



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。 Int. Cl.

C03C 3/12 (2006.01)

C03C 10/00 (2006.01)

C03C 3/14 (2006.01)

C03C 3/155 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2007-0015364

(43) 공개일자 2007년02월02일

(21) 출원번호 10-2006-7007342

(22) 출원일자 2006년04월17일

심사청구일자 없음

번역문 제출일자 2006년04월17일

(86) 국제출원번호 PCT/US2004/021603

(87) 국제공개번호 WO 2005/035458

국제출원일자 2004년07월06일

국제공개일자 2005년04월21일

(30) 우선권주장 10/666,615 2003년09월18일 미국(US)

(71) 출원인 쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터

(72) 발명자 로센플란츠, 아나톨리, 지.
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427

(74) 대리인 장수길
김영

전체 청구항 수 : 총 55 항

(54) A l 2 O 3, R E O, Z r O 2 및(또는) H f O 2 및 N b 2 O 5 및(또는) T a 2 O 5를 포함하는 세라믹 제조 방법

(57) 요약

Al₂O₃, REO, ZrO₂ 또는 HfO₂ 중 하나 이상 및 Nb₂O₅ 또는 Ta₂O₅ 중 하나 이상을 포함하는 유리-세라믹 제조 방법. 본 발명에 따른 유리-세라믹을 제조하거나, 유리 비드, 물품(예를 들면, 판), 섬유, 입자 및 얇은 코팅으로서 형성하거나 이들로 전환시킬 수 있다. 본 발명에 따른 유리-세라믹 입자의 일부 실시양태는 연마 입자로서 특히 유용할 수 있다.

대표도

도 1

특허청구의 범위

청구항 1.

유리의 총 중량을 기준으로 35 중량% 이상의 Al_2O_3 , REO, ZrO_2 또는 HfO_2 중 하나 이상, 및 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상을 포함하는 유리를 열처리하여 유리의 일부 이상을 결정성 세라믹으로 전환시키고 유리-세라믹을 제공하는 것을 포함하며, 여기서 유리는 유리의 총 중량을 기준으로 집합적으로 As_2O_3 , B_2O_3 , GeO_2 , P_2O_5 , SiO_2 , TeO_2 및 V_2O_5 를 10 중량% 이하 함유하고, Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상은 Nb_2O_5 및 Ta_2O_5 를 함유하지 않는 동일한 유리를 동일한 방식으로 열처리함으로써 제조된 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 또는 결정성 HfO_2 중 하나 이상의 형성율을 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 유리-세라믹 제조 방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 상기 유리가 ZrO_2 를 포함하고, Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성율을 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 3.

제 2 항에 있어서, 상기 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성율을 1.5배 이상 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 4.

제 2 항에 있어서, 상기 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성율을 2배 이상 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 5.

제 2 항에 있어서, 상기 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성율을 3배 이상 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 6.

제 2 항에 있어서, 상기 유리가 유리의 총 중량을 기준으로 50 중량% 이상의 Al_2O_3 를 포함하는 것인 방법.

청구항 7.

제 2 항에 있어서, 상기 유리가 유리의 총 중량을 기준으로 15 중량% 이상의 ZrO_2 를 포함하는 것인 방법.

청구항 8.

제 2 항에 있어서, 상기 유리가 유리의 총 중량을 기준으로 20 중량% 이상의 ZrO_2 를 포함하는 것인 방법.

청구항 9.

제 2 항에 있어서, 상기 유리가 유리의 총 중량을 기준으로 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상을 5 중량% 이상 포함하는 것인 방법.

청구항 10.

제 9 항에 있어서, 상기 REO가 Gd_2O_3 , La_2O_3 또는 Nd_2O_3 중 하나 이상인 것인 방법.

청구항 11.

제 1 항에 있어서, 상기 유리가 50 중량%의 Al_2O_3 , 30 중량% 이상의 REO 및 10 중량% 이상의 ZrO_2 를 포함하는 것인 방법.

청구항 12.

제 1 항에 있어서, 상기 REO가 Gd_2O_3 , La_2O_3 또는 Nd_2O_3 중 하나 이상인 것인 방법.

청구항 13.

제 1 항에 있어서, 상기 유리가 유리의 총 중량을 기준으로 15 중량% 이상의 ZrO_2 를 포함하는 것인 방법.

청구항 14.

제 1 항에 있어서, 상기 유리-세라믹이 15 GPa 이상의 평균 경도를 갖는 것인 방법.

청구항 15.

제 1 항에 있어서, 상기 유리-세라믹을 조쇄하여 연마 입자를 제공하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 16.

제 15 항에 있어서, 상기 연마 입자를 등급화하여 특정된 공칭 등급을 갖는 다수의 입자를 제공하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 17.

제 15 항에 있어서, 상기 연마 입자를 연마 물품에 혼입시키는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 18.

제 17 항에 있어서, 상기 연마 물품이 결합된 연마 물품, 부직 연마 물품 또는 코팅된 연마 물품인 방법.

청구항 19.

제 1 항에 있어서, 상기 유리-세라믹이 16 GPa 이상의 평균 경도를 갖는 것인 방법.

청구항 20.

제 1 항에 있어서, 상기 유리-세라믹이 17 GPa 이상의 평균 경도를 갖는 것인 방법.

청구항 21.

제 1 항에 있어서, 상기 유리-세라믹이 18 GPa 이상의 평균 경도를 갖는 것인 방법.

청구항 22.

제 1 항에 있어서, 상기 유리-세라믹이 19 GPa 이상의 평균 경도를 갖는 것인 방법.

청구항 23.

유리의 총 중량을 기준으로 35 중량% 이상의 Al_2O_3 , REO, ZrO_2 또는 HfO_2 중 하나 이상, 및 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상을 포함하는 유리를 포함하는 세라믹을 열처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고, 유리-세라믹을 제공하는 것을 포함하며, 여기서 유리는 유리의 총 중량을 기준으로 집합적으로 As_2O_3 , B_2O_3 , GeO_2 , P_2O_5 , SiO_2 , TeO_2 및 V_2O_5 를 10 중량% 이하 함유하고, Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상은 Nb_2O_5 및 Ta_2O_5 를 함유하지 않는 동일한 유리를 동일한 방식으로 열처리함으로써 제조된 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 또는 결정성 HfO_2 중 하나 이상의 형성율을 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 유리-세라믹 제조 방법.

청구항 24.

제 23 항에 있어서, 상기 유리가 ZrO_2 를 포함하고, Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성율을 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 25.

제 24 항에 있어서, 상기 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성율을 2배 이상 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 26.

제 24 항에 있어서, 상기 REO가 Gd_2O_3 , La_2O_3 또는 Nd_2O_3 중 하나 이상인 것인 방법.

청구항 27.

제 24 항에 있어서, 상기 유리-세라믹을 조쇄하여 연마 입자를 제공하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 28.

제 27 항에 있어서, 상기 연마 입자를 등급화하여 특정된 공칭 등급을 갖는 다수의 입자를 제공하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 29.

제 27 항에 있어서, 상기 연마 입자를 연마 물품에 혼입시키는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 30.

유리가 유리의 총 중량을 기준으로 35 중량% 이상의 Al_2O_3 , REO, ZrO_2 또는 HfO_2 중 하나 이상, 및 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상을 포함하는 유리 입자를 열처리하여 유리의 일부 이상을 결정성 세라믹으로 전환시키고 유리-세라믹 및 연마 입자를 제공하는 것을 포함하며, 여기서 유리는 유리의 총 중량을 기준으로 집합적으로 As_2O_3 , B_2O_3 , GeO_2 , P_2O_5 , SiO_2 , TeO_2 및 V_2O_5 를 10 중량% 이하 함유하고, Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상은 Nb_2O_5 및 Ta_2O_5 를 함유하지 않는 동일한 유리를 동일한 방식으로 열처리함으로써 제조된 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 또는 결정성 HfO_2 중 하나 이상의 형성율을 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 연마 입자 제조 방법.

청구항 31.

제 30 항에 있어서, 상기 유리가 ZrO_2 를 포함하고, Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성율을 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 32.

제 31 항에 있어서, 상기 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성율을 1.5배 이상 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 33.

제 31 항에 있어서, 상기 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성율을 2배 이상 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 34.

제 31 항에 있어서, 상기 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성을 3배 이상 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 35.

제 31 항에 있어서, 상기 유리가 유리의 총 중량을 기준으로 50 중량% 이상의 Al_2O_3 를 포함하는 것인 방법.

청구항 36.

제 31 항에 있어서, 상기 유리가 유리의 총 중량을 기준으로 15 중량% 이상의 ZrO_2 를 포함하는 것인 방법.

청구항 37.

제 31 항에 있어서, 상기 유리가 유리의 총 중량을 기준으로 20 중량% 이상의 ZrO_2 를 포함하는 것인 방법.

청구항 38.

제 31 항에 있어서, 상기 유리가 유리의 총 중량을 기준으로 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상을 5 중량% 이상 포함하는 것인 방법.

청구항 39.

제 38 항에 있어서, 상기 REO가 Gd_2O_3 , La_2O_3 또는 Nd_2O_3 중 하나 이상인 방법.

청구항 40.

제 31 항에 있어서, 상기 유리가 50 중량% 이상의 Al_2O_3 , 30 중량% 이상의 REO 및 10 중량% 이상의 ZrO_2 를 포함하는 것인 방법.

청구항 41.

제 31 항에 있어서, 상기 REO가 Gd_2O_3 , La_2O_3 또는 Nd_2O_3 중 하나 이상인 방법.

청구항 42.

제 31 항에 있어서, 상기 유리가 유리의 총 중량을 기준으로 15 중량% 이상의 ZrO_2 를 포함하는 것인 방법.

청구항 43.

제 31 항에 있어서, 상기 연마 입자를 등급화하여 특정된 공칭 등급을 갖는 다수의 입자를 제공하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 44.

제 31 항에 있어서, 상기 연마 입자를 연마 물품에 혼입시키는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 45.

제 44 항에 있어서, 상기 연마 물품이 결합된 연마 물품, 부직 연마 물품 또는 코팅된 연마 물품인 방법.

청구항 46.

제 31 항에 있어서, 상기 유리-세라믹이 16 GPa 이상의 평균 경도를 갖는 것인 방법.

청구항 47.

제 31 항에 있어서, 상기 유리-세라믹이 17 GPa 이상의 평균 경도를 갖는 것인 방법.

청구항 48.

제 31 항에 있어서, 상기 유리-세라믹이 18 GPa 이상의 평균 경도를 갖는 것인 방법.

청구항 49.

제 31 항에 있어서, 상기 유리-세라믹이 19 GPa 이상의 평균 경도를 갖는 것인 방법.

청구항 50.

유리의 총 중량을 기준으로 35 중량% 이상의 Al_2O_3 , REO, ZrO_2 또는 HfO_2 중 하나 이상, 및 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상을 포함하는 유리를 포함하는 입자를 열처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고, 유리-세라믹 및 연마 입자를 제공하는 것을 포함하며, 여기서 유리는 유리의 총 중량을 기준으로 집합적으로 As_2O_3 , B_2O_3 , GeO_2 , P_2O_5 , SiO_2 , TeO_2 및 V_2O_5 를 10 중량% 이하 함유하고, Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상은 Nb_2O_5 및 Ta_2O_5 를 함유하지 않는 동일한 유리를 동일한 방식으로 열처리함으로써 제조된 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 또는 결정성 HfO_2 중 하나 이상의 형성율을 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 연마 입자 제조 방법.

청구항 51.

제 50 항에 있어서, 상기 유리가 ZrO_2 를 포함하고, Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성율을 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 52.

제 51 항에 있어서, 상기 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상이 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 의 형성을 2배 이상 증가시키기 충분한 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 53.

제 51 항에 있어서, 상기 REO가 Gd_2O_3 , La_2O_3 또는 Nd_2O_3 중 하나 이상인 방법.

청구항 54.

제 51 항에 있어서, 상기 연마 입자를 등급화하여 특정된 공칭 등급을 갖는 다수의 입자를 제공하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 55.

제 51 항에 있어서, 세라믹 연마 입자를 연마 물품에 혼입시키는 것을 추가로 포함하는 방법.

명세서**배경기술**

다수의 비결정질(유리 포함) 및 유리-세라믹 조성물이 공지되어 있다. 많은 산화물 유리 시스템은 유리의 형성을 보조하는데 공지된 유리-형성제, 예를 들면 SiO_2 , B_2O_3 , P_2O_5 , GeO_2 , TeO_2 , As_2O_3 및 V_2O_5 를 사용한다. 일부 유리를 열처리하여 유리 세라믹을 형성할 수 있다.

공지된 유리 및 유리-세라믹의 많은 성질들은 유리-형성제의 고유의 성질에 의해 제한될 수 있다. 전형적으로, 예를 들면, SiO_2 , B_2O_3 및 P_2O_5 계 유리 및 유리-세라믹의 경우, 영 탄성률, 경도 및 강도는 이러한 유리 형성제에 의해 제한된다. 일반적으로, 이러한 유리 및 유리-세라믹은 예를 들면, Al_2O_3 또는 ZrO_3 에 비해 열등한 기계적 성질을 갖는다.

또 다른 측면에서, 일반적으로, 대부분의 세라믹 가공 조작 동안, 최소 세립체 크기로 최대 치밀화(예를 들면, 현저한 결정 성장 없이)를 얻는 것이 바람직하다. 세립체 크기를 최소화시킬 수 있는 예시적인 세라믹 가공 기술은 결정 성장을 감소시키는 것을 포함한다. 비록 이론에 의해 한정되고자 하는 것은 아니지만, 일반적으로, 세라믹 분야에서는 큰 결정 크기가 기계적 성질을 감소시키고, 미세한 평균 결정자 크기가 기계적 성질을 개선(예를 들면, 고 강도 및 고 경도)시키는 것으로 생각된다.

발명의 상세한 설명**개요**

한 측면에서, 본 발명은 Al_2O_3 , REO, ZrO_2 또는 HfO_2 중 하나 이상, 및 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상을 포함하는 유리 및 유리-세라믹을 제공한다. 놀랍게도, 본 발명자들은 Nb_2O_5 및(또는) Ta_2O_5 를 본 명세서에 기재된 유리에 첨가하는 것이 유리의 결정화에 상당한 영향을 줄 수 있다는 것을 발견하였다.

일부 실시양태에서, 본 발명은 유리를 열처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고, 유리-세라믹을 제공하는 것을 포함하는 유리-세라믹의 제조 방법을 제공하며, 상기 유리는 유리의 총 중량을 기준으로, 35 중량% 이상

(일부 실시양태에서, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 중량% 이상, 또는 심지어 75 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 35 내지 75, 40 내지 75, 45 내지 75, 50 내지 75, 55 내지 75, 또는 심지어 60 내지 75 중량% 범위)의 Al_2O_3 , REO(예를 들면, Gd_2O_3 , La_2O_3 및(또는) Nd_2O_3 , 일부 실시양태에서, 유리의 총 중량을 기준으로 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 중량% 이상, 또는 심지어 10 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 0.5 내지 70, 1 내지 70, 5 내지 70, 10 내지 70, 0.5 내지 50, 1 내지 50, 5 내지 50, 10 내지 50, 0.5 내지 40, 1 내지 40, 5 내지 40, 10 내지 40, 0.5 내지 30, 1 내지 30, 5 내지 30, 10 내지 30, 0.5 내지 25, 1 내지 25, 5 내지 25, 또는 심지어 10 내지 25 중량%의 REO), 및 ZrO_2 (일부 실시양태에서, ZrO_2 및(또는) HfO_2 (집합적으로 포함))(일부 실시양태에서, 5, 10, 15 중량% 이상, 또는 심지어 20 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 5 내지 30, 5 내지 25, 10 내지 25, 10 내지 30, 15 내지 30, 20 내지 30, 15 내지 25 중량% 이상, 또는 심지어 15 내지 20 중량%의 ZrO_2 (일부 실시양태에서, 유리의 총 중량을 기준으로 ZrO_2 및(또는) HfO_2 (집합적으로 포함))), 및 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상(일부 실시양태에서, 유리의 총 중량을 기준으로 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20 중량% 이상, 또는 심지어 25 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 1 내지 20, 5 내지 20, 10 내지 20 중량%, 또는 심지어 5 내지 15 중량% 범위의 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상)을 포함하며, 여기서 유리는 유리의 총 중량을 기준으로, 집합적으로 As_2O_3 , B_2O_3 , GeO_2 , P_2O_5 , SiO_2 , TeO_2 및 V_2O_5 를 10 중량% 이하(일부 실시양태에서, 9, 8, 7, 6, 5, 4, 3, 2, 1, 0.5, 0.1 중량% 이하, 또는 심지어 0 중량%) 함유하고, 여기서 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상은 유리로부터 결정성 ZrO_2 또는 결정성 HfO_2 중 하나 이상의 형성율을 증가(일부 실시양태에서, Nb_2O_5 및 Ta_2O_5 를 함유하지 않는 동일한 유리를 동일한 방식으로 열처리함으로써 제조된 비교 유리-세라믹(즉, 비교 유리는 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 를 사용하지 않고 유리(즉, 이러한 유리는 유리의 총 중량을 기준으로 0 중량% Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 를 함유함)를 제조한 것을 제외하고 Al_2O_3 , REO, ZrO_2 또는 HfO_2 중 하나 이상, 및 Nb_2O_5 및(또는) Ta_2O_5 를 포함하는 유리와 동일한 방식으로 제조되고 열처리됨)에 비해 1.5, 2, 2.5배 이상, 또는 심지어 3 배 이상)시키기 충분한 양으로 존재한다. 유리로부터의 결정성 ZrO_2 및(또는) 결정성 HfO_2 의 증가된 형성율은 이하 실시예 1에 기재된 바와 같이 결정된다. 일부 실시양태에서, 상기 방법은 유리-세라믹을 조제하여 연마 입자를 제공하는 것을 추가로 포함한다. 일부 실시양태에서, 상기 방법은 연마 입자를 등급화하여 특정된 공칭 등급을 갖는 다수의 입자를 제공하는 것을 추가로 포함한다. 일부 실시양태에서, 상기 방법은 연마 입자를 연마 물품에 혼입시키는 것을 추가로 포함한다.

