



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0084081
(43) 공개일자 2022년06월21일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 32/28 (2017.01) B24D 3/10 (2006.01)
C09K 3/14 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C01B 32/28 (2017.08)
B24D 3/10 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2022-7015173
- (22) 출원일자(국제) 2020년10월02일
심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2022년05월04일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2020/037635
- (87) 국제공개번호 WO 2021/066172
국제공개일자 2021년04월08일
- (30) 우선권주장
JP-P-2019-183852 2019년10월04일 일본(JP)

- (71) 출원인
도메이 다이아 가부시키키가이샤
일본국 도쿄도 미나토구 신바시 1초메 1반 13고
- (72) 발명자
이시즈카 히로시
사망
이시즈카 요시아키
일본국 도치기켄 오야마시 조토 4초메 5반 1고 도
메이 다이아 오야마 고조 내
- (74) 대리인
김병진, 노태정

전체 청구항 수 : 총 26 항

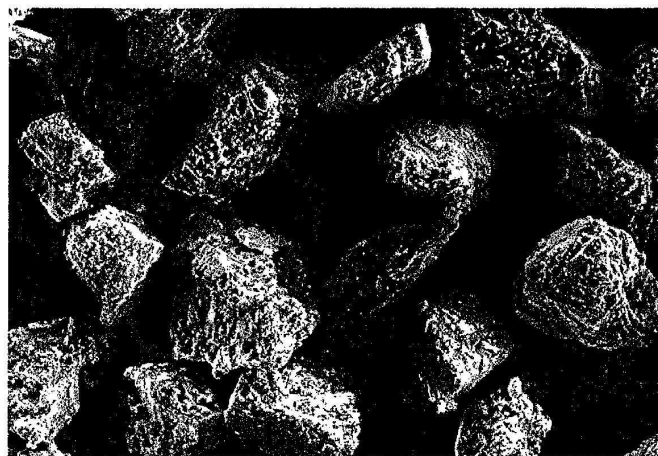
(54) 발명의 명칭 **파쇄가 용이한 다이아몬드 그릿 및 그 제조방법**

(57) 요약

(기술적 과제) 입자 표면을 커버하는 비-다이아몬드 탄소 층이 있거나 없는, 다이아몬드 입자 내의 내부 미세 크랙 및 표면 요철을 겸비하여 포함하는, 파쇄성이 향상된 다이아몬드 그릿 및 그 제조 방법을 제공하는 것이다.

(기술적 해결방법) 정적 초고압 고온 공정에 의해 합성된 다이아몬드 입자로 이루어지는 본 발명의 다이아몬드 그릿은 입자 내에 가열의 영향으로 발생하는 미세 크랙 및 고온에서의 산화 에칭에 의해 입자 상에 형성되는 표면 요철을 모두 포함한다. 그 제조 방법은 정적 초고압 고온 공정의 합성 공정으로부터 다이아몬드 입자의 출발 부피를 제공하고, 상기 다이아몬드 입자를 산화 에칭트와의 밀접 접촉하에 800℃ 이상의 온도에서 가열 공정에 적용하고, 다이아몬드 입자 내에 미세 크랙을 발생시키고 또한 입자 표면을 부식시켜 표면 요철을 증가시키고, 처리된 다이아몬드 입자를 회수하는 단계를 포함한다.

대표도 - 도1



Fe₂O₃: 1300°C

10µm

(52) CPC특허분류
C09K 3/1409 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

정적 초고압 고온 공정에 의하여 합성된 다이아몬드 입자로 이루어지며, 입자 내에 가열에 의해서 발생된 미세 크랙 및 고온에서의 산화 에칭에 의해서 입자에 형성된 표면 요철을 포함하는, 파쇄성이 향상된 파쇄가 용이한 다이아몬드 그릿.

청구항 2

청구항 1에 있어서, 기본 다이아몬드 입자로부터 전환된 비-다이아몬드 탄소 층을 입자 표면 상에 더욱 포함하는, 파쇄성이 향상된 파쇄가 용이한 다이아몬드 그릿.

청구항 3

청구항 2에 있어서, 비-다이아몬드 탄소 함량은 다이아몬드와 비-다이아몬드의 결합 질량에 대하여 0.2% 이상임을 특징으로 하는, 파쇄성이 향상된 파쇄가 용이한 다이아몬드 그릿.

청구항 4

청구항 2 또는 청구항 3에 있어서, 비-다이아몬드 탄소 함량은 다이아몬드와 비-다이아몬드의 결합 질량에 대하여 0.5 내지 10% 범위임을 특징으로 하는, 파쇄성이 향상된 파쇄가 용이한 다이아몬드 그릿.

청구항 5

청구항 1 내지 청구항 4 중 어느 한 항에 있어서, 상기 다이아몬드 입자는 본질적으로 150 μ m 이하의 D₅₀ 평균 크기를 갖는 크기-분류된 다이아몬드 분말 제품임을 특징으로 하는, 파쇄성이 향상된 파쇄가 용이한 다이아몬드 그릿.

