

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第4区分

【発行日】平成27年8月13日(2015.8.13)

【公表番号】特表2015-500924(P2015-500924A)

【公表日】平成27年1月8日(2015.1.8)

【年通号数】公開・登録公報2015-002

【出願番号】特願2014-548029(P2014-548029)

【国際特許分類】

C 22 C 1/05 (2006.01)

【F I】

C 22 C 1/05 P

【誤訳訂正書】

【提出日】平成27年6月22日(2015.6.22)

【誤訳訂正1】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

ダイヤモンドネットワークおよび貫通金属ネットワークを形成する相互成長ダイヤモンド結晶粒(*intergrown diamond grain*)の組合せを含む自立型P C D物体を生成する方法であって、前記P C D物体は、金属、サーメットまたはセラミック等の異なる材料で作られている基材とは、その製造中のあらゆる段階において付着しておらず、

前記方法は、

a . ダイヤモンド粒子を液体に懸濁することにより合わせたダイヤモンド粒子および前記金属ネットワークの金属用の前駆体化合物の塊を形成し、前記前駆体化合物を前記液体中で結晶化および／または沈殿させるステップと、

b . 沈殿および／または蒸発によって懸濁液から前記塊を除去して、合わせたダイヤモンド粒子および前駆体化合物の乾燥粉末を形成するステップと、

c . 前記粉末を熱処理に供して、前記前駆体化合物を解離および還元し、前記ダイヤモンド粒子よりも小さいサイズの金属粒子を形成して、均質な塊を提供するステップと、

d . 等静圧圧密化を使用し、ダイヤモンド粒子および金属材料の均質な塊を固化して、予め選定されたサイズおよび3次元形状の均質で結束性のあるグリーン物体を形成するステップと、

e . 前記グリーン物体を、前記金属材料が全体的にまたは部分的に溶融し、部分的ダイヤモンド再結晶を介してダイヤモンド粒子と粒子の結合を容易にするような高圧および高温条件に供して、自立型P C D物体を形成するステップと

を含み、

前記P C D物体の前記ダイヤモンドネットワークは、複数の結晶粒径を有するダイヤモンド結晶粒で形成されており、前記ダイヤモンドネットワークは、平均ダイヤモンド結晶粒径を有する結晶粒径分布を含み、前記ダイヤモンド結晶粒径分布の最大構成要素は、前記平均ダイヤモンド結晶粒径の3倍以下であり、かつ

前記自立型P C D物体を形成する前記P C D材料は均質であり、前記P C D物体は、ダイヤモンドネットワーク対金属ネットワークの体積比に関して空間的に一定かつ不变であり、均質性は、前記平均結晶粒径の10倍より大きい尺度で測定され、前記P C D物体は全体にわたって均質であり、前記P C D材料は、前記尺度において巨視的に残留応力がない、方法。

**【請求項 2】**

前記合わせたダイヤモンド粒子および前記金属ネットワークの金属用の前駆体化合物の塊が、前記懸濁液に、金属含有化合物の溶液および反応性化合物の溶液を、同時にまたは順次に添加することによって形成され、それにより、前記金属ネットワークの金属用の不溶性前駆体化合物が前記ダイヤモンド粒子の表面上で核形成および成長して、前記前駆体化合物を、前記ダイヤモンド粒子表面に付着してそれを装飾する粒子として形成する、請求項1に記載の方法。

**【請求項 3】**

前記合わせたダイヤモンド粒子および前記金属ネットワークの金属用の前駆体化合物の塊が、前記懸濁液中の溶液から、前記金属ネットワークの金属用の可溶性前駆体化合物を結晶化することによって形成される、請求項1に記載の方法。

**【請求項 4】**

前記金属ネットワークの金属用の前駆体化合物が、前記ダイヤモンド粒子の予め選定された部分の懸濁液中で結晶化および／または沈殿される方法であって、前記前駆体化合物の結晶化および／または沈殿の完了後、前記懸濁液の除去前に、前記ダイヤモンド粒子の残りの部分を攪拌懸濁液に添加するステップと、その後、熱処理を適用して、前記前駆体化合物を解離および／または金属粒子に還元するステップをさらに含む、請求項2または3のいずれか1項に記載の方法。

**【請求項 5】**

前記前駆体化合物との最初の組合せ用のダイヤモンド粒子の部分は、ダイヤモンド粒径に基づいて予め選定される、請求項4に記載の方法。

**【請求項 6】**

前記前駆体化合物との最初の組合せ用のダイヤモンド粒子の部分は、ダイヤモンド質量割合に基づいて予め選定される、請求項4に記載の方法。

**【請求項 7】**

前記前駆体化合物との最初の組合せ用のダイヤモンド粒子の部分は、ダイヤモンド粒径およびダイヤモンド質量割合に基づいて予め選定される、請求項4に記載の方法。

**【請求項 8】**

前記前駆体化合物との最初の組合せ用のダイヤモンド粒子の部分は、1つまたは複数のピークを有する粒径分布となるように予め選定される、請求項4に記載の方法。

**【請求項 9】**

前記液体懸濁媒質が水である、請求項1から8のいずれか1項に記載の方法。

**【請求項 10】**

前記液体懸濁媒質がアルコールである、請求項1から8のいずれか1項に記載の方法。

**【請求項 11】**

前記前駆体化合物が、炭酸塩、水酸化物、シュウ酸塩または酢酸塩である、請求項2または4から10のいずれか1項に記載の方法。

**【請求項 12】**

前記前駆体化合物が硝酸塩である、請求項3または4から10のいずれか1項に記載の方法。

**【請求項 13】**

前記前駆体が、1つの結晶学的構造を有するが分解／還元時に完全に合金された金属粒子を産出する2つ以上の遷移金属カチオンを有する混合塩である、請求項11または12のいずれか1項に記載の方法。

