



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 0720401-9 A2



* B R P I 0 7 2 0 4 0 1 A 2 *

(22) Data de Depósito: 12/12/2007

(43) Data da Publicação: 21/01/2014

(RPI 2246)

(51) Int.Cl.:

B24D 3/16

B24D 3/34

B24D 18/00

C04B 35/117

C04B 35/119

C09K 3/14

(54) Título: ABRASIVOS DE SUBMÍCRON ALFA
ALUMINA LIGADOS EM ALTA TEMPERATURA

(57) Resumo:

(30) Prioridade Unionista: 19/12/2006 US 60/870,740

(73) Titular(es): Saint-Gobain Ceramics & Plastics, INC.

(72) Inventor(es): Margaret. L. Skowron, Ralph Bauer

(74) Procurador(es): Dannemann, Siemsen, Bigler &
Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT US2007087155 de
12/12/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/079680de
03/07/2008

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**ABRASIVOS DE SUBMÍCRON ALFA ALUMINA LIGADOS EM ALTA TEMPERATURA**".

CAMPO TÉCNICO

Aspectos da presente invenção são geralmente direcionados a
5 ferramentas e componentes abrasivos ligados em alta temperatura, particularmente, abrasivos ligados em alta temperatura que incorporam finos grãos abrasivos de microestrutura de alumina.

HISTÓRICO DA TECNOLOGIA

Materiais abrasivos e componentes de alto desempenho têm
10 sido usados há tempos em várias aplicações de máquinas industriais, incluindo lapidação/moagem, no qual a remoção do material a granel é executada, a um fino polimento, no qual finos microns e submicrons de irregularidades de superfície são abordadas. Materiais típicos que passam por tais operações em máquinas incluem várias cerâmicas, vidros, vidros-cerâmicas,
15 metais e ligas de metais. Abrasivos também tomam várias formas, como abrasivos livres como em uma pasta na qual partículas abrasivas soltas são usadas para maquinários. Alternativamente, abrasivos podem tomar a forma de um abrasivo fixo, como um abrasivo revestido ou um abrasivo ligado. Abrasivos revestidos são geralmente categorizados como componentes abrasivos possuindo um substrato subjacente, no qual partículas ou grãos se aderem através de uma série de revestimentos fabricados e revestimentos em tamanho. Abrasivos ligados tipicamente não possuem um substrato subjacente, e são formados de uma estrutura integral de grãos abrasivos que são unidos através de um material de ligação matriz.

25 Abrasivos ligados de última geração tiram vantagem de materiais de ligação vítreos, como matrizes de ligação de vidro com base em sílica. Alternativamente, abrasivos ligados especializados para certas aplicações incorporam grãos superabrasivos, como carbeto de boro e diamante, e podem ser unidos integralmente através do uso de uma matriz de ligação com
30 liga de metal.

Enquanto abrasivos ligados continuam a passar por um desenvolvimento nos anos recentes, atenção particular tem sido dada a abrasivos

ligados que utilizam uma matriz de ligação formada de um material vítreo. Um exemplo de um componente de abrasivo ligado em alta temperatura está descrito na Patente dos EUA 5.282.875. Enquanto componentes abrasivos ligados em alta temperatura melhoraram o desempenho e durabilidade, continua a existir na tecnologia uma necessidade para mais componentes me-

DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

De acordo com um aspecto, um abrasivo ligado em alta temperatura é fornecido que inclui grãos abrasivos de alumina e uma matriz de ligação vítrea na qual os grãos abrasivos são distribuídos. A matriz de ligação vítrea possui propriedades de alta temperatura, incluindo uma temperatura de curagem de não menos de 1000°C. Os grãos abrasivos de alumina compreendem α -alumina policristalina possuindo uma microestrutura cristalina fina caracterizada por uma α -alumina de tamanho de domínio médio não maior do que 500 nm. Os grãos abrasivos de alumina ainda compreendem um agente de fixação, o agente de fixação compreendendo uma fase dispersa na fase de α -alumina policristalina.

De acordo com outro aspecto, um abrasivo ligado em alta temperatura é fornecido que inclui grãos abrasivos de alumina e uma matriz de ligação vítrea na qual os grãos são distribuídos. A matriz de ligação vítrea possui uma temperatura de curagem de não menos de 1000°C. Os grãos abrasivos de alumina compreendem α -alumina policristalina possuindo uma microestrutura cristalina fina caracterizada por um tamanho de domínio médio não maior do que 300 nm. Além disso, os grãos abrasivos de alumina compreendem um agente de fixação incluindo pelo menos uma fase de óxido de zircônio dispersa na fase de α -alumina policristalina.

