

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

22 Date de dépôt : 13.06.23.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 20.12.24 Bulletin 24/51.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : SAINT-GOBAIN CENTRE DE
RECHERCHES ET D'ETUDES EUROPEEN Société
par actions simplifiée — FR.

72 Inventeur(s) : KAPER Helena, PETIGNY Sylvain et
DRAKE Allen.

73 Titulaire(s) : SAINT-GOBAIN CENTRE DE
RECHERCHES ET D'ETUDES EUROPEEN Société
par actions simplifiée.

74 Mandataire(s) : Cabinet NONY.

54 Grain fondu à base d'alumine.

57 L'invention concerne un grain fondu présentant - une composition chimique telle que, en pourcentages massiques sur la base des oxydes : MgO : 4,8% à 7,2% ; Cr₂O₃ : < 0,2% ; oxydes autres que MgO, Cr₂O₃ et Al₂O₃ : $\xi_{\alpha 3}$ 1,5% ; Al₂O₃ : complément à 100% ; - une composition cristallographique caractérisée par un diagramme de diffraction X présentant un « pic de référence » dans le domaine angulaire 2 θ compris entre 18,1° et 20,1°, un premier pic dans le domaine angulaire 2 θ compris entre 12,3° et 13,8° et, optionnellement, un deuxième pic dans le domaine angulaire 2 θ compris entre 25,2° et 25,8°, ou « pic de phase corindon », chaque pic ayant une hauteur respective, en nombre de coups, le rapport R1 de la hauteur du premier pic sur la hauteur du pic de référence étant supérieur à 0,2 et le rapport R2 de la hauteur du pic de phase corindon sur la hauteur du pic de référence étant inférieur à 1.
Pas de figure d'abrégé



Description

Titre de l'invention : Grain fondu à base d'alumine

Domaine technique

- [0001] La présente invention concerne un grain fondu à base d'alumine, un mélange de dits grains ainsi qu'un procédé de fabrication d'un dit mélange de grains et un outil abrasif comportant un dit mélange de grains. L'invention concerne encore des utilisations de grains selon l'invention pour abraser une surface en un acier dur.

Art antérieur

- [0002] Il est connu que le choix des grains pour abraser une surface dépend étroitement de la nature de ladite surface. Pour abraser une surface en un acier dur, on connaît l'utilisation des grains MA88K commercialisés par la société Saint-Gobain Speciality Grains and Powders.
- [0003] On classe généralement les outils abrasifs selon le conditionnement de leurs grains abrasifs : abrasifs libres (poudres des grains non fixés à un support, utilisés en projection ou en suspension), abrasifs appliqués (support de type toiles ou papiers, sur lesquels les grains sont disposés sur quelques couches) et abrasifs agglomérés (meules circulaires, de bâtons, etc.).
- [0004] Dans les abrasifs agglomérés, les grains abrasifs sont pressés avec un liant organique ou vitreux, classiquement un liant constitué d'oxydes, essentiellement silicaté. Les grains abrasifs doivent présenter eux-mêmes de bonnes propriétés mécaniques à l'abrasion, et présenter une bonne cohésion mécanique avec le liant, c'est-à-dire que l'interface avec le liant doit être solide.
- [0005] Parmi les grains abrasifs, on distingue les grains fondus et les grains frittés, qui présentent des microstructures différentes. Les problèmes posés par les grains frittés et par les grains fondus, et les solutions techniques adoptées pour les résoudre, sont donc généralement différents. Une composition mise au point pour fabriquer un grain fondu n'est donc pas *a priori* utilisable pour fabriquer un grain fritté présentant les mêmes propriétés, et réciproquement.
- [0006] Il existe un besoin permanent pour améliorer les performances des grains fondus à base d'alumine utilisés pour abraser une surface en un acier dur, en particulier pour augmenter le rendement tout en conservant une efficacité énergétique supérieure ou sensiblement égale à celle des grains de l'art antérieur.
- [0007] Un but de l'invention est de répondre, au moins partiellement, à ce besoin.

Résumé de l'invention

- [0008] Selon l'invention, on atteint ce but au moyen d'un grain fondu, présentant :
- une composition chimique telle que, en pourcentages massiques sur la base des

oxydes :

MgO : 4,8% à 7,2% ;

Cr₂O₃ : < 0,2% ;

oxydes autres que MgO, Cr₂O₃ et Al₂O₃ : ≤ 1,5% ;

Al₂O₃ : complément à 100% ;

- une composition cristallographique caractérisée par un diagramme de diffraction X présentant un « pic de référence » dans le domaine angulaire 2θ compris entre 18,1° et 20,1°, un premier pic dans le domaine angulaire 2θ compris entre 12,3° et 13,8° et, optionnellement, un deuxième pic dans le domaine angulaire 2θ compris entre 25,2° et 25,8°, ou « pic de phase corindon », chaque pic ayant une hauteur respective, en nombre de coups,

le rapport R1 de la hauteur du premier pic sur la hauteur du pic de référence étant supérieur à 0,2 et le rapport R2 de la hauteur du pic de phase corindon sur la hauteur du pic de référence étant inférieur à 1.

[0009] Comme on le verra plus en détail dans la suite de la description, les inventeurs ont découvert que, pour l'abrasion d'une surface en un acier dur, les compositions chimique et cristallographique ci-dessus confèrent un rendement supérieur et une efficacité énergétique au moins égale à ceux des grains fondus à base d'alumine connus.

[0010] Un grain fondu selon l'invention peut encore présenter une ou plusieurs des caractéristiques optionnelles suivantes :

- MgO ≥ 5,0%, de préférence MgO ≥ 5,8% ;
- MgO ≤ 7,0%, de préférence MgO ≤ 6,5% ;
- Cr₂O₃ : < 0,10%, de préférence Cr₂O₃ : < 0,03% ;
- la teneur en oxydes autres que MgO, Cr₂O₃ et Al₂O₃ est inférieure à 1,0%, de préférence inférieure à 0,4% ;
- Na₂O ≤ 0,3%, de préférence Na₂O ≤ 0,1%, en pourcentages massiques sur la base des oxydes ;
- SiO₂ ≤ 0,3%, de préférence SiO₂ ≤ 0,1%, en pourcentages massiques sur la base des oxydes ;
- la teneur en oxydes est supérieure à 96%, en pourcentages en masse sur la base de la masse du grain fondu ;
- le rapport R2 est inférieur à 0,7, de préférence inférieur à 0,3, de préférence inférieur à 0,05 ;
- le rapport R1 est supérieur à 0,25, de préférence supérieur à 0,3 ;
- le rapport R1 est inférieur à 0,5 ;
- le dégagement d'hydrogène gazeux par attaque acide à chaud pour un mélange constitué de dits grains est inférieur à 200 cm³/100 g.

