

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5897578号
(P5897578)

(45) 発行日 平成28年3月30日 (2016. 3. 30)

(24) 登録日 平成28年3月11日 (2016. 3. 11)

(51) Int. Cl.

F I

C 2 2 C 29/06 (2006. 01)

C 2 2 C 29/06 Z

C 2 2 C 1/05 (2006. 01)

C 2 2 C 1/05 H

B 2 2 F 3/10 (2006. 01)

C 2 2 C 1/05 P

B 2 2 F 7/06 (2006. 01)

B 2 2 F 3/10 G

C 2 2 C 26/00 (2006. 01)

B 2 2 F 7/06 D

請求項の数 19 (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-529358 (P2013-529358)
 (86) (22) 出願日 平成23年9月16日 (2011. 9. 16)
 (65) 公表番号 特表2013-543055 (P2013-543055A)
 (43) 公表日 平成25年11月28日 (2013. 11. 28)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2011/051885
 (87) 国際公開番号 W02012/037437
 (87) 国際公開日 平成24年3月22日 (2012. 3. 22)
 審査請求日 平成26年9月16日 (2014. 9. 16)
 (31) 優先権主張番号 12/884, 446
 (32) 優先日 平成22年9月17日 (2010. 9. 17)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 512259204
 バレル ユーロブ ソシエテ パ アクシ
 オンス シンプリフィエ
 フランス国, 64000 ポー, リュ ジ
 ヨアンヌ クブレ 2, ゾーヌ ユーロパ
 (74) 代理人 110002077
 園田・小林特許業務法人
 (72) 発明者 フェデリコ ベリン
 アメリカ合衆国, テキサス 77381,
 ザ ウッドランズ, リサーチ パーク ド
 ライブ 8900, アpartment #
 714

審査官 米田 健志

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高靱性で熱的に安定な多結晶ダイヤモンド

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

バインダー材料を用意すること、ここでそのバインダー材料は、単一金属から形成される金属炭化物を含み、ここで

その単一金属はⅠⅤ、ⅤおよびⅤⅠ族から選ばれ、

その金属炭化物は非化学量論的であり、ならびにその金属炭化物は化学量論的であって、そのバインダーがさらにその単一金属の遊離部分を含む、の少なくとも1つであり；

そのバインダー材料をダイヤモンド粉末と混合すること；ならびに

そのダイヤモンド粉末およびバインダー材料について焼結プロセスを実施すること、そこでは焼結プロセスは、そのダイヤモンド粉末にその間質空間内に堆積された改質バインダー材料を有する多結晶ダイヤモンド構造を形成させ、そこでは改質バインダー材料は化学量論的であって、改質バインダー材料は金属の遊離部分がない；

を含むカッターの作製方法。

【請求項 2】

焼結プロセスが固相焼結プロセスである請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

焼結プロセスが固相に近い焼結プロセスであり、

一時的な液相が固相に近い焼結プロセスの間に形成され、ならびに

一時的な液相が焼結プロセスの時間の10%以下の間に存在する、

請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

一時的な液相が焼結プロセスの時間の 6 % 以下の間に存在する請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

バインダー材料の金属炭化物が非化学量論的である請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

バインダー材料が化学量論的な炭化物および単一金属の遊離部分を含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

改質バインダー材料がコバルト、ニッケルおよび鉄からなる群より選ばれる触媒材料をさらに含む請求項 1 に記載の方法。

10

【請求項 8】

少なくとも基板粉末および第 2 のバインダー材料から基板を形成すること；ならびに
ディバイダーを多結晶ダイヤモンド構造および基板に結合させること、ここでそれらの
間で、ディバイダーは第 2 のバインダー材料が多結晶ダイヤモンド構造に移行するのを防
止する；
をさらに含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

ディバイダーが単一金属を用いて形成される請求項 8 に記載のカッターの作製方法。

【請求項 10】

金属ディバイダーを基板層の頂上に位置させること；ならびに
金属ディバイダーの頂上に混合物を位置させること、ここで焼結プロセスは基板層およ
びディバイダーについても実施される、
をさらに含む請求項 1 に記載の方法。

20

【請求項 11】

基板層は炭化タングステン粉末および第 2 のバインダー材料を含み、
第 2 のバインダー材料はコバルト、ニッケル、クロムおよび鉄からなる群より選ばれ、
ならびに、ディバイダーは、第 2 のバインダー材料が多結晶ダイヤモンド構造に移行す
るのを防止する、
を含む請求項 10 に記載の方法。

30

【請求項 12】

混合物が均質である請求項 1 に記載の方法。

【請求項 13】

バインダー材料がさらにダイヤモンド粉末を含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 14】

バインダー材料が 10 vol % 以下の触媒材料を含む請求項 7 に記載の方法。

【請求項 15】

バインダー材料が 1 vol % 以下の触媒材料を含む請求項 7 に記載の方法。

【請求項 16】

多結晶ダイヤモンド構造における触媒材料の組成が非共晶である請求項 7 に記載の方法

40

【請求項 17】

一定の温度が焼結プロセスの間、保持される請求項 1 に記載の方法。

【請求項 18】

一定の温度が金属炭化物の共融点よりも高い請求項 17 に記載の方法。

【請求項 19】

一定の温度が金属炭化物の共融点よりも低い請求項 17 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

50

本発明は、多結晶ダイヤモンドコンパクト (polycrystalline diamond compact) (「PDC」) に関し、さらに詳しくは改良された熱的安定性および靱性を有するPDCカッターに関する。

【背景技術】

【0002】

多結晶ダイヤモンドコンパクト (「PDC」) は、削岩用途および金属機械加工用途を含む、産業用途に用いられてきた。このようなインパクトは、いくつかの他の種類の切削要素 (cutting elements) よりも、良好な摩耗抵抗および衝撃抵抗のような、利点を示してきた。多くの異なるPDCグレードが、最良の摩耗抵抗および衝撃抵抗を同時に達成しようと開発されている。PDCは、「ダイヤモンド安定領域」といわれる高压高温 (「HPHT」) 条件下で、個々のダイヤモンド粒子を焼結することにより形成され得、ダイヤモンド-ダイヤモンド結合を促進する触媒/溶媒の存在下に、典型的には40キロバールを超え、1200~2000で行われる。ダイヤモンドコンパクトの焼結に典型的に用いられる触媒/溶媒のいくつかの例は、コバルト、ニッケル、鉄および他のVIII族金属である。PDCは、70vol%より大きいダイヤモンド含量を有するのが通常であり、約80~95vol%が典型的である。支持されていない (unbacked) PDCは、一例によれば、工具に機械的に結合され得る (図示されていない)。あるいは、PDCは、基板に結合され得、それによりPDCカッターを形成し、ドリルビットもしくはリーマー (reamer; 拡孔器) のような、ダウンホール工具 (図示されない) 内に挿入され得るのが典型的である。

