

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2008年8月14日 (14.08.2008)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2008/096400 A1

- (51) 国際特許分類:
C04B 35/52 (2006.01) C22C 26/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2007/051823
- (22) 国際出願日: 2007年2月2日 (02.02.2007)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友電工ハードメタル株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC HARDMETAL CORP.) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 Hyogo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 黒田 善弘 (KURODA, Yoshihiro) [JP/JP]; 〒6640016 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 Hyogo (JP). 久木野 暁 (KUKINO, Satoru) [JP/JP]; 〒6640016 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 Hyogo (JP). 深谷 朋弘 (FUKAYA, Tomohiro) [JP/JP]; 〒6640016 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 Hyogo (JP).
- (74) 代理人: 酒井 正己, 外 (SAKAI, Masami et al.); 〒1070052 東京都港区赤坂4丁目13番5号 赤坂オフィスハイツ Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書

(54) Title: DIAMOND SINTER

(54) 発明の名称: ダイヤモンド焼結体

(57) Abstract: A diamond sinter which has higher hardness than conventional diamond sinters and is excellent in strength including chipping resistance and wearing resistance. The diamond sinter comprises diamond particles and a binder and is characterized in that the binder comprises: a solid solution comprising carbon, tungsten, and at least one element selected from the group consisting of titanium, zirconium, vanadium, niobium, and chromium; and an iron-group element represented by cobalt. It is further characterized in that adjacent diamond particles are bonded to each other.

(57) 要約: 従来のダイヤモンド焼結体より、さらに硬度が高く、耐欠損性、耐摩耗性などの強度が優れたダイヤモンド焼結体を提供する。ダイヤモンド粒子と結合材を含むダイヤモンド焼結体であって、前記結合材は、チタン、ジルコニウム、バナジウム、ニオブ、およびクロムからなる群より選ばれる少なくとも1種以上の元素、炭素およびタングステンを含む固溶体、並びにコバルトに代表される鉄族元素を含み、隣り合う前記ダイヤモンド粒子同士は互いに結合していることを特徴とするダイヤモンド焼結体。



WO 2008/096400 A1

明 細 書

ダイヤモンド焼結体

技術分野

[0001] 本発明は、高い硬度、耐欠損性、耐摩耗性を有し、旋削工具およびエンドミルなどに代表される切削工具の切れ刃などに好適に用いられるダイヤモンド焼結体に関する。

背景技術

[0002] ダイヤモンド粒子を結合材で焼結したダイヤモンド焼結体は、高い硬度を有するとともに、単結晶ダイヤモンドの欠点であるへき開性による欠損が生じ難いため、切削用工具等の素材として広く用いられている。このダイヤモンド焼結体の製造方法としては、例えば、コバルト、鉄、ニッケルなどの鉄族元素に代表される触媒能を有する溶媒金属からなる結合材を用い、ダイヤモンド粉末を溶解し再析出させ、ダイヤモンド粒子同士にネックグロースと呼ばれる直接結合を形成させる方法が特許文献1(特公昭39-20483号公報)などに開示されている。

[0003] しかし、ダイヤモンド焼結体内に残留するコバルトなどの鉄族元素は硬度などの強度が低く、特に使用時の高温によりその強度が低下することに加えて、ダイヤモンドを黒鉛化する作用を有するなどの理由により、切れ刃の性能を低下する場合がある。そこで、焼結体のより高い強度を得るため、周期律表4、5または6族元素の炭化物などからなる結合材を介してダイヤモンド粒子同士を結合させた焼結体が、特許文献2(特公昭58-32224号公報)や特許文献3(特開2003-95743号公報)などに開示されている。

[0004] また、特許文献4(特開2005-239472号公報)には、周期律表4、5または6族元素などの炭化物とコバルトからなる結合材を介してダイヤモンド粒子同士を結合させた焼結体であって、焼結工程での異常な粒成長を抑制するとともに、ダイヤモンド粒子同士の直接結合をより強固にして、耐摩耗性、耐欠損性、耐衝撃性などに優れたダイヤモンド焼結体を得るため、ダイヤモンド粒子の粒径や含有率、結合材中のコバルトなどの含有率、炭化物の存在形態などを特定したダイヤモンド焼結体が開示さ

