

PATENTE DE INVENCION  
=====

Case 67.12.



30 1969

301 099

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento para la obtención de grano abrasivo de carburo de silicio denso"

-----

*Solicitante* THE CARBORUNDUM COMPANY,  
entidad norteamericana, residente en  
1625 Buffalo Avenue, Niagara Falls,  
New York, EE. UU. de A.

-----

Este invento se refiere a un procedimiento para la producción de grano abrasivo de carburo de silicio denso y, de un modo más particular, a un procedimiento para elaborar grano abrasivo de carburo de silíceo denso con un tamaño y forma deseado.

5.



30 ENL 1959

-2-

5. El grano abrasivo de carburo de silicio se produce normalmente cargando un horno de resistencia eléctrica con una fuente de silicio, carbono, serrín de madera y sal y sometiendo la mezcla a temperaturas elevadas para hacer reaccionar el silicio de la mezcla con el carbono y formar carburo de silicio.

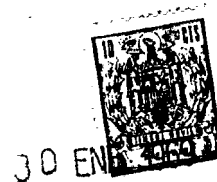
10. Después de enfriarse, el contenido del horno consiste en un núcleo que comprende una zona central de grafito rodeada por carburo de silicio cristalino, una capa intermedia de carburo de silicio amorfo y una capa exterior de materiales sin reaccionar.

15. El núcleo de carburo de silicio cristalino, que se denominará en adelante "lingote" se separa del carburo de silicio amorfo y materiales sin reaccionar y se tritura el lingote para producir grano abrasivo.

20. El grano abrasivo varía en grano de basto a fino, empleándose las partículas bastas, generalmente de unas 10 mallas a unas 30 mallas, para muelas abrasivas destinadas a operaciones de debastado, en las que se haya de quitar una cantidad considerable de material de la pieza en elaboración. Durante la trituración del lingote para formar grano de carburo de silicio ordinario, se produce una cantidad sustancial de material abrasivo finamente dividido, conocidos como finos, junto con granos abrasivos más bastos.

25. Por ejemplo, cuando se produce granos abrasivos de tamaño 12, ó sea un grano abrasivo que tiene un tamaño de partícula por término medio de 12 mallas ó aproximadamente 1,7 mm., se calcula que solamente el 20%

30. del lingote se recupera como grano del tamaño 12. Así,



se observará que al producir grano abrasivo, particularmente los mayores tamaños, se produce una considerable cantidad de material abrasivo fuera de tamaño que en muchos casos supone un subproducto indeseable.

5.

Por consiguiente, este invento tiene por objeto proporcionar un procedimiento para la producción de grano abrasivo de carburo de silicio con un tamaño de partícula controlado, particularmente respecto a los granos abrasivos de los tamaños más bastos.

10.

Otro objeto adicional de este invento es proporcionar un procedimiento para la producción de grano abrasivo de carburo de silíceo de tamaño deseado utilizando carburo de silicio finamente dividido.

15.

Otra finalidad del invento es proporcionar grano abrasivo de carburo de silicio con una mayor dureza si se compara con el grano de carburo de silicio triturado ordinario.

20.

Otro de los fines del invento es proporcionar un método continuo para la producción de grano abrasivo de carburo de silicio.

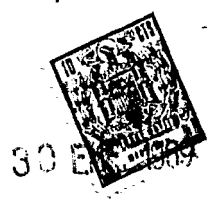
Otra de las finalidades de este invento es proporcionar un método para la producción de grano abrasivo de carburo de silicio perfeccionado.

25.

Estos y otros objetos y ventajas de este invento resultarán evidentes en el transcurso de la descripción detallada siguiente y en los dibujos adjuntos, en los que:

30.

La figura 1 es un cuadro sinóptico de producción que ilustra de un modo esquemático el método



seguido para la elaboración de un grano abrasivo, según este invento.

5. La figura 2 es una vista de costado de un horno basculante giratorio con medios de rotación y basculamiento no representado.

Refiriéndonos a la figura 1, el método del invento comprende cinco operaciones básicas, a saber:

10. (1) formar una mezcla húmeda de carburo de silicio finamente dividido y carbono mas un aglutinante temporal;

15. (2) extruir ó formar de otro modo la mezcla en grano con una sección transversal y longitud deseadas; (3) secar los granos para fijar el aglutinante temporal y dar a los granos la necesaria resistencia antes de la cochura para que puedan resistir su elaboración adicional; (4) hacer pasar los granos de una forma continua a través de una zona de reacción a una temperatura deseada en presencia de silicio para producir una reacción entre el silicio y el carbono en los granos y formar carburo de silicio in situ; y (5) recuperar los granos

20. abrasivos de carburo de silicio.

Especificando más, la fuente de suministro de carburo de silicio es, de preferencia, carburo de silicio finamente dividido producido durante la trituración de lingotes de carburo de silicio. Esta fuente de

25. suministro es la preferida a causa de que el carburo de silicio finamente dividido es normalmente un subproducto indeseado de la formación de grano abrasivo de carburo de silicio triturado en basto y por consiguiente representa una fuente económica de carburo de silicio para la producción de grano abrasivo según este in-

30.



vento. Es preferible que el carburo de silicio sea de grano del número 1, ó sea que tenga un contenido de carburo de silicio de por lo menos el 97%, con el fin de producir granos abrasivos de grano 1 según este invento. No obstante, en aquellos casos en que pudiera ser conveniente un grano abrasivo de grado menor, el carburo de silicio podría tener una menor pureza. El carbono puede derivarse de cualquiera de las fuentes de carbono comúnmente empleadas como pueden ser, por ejemplo, el grafito finamente dividido ó coke del petróleo. Además, al menos parte del carbono puede ser suministrado por un aglutinante temporal idóneo que se carbonice al calentarse para proporcionar carbono libre que reaccione con el silicio.

