(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.[7]
C04B 35/622

(11) 공개번호 특2001-0052612
(43) 공개일자 2001년06월25일

(21) 출원번호	10-2000-7013814		
(22) 출원일자	2000년12월05일		
번역문제출일자	2000년12월05일		
(86) 국제출원번호	PCT/US1999/12208	(87) 국제공개번호	WO 1999/64370
(86) 국제출원출원일자	1999년06월02일	(87) 국제공개일자	1999년12월16일
(81) 지정국	EP 유럽특허 : 오스트리아 벨기에 스위스 사이프러스 독일 덴마크 스페인 핀랜드 프랑스 영국 그리스 아일랜드 이탈리아 룩셈부르크 모나코 네덜란드 포르투칼 스웨덴 국내특허 : 오스트레일리아 브라질 중국 일본 대한민국 멕시코		
(30) 우선권주장	60/088,342 1998년06월06일 미국(US)		
(71) 출원인	코닝 인코포레이티드 알프레드 엘. 미첼슨 미국 뉴욕 (우편번호 14831) 코닝 원 리버프론트 플라자		
(72) 발명자	비얼,더글라스,엠. 미국,14870뉴욕,페인티드포스트,오버브룩로드39 찰라사니,데비 미국,14870뉴욕,페인티드포스트,드림노스8 존슨,로날드,이. 미국,16946펜실베니아,티오가,사우스메인스트리트46		
(74) 대리인	이철, 이인실, 염승윤		

심사청구 : 없음

(54) 하니콤 세라믹 바디의 바인더 시스템 및 상기 하니콤바디의 제조방법

요약

본 발명은 하니콤 세라믹 바디의 바인더 시스템 및 상기 하니콤 바디의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 바인더, 바인더용 용매, 계면활성제 및 바인더와 용매에 대해 비용매인 성분을 포함하는 세라믹 및 다른 분말형 미가공용기의 형성을 위한 바인더 시스템에 관한 것이다. 상기 비용매성분의 적어도 일부위는 바인더를 포함할 때 보다 낮은 점도를 나타내며, 90% 회수의 증류온도가 225℃이하, 보다 바람직하게는 220℃ 이하인 유기질 액체를 포함한다. 또한, 본 발명은 가소화된 분말물질의 형성 및 성형공정에 관한 것이며, 상기 바인더 시스템을 이용한 세라믹 제품의 형성공정에 관한 것이다.

대표도

도1

색인어

바인더 시스템, 하니콤, 세라믹 바디, 미가공용기, 비용매성분, 유기질 액체

명세서

기술분야

본 발명은 세라믹 또는 세라믹 바디 형성분야에서 사용하기 위한 바인더 시스템 및 이러한 바인더 시스템을 이용한 세라믹 또는 세라믹 하니콤 바디의 제조방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 유기질 액체성분을 함유하는 바인더 시스템 및, 세라믹 하니콤 바디의 제조방법에 상기 유기질 액체-함유 바인더 시스템을 사용하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

분말 물질, 예를 들어 미립자 세라믹 물질로부터 생산물을 제조하는데 유용한 바인더 및 바인더 시스템은 여러가지 조건을 만족시켜야 한다. 예를 들어, 상기 바인더 및 바인더 시스템은 세라믹 물질과 상응하여 바인더 내에 고부하(high loading) 세라믹 물질을 포함하는 유동성 분산이 제공되도록 해야 한다. 또한, 상기 바인더 내에 세라믹 분말의 분산을 성형하여 제조되는 "미가공(green)" 예비성형품은 용이하게 취급

할 수 있도록 만족할 만한 강도를 나타내야 한다.

바람직한 "번아웃(burnout)" 또는 바인더의 제거에 있어서, 상기 바인더는 뒤틀림 또는 파손을 일으키지 않고 성형된 세라믹 부위로부터 제거될 수 있어야 한다. 또한, 바인더가 없는 예비성형품은 적어도 최소한의 강도(strength)를 나타내야 하는 반면, 결함을 일으키지 않고 압밀이 용이하게 착수되도록 바인더 잔유물은 충분히 제거되어야 한다.

이러한 조건을 충족시키는 상기 바인더의 제형(formulation)은 복잡하며, 많은 바인더 제형이 종래의 기술에서 개시되어 왔다. 최근에, 다양한 형상, 즉 하니콤 기판의 제품 형성용으로 셀룰로오스 에테르 바인더가 선호되어 왔다. 상기 혼합물은 밀접하게(intimately) 혼합되고 균일하여, 균일한 물리적 특성 뿐 아니라 디멘젼 및 형상에 있어서도 우수한 무결성을 갖는 미가공 바디를 제공한다. 상기 바인더에 덧붙여, 이러한 분말 혼합물은 통상적으로 균일한 뱃치를 제조함으로써 웨팅(wetting)을 향상시키기 위한 진행보조(processing aids) 기능으로서, 예를 들어 계면활성제, 윤활제 및 분산제가 포함된 소정의 유기첨가제를 포함한다.

최근 들어, 얇은 벽, 높은 셀밀도의 셀형구조, 복합형상의 생산품 및 큰 전면적을 갖는 생산품에 대한 수요가 증가하고 있다. 최근의 바인더 기술, 즉 셀룰로오스 에테르 바인더를 이용하여 제조된 얇은 벽 및 복합형상의 생산품은 미가공 예비성형품의 저강도로 인한 형상의 뒤틀림이 쉽게 유발되어 취급시 극도의 난해함을 수반한다. 압출기술, 특히 세라믹 분말 혼합물이 고충진된 다세포 하니콤 바디의 한가지 해결방안/조류는 압력의 비례적인 증가를 유발시키지 않고, 보다 단단한 바디를 압출하는 것이다. 그러나, 최근의 뱃치 성분, 예를 들어 물 양의 감소 및/또는 소디움 탈로웨이트(sodium tallowate) 또는 스테아르산나트륨(sodium stearate)과 같은 첨가제를 포함하는 전술한 셀룰로오스 에테르 바인더를 사용하여 보다 단단한(stiffer) 세라믹 뱃치를 압출하려는 시도는 무기질 부피부하 및 뱃치마찰의 증가로 인하여 바람직하지 않은 보다 높은 압출압력 및 토크(torque)가 유발되어 성공적이지 못했다.

또 하나의 시도된 해결법은 속성기술, 즉 형성 직후 하니콤 셀벽의 응고를 이용함으로써 미가공용기(greenware)의 디멘젼(dimension)이 연속적인 절단 및 취급공정에서 변하지 않는다는 것을 숙지하는 것이다. 종래의 속성 경화방법(rapid stiffening method)은, 예를 들어 미국특허 제5,568,652에 개시된 속성 왁스의 이용, 및/또는 다이(die) 출구에 전기, 초음파 또는 RF장과 같은 외부장을 적용한 시간-연장 경화(time-delayed stiffenning)를 포함한다. 이러한 상기 속성 경화방법은 역사적으로 유연한 뱃치압출을 수반하여 고충진 세라믹 혼합물에 대해 개선된 압출성능이 초래되었음에도 불구하고, 이러한 방법은 얇은 벽의 셀형구조에 대해서 전체적으로 성공적이지 못했다.

보다 최근 들어, 한 해결법으로서 공동계류중이고 공동양도된 미국특허 제 60/069,637호(찰라사니 등)에 하니콤 구조형성의 상기 분말 혼합물은 분말 물질, 바인더, 바인더용 용매, 계면활성제 및 비용매(바인더, 용매 및 분말 물질에 대해서)를 포함하는 방법이 개시되었다. 상기 분말 물질은 혼합 및 가소화되어 개선된 미가공 습강도(wet green strength)를 갖는 미가공 세라믹 예비성형품을 형성하기 위해 성형됨으로써 특히 얇은 벽 하니콤구조 공정의 이용에 적당하다. 또한, 바람직한 수용성 바인더 시트템의 혼합물은 물, 셀룰로오스 에테르 및 소수성 비용매를 포함한다는 것이 개시되어 있다.

상기 찰라사니 참고문헌이 압출을 통한 복합적인 얇은 벽의 세라믹 하니콤 바디를 성형할 수 있는 기술에 있어 중요한 장점을 제공하지만, 상기 분말, 예를 들어 광미네럴 오일(light mineral oil)에 대한 비용매 함유물은 번아웃 또는 바인더의 제거에 있어서 부가적인 합병증(complication)을 유발한다. 특히, 일부분의 뒤틀림 또는 파손을 일으키지 않고 바인더 성분을 성형된 세라믹 바디로부터 제거하기는 어렵다. 얇은 벽 세라믹 하니콤 바디의 강도가 감소되고, 이에 상응하여 바인더를 제거할 때 오일제거의 발열성으로 인한 디멘젼의 변화가 증가되기 때문에, 하니콤 바디의 소성공정에서 세라믹 바디의 균열을 방지하지 위한 특별한 고려가 요구된다. 휘발성 제거용 장비로서, 대기중의 산소를 감소시키고 복합적인 가열순환을 증가시키기 위해 특별히 고안된 로(kilns)는 전술한 바인더에 포함된 상기 얇은 벽 세라믹 하니콤 바디의 가열시 차동수축(differential shrinkage) 및 고균열 빈도(high cracking frequency)를 줄이기 위해 수반되는 많은 방법중 하나이다.

