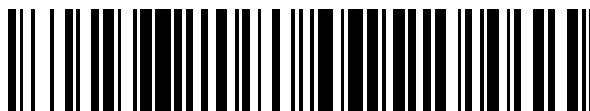


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 538 810**

51 Int. Cl.:

B21C 3/02 (2006.01)

C04B 35/52 (2006.01)

C04B 35/645 (2006.01)

B01J 3/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.01.2008** **E 08703471 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.03.2015** **EP 2127769**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de una hilera de trefilado de diamante**

30 Prioridad:

19.01.2007 JP 2007010101

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

24.06.2015

73 Titular/es:

SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD. (33.3%)
5-33 Kitahama 4-chome Chuo-ku Osaka-shi
Osaka 541-0041, JP;
A.L.M.T. CORP. (33.3%) y
SUMITOMO ELECTRIC HARDMETAL CORP.
(33.3%)

72 Inventor/es:

SUMIYA, HITOSHI y
YUKAWA, MAKOTO

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 538 810 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

Procedimiento de fabricación de una hilera de trefilado de diamante

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a una hilera de diamante para trefilado de un alambre tal como un cable de metal y en particular, se refiere a una hilera para trefilar un cable ultrafino de cobre, oro o similar, o un cable extremadamente duro tal como un cable inoxidable, una cuerda de acero, o similar.

Técnica anterior

10 Convencionalmente, como una hilera de trefilado para trefilar un cable ultrafino con un diámetro de orificio de 50 μm o menos, se ha usado el que tiene una forma como se muestra en la Fig. 1 fabricado de diamante monocristalino natural o diamante monocristalino sintético. Sin embargo, el diamante monocristalino tiene un problema que, cuando se usa para trefilado durante un periodo de tiempo largo, tiene lugar desgaste irregular como se muestra en la Fig. 2B y se deteriora una superficie de cable. En monocristal de diamante, las distancias entre planos de retículo cristalino difieren dependiendo de la orientación y los planos de retículo tienen diferentes densidades atómicas en plano. Por lo tanto, el monocristal de diamante tiene resistencia a desgaste que es significativamente dependiente de dirección, lo que causa
15 desgaste irregular después de trefilado y deterioro en la superficie del cable.

Adicionalmente, una hilera para trefilar un cable altamente duro tal como un cable inoxidable, una cuerda de acero, o similar tiene un problema de que se ejerce una tensión excesiva en la hilera durante el trefilado y aparece una grieta debida a escisión. Por lo tanto, el diamante poli-cristalino se usa generalmente en el presente para una aplicación tal.

20 Actualmente, todos los diamantes policristalinos comercializados para usar en herramientas tienen un metal del grupo del hierro tal como Co, Ni, Fe, o una cerámica tal como SiC, como una ayuda de sinterización o un agente de unión. Se obtienen sinterizando polvo de diamante conjuntamente con una ayuda de sinterización o un agente de unión en condiciones de presión alta y temperatura alta en las que el diamante es termodinámicamente estable (generalmente, a una presión de 5 a 6 GPa y a una temperatura de 1300 a 1500 $^{\circ}\text{C}$). Sin embargo, dado que contienen alrededor del 10 % en volumen de una ayuda de sinterización o un agente de unión, no es posible obtener una superficie de orificio
25 altamente precisa y así un diamante policristalino tal no es aplicable a trefilado ultrafino. Aunque los diamantes policristalinos producidos naturalmente (carbonado y ballas) son también conocidos y algunos de ellos se usan como una broca, tienen muchos defectos y varían considerablemente en calidad del material. Por lo tanto, no se usan para la aplicación como una hilera.

30 Por otro lado, un cuerpo policristalino de diamante de fase individual se obtiene convirtiendo directamente carbono no diamantino tal como grafito, carbono vítreo, carbono amorfo, o similares en diamante y simultáneamente sinterizando el diamante a una presión ultraelevada y a una temperatura ultraelevada sin un catalizador o un disolvente.

35 Como un cuerpo policristalino tal, por ejemplo, J. Chem. Phys., 38 (1963) 631-643 [F. P. Bundy] (documento no relacionado con patentes 1), Japón. J. Appl. Phys., 11 (1972) 578-590 [M. Wakatsuki, K. Ichinose, T. Aoki] (documento no relacionado con patentes 2) y Nature 259 (1976) 38 [S. Naka, K. Horii, Y. Takeda, T. Hanawa] (documento no relacionado con patentes 3) divulgan obtener diamante policristalino sometiendo al grafito como un material de partida a conversión directa a una presión ultraelevada de 14 a 18 GPa y a una temperatura ultraelevada de 3000 $^{\circ}\text{K}$ o más.

Adicionalmente, la Patente Japonesa puesta a disposición del público N.º: 2002-066302 (Documento de Patente 1) describe un procedimiento de sintetizar diamante fino calentando nanotubo de carbono a 10 GPa o más y a 1600 $^{\circ}\text{C}$ o más.

40 Además, New Diamond and Frontier Carbon Technology, 14 (2004) 313 [T. Irifune, H. Sumiya] (documento no relacionado con patentes 4) y SEI Technical Review 165 (2004) 68 [Sumiya, Irifune] (documento no relacionado con patentes 5) divulgan un procedimiento de obtención de diamante policristalino denso y altamente puro sometiendo grafito altamente puro como un material de partida a conversión directa y sinterizando por calentamiento indirecto a una presión ultraelevada de 12 GPa o más y una temperatura ultraelevada de 2200 $^{\circ}\text{C}$ o más.

