



(12)发明专利



(10)授权公告号 CN 103649010 B

(45)授权公告日 2016.09.21

(21)申请号 201280034485.5

(22)申请日 2012.06.28

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 103649010 A

(43)申请公布日 2014.03.19

(30)优先权数据

61/506,913 2011.07.12 US

61/508,190 2011.07.15 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2014.01.10

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2012/044605 2012.06.28

(87)PCT国际申请的公布数据
W02013/009484 EN 2013.01.17

(73)专利权人 3M创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72)发明人 约翰·T·博登 斯科特·R·卡勒
德怀特·D·埃里克森

(74)专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理
有限公司 11112

代理人 丁业平 金小芳

(51)Int.Cl.

C04B 35/10(2006.01)

C04B 35/624(2006.01)

(56)对比文件

CN 1151337 A,1997.06.11,

审查员 李珊珊

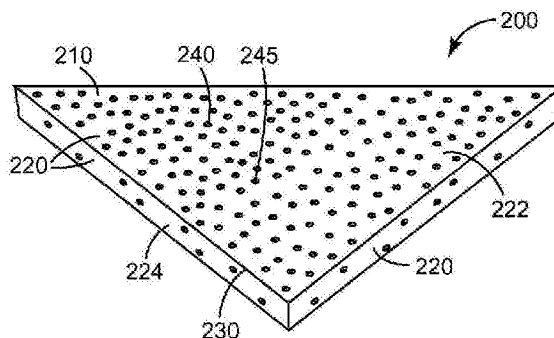
权利要求书1页 说明书15页 附图3页

(54)发明名称

制备陶瓷成形磨粒的方法、溶胶-凝胶组合
物和陶瓷成形磨粒

(57)摘要

本发明公开了一种方法,所述方法包括:提供具有多个模具腔体的模具,其中每个模具腔体由沿着共同的边缘接合的多个面界定;将所述模具腔体中的至少一些填充包含分散在其中的脱模剂的溶胶-凝胶组合物;至少部分地干燥所述溶胶-凝胶组合物,从而形成成形陶瓷前体粒子;煅烧所述成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供经煅烧的成形陶瓷前体粒子;以及烧结所述经煅烧的成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供陶瓷成形磨粒。本发明还公开了与实践所述方法相关的溶胶-凝胶组合物、成形陶瓷前体粒子和陶瓷成形磨粒。



1. 一种制备成形陶瓷前体粒子的方法,所述方法包括:

提供具有多个模具腔体的模具,其中每个模具腔体由沿着共同的边缘接合的多个面界定;

将所述模具腔体中的至少一些填充溶胶-凝胶组合物,所述溶胶-凝胶组合物包含液体载体和陶瓷前体,所述液体载体包含挥发性组分和分散在整个所述挥发性组分中的脱模剂,所述陶瓷前体包括 α 氧化铝前体,其中所述脱模剂包括油;以及

从所述溶胶-凝胶组合物中除去所述挥发性组分的至少一部分,而所述溶胶-凝胶组合物驻留在所述模具腔体中,从而提供所述成形陶瓷前体粒子。

2. 根据权利要求1所述的方法,还包括从所述模具中分离所述成形陶瓷前体粒子。

3. 一种制备陶瓷成形磨粒的方法,所述方法包括:

根据权利要求1所述的方法制备成形陶瓷前体粒子;以及

烧结所述成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供所述陶瓷成形磨粒。

4. 一种制备陶瓷成形磨粒的方法,所述方法包括:

根据权利要求1所述的方法制备成形陶瓷前体粒子;

煅烧所述成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供经煅烧的成形陶瓷前体粒子;以及

烧结所述经煅烧的成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供所述陶瓷成形磨粒。

5. 根据权利要求4所述的方法,其中所述陶瓷成形磨粒具有磨料行业规定的标称等级。

6. 根据权利要求1至5中任一项所述的方法,其中所述脱模剂以所述陶瓷前体的理论氧化物重量的0.08%至4.25%的量包含在所述溶胶-凝胶组合物中。

7. 一种能用于权利要求1所述的制备成形陶瓷前体粒子的方法中的溶胶-凝胶组合物,包含液体载体和陶瓷前体,所述液体载体包含挥发性组分和分散在整个所述挥发性组分中的脱模剂,其中所述溶胶-凝胶组合物包含溶胶-凝胶,其中所述脱模剂包括油,并且其中所述陶瓷前体包含能够被转化为 α 氧化铝的 α 氧化铝前体。

8. 根据权利要求7所述的溶胶-凝胶组合物,其中所述脱模剂以所述陶瓷前体的理论氧化物重量的0.08%至4.25%的量包含在所述溶胶-凝胶组合物中。

制备陶瓷成形磨粒的方法、溶胶-凝胶组合物和陶瓷成形磨粒

技术领域

[0001] 本发明广义上涉及磨粒及其制备方法。

背景技术

[0002] 根据制备陶瓷成形磨粒的已知方法,促使包含陶瓷前体材料的溶胶-凝胶组合物进入模具中的模具腔体。模具腔体通常具有预定的形状;例如,对应于规则几何形状,诸如棱锥或截棱锥。然后使溶胶-凝胶组合物部分干燥,将所得的成形陶瓷前体粒子从模具中移除,并进一步加工成陶瓷成形磨粒。

发明内容

[0003] 在从模具腔体移除成形陶瓷前体粒子期间,部分干燥的溶胶-凝胶组合物相对易碎并且可能会有粘附的倾向,从而导致模具中的模具腔体破损和/或堵塞。为了解决这一问题,已在填充模具腔体前向模具施加脱模剂。然而,向模具施加脱模剂可导致干燥之前和/或干燥期间溶胶-凝胶组合物发生形状变化,使得所得的形状可能不与模具腔体的形状对应。这一现象导致生产期间的可重复性问题,诸如控制部分干燥的溶胶-凝胶材料并因此控制所得陶瓷成形磨粒的平整度和/或纵横比。另外,向模具施加脱模剂在模具腔体非常小的情况下可能无法牢靠地涂布模具腔体。

[0004] 有利的是,本发明人发现了上述问题可通过在溶胶-凝胶组合物中包含少量分散油加以解决,同时仍获得期望的磨料特性,诸如高密度(低孔隙度)。

[0005] 在一个方面,本发明提供制备成形陶瓷前体粒子的方法,该方法包括:

[0006] 提供具有多个模具腔体的模具,其中每个模具腔体由沿着共同的边缘接合的多个面界定;

[0007] 将模具腔体中的至少一些填充溶胶-凝胶组合物,该溶胶-凝胶组合物包含液体载体和陶瓷前体,该液体载体包含挥发性组分和分散在整个挥发性组分中的脱模剂;

[0008] 从溶胶-凝胶组合物中除去挥发性组分的至少一部分,而溶胶-凝胶组合物驻留在模具腔体中,从而提供成形陶瓷前体粒子。

[0009] 在另一方面,本发明提供制备陶瓷成形磨粒的方法,该方法包括:

[0010] 根据本发明的方法制备成形陶瓷前体粒子;以及

[0011] 烧结成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供陶瓷成形磨粒。

[0012] 在另一方面,本发明提供制备陶瓷成形磨粒的方法,该方法包括:

[0013] 根据本发明的方法制备成形陶瓷前体粒子;

[0014] 煅烧所述的成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供经煅烧的成形陶瓷前体粒子;以及

[0015] 烧结经煅烧的成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供陶瓷成形磨粒。

[0016] 在另一方面,本发明提供包含液体载体和陶瓷前体的溶胶-凝胶组合物,该液体载体包含挥发性组分和分散在整个挥发性组分中的脱模剂,其中该溶胶-凝胶组合物包含溶

胶-凝胶。

[0017] 在另一方面,本发明提供成形陶瓷前体粒子,其中每个成形陶瓷前体粒子包含陶瓷前体并由具有沿着共同的边缘接合的多个面的表面界定,其中该表面在其至少一部分上具有空隙,其中该空隙被成形为中空椭圆形部分,其中所述多个面包括:

[0018] 在其上具有空隙的一部分的暴露面,其中该暴露面具有空隙的第一密度;和

[0019] 面积小于暴露面的模具面,其中该模具面在其上具有空隙的一部分,其中该模具面具有空隙的第二密度,并且其中空隙的第一密度大于空隙的第二密度。

[0020] 在另一方面,本发明提供成形陶瓷前体粒子,其中每个成形陶瓷前体粒子包含陶瓷前体并由具有沿着共同的边缘接合的多个面的表面界定,其中该表面在其至少一部分上具有空隙,其中该空隙被成形为中空椭圆形部分,其中所述多个面包括:

[0021] 在其上具有空隙的一部分的暴露面,其中该暴露面具有空隙的第一密度;和

[0022] 模具面,其中该模具面在其上具有空隙的一部分,其中该模具面具有空隙的第二密度,并且其中空隙的第一密度大于空隙的第二密度。

[0023] 在另一方面,本发明提供陶瓷成形磨粒,其中每个陶瓷成形磨粒包含陶瓷材料并由具有沿着共同的边缘接合的多个面的表面界定,其中该表面在其至少一部分上具有空隙,其中该空隙被成形为中空椭圆形部分,其中所述多个面包括:

[0024] 在其上具有空隙的一部分的暴露面,其中该暴露面具有空隙的第一密度;和

[0025] 面积小于暴露面的模具面,其中该模具面在其上具有空隙的一部分,其中该模具面具有空隙的第二密度,并且其中空隙的第一密度大于空隙的第二密度。

[0026] 在另一方面,本发明提供陶瓷成形磨粒,其中每个陶瓷成形磨粒包含陶瓷材料并由具有沿着共同的边缘接合的多个面的表面界定,其中该表面在其至少一部分上具有空隙,其中该空隙被成形为中空椭圆形部分,其中所述多个面包括:

[0027] 在其上具有空隙的一部分的暴露面,其中该暴露面具有空隙的第一密度;和

[0028] 模具面,其中该模具面在其上具有空隙的一部分,其中该模具面具有空隙的第二密度,并且其中空隙的第一密度大于空隙的第二密度。

[0029] 陶瓷成形磨粒可以完全由陶瓷材料(诸如 α 氧化铝)构成,并且在全部陶瓷成形磨粒中可具有基本上均匀的形态。

[0030] 在本文中:

[0031] 术语“椭圆体”包括椭圆体和球体,其中将球体视为椭圆体的特殊情况。

[0032] 术语“椭圆形部分”是指通过用平面平分椭圆体而得到的一部分椭圆体。

[0033] 术语“成形陶瓷前体粒子”意指通过从溶胶-凝胶组合物(当其位于模具腔体中时)中除去足量的液体载体以形成凝固体的方式产生的未煅烧、未烧结粒子,该凝固体可从模具腔体中移除,并且在后续加工操作中基本上保持其模制形状。

[0034] 术语“陶瓷成形磨粒”意指磨粒的至少一部分具有预定形状的陶瓷磨粒,该预定形状由用于形成成形陶瓷前体粒子的模具腔体复制而得。成形陶瓷前体粒子将通常具有预定的形状,该形状基本上为用于形成陶瓷成形磨粒的模具腔体的复制品。如本文所用的陶瓷成形磨粒不包括通过机械粉碎操作获得的磨粒。

[0035] 如应用于陶瓷前体的术语“理论氧化物重量”是指在烧结形成陶瓷后由陶瓷前体(例如转化成 α 氧化铝的一水合氧化铝)产生的陶瓷的相应重量。

[0036] 当提及模制粒子时,术语“面”意指具有基本上由模具腔体复制而得的预定形状的表面。面可对应于模具腔体壁(即,模具面)或模具腔体的开口(即,暴露面)。

[0037] 在考虑具体实施方式以及本申请的其他内容之后,将进一步理解本发明的特征和优点。

附图说明

[0038] 图1是示意性工艺流程图,示出了制备根据本发明的陶瓷成形磨粒的示例性方法。

[0039] 图2A和2B分别是根据本发明的示例性成形陶瓷前体粒子的顶部和底部示意性透视图。

[0040] 图3A和3B分别是根据本发明的示例性陶瓷成形磨粒的顶部和底部示意性透视图。

[0041] 图4A和4B是在实例12中制备的陶瓷成形磨粒的显微照片。

[0042] 尽管上述附图示出了本发明的若干实施例,但是例如如讨论中所指出,还可以想到其它实施例。在所有情况下,本发明都以示例性而非限制性方式展示。附图可能并未按比例绘制。在所有附图中,相同参考标号可以用来表示相同部件。

具体实施方式

[0043] 在图1中示出了制备陶瓷成形磨粒的示例性方法。在第一步中,提供具有多个模具腔体的模具。每个模具腔体由沿着共同的边缘接合的多个侧面和至少一个外部开口界定。模具可具有大致平坦的底部表面和相对的顶部表面。顶部表面可以为限定模具腔体的结构化表面。模具可以为(例如)带状物、片材、连续纤维网、涂布辊(诸如轮转凹版辊)、安装在涂布辊上的套管、或冲模。模具腔体可被构造为使得容纳在模具腔体内的溶胶-凝胶组合物将具有至少一个在干燥期间暴露于空气(或其他气体)的面。

[0044] 在一些实施例中,模具具有带外部开口的模具腔体,该外部开口由一个或多个侧面和任选的底面界定。侧面和任选的底面可以为平面的或曲面的,并沿着共同的边缘(即,接合两个面的边缘)彼此接合。在此类模具腔体中的溶胶-凝胶组合物在溶胶-凝胶组合物的初始干燥期间具有至少一个(例如一个或两个)暴露面。这种类型的示例性模具在美国专利申请公布No.2010/0146867A1(Boden等人)中有所描述。底面可被设计成一体的模具,或者它可以由两部分模具的第二部分形成,例如,如美国专利No.5,201,916(Berg等人)中所述。

[0045] 在一些实施例中,模具腔体对应于具有一个或多个侧面而无底部表面的开口(例如,通过如美国专利No.5,201,916(Berg等人)中所述的片材形成的开口)。侧面可以为平面的或曲面的,并且相邻的侧面沿着共同的边缘彼此接合。在此类模具腔体中的溶胶-凝胶组合物如果不从模具腔体中移除则将在初始干燥期间具有两个暴露面。在一些实施例中,可在初始干燥前将这样的模具中的溶胶-凝胶组合物与模具分离,然后设置在基底上。在此类实施例中,在与基底接触的那部分溶胶-凝胶组合物上在干燥期间不暴露于空气(或其他气体)。

[0046] 模具可包含任何合适的材料,诸如金属或聚合物材料。合适的聚合物材料的例子包括热塑性材料,诸如聚酯、聚碳酸酯、聚醚砜、聚(甲基丙烯酸甲酯)、聚氨酯、聚氯乙烯、聚烯烃、聚苯乙烯、聚丙烯、聚乙烯或它们的组合;和交联热固性材料。在一些实施例中,整个

模具均由聚合物材料制成。在另一个实施例中,包括模具腔体并在干燥时与溶胶-凝胶组合物接触的模具的顶部表面包含聚合物材料而其他模具部分可由其他材料制成。例如,可将合适的聚合物涂层涂覆到金属模具上以改变其表面张力性质。

[0047] 聚合物模具可从金属母模复制而成。母模将具有模具所需的反向图案。母模可以按照与模具相同的方式制得。在一些实施例中,母模由金属(如镍)制成,并且经金刚石车削。可以将聚合物片状材料与母模一起加热,以通过将二者压在一起在聚合物材料上压印出母模的图案。也可将聚合物材料挤出或浇注在母模上,然后对其进行压制。将聚合物材料冷却使其凝固,然后制备出模具。如果利用热塑性模具,则应当注意不要产生过多的热量,因为这些热量可使热塑性模具变形,从而限制其寿命。有关模具和/或母模设计和制造的更多信息可见于(例如)美国专利No.5,152,917(Pieper等人);5,435,816(Spurgeon等人);5,672,097(Hoopman等人);5,946,991(Hoopman等人);5,975,987(Hoopman等人);和6,129,540(Hoopman等人)。

[0048] 从模具顶部表面和/或底部表面中的开口可进入模具腔体。在一些实施例中,模具腔体可延伸模具的整个厚度。在一些实施例中,模具腔体可以仅延伸模具厚度的一部分。在一些实施例中,顶部表面基本上平行于模具的底部表面,其中模具腔体具有基本上均匀的深度。模具的至少一个侧面(例如,形成模具腔体的侧面)在除去挥发性组分的步骤中可保持暴露在周围大气环境下。

[0049] 模具腔体具有规定的三维形状。在一些实施例中,当从顶部观察时,模具腔体的形状可被描述为三角形,其具有倾斜侧壁,使得模具腔体的底部表面略小于顶部表面中的开口。倾斜侧壁可增强磨削性能,并使得能够更容易地从模具中移除成形陶瓷前体粒子。在另一个实施例中,模具包括多个三角形模具腔体。该多个三角形模具腔体中的每一个均包括等边三角形。

[0050] 也可使用其他模具腔体形状,诸如圆形、矩形、正方形、六边形、星形或它们的组合,所有这些形状均具有基本上一致的深度尺寸。深度尺寸等于从模具腔体的外边缘到模具腔体最深处的垂直距离。给定模具腔体的深度可以是一致的或可沿其长度和/或宽度变化。给定模具的模具腔体可以具有相同的形状或者不同的形状。

