



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년06월12일

(11) 등록번호 10-1406491

(24) 등록일자 2014년06월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B22F 7/02 (2006.01) B24D 3/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-7006119

(22) 출원일자(국제) 2006년08월16일

심사청구일자 2011년07월29일

(85) 번역문제출일자 2008년03월13일

(65) 공개번호 10-2008-0039491

(43) 공개일자 2008년05월07일

(86) 국제출원번호 PCT/IB2006/002229

(87) 국제공개번호 WO 2007/020518

국제공개일자 2007년02월22일

(30) 우선권주장

2005/06534 2005년08월16일 남아프리카(ZA)

(56) 선행기술조사문헌

WO2005061181 A2\*

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

엘리먼트 씽스 (프로덕션) (피티와이) 리미티드  
남아프리카공화국 스프링스 1559 누필드 테비드  
로드

(72) 발명자

버제스 안토니 로이

남아프리카 공화국 1609 요하네스버그 에덴베일  
리지8번애비뉴 169 리지뷰 플레이스 13

프레토리우스 코넬리우스 요하네스

아일랜드 클레어주 씽스마일브리지 오크우드 23  
(뒷면에 계속)

(74) 대리인

제일특허법인, 장성구

전체 청구항 수 : 총 16 항

심사관 : 강구환

(54) 발명의 명칭 미분된 다결정 연마제 물질

**(57) 요 약**

미분된 미세구조를 갖는 다결정 다이아몬드 연마제 부재는 미분된 다이아몬드 입자, 및 적어도 일부분은 나노크기의 입자의 형태로 존재하는 촉매/용매 물질로부터 제조된다. 상기 연마제 부재는 높은 균질성을 나타내고, 유의적으로 증가된 인성 및 개선된 내마모성을 나타낸다.

(72) 발명자

피터스 제랄드 수브래모니

남아프리카 공화국 2091 몬테오르 엔디미온 로드  
342

하든 피터 마이클

아일랜드 리머릭주 리머릭 사우스 서클러 로드 리  
포드파크 2

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

미분된(fine grained) 다결정 다이아몬드 물질, 및 상기 다이아몬드 물질용 촉매가 포함된 제 2 상을 포함하는 다결정 다이아몬드 연마재 부재로서,

상기 다결정 다이아몬드 물질이  $0.60 \mu\text{m}$  미만의 평균 촉매 평균자유경로(mean-free-path) 값,  $0.90$  미만의 촉매 평균자유경로에 대한 표준 오차 및  $0.1$  내지  $10.5 \mu\text{m}$ 의 평균 그레인(grain) 크기를 갖는, 다결정 다이아몬드 연마재 부재.

### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 촉매 평균자유경로에 대한 표준 오차가  $0.85$  미만인, 연마재 부재.

### 청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 촉매 평균자유경로에 대한 표준 오차가  $0.70$  초과인, 연마재 부재.

### 청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 다결정 다이아몬드 물질이  $0.1$  내지  $6.5 \mu\text{m}$ 의 평균 그레인 크기를 갖는, 연마재 부재.

### 청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 다결정 다이아몬드 물질이  $0.1$  내지  $2.0 \mu\text{m}$ 의 평균 그레인 크기를 갖는, 연마재 부재.

### 청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 제 2 상이 적어도 부분적으로 평균 입자 크기  $10$  내지  $800 \text{ nm}$ 의 미립자 촉매 물질로부터 형성되는, 연마재 부재.

### 청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 미립자 촉매 물질이  $10$  내지  $400 \text{ nm}$ 의 평균 입자 크기를 갖는, 연마재 부재.

### 청구항 8

제 7 항에 있어서,

상기 미립자 촉매 물질이  $10$  내지  $100 \text{ nm}$ 의 평균 입자 크기를 갖는, 연마재 부재.

### 청구항 9

제 1 항에 있어서,

상기 촉매가 코발트, 니켈, 철, 및 상기 금속 중 하나 이상을 함유하는 합금으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 연마재 부재.

