



## (12) FASCICULE DE BREVET

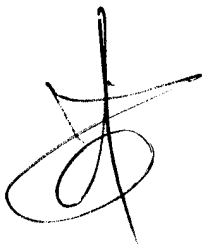
- (11) N° de publication : **MA 34679 B1**
- (51) Cl. internationale : **C30B 33/00; A44C 17/00; C01B 31/36**
- (43) Date de publication : **02.11.2013**
- 
- (21) N° Dépôt : **35931**
- (22) Date de Dépôt : **23.05.2013**
- (30) Données de Priorité : **23.05.2013 RU 2010144123**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/RU2011/000627 23.05.2013**
- (71) Demandeur(s) : **OBSHESTVO S OGRANICHENNOJ OTVETSTVENNOSTJU (GRANNIK), ul. Trubnaja, 17-2 Moscow, 127051 Moscow (RU)**
- (72) Inventeur(s) : **KLISHIN, Aleksandr Valerevich ; PETROV, Jurij Ivanovich ; TUZLUKOV, Viktor Anatol'evich**
- (74) Mandataire : **CABINET CHARDY**
- 
- (54) Titre : **PROCÉDÉ DE PRODUCTION DE PIERRES PRÉCIEUSES À PARTIR DE CARBURE DE SILICIUM**
- (57) Abrégé : L'INVENTION SE RAPPORTE AU DOMAINE DE LA CROISSANCE ET DU TRAITEMENT DE MONOCRISTAUX. LE CARBURE DE SILICIUM OBTENU PAR CE PROCÉDÉ PEUT ÊTRE UTILISÉ NON SEULEMENT DANS L'INDUSTRIE ÉLECTRONIQUE OU EN JOAILLERIE, MAIS AUSSI EN QUALITÉ DE VERRE OU POUR DES BOÎTIERS DE MONTRES. CE PROCÉDÉ CONSISTE À FAIRE CROÎTRE SIMULTANÉMENT PLUSIEURS ÉBAUCHES DE CRISTAUX DE MOISSANITE DE FORME CELLULAIRE DE GRAPHITE DE FORMATION, PUIS À LES SÉPARER EN CRISTAUX DISTINCTS, À LES TAILLER, À LES FAÇONNER ET À LES POLIR. AVANT LA TAILLE, LE FAÇONNAGE ET LE POLISSAGE, ON PROCÈDE À UNE OPÉRATION D'ÉTIQUETAGE DES ÉBAUCHES SUR UN SUPPORT, PUIS DE RÉ-ÉTIQUETAGE DES ÉBAUCHES SUR LEUR CÔTÉ OPPOSÉ. LE POLISSAGE SE FAIT EN POLISSANT LA MOISSANITE SUR UNE MEULE CÉRAMIQUE TOURNANT À UNE VITESSE DE 200 À 300 TOURS/MINUTE, EN UTILISANT DE LA POUDRE DE DIAMANT (PULVÉRISATION)

DONT LA TAILLE DES GRAINS VARIE DE 0,125 À 0,45 MICROMÈTRES, ET EN S'ASSURANT QUE LA PROFONDEUR DES CAPILLAIRES SOIT INFÉRIEURE À LA LONGUEUR DE L'ONDE LUMINEUSE DE LA PARTIE VISIBLE DU SPECTRE. LES ARÊTES COUPÉES ET ÉBRÉCHÉES AINSI QUE LES ÉBAUCHES PRÉSENTANT DES DÉFAUTS ET NON APTES À LA TAILLE SONT BROYÉES ET RENVOYÉES À L'ÉTAPE DE CROISSANCE.

## ABREGE

L'invention se rapporte au domaine de la croissance et du traitement de monocristaux. Le carbure de silicium obtenu par ce procédé peut être utilisé non seulement dans l'industrie électronique ou en joaillerie, mais aussi en qualité de verre ou pour des boîtiers de montres. Ce procédé consiste à faire croître simultanément plusieurs ébauches de cristaux de moissanite de forme cellulaire de graphite de formation, puis à les séparer en cristaux distincts, à les tailler, à les façonner et à les polir. Avant la taille, le façonnage et le polissage, on procède à une opération d'étiquetage des ébauches sur un support, puis de ré-étiquetage des ébauches sur leur côté opposé. Le polissage se fait en polissant la moissanite sur une meule céramique tournant à une vitesse de 200 à 300 tours/minute, en utilisant de la poudre de diamant (pulvérisation) dont la taille des grains varie de 0,125 à 0,45 micromètres, et en s'assurant que la profondeur des capillaires soit inférieure à la longueur de l'onde lumineuse de la partie visible du spectre. Les arêtes coupées et ébréchées ainsi que les ébauches présentant des défauts et non aptes à la taille sont broyées et renvoyées à l'étape de croissance

15



SEPTIEME ET DERNIER FEUILLET  
DUPLICATA CONFORME A L'ORIGINAL  
RABAT, LE 23 OCT 2013

02 NOV 2013

## Procédé de production de pierres précieuses à partir de carbure de silicium

## DESCRIPTION

L'invention concerne la croissance et le traitement de monocristaux.