【0003】

図1は、従来技術により、多結晶ダイヤモンド (「PCD」) 切削テーブル110、またはコンパクト、を有する、PDCカッター100の側面図を示す。PCD切削テーブル (cutting table) 110が例示の態様において示されるが、立方晶窒化ホウ素 (「CBN」) を含む、他の種類の切削テーブルもカッターの代替の種類において使用される。

【0004】

図1に関して、PDCカッター100は、PCD切削テーブル110、およびPCD切削テーブル110に結合される基板150を含むのが一般的である。PCD切削テーブル110は、1インチ (2.5mm) の約100/1000の厚さである。しかし、その厚さは、PCD切削テーブルが使用されるべき用途に依存して変わり得る。

【0005】

基板150は、上面152、底面154、および上面152の周囲から底面154の周囲に延びる基板外側壁156を含む。PCD切削テーブル110は、切削面112、対立面114、および切削面112の周囲から対立面114の周囲に延びるPCD切削テーブル外側壁116を含む。PCD切削テーブル110の対立面114は、基板150の上面152に結合される。典型的には、PCD切削テーブル110は、高压および高温 (「HPHT」) の押圧を用いて、基板150に結合される。しかし、当業者に知られている、他の方法もPCD切削テーブル110を基板150に結合するのに用いられ得る。1つの態様において、PCD切削テーブル110を基板150に結合するに際して、PCD切削テーブル110の切削面112は、基板底面154に実質的に平行である。さらに、PDCカッター100は、直円柱形状を有するように示されている；しかし、PDCカッター100は、他の態様において、他の幾何学的または非幾何学的形状に形づくられる。ある態様において、対立面114および上面152は実質的に平面である；しかし、対立面114および上面152は、他の態様において、非平面であってもよい。さらに、いくつかの例示的態様によれば、傾斜 (図示されない) がPCD切削テーブル110の少なくとも周囲に形成される。

【0006】

一例によれば、PDCカッター100は、PCD切削テーブル110および基板150を独立して形成し、その後、基板150にPCD切削テーブル110を結合させることにより形成される。あるいは、最初に基板150が形成され、ついでPCD切削テーブル110が、多結晶ダイヤモンド粉末を上面152上に置き、その多結晶ダイヤモンド粉末お

よび基板 150 を高温および高圧プロセスに供することにより、形成される。あるいは、基板 150 および PCD 切削テーブル 110 は、ほとんど同時に、形成され、一緒に結合される。PDC カッター 100 を形成する、いくつかの方法が簡潔に述べられたが、当業者に知られる、他の方法も使用され得る。

【0007】

PDC カッター 100 を形成する一典型例によれば、PCD 切削テーブル 110 は、ダイヤモンド粉末ならびに炭化タングステンおよびコバルトの粉末の混合物を、押型 (press) 内で HPH T 条件に供することにより、形成され、基板 150 に結合される。HPH T 条件は、55 キロバール以上の圧力および 1300 以上の温度であるのが典型的である。コバルトは炭化タングステンと混合され、基板 150 が形成されるべき位置に配置されるのが典型的である。ダイヤモンド粉末は、コバルトおよび炭化タングステンの混合物の上部に置かれ、PCD 切削テーブル 110 が形成されるべき位置に配置される。ついで、粉末混合物全体は、押型内で HPH T 条件に供され、その結果、コバルトは液化され、炭化タングステンの接合もしくは結合を容易にして基板 150 を形成する。さらに、液化コバルトは、基板 150 からダイヤモンド粉末に拡散、もしくは浸透し、ダイヤモンドを合成して PCD 切削テーブル 110 を形成するための触媒として作用する。ダイヤモンド粉末の焼結プロセスの間、ダイヤモンド粉末からの炭素は、液化コバルト中に溶解し、ついで再析出してダイヤモンド-ダイヤモンド結合を創出し、ついで PCD 切削テーブル 110 を形成する。コバルトは、炭化タングステンを接合するバインダーとして、およびダイヤモンド粉末を焼結させてダイヤモンド-ダイヤモンド結合を形成するための触媒/溶媒として、作用する。さらに、コバルトは、PCD 切削テーブル 110 および接合された炭化タングステン基板 150 の間に強い結合を形成するのを容易にする。たとえばコバルトのような触媒/溶媒が液化され、いでダイヤモンド粉末が液化された触媒/溶媒で十分に焼結される、この従来のプロセスは、液相圧力付加焼結プロセスといわれている。押型内で、触媒/溶媒は、約 60% 以上の時間、液相である。

【0008】

コバルトは、PDC 製造プロセスの好適な成分であった。従来の PDC 製造プロセスは、基板 150 を形成するためのバインダー材料として、さらにはダイヤモンド合成のための触媒材料として、コバルトを用いる。これは、これらのプロセスにおいてコバルトを用いることに關して多数の知見があるからである。多数の知見とプロセスのニーズの間の相乗作用は、バインダー材料および触媒材料としてコバルトを使用することを導いてきた。しかし、この分野で知られるように、鉄、ニッケル、クロム、マンガンおよびタンタルのような、代替金属がダイヤモンド合成のための触媒として使用され得る。これらの代替金属をダイヤモンド合成のための触媒として使用して PCD 切削テーブル 110 を形成するとき、従来のダイヤモンド焼結プロセスは、いったん触媒が液化されると、完全になお存在する。

【0009】

図 2 は、従来技術による図 1 の PCD 切削テーブル 110 の模式的な微細構造図である。図 1 および 2 に関して、PCD 切削テーブル 110 は、ダイヤモンド粒子 210、ダイヤモンド粒子 210 の間の 1 つもしくはそれより多い間質空間 212 (interstitial spaces)、ならびに間質空間 212 内に堆積されたコバルト 214 を有する。焼結プロセスの間、間質空間、すなわち間隙、は炭素-炭素結合の間に形成され、そしてダイヤモンド粒子 210 の間に位置される。コバルト 214 のダイヤモンド粉末への拡散は、焼結プロセスの間に PCD 切削テーブル 110 内に形成される。これらの間質空間 212 内に、コバルト 214 を堆積させる。間質空間 212 内に堆積されるコバルト 214 は、共晶組成または共晶組成に近い組成を有する。

【0010】

いったん PCD 切削テーブル 110 が形成されると、PCD 切削テーブル 110 は、温度が臨界温度に達すると急速に摩耗することが知られている。この臨界温度は約 750 であり、PCD 切削テーブル 110 が岩層 (rock formation) または他の硬材料を切削す

