

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 814 225**

51 Int. Cl.:

C09K 3/14 (2006.01)

C30B 33/08 (2006.01)

C30B 29/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.09.2009 PCT/US2009/057133**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.03.2010 WO10033575**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.09.2009 E 09792605 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.07.2020 EP 2356191**

54 Título: **Partículas abrasivas que tienen una morfología única**

30 Prioridad:

16.09.2008 US 97438 P
17.06.2009 US 187789 P
16.09.2008 US 97422 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
26.03.2021

73 Titular/es:

DIAMOND INNOVATIONS, INC. (100.0%)
6325 Huntley Road
Worthington, OH 43085, US

72 Inventor/es:

DUMM, TIMOTHY, F. y
NG, KAN-YIN

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 814 225 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 abrasivas que tienen una morfología única

Campo técnico y aplicabilidad industrial

5 La presente invención se refiere a partículas abrasivas que tienen una morfología única. Más en particular, la invención se refiere al aumento de la rugosidad de la superficie de las partículas de diamante para mejorar su rendimiento en aplicaciones industriales.

10 El documento US 5.035.771 describe un proceso de tratamiento de granos de diamante usados en herramientas de diamante tal como muelas abrasivas, herramientas de reavivación o rectificación para muelas abrasivas u otras industrias de aplicación de diamantes. Es descrito un procedimiento para proporcionar rugosidad a la superficie del diamante que no exceda un máximo de 5% para crear una tipografía de superficie definida por el grabado de hoyos y canales en un intento de mejorar la adhesión de los granos de diamante en una matriz de unión.

15 El documento US 2003/0044613 describe una capa de cristal de autocrecimiento resultante de un proceso de HPHT que incluye una serie de tratamientos químicos de materiales precursores para proporcionar el crecimiento de cristales. El proceso de HPHT descrito incluye la preparación de un cristal de siembra, la aplicación de un precursor de policapa en el cristal de siembra, el empaquetamiento de un cristal de siembra revestido con precursor de policapa y la aplicación de calor y presión durante el tiempo requerido.

Sumario

20 De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, es proporcionada una partícula de diamante monocristalino de acuerdo con la reivindicación 1. De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención, es proporcionado un procedimiento de producción de partículas abrasivas modificadas de acuerdo con el procedimiento de la reivindicación 9.

Breve descripción de los dibujos

25 Las FIGS. 1A-1 F son imágenes de microscopio electrónico de barrido (SEM) de diamante monocristalino convencional, diamante modificado mediante un proceso de revestimiento con níquel y diamante modificado mediante un proceso de polvo de hierro.

La FIG. 2 es una Tabla 1 que muestra las características físicas y el rendimiento de partículas de diamante de 4-8 μm , por ejemplo, polvos, antes y después de la modificación.

30 La FIG 3 es un gráfico que muestra la distribución de rugosidad de la superficie del polvo de diamante convencional, polvo de diamante modificado usando un proceso de revestimiento con níquel y un polvo de diamante modificado usando un proceso de polvo de hierro.

La FIG. 4 es un gráfico que muestra la distribución de esfericidad del polvo de diamante convencional, polvo de diamante modificado usando un procedimiento de revestimiento con níquel y un polvo de diamante modificado usando un proceso de polvo de hierro.

35 La FIG. 5 es un gráfico que muestra la tasa de eliminación de material y el acabado de la superficie resultante de las obleas de zafiro de un proceso de esmerilado usando suspensiones espesas fabricadas con diversos polvos de diamante, incluyendo polvo de diamante modificado usando un proceso de revestimiento con níquel.

Las FIG. 6A y 6B son dibujos comparativos de una partícula de diamante convencional (6A) y una partícula de diamante modificada (6B).

La FIG. 7 es una imagen SEM de una partícula de diamante convencional.

40 La FIG. 8 es una imagen SEM de una partícula de diamante modificada usando un proceso de revestimiento con níquel.

Las FIGS. 9A-9D son imágenes de microscopio electrónico de barrido (SEM) de las partículas de diamante de una realización.

45 Las FIGS. 10A-10D son imágenes de microscopio electrónico de barrido (SEM) de las partículas de diamante de una realización.

Las FIGS. 11A-11D son imágenes de microscopio electrónico de barrido (SEM) de las partículas de diamante de una realización.

La FIG. 12 es una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) de partículas de diamante monocristalino convencionales.

La FIG. 13 muestra la Tabla 1 que describe las características y el rendimiento de las partículas de diamante de una realización.

La FIG. 14 es un gráfico que representa características y rendimiento de las partículas de diamante de una realización.

5 La FIG. 15 es un gráfico que muestra las características de las partículas de diamante de una realización.

La FIG. 16 es una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) de una partícula de diamante de una realización.

La FIG. 17 es una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) de una partícula de diamante de una realización.

10 La FIG. 18 es una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) de una partícula de diamante de una realización.

La FIG. 19 es una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) de una partícula de diamante de una realización.

15 La FIG. 20 es una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) de una partícula de diamante de una realización.

La FIG. 21 es una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) de una partícula de diamante de una realización.

20 La FIG. 22 es un gráfico que compara el rendimiento de esmerilado de partículas de diamante monocristalino convencionales, partículas de diamante policristalino convencionales y la partícula de diamante monocristalino de una realización.

La FIG. 23 muestra la Tabla 2 que contiene condiciones experimentales.

La FIG. 24 es una ilustración que suplementa la sección "Definiciones".

La FIG. 25 es una ilustración que suplementa la sección "Definiciones".

La FIG. 26 es una ilustración que suplementa la sección "Definiciones".

25 Las FIGS. 27A y 27B son imágenes de SEM de las partículas de diamante de una realización.

Descripción detallada

30 Antes de que sean descritos los procedimientos, sistemas y materiales presentes, debe comprenderse que la presente divulgación no está limitada a las metodologías, sistemas y materiales particulares descritos, dado que estos pueden variar. También debe comprenderse que la terminología usada en la descripción tiene el propósito de describir solo las versiones o realizaciones particulares, 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 referencias en plural a menos que el contexto indique claramente lo contrario. Además, el término "que comprende", como se usa en la presente memoria, significa "que incluye pero sin limitación". A menos que se defina lo contrario, todos los términos técnicos y científicos usados en la presente memoria tienen los mismos significados que los entendidos comúnmente por un experto en la técnica.

35 A menos que se indique lo contrario, todos los números que expresan cantidades de ingredientes, propiedades tal como tamaño, peso, condiciones de reacción y similares usados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones, deben ser considerados como modificados en todos los casos por el término "aproximadamente". Por consiguiente, a menos que se indique lo contrario, los parámetros numéricos expuestos en la siguiente memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas son aproximaciones que pueden variar de acuerdo con las propiedades buscadas que se desean obtener mediante la invención. Como mínimo, y no como un intento de limitar la aplicación de la doctrina de los equivalentes al alcance de las reivindicaciones, cada parámetro numérico al menos debe ser interpretado a la luz del número de dígitos significativos informados y mediante la aplicación de técnicas de redondeo ordinarias.

40 Como se usa en la presente memoria, el término "aproximadamente" significa más o menos 10% del valor numérico del número con el que se está usando. Por lo tanto, aproximadamente 50% significa en el intervalo de 45% - 55%.

Definiciones

En la descripción y reivindicaciones de la invención, será usada la siguiente terminología de acuerdo con las definiciones expuestas a continuación.

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

El término "eliminación de material", como se usa en la presente memoria, se refiere al peso de una pieza de trabajo eliminada en un período de tiempo dado informado en miligramos, gramos, etc.

5 El término "tasa de eliminación de material", como se usa en la presente memoria, se refiere al material eliminado dividido por el intervalo de tiempo informado como miligramos por minuto, gramos por hora, etc.

10 El término "diamante monocristalino", como se usa en la presente memoria, se refiere al diamante formado por síntesis de alta presión/alta temperatura o un diamante formado naturalmente. La fractura del diamante monocristalino procede a lo largo de los planos de escisión atómica. Una partícula de diamante monocristalino se rompe con relativa facilidad en los planos de escisión.

El término "partícula" o "partículas", como se usa en la presente memoria, se refiere a un cuerpo o cuerpos discretos. Una partícula también se considera un cristal o un grano.

El término "hoyo", como se usa en la presente memoria, se refiere a una hendidura o fisura en la partícula, ya sea una hendidura o fisura en la imagen bidimensional o una hendidura o fisura en un objeto.

15 El término "diamante policristalino", como se usa en la presente memoria, se refiere al diamante formado por síntesis de explosión que da como resultado una estructura de partículas policristalinas. Cada partícula de diamante policristalino consiste en un gran número de microcristalitos de menos de aproximadamente 100 angstroms de tamaño. Las partículas de diamante policristalino no tienen planos de escisión.

20 El término "pico", como se usa en la presente memoria, se refiere a una proyección aguda que apunta hacia afuera desde el centroide de una partícula, una proyección aguda que apunta hacia afuera desde el centroide de una imagen bidimensional o una proyección aguda que apunta hacia afuera desde un objeto.

El término "superabrasivo", como se usa en la presente memoria, se refiere a un abrasivo que posee una dureza y resistencia a la abrasión superiores. El diamante y el nitruro de boro cúbico son ejemplos de superabrasivos y tienen valores de dureza de más de 3500.

25 El término "pérdida de peso", como se usa en la presente memoria, se refiere a la diferencia de peso de un grupo de partículas antes de ser sometidas al tratamiento de modificación y al peso de la misma masa de partículas de diamante o partículas abrasivas después de ser sometidas al tratamiento de modificación.

El término "pieza de trabajo", como se usa en la presente memoria, se refiere a partes u objetos de los que es eliminado material mediante molienda, pulido, esmerilado u otros procedimientos de eliminación de material.

30 El término "perímetro", como se usa en la presente, se refiere al límite de una figura de plano cerrado o la suma de todos los límites de una imagen bidimensional.

El término "perímetro convexo", como se usa en la presente memoria, se refiere a una línea que une puntos tangentes de Feret, en el que Feret es la distancia entre dos tangentes paralelas que tocan el límite a cada lado de una imagen u objeto bidimensional. Las FIG. 24-26 proporcionan ilustraciones de estos conceptos.

35 El término "rugosidad de la superficie", como se usa en la presente memoria, se refiere a la medición de una imagen bidimensional que cuantifica la extensión o el grado de hoyos y picos de los bordes o límites de un objeto según lo indicado en el analizador de imágenes CLEMEX, Clemex Vision User's Guide PE 3.5©2001. La rugosidad de la superficie está determinada por la relación del perímetro convexo dividido por el perímetro.

40 i.
$$\text{Rugosidad de superficie} = \frac{\text{Perímetro convexo}}{\text{Perímetro}}$$

Cabe señalar que a medida que aumenta el grado de hoyos y picos, el factor de rugosidad de la superficie disminuye.

45 El término "esfericidad", como se usa en la presente memoria, se refiere a la estimación del área cerrada de una imagen u objeto bidimensional ($4\pi A$) dividido por el cuadrado del perímetro (p^2).

i.
$$\text{Esfericidad} = \frac{4\pi A}{p^2}$$

El término "área" como se usa en la presente memoria, se refiere a la superficie externa de una partícula. Cuando se usa con una pluralidad de partículas, es decir, polvo, el término área específica se usa y se informa como área por gramo de polvo.

- 5 El término "rugosidad de la oblea" cuando se refiere a la superficie del zafiro son las características en la superficie de la oblea. Estas características, que incluyen raspaduras finas o las marcas del pulido abrasivo, son medidas usando un perfilómetro de contacto o sin contacto.

Los términos partícula o partículas de diamante y polvo o polvos de diamante se usan como sinónimos en la presente solicitud y tienen el mismo significado que "partícula" definido anteriormente.

- 10 Es importante considerar que aunque los términos definidos anteriormente se refieren a la medición de perfiles de partículas bidimensionales usando técnicas de medición microscópicas, se comprende que las características se extienden a la forma tridimensional. Los expertos en la técnica reconocen el análisis automático de imágenes de tamaño y forma de partículas como un procedimiento confiable y reproducible para medir las características de las partículas. Si bien es usado el analizador de imágenes CLEMEX, existen dispositivos similares disponibles que reproducirán los datos.

- 15 En una realización, se pueden usar partículas de diamante monocristalino. Son útiles las partículas de diamante monocristalino en tamaños menores que aproximadamente 100 μm . Sin embargo, también pueden ser usadas partículas de diamante en tamaños mayores que aproximadamente 100 μm . Los tamaños de las partículas de diamante varían de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1000 μm . Un ejemplo de partículas de diamante que pueden ser usadas es SJK-5 de 4-8 μm , partículas de diamante industrial sintéticas fabricadas por Diamond Innovations, Inc. (Worthington, Ohio, USA).

Es usado un revestimiento reactivo para modificar las partículas abrasivas. Dichos revestimientos reactivos incluyen, pero sin limitación, hidróxidos de metales alcalinos, tal 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 revestimientos reactivos también pueden incluir una combinación de hidróxidos de metales alcalinos.

- 25 Aún otros ejemplos de metales que pueden ser usados como revestimiento reactivo son los incluidos en el Grupo VIII de la tabla periódica, sus compuestos metálicos y sus combinaciones. Otros ejemplos de materiales que pueden ser usados como revestimientos reactivos incluyen los metales catalizadores descritos en el documento U.S. 2.947.609 y los metales catalizadores descritos en el documento U.S. 2.947.610.

- 30 En una realización, es usado un revestimiento metálico como revestimiento reactivo y el material abrasivo es diamante. La relación de peso de las partículas de diamante al revestimiento metálico es de aproximadamente 10% en peso a aproximadamente 90% en peso de Ni o de aproximadamente 10% en peso a aproximadamente 60% en peso de Ni. Sin embargo, cabe señalar que estas relaciones son una cuestión de eficiencia económica más que de eficacia técnica. En una realización, el revestimiento metálico cubre al menos parcialmente las partículas de diamante. Alternativamente, el revestimiento metálico puede rodear uniformemente cada partícula de diamante. No es necesario que el metal esté químicamente unido al diamante. Se puede usar níquel y/o aleaciones de níquel como revestimiento para el diamante. Un procedimiento de aplicación del níquel al diamante emplea un procedimiento de deposición no eléctrica; sin embargo, se pueden usar procedimientos tales como el revestimiento electrolítico, deposición física de vapor o deposición química de vapor para revestir las partículas de diamante con una capa de níquel.

- 40 En una realización, las partículas de diamante están revestidas con aproximadamente 10 a aproximadamente 60 por ciento en peso de revestimiento con níquel poroso. El procedimiento de revestimiento inicialmente somete las partículas de diamante no revestidas a una solución de paladio coloidal. Las partículas finas de paladio se adsorben uniformemente sobre la superficie del diamante, lo que hace que la superficie sea autocatalítica para la deposición no eléctrica de níquel. En la siguiente etapa del procedimiento, el diamante activado es colocado en una solución de sulfato de níquel que contiene aproximadamente 10 gramos por litro de níquel disuelto. Mientras la suspensión espesa activada de diamante y níquel está siendo mezclada, es añadido hipofosfato de sodio a la suspensión espesa y la temperatura del baño de revestimiento es mantenida a aproximadamente 80 grados C. Cuando es añadida la solución de hipofosfato, todo el níquel disuelto en la solución se depositará autocatalíticamente sobre las superficies de diamante activadas.

- 50 De acuerdo con la cantidad de níquel depositada sobre el diamante, puede ser añadido más níquel mediante el reemplazo de la solución gastada de níquel/hipofosfato con soluciones frescas y el procedimiento es repetido. Si es revestido uniformemente la partícula, pueden ser requeridos diversos ciclos para obtener un revestimiento de níquel suficientemente uniforme sobre cada una de las partículas de diamante. Mediante el control del número de ciclos y el control de los parámetros del baño de revestimiento, tal como temperatura, pH y energía de mezcla, el contenido de níquel en el diamante es muy reproducible. No es extraño que el diamante revestido tenga cierto nivel de aglomeración como consecuencia de las interacciones de las partículas de diamante y el niquelado durante el revestimiento. A condición de que las partículas individuales que comprenden los aglomerados contengan alguna cantidad de revestimiento con níquel, la presencia de aglomerados no afecta la calidad del procedimiento y no es requerido ningún intento de eliminar los aglomerados.

Después de que las partículas de diamante hayan sido revestidas, las partículas revestidas son colocadas en un horno y, en una atmósfera de hidrógeno, atmósfera de vacío o una atmósfera de gas inerte, son calentadas de aproximadamente 650 °C a aproximadamente 1000 °C. Pueden ser usadas temperaturas de aproximadamente 700 °C a aproximadamente 950 °C o de aproximadamente 800 °C a aproximadamente 900 °C. El diamante revestido puede ser calentado durante un período de tiempo de aproximadamente cinco minutos a aproximadamente cinco horas. Pueden ser usados períodos de tiempo que oscilan de aproximadamente treinta minutos a aproximadamente dos horas o de aproximadamente una a aproximadamente dos horas.