5.

10.

15.

20.

25.

Para formar una mezcla según este invento, es necesario proporcionar suficiente carbono de forma que en la operación subsiguiente de silación se forme suficiente carburo de silicio para aglutinar las partículas de carburo de silicio de la mezcla y rellenar de un modo virtualmente completo los poros del grano. Una cantidad insuficiente de carbono en la mezcla da por resultado un grano acabado que tiene una dureza, resistencia y densidad insuficientes debido a la elevada proporción de silicio libre en los poros del grano. Una cantidad excesiva de carbono tiende a bloquear los poros de los granos extruidos, evitando de este modo la penetración suficiente de los granos por el silicio durante la operación de silación.

30.

Además de las consideraciones anteriores, se ha descubierto que cuando las proporciones de carbono



- en la mezcla son demasiado elevadas, los granos extruidos de la misma tienen una resistencia insuficiente antes de la cocchura para su ulterior elaboración según el invento. Por consiguiente, la proporción de carbono presente en la mezcla deberá oscilar aproximadamente entre un 3% y un 30% del peso en seco de la mezcla. No obstante, es preferible que el carbono comprenda aproximadamente de un 19% a un 25% del peso de la misma.
- 5.
10. El resto de la mezcla consiste en carburo de silicio finamente dividido que tiene un tamaño de partícula inferior a unos 23  $\mu$  y, preferiblemente, un tamaño de partícula por término medio del orden de 7  $\mu$  y un aglutinante temporal idóneo. El carburo de silicio se halla presente en proporciones que oscilan
15. aproximadamente de un 67% a un 94% del peso en seco de la mezcla.
20. El término aglutinante temporal se emplea para denominar aquellos materiales añadidos a la mezcla que ayuden a aglutinar las partículas entre sí después de la extrusión y antes de la silación. Según es bien sabido, los aglutinantes temporales pueden ayudar también a mejorar las propiedades de extrusión de la mezcla y, la elección del aglutinante temporal
25. particular depende con mucho del tipo de equipo extruidor disponible y del vehículo añadido a la mezcla seca para hacerla lo suficientemente húmeda ó flúida para su extrusión. En los ejemplos que se exponen más adelante se añadió agua para hacer fluir a la mezcla
30. seca y el aglutinante temporal elegido fué almidón y



- celulosa de metilo hidrosoluble. No obstante, se puede emplear dextrina ó almidón solo como aglutinante temporal. En otros casos, en los que se emplea un vehículo orgánico como es el aceite de pino para hacer fluir a la mezcla, se pueden utilizar resinas sintéticas como son los productos de condensación de los aldehídos y fenoles. Las proporciones de aglutinante temporal empleadas en la mezcla pueden variar ampliamente dependiendo de la cantidad de manejo a la que hayan de ser sometidos los cuerpos extruídos antes de la operación de siliación. En los ejemplos, el aglutinante temporal constituye aproximadamente de un 3% a un 5% del peso en seco de la mezcla, aunque este porcentaje puede ser mayor si se desea obtener una mayor resistencia del material antes de la cochura.
5. Según la práctica de preferencia de este invento, se mezclan completamente carburo de silicio, carbono y aglutinante temporal por medio de tamboreo, amasado ó mezclando los ingredientes de cualquier otro modo apropiado. Se añade suficiente agua a la mezcla con el fin de hacerla fluida para la extrusión.
10. La mezcla se extruye en hebras con la sección transversal deseada empleando equipo de extrusión normal. Las hebras extruídas se cortan ó rompen en granos de la longitud deseada, siendo preferible que la relación de longitud a diámetro de los granos sea del orden de 2:1. Los granos se solidifican para endurecer el aglutinante temporal y eliminar el exceso de humedad.
15. Después de su solidificación se hacen pa-
- 20.
- 25.
- 30.



5. sar los granos de una forma continua a través de una forma de reacción a temperatura elevada en presencia de silicio elemental, en cuya zona el silicio reacciona con el carbono de los granos para formar carburo de silicio. La temperatura de la zona de reacción se mantiene por encima de unos 1.800°C y por debajo de la temperatura de descomposición de carburo de silicio, que es de unos 2.200°C. La atmósfera en la zona de reacción es una atmósfera no oxidante.
10. En la práctica de este invento los granos pueden hacerse pasar de una forma continua a través de un horno de tubo normal, empujando, por ejemplo, un recipiente para incineración que contiene los granos a través del horno a velocidad controlada ó utilizando un horno rotativo. No obstante, para obtener los mejores resultados preferimos utilizar un horno tubular giratorio oscilante del tipo descrito en la solicitud de patente nº 623.661, de John C. McMullen, presentada el 16 de marzo de 1967, y titulada horno eléctrico.
15. Un horno tubular oscilante giratorio comprende un horno que tiene un calentador tubular de resistencia, medios para hacer bascular el tubo de resistencia en sentido descendente hacia el extremo de descarga del mismo y medios para hacer girar el tubo de resistencia alrededor de su eje longitudinal. Empleando este tipo de horno, se puede hacer pasar material granular de una forma continua a través de la zona de reacción a una velocidad controlada, estando controlado el régimen de movimiento en gran parte por el gra-
- 20.
- 25.
- 30.



do de inclinación descendente del tubo de resistencia. Además, el movimiento de rotación del horno evita enormemente la sinterización de los granos individuales debido a la agitación de los granos a medida que se desplazan a través de la zona de reacción del horno.