### 청구항 10

제 9 항에 있어서,

상기 촉매가 코발트인, 연마재 부재.

### 청구항 11

제 1 항에 있어서,

상기 다이아몬드 물질용 촉매가 상기 다결정 다이아몬드 물질 내에 실질적으로 균일하게 분포되어 있는, 연마재 부재.

### 청구항 12

기재를 제공하고, 상기 기재의 표면에 복수 개의 다이아몬드 입자를 위치시키고, 800 nm 미만의 평균 입자 크기 를 갖는 입자를 적어도 부분적으로 포함하는 다이아몬드 입자용 다이아몬드 촉매를 제공함으로써 미결합된 조립 체를 생성시키는 단계; 및

상기 미결합된 조립체를, 상기 복수 개의 다이아몬드 입자로부터 다결정 다이아몬드 물질을 제조하기 위해 1300 내지 1700°C의 온도 및 4 내지 8 GPa의 압력으로 처리하는 단계

를 포함하는, 제 1 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 따른 다결정 다이아몬드 연마재 부재의 제조 방법.

### 청구항 13

제 12 항에 있어서,

상기 기재가 시멘트화된 카바이드 경질금속(hardmetal)인, 방법.

### 청구항 14

제 12 항에 있어서,

상기 기재가, 추가의 다이아몬드 입자용 촉매를 포함하는, 방법.

### 청구항 15

제 12 항에 있어서,

상기 촉매가 코발트, 니켈, 철, 및 상기 금속 중 하나 이상을 함유하는 합금으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 방법.

### 청구항 16

제 15 항에 있어서,

상기 촉매가 코발트인, 방법.

### 청구항 17

삭제

### 청구항 18

삭제

### 청구항 19

삭제

### 청구항 20

삭제

### 청구항 21

삭제

청구항 22

삭제

청구항 23

삭제

청구항 24

삭제

청구항 25

삭제

청구항 26

삭제

청구항 27

삭제

청구항 28

삭제

## 명세서

### 기술 분야

[0001] 본 발명은 다결정 다이아몬드에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0002] 다결정 다이아몬드는 여러 제품, 암석 천공 적용례의 기계가공 및 내마모 제품(wear part)으로 사용하기에 바람직한 물질이다. 이 물질의 이점은 우수한 경도이다. 즉, 다이아몬드는 인간이 알고 있는 물질 중 가장 경도가 높은 것이고, 이로 인해 우수한 내마모성을 갖게 된다. 우수한 내마모성은 다시 다양한 이점, 예컨대 도구 또는 절삭공구 수명의 증가, 다운(down) 시간의 감소, 우수한 제품 마감성 및 적용례에서의 성능을 부여한다.

[0003] 다이아몬드는 경도로 인해, 또한 부서지기 쉽다. 이로 인해 다이아몬드는 여러 적용례에 적합하지 않게 되는데, 그 이유는 쉽게 균열이 생기기 때문이다. 이러한 고유의 취성은, 다이아몬드의 미세 그레인(grain)들이 함께 소결되어서 연속적으로 내부-성장된 다이아몬드 망상조직이 함유된 다결정 구조를 형성하는 다결정 다이아몬드(PCD)를 제조함으로써 상당히 감소될 수 있다. 다이아몬드 내부-성장을 달성하기 위해, 합성 동안 다이아몬드 촉매/용매로서 알려져 있는 촉매 물질이 전형적으로 존재한다. 촉매/용매는 전형적으로 코발트, 니켈, 철, 또는 상기 금속 중 하나 이상을 함유하는 합금, 바람직하게는 니켈, 더욱 바람직하게는 코발트이다.

[0004] 최종적인 결과는 상기 다이아몬드 그레인들 사이의 틈을 촉매/용매가 충전한 연속적 다이아몬드 골격이다. PCD는 일반적으로 다이아몬드 입자가 결정학적으로 안정한, 고온과 고압 조건(HPHT) 하에서 제조된다.

