

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 988 702**

51 Int. Cl.:

C04B 35/52 (2006.01)
B23B 27/14 (2006.01)
B23B 27/20 (2006.01)
B23C 5/16 (2006.01)
C04B 35/645 (2006.01)
C04B 35/528 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.07.2018** **PCT/JP2018/027345**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.01.2020** **WO20017040**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.07.2018** **E 18847209 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.08.2024** **EP 3825293**

54 Título: **Policristal de diamante**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
21.11.2024

73 Titular/es:
SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.
(100.0%)
5-33 Kitahama 4-chomeChuo-ku
Osaka-shi, Osaka 541-0041, JP

72 Inventor/es:
SUMIYA, HITOSHI y
YAMAMOTO, KATSUKO

74 Agente/Representante:
SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 988 702 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 de diamante

5 Campo técnico

La presente descripción se refiere a un policristal de diamante y a una herramienta que incluye el policristal de diamante.

10 Técnica antecedente

Un policristal de diamante tiene una dureza excelente, no tiene propiedad direccional en dureza y no tiene capacidad de escisión. Por lo tanto, el policristal de diamante se utiliza ampliamente para herramientas tales como mordazas de corte, rectificadoras y matrices, así como brocas de perforación y similares.

15 Un policristal de diamante convencional se obtiene sinterizando un polvo de diamante, que es una materia prima, junto con un coadyuvante de sinterización y un aglutinante a alta presión y alta temperatura (generalmente, la presión es de aproximadamente 5 a 8 GPa y la temperatura es de aproximadamente 1300 a 2200 °C) a la cual el diamante es termodinámicamente estable. Entre los ejemplos de coadyuvante de sinterización que se pueden utilizar se incluyen: un metal del grupo del hierro, como Fe, Co o Ni; un carbonato, como CaCO_3 ; y similares. Entre los ejemplos de aglutinantes utilizables se incluyen cerámicas como SiC.

25 El policristal de diamante obtenido mediante el método descrito anteriormente incluye el coadyuvante de sinterización y el aglutinante. El coadyuvante de sinterización y el aglutinante pueden provocar disminuciones en las propiedades mecánicas, como la dureza y la resistencia, y la resistencia térmica del policristal de diamante.

También se conocen los siguientes policristales de diamante: un policristal de diamante en el que se ha eliminado un coadyuvante de sinterización mediante tratamiento ácido; y un policristal de diamante que utiliza SiC resistente al calor como aglutinante para lograr una excelente resistencia al calor. Sin embargo, estos policristales de diamante tienen baja dureza y baja resistencia y, por lo tanto, tienen propiedades mecánicas insuficientes como materiales para herramientas.

35 Mientras tanto, un material de carbono que no sea diamante, como el grafito, el carbono vítreo, el carbono amorfo o el carbono tipo cebolla, se puede convertir directamente en diamante a una presión y temperatura muy altas sin utilizar un coadyuvante de sinterización y similares. Un policristal de diamante se obtiene sinterizando el material de carbono que no es diamante al mismo tiempo que se convierte directamente de la fase que no es diamante a la fase de diamante.

40 Patente japonesa abierta a consulta pública Núm. 2015-227278 (Literatura de Patente 1) describe una técnica en la que se obtiene un policristal de diamante convirtiendo directamente un polvo de carbono que no es diamante en diamante a temperatura y presión muy altas que satisfacen $P \geq 0,0000168T^2 - 0,0876T + 124$, $T \leq 2300$ y $P \leq 25$, donde P representa una presión (GPa) y T representa una temperatura (°C). En el policristal de diamante obtenido, una relación b/a, que es una relación entre una longitud a de una línea diagonal más larga y una longitud b de una línea diagonal más corta de una indentación Knoop, es menor o igual a 0,08 en la medición de la dureza Knoop. El policristal de diamante obtenido tiene elasticidad.

50 Patente japonesa abierta a consulta pública Núm. 2018-008875 (Literatura de Patente 2) describe una técnica en la que se obtiene un material a granel de diamante nanocristalino de dureza ultra alta que tiene una dureza Vickers de 155 a 350 GPa y una dureza Vickers de 140 a 240 GPa convirtiendo directamente carbono similar a la cebolla, que es una materia prima, en diamante a una temperatura muy alta de 1200 °C a 2300 °C y una presión muy alta de 4 GPa a 25 GPa JP2018-058745 revela un policristal de diamante.

Lista de citaciones

55 Literatura de patente

PTL 1: Patente Japonesa Abierta Núm. 2015-227278

PTL 2: Patente Japonesa Abierta Núm. 2018-008875

60 Resumen de la invención

65 [1] Un policristal de diamante de la presente descripción es un policristal de diamante en el que un valor de una relación (d'/d) de d' a d es menor o igual a 0,98 en una prueba de dureza Vickers realizada bajo una condición definida en JIS Z 2244: 2009 y a una temperatura de $23^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$, donde d representa una longitud de una línea diagonal de una primera indentación Vickers formada en una superficie del policristal de diamante cuando un indentador Vickers con una carga de prueba de 4,9 N se presiona sobre la superficie del policristal de diamante, y d'

representa una longitud de una línea diagonal de una segunda indentación Vickers que permanece en la superficie del policristal de diamante después de liberar la carga de prueba.

[2] Una herramienta no reivindicada de la presente descripción es una herramienta que incluye el policristal de diamante mencionado en [1].

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 ilustra una indentación Vickers.

Descripción detallada

Problema a resolver por la presente descripción

El policristal de diamante de la Literatura de Patentes 1 tiene una alta dureza y una alta tenacidad, pero se requiere que tenga una resistencia a la fractura aún mejor.

El material a granel de diamante nanocristalino de ultra alta dureza de la Literatura de Patentes 2 tiene una dureza muy alta, pero tiene una tenacidad insuficiente y una resistencia a la fractura insuficiente.

Por lo tanto, un objetivo es proporcionar un policristal de diamante que tenga una excelente resistencia a la fractura y una alta tenacidad a la fractura manteniendo al mismo tiempo una alta dureza, así como una herramienta que incluya dicho policristal de diamante.