れている。

特許文献1:特公昭39-20483号公報

特許文献2:特公昭58-32224号公報

特許文献3:特開2003-95743号公報

特許文献4:特開2005-239472号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0005] 本発明は、前記のような従来のダイヤモンド焼結体より、さらに硬度が高く、耐欠損性、耐摩耗性などの強度が優れたダイヤモンド焼結体を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明者らは、鋭意検討の結果、結合材が、周期律表4、5または6族の中の特定の元素および炭素とともに、さらにタングステンを含む固溶体を含有することにより、硬度が高く、耐欠損性、耐摩耗性などの強度がさらに優れたダイヤモンド焼結体を得ることができることを見出し、本発明を完成した。

[0007] 本発明は、ダイヤモンド粒子と結合材を含むダイヤモンド焼結体であって、前記結合材は、チタン、ジルコニウム、バナジウム、ニオブ、およびクロムからなる群より選ばれる少なくとも1種以上の元素、炭素およびタングステンを含む固溶体、並びに鉄族元素を含み、

隣り合う前記ダイヤモンド粒子同士は互いに結合していることを特徴とするダイヤモンド焼結体である。

[0008] ダイヤモンド粒子と結合材の合計重量に対するダイヤモンド粒子の含有量は、60重量%以上で98重量%未満が好ましい。結合材は、ダイヤモンドより硬度が小さいので、ダイヤモンド粒子の含有率を60重量%以上とすることにより、硬度の低下を防ぎ、耐欠損性(抗折力)および耐衝撃性などの強度などがより優れたものとなる。一方、ダイヤモンド粒子の含有率を98重量%以上とすると、結合材の触媒能が十分に得られず、ネックグロースが進展せず、その結果耐欠損性(抗折力)が低下する傾向にある。

[0009] 本発明のダイヤモンド焼結体に含まれるダイヤモンド粒子は、隣り合うもの同士が互

いに結合していることを特徴とする。隣り合うダイヤモンド粒子同士が互いに結合している結果、優れた耐欠損性(抗折力)が得られる。このような結合は、原料のダイヤモンド粉末を溶解再析出させダイヤモンドの結晶を形成する工程(焼結体を形成する工程)で、鉄族元素などの触媒能を有する結合材により、ダイヤモンド粒子同士にネックグロースと呼ばれる直接結合を形成させることにより得られる。

- [0010] 尚、本発明において、ダイヤモンド焼結体に含まれるダイヤモンド粒子の、隣り合うもの同士が互いに結合しているかどうかは、ダイヤモンド以外の成分を除去した後の抗折力で判断することができる。即ち、長さ6mm、幅3mm、厚さ0.4~0.45mmである長方形にした当該焼結体を、密閉容器中で、濃度60%以上65%未満の硝酸を2倍希釈したもの40mlと、濃度45%以上50%未満のフッ化水素酸10mlを混合したフッ酸にて、120℃以上150℃未満で48時間処理を行いダイヤモンド以外の成分を除去した焼結体の、4mmスパンの条件で3点曲げ強度測定による抗折力を測定し、1.3GPa以上の抗折力を有する場合、本発明においては、ダイヤモンド粒子の、隣り合うもの同士が互いに結合しているとする。

本発明のダイヤモンド焼結体の中でも、ダイヤモンドの平均粒子径が0.8 μ m以下で、前記酸処理後の抗折力が、1.6GPaを超えるものが特に好ましい。

- [0011] 本発明のダイヤモンド焼結体を構成する結合材は、ダイヤモンドの結晶を析出させ、ダイヤモンド粒子間のネックグロースを形成させる触媒能を有する鉄族元素、並びにチタン、ジルコニウム、バナジウム、ニオブ、およびクロムからなる群より選ばれる少なくとも1種以上の元素(以下元素Zとする。)、炭素およびタングステンの固溶体を含む。

- [0012] 前記固溶体は、鉄族元素と比較して硬度が高いため、結合材が前記固溶体を含むことにより、結合材の硬度、さらにはダイヤモンド焼結体の硬度が向上する。また、耐熱性や耐酸化性などの耐化学反応性が高くなるため、耐摩耗性が高くなる。さらに、ダイヤモンド焼結体工具の主要用途であるアルミ合金材との親和性が低くなるため耐摩耗性および耐溶着性が高くなる。また固溶強化により強度が高くなるため、耐欠損性(抗折力)や耐衝撃性が高くなる。