청구항 6

청구항 1 내지 청구항 5 중 어느 한 항에 있어서, 가정 (기준) 구체(assumed (reference) spere)의 표면의 3.5 배 이상인 B.E.T. 비표면적(specific surface area)을 포함하는, 파쇄성이 향상된 파쇄가 용이한 다이아몬드 그릿.

청구항 7

청구항 1 내지 청구항 6 중 어느 한 항에 있어서, 상기 입자는 친수성 표면을 가짐을 특징으로 하는, 파쇄성이 향상된 파쇄가 용이한 다이아몬드 그릿.

청구항 8

청구항 1 내지 청구항 7 중 어느 한 항에 있어서, 상기 입자는 비-다이아몬드 탄소 상(non-diamond carbon phase)에 기초한 제어된 전기 저항을 발휘함을 특징으로 하는 파쇄성이 향상된 다이아몬드 그릿.

청구항 9

청구항 1 내지 청구항 8 중 어느 한 항에 있어서, 10MPa에서 압축된 부피로서의 상기 입자는 $10^{-3} \Omega/m$ 이상의 전기 저항을 발휘함을 특징으로 하는, 과쇄성이 향상된 과쇄가 용이한 다이아몬드 그릿.

청구항 10

청구항 1 내지 청구항 9 중 어느 한 항에 있어서, 10MPa에서 압축된 부피로서의 상기 입자는 $10^6 \Omega/m$ 미만의 전기 저항을 발휘함을 특징으로 하는, 과쇄성이 향상된 과쇄가 용이한 다이아몬드 그릿.

청구항 11

청구항 1 내지 청구항 10 중 어느 한 항에 따른 그릿 제조 방법으로서:

정적 초고압 고온 공정 하에서 합성 공정으로부터 다이아몬드 입자의 출발 부피를 제공하는 단계;

산화 에천트와의 밀접 접촉하에서 800℃ 이상의 처리 온도에서 상기 다이아몬드 입자에 가열 공정을 거치는 단계;

그리하여 다이아몬드 입자 내에 미세 크랙을 생성하고 또한 입자 표면을 부식시켜 표면 요철을 증가시키는 단계; 및

처리된 다이아몬드 입자를 회수하는 단계;를 포함하는 청구항 1 내지 청구항 10 중 어느 한 항에 따른 그릿 제조 방법.

청구항 12

청구항 11에 있어서, 상기 가열 공정은 온도 및 대기 가스 조성이 제어되는 환경에서 수행됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 13

청구항 11 또는 청구항 12에 있어서, 상기 대기 가스는 물(H₂O), 이산화탄소(CO₂) 및 산소(O₂)로부터 선택된 하나를 포함함을 특징으로 하는 방법.

청구항 14

청구항 11 내지 청구항 13 중 어느 한 항에 있어서, 상기 가열은 비-산화 gas와 혼합된 산화 에천트 gas를 포함하는 대기 가스에서 수행됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 15

청구항 11에 있어서, 상기 에천트는 고체형태임을 특징으로 하는 방법.

청구항 16

청구항 11 내지 청구항 15 중 어느 한 항에 있어서, 상기 에천트는 미립자 형태이고 다이아몬드 입자와의 혼합

물에서 가열됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 17

청구항 11, 청구항 15, 또는 청구항 16 중 어느 한 항에 있어서, 상기 예천트는 금속의 탄소-환원성 산화물, 수산화물 및 탄산염으로부터 선택된 하나임을 특징으로 하는 방법.

청구항 18

청구항 11 내지 청구항 17 중 어느 한 항에 있어서, 상기 처리 온도는 800℃보다 높지만 1500℃보다 낮음을 특징으로 하는 방법.

청구항 19

청구항 11 내지 청구항 18 중 어느 한 항에 있어서, 상기 처리 온도는 1000℃ 내지 1400℃임을 특징으로 하는 방법.

청구항 20

청구항 11 내지 청구항 19 중 어느 한 항에 있어서, 다이아몬드 입자 내부에 미세 크랙이 발생됨과 동시에 입자 표면이 부식되어 입자 상의 표면 요철이 향상됨으로써, 처리된 다이아몬드 입자가 회복됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 21

청구항 11 내지 청구항 20 중 어느 한 항에 있어서, 출발 다이아몬드 입자 기초의 표면층은 상기 가열 공정에 의해 비-다이아몬드로 전환됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 22

청구항 11 내지 청구항 21 중 어느 한 항에 있어서, 상기 출발 다이아몬드 입자는 메쉬 등급 입자 크기를 가지며 처리된 바와 같이 출발 다이아몬드 입자에 비해 10% 이상 감소된 파괴 강도를 발휘함을 특징으로 하는 방법.

청구항 23

청구항 11 내지 청구항 22 중 어느 한 항에 있어서, 상기 출발 다이아몬드 입자는 10 μ m 미만의 입자 크기를 가지며 처리된 바와 같이 출발 다이아몬드 입자에 비해 10% 이상 증가된 비표면적을 나타냄을 특징으로 하는 방법.

청구항 24

청구항 1 내지 청구항 10 중 어느 한 항에 의한 다이아몬드 입자(부피)를 포함하는 (작업) 도구.