Efectos ventajosos de la presente descripción

De acuerdo con la presente descripción, se puede proporcionar un policristal de diamante que tiene una excelente resistencia a la fractura y una alta tenacidad a la fractura mientras mantiene una alta dureza, así como una herramienta que incluye dicho policristal de diamante.

Descripción de las modalidades

Primero, se enumeran y describen los contenidos de las modalidades de la presente descripción.

(1) Un policristal de diamante de acuerdo con una modalidad de la presente descripción es un policristal de diamante en el que un valor de una relación (d'/d) de d' a d es menor o igual a 0,98 en una prueba de dureza Vickers realizada en una condición definida en JIS Z 2244 2009 y a una temperatura de $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, donde d representa una longitud de una línea diagonal de una primera indentación Vickers formada en una superficie del policristal de diamante cuando un indentador Vickers con una carga de prueba de 4,9 N se presiona sobre la superficie del policristal de diamante, y d' representa una longitud de una línea diagonal de una segunda indentación Vickers que permanece en la superficie del policristal de diamante después de liberar la carga de prueba.

Este policristal de diamante tiene una excelente resistencia a la fractura y una alta tenacidad a la fractura manteniendo al mismo tiempo una alta dureza.

(2) Preferentemente, en el policristal de diamante, una dureza Vickers calculada a partir de un valor de d es mayor o igual a 100 GPa y menor a 155 GPa. Este policristal de diamante tiene una alta dureza y una excelente resistencia al desgaste.

(3) Preferentemente en el policristal de diamante, la dureza Vickers calculada a partir del valor de d es mayor o igual a 120 GPa y menor a 155 GPa. Este policristal de diamante tiene una alta dureza y, por lo tanto, tiene una resistencia al desgaste más excelente.

(4) Preferentemente, el policristal de diamante se compone de una pluralidad de granos de diamante, y un tamaño de grano promedio de los granos de diamante es menor o igual a 100 nm.

En consecuencia, el policristal de diamante es adecuadamente aplicable a una herramienta que requiere tener una excelente resistencia a la fractura y una alta tenacidad a la fractura, como herramientas para procesamiento de alta carga, microprocesamiento y similares.

Una herramienta no reivindicada de acuerdo con una modalidad de la presente descripción es una herramienta que incluye el policristal de diamante mencionado en cualquiera de (1) a (4).

Esta herramienta tiene una excelente resistencia a la fractura y una alta tenacidad a la fractura en el procesamiento de varios tipos de materiales.

Detalles de las modalidades de la presente descripción

Con referencia a las figuras, a continuación se describen ejemplos específicos de un policristal de diamante y una herramienta que utiliza el policristal de diamante de acuerdo con una modalidad de la presente descripción.

En la presente descripción, la expresión "A a B" representa un rango de límites inferiores a superiores (es decir, mayor o igual a A y menor o igual a B). Cuando no se indica ninguna unidad para A y sólo se indica una unidad para B, la unidad de A es la misma que la unidad de B.

Policristal de diamante

En un policristal de diamante de acuerdo con la presente modalidad, el diamante es una composición básica. Es decir, el policristal de diamante se compone básicamente de diamante y no incluye sustancialmente una fase aglutinante (aglutinante) constituida por uno o ambos de un coadyuvante de sinterización y un aglutinante. De esta forma se consigue una dureza y una resistencia muy elevadas para evitar, incluso en condiciones de alta temperatura, el deterioro de las propiedades mecánicas y la caída de granos, que de otro modo se habrían producido debido a una diferencia en el coeficiente de expansión térmica del aglutinante o a una acción catalítica del aglutinante.

Dado que el policristal de diamante es un policristal compuesto de una pluralidad de granos de diamante, el policristal de diamante no tiene anisotropía ni capacidad de escisión a diferencia de un solo cristal y tiene dureza isotropa y resistencia al desgaste en todas las direcciones.

El policristal de diamante de la presente descripción se define por la ausencia de un pico de difracción que se origina a partir de una estructura distinta a una estructura de diamante y que tiene una intensidad integrada de más del 10 % con respecto al total de intensidades integradas de todos los picos de difracción que se originan a partir de la estructura de diamante en un espectro de difracción de rayos X obtenido mediante un método de difracción de rayos X. Es decir, con el espectro de difracción de rayos X, se puede confirmar que el policristal de diamante no incluye la fase aglutinante descrita anteriormente. La intensidad integrada del pico de difracción es un valor que excluye el fondo. El espectro de difracción de rayos X se puede obtener mediante el siguiente método.

El policristal de diamante se muele mediante una rueda de diamante y su superficie procesada se considera una superficie observada.

Se utiliza un difractómetro de rayos X ("MiniFlex600" (marca comercial) proporcionado por Rigaku) para obtener un espectro de difracción de rayos X de la superficie procesada del policristal de diamante. Las condiciones del difractómetro de rayos X en esta ocasión son, por ejemplo, las siguientes.

Rayos X característico: Cu-K α (longitud de onda de 1,54 Å)

Tensión del tubo: 45 kV

Corriente del tubo: 40 mA

Filtro: espejo multicapa

Sistema óptico: método de concentración

Método de difracción de rayos X: método θ -2 θ .

El policristal de diamante puede incluir una impureza inevitable siempre que se exhiba el efecto de la presente modalidad. Los ejemplos de impurezas inevitables incluyen: menos o igual a 1 ppm de hidrógeno; menos o igual a 1 ppm de oxígeno; menos o igual a 1 ppm de nitrógeno; y similares. En la presente descripción, la concentración de la impureza inevitable significa una concentración de la misma que se basa en el número de átomos.

Cada una de las concentraciones de hidrógeno, oxígeno y nitrógeno en el policristal de diamante es preferentemente menor o igual a 1 ppm, y es con mayor preferencia menor o igual a 0,1 ppm para mejorar la resistencia. Además, una concentración total de impurezas en el policristal de diamante es preferentemente menor o igual a 3 ppm, y es con mayor preferencia menor o igual a 0,3 ppm. Aunque el valor límite inferior de cada una de las concentraciones de hidrógeno, oxígeno y nitrógeno en el policristal de diamante no se limita particularmente, el valor límite inferior es preferentemente mayor o igual a 0,001 ppm en vista de la producción.