본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹, 및 이러한 유리-세라믹을 제조하는 데 사용된 유리의 일부 실시양태에서, 유리-세라믹 및 유리는 하나 이상의 추가적인 금속 산화물(예를 들면, Y_2O_3 , MgO , TiO_2 , Cr_2O_3 , CuO , SrO , Li_2O , NiO 및(또는) Fe_2O_3)을 추가로 포함할 수 있다.

일부 실시양태의 경우, 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹, 및 이러한 유리-세라믹을 제조하는 데 사용된 유리는 유리-세라믹 또는 유리의 총 중량을 기준으로 각각 20 중량% 이하(일부 실시양태에서, 15, 10, 5, 4, 3, 2, 1, 0.5, 0.1 중량% 미만, 또는 심지어 0 중량%)의 SiO_2 및 20 중량% 이하(일부 실시양태에서, 15, 10, 5, 4, 3, 2, 1, 0.5, 0.1 중량% 이하, 또는 심지어 0 중량%)의 B_2O_3 를 함유한다.

본 발명에 따른 유리-세라믹의 일부 실시양태는 유리-세라믹 중 유리를 유리-세라믹의 총 부피를 기준으로 예를 들면, 1, 2, 3, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90 부피% 이상, 또는 심지어 95 부피%의 양으로 포함할 수 있다. 본 발명에 따른 유리-세라믹의 일부 실시양태는 유리-세라믹 중 결정성 세라믹을 유리-세라믹의 총 부피를 기준으로 예를 들면, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 97, 98, 99 부피% 이상, 또는 심지어 100 부피%의 양으로 포함할 수 있다.

본 출원에서,

"비결정질 물질"은 X선 회절에 의해 결정된 임의의 긴 범위 결정 구조가 결여되고(결여되거나) "시차 열 분석(DTA)" 표제의 본 명세서에 기재된 시험에 의해 결정된 비결정질 물질의 결정화에 대응하는 발열 피크를 갖는 용융물 및(또는) 증기상으로부터 유도된 물질을 지칭하고,

"세라믹"은 유리, 결정성 세라믹, 유리-세라믹 및 그들의 조합물을 포함하고,

"착물 금속 산화물"은 2 개 이상의 상이한 금속 원소 및 산소를 포함하는 금속 산화물(예를 들면, $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$, $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{18}$, MgAl_2O_4 및 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$)을 지칭하고,

"착물 Al_2O_3 ·금속 산화물"은 이론적 산화물 기준으로, Al_2O_3 및 Al 이외에 하나 이상의 금속 원소를 포함하는 착물 금속 산화물(예를 들면, $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$, $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, MgAl_2O_4 및 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$)을 지칭하고,

"착물 Al_2O_3 · Y_2O_3 "는 이론적 산화물 기준으로, Al_2O_3 및 Y_2O_3 을 포함하는 착물 금속 산화물(예를 들면, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$)을 지칭하고,

"착물 Al_2O_3 ·REO"는 이론적 산화물 기준으로, Al_2O_3 및 희토류 산화물을 포함하는 착물 금속 산화물(예를 들면, $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$ 및 $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$)을 지칭하고,

"유리"는 유리 전이 온도를 나타내는 비결정질 물질을 지칭하고,

"유리-세라믹"은 유리를 열처리함으로써 형성된 결정을 포함하는 세라믹을 지칭하고,

" T_g "는 "시차 열 분석" 표제의 본 명세서에 기재된 시험에 의해 결정된 유리 전이 온도를 지칭하고,

" T_x "는 "시차 열 분석" 표제의 본 명세서에 기재된 시험에 의해 결정된 결정화 온도를 지칭하고,

"희토류 산화물"은 세륨 산화물(예를 들면, CeO_2), 디스프로슘 산화물(예를 들면, Dy_2O_3), 에르븀 산화물(예를 들면, Er_2O_3), 유로퓸 산화물(예를 들면, Eu_2O_3), 가돌리늄 산화물(예를 들면, Gd_2O_3), 홀뮴 산화물(예를 들면, Ho_2O_3), 란타넘 산화물(예를 들면, La_2O_3), 루테튬 산화물(예를 들면, Lu_2O_3), 네오디뮴 산화물(예를 들면, Nd_2O_3), 프라세오디뮴 산화물(예를 들면, Pr_6O_{11}), 사마륨 산화물(예를 들면, Sm_2O_3), 테르븀 산화물(예를 들면, TB_2O_3), 토륨 산화물(예를 들면, Th_4O_{17}), 툴륨 산화물(예를 들면, Tm_2O_3) 및 이테르븀 산화물(예를 들면, Yb_2O_3) 및 그들의 조합물을 지칭하고,

"REO"는 희토류 산화물(들)을 지칭한다.

또한, 본 명세서에서 언급이 없으면 금속 산화물(예를 들면, Al_2O_3 , 착물 Al_2O_3 ·금속 산화물 등)은 결정성이며, 예를 들면, 유리-세라믹에서, 결정성일 수 있거나, 또는 일부는 유리이고 일부는 결정성일 수 있다는 것이 이해된다. 예를 들면, 유리-세라믹이 Al_2O_3 및 ZrO_2 를 포함하는 경우, Al_2O_3 및 ZrO_2 는 각각 유리 상태, 결정성 상태, 또는 일부는 유리 상태이고 일부는 결정성 상태이거나 또는 심지어 또 다른 금속 산화물(들)과의 반응 생성물로서 존재할 수 있다(예를 들면, Al_2O_3 는 결정성 Al_2O_3 또는 Al_2O_3 의 특수 결정성 상(예를 들면, 알파 Al_2O_3)으로 존재한다는 언급이 없는 경우, 결정성 Al_2O_3 및(또는) 하나 이상의 결정성 착물 Al_2O_3 ·금속 산화물의 일부로 존재할 수 있음).

본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹의 일부 실시양태는 비드(예를 들면, 1 마이크로미터, 5 마이크로미터, 10 마이크로미터, 25 마이크로미터, 50 마이크로미터, 100 마이크로미터, 150 마이크로미터, 250 마이크로미터, 500 마이크로미터, 750 마이크로미터, 1 mm, 5 mm 이상, 또는 심지어 10 mm 이상의 직경을 갖는 비드), 물품(예를 들면, 판), 섬유, 입자, 및 코팅(예를 들면, 얇은 코팅)으로 제조되거나, 형성되거나 전환될 수 있다. 비드의 실시양태는 예를 들면, 반사 장치, 예를 들면 재귀 반사 시팅(retro-reflective sheeting), 영문자숫자조합식 판 및 노면 표시에 유용할 수 있다. 본 입자 및 섬유의 실시양태는 예를 들면, 단열, 충전제, 또는 복합체 중의 보강 물질(예를 들면, 세라믹, 금속, 또는 중합체 매트릭스 복합체)로서 유용하다. 얇은 코팅의 실시양태는 예를 들면, 의복을 포함하는 분야에서의 보호 코팅으로서, 뿐만 아니라 열 유지에 유용할 수 있다. 본 발명에 따른 물품의 예는 부엌 세간(예를 들면, 판), 치과용 브라킷, 및 보강 물질(예를 들면, 입자 및 섬유), 절단 툴 인서트(cutting tool insert), 연마 물질, 및 가스 엔진의 구조 성분(예를 들면, 밸브 및 베어링(bearing))을 포함한다. 다른 물품들의 예시적인 실시양태는 본체 또는 다른 기관의 외부 표면에 유리-세라믹의 보호 코팅을 갖는 것들을 포함한다. 본 발명에 따라 제조된 특정한 유리-세라믹 입자는 특히 연마 입자로서 유용할 수 있다. 연마 입자는 연마 물품으로 혼입되거나 느슨한 형태로 사용될 수 있다.

대개, 연마 입자는 사용 전 지정된 입도 분포로 등급화된다. 전형적으로, 이러한 분포는 조립질 입자로부터 미세한 입자까지의 입도 범위를 갖는다. 연마 분야에서, 때때로 이 범위는 "조립질", "대조치" 및 "미세" 분획으로 지칭된다. 산업상 허용되는 등급화 표준에 따라 등급화된 연마 입자는 수치 한계 이내에서 각각의 공칭 등급에 대한 입도 분포를 특정한다. 이러한 산업상 허용되는 등급화 표준(즉, 특정된 공칭 등급)은 미국 표준 학회(American National Standards Institute(ANSI), Inc.) 표준, 유럽 연마재 규격(Federation of European Producers of Abrasive Products; FEPA) 표준 및 일본 공업 표준(Japanese Industrial Standard; JIS) 표준으로 공지된 것들을 포함한다. 한 측면에서, 본 발명은 다수의 연마 입자의 적어도 일부가 본 발명에 따라 제조된 연마 입자인 특정된 공칭 등급을 갖는 다수의 연마 입자를 제공한다. 일부 실시양태에서, 다수의 연마 입자의 총 중량을 기준으로 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95 중량% 이상, 또는 심지어 100 중량%의 다수의 연마 입자가 본 발명에 따라 제조된 연마 입자이다.

또 다른 측면에서, 본 발명은 결합제, 및 연마 입자의 적어도 일부가 본 발명에 따라 제조된 연마 입자인 다수의 연마 입자를 포함하는 연마 물품(예를 들면, 결합된 연마 물품, 부직 연마 물품 또는 코팅된 연마 물품)을 제공한다.

일부 실시양태에서, 본 발명은 유리를 열처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고, 유리-세라믹을 제공하는 것을 포함하는 유리-세라믹의 제조 방법을 제공하며, 상기 유리는 유리의 총 중량을 기준으로, 35 중량% 이상(일부 실시양태에서, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 중량% 이상, 또는 심지어 75 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 35 내지 75, 40 내지 75, 45 내지 75, 50 내지 75, 55 내지 75, 또는 심지어 60 내지 75 중량% 범위)의 Al_2O_3 , REO(예를 들면, Gd_2O_3 , La_2O_3 및(또는) Nd_2O_3 , 일부 실시양태에서, 유리의 총 중량을 기준으로 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 중량% 이상, 또는 심지어 10 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 0.5 내지 70, 1 내지 70, 5 내지 70, 10 내지 70, 0.5 내지 50, 1 내지 50, 5 내지 50, 10 내지 50, 0.5 내지 40, 1 내지 40, 5 내지 40, 10 내지 40, 0.5 내지 30, 1 내지 30, 5 내지 30, 10 내지 30, 0.5 내지 25, 1 내지 25, 5 내지 25, 또는 심지어 10 내지 25 중량%의 REO), 및 ZrO_2 (일부 실시양태에서, ZrO_2 및(또는) HfO_2 (집합적으로 포함))(일부 실시양태에서, 5, 10, 15 중량% 이상, 또는 심지어 20 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 5 내지 30, 5 내지 25, 10 내지 25, 10 내지 30, 15 내지 30, 20 내지 30, 15 내지 25 중량% 이상, 또는 심지어 15 내지 20 중량%의 ZrO_2 (일부 실시양태에서, 유리의 총 중량을 기준으로 ZrO_2 및(또는) HfO_2 (집합적으로 포함))), 및 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상(일부 실시양태에서, 유리의 총 중량을 기준으로 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20 중량% 이상, 또는 심지어 25 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 1 내지 20, 5 내지 20, 10 내지 20 중량%, 또는 심지어 5 내지 15 중량% 범위의 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상)을 포함하며, 여기서 유리는 유리의 총 중량을 기준으로, 집합적으로 As_2O_3 , B_2O_3 , GeO_2 , P_2O_5 , SiO_2 , TeO_2 및 V_2O_5 를 10 중량% 이하(일부 실시양태에서, 9, 8, 7, 6, 5, 4, 3, 2, 1, 0.5, 0.1 중량% 이하, 또는 심지어 0 중량%) 함유하고, 여기서 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상은 Nb_2O_5 및 Ta_2O_5 를 함유하지 않는 동일한 유리를 동일한 방식으로 열처리함으로써 제조된 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 또는 결정성 HfO_2 중 하나 이상의 형성을 증가(일부 실시양태에서, 1.5, 2, 2.5배 이상, 또는 심지어 3 배 이상)시키기 충분한 양으로 존재한다. 일부 실시양태에서, 상기 방법은 연마 입자를 등급화하여 특정된 공칭 등급을 갖는 다수의 입자를 제공하는 것을 추가로 포함한다. 일부 실시양태에서, 상기 방법은 연마 입자를 연마 물품에 혼입시키는 것을 추가로 포함한다.

일부 실시양태에서, 본 발명은 유리를 포함하는 입자를 열처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고, 유리-세라믹 및 연마 입자를 제공하는 것을 포함하는 연마 입자의 제조 방법을 제공하며, 상기 유리는 유리의 총 중량을 기준으로, 35 중량% 이상(일부 실시양태에서, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 중량% 이상, 또는 심지어 75 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 35 내지 75, 40 내지 75, 45 내지 75, 50 내지 75, 55 내지 75, 또는 심지어 60 내지 75 중량% 범위)의 Al_2O_3 , REO(예를 들면, Gd_2O_3 , La_2O_3 및(또는) Nd_2O_3 , 일부 실시양태에서, 유리의 총 중량을 기준으로 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 중량% 이상, 또는 심지어 10 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 0.5 내지 70, 1 내지 70, 5 내지 70, 10 내지 70, 0.5 내지 50, 1 내지 50, 5 내지 50, 10 내지 50, 0.5 내지 40, 1 내지 40, 5 내지 40, 10 내지 40, 0.5 내지 30, 1 내지 30, 5 내지 30, 10 내지 30, 0.5 내지 25, 1 내지 25, 5 내지 25, 또는 심지어 10 내지 25 중량%의 REO), 및 ZrO_2 (일부 실시양태에서, ZrO_2 및(또는) HfO_2 (집합적으로 포함))(일부 실시양태에서, 5, 10, 15 중량% 이상, 또는 심지어 20 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 5 내지 30, 5 내지 25, 10 내지 25, 10 내지 30, 15 내지 30, 20 내지 30, 15 내지 25 중량% 이상, 또는 심지어 15 내지 20 중량%의 ZrO_2 (일부 실시양태에서, 유리의 총 중량을 기준으로 ZrO_2 및(또는) HfO_2 (집합적으로 포함))), 및 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상(일부 실시양태에서, 유리의 총 중량을 기준으로 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20 중량% 이상, 또는 심지어 25 중량% 이상, 일부 실시양태에서, 1 내지 20, 5 내지 20, 10 내지 20 중량%, 또는 심지어 5 내지 15 중량% 범위의 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상)을 포함하며, 여기서 유리는 유리의 총 중량을 기준으로, 집합적으로 As_2O_3 , B_2O_3 ,

GeO_2 , P_2O_5 , SiO_2 , TeO_2 및 V_2O_5 를 10 중량% 이하(일부 실시양태에서, 9, 8, 7, 6, 5, 4, 3, 2, 1, 0.5, 0.1 중량% 이하, 또는 심지어 0 중량%) 함유하고, 여기서 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상은 Nb_2O_5 및 Ta_2O_5 를 함유하지 않는 동일한 유리를 동일한 방식으로 열처리함으로써 제조된 비교 유리-세라믹에 비해 유리로부터 결정성 ZrO_2 또는 결정성 HfO_2 중 하나 이상의 형성을 증가(일부 실시양태에서, 1.5, 2, 2.5배 이상, 또는 심지어 3 배 이상)시키기 충분한 양으로 존재한다. 일부 실시양태에서, 상기 방법은 연마 입자를 등급화하여 특정된 공칭 등급을 갖는 다수의 입자를 제공하는 것을 추가로 포함한다. 일부 실시양태에서, 상기 방법은 연마 입자를 연마 물품에 혼입시키는 것을 추가로 포함한다.

연마 물품은 결합제, 및 연마 입자의 적어도 일부가 본 발명에 따라 제조된 연마 입자인 다수의 연마 입자를 포함한다. 예시적인 연마 제품은 코팅된 연마 물품, 결합된 연마 물품(예를 들면, 휠), 부직 연마 물품, 및 연마 브러쉬를 포함한다. 전형적으로, 코팅된 연마 물품은 제 1 및 제 2의 마주보는 주 표면을 갖는 지지체(backing)를 포함하며, 여기서 결합제 및 다수의 연마 입자는 제 1 주 표면의 적어도 일부에 연마층을 형성한다.

일부 실시양태에서, 연마 물품 중에서 연마 물품 중의 연마 입자의 총 중량을 기준으로 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95 중량% 이상, 또는 심지어 100 중량%의 연마 입자가 본 발명에 따라 제조된 연마 입자이다.

