

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 531 101**

51 Int. Cl.:

B22F 3/10 (2006.01)

B22F 3/105 (2006.01)

B24D 3/10 (2006.01)

B24D 18/00 (2006.01)

C09K 3/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2009 E 09778698 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.11.2014 EP 2334455**

54 Título: **Sinterización por plasma de microondas**

30 Prioridad:

26.09.2008 IE 20080784

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

10.03.2015

73 Titular/es:

**WENDT GMBH (50.0%)
Niederlassung Hammeln / Branch Hameln Georg-
Wessel-Strasse 4
31789 Hameln, DE y
UNIVERSITY COLLEGE DUBLIN NATIONAL
UNIVERSITY OF IRELAND, DUBLIN (50.0%)**

72 Inventor/es:

**DOWLING, DENIS y
DENNIS, PETER, A.**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 531 101 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

Sinterización por plasma de microondas

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento para sinterizar partículas abrasivas, por ejemplo, polvos metálicos o de diamante para la utilización en superficies resistentes al desgaste/de pulido.

10 **Antecedentes de la técnica**

Las herramientas de corte y pulido superabrasivas son utilizadas en aplicaciones que comprenden desde el pulido de vidrio, la odontología, las perforaciones óseas (ortopedia), la mecanización de metales, la mecanización de material compuesto (aeronáutica), etc.

15 Los procedimientos de pulido tales como el pulido de superficies frontales utilizan típicamente una herramienta con una matriz sólida de partículas abrasivas CBN o diamante en una ligazón de metal, cerámica (vitrificada) o resina. Asimismo, las muelas adiamantadas están realizadas típicamente mediante una de entre varias técnicas de ligazón que incluyen: soldadura fuerte, ligazón de resina, ligazón de metal o ligazón vitrificada según la aplicación requerida.

20 En la ligazón vitrificada, muy utilizada en la producción de muelas para la industria automovilística, las partículas abrasivas con un ligante de cerámica son quemadas en un horno para alcanzar la fuerza de ligadura óptima. Una desventaja consiste en que este quemado puede prolongarse hasta 20-60 horas. Otra desventaja de dichas muelas es la fragilidad de las ligazones de cerámica, que convierten a estas muelas en menos adecuadas para herramientas sometidas a niveles de vibración elevados.

25 En la ligazón de metal, el calor es conducido más eficazmente que con los aglomerantes de resina, previniendo así el sobrecalentamiento de la muela. Las muelas ligadas con metal son asimismo más duras, lo que facilita la eficacia del pulido.

30 Las herramientas están disponibles como dos tipos: compuestos de diamante multicapa y capa de cristal única electrodepositada. El primero es obtenido ejerciendo presión sobre la mezcla de polvo de metal/abrasivo en un horno a temperaturas elevadas. Cuando es utilizada la elaboración por electrodeposición, se hace referencia a las mismas como "herramientas electrodepositadas". Esta herramienta se realiza mediante la electrodeposición de una
35 capa de níquel sobre un sustrato de acero con partículas de diamante ligadas. Generalmente, 50-70% del cristal es cubierto mediante la matriz de unión de níquel. Las ventajas de este procedimiento de fabricación de muela son principalmente la densidad elevada de las partículas de diamante y secundariamente la temperatura de electrodeposición baja, que no afecta al termotratamiento del acero, que lo anula o lo distorsiona. La estructura abierta y la topografía de una capa de pulido electrodepositada es habitualmente útil para alcanzar unos índices de
40 extracción más elevados.

Una de las desventajas de las herramientas electrodepositadas consiste en que puede ser utilizada solamente una
45 única capa de diamante sobre la herramienta. En segundo lugar esta vía no puede ser utilizada para diamantes por debajo de 5 μm , como los granos abrasivos que flotan literalmente sobre la superficie en el baño galvanoplástico. La retención de cristales deficiente es asimismo un problema debido a que son únicamente atrapados mecánicamente en la matriz de ligazón. Ya que la ligazón se desgasta por debajo de 50% o se aplica una presión pesada, el cristal de diamante puede desplazarse de la ligazón, reduciendo la duración de la muela. Con una densidad elevada de las partículas de diamante, la muela tiende a cargar y generar calor. Una exposición del cristal baja reduce la separación de virutas requerida para un corte rápido. Debido a que el nivel de ligazón es de 50-70% del diamante,
50 se expone muy poco al corte.

Asimismo, los problemas de fabricación aumentan al resultar más complicadas las piezas. Por ejemplo, en algunas formas complicadas las partículas de diamante pueden estar completamente cubiertas en una zona mientras
55 únicamente presentan un nivel bajo por ejemplo 15% de cristal cubierto en otra zona de la muela.

Otra técnica implica ejercer presión sobre el abrasivo/polvo de metal y calentar de manera inductiva la mezcla. Mientras que este procedimiento es rápido, la dificultad estriba en que la porosidad dentro de la muestra se pierde durante la acción de calentamiento. La porosidad es de una importancia clave para la acción de pulido.

60 Es asimismo conocido el quemado de microondas no basado en plasma, por ejemplo, como es divulgado en "Advances in High-Temperature Microwave Processing" Cheng J., Cherian K., International Journal of Thermal Technology, 8 de agosto, 2007.

65 Dana, USA (http://dana.mediaroom.com/index.php/press_releases/2008) aplican plasmas de microondas atmosféricos para la sinterización de polvos de metal para la utilización en la industria del automóvil.

E. L. Kerner y D.L. Johnson, Am. Ceram. Soc. Bull, 64(8), 1985, 1132-1136 divulgan el efecto de sinterización de un plasma de microondas sobre un polvo de metal de alúmina.

5 J.M. Lourenco, A.M. Maliska, A.N. Klein, J.L. Rene Muzart, Mater. Res. 7(2), Sao Carlos abril/junio de 2004 divulgan la sinterización de la cerámica en un plasma de descarga luminiscente. Los documentos US2006016805 y DE 4340652 se refieren a la utilización de calentamiento de resistencia y microondas combinados para la fabricación de componentes de cerámica y máquinas herramienta respectivamente.

10 El documento CN 1431167 divulga la sinterización por plasma de microondas de biocerámica.

El documento CN 1457062 divulga la fabricación de componentes de cerámica de ZnO utilizando una sinterización por microondas.

15 El documento DD248538 divulga la utilización de plasmas electrolíticos para la pulverización de partículas en la fabricación de herramientas de pulido.

El documento JP2005298892 divulga un tratamiento por láser para la sinterización local de cobalto que contiene carburo de tungsteno.