Una vez completo el ciclo de calentamiento y enfriadas las partículas, las partículas de diamante modificadas son recuperadas mediante la disolución del diamante revestido de níquel en ácidos comunes. Los ácidos que pueden ser usados incluyen ácido clorhídrico, ácidos fluorhídricos, ácido nítrico y ciertas combinaciones de los mismos. Los ácidos, o sus combinaciones, son añadidos en una relación de ácido a diamante revestido de 100:1 a 1000:1 (en volumen). Luego, la mezcla es calentada entre aproximadamente 100 °C y aproximadamente 120 °C durante un período de aproximadamente seis a aproximadamente ocho horas. Después, la solución es enfriada, el diamante liberado es asentado y la solución es decantada. Las etapas de limpieza con ácido y calentamiento son repetidas hasta que haya sido digerido sustancialmente todo el revestimiento metálico.

Luego, cualquier grafito convertido (carbono del diamante que ha sido convertido en grafito durante la reacción con níquel) es eliminado de las partículas de diamante a través de cualquier procedimiento de tratamiento de disolución conocido en la técnica. Un ejemplo de un procedimiento de disolución común incluye la oxidación de carbonos grafiticos mediante un intervalo de calentamiento gradual entre aproximadamente 150 °C y aproximadamente 180 °C en una solución ácida que contiene una mezcla de HNO_3 y H_2SO_4 .

De acuerdo con las condiciones de horno seleccionadas, se puede producir más o menos reacción entre el metal y el diamante. Cuanto más se graba el metal en el diamante, se forma más grafito y, por lo tanto, el diamante pierde más peso. Para disolver completamente el grafito, pueden ser usadas cantidades más altas de ácido o pueden ser requeridos tratamientos de disolución adicionales. Luego, las partículas de diamante son lavadas para eliminar los ácidos y residuos, tal como en el agua. Después, las partículas de diamante son secadas en un horno, secadas al aire, sometidas a secado por microondas u otros procedimientos de secado conocidos en la técnica.

Una realización se refiere a partículas de diamante monocristalino que tienen superficies irregulares muy rugosas como se muestra en las FIGS. 1 C y 1 D. La FIG. 1 D muestra una población de partículas de diamante y la FIG. 1C muestra una ampliación de una partícula de la FIG. 1 D. Las partículas han sido modificadas usando el procedimiento descrito anteriormente. Además del aspecto rugoso, las partículas de diamante modificadas tienen características únicas en comparación con las partículas convencionales de diamante monocristalino mostradas en las Figs. 1A y 1B. La FIG. 1B muestra una población de partículas de diamante monocristalino y la FIG. 1A muestra una ampliación de una partícula de la FIG. 1 B. Las partículas de diamante monocristalino convencionales producidas por molienda no fueron sometidas al tratamiento de modificación.

Como se muestra en la FIG. 1 D, la partícula de diamante modificada incluye significativamente más picos y hoyos que el diamante monocristalino convencional mostrado en la FIG. 1A. Los picos actúan como bordes cortantes cuando son usados en aplicaciones de suspensión espesa libre de abrasivos. Ha sido descubierto que el rendimiento de las partículas de diamante de la presente solicitud mejora significativamente cuando son usadas en aplicaciones de esmerilado libre de abrasivo dentro de una suspensión espesa o suspensión líquida. Cuando las partículas de diamante modificadas son usadas en un sistema de unión fija, los hoyos y picos ayudan a sujetar la partícula dentro del sistema de unión.

En un ejemplo comparativo ilustrativo fuera del alcance de la presente invención, son usadas partículas metálicas para modificar las partículas de diamante. La relación en peso de partículas de diamante a partículas metálicas es de 1:5 a 5:1. Sin embargo, se debe considerar que estas relaciones son una cuestión de eficiencia económica más que de eficacia técnica. El tamaño de las partículas metálicas está en el intervalo de aproximadamente 0,05 μm a aproximadamente 100 μm . El tamaño de las partículas metálicas es típicamente menor que el tamaño de las partículas de diamante. En una realización, pueden ser usadas partículas de hierro. Los ejemplos de partículas de hierro que pueden ser usados en el procedimiento de realización incluyen polvo de carbonilo de hierro de grado HQ de 1 μm (BASF, Ludwigshafen, Germany).

Aunque el polvo de hierro ha sido mencionado como un polvo usado para llevar a cabo el procedimiento, pueden ser usados otros metales tal como cobalto, níquel, manganeso y cromo y sus compuestos metálicos y combinaciones.

En otro ejemplo comparativo ilustrativo fuera de la presente invención, son mezclados de aproximadamente 10 a aproximadamente 80 por ciento en peso de partículas de diamante y de aproximadamente 20 a aproximadamente 90 por ciento de partículas de hierro usando cualquier procedimiento de mezcla apropiado que logre una mezcla uniforme. En una realización, las porciones pesadas de las partículas de hierro y diamante se ponen destapadas, selladas e insertadas en un dispositivo de mezcla tal como un mezclador-agitador Turbula® (Glen Mills, Inc., Clifton, New Jersey, USA) durante al menos aproximadamente una hora o, en forma alternativa, aproximadamente 30 minutos a aproximadamente una hora. Opcionalmente, puede ser añadido un aglutinante a la mezcla antes de mezclar. Los aglutinantes proporcionan lubricidad a las superficies de las partículas, lo que permite un empaquetamiento más denso

y un contacto más íntimo entre el polvo de metal y el diamante. Los aglutinantes también ayudan a mantener un cuerpo presionado como un cuerpo verde.

Luego, la mezcla es comprimida para crear una mezcla íntima de partículas de diamante y partículas de hierro. Puede ser usado cualquier procedimiento para comprimir las partículas de diamante y las partículas de hierro durante un tiempo suficiente para formar una mezcla íntima y las partículas estén en contacto muy estrecho entre sí. Un procedimiento usado para comprimir la mezcla es el de colocar la mezcla en un conjunto de matrices fijas en una prensa. Un ejemplo de una prensa adecuada es una prensa de gránulos Carver® fabricada por Carver, Inc. (Wabash, IN). En la prensa de matriz, la mezcla es sometida a una presión entre aproximadamente 34,5 kPa y aproximadamente 344 MPa, entre aproximadamente 68,9 MPa y aproximadamente 276 MPa o entre aproximadamente 103 MPa y aproximadamente 207 MPa para formar un gránulo. Aunque es descrita la granulación de la mezcla, no es necesario que la mezcla de partículas de diamante y hierro sea formada en un gránulo, solo que las partículas sean comprimidas para lograr un contacto íntimo entre sí. También puede ser usado el prensado isostático o monostático con herramientas deformables para lograr el contacto íntimo.

Alternativamente, la mezcla también puede ser comprimida por prensado en una lámina fina de varios milímetros a varias pulgadas de espesor, es decir, mediante rodillos de compactación de alta presión o rodillos de compactación en briquetas. Las láminas formadas pueden ser cortadas en secciones más pequeñas para su posterior procesamiento como es analizado a continuación. Otro procedimiento de compresión de la mezcla de partículas de hierro y diamante incluye mezclar y extrudir la mezcla bajo presión. La granulación de la mezcla de partículas de diamante y hierro a través de una granuladora o la rotación de la mezcla en un aparato de rotación también son procedimientos alternativos que pueden ser usados para comprimir la mezcla. Luego, los gránulos, ladrillos, briquetas o tortas formados por estos procedimientos pueden ser procesados como es descrito a continuación.

Los procedimientos adicionales para comprimir la mezcla de partículas de hierro y diamante incluyen moldeado por inyección, extrusión, prensado de la mezcla en un recipiente o moldeado en cinta. Alternativamente, las partículas de diamante individuales pueden ser revestidas con partículas metálicas mediante implantación iónica, pulverización, secado por aspersión, revestimiento electrolítico, revestimiento no eléctrico o cualquier otro procedimiento aplicable, a condición de que las partículas de hierro y diamante estén en contacto íntimo entre sí.

Tras la compresión de la mezcla de partículas de diamante y hierro, la mezcla comprimida, que puede estar en un gránulo, un agregado u otra forma condensada, es colocada en un horno y, en una atmósfera de hidrógeno, atmósfera de vacío o atmósfera de gas inerte, es calentada de aproximadamente 650 °C a aproximadamente 1000 °C. Pueden ser usadas temperaturas de aproximadamente 700 °C a aproximadamente 900 °C o de aproximadamente 750 °C a aproximadamente 850 °C. La mezcla comprimida puede ser calentada durante un período de tiempo de aproximadamente cinco minutos a aproximadamente cinco horas. Pueden ser usados períodos de tiempo que oscilan de aproximadamente treinta minutos a aproximadamente dos horas o de aproximadamente una a aproximadamente dos horas.

Una vez completo el ciclo de calentamiento y enfriada la mezcla comprimida, las partículas de diamante modificadas son recuperadas mediante la disolución de las partículas de hierro en ácidos comunes. Los ácidos que pueden ser usados incluyen ácido clorhídrico, ácidos fluorhídricos, ácido nítrico y sus combinaciones. Los ácidos, o sus combinaciones, son añadidos en una relación de ácido:mezcla comprimida (es decir un gránulo) de 100:1 a 1000:1 (en volumen). Luego, la mezcla es calentada entre aproximadamente 100 °C y aproximadamente 150 °C durante un período de aproximadamente seis a aproximadamente ocho horas. Después, la solución es enfriada, el diamante liberado es asentado y la solución es decantada. Las etapas de limpieza con ácido y calentamiento son repetidas hasta que haya sido digerido sustancialmente todo el hierro. Después, cualquier grafito convertido (carbono de diamante que ha sido convertido en grafito durante la reacción con hierro) es eliminado de las partículas a través de cualquier procedimiento de tratamiento de disolución conocido en la técnica. Un ejemplo de un procedimiento de disolución común incluye la oxidación de carbonos grafiticos mediante un intervalo de calentamiento gradual entre aproximadamente 150 °C y aproximadamente 180 °C en una solución ácida que contiene una mezcla de HNO_3 y H_2SO_4 .

De acuerdo con las condiciones de horno seleccionadas, se puede producir más o menos reacción entre el metal y el diamante. Cuanto más se graba el polvo metálico en el diamante, se forma más grafito y, por lo tanto, el diamante pierde más peso. Para disolver completamente el grafito, pueden ser usadas cantidades más altas de ácido o pueden ser requeridos tratamientos de disolución adicionales. Luego, las partículas de diamante son lavadas para eliminar los ácidos y residuos, tal como en el agua. Después, las partículas de diamante son secadas en un horno, son secadas al aire, son sometidas a secado por microondas u otros procedimientos de secado conocidos en la técnica.

Una realización se refiere a partículas de diamante monocristalino que tienen superficies irregulares muy rugosas como se muestra en las FIGS. 9A-9D, las FIGS. 10A-10D y las FIGS. 11A-11D. Además del aspecto rugoso, las partículas de diamante tienen características únicas en comparación con las partículas de diamante monocristalino convencionales mostradas en la FIG. 12. Las partículas de diamante monocristalino convencionales producidas por molienda, mostradas en la FIG. 12, no son sometidas al tratamiento de modificación.

Con referencia a la FIG. 13, la Tabla 2 contiene datos que incluyen tamaños, pérdida de peso, área, eliminación de

material, rugosidad y esfericidad para una muestra de partículas de diamante monocristalino (9 μm). Además, son mostrados datos comparativos para una partícula de diamante monocristalino convencional y una partícula de diamante policristalino convencional de tamaños de partícula similares. Estos datos fueron usados para crear los gráficos en las FIGS. 14 y 15 como es analizado a continuación.

Como se muestra en las FIGS. 9A-9D; FIGS. 10A-10D y FIGS. 11A-11D, las partículas de diamantes tienen un aspecto muy diferente en comparación con las partículas convencionales de diamante monocristalino según lo mostrado en la FIG. 12. Las FIGS. 9A-9D muestran imágenes SEM de partículas de diamante de la Ejecución #4; las FIGS. 10A-10D muestran imágenes SEM de las partículas de diamante de la Ejecución #5 y las FIG. 11A-11D muestran imágenes SEM de las partículas de diamante de la Ejecución #9. La FIG. 13 (Tabla 2) enumera las propiedades y características correspondientes de las partículas de diamante de muestras adicionales.

Como se muestra en las FIGS. 9A-9D; FIGS. 10A-10D y FIGS. 11A-11D, las partículas de diamante incluyen picos y hoyos. Los picos actúan como bordes cortantes cuando son usados en aplicaciones de suspensión espesa libre de abrasivos. Ha sido descubierto que el rendimiento de las partículas de diamante modificadas mejora significativamente cuando son usadas en aplicaciones de esmerilado libre de abrasivo de una suspensión espesa o suspensión líquida. Cuando las partículas de diamante modificadas son usadas en un sistema de unión fija, los hoyos y/o picos ayudan a sujetar la partícula dentro del sistema de unión.

Las partículas de diamante modificadas exhiben características únicas de rugosidad de superficie, esfericidad y eliminación de material. La FIG. 14 muestra estas características en comparación con la pérdida de peso de las partículas de diamante modificadas. Los detalles sobre cómo se obtuvieron las mediciones se analizan en el Ejemplo IV. Según lo mostrado en la FIG. 14, la pérdida de peso de las partículas de diamante está entre más de 0% y aproximadamente 70%.

Según lo mostrado en la FIG. 14, las partículas de diamante exhiben una rugosidad de superficie menor que aproximadamente 0,95. También es observada una rugosidad de superficie de entre aproximadamente 0,50 y aproximadamente 0,80 y entre aproximadamente 0,50 y aproximadamente 0,70. La rugosidad de superficie de la partícula de diamante es una función del tamaño de las partículas metálicas, la cantidad de partículas metálicas en contacto con el diamante, el tiempo de reacción y la temperatura usados. Como se puede observar en la FIG. 14, a medida que disminuye el factor de rugosidad de superficie (aumenta la rugosidad), la capacidad del diamante para realizar la eliminación de material en un procedimiento de esmerilado (descrito en el Ejemplo IV) aumenta de aproximadamente 125 mg para un factor de rugosidad de superficie de aproximadamente 0,92 a aproximadamente 200 mg para un factor de rugosidad de superficie de aproximadamente 0,62; un aumento de aproximadamente 60 por ciento. Esto puede ser atribuido al mayor número de puntos de corte que proporciona la modificación de la superficie.

La FIG. 14 también muestra que las partículas de diamante también exhiben lecturas de esfericidad menores que aproximadamente 0,70. También se observan lecturas de esfericidad de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 0,5 y aproximadamente 0,25 a 0,4. Aunque la esfericidad es una característica independiente de la rugosidad de superficie, se puede observar que existe una fuerte correlación entre la esfericidad y el rendimiento de esmerilado del diamante según lo mostrado en la FIG. 14. En la FIG. 14, se puede demostrar que la eliminación del material aumenta de aproximadamente 125 mg para una esfericidad de aproximadamente 0,70 a aproximadamente 200 mg para una esfericidad de aproximadamente 0,25. Además, como se puede observar en la FIG. 14, existe una fuerte correlación entre la pérdida de peso del polvo de diamante y el rendimiento de esmerilado, como lo indica el aumento en la eliminación del material (zafiro). A medida que aumenta la pérdida de peso del diamante, el diamante se vuelve más agresivo en su capacidad para eliminar material.

La FIG. 15, es un gráfico que muestra la pérdida de peso del diamante (%) versus el área. Las lecturas se tomaron de una población de partículas de diamante de 9 μm . El área específica de las partículas de diamante modificadas que tienen una pérdida de peso mayor de 35% es aproximadamente 20% mayor en comparación con la partícula de diamante convencional que tiene la misma distribución de tamaño de partícula. Se puede observar que el área específica de las partículas es directamente proporcional a la extensión de la reacción de las partículas de diamante y las partículas de hierro durante el procedimiento de tratamiento de modificación. Por ejemplo, las lecturas del área específica de las partículas de diamante varían de aproximadamente 0,45 a aproximadamente 0,90 m^2/g .

Las FIGS. 16-19 muestran ejemplos de diversas partículas de diamante que han sido sometidas a diversos grados de tratamiento con hierro de acuerdo con procedimientos comparativos fuera del alcance de la presente invención. La FIG. 16 muestra una partícula de diamante calentada a una temperatura de 750 $^{\circ}\text{C}$ durante 1 hora en 60% en peso de hierro, lo que da como resultado una pérdida de peso de 15% de la partícula de diamante. La FIG. 17 muestra una partícula de diamante calentada a una temperatura de 750 $^{\circ}\text{C}$ durante 1 hora en 80% en peso de hierro, lo que da como resultado una pérdida de peso del 25% de la partícula de diamante. La FIG. 18 muestra una partícula de diamante calentada a una temperatura de 850 $^{\circ}\text{C}$ durante 1 hora en 60% en peso de hierro, lo que da como resultado una pérdida de peso del 30% de la partícula de diamante. La FIG. 19 muestra una partícula de diamante calentada a una temperatura de 850 $^{\circ}\text{C}$ durante 1 hora en 80% en peso de hierro, lo que da como resultado una pérdida de peso del 45% de la partícula de diamante. La Figura 20 muestra una partícula de diamante calentada a una temperatura de 850 $^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas en 60% en peso de hierro, lo que da como resultado una pérdida de peso del 53% de la partícula de diamante y la Figura 21 muestra una partícula de diamante que se calentó a una temperatura de 850 $^{\circ}\text{C}$

durante 2 horas en 80% en peso de hierro, lo que da como resultado una pérdida de peso del 61% de la partícula de diamante de acuerdo con procedimientos comparativos.

Las partículas de diamante modificadas contienen uno o más hoyos y/o picos. Un ejemplo de una partícula de diamante que exhibe estas características es mostrada en la FIG. 19 (solo ejemplo comparativo). La partícula de diamante 1, que tiene una pérdida de peso de aproximadamente el 45%, incluye los hoyos 4, 6 que forman el pico 2. Las longitudes de los picos y las profundidades de los hoyos oscilan en función de los parámetros de tratamiento de modificación. La profundidad promedio de los hoyos en una partícula oscila en tamaño de aproximadamente 5% a aproximadamente 70% de la longitud más larga de la partícula.

Las partículas abrasivas modificadas, como es descrito anteriormente, pueden ser útiles en numerosas aplicaciones que incluyen aplicaciones libres de abrasivo, aplicaciones abrasivas fijas, esmerilado, molienda, corte, pulido, calandrado, corte en cubos, abrasivos sinterizados o abrasivos compactos, y alambre para sierras de alambre. En general, se puede esperar que la superficie rugosa pueda ayudar a retener la partícula de diamante dentro de la herramienta o sistema de unión de resina.

Con respecto a las aplicaciones de sierra de alambre, la partícula abrasiva puede ser unida a un alambre mediante electrochapado, sinterización metálica o enlaces poliméricos o de resina. Las sierras de alambre electrochapadas generalmente contienen una capa única de partículas abrasivas codepositadas con una capa de metal níquel. Algunos alambres también usan una resina para unir los abrasivos al alambre. El uso de las partículas de diamante modificadas puede ayudar a proporcionar una mejor retención de la partícula abrasiva en la matriz de metal o resina, en consecuencia aumenta la vida útil de la sierra de alambre. Las partículas abrasivas modificadas también pueden proporcionar una mayor tasa de eliminación de material con una mejor capacidad de corte libre.

Los materiales típicamente cortados con sierras de alambre incluyen silicio, zafiro, SiC, metales, cerámicas, carbono, cuarzo, piedra, compuestos de vidrio y granito.

Las partículas abrasivas también son útiles en suspensiones espesas y otros líquidos portadores. Una solución de suspensión espesa típica puede incluir las partículas de diamante modificadas que varían en tamaño de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 100 μm presentes en una concentración de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 50 por ciento en peso, un vehículo principal tal como un vehículo a base de agua, vehículo a base de glicol, vehículo a base de aceite o vehículos a base de hidrocarburos y combinaciones de los mismos y aditivos opcionales que incluyen tensioactivos, agentes de ajuste de pH y color y agentes modificadores de la viscosidad.

En otras realizaciones, las partículas abrasivas modificadas y los superabrasivos pueden ser revestidos opcionalmente con un revestimiento, tras la modificación, tal como un material seleccionado de los Grupos IVA, VA, VIA, IIb y IVb de la tabla periódica e incluir aleaciones y combinaciones de los mismos. Un revestimiento no metálico que puede ser usado es el carburo de silicio.

Ejemplo I

Fueron revestidas partículas de diamante monocristalino de 4-8 μm , por ejemplo, polvo de diamante, con un media de tamaño nominal de 6 μm con un revestimiento con níquel/fósforo (Ni 90% /P 10%). El polvo de diamante revestido de níquel contenía 30 por ciento en peso de NiP y 70 por ciento en peso de diamante. Cada partícula de diamante fue revestida uniformemente con el revestimiento de NiP. Dos muestras de 25 gramos del polvo revestido con Ni fueron calentadas en un horno. Una muestra de 25 gramos fue calentada a 825 °C durante 1 hora y la otra a 900 °C en una atmósfera de hidrógeno durante 2 horas. Una vez completo el ciclo de calentamiento y enfriado a temperatura ambiente el polvo de diamante revestido, las partículas de diamante modificadas fueron recuperadas mediante la disolución del diamante revestido de níquel en dos litros de ácido nítrico. Luego, la mezcla fue calentada a 120 °C durante un período de cinco horas. Luego, la solución fue enfriada a temperatura ambiente, el diamante liberado fue asentado y la solución fue decantada. Las etapas de limpieza con ácido y calentamiento fueron nuevamente repetidas hasta que fue digerido sustancialmente todo el níquel.

Tras la eliminación del níquel del diamante, el grafito convertido (carbono del diamante convertido en grafito durante la reacción con el níquel) después fue eliminado de las partículas usando 2 litros de ácido sulfúrico calentado a 150 °C durante siete horas. Luego, la solución fue enfriada a temperatura ambiente, el diamante se dejó asentar y la solución fue decantada. Las etapas de limpieza con ácido y calentamiento fueron nuevamente repetidas hasta que se digirió sustancialmente todo el grafito.

Se obtuvieron mediciones de pérdida de peso, rugosidad de superficie y esfericidad a partir del material recuperado de este experimento. En este análisis fue incluido el diamante SJK-5 de 4-8 μm que fue modificado usando un proceso de polvo de hierro fino como es descrito en la presente memoria. También fueron incluidos datos para un polvo de diamante policristalino de tamaño nominal similar.

La rugosidad de superficie y la esfericidad fueron obtenidas a partir de imágenes del material base y partículas de diamante modificadas tomadas con un microscopio electrónico de barrido (SEM) modelo S-2600N de Hitachi con un aumento de 2500X. Las imágenes SEM fueron guardadas como archivos de imagen TIFF que después fueron cargadas en un analizador de imágenes Clemex Vision PE 3.5 calibrado con el mismo aumento (2500X). En este

ejemplo y para este aumento, la calibración produjo una resolución de 0,0446 $\mu\text{m}/\text{píxel}$. El sistema de análisis de imagen midió los parámetros de tamaño y forma de partícula en forma de partícula por partícula. Las mediciones para una población de al menos 50 partículas de cada conjunto de experimentos se generaron automáticamente en el analizador de imágenes Clemex. Las fórmulas matemáticas usadas por el dispositivo analizador de imágenes para derivar las mediciones se encuentran en la sección "Definiciones" anterior y también se pueden encontrar en la Clemex Vision User's Guide PE 3.5 ©2001. Las características de superficie de las partículas de diamante de las cinco muestras de polvo se muestran en la FIG. 2 (Tabla 1).

Como se puede observar en la FIG. 1 C, la textura de superficie de las partículas de diamante modificadas producidas usando el procedimiento de revestimiento con níquel es significativamente diferente de la textura de superficie del material de partida que se muestra en la FIG. 1A. Es evidente que, a temperaturas superiores a 800 °C, el níquel reacciona con el diamante y crea una textura única que puede ser descrita por factores de rugosidad y esfericidad usando el procedimiento de análisis de imagen. Sobre la base de los datos obtenidos en este ejemplo, los valores de rugosidad cambiaron de 0,89 a 0,77 para la muestra de pérdida de peso del 35 por ciento y de 0,89 a 0,78 para el diamante de pérdida de peso del 56 por ciento. Los valores de esfericidad cambiaron de 0,64 a 0,47 para la muestra de pérdida de peso del 35 por ciento y de 0,64 a 0,46 para el diamante de pérdida de peso del 56 por ciento después del procedimiento de modificación.

Cabe señalar que, como se puede observar en la FIG. 2 (Tabla 1), aunque el procedimiento de modificación a 900 °C da como resultado una mayor pérdida de peso del diamante, y un tamaño ligeramente más fino y un área específica ligeramente mayor en comparación con el procedimiento realizado a 825 °C, esencialmente no hay diferencia en la rugosidad y esfericidad de estas dos muestras. La textura de superficie producida de las partículas de diamante puede ser descrita cualitativamente como que tiene muchos "dientes" pequeños o puntos de corte. Aunque estas características son más evidentes cuando se observan los límites de los perfiles de partículas, también existen en la superficie entera de cada partícula. Se considera que el aumento en el número de puntos de corte, o dientes, es responsable del rendimiento mejorado de las partículas de diamante modificadas. La FIG. 6B muestra una ilustración bidimensional de los puntos de corte o dientes de una partícula de diamante modificada. La FIG. 6A muestra una ilustración bidimensional de una partícula de diamante monocristalino convencional que no ha sido modificada con un revestimiento metálico. La FIG. 7 es una imagen SEM de una partícula de diamante monocristalino convencional que no se ha modificado con revestimiento metálico. La FIG. 8 es una imagen SEM que muestra los puntos de corte o dientes de una partícula de diamante modificada con un revestimiento con níquel.

Por propósitos de distinción, la textura de superficie de las partículas modificadas es diferente de la textura producida usando el procedimiento de modificación de polvo de hierro como se indicó anteriormente. Según lo mostrado en la FIG. 1E, las partículas modificadas con polvo de hierro muestran hoyos profundos y picos. La rugosidad promedio del diamante modificado con polvo de hierro es de 0,68 y la esfericidad promedio es de 0,34. Según lo mostrado en las FIGS. 3 y 4, estos valores son significativamente diferentes de los valores medidos para las partículas de diamante modificadas revestidas con níquel. También se puede observar que aunque las partículas modificadas con polvo de hierro no tienen tantos puntos de corte por unidad de longitud de perímetro como el diamante modificado revestido con níquel, hoyos y cavidades más profundas pueden ser útiles para proporcionar una mejor retención dentro de un sistema de unión.

Ejemplo II

Fueron revestidas partículas de diamante monocristalino MBG-620 de malla 70/80 con un revestimiento con níquel/fósforo (Ni 90% / P 10%). El polvo de diamante revestido con níquel contenía 56 por ciento en peso de NiP y 44 por ciento en peso de diamante. Cada partícula de diamante fue revestida uniformemente con el revestimiento de NiP. Muestras de 5 gramos del polvo revestido con Ni fueron calentadas en un horno a 100 °C durante 1 hora y media en ambiente de hidrógeno. Una vez completo el ciclo de calentamiento y enfriado a temperatura ambiente el polvo de diamante revestido, las partículas de diamante modificadas fueron recuperadas mediante la disolución del diamante revestido con níquel en 500 ml de ácido nítrico. Luego, la mezcla fue calentada a 120 °C durante un período de cinco horas. Luego, la solución fue enfriada a temperatura ambiente, el diamante liberado fue asentado y la solución fue decantada. Las etapas de limpieza con ácido y calentamiento fueron nuevamente repetidas hasta que fue digerido sustancialmente todo el níquel.

Una vez eliminado el níquel del diamante, el grafito convertido fue eliminado de las partículas usando 500 ml de ácido sulfúrico y 100 ml de ácido nítrico y fue calentado a 150 °C durante siete horas. Luego, la solución fue enfriada a temperatura ambiente, el diamante se dejó asentarse y la solución fue decantada. Las etapas de limpieza con ácido y calentamiento fueron nuevamente repetidas hasta que fue digerido sustancialmente todo el grafito.

Ha sido obtenida una pérdida de peso de 14% en diamante con este experimento. Las muestras de las partículas son mostradas en las FIGS. 27A y 27B.

Ejemplo III

Los polvos de diamante del Ejemplo 1 fueron evaluados adicionalmente en una aplicación de esmerilado de zafiro. Las suspensiones a base de etilenglicol fueron obtenidas usando las partículas de diamante monocristalino

modificadas ("Diamante modificado con revestimiento con níquel") y, del mismo lote, las partículas de diamante monocristalino convencionales ("Diamante no modificado") de las que fue obtenido el diamante modificado con revestimiento con níquel. También fueron preparadas suspensiones de diamante modificado con polvo de hierro como es descrito en el Ejemplo 1, así como de diamante policristalino convencional. Las suspensiones fueron usadas para obleas de zafiro esmeriladas planas. La placa de esmerilado era un material compuesto de cobre/resina (Lapmaster Inc.) y las obleas de zafiro eran planas con forma de C, de 5,08 cm de diámetro, textura de superficie como esmerilada y 490 μm de espesor. El procedimiento de esmerilado fue realizado usando cada una de las suspensiones en las mismas condiciones de procesamiento y durante la misma cantidad de tiempo. La concentración de diamante en cada una de las suspensiones fue de 10 quilates por 500 ml y la viscosidad fue de 15-20 mPa-s. Antes de cada prueba, la placa de esmerilado fue rectificada durante 5 minutos usando una rueda de rectificado de diamante de grano 600. La presión en cada una de las obleas de zafiro fue de 22,1 kPa, la velocidad de rotación de la placa de esmerilado fue de 60 rpm y la tasa de alimentación de la suspensión fue de 2-3 ml por minuto. Después de cada ciclo, fueron medidas las obleas para determinar la pérdida de peso.

La FIG. 5 es un gráfico que compara el rendimiento de esmerilado de partículas de diamante monocristalino de 4-8 μm convencionales en una suspensión con 10 quilates de diamante en 500 ml de suspensión, partículas convencionales de diamante policristalino de 4-8 μm en una suspensión con 10 quilates de diamante en 500 ml de suspensión y dos suspensiones usando partículas de diamante monocristalino modificado de 4 a 8 μm con una pérdida de peso del 35 por ciento y una pérdida de peso del 56 por ciento con 10 quilates de diamante en 500 ml de suspensión. Como se puede observar en la FIG. 5 y en la FIG. 2 (Tabla 1), la tasa de eliminación de material de la suspensión de diamante convencional de 4-8 μm es de 126 mg por hora por oblea de zafiro. Usando la suspensión obtenida con las partículas de diamante policristalino, la tasa de eliminación del material fue de 168 mg/h. Las suspensiones obtenidas usando las partículas de diamante modificadas produjeron tasas de eliminación de material de 279 mg/h para el polvo de pérdida de peso de 35 por ciento y 304 mg/h usando el polvo de pérdida de peso del 56 por ciento.

También se puede observar a partir de los resultados mostrados en la FIG. 5 que, aunque las partículas de diamante modificadas proporcionan tasas de eliminación de material significativamente más altas, la rugosidad resultante (R_a) de la superficie de las obleas de zafiro es menor que con el diamante monocristalino convencional y con el diamante policristalino. La rugosidad de oblea de las obleas pulidas con la suspensión de diamante policristalino fue de 45,9 nm $\pm$ 3,5 nm y la rugosidad de oblea de las obleas pulidas con el diamante monocristalino fue de 51,3 nm $\pm$ 2,7 nm. En comparación, la rugosidad de oblea de las obleas de zafiro pulidas usando el diamante de pérdida de peso del 35 por ciento fue de 32,8 nm $\pm$ 1,8 nm y las obleas pulidas con la suspensión de diamantes de pérdida de peso del 56 por ciento tenían una rugosidad de oblea de 33,7 nm $\pm$ 2,7 nm medida por un perfilómetro óptico de superficie Veeco Wyco modelo NT1100.

Según lo mostrado en la FIG. 2 (Tabla 1) se puede observar que las áreas específicas de las partículas de diamante monocristalino modificado son 1,29 m²/gramo y 1,55 m²/gramo para un diamante con pérdida de peso de 35 por ciento y 56 por ciento, respectivamente. Esto es comparado con un área específica de 0,88 m²/gramo o un aumento de 47% y 76%. Esto es significativo porque las distribuciones de tamaño de partícula de las dos muestras son iguales. El aumento del área se debe a la creación de un área adicional en la superficie de las partículas de diamante monocristalino modificado.

Ejemplo IV (comparativo)

Fue mezclado un polvo de diamante monocristalino de 6-12 μm con una media de tamaño de 9 μm con un polvo de hierro con una media de tamaño de 3 μm usando una relación de mezcla de 30 por ciento en peso de partículas de diamante y 70 por ciento en peso de polvo de hierro (sin aglutinante) de acuerdo con un procedimiento comparativo fuera de la presente invención. La mezcla fue compactada en un gránulo de 2 cm x 0,5 cm usando una prensa Carver a una presión de 138 MPa. El gránulo fue calentado a 700 °C durante 2 horas en una atmósfera de hidrógeno. Las partículas de diamante fueron recuperadas mediante un procedimiento de digestión ácida. Las características de las partículas de diamante de esta muestra son mostradas en la FIG. 13 (Tabla 2).

