



(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. C04B 41/85 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2007년04월13일 10-0707405 2007년04월06일
---	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-2002-7012039	(65) 공개번호	10-2002-0092985
(22) 출원일자	2002년09월13일	(43) 공개일자	2002년12월12일
심사청구일자	2005년02월28일		
번역문 제출일자	2002년09월13일		
(86) 국제출원번호	PCT/RU2000/000086	(87) 국제공개번호	WO 2001/68559
국제출원일자	2000년03월15일	국제공개일자	2001년09월20일

(81) 지정국

국내특허 : 알바니아, 아르메니아, 오스트리아, 오스트레일리아, 아제르바이잔, 보스니아 헤르체고비나, 바베이도스, 불가리아, 브라질, 벨라루스, 캐나다, 스위스, 중국, 쿠바, 체코, 독일, 덴마크, 에스토니아, 스페인, 핀란드, 영국, 그루지야, 헝가리, 이스라엘, 아이슬란드, 일본, 케냐, 키르기스스탄, 북한, 대한민국, 카자흐스탄, 세인트루시아, 스리랑카, 리베이라, 레소토, 리투아니아, 룩셈부르크, 라트비아, 몰도바, 마다가스카르, 마케도니아공화국, 몽고, 말라위, 멕시코, 노르웨이, 뉴질랜드, 슬로베니아, 슬로바키아, 타지키스탄, 투르크멘, 터키, 트리니다드토바고, 우크라이나, 우간다, 미국, 우즈베키스탄, 베트남, 폴란드, 포르투갈, 루마니아, 러시아, 수단, 스웨덴, 싱가포르, 그라나다, 가나, 감비아, 크로아티아, 인도네시아, 인도, 시에라리온, 세르비아 앤 몬테네그로, 짐바브웨,

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스, 키르기스스탄, 카자흐스탄, 몰도바, 러시아, 타지키스탄, 투르크멘,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스,

OA OAPI특허 : 부르키나파소, 베닌, 중앙아프리카, 콩고, 코트디부아르, 카메룬, 가봉, 기니, 말리, 모리타니, 니제르, 세네갈, 차드, 토고, 기니 비사우,

(73) 특허권자

하다이드 리미티드  
영국 오엑스26 4유엘 옥스퍼드셔 비세스터 웻지우드 로드 유닛 11

(72) 발명자

락호트킨주어리빅토로비치  
러시아모스크바127474케이브이.63디.10/1유엘.셀리게르스카야

쿠즈민블라디미르페트로비치  
러시아모스크바117574케이브이.142디.19유엘.골루빈스카야

(74) 대리인

유미특허법인

(56) 선행기술조사문헌  
US 4063907 A  
\* 심사관에 의하여 인용된 문헌

심사관 : 김준규

전체 청구항 수 : 총 26 항

## (54) 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료용 접착성 복합 코팅, 및 상기 코팅의 제조 방법

### (57) 요약

본 발명의 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅은 텅스텐 카바이드 내층 및 텅스텐 외층으로 결합으로 이루어지며, 여기서 두 층 모두 플루오르와 합금된다. 본 발명의 코팅은 소성 시에도 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료의 양호한 접착을 보존한다. 상기 코팅의 적용 방법 또한 본 발명에 포함된다.

### 특허청구의 범위

#### 청구항 1.

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐의 층을 포함하는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 2.

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐 모노카바이드 WC의 층을 포함하는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 3.

제2항에 있어서,

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐의 층이 상기 텅스텐 모노카바이드 층의 상부에 적용되는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 4.

제2항에 있어서,

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐 세미카바이드(tungsten semi-carbide)  $W_2C$ 의 층이 상기 텅스텐 모노카바이드 층의 상부에 적용되는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 5.

제4항에 있어서,

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐의 외층을 포함하는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 6.

제4항에 있어서,

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐 서브카바이드(tungsten subcarbide)  $W_3C$ 의 층이 상기 텅스텐 세미카바이드 층의 상부에 적용되는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 7.

제6항에 있어서,

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐의 외층을 포함하는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 8.

제6항에 있어서,

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐 서브카바이드  $W_{12}C$ 의 층이 상기 텅스텐 서브카바이드  $W_3C$  층의 상부에 적용되는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 9.

제8항에 있어서,

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐의 외층을 포함하는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 10.