20 El documento US2006022386 divulga un sistema de chorro plasmático para la sinterización de polvos de titania y alúmina.

El documento US2006057016 divulga la mejora de la eficacia de una sinterización de chorro plasmático de microondas atmosférico utilizando un catalizador plasmático (nanopartículas de carbono, nanotubos, etc.).

25 El documento JP2004121305 divulga la adición de fósforo (0,1-15%) al níquel que es electrodepositado alrededor del diamante en una fresa dental.

30 El documento CA2214276 divulga la deposición de un diamante sobre fresas ortodónticas utilizando técnicas de deposición de vapor químico (CVD).

35 El documento CA2552934 describe la utilización de la sinterización por plasma de microondas de entre otras técnicas como una vía para la ligadura de diamante a un trépano de moletas cónico. El diamante policristalino es ligado al sustrato mediante por lo menos un procedimiento seleccionado de entre prensado en caliente, sinterización mediante corriente de plasma pulsada, prensadura isostática caliente, prensadura semiisostática, compactación omnidireccional rápida, compactación dinámica, compactación por explosión, extrusión de polvo, ligadura por difusión, sinterización por microondas, sinterización asistida por plasma, y sinterización por láser.

40 El documento DE 198 54 385 divulga un procedimiento para producir un artículo abrasivo, en el que una mezcla de partículas abrasivas y una matriz de unión de metal son depositadas y prensadas en una prensa para formar un cuerpo en crudo ("green"), a continuación dicho cuerpo en crudo es cargado en el interior de una cámara de plasma de microondas, la cámara es evacuada por lo menos parcialmente y el cuerpo verde es sinterizado en un plasma de microondas durante un periodo de tiempo.

45 **Sumario**

La presente invención proporciona un procedimiento para producir un artículo que presenta una superficie compuesta que incluye partículas abrasivas según la reivindicación 1.

50 Las reivindicaciones dependientes 2-15 describen unas formas de realización adicionales de la invención.

La presente invención se refiere a la utilización de tratamientos de plasma de microondas como un procedimiento de sinterización de superabrasivos de ligante metálico.

55 En particular, la invención proporciona un procedimiento que utiliza un plasma de microondas de baja presión para fabricar compuestos resistentes al desgaste/abrasivos (diamante) de ligantes metálicos.

60 En una aplicación del procedimiento el polvo de diamante es mezclado con un níquel fino o un polvo metálico comparable, una pieza es conformada ejerciendo presión en un molde y la pieza es sinterizada en un plasma de microondas a continuación.

65 Una aplicación de las herramientas producidas según la invención es el pulido de vidrio. Una segunda área de aplicación es la fabricación de fresas de pulido de diamante. Asimismo, los compuestos de diamante de ligante metálico producidos con la invención pueden ser utilizados como superficies resistentes al desgaste en la prospección petrolera y otras industrias.

El plasma de microondas permite que la producción de compuestos de diamante con ligante metálico con polvo de diamante inferior a 6 μm presente una porosidad controlada.

5 Las propiedades mecánicas superiores de los compuestos sinterizados por microondas facilitan la fabricación de utillaje abrasivo submilimétrico para el que existe una demanda creciente.

El procedimiento de fabricación es muy rápido y eficiente energéticamente, por ejemplo, 10 minutos en comparación con las 20 horas y más utilizando la tecnología de horno convencional para muelas vitrificadas.

10 Además de partículas de diamante, la invención puede ser asimismo utilizada con partículas abrasivas que incluyen nitruro de boro cúbico (CBN), carburo de tungsteno, carburo de silicio u óxido de aluminio.

Breve descripción del dibujo

15 Se describen a continuación varias formas de realización de la invención haciendo referencia a la figura 1 que es un diagrama esquemático de una cámara de tratamiento por plasma.

Descripción de las formas de realización preferidas

20 En un primer procedimiento ejemplificativo, se prepara una mezcla de polvos de níquel y diamante (preferentemente níquel revestido) y estos polvos son prensados a continuación utilizando una fuerza de presión baja para formar un cuerpo en crudo (objeto mantenido unido en basto). Este cuerpo es sinterizado a continuación durante un periodo de tiempo de 5 a 15 minutos en un plasma de microondas. La fuerza de ligadura de metal que mantiene los diamantes en su lugar puede ser controlada modificando las condiciones de tratamiento de plasma.

25 Típicamente, este procedimiento puede ser utilizado para fabricar inserciones de pulido a base de compuesto de diamante metal/superabrasivo.

30 Para las superficies resistentes al desgaste duros, un polvo de abrasivo revestido con metal y de metal tal como el descrito para el primer procedimiento ejemplificativo es prensado utilizando una fuerza de presión superior para formar un cuerpo "crudo" más denso que el requerido para los segmentos de pulido. Este cuerpo es sinterizado a continuación durante 10 a 15 minutos utilizando unas potencias de microondas superiores y el compuesto resultante es considerablemente más denso que el utilizado para las inserciones de pulido. Debido a su porosidad reducida y abrasivo ligado fuertemente una aplicación potencial consiste en la utilización de estas superficies para aumentar la resistencia al desgaste. Una aplicación potencial es como una superficie resistente al desgaste sobre unos componentes industriales utilizados en entornos agresivos tales como en la prospección de petróleo. Otra aplicación podría ser para la utilización como punta en las sierras de diamante.

35 En un proceso ejemplificativo adicional, las mezclas de polvo de abrasivos revestidos de metal y de metal pueden ser ligadas sobre los sustratos tales como el acero inoxidable y quemadas a continuación en el plasma de microondas para producir una capa revestida. Este revestimiento puede proporcionar protección contra el desgaste del material de sustrato o puede ser utilizado como una superficie abrasiva para operaciones de pulido o corte. Una aplicación potencial es una fresa de pulido que puede ser utilizada en detrimento de las fresas fabricadas utilizando tecnología de electrodeposición.

40 En un proceso ejemplificativo adicional, las mezclas de polvo de abrasivos revestidos de metal y de metal pueden ser ligadas sobre los sustratos tales como el acero inoxidable y quemadas a continuación en el plasma de microondas para producir una capa revestida. Este revestimiento puede proporcionar protección contra el desgaste del material de sustrato o puede ser utilizado como una superficie abrasiva para operaciones de pulido o corte. Una aplicación potencial es una fresa de pulido que puede ser utilizada en detrimento de las fresas fabricadas utilizando tecnología de electrodeposición.