[0011] L'invention concerne encore un mélange de grains comportant, en pourcentage

massique, plus de 80% de grains fondus selon l'invention.

[0012] L'invention concerne également un procédé de fabrication d'un mélange de grains fondus selon l'invention, ledit procédé comprenant les étapes successives suivantes :

a) mélange de matières premières de manière à former une charge de départ adaptée à la fabrication dudit mélange de grains,

b) fusion, en milieu réducteur, de ladite charge de départ jusqu'à obtention d'une matière en fusion,

c) refroidissement de ladite matière en fusion de manière à la solidifier entièrement en moins de 3 minutes, et obtenir une masse solide,

f) calcination de la masse solide, avant ou après une réduction granulométrique optionnelle, à une température supérieure ou égale à 750°C et inférieure ou égale à 1225°C.

[0013] Les inventeurs considèrent que les pics R1 et R2 d'un grain selon l'invention sont, avec la composition chimique, une signature de ce procédé.

[0014] Classiquement, les spécialistes de l'abrasion d'une surface en un acier dur considèrent comme règle générale qu'il est nécessaire, pour usiner une telle surface, d'utiliser un grain à haute dureté, comme un grain fondu à base de corindon décrit dans FR2853898A1.

[0015] Partant de FR2853898A1, les inventeurs ont testé des températures de calcination inférieures à celles préconisées dans ce document. Ils ont constaté, sur les diagrammes de diffraction X, une diminution brutale de la hauteur des pics de la phase corindon. Cependant et à l'encontre de la règle générale ci-dessus, les inventeurs ont testé ces grains pour abraser une surface en un acier dur. De manière surprenante, ils ont constaté que certains grains fondus contenant peu ou pas de corindon, pouvaient conduire à des performances supérieures à celles de grains fondus à base de corindon, pourvu qu'ils comportent une teneur en magnésie dans une plage spécifique et que leur fabrication inclue une calcination dans une plage de température particulière.

[0016] Cette découverte est en particulier illustrée par la comparaison des exemples 2 et 8, selon l'invention, d'une part, et 3, hors invention et conforme à l'enseignement de FR2853898A1, d'autre part. Les grains selon l'invention s'avèrent beaucoup plus performants pour traiter une surface en un acier dur.

[0017] Un procédé de fabrication selon l'invention peut encore présenter une ou plusieurs des caractéristiques optionnelles suivantes :

- la masse solide issue de l'étape c) est broyée lors d'une étape d), avant ou après l'étape f), de manière à se présenter sous la forme d'un mélange particulière, le procédé comportant de préférence une étape e) de sélection granulométrique appliquée au mélange particulière ;

- le procédé comporte une dite étape e), l'étape d) et l'étape e) étant réalisées avant

l'étape f) ;

- à l'étape f), la température de calcination est supérieure ou égale à 800°C et inférieure ou égale à 1200°C, de préférence supérieure ou égale à 950°C et inférieure ou égale à 1150°C, et/ou la température de calcination est maintenue pendant une durée supérieure ou égale à 30 minutes, de préférence supérieure ou égale à 2 heures.

[0018] L'invention concerne encore un outil abrasif comportant des grains liés par un liant et agglomérés, par exemple sous forme d'une meule, ou déposés sur un support, par exemple une bande ou un disque, cet outil étant remarquable en ce qu'au moins une partie, de préférence plus de 50%, de préférence plus de 70%, de préférence plus de 80%, de préférence plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 99%, en pourcentage massique, de préférence la totalité desdits grains sont conformes à l'invention et/ou fabriqués suivant un procédé selon l'invention.

[0019] L'outil abrasif peut être une meule, et en particulier une meule de rectification, une meule de précision, une meule d'affûtage, une meule de tronçonnage, une meule de taillage dans la masse, une meule d'ébarbage ou de dégrossissage, une meule d'entraînement, une meule portable, une meule pour fonderies, une meule à forets, une meule sur tige, une meule cylindrique, à cônes, à disques ou à segments.

[0020] L'invention concerne enfin un procédé de traitement d'une surface en un acier dur, ledit procédé comportant une opération d'abrasion de ladite surface avec un mélange de grains selon l'invention ou fabriqués selon un procédé de fabrication selon l'invention.

[0021] De préférence, un procédé de traitement selon l'invention comporte

- une fabrication d'un mélange de grains selon l'invention, de préférence suivant un procédé de fabrication selon l'invention, puis
- une opération d'abrasion de ladite surface avec ledit mélange de grains, de préférence après mise du mélange de grains sous la forme d'un outil abrasif selon l'invention.

Définitions

[0022] Dans la présente description, sauf mention contraire, toutes les compositions d'un grain ou d'un mélange de grains sont données en pourcentages massiques, sur la base de la masse totale des oxydes du grain ou du mélange de grains.

[0023] Les teneurs en oxydes d'un grain selon l'invention, y compris pour les « oxydes autres que MgO, Cr₂O₃ et Al₂O₃ », se rapportent aux teneurs globales pour chacun des éléments chimiques correspondants, exprimées sous la forme de l'oxyde le plus stable, selon la convention habituelle de l'industrie ; sont donc inclus les sous-oxydes et éventuellement nitrures, oxynitrures, carbures, oxycarbures, carbonitrures, ou même les espèces métalliques des éléments susmentionnés.

[0024] Par « impuretés », on entend les constituants inévitables, introduits nécessairement

avec les matières premières. En particulier les composés faisant partie du groupe des oxydes, nitrures, oxynitrures, carbures, oxycarbures, carbonitrures et espèces métalliques de silicium, sodium et autres alcalins, fer, et vanadium sont des impuretés. A titre d'exemples, dans les sources d'Al et de Mg, on peut citer SiO_2 , Fe_2O_3 ou Na_2O .

- [0025] Par « précurseur » d'un oxyde, on entend un constituant apte à fournir ledit oxyde lors de la fabrication d'un grain ou d'un mélange de grains selon l'invention.
- [0026] Un « grain » est une particule dont toutes les dimensions sont inférieures à 20 mm.
- [0027] On appelle « grain à base d'alumine » un grain comportant plus de 85% en masse d'alumine, en pourcentage sur la base des oxydes.
- [0028] Par « grain fondu », ou plus largement « produit fondu », on entend un grain (ou produit) solide obtenu par solidification, par refroidissement, d'une matière en fusion.
- [0029] Une « matière en fusion » est une masse rendue liquide par chauffage d'une charge de départ, qui peut contenir quelques particules solides, mais en une quantité insuffisante pour qu'elles puissent structurer ladite masse. Pour conserver sa forme, une matière en fusion doit être contenue dans un récipient. Les grains fondus selon l'invention sont classiquement obtenus par une fusion à plus de 1900°C.
- [0030] On appelle « taille médiane » d'une poudre, la taille divisant les particules en première et deuxième populations égales en masse, ces première et deuxième populations ne comportant que des particules présentant une taille supérieure ou égale, ou inférieure respectivement, à la taille médiane. La taille médiane d'une poudre peut être déterminée à l'aide d'une distribution granulométrique réalisée à l'aide d'un granulomètre laser.
- [0031] Dans la présente description, par « acier dur », on entend un acier présentant une dureté Rockwell supérieure ou égale à 55 HRC.

