

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 897 993**

51 Int. Cl.:

C04B 35/52 (2006.01)

B01J 3/04 (2006.01)

B01J 3/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.10.2016 PCT/JP2016/079418**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.05.2017 WO17073257**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.10.2016 E 16859494 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.11.2021 EP 3369717**

54 Título: **Policristal compuesto y método para fabricar el mismo**

30 Prioridad:

30.10.2015 JP 2015214098

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

03.03.2022

73 Titular/es:

**SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.
(100.0%)
5-33 Kitahama 4-chome Chuo-ku
Osaka-shi, Osaka 541-0041, JP**

72 Inventor/es:

**ISHIDA, YUH;
SATO, TAKESHI y
SUMIYA, HITOSHI**

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 897 993 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Policristal compuesto y método para fabricar el mismo

5 Campo técnico

La presente descripción se refiere a un policristal compuesto y un método para fabricar el mismo.

10 La presente solicitud reivindica la prioridad de la solicitud de patente japonesa núm. 2015-214098, presentada el 30 de octubre de 2015.

Antecedentes de la técnica

15 La patente japonesa abierta a consulta pública núm. 2003-292397 (PTD 1) y la Publicación Internacional núm. 2009/099130 (PTD 2) describen un diamante policristalino fabricado mediante conversión directa del grafito en diamante policristalino sin la adición de un coadyuvante de sinterización, un catalizador y similares.

20 La patente japonesa abierta a consulta pública núm. 9-142933 (PTD 3) y la patente japonesa abierta a consulta pública núm. 2005-239472 (PTD 4) describen un diamante policristalino que incluye diamante policristalino y un componente tal como carburo u óxido metálico. El documento EP1921049A1 se refiere a un diamante policristalino de alta dureza.

Lista de referencias

25 Documento de patente

PTD 1: Patente japonesa abierta a consulta pública núm. 2003-292397

PTD 2: Publicación internacional núm. 2009/099130

PTD 3: Patente japonesa abierta a consulta pública núm. 9-142933

30 PTD 4: Patente japonesa abierta a consulta pública núm. 2005-239472

Resumen de la invención

Un policristal compuesto de la presente descripción es de acuerdo con la reivindicación 1.

35 Un método para fabricar un policristal compuesto de la presente descripción es de acuerdo con la reivindicación la reivindicación 5.

Breve descripción de las figuras

40 La Figura 1 es una vista esquemática que muestra una estructura de un policristal compuesto de acuerdo con una modalidad de la presente descripción.

La Figura 2 es una vista esquemática que muestra una estructura de un policristal compuesto de acuerdo con una modalidad de referencia.

45 La Figura 3 es un diagrama de flujo que muestra el esquema de un método para fabricar el policristal compuesto de acuerdo con una modalidad de la presente descripción.

La Figura 4 es un gráfico para describir las condiciones para una etapa de presurización y calentamiento.

Descripción de las modalidades

50 Problema que se resuelve con la presente descripción

55 Convencionalmente, se han desarrollado herramientas de corte, herramientas resistentes al desgaste y similares que aprovechan la dureza del diamante. El diamante policristalino descrito en los documentos PTD 1 y 2 no contienen un coadyuvante de sinterización (por ejemplo, cobalto) y, por lo cual, la pureza del diamante es alta. De acuerdo con el documento PTD 1, el diamante policristalino presenta una dureza equivalente a la del diamante monocristalino y, además, es más difícil partir el diamante policristalino que el diamante monocristalino.

60 Por otro lado, en los documentos PTD 3 y 4, se estudia un coadyuvante de sinterización. De acuerdo con estos documentos, el uso de un coadyuvante de sinterización particular (tal como carburo metálico u óxido metálico) conduce a un aumento en la resistencia al desgaste y similares del diamante policristalino.

65 Sin embargo, se ha deseado particularmente un aumento en la resistencia al astillado en solicitudes en las que el impacto y la vibración se aplican al borde de corte de una herramienta durante el procesamiento, por ejemplo, una herramienta de excavación como una broca de excavación, así como también a una herramienta resistente al desgaste tal como una rueda de trazar.

En consecuencia, un objeto de la presente descripción es para proporcionar un policristal compuesto que tenga una resistencia al astillado aumentada.

Descripción de la modalidad de la presente descripción

5

Primero, se enumerará y describirá una modalidad de la presente descripción.

[1] Un policristal compuesto de acuerdo con un aspecto de la presente descripción es de acuerdo con la reivindicación 1.

10

El policristal compuesto descrito anteriormente no es un policristal de una sola fase, sino un policristal compuesto (diamante policristalino compuesto) que incluye la fase de diamante policristalino y las fases no diamantinas. Las fases no diamantinas se componen de carbono no diamantino tal como, por ejemplo, grafito y carbono amorfo. Las fases no diamantinas son fases de partículas finas en las que el valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas no es mayor que 1000 nm, y se distribuyen en la fase de diamante policristalino.

15

El policristal compuesto que tiene tal estructura tiene una resistencia al astillado aumentada. Aunque los detalles del mecanismo no están claros en la actualidad, se estima que las fases no diamantinas finamente distribuidas en la estructura mitigan el impacto y el estrés. Sin embargo, cuando el valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas excede los 1000 nm, es probable que las fases no diamantinas que tienen una resistencia relativamente baja en la estructura sirvan como punto de partida de la rotura y, por lo cual, la resistencia al astillado disminuye.

20

Además, el policristal compuesto descrito anteriormente puede ser un diamante policristalino compuesto que no contiene sustancialmente un componente metálico derivado de un coadyuvante de sinterización o un aglutinante. Si el componente metálico derivado del coadyuvante de sinterización o similar existe en la estructura de diamante policristalino, la resistencia al astillado puede disminuir debido a la expansión térmica del componente metálico. El policristal compuesto descrito anteriormente no contiene sustancialmente el componente metálico y, por lo cual, puede esperarse un aumento en la resistencia al astillado.

