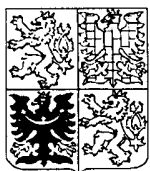


PŘÍHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **09.02.2000**
(32) Datum podání prioritní přihlášky: **15.02.1999**
(31) Číslo prioritní přihlášky: **1999/9901962**
(33) Země priority: **FR**
(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **12.12.2001**
(Věstník č. 12/2001)
(86) PCT číslo: **PCT/FR00/00299**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO00/47688**

(21) Číslo dokumentu:

2001 - 2894

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 09 K 3/14

C 01 F 7/02

(71) Přihlašovatel:

PEM ABRASIFS-REFRACTAIRES, Courbevoie, FR;

(72) Původce:

Alary Jean-André, Chedde, FR;

(74) Zástupce:

Všetečka Miloš JUDr., Hálkova 2, Praha 2, 12000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Brusná zrna tvořená polykrystalickou aluminou
a způsob jejich výroby**

(57) Anotace:

Brusné zrno na bázi elektricky tavené aluminy je tvořeno krystaly s hexagonální strukturou, o velikosti menší než 100 mikrometrů, výhodně menší než 30 mikrometrů a výhodněji menší než 5 mikrometrů, s hustotou vyšší než 97 %, výhodně 98 % teoretické hustoty aluminy a s tvrdostí podle Knoopu vyšší než 2000. Způsob výroby brusných zrn na bázi aluminy zahrnuje roztavení aluminy, její odlévání při konstantním průtoku nižším než 80 kg/minutu a její ochlazení rozptýlením roztavené aluminy na jemné kapičky k získání částic o velikosti menší než 1 mm. Uvedené rozptýlení se provádí výhodně rozprášením za asistence ultrazvuku o kmitočtu 15 až 50 MHz. Brusná zrna podle vynálezu se používají zejména pro výrobu brusných kotoučů.

16 82550

Brusná zrna tvořená polykrystalickou aluminou a způsob jejich výroby

Oblast techniky

Vynález se týká brusných zrn na bázi aluminy tvořených krystaly, jejichž rozměry jsou rovné asi několika desítkám mikrometrů a které jsou získány rychlým ztuhnutím roztavené aluminy.

Dosavadní stav techniky

Použití brusných prostředků na bázi aluminy je velmi staré, přičemž takové brusné prostředky ve formě smirku byly již známy ve starém Řecku. Již v polovině dvacátého století poskytovala syntéza korundu získaného roztavením a ztuhnutím aluminy brusná zrna tvořená krystaly aluminy α mající kompaktní hexagonální strukturu a rozměry několika milimetrů. Poněkud zavádějícím způsobem je tento typ materiálu uváděn pod označením elektricky roztavený korund. Jedná se samozřejmě o pevný materiál, jehož označení činí narážku na způsob přípravy tohoto materiálu.

Brusná zrna získaná mletím elektricky roztaveného korundu jsou takto většinou tvořena hexagonálními monokrystaly a jejich vlastnosti, které jsou při nejlepším vlastnostmi krystalu aluminy, nemohou být taktodále zlepšeny.

S cílem získat lepší mechanické vlastnosti a brusné prostředky snažili se odborníci vyrobit materiál tvořený krystaly majícími pokud možno co nejmenší rozměry, přičemž

každé brusné zrno by bylo tvořeno sestavou krystalů, takže by byly získány mechanické vlastnosti, které by rezultovaly nejen z charakteru krystalů tvořících uvedenou sestavu, nýbrž také z existence četných hranic zrn umožňujících konzolidaci zrna.

Takto patent US 1,192,709 (Carborundun), jehož přihláška byla podána v roce 1914, popisuje elektricky tavenou aluminu mající velikost krystalů mezi 10 a 300 mikrometrů (v průměru 100 mikrometrů) a odlitou na tenké desky v úzké kokile mající tloušťku menší než 150 milimetrů. Tento způsob rychlého ochlazení byl rovněž využíván v roce 1932 společností Alcoa (patenty US 1,798,261 a US 1,871,793) a spočíval v rozprášení elektricky roztavené aluminy za účelem převedení aluminy do formy dutých kuliček, které mají průměr menší než 5 milimetrů a které jsou tvořeny krystaly majícími velikost menší než 250 mikrometrů. Dostí podobná technika je popsána v patentu GB 284131 společnosti Metallbank. Podle patentu US 3,781,172 lze získat krystaly elektricky tavené aluminy o velikosti menší než 50 mikrometrů odléváním této aluminy na lože chladných granulí majících stejné složení, což urychluje ochlazení odlévané aluminy. Zkušenost nicméně ukazuje, že tato technika je málo výkonná, přičemž kapalná alumina špatně proniká mezi uvedená chladná zrna.

