

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-141507

(P2017-141507A)

(43) 公開日 平成29年8月17日(2017.8.17)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 2 2 C 26/00 (2006.01)	C 2 2 C 26/00	Z 2 D 1 2 9
C 2 2 C 1/05 (2006.01)	C 2 2 C 1/05	P 4 K O 1 8
B 2 2 F 7/00 (2006.01)	B 2 2 F 7/00	J
B 2 2 F 3/15 (2006.01)	B 2 2 F 3/15	M
E 2 1 B 10/46 (2006.01)	E 2 1 B 10/46	

審査請求 有 請求項の数 1 O L 外国語出願 (全 28 頁)

(21) 出願番号	特願2016-251581 (P2016-251581)	(71) 出願人	510279217
(22) 出願日	平成28年12月26日 (2016.12.26)		スミス インターナショナル, インコーポ
(62) 分割の表示	特願2013-541047 (P2013-541047)		レイティド
原出願日	平成23年11月23日 (2011.11.23)		アメリカ合衆国, テキサス 77073,
(31) 優先権主張番号	12/954, 403		ヒューストン, ランキン ロード 131
(32) 優先日	平成22年11月24日 (2010.11.24)	(74) 代理人	110000176
(33) 優先権主張国	米国 (US)		一色国際特許業務法人
		(72) 発明者	ベルナップ, ジェイ., ダニエル
			アメリカ合衆国・ユタ州 84042・リ
			ンドン・47 ノース 1200 イース
			ト

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 最適な材料組成を有する多結晶ダイヤモンド構造体

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】複雑な摩擦掘削環境で使用するための、耐久性および耐摩耗性、低い残留応力、熱安定性という、改善され最適化された特性の組み合わせを備え、これら特性の組み合わせを所望の最終用途に適したものにした多結晶ダイヤモンド (PCD) 材料の提供。

【解決手段】結晶間結合ダイヤモンドと格子間領域とを有するダイヤモンド本体を含むダイヤモンド結合構造体。作業面と、界面表面とを有し、金属製の母材に接合されていてもよく、ダイヤモンドの傾斜体積含有率が約1.5パーセントを超え、界面表面でのダイヤモンドの含有量は94パーセント未満であり、作業面に近づくにつれて高くなる。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

結晶間結合ダイヤモンドのマトリックス相と、前記結合ダイヤモンド間に分散した複数の格子間領域と、を有するダイヤモンド本体を含むダイヤモンド結合構造体であって、前記ダイヤモンド本体は、ある位置における作業面と、別の位置に配置された界面表面とを有し、前記本体は、ダイヤモンドの傾斜体積含有率が約 1.5 パーセントを超え、前記ダイヤモンド本体は、前記作業面でのダイヤモンドの体積含有率が、以下の基準すなわち、

前記ダイヤモンドの体積分率が (0.9077) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0221) または

ダイヤモンドの体積分率が (0.9187) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0183) または

ダイヤモンドの体積分率が (0.9291) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0148)

のうちの 1 つに準じ、前記ダイヤモンドの平均粒子サイズは、単位がマイクロメートルである、ダイヤモンド結合構造体。

【請求項 2】

前記界面表面での前記ダイヤモンドの体積含有率は、94 体積パーセント未満であり、前記作業面で、それと大きさが同じまたはそれより大きいダイヤモンド粒子から形成される、請求項 1 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 3】

前記ダイヤモンド本体は、前記格子間領域間に配置された触媒材料を含み、前記触媒材料の体積含有率は、前記本体内で、前記界面表面から前記作業面に向かって徐々に変化する、請求項 1 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 4】

前記触媒材料の前記体積含有率は、前記作業面から前記界面表面に向かって高くなる、請求項 3 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 5】

前記ダイヤモンド本体は、カーバイド、ニトリド、ホウ化物、オキシド、これらの組み合わせからなる群から選択される追加の材料を、前記格子間領域内に含む、請求項 3 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 6】

前記追加の材料は、前記作業面から前記界面表面に向かって体積含有率が変化する、請求項 5 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 7】

前記作業面における前記触媒材料の前記体積含有率は、約 6 パーセント未満である、請求項 3 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 8】

前記界面表面で前記ダイヤモンド本体に接合された母材をさらに含み、前記母材は、セラミック材料、金属材料、サーメット材料、これらの組み合わせからなる材料の群から選択される、請求項 1 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 9】

前記ダイヤモンド本体の少なくとも一部は、高圧高温条件で前記本体を形成するのに用いられる触媒材料を実質的に含まない、請求項 1 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 10】

前記作業面から奥に延在する前記ダイヤモンド本体の部分領域は、前記触媒材料を実質的に含まない、請求項 9 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 11】

ビット本体に作動的に取り付けられた多数の切削要素を備え、前記切削要素の 1 つまたは 2 つ以上が、請求項 1 に記載の前記ダイヤモンド結合構造体を含む、地下層を掘削するためのビット。

10

20

30

40

50

【請求項 1 2】

結晶間結合ダイヤモンドのマトリックス相と、前記結合ダイヤモンド間に分散した複数の格子間領域と、を有するダイヤモンド本体を含むダイヤモンド結合構造体であって、前記ダイヤモンド本体は、ある位置における作業面と、別の位置に配置された界面表面とを有し、前記本体は、ダイヤモンドの傾斜体積含有率が約 1.5 パーセントを超え、前記ダイヤモンド本体は、前記作業面でのダイヤモンドの体積含有率が、以下の基準すなわち、

焼結後のダイヤモンドの平均粒子サイズが 2～4 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 93% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 4～6 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 94% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 6～8 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 95% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 8～10 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 95.5% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 10～12 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 96% を超えるか、

のうちの 1 つに準じる、ダイヤモンド結合構造体。

【請求項 1 3】

前記格子間領域間に配置された触媒材料を含み、前記触媒材料の体積含有率は、前記本体内で、前記界面表面から前記作業面に向かって徐々に変化する、請求項 1 2 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 1 4】

前記触媒材料の前記体積含有率は、前記作業面から前記界面表面に向かって高くなる、請求項 1 3 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 1 5】

前記ダイヤモンド本体は、カーバイド、ニトリド、ホウ化物、オキシド、これらの組み合わせからなる群から選択される追加の材料を、前記格子間領域内に含む、請求項 1 2 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 1 6】

前記追加の材料は、前記作業面から前記界面表面に向かって体積含有率が変化する、請求項 1 5 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 1 7】

前記作業面における前記触媒材料の前記体積含有率は、約 6 パーセント未満である、請求項 1 2 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 1 8】

前記界面表面で前記ダイヤモンド本体に接合された母材をさらに含み、前記母材は、セラミック材料、金属材料、サーメット材料、これらの組み合わせからなる材料の群から選択される、請求項 1 2 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 1 9】

前記ダイヤモンド本体の少なくとも一部は、高圧高温条件で前記本体を形成するのに用いられる触媒材料を実質的に含まない、請求項 1 2 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 2 0】

前記作業面から奥に延在する前記ダイヤモンド本体の部分領域は、前記触媒材料を実質的に含まない、請求項 9 に記載のダイヤモンド結合構造体。

【請求項 2 1】

ビット本体に作動的に取り付けられた多数の切削要素を備え、前記切削要素の 1 つまたは 2 つ以上が、請求項 1 2 に記載の前記ダイヤモンド結合構造体を含む、地下層を掘削するためのビット。

【請求項 2 2】

結晶間結合ダイヤモンドのマトリックス相と、前記結合ダイヤモンド間に分散した複数

10

20

30

40

50

の格子間領域と、前記格子間領域内に配置された触媒材料と、を有するダイヤモンド本体を含むダイヤモンド構造体であって、前記ダイヤモンド本体は、ある位置における作業面と、別の位置に配置された界面表面とを有し、前記触媒材料の体積含有率は、前記本体内で、前記界面表面から前記作業面に向かって徐々に変化し、前記ダイヤモンド本体は、カーバイド、ニトリド、ホウ化物、オキシド、これらの組み合わせからなる群から選択される追加の材料を、前記格子間領域内に含み、前記作業面における前記触媒材料の前記体積含有率は、約 7 パーセント未満であり、前記ダイヤモンド構造体は、

前記界面表面で前記ダイヤモンド本体に接合された母材をさらに含み、前記母材は、セラミック材料、金属材料、サーメット材料、これらの組み合わせからなる材料の群から選択される、ダイヤモンド構造体。

10

【請求項 2 3】

触媒材料の前記体積含有率は、作業面から界面表面に向かって高くなる、請求項 2 2 に記載のダイヤモンド構造体。

【請求項 2 4】

前記ダイヤモンド本体内の追加の材料の体積は、前記界面表面から前記作業面に向かって大きくなる、請求項 2 2 に記載のダイヤモンド構造体材料。

【請求項 2 5】

前記追加の材料はカーバイドであり、前記ダイヤモンド本体内のカーバイドの体積は、約 1 パーセントから 10 パーセントの範囲である、請求項 2 2 に記載のダイヤモンド構造体。

20

【請求項 2 6】

前記本体は、ダイヤモンドの傾斜体積含有率が約 1.5 パーセントを超え、前記作業面での前記ダイヤモンドの粒子サイズおよびダイヤモンドの体積含有率が、以下の基準すなわち、

焼結後のダイヤモンドの平均粒子サイズが 2 ～ 4 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 93 % を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 4 ～ 6 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 94 % を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 6 ～ 8 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 95 % を超えるか、

30

焼結後の平均粒子サイズが 8 ～ 10 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 95.5 % を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 10 ～ 12 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 96 % を超えるか、

のうちの 1 つを満たす、請求項 2 2 に記載のダイヤモンド構造体。

【請求項 2 7】

前記本体は、ダイヤモンドの傾斜体積含有率が約 1.5 パーセントを超え、前記ダイヤモンド本体は、前記作業面でのダイヤモンドの体積含有率が、以下の基準すなわち、

前記ダイヤモンドの体積分率が (0.9077) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0221) または

40

ダイヤモンドの体積分率が (0.9187) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0183) または

ダイヤモンドの体積分率が (0.9291) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0148)

のうちの 1 つに準じ、前記ダイヤモンドの平均粒子サイズは、単位がマイクロメートルである、請求項 2 2 に記載のダイヤモンド構造体。

【請求項 2 8】

前記界面表面での前記ダイヤモンドの体積含有率は、94 体積パーセント未満であり、前記作業面で、それと大きさが同じまたはそれより大きいダイヤモンド粒子から形成される、請求項 2 2 に記載のダイヤモンド構造体。