Le carbure de silicium (SiC) produit par le procédé de la présente invention peut être  
5 utilisé non seulement pour l'industrie électronique et la joaillerie mais également comme  
verre pour les montres, les téléphones portables, les lunettes, les lecteurs et autres accessoires.

Le SiC (carborundum) est un composé binaire inorganique de silicium et de carbone. Il  
apparaît dans la nature dans un minéral très rare appelé moissanite. Le SiC en poudre a été  
obtenu en premier en 1893. Il est utilisé dans les abrasifs, les semi-conducteurs, les pierres  
10 précieuses synthétiques. Il est principalement utilisé dans les abrasifs mais récemment ce  
matériau a été utilisé également dans les semi-conducteurs et pour l'imitation de diamants de  
qualité gemme.

Quand il est utilisé en joaillerie comme une gemme, le SiC est désigné par « moissanite  
synthétique » ou simplement « moissanite ». La moissanite est semblable au diamant en ce  
15 qu'elle est transparente et dure (dureté de 9 à 9,5 Moh comparée à 10 dans le diamant) et a un  
indice de réfraction de 2,65 à 2,69 (comparé à 2,42 dans le diamant). La moissanite a une  
structure un peu plus compliquée que le zirconium cubique commun. Contrairement au  
diamant, la moissanite a une biréfringence élevée. Cette caractéristique peut être souhaitable  
dans certaines structures optiques plutôt que dans des pierres précieuses. Pour cette raison,  
20 dans la fabrication des gemmes, le cristal est taillé le long de l'axe optique afin de minimiser  
l'effet de biréfringence. La moissanite a une plus basse densité de  $3,21 \text{ g/cm}^3$  (par rapport à  
 $3,53 \text{ g/cm}^3$  dans le diamant) et est beaucoup plus résistante thermiquement. En conséquence,  
une gemme est obtenue avec une forte brillance, des faces distinctes et une haute résistance  
environnementale. Contrairement au diamant qui commence à brûler à une température de  
25  $800 \text{ }^\circ\text{C}$ , la moissanite reste intacte à des températures allant jusqu'à  $1\,800 \text{ }^\circ\text{C}$  (à titre de  
comparaison,  $1064 \text{ }^\circ\text{C}$  est la température de fusion de l'or pur). La moissanite est devenue  
populaire comme un substitut du diamant et peut être confondue avec le diamant puisque sa  
conductivité thermique est beaucoup plus proche de celle du diamant que de tout autre  
substitut du diamant. La moissanite facettée peut se distinguer du diamant par sa biréfringence  
30 et un très faible niveau de fluorescence verte ou jaune dans la lumière ultraviolette  
(O'Donoghue, M. Gems. Elsevier, 2006, page 89 ; ISBN 0-75-065856-8).

Des procédés pour produire du SiC sont connus dans l'art, par exemple, sous une forme  
polycristalline (RU 2327248 C30B 33/00, 2005) ainsi que sous la forme de monocristaux (RU  
2156330 C30B 33/00, 2000).

Le procédé selon l'invention se distingue de tous les procédés de l'art antérieur par la croissance simultanée d'une pluralité de monocristaux dans un moule de graphite par quoi l'effet technique consistant en une qualité améliorée de cristaux est obtenu. De plus, la productivité augmente puisque des ébauches sont obtenues immédiatement à partir de la culture de sorte que l'opération de taille est évitée, à savoir les coûts de production et les pertes de matériaux dues à la taille sont réduits.

L'effet susmentionné est obtenu au moyen de la provision d'un procédé de production simultanée d'une pluralité de pierres précieuses à partir de carbure de silicium synthétique, à savoir la moissanite, le procédé comprenant la croissance simultanée d'une pluralité d'ébauches de cristaux de moissanite dans un moule en nid d'abeille de graphite de moulage, la séparation des ébauches en cristaux individuels, et le facettage comprenant trois étapes : la taille grossière, le meulage et le polissage des cristaux, dans lequel avant le facettage, les ébauches sont collées sur un mandrin avec un de leur côté et puis avec le côté inverse de celui-ci, et le polissage de la moissanite est réalisé sur une roue en céramique tournant à une vitesse de 200 à 300 tr/min en utilisant une pulvérisation de poudre de diamant ayant une grosseur de grain de 0,125 à 0,45  $\mu\text{m}$  pour s'assurer que la profondeur des marques de rayures soit inférieure à la longueur d'une onde lumineuse dans la partie visible du spectre, et dans lequel les arêtes taillées et fendues et les ébauches défectueuses et non aptes au facettage sont réduites en poudre fine et renvoyées au stade de croissance.

