

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 807 825**

51 Int. Cl.:

C04B 35/528 (2006.01)
C01B 32/25 (2007.01)
C04B 35/626 (2006.01)
C04B 35/628 (2006.01)
C04B 35/63 (2006.01)
C04B 35/645 (2006.01)
C09K 3/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.01.2016** **PCT/US2016/015332**
87 Fecha y número de publicación internacional: **04.08.2016** **WO16123321**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.01.2016** **E 16707269 (3)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.06.2020** **EP 3250538**

54 Título: **Partículas composite de diamante unidas por un cerámico friable y procedimientos para producir las mismas**

30 Prioridad:

28.01.2015 US 201562108628 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.02.2021

73 Titular/es:

DIAMOND INNOVATIONS, INC. (33.3%)
6325 Huntley Road
Worthington, OH 43085, US;
EASLEY, THOMAS (33.3%) y
ZHANG, KAI (33.3%)

72 Inventor/es:

EASLEY, THOMAS y
ZHANG, KAI

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 807 825 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

Partículas composite de diamante unidas por un cerámico friable y procedimientos para producir las mismas

Campo de la divulgación

5 La presente divulgación se refiere a un material compuesto de diamante aglutinado por cerámico. Más específicamente, la presente divulgación se refiere a procedimientos de producción de materiales compuestos de diamante aglutinados por cerámico compuestos de diamante, carburo de silicio y silicio que son friables para formar partículas composite de diamante, así como a las partículas de diamante, por sí mismas. Los usos para tales partículas composite de diamante incluyen aplicaciones de desgaste, tales como rectificado, corte y corte en cubitos.

Antecedentes

10 En la discusión que sigue, se hace referencia a ciertas estructuras y/o procedimientos. Sin embargo, las siguientes referencias no deben interpretarse como una admisión de que estas estructuras y/o procedimientos constituyen el estado de la técnica. El solicitante se reserva expresamente el derecho de demostrar que tales estructuras y/o procedimientos no califican como técnica anterior contra la presente invención.

15 Los compactos sólidos compuestos de cristales de diamante unido por carburo refractario o fases metálicas, tales como carburo de silicio (SiC), se conocen, por ejemplo, a partir de las patentes de EE.UU. N.º 4.874.398; 4.948.388; 4.985.051; 5.010.043; 5.106.393 y WO99/12867. Generalmente, tal material se forma en un compacto densificado (o pieza en bruto). Sin embargo, el compacto densificado (o pieza en bruto) es difícil de procesar mecánicamente, incluyendo la ruptura mecánica en forma de partículas, y el compacto densificado generalmente se forma cerca de la forma final (véase la publicación de solicitud de patente de EE. UU. 2013/0167447, o, si es necesario, se forma además en forma de producto por, por ejemplo, un procedimiento de corte, tal como Mecanizado por Descarga Eléctrica (EDM).

20 Los usos y productos típicos para estos compactos convencionales incluyen muelas de rectificado y reavivación; piezas en bruto de troquel, por ejemplo, para trenzado de alambre, aplicaciones de agrupamiento y compactación; piezas de desgaste y boquillas; y yunques de investigación de alta presión y placas de soporte. En general, así como en las aplicaciones anteriores, los materiales compuestos de diamante aglutinados por cerámico se forman como un compacto densificado, cuyas características limitan inherentemente sus aplicaciones y minimizan o evitan que las propiedades de desgaste y abrasivas de los materiales compuestos de diamante aglutinados por cerámico se utilicen en forma de partículas. El documento JPH08113774 desvela el mezclado de 10 partes en peso de polvo de Si con 100 partes en peso de polvo de diamante con un tamaño de partícula de malla 120-140. El polvo se calentó en un crisol a 1400 °C. El Si reacciona completamente a SiC, uniendo los granos de diamante.

Sumario

35 Existe la necesidad de un material de diamante compuesto mejorado que sea friable en forma de partículas y de alto rendimiento cuando se incorpora a aplicaciones de desgaste y abrasivas. Si los materiales compuestos de diamante aglutinados por cerámico se pudieran formar en forma de partículas en lugar de en forma compacta densificada, entonces se podrían realizar numerosos usos que incluyen, por ejemplo, usos como una partícula incrustada en una matriz o en una superficie para conferir propiedades abrasivas y relacionadas con el desgaste, tal como a un aparato de corte, cuchilla tronzadora, muela abrasiva, hojas de sierra y demás.

40 Un procedimiento ejemplar para producir una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye formar una materia prima de diamante que incluye una pluralidad de granos de diamante y partículas de silicio y someter la materia prima de diamante a al menos un procedimiento de consolidación previa para formar un gránulo. El procedimiento también incluye formar un compacto densificado en un procedimiento de consolidación utilizando el gránulo, donde el compacto densificado incluye material compuesto de diamante aglutinado por cerámico y procesar mecánicamente el compacto densificado en un procedimiento de consolidación posterior en el que se forma una pluralidad de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico. Las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico incluyen una pluralidad de granos de diamante y carburo de silicio unido por reacción a los granos de diamante. Una composición de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye 60-90 % en peso, preferentemente 70-90 % en peso, más preferentemente 79-81 % en peso, más preferentemente 80 % en peso de diamante, 10-40 % en peso de carburo de silicio, ≤2 % en peso de silicio, en la que la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico tiene un tamaño de malla de entre 400 micrómetros (40/50) y 35 micrómetros (400/500) y un índice de dureza de entre 40 y 100.

50 Otro procedimiento ejemplar para producir una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye formar una materia prima de diamante que incluye una pluralidad de partículas de diamante y partículas de silicio, mezclar la materia prima de diamante con un aglutinante y un disolvente para formar una suspensión, pulverizar la suspensión en nitrógeno líquido para formar una pluralidad de gránulos congelados seguido de liofilización del gránulo congelado para retirar el disolvente del gránulo o pulverizar la suspensión en una cámara calentada para retirar los componentes volátiles y calentar el gránulo en una atmósfera inerte o reductora para retirar el aglutinante del gránulo. El procedimiento también incluye sinterizar el gránulo poroso en una atmósfera inerte o reductora para

formar un grano de material compuesto de diamante aglutinado por cerámico y procesar mecánicamente el grano para formar una pluralidad de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico. Las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico incluyen una pluralidad de partículas de diamante y carburo de silicio unido por reacción a las partículas de diamante. Una composición de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye 60-90 % en peso, preferentemente 70-90, más preferentemente 79-81 % en peso, más preferentemente 80 % en peso de diamante, 10-40 % en peso de carburo de silicio, ≤ 2 % en peso de silicio, en la que la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico tiene un tamaño de malla de entre 400 micrómetros (40/50) y 35 micrómetros (400/500) y un índice de dureza de entre 40 y 100.

Un procedimiento ejemplar adicional para producir una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye formar una materia prima de diamante que incluye una pluralidad de granos de diamante y partículas de silicio y partículas de material inerte, someter la materia prima de diamante a un procedimiento de consolidación que forma un compacto densificado que incluye material compuesto de diamante aglutinado por cerámico a partir de la materia prima de diamante, someter el compacto densificado a un procedimiento de consolidación posterior en el que el compacto densificado se procesa mecánicamente para formar una pluralidad de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico, y separar las partículas de material inerte de la pluralidad de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico. Las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico incluyen una pluralidad de granos de diamante y carburo de silicio unido por reacción a los granos de diamante y una composición de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye 60-90 % en peso, preferentemente 79-81 % en peso, más preferentemente 80 % en peso de diamante, 10-40 % en peso de carburo de silicio, ≤ 2 % en peso de silicio. La partícula composite de diamante aglutinada por cerámico tiene un tamaño de malla de entre 400 micrómetros (40/50) y 35 micrómetros (400/500) y un índice de dureza de 40 a 100.

Una realización ejemplar de una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye una pluralidad de granos de diamante y carburo de silicio unido por reacción a los granos de diamante. Una composición de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye 70-90 % en peso, preferentemente 79-81 % en peso, más preferentemente 80 % en peso de diamante, 10-30 % en peso de carburo de silicio, ≤ 2 % en peso de silicio, en la que la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico tiene un tamaño de malla de entre 400 micrómetros (40/50) y 35 micrómetros (400/500) y un índice de dureza de entre 40 y 100.

Otra realización ejemplar de una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye una pluralidad de partículas de diamante aglutinado por cerámico y un material inerte. El compuesto de diamante aglutinado por cerámico incluye una pluralidad de granos de diamante y carburo de silicio unido por reacción a los granos de diamante. Una composición del compuesto de diamante aglutinado por cerámico es 70-90 % en peso, preferentemente 79-81 % en peso, más preferentemente 80 % en peso de diamante, 10-30 % en peso de carburo de silicio, ≤ 2 % en peso de silicio, en la que la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico tiene un tamaño de malla de entre 400 micrómetros (40/50) y 35 micrómetros (400/500) y un índice de dureza de entre 40 y 100.

Breve descripción de los dibujos

La siguiente descripción detallada de las realizaciones preferidas se puede leer en relación con los dibujos adjuntos, en los que los números similares designan elementos similares y en los que:

Las FIGS. 1A y 1B son fotomicrografías SEM de una realización ejemplar de una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico.

La FIG. 1C es una fotomicrografía SEM de una realización ejemplar de una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico en la que se realizó un análisis de composición usando EDX.

La FIG. 2 es una representación gráfica de un procedimiento de producción de una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un primer aspecto.

La FIG. 3 es una representación gráfica de otro procedimiento de producción de una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un segundo aspecto.

Las FIGS. 4A y 4B son representaciones gráficas de un procedimiento adicional para producir una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un tercer y cuarto aspectos, e incluyendo procedimientos adicionales A a E.

La FIG. 5 es una representación gráfica del procedimiento A.

La FIG. 6 es una representación gráfica del procedimiento B.

La FIG. 7 es una representación gráfica del procedimiento C.

La FIG. 8 es una representación gráfica del procedimiento D.

La FIG. 9 es una representación gráfica del procedimiento E.

La FIG. 10 es una representación gráfica de un procedimiento adicional para producir una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un quinto aspecto en el que se incluye un procedimiento de modificación de la superficie opcional como un procedimiento adicional o extra.

Las FIGS. 11A y 11B son fotomicrografías SEM con un aumento de 5000x que muestran partículas de diamante antes (Figura 11B) y después (Figura 11A) de la oxidación de la superficie.

La FIG. 12 es una representación gráfica de otro procedimiento adicional para producir una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un sexto aspecto en el que se incluye un procedimiento de

revestimiento como un procedimiento adicional.

Descripción detallada

Los artículos y procedimientos de la presente divulgación están dirigidos a partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico que exhiben propiedades deseables. Las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico pueden exhibir niveles relativamente altos de contenido de diamante, lo que puede contribuir a las propiedades de las partículas composite. Los procedimientos para producir una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con la presente divulgación incluyen formar una materia prima de diamante que tiene una pluralidad de granos de diamante y partículas de silicio, y someter la materia prima de diamante a al menos un procedimiento de consolidación previa para formar un gránulo. El gránulo se somete a un procedimiento de consolidación para formar un compacto densificado. En una realización, el procedimiento de consolidación incluye un procedimiento a alta presión y alta temperatura. El compacto densificado resultante forma un material compuesto de diamante aglutinado por cerámico. Los procedimientos también incluyen el procesamiento mecánico del compacto densificado en un procedimiento de consolidación posterior en el que se forma una pluralidad de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico. Las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico incluyen una pluralidad de granos de diamante y carburo de silicio unido por reacción a los granos de diamante. Una composición de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye 60-90 % en peso, preferentemente 70-90 % en peso, más preferentemente 79-81 % en peso, más preferentemente 80 % en peso de diamante, 10-40 % en peso de carburo de silicio, ≤ 2 % en peso de silicio.

Las FIGS. 1A a 1B son fotomicrografías de una realización ejemplar de una partícula composite 10 de diamante aglutinada por cerámico. La FIG. 1C es una fotomicrografía SEM de una realización ejemplar de una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico en la que se realizó un análisis de composición usando EDX. Las fotomicrografías en las Figs. 1A a 1C se obtuvieron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) a diversos aumentos (100X para la Figura 1A; 500 X para la Figura 1B y 1000 X para la Figura 1C). El equipo SEM era un Hitachi 2600, donde la tensión y la distancia de trabajo se establecieron en 25 kV y 13 mm, respectivamente.

La partícula composite 10 de diamante aglutinada por cerámico comprende una pluralidad de partículas de diamante unidas entre sí por carburo de silicio. El mapeo de una partícula composite con espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (EDX) se muestra en la FIG. 1C, en la cual las áreas 20 de Si (que indican áreas de SiC) están discriminadas de las áreas 30 de carbono (que indican áreas de diamante). El mapeo EDX de las áreas 30 de carbono que están unidas por una matriz continua de SiC 20 indica que las partículas de diamante están sinterizadas entre sí por un aglutinante de carburo de silicio.

El silicio fuera del carburo de silicio está presente en cantidades residuales restantes del procedimiento de fabricación. Los constituyentes de la partícula composite 10 de diamante aglutinada por cerámico pueden estar presentes en otras cantidades adecuadas dentro de los siguientes intervalos: 60-90 % en peso, como alternativa 70-90 % en peso, como alternativa 75-90 % en peso, como alternativa 79-81 % en peso u 80 % en peso de diamante; 10-40 % en peso de carburo de silicio, como alternativa ≥ 12 % en peso o ≥ 15 % en peso a ≤ 20 % en peso o ≤ 25 % en peso de carburo de silicio; y ≤ 3 % en peso de silicio, como alternativa > 0 % en peso o ≥ 1 % en peso a ≤ 1 % en peso o ≤ 2 % en peso de silicio. Una composición ejemplar tiene 85-90 % en peso de diamante; 10-15 % en peso de carburo de silicio y ≤ 2 % en peso de silicio. La composición del compuesto de diamante aglutinado por cerámico se puede determinar por cualquier medio adecuado. Sin embargo, en esta divulgación, las composiciones de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico se determinaron mediante técnicas de difracción de rayos X utilizando un difractómetro Brucker AXS D8 Focus utilizando radiación Cu k-alpha y ejecutando el software Jade v.9.3.2, procedimiento de análisis "Easy Quantitative". La partícula composite 10 de diamante aglutinada por cerámico tiene un tamaño de partícula de 40 micrómetros a 500 micrómetros.

