

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 985 284**

51 Int. Cl.:

C09K 3/14 (2006.01)

C04B 35/5831 (2006.01)

C04B 35/628 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.09.2009 E 19217610 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.05.2024 EP 3660121**

54 Título: **Método para fabricar una pluralidad de nitruro de boro cúbico con características únicas**

30 Prioridad:

16.09.2008 US 97527 P

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

04.11.2024

73 Titular/es:

**DIAMOND INNOVATIONS, INC. (100.0%)
6325 Huntley Road
Worthington, OH 43229, US**

72 Inventor/es:

**ZHANG, KAI;
PAKALAPATI, RAJEEV y
LUCEK, JOHN W.**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 985 284 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

Método para fabricar una pluralidad de nitruro de boro cúbico con características únicas

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un método para fabricar una pluralidad de granos de nitruro de boro cúbico (cBN) y, en particular aunque no exclusivamente, a un método para fabricar granos de cBN a partir de granos de nitruro de boro hexagonal (hBN).

Antecedentes

10 Se sabe que los granos de nitruro de boro cúbico (cBN) se producen a partir de sistemas catalizadores de nitruro de boro hexagonal (principalmente nitruros, amidas, hidróxidos e hidruros de metales alcalinos y alcalinotérreos) a altas presiones y temperaturas durante un periodo de tiempo suficiente para formar la estructura cúbica. La masa de reacción se mantiene en condiciones de presión y temperatura que favorecen termodinámicamente la formación de cristales de nitruro de boro cúbico, policristales o material agregado de nitruro de boro cúbico. El nitruro de boro cúbico se recupera de la masa de reacción mediante el uso de una combinación de agua, disoluciones ácidas y/o productos químicos cáusticos mediante el uso de métodos de recuperación conocidos en la técnica. Debe observarse que se conocen otros métodos de producción de nitruro de boro cúbico, es decir, nitruro de boro cúbico preparado mediante un método de gradiente de temperatura o un método de onda de choque, y puede usarse una modificación del procedimiento enseñado en la presente solicitud para producir los granos abrasivos que tienen características únicas.

15 Puede emplearse cualquier combinación de ingredientes de partida que proporcione tanto el nitruro de boro hexagonal como el nitruro catalizador. Una realización de la mezcla de reacción de partida puede contener una fuente de boro, una fuente de nitrógeno y una fuente de metal catalizador. La fuente de boro puede ser boro elemental, nitruro de boro hexagonal, o un material tal como uno de los hidruros de boro que se descompondrán hasta boro elemental en las condiciones de la reacción. La fuente de nitrógeno puede ser nitruro de boro hexagonal o un compuesto que contiene nitrógeno de un metal catalizador que proporcionará una fuente de nitrógeno en las condiciones de reacción. El metal catalizador puede emplearse como metal elemental o como un compuesto catalizador que se descompondrá en el metal catalizador o en el nitruro metálico catalizador en las condiciones de reacción.

20 Un catalizador que puede usarse es magnesio. Debe entenderse que pueden usarse otros catalizadores dependiendo del método usado para preparar el nitruro de boro cúbico. Los catalizadores también pueden seleccionarse de la clase de metales alcalinos, metales alcalinotérreos, estaño, plomo, antimonio, agua que contiene compuestos de amonio o hidrazina.

30 El procedimiento no se limita a la conversión catalítica de nitruro de boro hexagonal en nitruro de boro cúbico que implica sólo un material catalizador. Así, pueden emplearse mezclas de dos o más materiales catalizadores. Estas mezclas pueden incluir uno o más metales catalizadores, uno o más nitruros catalizadores o una o más combinaciones de metales y nitruros. Además, también se pueden emplear aleaciones en la práctica de la invención. Estas aleaciones incluyen las aleaciones de más de un metal catalizador, así como las aleaciones de un metal catalizador y un metal no catalizador. Son posibles otras combinaciones de materias primas.

35 El procedimiento puede llevarse a cabo en cualquier tipo de aparato capaz de producir las presiones y temperaturas. Se puede usar un aparato del tipo descrito en las patentes de EE. UU. 2,941,241 y 2,941,248.

40 El documento US 2005/220690 A1 describe métodos de fabricación de granos de cBN a partir de granos de hBN mediante el uso de un catalizador, seguido de la limpieza de los granos de cBN. El documento WO 2005/019371 A2 describe un método para producir nitruro de boro cúbico en donde el hBN se mantiene en presencia de un catalizador en condiciones en las que cBN permanece termodinámicamente estable para hacer que hBN experimente la transición de fase para formar cBN. El documento EP 0137711 A1 se refiere a un método para fabricar granalla abrasiva, que incluye granalla abrasiva policristalina de nitruro de boro cúbico o diamante útil en las herramientas para pulir o cortar.

Sumario

45 Según un primer aspecto del presente concepto, se proporciona un método para fabricar una pluralidad de granos de nitruro de boro cúbico (cBN) según la reivindicación 1 de la presente memoria.

Opcionalmente, los granos de cBN pueden comprender además un recubrimiento seleccionado del grupo que consiste en metales, aleaciones metálicas, vidrio, óxidos metálicos y carburo.

50 Opcionalmente, el grupo de metales que pueden formar el recubrimiento puede seleccionarse del grupo que consiste en metales del grupo que consiste en Ni, Co, Ag, Cu, Mo, Ti, Al, Mn, Cd, Zn, Cr, V, Au, W, Fe, Zn y metales del grupo del Pt; el vidrio se selecciona del grupo que consiste en vidrio de borosilicato, vidrio de sílice, sílice fundida y vidrio sodocálcico; los óxidos metálicos se seleccionan del grupo que consiste en TiO₂ (titania), ZrO₂ (circonia), Al₂O₃ (alúmina) y SiO₂ (sílice); y el carburo se selecciona del grupo que consiste en TiC, WC y SiC.

Breve descripción de los dibujos

- La Fig. 1 es una vista en alzado frontal de una prensa hidráulica con un aparato de alta temperatura y alta presión que puede emplearse para fabricar los granos enseñados en la presente solicitud.
- La Fig. 2 es una vista en sección ampliada, de despiece, del aparato de alta temperatura y alta presión de la Fig. 1.
- 5 La Fig. 3 muestra una vista en sección ampliada del recipiente de reacción y de las piezas asociadas, que se muestran en las Fig. 1 y 2.
- La Fig. 4 es una imagen de SEM (microscopio electrónico de barrido) de un grano convencional de nitruro de boro cúbico.
- La Fig. 5 muestra esquemáticamente el aspecto de un grano de nitruro de boro cúbico convencional.
- 10 La Fig. 6 muestra esquemáticamente el aspecto de un grano abrasivo de nitruro de boro cúbico convencional.
- Las Fig. 7A-7D son imágenes de SEM que muestran granos de nitruro de boro cúbico convencionales.
- La Fig. 8 muestra esquemáticamente una realización de un grano de nitruro de boro cúbico.
- La Fig. 9 es una imagen de SEM (microscopio electrónico de barrido) que muestra una realización del grano de nitruro de boro cúbico.
- 15 La Fig. 10 muestra esquemáticamente una sección transversal de una realización de un grano superabrasivo.
- La Fig. 11 muestra esquemáticamente una vista en sección transversal de la región de unión entre el grano de nitruro de boro cúbico que tiene características únicas y un material de unión.
- Las Fig. 12A-12D son imágenes de SEM (microscopio electrónico de barrido) que muestran realizaciones de los granos de nitruro de boro cúbico.
- 20 Las Fig. 13A-13D son imágenes de SEM (microscopio electrónico de barrido) que muestran realizaciones de los granos de nitruro de boro cúbico.
- La Fig. 14 es una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) que muestra una realización del grano de nitruro de boro cúbico.
- 25 La Fig. 15 incluye los gráficos (A) y (B) que muestran los resultados de las pruebas de rectificado que comparan los granos que tienen características únicas con los granos de nitruro de boro cúbico convencionales.
- La Fig. 16 es una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) que muestra una realización del grano de nitruro de boro cúbico.

Descripción detallada

30 Antes de describir los presentes métodos, sistemas y materiales, debe entenderse que esta descripción no se limita a las metodologías, sistemas y materiales particulares descritos, ya que estos pueden variar. También debe entenderse que la terminología usada en la descripción tiene el propósito de describir las versiones o realizaciones particulares solamente, y no pretende limitar el alcance. Por ejemplo, como se usa en la presente memoria y en las reivindicaciones adjuntas, las formas singulares "un", "una" y "el", "la" incluyen las referencias plurales a menos que el contexto indique claramente lo contrario. Además, la palabra "que comprende", como se usa en la presente memoria, pretende significar

35 "que incluye, pero no se limita a". A menos que se defina lo contrario, todos los términos técnicos y científicos usados en la presente memoria tienen los mismos significados que entiende comúnmente un experto en la técnica.

A menos que se indique lo contrario, todos los números que expresan cantidades de ingredientes, propiedades tales como el tamaño, peso, condiciones de reacción, etc., usados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones deben entenderse como modificados en todos los casos por el término "aproximadamente". Por consiguiente, a menos que

40 se indique lo contrario, los parámetros numéricos expuestos en la siguiente memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas son aproximaciones que pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas que se pretenden obtener. Como mínimo, y no como un intento de limitar la aplicación de la doctrina de equivalentes al alcance de las reivindicaciones, cada parámetro numérico debe interpretarse al menos a la luz del número de dígitos significativos indicados y aplicando las técnicas de redondeo ordinarias.

45 Como se usa en la presente memoria, el término "aproximadamente" significa más o menos el 10% del valor numérico del número con el que se usa. Por lo tanto, aproximadamente el 50% significa en el intervalo del 40%-60%.

Definiciones

En la descripción y los ejemplos que siguen, se usan varios términos. Con el fin de proporcionar una comprensión

clara y consistente de las especificaciones y reivindicaciones, se proporcionan las siguientes definiciones.

El término "abrasivo", como se usa en la presente memoria, se refiere a cualquier material usado para desgastar un material más blando.

5 La expresión "cara de grano" o "cara", como se usa en la presente memoria, significa una porción exterior de un grano definida por los bordes del grano; véase la Fig. 5 para un ejemplo. El grano 50 incluye la cara 30 definida por los bordes 31, 32, 33, 34, 35 y 26.

El término "irregular", como se usa en la presente memoria, significa no sustancialmente recto, no sustancialmente uniforme o no sustancialmente simétrico.

10 El término "fluctuante", tal como se utiliza en la presente memoria, significa en subidas y bajadas en forma de ondas, u ondulado.

La expresión "distribución aleatoria", como se usa en la presente memoria, significa que no tiene un patrón específico.

