

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. ⁶ C30B 29/04 C30B 25/00	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2005년09월08일 10-0497693 2005년06월17일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-1997-0036048	(65) 공개번호	10-1998-0009531
(22) 출원일자	1997년07월30일	(43) 공개일자	1998년04월30일

(30) 우선권주장	9616043.7	1996년07월31일	영국(GB)
(73) 특허권자	드 비어스 인터스트리얼 다이아몬즈 (프로프라이어터리) 리미티드 남아프리카공화국, 스프링스 1560, 너프필드, 드비드 로드1, 다이아몬드 리서치 라보라토리		
(72) 발명자	콜린스, 존 로이드 영국 런던 윌스텐 그린 루트랜드 파크 가든스 18		
(74) 대리인	김영 주성민		

심사관 : 김경민

(54) 다이아몬드

요약

본 발명은 (i) 붕소 도핑계 원자를 0.05 원자% 이상의 농도로 함유하고, (ii) 길이 18 mm, 폭 2 mm 및 두께 1.4 mm 이하인 시료에 대해 3점 굽힘 시험으로 측정할 때 평균 인장 파열 강도가 핵형성장 인장시 600 MPa 이상이고, 성장면 인장시 300 MPa 이상인 것을 특징으로 하는, 연마 도구의 삽입부로 사용하기 위한 CVD 다이아몬드 층에 관한 것이다.

대표도

도 1

명세서

도면의 간단한 설명

제1도는 본 발명의 CVD 다이아몬드 층을 사용하여 절삭하는 도구의 실시양태의 투시도이다.

< 도면의 주요 부분에 관한 부호의 설명 >

10 : 지지체 또는 몸체 12 : 요면 (recess)

14 : CVD 다이아몬드 층 16 : 절삭점

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 다이아몬드, 특히 연마 도구용 삽입부로 사용하기에 적절한 화학 증착 (이하 "CVD"로 언급됨)에 의해 생성되는 다이아몬드에 관한 것이다.

CVD에 의해 기판 상에 다이아몬드와 같은 물질을 증착시키는 방법이 현재 잘 알려져 있고, 특허 및 다른 문헌에 광범위하게 기술되어 있다. 다이아몬드가 기판 상에 증착되는 경우, 일반적으로 이 방법은 해리될 때 원자 형태의 수소 또는 할로젠 (예를 들어, F, Cl) 및 C 또는 탄소 함유 라디칼 및 기타 반응 중, 예를 들어 CH_x , CF_x (식 중, x는 1 내지 4일 수 있음)을 제공할 수 있는 기체 혼합물을 제공하는 것을 포함한다. 또한, 질소 및 붕소 공급원이 존재할 수 있는 것과 같이 산소 함유 공급원이 존재할 수 있다. 많은 공정에서, 헬륨, 네온 또는 아르곤과 같은 불활성 가스가 또한 존재한다. 따라서, 전형적인 공급원 가스 혼합물은 탄화수소 C_xY_y (x 및 y는 각각 1 내지 10일 수 있음), 할로젠화탄소 $C_xY_yHal_z$ (예를 들어, CF_4) 또는 CO_x (식 중, x는 1 내지 3일 수 있음) 및 임의로 O_2 , H_2 , N_2 , NH_3 , B_2H_6 및 불활성 가스 중 1종 이상을 함유한다. 각 가스는 천연 동위원소 비로 존재하거나, 상대적인 동위원소 비는 인위적으로 조절시킬 수 있는데, 예를 들어 수소는 중수소 또는 삼중 수소로 존재할 수 있고, 탄소는 ^{12}C 또는 ^{13}C 로 존재할 수 있다. 공급원 가스 혼합물의 해리는 마이크로파, 레이저, RF 에너지, 플라즈마 또는 고온 필라멘트와 같은 에너지 공급원에 의해 일어나고, 생성된 반응성 가스 종은 기판상에 증착되어 다이아몬드를 형성한다.

