

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5420533号  
(P5420533)

(45) 発行日 平成26年2月19日(2014.2.19)

(24) 登録日 平成25年11月29日(2013.11.29)

(51) Int.Cl.	F I	
<b>C O 4 B 41/87 (2006.01)</b>	C O 4 B 41/87	N
<b>C O 4 B 41/90 (2006.01)</b>	C O 4 B 41/87	G
<b>C 2 3 C 16/38 (2006.01)</b>	C O 4 B 41/87	F
<b>C 2 3 C 14/06 (2006.01)</b>	C O 4 B 41/90	C
<b>B 2 4 D 3/00 (2006.01)</b>	C 2 3 C 16/38	

請求項の数 5 (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2010-508958 (P2010-508958)	(73) 特許権者	506231892
(86) (22) 出願日	平成20年5月22日(2008.5.22)		エレメント シックス リミテッド
(65) 公表番号	特表2010-527888 (P2010-527888A)		アイルランド国 カウンティ クレア、シ
(43) 公表日	平成22年8月19日(2010.8.19)		ャノン エアポート
(86) 国際出願番号	PCT/IB2008/052018	(74) 代理人	110000855
(87) 国際公開番号	W02008/142656		特許業務法人浅村特許事務所
(87) 国際公開日	平成20年11月27日(2008.11.27)	(74) 代理人	100066692
審査請求日	平成23年4月20日(2011.4.20)		弁理士 浅村 皓
(31) 優先権主張番号	2007/04166	(74) 代理人	100072040
(32) 優先日	平成19年5月22日(2007.5.22)		弁理士 浅村 肇
(33) 優先権主張国	南アフリカ(ZA)	(74) 代理人	100122655
			弁理士 浅野 裕一郎
		(74) 代理人	100107504
			弁理士 安藤 克則

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 コーティングされたCBN

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

c B N、亜酸化ホウ素又は炭化ホウ素の基材を提供するステップと、  
炭化物/窒化物/ホウ化物を形成するTi、Cr、又はMoから選択される金属であって、実質的に、炭化物、窒化物又はホウ化物の形である該金属の第1の層により基材をコーティングするステップと、

W、Mo、Cr、Ni、Ta、Au、Pt、Pd、及びそれらの合金から選択される高融点金属の第2の層により第1の層をコーティングするステップと、

Ag、Ni、Cu、Au、Pd、Pt、Rh、Os、Ir、Re、それらの組み合わせ又はそれらの合金のオーバーコーティングであって、該オーバーコーティングの金属が第2の層の金属とは異なるオーバーコーティングにより第2の層をコーティングするステップと

を含む、c B N、亜酸化ホウ素及び/又は炭化ホウ素から選択される、ホウ素又は窒素を含有するコーティングされた超硬質研磨材料の製造方法。

【請求項2】

前記基材が、0.01µm~20mmの大きさのc B Nグリットである、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記第1の層がTiNであって、前記第2の層がWであって、前記オーバーコーティングがAgである、請求項1に記載の方法。

## 【請求項 4】

前記第 1 の層を、CVD 又は PVD により付着させ、第 2 のコーティングを、PVD 又は CVD により付着させる、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の方法。

## 【請求項 5】

前記オーバーコーティングを、PVD、又は電解若しくは無電解の堆積により付着させる、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、ホウ素又は窒素を含有するコーティングされた超硬質研磨材料、このような材料の製造方法、及び、ホウ素又は窒素を含有するコーティングされた超硬質研磨材料を含有する工具に関する。特に、本発明は、コーティングされた cBN、亜酸化ホウ素及び / 又は炭化ホウ素の超硬質研磨材料、並びに酸化性の環境中でのこのような材料の使用に関する。cBN 研磨材料には、化学量論的 cBN グリットと、非化学量論的 cBN グリットと、酸素リッチ cBN グリットと、多結晶窒化ホウ素 (PCBN) ブランクと、cBN 成形体と、cBN の凝集体とが挙げられる。

10

## 【背景技術】

## 【0002】

ダイヤモンド及び cBN 等の超砥粒は、一般に、切削、磨砕、掘削、切断及び研磨の用途に用いられる。上記の用途用の cBN を含有する工具を製造する方法の一つは、ロウ付けである。しかしながら、ロウ付けの工程において、ロウが溶融する際にロウ付け材料が cBN の表面を湿潤するのを妨げる、cBN の表面の酸化ホウ素層の存在に起因して、cBN とロウ付け材料との間に十分な結合を達成するのが困難である。この湿潤の欠如は、一般に、ロウ付けにおける cBN の接着不良につながる。さらに、酸化ホウ素層は、cBN に弱く化学的に結合し、このことは、酸化ホウ素層と cBN との間の層間結合が弱いことを意味する。工具作製業においては、これらの両方の要因が、cBN の取入れを制限してきた。

