



(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。 Int. Cl.

C03C 3/16 (2006.01)

C03C 3/17 (2006.01)

C03C 3/21 (2006.01)

C09K 3/14 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2007-0041758

(43) 공개일자 2007년04월19일

(21) 출원번호 10-2007-7004723

(22) 출원일자 2007년02월27일

심사청구일자 없음

번역문 제출일자 2007년02월27일

(86) 국제출원번호 PCT/US2005/022932

(87) 국제공개번호 WO 2006/023081

국제출원일자 2005년06월28일

국제공개일자 2006년03월02일

(30) 우선권주장 10/902,455 2004년07월29일 미국(US)

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

(72) 발명자 로젠폴란즈, 아나톨리, 지.  
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427쓰  
리엠 센터  
엔드레스, 버칸, 케이.  
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427쓰  
리엠 센터  
앤더슨, 토마스, 제이.  
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427쓰  
리엠 센터

(74) 대리인 장수길  
김영

전체 청구항 수 : 총 65 항

(54) 세라믹, 및 그것의 제조 및 이용 방법

(57) 요약

질소를 함유하는 세라믹(유리 및 유리-세라믹 포함), 및 그것의 제조 방법.

대표도

도 1

## 특허청구의 범위

### 청구항 1.

유리의 총 중량에 대해 (a) 35 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하는 유리로서, 유리의 총 중량에 대해 집합적으로 10 중량% 이하의  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TeO}_2$  및  $\text{V}_2\text{O}_5$ 를 함유하는 유리.

### 청구항 2.

제1항에 있어서, 유리의 총 중량에 대해 60 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 0.2 중량% 이상의 N을 포함하는 유리.

### 청구항 3.

제1항에 있어서, BaO, CaO,  $\text{CeO}_2$ , CuO,  $\text{Dy}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Er}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ , MgO,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ,  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ , SrO,  $\text{Tb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Th}_4\text{O}_7$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ , 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  이외의 하나 이상의 금속 산화물을 추가로 포함하는 유리.

### 청구항 4.

제1항에 따른 유리를 포함하는 세라믹.

### 청구항 5.

제1항에 따른 유리를 제조하는 방법으로서,

(a) 35 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 갖는 용융물을 제공하기에 충분한  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 N의 공급원을 포함하며, 용융물의 총 중량에 대해 집합적으로 10 중량% 이하의  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TeO}_2$  및  $\text{V}_2\text{O}_5$ 를 포함하는 용융물을 제공하는 단계; 및

용융물을 냉각시켜 유리를 제공하는 단계

를 포함하는 방법.

### 청구항 6.

제1항에 따른 유리를 포함하며, 유리가  $T_g$ 를 갖는 유리 비드를 제공하는 단계;

유리 비드가 합체하여 형상을 형성하도록 유리 비드를  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 형상을 냉각시켜 물품을 제공하는 단계

를 포함하는 유리를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

#### 청구항 7.

제1항에 따른 유리를 포함하며, 유리가  $T_g$ 를 갖는 유리 분말을 제공하는 단계;

유리 분말이 합체하여 형상을 형성하도록 유리 분말을  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 형상을 냉각시켜 물품을 제공하는 단계

를 포함하는 유리를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

#### 청구항 8.

제1항에 따른 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 유리-세라믹으로 전환시키는 것을 포함하는 유리-세라믹의 제조 방법.

#### 청구항 9.

유리의 총 중량에 대해 (a) 70 중량% 초과  $Al_2O_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하는 유리.

#### 청구항 10.

제9항에 있어서, 유리의 총 중량에 대해 60 중량% 이상의  $Al_2O_3$  및 0.2 중량% 이상의 N을 포함하는 유리.

#### 청구항 11.

제9항에 따른 유리를 포함하는 세라믹.

#### 청구항 12.

용융물의 총 중량에 대해 (a) 70 중량% 이상의  $Al_2O_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 갖는 용융물을 제공하기에 충분한  $Al_2O_3$  및 N의 공급원을 포함하는 용융물을 제공하는 단계; 및

용융물을 냉각시켜 유리를 제공하는 단계

를 포함하는 제9항에 따른 유리를 제조하는 방법.

#### 청구항 13.

제9항에 따른 유리를 포함하며, 유리가  $T_g$ 를 갖는 유리 비드를 제공하는 단계;

유리 비드가 합체하여 형상을 형성하도록 유리 비드를  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 형상을 냉각시켜 물품을 제공하는 단계  
를 포함하는 유리를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

#### 청구항 14.

제9항에 따른 유리를 포함하며, 유리가  $T_g$ 를 갖는 유리 분말을 제공하는 단계;  
유리 분말이 합체하여 형상을 형성하도록 유리 분말을  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및  
합체된 형상을 냉각시켜 물품을 제공하는 단계  
를 포함하는 유리를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

#### 청구항 15.

제9항에 따른 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 유리-세라믹으로 전환시키는 것을 포함하는 유리-세라믹을 제조하는 방법.

#### 청구항 16.

(a) 유리의 총 중량에 대해 35 중량% 이상의  $Al_2O_3$ , (b)  $Al_2O_3$  이외의 제1 금속 산화물, (c)  $Al_2O_3$  이외의 제2의 상이한 금속 산화물, 및 (d) 유리의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상의 N을 포함하며,  $Al_2O_3$ , 제1 금속 산화물, 및 제2 금속 산화물이 집합적으로 유리의 70 중량% 이상을 이루고, 유리의 총 중량에 대해 집합적으로 30 중량% 이하의  $As_2O_3$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $GeO_2$ ,  $P_2O_5$ ,  $SiO_2$ ,  $TeO_2$  및  $V_2O_5$ 를 포함하는 유리.

#### 청구항 17.

제16항에 있어서, 유리의 총 중량에 대해 40 중량% 이상의  $Al_2O_3$  및 0.2 중량% 이상의 N을 포함하고,  $Al_2O_3$ , 제1 금속 산화물, 및 제2 금속 산화물이 집합적으로 유리의 총 중량에 대해 75 중량% 이상을 이루는 유리.

#### 청구항 18.

제16항에 따른 유리를 포함하는 세라믹.

#### 청구항 19.

$Al_2O_3$ ,  $Al_2O_3$  이외의 제1 금속 산화물,  $Al_2O_3$  이외의 제2의 상이한 금속 산화물 및 N의 공급원을 포함하며,  $Al_2O_3$  및 N은 35 중량% 이상의  $Al_2O_3$  및 0.1 중량% 이상의 N을 갖는 용융물을 제공하기에 충분한 양으로 존재하고, 용융물의 70 중량% 이상이  $Al_2O_3$ , 제1 금속 산화물 및 제2 금속 산화물로 이루어지며, 용융물의 총 중량에 대해 집합적으로 30 중량% 이하의  $As_2O_3$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $GeO_2$ ,  $P_2O_5$ ,  $SiO_2$ ,  $TeO_2$  및  $V_2O_5$ 를 포함하는 용융물을 제공하는 단계; 및

용융물을 냉각시켜 유리를 제공하는 단계

를 포함하는 제16항에 따른 유리를 제조하는 방법.