[0005] 취성을 추가로 감소시키기 위해, PCD 뒤에 플랫폼을 제공하고, 이를 압축 하에 위치시켜, 이 다결정 다이아몬드 구조물이 경질금속(hardmetal) 기재 상에 탑재되어 다결정 다이아몬드 콤팩트를 형성할 수 있고, 이로써 취성으로 인한 파괴를 유의적으로 감소시킬 수 있다. 경질금속 백킹된(backed) PCD 도구는 기계가공 및 암석 천공에 유의적인 이점들을 제공하며, 광범위하게 사용되고 있다.

[0006] 그러나, PCD 도구는 여전히 다수의 적용례에서 너무 쉽게 부서진다.

### 발명의 상세한 설명

#### 발명의 요약

[0008] 본 발명의 한 양태에 따라, 미분된(fine grained) 다결정 다이아몬드 물질, 및 상기 다이아몬드 물질용 촉매/용매가 포함된 제 2 상을 포함하는 다결정 다이아몬드 연마재 부재로서, 상기 다결정 다이아몬드 물질이 0.60  $\mu\text{m}$  미만의 평균 촉매/용매 평균자유경로(mean-free-path) 값 및 0.90 미만의 촉매/용매 평균자유경로에 대한 표준 오차를 가짐을 특징으로 하는 다결정 다이아몬드 연마재 부재가 제공된다.

[0009] 촉매/용매 평균자유경로에 대한 표준 오차는 0.85 미만인 것이 바람직하다.

[0010] 다결정 다이아몬드 물질은 바람직하게는 약 0.1 내지 약 10.5  $\mu\text{m}$ , 더욱 바람직하게는 약 0.1 내지 약 6.5  $\mu\text{m}$ , 가장 바람직하게는 약 0.1 내지 약 2.0  $\mu\text{m}$ 의 평균 그레인 크기를 갖는다.

[0011] 본 발명의 다른 양태에 따라, 미분된 다이아몬드 입자, 및 나노크기의 입자를 포함하는, 다이아몬드 입자용 다이아몬드 촉매/용매를 포함하는, 다결정 다이아몬드 연마재 부재의 제조 방법에 사용하기 위한 조성물을 제공한다.

[0012] 상기 촉매/용매는 전형적으로 코발트, 니켈, 철, 또는 상기 금속 중 하나 이상을 함유하는 합금, 바람직하게는 코발트이다.

[0013] 다이아몬드 입자는 전형적으로 마이크론 이하 내지 마이크론 크기까지의 입자, 바람직하게는 약 10.5  $\mu\text{m}$  미만, 더욱 바람직하게는 약 6.5  $\mu\text{m}$  미만, 가장 바람직하게는 약 2.0  $\mu\text{m}$  미만의 평균 입자 크기, 및 바람직하게는 0.1  $\mu\text{m}$  초과의 평균 입자 크기를 갖는다.

[0014] 촉매/용매는 바람직하게는 약 800 nm 미만, 더욱 바람직하게는 약 400 nm 미만, 가장 바람직하게는 약 100 nm 미만의 평균 입자 크기, 및 약 10 nm 초과의 평균 입자 크기를 갖는다.

[0015] 촉매/용매 입자의 평균 입자 크기 대 상기 다이아몬드 입자의 평균 입자 크기의 비율은 바람직하게는 약 1:10 내지 약 1:1000, 더욱 바람직하게는 약 1:100 내지 약 1:1000이다.

[0016] 본 발명의 또 다른 양태에 따라, 기재를 제공하고, 상기 기재의 표면에 다량의 미분된 다이아몬드 입자를 위치시키고, 적어도 부분적으로 나노크기의 입자를 포함하는, 다이아몬드 입자용 다이아몬드 촉매/용매를 제공함으로써 미결합된 조립체를 생성시키는 단계; 및 상기 미결합된 조립체를, 상기 다량의 다이아몬드 입자로부터 다결정 다이아몬드 물질을 생성시키는데 적합한 고온과 고압의 조건 하에 적용하는 단계를 포함하는 다결정 다이아몬드 연마재 부재의 제조 방법이 제공된다.