20

## 【0003】

超砥粒含浸金属マトリックス工具の性能を改良するために、超砥粒にコーティングが付着されてきた。国際公開第 2005078041 号公報 (Egan 他、E6、2005) には、0.1 μm ~ 10 mm の大きさであるグリットにおける cBN 上に、TiN の第 1 の層と W の第 2 の層とをもつコーティングが記載されている。コーティングの TiN 及び W の組み合わせは、焼結中においてマトリックス材料の成分が TiN コーティングと反応すると、これを消耗してしまう場合に有用である。例えば、TiN 及び W の組み合わせは、超砥粒成分を別の金属又はセラミックの材料に固定するために用いられる液相が、チタン系コーティングと反応してこのコーティングを消耗してしまう場合に有用である。

30

## 【0004】

しかしながら、国際公開第 2005078041 号 (Egan 他、E6、2005)、及び cBN 上の他のコーティングに伴う問題は、コーティングへの損傷を防ぐために、非酸化環境中で工具を製造する必要があることである。酸化環境中でのコーティング表面の酸化は、マトリックス中でのコーティングの保持に影響を及ぼすことがある。さらに、コーティングにより提供される任意の保護が損なわれることがある。これらの両方の現象により、酸化環境中でのロウ付け時にコーティングにより提供される利益が制限される。

40

## 【0005】

それゆえに、ロウ付けは、通常、不活性ガスと非常に特別なロウとを伴い、真空下で行われ、それらすべてにより、ロウ付け工程が比較的困難で高価なものとなる。それゆえに、比較的安価な標準的なロウを用い、空気 (酸化環境) 中でロウ付けできる cBN 製品を有することにより、ロウ付け工程が単純化され、コストが低減される。

## 【0006】

US 5647878 (Lacovangelo 他、GE、1997) 及び US 5500

50

248 (Iacovangelo他、GE、1996)において、筆者らは、WTi結合層と、銀等の保護的な口相溶性オーバーコーティングとからなる2層コーティングを付着させることにより、化学的気相堆積(CVD)ダイヤモンドインサートについての上記の問題が克服されることを記載している。2層コーティングダイヤモンドインサートを、真空炉又は特別な雰囲気のない標準的な口付けを用いる製造環境中で、工具基材に大気口付けできることが示されている。

【0007】

上記'878及び'248の両方において、その発明は、ダイヤモンド工具インサートをねらいとしている。言及されている基材は、主に、CVDダイヤモンドに集中しており、すべての実施例にCVDダイヤモンドを使用している。

10

【0008】

EP0716159には、WTiの内層とAgの外層とのコーティング、又はCrの内層とNiCrの外層とのコーティングによりコーティングされたCBNコンパクトが記載されている。これらの2層コーティングされたCBNコンパクトを、口付け可能性及び接着について評価した。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明に対する第1の態様によれば、  
cBN、亜酸化ホウ素(boron suboxide)及び/又は炭化ホウ素の超硬質  
研磨材料の基材と、  
好ましくは金属が、実質的に、炭化物、窒化物又はホウ化物の形である、炭化物/窒化物/ホウ化物を形成する金属の第1の層と、  
W、Mo、Cr、Ni、Ta、Au、Pt、Pd、及びそれらの合金から選択される高融点金属の第2の層と、  
Ag、Ni、Cu、Au、Pd、Pt、Rh、Os、Ir、Re、これらの組み合わせ、並びにそれらの、青銅(Cu/Sn)、銀/青銅、及び銀/錫等の合金のオーバーコーティングであって、第2の層の金属がオーバーコーティングとは異なるもの  
を含む、cBN、亜酸化ホウ素及び炭化ホウ素から選択される、ホウ素又は窒素を含有するコーティングされた超硬質研磨材料が提供される。