45 Documento de patente 1: Patente Japonesa puesta a disposición del público N.º: 2002-066302
Documento no de Patentes 1: J. Chem. Phys., 38 (1963) 631-643 [F. P. Bundy]
Documento no de Patentes 2: Japón. J. Appl. Phys., 11 (1972) 578-590 [M. Wakatsuki, K. Ichinose, T. Aoki]
Documento no de Patentes 3: Nature 259 (1976) 38 [S. Naka, K. Horii, Y. Takeda, T. Hanawa] Documento no de Patentes 4: New Diamond and Frontier Carbon Technology, 14 (2004) 313 [T. Irifune, H. Sumiya]
50 Documento no de Patentes 5: SEI Technical Review 165 (2004) 68 [Sumiya, Irifune]

Divulgación de la invención**Problemas a resolver por la invención**

Sin embargo, dado que los diamantes policristalinos descritos en documentos no de patentes 1 a 3 se fabrican todos haciendo pasar directamente una corriente eléctrica a través de carbono no diamantino conductor eléctricamente tal como grafito y calentando el mismo, es inevitable que quede grafito sin convertir. Adicionalmente, los diamantes tenían granos que varían en tamaño y tienden a sinterizarse de forma parcialmente insuficiente. Por lo tanto, ha sido posible

obtener solo un cuerpo policristalino con propiedades mecánicas insuficientes tales como dureza y resistencia y con forma astillada y ha sido imposible obtener un cuerpo policristalino capaz de usarse como una hilera de trefilado.

Adicionalmente, dado que el procedimiento divulgado en el Documento de Patente 1 ejerce presión sobre nanotubo de carbono con un yunque de diamante y recoge luz y calienta el nanotubo de carbono con un láser de gas dióxido de carbono, es imposible elaborar diamante policristalino homogéneo de un tamaño aplicable a hileras de trefilado.

Además, aunque los diamantes obtenidos por los procedimientos divulgados en documentos no relacionados con patentes 4 y 5 pueden tener una dureza muy alta, tienen reproducibilidad insuficiente y propiedades mecánicas inestables. Por lo tanto, ha habido un problema que, cuando se usan como hileras de trefilado, sus actuaciones varían dependiendo de las muestras.

En Journal of Materials Science, Kluwer Academic Publishers EE.UU., vol. 39, N.º: 2, ISSN: 0022-2461, XP 2573562, hay divulgada una microestructura de diamante policristalino ultraduro que se sintetiza a partir de grafito por conversión directa a alta presión estática. El diamante policristalino se produce encerrando una varilla de grafito policristalino isótropo que consiste en partículas de grafito hexagonales de varios micrómetros orientados en una dirección aleatoria, en un calentador de tubo Re y convirtiéndolas en diamante policristalino en condiciones de alta presión y alta temperatura de 15-18 GPa y 2.300-2.700 °C. Sin embargo, el diamante así sintetizado se separa en una parte que tiene una estructura homogénea fina y una parte que tiene una estructura laminar, como se menciona anteriormente. Tales estructuras mixtas tienen un problema de controlabilidad baja.

La presente invención se ha realizado para resolver los problemas de las técnicas convencionales descritas anteriormente y un objeto de la presente invención es proporcionar una hilera de trefilado de cable Y que tenga una resistencia alta y una resistencia al calor excelente cuando se la compara con diamante policristalino que contiene un agente de unión que se ha comercializado convencionalmente y en particular una hilera de trefilado que tiene una actuación extremadamente excelente en trefilar un cable ultrafino o un cable inoxidable o una cuerda de acero, sin causar problemas tales como desgaste irregular o grietas de escisión encontrados en diamante monocristalino convencional, optimizando propiedades de diamante policristalino obtenido por conversión directa y sinterizando para aplicarse a una hilera de trefilado.

Medios para resolver los problemas

Los autores de la presente invención han estudiado minuciosamente la relación entre una microestructura de diamante policristalino obtenida por conversión directa y propiedades mecánicas y propiedad de resistencia al desgaste de la misma para examinar las causas de los problemas mencionados anteriormente. Como un resultado, han encontrado que el diamante policristalino puede tener una construcción compuesta en la que una estructura dispuesta en capas y una estructura homogénea fina están mezcladas y el que tiene una construcción compuesta en la que estas estructuras se distribuyen en una proporción apropiada es significativamente duro y excelente en resistencia a desgaste. Los autores de la invención han encontrado también que, en los procedimientos convencionales, la proporción entre la estructura dispuesta en capas y la estructura homogénea fina varía dependiendo del estado de grafito que sirve como un material de partida y de diferencias mínimas en tiempo de elevación de la temperatura y condición de presión y esto es una causa de propiedades mecánicas más inestables y de propiedad de resistencia al desgaste.

Para resolver los problemas como se describen anteriormente, los autores de la invención emplearon grafito similar a placa relativamente tosco con un material de carbono de tipo no grafitico añadido al mismo, como un material de partida, al procedimiento de conversión directamente de carbono no diamantino en diamante a una presión ultraelevada y una temperatura ultraelevada. Como un resultado, obtuvieron diamante policristalino que tiene una construcción en la que los cristales diamantinos dispuestos en capas o los cristales diamantinos relativamente toscos están dispersos en una matriz de diamante de grano fino. Los autores de la invención han encontrado que se puede obtener diamante policristalino relativamente duro y correoso extremadamente estable por el efecto de evitar deformación plástica y progresión de grietas finas proporcionado por el diamante dispuesto en capas o granulado de forma tosca. Los autores de la invención han encontrado también que, incluso en un caso donde se usa grafito, se puede controlar una microestructura por tiempo de elevación de la temperatura y condición de presión y una construcción apropiada como se describe anteriormente se puede obtener.