50

【請求項 29】

触媒材料と追加のカーバイドとの比が、前記ダイヤモンド本体内で最適な熱安定性を促進するようにバランスされる、請求項 22 に記載のダイヤモンド構造体。

【請求項 30】

前記追加の材料はカーバイドであり、前記ダイヤモンド本体内での触媒材料とカーバイドとの前記比は、約 6 : 1 から 1 : 10 の範囲である、請求項 22 に記載のダイヤモンド構造体。

【請求項 31】

前記追加の材料はカーバイドであり、前記ダイヤモンド本体内での触媒材料とカーバイドとの前記比は、約 3 : 1 から 1 : 6 の範囲である、請求項 22 に記載のダイヤモンド構造体。

【請求項 32】

前記追加の材料はカーバイドであり、前記作業面での触媒材料とカーバイドとの前記比は、約 4 : 1 から 1 : 4 の範囲である、請求項 22 に記載のダイヤモンド構造体。

【請求項 33】

本体と、前記本体に作動的に取り付けられた複数の切削要素と、を備える、地下層を掘削するためのビットであって、前記切削要素の少なくとも 1 つは、請求項 22 に記載のダイヤモンド構造体を含む、ビット。

【請求項 34】

本体と、

前記本体に作動的に取り付けられた複数の切削要素と、を備える、地下層を掘削するためのビットであって、少なくとも 1 つの切削要素は、多結晶ダイヤモンド構造体を含み、前記多結晶ダイヤモンド構造体は、

互いに結合したダイヤモンド結晶のマトリックス相と、前記マトリックス相内の格子間に分散した複数の分散領域と、を有するダイヤモンド本体を含み、前記ダイヤモンド本体は、ある位置に作業面、別の位置に界面表面を有し、前記格子間領域内に触媒材料が配置され、前記触媒材料の体積含有率が、前記本体内で、前記界面表面から前記作業面に向かって徐々に低くなり、前記ダイヤモンド本体は、カーバイド、ニトリド、ホウ化物、オキシド、これらの組み合わせからなる群から選択される追加材料を、前記格子間領域に含み、前記作業面での前記触媒材料の前記体積含有率は約 6 パーセント未満であり、前記ビットはさらに、

前記界面表面で前記ダイヤモンド本体に接合された母材を備え、前記母材は、セラミック材料、金属材料、サーメット材料、これらの組み合わせからなる群から選択される、ビット。

【請求項 35】

ダイヤモンドの前記体積含有率は、前記本体内で 1.5 パーセントを超えて変化する、請求項 34 に記載のビット。

【請求項 36】

前記体積含有率ダイヤモンドは、前記本体内で 2 パーセントから 6 パーセントまで変化する、請求項 34 に記載のビット。

【請求項 37】

前記本体は、ダイヤモンドの傾斜体積含有率が約 1.5 パーセントを超え、前記ダイヤモンド本体は、前記作業面でのダイヤモンドの体積含有率が、以下の基準すなわち、

前記ダイヤモンドの体積分率が (0.9077) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0221) または

ダイヤモンドの体積分率が (0.9187) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0183) または

ダイヤモンドの体積分率が (0.9291) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0148)

のうちの 1 つに準じ、前記ダイヤモンドの平均粒子サイズは、単位がマイクロメートルで

10

20

30

40

50

ある、請求項 34 に記載のビット。

【請求項 38】

前記作業面での前記ダイヤモンドの粒子サイズおよびダイヤモンドの体積含有率は、以下の基準すなわち、

焼結後のダイヤモンドの平均粒子サイズが 2 ～ 4 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 93 % を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 4 ～ 6 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 94 % を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 6 ～ 8 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 95 % を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 8 ～ 10 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 95.5 % を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 10 ～ 12 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 96 % を超えるか、

のうちの 1 つを満たす、請求項 34 に記載のビット。

【請求項 39】

前記本体の前記作業面に隣接する領域は、前記触媒材料を実質的に含まない、請求項 34 に記載のビット。

【請求項 40】

前記本体から外方向に突出する多数のブレードを備え、前記切削要素は、前記ブレードに取り付けられている、請求項 34 に記載のビット。

【請求項 41】

前記本体から外方向に延在する多数の脚と、前記脚に回転可能に装着されたコーンと、を備え、前記切削要素は、前記コーンに取り付けられている、請求項 34 に記載のビット。

【請求項 42】

結晶間結合ダイヤモンドのマトリックス相と、前記マトリックス相内に配置された格子間領域と、を有する焼結されたダイヤモンド本体を形成するために、ひとかたまりのダイヤモンド粒子を、触媒材料の存在下にて、高圧高温条件下におく工程を含み、前記触媒材料は、前記格子間領域内に配置され、前記触媒材料の体積含有率は、前記本体内で、作業面から界面表面に向かって徐々に変化し、

前記高圧高温プロセスは、約 6, 200 MPa を超える圧力であり、

前記作業面での前記ダイヤモンドの体積含有率は、約 94 パーセントを超える、ダイヤモンド構造体を製造するための方法。

【請求項 43】

前記高圧高温条件下におく工程の前に、前記ダイヤモンド塊を、カーバイド、ニトリド、ホウ化物、オキシド、これらの組み合わせからなる群から選択される追加の材料と組み合わせる、請求項 42 に記載の方法。

【請求項 44】

前記追加の材料の前記体積含有率は、前記界面表面から前記作業面に向かって徐々に高くなる、請求項 43 に記載の方法。

【請求項 45】

前記高圧高温条件下におく工程の前に、前記ダイヤモンド塊を、ひとかたまりの触媒粉末と混合し、前記触媒粉末の量は、前記作業面から前記界面表面に向かって徐々に変化する、請求項 42 に記載の方法。

【請求項 46】

前記ダイヤモンド本体は、体積含有率の差が、約 1.5 パーセントを超える、請求項 42 に記載の方法。

【請求項 47】

前記ダイヤモンド本体は、体積含有率の差が、約 2 から 6 パーセントの範囲である、請

10

20

30

40

50

求項 4 6 に記載の方法。

【請求項 4 8】

前記高圧高温条件下におく工程の前に、前記ダイヤモンド塊を、構成要素として前記触媒材料を含む母材に隣接して配置し、前記高圧高温条件下におく工程の間に、前記母材を前記ダイヤモンド本体に取り付ける、請求項 4 2 に記載の方法。

【請求項 4 9】

前記高圧高温条件下におく工程の後に、前記本体は、ダイヤモンドの傾斜体積含有率が約 1.5 パーセントを超え、前記作業面でのダイヤモンドの粒子サイズおよびダイヤモンドの体積含有率は、以下の基準すなわち、

焼結後のダイヤモンドの平均粒子サイズが 2～4 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 93% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 4～6 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 94% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 6～8 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 95% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 8～10 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 95.5% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 10～12 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 96% を超えるか、

のうちの 1 つを満たす、請求項 4 2 に記載の方法。

【請求項 5 0】

前記高圧高温条件下におく工程の後に、前記本体は、ダイヤモンドの傾斜体積含有率が約 1.5 パーセントを超え、前記ダイヤモンド本体は、前記作業面でのダイヤモンドの体積含有率が、以下の基準すなわち、

前記ダイヤモンドの体積分率が (0.9077) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0221) または

ダイヤモンドの体積分率が (0.9187) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0183) または

ダイヤモンドの体積分率が (0.9291) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0148)

のうちの 1 つに準じ、前記ダイヤモンドの平均粒子サイズは、単位がマイクロメートルである、請求項 4 2 に記載の方法。

【請求項 5 1】

混合物を形成するために、ひとかたまりのダイヤモンド粒子を、カーバイド材料と組み合わせる工程であって、前記混合物中のカーバイド材料の体積が、前記構造体の作業面になる部分から離れるにつれて変化する、前記工程と、

母材材料を、前記混合物の作業面以外の表面で、前記混合物に隣接して配置する工程であって、前記混合物と母材とがアセンブリを構成する、前記工程と、

前記アセンブリを高圧高温条件下におく工程と、を含み、前記高圧高温条件下におく工程の間に、前記ダイヤモンド粒子は、多結晶ダイヤモンド本体を形成するための触媒材料の存在下で互いに結晶間結合し、前記多結晶ダイヤモンド本体は、前記作業面での触媒含有率が約 6 パーセント未満であり、前記高圧高温条件下におく工程の間に、前記母材は、前記ダイヤモンド本体に取り付けられる、多結晶ダイヤモンド構造体を製造するための方法。

【請求項 5 2】

ダイヤモンド本体は、触媒材料の傾斜体積含有率を有する、請求項 5 1 に記載の方法。

【請求項 5 3】

触媒材料の前記体積含有率は、前記作業面から前記母材に向かって高くなる、請求項 5 2 に記載の方法。

【請求項 5 4】

前記組み合わせる工程の間、前記触媒材料は、前記ひとかたまりのダイヤモンド粒子に添加される、請求項 51 に記載の方法。

【請求項 55】

前記高圧高温条件下におく工程の間に、前記触媒材料は、前記ダイヤモンド粒子に溶浸し、体積が前記母材を形成する、請求項 51 に記載の方法。

【請求項 56】

前記ダイヤモンド本体内のカーバイド材料の体積は、約 10 から 70 パーセントの範囲である、請求項 51 に記載の方法。

【請求項 57】

前記高圧高温条件下におく工程の間に、前記アセンブリの少なくとも一部を、約 6, 200 MPa を超える圧力に曝露する、請求項 51 に記載の方法。

【請求項 58】

前記高圧高温条件下におく工程の間に、前記アセンブリの少なくとも一部を、約 6, 200 MPa 未満の圧力に曝露する、請求項 57 に記載の方法。

【請求項 59】

前記高圧高温条件下におく工程の後に、前記本体は、ダイヤモンドの傾斜体積含有率が約 1.5 パーセントを超え、前記作業面での前記ダイヤモンドの粒子サイズおよびダイヤモンドの体積含有率は、以下の基準すなわち、

焼結後のダイヤモンドの平均粒子サイズが 2～4 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 93% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 4～6 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 94% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 6～8 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 95% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 8～10 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 95.5% を超えるか、

焼結後の平均粒子サイズが 10～12 ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が 96% を超えるか、

のうちの 1 つを満たす、請求項 51 に記載の方法。

【請求項 60】

前記高圧高温条件下におく工程の後に、前記本体は、ダイヤモンドの傾斜体積含有率が約 1.5 パーセントを超え、前記ダイヤモンド本体は、前記作業面でのダイヤモンドの体積含有率が、以下の基準すなわち、

前記ダイヤモンドの体積分率が (0.9077) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0221) または

ダイヤモンドの体積分率が (0.9187) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0183) または

ダイヤモンドの体積分率が (0.9291) より高く、(ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0148)