[0051] 接下来,将模具腔体填充溶胶-凝胶组合物。可以使用任何技术,诸如刀辊涂布机或真空槽模涂布机。在一些实施例中,将模具的顶部表面涂布溶胶-凝胶组合物。接下来,可使用刮刀或矫直棒将溶胶-凝胶组合物完全压入模具的模具腔体中。未进入模具腔体的溶胶-凝胶组合物的剩余部分可以从模具的顶部表面移除,并回收利用。在一些实施例中,小部分溶胶-凝胶组合物可留在顶部表面上,而在其它实施例中,顶部表面基本上不含分散体。刮刀或矫直棒施加的压力通常小于100psi(690kPa)或小于50psi(340kPa)或小于10psi(69kPa)。在一些实施例中,溶胶-凝胶组合物无暴露表面显著延伸超过顶部表面,以确保所得的陶瓷成形磨粒厚度的均匀度。

[0052] 溶胶-凝胶组合物包含具有溶解或分散在其中的陶瓷前体的液体载体。溶胶-凝胶组合物可以是包含溶解的或分散的陶瓷前体(例如,作为纳米级粒子(即纳米粒子))的有晶种或无晶种溶胶-凝胶组合物,所述前体可转化成陶瓷材料,诸如 α 氧化铝、二氧化硅、二氧化铈、二氧化钛、氧化锆、尖晶石或它们的混合物。

[0053] 在一些实施例中,陶瓷前体选自铝、硅、钛、铈和锆的氢氧化物、羟基氧化物及其水

溶性和/或反应性盐和化合物；例如六水合氯化铝、九水合硝酸铝、氢氧化铝(水铝矿)、一水合氧化铝(包括水软铝石)、异丙醇铝、异丁醇铝和原硅酸四乙酯。在一些实施例中，金属氧化物包括过渡金属氧化物、稀土金属氧化物、矿物氧化物、陶瓷氧化物或它们的任何组合。示例性氧化物包括氧化铝、二氧化硅、二氧化钛、氧化锆、氧化钇稳定的氧化锆、氧化铈和氧化钼。

[0054] 许多适用于制备陶瓷的溶胶可商购获得。例如,适于制备 α 氧化铝的水软铝石溶胶可从德克萨斯州休斯顿宝索北美公司(Sasol North America Inc.,Houston,Texas)获得。适于制备二氧化硅的二氧化硅溶胶可从伊利诺伊州内珀维尔纳尔科公司(Nalco Company, Naperville,Illinois)获得。二氧化铈溶胶可从亚利桑那州斯科茨代尔Eminess科技公司(Eminess Technologies,Inc.,Scottsdale,Arizona)获得。氧化锆、二氧化硅和氧化铝溶胶可从德克萨斯州 休斯顿尼桑化学美国公司(Nissan Chemical America Corporation, Houston Texas)获得。

[0055] 除了陶瓷前体外,溶胶-凝胶组合物还包含为挥发性组分的液体载体。可用于本发明实施过程中的溶胶-凝胶组合物可不含分散的乳胶粒子。在一些实施例中,挥发性组分包含水。在一些实施例中,液体载体包含与水溶性或可与水混溶的有机溶剂(诸如甲醇、乙醇、丙醇或2-甲氧基乙醇)相结合的水。

[0056] 溶胶-凝胶组合物应包含足量的液体载体以使溶胶-凝胶组合物的粘度足够低,使得能够填充模具腔体并复制模具表面,但是液体载体不能多到使得后续将液体载体从模具腔体中移除的成本过高。在一些实施例中,溶胶-凝胶组合物包含2重量%至90重量%的可转化成 α -氧化铝的陶瓷前体(诸如一水合氧化铝的粒子)以及至少10重量%、或50重量%至70重量%、或50重量%至60重量%的水。反之,在一些实施例中,溶胶-凝胶组合物包含30重量%至50重量%、或40重量%至50重量%的陶瓷前体。

[0057] 陶瓷前体可包括水软铝石。适当形式的水软铝石可通过已知技术制备或可从商业渠道获得。市售水软铝石的例子包括均得自宝索北美公司(Sasol North America, Inc.)的商标为“DISPERAL”和“DISPAL”的产品,或可得自巴斯夫公司(BASF Corporation)的商标为“HIQ-40”的产品。这些一水合氧化铝为相对纯的;即它们除了一水合物外只包含相对少的(如果有的话)其他水合物相,并且具有高表面积。所得的陶瓷成形磨粒的物理特性将大致取决于溶胶-凝胶组合物中所用的陶瓷前体的类型。

[0058] 在一些实施例中，溶胶-凝胶组合物为凝胶态。如本文所用，“溶胶-凝胶”是通过溶解或分散在液体载体中的陶瓷前体的胶凝作用形成的固体的三维网络。溶胶-凝胶组合物可以包含改性添加剂或者改性添加剂的前体。改性添加剂可以用于增强陶瓷成形磨粒的某些所需性质，或者增强后续烧结步骤的效果。改性添加剂或改性添加剂的前体可以采用可溶性盐的形式，通常为水溶性盐。它们通常由含金属的化合物构成，并且可以是镁、锌、铁、硅、钴、镍、锆、钪、铬、钇、镧、铈、钕、钐、铉、铊、铋、钛的氧化物的前体或它们的混合物。可存在于溶胶-凝胶组合物中的这些添加剂的特定浓度可根据本领域的技术人员进行调整。通常，将改性添加剂或改性添加剂的前体引入陶瓷前体将导致形成溶胶-凝胶组合物。通过经一段时间施加热也可引起陶瓷前体溶液/分散体胶凝。

[0059] 溶胶-凝胶组合物也可包含成核剂,以促进水合氧化铝或煅烧氧化铝 α -氧化铝的转化。适用于本目的的成核剂包 α 氧化铝、 α 氧化铁或其前体、二氧化钛和钛酸盐、氧化铬或

使转化成核的任何其他物质的细小粒子。如果使用,则成核剂的量应当足够使 α 氧化铝的转化得以实现。使此类溶胶-凝胶组合物成核在美国专利No.4,744,802(Schwabel)中有所公开。

[0060] 可将胶溶剂包含在溶胶-凝胶组合物中以制备更稳定的水溶胶或胶态溶胶-凝胶组合物。合适的胶溶剂包括(例如)单质子酸或酸化合物,诸如乙酸、盐酸、甲酸和硝酸。也可以使用多质子酸,但是它们可使溶胶-凝胶组合物快速胶凝,从而使得难以对其进行处理或难以向其引入附加组分。某些商业来源的水软铝石包含将有助于形成稳定的溶胶-凝胶组合物的酸滴定度(诸如,吸收的甲酸或硝酸)。

[0061] 溶胶-凝胶组合物可通过任何合适的方式形成,其中许多都是本领域普通技术人员熟知的。例如,就水软铝石溶胶-凝胶而言,其可简单地通过将一水合氧化铝(即水软铝石)与含有胶溶剂的水混合或通过形成将向其中加入胶溶剂的一水合氧化铝浆液而制备。可以加入去沫剂或其他合适的化学品,以降低混合时形成气泡或夹带空气的可能性。如果需要,可添加另外的化学品,诸如金属氧化物陶瓷前体、润湿剂、醇或偶联剂。所得的 α 氧化铝磨粒颗粒可包含二氧化硅和氧化铁,如美国专利No.5,645,619(Erickson等人)中所公开。 α 氧化铝磨粒可包含氧化锆,如美国专利No.5,551,963(Larmie)中所公开。或者, α 氧化铝磨粒可具有微结构或添加剂,如美国专利No.6,277,161(Castro)中所公开。

[0062] 液体载体包含挥发性组分(例如,水和/或有机溶剂)和分散在挥发性组分中的脱模剂。脱模剂可以液滴或细小粒子的形式分散,但它也可以乳化(例如,使用一种或多种乳化剂)。溶胶-凝胶组合物可包含陶瓷前体的理论氧化物重量的0.08%至4.25%的量的脱模剂,但也可以使用其他量。在一些实施例中,溶胶-凝胶组合物包含陶瓷前体的理论氧化物重量的0.2%至2.0%的量的脱模剂。在一些实施例中,溶胶-凝胶组合物包含陶瓷前体的理论氧化物重量的0.42%至0.75%的量的脱模剂。

[0063] 脱模剂的例子包括氟化物(例如全氟醚和聚醚、氟化烷烃和它们的组合)、烃和硅树脂。脱模剂可包括油或油的组合。可使用高剪切搅拌器或匀化器将脱模剂加到溶胶-凝胶组合物的其余成分中。合适的高剪切搅拌器可从许多商业来源获得。一旦完全胶凝,溶胶-凝胶混合物的粘度就抑制脱模剂的相本体分离(例如,以在溶胶-凝胶组合物的表面上形成层)。