Después de fabricar una hilera usando este material y de llevar a cabo una prueba de trefilado, los autores de la presente invención han encontrado que una hilera que tiene alta resistencia al desgaste y menos desgaste irregular y menos grietas de escisión puede obtenerse dependiendo del material de partida y de las condiciones de síntesis. Por lo tanto, han encontrado que una hilera de trefilado extremadamente excelente que tiene durabilidad tres o más veces aquella de un material convencional puede obtenerse optimizando un material de partida y optimizando de este modo la microestructura del diamante policristalino y concebido para la presente invención.

Específicamente, la presente invención tiene una característica que se proporciona una hilera que usa diamante policristalino hecho sustancialmente solo de diamante y producido convirtiendo directamente un material de carbono de tipo no diamantino como un material de partida en diamante y sinterizando el diamante a una presión ultraelevada y una temperatura ultraelevada sin añadir una ayuda de sinterización o un catalizador, teniendo el diamante una construcción mixta incluyendo diamante de grano fino con un tamaño de grano máximo de menos de o igual a 100 nm y un tamaño de grano promedio de menos de o igual a 50 nm y diamante similar a placa o granulado toscamente particulado con un tamaño de grano mínimo de más de o igual a 50 nm y un tamaño de grano máximo de menos de o igual a 10000 nm. El diamante policristalino se proporciona con un orificio por el que pasa un material sometido a trefilado.

Preferentemente, el diamante de grano fino tiene un tamaño de grano máximo de menos de o igual a 50 nm y un tamaño de grano promedio de menos de o igual a 30 nm y el diamante de grano tosco tiene un tamaño de grano mínimo de más de o igual a 50 nm y un tamaño de grano máximo de menos de o igual a 1000 nm.

Cuando el diamante policristalino se usa en la hilera, es preferible que el orificio formado en el diamante tenga al menos un trabajo de superficie para mecanizar con una rugosidad de superficie Ra de más de o igual a 0,001 μm y menos de o igual a 0,2 μm y que el orificio formado en el diamante tenga una circularidad de más de o igual a 0,01 μm y de menos de o igual a 0,2 μm cuando se contempla una sección cruzada de una parte que la lleva. Debe notarse que, en la presente solicitud, la circularidad se refiere a una diferencia entre un diámetro máximo y un diámetro mínimo cuando un diámetro de orificio se contempla en todas direcciones en 360°.

Adicionalmente, es preferible formar el orificio con un ángulo de reducción según sea apropiado dependiendo del material de cable sometido a trefilado. Específicamente, cuando un cable de oro se somete a trefilado, el ángulo de reducción se establece preferentemente a 8 a 16°. Cuando un cable de cobre se somete a trefilado, el ángulo de reducción está ajustado preferentemente a 8 a 16°. Cuando un cable de tungsteno se somete a trefilado, el ángulo de reducción está ajustado preferentemente a 6 a 14°. Cuando un cable inoxidable se somete a trefilado, el ángulo de reducción está ajustado preferentemente a 6 a 14°. Cuando un cordón de cable inoxidable se somete a trefilado, el ángulo de reducción está ajustado preferentemente a 6 a 14°.

Breve descripción de los dibujos

Fig. 1 es una vista esquemática de una sección transversal de una hilera de diamante monocristalino convencional.

Fig. 2A es una fotografía que muestra un estado desgastado de la hilera de diamante monocristalino convencional, indicando el estado antes de que se desgastara.

Fig. 2B es una fotografía que muestra un estado desgastado de la hilera de diamante monocristalino convencional, indicando el estado después de que se desgastara.

Fig. 3A es una figura que muestra los resultados de una prueba que confirma variaciones en diámetros de orificio de una hilera de diamante de la presente invención y una hilera de diamante monocristalino natural convencional, ilustrando una forma esquemática de una hilera usada en la prueba.

Fig. 3B es una gráfica que muestra los resultados de una prueba que confirma variaciones en diámetros de orificio de la hilera de diamante de la presente invención y la hilera de diamante monocristalino convencional natural, ilustrando el resultado de variaciones en diámetros de orificio de la hilera de diamante de la presente invención. Fig. 3B es una gráfica que muestra los resultados de la prueba que confirma variaciones en diámetros de orificio de la hilera de diamante de la presente invención y la hilera de diamante monocristalino convencional natural, ilustrando el resultado de variaciones en diámetro de orificio de la hilera de diamante monocristalino de la presente invención.

Descripción de los signos de referencia

1 diamante monocristalino 2 caja

Mejores modos de llevar a cabo la invención

Una cantidad apropiada de material de carbono de tipo no grafitico se añade a grafito similar a placa o diamante con un tamaño de grano de 50 nm o más, para preparar un material de partida. El material de partida se convierte directamente en diamante y se sinteriza en una condición de presión en la que el diamante es termodinámicamente estable. Como un resultado, se obtiene el diamante policristalino que tiene una construcción en la que diamantes relativamente toscos con un tamaño de grado medio de, por ejemplo, 100 a 200 nm están dispersos en una matriz de diamante significativamente fino con un tamaño de grano medio de, por ejemplo, 10 a 20 nm. Dado que la deformación plástica y la progresión de grietas se evita en una parte de diamante relativamente tosca, el diamante policristalino presenta una propiedad correosa y de dureza alta y las variaciones de propiedad dependiendo de muestras están significativamente reducidas.