본 기술분야에서 경험되어온 전술한 불편함을 해결하는 방안으로서, 차등수축 및 균열 또는 결함을 발생시키지 않고 원하는 세라믹 제품 및 가열된 세라믹 바디의 형성이 가능하고 상기의 차등수축 및 균열 또는 결함이 세라믹 바디로부터 빠르고 용이하게 제거될 수 있는 개선된 바인더 시스템이 요구된다.

발명의 요약

본 발명의 목적은 가열시 균열 및 차등축소를 유발하는 발열을 감소시켜, 건조공정시 증발에 의해 제거될 수 있는 적어도 일부위의 바인더 시스템을 포함하며, 충분한 고습강도로 형성된 미가공 바디를 포함하는, 세라믹 또는 다른 무기질 하니콤 바디의 형성에 사용될 수 있는 바인더 시스템을 제공하는 것에 있다.

본 발명의 상기 목적은 세라믹 또는 다른 분말형 미가공용기의 형성에 사용되는 바인더 시스템을 제공하는 본 발명에 따라 착수될 수 있을 것이다. 본 발명의 상기 바인더 시스템의 필수성분은 바인더, 바인더용 용매, 계면활성제 및, 모든 무기질 성분, 바인더 및 용매에 대한 비용매성분을 포함한다. 상기 비용매 성분은 바인더 함유시 용매보다 낮은 점도를 나타내며, ASTM D86에서 정의되고 측정되는 것과 같이 90% 회수의 증류온도(recovered distillation temperature)가 225℃ 이하, 보다 바람직하게는 220℃ 이하인 적어도 일부의 유기질 액체부위를 포함한다.

또다른 실시예에 따르면, 본 발명은 소결가능한 무기질 미립자 물질로 이루어진 무기질 분말성분 및 상기 바인더 시스템을 포함하는 주조가능한 분말 뱃치를 제공한다.

본 발명의 상기 바인더 시스템에서 유기질 액체로 사용되는 바람직한 물질은, 예를 들어 직쇄 및/또는 측쇄 포화 및 불포화된 탄화수소 및/또는 방향족을 포함하는 고리 탄화수소 또는 분포범위 8 내지 14의 탄소 사슬길이를 갖는 할로겐화 탄화수소, 가장 바람직하게는 분포범위 9 내지 12의 탄소 사슬길이를 나타내는 이소파라핀 및/또는 파라핀을 포함한다.

또 다른 실시예에 따르면, 본 발명은 소결가능한 무기질 미립자 물질의 혼합물 및 상술한 바인더 시스템

으로 이루어진 무기질 분말성분의 컴파운딩 (compounding)단계 후, 가소화된 혼합물의 형성을 위하여 상기 성분의 가소화 및 미가공 바디의 형성을 위한 가소화된 물질의 성형단계를 수반하는 가소화된 분말 혼합물의 성형 및 형성방법을 제공한다.

마지막 실시예에 따르면, 본 발명은 전술한 무기질 분말 및 바인더 시스템 조성물의 성형 및 형성단계 후 바인더 시스템을 제거하고, 원하는 형상의 상기 세라믹 미가공 바디를 얻도록 형성된 세라믹 바디를 가열하여 소성된 세라믹 바디를 제공하는 부가적인 가열단계를 수반하는 세라믹 제품의 제조방법을 제공한다.

상기 바인더 시스템의 유리한 특징은 얇은 벽 및 많은 셀을 갖는 코디어라이트(cordierite) 하니콤 구조를 제조하는데 유용하다는 점이다. 특히, 상기의 결과물로 형성된 미가공 바디는 고강성(high degree of stiffness)을 나타내어 150㎛ 이하의 두께를 갖는 얇은 벽 세라믹 하니콤 구조에서 슬럼프(slump)를 피할 수 있다. 본 발명의 부가적인 장점은 종래 바인더 시스템의 압출 장점을 보유하면서 종래의 바인더 시스템에 수반되었던 소성 균열을 피할 수 있다는 점이다. 특히, 상기 유기질 액체는 가열부위의 건조시 증발을 통해 제거될 수 있는 성분이다. 따라서, 상기 바인더 시스템의 적어도 일부위는 종래의 바인더 시스템에 수반되었던 어떤 발열세기도 유발하지 않고 가열부위를 소성하기 이전에 제거된다.

도면의 간단한 설명

본 발명의 보다 나은 이해를 돕기 위하여 첨부된 그래프는 다음과 같다.

도 1은 대표적인 유기질 액체의 제거 흡열성과 90% 회수의 증기온도가 225℃ 이상인 통상적인 비용매의 발열성을 비교한 그래프이고;

도 2는 실시예의 바인더 시스템을 포함하는 미가공 바디 및 세라믹 뱃치에 의해 나타나는 토크의 감소 및, 세라믹의 증가된 강성을 나타내는 그래프이며;

도 3은 종래의 바인더 시스템을 포함하는 세라믹 바디와 비교하여 실시예의 바인더 시스템을 포함하는 세라믹 바디의 디멘젼의 변화차를 나타내는 그래프이다.

발명의 상세한 설명

본 발명에 따르면, 연속적인 소성 세라믹 또는 다른 무기질 바디 미가공용기의 공정단계에 사용되는 바인더 시스템은 다음의 성분, 즉 바인더, 바인더용 용매, 계면활성제, 및 적어도 바인더, 무기질 및 용매성분에 대한 비용매, 즉 바인더 및 용매와 섞이지 않는 성분을 포함한다. 상기 비용매는 바인더를 함유할 때 용매보다 낮은 점도를 나타내며, 상기 비용매의 적어도 일부위는 ASTM D86에따라 측정되고 정의된 바에 따라서 90% 회수의 증류온도가 225℃ 이하, 보다 바람직하게는 220℃ 이하인 유기질 액체를 포함한다; 하기에서는 유기질 액체로 표현된다. 여기에서 제시되는 본 발명의 실시예는 전체 비용매에 유기질 액체가 포함된 상기 바인더 시스템을 포함하려고 한다.

상기 임시의(instant) 발명에서 적어도 일부위에 유기질 액체를 포함하는 비용매의 기능은 찰라사니 특허에서 개시된 것과 같다. 즉, 상기 비용매는 용매의 일부위로 치환되며 가소성(plasticity)으로 기여하지는 않지만, 상기 뱃치를 여전히 단단하게 유지시키기 위한 성형에 필요한 유동성을 제공한다. 따라서, 상기 임시의 바인더 시스템은 부가적인 공정을 안출하지 않아도 종래의 바인더에서 착수되었던 원하는 미가공 습강도의 증가가 착수된다. 즉, 상기 임시 실시예의 바인더 시스템은 압출압력, 토크 및 유동성과 같은 부작용을 일으키지 않고 단단한 뱃치의 압출을 가능하게 한다.

상기 유기질 액체가 90% 회수의 증류온도점이 225℃ 이하인 점은 측정되는 물질에 적당한 ASTM 표준, 즉 ASTM D86에 의해 측정되는 바와 같이, 건조공정에서 유지되는 기류조건 및 부분압력에 관계없이 물제거를 사용하는 표준 건조공정에서 충분하게 모든 유기질 액체의 증발을 유발할 수 있다. 그러나, 90% 회수의 증류온도는 유기질 액체가 혼합, 가소화 및 미가공용기의 성형 공정단계에서 제거되지 않도록 충분히 높아야 한다. 일반적으로, 받아들일 수 있는 유기질 액체는 8 내지 14, 보다 바람직하게는 9 내지 12의 분포범위를 갖는 측쇄 또는 직쇄 탄소사슬을 포함하는 탄화수소가 포함되지만, 방향족을 포함하는 고리 탄화수소는 분포범위 8 내지 14의 탄소 사슬길이를 갖는 상기 탄화수소와 휘발성이 동등범위에 있는 한 사용될 수 있다. 상기 유기질 액체에 대한 다른 바람직한 특성은 다른 비용매성분과의 혼화성 및 형성/압출 공정시 액체성의 유지능력이다. 마지막으로, 상기 유기질 액체 비용매는 일반적으로 CRC press, pp95-111, 2nd ed., 1991의 "용해도 파라미터 및 다른 응집력 파라미터 핸드북"에서 알란 에프. 엠에 의해 정의된 하기의 한센 파라미터(Hansen parameters)에 나타낸 다른 비용매성분의 용해도 파라미터와 유사한 용해도 파라미터를 나타내야 한다: (1)분산파라미터, δ_d, 12 내지 20, 바람직하게는 14 내지 19 사이의 범위; (2)극성 파라미터, δ_p, 2 이하, 바람직하게는 1 이하; (3)수소결합 파라미터, δ_H, 4 이하, 바람직하게는 2 이하; (4)전체 파라미터, δ_T, 12 내지 20 사이의 범위, 바람직하게는 14 내지 19 사이의 범위.

