

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 628 317**

51 Int. Cl.:

**B21C 3/02** (2006.01)

**C04B 35/52** (2006.01)

**B01J 3/06** (2006.01)

**C04B 35/645** (2006.01)

**B82Y 30/00** (2011.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.01.2008 E 13157166 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.03.2017 EP 2647444**

54 Título: **Hilera de trefilado**

30 Prioridad:

**19.01.2007 JP 2007010101**

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

**02.08.2017**

73 Titular/es:

**SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD. (33.3%)**  
**5-33, Kitahama 4-chome, Chuo-ku**  
**Osaka-shi, Osaka 541, 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 2 628 317 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

Hilera de trefilado

**Campo técnico**

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

**Técnica anterior**

10 Convencionalmente, como una hilera de trefilado para trefilar un hilo ultrafino con un diámetro de orificio de 50  $\mu\text{m}$  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 hilo. En monocristal de diamante, las distancias entre planos de red cristalina difieren dependiendo de la orientación y los planos de red 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 hilo.

Adicionalmente, una hilera para trefilar un hilo altamente duro tal como un hilo de acero inoxidable, un cable 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 exfoliación. 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 usan un metal del grupo del hierro tal como Co, Ni, Fe, o una cerámica tal como SiC, como un coadyuvante de sinterización o un agente de unión. Se obtienen sinterizando polvo de diamante conjuntamente con un coadyuvante 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  
25 alrededor del 10 % en volumen de un coadyuvante de sinterización o un agente de unión, no es posible obtener una superficie de orificio 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 que no tiene ningún agente de unión 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 de patente 1), Japón. J. Appl. Phys., 11 (1972) 578-590 [M. Wakatsuki, K. Ichinose, T. Aoki] (documento no de patente 2) y Nature 259 (1976) 38 [S. Naka, K. Horii, Y. Takeda, T. Hanawa] (documento no de patente 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.

40 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.

45 Además, New Diamond and Frontier Carbon Technology, 14 (2004) 313 [T. Irifune, H. Sumiya] (documento no de patente 4) y SEI Technical Review 165 (2004) 68 [Sumiya, Irifune] (documento no de patente 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.

Adicionalmente, Journal of Materials Science, Kluwer Academic Publishers EE.UU., vol. 39, n.º: 2, 204, páginas 445-450, XP002573562, ISSN 0022-2461 (documento no de patente 6), divulga "Microstructure features of polycrystalline diamond synthesized directly from graphite under static high pressure".

50 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]

Documento no de Patentes 5: SEI Technical Review 165 (2004) 68 [Sumiya, Irifune]

Documento no de Patentes 6: Journal of Materials Science, Kluwer Academic Publishers EE.UU., vol. 39, n.º: 2, 2004, páginas 445-450, XP002573562, ISSN 0022-2461

5 **Divulgación de la invención**

**Problemas a resolver por la invención**

10 Sin embargo, dado que los diamantes policristalinos descritos en documentos no relacionados con 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 tienen 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.

15 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.

20 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.

25 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 hilo 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 hilo ultrafino o un hilo de acero inoxidable o un cable de acero, sin causar problemas tales como desgaste irregular o grietas de exfoliación 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**

30 La presente invención se caracteriza por una hilera de trefilado de acuerdo con la reivindicación 1 y por un procedimiento de elaborar un hilo de acuerdo con la reivindicación 4.

35 Los inventores 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 inventores 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.

45 Para resolver los problemas como se describen anteriormente, los inventores emplearon grafito similar a placa relativamente tosco o diamante relativamente tosco con un material de carbono de tipo no grafitico o grafito con cristalinidad baja o grafito de grano fino añadido al mismo, como un material de partida, para el procedimiento de convertir directamente 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 estaban dispersos en una matriz de diamante de grano fino. Los inventores han encontrado que se puede obtener diamante policristalino significativamente 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 de grano grueso. Los inventores 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.

55 Después de fabricar una hilera usando este material y de llevar a cabo una prueba de trefilado, los inventores han encontrado que una hilera que tiene alta resistencia al desgaste y menos desgaste irregular y menos grietas de exfoliación 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.