El término "cóncavo", como se usa en la presente memoria, se refiere a una superficie que está ahuecada o redondeada hacia dentro, como el interior de un cuenco.

15 La expresión "superficie de referencia", como se usa en la presente memoria, se refiere a una línea imaginaria que se extiende a través de una imagen bidimensional de un grano. La línea conecta los dos puntos en dos bordes opuestos en la cara de un grano. En la Fig. 10, la superficie de referencia se muestra en 54 conectando los puntos 54a y 54b.

El término "pico", como se usa en la presente memoria, se refiere a cualquier punto que sobresale de una superficie de referencia del grano. En la Figura 10, el pico se muestra en 52.

20 El término "valle", como se usa en la presente memoria, se refiere a una concavidad o distancia angular en una cara por debajo de una superficie de referencia del grano. En la Fig. 10, el valle se muestra en 56.

25 Es importante observar que, aunque los términos definidos anteriormente se refieren a la medición de perfiles de partículas bidimensionales usando técnicas de medición microscópicas, se entiende que las características se extienden a la forma tridimensional. Un experto en la técnica reconoce el análisis automático de imágenes del tamaño, la forma y las características de las partículas como un método fiable y reproducible para medir las características de las partículas.

30 El presente aparato incluye un volumen de reacción en donde se proporcionan temperaturas y presiones controlables y se mantienen durante periodos de tiempo deseados. El aparato descrito en las patentes anteriormente mencionadas es un dispositivo de alta presión para su inserción entre las platinas de una prensa hidráulica. El dispositivo de alta presión consiste en un miembro anular que define un área de reacción sustancialmente cilíndrica, y dos miembros cónicos de tipo pistón o punzones diseñados para encajar en la porción sustancialmente cilíndrica del miembro anular desde cualquier lado de dicho miembro anular. Un recipiente de reacción que encaja en el miembro anular se puede comprimir con los dos miembros del pistón para alcanzar las presiones deseadas en la fabricación de los granos que tienen características únicas. La temperatura necesaria se obtiene por cualquier medio adecuado, tal como, por ejemplo, por calentamiento por inducción, calentamiento resistivo directo o indirecto u otros métodos.

35 Las Fig. 1 a 3 ilustran un ejemplo de un aparato que se ha empleado con éxito para mantener las presiones y temperaturas sostenidas para la fabricación de los granos que tienen características únicas. Aunque se describe en la presente memoria, se pueden usar alternativamente otros aparatos de alta presión/alta temperatura, tales como prensas de cinta, prensas cúbicas, prensas toroidales y de pistón-cilindro.

40 Como se muestra en la Fig. 1, la masa de reacción que se va a someter a alta presión y alta temperatura se coloca en un recipiente de reacción cilíndrico hueco 32, que en esta ilustración específica está formado por pirofilita. La pirofilita puede elegirse para el recipiente 32 porque es fácilmente mecanizable en la forma deseada y es inerte a los reactivos usados en el procedimiento. Dentro del recipiente de reacción 32 está colocado un tubo metálico conductor, que en esta ilustración específica es de tantalio. La masa de reacción se coloca dentro de la abertura central en el tubo metálico conductor 33. En esta ilustración específica, la masa de reacción consiste en agregados de metal catalizador o nitruro metálico catalizador que se mezclan con nitruro de boro hexagonal en polvo. El recipiente de reacción 32 está cerrado o sellado en cada extremo por discos terminales metálicos 34 eléctricamente conductores.

45 El recipiente de reacción 32 se somete a presiones aplicando fuerza al aparato de alta presión-alta temperatura por medio del pistón 14 de la prensa. Se alcanza la presión deseada, el recipiente de reacción se lleva a la temperatura deseada mediante calentamiento por resistencia eléctrica del contenido del recipiente de reacción 32 por medio de la corriente que pasa a través del tubo 33. Específicamente, se suministra corriente eléctrica desde un conector eléctrico, tal como el conector superior 19 al anillo conductor superior 18, los anillos superiores 25, 24, 23, el punzón superior 22, el anillo superior 36, el disco superior 34, y al tubo 33 y su contenido. La trayectoria eléctrica desde la parte inferior del tubo 33 hasta el conector inferior 19 es similar a la trayectoria conductora descrita anteriormente. Después de haber mantenido el recipiente de reacción a la presión y temperatura deseadas durante el tiempo deseado, se corta

la corriente eléctrica al recipiente de reacción y se libera la presión. El nitruro de boro cúbico que se ha formado se retira entonces del recipiente de reacción.

Aunque el aparato de las Figuras 1 a 3 incluye un recipiente de reacción de pirofilita que rodea un tubo de titanio, debe entenderse que pueden emplearse otras modificaciones de este aparato. Puesto que la función del tubo metálico conductor 33 es actuar como un calentador de resistencia para calentar el contenido del tubo 33 a la temperatura deseada, debe entenderse que puede emplearse cualquier material conductor. Por tanto, estos tubos pueden estar contruidos de níquel, molibdeno u otro metal no catalizador además del tántalo. Además, el tubo 33 también puede estar formado por un metal catalizador. En caso en que el tubo 33 esté formado por un metal catalizador, el tubo se llena con nitruro de boro hexagonal y el propio tubo actúa como un catalizador para la conversión del nitruro de boro hexagonal en nitruro de boro cúbico. Se obtienen resultados satisfactorios cuando el tubo 33 está formado de carbono o grafito en lugar de estar formado de metal. Además, el recipiente de reacción de pirofilita 32 puede contener varias regiones eléctricamente conductoras en el mismo, que pueden ser metálicas y/o no metálicas. De este modo, el cilindro de pirofilita 32 puede rodear un tubo de grafito, que a su vez rodea un tubo de titanio, por ejemplo, en donde se coloca la mezcla de reacción. En otra realización, el tubo conductor 33 se puede eliminar completamente y sustituirlo por un alambre metálico conductor que está rodeado por una mezcla de reactivos, y el alambre conductor sirve para calentar los reactivos al pasar la corriente a través del mismo.

Aunque se han descrito anteriormente varias estructuras de montaje específicas del recipiente de reacción, debe entenderse que el recipiente de reacción no es crítico para llevar a cabo el procedimiento usado para fabricar los granos que tienen características únicas. Es satisfactorio cualquier tipo de estructura capaz de contener los reactivos a la presión y temperatura de la reacción.

La preparación de nitruro de boro cúbico se lleva a cabo sometiendo una fuente de catalizador, una fuente de nitrógeno y una fuente de boro a una temperatura y presión elevadas. Mediante este procedimiento, cuando los reactivos se llevan a la presión y temperatura de reacción, se establece un "equilibrio" entre los reactivos, de modo que parte del nitrógeno asociado con el catalizador se asocia con el boro de modo que la mezcla de reacción en equilibrio contiene tanto el nitruro catalizador como el nitruro de boro cúbico. La presión y la temperatura se seleccionan para que estén en un intervalo en donde el catalizador sea operativo para catalizar la conversión de nitruro de boro hexagonal en nitruro de boro cúbico.

La reacción se lleva a cabo por encima de ciertos mínimos de presión y temperatura. La temperatura de reacción puede ser de al menos aproximadamente 1200 °C hasta aproximadamente 3300 °C y llevarse a cabo a presiones de al menos aproximadamente 5 GPa. En el método se puede emplear una amplia variedad de presiones y temperaturas. A mayores intervalos de temperatura y presión, se aumenta la velocidad de crecimiento del nitruro de boro cúbico. Esto da como resultado la formación de más defectos de crecimiento en las caras del nitruro de boro cúbico, e incluyen defectos puntuales, picaduras, maclas e imperfecciones, etc. Los intervalos de presión y temperatura usados en la fabricación de los granos pueden estar en la región estable de nitruro de boro cúbico (véase el documento U.S. 2,947,617) y en el intervalo en donde el catalizador seleccionado es operativo para efectuar la conversión de nitruro de boro hexagonal en nitruro de boro cúbico.

Típicamente, se ha conseguido una conversión satisfactoria de nitruro de boro hexagonal en nitruro de boro cúbico en tiempos de aproximadamente una hora. En un método alternativo, los reactivos pueden mantenerse en las condiciones de reacción durante un tiempo de más de aproximadamente una hora. No hay desventajas en mantener la mezcla de reacción en la región estable de nitruro de boro cúbico durante largos períodos de tiempo, y en algunos casos el tamaño de los granos de nitruro de boro cúbico aumenta con el tiempo. Además, durante este período de tiempo extendido, se pueden formar una o más caras de los granos de nitruro de boro cúbico con las características descritas en la presente memoria. En general, durante más de una hora de tiempo de reacción, los granos de nitruro de boro cúbico tienen una dimensión máxima de aproximadamente 1 a aproximadamente 1000 micrómetros.

La masa de reacción que se va a someter a la presión y temperatura elevadas se coloca en la abertura cilíndrica definida por el tubo 33, y el aparato se ensambla y se somete a una presión alta, tal como una presión de aproximadamente 5 GPa a aproximadamente 10 GPa. A continuación, se suministra energía eléctrica al aparato, a una velocidad predeterminada, aumentando la temperatura en la cámara de reacción. Las temperaturas se mantienen en el intervalo de al menos aproximadamente 1200 °C hasta aproximadamente 3300 °C. La presión y la temperatura se mantienen en la cámara de reacción durante al menos aproximadamente una hora.

La masa de reacción procesada que contiene nitruro de boro cúbico producida en el procedimiento de HP/HT anterior contiene, aparte del nitruro de boro cúbico, materiales tales como nitruro de boro en fase de baja presión (es decir, el hBN sin reaccionar restante, pBN, rBN y hBN recristalizado), catalizadores, materiales de grafito, componentes del recipiente y pirofilita. Por lo tanto, para producir los granos de nitruro de boro cúbico que tienen características únicas, deben separarse y recuperarse de la masa de reacción procesada. Los granos de nitruro de boro cúbico se separan y recuperan de la masa de reacción procesada usando procedimientos químicos y/o físicos.

La masa de reacción procesada se separa primero del recipiente mediante un martillo u otro dispositivo. Esta etapa de separación inicial tritura también la masa de reacción procesada de manera que puede procesarse adicionalmente para separar los granos de nitruro de boro cúbico de la masa de reacción procesada. Los trozos separados de la masa

de reacción procesada se ponen entonces en un recipiente con agua (mantenida a una temperatura de aproximadamente 60 °C) y se mezclan durante aproximadamente 20 minutos. Puede usarse cualquier recipiente o método de mezcla del agua y los trozos separados, es decir, un recipiente metálico. Un dispositivo adecuado usado para el mezclado es un mezclador de laboratorio automatizado conocido en la técnica. Debe entenderse que los tiempos y temperaturas no se limitan a los descritos anteriormente. Son posibles diversas modificaciones, es decir, tiempos de mezclado más largos o más cortos, es decir, menos de aproximadamente 20 minutos o más de 20 minutos, y temperaturas más altas o más bajas, es decir, menos de aproximadamente 60 °C o más de 60 °C, siempre que la masa de reacción procesada se mezcle adecuadamente.