- [0013] 前記固溶体は、元素Z、タングステン、および炭素を含むが、元素Zを炭化物として

含むことが好ましい。固溶体が、元素Zの炭化物を含むことにより耐欠損性、耐摩耗性などの強度が向上する。周期律表4、5または6族の元素であっても、元素Z以外の元素、例えばモリブデンの炭化物を含んでいても、優れた耐欠損性、耐摩耗性は得られない。

[0014] 前記固溶体は、元素Zの炭化物とともに、タングステンを炭化物として含むことが好ましい。元素Zの炭化物とタングステンの炭化物を共に含むことにより、硬度、耐欠損性、耐摩耗性がさらに向上し、元素Zの炭化物とタングステンの炭化物の一方のみを含む従来技術のダイヤモンド焼結体より、さらに優れた強度が得られる。

[0015] 前記結合材に含まれる元素Z、タングステンおよび炭素は固溶体を形成していることを特徴とする。固溶体を形成することにより、従来技術のダイヤモンド焼結体より、さらに優れた耐欠損性、耐摩耗性が得られる。元素Zの炭化物とタングステンの炭化物の粉末が、固溶体を形成せずに混合しているのみでは、優れた強度は得られない。

[0016] 結合材中の前記固溶体の含有率としては、0.5重量%以上50重量%以下が好ましく、より好ましくは、20重量%以上50重量%以下である。一方、結合材中の鉄族元素の含有率は、好ましくは、50重量%以上99.5重量%以下であり、より好ましくは50重量%以上80重量%以下である。固溶体の含有率が前記の範囲より小さい場合は、優れた耐欠損性、耐摩耗性などが得られにくく、一方、固溶体の含有率が前記の範囲より大きい場合は、ダイヤモンド粒子のネックグロースを促進するという触媒能が十分得られにくくなり、その結果耐欠損性が低下するなどの問題が生じやすくなる。

[0017] 前記の固溶体は、さらに酸素、窒素などを含むことができる。これらの元素、特に窒素は、ダイヤモンド焼結体の形成工程で結合材中に取り込まれる場合が多い。

[0018] 本発明は、前記のダイヤモンド焼結体の好ましい態様として、さらに次に示す構成を提供する。

前記のダイヤモンド焼結体であって、前記固溶体中の、チタン、ジルコニウム、バナジウム、ニオブ、およびクロムからなる群より選ばれる少なくとも1種以上の元素とタングステンの成分比率が原子数比で、0.4以上、15.0以下の範囲内にあることを特徴とするダイヤモンド焼結体である。該固溶体中の、元素Zとタングステンの成分比率が

原子数比で、 $0.4 \leq \text{元素Z} / \text{タングステン} \leq 15.0$ の範囲で、より大きな硬度および優れた耐摩耗性が得られる。この範囲の中でも、特に、 $0.4 \leq \text{元素Z} / \text{タングステン} \leq 3.0$ の範囲が好ましく、さらに大きな硬度および優れた耐摩耗性が得られる。

[0019] 前記のダイヤモンド焼結体であって、前記鉄族元素はコバルトであり、その結合材中の含有率が50重量%以上、80重量%以下であることを特徴とするダイヤモンド焼結体である。鉄族元素としては、鉄、ニッケル、コバルトが挙げられるが、なかでもコバルトは触媒能が高いので好ましい。

[0020] また、コバルトの結合材中の含有率が50重量%以上の場合、ダイヤモンド粒子のネックグロースを促進するという触媒能が特に大きく、その結果優れた耐欠損性などが得られる。また、含有率が80重量%以下の場合、結合材中の前記固溶体の含有率が高くなり、優れた耐欠損性、耐摩耗性などが得られる。

[0021] 前記のダイヤモンド焼結体であって、前記ダイヤモンド粒子の平均粒径が、 $2 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするダイヤモンド焼結体である。平均粒径を、 $2 \mu\text{m}$ 以下と小さくすることにより、ダイヤモンド粒子のへき開などによるダイヤモンド焼結体の強度低下を抑制することができる。前記の結合材を用い、結合材が不連続になるように制御してダイヤモンド焼結体を生成することにより、前記の範囲の平均粒径のダイヤモンド焼結体を得ることができる。結合材が不連続になるように制御する方法、条件は特許文献4に開示されている。