10

20

30

40

50

るときに到達する。高い摩耗速度は、ダイヤモンド粒子 210 およびコバルト 214 の間の熱膨張率の差異により、そしてさらにコバルト 214 およびダイヤモンド粒子 210 の間生じる、化学反応、すなわち黒鉛化、により、生じると考えられる。ダイヤモンド粒子 210 についての熱膨張係数は、約 $1.0 \times 10^{-6} \text{ mm}^{-1} \times \text{Kelvin}^{-1}$ (「 $\text{mm}^{-1} \text{ K}^{-1}$ 」) であるが、コバルト 214 についての熱膨張係数は、約 $13.0 \times 10^{-6} \text{ mm}^{-1} \text{ K}^{-1}$ である。したがって、コバルト 214 は、この臨界温度を超える温度でダイヤモンド粒子 210 よりも速く膨張し、それによりダイヤモンド粒子 210 間の結合を不安定にする。PCD 切削テーブル 110 は、約 750 を超える温度で熱的に劣化し、そしてその切削効率は著しく悪化する。

【0011】

これらの高温で PCD 切削テーブル 110 の摩耗を遅らせるように努力がなされてきた。これらの努力は、間質空間 212 からコバルト 214 を除去する、PCD 切削テーブル 110 の酸浸出プロセスを実施することを含む。典型的な浸出プロセスは、PCD 切削テーブル 110 の間質空間 212 内に堆積されるコバルト 214 と反応する、酸溶液 (図示されない) の存在を含む。典型的な酸浸出の一例によれば、PDC カッター 100 は、酸溶液内に置かれ、その結果、PCD 切削テーブル 110 の少なくとも一部は、酸溶液内に沈む。酸溶液は、PCD 切削テーブル 110 の外面に沿ってコバルト 214 と反応する。酸溶液は、PCD 切削テーブル 110 の内側内で内部へゆっくりと移動し、コバルト 214 と反応し続ける。しかし、酸溶液がさらに内部へ移動すると、反応副生物が、移動するのをもっといよいよ困難にし；したがって、浸出速度は、かなり遅くなる。このために、浸出プロセス期間の間に交換 (tradeoff) が生じ、そこでは浸出期間が増加するので、コストが増大し、浸出深さも増大する。したがって、浸出深さは典型的に約 0.2 mm であるが、PCD 切削テーブル 110 の要件および/または費用制約条件に依存して大きくも小さくもなり得る。コバルト 214 の除去は、ダイヤモンド粒子 210 およびコバルト 214 の間の熱膨張速度の差異により、ならびに黒鉛化により創出される問題を緩和する。しかし、浸出プロセスは、費用がかかり、しかも PCD 切削テーブル 110 に、強度損失のような、他の有害な効果をもたらす。産業内での努力は、改良された靱性特性を有する、改良された熱安定な多結晶ダイヤモンドを開発するために進行中である。

【図面の簡単な説明】

【0012】

本発明の前述および他の態様は、次のある例示的態様に関して、添付図面と併せて参照されると、もっともよく理解される。

【図 1】従来技術による PCD 切削テーブルを有する PDC カッターの側面図を示す。

【図 2】従来技術による図 1 の PCD 切削テーブルの模式的な微細構造図である。

【図 3 A】本発明の例示的態様による予備焼結された PCD 切削テーブルの側面図である。

【図 3 B】本発明の例示的態様による図 3 A の予備焼結された PCD 切削テーブルから形成された PCD 切削テーブルの側面図である。

【図 4】本発明の例示的態様による炭素および元素 M の状態図である。

【図 5】本発明の例示的態様による 2 つの固体元素間に生じる拡散プロセスの模式的微細図である。

【図 6 A】本発明の例示的態様による予備焼結された PDC カッターの側面図である。

【図 6 B】本発明の例示的態様による図 6 A の予備焼結された PDC カッターから形成された PDC カッターの側面図である。

【0013】

これらの図面は、本発明の例示的態様を示すものにすぎず、本発明は他の均等に有効な態様を許容し得るので、本発明の範囲を限定するものと考えるべきではない。

【発明を実施するための形態】

【0014】

本発明は、多結晶ダイヤモンドコンパクト (「PDC」) に関し、さらに詳しくは改良され

10

20

30

40

50

た熱的安定性および靱性を有するPDCカッターに関する。例示的態様の記載は、PDCカッターおよび/またはPCD切削テーブルと併せて以下に提示されるが、本発明の代替的態様は、多結晶窒化ホウ素（「PCBN」）カッターまたはPCBNコンパクトを含む、他の種類のカッターまたはコンパクトに適用され得るが、これらに限定されない。前述のように、コンパクトは、カッターを形成するために基板に搭載し得、または切削プロセスを実施するための工具に直接に搭載し得る。本発明は、添付図面に関して、以下の非制限的で例示的な態様の記載を読みとることによりさらによく理解され、そこでは類似の関連特性により各図面の部分が同定され、そして図面は以下のように簡単に記載される。

【0015】

図3Aは、本発明の例示的態様による予備焼結されたPCD切削テーブル300の側面図である。図3Bは、本発明の例示的態様による図3Aの予備焼結されたPCD切削テーブル300を焼結して形成されたPCD切削テーブル350の側面図である。図3Aおよび3Bは、PCD切削テーブル350を形成するための一例である。図3Aおよび3Bについて、予備焼結されたPCD切削テーブル300は、切削層表面322、対立層表面324、および切削層表面322の周囲から対立層表面324の周囲に延びる、PCD切削テーブル層外側壁326を含む。予備焼結されたPCD切削テーブル300は、ダイヤモンド粉末336およびバインダー材料334を用いて作製される。

【0016】

バインダー材料334は、ダイヤモンド粉末336と予備混合され、予備焼結されたPCD切削テーブル300の形状を形成する。ダイヤモンド粉末336は例示的態様のいくつかにおいて使用されるが、CBN粉末または他の公知の適切な粉末のような、他の粉末の種類も、例示的態様の範囲および精神を逸脱しないで、他の例示的態様において使用し得る。

【0017】

バインダー材料334は、周期律表のIV、VおよびVI族の少なくとも1つに属する元素の少なくとも1つの炭化物を含む。周期律表のIV族は、チタン（Ti）、ジルコニウム（Zr）、ハフニウム（Hf）およびウンウンクオディウム（Unq）の元素を含む。周期律表のV族は、バナジウム（V）、ニオブ（Nb）、タンタル（Ta）、ウンウンペンチウム（Unp）の元素を含む。周期律表のVI族は、クロム（Cr）、モリブデン（Mo）、タングステン（W）およびウンウンヘキシウム（Unh）の元素を含む。いくつかの例示的態様によれば、炭化物302は、IV、VおよびVI族の単一の元素の炭化物を含む。代替的な例示的態様によれば、炭化物302は、IV、VおよびVI族の2またはそれより多い元素の炭化物を含む。