상기 비용매성분의 적어도 일부위을 형성하는 유기질 액체는 측쇄 및/또는 직쇄의 포화 및 불포화된 탄화수소, 고리 탄화수소, 예를 들어, 또는 나프탈렌에 기초한 탄화수소 뿐만 아니라 방향족을 포함하는 고리 탄화수소 및 할로겐화 탄화수소 및 이들의 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택된다.

본 발명에 이용될 수 있는 받아들일 수 있는 포화 탄화수소는 예를 들어, 8 내지 14의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 파라핀, 이소파라핀 또는 수소첨가 올레핀으로 공지된 포화 지방족 탄화수소를 포함한다. 특별한 예는 무취의 미네럴 스피릿(orderless mineral spirits) 및 10 내지 14의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 선형 알파 올레핀 뿐만 아니라 이들의 혼합물을 포함한다. 본 발명에서 사용될 수 있는 방향족 탄화수소는 예를 들어, 알킬 벤젠, 받아들일 수 있는 알킬 벤젠의 예로 디에틸 벤젠을 포함한다. 본 발명에서 이용되는 받아들일 수 있는 할로겐화 탄화수소는 에틸렌과염화물을 포함한다.

도 1은 대표적인 8 내지 14의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 유기질 액체에 대한 시차 열분석(differential thermal analysis)을 도시한 그래프이다; A로 지명되어 플럿. 도 1은 유기질 액체가 100

내지 110℃의 온도범위에서 흡열, 즉 증발공정을 나타냄을 도시한다. 상기 온도범위는 통상적으로 건조시 미가공 바디로부터의 물제에서 나타나는 온도범위와 겹친다. 플럿 A는 도 1의 플럿 B와 비교하면, 90% 회수의 증류온도가 225℃ 이상인 통상적인 비용매를 나타내며, 전술한 찰라사니 출원에 개시된 것처럼, 상기 비용매는 오일에 기초한 비용매의 번아웃으로 발생되는 통상적인 발열을 나타낸다. 따라서, 상기 유기질 유동체의 적어도 일부위를 포함하는 바인더 시스템을 비용매로서 사용하는 것은 실시예 바인더 시스템이 바인더 시스템 내의 적어도 일부의 유기질에서, 유기질 액체가 실제 소성공정에 앞서 건조공정을 통해 증발로써 제거될 수 있다는 장점을 제공한다는 점에서 전술된 참고문헌에 개시된 종래의 어떤 시스템보다 우수하다. 상기 유기질 바인더의 유기질 액체부위를 제거함으로써 소성시 미가공 바디에 의한 발열의 감소 및 하니콤 세라믹 또는 다른 무기질 기판 바디의 균열의 감소를 유발할 것이다.

본 발명에 사용되는 바람직한 바인더는 물에 기초한, 즉 극성 용매와의 수소 결합이 가능하다. 본 발명에 사용되는 바람직한 바인더는 메틸셀룰로오스, 에틸하이드록시 에틸셀룰로오스, 하이드록시부틸 메틸셀룰로오스, 하이드록시메틸셀룰로오스, 하이드록시프로필 메틸셀룰로오스, 하이드록시에틸 메틸셀룰로오스, 하이드록시부틸셀룰로오스, 하이드록시에틸셀룰로오스, 하이드록시프로필셀룰로오스, 카르복시 메틸셀룰로오스 나트륨(sodium carboxy methylcellulose) 및 이들의 혼합물이다. 상기 메틸셀룰로오스 및/또는 메틸셀룰로오스 유도체들은 메틸셀룰로오스, 하이드록시프로필 메틸셀룰로오스, 또는 이들의 화합물로 본 발명의 실시에서 유기질 바인더로서 특히 적당하다. 상기 셀룰로오스 에테르의 바람직한 소스(source)는 메토셀(Methocel) A4M, F4M, F240, 및 다우 케미컬 코포레이션(Dow Chemical Co.)의 K75M 셀룰로오스 제품이다. 상기 메토셀 A4M 셀룰로오스는 메틸셀룰로오스이다. 상기 메토셀 F4M, F240 및 K75M 셀룰로오스 제품은 하이드록시프로필 메틸셀룰로오스이다.

바람직한 셀룰로오스 에테르 바인더는, 예를 들어 PVOH 또는 폴리에틸렌 산화물을 포함하는 물 코바인더(cobinder) 성분과 결합될 수 있다.

상기 메틸셀룰로오스와 같은 바람직한 셀룰로오스 에테르 바인더의 특성은 수저류, 물용해도, 표면활성 또는 습윤능(wetting ability), 상기 혼합물의 농축(thickening), 미공정 바디의 건습 미가공 강도의 제공, 열겔화 및 물분위기에서의 소수성 친화도이며, 상기 비용매와의 소수성 친화도 및 용매와의 수소결합 상호작용을 촉진하는 셀룰로오스 에테르 바인더들이 바람직하다. 상기 비용매와의 소수성 친화도를 제공하는 치환기의 예로는 메톡시, 프로폭시 및 부톡시기이다. 상기 소수성 친화도를 제공하는 상기 치환체들은 또한 바인더의 겔강도에 기여한다. 극성용매, 예를 들어 물과의 수소결합 상호작용을 극대화시키는 치환기는 하이드록시프로필, 하이드록시에틸기 및 소량의 하이드록시부틸기이다. 상기 특성들의 결합은 바인더들이 용매와 비용매의 계면사이에 위치되도록 유발한다.

본 발명의 상기 바인더 시스템에 이용되는 받아들일 수 있는 용매는 물에 기초하여 바인더 성분 및 무기질 미립자 성분의 수화를 제공해야 한다. 상기 용매로서 특히 바람직한 물질은 물 또는 물혼화성 용매이다.

상기 임시의 바인더 시스템에서 받아들일 수 있는 "비-유기질 액체(non-organic liquid)" 비용매는, 예를 들어 탄화수소, 실리콘, 플루오르화 화합물, 인산 에스테르, 에스테르, 액체 CO_2, 예를 들어 임계 CO_2와 같은 임계유체, 주어진 셀룰로오스 에테르에 대한 열겔화 온도 이상에서의 뜨거운 물 및 이들의 화합물을 포함한다. 뜨거운 물이 비용매로서 사용될 때, 적어도 다른 하나의 비용매성분과 혼합되어야 한다.

상기 "비유기질 액체" 비용매에 대한 특별한 예는, 예를 들어 광미네럴 오일, 옥수수 오일, 고분자 폴리부텐, 폴리에스테르, 광미네럴 오일 및 왁스 에멀젼의 혼합물, 옥수수 오일 내의 파라핀 혼합물 및 이들의 화합물을 포함한다. 특히 바람직한 "비유기질 액체" 비용매는 폴리알필 올레핀, C14-C24의 광미네럴 오일 및 알파 올레핀을 포함한다.

본 발명 바인더 시스템 이용에서 받아들일 수 있는 계면활성제는, 예를 들어 C8-C22의 지방산 및/내지 지방산 유도체들, C8-C22의 지방산 에스테르, C8-C22의 지방산 알콜, 스테아린산(stearic), 라우르산(lauric), 리놀레인산(linoleic acid), 팔미톨레인산(palmitoleic acid), 황산 라우르 암모늄(ammonium lauryl sulfate), 및 스테아린 라우르(stearic lauric)와 혼합된 스테아린산 및 특히 바람직한 올레인(oleic)을 포함한다.

바람직한 실시예에서, 상기 임시 발명의 바인더는 100부위의 바인더로 가정할 때, 적어도 일부위의 비용매를 포함하는 유기질 액체성분을 갖는 약 15 내지 30부위의 비용매, 약 0.5 내지 10부위의 계면활성제, 약 2 내지 20부위의 바인더 및 약 50 내지 75부위의 용매를 포함한다. 보다 바람직한 실시예에서, 상기 바인더 시스템은 적어도 일부위의 비용매를 포함하는 유기질 액체성분을 갖는 약 5 내지 10부위의 비용매, 약 1 내지 5부위의 계면활성제, 약 5 내지 15부위의 바인더 및 약 60 내지 70부위의 용매를 포함한다.

특히 바람직한 바인더 시스템의 실시예는 메틸셀룰로오스, 메틸셀룰로오스 유도체들 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 셀룰로오스 에테르를 포함하는 바인더성분, 약 9 내지 12의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 포함하는 이소파라핀 및/또는 파라핀을 포함하는 유기질 액체성분, 폴리알파 올레핀을 포함하는 비유기질 액체 비용매성분, 스테아린산, 황산라우르 암모늄, 라우르산, 올레인산, 팔미틴산 및 이들의 화합물을 포함하는 군으로부터 선택된 계면활성제 및 물을 포함하는 용매를 포함한다.