45 Puede utilizarse un proceso en dos etapas cuando se desea producir una pieza conformada compuesta con ligazón de metal/superabrasivo. En una primera etapa, la mezcla de polvo es preparada y prensada. La pieza prensada es quemada a continuación utilizando un plasma de microondas a una potencia relativamente baja. La pieza es extraída a continuación y conformada utilizando una tecnología de mecanizado convencional cuando se encuentra en el estado semiquemado. Tras el conformado, el compuesto es quemado de nuevo a una potencia superior para producir una pieza compuesta resistente al desgaste conformada densa. Una aplicación de esta tecnología podría ser para la producción de fresas con "cabezales" complejos geoméricamente.

50 Más particularmente, cada uno de estos procedimientos puede incluir preparar una mezcla de polvo de diamante con un polvo de níquel fino ($\sim 1 \mu\text{m}$), prensar la pieza en un molde y disponer a continuación la pieza prensada en un plasma de microondas de hidrógeno a baja presión, por ejemplo aproximadamente 20 mBar. Debe apreciarse que se utiliza el hidrógeno como un gas reductor en la forma de realización, sin embargo en unas puestas en práctica alternativas, pueden utilizarse gases inertes tales como el nitrógeno o el argón, o mezclas de dichos gases y gases reductores. El níquel funde parcialmente y fluye en el plasma sobre los granos de diamante para formar un ligante fuerte que mantenga los granos unidos.

55 Una ventaja significativa de este procedimiento consiste en que el quemado requiere prolongarse no más de 10 a 15 minutos en el plasma en comparación con las 25 a 30 horas a temperaturas superiores a 1.000°C en un horno. La ductilidad a la rotura del compuesto producido, como se determina utilizando las pruebas Instron, se ha descubierto que resulta similar o superior a la de los segmentos vitrificadas producidos comercialmente. Los compuestos

65

tratados con plasma se ha descubierto sin embargo que presentan el doble de ductilidad a la rotura de los compuestos similares formados mediante fusión parcial del níquel en un horno de atmósfera controlada.

A continuación se exponen más aplicaciones particulares:

5 Superficie de pulido suave

10 Son mezclados una mezcla de 50/50 en peso de polvo de níquel INCO de tipo T110 y diamante revestido de níquel de 55% en peso utilizando un molino de bolas Turbula durante 80 minutos. Es prensada a continuación una parte de la mezcla utilizando una prensa no axial y una matriz adecuada. Con el fin de producir un cuerpo en crudo con propiedades adecuadas para la producción de una superficie de pulido suave la muestra es prensada hasta 150 Mpa. La forma prensada es transferida al reactor de plasma por antena circunferencial (CAP) y dispuesta en la cámara de microondas ventilada. La cámara es evacuada a continuación hasta menos de 0,1 mbar. Cuando la cámara ha sido evacuada se permite la introducción del hidrógeno en el interior de la cámara. Se permite que la presión en la cámara alcance 20 mbar y utilizando una válvula de control de la presión no se permite que la presión supere este valor. Una vez se ha estabilizado la presión en la cámara a 20 mbar, el generador de microondas es activado y aumenta la potencia hasta una salida en el intervalo de 1,9 kW a 3,5 kW como apropiado. Estos ajustes son mantenidos durante 10 minutos tras los cuales se desactiva la fuente de microondas y se cierra el flujo de hidrógeno. Se evacúa la cámara y se permite el enfriamiento durante 5 minutos. Tras este periodo de enfriamiento se extrae el compuesto de la cámara de microondas.

25 El cuerpo resultante presenta unas propiedades adecuadas para su utilización como una inserción de máquina de pulido. Estas propiedades se refieren a que el material de matriz que mantiene los diamantes en su lugar experimenta desgaste a aproximadamente la misma velocidad que los diamantes que se pierden, permitiendo así la renovación de la superficie de pulido.

Superficie resistente al desgaste dura

30 Se mezclan una mezcla de 50/50 en peso de polvo de níquel INCO de tipo T110 y diamante revestido de níquel de 55% en peso utilizando un molino de bolas Turbula durante 80 minutos. Un parte de la mezcla se prensa a continuación utilizando una prensa no axial y una matriz adecuada. Con el fin de producir un cuerpo en crudo con las propiedades adecuadas para la producción de una superficie resistente al desgaste dura, la muestra es prensada hasta 350 MPa. La forma prensada es transferida a una máquina de plasma por antena circunferencial y dispuesta en la cámara de microondas ventilada. Se evacúa la cámara a continuación a menos de 0,1 mbar. Se permite la introducción del hidrógeno en la cámara cuando la cámara ha sido evacuada. Se permite que la presión en la cámara alcance 20 mbar, y utilizando una válvula de control de la presión no se permite que la presión supere este valor. Una vez se ha estabilizado la presión en la cámara a 20 mbar se activa el generador de microondas y aumenta la potencia hasta una salida en el intervalo de 1,9 kW a 3,5 kW como adecuado. Estos ajustes son mantenidos durante 2 minutos tras los cuales aumenta la potencia de microondas 50%. Estos ajustes son mantenidos durante 3 minutos tras los cuales aumenta la potencia de microondas otro 50% de la salida original. Estos ajustes son mantenidos durante 5 minutos tras los cuales se desactiva la fuente de microondas y se cierra el flujo de hidrógeno. Se evacúa la cámara y se permite el enfriamiento durante 5 minutos. Tras este periodo de enfriamiento se extrae el compuesto de la cámara de microondas.

45 El cuerpo resultante presenta unas propiedades adecuadas para la utilización como superficie resistente al desgaste. Estas propiedades se refieren a que el material compuesto formado no experimenta desgaste cuando es expuesto a condiciones ambientales agresivas.

Tecnología de revestimiento

50 Se disponen una mezcla de 50/50 en peso de polvo de níquel INCO de tipo T110 y diamante revestido de níquel de 55% en peso en un recipiente de mezclamiento adecuado. Para la utilización con sustratos de acero inoxidable, se añade 0,2% de carbono a la mezcla y se mezcla el contenido del recipiente utilizando un molino de bolas Turbula durante 80 minutos. Se prensa a continuación una parte de la mezcla sobre un sustrato para formar una capa de cuerpo en crudo cohesionada. Una aproximación particular para preparar una superficie de carburo cementado o metal antes de aplicar el compuesto de níquel/diamante comprende el microtratamiento con chorro de la superficie. Esto implica bombardear la superficie con una corriente accionada neumáticamente de partículas, algunas de las cuales se adhieren para producir una capa a través de una ligazón mecanoquímica. Existe una gama de técnicas de microtratamiento con chorro diferentes disponibles tales como el procedimiento ROCATEC desarrollado por 3M; y como es divulgado en el documento WO 2008/033867 de Enbio. Estos tratamientos mecanoquímicos producen una capa superabrasiva/de metal ligada de manera relativamente débil que puede ser sinterizada a continuación utilizando la técnica de microondas.

