

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4295830号
(P4295830)

(45) 発行日 平成21年7月15日(2009.7.15)

(24) 登録日 平成21年4月17日(2009.4.17)

(51) Int. Cl. F I
C 2 3 C 16/26 (2006.01) C 2 3 C 16/26
C 2 3 C 16/02 (2006.01) C 2 3 C 16/02

請求項の数 29 (全 11 頁)

| | |
|--|--|
| <p>(21) 出願番号 特願平10-533755 (86) (22) 出願日 平成10年2月5日(1998.2.5) (65) 公表番号 特表2001-511219(P2001-511219A) (43) 公表日 平成13年8月7日(2001.8.7) (86) 国際出願番号 PCT/EP1998/000614 (87) 国際公開番号 W01998/035071 (87) 国際公開日 平成10年8月13日(1998.8.13) 審査請求日 平成17年1月24日(2005.1.24) (31) 優先権主張番号 19704262.7 (32) 優先日 平成9年2月5日(1997.2.5) (33) 優先権主張国 ドイツ(DE)</p> | <p>(73) 特許権者 セメコン-セラミック メタル コーティ ングス-ドクター-インジェニア アント ニウス レイエンデッカー ゲーエムペー ハー ドイツ連邦共和国 デー52068 アー ヘン タルボットシュトラーセ 21 (74) 代理人 弁理士 鈴木 晴敏 (72) 発明者 レイエンデッカー アントニウス ドイツ連邦共和国 デー52134 ヘル ツオーゲンラート レーマーシュトラーセ 69</p> |
|--|--|

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 超硬合金基材または炭化物含有サーメット基材の硬質材料による被覆

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ダイヤモンドで被覆された部品の製造方法であって、

a) 炭化物を含む微細粒含有超硬合金基材または微細粒状炭化物含有サーメット基材を加熱器および少なくとも一つのガス供給連結部を備える真空系に投入する工程と、

b) 900 ~ 1400 の基材温度において酸素を含む雰囲気の中で、前記基材の表面層の炭化物から炭素を除去する工程と、

c) 1200 ~ 1400 の基材温度において炭素を含む雰囲気の中で、炭素を前記表面層に導入し、前記基材の表面層の粒子サイズを増して該基材の内部の粒子サイズよりも大きくする工程と、

d) 700 ~ 1100 の基材温度において、ダイヤモンドで前記基材を被覆する工程と、

を含む製造方法。

【請求項2】

前記基材に含有された微細粒が1 μm未満の粒子サイズを有することを特徴とする請求項1に記載の製造方法。

【請求項3】

前記部品は工具であることを特徴とする請求項1に記載の製造方法。

【請求項4】

工程b)において、供給ガスが1~30体積%のO₂を含有することを特徴とする請求項

1 から 3 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 5】

工程 b) において、前記供給ガスが 1 ~ 3 体積 % の O_2 を含有することを特徴とする請求項 4 に記載の製造方法。

【請求項 6】

工程 b) において、前記供給ガスの残りが H_2 からなり、前記基材温度が $1000 \sim 1200$ の範囲であることを特徴とする請求項 4 または 5 に記載の製造方法。

【請求項 7】

工程 c) において、供給ガスが 0.5 ~ 20 体積 % の CH_4 を含有することを特徴とする請求項 1 から 6 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

10

【請求項 8】

工程 c) において、前記供給ガスが 0.5 ~ 2 体積 % の CH_4 を含有することを特徴とする請求項 7 に記載の製造方法。

【請求項 9】

工程 b)、c) および d) において、前記真空系の中の全圧が 1 ~ 1000 hPa の範囲であることを特徴とする請求項 1 から 8 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 10】

工程 c) において、炭素を含む雰囲気の中で、0.1 ~ 10 時間炭素を前記表面層に導入して、前記基材の表面層の粒子サイズを該基材の内部の粒子サイズよりも大きくすることを特徴とする請求項 1 に記載の製造方法。

20

【請求項 11】

工程 b)、c) および d) において、全ガス流量が、チャンバ体積リットル当たり 1 乃至 100 ml/min の範囲であることを特徴とする請求項 1 から 10 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 12】