본 발명은 세라믹 뱃치 제형에 한정되지 않고 일반적인 분말형성공정에 적용된다. 즉, 세립분리형의 이용 또는 세립분리형으로의 전환이 가능한 필수적으로 소결가능한 모든 미립자 무기질 물질로부터의 생산품을 위한 예비성형품 및 생산품의 형성에 적용된다. 본 발명에 적당한 분말형물질은 결정 세라믹물질, 미립자 형성을 위한 유리 및 결정화될 수 있는(crystallizable) 유리(유리-결정)를 포함하는 미립자 세라믹을 포함한다.

상기 세라믹, 유리 세라믹 및 유리 세라믹 분말이 의미하는 바는 이들 뿐만 아니라 이들의 예비-소성 전구체이다. 상기 결합은 물리 또는 화학적 결합, 예를 들어 혼합물 또는 화합물을 의미한다. 상기 분말물질의 예는 코디어라이트, 물라이트, 클래이, 탈크, 지르콘, 지르코니아, 스피넬, 알루미나 및 이들의 전구체, 실리카 및 실리카의 전구체, 규산염, 알루민산염, 규산알루미늄 리튬, 알루미나 실리카, 장성

(feldspar), 티타니아, 용융 실리카, 질화물, 탄화물, 보라이드(boride), 예를 들어 탄화 실리콘, 질화 실리콘, 소다석회(soda lime), 규산알루미늄, 규산붕소, 바륨 소다, 규산붕소 또는 이들의 혼합물 등이다.

상기 바인더 시스템은 종래의 무기질 형성공정에 실질적인 잇점을 제공하지만, 특히 코디어라이트, 물라이트, 또는 이들의 혼합물, 예를 들어 통상적으로 약 10중량% 이상의 다른 상을 포함하는 약 2중량% 내지 60중량%의 물라이트 및 약 30중량% 내지 97중량%의 코디어라이트의 혼합물을 산출하는 세라믹 물질에 신규한 공정의 잇점을 제공한다. 본 발명의 실시에 특히 적당한 상기 코디어라이트 형성을 위한 세라믹 뱃치물질의 조성물은 참고문헌으로 첨부된 미국특허 제3,885,977호에 개시되어 있다.

특히 바람직한 세라믹물질 및 소성시 궁극적으로 코디어라이트를 형성하는 물질은, 100중량부의 무기질로 가정할 때, 약 33 내지 41, 가장 바람직하게는 약 34 내지 40중량부의 알루미늄 산화물, 약 46 내지 53, 가장 바람직하게는 약 48 내지 52중량부의 실리카 및 약 11 내지 17, 가장 바람직하게는 약 12 내지 16중량부의 마그네슘 산화물을 포함한다.

본 발명의 실시에서, 바인더 시스템 및 소결가능한 무기질 미립자물질, 예를 들어 세라믹 분말물질로 이루어진 무기질 분말성분을 포함하는 주조가능한 분말 뱃치의 조성물은 원하는 선택된 양 내에서 성분을 사용함으로써 제공될 수 있다.

바람직한 실시예로, 상기 조성물물은 약 100중량부의 무기질 분말, 적어도 일중량부를 포함하는 유기질 액체성분을 갖는 약 2 내지 50중량부의 비용매성분, 약 0.2 내지 10중량부의 계면활성제성분, 약 2 내지 10중량부의 바인더성분 및 약 6 내지 50중량부의 용매성분을 포함한다.

특히 바람직한 실시예에서, 상기 조성물은 100중량부의 무기질 분말, 약 5 내지 10중량부의 비용매, 약 0.2 내지 2중량부의 계면활성제성분, 약 2.5 내지 5중량부의 바인더성분 및 약 8 내지 25중량부의 용매성분을 포함한다.

상기 바인더 시스템의 각각의 성분은 세라믹물질 및 바인더 시스템의 밀착된(intimate) 혼합물을 제조하기 위해 공지된 적절한 방법으로 무기질 분말물질, 예를 들어 세라믹 분말물질의 질량으로 혼합된다. 예를 들어, 바인더 시스템의 모든 성분은 먼저 서로 혼합되며, 상기 혼합물은 세라믹 분말물질에 첨가된다. 따라서, 바인더 시스템의 전체부위(entire portion)가 한번에 첨가되거나 상기 바인더 시스템의 분할부위가 적당한 간격으로 차례차례 첨가된다. 선택적으로, 상기 바인더 시스템의 성분은 차례차례로 세라믹물질에 첨가되거나, 또는 바인더 시스템의 앞서 제조된 둘 또는 보다 많은 성분의 각각의 혼합물이 세라믹 분말물질에 첨가된다. 또한, 상기 바인더 시스템은 상기 세라믹 분말물질의 일부분과 먼저 혼합될 수 있다. 따라서, 세라믹 분말의 잔재부위는 제조된 혼합물에 연속적으로 첨가된다. 따라서, 상기 바인더 시스템은 설정된 부위와 세라믹 분말물질이 균일하게 혼합되어야 한다. 상기 바인더 시스템 및 세라믹 분말물질의 균일혼합은 공지된 반죽공정으로 착수될 수 있다.

특히 상기 세라믹 생산품을 위한 뱃치에 있어서, 상기 뱃치의 형성은 성형단계에 앞서 2 단계로 수행된다. 제1단계 또는 뱃치 형성의 습윤단계에서, 무기질 분말 입자, 계면활성제, 및 바인더성분은 리틀포드(Littlefored) 혼합기와 같은 용매의 첨가에 의해 건조혼합된다. 상기 용매는 뱃치를 소성시킬 수 있는 양 이하로 첨가된다. 용매로서 물은 바인더 및 분말입자를 수화시킨다. 그리고나서 상기 비용매가 바인더 및 분말입자를 습윤(wet out)시키도록 혼합물에 첨가된다. 상기 비용매는 일반적으로 물보다 낮은 표면장력을 갖는다. 결과적으로, 상기 비용매는 용매보다 용이하게 입자를 습윤시킨다. 상기 단계에서, 분말입자는 계면활성제, 용매 및 비용매에 의해 코팅되고 분산된다.

바람직한 실시예에서, 가소화는 제2단계에서 일어난다. 상기 단계에서 제1단계로부터의 습윤 혼합물은 예를 들어 쌍축(twin-screw) 압출성형기/혼합기, 오거혼합기(auher mixer), 혼쇄기(muller mixer), 또는 두 팔혼합기(double arm mixer) 등과 같은 뱃치가 가소화되는 적당한 혼합기로 전단(sheared)된다.

상기 결과물의 단단한 뱃치는 예를 들어 성형, 사출성형(injection molding), 슬립주조(slip casting), 원심주조(centifugal casting), 가압주조 또는 건식주조와 같은 공지된 가소화된 혼합물 성형방법에 의해 미가공 바디로 성형된다. 본 발명은 다이(die)를 통한 압출에 가장 적당하다.

수직 또는 수평 압출은 숙격펌프(hydraulic ram) 압출기, 2 단계 진공(de-airing) 싱글 오거압출기 또는 방전된 종부(dicharged end)에 부착된 다이 어셈블리의 쌍축혼합기를 이용해서 수행될 수 있다. 최근에는, 다이를 통해 뱃치 물질에 힘을 가하기 위하여 충분한 압력을 증대시키기 위한 물질 및 다른 공정분위기에 따라서 적당한 축(screw)성분이 선택된다.

바람직한 세라믹 미공정 바디는 조성물, 디멘젼 및 기하구조에 의존하여 소정 기간동안 적당한 환경으로 설정된 온도에서 소성되어, 바람직한 소성 세라믹 바디를 얻을 수 있다. 예를 들어, 코디어라이트 형성에서 가장 중요한 조성물에 대하여, 일반적으로 약 1시간 내지 8시간 동안 약 1300℃ 내지 1450℃의 온도범위가 유지된다. 소성시간 및 온도는 물질의 종류, 양 및 사용되는 장치의 형태와 같은 요소에 의존하지만, 일반적인 전체 소성시간은 약 20 내지 80시간 사이이다.

실시예 바인더 시스템의 사용시 잇점은 상기 세라믹 미가공 바디의 형성 및 성형에 있어서 비용매의 사용을 상술한, 상기 공동계류중이고 공동양도된 출원에 공개된 것과 유사하다. 특히, 하기와 같은 장점을 포함한다: (1)성형, 예를 들어 압축은 종래의 바인더 시스템에서 수행되었던 것보다 현저히 낮은, 적어도 약 25%정도 낮은 온도에서 수행될 수 있다; (2)저온공정에 따른 낮은 혼합 토크, 따라서 생산품질은 유지된 채로, 종래의 바인더 시스템에 의해 수행된 것보다 적어도 2배, 일반적으로는 약 2-2.5배 높은 이송속도에서의 압출을 가능하게 한다; (3)용매로서 물을 사용하는 셀룰로오스 에테르 바인더를 포함하는 공정으로서, 낮은 겔강도로 인해 고주파심 건조시 블리스터의 건조 없이 수행될 수 없었던 종래의 세라믹 뱃치와 비교될 때, 세라믹 뱃치 혼합물의 가열속도를 낮추었으며 고처리량에서 높은 겔강도를 제공한다; (4)유연한(smooth) 로 뿐만 아니라 성형된 바디의 주변에서 셀의 직교성을 갖는 압출공정의 장점; (5)다이의 배출 후 우수한 성형유지력 및 특히 고분자의 경우 표피에 가까운 부위의 주변에서 개선된 셀의 직교성.