5 La presente invención tiene una característica que se proporciona una hilera que usa diamante policristalino fabricado 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 un coadyuvante 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 de grano grueso 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 grueso 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.

15 El orificio formado en el diamante tiene al menos un trabajo de superficie para mecanizar con una rugosidad de superficie Ra de más de o igual a 0,001  $\mu\text{m}$  y menos de o igual a 0,2  $\mu\text{m}$  y el orificio formado en el diamante tiene una circularidad de más de o igual a 0,01  $\mu\text{m}$  y de menos de o igual a 0,2  $\mu\text{m}$  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°.

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

30 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.

35 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 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 de la presente invención.

40 Fig. 3C 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 natural convencional.

#### Descripción de los signos de referencia

1 diamante monocristalino

2 caja

#### 45 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 extremadamente correosa y de dureza alta y las variaciones de propiedad dependiendo de

muestras están significativamente reducidas.

Preferentemente, la cantidad de material de carbono de tipo no grafitico añadido al grafito o diamante similar a placa 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 de grano grueso 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 de grano grueso 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 o de grano grueso presenta el efecto de evitar deformación plástica y progresión de grietas finas, el cuerpo policristalino tiene una 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, aun 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 hilo 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 se pulió a espejo y la dureza en la superficie pulida se midió con un medidor de dureza micro Knoop. La Tabla 1 muestra los resultados experimentales.

[Tabla 1]

	Material de base	Material de partida Aditivo	Cantidad añadida	Condiciones de síntesis Presión, Temperatura	Producto (diamante policristalino) Tamaño de grano de parte de grano grueso 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)	120 Gpa
Ejemplo 2	1-3 µmGr	25 nmGr	70 % en vol.	12 GPa, 2300 °C	50-300 nm (distribución en capas)	130 Gpa
Ejemplo 3	1-3 µmGr	10 nmGr	30 % en vol.	12 GPa, 2100 °C	50-300 nm (distribución en capas)	130 Gpa
Ejemplo 4	0,1-1 µm Dia	10 nmGr	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	100-100 nm	120 Gpa
Ejemplo 5	1-3 µmGr	Carbono vítreo	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	50-200 nm (distribución en capas)	120 Gpa
Ejemplo 6	1-3 µmGr	C60	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	50-200 nm (distribución en capas)	120 Gpa
Ejemplo 7	1-3 µmGr	Nanotubo de carbono	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	50-200 nm (distribución en capas)	120 Gpa
Ejemplo 8	0,1-1 µm Dia	Carbono vítreo	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	100-1000 nm	120 Gpa
Ejemplo 9	0,1-1 µm Dia	C60	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	100-1000 nm	120 Gpa
Ejemplo 10	0,1-1 µm Dia	Nanotubo de carbono	50 % en vol.	9 GPa, 1900 °C	100-1000 nm	120 Gpa
Ejemplo comparativo 1	1-3 µmGr	Ninguno		12 GPa, 2300 °C	50-100 nm (distribución en capas)	100-130 Gpa
Ejemplo comparativo 2	0,1-1 µm Dia	Ninguno		12 GPa, 2300 °C	100-1000 nm	70-80 Gpa
Ejemplo comparativo 3	Carbono vítreo	Ninguno		9 GPa, 1900 °C	Ninguno	95 Gpa
Ejemplo comparativo 4	C60	Ninguno		9 GPa, 1900 °C	Ninguno	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 o menos. 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 hilo de cobre con un diámetro de aproximadamente 2  $\mu\text{m}$  mayor que un diámetro de orificio inicial se usó como un material de hilo sometido a trefilado, el trefilado se llevó a cabo a una velocidad de 100 mm/s y cada vez cuando el hilo se trefiló por un metro, una parte central del hilo 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 datos de diámetros obtenidos por las operaciones 30 veces se determinaron. Por lo tanto, estos valores representan valores obtenidos trefilando el hilo a lo largo de 30 metros. Esta serie 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) fabricado de diamante con un tamaño de grano promedio de 1  $\mu\text{m}$  (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 hilo, 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 un cable de acero con un diámetro de 40  $\mu\text{m}$  idéntico a aquel de otros materiales de hilo no estaba disponible como un material de hilo, la hilera para trefilar un cable de acero tenía un diámetro de orificio de 200  $\mu\text{m}$ . Por lo tanto, los resultados en el cable de acero no pueden compararse con los resultados en otros materiales de hilo 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 una fisura en una superficie de hilo, se hicieron tres tipos de evaluaciones en base al estado de una fisura en la superficie de hilo observada después de trefilar el hilo en 50 kilómetros (para el cable de acero, después de trefilar el cable de acero en 20 kilómetros). Específicamente, "ninguna fisura" indica que no se observa ninguna fisura, "fisura poco profunda" indica que se observó una fisura poco profunda y "fisura profunda" indica que se observó una fisura profunda como un araño sobre un material de hilo. Adicionalmente, la circularidad se midió simultáneamente confirmando mientras una fisura en la superficie de hilo.