Cada una de las concentraciones de hidrógeno, oxígeno y nitrógeno en el policristal de diamante se puede medir mediante espectrometría de masas de iones secundarios (SIMS).

El policristal de diamante de la presente modalidad es un material sinterizado, pero, en muchos casos, el término "material sinterizado" normalmente implica que se incluye un aglutinante, de modo que en la presente modalidad se utiliza el término "policristal".

(Granos de diamante)

El tamaño de grano promedio de los granos de diamante es preferentemente menor o igual a 100 nm. El policristal de diamante compuesto por granos de diamante que tienen un tamaño de grano promedio tan pequeño es adecuadamente aplicable a una herramienta que requiere tener una excelente resistencia a la fractura y una alta

tenacidad a la fractura, como herramientas para procesamiento de alta carga, microprocesamiento y similares. Cuando el tamaño de grano promedio de los granos de diamante es superior a 100 nm, la precisión del borde de corte se deteriora, con el resultado de que es más probable que el borde de corte se astille. En consecuencia, el policristal de diamante no se puede utilizar en herramientas para el procesamiento de alta carga y precisión.

Para aplicar adecuadamente el policristal de diamante a una herramienta que requiere un borde de corte resistente y de alta precisión, el tamaño de grano promedio de los granos de diamante es con mayor preferencia menor o igual a 50 nm y además es preferentemente menor o igual a 20 nm. Desde este punto de vista, el tamaño de grano promedio de los granos de diamante puede ser menor o igual a 15 nm o puede ser menor o igual a 10 nm.

Para obtener una resistencia mecánica específica del diamante, el valor límite inferior del tamaño de grano promedio de los granos de diamante es preferentemente mayor o igual a 1 nm. Desde este punto de vista, el tamaño de grano promedio de los granos de diamante puede ser mayor o igual a 10 nm o puede ser mayor o igual a 15 nm.

El tamaño de grano promedio de los granos de diamante es preferentemente mayor o igual a 1 nm y menor o igual a 100 nm, es con mayor preferencia mayor o igual a 10 nm y menor o igual a 60 nm, y es además preferentemente mayor o igual a 15 nm y menor o igual a 50 nm.

El tamaño de grano promedio de los granos de diamante se puede determinar realizando, utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM), una observación de imagen de una superficie del policristal de diamante que se ha pulido hasta convertirla en una superficie de espejo plana. Un método específico para ello es el siguiente.

La superficie del policristal de diamante terminada para convertirse en una superficie de espejo plana mediante pulido con una rueda de diamante o similar se observa con un aumento de $\times 1000$ a $\times 100\,000$ utilizando un microscopio electrónico de barrido de alta resolución, obteniendo así una imagen SEM. Como microscopio electrónico de barrido de alta resolución, es preferible utilizar un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FE-SEM), por ejemplo.

A continuación, se dibuja un círculo en la imagen SEM y luego se dibujan ocho líneas rectas desde el centro del círculo hasta la circunferencia exterior del círculo de manera radial (de tal manera que los ángulos de intersección entre las líneas rectas se vuelven sustancialmente iguales entre sí). En este caso, el aumento de observación y el diámetro del círculo se ajustan preferentemente de tal manera que el número de granos de diamante (granos de cristal) en cada línea recta sea de aproximadamente 10 a 50.

A continuación, se cuenta el número de límites de grano de cristal de los granos de diamante atravesados por cada una de las líneas rectas, luego, la longitud de la línea recta se divide por el número de las mismas para encontrar una longitud de intersección promedio, luego, la longitud de intersección promedio se multiplica por 1,128, y el valor resultante se considera como el tamaño de grano promedio. El tamaño de grano promedio se determina para cada una de las tres imágenes SEM de la manera descrita anteriormente, y el valor promedio de los tamaños de grano promedio de las tres imágenes se considera como "el tamaño de grano promedio de los granos de diamante".

La relación de aspecto (A/B) de un eje mayor A y un eje menor B de cada grano de diamante en la imagen SEM es preferentemente $1 \leq A/B < 4$ para suprimir la aparición de pequeñas grietas. Aquí, el eje mayor se refiere a la distancia entre dos puntos más separados entre sí en la línea de contorno de un grano de diamante. El eje menor se refiere a una distancia de una línea recta que es ortogonal a la línea recta que define el eje mayor y que tiene la distancia más larga entre dos intersecciones con el contorno del grano del diamante.

(Dureza Vickers)

En el policristal de diamante de la presente modalidad, un valor de una relación (d'/d) de d' a d es menor o igual a 0,98 en una prueba de dureza Vickers realizada bajo una condición definida en JIS Z 2244:2009, donde d representa una longitud de una línea diagonal de una primera indentación Vickers formada en una superficie del policristal de diamante cuando un indentador Vickers con una carga de prueba de 4,9 N se presiona sobre la superficie del policristal de diamante, y d' representa una longitud de una línea diagonal de una segunda indentación Vickers que permanece en la superficie del policristal de diamante después de liberar la carga de prueba.

La prueba de dureza Vickers definida en JIS Z 2244:2009 se conoce como uno de los métodos para medir la dureza de materiales industriales. La prueba de dureza Vickers se realiza para determinar la dureza de un material objetivo presionando un indentador Vickers sobre un material objetivo bajo una temperatura predeterminada y una carga predeterminada (carga de prueba). En la presente modalidad, la temperatura predeterminada es de $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ y la carga predeterminada es de 4,9 N.

El indentador Vickers se refiere a un indentador compuesto de diamante y que tiene forma de pirámide cuadrangular regular. En la prueba de dureza Vickers, el lado superior del indentador Vickers opuesto a su superficie inferior se presiona sobre el material objetivo. En la presente descripción, el término "indentación Vickers" se define con un significado que abarca: una primera indentación Vickers (ver "PRIMERA INDENTACIÓN VICKERS" en la Figura 1), que es una indentación de forma cuadrada formada en la superficie del material objetivo (el policristal de diamante

en la presente modalidad) cuando el indentador Vickers se presiona sobre la superficie del material objetivo a la temperatura predeterminada y la carga de prueba predeterminada; y una segunda indentación Vickers (ver "SEGUNDA INDENTACIÓN VICKERS" en la Figura 1), que es una indentación deformada permanentemente que permanece en la superficie del material objetivo justo después de liberar la carga de prueba.