청구항 25

청구항 1 내지 청구항 10 중 어느 한 항에 의한 다이아몬드 입자(부피)를 포함하는 연마 도구.

청구항 26

청구항 1 내지 청구항 10 중 어느 한 항에 의한 다이아몬드 입자(부피)를 포함하는 연삭 도구.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 다이아몬드 그릿, 특히, 기계가공 용도에 사용될 때 우수한 파쇄 성능을 달성하도록 특별히 설계된 독특한 결정 구조를 가지며 다른 기본적인 품질을 겸비한 입자에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 다이아몬드의 합성 기술은 이미 완성 수준에 도달하여 보석 품질의 다이아몬드 결정을 산업용 연마 그릿으로서 사용하는 것도 가능하다.

[0003] 한편, 보다 긴 공구 수명을 허용하는 기존의 고 인성(high toughness) 다이아몬드 그릿에 비하여, 보다 높은 연삭율과 효율적인 연삭율로 보다 높은 정밀도의 표면 조도를 달성할 수 있도록, 고속 정밀 가공을 전문으로 하는 연마 그릿에 대한 연마 및 연삭 작업 분야에서도 높은 요구 사항이 있다.

[0004] 이와 같이 높은 연삭율 및 미세한 가공면 품질 모두를 동시에 충족시킬 수 있는 그릿으로서, 가공 산업에서는 다결정형 연마 그릿이 선호되는데, 10nm 정도의 크기를 갖는 1차 입자가 단단히 응집되어 수 마이크로 크기의 2차 입자를 형성하게 된다.

[0005] 그러나 이와 같은 다결정형 그릿은 화약을 많이 사용하여 많은 법적 규제가 수반되는 방식으로 생산되기 때문에, 정적인 초고압 온도 공정의 일반 그릿에 비해 상대적으로 고가이다. 또한, 일반적인 유형의 다이아몬드를 위의 목적에 적합하도록 수정하여 이러한 문제를 피할 수 있는 다른 기술: 고속 고정밀 가공이 발표되었다.

[0006] 예를 들어, 특허 문헌 1에는 다이아몬드 표면에 비-다이아몬드 층을 생성함과 동시에 입자와 함께 내부 미세 크랙을 생성하기 위하여 다이아몬드 입자를 비산화성 분위기하에서 1000℃ 이상으로 가열하는 기술이 개시되어 있다. 일반적으로 입자 표면 상의 비-다이아몬드 층은 작업을 위한 윤활제 또는 완충제 역할을 하고, 또한 그릿 에지 돌출 높이에 대한 감소제 역할을 하는 것으로 이해된다. 반면 내부 크랙은 에지 주변의 미세한 균열을 효과적으로 유도하여 깊은 그릿 스크래치의 발생을 방지하고 새로운 에지의 재생을 촉진한다.

[0007] 한편, 특허문헌 2에는 다이아몬드 그릿이 주기율표의 VIII족 금속과 접촉하여 가열되고 에칭되어 입자가 요철로 가득 찬 수정된 표면을 갖게 하는 기술이 개시되어 있다. 이 기술에서 금속은 고온에서 접촉하는 다이아몬드의 흑연화를 촉진한다: 다이아몬드 입자는 다이아몬드-변환 흑연의 산화에 의한 제거 이후 입자 질량이 감소되고 표면 요철이 확대되며 비표면적(specific surface areas)이 증가된다. 또한, 다이아몬드 입자가 니켈로 코팅된 상태에서 825℃ 내지 1000℃ 사이에서 가열되거나 철 분말과 혼합되어 압축된 상태에서 700℃까지 가열되는 것과 같은 예를 개시한다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 특허문헌 1 : 일본 특허 제3411239호
 (특허문헌 0002) 특허문헌 2 : 일본 특허 제5518871호

비특허문헌

[0009] (비특허문헌 0001) 비특허문헌 1 : 「다이아몬드 공구」 넷케이 기술도서사 출판(1987)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명의 주요 목적은 전술한 선행 기술의 장점-다이아몬드 입자 내의 내부 크랙 및 표면 요철 - 표면 상에는 비-다이아몬드 탄소 층이 있거나 없음 - 을 겸비하는 입자 및 그 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 본 발명에 따르면, 정적 초고압 고온 공정에 의해 합성된 다이아몬드 입자로 이루어지며 과쇄성이 향상된 다이아몬드 그릿이 제공되며, 이는 입자 내에 가열의 영향으로 발생하는 미세 크랙 및 고온에서의 산화 에칭에 의해 입자 상에 형성되는 표면 요철을 모두 포함한다.

[0012] 본 발명의 다이아몬드 그릿은 기본적으로, 정적 초고압 고온 공정의 합성 공정으로부터 다이아몬드 입자의 출발 부피를 제공하고, 상기 다이아몬드 입자를 산화 에칭트와의 밀접 접촉하에 800℃ 이상의 처리 온도에서 가열 공정에 적용하고, 다이아몬드 입자 내에 미세 크랙을 발생시키고, 또한 입자 표면을 부식시켜 표면 요철을 증가시키고, 처리된 다이아몬드 입자를 회수함으로써, 효과적으로 생성된다.