- 5. Se puede alimentar silicio elemental en el extremo de admisión del horno junto con granos extruidos ó, preferentemente, se alimentan directamente a la zona de reacción a través de una abertura provista en dicha zona a tal fin. Se han conseguido los mejores resultados introduciendo silicio elemental en la zona de reacción en trozos relativamente grandes (-6 a +10 mallas) ó en forma de piezas prensadas.
- 10. Se ha descubierto que, en el aparato particular empleado, se puede producir un grano excelente utilizando silicio en polvo pero el silicio finamente dividido tiende a obturar el tubo de admisión que conduce a la zona de reacción, haciendo necesaria la detención del horno varias veces durante una producción para desatascar dicho tubo de admisión. Este problema se puede resolver sin duda enfriando ó aislando el tubo de admisión adyacente a la zona de reacción para evitar que el polvo fino de silicio se volatilice ó sinterice antes de penetrar en la zona de reacción.
- 15.
- 20.
- 25.

Refiriéndonos a la figura 2, se ilustra un corte longitudinal de un horno giratorio basculante que se puede emplear para producir grano abrasivo según este invento. El medio de basculamiento y rotación no se ha ilustrado, pero se describe con detalle en

30.



la solicitud mencionada anteriormente de John C. Mc Mullen. La caja o carcasa 10 está provista de una placa extrema delantera 12 y una placa extrema trasera 14, preferiblemente hecha de grafito. Las placas 12 y 14 están provistas de aberturas circulares para recibir y sustentar un tubo de resistencia hueco alargado 24, hecho preferiblemente de grafito, que sobresale de dichas placas delantera y trasera.

5. El espacio interior 26 de la caja ó carcasa 10 que rodea al tubo de resistencia 24 se rellena con un material aislante idóneo, que puede ser negro de humo, y que sirve como aislador térmico evitando también la oxidación de la superficie exterior del tubo 24.

10. Una tapa metálica hermética al paso del gas 133 se monta sobre el extremo de descarga del tubo 24. Dentro de la tapa 133 se dispone un anillo 135 de grafito en contacto con el extremo del tubo de resistencia 24 que actúa como apoyo ó cojinete contra el cual puede girar el extremo del tubo 24. Un gas no oxidante se introduce en el tubo 24 a través de la boca de admisión 137 que se sujeta en la pared extrema de la tapa 133 y que está provista de una parte roscada para alojar conexiones para conductos que descargan el gas elegido antioxidante en el tubo desde una fuente de suministro apropiada (no representada). En la parte inferior de la tapa 133 se dispone una tolva de evacuación 138 para permitir la descarga del producto acabado en un receptáculo idóneo hermético al paso del gas 139.

15. Dentro de la tapa 133 se dispone un anillo 135 de grafito en contacto con el extremo del tubo de resistencia 24 que actúa como apoyo ó cojinete contra el cual puede girar el extremo del tubo 24. Un gas no oxidante se introduce en el tubo 24 a través de la boca de admisión 137 que se sujeta en la pared extrema de la tapa 133 y que está provista de una parte roscada para alojar conexiones para conductos que descargan el gas elegido antioxidante en el tubo desde una fuente de suministro apropiada (no representada). En la parte inferior de la tapa 133 se dispone una tolva de evacuación 138 para permitir la descarga del producto acabado en un receptáculo idóneo hermético al paso del gas 139.

20.

25.

30.



1969

-11-

Se disponen medios para descargar material a través de la tolva 118 al extremo de admisión del tubo 24. Alrededor de la tolva se coloca una junta 140 para evitar que el aire exterior penetre en el tubo 24 y permitir el sangrado del gas antioxidante en el tubo 24. Dicha junta de estanquidad puede ser un aro de grafito poroso, ó, alternativamente un anillo quemador apropiado.

5.

10.

15.

En el tubo de resistencia se dispone una abertura 120 aproximadamente en el punto medio de los extremos del mismo para alojar el tubo 122. En las formas preferentes de realización del invento, el silicio se alimenta directamente en la zona de reacción a través del tubo 122. El tubo 122 está provisto de una abertura para alojar el tubo 125 con el fin de introducir gas antioxidante en el tubo 122.

20.

25.

30.