25

30

[2] El valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas no puede ser mayor que 100 nm. Como resultado, puede esperarse un aumento en la resistencia al astillado.

35

[3] Un valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las partículas de diamante no puede ser mayor que 1000 nm. Como resultado, puede esperarse un aumento en la resistencia al astillado.

[4] La dureza Knoop del policristal compuesto no puede ser menor que 50 GPa. Como resultado, puede esperarse un aumento en la resistencia al desgaste.

40

[5] Un policristal compuesto de acuerdo con un aspecto de la presente descripción incluye: una fase de diamante policristalino que incluye una pluralidad de partículas de diamante; y fases no diamantinas compuestas de carbono no diamantino. Las fases no diamantinas se distribuyen en la fase de diamante policristalino. Un valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas no es mayor que 100 nm. Un valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las partículas de diamante no es mayor que 1000 nm. La dureza Knoop del policristal compuesto no es menor que 50 GPa. En este policristal compuesto, se espera un aumento en la resistencia al astillado.

45

[6] Un método para fabricar un policristal compuesto de acuerdo con un aspecto de la presente descripción de acuerdo con la reivindicación 5.

50

De acuerdo con tal método de fabricación, puede fabricarse el policristal compuesto [1] anterior.

Efectos de la presente descripción

55

De acuerdo con lo anterior, se proporciona un policristal compuesto que tiene una resistencia al astillado aumentada.

Detalles de la modalidad de la presente descripción

60

A continuación, se describirá en detalle una modalidad de la presente descripción (a continuación también denominada "presente modalidad"). Sin embargo, la modalidad de la presente descripción no se limita a la siguiente descripción.

Policristal compuesto

65

La figura 1 es una vista esquemática que muestra una estructura de un policristal compuesto de la presente modalidad. La estructura cristalina mostrada en la Figura 1 puede identificarse, por ejemplo, mediante la observación de una

superficie obtenida mediante el pulido de un policristal compuesto con un microscopio electrónico de barrido(SEM) y similares.

5 Como se muestra en la figura 1, un policristal compuesto 10 incluye una fase de diamante policristalino 11 que incluye una pluralidad de partículas de diamante y fases no diamantinas 12 compuestas de carbono no diamantino. Debido a una diferencia en la estructura cristalina y la conductividad entre estas fases, la fase de diamante policristalino 11 se observa como un campo brillante y las fases no diamantinas 12 se observan como un campo oscuro en la observación con el SEM.

10 Es conveniente que el policristal compuesto de la presente modalidad incluya sustancialmente sólo la fase de diamante policristalino y las fases no diamantinas. No incluir un componente metálico, tal como un coadyuvante de sinterización o un aglutinante, conduce a un aumento en la resistencia al astillado porque no se produce la expansión térmica del componente metálico. Sin embargo, el policristal compuesto de la presente modalidad puede incluir impurezas inevitables que entran inevitablemente en el policristal compuesto durante la fabricación. Como tales impurezas inevitables, se supone, por ejemplo, nitrógeno (N) y similares se han adsorbido sobre una materia prima (material de partida). Una cantidad de las impurezas inevitables contenidas es convenientemente menor que 1000 ppma (partes por millón atómico). La cantidad de impurezas inevitables contenidas puede medirse, por ejemplo, mediante espectrometría de masas de iones secundarios (SIMS) y similares.

20 Fase no diamantina

En el policristal compuesto se incluyen una pluralidad de fases no diamantinas 12. Las fases no diamantinas 12 se distribuyen en la fase de diamante policristalino 11.

25 "Estar distribuido" en la presente descripción se refiere a un estado en que las fases no diamantinas existen de manera aislada y las fases no diamantinas individuales no se conectan entre sí en la imagen en sección transversal que se muestra en la Figura 1. En la presente modalidad, en el siguiente caso, todas las fases no diamantinas incluidas en el policristal compuesto se consideran "distribuidas".

30 Específicamente, el policristal compuesto se pule para exponer de esta manera una superficie limpia. A partir de esta superficie, se seleccionan aleatoriamente tres posiciones de medición. En cada posición de medición, se observa un intervalo rectangular de 9 μm de largo x 12 μm de ancho con un aumento de 10 000. Cuando una porción conectada de las fases no diamantinas no puede identificarse en la observación de los intervalos rectangulares en las tres posiciones, se considera que todas las fases no diamantinas incluidas en el policristal compuesto están distribuidas.

35 En la presente modalidad, las fases no diamantinas se distribuyen, lo que conduce a un aumento en la resistencia al astillado. Por el contrario, si la porción conectada de las fases no diamantinas existe en la estructura, esta porción sirve como punto de partida de la rotura y, por lo cual, la resistencia al astillado disminuye.

40 La fase no diamantina está compuesta de carbono no diamantino. El "carbono no diamantino" se refiere a carbono sólido no diamantino. El carbono no diamantino puede ser, por ejemplo, grafito, carbono vítreo, carbono amorfo, fullereno, nanotubos de carbón y similares. El carbono no diamantino que forma la fase no diamantina es preferentemente al menos uno de grafito y carbono amorfo. La fase no diamantina puede estar compuesta de una forma o una pluralidad de formas de monocristalina, policristalina y amorfa. Por ejemplo, la fase no diamantina puede ser una forma compuesta en la que se agregue un monocristal de grafito y carbono amorfo, y similares.

45 La fase no diamantina puede identificarse mediante el uso juntas de la observación SEM y la medición de difracción de rayos X. Específicamente, en la difracción de rayos X del policristal compuesto que incluye las fases no diamantinas, se observan un pico derivado del diamante y un pico derivado de, por ejemplo, el grafito. Un pico derivado de una cara (111), una cara (220), una cara (331) o similar, puede considerarse como el pico derivado del diamante. Un pico derivado de una cara (002), una cara (004) o similar, puede considerarse como el pico derivado del grafito.