Além disso, um método para formar um abrasivo ligado em alta temperatura é fornecido. O método pede a formação de grãos abrasivos de α -alumina policristalina de microestrutura cristalina fina por tratamento a quente do precursor da α -alumina contendo um agente de fixação a uma temperatura de não menos de 1350°C. Um corpo moldado é então formado contendo os grãos de α -alumina e uma matriz de ligação vítrea. Além disso,

o tratamento por calor do corpo moldado é conduzido a uma temperatura de curagem de não menos de 1000°C e acima do ponto de derretimento do material de matriz de ligação vítrea. Os grãos abrasivos de alumina possuem um tamanho de domínio cristalino médio de não mais do que 300 nm após o tratamento por calor.

DESCRIÇÃO DAS MODALIDADES

De acordo com uma personificação, um abrasivo ligado em alta temperatura inclui grãos abrasivos de alumina que possuem uma microestrutura particularmente fina e uma matriz de ligação vítrea na qual os grãos abrasivos de alumina são distribuídos.

Voltando-se inicialmente a uma descrição dos grãos abrasivos de alumina, tipicamente os grãos abrasivos de alumina são principalmente formados de α -alumina policristalina. A α -alumina policristalina geralmente forma a maioria da etapa dos grãos, isto é, pelo menos 50% em peso. Porém, geralmente os grãos abrasivos de alumina possuem pelo menos 60% de peso, normalmente 80% em peso, e em certas personificações pelo menos 90% em peso de α -alumina policristalina. A α -alumina policristalina possui uma microestrutura possui uma fina microestrutura cristalina que pode ser caracterizada por uma α -alumina de tamanho de domínio médio de não mais de 500 nm. Os domínios cristalinos são discretos, regiões cristalinas identificáveis da microestrutura que são formadas a partir de uma agregação de cristais únicos, ou podem ser formados a partir de um único cristal. Porém, de acordo com certas personificações, os domínios cristalinos são monocristalinos e são facilmente observados através de análise de varredura por microscopia eletrônica. O tamanho de domínio cristalino pode ser até mais fino, de não mais do que 400 nm, ou não mais do que 300 nm. Com o tamanho de domínio cristalino ainda mais fino, tipicamente os domínios são unicamente cristalinos como notado acima. Tais domínios finos podem ser particularmente pequenos, de não mais de 200 nm, não mais de 190 nm, ou mesmo não mais de 180 nm. É notável que o tamanho de domínio cristalino fino está presente no componente do abrasivo de ligação de alta temperatura, pós-processamento. Isto é particularmente notável já que normalmente o

processo para formação de abrasivos ligados em alta temperatura envolve tratamento com alta temperatura no qual a matriz de ligação vítrea é curada. Tal tratamento de alta temperatura possui uma tendência a causar crescimento do domínio, o que é particularmente indesejável. Mais detalhes estão
5 fornecidos abaixo.

Como notado acima, os grãos abrasivos de alumina ainda incluem um agente de fixação. Um agente de fixação é um material que é estranho à microestrutura da α -alumina dos grãos, e pode ser identificado por uma segunda fase dispersa na fase da matriz de α -alumina policristalina. O
10 agente de fixação é geralmente eficiente para "fixar" os domínios, prevenindo assim o crescimento exagerado do domínio durante a sinterização e/ou processamento em alta temperatura dos grãos para formar o componente abrasivo de ligação. Exemplos de um agente de fixação incluem óxidos, carbetos, nitretos e boretos, assim como seus produtos de reação com a matriz
15 de α -alumina policristalina. De acordo com personificações em particular, o agente de fixação compreende um óxido de pelo menos um de sílica, boro, titânio, zircônio, e um elemento raro, e seus produtos de reação com a matriz α -alumina policristalina. Um agente de fixação em particular é o óxido de zircônio, geralmente em forma de ZrO_2 (zircônia). O óxido de zircônio é um
20 material particularmente adequado, e geralmente é inerte dentro da matriz da α -alumina policristalina, então para fazer uma reação muito limitada com a alumina restando uma fase de cristal de óxido de zircônio, tipicamente zircônia. O agente de fixação está geralmente presente nos grãos abrasivos de alumina em uma quantidade de não menos de 0,1% em peso, como uma
25 quantidade de não menos de 0,5% em peso, ou não menos de 1,0% em peso. O limite inferior do agente de fixação é escolhido para ser uma quantidade que é eficiente para prevenir um crescimento exagerado de domínio.