또한, 본 발명은 본 발명에 따라 제조된 연마 입자를 작업편의 표면과 접촉시키고,

접촉된 표면 또는 본 발명에 따라 제조된 연마 입자 중 하나 이상을 이동시켜 표면의 적어도 일부를 본 발명에 따라 제조된 연마 입자 중 하나 이상을 사용하여 연마하는

것을 포함하는 표면 연마 방법을 제공한다.

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명에 따라 제조된 연마 입자를 포함하는 코팅된 연마 물품의 단편적인 단면도이다.

도 2는 본 발명에 따라 제조된 연마 입자를 포함하는 결합된 연마 물품의 사시도이다.

도 3은 본 발명에 따라 제조된 연마 입자를 포함하는 부직 연마 물품의 부분의 확대도이다.

상세한 설명

본 발명은 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상을 포함하는 유리 및 유리-세라믹, 및 이의 제조 방법에 관한 것이다. 유리는 원료, 원하는 조성물 및 가공 기술(들)을 선택함으로써 제조된다.

Al_2O_3 (이론적 산화물 기준)의 상업적 공급원을 비롯한 공급원은 보크사이트(천연 발생 보크사이트 및 합성으로 제조된 보크사이트 양쪽 모두 포함), 하소된 보크사이트, 수화된 알루미늄(예를 들면, 뽕석 및 깁사이트(gibbsite)), 알루미늄, 바이엘(Bayer) 가공 알루미늄, 알루미늄 광석, 감마 알루미늄, 알파 알루미늄, 알루미늄 염, 알루미늄 질화물 및 그들의 조합물을 포함한다. Al_2O_3 공급원은 Al_2O_3 를 함유하거나 오직 제공만 할 수 있다. 별법으로, Al_2O_3 공급원은 Al_2O_3 , 뿐만 아니라 Al_2O_3 이외의 하나 이상의 금속 산화물(착물 Al_2O_3 ·금속 산화물(예를 들면, $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$ 등으로 된 물질들을 포함하거나 또는 이들을 함유))을 함유하거나 제공할 수 있다.

Nb_2O_5 의 상업적 공급원을 비롯한 공급원은 산화니오브 분말, 니오브 함유 광석(예를 들면, 컬럼바이트, 탄탈라이트(tantalite), 및 육셀라이트(euxelite)), 니오브 염, 니오브 금속 및 그들의 조합물을 포함한다.

Ta_2O_5 의 상업적 공급원을 비롯한 공급원은 산화탄탈 분말, 탄탈 함유 광석(예를 들면, 컬럼바이트, 탄탈라이트, 및 육셀라이트), 탄탈염, 탄탈 금속 및 그들의 조합물을 포함한다.

희토류 산화물의 상업적 공급원을 비롯한 공급원은 희토류 산화물 분말, 희토류 금속, 희토류-함유 광석(예를 들면, 바스트나사이트(bastnasite) 및 모나자이트(monazite)), 희토류 염, 희토류 질화물 및 희토류 탄산화물을 포함한다. 희토류 산

화물(들) 공급원은 희토류 산화물(들)을 함유하거나 오직 제공만 할 수 있다. 별법으로, 희토류 산화물(들) 공급원은 희토류 산화물(들), 뿐만 아니라 희토류 산화물(들) 이외의 하나 이상의 금속 산화물(작물 희토류 산화물·다른 금속 산화물로 된 물질(예를 들면, $Dy_3Al_5O_{12}$, $CeAl_{11}O_{18}$ 등)을 포함하거나 또는 이들을 함유)을 함유하거나 제공할 수 있다.

ZrO_2 (이론적 산화물 기준)의 상업적 공급원을 비롯한 공급원은 지르코늄 산화물 분말, 지르콘사(zircon sand), 지르코늄, 지르코늄-함유 광석, 및 지르코늄 염(예를 들면, 지르코늄 탄산화물, 아세테이트, 질화물, 염화물, 수산화물 및 그들의 조합물)을 포함한다. 또한, 또는 별법으로, ZrO_2 공급원은 ZrO_2 , 뿐만 아니라 다른 금속 산화물, 예를 들면 하프니아를 함유하거나 제공할 수 있다. HfO_2 의 상업적 공급원을 비롯한 공급원(이론적 산화물 기준)은 하프늄 산화물 분말, 하프늄, 하프늄-함유 광석, 및 하프늄 염을 포함한다. 또한, 또는 별법으로, HfO_2 공급원은 HfO_2 , 뿐만 아니라 다른 금속 산화물, 예를 들면 ZrO_2 를 함유하거나 제공할 수 있다.

ZrO_2 및 HfO_2 를 포함하는 실시양태의 경우, $ZrO_2:HfO_2$ 의 중량비는 1:0(즉, 전부 ZrO_2 이고 HfO_2 비함유) 내지 0:1의 범위일 수 있을 뿐만 아니라 예를 들면, 약 99, 98, 97, 96, 95, 90, 85, 80, 75, 70, 65, 60, 55, 50, 45, 40, 35, 30, 25, 20, 15, 10 및 5 부(중량) 이상의 ZrO_2 및 대응하는 양의 HfO_2 (예를 들면, 약 99 부(중량) 이상의 ZrO_2 및 약 1 부 이하의 HfO_2) 및 약 99, 98, 97, 96, 95, 90, 85, 80, 75, 70, 65, 60, 55, 50, 45, 40, 35, 30, 25, 20, 15, 10 및 5 부 이상의 HfO_2 및 대응하는 양의 ZrO_2 일 수 있다.

또한, 다른 유용한 금속 산화물은 이론적 산화물 기준으로, BaO , CaO , Cr_2O_3 , CoO , Fe_2O_3 , GeO_2 , Li_2O , MgO , MnO , NiO , Na_2O , Sc_2O_3 , SrO , TiO_2 , ZnO , Y_2O_3 및 그들의 조합물을 포함할 수 있다. 상업적 공급원을 비롯한 공급원은 그들의 산화물, 금속 분말, 작물 산화물, 광석, 탄산화물, 아세테이트, 질화물, 염화물, 수산화물 등을 포함한다. 예를 들면, Y_2O_3 의 상업적 공급원을 비롯한 공급원(이론적 산화물 기준)은 이트륨 산화물 분말, 이트륨, 이트륨-함유 광석 및 이트륨염(예를 들면, 이트륨 탄산화물, 질화물, 염화물, 수산화물 및 그들의 조합물)을 포함한다. Y_2O_3 공급원은 Y_2O_3 를 함유하거나 오직 제공만 할 수 있다. 별법으로, Y_2O_3 공급원은 Y_2O_3 , 뿐만 아니라 Y_2O_3 이외의 하나 이상의 금속 산화물로 된 물질(작물 Y_2O_3 -금속 산화물(예를 들면, $Y_3Al_5O_{12}$)을 포함하거나 또는 이들을 함유)을 함유하거나 제공할 수 있다.

일부 실시양태에서, 금속 산화물 공급원의 적어도 일부(일부 실시양태에서, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95 중량% 또는 심지어 100 중량%)가 산화물 형성 또는 이들의 용융물로의 합금의 음 엔탈피를 갖는 금속(예를 들면, Al, Ca, Cu, Cr, Fe, Li, Mg, Ni, Ag, Ti, Zr 및 그들의 조합물) M 중 하나 이상을 포함하는 미립자, 금속성 물질을 첨가하거나 또는 이들을 다른 원료들과 합침으로써 얻는 것이 유리할 수 있다.

비록 이론에 의해 한정되고자 하는 것은 아니지만, 금속의 산화와 관련된 발열 반응로부터 발생하는 열이 균질한 용융물 및 생성되는 유리를 형성하는 데 이로운 것으로 생각된다. 예를 들면, 원료 내 산화 반응에 의해 생성되는 추가 열이 불충분한 열 전달을 제거하거나, 최소화하거나 또는 적어도 감소시킴에 따라 특히, 50(100 또는 심지어 150) 마이크로미터에 걸친 x, y 및 z 치수를 갖는 유리 입자를 형성하는 경우, 용융물의 형성 및 균질성을 촉진시키는 것으로 생각된다. 또한, 추가 열의 이용가능성은 다양한 화학적 반응 및 물리적 공정(예를 들면, 치밀화, 및 회전 타원형화(spherodization))을 완결시키는 데 보조하는 것으로 생각된다. 또한, 일부 실시양태의 경우, 산화 반응에 의해 생성되는 추가 열의 존재는 물질의 고 용점으로 인해 어렵거나 실시불가능할 용융물의 형성을 실제로 가능하게 하는 것으로 생각된다. 또한, 산화 반응에 의해 생성되는 추가 열의 존재는 실제로, 제조될 수 없거나 원하는 크기 범위로 제조될 수 없는 유리의 형성을 가능케 한다. 본 발명의 또 다른 이점은 유리 형성시, 많은 화학적 및 물리적 공정, 예를 들면 용융, 치밀화 및 회전 타원체화가 단시간 내에 수행될 수 있어 매우 높은 켄칭 속도가 달성될 수 있다는 것을 포함한다. 추가적인 상세에 대해서는, 2002년 8월 2일 출원된 함께 계류중인 미국 출원 10/211,639를 참조할 수 있다.

본 발명의 한 측면에서, 원료를 독립적으로 공급하여 용융된 혼합물을 형성한다. 본 발명의 또 다른 측면에서, 특정한 원료를 함께 혼합시키고, 다른 원료들을 독립적으로 용융된 혼합물에 첨가한다. 일부 실시양태에서, 예를 들면, 원료를 용융 전에 합치거나 함께 혼합시킨다. 원료를 임의의 적합한 공지된 방식으로 혼합하여 실질적으로 균질한 혼합물을 형성할 수 있다. 이러한 조합 기술은 볼 압연, 혼합, 텀블링(tumbling) 등을 포함한다. 볼 압연기 중의 압연 매체(milling medium)는 금속 볼, 세라믹 볼 등일 수 있다. 세라믹 압연 매체는 예를 들면, 알루미늄, 지르코니아, 실리카, 마그네시아 등일 수 있다. 볼 압연은 건조 수성 환경 중에서, 또는 용매 기재(예를 들면, 이소프로필 알코올) 환경 중에서 발생할 수 있다. 원료 배치가 금속 분말을 함유하는 경우, 일반적으로 압연하는 동안 용매를 사용하는 것이 바람직하다. 이 용매는 적합한 인화점을 갖

고 원료를 분산시킬 수 있는 임의의 적합한 물질일 수 있다. 압연 시간은 수 분 내지 수 일, 일반적으로 수 시간 내지 24 시간일 수 있다. 습윤 또는 용매 기재 압연 시스템에서, 액체 매질을 전형적으로 건조에 의해 제거하여, 생성되는 혼합물은 전형적으로 균질하고 실질적으로 물 및(또는) 용매를 함유하지 않는다. 용매 기재 압연 시스템을 사용하는 경우, 건조 동안, 용매 회수 시스템을 사용하여 용매를 재순환시킬 수 있다. 건조 후, 생성되는 혼합물은 "건조된 케이크"의 형태일 수 있다. 그 다음, 이 케이크형 혼합물을 용융 전 원하는 입도로 쪼개거나 조쇄시킬 수 있다. 별법으로, 예를 들면, 분사-건조 기술을 사용할 수 있다. 전형적으로, 후자는 원하는 산화물 혼합물로 된 구형 미립자를 제공한다. 또한, 전구체 물질을 침전 및 졸-겔을 비롯한 습식 화학적 방법에 의해 제조할 수 있다. 이러한 방법은 극히 높은 수준의 균질성이 바람직한 경우에 이로울 것이다.

전형적으로, 미립자 원료는 균질한 용융물의 형성이 신속하게 달성될 수 있도록 하는 입도를 갖도록 선택된다. 전형적으로, 비교적 작은 평균 입도 및 좁은 분포를 갖는 원료가 이 목적에 사용된다. 일부 방법(예를 들면, 화염 형성 및 플라즈마 분사)에서, 특히 바람직한 미립자 원료는 약 5 nm 내지 약 50 마이크로미터의 범위(일부 실시양태에서, 약 10 nm 내지 약 20 마이크로미터, 또는 심지어 약 15 nm 내지 약 1 마이크로미터의 범위)의 평균 입도를 갖는 것들이며, 여기서 비록 상기 크기 및 범위 밖의 크기도 유용할 수 있지만 90 중량%(일부 실시양태에서, 95 또는 심지어 100 중량%) 이상의 미립자가 원료가 된다. 크기가 약 5 nm 미만인 미립자는 취급이 어려운 경향이 있다(예를 들면, 공급물 입자의 흐름 성질이 열등한 흐름 성질을 가짐에 따라 바람직하지 못한 경향이 있음). 전형적인 화염 형성 또는 플라즈마 분사 공정에서 약 50 마이크로미터를 초과하는 미립자의 사용은 균질한 용융물 및 유리 및(또는) 원하는 조성물을 수득하기 어렵게 하는 경향이 있다.

나아가, 일부 경우, 예를 들면, 미립자 물질을 화염 또는 열적 또는 플라즈마 분사 장치에 공급하여 용융물을 형성하는 경우, 미립자 원료가 입도 범위에서 제공되는 것이 바람직할 수 있다. 비록 이론에 의해 한정되고자 하는 것은 아니지만, 이는 공급물 입자의 패킹 밀도 및 강도를 최대화하는 것으로 생각된다. 원료 분말이 너무 조립질인 경우, 공급물 및 생성되는 용융물 입자는 원하는 조성물 또는 균일성을 갖지 못할 수 있다. 일반적으로, 가장 조립질인 원료 입자는 원하는 용융물 또는 유리 입도보다 작아야 한다. 또한, 너무 조립질인 원료 입자는 예를 들면, 화염 형성 또는 플라즈마 분사 단계 동안 공급물 입자 중에서 불충분한 열 응력 및 기계적 응력을 갖기 쉽다. 이러한 경우, 일반적으로 공급물 입자의 작은 단편으로의 파쇄, 조성 균일성 손실, 원하는 유리 입도로의 수율 감소, 또는 심지어 단편들이 일반적으로 열 공급원 밖으로 다수의 방향으로 그들의 탄도를 변화시키기에 따른 불완전한 용융의 최종 결과가 발생한다.

유리 및 유리를 포함하는 세라믹은 예를 들면, 적합한 금속 산화물 공급원을 가열시켜(화염 또는 플라즈마 포함) 용융물(바람직하게는 균질한 용융물)을 형성한 다음, 용융물을 냉각시켜 유리를 형성함으로써 제조될 수 있다. 유리의 일부 실시양태는 임의의 적합한 노(예를 들면, 유도성 또는 저항성 가열로, 기체 연소로, 또는 전기 아크로)에서 예를 들면, 금속 산화물 공급원을 용융시킴으로써 제조될 수 있다.

전형적으로, 유리는 용융된 물질(즉, 용융물)을 비교적 신속하게 냉각시킴으로써 얻어진다. 유리 수득에 대한 켄칭 속도(즉, 냉각 시간)는 용융물의 화학적 조성, 성분들의 유리 형성 능력, 용융물 및 생성되는 유리의 열적 성질, 가공 기술(들), 생성되는 유리의 치수 및 질량, 및 냉각 기술을 포함하는 많은 요인들에 따라 좌우된다. 일반적으로, 특히, 공지된 유리 형성제, 예를 들면 SiO_2 , B_2O_3 , P_2O_5 , GeO_2 , TeO_2 , As_2O_3 및 V_2O_5 의 부재 하에서 많은 양의 Al_2O_3 (즉, 75 중량% 초과)의 Al_2O_3 를 포함하는 유리를 형성하는 데 비교적 높은 켄칭 속도가 요구된다. 유사하게, 용융물을 큰 치수의 유리로 냉각시키는 것은 열을 충분히 빠르게 제거하는 것이 어렵기 때문에 더욱 어렵다.

본 발명의 일부 실시양태에서, 원료를 미립자 형태의 용융된 상태로 가열시킨 데 뒤이어, 유리 입자로 냉각시킨다. 전형적으로, 입자는 25 마이크로미터 초과(일부 실시양태에서, 50, 100, 150 또는 심지어 200 마이크로미터 초과)의 입도를 갖는다.

본 발명의 방법에 따라 제조된 유리를 제조하는 데 달성되는 켄칭 속도는 10^2 , 10^3 , 10^4 , 10^5 또는 심지어 10^6 °C/초 초과(즉, 용융된 상태에서 각각 10 초 미만, 1 초 미만, 1/10 초 미만, 1/100 초 미만 또는 심지어 1/1000 초 미만 내에 1000 °C의 온도 강하)인 것으로 생각된다. 용융물 냉각 기술은 용융물을 냉매(예를 들면, 고속 에어 젯(air jet), 액체(예를 들면, 냉각수), 금속 판(냉경 금속판 포함), 금속 물(냉경 금속 물 포함), 금속 불(냉경 금속 불 포함), 등)로 방출시키는 것을 포함한다. 당업계에 공지된 다른 냉각 기술은 물-냉경을 포함한다. 예를 들면, 융점보다 높은 온도, 전형적으로 20-200 °C에서 금속 산화물 공급원을 용융시키고, 이를 고압 하에서(예를 들면, 기체, 예를 들면 공기, 아르곤, 질소 등 사용) 고속 회전 물(들)에 분사시킴으로써 용융물을 냉각/켄칭시킴으로써 물-냉경을 수행할 수 있다. 전형적으로, 물은 금속으로 구성되고 수냉각된다. 또한, 금속 북(book) 주형이 용융물을 냉각/켄칭시키는 데 유용할 수 있다.