Después de mezclar los trozos separados, los materiales gruesos de la masa se separan adicionalmente de los materiales finos usando un tamiz metálico. Típicamente, un tamiz metálico, que tiene una abertura de tamiz de 1 mm x 1 mm, se coloca sobre un recipiente, es decir, un tambor o similar. Los trozos separados se colocan en el tamiz y se pulverizan con agua. Una vez que el agua ha alcanzado la parte superior del recipiente, se vierte y se pulveriza agua de nuevo. Este proceso se repite durante aproximadamente cinco minutos y hace que los materiales finos pasen a través del tamiz al interior del recipiente. Después de este proceso de tamizado inicial, los materiales finos, que se depositan en el fondo del recipiente, se decantan. Debe observarse que el proceso puede repetirse durante más de aproximadamente cinco minutos, si es necesario.

La decantación se realiza para separar adicionalmente los granos de nitruro de boro cúbico de las partículas de hBN, el polvo cerámico y el polvo de grafito. Para decantar los materiales finos, primero se secan, a través de un horno, una lámpara de calor u otro dispositivo capaz de secar los materiales finos, durante aproximadamente 20 minutos a una temperatura de aproximadamente 80 °C. Los materiales finos se ponen entonces en un recipiente que contiene una pluralidad de bolas metálicas y se muelen durante aproximadamente cinco minutos. Se puede usar un mezclador Turbula® para moler los materiales finos. La acción de molienda rompe los materiales gruesos y refina aún más los granos de nitruro de boro cúbico. Posteriormente, las etapas de decantación y calentamiento pueden repetirse para purificar adicionalmente los granos de nitruro de boro cúbico. Debe entenderse que los tiempos y las temperaturas no se limitan a los descritos anteriormente. Son posibles diversas modificaciones, es decir, tiempos de mezclado más largos o más cortos, es decir, menos de aproximadamente 20 minutos o más de 20 minutos, y temperaturas más altas o más bajas, es decir, menos de aproximadamente 80 °C o más de 80 °C, siempre que los materiales finos se sequen adecuadamente.

Después de los procedimientos mencionados anteriormente, algunos granos de nitruro de boro cúbico pueden presentar defectos superficiales conocidos como "picadura". La picadura está causada típicamente por defectos puntuales y/o impurezas retenidas durante el crecimiento inicial de los granos de nitruro de boro cúbico. Después de la recuperación de los granos de nitruro de boro cúbico, se puede observar la picadura, que aparece como indentaciones triangulares en la superficie del grano. Debe observarse que las características de los granos deben diferenciarse de las "picaduras". En la Fig. 4 se muestran los agujeros en 60, 62 y 64.

Después de la decantación, para refinar aún más los granos de nitruro de boro cúbico, los granos de nitruro de boro cúbico se limpian mediante el uso de productos químicos cáusticos o ácidos fuertes. Los productos químicos pueden incluir uno o más de los siguientes, seleccionados del grupo de hidróxidos de metales alcalinos, tales como hidróxido de litio, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, carbonato de potasio, peróxido de sodio, dicromato de potasio y nitrato de potasio, etc. Los productos químicos también pueden incluir una combinación de hidróxidos de metales alcalinos. Una combinación útil en el procedimiento es hidróxido de potasio (contenido activo superior a aproximadamente el 90%) e hidróxido de sodio (contenido activo superior a aproximadamente el 95%) en forma de polvo o en forma granular. Las cantidades útiles están entre aproximadamente un 10% en peso y aproximadamente un 90% en peso de hidróxido de potasio en combinación con entre aproximadamente un 90% en peso y aproximadamente un 10% en peso de hidróxido de sodio. Alternativamente, se puede usar entre aproximadamente un 10% en peso y aproximadamente un 30% en peso de hidróxido de potasio y entre aproximadamente un 90% en peso y aproximadamente un 70% en peso de hidróxido de sodio. Las combinaciones útiles de productos químicos cáusticos son aproximadamente un 10% en peso de hidróxido de potasio y aproximadamente un 90% en peso de hidróxido de sodio. También se pueden usar productos químicos ácidos, tales como fluoruro de hidrógeno.

Los productos químicos cáusticos o ácidos, como se describió anteriormente, se combinan con los granos de nitruro de boro cúbico. Los productos químicos cáusticos o ácidos pueden estar presentes en cantidades de aproximadamente un 50% en peso a aproximadamente un 99% en peso; de aproximadamente un 50% en peso a aproximadamente un 95% en peso; o de aproximadamente un 50% en peso a aproximadamente un 75% en peso. Los granos de nitruro de boro cúbico pueden estar presentes en cantidades de aproximadamente un 50% en peso a aproximadamente un 1% en peso; de aproximadamente un 50% en peso a aproximadamente un 5% en peso; o de aproximadamente un 50% en peso a aproximadamente un 25% en peso. Las cantidades presentes en la mezcla de productos químicos cáusticos o ácidos y granos de nitruro de boro cúbico dependen de lo eficazmente que se limpiaron y separaron los granos abrasivos de nitruro de boro cúbico después de la síntesis y decantación. Por ejemplo, si hay más hBN sin convertir, catalizadores, materiales de grafito y partículas de pirofilita que coexisten con el nitruro de boro cúbico después de la decantación, entonces pueden usarse más productos químicos cáusticos. O, de manera similar, si los granos de nitruro de boro cúbico están limpios después de la decantación, sólo se usa una pequeña cantidad de productos químicos cáusticos.

En una realización, los granos de nitruro de boro cúbico se añaden al recipiente que contiene polvo o gránulos cáusticos, o viceversa. El volumen del recipiente varía de aproximadamente 0,1 l a aproximadamente 25 l, dependiendo de la cantidad de granos de nitruro de boro cúbico que se van a limpiar. La mezcla puede dejarse tal cual, o puede agitarse tal como conoce un experto en la técnica. El recipiente, que incluye la mezcla de productos químicos cáusticos y los granos de nitruro de boro cúbico, puede calentarse en un horno a medida que la temperatura del horno aumenta de forma ascendente, es decir, aumenta a una velocidad de aproximadamente 5 °C/min a aproximadamente 20 °C/min. O, alternativamente, el crisol puede calentarse en un horno precalentado.

Independientemente del método de calentamiento usado, la temperatura usada está en el intervalo de al menos aproximadamente 400 °C a aproximadamente 800 °C durante aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 200 minutos para hacer que los productos químicos cáusticos alcancen un estado fundido. El calentamiento de la mezcla limpia los granos de nitruro de boro cúbico y finaliza la formación de las características en los granos. La limpieza a temperaturas más bajas, es decir, de aproximadamente 400 °C a aproximadamente 500 °C, puede dar como resultado tiempos de calentamiento más largos, es decir, de aproximadamente 60 minutos a aproximadamente 200 minutos. Como alternativa, cuando se usan temperaturas más altas, es decir, mayores de aproximadamente 600 °C a aproximadamente 800 °C, se usan tiempos de calentamiento más cortos, es decir, de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 60 minutos.

Debe observarse que pueden usarse otras combinaciones de temperatura y tiempos fuera de estos intervalos. Por ejemplo, si se selecciona una temperatura por encima de aproximadamente 800 °C, puede usarse un periodo de tiempo más corto. Como se espera, el tiempo de calentamiento de los granos y productos químicos cáusticos aumentará en una operación a gran escala, es decir, hasta aproximadamente 8 horas o más. Después del ciclo de calentamiento, el recipiente se enfría a aproximadamente 60 °C o menos. Se añade entonces agua a la mezcla para disolver los productos químicos cáusticos.

La reacción de los granos de nitruro de boro cúbico con los productos químicos cáusticos o ácidos limpia a fondo los granos de nitruro de boro cúbico y puede acentuar las características sobre los granos de nitruro de boro cúbico. La forma, el tamaño y la distribución de las características en el grano de nitruro de boro cúbico dependen de la cantidad de productos químicos cáusticos o ácidos, la temperatura, la presión, el tiempo de reacción y la concentración de los granos de nitruro de boro cúbico. Debe observarse que, independientemente de los tiempos y las temperaturas usados, la pérdida de peso de los granos de nitruro de boro cúbico debe controlarse para que sea mayor que aproximadamente el 5% p/p.

En una realización alternativa, los granos de nitruro de boro cúbico pueden tratarse posteriormente con una mezcla de ácidos para eliminar cualquier polvo de grafito adicional. Las mezclas de ácidos incluyen las seleccionadas del grupo de mezclas de ácido nítrico/sulfúrico y mezclas de ácido fosfórico/sulfúrico. Por ejemplo, puede usarse una mezcla de ácidos nítrico y sulfúrico (relación molar inicial de ácido nítrico respecto de sulfúrico de 0,017 a 2,43) a una temperatura de entre aproximadamente 100 °C y aproximadamente 300 °C para limpiar los granos durante un tiempo de 10 minutos a 12 horas.

En una realización, los productos químicos cáusticos o ácidos están a una concentración del 100%, es decir, en un estado fundido. Debe entenderse que pueden usarse alternativamente disoluciones acuosas de productos químicos cáusticos o ácidos. También debe observarse que puede usarse la producción a gran escala de los granos de nitruro de boro cúbico mediante el uso de los intervalos anteriormente mencionados de mezcla de nitruro de boro cúbico y productos químicos cáusticos o ácidos. Además, aunque se discuten los granos de nitruro de boro cúbico, pueden someterse otros granos superabrasivos al proceso descrito anteriormente para refinar las características.

Los granos de nitruro de boro cúbico se tamizan después a través de un tamiz de malla del tamaño de malla apropiado para el tamaño deseado de los granos terminados. Puede ser deseable para muchos usos tener granalla abrasiva de un intervalo de tamaño específico seleccionado dentro del amplio intervalo de un diámetro de aproximadamente 1 micrómetro hasta aproximadamente 1 cm. La separación por tamaño se puede conseguir de cualquier manera adecuada. Por ejemplo, para los tamaños más pequeños seleccionados, se puede emplear el tamizado mediante el uso de tamices de malla metálica estándar de EE.UU. seleccionados de los siguientes tamaños: n.º 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 70, 80, 100, 120, 140, 170, 200, 230, 270, 325 y 400, mediante el uso de una carga de tamiz de 100 gramos \pm 5 gramos y un aparato Tyler Rotap durante 15 minutos. Para los tamaños mayores, se pueden seleccionar manualmente los granos dentro de un intervalo del tamaño seleccionado deseado. La precisión de la separación por tamaño se puede determinar mediante pruebas según la norma ANSI B74.16-1971.

