



Alta Tecnologia del Diamante ***Advanced Diamond Technology***



MICROPOLVERI DI DIAMANTE E CBN
DIAMOND AND CBN MICRON POWDERS



DIATEC UTENSILI S.R.L.

20077 MELEGNANO - MILANO - ITALY - Via Ernesto Rizzi, 1^a traversa, 7
Tel. +39 02 9811 2135 - +39 02 9823 0045 - Fax +39 02 9823 7589 - E-mail: diatecut@tin.it

ABRASIVITÀ DELLE MICROPOLVERI

Un fattore produttivo molto importante delle polveri **DIATEC** di diamante e di CBN nelle granulometrie micron e submicron, per lavorazioni di finitura dimensionale, lappatura e levigatura, è la capacità di abrader rapidamente il materiale fino al grado corretto di rugosità superficiale, senza produrre dannose scalfiture o asperità. Ogni impropria scalfitura può provocare:

- 1) ripetizione e/o prolungamento della operazione meccanica;
- 2) eccessivo asporto di materiale, quindi perdita di planarità e di precisione.

Causa principale di danneggiamento della superficie in lavorazione possono essere corpi estranei o granuli di misura superiore alla soglia di tolleranza prevista ma anche una eccessiva quantità di polvere inefficace perchè di misura inferiore alla fascia granulometrica nominale, dovuta ad una ripartizione inadeguata della grana.

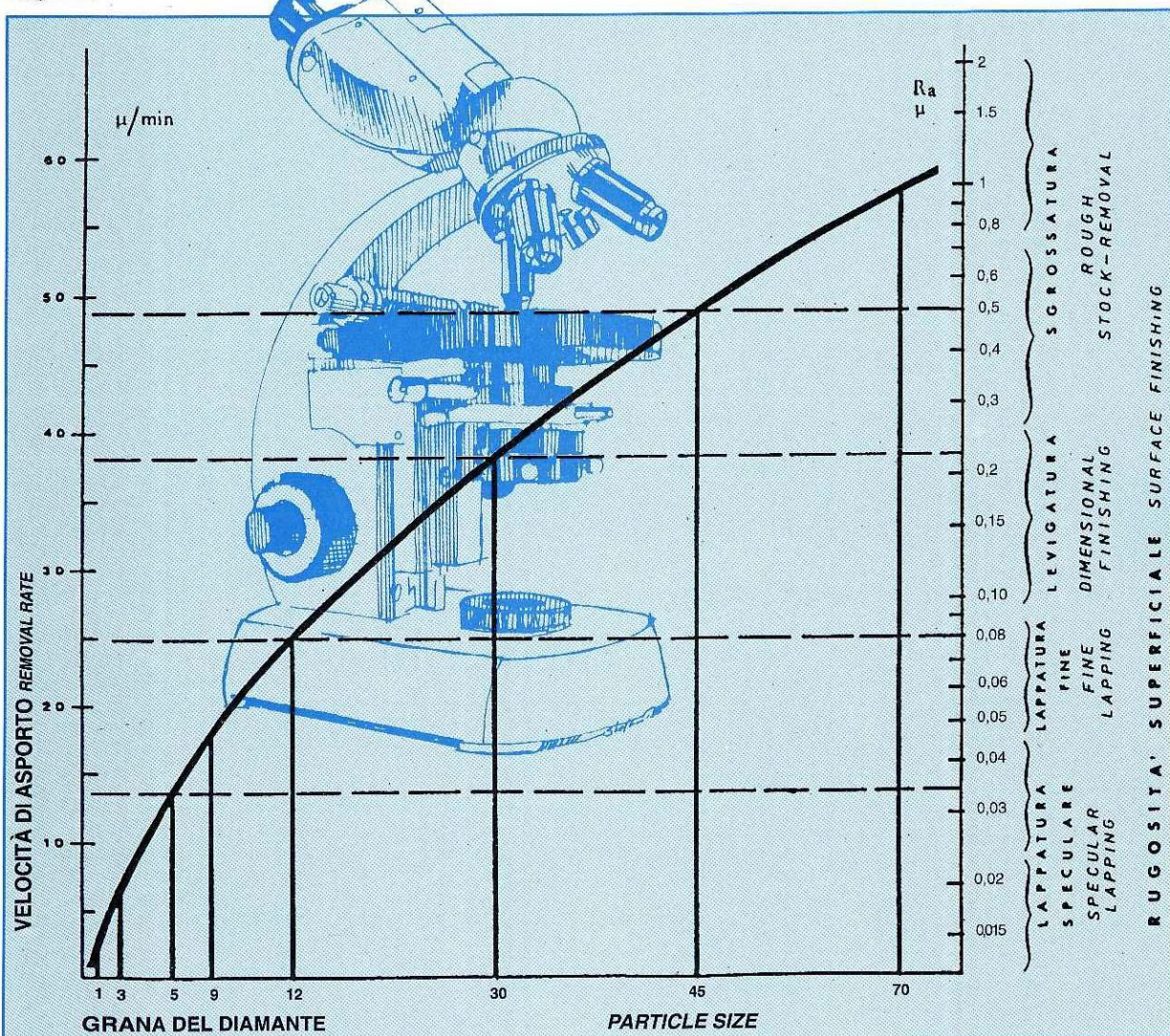
Nelle lavorazioni di micromeccanica e di microelettronica (es. testine e dischi di memoria) con polveri submicron, tali inconvenienti sono particolarmente pregiudizievoli. Una buona forma, massiccia e tridimensionale delle particelle di diamante, con bordi e spigoli vivi, è un requisito primario perchè la polvere abrasiva offra il giusto grado di microfratturazione spontanea e progressiva, e che mantenga la propria abrasività il più a lungo possibile durante il lavoro, fino all'eccessivo "impastamento" con il materiale asportato. Il grado di finitura superficiale, benchè sia anche influenzato dalla pressione di lappatura e dalle caratteristiche del veicolo dei granuli, può essere approssimativamente rapportato alla dimensione granulometrica, secondo il diagramma seguente.