50 Además de lo anterior, la fase no diamantina también puede identificarse adicionalmente mediante el uso de, por ejemplo, la medición del espectro de dispersión Raman con un espectrómetro Raman microscópico.

55 (Valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas)

60 Un valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas no es mayor que 1000 nm. El diámetro del círculo equivalente al área proyectada en la presente descripción se refiere a un diámetro de un círculo que tiene un área igual a la de una imagen proyectada bidimensional de una sustancia de partículas en la imagen en sección transversal mostrada en la Figura 1. En la medición de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas (y las partículas de diamante que se describen más abajo), un aumento de observación del SEM es 10 000x y el intervalo del campo visual es un intervalo rectangular de 9 μm de largo x 12 μm de ancho.

65

El valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas puede calcularse de acuerdo con las siguientes etapas de procedimiento (a) a (f). El valor promedio en la presente descripción se refiere a un valor promedio aritmético, a menos que se especifique de cualquier otra manera.

- 5 (a) En primer lugar, se cuenta el número de fases no diamantinas en un campo visual.
 (b) La binarización se realiza en el campo visual (imagen SEM) para dividir el campo visual en píxeles derivados de un campo brillante (píxeles derivados de la fase de diamante policristalino) y píxeles derivados de un campo oscuro (píxeles derivados de las fases no diamantinas).
 (c) Se cuenta el número de píxeles derivados del campo oscuro.
 10 (d) El número total de píxeles en el campo oscuro se multiplica por un área por píxel para calcular el área total del campo oscuro.
 (e) El área total del campo oscuro se divide por el número de fases no diamantinas para calcular un área promedio por fase no diamantina.
 (f) Se determina un diámetro de un círculo que tiene un área igual al área promedio.

15 Las fases no diamantinas en la presente modalidad son fases de partículas finas en las que el valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas no es mayor que 1000 nm. Por lo tanto, incluso cuando exista una pluralidad de fases no diamantinas en la estructura, se considera que la influencia de las fases no diamantinas en la resistencia de toda la estructura es pequeña. Además, se considera que las fases no diamantinas distribuidas finamente funcionan como una sustancia amortiguadora que mitiga el impacto. Cada uno de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de la pluralidad de fases no diamantinas es convenientemente no mayor que 1000 nm.

20 Desde la perspectiva de aumentar la resistencia al astillado, es con mayor preferencia un valor promedio más pequeño de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas. El valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas no podrá ser mayor que 300 nm, no mayor que 100 nm, no mayor que 80 nm, o no mayor que 60 nm. Desde la perspectiva de la resistencia al desgaste, el valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas no puede ser menor que 10 nm.

30 (Relación de área)

35 En una superficie obtenida mediante el pulido del policristal compuesto, una relación de un área de las fases no diamantinas a un área de una superficie (a continuación puede denotarse como "relación de área") es preferentemente no menor que 0,5 % y no mayor que 30 %. Las condiciones descritas en la descripción de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada pueden usarse como condiciones de observación (aumento e intervalo del campo visual) del SEM al medir la relación de área.

40 El área de las fases no diamantinas se determina como el área total del campo oscuro. El área total del campo oscuro puede determinarse de acuerdo con las etapas del procedimiento descritos anteriormente (b) a (d) para medir los diámetros circulares equivalentes del área proyectada. Luego, el área total del campo oscuro se divide por un área de todo el campo visual y, por lo cual, puede calcularse la relación de área de las fases no diamantinas.

45 Cuando la relación de área de las fases no diamantinas no es menor que 0,5 %, puede esperarse un aumento en la resistencia al astillado. La relación de área es con mayor preferencia no menor que 1 %. Cuando la relación de área no es mayor que 30 %, puede esperarse un aumento en la resistencia al desgaste. La relación de área es con mayor preferencia no mayor que 26 %, y aún más preferentemente no mayor que 20 %.

50 Fase de diamante policristalino

55 Como se muestra en la Figura 1, la fase de diamante policristalino 11 forma una fase principal del policristal compuesto 10. Como se describió anteriormente, en la presente modalidad, las fases no diamantinas 12 se distribuyen y aíslan. En otras palabras, la fase de diamante policristalino 11 que actúa como fase principal es continua. La figura 1 muestra una superficie obtenida mediante el pulido del policristal compuesto. En la presente modalidad, cuando la fase de diamante policristalino es continua en una superficie, se considera que la fase de diamante policristalino es continua en tres dimensiones. Cuando la fase de diamante policristalino es continua en tres dimensiones, puede esperarse un aumento en la resistencia al desgaste.

60 La fase de diamante policristalino incluye una pluralidad de partículas de diamante. Las partículas de diamante son un solo diamante monocristalino. El diamante monocristalino es preferentemente un diamante cúbico. El diamante monocristalino puede ser un diamante hexagonal. La existencia de partículas de diamantes individuales que forman la fase de diamante policristalino puede identificarse mediante el ajuste del contraste de la imagen SEM.

65 (Valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las partículas de diamante)

Un valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las partículas de diamante es preferentemente no mayor que 1000 nm. El valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las partículas de diamante puede medirse de acuerdo con las siguientes etapas del procedimiento (g) a (l).

- 5 (g) El contraste de la imagen SEM se ajusta para alcanzar un estado en el que las partículas de diamantes individuales pueden reconocerse mutuamente, es decir, pueden distinguirse los límites de grano.
 (h) Se cuenta el número de partículas de diamante en un campo visual.
 10 (i) Como se describió anteriormente, la binarización se realiza en la imagen y se cuentan los píxeles derivados de un campo brillante.
 (j) El número total de píxeles en el campo claro se multiplica por un área por píxel para calcular un área total del campo brillante.
 (k) El área total del campo brillante se divide por el número de partículas de diamante para calcular un área promedio por partícula de diamante.
 15 (l) Se determina un diámetro de un círculo que tiene un área igual al área promedio.