[0017] 기재는 일반적으로 시멘트화된 카바이드 경질금속일 수 있다.

[0018] 다량의 다이아몬드 입자로부터 다결정 다이아몬드 물질을 생성시키는데 적합한 고온과 고압의 조건은 당해 분야에 잘 공지되어 있다. 전형적으로, 이들 조건은 4 내지 8 GPa의 압력 및 1300 내지 1700°C의 온도이다.

[0019] 본 발명의 또 다른 양태에 따라, 상기 다결정 다이아몬드 연마재 부재를 포함하는 도구 또는 도구 내 삽입물(insert)이 제공된다.

#### 바람직한 실시양태에 대한 상세한 설명

[0021] 본 발명은 다결정 다이아몬드 연마재 부재, 이의 제조방법 및 이의 용도에 관한 것이다. 상기 방법은, 다량의 미분된 다이아몬드 입자 및 나노크기의 촉매/용매 물질을 기재의 표면에 위치시키는 단계, 및 미결합된 조립체를, 상기 다량의 다이아몬드 입자로부터 다결정 다이아몬드 물질을 생성시키는데 적합한 고온과 고압의 조건에 가하는 단계를 포함한다. 기재는 일반적으로 시멘트화된 카바이드 기재일 수 있다. 시멘트화된 카바이드 지지체 또는 기재는 당해 분야에 임의의 공지된 것, 예컨대 시멘트화된 텅스텐 카바이드, 시멘트화된 탄탈륨 카바이드, 시멘트화된 티타늄 카바이드, 시멘트화된 몰리브데늄 카바이드 또는 이들의 혼합물일 수 있다.

[0022] 다량의 다이아몬드 입자로부터 다결정 다이아몬드 물질을 생성시키는데 적합한 고온과 고압의 조건은 당해 분야에 잘 공지되어 있다. 전형적으로, 이들 조건은 4 내지 8 GPa의 압력 및 1300 내지 1700°C의 온도이다. 본 발명의 방법에 의해 제조된 연마재 부재는 결합체 물질을 추가로 포함할 수 있다. 이 결합체는 바람직하게는 사

용되는 초경도 연마제 입자를 위한 촉매/용매일 것이다. 다이아몬드용 촉매/용매는 당해 분야에 잘 공지되어 있으며, 바람직하게는 코발트, 니켈, 철, 또는 상기 금속 중 하나 이상을 함유하는 합금일 수 있다. 이 결합제는 소결 처리 동안 침윤(infiltration)을 통해 기재로부터 다량의 연마제 입자 내로 도입되며, 다량의 연마제 입자 내에서 혼합물로서 미립자 형태로 존재할 수 있다. 전형적으로, 이 결합제는 10 내지 20질량%의 양으로 존재할 수 있지만, 6질량% 정도로 낮게 존재할 수도 있다. 결합제 금속의 일부는 일반적으로 콤팩트 형성 기간 동안 연마제 콤팩트 내로 침윤될 것이다.