Las placas delantera y trasera de grafito 12 y 14, respectivamente, actúan como conductores y hacen contacto eléctrico junto a los extremos de admisión y descarga del tubo 24 con el fin de calentarlo. Un par de bloques terminales refrigerados por agua 92 y 94 se encuentran conectados mecánica y eléctricamente a las placas de grafito 12 y 14, respectivamente. Unos cables conductores aislados flexibles (no representados) llevan la corriente eléctrica a los terminales 92 y 94. El tubo de resistencia 24 comprende una sección calentadora virtualmente central ó parte de zona de reacción y extremos fríos adyacentes a las placas 12 y 14. Con el fin de mantener los extremos fríos del tubo 24, se disponen medios pa-



- ra refrigerar las placas extremas 12, 14, bloques terminales 92, 94 y los extremos del tubo 24 adyacentes a las placas de grafito 12 y 14. Puesto que se disponen los mismos medios de refrigeración en ambos extremos de admisión y descarga del tubo 24 se cree que será suficiente una descripción detallada de los medios situados en el extremo de descarga del tubo 24. Tales medios comprenden un conducto 100 que sale de una fuente de abastecimiento apropiada (no representada) de refrigerante, que puede ser agua por ejemplo, por medio de una manga flexible (no representada), pasando dicho conducto a través del bloque terminal 94. Después de salir del bloque terminal 94, el conducto 100 se dirige horizontalmente a través de la placa 14 en una dirección perpendicular al eje longitudinal del tubo 24, después a lo largo de la parte central de la placa 14 y se envuelve alrededor de la periferia del tubo 24 según se indica en 104, volviendo después a través de la parte inferior de la placa 14 en dirección opuesta regresando a la fuente de abastecimiento a través de una manga flexible apropiada (no representada).

- En la práctica, el horno se hace bascular al ángulo deseado de inclinación según la cantidad de tiempo que hayan de estar los granos en contacto con la zona de reacción. Este tiempo puede variar de un minuto a ocho ó más minutos y depende grandemente del tamaño y forma de los granos y de la temperatura de la zona de reacción, entendiéndose que con una temperatura baja en la zona de reacción (1800°C) y/o con

un gran tamaño de grano, el tiempo de permanencia en la zona de reacción habrá de ser mayor que cuando la temperatura de la zona de reacción es mayor ó menor el tamaño de los granos. El requisito principal es que el grano permanezca en la zona de reacción expuesto al silicio durante un período de tiempo suficientemente largo para que el carbono en el grano reaccione en el silicio y forme carburo de silicio.

5.

10.

15.

20.

Se hace pasar una corriente eléctrica a través del tubo 24 y los extremos del mismo se refrigeran de la manera descrita anteriormente. Esto da por resultado que la parte central del tubo 24 se encuentra a una temperatura más elevada que los extremos. Esta parte central es la zona de reacción y se mantiene a una temperatura elegida comprendida entre unos 1800°C y unos 2.200°C. Es preferible mantener la zona de reacción a una temperatura de aproximadamente 2.100°C. Un gas inerte ó antioxidante se hace pasar a través del tubo 24 de la forma que se ha descrito anteriormente.

25.

30.

El horno se hace oscilar o girar por los medios descritos en la solicitud mencionada anteriormente y los granos extruidos y solidificados se alimentan de una forma continua por el extremo de admisión del tubo 24. El silicio se alimenta directamente a través de la zona de reacción a través del tubo 122, fundiéndose en dicha zona. En la operación de silificación, los granos se agitan continuamente y se hacen pasar a través de la zona de reacción donde se calientan en presencia del silicio por lo que dicho silicio



penetra en los granos y reacciona con el carbono de los mismos para formar carburo de silicio in situ.

5. Los granos siliciados pasan de la zona de reacción al extremo de descarga más frío del tubo 24 y se recogen en un recipiente idóneo. Se comprenderá que algunos granos pueden quedar sin siliciar ó solo parcialmente siliciados en la zona de reacción, y por lo tanto el producto procedente del horno se somete a una operación de molturación por bolas para
10. pulverizar los granos sin siliciar ó parcialmente siliciados, cuyo polvo se lava después de los granos reaccionados.

15. Los ejemplos específicos que se exponen a continuación sirven para ilustrar de un modo adicional la forma en que el presente invento puede llevarse a la práctica.

EJEMPLO 1 -

20. El procedimiento que sigue se empleó para producir grano abrasivo de carburo de silicio con forma cilíndrica para ser utilizados en artículos abrasivos.

Porcentaje en peso de la mezcla

- |     |   |      |
|-----|---|------|
| 25. | Carburo de silicio, grano 1200  | 78,0 |
|     | Grafito finamente dividido  | 19,0 |
|     | Aglutinante temporal, 2 partes de metil celulosa en polvo, una parte de almidón | 3,0  |
| 30. | Los ingredientes anteriores se mezclaron  |      |



entre si y 2.060 gramos de la mezcla se mezclaron con unos 750 gramos de agua para formar una masa extruible.

- La masa extruible anterior se introdujo
5. en una extruidora del tipo de husillo de la que se extruyó el material en varillas a través de un molde que tenía una abertura circular de 1,6 mm. Las varillas extruidas se rompieron en trozos de aproximadamente 3,04 mm y los granos cilíndricos
10. así formados se secaron al horno y se solidificaron hasta el día siguiente a una temperatura de aproximadamente de 100°C. Los granos así formados se indican como granos del tamaño 12 y tienen un área transversal equivalente a un grano abrasivo del
15. grado 12.
- Aproximadamente 1400 gramos de los granos solidificados y secos se alimentaron a través de un horno tubular basculante giratorio del tipo descrito anteriormente para la silificación. Los granos se ali-
20. mentaron en el horno a una velocidad de 25 gramos por minuto y el horno se inclinó unos 5° respecto a la horizontal. Se alimentó metal de silicio que tenía un tamaño de partícula comprendido entre unos 2 mm. y unos 4 mm directamente a la zona de reacción del
25. horno a una velocidad de 15 gramos por minuto. La zona de reacción del horno se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 2100°C y se empleó argón para mantener una atmósfera inerte en el horno. Los granos individuales estuvieron en contacto con la zo-
30. na de reacción aproximadamente 2 minutos. Debido al



movimiento de rotación y basculamiento del horno, los granos estuvieron continuamente agitados a medida que pasaban a través del horno. El tiempo necesario para siliciar los 1400 gramos fue de aproximadamente 60 minutos.