De acordo com uma personificação, o agente de fixação está presente nos grãos abrasivos em uma quantidade de não mais de 40% em peso, como uma quantidade de não mais de 30% em peso, não mais de
30 20% em peso, ou até mesmo não mais de 10% em peso. No abrasivo de ligação de alta temperatura, o agente de fixação é geralmente identificado

como possuindo um tamanho particulado de não mais de 5 microns, como não mais de 1 micron. Tamanhos de particulados finos associados ao agente de fixação mostraram ser úteis, como não mais de 500 nm, ou não mais de 300 nm, ou não mais de 200 nm. Como descrito em mais detalhes abaixo, no contexto dos métodos para formação de componentes abrasivos de ligação de alta temperatura, o agente de fixação pode ser introduzido nos grãos abrasivos de alumina em forma sólida, como uma forma de submicrons, particularmente incluindo forma coloidal. Alternativamente, o agente de fixação pode ser introduzido nos grãos abrasivos de alumina ou seus precursores, de forma que no tratamento por calor em alta temperatura o precursor do agente de fixação converte em uma fase cristalina desejada como o óxido, carbetto, nitreto ou boreto desejados.

O processamento para formar um abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com as personificações da presente invenção geralmente começa com a formação dos grãos abrasivos de alumina. De acordo com uma personificação em particular, os grãos abrasivos de alumina são formados a partir de um processo de semente, no qual um material apropriado para semear é combinado com um precursor de α -alumina, seguido por um tratamento por calor para converter o precursor da α -alumina na fase desejada da α -alumina. As sementes podem ser formadas de acordo com a Patente dos EUA 4.623.364, na qual o precursor seco de alumina em gel semeado é calcinado para formar α -alumina. A α -alumina calcinada pode ser ainda processada como por moagem para fornecer um material de semente apropriado de área de alta superfície. Tipicamente, a área de superfície é quantificada por área de superfície específica (SSA), não menos de 10 m²/g, tipicamente não menos de 20 m²/g, não menos de 30 m²/g, ou não menos de 40 m²/g. Personificações particulares possuem uma área de superfície de não menos de 50 m²/g. Geralmente, a área de superfície é limitada, não mais de 300 m²/g, e não mais de 250 m²/g.

O material de semente é então combinado com o precursor da α -alumina, que pode tomar qualquer uma das formas de materiais aluminosos que é uma forma apropriada para conversão para α -alumina. Tal materi-

al precursor inclui, por exemplo, aluminas hidratadas, incluindo tri-hidrato de alumina (ATH) e boehmita. Como aqui usado, a boehmita denota hidratos de alumina incluindo boehmita mineral, tipicamente sendo $Al_2O_3 \cdot H_2O$ e possuindo um conteúdo de água na ordem de 15%, assim como pseudo-boehmita, possuindo um conteúdo de água maior do que 15%, como de 20% a 38%. Da mesma forma, o termo boehmita será usado para denotar hidratos de alumina possuindo de 15 a 38% de conteúdo de água, como um conteúdo de água de 15 a 30% em peso. Nota-se que a boehmita, incluindo pseudo-boehmita, tem uma estrutura particular e em cristal identificável e de acordo, um padrão de difração de raio-X único, como tal, distingue-se de outros materiais aluminosos, incluindo outras aluminas hidratadas.

Tipicamente, o precursor da α -alumina, como a boehmita, é combinado com o material semeado de forma que as sementes estão presentes em uma quantidade de não menos de 0,2% em peso com relação ao conteúdo de sólidos total de sementes e um precursor de α -alumina. Tipicamente, as sementes estão presentes em uma quantidade de menos de 30% em peso, ou, tipicamente, em uma quantidade não maior do que 20% em peso.

As sementes e o precursor de α -alumina são geralmente combinados em forma de pasta, que é então gelificada, como pela adição de um ácido ou base apropriada, como ácido nítrico. Após a gelificação, o gel é tipicamente seco, moído, e o material seco é passado por peneiras de classificação. A fração de sólido classificado pode então ser sujeita a um processo de sinterização que possui um tempo de embebedimento limitado. Tipicamente, a sinterização é conduzida por um período de tempo que não excede 30 minutos, como não mais de 20 minutos, não mais de 15 minutos. De acordo com personificações em particular, o período de sinterização é particularmente curto, não mais de 10 minutos.

De acordo com um desenvolvimento em particular, um agente de fixação ou precursor de agente de fixação é adicionado à suspensão contendo sementes e um precursor de α -alumina. Tipicamente, o agente de fixação ou precursor do agente de fixação está presente em uma quantidade

de não mais de 40% em peso baseado no conteúdo de sólidos combinados do precursor de α -alumina, sementes, e agente de fixação, ou precursor de agente de fixação (calculado com base no conteúdo de sólidos do agente de fixação nos grãos finais de α -alumina). Geralmente, o agente de fixação está
5 presente em uma quantidade de não menos de 0,1% em peso como não menos de 0,5% em peso ou menos não menos do que 1% em peso baseado no conteúdo total de sólidos como notado acima.