- [0023] 생성되는 다결정 다이아몬드 연마제 부재는 다이아몬드 촉매/용매와 함께 산재된 매우 미세한 다이아몬드 그레인 구조를 갖는다. 다결정 다이아몬드 물질은  $0.60 \mu\text{m}$  미만의 평균 촉매/용매 평균자유경로 값 및  $0.90 \mu\text{m}$ 의 촉매/용매 평균자유경로에 대한 표준 오차를 가짐을 특징으로 한다.
- [0024] 본 발명의 한 바람직한 실시양태에서, 다결정 다이아몬드 물질은  $0.55 \mu\text{m}$  미만의 촉매/용매 평균자유경로 값을 갖는다.
- [0025] 본 발명의 다른 바람직한 실시양태에서, 다결정 다이아몬드 물질은  $0.50 \mu\text{m}$  미만의 촉매/용매 평균자유경로 값을 갖는다.
- [0026] 촉매/용매 평균자유경로에 대한 표준 오차는 바람직하게는 0.85 미만, 전형적으로는 0.70 초파이다. 본 발명의 한 바람직한 실시양태에서, 표준 오차는 바람직하게는 0.75 내지 0.85이다.
- [0027] 매우 균질한 물질을 수득하기 위해, 다이아몬드 분말 혼합물 내에 혼합되는 촉매/용매 입자는 바람직하게는 나노크기, 더욱 특히는 약 10 내지 약 800 nm, 더욱 바람직하게는 약 10 내지 약 400 nm, 가장 바람직하게는 약 10 내지 약 100 nm의 평균 입자 크기를 갖는다. 다이아몬드 입자는 전형적으로 마이크론 이하 내지 마이크론 크기까지의 입자, 바람직하게는 약 0.1 내지 약  $10.5 \mu\text{m}$ , 더욱 바람직하게는 약 0.1 내지 약  $6.5 \mu\text{m}$ , 가장 바람직하게는 약 0.1 내지 약  $2.0 \mu\text{m}$ 의 평균 입자 크기를 갖는 입자이다. 촉매/용매 입자의 평균 입자 크기 대 다이아몬드 입자의 평균 입자 크기의 비율은 바람직하게는 약 1:10 내지 약 1:1000, 더욱 바람직하게는 약 1:100 내지 약 1:1000이도록 선택된다.
- [0028] 다이아몬드 입자와 혼합된 촉매/용매 입자는 작은 크기(전형적으로 나노크기 영역)로 인해 코팅층 또는 필름으로서 다이아몬드 입자 상에 더욱 용이하게 침적될 수 있으며, 상기 촉매/용매는 전형적으로 다이아몬드 입자들 사이에서 푸울(pool) 형태로 위치한다. 이는 다결정 다이아몬드 연마제 부재 내에서 촉매/용매 입자와 다이아몬드 입자가 더욱 균일하게 분산되도록 하며, 이로 인해 더욱 균질한 구조가 생성된다.
- [0029] 매우 미세한 다이아몬드 입자 크기와 고도의 균질성을 조합함으로써, 다결정 다이아몬드 연마제 부재에는 유의적으로 증가된 인성 및 더욱 낮은 열 확산성을 나타내는 미세구조가 형성된다. 더욱 낮은 열 확산성은 더욱 낮은 전도성을 생성시키며, 이는 다결정 다이아몬드 연마제 부재의 절삭 가장자리에서 개선된 온도 관리를 촉진시킨다.
- [0030] 물질 과학에서, 인성은 물질에 의해 제공된 균열 전파(crack propagation)에 대한 저항성으로서 정의될 수 있다. 다결정 다이아몬드 연마제 물질에서, 인성은 상기 물질을 통해 전파되는 균열이 마주치게 되는 촉매/용매 푸울의 크기와 빈도로부터 유도된다. 본 발명의 다결정 다이아몬드 연마제 부재의 균질성(즉, 다이아몬드 및 촉매/용매 물질의 분포)을 증진시켜서, 다결정 다이아몬드 연마제 부재에서 균열이 마주치는 촉매/용매 푸울 크기 또는 촉매/용매 푸울의 수, 또는 이를 특징 모두를 최적화시킴으로써, 균열 전파에 대한 물질의 저항성이 증가되고, 이에 따라 측정된 물질 인성이 증가된다.
- [0031] 다결정 다이아몬드 연마제 부재 내의 국지적 다이아몬드 풍부 영역은, 더욱 낮은 열 전도성을 갖는 제1 철금속(ferrous metal) 풍부 영역 주위로 신속한 열 전달을 허용하는 내부-연결된 망상조직을 제공한다. 따라서, 개선된 균질성은 전형적으로 다결정 다이아몬드 연마제 물질의 열 전도성을 저하시킬 것이며, 이로 인해 절삭 가장자리에서 더욱 많은 열이 보유되게 된다. 따라서, 기계가공 작업 동안 발생된 열의 더욱 많은 부분은 본 발명의 다결정 다이아몬드 연마제 물질로부터 생성된 도구를 가로질러 이동하기 때문에, 스와프(swarf)로 전달될 수 있으며, 이로 인해 더욱 효율적인 열 교환 냉각 메커니즘을 제공한다.
- [0032] 전통적인 지혜에 따르면, 더욱 큰 열 전도성은 다결정 다이아몬드 도구와 제품 사이의 접촉점에서 발생된 열이 상기 다이아몬드 도구 내로 더욱 효율적으로 분산되게 하며, 이로 인해 절삭 도구 가장자리의 온도가 감소된다. 이 주장이 유효하지만, 도구 재료의 부피가 절삭 작업에서 발생되는 스와프의 부피보다 더 작은 차수의 크기임을 주지해야 한다. 그러므로, 더욱 높은 전도성은 도구 내로의 열 분산은 증가시키지만, 단시간 후에 도구 전