냉각 속도가 켄칭된 유리의 성질에 영향을 줄 것으로 생각된다. 전형적으로, 예를 들면, 유리 전이 온도, 밀도 및 유리의 다른 성질들은 냉각 속도에 따라 변한다.

또한, 조절된 분위기, 예를 들면 환원, 중성 또는 산화 환경 하에서 신속한 냉각을 수행하여 냉각 동안 원하는 산화 상태를 유지하고(유지하거나) 영향을 줄 수 있다. 또한, 분위기는 불충분하게 냉각된 액체로부터 결정화 동역학에 영향을 미침으로써 유리 형성에 영향을 미칠 수 있다. 예를 들면, 결정화 없는 Al_2O_3 용융물의 불충분한 냉각은 공기 중에서의 경우에 비해 아르곤 분위기 중에서 큰 것으로 보고되었다.

한 방법에서, 유리 및 유리를 포함하는 세라믹은 예를 들면, 미국 특허 제 6,254,981호(Castle)에 보고된 바와 같이 화염 용합을 사용하여 제조될 수 있다. 이 방법에서, 금속 산화물 공급원을 연소기(예를 들면, 메탄-공기 연소기, 아세틸렌-산소 연소기, 수소-산소 연소기, 등)에 바로 공급한(예를 들면, 때때로 "공급물 입자"로 불리는 입자의 형태로) 다음, 예를 들면, 물, 냉각유, 공기, 등 중에서 켄칭시킨다. 일반적으로, 화염으로 공급되는 공급물 입자의 크기는 생성되는 유리를 포함하는 입자의 크기를 결정한다.

또한, 유리의 일부 실시양태는 다른 기술들, 예를 들면 자유 낙하 냉각을 사용한 레이저 스핀 용융, 테일러 와이어(Taylor wire) 기술, 플라즈마트론(plasmatron) 기술, 해머 및 철부 기술, 원심분리 켄칭, 공기충 스플랫(splat) 냉각, 일축 롤러 및 이축 롤러 켄칭, 롤러-판 켄칭, 및 현적(pendant drop) 용융 추출에 의해서도 수득될 수 있다(예를 들면, 문헌[Rapid Solidification of Ceramics, Brockway et al., Metals And Ceramics Information Center, A Department of Defense Information Analysis Center, Columbus, OH, January, 1984] 참조). 또한, 유리의 일부 실시양태는 다른 기술, 예를 들면 적합한 전구체의 열적(화염 또는 레이저 또는 플라즈마-보조 포함) 열분해, 금속 전구체의 물리적 증기 합성(PVS) 및 기계화학적 가공에 의해 얻어질 수 있다.

용융물, 냉각/켄칭 용융물 및(또는) 유리를 형성하는 다른 기술들은 증기상 켄칭, 플라즈마 분사, 용융-추출, 및 기체 또는 원심분리 분무(atomization)를 포함한다. 증기상 켄칭을 예를 들면, 금속 합금 또는 금속 산화물 공급원이 스퍼터링(sputtering) 표적(들)으로 형성되는 스퍼터링에 의해 수행할 수 있다. 표적을 스퍼터링 장치 중에 미리 정한 위치에 고정시키고, 코팅될 기관(들)을 표적(들)을 마주보는 위치에 위치시킨다. 산소 기체 및 Ar 기체의 10^{-3} torr의 전형적인 압력에서, 표적(들) 및 기관(들) 사이에 방전이 생성되고, Ar 또는 산소 이온은 표적에 충돌하여 반응 스퍼터링을 형성함으로써, 기관에 조성물의 필름을 증착시킨다. 플라즈마 분사에 관한 추가적인 상세에 대해서는, 예를 들면, 2002년 8월 2일 출원된 함께 계류중인 미국 출원 10/211,640을 참조할 수 있다.

기체 분무는 공급물 입자를 가열하여 이들을 용융물로 전환시키는 것을 포함한다. 이러한 용융물로 된 얇은 스트림을 분열성 에어 젯과 접촉시킴으로써 분무시킨다(즉, 스트림이 미세한 점적으로 나뉜). 그 다음, 생성되는 실질적으로 분리된, 일반적으로 타원형인 유리 입자(예를 들면, 비드)를 회수한다. 비드 크기의 예는 약 5 마이크로미터 내지 약 3 mm 범위의 직경을 갖는 것들을 포함한다. 예를 들면, 미국 특허 제 5,605,870호(Strom-Olsen et al.)에 보고된 바와 같이 용융-추출을 수행할 수 있다. 또한, 예를 들면, 미국 특허 제 6,482,758호(Weber)에 보고된 바와 같이 레이저 빔 가열을 사용하는 용기-비함유 유리 형성 기술도 유리 제조에 유용할 수 있다.

전형적으로, 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹, 및 이러한 유리-세라믹을 제조하는 데 사용된 유리를 포함하는 일부 유리 및 세라믹은 서로 직각인 각각 x, y 및 z 치수를 가지며, 여기서 x, y 및 z 치수 각각은 10 마이크로미터 이상이다. 일부 실시양태에서, x, y 및 z 치수는 합작된 경우 30 마이크로미터, 35 마이크로미터, 40 마이크로미터, 45 마이크로미터, 50 마이크로미터, 75 마이크로미터, 100 마이크로미터, 150 마이크로미터, 200 마이크로미터, 250 마이크로미터, 500 마이크로미터, 1000 마이크로미터, 2000 마이크로미터, 2500 마이크로미터, 1 mm, 5 mm 이상, 또는 심지어 10 이상 mm이다. 물질의 x, y 및 z 치수는 치수의 크기에 따라 가시적으로 또는 현미경법을 사용하여 결정된다. 기록되는 z 치수는 예를 들면, 구의 직경, 코팅의 두께 또는 각주 형상의 최단 치수이다.

특정한 다른 금속 산화물의 첨가는 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹의 성질 및(또는) 결정성 구조 또는 미세구조, 뿐만 아니라 세라믹 제조시 원료 및 중간체의 가공을 변화시킬 수 있다. 예를 들면, 산화물, 예를 들면 CaO , Li_2O , MgO , 및 Na_2O 의 첨가는 유리의 T_g 및 T_x (여기서, T_x 는 결정화 온도) 양쪽 모두를 변화시키는 것으로 관찰되었다. 비록 이론에 의해 한정되고자 하는 것은 아니지만, 이러한 첨가가 유리 형성에 영향을 미치는 것으로 생각된다. 또한, 예를 들면, 이러한 산화물 첨가는 전체 시스템의 융점을 낮추고(즉, 시스템이 낮은 공융점으로 향하게 함), 유리 형성을 용이하게 할 수 있다.

다성분 시스템(4차 등) 중의 착물 공유에 기초한 조성물은 우수한 유리 형성 능력을 가질 수 있다. 또한, 그의 작업 범위에서의 액체 용융물의 점도 및 유리의 점도는 특정 요구되는 산화물(들) 이외의 금속 산화물의 첨가에 의해 영향을 받을 수 있다.

또한, 유리-세라믹을 형성하는 유리 및 유리를 포함하는 세라믹의 결정화는 물질의 첨가에 의해 영향을 받을 수 있다. 예를 들면, 특정한 금속, 금속 산화물(예를 들면, 티타네이트 및 지르코네이트), 및 불화물은 결정의 유리한 이질 핵생성을 일으키는 핵생성제로 작용할 수 있다. 또한, 일부 산화물의 첨가는 재가열시 유리로부터 실투되는 준안정 상의 성질을 변화시킬 수 있다. 또 다른 측면에서, 결정성 ZrO_2 를 포함하는 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹의 경우, 공지되어 있는 금속 산화물(예를 들면, Y_2O_3 , TiO_2 , CeO_2 , CaO 및 MgO)을 첨가하여 ZrO_2 의 사방정계/입방 형태를 안정화시키는 것이 바람직할 수 있다.

전형적으로, 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹을 제조하기 위한 금속 산화물 공급원 및 다른 첨가제의 특정 선택시 예를 들면, 원하는 조성물, 미세구조, 결정화도, 물리적 성질(예를 들면, 경도 또는 인성), 바람직하지 못한 불순물의 존재 및 세라믹 제조에 사용되는 특정 공정(융합 및/또는) 고화 전 및/또는 고화 후의 원료의 임의의 정제 및 장치 포함)의 원하는 또는 필요로 하는 특징을 고려한다.

일부 경우, B_2O_3 , Na_2O , P_2O_5 , SiO_2 , TeO_2 , V_2O_5 및 그들의 조합물로 이루어진 군으로부터 선택된 제한된 양의 금속 산화물을 혼입시키는 것이 바람직할 수 있다. 상업적 공급원을 비롯한 공급원은 그들의 산화물, 착물 산화물, 원소(예를 들면, Si) 분말, 광석, 탄산화물, 아세테이트, 질화물, 염화물, 수산화물 등을 포함한다. 이들 금속 산화물을 첨가하여 예를 들면, 생성되는 유리-세라믹의 물리적 성질을 변형시키고(시키거나) 가공을 개선할 수 있다. 이러한 금속 산화물은 사용되는 경우, 전형적으로 예를 들면, 원하는 성질에 따라 집합적으로 0 내지 20 중량% 초과(일부 실시양태에서, 집합적으로 0 내지 5 중량% 초과, 또는 심지어 집합적으로 0 내지 2 중량% 초과)의 유리-세라믹을 첨가한다.

물질의 미세구조 또는 상 조성(유리질/결정성)을 다수의 방법으로 결정할 수 있다. 예를 들면, 광학 현미경법, 전자 현미경법, 시차 열 분석(DTA) 및 x선 회절(XRD)을 사용하여 다양한 정보를 얻을 수 있다.

광학 현미경법을 사용하는 경우, 비결정질 물질은 전형적으로 광산란 중심, 예를 들면 결정 경계의 결여로 인해 주로 투명하며, 결정성 물질은 결정성 구조를 나타내고, 광산란 효과로 인해 불투명하다.

모든 입자가 비결정질(또는 유리)인 것이 바람직하고, 생성되는 수율이 100 % 미만인 경우, 비결정질(또는 유리) 입자를 비-비결정질(또는 비-유리) 입자로부터 분리할 수 있다. 이러한 분리는 예를 들면, 밀도 또는 광학 투명도에 기초한 분리를 비롯한 임의의 통상적인 기술에 의해 수행될 수 있다.

DTA 사용시, 물질의 대응하는 DTA 선이 발열 결정화 사건(T_x)을 함유하는 경우 물질은 비결정질로 분류된다. 또한, 동일한 선이 T_x 미만의 온도에서 흡열 사건(T_g)을 함유하는 경우, 유리 상을 포함하는 것으로 간주된다. 물질의 DTA 선이 이러한 사건들을 함유하지 않는 경우, 결정성 상을 함유하는 것으로 간주된다.

시차 열 분석(DTA)은 하기 방법을 사용하여 수행될 수 있다. DTA 운전은 -140+170 메쉬 크기 분획(즉, 105-마이크로미터 개구 크기와 90-마이크로미터 개구 크기 스크린 사이에서 수집된 분획)을 사용하여 이루어질 수 있다(예를 들면, 상표명 "NETZSCH STA 409 DTA/TGA" 하에 독일 쉘브 소재의 네츠 인스트루먼트(Netzsch Instruments)로부터 입수가 가능한 기기 사용). 소정의 양의 각각의 스크리닝된 샘플(전형적으로, 약 400 밀리그램(mg))을 100 마이크로리터의 Al_2O_3 샘플 홀더(holder)에 위치시킨다. 각각의 샘플을 정적 공기 중에서 실온(약 25 °C) 내지 100 °C에서 10 °C/분의 속도로 가열시킨다.

분말 x선 회절, XRD(1.54050 옹스트롬의 구리 K α_1 방사능을 구비한 x선 회절분석기, 예를 들면 뉴저지주 마와 소재의 필립스(Phillips)로부터 상표명 "필립스(PHILLIPS) XRG3100" 하에 입수되는 것)을 사용하여, 물질 중에 존재하는 상을 결정화된 물질의 XRD 선 중에 존재하는 피크를 회절 데이터에 대한 국제 센터(International Center for Diffraction Data)에 의해 공개된 JCPDS(Joint Committee on Powder Diffraction Standards) 데이터베이스에서 제공된 결정성 상의 XRD 패턴과 비교함으로써 결정할 수 있다. 나아가, XRD를 사용하여 상의 타입을 정성적으로 결정할 수 있다. 광역 확산 강도 피크의 존재는 물질의 비결정질 성질의 표시로 간주된다. 광역 피크 및 잘 규명된 피크 양쪽 모두의 존재는 유리 매트릭스 내의 결정성 물질의 존재의 표시로 간주된다.

초기 형성된 유리 또는 세라믹(결정화 전 유리 포함)은 원하는 것보다 크기가 클 수 있다. 유리가 원하는 기하 형상 및(또는) 크기로 존재하는 경우, 전형적으로 크기 감소는 필요치 않다. 유리 또는 세라믹을 롤 조쇄, 조우(jaw) 조쇄, 해머 압연, 볼 압연, 제트 압연, 충격 조쇄 등을 비롯한 당업계에 공지된 조쇄 및(또는) 세분화 기술을 사용하여 더 작은 조각들로 전환시킬 수 있다. 일부 경우, 2 개 또는 다수의 조쇄 단계를 갖는 것이 바람직하다. 예를 들면, 세라믹은 형성(고화)된 후, 원하는 것보다 큰 형태로 존재할 수 있다. 제 1 조쇄 단계는 이러한 비교적 큰 질량 또는 "큰 덩어리"를 조쇄하여 작은 조각들을 형성하는 것을 포함할 수 있다. 이러한 큰 덩어리의 조쇄는 해머 압연기, 충격 조쇄기 또는 조우 조쇄기를 사용하여 수행될 수 있다. 그 다음, 이러한 작은 조각들을 후속 조쇄하여 원하는 입도 분포를 형성할 수 있다. 원하는 입도 분포(때때로 그릿(grit) 크기 또는 등급으로 불림)을 형성하기 위해, 다수의 조쇄 단계를 수행하는 것이 필요할 수 있다. 일반적으로, 조쇄 조건을 최적화하여 원하는 입자 형상(들) 및 입도 분포를 얻는다. 원하는 크기로 되지 않은 생성 입자를 이들이 너무 큰 경우 재조쇄하거나, 또는 "재생시키고," 이들이 너무 작은 경우 재용융 원료로 사용할 수 있다.

입자의 형상은 예를 들면, 세라믹의 조성 및(또는) 미세구조, 냉각시 기하 형태 및 세라믹이 조쇄되는 방식(즉, 사용되는 조쇄 기술)에 따라 좌우된다. 일반적으로, "뭉툭한" 형상이 바람직한 경우, 이 형상을 얻는 데 많은 에너지가 사용될 수 있다. 반대로, "날카로운" 형상이 바람직한 경우, 이 형상을 얻는 데 적은 에너지가 사용될 수 있다. 또한, 조쇄 기술을 변화시켜 상이한 원하는 형상을 얻을 수 있다. 일부 입자의 경우, 1:1 내지 5:1, 일부 실시양태에서는 1.25:1 내지 3:1, 또는 심지어 1.5:1 내지 2.5:1 범위의 평균 가로세로비가 전형적으로 바람직하다.

또한, 예를 들면, 원하는 형상으로 물품을 바로 형성시키는 것도 본 발명의 범위 내에 속한다. 예를 들면, 용융물을 주형에 붓거나 주형으로 형성시킴으로써 원하는 물품을 형성(성형 포함)시킬 수 있다. 또한, 예를 들면, 2003년 2월 5일 출원된 미국 출원 10/358,772에 기재된 형성 기술을 참조할 수 있다.

본 발명에 따라 제조된 유리 및 유리-세라믹의 실시양태를 치수에 제한 없이 얻을 수 있다. 이는 유리 전이 온도를 넘는 온도에서 수행되는 합착 단계를 통해 가능한 것으로 발견되었다. 필수적으로, 이 합착 단계는 2 개 이상의 작은 입자로부터 큰 본체를 형성한다. 예를 들면, 유리는 발열(T_x)보다 낮은 온도에서 흡열(T_g)의 존재에 의해 입증되는 바와 같이 현저한 결정화 발생(T_x) 전 유리 전이(T_g)를 겪는다. 또한, 예를 들면, 세라믹(결정화 전의 유리 포함)은 입자 등이 합착하여 형상을 형성하도록 T_g 초과에서 예를 들면, 유리를 포함하는 입자 및(또는) 섬유 등을 가열시킴으로써 제공될 수 있다. 합착에 사용되는 온도 및 압력은 예를 들면, 유리의 조성 및 생성되는 물질의 원하는 밀도에 따라 좌우될 수 있다. 온도는 유리 전이 온도를 초과해야 한다. 특정한 실시양태에서, 가열은 약 850 °C 내지 약 1100 °C(일부 실시양태에서, 900 °C 내지 1000 °C)의 범위에서 하나 이상의 온도에서 수행된다. 전형적으로, 유리는 합착 동안 압력(예를 들면, 0 내지 1 GPa 초과 또는 그 이상) 하에서 존재하여 유리의 합착을 보조할 수 있다. 한 실시양태에서, 입자 등의 충전물을 다이에 위치시키고, 고온 가압(hot pressing)을 유리 전이를 넘는 온도에서 수행하며, 이때 유리의 점성질 흐름이 비교적 큰 부로 합착을 일으킨다. 전형적인 합착 기술의 예는 고온 가압, 열간 등방 가압(hot isostatic pressing), 고온 압출, 열간 단조 등(예를 들면, 소결, 플라즈마 보조 소결)을 포함한다. 예를 들면, 유리를 포함하는 입자(예를 들면, 조쇄에 의해 수득)(비드 및 미세구체 포함), 섬유 등을 더 큰 입도로 형성시킬 수 있다. 또한, 원하는 형태(예를 들면, 기하 형상)로 형상화된 본체로 합착시킬 수 있다. 일부 실시양태에서, 형상화된 본체는 1:1 초과, 또는 심지어 2:1 초과의 가로세로비를 갖는 막대이다. 일부 실시양태에서, 생성되는 합착된 본체를 추가 열처리 전에 냉각시키는 것이 바람직하다. 필요에 따라 열처리 후, 합착된 본체를 작은 입도 또는 원하는 입도 분포로 조쇄시킬 수 있다.