CVD 다이아몬드 층은 연마 도구, 특히 절삭 도구용 삽입부로 제안되어 왔다. CVD 다이아몬드 층은 이와 같이 상업적으로 응용하는데 제한이 있는 것으로 밝혀졌다. 이에 대한 이유 중의 하나는 CVD 다이아몬드 층의 전기 전도성이 불량하여, 이들을 종래의 EDM 기술을 사용하여 절삭 삽입부를 위한 목적하는 형태로 절삭하거나 모양을 만드는 것이 어렵다는 것이다. 붕소 도핑제 원자를 CVD 다이아몬드 층 중으로 도입시켜 전기 전도성을 개선시킬 것이 제안되었지만, 이는 층의 강도를 열화시키는 것으로 나타났다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명은 내마모성 및 도구 수명이 개선된 연마 도구용 삽입부로 사용하기에 적절한, 화학 증착 (이하 "CVD"로 언급됨)에 의해 생성되는 다이아몬드를 제공하기 위한 것이다.

발명의 구성 및 작용

본 발명에 따라, 연마 도구용 삽입부로 사용하기 위한 CVD 다이아몬드 층은 하기 특성을 특징으로 한다.

(i) 층은 붕소 도핑제 원자를 0.05 원자% 이상의 농도로 함유하고, 바람직하게는 실질적으로 모든 붕소 도핑제 원자가 결정 격자내의 치환 위치에 있다;

(ii) 평균 인장 파열 강도가 핵형성장 인장시 600 MPa 이상이고, 성장면 인장시 300 MPa 이상이며, 이러한 인장 파열 강도는 길이 18 mm, 폭 2 mm 및 두께 1.4 mm 이하인 시료에 대해 3점 굽힘 시험 (three point bend test)으로 측정된 것이다;

(iii) 방전기 (EDM) 절삭 속도가 1 mm/분 이상이다.

전형적으로, CVD 다이아몬드 층의 붕소 도핑제 원자는 0.05 내지 0.5 원자%, 바람직하게는 0.1 내지 0.3 원자%의 양으로 존재한다. 붕소 도핑제 원자의 일부가 과립 경계에 존재하지만, 바람직하게는 실질적으로 모든 붕소 도핑제 원자는 치환 위치에 있다. 붕소 도핑제 원자의 80% 이상, 바람직하게는 90% 이상이 다이아몬드 층 결정 격자내의 치환 위치에 있을 수 있다. 성취할 수 있는 고 EDM 절삭 속도가 이를 증명한다.

붕소 도핑제 원자는 층 전체에 걸쳐 균일하게 분산되는 것이 바람직하다. 균일도는 층내 임의의 1 mm² 부피중의 도핑제 원자의 농도가 임의의 다른 1 mm² 부피중의 농도와 5 내지 10 %를 초과하게 차이나지 않는다는 것을 의미한다.

또한, CVD 다이아몬드 층은 고 강도를 특징으로 한다. 이 강도는 핵형성면, 즉 다이아몬드 핵형성이 일어난 영역, 또는 성장면, 즉 핵형성 영역 상의 다이아몬드의 성장이 일어난 면인지에 따라 변하는 인장 파열 강도에 의해 측정한다.

층의 두께는 사용될 적용 분야의 특성에 따라 변화할 것이다. 전형적으로, 층은 두께가 0.1 내지 3.0 mm이다.

바람직하게는, CVD 다이아몬드 층은 미세 과립, 예를 들어 평균 입자 크기가 100 마이크로론 미만, 전형적으로 50 마이크로론 미만이다.

CVD 다이아몬드 층은 단결정일 수 있지만, 바람직하게는 다결정이다.

층은 백킹되지 않거나 적절한 카바이드 형성 금속 또는 접합된 카바이드에 의해 백킹될 수 있다. 전형적으로, 이와 같은 금속은 전이 금속류이고, 카바이드는 텅스텐 카바이드, 탄탈륨 카바이드, 티타늄 카바이드 또는 몰리브덴 카바이드이다. 백킹이 제공되는 경우 층은 일반적으로 백킹에 결합된다.