## 청구항 20.

제16항에 따른 유리를 포함하며, 유리가  $T_g$ 를 갖는 유리 비드를 제공하는 단계;

유리 비드가 합체하여 형상을 형성하도록 유리 비드를  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 형상을 냉각시켜 물품을 제공하는 단계

를 포함하는 유리를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

## 청구항 21.

제16항에 따른 유리를 포함하며, 유리가  $T_g$ 를 갖는 유리 분말을 제공하는 단계;

유리 분말이 합체하여 형상을 형성하도록 유리 분말을  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 형상을 냉각하여 물품을 제공하는 단계

를 포함하는 유리를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

## 청구항 22.

제16항에 따른 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 유리-세라믹으로 전환시키는 것을 포함하는 유리-세라믹을 제조하는 방법.

## 청구항 23.

$Al_2O_3$ , 유리의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상의 N, REO 또는  $Y_2O_3$  중 하나 이상, 및  $ZrO_2$  또는  $HfO_2$  중 하나 이상을 포함하는 유리로서, 유리의 총 중량에 대해 유리의 80 중량% 이상이 집합적으로  $Al_2O_3$ , 상기 REO 또는  $Y_2O_3$  중 하나 이상, 및 상기  $ZrO_2$  또는  $HfO_2$  중 하나 이상으로 이루어지는 것인 유리.

## 청구항 24.

제23항에 있어서, 유리의 총 중량에 대해 60 중량% 이상의  $Al_2O_3$  및 0.2 중량% 이상의 N을 포함하고, 유리의 총 중량에 대해 유리의 80 중량% 이상이 집합적으로  $Al_2O_3$ , 상기 REO 또는  $Y_2O_3$  중 하나 이상, 및 상기  $ZrO_2$  또는  $HfO_2$  중 하나 이상으로 이루어지는 것인 유리.

## 청구항 25.

제23항에 따른 유리를 포함하는 세라믹.

## 청구항 26.

$\text{Al}_2\text{O}_3$ , REO 또는  $\text{Y}_2\text{O}_3$  중 하나 이상, 및  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$  중 하나 이상, 및 N의 공급원을 포함하고, N은 0.1 중량% 이상의 N을 갖는 용융물을 제공하기에 충분한 양으로 존재하고, 용융물의 총 중량에 대해 용융물의 80 중량% 이상이  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 상기 REO 또는  $\text{Y}_2\text{O}_3$  중 하나 이상, 및 상기  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$  중 하나 이상으로 이루어지는 용융물을 제공하는 단계; 및

용융물을 냉각시켜 유리를 제공하는 단계

를 포함하는 제23항에 따른 유리를 제조하는 방법.

## 청구항 27.

제23항에 따른 유리를 포함하며, 유리가  $T_g$ 를 갖는 유리 비드를 제공하는 단계;

유리 비드가 합체하여 형상을 형성하도록 유리 비드를  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 형상을 냉각시켜 물품을 제공하는 단계

를 포함하는 유리를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

## 청구항 28.

제23항에 따른 유리를 포함하며, 유리가  $T_g$ 를 갖는 유리 분말을 제공하는 단계;

유리 분말이 합체하여 형상을 형성하도록 유리 분말을  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 형상을 냉각시켜 물품을 제공하는 단계

를 포함하는 유리를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

## 청구항 29.

제23항에 따른 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 유리-세라믹으로 전환시키는 것을 포함하는 유리-세라믹을 제조하는 방법.

## 청구항 30.

유리-세라믹의 총 중량에 대해 (a) 35 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하며, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 집합적으로 10 중량% 이하의  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TeO}_2$  및  $\text{V}_2\text{O}_5$ 를 포함하는 유리-세라믹.

### 청구항 31.

제30항에 있어서, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 60 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 0.2 중량% 이상의 N을 포함하는 유리-세라믹.

### 청구항 32.

제30항에 따른 유리-세라믹을 포함하는 연마 입자.

### 청구항 33.

복수개의 연마 입자 중 적어도 일부가 제30항에 따른 연마 입자인, 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 연마 입자.

### 청구항 34.

결합제 및 복수개의 연마 입자를 포함하며, 연마 입자 중 적어도 일부가 제30항에 따른 연마 입자인 연마재 물품.

### 청구항 35.

제34항에 있어서, 접착 연마재 물품, 부직 연마재 물품, 또는 코팅된 연마재 물품인 연마재 물품.

### 청구항 36.

유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제26항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 것을 포함하고, 상기 유리가 유리의 총 중량에 대해 (a) 35 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하고, 유리의 총 중량에 대해 집합적으로 10 중량% 이하의  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TeO}_2$  및  $\text{V}_2\text{O}_5$ 를 포함하는 것인, 제30항에 따른 유리를 제조하는 방법

### 청구항 37.

유리의 총 중량에 대해 (a) 35 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하고, 유리의 총 중량에 대해 집합적으로 10 중량% 이하의  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TeO}_2$  및  $\text{V}_2\text{O}_5$ 를 포함하며,  $T_g$ 를 갖는 유리를 포함하는 유리 비드를 제공하는 단계;

유리 비드가 합체하여 형상을 형성하도록 유리 비드를  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제30항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 단계를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

### 청구항 38.

유리의 총 중량에 대해 (a) 35 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하며, 유리의 총 중량에 대해 집합적으로 10 중량% 이하의  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TeO}_2$  및  $\text{V}_2\text{O}_5$ 를 포함하며,  $T_g$ 를 갖는 유리를 포함하는 유리 분말을 제공하는 단계;

유리 분말이 합체하여 형상을 형성하도록 유리 분말을  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제30항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 단계

를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

### 청구항 39.

유리-세라믹의 총 중량에 대해 (a) 70 중량% 초과  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하는 유리-세라믹.

### 청구항 40.

제39항에 있어서, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 75 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 0.2 중량% 이상의 N을 포함하는 유리-세라믹.

### 청구항 41.

제39항에 따른 유리-세라믹을 포함하는 연마 입자.

### 청구항 42.

복수개의 연마 입자 중 적어도 일부가 제41항에 따른 연마 입자인, 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 연마 입자.

### 청구항 43.

결합제 및 복수개의 연마 입자를 포함하며, 연마 입자 중 적어도 일부가 제41항에 따른 연마 입자인 연마재 물품.

### 청구항 44.

제43항에 있어서, 접착 연마재 물품, 부직 연마재 물품, 또는 코팅된 연마재 물품인 연마재 물품.

### 청구항 45.

유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제39항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 것을 포함하며, 상기 유리가 유리의 총 중량에 대해 (a) 70 중량% 초과  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하는 것인, 유리-세라믹을 제조하는 방법.