또한, 유리의 합착은 무압력 소결 또는 압력 소결을 비롯한 다양한 방법에 의해 수행될 수 있다.

일반적으로, 유리를 열처리하여 유리-세라믹을 제공하는 것으로 당업계에 공지된 것들을 비롯한 임의의 다양한 방식으로 열처리를 수행할 수 있다. 예를 들면, 열처리는 배치에서 예를 들면, 저항성, 유도성 또는 기체 가열로를 사용하여 수행될 수 있다. 별법으로, 예를 들면, 열처리(또는 그 부분)는 예를 들면, 회전 가마, 유도층로, 또는 진자 가마를 사용하여 연속적으로 수행될 수 있다. 회전 가마 또는 진자 가마의 경우, 전형적으로 물질을 승온에서 가마 조작으로 직접 공급한다. 유도층로의 경우, 전형적으로 열처리할 유리를 기체(예를 들면, 공기, 불활성 또는 환원성 기체) 중에 현탁시킨다. 승온에서의 시간은 수 초(일부 실시양태에서, 심지어 5 초 미만) 내지 수 분 내지 수 시간 범위일 수 있다. 전형적으로, 온도는 유리의 T_x 내지 1600 °C, 더욱 전형적으로 900 °C 내지 1600 °C, 일부 실시양태에서, 1200 °C 내지 1500 °C 범위이다. 또한, 열처리의 일부를 다단계(예를 들면, 하나는 핵생성에 대해, 또 다른 하나는 결정 성장에 대해 수행하며, 여기서 또한, 전형적으로 치밀화도 결정 성장 단계 동안 발생)로 수행하는 것도 본 발명의 범위 내에 속한다. 다단계 열처리를 수행하는 경우, 전형적으로, 핵생성 및 결정 성장율의 어느 한쪽 또는 양쪽 모두를 조절하는 것이 바람직하다. 일반적으로, 대부분의 세라믹 가공 조작 동안, 현저한 결정 성장 내에서 최대 치밀화를 얻는 것이 바람직하다. 비록 이론에 의해 한정되고자 하는 것

은 아니지만, 일반적으로, 세라믹 분야에서는 큰 결정 크기가 기계적 성질을 감소시키고, 미세한 평균 결정자 크기가 기계적 성질을 개선(예를 들면, 고 강도 및 고 경도)시키는 것으로 생각된다. 특히, 90, 95, 97, 98, 99 % 이상, 또는 심지어 100 %의 이론적 밀도를 갖는 세라믹을 형성하는 것이 매우 바람직하며, 여기서 평균 결정 크기는 0.15 마이크로미터 미만, 또는 심지어 0.1 마이크로미터 미만이다.

본 발명의 일부 실시양태에서, 유리 또는 유리를 포함하는 세라믹을 열처리 전에 아닐링할 수 있다. 이러한 경우, 아닐링은 전형적으로 수 초 내지 수 시간 또는 심지어 수일 동안 유리의 T_x 미만의 온도에서 수행된다. 전형적으로, 아닐링은 3 시간 미만, 또는 심지어 1 시간 미만 동안 수행된다. 임의적으로, 또한, 아닐링은 공기 이외의 분위기 중에서도 수행될 수 있다. 나아가, 상이한 단계(즉, 핵생성 단계 및 결정 성장 단계)의 열처리는 상이한 분위기 하에서 수행될 수 있다. 유리의 T_g 및 T_x 뿐만 아니라 $T_x - T_g$ 의 열처리 동안 사용된 분위기에 따라 변할 수 있을 것으로 생각된다.

당업자는 당업계에 공지된 기술을 사용하여 유리의 시간-온도-변태(Time-Temperature-Transformation; TTT) 연구로부터 적합한 조건을 결정할 수 있다. 당업자는 본 발명의 개시 내용을 읽은 후, 본 발명에 따른 유리-세라믹을 제조하는데 사용된 유리에 대한 TTT 곡선을 제공하고, 적합한 핵생성 및(또는) 결정 성장 조건을 결정하여 본 발명에 따른 유리-세라믹을 제공할 수 있어야 한다.

열처리는 예를 들면, 물질을 승온에서 노로 직접 공급함으로써 발생할 수 있다. 별법으로, 예를 들면, 물질을 훨씬 낮은 온도(예를 들면, 실온)에서 노로 공급한 다음, 미리 정한 가열 속도에서 원하는 온도로 가열시킬 수 있다. 공기 이외의 분위기 중에서 열처리를 수행하는 것이 본 발명의 범위 내에 속한다. 일부 경우, 환원 분위기(들) 중에서 열처리하는 것이 훨씬 바람직할 수 있다. 또한, 예를 들면, 기체 압력 하에서, 예를 들면 열간 등방 프레스(hot-isostatic press), 또는 기체 압력으로 열처리하는 것이 바람직할 수 있다. 비록 이론에 의해 한정되고자 하는 것은 아니지만, 분위기가 유리 및 유리-세라믹의 일부 성분의 산화 상태에 영향을 미치는 것으로 생각된다. 산화 상태에서의 이러한 변화는 유리 및 유리-세라믹의 착색을 변화시킬 수 있다. 또한, 핵생성 및 결정화 단계는 분위기(예를 들면, 분위기는 유리의 일부 종의 원자 이동성에 영향을 줄 수 있음)에 의해 영향을 받을 수 있다.

또한, 물질의 바람직한 성질을 추가로 개선하기 위해 추가 열처리를 수행하는 것도 본 발명의 범위 내에 속한다. 예를 들면, 열간 등방 가압을(예를 들면, 약 900 °C 내지 약 1400 °C의 온도에서) 수행하여 잔여 다공도를 제거함으로써, 물질의 밀도를 증가시킬 수 있다. 생성되는 물품 또는 열처리된 물품을 전환(예를 들면, 조쇄)시켜 입자(예를 들면, 본 발명에 따라 제조된 연마 입자)를 제공하는 것이 본 발명의 범위 내에 속한다.

전형적으로, 유리로부터 형성된 유리-세라믹은 유리보다 강하다. 따라서, 물질의 강도를 예를 들면, 유리가 결정성 세라믹 상(들)으로 전환되는 정도로 조정할 수 있다. 별법으로, 또는 또한, 물질의 강도는 예를 들면, 생성되는 핵생성 부위의 수에 의해 영향을 받을 수 있으며, 이로써 이는 결정성 상(들)의 결정의 크기의 수에 영향을 미치는 데 사용될 수 있다. 유리-세라믹 형성에 관한 추가적인 상세에 대해서는 예를 들면, 문헌[Glass-Ceramics, P.W. McMillan, Academic Press, Inc., 2nd edition, 1979]을 참조할 수 있다.

많은 다른 타입의 세라믹 가공(예를 들면, 하소된 물질을 치밀한 소결된 세라믹 물질로 소결)에 비교하면, 유리-세라믹을 형성하는 유리의 결정화 동안 비교적 적은 수축(전형적으로, 30 부피% 미만, 일부 실시양태에서, 20 %, 10 %, 5 % 미만 또는 심지어 3 부피% 미만)이 발생한다. 수축의 실제량은 예를 들면, 유리의 조성, 열처리 시간, 열처리 온도, 열처리 압력, 결정화되는 유리의 밀도, 형성된 결정성 상들의 상대량(들) 및 결정화도에 따라 좌우된다. 수축량은 팽창측정법, 아르키메데스(Archimedes) 방법, 또는 열처리 전후 물질의 치수를 측정함에 의한 것을 포함하는 당업계에 공지된 통상적인 기술에 의해 측정될 수 있다. 일부 경우, 열처리 동안 휘발성 종의 일부 방출이 있을 수 있다.

일부 실시양태에서, 비교적 낮은 수축 특성이 특히 유리하다. 예를 들면, 물품을 원하는 형상 및 치수(즉, 거의 실 형상)로 유리 상으로 형성한 후, 열처리하여 적어도 부분적으로 유리를 결정화시킬 수 있다. 그 결과, 결정화된 물질의 제조 및 기계화와 관련된 실질적인 비용 절약이 실현될 수 있다.

일부 실시양태에서, 유리는 x, y, z 방향을 가지며, 이들 각각은 1 cm 이상(일부 실시양태에서, 5 cm 이상, 또는 심지어 10 cm 이상)의 길이를 갖고, 유리는 소정의 부피를 갖고, 생성되는 유리-세라믹은 x, y, z 방향을 가지며, 이들 각각은 1 cm 이상(일부 실시양태에서, 5 cm 미만, 또는 심지어 10 cm 이상)의 길이를 갖고, 유리-세라믹은 유리 부피의 70 % 이상(일부 실시양태에서, 75, 80, 85, 90, 95, 96 % 이상, 또는 심지어 97 % 이상)의 부피를 갖는다.

예를 들면, 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹 제조용 일부 예시적인 유리의 열처리 동안, 상, 예를 들면 $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ 및(또는) 입방/사방정계 ZrO_2 , 일부 경우 단사정계 ZrO_2 의 형성은 약 900 °C를 초과하는 온도에서 발생할 수 있다. 비록 이론에 의해 한정되고자 하는 것은 아니지만, 지르코니아 관련 상이 유리로부터 핵생성되는 제 1 상인 것으로 생각된다. 일반적으로, Al_2O_3 , ReAlO_3 (여기서, Re는 하나 이상의 희토류 양이온), $\text{ReAl}_{11}\text{O}_{18}$, $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 등의 상의 형성은 약 925 °C를 초과하는 온도에서 발생하는 것으로 생각된다. 전형적으로, 이 핵생성 단계 동안 결정자 크기는 몇 나노미터이다. 예를 들면, 10-15 나노미터 정도로 작은 결정이 관찰되었다. 적어도 일부 실시양태의 경우, 약 1300 °C에서 약 1 시간 동안의 열처리는 완전한 결정화를 제공한다. 일반적으로, 핵생성 및 결정 성장 단계 각각에 대한 열처리 시간은 수 초(일부 실시양태에서, 심지어 5 초 미만) 내지 수 분 내지 수 시간 이상의 범위일 수 있다.

ASTM 표준 E 112-96 "평균 세립체 크기 결정용 표준 시험 방법(Standard Test Methods for Determining Average Grain Size)"에 따른 선 차단 방법에 의해 평균 결정 크기를 결정할 수 있다. 샘플을 장착 수지(예를 들면, 일리노이주 레이 크 블러프 소재의 벨러(Buehler)로부터 상표명 "트란스옵틱 파우더(TRANSOPTIC POWDER)" 하에 입수됨)에서 전형적으로 약 2.5 cm 직경 및 약 1.9 cm 높이로 된 수지의 실린더에 장착한다. 폴리싱기(polisher)(예를 들면, 일리노이주 레이 크 블러프 소재의 벨러로부터 상표명 "ECOMET 3" 하에 입수되는 것)를 사용한 통상적인 폴리싱(polishing) 기술을 사용하여 장착된 구획을 제조한다. 샘플을 약 3 분 동안 125 마이크로미터 다이아몬드를 함유하는 다이아몬드 휠을 사용하여 폴리싱한 후, 45, 30, 15, 9, 3 및 1 마이크로미터 슬러리를 각각 사용하여 5 분 동안 폴리싱한다. 장착되고 폴리싱된 샘플을 금-팔라듐으로 된 박층으로 스퍼터링하고, 주사 전자 현미경(예를 들면, 메사추세츠주 피보디 소재의 제올(JEOL)로부터 모델(Model) JSM 840A)을 사용하여 관찰하였다. 샘플에서 발견되는 미세구조의 전형적인 후반 산란 전자(BSE) 현미경 사진을 사용하여 평균 결정자 크기를 다음과 같이 결정한다. 현미경 사진을 가로질러 단위 길이(N_L)의 랜덤 직선 당 교차하는 결정자의 수를 센다. 평균 결정자 크기는 이 수로부터 하기 수학적식을 사용하여 결정된다.

$$\text{평균 결정자 크기} = 1.5/N_L/M'$$

상기 식 중, N_L 은 단위 길이 당 교차되는 결정자의 수이고, M은 현미경 사진의 배율이다

또 다른 측면에서, 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹은 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 97, 98, 99 부피%이상, 또는 심지어 100 부피%의 결정자를 포함할 수 있으며, 여기서 결정자는 1 마이크로미터 미만, 0.5 마이크로미터 미만, 0.3 마이크로미터 미만, 또는 심지어 0.15 마이크로미터 미만의 평균 크기를 갖는다.

본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹 중에 존재할 수 있는 결정성 상은 알루미늄(예를 들면, 알파 및 베타 알루미늄), REO(예를 들면, La_2O_3), Y_2O_3 , MgO , 하나 이상의 다른 금속 산화물, 예를 들면 BaO , CaO , Cr_2O_3 , CoO , Fe_2O_3 , GeO_2 , Li_2O , MnO , NiO , Na_2O , P_2O_5 , Sc_2O_3 , SiO_2 , SrO , TeO_2 , TiO_2 , V_2O_5 , ZnO , HfO_2 , ZrO_2 (예를 들면, 입방 ZrO_2 및 사방정계 ZrO_2), 뿐만 아니라 "착물 금속 산화물"(착물 Al_2O_3 ·금속 산화물(예를 들면, 착물 Al_2O_3 ·REO(예를 들면, ReAlO_3 (예를 들면, GdAlO_3 , LaAlO_3), $\text{ReAl}_{11}\text{O}_{18}$ (예를 들면, $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$) 및 $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (예를 들면, $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) 포함), 및 착물 Al_2O_3 · Y_2O_3 (예를 들면, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$)), 및 착물 ZrO_2 ·REO(예를 들면, $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$)), 착물 ZrO_2 · Nb_2O_5 , 착물 ZrO_2 · Ta_2O_5 , 착물 REO · Nb_2O_5 , 착물 REO · Ta_2O_5 , 착물 Al_2O_3 · Nb_2O_5 , 착물 Al_2O_3 · Ta_2O_5 및 그들의 조합물을 포함한다. 전형적으로, 본 발명에 따른 세라믹은 공용 미세구조 특징이 없다.

또한, 착물 Al_2O_3 ·금속 산화물(예를 들면, 착물 Al_2O_3 ·REO 및(또는) 착물 Al_2O_3 · Y_2O_3 (예를 들면, 가닛 결정 구조를 나타내는 이트륨 알루미늄이트)) 중의 알루미늄 양이온 부분을 다른 양이온으로 치환하는 것도 본 발명의 범위 내에 속한다. 예를 들면, 착물 Al_2O_3 · Y_2O_3 중의 Al 양이온 부분을 Cr, Ti, Sc, Fe, Mg, Ca, Si, Co 및 그들의 조합물로 이루어진 군으로부터 선택된 원소의 하나 이상의 양이온으로 치환할 수 있다. 예를 들면, 착물 Al_2O_3 · Y_2O_3 중 Y 양이온 부분을 Ce, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, La, Lu, Nd, Pr, Sm, Th, Tm, Yb, Fe, Ti, Mn, V, Cr, Co, Ni, Cu, Mg, Ca, Sr 및 그들의 조합물로 이루어진 군으로부터 선택된 원소의 하나 이상의 양이온으로 치환할 수 있다. 또한, 예를 들면, 착물 Al_2O_3 ·REO 중 희토류 양이온 부분을 Y, Fe, Ti, Mn, V, Cr, Co, Ni, Cu, Mg, Ca, Sr 및 그들의 조합물로 이루어진 군으로부터 선택된 원소의 하나 이상의 양이온으로 치환할 수 있다. 상기와 같은 양이온 치환은 세라믹의 성질(예를 들면 경도, 인성, 강도, 열 전도성 등)에 영향을 미칠 수 있다.

본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹의 실시양태를 제공하도록 비결정질 물질을 열처리함으로써 형성된 결정은 예를 들면, 바늘모양의 등축정, 원주형 또는 평탄한 판자형 외형일 수 있다.

비록 유리 또는 유리-세라믹은 벌크 물질의 형태일 수 있지만, 본 발명에 따라 제조된 유리 및(또는) 유리-세라믹을 제공하는 복합체를 제공하는 것도 본 발명의 범위 내에 속한다. 이러한 복합체는 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹, 또는 층형 복합체 구조(예를 들면, 유리-세라믹 및(또는) 유리-세라믹의 상이한 조성으로 된 층을 제조하는 데 사용된 유리-세라믹 내지 유리의 구배)에 분산된 예를 들면, 상 또는 섬유(연속성 또는 불연속성) 또는 입자(휘스커(whisker) 포함)(예를 들면, 금속 산화물 입자, 붕소화물 입자, 탄화물 입자, 질화물 입자, 다이아몬드 입자, 금속성 입자, 유리 입자 및 그들의 조합물)를 포함할 수 있다.