En el caso de un cuerpo perfectamente plástico, como un material metálico general, la primera indentación Vickers cuando se presiona el indentador Vickers tiene la misma forma que la segunda hendidura que queda después de retirar el indentador Vickers. Las indentaciones Vickers presentan la misma forma antes y después de liberar la carga de prueba y, por ejemplo, tienen una forma cuadrada como lo indica una línea discontinua como la "PRIMERA INDENTACIÓN VICKERS" en la Figura 1. Por lo tanto, en el cuerpo perfectamente plástico, d y d' son iguales ($d=d'$).

Por otra parte, en el caso donde el material de destino es un cuerpo elástico, cuando se retira el indentador para liberar la carga de prueba, se produce una recuperación elástica en la indentación Vickers en direcciones de flechas que indican la recuperación elástica en la Figura 1, con el resultado de que la indentación Vickers vuelve a la forma original para alcanzar una indentación deformada permanentemente (recuperación elástica). En este caso, d y d' exhiben una relación de $d>d'$.

A medida que aumenta el grado de reversión en las direcciones de las flechas que indican la recuperación elástica en la Figura 1, el valor de la relación (d'/d) de d' a d se hace menor. Es decir, se indica que a medida que el valor de la relación (d'/d) es menor, la recuperación elástica (propiedad elástica) es mayor.

Dado que un policristal de diamante convencional y general tiene una elasticidad muy pequeña, d y d' tienen la misma longitud ($d = d'$).

Dado que el policristal de diamante de la Literatura de Patentes 1 tiene una elasticidad, pero la elasticidad es pequeña, el valor de d y el valor de d' son sustancialmente iguales ($d \approx d'$).

Por otra parte, en el policristal de diamante de la presente modalidad, el valor de la relación (d'/d) de d' a d es menor o igual a 0,98. Por lo tanto, el policristal de diamante de la presente modalidad tiene una elasticidad mayor que la del policristal de diamante de la Literatura de Patente 1. Dado que el policristal de diamante de la presente modalidad tiene una gran elasticidad, se mejora la resistencia a la fractura por esfuerzo de tracción. Por lo tanto, cuando el policristal de diamante se utiliza como material de una herramienta, se alivia la concentración de tensión en su borde de corte, suprimiendo así el daño causado por el astillado del borde de corte.

Además, cuando se utiliza para un corte que requiere una alta precisión, el borde de corte del policristal de diamante de la presente modalidad se deforma elásticamente, con lo que es menos probable que se produzca un fenómeno de difracción (el denominado "patrón iridiscente"), que resulta de un rastro de corte y plantea un problema en el acabado de la superficie del espejo.

En el policristal de diamante de acuerdo con la presente modalidad, el valor de la relación (d'/d) de d' a d es menor o igual a 0,98. Cuando el valor de la relación (d'/d) es superior a 0,98, la fragilidad se vuelve alta, con el resultado de que es probable que se genere una grieta bajo la aplicación de una tensión local.

El valor de la relación (d'/d) es preferentemente menor o igual a 0,97, y es con mayor preferencia menor o igual a 0,9. Cuanto menor sea el valor de la relación (d'/d), mayor será la deformabilidad elástica. Si la deformabilidad elástica se vuelve demasiado grande, la procesabilidad puede deteriorarse debido a la deformación del borde de corte durante el procesamiento cuando se utiliza como herramienta. En vista de esto, el valor de la relación (d'/d) es preferentemente mayor o igual a 0,6. El valor de la relación (d'/d) es preferentemente mayor o igual a 0,6 y menor o igual a 0,98, es con mayor preferencia mayor o igual a 0,6 y menor o igual a 0,97, y es además preferentemente mayor o igual a 0,6 y menor o igual a 0,9.

En la presente descripción, la longitud d de la línea diagonal en la primera indentación Vickers y la longitud d' de la línea diagonal en la segunda indentación Vickers se miden de la siguiente manera.

En la prueba de dureza Vickers realizada en las condiciones definidas en JIS Z 2244:2009, el indentador Vickers con una carga de prueba de 4,9 N se presiona sobre la superficie del policristal de diamante. Luego, después de liberar la carga de prueba, la segunda indentación Vickers deformada permanentemente formada en la superficie del policristal de diamante se observa con un microscopio óptico incluido en un probador de microdureza general o se observa con un microscopio láser, midiendo de este modo la longitud d' de la línea diagonal en la segunda indentación Vickers.

Además, la superficie del policristal de diamante después de liberar la carga de prueba se observa con precisión utilizando un microscopio electrónico de barrido de alta resolución (por ejemplo, un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FE-SEM)) o un microscopio de interferencia diferencial de alta sensibilidad (un microscopio para proporcionar un contraste entre colores de interferencia por medio de la interferencia de luz polarizada con el propósito de visualización).

Cuando se observa la superficie del policristal de diamante con un microscopio electrónico de barrido de alta resolución o un microscopio de interferencia diferencial de alta sensibilidad, se observan indentaciones muy pequeñas en forma de líneas, que no se observan con un microscopio óptico general, que se extienden desde los vértices de la segunda indentación Vickers deformada permanentemente hasta el exterior de la segunda indentación Vickers, como se muestra en la Figura 1.

Se miden la longitud d' de la línea diagonal en la segunda indentación Vickers y las longitudes $d'1$ y $d'2$ de las indentaciones en forma de línea continuas hasta las porciones finales de la línea diagonal. Un total de ($d'+d'1+d'2$) de longitud d' de la línea diagonal en la segunda indentación Vickers y las longitudes $d'1$ y $d'2$ de las indentaciones en forma de línea se considera como la longitud d de la línea diagonal en la primera indentación Vickers.