또한, 본 발명에 따르면, 연마 도구는 도구용 절삭 선단을 제공하는, 상기한 CVD 다이아몬드 층이 장착된 지지체를 포함한다. 도구는 절삭, 세공 (turning) 또는 분쇄 도구 또는 드릴 비트 (drill bit)일 수 있다. 지지체 상의 CVD 층의 장착은 뿔질 또는 기타 방법에 의해 수행할 수 있다.

본 발명의 CVD 다이아몬드 층은 비-철계 물질, 플라스틱, 나무, 금속 매트릭스 복합재 (MMC)의 절삭 및 세공, 및 암석 드릴링에서 특히 사용될 수 있다.

본 발명의 CVD 다이아몬드 층을 이용하는 절삭 도구의 예는 도 1에 설명되어 있다. 이 도면에 의하면, 절삭 도구는 그의 한쪽 말단에 요면 (recess) (12)를 갖는 지지체 또는 몸체 (10)을 포함한다. CVD 다이아몬드 층 (14)은 요면에 배치되어, 지지체에 결합되어 있다. 이 층은 절삭점 (16)을 제공한다.

이 실시양태에서는, 백킹되지 않은 CVD 다이아몬드 층이 도시되어 있다. 또한, 층은 백킹이 도구의 CVD 다이아몬드 층 (14) 및 지지체 (12) 사이에 샌드위치되어 있는 백킹된 층일 수 있다.

본 발명의 CVD 다이아몬드 층은 탄소 함유 가스를 해리하기 위한 에너지 공급원으로서 고 마이크로파 플라즈마 증착, 저 주파수 마이크로파 플라즈마 증착, 고온의 필라멘트, DC 아크 제트, 플라즈마 제트 등과 같은 방법을 이용하여 CVD 다이아몬드 성장의 공지된 조건을 사용하여 제조할 수 있다. 이와 같은 방법에서, 목적하는 특성을 갖는 CVD 다이아몬드 층을 생성하기 위해, 하기 일반적인 조건이 바람직하다.

(i) 다이아몬드 성장은 실질적으로 질소 또는 산소를 함유하지 않는 (즉, 2 ppm 미만) 대기 존재하에 일어난다. 따라서, 고순도 가스만을 사용해야 한다. 사용되는 가스의 유입 질소 농도 및 산소 농도는 1 ppm 미만이어야 한다. 존재하는 잔류 질소 또는 산소는 플라즈마 여기하에 일어나는 가스 방출 현상에 관여한다;

(ii) 붕소 도핑제의 공급원은 산소 및 질소와 같은 원하지 않는 잔류물의 공급원이 실질적으로 없어야 하고, 바람직하게는 붕소 및 수소 또는 탄소를 함유하는 화합물이다. 이와 같은 화합물의 예는 디보란 (B₂H₆)이다. 도핑제는 동일 반응계내에서 증발시키거나 가열시켜 적절한 양의 붕소 도핑제를 반응 가스 증으로 방출시키는 순수한 붕소 금속일 수 있다.

(iii) 마이크로파 동력원 CVD의 경우, 고 마이크로파 동력, 예를 들어 3 - 30 KW, 및 고 가스압, 예를 들어 50 - 470 x 10² Pa, 바람직하게는 100 - 350 x 10² Pa를 높은 플라즈마 동력 밀도를 생성하는데 사용한다.

본 발명은 하기 실시예에 의해 설명될 것이다.

<실시예 1>

이 실시예에서, 마이크로파 플라즈마 CVD 합성 반응기 (CVD 분야에 잘 알려짐)를 주요 증착 장치로 사용하였다. 두께 약 2 mm 이하의 붕소 도핑된 CVD 다이아몬드 층을 다양한 기판에 증착시켰다.