Patent FR 1 310 102 (Norton) popisuje způsob a zařízení pro rychlé chlazené odlévání aluminových brusných prostředků spočívající v tom, že se odlévá tenký pás aluminy na otáčející se válec. Takto se získají krystaly aluminy s velikostí mezi 1 a 30 mikrometrů.

Patent FR 2 242 462 (Norton), jehož přihláška byla podána v roce 1977, se týká způsobu a zařízení pro odlévání brusiva mezi dva kovové pásy s cílem vytvořit tenkou aluminovou lamelu. Kalící účinek je v tomto případě omezen

malou tepelnou vodivostí korundu. Nezdá se, že výše uvedené způsoby odlévání do formy tenkých desek nebo pásů by vedly k uplatnění v průmyslovém měřítku.

V roce 1979 se objevily aluminy pocházející z procesu sol-gel a získané kalcinací a potom slinováním hydrátu aluminy, nejčastěji böhmitu, který byl zase získán srážením z roztoku soli nebo alkoxidu hlinitého. Tento typ materiálu umožňuje připravit brusná zrna tvořená sestavou krystalů majících velikost menší než jeden mikrometr, což těmto zrnům dává znamenité mechanické vlastnosti. Tento materiál je v současné době běžně používán pro výrobu brusných kotoučů, ve kterých tento materiál tvoří asi 30 % hmotnosti z celkové hmotnosti brusné kompozice, přičemž zbytek je tvořen klasickým elektricky roztaveným korundem. Vysoká cena alumin typu sol-gel je obecně přijatelným vysvětlením pouze 30% obsahu uvedené aluminy v brusné kompozici.

Cílem vynálezu je tedy poskytnout elektricky tavenou aluminu, která se by si zachovala morfologii vlastní elektricky taveným aluminám, ale která by měla mnohem jemněji regulovanou krystalizaci, než je tomu u korundu podle dosavadního stavu techniky, a výrazně zlepšené brusné vlastnosti.

Podstata vynálezu

Předmětem vynálezu je brusné zrno na bázi elektricky tavené aluminy, jehož podstata spočívá v tom, že je tvořeno krystaly majícími hexagonální strukturu, rozměry menší než 100 mikrometrů, výhodně menší než 30 mikrometrů a výhodněji menší než 5 mikrometrů, hustotu vyšší než 97 %, výhodně vyšší než 98 %, teoretické hustoty aluminy a tvrdost podle Knoopu vyšší než 2000.

Předmětem vynálezu je rovněž způsob výroby brusných zrn

na bázi aluminy, jehož podstata spočívá v tom, že zahrnuje roztavení aluminy, její odlévání při konstantním průtoku nižším než 80 kg/minutu a její ochlazení rozptýlením roztavené aluminy do formy jemných kapiček za vzniku částic majících velikost menší než 1 milimetr. Toto rozptýlení se výhodně provádí rozprášením za asistence ultrazvuku s kmitočtem 15 až 50 MHz.

Popis obrázků na výkresech

Obr.1, obr.2 a obr.3 představují obrázky ze skanovacího elektronového mikroskopu zobrazující krystaly brusných zrn podle dosavadního stavu techniky (obr.1) a podle vynálezu (obr.2 a obr.3). Obrázky jsou pořízeny při zvětšení 1200, 600 respektive 2000. Obr.1 ukazuje produkt podle dosavadního stavu techniky získaný podle příkladu 3. Obr.2 a obr.3 ukazují při různých zvětšeních produkt podle vynálezu získaný podle příkladu 4.