のうちの 1 つに準じ、前記ダイヤモンドの平均粒子サイズは、単位がマイクロメートルである、請求項 51 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、地下掘削で用いられる多結晶ダイヤモンド構造体に関し、特に、従来の多結晶ダイヤモンド構造体と比較した場合に、所望の度合いの破壊靱性、衝撃抵抗、耐剥離性を維持しつつ、耐摩耗性と熱安定性の最適な特性を達成する目的で、触媒／バインダー材料の傾斜含有量が制御された、工夫して合成された多結晶ダイヤモンド構造体に関する。

【背景技術】

【0002】

10

20

30

40

50

従来技術において知られている多結晶ダイヤモンド（PCD）材料は、ダイヤモンドの粒子または結晶と触媒材料とで形成され、高圧高温（HP/HT）法で合成される。このようなPCD材料は、耐久性（wear resistance）が高いことで知られており、機械加工用の切削工具、ならびに地下採鉱および掘削における摩擦掘削（wear）要素および／または切削要素などの工業用途で使用される、普及した材料の選択肢のひとつになっている。そこでは、こうした高レベルの耐久性または耐摩耗性が望まれているのである。このような用途では、従来のPCD材料は、所望のレベルの耐久性および耐摩耗性を持たせるために、表面層の形で準備されてもよいし、材料本体全体の形で準備されてもよい。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0003】

従来、このような用途で用いられるPCD切削要素は、このような1つまたは2つ以上の層状のPCD材料を好適な母材材料との取り付けに適用するか、好適な母材材料に取り付けるための一固まりのPCD材料を製造することによって、製造される。従来技術において知られたPCD切削要素の例として、母材と、PCD表面層または本体と、任意に、PCD表面層または本体と、その下にある母材支持層との間の結合を改善するおよび／またはその間の遷移特性を与えるための1つまたは2つ以上の遷移層または中間層を含んでもよい。このような切削要素の用途で用いられる母材は、超硬タングステンカーバイド（WC-Co）などのカーバイドを含む。

【0004】

20

このような従来のPCD材料は、ダイヤモンド粒子間の結晶間結合を容易にし、PCD材料をその下にある母材および／または遷移層と結合させるために、約10体積パーセントの触媒材料を含む。従来、触媒として用いられている金属は、周期律表のV I I I族に含まれるコバルト、鉄、ニッケル、これらの混合物を含む、触媒である溶媒金属から選択されることが多い。

【0005】

PCD材料を形成するのに用いられる触媒材料の量は、得られる焼結ダイヤモンド本体の靱性と硬度／耐久性という所望の特性のそれぞれで妥協したものである。金属触媒の含有量が多ければ、一般に得られるPCD材料の靱性も高まるが、このように金属触媒の含有量が多いと、PCD材料の硬度は低下し、対応する耐久性と耐摩耗性も低下する。また、ダイヤモンドの体積分率を高めてPCD材料を形成すると、焼結されたPCDとタングステンカーバイドの母材との間で熱的な不整合が大きくなり、これらの材料の界面付近での残留応力が大きくなる。この残留応力は、PCD構造体内部での亀裂および／または剥離を促進することがあるため、望ましくない。

30

【0006】

このように、逆方向に作用しあう所望の特性は、結局は、地下掘削装置で用いられる切削要素および／または摩擦掘削（wear）要素などの特定用途のサービス需要を満たす耐久性と靱性の両方を所望のレベルで有するPCD材料を提供できる柔軟性の点で、制約になる。また、PCD材料の耐久性を高めるように、修正物を選択すると、典型的には脆性も高くなるため、PCD材料の靱性と衝撃抵抗が低くなる。

40

【0007】

特定の用途に用いられるPCD構造体の別の望ましい特性に、摩擦掘削または切削状況にある間、熱的に安定していることがある。従来のPCD材料に存在するのがわかっている課題のひとつが、切削および／または摩擦掘削用途で高温にさらされると、熱劣化の影響を受けやすいことである。この影響されやすさは、PCD材料内で格子間間に配置される金属触媒の熱膨張特性と、結晶間結合ダイヤモンドの熱膨張特性との間に存在する差分に起因する。このような示差熱膨張は、400℃という低い温度から開始することが知られており、ダイヤモンドを結晶間結合するために決定できる熱応力を含んでもよく、最終的にPCD構造を破損の影響を受けやすくするクラックの形成につながってもよい。このように、上記のような挙動は望ましくない。

50

【0008】

従来のPCD材料に存在することが知られている熱劣化のもうひとつの形態は、同じくPCD材料の格子間領域での金属触媒の存在と、触媒である溶媒金属がダイヤモンド結晶に付着することに関連する熱劣化である。具体的には、触媒である溶媒金属は、温度が高くなるとダイヤモンドに望ましくない触媒相変化を引き起こす（これを一酸化炭素や二酸化炭素、グラファイトなどに変換する）ことが知られているため、PCD材料が実用的なのは約750℃までに制限される。

【0009】

したがって、韌性、衝撃抵抗、耐剥離性という所望の特性を犠牲にすることなく、従来のPCD材料と比較した場合に、複雑な摩擦掘削（wear）環境で使用するための、耐久性および耐摩耗性、低い残留応力、熱安定性という、改善され最適化された特性の組み合わせを備え、これら特性の組み合わせを所望の最終用途に適したものにしたPCD材料が開発されることが望ましい。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本明細書に開示のダイヤモンド結合構造体は、結晶間結合ダイヤモンドのマトリックス相と、結合ダイヤモンド間に分散した複数の格子間領域と、を有するダイヤモンド本体を含む。ダイヤモンド本体ある位置における作業面と、別の位置に配置された界面表面とを有する。本体は、ダイヤモンドは結合成形構造体を形成するために、金属製の母材に取り付けられていてもよい。このようなダイヤモンド結合構造体の特徴のひとつは、ダイヤモンド本体が、本発明を使用しない場合に従来のダイヤモンド結合構造体に固有に存在するより高いダイヤモンドの傾斜体積含有率を有することである。一実施態様では、ダイヤモンドの傾斜体積含有率は、約1.5パーセントを超える。一実施態様では、界面表面でのダイヤモンドの体積含有率は94パーセント未満であり、作業面に近づくにつれて高くなる。

【0011】

一実施態様では、ダイヤモンド本体は、HPHTプロセスでダイヤモンド結合構造体を形成するのに用いられる触媒材料を実質的に含まない領域を含んでもよい。この触媒材料を実質的に含まない領域は、作業面から部分的な奥行きで延在してもよく、この領域の正確な奥行きは、最終用途に応じて異なってもよく、最終用途に応じて変わることになる。

【0012】

本明細書に開示のダイヤモンド結合構造体の別の特徴は、ダイヤモンド本体が、格子間領域間に配置された触媒材料を含むことにある。一実施態様では、触媒材料の体積含有率は、たとえば、ダイヤモンド本体内部での位置によって徐々に変化する。一実施態様では、触媒材料の体積含有率は、本体の作業面から界面表面に向かうにつれて高くなる。ダイヤモンド本体は、ダイヤモンド本体内部での位置によって体積含有率が変化してもよい追加の材料を含んでもよい。一実施態様では、追加の材料の体積含有率は、ダイヤモンド本体内部での触媒および／またはダイヤモンドの体積含有率の望ましい変化を生じさせてもよい。

【0013】

本明細書に開示のダイヤモンド結合構造体は、たとえば、6,200MPaから10,000MPaなどの高圧HPHT処理によって形成されてもよい。このように形成されるダイヤモンド構造体は、ダイヤモンドの体積分率 v_f 、平均粒子サイズの関係が、使用される高圧の点で特徴的なものであり、このように形成されたダイヤモンド結合構造体を、従来の圧力HPHTプロセスで焼結された従来のダイヤモンド結合構造体と識別および区別するよう動作する。一実施態様では、高圧HPHTプロセスで形成されるダイヤモンド結合構造体は、作業面でのダイヤモンドの体積含有率が、以下の基準のうちの1つに準じるものであってもよい。すなわち、前記ダイヤモンドの体積分率が(0.9077)より高く（ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times 0.0221$ ）、またはダイヤモンドの体積分率が(0.9187)より高く（ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times 0.0183$ ）、またはダ

ダイヤモンドの体積分率が（0.9291）より高い（ダイヤモンドの平均粒子サイズ $\times$ 0.0148）。

【0014】

もうひとつの実施態様では、作業面でのダイヤモンドの粒子サイズおよびダイヤモンドの体積含有率は、以下の基準すなわち、焼結後のダイヤモンドの平均粒子サイズが2～4ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が93%を超えるか、焼結後の平均粒子サイズが4～6ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が94%を超えるか、焼結後の平均粒子サイズが6～8ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が95%を超えるか、焼結後の平均粒子サイズが8～10ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が95.5%を超えるか、焼結後の平均粒子サイズが10～12ミクロンの範囲内であり、ダイヤモンドの体積分率が96%を超えるか、
のうちの1つを満たしてもよい。

10

【0015】

ダイヤモンド結合構造体およびこれを含む成形体は、地下層を掘削するためのビットの切削要素として用いられてもよい。切削要素は、固定ブレードカッターの1つまたは2つ以上のブレードで用いられるシャーカッターの形で提供されてもよいし、ロータリーコーンビットまたはロックビットに回転可能に装着された1つまたは2つ以上のコーンで用いられる切削インサートの形で提供されてもよい。

【0016】

本明細書に開示するようなダイヤモンド結合構造体は、靱性、衝撃抵抗、耐剥離性という所望の特性を犠牲にすることなく、従来のPCD材料と比較した場合に、複雑な摩擦掘削（wear）環境で使用される、耐久性および耐摩耗性、低い残留応力、熱安定性の、改善され、最適化された特性を兼ね備え、これらを所望の最終用途に適したものとするよう操作される。

20

【0017】

本発明の上記および他の特徴ならびに利点は、これが明細書、特許請求の範囲、図面を参照して一層よく理解されるにつれて、自明になるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0018】

【図1】本発明によって準備されるPCD材料の一領域の断面図である。

30

【図2】異なるHPHT処理条件でのダイヤモンドの体積分率とダイヤモンドの粒子サイズとの関係を示すグラフである。

【図3】母材に接合された、図1のPCD材料を含む、PCD本体を有する一実施態様のPCD構造体の斜視側面図である。

【図4】図3のPCD構造体の断面側面図である。

【図5】切削インサートの形で実現されるPCD構造体の斜視側面図である。

【図6】図5の切削インサートを多数有するローラーコーンドリルビットの斜視側面図である。

【図7】図5の切削インサートを多数有するパーカッションまたはハンマービットの斜視側面図である。

40

【図8】シャーカッターの形で実現されるPCD構造体の斜視図である。

【図9】図8のシャーカッターを多数有するドラッグビットの斜視側面図である。

【図10】ダイヤモンド圧力vs. 温度相図での従来の焼結圧と高焼結圧を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0019】