Ainda mais, de acordo com um desenvolvimento em particular, a sinterização é conduzida a uma temperatura acima da necessária para
10 efetivar a conversão do precursor da α -alumina em α -alumina. Em um sentido, certas personificações chamam de "supersinterização" do material precursor da α -alumina. Particularmente, temperaturas adequadas são geralmente não mais de 1350°C, não mais de 1375°C, não mais de 1385°C, não mais de 1395°C, ou não mais de 1400°C. Com relação a isto, nota-se que
15 enquanto os materiais de α -alumina semeados de microestrutura fina foram formados na tecnologia, tipicamente, tais materiais são processados a temperaturas mais baixas, normalmente abaixo de 1350°C. Outras observações sobre o efeito combinado da utilização de um agente de fixação e supersinterização são aqui fornecidas abaixo.

20 Após a sinterização, grãos abrasivos opcionalmente classificados são então combinados com um material de ligação vítrea, moldados em um contorno geométrico apropriado (por exemplo, roda de moagem), cujos contornos e formas são bem apreciados no contexto da tecnologia de abrasivos de ligação. O processamento para completar o componente do abrasivo de ligação tipicamente envolve tratamento por calor a uma temperatura
25 de curagem. Como aqui usado, a temperatura de curagem denota um parâmetro material associado com o material da matriz de ligação vítrea, e é geralmente em excesso da temperatura de derretimento, e particularmente, a temperatura de transição do vidro Tg do material de ligação. A temperatura
30 de curagem é a temperatura mínima na qual o material da matriz de ligação não apenas amacia e se torna flutuante, mas também se torna flutuante a uma extensão assegurando a umidificação completa e ligação aos grãos

abrasivos. Tipicamente, a temperatura de curagem de acordo com estas personificações não é maior do que 1000°C, geralmente indicando a formação de um abrasivo de ligação de alta temperatura.

Exemplos particulares foram realizados de acordo com a seguinte descrição.

EXEMPLOS

EXEMPLO 1 (comparativo)

Em um béquer pirex de 400 ml, 30 gramas de hidróxido de óxido de alumínio (pseudo boehmita) em pó sob o nome comercial DISPERAL obtido de Sasol Inc. de Hamburgo, Alemanha, foi agitado em 61 mililitros de água deionizada (resistividade de 2 mega-ohm cm).

Como matéria-prima para a semente, precursor seco de alumina em gel como preparado na Patente dos EUA 4.623.364 foi calcinado a 1100°C por 5 minutos em um forno rotativo para converter a alumina para forma α com uma área de superfície como medido pelo método BET de 15 para 28 mg²/g. 72 kg desta matéria-prima de α -alumina foram misturados com 150 kg de água deionizada e alimentados em um moinho de esferas horizontal fabricado por Netzsch Company (sede em Selb, Alemanha). O modelo do aparelho foi LMZ-25. A moagem foi conduzida por 24 horas com a pasta circulando continuamente através do moinho. Aproximadamente 40 kg de abrasivo de alumina como fabricado por Saint-Gobain em tamanho de 46 grãos foi empregado como meio de moagem. Após a moagem, a área da superfície foi cerca de 75 m²/g.

Para a pasta de Disperal, 1,43 gramas da pasta de sementes preparada acima foram adicionadas com agitação.

A esta mistura, foi então adicionado com agitação, 7,5 gramas de 20% em peso de solução de HNO₃ enquanto a agitação foi continuada até que a mistura resultante formasse um gel.

O gel foi seco por uma noite a 95°C e então moído com um pau de macarrão de madeira. A fração dos grãos passando por uma peneira de 30 malhas e permanecendo em uma peneira de 45 malhas foi retida.

5 gramas dos grãos retidos foram então colocados em um bar-

co de alumina e colocados em uma fornalha em tubo pré-aquecida (Lindberg Blue M Series STF 55433) para sinterização. A sinterização foi conduzida por um total de 5 minutos.

5 Espécimes foram sinterizados em 3 temperaturas diferentes, 1300°C, 1350°C e 1400°C. A rigidez e propriedades do tamanho do cristal foram medidas.