チャンバ体積リットル当たりの全ガス流量が、チャンバ体積リットル当たり 25 ml/min であることを特徴とする請求項 11 に記載の製造方法。

【請求項 13】

工程 b) の終わりに、前記表面層の厚さが 1 ~ 50 μm の範囲に達することを特徴とする請求項 1 から 12 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

30

【請求項 14】

工程 d) の終わりに、前記基材上のダイヤモンドの厚さが 1 ~ 50 μm の範囲になることを特徴とする請求項 1 から 13 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 15】

前記基材の前記表面層を他の部分と別に加熱することを特徴とする請求項 1 から 14 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 16】

内側の炭化物含有超合金基板材料または炭化物含有サーメット基板材料と外側のダイヤモンド層とを備える部品あって、内側の基板材料の内部の粒子サイズが $1 \mu\text{m}$ 未満であり、前記基板材料の表面層が $10 \mu\text{m}$ 未満の粒子サイズを有し、該基板材料表面層の粒子サイズが該基板材料内部の粒子サイズよりも大きく、前記ダイヤモンド層の表面粗度 R_z が $5 \mu\text{m}$ 未満であることを特徴する部品。

40

【請求項 17】

前記基板材料の表面層の粒子サイズが $1 \mu\text{m}$ より大きいことを特徴とする請求項 16 に記載の部品。

【請求項 18】

前記基板材料の表面層が $0.7 \mu\text{m}$ 未満の表面粗度 R_z を有することを特徴とする請求項 16 または 17 に記載の部品。

【請求項 19】

前記部品は工具であることを特徴とする請求項 16 に記載の部品。

50

【請求項 20】

前記基板材料の前記表面層が $1 \sim 20 \mu\text{m}$ の厚さを有することを特徴とする請求項 16 から 19 のいずれか 1 項に記載の部品。

【請求項 21】

前記基板材料の前記表面層が $5 \sim 10 \mu\text{m}$ の厚さを有することを特徴とする請求項 20 に記載の部品。

【請求項 22】

前記ダイヤモンド層が $1 \sim 50 \mu\text{m}$ の厚さを有することを特徴とする請求項 16 から 21 のいずれか 1 項に記載の部品。

【請求項 23】

前記ダイヤモンド層が $1 \sim 20 \mu\text{m}$ の厚さを有することを特徴とする請求項 22 に記載の部品。

【請求項 24】

前記ダイヤモンド層が $1 \sim 15 \mu\text{m}$ の厚さを有することを特徴とする請求項 23 に記載の部品。

【請求項 25】

真空チャンバと、少なくとも一つのガス供給連結部と、加熱器とを備え、超合金基材または炭化物含有サーメット基材を前処理し、ダイヤモンドを CVD で被覆するための装置であって、

前記加熱器が、互いに平行に配置された複数の加熱導体からなり、複数の加熱導体は相互に平行な少なくとも二つの平面に沿って配置され、

前記平面間に前記基材を配置するための基材ホルダを設けることを特徴とする装置。

【請求項 26】

前記加熱導体が W (タングステン)、Ta (タンタル)、Re (レニウム) またはそれらの合金又はそれらの炭化物から製造されることを特徴とする請求項 25 に記載の装置。

【請求項 27】

前記加熱導体が $0.1 \sim 5 \text{mm}$ の直径を有することを特徴とする請求項 26 に記載の装置。

【請求項 28】

平面における前記加熱導体の間隔が $5 \sim 50 \text{mm}$ の範囲にある請求項 25 から 27 のいずれか 1 項に記載の装置。

【請求項 29】

前記平面の間隔が $10 \sim 150 \text{mm}$ の範囲にある請求項 25 から 28 のいずれか 1 項に記載の装置。

【発明の詳細な説明】

本発明は、硬質材料、特にダイヤモンドで被覆された部品、例えば工具と、前記工具の製造方法と、前記工具の製造方法を実施する装置とに関する。

加工される部品の削屑生成を伴った切削加工または削屑無生成の切削加工に用いる耐久性工具は、超合金 (cemented carbide) 基板材料またはサーメット基板材料と、前記基板材料に被覆される低磨耗硬質材料層とを備える。