20

30

【0010】

「超硬質」の用語は、約25GPaを超える、好ましくは約30GPaを超えるビッカース硬度を有することを意味する。

【0011】

Tiコーティングは、炭化ホウ素のC、及び上記材料(TiB<sub>2</sub>)全てのBと結合を形成することが予期されるが、cBNは、最も好ましい材料である。

【0012】

ダイヤモンドの硬度に近く、又はそれを上回りさえする硬度を有する人工超硬質材料の開発は、材料科学者にとって大いに興味深かった。70から100GPaの間のビッカース硬度をもつダイヤモンドは、最も硬い既知の材料であり、立方晶窒化ホウ素(HV約60GPa)、及び本明細書においてB6Oと呼ぶ亜酸化ホウ素(HV約38GPa)が続く。B6O単結晶について、0.49N及び0.98Nの荷重で、それぞれ、立方晶窒化ホウ素の硬度に類似する53GPa及び45GPaの硬度が測定された。

40

【0013】

「亜酸化ホウ素」の用語には、以下に述べるような材料のすべての形が含まれる。B6Oは、非化学量論的、すなわちB<sub>6</sub>O<sub>1-x</sub>(式中、xは0から0.3の範囲内である)として存在することもできることが知られている。このような非化学量論的な形が、B6Oの用語に含まれる。これらの材料の、強い共有結合と短い原子間結合長とは、高い硬度、低い質量密度、高い熱伝導性、高い化学的不活性、及び優れた耐磨耗性等の、優れた物理的特性及び化学的特性を導く[1、2]。Ellison-Hayashi他への米国

50

特許第5,330,937号において、名目上の組成、B3O、B4O、B6O、B7O、B8O、B12O、B15O及びB18Oの亜酸化ホウ素粉末の形成が報告された。潜在的な工業的用途は、Kurisuuchiy an他(日本国特許第7,034,063号)、及びEllison-Hayashi他(米国特許第5,456,735号)により議論されており、磨砕砥石、研磨材及び切削工具における使用を含む。

【0014】

炭化物/窒化物/ホウ化物を形成する金属は、Ti、Cr及びMoから選択され得る。この金属は、好ましくはTiである。

【0015】

コーティングされた超硬質研磨材料は、(i)0.01µmから20mmの範囲である大きさのコーティングされたcBNグリット、(ii)コーティングされた多結晶窒化ホウ素(PCBN)のブランク、(iii)cBNコンパクト、及び(iv)cBNの凝集体の形であることができ、酸化環境中でcBN工具をロウ付けする際にcBNを用いることを可能にする。このコーティングされたcBN材料は、青銅等の液相の溶浸材を含有する焼結部の製造する際に、又はロウ付け等の方法によりcBN材料を別の金属若しくはサーメットの材料に固定する際に、真空炉を必要としない。

【0016】

本発明に対するこの態様の好ましい実施形態によれば、第1の炭化層すなわちコーティングを、ゾル-ゲル、CVD又はPVD(物理的気相成長法)により付着させる。第2の層、例えばWを、PVD又は低温CVD又は電気めっきにより付着させることができる。Ag、Ni、Cu、Au、Pd又はPtのオーバーコーティングは、好ましくは、PVD、CVD、電解めっき又は無電解めっきにより付着される。

【0017】

本発明のこの態様の別の実施形態によれば、低い熱安定性をもつcBNを、ゾル-ゲル、PVD又は低温CVD等の低温コーティング工程によりコーティングすることができ、それにより、高温コーティング工程がcBN基材に引き起こし得る任意の強度低下が最小化される。高い熱安定性をもつcBNの場合では、高温及び低温の工程の組み合わせを利用することができる。cBNとコーティングとの間に化学結合を作り出すことにより、金属の中又は上のcBNの保持を改善するためには、高温工程が好ましい。

【0018】

本発明に対する第2の態様によれば、cBN、亜酸化ホウ素及び/又は炭化ホウ素から選択される、ホウ素又は窒素を含有するコーティングされた超硬質研磨材料の使用が、研磨材工具において、性能改善のために提供される。このような工具を製造するために用いられる方法は、加熱プレス、自由焼結、溶浸焼結、及び特にロウ付けが挙げられる。

【0019】

本発明のこの態様の好ましい実施形態において、コーティングされたPCBNブランクを、研磨材工具中に、性能改善のために用いることができる。酸化環境中でブランクを工具にロウ付けすることによりPCBNブランクを工具に接合させることが、コーティングにより可能になる。

【0020】

本発明に対する第3の態様によれば、cBN、亜酸化ホウ素及び/又は炭化ホウ素から選択される、ホウ素又は窒素を含むコーティングされた超硬質研磨材料の表面に、直接、非酸化の保護コーティングを塗布することにより製造される大気ロウ付け可能な物品が提供され、それにより、コーティング工程が単純化され、コーティングのコストが低減される。