La cantidad de material de carbono de tipo no grafitico añadido a la placa o de diamante con un tamaño de grano de 50 nm o más es mayor que o igual al 10 % en volumen y menor que o igual al 95 % en volumen. Si la cantidad añadida es

menos del 10 % en volumen, los diamantes dispuestos en capas o granulados toscamente se ponen en contacto entre sí, la tensión se concentró en una interfase entre los mismos y es probable que aparezcan grietas y fracturas, causando un efecto desfavorable. Si la cantidad añadida es más del 95 % en volumen, el diamante dispuesto en capas o granulado toscamente no puede presentar suficientemente el efecto de evitar deformación plástica y progresión de grietas finas.

Los ejemplos de material de carbono de tipo no grafitico descritos anteriormente incluyen carbono vítreo, carbono amorfo, fullereno, nanotubo de carbono y similares. Se puede usar también carbono fino con un tamaño de grano de 50 nm o menos preparado pulverizando mecánicamente grafito usando un molino planetario de bolas o similar.

La mezcla descrita anteriormente se introduce dentro de una cápsula de un metal tal como Mo. Cuando se usa carbono fino pulverizado, es necesario llevar a cabo la operación de introducción en un gas inerte altamente puro. A continuación, la mezcla introducida dentro de la cápsula metálica se mantiene durante un periodo de tiempo prescrito a una temperatura de 1500 °C o más y a una presión a la que el diamante está termodinámicamente estable, usando un aparato de generación de presión ultraelevada y temperatura ultraelevada capaz de llevar a cabo presurización isótropa o presurización hidrostática tal como un aparato de presión ultraelevada de tipo multi-yunque o un aparato de presión ultraelevada de tipo cinta. El carbono de tipo no grafitico se convierte directamente en diamante y se sinteriza simultáneamente. En el caso donde se usa el grafito similar a placa con un tamaño de grano de 50 nm, es necesario tratar el grafito a una temperatura alta de 2000 °C o más con el fin de convertir completamente el grafito en diamante.

Consecuentemente, el diamante policristalino que tiene una construcción en la que los cristales diamantinos dispuestos en capas o relativamente toscos están dispersos en una matriz de diamante de grano fino se puede obtener de forma estable.

Adicionalmente, el diamante policristalino que tiene una construcción similar se puede obtener llevando a cabo el tratamiento de alta presión y de alta temperatura descrito anteriormente en grafito como un material de partida, a una velocidad de calentamiento de 100 a 1000 °C/minuto.

Dado que el diamante distribuido en capas y granulado toscamente presenta el efecto de evitar deformación plástica y progresión de grietas finas, el cuerpo policristalino tiene dureza extremadamente alta de 120 GPa o más y así es significativamente excelente en resistencia al desgaste y tiene menos variaciones de propiedades.

El diamante policristalino se usa como un núcleo y se forma un orificio por un láser o similar y una superficie del orificio se pule. La superficie del orificio pulida tiene una rugosidad superficial Ra de más de o igual a 0,001 µm y de menos de o igual a 0,2 µm. Cuando una rugosidad de superficie tal se emplea para llevar a cabo trefilado, se suprime una resistencia de trefilado baja y la cantidad de desgaste se reduce también, conduciendo a una vida aumentada. Adicionalmente, aún cuando el diamante policristalino tiene resistencia a desgaste alta, puede pulirse de forma relativamente fácil y mecanizarse en un periodo de tiempo corto.

Además, si el orificio se forma por un láser y se pule como se describe anteriormente para tener una circularidad de más de o igual a 0,01 µm y menos de o igual a 0.2 µm cuando una sección transversal de una parte que la lleva se contempla, se puede obtener un material de cable altamente preciso y de alta calidad y la hilera puede tener una vida prolongada.

Ejemplos

Polvo de grafito bueno en cristalinidad con un tamaño de grano de 0,05 a 10 µm y una pureza del 99,95 % o más, o polvo de diamante sintético con un tamaño de grano de 0,05 a 3 µm, con grafito ultra-pulverizado o una variedad de materiales de carbono no grafiticos tales como polvo de carbón vítreo, polvo C60 y polvo de nanotubo de carbono añadido al mismo, se introdujo dentro de una cápsula de Mo y se selló y se trató en diversas condiciones de presión y temperatura durante 30 minutos usando un aparato de generación de presión ultraelevada. La fase generada de una muestra obtenida se identificó por difracción de rayos X y el tamaño de grano de una partícula constituyente se examinó por observación TEM. Adicionalmente la superficie de la muestra obtenida tiene un acabado de espejo y la dureza en la superficie pulida se midió con un medidor de dureza micro Knoop. [Tabla 1]

[Tabla 1]