65 La carga de presión depende del diseño de la matriz y de las propiedades de revestimiento requeridas. El material de sustrato y el revestimiento prensado son transferidos a la máquina de plasma por antena circunferencial y dispuestos en la cámara de microondas ventilada. La cámara se evacúa a continuación a menos de 0,1 mbar.

5 Cuando la cámara ha sido evacuada se permite el paso del hidrógeno al interior de la cámara. Se permite que la presión en la cámara alcance 20 mbar y utilizando una válvula de control de la presión no se permite que la presión supere este valor. Una vez se ha estabilizado la presión en la cámara a 20 mbar se activa el generador de microondas y aumenta la potencia hasta una salida en el intervalo de 1,9 kW a 3,5 kW como adecuado. Estos ajustes son mantenidos durante 10 minutos tras los cuales se desactiva la fuente de microondas y se cierra el flujo de hidrógeno. Se evacúa la cámara y se permite su enfriamiento durante 5 minutos. Tras este periodo de enfriamiento se extrae el compuesto de la cámara de microondas.

10 Este revestimiento puede proporcionar protección contra el desgaste del material de sustrato o puede ser utilizado como una superficie abrasiva para las operaciones de pulido.

Proceso de pulido en dos etapas

15 Se mezclan una mezcla de 50/50 en peso de polvo de níquel INCO de tipo T110 y 55% en peso de diamante revestido de níquel utilizando un molino de bolas Turbula durante 80 minutos. Se prensa una parte de la mezcla utilizando una prensa no axial y una matriz adecuada. Con el fin de producir un cuerpo en crudo con unas propiedades adecuadas para la producción de una superficie de pulido suave la muestra es prensada hasta 150 Mpa. La forma prensada es transferida a la máquina de plasma por antena circunferencial y dispuesta en la cámara de microondas ventilada. La cámara es evacuada a continuación hasta menos de 0,1 mbar. Cuando la cámara ha sido evacuada se permite el paso del hidrógeno al interior de la cámara.

20 Se permite que la presión en la cámara alcance 20 mbar y utilizando una válvula de control de la presión no se permite que la presión supere este valor. Una vez se ha estabilizado la presión en la cámara a 20 mbar se activa el generador de microondas y aumenta la potencia hasta una salida en el intervalo de 1,9 kW a 3,5 kW como adecuado. Se mantienen estos ajustes durante 2 minutos tras los cuales se desactiva la fuente de microondas y se cierra el flujo de hidrógeno. Se evacúa la cámara y se permite el enfriamiento durante 2 minutos. Tras este periodo de enfriamiento se extrae el cuerpo en crudo de la cámara de microondas.

25 En este momento el cuerpo en crudo presenta unas propiedades mecánicas que permiten la mecanización o el conformado del cuerpo. El cuerpo en crudo mecanizado puede ser sinterizado completamente disponiéndolo en el interior de la cámara de microondas ventilada y tratándolo como anteriormente con la excepción de que la potencia plasmática es mantenida en el intervalo de 1,9 kW a 3,5 kW a lo largo de 10 minutos.

30 Se ha apreciado que para los tamaños de diamante en el intervalo 6-12 µm, 10-20 µm, 20-30 µm, 46 µm & 54 µm, las muestras que contienen los polvos de diamantes mayores parecen presentar más defectos superficiales en comparación con los producidos con el abrasivo menor. Una posible explicación consiste en el efecto de unión reducido del polvo de matriz de níquel T110 cuando es utilizado con tamaños de diamantes superiores.

35 Para su análisis, se realizan los ensayos de muestra única utilizando polvos de diamantes revestidos con níquel de 54 µm con los polvos de níquel INCO T123 y T255. Ambos polvos presentan una geometría similar a una aguja. Los T123 presentan un intervalo de tamaño de partículas de 3,0-7,0 µm en una forma particulada en polvo y los T255 presentan un intervalo de 2,2-2,8 µm en una forma similar a una cadena. En contraste los T110 son descritos como un polvo filamentosos con un tamaño de partículas de aproximadamente 1,0 µm. Se descubre que el polvo T123 se realiza de manera deficiente con un agrietamiento significativo de las muestras crudas durante la eyección. El polvo T255 se realiza bien y parece conducir a una muestra más espesa, es decir, menos densa.

40 Se realizan otros ensayos para investigar la utilización de las combinaciones de los polvos de níquel diferentes en el interior de la misma muestra. Las muestras se producen utilizando 50% de diamante revestido con níquel con 30% de T110 y 20% de T255. Las muestras tal como se prensaron son de buena calidad bajo inspección visual y cuando se someten a quemado no se aprecia deformación. Las resistencias a la rotura típicas son de aproximadamente 400 N.

45 Las muestras de níquel-diamante para los ensayos de quemado de plasma son producidas utilizando una matriz y un punzón de grafito. Se evalúa la utilización de un conjunto de matriz y punzón de acero de un tamaño similar a la matriz de grafito. Las muestras producidas utilizando la matriz de acero presentan un nivel superior de integridad marginal y no presentan signos de agrietamiento superficial. La utilización de un conjunto de matriz de acero mejoraría enormemente la consistencia y la precisión de la producción de cuerpos en crudo.

50 En otras puestas en práctica alternativas de la presente invención, pueden utilizarse las capas laminadas, por ejemplo, una capa de níquel y una capa de diamante/níquel, estando la capa de níquel fijada a la muela abrasiva facilitando así la reducción de los costes de materiales por muestra y el aumento de la resistencia de la muestra. Sin embargo, es conocido que este procedimiento puede causar deformación debido a los niveles diferentes de la expansión térmica y se requiere el ajuste del procedimiento de quemado y de la selección de polvos para prevenir su ocurrencia.

Debe apreciarse asimismo que pueden utilizarse ligantes alternativos al níquel, incluyendo los polvos de cobalto y cobre.

5 Sin embargo, el cobre puede dar como resultado unos glóbulos que se forman en el interior de la matriz y el fallo en la ligazón con el diamante recubierto con níquel. Esto puede deberse a que el punto de fusión del cobre es de 1.083°C, mientras que el níquel presenta un punto de fusión de 1.455°C y necesitaría ser controlado por lo tanto un procedimiento a base de cobre.