El crecimiento defectuoso y el maclado de los granos de nitruro de boro cúbico, durante el proceso de HP/HT descrito con detalle anteriormente, produce granos de nitruro de boro cúbico con defectos. Estos incluyen vacantes, impurezas y faltas de coincidencia entre los planos de la red, que causan una alta energía de deformación localizada en las proximidades de las regiones defectuosas. Después de la limpieza final con los productos químicos cáusticos, se presentan características únicas en al menos una de las caras de los granos de nitruro de boro cúbico. Estas características únicas pueden ser visibles como indentaciones cóncavas, picos, valles, protuberancias o formas elipsoidales como se describe más adelante. Las características pueden estar presentes en un patrón que se asemeja a ondas, ampollas, plumas o escamas de pescado. También puede haber presentes combinaciones de las características y patrones mencionados anteriormente. Las características y patrones se describen a continuación y

se muestran en las Fig. 8-11, las Fig. 12A-12D, las Fig. 13A-13D y la Fig. 14.

Las características varían y pueden depender del tipo de grano abrasivo de nitruro de boro cúbico. Por ejemplo, debido a la diferencia en las químicas del catalizador y/o las condiciones de presión y temperatura durante el crecimiento inicial del nitruro de boro cúbico, el tipo de característica formada en el grano de nitruro de boro cúbico puede variar. Se puede formar una característica en la cara (111), tal como en una cara (111) terminada en nitrógeno.

La Figura 5 muestra esquemáticamente la apariencia de un grano superabrasivo convencional que no se ha producido mediante el proceso mencionado anteriormente. El grano superabrasivo puede ser un grano abrasivo de nitruro de boro cúbico que tiene una estructura de tetraedro no truncado que incluye las caras (111), teniendo la mayoría de los granos superficies de crecimiento uniformes y lisas. La Fig. 6 muestra esquemáticamente el aspecto de otro grano abrasivo de nitruro de boro cúbico convencional. El grano abrasivo de nitruro de boro cúbico 10 mostrado en la Fig. 6 tiene una estructura octaédrica que incluye caras 1. Los ejemplos de granos de nitruro de boro cúbico convencionales que no se han producido siguiendo el método descrito en la presente memoria se muestran en imágenes de SEM en las Fig. 7A-7D. Las señales de picaduras, como se ha descrito anteriormente, y en la Figura 4, también se muestran en las Fig. 7B, 7C y 7D como picaduras 3.

La limpieza de los granos de nitruro de boro cúbico con productos químicos cáusticos o ácidos y el posterior calentamiento de los granos revela adicionalmente los defectos y patrones de crecimiento formados durante el procedimiento de HP/HT. La limpieza, a temperaturas de aproximadamente 400 °C o superiores, libera las tensiones producidas durante la síntesis a HP/HT de los granos de nitruro de boro cúbico. Por lo tanto, las regiones sometidas a esfuerzo se eliminan y dejan estructuras 53 en forma de isla como se muestra en el grano 50 de la Figura 8.

La Figura 8 muestra esquemáticamente un ejemplo de la apariencia de un grano superabrasivo 50 que tiene características tridimensionales 53 formadas por el proceso enseñado en la presente memoria. En este caso, las características 53 están formadas en gran parte en las caras de los granos y aparecen como estructuras tetraédricas, semielipsoidales. Las características 53 también pueden tener caras de grano bien definidas. En la práctica, las características de los granos pueden no ser uniformes en toda la cara, ni estar distribuidas uniformemente. Además, al menos una cara, después de la reacción cáustica o ácida, puede ser cóncava como se muestra en la Figura 9 en 59.

La Figura 10 muestra ejemplos de los picos y valles que pueden encontrarse en un grano 50. El pico 52, como se muestra, es el nivel más alto que sobresale de una superficie de referencia 54 del grano 50. Se muestra un valle 56 como una superficie debajo de una superficie de referencia 54 del grano 50. La Figura 11 ilustra esquemáticamente una vista en sección transversal de la región de unión entre un grano abrasivo 50 y materiales de unión 51 que pueden ser, por ejemplo, una unión vítrea, una unión metálica o una unión de resina, etc. Las características únicas 53, 55 retienen físicamente los granos de nitruro de boro cúbico en los materiales de unión 51.

Las Figuras 12A-12D y las Figuras 13A-13D son imágenes de SEM que muestran diferentes realizaciones de los granos de nitruro de boro cúbico que tienen características únicas. Las características distribuidas aparecen como ondas, ampollas, protuberancias, y pueden estar en un patrón que se asemeja a escamas de pescado o plumas. Las características pueden variar en tamaño, regularidad y apariencia. Como se muestra en las Figuras 12A y 12B y en las Figuras 13A-13D, las características cubren al menos una porción de al menos una cara de los granos de nitruro de boro cúbico. La Figura 12A muestra una población de granos de nitruro de boro cúbico de la invención que tienen las características. La Figura 12B representa un grano de nitruro de boro cúbico inventivo que incluye protuberancias 69 como características. En la Figura 12C, se muestra un patrón de distribución en forma de ondas 66. La Fig. 12D muestra formas semielipsoidales 68 así como ampollas 70 en el grano. La Figura 13A representa características en la cara de un grano que se producen en un patrón de plumas 72. La Figura 13B muestra características en un patrón de escamas de pescado 74. La Figura 13C representa las características como protuberancias 78 y la Figura 13D muestra las características como ampollas 76. La Figura 14 muestra una realización de un grano de nitruro de boro cúbico que tiene características únicas. El grano 80 de nitruro de boro cúbico incluye características 81 que aparecen en un patrón de escamas de pescado 82.

Las características de los granos de nitruro de boro cúbico, que aumentan la fuerza de retención entre el aglomerante y los granos abrasivos, se explicarán más específicamente a continuación. Una característica se define como una característica integral en al menos una cara del grano que sobresale de una superficie de referencia del grano. El tamaño de la característica está definido por a) la altura de característica, (h): la longitud de la perpendicular dibujada desde el punto más superior de la característica hasta su base; b) la longitud lateral de la característica, (l): el diámetro del círculo más pequeño que circunscribe completamente la proyección bidimensional de la característica. La altura y la longitud lateral de una característica se pueden determinar observando una sección transversal de un grano abrasivo, y midiendo el tamaño de la característica en la cara del nitruro de boro cúbico tomado por SEM.

Cuando la característica tiene una porción en donde la relación de la longitud lateral respecto del tamaño del grano es mayor de aproximadamente 0,01, y una relación de la altura respecto del tamaño del grano es mayor de aproximadamente 0,005, la característica aumenta la fuerza de retención entre la unión y el grano abrasivo. Para una retención mejorada del grano al sistema de unión, la relación de la longitud lateral respecto del tamaño del grano puede ser de 0,05 o más, y la relación de la altura respecto del tamaño del grano puede ser de 0,02 o más. El tamaño de los granos, en una realización, está en el intervalo de aproximadamente 1000 pm a aproximadamente 1 pm, y, en

otra realización, en el intervalo de aproximadamente 500 pm a aproximadamente 80 pm. Con respecto a los tamaños de malla, los tamaños de los granos abrasivos en una realización varían de aproximadamente 30+ a aproximadamente 400+ de tamaño de malla, y pueden extenderse a un intervalo micrométrico, por ejemplo, aproximadamente 1 micrómetro. La distribución de tamaños puede ser una distribución de tamaños estrecha, por ejemplo 120/140, o también puede ser una variedad de tamaños de malla, por ejemplo, granos abrasivos mixtos con tamaños de aproximadamente 30- a aproximadamente 400+.

Una característica puede incluir una forma semielipsoidal o aparecer como una protuberancia o una protuberancia alargada. Las características de los granos de nitruro de boro cúbico de una realización pueden tener una altura (h) y una longitud lateral (l) mayores de aproximadamente 0,1 micrómetros. Las características pueden ser aleatorias o pueden estar en una disposición en patrón. El número de características puede determinarse contando todas las características observadas en cada cara del grano abrasivo. La altura, la longitud lateral y el número de características medidos varían dependiendo del tamaño de grano y las condiciones de tratamiento. Es útil tener al menos tres características en al menos una cara de un grano de manera que la altura (h) y la longitud lateral (l) de las características sea mayor de aproximadamente 0,1 micrómetros. Algunas características de los granos tienen al menos una cara con profundidades cóncavas mayores de aproximadamente 1,0 micrómetros. La relación de la profundidad respecto del tamaño de grano está en un intervalo de 0,01 a 0,15.

Los granos únicos de nitruro de boro cúbico de una realización pueden estar recubiertos. Tales revestimientos incluyen, pero sin limitación, revestimientos de metales o aleaciones metálicas que pueden seleccionarse de Ni, Co, Ag, Cu, Mo, Ti, Al, Mn, Cd, Zn, Cr, V, Au, W, Fe, Zn y los metales del grupo del Pt; revestimientos de vidrio, que incluyen, pero sin limitación, vidrio de borosilicato, vidrio de sílice, sílice fundida y vidrio sodocálcico. También se pueden usar revestimientos de óxidos metálicos, tales como TiO₂ (titania), ZrO₂ (circonia), Al₂O₃ (alúmina) y SiO₂ (sílice). También se pueden usar revestimientos de carburos, e incluyen los revestimientos de carburos tales como TiC, WC y SiC, etc. Los revestimientos pueden incluir combinaciones de los revestimientos mencionados anteriormente y múltiples capas de revestimientos. Los revestimientos pueden incluir también revestimientos multifásicos. El grano puede estar parcial o completamente recubierto.

En otra realización, las características de los granos pueden obtenerse mediante un método alternativo. Se forma una masa de reacción, como se ha descrito anteriormente, usando una presión y temperatura deseadas para que se produzca el crecimiento del nitruro de boro cúbico (véase la patente de EE. UU. 2947617). Después de conseguir el crecimiento de los cristales de cBN, la presión se reduce por debajo de la línea de equilibrio del cBN (véase la patente de EE. UU. 2947617) durante un tiempo que supere aproximadamente 30 segundos para permitir una disolución limitada de los granos. Esto da como resultado las características descritas en la presente solicitud. La Fig. 16 muestra un grano de cBN hecho a partir de este método.

La presión y la temperatura de la celda se reducen entonces al nivel atmosférico y los granos se recuperan por medios convencionales como se ha descrito anteriormente. Según una realización adicional no abarcada por el presente concepto, los granos pueden limpiarse después mediante el uso del proceso descrito anteriormente, sin embargo, la temperatura usada para la limpieza está entre aproximadamente 290 °C y aproximadamente 400 °C durante aproximadamente 5 a aproximadamente 10 minutos.

