

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl.	(45) 공고일자	2006년11월10일
C04B 35/52 (2006.01)	(11) 등록번호	10-0642840
C04B 35/645 (2006.01)	(24) 등록일자	2006년10월30일

(21) 출원번호	10-2005-7008554	(65) 공개번호	10-2005-0086600
(22) 출원일자	2005년05월12일	(43) 공개일자	2005년08월30일
번역문 제출일자	2005년05월12일		
(86) 국제출원번호	PCT/JP2003/014397	(87) 국제공개번호	WO 2004/046062
국제출원일자	2003년11월12일	국제공개일자	2004년06월03일

(30) 우선권주장      JP-P-2002-00332730      2002년11월15일      일본(JP)

(73) 특허권자      도꾸리츠교세이호징 가가꾸 기쥬쥬 신키 기꼬  
                         일본 사이따마켄 가와구찌시 혼쵸 4쵸메 1방 8고

                         도꾸리츠교세이호징 붓시쥬 자이료 켄큐키코  
                         일본 이바라키켄 츠쿠바시 센겐 1-2-1

(72) 발명자      아카이시, 미노루  
                         일본 이바라키, 츠쿠바시, 나미키 2쵸메, 209-101

                         카와무라, 케이코  
                         일본, 홋카이도, 후라노시, 니시키초, 13-27

(74) 대리인      홍성표  
                         최병길  
                         선종철

심사관 : 김장강

(54) 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체와 그 제조법

요약

다이아몬드 본래의 경도를 갖고, 소결 조제를 전혀 함유하지 않는 소결체를 종래보다도 낮은 압력으로 합성하는 수단을 제공한다.

입경 폭 0~0.1 $\mu$ m의 초미립 천연 다이아몬드 분말을 탈 실리케이트 처리한 후에 수용액을 이용하여 동결건조하는 것에 의해 조제한 분말을 Ta 또는 Mo제 캡슐에 봉입하고, 그 캡슐을 초고압 합성장치를 이용하여 다이아몬드의 열역학적 안정조건의 1700℃ 이상의 온도, 8.5Gpa 이상의 압력하에서 가열 가압하는 것에 의하여 소결체의 입경이 100nm 이하의 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체를 얻는다.

대표도

도 1

## 색인어

다이아몬드 분말, 소결체, Ta제 캡슐, Mo제 캡슐, 탈 실리케이트

## 명세서

### 기술분야

본 발명은 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체와 그 제조법에 관한 것이다.

### 배경기술

종래 Co 등의 금속을 소결조제로 하는 다이아몬드 소결체나 미립(微粒) 다이아몬드 소결체가 통상의 초고압 합성장치로 제조되는 것이 알려져 있다(특허문헌 1,2). 또한, 금속 소결조제를 전혀 사용하지 않고, 알카리토류 금속의 탄산염을 소결조제로 이용하여, 종래보다도 높은 압력, 온도 조건하에서 소결하는 것에 의하여, 내열성이 우수한 고경도 다이아몬드 소결체를 얻는 합성법이 알려져 있다(비특허 문헌 1). 그렇지만 이러한 소결체는 그 입경이 약  $5\mu\text{m}$ 처럼 비교적 큰 입경으로 한정되고 있다.

본 발명자들은  $\text{Co}_2\text{-H}_2\text{O}$  유체상(流體相)의 원천으로 되는 옥살산 이수화물(oxalic acid dihydrate)을 탄산염에 첨가한 혼합분말을 제작하고, 이 혼합분말상에 입경 폭  $0\sim 1\mu\text{m}$ 의 천연 다이아몬드 분말을 적층하고, 미립 다이아몬드 소결체를 제조하는 방법을 보고(특허문헌 3, 비특허문헌 2,3)했지만, 그 제조에는  $2000^\circ\text{C}$  이상의 고온을 필요로 한다.

본 발명자들은 동일한 방법으로 또한 미세한 다이아몬드 분말, 예를 들면, 입경 폭  $0\sim 0.1\mu\text{m}$ 의 다이아몬드 분말을 소결한 예를 보고하였다(비특허문헌 4). 그러나 다이아몬드의 이상(異常) 입성장이 일어나고, 고경도 다이아몬드 소결체를 제조할 수 없었다.

