

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3611853号

(P3611853)

(45) 発行日 平成17年1月19日(2005.1.19)

(24) 登録日 平成16年10月29日(2004.10.29)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

F I

C 2 2 C 29/08  
B 2 3 B 27/14  
B 2 3 P 15/30  
C 2 3 C 16/02

C 2 2 C 29/08  
B 2 3 B 27/14  
B 2 3 P 15/30  
C 2 3 C 16/02

B

請求項の数 5 (全 7 頁)

<p>(21) 出願番号 特願平6-517951 (86) (22) 出願日 平成6年2月4日(1994.2.4) (65) 公表番号 特表平8-506620 (43) 公表日 平成8年7月16日(1996.7.16) (86) 国際出願番号 PCT/SE1994/000092 (87) 国際公開番号 W01994/017943 (87) 国際公開日 平成6年8月18日(1994.8.18) 審査請求日 平成13年2月2日(2001.2.2) (31) 優先権主張番号 9300376-2 (32) 優先日 平成5年2月5日(1993.2.5) (33) 優先権主張国 スウェーデン(SE)</p>	<p>(73) 特許権者 サンドビック アクティエボラーグ スウェーデン国, エスー811 81 サ ンドビッケン(番地なし) (74) 代理人 弁理士 石田 敬 (74) 代理人 弁理士 西山 雅也 (72) 発明者 オーストルンド オーケ スウェーデン国, エスー183 46 テ ービー, コパーベーゲン 114 (72) 発明者 オスカーソン ウルフ スウェーデン国, エスー147 40 ト ウムバ, プレーストゴルドスボーゲン 8 2 最終頁に続く</p>
---	--

(54) 【発明の名称】 バインダ相に富んだ表面領域を備え、向上したエッジタフネス強度を有するセメンテッドカーバイド

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

WCと、炭化物及び炭窒化物の少なくとも1種に基づく立方晶相と、   をコバルト及びニッケルの少なくとも1種に基づくバインダ相中に含有し、立方晶相が存在していないバインダ相富化表面領域を備えた、エッジタフネスの向上している被覆セメンテッドカーバイドインサートにおいて、

エッジを二等分する線に沿ったバインダ相含有量が、   エッジの方へ進むに従って増大し、且つ立方晶相が、   当該線に沿って存在していることを特徴とする、被覆セメンテッドカーバイドインサート。

【請求項2】

25 μm厚の最外表面領域のバインダ相含有量が、   インサート内部のバインダ相含有量の>1であることを特徴とする、請求項1に記載の被覆セメンテッドカーバイドインサート。

【請求項3】

バインダ相含有量の前記増大が、   外面から<200 μmの距離内で始ることを特徴とする、請求項1 或いは2に記載の被覆セメンテッドカーバイドインサート。

【請求項4】

バインダ相富化表面領域の表面のエッジを除き、立方晶相の<5 μm厚の最内層を有していることを特徴とする、請求項1~3のいずれか1項に記載の被覆セメンテッドカーバイドインサート。

【請求項5】

WCと、炭化物及び炭窒化物の少なくとも1種の立方晶相と、をコバルト及びニッケルの少なくとも1種に基づくバインダ相中に含有して、バインダ相富化表面領域を備えた、エッジタフネスが向上している斯る構成の被覆セメンテッドカーバイドインサートを製造する方法であって、焼結後ではあるが被覆する前の熱処理を含む斯る方法において、該処理が1280と1450 の間の温度と300～1000mbarの高い窒素圧で<5分の短い核生成処理で以って開始され、次いで10～100分間だけ50～300mbarの低下した窒素圧力が後続し、その後バインダ相が1265～1300 で固化することになる温度に維持されることを特徴とする被覆セメンテッドカーバイドインサートの製造方法。

【発明の詳細な説明】

本発明はバインダ相に富んだ表面領域を備えた被覆セメンテッドカーバイドとその製造方法に関する。更に具体的には、本発明は高度のエッジタフネスを要求する用途で向上した物性を発揮する被覆インサートに関する。

