(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년01월05일
(11) 등록번호 10-2197802
(24) 등록일자 2020년12월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 35/111 (2006.01) *C04B 35/626* (2006.01)
C04B 35/628 (2006.01) *C04B 41/00* (2006.01)
C04B 41/45 (2006.01) *C04B 41/81* (2006.01)
C09K 3/14 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C04B 35/111 (2013.01)
C04B 35/1115 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-7009863
(22) 출원일자(국제) 2018년12월19일
심사청구일자 2020년04월06일
(85) 번역문제출일자 2020년04월06일
(65) 공개번호 10-2020-0040896
(43) 공개일자 2020년04월20일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2018/047991
(87) 국제공개번호 WO 2019/131819
국제공개일자 2019년07월04일
(30) 우선권주장
JP-P-2017-248429 2017년12월25일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP2001322865 A*
D. Asmi et al., Materials Letters, 1999, vol. 40, pp. 96-102 1부.*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
쇼와 덴코 가부시키가이샤
일본국 도쿄도 미나토구 시바다이몬 1쵸메 13반 9고
(72) 발명자
미야이시 소
일본국 나가노켄 시오지리시 오아자 소가 1 쇼와 덴코 세라믹스 가부시키가이샤 시오지리 코죠 나이
(74) 대리인
하영욱

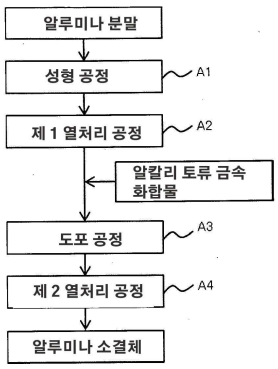
전체 청구항 수 : 총 3 항 심사관 : 이동욱

(54) 발명의 명칭 **알루미나 소결체, 숫돌 입자 및 숫돌**

(57) 요 약

고경도를 갖고, 내마모성이 우수한 알루미나 소결체, 숫돌 입자 및 숫돌을 제공하는 것을 과제로 한다. 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 1.0~2.0인 내층 및 상기 내층의 적어도 일부를 외측으로부터 덮고, 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 2.0보다 큰 외층을 갖고, 불가피 불순물을 제외하고는 규소를 포함하지 않는 것을 해결 수단으로 한다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C04B 35/62695 (2013.01)
C04B 35/6281 (2013.01)
C04B 35/62886 (2013.01)
C04B 41/009 (2013.01)
C04B 41/4535 (2013.01)
C04B 41/81 (2013.01)
C09K 3/1436 (2013.01)
C04B 2235/3205 (2013.01)
C04B 2235/3208 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 1.0~2.0인 내층; 및

상기 내층의 적어도 일부를 외측으로부터 덮고, 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 2.0보다 큰 외층을 포함하는 알루미나 소결체로서:

상기 외층의 두께는 1~100㎛이고,

상기 알루미나 소결체의 표면에 있어서의 외층의 알루미나 결정 입자의 면적 비율로 정의된 알루미나 소결체에 있어서의 내층에 대한 외층의 피복률(%)은 25% 이상이고,

상기 알루미나 소결체는 칼슘, 스트론튬 및 바륨으로 이루어지는 군에서 선택된 적어도 하나의 원소를 포함하고,

상기 알루미나 소결체는 불가피 불순물을 제외한 규소를 포함하지 않고,

상기 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비는 상기 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비의 1.5배 이상이며,

상기 알루미나 소결체는, 알루미나 분말로부터 제조된 알루미나 성형체를 1200℃~1800℃의 온도에서 열처리하고, 그 후 외층을 형성하여 제조된 것인 알루미나 소결체.

청구항 2

제 1 항에 기재된 알루미나 소결체를 포함하는 숫돌 입자.

청구항 3

제 2 항에 기재된 숫돌 입자의 층을 작용면 상에 포함하는 숫돌.

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 알루미나 소결체, 숫돌 입자 및 숫돌에 관한 것으로서, 특히, 포함되는 알루미나 결정 입자의 형상이 다른 복수의 층을 각각 포함하는 알루미나 소결체, 숫돌 입자 및 숫돌에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 알루미나 소결체는 고경도, 고강도, 고내열성, 고내마모성 및 고내약품성 등 의 우수한 물성을 갖는 특징을 사용하여 여러가지 산업 분야에서 사용되고 있다. 이러한 알루미나 소결체 용도의 일례로서 숫돌이 언급된다.

[0003] 자동차를 중심으로 하는 수송용 기기 또는 산업용 기계를 구성하는 부품용 재료로서, 특수 합금이 다용되고 있다. 이들의 특수 합금은 일반적인 SUS 304 등 보다 단단하기 때문에, 이들 합급을 가공하기 위해서, 종래에 존재하지 않았던 높은"연삭비"를 갖는 중연삭 숫돌(heavy-grinding wheel)이 시장에서 요구되고 있다. 여기서, "연삭비"는 숫돌의 성능을 나타내는 지표이고, 이하의 식에 의해 나타내어진다. 연삭비가 높을수록 숫돌의 성능은 높다.

[0004] 연삭비 = 피연삭재가 연삭된 량(연삭량)/숫돌의 마모량(A)

[0005] 일반적으로, 적은 숫돌로 많은 피연삭재를 연삭할 수 있으면 성능이 양호하다고 판단되지만, 숫돌의 연삭비는 그 숫돌에 사용되는 숫돌 입자의 경도, 강도 및 인성에 의해 영향을 받는다. 또한 결합제로서 주로 페놀 수지 등이 사용되고, 따라서 숫돌 입자가 수지 친화성을 갖도록 요구된다. 연삭비와 경도 사이, 연삭비와 강도 또는 인성 사이 및 연삭비와 수지 친화성 사이에는 다음과 같은 관계가 존재한다고 생각된다:

[0006] (1) 숫돌 입자의 경도가 높아지면 연삭량도 증가하고, 따라서 연삭비도 높아진다;

[0007] (2) 강도 또는 인성이 높아지면 파괴되는 숫돌 입자의 양이 감소하고, 따라서 연삭비가 높아진다; 및

[0008] (3) 숫돌 입자의 수지 친화성이 높아지면 숫돌 입자가 숫돌로부터 탈락되는 경우가 어려워지고, 따라서 연삭비는 높아진다.

[0009] 즉, 연삭비의 식에 있어서의 분자 부분은 숫돌 입자의 경도에 의해 영향을 받고, 분모 부분은 숫돌 입자의 강도 또는 인성 및 수지 친화성에 의해 영향을 받는다. 큰 연삭비를 지닌 숫돌을 얻기 위해서는 경도, 강도, 인성 및 수지 친화성의 모두를 높게 하는 것이 이상적이다.

[0010] 예를 들면, 특허문헌 1에서는 Al_2O_3 분말과, Al_2O_3과의 공정점이 1600℃ 이하인 금속 산화물을 혼합하고, 이어서 마이크로파를 이용하여 소성함으로써 미세한 등방성 결정과 이방성 형상을 갖는 결정을 공존시키는 것이 기재되어 있다.

[0011] 또한, 비특허문헌 1에는 알루미나 소결체 중에 이방성이 큰 판형상 알루미나 결정을 함유시키기 위해서, 알루미나 원료 중에 CaO와 SiO_2를 균일하게 공도포하는 것이 기재되어 있다.

[0012] 또한, 특허문헌 2에는 결정 성장 억제제를 함유하는 산화 알루미늄 재료와 결정 성장 촉진제를 함유하는 산화 알루미늄 재료를 적층하고, 이어서 얻어진 적층체를 하나의 공정에서 소결하는 것이 기재되어 있다.

[0013] 또한, 특허문헌 3에서는 산화 알루미늄 성형체 또는 가소결체에 마그네슘 화합물을 함유하는 용액 또는 슬러리를 도포하고 나서 본소결하는 것이 기재되어 있다. 이 제조방법에 따르면, 표면층은 입경의 작은 등축 결정으로 이루어지고, 내부는 이방성의 결정으로 이루어지는 다층 산화 알루미늄 소결체를 얻을 수 있다고 기재되어 있다.

[0014] 또한, 특허문헌 4에서는 표면에 실리콘을 함유하고, 내부층과 구성하는 결정 상이 동일하고, 평균 결정 입자 사이즈가 30% 이상 서로 다른 표면층과 내부층을 갖는 다층 알루미나 소결체가 기재되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0015] (특허문헌 0001) JP 09-87008 A

(특허문헌 0002) JP 2004-26513 A

(특허문헌 0003) JP 2004-307239 A

(특허문헌 0004) JP 2009-102181 A

비특허문헌

[0016] (비특허문헌 0001) J.Mat.Sci., 28(1993) 5953-56

발명의 내용

해결하려는 과제

[0017] 특허문헌 1에 기재된 발명에 있어서, 알루미나 결정 전체에 TiO_2, MgO를 고용시킬 필요가 있고, 따라서 알루미나 소결체의 경도가 저하한다. 또한, 소결체 표면 및 내부의 모두에 있어서 미세한 등방성 결정과 이방성 형상을 갖는 결정이 공존하고 있기 때문에, 소결체 표면과 내부간에 필요로 되는 물성이 다른 경우, 미세한 등방성 결정과 이방성 형상을 갖는 결정의 비율을 제어하는 것만으로는 소망의 성능을 얻는 것이 곤란하다.

[0018] 비특허문헌 1과 같이 소결 동안에 액상을 생성하는 보조제를 균일하게 첨가하면 알루미나 소결체의 입자계에 상기 보조제가 잔존하고, 고온에서의 강도 및 경도가 현저하게 저하한다.

[0019] 특허문헌 2에 기재된 제조방법에 있어서, 분말을 적층하기 때문에 표면층의 두께가 1㎜ 이상이 아닌 한, 충분한 2층 구조가 얻어질 수 없고, 따라서 숫돌 입자에 사용할 수 있을만큼 작은 성형체를 제조하는 것이 곤란하다.

[0020] 특허문헌 3에 기재된 제조방법에 있어서, 산화 알루미늄 가소결체에 마그네슘 화합물을 부착시킨 후, 본 소결이 행해지지만, 후술하는 비교예 3과 같이, 이 제조방법에 의해 얻어진 알루미나 소결체의 내마모성에 있어서의 더욱 개선의 여지가 있다.

[0021] 특허문헌 4에 기재된 다층 알루미나 소결체에 있어서, 소결체 표면에 존재하는 규소로 인하여 소결체 표면의 경도가 저하한다.

[0022] 따라서, 본 발명의 목적은 높은 경도 및 우수한 내마모성을 갖는 알루미나 소결체, 숫돌 입자 및 숫돌을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0023] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 [1]~[6] 중 어느 하나의 구성을 갖는다.

[0024] [1] 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 1.0~2.0인 내층; 및 상기 내층의 적어도 일부를 외측으로부터 덮고, 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 2.0보다 큰 외층을 포함하는 알루미나 소결체로서, 불가피 불순물을 제외한 규소를 포함하지 않는 알루미나 소결체.