Os componentes abrasivos ligados dos grãos sinterizados con-
tendo uma matriz de ligação vítrea foram feitos pela mistura de 1,22 gramas
dos grãos sinterizados com 0,72 gramas de vidro em pó e adicionando 2
10 gotas de 7,5% em peso de solução de álcool polivinílico (PVA). A composi-
ção do pó de vidro é geralmente baseada em sílica, possuindo um compo-
nente maior de sílica. O conteúdo típico de sílica não passa de 50% em pe-
so, tipicamente não menos de 60% em peso, e não menos de 65% em peso.
Componentes adicionais do pó de vidro incluem óxidos como alumina, óxido
15 de sódio, magnésio, óxido de potássio, óxido de lítio, óxido de boro, titânia,
óxido de ferro, cálcio, outros óxidos e combinações do mesmos. A composi-
ção particular do pó de vidro que forma a matriz de ligação é escolhida para
possuir uma temperatura alta de curagem desejável e Tg como discutido em
detalhes acima. A mistura foi então colocada em um molde de aço inoxidável
20 de 1,25 cm e pressionada a $6,9 \times 10^7$ Pa 10.000 psi. O disco resultante foi
então colocado em uma fornalha de mufla resfriada (Lindberg tipo 51524) e
aquecido a 1250°C em 8 horas, mantido a essa temperatura por 4 horas e
então resfriado por 8 horas. O disco resultante foi preparado como uma se-
ção polida e a rigidez e tamanho do cristal foram medidos.

25 EXEMPLO 2

Este exemplo ilustra o efeito de um agente de fixação de ZrO₂
para prevenir o crescimento indesejável do cristal e fornecer resistência à
corrosão.

Um corpo de cerâmica de grãos abrasivos foi preparado como
30 no Exemplo 1 exceto que o ZrO₂ coloidal foi adicionado a níveis de 0,5% em
peso relativo ao valor final de alumina, 1,0% relativo ao valor final de alumina
e 2,0% relativo ao valor final de alumina. A fonte de ZrCO₂ foi acetato de

ZrCO₂ NYACOL 20 nm coloidal em forma estabilizada obtida de Nyacol. Espécimes foram preparados e medidos como no Exemplo 1.

EXEMPLO 3

Este exemplo ilustra o efeito de um agente de fixação de SiO₂ para prevenir o crescimento indesejável do cristal e fornecer resistência à corrosão.

Um corpo de cerâmica de grãos abrasivos foi preparado como no Exemplo 1 exceto que o SiO₂ coloidal foi adicionado a níveis de 0,5% em peso relativo ao valor final de alumina, 1,0% relativo ao valor final de alumina e 2,0% relativo ao valor final de alumina. A fonte de SiCO₂ foi amônia de SiCO₂ NYACOL 20 nm coloidal em forma estabilizada obtida de Nyacol Inc, Ashland, MA. Espécimes foram preparados e medidos como no Exemplo 1.

EXEMPLO 4

Este exemplo ilustra o efeito de um agente de fixação de Y₂O₃ para prevenir o crescimento indesejável do cristal e fornecer resistência à corrosão.

Um corpo de cerâmica de grãos abrasivos foi preparado como no Exemplo 1 exceto uma solução de nitrato de ítrio foi adicionada a níveis de 0,5% em peso relativo ao valor final de alumina, 1,0% relativo ao valor final de alumina e 2,0% relativo ao valor final de alumina. A fonte nitrato de ítrio foi de Aldrich químicos. Espécimes foram preparados e medidos como no Exemplo 1.

EXEMPLO 5

Este exemplo ilustra o efeito do agente de fixação/anti-corrosão em um corpo composto, que inclui óxido de magnésio. Material foi feito como no Exemplo 2 com 2% em peso de ZrO₂ e 1% em peso de MgO adicionado como uma solução de nitrato de magnésio. Este exemplo também incorpora um marcador colorido de óxido de cobalto (0,08%) como indicador visual da extensão da corrosão. O precursor do óxido de cobalto foi o nitrato de cobalto.

O tamanho do domínio de cristal dos exemplos descritos acima foi então medido por microscopia eletrônica de varredura (SEM) de uma se-

ção polida dos Exemplos. O aumento de 50.000 x foi tipicamente usado, e espécimes foram termicamente moldadas por 5 minutos a 100°C abaixo da temperatura de sinterização e o tamanho do domínio do cristal é relatado ou obtido pelo método de interceptação sem correção estatística. De acordo com estas personificações, domínios de cristal são pouco estáveis em altas temperaturas, o que pode ser quantificado em termos de Estabilidade de Cristal. A Estabilidade de Cristal é aqui definida como a temperatura na qual os grãos abrasivos de alumina passam por um crescimento de domínio limitado quantificado pelo tamanho de domínio médio de não mais de 500 nm, após 5 minutos de exposição a tal temperatura. Estas personificações possuem uma Estabilidade de Cristal de pelo menos 1400°C, como pelo menos 1500°C.