MICRON POWDER ABRASIVENESS

An important production factor of DIATEC diamond and CBN powders in micron and submicron sizes, for dimensional finishing, lapping and polishing operations, is the ability to abrade materials fast, up to the correct surface roughness, without producing damage scratches or asperities. Any improper scratching may cause:

- 1) repetition and/or prolongation of the mechanical process,
- 2) excessive material take off, therefore loss of planarity and precision.

Principal cause of worksurface damage may be foreign matter or granules larger in size than the designed tolerance threshold but also an excessive quantity of inefficient undersize powder left in by inadequate particle size distribution. In micromechanical or microelectronics applications (e.g. memory disks and heads) using submicron powders such drawbacks are particularly detrimental. Good, three dimensional and blocky shape of the diamond particles, with sharp edges and corners, is a primary requisite of the abrasive powder in order to provide a fair grade of spontaneous, progressive microfracturing and to maintain its working abrasiveness as long as possible, until excessive "clogging" is caused by removed material. The surface finishing grade, although influenced also by lapping pressure and properties of granules vehicle, can be approximately related to particle size, according to the following diagram.



MICROPOLVERI DI DIAMANTE SUPERMICRONIZZATE

Le micropolveri di diamante DIATEC vengono progettate, prodotte e classificate secondo rigorosi criteri, orientati verso l'applicazione e per il massimo beneficio del cliente. Scegliere la corretta micrograna di superabrasivo per una specifica applicazione richiede molto più di un mero adeguamento della resistenza all'urto della polvere alla durezza della superficie da lavorare e viene quindi superato il classico concetto di classificazione delle micropolveri di diamante in "resin bond" (RB) e "metal bond" (MB). Diventa sempre più imprescindibile che, indipendentemente dall'origine del materiale ed anche al costo di una minor resa, si operi un vero e proprio processo di "supermicronizzazione", fondato su due concetti:

- 1) SELEZIONE E/O ADEGUAMENTO MIGLIORATIVO DELLA MATERIA PRIMA.
 - 2) PROGETTAZIONE E CONTROLLO DURANTE TUTTE LE FASI DEL PROCESSO DI MICRONIZZAZIONE.
- In via preliminare, di ogni lotto di diamante da micronizzare occorre conoscere alcune proprietà essenziali.