### 청구항 46.



유리의 총 중량에 대해 (a) 70 중량% 초과  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하고,  $T_g$ 를 갖는 유리를 포함하는 유리 비드를 제공하는 단계;

유리 비드가 합체하여 형상을 형성하도록 유리 비드를  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제39항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 단계를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

#### 청구항 47.

유리의 총 중량에 대해 (a) 70 중량% 초과  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하고,  $T_g$ 를 갖는 유리를 포함하는 유리 분말을 제공하는 단계;

유리 분말이 합체하여 형상을 형성하도록 유리 분말을  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제39항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 단계를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

#### 청구항 48.

(a) 유리-세라믹의 총 중량에 대해 35 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (b)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  이외의 제1 금속 산화물, (c)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  이외의 제2의 상이한 금속 산화물, 및 (d) 유리-세라믹의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상의 N을 포함하며,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 제1 금속 산화물 및 제2 금속 산화물이 집합적으로 유리-세라믹의 70 중량% 이상을 이루고, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 집합적으로 30 중량% 이하의  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TeO}_2$  및  $\text{V}_2\text{O}_5$ 를 포함하는 유리-세라믹.

#### 청구항 49.

제48항에 있어서, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 40 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 0.2 중량% 이상의 N을 포함하고,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 제1 금속 산화물 및 제2 금속 산화물이 집합적으로 유리-세라믹의 총 중량에 대해 유리의 75 중량% 이상을 이루는 유리-세라믹.

#### 청구항 50.

제48항에 따른 유리-세라믹을 포함하는 연마 입자.

#### 청구항 51.

복수개의 연마 입자 중 적어도 일부가 제50항에 따른 연마 입자인, 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 연마 입자.

#### 청구항 52.

결합제 및 복수개의 연마 입자를 포함하며, 연마 입자 중 적어도 일부가 제50항에 따른 연마 입자인 연마재 물품.

### 청구항 53.

제52항에 있어서, 집착 연마재 물품, 부직 연마재 물품, 또는 코팅된 연마재 물품인 연마재 물품.

### 청구항 54.

유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제48항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 것을 포함하며, 상기 유리가 (a) 유리의 총 중량에 대해 35 중량% 이상의  $Al_2O_3$ , (b)  $Al_2O_3$  이외의 제1 금속 산화물, (c)  $Al_2O_3$  이외의 제2의 상이한 금속 산화물, 및 (d) 유리의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상의 N을 포함하며,  $Al_2O_3$ , 제1 금속 산화물 및 제2 금속 산화물이 집합적으로 유리의 70 중량% 이상을 이루고, 유리가 유리의 총 중량에 대해 집합적으로 30 중량% 이하의  $As_2O_3$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $GeO_2$ ,  $P_2O_5$ ,  $SiO_2$ ,  $TeO_2$  및  $V_2O_5$ 를 포함하는 것인 유리-세라믹을 제조하는 방법.

### 청구항 55.

유리가 (a) 유리의 총 중량에 대해 35 중량% 이상의  $Al_2O_3$ , (b)  $Al_2O_3$  이외의 제1 금속 산화물, (c)  $Al_2O_3$  이외의 제2의 상이한 금속 산화물, 및 (d) 유리의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상의 N을 포함하고,  $Al_2O_3$ , 제1 금속 산화물, 및 제2 금속 산화물이 집합적으로 유리의 70 중량% 이상을 이루며, 유리가 유리의 총 중량에 대해 집합적으로 30 중량% 이하의  $As_2O_3$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $GeO_2$ ,  $P_2O_5$ ,  $SiO_2$ ,  $TeO_2$  및  $V_2O_5$ 를 포함하고,  $T_g$ 를 갖는 유리를 포함하는 유리 비드를 제공하는 단계;

유리 비드가 합체하여 형상을 형성하도록 유리 비드를  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제48항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 단계

를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

### 청구항 56.

유리가 (a) 유리의 총 중량에 대해 35 중량% 이상의  $Al_2O_3$ , (b)  $Al_2O_3$  이외의 제1 금속 산화물, (c)  $Al_2O_3$  이외의 제2의 상이한 금속 산화물, 및 (d) 유리의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상의 N을 포함하고,  $Al_2O_3$ , 제1 금속 산화물, 및 제2 금속 산화물이 집합적으로 유리의 70 중량% 이상을 이루며, 유리의 총 중량에 대해 집합적으로 30 중량% 이하의  $As_2O_3$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $GeO_2$ ,  $P_2O_5$ ,  $SiO_2$ ,  $TeO_2$  및  $V_2O_5$ 를 포함하고,  $T_g$ 를 갖는 유리를 포함하는 유리 분말을 제공하는 단계;

유리 분말이 합체하여 형상을 형성하도록 유리 분말을  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제48항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 단계

를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

### 청구항 57.

$\text{Al}_2\text{O}_3$ , 유리-세라믹의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상의 N, REO 또는  $\text{Y}_2\text{O}_3$  중 하나 이상, 및  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$  중 하나 이상을 포함하고, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 유리-세라믹의 80 중량% 이상이 집합적으로  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 상기 REO 또는  $\text{Y}_2\text{O}_3$  중 하나 이상, 및 상기  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$  중 하나 이상으로 이루어지는 것인 유리-세라믹.

#### 청구항 58.

제57항에 있어서, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 0.2 중량% 이상의 N을 포함하고, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 유리-세라믹의 80 중량% 이상이 집합적으로  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 상기 REO 또는  $\text{Y}_2\text{O}_3$  중 하나 이상, 및 상기  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$  중 하나 이상으로 이루어지며, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 60 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 을 포함하는 유리-세라믹.

#### 청구항 59.

제57항에 따른 유리-세라믹을 포함하는 연마 입자.

#### 청구항 60.

복수개의 연마 입자 중 적어도 일부가 제59항에 따른 연마 입자인, 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 연마 입자.

#### 청구항 61.

결합제 및 복수개의 연마 입자를 포함하며, 연마 입자 중 적어도 일부가 제59항에 따른 연마 입자인 연마재 물품.

#### 청구항 62.

제61항에 있어서, 접착 연마재 물품, 부직 연마재 물품, 또는 코팅된 연마재 물품인 연마재 물품.

#### 청구항 63.

유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제57항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 것을 포함하며, 유리가  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 유리의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상의 N, REO 또는  $\text{Y}_2\text{O}_3$  중 하나 이상, 및  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$  중 하나 이상을 포함하며, 유리의 총 중량에 대해 유리의 80 중량% 이상이 집합적으로  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 상기 REO 또는  $\text{Y}_2\text{O}_3$  중 하나 이상, 및 상기  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$  중 하나 이상으로 이루어지는 것인, 유리-세라믹을 제조하는 방법.

#### 청구항 64.

유리의 총 중량에 대해 (a) 70 중량% 초과  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하고,  $T_g$ 를 갖는 유리를 포함하는 유리 비드를 제공하는 단계;

유리 비드가 합체하여 형상을 형성하도록 유리 비드를  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제57항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 단계

를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

## 청구항 65.

유리의 총 중량에 대해 (a) 70 중량% 초과  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상의 N을 포함하고,  $T_g$ 를 갖는 유리를 포함하는 유리 분말을 제공하는 단계;

유리 분말이 합체하여 형상을 형성하도록 유리 분말을  $T_g$  초과로 가열하는 단계; 및

합체된 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 제57항에 따른 유리-세라믹으로 전환시키는 단계

를 포함하는 물품을 제조하는 방법.