Las muestras que se indican con presente invención 4 y 7 en la tabla 2, con presente invención 14 y 17 en la tabla 3, con presente invención 24 y 27 en la tabla 4, con presente invención 34 y 37 en la tabla 5 y con presente invención 44 y 46 en la tabla 6 no forman parte de la invención según se define en la reivindicación 1.

[Tabla 2]

Tipo de hilo : hilo de oro Diámetro de hilo : 40 µm

	Presente invención 1	Presente invención 2	Presente invención 3	Presente invención 4	Ejemplo convencional 1	Ejemplo convencional 2	Ejemplo convencional 3	Ejemplo convencional 4
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	0,05	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	Sin fisura	Sin fisura	Sin fisura	Fisura profunda	Fisura profunda	Fisura profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda
Circularidad después de trefilar hilo 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

	Presente invención 5	Presente invención 6	Presente invención 7	Ejemplo convencional 5	Ejemplo convencional 6	Ejemplo convencional 7	Presente invención 8	Presente invención 9	Presente invención 10
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	8°	8°	8°	8°	8°	8°	12°	16°	20°
Vida (índice)	14	13	7	7	6	7	13	13	8
Resultados	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda	Fisura poco profunda	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda
Circularidad después de trefilar hilo 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

[Tabla 3]

Tipo de hilo : hilo de cobre      Diámetro de hilo : 40 µm

	Presente invención 11	Presente invención 12	Presente invención 13	Presente invención 14	Ejemplo convencional 11	Ejemplo convencional 12	Ejemplo convencional 13	Ejemplo convencional 14
<b>Material de hilera</b>	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	8º	8º	8º	8º	8º	8º	8º	8º
Vida (índice)	10	10	8	6	5	3	5	2
Fisura sobre la superficie de hilo	Sin fisura	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda
Circularidad después de trefilar hilo 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

	Presente invención 15	Presente invención 16	Presente invención 17	Ejemplo convencional 15	Ejemplo convencional 16	Ejemplo convencional 17	Presente invención 18	Presente invención 19	Presente invención 20
<b>Material de hilera</b>	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	8º	8º	8º	8º	8º	8º	12º	16º	20º
Vida (índice)	14	13	7	7	6	7	13	13	8
Fisura sobre la superficie de hilo	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda	Fisura poco profunda	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda
Circularidad después de trefilar hilo 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

[Tabla 4]

Tipo de hilo : hilo de tungsteno Diámetro de hilo : 40 µm

	Presente invención 21	Presente invención 22	Presente invención 23	Presente invención 24	Ejemplo convencional 21	Ejemplo convencional 22	Ejemplo convencional 23	Ejemplo convencional 24
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)	6	6	5	4	3	2	3	1
Resultados	Sin fisura	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda
	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
Circularidad después de trefilar cable en 50 km								

	Presente invención 25	Presente invención 26	Presente invención 27	Ejemplo convencional 25	Ejemplo convencional 26	Ejemplo convencional 27	Presente invención 28	Presente invención 29	Presente invención 30
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)	9	8	4	4	3	4	8	8	5
Resultados	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda	Fisura poco profunda	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda
	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
Circularidad después de trefilar hilo en 50 km									

[Tabla 5]

Tipo de hilo: hilo de acero inoxidable      Diámetro de hilo : 40 µm

	Presente invención 31	Presente invención 32	Presente invención 33	Presente invención 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
Resultados	Sin fisura	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda
	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