[0025] [2] 상기 [1]에 있어서, 상기 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비는 상기 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비의 1.5배 이상인 알루미나 소결체.

[0026] [3] 상기 [1] 또는 [2]에 있어서, 상기 외층은 상기 내층 표면의 25% 이상을 덮는 알루미나 소결체.

[0027] [4] 상기 [1] 내지 [3] 중 어느 하나에 있어서, 상기 외층의 두께는 1~100㎛인 알루미나 소결체.

[0028] [5] 상기 [1] 내지 [4] 중 어느 하나에 기재된 알루미나 소결체를 포함하는 숫돌 입자.

[0029] [6] 상기 [5]에 기재된 숫돌 입자의 층을 작용면 상에 포함하는 숫돌.

발명의 효과

[0030] 본 발명은 높은 경도 및 우수한 내마모성을 갖는 알루미나 소결체, 숫돌 입자 및 숫돌을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0031] 도 1은 본 발명의 일실시형태의 알루미나 소결체를 제조하는 방법의 일례를 나타내는 플로우차트이다.

도 2는 본 발명의 일실시형태의 알루미나 소결체의 제조방법의 다른 일례를 나타내는 플로우차트이다.

도 3은 실시예 1의 알루미나 소결체 단면의 주사형 전자 현미경(SEM) 화상(500배)이다.

도 4는 실시예 4의 알루미나 소결체 단면의 주사형 전자 현미경(SEM) 화상(500배)이다.

도 5는 실시예 2의 알루미나 소결체 표면의 주사형 전자 현미경(SEM) 화상(1000배)이다.

도 6은 실시예 4의 알루미나 소결체 표면의 주사형 전자 현미경(SEM) 화상(3000배)이다.

도 7은 비교예 1의 알루미나 소결체 표면의 주사형 전자 현미경(SEM) 화상(3000배)이다.

도 8은 SEM에 의해 관찰된 실시예 2의 알루미나 소결체 내층의 써멀 에칭된 화상(3500배)이다.

도 9는 SEM에 의해 관찰된 실시예 4의 알루미나 소결체 내층의 써멀 에칭된 화상(3500배)이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0032] 이하, 본 발명의 일실시형태를 상세하게 설명하지만, 본 발명은 하기의 실시형태에 한정되는 것은 아니다. 이하의 설명에 있어서, 수치 범위 "A~B"는 A 및 B를 포함하는, 즉 종점이 A 및 B인 수치 범위를 나타낸다. 즉, "A 이상 B 이하"(A < B인 경우) 또는 "A 이하 B 이상"(A > B인 경우)인 수치 범위를 의미한다.

[0033] 이하의 설명에 있어서, "알칼리 토류 금속"은 칼슘, 스트론튬 및 바륨을 의미한다. 또한 칼슘, 스트론튬 및 바륨 등의 원소명의 기재는 특별히 설명이 없으면, 단일 물질, 화합물 또는 혼합물에 포함되는 이와 같은 원소를 총칭한 것으로 한다.

[0034] 목적 성분의 "함유율(질량%)"은 목적 성분을 포함하는 복수의 성분 합계량에 대한 목적 성분의 양을 백분율로 나타낸 수치이다. 산화물에 대한 목적 성분의 양 또는 함유율은 각각의 목적 성분이 산화물(알칼리 토류 금속의 경우, 산화수 2를 갖는 CaO, SrO 및 BaO 등)로 환산되는 경우의 양 또는 함유율을 의미한다.

[0035] "평균 애스펙트비"는 수를 기준으로 하는 애스펙트비의 평균값이다. 평균 애스펙트비는 알루미나 소결체의 표면을 주사형 전자 현미경으로 관찰해서 랜덤하게 선택된 소정 수(수의 구체적인 예는 실시예에 기재한다)의 알루미나 결정 입자의 각각의 장축 및 단축의 길이를 측정해서 그들의 애스펙트비를 산출하고, 이들의 평균값을 산출함으로써 얻어진다. 또한 「미디언 지름(d_{50})」은 레이저 회절식 입자 사이즈 측정 장치를 사용하여 측정된 체적 기준 누적 입자 사이즈 분포에 있어서의 50% 입자 사이즈를 의미한다.

[0036] [1. 알루미나 소결체]

[0037] 본 실시형태의 알루미나 소결체는 내층과, 내층의 적어도 일부를 외측으로부터 덮는 외층을 포함하고, 이들 2층에 포함되는 알루미나 결정 입자는 다른 평균 애스펙트비를 갖는다. 또한, 본 실시형태의 알루미나 소결체는, 불가피 불순물을 제외한 규소는 포함하지 않는다. 따라서, 본 실시형태의 알루미나 소결체는 경도의 저하를 억제할 수 있다. 이하, 본 실시형태의 알루미나 소결체를 상세하게 설명한다. 본원에 있어서, 상기 불가피 불순물은 제조 공정 동안에 불가피하게 포함되는 시작 재료 또는 성분에 포함되는 불가피한 불순물을 의미한다.

[0038] 본 실시형태의 알루미나 소결체는 알루미나를 바람직하게는 80질량% 이상, 보다 바람직하게는 90질량% 이상, 더욱 바람직하게는 95질량% 이상의 양으로 포함한다.

[0039] 본 실시형태의 알루미나 소결체의 상대 밀도는 바람직하게는 90% 이상, 보다 바람직하게는 93% 이상, 더욱 바람직하게는 95% 이상이다. 상대 밀도가 90% 이상은 알루미나 소결체에 있어서 파괴 기점이 되는 기공 및 공극을 감소시킬 수 있다. 상대 밀도는 아크키메데스법을 사용하여 측정한 알루미나 소결체의 부피 밀도를 진밀도로 나누어서 구할 수 있다. 또한, 알루미나 소결체의 형상은 특별하게 한정되지 않는다.

[0040] <1-1. 내층>

[0041] 내층의 알루미나의 함유량은 바람직하게는 80질량% 이상이고, 보다 바람직하게는 90질량% 이상이고, 더욱 바람직하게는 95질량% 이상이며, 특히 바람직하게는 99질량% 이상이다. 내층은 커런덤 결정의 구조를 갖고 있는 것이 바람직하다. 내층의 화학 성분은 예를 들면, JIS R6111(인조 연삭재)에 기재된 알루미나 연삭재의 화학 성분이다.

[0042] 본 실시형태의 알루미나 소결체에 있어서, 내층은 고경도 및 고강도를 갖도록 요구된다. 상기 관점으로부터, 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비는 1.0~2.0이고, 바람직하게는 1.0~1.8이고, 보다 바람직하게는 1.0~1.5이다. 내층에 포함되는 결정 입자의 평균 입자 사이즈는 수를 기준하여 0.2~10㎛인 것이 바람직하다.

[0043] <1-2. 외층>

[0044] 본 실시형태의 알루미나 소결체에 있어서, 외층은 높은 인성을 갖도록 요구된다. 상기 관점으로부터, 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비는 2.0보다 크고, 바람직하게는 2.5 이상이고, 보다 바람직하게는 2.8 이상이고, 더욱 바람직하게는 3.0 이상이며, 특히 바람직하게는 3.5 이상이다. 또한, 외층에 있어서의 결정 입자의 평균 애스펙트비의 상한은 특별하게 한정되지 않지만, 7.0 이하인 것이 바람직하다.

[0045] 본 실시형태의 알루미나 소결체에 있어서, 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비는, 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비의 1.5배 이상이 바람직하고, 2.0배 이상이 보다 바람직하고, 2.5배 이상이 더욱 바람직하다. 이러한 알루미나 소결체는 내부에 있어서는 강도 및 경도가 높고, 표면에 있어서는 인성이 높다.

[0046] 본 실시형태의 알루미나 소결체의 내층이 갖는 경도를 확보하면서, 인성을 높게 하기 위해, 외층의 두께는 바람직하게는 1~100㎛이고, 보다 바람직하게는 5~80㎛이며, 더욱 바람직하게는 10~70㎛이다. 외층의 두께는 알루미나 소결체의 파단면을 주사형 전자 현미경을 이용하여 관찰하고, 알루미나 결정 입자의 애스펙트비가 2.0을 초과하는 부분의 두께를 측정함으로써 구할 수 있다.

[0047] 본 실시형태의 알루미나 소결체의 인성을 더욱 확실하게 높이기 위해서, 내층의 표면에 대한 외층의 피복률은 바람직하게는 25% 이상이고, 보다 바람직하게는 50% 이상이고, 더욱 바람직하게는 70% 이상이고, 특히 바람직하게는 90% 이상이다. 또한, 내층의 표면에 대한 외층의 피복률은 알루미나 소결체의 표면을 주사형 전자 현미경으로 관찰함으로써 시야의 면적에 있어서, 2.0 이상의 애스펙트비를 갖는 알루미나 결정 입자가 차지하는 영역의 면적 비율로부터 구할 수 있다.

[0048] <1-3. 본 실시형태의 알루미나 소결체의 효과>

[0049] 알루미나 소결체에 포함되는 알루미나 결정 입자의 애스펙트비가 감소하면, 알루미나 소결체의 강도 및 경도가 높아진다. 한편, 알루미나 소결체에 포함되는 알루미나 결정 입자의 애스펙트비가 증가하면, 알루미나 소결체의 인성이 높아진다.

[0050] 본 실시형태의 알루미나 소결체에 있어서, 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 1.0~2.0이고, 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 2.0을 초과한다. 따라서, 본 실시형태의 알루미나 소결체의 내부는 강도 및 경도가 높고, 표면을 포함하는 외측 영역의 인성은 높다.

[0051] <1-4.불가피 불순물로서의 규소>

[0052] 본 실시형태의 알루미나 소결체는 불가피 불순물을 제외하고는 규소를 포함하지 않는다. 충분한 경도를 확보하기 위해서, 상기 알루미나 소결체에 있어서의 불가피 불순물로서 허용되는 규소의 함유율은 산화물인 SiO_2 환산으로 0.7질량% 이하이다. 상기 이유로부터, 알루미나 소결체 중의 규소의 함유율은 산화물 환산으로 0.5질량% 이하인 것이 보다 바람직하고, 0.3질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0053] [2. 알루미나 소결체의 제조방법 1]

[0054] 도 1은 본 발명의 실시형태의 알루미나 소결체를 제조하는 방법의 일례를 나타내는 플로우차트이다. 상기 제조방법은 알루미나 분말로부터 알루미나 성형체를 제작하는 성형 공정 A1, 성형 공정 A1에 얻어진 알루미나 성형체를 열처리하는 제 1 열처리 공정 A2, 상기 제 1 소결 공정 A2에서 얻어진 알루미나 소결체(이하, 생성물로서의 알루미나 소결체와 구별하기 위해서 알루미나 소결체 원료라 한다)의 표면에 알칼리 토류 금속 화합물을 도포하는 도포 공정 A3, 및 상기 알칼리 토류 금속 화합물이 도포된 알루미나 소결체 원료를 열처리하는 제 2 열처리 공정 A4을 포함한다. 상기 제조방법의 일례에 있어서, 알루미나 성형체를 미리 준비할 수 있는 경우에는 성형 공정 A1를 생략해도 되고, 알루미나 소결체 원료를 미리 준비할 수 있는 경우에는 성형 공정 A1 및 제 1 열처리 공정 A2를 생략해도 된다.