유리-세라믹을 제조하는 데 사용된 특정한 유리는 예를 들면, 약 750 °C 내지 약 950 °C, 또는 심지어 그 이상의 범위의 T_g 를 가질 수 있다.

본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹의 평균 경도를 다음과 같이 결정할 수 있다. 물질의 구획을 장착 수지(예를 들면, 일리노이주 레이크 블러프 소재의 벨러로부터 상표명 "트란스옵틱 파우더" 하에 입수됨)에서 전형적으로 약 2.5 cm 직경 및 약 1.9 cm 높이로 된 수지의 실린더에 장착한다. 폴리싱기(예를 들면, 일리노이주 레이크 블러프 소재의 벨러로부터 상표명 "ECOMET 3" 하에 입수되는 것)를 사용한 통상적인 폴리싱 기술을 사용하여 장착된 구획을 제조한다. 샘플을 약 3 분 동안 125 마이크로미터 다이아몬드를 함유하는 다이아몬드 휠을 사용하여 폴리싱한 후, 45, 30, 15, 9, 3, 및 1 마이크로미터 슬러리 각각을 사용하여 5 분 동안 폴리싱한다. 100 그램의 압입 하중을 사용하는 비커스 압입체(Vickers indenter)가 장착된 통상적인 미소경도 시험기(예를 들면, 일본 도쿄 소재의 비츠토요 코퍼레이션(Mitutoyo Corporation)으로부터 상표명 "MITUTOYO MVK-VL" 하에 입수되는 것)를 사용하여 미소경도 측정을 수행한다. 물질의 미소경도에 대한 E384 시험 방법인 ASTM 시험 방법(ASTM Test Method E384 Test Methods for Microhardness of Materials) (1991)에 언급된 지침에 따라 미소경도 측정을 수행한다. 평균 경도는 10 회 측정값의 평균이다.

전형적으로, 본 발명에 따라 제조된 특정한 유리-세라믹은 12 GPa, 13 GPa, 14 GPa, 15 GPa, 16 GPa, 17 GPa, 18 GPa 이상, 또는 심지어 19 GPa 이상의 평균 경도를 갖는다. 본 발명에 따라 제조된 연마 입자는 15 GPa 이상, 일부 실시양태에서, 16 GPa 이상, 17 GPa 이상, 18 GPa 이상 또는 심지어 19 GPa 이상의 평균 경도를 갖는다.

본 발명에 따라 제조하는 데 사용된 유리 및 유리-세라믹의 일부 실시양태에서, 유리-세라믹 또는 유리가 Al_2O_3 (일부 실시양태에서, 35.73 중량%의 Al_2O_3 , 일부 실시양태에서, 약 35 또는 36 중량%의 Al_2O_3 , 일부 실시양태에서, 35 내지 36, 34 내지 36, 또는 34 내지 37 중량% 범위의 Al_2O_3), La_2O_3 (일부 실시양태에서, REO)(일부 실시양태에서, 42.17 중량%의 La_2O_3 (일부 실시양태에서, REO), 일부 실시양태에서, 약 42 중량%의 La_2O_3 (일부 실시양태에서, REO), 일부 실시양태에서, 42 내지 43 또는 41 내지 43) 중량%의 범위 La_2O_3 (일부 실시양태에서, REO), 및 ZrO_2 (일부 실시양태에서, ZrO_2 및(또는) HfO_2 (집합적으로 포함))(일부 실시양태에서, 17.1 중량%의 ZrO_2 (일부 실시양태에서, ZrO_2 또는 HfO_2 중 하나 이상), 일부 실시양태에서, 약 17 중량%의 ZrO_2 (일부 실시양태에서, ZrO_2 또는 HfO_2 중 하나 이상), 일부 실시양태에서, 17 내지 18 또는 16 내지 18 중량% 범위의 ZrO_2 (일부 실시양태에서, ZrO_2 또는 HfO_2 중 하나 이상)를 포함하는 경우, 유리 또는 유리-세라믹은 유리-세라믹 또는 유리의 총 중량을 기준으로 Nb_2O_5 또는 Ta_2O_5 중 하나 이상을 각각 5 중량% 미만 또는 초과(일부 실시양태에서, 약 5 중량%가 아니거나, 5 중량% 미만 또는 초과, 일부 실시양태에서, 4, 3, 2, 또는 1 이하 또는 6, 7, 8, 9, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75 중량% 이상, 또는 심지어 80 중량% 이상) 포함한다.

전형적으로, 바람직하게는, 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹, 및 이러한 유리-세라믹을 제조하는 데 사용된 유리의 때때로 비중으로 불리는 (진정한) 밀도는 전형적으로 이론적 밀도의 70 % 이상이다. 더욱 바람직하게는, 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹, 및 이러한 유리-세라믹을 제조하는 데 사용된 유리의 (진정한) 밀도는 이론적 밀도의 75 %, 80 %, 85 %, 90 %, 95 %, 96 %, 97 %, 98 %, 99 %, 99.5 %, 또는 심지어 100 %이다. 본 발명에 따라 제조된 연마 입자는 이론적 밀도의 85 %, 90 %, 92 %, 95 %, 96 %, 97 %, 98 %, 99 %, 99.5 % 이상, 또는 심지어 100 %의 밀도를 갖는다.

물품을 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹을 사용하여 예를 들면, 충전제, 보강 물질 및(또는) 매트릭스 물질로 제조할 수 있다. 예를 들면, 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹은 복합체(예를 들면, 세라믹, 금속, 또는 중합체(열경화성 또는 열가소성)) 중의 보강 물질로 사용하기 적합한 입자 및(또는) 섬유의 형태일 수 있다. 입자 및(또는) 섬유는 예를 들면, 매트릭

스 물질의 탄성계수, 내열성, 내마모성 및(또는) 강도를 증가시킬 수 있다. 비록 복합체를 제조하는 데 사용된 입자 및(또는) 섬유의 크기, 형상 및 장착은 예를 들면, 특정 매트릭스 물질 및 복합체의 사용에 따라 좌우될 수 있지만, 보강 입자의 크기는 전형적으로 약 0.1 내지 1500 마이크로미터, 더욱 전형적으로 1 내지 500 마이크로미터, 바람직하게는 2 내지 100 마이크로미터 범위이다. 중합체 분야용 입자의 양은 전형적으로 약 0.5 % 내지 약 75 중량%, 더욱 전형적으로 약 1 내지 약 50 중량%이다. 열경화성 중합체의 예는 페놀계, 멜라민, 우레아 포름알데히드, 아크릴레이트, 에폭시, 우레탄 중합체 등을 포함한다. 열가소성 중합체의 예는 나일론, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리우레탄, 폴리에스테르, 폴리아미드 등을 포함한다.

보강된 중합체 물질(즉, 중합체 중에 분산된 본 발명에 따라 제조된 보강 입자)에 사용례는 예를 들면, 콘크리트, 가구, 마루, 도로, 목재, 목재 유사 물질, 세라믹 등을 위한 보호 코팅, 뿐만 아니라, 미끄럼 방지 코팅 및 사출 성형된 플라스틱 부품 및 성분을 포함한다.

또한, 예를 들면, 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹은 매트릭스 물질로 사용될 수 있다. 예를 들면, 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹은 세라믹 물질 등, 예를 들면 다이아몬드, 입방형-BN, Al_2O_3 , ZrO_2 , Si_3N_4 및 SiC용 결합체로 사용될 수 있다. 이러한 물질을 포함하는 유용한 물품의 예는 복합체 기판 코팅, 보강 물질(예를 들면, 입자), 절단 툴 인서트 연마 응집체, 및 결합된 연마 물품, 예를 들면 유리화된 휠을 포함한다. 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹은 결합체로 사용되어 예를 들면, 복합체 물품의 탄성계수, 내열성, 내마모성 및(또는) 강도를 증가시킬 수 있다.

일반적으로, 본 발명에 따라 제조된 연마 입자는 결정성 세라믹(예를 들면, 75, 80, 85, 90, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 98, 99, 99.5 부피% 이상 또는 심지어 100 부피%의 결정성 세라믹)을 포함한다. 또 다른 측면에서, 본 발명은 미세로부터 조립질 범위의 입도 분포를 갖는 다수의 입자를 제공하며, 여기서 다수의 입자의 적어도 일부는 본 발명에 따라 제조된 연마 입자이다. 또 다른 측면에서, 일반적으로 본 발명에 따라 제조된 연마 입자의 실시양태는 (예를 들면, 75, 80, 85, 90, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 98, 99, 99.5 부피% 이상, 또는 심지어 100 부피%)의 본 발명에 따라 제조된 유리-세라믹을 포함한다.

산업상 인정된 등급화 표준, 예를 들면 ANSI(American National Standard Institute), FEPA(Federation Europeenne des Fabricants de Produits Abrasifs), 및 JIS(일본 공업 표준)를 사용하는 것을 비롯하여 당업계에 공지된 기술을 사용하여 본 발명에 따라 제조된 연마 입자를 스크리닝하고 등급화할 수 있다.

본 발명에 따라 제조된 연마 입자는 전형적으로, 약 0.1 내지 약 5000 마이크로미터, 약 1 내지 약 2000 마이크로미터, 약 5 내지 약 1500 마이크로미터, 또는 심지어, 일부 실시양태에서, 약 100 내지 약 1500 마이크로미터 범위의 광범위한 입도 범위에서 사용될 수 있다.

지정된 입도 분포에서, 조립질 입자로부터 미세한 입자로의 입도 범위가 존재한다. 연마 분야에서, 때때로 이 범위는 "조립질", "대조치" 및 "미세" 분류으로 지칭된다. 산업상 허용되는 등급화 표준에 따라 등급화된 연마 입자는 수치 한계 이내에 각각의 공칭 등급에 대한 입도 분포를 특징한다. 이러한 산업상 허용되는 등급화 표준은 미국 표준 학회(ANSI) 표준, 유럽 연마재 규격(FEPA) 표준, 및 일본 공업 표준(JIS) 표준으로 공지된 것들을 포함한다. ANSI 등급 명칭(즉, 특정된 공칭 등급)은 ANSI 4, ANSI 6, ANSI 8, ANSI 16, ANSI 24, ANSI 36, ANSI 40, ANSI 50, ANSI 60, ANSI 80, ANSI 100, ANSI 120, ANSI 150, ANSI 180, ANSI 220, ANSI 240, ANSI 280, ANSI 320, ANSI 360, ANSI 400 및 ANSI 600을 포함한다. FEPA 등급 명칭은 P8, P12, P16, P24, P36, P40, P50, P60, P80, P100, P120, P150, P180, P220, P320, P400, P500, P600, P800, P1000 및 P1200을 포함한다. JIS 등급 명칭은 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 및 JIS 10000을 포함한다.

조쇄 및 스크리닝 후, 전형적으로 다수의 상이한 연마 입도 분포 또는 등급이 존재하게 된다. 이러한 다수의 등급들은 특정 시점에서 제조자 또는 공급자의 수요를 충족시키지 못할 수 있다. 재고를 최소화하기 위해, 수요의 등급을 용융물로 다시 재순환시켜 유리를 형성시키는 것이 가능하다. 이 재순환은 조쇄 단계 후에 일어날 수 있으며, 이때 입자는 특정 분포로 스크리닝되지 않은 큰 덩어리 또는 작은 조각들(때때로 "미세물질"로 불림)이다. 유리는 조쇄된 경우, 상당히 결정화된 유리-세라믹을 조쇄하는 경우보다 날카로운 입자를 제공하기 쉽다.

또 다른 측면에서, 본 발명은 결합체를 통해 함께 결합된 본 발명에 따라 제조된 다수의 연마 입자를 각각 포함하는 응집 연마 세립체를 제공한다. 또 다른 측면에서, 본 발명은 결합체 및 다수의 연마 입자를 포함하는 연마 물품(예를 들면, 코팅된 연마 물품, 결합된 연마 물품(유리화된, 레지노이드 및 금속 결합된 분쇄 휠, 차단 휠, 장착점(mounted point) 및 호닝

스톤(honing stone) 포함), 부직 연마 물품, 및 연마 브러쉬)을 제공하며, 여기서 연마 입자의 적어도 일부는 본 발명에 따라 제조된 연마 입자(연마 입자가 응집된 것을 포함)이다. 이러한 연마 물품의 제조 방법 및 연마 물품을 사용하는 방법은 당업자에게 공지되어 있다. 나아가, 본 발명에 따라 제조된 연마 입자는 연마 입자, 예를 들면 연마 화합물(예를 들면, 폴리싱 화합물)의 슬러리, 압연 매체, 쇼트 블라스트(shot blast) 매체, 진동 압연기 매체 등을 사용하는 연마 분야에 사용될 수 있다.

일반적으로, 코팅된 연마 물품은 지지체, 연마 입자 및 하나 이상의 결합제를 포함하여 연마 입자를 지지체에 지지시킨다. 지지체는 직물, 중합체 필름, 섬유, 부직 웹, 종이, 그들의 조합물, 및 그들의 처리된 형태를 비롯한 임의의 적합한 물질일 수 있다. 적합한 결합제는 무기 또는 유기 결합제(열 경화성 수지 및 방사 경화성 수지 포함)를 포함한다. 연마 입자는 코팅된 연마 물품 중 한층 또는 두 층에 존재할 수 있다.

코팅된 연마 물품의 예를 도 1에 도시한다. 도 1을 참조하면, 코팅된 연마 물품(1)은 지지체(기판)(2) 및 연마층(3)을 갖는다. 연마층(3)은 메이크 코트(make coat)(5) 및 사이즈 코트(size coat)(6)에 의해 지지체(2)의 주 표면에 고정된 본 발명에 따라 제조된 연마 입자(4)를 포함한다. 일부 경우, 슈퍼사이즈 코트(supersize coat)(도시되지 않음)를 사용한다.

전형적으로, 결합된 연마 물품은 유기, 금속성 또는 유리화된 결합제에 의해 함께 지지된 연마 입자로 된 형상화된 질량을 포함한다. 이러한 형상화된 질량은 예를 들면, 휠, 예를 들면 분쇄 휠 또는 차단 휠의 형태일 수 있다. 전형적으로, 분쇄 휠의 직경은 약 1 cm 내지 1 미터 이상이고, 차단 휠의 직경은 약 1 cm 내지 80 cm 이상(더욱 전형적으로 3 cm 내지 약 50 cm)이다. 전형적으로, 차단 휠 두께는 약 0.5 mm 내지 약 5 cm, 더욱 전형적으로 약 0.5 mm 내지 약 2 cm이다. 또한, 형상화된 질량은 예를 들면, 호닝 스톤, 절편, 장착점, 디스크(예를 들면, 이중 디스크 분쇄기) 또는 다른 통상적인 결합된 연마 형상의 형태일 수 있다. 전형적으로, 결합된 연마 물품은 결합된 연마 물품의 총 부피를 기준으로 약 3-50 부피%의 결합 물질, 약 30-90 부피%의 연마 입자(또는 연마 입자 블렌드), 50 부피% 이하의 첨가제(분쇄 보조제 포함) 및 70 부피% 이하의 세공을 포함한다.

예시적인 분쇄 휠을 도 2에 도시한다. 도 2를 참조하면, 본 발명에 따라 제조된 연마 입자(11)를 포함하며, 휠에서 성형되고 허브(12)에 장착된 분쇄 휠(10)을 도시한다.

전형적으로, 부직 연마 물품은 구조 전체에 분포되고 유기 결합제에 의해 그 안에 점착 결합된 본 발명에 따라 제조된 연마 입자를 갖는 개방 세공성 우뚝 솟은 중합체 필라멘트 구조를 포함한다. 필라멘트의 예는 폴리에스테르 섬유, 폴리아미드 섬유, 및 폴리아라미드 섬유를 포함한다. 예시적인 부직 연마 물품을 도 3에 도시한다. 도 3을 참조하면, 전형적인 부직 연마 물품의 100배 확대도를 도시하며, 기판으로서 본 발명에 따라 제조된 연마 입자(52)가 결합제(54)에 의해 점착된 섬유 매트(50)를 포함한다.

유용한 연마 브러쉬는 지지체와 단일화된 다수의 강모를 갖는 것들을 포함한다(예를 들면, 미국 특허 제 5,427,595호(Pihl et al.), 제 5,443,906호(Pihl et al.), 제 5,679,067호(Johnson et al.) 및 제 5,903,951호(Ionta et al.) 참조). 바람직하게는, 이러한 브러쉬는 중합체 및 연마 입자의 혼합물을 사출 성형함으로써 제조된다.

연마 물품 제조에 적합한 유기 결합제는 열경화성 유기 중합체를 포함한다. 적합한 열경화성 유기 중합체의 예는 페놀계 수지, 우레아-포름알데히드 수지, 멜라민-포름알데히드 수지, 우레탄 수지, 아크릴레이트 수지, 폴리에스테르 수지, 펜던트(pendant) α, β -불포화 카르보닐기를 갖는 아미노플라스트 수지, 에폭시 수지, 아크릴레이트화 우레탄, 아크릴레이트화 에폭시 및 그들의 조합물을 포함한다. 또한, 결합제 및(또는) 연마 물품은 첨가제, 예를 들면 섬유, 윤활제, 습윤화제, 요변성 물질, 계면활성제, 안료, 염료, 정전기방지제(예를 들면, 카본 블랙, 바나듐 산화물, 그래파이트 등), 커플링제(예를 들면, 실란, 티타네이트, 지르코알루미늄에이트 등), 가소제, 현탁제 등을 포함할 수 있다. 이러한 임의적인 첨가제의 양은 원하는 성질을 제공하도록 선택된다. 커플링제는 연마 입자 및(또는) 충전제에 대한 점착력을 개선시킬 수 있다. 결합제 화학작용은 열 경화되거나, 방사 경화되거나 또는 그들의 조합일 수 있다. 결합제 화학작용에 대한 추가적인 상세는 미국 특허 제 4,588,419호(Caul et al.), 제 4,751,138호(Tumey et al.) 및 제 5,436,063호(Follett et al.)에서 찾을 수 있다.