【0021】

本発明のこの態様によれば、Ti、TiC、TiN、TiB、TiBN又はTiCNの、cBNの第1の表面に、非酸化の保護コーティングを付着させることにより、大気ロウ付け可能な物体を製造することができ、それにより、cBNの表面に、直接、非酸化の保護コーティングを付着させるのに比べ、cBN粒子への保護コーティングの接着が改善さ

10

20

30

40

50

れる。

【0022】

本発明に対する第4の態様によれば、  
cBN、亜酸化ホウ素及び/又は炭化ホウ素の基材を提供するステップと、  
好ましくは実質的に、炭化物、窒化物又はホウ化物として、炭化物/窒化物/ホウ化物を  
形成する金属の第1の層で基材をコーティングするステップと、  
W、Mo、Cr、Ni、Ta、Au、Pt、Pd、及びそれらの合金から選択される高融  
点金属の第2の層により第1の層をコーティングするステップと、  
第2の層の金属が、オーバーコーティングの金属と異なり、Ag、Ni、Cu、Au、P  
d、Pt、Rh、Os、Ir、Re、それらの組み合わせ/合金、又はその合金のオーバ  
ーコーティングにより第2の層をコーティングするステップと  
を含む、cBN、亜酸化ホウ素及び炭化ホウ素から選択される、ホウ素又は窒素を含有す  
るコーティングされた超硬質研磨材料の製造方法が提供される。

10

【0023】

本発明の好ましい実施形態においては、第1のコーティング(層)を、CVD又はPVD  
のいずれかにより付着させ、第2の、例えばWのコーティングを、PVD又はCVDに  
より付着させ、それにより、一旦コーティングすると熱処理を必要としない。オーバ  
ーコーティングは、PVD、又は電解若しくは無電解の堆積法により付着され得る。

【0024】

本発明に対する第5の態様によれば、本発明にしたがって、cBN、亜酸化ホウ素及び  
/又は炭化ホウ素から選択される、ホウ素又は窒素を含有するコーティングされた超硬質  
研磨材を含む研磨材含有工具が提供される。

20

【0025】

本発明に対するこの態様の好ましい実施形態において、研磨材含有工具は、鋸刃、鋸刃  
自体、ドリル、ダイヤモンドワイヤ用ビーズ、帯鋸刃、弓鋸、穿孔機のビット、ワイヤビ  
ーズ、ツイストドリル、磨耗部品、磨砕砥石、磨砕端、ロータリードレッサー、単一及び  
複式のログドレッサー用のドレッサーログ、プロファイルドレッサー、ストレートルータ  
及びプロファイルドルータ、研磨カップ、単一刃工具、較正ローラ、伸線ダイ、単一刃旋  
削工具、ゲージ材料、肉盛、表面磨砕機の部分、又はコーティングされた超砥粒を含有す  
る任意の焼結部分から選択される。

30

【0026】

本発明の第6の態様によれば、酸化性のロウ付け工程中、真空下を含む非酸化環境中、  
及び/又は還元環境中において、本発明にしたがって、cBN、亜酸化ホウ素及び/又は  
炭化ホウ素から選択される、ホウ素又は窒素を含有するコーティングされた超硬質研磨材  
料の使用が提供される。

【0027】

この明細書において、層及びコーティングの用語は互換的に用いられる。

【発明を実施するための形態】

【0028】

本発明によれば、好ましくは0.01µmから20mmの範囲である大きさの、cBN  
、亜酸化ホウ素及び/又は炭化ホウ素(のグリット)から選択される、ホウ素又は窒素を  
含有するコーティングされた超硬質研磨材料(出発と完成とのグリットの間に無視してよ  
い違いがあることは、当業者により理解されるが、出発のグリット)が提供され、酸化環  
境中で工具を製造する際に、グリットを用いることが可能になる。コーティングされた材  
料は、好ましくは、cBNグリットの基材と、TiNの第1の層と、Wの第2の層と、A  
gのオーバーコーティングとから成る。

40

【0029】

国際公開第2005078041号(Egan他 E6、2005)には、0.1µm  
から10mmの大きさであるcBNグリット上の、TiNの第1の層とWの第2の層とを  
もつコーティングが記載されている。本発明の製品は、好ましくは、国際公開第2005