Fueron preparadas suspensiones a base de etilenglicol usando las partículas de diamante monocristalino de la presente invención ("Diamante modificado") y, del mismo lote, partículas de diamante monocristalino convencionales ("Diamante no modificado") a partir de las cuales fue obtenido el diamante modificado. Las suspensiones fueron usadas para obleas de zafiro esmeriladas planas. La placa de esmerilado era una placa de cobre compuesta y las obleas de zafiro tenían 5,08 cm de diámetro. El procedimiento de esmerilado se realizó usando cada suspensión en las mismas condiciones de procesamiento y durante la misma cantidad de tiempo. La concentración de diamante en suspensión fue de 10 quilates por 500 ml y la viscosidad fue de 15-20 MPa-s. Antes de cada prueba, la placa de esmerilado fue rectificada durante 5 minutos con una rueda de rectificado de diamante de grano 600. La presión en cada una de las obleas de zafiro fue de 22,1 kPa, la velocidad de rotación de la placa de esmerilado fue de 60 rpm y la tasa de alimentación de la suspensión fue de 2-3 ml por minuto. Después de cada ciclo, fueron medidas las obleas para determinar la pérdida de peso.

La FIG. 22 es un gráfico que compara el rendimiento de esmerilado de partículas de diamante monocristalino de 6-12 μm convencionales en una suspensión con 10 quilates de diamante en una suspensión de 500 ml, partículas de diamante policristalino de 8-12 μm convencionales en una suspensión con 10 quilates de diamante en una suspensión

de 500 ml y partículas de diamante monocristalino de 6-12 μm (Modificado 6-12) en suspensiones usando 10 quilates de diamante de la presente invención por 500 ml de suspensión y una suspensión usando 20 quilates de diamante de la presente invención por 500 ml de suspensión.

- 5 Ha sido demostrado que el aumento en áreas específicas de las partículas de diamante monocristalino de la presente invención ("Diamante modificado") en comparación con las partículas de diamante monocristalino convencionales ("Diamante no modificado") es de 0,64 m^2/gramo versus 0,50 m^2/gramo o un aumento de 28%. Esto es significativo porque las distribuciones de tamaño de partícula de las dos muestras son iguales. El área aumentada se debe a la creación de área adicional en la superficie de las partículas de diamante monocristalino de la presente invención.

Ejemplo V (comparativo)

- 10 Fue realizada una serie de siete experimentos adicionales mediante los cuales las muestras de partículas de diamante monocristalino convencionales de 9 μm y polvo de hierro fueron comprimidas en gránulos (de acuerdo con el Ejemplo III) usando diversos tiempos y temperaturas, según lo indicado en la FIG. 23, Tabla 3, de acuerdo con procedimientos comparativos no abarcados en la presente invención.

- 15 Los diamantes fueron procesados y recuperados como es descrito en el Ejemplo comparativo IV. Las mediciones de pérdida de peso, rugosidad de superficie y esfericidad fueron obtenidas de las muestras recuperadas de estos experimentos. Además, fueron preparadas suspensiones de cada una de las muestras y analizadas en la prueba de esmerilado también descrita en el Ejemplo comparativo IV.

- 20 Para cada muestra, fueron tomadas imágenes de las partículas de diamante modificadas con un microscopio electrónico de barrido (SEM) Hitachi modelo S-2600N con un aumento de 2500X. Las imágenes SEM fueron guardadas como archivos de imagen TIFF que luego fueron cargadas en un analizador de imagen Clemex Vision PE 3.5 calibrado con el mismo aumento (2500X). En este ejemplo y para este aumento, la calibración produjo una resolución de 0,0446 $\mu\text{m}/\text{pixel}$. El sistema de análisis de imagen midió los parámetros de tamaño y forma de partícula, en forma de partícula por partícula. Las mediciones para una población de al menos partículas de cada conjunto de experimentos fueron generadas automáticamente en el analizador de imagen Clemex. Las fórmulas matemáticas usadas por el dispositivo analizador de imágenes para derivar las mediciones se encuentran en la sección "Definiciones" anterior y también se pueden encontrar en Clemex Vision User's Guide PE 3.5©2001. La rugosidad de superficie y la esfericidad fueron calculadas e informadas en la FIG. 13 (Tabla 2) además de la pérdida de peso y el área específica para cada prueba. Los resultados del Ejemplo IV también son incluidos en la FIG. 13 (Tabla 2).

30

REIVINDICACIONES

1. Una partícula de diamante monocristalino que comprende:

hoyos y picos que proporcionan a la partícula una superficie irregular;

en la que la rugosidad de superficie de dicha partícula está entre 0,5 y 0,8, en la que el término '*rugosidad de superficie*' se refiere a la medición de una imagen bidimensional que cuantifica la extensión o grado de los hoyos y picos de los bordes o límites de la partícula según lo indicado en el analizador de imágenes CLEMEX, Clemex Vision User's Guide PE 3.5 ©2001 y en la que la rugosidad de la superficie está determinada por una relación del perímetro convexo dividido por el perímetro:

$$\text{Rugosidad de superficie} = \frac{\text{Perímetro Convexo}}{\text{Perímetro}}$$

2. La partícula de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la esfericidad de dicha partícula es menor que 0,70.

3. La partícula de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en la que la esfericidad de dicha partícula está entre 0,25 y 0,6.

4. La partícula de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el área de superficie de dicha partícula es más de un 20 por ciento superior que una partícula de diamante monocristalino convencional que tiene la misma distribución de tamaño de partícula.

5. La partícula de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la profundidad de los hoyos varía en tamaño del 5% al 70% de la mayor longitud de la partícula.

6. La partícula de acuerdo con la reivindicación 5, en la que la profundidad de los hoyos varía en tamaño del 40% al 60% de la mayor longitud de la partícula.

7. La partícula de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha partícula comprende un revestimiento metálico.

8. La partícula de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha partícula varía en tamaño de 0,1 µm a 1000 µm.

9. Un procedimiento de producción de partículas abrasivas modificadas que comprende las etapas de:

i. proporcionar una pluralidad de partículas de diamante monocristalino;

ii. proporcionar un revestimiento metálico reactivo sobre dichas partículas;

iii. calentar dichas partículas revestidas; y

iv. recuperar partículas abrasivas modificadas;

caracterizado por:

grabado de las partículas de diamante usando el revestimiento metálico reactivo configurado para reaccionar con las partículas de diamante y convertir el diamante en grafito; y

en el que dicha etapa de recuperación de las partículas abrasivas modificadas comprende eliminar el grafito de las partículas de diamante para proporcionar las partículas abrasivas modificadas con hoyos y picos;

en el que dichas partículas abrasivas modificadas que comprenden los hoyos y picos proporcionan a las partículas una superficie irregular que tiene una rugosidad de superficie que está entre 0,5 y 0,8;

en el que el término '*rugosidad de superficie*' se refiere a la medición de una imagen bidimensional que cuantifica la extensión o el grado de los hoyos y picos de los bordes o límites de la partícula según lo indicado en el analizador de imágenes CLEMEX, Clemex Vision User's Guide PE 3.5 ©2001 y en el que la rugosidad de superficie está determinada por la relación del perímetro convexo dividido por el perímetro:

$$\text{Rugosidad de superficie} = \frac{\text{Perímetro Convexo}}{\text{Perímetro}}$$

10. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9, en el que dicho revestimiento metálico comprende níquel.

11. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9, en el que dicha etapa de calentamiento comprende calentar dichas partículas revestidas con metal a una temperatura de al menos 700 °C.
12. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, en el que el porcentaje de revestimiento metálico con respecto a las partículas abrasivas es del 10% en peso al 90% en peso.
- 5 13. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, en el que dichas partículas abrasivas modificadas tienen una pérdida de peso promedio mayor que el 5% del peso original de la partícula.

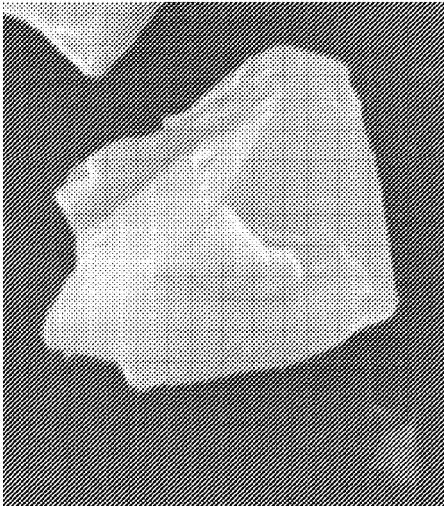


FIG. 1A

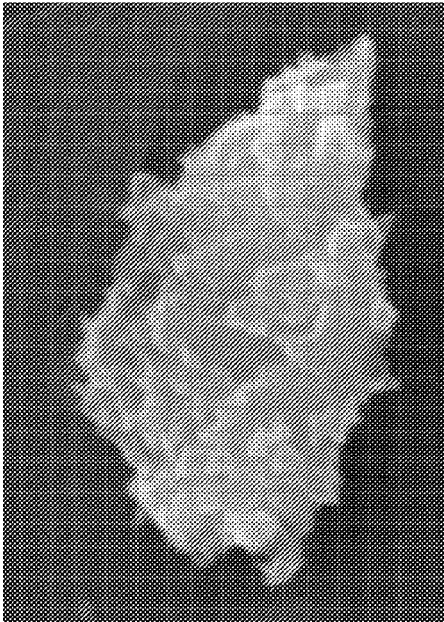


FIG. 1C

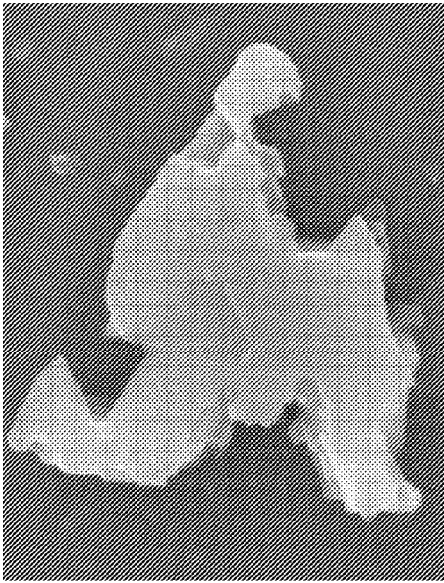


FIG. 1E

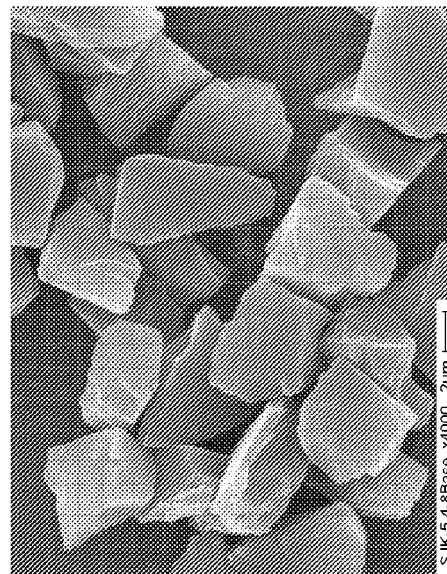


FIG. 1B

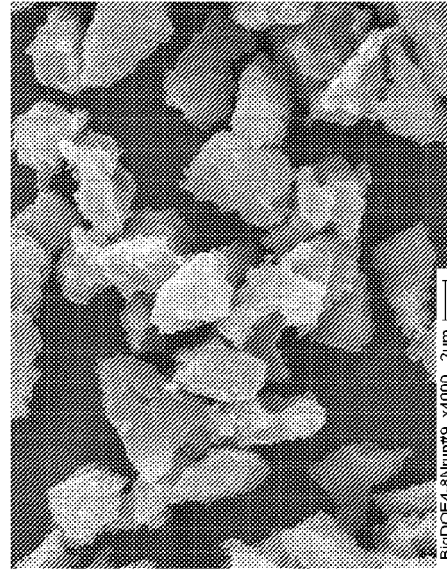


FIG. 1D

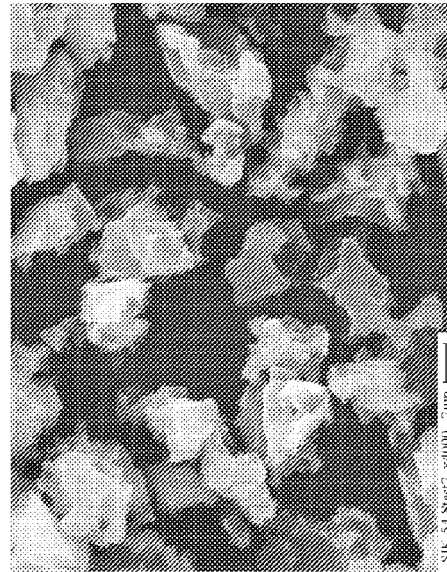


FIG. 1F

FIG. 2

Datos físicos y de rendimiento para polvo de diamante 4-8 μm

Muestra	Pérdida de peso, %	Tamaño medio del polvo, μm	Área específica, m^2/g	Eliminación de material mg/h	Clemex, Rugosidad	Clemex, Esfericidad
825C, Níquel 30% (DOE #40)	35	5,6	1,29	279	0,77	0,47
900C, Níquel 30% (DOE #9)	56	5,0	1,55	304	0,78	0,46
SJK-5 4-8 μm , grabado con hierro	52	5,7	1,55	276	0,68	0,34
SJK-5 4-8 μm inicial	-	5,7	0,88	126	0,89	0,64
Policristalino 4-8 μm	-	4,7	2,9	168	0,84	0,60