A medida que el valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las partículas de diamante se vuelve más pequeño, puede esperarse un aumento adicional en la resistencia al astillado. El valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de la pluralidad de partículas de diamante no podrá ser mayor que 500 nm, no mayor que 300 nm, no mayor que 150 nm, no mayor que 80 nm, o no mayor que 60 nm. Desde la perspectiva de la resistencia al desgaste, el valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las partículas de diamante es preferentemente no menor que 10 nm. El valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las partículas de diamante no puede ser menor que 30 nm.

25 Dureza Knoop

La dureza Knoop del policristal compuesto de la presente modalidad es preferentemente no menor que 50 GPa. A medida que la dureza Knoop se hace mayor, la resistencia al desgaste del policristal compuesto tiende a aumentar. La dureza Knoop es con mayor preferencia no menor que 60 GPa, además preferentemente no menor que 70 GPa, y con la máxima preferencia no menor que 100 GPa. Un límite superior de la dureza Knoop no está particularmente limitado. La dureza Knoop puede ser, por ejemplo, no mayor que 110 GPa.

30 La dureza Knoop se mide mediante el uso del método compatible con "JIS Z 2251: 2009 Método de medición de prueba de dureza Knoop". Puede usarse un probador de microdureza común para medir la dureza Knoop. Un entorno de medición puede ser la temperatura ambiente (por ejemplo, aproximadamente 23 °C±5 °C). Un penetrador de tipo Knoop (que tiene una forma de pirámide cuadrangular romboidal) se usa como penetrador.

35 Un material del penetrador es convenientemente diamante monocristalino. Una fuerza de prueba (carga) es 4,9 N (0,5 kgf). El tiempo de mantenimiento de la fuerza de prueba es de 10 segundos. La velocidad de aproximación del penetrador es de 60 μm/s.

Aplicaciones del policristal compuesto

45 El policristal compuesto de la presente modalidad exhibe una excelente resistencia al astillado. Por lo tanto, el policristal compuesto es adecuado para aplicaciones en las que se requiere resistencia al impacto y la vibración, por ejemplo, una herramienta de excavación tal como una broca de excavación, así como también una herramienta de corte tal como un taladro, una fresa de punta, un inserto desechable para torneado, y una herramienta de torneado. Aprovechando la resistencia al desgaste, el policristal compuesto puede usarse en una herramienta resistente al desgaste, tal como un troquel, una punta trazadora, una rueda de trazar, y un tocador. Alternativamente, el policristal compuesto también puede usarse en una herramienta de amolar, tal como una muela de amolar. Específicamente, otra forma de la presente modalidad puede ser una herramienta de excavación, una herramienta de corte, una herramienta resistente al desgaste, o una herramienta de rectificado que incluya el policristal compuesto descrito anteriormente.

55 Método para fabricar el policristal compuesto

El policristal compuesto (diamante policristalino compuesto) de la presente modalidad se fabrica típicamente mediante el uso del siguiente método de fabricación.

60 La figura 3 es un diagrama de flujo que muestra el esquema de un método para fabricar el policristal compuesto de la presente modalidad. El método para fabricar incluye una etapa de preparación (S01), una etapa de presurización y calentamiento (S02) y una etapa de conversión y sinterización (S03). Las etapas se realizan en este orden. Las etapas se describen a más abajo.

65 Etapas de preparación (S01)

En la etapa de preparación, se prepara carbono no diamantino. El carbono no diamantino que sirve como materia prima (material de partida) del policristal compuesto puede ser, por ejemplo, grafito, carbono vítreo, carbono amorfo (tal como, por ejemplo, negro de carbón), fullereno (tal como, por ejemplo, C₆₀), nanotubos de carbón y similares. El carbono no diamantino que sirve como materia prima es convenientemente grafito. Cuando se usa grafito, puede esperarse un aumento en la calidad y pureza del policristal compuesto. La pureza del grafito es preferentemente no menor que 99 % en masa y no mayor que 100 % en masa, y con mayor preferencia no menor que 99,5 % en masa y no mayor que 100 % en masa.

El carbono no diamantino que sirve como materia prima puede ser un polvo o un material moldeado. El carbono no diamantino que sirve como materia prima es preferentemente un material moldeado compuesto de partículas de grafito (a continuación también denominado "material moldeado de grafito"). Cuando se usa tal material moldeado de grafito, es probable que se produzca un policristal compuesto denso. Un tamaño promedio de partícula de las partículas de grafito es preferentemente no menor que 10 nm y no mayor que 5000 nm, y con mayor preferencia no menor que 10 nm y no mayor que 1000 nm. El "Tamaño de partícula promedio" en la presente descripción se refiere a un tamaño de partícula con un total acumulativo del 50 % (también denominado "d50" y "tamaño medio") en una distribución de tamaño de partícula en base al volumen medido por un método de difracción y dispersión láser.

El material moldeado de grafito puede fabricarse, por ejemplo, mediante la presión y el moldeado de un polvo de partículas de grafito. La forma del material moldeado es convenientemente una forma a la que es probable que se aplique presión isotrópicamente. La forma del material moldeado es, por ejemplo, una forma cilíndrica, una forma cúbica, una forma esférica y similares. La densidad del material moldeado de grafito puede ajustarse a aproximadamente 1,80 a 1,90 g/cm³.