10 El cobalto, como los aumentos de níquel, afecta en relación a la toxicidad, sin embargo el cobalto presenta un punto de fusión de 1.494°C, que es similar al del níquel de 1.455°C. Los resultados obtenidos a partir de los ensayos que utilizan mezclas de polvo de ligante de metal que comprenden 50% de diamante revestido con níquel y varias proporciones de polvos de níquel/cobalto son presentados en la tabla 1:

15 Tabla 1: Influencia del polvo de cobalto en 50% de diamante revestido con níquel: 50% (polvo Ni:Co)

%Ni:%Co	Resistencia a la rotura (N)	Área superficial (m ² /g)
50:0	441	0,57
40:10	438	0,47
30:20	456	0,57
25:25	353	0,54
15:35	393	0,56

20 Los resultados indican que no se alcanza ningún cambio significativo en la resistencia mediante la utilización del cobalto. Los niveles de porosidad fueron similares a los de las muestras que contienen diamante revestido con níquel y polvo de níquel únicamente. Sin embargo, los análisis de microsonda descubrieron que el cobalto puede no unirse con el diamante revestido con níquel como los polvos a base de níquel.

25 Pueden utilizarse para controlar el rendimiento del pulido otras puestas en práctica alternativas que implican aditivos que pueden aumentar la porosidad de la muestra, como la cantidad de porosidad en la muestra y el tamaño de los poros individuales. Con el fin de aumentar la porosidad, se examinaron diferentes aditivos que incluyen vidrio, almidón y grafito con la mezcla estándar 50/50 de polvo de níquel y diamante revestido con níquel. Se examinaron las resistencias a la rotura de las muestras tras el quemado de plasma bajo un intervalo de condiciones utilizando ensayos de doblado en 3 puntos y se examinaron las secciones transversales de las muestras en un SEM para proporcionar una indicación de la morfología superficial. Los resultados para cada aditivo se proporcionan a continuación.

30 **Vidrio**

35 Se examinan varias concentraciones de vidrio cuando se añaden a una mezcla 50/50 estándar. Las muestras queman a continuación en el plasma de microondas a una potencia de salida de 32% (1,92 kW). Se ha descubierto que las partículas de vidrio grandes no funden durante el procedimiento de quemado de plasma y las muestras resultantes presentan una resistencia deficiente. Incluso tras la moltura por bolas del vidrio, para reducir el tamaño de partículas de 25 µm a 18 µm, las partículas de vidrio no parecen fundir.

40 Se cree que ya que el vidrio es un absorbente deficiente de las microondas, el calor requerido para fundir y fluir el vidrio debe proporcionarse a través de la conducción de una parte del material, que es calentado mediante las microondas. Se concluye por lo tanto que en general el vidrio solo no resulta un material adecuado para la introducción de porosidad en las muestras, mientras que los materiales que fundirían o quemarían a temperaturas inferiores a las del vidrio resultarían más útiles.

45 **Almidón**

50 Se preparan cuatro muestras de la mezcla de diamante revestido con níquel : níquel 50:50 con varias cantidades de almidón y se queman bajo unas condiciones de quemado de potencia de entrada de 1,92 kW estándares en el plasma de microondas. Debido a las temperaturas elevadas que se consiguen rápidamente durante el quemado de plasma, el almidón quema muy rápido, provocando que las muestras se expandan. Sin embargo no se descubrió que resulte un problema significativo a una concentración de almidón inferior a 6%. Por lo tanto no se considera además ninguna muestra con concentraciones de almidón superiores a 10%.

55 Para examinar la influencia de las condiciones de quemado sobre la resistencia a la rotura de las muestras con unas concentraciones de almidón diferentes, las muestras se queman a 1,9, 2,5 kW y a 1,9 kW seguido por 2,5 kW. Las muestras se examinan utilizando un SEM (morfología) y se realiza un ensayo de doblado en 3 puntos (resistencia a la rotura). El quemado en dos etapas se descubre que aumenta la resistencia a la rotura de las muestras próxima a la alcanzada cuando no se incluye ningún aditivo de almidón.

Las condiciones de quemado se optimizan además para producir unas muestras con unas resistencias a la rotura superiores según la secuencia siguiente:

Presión/potencia/tiempo de parada

5	10 mbar	0,6	1 minuto
	20 mbar	1,9	7 minutos
	20 mbar	2,4	7 minutos
	20 mbar	2,7	2 minutos

10 El inicial 1 minuto a una presión de 10 mbar se introduce para reducir la tendencia de las muestras crudas a agrietarse/deslaminarse durante el quemado. Esta fase produce una etapa de calor inferior en la secuencia para evitar la introducción rápida de calor.

15 Al encontrarse el almidón hidratado se decide producir un lote de muestras con el almidón hidratado y uno que utiliza almidón que se ha secado durante la noche a 40°C. Ambos lotes presentan unas resistencias a la rotura nominales de 600 N.

20 El tercer lote de muestras consiste en una mezcla de diamante/níquel 50/50 sin almidón, quemada en las mismas condiciones. Produce unas mezclas con resistencias nominales de 900 N.

El lote final consiste en una mezcla de diamante/níquel 50/50 sin almidón pero con una resistencia comparable a la de los lotes que contienen almidón. Se obtiene utilizando la secuencia de quemado siguiente:

Presión/potencia/tiempo de parada

25	10 mbar	0,6	1 minuto
	20 mbar	1,9	7 minutos
	20 mbar	2,2	6 minutos

30 Aunque la introducción del almidón incrementa la porosidad de las muestras quemadas, se realizaron algunas observaciones durante estos ensayos que indican las dificultades de tratamiento potenciales con esta vía:

35 • Las muestras presentan una tendencia a agrietarse y deslaminarse durante el quemado. Esto parece relacionarse con el calentamiento relativamente rápido de las muestras durante el quemado de microondas. Se redujo esta tendencia, pero no se eliminó, mediante la introducción de la primera fase de potencia inferior utilizada para el quemado de los lotes de muestras.

40 • Durante el quemado se apreció que existía un gradiente de temperatura visible desde la parte superior de la muestra al fondo.

45 • Existía una tendencia de la muestra a curvarse o alabearse durante el quemado. Probablemente se relaciona con el gradiente de temperatura observado durante el quemado. Se descubrió que esto podría contrarrestarse si se realiza el quemado en varias fases siendo las muestras volteadas entre fases.