これらの基板材料は、例えば、窒化物などと混合されてもよく、金属マトリックス (例えば、コバルトおよび / またはニッケルおよび / または鉄) 中に埋め込まれる炭化物、例えば、 0.2 から 20 重量% の Co を伴った WC からなる。

特に効果的な工具の場合、ダイヤモンドなどの微細結晶物質が、基板材料に塗工する層のための材料として用いられる。しかし、この種のダイヤモンド層を良好な密着性を伴って基板材料に被覆することは困難であることが判明している。

この種のダイヤモンド層の密着性を改善するために多大な努力がなされ、多様な解決方法が密着性の改善における有効性について検討されてきた。

かくして、EP 0,384,011 A1 および WO 95/15258 は、全く対照的な二つの解決方法を提案している。

10

20

30

40

50

EP 0,384,011 A1は、基板材料に現存する粒子構造を表面の熱処理により改良して、基材の粒界におけるダイヤモンド被覆のための核形成を促進することにより、被覆されたダイヤモンド層のより優れた密着性を達成するダイヤモンド被覆法を記載している。

出発点は、粒子サイズが1~4 μm の範囲である基材である。熱処理後、基板材料の表面層が生成され、その表面層は、約0.3 μm の粒子サイズによって特徴付けられ、従って、微細粒状と呼ぶことができる。密着性を改善するために、表面層のこの粒子サイズを更に小さくすることが提案されている。それは、粒子サイズを更に小さくすると核形成の増加をもたらされるであろうと想定されるからである。しかし、このようにして製造された工具中のダイヤモンド層の密着性は、満足ではないことが判明している。

WO 95/15258において、ダイヤモンド層と基材表面層との間で構造的(mechanical)結合を設けている。この為に、前述のEP 0,384,011 A1の教示に反して、熱処理を用いて表面層の粒子サイズを大きくすることが提案されている。

この目的のために、出発点は、1~6 μm の比較的大きな粒子サイズを既に有する基板材料である。ダイヤモンド層の満足な密着性は、少なくとも15 μm を示す基材表面層の粒子サイズの場合にのみ達成される。

しかし、基板材料の表面層における15 μm を超える大きな粒子サイズがダイヤモンド層の表面に対して劣った品質をもたらすという欠点が発生する。それは、基材の表面層の深い凹凸構造が、被覆されたダイヤモンド層の特性、特に表面粗度に影響を及ぼし、例えば、刃先におけるパリの形成及び粗化にいたらしめるからである。そのうえ、特に金属を切削する時、粒子サイズが1 μm 未満の基板材料を利用すべきことを考慮しなければならない。こうした基板材料は、基材の剛性が粒子サイズの減少と共に増加するという点で特徴付けられる。特に、10~500nmほどの小さい粒子サイズの基材を実際に製造することができ、切削工具として用いるための優れた材料特性を備えている。この種の基板材料から出発すると、WO 95/15258によれば、満足に密着するダイヤモンド被膜を形成することができない。

前記粒子サイズを得るために必要な基材の熱処理の温度から、更なる欠点が生じる。処理温度は1500の範囲である。

この高温は、通常の基板材料の焼結温度に近いために、工具がその製造目的の形状および寸法公差を満足できないという欠点を有する。

例えば、ダイヤモンド被覆のための完全な処理の実施に関して、異なった二つの反応器中で基材の前処理と基材の被覆を実施することが今まで通例であり、複数の装置が必要とされた。例えば、WO 95/15258にもある通り、例えば、基材から結合材を除去するために、より高い温度用の炉、もしくは湿式化学処理用の炉として一つの反応器を必要とする前処理があった。切り替えなしに、一つの装置で基材に対するすべての前処理工程および被覆工程を実施することは今まで可能ではなかった。

この先行技術に基づいて、本発明の目的は、強く密着する硬質材料層、特にダイヤモンド層が形成できると共に、硬質材料層が高い表面品質を備えることを可能にする部品、例えば、工具を提供することである。本発明の更なる目的は、この種の部品の製造方法を特定することと、その製造方法を実施するための装置を開発することである。