バインダ相に富んだ表面領域を備えた被覆セメンテッドカーバイドは今日では鋼とステンレスの材料を工作するのに大いに利用されている。バインダ相に富んだ表面領域（ゾーン）のお陰で、切削工具材のための適用分野が拡張されるに至った。

WC、立方晶相（ガンマ相）及びバインダ相を含み、バインダ相に富んだ表面領域を備えたセメンテッドカーバイド（超硬質合金）を製造する方法は傾斜焼結（グラジエントシンタリング）と称す技法に属するものであり、多数の特許と特許出願を通じて知られている。例えば、米国特許第4,277,283号と第4,610,931号によれば、窒素含有添加物が使用され、焼結が真空下で実行されるが、米国特許第4,548,786号によれば窒素がガス相に添加される。従って、両ケースにおいては、本質的に立方晶相に乏しく、バインダ相に富んだ表面領域が得られる。米国特許第4,830,930号には焼結後に脱炭させ、それにより立方晶相も含有するバインダ相に富んだ部分を生成させることが記述されている。

米国特許第4,649,084号では、処理工程を削減し、処理後の蒸着酸化被覆物の接着力を向上させるために、焼結に関連させて窒素が使用される。

公知技法によるセメンテッドカーバイドインサートの傾斜焼結により実質的に平坦面が立方晶相の実質的に存在しないバインダ相に富んだ表面領域を有する結果となる。しかし、エッジとコーナでは、この効果の重積複合したものが得られる。バインダ相に富んだ表面領域は概して肉薄のインサート部分に存在し、コーナー域における立方晶相の含有量は本質的に平坦な面のものに較べ増大し、それに対応してバインダ相含有量が低減している（図3）。それに加えて、当該コーナー域の立方晶相はインサート内部のものよりも粗くグレン化されている（図1）。

しかし、切削インサートのエッジ（切刃）は50～100 $\mu$ mのオーダ或いはそれより小さい曲率半径を、刃を有効に働かせるために有している。このエッジ半径は焼結後のエッジ丸め処理により一般に作られる。この処理において、肉薄のバインダ相富化最外領域は完全に除去されて、硬い脆弱な域が露出される。その結果、硬質ではあるが脆いエッジが得られることになる。それ故に、公知の傾斜焼結は、傾斜していない「真直」焼結インサートと比較して、エッジの脆弱化の問題、具体的には高度のエッジタフネスを必要とする用途での問題の危険度の増大をもたらす。

これは具体的には、例えば米国特許第4,610,931号の教示に従った焼結の場合であり、スウェーデン特許出願第9200530-5号に開示の技法による焼結の場合にも本質的に同じ事態が生起する。

今は、真空焼結され、窒素を含有し、バインダ相に富んだ表面領域を備えたセメンテッドカーバイドがバインダ相の液状になる温度での窒素「ショック」処理を受けるならば、エッジタフネスが著しく強化されることが判明した。この改良は可塑変形に対する抵抗が本質的に一定のまゝで得られる。本発明は具体的には立方晶相を可成り高度に含有しているグレードに適用される。

図1は公知の方法に従って傾斜焼結されたインサートのエッジの切断面の説明図であり、図において中実のドットは立方晶相を表している。

ER = エッジ丸め処理後のエッジ丸め部分を示す実線である。

10

20

30

40

50

B = バインダ相に富んだ表面領域である。

C = 立方晶相に富み、バインダ相に乏しい領域である。原子（エレメンタル）分析に使用された領域が2本の平行線で示されている。

図2はエッジ丸め処理と被覆処理の後における本発明品のセメンテッドカーバイドインサートのエッジの切断面を示す1000倍の光学顕微鏡写真である。

図3は公知の方法に従って得られたバインダ相富化セメンテッドカーバイドインサートのエッジを実質的に二等分している図1に示す通りの線に沿ってコーナからの距離の関数として表したバインダ相（Co）と立方晶相（Ti）の分布を示している。

図4は本発明に係るバインダ相富化セメンテッドカーバイドのエッジを実質的に二等分した図1に示す線に沿ったコーナからの距離の関数としてバインダ相（Co）と立方晶相（Ti）の分布を示している。