Las partículas de diamante pueden ser cualquier partícula de diamante adecuada que sea de un tamaño suficientemente pequeño que se mezcle con las otras materias primas constituyentes antes de formar la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico. El tamaño del diamante se mide utilizando un analizador de tamaño de partículas Microtrac S3500 con la versión de software 10.6.2 y se informa utilizando el promedio de volumen. Los tamaños típicos de las partículas de diamante varían de 200 micrómetros o menos a 1 micrómetro o menos (según D50). En una realización alternativa, las partículas de diamante pueden tener una distribución de tamaño bimodal. Como ejemplo, las partículas de diamante pueden tener una distribución de tamaño bimodal con una primera fracción con un D50 de 5 micrómetros y una segunda fracción con un D50 de 20 micrómetros. También se pueden usar otras distribuciones de tamaño, tales como trimodal. Una vez que se forma la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico, los tamaños de las partículas de diamante y cualquier distribución de tamaño presente en las materias primas generalmente se conservan en la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico, pero con una ligera reducción en los tamaños y el cambio a distribuciones de tamaños más pequeños es posible debido al consumo de diamante y al aplastamiento que ocurre en el procedimiento de fabricación.

Un ejemplo de un grano de diamante adecuado es el diamante monocristalino o policristalino, es decir, granos de diamante con un D50 de 100 micrómetros o menos. Otro ejemplo de un diamante adecuado es el diamante picado, es decir, granos de diamante que tienen un D50 de 100 micrómetros o menos, y que contienen más puntos de corte en la superficie que un diamante monocristalino y policristalino micrométrico típico. El tratamiento superficial en el

diamante picado aumenta el área de la superficie en comparación con la del diamante monocristalino o policristalino no tratado. El diamante picado ha aumentado los puntos de corte que contribuyen a las propiedades de corte agresivas. Adicionalmente, cuanto mayor sea la superficie de los diamantes picados, si se conserva a través de la fabricación posterior, p. ej., procesamiento HPHT, puede contribuir a una mayor unión entre el diamante y el carburo de silicio en la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico. Un ejemplo de un diamante picado adecuado se desvela en el documento US 8.182.562, y el diamante picado está disponible en el mercado de Diamond Innovations con el nombre comercial HYPERION™.

La partícula composite de diamante aglutinada por cerámico desvelada en el presente documento puede producirse por diversos procedimientos. En general, la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico se forma mediante un procedimiento que incluye formar una materia prima de diamante, procesar la materia prima de diamante en un procedimiento de consolidación y, opcionalmente, uno o más procedimientos de consolidación previa o posterior.

La formación de la materia prima de diamante incluye la preparación de una mezcla de la materia prima de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico. En general, la materia prima de diamante incluye partículas de diamantes, partículas de silicio y materiales inertes opcionales.

La materia prima de diamante anterior se puede usar directamente o se puede procesar adicionalmente antes de la introducción al procedimiento de consolidación.

Un ejemplo de un procedimiento de consolidación es un procedimiento de alta presión y alta temperatura (HPHT) en el que se mantienen una presión de aproximadamente 2000-7500 MPa y una temperatura de aproximadamente 800-1600 °C durante periodos de tiempo que normalmente no exceden los 30 minutos. Durante este periodo, se produce un procedimiento de unión por reacción en el que el silicio reacciona con el diamante para formar carburo de silicio entre las partículas de diamante. El carburo de silicio actúa como un enlace reactivo y es la estructura que mantiene unida la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico. Los procedimientos HPHT producen un compacto densificado con densidades superiores al 95 % y que normalmente se acercan al 100 %. Otros detalles y procedimientos HPHT adecuados se desvelan en las patentes de EE.UU. N.º 3.141.746; 3.745.623; 3.609.818; 3.850.591; 4.394.170; 4.403.015; 4.797.326 y 4.954.139.

Otro ejemplo de un procedimiento de consolidación es la sinterización a 1300-1600 °C, como alternativa a aproximadamente 1500 °C, en una atmósfera controlada. La atmósfera controlada para la sinterización en estos procedimientos de consolidación suele ser una atmósfera inerte o reductora, tal como argón, hidrógeno, nitrógeno, o una mezcla de argón, hidrógeno y/o nitrógeno o vacío. Durante la sinterización, las partículas de diamante y las partículas de silicio de la materia prima se someten a un enlace de reacción para formar carburo de silicio entre las partículas de diamante. El carburo de silicio actúa como un enlace reactivo y es la estructura que mantiene unida la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico. Debido a que la sinterización generalmente se realiza a presiones mucho más bajas que las de los procedimientos HPHT, la sinterización no produce el mismo grado de densificación observado en los procedimientos HPHT, con una densificación típica del material sinterizado del orden del 50-75 %, como alternativa de aproximadamente el 65 %.

El procedimiento de consolidación puede ir acompañado de uno o más procedimientos de consolidación previa o posterior. Por ejemplo, un procedimiento de consolidación previa puede incorporar compresión, tal como compresión isostática en frío, para formar un cuerpo verde de una densificación inicial que luego está sujeta al procedimiento de consolidación. En realizaciones ejemplares, la compresión isostática en frío logra una densificación inicial de aproximadamente 50-75 %, como alternativa al menos 65 %. En otro ejemplo, se puede incluir un procedimiento de desaglutinado con el procedimiento de consolidación o como un procedimiento de consolidación previa separado. Ejemplos no limitativos de procedimientos de consolidación previa y posterior incluyen el revestimiento con materiales inertes, aleaciones o compuestos metálicos; procedimientos de calentamiento secundario para predensificar y/o mejorar la resistencia de los cuerpos verdes; partículas de congelación; y retirar el agua o los componentes volátiles de las partículas, por ejemplo en un procedimiento de liofilización o procedimiento de secado por pulverización.

También en general, la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico se forma mediante un procedimiento que puede incluir opcionalmente un aditivo o una etapa de procesamiento que reduce el número y la extensión de la unión del diamante al carburo de silicio que ocurre en el procedimiento de consolidación. Por ejemplo, se puede incluir un material inerte en la materia prima, es decir, una mezcla de partículas de diamante y partículas de silicio, antes de la consolidación para reducir el grado de unión de reacción que ocurre en el procedimiento de consolidación al desplazar el material reactivo con material inerte. En otro ejemplo, un material inerte o activo puede revestirse parcialmente en los gránulos de la materia prima antes del procedimiento de consolidación para inhibir o prevenir la unión de reacción que de otro modo ocurriría en el procedimiento de consolidación. En un ejemplo adicional, un aglutinante, tal como polietilenglicol (PEG), puede incorporarse al procedimiento y puede ayudar en la formación de cuerpos verdes formados por técnicas de compresión.

Ejemplos de materiales inertes que pueden usarse, solos o en combinación, en los procedimientos desvelados incluyen óxidos, carburos, nitruros, aluminatos, silicatos, nitratos, carbonatos, arena de sílice (cuarzo) y nitrato de

boro cúbico (cBN). Ejemplos específicos de material inerte incluyen Al_2O_3 , SiO_2 y SiC . Cuando se usa un material inerte, el material inerte tiene un D50 en el intervalo de aproximadamente 1 a 50 micrómetros y está presente en una cantidad de hasta 10 por ciento en peso (% en peso), como alternativa de 5 a 10 % en peso. Actualmente se cree que el material inerte reduce el número y el grado de unión de reacción en el compacto densificado. Se contempla que la red reducida de enlaces de reacción da como resultado que el compacto densificado sea friable en una pluralidad de partículas de material compuesto de diamante aglutinado por cerámico y que tenga una resistencia a la ruptura transversal reducida en relación con un compacto densificado hecho sin o por debajo de una cantidad umbral de material inerte.

Como material unido a SiC , se pueden usar otros materiales activos que forman carburos además del silicio en el compuesto de diamante aglutinado por cerámico. Ejemplos de materiales activos incluyen metales formadores de carburo tales como Ti, Zr y Cr. La adición de estos materiales activos puede dar como resultado la formación de carburos metálicos activos distintos del SiC . Estos otros carburos (TiC , ZrC , Cr_2C_3) pueden proporcionar algún efecto de unión pero puede ser una unión de menor resistencia que SiC , reduciendo así la resistencia del compacto densificado. Los materiales activos se pueden añadir en cantidades preferentemente entre 0 y 25 % en peso. Se pueden usar uno o más de estos materiales activos.

La FIG. 2 ilustra un procedimiento de producción de una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un primer aspecto. En el procedimiento ejemplar 100 ilustrado, se forma 110 una materia prima de diamante, se procesa 120 en condiciones HPHT para formar un compacto densificado que comprende material compuesto de diamante aglutinado por cerámico, y se procesa mecánicamente 130 hasta un tamaño de partícula deseado.

Las materias primas para la materia prima de diamante pueden incluir cualquiera de los materiales de diamante desvelados en el presente documento, incluyendo diamante monocristalino, diamante policristalino, diamante picado y combinaciones de los mismos, y partículas de silicio y nitruro de silicio opcional, nitruro de aluminio, nitruro de boro hexagonal (hBN) y materiales inertes. Las proporciones de los constituyentes de las materias primas se pueden variar como se desvela en el presente documento de manera diversa para lograr una composición deseada de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico que se va a producir.

Debido a que el compacto densificado producido en la etapa 120 no tiene materiales de relleno inertes, tiene una densidad cercana al 100 % y una resistencia a la ruptura transversal de más de 900 MPa, el procesamiento mecánico, por ejemplo por ruptura mecánica, inicialmente no es deseable. En lugar de ello, el compacto densificado se corta en primer lugar, por ejemplo por EDM, en piezas más pequeñas antes del procesamiento mecánico. Además, o como alternativa, el exceso de material formado durante la fabricación de productos a partir de compactos densificados puede incluirse con o ser la única fuente de compacto densificado que comprende un material de diamante aglutinado por cerámico que se procesa en la etapa 130 de procesamiento mecánico. Ejemplos no limitativos de técnicas para procesar mecánicamente el compacto densificado a un tamaño D50 deseado incluyen rectificado, molienda mediante rodillos, molienda por compactación mediante rodillos, molienda mediante martillo, corte, molienda por compactación, molienda mediante chorro y molienda mediante bolas. Los tamaños de partícula deseados típicos varían de 35 a 100 micrómetros (μm), como alternativa $\geq 50 \mu\text{m}$ a $\leq 40 \mu\text{m}$ o $\leq 50 \mu\text{m}$ o $\leq 70 \mu\text{m}$ o $\leq 80 \mu\text{m}$.

La FIG. 3 es una representación gráfica de otro procedimiento de producción de una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un segundo aspecto. En el procedimiento ejemplar 200 ilustrado, se forma 210 una materia prima de diamante que incluye materiales inertes, se procesa 220 en condiciones HPHT para formar un compacto densificado que comprende material compuesto de diamante aglutinado por cerámico con partículas dispersas de material inerte, y se rompe mecánicamente 230 a un tamaño de partícula deseado. Posteriormente, el material inerte se separa 240 de las partículas de material compuesto de diamante aglutinado por cerámico.

Las materias primas para la materia prima de diamante pueden incluir cualquiera de los materiales de diamante desvelados en el presente documento, incluyendo diamante monocristalino, diamante policristalino, diamante picado y combinaciones de los mismos, partículas de silicio y partículas opcionales de nitruro de silicio y materiales inertes, tal como cualquiera de los materiales inertes desvelados en el presente documento, que incluyen, en un ejemplo específico, de 5 a 10 % en peso de uno o más de arena, Al_2O_3 , SiO_2 y SiC , donde el material inerte tiene un D50 de 1 a 50 micrómetros. Las proporciones de los constituyentes de las materias primas se pueden variar como se desvela en el presente documento de manera diversa para lograr una composición deseada de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico que se va a producir.

A diferencia del compacto densificado producido en el procedimiento 100 ilustrado en la FIG. 2, el compacto densificado producido en el procedimiento 200 ilustrado en la FIG. 3 es friable como resultado del material inerte dispersado dentro del compacto densificado. En este caso, el material inerte reduce el número y la extensión de la unión de diamante a carburo de silicio que se forma en el procedimiento de consolidación, p. ej., en el procedimiento HPHT en la etapa 220. El material inerte introduce una serie de defectos internos del material que actúan como sitios de concentración de tensión y reducen la carga de fallo del compacto densificado, permitiendo que se rompa usando fuerzas aplicadas más bajas. Este compacto densificado se puede procesar en la etapa 230 de procesamiento

mecánico. Ejemplos no limitativos de técnicas para procesar mecánicamente el compacto densificado a un tamaño de partícula deseado incluyen rectificado, molienda mediante rodillos, molienda por compactación mediante rodillos, molienda mediante martillo, corte, molienda por compactación, molienda mediante chorro y molienda mediante bolas. Debido a la inclusión de material inerte en la materia prima de diamante, se reduce la energía requerida para procesar mecánicamente el compacto densificado para formar una pluralidad de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico. Adicionalmente, si se utiliza suficiente material inerte, el compacto densificado es inestable y, en casos extremos, no mantiene la forma formada en la etapa de consolidación. En lugar de ello, el compacto densificado se fragmenta en partículas separadas de material compuesto de diamante aglutinadas por cerámico o en aglomerados de partículas de material compuesto de diamante aglutinadas por cerámico. La formación de esquirlas u otras partículas se puede acelerar mecánicamente. Los tamaños de partícula típicos varían de 35 a 100 micrómetros (μm), como alternativa $\geq 50 \mu\text{m}$ a $\leq 40 \mu\text{m}$ o $\leq 50 \mu\text{m}$ o $\leq 70 \mu\text{m}$ o $\leq 80 \mu\text{m}$.