[0055] <성형 공정 A1>

[0056] 성형 공정 A1에서 사용되는 알루미나 분말에 있어서의 알루미나의 함유율은 바람직하게는 80질량% 이상이고, 보다 바람직하게는 90질량% 이상이고, 더욱 바람직하게는 95질량% 이상이며, 특히 바람직하게는 99질량% 이상이다. 또한, 알루미나 분말은 불가피 불순물을 제외하고는 규소를 포함하지 않는다. 알루미나 분말은 예를 들면, 바이어(Bayer)법으로 정제된 것이 바람직하다. 또한, 알루미나 분말의 미디어 지름(d_{50})은 3㎛ 이하인 것이 바람직하고, 1㎛ 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0057] 상기 알루미나 분말을 성형하는 방법의 예로는 금형 프레스, 냉간 정수압 프레스, 주조, 사출 성형 및 압출 성형이 포함되고, 상기 방법은 제작되는 알루미나 성형체의 물성, 형상, 사이즈 등 또는 제조 설비 등의 조건에 따라서 적당하게 선택할 수 있다. 상기 알루미나 소결체가 숫돌 입자로서 사용되는 경우, 압출 성형이 바람직하다.

[0058] <제 1 열처리 공정 A2>

[0059] 치밀한 알루미나 소결체를 얻기 위해서, 이 공정에 있어서의 알루미나 성형체의 열처리 온도는 바람직하게는 1200℃ 이상이고, 보다 바람직하게는 1200~1800℃이고, 더욱 바람직하게는 1300~1750℃이며, 특히 바람직하게는 1400~1700℃이다. 또한, 열처리 분위기는 대기, 불활성 분위기 및 진공 중 어느 하나이어도 되고, 대기인 것이 바람직하다. 상기의 소성 온도 및 소성 분위기의 임의의 조합이 적용될 수 있다. 이 공정에 있어서, 상기 범위 내의 온도를 5~300분 동안 유지하는 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 10~180분 동안, 더욱 바람직하게는 30~120분 동안 유지하는 것이다. 상기 유지 시간이 5분 이상이면, 치밀한 소결체가 얻어지고, 상기 유지 시간이 300분 이하이면, 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 결정 입자 사이즈가 작게 유지될 수 있다.

[0060] 이 공정에 있어서 열처리 방법의 예로는 알루미나 성형체를 새거(sagger) 등의 용기에 넣어 머플로 등의 전기로 또는 터널식 연속 소성로에서 열처리하는 방법 및 알루미나 성형체를 로터리킬른 등의 소성 장치에서 직접 열처리하는 방법이 열거된다.

[0061] 본원에서 얻어진 알루미나 소결체 원료에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비는 바람직하게는 1.0~2.0이고, 보다 바람직하게는 1.0~1.8이고, 더 바람직하게는 1.0~1.5이다. 알루미나 소결체 원료의 평균 애스펙트비의 저감은 후술되는 알루미나 소결체의 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비와 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비 간의 차를 크게 할 수 있다.

[0062] <도포 공정 A3>

[0063] 도포 공정 A3에 있어서, 알루미나 소결체 원료의 표면에 알칼리 토류 금속 화합물을 도포하는 방법의 예로는 알칼리 토류 금속 화합물의 분산액 또는 용액을 알루미나 소결체 원료에 분무하는 방법이 열거된다. 상기 방법에 의하면, 알루미나 소결체 원료에 도포되는 알칼리 토류 금속 화합물의 양을 제어하는 것이 용이하고, 도포량을 균일하게 하는 것이 용이하다. 알루미나 소결체 원료의 표면에 알칼리 토류 금속 화합물을 도포하는 방법은 이것에 한정되지 않고, 브러쉬 코팅, 침지 등과 같이 알루미나 소결체 원료의 표면에 알칼리 토류 금속 화합물을 부착시킬 수 있으면 된다.

[0064] 알루미나 소결체 원료의 표면에 알칼리 토류 금속 화합물을 도포함으로써, 알루미나 소결체의 표면 상에 결정 입자의 재결정을 빠르게 진행시킬 수 있다. 상기 재결정이란 다결정의 입자가 경시에 따라 다른 결정 입자를 포함하여 결정 입자의 수가 감소되고, 입자 사이즈가 증가되는 현상을 말한다. 상기 재결정이 진행함에 따라서 알루미나 결정 입자는 이방성으로 성장하고, 따라서 재결정이 진행됨에 따라서, 알루미나 결정 입자의 애스펙트비는 증가한다.

[0065] 상기 도포 공정 A3에 있어서, 도포되는 알칼리 토류 금속 화합물은 알루미나 소결체의 재결정을 촉진시키는 것이면 특별하게 한정되지 않지만, 칼슘 화합물, 스트론튬 화합물 및 바륨 화합물로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종인 것이 바람직하다.

[0066] 상기 칼슘 화합물의 예로는 산화 칼슘, 불화 칼슘, 염화 칼슘, 염소산 칼슘, 과염소산 칼슘, 차아염소산 칼슘, 브롬화칼슘, 브롬산 칼슘, 요오드화 칼슘, 요오드산 칼슘, 질산 칼슘, 아질산 칼슘, 황산 칼슘, 아황산 칼슘, 티오황산 칼슘, 황산수소 칼슘, 아황산수소 칼슘, 아미드황산 칼슘, 디티온산 칼슘, 테트라티온산 칼슘, 수산화 칼슘, 탄산 칼슘, 탄산 수소 칼슘, 인산 칼슘, 2인산 칼슘, 과인산 칼슘, 차아인산 칼슘, 메타인산 칼슘, 인산수소 칼슘, 인산 2수소 칼슘, 2인산 2수소 칼슘, 인화 칼슘, 단인화 칼슘, 붕산 칼슘, 메타붕산 칼슘, 테트라플루오로붕산 칼슘, 포름산 칼슘, 아세트산 칼슘, 프로피온산 칼슘, 부티르산 칼슘, 라우르산 칼슘, 미리스트산 칼슘, 팔미트산 칼슘, 스테아르산 칼슘, 올레산 칼슘, 말산 칼슘, 말산수소 칼슘, 시트르산 칼슘, 시트르산 수소 칼슘, 벤조산 칼슘, 프탈산 칼슘, 살리실산 칼슘, 옥살산 칼슘, 말론산 칼슘, 숙신산 칼슘, 푸마르산 칼슘, 말레산 칼슘, 주석산 칼슘, 주석산 수소 칼슘, 마뇨산 칼슘, 락트산 칼슘, 글루콘산 칼슘, 포스핀산 칼슘, 포스폰산 칼슘, 포스폰산수소 칼슘, 칼슘메톡시드, 칼슘에톡시드, 칼슘페녹시드, 수산화칼슘 메톡시드, 황화 칼슘, 벤젠술폰산 칼슘, 칼슘 아미드, 칼슘 이미드, 및 칼슘 아지드가 열거된다.

[0067] 스트론튬 화합물의 예로는 산화 스트론튬, 불화 스트론튬, 염화 스트론튬, 염소산 스트론튬, 과염소산 스트론튬, 차아염소산 스트론튬, 브롬화 스트론튬, 브롬산 스트론튬, 요오드화 스트론튬, 요오드산 스트론튬, 질산 스트론튬, 아질산 스트론튬, 황산 스트론튬, 아황산 스트론튬, 티오황산 스트론튬, 황산수소 스트론튬, 아황산수소 스트론튬, 아미드황산 스트론튬, 디티온산 스트론튬, 테트라티온산 스트론튬, 수산화 스트론튬, 탄산 스트론튬, 탄산 수소 스트론튬, 인산 스트론튬, 2인산 스트론튬, 차아인산 스트론튬, 메타인산 스트론튬, 인산수소 스트론튬, 인산 2수소 스트론튬, 2인산 2수소 스트론튬, 인화 스트론튬, 단인화 스트론튬, 붕산 스트론튬,

메타붕산 스트론튬, 테트라플루오로붕산 스트론튬, 포름산 스트론튬, 아세트산 스트론튬, 프로피온산 스트론튬, 부티르산 스트론튬, 라우르산 스트론튬, 미리스트산 스트론튬, 팔미트산 스트론튬, 스테아르산 스트론튬, 올레산 스트론튬, 말산 스트론튬, 말산수소 스트론튬, 시트르산 스트론튬, 시트르산 수소 스트론튬, 벤조산 스트론튬, 프탈산 스트론튬, 살리실산 스트론튬, 옥살산 스트론튬, 말론산 스트론튬, 숙신산 스트론튬, 푸마르산 스트론튬, 말레산 스트론튬, 주석산 스트론튬, 주석산수소 스트론튬, 마뇨산 스트론튬, 락트산 스트론튬, 글루콘산 스트론튬, 포스핀산 스트론튬, 포스폰산 스트론튬, 포스폰산 수소 스트론튬, 스트론튬 메톡시드, 스트론튬 에톡시드, 스트론튬 페녹시드, 수산화 스트론튬 메톡시드, 황화 스트론튬, 벤젠술폰산 스트론튬, 스트론튬 아미드, 스트론튬 이미드 및 스트론튬 아지드가 열거된다.

[0068] 바륨 화합물의 예로는 산화 바륨, 불화 바륨, 염화 바륨, 염소산 바륨, 과염소산 바륨, 차아염소산 바륨, 브롬화 바륨, 브롬산 바륨, 요오드화 바륨, 요오드산 바륨, 질산 바륨, 아질산 바륨, 황산 바륨, 아황산 바륨, 티오황산 바륨, 황산 수소 바륨, 아황산 수소 바륨, 아미드황산 바륨, 디티온산 바륨, 테트라티온산 바륨, 수산화 바륨, 탄산 바륨, 탄산 수소 바륨, 인산 바륨, 2인산 바륨, 차아인산 바륨, 메타인산 바륨, 인산 수소 바륨, 인산 2수소 바륨, 2인산 2수소 바륨, 인화 바륨, 단인화 바륨, 붕산 바륨, 메타붕산 바륨, 테트라플루오로붕산 바륨, 포름산 바륨, 아세트산 바륨, 프로피온산 바륨, 부티르산 바륨, 라우르산 바륨, 미리스트산 바륨, 팔미트산 바륨, 스테아르산 바륨, 올레산 바륨, 말산 바륨, 말산수소 바륨, 시트르산 바륨, 시트르산 수소 바륨, 벤조산 바륨, 프탈산 바륨, 살리실산 바륨, 옥살산 바륨, 말론산 바륨, 숙신산 바륨, 푸마르산 바륨, 말레산 바륨, 주석산 바륨, 주석산 수소 바륨, 마뇨산 바륨, 락트산 바륨, 글루콘산 바륨, 포스핀산 바륨, 포스폰산 바륨, 포스폰산 수소 바륨, 바륨메톡시드, 바륨에톡시드, 바륨페녹시드, 수산화 바륨 메톡시드, 황화 바륨, 벤젠술폰산 바륨, 바륨 아미드, 바륨 이미드 및 바륨 아지드가 열거된다.