	Material de base	Material de partida Aditivo	Cantidad añadida	Condiciones de síntesis Presión, Temperatura	Producto (diamante policristalino) Tamaño de grano de parte granulada de forma tosca	Tamaño de grano de granos finos	Dureza de Knoop
Ejemplo 1	1-3 µmGr	35 nmGr	50 % en vol.	12 GPa, 2300 °C	50-300 nm (distribución en capas)	40 nm	120 Gpa
Ejemplo 2	1-3 µmGr	25 nmGr	70 % en vol.	12 GPa, 2300 °C	50-300 nm (distribución en capas)	30 nm	130 Gpa
Ejemplo 3	1-3 µmGr	10 nmGr	30 % en vol.	12 GPa, 2300 °C	50-300 nm (distribución en capas)	15 nm	130 Gpa
Ejemplo 4	0,1-1 µm Dia	10 nmGr	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	100-100 nm	15 nm	120 Gpa
Ejemplo 5	1-3 µmGr	Carbono vítreo	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	50-200 nm (distribución en capas)	10 nm	120 Gpa
Ejemplo 6	1-3 µmGr	C60	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	50-200 nm (distribución en capas)	10 nm	120 Gpa
Ejemplo 7	1-3 µmGr	Nanotubo carbono	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	50-200 nm (distribución en capas)	10 nm	120 Gpa
Ejemplo 8	0,1-1 µm Dia	Carbono vítreo	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	100-1000 nm	10 nm	120 Gpa
Ejemplo 9	0,1-1 µm Dia	C60	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	100-1000 nm	10 nm	120 Gpa
Ejemplo 10	0,1-1 µm Dia	Nanotubo carbono	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	100-1000 nm	10 nm	120 Gpa
Ejemplo comparativo 1	1-3 µmGr	Ninguno		12 GPa, 2300 °C	50-100 nm (distribución en capas)	25 nm	100-130 Gpa
Ejemplo comparativo 2	0,1-1 µm Dia	Ninguno		12 GPa, 2300 °C	100-1000 nm	Ninguno	70-80 Gpa
Ejemplo comparativo 3	Carbono vítreo	Ninguno		9 GPa, 1900 °C	Ninguno	10 nm	95 Gpa
Ejemplo comparativo 4	C60	Ninguno		9 GPa, 1900 °C	Ninguno	10 nm	80 Gpa

Los resultados anteriores mostraron que cuando el grafito o diamante con un tamaño de grano promedio de 50 nm o más, con grafito finamente pulverizado o un material de carbono de tipo no grafitico añadido al mismo en un intervalo de más del o igual al 10 % en volumen y menos del o igual al 95 % en volumen, se prepara como un material de partida y se somete a conversión directa y se sinteriza a una presión ultraelevada y a una temperatura ultraelevada, se obtiene de manera estable diamante policristalino que tiene una construcción en la que el diamante dispuesto en capas o los cristales de diamante relativamente toscos con un tamaño de grano de 50 nm o más están dispersos en una matriz de diamante de grano fino con un tamaño de grano promedio de 50 nm. Se encuentra que el cuerpo policristalino obtenido tiene una dureza extremadamente más alta que aquella de un cuerpo sinterizado de un aglutinante de Co convencional (60 a 80 GPa) y no tiene ninguna variación en propiedades de dureza como se ve en un cuerpo policristalino usando grafito como un material de partida.

A continuación, una hilera que usa el diamante del Ejemplo 1 de los diamantes descritos anteriormente y una hilera que usa el diamante monocristalino natural se fabricaron para confirmar variaciones en diámetros de agujeros de las hileras. Dado que ambas hileras tienen diámetros de orificio iniciales ligeramente diferentes, se llevó a cabo un ensayo sometido a las condiciones de que un cable de cobre con un diámetro de aproximadamente 2 μm mayor que un diámetro de orificio inicial se usó como un material de cable sometido a trefilado, el trefilado se llevó a cabo a una velocidad de 100 mm/s y cada vez cuando el cable se trefiló por un metro, una parte central del cable trefilado se cortó por 20 centímetros y un diámetro promedio se calculó en base a un peso del mismo. Esta operación se repitió 30 veces y un valor máximo, un valor mínimo y un valor promedio de diámetro obtenidos por las operaciones 30 veces se determinaron. Por lo tanto, estos valores representan valores obtenidos trefilando el cable a lo largo de 30 metros. Esta ronda se repitió ocho veces y las Figs. 3B y 3C son gráficas de la misma.

De las líneas en los resultados de la prueba ilustrada en las Figs. 3B y 3C, la línea discontinua superior representa variaciones en un diámetro máximo, la línea discontinua inferior representa variaciones en un diámetro mínimo y la línea sólida central representa variaciones en un diámetro promedio. Los resultados muestran que la velocidad a la que el diámetro de orificio cambia en la hilera de diamante monocristalino convencional natural era aproximadamente tres veces más rápida que aquella de la hilera de diamante policristalino de la presente invención y fue capaz de confirmarse que la hilera de la presente invención fue altamente excelente en durabilidad.