[0022] 前記のダイヤモンド焼結体であって、元素Z、すなわちチタン、ジルコニウム、バナジウム、ニオブ、およびクロムからなる群より選ばれる少なくとも1種以上の元素が、チタンであることを特徴とするダイヤモンド焼結体である。元素Zの中でもチタンを用いた場合に、焼結体の硬度が特に高くなり、特に優れた耐欠損性、耐摩耗性が得られる。

[0023] 次に、本発明のダイヤモンド焼結体の製造方法について述べる。

[0024] 前記の固溶体は、元素Zの炭化物の粉末およびタングステンの炭化物の粉末を、ダイヤモンド粉末とは別に混合した後、これらが固溶する 1300°C 、 3GPa 以上に加熱、加圧して得ることができる。得られた固溶体は、ボールミルなどを用いて粉砕される。

- [0025] ダイヤモンド焼結体は、例えば、このようにして得られた固溶体の粉末、鉄族元素の粉末、およびダイヤモンドの粉末を乾式混合した後、超高压発生装置の金型内で、加熱、加圧して焼結させることにより得ることができる。固溶体の粉末は、好ましくは、平均粒径 $0.8\mu\text{m}$ 以下の粒子として、互いに不連続となるように添加される。連続しないように制御することにより、ダイヤモンド粒子同士がネックグロースしやすくなり、強固な骨格が形成され、耐欠損性が向上する。
- [0026] 前記鉄族元素の粉末は、金属粉末であってもよいし、これらの元素の炭化物などからなるセラミックス粉末を用いてもよい。ただし、金属粉末を用いた場合の方が、一層強固なダイヤモンド結合が得られる場合が多い。
- [0027] 固溶体の粉末、鉄族元素の粉末、およびダイヤモンドの粉末を乾式混合するかわりに、ダイヤモンド粉末の表面に、PVD (Physical Vapor Deposition) 法などを用いて、元素Z、元素Zの炭化物、並びに、元素Zの炭化物および炭化タングステンの固溶体から選ばれる1つ以上を、ダイヤモンドの粉末の表面積の20~80%に不連続に被覆してもよい。元素Zまたは元素Zの炭化物のみをPVD法により被覆して、他の成分を粉末で混合しても、焼結工程で、元素Z、タングステンおよび炭素の固溶体が生成し、耐欠損性および耐摩耗性に優れたダイヤモンド焼結体を得られる。ただし、炭化タングステンをPVD法により被覆して、他の成分を粉末で混合した場合は、焼結工程で、元素Z、タングステンおよび炭素の固溶体は生成しない。
- [0028] 焼結は、超高压発生装置の金型内で、前記の混合物を、好ましくは、圧力5.0GPa以上、8.0GPa以下、温度1500°C以上、1900°C以下で10分間程度保持することにより行うことができる。金型の耐久性を考慮すると8.0GPaより大きい圧力は実用性が小さい。温度を1900°Cより高くすると、ダイヤモンド-黒鉛の平衡線を超えて黒鉛の安定域に入るため、ダイヤモンドの黒鉛化が発生しやすくなる。超高压発生装置の金型の耐久性と、ダイヤモンド焼結体の性能を考え合わせると、圧力5.7GPa以上、7.7GPa以下、温度1500°C以上1900°C以下の条件で10分間程度保持することがより好ましい。
- [0029] 以上のようにして得られたダイヤモンド焼結体は、従来のダイヤモンド焼結体より、耐摩耗性、耐欠損性などの強度が、さらに優れたものであり、切削工具の切れ刃など

に好適に用いられる。

発明の効果

[0030] 本発明のダイヤモンド焼結体は、従来のダイヤモンド焼結体より、硬度がさらに高い焼結体であり、高い抗折力や小さい逃げ面摩耗量を示す。高い抗折力は工具としての耐欠損性が優れることを、小さい逃げ面摩耗量は耐摩耗性が優れることを示すので、本発明のダイヤモンド焼結体は、耐欠損性、耐摩耗性などの強度が、従来のダイヤモンド焼結体よりさらに優れた焼結体であり、切削工具の切れ刃などに好適に用いられる。