	Presente invención 35	Presente invención 36	Presente invención 37	Ejemplo convencional 35	Ejemplo convencional 36	Ejemplo convencional 37	Presente invención 38	Presente invención 39	Presente invención 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
Resultados	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda	Fisura poco profunda	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda
	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

[Tabla 6]

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

	Presente invención 41	Presente invención 42	Presente invención 43	Presente invención 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 reducción	6°	6°	6°	6°	6°	6°	6°	6°
Vida (indice)	8	8	6	4	4	2	1	1
Resultados	Sin fisura	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda	Incomensurable	Incomensurable
	0,2 o menos	0,2 o menos	0,3 o menos	0,5 o menos	0,5 o menos	0,6 o menos	Apareció grieta	Apareció grieta
Circularidad después de trefilar hilo 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	Apareció grieta	Apareció grieta

	Presente invención 45	Presente invención 46	Ejemplo convencional 45	Ejemplo convencional 46	Ejemplo convencional 47	Presente invención 47	Presente invención 48	Presente invención 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 reducción	6°	6°	6°	6°	6°	10°	14°	18°
Vida (indice)	11	6	5	3	1	10	9	7
Resultados	Sin fisura	Fisura poco profunda	Fisura poco profunda	Fisura profunda	Incomensurable	Sin fisura	Sin fisura	Fisura poco profunda
	0,1 o menos	0,4 o menos	0,4 o menos	0,5 o menos	Apareció grieta	0,2 o menos	0,2 o menos	0,4 o menos
Circularidad después de trefilar hilo en 50 km	0,1 o menos	0,4 o menos	0,4 o menos	0,5 o menos	Apareció grieta	0,2 o menos	0,2 o menos	0,4 o menos

Como es obvio a partir de estos resultados, cuando la hilera de la presente invención 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 fisura en la superficie del hilo y se puede llevar a cabo trefilado de alta precisión con menos variaciones en circularidad durante un periodo de tiempo largo.

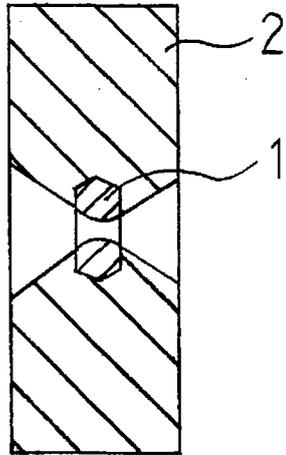
5 Una hilera de trefilado tiene un núcleo formado por diamante policristalino fabricado sustancialmente solo de diamante y producido convirtiendo directamente un material de carbono de tipo no diamantino como un material de partida en diamante y sinterizando el diamante a una presión ultraelevada y a una temperatura ultraelevada sin añadir un coadyuvante de sinterización o un catalizador, 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 de grano grueso 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, estando dicho diamante policristalino provisto de un orificio a través del que pasa un material de hilo sometido a trefilado.