상기 서술한 것 처럼, 본 방법은 공동계류중인 출원에서 개시된 바인더 시스템을 포함하며, 전술한 비용매와 많은 동일 장점, 예를 들어 습강도 및 압축속도의 증가를 나타내지만, 일반적으로 오일에 바탕을 둔 비용매 및 다른 종래의 바인더 시스템의 사용은 소성시에 비용매 번아웃을 포함하는 큰 발열로 인해 차등 축소 및 분해가 유발된다. 상기 임시의 바인더 시스템은 비용매성분, 즉 90% 회수의 증류온도가 약 225℃ 이하, 바람직하게는 220℃ 이하인 유기질 액체를 부가적으로 바인더 시스템에 첨가함으로써 종래 바인더 시스템의 결점을 극복한다. 종래의 바인더들의 단점을 극복한 상기 임시의 바인더 시스템의 주요 잇점은 하기의 사항을 나타낸다: (1)소성공정에서 완전한 제거에 반하는 바인더 시스템의 적어도 일부위 및 소성시 유기질 액체의 유동성의 제거는 소성시 균열 및 결함의 유발을 감소시켜 소성된 바디의 용이한 형성을 가능하게 한다; (2)유기질 액체의 단일 사용 또는 다른 비용매, 즉 폴리알파 올레핀과의 혼합 사용은 소성시 제거되어야 하는 유동성/바인더의 양을 낮춘다; (3)물과 유사한 유기질 액체의 낮은 점도 및 일정 조성물에 있어서 낮은 표면 장력, 즉 적절한 계면활성제의 사용은 압출시 혼합 토크를 낮추며, 최소변형/최대강도의 증대를 나타낸다; (4)소성시 실시예 바인더 시스템을 포함하는 바디에 의해 소성시 유발되는 디멘젼의 변화는 오일에 기초하지 않은 유동성을 갖는 미가공 바디와 유사하다; (5)상기 임시의 바인더 시스템은 비교적 보다 높은 속도로 용이하게 제거될 수 있으며, 따라서 소성 바디의 고생산성을 유발한다.

상기 임시 발명은 보통 압출에 의해 형성되는 복잡한 형의 바디, 특히 세라믹제조에 적용되며, 얇은 벽의 디멘젼 및 높은 셀밀도를 갖는 다세포 세라믹 하니콤구조와 같은 소성된 바디에 상응하는 제조에도 잘 적용된다.

실시예

본 발명의 발명 원리를 보다 상세히 설명하기 위하여, 본 발명에 따른 바인더 시스템의 몇가지 예가 설명될 것이다. 그러나, 본 예시들은 단지 설명적인 목적으로 주어지며, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다. 따라서, 본 발명의 범위를 벗어나지 않는 한도내에서 이루어지는 다양한 변형 및 변화가 가능할 것이다.

실시예 및 비교예 1-6

코디어라이트 세라믹 바디의 형성에 적당한 무기질 분말 뱃치 혼합물은 표 1에 나타낸 성분의 질량분으로 화합(combine)하거나 혼합함으로써 제조되었다. 그리고나서, 표 2에 따라 다양한 6개의 바인더 시스템(5개의 비교예, 1개의 실시예)의 각각의 양은 표 2에 나타낸 것처럼 6개의 상이한 가소화된 세라믹 뱃치 혼합물을 형성하기 위하여 분말 뱃치의 6개 부위에 첨가되었다; 뱃치는 브라벤더(Brabender) 혼합기를 사용하여 혼합되고 가소화되었다. 표 2의 실시예 및 비교예 1-6의 조성물은 무기질 분말 뱃치 혼합물 및 바인더 시스템의 100중량부를 포함하였다. 표 3은 예에서 사용된 비용매성분을 C-H로 지정하여 나타낸다. 표 3은 비용매로서 사용되는 각각의 물질의 90% 회수의 증류온도 및 탄소 사슬분포를 열거한다.

각각의 가소화된 혼합물/조성물은 약 3.1㎜(1/8")의 두께를 나타내는 리본(ribbon)을 형성하기 위한 모세관 전류계를 통해 압출되었다. 압출시 유지되는 조건은 150-170㎏ 사이의 압력 및 23-25℃ 사이의 압출온도를 수반한다.

[표 1]

무기 성분	중량부
탈크	40.79
클레이	41.82
알루미나 산출 전구체	15.40
실리카 산출 전구체	2.00

[표 2]

	F240 메토셀	스테아린산[1]	비용매 형태[2]	양	물	토크 (m-g)	강성 (stiffness) (kg-mm)
실시예1	2.70	0.6	A	9.0	23.65	1384	2.56
비교예2	2.70	0.6	B	9.0	24	3028	2.49
비교예3	2.70	0.6	C	9.0	23.75	3161	2.28
비교예4	2.70	0.6	D	9.0	24	3236	1.92
비교예5	2.70	0.6	E	9.0	24.4	3329	1.70
비교예6	2.70	0.6	F	9.0	24.4	3589	1.52

[1] 인더스트렌(INDUSTRENE) 9018 직쇄 사슬 스레아린산

[2] 표 2 참조

[표 3]

오일	오일 형태	탄소 사슬분포	90%/95% 회수의 증류온도(℃)
A	옥슨 무취 미네랄 스피릿	C9-C12	197
B	오일이 유합된 0A-60T	C15-C27	362
C	오일이 유합된 0A-372	C18-C36	462
D	오일이 유합된 0A-90T	C18-C36(2% C15-C16, 3.6% C17-C18, 20..9% C19-C20,53% C21-C22, 18.7% C23-C24)	432
E	오일이 유합된 0A-180T	C18-C36	476
F	오일이 유합된 0A-500T	C18-C36	563
G	두라신 162	90% C20, 10% C30	230
H	펜조일 펜레코 2260 (PENNZOIL PENRECO)	0.2% C11-C12, 4.6% C13-C14, 41.1% C15-C16, 51.8% C17-C18, 1.9% C19-C20, 0.5% C21-C22	300.6
I	걸프텐(GULFTENE) 12	C12	215.4

상기 혼합물은 가소화되어 표 2에서 "엔드(End)" 토크로 표현된 혼합 토크를 갖는 브라벤더 혼합기에서 혼합되는 동안 각각의 조성물에 대한 혼합물의 토크가 측정되었다. 각각의 조성물에 대해 나타낸 엔드토크는 정류상태에서의 토크의 표본이며, 보통 쌍축 압출 또는 단일축 압출에서 관찰되는 토크와 관련된다.

형성된 리본의 고유물질 강성 또는 미가공 습강도는 주어진 속력에서 피스톤에 부하를 적용하고, 리본의 변형(부하/변형(L/D))을 측정함으로써 측정되었으며, 얻어진 값은 표 2에 나타내었다. 높은 l/d 수는 높은 강성에 상응한다.

표 2에 나타낸 토크값의 고찰은 바인더 시스템의 성분으로서 90% 회수의 증류온도가 197℃인 무취 미네럴 스피릿과 유기질 액체 A를 포함하는 실시예 조성물 1은 높은 탄소사슬(C15-C36) 및 90% 회수의 증류온도가 369℃ 또는 그 이상인 오일에 기초한 비용매를 포함하는 바인더 시스템이 포함된 비교예 조성물 2-6 모두보다 높은 토크를 갖는다는 것을 보여준다. 또한, 표 2는 실시예 조성물 1의 토크는 감소하지만, 감소된 토크를 갖는 조성물에 대한 예상과는 반대로, 높은 탄소 사슬길이 및 90% 이상의 회수의 증류온도를 갖는 상기 비교예 조성물들과 비교될 때, 상기 샘플은 감소된 변형/높은 강성을 갖는다는 것을 나타낸다. 유기질 액체-포함 실시예 조성물에 대한 증가된 강성 및 감소된 토크의 두가지 경향은 실시예 조성물 1 내지 비교예 조성물 6이 A 내지 F로 표시된 도 1에서보다 분명하게 나타난다. 강성을 대변하는 리본변형은 우측-X축에, 토크측정은 좌측-Y측에 표시되었다.

실시예 및 비교예 7-10

각각 표 4의 무기물질을 포함하는 4개의 개별적인 가소화된 뱃치 혼합물은 각각 표 4에 나타낸 4개의 유기 뱃치 시스템의 상이한 한 화합물과 혼합되고, 조성물 1-6에 대해 기술한 것과 동일한 방법으로 세라믹 리본을 형성하기 위해 압출된다. 비교예 조성물 8 및 10이 단지 높은 탄소 사슬길이 및 높은 90% 회수의 증류온도의 오일에 기초한 비용매를 포함하는 반면, 실시예 조성물 7 및 9는 무취의 미네럴 스피릿 2중량부를 갖는 실시예 바인더 시스템을 포함한다. 실시예 조성물 7은 탄소길이 C20 및 C30을 갖는 폴리알필올레핀(DURASYN 162, Amoco Chemicals)과 탄소길이 C19-C12 및 90% 회수의 증류온도가 197℃인 무취의 미네랄 스피릿(Exxon Inc.)의 비용매 혼합물을 포함한다.