최근 흑연으로부터 다이아몬드로의 직접변환 반응에 의하여  $12\sim 25\text{GPa}$ ,  $2000\sim 2500^\circ\text{C}$ 의 조건으로 소결조제없이 다이아몬드 소결체를 합성하는 방법이 발표되어 투광성 소결체로 된다고 보고되어 있다(비특허문헌 5).

특허문헌 1 특공소 52-12126호 공보

특허문헌 2 특공평 4-50270호 공보

특허문헌 3 특개 2002-187775호 공보

비특허문헌 1 Diamond and Related Mater., 5권, 34-37 페이지, Elsevier Science S.A, 1996년

비특허문헌 2 제 41회 고압 토론회 강연 요지집 108 페이지, 일본 고압력 학회, 2000년

비특허문헌 3 Proceedings of the 8th NIRIM International Symposium on Advanced Materials, 33-34 페이지, 무기재료 연구소, 2001년

비특허문헌 4 제 42회 고압 토론회 강연 요지집 89 페이지, 일본 고압력 학회, 2001년

비특허문헌 5 T. Irifune et al., Characterization of polycrystalline diamonds synthesized by direct conversion of graphite using multi anvil apparatus, 6th High Pressure Mineral Physics Seminar, 28 August, 2002, Verbania, Italy

### 발명의 상세한 설명

## 발명의 개시

소결 조제(助劑)를 포함하는 다이아몬드 소결체에서는 고체의 조제를 함유하고 있기 때문에 투광성을 부여하는 것은 어렵고, 조제가 점유하는 체적이 존재하기 때문에 다이아몬드 입자간의 결합의 비율이 감소하여 조제를 전혀 함유하지 않는 이상적인 다이아몬드 소결체에 비교하여 그 정도는 낮아진다.

또한, 흑연으로부터 다이아몬드로의 변환반응을 이용한 반응소결에 의한 고순도 다이아몬드 소결체의 합성 조건은 12~20Gpa로 상당히 높은 압력을 필요로 한다. 이 때문에 합성가능한 시료의 크기는 현상태에서는 1~2mm 정도로 상당히 작고, 특정한 분야만의 응용으로 한정된다.

종래 기술의 다이아몬드 소결체는 금속계나 비금속(탄산염)계를 불문하고 소결 조제를 포함하고 있고, 소결체중에 차지하는 소결 조제의 체적의 비율만큼 다이아몬드 입자간의 결합이 차지하는 비율이 감소한다. 그 결과, 소결체의 비커스(Vickers) 경도는 소결 조제를 전혀 포함하지 않는 것에 비교하여 뒤떨어지는 것이 용이하게 추측된다. 또한, 종래의 고순도 다이아몬드 소결체는 그 합성압력이 상당히 높다.

이와 같은 초고압을 부하한 경우, 동시에 발생하는 고온에 의하여 다이아몬드 분말이 부분적으로 흑연화하기 때문에 다이아몬드 입자간에 결합이 형성되기 어려우므로 소결 조제가 사용되어 왔다. 소결 조제는 다이아몬드 합성촉매중에서 선택된다. 이 조제가 다이아몬드 입자의 일부를 용해하고, 다이아몬드 입자 표면에 다이아몬드를 석출하고, 다이아몬드 입자간에 결합을 형성한다.

본 발명자들은 먼저, 다이아몬드 분말에 형성되는 2차 입자의 형성을 억제하는 다이아몬드 분말 조제법을 개발하였다. 이 방법은 천연 다이아몬드 분말을 탈 실리케이트 처리하는 최종공정에 있어서, 그 다이아몬드 분말을 분산한 처리용액을 용기에 넣고, 그 용기중에서 그 다이아몬드 분말을 분산한 처리용액을 동결하고, 그대로 동결건조하여 다이아몬드 분말을 얻는 것이다.

그리고 그 다이아몬드 분말을 옥살산 이수화물을 혼합한 탄산염(탄산염-C-O-H로 이루어지는 유기산) 소결 조제를 이용하여 초고압 합성장치에 의하여 1700℃ 이상의 온도로 소결하는 것을 특징으로 하는 고경도 미립 다이아몬드 소결체의 제조법을 발명하고, 특허출원 중이다(특원2002-030863호=특개2003-226578). 그러나, 이 출원발명에서 이용하고 있는 제조조건, 예를 들면, 7.7Gpa, 1700~2300℃의 조건에서는 소결 조제를 전혀 사용하지 않고 고경도 다이아몬드 소결체를 합성할 수 없다.