発明を実施するための最良の形態

[0031] 次に実施例を示して、本発明をより具体的に説明する。実施例は、本発明の範囲を限定するものではない。

実施例 1

[0032] 表1に示す結合材成分のダイヤモンド焼結体A～Lを製造し、そのダイヤモンド焼結体の抗折力と、得られたダイヤモンド焼結体を切削工具の切れ刃として使用したときの刃具の逃げ面の摩耗量を測定した。なお、焼結体C～Fおよび焼結体H～Lが本発明例であり、焼結体A、B、Gは比較例である。

[0033] (ダイヤモンド焼結体の製造)

平均粒径1 μ mのダイヤモンド粉末の85重量部、コバルトの粉末の10重量部、およびコバルト以外の結合材成分の5重量部を乾式混合した。

[0034] コバルト以外の結合材成分としては、焼結体Aの製造では、炭化タングステンの粉末を用い、焼結体Bの製造で用いたものは、炭化タングステンの粉末および炭化チタンの粉末の混合物である。

[0035] 焼結体C～Lの製造では、表1の「結合材成分」の欄に示す元素を、表1の「固溶体の元素比」の欄に示す原子数比で混合し、圧力5.5 GPa、温度1400°Cの条件で5分間保持してできた固溶体を粉砕して作製したものを、コバルト以外の結合材成分として用いた。

[0036] このようにしてダイヤモンド粉末と結合材を乾式混合した原料を、超硬合金で形成された基材(円盤)に接した状態でタンタル製の容器に充填し、ベルト型超高压装置

を用いて、圧力:5.8GPa、温度:1500℃の条件で10分間保持して焼結を行い、ダイヤモンド焼結体を得た。

SEM(走査型電子顕微鏡)2次電子像により、得られたダイヤモンド焼結体のダイヤモンド粒子の粒子径を確認したところ、ダイヤモンド粒子の平均粒径は、焼結体Aでは5 μ m、焼結体Bでは3 μ m、焼結体C~Lではいずれも平均粒径2 μ mへの粒子の肥大を生じていた。

[0037] (コバルトおよび炭化物・固溶体の含有量の測定)

前記で得られたダイヤモンド焼結体のそれぞれに含まれるコバルトおよび炭化物・固溶体を、XRD(X-ray diffraction)、TEM(透過型電子顕微鏡)、AES(オージェ電子分光分析法)により測定してコバルトおよび炭化物・固溶体を検出した。各元素を高周波誘導プラズマ発光分析法(ICP法)により定量測定し、それぞれの含有量(ダイヤモンド粒子と結合材成分の合計量に対する重量%)を算出した。算出値を表1に示す。

[0038] (焼結体および結合材の硬度の測定)

さらに、それぞれの焼結体について、ナノインデントを用いて、試験荷重10gfにて、焼結体および結合材部分のマルテンズ硬さ(ISO14577)をそれぞれ10回測定した。その平均値を表1に示す。

[0039] (抗折力および逃げ面摩耗量の測定)

それぞれのダイヤモンド焼結体を、長さ6mm×幅3mm×厚み0.3mmの板状試験片に加工し、スパン距離4mmの3点曲げ試験により、それぞれの試験片の抗折力を測定した。さらに、主面の形状が正三角形の台金のコーナに、それぞれのダイヤモンド焼結体を取付けた切削用焼結体チップ(刃先交換式チップ、ISO規格:TPGN160304)を作製して下記条件で切削試験を行い、ダイヤモンド焼結体の逃げ面摩耗量を測定した。これらの結果を表1に示す。

[0040] [切削試験の条件]