10

図5はステンレスオーステナイト鋼の旋削作業で使用される本発明に係る被覆インサートのエッジの走査電子顕微鏡写真である。

本発明は従来式の傾斜焼結の後に、それから独立した工程として、或いはそれと一体化した工程として実施される方法に関する。この方法は2段階の窒素処理を含む。インサート面に立方晶相の多数の核を確保するために、この方法は<5分の短い核生成処理を1280と1450の間で高温の窒素圧力300~1000mbarで、好ましくは1320と1400の間で300~600mbarで開始する。窒素ガスは冷却工程中にはバインダ相が1265~1300で固化する温度に維持される。

本発明に係る方法はチタン、タンタル、ニオブ、タングステン、バナジウム及び/或いはモリブデン並びにコバルト及び/或いはニッケル基のバインダ相を含むセメンテッドカーバイドにとって有効である。可塑変形に対する抵抗とタフネスの最適組合せは立方晶炭化物を生成する金属元素、即ちチタン、タンタル、ニオブ等の総量が0.5~12w.t.%のチタン含有量の場合に6と18w.t.%、好ましくは7~12w.t.%の間の値であり、且つバインダ相含有量が3.5と12w.t.%の間の値であるときに、得られる。

20

炭素含有量は炭素飽和レベルよりも下の場合に有利である。それは自由炭素の存在がバインダ相富化領域に炭素の析出する結果をもたらすからである。

本発明に係る方法によれば、セメンテッドカーバイドのインサートは公知の技法に比較して、可塑変形に対する高抵抗と併せてエッジ（切刃）のタフネスが、改良される。セメンテッドカーバイドはWCと、好ましくはチタンを含む炭窒化物及び/或いは炭化物に基づく立方晶相をコバルト及び/或いはニッケル基のバインダ相中に、含有し、且つ本質的に立方晶相の存在しない概して<50µm厚のバインダ相富化（に富んだ）表面領域、即ち主としてWCとバインダ相を含有する領域、を備えている。エッジ丸め処理により、立方晶相の無い当該バインダ相富化領域はエッジから除去され、立方晶相が丸められた表面に延在する。バインダ相富化表面領域の外側はエッジの各側において約<30µmの域が除去されている。それはエッジ丸め箇所が本質的に<5µm、好ましくは0.5~3µmの肉薄層の立方晶相によって覆われているからである。エッジを本質的に二等分する線に沿い且つ丸めエッジ外面から<200µm、好ましくは<100µm、最も好ましくは<75µmの距離におけるバインダ相の含有量はエッジの方へ進むに従って増大する。表面領域の25µm厚最外層における平均バインダ相含有量はインサート内部のバインダ相含有量の>1、好ましくは1.05~2、最も好ましくは1.25~1.75である。図2は本発明に係るエッジのマイクロ組織を示しており、図4はバインダ相と立方晶相の分布を示している。

30

40

本発明に係るセメンテッドカーバイドのインサートはエッジ丸め加工の後に、それ自体公知の薄い耐摩耗被覆物、例えばTiC、TiN及びAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、をCVD法やPVD法により適当に被覆される。好ましくはチタンの炭化物、窒化物或いは炭窒化物の層を最内層として施すのが好ましい。

本発明に係るインサートは具体的には、ステンレス鋼、延性鋳鉄並びに低合金化低炭素鋼の旋削とフライス工作等の高度のエッジタフネスを要求する用途に適している。

#### 例1

1.9w.t.%TiC、1.4w.t.%TiCN、3.3w.t.%TaC、2.2w.t.%Nbc、6.5w.t.%Co及び残部WCを

50

含み、0.15w.t.%の化学量論量を越える炭素含有量を有する粉末混合物から旋削用インサートCNMG120408を加圧成形した。このインサートは標準作業に従ってH<sub>2</sub>を用いて、450に上げて脱ろう処理し、そして更に真空において1350 で、そしてその後にArの保護ガスを用いて1時間だけ1450 で焼結した。