50

078041号(Egan他 E6、2005)に記載されている2層の製品上の、Ag、Ni、Cu、Au、Pd、Pt、又はそれらの合金の、外部の耐酸化のオーバーコーティングを含む。保護的なオーバーコーティングは、Wの酸化を防止し、好ましくは銀である。保護的なオーバーコーティングを、cBN表面に、又はTi、TiN、TiB、TiBN若しくはTiCNの層に、直接、付着させることができるが、国際公開第2005078041号(Egan他 E6、2005)に記載されているのと同じ利益を提供するために、Ti、TiN、TiB、TiBN若しくはTiCNの第1の層と、Wの第2の層と有することが好ましい。具体的には、焼結中にマトリックス材料の成分がTiNコーティングと反応するとこれを消耗してしまう場合に、TiNとWとの組み合わせのコーティングが有用である。この例は、青銅等の液体溶浸材の使用である。さらに、超砥粒成分を別の金属又はセラミックの材料に固定するために用いられるロウ材が、チタン系コーティングと反応して、このコーティングを消耗してしまう場合に、TiNとWとの組み合わせは有用である。

10

**【0030】**

外層の目的としてではなく、主に、内層及び基材を保護するためのバリアとして必要であるタングステン層は、炭化物の内側部分を有さず、タングステンコーティングを比較的薄く保つことにより、十分な層間結合を達成することができる。タングステンコーティングは、約0.01 $\mu\text{m}$ から約50 $\mu\text{m}$ 、特に、約0.2 $\mu\text{m}$ から約1 $\mu\text{m}$ の厚さを有する。

**【0031】**

多量の青銅又は銅が、TiNコーティングの有用性と、ロウ付けされたcBN層工具の作製と、金属マトリックス複合体を含有するcBNの作製とを制限する場合におけるcBN含浸工具の作製時に、TiNとWとの組み合わせは特に有用である。

20

**【0032】**

TiNに加えてWが2層コーティングされた製品上に、例えばAgの、さらなる耐酸化のオーバーコーティングをすることにより、上記の全長所が可能になるが、任意のこのような工具を空气中で製造できることにより、製造可能性を容易にし、コストを低減するというさらなる利益も得られる。

**【0033】**

cBNグリット粒子は、金属の結合された工具の製造において、従来用いられるものである。それらは、通常、均一な大きさであり、一般的には0.01 $\mu\text{m}$ から20mmである。このようなcBNグリット粒子の例には、0.01から60ミクロンのミクロングリットと、40 $\mu\text{m}$ (マイクロメートル)から200 $\mu\text{m}$ のホイールグリットと、180 $\mu\text{m}$ から2mmのソーグリットと、長さ又は直径のいずれかが20mm以下のより大きな結晶とが挙げられる。

30

**【0034】**

Ti、TiC、TiN、TiB、TiBN又はTiCNの第1の層を、CVD等の高温コーティング工程、又はPVD若しくは低温CVD等の低温コーティング工程のいずれかの工程により付着させることができる。

**【0035】**

高温コーティング工程においては、このような結合が起こる適切な高温条件下で、金属系コーティングをcBN基材に付着させる。一般に、高温工程の範囲は、650 から1300 の間である。使用することができる一般的な高温コーティング技術には、金属ハロゲン化物ガス相からの堆積を含む工程、CVD工程、又は熱拡散真空コーティングすなわち金属気相堆積工程が挙げられる。金属ハロゲン化物ガス相からの堆積、及びCVD工程が好ましい。

40

**【0036】**

金属ハロゲン化物ガス相からの堆積を含む工程において、コーティングされる粒子は、適切なガス環境(例えば、以下の1種又は複数、すなわち、ヘリウム及びアルゴンから選択される不活性ガス、水素、炭化水素、分解アンモニウム、又は任意の組み合わせ、例え

50

ばアルゴン/水素の混合物を、陽圧、大気圧又は減圧、例えば  $10^{-1}$  から  $10^{-7}$  mBar で含有する非酸化環境) 中でコーティングされる金属 (例えば Ti) を含有する金属ハロゲン化物、例えば、塩化チタン、ヨウ化チタン及びホウ化チタンに曝される。金属ハロゲン化物を、工程の一環として金属から生成してもよい。

【0037】

混合物は、熱サイクル、例えば、650 から 1300、5 分間から 10 時間、1 から 10 サイクルを受け、その間に、金属ハロゲン化物は、Ti が放出され粒子に化学的に結合される粒子の表面に Ti を輸送する。