5.

Los granos siliciados se recogieron en un recipiente hermético al gas para su enfriamiento. Después de su enfriamiento, se molieron los granos por medio de bolas por espacio de unos 15 minutos, empleando bolas de alumina, para desmenuzar los granos sin siliciar y sin reaccionar y después de terminar la operación de molturación por bolas, se lavaron con agua los granos para separar las partes sin siliciar y sin reaccionar del producto acabado.

10.

15.

Los granos acabados tenían una densidad de aproximadamente el 80% de la densidad teórica del carburo de silicio y eran esencialmente más duros, con un índice de friabilidad de 25,4 que el grano de carburo de silicio ordinario triturado del grado 12 ó grado equivalente, cuyo grano triturado ordinario tiene índice de friabilidad de 42,2.

20.

El índice de friabilidad, según se emplea en la presente memoria, es una medida de la dureza del grano y se determina mediante molturación a bolas por espacio de diez minutos de 100 gramos de material que tenga un tamaño de partícula tal que pase a través de una criba de 11 mallas y quede retenido en una criba de 14 mallas (todos los tamaños de las cribas son de la serie de normas norteamericanas).

25.

30.

Al final de la molturación a bolas, el material se ta-



miza cuidadosamente y se registra el peso del material que pasa una criba de 16 mallas. Este peso, dividido por el peso original del material antes de ser cribado, multiplicado por 100, se registra como índice de friabilidad. Cuando menor es el índice de friabilidad mayor es la dureza del grano.

5.

EJEMPLO 2 -

Para determinar las cantidades preferidas de carbono y carburo de silicio a utilizar en los granos abrasivos según este invento, se produjo una serie de mezclas que tenían diversas cantidades de carbono y carburo de silicio.

10.

El carbono varió de aproximadamente un 5% a un 40% de la mezcla mientras que el carburo de silicio oscilaba aproximadamente entre un 91% y un 56%. La cantidad de aglutinante temporal se mantuvo en todas las mezclas de aproximadamente el 4%. A continuación se indican las diversas mezclas empleadas.

15.

Porcentaje en peso de la mezcla

	<u>Mezcla 1</u>	<u>Mezcla 2</u>	<u>Mezcla 3</u>	<u>Mezcla 4</u>	<u>Mezcla 5</u>
20. Carburo de silicio	91	86	78	68	56
Carbono	5	10	18	28	40
25. Aglutinante temporal, 2 partes de metil celulosa, 1 parte de almidón	4	4	4	4	4

Se añadió agua a cada una de las mezclas anteriores para formar masas extruibles de las mismas y se extruyó cada mezcla formando varillas que tenían un diámetro de 8,25 mm. y una longitud de aproximadamente 25,4 a 50,8 mm. Después de la extrusión

30.



5. las varillas se secaron a 180° hasta el día siguiente y después se incineraron a una temperatura lo suficientemente elevada para carbonizar el aglutinante temporal. Después de la operación de secado y después de la operación de incineración se determinaron las densidades relativas de las varillas sin siliciar muestreadas de cada mezcla. A continuación se indican los resultados obtenidos.

10.	Mezcla	Densidad teórica calculada (SiC=3,17, C=2,25)	Varillas secas Densidad % de la relativa teoría aproximada	Varillas incineradas Densidad % de la relativa teoría aproximada
	1	3,1235	1,54	49,3
	2	3,078	1,461	47,5
15.	3	2,986	1,459	48,9
	4	2,894	1,355	46,8
	5	2,802	1,255	43,7

20. Se pudo comprobar que la mezcla 3 era la que extruía mejor. Las varillas extruidas de la mezcla 5 tenían una resistencia insuficiente después de la incineración para poder permitir la determinación de la densidad relativa.

EJEMPLO 3 -

25. Una masa extruible que tenía la composición de la muestra 3 en el ejemplo 2 se extruyó en granos del tamaño 12 (1,6 mm. de diámetro y una longitud de aproximadamente 3,17 mm) y se secó como en el ejemplo 2. Unos lotes de granos extruidos se siliciaron y se hicieron reaccionar en un horno basculante giratorio variando ciertas condiciones de horneado, como

30.



por ejemplo, la velocidad de alimentación y temperatura de la zona de reacción con el fin de determinar las condiciones preferidas para siliciar y reaccionar granos abrasivos según este invento. Después de recocer los granos se molieron a bolas y se lavaron como en el ejemplo 1 y se pesaron los granos acabados. Este peso, cuando se dividió por el peso de los granos extruidos alimentados en el horno y se multiplicó por cien, se registró como porcentaje de recuperación. Los resultados se exponen en la tabla A más adelante. A menos que se indique lo contrario, las condiciones de recocido fueron iguales que en el ejemplo 1 .