본 발명은 다이아몬드 본래의 경도를 갖으며, 소결 조제를 전혀 함유하지 않는 소결체를 종래보다도 낮은 압력에서 합성하는 수단을 제공하는 것을 과제로 한다.

본 발명자들은 입경폭 0~0.1 $\mu$ m의 초미립 천연 다이아몬드 분말을 탈 실리케이트 처리한 후에 동결건조하여 조제한 분말을 1700℃ 이상, 8.5Gpa 이상의 조건에서 소결 조제를 이용하지 않고 소결하는 것에 의하여, 종래의 소결 조제를 이용한 다이아몬드 소결체보다도 그 정도에 있어서, 상당히 고경도이면서 소결 조제에서 기인하는 성분을 전혀 함유하지 않는 고순도의 다이아몬드 소결체를 합성할 수 있는 것을 발견하였다.

즉, 본 발명은 아래와 같다.

- (1) 입경 폭 0~0.1 $\mu$ m의 초미립 천연 다이아몬드 분말을 탈 실리케이트 처리한 후에 수용액을 이용하여 동결건조한 분말을 소결 조제없이 소결한 소결체의 입경이 100nm 이하의 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체.
- (2) 투광성을 갖는 것을 특징으로 하는 상기 (1)의 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체.
- (3) 입경 폭 0~0.1 $\mu$ m의 초미립 천연 다이아몬드 분말을 탈 실리케이트 처리한 후에 수용액을 이용하여 동결건조하는 것에 의해 조제한 분말을 Ta 또는 Mo제 캡슐에 봉입하고, 그 캡슐을 초고압 합성장치를 이용하여 다이아몬드의 열역학적 안정조건인 1700℃ 이상의 온도, 8.5Gpa 이상의 압력하에서 가열 가압하는 것에 의하여 다이아몬드 분말을 소결하는 것을 특징으로 하는 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체의 제조법.
- (4) 가열 가압을 2150℃ 이상, 8.5Gpa 이상의 압력으로 하는 것에 의하여 투광성을 갖는 소결체를 합성하는 것을 특징으로 하는 상기 (3)의 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체의 제조법.

본 발명의 제조법에 의해 합성되는 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체는 종래의 천연 다이아몬드 분말로부터 합성되는 소결 조제를 이용한 다이아몬드 소결체와는 상이한 우수한 고경도 재료로서의 특성을 갖고있을 뿐만아니라 투광성 고경도 재료로서도 그 응용이 기대된다. 본 발명의 제조법은 이러한 우수한 특성을 갖는 고순도 다이아몬드 소결체를 종래의 방식보다도 낮은 압력조건에서 제조할 수 있는 방법을 확립한 것이다.

본 발명의 다이아몬드 소결체는 나노미터의 입경으로 되는 고순도 고경도 소결체인 것으로, 종래의 소결체에 없는 특성을 갖고 있기 때문에 초정밀 가공용 공구, 난삭(難削)재료의 가공 공구등의 분야에서의 용도가 기대된다.

### 도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 제조법에 있어서, 다이아몬드 분말을 소결하기 위한 소결체 합성용 캡슐의 일례를 나타내는 단면도이다. 도 2는 실시례 1에서 얻어진 다이아몬드 소결체의 파면의 도면대용 전자현미경 사진이다. 도 3은 실시례 2에서 얻어진 다이아몬드 소결체의 투광성을 나타내는 도면대용 광학사진이다.

### 발명을 실시하기 위한 최선의 형태

본 발명의 다이아몬드 소결체를 제조하기 위해 이용하는 탈 실리케이트 처리한 초미립 천연 다이아몬드 분말은 구체적으로는 아래와 같이하여 조제한다. 또한, 이 방법은 특원 2002-030863호(=특개 2003-226578호 공보) 명세서에 개시한 2차 입자의 형성을 억제한 다이아몬드 분말의 조제법과 동일한 방법이다.

시판의 입경 폭 0~0.1 $\mu$ m의 천연 다이아몬드 분말을 지르코늄 도가니를 이용하여, 용융 수산화나트륨 중에서 처리하고, 다이아몬드 중에 불순물로서 함유하는 규산염을 수용성의 규산 나트륨으로 변환한다.