Analýzou vlastností alumin sol-gel a výsledků získaných pro brusné kotouče zhotovené za použití tohoto typu materiálu lze dojít k dále uvedeným závěrům:

- tvrdost alumin sol-gel je výrazně vyšší (tvrdost podle Knoopu HK 2100 až 2200), což je zjevně vyšší hodnota tvrdosti, než jaké se dosahuje u elektricky tavených korundů;
- částice aluminy sol-gel a částice elektricky taveného korundu mají různé morfologie: zatímco částice elektricky taveného korundu jsou hranaté a mají ostré hrany, jsou částice alumin sol-gel mnohem masivnější a mají zaoblené tvary;
- mikrostruktura aluminy sol-gel je velmi jemná a je tvořena hexagonálními krystaly aluminy alfa submikromet-

rických rozměrů, zatímco mikrostruktura elektricky tavených alumin je v podstatě monokrystalická;

- brusné kotouče tvořené různými podíly aluminy sol-gel a korundu ukazují, že brusný kotouč připravený za použití 100 % aluminy sol-gel vede k nevalným výsledkům a že kombinace korundu a aluminy sol-gel je nezbytná k získání výsledků požadovaných výrobcí alumin sol-gel.

Jestliže se tyto dobré vlastnosti přičítají kombinaci řezného produktu, kterým je korund, a velmi tvrdého vyztužovacího materiálu, kterým je alumina sol-gel, což odpovídá tomu, co bylo řečeno a napsáno na toto téma, potom přihlašovatel usiloval spojit v jediném materiálu morfologii zrn elektricky taveného korundu a tvrdost aluminy sol-gel. Cestou k dosažení tohoto výsledku bylo rychlé ztuhnutí taveniny s cílem snažit se dosáhnout pokud možno co nejjemnější krystalizace.

Berouce v úvahu fyzikální vlastnosti korundu (skupenské teplo tuhnutí a tepelná vodivost v pevném stavu) ukázaly se klasické techniky používané pro dosažení rychlého ztuhnutí velmi nedostatečné pro dosažení dostatečného zmenšení velikosti krystalů.

Zkušenost takto ukazuje, že k dosažení velikosti krystalů rovné asi 200 mikrometrům, je třeba odlévat taveninu v tloušťce 5 mm, což je jednak velmi omezující a jednak málo výkonné vzhledem k velikosti získaných krystalů. V již citovaném patentu US 1,871,793 bylo navrženo rozprášení taveniny umožňující získat duté kuličky o rozměrech menších než 5 mm a tloušťce stěny menší než 250 mikrometrů. V uvedeném patentu není uveden žádný údaj týkající se velikosti krystalů. Později byly navrženy další způsoby rychlého ztuhnutí, které jsou například popsány v patech Norton FR 1 319 102 a FR 2 422 462, ve kterých jsou

popsány rychlosti chlazení, které jsou srovnatelné s rychlostmi chlazení, kterých se dosahuje u klasických technik kalení a které vedou k relativně hrubším krystalům velikosti asi 200 mikrometrů. Tyto postupy mají jen malou technickou využitelnost. Nicméně je třeba poznamenat, že získání jemnější krystalizace je zajímavé, neboť taková krystalizace modifikuje chování materiálu při mletí a umožňuje získat granulometrické rozdělení mající maximum odpovídající velikosti krystalů.

Ve snaze prozkoumat prostředky, které by byly schopné ještě dále zlepšit výkon brusných zrn na bázi elektricky tavené aluminy získaných rychlým ztuhnutím, přihlašovatel zjistil, že parametrem, který je důležitý pro získání velmi jemné krystalizace, je průtok, při kterém se odlévá kapalný korund, který je třeba udržovat pod hodnotou 80 kg/minutu, výhodně nižší než 50 kg/minutu. Takový lící průtok, který je výrazně nižší než lící průtok, který se obvykle používá, může být dosažen pomocí například indukčně vyhřívané, výlevky (ve dně lící pánve) s cílem zabránit předčasnému ztuhnutí taveniny v uvedené výlevce.

Rovněž bylo zjištěno, že by mohlo být oproti technikám dosavadního stavu techniky zlepšeno rozptýlení korundu v kapalném stavu a to ještě před ztuhnutím taveniny. Rozprášení do vzduchu nebo granulace ve vodě se ukázaly jako postupy, které jsou nedostatečné pro dosažení adekvátní disperze kapalného korundu; je tedy třeba je kombinovat s dodatečnými prostředky umožňujícími získat částice s velikostí nepřesahující 1 mm a odpovídající velikosti přibližně několika desetínám milimetru. Při takových rozměrech má uvedený materiál formu téměř sférických částic a to plných, případně dutých, které jsou převážně tvořeny krystaly majícími velikost pohybující se mezi 20 a 30 mikrometry v případě kuliček s průměrem blízkým 1 mm a velikost až 10 mikrometrů a ještě menší v

případě kuliček majících průměr 0,2 milimetru.