유리화된 결합된 연마에 관해 더욱 구체적으로는, 비결정질 구조를 나타내고 전형적으로 경질인 유리질 결합 물질이 당업계에 공지되어 있다. 일부 경우, 유리질 결합 물질은 결정성 상을 포함한다. 본 발명에 따라 제조된 결합된 유리화된 연마 물품은 휠(차단 휠 포함), 호닝 스톤, 장착점의 형상 또는 다른 통상적인 결합된 연마 형상일 수 있다. 일부 실시양태에서, 본 발명에 따라 제조된 유리화된 결합된 연마 물품은 분쇄 휠의 형태일 수 있다.

유리질 결합 물질을 형성하는 데 사용된 금속 산화물의 예는 실리카, 실리케이트, 알루미늄, 소다, 칼시아(calcia), 포타시아(potassia), 티타니아(titania), 산화철, 산화아연, 산화리튬, 마그네시아, 보리아(boria), 규산알루미늄, 보로실리케이트

유리, 리튬 규산알루미늄, 그들의 조합물 등을 포함한다. 비록 더욱 전형적으로 조성물은 20 % 내지 80 % 또는 30 % 내지 70 %의 유리 프리트를 포함하지만 전형적으로, 유리질 결합 물질은 10 내지 100 % 유리 프리트를 포함하는 조성물로부터 형성될 수 있다. 유리질 결합 물질의 잔여 부분은 비-프리트 물질일 수 있다. 별법으로, 유리질 결합은 비-프리트 함유 조성물로부터 유도될 수 있다. 전형적으로, 유리질 결합 물질은 약 700 °C 내지 약 1500 °C, 대개 약 800 °C 내지 약 1300 °C, 때때로 약 900 °C 내지 약 1200 °C, 또는 심지어 약 950 °C 내지 약 1100 °C 범위의 온도(들)에서 성숙된다. 결합이 성숙되는 실제 온도는 예를 들면, 특정 결합 화학작용에 따라 좌우된다.

일부 실시양태에서, 유리화된 결합 물질은 실리카, 알루미늄(바람직하게는, 10 중량% 이상의 알루미늄), 및 보리아(바람직하게는, 10 중량% 이상의 보리아)를 포함하는 것들을 포함한다. 대부분의 경우, 유리화된 결합 물질은 알칼리 금속 산화물(들)(예를 들면, Na₂O 및 K₂O)(일부 경우 10 중량% 이상의 알칼리 금속 산화물(들))을 추가로 포함한다.

또한, 결합제 물질은 전형적으로, 미립자 물질 형태의 충전제 물질 또는 분쇄 보조제를 함유할 수 있다. 전형적으로, 미립자 물질은 무기 물질이다. 본 발명에 유용한 충전제의 예는 금속 탄산화물(예를 들면, 탄산칼슘(예를 들면, 쇼크, 방해석, 이회토, 트래버틴(travertine), 대리석 및 석회석), 탄산마그네슘칼슘, 탄산나트륨, 탄산마그네슘), 실리카(예를 들면, 석영, 유리 비드, 유리 기포 및 유리 섬유) 실리케이트(예를 들면, 탈크, 점토, 몬모릴로나이트(montmorillonite) 장식, 운모, 규산칼슘, 메타규산칼슘, 알루미늄규산나트륨, 규산나트륨) 금속 황산화물(예를 들면, 황산칼슘, 황산바륨, 황산나트륨, 황산나트륨알루미늄, 황산알루미늄), 집섬, 질석, 목재 분말, 삼수화알루미늄, 카본 블랙, 금속 산화물(예를 들면, 산화칼슘(석회), 산화알루미늄, 이산화티타늄) 및 금속 아황산화물(예를 들면, 아황산칼슘)을 포함한다.

일반적으로, 분쇄 보조제의 첨가는 연마 물품의 유용한 수명을 증가시킨다. 분쇄 보조제는 연마의 화학적 및 물리적 공정에 상당한 영향을 주어 성능을 개선시키는 물질이다. 비록 이론에 의해 한정되고자 하는 것은 아니지만, 분쇄 보조제(들)가 (a) 연마 입자와 연마되는 작업편 간의 마찰을 감소시키거나, (b) 연마 입자가 "캡핑(capping)"되는 것을 방지(즉, 금속 입자가 연마 입자의 상부로 용접되는 것을 방지)하거나, 또는 적어도 연마 입자가 캡핑되는 경향을 감소시키거나, (c) 연마 입자와 작업편 간의 경계면 온도를 감소시키거나, 또는 (d) 분쇄력을 감소시킬 것으로 생각된다.

분쇄 보조제는 광범위한 상이한 물질을 포함하고, 무기 또는 유기 기재일 수 있다. 분쇄 보조제의 화학적 군의 예는 왁스, 유기 할리드 화합물, 할리드 염 및 금속 및 그들의 합금을 포함한다. 전형적으로, 유기 할리드 화합물은 연마 동안 분해되고 할로젠 산 또는 기체 할리드 화합물을 방출한다. 이러한 물질의 예는 염소화 왁스형 테트라클로로나프탈렌, 펜타클로로나프탈렌, 및 폴리비닐 클로라이드를 포함한다. 할리드 염의 예는 염화나트륨, 포타슘 크리올라이트, 소듐 크리올라이트, 암모늄 크리올라이트, 사붕불화칼륨, 사붕불화나트륨, 불화규소, 염화칼륨 및 염화마그네슘을 포함한다. 금속의 예는 주석, 납, 비스무트, 코발트, 안티몬, 카드뮴 및 철 티타늄을 포함한다. 다른 것가지의 분쇄 보조제는 황, 유기 황 화합물, 그래파이트 및 금속성 황화물을 포함한다. 또한, 상이한 분쇄 보조제의 조합물을 사용하는 것도 본 발명의 범위 내에 속하며, 일부 경우, 이는 상승 효과를 형성할 수 있다.

분쇄 보조제는 코팅된 연마 및 결합된 연마 물품에 특히 유용할 수 있다. 코팅된 연마 물품에서, 분쇄 보조제는 전형적으로 연마 입자의 표면 위에 도포되는 수퍼사이즈 코트에 사용된다. 때때로, 그러나, 분쇄 보조제는 사이즈 코트에 첨가된다. 전형적으로, 코팅된 연마 물품으로 혼입되는 분쇄 보조제의 양은 약 50-300 g/m²(바람직하게는, 약 80-160 g/m²)이다. 전형적으로, 유리화된 결합된 연마 물품에서, 분쇄 보조제는 물품의 세공으로 함침된다.

연마 물품은 본 발명에 따라 제조된 연마 입자, 또는 이러한 연마 입자와 다른 연마 입자 및(또는) 회석 입자의 블렌드를 100 % 함유할 수 있다. 그러나, 연마 물품 중 약 2 중량% 이상, 바람직하게는 약 5 중량% 이상, 더욱 바람직하게는 약 30-100 중량% 이상의 연마 입자가 본 발명에 따라 제조된 연마 입자여야 한다. 일부 경우, 본 발명에 따른 연마 입자를 또 다른 연마 입자 및(또는) 회석 입자와 5 내지 75 중량%, 약 25 내지 75 중량% 약 40 내지 60 중량%, 또는 약 50 % 내지 50 중량%(즉, 동등한 중량)의 비로 블렌딩할 수 있다. 적합한 통상적인 연마 입자의 예는 용해된 알루미늄 산화물(백색 용해된 알루미늄, 열처리된 알루미늄 산화물 및 갈색 산화알루미늄 포함), 탄화규소, 탄화붕소, 탄화티타늄, 다이아몬드, 입방형 붕소 질화물, 가넷, 용해된 알루미늄-지르코니아, 및 졸-겔-유도 연마 입자 등을 포함한다. 졸-겔-유도 연마 입자는 시딩(seeding)되거나 시딩되지 않을 수 있다. 유사하게, 졸-겔-유도 연마 입자는 랜덤하게 형상화되거나 또는 이들과 관련된 형상, 예를 들면 막대형 또는 삼각형을 가질 수 있다. 졸-겔 연마 입자의 예는 미국 특허 제 4,314,827호(Leitheiser et al.), 제 4,518,397호(Leitheiser et al.), 제 4,623,364호(Cottringer et al.), 제 4,744,802호(Schwabel), 제 4,770,671호(Monroe et al.), 제 4,881,951호(Wood et al.), 제 5,011,508호(Wald et al.), 제 5,090,968호(Pellow), 제 5,139,978호(Wood), 제 5,201,916호(Berg et al.), 제 5,227,104호(Bauer), 제 5,366,523호(Rowenhorst et al.), 제 5,429,647호(Larmie), 제 5,498,269호(Larmie) 및 제 5,551,963호(Larmie)에 기재된 것들을 포함한다.

또한, 알루미늄 분말을 원료 공급원으로 사용하여 제조된 소결된 알루미늄 연마 입자에 관한 추가적인 상세는 예를 들면, 미국 특허 제 5,259,147호(Falz), 제 5,593,467호(Monroe) 및 제 5,665,127호(Moltgen)에서 찾을 수 있다. 융합된 연마 입자에 관한 추가적인 상세는 예를 들면, 미국 특허 제 1,161,620호(Coulter), 제 1,192,709호(Tone), 제 1,247,337호(Saunders et al.), 제 1,268,533호(Allen) 및 제 2,424,645호(Baumann et al.), 제 3,891,408호(Rowse et al.), 제 3,781,172호(Pett et al.), 제 3,893,826호(Quinan et al.), 제 4,126,429호(Watson), 제 4,457,767호(Poon et al.), 제 5,023,212호(Dubots et al.), 제 5,143,522호(Gibson et al.) 및 제 5,336,280호(Dubots et al.), 및 각각 2000년 2월 2일 출원된 미국 출원 09/495,978, 09/496,422, 09/496,638 및 09/496,713, 각각 2000년 7월 19일 출원된 09/618,876, 09/618,879, 09/619,106, 09/619,191, 09/619,192, 09/619,215, 09/619,289, 09/619,563, 09/619,729, 09/619,744 및 09/620,262; 2000년 11월 2일 출원된 09/704,843, 및 2001년 1월 30일 출원된 09/772,730에서 찾을 수 있다.

세라믹 연마 입자에 관한 추가적인 상세는 예를 들면, 각각 2001년 8월 2일 출원되고 현재 포기된 미국 출원 09/922,526, 09/922,527, 09/922,528 및 09/922,530, 각각 2002년 8월 2일 출원된 10/211,597, 10/211,638, 10/211,629, 10/211,598, 10/211,630, 10/211,639, 10/211,034, 10/211,044, 10/211,628, 10/211,491, 10/211,640 및 10/211,684, 및 각각 2003년 2월 5일 출원된 10/358,772, 10/358,765, 10/358,910, 10/358,855 및 10/358,708에서 찾을 수 있다. 일부 경우, 연마 입자의 블렌드는 100 %의 연마 입자의 타입을 포함하는 연마 물품에 비해 개선된 분쇄 성능을 나타내는 연마 물품을 생성할 수 있다.

연마 입자의 블렌드가 존재하는 경우, 블렌드를 형성하는 연마 입자 타입은 동일한 크기로 될 수 있다. 별법으로, 연마 입자 타입은 상이한 입도로 될 수 있다. 예를 들면, 크게 크기화된 연마 입자는 본 발명에 따라 제조된 연마 입자일 수 있으며, 작게 크기화된 입자는 또 다른 연마 입자 타입일 수 있다. 반대로, 예를 들면, 작게 크기화된 연마 입자는 본 발명에 따라 제조된 연마 입자일 수 있으며, 크게 크기화된 입자는 또 다른 연마 입자 타입일 수 있다.

적합한 회석제 입자의 예는 대리석, 석고, 수석, 실리카, 산화철, 규산알루미늄, 유리(유리 기포 및 유리 비드 포함), 알루미늄 기포, 알루미늄 비드 및 회석 응집체를 포함한다. 또한, 본 발명에 따라 제조된 연마 입자는 연마 응집체 중에서 또는 이와 합쳐질 수 있다. 전형적으로, 연마 응집 입자는 다수의 연마 입자, 결합제 및 임의적인 첨가제를 포함한다. 결합제는 유기 및(또는) 무기일 수 있다. 연마 응집체는 랜덤한 형상이거나 이들과 관련된 미리 정한 형상을 가질 수 있다. 형상은 블록, 실린더, 피라미드, 코인, 정사각형 등일 수 있다. 전형적으로, 연마 응집 입자는 약 100 내지 약 5000 마이크로미터, 전형적으로 약 250 내지 약 2500 마이크로미터 범위의 입도를 갖는다. 연마 응집 입자에 관한 추가적인 상세는 예를 들면, 미국 특허 제 4,311,489호(Kressner), 제 4,652,275호(Bloecher et al.), 제 4,799,939호(Bloecher et al.), 제 5,549,962호(Holmes et al.) 및 제 5,975,988호(Christianson), 및 각각 2000년 10월 16일 출원된 미국 출원 09/688,444 및 09/688,484, 각각 2000년 10월 16일 출원된 09/688,444, 09/688,484, 및 09/688,486, 및 각각 2001년 10월 5일 출원된 09/971,899, 09/972,315 및 09/972,316에서 찾을 수 있다.

연마 입자는 연마 물품 중에 균일하게 분포되거나 연마 물품 중 선택된 구역 또는 부분에 농축될 수 있다. 예를 들면, 코팅된 연마에서, 연마 입자로 된 두 층이 존재할 수 있다. 제 1 층은 본 발명에 따라 제조된 연마 입자 이외의 연마 입자를 포함하고, 및 제 2(바깥쪽)층은 본 발명에 따라 제조된 연마 입자를 포함한다. 유사하게, 결합된 연마재에서, 분쇄 휠로 된 두 개의 별개의 구획이 존재할 수 있다. 바깥쪽 구획은 본 발명에 따라 제조된 연마 입자를 포함할 수 있으며, 안쪽 구획은 그렇지 않다. 별법으로, 본 발명에 따라 제조된 연마 입자는 결합된 연마 물품 전체에 균일하게 분포될 수 있다.

코팅된 연마 물품에 관한 추가 상세는 예를 들면, 미국 특허 제 4,734,104호(Broberg), 제 4,737,163호(Larkey), 제 5,203,884호(Buchanan et al.), 제 5,152,917호(Pieper et al.), 제 5,378,251호(Culler et al.), 제 5,417,726호(Stout et al.), 제 5,436,063호(Follett et al.), 제 5,496,386호(Broberg et al.), 제 5,609,706호(Benedict et al.), 제 5,520,711호(Helmin), 제 5,954,844호(Law et al.), 제 5,961,674호(Gagliardi et al.) 및 제 5,975,988호(Christianson)에서 찾을 수 있다. 결합된 연마 물품에 관한 추가 상세는 예를 들면, 미국 특허 제 4,543,107호(Rue), 제 4,741,743호(Narayanan et al.), 제 4,800,685호(Haynes et al.), 제 4,898,597호(Hay et al.), 제 4,997,461호(Markhoff-Matheny et al.), 제 5,037,453호(Narayanan et al.), 제 5,110,332호(Narayanan et al.) 및 제 5,863,308호(Qi et al.)에서 찾을 수 있다. 유리질 결합된 연마에 관한 추가 상세는 예를 들면, 미국 특허 제 4,543,107호(Rue), 제 4,898,597호(Hay et al.), 제 4,997,461호(Markhoff-Matheny et al.), 제 5,094,672호(Giles Jr. et al.), 제 5,118,326호(Sheldon et al.), 제 5,131,926호(Sheldon et al.), 제 5,203,886호(Sheldon et al.), 제 5,282,875호(Wood et al.), 제 5,738,696호(Wu et al.) 및 제 5,863,308호(Qi)에서 찾을 수 있다. 부직 연마 물품에 관한 추가 상세는 예를 들면, 미국 특허 제 2,958,593호(Hoover et al.)에서 찾을 수 있다.

본 발명은 본 발명에 따라 제조된 하나 이상의 연마 입자를 작업편의 표면과 접촉시키고, 접촉된 표면 또는 연마 입자 중 하나 이상을 이동시켜 상기 표면의 적어도 일부를 연마 입자로 연마하는 것을 포함하는 표면 연마 방법을 제공한다. 본 발명에 따라 제조된 연마 입자를 사용하여 연마하는 방법은 주물(즉, 고압 고 저장액 제거) 내지 폴리싱(예를 들면, 코팅된 연마 벨트를 사용하여 의료용 임플란트 폴리싱) 범위이며, 여기서 후자는 전형적으로 연마 입자의 미세한 등급(예를 들면, ANSI 220 및 더 미세한 것)을 사용하여 수행된다. 또한, 연마 입자는 정밀 연마 분야, 예를 들면, 유리화된 결합된 휠이 구비된 분쇄 캠 축(cam shaft)에 사용될 수 있다. 특정 연마 분야에 사용된 연마 입자의 크기는 당업자에게 자명할 것이다.