A) LA PUREZZA DEL MATERIALE GREZZO

I contaminanti inorganici intrinseci del materiale grezzo sono normalmente costituiti da residui metallici e ceramici derivanti dal processo di sintesi HP-HT (alta pressione-alta temperatura) di produzione del diamante. Durante, l'operazione di riduzione della grana, o di macinazione (milling), del ciclo di micronizzazione, le impurezze presenti tra i cristalli vengono liberate ed introdotte come impurità estrinseche nella micropolvere finale. A tali impurità si vanno ad aggiungere i residui metallici derivanti dall'usura dei mezzi meccanici di macinazione. Ferro, nichel e cromo sono i più comuni contaminanti metallici, relativamente facili da eliminare e rilevabili mediante spettroscopia a dispersione di energia a raggi X.

B) LA COMPOSIZIONE CHIMICA

La composizione chimica dei cristalli di diamante comprende spesso delle impurezze, metalliche costituite da ferro, cobalto, nichel e manganese intrappolate nella struttura molecolare durante la fase di accrescimento dei cristalli stessi nel processo catalitico di sintesi HP-HT. Queste impurezze intrinseche determinano le proprietà meccaniche, termiche e ottiche dei cristalli e la loro entità incide significativamente sulla tenacità del materiale superabrasivo in termini di resistenza all'urto. Per tenere sotto controllo la tenacità del cristallo occorre quindi rilevare le impurità intrinseche sia del materiale grezzo in entrata che della micropolvere finale. A questo scopo vengono effettuate analisi quantitative mediante spettroscopia ottica ad emissione fornendo una precisione dell'ordine del 3-10 % per i solidi e migliore del 0,5 % in peso per le soluzioni.

SUPERMICRONIZED DIAMOND POWDERS

DIATEC micron diamond powders are designed, manufactured and graded according to rigorous, application-oriented standards, for the maximum benefit of the customer. Selecting the right micron superabrasive for the specific application requires much more than a mere matching of impact strength of powder with workpiece hardness, therefore the classic concept of classifying diamond micron powders as "Resin Bond" (RB) and "Metal Bond" (MB) is superseded. It becomes increasingly essential to carry out a real "supermicronizing" process, regardless of the origin of the raw material and even at the expense of a lower yield, founded on two concepts:

- 1) SELECTION AND/OR CUSTOMIZATION OF RAW MATERIAL.
- 2) DESIGN AND CONTROL OF ALL THE MICRONIZING PROCESS STEPS.

Preliminarily, some essential properties are to be known about each incoming lot of raw diamond considered for micronization:

A) RAW MATERIAL PURITY.

Intrinsic inorganic contaminants of raw material normally consist of metallic and ceramic impurities deriving from the HP-HT (High Pressure-High Temperature) diamonds synthesis. During size reduction or the milling stages of the micronizing process, the impurities standing within the crystals are released and introduced as extrinsic impurities to the final micron powder. Additional metallic contamination is introduced as a result of mechanical wearing of the milling equipment. Iron, nickel and chromium account for the most common, easily-removable metallic contaminants and are relatively simple to detect by energy dispersive X-ray spectroscopy.

B) CHEMICAL COMPOSITION

The chemical composition of diamond crystals often includes metallic impurities such as iron, cobalt, nickel or manganese entrapped in the molecular structure during the crystal growing phase of the catalytic HP-HT synthesis. These intrinsic impurities are responsible for the mechanical, thermal and optical properties of the crystals and their level influences significantly the toughness of the superabrasive material in terms of impact strength. In order to gain control over the superabrasive crystal toughness it is necessary to detect intrinsic impurities in the incoming raw material, as well as in the final micron powder. For this purpose, quantitative chemical analysis is carried out by means of optical emission spectroscopy providing accuracies of the order of 3 to 10 percent for solids and better than 0.5 percent in weight for solutions.