La FIG. 4A es una representación gráfica de un procedimiento adicional para producir una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un tercer aspecto e incluye procedimientos alternativos y opcionales. El procedimiento ejemplar 300 ilustrado es un procedimiento de granulación por congelación en el que las partículas de diamante, las partículas de silicio, las partículas de nitruro de silicio y el aglutinante se mezclan con un líquido, tal como agua, en una suspensión 310 y se procesan a través de una serie de etapas de granulación, p. ej., los procedimientos 320 a 330, para formar un gránulo que se utilizará en uno cualquiera de los procedimientos adicionales A a E. Las características generales del gránulo incluyen un cuerpo poroso (aproximadamente 40 % de porosidad), esfericidad promedio de $\geq 0,8$, que tiene como alternativa una esfericidad promedio entre $\geq 0,85$ o $\geq 0,9$ o $\geq 0,95$ y $\leq 1,0$, y el diámetro que varía de 25 μm a 2 mm, como alternativa de 50 μm a 700 μm .

En las etapas de granulación 310 a 330, se forma y procesa una suspensión para formar gránulos. Las materias primas para la suspensión pueden incluir cualquiera de los materiales de diamante desvelados en el presente documento, incluyendo diamante monocristalino, diamante policristalino, diamante picado y combinaciones de los mismos, las partículas de silicio, un disolvente y un aglutinante. El aglutinante puede ser cualquier aglutinante adecuado que promueva las características de flujo o las características de pulverización adecuadas para las etapas de procesamiento adicionales, a la vez que sea útil para promover la sinterización y la formación de cuerpos verdes ya que esos procedimientos alternativos se aplicarán en el procedimiento. Por ejemplo, se puede seleccionar un aglutinante adecuado del grupo que consiste en polietilenglicol (PEG), alcohol polivinílico (PVA) y cera de parafina y otros. El disolvente puede ser agua, etanol, acetona u otros elegidos por compatibilidad con los diferentes aglutinantes y sistemas de procesamiento de suspensión. Un ejemplo de composición de suspensión incluye, en peso, 66 % de partículas de diamante, 7,3 % de polvo de silicio, 1,5 % de PVA 4-88, 0,5 % de PEG 400 y 24,7 % de agua; como alternativa, las cantidades y los pesos moleculares de los aglutinantes pueden variar. Las proporciones de los constituyentes de las materias primas para la suspensión pueden variarse como se desvela en el presente documento de manera variada para lograr una composición deseada de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico que se va a producir.

La suspensión se procesa para formar un gránulo solidificado. Como se identifica en la FIG. 4A, un procedimiento de ejemplo 320 es pulverizar la suspensión en nitrógeno líquido, que congelará las gotas del aerosol para formar gránulos congelados. Tales gotas congeladas tienden a formar gránulos esféricos. Se contempla que los gránulos esféricos pueden ser sustancialmente redondeados y tener una esfericidad promedio de $\geq 0,8$, como alternativa tener una esfericidad promedio entre $\geq 0,85$ o $\geq 0,9$ o $\geq 0,95$ y $\leq 1,0$.

Los gránulos recuperados se procesan 330 entonces para retirar el agua u otros componentes volátiles. En un primer procedimiento de ejemplo, el agua se retira del gránulo recuperado mediante un procedimiento de liofilización.

La FIG. 4B es una representación gráfica de otro procedimiento de producción de una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un cuarto aspecto e incluye procedimientos alternativos y opcionales. El procedimiento ejemplar 350 ilustrado es un procedimiento de granulación en seco por pulverización en el que las partículas de diamante, las partículas de silicio y el aglutinante se mezclan con un líquido, tal como agua, en una suspensión 360 y se procesan a través de una etapa de granulación, p. ej., el procedimiento 370, para formar un gránulo que se utilizará en uno cualquiera de los Procedimientos A a E adicionales. Las características generales del gránulo incluyen un cuerpo poroso (aproximadamente 25 % de porosidad) (que generalmente tendrá una porosidad más baja que para la misma composición procesada mediante el procedimiento de granulación por congelación), esfericidad promedio de $\geq 0,8$, que tiene como alternativa una esfericidad promedio entre $\geq 0,85$ o $\geq 0,9$ o $\geq 0,95$ y $\leq 1,0$, y el diámetro que varía de 1 μm a 2 mm, como alternativa de 25 μm a 250 μm .

En las etapas de granulación 360 a 370, se forma y procesa una suspensión para formar gránulos. Las materias primas para la suspensión pueden incluir cualquiera de los materiales de diamante desvelados en el presente documento, incluyendo diamante monocristalino, diamante policristalino, diamante picado y combinaciones de los mismos, las partículas de silicio, un disolvente y un aglutinante. El aglutinante puede ser cualquier aglutinante adecuado que promueva las características de flujo o las características de pulverización adecuadas para las etapas de procesamiento adicionales, a la vez que sea útil para promover la sinterización y la formación de cuerpos verdes ya que esos procedimientos alternativos se aplicarán en el procedimiento. Por ejemplo, se puede seleccionar un aglutinante adecuado del grupo que consiste en polietilenglicol (PEG), alcohol polivinílico (PVA) y cera. El disolvente puede ser agua, etanol, acetona u otros elegidos por compatibilidad con los diferentes aglutinantes y sistemas de

procesamiento de suspensión. Un ejemplo de composición de suspensión incluye, en peso, 66 % de partículas de diamante, 7,3 % de polvo de silicio, 1,5 % de PVA 4-88, 0,5 % de PEG 400 y 24,7 % de agua. Las proporciones de los constituyentes de las materias primas para la suspensión pueden variarse como se desvela en el presente documento de manera variada para lograr una composición deseada de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico que se va a producir.

La suspensión se procesa para formar un gránulo solidificado. Como se identifica en la FIG. 4B, un procedimiento de ejemplo 360 es un procedimiento de secado por pulverización que incluye la pulverización de la suspensión en un ambiente calentado, p. ej., una cámara calentada, calentada a una temperatura de entrada de aproximadamente 200 °C (aunque la temperatura puede variar dependiendo del disolvente que se evapora y muchos otros factores incluyendo, por ejemplo, la carga de sólidos), que retirará cualquier componente evaporativo y líquido en la suspensión y formará gránulos que luego podrán recuperarse para su posterior procesamiento. Los ejemplos de componentes volátiles incluyen componentes volátiles de la suspensión, tales como los disolventes discutidos anteriormente. Los gránulos tienden a formar gránulos esféricos. Se contempla que los gránulos esféricos pueden ser sustancialmente redondeados y tener una esfericidad promedio de $\geq 0,8$, como alternativa tener una esfericidad promedio entre $\geq 0,85$ o $\geq 0,9$ o $\geq 0,95$ y $\leq 1,0$.

Los gránulos del procedimiento 330 (FIG. 4A) y el procedimiento 370 (FIG. 4B) se pueden usar como entrada (o materia prima) a un procedimiento de consolidación previa. En los procedimientos ejemplares ilustrados en las Figs. 4A y 4B, existen múltiples procedimientos de consolidación previa (Procedimiento A a Procedimiento E) que se pueden usar de forma independiente o en combinación.

El procedimiento A 400 se muestra en la FIG. 5, que incorpora un primer procedimiento de consolidación previa. En el procedimiento A, los gránulos recuperados se revisten con un material inerte 410 y luego se procesan 420 en un cuerpo verde. El revestimiento con un material inerte 410 incluye el revestimiento con materiales no reactivos, aleaciones o compuestos metálicos y el revestimiento puede inhibir o prevenir la unión por reacción que de otro modo ocurriría en el procedimiento de consolidación posterior, aumentando así la friabilidad del producto. La formación 420 de un cuerpo verde implica comprimir los gránulos recuperados (y cualquier revestimiento y constituyentes adicionales, incluidos los materiales inertes y aglutinantes) a una forma deseada usando, por ejemplo, compresión isostática en frío u otra tecnología de moldeo adecuada. Posteriormente, el cuerpo verde se desaglutina 430, por ejemplo, calentando a 450 °C en una atmósfera de hidrógeno durante el tiempo suficiente para expulsar los materiales aglutinantes. El cuerpo verde desaglutinado se puede calentar adicionalmente, opcionalmente en un procedimiento de calentamiento secundario 440 a, por ejemplo, de 1000 °C a 1500 °C para mejorar la resistencia del cuerpo verde.

Después de la consolidación previa, el material entra en el procedimiento de consolidación. Por ejemplo, un procedimiento de consolidación puede incorporar procedimientos HPHT que forman un compacto densificado compuesto de material compuesto 450 de diamante aglutinado por cerámico. Sin embargo, los materiales, las técnicas y procedimientos utilizados antes del procedimiento de consolidación promueven la friabilidad del compacto densificado después de HPHT. De esta manera, el compacto densificado puede procesarse adicionalmente para formar partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico procesando mecánicamente 460 el compacto densificado hasta un tamaño deseado. Ejemplos no limitativos de técnicas para procesar mecánicamente el compacto densificado a un tamaño deseado incluyen rectificado, molienda mediante rodillos, molienda por compactación mediante rodillos, molienda mediante martillo, corte, molienda por compactación, molienda mediante chorro y molienda mediante bolas. Los tamaños de partícula deseados típicos varían de 35 a 100 micrómetros (μm), o $\geq 50 \mu\text{m}$ a $\leq 40 \mu\text{m}$ o $\leq 50 \mu\text{m}$ o $\leq 70 \mu\text{m}$ o $\leq 80 \mu\text{m}$.

El procedimiento B 500 se muestra en la FIG. 6, que incorpora un segundo procedimiento de consolidación previa. En el procedimiento B, los gránulos recuperados se revisten con un material inerte 510 y luego se procesan 520 en un cuerpo verde. El revestimiento con un material inerte 510 incluye el revestimiento con materiales no reactivos, aleaciones o compuestos metálicos y el revestimiento puede inhibir o prevenir la unión por reacción que de otro modo ocurriría en el procedimiento de consolidación posterior, aumentando así la friabilidad del producto. La formación 520 de un cuerpo verde implica comprimir los gránulos recuperados y cualquier revestimiento (y constituyentes adicionales, incluidos los materiales inertes y aglutinantes) a una forma deseada usando, por ejemplo, compresión isostática en frío u otra tecnología de moldeo adecuada. Posteriormente, el cuerpo verde se desaglutina 530, por ejemplo, calentando a 450 °C en una atmósfera de hidrógeno durante el tiempo suficiente para expulsar los materiales aglutinantes. El cuerpo verde desaglutinado se introduce luego en un procedimiento de sinterización 540 para formar un material compuesto de diamante aglutinado por cerámico y luego se procesa mecánicamente en partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico de un tamaño de partícula 550 deseado y se recupera. Los detalles no limitativos del procedimiento de sinterización incluyen el procesamiento a presiones entre 0 y 1,5 GPa y temperaturas entre 800 °C y 1600 °C, con un tiempo de permanencia a temperatura máxima entre 1 y 60 minutos. Se puede realizar un procedimiento ejemplar a 3 GPa, 1500 °C, con un tiempo de permanencia a una temperatura máxima de 15 minutos. La sinterización puede ocurrir en una atmósfera inerte o reductora. Ejemplos no limitativos de técnicas para procesar mecánicamente el compacto densificado a un tamaño de partícula deseado incluyen rectificado, molienda mediante rodillos, molienda por compactación mediante rodillos, molienda mediante martillo, corte, molienda por compactación, molienda mediante chorro y molienda mediante bolas. Los tamaños de partícula deseados típicos varían de 35 a 100 micrómetros (μm), o $\geq 50 \mu\text{m}$ a $\leq 40 \mu\text{m}$ o $\leq 50 \mu\text{m}$ o $\leq 70 \mu\text{m}$ o $\leq 80 \mu\text{m}$.

El procedimiento C 600 se muestra en la FIG. 7, que incorpora un tercer procedimiento de consolidación previa. En el procedimiento C, los gránulos recuperados se procesan 610 en un cuerpo verde. Los gránulos se pueden recuperar del procedimiento 330 y se pueden procesar para incluir adiciones de partículas de silicio, partículas de diamante y, opcionalmente, material inerte que no ha sido procesado a través de los procedimientos de suspensión y evaporación. Como en la mezcla original, los tipos y cantidades de constituyentes añadidos pueden variarse como se desvela de diversas maneras en el presente documento para lograr una composición deseada de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico que se va a producir. La formación 610 del cuerpo verde implica comprimir los gránulos recuperados (y cualquier revestimiento y constituyentes adicionales, incluidos los materiales inertes y aglutinantes) a una forma deseada usando, por ejemplo, compresión isostática en frío u otra tecnología de moldeo adecuada. Posteriormente, el cuerpo verde se desaglutina 620, por ejemplo, calentando a 450 °C en una atmósfera de hidrógeno durante el tiempo suficiente para expulsar los materiales aglutinantes. El cuerpo verde desaglutinado se puede calentar adicionalmente, opcionalmente en un procedimiento de calentamiento secundario 630 a, por ejemplo, de 1000 °C a 1500 °C para mejorar la resistencia del cuerpo verde.

Después de la consolidación previa, el material entra en el procedimiento de consolidación. Por ejemplo, un procedimiento de consolidación puede incorporar procedimientos HPHT que forman un compacto densificado compuesto de material compuesto 640 de diamante aglutinado por cerámico. Sin embargo, los materiales, las técnicas y procedimientos utilizados antes del procedimiento de consolidación promueven la friabilidad del compacto densificado después de HPHT. De esta manera, el compacto densificado puede procesarse adicionalmente para formar partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico procesando mecánicamente 650 el compacto densificado hasta un tamaño deseado. Ejemplos no limitativos de técnicas para procesar mecánicamente el compacto densificado a un tamaño deseado incluyen rectificado, molienda mediante rodillos, molienda por compactación mediante rodillos, molienda mediante martillo, corte, molienda por compactación, molienda mediante chorro y molienda mediante bolas. Los tamaños de partícula deseados típicos varían de 35 a 100 micrómetros (μm), como alternativa $\geq 50 \mu\text{m}$ a $\leq 40 \mu\text{m}$ o $\leq 50 \mu\text{m}$ o $\leq 70 \mu\text{m}$ o $\leq 80 \mu\text{m}$.