상기 4개의 조성물은 조성물 1-6과 동일한 방법으로 실험되었으며, 토크 및 강성 데이터는 표 5에 나타내었다. 또한, 혼합시 분말 또는 초기 토크의 습윤 용이성을 측정한 토크 피크(peak)를 상기 조성물에 대해 측정하여 나타내었다. C9-C12의 사슬길이 및 90% 회수의 증류온도가 197℃인 무취의 미네럴 스피릿을 포함하는 실시예 조성물 7 내지 9는 비교예 조성물과 비교될 때 상대적인 토크 및 물질 강성을 나타낸다. 따라서, 실시예의 바인더 시스템은 종래의 시스템과 유사한 형성과 세기 특성을 갖지만 상기 바인더 시스템에서 적어도 일부위의 유기체, 즉 무취의 미네럴 스피릿은 실제 소성 공정에 앞선 건조공정을 통해 증발로써 제거될 수 있다는 사실로부터 발명 뱃치 시스템이 종래의 시스템보다 우수하다는 것은 분명하다. 상기 유기 바인더의 일부위의 제거는 소성시 미가공 바디에 의한 발열을 감소시킬 수 있으며, 하니콤 세라믹 기판 바디의 소성시 균열 감소를 유발할 것이다.

[표 4]

무기 원료	중량부
탈크	40.67
클레이	26.82
알루미나 산출 전구체	22.30
실리카 산출 전구체	10.22

[표 5]

	F240 메토셀	스테아린산[1]	비용매 형태[2]/양	물	토크 (m-g) 피크	엔드	강성 (kg-mm)
실시예 조성물7	3.2	0.5	A/2.0, H/5.0	19.5	2429	1242	3.56
비교예 조성물8	3.2	0.5	H/7.0	19.5	2767	1183	3.66
비교예 조성물9	3.2	0.4	A/2.0, G/5.0	19.3	2440	1181	3.87
비교예 조성물10	3.2	0.5	G/7.0	19.8	2329	1131	3.44

[1] 인더스트렌 9018 직쇄 사슬 스테아린산

[2] 표 3 참조

실시예 및 비교예 11-13

표 1의 무기질양 및 표 4의 바인더의 조성물을 사용하여, 세가지의 가소화된 세라믹 뱃치는 조성물 1-6에 대해 기술한 것과 동일한 방법으로 함께 혼합되었다. 조성물 11-13은 $^{1}/_{4}$" 의 직경 및 2"의 길이를 갖는 미가공 세라믹 로드(rod)를 형성하기 위하여 충분한 압출압력 및 온도에서 압출된다. 상기 로드는 전기로에 넣고 900℃에서 가열되어 가열시 바(bar)의 디멘젼 변화가 팽창계로 측정되었다. I 내지 K로 표시된 조성물 11-13의 각각의 로드에 대한 팽창계 데이터, 즉 가열/소성시 온도 함수로서의 디멘젼 변화가 각각 도 3에 도시되어 있다. 도 3의 고찰은 바인더 시스템 내에 광미네럴 오일(조성물 13), 비용매(조성물 12)의 부재, 및 무취 미네럴 스피릿(조성물 11)을 각각 포함하는 미공정 로드에 대한 디멘젼 변화가 두가지 팽창지대(175-250℃), (400-500℃)와 두가지 수축지대(250℃ 및 500℃ 이후)를 나타낸다는 것을 보여준다. 또한, 도 3은 실시예 바인더 시스템을 포함하는 조성물 11의 팽창은 시스템내에 비용매가 없는 표준 미가공 바디와 유사하다는 것을 나타내어 상당한 디멘젼의 변화를 보임으로써 하니콤 기판의 균열을 유발하는 광미네럴 오일을 포함하는 시스템과 상반된다.

[표 6]

	F240 메토셀	소디움 탈로웨이트	스테아린산[1]	비용매 형태[2]/양	물
실시예 조성물11	2.7	--	0.6	A/9.0	22.3
비교예 조성물12	2.7	0.6		무	30.5
실시예 조성물13	2.7		0.6	C/9.2	23.75

[1] 인더스트렌 9018 직쇄 사슬 스테아린산

[2] 표3 참조

실시예 14-16

표 7의 무기질 혼합물을 포함하는 각각의 세개의 개별적인 가소화된 뱃치 혼합물은 각각 표 8에 나타낸 세개의 유기 뱃치 시스템의 상이한 한 화합물과 혼합되고, 조성물 1-6과 동일한 방법으로 세라믹 리본을 형성하기 위하여 압출된다. 상기 비용매가 포함된 실시예 바인더 시스템을 포함하는 실시예 조성물 14-16은 단지 유기질 액체, 즉 걸프틴 12의, 특히 합성 유기질 액체의 6중량부를 포함한다.

상기 세가지 샘플은 조성물 1-6과 동일한 방법으로 실험되며 토크의 피크 및 엔드 모두와 강성 데이타가 표 8에 나타내어 있다. 표 2 및 5에 나타낸 비교예 조성물과 비교하면, C12의 사슬길이(걸프틴12) 및 90% 회수의 증류온도가 215.4℃인 실시예 조성물 14-16은 상대적인 토크 및 물질 강성을 나타낸다. 따라서, 상기 바인더 시스템은 종래의 바인더 시스템과 유사한 형성과 세기 특성을 갖지만, 바인더 시스템에서 적어도 일부위의 유기체, 즉 합성액체는 실제 소성 공정에 앞선 건조 공정을 통해서 증발로써 제거될 수 있다는 장점의 제공으로써 실시예 뱃치 시스템내에서 탄소 사슬길이 12 및 90% 회수의 증류온도가 215.4℃인 합성액체를 포함하는 상기 발명 조성물의 시스템이 종래의 시스템보다 우수하다는 것은 분명하다.

상기 유기 바인더의 합성액체의 일부위의 제거는 소성시 미가공 바디에 의한 발열을 감소시킬 수 있으며,

하니콤 세라믹 기판 바디의 소성시 분해의 감소를 유발할 것이다.

[표 7]

무기 원료	중량부
탈크	40.38
클레이	24.53
알루미나 산출 전구체	18.84
실리카 산출 전구체	6.25

[표 8]

	F240 메토셀	스테아린산[1]	합성 비용매 형태[2]/양	물	토크 (m-g) 피크	엔드	강성 (kg-mm)
실시예 조성물14	3.2	0.5	I/6.0	22.8	1574	1241	3.28
실시예 조성물15	3.2	0.5	I/6.0	22.8	1862	1301	2.85
실시예 조성물16	3.2	0.4	I/6.0	22.8	2205	1239	2.93

[1] 인더스트렌 E-120 직쇄 스테아린산

[2] 표 3의 형태 참조

(57) 청구의 범위

청구항 1

바인더, 바인더용 용매, 계면활성제, 및 적어도 바인더와 용매에 대하여 비용매이고, 바인더를 함유할 때 용매보다 낮은 점도를 나타내는 비용매성분을 포함하며, 상기 비용매성분의 적어도 일부위는 90% 회수의 증류온도가 225℃ 이하인 유기질 액체가 포함된 것을 특징으로 하는 연속적으로 소성된 세라믹 바디를 미가공용기 공정단계에서 사용하기 위한 바인더 시스템.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 바인더 시스템은 90% 회수의 증류온도가 220℃ 이하인 상기 유기질 액체를 포함하는 것을 특징으로 하는 바인더 시스템.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 바인더 시스템은 100중량부의 무기질로 가정할 때, 적어도 1중량부의 비용매를 포함하는 유기질 액체를 갖는 약 15 내지 30중량부의 비용매, 약 0.5 내지 10중량부의 계면활성제, 약 2 내지 20중량부의 바인더 및 약 50 내지 75중량부의 용매를 포함하는 것을 특징으로 하는 바인더 시스템.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 바인더 시스템은 적어도 1중량부의 비용매를 포함하는 유기질 액체를 갖는 약 5 내지 10중량부의 비용매, 약 1 내지 5중량부의 계면활성제, 약 5 내지 15중량부의 바인더 및 약 60 내지 70중량부의 용매를 포함하는 것을 특징으로 하는 바인더 시스템.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 유기질 액체는 측쇄 및/또는 직쇄 포화 및 불포화 탄화수소, 및/또는 고리 방향족, 할로겐화 탄화수소 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 바인더 시스템.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 포화 탄화수소는 9 내지 12의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 이소파라핀 및/또는 파라핀, 또는 10 내지 14의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 선형 알파 올레핀, 또는 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 하나임을 특징으로 하는 바인더 시스템.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 비용매는 유기질 액체에 부가적으로, 폴리알파 올레핀, C14-C24의 광미네럴 오일, 알파 올레핀 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 바인더 시스템.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 바인더 시스템은 메틸셀룰로오스, 메틸셀룰로오스 유도체 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 셀룰로오스 에테르를 포함하는 바인더; 폴리알파 올레핀과 9 내지 12의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 이소파라핀 및/또는 파라핀의 혼합물을 포함하는 비용매; 스테아린산, 황산 라우르 암모늄, 라우르산, 올레인산, 팔미틴산 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 계면활성제; 및 용매로서 물을 포함하는 것을 특징으로 하는 바인더 시스템.