## 명세서

### 배경기술

산질화물 조성을 갖는 몇몇 물질을 포함하여 다수의 유리, 결정성 세라믹 및 유리-세라믹(glass-ceramic) 물질이 알려져 있다. 많은 산화물 유리계는  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{TeO}_2$ ,  $\text{As}_2\text{O}_3$  및  $\text{V}_2\text{O}_5$ 와 같은, 유리의 형성을 보조하는 잘 알려진 유리-형성제(glass-former)를 이용한다. 이러한 유리-형성제로써 형성되는 유리 조성물 중 일부는 유리-세라믹을 형성하도록 열 처리될 수 있다. 그러한 유리 형성제로부터 형성된 유리 및 유리-세라믹의 상한 사용 온도는 일반적으로  $1200^\circ\text{C}$  미만, 전형적으로 약  $700$  내지  $800^\circ\text{C}$ 이다. 유리-세라믹은, 이를 형성하는 유리보다 더 내열성인 경향이 있다.

또한, 공지된 유리 및 유리-세라믹의 많은 성질들은 유리-형성제의 고유 성질에 의해 제한된다. 예를 들어,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ , 및  $\text{P}_2\text{O}_5$ -기재 유리 및 유리-세라믹에 있어서는, 열률, 경도 및 강도가 비교적 낮다. 이러한 유리 및 유리-세라믹은 일반적으로, 예를 들어  $\text{Al}_2\text{O}_3$  또는  $\text{ZrO}_2$ 에 비해 열등한 기계적 성질을 가진다.

회토류 산화물-산화알루미늄을 기재로 한 몇몇 유리(예를 들어, 미국 특허 제6,482,758호(Weber) 및 2000년 2월 15일에 공개된 일본문헌 제JP 2000-045129호 참조)가 알려져 있으나, 추가적인 신규 유리 및 유리-세라믹을 비롯하여, 공지 및 신규 유리 및 유리-세라믹 모두의 용도가 요망된다.

또 다른 측면으로는, 다양한 연마 입자(예를 들어, 다이아몬드 입자, 입방형 질화붕소 입자, 용융(fused) 연마 입자, 및 소결된 세라믹 연마 입자(졸-겔-유래의 연마 입자 포함)가 당해 분야에 알려져 있다. 일부 연마 응용분야에서는 연마 입자가 고정되지 않은 형태로 사용되는 반면, 다른 것들은 입자가 연마재 제품(예를 들어, 코팅된 연마재 제품, 접착 연마재(bonded abrasive) 제품, 부직 연마재 제품, 및 연마 브러쉬)에 혼입된다.

연마재 산업계에서는 새로운 연마 입자 및 연마재 물품을 비롯하여 이들의 제조 방법이 지속적으로 요망된다.

### 발명의 개요

본 발명은, 예를 들어 유리(유리를 포함하는 세라믹 포함) 및 유리-세라믹을 제공하는 것을 포함한다.

한 측면으로는, 본 발명은 유리의 총 중량에 대해 (a) 35 중량% 이상(일부 실시양태에서는 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 중량% 이상, 또는 심지어는 75 중량% 이상)의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 4 중량% 이상, 또는 심지어는 5 중량% 이상)의 N(즉, 질소)을 포함하는 유리로서, 유리의 총 중량에 대해 집합적으로 10 중량% 이하(일부 실시양태에서는, 5, 4, 3, 2, 1, 0.5, 0.1 중량% 이하, 또는 심지어는 0 중량%)의  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TeO}_2$  및  $\text{V}_2\text{O}_5$ 를 함유하는 유리를 제공한다. 일부 실시양태에서는, 유리가  $\text{Al}_2\text{O}_3$  이외의 하나 이상의

금속 산화물(예를 들어, BaO, CaO, CeO<sub>2</sub>, CuO, Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ho<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub>, Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SrO, Tb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Th<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, TiO<sub>2</sub>, Tm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 금속 산화물)을 추가로 포함한다. 일부 실시양태에서는, 세라믹이 그 유리를 포함한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 유리의 총 중량에 대해 (a) 70 중량% 초과(일부 실시양태에서는, 75, 80, 85, 90, 95 중량% 이상, 또는 심지어는 100 중량%)의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 및 (b) 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 4 중량%, 또는 심지어는 5 중량% 이상)의 N을 포함하는 유리를 제공한다. 일부 실시양태에서는, 유리가 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 이외의 하나 이상의 금속 산화물(예를 들어, BaO, CaO, CeO<sub>2</sub>, CuO, Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ho<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub>, Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SrO, Tb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Th<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, TiO<sub>2</sub>, Tm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 금속 산화물)을 추가로 포함한다. 일부 실시양태에서는, 세라믹이 그 유리를 포함한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 (a) 유리의 총 중량에 대해 35 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 중량% 이상, 또는 심지어는 75 중량% 이상)의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (b) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 이외의 제1 금속 산화물, (c) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 이외의 제2의 다른 금속 산화물, 및 (d) 유리의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 4 중량% 이상, 또는 심지어는 5 중량% 이상)의 N을 포함하는 유리로서, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 제1 금속 산화물, 및 제2 금속 산화물이 집합적으로 유리의 70 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 75, 80, 85, 90, 95 중량% 이상, 또는 심지어는 100 중량%)를 이루고, 유리의 총 중량에 대해 집합적으로 30 중량% 이하(일부 실시양태에서는, 25, 20, 15, 10, 5, 4, 3, 2, 1, 0.5, 0.1 중량% 이하, 또는 심지어는 0 중량%)의 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, GeO<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, SiO<sub>2</sub>, TeO<sub>2</sub> 및 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>를 함유하는 유리를 제공한다. 일부 실시양태에서는, 제1 금속 산화물이 BaO, CaO, CeO<sub>2</sub>, CuO, Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ho<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub>, Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SrO, Tb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Th<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, TiO<sub>2</sub>, Tm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 및 ZrO<sub>2</sub>로 이루어진 군에서 선택된다. 일부 실시양태에서는, 제1 및 제2 금속 산화물이 독립적으로 BaO, CaO, CeO<sub>2</sub>, CuO, Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ho<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub>, Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SrO, Tb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Th<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, TiO<sub>2</sub>, Tm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 및 ZrO<sub>2</sub>로 이루어진 군에서 선택된다. 일부 실시양태에서는, 세라믹이 그 유리를 포함한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 유리의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 4 중량% 이상, 또는 심지어는 5 중량% 이상)의 N, REO 또는 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 하나 이상, 및 ZrO<sub>2</sub> 또는 HfO<sub>2</sub>의 하나 이상을 포함하는 유리로서, 유리의 총 중량에 대해 80 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 85, 90, 95, 97, 98, 99 중량% 이상, 또는 심지어는 100 중량%)의 유리가 집합적으로 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 상기 REO 또는 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 하나 이상, 및 상기 ZrO<sub>2</sub> 또는 HfO<sub>2</sub>의 하나 이상으로 이루어지는 유리를 제공한다. 일부 실시양태에서는, 유리가 유리의 총 중량에 대해 35, 40, 45, 50, 55, 65, 70 중량% 이상, 또는 심지어는 75 중량% 이상의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 포함한다. 일부 실시양태에서는, 유리가 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, REO 또는 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 중 하나 이상, HfO<sub>2</sub> 및 ZrO<sub>2</sub> 이외의 하나 이상의 금속 산화물(예를 들어, BaO, CaO, MgO, SrO, TiO<sub>2</sub> 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 금속 산화물)을 추가로 포함한다. 일부 실시양태에서는, 세라믹이 그 유리를 포함한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 유리의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 4 중량% 이상, 또는 심지어는 5 중량% 이상)의 N, REO 또는 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 하나 이상, 및 ZrO<sub>2</sub> 또는 HfO<sub>2</sub>의 하나 이상을 포함하는 유리로서, 유리의 총 중량에 대해 80 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 85, 90, 95, 97, 98, 99 중량% 이상, 또는 심지어는 100 중량%)의 유리가 집합적으로 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 상기 REO 또는 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 하나 이상, 및 상기 ZrO<sub>2</sub> 또는 HfO<sub>2</sub>의 하나 이상으로 이루어지는 유리를 제공한다. 일부 실시양태에서는, 유리가 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, REO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, HfO<sub>2</sub> 및 ZrO<sub>2</sub> 이외의 하나 이상의 금속 산화물(예를 들어, BaO, CaO, MgO, SrO, TiO<sub>2</sub> 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, REO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, HfO<sub>2</sub> 및 ZrO<sub>2</sub> 이외의 하나 이상의 금속 산화물)을 추가로 포함한다. 일부 실시양태에서는, 세라믹이 그 유리를 포함한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 본 발명에 따른 유리를 제조하는 방법을 제공한다. 본 발명에 따른 유리를 제조하는 한 예시적인 방법에서는, 방법이