En el policristal de diamante de la presente modalidad, la dureza Vickers calculada a partir del valor de d es preferentemente mayor o igual a 100 GPa y menor a 155 GPa. Este policristal de diamante tiene una alta dureza y puede tener una excelente resistencia al desgaste. Si la dureza Vickers es inferior a 100 GPa, el desgaste del borde de corte se hace grande cuando, por ejemplo, se fabrica una herramienta de corte utilizando el policristal de diamante, con el resultado de que la herramienta de corte puede no poder utilizarse. Por otra parte, si la dureza Vickers es mayor o igual a 155 GPa, cuando, por ejemplo, se fabrica una herramienta de corte utilizando el policristal de diamante, es probable que se dañe un borde de corte del mismo. Para mejorar la resistencia al desgaste, la dureza Vickers es con mayor preferencia mayor o igual a 120 GPa y menor a 155 GPa, y es además preferentemente mayor o igual a 125 GPa y menor a 140 GPa.

En la presente descripción, la dureza Vickers es un valor obtenido de acuerdo con el siguiente método basado en la primera indentación Vickers. En primer lugar, se mide la longitud d (μm) de la línea diagonal de la primera indentación Vickers. Dado que la longitud d de la línea diagonal de la primera indentación Vickers se mide de la manera descrita anteriormente, no se repetirá su explicación. La dureza Vickers (H_v) se calcula utilizando el valor de la longitud d de la línea diagonal de la primera indentación Vickers de acuerdo con la siguiente fórmula (1):

$$H_v = 1854,4 \times F/d^2 \quad \text{Fórmula (1)}$$

Se debe tener en cuenta que cuando la dureza Vickers se calcula en función de d' en la segunda indentación Vickers, esta dureza Vickers es una dureza aparente después de la recuperación elástica y es mayor que el valor de la dureza Vickers intrínseca que se basa en la primera indentación Vickers. Esta aparente dureza Vickers no indica una dureza precisa de un material industrial basándose en una premisa tal que se forma una hendidura deformada permanentemente, como se define en JIS Z 2244:2009.

[Herramienta]

El policristal de diamante de la presente modalidad tiene una alta dureza, una gran elasticidad, una excelente resistencia a la fractura y una alta tenacidad a la fractura y, por lo tanto, se puede utilizar adecuadamente para una herramienta de corte, una herramienta resistente al desgaste, una herramienta de rectificado, una herramienta de soldadura por fricción y agitación, y similares. Es decir, la herramienta incluye el policristal de diamante descrito anteriormente.

Cada una de las herramientas ilustradas anteriormente puede constituirse en su totalidad por el policristal de diamante, o sólo una parte de las mismas (por ejemplo, una porción de borde de corte en el caso de la herramienta de corte) puede constituirse por el policristal de diamante. Además, se puede formar una película de recubrimiento sobre una superficie de cada una de las herramientas.

Los ejemplos de la herramienta de corte incluyen un taladro, una fresa, un inserto de corte indexable para taladro, un inserto de corte indexable para fresa, un inserto de corte indexable para fresado, un inserto de corte indexable para torneado, una sierra para metal, una herramienta de corte de engranajes, un escariador, un macho de roscar, una mordaza de corte y similares.

Los ejemplos de herramientas resistentes al desgaste incluyen una matriz, un trazador, una rueda de trazar, un afilador y similares.

Los ejemplos de herramientas de pulido incluyen una piedra de moler y similares.

[Método de producción de policristal de diamante]

El policristal de diamante descrito anteriormente se puede producir mediante el siguiente método, por ejemplo.

En primer lugar, se prepara un material de carbono no diamantado que tenga un grado de grafitización menor o igual a 0,4. El material de carbono que no sea diamante no se limita particularmente siempre que el material de carbono que no sea diamante tenga un grado de grafitización menor o igual a 0,4 y sea un material de carbono distinto del diamante.

Por ejemplo, al producir un material de carbono no diamantino a partir de un gas de alta pureza a través de un método de descomposición térmica, se puede obtener un material de carbono no diamantino en el que un grado de grafitización es menor o igual a 0,4 y la concentración de cada una de las impurezas como hidrógeno, oxígeno y nitrógeno es menor o igual a 1 ppm.

El material de carbono sin diamante no se limita al producido a partir de gas de alta pureza a través del método de descomposición térmica. Entre los ejemplos de estos se pueden incluir: grafito finamente pulverizado en una atmósfera de gas inerte de alta pureza; grafito que tiene un bajo grado de grafitización, tal como carbono amorfo que ha pasado por un proceso de purificación de alta pureza; un material de carbono no cristalino; y una mezcla de estos.

El grado de grafitización P del material de carbono no diamante se determina de la siguiente manera. Un espaciado d_{002} Se mide un plano (002) del grafito del material de carbono no diamantino realizando una difracción de rayos X del material de carbono no diamantino. La relación p de la porción de estructura turbostrática del material de carbono no diamantado se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula (2):

$$d_{002}=3,440-0,086 \times (1-p^2) \quad \text{Fórmula (2)}$$

A partir de la relación p obtenida de la porción de estructura turbostrática, se calcula el grado de grafitización P de acuerdo con la siguiente fórmula (3):

$$P=1-p \quad \text{Fórmula (3)}$$

Para suprimir el crecimiento de granos de cristal, el material de carbono que no es diamante preferentemente no incluye ningún elemento metálico del grupo del hierro, que es una impureza.

Para suprimir el crecimiento de granos de cristal y promover la conversión directa en diamante, el material de carbono que no es diamante incluye preferentemente bajas concentraciones de hidrógeno, oxígeno, nitrógeno y similares, que son impurezas. Cada una de las concentraciones de hidrógeno, oxígeno y nitrógeno en el material de carbono no diamante es preferentemente menor o igual a 1 ppm, y además es preferentemente menor o igual a 0,1 ppm. Además, una concentración total de impurezas en el material de carbono no diamante es preferentemente menor o igual a 3 ppm, y es con mayor preferencia menor o igual a 0,3 ppm. En la presente descripción, la concentración de la impureza significa una concentración de la misma que se basa en el número de átomos.

Cada una de las concentraciones de impurezas como hidrógeno, oxígeno y nitrógeno en el material de carbono no diamante se puede medir mediante espectrometría de masas de iones secundarios (SIMS).

A continuación, suponiendo que P representa una presión (GPa) y T representa una temperatura (°C), P y T se incrementan simultáneamente desde una condición que satisface $T \leq 1000^\circ\text{C}$ y $P \leq 10$ GPa a una presión y temperatura que satisfacen $P \geq 0,0000417T^2 - 0,195T + 239$ y $P \leq 0,000096T^2 - 0,458T + 557$, y el material de carbono sin diamante descrito anteriormente se mantiene durante un minuto o más a la presión y temperatura aumentadas, obteniendo así un policristal de diamante.