本発明に係る処理を冷却過程で実行した。1380 に冷却し且つ保護Arガスを排気した後に、600mbarのN<sub>2</sub>を供給し、1時間維持し、その後に圧力を150mbarに低下させて20分間その状態を維持した。冷却は同じ雰囲気の下で1200 に降下するまで続行し、その時点で排気し且つArの再充填を行った。

切削インサートの表面組織はその時点で、立方晶相が本質的に存在しない25μm厚のバインダ相富化領域から構成されていた。切削（切削エッジ）の下側の領域には、バインダ相含有量が名目的含有量に比較して約30%増大している領域が生成されていた。この領域は表面から20μmの深さから100μmの深さまで延在している。切削の最外部分はコーリム構造の粗い立方晶相粒子に富んでいた。この部分はその後のエッジ丸め処理の際に除去された。従って、バインダ相富化領域が露出された。

#### 例2（例1に対する参照例）

例1と同じ粉末から同じ型式のインサートを加圧成形し、そして例1の焼結工程の標準部分に従って、即ち保持時間に1450 のAr保護ガスを用いて、焼結した。冷却工程は何ら加熱されていないArの保護ガスで行われた。

表面組織は例1のように立方晶相が本質的に存在しない25μm厚のバインダ相富化表面領域から構成されていた。しかし、エッジ域では、バインダ相富化域が存在せず、代りに対応する領域は名目的含有量に対し、約30%だけバインダ相が欠乏していた。立方晶相の割合はそれに応じて高くなっていた。その後のエッジ丸め処理の際に、バインダ相欠乏、立方晶相富化域が露出した。これは公知技法に係る傾斜焼結セメンテッドカーバイドにとって典型的な組織である。

#### 例3

例1と例2からのCNMG120408型インサートを用いて、焼き入れ焼き戻し鋼、SS2244の断続旋削作業として、試験を行った。以下の切削データが採用された。

スピード = 100m/分

送り = 0.15mm/rev

切込み = 2.0mm

各インサートの30個のエッジが破損するまで試行された。

本発明品のインサートの平均工具寿命は、7.3分であり、公知法のインサートの場合には1.4分であった。

#### 例4

例1と例2からインサートを、硬度HB = 280の焼き入れ焼き戻し鋼における連続旋削作業で試験した。以下の切削データが採用された。

スピード = 250m/分

送り = 0.25mm/rev

切込み = 2.0mm

この作業はインサートの逃げ面上の摩耗ランドとして観測され得る切削の可塑変形をもたらした。

0.40mmの摩耗（ウエア）ランドを得るまでの時間は各々で5個の切削に対し測定した。本発明品インサートでは10.0分の平均工具寿命となったが、公知技法に係るインサートでは平均工具寿命は11.2分であった。

例3と例4から、本発明品インサートが公知技法に係るものよりも著しく良好なタフネス強度を可塑変形抵抗を著しく低下させることなく呈することは明白である。

#### 例5

例1と例2からのインサートを用いて、オーステナイトステンレス鋼（SS2333）による工具寿命試験を実施した。この試験は肉厚チューブ（外径90mm、内径65mm）の繰返し正面（フエース）工作から成る。以下の切削データを採用した。

10

20

30

40

50

スピード = 150m/分

送り = 0.36mm/rev

切込み = 0 - 3 - 0 (変動)

試験は最大フランク摩耗 = 0.80mmになるまで或いは破損するまで実行した。5個のエッジ当りの平均として、以下の結果が得られた。

先行技術 = 11カット、5個のエッジから5個が破損

本発明 = 51カット、5個のエッジの破損は0

例 6

例 1 と例 2 から の インサート を用いて、初期摩耗の試験をオーステナイトステンレス鋼 (SS2333) において実施した。この試験は肉厚チューブ (外径90mm、内径50mm) の正面 (フエース) 工作から成る以下の切削データを採用した。

10

スピード = 140m/分

送り = 0.36mm/rev

切込み = 0 - 3 - 3 (変動)