Además del nitruro de boro cúbico, otros granos abrasivos no formados por un proceso de HP/HT pueden molerse, recuperarse y/o limpiarse como se ha descrito anteriormente. Los ejemplos de granos abrasivos pueden incluir carbonato cálcico, esmeril, novaculita, polvo de piedra pómez, pasta de pulir, arena, cerámica, alúmina, vidrio, carburo de silicio y circonia-alúmina.

Los granos son útiles en muchas aplicaciones, que incluyen, pero sin limitación, rectificado fino, rectificado abrasivo fijo, herramientas con unión mediante electrochapado, mecanizado ultrasónico, rectificado de superficies, rectificado cilíndrico, rectificado con penetración y no cilíndrico, rectificado de rosca e interna, rectificado sin centros, rectificado de corte pleno, rectificado de cinta, operaciones de acabado (afilado, lapeado, cepillado con alambre, superacabado, pulido (con o sin campos magnéticos) y bruñido), planarización mecánica química, mecanizado electroquímico, mecanizado químico, aplicaciones de electroerosión y mecanizado por chorro de agua abrasivo. Los granos también pueden usarse en suspensiones abrasivas libres.

Ejemplo I

Se midió el rendimiento de los granos de nitruro de boro cúbico en sistemas de rectificado con aglomerante vitrificado comparando dos conjuntos de muelas fabricadas por Wendt Dunnington. Se hicieron muelas idénticas mediante el uso del producto convencional Borazon® de nitruro de boro cúbico 1000 (tamaño de malla 80/100) (Diamond Innovations, Inc., Worthington, Ohio) y el nitruro de boro cúbico que tiene características únicas como tal como se enseña en la presente memoria. El producto de nitruro de boro cúbico que tiene características únicas tenía más del 90% de granos de nitruro de boro cúbico con características en al menos una cara del grano. La dimensión promedio de las características en cada grano fue mayor de 2 micrómetros de altura y 5 micrómetros de longitud lateral.

Ambas muelas tenían los mismos sistemas de unión y se fabricaron con las mismas condiciones de procesamiento y equipo. Las condiciones de la prueba de rectificado para ambos tipos de granos de nitruro de boro cúbico fueron

idénticas (véase la Tabla 1). La pieza de trabajo utilizada para los ensayos de rectificado fue Inconel 718. Las condiciones de rectificado se muestran en la Tabla 2.

Se realizaron ensayos de rectificado de corte pleno idénticos para ambas muelas, y se monitorizó el desgaste radial de la muela, la potencia de rectificado y el acabado de la superficie. La relación de rectificado se determinó de manera que el volumen de los materiales de la pieza de trabajo rectificadas en el umbral del acabado de la superficie necesario se dividió por el volumen de desgaste de la muela, y se muestra en la Figura 15A. Por claridad, la relación de rectificado del Borazon® convencional de nitruro de boro cúbico 1000 se normalizó al 100% en la Figura 15A. En la Figura 15A, el Borazon® convencional de nitruro de boro cúbico 1000 se muestra como "nitruro de boro cúbico 1000 STD", mientras que los granos de nitruro de boro cúbico que tienen características únicas se describen como "nitruro de boro cúbico inventado". La relación de rectificado de las muelas hechas con los granos de nitruro de boro cúbico que tienen características únicas fue un 40% mayor que la del Borazon® de nitruro de boro cúbico 1000, lo que demuestra un rendimiento de rectificado mejorado. La potencia de rectificado fue similar para ambos grupos de muelas. Los acabados de las superficies fueron un 30% mejores para el nitruro de boro cúbico que tenía características únicas respecto a los granos de Borazon® convencional de nitruro de boro cúbico 1000 (véase la Figura 15B).

Ejemplo II

Se midió el rendimiento de los granos de nitruro de boro cúbico en los sistemas de rectificado de con unión vitrificada comparando dos conjuntos de muelas fabricadas por Wendt Dunnington. Se hicieron muelas idénticas mediante el uso del producto Borazon® convencional de nitruro de boro cúbico 1000 (tamaño de malla 80/100) (Diamond Innovations, Inc., Worthington, Ohio) y el nitruro de boro cúbico que tiene características únicas como se enseña en la presente memoria. El producto de nitruro de boro cúbico que tiene características únicas tenía más del 90% de granos de nitruro de boro cúbico con características en al menos una cara del grano. La dimensión promedio de las características en cada grano fue mayor de 2 micrómetros de altura y 5 micrómetros de longitud lateral.

TABLA 1 - Especificaciones de las muelas abrasivas

Tipo de muela	1A1
Diámetro de la muela	6,9' (175 mm)
Anchura de la muela	0,250' (6,3 mm)
Tamaño de malla	80/100 FEPAB252
Fabricante de las muelas	Wendt Dunnington
Tipo de unión	Vitrificada N275-V250/12
Tipos de materiales abrasivos	Borazon® cBN 1000 y cBN (que tiene características únicas)

TABLA 2 - Condiciones del ensayo de rectificado

Máquina	Esmeriladora de superficie Blohm Precimat 306, 15hp CNC
Modo de rectificado	De corte pleno (corte ascendente)
Velocidad de la muela (vs)	9000 SFPM (45 m/s)
Profundidad de corte (ae)	0,050" (1,25 mm)
Velocidad de la mesa (Vt)	9,5 ipm (0,24 m/min)
Anchura del corte (bd)	0,130" (3,3 mm)
Longitud del corte	5,2" (132 mm)
Velocidad específica de eliminación de material (Q/w)	0,45 in ³ /in/min (4,8 mm ³ /mm/s)
Material de la pieza de trabajo	Inconel 718
Refrigerante	Aceite soluble en agua Master Chemical Trim VHPE-320 a una concentración del 5%
Flujo de refrigerante	40 gpm a 125 psi/toberas de entrada y salida (151 litros/min a 8,3 bar)
Chorro de limpieza	3 gpm a 500 psi (0,8 litros/min a 33,3 bar)

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir una pluralidad de granos de nitruro de boro cúbico (cBN), que comprende:
 - proporcionar una pluralidad de granos de nitruro de boro hexagonal (hBN);
 - proporcionar un catalizador;
- 5 someter a los granos de hBN y al catalizador a una operación a alta presión y alta temperatura (HP/HT) durante un período de tiempo suficiente para formar una masa de reacción que contiene granos de cBN; y
- limpiar los granos de cBN de la masa de reacción calentando los granos de cBN en productos químicos cáusticos a una temperatura en un intervalo de 400 °C a 800 °C durante 10 minutos a 200 minutos, por lo que se forman estructuras de tipo isla en una superficie de la pluralidad de granos de cBN eliminando las regiones sometidas a tensión producidas durante la operación de HP/HT;
- 10 en donde al menos aproximadamente el 15% de la pluralidad de granos de cBN tienen al menos una cara del grano que comprende características presentes como indentaciones cóncavas, picos, valles, protuberancias, formas elipsoidales o como ondas, ampollas, plumas o escamas de pescado.
2. El método de la reivindicación 1, en donde los granos de cBN comprenden además un recubrimiento seleccionado del grupo que consiste en metales, aleaciones metálicas, vidrio, óxidos metálicos y carburo.
- 15 3. El método de la reivindicación 2, en donde
 - el grupo de metales y las aleaciones metálicas se seleccionan del grupo que consiste en Ni, Co, Ag, Cu, Mo, Ti, Al, Mn, Cd, Zn, Cr, V, Au, W, Fe, Zn y metales del grupo del Pt;
 - el vidrio se selecciona del grupo que consiste en vidrio de borosilicato, vidrio de sílice, sílice fundida y vidrio sodocálcico;
 - 20 los óxidos metálicos se seleccionan del grupo que consiste en TiO₂ (titania), ZrO₂ (circonia), Al₂O₃ (alúmina) y SiO₂ (sílice); y
 - el carburo se selecciona del grupo que consiste en TiC, WC y SiC.

Figura 1 Figura 2

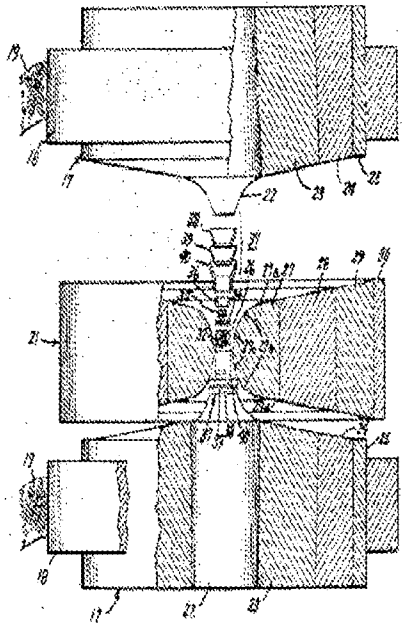
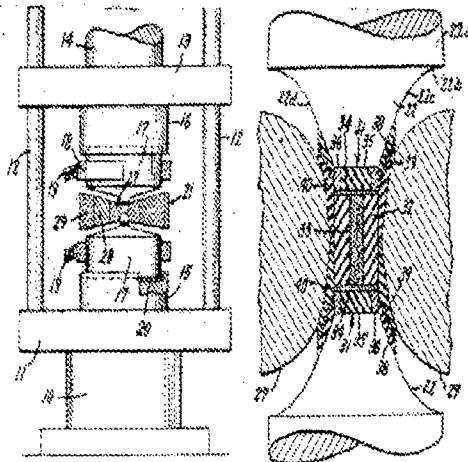
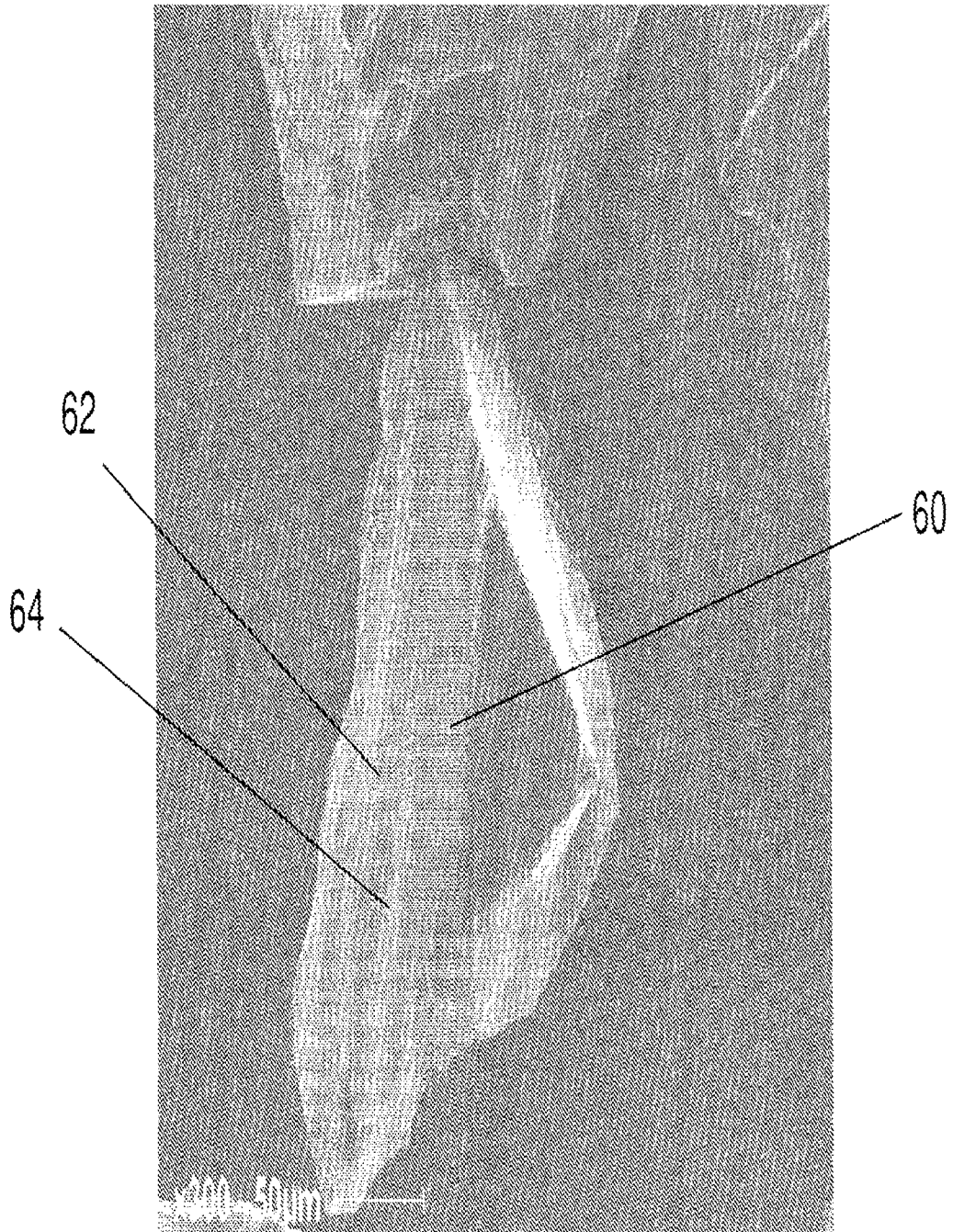