5. Según se puede ver en la tabla A, el experimento número 15 dió los mejores resultados respecto a eficacia del proceso de elaboración, medida en lo relativo a recuperación de producto.

10. Se prepararon granos con secciones transversales comparativas elaborados como en el ejemplo 1 y granos de la misma composición pero siliciados colocándolos de un modo estacionario en un horno normal. Las fotomicrografías de estas secciones transversales comparativas demostraron que el material abrasivo elaborado según este invento tiene una estructura consistente esencialmente en carburo de silicio de grano fino con algo de silicio libre distribuido de un modo virtualmente uniforme por todo el carburo de silicio.

15. Se prepararon granos con secciones transversales comparativas elaborados como en el ejemplo 1 y granos de la misma composición pero siliciados colocándolos de un modo estacionario en un horno normal. Las fotomicrografías de estas secciones transversales comparativas demostraron que el material abrasivo elaborado según este invento tiene una estructura consistente esencialmente en carburo de silicio de grano fino con algo de silicio libre distribuido de un modo virtualmente uniforme por todo el carburo de silicio.

20. Se prepararon granos con secciones transversales comparativas elaborados como en el ejemplo 1 y granos de la misma composición pero siliciados colocándolos de un modo estacionario en un horno normal. Las fotomicrografías de estas secciones transversales comparativas demostraron que el material abrasivo elaborado según este invento tiene una estructura consistente esencialmente en carburo de silicio de grano fino con algo de silicio libre distribuido de un modo virtualmente uniforme por todo el carburo de silicio.

25. Se prepararon granos con secciones transversales comparativas elaborados como en el ejemplo 1 y granos de la misma composición pero siliciados colocándolos de un modo estacionario en un horno normal. Las fotomicrografías de estas secciones transversales comparativas demostraron que el material abrasivo elaborado según este invento tiene una estructura consistente esencialmente en carburo de silicio de grano fino con algo de silicio libre distribuido de un modo virtualmente uniforme por todo el carburo de silicio.



T A B L A A

Expe rimen to Nº	Peso total de los granos extruidos, en gramos	Temperatura de la zona de reacción en °C.	Velocidad de alimen tación, gr/min.de granos extruidos	Sili- cio	Tamaño de malla del silicio (series de tamiz nor teamerica nas)	Porcen taje de recupe ración	Observaciones
10	1850	1800	25	10	-12 +16	16.4	
11	1409	1800	25	20	-12 +16	62.7	Horno taponado con silicio. Si- licio sin reaccio nar con el produc to
12	1651	1900	25	10	-30 +80	40.0	Finos de silicio taponaron el tu- bo de admisión.
13	1642	2000	25	10	-12 +16	14.6	
14	1383	2100	25	10	-12 +16	35.0	
15	1409	2100	25	15	- 4 + 6	73.7	
16	1385	2100	25	25	- 4 + 6	53.8	El silicio taponó el horno, canti- dad considerable de silicio sin reaccionar.
17	1500	2100	50	30	- 4 + 6	41.7	El silicio taponó el horno
18	1984	2100	50	15	- 4 + 6	46.6	
19	3600	2100	50	15	- 6 + 10	35.5	
20	595	2200	25	10	-12 + 16	18.5	
21	793	2200	25	20	-12 + 16	37.0	



1969

5. Las fotomicrografías del grano siliciado y reaccionado en un horno normal muestran grandes cristales de carburo de silicio en una matriz de silicio. La estructura del grano abrasivo elaborado según este invento es preferible para aplicaciones abrasivas puesto que dicho grano es más duro y tiene características abrasivas más uniformes.

10. El grano abrasivo elaborado según este invento puede manufacturarse a cualquier tamaño correspondiente con los tamaños de grano normales del grano abrasivo ordinario triturado. Además, se puede hacer variar la forma del grano según la finalidad abrasiva particular a que se destine. Esto supone una mejora sustancial con relación al grano triturado porque se sabe que la forma del grano puede afectar sensiblemente las cualidades abrasivas del mismo.

15. A pesar de haberse indicado velocidades de alimentación específicas para los granos y silicio a través del horno de siliciación, ciertas velocidades de preferencia se especifican en los ejemplos, se comprenderá que dichas velocidades son preferibles para el horno descrito anteriormente. En hornos diferentes las velocidades de alimentación variarán dependiendo del tamaño y tipo de horno así como de la temperatura de la zona de reacción y atmósfera, y las velocidades de alimentación particulares pueden determinarse fácilmente mediante experimentaciones a través del horno particular elegido para la siliciación. Solamente es esencial que la velocidad de alimentación sea una

20.

25.

30. velocidad que permita el tiempo suficiente de permanen-



cia para permitir la siliación de los granos y la reacción del silicio con el carbono libre en los granos para formar carburo de silicio.

- Los granos abrasivos elaborados según este
5. invento se incorporan en artículos abrasivos aglutinados, tales como, por ejemplo, muelas abrasivas, empleando los mismos agentes aglutinantes y las mismas técnicas utilizados hasta el momento en la producción de artículos abrasivos aglutinados con las que se empleaba granos abrasivos de carburo de silicio ordinarios triturados. Los artículos aglutinados que incorporan granos abrasivos elaborados según este invento se utilizan normalmente del mismo modo que aquellos que incorporan granos abrasivos de carburo de silicio ordinario triturado.
- 10.
- 15.