발명의 효과

[0013] 본 발명은 겉보기 입자 크기에 기초한 높은 절삭율 또는 연삭력에 있어서 지속적인 연삭 및 연마 성능을 달성하고 동시에 허용가능한 가공 표면 품질을 달성하는 연마 그릿을 제공한다.

[0014] 특히, 입자의 표면에 발생하는 각각의 표면 요철은 효과적인 에지로서 절단되며, 과부하시 내부 크랙을 따라 파단되어 새로운 에지를 형성하여 지속적인 성능을 제공한다.

도면의 간단한 설명

- [0015] 도 1은 본 발명에 의하여 생성된 다이아몬드 그릿 표면의 일 예를 나타내는 SEM사진이다 (실시예 3);
- 도 2는 본 발명에 의하여 생성된 다이아몬드 그릿 표면의 다른 일 예를 나타내는 SEM사진이다 (실시예 3);
- 도 3은 본 발명에 의하여 생성된 다이아몬드 그릿 표면의 또 다른 일 예를 나타내는 SEM사진이다 (실시예 3);
- 도 4는 본 발명에 의하여 생성된 다이아몬드 그릿 표면의 또 다른 일 예를 나타내는 SEM사진이다 (실시예 3); 및
- 도 5는 비교를 위해 출발 물질의 다이아몬드 그릿의 표면 상태를 나타내는 SEM사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 본 발명은, 주로, 정적 초고압 고온 공정으로부터의 다이아몬드 입자 생성물을 포함하며, 또한 입자를 과쇄함으로써 0.1μm 내지 300μm 범위의 크기로 크기-분류된 분말을 포함한다. 입자 내의 내부 크랙과 입자 상의 표면 요철 모두를 동시에 달성하기 위한 바람직한 기술로서, 다이아몬드는 산화 가스 환경 또는 고체 산화제와의 접촉하에서 1000℃ 이상으로 가열 및 유지된다.

[0017] 입자 내부의 미세 크랙은 육안으로 직접 관찰하기 어려운 반면, 본 발명에 의해 열처리된 바와 같은 다이아몬드 입자가 내부에 약간의 비-다이아몬드 탄소의 흑색 반점을 보이거나 미세한 흑색 반점들이 모여서 어두워지는 경우에 크랙의 발생이 인지될 수 있다.

[0018] 합성 다이아몬드 입자는 종종 합성 공정에 사용되는 미량의 촉매 금속을 함유하며, 이는 결정에 포함되거나 다이아몬드 결정 격자 내에 외부 원자로 포함된다. 다이아몬드가 부분적으로 흑연으로 전환되는 것은 체적 증가를 수반하고 구조적 변형을 일으켜 크랙의 근원이 되는 것이고, 따라서 크랙은 다이아몬드가 부분적으로 흑연으로 전환되면서 발생 및 성장되는 것으로 해석된다.

[0019] 이러한 크랙 형성은 입자의 물리적 강도를 어느 정도 저하시키는 원인이 되지만, 다이아몬드 입자 특성을 레진 본드 도구(resin bond tool)로 사용하기에 적합하도록 개질하는 효과적인 기술로 사용될 수 있다. 이러한 이유

로: 지속적으로 좋은 성능을 얻을 수 있도록 새로운 에지를 다시 생성하기 위하여, 특히 초경합금 텅스텐(cemented tungsten carbide alloy)과 같이 다소 거친 재료를 가공하는 동안, 이러한 용도의 다이아몬드는 그것 이 미세-파쇄를 제공해야 하고 간혹 과부하 시에는 작업 에지 주변에 치핑이 발생되어야 한다.