【0018】

いくつかの例示的態様によれば、炭化物302は、非化学量論的形態で、たとえば炭化モリブデン（ Mo_2C_x ）および炭化チタン（ TiC_x ）であり、Xは1より小さい。しかし、代替的な例示的態様によれば、炭化物302は、非化学量論的形態で、たとえば炭化モリブデン（ Mo_2C ）および炭化チタン（ TiC ）である。ある例示的態様によれば、炭化物302は、化学量論的形態または非化学量論的形態である炭化物の組み合わせを含む。炭化物302の少なくとも1部が化学量論的形態である例示的態様によれば、バインダー材料334は、炭化物302を形成するのに用いられる周期律表のIV、VおよびVI族に属する、少量の金属304を含む。炭化物302が化学量論的形態である炭化物を含むとき、バインダー材料334への少量の金属304の添加は、金属原子および炭素原子間の不均衡を創出し、それにより金属304および炭素間の拡散プロセスを容易にする。バインダー材料334は、1つより多い成分がバインダー材料334を形成するとき、均質な混合物である。

【0019】

バインダー材料334の平均粒径は、ナノメートルの範囲、または少なくともサブミクロンの範囲、であり、それによりバインダー材料334の化学的反応性を増大させ、そしてダイヤモンド焼結プロセスを向上させる。ある例示的態様において、バインダー材料3

10

20

30

40

50

34は、ダイヤモンド粒子336を含み、炭化物302および金属304の均一混合を助ける。バインダー材料334において用いられるダイヤモンド粒子336は、サブミクロンの範囲にある平均粒径を有する。

【0020】

さらに他の例示的態様によれば、バインダー材料334は、コバルト、ニッケル、鉄および/または当業者に公知である他の触媒材料を含む、少量の触媒金属（図示されない）を含むが、これらに限定されない。触媒金属は、焼結プロセスを促進し、強化剤として振る舞う。触媒金属は、バインダー材料334の体積の約1%以下の体積%を占める。いくつかの例示的態様によれば、触媒金属は、バインダー材料334の体積の約0.5%以下の体積%を占める。しかし、代替的な例示的態様によれば、触媒金属は、バインダー材料334の体積の約10%以下程度の体積%を占めることができる。

10

【0021】

バインダー材料334に含まれる成分の一例は、炭化チタン95体積%、およびチタン5体積%である。バインダー材料334に含まれる成分のもう1つの例は、炭化タングステン40体積%、炭化モリブデンの50体積%、タングステン5体積%、およびモリブデン5体積%である。ある例示的態様によれば、1つまたはそれより多い炭化タングステンおよび炭化モリブデンが、化学量論的形態または非化学量論的形態で、炭化物中に含まれ、たとえば WC/W_2C および MO_2C/MoC である。いくつかの例において、少量のダイヤモンド粉末および触媒金属のいずれかまたは両方がバインダー材料334に含まれる。

20

【0022】

いったんバインダー材料334が用意され、均質に混合されると、バインダー材料334は異なる切削のダイヤモンド粉末336と混合され、予備焼結されたPCD切削テーブル300を形成する。ダイヤモンド粉末336は、約70体積%以上を占めるが、バインダー材料334は約30体積%以下を占める。いくつかの例示的態様によれば、ダイヤモンド粉末336は、約85~約95体積%を占めるが、バインダー材料334は約5~約15体積%を占める。ある例示的態様によれば、ダイヤモンド粉末336は、当業者に公知である粉末洗浄プロセスを受ける。予備焼結されたPCD切削テーブル300はHPHT系、すなわち押圧で、処理され、そこでダイヤモンド焼結プロセスのために適切な量の圧力および温度を供給する。供給される圧力は、約70キロバール以上であり、そして温度は約1600以上である。しかし、他の例示的態様によれば、供給される圧力は、約60キロバール以上であり、そして温度は約1500以上である。いくつかの例示的態様によれば、ダイヤモンド焼結プロセスは、固相で完全に生じ、固相焼結プロセスと言われる。しかし、いくつかの例示的態様によれば、焼結プロセスの小さな時間部分で、一時的な液相が形成されるが、ついで完全に固相に転換され、そこで焼結プロセスが続く。液相が焼結プロセスの間に形成されるとき、プロセスは固相に近い焼結プロセスと言われる。一時的な液相は、焼結プロセスの間、約0.1体積%以下で形成される。一時的な液相が存在する、焼結プロセスの小さな時間部分は、合計焼結時間の約10%以下である。いくつかの例示的態様によれば、一時的な液相が存在する、焼結プロセスの小さな時間部分は、合計焼結時間の約6%以下である。いくつかの例示的態様によれば、一時的な液相が存在する、焼結プロセスの小さな時間部分は、合計焼結時間の約4%以下である。この一時的な液相は、いくつかの例示的態様において、狭い濃度範囲で形成され、そして図4および5についてさらに詳しく説明される焼結、または拡散プロセスの間に、濃度変化のために炭素と金属の間で生じる。

30

40

【0023】

予備焼結されたPCD切削テーブル300についての焼結プロセスがいったん終了すると、PCD切削テーブル350が形成される。PCD切削テーブル350は、切削面372、対立面374、および切削面372の周囲から対立面374の周囲に延びるPCD切削テーブル外側壁376を含む。PCD切削テーブル350は、ダイヤモンド粉末336から形成されるダイヤモンド格子386、およびダイヤモンド格子386内に形成される

50

間質空間に堆積される改質バインダー材料 384 を含む。改質バインダー材料 384 は、実質的にすべての金属がそれぞれの炭化物に転換されていることを除いて、バインダー材料 334 に類似する。いくつかの例示的態様によれば、斜面（図示されない）が PCD 切削テーブル 350 の周囲に形成される。その例示的態様に依存して、PCD 切削テーブル 350 は、PCD 切削テーブル 350 の一部を工具に結合すること、または対立面 374 を基板（図示されない）に結合すること、を独立に用いることにより、硬材料を切削するのに使用される。

【0024】

金属は、ダイヤモンド粉末から拡散する炭素と完全に反応したので、PCD 切削テーブル 350 内に、残留する遊離金属は実質的にない。そこでは、比較的多くの炭化物が PCD 切削テーブル 350 内に形成され、ついで化学量論的組成が達成される。PCD 切削テーブル 350 内に残る共晶または共晶に近い触媒金属はなく、それにより PCD 切削テーブル 350 の熱安定性を増大させる。

【0025】

図 4 は、本発明の例示的態様による炭素および元素 M 400 の状態図である。炭素および元素 M 400 の状態図は、1 つの例示的態様による 2 元系状態図の一例として提示されるが、炭素ならびに 1 つもしくはそれより多い他の元素、たとえばチタン、クロムまたはタングステン、の異なる状態図も、固相焼結プロセスまたは固相に近い焼結プロセスを示すために使用され得る。元素 M は、炭化物を形成し得る金属である。図 4 に関して、炭素および元素 M 400 の状態図は組成軸 410、温度軸 420、液相線 434、固相線 436、および共晶点 438 を含む。