Prostředkem obzvláště účinným pro získání této disperze je rozprášení prováděné za asistence ultrazvuku s kmitočtem mezi 15 a 50 kHz. V případě, že je ztuhnutí provedeno tímto způsobem, potom se elektricky tavený korund zachová svou prvotní kvalitu, kterou je kvalita poskytující zrna, jejichž morfologie má ostré hrany; jinak má lepší hustotu a tvrdost než elektricky tavený korund podle dosavadního stavu techniky; uvedenou technikou je možné dosáhnout hustotu 3,95, t.j. hustotu vyšší než 98 % teoretické hustoty aluminy (t.j. 3,98) a tvrdost podle Knoopu rovnou 2050. Díky této zvýšené hustotě se blíží vlastnosti polykrystalického zrna vlastnostem dokonale monokrystalického zrna.

Takto získaný materiál, jehož tvrdost se nerovná tvrdosti aluminy sol-gel, nicméně představuje lepší kompromis, pokud jde o tvar zrn, jejich tvrdost a náklady spojené s jejich produkcí.

V následující části popisu bude vynález blíže popsán pomocí konkrétních příkladů jeho provedení, přičemž tyto příklady mají pouze ilustrační charakter a nikterak neomezují vlastní rozsah vynálezu, který je jednoznačně definován definicí patentových nároků a obsahem popisné části.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

V klasické obloukové tavící peci se roztaví alumina obsahující 99,5 % Al_2O_3 zahřátím na teplotu 2200 °C. Obsah pece se potom odlévá diskontinuálním způsobem. Za použití

kokil určených pro pojmutí asi deseti tun roztaveného korundu se pomalým tuhnutím získají ingoty tvořené materiálem s hrubou strukturou přerušovanou četnými póry: u obvodu ingotu činí velikost krystalů několik milimetrů, zatímco ve středu ingotu dosahuje velikost těchto krystalů několika centimetrů.

Po rozemletí na velikost 1 mm je získaný materiál převážně tvořen monokrystalickými zrny s hexagonální strukturou, jejichž hustota činí asi 3,7 a jejichž tvrdost podle Knoopu činí 1900. Podíl zrn s granulometrií P80 (podle nomenklatury FEPA: Fédération Européenne des Producteur d'Abrasifs), t.j. podíl zrn, z nichž polovina je hrubější než 185 mikrometrů, činí asi 18 %.

Příklad 2

Za použití stejných tavících prostředků, jaké byly použity v příkladu 1, avšak při zmenšení sklonu pece k dosažení průtoku kapalného korundu, který nepřesahuje hodnotu 1,5 tuny v průběhu 10 minut, se odlévá kapalný korund na měděnou desku vnitřně chlazenou cirkulující vodou. Tato měděná deska je skloněna v úhlu 30° s cílem omezit tloušťku vrstvy korundu tuhnoucí na měděné desce. Takto se získají desky korundu mající tloušťku asi 5 mm. Tyto desky se potom rozemelou na velikost částic 1mm.

Podíl zrn P80 činí 38 %, což je zjevně vyšší podíl než v případě příkladu 1. Testování takto získaných zrn ukázalo, že materiál připravený tímto způsobem je převážně tvořen hexagonálními krystaly, jejichž velikost se pohybuje mezi 150 a 250 mikrometry. Hustota v tomto případě činí 3,8 a tvrdost podle Knoopu činí 1925.

Příklad 3

Za použití stejných tavících prostředků jako v příkladu 1 a při stejném sklonu pece jako v příkladu 2 se kapalný korund odlévá do žlabu, na jehož konci je kapalný korund rozprašován pomocí vzduchové trysky. Takto se získají duté kuličky, jejichž vnější průměr je menší než asi 5 mm. Tyto kuličky jsou tvořené krystaly s hexagonální strukturou, jejichž velikost se pohybuje mezi 100 a 250 mikrometry, jak je možné změřit na obr.1. Hustota činí 3,85 a tvrdost podle Knoopu činí 1950.