被削材:Si-16重量%含有のAl合金丸棒

切削条件:外周旋削、切削速度800m/min、切込み0.5mm、

送り0.12mm/rev、湿式切削、切削時間5分

[0041] 尚、長さ6mm、幅3mm、厚さ0.4~0.45mmである長方形にした当該焼結体を、密閉容器中で、濃度60%以上65%未満の硝酸を2倍希釈したもの40mlと、濃度45%以上50%未満のフッ化水素酸10mlを混合したフッ酸にて、120°C以上150°C未満で48時間処理を行いダイヤモンド以外の成分を除去した焼結体の、4mmスパンの条件で3点曲げ強度測定による抗折力を測定したところ、焼結体A~Lの抗折力は焼結体A:0.5GPa、焼結体B:0.6GPa、焼結体C:1.5GPa、焼結体D:1.4GPa、焼結体E:1.4GPa、焼結体F:1.3GPa、焼結体G:1.3GPa、焼結体H:1.5GPa、焼結体I:1.4GPa、焼結体J:1.3GPa、焼結体K:1.5GPa、焼結体L:1.3GPa、であった。したがって、焼結体C~Lは、隣り合うダイヤモンド粒子同士が互いに結合しているといえることができる。

[0042] [表1]

試料 No.	結合材成分 (重量%)	固溶体の元素 比(原子数比)	焼結体硬度 マルテンズ硬さ (mgf/ μm^2)	結合材硬度 マルテンズ硬さ (mgf/ μm^2)	抗折力 (GPa)	逃げ面摩 耗量(μm)
A	WC; 4.7% Co; 11.5%	—	9434	2504	2.33	62
B	TiC; 4.9% WC; 0.4% Co; 10.8%	—	10264	3173	2.60	54
C	(Ti, W)C; 3.2% Co; 10.7%	Ti:W:C =1:1:2	12223	3959	3.08	36
D	(Cr, W)C; 3.1% Co; 10.9%	Cr:W:C =1:1:2	11985	3782	2.84	41
E	(V, W)C; 3.2% Co; 10.6%	V:W:C =1:1:2	11774	3628	2.77	42
F	(Nb, W)C; 3.0% Co; 10.7%	Nb:W:C =1:1:2	11417	3458	2.80	44
G	(Mo, W)C; 2.1% Co; 10.8%	Mo:W:C =1:1:2	9886	2936	2.62	51
H	(Ti, W)C; 3.1% Co; 10.9%	Ti:W:C =2:1:3	12178	3762	3.06	38
I	(Ti, W)C; 3.1% Co; 10.9%	Ti:W:C =9:1:10	11033	3783	2.90	38
J	(Ti, W)C; 3.2% Co; 10.6%	Ti:W:C =16:1:17	10675	3370	2.78	48
K	(Ti, W)C; 3.4% Co; 10.7%	Ti:W:C =1:2:3	11996	3605	2.99	39
L	(Ti, W)C; 3.3% Co; 10.9%	Ti:W:C =1:5:6	10874	3432	2.71	47

[0043] 表1の結果は、結合材の構成元素により、ダイヤモンド焼結体の抗折力や切削工具の切れ刃として使用したときの逃げ面摩耗量が大きく変動することを示している。

[0044] 表1の結果より明らかなように、元素Z、タングステンおよび炭素の固溶体を結合材に用いて製造した焼結体C～F、H～Lは、焼結体A、Bより硬度が大きく、また抗折力が高く、逃げ面摩耗量が小さい。この固溶体を含む結合材は、結合材成分の硬度が高く、その結果焼結体全体の硬度が高くなり、耐摩耗性が向上したと考えられる。さらに、この固溶体は結合材としての機能も備えるため、結合材としての機能が得られない炭化タングステンなどを含有する焼結体A、Bに比べて抗折力が向上したと考

えられる。

[0045] 高い抗折力は工具としての耐欠損性が優れることを、小さい逃げ面摩耗量は耐摩耗性が優れることを示すので、本発明例である焼結体C～F、H～Lは、切削工具用の材質として好適であることが明らかとなった。

[0046] なお、固溶体を結合材に用いて製造した焼結体Gは、タングステンが固溶しているにもかかわらず、硬度、抗折力、耐摩耗性ともに焼結体Bとほぼ同等であった。すなわち、周期律表4、5、6族の元素であってもモリブデンの場合は、本発明の優れた効果が得られないことが示されている。これは、モリブデンとタングステンの原子量が近く、炭化モリブデンにタングステンが固溶しても大きな硬度向上に至らなかったためと考えられる。