Além da quantificação do tamanho do domínio do cristal, a extensão da corrosão foi quantificada usando várias técnicas. Durante a formação do abrasivo de ligação de alta temperatura, a matriz do material de ligação vítrea tem uma tendência de penetrar e reagir com os grãos de alumina. Tal ataque é altamente indesejável, e pode ser medido em termos de rigidez. Aqui, a rigidez foi medida tomando-se dados de rigidez de um corpo pequeno sinterizado (cerca de 0,5 mm) em seu centro e próximo à margem externa (aproximadamente 15 a 30 microns da margem externa). O método bem conhecido de microindentação de Vickers é usado com uma carga de 500 g. Observa-se que uma vez que o corpo de cerâmica passa por corrosão, a rigidez próxima à margem externa (exposta) diminui enquanto fases mais macias são formadas por reação com o vidro de sílica derretida. A corrosão também foi medida incorporando-se um corante (marcador) como óxido de cobalto, a um nível de várias centenas de ppm que formam um aluminato de cobalto azul no corpo sinterizado. A profundidade da corrosão pode ser monitorada visualmente observando-se o clareamento da cor azul do aluminato de cobalto devido à reação com as fases de sílica. Adicionalmente, e particularmente notável, a corrosão pode ser quantificada em termos de índice de corrosão, representado pela profundidade média da penetração de Si após a exposição dos grãos abrasivos de alumina ao vidro derretido de

· sílica a 1250°C por 4 horas. Estas personificações mostram um índice de corrosão de não mais do que 15 microns, não mais de 10 microns, ou mesmo não mais de 8 microns.

5 A caracterização dos corpos de cerâmica sintetizados nos Exemplos 1-5 está resumida nas Tabelas 1 e 2.

TABELA 1 – Ilustra a resistência ao crescimento do domínio de cristal como função de temperatura relatada em microns.

TEMPO C/Cristal tamanho u	Ex	Ex 2 (ZrO2)			Ex 3 (SiO2)			Ex 4 (Y2O3)			Ex 5 (2% ZrO2 + 1% MgO + 0,08 CoO)
		0,5	1,0	2,0	0,5	1,0	2,0	0,5	1,0	2,0	
1300	0,15	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
1350	ND	0,12	0,13	0,13	0,10	0,09	0,07	0,17	0,15	0,15	0,14
1400	0,56	0,16	0,16	0,16	0,11	0,08	0,07	0,16	0,19	0,17	0,15
1500	>1	ND	ND	ND	0,15	0,20	0,13	0,43	0,42	0,28	ND

Os resultados na Tabela 1 claramente mostram que o Exemplo 1 passa por um crescimento dramático de domínio como uma função da temperatura. Os exemplos contendo várias quantidades de agentes de pinagem reduzem a sensibilidade ao crescimento do grão como uma função da temperatura e assim estendem a variação de temperatura útil de aplicação.

TABELA 2

Resistência à corrosão – Todas as Amostras Sinterizadas > 97% de Densidade Teórica											
	Ex 11400°C	Ex 2 (ZrO2) 1400°C			Ex 3 (SiO2) 1500°C			Ex 4 (Y2O3) 1500°C			Ex 5 (2% ZrO2 + 1% MgO + 0,08 CoO) 1400°C
		0,1	1,0	2,0	0,5	1,0	2,0	0,5	1,0	2,0	
Rigidez da margem antes do teste (Gpa)	20,3	20,7	20,6	21,3	20,1	17,6	13,36	19,7	20,0	20,6	20,4
Rigidez da margem após o teste (Gpa)	16,3	16,0	18,2	19,4	14,5	12,5	11,8	19,0	18,8	17,5	19,0
Penetração Si (EDS) (um)	20-30			5							5

*Exemplo 1 com dopagem de 0,08% em peso de CoO como descrito no exemplo 5

A tabela 2 ilustra que aditivos de zircônia ou ítrio claramente reduzem a reatividade do grão com vidro como demonstrado por uma melhor retenção da rigidez. Adicionalmente, o uso de aditivos como ZrO₂ claramente minimiza a penetração da invasão de SiO₂ no grão e fornece um grão mais estável em vista do vidro derretido. Adicionalmente, claramente observa-se que quando um aditivo de óxido de cobalto é usado como indicador de cor, a extensão da reação quando aditivos como ZrO₂ são empregados é muito menor do que evidenciado pela retenção da cor azul.