- A pesar de que este invento se ha descrito con relación a unas modalidades específicas del mismo, se comprenderá que puede sufrir modificaciones adicionales y que con esta solicitud se pretende proteger cualesquiera variaciones, usos ó adaptaciones del invento, que sigan, en general, los principios del mismo y comprendan aquellas desviaciones de la restricción presenta que caigan dentro de la práctica conocida ó acostumbrada en la técnica a la que pertenece el invento y que se puedan aplicar a las características esenciales expuestas anteriormente y caigan dentro del alcance del invento ó de los límites de las reivindicaciones adjuntas.
- 20.
- 25.



- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Norteamérica Ser Nº 688.175 de 5 de diciembre de 1.967 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE GRANO ABRASIVO DE CARBURO DE SILICIO DENSO"; caracterizándose por lo siguiente:
- 5. 1ª - Procedimiento para la obtención de grano abrasivo de carburo de silicio denso, mejorado con un tamaño y forma controlado, caracterizado porque
  - 10. comprende las operaciones de formar granos del tamaño y forma deseado a partir de una mezcla moldeable que comprende carburo de silicio finamente dividido, carbono y un aglutinante temporal, manteniendo una zona de reacción a una temperatura superior a 1800°C e
  - 15. inferior a la temperatura de descomposición del carburo de silicio, teniendo dicha zona de reacción una atmósfera antioxidante, alimentando silicio y dichos granos en dicha zona de reacción a una velocidad controlada y haciendo pasar de un modo continuo dichos granos a través de dicha zona de reacción en presencia
  - 20.
  - 25.
  - 30.



-24-30-

de silicio por lo que dicho silicio penetra en dichos granos y reacciona con el citado carbono contenido en los mismos para formar carburo de silicio, mientras que dichos granos avanzan, y refrigerar y recoger dichos granos abrasivos de carburo de silicio.

5.

2ª - Procedimiento según la reivindicación

10.

1, caracterizado porque dicha zona de reacción se encuentra inclinada respecto al plano horizontal y se hace girar alrededor de su eje longitudinal por lo que dichos granos se ven agitados y continuamente desplazados a través de dicha zona de reacción.

3ª - Procedimiento según la reivindicación

15.

1, caracterizado porque dicha mezcla moldeable comprende, basada en el peso de la mezcla en seco, aproximadamente un 3% a un 30% de carbono finamente dividido, de un 67% a un 94%, aproximadamente, de carburo de silicio finamente dividido y de un 3% a un 5%, aproximadamente, de aglutinante temporal.

4ª - Procedimiento según la reivindicación

20.

3, caracterizado porque dicha mezcla moldeable comprende aproximadamente de un 19% a un 25% de carbono finamente dividido.

5ª - Procedimiento según la reivindicación

25.

1, caracterizado porque dichos granos se forman extruyendo dicha mezcla moldeable.

6ª - Procedimiento según la reivindicación

1, caracterizado porque dicha zona de reacción se mantiene a una temperatura de 2.100°C.

7ª - Procedimiento según la reivindicación

30.

1, caracterizado porque dichos granos se alimentan

30 ENE 1969

en dicha zona de reacción a una velocidad de aproximadamente 25 gramos por minuto a aproximadamente 50 gramos por minuto.

5. 8ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho silicio se alimenta en dicha zona de reacción a una velocidad comprendida entre 10 gramos por minuto y 30 gramos por minuto aproximadamente.

10. 9ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho silicio tiene un tamaño de partícula superior a 12 mallas.

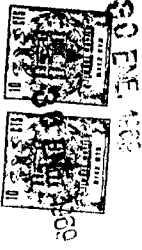
15. 10ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dichos granos se alimentan en dicha zona de reacción a una velocidad de aproximadamente 25 gramos por minuto y dicho silicio se alimenta en dicha zona de reacción a una velocidad de aproximadamente 15 gramos por minuto, teniendo dicho silicio un tamaño de partícula que pase a través de un tamiz de 4 mallas y quede retenido en un tamiz de 6 mallas.

20. 11ª - Procedimiento para la obtención de grano abrasivo de carburo de silicio denso, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

25. Esta Memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

30 ENE 1969

Madrid,  
THE CARBORUNDUM COMPANY,  
L. GOMEZ AGUIRRE Y MODEY  
s. s. Firmados: Rodríguez Rute