Cuando la temperatura es superior a la temperatura que satisface la condición descrita anteriormente, los tamaños de grano de los granos de diamante se vuelven gruesos independientemente de la presión, con el resultado de que puede no poder obtenerse un policristal de diamante con alta resistencia. Por otra parte, cuando la temperatura es inferior a la temperatura que satisface la condición descrita anteriormente, la sinterabilidad disminuye, con el resultado de que la resistencia de unión entre los granos de diamante puede disminuir independientemente de la presión. El tiempo de sinterización a la presión y temperatura descritas anteriormente es preferentemente de 5 a 20 minutos, y con mayor preferencia de 10 a 20 minutos.

Un aparato de generación de alta presión y alta temperatura utilizado en el método de producción del policristal de diamante de acuerdo con la presente modalidad no se limita particularmente siempre que sea posible alcanzar condiciones de presión y temperatura bajo las cuales la fase de diamante sea una fase termodinámicamente estable; sin embargo, para mejorar la productividad y la trabajabilidad, el aparato de generación de alta presión y alta temperatura es preferentemente del tipo de cinta o del tipo de yunque múltiple. Además, un contenedor para almacenar el material de carbono no diamantado que sirve como materia prima no se limita particularmente siempre que el contenedor se componga de un material que tenga resistencias a alta presión y alta temperatura. Para ello se utilizan de forma adecuada, por ejemplo, Ta, Nb o similares.

Para evitar la introducción de una impureza en el policristal de diamante, por ejemplo, el material de carbono que no es diamante que sirve como materia prima se calienta preferentemente al vacío y se sella en una cápsula compuesta de un metal refractario como Ta o Nb, y se eliminan el gas de adsorción y el aire del material de carbono que no es diamante para convertir directamente el material de carbono que no es diamante en diamante a una

presión y temperatura muy altas correspondientes a la presión y temperatura descritas anteriormente (la presión y temperatura satisfacen $P \geq 0,0000417T^2 - 0,195T + 239$ y $P \leq 0,000096T^2 - 0,458T + 557$ y se alcanza aumentando simultáneamente P y T a partir de la condición que satisface $T \leq 1000$ °C y $P \leq 10$ GPa, donde P representa una presión (GPa) y T representa una temperatura (°C)).

Ejemplos

A continuación se describe la presente modalidad más específicamente a modo de ejemplos. Sin embargo, la presente modalidad no se limita a estos ejemplos.

[Ejemplos de producción 1 a 12]

(Producción de policristal de diamante)

En primer lugar, se preparan las materias primas de los policristales de diamante. En los ejemplos de producción 1 a 5 y los ejemplos de producción 9 a 12, se preparan materiales de carbono no diamantados que tienen grados de grafitización que se muestran en la Tabla 1. En cada uno de los ejemplos de producción 6 y 7, se prepara un grafito isotrópico general producido calcinando un polvo de grafito. En un ejemplo de producción 8, se prepara un polvo pulverizando grafito, que tiene un bajo grado de grafitización e incluye aproximadamente 0,1 % en masa de impurezas (hidrógeno y oxígeno), en un tamaño promedio de partículas de 8 nm utilizando un molino de bolas planetario.

A continuación, en cada uno de los ejemplos de producción 1 a 11, la materia prima preparada se calienta al vacío y se sella en una cápsula compuesta de Ta. Se utiliza un aparato de generación de alta presión y alta temperatura para aumentar la presión a una presión de 8 GPa, luego se realiza un calentamiento a una temperatura de 300 °C y luego se aumenta simultáneamente la presión y la temperatura a una presión de 17 GPa y una temperatura de 2100 °C para realizar un proceso de alta presión y alta temperatura durante 15 minutos bajo estas condiciones de presión y temperatura, obteniendo así un policristal de diamante. Se debe tener en cuenta que a la materia prima no se le añade ningún coadyuvante de sinterización ni aglutinante.

En el ejemplo de producción 12, la materia prima preparada se calienta al vacío y se sella en una cápsula compuesta de Ta. Se utiliza un aparato de generación de alta presión y alta temperatura para aumentar la presión a una presión de 16 GPa y luego realizar un calentamiento a una temperatura de 2170 °C para realizar un proceso de alta presión y alta temperatura durante 15 minutos bajo estas condiciones de presión y temperatura, obteniendo así un policristal de diamante. Se debe tener en cuenta que a la materia prima no se le añade ningún coadyuvante de sinterización ni aglutinante.

Para cada uno de los policristales de diamante obtenidos, se miden el tamaño de grano promedio de los granos de diamante, el espectro de difracción de rayos X, la concentración de impurezas, el valor de la longitud d de la línea diagonal de la primera indentación Vickers, el valor de la longitud d' de la línea diagonal de la segunda indentación Vickers, la dureza Vickers y la carga de generación de grietas.

(Tamaño de grano promedio de los granos de diamante)

El tamaño de grano promedio de los granos de diamante incluidos en cada uno de los policristales de diamante se determina mediante un método de intercepción que emplea un microscopio electrónico de barrido (SEM). Un método específico para ello es el siguiente.

En primer lugar, se observa el policristal de diamante, que ha sido pulido, utilizando un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FE-SEM) para obtener una imagen SEM.

A continuación, se dibuja un círculo en la imagen SEM y luego se dibujan ocho líneas rectas desde el centro del círculo hasta la circunferencia exterior del círculo de manera radial (de tal manera que los ángulos de intersección entre las líneas rectas se vuelven sustancialmente iguales entre sí). En este caso, el aumento de observación y el diámetro del círculo se establecen de tal manera que el número de granos de diamante en cada línea recta es de aproximadamente 10 a 50.

Luego, se cuenta el número de límites de grano de cristal de los granos de diamante atravesados por cada una de las líneas rectas, luego, la longitud de la línea recta se divide por el número de las mismas para encontrar una longitud de intersección promedio, luego, la longitud de intersección promedio se multiplica por 1,128 y el valor resultante se considera como el tamaño de grano promedio.