또한, 미분말 다이아몬드에 관해서는 규격화된 측정방법에 근거한 입자 규격은 존재하지 않지만, 입경 폭을 0~1/4, 0~1/2, 0~1, 0~2, 1~3, 2~4, 4~8과 같이 구분하여 표준 입자 규격(중심 입경은 입경 폭의 중간 치)이라고 한 것에 근거하여 시판되고 있고, 본 명세서에 있어서, 천연 다이아몬드 분말의 입경 폭은 이와 같은 구분에 근거한 것이다.

용융 수산화나트륨 중에서 다이아몬드 분말을 알칼리(alkali) 수용액중으로 회수하여, 염산으로 중화처리하고 나서 증류수로 몇 번 물세척하고, 염화나트륨을 제거한다. 다이아몬드 분말이 분산된 용액에 왕수(王水)를 가하여 열(熱) 왕수중에서 다이아몬드 분말을 처리하고, 지르코늄 도가니에서 혼입의 가능성이 있는 지르코늄을 제거한다. 열 왕수처리 후, 증류수로 3 회 이상 물세척하고, 약산성 용액중에서 다이아몬드 분말을 회수한다. 다이아몬드 분말이 분산되어 있는 처리용액은 pH 약 3~5의 약산성으로 되어 있다.

이 탈 실리케이트 처리한 다이아몬드 분말이 분산된 약산성 수용액을 플라스틱제 등의 용기중에서 바람직하게는 약 20~30분간, 진탕기(shaking bath)를 이용하여 충분히 진탕처리(shaking)를 하고, 다음에 액체 질소중에서 그 용기를 교반하면서 단시간에 동결한다. 진탕기로부터 옮겨 액체질소에 담그기까지의 시간은 가능한 한 짧고, 바람직하게는 30초 이내로 한다. 그 결과, 플라스틱제 용기의 바닥에의 다이아몬드분말의 침강은 억제되어 2차 입자의 형성도 억제된다. 액체질소는 저가인 것 및 용액을 용이하게 동결가능한 것으로 냉동처리에 이용하는 것에 적합하다.

동결건조는 동결한 다이아몬드 분말이 들어간 용기의 뚜껑을 느슨하게 하고, 진공중에 배치하여 동결물을 진공상태로 하면 동결한 약산성의 얼음이 승화한다. 승화열에 의하여 동결물이 들어간 용기는 냉각되어 동결한 상태를 유지할 수 있다. 기화한 수분은 진공펌프의 배기계의 도중에 -100℃이하의 냉동기를 배치하여트랩한다. 이 경우 15gr의 다이아몬드 분말/100ml의 용액계에서는 동결건조에 약 4 일간을 필요로 한다.

이 방법은 용기중의 수용액에 미세한 다이아몬드 분말을 분산시킨 채, 다이아몬드 입자표면이 수용액으로 덮여있는 상태에서 동결하고, 그대로 동결건조하는 것에 의하여 2차 입자의 형성을 억제하는 방법이다. 동결건조한 상태에서 다이아몬드 분말은 흩어지는 분말상으로 되어 종래 방식의 여과·가열 건조법의 그것들과 완전히 다르고, 유동성이 많은 마른(보송보송한) 분말을 얻을 수 있다. 상기의 동결건조법에 의하여 조제한 분말은 전자현미경 관찰로 평균 입경이 약 80nm의 1차 입자이다. 또한, 상기에는 구체적인 수치 조건을 예시했지만 동결건조에 의한 결과로서 상기와 같이 2차 입자의 형성을 억제한 마른 분말을 얻을 수 있으면 좋고, 구체적 수치조건은 적절히 변경할 수 있다.

본 발명의 다이아몬드 소결체의 제조법에서는 상기와 같은 방법으로 동결건조에 의해 조제한 천연 초미립 다이아몬드 분말을 출발물질로서 이용한다. 도 1은 본 발명의 제조법에 있어서, 다이아몬드 분말을 소결하기 위한 소결체 합성용 캡슐의 일례를 나타내는 단면도이다.

도 1에 나타난 것처럼, 원통상의 Ta 또는 Mo제(製) 캡슐(2)의 바닥에 캡슐의 변형 억제용의 흑연제 원반(1A)을 두고, Ta 또는 Mo박(箔)(5A)을 개재하여 다이아몬드 분말(3A)을 층상에 가압충전 후, 또한 Ta 또는 Mo박(箔)(5B)을 개재하여 동일한 다이아몬드 분말(3B)을 층상에 동일한 성형압으로 적층한다. 이 다이아몬드 분말(3B)의 층상에 Ta 또는 Mo박(箔)(5C)을 를 배치하여, 그 위에 캡슐의 변형 억제용의 흑연제 원반(1B)을 배치한다. Ta 또는 Mo박(箔)은 원하는 두께의 소결체를 합성하기 위한 다이아몬드 분말끼리의 분리, 흑연과 다이아몬드 분말의 분리, 압력매체의 침입방지 등 때문에 이용하고 있다. 소결 조제는 사용하지 않는다.