제4항에 있어서,

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐 서브카바이드  $W_{12}C$ 의 층이 상기 텅스텐 세미카바이드  $W_2C$  층의 상부에 적용되는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 11.

제10항에 있어서,

0.0004-0.3 중량% 함량의 플루오르와 합금된 텅스텐의 외층을 포함하는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

#### 청구항 12.

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 텅스텐 카바이드 내층은 0.1-10  $\mu\text{m}$ 의 두께를 가지며, 상기 텅스텐 외층은 0.1-10  $\mu\text{m}$ 의 두께를 가짐으로써 상기 내층과 외층의 두께 비율이 1:1 내지 1:100인 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료 상의 코팅.

### 청구항 13.

텅스텐 분말 및 플루오르를 불활성 충전재 중량의 0.003-5 중량% 함량으로 함유하는 장입물(charge) 매질 중에 다이아몬드 또는 다이아몬드-함유 재료로 이루어진 기재를 배치하는 단계, 그리고 700-1200℃로 가열하는 단계를 포함하는 다이아몬드 또는 다이아몬드-함유 재료로 이루어진 기재 상의 코팅 적용 방법.

### 청구항 14.

제13항에 있어서,

상기 방법이 700-800℃의 온도 하에 0.003-0.7 중량%의 플루오르 함량을 갖는 장입물 중에서 수행되어 플루오르와 합금된 텅스텐의 코팅이 제조되는 코팅 적용 방법.

### 청구항 15.

제13항에 있어서,

상기 방법이 950-1200℃ 하에 0.05-3 중량%의 플루오르 함량을 갖는 장입물 중에서 10분간 수행되어 플루오르와 합금된 텅스텐 모노카바이드 WC로 이루어진 코팅이 제조되는 코팅 적용 방법.

### 청구항 16.

삭제

### 청구항 17.

제13항에 있어서,

상기 방법이 920-1150℃ 하에 0.01-2.5 중량%의 플루오르 함량을 갖는 장입물 중에서 12분간 수행되어 텅스텐 모노카바이드 WC 및 텅스텐 세미카바이드  $\text{W}_2\text{C}$ 의 코팅이 제조되는 코팅 적용 방법.

### 청구항 18.

삭제

### 청구항 19.

제13항에 있어서,

상기 방법이 900-1100℃ 하에 0.008-2.0 중량%의 플루오르 함량을 갖는 장입물 중에서 15분간 수행되어 텅스텐 모노카바이드 WC, 텅스텐 세미카바이드  $\text{W}_2\text{C}$  및 텅스텐 서브카바이드  $\text{W}_3\text{C}$ 를 함유하는 코팅이 제조되는 코팅 적용 방법.

### 청구항 20.

삭제

## 청구항 21.

제13항에 있어서,

상기 방법이 850-1050℃ 하에 0.005-1.5 중량%의 플루오르 함량을 갖는 장입물 중에서 17분간 수행되어 텅스텐 모노카바이드 WC, 텅스텐 세미카바이드  $W_2C$  및 텅스텐 서브카바이드  $W_3C$ 와  $W_{12}C$ 의 혼합물을 함유하는 코팅이 제조되는 코팅 적용 방법.

## 청구항 22.

삭제

## 청구항 23.

제13항에 있어서,

상기 방법이 800-1000℃ 하에 0.004-1.0 중량%의 플루오르 함량을 갖는 장입물 중에서 20분간 수행되어 텅스텐 모노카바이드 WC, 텅스텐 세미카바이드  $W_2C$  및 텅스텐 서브카바이드  $W_{12}C$ 를 함유하는 코팅층이 제조되는 코팅 적용 방법.

## 청구항 24.

삭제

## 청구항 25.

다이아몬드 또는 다이아몬드-함유 재료로 이루어진 기재 상의 코팅 적용 방법으로서,

- a) 다이아몬드 기재를 믹서가 장착된 화학적 기상 증착(chemical vapor deposition) 반응기 내에 배치하는 단계;
- b) 상기 반응기의 압력을 10 Pa로 감압하는 단계;
- c) 상기 기재를 가열하는 단계;
- d) 상기 반응기에 텅스텐 헥사플루오라이드 및 수소를 공급하는 단계;
- e) 상기 기재 상에서 텅스텐층이 형성되는데 필요한 시간 동안 상기 기재를 방치하는 단계;
- f) 텅스텐 헥사플루오라이드 및 수소의 공급을 차단하는 단계;
- g) 상기 반응기의 압력을 0.01 Pa로 감압하는 단계;
- h) 상기 기재를 텅스텐 카바이드의 형성에 요구되는 온도까지 재가열(어닐링)하는 단계; 및
- i) 텅스텐 카바이드의 형성에 필요한 시간 동안 상기 기재를 방치하는 단계

를 포함하는 코팅 적용 방법.