유리에 존재하게 될 적어도 금속 산화물 및 N의 공급원을 포함하는 용융물을 제공하는 단계(예를 들어, 유리에 존재하게 될 적어도 금속 산화물 및 N의 공급원을 용융시켜, 용융물을 제공하는 단계); 및

용융물을 냉각시켜 유리를 제공하는 단계를 포함한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 본 발명에 따른 유리를 포함하는 세라믹을 제조하는 방법을 제공한다. 본 발명에 따른 유리를 포함하는 세라믹을 제조하는 또 다른 예시적인 방법에서는, 방법이

유리에 존재하게 될 적어도 금속 산화물 및 N의 공급원을 포함하는 용융물을 제공하는 단계(예를 들어, 유리에 존재하게 될 적어도 금속 산화물 및 N의 공급원을 용융시켜, 용융물을 제공하는 단계); 및

용융물을 냉각시켜 세라믹을 제공하는 단계들을 포함한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 본 발명에 따른 유리를 포함하는 물품을 제조하는 방법을 제공한다. 그러한 물품을 제조하는 한 예시적인 방법에서는, 방법이

본 발명에 따른 유리를 포함하는 유리 비드를 제공하는 단계(유리는  $T_g$ 를 가짐);

유리 비드를  $T_g$  초과로 가열하여 유리 비드가 합체(coalesce)하여 형상을 형성하도록 하는 단계; 및

합체된 형상을 냉각시켜 물품을 제공하는 단계들을 포함한다.

본 발명에 따른 유리를 포함하는 물품을 제조하는 또 다른 예시적인 방법에서는, 방법이

본 발명에 따른 유리를 포함하는 유리 분말을 제공(예를 들어, 유리(예를 들어, 유리 비드)를 분쇄하여 유리 분말을 제공함)하는 단계(유리는  $T_g$ 를 가짐);

유리 분말을  $T_g$  초과로 가열하여 유리 분말이 합체하여 형상을 형성하도록 하는 단계; 및

합체된 형상을 냉각시켜 물품을 제공하는 단계를 포함한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 유리-세라믹의 총 중량에 대해 (a) 35 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 중량% 이상, 또는 심지어는 75 중량% 이상)의  $Al_2O_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 4 중량% 이상, 또는 심지어는 5 중량% 이상)의 N을 포함하는 유리-세라믹으로서, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 집합적으로 10 중량% 이하(일부 실시양태에서는, 5, 4, 3, 2, 1, 0.5, 0.1 중량% 이하, 또는 심지어는 0 중량%)의  $As_2O_3$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $GeO_2$ ,  $P_2O_5$ ,  $SiO_2$ ,  $TeO_2$  및  $V_2O_5$ 를 함유하는 유리 세라믹을 제공한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 유리-세라믹의 총 중량에 대해 (a) 70 중량% 초과(일부 실시양태에서는, 75, 80, 85, 90, 95 중량% 이상, 또는 심지어는 100 중량%)의  $Al_2O_3$  및 (b) 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 4 중량%, 또는 심지어는 5 중량% 이상)의 N을 포함하는 유리-세라믹을 제공한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 (a) 유리-세라믹의 총 중량에 대해 35 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 중량% 이상, 또는 심지어는 75 중량% 이상)의  $Al_2O_3$ , (b)  $Al_2O_3$  이외의 제1 금속 산화물, (c)  $Al_2O_3$  이외의 제2의 다른 금속 산화물, 및 (d) 유리-세라믹의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 4 중량% 이상, 또는 심지어는 5 중량% 이상)의 N을 포함하는 유리-세라믹으로서,  $Al_2O_3$ , 제1 금속 산화물, 및 제2 금속 산화물이 집합적으로 유리-세라믹의 70 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 75, 80, 85, 90, 95 중량% 이상, 또는 심지어는 100 중량%)을 이루고, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 집합적으로 30 중량% 이하(일부 실시양태에서는, 25, 20, 15, 10, 5, 4, 3, 2, 1, 0.5, 0.1 중량% 이하, 또는 심지어는 0 중량%)의  $As_2O_3$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $GeO_2$ ,  $P_2O_5$ ,  $SiO_2$ ,  $TeO_2$  및  $V_2O_5$ 를 함유하는 유리-세라믹을 제공한다. 일부 실시양태에서는, 제1 금속 산화물이  $BaO$ ,  $CaO$ ,  $CeO_2$ ,  $CuO$ ,  $Dy_2O_3$ ,  $Er_2O_3$ ,  $Eu_2O_3$ ,  $Gd_2O_3$ ,  $Ho_2O_3$ ,  $La_2O_3$ ,  $Lu_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $Nd_2O_3$ ,  $Pr_6O_{11}$ ,  $Sm_2O_3$ ,  $Sc_2O_3$ ,  $SrO$ ,  $Tb_2O_3$ ,  $Th_4O_7$ ,  $TiO_2$ ,