De acordo com as presentes personificações, componentes abrasivos de ligação de alta temperatura de microestrutura fina particularmente desejáveis foram fornecidos. Tais componentes de microestrutura fina SAP notáveis como tecnologia de ponta, que é geralmente limitada a abrasivos de ligação de alta temperatura de microestrutura média como exemplificado na Patente dos EUA 5.282.875, que ensina, como melhor, uma microestrutura possuindo domínios de cristal de 600 nm e cristais únicos de α -alumina com um tamanho de 350 nm e maiores (ver Patente dos EUA 4.744.802 incorporada por referencia na Patente dos EUA 5.282.875). Enquanto grãos abrasivos de alumina de microestrutura fina têm sido utilizados no passado para aplicações de abrasivos livres, tais grãos abrasivos de alumina de microestrutura fina tipicamente não têm sido utilizados no contexto de aplicações de abrasivos de ligação de alta temperatura. Tais materiais de microestrutura fina mostraram dissolver-se no material da matriz de ligação vítrea durante o processamento e/ou passam por um crescimento exagerado do domínio do cristal durante o tratamento por calor associado com abrasivos de ligação de altas temperaturas. Isto é claramente mostrado no Exemplo 1 descrito acima, no qual um material inicialmente de microestrutura fina mostrou passar por um crescimento exagerado de domínio e corrosão excessiva.

Enquanto não se deseja estar ligado a nenhuma teoria em particular, acredita-se que a combinação do uso de um agente de fixação e su-

persinterizar os grãos abrasivos resulta em um grão altamente estável que é resistente à mudança microestrutural durante o processamento a altas temperaturas como aplicações com uso de altas temperaturas. Acredita-se que o agente de fixação é eficiente para o crescimento do grão que é normalmente observado a temperaturas elevadas, enquanto a condição dos processos de supersinterização é creditada a afetar notadamente a melhoria das características anti-corrosão e ainda melhorar o efeito de pinagem do agente de fixação. As altas temperaturas de sinterização como aqui descritas podem resultar em fases de limites de grãos que são mais resistentes à corrosão por meio de cristalização modificada dos limites do grão, ou distribuição uniforme do volume de limite do grão e/ou dissolução seletiva de certos elementos do limite do grão na matriz. A condição de supersinterização também pode afetar sinergisticamente o agente de fixação de forma a afetar a resistência adicional à corrosão no grão abrasivo. Qualquer que seja o mecanismo, os efeitos observados são claros em demonstrar que os componentes dos abrasivos de ligação de alta temperatura de acordo com estas personificações exibem características estáveis de corrosão.

Ainda nota-se que a tecnologia de sementeação anterior citou a utilização de estabilizadores do crescimento do grão, incluindo vários estabilizadores de óxidos, assim como temperaturas de sinterização acima de 1300°C normalmente associadas com a sinterização de grãos abrasivos de alumina sol-gel sementeados. Porém, tais inibidores do crescimento dos grãos e temperaturas de sinterização mostraram estar em conexão com a fabricação geral de materiais α -alumina, e acredita-se que tais materiais de microestrutura fina também sofram de crescimento exagerado dos grãos e/ou corrosão excessiva no contexto de um componente abrasivo de ligação de alta temperatura. Porém, foi surpreendentemente descoberto que a combinação dos materiais do agente de fixação e condições de supersinterização abordaram as deficiências marcadas de não apenas o crescimento do domínio dos cristais durante o processamento e condições de uso do abrasivo de ligação de alta temperatura, mas também a resistência à corrosão.

Enquanto personificações da invenção têm sido ilustradas e

descritas com particularidade, a invenção não pretende ser limitada aos detalhes mostrados, uma vez que várias modificações e substituições podem ser feitas sem sair de forma alguma do escopo da presente invenção. Por exemplo, substituintes adicionais ou equivalentes podem ser fornecidos e etapas adicionais ou equivalentes de produção podem ser empregadas. Da mesma forma, outras modificações e equivalentes da invenção aqui revelada podem ocorrer a pessoas versadas na técnica que usam nada além de experimentos de rotina, e todas as modificações e equivalentes parecem estar dentro do escopo da invenção como definido pelas seguintes reivindicações.