## 청구항 26.

제25항에 있어서,

상기 방법은 2-150 kPa의 반응기 압력 및 400-800℃의 기재 온도에서 수행되고, 수소에 대한 텅스텐 헥사플루오라이드의 비율은 0.01-0.3이고, 상기 기체는 0.01 Pa 이하의 감압 하에 800-1200℃에서 어닐링되는 코팅 적용 방법.

## 청구항 27.

제26항에 있어서,

상기 기재의 어닐링 단계가 1100-1200℃에서 수행되어 텅스텐 모노카바이드 WC의 내층 및 텅스텐 외층으로 이루어진 코팅이 제조되는 코팅 적용 방법.

## 청구항 28.

제26항에 있어서,

상기 기재의 어닐링 단계가 1000-1100℃에서 수행되어 텅스텐 모노카바이드 WC 및 텅스텐 세미카바이드  $W_2C$ 의 내층, 그리고 텅스텐 외층으로 이루어진 코팅이 제조되는 코팅 적용 방법.

## 청구항 29.

제26항에 있어서,

상기 기재의 어닐링 단계가 950-1000℃에서 수행되어 텅스텐 모노카바이드 WC, 텅스텐 세미카바이드  $W_2C$  및 텅스텐 서브카바이드  $W_3C$ 의 내층, 그리고 텅스텐 외층으로 이루어진 코팅이 제조되는 코팅 적용 방법.

## 청구항 30.

제26항에 있어서,

상기 기재의 어닐링 단계가 850-950℃에서 수행되어 텅스텐 모노카바이드 WC, 텅스텐 세미카바이드  $W_2C$  및 텅스텐 서브카바이드  $W_3C$ 와  $W_{12}C$  혼합물의 내층, 그리고 텅스텐 외층으로 이루어진 코팅이 제조되는 코팅 적용 방법.

## 청구항 31.

제26항에 있어서,

상기 기재의 어닐링 단계가 800-850℃에서 수행되어 텅스텐 모노카바이드 WC, 텅스텐 세미카바이드  $W_2C$  및 텅스텐 서브카바이드  $W_{12}C$ 의 내층, 그리고 텅스텐 외층으로 이루어진 코팅이 제조되는 코팅 적용 방법.

명세서

### 기술분야

본 발명은 천연 및 합성 다이아몬드를 함유하는 재료에 대한 복합 표면 시스템(composite surface system)에 관한 것이다. 상기 복합 표면 시스템은 다이아몬드 공구 및 제품에서 결합제에 대한 높은 접착성을 제공할 뿐 아니라, 마모 및 화학

물질에 대한 높은 내성을 제공한다. 보다 구체적으로, 본 발명은 공구 또는 제품에서 금속 결합제에 대해 개선된 접착성을 갖는 천연 또는 합성 다이아몬드 혹은 다이아몬드-함유 재료 상의 복합 다층 코팅에 관한 것이다. 상기 다층 코팅은 텅스텐 외층 및 텅스텐 카바이드 내층으로 이루어진다.

## 배경기술

다이아몬드 공구의 조작 시에는 여전히 가공능을 유지하는 일부의 다이아몬드 결정립(grain)들이 결합제와 탈리되어 공구에서 떨어져 나온다. 일부의 다이아몬드 결정립들은 표면 균열 및 기공(pore)의 존재로 인해 파쇄 및 파괴된다. 따라서, 다이아몬드 공구는 그다지 장기간 동안 가용 상태를 지속하지 못한다.

다이아몬드 결정립의 탈리는 결정립을 공구에 고정하는 데 사용하는 결합제에 대해 이들의 접착력이 약하기 때문이다.