Description détaillée

- [0032] La description qui suit est fournie à des fins illustratives et ne limite pas l'invention.

Grain fondu

- [0033] La composition chimique d'un grain fondu selon l'invention, et de préférence d'un mélange de grains selon l'invention, présente de préférence une ou plusieurs des caractéristiques optionnelles et préférées suivantes :
- $\text{MgO} \geq 4,9\%$, de préférence $\text{MgO} \geq 5,0\%$, de préférence $\text{MgO} \geq 5,2\%$, de préférence $\text{MgO} \geq 5,5\%$, de préférence $\text{MgO} \geq 5,8\%$, et/ou de préférence $\text{MgO} \leq 7,1\%$, de préférence $\text{MgO} \leq 7,0\%$, de préférence $\text{MgO} \leq 6,8\%$, de préférence $\text{MgO} \leq 6,5\%$, en pourcentages massiques sur la base des oxydes ;
 - $\text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 0,15\%$, de préférence $\text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 0,10\%$, de préférence $\text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 0,05\%$, de préférence $\text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 0,03\%$, de préférence $\text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 0,01\%$, en pourcentages massiques sur la base des oxydes ;

- Cr_2O_3 n'est pas apporté volontairement dans la charge de départ, c'est-à-dire est de préférence une impureté ;
- la teneur en oxydes autres que MgO , Cr_2O_3 et Al_2O_3 est inférieure à 1,4%, de préférence inférieure à 1,3%, de préférence inférieure à 1,0%, de préférence inférieure à 0,9%, de préférence inférieure à 0,8%, de préférence inférieure à 0,7%, de préférence inférieure à 0,6%, de préférence inférieure à 0,5%, de préférence inférieure à 0,4%, en pourcentages massiques sur la base des oxydes ;
- les oxydes autres que MgO et Al_2O_3 sont de préférence des impuretés ;
- la teneur en Na_2O est inférieure à 0,3%, de préférence inférieure à 0,25%, de préférence inférieure à 0,2%, de préférence inférieure à 0,15%, de préférence inférieure à 0,1%, en pourcentages massiques sur la base des oxydes ;
- la teneur en SiO_2 est inférieure à 0,3%, de préférence inférieure à 0,2%, de préférence inférieure à 0,15%, de préférence inférieure à 0,1%, de préférence inférieure à 0,08%, de préférence inférieure à 0,05%, en pourcentages massiques sur la base des oxydes ;
- la teneur en oxydes est supérieure à 96%, de préférence supérieure à 97%, voire supérieure à 98%, voire supérieure à 99%, voire supérieure à 99,4%, voire supérieure à 99,5%, voire supérieure à 99,6%, voire supérieure à 99,7%, en pourcentages en masse sur la base de la masse du grain fondu ;
- le dégagement d'hydrogène gazeux par attaque acide à chaud, exprimé en volume de gaz pour 100 grammes de grains, est inférieur à $200 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$, de préférence inférieur à $100 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$, et de préférence supérieur à $2 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$. Il est mesuré comme décrit en détail dans les exemples.

[0034] Le diagramme de diffraction X d'un grain fondu selon l'invention, et de préférence d'un mélange de grains selon l'invention, présente de préférence une ou plusieurs des caractéristiques optionnelles suivantes :

- le rapport R2 est inférieur à 0,9, de préférence inférieur à 0,7, de préférence inférieur à 0,5, de préférence inférieur à 0,3, de préférence inférieur à 0,1, de préférence inférieur à 0,05 ;
- le rapport R1 est supérieur à 0,25, de préférence supérieur à 0,3, et de préférence inférieur à 0,5, de préférence inférieur à 0,4.

Mélange de grains

[0035] Un mélange de grains selon l'invention comporte, en pourcentages massiques, de préférence plus de 85%, de préférence plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 99%, de préférence sensiblement 100% de grains fondus selon l'invention.

[0036] De préférence, un mélange de grains selon l'invention respecte une distribution granulométrique conforme à celles des mélanges ou « grits » fournis par la norme FEPA Standard 43-GB-1984, R1993 et la norme FEPA Standard 42-GB-1984, R1993.

- [0037] De préférence, un mélange de grains selon l'invention présente un refus massique au tamis de 16 mm, de préférence au tamis de 9,51 mm, mesuré à l'aide d'une tamiseuse Ro-Tap®, inférieur à 1%, en pourcentage en masse.
- [0038] Procédé de fabrication d'un mélange de grains fondus selon l'invention
- [0039] Des grains fondus selon l'invention peuvent être fabriqués suivant les étapes a) à f) mentionnées ci-dessus. Les paramètres peuvent par exemple prendre les valeurs du procédé utilisé pour les exemples ci-dessous.
- [0040] A l'étape a), des matières premières sont classiquement dosées de manière à obtenir la composition souhaitée, puis mélangées pour former la charge de départ.
- [0041] Les éléments Al et Mg dans la charge de départ se retrouvent sensiblement intégralement dans les grains fondus. L'élément Mg, en particulier sous la forme d'oxydes, peut cependant être l'objet de phénomènes d'envolement lors de la fusion. L'homme du métier sait comment adapter la composition de la charge de départ en conséquence.
- [0042] Choisir les matières premières de la charge de départ de manière que la masse solide obtenue en fin d'étape c) présente une analyse chimique conforme à celle d'un grain selon l'invention ne pose donc aucune difficulté à l'homme du métier.
- [0043] L'élément Mg est de préférence introduit dans la charge de départ sous la forme de l'oxyde MgO. Il peut être également classiquement introduit sous forme de précurseurs de cet oxyde, par exemple sous la forme de MgCO_3 .
- [0044] L'élément Al est de préférence au moins en partie introduit dans la charge de départ sous la forme Al_2O_3 et/ou sous la forme de précurseurs de cet oxyde, par exemple sous la forme d'hydroxyde d'aluminium et/ou de boehmite. De préférence, l'élément Al est introduit dans la charge de départ partiellement sous la forme Al_2O_3 et partiellement sous une forme métallique.
- [0045] Dans un mode de réalisation préféré, la charge de départ comporte au moins un composé créant un milieu réducteur lors de la fusion.
- [0046] De préférence, ledit composé est choisi parmi une source de carbone, un métal, et leurs mélanges. De préférence, la source de carbone est choisie parmi le carbone, le coke de pétrole, le brai, le charbon et leurs mélanges, de préférence le coke de pétrole. De préférence, le métal est l'aluminium.
- [0047] De préférence encore, ledit au moins un composé créant un milieu réducteur lors de la fusion et utilisé dans la charge de départ est choisi parmi le coke de pétrole, l'aluminium et leurs mélanges.
- [0048] L'homme du métier sait déterminer la quantité de composé créant un milieu réducteur lors de la fusion, dans la charge de départ, pour obtenir, à l'étape b), une fusion en milieu réducteur.
- [0049] De préférence, la charge de départ contient une quantité de composé créant un milieu réducteur lors de la fusion supérieure à 1%, de préférence supérieure à 1,5% et, de