이 실시예에서는 CVD 다이아몬드 층을 공업용 등급 텅스텐인 카바이드 형성 기판 상에 증착시켰다. 전형적으로, 사용된 기판은 표면 조도 (Ra)가 4 내지 8 μm 사이였다. 이들 기판을 다양한 그리스-용해 용매로 세정하고, 탈이온수로 세척한 후 1-2 시간 동안 120 $^{\circ}\text{C}$ 오븐에서 베이킹시켰다. 기판들은 다이아몬드 또는 기타 분말로 연마되지 않았는데, 즉 기판들은 CVD 다이아몬드 증착 전에 어느 방법으로도 시딩 (seeding)되지 않았다.

기판을 마이크로파 플라즈마 CVD 다이아몬드 증착 반응기 중에 적재하고, 퍼지 가스로 H_2/Ar 를 사용하여 펌프 퍼지 공정을 2 시간에 걸쳐 완결시켜, 10 분에 걸쳐 제로 리크-업 (leak-up) 속도로 2×10^{-5} 밀리바 미만의 시스템 최종 기저 압력을 형성시켰다.

H_2/Ar 의 혼합물을 H_2/Ar 비 1600:50 sccm으로 반응 챔버 중으로 도입시키고, 플라즈마를 형성시키면서 압력을 5 밀리바로 유지시켰다. 이어서, 플라즈마가 기판의 전체 표면에 걸쳐 퍼지도록 유지시키면서, 시스템으로의 마이크로파 유입 동력을 상응하게 증가시킴에 따라 가스압이 그의 최종 합성 압력인 270 밀리바까지 증가되었다.

온도가 약 900 $^{\circ}\text{C}$ 까지 도달할 때까지 압력을 270 밀리바에서 유지시키면서 마이크로파 플라즈마로 기판을 가열하였다.

이 온도에서, CH_4 를 H_2/CH_4 비 1600:40 sccm으로 도입시켰다. CVD 다이아몬드 성장 속도의 감소와 비교하여 특성 또는 성능의 개선이 나타나지 않았지만 메탄 농도는 40 sccm 미만일 수 있다.

도핑되지 않은 CVD 다이아몬드의 초기 30 분 동안의 증착 후, 순수한 H_2 중에 희석된 0.05 % 디보란 (B_2H_6) 기체를 $\text{H}_2/\text{Ar}/\text{CH}_4/\text{B}_2\text{H}_6-\text{H}_2$ 비 1600:50:40:25 sccm의 가스 혼합물 중으로 도입시켰다. 반응 가스 압력 270 밀리바, 기판 온도 950 $^{\circ}\text{C}$ 및 마이크로파 동력 4 kW를 증착이 진행되는 동안 유지시켰다.

증착 공정은 먼저 $\text{B}_2\text{H}_6-\text{H}_2$ 공급을 중단하고, 이어서 CH_4 공급을 중단하여 종결시킨 다음, 개시하기 위한 역 공정을 실시하여 기판 온도를 약 10 분에 걸쳐 450 $^{\circ}\text{C}$ 미만으로 감소시켰다.

디보란 기체는 붕소 도핑제 및 수소 잔류물로 비교적 쉽게 분해되기 때문에 사용하였다. 성장이 상기 조건하에 유지된다면 플라즈마 중의 활성화된 붕소는 CVD 다이아몬드 중으로 쉽게 도입된다. 다른 유용한 붕소 도핑제 공급원의 예는 트리메틸 붕소 및 원소상 붕소이고, 붕소 금속의 고온 필라멘트를 사용하여 필요한 가스상 또는 원소상 붕소 원자를 생성시킨다. 그러나, 원하지 않는 잔류물의 도입은 CVD 다이아몬드의 품질을 감소시키기 때문에, 쉽게 분해되지 않거나 원하지 않는 잔류물 (산소 또는 질소)을 함유하는 다른 도핑제 공급원은 강력한 기계적 응용 (금속, 나무, MMC 등의 절삭, 분쇄 또는 세공)에 적절한 붕소 도핑된 CVD 다이아몬드를 생성시키지 못한다. 가스상 중에 고 농도의 디보란 (및 기타 붕소 함유 도핑제)를 사용한, CVD 다이아몬드 층 중 상응하는 고 농도의 붕소를 갖는, 붕소 도핑된 CVD 다이아몬드 층은, 재료 특성의 균질도 또는 높은 기계적 강도, 또한 유용한 절삭 도구 또는 기타 기계적인 응용 제품을 만드는데 요구되는 기계적 성능을 가지며 성장하는 것으로 보고되지는 않았다.