【0038】

第1の層を、低温 CVD 工程又は PVD 等の低温コーティング技術を用い堆積することもでき、後者が好ましい。不十分な熱が生成されて、cBN を伴う重要な窒化物形成を引き起こす点において、両者は低温工程なのである。外部コーティングを付着させるための PVD 工程の例は、スパッタコーティングである。Ti コーティングの場合では、マグネトロン等の励起源により金属蒸気の流れが生成される。この流れ中に置かれた cBN グリット又は PCBN ブランク等の物体は、Ti 金属によりコーティングされる。TiC、TiN 又は TiCN の場合では、これらのコーティングを、反応性スパッタリングにより堆積することができる。反応性スパッタリングは、金属の流れと反応する、炭素又は窒素を含有するガスを導入することにより行われ、炭化物又は窒化物のいずれかを形成する。炭素を、メタン又はブタン等のガスから供給することができる一方で、窒素を、 $N_2$  から供給することができる。TiCN は、両方のガスを同時に導入することにより製造することも理解され得る。反応性スパッタリングは、PVD 反応室内中の反応性ガスの量を系統的に増加させることにより、コーティングを例えば Ti から TiN まで種類分けするために用いることもできる。

【0039】

低温コーティング工程は、cBN 基材が低い熱安定性を有する場合に好ましいが、それに限定されるものではない。低温コーティング工程は、高温コーティング工程が cBN 基材に引き起こすことがあるいかなる強度低下も最小化する。高い熱安定性をもつ cBN の場合では、高温工程と低温工程との組み合わせを利用することができる。高温工程は、基材との化学結合を作り出すために好ましく、それにより、マトリックス中のグリットの保持が改善され、性能の改善につながる。

【0040】

タングステンの第2の層は、低温 CVD 又は PVD 等の、低温コーティング技術を用いて堆積されるが、後者が好ましい。第2のコーティングを付着させるための PVD 工程の例は、スパッタコーティングである。この方法において、タングステン金属蒸気の流れが、マグネトロン等の励起源により生成される。この流れ中に置かれた超砥粒グリット又は他の成分等の物体は、タングステン金属によりコーティングされる。タングステンの第2の層を、六フッ化タングステンガスの水素還元等の低温 CVD 工程により付着させることもできる。一般に、この工程は、700 未満で行われるが、1300 以下の温度で行うこともできる。

【0041】

耐酸化の保護コーティング、好ましくは Ag の、オーバーコーティングを、PVD 等の低温の技術により、又は電解若しくは無電解のめっきにより付着させることができる。外部コーティングを付着させる PVD 工程の例は、スパッタコーティングである。この方法において、銀金属蒸気の流れが、マグネトロン等の励起源により生成される。この流れ中に置かれた超砥粒グリット又は他の成分等の物体は、銀金属によりコーティングされる。

【0042】

Ag のオーバーコーティングを、電解めっきにより付着させることもできる。この方法においては、ある量のグリットを、AgCN、KCN、遊離 KCN、及び光沢剤、例えば Silver sene-L (RTM) からなるめっきバレルの中に置く。ポリプロピレンの袋の中に収容された銀の長方形の片の形の銀電極も用いられる (銀の純度は 99.9%)

10

20

30

40

50

であった)。そのバレルを、1から30rpm、好ましくは3から10rpmの間で循環させ、研磨物体の表面をAgでめっきするために、0.1から10アンペア、好ましくは0.6から1.5アンペアの電流を印加する。工程の継続時間及び温度は、1から100の間で、1分間から3週間であった。

【0043】

Agのオーバーコーティングを、無電解めっきにより付着させることもできる。無電解めっきの例は、ZA8203067 [GE, Ruark & Webster, 1983]及びUS4403001 [GE, Grenier, 1983]に記載された無電解めっきの修正版に従った無電解めっきであり、その両者は本明細書に参照により組み込まれる。この工程を適用して、アンモニアの銀溶液中に、好ましくはその物理的攪拌により、cBNグリットを懸濁させ、次いで、攪拌と銀溶液中のcBNの懸濁とを維持しつつ、溶液に還元溶液、例えば転化糖（砂糖及び硝酸の混合物）をゆっくりと加えることにより、cBNを銀でコーティングすることができる。還元溶液を添加する定量的速度を、銀がそれぞれのグリットをコーティングするまで継続し、所望のコーティングの重量（又は厚さ）が達成されるまで、このような工程を繰り返す。上記の工程はPCBNブランクをコーティングするために用いることもできる。