- [0020] 이러한 파쇄 특징은 입자 내에 구조적 왜곡 또는 내부 미세 크랙을 제공함으로써 다이아몬드 입자에 미리 제공 될 수 있다. 크랙은 비-산화성 분위기에서 다이아몬드 입자를 1000℃ 이상, 바람직하기로는 1200℃ 내지 1300℃ 로 가열함으로써 형성될 수 있다. 특정 목표 강도를 충족시키기 위하여 온도 및 유지 시간을 선택할 수 있다. 처리 파라미터는 재현성을 고려하여 목표 강도 감소가 10% 이상이 되면 적절한 것으로 간주될 수 있다.
- [0021] 입자 강도에 사용할 수 있는 몇 가지 평가 기술이 있지만, 본 발명의 목적을 위해 우리는 파쇄성 또는 파쇄 강도를 사용한다. 여기에서 크기-분류된 샘플 입자를 결정된 질량으로 투여하고 캡슐에 넣고 여기에 스틸 볼을 추가한다. 이러한 세트는 특정 시간 동안 특정 스윙 동작에 적용된다. 샘플을 회수하고 중량을 측정하여 전체에 대한 테스트 파쇄에 의하여 크기 감소 분획의 부분을 결정한다. 파쇄 부분의 상대 질량을 강도로 표시한다. 테스트 절차에 대한 자세한 내용은 비-특허문헌 1의 238쪽을 참조한다.
- [0022] 강도는, 테스트된 전체 질량에 대하여, 파쇄되지 않은 상태로 체에 남아 있는 보다 거친 부분의 질량 비율로 된 인성 지수(toughness index T.I.)로 대신 표시될 수 있다.
- [0023] 예를 들어, 메시 등급 레진 본드 다이아몬드 제품(Tomei Diamond Powder IRV-3, #170/200)은 파쇄 특성을 강화 하기 위하여 열처리되었다; 1100℃ 및 1300℃ 온도에서 질소 분위기하에 2시간 동안 가열 후, 파쇄성은 처리 전 54.4의 값에서 각각 65.7 및 70.7로 증가했으며, 이는 20% 및 30%에 해당한다.
- [0024] 다이아몬드 입자에 표면 요철을 생성하기 위한 본 발명의 목적을 위해, 다음 기술을 사용할 수 있다: 수증기, 이산화탄소 및 산소 가스를 사용하는 가스 에칭, 및 고체 산화제와 접촉하는 고체 에칭.
- [0025] 이러한 가스는 단독으로, 서로 조합하여 도입되거나, 질소와 같은 불활성 가스로 희석되어, 800℃ 이상의 온도 에서 유지되는 다이아몬드 입자와 접촉하게 된다; 여기에서 1000℃ 및 1200℃ 사이의 온도는 산화 과정을 제어 하는 데 특히 효과적이다.
- [0026] 사용 가능한 고체 산화제에는 특히 철족 금속 및 알칼리 토금속의 금속 산화물 및/또는 금속 수산화물 및 산화 물이 있으며; 다루기 쉬운 몇 가지 예로는 산화철, 산화칼슘 및 산화마그네슘이 있다.
- [0027] 다소 거친 메쉬 등급 입자의 경우, 입자가 미세한 산화물 분말로 균일하게 코팅된 다음 압축되고 열처리되는 건 식 공정을 사용할 수 있다. 여기에서 탄산염 분말의 미세 분말 역시 산화제로 사용할 수 있다.
- [0028] 마이크론 등급 다이아몬드 입자의 처리를 위해서는 다이아몬드를 미세한 산화제 분말로 균일하게 코팅하기 위하 여 습식 모드 공정이 사용된다. 예를 들어, 다이아몬드 입자 표면은 금속 수산화물을 침착시키기 위해 알칼리가 첨가된 산성 금속염 용액으로 미리 적셔진다. 다이아몬드 입자는 열처리를 위해 공기 중에서 400℃로 (즉, 산화 개시 온도 미만으로) 가열하여 건조된다.
- [0029] 에칭 공정은 기본적으로 800℃ 이상에서 비-산화성 분위기하에 다이아몬드 입자를 가열하여 수행된다. 1000℃ 이상의 높은 온도가 바람직하며, 특히 1100℃ 내지 1300℃의 범위 이내인 것이 바람직하다. 열처리된 다이아몬 드 입자는 묽은 염산에 용해시켜 금속 성분을 제거하고 물로 세척하고 건조하여 회수된다.
- [0030] 산화물로 에칭하면 다이아몬드에 1μm 이상 깊이의 피트를 형성할 수 있다. 이 공정이 반도체 재료 생산을 위한 연삭, 연마 등의 공정에 적용될 경우, 장래적으로 높은 가공 속도를 허용하면서 미세한 가공면을 생성하는 마이 크로-에지가 많은 다이아몬드 입자를 얻을 수 있다.
- [0031] 본 발명의 다이아몬드 입자는 공구에서 사용될 수 있으며, 이는 차례로 공구 베이스에 결합되는 본드 재료에 고 정된다. 이러한 사용에서 입자는 향상된 공구 수명을 달성하는 데 유용한 기능인 향상된 그릿 보유 또는 본드 결합 유지를 제공할 수 있다.
- [0032] 본 발명에 의해 에칭된 다이아몬드 입자 표면은 메쉬 등급에 대한 벌크 밀도의 관점에서 간접적으로 평가될 수 있는데, 이는 본 발명의 표면 에칭이 입자를 향상된 요철을 갖는 더 큰 형상으로 변화시키기 때문이다. 공정 조 건은 처리 전 값에 대하여 10% 이상의 부피 밀도 목표 감소를 유발하도록 선택되어야 한다.
- [0033] B.E.T. 표면 분석은 10μm 이하의 입자에 대한 비표면적의 상대 평가에 적합하다. 기본적으로 분쇄 및 입도 선별 을 통해 생산되는 마이크론 등급의 다이아몬드 입자는 불규칙한 형태를 가지므로 편의상 각 로트의 크기 분포

D₅₀ 중간값 또는 평균을 대표 크기값으로 하여 취급된다.