Etapa de presurización y calentamiento (S02)

La siguiente etapa usa un aparato generador de alta temperatura y alta presión que puede generar el estado de alta temperatura de no menor que 1800 °C y el estado de alta presión de no menor que 9 GPa. Los ejemplos de aparatos de generación de alta temperatura y alta presión incluyen un aparato de tipo cinturón, un aparato de tipo cúbico, un aparato de tipo esfera partida y similares. Puede usarse cualquier tipo de aparato siempre que pueda generar el estado de alta temperatura y alta presión descrito anteriormente.

En la etapa de presurización y calentamiento, bajo ciertas condiciones, se realiza la presurización para alcanzar una presión de sinterización y se realiza el calentamiento para alcanzar una temperatura de sinterización.

Antes del procesamiento, el carbono no diamantino se encapsula en una cápsula hecha de un metal de alto punto de fusión. Los ejemplos del metal de alto punto de fusión incluyen tántalo (Ta), molibdeno (Mo), platino (Pt), renio (Re) y similares. La cápsula se dispone en una sala de muestras del aparato de alta temperatura y alta presión, y se realizan la presurización y el calentamiento. En la presente modalidad, la presurización y el calentamiento se realizan para alcanzar una presión de sinterización y una temperatura de sinterización objetivo bajo condiciones que satisfacen todas las siguientes ecuaciones (I) a (IV):

$$\begin{array}{ll} P < 0,0067T + 1 & \dots(I); \\ P > 0,0035T - 0,3462 & \dots(II); \\ 0 < T < 2700 & \dots(III); \text{ y} \\ 0 < P < 13 & \dots(IV) \end{array}$$

donde P [GPa] representa una presión y T [°C] representa una temperatura.

La figura 4 es un gráfico para describir las condiciones para la etapa de presurización y calentamiento. En el gráfico de la Figura 4, el eje vertical representa una presión [GPa] y el eje horizontal representa una temperatura [°C]. Una región A en el gráfico es una región que satisface todas las ecuaciones descritas anteriormente (I) a (IV).

Cuando P y T entran en una región que no satisface la ecuación (I) descrita anteriormente (es decir, " $P > 0,0067T + 1$ ") durante la presurización y el calentamiento, la fase de transición de carbono no diamantino a diamante, que es principalmente transición de fase martensítica sin difusión atómica, progresa. Como resultado, en el policristal compuesto generado, la forma de las fases no diamantinas no es uniforme y el estado distribuido de las fases no diamantinas también es malo.

Cuando P y T entran en una región que no satisface la ecuación (II) descrita anteriormente (es decir, " $P < 0,0035T - 0,3462$ ") durante la presurización y el calentamiento, la fase de grafito se vuelve estable y, por lo cual, una eficiencia de conversión de carbono no diamante a diamante, disminuye. Como resultado, en el policristal compuesto generado, se forma una fase no diamantina gruesa y el estado distribuido de las fases no diamantinas también es malo.

La figura 2 es un diagrama esquemático que muestra una estructura de un policristal compuesto de acuerdo con una modalidad de referencia. Un policristal compuesto 20 mostrado en la Figura 2 se fabrica bajo condiciones en las que P y T caen fuera de la región A durante el calentamiento y la presurización como se describió anteriormente. El

policristal compuesto 20 incluye una fase si diamantes gruesa 22 y una fase no diamantina 23 en la que una pluralidad de fases no diamantinas se agregan y se conectan entre sí. Además, el estado distribuido de las fases no diamantinas en una fase de diamante policristalino 21 no es uniforme. En una estructura de este tipo, es probable que las fases 22 y 23 que no sean de diamante sirvan como punto de partida de la rotura y, por lo cual, es probable que se produzca astillado.

Etapa de conversión y sinterización (S03)

En la etapa de conversión y sinterización, el carbono no diamantino se mantiene a la presión de sinterización y la temperatura de sinterización y, por lo cual, una parte del carbono no diamantino se convierte en diamante policristalino, y el carbono que no es de diamante y el diamante policristalino se sinterizan, para fabricar el policristal compuesto.

En la presente modalidad, la presión de sinterización no es menor que 9 GPa ni mayor que 13 GPa, y la temperatura de sinterización no es menor que 1800 °C ni superior que 2700 °C. La conversión y la sinterización en estas condiciones permiten la generación eficiente de la fase de diamante policristalino.

Desde la perspectiva de la eficiencia de conversión, la presión de sinterización no puede ser menor que 10 GPa ni mayor que 12 GPa. Además, la temperatura de sinterización no puede ser menor que 1900 °C o no puede ser menor que 2200 °C. La temperatura de sinterización no puede ser superior a 2600 °C ni superior a 2400 °C.

El tiempo de mantenimiento de la presión de sinterización y la temperatura de sinterización es, por ejemplo, aproximadamente no menos de 5 minutos y no más de 2 horas, y preferentemente aproximadamente no menos de 10 minutos y no más de 1 hora, y con mayor preferencia aproximadamente no menos de 10 minutos y no más de 30 minutos.

Mediante la Realización de las etapas descritas anteriormente, puede fabricarse el policristal compuesto de la presente modalidad.

EJEMPLOS

Aunque la presente modalidad se describirá con referencia a los Ejemplos, la presente modalidad no se limita a los siguientes Ejemplos.

<Fabricación de policristales compuestos>

Se fabricaron policristales compuestos (diamantes policristalinos compuestos) de acuerdo con la Muestra núm. 1 a la Muestra núm. 6 como se describió más abajo. La Muestra núm. 1 a la Muestra núm. 4 corresponden a los Ejemplos, y la Muestra núm. 5 y la Muestra núm. 6 corresponden a los Ejemplos Comparativos.

Muestra núm. 1

1. Etapa de preparación (SO1)

Se prensó y moldeó un polvo de partículas de grafito con un intervalo de tamaño de partícula de 100 a 3000 nm, para fabricar un material moldeado de grafito (densidad: 1 85 g/cm³, pureza: 99,5 % en masa). Por lo cual se preparó carbono no diamantino, que era un material de partida.