El procedimiento D 700 se muestra en la FIG. 8, que incorpora un cuarto procedimiento de consolidación previa. En el procedimiento D, los gránulos recuperados se procesan 710 en un cuerpo verde. Los gránulos se pueden usar directamente tal cual se recuperan del procedimiento 330, así como también se pueden procesar para incluir adiciones de partículas de silicio, partículas de diamante y, opcionalmente, material inerte que no ha sido procesado a través de los procedimientos de suspensión y evaporación. Como en la mezcla original, los tipos y cantidades de constituyentes añadidos pueden variarse como se desvela de diversas maneras en el presente documento para lograr una composición deseada de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico que se va a producir. La formación 710 de un cuerpo verde implica comprimir los gránulos recuperados (y cualquier revestimiento y constituyentes adicionales, incluidos los materiales inertes y aglutinantes) a una forma deseada usando, por ejemplo, compresión isostática en frío u otra tecnología de moldeo adecuada. Posteriormente, el cuerpo verde se desaglutina 720, por ejemplo, calentando a 450 °C en una atmósfera de hidrógeno durante el tiempo suficiente para expulsar los materiales aglutinantes. El cuerpo verde desaglutinado se procesa luego en un procedimiento de sinterización 730 para formar un material compuesto de diamante aglutinado por cerámico y luego se rompe mecánicamente en partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico del tamaño 740 deseado y se recupera. Los detalles no limitativos del procedimiento de sinterización incluyen el procesamiento a presiones entre 0 y 7,5 GPa y temperaturas entre 800 °C y 1600 °C, con un tiempo de permanencia a temperatura máxima entre 1 y 60 minutos. Se puede realizar un procedimiento ejemplar a 3 GPa, 1500 °C, con un tiempo de permanencia a una temperatura máxima de 15 minutos. La sinterización puede ocurrir en una atmósfera inerte o reductora. Ejemplos no limitativos de técnicas para procesar mecánicamente el compacto densificado a un tamaño deseado incluyen rectificado, molienda mediante rodillos, molienda por compactación mediante rodillos, molienda mediante martillo, corte, molienda por compactación, molienda mediante chorro y molienda mediante bolas. Los tamaños de partícula deseados típicos varían de 35 a 100 micrómetros (μm), o $\geq 50 \mu\text{m}$ a $\leq 40 \mu\text{m}$ o $\leq 50 \mu\text{m}$ o $\leq 70 \mu\text{m}$ o $\leq 80 \mu\text{m}$.

El procedimiento E 800 se muestra en la FIG. 9, que incorpora un quinto procedimiento de consolidación previa. En el procedimiento E, los gránulos recuperados se usan directamente en un procedimiento de sinterización 810 para formar un material compuesto de diamante aglutinado por cerámico y luego (opcionalmente) se procesan mecánicamente en partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico de un tamaño de partícula 820 deseado y se recuperan. Los gránulos se pueden usar directamente tal cual se recuperan del procedimiento 330, así como también pueden incluir adiciones de partículas de silicio, partículas de diamante y, opcionalmente, material inerte que no ha sido procesado a través de los procedimientos de suspensión y evaporación. Como en la mezcla original, los tipos y cantidades de constituyentes añadidos pueden variarse como se desvela de diversas maneras en el presente documento para lograr una composición deseada de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico que se va a producir. Los detalles de ejemplo no limitativos del procedimiento de sinterización incluyen el procesamiento al vacío o en una atmósfera inerte o reductora y temperaturas entre 1450 °C y 1800 °C, con una permanencia a temperatura máxima entre 1 y 120 minutos. La sinterización puede ocurrir en una atmósfera inerte o reductora. Ejemplos no limitativos de técnicas para procesar mecánicamente el compacto densificado a un tamaño de partícula deseado incluyen rectificado, molienda mediante rodillos, molienda por compactación mediante rodillos, molienda mediante martillo, corte, molienda por compactación, molienda mediante chorro y molienda mediante bolas. Los tamaños de partícula deseados típicos varían de 35 a 100 micrómetros (μm), o $\geq 50 \mu\text{m}$ a $\leq 40 \mu\text{m}$ o $\leq 50 \mu\text{m}$ o $\leq 70 \mu\text{m}$ o $\leq 80 \mu\text{m}$.

Se puede incorporar a cualquiera de los procedimientos desvelados un procedimiento opcional para modificar la superficie de las partículas de diamante, ya sea antes de formar las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico o después de formar las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico. La FIG. 10 es una representación gráfica de un procedimiento adicional para producir una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un quinto aspecto en el que se incluye un procedimiento de modificación de la superficie opcional como un procedimiento adicional o extra.

En el procedimiento 900 ilustrado, un procedimiento opcional de modificación de la superficie es modificar 910 la morfología de la superficie de las partículas de diamante. La modificación de la morfología de la superficie de las partículas de diamante puede ocurrir antes de formar o procesar los gránulos, como en cualquiera de las primeras etapas del procedimiento en los Procedimientos A a E. Pueden usarse procedimientos de oxidación al aire o grafitización para lograr la modificación de la superficie. Por ejemplo, un procedimiento para fabricar gránulos puede comprender las etapas de tratar una pluralidad de partículas de diamante a una temperatura predeterminada, tal como de aproximadamente 550 °C a aproximadamente 900 °C, en una atmósfera preestablecida, tal como haciendo fluir aire o haciendo fluir oxígeno, de modo que las partículas de diamante formen una textura superficial a escala nano o submicrométrica. En otro ejemplo, el diamante se puede revestir con níquel o aleación de níquel mediante un procedimiento de revestimiento no electrolítico. El porcentaje en peso de Ni o aleación de Ni puede variar de 5 % a 60 %. El diamante revestido puede someterse a un tratamiento térmico elevado en un intervalo de temperatura de 550 °C a 1000 °C en atmósferas inertes o haciendo fluir un gas de formación que contiene 2-5 % de hidrógeno y 95-98 % de nitrógeno. El tiempo de permanencia para el tratamiento térmico puede ser de 30 minutos a 10 horas para permitir que la superficie del diamante se convierta nuevamente en grafito. Como resultado, la morfología de la superficie del diamante puede modificarse debido a la conversión inversa y las texturas superficiales muy rugosas expuestas después de la limpieza del grafito.

En un ejemplo específico, la oxidación superficial de las partículas de diamante que tienen un D50 de 21,3 micrómetros se llevó a cabo en un ambiente calentado con flujo de aire (contenido de humedad inferior al 1 %). Se cargaron 30 gramos de las partículas de diamante en un crisol de cuarzo de 25,4 cm x 10,16 cm y se distribuyeron para cubrir uniformemente toda el área inferior del crisol. El crisol se insertó entonces en el centro de un horno tubular. Los dos extremos del horno se sellaron utilizando bridas que incorporan puertos de entrada y salida. El puerto de entrada estaba conectado a un cilindro de gas por un tubo de plástico y el puerto de salida estaba conectado a una campana extractora usando un tubo de plástico. Se equipó un regulador en el cilindro de gas para controlar el flujo de aire. Se ajustó previamente un flujo de aire a una presión de 34,5 kPa y se suministró durante todo el experimento. La alimentación se activó en una unidad de control del calentador y la temperatura se ajustó a 700 °C con una velocidad de rampa de 15 °C por minuto. El tiempo de permanencia para este experimento se controló durante 1 hora. La alimentación del calentador se apagó después del tiempo de permanencia. Las partículas de diamante se dejaron enfriar en el horno durante varias horas bajo un flujo de aire a una temperatura de 100 °C. Se cortó el flujo de aire y se abrió la brida de sellado en el lado de salida y se retiró el crisol. Las partículas de diamante se recogieron y pesaron. En este experimento, la pérdida de peso fue de aproximadamente el 10 %. Las partículas de diamante oxidadas se caracterizaron adicionalmente usando SEM. En la FIG. 11A se muestra una imagen SEM de la partícula de diamante oxidada en la superficie y en la FIG. 11B se muestra una imagen SEM de una partícula de diamante antes de la oxidación en la superficie. La superficie de la partícula de diamante oxidada en superficie en la FIG. 11A tiene una textura superficial diferente de la partícula de diamante no tratada observada en la FIG. 11B. Las texturas superficiales en la partícula de diamante oxidada en superficie en la FIG. 11A se caracterizan por características de superficie 1000 que están en la escala nanométrica o la escala submicrométrica. En cambio, las superficies 1010 en la partícula de diamante no tratada observada en la FIG. 11B no tienen una textura superficial y son sustancialmente lisas. Las partículas de diamante modificadas en la superficie se incorporaron a los gránulos en algunas de las realizaciones de la presente invención. Los ejemplos, técnicas y parámetros relacionados con los procedimientos de oxidación para partículas de diamante se desvelan en la solicitud de patente de EE.UU. S/N. 14/194086.

En el procedimiento 900 ilustrado, los gránulos se forman utilizando las partículas de diamante (opcionalmente modificadas) y el silicio 920. Estos gránulos se procesan después en condiciones HPHT para formar 930 un compacto densificado compuesto de material compuesto de diamante aglutinado por cerámico y luego procesarlo mecánicamente 940 a un tamaño de partícula deseado. El procesamiento en los gránulos, el procesamiento HPHT y el procesamiento mecánico pueden realizarse por cualquiera de los procedimientos desvelados en el presente documento en los Procedimientos A a E para tales procedimientos.

En el procedimiento 900 ilustrado, otro procedimiento opcional de modificación de superficie 950 puede ocurrir en la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico después de que las partículas se forman en la etapa de procesamiento mecánico como en cualquiera de los procedimientos A a E. En este procedimiento 950 opcional, la superficie de la partícula se puede texturizar mediante la exposición a uno o más productos químicos o soluciones químicas que preferentemente disolverán o erosionarán partes de la partícula para aumentar el área superficial o la porosidad de la partícula, lo cual es beneficioso porque el aumento del área superficial o la porosidad en la partícula producida aumenta el número de puntos de corte y contribuye a las propiedades de corte agresivas para la partícula. La lixiviación es un ejemplo de este procedimiento 950 opcional de modificación de la superficie. Los ejemplos de procedimientos de lixiviación adecuados incluyen poner en contacto o sumergir una parte o la totalidad de la partícula en una solución que comprende uno o más ácidos, tales como ácido sulfúrico y ácido nítrico, o en una

solución cáustica, tales como hidróxido de sodio o hidróxido de potasio o una mezcla de ambos. Para partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico que tienen un diámetro promedio de 40 a 100 micrómetros, las partículas pueden sumergirse en una solución de lixiviación hasta 72 horas a temperatura ambiente (o un periodo de tiempo más corto a temperaturas y/o presiones elevadas).

Por ejemplo, el silicio sin reaccionar (u otro material activo) y el carbono sin reaccionar pueden disolverse en el procedimiento de lixiviación, lo que da como resultado microporos en la superficie. En una solución de ácido sulfúrico y ácido nítrico con una relación de combinación de 1:1, la lixiviación puede tardar hasta 72 horas a temperatura ambiente. En la misma solución, a una temperatura elevada de 200 °C, la lixiviación puede tardar aproximadamente 1-5 horas. Ya sea en hidróxido de sodio o hidróxido de potasio o ambos en una proporción de 1:1, que es una mezcla cáustica fundida, la lixiviación puede tardar aproximadamente menos de 1 hora a una temperatura de 300 °C. La recuperación de las partículas composite de diamantes puede incluir el enjuague en agua desionizada durante múltiples ciclos para retirar los productos químicos ácidos o cáusticos residuales.

Se puede incorporar una etapa de revestimiento opcional en cualquiera de los procedimientos desvelados. La FIG. 12 es una representación gráfica de otro procedimiento 1100 adicional para producir una partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con un sexto aspecto, en el que se incluye un procedimiento de revestimiento 1130 opcional como un procedimiento adicional después de formar las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico en cualquiera de los procedimientos desvelados en el presente documento en los Procedimientos A a E (tal como después de la etapa de procesar mecánicamente compactos densificados a tamaños de partícula deseados o procesar mecánicamente el material compuesto de diamante aglutinado por cerámico a tamaños de partícula deseados 1110 y recuperar las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico separando el material inerte de las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico 1120). El revestimiento puede ser una aleación o compuesto metálico. Por ejemplo, metales tales como Ni, Cr, Cu, Ti, Ag, así como sus aleaciones, pueden revestirse sobre las partículas composite de diamante para muelas unidas por metal o unidas por resina. Los compuestos metálicos tales como TiC o SiC se pueden revestir sobre las partículas composite de diamante para la aplicación en muelas unidas por metal o vidrio. Estos revestimientos mejoran la retención de las partículas en la matriz de unión y dan como resultado una mayor vida útil de la muela.

En cada uno de los procedimientos desvelados en el presente documento, después de que el compacto densificado se rompa mecánicamente al tamaño de partícula deseado, el material inerte puede separarse y las partículas de material compuesto de diamante aglutinado por cerámico resultante pueden recogerse para un uso posterior, por ejemplo, para su uso posterior en la fabricación de productos para aplicaciones de desgaste, particularmente donde es deseable una alta estabilidad térmica. Ejemplos de tales productos incluyen muelas abrasivas, hojas de sierra, cuchillas para cortar en cubitos, compuestos de leapeado, compuestos de pulido.

Cabe señalar que las materias primas, en particular, las materias primas presentes en el procedimiento de consolidación, no se contempla que incluyan cobalto u otros metales refractarios que se sabe que promueven la unión de diamante a diamante en las condiciones del procesamiento HPHT. Además, la unión de diamante a diamante es relativamente más fuerte que el carburo de silicio unido por reacción y, por tanto, sería más probable que permaneciera intacta que el carburo de silicio unido por reacción por lo demás friable.

Una medida cuantitativa de la contribución a la friabilidad del compacto densificado de material inerte y el procesamiento desvelado se puede determinar basándose en la medición de la resistencia a la ruptura transversal (TRS) (informada sobre una base de fuerza por unidad de área) del compacto densificado. Los compactos de cada uno de los procedimientos 100, 200 y A-E se fabricaron como se desvela en el presente documento. La TRS se midió utilizando una máquina de ensayos universal Instron 5800R y un ensayo de flexión de 3 puntos sobre una barra de ensayo (preparada a partir de compactos densificados) que mide 30 mm de longitud x 3 mm de altura x 4 mm de anchura realizada a temperatura ambiente, utilizando una tasa de desplazamiento de la cruceta de 2,54 mm/min y un tramo de fijación de ensayo de 20 mm, y se registró la carga contra el desplazamiento de la cruceta. El punto más alto de la curva de carga-desplazamiento se utilizó para calcular la TRS mediante la siguiente relación:

$$TRS = 1,5 * \left[\frac{(P * I)}{(h^2 * b)} \right]$$

donde P = carga máxima, I es el periodo de ensayo, h es la altura de la barra de ensayo, y b es el ancho de la barra de ensayo. Los valores de TRS para diversos procedimientos descritos en el presente documento se desvelan en la Tabla 1.