本発明は、内側の超合金基板材料またはサーメット基板材料と外側の硬質材料層とを備える部品、例えば、工具であって、内部サーメット基板材料の粒子サイズは1 μm 未満であるが、この基板材料の表面層は10 μm 未満の粒子サイズおよび約0.7 μm 未満の表面粗度 R_z を有し、前記硬質材料の表面粗度 R_z が5 μm 未満、好ましくは0.3 μm までである部品に関する。

この種の工具は、例えば、金属を切削する時、対応して小さい粒子サイズを有する通常に使用される基板材料を用いることが可能である点で特徴付けられる。10 μm 未満の粒子サイズを基板材料の表面層に付与することにより、この表面層は、硬質材料層、例えば、ダイヤモンド層への構造的結合を可能にし、表面層の粒子サイズが一般に基板材料内部の

10

20

30

40

50

粒子サイズよりも大きい構造となっている。

硬質材料としてダイヤモンドの他に、立方晶窒化硼素、 Al_2O_3 などの材料または周期律表のIVからVI族の金属を含有する化合物などのその他の硬質材料を用いることも可能であり、これらは、基材に密着させるために表面層への構造的結合を必要とする。

基材の表面層に硬質材料層を結合させる他に、表面層のために選択される粒子サイズにより、硬質材料層が、このように製造された工具での高品質加工を可能にする小さい値の表面粗度を備えることが可能である。

基板材料の表面層は、好ましくは $1 \sim 50 \mu m$ 、更に好ましくは $5 \sim 10 \mu m$ の厚さを有する。 $10 \mu m$ より大きい値で、所定の粒子サイズを有する多層構造を形成することができる。

ダイヤモンドの場合、およびその他の被覆材料の場合にも、硬質材料層は、好ましくは $50 \mu m$ まで、更に好ましくは $20 \mu m$ まで、最も好ましくは $15 \mu m$ までの厚さを有する。この値は、部品または工具のそれぞれの用途に応じて異なる。この厚さは、基材の表面から硬質材料層の外表面までの距離に関連し、従って、基材中に侵入する硬質材料層の割合を考慮していない。

ダイヤモンドからなる硬質材料で被覆されたこうした工具に適した製造方法は、

- a) 炭化物を含む微細粒含有超合金基材または微細粒状炭化物含有サーメット基材を、加熱器および少なくとも一つのガス供給連結部を備える真空系に投入する工程と、
 - b) 約 $900 \sim 1400$ の範囲の基材温度において酸素を含む雰囲気の中で、前記基材の表面層の炭化物から炭素を除去する工程と、
 - c) 約 $1200 \sim 1400$ の範囲の基材温度において炭素を含む雰囲気の中で、炭素を前記表面層に導入し前記基材の表面層の粒子サイズを増して該基材の内部の粒子サイズよりも大きくする工程と、
 - d) $700 \sim 1100$ の基材温度において、ダイヤモンドからなる硬質材料で前記基材を被覆する工程と、
- を含む。

この方法を以下で更に詳細に説明する。

好ましくは、 $1 \mu m$ 未満の粒子サイズを有する基材を真空系に導入した後、例えば、 $1 \sim 50 \mu m$ 、好ましくは $5 \sim 10 \mu m$ の厚さで、基材の表面層から炭素を除去する処理工程を第一のアニール処理において先ず実施する。この目的のために、加熱器、例えば、加熱導体を用いて、上述の基材の通常の焼結温度よりも相当に低い約 $900 \sim 1400$ の範囲の温度に基材を加熱する。基板材料が異なれば若干異なった温度範囲となってもよい。こうして、例えば、工具として加工された基材が、工具製造のために意図された寸法公差を満足させることが可能である。

炭素は表面層の炭化物から除去され、存在する遊離炭素は、酸素を含む雰囲気中での基材の熱処理によって著しく減少される。

結合材としてのCO中にあるWCの例の場合、特に、以下の種類の反応が、予想された処理条件下で起きる。



炭素はこうして反応して一酸化炭素を生成し、それは表面層から放出される。同時に、異なった量の個々の元素を含有し、この処理工程の終了後に表面層の中で増えるWC複炭化物のいわゆる相が形成される。表面層がその後とる形態は、例えば、ダイヤモンド、立方晶窒化硼素、 Al_2O_3 または周期律表のIVからVI族の金属を含有する化合物の層への構造的結合のためには不適な極めて小さい粗度を有する。