Grafito

50 Se examina la introducción del grafito con el fin de evaluar su influencia sobre las características de pulido, es decir, la introducción de una fase blanda en la matriz, que es extraída fácilmente durante el pulido y actúa efectivamente de una manera similar a un poro. Los ensayos de quemado preliminares indican que la mezcla podría tolerar cantidades de hasta 3% de grafito y conservar todavía unas resistencias de rotura razonables. Se evalúa el efecto de variar la intensidad del plasma de microondas en una serie de experimentos para muestras que contienen 2% de grafito. Los resultados son proporcionados en la tabla 2. Los resultados presentados en esta tabla indican que para el intervalo de potencia de microondas examinado (2,1 – 3,3 kW) las mediciones de área superficial y cargas de rotura parecen no resultar afectadas por los cambios en la potencia de plasma. La mayor influencia sobre la resistencia a la rotura se descubrió que resultaba la adición del grafito por sí misma. Las mediciones de área superficial presentan algún aumento en la porosidad que sin embargo resulta inferior a la observada para el almidón, ya que a diferencia del caso del almidón el grafito no se consume en el quemado, no creándose así vacíos. Se observa asimismo que el grafito no liga con el diamante recubierto con níquel durante el quemado, permaneciendo en forma de laminillas. Estas laminillas podrían ser extraídas fácilmente durante el pulido y por lo tanto podrían actuar potencialmente como un poro.

60 **Tabla 2.** Influencia de la potencia del tratamiento de plasma sobre la resistencia a la rotura y área superficial de muestras de diamante revestido con níquel: níquel con aditivo de 2% de grafito.

Potencia de MO (kW)	Resistencia a la rotura (N)	Área superficial (m ² /g)
2,1*	575	0,57
2,1	339	0,75
2,3	248	0,76
2,4	411	0,71
2,6	332	0,72
2,7	342	0,70
3,0	364	0,75
3,3	390	0,66

* la muestra contiene 0% de grafito. La totalidad de las otras muestras contiene 2% de grafito.

5 Con el fin de mejorar la resistencia de la muestra se reduce la concentración de grafito a 1,5% y las muestras se queman utilizando las condiciones siguientes:

Presión/potencia/tiempo de parada

20 mbar 2,4 kW 5 minutos

10 Estas condiciones producen unas muestras con una carga de rotura en el intervalo de 600 N y unas estructuras con partículas de grafito bien dispersadas.

15 Debe apreciarse que en las puestas en práctica comerciales de la presente invención, resulta preferido utilizar un reactor que pueda tratar un número elevado de muestras simultáneamente. La figura adjunta ilustra un sistema para el tratamiento del orden de 24 muestras.

20 El sistema comprende una cámara (10) en cuyo interior se forma el plasma de microondas a unas frecuencias de 2,45 GHz o 915 MHz. Se muestran tres orificios sobre la base de la cámara de microondas (10), destinados al bombeo (20), la entrada de gas (24) y para la manipulación/rotación de las muestras (22). Este último orificio es utilizado junto con un sistema portador de sustrato de carrusel (30). En la disposición representada se hacen girar sobre el carrusel (30) seis portadores (bandejas de molibdeno) que contienen cada uno cuatro muestras de compuesto superabrasivo para la sinterización. Los compuestos pueden ser insertados sobre y a continuación extraídos de las bandejas a través de un orificio (26). Las bandejas se hacen girar a continuación sobre el carrusel (30) hasta que alcanzan individualmente una posición bajo el plasma. La bandeja se eleva introduciéndose en el plasma y se hace girar utilizando una barra montada dentro (22). Esta barra se utiliza asimismo para extraer la bandeja del plasma. Utilizando el sistema presentado para (24) pueden tratarse las muestras de compuesto en un baño dado, sin la necesidad de desactivar el plasma. La velocidad a la que la barra eleva la bandeja introduciéndola en el plasma puede determinar la velocidad de calentamiento del compuesto antes de que experimente una exposición al plasma completa. Alternativamente, la potencia del plasma puede ajustarse en secuencia con el ciclo de calentamiento del compuesto requerido. Utilizando una cámara con un sistema de bloqueo de carga para vacío resulta posible asimismo aislar la cámara de tratamiento de plasma de la parte del carrusel para facilitar la carga y descarga de los gránulos. Se facilita así el trabajo del sistema de tratamiento de plasma de una manera continua.

35 Las formas de realización descritas anteriormente se han ocupado del revestimiento de una superficie o sustrato de la pieza con un material resistente al desgaste o abrasivo. Debe apreciarse que en unas aplicaciones particulares, resultaría útil depositar la partícula abrasiva que contiene la mezcla en un patrón sobre la pieza. Por lo tanto, el material de la mezcla podría suspenderse en una tinta a base de metal y ser impreso por chorro de tinta o serigrafado según el patrón sobre la pieza. Alternativamente, pueden utilizarse las técnicas que comprenden reprografía, litografía blanda o recubrimiento por inmersión para producir el revestimiento estampado. En el caso del recubrimiento por inmersión, la pieza que debe recubrirse debe sumergirse en una suspensión de tinta. La mayoría de estas técnicas implican la utilización de algunos aditivos orgánicos (vehículo, modificador de la reología, agentes humectantes, etc.), y resulta preferido por lo tanto eliminar de alguna manera anteriormente el/los aditivo/s orgánico/s durante o tras el proceso de sinterización, en particular para proporcionar porosidad, por lo menos en las aplicaciones de pulido. Esto implicaría tratar la pieza revestida, posiblemente en una atmósfera oxidante, antes o tras la sinterización, con el fin de quemar el/los aditivo/s orgánico/s; o disolver el aditivo en los disolventes tras la sinterización.

50 Así como los aditivos mencionados anteriormente, pueden utilizarse con la presente invención otros aditivos que se desglosan en varias categorías como se expone a continuación:

55 Pueden utilizarse abrasivos secundarios a unos niveles de aproximadamente 0,1 a 40%, preferentemente aproximadamente 1 a 20% por volumen de la herramienta abrasiva quemada, por ejemplo, como es divulgado en la patente US nº 5.607.489, Rounan LI, que presenta abrasivos de alúmina fundida y alúmina, abrasivos de alfa-alúmina, sembrados y no sembrados, de sol gel, carburo de silicio y similares como aditivos posibles. Otras referencias incluyen: alúmina, carburo de silicio, zirconia-alúmina, granate, esmeril y pedernal, patente US nº

5.472.461, Li Rounan; nitruro de boro cúbico, patente US nº 4.157.897, Paul P. Keat; o esquirilas de corindón, carburo de boro y carburo de tungsteno, patente US nº 3.850.590, Chalkley.