Figura 3

Fig. 4



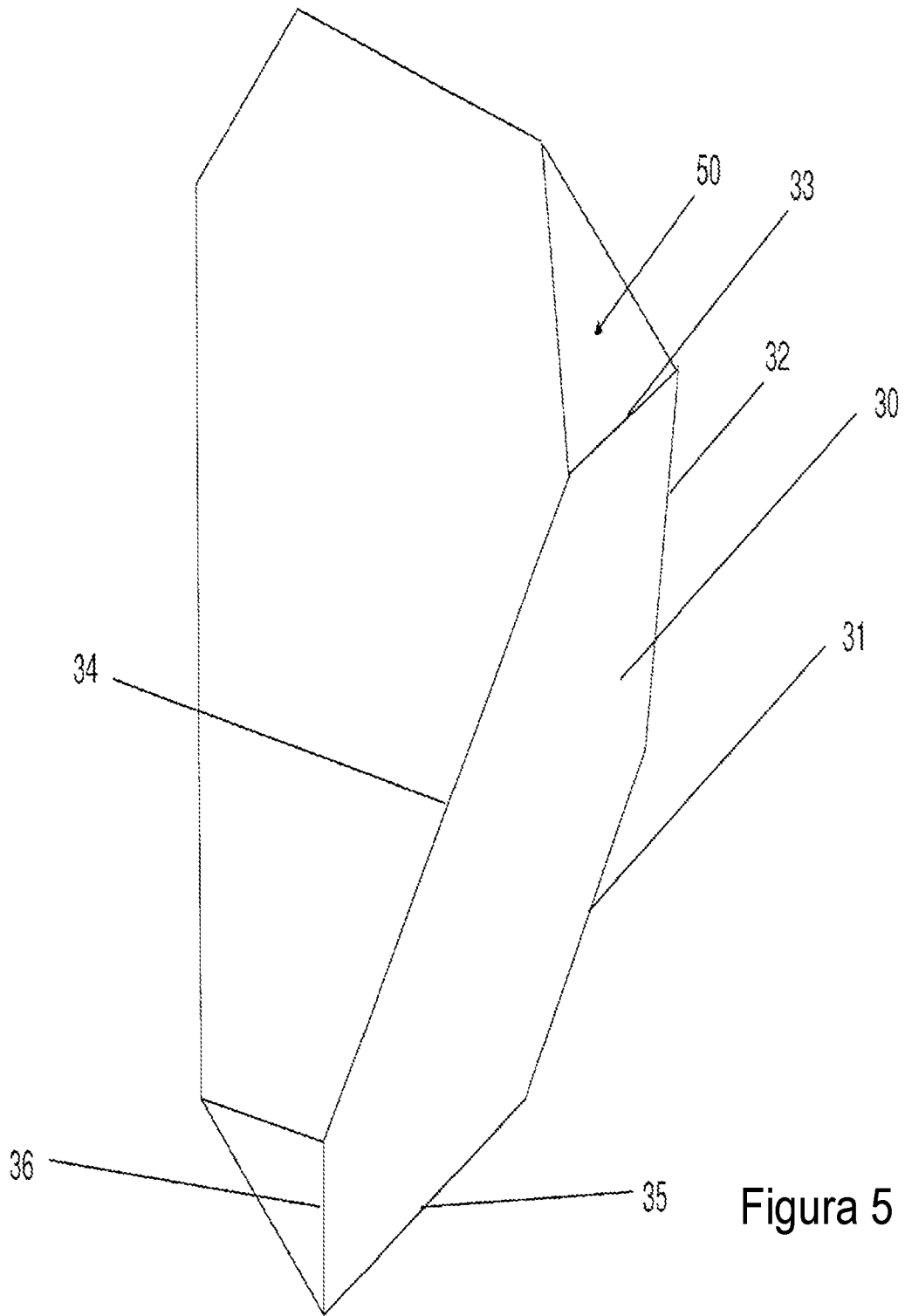


Figura 5

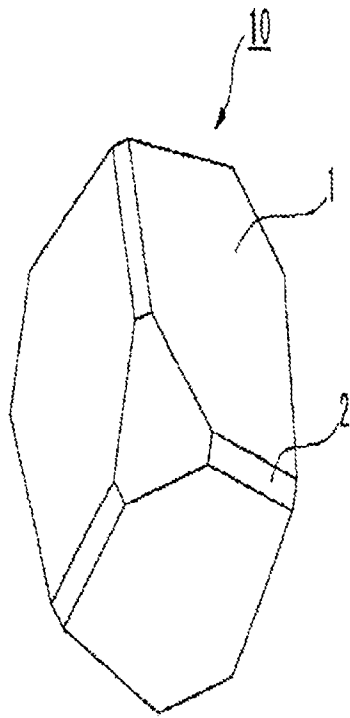


Figura 6



Fig. 7A



Fig. 7B



Fig. 7C



Fig. 7D

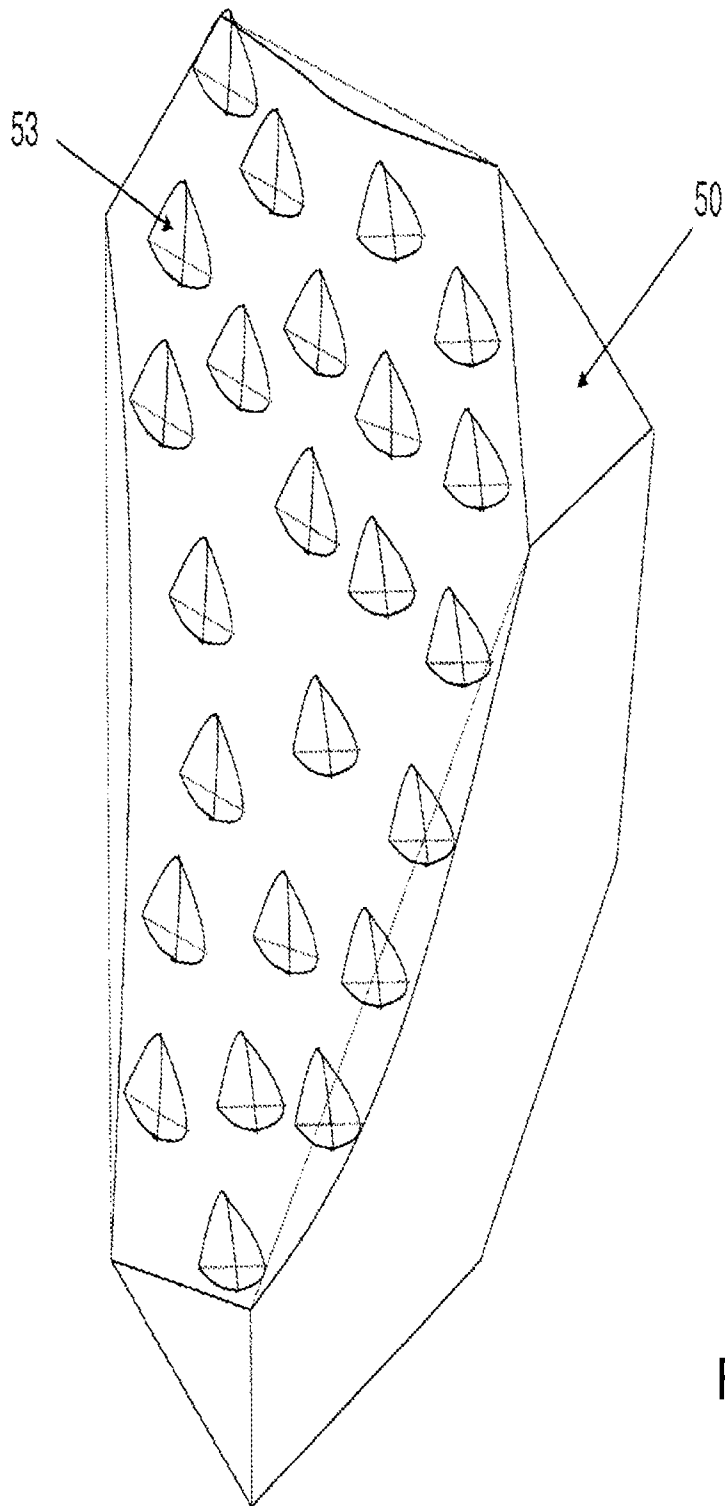
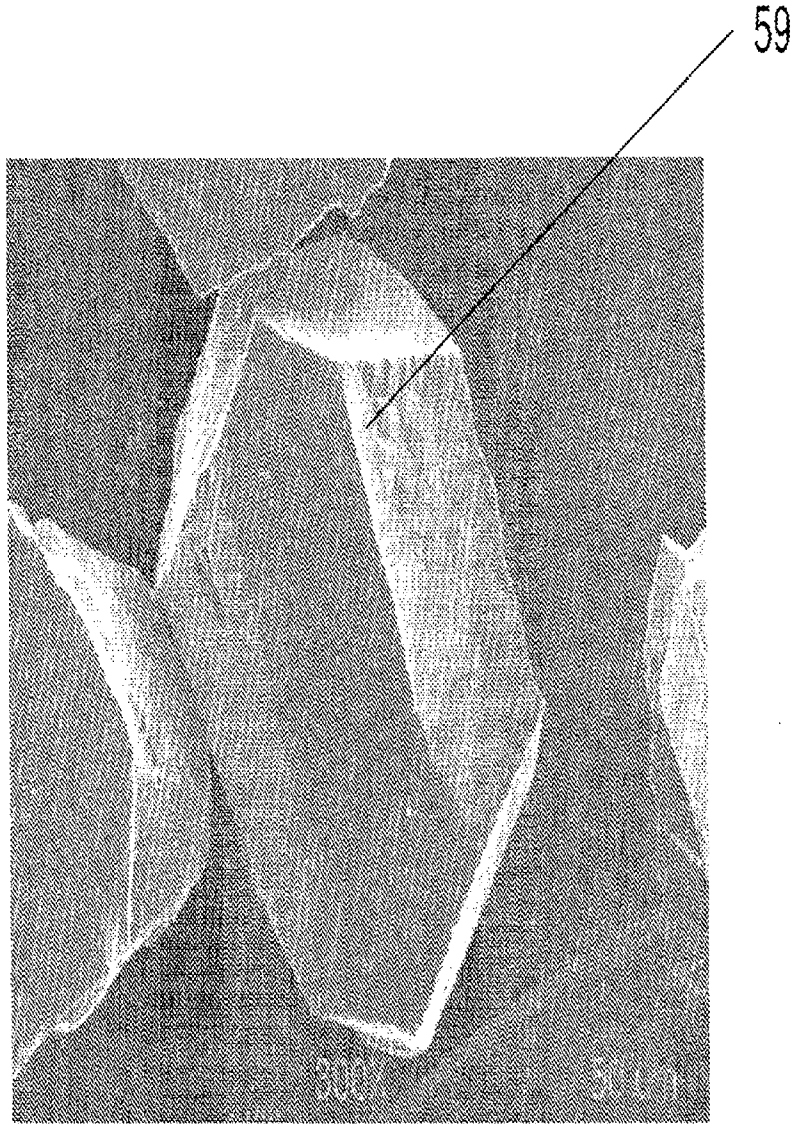