本明細書で使用する場合、多結晶ダイヤモンドという用語は、その省略表記「PCD」とともに、本明細書では、個々のダイヤモンド結晶または粒子を、触媒材料の存在下で、隣接するダイヤモンド結晶間に結晶結合を生じさせてダイヤモンド結晶同士の結合網または結合マトリックス相を形成できるだけの高圧高温（HPHT）条件下において製造され

50

る材料をいうのに用いられる。また、PCDは、互いに結合したダイヤモンド粒子の格子間に入る形でマトリックス相内に分散された、複数の領域を含む。

【0020】

本明細書に開示されるようなPCD構造体は、多結晶ダイヤモンド本体を含む。この多結晶ダイヤモンド本体では、触媒である溶媒金属（たとえばコバルトなど）の体積含有率が、本体の作業面から離れて本体に取り付けられた母材に近づくにつれて、本体内で徐々に高くなる。また、PCD本体は、追加の格子間材料をさらに含んでもよい。この格子間材料は、カーバイドであってもよい。本体内で触媒材料の望ましい勾配分布を達成するには、触媒材料自体の含有量を制御する、含まれる触媒材料を置換して溶浸を制御する目的で本体に追加の材料を使用する、あるいは、触媒材料の含有量の変更と追加の材料の使用とを組み合わせればよい。このようなPCD構造体は、たとえば触媒材料の含有量が比較的一定である従来のPCD構造体と比較すると、耐摩耗性、熱安定性、破壊靱性、耐剥離性といった特性を最適な状態で兼ね備えている。本明細書に開示するPCD構造体は、従来のPCDの形成に用いるよりも高圧で全体または一部が形成され、それによってダイヤモンドの体積分率が高く望まれたPCD材料または領域を形成したPCDを特徴としてもよい。

10

【0021】

図1は、HPHTプロセスで形成／焼結される、本明細書に開示するようなPCD構造体の形成に用いられる、PCD10の一領域を示す。PCD材料は、結晶間ダイヤモンドのマトリックス相を含む材料微細構造を有するが、そのマトリックス相は、複数の互いに結合した隣接するダイヤモンド粒子12と、互いに結合した隣接するダイヤモンド粒子間に配置される複数の格子間領域14とで構成される。触媒材料は、格子間領域内に配置され、HPHTプロセスの間に生じるダイヤモンド同士の結合を容易にするために用いられる。詳細については後述するように、PCD本体内部での位置に応じて、格子間領域は、触媒材料を所望の含有量にする一助として、所望の量の追加の材料（たとえば、カーバイド材料など）を含有してもよい。

20

【0022】

ダイヤモンド同士の結合を容易にするために用いられる触媒材料は一般に、2通りの方法で準備できる。具体的には、焼結前にひとかたまりのダイヤモンド粒子と混合されるか、そうでなければこのような粒子と一緒に存在する、材料粉末の形で準備されてもよいし、HPHT処理の間に、隣接する材料からひとかたまりのダイヤモンド粒子に溶浸して準備されてもよい。この隣接する材料は、たとえば、所望のPCD構造体を形成すべくPCD本体との結合に用いられる、触媒材料を含む母材材料などである。

30

【0023】

本発明のPCD材料を形成するのに用いられるダイヤモンド粒子は、合成であっても天然であってもよい。PCD材料中に残る触媒材料の量に対する制御の度合いを改善する必要があるなどの特定の用途では、天然のダイヤモンド粒子を用いると望ましいことがある。これは、天然のダイヤモンド粒子には、ダイヤモンドの結晶自体に触媒材料が内包されていないためである。本発明によるPCD材料の製造に用いられるダイヤモンドの粒子サイズは、個々の最終用途に応じて異なってもよく、最終用途に応じて変わることになる。このサイズは、平均粒度がほぼ同一のダイヤモンド粒子の単峰分布からなるものであってもよいし、異なる平均粒度で異なる塊のダイヤモンド粒子の多峰分布（二項分布、三項分布、四項分布、五項分布または対数正規分布）からなるものであってもよい。また、HPHTの処理圧力が、特定のダイヤモンド体積分率のPCD材料を形成するのに用いられるダイヤモンドの粒子のサイズに影響することもある。

40

【0024】

PCD材料または本体を形成するのに有用なダイヤモンド粒子は、平均直径の粒子サイズが、1マイクロメートル未満の大きさから100マイクロメートルの範囲、一層好ましくは、約1～80マイクロメートルの範囲にある、天然および／または合成のダイヤモンド粉末を含んでもよい。このダイヤモンド粉末は、サイズの分布が単峰分布または多峰分

50

布である粒子群を含んでもよい。一実施態様では、ダイヤモンド粉末は、平均粒度（粒子の大きさ）が約20マイクロメートルである。粒子のサイズの異なるダイヤモンド粉末を用いる場合、ボールミルまたは磨砕機での粉碎などの従来のプロセスによって、均一かつ良好な分布を得るのに必要な時間、ダイヤモンド粒子を混合する。

【0025】

ダイヤモンドの粒子粉末は、高温処理による粉末の焼結性を高めるために、真空中または減圧下で洗浄されると好ましい。このダイヤモンド粉末混合物は、好適なHPHT圧縮・焼結装置への設置用の所望の容器に投入される。

【0026】

HPHTプロセスでのダイヤモンド結合を容易にするために、ダイヤモンド粉末を後述するものなどの粉末状の所望の触媒材料（触媒である溶媒金属など）と組み合わせてもよいおよび／または触媒材料を、ダイヤモンド粉末と隣接して配置されて触媒材料を含む母材からの溶浸によって、準備してもよい。触媒材料の溶浸源として有用である、好適な母材は、従来のPCD材料の形成に用いられるものを含んでもよく、粉末状、未焼結状態および／またはすでに焼結した形態で準備されてもよい。このような母材の特徴のひとつとして、金属溶媒触媒を含むことがあげられる。この金属溶媒触媒は、ダイヤモンド粒子同士の結合を容易にするために、HPHTプロセスの際に、溶融して、隣接するひとつかたまりのダイヤモンド粉末に溶浸できる。一実施態様では、触媒材料はコバルト（Co）であり、これを得るのに有用な母材は、WC-Coなどのコバルト含有母材である。

【0027】

望ましければ、ダイヤモンド混合物は、コンフォーマブルな材料製品を提供するための結合剤と併用されるひとつかたまりのダイヤモンド粉末を含む未焼結状部品の形態で準備されてもよい。コンフォーマブルな材料製品は、たとえば、製造プロセスを容易にするためのダイヤモンドテープまたは他の成形可能／コンフォーマブルなダイヤモンド混合物製品の形態があげられる。このような未焼結状部品の形態でダイヤモンド粉末を準備する場合、HPHT圧縮・焼結の前に予熱工程を行って、バインダー材料を蒸発させておくと望ましい。未焼結状部品は、触媒材料を含んでも含まなくてもよい。

【0028】

ダイヤモンド粒子に加えて、HPHTプロセスの間に、ダイヤモンド塊内での触媒材料の有無、溶浸および／または移行を相殺および制御して、本体内で所望の触媒材料分布を達成できる追加の材料を加えると望ましいことがある。追加の材料の例として、カーバイド、ニトリド、ホウ化物、オキシド、これらの組み合わせを含む群から選択されるものがあげられる。このような追加の材料をさらに、周期律表のIVa族の金属（Ti、Zr、Hfなど）やVa族の金属（V、Nb、Taなど）、VIa族の金属（Cr、Mo、Wなど）と組み合わせてもよい。一実施態様では、望ましい追加の材料が、カーバイドである。

【0029】

一実施態様では、追加の材料を、その材料で形成される焼結後のダイヤモンド本体の作業面になる側から材料の体積が変化するように、ダイヤモンド塊と組み合わせる。一実施態様では、ダイヤモンド塊混合物内の追加の材料の体積は、作業面で最大であり、そこから離れるにつれて小さくなる。別の材料の体積は、触媒材料の体積含有率に逆勾配の変化が生じるように、ダイヤモンド本体内で徐々に変化すると好ましい。

【0030】

ダイヤモンドのわずかな体積は、WC-Co母材を用いて焼結されるPCD構造体に固有であることを理解されたい。このようなダイヤモンドの固有の体積傾斜は、約1.5体積％以下であることが観察されており、作業面側で体積分率がなくて界面側で体積分率が低く、作業面と界面との間は連続勾配になっている。ダイヤモンドには、もともとこうした体積分率の差が存在する。これは、母材があると焼結に制約が生じ、材料が自由に収縮できないのに対し、作業面では何らそのような制約がないことが理由である。こうした収縮の差により、界面領域付近で相対的に空隙が増える。この空隙に、溶浸されたコバルト

が充填され、ある程度はタングステンカーバイドも充填される。本明細書に開示の P C D 材料および構造体は特に、ダイヤモンドの体積傾斜が、P C D 合成に固有の上述した量を超えて増大または増加するように作製されている。

【0031】

従来の P C D 製品（D 2 1 および D 3 1 で表示）におけるダイヤモンド、コバルト、タングステンカーバイドの本来すなわち固有の勾配を、以下の表 1 に示す。これらの P C D 製品はどちらも、平均粒度が約 1 2 ミクロンの粉末を用いて製造された。組成傾斜は、P C D のかさ密度測定値で校正したエネルギー分散分光法（E D S）で求めた。この組成傾斜を、既知の密度（それぞれ、3. 5 1、8. 8 5、1 5. 7 g m / c c）のダイヤモンド相、コバルト相、タングステンカーバイド相を用いる標準的な冶金技術を使用して、体積分率に変換した。この体積分率の傾斜の特徴を示すための別の方法に、走査電子顕微鏡法（S E M）を用いる画像解析がある。ただし、この画像解析では、電子線の帯電などの作用とコントラストバイアスを最小限に抑えつつ、所望の相の画像を正確に撮像するために、画像の収集および分析に細心の注意を払わなければならない。

【0032】

表 1－固有の P C D 構成勾配

	ダイヤモンド wt%	コバルト wt%	WC wt%	ダイヤモンド 体積%	コバルト 体積%	WC 体積%
従来技術(D21)の表面	0.845	0.121	0.034	0.938	0.053	0.008
従来技術(D21)の表面	0.82	0.129	0.051	0.929	0.058	0.013
従来技術(D31)の表面	0.834	0.111	0.055	0.937	0.049	0.014
従来技術(D31)の表面	0.802	0.133	0.065	0.923	0.061	0.017