【0026】

組成軸 410 は、x 軸上に位置し、PCD 切削テーブルの組成を示す。その組成は、炭素の原子 wt % で測定される。組成軸 410 に沿って左から右に進むと、炭素の % 組成は増加する。したがって、組成軸 410 の左端で、材料は 100 % 元素 M である。それに対して、組成軸 410 の右端で、材料は 100 % 炭素、すなわちダイヤモンドである。組成軸 410 は、共晶点 440 (Ce) を含み、以下にさらに詳細に検討される。

【0027】

温度軸 420 は、y 軸上に位置し、炭素および元素 M 組成上に供され得る種々の温度を示す。温度は、で測定される。温度軸 420 に沿って上から下に進むと、温度は減少する。温度軸 420 は、元素 M 融点 432、ダイヤモンド融点 430、および共晶点 439 を含み、以下にさらに詳細に検討される。元素 M 融点 432 は、100 % 元素 M を有する材料が溶融する温度である。ダイヤモンド融点 430 は、100 % ダイヤモンドを有する材料が溶融する温度である。

【0028】

炭素および元素 M 400 の状態図は、炭素および元素 M 組成の異なる相、ならびにこれらの異なる相が存在する組成および温度、に関する情報を提供する。これらの相は、全液相 450 (「L」)、金属および金属炭化物固相 452 (「+MC」)、金属スラリー相 454 (「+L」)、金属炭化物スラリー相 456 (「L+MC」)、金属固相 458 (「」)、金属炭化物固相 460 (「MC」)、金属炭化物およびダイヤモンド固相 462 (「MC+D」)、ならびにダイヤモンドスラリー相 464 (「L+D」) を含む。

【0029】

全液相 450 は、炭素および元素 M の両方が完全に液相内であるときに生じる。金属および金属炭化物固相 452 は、金属炭化物および元素 M の両方が完全に液相内であるときに生じる。このように、炭素は金属とすべて結合され、炭化物を形成し、遊離固体炭素がない。

【0030】

金属スラリー相 454 は、材料が、液体元素 M を含むスラリー中に懸濁する元素 M の結晶を有するときに生じる。金属炭化物スラリー相 456 は、材料が、液体金属炭化物を含むスラリー中に懸濁する金属炭化物の結晶を有するときに生じる。金属固相 458 は、す

10

20

30

40

50

すべての元素Mが固相内であり、いくつかの固体金属炭化物が固体元素Mと混合されるときに生じる。金属炭化物固相460は、すべての金属炭化物が固相内であり、いくつかの固体金属が固体金属炭化物と混合されるときに生じる。金属炭化物およびダイヤモンド固相462は、材料が固相内でダイヤモンドを形成し、いくつかの金属炭化物が子固相内であるときに生じる。ダイヤモンドスラリー相464は、材料が、液体炭素を含むスラリー中に懸濁するダイヤモンド結晶を有するときに生じる。

【0031】

液相線434は、元素M融点432から共晶点438に、そしてついでダイヤモンド融点430に延びる。液相線434は、組成が完全に溶融し、液体を形成する温度を示す。したがって、液相線434を超える温度で、組成は完全に液体である。固相線436は、共晶点438を除いて、液相線434の下方に位置される。固相線436は、組成が溶融し始める温度を示す。したがって、固相線436より低い温度で、組成は1つまたはそれより多い化合物について材料中で完全に固体である。共晶点438で、液相線434は固相線436と出会う。共晶点438は、共晶温度439と共晶組成440の交点として、状態図400上に定義される。共晶組成440は、炭素-元素M混合物が単一の化学組成として振る舞い、そして融点を有する組成であり、全固相452は単一温度で全液相450になる。

【0032】

固相焼結プロセスにおいて、PCD切削テーブル350を形成するための一例によれば、焼結プロセスは最初の混合組成物480 (X_0) で実施される。最初の混合組成物480の温度は、温度 T_1 486に上げられ、第1の混合点490を形成する。最初の混合組成物480は、最初の混合組成物480が T_1 486であるとき、金属および金属炭化物固相452である。ここで、金属および金属炭化物は、ともに完全に固体である。焼結プロセスが継続し、温度が比較的一定に保持されるので、炭素原子は、状態図400によれば元素Mである金属内に拡散し、そして金属原子は炭素内に拡散する。これらの各拡散速度は異なり、焼結プロセスの間、混合物の組成を変えさせることになる。いくつかの例示的態様によれば、混合物内で元素Mの組成は減少し、炭素の組成は増加する。温度が実質的に一定に維持されても、混合物の組成は最初の混合組成480から中間混合組成482 (X_1) に変化する。したがって、混合物は、第1の混合点490から、金属炭化物固相460内である、第2の混合点492に進む。もし焼結プロセスが無限の時間、継続するのが可能であれば、元素Mに関して混合物組成はさらに減少し、それに対して炭素に関して混合物組成はさらに増加するであろう。このように、混合物組成は中間混合物組成482から最終混合物組成484 (X_2) に進み、そして第2の混合点492は第3の混合点494に進む。第3の混合点494は、金属炭化物およびダイヤモンド固相462にある。しかし、実際には、焼結プロセスは、無限の時間、進むわけではなく、固相焼結プロセスの終了後に混合物の最終組成は、中間混合物組成482と最終混合物組成484の間の点にある。したがって、この例示的態様に示されるように、焼結プロセスは、固相焼結プロセスであり、そこでは液体も一時的な液相も形成されない。固相焼結プロセスにおいて、押し型内の圧力は、従来技術で使用される圧力よりも高いのが典型的である。

【0033】

固相に近い焼結プロセスにおいて、PCD切削テーブル350 (図示されない) を形成するための一例によれば、焼結プロセスも最初の混合物組成480で実施される。しかし、最初の混合組成480の温度は、 T_2 488の温度に上げられ、最初の混合点496を形成する。最初の混合点496は、金属炭化物スラリー相456にある。このように、最初の混合物組成480は、 T_2 488への温度上昇の間に、固相から一時的液相に変換される。焼結プロセスが継続するので、炭素原子は、状態図400によれば元素Mである金属内に拡散し、そして金属原子は炭素内に拡散する。これらの各拡散速度は異なり、焼結プロセスの間、混合物の組成を変えさせることになる。いくつかの例示的態様によれば、混合物内で元素Mの組成は減少し、炭素の組成は増加する。温度が実質的に一定に維持されても、混合物の組成は最初の混合組成480から中間混合組成482に変化する。した