이 캡슐을 압력 매체중에 수용하고, 공지의 벨트형 초고압 합성장치등의 정적 압축법에 의한 초고압 장치를 이용하여, 실온조건하에서 8.5Gpa 이상까지 가압하고, 동 압력 조건하에서 1700℃ 이상의 소정의 온도까지 가열하여 소결을 행한다. 압력이 8.5Gpa 미만에서는 1700℃ 이상의 온도에서도 원하는 고경도 소결체를 얻을 수 없다. 또한, 소결온도가 1700℃ 미만에서는 8.5Gpa 이상의 압력에서도 원하는 고경도 소결체를 얻을 수 없다. 온도, 압력은 필요이상으로 높게하여도 에너지 효율을 나쁘게 할 뿐이므로 장치의 대응한도도 고려하여 필요 최소한도로 하는 것이 바람직하다.

2150℃ 이상의 조건에서 소결하면 투광성 소결체를 제조할 수 있다. 이것은 2150℃는 흑연이 다이아몬드에 직접변환하는 온도이고, 이 온도 이상에서는 다이아몬드 입자간의 결합이 보다 촉진되기 때문이라고 생각된다.

초고압 장치로서 벨트형 초고압 합성장치를 이용하는 경우, 장치의 가열원으로서 흑연 히터를 이용한 경우는 1700℃ 이상의 고온을 안정하게 발생하는 것이 어렵다. 2000℃ 이상의 고온발생 가능한 히터 재료로서는 본 발명자들이 개발한(특허 출원중:특원 2002-244629) 티탄 카바이드 다이아몬드 복합 소결체를 사용하는 것이 바람직하다. 이 다이아몬드 티탄 카바이드 복합 소결체는 다이아몬드 분말과 티탄 카바이드 분말을 혼합한 혼합분말을 출발원료로 하는 소결체이다.

티탄 카바이드 분말로서 C/Ti 비(比) 0.7 이상 1 미만, 입경 4 $\mu$ m 이하의 부정비(不定比)의 티탄 카바이드 분말을 선정하여, 다이아몬드 분말과 티탄 카바이드 분말을 포함한 혼합원료를 조제하고 성형하여 탈 바인더 처리하고, 이어서, 비산화성 분위기에서 소결하고, 다이아몬드와 부정비 티탄 카바이드와의 사이에 확산접합을 발생시켜 이에 의해 소정의 강도를 갖고, 소결후의 연삭가공에 의하여 두께 설정가능한 다이아몬드 티탄 카바이드 복합 소결체를 얻을 수 있다.

본 발명에 의하면 상기와 같은 방법으로 동결건조에 의하여 조제한 천연 다이아몬드 분말을 사용하는 것에 의하여, 종래 기술에서는 고경도 다이아몬드 소결체의 합성이 곤란한 입경 폭 0~0.1 $\mu$ m의 초미세 천연 다이아몬드 분말이라도 비커스 경도 80Gpa 이상의 고경도 다이아몬드 소결체를 용이하게 합성할 수 있게 되었다.

## 실시예

이하, 본 발명의 다이아몬드 소결체의 제조법을 실시예에 근거하여 구체적으로 설명한다.

### (실시예 1)

시판의 입경 폭 0~0.1 $\mu$ m의 천연 다이아몬드 분말을 출발물질로서 상기와 같은 동결건조법으로 조제한 분말을 준비하였다. 이 분말은 전자현미경 관찰로부터 평균 입경 80nm라고 결정되었다. 두께 0.2mm, 외경 6mm의 원통상 Ta제(製) 캡슐의 바닥에 캡슐의 변형 억제용의 0.5mm 두께의 흑연제 원반을 두고, Ta박(箔)을 개재하여 이 다이아몬드 분말 60mg을 층상에 100MPa의 압력으로 충전하였다. 또한, 그 위에 Ta박(箔)을 개재하여 다이아몬드 분말 60mg을 동일한 압력으로 충전하였다. 상층의 다이아몬드 분말상에 Ta박(箔)을 두고, Ta박(箔)의 위에는 캡슐의 변형을 억제하기 위해서 0.5mm 두께의 흑연제 원반을 배치하였다.