취성 파쇄(brittle fracture)는 공업용으로 사용되는 다이아몬드에서의 결합(표면 기공 및 미세 균열)으로 인해 공구 또는 제품의 사용 중에 발생하는 응력에서 기인하는 다이아몬드 결정 내에서의 균열 확산과 함께 발달된다. 따라서, 다이아몬드 공구의 성능을 개선시키는 방법 중 하나는 다이아몬드 공구에서 다이아몬드 결정립과 매트릭스(결합제) 사이의 결합 강도를 증가시키는 것과, 다이아몬드 결정립 자체의 강도를 증가시키는 것이다(다이아몬드 결정립의 결합 표면 강화). 또 다른 방법은 땀질하는 동안 세팅에 대한 보석-절삭 다이아몬드의 접착성을 증가시키는 것이다.

접착성 코팅은 다이아몬드 결정립에 적용되어 금속 및 세라믹 매트릭스, 예를 들면 철 그룹의 금속(니켈, 코발트 및 그들의 합금)으로 이루어진 코팅에 대한 결정립의 접착성을 증가시키나, 이들 코팅에 대한 다이아몬드의 양호한 접착을 유지시키지는 못한다. 게다가, 철 그룹의 금속들은 고온에서 다이아몬드가 흑연으로 전환되는 과정을 촉진한다. 즉, 이들 금속의 작용에 의해 다이아몬드의 부피가 감소한다. 이러한 코팅을 적용하기 위해 널리 사용되는 간단한 방법은 수용액으로부터의 전기 화학적 또는 화학적 증착이다.

예를 들면, 국제 출원 WO 97/09469에는 전해성 니켈(electrolytic nickel)에 의한 다이아몬드 결정립이 내장된 구조의 금속화(metallisation)를 통해 펜슬형 다이아몬드 공구를 제조하는 방법이 기재되어 있다. 전해성 니켈은 다이아몬드 결정립을 공구 내의 금속 결합제에 결합시킴으로써 얻어지는 접착성 코팅이다. 그러나, 접착제는 통상적으로 구리-니켈 합금으로 제조되기 때문에, 다이아몬드에 대한 니켈 코팅의 접착 강도는 다이아몬드에 대한 금속 결합제의 접착 강도와 실질적으로는 차이가 없다.

카바이드-형성 코팅은 공업용 다이아몬드 표면에 적용되어 기계 가공 (machining), 교정 및 드릴 공구의 내구성을 향상시킨다. 예를 들면 Ti, Zr, V, Nb, Cr, Mo와 같은 거의 모든 전이 금속들은 해당 카바이드를 형성함으로써 다이아몬드와 능동적으로 상호 작용한다. 얻어지는 카바이드는 불충분한 보호 특성을 나타낸다(카바이드를 통한 탄소의 확산 속도가 빠르고, 이로 인해 다이아몬드의 흑연화(graphitisation)가 초래되어 강도가 저하되며; 다이아몬드 공구의 높은 작업 온도에서 카바이드의 기계적 특성이 저하됨).

텅스텐의 카바이드는 고온에서 최대의 강도 특성을 가지며, 텅스텐 및 다이아몬드의 과도한 원자간 결합력으로 인해 탄소 확산에 대한 우수한 장벽이 되기 때문에, 텅스텐은 독특한 보호성 금속일 수 있다. 예를 들면, PCT/US96/12462에는 텅스텐 카바이드 입자, 그리고 금속의 카바이드 및 니트라이드와 같은 금속-세라믹 또는 코발트를 함유하는 텅스텐 카바이드 입자를 함유하는 물질로 코팅된 다이아몬드를 함유하는 공구의 강화가 기재되어 있다. 상기 입자들은 세련법, 예를 들면 용접에 의해 코팅 내로 도입된다. 일반적으로, 다이아몬드 입자에 대한 복합층 (combined layer)의 접착력은 강하지 않다. 한편, 다이아몬드 입자의 기계적 특성은 특히 합성 다이아몬드가 사용되는 경우 소결 온도에서 열화된다.