Cabe señalar que el aumento de la imagen SEM es x30 000. Esto se debe a que con un aumento menor a este, el número de granos en el círculo aumenta, se hace difícil ver los límites de los granos, lo que da como resultado una medición errónea de los límites de los granos y es muy probable que se incluya una estructura de placa al dibujar las líneas. Esto se debe también a que con un aumento superior a éste, el número de granos en el círculo es demasiado pequeño para calcular con precisión el tamaño promedio de partículas.

Además, se utilizan tres imágenes SEM capturadas en una muestra en porciones separadas para cada uno de los ejemplos de producción, se encuentra un tamaño de grano promedio mediante el método descrito anteriormente para cada imagen SEM y el valor promedio de los tres tamaños de grano promedio obtenidos se considera como un tamaño de grano promedio. Los resultados se muestran en la columna "Tamaño de grano promedio de los granos de diamante" de la Tabla 1.

(Espectro de difracción de rayos X)

El espectro de difracción de rayos X de cada uno de los policristales de diamante obtenidos se obtiene de acuerdo con el método de difracción de rayos X. En la DESCRIPCIÓN DETALLADA se ha descrito una forma específica del método de difracción de rayos X, por lo que no se describirá repetidamente. En el espectro de difracción de rayos X del policristal de diamante de cada uno de todos los ejemplos de producción, se verifica la ausencia de un pico de difracción que tenga su origen en una estructura distinta a la de diamante y que tenga una intensidad integrada superior al 10 % con respecto al total de intensidades integradas de todos los picos de difracción que tengan su origen en la estructura de diamante.

(Concentración de impurezas)

SIMS se utiliza para medir cada una de las concentraciones de nitrógeno (N), hidrógeno (H) y oxígeno (O) en el policristal de diamante.

En cada uno de los policristales de diamante de los ejemplos de producción 1 a 7 y de los ejemplos de producción 9 a 12, una cantidad total de nitrógeno, hidrógeno y oxígeno es menor o igual a 3 ppm. En el ejemplo de producción 8, se incluye hidrógeno y oxígeno en una cantidad del orden de 1000 ppm.

(Longitud d de la línea diagonal de la primera indentación Vickers y longitud d' de la línea diagonal de la segunda indentación Vickers)

En la prueba de dureza Vickers realizada en las condiciones definidas en JIS Z 2244:2009, el indentador Vickers con una carga de prueba de 4,9 N se presiona sobre la superficie del policristal de diamante. Se presiona el indentador Vickers durante 10 segundos. A continuación, después de liberar la carga de prueba, se observa la segunda indentación Vickers deformada permanentemente formada en la superficie del policristal de diamante con un microscopio óptico incluido en un probador de microdureza general, midiendo de este modo la longitud d' (en adelante, también descrita como "d'") de la línea diagonal en la segunda indentación Vickers.

Además, se observa la superficie del policristal de diamante después de liberar la carga de prueba utilizando un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FE-SEM) para medir la longitud d (en adelante, también descrita como "d") de la línea diagonal de la primera indentación Vickers.

(Dureza Vickers)

A partir del valor de la longitud d (μm) de la línea diagonal de la primera indentación Vickers, se calcula la dureza Vickers (Hv) de acuerdo con la siguiente fórmula (4):

$$H_v = 1854,4 \times 4,9 / d^2 \quad \text{Fórmula (4)}$$

Los resultados se muestran en las columnas "d", "d'" y "dureza Vickers" en la Tabla 1. Además, el valor de "d'/d" se calcula en función de los valores de "d" y "d'". Los resultados se muestran en la columna "d'/d" en la Tabla 1.

(Carga de generación de grietas)

Para medir la carga de generación de grietas del policristal de diamante, se realiza una prueba de resistencia a la rotura en las siguientes condiciones.

Se prepara un indentador de diamante esférico que tiene un radio de punta R de 50 μm. Se aplica una carga a cada muestra a una velocidad de carga de 1 N/segundo a temperatura ambiente (23 °C ± 5 °C). Se mide una carga (carga de generación de grietas) en el momento de generación de la grieta en la muestra. El momento de generación de la grieta se mide utilizando un sensor AE. Esta medición se realiza 5 veces. El valor promedio de los cinco valores de los resultados de la medición realizada 5 veces se considera la carga de generación de grietas de cada muestra. Los resultados se muestran en la columna "Carga de generación de grietas" de la Tabla 1. Se indica que a medida que la carga de generación de grietas es mayor, el policristal de diamante tiene una mayor resistencia, una resistencia a la fractura más excelente y una mayor tenacidad a la fractura.

(Prueba de corte de la superficie de espejo)

Para determinar la resistencia al astillamiento de cada una de las herramientas respectivas, incluidos los policristales de diamante de los ejemplos de producción, se produjo una herramienta de fresa de punta esférica con un diámetro de 0,5 mm utilizando el policristal de diamante, y se utilizó para realizar un proceso de corte de superficie de espejo sobre una superficie final de carburo cementado (WC-12 %Co; tamaño de grano de 0,3 μm). Las condiciones de corte específicas son las siguientes.

ES 2 988 702 T3

Velocidad de rotación: 36 000 rpm; velocidad de corte: 120 mm/min; longitud de procesamiento: 5 µm; ancho de corte: 1 µm; tiempo de procesamiento: 3,5 hrs; área procesada: 4×5 mm.

5 Después del corte, se observó el estado del borde de corte de la herramienta para verificar si el borde de corte estaba astillado o no. Aquí, el estado en el que el borde de corte está "astillado" se refiere a un estado en el que se forma un hueco que tiene un ancho de más de o igual a 0,1 µm o una profundidad de más de o igual a 0,01 µm. Los resultados se muestran en la columna "Astillado del borde de corte" de la "prueba de corte de la superficie de espejo" de la Tabla 1.

10 Después del corte, se observa el estado del borde de corte de la herramienta para medir la cantidad de desgaste del borde de corte. Aquí, una cantidad de desgaste "pequeña" se refiere a una cantidad de desgaste de más o igual a 0 µm y menor o igual a 5 µm, una cantidad de desgaste "media" se refiere a una cantidad de desgaste de más de 5 µm y menor o igual a 20 µm, y una cantidad de desgaste "grande" se refiere a una cantidad de desgaste de más de 20 µm. Los resultados se muestran en la columna "Cantidad de desgaste" en la "prueba de corte de la superficie de espejo" en la Tabla 1.