다음에, 캡슐을 염화세슘의 압력매체중에 충전하고, 가열히터로서 티탄 카바이드 다이아몬드 복합 소결체를 이용한 벨트형 초고압 합성 장치를 이용하여 9.4Gpa, 2000℃의 조건에서 30분간 처리한 후, 합성장치로부터 캡슐을 취출하였다.

소결체의 표면에 형성된 TaC 등을 불화 수소산-초산 용액으로 처리하여 제거하고, 소결체의 상하면을 다이아몬드 휠로 연삭하였다. 연삭후의 소결체의 비커스 경도는 100Gpa로 상당히 고경도이었다. 소결체의 파면(破面)의 전자현미경에 의한 조직관찰의 결과, 도 2 (A) 및 그 확대도인 도 2 (B)에 나타나듯이, 평균입경 80nm의 미세입자로 되는 균질한 소결체이었다. 도 2 (B)는 (A)를 확대한 것이다.

(비교례 1)

입경 폭 0~1 $\mu$ m의 천연 다이아몬드 분말을 출발물질로 한 외에는 실시례 1과 동일한 제조법으로 소결하였다. 얻어진 소결체의 비커스 경도는 69Gpa 이었다. 이 경도는 입경 폭 0~0.1 $\mu$ m의 분말을 이용한 실시례 1의 경우에 비교하여 극히 낮다. 이것은 출발물질의 천연 다이아몬드 분말의 입경이 너무 큰 것에 기인한다.

(실시례 2)

소결온도 2150℃, 소결시간을 20분간으로 한 외에는 실시례 1과 동일한 제조법으로 소결하였다. 얻어진 소결체의 비커스 경도는 115Gpa 이었다. 소결체의 두께는 0.7mm 이었다. 이 소결체는 도 3에 나타난 것처럼, 투광성으로 자의 스케일 마크를 소결체를 통하여 용이하게 읽을 수 있다. 이른바 투광성 다이아몬드 소결체를 10Gpa 보다도 낮은 압력조건에서 합성할 수 있다.

(비교례 2)

7.7Gpa, 2300℃의 조건에서 10분간 소결한 외에는 실시례 1과 동일한 제조법으로 소결하였다. 얻어진 소결체를 연삭했지만 전혀 연삭 저항이 없는 것이었다. 이것은 소결시의 압력이 8.5Gpa 미만인 것에 기인한다. 소결체의 전기저항을 측정 한 결과, 전기전도성이었다. 다이아몬드 입자표면이 흑연화되었기 때문에 전기전도성으로 되는 것이라고 생각된다.

(실시례 3)

9.4Gpa, 1800℃의 조건에서 30분간 소결한 이외에는 실시례 1과 동일한 제조법으로 소결하였다. 얻어진 소결체를 연삭한 결과, 연삭저항이 높은 소결체이었다. 그 비커스 경도를 측정하였다. 그 결과, 1800℃의 조건에서도 100Gpa로 상당히 고경도이었다.

### 산업상 이용 가능성

본 발명의 다이아몬드 소결체의 입경은 전자현미경 관찰에서 100nm 이하이고, 경도는 비커스 경도 80Gpa 이상의 고경도를 갖고 있고, 이상 입성장이 전혀 일어나지 않는 균질한 미세입자로 되므로 우수한 내마모성과 내열성을 갖고, 예리한 칼날 끝 형상으로 가공가능한 것으로, 예를 들면, 고(高) Si-Al 합금등의 난삭(難削)재료의 마무리 절삭, 금속·합금의 초정밀 가공등에 적용한 경우, 우수한 절삭성능을 발휘한다.

또한, 본 발명의 다이아몬드 소결체는 분말 X선회절에서 다이아몬드 이외의 회절선을 확인할 수 없고, 소결 조제를 사용한 소결체가 불투명인 것에 대하여 소결체를 통하여 투광성에 의해 문자등을 명확하게 인식할 수 있는 충분한 투광성이 있으므로 투광성이 요구되는 내마모재료(미사일 창문재라든가 수열 반응용기의 창문재 등 또는 고압 발생용 압력부재)로서 유용하고, 귀금속품으로서도 가치를 발휘한다.