先行技術、例えば、WO 95/15258と比較して低い処理温度で同様に行われる次の処理工程である第二のアニール処理で、表面層に炭素を供給する。第二のアニール処理において、WCとCOとの例における上述の反応はおそらく逆に進むため、再結晶化処理が起きる。その方向が最も微細な粒子から最も大きな粒子向きである一方向物理的拡散処理が進行する。このため、基板材料の表面層は転換され、表面層の範囲における粒子サイズは、硬質材料層とこの表面層との構造的結合を可能にする範囲で増加する。

10

20

30

40

50

最後の処理工程において、硬質材料は、上述したように前処理された基材に被覆される。以下のパラメータは、基材の表面層から炭素を除去する処理工程に特に適することが見出された。この工程における供給ガスは、好ましくは、約1～3体積%の O_2 を含有し、このガスは純粋な形態で、或いはこのガスを放出する物質によって供給することが可能である。この処理工程で O_2 を供給するために、 CO 、 CO_2 または z/x が1以上の気体状 $C_xH_yO_z$ 化合物を用いることも可能である。しかし、この種の物質の場合、加熱されて酸素を放出する粉末、例えば、 TiO_2 、カルボニルまたは好ましくは Al_2O_3 を用いてパックすることも可能である。

更に、この処理工程における供給ガスは、好ましくは、99体積%の H_2 を含有する。このガスを用いる時、この工程における基材温度（基材温度という用語は、熱電対によって測定される内部基材温度として定義される）は、加熱雰囲気を形成するために他のガスを用いる場合よりも低く、例えば、1100以下に等しいことが見出された。

これは、原子水素が基材の表面で再結合して H_2 分子を生成させ、この分子の結合エネルギーが開放され、基材表面の加熱に寄与するからである。しかし、先行技術と比較して相当に低い基材温度を可能にするために H_2 を用いる必要はなく、逆に、酸化作用を維持するその他のガス、例えば、希ガスまたは N_2 を用いることも可能である。

基材の表面層に炭素を導入する処理工程のために、99体積%の H_2 と1体積%の CH_4 とからなる気体混合物は特に好ましい。メタンの代わりに、必要な量の炭素を供給するため、その他の化合物を用いることも可能であり、また例えば、グラファイト粉末中に基材を詰め込むことも可能である。

基材にダイヤモンド層を被覆するために、処理パラメータは、好ましくは、表面層に炭素を供給する前述した処理工程に従って設定されるが、基材の温度は700～1000の範囲であり、この処理工程の継続期間はより長い。

真空系中の全圧は、好ましくは、20hPaの範囲である。全ガス流量は、チャンバ体積リットル当たり25ml_n/minの範囲である。

記載してきた好ましいパラメータ設定に対して、処理工程b)およびc)は約1時間継続する。この場合、1～50 μ m、好ましくは5～10 μ mの範囲の厚みで、所定の表面層が、炭素を除去する処理工程の終わりに生じ、1～50 μ m、好ましくは1～20 μ m、最も好ましくは1～15 μ mの範囲の厚みで、ダイヤモンド層がダイヤモンド被覆工程（一般に約40時間継続する）の終わりに生じる。

基板材料から炭素を抽出する工程および基板材料に炭素を導入する工程中の平均基材温度を低下させるために、基材層のみを別に加熱することも可能である。これは、この処理工程における雰囲気成分として H_2 を使用することで達成される。

この処理は、ほとんどの場合、基材の表面層から、例えば CO によって形成される結合相を別途エッチングする必要はないという利点も有する。それにもかかわらず、硬質材料の密着性は、こうしたエッチングによってそれでもなお向上させることができる。

更に、ダイヤモンドでの被覆の場合、本製造方法は、その他の方法で一般的であり必要である核形成処理を原則として全く必要としないが、例えば、ダイヤモンド層の密着性を向上させるために、それにもかかわらず核形成処理を実施することができる。

