、突発的な欠損を抑制できて製品間の耐欠損性のばらつきを低減できることがわかった。

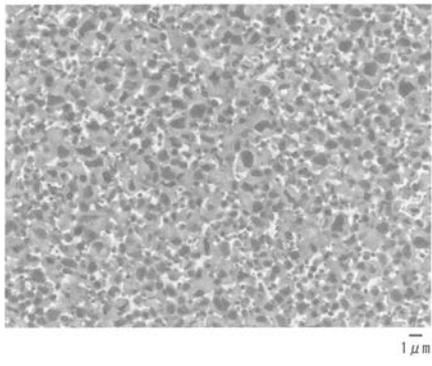
40

【産業上の利用可能性】

【 0 1 2 4 】

本発明のサーメットは、切削工具の基材として好適に利用することができる。本発明のサーメットの製造方法は、切削工具の基材に好適なサーメットの製造に好適に利用できる。本発明の切削工具は、連続切削は勿論、断続切削に好適に利用できる。

【 図 1 】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K018 AB02 AB03 AD04 BA04 BB04 BC13 CA02 CA11 DA03 DA29
DA31 DA32 KA15