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1.

입경 폭 0~0.1 $\mu$ m의 초미립 천연 다이아몬드 분말을 탈 실리케이트 처리한 후에 수용액을 이용하여 동결건조한 분말을 소결 조제없이 소결한 소결체의 입경이 100nm 이하의 소결 조제에서 기인하는 성분을 전혀 함유하지 않는 비커스 경도 80Gpa 이상의 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체.



## 청구항 2.

청구항 1에 있어서, 소결체를 통하여 투광성에 의해 문자를 인식할 수 있는 투광성을 갖는 것을 특징으로 하는 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체.

## 청구항 3.

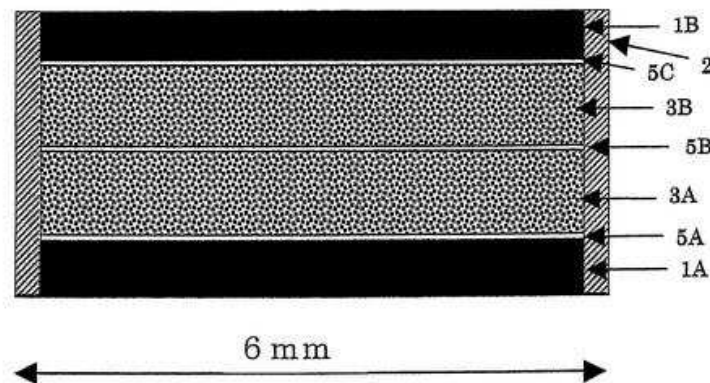
입경 폭  $0 \sim 0.1 \mu\text{m}$ 의 초미립 천연 다이아몬드 분말을 탈 실리케이트 처리한 후에 수용액을 이용하여 동결건조하는 것에 의해 조제한 분말을 Ta 또는 Mo제 캡슐에 봉입하고, 그 캡슐을 초고압 합성장치를 이용하여 다이아몬드의 열역학적 안정조건인  $1700^\circ\text{C}$  이상의 온도,  $8.5\text{GPa}$  이상의 압력하에서 가열 가압하는 것에 의하여 다이아몬드 분말을 소결하는 것을 특징으로 하는 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체의 제조법.

## 청구항 4.

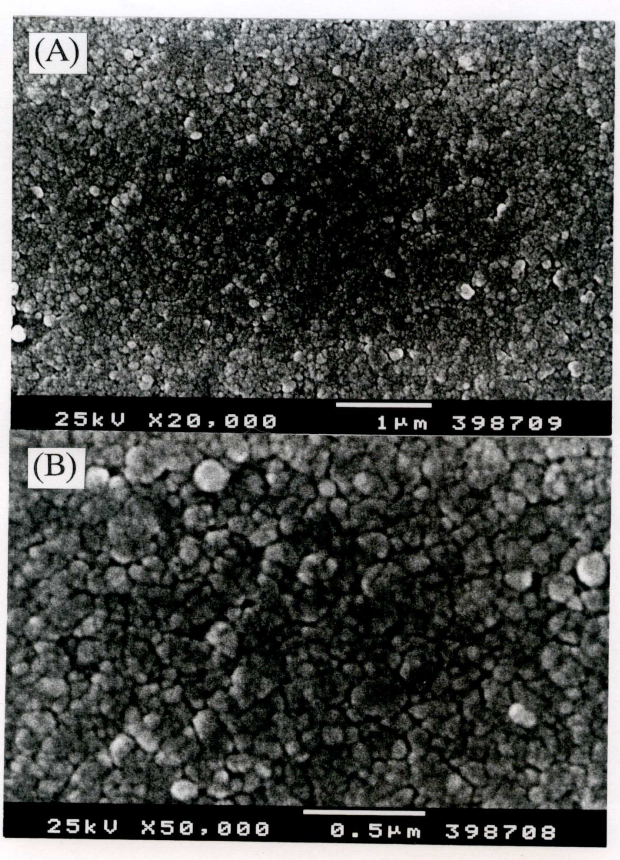
청구항 3에 있어서, 가열 가압을  $2150^\circ\text{C}$  이상,  $8.5\text{GPa}$  이상의 압력으로 하는 것에 의하여 투광성을 갖는 소결체를 합성하는 것을 특징으로 하는 고순도 고경도 초미립 다이아몬드 소결체의 제조법.

도면

도면1



도면2



도면3