Para comparación adicional, las hileras que usan el diamante de Ejemplo 1 (material de hilera A) de los diamantes descritos anteriormente (es decir, las presentes invenciones 1 a 49), las hileras que usan diamante policristalino convencional (conteniendo un agente de unión de Co por una docena o porcentaje similar) hecho de diamante con un tamaño de grano promedio de 1 μm (material de hilera B) (es decir, ejemplos convencionales 1, 2, 5, 6, 11, 12, 15, 16, 21, 22, 25, 26, 31, 32, 35, 36, 41, 42, 45, 46) y las hileras que usan diamante monocristalino natural convencional (material de hilera C) (es decir, ejemplos convencionales 3, 4, 7, 13, 14, 17, 23, 24, 27, 33, 34, 37, 43, 44, 47), que tienen una pluralidad de formas con diferentes formas de orificio, se fabricaron. Las hileras se usaron para trefilar cinco tipos de materiales de cable, para comparación. Las Tablas 2 a 6 muestran materiales diamantinos usados, rugosidades de superficies de trabajo, circularidades y ángulos de reducción, así como resultados de los mismos. Debe notarse que, dado que una cuerda de acero con un diámetro de 40 μm idéntico a aquel de otros materiales de cable no estaba disponible como un material de cable, la hilera para trefilar una cuerda de acero tenía un diámetro de orificio de 200 μm . Por lo tanto, los resultados en la cuerda de acero no pueden compararse con los resultados en otros materiales de cable sobre la misma base. De los resultados mostrados en las Tablas 2 a 6, una vida se indica por un índice y la vida se incrementa en proporción al índice. Adicionalmente, en cuanto a un fallo en una superficie de cable, se hicieron tres tipos de evaluaciones en base al estado de una imperfección en la superficie de cable observada después de trefilar el cable en 50 kilómetros (para la cuerda de acero, después de trefilar la cuerda de acero en 20 kilómetros). Específicamente, "ninguna imperfección" indica que no se observa ninguna imperfección, "imperfección poco profunda" indica que se observó una imperfección poco profunda e "imperfección profunda" indica que se observó una imperfección profunda como un arañazo sobre un material de cable. Adicionalmente, la circularidad se midió simultáneamente confirmando mientras una imperfección en la superficie de cable.

[Tabla 2]

Tipo de cable: cable de oro Diámetro de cable: 40 µm

Material de hilera	Inventón actual 1	Inventón actual 2	Inventón actual 3	Inventón actual 4	Ejemplo convencional 1	Ejemplo convencional 2	Ejemplo convencional 3	Ejemplo convencional 4
	A	A	A	A	B PCD convencional	B PCD convencional	C (monocristalino)	C (monocristalino)
Rugosidad de superficie Ra (µm)	0,01	0,05	0,2	0,3	0,2	0,3	0,05	0,3
Circularidad (µm)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Angulo de reducción	8°	8°	8°	8°	8°	8°	8°	8°
Vida (índice)	10	10	8	6	5	3	5	2
Resultados	Fallo sobre la superficie de cable	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo
	Circularidad después de trefilar cable en 50 km	0,2 o menos	0,2 o menos	0,4 o menos	0,5 o menos	0,6 o menos	0,5 o menos	0,7 o menos

Material de hilera	Inventón actual 5	Inventón actual 6	Inventón actual 7	Ejemplo convencional 5	Ejemplo convencional 6	Ejemplo convencional 7	Inventón actual 8	Inventón actual 9	Inventón actual 10
	A	A	A	B PCD convencional	B PCD convencional	C (monocristalino)	A	A	A
Rugosidad de superficie Ra (µm)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Circularidad (µm)	0,01	0,05	0,3	0,05	0,2	0,05	0,05	0,05	0,05
Angulo de reducción	8°	8°	8°	8°	8°	8°	12°	16°	20°
Vida (índice)	14	13	7	7	6	7	13	13	8
Resultados	Fallo sobre la superficie de cable	Sin fallo	Fallo poco profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo	Fallo poco profundo	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo
	Circularidad después de trefilar cable en 50 km	0,1 o menos	0,4 o menos	0,4 o menos	0,5 o menos	0,4 o menos	0,1 o menos	0,1 o menos	0,4 o menos

[Tabla 3]

Tipo de cable: cable de cobre Diámetro de cable: 40 µm

Material de hilera	Inventón actual 11	Inventón actual 12	Inventón actual 13	Inventón actual 14	Ejemplo convencional 11	Ejemplo convencional 12	Ejemplo convencional 13	Ejemplo convencional 14
	A	A	A	A	B PCD convencional	B PCD convencional	C (monocristalino)	C (monocristalino)
Rugosidad de superficie Ra (µm)	0,01	0,05	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2	0,3
Circularidad (µm)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Angulo de reducción	8°	8°	8°	8°	8°	8°	8°	8°
Vida (índice)	10	10	8	6	5	3	5	2
Fallo sobre la superficie de cable	Sin fallo	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo
Circularidad después de trefilar cable en 50 km	0,2 o menos	0,2 o menos	0,3 o menos	0,4 o menos	0,5 o menos	0,6 o menos	0,5 o menos	0,7 o menos
Resultados								

Material de hilera	Inventón actual 15	Inventón actual 16	Inventón actual 17	Ejemplo convencional 15	Ejemplo convencional 16	Ejemplo convencional 17	Inventón actual 18	Inventón actual 19	Inventón actual 20
	A	A	A	B PCD convencional	B PCD convencional	C (monocristalino)	A	A	A
Rugosidad de superficie Ra (µm)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Circularidad (µm)	0,01	0,05	0,3	0,05	0,2	0,05	0,05	0,05	0,05
Angulo de reducción	8°	8°	8°	8°	8°	8°	12°	16°	20°
Vida (índice)	14	13	7	7	6	7	13	13	8
Fallo sobre la superficie de cable	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo	Fallo poco profundo	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo
Circularidad después de trefilar cable en 50 km	0,1 o menos	0,1 o menos	0,4 o menos	0,4 o menos	0,5 o menos	0,4 o menos	0,1 o menos	0,1 o menos	0,4 o menos
Resultados									

[Tabla 4]