【0033】

P C D 材料の製造方法に戻ると、ダイヤモンド塊と追加の材料との組み合わせは、粉末形態で、粉末の集まりとして準備されてもよいし、未焼結状態の塊または密集した形態（たとえば、テープとしての形態）で準備されてもよい。後者の場合、粉末の作用剤を所望の配置で保つための結合剤を含む。上述したように、結合したダイヤモンド塊が触媒材料を含んでもよいし、触媒材料のほうが、H P H T プロセスの際に母材からの溶浸によって準備されてもよい。

【0034】

ダイヤモンド粉末混合物または未焼結状の部分は、好適な H P H T 圧縮・焼結装置内での設置用の所望の容器に投入される。H P H T 装置は、容器をダイヤモンド粉末の圧縮・焼結に望ましい H P H T 条件にするように起動される。一実施態様では、装置は、あらかじめ定められた時間、圧力 5, 0 0 0 M P a 以上、温度約 1, 3 5 0 °C から 1, 5 0 0 °C で、容器に対して H P H T プロセスがなされるように制御される。この圧力と温度で、触媒材料は溶融し、ダイヤモンド粉末混合物に溶浸する。こうして、ダイヤモンド粒子が焼結され、P C D が形成される。

【0035】

P C D を形成するのに従来用いられている標準的な H P H T 圧力条件は、コールドセル内圧で、約 5, 0 0 0 から 6, 2 0 0 M P a の範囲である（マンガニン抵抗法によって測定され、ビスマスおよびイッテルビウムの遷移を用いて校正された、業界では知られた技術である）。一実施形態では、ダイヤモンド含有率の高い P C D 本体が提供される。ダイヤモンド含有率の高い P C D は、ダイヤモンド体積分率の高い P C D であることを特徴とするものであってもよい。ダイヤモンド体積分率とは、ダイヤモンドの体積と、対象となる P C D 領域（すなわち、P C D 本体の一部（たとえば、第 1 の領域または第 2 の領域など）または P C D 本体全体）の総体積との比をいう。また、ダイヤモンド含有率の高さは、P C D 試料の見かけの多孔性と、浸出重量損失とを特徴とするものであってもよい。

【0036】

一実施形態では、たとえば図10に示すように、常圧よりも高い圧力でのHPHT焼結によって、ダイヤモンド含有率の高いPCDを形成する。図10は、PCD（線「A」で示す、従来技術において知られたようなもの）とダイヤモンド含有率の高いPCD（線「B」として示す、本開示の実施形態によるもの）を作製するのに用いられる圧力および温度の図を示す。同図には、図を4つの象限に分割する2本の線を含む。平行に近いほうの線が、ダイヤモンド／グラファイト平衡線であり、これはBerman-Simon線として当業者らに周知である。ダイヤモンドは、この線より上の圧力で熱力学的に安定している。垂直に近いほうの線は、Fieldが著した周知の参考書である、Properties of Diamond, Academic Press, 1979の図16. 7から援用したC-O-C共融線である。この線より右側の温度で、コバルトは液体状であり、左側の温度で、固体状である。業界の慣用で、ダイヤモンドは、ダイヤモンド／グラファイト線の上、コバルト線の右にあたる、右上の象限で形成される。

10

【0037】

線「A」で示されるように、PCDを作製するのに用いられる標準的なHPHT圧力は、約4,600から5,500MPa（メガパスカル）の範囲のコールド（室温）セル内圧である（マンガン抵抗法によって測定され、ビスマスおよびイッテルビウムの遷移を用いて較正された、業界で知られた技術である）。この圧力の範囲は、温度がコバルト線を越えて上昇すると、セル材料の熱膨張がゆえに、約5,500から6,200MPaになる。温度がセル圧に対しておよぼす影響は、金の融点などの業界で知られた技術を用いて評価できる。圧力の下限は、相図のダイヤモンド／グラファイト線によって決まる。

20

【0038】

ダイヤモンドの体積含有率が高いPCD材料の場合、最適な摩耗特性を得るには、温度がコバルト／炭素共融線をこえて上昇する際、HPHT処理圧を線「B」で示す6,200MPa以上、たとえば約6,200から10,000MPaの範囲で用いると望ましいことがある。代表的な実施形態では、（高温での）圧力は約6,200から7,200MPaの範囲である。さまざまな実施形態では、（高温での）セル圧は、6,200MPaを超えてもよく、たとえば、6,200MPaを超えて8,000MPaまでの範囲または8,000MPaから10,000MPaの範囲、たとえば、6,250MPa、7,000MPa、7,500MPa、8,000MPa、8,500MPa、9,000MPaまたは9,500MPaであってもよい。標準的なHPHT焼結と、これよりも高压でのHPHT焼結の両方で用いる温度は、先に開示したように同様であるが、使用する圧力を高くすると、必要に応じて、なおかつカプセルの材料と設計の点で可能であれば、さらに温度を上げることもできる。

30

【0039】

4種類のダイヤモンド粉末混合物を含むPCD試料を、以下の3とおりの圧力で焼結した（油圧での流体圧力10.2ksi、11ksi、12ksi）（これは、コールドセル内圧5.4GPa、5.8GPa、6.2GPaならびに、ホットセル内圧6.2GPa、6.7GPa、7.1GPaと相関する）。これらの試料を、「密度」法で試験し、試料のダイヤモンド体積分率を求めて比較した。

【0040】

「密度」による第3の方法では、PCD試料のダイヤモンド体積分率を計算する。この方法ではPCD試料の浸出を必要としない。代わりに、試料のかさ密度を測定し、金属成分とダイヤモンドとの比を測定して、これらの成分の体積分率を求める。この方法は、分析的な方法で成分の質量分率を求めることを含む。バインダーの組成を判断するには、エネルギー分散分光（EDS）、波長分散型X線分析（WDS）、X線蛍光（XRF）、誘導結合プラズマ（ICP）または湿式化学技術をはじめとする多くの技術のうちの1つを使用すればよい。走査型電子顕微鏡で頻繁に用いられることが多いため、EDSは一般に、PCD標本の定量的評価に用いられる。しかしながら、EDSでは、大変な労力をかけないかぎり、正確に炭素などの原子数の小さな元素を正確に求められないこともあり、PCDなどの材料では問題が生じる。このような既知の制約があるにもかかわらず、バイン

40

50

ダー相のコバルト／タングステン比が相応の精度でわかれば、試料のかさ密度が既知であるかぎり相応に組成を決定できるかもしれない。

【 0 0 4 1 】

分析方法が十分に較正されているか否かを判断するために、既知の超硬合金試料を分析する必要がある。コバルトの元素組成が 0.5 % 以内で、タングステンの元素組成が 1.5 % 以内（すなわち、WC-13 wt % Co が、コバルト 12.5 ~ 13.5 wt %、タングステン 80.1 ~ 83.1 wt % になる）であれば、十分な精度が得られる。EBS D 試料の調製について後述する方法と同様に、ダイヤモンド含有研磨面（たとえば、砥石車など）で試料を磨いて鏡面仕上げすると、PCD 試料に対する一層信頼性の高い EDS の結果が得られる。一般に、サンプリング領域を最大にするには、低倍率である 10 ~ 100 倍が用いられる。さまざまな作動距離と加速電圧を使用できるが、作動距離 10 ~ 11 mm、加速電圧 20 キロボルトで許容できる結果が得られている。試料を分析する際、不感時間 25 ~ 35 % で、30 ~ 60 秒間のライブでの収集時間を、合計時間を含める必要がある。EDS 実測質量分率を使用して、定数 k の値を求めてもよい（以下の式 1 参照）。この定数 k を PCD 本体の実測密度（上記 ρ_S ）と一緒に用いて、ダイヤモンド、触媒、金属カーバイドの計算上の質量分率が求められる（以下の式 2 から 4 を参照）。その後、計算上の質量分率から、ダイヤモンド、触媒、金属カーバイドの計算上の体積分率が求められる（以下の式 5 から 7 参照）。

$$k = m_{\text{触媒}} / m_{\text{金属カーバイド}} \quad (\text{式 1})$$

式中、

$m_{\text{触媒}}$ は、EDX 分光法で求められる質量分率である

$m_{\text{金属カーバイド}}$ は、EDX 分光法で求められる金属カーバイド中の金属成分の質量分率である

【 0 0 4 2 】

たとえば、触媒材料がコバルトで、金属カーバイドがタングステンカーバイドである場合、以下の式を用いて、PCD 本体中のダイヤモンド (m_{dia})、コバルト (m_{co})、タングステンカーバイド (m_{wc}) の質量分率を計算できる。

【 0 0 4 3 】

$$m_{dia} = 1 - \frac{(\rho_{dia} - \rho)}{\rho} \left[\frac{\rho_{co} \rho_{wc} (k+1)}{\rho_{dia} \rho_{co} + \rho_{wc} \rho_{dia} k - \rho_{wc} \rho_{co} (k+1)} \right] \quad (\text{式 2})$$

$$m_{co} = \frac{(\rho_{dia} - \rho)}{\rho} \left[\frac{\rho_{co} \rho_{wc} k}{\rho_{dia} \rho_{co} + \rho_{wc} \rho_{dia} k - \rho_{wc} \rho_{co} (k+1)} \right] \quad (\text{式 3})$$

$$m_{wc} = \frac{(\rho_{dia} - \rho)}{\rho} \left[\frac{\rho_{co} \rho_{wc}}{\rho_{dia} \rho_{co} + \rho_{wc} \rho_{dia} k - \rho_{wc} \rho_{co} (k+1)} \right] \quad (\text{式 4})$$

式中、

$$\rho_{dia} = 3.51 \text{ g m} / \text{c c}$$

$$\rho_{co} = 8.85 \text{ g m} / \text{c c}$$

$$\rho_{wc} = 15.7 \text{ g m} / \text{c c}$$

ρ = PCD 試料の実測密度である

計算上の質量分率から、以下の式を用いて、PCD 本体中のダイヤモンド (v_{dia})、コバルト (v_{co})、タングステンカーバイド (v_{wc}) の体積分率を計算できる。

【 0 0 4 4 】

$$v_{dia} = \left[\frac{m_{dia} / \rho_{dia}}{m_{dia} / \rho_{dia} + m_{co} / \rho_{co} + m_{wc} / \rho_{wc}} \right] \quad (\text{式 5})$$

10

20

30

40

$$v_{co} = \left[\frac{m_{co} \rho_{co}}{m_{dia} / \rho_{dia} + m_{co} / \rho_{co} + m_{wc} / \rho_{wc}} \right] \quad (式6)$$

$$v_{wc} = \left[\frac{m_{wc} \rho_{wc}}{m_{dia} / \rho_{dia} + m_{co} / \rho_{co} + m_{wc} / \rho_{wc}} \right] \quad (式7)$$

【0045】

コバルト以外の触媒材料と、タングステンカーバイド以外の金属カーバイドを用いる場合も同様にして、質量分率および体積分率を求めることができ、かなりの量の別の材料が存在するのであれば、上記の式を適宜変更してもよいことは、当業者であれば自明であろう。