본 발명에 따라 제조된 연마 입자를 사용한 연마는 건식 또는 습식으로 수행될 수 있다. 습식 연마의 경우, 액체는 가벼운 안개로부터 완전한 큰물의 형태로 도입되고 공급될 수 있다. 통상 사용되는 액체의 예는 물, 수용성 오일, 유기 윤활제 및 에멀션을 포함한다. 액체는 연마와 관련된 열을 감소시키는 데에 작용하고(하거나) 윤활제로 작용할 수 있다. 액체는 소량의 첨가제, 예를 들면 항균제, 소포제 등을 함유할 수 있다.

본 발명에 따라 제조된 연마 입자는 예를 들면, 작업편, 예를 들면 알루미늄 금속, 탄소강, 연강, 공구강, 스테인레스강, 경화강, 티타늄, 유리, 세라믹, 목재, 목재 유사 물질(예를 들면, 합판 및 입자 보드(board)), 페인트, 페인팅된 표면, 유기 코팅된 표면 등을 연마하는 데 유용할 수 있다. 전형적으로, 연마 동안 인가된 힘은 약 1 내지 약 100 킬로그램 범위이다.

본 발명의 이점 및 실시양태는 하기 비제한적인 실시예에 의해 추가로 설명되며, 이들 실시예에 언급된 특정 물질 및 그들의 양, 뿐만 아니라 다른 조건 및 상세는 본 발명의 범위를 과도하게 제한하는 것으로 해석되지 않아야 한다. 모든 부 및 %는 달리 언급이 없으면 중량 기준이다. 달리 언급이 없으면, 모든 실시예는 소량의 SiO_2 , B_2O_3 , P_2O_5 , GeO_2 , TeO_2 , As_2O_3 및 V_2O_5 를 함유한다.

실시예

비교예 A

폴리에틸렌 병을 112.8 그램의 알루미늄 분말(아리조나주 독송 소재의 콘데아 비스타(Condea Vista)로부터 상표명 "APA-0.5" 하에 입수), 133.17 그램의 산화란타넘 분말(몰리코르프, 인크.(Molycorp, Inc.)로부터 입수), 54 그램의 지르코늄 산화물 분말(94.4 중량%의 ZrO_2 (+ HfO_2)로 된 공칭 조성물 사용; 조지아주 마리에타 소재의 지르코니아 세일즈, 인크.(Zirconia Sales, Inc.)로부터 상표명 "HSY-3" 하에 입수되는 5.6 중량%의 Y_2O_3) 및 150.6 그램의 증류수로 충전시켰다. 약 450 그램의 알루미늄 압연 매체(10 mm 직경; 99.9 % 알루미늄; 오하이오주 아크론 소재의 유니온 프로세스(Union Process)로부터 입수)를 병에 첨가하고, 혼합물을 4 시간 동안 압연하여 성분들을 완전히 혼합시켰다. 압연 후, 압연 매체를 제거하고, 슬러리를 유리("PYREX") 팬에 붓고, 여기서 이를 히팅건(heat-gun)을 사용하여 건조시켰다. 모타르 및 막자를 사용하여 분쇄한 후, 다상 입자 중 일부를 수소/산소 횡불 화염에 공급하였다. 용융물 다상 입자를 용융시켜 용융된 유리 비드를 형성하는 데 사용된 수소 횡불은 수소 및 산소를 하기 속도로 전달하는 베들레헴 벤치(Bethlehem bench) 연소기였다. 내부 고리의 경우, 수소 흐름 속도는 1 분 당 8 표준 리터(SLPM)이고, 산소 흐름 속도는 3 SLPM이었다. 외부 고리의 경우, 수소 흐름 속도는 1 분 당 23 표준 리터(SLPM)이고, 산소 흐름 속도는 9.8 SLPM이었다. 건조되고 크기화된 입자를 수소 횡불 화염에 바로 공급하고, 여기서 이들을 용융시키고, 냉각수가 넘치는(약 8 l/min.) 경사진 스테인레스강 표면(45 도의 경사각을 갖는 약 20 인치 폭)으로 수송하였다.

비교예 B

폴리에틸렌 병을 26.8 그램의 알루미늄 분말("APA-0.5"), 14.05 그램의 산화이트륨(Y_2O_3) 분말(위스콘신주 밀와우케 소재의 알드리치 케미칼 캠페니(Aldrich Chemical Company, Inc.)로부터 입수), 9.2 그램의 지르코늄 산화물 분말("HSY-3") 및 145 그램의 증류수로 충전시키는 것을 제외하고 비교예 B 비드를 비교예 A에 기재된 것과 같이 제조하였다.

실시예 1 및 실시예 2

사용된 원료, 및 사용된 원료의 양을 하기 표 1에 나열하며, 원료의 압연을 200 그램의 지르코니아 매질(뉴저지주 디비전 오브 바운드 브룩(Division of Bound Brook), 토소 세라믹스(Tosoh Ceramics)로부터 "YTZ" 상표명 하에 입수)을 구비한 145 그램의 증류수 중에서 120 rpm에서 24 시간 동안 수행하는 것을 제외하고 실시예 1 및 실시예 2 비드를 비교예 A에 기재된 것과 같이 제조하였다. 사용된 원료의 공급처를 하기 표 2에 나열한다.

[표 1]

실시예	분말 배치량, g	성분들의 중량%
1	Al ₂ O ₃ : 17.87	Al ₂ O ₃ : 35.73
	La ₂ O ₃ : 21.08	La ₂ O ₃ : 42.17
	ZrO ₂ : 8.55	ZrO ₂ : 17.1
	Nb ₂ O ₅ : 2.5	Nb ₂ O ₅ : 5
2	Al ₂ O ₃ : 17.87	Al ₂ O ₃ : 35.73
	La ₂ O ₃ : 21.08	La ₂ O ₃ : 42.17
	ZrO ₂ : 8.55	ZrO ₂ : 17.1
	Ta ₂ O ₅ : 2.5	Ta ₂ O ₅ : 5

[표 2]

원료	공급처
알루미나(Al ₂ O ₃) 분말	아리조나주 특송 소재의 콘데아 비스타로부터 상표명 "APA-0.5" 하에 입수
산화란타넘(La ₂ O ₃) 분말	몰리코르프, 인크.로부터 입수
산화니오브(Nb ₂ O ₅) 분말	위스콘신주 밀와우케 소재의 알드리치 케미칼로부터 입수
산화탄탈(Ta ₂ O ₅) 분말	알드리치 케미칼로부터 입수
산화이트륨 안정화 지르코늄 산화물 (Y-PSZ) 분말	조지아주 마리에타 소재의 지르코니아 세일즈, 인크.로부터 상표명 "HSY-3" 하에 입수

비교예 C-I

사용된 원료, 및 사용된 원료의 양을 하기 표 3에 나열하며, 원료의 압연을 200 그램의 지르코니아 매질(뉴저지주 디비전 오브 바운드 브룩, 토소 세라믹스로부터 "YTZ" 상표명 하에 입수)을 구비한 145 그램의 증류수 중에서 120 rpm에서 24 시간 동안 수행하는 것을 제외하고 비교예 C-I 비드를 비교예 A에 기재된 것과 같이 제조하였다. 사용된 원료의 공급처를 하기 표 4에 나열한다.

[표 3]

실시예	분말 배치량, g	성분의 중량%
비교예 C	Al ₂ O ₃ : 17.87	Al ₂ O ₃ : 35.73
	La ₂ O ₃ : 21.08	La ₂ O ₃ : 42.17
	ZrO ₂ : 8.55	ZrO ₂ : 17.1
	SrO: 2.5	SrO: 5
비교예 D	Al ₂ O ₃ : 17.87	Al ₂ O ₃ : 35.73
	La ₂ O ₃ : 21.08	La ₂ O ₃ : 42.17
	ZrO ₂ : 8.55	ZrO ₂ : 17.1
	Mn ₂ O ₃ : 2.5	Mn ₂ O ₃ : 5
비교예 E	Al ₂ O ₃ : 18.25	Al ₂ O ₃ : 36.5
	La ₂ O ₃ : 21.52	La ₂ O ₃ : 43.04
	ZrO ₂ : 8.73	ZrO ₂ : 17.46
	Fe ₂ O ₃ : 1.5	Fe ₂ O ₃ : 3
비교예 F	Al ₂ O ₃ : 18.25	Al ₂ O ₃ : 36.5
	La ₂ O ₃ : 21.52	La ₂ O ₃ : 43.04
	ZrO ₂ : 8.73	ZrO ₂ : 17.46
	Cr ₂ O ₃ : 1.5	Cr ₂ O ₃ : 3
비교예 G	Al ₂ O ₃ : 18.25	Al ₂ O ₃ : 36.5
	La ₂ O ₃ : 21.52	La ₂ O ₃ : 43.04
	ZrO ₂ : 8.73	ZrO ₂ : 17.46
	TiO ₂ : 1.5	TiO ₂ : 3
비교예 H	Al ₂ O ₃ : 25.45	Al ₂ O ₃ : 50.9
	Y ₂ O ₃ : 13.35	Y ₂ O ₃ : 26.7
	ZrO ₂ : 8.7	ZrO ₂ : 17.4
	Ta ₂ O ₅ : 2.5	Ta ₂ O ₅ : 5
비교예 I	Al ₂ O ₃ : 25.43	Al ₂ O ₃ : 50.9
	Y ₂ O ₃ : 13.35	Y ₂ O ₃ : 26.7
	ZrO ₂ : 8.7	ZrO ₂ : 17.4
	Nb ₂ O ₅ : 2.5	Nb ₂ O ₅ : 5

[표 4]

원료	공급처
알루미나(Al ₂ O ₃) 분말	아리조나주 특수 소재의 콘데아 비스타로부터 상표명 "APA-0.5" 하에 입수
산화크롬(Cr ₂ O ₃) 분말	알드리치 케미칼 캄파니로부터 입수
산화철(Fe ₂ O ₃) 분말	알드리치 케미칼 캄파니로부터 입수
산화란타넘(La ₂ O ₃) 분말	몰리코르프, 인크.로부터 입수되고, 배치 혼합 전 6 시간 동안 700 °C에서 하소됨
산화망간(Mn ₂ O ₃) 분말	알드리치 케미칼 캄파니로부터 입수
산화니오브(Nb ₂ O ₅) 분말	알드리치 케미칼 캄파니로부터 입수
산화스트론튬(SrO) 분말	알드리치 케미칼 캄파니로부터 입수
산화탄탈(Ta ₂ O ₅) 분말	알드리치 케미칼 캄파니로부터 입수
산화티타늄(TiO ₂) 분말	조지아주 사바나 소재의 케미라 인크.(Kemira Inc., Savannah, GA)로부터 입수
산화이트륨(Y ₂ O ₃) 분말	메사추세츠주 뉴튼 소재의 에이취.씨. 스타크(H.C. Stark)로부터 입수
산화이트륨 안정화 지르코늄 산화물(Y-PSZ) 분	조지아주 마리에타 소재의 지르코니아 세일즈, 인크.로부터 상표명 "HSY-3" 하에 입수

-열처리

-75 + 38 메쉬 크기 분획(즉, 75-마이크로미터 개구 크기와 38-마이크로미터 개구 크기 스크린 사이에서 수집된 분획) 중의 비교예 A-I 및 실시예 1 및 실시예 2 비드를 공기 중에서 1000 °C 내지 1300 °C 범위의 온도에서 60 분 동안 열처리 하였다. 전기 가열로(캘리포니아주 피코 리버라 소재의 케이트 퍼니시즈(Keith Furnaces)로부터 상표명 "Model KKSK-666-3100" 하에 입수)에서 열처리를 수행하였다.

분말 x선 회절(1.54050 옹스트롬의 구리 K α1 방사능을 구비한 x선 회절분석기(뉴저지주 마와 소재의 필립스로부터 상표명 "필립스 XRG3100" 하에 입수) 사용)을 사용하여 열처리된 물질 중에 존재하는 상을 정성적으로 측정하였다. 검출된 상, 및 x선 물질 중의 그들의 상대 강도를 하기 표 5에 기록한다.

[표 5]

* 초기 입방형 결정 구조
ND = 결정되지 않음

실시예	온도 °C	LaAlO ₃	YAlO ₃	Y ₃ Al ₅ O ₁₂	LaAl ₁₁ O ₁₈	La ₂ Zr ₂ O ₇	ZrO ₂ (C1)	(Zr,M)O ₂ FCC	α-Al ₂ O ₃	전이 Al ₂ O ₃
2	1000	7	ND	ND	ND	ND	ND	100	2	4
	1100	47	ND	ND	ND	ND	1	100	ND	5
	1300	100	ND	ND	ND	ND	30	7	ND	5

비교예 A 및 실시예 1 및 실시예 2의 열처리된 물질 1 그램 각각을 1:1 질량비로 내부 표준(강옥 형태의 Al₂O₃, 결정자 크기 1.0 마이크로미터)과 혼합하였다. 1:1 혼합물을 에탄올 하에서 마노 모타르 중에서 10 분 동안 균질화하고, 건조시켰다. 그 다음, 혼합물을 마노 모타르로부터 회수하고, 메틸 에틸 케톤(MEK)을 사용하여 유리 인서트가 구비된 알루미늄 샘플 홀더로 슬러리화하였다.

수직 회절분석기("PHILIPS XRG 3100"), 구리 Ka 방사, 및 산란된 방사의 비례 검출기 등록(proportional detector registry)을 사용하여 각각의 샘플/표준 혼합물로부터 총 9 개의 탐사 스캔을 얻었다. 회절분석기에 가변성 입사 광선 슬릿, 고정된 회절 빔 슬릿 및 그래파이트 회절 빔 단색광분광계를 고정시켰다. 탐사 스캔을 0.04 도 단계 크기 및 6 초 체류 시간을 사용하여 20 내지 52 도(2θ)에서 수행하였다. 45 kV 및 35 mA의 X선 생성기 설정을 사용하였다.

관찰된 데이터를 프로파일 적합시킴으로써 샘플 중에 존재하는 상에 대한 피크 면적 및 강옥 내부 표준으로부터 피크 면적을 결정하였다. 피어슨(Pearson) VII 피크 형상 모델 및 선형 배경을 프로파일 적합에 사용하였다. 존재하는 상에 사용된 피크 및 강옥 내부 표준을 하기 표 6에 나열한다.

[표 6]

상/표준	사용된 피크 (도 2θ로 기록됨)
LaAlO ₃	23.4, 33.4
LaAl ₁₁ O ₁₈	32.2, 34.0
La ₂ Zr ₂ O ₇	33.7, 48.4
ZrO ₂ (C,T)	29.2, 48.4
(Zr,M)O ₂	29.0, 33.5
전이 Al ₂ O ₃	46.2
내부 표준으로서 Al ₂ O ₃ (강옥)	37.8, 43.4

제시된 샘플 중에 존재하는 각각의 상에 대한 I_p/I_c 비를 하기 등식으로부터 결정하였다.

$$\text{계산된 비} = I_p/I_c * (m_{\text{샘플}}/m_{\text{표준}})$$

상기 식 중,

I_p = 개개의 상 피크 면적의 합,

I_c = 개개의 강옥 피크 면적의 합,

$m_{\text{샘플}}$ = 사용된 샘플의 양(그램 단위), 및

$m_{\text{표준}}$ = 사용된 표준의 양(그램 단위).

검출되는 각각의 상에 대한 I_p/I_c 비를 하기 표 7에 나열한다.

[표 7]

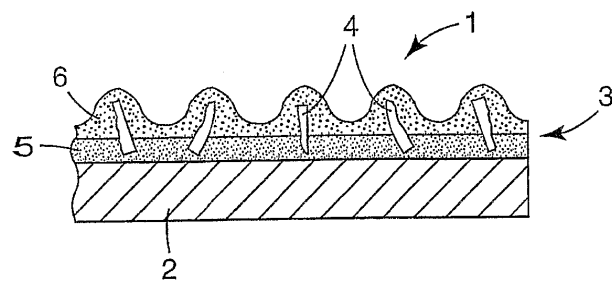
실시에	온도, °C	LaAlO ₃	LaAl ₁₁ O ₁₈	La ₂ Zr ₂ O ₇	ZrO ₂ (C,T)	(Zr,M)O ₂ FCC	전이 Al ₂ O ₃
비교예 A	1000	0.22	ND	0.48	ND	ND	0.01
	1100	0.16	ND	0.29	0.23	ND	0.02
	1300	0.58	ND	ND	0.22	ND	0.01
1	1000	0.24	ND	ND	ND	0.70	0.01
	1100	0.39	ND	ND	0.15	0.28	0.03
	1300	0.47	ND	ND	0.43	ND	0.02
2	1000	0.30	ND	ND	ND	0.77	0.03
	1100	0.46	ND	ND	0.85	0.73	0.02
	1300	0.56	ND	ND	0.18	0.52	0.02

ND = 결정되지 않음

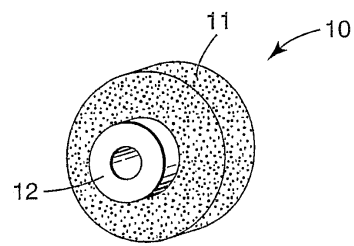
본 발명의 다양한 변형 및 변화는 본 발명의 범위 및 기술사상으로부터 벗어남이 없이 당업자에게 자명할 것이며, 본 발명이 본 명세서에 나타난 예시적인 실시양태로 과도하게 제한되지 않는다는 것이 이해되어야 한다.

도면

도면1



도면2



도면3