FIG. 3
Distribución de rugosidad del diamante de 4-8 μm

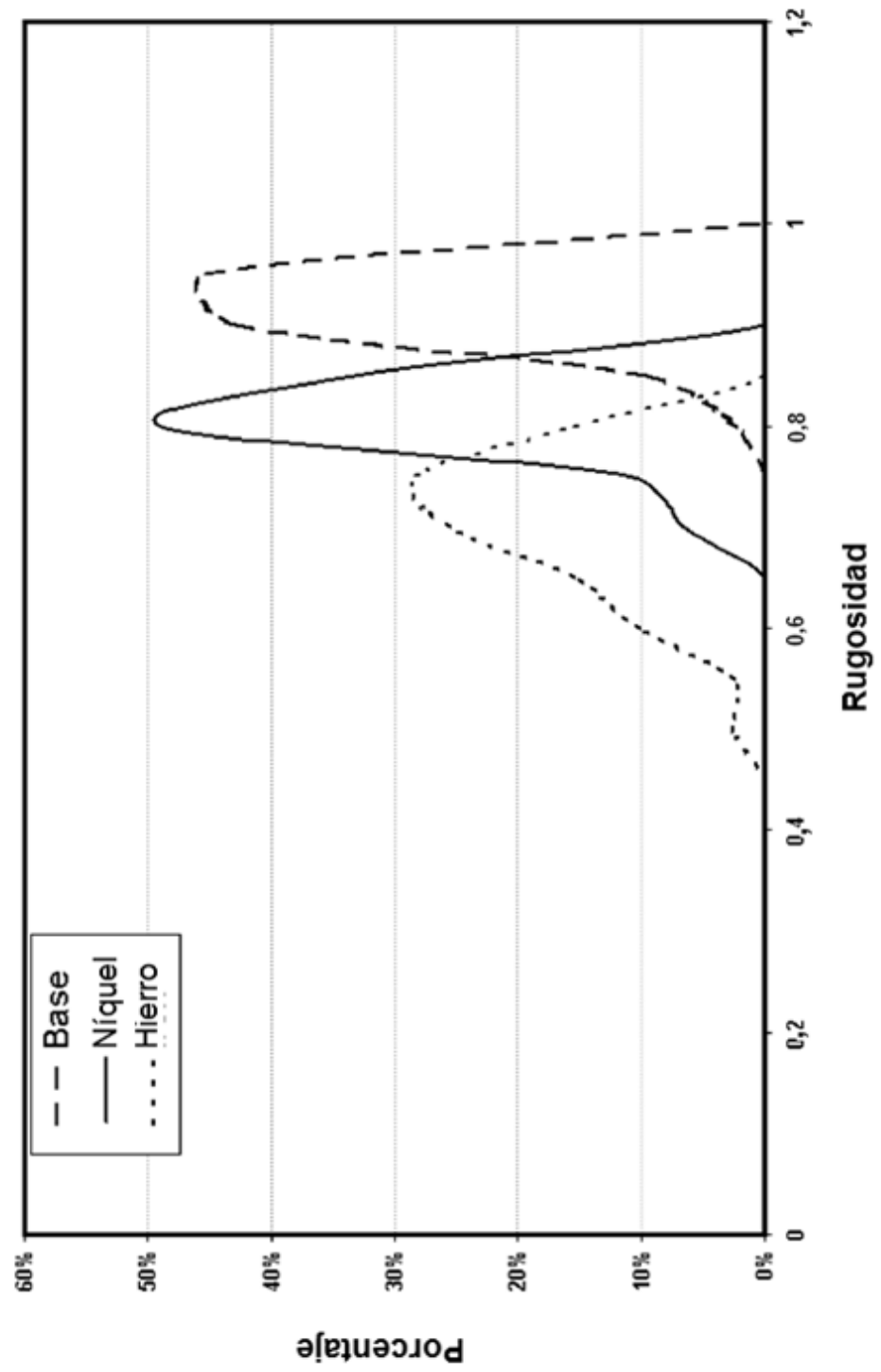


FIG. 4

Distribución de esfericidad del diamante de diamante 4-8 um

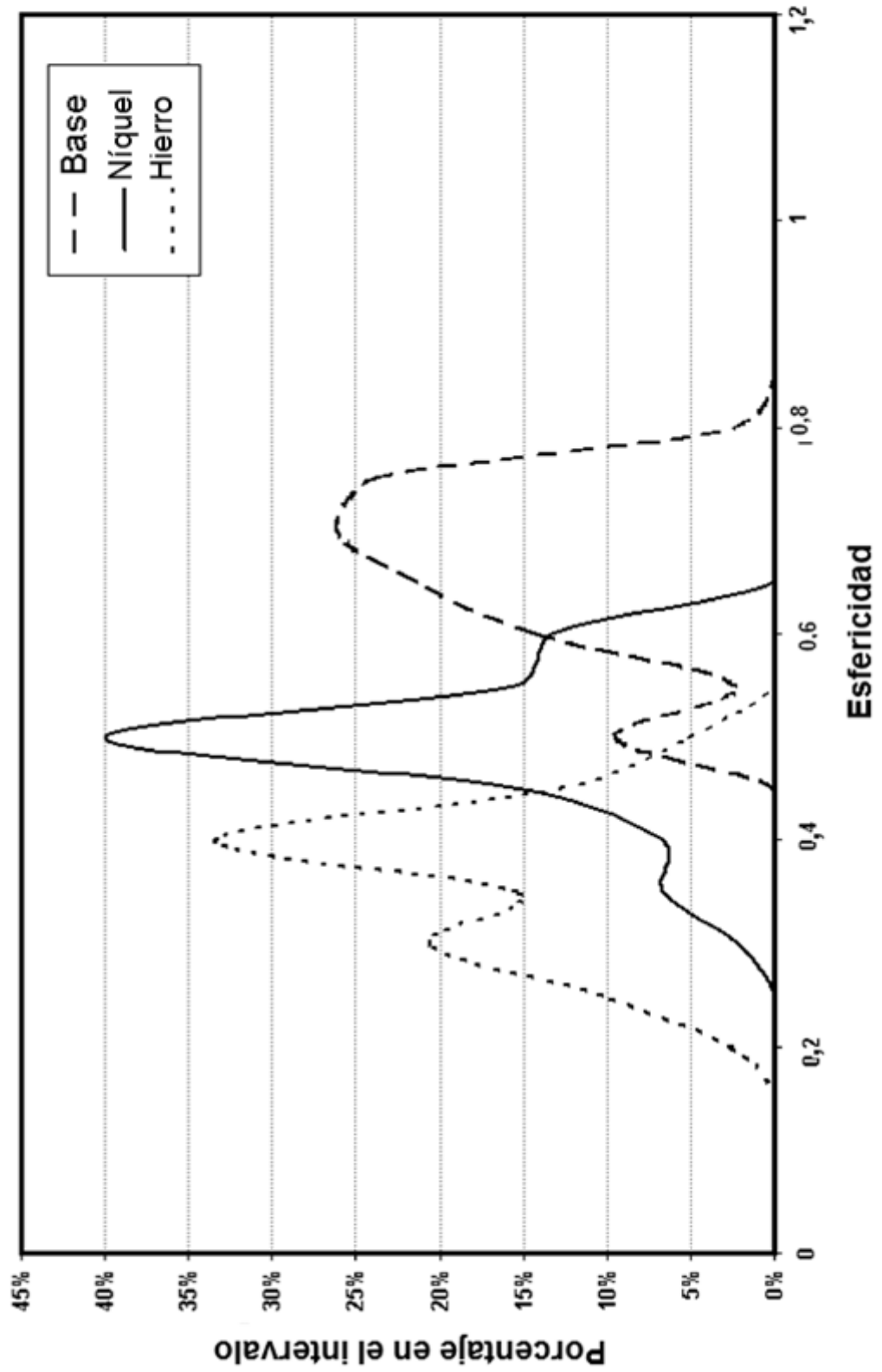
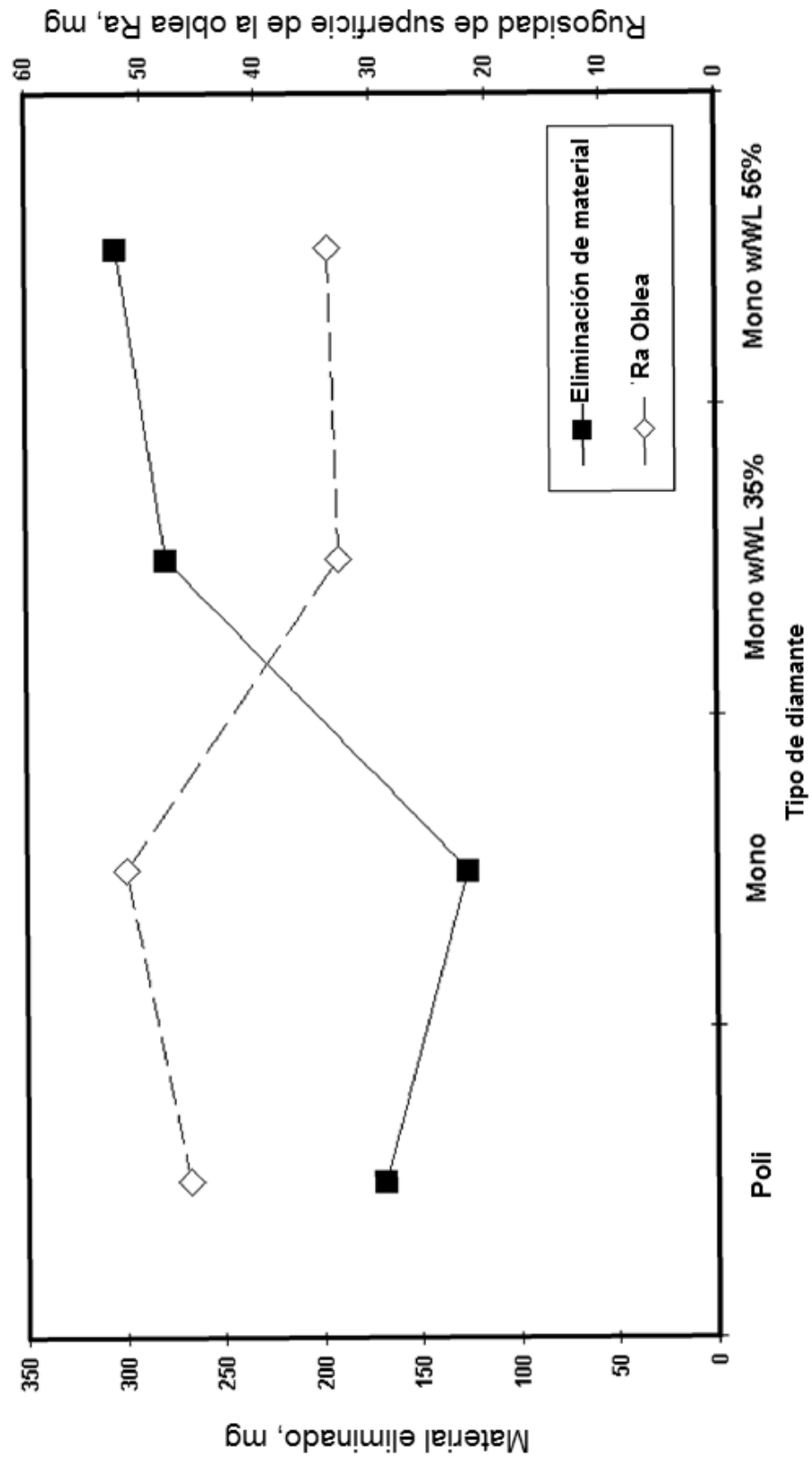


FIG. 5
Comparación de eliminación de material y rugosidad de superficie de la
oblea usando polvos de diamante de 4-8µm en suspensión para esmerilado
de obleas de zafiro