2. Etapa de presurización y calentamiento (S02)

El material moldeado de grafito se colocó en una cápsula hecha de un metal de alto punto de fusión y la cápsula se dispuso en la sala de muestras del aparato de alta temperatura y alta presión. Bajo las condiciones que pertenecen a la región A en la Figura 4, se realizó la presurización para alcanzar 9 GPa y se realizó el calentamiento para alcanzar 2600 °C.

3. Etapa de conversión y sinterización (S03)

El carbono no diamantino se mantuvo a 9 GPa (presión de sinterización) y 2600 °C (temperatura de sinterización) durante 20 minutos y, por lo cual, una parte del carbono no diamantino se convirtió en diamante policristalino, y el carbono no diamantino y los diamantes policristalinos se sinterizaron. Por lo cual se fabricó un policristal compuesto de acuerdo con la muestra núm. 1.

Muestra núm.2 a muestra núm. 4

De manera similar a la Muestra núm. 1, se fabricó cada Muestra núm. 2 a Muestra núm. 4 excepto que se realizaron presurización y calentamiento para alcanzar la presión de sinterización y la temperatura de sinterización mostradas en la columna "Etapa de conversión y sinterización" en la Tabla 1 bajo las condiciones pertenecientes a la región A en la Figura 4 en la etapa de presurización y calentamiento, y estas presión de sinterización y temperatura de sinterización se mantuvieron en la etapa de conversión y sinterización, para fabricar un policristal compuesto.

[Tabla 1]

No.	Etapa de preparación		Método de fabricación				Policristal compuesto				Herramienta de corte
	Etapa de calentamiento y presurización		Etapa de conversión y sinterización		Fase de diamante policristalino		Fase no diamantina		Dureza de Knoop		
	Presión	Temperatura	Presión de sinterización	Temperatura de sinterización	Partículas de diamante	Relación de área de	Diámetro circular equivalente (Valor promedio)				
	P	T									
GP	°C	GP	°C	nm	%	nm	GP				
1	Material grafito moldeado	Dentro de la región A en la figura 4	9	2600	300	26	800	65-75	No astillado		
2	Material grafito moldeado	Dentro de la región A en la figura 4	12	2400	150	1	60	100-110	No astillado		
3	Material grafito moldeado	Dentro de la región A en la figura 4	13	1900	60	30	80	55-65	No astillado		
4	Material grafito moldeado	Dentro de la región A en la figura 4	10	2200	80	20	300	70-80	No astillado		
5	Material grafito moldeado	Fuera de la región A en la figura 4(lado superior de la región A)	10	2200	83	21	1400	45-80	Astillado (longitud de corte=3 km)		
6	Material grafito moldeado	Fuera de la región A en la figura 4(lado inferior de la región A)	10	2200	85	23	1900	45-80	Astillado (longitud de corte=2 km)		

Muestra núm. 5

De manera similar a la muestra núm. 1, se fabricó la muestra núm. 5, excepto que se realizó la presurización para alcanzar 10 GPa (presión de sinterización) y el calentamiento se realizó para alcanzar 1000 °C (temperatura de sinterización) en la etapa de presurización y calentamiento, y estas presiones de sinterización y la temperatura de sinterización se mantuvieron en la etapa de conversión y sinterización, para fabricar un policristal compuesto.

La muestra núm. 5 corresponde a un ejemplo en el que la etapa de presurización y calentamiento se realizó en condiciones que no satisfacen la ecuación (I) descrita anteriormente de " $P < 0,0067T + 1$ ". En la figura 4, las condiciones para la muestra núm. 5 pertenecen a una región localizada en el lado superior de la región A.

Muestra núm. 6

De manera similar a la muestra núm. 1, se fabricó la muestra núm. 6 excepto que la presurización se realizó primero para alcanzar 6 GPa y el calentamiento se realizó para alcanzar 2200 °C (temperatura de sinterización) y luego se realizó la presurización para alcanzar 10 GPa (presión de sinterización) en la etapa de presurización y calentamiento, y estas presión de sinterización y temperatura de sinterización se mantuvieron en la etapa de conversión y sinterización, para fabricar un policristal compuesto.

En cuanto a la Muestra núm. 6, aunque la presión de sinterización final y la temperatura de sinterización estaban dentro de la región A, la presión y la temperatura cayeron temporalmente fuera de la región A durante la presurización y el calentamiento. Específicamente, cuando se realizaron presurización y calentamiento para alcanzar 6 GPa y 2200 °C, no se cumplió la ecuación (II) descrita anteriormente de " $P > 0,0035T - 0,3462$ ". En la Figura 4, las condiciones de $P=6$ GPa $y=2200$ °C pertenecen a una región ubicada en el lado inferior de la región A.

Evaluación

Las muestras se evaluaron como se describió más abajo.

1. Relación del área de las fases no diamantinas

Cada muestra fue pulida para exponer una superficie limpia. La observación con el SEM se realizó en tres posiciones separadas de la superficie, para identificar una fase de diamante policristalino (campo brillante) y fases no diamantinas (campo oscuro). De acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente, se calculó una relación de área de las fases no diamantinas. El resultado se muestra en la Tabla 1. Las condiciones para el SEM se establecieron como se describió más abajo.

(Condiciones SEM)

Ampliación de observación: 10 000x

Intervalo del campo visual: intervalo rectangular de 9 µm de largo x 12 µm de ancho

2. Diámetro del círculo equivalente al área proyectada

De acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente, se calculó un valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas y un valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las partículas de diamante. El resultado se muestra en la Tabla 1. En la Tabla 1, el valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada se abrevia como "Diámetro circular equivalente (valor promedio)".