5 El revestimiento de abrasivo es utilizado habitualmente para proteger el abrasivo de la grafitación en cierto modo durante el tratamiento a una temperatura elevada y facilita asimismo ligar la partícula abrasiva a los materiales de ligazón de matriz, por ejemplo, como es divulgado en Liu, J.H., Pei, Z. J. & Fisher, G.R. "Grinding wheels for manufacturing of silicon wafers: A literature review", International Journal of Machine Tools and Manufacture, Volumen 47, publicación 1, enero de 2007, páginas 1-13. Asimismo, la patente US nº 5.607.489, Rounan Li, sugiere como materiales de revestimiento adecuados para las partículas de diamante el cobre, la plata, el níquel, el cobalto, el molibdeno y sus aleaciones.

10 Puede añadirse lubricante a los segmentos de pulido con el fin de facilitar el proceso de pulido. La patente US nº 6.086.648, Rosetti, expone la adición de unas mezclas de aceite/cera a las herramientas de pulido porosas como un lubricante para permitir la mecanización en seco. La solicitud de patente US nº 2005/181715, Galen, presenta como lubricantes posibles el nitruro de boro hexagonal, el disulfuro de molibdeno, el grafito, el coque o un estado de litio. La patente US nº 3.383.191, Thomas, describe la utilización del nitruro de boro como un lubricante en las herramientas de diamante con ligante resínico. Asimismo la patente US nº 5.607.489, Rounan Li, presenta el grafito cristalino (laminillas), el sulfuro de molibdeno, el politetrafluoroetileno, el nitruro de boro hexagonal y otros lubricantes sólidos. La patente US nº 5.472.461, Li Rounan, proporciona como ejemplos de lubricantes grafito, nitruro de boro hexagonal (al que se hace referencia ocasionalmente como "grafito blanco"), disulfuro de molibdeno, y varias mezclas de cualquiera de los anteriores. Se expone asimismo que puede utilizarse el grafito en forma de polvo, cristales, laminilla, barras, placas, o fibras.

15 Relleno: la patente US nº 4.157.897, Keat, utiliza rellenos metálicos tales como plata, cobre, aluminio, y estaño. La patente US nº 6.8878.287, Rounan, describe la utilización de rellenos que consisten en cuerpos huecos. La solicitud de patente US nº 2005/181715, Galen, menciona los "rellenos de porosidad", un material cerámico conformado en esferoides o un material de burbujas cerámico 14/40. La patente US nº 5.607.489, Rounan Li, expone que la porosidad puede ser inducida añadiendo a una mezcla del grano abrasivo y los componentes de ligadura las esferas cerámicas huecas y otros materiales resistentes a las temperaturas elevadas que presenten una geometría adecuada. Pueden añadirse los rellenos de varias conformaciones y formas físicas, que incluyen de manera no limitativa el polvo metálico, las esferas de vidrio o cerámicas huecas, el carburo de silicio, la alúmina, la mullita sólida, la sílice pirógena, el dióxido de titanio, en cantidades efectivas para mejorar la fabricación de las herramientas y/o el rendimiento de pulido, por ejemplo, aproximadamente 0,1 a 40%, preferentemente 4 a 10% en volumen de la herramienta abrasiva quemada. La patente US nº 3.850.590, Chalkley, se refiere a la infiltración de la matriz de metal porosa continua con un material resinado en forma líquida, siendo el material resinado seleccionado de entre el grupo que consiste en: resinas de epóxido, poliéster, poliuretano, fenólicas, aminoplásticas, de poliamida, poliamida-imida, alquídicas, furánicas, de silicona, acrílicas, de poliacetal y de policarbonato. La patente US nº 5.472.461, Li Rounan, proporciona como ejemplos de rellenos posibles carburo de silicio, alúmina, mullita sólida, sílice pirógena, materiales de sol gel, dióxido de titanio y subóxido de boro. Pueden utilizarse asimismo los cuerpos de vidrio huecos, cuya forma puede ser cualesquier de los tipos disponibles habitualmente, por ejemplo, perlas o barras. En las formas de realización preferidas, el vidrio se encuentra en forma de burbujas o esferas huecas. Asimismo, la patente US nº 5.203.886, Sheldon et al, describe una muela abrasiva con ligazón vitrificada de porosidad elevada, preparada mediante la utilización de perlas de alúmina de burbujas y partículas de un material inductor de poros orgánico tal como el grafito, las cáscaras de nuez, o las partículas de madera.

20 El dispersoide se mezcla inicialmente típicamente con el abrasivo y la matriz, experimentando el proceso de curado y se disuelve mediante agua o un disolvente, por ejemplo, como es divulgado en la patente irlandesa nº 84509, Ramanatah, que expone "sustancialmente, puede utilizarse cualquier dispersoide que pueda ser fácilmente disuelto en un disolvente tal como agua, alcohol, acetona, y similares. En general, resultan preferidos los dispersoides que son solubles en agua, tales como las sales que incluyen cloruro de sodio, cloruro de potasio, cloruro de magnesio, cloruro de calcio, silicato de sodio, carbonato de sodio, sulfato de sodio, sulfato de potasio, sulfato de magnesio, y similares, y sus mezclas. Para la utilización en las aplicaciones de pulido (tales como obleas de silicio y otros componentes electrónicos), puede resultar preferida la utilización de un dispersoide no iónico (es decir, no sal), tal como oligómeros de polisacárido, azúcar, dextrina. Resultan más preferidos los dispersoides que presentan una solubilidad relativamente elevada en agua y una cinética de disolución relativamente rápida, tal como el azúcar o el cloruro de sodio".