TABLA 1 - Resistencia a la ruptura transversal promedio (TRS) (+/- 1 desviación típica) del compacto densificado producido en el procedimiento identificado

Procedimiento	Resistencia a la ruptura transversal del compacto densificado (en MPa)
Procedimiento 100	949 (+/- 48)

5 La dureza de las partículas composite de diamantes, medida por un ensayo de friabilidad normalizado, puede ser un factor en el rendimiento de abrasión. El ensayo de friabilidad consiste en moler una cantidad de producto en condiciones controladas y tamizar el residuo para medir la reducción del tamaño de partícula del producto. El índice de dureza (TI) se mide a temperatura ambiente y una puntuación de 100 es la dureza más alta del cristal. En muchos casos, cuanto más duro es el cristal, cuanto mayor sea la vida útil del cristal en una herramienta de rectificado o mecanizado o corte en cubos y, por lo tanto, más larga será la vida de la herramienta. Esto conduce a un menor desgaste de la herramienta y, en última instancia, a un menor coste total de la herramienta.

10 Las partículas composite de diamante y cerámico pueden clasificarse por tamaño de acuerdo con la especificación El 1-09 de ASTM, titulada "Especificación de la norma para tela metálica y tamices para fines de ensayo". La Tabla 2 enumera los datos del índice de dureza de las partículas composite de diamante y cerámico en un intervalo de tamaño de malla 40/50 (400 micrómetros) a malla 400/500 (35 micrómetros). Las partículas composite de diamante y cerámico se prepararon mediante los diversos procedimientos desvelados en el presente documento, como se indica en el encabezado de cada columna. De esta manera, por ejemplo, las partículas composite de diamante y cerámico preparadas a partir del procedimiento 100 se prepararon triturando y moliendo piezas en bruto de material sinterizado HPHT sin material inerte seguido de tamizado en varios tamaños de malla.

Tamaño de malla	Índice de dureza (TI) para partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico recuperadas del procedimiento indicado
	Procedimiento 100
170/200	74
200/230	68
230/270	65
270/325	62
325/400	64
400/500	66

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico, comprendiendo el procedimiento:

5 formar una materia prima de diamante que incluye una pluralidad de granos de diamante y partículas de silicio; someter la materia prima de diamante a al menos un procedimiento de consolidación previa para formar un gránulo; formar un compacto densificado en un procedimiento de consolidación utilizando el gránulo, incluyendo el compacto densificado material compuesto de diamante aglutinado por cerámico, y procesar mecánicamente el compacto densificado en un procedimiento de consolidación posterior en el que se
10 en el que las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico incluyen una pluralidad de granos de diamante y carburo de silicio unido por reacción a los granos de diamante, y en el que una composición de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye 60-90 % en peso, preferentemente 70-90 % en peso, más preferentemente 79-81 % en peso, más preferentemente 80 % en peso de diamante, 10-40 % en peso de carburo de silicio, ≤ 2 % en peso de silicio, en el que las partículas
15 composite de diamante aglutinadas por cerámico tienen un tamaño de malla de entre 400 micrómetros (40/50) y 35 micrómetros (400/500) y un índice de dureza de entre 40 y 100 medido a temperatura ambiente utilizando un ensayo de friabilidad normalizado que implica molienda con bolas de una cantidad de producto en condiciones controladas y tamizado del residuo para medir la reducción del tamaño de partícula, donde 100 es la mayor dureza.
20

2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la materia prima de diamante incluye la pluralidad de granos de diamante, partículas de silicio y un material inerte.

3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además:

25 mezclar la materia prima de diamante con un aglutinante y un disolvente líquido para formar una suspensión; procesar la suspensión para formar gránulos solidificados; y procesar los gránulos solidificados utilizando al menos un procedimiento de consolidación previa, en el que el al menos un procedimiento de consolidación previa incluye:

formar un cuerpo verde, incluyendo el cuerpo verde los gránulos solidificados, y
expulsar el material aglutinante para desaglutinar el cuerpo verde.

30 4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, en el que el procesamiento de la suspensión para formar gránulos solidificados incluye pulverizar la suspensión en nitrógeno líquido para formar una pluralidad de gránulos congelados seguido de liofilización de los gránulos congelados para retirar el disolvente de los gránulos solidificados.

35 5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, en el que el procesamiento de la suspensión para formar gránulos solidificados incluye el secado por pulverización de la suspensión en un ambiente calentado para formar un gránulo sólido, sin disolvente.

6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, en el que los gránulos solidificados se revisten con un material inerte antes de formar el cuerpo verde.

40 7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3 o 6, que incluye un procedimiento de calentamiento secundario, en el que el cuerpo verde desaglutinado se calienta a de 1000 °C a 1600 °C para mejorar la resistencia del cuerpo verde desaglutinado.

8. El procedimiento como en una cualquiera de las reivindicaciones 1, 3 y 6, en el que el procedimiento de consolidación es un procedimiento HPHT.

9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2 o 6, en el que el material inerte se selecciona del grupo que consiste en óxidos, carburos, nitruros, aluminatos, silicatos, nitratos y carbonatos.

45 10. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el material inerte tiene un tamaño de partícula (basado en D50) en el intervalo de 1 a 100 micrómetros y está presente en una cantidad de 1 a 10 por ciento en peso (% en peso).

11. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2 o 6, en el que el material inerte es nitrato de boro cúbico (cBN).

50 12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2 o 6, en el que el material inerte se selecciona del grupo que consiste en Al_2O_3 , SiO_2 y SiC, y en el que el material inerte tiene un tamaño de partícula (basado en D50) en el intervalo de 1 a 50 micrómetros y está presente en una cantidad de 1 a 10 por ciento en peso (% en peso).

13. Un procedimiento de producción de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico, comprendiendo

el procedimiento:

formar una materia prima de diamante que incluye una pluralidad de partículas de diamante y partículas de silicio;
 5 mezclar la materia prima de diamante con un aglutinante y un disolvente para formar una suspensión,
 pulverizar la suspensión en nitrógeno líquido para formar una pluralidad de gránulos congelados seguido de
 liofilizar el gránulo congelado para retirar el disolvente del gránulo o pulverizar la suspensión en una cámara
 calentada para retirar los componentes volátiles;
 calentar el gránulo en una atmósfera inerte o reductora para retirar el aglutinante del gránulo
 10 sinterizar el gránulo poroso en una atmósfera inerte o reductora para formar un grano de material compuesto de
 diamante aglutinado por cerámico; y
 procesar mecánicamente el grano para formar una pluralidad de partículas composite de diamante aglutinadas
 por cerámico,
 en el que las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico incluyen una pluralidad de partículas de
 diamante y carburo de silicio unido por reacción a las partículas de diamante,
 15 en el que una composición de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye 60-90 % en
 peso, preferentemente 70-90, más preferentemente 79-81 % en peso, más preferentemente 80 % en peso de
 diamante, 10-40 % en peso de carburo de silicio, ≤ 2 % en peso de silicio, en el que las partículas composite de
 diamante aglutinadas por cerámico tienen un tamaño de malla de entre 400 micrómetros (40/50) y 35
 20 micrómetros (400/500) y un índice de dureza de entre 40 y 100 medido a temperatura ambiente utilizando un
 ensayo de friabilidad normalizado que implica molienda con bolas de una cantidad de producto en condiciones
 controladas y tamizado del residuo para medir la reducción del tamaño de partícula, donde 100 es la mayor
 dureza.

14. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, que comprende además un procedimiento de
 25 calentamiento secundario, en el que el cuerpo verde desaglutinado se calienta a de 1000 °C a 1600 °C para mejorar
 la resistencia del cuerpo verde desaglutinado.

15. Un procedimiento de producción de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico, comprendiendo
 el procedimiento:

formar una materia prima de diamante que incluye una pluralidad de granos de diamante y partículas de silicio y
 partículas de material inerte;
 30 someter la materia prima de diamante a un procedimiento de consolidación que forma un compacto densificado
 que incluye material compuesto de diamante aglutinado por cerámico a partir de la materia prima de diamante;
 someter el compacto densificado a un procedimiento de consolidación posterior en el que el compacto
 densificado se procesa mecánicamente para formar una pluralidad de partículas composite de diamante
 aglutinadas por cerámico; y
 35 separar las partículas de material inerte de la pluralidad de partículas composite de diamante aglutinadas por
 cerámico,
 en el que las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico incluyen una pluralidad de granos de
 diamante y carburo de silicio unido por reacción a los granos de diamante,
 en el que una composición de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye 60-90 % en
 40 peso, preferentemente 79-81 % en peso, más preferentemente 80 % en peso de diamante, 10-40 % en peso de
 carburo de silicio, ≤ 2 % en peso de silicio, y
 en el que la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico tiene un tamaño de malla de 400
 micrómetros (40/50) a 35 micrómetros (400/500) y un índice de dureza de 40 a 100 medido a temperatura
 ambiente usando un ensayo de friabilidad normalizado que implica la molienda con bolas de una cantidad de
 45 producto en condiciones controladas y tamizar el residuo para medir la reducción del tamaño de partícula, donde
 100 es la mayor dureza.

16. El procedimiento como en una cualquiera de las reivindicaciones 1, 3, 13 y 15, que comprende además modificar
 una morfología de la superficie de la pluralidad de granos de diamante antes de formar la materia prima de diamante
 o lixiviar la pluralidad de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico, en el que la lixiviación incluye
 50 poner en contacto las partículas de material compuesto de diamante aglutinado por cerámico con ácidos tales como
 ácido nítrico y ácido sulfúrico, o productos químicos cáusticos tales como hidróxido de sodio o hidróxido de potasio.

17. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que la modificación de la morfología de la superficie incluye la
 modificación por oxidación o grafitización.

18. El procedimiento como en una cualquiera de las reivindicaciones 1, 3, 13 y 15, que comprende además revestir
 55 la pluralidad de partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico con una aleación o compuesto metálico.

19. Partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico, que comprenden:

una pluralidad de granos de diamante; y
 carburo de silicio unido por reacción a los granos de diamante;

- 5 en las que la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico tiene un tamaño de malla de 400 micrómetros (40/50) a 35 micrómetros (400/500) y un índice de dureza de 40 a 100 medido a temperatura ambiente usando un ensayo de friabilidad normalizado que implica la molienda con bolas de una cantidad de producto en condiciones controladas y tamizar el residuo para medir la reducción del tamaño de partícula, donde 100 es la mayor dureza; y
- en el que una composición de la partícula composite de diamante aglutinada por cerámico incluye 70-90 % en peso, preferentemente 79-81 % en peso, más preferentemente 80 % en peso de diamante, 10-30 % en peso de carburo de silicio, ≤ 2 % en peso de silicio.
- 10 20. La partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con la reivindicación 19, en la que los granos de diamante tienen una distribución de tamaño bimodal con una primera fracción que tiene un D50 de aproximadamente 5 micrómetros y una segunda fracción que tiene un D50 de aproximadamente 20 micrómetros.
21. Las partículas composite de diamante aglutinadas por cerámico de acuerdo con la reivindicación 19, en las que la relación de aspecto de las partículas composite varía de 1,2 a 5.
- 15 22. La partícula composite de diamante aglutinada por cerámico de acuerdo con la reivindicación 19, en la que el grano de diamante es diamante monocristalino o policristalino.