10

【0044】

粒径が減少するにつれて、PVDによるめっきのコストは実質的に増大する。それゆえに、コストの観点から、粒径が減少している場合に好ましい方法は、無電解、電解の堆積、又は無電解/電解の堆積の組み合わせによる銀のコーティングの付着である。

20

【0045】

したがって、第1の層の好ましい範囲の厚さが、0.01µmから50µm、好ましくは0.3から1.2µmである。

【0046】

第2の層の好ましい範囲の厚さが、0.01µmから50µm、好ましくは0.3から3µmである。

【0047】

オーバーコーティング（例えば、銀）の好ましい範囲の厚さが、0.01µmから50µm、好ましくは0.3から3µmである。

【0048】

基材の好ましい範囲の大きさは、  
 ・グリットについて：0.01µmから10mm、  
 ・PCBNについて：直径0.5mmから1000mm、又は長さ0.5mmから1000mm  
 である。

30

【0049】

好ましくは、第2の層は、第1の層に化学的に結合していないが、工具の製造中に、いくらかの結合が生じ得ることが理解されよう。

【0050】

好ましくは、例えばAgの、オーバーコーティングは、第2の層に化学的に結合していないが、工具の製造時において、いくらかの結合が生じ得ることが理解されよう。

40

【0051】

コーティングのそれぞれの場合において、好ましくは、基材全体が被覆されているが、コーティングの中に間隙があり得る可能性が常にある。

【0052】

本発明に従って製造されるコーティングされたcBN研磨材料（グリット）は、主に、単層の工具のため、すなわちめっきの代替として意図される。

【0053】

しかしながら、このコーティングの種々の可能性を際立たせるために、潜在的用途の非包括的なリストを以下に提供する。すなわち、鋸刃、帯鋸刃、弓鋸、穿孔機のビット、ワ

50



イヤピース、ツイストドリル、磨耗部品、磨砕砥石、磨砕端、ロータリードレッサー、単一及び複式のログドレッサー用のドレッサーログ、プロファイルドレッサー、ストレートルータ及びプロファイルドルータ、研磨カップ、単一刃工具、較正ローラ、伸線ダイ、単一刃旋削工具、ゲージ材料、肉盛、表面磨砕機、又はコーティングされた超砥粒を含有する任意の焼結/ロウ付けされた部分、コンクリート若しくは石の床の磨砕若しくは研磨である。

【0054】

さらに、このコーティングを、化学量論的cBNグリット、非化学量論的cBN、酸素リッチcBNグリット、多結晶窒化ホウ素(PCBN)ブランク、cBNコンパクト、及びcBNの凝集体に付着させることもできる。このコーティングを、それらの用途領域において用いることもできる。

10

【0055】

本発明にしたがったコーティングの長所の一つは、工具を大気ロウ付けにより製造し、特に、非不活性雰囲気中で超砥粒をロウ付けすることにより単層の工具を作製することを可能にすることである。これにより、新規な方法によりこのような工具が製造されるいくつかの機会が切り開かれる。コーティングされた超砥粒物体を工具の基材にロウ付けするのに使用することができる技術には、誘導加熱、標準的ロウ付け、プロトーチング、及びアセチレントーチを用いる加熱が挙げられる。

【0056】

本発明にしたがってコーティングされた研磨材料は、加熱プレス、自由焼結及び溶浸焼結等の他の工具作製技術においていくつかの利益を提供することもできる。例えば、このコーティングが、IES2004/0024に記載されている技術等の既存の技術に基づく場合、このコーティングは、液相が一般に存在する溶浸焼結により工具部分を製造するために用いたときに、湿潤を改善する、保持を増大させる、及び/又は保護を改善する等の長所を提供することができる。

20

【0057】

工具製造技術の他の例には、放電焼結(EDS)、電場支援焼結技術(FAST)及びレーザ焼結が挙げられるが、それらに限定されるものではない。さらに、このコーティングは、様々な工具製造技術を、工具作製者に経済的利益を有し得る、既存及び新規の工具を製造するために現在用いられている技術に開放することができる。

30

【0058】

本発明にしたがったコーティングは、PCD、CVDダイヤモンド及びPCBN等の、超砥粒のブランクを基材に接合する際に、潜在的に長所を提供し得る。

【0059】

これから、以下の非限定的な例を参照して、本発明を説明する。

【実施例】

【0060】

(例1)