10

【0046】

密度法で得られるPCD試料の測定値を表2に示す。

表2－密度

混合物	圧力 (ksi)	Co wt% (EDS)	W wt% (EDS)	Co/W 比	試料密度 (gm/cc)	ダイヤモンド 体積分率	焼結後の平均 粒子サイズ (ミクロン)
1	10.2	10.51	2.32	4.53	3.874	0.9615	13.5
2	10.2	11.41	3.12	3.66	3.902	0.9559	9.8
3	10.2	12.15	3.62	3.36	3.955	0.9499	8.2
4	10.2	15.01	5.29	2.84	4.076	0.9295	2.9
1	11	11.43	3.2	3.57	3.844	0.9639	13.5
2	11	11.54	3.01	3.83	3.881	0.9587	9.8
3	11	12.01	3.36	3.57	3.930	0.9532	8.2
4	11	14.83	6.28	2.36	4.046	0.9371	2.9
1	12	10.53	2.89	3.64	3.827	0.9653	13.5
2	12	14.42	5.740	2.51	3.857	0.9619	9.8
3	12	11.97	4.02	2.98	3.907	0.9580	8.2
4	12	16.33	5.24	3.12	4.009	0.9439	2.9

20

30

【0047】

このデータを、ダイヤモンドの体積分率と焼結後の平均粒子サイズを示す図2にもプロットする。図2に示すように、ダイヤモンドの体積分率と平均粒子サイズとの関係は、3通りの焼結圧力で同じ傾向に沿っていた。このデータにカーブフィットを適用し、得られた式を、各焼結圧力についての図に示す。図2は、ダイヤモンドの体積分率が、PCD試料の平均粒子サイズに左右されることを示す。ダイヤモンドの体積分率は、(上向きの勾配で示されるように)平均粒子サイズとともに増加する。特定の焼結圧力について、平均粒子サイズを大きくすると、ダイヤモンドの体積分率の増加につながる。この結果は、上述したように、粗めのダイヤモンド粒子が破碎されることによるものと思われる。

40

【0048】

また、特定の粒子の大きさで、焼結圧力を高めるとダイヤモンドの体積分率の増加につながった。これは、圧力が高くなり、ダイヤモンド粒子がさらに圧縮されて焼結されたダイヤモンド結晶間の空隙が小さくなり、ダイヤモンドの密度が高まったことによるものである。

【0049】

50

図2で10.2ksiのデータにカーブフィットすると、高い焼結圧と標準的な焼結圧との境界が識別される。このように、試料の平均粒子サイズとダイヤモンドの体積分率とを測定すれば、高い焼結圧で焼結されたPCD試料を識別できる。特定の粒子の大きさについて、ダイヤモンドの体積分率が10.2ksiの線を越える場合、その試料は、標準的な焼結圧より高い圧力で焼結されたものである。ダイヤモンドの体積分率が10.2ksiの線より下であれば、その試料は標準的な圧力で焼結されたものである。

【0050】

したがって、常圧よりも高い圧力での焼結によって形成される、ダイヤモンド含有率の高いPCDを、以下のようにして識別できる（平均粒子サイズの単位はミクロンである）。

ダイヤモンドの体積分率が（0.9077）より高く、（平均粒子サイズ $\wedge$ 0.0221）のPCDまたは

ダイヤモンドの体積分率が（0.9187）より高く、（平均粒子サイズ $\wedge$ 0.0183）のPCDまたは

ダイヤモンドの体積分率が（0.9291）より高く、（平均粒子サイズ $\wedge$ 0.0148）のPCD

ダイヤモンドの体積分率が、以下の値のうちの1つより高く、対応する範囲内の平均粒子サイズより大きいPCD

焼結後の平均粒子サイズ(ミクロン)	ダイヤモンドの体積分率(12ksi)	ダイヤモンドの体積分率(11ksi)	ダイヤモンドの体積分率(10.2ksi)
2～4	0.939	0.930	0.922
4～6	0.948	0.942	0.936
6～8	0.954	0.949	0.944
8～10	0.958	0.954	0.950
10～12	0.961	0.958	0.955

【0051】

図2に示す関係に基づくと、一実施態様では、ダイヤモンド含有量の多いPCD試料は、焼結後の平均粒子サイズが2～4ミクロンの範囲内でダイヤモンド体積分率が93%を超えるか、焼結後の平均粒子サイズが4～6ミクロンの範囲内でダイヤモンド体積分率が94%を超えるか、焼結後の平均粒子サイズが6～8ミクロンの範囲内でダイヤモンド体積分率が95%を超えるか、焼結後の平均粒子サイズが8～10ミクロンの範囲内でダイヤモンド体積分率が95.5%を超えるか、焼結後の平均粒子サイズが10～12ミクロンの範囲内でダイヤモンド体積分率が96%を超えるものを含む。

【0052】

図2に示すように、ダイヤモンド粉末混合物が粗く、見かけ上の粒子サイズが大きいほど、金属含有量の少ないPCD本体になった。これはおそらく、HPHT焼結時に、粗めのダイヤモンド結晶が破碎されることによるものである。細かいダイヤモンド結晶のほうが、大きめのダイヤモンド結晶より破碎に対する耐性が高い。大きめのダイヤモンド結晶は、圧力下で破碎・再配列し、一層効果的に結晶間の空間内に圧密されていき、母材からの金属が入り込む空間をあまり残さない。このように、ダイヤモンド粉末混合物の平均粒子サイズを粗くすることで、金属含有量の少ないPCD層を得られることがある。

【0053】

PCD試料の焼結後の平均粒子サイズは、電子後方散乱回折（EBSD）技術によって、以下のようにして測定できる。好適な表面は、標準的な金属組織学的手法を用いてPCD試料をマウントおよび表面加工し、その後、市販の高速研磨装置（Coborn Engineering Company Limited, Romford, Essex, UKを通じて入手可能）と接触させて鏡面を生成することによって、調製される。EBSDデータは、方向性のある電子ビーム（EDAX TSL, Draper, Utah, USAを通じて入手可能）の局所的な回折によって粒子方位を判断するよう適宜装備された走査型電子顕微鏡で収集される。倍率は、1回の画像解析に1000個よ

10

20

30

40

50

り多い粒子が含まれるように選択され、これは通常、調べた粒子サイズでは500倍から1000倍であった。本発明者らによる試験の際、他の条件は以下の通りとした。電圧＝20kV、スポットサイズ＝5、作動距離＝10～15mm、ティルト＝70°、走査ステップ＝0.5～0.8ミクロン。収集したデータを、ピクセル間結晶方位差＝2°で分析して、粒子サイズ分析を行う。上記の条件に従って求められる規定粒子面積は、円相当径を用いる方法で大きさが特定される。これは、数学的には $GS = (4A / \pi) 1 / 2$ と定義される。式中、GSは粒子サイズ、Aは粒子面積である。この分析によって、上述した焼結後のPCD試料各々の平均粒子サイズが得られた。

【0054】

このように、本明細書に開示のPCD材料および構造体は、ダイヤモンド塊に対して、上述した従来の処理圧力よりも高压でのHPHTプロセスをほどこして形成できることを、理解されたい。また、本明細書に開示するようなPCD材料は、標準的な圧力または標準的な圧力より高压でなされる単一のHPHTプロセスだけを用いて形成されてもよいし、異なるHPHT圧力条件で形成される2つまたは3つ以上の領域を含んでもよい。たとえば、一例としてのPCD材料は、標準的な圧力より高い圧力でのHPHTプロセスによって形成される、作業面から奥に延在する領域と、標準的な圧力でのHPHTプロセスによって形成される、母材界面表面から延在する領域とを含んでもよい。特定の粒子サイズについてみると、これらの領域で上記のようなHPHT処理に差があることで、作業面でのダイヤモンドの体積分率が高くなる（これは最も必要とされる）一方で、母材との熱係数の不整合を最小限に抑えて不要な残留応力を減らせるよう、母材界面付近でのダイヤモンドの体積分率は比較的低い。

【0055】

一実施態様では、作業面での触媒材料の体積含有率を所望の低い値にし、PCD材料中、所望の勾配で触媒材料の体積が変化するように、ダイヤモンド塊に含まれる別の材料がPCD材料中の触媒材料の含有量および／または分布を制御するよう作用する。HPHTプロセスの際に、たとえば触媒材料の供給源として母材を用いる場合、この母材は、HPHTプロセスの間はPCD材料または本体に取り付けられる。HPHTプロセスの終了後、HPHT装置から容器を取り出し、このようにして形成されたPCD材料を容器から取り出す。

【0056】

本明細書に開示するようなPCD構造体は、触媒材料の体積含有率が徐々に変化するよう空間的に操作される。触媒材料の体積含有率は、PCD本体の作業面で最も低く、それがゆえに、作業面で高い耐摩耗性と熱安定性の特性が得られる。作業面は、こうした特性が最も必要とされる部分である。母材に向かって触媒材料の体積含有率が高くなることによって、作業面下のPCD本体内で、破壊靱性および衝撃強さの所望の特性も得られる。また、母材界面で触媒材料の体積含有率が高くなると、母材とPCD本体との間に強力な結合を存在させやすくなり、これによって、不要な剥離に対する耐性が改善される。さらに、界面でのダイヤモンド含有量が少なくなることで、固有の残留応力が小さくなり、PCD剥離の危険性がさらに低減される。

【0057】

ダイヤモンド含有量の勾配は、あらかじめブレンドされた溶媒触媒を作業面から界面に向かって連続的に増やすこと、上述したようなダイヤモンドおよび溶媒触媒相以外に、別の固相材料を加えること、あるいは、この2つの組み合わせによって、導入できる。溶媒触媒法は、タングステンカーバイド母材上で未焼結のダイヤモンド粉末を異なる量の触媒材料と積層することによって、利用できる。あるいは、ダイヤモンドと、別の固相材料の量が連続的に増える触媒粉末とを、同様にして積層してもよい。さらに、ダイヤモンド、触媒、別の材料の粉末層を積層してもよく、この場合、触媒と別の材料の量はどちらも、所望の勾配を達成するよう層内で変わる。好ましい実施形態では、別の材料はカーバイドであり、一層好ましくは、タングステンカーバイドである。