Tipo de cable: cable de tungsteno Diámetro de cable: 40 µm

Material de hilera	Inventión actual 21	Inventión actual 22	Inventión actual 23	Inventión actual 24	Ejemplo convencional 21	Ejemplo convencional 22	Ejemplo convencional 23	Ejemplo convencional 24
	A	A	A	A	B PCD convencional	B PCD convencional	C (monocristalino)	C (monocristalino)
Rugosidad de superficie Ra (µm)	0,01	0,05	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2	0,3
Circularidad (µm)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Angulo de reducción	6°	6°	6°	6°	6°	6°	6°	6°
Vida (índice)	6	6	5	4	3	2	3	1
Fallo sobre la superficie de cable	Sin fallo	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo
Circularidad después de trefilar cable en 50 km	0,2 o menos	0,3 o menos	0,4 o menos	0,5 o menos	0,6 o menos	0,7 o menos	0,6 o menos	0,8 o menos
Resultados								

Material de hilera	Inventión actual 25	Inventión actual 26	Inventión actual 27	Ejemplo convencional 25	Ejemplo convencional 26	Ejemplo convencional 27	Inventión actual 28	Inventión actual 29	Inventión actual 30
	A	A	A	B PCD convencional	B PCD convencional	C (monocristalino)	A	A	A
Rugosidad de superficie Ra (µm)	0,01	0,05	0,3	0,05	0,2	0,05	0,05	0,05	0,05
Circularidad (µm)	0,01	0,05	0,3	0,05	0,2	0,05	0,05	0,05	0,05
Angulo de reducción	6°	6°	6°	6°	6°	6°	10°	14°	18°
Vida (índice)	9	8	4	4	3	4	8	8	5
Fallo sobre la superficie de cable	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo	Fallo poco profundo	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo
Circularidad después de trefilar cable en 50 km	0,2 o menos	0,2 o menos	0,5 o menos	0,5 o menos	0,6 o menos	0,5 o menos	0,2 o menos	0,2 o menos	0,5 o menos
Resultados									

[Tabla 5]

Tipo de cable: cable inoxidable Diámetro de cable: 40 µm

	Inventión actual 31	Inventión actual 32	Inventión actual 33	Inventión actual 34	Ejemplo convencional 31	Ejemplo convencional 32	Ejemplo convencional 33	Ejemplo convencional 34
Material de hilera	A	A	A	A	B PCD convencional	B PCD convencional	C (monocristalino)	C (monocristalino)
Rugosidad de superficie Ra (µm)	0,01	0,05	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2	0,3
Circularidad (µm)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Angulo de reducción	6°	6°	6°	6°	6°	6°	6°	6°
Vida (índice)	8	8	6	5	4	2	4	2
Fallo sobre la superficie de cable	Sin fallo	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo
Circularidad después de trefilar cable en 50 km	0,2 o menos	0,2 o menos	0,3 o menos	0,4 o menos	0,5 o menos	0,6 o menos	0,5 o menos	0,7 o menos
Resultados								

	Inventión actual 35	Inventión actual 36	Inventión actual 37	Ejemplo convencional 35	Ejemplo convencional 36	Ejemplo convencional 37	Inventión actual 38	Inventión actual 39	Inventión actual 40
Material de hilera	A	A	A	B PCD convencional	B PCD convencional	C (monocristalino)	A	A	A
Rugosidad de superficie Ra (µm)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Circularidad (µm)	0,01	0,05	0,3	0,05	0,2	0,05	0,05	0,05	0,05
Angulo de reducción	6°	6°	6°	6°	6°	6°	10°	14°	18°
Vida (índice)	11	10	6	6	5	6	10	10	6
Fallo sobre la superficie de cable	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo	Fallo poco profundo	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo
Circularidad después de trefilar cable en 50 km	0,1 o menos	0,1 o menos	0,4 o menos	0,4 o menos	0,5 o menos	0,4 o menos	0,1 o menos	0,1 o menos	0,4 o menos
Resultados									

[Tabla 6]

Tipo de cable: cuerda de acero Diámetro de cable: 200 µm

	Inventi3n actual 41	Inventi3n actual 42	Inventi3n actual 43	Inventi3n actual 44	Ejemplo convencional 41	Ejemplo convencional 42	Ejemplo convencional 43	Ejemplo convencional 44
Material de hilera	A	A	A	A	B PCD convencional	B PCD convencional	C (monocristalino)	C (monocristalino)
Rugosidad de superficie Ra (µm)	0,01	0,05	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2	0,3
Circularidad (µm)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Angulo de reducci3n	6°	6°	6°	6°	6°	6°	6°	6°
Vida (indice)	8	8	6	4	4	2	1	1
Fallo sobre la superficie de cable	Sin fallo	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo	Inmedible	Inmedible
Circularidad despu3s de trefilar cable en 50 km	0,2 o menos	0,2 o menos	0,3 o menos	0,5 o menos	0,5 o menos	0,6 o menos	Apareci3n grieta	Apareci3n grieta
Resultados								

	Inventi3n actual 45	Inventi3n actual 46	Ejemplo convencional 45	Ejemplo convencional 46	Ejemplo convencional 47	Inventi3n actual 47	Inventi3n actual 48	Inventi3n actual 49
Material de hilera	A	A	B PCD convencional	B PCD convencional	C (monocristalino)	A	A	A
Rugosidad de superficie Ra (µm)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Circularidad (µm)	0,1	0,3	0,05	0,2	0,05	0,1	0,1	0,1
Angulo de reducci3n	6°	6°	6°	6°	6°	10°	14°	18°
Vida (indice)	11	6	5	3	1	10	9	7
Fallo sobre la superficie de cable	Sin fallo	Fallo poco profundo	Fallo poco profundo	Fallo profundo	Inmedible	Sin fallo	Sin fallo	Fallo poco profundo
Circularidad despu3s de trefilar cable en 50 km	0,1 o menos	0,4 o menos	0,4 o menos	0,5 o menos	Apareci3n grieta	0,2 o menos	0,2 o menos	0,4 o menos
Resultados								