- [0034] 그러나, 비표면적으로 표시된 값은 입자의 외표면, 입자 표면으로부터 연장된 피트의 내벽 표면, 및 표면에 개방된 공극의 내표면을 포함하는 합이므로, 공칭 D₅₀ 크기 입자의 직경을 갖는 가정된 기준 구(assumed reference sphere)보다 훨씬 크다. 따라서, 예를 들어, 10 μ m 상업용 마이크론 크기의 다이아몬드 분말은 3배의 값을 나타내는 것이 일반적이다.
- [0035] 본 발명의 그릿 입자의 경우, 에칭 공정은 불규칙한 형태의 입자 표면에 많은 미세 요철을 생성하므로, 비표면적이 보다 증가된 값을 나타내며; 기준 구에 대한 상대적인 비표면적 3.5배 이상에서 마이크로-파쇄 및 가공된 품질의 가공 성능 개선이 현저하다.
- [0036] 입자 에칭의 정도는 사용되는 에천트의 성질 및 농도, 가열 온도 및 유지 시간 등과 같은 파라미터에 의존하기 때문에, 공정 조건은 목표로서 3.5 이상의 상대적인 비표면적에 대해 현실적으로 선택될 수 있다.
- [0037] 예를 들어, 5.7 μ m 평균 크기의 다이아몬드 분말(비표면적: 0.849m²/g)을 가열하고 금속 질량 기준으로 10%까지 산화철로 침착시켰다. 분말을 2개의 샘플로 나누어, 하나는 산화철을 철 금속으로 환원시키기 위해 800 $^{\circ}$ C에서 수소 가스 분위기하에 2시간 동안 추가 가열에 적용하고 다른 하나는 이에 적용하지 않았다. 그 다음, 두 샘플을 1200 $^{\circ}$ C에서 아르곤 분위기하에 2시간 동안 가열하였다. 열처리 후 비표면적을 평가하였다.
- [0038] 결과는 각 샘플에 대한 값 변동을 보여주었다: 산화철 및 금속 철을 포함하는 경우 각각 1.58 및 1.08m²/g, 산화철 증착에 의하여 보다 큰 에칭 효과를 나타내는 입자의 비교도와 일치된 관찰.
- [0039] 5.7 μ m 직경의 구체는 0.297m²/g의 비표면적을 가지므로, 출발 다이아몬드 분말의 비표면적에 대해 관찰된 값 0.849m²/g는 2.9배 크고, 산화철 및 금속 철이 침착된 샘플에 대한 값 1.58m²/g 및 1.08m²/g는 기준 구보다 각각 5.3배 및 3.6배 컷음이 추가된다.
- [0040] 본 발명의 그릿의 3가지 특징, 다이아몬드 입자 내의 내부 미세 크랙, 입자 표면 요철, 및 표면 상의 비-다이아몬드 탄소 층의 침착을 발생시키기 위하여, 일부 기술과의 조합으로, 여러 방법이 사용가능하며, 특히, 예를 들면 다음과 같은 방법이 있다:
- [0041] (1) 1200 $^{\circ}$ C 이상에서 고체 산화 에천트 또는 기체 에천트와 접촉시켜 에칭하는 단일 단계 절차;
- [0042] (2) 입자 내부 크랙 및 표면 비-다이아몬드 탄소층을 생성하기 위하여, 고체 산화 에천트와의 접촉하에 또는 기체 에천트에서 800 $^{\circ}$ C 내지 1100 $^{\circ}$ C의 온도로 가열한 후, 불활성 가스 분위기에서 1200 $^{\circ}$ C 이상으로 가열하는 2단계 과정; 및
- [0043] (3) 입자 내부 크랙 및 표면 비-다이아몬드 탄소층을 생성하기 위하여 1200 $^{\circ}$ C 이상으로 가열하고, 필요에 따라, 탄소의 일부 또는 전부를 제거하고 추가 가열하여 1100 $^{\circ}$ C 이하에서 에칭함.
- [0044] 입자 표면에 형성된 탄소층을 부분적으로 제거하기 위해서는, 입자를 100 $^{\circ}$ C 내지 150 $^{\circ}$ C, 바람직하기로는 120 $^{\circ}$ C 내지 140 $^{\circ}$ C의 황산-질산 혼합산 용액에서 가열하는 습식 산화 공정이 적합하다. 이 공정은 입자 표면에 친수성을 침착시키는 데에도 효과적이다.
- [0045] 다이아몬드 입자 상의 표면 탄소층은 다이아몬드를 황산-질산 혼합산 용액에서 250 $^{\circ}$ C 이상으로 가열하는 산화 공정에 의해 평가되고, 질량 손실은 관찰된 손실이 제거된 탄소에 해당한다는 가정 하에 정량 분석에 의해 결정된다. 이 과정에서 KNO₃, CrO₃, KMnO₄와 같은 고체 산화제가 함께 사용될 수 있다.
- [0046] 관찰된 X선 회절 곡선에서 다이아몬드와 흑연의 피크 높이 비교, 및 다이아몬드에 속하는 약 1330cm⁻¹의 피크 높이와 라만 분광 곡선(Raman spectroscopy curve)에서 비정질 탄소에 기인한 약 1500 내지 1600cm⁻¹의 피크 높이 비교와 같은, 비-다이아몬드 탄소의 양을 추정하는 데 가용한 기술도 있다.
- [0047] 또는 대안적으로 10MPa로 압축된 분말 성형체의 전기 저항을 통해 추정할 수 있다.
- [0048] 편리한 방법으로는 샘플 다이아몬드 분말을 알루미늄 관형 홀더에 채우고 알루미늄 관형 홀더의 각각의 끝단을 구리 전극 조각으로 조인다. 샘플 세트를 프레스에 장착하고, 전극에 약 10MPa의 프레스 하중을 가하여 전기 저항을 측정한다. 저항 값은 5%, 0.3% 및 0.2%의 탄소 함량에 대해 각각 10⁻³, 10⁴ 및 10⁶ $\Omega \cdot m$ 인 것으로 주지되어 있다.