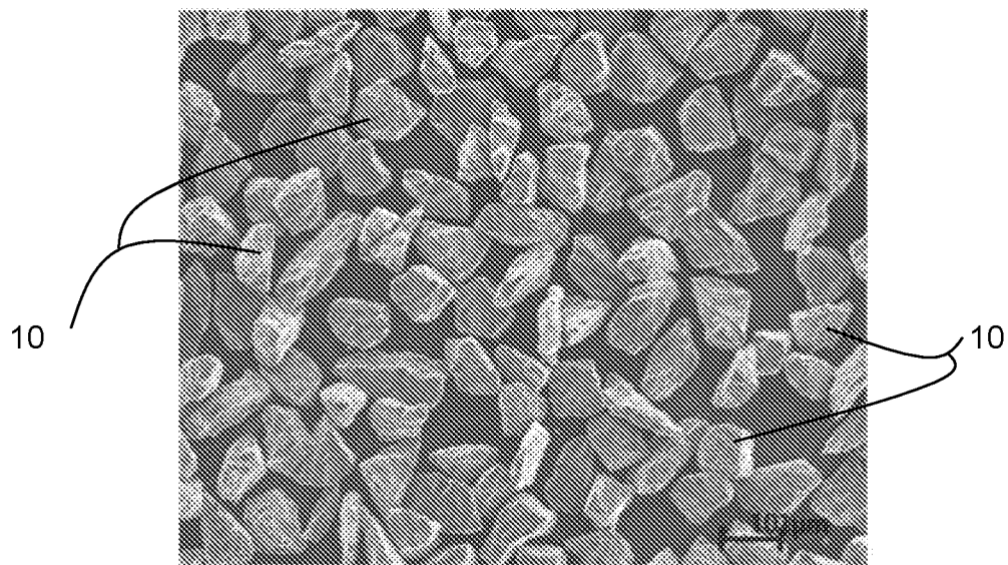


FIGURA 1A

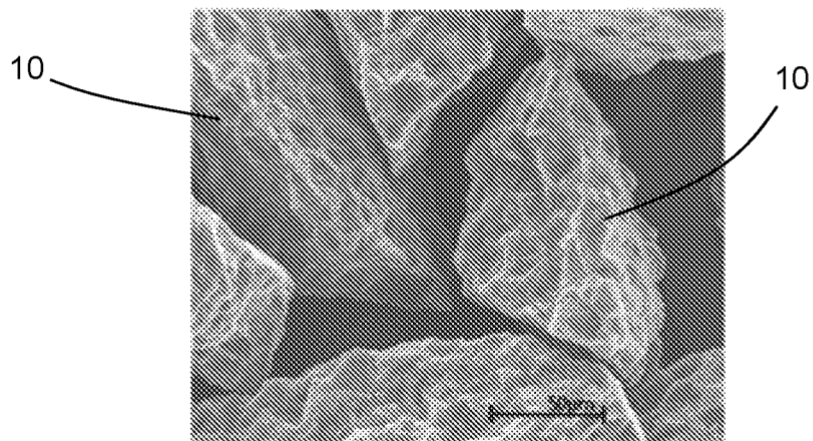


FIGURA 1B

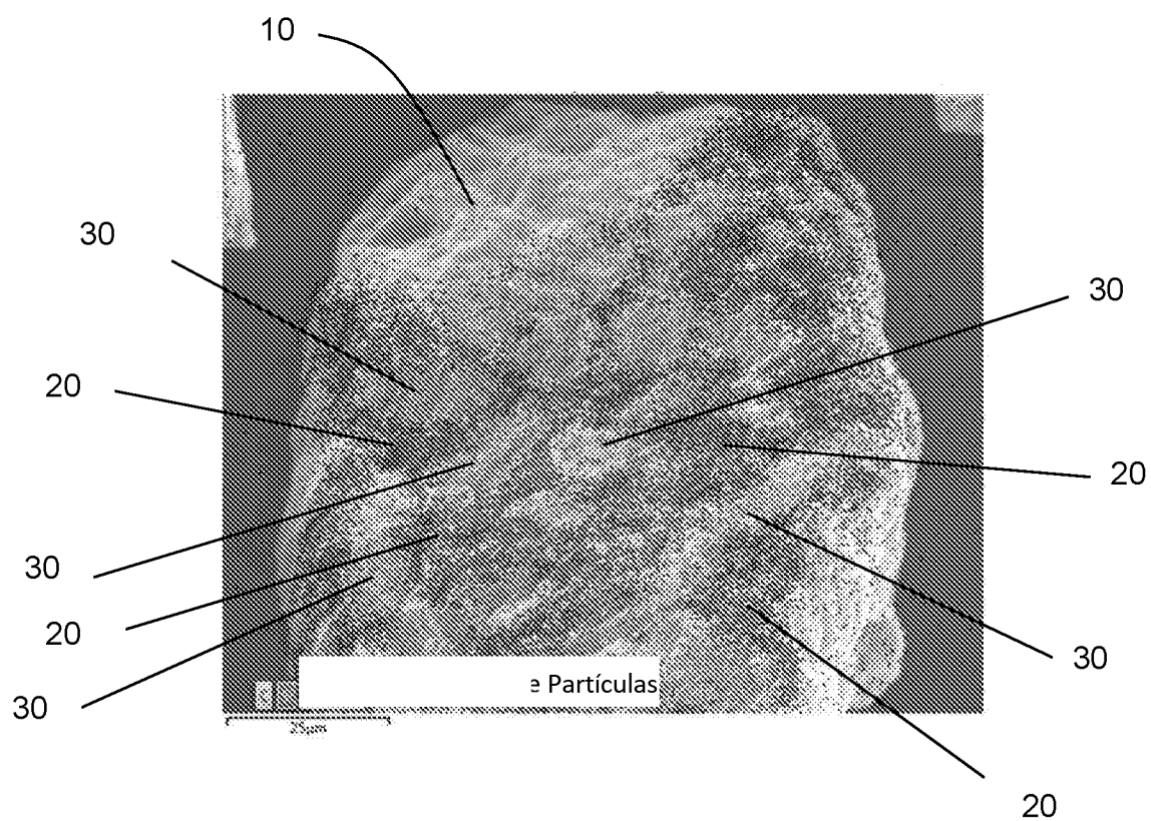


FIGURA 1C

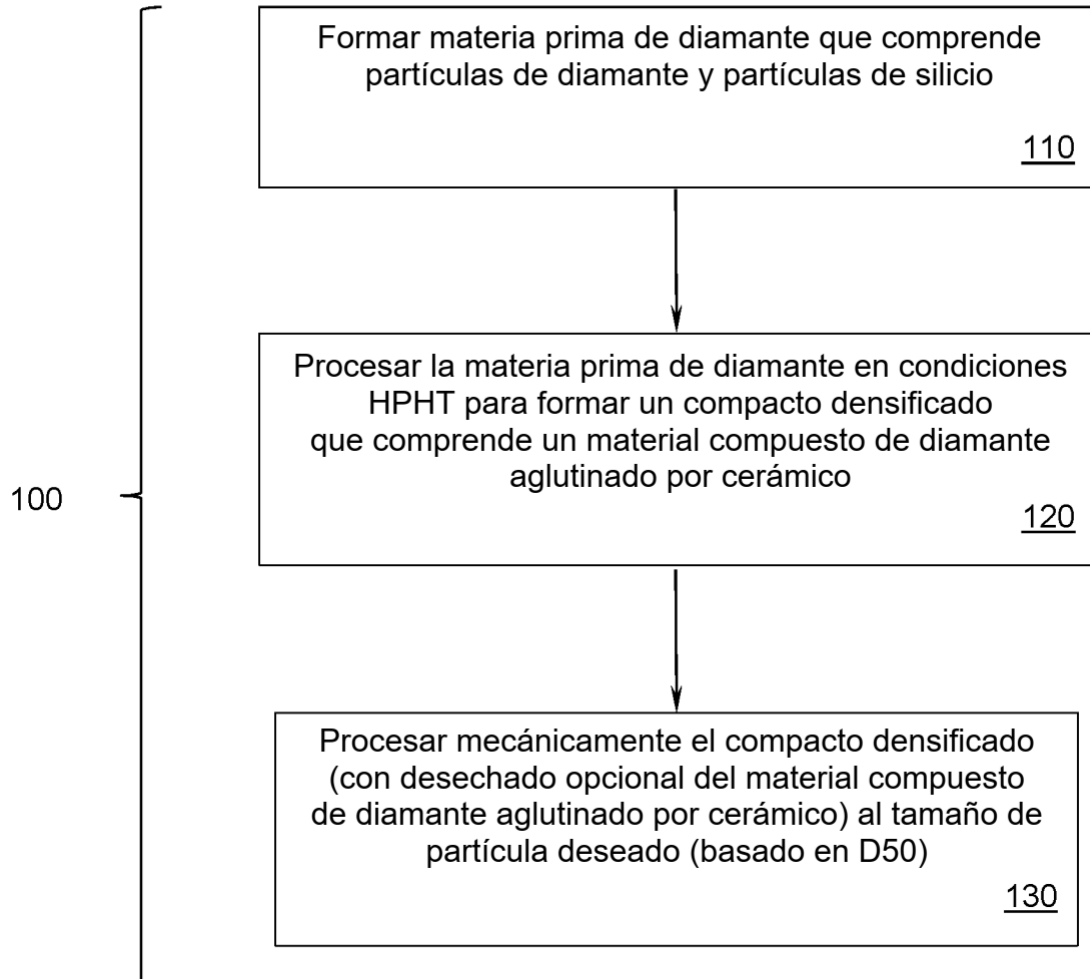


FIGURA 2