[0064] 用溶胶-凝胶组合物填充模具腔体的至少一些后,将模具置于烘箱中并在足够的温度下加热足够的时间,以移除大部分液体载体,或移除甚至使干燥后的溶胶-凝胶组合物具有足够流动阻力和内聚强度(可将组合物与模具分离并进行处理的内聚强度)的足够的液体载体。有利地,将液体载体以快速蒸发速率移除。在一些实施例中,通过蒸发移除液体载体在高于构成液体载体的挥发性组分的沸点的温度下进行。干燥温度的上限通常取决于制成模具的材料。就聚丙烯模具而言,温度应当低于该塑料的熔点。

[0065] 在包括约40%至50%固体的水性溶胶-凝胶组合物和聚丙烯模具的实施例中,干燥温度可在约90℃与约165℃、或约105℃与约150℃、或约105℃与约120℃之间。

[0066] 在一些实施例中,在至少部分地干燥溶胶-凝胶组合物以提供成形陶瓷前体粒子后,通常将成形陶瓷前体粒子从模具腔体中移除,但需要时也可以通过燃烧而烧掉模具(例如,在煅烧期间)。在其它实施例中,可在干燥前将溶胶-凝胶组合物从模具腔体中移除。可通过使用以下工艺单独地或组合地从模具上的模具腔体中移除溶胶-凝胶组合物和/或成

形陶瓷前体粒子:通过重力、振动、超声振动、真空或压缩空气将这些粒子从模具腔体移除。

[0067] 图2A和2B显示了根据本发明的示例性成形陶瓷前体粒子。现在参见图2A和2B,成形陶瓷前体粒子200由具有多个沿着共同的边缘230接合的面220的表面210界定。表面210在表面210的一部分或全部上包括空隙240。空隙240包括中空椭圆形部分(例如,如同它们通过半球状冰淇淋勺被舀出)。暴露面222具有空隙240的第一密度(即,空隙开口445在暴露面222中的面积除以暴露面222的总面积)。模具面224具有空隙240的第二密度(即,空隙开口245在模具面224中的面积除以模具面224的总面积)。

[0068] 成形陶瓷前体粒子还可以在模具之外进行干燥。如果将溶胶-凝胶组合物在模具中干燥至所需程度,则不需要此额外的干燥步骤。然而,在某些情况下,采用此附加的干燥步骤来使溶胶-凝胶组合物在模具的模具腔体中的停留时间减至最小可能是经济的。通常,将成形磨料前体粒子在50℃至160℃的温度下、或更典型地在120℃至150℃的温度下干燥10秒至120分钟或1至10分钟,但也可以使用其他条件。

[0069] 不受理论的束缚,据信,空隙由作为液滴迁移到表面的油产生,并且向暴露表面的优先迁移受溶胶-凝胶组合物/空气界面驱动。

[0070] 在其中陶瓷成形磨粒由根据本发明的方法形成的实施例中,暴露面222或暴露面322对应于溶胶-凝胶组合物置于模具腔体中时的暴露面(即,不是靠着模具腔体壁形成的面),而模具面224或模具面324对应于模具腔体内的模具表面(即,靠着模具腔体壁形成的面)。在一些实施例中,第一和第二面可以彼此接触。在其它实施例中,第一和第二面不彼此接触(例如,它们可通过邻接面彼此分开,例如,就顶面和底面而言)。这些面的任一者或全部可以为平面的、凹陷的、凸起的或它们的组合。陶瓷成形磨粒可具有选自棱锥、截棱锥、棱柱和它们的组合的形状。

[0071] 在此阶段,成形陶瓷前体粒子通常在粒子内部含有油滴。在进一步加热时,油滴蒸发,在所得的陶瓷成形磨粒的内部留下椭圆形腔体。

[0072] 任选地,可对成形陶瓷前体粒子进行煅烧,以提供经煅烧的成形陶瓷前体粒子;在煅烧期间,基本上所有的挥发性物质都被去除,并且存在于陶瓷前体中的各种组分转化成金属氧化物。通常将成形磨料前体粒子加热到400℃至800℃的温度,并保持在该温度范围内,直到去除游离水和90重量%以上的任何所结合的挥发性物质为止。在任选步骤中,可能需要用注入法引入改性添加剂。可通过注入将水溶性盐引入经煅烧的成形磨料前体粒子的孔。然后,再次对成形磨料前体粒子进行煅烧。该可选步骤在美国专利No.5,164,348(Wood)中有进一步描述。

[0073] 可对成形陶瓷前体粒子和/或经煅烧的成形陶瓷前体粒子进行烧结,以提供陶瓷成形磨粒。在烧结之前,经煅烧的成形磨料前体粒子并未完全致密化,并因此缺乏用作成形磨粒所需的硬度。烧结通过以下方式发生:将经煅烧的成形磨料前体粒子加热到约1,000℃至约1,650℃的温度,并将它们保持在该温度范围内,直到基本上所有的陶瓷前体材料均转化成陶瓷材料为止。例如,可将一水合 α 氧化铝(或等同物)转化成 α 氧化铝,并将孔隙度降低到低于15体积%。为了实现此转化程度,经煅烧的成形磨料前体粒子在烧结温度下必须暴露的时间长度取决于多种因素,但通常为5秒至48小时。

[0074] 在另一个实施例中,烧结步骤的持续时间在1分钟至90分钟的范围内。烧结之后,所得的陶瓷成形磨粒可具有10GPa(吉帕斯卡)、16GPa、18GPa、20GPa或更大的维氏硬度。

[0075] 任选地在煅烧后进行烧结,成形陶瓷前体粒子产生相应的陶瓷成形磨粒。烧结后,可存在于成形陶瓷前体粒子中的任何脱模剂均被烧掉。

[0076] 图3A和3B显示了根据本发明的示例性陶瓷成形磨粒。现在参见图3A和3B,陶瓷成形磨粒300由具有多个沿着共同的边缘330接合的面320的表面310界定。表面310在表面310的一部分或全部上包括空隙340。空隙340包括中空椭圆形部分(例如,如同它们通过半球状冰淇淋勺被舀出)。暴露面322具有空隙340的第一密度(即,空隙开口345在暴露面322中的面积除以暴露面322的总面积)。模具面324具有空隙340的第二密度(即,空隙开口345在模具面324中的面积除以模具面324的总面积)。

[0077] 可使用其他步骤来改变所述的工艺,诸如将材料从煅烧温度快速加热到烧结温度,离心溶胶-凝胶组合物以除去油泥和其他垃圾。此外,如果需要,则可以通过组合这些工艺步骤中的两个或更多个来改变该工艺。可以用来改变本发明的工艺的常规工艺步骤在美国专利No.4,314,827(Leitheiser)中有更完整的描述。另外,陶瓷成形磨粒可在一个面上具有凹槽,如美国专利申请公布No.2010/0146867A1(Boden等人)中所述。凹槽由在模具腔体底部表面中的多个脊形成,并可使得更容易地从模具中移除成形磨料前体粒子。有关制备陶瓷成形磨粒的方法的更多信息在美国专利申请公布No.2009/0165394A1(Culler等人)中有所公开。

[0078] 在一些实施例中,陶瓷成形磨粒包含 α 氧化铝。在那些实施例及其它实施例中,陶瓷成形磨粒可具有至少3.8、至少3.85或甚至至少3.9克/立方厘米的真密度。

[0079] 在其中陶瓷成形磨粒由根据本发明的方法形成的实施例中,暴露面222或暴露面322对应于溶胶-凝胶组合物置于模具腔体中时的暴露面(即,不是靠着模具腔体壁形成的面),而模具面224或模具面324对应于模具腔体内的模具表面(即,靠着模具腔体壁形成的面)。在一些实施例中,第一和第二面可以彼此接触。在其它实施例中,第一和第二面不彼此接触(例如,它们可通过邻接面彼此分开,例如,就顶面和底面而言)。这些面的任一者或全部可以为平面的、凹陷的、凸起的或它们的组合。陶瓷成形磨粒可具有选自棱锥、截棱锥、棱柱和它们的组合的形状。

[0080] 在一些实施例中,陶瓷成形磨料前体粒子和/或陶瓷成形磨粒的空隙具有约1.2微米至约2.0微米或约1.5微米至约1.7微米范围内的平均弗雷特直径。

[0081] 根据本发明的陶瓷成形磨粒可掺入磨料制品中,或以松散形式使用。使用前,磨粒通常按给定的粒度分布进行分级。此类分布通常涉及粒度大小的范围,如从粗粒到细粒。在磨料领域中,此范围有时是指“粗粒(coarse)”、“基本粒(control)”和“细粒(fine)”所占比例。根据磨料行业公认的分级标准分级的磨粒将每一个标称等级的粒度分布规定在若干数值范围内。此类行业公认的分级标准(即磨料行业规定的标称等级)包括如下已知标准:美国国家标准协会(ANSI)的标准、欧洲研磨产品制造商联合会(FEPA)的标准,和日本工业标准(JIS)的标准。