영국 특허 GB 614396호에는 다이아몬드 또는 이와 유사한 내화성 재료의 금속화 방법이 기재되어 있다. 상기 방법은 예를 들면, 사염화탄소를 이용한 화학적 세정, 진공 하에서의 이온 충격에 의한 물리적 세정, 그리고 원하는 금속의 증착 (deposition) 단계로 이루어진다. 그러나, 물리적 기상 증착(physical vapor deposition) 방법은 다이아몬드 강화용으로는 이상적이지 못한데, 이는 이온화된 입자의 응력이 다이아몬드 표면의 균열 및 그 밖의 음영진 슬릿 결함(shaded slit defect) 내로 유입되지 못하므로 표면을 접합시킬 수 없기 때문이다. 한편, 잘 개발된 표면 세정 공정의 경우에도 상기 방법에 의해서는 통상적으로 접착성 카바이드층이 형성되지 못하기 때문에, 물리적으로 증착된 필름은 접착성이 저조하다. 단지 화학적 기상 증착 방법만이 다이아몬드에 대한 양호한 접착 문제를 해결할 수 있을뿐 아니라, 그 표면의 결함을 치유함으로써 이러한 양호한 접착을 강화할 수 있다.

PCT/GB98/02900에는 공업용 다이아몬드의 표면 결함을 채워주는 다이아몬드막을 적용함으로써 공구에 사용된 다이아몬드 결정립을 강화하는 것에 대해 기재되어 있다. 그러나, 상기 다이아몬드 코팅 표면은 다이아몬드 공구의 제조 시 금속 매트릭스에 대해 낮은 접착 강도를 나타낸다.

### 발명의 상세한 설명

본 발명의 목적은 천연 및 합성 다이아몬드와 그 혼성물의 결합 표면을 강화하는 동시에, 다이아몬드 공구 또는 제품에서 결합제에 대한 접착성을 향상시키는 것이다. 이러한 목적은 다이아몬드 또는 그 혼성물의 기계적 특성에 영향을 주지 않는 저온에서 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료에 텅스텐 카바이드 코팅을 적용함으로써 달성된다.

본 발명의 양태 중 하나는 단일층 텅스텐, 또는 텅스텐 모노카바이드 WC로 이루어진 단일상 텅스텐 카바이드일 수 있는 다이아몬드 입자 또는 다이아몬드-함유 재료의 코팅으로, 여기서 텅스텐 및 텅스텐 모노카바이드 모두 0.0004 내지 0.3 중량% 함량의 플루오르와 함유된다.

상기 코팅은 텅스텐 모노카바이드 내층과 텅스텐 외층으로 이루어지는 이중층(bilayer) 코팅일 수 있다.

상기 코팅은 텅스텐 외층 및 텅스텐 카바이드 내층을 포함하는 다층(다중 적층; multilaminar) 코팅일 수 있다. 다이아몬드-함유 기재 및 텅스텐 모노카바이드 내층의 상부에서, 상기 코팅은 텅스텐 세미카바이드(semi-carbide)  $W_2C$ , 텅스텐 서브카바이드(subcarbide)  $W_3C$ , 텅스텐 서브카바이드  $W_3C$ 와  $W_{12}C$ 의 혼합물, 그리고 텅스텐 서브카바이드  $W_{12}C$ 의 연속층을 포함할 수 있다. 접착성 다층 코팅에서는 텅스텐 외층이 결여되어 있을 수 있다.

금속 텅스텐 외층에 대한 카바이드 내층의 두께 비는 0.1 내지  $10\ \mu m$ 의 두께의 상기 코팅층에 대해 1:1 내지 1:100 범위에서 가변적일 수 있다.

다층 복합 코팅 중 각 층의 기능은 서로 다르다. 텅스텐 외층은 다이아몬드 공구 또는 제품에서 금속 결합제에 대한 최상의 접착성을 제공한다. 외층에서 텅스텐을 텅스텐 카바이드로 대체하면 결합제의 접착성이 저하된다. 텅스텐 모노카바이드의 내층은 다이아몬드-함유 재료에 대한 복합 코팅의 접착을 유지시키는 데 필요하다. 중간층은 텅스텐 세미카바이드, 또는  $W_2C$ ,  $W_3C$  및  $W_{12}C$ 에 해당하는 중간 카바이드의 전체 세트를 포함함으로써, 텅스텐 모노카바이드에서 금속성 텅스텐까지 완전한 탄소 함량 구배를 제공하고 외층에 대한 내층의 접착을 유지시킬 수 있다. 나아가, 강화의 복합 효과는 다층 코팅을 이용함으로써 보다 근본적으로 충족된다.