De préférence, une pâte de meulage ayant une grosseur de grain de 0,25  $\mu\text{m}$  est utilisée pour le meulage.

Selon l'invention, le procédé de production simultanée de pierres précieuses à partir de carbure de silicium synthétique – moissanite est réalisé comme suit : une pluralité d'ébauches de cristaux de moissanite est mise à croître dans un moule en nid d'abeille de granite de moulage. La séparation des ébauches en cristaux individuels, le facettage, le meulage et le polissage sont réalisés comme suit : chaque ébauche est collée sur un mandrin métallique, son côté supérieur est traité et puis l'ébauche est collée à nouveau avec le côté traité de celle-ci sur un autre mandrin, et les opérations de facettage, de meulage et de polissage sont répétées sur le côté restant. Le polissage des ébauches est réalisé sur une roue en céramique tournant à une vitesse de 200 à 300 tr/min en utilisant une pulvérisation de poudre de diamant ayant une grosseur de grain de 0,125 à 0,45  $\mu\text{m}$  pour s'assurer que la profondeur des marques de rayures soit inférieure à la longueur d'une onde lumineuse dans la partie visible du spectre. Les arêtes taillées et fendues et les ébauches défectueuses non aptes au facettage sont réduites en poudre fine et renvoyées au stade de croissance.

De préférence, une pâte de meulage de diamant ayant une grosseur de grain de 5 à 10  $\mu\text{m}$  est utilisée pour le meulage.

Le procédé est illustré en outre par les exemples suivants.

#### EXEMPLE 1

5 On a fait croître simultanément une pluralité d'ébauches de cristaux de moissanite dans un moule en nid d'abeille de graphite de moulage. Les cristaux formés ont été séparés en ébauches individuelles. Le facettage a été réalisé comprenant trois étapes : taille grossière, meulage et polissage, les ébauches étant collées d'avance sur un mandrin spécial et puis, les ébauches sont collées à nouveau sur le côté inverse de celles-ci, et traitées de la même  
10 manière. L'opération de polissage de la moissanite a été réalisée sur une roue en acier tournant à une vitesse de 200 tr/min en utilisant une pâte de meulage ayant une grosseur de grain de 0,25  $\mu\text{m}$ , les arêtes taillées et fendues et les ébauches défectueuses non aptes au facettage étant réduites en poudre et renvoyées au stade de croissance.

#### EXEMPLE 2

15 On a fait croître simultanément une pluralité d'ébauches de cristaux de moissanite dans un moule en nid d'abeille de graphite de moulage. Les cristaux formés ont été séparés en ébauches individuelles. Avant le facettage, les ébauches ont été collées sur un substrat, et puis avec le côté inverse de celles-ci et facettées à nouveau. Ces ébauches de moissanite ont été polies sur une roue en acier tournant à une vitesse de 280 tr/min en utilisant une pâte de  
20 meulage de 0,45  $\mu\text{m}$ , les arêtes taillées et fendues et les ébauches défectueuses non aptes au facettage étant réduites en poudre et renvoyées au stade de croissance.

#### EXEMPLE 3

Tous les stades ont été réalisés comme ceux dans l'Exemple 2, à l'exception de l'utilisation de la pâte de meulage ayant une grosseur de grain de 0,25  $\mu\text{m}$ .

25 Les monocristaux qui en ont résulté étaient adaptés à la joaillerie.

Il doit être noté que les facettes du diamant et de la moissanite se distinguent en ce que le diamant devient très chaud pendant le facettage et pour cette raison, il est mécaniquement tenu serré dans le collet de la tête de facettage, alors que la moissanite est simplement collée à un mandrin métallique en utilisant de la colle fusible.

30 Les diamants sont taillés sur la meule lourde en fonte à une vitesse de 3 000 tr/min et plus, où la taille et le polissage sont réalisés sur la même roue. En revanche, le facettage de la moissanite comprend trois étapes : la taille grossière, le meulage et le polissage qui sont réalisés sur des meules différentes à une vitesse de rotation beaucoup plus basse.