138 시간 합성 공정의 말기에서 발견된 성장 속도는 층 두께 1.02 mm에 상응하는 약 7.4 $\mu\text{m}/\text{시}$ 이었다. 후속적인 층 분석 결과 층이 각각 공칭 과립 크기 50 - 100으로 대략 동일한 크기로 고르게 분포된 면 (100), (110)과 (111)의 혼합물로 나타나는, 양호하게 내부 성장된 순수 결정의 $\langle 110 \rangle$ 바람직한 배향을 갖는다는 것을 보여주었다. 층은 탈층 또는 균열이 나타나지 않고 텅스텐 기판에 잘 부착되어 있었다.

SEM에 의한 성장 표면의 조사 결과 층 중 노출된 과립 경계 및 다른 전체적인 결함이 크게 나타나지 않았다. SEM 설비를 사용한 EDX에 의한 화학적 분석결과 B가 이 장치를 사용하여 쉽게 검출되지 않기 때문에 C 이외의 물질이 존재하지 않는다(0.1 % 수준 미만)는 것을 보여주었다.

층의 붕소 함량에 대한 화학적 분석은 카메카 (Cameca) 3f SIMS 계를 사용하는 SIMS에 의해 행하였고, 디스크의 중심에서는 0.16 원자%이고 외각 선단에서는 0.3 원자%로서 디스크의 중심과 비교하여 선단에서 디스크 전체를 통하여 2배 정도의 붕소 농도 변화가 있는 것으로 나타났다. 이는 디스크의 중심 및 선단 간의 약간의 온도차로 인하여 중심보다 선단의 다이아몬드 층으로 붕소가 더 양호하게 도입되기 때문일 수 있다.

이러한 붕소 도입율의 변화는 4점 프로브 기술을 사용하여 측정된 층의 전기적 저항률에 반영되어, EDM 절삭 속도 (SondickEDM 기계를 사용함)가 3.9 mm/분인 디스크의 선단에서 1.6 Ω-cm (측정된 붕소 도입율 3.8 x 10²⁰ /cc에 대응함) 와 비교하여 EDM 절삭 속도 (Sondick EDM 기계를 사용함)가 2.2 mm/분인 디스크의 중심에서 3.7 Ω-cm (측정된 붕소 도입율 1.7 x 10²⁰ /cc에 대응함)이다. 높은 EDM 절삭 속도는 붕소의 80 % 이상이 치환 위치에 있다는 것을 나타낸다.

층을 상기한 속도에서 텅스텐 기관에 강하게 부착되어 있는 상태로 절삭하였다. 또한, 층은 텅스텐을 화학적으로 에칭시킴으로써 기관으로부터 제거하고, 후속적으로 시험 조각으로 절삭하여 재료의 기계적인 특성 및 디스크 전체를 통한 그의 균일성 및 세공 및 분쇄 응용에서 그의 기계적인 성능을 측정하였다.

EDM 절삭 속도는 텅스텐 기관으로부터의 제거에 의해 영향을 받지 않으며, 2.2 및 3.9 mm/분 사이이었다.

디스크 전체를 통한 기계적인 강도는 고 농도의 붕소 도입율에 의해 영향을 받지 않는 것으로 나타났으며, 전형적으로, 550-600 MPa (±50 MPa)의 성장 표면 강도 및 1050-1100 MPa (±50 MPa)의 핵형성 표면 강도를 가졌다. 이들 강도는 길이가 18 mm이고 폭이 2 mm인 시료에 대해 3점 굽힘 시험으로 측정된 인장 파열 강도였다.

세공 응용 분야에서, 붕소 도핑된 CVD 다이아몬드는 MMC 및 18 %의 Si-Al를 제공할 경우 상응하는 고품질 작업편 표면 마감제에 의한 동일한 응용 분야에서 사용되는 시판용 PCD (다결정 다이아몬드) 제품과 비교하여 더 낮은 마모 속도를 갖는 것으로 밝혀졌다.