카바이드상의 형성은 다이아몬드 표면의 결합 영역에서 시작된다. 그 결과로 다이아몬드 표면 내의 결합이 텅스텐 카바이드로 부분 충전되고 결정이 강화된다. 한편, 카바이드층이 형성되면서 이들은 다이아몬드 결정립으로부터 코팅으로 탄소 확산이 추가로 진행되는 것을 제한한다.

본 발명의 다른 양태는 다이아몬드 및 다이아몬드-함유 재료로 이루어진 기재 상의 상기 코팅의 적용 방법이다.

상기 과도적 내화성 금속에 의한 다이아몬드의 금속화에 흔히 사용되는 확산 방법은  $1400^\circ C$  이상의 가열 온도를 요하기 때문에 텅스텐 금속화에는 사용되지 않는다.  $1100^\circ C$  이상의 온도에서는 거의 모든 부류의 공업용 합성 및 천연 다이아몬드가 강도를 상실하는 것으로 알려져 있다.

확산 방법에 의한 텅스텐 카바이드 코팅의 적용 온도를 감소시키기 위하여,  $700^\circ C$  이상의 온도에서 허용되는 속도로 다이아몬드 표면에서의 텅스텐 카바이드 복합 코팅의 발달을 보장할 수 있는 특별한 장입물(charge)의 용도가 제안된다.

제안된 장입물은 불활성 충전재(inert filler), 예를 들면 알루미늄 산화물을 함유하거나 함유하지 않으며, 플루오르-함유 재료를 0.003-5.0 중량% 범위 내에서 함유하는 텅스텐 분말을 함유한다. 다층 코팅의 조성 및 두께는 다이아몬드 결정이 장입물 내에서 방치되는 시간 및 온도, 그리고 장입물 내의 플루오르 함량 변화에 따라 변한다.

다이아몬드 그리트(grit) 또는 다이아몬드-함유 제품을 불활성 충전재를 함유하거나 함유하지 않으며 0.003-5.0 중량% 범위 내의 플루오르 함량을 갖는 텅스텐 장입물과 혼합한다. 0.01 Pa 이하의 압력으로 배기된 감압 노(爐) 내에 도가니를 배치한다. 노를 소정의 온도로 가열하고, 다이아몬드 표면에 원하는 두께의 다층 텅스텐 카바이드 코팅이 생성되기까지 필요한 시간 동안 이 온도에서 유지한다.

그런 후, 도가니가 들어 있는 노를 연속 배기하여 실온으로 냉각한다. 노에서 도가니를 꺼내고, 다이아몬드 입자의 장입물을 도가니에서 꺼낸다. 이어서, 체질을 이용해 다이아몬드 입자를 장입물로부터 분리한다.

상기 다층 텅스텐 카바이드 코팅의 다른 적용 방법은 다이아몬드 결정 또는 기타 다이아몬드-함유 재료를 화학적 기상 증착 반응기 내에서 400-800℃의 온도 및 2-150 kPa의 반응 혼합물 압력 하에 텅스텐 헥사플루오라이드 및 수소의 매질 중에 방치하는 것이다. 반응 혼합물은 불활성 기체, 예를 들면 아르곤을 95 부피%까지 함유할 수 있다. 수소 함량은 99%에 달할 수 있으며, 텅스텐 헥사플루오라이드 함량은 30% 이하일 수 있다.