La production d'inserts de joaillerie facettés par le présent procédé comprend plusieurs stades. Si c'est nécessaire, un échantillon obtenu de carbure de silicium est soumis à une finition grossière (taille grossière). Ce stade est réalisé sur des roues abrasives ayant une grosseur de grain de 20 à 100  $\mu\text{m}$  en fonction de la taille de l'ébauche et de la quantité de matière devant être enlevée par meulage. La taille grossière a pour résultat l'obtention d'inserts prêts à facetter de la forme appropriée.

Afin d'amener les faces d'inserts les unes par rapport aux autres de manière plus précise, un traitement intermédiaire facultatif peut alors être réalisé sur les roues de meulage ou de taille avec une grosseur de grain abrasif de 3 à 10  $\mu\text{m}$ . Un meulage plus fin, à savoir, le polissage des faces des inserts facettés, selon le présent procédé est réalisé en utilisant des abrasifs à grain fin ayant une grosseur de grain de 0,125 à 0,5 pour éviter la formation de rayures multiples, dont la profondeur est de même mesure que la longueur d'une onde lumineuse dans la partie visible du spectre. En ceci, il y a une différence supplémentaire avec l'art antérieur où un abrasif ayant une grosseur de grain de 0,5 à 3  $\mu\text{m}$  est utilisé pour le polissage. La vitesse de rotation de la roue de polissage ne doit pas être élevée (environ 200 à 300 tr/min) et la force de pression de l'insert sur la surface de la roue doit être basse pour éviter l'arrondissement des bords et la déformation en surface des faces.

Les stades susmentionnés sont réalisés pour toutes les faces sur un côté de l'insert (haut ou bas) et puis répétés pour le côté opposé.

C'est une pratique de facettage courante d'utiliser pour le polissage de la poudre abrasive (pulvérisation, pâte, émulsion, etc.) comprenant des grains de diamant, des oxydes métalliques ou d'autres matériaux durs ayant une grosseur de grain de 0,5  $\mu\text{m}$  ou plus. Cependant, les grains d'une telle taille peuvent laisser des rayures multiples de même mesure en profondeur de sorte que le flux lumineux sera partiellement diffusé. Au contraire, les inserts facettés produits par le présent procédé sont polis avec des poudres abrasives ayant une grosseur de grain de 0,125 à 0,25  $\mu\text{m}$  de sorte que, sous réserve d'adhésion à la technique de polissage, le fini de surface requis (correspondant au 11<sup>e</sup> grade de fini selon GOST 2789-59) est permis, et la diffusion du flux lumineux est évitée. Dans ce cas, en fonction de l'angle d'incidence, la lumière incidente sur la surface de la facette est réfléchiée ou pénètre par quoi elle est réfractée et contribue à la réflexion interne facilitant la présence d'un effet d'éclat stellaire. Autrement dit, si la profondeur des rayures est inférieure à la longueur d'une onde lumineuse dans la partie visible du spectre (0,4  $\mu\text{m}$ ), ces rayures n'ont pas d'effet prononcé sur le trajet des rayons incidents. Si les rayures deviennent plus profondes, le flux lumineux

frappant celles-ci se diffuse légèrement de sorte que l'éclair coloré (changement de couleur, éclat) devient moins prononcé.

Par conséquent, la qualité du produit est améliorée.

Il doit également être noté que le présent procédé a pour résultat des coûts de production  
5 réduits d'articles de carbure de silicium grâce au recyclage du matériau non apte au facettage.



## REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication simultanée d'une pluralité de pierres précieuses à partir de carbure de silicium synthétique -- moissanite, le procédé comprenant la croissance simultanée d'une pluralité d'ébauches de cristaux dans un moule en nid d'abeille de graphite de moulage, la séparation des ébauches en cristaux individuels, et le facettage comprenant trois étapes : la taille grossière, le meulage et le polissage des cristaux, dans lequel avant le facettage, les ébauches sont collées sur un mandrin avec un de leur côté et puis avec le côté inverse de celles-ci, et le polissage de la moissanite est réalisé sur une roue en céramique tournant à une vitesse de 200 à 300 tr/mn en utilisant une pulvérisation de poudre de diamant ayant une grosseur de grain de 0,125 à 0,45  $\mu\text{m}$  pour s'assurer que la profondeur des marques de rayures soit inférieure à la longueur d'une onde lumineuse dans la partie visible du spectre, et dans lequel les arêtes taillées et fendues et les ébauches défectueuses et non aptes au facettage sont réduites en poudre fine et renvoyées au stade de croissance.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel une pâte de meulage ayant une grosseur de grain de 0,25  $\mu\text{m}$  est utilisée pour le meulage.

20

25

30