10

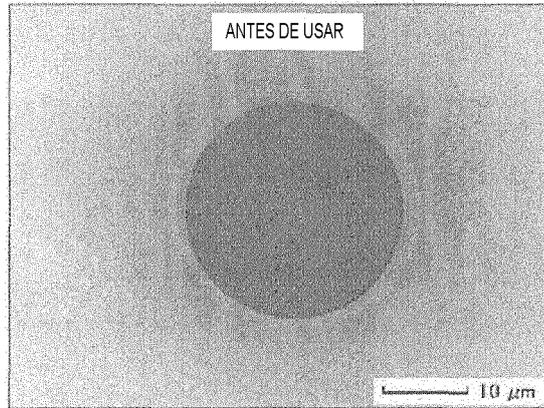
**REIVINDICACIONES**

- 5 **1.** Una hilera de trefilado que tiene un núcleo formado por diamante policristalino fabricado 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 a una temperatura ultraelevada sin añadir un coadyuvante de sinterización o un catalizador, 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 de grano grueso 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,
- 10 estando en dicha construcción mixta los cristales diamantinos dispuestos en capas o los cristales diamantinos relativamente toscos dispersos en una matriz de diamante de grano fino,
- estando dicho diamante policristalino provisto de un orificio a través del que pasa un material de hilo sometido a trefilado,
- en el que el orificio formado en dicho diamante policristalino tiene al menos una superficie de trabajo para mecanizar con una rugosidad de superficie Ra de más de o igual a 0,001  $\mu\text{m}$  y menos de o igual a 0,2  $\mu\text{m}$ , y
- 15 en el que el orificio formado en dicho diamante policristalino tiene una circularidad de más de o igual a 0,01  $\mu\text{m}$  y de menos de o igual a 0,2  $\mu\text{m}$  cuando se observa una sección transversal de una parte de apoyo.
- 2.** La hilera de trefilado de acuerdo con la reivindicación 1, en la 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.
- 20 **3.** La hilera de trefilado de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 o 2, en la que dicho diamante de grano grueso 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.** Un procedimiento de elaborar un hilo, procedimiento que comprende someter un material de hilo a trefilado a través de una hilera de trefilado de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3.
- 25 **5.** El procedimiento de elaborar un hilo de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el material de hilo sometido a trefilado es un hilo de oro y dicho orificio tiene una forma con un ángulo de reducción de 8 a 16°.
- 6.** El procedimiento de elaborar un hilo de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el material de hilo sometido a trefilado es un hilo de cobre y dicho orificio tiene una forma con un ángulo de reducción de 8 a 16°.
- 7.** El procedimiento de elaborar un hilo de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el material de hilo sometido a sometido a trefilado es un hilo de tungsteno y dicho orificio tiene una forma con un ángulo de reducción de 6 a 14°.
- 30 **8.** El procedimiento de elaborar un hilo de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el material de hilo sometido a sometido a trefilado es un hilo de acero inoxidable y dicho orificio tiene una forma con un ángulo de reducción de 6 a 14°.
- 9.** El procedimiento de elaborar un hilo de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el material de hilo sometido a sometido a trefilado es un cable de acero y dicho orificio tiene una forma con un ángulo de reducción de 6 a 14°.

FIG. 1



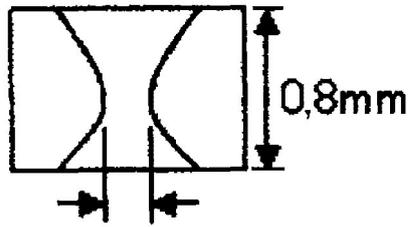
**FIG. 2A**



**FIG. 2B**



FIG. 3A



DIÁMETRO INTERNO DE HILERA

FIG. 3B

HILERA DE DIAMANTE NANO-POLICRISTALINO

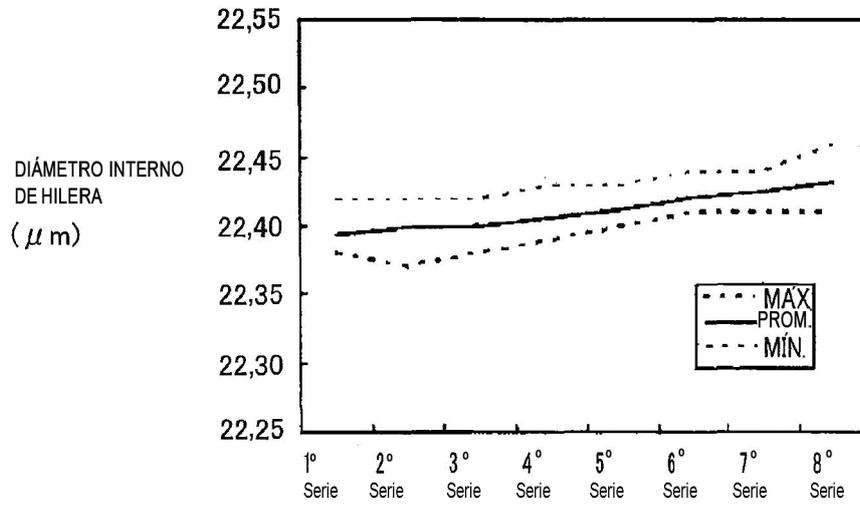


FIG. 3C

HILERA DE DIAMANTE MONOCRISTALINO NATURAL