모든 오염물이 제거되고 탈지된 표면을 갖는 다이아몬드 그리트 및 다이아몬드-함유 제품을 전기 히터 및 믹서가 장착된 직류식(direct-flow) 화학적 기상 증착 반응기 내에 넣는다. 상기 화학적 반응기를 질소 결빙 트랩이 구비된 초기 배기 펌프(roughing pump)를 이용해 최대 감압 상태로 배기시킨 후, 수소 또는 아르곤을 반응기에 공급한다. 그런 다음, 믹서를 작동시키고 다이아몬드 입자가 들어 있는 반응기를 요구되는 온도로 가열하여, 그 온도에서 0.5-1시간 동안 유지시킨다. 이어서, 반응기 내에서 요구되는 일반 압력 및 필요한 수소의 유속을 설정한다. 그런 다음, 30℃로 예열된 텅스텐 헥사플루오라이드의 요구되는 유속을 설정한다. 다이아몬드 그리트 또는 기타 다이아몬드-함유 제품을 연속 교반하면서 소정의 조건 하에서 텅스텐층의 적용에 요구되는 시간 동안 방치한다. 이어서, 텅스텐 헥사플루오라이드의 공급을 중단하고, 그리트 또는 입자를 고온으로 가열(어닐링)하고 텅스텐 카바이드 내층의 생성에 요구되는 시간 동안 그 상태로 유지시킨다. 이후, 교반과 동시에 수소 또는 아르곤을 연속 공급하면서 반응기를 실온으로 냉각한다. 그런 뒤, 수소 또는 아르곤의 공급을 중단하고, 반응기에 공기를 유입시킨다. 다이아몬드 그리트 또는 입자가 들어 있는 노를 반응기에서 꺼낸다.

## 실시예

### 실시예 1

0.1 중량%의 플루오르 함량을 갖는 텅스텐 장입물 및 30-50 캐럿 크기의 천연 다이아몬드를 10:1의 부피비로 0.01 Pa의 감압 하에서 750℃의 온도에 1.5시간 동안 방치하였다. 그 결과, 0.004 중량%의 플루오르 함량을 갖는 1.2  $\mu\text{m}$  두께의 텅스텐 코팅이 상기 다이아몬드 상에 증착되었다.

### 실시예 2

1 중량%의 플루오르 함량을 갖는 불활성 충전재를 함유하는 텅스텐 장입물 및 20-30 캐럿 크기의 천연 다이아몬드를 10:1:1의 부피비로 0.01 Pa의 감압 하에서 1100℃의 온도에 10분 동안 방치하였다. 그 결과, 0.008 중량%의 플루오르 함량을 갖는 0.2  $\mu\text{m}$  두께의 텅스텐 모노카바이드 WC의 코팅이 상기 다이아몬드 상에 증착되었다.

### 실시예 3

0.85 중량%의 플루오르 함량을 갖는 불활성 충전재를 함유하는 텅스텐 장입물 및 20-30 캐럿 크기의 천연 다이아몬드를 10:1:1의 부피비로 0.01 Pa의 감압 하에서 1050℃의 온도에 1시간 동안 방치하였다. 그 결과, 총 0.008 중량%의 플루오르 함량 및 총 0.25  $\mu\text{m}$  두께의 텅스텐 외층을 갖는 텅스텐 모노카바이드의 코팅이 상기 다이아몬드 상에 증착되었다.

### 실시예 4

0.7 중량%의 플루오르 함량을 갖는 텅스텐 장입물 및 400-315  $\mu\text{m}$  크기의 합성 다이아몬드를 12:1의 부피비로 0.01 Pa의 감압 하에서 1050℃의 온도에 11분간 방치하였다. 그 결과, 총 0.15  $\mu\text{m}$  두께 및 총 0.009 중량%의 플루오르 함량을 갖는 텅스텐 모노카바이드 WC 및 텅스텐 세미카바이드  $\text{W}_2\text{C}$ 의 이중층 코팅이 상기 다이아몬드 상에 증착되었다.

### 실시예 5

0.54 중량%의 플루오르 함량을 갖는 불활성 충전재를 함유하는 텅스텐 장입물 및 160-125  $\mu\text{m}$  크기의 합성 다이아몬드를 15:2:1의 부피비로 0.01 Pa의 감압 하에서 980℃의 온도에 19분간 방치하였다. 그 결과, 총 0.22  $\mu\text{m}$  두께 및 총 0.01 중량%의 플루오르 함량을 갖는 텅스텐 모노카바이드 WC, 텅스텐 세미카바이드  $\text{W}_2\text{C}$  및 텅스텐 서브카바이드  $\text{W}_3\text{C}$ 의 다층 코팅이 상기 다이아몬드 상에 증착되었다.

## 실시예 6

0.45 중량%의 플루오르 함량을 갖는 텅스텐 장입물 및 315-250  $\mu\text{m}$  크기의 합성 다이아몬드를 14:1의 부피비로 0.01 Pa의 감압 하에서 950℃의 온도에 1.5시간 동안 방치하였다. 그 결과, 총 2.3  $\mu\text{m}$  두께 및 총 0.0011 중량%의 플루오르 함량을 갖는 텅스텐 모노카바이드 WC, 텅스텐 세미카바이드  $\text{W}_2\text{C}$ , 텅스텐 서브카바이드  $\text{W}_3\text{C}$  및 텅스텐 외층으로 이루어진 다층 코팅이 상기 다이아몬드 상에 증착되었다.