15 Después del corte, se mide la rugosidad superficial (Ra) de la superficie procesada del carburo cementado que sirve como pieza de trabajo utilizando un microscopio láser. Se indica que cuanto menor sea el valor de la rugosidad superficial (Ra), más excelente será la superficie procesada. Los resultados se muestran en la columna "Rugosidad de la superficie procesada Ra" de la "prueba de corte de la superficie de espejo" en la Tabla 1.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

[Tabla 1]

Ejemplo de producción Num.	Grado de grafitización (P)	Tamaño de grano promedio de los granos de diamante (nm)	d (µm)	d' (µm)	y/y	Dureza Vickers (GPa)	Carga de generación de grietas (N)	Prueba de corte de la superficie del espejo		
								Astillado de vanguardia	Cantidad de desgaste	Rugosidad superficial procesada Ra (µm)
1	0,03	8	8,53	5,5	0,645	124,9	25	No astillado	Pequeño	10-20
2	0,04	10	8,51	6,6	0,776	125,5	23	No astillado	Pequeño	10-20
3	0,07	15	8,4	7,1	0,845	128,8	22	No astillado	Pequeño	10-20
4	0,15	20	8,2	7,5	0,915	135,1	20	No astillado	Pequeño	10-20
5	0,38	50	8	7,8	0,975	142,0	17	No astillado	Pequeño	10-20
6	0,52	70	7,9	7,8	0,987	145,6	15	Astillado	Pequeño	10-20
7	0,65	120	8,2	8,1	0,988	135,1	11	Astillado	Pequeño	10-20
8	0	8	9,7	9,6	0,990	96,6	9	Astillado	Grande	10-20
9	0,02	7	8,55	5,2	0,608	124,3	25	No astillado	Pequeño	20-30
10	0,015	6	8,6	5	0,581	122,9	27	No astillado	Pequeño	50-80
11	0,005	5	8,8	5	0,568	117,3	29	No astillado	Mediano	50-100
12	0,4	50	8,3	8,2	0,988	131,9	13	Astillado	Pequeño	10-20

(Análisis)

En cada uno de los policristales de diamante de los ejemplos de producción 1 a 5 y de los ejemplos de producción 9 a 11, el valor de la relación (d'/d) es menor o igual a 0,98, y corresponde a ejemplos de la presente descripción. En cada uno de los policristales de diamante de los ejemplos de producción 6 a 8 y 12, el valor de la relación (d'/d) es superior a 0,98 y corresponde a los ejemplos comparativos.

Se confirma que cada uno de los policristales de diamante de los ejemplos de producción 1 a 5 y de los ejemplos de producción 9 a 11 tiene una alta dureza, una mayor carga de generación de grietas, una resistencia a la fractura más excelente y una tenacidad a la fractura más alta que los de los ejemplos de producción 6 a 8 y 12. Además, se confirma que, de acuerdo con cada una de las herramientas de los ejemplos de producción 1 a 5 y los ejemplos de producción 9 a 11, no se produce astillado del borde de corte en la prueba de corte de la superficie del espejo y la resistencia al astillado es excelente. Además, se confirma que de acuerdo con cada una de las herramientas de los ejemplos de producción 1 a 5 y 9, la rugosidad superficial de la superficie procesada de la pieza de trabajo es pequeña y la superficie procesada es excelente en la prueba de corte de la superficie de espejo.

Se confirma que cada uno de los policristales de diamante de los ejemplos de producción 6, 7 y 12 tiene una alta dureza, pero tiene una carga de generación de grietas menor que la de los ejemplos de producción 1 a 5 y los ejemplos de producción 9 a 11 y tiene una resistencia a la fractura y una tenacidad a la fractura inferiores. Además, se confirma que, de acuerdo con cada una de las herramientas de los ejemplos de producción 6, 7 y 12, se produce el astillado del borde de corte en la prueba de corte de la superficie de espejo y la resistencia al astillado es inferior.

Se confirma que el policristal de diamante del ejemplo de producción 8 tiene una dureza insuficiente y una pequeña carga de generación de grietas y tiene una resistencia a la fractura y una tenacidad a la fractura inferiores. Además, se confirma que, de acuerdo con la herramienta del ejemplo de producción 8, se produce astillado del borde de corte en la prueba de corte de la superficie de espejo y la resistencia al astillado es inferior.

Hasta ahora se han ilustrado las modalidades y ejemplos de la presente invención, pero inicialmente se esperaba combinar apropiadamente las configuraciones de las modalidades y ejemplos y modificarlas de diversas maneras.

Las modalidades y ejemplos descritos en la presente descripción son ilustrativos y no restrictivos en ningún aspecto.

REIVINDICACIONES

1. Un policristal de diamante, en donde un valor de una relación (d'/d) de d' a d es menor o igual a 0,98 en una prueba de dureza Vickers realizada bajo una condición definida en JIS Z 2244:2009 y a una temperatura de $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, donde d representa una longitud de una línea diagonal de una primera indentación Vickers formada en una superficie del policristal de diamante cuando un indentador Vickers con una carga de prueba de 4,9 N se presiona sobre la superficie del policristal de diamante, y d' representa una longitud de una línea diagonal de una segunda indentación Vickers que permanece en la superficie del policristal de diamante después de liberar la carga de prueba.

2. El policristal de diamante de acuerdo con la reivindicación 1, en donde en el policristal de diamante, una dureza Vickers calculada a partir de un valor de d es mayor o igual a 100 GPa y menor que 155 GPa.

3. El policristal de diamante de acuerdo con la reivindicación 2, en donde en el policristal de diamante, la dureza Vickers calculada a partir del valor de d es mayor o igual a 120 GPa y menor a 155 GPa.

4. El policristal de diamante de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el policristal de diamante se compone por una pluralidad de granos de diamante, y el tamaño de grano promedio de los granos de diamante medido en la descripción es menor o igual a 100 nm.

FIGURA 1