체에 걸쳐 절삭 도구가 열 분해될 정도로 높은 온도를 발생시킬 수 있다.

[0033] 따라서, 미세구조의 신중한 조작을 통해, 본 발명의 다결정 다이아몬드 연마제 부재는 적용례에서의 우수한 성능을 유발하는 유리한 성질들을 수득한다. 특히, 본 발명의 물질의 내마모성은 전통적인 방법을 사용하는 다결정 다이아몬드 연마제 물질에 비해 유의적으로 개선된 것으로 밝혀졌다.

[0034] 본 발명의 다결정 다이아몬드 연마제 부재는 금속 및 목재의 기계가공 또는 작업에서의 도구 삽입물(insert) 및 암석 천공을 위한 삽입물로서 특정 적용례를 갖는다. 그러나, 본 발명의 다결정 다이아몬드 연마제 부재의 적용례는 앞서 나열된 것에 국한되지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0035] 물질의 중요 성질들이 재현 가능하고 신뢰적으로 예측될 수 있는 정도는 거의 물질 구조의 균질성에 전적으로 의존한다. 이미지 분석을 사용하는 균질성의 평가는 패턴 인식에 기초한다. 물질 균질성을 측정하는데 사용된 대부분의 방법들은 작은 부피의 구성요소, 예컨대 스틸 내의 세라믹 함유물(inclusion)의 분석에 적용되어 왔다. 균질성을 측정하기 위한 공개된 기술로는 이하의 것들이 포함된다: (i) 최인접 거리 (논문 [1] 참조). 주어진 상(phase)의 최인접 분포가 결정되는 경우, 결과들은 랜덤 포이손(Poisson) 분포에 대해 예측되는 평균과 분산도의 평균과 분산도와 비교한다. (ii) 면적 분율의 분산도 (논문 [2,3,4] 참조). (iii) 분석된 영상 영역(image field)들 사이의 그레인 수의 분산도 (논문 [1,2,3,4] 참조).

[0036] 유럽 특허 EP 0 974 566 A1 [5]에는, cBN (입방체 보론 나이트라이드) 입자를 포함하는 cBN 소결된 몸체 내의 결합 상 및 상기 cBN 입자들에 결합된 결합 상의 두께를 측정하기 위한 야금, 스캐닝, 전사 및 오제(Auger) 전자현미경의 사용에 대해 기재하고 있다. 소결된 물질의 범위에 대한 결합 상의 두께의 평균 및 표준편차 값을 결정하기 위해 현미경사진 상에 임의의 직선을 도식하는 결합 상의 두께의 직접 측정, 및 이미지 분석이 사용되었다.