[0069] 이들 중에서도, 보다 바람직한 알칼리 토류 금속 화합물의 예로는 산화 칼슘, 염화 칼슘, 질산 칼슘, 황산 칼슘, 수산화 칼슘, 탄산 칼슘, 포름산 칼슘, 아세트산 칼슘, 스테아르산 칼슘, 락트산 칼슘, 글루콘산 칼슘, 산화 스트론튬, 염화 스트론튬, 질산 스트론튬, 황산 스트론튬, 수산화 스트론튬, 탄산 스트론튬, 포름산 스트론튬, 아세트산 스트론튬, 스테아르산 스트론튬, 락트산 스트론튬, 글루콘산 스트론튬, 산화 바륨, 염화 바륨, 질산 바륨, 황산 바륨, 수산화 바륨, 탄산 바륨, 포름산 바륨, 아세트산 바륨, 스테아르산 바륨, 락트산 바륨 및 글루콘산 바륨이 열거된다. 상기 알칼리 토류 금속 화합물은 무수물이어도 수화물이어도 되고, 또한 이들 예 중 2종 이상의 혼합물이어도 된다. 또한, 이들의 화합물 중에서도, 아세트산 칼슘 수화물 및 아세트산 바륨이 보다 바람직하다.

[0070] 알칼리 토류 금속 화합물을 분산시키기 위한 분산매 또는 용해시키기 위한 용매의 예로는 물, 포름산, 메탄올, 에탄올, 1-프로판올, 2-프로판올, 부탄올, 아세트산, 디메틸술폭시드, N,N-디메틸포름아미드, 아세토니트릴, 아세톤, 테트라히드로푸란, 염화 메틸렌, 아세트산 에틸, 클로로포름, 디에틸에테르, 톨루엔, 벤젠,및 헥산으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나를 포함하고, 물인 것이 바람직하다.

[0071] 도포 공정 A3에 있어서, 알루미나 소결체 원료 100질량부당 도포되는 알칼리토류 금속 화합물의 양은 산화물 환산으로, 0.05질량부 이상인 것이 바람직하다. 이것은 후술하는 제 2 열처리 공정 A4에 있어서, 알루미나 소결체 원료의 표면 상에 효율적으로 재결정이 진행되어 생성물인 알루미나 소결체의 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 애스펙트비가 충분하게 증가될 수 있기 때문이다. 같은 관점으로부터, 도포되는 알칼리 토류 금속 화합물의 양은 0.10질량부 이상인 것이 보다 바람직하고, 0.20질량부 이상인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 제조 코스트의 관점으로부터, 도포되는 알칼리 토류 금속 화합물의 양이 5.0질량부 이하인 것이 바람직하고, 4.0질량부 이하인 것이 보다 바람직하고, 3.0질량부 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0072] <제 2 열처리 공정 A4>

[0073] 제 2 열처리 공정 A4에서는 알칼리 토류 금속 화합물이 도포된 알루미나 소결체 원료를 1200℃ 이상의 열처리 온도에서 열처리하는 것이 바람직하다. 이것은 알루미나 소결체 원료 표면 상에 충분하게 알루미나를 재결정시키기 때문이다. 이 이유로부터, 상기 열처리 온도는 1300℃ 이상인 것이 보다 바람직하고, 1400℃ 이상인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 제 2 열처리 공정 A4에 있어서의 열처리 온도는 1800℃ 이하인 것이 바람직하다. 알루미나 소결체간의 네킹을 억제하여 소망의 형상을 갖는 알루미나 소결체를 얻을 수 있다. 이 이유로부터, 상기 열처리 온도는 1750℃ 이하인 것이 보다 바람직하고, 1700℃ 이하인 것이 더욱 바람직하다. 상기 공정에 의해, 본 실시형태의 알루미나 소결체가 얻어진다. 또한, 열처리 분위기는 대기, 불활성 분위기 및 진공 중 어느 하나이어도 되고, 대기가 바람직하다. 상기의 소성 온도 및 소성 분위기의 임의의 조합이 적용될 수 있다.

[0074] 상기 공정에 있어서, 상기 열처리 온도의 유지 시간은 5분~300분인 것이 바람직하다. 상기 열처리 온도의 유지

시간을 5분 이상으로 설정함으로써 알루미나 소결체 표면 상의 재결정이 충분하게 진행된다. 또한, 상기 열처리 온도의 유지 시간을 300분 이하로 설정함으로써 알루미나 소결체간의 네킹을 억제할 수 있다. 이 관점으로부터, 상기 열처리 온도의 유지 시간은 10~180분이 바람직하고, 30~120분이 보다 바람직하다.

[0075] 상기 공정에 있어서의 열처리 방법의 예로는 알루미나 소결체 원료를 새거 등의 용기에 넣어 머플로 등의 전기로 또는 터널식 연속 소성로에서 열처리하는 방법 및 알루미나 소결체 원료를 로터리킬른 등의 소성 장치에서 직접 열처리하는 방법이 포함된다.

[0076] [3. 알루미나 소결체의 제조방법 2]

[0077] 도 2는 본 발명의 일실시형태의 알루미나 소결체의 제조방법의 다른 일례를 나타내는 플루우차트이다. 상기 제조방법은 알루미나 분말로 알루미나 성형체를 제작하는 성형 공정 B1, 상기 성형 공정 B1에 의해 얻어진 알루미나 성형체의 표면에 알칼리 토류 금속 화합물을 도포하는 도포 공정 B2, 및 알칼리 토류 금속 화합물이 도포된 알루미나 성형체를 열처리하는 열처리 공정 B3을 포함한다. 상기 제조방법에 있어서, 열처리 공정 B3에서 열처리되는 알루미나 성형체로서 미소결의 알루미나 성형체를 사용할 수 있고, 따라서 알루미나 소결체 원료를 제조하거나 얻을 필요가 없어 제조 코스트가 저감될 수 있다. 상기 제조방법의 일례에 있어서, 알루미나 성형체를 미리 준비할 수 있는 경우에는 성형 공정 B1을 생략해도 된다. 상기 제조방법의 일례에 있어서, 상기 성형 공정 B1은 상기 성형 공정 A1과 동일하고, 따라서 본원에 있어서는 도포 공정 B2 및 열처리 공정 B3이 설명된다.

[0078] <도포 공정 B2>

[0079] 도포 공정 B2에 있어서, 알루미나 성형체의 표면에 알칼리 토류 금속 화합물을 도포하는 방법의 예로는 알칼리 토류 금속 화합물의 분산액 또는 용액을 알루미나 성형체에 분무하는 방법이 포함된다. 상기 방법에 의하면, 알루미나 성형체에 도포되는 알칼리 토류 금속 화합물의 양을 제어하기 쉽고, 상기 도포량을 균일하게 하기 쉽다. 상기 알루미나 성형체의 표면에 알칼리 토류 금속 화합물을 도포하는 방법은 이것에 한정되지 않고, 브러쉬 도포, 침지 등과 같이 알루미나 성형체의 표면에 알칼리 토류 금속 화합물을 부착시킬 수 있으면 된다.

[0080] 상기 알루미나 성형체의 표면에 알칼리 토류 금속 화합물을 도포함으로써, 표면 상의 결정 성장을 내부보다 더욱 빠르게 진행시킬 수 있다. 상기 알칼리 토류 금속 화합물의 바람직한 예 및 사용되는 알칼리 토류 금속 화합물의 분산매 또는 용매는 도포 공정 A3과 같다.

[0081] 상기 도포 공정 B2에 있어서, 알루미나 성형체 100질량부에 대하여 도포되는 알칼리 토류 금속 화합물의 양은 산화물 환산으로 0.05질량부 이상인 것이 바람직하다. 이것은 상기 열처리 공정 B3에 있어서, 알루미나 성형체의 표면 상에 효율적으로 알루미나의 결정 성장이 진행하여 생성물인 알루미나 소결체의 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 애스펙트비가 충분하게 증가될 수 있기 때문이다. 같은 관점으로부터, 도포되는 알칼리 토류 금속 화합물의 양은 0.10질량부 이상이 보다 바람직하고, 0.20질량부 이상이 더욱 바람직하다. 또한, 제조 코스트의 관점으로부터, 도포되는 알칼리 토류 금속 화합물의 양이 5.0질량부 이하인 것이 바람직하고, 4.0질량부 이하인 것이 보다 바람직하고, 3.0질량부 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0082] <열처리 공정 B3>

[0083] 열처리 공정 B3에서는 알칼리 토류 금속 화합물이 도포된 알루미나 성형체를 1200℃ 이상의 열처리 온도에서 열처리하는 것이 바람직하다. 1200℃ 이상의 열처리 온도에서의 열처리는 알루미나 표면 상에 충분하게 알루미나 결정 입자를 성장시킬 수 있다. 이 이유로부터, 상기 열처리 온도는 1300℃ 이상인 것이 보다 바람직하고, 1400℃ 이상인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 열처리 공정 B3에 있어서의 열처리 온도는 1800℃ 이하인 것이 바람직하다. 상기 열처리 온도를 1800℃ 이하로 설정함으로써 알루미나 소결체간의 네킹이 억제되어 소망 형상을 갖는 알루미나 소결체를 얻을 수 있다. 이 이유로부터, 상기 열처리 온도는 1750℃ 이하인 것이 보다 바람직하고, 1700℃ 이하인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 열처리 분위기는 대기, 불활성 분위기 및 진공 중 어느 하나이어도 되고, 대기가 바람직하다. 상기의 소성 온도 및 소성 분위기의 임의의 조합이 적용될 수 있다. 상기 공정에 있어서 열처리 방법의 구체예로는 상기의 제 2 열처리 공정 A4에서 기재한 바와 같다. 상기 공정에 의해, 본 실시형태의 알루미나 소결체가 얻어진다.

[0084] 이 공정에 있어서, 상기 열처리 온도의 유지 시간은 5분~300분인 것이 바람직하다. 상기 열처리 온도의 유지 시간을 5분 이상으로 설정함으로써 알루미나 표면의 결정 성장이 충분하게 진행된다. 또한, 열처리 온도의 유지 시간을 300분 이하로 설정함으로써 알루미나 소결체간의 네킹을 억제할 수 있다. 상기 관점으로부터, 열처리 온도의 유지 시간은 10~180분이 보다 바람직하고, 30~120분이 더욱 바람직하다.

[0085] [4. 본 실시형태의 알루미나 소결체를 사용한 숫돌 입자]

[0086] 알루미나 소결체를 숫돌 입자로서 사용하는 경우, 직접 피삭물에 접하는 표면은 파괴 시에 소결체로부터 떨어져서 손실되어 마모된다. 또한, 알루미나 소결체의 표면에 균열이 발생하면, 큰 파편으로서 표면이 손실되기 때문에 마모 속도가 빨라진다. 따라서, 알루미나 소결체의 표면의 인성이 높으면, 내마모성이 향상된다. 또한, 알루미나 소결체 내부는 표면에 가해지는 힘을 받고, 또한 피삭물과 접하는 표면에 효율적으로 힘을 전달할 필요가 있다. 또한 알루미나 소결체 내부의 소성 변형은 알루미나 소결체의 성능에 영향을 준다. 따라서, 알루미나 소결체의 내부는 높은 경도 및 높은 강도를 갖는 것이 바람직하다.

[0087] 본 실시형태의 알루미나 소결체에 있어서, 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비는 크고, 따라서 외층의 인성은 높고, 내마모성은 우수하다. 또한, 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비는 작고, 따라서 내층의 강도 및 경도가 높다. 따라서, 내층은 알루미나 소결체에 가해지는 힘을, 피삭물을 접하는 외층에 효율적으로 전달할 수 있을 뿐만 아니라 알루미나 소결체의 소성 변형에 의한 성능의 저하도 억제할 수 있다. 따라서, 본 실시형태의 알루미나 소결체는 예를 들면, 연삭 공구의 용도, 연마재, 숫돌 및 연마 포지 등의 연마 재료를 연마하는 연마 용도에 적합하고, 철강 산업에 있어서의 중연삭용 숫돌의 숫돌 입자로서의 용도에 특히 적합하다. 중연삭은 강편(슬랩, 블룸, 빌렛 등)의 표면 결함을 제거하는 연삭 방법이고, 연삭 하중 및 연삭 속도가 매우 높은 특징을 갖는다. 숫돌 입자에 가해지는 하중은 980N 이상이고, 경우에 따라서는 9.8kN을 초과할 수도 있다. 이렇게 큰 하중을 가하는데 사용되는 숫돌 입자를 중연삭 숫돌 입자라고 부른다.

[0088] 상기 숫돌 입자의 형상은 특별하게 한정되지 않지만, 원기둥 형상이면, 성형이 용이하고, 보다 뛰어난 연삭 성능을 갖는 숫돌이 얻어진다.

[0089] 숫돌 입자로서의 알루미나 소결체는 예를 들면, 상술한 [알루미나 소결체의 제조방법 1] 또는 [알루미나 소결체의 제조방법 2]에 의해 제조할 수 있다. 이 경우, 알루미나 성형체를 얻는 방법으로서는 압출식 조립 방법을 사용하는 것이 바람직하다. 압출식 조립 방법은 원료 분말에 액체를 첨가하고, 이어서 혼련해서 원료 분말의 케이크를 제작하고, 원료 분말의 케이크를 다수의 개구를 갖는 다이로부터 압출함으로써 펠렛을 얻는 조립 방법이다. 상기 압출식 조립 방법에 있어서, 예를 들면 스크류 압출식 조립기가 사용된다. 상기 조립 방법에 있어서, 원기둥 형상의 알루미나 펠렛을 얻을 수 있다. 얻어진 알루미나 펠렛을 그대로 알루미나 성형체로서 사용해도 되고, 해쇄 조립기 등을 사용하여 알루미나 펠렛의 길이를 균등하게 한 후, 알루미나 성형체로서 사용해도 되고, 또는 알루미나 펠렛을 구형 조립기 등을 이용하여 더욱 구형으로 해서 알루미나 성형체로서 사용해도 된다. 알루미나 성형체의 사이즈는 목표로 하는 숫돌 입자의 입자 사이즈에 기초하여 적당하게 선택된다. 숫돌 입자의 입자 사이즈의 예로는 JIS R6111(인조 연삭재)에 규정된 입자 사이즈를 포함한다. 또한, 숫돌로서 소망의 형상을 갖는 알루미나 성형체가 얻어질 수 있는 등, 미리 준비할 수 있는 경우에는 알루미나 성형체를 제작하는 공정을 생략해도 된다.

[0090] [5. 본 실시형태의 알루미나 소결체를 사용한 숫돌]

[0091] 본 실시형태의 알루미나 소결체를 사용한 숫돌 입자의 층을 작용면에 고정 함으로써, 연삭비가 높은 숫돌을 얻을 수 있다. 상기 숫돌의 작용면에 숫돌 입자를 고정하는 방법의 예로는 레진 결합, 비트리파이드 결합, 금속 결합 및 전착을 사용한 방법을 포함한다. 또한, 베이스 금속의 재질의 예로는 스틸, 스테인리스 스틸 합금 및 알루미늄 합금을 포함하고, 용도에 따라 숫돌 입자를 고정하는 방법이 선택된다. 본 실시형태의 알루미나 소결체는 수지 친화성이 양호하고, 따라서 페놀 수지를 주성분으로 함유하는 레진 결합을 이용하여 숫돌에 고정함으로써, 중연삭에 있어서도 숫돌 입자가 탈락하기 어려운 숫돌을 제조할 수 있다.

[0092] **실시예**

[0093] 이하, 실시예에 의해 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 하기의 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0094] [1. 알루미나 소결체(숫돌 입자)의 제작]

[0095] 실시예 1~6 및 비교예 1~3의 알루미나 소결체를 이하와 같이 해서 제작했다. 이들의 실시예 및 비교예에 있어서의 알루미나 원료, 알루미나 원료에 도포된 알칼리 토류 금속 화합물 및 알칼리 토류 금속의 산화물 환산 도포량은 표 1에 나타내는 바와 같다.

표 1

[0096]

	알루미나 원료	알칼리토류 금속화합물	환산 산화물	도포된 알칼리 토류 금속 화합물 (산화물환산)/질량부(알루미나 원료 100질량부)
실시예 1	소결체	아세트산 칼슘	CaO	0.32
실시예 2	소결체	아세트산 칼슘	CaO	0.63
실시예 3	소결체	아세트산 칼슘	CaO	0.95
실시예 4	소결체	아세트산 바륨	BaO	1.19
실시예 5	소결체	아세트산 바륨	BaO	1.77
실시예 6	미소결	아세트산 칼슘	CaO	0.32
비교예 1	소결체	-	-	-
비교예 2	소결체	-	-	-
비교예 3	소결체	아세트산 마그네슘	MgO	0.38

[0097] <실시예 1>

[0098] 입자 사이즈 F12(JIS R6001)의 원기둥 형상의 알루미나 소결체 원료(Showa Denko K.K. 제품, 품번 SR-1)를 준비했다. 상기 알루미나 소결체 원료는 압출식 조립 방법에 의해 알루미나 원료 분말(Al_2O_3: 99.2질량%, 불가피 불순물로서 SiO_2: 0.2질량%, Fe_2O_3: 0.1질량% 및 잔부는 미량 성분)을 지름 1.8mm 및 평균 길이(수 기준) 4.0mm의 원기둥 형상으로 압출하고, 이어서 소성함으로써 얻어졌다.

[0099] 증류수 10.0mL에 1.0g의 아세트산 칼슘 수화물(Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 제품)을 용해해서 아세트산 칼슘 수용액을 제작했다. 100g의 알루미나 소결체 원료를 증발 접시에 칭량했다. 아세트산 칼슘 수용액의 모두를 이 알루미나 소결체 원료의 표면에 균일하게 분무함으로써, 알루미나 소결체 원료의 표면에 아세트산 칼슘이 도포되었다. 아세트산 칼슘을 도포하기 전의 알루미나 소결체 원료 100질량부에 대한 도포된 아세트산 칼슘의 질량을 CaO 환산하여 얻은 칼슘 양의 비율은 0.32질량부이었다.

[0100] 아세트산 칼슘이 도포된 알루미나 소결체 원료를 전기로에 넣고, 200분 걸쳐서 실온으로부터 1700℃까지 승온하고, 1700℃의 열처리 온도에서 1시간 유지하여 알루미나 소결체를 제작했다. 열처리 분위기는 대기이었다.

[0101] <실시예 2>

[0102] 증류수 10.0mL에 2.0g의 아세트산 칼슘 수화물(Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 제품)을 용해해서 아세트산 칼슘 수용액을 제작한 것 이외는 실시예 1과 동일한 방법으로 알루미나 소결체를 제작했다. 아세트산 칼슘을 도포하기 전의 알루미나 소결체 원료 100질량부에 대한 도포된 아세트산 칼슘의 질량을 CaO환산하여 얻은 칼슘 양의 비율은 0.63질량부이었다.

[0103] <실시예 3>

[0104] 증류수 10.0mL에 3.0g의 아세트산 칼슘 수화물(Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 제품)을 용해해서 아세트산 칼슘 수용액을 제작한 것 이외는 실시예 1과 동일한 방법으로 알루미나 소결체를 제작했다. 아세트산 칼슘을 도포하기 전의 알루미나 소결체 원료 100질량부에 대한 도포된 아세트산 칼슘의 질량을 CaO환산하여 얻은 칼슘 양의 비율은 0.95질량부이었다.

[0105] <실시예 4>

[0106] 아세트산 칼슘 수용액 대신에 증류수 10.0mL에 2.0g의 아세트산 바륨(Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 제품)을 용해해서 제작한 아세트산 바륨 수용액을 사용한 것 이외는 실시예 1과 동일한 방법으로 알루미나 소결체를 제작했다. 아세트산 바륨을 도포하기 전의 알루미나 소결체 원료 100질량부에 대한 도포된 아세트산 바륨의

질량을 BaO 환산하여 얻은 바륨 양의 비율은 1.19질량부이었다.

[0107] <실시예 5>

[0108] 아세트산 칼슘 수용액 대신에 증류수 10.0mL에 3.0g의 아세트산 바륨(Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 제품)을 용해해서 제작한 아세트산 바륨 수용액을 사용한 것 이외는 실시예 1과 동일한 방법으로 알루미나 소결체를 제작했다. 아세트산 바륨을 도포하기 전의 알루미나 소결체 원료 100질량부에 대한 도포된 아세트산 바륨의 질량을 BaO 환산하여 얻은 바륨 양의 비율은 1.77질량부이었다.

[0109] <실시예 6>

[0110] 증류수 10.0mL에 1.0g의 아세트산 칼슘 수화물(Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 제품)을 용해해서 아세트산 칼슘 수용액을 제작했다. 다음에 실시예 1에서 사용한 알루미나 소결체(Showa Denko K.K. 제품, 품번 SR-1)의 소결 전의 100g의 알루미나 펠렛(즉, 미소결의 알루미나 성형체)을 증발 접시에 칭량했다. 아세트산 칼슘 수용액의 모두를 이 알루미나 펠렛의 표면에 균일하게 분무했다. 아세트산 칼슘을 도포하기 전의 알루미나 펠렛 100질량부에 대한 도포된 아세트산 칼슘의 질량을 CaO 환산하여 얻은 칼슘 양의 비율은 0.32질량부이었다.

[0111] 아세트산 칼슘이 부착된 알루미나 펠렛을 전기로에 넣고, 200분 걸쳐서 실온으로부터 1700℃까지 승온했다. 그런 후, 이 알루미나 펠렛을 1700℃의 온도에서 1시간 동안 소성하여 실시예 6의 알루미나 소결체를 제작했다. 열처리 분위기는 대기이었다.

[0112] <비교예 1>

[0113] 알칼리 토류 금속 화합물을 도포하지 않은 것 이외는 실시예 1과 같은 방법으로 비교예 1의 알루미나 소결체를 제작했다.

[0114] <비교예 2>

[0115] 입자 사이즈 F12(JIS R6001)의 원기둥 형상의 알루미나 소결체 원료(Showa Denko K.K. 제품, 품번 SR-1), 즉, 실시예 1에 사용된 알루미나 소결체 원료를 비교예 2의 알루미나 소결체로서 그대로 사용했다. 즉, 비교예 1과의 차이는, 비교예 2에 있어서는 알루미나 소결체는 열처리를 행하지 않는 것이었다.

[0116] <비교예 3>

[0117] 아세트산 칼슘 수용액 대신에, 증류수 10.0mL에 2.0g의 아세트산 마그네슘(Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 제품)을 용해해서 제작한 아세트산 마그네슘 수용액을 사용한 것 이외는 실시예 1과 같은 방법으로 알루미나 소결체를 제작했다. 상기 아세트산 마그네슘을 도포하기 전의 알루미나 소결체 원료 100질량부 에 대한 도포된 아세트산 마그네슘의 질량을 MgO 환산하여 얻은 마그네슘 양의 비율은 0.38질량부이었다.

[0118] [2. 알루미나 소결체의 평가]

[0119] <알루미나 소결체의 단면 관찰 및 외층의 두께 측정>

[0120] 실시예 1 및 4의 알루미나 소결체의 표면을 포함하는 단면을 주사형 전자 현미경(SEM)(JEOL Ltd. 제품, 기종명「JSM-6510V」)을 이용하여 관찰했다. 도 3은 실시예 1의 알루미나 소결체 단면의 주사형 전자 현미경(SEM) 화상이고, 도 4는 실시예 4의 알루미나 소결체 단면의 주사형 전자 현미경(SEM) 화상(양쪽 모두 500배)이다. 이들의 SEM화상을 관찰하면, 내부측과 표면측 상에, 포함되는 알루미나 결정 입자의 애스펙트비가 다른 2개 층을 갖는 알루미나 소결체가 얻어지는 것이 이해된다. 실시예 1~6에 따른 알루미나 소결체에 대해서, 알루미나 소결체의 표면에 있어서의 내부보다도 애스펙트비가 큰 알루미나 결정 입자에 의해 형성된 부분의 표면으로부터의 깊이를 측정하고, 그 범위를 외층의 두께로 했다. 실시예 1~6의 외층 두께의 측정 결과를 표 2에 나타낸다. 또한, 비교예 1~3에 대해서는 외층이 형성되어 있지 않고, 따라서 외층의 두께는 측정할 수 없었다.

표 2

[0121]

	알루미나 결정 입자의 애스펙트비		외층		체 상 질량	비커스경도/Hv
	외층	내층	두께 /μm	피복률 /%		
실시예 1	3.3	1.3	34	33	8.59	17.4
실시예 2	3.4	1.3	20	58	8.65	18.2
실시예 3	4.0	1.3	59	51	8.70	17.2
실시예 4	3.0	1.3	27	97	8.83	18.4
실시예 5	3.1	1.3	30	98	8.87	17.8
실시예 6	3.8	1.3	13	58	8.81	17.4
비교예 1	-	1.3	-	-	7.81	17.7
비교예 2	-	1.3	-	-	7.87	17.4
비교예 3	-	1.3	-	-	7.85	17.6

[0122] <알루미나 소결체의 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비>

[0123] 실시예 1~6 및 비교예 1~3의 알루미나 소결체의 표면을 상기의 SEM을 이용하여 관찰했다. 관찰한 알루미나 소결체의 화상의 예로서, 도 5는 실시예 2(1000배)의 알루미나 소결체 표면의 주사형 전자 현미경(SEM) 화상을 나타내고, 도 6은 실시예 4(3000배)의 알루미나 소결체 표면의 주사형 전자 현미경(SEM) 화상을 나타내고, 도 7은 비교예 1(3000배)의 알루미나 소결체 표면의 주사형 전자 현미경(SEM) 화상을 나타낸다. SEM에 의해 관찰된 알루미나 소결체 표면 상의 100개의 결정 입자를 랜덤하게 선택하고, 이어서 선택된 알루미나 결정 입자의 단변과 장변의 길이를 측정해서 애스펙트비를 산출하고, 100개의 알루미나 결정 입자의 애스펙트비의 수기준의 평균값을 산출하여 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비로 했다. 실시예 1~6 및 비교예 1~3에 있어서의 외층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비의 측정 결과를 표 2에 나타낸다. 비교예 1~3에 대해서, 상기한 바와 같이, 이들의 비교예에 있어서, 외층이 형성되지 않기 때문에 측정 결과가 기호 "-"에 의해 나타내어진다.

[0124] <알루미나 소결체의 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비>

[0125] 실시예 1~6 및 비교예 1~3의 알루미나 소결체의 내층 단면의 써멀 에칭된 화상을 상기의 SEM을 이용하여 관찰했다. 도 8은 SEM에 의해 관찰된 실시예 2의 알루미나 소결체의 내층의 써멀 에칭된 화상(3500배)이다. 또한, 도 9는 SEM에 의해 관찰된 실시예 4의 알루미나 소결체 내층의 써멀 에칭된 화상(3500배)이다. 이들 2개는 써멀 에칭된 화상의 예로서 나타내었지만, 실시예 1~6 및 비교예 1~3의 모두에 있어서, 이들 화상에 기초하여 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비를 측정했다.

[0126] 화상 해석 소프트웨어(Mountech Co., Ltd. 제품, 소프트웨어명"Mac-View ver.4」)를 사용하여, 확대 배율 3500배의 알루미나 소결체 내층의 써멀 에칭된 화상으로부터, 450개의 결정 입자를 랜덤하게 선택하고, 이어서 선택된 결정 입자의 단변과 장변의 길이를 측정하여 애스펙트비를 산출하고, 상기 450개의 결정 입자의 애스펙트비의 수기준의 평균값을 산출하여 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비로 했다. 실시예 1~6 및 비교예 1~3에 있어서의 내층에 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비의 측정 결과를 표 2에 나타낸다.

[0127] <내층에 대한 외층의 피복률>

[0128] 실시예 1~6의 알루미나 소결체의 표면을 주사형 전자 현미경(JEOL Ltd. 제품, 기종명「JSM-6510V」) 을 이용하여 관찰하여 실시예 1~6의 알루미나 소결체의 표면에 있어서의 외층의 알루미나 결정 입자의 면적 비율을 측정했다.

[0129] 구체적인 측정 방법으로서, 우선, 예를 들면 도 6에 나타내는 바와 같은 알루미나 소결체의 표면의 3000배의 화상을 랜덤하게 선택한 20시야에 대해서 얻었다. 그런 후, 각각의 시야에 있어서, 화면에서의 애스펙트비가 2.0보다 큰 결정 입자의 비율을 구하고, 20시야에 있어서의 이 비율의 평균값을 산출하여 알루미나 소결체의 표면

에 있어서의 외층의 알루미나 결정 입자의 면적 비율로 했다. 그리고, 그 면적 비율을 실시예 1~6의 알루미나 소결체에 있어서의 내층에 대한 외층의 피복률(%)로서 표 2에 나타냈다. 표 2에 있어서, 상술한 바와 같이, 이들의 비교예에 있어서 외층이 형성되지 않았기 때문에 비교예 1~3의 측정 결과는 기호 "-"에 의해 나타내어진다.

[0130] <내마모성의 평가>

[0131] 실시예 1~6 및 비교예 1~3에서 제작된 알루미나 소결체의 내마모성은 이들을 JIS R6001-1에 규정되는 입자 사이즈 F12의 원기둥 형상을 갖는다고 간주하여 평가하였다.

[0132] 우선, 소결체 100g을 JIS R6001-1에 규정되는 F12의 시험용 체(여기에서는 이하, "F12체"로 한다)와 함께 로테이팅 및 태핑 시험기를 사용하여 10분간 선별하고, 3단째의 체 상에 남은 소결체 10.5g을 측정 시료로서 사용했다.

[0133] 상기 측정 시료 10.5g를 지름 20mm의 크롬 강구가 1500g 들어간 내부 지름 115×110mm의 강의 볼밀 용기(3개 리프터를 지님)에 넣었다. 상기 볼밀을 회전 속도 95회/분으로 5분간 단축 회전시켜, 분쇄 시료를 얻었다.

[0134] F12체를 이용하여 분쇄된 시료를 5분 동안 선별하고, 1~4단째의 체에 남은 분쇄 시료의 질량(체상 질량)을 x(g)로 했다. 상기 평가에 있어서, 체 상의 질량의 값이 클수록 시료의 내마모성이 높은 것을 나타낸다. 이 평가 결과를 표 2에 나타낸다.

[0135] 실시예 1~6의 시료는 비교예 1~3의 시료에 비해서 체 상의 질량의 값이 크고, 따라서 내마모성이 우수한 것을 알았다. 이로부터, 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 1.0~2.0인 내층, 및 상기 내층의 적어도 일부를 외측으로부터 덮고 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 2.5 이상인 외층을 포함하는 알루미나 소결체는 내마모성이 우수한 것을 알았다.

[0136] <비커스 경도>

[0137] 장치로서 AKashi Corporation 제품, 기종명 "MVK-VL, Hardness Tester"를 사용하여 그 측정은 하중 0.98N, 압자의 주입 시간 10초의 조건 하에 15점의 측정값의 평균값을 마이크로 비커스 경도로 했다. 이 측정 결과를 표 2에 나타낸다. 표 2로부터, 실시예 1~6의 알루미나 소결체는 비교예 1~3의 알루미나 소결체와 동등한 경도를 갖는 것이 확인되었다.

[0138] <수지 친화성의 평가>

[0139] 실시예 2, 4 및 비교예 2에 따른 알루미나 소결체를 포함하는 수지 성형체를 제작하고, 제작된 수지 성형체의 3점 굽힘 강도를 측정하여 상기 알루미나 소결체의 수지 친화성을 평가했다.

[0140] 평가에 사용하는 수지 성형체의 제작 방법에 관하여 설명한다. 우선, 0.0097g의 XIAMETER(등록상표) OFS-6020 SILANE(Dow Corning Toray Co., Ltd. 제품)을 10g의 물에 넣고, 5분간 마그네틱 스터러를 사용하여 교반해서 가수분해 시켜 실란 커플링제 수용액을 제작했다. 실시예 2, 4 및 비교예 2에서 제작한 알루미나 소결체를 각각 500g 칭량하고, 실란 커플링제 수용액을 각각 첨가하고, 이어서 알루미나 소결체의 표면이 균일하게 젖을 때까지 지퍼백내에서 혼합하였다. 그 후, 알루미나 소결체를 80℃에서 10시간 동안 건조시켜, 실란 커플링 처리된 알루미나 소결체를 제작했다.

[0141] 이어서, 실란 커플링 처리된 알루미나 소결체 61.5g, 빙정석(KANTO CHEMICAL CO., INC. 제품) 15.5g, 및 황화철(Hosoi Chemical Industry Co., Ltd. 제품) 24.0g를 200ml 일회용 컵(AS ONE Corporation 제품)에 넣고, 이어서, MAZERUSTAR(등록상표)(KK-400W, KURABO INDUSTRIES LTD. 제품)를 사용하여 공전 속도를 4로 설정하고, 자전 속도를 9로 설정하고, 운전 시간을 60초로 설정하여 혼합했다. 그 후, 8.0g의 SHONOL(등록상표) BRL-2534을 가하고, 이어서 MAZERUSTAR를 사용하여 공전 속도 4, 자전 속도 9 및 운전 시간 60초의 조건 하에 2회 균일하게 혼합한 후, 14.0g의 SHONOL(등록상표) BRP-8152를 가하고, 이어서 MAZERUSTAR를 사용하여 공전 속도 4, 자전 속도 9 및 운전 시간 30초의 조건 하에서 균일하게 혼합해서 알루미나 소결체 혼합물(이하, "혼합물"이라고 한다)을 제작했다.

[0142] 상기 혼합물을, 제품 치수로서 폭 26mm, 길이 150mm 및 두께 50mm의 금형에 넣고, 유압 성형기(Oji Machine Co., Ltd. 제품)를 사용하여 면압 12.6GPa, 150℃ 및 15분의 조건 하에 핫프레스 처리를 행하여 성형체를 제작했다. 얻어진 성형체를 건조기(KATO Inc. 제품, 형식 THK33P)에 넣고, 120℃까지 8시간에 걸쳐 승온하고, 120℃에서 4시간 동안 유지하고, 그 후 180℃까지 5시간 걸쳐서 승온하고, 180℃ㅇ에서 8시간 유지하고, 11시간 걸쳐

서 60℃까지 감온했다. 이상의 공정에 의해 얻어진 제품을 수지 친화성 평가용의 수지 성형체로서 사용했다.

[0143] 수지 성형체의 3점 굽힘 강도 측정 방법을 설명한다. 측정 장치로서 Autograph(등록상표)(SHIMADZU CORPORATION 제품 AGS-J)를 사용하여 외부 지점간 거리L=50mm, 압자의 반경 5mm, 및 시험 속도 5mm/min의 조건 하에 측정이 행해졌다.

[0144] 수지 성형체의 3점 굽힘 강도는 이하의 식에 의해 산출했다.

[0145] $(3점\ 굽힘\ 강도(MPa))=3\times P\times L/(2\times w\times t^2)$

[0146] P: 수지 성형체의 파괴 전에 측정된 최대 하중(N)

[0147] L: 외부 지점간 거리(mm)(=50mm)

[0148] w: 수지 성형체의 폭(mm)

[0149] t: 수지 성형체의 두께(mm)

[0150] 수지 성형체의 폭(w) 및 두께(t)는 슬라이드 캘리퍼를 사용하여 측정했다.

[0151] 각 실시예 및 비교예에 있어서, 시료수 n=10으로 얻어진 측정값의 산술 평균값으로서 구한 값을 표 3에 나타낸다. 상기 수지 성형체의 3점 굽힘 강도의 값이 클수록 알루미나 소결체의 수지 친화성이 더욱 양호한 것을 나타내고, 연삭 동안에 숫돌로부터 숫돌 입자의 탈락이 발생하기 어렵다고 생각된다.

표 3

[0152]

	3점 굽힘 강도 /MPa
실시예 2	438
실시예 4	456
비교예 2	356

[0153] [3. 실시예의 효과]

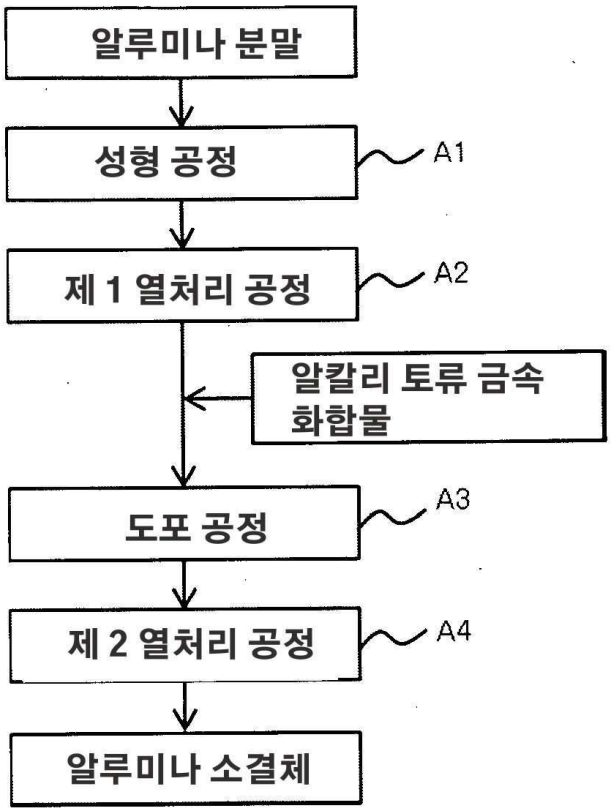
[0154] 표 2로부터 알 수 있는 바와 같이, 실시예 1~6의 알루미나 소결체는 비교예 1~3의 알루미나 소결체에 비해서 내마모성이 우수하다. 또한, 실시예 1~6의 알루미나 소결체는 비교예 1~3의 알루미나 소결체와 동등한 경도를 갖는다. 비교예 2는 시판의 알루미나 소결체이고, 알루미나 소결체가 원래 가지고 있는 높은 경도를 갖는다. 즉, 실시예 1~6에 따른 알루미나 소결체는 알루미나 소결체가 원래 가지는 높은 경도를 유지하면서, 뛰어난 내마모성을 갖는다. 또한, 실시예 1~6의 제조 공정에 있어서 규소가 첨가되지 않기 때문에 생성된 알루미나 소결체에 포함되는 규소는 원료에 있어서의 불가피 불순물 유래의 성분만이다.

[0155] 따라서, 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 1.0~2.0인 내층, 상기 내층의 적어도 일부를 외측으로부터 덮고 포함되는 알루미나 결정 입자의 평균 애스펙트비가 2.0보다 큰 외층을 갖고, 불가피 불순물 이외의 규소를 포함하지 않는 알루미나 소결체는 고경도를 가지며 내마모성이 우수한 것이 확인되었다.

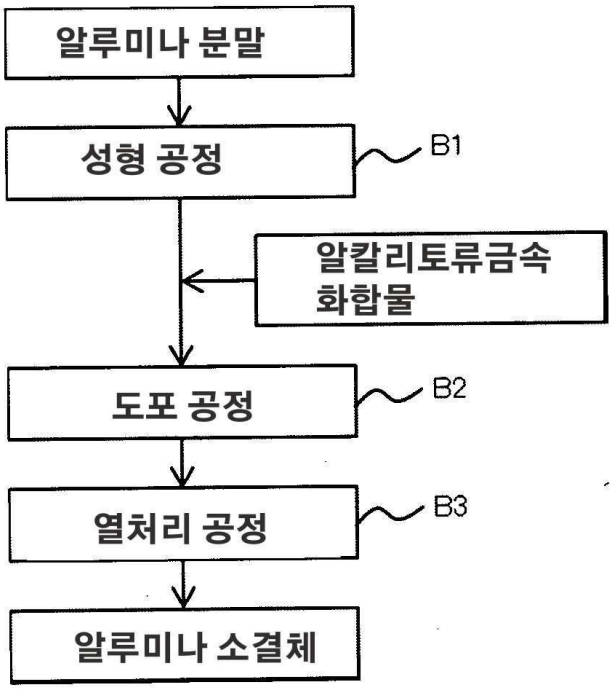
[0156] 또한, 표 3으로부터, 이러한 알루미나 소결체는 양호한 수지 친화성을 갖는 것이 확인되었다.

도면

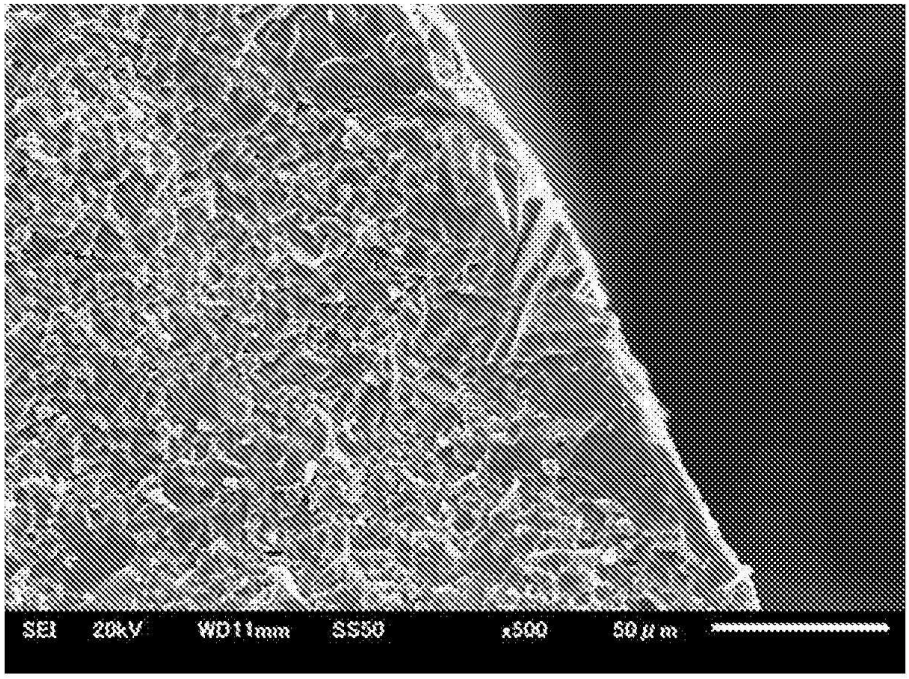
도면1


알루미나 분말
성형 공정
A1
제 1 열처리 공정
A2
알칼리 토류 금속 화합물
도포 공정
A3
제 2 열처리 공정
A4
알루미나 소결체

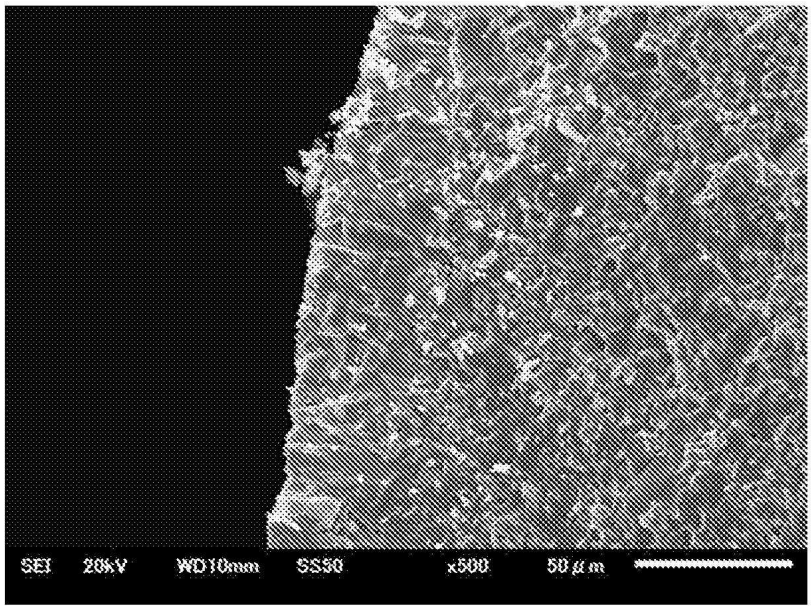
도면2


알루미나 분말
성형 공정
B1
알칼리토류금속 화합물
도포 공정
B2
열처리 공정
B3
알루미나 소결체

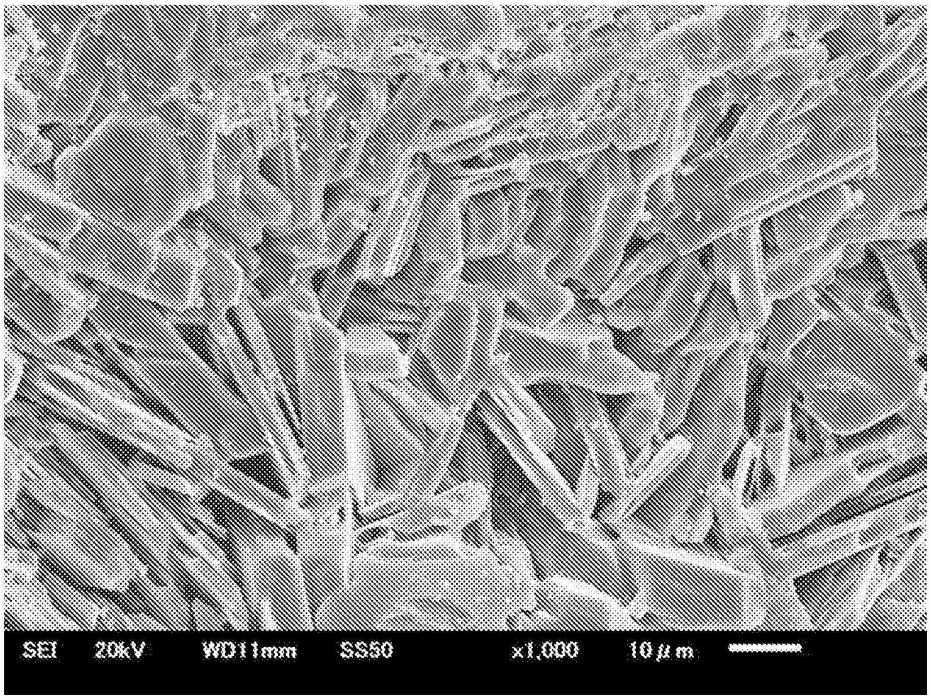
도면3


SEI 20kV WD11mm SS50 x500 50μm

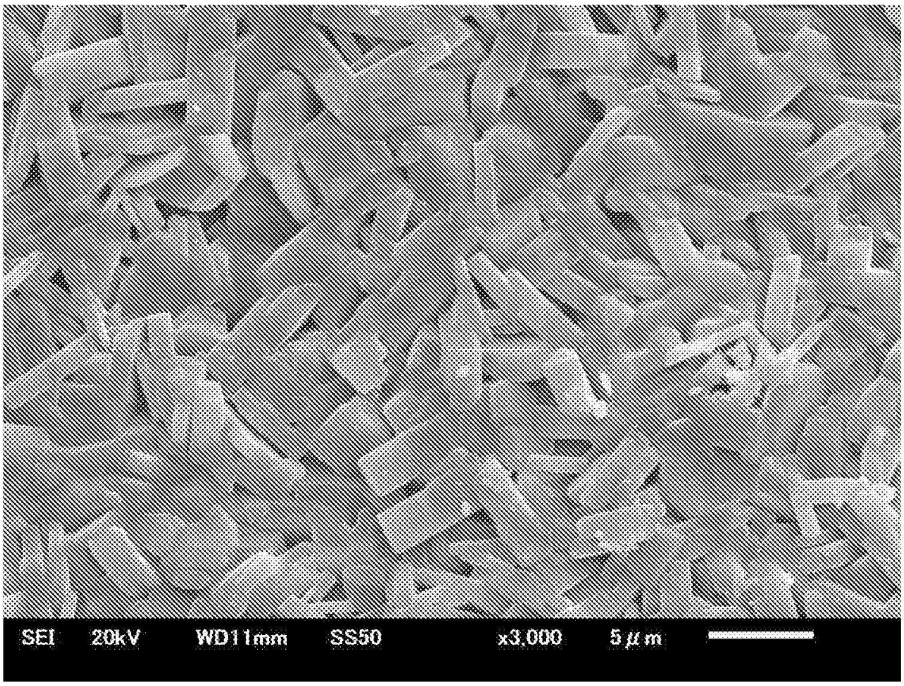
도면4


SEI 20kV WD10mm SS50 x500 50μm

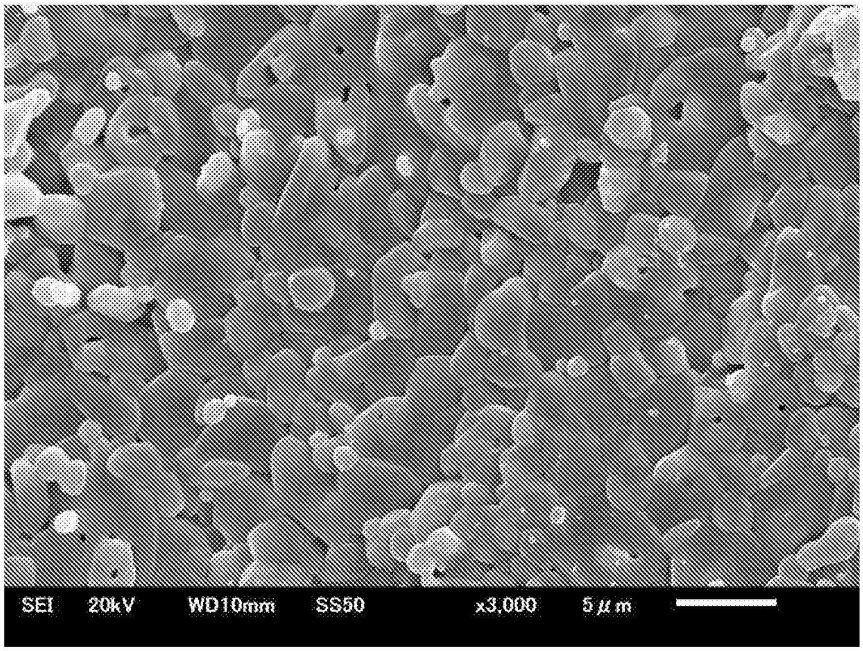
도면5


SEI 20kV WD11mm SS50 x1,000 10 μm

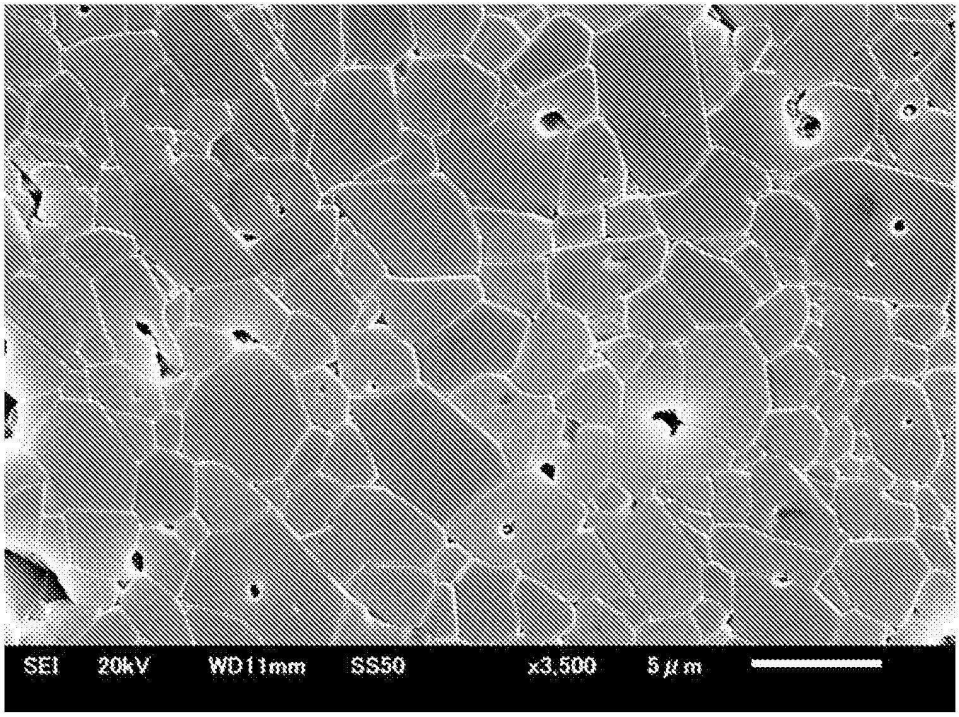
도면6


SEI 20kV WD11mm SS50 x3,000 5 μm

도면7


SEI 20kV WD10mm SS50 x3,000 5 μm

도면8


SEI 20kV WD11mm SS50 x3,500 5 μm

도면9