[0047] 焼結体C～Fは、固溶体中の元素Z:タングステン:炭素の比は同一であり、元素Zの種類のみが異なっている。表1の結果に示されるように、元素Zとしてチタンを用いた焼結体Cが、これらの中で特に硬度が大きく、また抗折力が高く、逃げ面摩耗量が小さく、切削工具などの材質として特に優れている。他の元素に比べてチタンは、ダイヤモンド粒子同士の結合を促進する機能が大きいと考えられ、特にダイヤモンド粒子同士の結合力の影響が大きい抗折力において、焼結体Cは優れている。

[0048] 焼結体C、H～Lは、いずれも結合材にチタン、タングステンおよび炭素の固溶体を含有するものであるが、チタンとタングステンの元素比が異なっている。なお、炭素の元素数は、いずれもチタンとタングステンの合計の元素数である。

[0049] 焼結体C、H～Lの中では、チタンとタングステンが1:1の割合で固溶している焼結体Cが最も良好な性能を示し、硬度が大きく、また抗折力が高く、逃げ面摩耗量が小さい。一方、チタン/タングステンが0.4未満である焼結体Lやチタン/タングステンが15を越える焼結体Jでは、硬度、耐欠損性、耐摩耗性が低下する傾向が見られる。

実施例 2

[0050] 表2に示す結合材成分のダイヤモンド焼結体M～Rを、各元素の添加方法を変化させて製造し、そのダイヤモンド焼結体の抗折力、得られたダイヤモンド焼結体を切削工具の切れ刃として使用したときの刃具の逃げ面の摩耗量を測定した。なお、焼結体O、P、QおよびRが本発明例であり、焼結体M、Nは比較例である。

[0051] (ダイヤモンド焼結体の製造)

ダイヤモンド焼結体の製造は、具体的には以下のように行った。平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ のダイヤモンド粉末と、結合材としてコバルト粉末と表2に示す組成の化合物を、ダイヤモンド粉末85重量%、コバルト粉末10重量%、添加物5重量%の混合割合にして、表2に示す添加方法にて添加を行った。PVD被覆については、RF (Radio Frequency) スパッタリングPVD装置を用い、ダイヤモンド粉末の表面積の50%を、不連続になるように制御して被覆した。このようにして得られた原料を、超硬合金で形成された基材(円盤)に接した状態でタンタル製の容器に充填し、ベルト型超高压装置を用いて、圧力:5.8GPa、温度:1500°Cの条件で10分間保持して焼結を行い、ダイヤモンド焼結体を得た。

SEM2次電子像により、得られたダイヤモンド焼結体のダイヤモンド粒子の粒子径を確認したところ、平均粒径 $0.8\ \mu\text{m}$ であった。

[0052] (コバルトおよび炭化物・固溶体の含有量の測定)

それぞれのダイヤモンド焼結体に含まれるコバルトおよび炭化物・固溶体の含有量を、実施例1と同様の方法で調べ、それぞれの重量%を算出して表2に示した。

[0053] (抗折力および逃げ面摩耗量の測定)

さらに、抗折力および工具の切れ刃として使用したときの刃具の逃げ面の摩耗量を実施例1と同様の方法で測定した結果を表2に示す。

[0054] 尚、長さ6mm、幅3mm、厚さ0.4~0.45mmである長方形にした当該焼結体を、密閉容器中で、濃度60%以上65%未満の硝酸を2倍希釈したもの40mlと、濃度45%以上50%未満のフッ化水素酸10mlを混合したフッ酸にて、120°C以上150°C未満で48時間処理を行いダイヤモンド以外の成分を除去した焼結体の、4mmスパンの条件で3点曲げ強度測定による抗折力を測定したところ、焼結体Mでは、抗折力が0.7GPa、Nでは0.9GPaであったが、O、P、Q、Rでは、それぞれ1.7GPa、1.6GPa、1.7GPa、1.9GPaの抗折力であった。したがって、焼結体O~Rは、隣り合うダイヤモンド粒子同士が互いに結合しているといえることができる。

[0055] [表2]