- [0049] 다이아몬드 입자 내부/상부의 탄소 함량은 1 내지 5 질량%의 범위가 적절한 것으로 간주된다:
- [0050] 0.5% 미만의 함량은 양호한 윤활 효과를 발휘하지 않으며, 10%를 초과한 탄소 함량은 에지 돌출 높이를 과도하게 감소시키므로 연마 효율을 감소시킨다. 그러나, 자유 탄소의 발생을 피해야 하는 경우가 있을 수 있다; 후처리에서 탄소제거를 강화함으로써 잔류탄소를 0.2% 이하로 감소시킬 수 있다.
- [0051] 실시예
- [0052] 실시예 1
- [0053] § 레진 본드 등급 다이아몬드 입자의 파쇄성 개선
- [0054] 레진 본드 다이아몬드의 상용 로트(Tomei Diamond Co. 분말 IRV3, #170/200, 파쇄성: 54.4; 부피 밀도: 1.62g/cm³)를 출발 물질로 사용하고 파쇄성 향상을 위해 아래와 같이 처리하였다.
- [0055] [1] CO₂에 의한 산화
- [0056] 20g의 출발 물질을 투입하고, 세라믹 보트에 넣고, 분당 40mL의 속도로 이산화탄소 가스를 흐르게 하면서 980°C에서 12시간 동안 관형로에서 가열하였다. 관형로에서 회수된 다이아몬드 입자는 65.8의 파쇄성 및 1.37g/cm³의 부피 밀도를 나타내었다; 내부 크랙이 관찰되었고 입자 표면 부식이 관찰되었다. 거칠어진 표면으로 인해 21%의 파쇄성 증가 및 18%의 부피 밀도 감소가 관찰되었다.
- [0057] [2] H₂O에 의한 산화
- [0058] 상기 출발 물질 20g을 세라믹 보트에 넣고, 수증기를 분당 20mL로 흐르게 하면서 900°C에서 6시간 동안 관형로에서 가열하였다.
- [0059] 관형로에서 회수된 다이아몬드 입자는 63.4의 파쇄성 및 1.42g/cm³의 부피 밀도를 나타내었다.
- [0060] [3] 산화철(Fe₂O₃)에 의한 산화
- [0061] 철판 1g을 염산에 녹인 후 출발 다이아몬드 물질 20g을 첨가하고, 암모니아 용액을 적하하여 중화하여 수산화철을 침전시켰다. 전체를 약 400°C에서 건조시키고 시편으로 사용하기 위해 보관하였다. 시편을 세라믹 도가니에 넣었다; 그런 다음 질소 분위기에서 가열하고 950°C에서 5시간 동안 유지하였다. 회수된 다이아몬드는 68.1의 파쇄성 및 1.44g/cm³의 부피 밀도를 나타내었다.
- [0062] 실시예 2
- [0063] § 금속 본드 등급 다이아몬드 입자의 개선
- [0064] 상용 금속 본드 등급 다이아몬드 입자(Tomei Diamond Co. 분말 IMS, #325/400, 파쇄성: 20.0)를 출발 물질로 사용하고 파쇄성 향상을 위해 아래와 같이 처리하였다. 다량의 출발 다이아몬드 물질을 알루미늄 도가니에 넣고 질소 분위기에서 1300°C로 6시간 동안 가열하였다. 처리 후, 다이아몬드 입자 샘플을 회수하였는데, 샘플은 표면에 형성된 얇은 흑연층으로 회백색의 외관을 보였다. 파쇄성은 35.0으로 평가되었다.
- [0065] 처리된 다이아몬드에서 2개의 20g 샘플을 취했다; 제 1 샘플은 1000°C에서 CO₂ 분위기하에 2시간 동안 처리하였다; 따라서 54.0의 파쇄성이 달성되었다. 제 2 샘플은 1000°C에서 H₂O 증기에서 2시간 동안 처리하였고, 따라서 58.6의 파쇄성이 달성되었다.
- [0066] 실시예 3
- [0067] § 마이크론 크기 등급 다이아몬드 입자의 개선
- [0068] [1] 고체 에천트에 의한 표면 산화
- [0069] 출발 다이아몬드 물질로서 Tomei Diamond Co.의 시판품으로서 마이크론 크기 다이아몬드 분말(IRM 5-10, D₅₀ 크기(중간값): 5.730 μ m, 비표면적: 0.849m²/g)을 사용하였다.
- [0070] 다이아몬드 입자 상부에 미세한 산화물 에천트 분말의 규칙적인 증착을 확보하기 위해 습식 공정을 사용하였다: 다이아몬드 입자는 먼저 금속염(염화철, 염화마그네슘 등)의 산성 용액으로 적시고 금속 수산화물의 침착을 일으키기 위해 알칼리를 첨가하였다. 그런 다음 전체를 건조시키고 샘플 펠릿으로 성형하였다.