$\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ 로 이루어진 군에서 선택된다. 일부 실시양태에서는, 제1 및 제2 금속 산화물이 독립적으로  $\text{BaO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{Dy}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Er}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ,  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SrO}$ ,  $\text{Tb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Th}_4\text{O}_7$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , 및  $\text{ZrO}_2$ 로 이루어진 군에서 선택된다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 유리-세라믹의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 4 중량% 이상, 또는 심지어는 5 중량% 이상)의 N, REO 또는  $\text{Y}_2\text{O}_3$ 의 하나 이상, 및  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$ 의 하나 이상을 포함하는 유리-세라믹으로서, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 80 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 85, 90, 95, 97, 98, 99 중량% 이상, 또는 심지어는 100 중량%)의 유리-세라믹이 집합적으로  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , REO, 및  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$ 의 하나 이상을 포함하는 유리-세라믹을 제공한다. 일부 실시양태에서는, 유리-세라믹이  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , REO,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{HfO}_2$  및  $\text{ZrO}_2$  이외의 하나 이상의 금속 산화물(예를 들어,  $\text{BaO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SrO}$ ,  $\text{TiO}_2$  및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , REO,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{HfO}_2$  및  $\text{ZrO}_2$  이외의 하나 이상의 금속 산화물)을 추가로 포함한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 유리-세라믹의 총 중량에 대해 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 4 중량% 이상, 또는 심지어는 5 중량% 이상)의 N, REO 또는  $\text{Y}_2\text{O}_3$ 의 하나 이상, 및  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$ 의 하나 이상을 포함하는 유리-세라믹으로서, 유리-세라믹의 총 중량에 대해 80 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 85, 90, 95, 97, 98, 99 중량% 이상, 또는 심지어는 100 중량%)의 유리-세라믹이 집합적으로  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 상기 REO 또는  $\text{Y}_2\text{O}_3$ 의 하나 이상, 및 상기  $\text{ZrO}_2$  또는  $\text{HfO}_2$ 의 하나 이상으로 이루어지는 유리-세라믹을 제공한다. 일부 실시양태에서는, 유리-세라믹이 유리-세라믹의 총 중량에 대해 35, 40, 45, 50, 55, 65, 70 중량% 이상, 또는 심지어는 75 중량% 이상의  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 를 포함한다. 일부 실시양태에서는, 유리-세라믹이  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , REO,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{HfO}_2$  및  $\text{ZrO}_2$  이외의 하나 이상의 금속 산화물(예를 들어,  $\text{BaO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SrO}$ ,  $\text{TiO}_2$  및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 금속 산화물)을 추가로 포함한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 유리-세라믹을 제조하는 방법으로서, 본 발명에 따른 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고 유리-세라믹을 제공(즉, 유리의 적어도 일부가 결정화함)하는 단계를 포함하는 방법을 제공한다. 또 다른 측면으로는, 본 발명은 본 발명에 따른 유리-세라믹을 제조하는 방법으로서, 본 발명에 따른 유리를 포함하는 세라믹을 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 유리-세라믹으로 전환(즉, 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시킴)시키는 단계를 포함하는 방법을 제공한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 유리-세라믹 물품을 제조하는 방법을 제공한다. 한 예시적인 방법에서는, 방법이

유리 비드를 제공하는 단계(유리는 본 발명에 따른 것이고, 유리는  $T_g$ 를 가짐);

유리 비드를  $T_g$  초과로 가열하여, 유리 비드가 합체하여 형상을 형성하도록 하는 단계; 및

유리 물품을 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고 유리-세라믹 물품을 제공하는 단계를 포함한다. 경우에 따라 합체된 유리는 열 처리 전에 적어도 부분적으로 냉각된다.

유리-세라믹 물품을 제조하는 또 다른 예시적인 방법에서는, 방법이

유리 분말을 제공(예를 들어, 유리(예를 들어 유리 비드)를 분쇄하여 유리 분말을 제공함)하는 단계(유리는 본 발명에 따른 유리를 포함하고, 유리는  $T_g$ 를 가짐);

유리 분말을  $T_g$  초과로 가열하여, 유리 분말이 합체하여 형상을 형성하도록 하는 단계; 및

유리 물품을 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고 유리-세라믹 물품을 제공하는 단계를 포함한다. 경우에 따라 합체된 유리는 열 처리 전에 적어도 부분적으로 냉각된다.

본 발명에 따른 세라믹의 일부 실시양태는 세라믹의 유리(예를 들어, 유리-세라믹의 유리)를 세라믹의 총 부피에 대해, 예를 들어 1, 2, 3, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95 부피% 이상, 또는 심지어는

100 부피%의 양으로 포함할 수 있다. 본 발명에 따른 세라믹의 일부 실시양태는 세라믹의 결정성 세라믹(예를 들어, 유리-세라믹의 결정성 세라믹)을 세라믹의 총 부피에 대해, 예를 들어 1, 2, 3, 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 심지어는 100 부피%의 양으로 포함할 수 있다.

본 발명의 일부 실시양태는 결정성 세라믹(예를 들어, 1, 2, 3, 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 심지어는 100 부피%의 결정성 세라믹)을 포함하는 세라믹을 포함한다.

본원에서는:

"비정질 물질"은 X-선 회절에 의해 결정되는 임의의 장거리 결정 구조가 없고/없거나, "시차 열분석(Differential Thermal Analysis)"이라는 제목 하에 본원에 기재된 시험에 의해 결정되는, DTA (시차 열분석)에 의해 결정되는 비정질 물질의 결정화에 상응하는 발열성 피크를 갖는 용융물 및/또는 증기상에서 유도되는 물질을 가리키고;

"세라믹"은 유리, 결정성 세라믹, 유리-세라믹, 및 이들의 조합을 포함하며;

"복합 금속 산화물"은 둘 이상의 상이한 금속 원소 및 산소를 포함하는 금속 산화물(예를 들어,  $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$ ,  $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ,  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , 및  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ )을 가리키고;

"복합  $\text{Al}_2\text{O}_3$  · 금속 산화물"은 이론적 산화물 기준으로  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 및 Al 이외의 하나 이상의 금속 원소를 포함하는 복합 금속 산화물(예를 들어,  $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$ ,  $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ,  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , 및  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ )을 가리키며;

"복합  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ·  $\text{Y}_2\text{O}_3$ "는 이론적 산화물 기준으로  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및  $\text{Y}_2\text{O}_3$ 를 포함하는 복합 금속 산화물(예를 들어,  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ )을 가리키고;

"복합  $\text{Al}_2\text{O}_3$  · REO"는 이론적 산화물 기준으로  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 희토류 산화물(rare earth oxide)을 포함하는 복합 금속 산화물(예를 들어,  $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$  및  $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ )을 가리키며;

"유리"는 유리 전이 온도를 나타내는 비정질 물질을 가리키고;

"유리-세라믹"은 유리를 열 처리함으로써 형성되는 결정을 포함하는 세라믹을 가리키며;

" $T_g$ "는 "시차 열분석"이라는 제목 하에 본원에 기재된 시험에 의해 결정되는 유리 전이 온도를 가리키고;

" $T_x$ "는 "시차 열분석"이라는 제목 하에 본원에 기재된 시험에 의해 결정되는 결정화 온도를 가리키며;

"희토류 산화물"은 산화세륨(예를 들어,  $\text{CeO}_2$ ), 산화디스프로슘(예를 들어,  $\text{Dy}_2\text{O}_3$ ), 산화에르븀(예를 들어,  $\text{Er}_2\text{O}_3$ ), 산화유로퓸(예를 들어,  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ ), 산화가돌리늄(예를 들어,  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ), 산화홀뮴(예를 들어,  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ ), 산화란탄(예를 들어,  $\text{La}_2\text{O}_3$ ), 산화루테튬(예를 들어,  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ ), 산화네오디뮴(예를 들어,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ), 산화프라세오디뮴(예를 들어,  $\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ), 산화사마륨(예를 들어,  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ ), 산화테르븀(예를 들어,  $\text{Tb}_2\text{O}_3$ ), 산화토륨(예를 들어,  $\text{Th}_4\text{O}_7$ ), 산화툴륨(예를 들어,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$ ), 및 산화이트레븀(예를 들어,  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ), 및 이들의 조합물을 가리키고;

"REO"는 희토류 산화물(들)을 가리킨다.