ESCALA VARIABLE

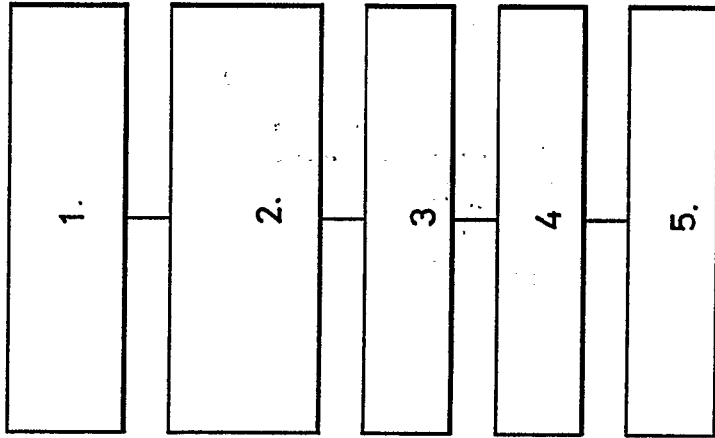


FIG. 1

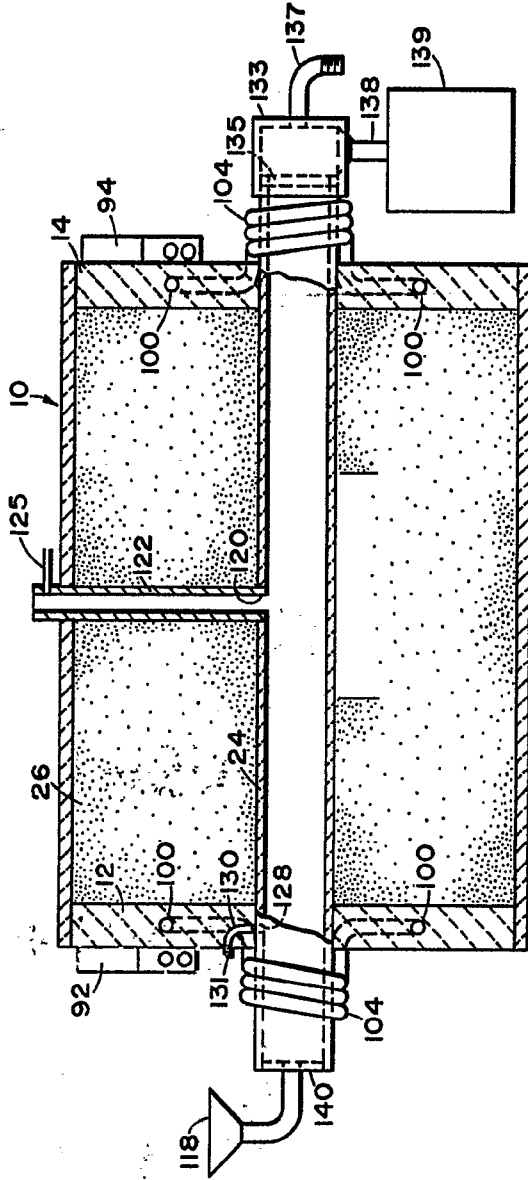


FIG. 2

Madrid 30 ENF 1969  
 A. GONZALEZ Y MOJEDER  
 Ingenieros Industriales

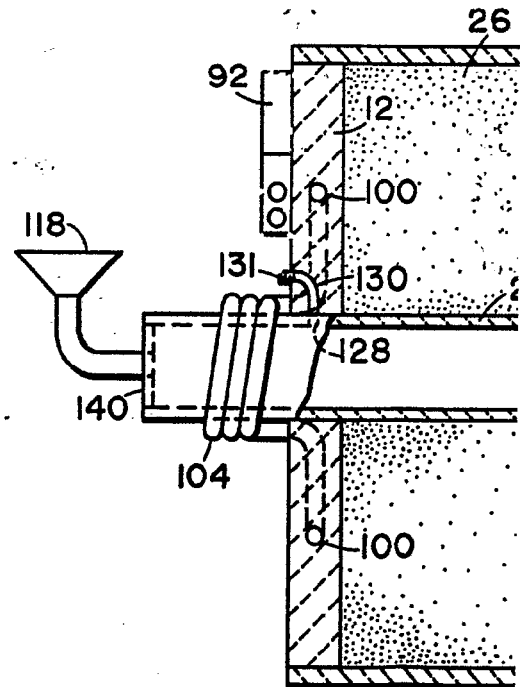
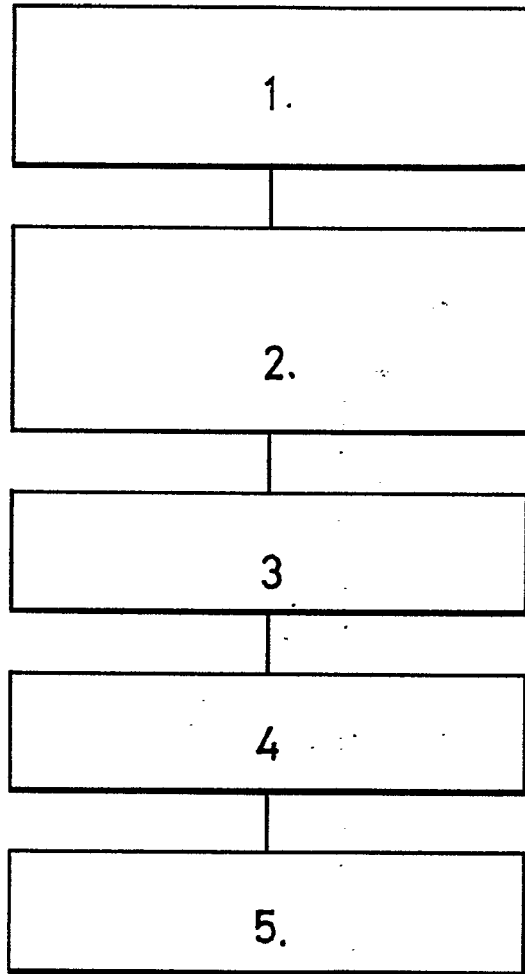


FIG. 1

ESCALA VARIABLE.