préférence inférieure à 5%, de préférence inférieure à 4%, en pourcentage en masse sur la base de la charge de départ.

- [0050] A l'étape b), on utilise de préférence un four à arc électrique, de préférence de type Héroult avec électrodes en graphite, mais tous les fours connus sont envisageables, comme un four à induction ou un four à plasma, pourvu qu'ils permettent de faire fondre la charge de départ dans un milieu réducteur.
- [0051] La fusion en milieu réducteur est de préférence obtenue par la présence, dans la charge de départ, de composés créant un milieu réducteur lors de la fusion et/ou par le fait que les électrodes trempent dans le bain de matière en fusion.
- [0052] De préférence, la charge de départ contient des éléments créant un milieu réducteur lors de la fusion.
- [0053] De préférence, les matières premières sont fondues à pression atmosphérique.
- [0054] De préférence, on utilise un four à arc électrique, comportant une cuve de 70 litres, avec une énergie de fusion avant coulée de plus de 2 kWh par kg de matières premières pour une puissance de plus de 220 kW, ou un four à arc électrique de capacité différente mis en œuvre dans des conditions équivalentes. L'homme du métier sait déterminer de telles conditions équivalentes.
- [0055] A l'étape c), le refroidissement doit être rapide, c'est-à-dire de manière que la matière en fusion soit entièrement solidifiée en moins de 3 minutes. Par exemple, il peut résulter d'un coulage dans des moules tels que décrits dans US 3,993,119 ou d'une trempe.
- [0056] De préférence, la matière en fusion est entièrement solidifiée en moins de 2 minutes, de préférence en moins d'une minute, de préférence en moins de 40 secondes, de préférence en moins de 30 secondes.
- [0057] Dans un mode de réalisation, l'étape c) conduit à une masse solide sous la forme d'un mélange particulaire.
- [0058] Si l'étape c) ne permet pas d'obtenir directement un mélange de grains, ou si ces grains ne présentent pas une granulométrie adaptée à l'application visée, un broyage de la masse solide (étape d)) peut être mis en œuvre, selon des techniques conventionnelles.
- [0059] Une sélection granulométrique (étape e)), par exemple par tamisage ou cyclonage, peut être mise en œuvre pour obtenir un mélange de grains présentant une granulométrie adaptée à l'application visée.
- [0060] L'étape d) et/ou l'étape e) peuvent être mises en œuvre avant ou après l'étape f) de calcination. Elle(s) est/sont de préférence réalisées avant l'étape f).
- [0061] De préférence, les grains fondus obtenus en fin d'étape c) et/ou d) et/ou e) présentent une teneur en carbone supérieure à 15 ppm et inférieure à 1000 ppm, ladite teneur étant mesurée à l'aide d'un analyseur carbone-soufre modèle CS744, commercialisé par la

société LECO.

- [0062] A l'étape f), la masse solide obtenue en fin d'étape c), de préférence après réduction sous la forme d'un mélange particulaire lors de l'étape d) si le procédé comporte une telle étape, ou de préférence après l'étape e) si le procédé comporte une telle étape, est calcinée.
- [0063] Si la calcination est réalisée sur la masse solide directement obtenue en fin d'étape c), une étape d) et de préférence une étape e) est/sont alors réalisée(s) après l'étape f).
- [0064] La calcination est réalisée à une température supérieure ou égale à 750°C, de préférence supérieure ou égale à 800°C, de préférence supérieure ou égale à 900°C, de préférence supérieure ou égale à 950°C, et inférieure ou égale à 1225°C, de préférence inférieure ou égale à 1200°C, de préférence inférieure ou égale à 1150°C, la température de calcination étant de préférence maintenue pendant une durée supérieure ou égale à 30 minutes, de préférence supérieure ou égale à 1 heure, de préférence supérieure ou égale à 2 heures, de préférence supérieure ou égale à 3 heures, de préférence supérieure ou égale à 4 heures, et de préférence inférieure à 100 heures, de préférence inférieure à 50 heures, de préférence inférieure à 20 heures, de préférence inférieure à 15 heures, de préférence inférieure à 10 heures.
- [0065] De préférence, l'étape f) est réalisée à pression atmosphérique.
- [0066] L'étape f) peut être réalisée dans une atmosphère réductrice, neutre ou oxydante.
- [0067] De préférence l'étape f) est réalisée dans une atmosphère oxydante, de préférence sous air.
- [0068] De préférence l'étape f) est réalisée sous atmosphère oxydante, de préférence sous air, de préférence à la pression atmosphérique, à une température supérieure ou égale à 750°C, de préférence supérieure ou égale à 800°C, de préférence supérieure ou égale à 900°C, de préférence supérieure ou égale à 950°C, et inférieure ou égale à 1225°C, de préférence inférieure ou égale à 1200°C, de préférence inférieure ou égale à 1150°C, la température de calcination étant de préférence maintenue pendant une durée supérieure ou égale à 30 minutes, de préférence supérieure ou égale à 1 heure, de préférence supérieure ou égale à 2 heures, de préférence supérieure ou égale à 3 heures, de préférence supérieure ou égale à 4 heures, et de préférence inférieure à 100 heures, de préférence inférieure à 50 heures, de préférence inférieure à 20 heures, de préférence inférieure à 15 heures, de préférence inférieure à 10 heures.
- [0069] Procédé de fabrication d'un outil abrasif selon l'invention
- [0070] Les procédés de fabrication des outils abrasifs sont bien connus et peuvent être utilisés pour fabriquer un outil abrasif selon l'invention.
- [0071] Les outils abrasifs peuvent en particulier être formés par agglomération de grains selon l'invention au moyen d'un liant, en particulier sous la forme d'une meule, par exemple par pressage, ou être formés par fixation de grains selon l'invention sur un

support, par exemple une bande ou un disque, au moyen d'un liant.