エレメント6ABN800 50/60USメッシュのグリット上にコーティングされた製品を3つ製造した。すなわち、(1)PVDにより付着された0.5µmのTiコーティングと、(2)CVDにより付着された0.5µmのTiNコーティングと、(3)CVDによるTiNの第1の層、及びPVDによるWの第2の層(厚さ0.4µm)からなるコーティングとである。

40

【0061】

コーティングされたcBNグリットを、ロウ付けペーストと混合し、炭化タングステン片の上に置いた。次いで、コーティングされたcBNグリットとロウと片とを、ロウ付けペーストの溶融を確認し、ロウ付けペースト中のすべての有機物/溶媒を焼却するまで、誘導コイルにより加熱した。冷却したらすぐにロウ付けされた片を調査した。すべての例において、コーティングの表面が、ロウ付けペーストにより湿潤されていないことが確認された。それゆえに、コーティングの表面が酸化し、したがってロウ付け材料の湿潤が妨

50

げられるので、(1)、(2)又は(3)を空気中ではロウ付けできない。上記により、ロウ付け中のcBNグリットの保持が不良となることが予期される。

【0062】

(例2)

例1からの試料(3)を用い、銀の層(厚さ0.5µm)をPVDにより付着させて、試料番号(4)を製造した。例1に概説したように、ロウ付けを行った。(4)の場合において、コーティングされたcBNは、ロウにより湿潤された。それゆえに、試料(4)は、ロウ付け中のcBNの比較的良好な保持を有することが予期される。

【0063】

(例3)

エレメント6ABN800 50/60USメッシュのグリット上に、以下のコーティングを付着させた。すなわち、反応性スパッタリングにより堆積される、TiCに種類分けされるTiの第1の層(厚さ0.5µm)と、六フッ化タングステンの水素還元を用いる低温CVDにより堆積されるWの第2の層と、シアン化銀を用いる電解めっきにより堆積されるAgの保護的なオーバーコーティングとである。このコーティングされた製品のロウ付けを、例1に概説するように行った。コーティングされたcBNは、ロウ付けにより湿潤された。それゆえに、この試料は、ロウ付け中のcBNの比較的良好な保持を有することが予期される。

【0064】

(例4)

PCBNブランク上に、以下のコーティングを付着させた。すなわち、低温CVDによるTiNの第1の層(0.4µm)と、PVDによるWの第2の層(0.4µm)と、PVDによるAgの保護的なオーバーコーティング(0.5µm)とである。

【0065】

上記のコーティングされたPCBNブランク上と、コーティングされていないブランク上でも、湿潤性試験を行った。ロウ付けペーストを両方のブランク上に置き、次いで、ロウ付けペーストが溶解したことを確認し、すべての有機物/溶媒が焼却されるまで、両方のブランクを誘導コイルにより加熱した。冷却したらすぐにロウ付けされた片を調査した。コーティングされていないPCBNブランクの場合では、ロウ付け材料により、ブランクの表面が湿潤されていないことが確認された。しかし、コーティングされたブランクの場合には、コーティング上のロウの湿潤が観察された。

【0066】

(例5)

例4のように、PCBNブランクをコーティングした。炭化タングステンの基材の上にロウ付けペーストの層を付着させた。次いで、コーティングされたブランクを、炭化タングステンのブランク上にコーティング面を下にして置いた。次いで、ロウ付けペーストが溶解したことを確認し、すべての有機物/溶媒が焼却されるまで、この組み合わせを誘導コイルにより加熱した。冷却したらすぐに、PCBNブランクが、炭化タングステンの基材に成功裡にロウ付けされたことが観察された。

10

20

30

40

## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
**B 2 4 D 3/06 (2006.01)** C 2 3 C 14/06 J  
 B 2 4 D 3/00 3 2 0 B  
 B 2 4 D 3/00 3 3 0 D  
 B 2 4 D 3/06 C

(74)代理人 100149799

弁理士 上村 陽一郎

(72)発明者 イーガン、デイヴィッド、パトリック

アイルランド国 カウンティ クレア、シャノン エアポート

(72)発明者 グリーン、キーラン

アイルランド国 カウンティ クレア、シャノン エアポート

審査官 押見 幸雄

(56)参考文献 特開平08 - 268799 (JP, A)

特表2007 - 517954 (JP, A)

特開平08 - 119774 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 4 B 4 1 / 8 7

C 0 4 B 4 1 / 8 9

C 0 4 B 4 1 / 9 0

B 2 4 D 3 / 0 0

B 2 4 D 3 / 0 6

C 2 3 C 1 4 / 0 6

C 2 3 C 1 6 / 3 8