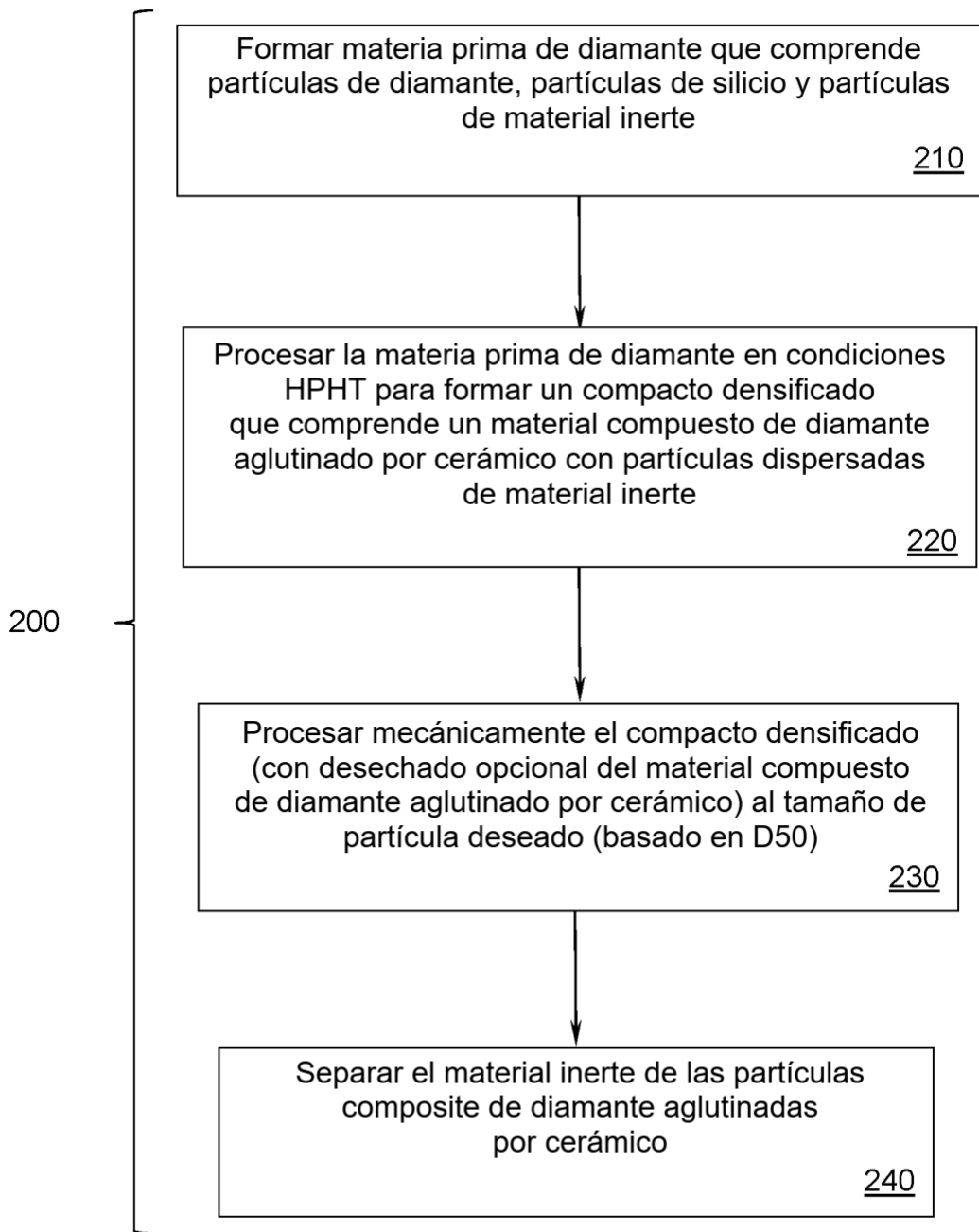


FIGURA 3

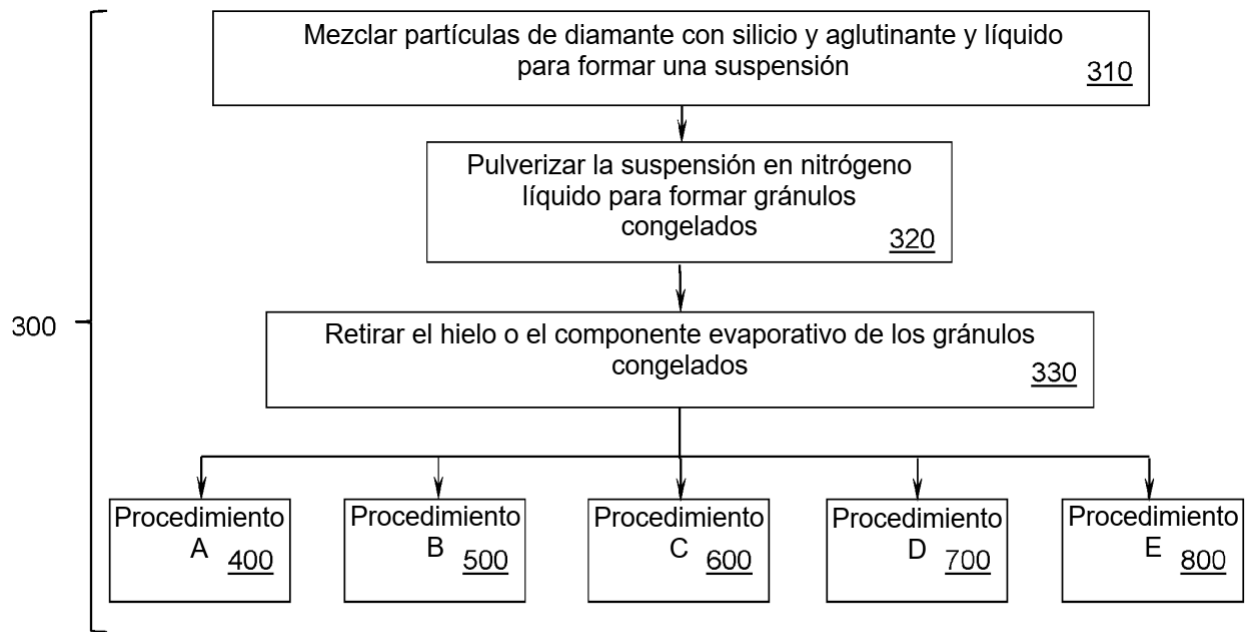


FIGURA 4A

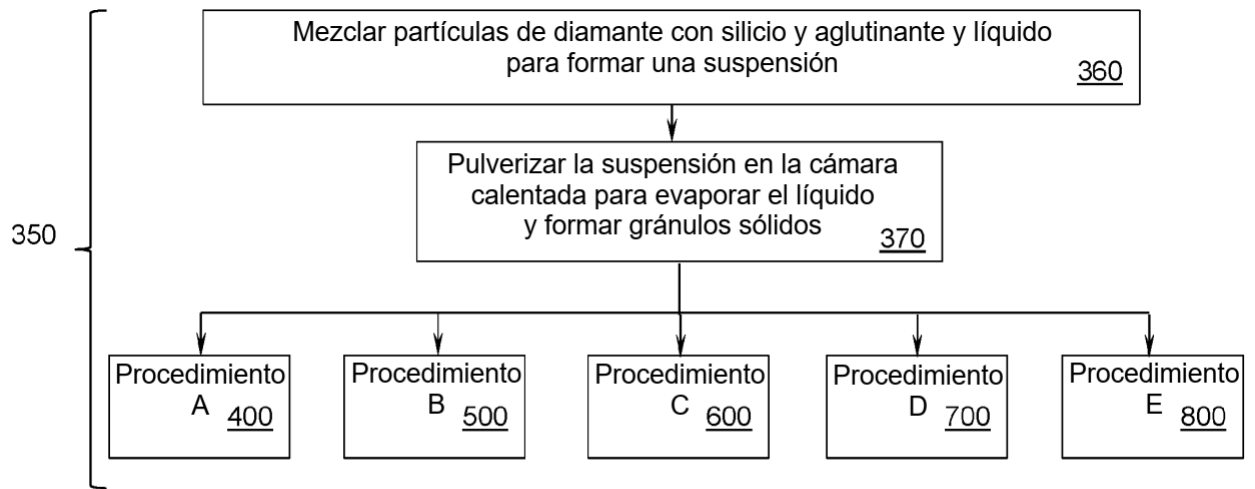


FIGURA 4B

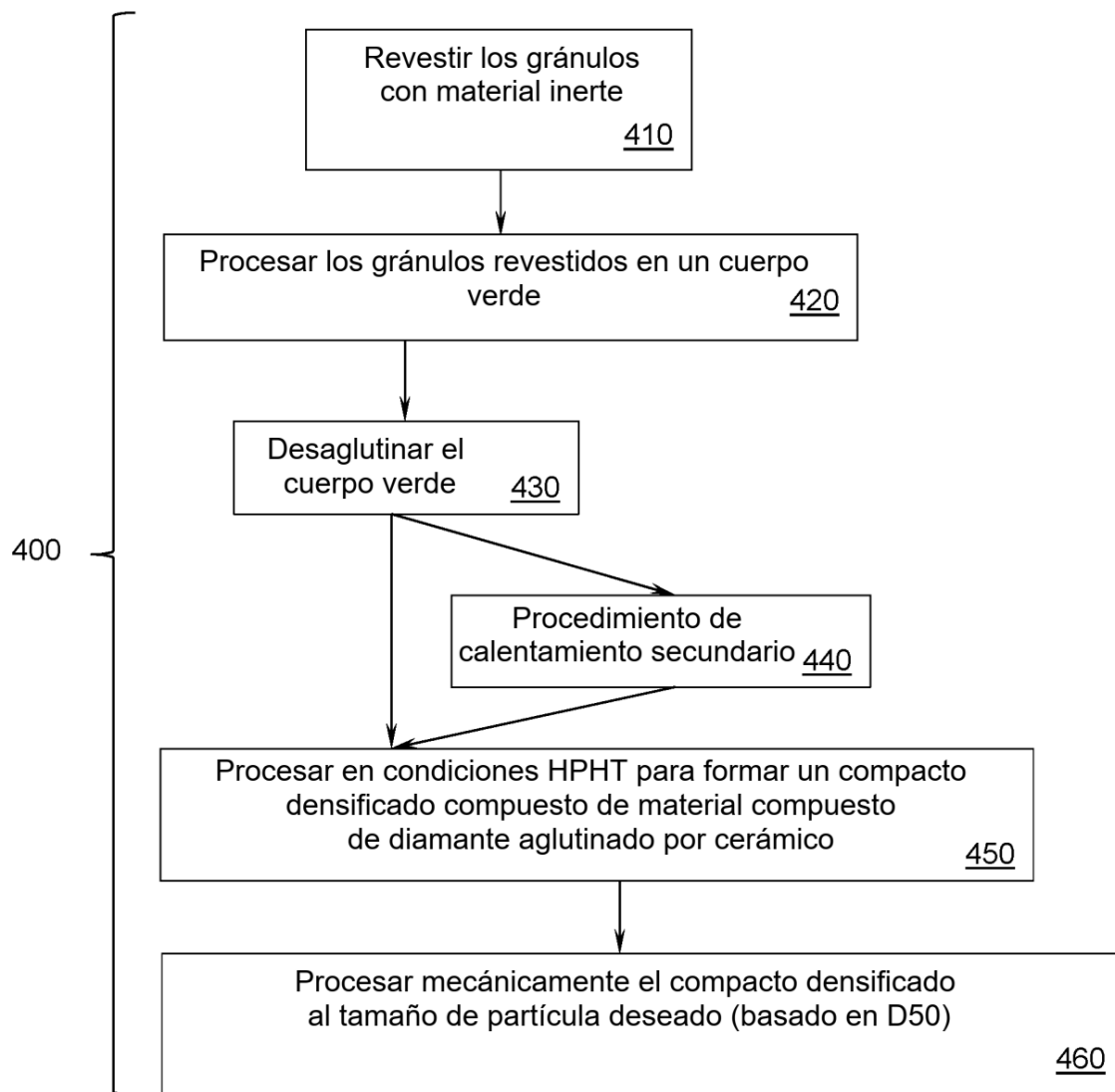
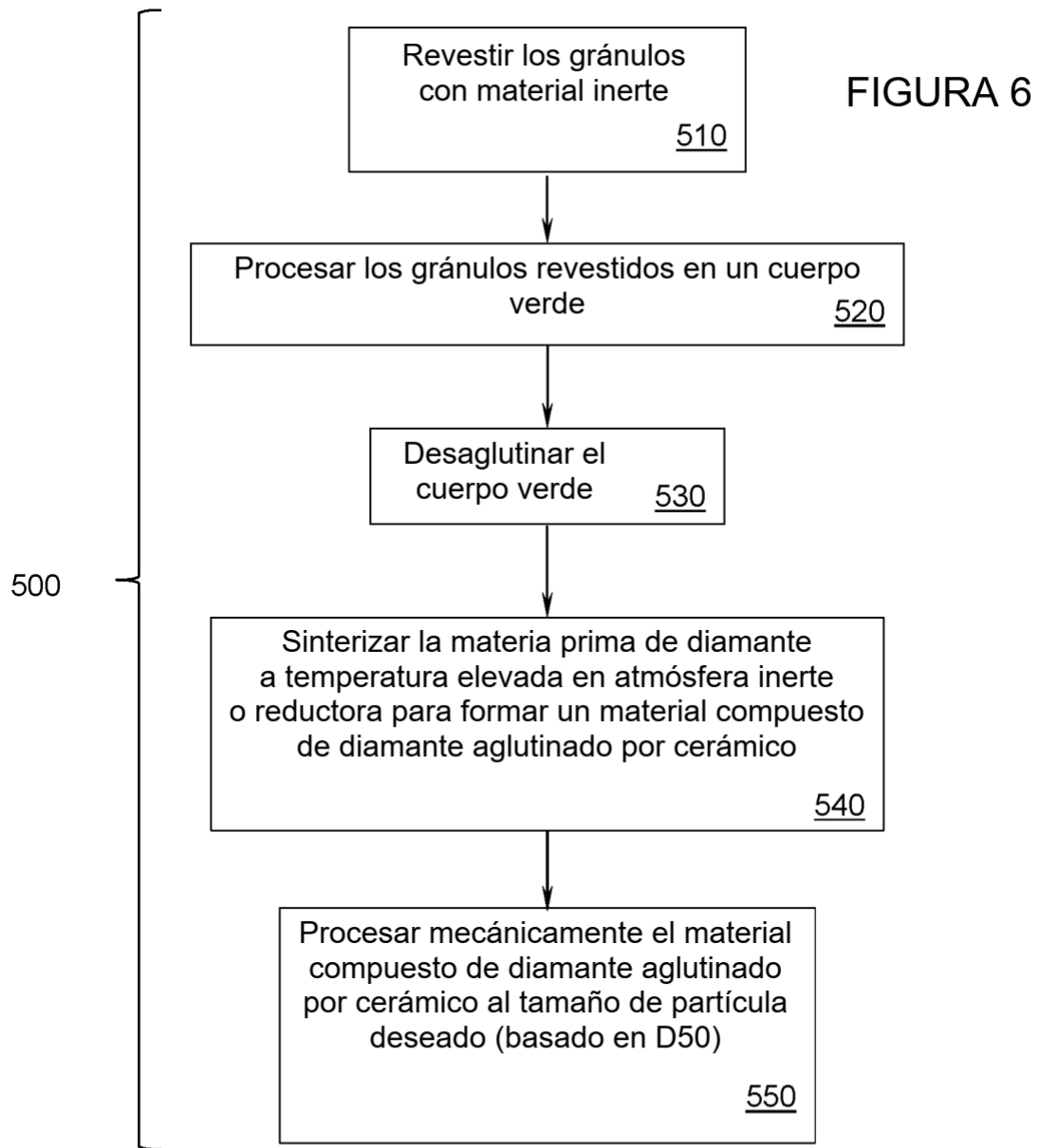