## 실시예 7

30-50 캐럿 크기의 천연 다이아몬드를 화학적 기상 증착 반응기 내에서 텅스텐 헥사플루오라이드 및 수소가 1:50의 부피비로 포함된 혼합물 중에 550℃의 온도 및 총 4 kPa의 반응 혼합물 압력 하에 30분간 방치하였다. 이어서, 반응기를 0.01 Pa로 감압하고, 7  $\mu\text{m}$  두께의 텅스텐 코팅이 형성된 다이아몬드 결정을 1120℃의 온도에서 30분간 어닐링하였다. 그 결과, 총 0.005 중량%의 플루오르 함량을 갖는 텅스텐 모노카바이드 WC 및 텅스텐 외층으로 이루어진 이중층 코팅이 형성되었다.

## 실시예 8

20-30 캐럿 크기의 천연 다이아몬드를 상기 반응기 내에서 텅스텐 헥사플루오라이드 및 수소가 1:40의 부피비로 포함된 혼합물 중에 600℃의 온도 및 총 4 kPa의 반응 혼합물 압력 하에 25분간 방치하였다. 이어서, 반응기를 0.01 Pa로 감압하고, 9  $\mu\text{m}$  두께의 텅스텐 코팅이 형성된 다이아몬드 결정을 1030℃의 온도에서 45분간 어닐링하였다. 그 결과, 총 0.006 중량%의 플루오르 함량을 갖는 텅스텐 모노카바이드 WC, 텅스텐 세미카바이드  $\text{W}_2\text{C}$  및 텅스텐 외층으로 이루어진 다층 코팅이 형성되었다.

## 실시예 9

400-315  $\mu\text{m}$  크기의 합성 다이아몬드를 상기 반응기 내에서 텅스텐 헥사플루오라이드 및 수소가 1:50의 부피비로 포함된 혼합물 중에 570℃의 온도 및 총 4 kPa의 반응 혼합물의 압력 하에 20분간 방치하였다. 이어서, 반응기를 0.01 Pa로 감압하고, 5  $\mu\text{m}$  두께의 텅스텐 코팅이 형성된 다이아몬드 결정을 900℃의 온도에서 1시간 동안 어닐링하였다. 그 결과, 총 0.009 중량%의 플루오르 함량을 갖는 텅스텐 모노카바이드 WC, 텅스텐 세미카바이드  $\text{W}_2\text{C}$ , 텅스텐 서브카바이드  $\text{W}_3\text{C}$ 와  $\text{W}_{12}\text{C}$ 의 혼합물, 그리고 텅스텐 외층으로 이루어진 다층 코팅이 형성되었다.

## 산업상 이용 가능성

본 발명에 따라 적용된 코팅을 갖는 천연 다이아몬드에 대한 비교 파쇄 강도 테스트 결과, 다이아몬드 결정립의 강도가 비코팅 다이아몬드 결정에 비해 평균 12% 높은 것으로 나타났다. 본 발명은 크라운 및 기타 드릴링 비트(drilling bit)와 절삭기의 제조에 사용될 수 있다. 본 발명에 따라 코팅된 천연 다이아몬드 결정을 이용한 드릴링 비트의 생산성 테스트 결과, 드릴 비트를 교체하지 않은 경우에 비해 투과 깊이 또는 드릴링 속도가 50% 증가한 것으로 나타났다.

텅스텐 및 텅스텐 카바이드로 코팅된 다이아몬드는 단일 결정 공구를 제조하는 데도 유망하게 사용될 수 있다. 텅스텐 카바이드로 코팅된 합성 다이아몬드 또는 그들의 소결 응괴는 절삭 공구를 제조하는 데 사용될 수 있다. 예를 들면, 본 발명에 따라 코팅된 합성 다이아몬드 그리트가 장착된 다이아몬드 톱은 이것으로 코팅되지 않은 것에 비해 2배에 달하는 내구성을 나타낸다.