<실시예 2>

기관이 전형적으로 바이어스 전압 -200 V 내지 -400 V에서 음으로 바이어싱 유지되고 전형적인 바이어스 전류 0.5 내지 1mA를 사용하는 것을 제외하고 실시예 1에서 개시한 조건과 유사한 조건을 사용하여 CVD 다이아몬드 층을 제조하였다. 바이어스는 플라즈마에 영향을 주지 않았지만, 층 전체를 통하여 CVD 다이아몬드 층의 과립 크기가 10 내지 30 마이크로미터까지 감소되었다. 이러한 미세 과립 크기로 층이 세공, 분쇄 및 연마에서와 같은 조절형 기계적 파쇄 응용 분야에 이상적으로 적절하게 될 수 있다. 더욱이, CVD 다이아몬드 층은 층내 임의의 1 mm² 부피중의 도핑제 원자의 농도가 임의의 다른 1mm² 부피중의 농도와 5 내지 10 %를 초과하여 차이나지 않을 정도로 층을 통하여 붕소 도핑제 원자 분산이 균일하였다.

유사한 성장 조건을 플라즈마 제트, 고온 필라멘트, DC 아크 등과 같은 다른 CVD 다이아몬드 성장 기술에 응용할 수 있다.

<실시예 3>

선단 분쇄 현장 시험에서, 실시예 1에 기술한 방법에 의해 제조된 붕소 도핑된 CVD 다이아몬드를 사용하여 라미네이트 된 산화물로 피복된 플루어링의 절삭은 직접 플루어링 판의 길이의 6배를 절삭함으로써 도핑되지 않은 CVD 다이아몬드보다 성능이 우수하였다. 또한, 절삭 길이의 미터 당 초기 도구 플랭크 (flank) 마모율은 동일한 선단 절삭 품질을 갖는 도핑되지 않은 도구의 경우인 0.034 mm/분과 비교하여 0.02 mm/분으로 상당히 낮았고, 이는 붕소 도핑된 CVD 다이아몬드의 훨씬 더 높은내마모성 및 매우 개선된 도구 수명이 결과로써 가능하다는 것을 제안한다.

라미네이트는 4개의 서로 다른 층으로 구성되었다: 내마모성 (산업 표준 테이버 (Taber) 시험에 대해 모니터링된 내마모성)을 제공하기 위한 알루미늄 함침 종이 상부 보호층 (25 내지 62 g/m²의 다양한 중량으로), 멜라민으로 함침된 장식층, 두꺼운 (8-15 mm) 내수성 MDF (중간 밀도 섬유판) 및 패널 평편성을 보장하기 위한 멜라민 하층으로 이루어졌다. 모든 4개의 층을 접착시키고, 압착시키며, 즉시 절삭되고 프로파일링되도록 대략 2.5 x 2 mm의 판으로 고온 (~120 °C) 결합시켰다.

크기에 따라 절삭한 후, 패널을 텅 (tongue) 및 홈 프로파일을 분쇄시키는데 사용되는 호마그 (Homag) 선단 분쇄기를 사용하여 판으로 분쇄하였다. 사용된 절삭기는 마무리된 판의 선단 품질이 우수하며, 불량한 판 선단 품질 때문에 도구가 폐기되어야 하는지를 결정하기 위해 주기적으로 판 절삭 길이가 작동자에 의해 평가되는 정밀 마무리 처리를 위한 것이다.

절삭 도구의 변수는 블레이드 직경 200 mm, 나이프 8개, 명확도 17.°, 플랭크 (Flank) 각도 10.°, 레이크 (Rake) 각도 -0.5. 내지 -1.°, 웨지 (Wedge) 각도 78.°, 선단 각도 15.°, 상향의 절삭 방식으로 정하였다.