[0082] ANSI等级标号(即规定的标称等级)包括:ANSI4、ANSI6、ANSI8、ANSI16、ANSI24、ANSI36、ANSI40、ANSI50、ANSI60、ANSI80、ANSI100、ANSI120、ANSI150、ANSI180、ANSI220、ANSI240、ANSI280、ANSI320、ANSI360、ANSI400和ANSI600。FEPA粒级标号包括:P8、P12、P16、P24、P36、P40、P50、P60、P80、P100、P120、P150、P180、P220、P320、P400、P500、P600、P800、P1000和P1200。JIS粒级标号包括:JIS8、JIS12、JIS16、JIS24、JIS36、JIS46、JIS54、JIS60、

JIS80、JIS100、JIS150、JIS180、JIS220、JIS240、JIS280、JIS320、JIS360、JIS400、JIS600、JIS800、JIS1000、JIS1500、JIS2500、JIS4000、JIS6000、JIS8000和JIS10,000。

[0083] 或者,可利用符合ASTM E-11“Standard Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes”(用于测试目的的筛布和筛的标准规格)的美国标准试验筛将陶瓷成形磨粒分级成标称筛分等级。ASTM E-11规定了试验筛的设计和构造需求,所述试验筛利用安装在框架中的织造筛布为介质根据指定的粒度对材料进行分类。典型标号可以表示为-18+20,其意指陶瓷成形磨粒可通过符合ASTM E-11规范的18目试验筛,并且保留在符合ASTM E-11规范的20目试验筛上。在一些实施例中,陶瓷成形磨粒具有这样的粒度:使得大多数粒子通过18目试验筛并且可保留在20目、25目、30目、35目、40目、45目或50目试验筛上。在多个实施例中,陶瓷成形磨粒可具有的标称筛分等级包括:-18+20、-20+25、-25+30、-30+35、-35+40、-40+45、-45+50、-50+60、-60+70、-70+80、-80+100、-100+120、-120+140、-140+170、-170+200、-200+230、-230+270、-270+325、-325+400、-400+450、-450+500或-500+635。在一些实施例中,陶瓷成形磨粒具有小于25毫米、小于15毫米或小于5毫米的粒度。

[0084] 如果需要,具有磨料行业规定的标称等级或标称筛分等级的陶瓷成形磨粒可与其他已知的磨粒或非磨粒混合。在一些实施例中,基于多个磨粒的总重量计,至少5重量%、10重量%、15重量%、20重量%、25重量%、30重量%、35重量%、40重量%、45重量%、50重量%、55重量%、60重量%、65重量%、70重量%、75重量%、80重量%、85重量%、90重量%、95重量%或甚至100重量%的具有磨料行业规定的标称等级或标称筛分等级的多个磨粒是根据本发明的陶瓷成形磨粒。

[0085] 适于与陶瓷成形磨粒混合的粒子包括常规磨料颗粒、稀释剂颗粒或易蚀性团聚体,诸如在美国专利No.4,799,939(Markhoff-Matheny等人)和5,078,753(Broberg等人)中所述的那些。常规磨料颗粒的代表性例子包括熔融氧化铝、碳化硅、石榴石、熔融氧化铝-氧化锆、立方晶型氮化硼、金刚石等。稀释剂颗粒的代表性例子包括大理石、石膏和玻璃。不同地成形的陶瓷成形磨粒的共混物可用于本发明的制品。

[0086] 陶瓷成形磨粒还可以具有表面涂层。已知表面涂层可改善磨料制品中磨料颗粒与粘结剂之间的粘附力,或可用于辅助陶瓷成形磨粒的静电沉积。此类表面涂层在美国专利No.5,213,591(Celikkaya等人)、5,011,508(Wald等人)、1,910,444(Nicholson)、3,041,156(Rowse等人)、5,009,675(Kunz等人)、5,085,671(Martin等人)、4,997,461(Markhoff-Matheny等人)、和5,042,991(Kunz)中有所描述。另外,该表面涂层可以防止成形磨粒封堵。“封堵”这一术语用来描述来自正在研磨的工件的金属粒子被焊接到成形磨粒顶部的现象。具有上述功能的表面涂层对本领域的技术人员而言是已知的。

[0087] 通过以下非限制性实例进一步说明本发明的目的和优点,但这些实例中所述的具体材料及其用量,以及其他条件和细节不应视为对本发明进行不当限定。

[0088] 实例

[0089] 除非另外指明,否则在实例及本说明书的其余部分中的所有份数、百分数、比率等均为以重量计。

[0090] 实例1

[0091] 一种氧化铝溶胶的制备是通过在高剪切搅拌器(加利福尼亚州阿德尔托的Scott

Turbon搅拌器(Scott Turbon Mixer, Adelanto, California))中在1601RPM的操作条件下将2316克去离子水与66克硝酸结合起来。将1600克一水合氧化铝(以DISPERAL得自德克萨斯州休斯顿宝索北美公司(Sasol North America, Houston, Texas))经一分钟加入。5分钟后,将另外6克硝酸加入,混合七分钟后,将12克花生油(以PEANUT OIL, N.F.得自纽约长岛谷溪阿尔诺石油公司(Alnor Oil Company, Valley Stream, New York))(水软铝石的理论氧化物重量的0.88%)加入混合物中,掺混2分钟。批量为4000克。使所得的组合物在使用前胶凝并老化24小时,从而提供溶胶-凝胶组合物。

[0092] 使用5英寸(13cm)宽的不锈钢油灰刀迫使溶胶-凝胶组合物进入微复制模具的腔体。模具为9英寸×13英寸(23cm×33cm)的聚丙烯件,具有三角形模具腔体(110密耳(2.8mm)每条边×28密耳(0.7mm)深)。侧壁模具面与底部模具面之间的拔模角为98度。模具被制造成使得其50%的模具腔体具有从模具腔体底部表面升起的8条平行脊,这些脊以90度角与三角形的一边相交,而其余的模具腔体具有平滑的底部模具腔体表面。这些平行的脊的间距为0.277mm,并且这些脊的横截面为三角形,该三角形的高为0.0127mm、在顶点处每条脊的边之间的角度为45度。通过油灰刀将多余的溶胶-凝胶组合物小心地从模具中移除。随后将带涂层的模具在45℃下放置到空气对流烘箱中1.5小时以移除水分,并将溶胶-凝胶组合物干燥为成形粒子。在超声聚能器的协助下将粒子从模具中移除。将含有0.75%花生油的成形磨料前体粒子在大约650℃下煅烧(15分钟),然后用以下浓度(以氧化物记录)的混合硝酸盐溶液饱和:1.0%MgO、1.2%Y₂O₃、4.0%La₂O₃和0.05%CoO。去除过量的硝酸盐溶液,使饱和的成形磨料前体粒子干燥,然后在650℃下再次煅烧粒子(15分钟),并在大约1400℃下烧结(5分钟)。煅烧和烧结均采用管式回转炉进行。评估所得的成形粒子的体密度和真密度。体密度根据ANSI B74.4-1992“Procedure for Bulk Density of Abrasive Grains”(磨料颗粒体密度测定工序)测量。真密度使用Micromeritics ACCUPYC1330氦比重仪(乔治亚州诺克斯麦克默瑞提克仪器公司(Micromeritics Instrument Corporation, Norcross, Georgia))测量。

[0093] 比较例A

[0094] 除了不添加花生油外,与实例7相同地制备了比较例A。基本上所有的粒子都在模具腔体中干燥时破碎,但成功地从模具中脱离。

[0095] 实例2-11

[0096] 除了如表1所示将不同量的花生油掺入外,如实例1制备了实例2-12。

[0097] 比较例B

[0098] 利用下列配方制备了水软铝石溶胶-凝胶:将商标名称为“DISPERAL”的一水合氧化铝粉末(1600份)通过高剪切搅拌法分散在包含水(2400份)和70%硝酸水溶液(72份)的溶液中,持续11分钟。在涂布前,将所得溶胶-凝胶老化至少一小时。迫使溶胶-凝胶进入具有三角形模具腔体(深28密耳(0.71mm),每条边110密耳(2.79mm))的模具中。模具腔体的侧壁与底部之间的拔模角为98度。模具被制造成使得其50%的模具腔体具有从模具腔体底部表面升起的8条平行脊,这些脊以90度角与三角形的一边相交,而其余的模具腔体具有平滑的底部表面。这些平行的脊的间距为0.277mm,并且这些脊的横截面为三角形,该三角形的高为0.0127mm、在顶点处每一条脊的边之间的角度为45度,如在美国专利申请公布No.2010/0146867A1(Boden等人)中有所描述。