[0071] 각 샘플을 알루미늄 도가니에 넣고 불활성 가스 분위기에서 1300℃ 또는 1200℃로 2시간 동안 가열하여 처리하였다. 회수된 샘플은 묽은 염산에 용해시켜 금속 성분을 제거하고, 물로 세척하고, 건조하여, 다이아몬드 입자를 수집하였다. 황산-질산 혼합산으로 입자 표면에 형성된 탄소층을 산화시켜 추가로 제거하였다. 이렇게 세정된 입자를 표면에서 관찰하여 입자 크기 및 비표면적을 평가하였다.

[0072] [2] 가스 에칭

[0073] 출발 다이아몬드 입자의 샘플 10g을 각각의 세라믹 보트에 넣고 분당 20mL로 이산화탄소 가스를 흘려보내면서 또는 분당 20mL로 수증기와 질소 가스의 혼합 가스를 흘려보내면서 관형로에서 1000℃ 이상으로 2시간 동안 가열하였다.

[0074] 각각의 실시예를 실행한 결과는 아래 표에 함께 나열하였다. 도 1 내지 도 5에 에칭된 입자의 모습을 출발 다이아몬드 입자와 함께 나타내었다.

표 1

실험 No.	에천트		공정 파라미터		제품 특성					
	물질	농도 (금속 성분 베이스)	온도 (°C)	유지 시간 (h)	D ₅₀ 중간 크기 (µm)	비표면적 (m ² /g)	기준 구에 대한 비율	색상	표면 C (%)	도면 (SEM) No.
1	Fe ₂ O ₃	10%	1300	2	5.431	2.200	7.07	흑색	7.7	2
2			1200	2	5.620	1.579	5.23	흑색	4.8	
3	Fe ₂ O ₃	5%	1300	2	5.653	1.167	3.88	흑색	7.5	
4	MgO	10%	1300	2	5.747	1.206	4.07	짙은 회색	4.1	3
5			1200	2	5.607	1.159	3.83	회색	3.9	
6	CaO	10%	1200	2	5.854	1.057	3.64	회색	3.5	4
7	CO ₂	200	1100	2	5.635	2.288	7.58	회색	1.5	5
8		mL/min.	1000	2	5.731	1.657	5.58	연한 회색	1.0	
9	H ₂ O	20	1100	2	5.912	1.579	5.48	연한 회색	1.0	0.3
10		mL/min.	1000	2	5.906	1.068	3.71	연한 황색		
0	출발 물질	IRM 5-10			5.730	0.849	2.86	연한 황색		1

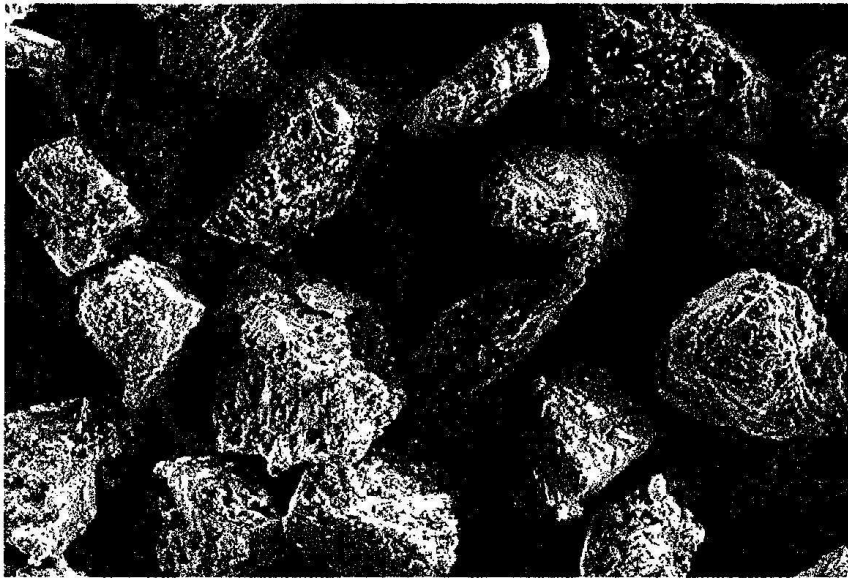
[0075]

산업상 이용가능성

[0076] 본 발명의 다이아몬드 입자는 다양한 기계가공 분야에서 연삭을 향상 및 가공면 품질 향상 모두를 동시에 달성할 수 있는 효과적인 연마 입자로서 사용될 수 있다.

도면

도면1



Fe₂O₃ : 1300°C

10μm

도면2



MgO : 1200°C

10μm

도면3



CaO : 1200°C

10μm

도면4



CO₂ : 1000°C

10μm

도면5



출발 물질 IRM 5-10

10 μ m