3. Dureza Knoop

Se midió la dureza Knoop de cada muestra bajo las siguientes condiciones. La medición se realizó una pluralidad de veces. El resultado se muestra en la Tabla 1. "65-75" o similar mostrado en la columna "Dureza Knoop" en la Tabla 1 indica que el valor mínimo es 65 GPa y el valor máximo es 75 GPa en la pluralidad de veces de las mediciones. Es concebible que a medida que se hace mayor la dureza Knoop, se hace mejor la resistencia al desgaste.

(Condiciones para medir la dureza Knoop)

Penetrador: Penetrador tipo Knoop (material: diamante tipo IIa, forma: forma de pirámide cuadrangular romboidal)

Fuerza de prueba: 4,9 N

Prueba de fuerza manteniendo el tiempo: 10 segundos

Velocidad de aproximación del penetrador: 60 µm/s

4. Prueba de corte

Cada muestra se procesó en una punta para el trabajo de corte. Mediante el uso de la punta para el trabajo de corte, se realizó una prueba de corte bajo las siguientes condiciones, para evaluar la resistencia al astillado. Las condiciones de corte se basan en el supuesto de que el impacto se aplicaría a la herramienta durante el trabajo de corte. El resultado se muestra en la Tabla 1.

- 5 (Condiciones de corte)
- Método de corte: corte húmedo
 Pieza de trabajo: barra redonda de aleación de aluminio A390 (que tiene cuatro ranuras en forma de V)
 10 Velocidad de corte: 800 m/min
 Profundidad del corte: 0,2 mm
 Alimentación: 0,1 mm/vuelta
 Longitud de corte: 10 km
- 15 Resultado y consideración
- Como se muestra en la Tabla 1, en la Muestra núm. 5 y la Muestra núm. 6, el valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas excedió 1000 nm. Además, las variaciones en el tamaño de las fases no diamantinas eran grandes, y las fases no diamantinas diminutas que tienen un diámetro circular equivalente al área proyectada de aproximadamente 100 nm y las fases no diamantinas gruesas que tienen un diámetro circular equivalente al área proyectada de aproximadamente 4000 a 5000 nm estaban presentes de forma mixta. Específicamente, el intervalo de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada fue de 100 a 4000 nm en la Muestra núm. 5, y fue de 100 a 5000 nm en la Muestra núm. 6. Además, también se encontró una porción conectada de una pluralidad de fases no diamantinas en las fases no diamantinas gruesas.
- 20
- 25 En la prueba de corte, en la Muestra núm. 5, un borde de corte de la herramienta se astilló significativamente cuando la longitud de corte era de 3 km. Así como en la Muestra núm. 6, un borde de corte de la herramienta se astilló significativamente cuando la longitud de corte fue de 2 km.
- 30 Como se muestra en la Tabla 1, en la Muestra núm. 1 a la Muestra núm. 4, el valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas no fue mayor que 1000 nm. Como resultado de la observación de las estructuras de la Muestra núm. 1 a la Muestra núm. 4, se confirmó que las fases no diamantinas estaban distribuidas en la fase de diamante policristalino. En la prueba de corte, la Muestra núm. 1 a la Muestra núm. 4 pudo cortarse en la longitud de corte de 10 km sin astillado. Específicamente, la Muestra núm. 1 a la Muestra núm. 4 tuvo aumento de la resistencia al astillado en comparación con la Muestra núm. 5 y la Muestra núm. 6.
- 35
- La dureza Knoop de cada Muestra núm. 1 a Muestra núm. 4 no fue menor que 50 GPa. Además, en la Muestra núm. 1 a la Muestra núm. 4, las variaciones en la dureza Knoop (diferencia entre el valor máximo y el valor mínimo) fueron pequeñas, es decir, aproximadamente 10 GPa. Por lo tanto, es concebible que de la Muestra núm. 1 a la Muestra núm. 4 también tengan una excelente resistencia al desgaste.
- 40
- En la Muestra núm. 1 a la Muestra núm. 4, se confirmó que a medida que la relación de áreas de las fases no diamantinas disminuía, la dureza Knoop aumentaba. Puede verse en la Tabla 1 que la dureza Knoop del policristal compuesto de acuerdo con la presente modalidad puede ser no menor que 60 GPa, o puede ser no menor que 70 GPa, o puede ser no menor de 100 GPa.
- 45
- Las variaciones en la dureza Knoop de la Muestra núm. 5 y la Muestra núm. 6 fueron aproximadamente de 30 a 35 GPa, que fueron mayores que las de la Muestra núm. 1 a la Muestra núm. 4. Se considera que esto se debe a que la dispersabilidad de las fases no diamantinas es baja.
- 50
- Aunque la modalidad y los ejemplos de la presente descripción se han descrito anteriormente, también se pretende originalmente combinar como sea apropiado o modificar de diversas formas las características de la modalidad y los ejemplos descritos anteriormente.
- 55
- Debe entenderse que la modalidad y los ejemplos descritos en la presente descripción son ilustrativos y no restrictivos en todos los aspectos. El alcance de la presente descripción se define por los términos de las reivindicaciones, en lugar de la modalidad y los ejemplos descritos anteriormente.
- 60
- Lista de signos de referencia
- Policristales compuestos 10, 20; fase de diamante policristalino 11, 21; fase no diamantina 12, 22, 23; Región A.