【0058】

P C D材料内でのダイヤモンドの体積分率の勾配は、上述した固有の勾配を超える（すなわち、約 1．5 体積パーセントを超える）ことが望ましい。上述したように、P C D 本体内の勾配は、（１）コバルトなどの触媒材料の含有量を変更する（以下の表 3 に勾配 A として示す）、（２）別の材料または固相材料（勾配 B）の量を変更する、あるいは、（３）両方の組み合わせ（勾配 C）によって形成できる。表 3 は、これらの手法それぞれに対する例としての材料勾配を、体積パーセントと重量パーセント単位で示す。本明細書に開示し、表 3 に示すような P C D 材料は、ダイヤモンドの体積分率の勾配が約 5．0 ～ 5．5 パーセントのものである。しかしながら、本明細書に開示するような P C D 材料は、特定の最終用途に応じて、ダイヤモンドの体積傾斜が、たとえば 1．5 体積パーセントを超えて 5 体積パーセント未満、5 体積パーセントを超えるなど、他の範囲にあってもよいことを、理解されたい。また、界面領域での残留応力を最小限にするために、通常、ダイヤモンドの体積含有率は、界面で約 9 4 パーセント未満であることが望ましい。

10

【 0 0 5 9 】

表 3 一実施態様の P C D 材料の構成勾配

	ダイヤモンド wt%	コバルト wt%	WC wt%	ダイヤモンド 体積%	コバルト 体積%	WC 体積%
勾配 A : 表面	0.880	0.090	0.030	0.954	0.039	0.007
勾配 A : 界面	0.779	0.191	0.030	0.904	0.088	0.008
勾配 B : 表面	0.880	0.100	0.020	0.952	0.043	0.005
勾配 B : 界面	0.720	0.100	0.180	0.900	0.050	0.050
勾配 C : 表面	0.890	0.090	0.020	0.957	0.038	0.005
勾配 C : 界面	0.750	0.140	0.110	0.903	0.067	0.030

20

30

【 0 0 6 0 】

追加の材料を使うことなく、P C D 材料を形成するのに用いられる触媒材料の体積含有率を変えることで、P C D 材料内の第 2 の相材料の勾配が達成される一実施態様では、P C D 材料を形成するのに用いられる触媒材料の体積含有率は、約 1 から 1 0 パーセントの範囲内であってもよい。この範囲内の触媒材料を使用すると、P C D 材料の粒子の大きさに応じて、母材から作業面に向かって高まるダイヤモンドの傾斜体積含有率が、約 9 0 パーセントから 9 8 パーセントである P C D 材料が得られる。

【 0 0 6 1 】

40

追加の材料を使用して、このような追加の材料の体積含有率を変えることで、P C D 材料内での第 2 の相材料の勾配が達成される別の実施態様では、P C D 材料を形成するのに用いられるこのような追加の材料の体積含有率は、約 1 から 1 0 パーセントの範囲内であってもよい。この範囲内に入る追加の材料を使用することで、P C D 材料の粒子の大きさに応じて、母材から作業面に向かって高まるダイヤモンドの傾斜体積含有率が、約 9 0 パーセントから 9 8 パーセントである P C D 材料が得られる。

【 0 0 6 2 】

追加の材料を使用して、この追加の材料と触媒材料の両方の体積含有率を変化させることで、P C D 材料内の第 2 の相材料の勾配が達成される、さらに別の実施態様では、触媒材料の体積含有率は、約 1 から 1 0 パーセントの範囲内であってもよく、追加の材料の体

50

積含有率は、約 90 から 98 パーセントの範囲内であってもよい。この範囲内に入る追加の材料を使用することで、材料の粒子の大きさに応じて、母材から作業面に向かって増すダイヤモンドの体積含有率が、約 90 パーセントから 98 パーセントまで徐々に変化する PCD 材料が得られる。

【0063】

PCD 本体内で所望の勾配を達成するために追加の材料を用いる一実施態様では、このような追加の材料は、約 1.5 から 15 体積パーセントの範囲、好ましくは約 2 から 10 体積パーセントの範囲、一層好ましくは約 2.5 から 8 体積パーセントの範囲で存在する。

【0064】

この実施態様で、使用する追加の材料が約 1.5 体積パーセント未満であると、作業面の触媒材料含有量を所望の低さにして、PCD 本体内で触媒材料の所望の勾配変化を得るには、不十分な場合がある。この実施態様で、使用する追加の材料が約 15 体積パーセントを超えると、作業面で触媒材料含有量を所望の低さにするには多すぎる場合があり、さらに、PCD 内の触媒材料含有量も十分すぎてしまう場合がある。これによって、所望のレベルのダイヤモンド／ダイヤモンド結合が得られなくなる場合がある。

【0065】

また、ダイヤモンド本体内で所望の触媒材料勾配を達成するのに追加の材料を用いる実施態様では、触媒材料と追加の材料との比が、ダイヤモンド本体内で最適な熱安定性を促進するようバランスしていることが望ましい。一実施態様では、ダイヤモンド本体内の触媒材料とカーバイドとの比が、約 6 : 1 から 1 : 10 の範囲であるのが望ましく、好ましくは、約 3 : 1 から 1 : 6 の範囲、一層好ましくは、約 4 : 1 から 1 : 4 の範囲である。PCD 本体の作業面での触媒材料と追加の材料との好ましい比は、約 3 : 1 から 1 : 4 の範囲であり、PCD 本体－母材界面表面での触媒材料とカーバイドとの好ましい比は、約 1 : 1 から 1 : 10 の範囲である。

【0066】

本明細書に開示するような、このような PCD 本体は、ダイヤモンドの体積含有率が約 85 パーセントを超えると望ましく、好ましくは、約 85 から 98 の範囲である。PCD 本体の体積含有率は、本体全体で一定であってもよいし、本体内の場所によって異なってもよい。たとえば、ダイヤモンドの含有量が本体内で変化する実施形態では、PCD 本体は、作業面でのダイヤモンドの体積含有率が、少なくとも約 92 パーセントであり、このダイヤモンドの体積含有率は、作業面から離れるにつれて小さくなる。本体内でのダイヤモンドの体積含有率の変化は、徐々に生じててもよいし、段階的に生じててもよい。

【0067】

望ましいのであれば、PCD 本体は、大きさの異なるダイヤモンド粒子が本体の異なる位置に配置された状態で形成されてもよい。たとえば、PCD 本体は、細かいダイヤモンド粒子が作業面に沿って配置され、粗いダイヤモンド粒子が母材界面付近に配置された領域を含んで構成されてもよい。これは、PCD 本体が大きさの異なるダイヤモンド粒子を、どのように含めるかということを示す、単なる一例にすぎない。また、PCD 本体内の大きさの異なるダイヤモンド粒子の遷移は、段階的になされてもよいし、徐々になされてもよい。図 2 に示すように、高めの圧力での HPH T プロセスは、所望の高いダイヤモンド体積分率を達成しつつ、細かいダイヤモンドから PCD 本体またはその領域の形成を促進するよう作用することがある。

【0068】

PCD 本体を形成するのに用いられる触媒材料は、一般に従来の PCD を形成するのに用いられる、触媒である溶媒金属を含んでもよい。この溶媒金属は、たとえば、周期律表の V I I I 族の金属などである。触媒である溶媒金属の例として、Co、Ni、Fe、これらの混合物があげられる。上述したように、PCD 材料の耐久性および耐摩耗性の特性と、韌性および衝撃抵抗の特性とは、互いに逆相関し、使用する触媒材料とダイヤモンド粒子の相対量に左右される。

10

20

30

40

50

【0069】

一実施態様のPCD本体は、上述したような体積が徐々に変わる触媒材料を含む。好ましい実施形態では、作業面での触媒材料の体積含有率は、約7パーセント未満である。触媒材料の最大体積含有率は、約10パーセントであってもよく、母材との界面に沿って存在する。一実施態様では、ダイヤモンド本体における触媒材料の体積含有率は、材料の本体内部での個々の位置と粒子の大きさに応じて、2パーセントから10パーセントであってもよい。

【0070】

高いレベルの耐摩耗性および／または熱安定性と低いレベルの破壊靱性が求められる用途では、作業面での触媒含有量がゼロに近くてもよい。作業面から延在するダイヤモンド本体の領域での触媒材料は、そこから触媒材料を除去するために浸出されるか、そうでなければ処理されてもよく、この処理された領域から延在するダイヤモンド本体における触媒材料の体積含有率は、PCD本体と母材との間に所望の度合いの結合強度を得られるだけの量であってもよい。また、望ましいのであれば、PCD材料全体を処理して触媒材料を除去し、触媒材料を実質的に含まないダイヤモンド結合本体を残してもよい。このような処理されたPCD材料は、追加の材料の残りの相を有してもよく、かつ／またはさまざまなダイヤモンド体積含有率を有してもよい。

【0071】

PCD構造体を形成するための母材として有用な好適な材料は、従来、成形体を所望の切削工具または摩擦掘削工具に取り付けるために従来のPCD成形体の母材として用いられているものを含む。好適な母材材料としては、金属材料、セラミック材料、サーメット材料、これらの混合物から形成されるものがあげられる。一実施態様では、母材は、あらかじめ形成された状態で準備される。あるいは、母材は、母材前駆体粉末混合物の形態で準備されてもよいし、未焼結状態部分の形態で準備されてもよい。

【0072】

一実施態様では、母材は、処理時に隣接するダイヤモンド粉末に溶浸して、本体を形成するためのダイヤモンド間結合を容易にし、ダイヤモンド粉末と一体に結合されてPCD成形体を形成できる、金属溶媒触媒の形態での触媒材料を含む。好適な金属溶媒の触媒材料としては、触媒材料に関して上述したものがあげられる。特に好ましい金属溶媒触媒は、Coである。好ましい実施形態では、母材材料はWC-Coを含む。

【0073】

望ましいのであれば、母材とPCD材料を、平らな界面を有するように構成してもよいし、平らではない界面を有するように構成してもよい。PCD成形体でPCD本体と母材との間に高いレベルの結合強度が必要な特定の用途では、平らではない界面を使用して、隣接する表面間の表面積を増やし、機械的なカップリングの度合いと両者間の耐荷重能を高めると望ましいことがある。平らではない界面は、隣接する各々のPCD本体と母材界面表面に沿って配置される、単一または複数の互いにかみ合う表面造作の形で準備されてもよい。

【0074】

図3および図4は、追加の材料を含有するか、あるいは含有せずに、触媒体積含有率が徐々に変化する、上述したようなPCD本体18を有する一実施態様のPCD構造体16を示す。触媒および任意の添加材料は、PCD材料の微細構造の格子間領域に配置される。PCD本体18は、たとえば上述したようなHPHT処理時に、母材20に一体に結合される。この実施態様では、PCD構造体は、PCD本体の頂部に沿って配置される、ほぼ平らな作業面20を有する。また、個々の最終用途に応じて、PCD本体の端面23および／または側面24の全体または一部も、作業面として機能してもよい。上述したように、作業面での触媒材料の体積含有率は、約7パーセント未満であり、母材に近づくにつれて高くなる。