REIVINDICAÇÕES

1. Abrasivo de ligação de alta temperatura, compreendendo:
grãos abrasivos de alumina; e
uma matriz de ligação vítrea na qual os grãos abrasivos de alumina são distribuídos possuindo uma temperatura de curagem de não menos de 1000°C, em que
os grãos abrasivos de alumina compreendem alfa alumina policristalina possuindo uma microestrutura cristalina fina caracterizada por um tamanho de domínio médio de alfa alumina de não mais de 500 nm, e em que os grãos abrasivos de alumina ainda compreendem um agente de fixação, o agente de fixação compreendendo uma fase dispersa na alfa alumina policristalina.
2. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 1, em que o agente de fixação é um óxido de pelo menos um elemento do grupo consistindo em sílica, boro, titânio, zircônio, metais terrosos raros, seus produtos de reação com a alfa alumina policristalina, e combinações do mesmos.
3. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 2, em que o agente de fixação compreende óxido de zircônio.
4. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 1, em que o agente de fixação está presente nos grãos abrasivos de alumina em uma quantidade de não menos de 0,1% em peso.
5. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 4, em que o agente de fixação está presente nos grãos abrasivos de alumina dentro de uma variação de 0,1 a 20% em peso.
6. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 1, em que o agente de fixação possui um tamanho de partículas médio de não mais do que 1 micron.
7. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 1, em que os grãos abrasivos de alumina possuem um tamanho de domínio de cristal médio de não mais do que 400 nm.
8. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a rei-

vindicação 7, em que domínios da alfa alumina policristalina são cristalinos únicos, e possuem um tamanho de domínio de cristal médio de não mais do que 200 nm.

5 9. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 1, em que os grãos abrasivos de alumina possuem uma Estabilidade de Cristal de pelo menos 1400°C, em que a Estabilidade de Cristal é a temperatura na qual os grãos abrasivos de alumina passam por um crescimento de domínio quantificado por um tamanho de domínio médio de não mais de 500 nm, após 5 minutos de exposição na citada temperatura.

10 10. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 1, em que os grãos abrasivos de alumina possuem um Índice de Corrosão de não mais que 15 μm , em que o Índice de Corrosão é a profundidade média da penetração de Si após exposição dos grãos abrasivos de alumina a vidro de sílica derretido a 1250°C por 4 horas.

15 11. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 1, em que a matriz de ligação vítrea possui uma temperatura de curagem de não menos de 1100°C.

20 12. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 1, em que a matriz de ligação vítrea possui uma temperatura de transição do vidro Tg de não menos de 1000°C.

13. Abrasivo de ligação de alta temperatura, compreendendo:
grãos abrasivos de alumina; e

25 uma matriz de ligação vítrea na qual os grãos abrasivos de alumina são distribuídos, a matriz de ligação vítrea possuindo uma temperatura de curagem de não menos de 1000°C, em que

30 Os grãos abrasivos de alumina compreendendo alfa alumina policristalina possuindo uma microestrutura cristalina fina caracterizada por um tamanho de domínio médio de não mais de 300 nm, e em que os grãos abrasivos de alumina ainda compreendem um agente de fixação, o agente de fixação compreendendo uma fase de óxido de zircônio dispersa na alfa alumina policristalina.

14. Método de formar um abrasivo de ligação de alta temperatu-

ra, compreendendo:

formar grãos abrasivos de alfa alumina de microestrutura cristalina fina, por tratamento por calor de um precursor da alfa alumina contendo um agente de fixação a uma temperatura de não menos de 1350°C;

- 5 formatar um corpo moldado contendo os grãos de alfa alumina com um material de matriz de ligação vítrea; e

tratar por calor o corpo moldado a uma temperatura de cura-
gem, a temperatura de curagem não sendo menos de 1000°C e acima de
um ponto de derretimento do material da matriz de ligação vítrea, os grãos

- 10 abrasivos de alumina possuindo um tamanho de domínio cristalino médio de não mais de 300 nm após o tratamento por calor.

15. Abrasivo de ligação de alta temperatura de acordo com a reivindicação 14, em que o precursor da alfa alumina é tratado por calor na presença de sementes.

RESUMO

Patente de Invenção: **"ABRASIVOS DE SUBMÍCRON ALFA ALUMINA LIGADOS EM ALTA TEMPERATURA"**.

5 A presente invenção refere-se a um abrasivo de ligação de alta temperatura que inclui grãos abrasivos de alumina, e a uma matriz de ligação vítrea na qual os grãos abrasivos de alumina são distribuídos, a matriz de ligação vítrea possuindo uma temperatura de cura de não menos de 1000°C. Os grãos abrasivos de alumina incluem alfa alumina policristalina possuindo uma microestrutura cristalina fina caracterizada por um tamanho
10 de domínio médio de alfa alumina de não mais de 500 nm, e os grãos abrasivos de alumina ainda incluem um agente de fixação que é uma fase dispersa na alfa alumina policristalina.