[0037] EP 0 974 566 A1 [5]에서, 상이한 물질 혼합 방법의 효과를 평가하기 위한 미터법으로서 결합 상의 두께에 대한 표준편차가 사용된다. 표준편차가 낮을수록, 결합 상을 균질하게 배분하는데 있어서 혼합 방법이 더욱 효과적이었다.

[0038] 앞서 언급한 바와 같은 분석 방법들이 또한 다결정 다이아몬드를 함유하는 물질에 적용될 수 있음을 이해해야 한다.

[0039] 이 발명에서, 공지된 방법들은 다결정 다이아몬드 연마제 부재의 촉매/용매 평균자유경로에 대한 평균 및 표준 편차 값을 측정하기 위해 이미지 분석을 사용함으로써 확장되었다. 촉매/용매 평균자유경로는 EP 0 974 566 A1 [5]에 기재된 바와 같이 결합 상의 두께로서 측정될 수 있다. 촉매/용매 평균자유경로(MFP)에 대한 표준 오차 값( $\sigma_{STD}$ )은 표준 편차 값( $\sigma$ )을 전체 평균 값으로 나눔으로써 결정된다. 더욱 낮은 표준 오차 값들은 소결된 물질에서 더욱 높은 균질성과 동일할 것이다.

[0040] 이하, 본 발명은 하기 비제한적인 실시예를 통해 기재될 것이다.

## 실시예

[0041] 본 발명에 따른 소결된 다결정 다이아몬드 연마제 부재를 제조하기 위해, 매질 및 용매를 밀링시키면서 코발트 형태인 나노크기의 촉매/용매 분말을 플래닛리리 볼 밀(planetay ball mill) 내에서 밀링시켰다. 본 발명의 실시예에 적절한 배치 크기, 전형적으로 100 g의 분말 혼합물을 마련하기 위해, 촉매/용매 분말을 밀링 매질(4 mm WC/Co 볼) 약 150 g 및 용매(에탄올) 약 20 mL를 사용하여 밀링시켰다. 미세 코발트를 약 1 시간 동안 밀링 시켜 높은 분산을 달성하였다. 그 다음, 다이아몬드, 잔여 밀링 매질 및 용매를 첨가하고, 혼합물을 약 8 시간 더 밀링시켰다. 밀링 매질을 선별하고, 슬러리를 중발에 의해 건조시켰다. 본 발명의 실시예들은 하기 표 1에 나열된 바와 같이 조성법 1, 3 및 6에 기초한다.

[0042] 비교 목적을 위해, 상기 물질 혼합물을 또한 당해 분야에 이미 공지된 방법에 따라 제조하였으며, 여기서 혼합된 촉매/용매 분말은 크기 면에서 더욱 굽었다. 이들은 하기 표 1에 나열된 바와 같이 조성법 2, 4 및 5에 기초하였다.

표 1

조성법	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6
다이아몬드(질량%)	95	95	95	97.5	85	95
평균 다이아몬드 입자 크기( $\mu\text{m}$ )	1	1	2	2	2	5
촉매/용매(질량%)	5	5	5	2.5	15	5
평균 촉매/용매 입자 크기	50nm	1 $\mu\text{m}$	125nm	1 $\mu\text{m}$	1 $\mu\text{m}$	125nm

[0043]

[0044] (일부 경우, 최종 혼합물은 미량의 밀링 매질, 예컨대 텡스텐 카바이드를 함유하는데, 이들은 밀링 또는 분말 가공 단계 동안 의도하지 않게 도입된 것임에 주위해야 한다. 그러므로, 최종 혼합물의 다이아몬드 및 촉매/용매 함량은 표 1에 제시된 바와 약간 상이할 수 있다.)

[0045] 상기 조성물에 사용된 촉매/용매는 코발트였다. 그러나, 전술된 바와 같이 다른 적합한 촉매/용매도 사용될 수 있음을 이해하여야 한다.