25 Finalmente, como es divulgado en Liu, los aglomerados de partículas abrasivas pueden formarse cuando el tamaño de la partícula abrasiva es muy pequeño y para los segmentos de pulido porosos resultan más satisfactorios los aglomerados mayores para la retención de las partículas abrasivas.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para producir artículos que presentan una superficie compuesta que incluye partículas abrasivas, que comprende:
- 10 a) depositar de manera repetida una mezcla de partículas abrasivas y una matriz de unión de metal para formar un cuerpo respectivo que incluye prensar cada mezcla en una prensa para formar un cuerpo en crudo;
- 10 b) insertar una pluralidad de dichos cuerpos en crudo sobre una bandeja de una pluralidad de bandejas;
- 10 c) cargar una bandeja que incluye una pluralidad de dichos cuerpos en crudo en el interior de una cámara de plasma de microondas (10);
- 10 d) evacuar por lo menos parcialmente dicha cámara (10);
- 10 e) sinterizar los cuerpos en crudo en un plasma de microondas durante un periodo de tiempo para producir dichos artículos;
- 15 f) extraer la bandeja de la cámara de plasma (10);
- 15 g) extraer los artículos sinterizados de la bandeja; y
- 15 h) repetir las etapas b) a g) para las sucesivas bandejas de dicha pluralidad de bandejas.
- 20 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa d) comprende: evacuar parcialmente dicha cámara a una primera presión baja; e introducir un gas en dicha cámara hasta que dicha presión alcance una segunda presión superior.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que dicho gas comprende uno de entre: hidrógeno; un gas reductor; un gas inerte; o una combinación de los mismos.
- 25 4. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que dicha primera presión baja es de 0,1 mbar y dicha segunda presión superior es de 20 mbar.
- 30 5. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende aumentar la potencia de dicho plasma de microondas durante dicha sinterización.
- 30 6. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la mezcla comprende partículas de diamante y una matriz de unión de níquel.
- 35 7. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha matriz de unión de metal comprende uno de entre: cobre, cobalto o níquel cobalto.
- 40 8. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dichos artículos proporcionan una superficie resistente al desgaste, en el que dicho depósito comprende prensar dicha mezcla a una presión de aproximadamente 350 MPa y en el que dicha sinterización tiene lugar durante entre 10 y 15 minutos; o dichos artículos comprenden un elemento de pulido y en el que dicho depósito comprende prensar dicha mezcla a una presión de 150 MPa.
- 45 9. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho depósito comprende prensar dicha mezcla sobre una superficie de uno entre: un metal, un acero inoxidable; o un sustrato de carburo cementado.
- 45 10. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha sinterización se realiza a una primera temperatura y que comprende las etapas siguientes:
- 50 extraer y conformar dichos artículos sinterizados; y
- 50 sinterizar de manera secundaria dichos artículos conformados a una segunda temperatura de sinterización relativamente superior a dicha primera temperatura de sinterización.
- 55 11. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dichas partículas abrasivas comprenden: diamante revestido por uno de entre níquel, cobre, plata, cobalto, molibdeno o sus aleaciones; o uno de entre: nitruro de boro cúbico, carburo de tungsteno, carburo de silicio o partículas de óxido de aluminio.
- 60 12. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho depósito comprende prensar dicha mezcla con un punzón de acero y una matriz.
- 60 13. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además cargar dichos cuerpos en el interior de dicha cámara (10) desde un carrusel (30).
- 65 14. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la mezcla comprende además uno de entre: 2% de carbono en peso; un aditivo dispuesto para aumentar la porosidad en el elemento de pulido; unos abrasivos secundarios de hasta 40% en volumen; un lubricante; un relleno; o un dispersoide.

15. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además: formar aglomerados de dichas partículas abrasivas.

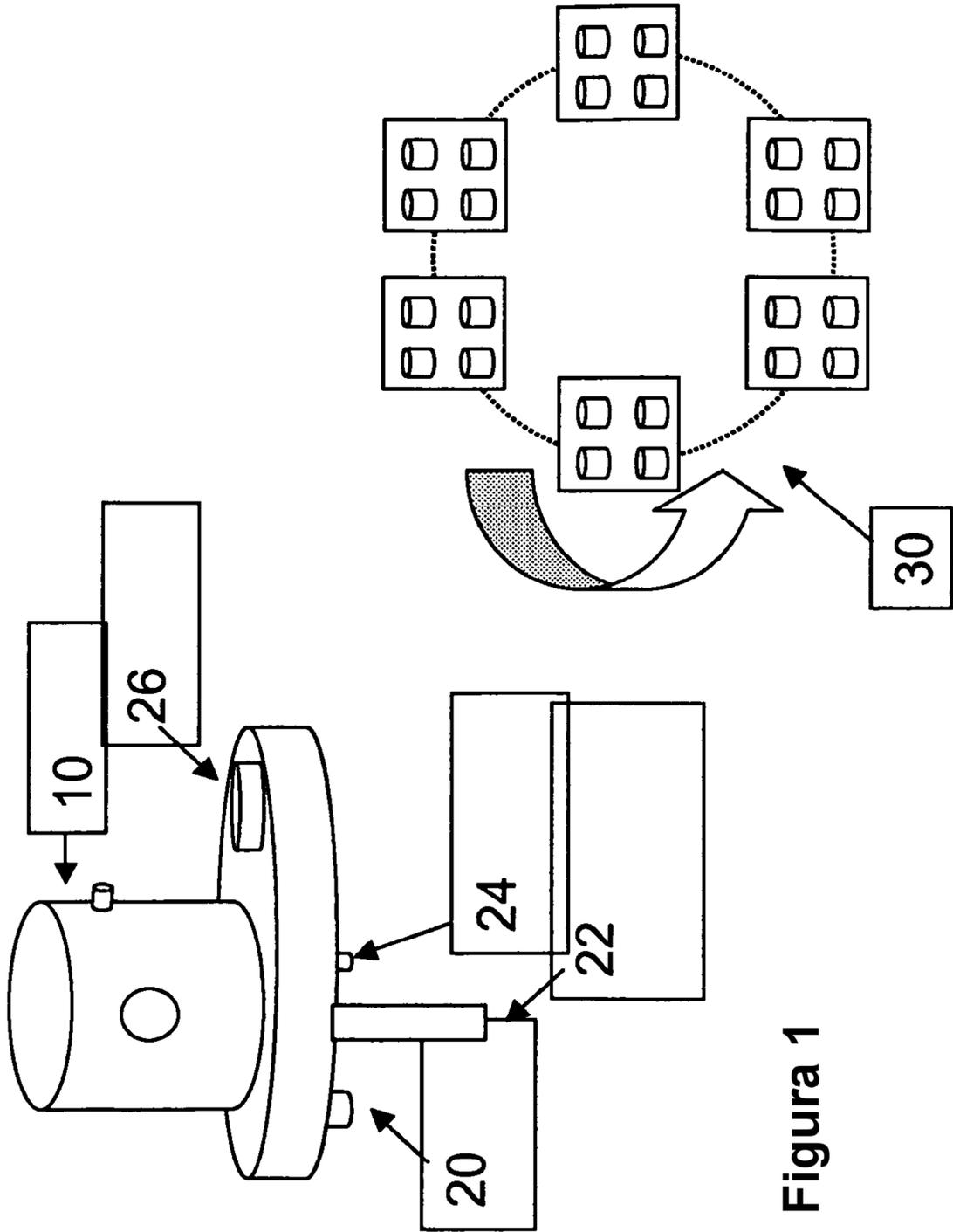


Figure 1