試料No.	結合材成分 (重量%)	固溶体の元素比 (原子数比)	添加方法	抗折力 (GPa)	逃げ面摩耗量 (μm)
M	WC; 2.7% Co; 11.5%	—	WC:PVD被覆	2.58	62
N	TiC; 2.1% WC; 1.4% Co; 10.9%	—	Ti:粉末混合 WC:PVD被覆	2.54	59
O	(Ti, W)C; 2.9% Co; 10.8%	Ti:W:C =1:1:2	Ti:PVD被覆 WC:粉末混合	3.08	32
P	(Ti, W)C; 3.1% Co; 10.9%	Ti:W:C =1:1:2	TiC:PVD被覆 WC:粉末混合	3.01	36
Q	(Ti, W)C; 2.8% Co; 10.5%	Ti:W:C =1:1:2	(Ti, W)C :PVD被覆	3.08	33
R	(Zr, W)C; 2.9% Co; 10.8%	Zr:W:C =1:1:2	Zr:PVD被覆 WC:粉末混合	2.8	45

[0056] 焼結体N、O、PおよびQはチタン及びタングステンを添加したものであるが、添加方法の違いにより結合材及びダイヤモンド焼結体の抗折力、耐摩耗性に違いが見られた。

[0057] 焼結体MとNを比較すると、炭化タングステンをPVD被覆した場合、Ti粉末を混合して焼結しても(Ti, W)Cの固溶体はできず、炭化チタン及び炭化タングステンとして存在するため、性能にほとんど差が見られなかった。

[0058] しかし、チタン、炭化チタン、(Ti, W)Cの固溶体をPVD被覆した焼結体O～Qでは、ダイヤモンド焼結体中に(Ti, W)Cの固溶体が存在し、耐欠損性及び耐摩耗性の大幅な向上が見られた。チタンを含む化合物をPVD被覆することで(Ti, W)Cの固溶体が生成するため、被覆前のチタンの存在形態はいずれでも良いことがこの結果より明らかである。

また、焼結体Oにおけるチタンをジルコニウムに変えた焼結体Rも、(Zr, W)Cの固溶体が生成し、耐欠損性及び耐摩耗性の大幅な向上が見られた。

請求の範囲

- [1] ダイヤモンド粒子と結合材を含むダイヤモンド焼結体であって、
前記結合材は、チタン、ジルコニウム、バナジウム、ニオブ、およびクロムからなる群より選ばれる少なくとも1種以上の元素、炭素およびタングステンを含む固溶体、並びに鉄族元素を含み、
隣り合う前記ダイヤモンド粒子同士は互いに結合していることを特徴とするダイヤモンド焼結体。
- [2] 前記固溶体中の、チタン、ジルコニウム、バナジウム、ニオブ、およびクロムからなる群より選ばれる少なくとも1種以上の元素とタングステンの成分比率が原子数比で、0.4以上、15.0以下の範囲内にあることを特徴とする請求の範囲第1項に記載のダイヤモンド焼結体。
- [3] 前記鉄族元素はコバルトであり、その結合材中の含有率が50重量%以上、80重量%以下であることを特徴とする請求の範囲第1項または第2項に記載のダイヤモンド焼結体。
- [4] 前記ダイヤモンド粒子の平均粒径が、 $2\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求の範囲第1項ないし第3項のいずれかに記載のダイヤモンド焼結体。
- [5] 前記チタン、ジルコニウム、バナジウム、ニオブ、およびクロムからなる群より選ばれる少なくとも1種以上の元素が、チタンであることを特徴とする請求の範囲第1項ないし第4項のいずれかに記載のダイヤモンド焼結体。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2007/051823

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C04B35/52(2006.01) i, C22C26/00(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C04B35/52, C22C26/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2007
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2007	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2007

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 58-32224 B2 (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 12 July, 1983 (12.07.83), Claims; column 6, lines 8 to 14; example 3; table 2 (Family: none)	1-5

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
06 March, 2007 (06.03.07)

Date of mailing of the international search report
20 March, 2007 (20.03.07)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C04B35/52(2006.01)i, C22C26/00(2006.01)i			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C04B35/52, C22C26/00			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2007年 日本国実用新案登録公報 1996-2007年 日本国登録実用新案公報 1994-2007年			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
X	JP 58-32224 B2 (住友電気工業株式会社) 1983.07.12, 特許請求の 範囲, 第6欄第8-14行, 実施例3, 表2 (ファミリーなし)	1-5	
☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。		☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。	
* 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献	
国際調査を完了した日 06.03.2007		国際調査報告の発送日 20.03.2007	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 山崎 直也 電話番号 03-3581-1101 内線 3465	4T 3234