Como es obvio a partir de estos resultados, cuando la hilera de la presente invenci3n se compara con una hilera

convencional, debido a las diferencias en rugosidad de superficie, circularidad y ángulo de reducción, la hilera de la presente invención es excelente en vida y aparición de una imperfección en la superficie del cable y se puede llevar a cabo trefilado de alta precisión con menos variaciones en circularidad durante un periodo de tiempo largo.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de una hilera de trefilado que tiene un núcleo formado por diamante policristalino fabricado sustancialmente solo de diamante, teniendo dicho diamante policristalino una construcción mixta que incluye diamante de grano fino con un tamaño máximo de grano de menos de o igual a 100 nm y un tamaño promedio de grano de menos de o igual a 50 nm y diamante similar a placa o diamante granulado toscamente particulado con un tamaño mínimo de grano de más de o igual a 50 nm y un tamaño de grano máximo de menos de o igual a 10000 nm, el procedimiento comprende introducir dicha mezcla en una cápsula de un metal, que convierte directamente un material de carbono de tipo no diamantino como un material de partida en diamante, en el que el material de partida es grafito similar a placa con un tamaño de grano de 50 nm o más, con un material de carbono de tipo no grafitico añadido al mismo en un intervalo de más del o igual al 10 % en volumen y menos del o igual al 95 % en volumen y sinterizar el diamante a una presión ultraelevada en la que el diamante es termodinámicamente estable y a una temperatura ultraelevada de 1.500 °C o más, usando un aparato de generación de presión ultraelevada y temperatura ultraelevada capaz de llevar a cabo presurización isótropa o presurización hidrostática, sin añadir una ayuda de sinterización o un catalizador y proporcionando en dicho diamante policristalino un orificio a través del que pasa un material sometido a trefilado.
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho diamante de grano fino tiene un tamaño de grano máximo de menos de o igual a 50 nm y un tamaño de grano promedio de menos de o igual a 30 nm.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que dicho diamante de grano tosco tiene un tamaño de grano mínimo de más de o igual a 50 nm y un tamaño de grano máximo de menos de o igual a 1000 nm.
4. El procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el orificio formado en dicho diamante policristalino tiene al menos un trabajo de superficie para mecanizar con una rugosidad de superficie Ra de más de o igual a 0,001 μm y menos de o igual a 0,2 μm .
5. El procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el orificio formado en dicho diamante policristalino tiene una circularidad de más de o igual a 0,1 μm y de menos de o igual a 0,2 μm cuando se observa una sección transversal de una parte de apoyo.

FIG. 1

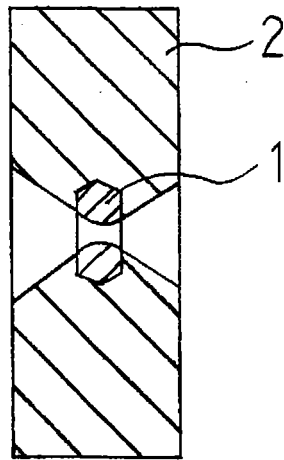


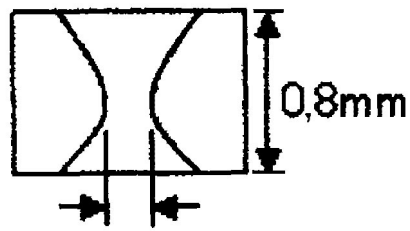
FIG. 2A



FIG. 2B



FIG. 3A



DIÁMETRO INTERNO DE HILERA

FIG. 3B

HILERA DE DIAMANTE NANO-POLICRISTALINO

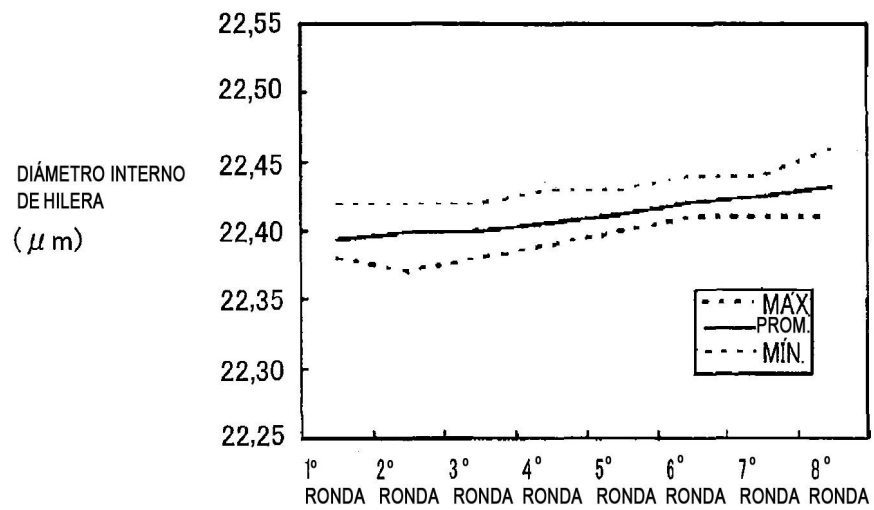


FIG. 3C

HILERA DE DIAMANTE MONOCRISTALINO NATURAL