10

20

30

40

50

がって、混合物は、第1の混合点496から、金属炭化物固相460内である、第2の混合点497に進む。このように、一時的な液相は消失し、混合物は固体である。もし焼結プロセスが無限の時間、継続するのが可能であれば、元素Mに関して混合物組成はさらに減少し、それに対して炭素に関して混合物組成はさらに増加するであろう。このように、混合物組成は中間混合物組成482から最終混合物組成484に進み、そして第2の混合点497は終点混合点498に進む。終点混合点498は、金属炭化物およびダイヤモンド固相462にある。しかし、実際には、焼結プロセスは、無限の時間、進むわけではなく、固相焼結プロセスの終了後に混合物の最終組成は、中間混合物組成482と最終混合物組成484の間の点にある。したがって、この例示的態様に示されるように、焼結プロセスは、固相に近い焼結プロセスであり、そこでは一時的な液相が形成される。固相に近い焼結プロセスにおいて、押型内の圧力は、従来技術で使用される圧力よりも高いのが典型的である。

10

【0034】

図5は、本発明の例示的態様による2つの固体元素510および520間に生じる拡散プロセス500の模式的微細図である。図5に関して、拡散プロセスは、第2の固体元素520に近い第1の固体元素510を含む。例示的態様によれば、第1の固体元素510は固体炭素である；しかし、他の固体元素も、例示的態様の範囲および精神を逸脱しないで、固体炭素の代わりに使用し得る。第2の固体元素520は固体元素Mであり、炭化物を形成し得る金属である。

【0035】

20

固体元素510は、図5に正方形で示される炭素原子512を含む。固体元素M520は、図5に円形で示される元素M原子522を含む。拡散プロセスの間、いくつかの炭素原子512は、固体元素M520中に拡散し、移行された炭素原子514になる。同様に、拡散プロセスの間、いくつかの元素M原子522は、固体炭素510中に拡散し、移行された元素M原子524になる。元素M原子522が固体炭素510中に拡散する速度は、いくつかの例示的態様により炭素原子512が固体元素M520中に拡散する速度と異なる。図5に示されるように、5個の移行された炭素原子514があるが、一方、3個の移行された元素M原子524がある。このように、焼結プロセスの間、混合物の組成は、図3および4に関して前述したように、変化する。

【0036】

30

図6Aは、本発明の例示的態様による予備焼結されたPDCカッター600の側面図である。図6Bは、本発明の例示的態様による図6Aの予備焼結されたPDCカッターから形成されたPDCカッターの側面図である。図6Aおよび6Bは、PDCカッター650を形成するための一例を提示する。図6Aおよび6Bに関して、予備焼結されたPDCカッター600は、基板層610、PCD切削テーブル層620、および金属ディバイダー640を含むが、PDCカッター650は、基板660、PCD切削テーブル670、およびディバイダー690を含む。基板層610は、予備焼結されたPDCカッター600の底部に位置され、焼結プロセスの終了の際に基板660を形成する。金属ディバイダー640は基板層610の上に位置され、焼結プロセスの終了の際に、ディバイダー690を形成する。PCD切削テーブル層620は、金属ディバイダー640の上に位置され、焼結プロセスの終了の際に、PCD切削テーブル670を形成する。このように、金属ディバイダー640は、PCD切削テーブル層620および基板層610の間に位置され、焼結プロセスの間に、基板層610からPCD切削テーブル層620に成分が移行するのを防止する。

40

【0037】

基板層610は、基板粉末632および第1のバインダー材料634の混合物から形成される。基板粉末632は炭化タングステン粉末である；しかし、基板粉末632は、いくつかの他の例示的態様により、例示的態様の範囲および精神を逸脱しないで、当業者に公知の、他の適切な材料から形成される。第1のバインダー材料634は、基板粉末610のためのバインダーとして振る舞うことのできるいかなる材料であってもよい。第1の

50

バインダー材料 634 のいくつかの例は、コバルト、ニッケル、クロムおよび鉄を含むが、これらに限定されない。いったん高圧および高温条件に供されると、基板層 610 は基板 660 を形成する。第 1 のバインダー材料 634 は溶融し、基板層 610 の焼結を容易にする。基板層 610 は、上層面 612、底部層面 614、および上層面 612 の周囲から底部層面 614 の周囲に延びる基板層外側壁 616 を含む。第 1 のバインダー材料 634 は、焼結プロセスの終了後に、基板 660 内にばらまかれる。基板層 610 は、1 つの例示的態様により直円柱状に形成されるが、他の幾何学的または非幾何学的形状に形成され得る。

【0038】

PCD 切削テーブル層 620 は、ダイヤモンド粉末 636 および第 2 のバインダー材料 638 の混合物から形成される。ダイヤモンド粉末 636 は、PCD 切削テーブル層 620 を形成するのに使用されるが、例示的態様の範囲および精神を逸脱しないで、当業者に公知の、他の適切な材料も使用され得る。第 2 のバインダー材料 638 は、バインダー材料 334 (図 3A) に類似し、バインダー材料 334 (図 3A) に関して前述された、いくつかの異なる例示的態様を含む。いったん高圧および高温条件に供されると、PCD 切削テーブル層 620 は、PCD 切削テーブル 300 (図 3A) を PCD 切削テーブル 350 (図 3B) に変えるときに生じる焼結プロセスと同様にして、PCD 切削テーブル 670 を形成する。ここで、PCD 切削テーブル層 620 内で生じる焼結プロセスは、固相焼結プロセスまたは固相に近い焼結プロセスであり、一時的液相が一時的に形成される。PCD 切削テーブル層 620 は、切削層面 622、対立層面 624、および切削層面 622 の周囲から対立層面 624 の周囲に延びる PCD 切削テーブル層外側壁 626 を含む。いくつかの例示的態様によれば、傾斜 (図示されない) が PCD 切削テーブル層 620 の周囲に形成される。

【0039】

金属ディバイダー 640 は、基板層 610 と PCD 切削テーブル層 620 の間に位置される。金属ディバイダー 640 は、焼結プロセスの終了の際に、PCD 切削テーブル層 620 と基板層 610 の両方に結合し得る金属もしくは合金から作製される。さらに、金属ディバイダー 640 は、基板層 610 内に位置される第 1 のバインダー材料 634 が PCD 切削テーブル層 620 に移行するのを防止する。金属ディバイダー 640 は、PCD 切削テーブル層 670 が基板 660 に間接的に結合されるのを可能にし、それにより PDC カッター 650 を形成するが、PCD 切削テーブル 670 を形成する焼結プロセスが固相焼結プロセスまたは固相に近い焼結プロセスとして生じるのを確実にする。いくつかの例示的態様によれば、金属ディバイダー 640 は、第 2 のバインダー材料 638 内で使用されるのと同じ金属を用いて、同一の金属または合金から形成される。たとえば、もし第 2 のバインダー材料 638 がモリブデンおよび/または炭化モリブデンを含むならば、金属ディバイダー 640 もモリブデンまたは炭化モリブデンを用いて作製される。いくつかの例示的態様によれば、金属ディバイダー 640 は、薄い円板である。あるいは、金属ディバイダー 640 は、従来の化学蒸着 (CVD) 法、プラズマ蒸着 (PVD) 法、または当業者に知られる他の方法を用いて形成される。金属ディバイダー 640 は、焼結プロセスの間に、第 1 のバインダー材料 634 が PCD 切削テーブル層 620 に移行するのを防止するための一例として使用されるが、当業者に知られる他の方法または装置が、例示的態様の範囲および精神を逸脱しないで、同一または同様な効果を達成するために使用され得る。