FIGURA 5



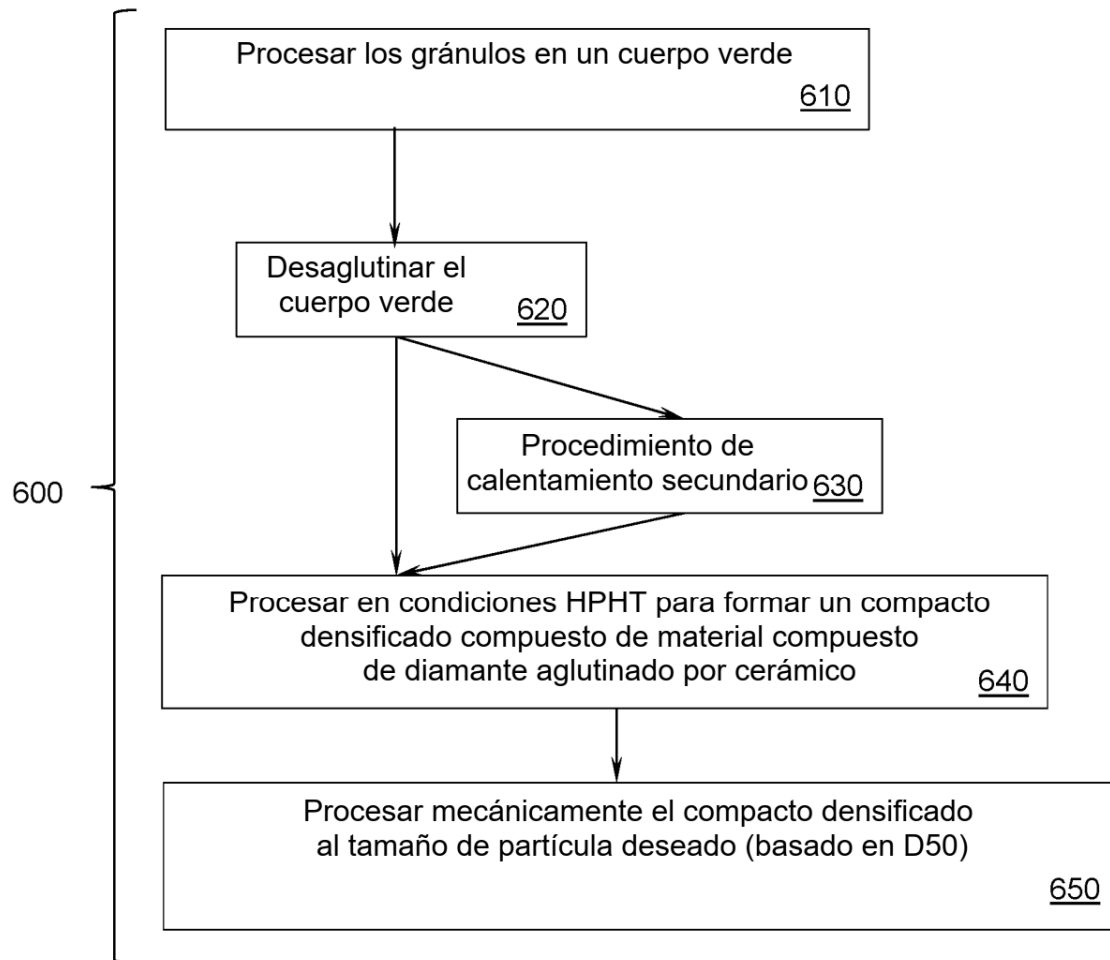


FIGURA 7

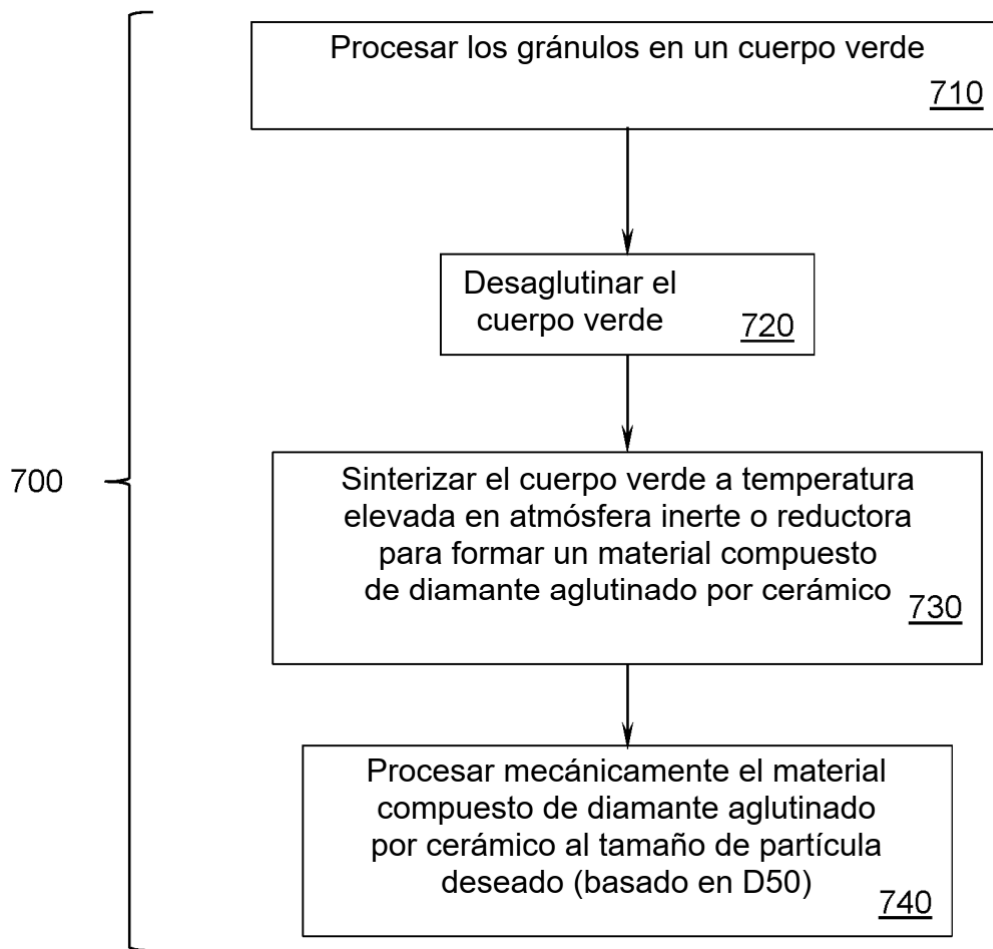


FIGURA 8

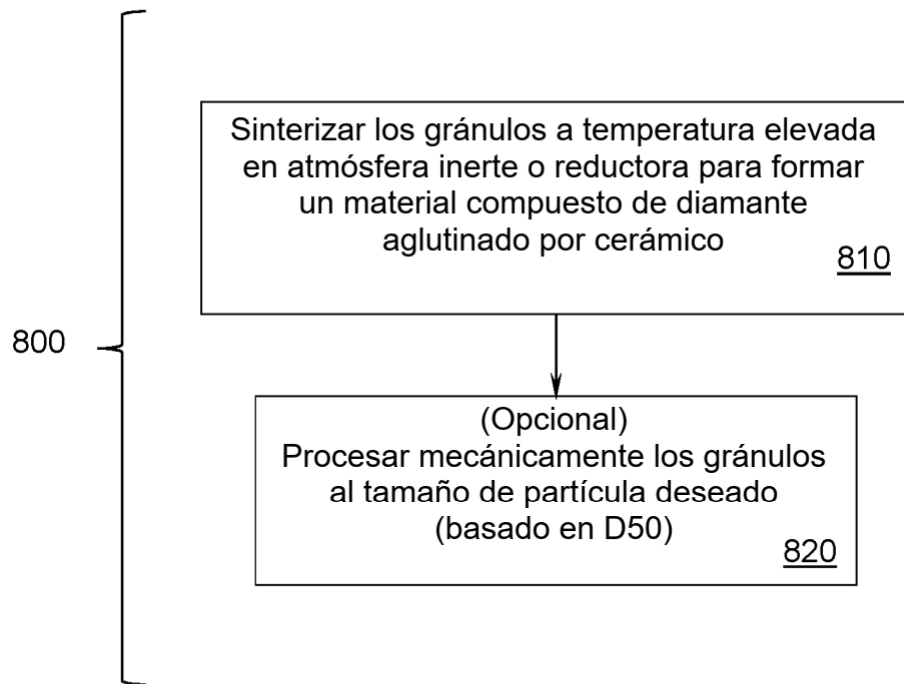


FIGURA 9

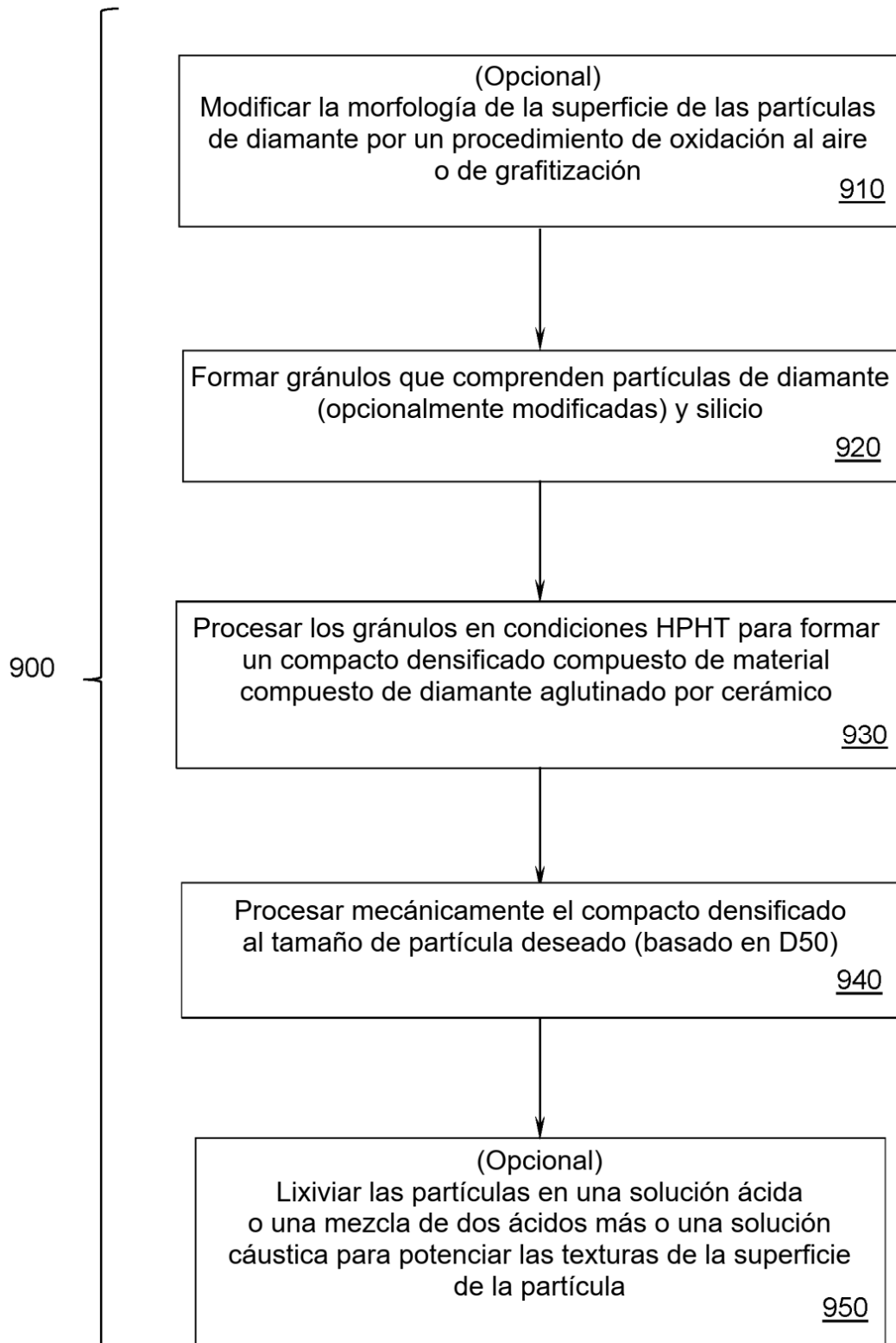
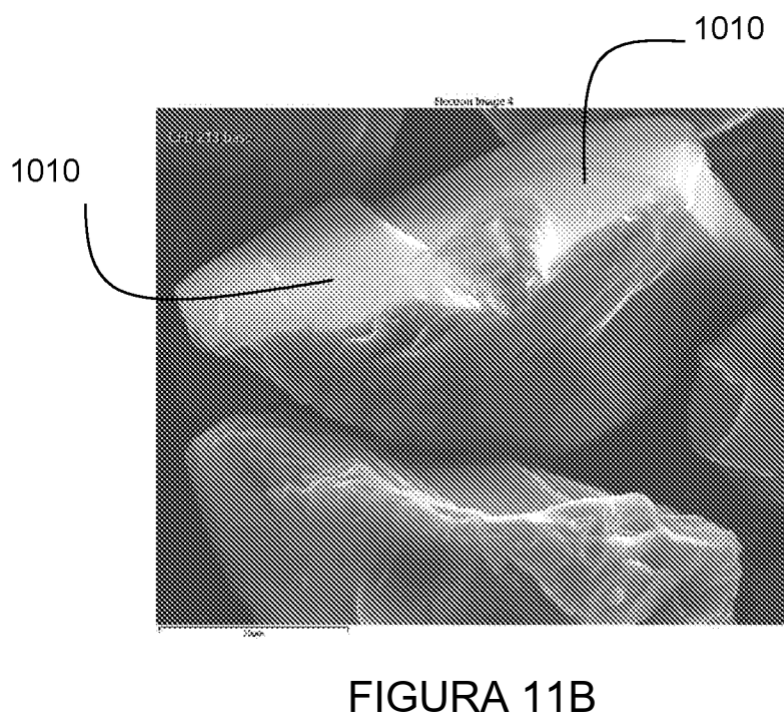
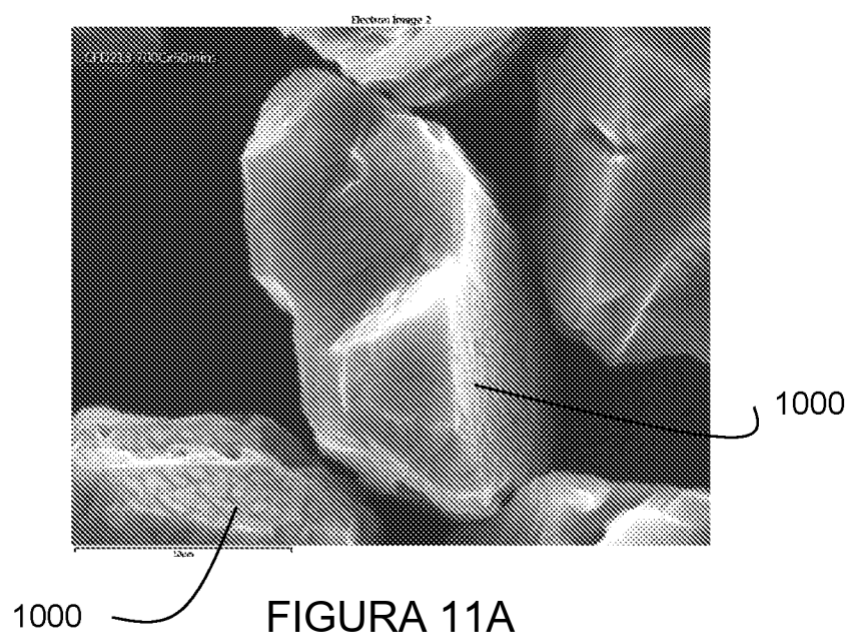


FIGURA 10



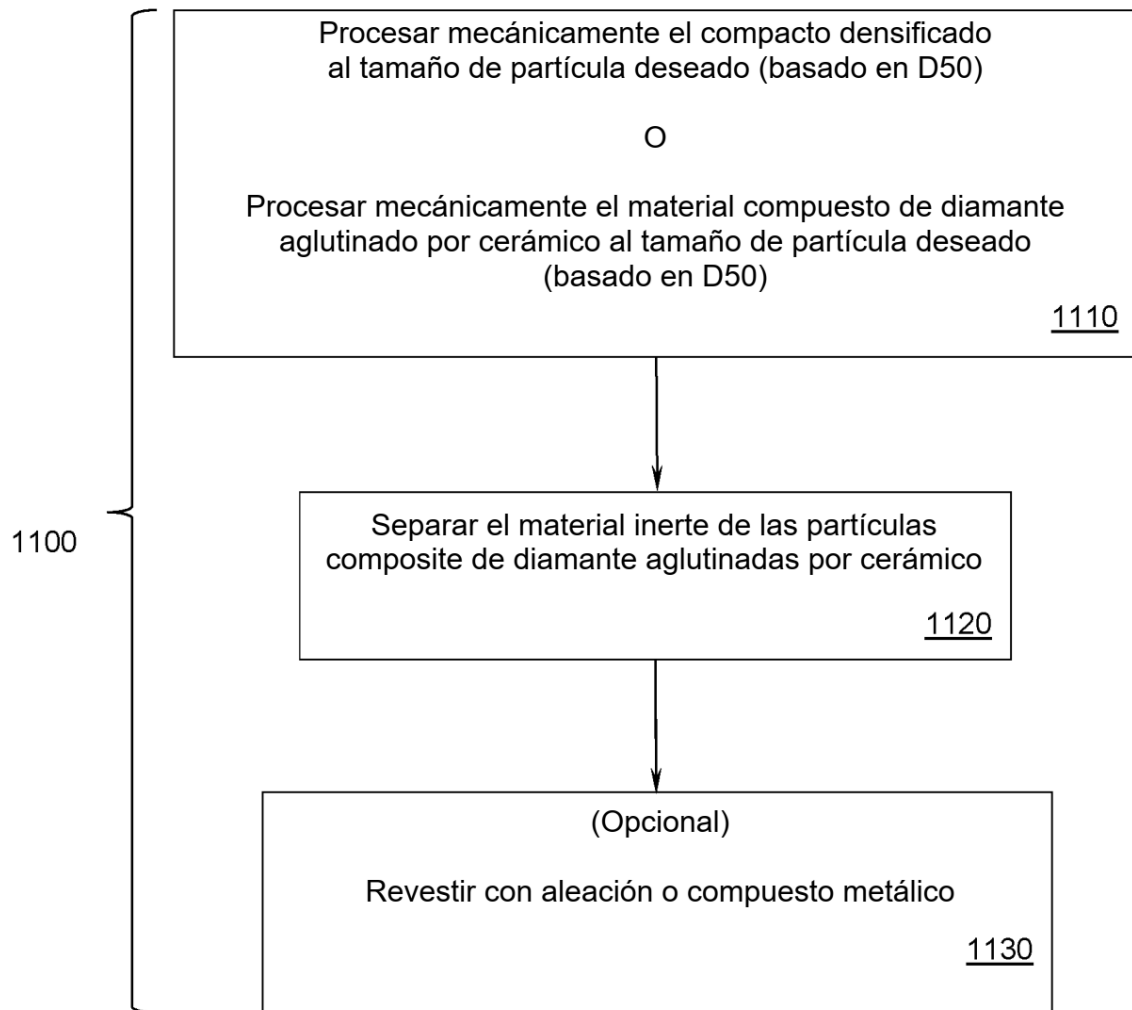


FIGURA 12