- [0072] Le liant peut être inorganique, en particulier un verre (par exemple, un liant constitué d'oxydes, sensiblement constitué de silicate(s) peut être utilisé) ou organique.
- [0073] Un liant organique est bien adapté. Le liant peut être notamment une résine thermodurcissable. Il est de préférence choisi dans le groupe constitué par les résines phénoliques, époxy, acrylate, polyester, polyamide, polybenzimidazole, polyuréthane, phénoxy, phénol-furfural, analine-formaldéhyde, urée-formaldéhyde, cresol-aldéhyde, resorcinol-aldéhyde, urée-aldéhyde, mélamine-formaldéhyde, et les mélanges de celles-ci.
- [0074] Le liant peut également incorporer des charges organiques ou inorganiques, comme des charges inorganique hydratées (par exemple du trihydrate d'aluminium ou de la boehmite) ou non (par exemple de l'oxyde de molybdène), de la cryolite, un halogène, du fluorspar, du sulfure de fer, du sulfure de zinc, de la magnésie, du carbure de silicium, du chlorure de silicium, du chlorure de potassium, du dichlorure de manganèse, du fluoroborate de potassium ou de zinc, du fluoroaluminate de potassium, de l'oxyde de calcium, du sulfate de potassium, un copolymère de chlorure de vinylidène et de chlorure de vinyle, du chlorure de polyvinylidène, du chlorure polyvinyle, et des mélanges de ceux-ci. Le liant peut également contenir des fibres de renfort comme des fibres de verre.
- [0075] Classiquement, un mélange de grains selon l'invention est mélangé avec un dit liant contenant optionnellement des charges organiques ou inorganiques. Le mélange obtenu, dans lequel le liant représente classiquement entre 2% et 60%, de préférence entre 20% et 40% en volume, est mis en forme, par exemple disposé dans un moule ou déposé sur un support. Puis le liant est activé, par exemple par chauffage, pour lier les grains entre eux et/ou avec le support optionnel. Après durcissement du liant et optionnellement démoulage, on obtient un outil abrasif selon l'invention.

Exemples

- [0076] Les exemples non limitatifs suivants sont donnés dans le but d'illustrer l'invention.

Protocoles de mesure

- [0077] Les protocoles de mesure suivants ont été utilisés pour déterminer certaines propriétés de mélanges de grains fondus. Ils permettent une excellente simulation du comportement réel des grains lorsqu'ils sont mis en œuvre pour une abrasion.
- [0078] Afin d'évaluer la performance abrasive d'un mélange de grains des exemples, on applique une monocouche de 1,02 gramme de ce mélange sur une meule métallique de diamètre 12,7 cm, lesdits grains étant liés à l'aide d'une résine phénolique.
- [0079] La surface d'une plaque en acier dur 52100 de dureté Rockwell comprise entre 60 et 63 HRC, de dimensions 20,5 cm x 7,6 cm x 6,0 cm, est ensuite usinée avec la meule

obtenue, sous aspersion d'eau, avec un mouvement de va et vient à vitesse constante, en maintenant une profondeur de coupe constante de 20 μm et une vitesse de rotation de la meule de 3600 tr/min. L'énergie totale développée par la meule pendant l'usinage, E_{tot} , est enregistrée.

- [0080] Après usure complète de la meule, on mesure la masse d'acier usinée (c'est-à-dire la masse d'acier enlevée par l'opération de meulage) « M_a » et le volume d'acier enlevé par l'opération de meulage « V_a ».
- [0081] Pour évaluer le rendement, on calcule classiquement le rapport S de la masse d'acier usinée divisée par la masse de grains consommée lors dudit usinage, ici égale à 1,02 gramme.
- [0082] Pour évaluer l'efficacité énergétique, on calcule classiquement l'énergie spécifique d'usinage, E_s , égale à l'énergie nécessaire pour enlever un volume unitaire d'acier ($E_s = E_{\text{tot}}/V_a$).
- [0083] Pour déterminer la composition des grains fondus, une perle d'un mélange de ces grains est fabriquée en fondant le mélange, puis l'analyse chimique est réalisée par fluorescence X, sauf pour la mesure de la teneur en carbone.
- [0084] La taille médiane d'une poudre est mesurée classiquement à l'aide d'un granulomètre laser de modèle LA950V2 commercialisé par la société Horiba.
- [0085] La quantité d'hydrogène gazeux dégagé par attaque acide à chaud est dosée après une attaque à chaud des grains avec un mélange d'acide chlorhydrique et fluorhydrique. On évalue ainsi la réoxydation des espèces sous-oxydées (sous-oxydes, jusqu'au métal).
- [0086] Pour cela, après séparation magnétique, on broie les grains dans un bol de broyage fait en un matériau oxydé (par exemple, en un matériau fondu d'alumine-zircone-silice) jusqu'à l'obtention d'une poudre passant à travers un tamis de maille carrée d'ouverture égale à 160 μm . On prélève 5 g de ladite poudre que l'on place dans un réacteur en polypropylène de volume de 100 cm^3 . On ajoute ensuite 25 ml du mélange d'acide suivant : (pour un litre) 250 ml de HF à 40%, 375 ml de HCl à 37%, et 375 ml d'eau. Après fermeture du réacteur, on réalise l'attaque à 85°C, au bain-marie, pendant 25 minutes, en agitant régulièrement. Après refroidissement du réacteur, on prélève à l'aide d'une seringue, au travers d'un septum, environ 0,5 ml que l'on injecte dans un chromatographe en phase gazeuse en détection catharomètre (avec, pour la colonne de séparation, un tamis moléculaire de 5 angström et de l'argon pour gaz vecteur). On exprime le résultat en volume de gaz en conditions normales pour 100 g de grains broyés.
- [0087] On appelle ce dégagement « dégagement d'hydrogène gazeux par attaque acide à chaud ».
- [0088] Le diagramme de diffraction X des grains fondus des exemples est réalisé sur une poudre de particules ayant passé au travers un tamis d'ouverture égale à 40 μm ,

obtenue par broyage desdits grains.

[0089] L'acquisition du diagramme de diffraction X est réalisée à partir d'un appareil du type D8 Endeavor de la société Bruker, sur un domaine angulaire 2θ compris entre 5° et 100° , avec un pas de $0,01^\circ$, et un temps de comptage de 0,34 s/pas. L'optique avant comporte une fente primaire de $0,3^\circ$, une fente de Soller de $2,5^\circ$ et un filtre nickel de 0,0125 mm. L'échantillon est en rotation sur lui-même à une vitesse égale à 5 tr/min, avec utilisation du couteau automatique. L'optique arrière comporte une fente de Soller de $2,5^\circ$, un filtre nickel de 0,0125 mm et un détecteur 1D avec une ouverture égale à 4° .