【0040】

いったん予備焼結された PDC カッター 600 が形成されると、予備焼結された PDC カッター 600 は高圧および高温系、すなわち押し型内で処理され、焼結プロセスのために適切な量の圧力および温度を供給される。供給される圧力は約 70 キロバール以上であり、そして温度は約 1600 以上である。しかし、他の例示的態様によれば、供給される圧力は、約 60 キロバール以上であり、そして温度は約 1500 以上である。

【0041】

基板層 610 内で、第 1 のバインダー材料 634 は液化し、基板粉末 610 の焼結を容易にし、基板 660 を形成する。液化された第 1 のバインダー材料 634 は、PCD 切削テーブル層 620 に移行しない。PCD 切削テーブル層 620 内で、ダイヤモンド粉末 636 は第 2 のバインダー材料 638 とともに焼結される。PCD 切削テーブル層 620 内での焼結プロセスは、固相または固相に近い相で生じる。ダイヤモンド粉末 636 は、ダイヤモンド格子 686、およびダイヤモンド格子 686 内に形成される間質空間に堆積される改質された第 2 バインダー材料 688 を含む。改質された第 2 バインダー材料 688 は、改質バインダー材料 384 (図 3B) に類似し、PCD 切削テーブル 670 に靱性と熱的安定性を提供する。金属ディバイダー 640 内で、PCD 切削テーブル層 620 からの炭素原子は、金属ディバイダー 640 内の金属と反応して、金属炭化物を形成し、したがってディバイダー 690 と PCD 切削テーブル 670 の間に強い結合を形成する。同様に、金属ディバイダー 640 内で、基板層 610 からの炭素原子は、金属ディバイダー 640 内の金属と反応して、金属炭化物を形成し、したがってディバイダー 690 と基板 660 の間に強い結合を形成する。

【0042】

いったん基板 660、PCD 切削層 670、およびディバイダー 690 が完全に形成され、そしてディバイダー 690 が基板 660 および PCD 切削層 670 に結合されると、PDC カッター 650 が形成される。基板 660 は、上面 662、底面 664、および上面 662 の周囲から底面 664 の周囲に延びる基板外側壁 666 を含む。基板 660 は接合された基板粉末 682 およびそこにばらまかれた第 1 のバインダー材料 634 を含む。基板 660 は、1 つの例示的態様により直円柱状に形成されるが、PDC カッター 650 が使用されるべき用途に依存して、他の幾何学的または非幾何学的形状に形成され得る。

【0043】

PCD 切削テーブル 670 は、切削面 672、対立面 674、および切削面 672 の周囲から対立面 674 の周囲に延びる PCD 切削テーブル外側壁 676 を含む。PCD 切削テーブル 670 は、ダイヤモンド格子 686、およびダイヤモンド格子 686 内に形成される間質空間に堆積される改質された第 2 バインダー材料 688 を含む。改質された第 2 バインダー材料 688 は、第 2 のバインダー材料 638 と比較して、わずかに改質されている。第 2 のバインダー材料 638 内の遊離金属は、焼結プロセス前は存在したが、炭素と反応して比較的多くの炭化物を形成する。したがって、PCD 切削テーブル 670 内では、金属はダイヤモンド粉末から拡散する炭素と完全に反応するので、実質的に遊離金属は残って存在しない。ここでは、比較的多くの炭化物が PCD 切削テーブル 670 内で形成され、化学量論的組成に達する。PCD 切削テーブル 670 内に残る共晶または共晶に近い触媒金属はないので、それにより PCD 切削テーブル 670 の熱的安定性を増大させる。

【0044】

ディバイダー 690 が金属ディバイダー 640 から形成され、PCD 切削テーブル 670 の対立面 674 に、そして基板 660 の上面 662 に結合される。ディバイダー 690 は、その中に少なくともいくつかの金属炭化物を含む。いくつかの例示的態様によれば、ディバイダー 690 はそれらのそれぞれの炭化物とともに、金属および/または合金を含む。他の例示的態様によれば、ディバイダー 690 は完全に炭化物から形成される。

【0045】

PCD 切削テーブル 670 は、当業者に知られる方法により、ディバイダー 690 を用いて基板 660 に間接的に結合される。一例において、PDC カッター 650 は、PCD 切削テーブル 670 および基板 660 を独立に形成し、ついで PCD 切削テーブル 670 と基板 660 の間に金属ディバイダー 640 を置き、そして PCD 切削テーブル 670 をディバイダー 690 に結合し、さらに基板 660 をディバイダー 690 に結合することにより、形成される。もう 1 つの例において、基板 660 が最初に形成され、金属ディバイダー 640 が基板 660 上に置かれ、そして PCD 切削テーブル層 620 が金属ディバイダー 640 上に置かれる。基板 660、金属ディバイダー 640、および PCD 切削テ

ブル層 620 が、ついで高压高温条件下に焼結され、PDC カッター 650 を形成する。

【0046】

1つの例示的態様において、PCD 切削テーブル 670 を基板 660 に結合する際に、PCD 切削テーブル 670 の切削面 672 は、基板 660 の底面 664 に実質的に平行である。さらに、PDC カッター 650 は直円柱形状を有するように示されている；しかし、PDC カッター 650 は、他の例示的態様において、他の幾何学的または非幾何学的形状に形成され得る。ある例示的態様において、対立面 674 および上面 662 は実質的に平面である；しかし、対立面 674 および上面 662 は、他の例示的態様において、非平面であり得る。

【0047】

各例示的態様が詳細に記載されてきたが、1つの態様に適用され得る、いかなる構成および変更も他の態様に適用し得ると解釈されるべきである。さらに、本発明は特定の態様に関して記載されているが、これらの記載は限定する意味で解釈されることを意図されていない。開示された態様の種々の変更ならびに本発明の代替的態様は、例示的態様の記載から当業者に明らかになるであろう。開示された概念および特定の態様は、本発明と同一の目的を実施するための、他の構造または方法を変更または設計する基礎として容易に利用され得ることは、当業者に容易に理解されるべきである。さらに、このような均等解釈は、添付の請求範囲に示される本発明の精神および範囲から逸脱しないことは当業者に容易に認識されるべきである。したがって、請求範囲は、本発明の範囲内あたる、いかなる変更または態様も包含することが意図される。