청구항 9

소결가능한 무기질 미립자 물질로 이루어진 무기질 분말성분; 및

바인더, 바인더용 용매, 계면활성제, 및 적어도 바인더와 용매에 대하여 비용매이고, 바인더를 함유할 때 용매보다 낮은 점도를 나타내는 비용매성분을 포함하며, 상기 비용매성분의 적어도 일부위는 90% 회수의 증류온도가 225℃ 이하인 유기질 액체가 포함된 바인더 시스템을 포함하는 것을 특징으로 하는 주조가능한 분말 뱃치.

청구항 10

제9항에 있어서, 상기 유기질 액체는 90% 회수의 증류온도가 220℃ 이하인 것을 특징으로 하는 주조가능한 분말 뱃치.

청구항 11

제9항에 있어서, 상기 주조가능한 분말 뱃치는 100중량부의 무기질 분말로 가정할 때, 적어도 1중량부를 포함하는 유기질 액체를 갖는 약 2 내지 50중량부의 비용매, 약 0.2 내지 10중량부의 계면활성제, 약 2 내지 10중량부의 바인더, 및 약 6 내지 50중량부의 용매를 포함하는 것을 특징으로 하는 주조가능한 분말 뱃치.

청구항 12

제9항에 있어서, 상기 주조가능한 분말 뱃치는 100중량부의 무기질 분말, 약 5 내지 10중량부의 비용매, 약 0.2 내지 2중량부의 계면활성제, 약 2.5 내지 5중량부의 바인더, 및 약 8 내지 25중량부의 용매를 포함하는 것을 특징으로 하는 주조가능한 분말 뱃치.

청구항 13

제9항에 있어서, 상기 유기질 액체는 측쇄 및/또는 직쇄 포화 및 불포화 탄화수소, 및/또는 방향족을 포함하는 고리 탄화수소, 할로겐화 탄화수소 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 주조가능한 분말.

청구항 14

제13항에 있어서, 상기 포화 탄화수소는 9 내지 12의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 이소파라핀 및/또는 파라핀, 또는 10 내지 14의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 선형 알파 올레핀, 또는 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 하나임을 특징으로 하는 주조가능한 분말.

청구항 15

제9항에 있어서, 상기 비용매는 유기질 액체에 부가적으로, 폴리알파 올레핀, C14-C24의 광미네럴 오일, 알파 올레핀 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 주조가능한 분말.

청구항 16

제9항에 있어서, 상기 주조가능한 분말은 메틸셀룰로오스, 메틸셀룰로오스 유도체 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 셀룰로오스 에테르를 포함하는 바인더; 폴리알파 올레핀과 9 내지 12의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 이소파라핀 및/또는 파라핀의 혼합물을 포함하는 비용매; 스테아린산, 황산 라우르 암모늄, 라우르산, 올레인산, 팔미틴산 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 계면활성제; 및 용매로서 물을 포함하는 것을 특징으로 하는 주조가능한 분말.

청구항 17

제9항에 있어서, 상기 무기질 분말 성분은 코디어라이트-형성 원료를 포함하는 것을 특징으로 하는 주조가능한 분말.

청구항 18

소결가능한 무기질 미립자 물질로 이루어진 무기질 분말성분; 및 바인더, 바인더용 용매, 계면활성제, 및 적어도 바인더와 용매에 대하여 비용매이고, 바인더를 함유할 때 용매보다 낮은 점도를 나타내는 비용매성분을 포함하며, 상기 비용매성분의 적어도 일부위는 90% 회수의 증류온도가 225℃ 이하인 유기질 액체가 포함된 바인더 시스템을 컴파운딩(compounding)하는 단계;

상기 가소화된 혼합물을 형성하기 위하여 혼합하고 가소화시키는 단계; 및

미가공 바디를 형성하기 위하여 상기 가소화된 혼합물을 성형하는 단계를 수반하는 것을 특징으로 하는 가소화된 분말 혼합물의 형성 및 성형방법.

청구항 19

제18항에 있어서, 상기 유기질 액체는 90% 회수의 증류온도가 220℃ 이하인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 20

제18항에 있어서, 상기 혼합 및 가소화단계는 무기질 분말 혼합물, 가소제 및 바인더를 건조-혼합하여 균일한 건조 블랜드 혼합물을 형성하는 단계; 상기 건조 블랜드 혼합물에 용매를 첨가하여 중간물질의 가소화된 혼합물을 형성하는 단계; 및 상기 중간물질의 가소화된 혼합물에 유기질 액체를 포함하는 비용매를 첨가하여 가소화된 혼합물을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 21

제18항에 있어서, 상기의 방법은 연속적으로 가소화된 바디를 성형하고, 미가공 바디로부터 바인더 시스템을 제거하기 위하여 미가공 바디의 가열을 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 22

제18항에 있어서, 상기 가소화된 혼합물은 100중량부의 무기질 분말, 적어도 1중량부를 포함하는 유기질 액체를 갖는 약 2 내지 50중량부의 비용매, 약 0.2 내지 10중량부의 계면활성제, 약 2 내지 10중량부의 바인더 및 약 6 내지 50중량부의 용매를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 23

제18항에 있어서, 상기 가소화된 혼합물은 100중량부의 무기질 분말, 약 5 내지 10중량부의 비용매, 약 0.2 내지 2중량부의 계면활성제, 약 2.5 내지 5중량부의 바인더 및 약 8 내지 25중량부의 용매를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 24

제18항에 있어서, 상기 유기질 액체는 측쇄 및/또는 직쇄 포화 및 불포화 탄화수소, 및/또는 방향족을 포함하는 고리 탄화수소, 할로겐화 탄화수소 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 25

제24항에 있어서, 상기 포화 탄화수소는 9 내지 12의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 이소파라핀 및/또는 파라핀, 또는 10 내지 14의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 선형 알파 올레핀, 또는 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 하나임을 특징으로 하는 방법.

청구항 26

제18항에 있어서, 상기 성형단계는 미공정의 하니콤구조를 형성하기 위하여 상기 혼합물을 쌍축 압출기를 통해 통과시킨 후, 다이를 통해 통과시켜 실시되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 27

소결가능한 무기질 미립자 물질로 이루어진 무기질 분말성분; 및 바인더, 바인더용 용매, 계면활성제, 및 적어도 바인더와 용매에 대하여 비용매이고, 바인더를 함유할 때 용매보다 낮은 점도를 나타내는 비용매 성분을 포함하며, 상기 비용매성분의 적어도 일부위는 90% 회수의 증류온도가 225℃ 이하인 유기질 액체가 포함된 바인더 시스템을 포함하는 세라믹제조를 위한 성분을 형성하고 성형하는 단계; 및

상기 형성되고 성형된 미가공 바디를 소성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 세라믹 제품의 제조방법.

청구항 28

제27항에 있어서, 상기 유기질 액체는 90% 회수의 증류온도가 220℃ 이하인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 29

제27항에 있어서, 상기 형성단계는 혼합하는 단계를 수반하고;

상기 가소화단계는 무기질 분말 혼합물, 계면활성제 및 바인더를 건조-혼합하여 균일한 건조 블랜드 혼합물을 형성하는 단계; 상기 건조 블랜드 혼합물에 용매를 첨가하여 중간물질의 가소화된 혼합물을 형성하는 단계; 및 상기 중간물질의 가소화된 혼합물에 유기질 액체를 포함하는 비용매를 첨가하여 가소화된 혼합물을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 30

제27항에 있어서, 상기 가소화된 혼합물은 100중량부의 무기질 분말, 적어도 1중량부를 갖는 유기질 액체가 포함된 약 2 내지 50중량부의 비용매, 약 0.2 내지 10중량부의 계면활성제, 약 2 내지 10중량부의 바인더, 및 약 6 내지 50 중량부의 용매를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 31

제27항에 있어서, 상기 가소화된 혼합물은 100중량부의 무기질 분말, 약 5 내지 10중량부의 비용매, 약 0.2 내지 2중량부의 계면활성제, 약 2.5 내지 5중량부의 바인더, 및 약 8 내지 25중량부의 용매를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 32

제27항에 있어서, 상기 유기질 액체는 측쇄 및/또는 직쇄 포화 및 불포화 탄화수소, 및/또는 방향족을 포함하는 고리 탄화수소, 할로겐화 탄화수소 및 이들의 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으

로 하는 방법.