この処理は、処理温度を極めて低く維持するので、そうでなければ主として実際の被覆工程のためにだけしか用いられない特別に設計されたCVD成膜装置の中で、すべての処理工程を実施することができるという利点を更に有する。

本発明は、更に、上述の処理を実施するための装置に関する。

真空チャンバと、少なくとも一つのガス供給連結部と加熱器とを有し、炭化物を含む超硬合金基材またはサーメット基材を前処理し、且ダイヤモンド被覆するためのこの装置は、加熱器が、互いに実質的に平行に配置された複数の加熱導体（heating conductors）からなり、複数の加熱導体は本質的に相互に平行な少なくとも二つの平面に配置され、前記平面間に前記基材を配置するための基材ホルダを設ける点で特徴付けられる。真空チャンバの排気のために、通常、ポンプが用いられる。

この種の装置は、上述のすべての処理工程を実施するために適する。

10

20

30

40

50

平行平面に加熱導体を配置することにより、実際に実施されている処理工程に応じて異なる約 1000 ~ 約 2800 の範囲における温度で動作する加熱導体と、基材ホルダによって支持される基材との間の均一な温度勾配が確保される。

更に、処理ガスとして H_2 を用いる場合、H 原子の均一な生成がもたらされるため、基材表面上のこれらの原子の再結合は同様に均一であり、従って、一定の処理条件が基材表面全体にわたって達成される。

加熱導体と前記加熱導体の隣に配置される基材との間の距離は、約 3 ~ 約 100 mm、好ましくは 10 mm の範囲である。

処理ガスとして H_2 を用いる場合、加熱導体が Ta (タンタル)、W (タングステン)、Re (レニウム) またはそれらの合金もしくはそれらの炭化物から作成される場合、加熱導体の高温化を達成することができる。

加熱導体は、好ましくは、0.1 ~ 5 mm の直径を有するのに対して、好ましくは、平面上における加熱導体間の距離は、5 ~ 50 mm の範囲であり、平面相互の距離は、10 ~ 150 mm の範囲である。

加熱導体は、基材に対して直角または水平に配置することができる。各々の場合、硬質材料による密着性被膜が形成され、それは高い均質度によって特徴付けられる。

上述の処理工程を実施するための装置に対して行われるべきパラメータの設定を以下の表にまとめた。

表 1 : 第 1 のアニール

| パラメータ | 単位 | 典型値 | 最小値 | 最大値 |
|--|------------------|----------|------|------|
| 圧力 | hPa | 20 | 1 | 1000 |
| ガス1 H_2 、Ar、He、 N_2 希ガス+それらの混合物 | 体積% | 98 H_2 | 0 | 99 |
| ガス2 O_2 、CO、 CO_2 、 H_2O $C_xH_yO_z$ ($x/z \leq 1$) + 混合物 | 体積% | 2 O_2 | 1 | 100 |
| チャンバ体積リットル当たりの全ガス流量 | $ml_n / min / l$ | 25 | 1 | 100 |
| 基材温度 | $^{\circ}C$ | 1100 | 900 | 1400 |
| 加熱導体温度 | $^{\circ}C$ | 2000 | 1000 | 2800 |
| 基材-加熱導体距離 | mm | 10 | 3 | 100 |
| 継続期間 | h | 1 | 0.1 | 10 |

ガス 2 の代わりに、特定温度でガスを放出する固体または粉末、例えば、 Al_2O_3 、 TiO_2 、 WO_3 、カルボニルを用いることも可能である。

表2：第2のアニール

| パラメータ | 単位 | 典型値 | 最小値 | 最大値 |
|--|----------------------------|------------------|------|------|
| 圧力 | hPa | 20 | 1 | 1000 |
| ガス1 H ₂ 、Ar、He、N ₂ 希ガス+それらの混合物 | 体積% | 99H ₂ | 0 | 99.9 |
| ガス2 CH ₄ 、C _p H _q C _x H _y O _z (x/z > 1) + 混合物 | 体積% | 1CH ₄ | 0.1 | 100 |
| チャンバ体積リットル当たりの全 ガス流量 | ml _n / min/l | 25 | 1 | 100 |
| 基材温度 | ℃ | 1200 | 900 | 1400 |
| 加熱導体温度 | ℃ | 2100 | 1000 | 2800 |
| 基材-加熱導体距離 | mm | 10 | 3 | 100 |
| 継続期間 | h | 1 | 0.1 | 10 |