10

20

【図 1】

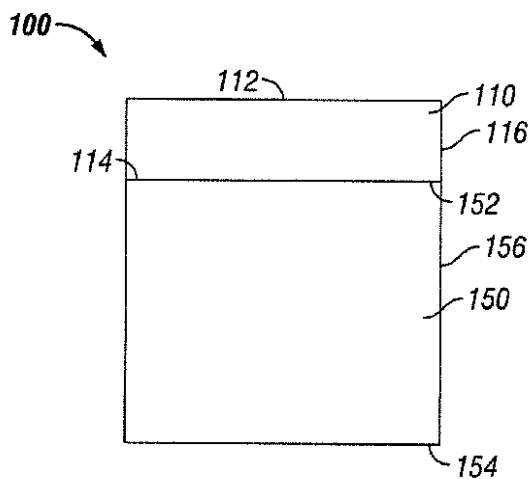


FIG. 1

【図 2】

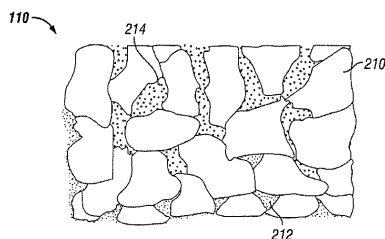


FIG. 2

【図 3 A】

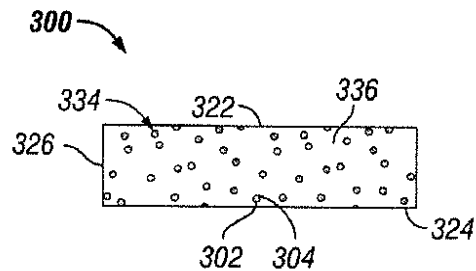


FIG. 3A

【図 3 B】

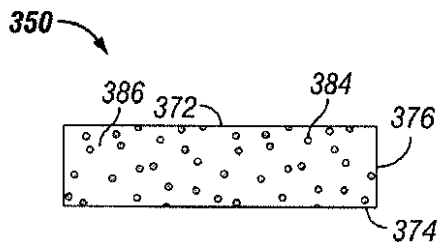


FIG. 3B

【図 4】

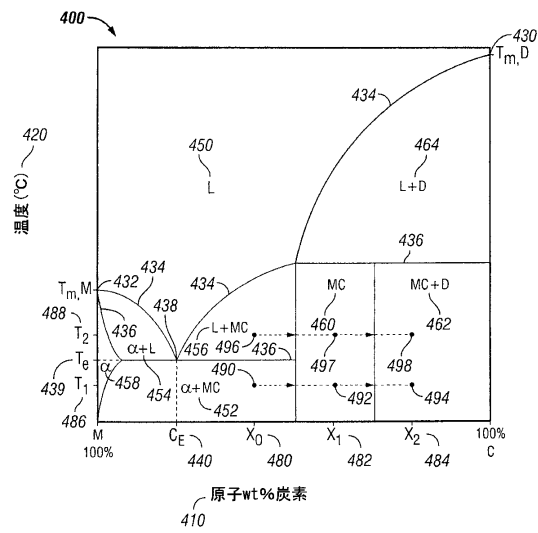


FIG. 4

【図 5】

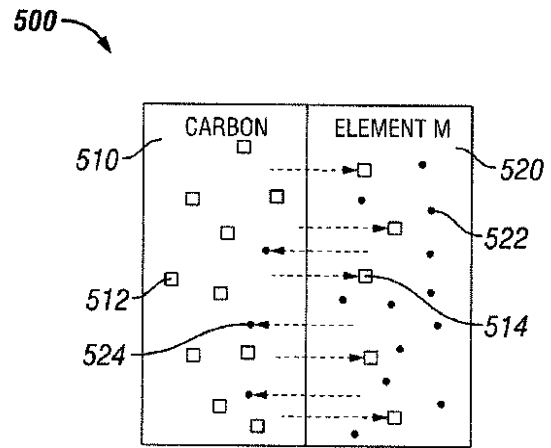


FIG. 5

【図 6 A】

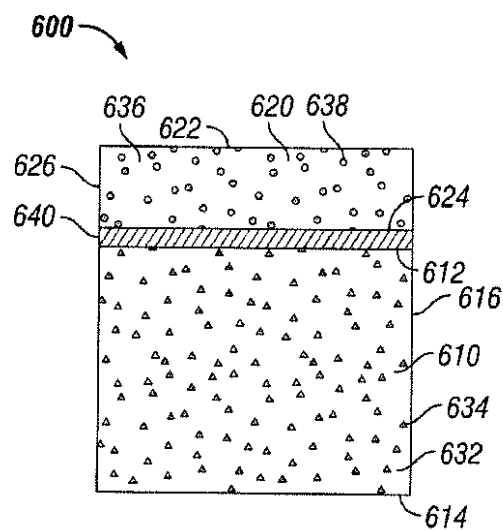


FIG. 6A

【図 6 B】

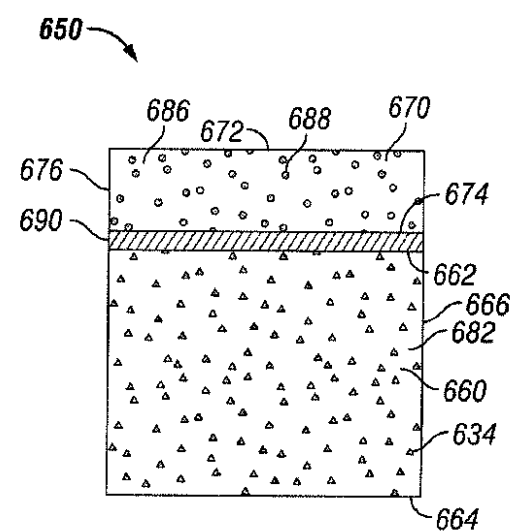


FIG. 6B

 フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		
B 2 3 B	27/14	(2006.01)	C 2 2 C	26/00 A
B 2 3 B	27/20	(2006.01)	B 2 3 B	27/14 B
			B 2 3 B	27/20

(56)参考文献 特表昭 6 2 - 5 0 0 0 1 2 (J P , A)
 特開 2 0 0 5 - 2 3 9 4 7 2 (J P , A)
 特開 2 0 0 3 - 0 9 5 7 4 3 (J P , A)
 特開昭 6 1 - 2 7 0 2 7 1 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
 C 2 2 C 2 9 / 0 0 ~ 2 9 / 1 8