【0075】

以上、PCD構造体の個々の実施形態すなわち、略平坦な作業面と、円筒形の外壁とを

10

20

30

40

50

有するものを説明してきたが、PCD構造体の個々の構成は、個々の最終用途に応じて異なっているように、これに応じて変わることになり、このような構成のばらつきも、本発明の範囲内に包含されることは、理解されたい。

【0076】

上記にて簡単に説明したように、本発明のPCD本体は、ダイヤモンド体積含有率が単一すなわち一定である均質なPCD相または領域1つを含んで構成されてもよいし、各々が異なるダイヤモンド体積含有率を有する2つまたは3つ以上のPCD相または領域を含んで構成されてもよい。異なるダイヤモンド体積含有率を有する、異なる領域を含むPCD本体の実施形態では、異なる領域での特定のダイヤモンド体積含有率は、個々のPCD構造体の構成と最終用途とに応じて異なっているように、これらに応じて変わることになる。

10

【0077】

作業面に沿った部分の触媒含有量が少なく、本体内で触媒含有量が徐々に増加する本発明のPCD構造体の特徴のひとつに、PCD本体で、耐摩耗性、熱安定性、破壊靱性、不要な剥離に対する耐性が最も必要とされる箇所で、これらの特性の最適な組み合わせが得られるということがある。たとえば、PCD本体の作業面で耐摩耗性および熱安定性の特性が改善されるのに対し、PCD本体の作業面の真下でPCD強度と破壊靱性の最適な分布が得られ、母材との界面で不要な剥離に対する耐性が改善される。

【0078】

本発明のPCD構造体は、多数の異なる用途で使用するよう構成される。これらの用途は、たとえば、熱安定性、耐久性および耐摩耗性、強度、靱性および衝撃抵抗、剥離に対する耐性という特性を兼ね備えることが高く望まれる、採鉱、切削、機械加工、建設用に用いられる工具の切削要素および／または摩耗(wear)要素などである。本発明のPCD構造体は、ローラーコーンロックビット、パーカッションビットまたはハンマービット、ダイヤモンドビット、シャーカッターなど、機械工具および地下ドリルおよび採鉱ビットに用いられる構成要素で、作業面、摩擦掘削(wear)面および／または切削面を形成するのに特に適している。

20

【0079】

図5は、ローラーコーンドリルビットまたはパーカッションビットまたはハンマードリルビットにおいて、摩擦掘削または切削の用途に用いられるインサート76の形で提供される、一実施態様のPCD構造体を示す。たとえば、このようなPCDインサート76は、先に開示した1つまたは2つ以上の母材材料で形成される母材78を含んで構成される。母材78は、触媒材料の含有量が徐々に変化する、上述したように構成されたPCD本体80に取り付けられる。この特定の実施形態では、PCDインサート76は、ドーム形の作業面82を含む。インサート76は、所望の形状にプレスまたは機械加工されてもよい。また、本発明のPCD構造体は、上記にて具体的に説明し、図5に示した以外の幾何学形状を有するインサートの形成にも使用できることは、理解されたい。

30

【0080】

図6は、上記にて開示し、図5に示した摩擦掘削用または切削用のPCDインサート76を複数個含む、ロックビット84の形のロータリービットまたはローラーコーンドリルビットを示す。ロックビット84は、3本の脚88が延びた本体86と、各脚の下端に装着されたローラーカッターコーン90とを含む。インサート76は、本発明の材料およびPCD本体を含む上述したものと同一であり、掘削対象となる岩石層に圧力をかけるために、各カッターコーン90の表面に設けられている。

40

【0081】

図7は、パーカッションビットまたはハンマービット92と併用される、上記にて説明し、図5に示したPCDインサートを示す。ハンマービットは通常、中空のスチール製本体94を備え、この本体の端に、油井などを掘削するためのドリルストリング(図示せず)にビットを取り付けるためのねじ付きピン96がある。本体94のヘッド98の表面には、掘削対象となる地下層に圧力をかけるために、複数のインサート76が設けられてい

50

る。

【0082】

図8は、たとえば、地下層掘削用のドラッグビットと併用されるシャーカッター100を形成するのに用いられるような、本発明の一実施態様のPCD構造体を示す。PCDシャーカッター100は、上述したように、焼結されるか、そうでなければカッター母材104に取り付けられたPCD本体102を備える。PCD本体102は、作業面または切削面106を含み、上述したようにして形成される。上述したように、シャーカッター用の作業面または切削面は、上面から、上面の円周端を画定している端面および／または傾斜面まで延在してもよい。本発明のPCD構造体は、上記にて具体的に説明し、図8に示した以外の幾何学形状を有するシャーカッターを形成するのに用いられてもよいことは、

10

【0083】

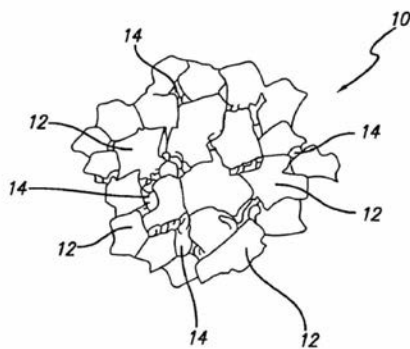
図9は、上記にて説明し、図8に示した複数のPCDシャーカッター100を含むドラッグビット108を示す。シャーカッターは各々、掘削対象となる地下層を切削するためにドラッグビットのヘッド112から延在するブレード110に取り付けられている。本発明のPCDシャーカッターは、金属製の母材を含むため、ろう付けまたは溶接などの従来の方法で、ブレードに取り付けられる。

【0084】

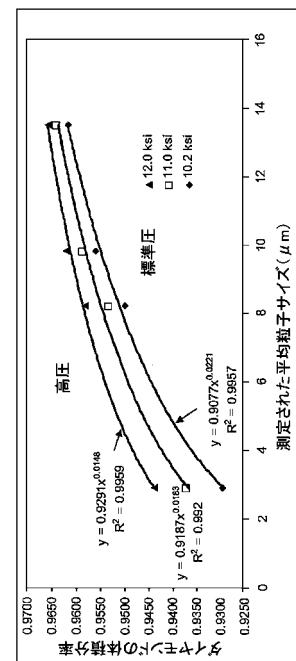
本発明の原理による、PCD構造体およびそれを製造する方法の、他の改変および変更は、当業者には自明であろう。したがって、添付の特許請求の範囲に記載の主旨の範囲内で、具体的に説明した意外の形でも本発明を実施できることは、理解されたい。

20

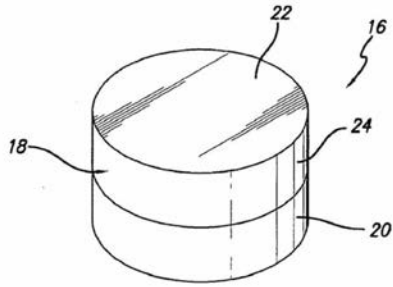
【図1】



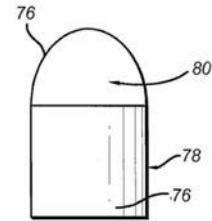
【図2】



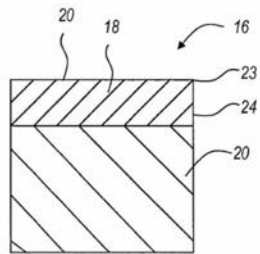
【図 3】



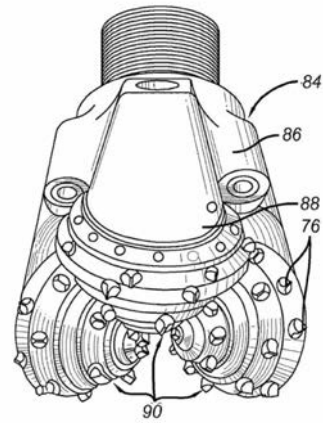
【図 5】



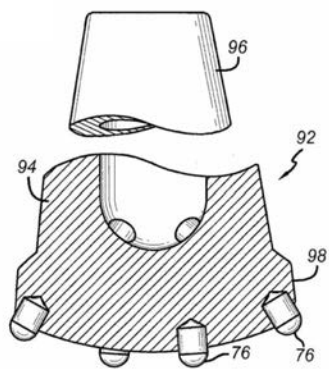
【図 4】



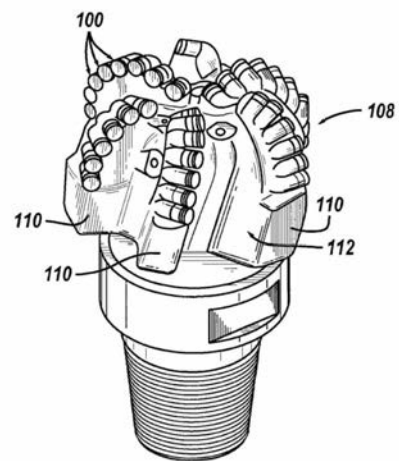
【図 6】



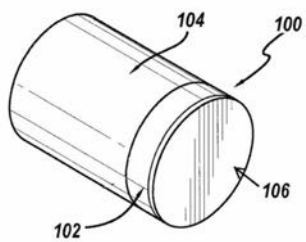
【図 7】



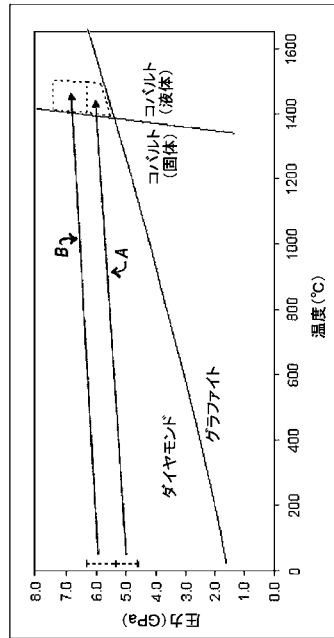
【図 9】



【図 8】



【図 10】



【手続補正書】

【提出日】平成29年1月25日(2017.1.25)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

ダイヤモンド結合構造体。

フロントページの続き

(72)発明者 ヴォロニン, ジョージ

アメリカ合衆国・ユタ州 84058・オレム・1476 サウス 100 イースト

(72)発明者 ユ, フェン

アメリカ合衆国・ユタ州 84062・プレゼント グルーヴ・サウス マードック ドライブ
564

(72)発明者 カリヴォー, ピーター

アメリカ合衆国・ユタ州 84020・ドレイパー・イーグル クレスト ドライブ 15011

Fターム(参考) 2D129 AA04 BA19 GB02 GB04 GB08

4K018 AB01 AB02 AB03 AB04 AB07 AC01 AD17 BA04 BA13 EA12

KA15

【外国語明細書】
2017141507000001.pdf