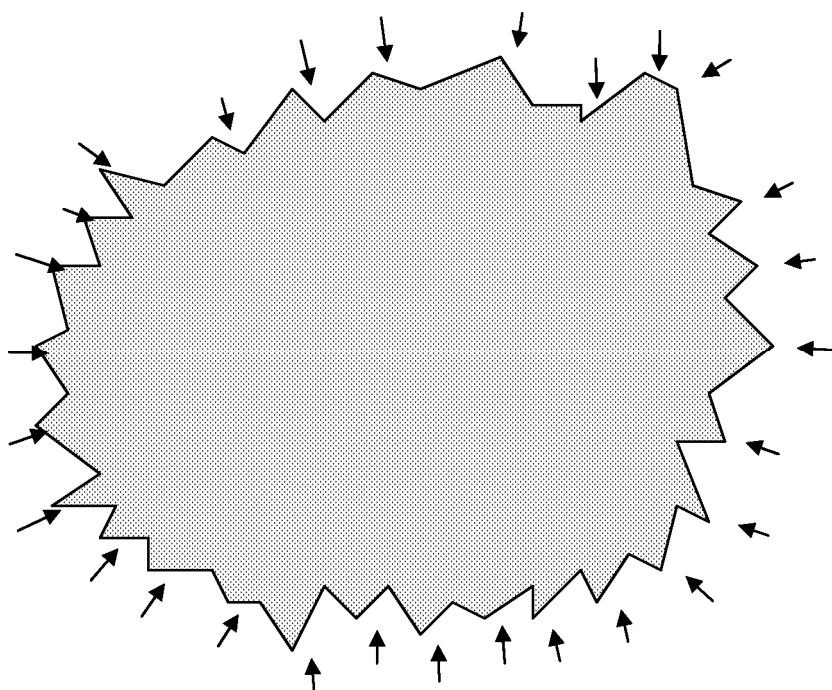


FIG. 6B

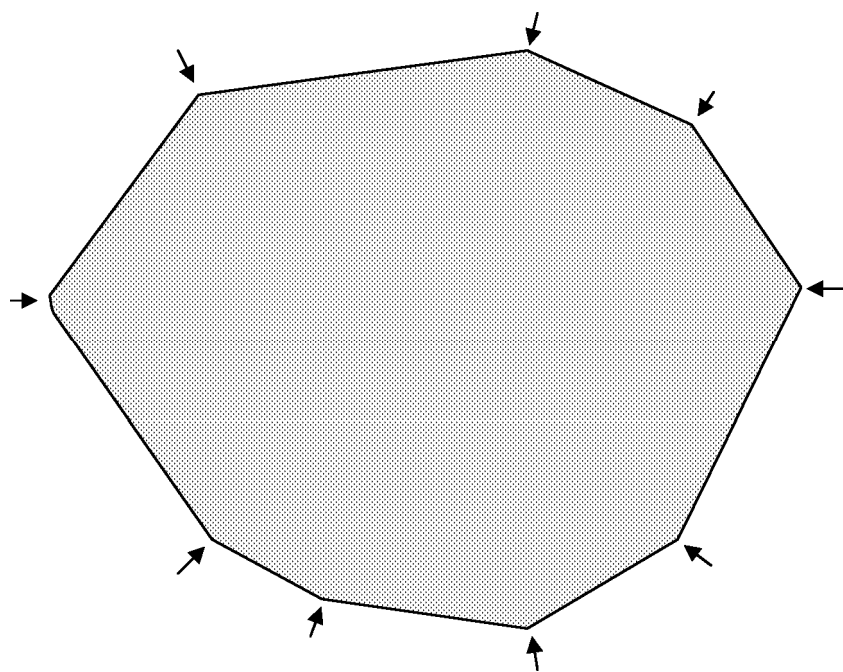


FIG. 6A

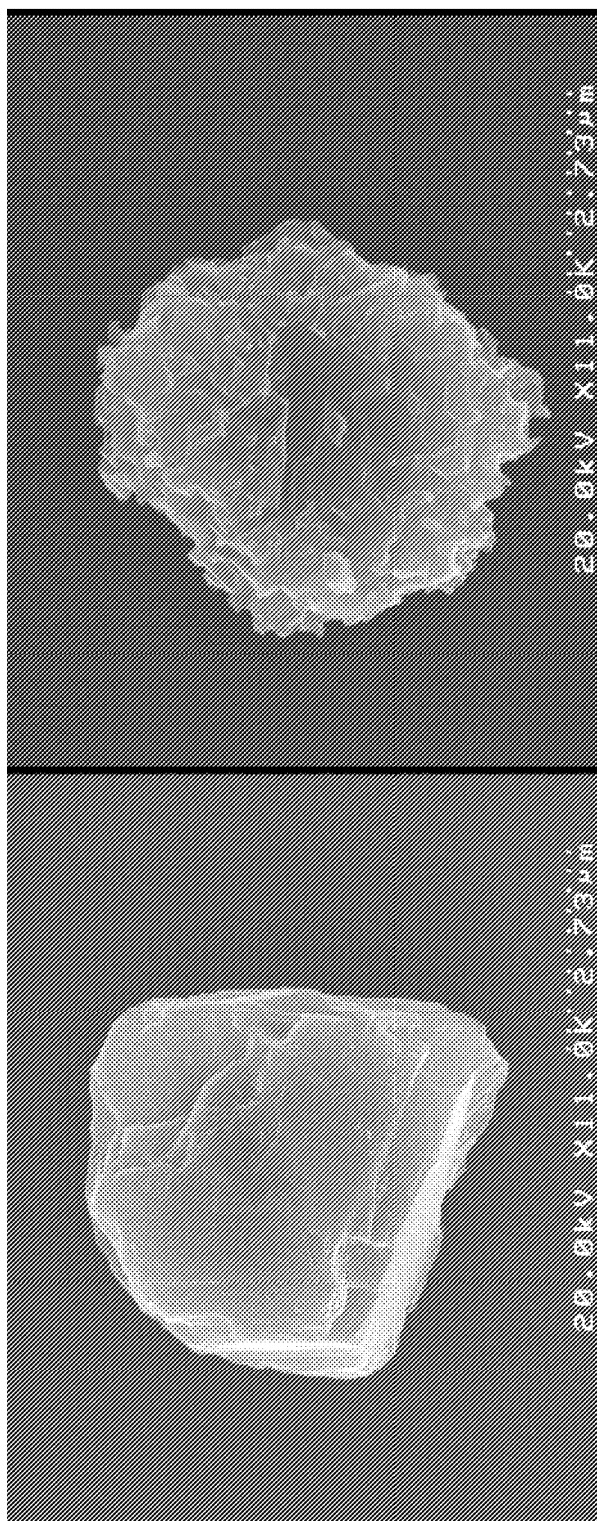


Fig. 7

Fig. 8

Fig. 9A

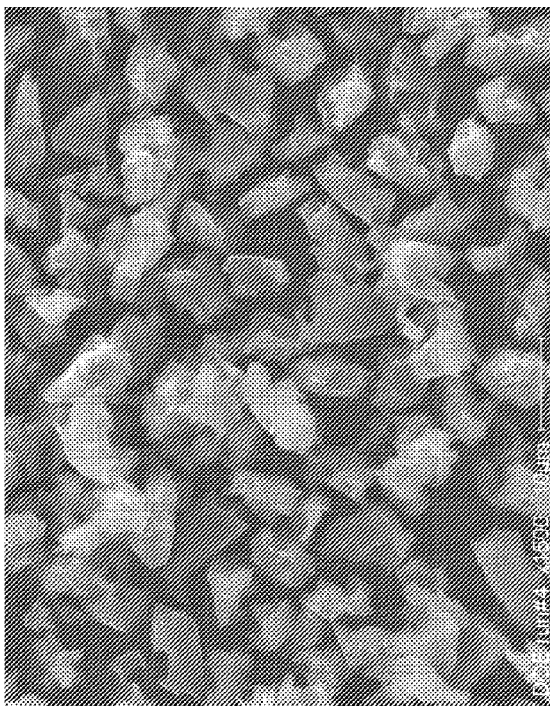


Fig. 9B

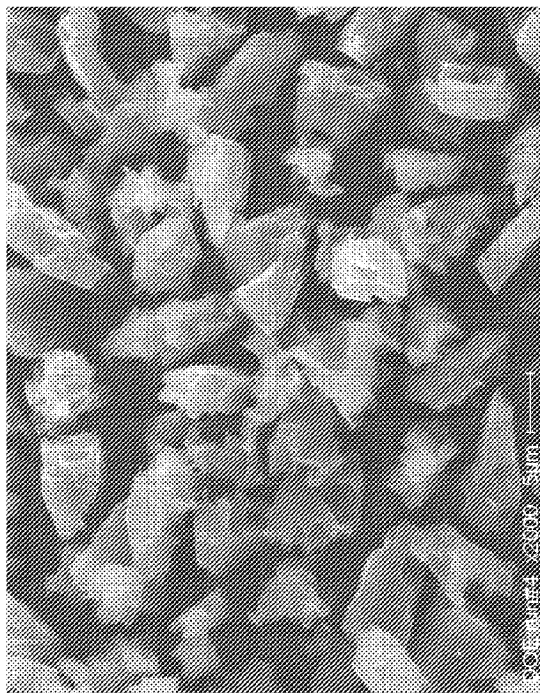


Fig. 9C

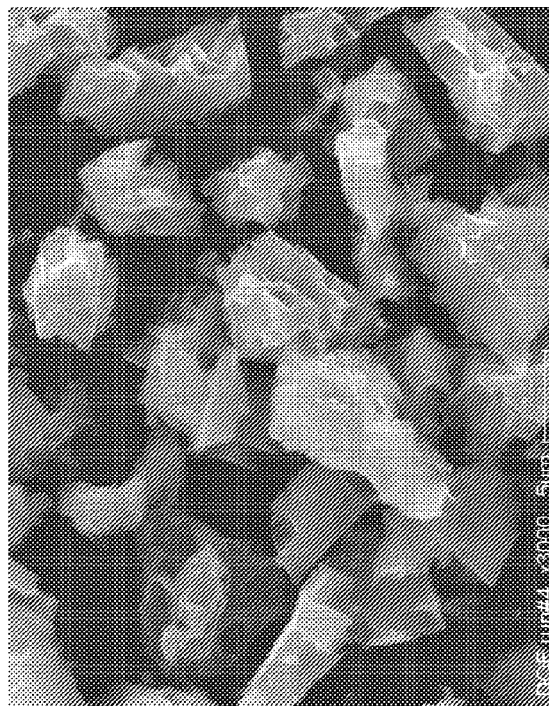


Fig. 9D

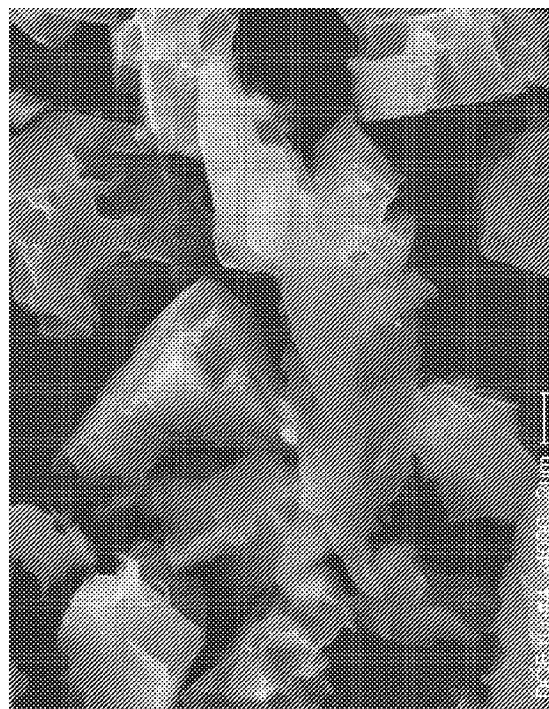


Fig. 10B

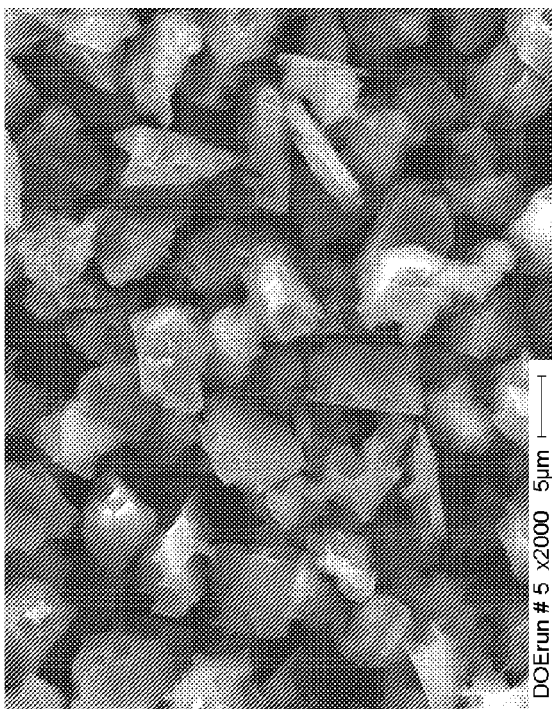


Fig. 10D

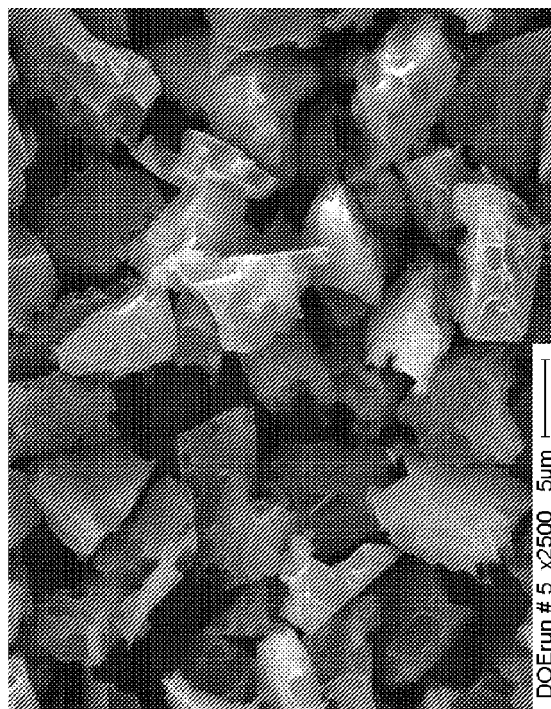


Fig. 10A

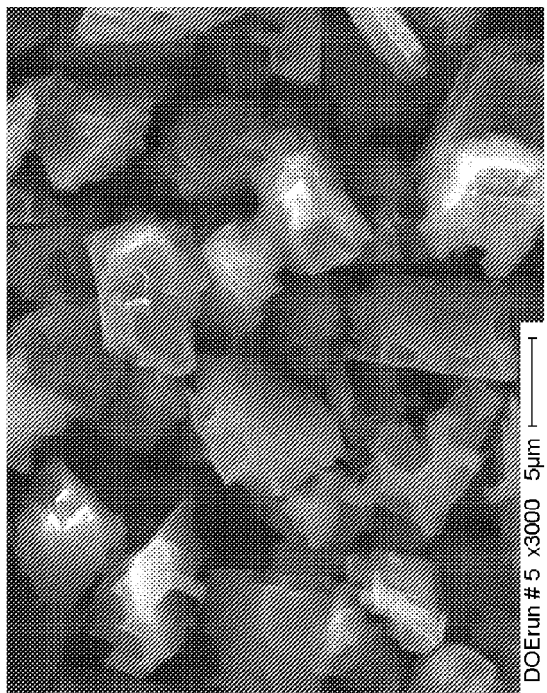


Fig. 10C

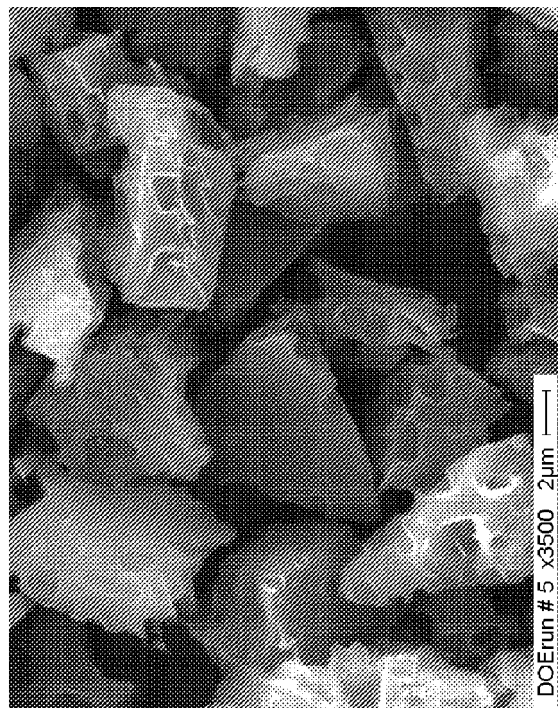


Fig. 11A

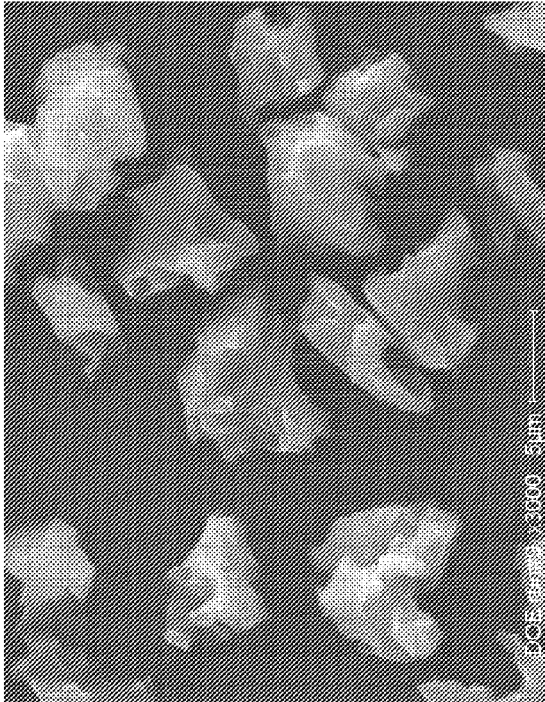


Fig. 11B

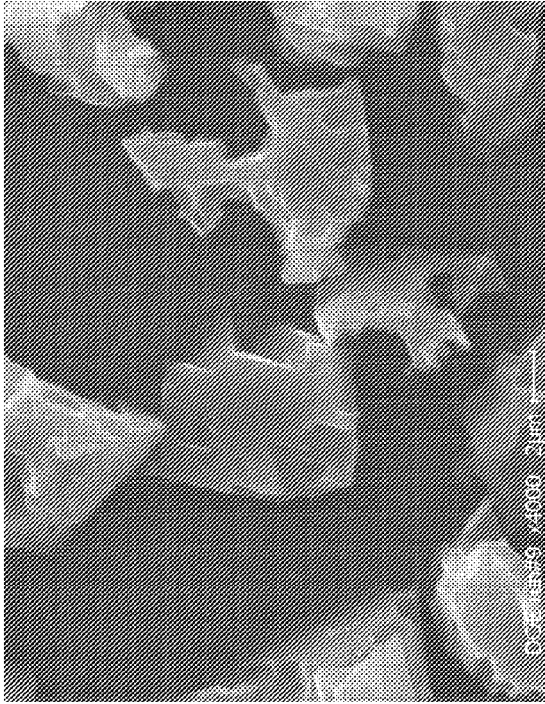


Fig. 11C

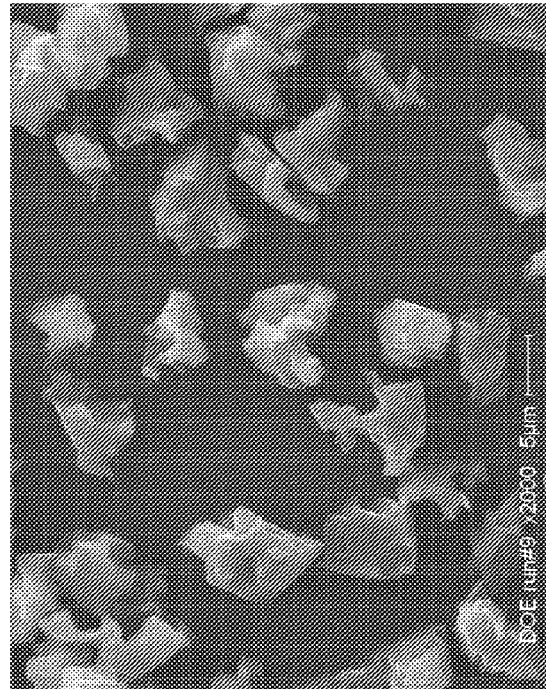
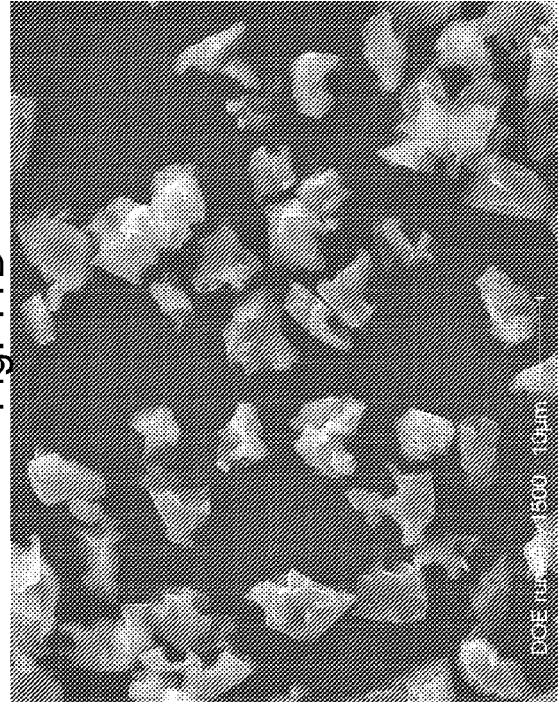


Fig. 11D



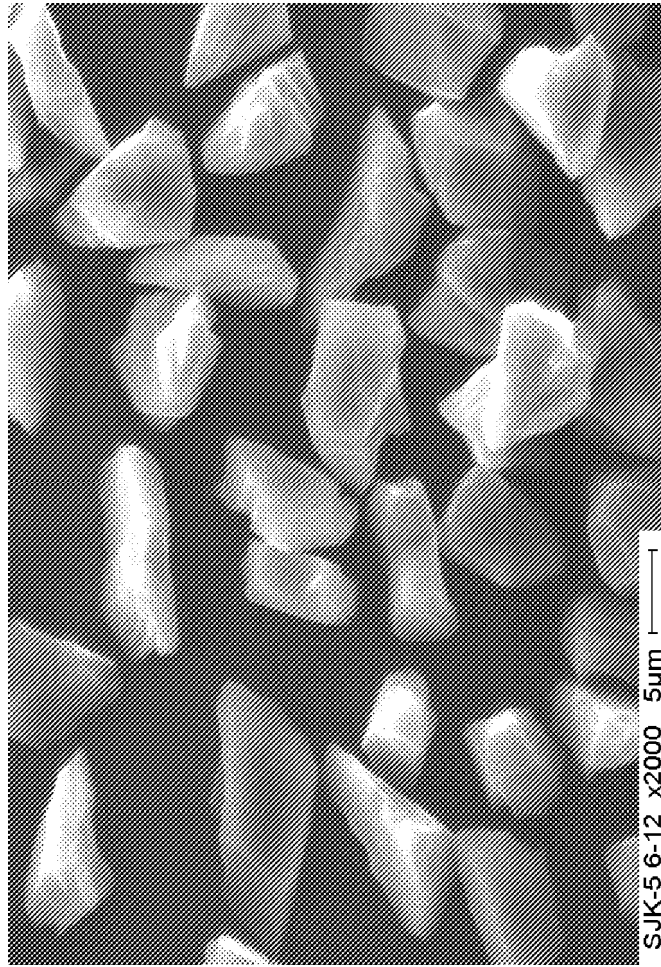


Fig. 12

Tabla 2

DOE Ejecución #	Tamaño inicial (μm)	Tamaño final (μm)	% pérdida de peso de diamante	Área (m^2/g)	Eliminación de material (mg)	Rugosidad	Esfericidad
8	9	8,6	15	0,45	148	0,89	0,64
7	9	8,47	23	0,5	132	0,82	0,54
6	9	8,56	25	0,53	146	0,79	0,5
3	9	8,74	30	0,62	150	0,79	0,48
11	9	8,57	36	0,48	160	0,84	0,56
5	9	7,72	45	0,76	191	0,67	0,34
9	9	7,87	53	0,78	179	0,62	0,26
4	9	7,83	61	0,88	207	0,69	0,34
Referencia	Mono	8,69	----	0,55	115	0,92	0,69
Referencia	POLI	8,07	----	1,7	250	0,83	0,6