이들 응용 분야에서 도구 성능의 품질을 절삭 관의 메이팅 선단 평가시 허용가능한 칩의 크기 및 숫자의 작동자 평가로 간접적으로 평가하였다.

블레이드 속도 6000 rpm, 주변 속도 62.83 m/초, 공급 속도 53 m/분, 톱니 당 공급 속도 1.10 mm/톱니를 사용하여 붕소 도핑된 그리고 도핑되지 않은 다이아몬드를 사용하는 8개 톱니 모양 블레이드를 헤드 투 헤드 (head-to-head)로 시험하여 표준 선단 분쇄 공정을 수행하였다.

시판하는 라미네이트된 플루어링 제품을 제조하기 위한 4회 시도의 평균은 도핑되지 않은 다이아몬드 및 종래의 다결정 다이아몬드 (PCD) 나이프 블레이드의 수명과 비교하여 붕소 도핑된 다이아몬드 수명에서 상당한 증가를 보여주는 하기 데이터를 제공하였다.

나이프 블레이드의 재료	시도 1 절삭 길이 (선형 m)	시도 2 절삭 길이 (선형 m)	시도 3 절삭 길이 (선형 m)	시도 4 절삭 길이 (선형 m)	평균 절삭 길이 (선형 m)
도핑되지 않은 CVD 다이아몬드	3936	3528	3015	3705	3546
PCD	10680	10332	10050	9350	10103
붕소 도핑된 CVD 다이아몬드	26208	16302	28020	14820	21337

또한, 절삭 길이의 미터 당 초기 도구 플랭크 마모율은 동일한 선단 절삭 품질을 갖는 도핑되지 않은 다이아몬드의 경우인 0.034mm/분과 비교하여 0.02 mm/분으로 상당히 더 낮았고, 이는 붕소 도핑된 다이아몬드의 훨씬 더 높은 내마모성 및 개선된 도구 수명이 결과로써 가능하다는 것을 제안한다.

<실시예 4>

실시예 1에 기술된 방법에 의해 제조된 붕소 도핑된 CVD 다이아몬드의 열적 중량 측정 분석에서, 붕소 도핑된 CVD 다이아몬드의 내산화성은 동일한 방법으로 제조되고 분석된 도핑되지 않은 CVD 다이아몬드의 내산화성보다 상당히 더 큰 것으로 밝혀졌다. 붕소 도핑된 다이아몬드는 도핑되지 않은 다이아몬드와 비교하여 유동 산소 스트림 중에 산화의 시작 및 완결진행에 대해 상당히 내성이 컸다.

붕소 도핑된 CVD 다이아몬드 및 도핑되지 않은 CVD 다이아몬드의 디스크를 두께 0.8 mm로 합성하였고, 핵형성면 (~0.1mm까지 제거) 및 성장면 (~0.2 mm까지 제거)을 최종 두께가 0.5 mm가 될 때까지 연마시켰다. 후속적으로, 이들을 레이저 절삭시켜, 분석 동안 균일한 시료 크기가 시험되고 시료 표면이 균일하게 노출될 수 있는 분석용의 8.0 x 2.0 x 0.5mm 막대 (~30 mg 중량)를 제조하였다. 붕소 도핑된 CVD 다이아몬드 막대 중의 도핑 농도를 카메라 3f 기계를 사용하는 SIMS에 의해 평가한 결과 (붕소 이온 주입된 천연 다이아몬드 플레이트와 비교하여) ~5 x 10²⁰cm⁻³였다. 도핑되지 않은 CVD 다이아몬드를 유사하게 분석하여 검출 한계 ~10¹⁴ cm⁻³에서 검출되지 않는다는 것을 증명하였다. 다른 불순물은 CVD 다이아몬드의 두 형태 중에 유사한 농도 (~10¹⁶ cm⁻³)로 존재하는 것으로 밝혀졌다.

듀폰 9900 TGA를 사용하여 온도 증가 분 당 30 °C로 최대 1150 °C까지 순수한 산소 기체 스트림 (73 sccm에서) 중에서 시료들을 분석하였다. 재료의 퍼센트 중량 손실은 산화의 시작 및 진행의 온도를 나타내는 시료 온도의 함수 (즉, 온도 상승 시간)로 나타내었다.