REIVINDICACIONES

1. Un policristal compuesto que comprende:
 5 una fase de diamante policristalino que incluye una pluralidad de partículas de diamante; y
 fases no diamantinas compuestas de carbono no diamantino,
 las fases no diamantinas se distribuyen en la fase de diamante policristalino, en donde la distribución se refiere
 a un estado en el que las fases no diamantinas existen de manera aislada y las fases no diamantinas
 individuales no se conectan entre sí en una imagen en sección transversal,
 10 un valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas no
 es mayor que 1000 nm, en donde el diámetro circular equivalente del área proyectada se refiere al diámetro de
 un círculo que tiene un área igual a la de una imagen proyectada bidimensional de una sustancia de partículas
 en una imagen en sección transversal.
2. El policristal compuesto de acuerdo con la reivindicación 1, en donde
 15 el valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las fases no diamantinas no
 es mayor que 100 nm.
3. El policristal compuesto de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde
 20 un valor promedio de los diámetros circulares equivalentes del área proyectada de las partículas de diamante
 no es mayor que 1000 nm.
4. El policristal compuesto de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde
 una dureza Knoop del policristal compuesto no es menor que 50 GPa.
- 25 5. Un método para fabricar el policristal compuesto de cualquier reivindicación anterior, el método comprende:
 preparar carbono no diamantino;
 presurizar el carbono no diamantino a una presión de sinterización y calentar el carbono no diamantino a una
 temperatura de sinterización bajo una condición que satisfaga todas las ecuaciones siguientes (I) a (IV):
 30 $P < 0,0067T + 1$... (I);
 $P > 0,0035T - 0,3462$... (II);
 $0 < T < 2700$... (III); y
 $0 < P < 13$... (IV)
 donde P [GPa] representa una presión y T [°C] representa una temperatura,
 la presión de sinterización no es menor que 9 GPa ni mayor que 13 GPa, y la temperatura de sinterización no
 35 es menor que 1800 °C ni mayor que 2700 °C; y
 mantener el carbono no diamantino a la presión de sinterización y la temperatura de sinterización, de esta
 manera se convierte una parte del carbono no diamantino en diamante policristalino y se sinteriza el carbono
 no diamantino y el diamante policristalino, para fabricar el policristal compuesto.

FIGURA 1

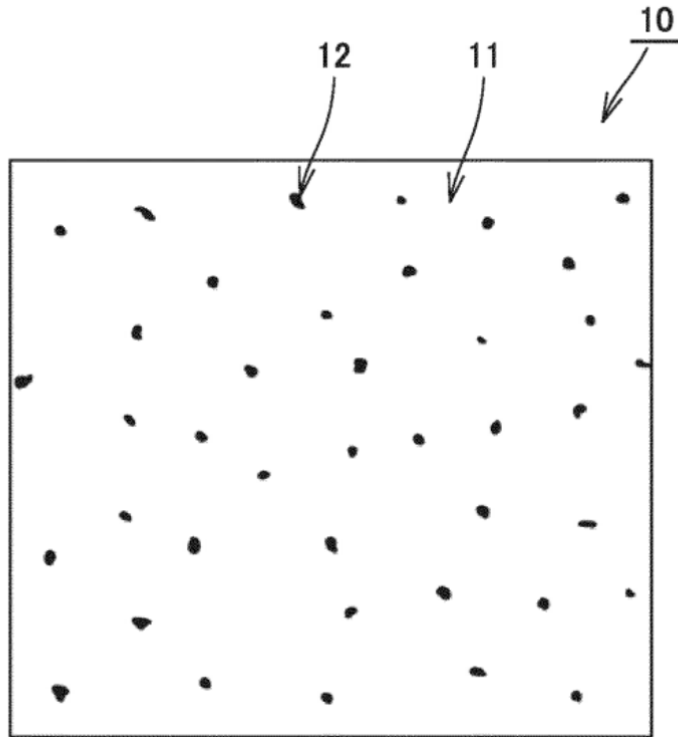


FIGURA 2

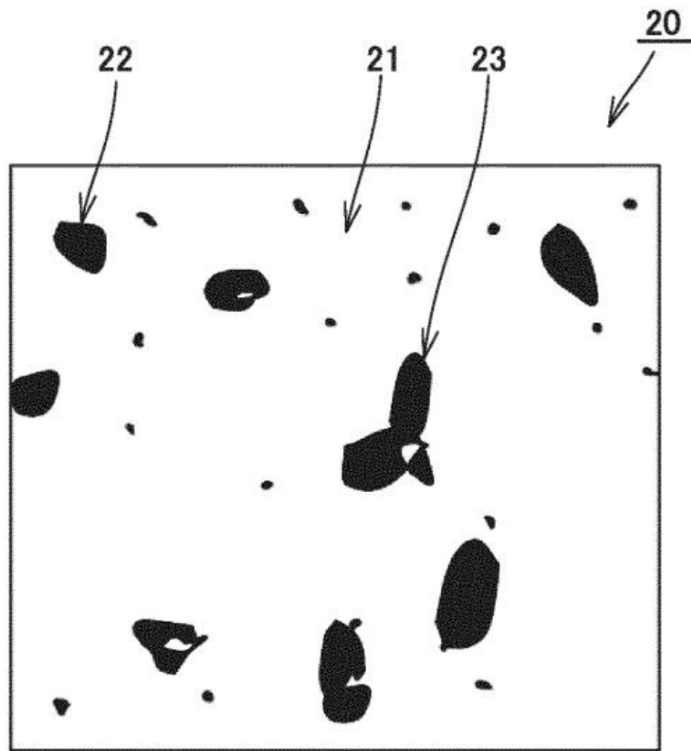


FIGURA 3

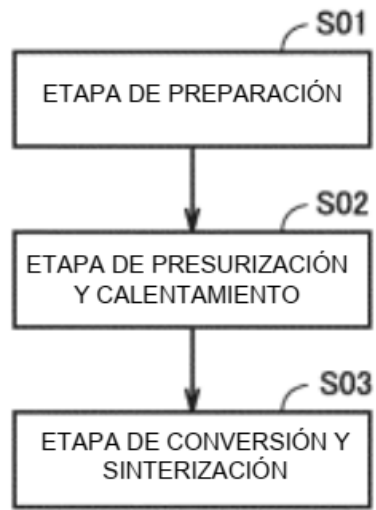


FIGURA 4