[0090] Les diagrammes de diffraction sont ensuite analysés qualitativement à l'aide du logiciel DIFFRAC.EVA commercialisé par la société Bruker et de la base de données PDF4 + 2023.

Protocole de fabrication

[0091] Les mélanges des exemples ont été élaborés à partir des matières premières suivantes :

- une poudre d'alumine de pureté supérieure à 99,6% en masse, comportant les impuretés Na_2O , CaO , Fe_2O_3 , MgO , TiO_2 , SiO_2 , et présentant une taille médiane égale à $80\text{ }\mu\text{m}$;
- une poudre de magnésie, de pureté supérieure à 99% en masse, dont plus de 85% des grains, en masse, passent à travers la toile d'un tamis de $45\text{ }\mu\text{m}$.

[0092] L'exemple 1 de référence (« Ref »), hors invention, est un mélange de grains fondus commercialisé par la société Saint-Gobain Speciality Grains and Powders sous le nom MA88K.

[0093] Les mélanges de grains des exemples 2 à 11 ont été préparés selon le procédé de fabrication suivant :

- a) mélange des matières premières de manière à former une charge de départ, ladite charge de départ comportant 2% en masse de copeaux d'aluminium métallique et 0,5% en masse de coke de pétrole,
- b) fusion en milieu réducteur de ladite charge de départ dans un four à arc électrique monophasé de type Héroult à électrodes en graphite, avec une cuve de four de 0,8 m de diamètre, une tension de 125 V, une intensité de 1040 A et une énergie électrique spécifique fournie de 3 kWh/kg chargé,
- c) refroidissement brutal de la matière en fusion, de manière que ladite matière en fusion soit entièrement solidifiée en moins de 3 minutes, au moyen d'un dispositif de coulée entre plaques minces métalliques tel que celui présenté dans le brevet US-A-3,993,119, de manière à obtenir une plaque entièrement solide, constituant une masse solide,
- d) broyage de ladite masse solide refroidie à l'étape c) de manière à la réduire sous la

forme d'un mélange de grains,

e) sélection par tamisage à l'aide d'une tamiseuse Ro-Tap® des grains présentant une taille comprise entre 500 et 600 μm ,

f) calcination effectuée sous air, à la pression atmosphérique, à la température T, la température T étant maintenue pendant un temps t, la vitesse de montée à la température T étant égale à 80°C/h.

- [0094] Le tableau 1 suivant fournit la composition chimique de ces mélanges de grains, les caractéristiques cristallographiques, la température T, le temps t et les résultats obtenus avec lesdits mélanges.
- [0095] Le pourcentage d'amélioration du rapport S est calculé par la formule suivante : $100 \times (\text{rapport S du mélange de l'exemple considéré} - \text{rapport S du mélange de l'exemple 1 de référence}) / \text{rapport S du mélange de l'exemple 1 de référence}$.
- [0096] Une valeur positive et élevée du pourcentage d'amélioration du rapport S est recherchée, sans augmentation significative de l'énergie spécifique, de préférence avec une diminution de l'énergie spécifique (valeur positive du pourcentage de réduction de l'énergie spécifique Es décrit ci-dessous). Les inventeurs considèrent significative un pourcentage d'amélioration du rapport S supérieur à 5%.
- [0097] De préférence, le rapport S est amélioré de plus de 10%, de préférence de plus de 20%, de préférence de plus de 30%, de préférence de plus de 40%, de préférence de plus de 50%, de préférence de plus de 60%.
- [0098] Le pourcentage de réduction de l'énergie spécifique, Es, est calculé par la formule suivante : $100 \times (\text{Es avec le mélange de l'exemple 1 de référence} - \text{Es avec le mélange de l'exemple considéré}) / \text{Es du mélange de l'exemple 1 de référence}$.
- [0099] Les inventeurs considèrent significative une réduction de plus de 5% de l'énergie spécifique Es. De préférence, l'énergie spécifique est réduite de plus de 10%, de préférence de plus de 15% (par rapport à la référence).

[0100] [Tableaux1]

	ex 1 (Re f)	ex 2	ex 3 (*)	ex 4 (*)	ex 5 (*)	ex 6	ex 7	ex 8	ex 9 (*)	ex 10 (*)	ex 11 (*)
Etape f) de calcination											
Température T (°C)	-	120 0	125 0	100 0	120 0	100 0	100 0	100 0	100 0	100 0	100 0
Temps t (h)	-	2	2	2	1	4	4	4	4	4	4
Analyse chimique, en pourcentages en masse sur la base des oxydes											
Al ₂ O ₃	Complément à 100%										
MgO	< 0,0 3	6,3	6,3	3,6	3,6	4,8	5,1	6,3	8,2	9,6	7,6
Cr ₂ O ₃	< 0,0 3	< 0,03	< 0,0 3	< 0,0 3	< 0,0 3	< 0,0 3	< 0,0 3	< 0,0 3	< 0,0 3	< 0,0 3	< 0,0 3
Oxydes autres que MgO, Cr ₂ O ₃ et Al ₂ O ₃	< 0,5	< 0,14	< 0,1 4	< 0,5	< 0,5	< 0,1 0	< 0,1 1	< 0,1 4	< 0,1 1	< 0,1 0	< 0,1 0
dont Na ₂ O	0,0 5	< 0,03	< 0,0 3	0,2 5	0,2 5	< 0,0 1	< 0,0 1	< 0,0 3	< 0,0 1	< 0,0 1	< 0,0 1
dont SiO ₂	< 0,0 5	< 0,05	< 0,0 5	< 0,0 5	< 0,0 5	< 0,0 5	< 0,0 5	< 0,0 5	< 0,0 5	< 0,0 5	< 0,0 5
dont TiO ₂	0,3	< 0,01	< 0,0 1	0,1	0,1	< 0,0 1	< 0,0 1	< 0,0 1	< 0,0 1	< 0,0 1	< 0,0 1
dont Fe ₂ O ₃	0,0 4	0,03	0,0 3	< 0,0 5	< 0,0 5	0,0 1	0,0 2	0,0 3	0,0 1	0,0 1	0,0 1
dont CaO	0,0 2	0,02	0,0 2	< 0,0 5	< 0,0 5	0,0 2	0,0 2	0,0 2	0,0 3	0,0 3	0,0 3