붕소 도핑된 CVD 다이아몬드는 도핑되지 않은 다이아몬드의 경우인 ~775 °C와 비교하여 ~925 °C에서 산화가 시작되었다. 붕소 도핑된 CVD 다이아몬드는 도핑되지 않은 다이아몬드의 경우인 ~975 °C와 비교하여 ~1150 °C에서 완전히 산화되었다. 이들 결과는 상당한 내산화성이 붕소 도핑 때문에 증가하였다는 것을 보여 주었다.

발명의 효과

본 발명의 CVD 다이아몬드 층은 붕소 도핑된 다이아몬드로서 내마모성 및 도구 수명이 개선되었으며, 이는 비-철계 물질, 플라스틱, 나무, 금속 매트릭스 복합재 (MMC)의 절삭 및 세공, 및 암석 드릴링에 특히 사용할 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

(i) 붕소 도핑제 원자를 0.05 원자% 이상의 농도로 함유하고,

(ii) 길이 18 mm, 폭 2 mm 및 두께 1.4 mm 이하인 시료에 대해 3점 굽힘 시험으로 측정할 때, 평균 인장 파열 강도가 핵형성장 인장시 600 MPa 이상이고, 성장면 인장시 300 MPa 이상인 것을 특징으로 하는, 연마 도구의 삽입부로 사용하기 위한 CVD 다이아몬드 층.

청구항 2.

제1항에 있어서, 층 중의 붕소 도핑제 원자가 0.05 내지 0.5 원자%의 양으로 존재하는 CVD 다이아몬드 층.

청구항 3.

제1항에 있어서, 층 중의 붕소 도핑제 원자가 0.1 내지 0.3 원자%의 양으로 존재하는 CVD 다이아몬드 층.

청구항 4.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 실질적으로 모든 붕소 도핑제 원자가 다이아몬드 층 결정 격자내의 치환 위치에 있는 CVD 다이아몬드 층.

청구항 5.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 붕소 도핑제 원자의 80 % 이상이 다이아몬드 층 결정 격자내의 치환 위치에 있는 CVD 다이아몬드 층.

청구항 6.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 붕소 도핑제 원자의 90 % 이상이 다이아몬드 층 결정 격자내의 치환 위치에 있는 CVD 다이아몬드 층.

청구항 7.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 붕소 도핑제 원자가 층 전체에 걸쳐 균일하게 분포된 CVD 다이아몬드 층.

청구항 8.

제7항에 있어서, 층내 임의의 1 mm² 부피중의 도핑제 원자의 농도가 임의의 다른 1 mm² 부피중의 농도와 5 내지 10%를 초과하게 차이하지 않을 정도로 균일한 CVD 다이아몬드 층.

청구항 9.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 방전기 절삭 속도가 1 mm/분 이상인 CVD 다이아몬드 층.

청구항 10.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 두께가 0.1 내지 3.0 mm인 CVD 다이아몬드 층.

청구항 11.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 단결정 다이아몬드인 CVD 다이아몬드 층.

청구항 12.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 다결정 다이아몬드인 CVD 다이아몬드 층.

청구항 13.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 미세 과립인 CVD 다이아몬드 층.

청구항 14.

제13항에 있어서, 평균 입자 크기가 100 마이크로미터 미만인 CVD 다이아몬드 층.

청구항 15.

제13항에 있어서, 평균 입자 크기가 50 마이크로미터 미만인 CVD 다이아몬드 층.

청구항 16.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 백킹에 결합된 CVD 다이아몬드 층.

청구항 17.

제16항에 있어서, 백킹이 카바이드 형성 금속 및 접합된 카바이드로부터 선택되는 것인 CVD 다이아몬드 층.

청구항 18.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 따른, 도구의 절삭점 또는 선단을 제공하는 CVD 다이아몬드 층이 장착되어 있는 지지체를 포함하는 연마 도구.

도면

도면1