청구항 33

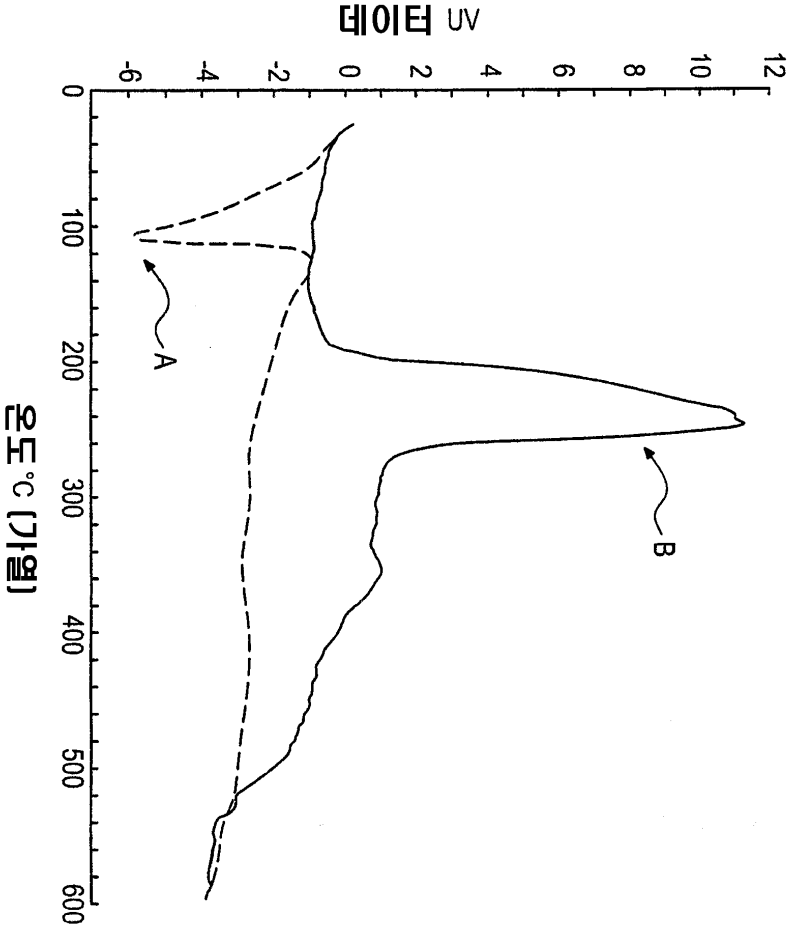
제32항에 있어서, 상기 포화 탄화수소는 9 내지 12의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 이소파라핀 및/또는 파라핀, 또는 10 내지 14의 분포범위를 갖는 탄소 사슬길이를 나타내는 선형 알파 올레핀, 또는 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 하나임을 특징으로 하는 방법.

청구항 34

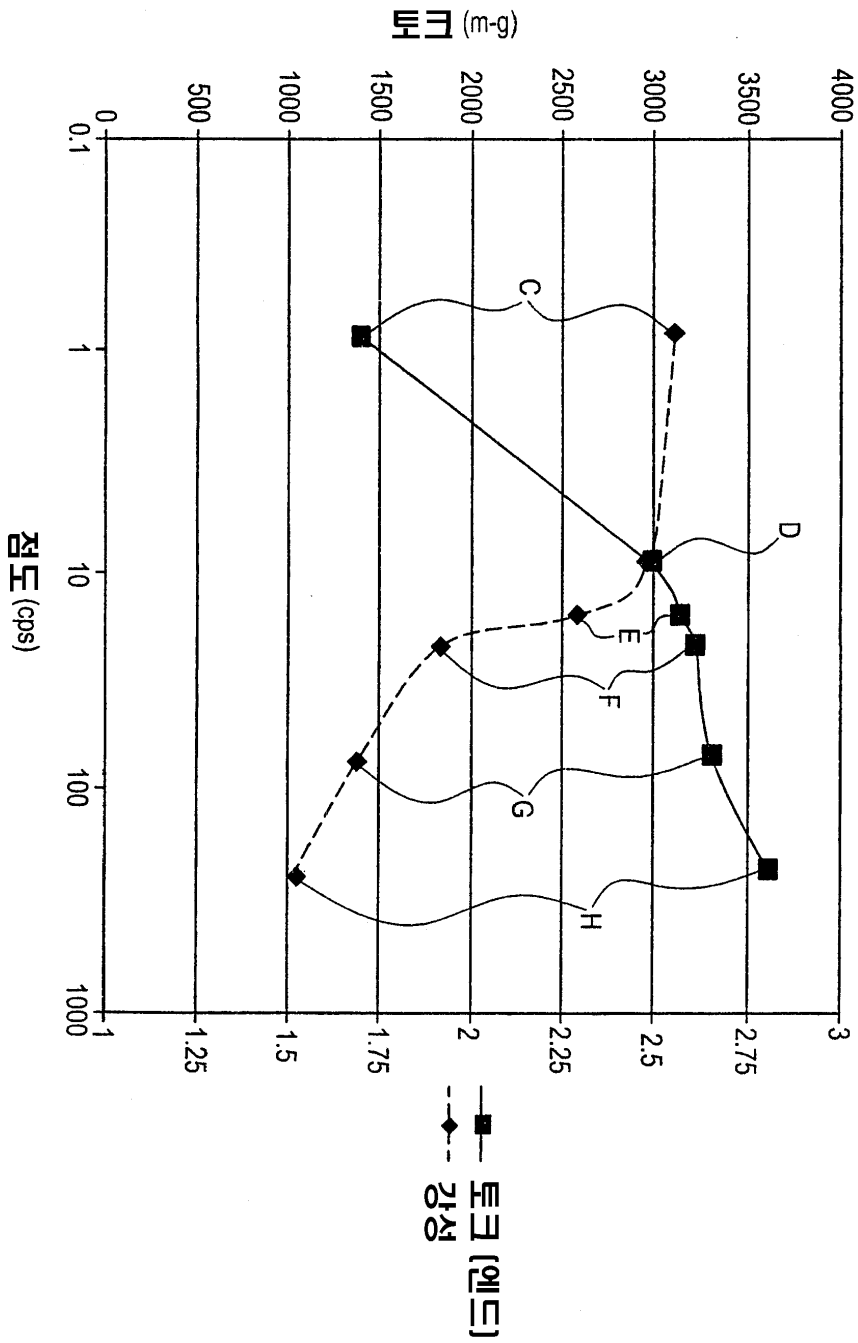
제27항에 있어서, 상기 성형단계는 미가공 하니콤구조를 형성하기 위하여 상기 혼합물을 쌍축 압출기를 통해 통과시킨 후, 다이를 통해 통과시켜 실시하는 것을 특징으로 하는 방법.

도면

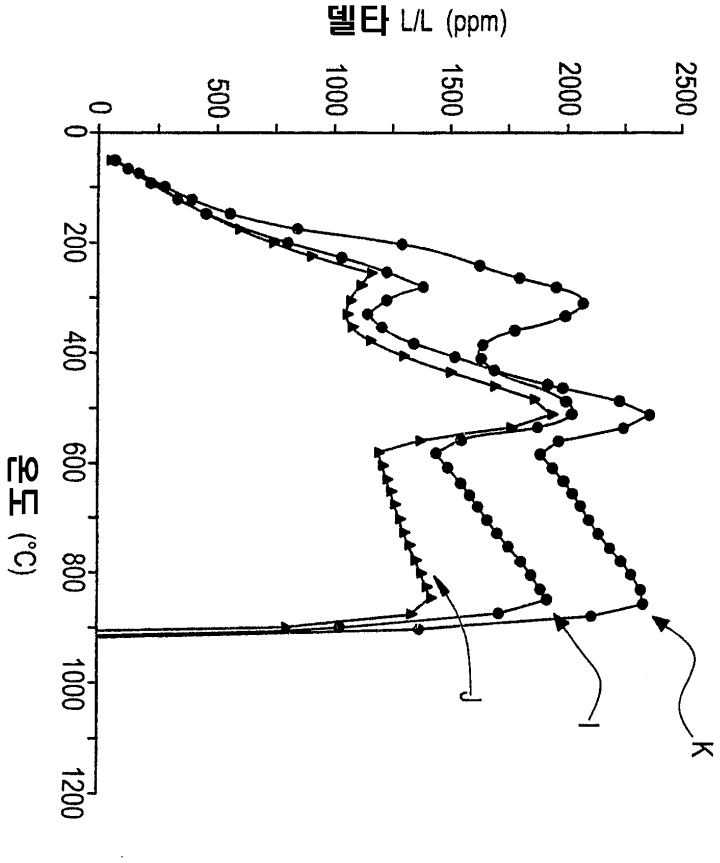
도면1



도면2


토크 (m-g)
0
500
1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
점도 (cps)
0.1
1
10
100
1000
1
1.25
1.5
1.75
2
2.25
2.5
2.75
3
C
D
E
F
G
H
토크 (엔드)
강성

도면3


델타 L/L (ppm)
0
500
1000
1500
2000
2500
온도 (°C)
0
200
400
600
800
1000
1200
J
I
K