**【請求項 14】**

前記カチオンが、鉄イオン、ニッケルイオン、コバルトイオン及びマンガンイオンから選ばれる、請求項11、12または13のいずれか1項に記載の方法。

**【請求項 15】**

前記カチオンが、コバルトイオン( $\text{Co}^{++}$ )である、請求項14に記載の方法。

**【請求項 16】**

前記前駆体化合物が、タングステン酸塩、モリブデン酸塩、タンタル酸塩、チタン酸塩、ニオブ酸塩、バナジウム酸塩およびスズ酸塩から選定される、請求項2、4から10または13から15のいずれか1項に記載の方法。

【請求項17】

前記カチオンが、鉄イオン、ニッケルイオン、コバルトイオン及びマンガンイオンから選ばれる、請求項16に記載の方法。

【請求項18】

前記塩が、タングステン酸コバルト(CuWO4)である、請求項17に記載の方法。

【請求項19】

前記前駆体が非晶質多孔質酸化物である、請求項2、4から8または10のいずれか1項に記載の方法。

【請求項20】

前記酸化物が、酸化タングステン(WO3)、酸化モリブデン(MoO3)、五酸化タンタル(Ta2O5)、酸化チタン(TiO2)、五酸化ニオブ(Nb2O5)、および酸化バナジウム(V2O3)から選ばれる1つもしくは複数である、請求項19に記載の方法。

【請求項21】

水との反応によって前記酸化物を形成するための反応物質化合物が、一般式M(ROH)<sub>n</sub>[Mは金属であり、かつRは有機アルカンである]のアルコキシド(alkoxide)である、請求項20に記載の方法。

【請求項22】

前記ダイヤモンド粒子および前駆体化合物の塊が、還元ガス環境において加熱されて、前記前駆体化合物を、前記ダイヤモンド粒子より小さい金属粒子に変換する、請求項2から21のいずれか1項に記載の方法。

【請求項23】

前記還元ガス環境が水素を含有する、請求項22に記載の方法。

【請求項24】

前記熱処理の温度および時間が、金属粒子が前記ダイヤモンド表面を装飾しそれに付着しており、かつ/または前記ダイヤモンド表面と接触している非晶質非ダイヤモンド炭素を発生させるのに十分である、請求項22または23のいずれか1項に記載の方法。

【請求項25】

前記熱処理の温度および時間が、金属粒子が前記ダイヤモンド表面を装飾しそれに付着しており、かつ/または前記ダイヤモンド表面と接触している非晶質非ダイヤモンド炭素を発生させるのに不十分である、請求項22または23のいずれか1項に記載の方法。

【請求項26】

前記前駆体化合物の1つまたは複数が、熱処理中に、前記ダイヤモンド粒子の表面において1つまたは複数の遷移金属炭化物を産出する、請求項2から25のいずれか1項に記載の方法。

【請求項27】

前記前駆体化合物が、前記ダイヤモンド表面に付着している金属/金属炭化物組合せを産出する、請求項26に記載の方法。

【請求項28】

前記金属/金属炭化物組合せが、コバルト/炭化タングステン、コバルト/炭化タンタルまたはニッケル/炭化チタンまたは任意の組合せから選定される、請求項27に記載の方法。

【請求項29】

前記グリーン物体が、5~10GPaの範囲内の圧力および1100~2500の範囲内の温度に供されて、十分に高密度な自立型PCD物体を形成する、請求項1から28のいずれか1項に記載の方法。

【請求項30】

前記グリーン物体が、5.5~8.0GPaの範囲内の圧力および1350~2200

の範囲内の温度に供されて、十分に高密度な自立型 P C D 物体を形成する、請求項 2 9 に記載の方法。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 0 2

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 0 2】

本開示において考えられている通りの多結晶ダイヤモンド材料（P C D）は、貫通金属ネットワークを持つダイヤモンド結晶粒の連晶（相互成長：intergrown）ネットワークからなる。これは、ダイヤモンド - 金属界面 3 でファセットが出現している貫通金属ネットワーク 2 を持つダイヤモンド結晶粒 1 の連晶ネットワークを含む P C D 材料の微細構造を示す図 1 において概略的に例証されている。各結晶粒は、ある程度の塑性変形 4 を有する。新たに結晶化したダイヤモンド結合 5 は、ダイヤモンド結晶粒を、この図の挿入図で示されている通りに結合する。ダイヤモンド結晶粒のネットワークは、溶融金属触媒 / 炭素用溶媒によって容易にされる昇圧および昇温におけるダイヤモンド粉末の焼結によって形成される。ダイヤモンド粉末は単峰性サイズ分布を有してよく、それにより、粒子数または質量サイズ分布において单一の最大値があり、これがダイヤモンドネットワークにおける单峰性結晶粒径分布につながる。

代替として、ダイヤモンド粉末は、粒子数または質量サイズ分布において 2 つ以上の最大値がある多峰性サイズ分布を有してよく、これがダイヤモンドネットワークにおける多峰性結晶粒径分布につながる。このプロセスにおいて使用される典型的な圧力は、4 ~ 7 G P a 前後の範囲内であるが、最大 1 0 G P a 以上より高い圧力も事実上接近可能であり、使用され得る。用いられる温度は、そのような圧力における金属の融点を上回る。金属ネットワークは、通常の室内条件に戻る際の溶融金属凍結の結果であり、必然的に、高炭素含有量の合金となる。原則として、そのような条件においてダイヤモンド結晶化を可能にすることができる炭素用の任意の溶融金属溶媒を用いてよい。周期表の遷移金属およびそれらの合金は、そのような金属に包含され得る。