FIG. 13

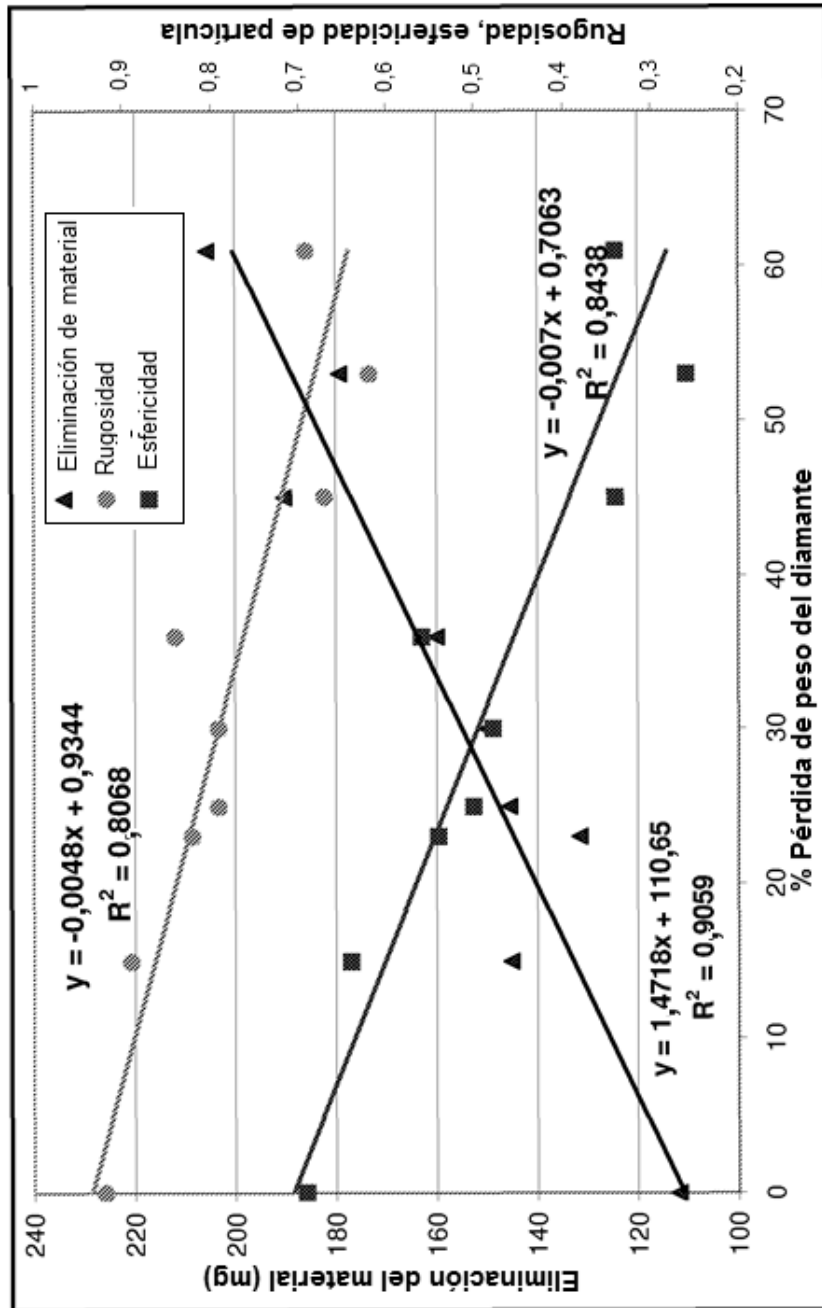


Fig. 14

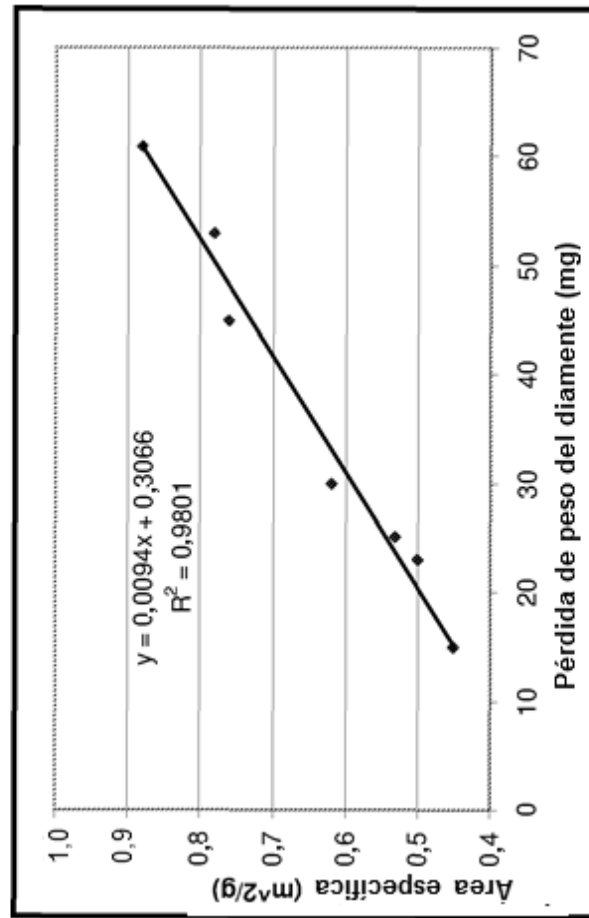


Fig. 15

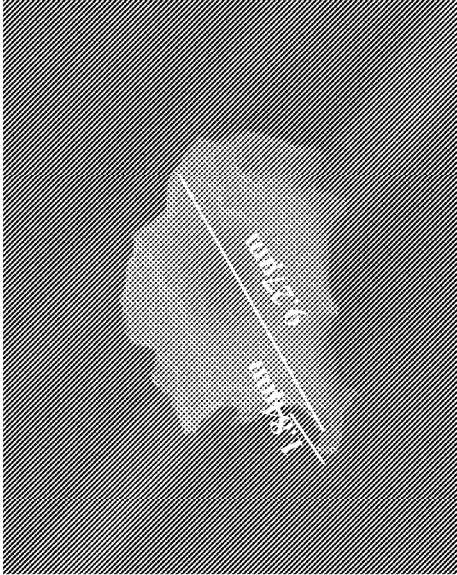


Fig. 17

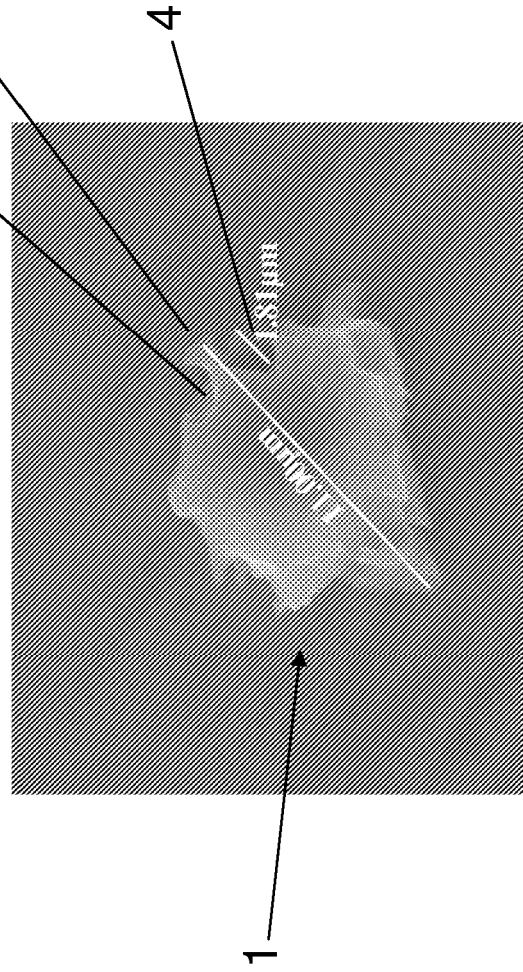


Fig. 19

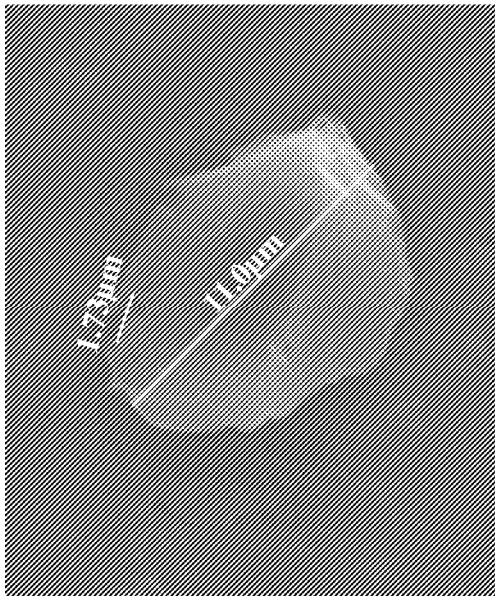


Fig. 16

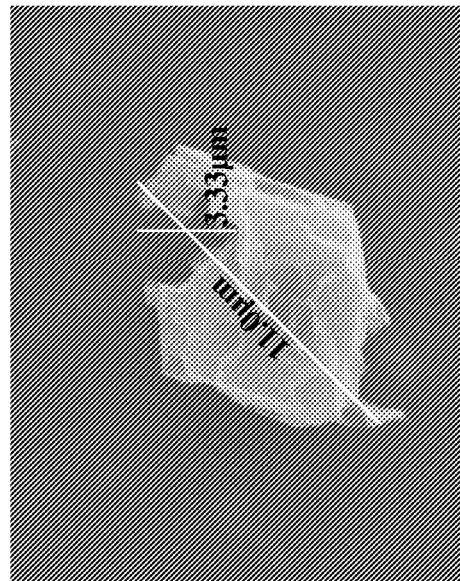


Fig. 18

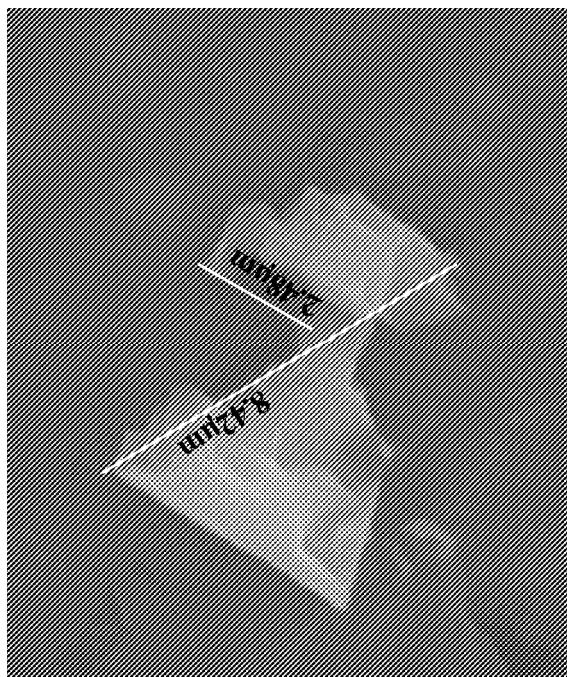


Fig. 21

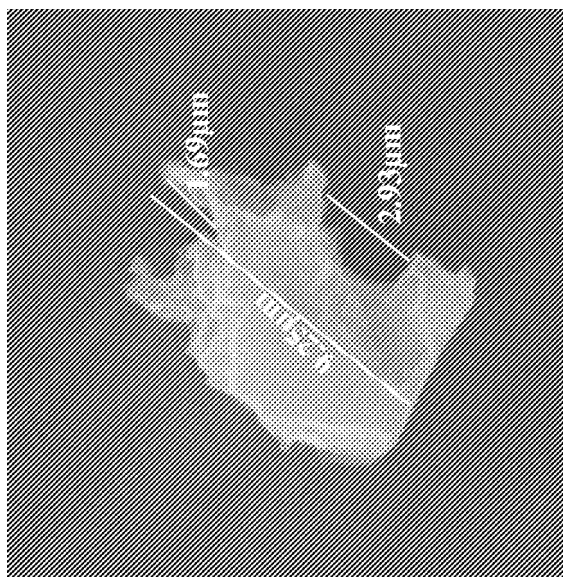


Fig. 20

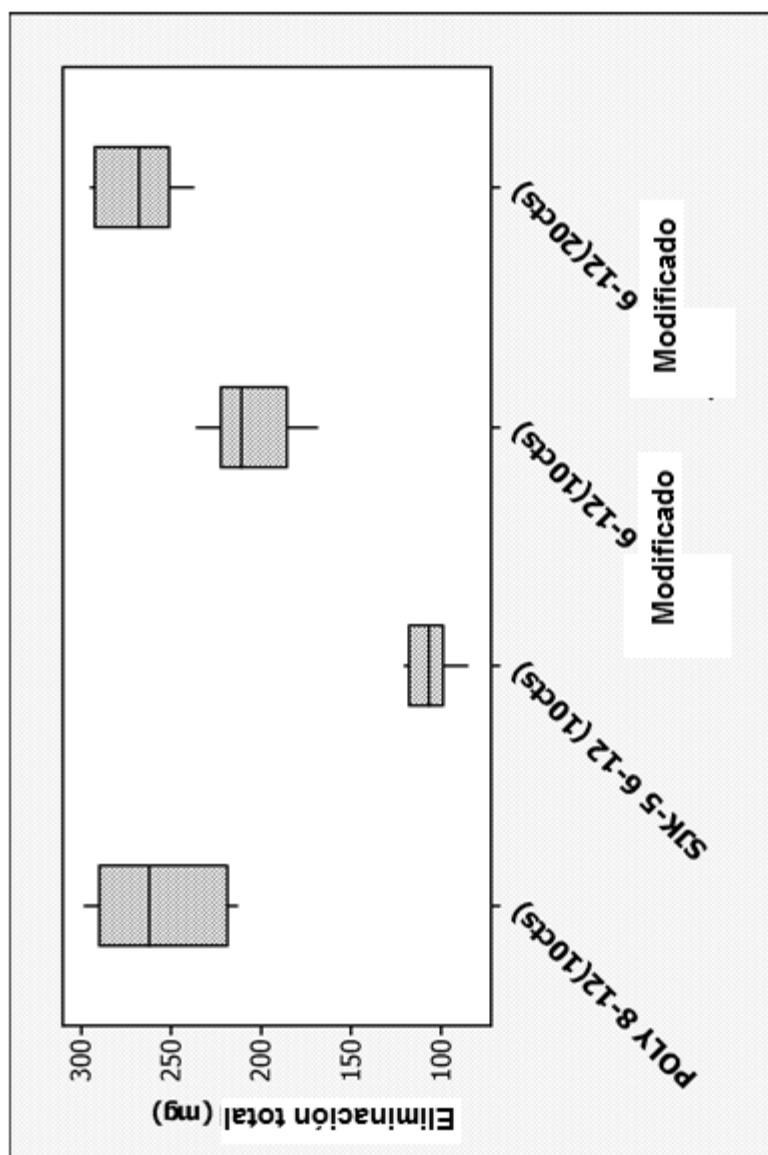
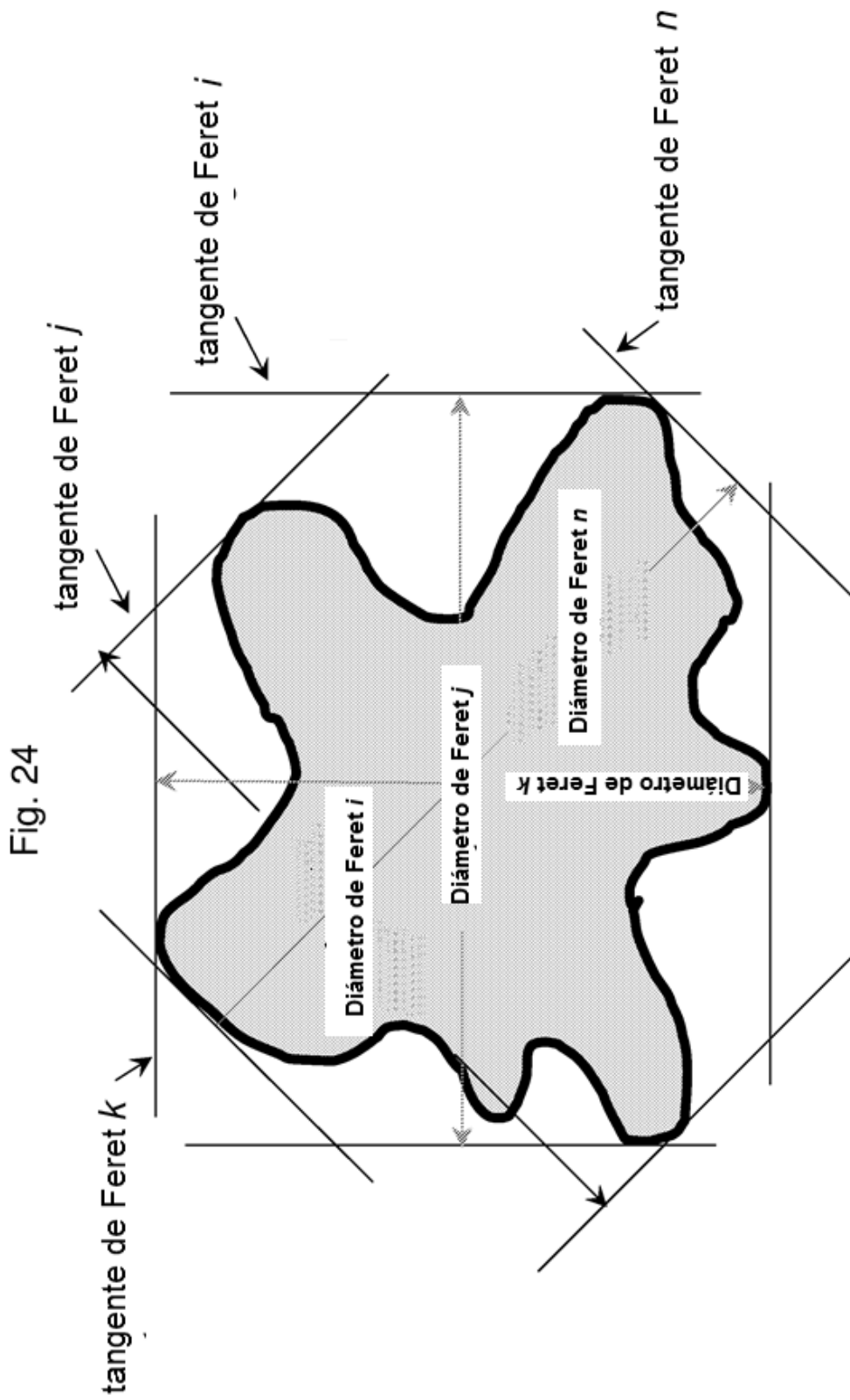