[0099] 用油灰刀迫使溶胶-凝胶进入模具腔体,使得完全填充模具的开口。使用脱模剂(0.2%的花生油的甲醇溶液)涂布模具,其中约 $0.5\text{mg}/\text{in}^2$ ($0.08\text{mg}/\text{cm}^2$)的花生油被施加到模具上。通过将模具的薄片置于空气对流烘箱中在 45°C 下持续5分钟而除去过量的甲醇。将涂布了溶胶-凝胶的模具置于空气对流烘箱中在 45°C 下持续至少45分钟,以进行干燥。通过使前体成形磨粒在超声聚能器的上方通过而将其从模具移除。将前体成形磨粒在大约 650°C 下煅烧,然后用以下浓度(以氧化物记录)的混合硝酸盐溶液饱和:各自均为1.8%的 MgO 、 Y_2O_3 、 Nd_2O_3 和 La_2O_3 。去除过量的硝酸盐溶液,并使饱和的带开口的前体成形磨粒干燥,然后在 650°C 下再次煅烧粒子,并在大约 1400°C 下烧结。煅烧和烧结均采用管式回转炉进行。

[0100] 实例1-11以及比较例A和B的组成和/或密度记录在表1(下文)中。

[0101] 表1

[0102]

实例	花生油, 按一水合氧化铝的重量的百分比计	花生油, 按一水合氧化铝的理论氧化物重量的百分比计算	体密度, 克/立方厘米	真密度, 克/立方厘米
比较例 A	0	0	1.5	3.965
比较例 B	0	0, 施加到模具的油	1.82	3.9635
2	0.1	0.1	1.71	3.9662
3	0.2	0.2	1.69	3.9551
4	0.3	0.4	1.66	3.9544
5	0.4	0.5	1.73	3.9505
6	0.5	0.6	1.77	3.9445
7	0.65	0.76	1.77	3.9354
1	0.75	0.88	1.83	3.9292
8	0.85	1.0	1.74	3.9074
9	1.0	1.2	1.77	3.8883
10	1.5	1.8	1.81	3.8745
11	2.0	2.4	1.81	3.8161

[0103] 对于实例1至11,成形磨粒前体无需单独向模具施加的脱模剂而容易地从其各自的模具腔体中脱离。从表1中显而易见的是,将增加量的花生油引入溶胶-凝胶组合物导致了体密度的增加(至少部分地由于焙烧时粒子收缩的增加)和真密度的降低(由于引入了孔隙度)。

[0104] X射线衍射确认了在实例2-11中制得的陶瓷成形磨粒主要为具有可检测量的铝酸镁镧的金刚砂。这是这种材料典型的且为预期的焙烧化学。

[0105] 实例12

[0106] 除了以一水合氧化铝的重量的2.75%的量(理论氧化物重量的3.24%)包含花生油外,如实例1制备了实例12。图4A和4B分别显示了所得的陶瓷成形磨粒的顶部(暴露)表面和底部(模具)表面。这些显微照片显示了两个面上空隙的非均匀分布,其中图4A显示了与图4B相比至少10倍的空隙数。

[0107] 实例13

[0108] 使用JEOL7600F场发射扫描电镜(得自日本东京日本电子株式会社(JEOL Ltd.,

Tokyo, Japan))在2,000倍下使用背散射电子,对根据实例7(即,花生油以一水合氧化铝的重量的0.65%的量存在)制备的十个陶瓷成形磨粒(即,焙烧的)暴露面(对应于模具腔体外部开口)和底部模具面(与暴露的外表面相对)独立地成像。由于相对高的放大倍数,在每个粒子上选择随机区域。随后使用ImageJ图像分析软件对图像进行分析。数据通过以下方式获得:手动测量各个暴露空隙的面积并将这些单孔面积测量值合并以得到每张图像的总空隙面积,然后将该值除以总视野面积,最终得到十个暴露面和十个模具面每一个的“被孔隙覆盖的面积百分比”。每个面被空隙占据的表面积百分比如下:暴露面-平均值=0.72%,标准偏差=0.50%;和模具面-平均值=0.16%,标准偏差=0.14%。

[0109] 实例14

[0110] 除了用椰子油代替花生油并将椰子油在45℃的烘箱中加热直到在与其组分合并前为液体外,工序与实例7的工序相同。

[0111] 实例15

[0112] 将金属筛网用于本实例。金属筛网为22密耳(0.56mm)厚,并具有等边三角形开口(每条边0.110英寸(2.8mm))。使用油灰刀将如实例1中制备的溶胶-凝胶组合物施加到金属筛网上,从而填充筛网中的开口。立即移除筛网,将样品在45℃下干燥15分钟。

[0113] 实例16

[0114] 除了以下方面外,重复实例15:在使用塑料刮板施加溶胶-凝胶时将金属筛网保持竖直;同时研磨掉筛网两侧上的多余溶胶-凝胶;将溶胶-凝胶涂布的金属筛网在45℃下干燥15分钟;以及粒子在干燥期间从筛网落入收集盘。

[0115] 实例17

[0116] 使用JEOL7600F场发射扫描电镜在2,000倍下使用背散射电子,对十个陶瓷成形磨料前体(即,未焙烧的)粒子的暴露面(对应于模具腔体外部开口)和底部模具面(与暴露的外表面相对)独立地成像。除了不对粒子进行焙烧并且花生油的含量为一水合氧化铝的重量的2.5%(理论氧化物重量的2.9%)外,根据实例1制备了粒子。由于相对高的放大倍数,在每个粒子上选择随机区域。随后使用ImageJ图像分析软件对图像进行分析。数据通过以下方式获得:手动测量各个暴露空隙的面积并将这些单孔面积测量值合并以得到每张图像的总空隙面积,然后将该值除以总视野面积,最终得到十个暴露面和十个模具面每一个的“被孔隙覆盖的面积百分比”。每个面被空隙占据的表面积百分比如下:暴露面-平均值=6.5%,标准偏差=1.7%;和模具面-平均值=0.8%,标准偏差=0.4%。

[0117] 实例18

[0118] 使用JEOL7600F场发射扫描电镜在2,000倍下使用背散射电子,对十个陶瓷成形磨料(即,焙烧的)粒子的暴露面(对应于模具腔体外部开口)和底部模具面(与暴露的外表面相对)独立地成像。除了花生油的含量为一水合氧化铝的重量的2.5%(理论氧化物重量的2.9%)外,根据实例1制备了粒子。由于相对高的放大倍数,在每个粒子上选择随机区域。随后使用ImageJ图像分析软件对图像进行分析。数据通过以下方式获得:人工测量各个暴露空隙的面积并将这些单孔面积测量值合并以得到每张图像的总空隙面积,然后将该值除以总视野面积,最终得到十个暴露面和十个模具面每一个的“被孔隙覆盖的面积百分比”。每个面被空隙占据的表面积百分比如下:暴露面-平均值=6.04%,标准偏差=2.21%;和模具面-平均值=0.24%,标准偏差=0.18%。暴露面上的空隙的平均弗雷特直径为1.57微米,标准

偏差=0.79微米,而模具面上的空隙的平均弗雷特直径为1.64微米,标准偏差=0.72微米。

[0119] 实例19

[0120] 使用JEOL7600F场发射扫描电镜在2,000倍下使用背散射电子,对十个陶瓷成形磨粒(焙烧的)的暴露面(对应于模具腔体外部开口)和底部模具面(与暴露的外表面相对)独立地成像。根据实例2(即,花生油以一水合氧化铝的重量的0.1%的量存在)制备了粒子。由于相对高的放大倍数,在每个粒子上选择随机区域。随后使用ImageJ图像分析软件对图像进行分析。数据通过以下方式获得:手动测量各个暴露空隙的面积并将这些单孔面积测量值合并以得到每张图像的总空隙面积,然后将该值除以总视野面积,最终得到十个暴露面和十个模具面每一个的“被孔隙覆盖的面积百分比”。每个面被空隙占据的表面积百分比如下:暴露面-平均值=0.11%,标准偏差=0.08%;和模具面-平均值=0.04%,标准偏差=0.04%。

[0121] 本发明的精选实施例

[0122] 在第一实施例中,本发明提供制备成形陶瓷前体粒子的方法,该方法包括:

[0123] 提供具有多个模具腔体的模具,其中每个模具腔体由沿着共同的边缘接合的多个面界定;

[0124] 将模具腔体中的至少一些填充溶胶-凝胶组合物,该溶胶-凝胶组合物包含液体载体和陶瓷前体,该液体载体包含挥发性组分和分散在整个挥发性组分中的脱模剂;

[0125] 从溶胶-凝胶组合物中除去挥发性组分的至少一部分,而溶胶-凝胶组合物驻留在模具腔体中,从而提供成形陶瓷前体粒子。

[0126] 在第二实施例中,本发明提供根据第一实施例的制备成形陶瓷前体粒子的方法,还包括将成形陶瓷前体粒子与模具分离。

[0127] 在第三实施例中,本发明提供制备陶瓷成形磨粒的方法,该方法包括:

[0128] 根据第一或第二实施例的方法制备成形陶瓷前体粒子;以及

[0129] 烧结成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供陶瓷成形磨粒。

[0130] 在第四实施例中,本发明提供制备陶瓷成形磨粒的方法,该方法包括:

[0131] 根据第一至第三实施例中任一项的方法制备成形陶瓷前体粒子;

[0132] 煅烧所述的成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供经煅烧的成形陶瓷前体粒子;以及

[0133] 烧结经煅烧的成形陶瓷前体粒子的至少一部分以提供陶瓷成形磨粒。

[0134] 在第五实施例中,本发明提供根据第三或第四实施例的方法,其中陶瓷成形磨粒包含 α 氧化铝。

[0135] 在第六实施例中,本发明提供根据第三至第五实施例中任一项的方法,其中陶瓷成形磨粒具有磨料行业规定的标称等级。

[0136] 在第七实施例中,本发明提供根据第三至第六实施例中任一项的方法,其中陶瓷成形磨粒具有小于5毫米的粒度。

[0137] 在第八实施例中,本发明提供根据第三至第七实施例中任一项的方法,其中陶瓷成形磨粒具有至少3.8克/立方厘米的真密度。

[0138] 在第九实施例中,本发明提供根据第一至第八实施例中任一项的方法,其中脱模剂包括油。

[0139] 在第十实施例中,本发明提供根据第一至第九实施例中任一项的方法,其中脱模

剂以陶瓷前体的理论氧化物重量的0.08%至4.25%的量包含在溶胶-凝胶组合物中。

[0140] 在第十一实施例中,本发明提供根据第一至第十实施例中任一项的方法,其中陶瓷前体包括 α 氧化铝前体。

[0141] 在第十二实施例中,本发明提供包含液体载体和陶瓷前体的溶胶-凝胶组合物,该液体载体包含挥发性组分和分散在整个挥发性组分中的油,其中该溶胶-凝胶组合物包含溶胶-凝胶。

[0142] 在第十三实施例中,本发明提供根据第十二实施例的溶胶-凝胶组合物,其中脱模剂包括油。

[0143] 在第十四实施例中,本发明提供根据第十二或第十三实施例的溶胶-凝胶组合物,其中脱模剂以陶瓷前体的理论氧化物重量的0.08%至4.25%的量包含在溶胶-凝胶组合物中。

[0144] 在第十五实施例中,本发明提供根据第十二至第十四实施例中任一项的溶胶-凝胶组合物,其中陶瓷前体包括 α 氧化铝前体。

[0145] 在第十六实施例中,本发明提供成形陶瓷前体粒子,其中每个成形陶瓷前体粒子包含陶瓷前体并由具有沿着共同的边缘接合的多个面的表面界定,其中该表面在其至少一部分上具有空隙,其中该空隙被成形为中空椭圆形部分,其中所述多个面包括:

[0146] 在其上具有空隙的一部分的暴露面,其中该暴露面具有空隙的第一密度;和

[0147] 面积小于暴露面的模具面,其中该模具面在其上具有空隙的一部分,其中该模具面具有空隙的第二密度,并且其中空隙的第一密度大于空隙的第二密度。

[0148] 在第十七实施例中,本发明提供根据第十六实施例的陶瓷成形磨粒,其中暴露面与模具面相对。

[0149] 在第十八实施例中,本发明提供成形陶瓷前体粒子,其中每个成形陶瓷前体粒子包含陶瓷前体并由具有沿着共同的边缘接合的多个面的表面界定,其中该表面在其至少一部分上具有空隙,其中该空隙被成形为中空椭圆形部分,其中所述多个面包括:

[0150] 在其上具有空隙的一部分的暴露面,其中该暴露面具有空隙的第一密度;和

[0151] 模具面,其中该模具面在其上具有空隙的一部分,其中该模具面具有空隙的第二密度,并且其中空隙的第一密度大于空隙的第二密度。

[0152] 在第十九实施例中,本发明提供根据第十八实施例的陶瓷成形磨粒,其中暴露面与模具面相对。

[0153] 在第二十实施例中,本发明提供陶瓷成形磨粒,其中每个陶瓷成形磨粒包含陶瓷材料并由具有沿着共同的边缘接合的多个面的表面界定,其中该表面在其至少一部分上具有空隙,其中该空隙被成形为中空椭圆形部分,其中所述多个面包括:

[0154] 在其上具有空隙的一部分的暴露面,其中该暴露面具有空隙的第一密度;和

[0155] 面积小于暴露面的模具面,其中该模具面在其上具有空隙的一部分,其中该模具面具有空隙的第二密度,并且其中空隙的第一密度大于空隙的第二密度。

[0156] 在第二十一实施例中,本发明提供根据第二十实施例的陶瓷成形磨粒,其中暴露面与模具面相对。

[0157] 在第二十二实施例中,本发明提供陶瓷成形磨粒,其中每个陶瓷成形磨粒包含陶瓷材料并由具有沿着共同的边缘接合的多个面的表面界定,其中该表面在其至少一部分上

具有空隙,其中该空隙被成形为中空椭圆形部分,其中所述多个面包括:

[0158] 在其上具有空隙的一部分的暴露面,其中该暴露面具有空隙的第一密度;和

[0159] 模具面,其中该模具面在其上具有空隙的一部分,其中该模具面具有空隙的第二密度,并且其中空隙的第一密度大于空隙的第二密度。

[0160] 在第二十三实施例中,本发明提供根据第二十二实施例的成形陶瓷前体粒子,其中暴露面与模具面相对。

[0161] 在第二十四实施例中,本发明提供根据第二十至第二十三实施例中任一项的陶瓷成形磨粒,其中陶瓷成形磨粒具有磨料行业规定的标称等级。

[0162] 在第二十五实施例中,本发明提供根据第二十至第二十四实施例中任一项的陶瓷成形磨粒,其中陶瓷成形磨粒具有小于5毫米的粒度。

[0163] 在第二十六实施例中,本发明提供根据第二十至第二十五实施例中任一项的陶瓷成形磨粒,其中陶瓷成形磨粒包含 α 氧化铝。

[0164] 在第二十七实施例中,本发明提供根据第二十至第二十六实施例中任一项的陶瓷成形磨粒,其中陶瓷成形磨粒具有至少3.8克/立方厘米的真密度。

[0165] 除非具体排除在外,否则上文引用的所有专利和专利出版物均以引用方式并入本文。在不脱离本发明的范围和精神的前提下,本领域的技术人员可对本发明进行各种修改和更改,并且应当理解,本发明不应不当地受限于本文所述的示例性实施例。