또한, 본원에서는, 예를 들어 유리-세라믹에서 금속 산화물(예를 들어,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 복합  $\text{Al}_2\text{O}_3$  · 금속 산화물 등)이 결정성이라고 언급되지 않으면, 금속 산화물은 유리, 결정성, 또는 일부 유리 및 일부 결정성일 수 있다. 예를 들어, 유리-세라믹이  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및  $\text{ZrO}_2$ 를 포함하면,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및  $\text{ZrO}_2$ 는 각각 유리질 상태, 결정성 상태, 또는 일부 유리질 상태 및 일부 결정성 상태,



또는 심지어는 또 다른 금속 산화물(들)과의 반응 생성물일 수 있다(예를 들어,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 가 결정성  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 또는  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 특정 결정상(예를 들어, 알파  $\text{Al}_2\text{O}_3$ )으로서 존재한다고 언급되지 않으면, 그것은 결정성  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 로서, 및/또는 하나 이상의 결정성 복합  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot$  금속 산화물의 일부로서 존재할 수 있다).

본 발명에 따른 세라믹의 일부 실시양태는 비드(예를 들어, 직경이 적어도 1 마이크로미터, 5 마이크로미터, 10 마이크로미터, 25 마이크로미터, 50 마이크로미터, 100 마이크로미터, 150 마이크로미터, 250 마이크로미터, 500 마이크로미터, 750 마이크로미터, 1 mm, 5 mm, 또는 심지어는 10 mm 이상인 비드), 물품(예를 들어, 판), 섬유, 입자, 및 코팅물(예를 들어, 박막 코팅물)로 제조되거나, 형성되거나, 전환될 수 있다. 비드의 실시양태는 예를 들어 재귀반사형 시트(retro-reflective sheeting), 문자숫자식 판, 및 노면 표시와 같은 반사 장치에 유용할 수 있다. 입자 및 섬유의 실시양태는, 예를 들어 열적 단열, 충전제, 또는 복합재의 강화 재료(예를 들어, 세라믹, 금속 또는 고분자 매트릭스 복합재)로서 유용하다. 박막 코팅물의 실시양태는, 예를 들어 마모와 연관된 응용분야에서의 보호 코팅물로서, 또한 열 관리를 위해 유용할 수 있다. 본 발명에 따른 물품의 예에는 주방기구(예를 들어, 접시), 치과용 브래킷, 및 강화 재료(예를 들어, 입자 및 섬유), 절단 도구 인서트, 연마재 재료, 및 기체 엔진의 구조 성분(예를 들어, 밸브 및 베어링)이 포함된다. 다른 물품의 예시적 실시양태에는 몸체 또는 기타 기재의 외표면에 세라믹 보호 코팅물을 갖는 것들이 포함된다. 본 발명에 따른 특정 세라믹 입자는 연마 입자로서 특히 유용할 수 있다. 연마 입자는 연마재 물품에 혼입되거나, 느슨한 형태로 사용될 수 있다.

연마 입자는 전형적으로 사용 전에 주어진 입자 크기 분포로 분류된다. 그러한 분포는 전형적으로 거친 입자로부터 미세 입자까지의 입자 크기의 범위를 가진다. 연마재 분야에서 이 범위는 대대로 "조제(crude)", "제어" 및 "미세" 분획으로 불린다. 연마재 산업계에서 허용된 등급 규격에 따라 분류된 연마 입자는 수치 한계 내에서 각각의 공칭 등급에 대한 입자 크기 분포를 명시한다. 그러한 산업계에서 허용된 등급 규격(즉, 명시된 공칭 등급)에는 미국 국립 표준 연구소(ANSI) 규격, 유럽 연마재 제품 제조업자 연방(FEPA) 규격, 및 일본 공업 규격(JIS)으로 알려진 것들이 포함된다. 한 측면으로는, 본 발명은 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 연마 입자로서, 복수개의 연마 입자 중 적어도 일부가 본 발명에 따른 연마 입자인 복수개의 연마 입자를 제공한다. 일부 실시양태에서는, 복수개의 연마 입자의 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95 중량% 이상, 또는 심지어는 100 중량%가 복수개의 연마 입자의 총 중량을 기준으로 하여 본 발명에 따른 연마 입자이다.

또 다른 측면에서는, 본 발명은 본 발명에 따른 유리-세라믹을 포함하는 연마 입자(유리-세라믹 연마 입자를 포함)를 제공한다. 본 발명은 또한 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 연마 입자로서, 복수개의 연마 입자 중 적어도 일부가 본 발명에 따른 연마 입자인 복수개의 연마 입자를 제공한다. 또 다른 측면으로는, 본 발명은 결합제 및 복수개의 연마 입자를 포함하는 연마재 물품(예를 들어, 접착 연마재(bonded abrasive) 물품, 부직 연마재 물품, 또는 코팅된 연마재 물품)으로서, 연마 입자 중 적어도 일부가 본 발명에 따른 연마 입자인 연마재 물품을 제공한다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 연마 입자를 제조하는 방법을 제공한다. 연마 입자를 제조하는 또 다른 예시적인 방법에서는, 방법이 본 발명에 따른 유리 입자를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고 본 발명에 따른 유리-세라믹 및 연마 입자를 제공하는 단계를 포함한다. 일부 실시양태에서는, 방법이 본 발명에 따른 연마 입자를 분류(grading)하여, 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 연마 입자를 제공하는 단계를 추가로 포함한다. 일부 실시양태에서는, 열 처리될 유리 입자가 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 입자로서 제공되며, 입자의 적어도 일부가 복수개의 유리 입자이다.

연마 입자를 제조하는 또 다른 예시적인 방법에서는, 방법이 본 발명에 따른 유리를 포함하는 입자를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고 본 발명에 따른 유리-세라믹 및 연마 입자를 제공하는 단계를 포함한다. 일부 실시양태에서는, 방법이 본 발명에 따른 연마 입자를 분류하여, 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 연마 입자를 제공하는 단계를 추가로 포함한다. 일부 실시양태에서는, 열 처리될 유리를 포함하는 입자가 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 입자로서 제공되며, 입자의 적어도 일부가 복수개의 유리를 포함하는 입자이다.