1 カット後の結果は走査電子顕微鏡により、付着工作物材料をエッチングにより除去した後のエッジ上に生じている初期摩耗を評価した。先行技術品のインサートは小さなチップング損傷を有していた (図 5) が、本発明品のインサートはこの種のチップングを有していなかった (図 6)。

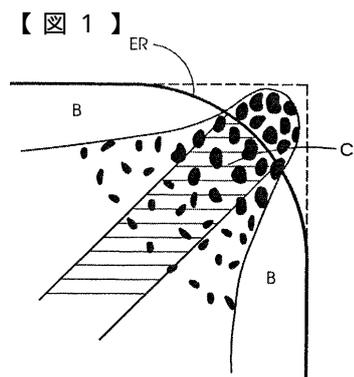


Fig. 1

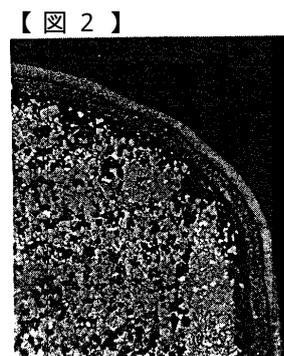


Fig. 2

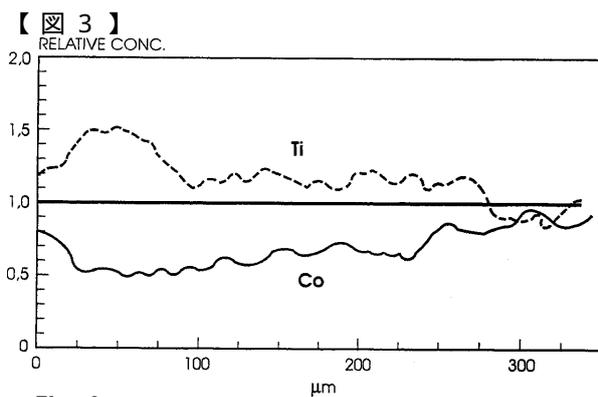


Fig. 3

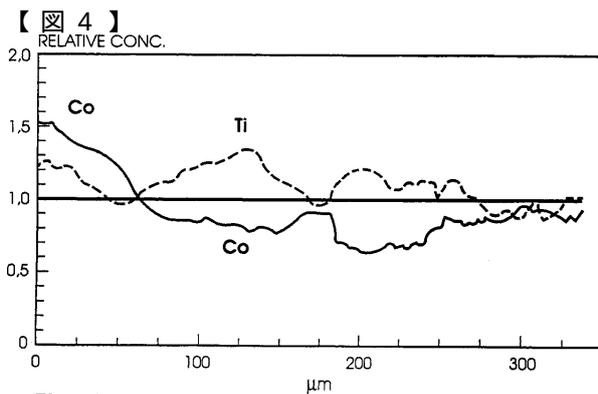


Fig. 4

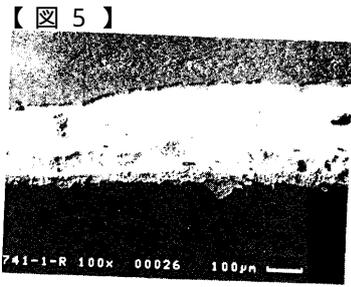


Fig. 5

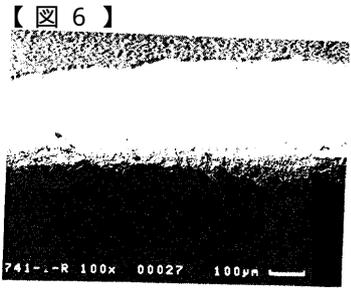


Fig. 6

---

フロントページの続き

- (72)発明者 グスタフソン, ベル  
スウェーデン国, エス 1 4 1 4 0 フッディング, セゲルミネスベーゲン 3 7
- (72)発明者 オーケッソン, レイフ  
スウェーデン国, エス 1 2 5 5 1, エールプスヨー, ボルゴルダベーゲン 2 4

審査官 米田 健志

- (58)調査した分野(Int.Cl.<sup>7</sup>, D B名)  
C22C 29/00 ~ 29/18