Autres caractéristiques											
Dégagement d'hydrogène gazeux par attaque acide à chaud, en volume de gaz pour 100 grammes de grains	-	4	1	n.d.	n.d.	90	27	6	25	n.d.	n.d.
Rapport R2	-	0,65	4,77	< 0,05	0,25	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
Rapport R1	-	0,42	0,15	0,29	0,41	0,38	0,41	0,33	0,11	0,05	0,16
% d'amélioration de S	-	30	-25	30	47	70	68	80	15	-10	47
% de réduction de Es	-	6	-20	-16	-27	0	6	22	-22	-35	-12

[0101] (*) : hors invention

[0102] n.d. : non déterminé

[0103] Une comparaison des exemples 1 (exemple de référence), 2 selon l'invention et 3 hors invention et conforme à l'enseignement de FR2853898A1, montre l'impact de la température de calcination : à même teneur en MgO égale à 6,3%, le mélange de grains de l'exemple 2, calciné à une température T égale à 1200°C pendant un temps t égal à 2 heures, présente un pourcentage d'amélioration du rapport S positif de 30% et une énergie spécifique réduite de 6%, alors que le même mélange de grains calciné à une température T égale à 1250°C pendant un temps t égal à 2 heures, présente un pourcentage d'amélioration du rapport S négatif de 25% et une augmentation de l'énergie spécifique de 20%.

[0104] Une comparaison des exemples 1 (exemple de référence), 4 et 5 hors invention, et 6 selon l'invention, montre l'impact positif de la présence de 4,8% de MgO dans le mélange de grains de l'exemple 6, calciné à une température T égale à 1000°C pendant un temps t égal à 4 heures : le rapport S est amélioré de 70% sans dégradation de l'énergie spécifique. Les mélanges de grains des exemples 4 et 5, hors invention, présentant une teneur en MgO égale à 3,6% et calcinés à une température T égale à 1000°C et 1200°C, respectivement, pendant un temps t égal à 2 heures et 1 heure respectivement, présentent un rapport S amélioré de 30% et de 47% respectivement, et une augmentation de l'énergie spécifique de 16% et 27% respectivement.

[0105] Une comparaison des exemples 1 de référence, et 7 et 8 selon l'invention, montre que

les mélanges de grains de l'exemple 7 et de l'exemple 8, tous deux calcinés à une température T égale à 1000°C pendant un temps t égal à 4 heures, présentant une teneur en MgO égale à 5,1% et 6,3% respectivement, présentent un rapport S amélioré de 68% et de 80% respectivement, et une réduction de l'énergie spécifique de 6% et 22% respectivement.

- [0106] Une comparaison des exemples 1 de référence, et 9 hors invention, montre que le mélange de grains de l'exemple 9 calciné à une température T égale à 1000°C pendant un temps t égal à 4 heures, présentant une teneur en MgO égale à 8,2%, présente une amélioration du rapport S de 15% et une augmentation de l'énergie spécifique 22%.
- [0107] Une comparaison des exemples 1, de référence, et 10 hors invention, montre que le mélange de grains de l'exemple 10 calciné à une température T égale à 1000°C pendant un temps t égal à 4 heures, présentant une teneur en MgO égale à 8,2%, présente une diminution du rapport S de 10% et une augmentation de l'énergie spécifique 35%.
- [0108] Une comparaison des exemples 1, de référence, et 11 hors invention, montre que le mélange de grains de l'exemple 11 calciné à une température T égale à 1000°C pendant un temps t égal à 4 heures, présentant une teneur en MgO égale à 7,6%, présente une diminution du rapport S de 47% et une augmentation de l'énergie spécifique 12%.
- [0109] Comme cela apparaît clairement à présent, l'invention fournit un mélange de grains fondus à base d'alumine présentant un rendement et une efficacité énergétique meilleurs que ceux des grains fondus à base d'alumine connus de l'exemple de référence pour l'abrasion d'une surface en un acier dur.
- [0110] Bien entendu, la présente invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits fournis à titre d'exemples illustratifs et non limitatifs.
- [0111] En particulier, les grains fondus selon l'invention ne se limitent pas à des formes ou à des dimensions particulières. Ils pourraient être utilisés dans des applications autres que l'abrasion d'une surface en un acier dur.

Revendications

- [Revendication 1] Grain fondu présentant
- une composition chimique telle que, en pourcentages massiques sur la base des oxydes :
 - MgO : 4,8% à 7,2% ;
 - Cr₂O₃ : < 0,2% ;
 - oxydes autres que MgO, Cr₂O₃ et Al₂O₃ : ≤ 1,5% ;
 - Al₂O₃ : complément à 100% ;
 - une composition cristallographique caractérisée par un diagramme de diffraction X présentant un « pic de référence » dans le domaine angulaire 2θ compris entre 18,1° et 20,1°, un premier pic dans le domaine angulaire 2θ compris entre 12,3° et 13,8° et, optionnellement, un deuxième pic dans le domaine angulaire 2θ compris entre 25,2° et 25,8°, ou « pic de phase corindon », chaque pic ayant une hauteur respective, en nombre de coups,
 - le rapport R1 de la hauteur du premier pic sur la hauteur du pic de référence étant supérieur à 0,2 et le rapport R2 de la hauteur du pic de phase corindon sur la hauteur du pic de référence étant inférieur à 1.
- [Revendication 2] Grain fondu selon la revendication précédente, dans lequel
- MgO ≥ 5,0%, et/ou
 - MgO ≤ 7,0%, et/ou
 - Cr₂O₃ : < 0,10%, et/ou
 - la teneur en oxydes autres que MgO, Cr₂O₃ et Al₂O₃ est inférieure à 1,0%.
- [Revendication 3] Grain fondu selon la revendication immédiatement précédente, dans lequel
- MgO ≥ 5,8%, et/ou
 - MgO ≤ 6,5%, et/ou
 - Cr₂O₃ : < 0,03%, et/ou
 - la teneur en oxydes autres que MgO, Cr₂O₃ et Al₂O₃ est inférieure à 0,4%.
- [Revendication 4] Grain fondu selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel
- Na₂O ≤ 0,3%, en pourcentages massiques sur la base des oxydes, et/ou
 - SiO₂ ≤ 0,3%, en pourcentages massiques sur la base des oxydes.
- [Revendication 5] Grain fondu selon la revendication immédiatement précédente, dans lequel

- $\text{Na}_2\text{O} \leq 0,1\%$, en pourcentages massiques sur la base des oxydes, et/ou
- $\text{SiO}_2 \leq 0,1\%$, en pourcentages massiques sur la base des oxydes.
- [Revendication 6] Grain fondu selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la teneur en oxydes est supérieure à 96%, en pourcentages en masse sur la base de la masse du grain fondu.
- [Revendication 7] Grain fondu selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel
 - le rapport R2 est inférieur à 0,7, et/ou
 - le rapport R1 est supérieur à 0,25.
- [Revendication 8] Grain fondu selon la revendication immédiatement précédente, dans lequel
 - le rapport R2 est inférieur à 0,3, et/ou
 - le rapport R1 est supérieur à 0,3.
- [Revendication 9] Grain fondu selon la revendication immédiatement précédente, dans lequel le rapport R2 est inférieur à 0,05.
- [Revendication 10] Grain fondu selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le rapport R1 est inférieur à 0,5.
- [Revendication 11] Grain fondu selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le dégagement d'hydrogène gazeux par attaque acide à chaud pour un mélange constitué de dits grains est inférieur à $200 \text{ cm}^3 / 100 \text{ g}$.
- [Revendication 12] Mélange de grains comportant, en pourcentage massique, plus de 80% de grains fondus selon l'une quelconque des revendications précédentes.
- [Revendication 13] Procédé de fabrication d'un mélange de grains fondus selon la revendication immédiatement précédente, ledit procédé comprenant les étapes successives suivantes :
 - a) mélange de matières premières de manière à former une charge de départ adaptée à la fabrication dudit mélange de grains,
 - b) fusion en milieu réducteur de ladite charge de départ jusqu'à obtention d'une matière en fusion,
 - c) refroidissement de ladite matière en fusion de manière à la solidifier entièrement en moins de 3 minutes, et obtenir une masse solide,
 - f) calcination de la masse solide à une température supérieure ou égale à 750°C et inférieure ou égale à 1225°C .
- [Revendication 14] Procédé selon la revendication immédiatement précédente, dans lequel la masse solide issue de l'étape c) est broyée lors d'une étape d), avant ou après l'étape f), de manière à se présenter sous la forme d'un mélange particulière, le procédé comportant de préférence une étape e)

- de sélection granulométrique appliquée au mélange particulière.
- [Revendication 15] Procédé selon la revendication immédiatement précédente, comportant une étape e), l'étape d) et l'étape e) étant réalisées avant l'étape f).
- [Revendication 16] Procédé selon l'une quelconque des trois revendications immédiatement précédentes, dans lequel à l'étape f),
- la température de calcination est supérieure ou égale à 800°C et inférieure ou égale à 1200°C, et/ou
 - la température de calcination est maintenue pendant une durée supérieure ou égale à 30 minutes.
- [Revendication 17] Procédé selon la revendication précédente, dans lequel à l'étape f),
- la température de calcination est supérieure ou égale à 950°C et inférieure ou égale à 1150°C, et/ou
 - la température de calcination est maintenue pendant une durée supérieure ou égale à 2 heures.
- [Revendication 18] Outil abrasif comportant des grains liés par un liant et agglomérés ou déposés sur un support, au moins une partie desdits grains étant conformes à l'une quelconque des revendications 1 à 11.
- [Revendication 19] Outil abrasif selon la revendication immédiatement précédente, comportant plus de 80% de grains selon l'une quelconque des revendications 1 à 11.
- [Revendication 20] Outil abrasif selon l'une quelconque des deux revendications immédiatement précédentes, se présentant sous la forme d'une meule, d'une bande ou d'un disque.
- [Revendication 21] Procédé de traitement d'une surface en un acier dur, ledit procédé comportant une opération d'abrasion de ladite surface avec un mélange de grains selon la revendication 12 ou fabriqué selon un procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 17.

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 920390
FR 2306000

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A, D	FR 2 853 898 A1 (SAINT GOBAIN CT RECHERCHES [FR]) 22 octobre 2004 (2004-10-22) * revendications 1-5, 13, 15, 18-21-22 * * page 1, lignes 1-9 * * page 8; tableau 2 * -----	1-21	C04B 35/107 C09K 3/14
A, D	FR 2 290 266 A1 (NORTON CO [US]) 4 juin 1976 (1976-06-04) * revendication 1 * * page 1, lignes 1-13 * -----	1, 13, 18-20	
X	FR 2 928 916 A1 (SAINT GOBAIN CT RECHERCHES [FR]) 25 septembre 2009 (2009-09-25) * revendications 1, 8, 9 * * page 5, lignes 5-12 * * page 7, lignes 4-6, 23-25 * * page 8, lignes 30-32 * * page 10, lignes 13-23 * * page 12, lignes 1-11, 23-27 * * page 15, lignes 29-31 * * page 2, lignes 3-5 * -----	1-21	
A	CN 106 986 653 A (XI'AN UNIV OF ARCHITECTURE AND TECHNOLOGY) 28 juillet 2017 (2017-07-28) * abrégé * * revendications 6, 8-10 * -----	1-6, 16-21	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) C04B F16D C09K
E	WO 2023/111156 A1 (SAINT GOBAIN CENTRE DE RECH ET D ETUDES EUROPEEN [FR]) 22 juin 2023 (2023-06-22) * revendications 1, 10-13, 18-24, 26-31 * -----	1-21	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
18 décembre 2023		Buffet, Noemie	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2306000 FA 920390**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **18-12-2023**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2853898	A1	22-10-2004	AU 2004233415 A1	04-11-2004
			BR PI0409346 A	25-04-2006
			CA 2522600 A1	04-11-2004
			CN 1774487 A	17-05-2006
			EP 1613709 A1	11-01-2006
			FR 2853898 A1	22-10-2004
			US 2006196123 A1	07-09-2006
			WO 2004094554 A1	04-11-2004

FR 2290266	A1	04-06-1976	AT 341899 B	10-03-1978
			BR 7507386 A	03-08-1976
			CA 1062889 A	25-09-1979
			DE 2550140 A1	20-05-1976
			FR 2290266 A1	04-06-1976
			GB 1483288 A	17-08-1977
			JP S5172927 A	24-06-1976
			JP S5912382 B2	22-03-1984
			NO 143893 B	26-01-1981
			US B522038 I5	03-02-1976

FR 2928916	A1	25-09-2009	BR PI0909500 A2	22-12-2015
			CA 2718789 A1	22-10-2009
			CN 101977877 A	16-02-2011
			EP 2257509 A1	08-12-2010
			FR 2928916 A1	25-09-2009
			JP 2011517712 A	16-06-2011
			KR 20100129323 A	08-12-2010
			US 2011053478 A1	03-03-2011
			WO 2009127796 A1	22-10-2009

CN 106986653	A	28-07-2017	AUCUN	

WO 2023111156	A1	22-06-2023	FR 3130270 A1	16-06-2023
			WO 2023111156 A1	22-06-2023