Příklad 4

U dna obloukové tavící pece s příkonem 1 MW se uspořádá výlevka pro kontinuální odlévání, přičemž průměr kanálu této výlevky činí 12 mm; tato výlevka je ohřívána indukčně pomocí generátoru o výkonu 10 kHz. Dostupný příkon generátoru je 50 kW. Do pece se zavádí stejná surovina jako v předcházejících třech příkladech. Průtok kapalného korundu skrze výlevku činí 36 kg/minutu.

Tento proud kapalného korundu se vede na ultrazvukovou sondu tvořenou titanovou lamelou skloněnou v úhlu 45° a uvažovanou do vibrace ultrazvukovým zdrojem poskytujícím ultrazvuk o kmitočtu 15 kHz. Takto se uvedený proud roztaveného korundu rozptýlí na částice mající velikost asi 0,1 mm; je třeba uvést, že proud roztaveného materiálu nepřichází do styku s ultrazvukovou sondou, neboť mezi uvedeným proudem a ultrazvukovou sondou se ponechá rozestup rovný asi 1 mm.

Testování získaného materiálu ukazuje, že je převážně

tvořen elementárními krystaly, jejichž velikost je menší než 5 mikrometrů (jak je možné tuto velikost změřit na obr.2 a obr.3). Hustota je rovna 3,95 a tvrdost podle Knoop je rovna 2050.

Příklad 5

Po rozemletí na zrno P80 podle normy FEPA jsou produkty získané podle čtyř předcházejících příkladů použity pro výrobu brusných kotoučů za stejných podmínek. Tyto brusné kotouče jsou potom testovány za použití testu broušení oceli 100C6 za tlaku 0,25 MPa a rychlosti postupu 60 m/s.

Za stejných podmínek byl rovněž testován brusný kotouč vyrobený ze směsi obsahující 70 % hmotnosti produktu podle příkladu 2 a 30 % hmotnosti aluminy sol-gel a také brusný kotouč získaný výlučně z aluminy sol-gel.

Stanoví se poměry mezi hmotou odbroušeného materiálu a hmotou oddělenou z brusného kotouče, přičemž byly získány následující výsledky:

pro produkt podle příkladu 1:	30	
pro produkt podle příkladu 2:	50	
pro produkt podle příkladu 3:	55	
pro produkt podle příkladu 4.	120	
pro směs 70 % produktu podle příkladu 2 a 30 % aluminy sol- -gel:	150	a
pro produkt získaný výlučně z aluminy sol-gel:	60.	

1. Brusné zrnó na bázi elektricky tavené aliminy, v y -
z n a č e n é t í m, že je tvořeno krystaly s hexagonální
strukturou o rozměrech menších než 100 mikrometrů, přičemž
jeho hustota je vyšší než 97 % teoretické hustoty aluminu a
jejich tvrdost podle Knoop je vyšší než 2000.

2. Brusné zrna podle nároku 1, v y z n a č e n é t í m, že rozměry krystalů jsou menší než 30 mikrometrů.

3. Brusné zrna podle nároku 2, v y z n a č e n é t í m, že rozměry krystalů jsou menší než 5 mikrometrů.

4. Brusné zrno podle nároku 1, v y z n a č e n é t í m, že jeho hustota je nižší než 98 % teoretické hustoty aluminu.

5. Brusné zrnó podle některého z nároků 1 až 4, v y z n a-
č e n é t í m, že jeho tvrdost podle Knoop je vyšší než
2050.

6. Způsob výroby brusných zrn na bázi elektricky tavené aluminy, v y z n a č e n ý t í m, že zahrnuje roztavení aluminy, její odlévání při konstatním průtoku nižším než 80 kg/minutu a její ochlazení rozptýlením roztavené aluminy na jemné kapičky k získání částic o velikosti menší než 1 mm.

7. Způsob podle nároku 6, v y z n a č e n ý t í m, že průtok, při kterém se provádí odlévání roztavené aluminy, je nižší než 50 kg/minutu.

8. Způsob podle některého z nároků 6 nebo 7, v y z n a -
č e n ý t í m, že odlévání se provádí přes výlevku ohřívanou indukčně.

9. Způsob podle některého z nároků 6 až 8, v y z n a č e -
n ý t í m, že rozptýlení roztavené aluminy se dosáhne rozprášením za asistence ultrazvuku.

10. Způsob podle nároku 9, v y z n a č e n ý t í m, že kmitočet ultrazvuku je roven 15 až 50 kHz.

Zastupuje: