

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 642 694

②1 N° d'enregistrement national :

89 01482

⑤1 Int Cl⁵ : B 24 D 3/04.

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 6 février 1989.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 32 du 10 août 1990.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : *NAUCHNO-PROIZVODSTVENNOE OBIE-
DINENIE PO ABRAZIVAM I SHLIFOVANIJU (NPO
VNIISHI) — SU.*

⑦2 Inventeur(s) : Ivan Petrovich Vasiliev; Ilya Zakharovich
Pevzner; Tatyana Petrovna Nikitina; Jury Matveevich Ko-
valchuk; Valentina Vasilievna Larionova; Alexandr Nau-
movich Volokhonsky; Vladislav Pavlovich Lukanin; Mik-
hail Grigorievich Efros.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Weinstein.

⑤4 Matière abrasive.

⑤7 L'invention concerne la production de matières inorgani-
ques de haute dureté et de haute température de fusion et
plus précisément, des matières abrasives obtenues par traite-
ment électrothermique et contenant, comme base, des cristaux
de corindon de haute dureté et de haute résistance.

Selon l'invention, la matière abrasive comprend des cristaux
de corindon ayant des dimensions comprises entre 5 et 350
 μm ainsi qu'un additif parmi le spinelle, le verre d'anorthite, le
verre de cordiérite et un mélange de spinelle et de l'un de ces
verres; l'additif représente 1,5 à 7,5 % en poids de la matière
abrasive et est disposé entre les cristaux de corindon, en
couches intermédiaires d'une épaisseur inférieure à 20 μm .

L'invention s'applique notamment à la production de grains
abrasifs utilisés pour la fabrication d'outils d'abrasion avec un
liant céramique ou organique.

FR 2 642 694 - A1

D

La présente invention se rapporte à la production de matières inorganiques à haute température de fusion et à haute dureté, et plus particulièrement à des matières abrasives obtenues par traitement électrothermique et contenant, comme base, des cristaux de corindon (α .Al₂O₃) de haute dureté et de haute résistance mécanique. La matière abrasive sert à obtenir des grains abrasifs par broyage. Les grains abrasifs sont couramment utilisés pour la fabrication d'outils d'abrasion, à base de liants céramiques et organiques, appliqués dans l'usinage des métaux.

Les grains abrasifs, obtenus par broyage de la matière abrasive, peuvent être divisés en deux groupes. Le premier groupe comporte des grains monocristallins, composés d'un seul cristal de corindon. Le deuxième groupe comprend des grains complexes, constitués de quelques cristaux de corindon aux joints desquels ou à l'intérieur desquels se trouvent des inclusions de minéraux d'accompagnement.

Les indices principaux caractérisant une matière abrasive sont la résistance et le pouvoir abrasif des grains qui sont produits, ainsi que son coût et sa disponibilité.

La résistance des grains abrasifs monocristallins est déterminée par la résistance des cristaux de corindon. La résistance de ces grains est en règle générale plus importante que la résistance des grains complexes. La résistance des grains complexes dépend des dimensions des cristaux de corindon, composant ces grains, de la quantité et du type des minéraux d'accompagnement, par exemple des impuretés minérales ou des minéraux introduits spécialement, qui se trouvent en inclusions aux joints des cristaux de corindon, et de la taille de ces inclusions. En règle générale, la résistance des grains complexes est d'autant plus importante que les dimensions des cristaux de corindon, la quantité et les dimensions des inclusions des impuretés minérales sont petites et que la résistance de ces

minéraux est plus élevée.

Le pouvoir abrasif des grains est déterminé par la dureté des cristaux de corindon, des impuretés et des additifs et dépend également du pouvoir d'auto-affûtage des grains, c'est-à-dire de la capacité de former de nouvelles arêtes coupantes lors de la destruction des grains pendant l'usinage des métaux.

Toutes les matières abrasives sont produites par fusion d'un matériau de départ suivie d'un refroidissement de la matière fondue au cours duquel celle-ci se cristallise. On obtient ainsi la structure nécessaire de la matière abrasive (dimensions des grains de cristaux principaux, dimensions des impuretés etc...) grâce à un régime de refroidissement sélectionné de la matière fondue.

On connaît des matières abrasives constituées de cristaux de corindon, par exemple électrocorindon blanc. Cet électrocorindon contient, sous forme d'inclusions, des minéraux étrangers tels que $\text{Na}_2\text{O} \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$ ayant des dimensions de 50 à 700 microns. (A.P. Garchine et al. "Abrazivnye materialy", 1983, mashinostroenie (Léningrad), pages 119 - 123). Comme produit de départ pour la fabrication d'électrocorindon blanc, on utilise de l'oxyde d'aluminium, pur du point de vue technologique, ou alumine.

Lors de la transformation de l'électrocorindon blanc en grains abrasifs, une partie des impuretés, surtout des inclusions de 300 à 700 μm de grosseur, sont broyées en particules schlammeuses et éliminées. Il en résulte que les grains abrasifs obtenus sont quelque peu enrichis de cristaux de corindon en comparaison avec les matières abrasives de départ, c'est-à-dire qu'ils ne sont plus résistants. Une partie des grains abrasifs obtenus lors de la transformation de l'électrocorindon blanc est formée de grains monocristallins et l'autre partie, de grains complexes contenant des inclusions de $\text{Na}_2\text{O} \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$ de 50 à 250 μm .

L'inconvénient de telles matières abrasives fabriquées à partir d'alumine réside dans le fait qu'elles con-

tiennent des inclusions d'aluminate de sodium riche en alumine $\text{Na}_2\text{O} \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$, qui se forme au cours de la fabrication de la matière abrasive grâce à la présence, sous forme d'impurété, d'oxyde de sodium dans l'alumine, et cristallise aux joints des cristaux de corindon. Les inclusions d'aluminate de sodium riche en alumine se disposant aux joints des cristaux de corindon, jouent un rôle de concentrateurs des contraintes ce qui conduit à la diminution de la résistance mécanique des grains complexes ainsi obtenus. De plus, comme la dureté de l'aluminate de sodium riche en alumine est plus faible que celle du corindon, la présence de ces inclusions réduit le pouvoir abrasif des grains.

On connaît des matières abrasives obtenues par fusion de l'alumine avec addition, dans la matière fondue, d'oxyde de titane, de chrome, de vanadium ou d'un mélange de ceux-ci et par refroidissement ultérieur de la matière fondue ainsi fabriquée. (A.P. Garchine et al. "Abrazivnye materialy", 1983, Mashinostroenie (Léningrad), pages 123 à 126).

Chacun de ces additifs forme, au cours de la fabrication de ces matières, des solutions solides de ces composés dans l'oxyde d'aluminium, grâce à quoi la résistance des cristaux de corindon augmente, c'est-à-dire que la résistance des grains abrasifs obtenus de cette manière augmente de même.

Toutefois, le pouvoir abrasif des grains obtenus de cette manière, de même que dans le cas précédent, n'est pas suffisant du fait de la présence, dans ces grains, d'inclusions de $\text{Na}_2\text{O} \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$ de 50 à 250 μm de grosseur.

De plus, la présence de chacun de ces additifs dans la matière abrasive implique ses propres inconvénients. La matière abrasive, obtenue avec addition d'oxyde de titane, contient des inclusions de nitrures ou de carbures de titane, ce qui a pour conséquence la réduction de la résistance des grains abrasifs lors de la fabrication d'outils

d'abrasion. Cela est déterminé par le fait qu'au cours de la fabrication d'outils d'abrasion, pendant le traitement thermique des grains de cette matière à une température de l'ordre de 1100°C, les carbures et nitrures de titane faisant partie de la matière abrasive sont oxydés, avec changement de leur volume, ce qui a pour effet de réduire la résistance des grains abrasifs. La matière abrasive, préparée avec addition d'oxyde de chrome, contient des inclusions métalliques de chrome, qui contribuent à la détérioration des propriétés abrasives des outils qui en sont fabriqués, c'est-à-dire des que des cuisages sont possibles pendant l'usinage des métaux (rectification). La vanadium n'est pas appliqué comme additif parce qu'il est difficilement disponible et d'un coût élevé.

On connaît une matière abrasive qui contient des cristaux de corindon et des baddeleyite (oxyde de zirconium). Cette matière est caractérisée en ce que les cristaux de corindon ayant pour dimension 10 à 70 μm sont liés entre eux par un eutectique corindon-baddeleyitique à cristaux fins, les dimensions des cristaux étant de 1 à 5 μm (A.P. Garchine et al. "Abrazivnye materialy", 1983, Mashinostroenie (Léningrad), pages 126 - 131).

La résistance des grains abrasifs obtenus avec cette matière abrasive est plus élevée que celle des antérieures précitées, ce qui est en premier lieu conditionné par l'eutectique corindon-baddeleyitique .

Cependant, puisque la dureté de la baddeleyite est plus faible que celle du corindon, le pouvoir abrasif des grains abrasifs n'est pas suffisamment élevé.

De plus, la présence des baddeleyite dans la matière abrasive ne permet l'application de cette matière qu'à la fabrication d'outils d'abrasion à base de liants organiques parce qu'à la température de 1100°C (température de traitement thermique lors de la fabrication de l'outil abrasif), l'oxyde de zirconium subit des modifications, accompagnées d'un changement important de volume, ce qui con-

duit à une réduction notable de la résistance des grains jusqu'à leur destruction. Un autre inconvénient de cette matière est son insuffisante disponibilité et son prix élevé dû à la présence de l'oxyde de zirconium.

L'invention vise à créer une matière abrasive à base de corindon qui contiendrait comme additif des minéraux dont la disposition par rapport aux cristaux de corindon et dont la taille ainsi que celle des cristaux de corindon assureraient une haute résistance mécanique et un pouvoir abrasif élevé des grains, la matière abrasive de base étant cependant facilement disponible et d'un coût abordable.

Le problème ainsi posé est résolu par le fait qu'une matière abrasive contenant des cristaux de corindon et un additif, selon l'invention, contient, comme additif, 1,5 à 7,5% en poids d'un minéral choisi dans le groupe consistant en : spinelle, verre d'anorthite, verre de cordiérite et mélange de spinelle et de l'un de ces verres, et les cristaux de corindon ont des dimensions comprises entre 5 et 350 μm , l'additif étant disposé entre les cristaux de corindon en couches intermédiaires d'une épaisseur inférieure à 20 μm .

Les inventeurs ont établi par expérience qu'une matière abrasive à base de corindon, contenant comme additif du spinelle ($\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$), du verre d'anorthite ($2\text{MgO} \cdot 5\text{SiO}_2 \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$), du verre de cordiérite ($\text{CuO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}$) ou un mélange de ces minéraux, comporte dans sa microstructure des dépôts des phases correspondantes du spinelle, du magnésium et/ou du verre de cordiérite ou d'anorthite qui sont disposés entre les cristaux de corindon en couches intermédiaires. En même temps, comme chaque matière d'addition est thermorésistante à une température de 1000 à 1300°C (température de cuisson lors de la fabrication d'outils abrasifs), la résistance des outils n'est pas diminuée au cours de leur fabrication. De plus, comme les minéraux utilisés comme additifs sont caractérisés par une haute

microdureté, qui est plus proche, en comparaison de celle des autres additifs, de celle du corindon, la matière abrasive contenant cet additif a un haut pouvoir abrasif.

5 Lors de la fabrication de la matière abrasive, au cours de la solidification de la matière fondue de corindon contenant des oxydes de calcium, de magnésium et de silicium, les phases de ces minéraux, en se développant entre les cristaux de corindon, contribuent à la formation prépondérante de nouveaux centres de cristallisation par rapport à la croissance en cours des cristaux primaires
10 de corindon. Grâce à ce fait, on obtient une structure isométrique finement cristalline de la matière abrasive, ce qui améliore les caractéristiques de résistance des grains abrasifs produits à partir de cette matière.

15 Les dimensions des cristaux de corindon et l'épaisseur des couches intermédiaires dépendent du régime de refroidissement de la matière fondue lors de l'obtention de la matière abrasive.

20 Les inventeurs ont constaté que lorsque les dimensions des cristaux de corindon sont inférieures à 5 μm , le pouvoir abrasif des grains diminue en supplément, ce qui est conditionné par le changement du caractère de leur usure. Au lieu d'un cisaillement progressif des portions des cristaux de corindon, il y a formation de plateaux
25 d'usure à relief relativement plat.

Quand les dimensions transversales des cristaux de corindon excèdent 350 μm , la résistance des grains abrasifs diminue rapidement.

30 Dans le cas où l'épaisseur des couches intermédiaires est supérieure à 20 μm , la résistance des grains abrasifs commence à diminuer très rapidement, car ces couches forment des concentrations de tension.

35 Avec une teneur en additif plus faible que 1,5% en poids, on observe une baisse sensible de la résistance des grains abrasifs.

Avec une teneur en additif de plus 7,5% en poids, le pouvoir abrasif des grains abrasifs diminue notablement, la teneur des grains en la phase la plus dure (corindon) étant en baisse.

5 La matière abrasive est obtenue comme suit. On fait fondre l'oxyde d'aluminium avec les additifs contenant un ou plusieurs oxydes du groupe MgO, SiO, CaO, par exemple du silicate de magnésium, du silicate de calcium ou des oxydes purs, dans un four électrique à arc suivant un régime connu (A.P. Garchine et al., "Abrazivnye materialy", 10 1983, Mashinostroenie, (Léningrad), pages 119-121, 126-131). Le pourcentage de l'additif introduit est déterminé par calcul en partant d'une composition souhaitée de la matière abrasive à obtenir et d'une teneur en minéraux d'addition 15 (poids) de cette matière. Ainsi, pour obtenir une matière contenant 5% en poids de couches intermédiaires de spinelle, on calcule la proportion stoechiométrique et l'on ajoute 1,4% d'oxyde de magnésium dans le mélange. L'épaisseur des couches des minéraux est réglée en modifiant le régime de 20 refroidissement de la matière fondue. Ainsi, avec un refroidissement relativement rapide de la matière fondue dans de petits réservoirs, remplis de corps métalliques, par exemple de boules, ou dans des rouleaux-cristallisoirs, on obtient une matière abrasive comprenant des cristaux de corindon ayant pour dimensions 5 à 90 μm et contenant 25 des couches intermédiaires de minéral d'une épaisseur de 0,3 à 5,0 μm . Quand le refroidissement de la matière fondue s'effectue assez lentement, par exemple en lingots de 50 à 500 kg, on obtient une matière abrasive avec des 30 cristaux de corindon de 280 à 350 μm et une épaisseur des couches intermédiaires de 10 à 20 μm . Après le refroidissement de la matière cristallisée, cette dernière est concassée, broyée et fractionnée par criblage.

35 La qualité de la matière obtenue est évaluée d'après la résistance et le pouvoir abrasif des grains abrasifs produits à partir de cette matière. En particulier, la matière

obtenue a été testée par l'écrasement de 100 grains ayant pour dimensions 1250 à 1600 μm entre des plaquettes en métal dur.

Le pouvoir abrasif a été évalué en appliquant des méthodes connues consistant à user, par frottement, des rondelles de verre avec une charge des grains abrasifs de 120 à 160 μm .

Les résultats des essais des matières abrasives avec différentes compositions et structures sont résumés aux tableaux 1 et 2.

T A B L E A U 1

Relation entre les indices de qualité de grains abrasifs et la teneur en minéraux d'addition.

Composition de la matière abrasive	Dimension prédominante des couches intermédiaires de minéraux d'addition, μm	Dimensions des cristaux de corindon, μm	Teneur en minéraux d'addition, % en poids	Résistance d'un grain unitaire, N	Pouvoir abrasif, g
1. corindon + verre de cordiérite	10-20	280-350	1,5-2,0	290	0,063
2.		270-330	3-4	280	0,061
3.		250-300	7-7,5	260	0,059
4.		280-350	0,6-1,0	190	0,057
5.		250-300	8-10	200	0,048
6. corindon + spinelle	10-20	280-350	1,5-2,0	200	0,061
7.		260-320	3-4	160	0,060
8.		250-300	7-7,5	150	0,058
9.		290-350	0,6-1,0	120	0,056
10.		240-300	8-10	130	0,050
11. corindon + spinelle + verre de cordiérite	4-7	35-80	1,5-2,5	290	0,070
12.		40-90	3-4,5	290	0,070
13.		40-80	7,7,5	270	0,067
14.		35-90	0,6-1,0	220	0,060
15.		25-70	8-10	240	0,048

T A B L E A U 2

Relation entre les indices de qualité de grains abrasifs et leurs composition et structure

Composition de la matière abrasive	Dimension prédominante des couches intermédiaires de minéraux d'addition, μm	Dimensions des cristaux de corindon, μm	Résistance d'un grain unitaire, N	Pouvoir abrasif, g
1. corindon + spinelle	0,3-0,6	5-10	250	0,062
2.	3,0-5,0	40-90	180	0,067
3.	10,0-20,0	280-350	160	0,060
4.	10,0-20,0	400-600	60	0,049
5.	0,3-0,6	3-5	100	0,047
6.	25,0-40,0	280-350	100	0,050
7. corindon + verre de cordiérite	0,3-0,6	5-10	290	0,063
8.	3-5	40-90	270	0,073
9.	10-20	280-350	240	0,068
10.	25-40	400-600	70	0,048
11.	0,1-0,2	3-5	190	0,047
12. corindon + verre de cordiérite + spinelle	0,3-0,6	5-10	320	0,062
13.	4-7	35-80	290	0,070
14.	10-20	250-340	260	0,067
15.	25-40	450-700	80	0,051
16.	0,1-0,2	3-5	130	0,049
17. corindon + verre d'anorthite	0,3-0,7	5-10	280	0,064
18.	4-8	40-90	260	0,073
19.	12-24	270-350	210	0,067
20.	26-40	450-650	70	0,052
21.	0,1-0,2	3-5	180	0,049
22 corindon + oxyde de zirconium (composition connue)	2,0-5,0	20-40	240	0,048
23. corindon + oxyde de titane + aluminate de sodium (composition connue)	30-100	500-800	120	0,058

Comme le montre le tableau 1, lorsque la teneur en additif selon l'invention est inférieure à 1,5% en poids (lignes 4, 9 et 14), la résistance des grains abrasifs diminue rapidement et quand la teneur en additif est plus importante que 7,5% en poids (lignes 5, 10 et 15), le pouvoir abrasif des grains diminue notablement.

Comme le montre le tableau 2, quand les dimensions de cristaux de corindon de la matière de l'invention sont inférieures à 5 μm (lignes 5, 11, 16 et 21), le pouvoir abrasif des grains baisse considérablement ; les dimensions des cristaux de corindon étant de plus de 350 μm (lignes 4, 10, 15, 20) et/ou l'épaisseur des couches intermédiaires des minéraux d'addition étant de plus de 20 μm (lignes 6, 10, 15, 20), le pouvoir abrasif des grains se réduit sensiblement.

Des études de traitement thermique des grains abrasifs de la matière de l'invention à des températures 1100 à 1300°C (température de cuisson lors de la fabrication d'outils d'abrasion), réalisées par les présents inventeurs, ont montré que la résistance des grains abrasifs ne diminue pas par suite de ce traitement.

R E V E N D I C A T I O N

=====

Matière abrasive, du type contenant des cristaux de corindon et un additif, caractérisée en ce qu'elle contient, comme additif, 1,5 à 7,5% en poids d'un minéral choisi dans le groupe consistant en spinelle, verre d'anorthite, verre de cordiérite et mélange de spinelle et de l'un desdits verres, et en ce que les cristaux de corindon ont des dimensions comprises entre 5 et 350 μm et l'additif est disposé entre les cristaux de corindon en couches intermédiaires d'une épaisseur inférieure à 20 μm .