Figura 8

Fig. 9



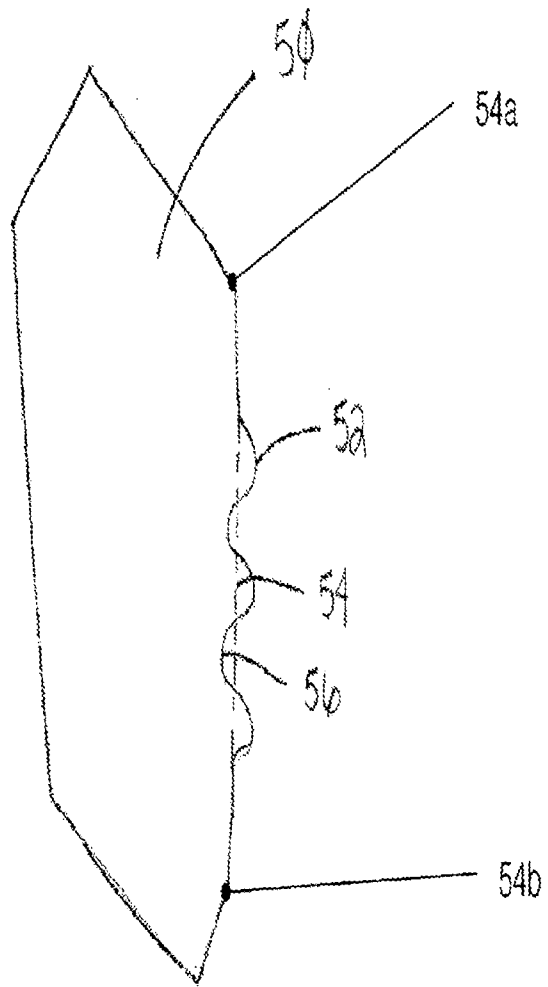


Figura 10

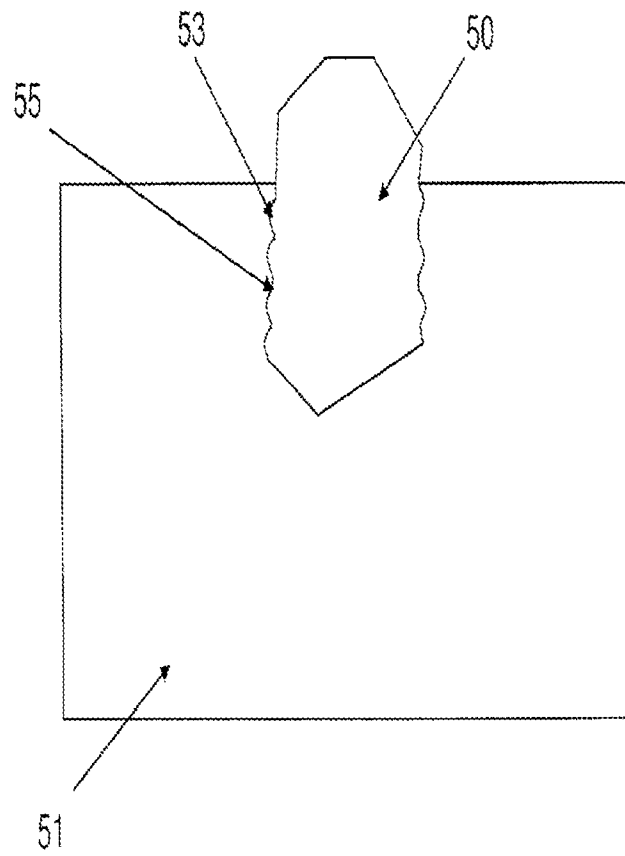


Figura 11

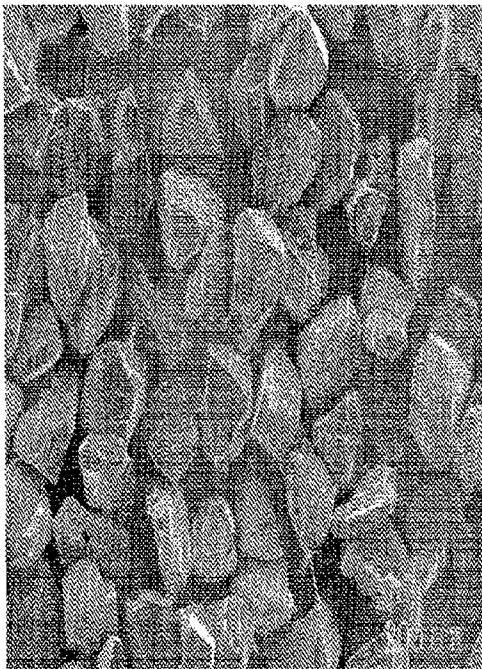


Fig. 12A

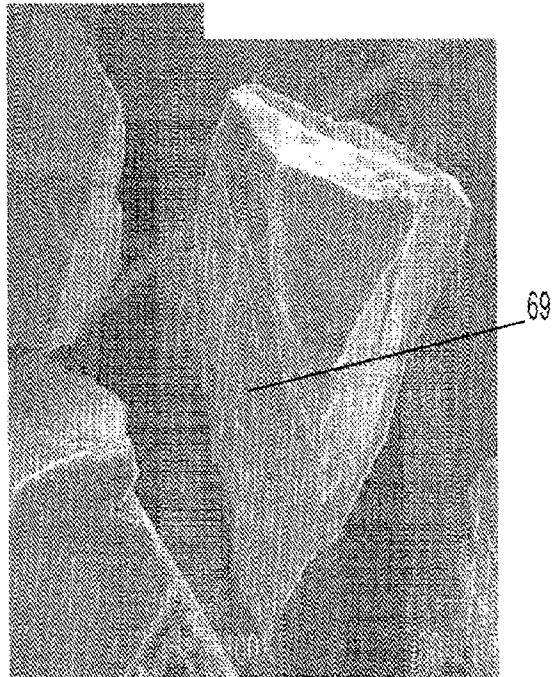


Fig. 12B

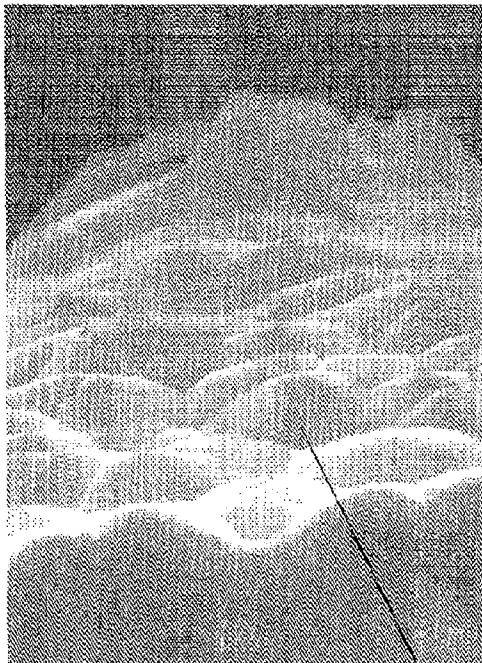


Fig. 12C

66

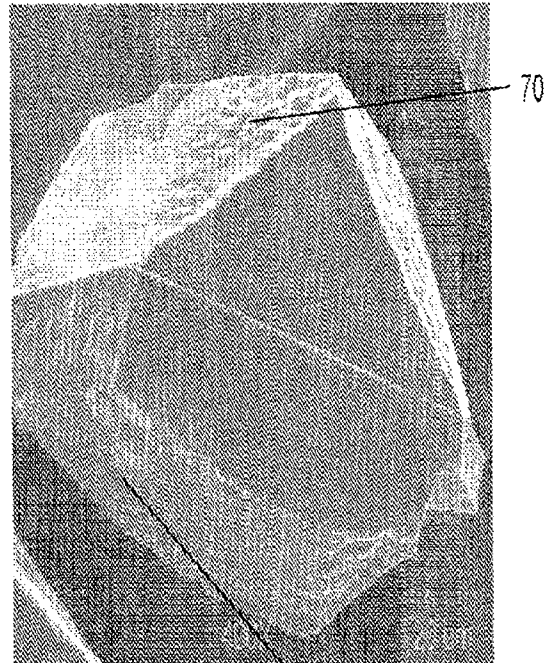


Fig. 12D

68



Fig. 13A

72



Fig. 13B

74



Fig. 13C

78



Fig. 13D

76

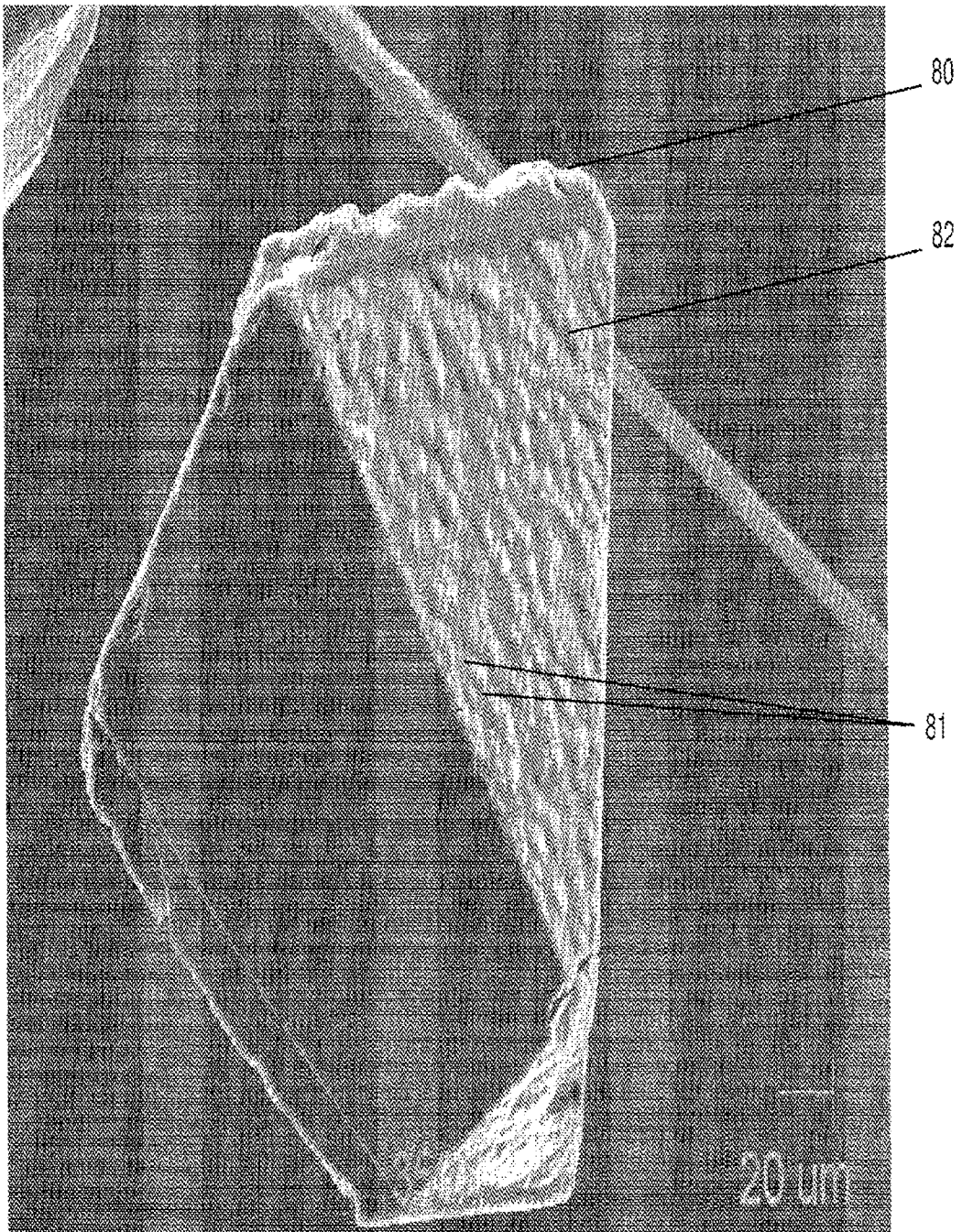
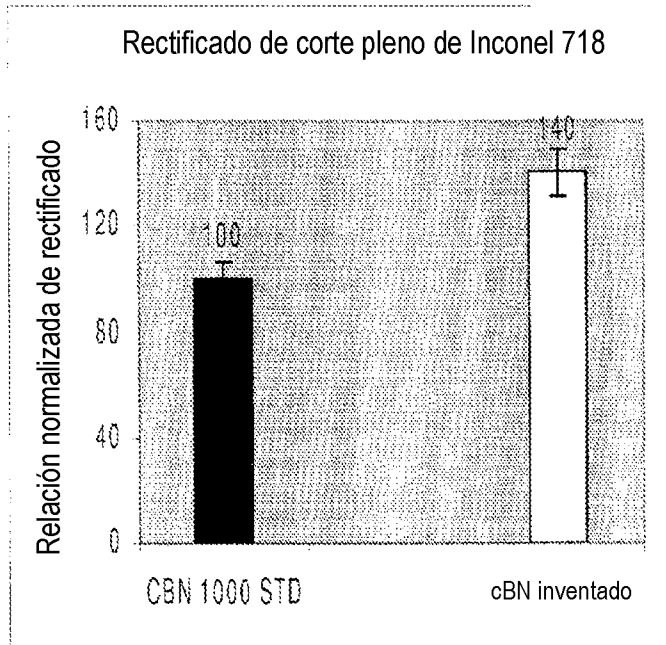
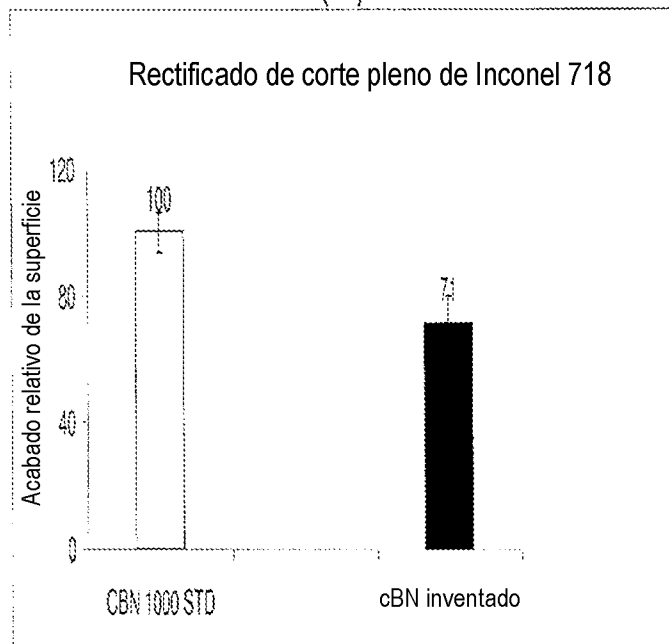


Figura 14



(A)



(B)

Figura 15

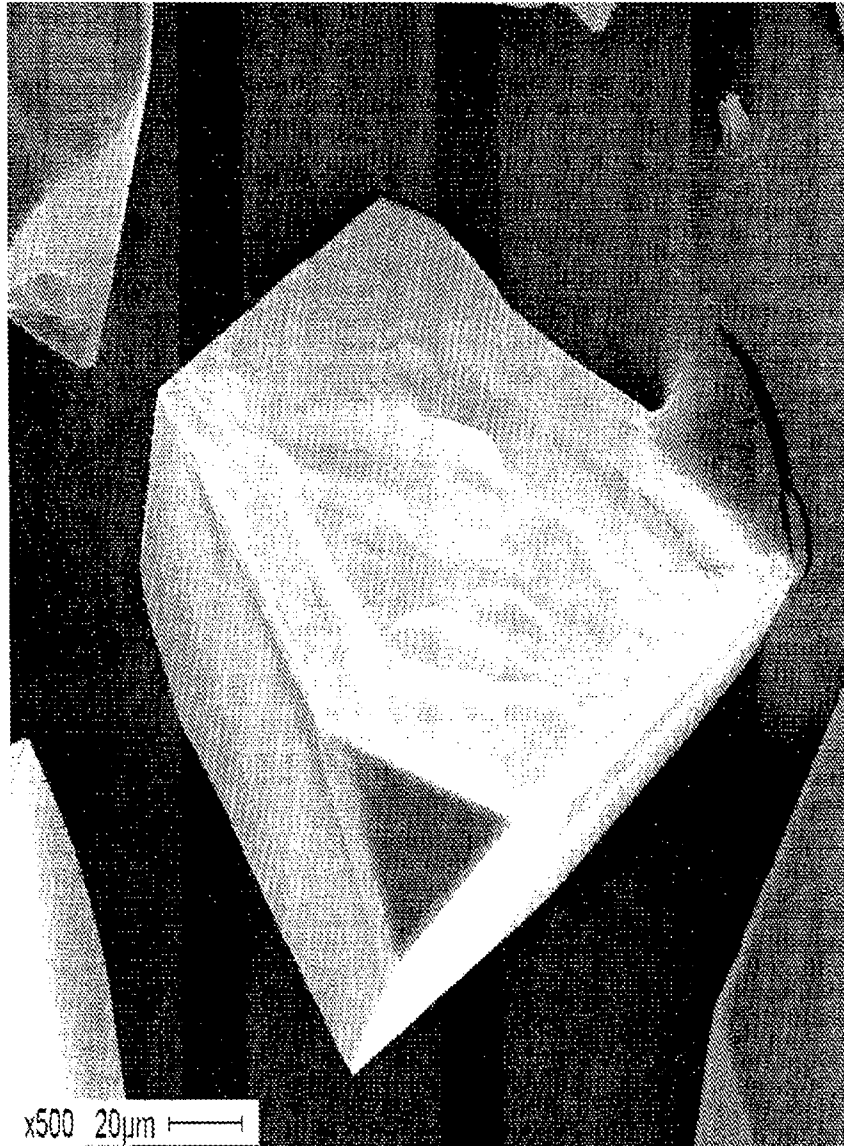


FIG. 16