Fig. 22

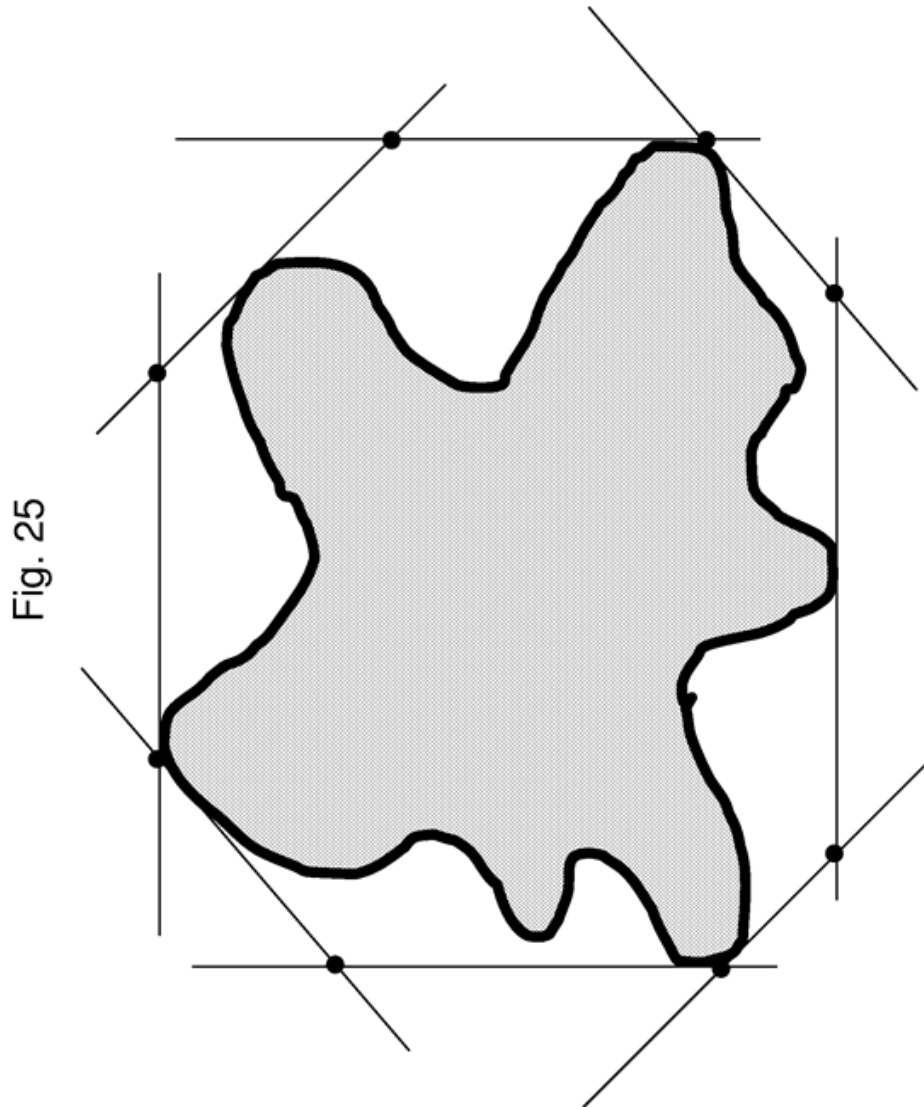
Tabla 3

Ejecución #	Temperatura °C	Tiempo (horas)	% Hierro (en peso)	% Diamante (en peso)	% Pérdida de peso de diamante
8	750	1	60	40	15
7	750	2	60	40	23
6	750	1	80	20	25
3	850	1	60	40	30
11	750	2	80	20	36
5	850	1	80	20	45
9	850	2	60	40	53

FIG 23

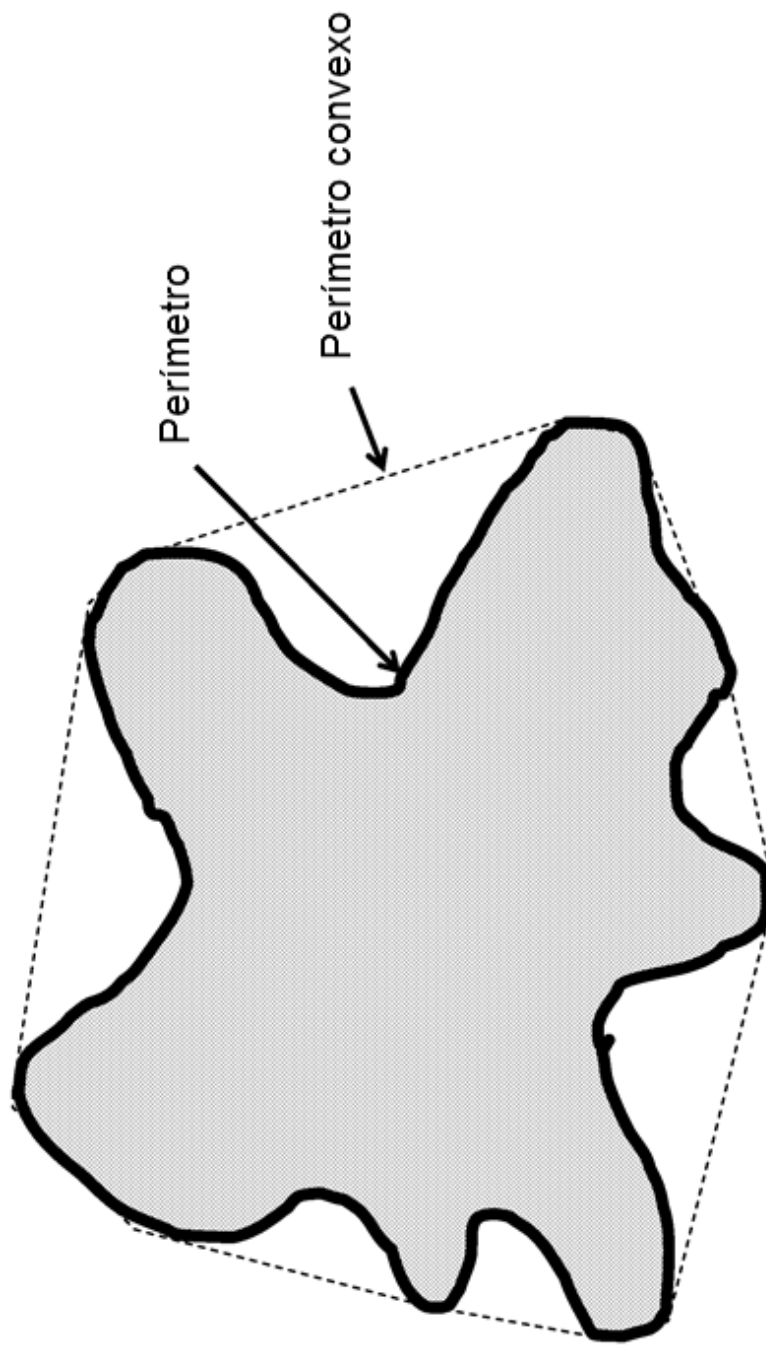


El diámetro de Feret se define como la distancia entre dos líneas paralelas que tocan el límite de un a imagen o perfil de partícula bidimensional



El perímetro convexo se forma a partir de la intersección de muchas líneas tangentes feret

Fig. 26



$$\text{Perímetro convexo} = \sum \text{Ferets } (2 \tan) \times \left[\frac{\pi}{2(\text{número de ferets})} \right]$$

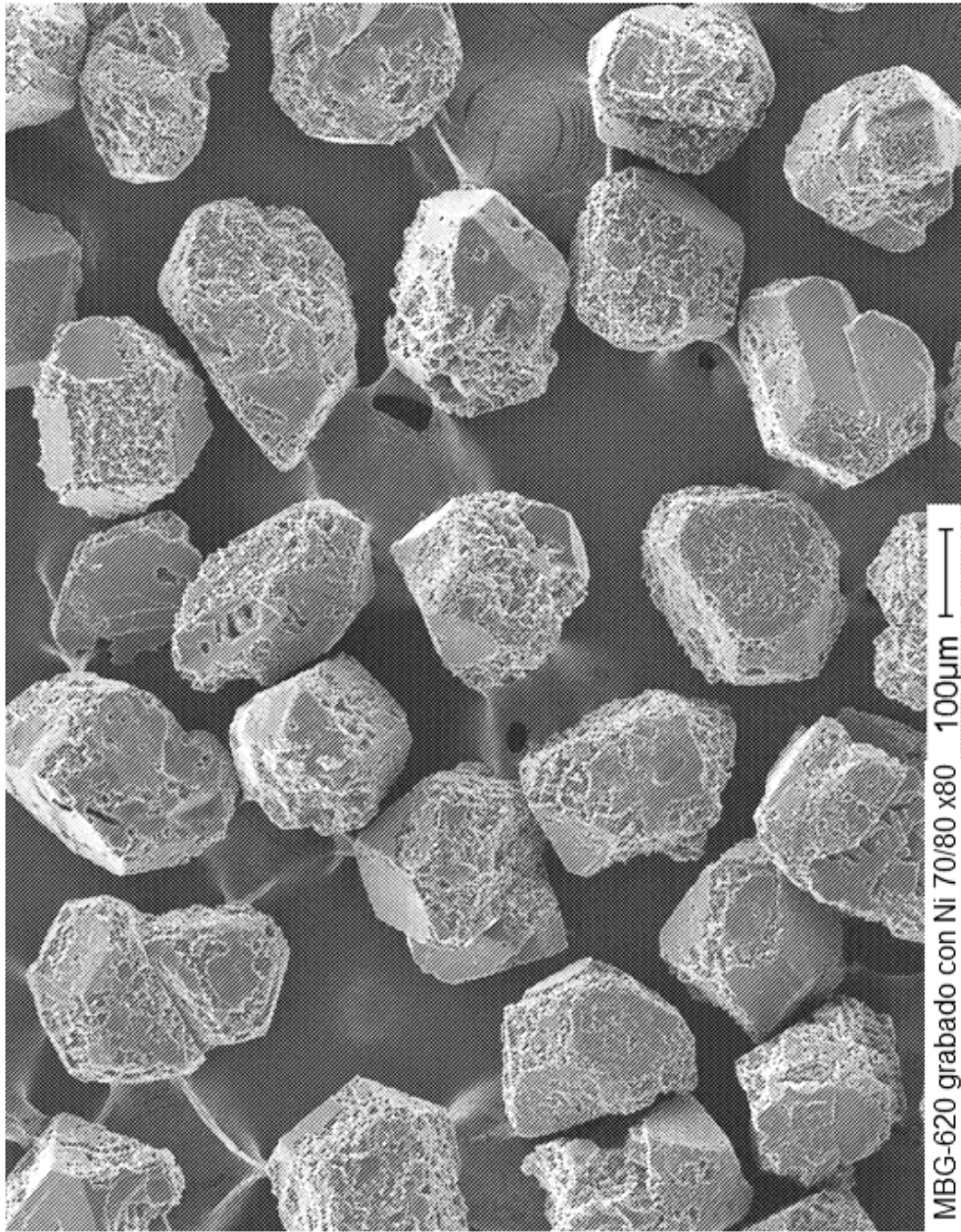


Fig. 27A

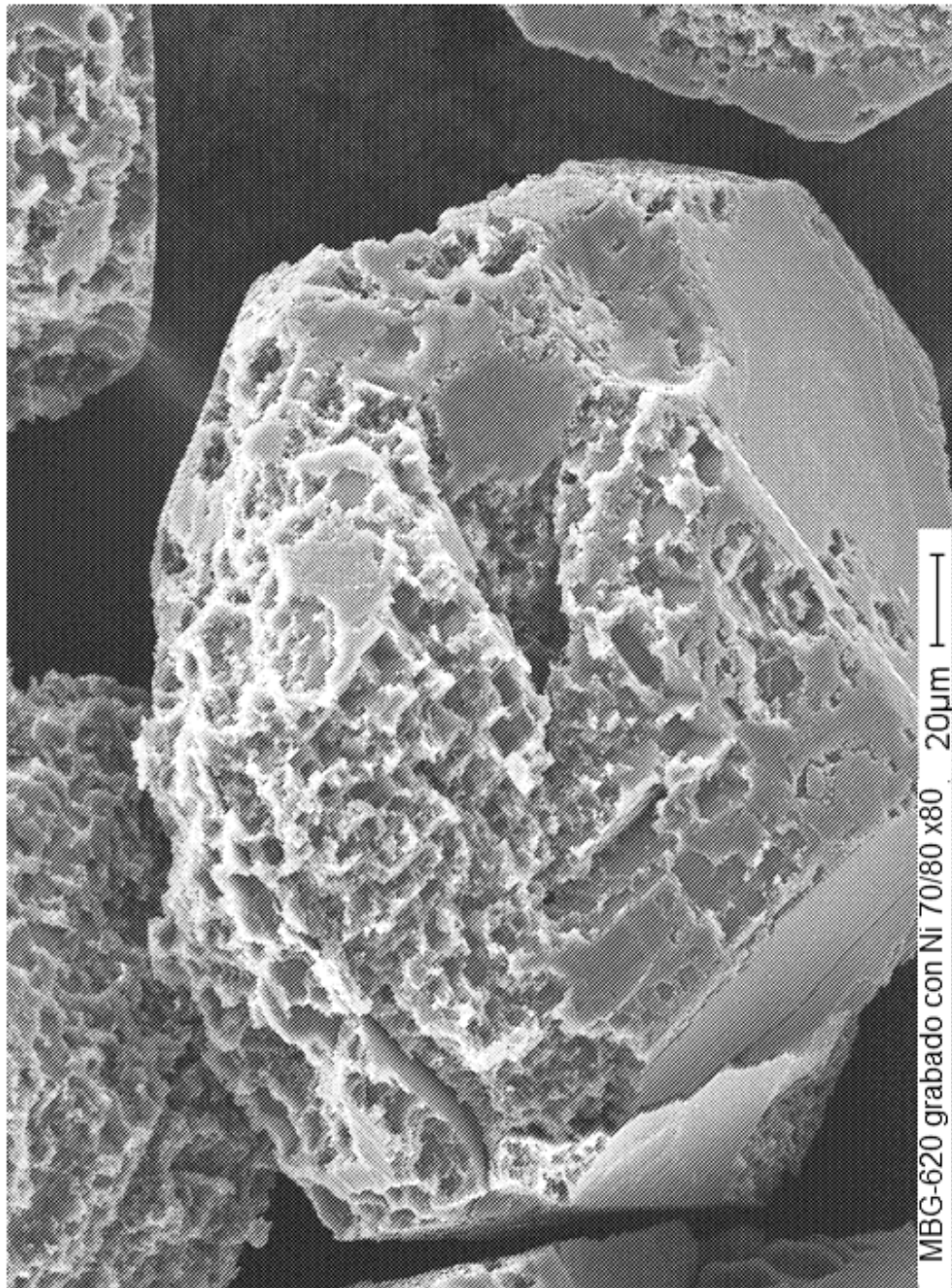


Fig. 27B