Le impurità costituite da materiali estranei o da granuli comparativamente piccolissimi, compromettono seriamente l'efficienza della micropolvere.

Impurities made-up by foreign matters or by comparatively very small granules, seriously compromise the micron powder efficiency.



Anche se di forma non ideale, una micropolvere pulita offre un giusto rapporto di valore/prestazioni.

Even if non-ideal in shape, a clean micron powder offers a fair value/performance ratio.

Per centrare al massimo grado le aspettative del cliente, la micropolvere deve essere preventivamente progettata, poi scrupolosamente controllata in ogni fase della lavorazione.

PUREZZA SUPERFICIALE

La purezza superficiale dei cristalli è una premessa essenziale per produrre una micropolvere capace di legarsi perfettamente e permanentemente con il veicolo di sospensione o il legante dell'abrasivo e di prevenire la formazione di grumi per scarsa uniformità di distribuzione. Le esigenze di purezza diventano sempre più stringenti nelle lappatura con grane submicron di dischi e testine magnetiche per computer in cui i contaminanti corrosivi (quali i cloruri) sono potenziale causa di seri danni. Particolarmente per tali finissime granulometrie, l'ottenimento di un'alta purezza risulta molto difficoltoso perché se minore è la dimensione granulometrica, maggiore è la superficie esterna dei cristalli.

I processi chimici di pulitura e rimozione dei contaminanti espongono le micropolveri di diamante alla reazione con acidi e sali inorganici. Inoltre, l'operazione di classificazione granulometrica può contaminare la polvere a causa dell'introduzione di sostanze surfattanti (tensioattivi) e dispersanti che facilitano la dispersione e quindi la classificazione delle particelle. Tutte le sostanze chimiche assorbite dalla superficie dei cristalli, se non adeguatamente rimosse, contribuiscono alla contaminazione superficiale. Tale rimozione richiede l'impiego della cromatografia ionica per analizzare quantitativamente gli anioni estratti dalla superficie delle particelle di diamante.

TENACITÀ

La resistenza all'urto o tenacità dei cristalli di diamante riflette tutte le altre proprietà; dimensione, forma e concentrazione di difetti strutturali. Nelle polveri in grane micron o submicron la tenacità indicata dall'indice TI (Toughness Index) è ricavata dal misuratore di friabilità (Friatester) non è molto significativa e può essere fuorviante se non è confermata dal grado di purezza intrinseca dei cristalli. La concentrazione di impurità metalliche può quindi essere usata come un indicatore di scarsa resistenza meccanica all'urto delle micropolveri di superabrasivo.

FORMA DEI GRANULI

Contrariamente alle polveri di diamante di grana in mesh che contengono cristalli interi con morfologia specifica, le polveri in micron contengono quasi esclusivamente frammenti o particelle senza particolare morfologia cristallina. Indipendentemente se incorporati in sospensione, in pasta o in legante rigido, solamente i granuli massicci e tridimensionali tagliano efficacemente, senza problemi di orientamento. La tecnica di analisi morfologica mediante il microscopio elettronico SEM (Scanning Electron Microscopy) è la più utile per le micrograne fini e per le grandezze submicron.

• • •

In order to focus precisely the customer's expectations, the micronpowder must be designed first, then carefully controlled in all phases of the micronizing process.

SURFACE PURITY

Surface purity of crystals is an essential precondition to produce a micron powder capable of perfect and permanent bonding with the suspension vehicle or the abrasive bond and to prevent the formation of clots due to lack of uniformity in the distribution. Purity requirements become increasingly stringent in submicron grades for lapping computer magnetic heads and disks where corrosive contaminants (e.g. chlorides) are potential source of serious damages. In particular for such very fine grades the achievement of a high surface purity becomes more difficult because the finer the size of the powder, the higher the surface area.

Chemical cleaning processes for the removal of contaminants expose diamond micronpowders to the reaction of inorganic acids and salts. Furthermore, the particle size classification may contaminate the powder due to the introduction of surfactant and dispersant substances which facilitate particle dispersion and thus classification. All chemical substances absorbed by crystal surfaces, if not adequately removed, contribute to surface contamination. This removal involves the use of ion chromatography for the quantitative analysis of the anions extracted from the surface of diamond particles.

TOUGHNESS

Impact strength or toughness of the diamond crystals mirrors all other properties; size, shape and concentration of structural defects. For micron and submicron powder grades the Toughness Index (TI) determined by a standard friability tester is not very significant and may be misleading if not confirmed by the level of intrinsic purity of the superabrasive crystals. The concentration of metallic impurities may then be used as an indicator of low mechanical strength of micron diamond powders.

PARTICLE SHAPE

As opposed to mesh size diamond powders containing whole crystals with specific morphologies, the micron powders contain almost exclusively fragments or particles with no particular crystal morphology. Regardless if embedded in a suspension, paste or solid bond, only three dimensional body particles cut efficiently, without any orientation problem. Scanning Electron Microscopy (SEM) is the most suitable technic for efficient morphological analysis of fine micron particles and for submicron sizes.



I granuli di tipo aghiforme o fogliare riducono l'efficacia del materiale superabrasivo.

Needlike silvers of platelike shales reduce performance of the superabrasive material.



Le particelle massicce, con spigoli multipli e vivi, conferiscono taglieria rapida e pulita alle polveri micron e submicron.

Blocky particles with multiple, sharp cutting edges enable micron and submicron powders to produce fast and clean cutting action.

La natura delle granulometrie abrasive standard delle micropolveri **DIATEC sono esemplificate nella seguente tabella:**

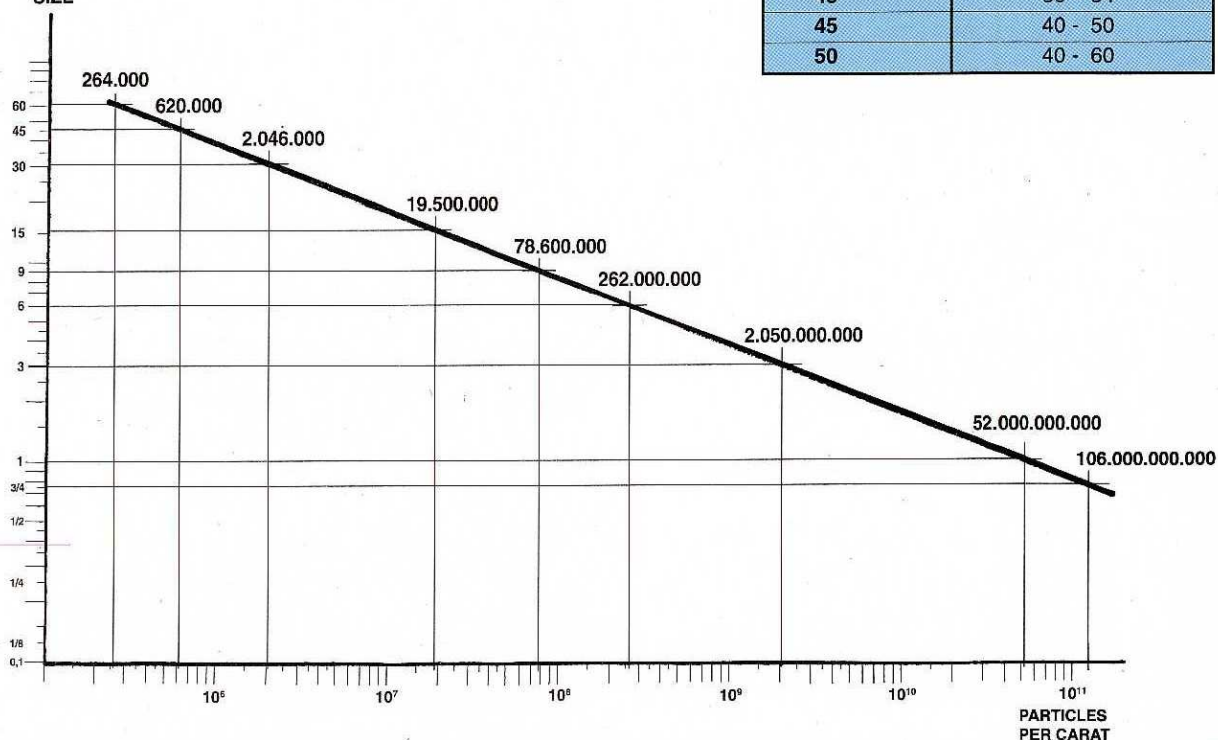
Diamante naturale di miniera	PN Premium Natural
Diamante sintetico	HT High-Toughness
Diamante sintetico	LT Low-Toughness
Diamante policristallino (Sintesi per esplosione)	BDD Black Detonation-Diamond
Nitruro Cubico di Boro	CBN

The nature of standard abrasive grades of **DIATEC micron powders are exemplified in the following table**

Natural mined diamond	PN Premium Natural
Synthetic Diamond	HT High-Toughness
Synthetic Diamond	LT Low-Toughness
Polycrystalline Diamond (Shock Synthesis)	BDD Black Detonation-Diamond
Cubic Boron Nitride	CBN

Micrograna media	Fascia Micron granulometrica
Average Micron Size	Micron Size Range
1/8	0 - 1/4
1/4	0 - 1/2
3/8	0 - 3/4
1/2	0 - 1
3/4	1/2 - 1
1	1/2 - 1 1/2
1	0 - 2
1 1/2	1/2 - 2 1/2
1 1/2	1 - 2
1 3/4	1/2 - 3
2	1 - 3
2 1/4	1 1/2 - 3
2 1/2	2 - 3
3	2 - 4
3 1/2	2 - 5
4	2 - 6
4	3 - 5
4 1/2	3 - 6
5	4 - 6
6	4 - 8
7	5 - 10
9	6 - 12
10	8 - 12
11	8 - 15
12	10 - 15
14	12 - 17
15	10 - 20
17	12 - 22
20	15 - 25
22	15 - 30
25	20 - 30
30	20 - 40
35	30 - 40
40	30 - 50
45	30 - 60
45	36 - 54
45	40 - 50
50	40 - 60

MICRON SIZE



RIPARTIZIONE GRANULOMETRICA

Secondo gli standards in corso la determinazione della misura granulometrica è basata esclusivamente sulla microscopia ottica tradizionale impiegata per sviluppare, definire e classificare le micropolveri in genere. La misura delle particelle viene definita come il diametro del circolo minimo circoscritto che include completamente l'immagine proiettata del granulo, oppure si intende la diagonale massima del granulo.

Negli ultimi anni sono stati sviluppati metodi e apparecchiature molto avanzate per superare gli svantaggi e i limiti della microscopia ottica ma ciascuna tecnica offre prestazioni ottimali solamente su una certa fascia di granulometrie. Alcune apparecchiature attualmente impiegate per la ripartizione granulometrica delle particelle di diamante sono qui descritte.

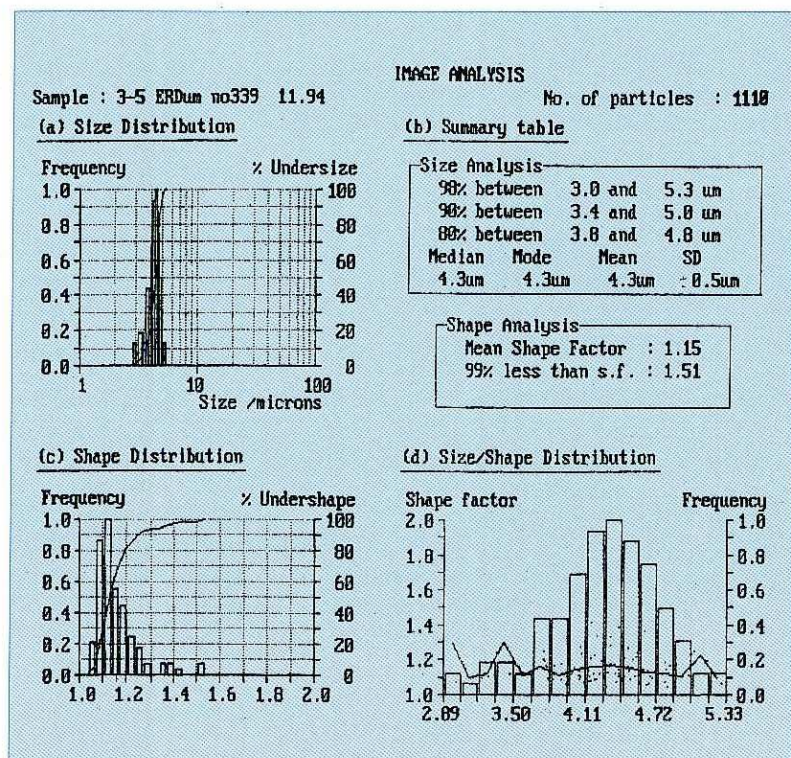
APPARECCHIATURA	TECNICA DI MISURAZIONE	PRINCIPIO OPERATIVO	PARAMETRI RILEVATI	LIMITI MISUR. μm	
				MIN	MAX
Microscopio a proiezione	Microscopia ottica	Immagine bidimensionale	Circolo circoscritto Max diagonale	2,5	—
Analizzatore ELZONE	Campo elettrico	Zona sensibile	Volume dislocato	0,995	700
Analizzatore X-100	Analisi per diffrazione Laser	Luce Laser diffusa	Volume equivalente calcolato	0.040	700
Analizzatore di particelle ultra fini	Diffusione dinamica della luce	Luce deviata per effetto doppler Moto Browniano	Volume equivalente, distrib. della velocità	0,003	6,5

PARTICLE SIZE DISTRIBUTION

According to present standards, particle size distribution is based exclusively on the traditional optical microscopy used to develop define and classify micron powders in general. Particle size is defined as the diameter of the minimum circumscribing circle which encloses completely the projected image of the particle, otherwise the longest diagonal of the particle is considered.

Over recent years very advanced technics and equipment have been developed to overcome drawbacks and limitations of optical microscopy but each technic provides optimal performance over a certain size range only. Some equipment currently employed for diamond particle size distribution is described below.

EQUIPMENT	MEASURING TECHNIC	OPERATING PRINCIPLE	DETECTED PARAMETERS	DETCT. LIMITS μm	
				MIN	MAX
Projection microscope	Optical microscopy	2-D optical image	Circumscribed circle, longest diagonal	2,5	—
ELZONE analyzer	Electrical field	Sensing zone	Displacement volume	0,995	700
X-100 analyzer	Laser diffraction analysis	Laser scattered light	Calculated equivalent volume	0.040	700
Ultra fine particle analyzer	Dynamic light scattering	Doppler shifted light Brownian motion	Equivalent volume, Velocity distribution	0,003	6,5



L'ISTOGRAMMA dell'analisi di immagine per scansione elettronica riporta alcuni valori fondamentali della micropolvere.

MEDIA è la media matematica della grandezza dei granuli di tutta la campionatura. **MEDIANA** è il punto medio sulla curva a campana di distribuzione granulometrica dove si ha una eguale quantità di particelle disposte dai due lati.

MODO è un calcolo matematico per determinare su quale misura il maggiore volume di particelle si è accumulato.

HISTOGRAM of image analysis by electronic scanning reports some fundamental values of micron powder.

MEAN is the mathematical particle size average of the entire sample tested.

MEDIAN is the mid-point on the distribution bell curve where equal amounts of particles are distributed on either side.

MODE is a mathematical calculation to determine at which size the greatest amount of particles has accumulated.