ガス2の代わりに、炭素を放出する固体または粉末、例えば、グラファイトなどを用いることも可能である。

表1および2に関する注釈

- 特定の列内のガスは、適性の減少する順に示している。
- 水素を用いると共に、加熱導体温度が基材温度よりも相当に高い(>300)場合、装置は特に効果的(少ない断熱材及び加熱電力で)に動作することができる。こうした場合、真空炉なしで行うと共に、通常のCVD系を用いることが可能である。
- 基材温度は最も重要である。加熱導体温度、基材-加熱導体距離または圧力によって、基材温度を設定することができる。

10

20

表 3 : 被覆

| パラメータ | 単位 | 典型値 | 最小値 | 最大値 |
|---|----------------------------|-------------------|-----------|-------------|
| 圧力 | hPa | 20 | 1 | 1000 |
| ガス1 H ₂ | 体積% | 98.9 | 90 | 99.9 |
| ガス2 CH ₄ 、C _p H _q C _x H _y O _z (0.6 ≤ x/z ≤ 1.5) + 混合物 | 体積% | 1 CH ₄ | 0.1 | 10 |
| ガス3 O ₂ 、CO、CO ₂ 、N ₂ 、 H ₂ O、C _x H _y O _z (x/z ≤ 1) +混合物 | 体積% | 0 | 0% ガス2 | 100% ガス2 |
| チャンバ体積リットル当たりの全ガス流量 | ml _n / min/l | 25 | 1 | 100 |
| 基材温度 | ℃ | 850 | 600 | 1100 |
| 加熱導体温度 | ℃ | 2000 | 1700 | 2800 |
| 基材-加熱導体距離 | mm | 10 | 3 | 30 |
| 継続期間 | h | 40 | 5 | 200 |

- 他のあらゆるダイヤモンド被覆法も用いることができる。

- 特定の列内のガスは、適性の減少する順に示している。

ダイヤモンドによる被覆の場合に、本方法によって製造された部品の寿命が従来のダイヤモンド被覆工具と比較して延びる程度を以下に示す。

工具寿命試験、正確には、研磨剤をダイヤモンド被覆工具上に噴射する研磨剤噴射摩耗試験において、この方法によって製造された工具および従来のように製造された工具（構造的結合なし）に対して以下の結果が見出された。

ノズル/工具距離；5 mm、ノズル直径；0.8 mm、噴射角；90°、噴射圧力；5 bar、研磨剤；SiC、研磨剤直径；75 μm、噴射流量；10 g/min、媒体；空気、ダイヤモンド層厚さ；10 μm。以上の噴射パラメータ設定を用いて、従来のように製造された工具では1秒未満の最初に目視できる欠陥が生じる程度の工具寿命であるのに対して、ここで記載された方法によって製造された工具に対しては7分を超えて最初に目視できる欠陥が生じる程度の工具寿命が得られる。

この方法によって製造されたダイヤモンド被覆工具の構造は、以下の図を利用して特に明確に見ることができる。

図1は、5000倍において、結合材（binder）としてCoを伴った未処理のWC基材を示している。

図2は、2000倍において、第1のアニール工程後のWC基材を示している。

図3は、2000倍において、第2のアニール工程後のWC基材を示している。

図4は、2000倍において、ダイヤモンド被覆工程後のWC基材を示している。

図1から図4は、例として超合金基材を用いた本方法における種々の工程中における電子顕微鏡写真を示している。図1に表された基材は、初期状態で、すなわち、結合材としてCoを伴った未処理におけるWC基材である。この基材の粒子サイズは、基材全体にわたって約0.8 μmである。