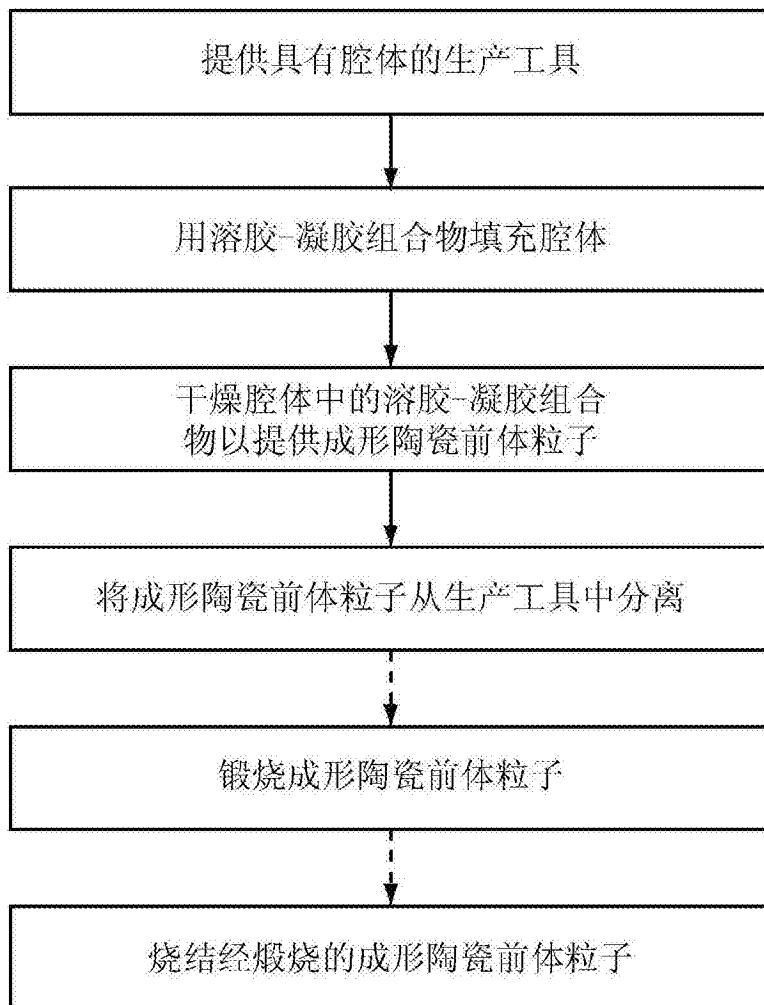


图1

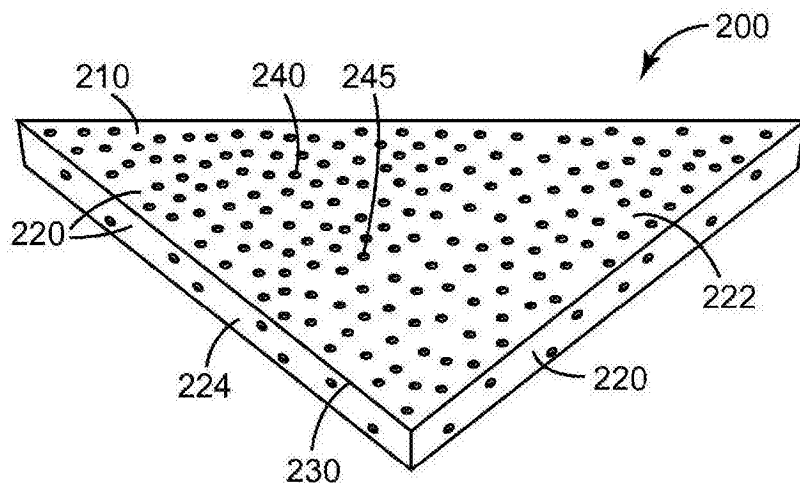


图2A

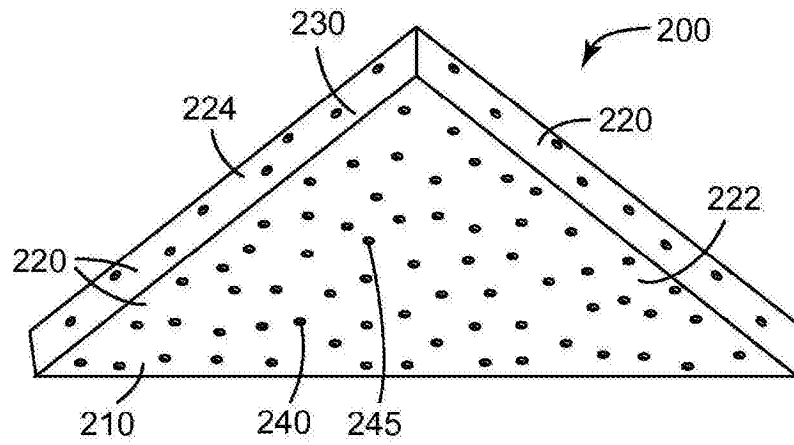


图2B

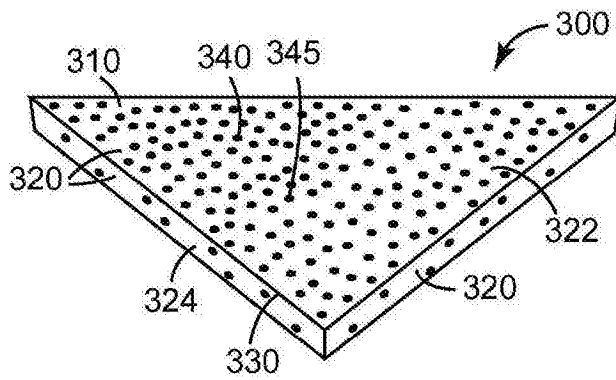


图3A

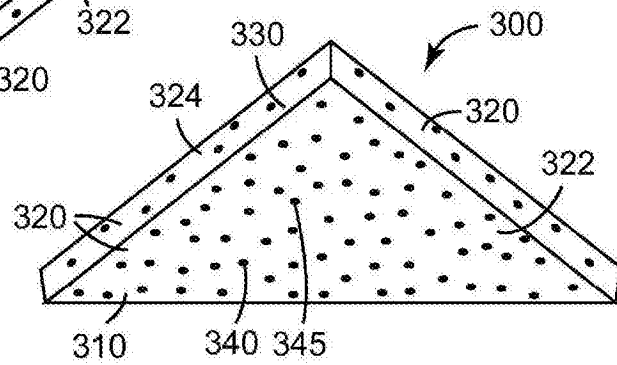


图3B

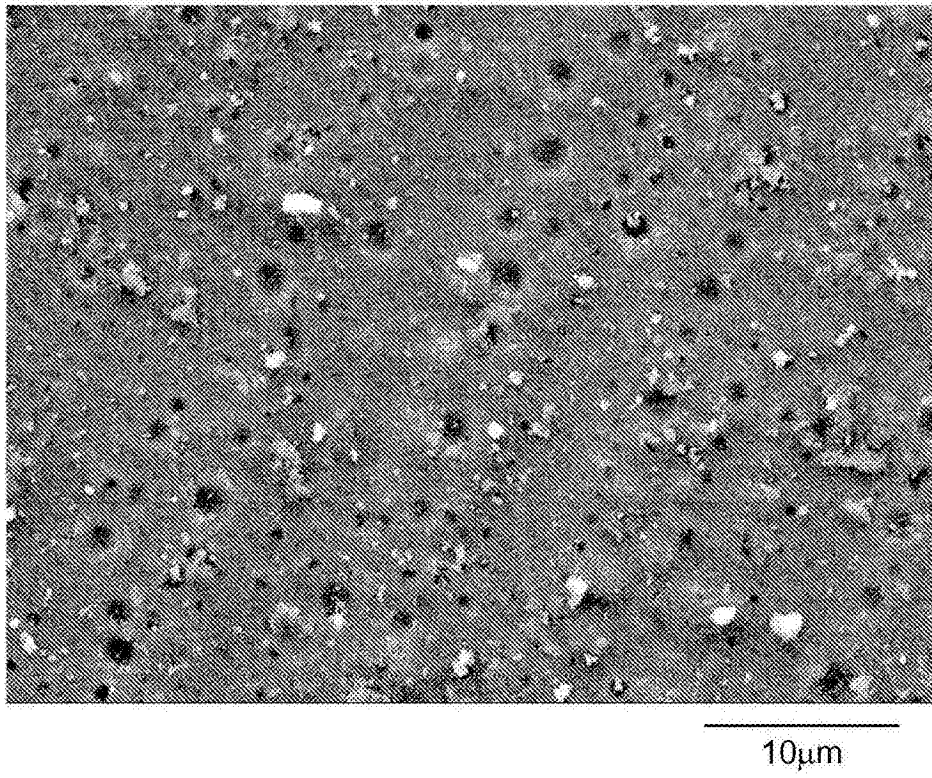


图4A

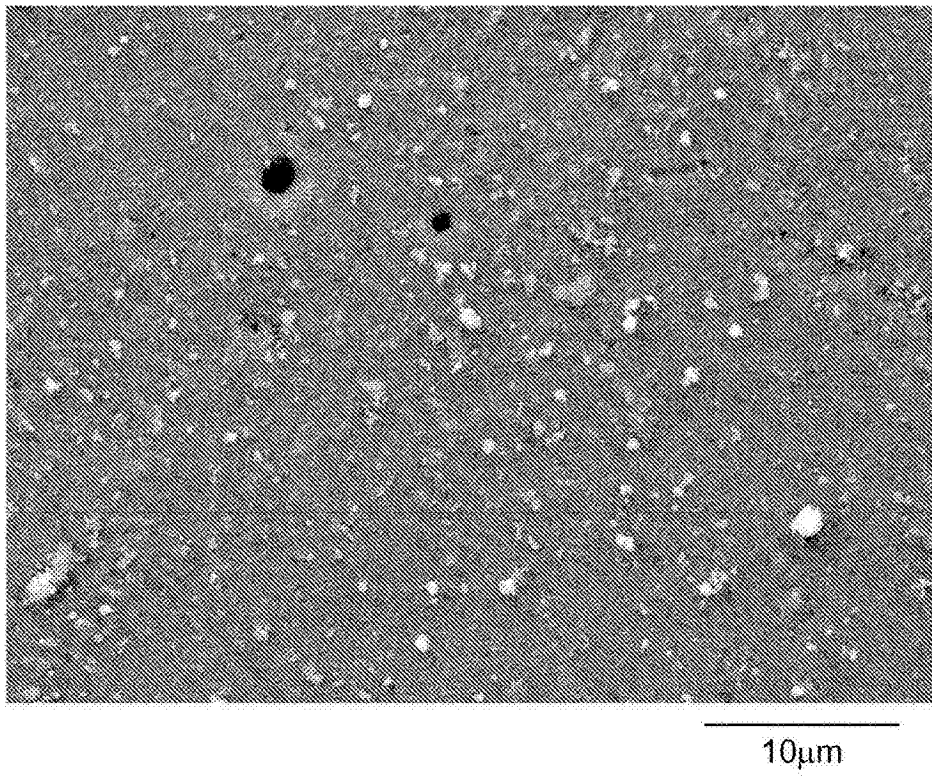


图4B