[0046] 각 경우, 조성물 1 내지 6의 다이아몬드 촉매/용매 분말 혼합물을 텡스텐 카바이드 및 코발트 경질금속 기재 상에 위치시키고, 다결정 다이아몬드 물질을 제조하는데 필요한 고온과 고압의 조건 하에서 소결시켰다. 전형적으로, 이들 조건은 4 내지 8 GPa의 압력 및 1300 내지 1700°C의 온도였다.

[0047] 소결된 다결정 다이아몬드 연마재 부재의 균질성을 측정하기 위해, 이들 다결정 다이아몬드 연마재 부재의 코발트 평균자유경로 측정에 대한 평균 값 및 표준편차를 평가하였다. 각 조성물 유형으로부터 제조된 샘플들에 대한 개별 값들은 하기 표 2에 제시한다. 전술된 바와 같은 표준 오차 값( $\sigma_{\text{STD}}$ )은 미세구조의 균질성을 설명하는 장점의 대표적인 특징을 제공한다. 분명하게는, 더욱 낮은 값은 더욱 균질한 미세구조를 나타내는 것이다.

표 2

샘플	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6
Co MFP 평균, ( $\mu\text{m}$ )	0.27	0.23	0.31	0.38	0.52	0.56
Co MFP $\sigma$ , ( $\mu\text{m}$ )	0.22	0.26	0.25	0.33	0.51	0.46
$\sigma_{\text{STD}}$	0.81	1.13	0.81	0.90	0.98	0.82

[0048]

[0049] 본 발명의 다결정 다이아몬드 연마재 부재의 증진된 균질성은, PCD 물질의 인성 및 강도 성질 모두가 유의적으로 증가하였다. 이러한 중요한 성질, 특히 PCD 인성에 대한 실질적인 개선은 용도 시험에서 상당한 성능 이점을 제공하는 것으로 나타났다. 대표적인 성능 결과에 대한 요약을 하기 표 3 및 4에 제시한다. (비교 실시예는 음영 처리한다) 각 경우, 본 발명의 실시예의 성능은 비교 실시예에 대한 상대적인 값이다. 예를 들면, 실시예 1은 터닝(turning) 18% SiAl의 경우 비교 실시예 2에 비해 2.71배의 내마모성을 나타내는 것으로 관찰되었다.

표 3

적용례	성능 기준	실시예 1	실시예 2
터닝(turning) 18% SiAl	내마모성	2.71	1
밀링 18% Si/Al	내충격성 (chip resistance)	1.46	1
터닝 Ti6Al4V	내마모성	2.86	1

[0050]

표 4

적용례	성능 기준	실시예 4	실시예 5	실시예 6
터닝 18% SiAl	내마모성	1.63	1.08	1.00
밀링 18% Si/Al	내충격성	1.17	1.06	1.00
터닝 Ti6Al4V	내마모성	1.48	1.10	1.00

[0051]

참고문헌

- [1] Voort, G. F. V. *Evaluating clustering of second phase particles*. MiCon 90: Advances in Video Technology for Microstructural Control, ASTM STP 1094, edited by Voort, G. F. V. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1990.
- [2] Missiaen, J. M. & Chaix, M. J. *The homogeneity of phase repartition in TiB<sub>2</sub>-Fe composites using variance and covariance analysis*. Journal of Microscopy, Vol. 175, pp. 195-204, 1994.
- [3] From, A. & Sandstrom, R. *Analysis of clustered dispersions of uncombined carbon in cemented carbide*. International Journal of Refractory Metals and Hard Metals, Vol. 14, pp. 393-405, 1996.
- [4] Hubel, R. & Wendrock, H. *Characterisation of microstructural inhomogeneity by image analysis*. Prakt. Metallogr., Vol. 31, pp. 326-337, 1994.
- [5] European patent EP 0 974 566 A1.

[0053]