図2は、遊離炭素を除去する第1のアニール工程後の基材の形態を示している。図2は、基材の表面層が明確な粒子構造をもはや備えていない。すなわち、この表面層はダイヤモンド層に機械的に結合できないことがはっきり理解される。

図3は、表面層に炭素を導入する第2のアニール工程後の基材を示している。表面層は、

10

20

30

40

50

ダイヤモンド層への構造的結合のために極めて適する約6 μm の粗い粒子構造を示している。基材内部における粒子サイズは変化していない。

図4は、ダイヤモンド被覆処理後の基材を示している。約8 μm 厚さの基材表面層に約20 μm 厚さのダイヤモンド層が結合している状態がはっきり分かる。

種々の処理工程後、各図に示された基材形態を形成するために、表1から表3に示された典型的なパラメータ値を本発明によるCVD成膜装置において設定した。

【図1】

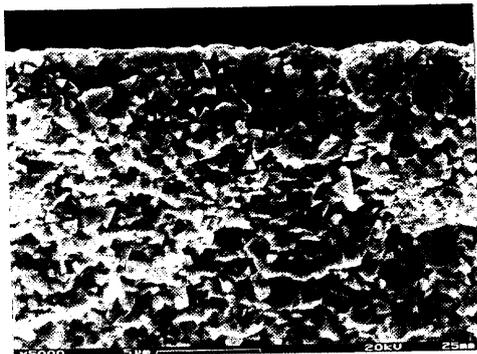


Fig. 1

【図3】

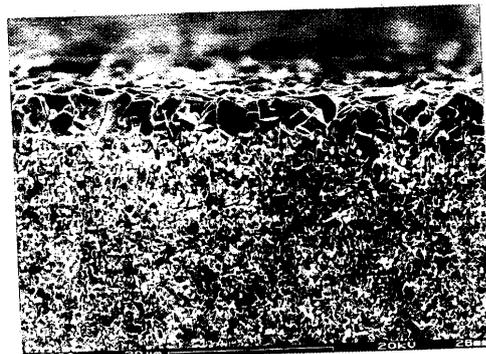


Fig. 3

【図2】

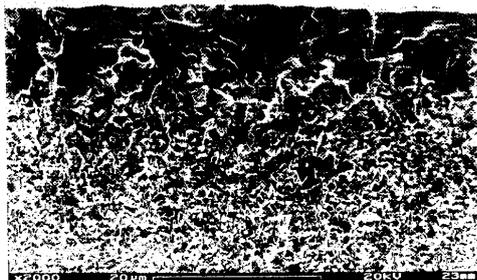


Fig. 2

【図4】

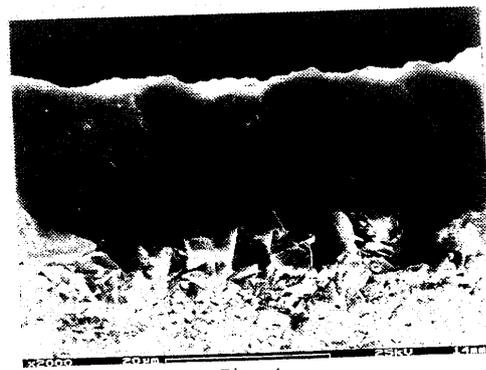


Fig. 4

フロントページの続き

(72)発明者 レンマー オリバー

ドイツ連邦共和国 デー 5 2 0 6 6 アーヘン オッペンホフアレエ 5 6

(72)発明者 フランク マルティン

ドイツ連邦共和国 デー 5 2 0 6 4 アーヘン アン デン フラウエンブリューデルン 6

審査官 若土 雅之

(56)参考文献 特開平 0 2 - 2 9 3 3 8 5 (J P , A)

特開昭 6 3 - 0 2 6 3 7 0 (J P , A)

特表平 0 9 - 5 0 3 4 5 1 (J P , A)

K. Shibuki et al. , Diamond coating on WC-Co and WC for cutting tools, Surf. Coat. Technol. , スイス, Elsevier Science SA Lausanne, 1 9 9 4 年 1 2 月, Vol. 68/69, pp. 369-373

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C23C 16/00 - 16/56

C30B 1/00 - 35/00

Science Citation Index Expanded(Web of Science)