연마 입자를 제조하는 또 다른 예시적인 방법에서는, 방법이 본 발명에 따른 유리를 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고 유리-세라믹을 제공하는 단계, 및 유리-세라믹을 분쇄하여 본 발명에 따른 연마 입자를 제공하는 단계를 포함한다. 일부 실시양태에서는, 방법이 본 발명에 따른 연마 입자를 분류하여, 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 연마 입자를 제공하는 단계를 추가로 포함한다.

연마 입자를 제조하는 또 다른 예시적인 방법에서는, 방법이 본 발명에 따른 유리를 포함하는 세라믹을 열 처리하여 유리의 적어도 일부를 결정성 세라믹으로 전환시키고 유리-세라믹을 제공하는 단계, 및 유리-세라믹을 분쇄하여 본 발명에 따른 연마 입자를 제공하는 단계를 포함한다. 일부 실시양태에서는, 방법이 본 발명에 따른 연마 입자를 분류하여, 명시된 공칭 등급을 갖는 복수개의 연마 입자를 제공하는 단계를 추가로 포함한다.

본 발명에 따른 연마재 물품은 결합제 및 복수개의 연마 입자를 포함하는데, 여기에서 연마 입자 중 적어도 일부는 본 발명에 따른 연마 입자이다. 예시적인 연마재 제품에는 코팅된 연마재 물품, 접착 연마재 물품(예를 들어, 바퀴), 부직 연마재 물품, 및 연마 브러쉬가 포함된다. 코팅된 연마재 물품은 전형적으로 제1 및 제2의 반대되는 주요 표면을 갖는 지지체(backing)를 포함하며, 여기에서 결합제 및 복수개의 연마 입자는 제1 주요 표면의 적어도 일부 상에 연마재 층을 형성한다.

일부 실시양태에서는, 연마재 물품 중 연마 입자의 중량의 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95 중량% 이상, 또는 심지어는 100 중량%가 연마재 물품 중 연마 입자의 총 중량을 기준으로 하여 본 발명에 따른 연마 입자이다.

본 발명은 또한 표면을 연마하는 방법으로서,

본 발명에 따른 연마 입자를 시험편의 표면과 접촉시키는 단계; 및

본 발명에 따른 연마 입자 또는 접촉된 표면 중 하나 이상을 이동시켜, 표면의 적어도 일부를 본 발명에 따른 연마 입자 중 하나 이상으로 연마하는 단계를 포함하는 방법을 제공한다.

### 발명의 상세한 설명

본 발명은 질소를 함유하는 유리 및 유리-세라믹, 및 그것의 제조 방법에 관한 것이다. 유리는 필요한 원료 및 가공 기법을 선택하여 제조된다.

(이론적 산화물 기준의)  $Al_2O_3$ 의, 상업적 공급원을 포함한 공급원에는 보크사이트(bauxite)(천연 보크사이트 및 합성으로 제조된 보크사이트 모두를 포함), 소성 보크사이트, 수화 알루미늄(예를 들어, 베마이트(boehmite) 및 깁사이트(gibbsite)), 알루미늄, 베이어 공정 알루미늄(Bayer process alumina), 알루미늄 광석, 감마 알루미늄, 알파 알루미늄, 알루미늄 염, 질산알루미늄, 및 이들의 조합이 포함된다.  $Al_2O_3$  공급원은  $Al_2O_3$ 를 함유하거나, 단지 제공할 수 있다.  $Al_2O_3$  공급원은  $Al_2O_3$ 뿐만 아니라  $Al_2O_3$  이외의 하나 이상의 금속 산화물(복합  $Al_2O_3$  · 금속 산화물로 이루어지거나 함유하는 물질 포함(예를 들어,  $Dy_3Al_5O_{12}$ ,  $Y_3Al_5O_{12}$ ,  $CeAl_{11}O_{18}$  등))을 함유하거나 제공할 수 있다.

금속 질화물의 시판되는 공급원(예를 들어, AlN)에는 분말, 금속 산질화물(예를 들어, 산질화알루미늄)(예를 들어, AlON) 분말, 및 예를 들어 금속(예를 들어, 알루미늄) 질화물 및/또는 Al 이외의 하나 이상의 기타 금속 중 하나 이상으로 구성된 광석이 포함된다. 질소를 함유하는 기타 물질(예를 들어, 질소 가스(예를 들어, 질소 가스는 용융물 내로 주입될 수 있음))도 또한 원료로서 사용될 수 있다.

희토류 산화물의, 상업적 공급원을 포함한 공급원에는 희토류 산화물 분말, 희토류 금속, 희토류 함유 광석(예를 들어, 바스트나사이트(bastnasite) 및 모나자이트(monazite)), 희토류 염, 희토류 질산염, 및 희토류 탄산염이 포함된다. 희토류 산화물(들)의 공급원은 희토류 산화물(들)을 함유하거나, 단지 제공할 수 있다. 희토류 산화물(들)의 공급원은 희토류 산화물(들)뿐만 아니라, 희토류 산화물(들) 이외의 하나 이상의 금속 산화물(복합 희토류 산화물기타 금속 산화물로 이루어지거나 함유하는 물질 포함(예를 들어,  $Dy_3Al_5O_{12}$ ,  $CeAl_{11}O_{18}$  등))을 함유하거나 제공할 수 있다.

(이론적 산화물 기준의)  $Y_2O_3$ 의, 상업적 공급원을 포함하는 공급원에는 산화이트륨 분말, 이트륨, 이트륨-함유 광석, 및 이트륨 염(예를 들어, 이트륨 탄산염, 질산염, 염화물, 수산화물, 및 이들의 조합)이 포함된다.  $Y_2O_3$  공급원은  $Y_2O_3$ 를 함유하거나, 단지 제공할 수 있다.  $Y_2O_3$  공급원은  $Y_2O_3$ 뿐만 아니라  $Y_2O_3$  이외의 하나 이상의 금속 산화물(복합  $Y_2O_3$  금속 산화물로 이루어지거나 함유하는 물질 포함(예를 들어,  $Y_3Al_5O_{12}$ ))을 함유하거나 제공할 수 있다.

기타 유용한 금속 산화물에는 또한 이론적 산화물 기준으로 BaO, CaO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CoO, CuO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, GeO<sub>2</sub>, HfO<sub>2</sub>, Li<sub>2</sub>O, MgO, MnO, NiO, Na<sub>2</sub>O, Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SrO, TiO<sub>2</sub>, ZnO, ZrO<sub>2</sub> 및 이들의 조합이 포함된다. 상업적 공급원을 포함한 공급원에는 산화물 자체, 금속 분말, 복합 산화물, 광석, 탄산염, 아세트산염, 질산염, 염화물, 수산화물 등이 포함된다. 이러한 금속 산화물은 수득되는 세라믹의 물리적 성질을 개질하고/하거나 가공을 개선시키기 위해 첨가된다. 이러한 금속 산화물은 예를 들어 목적하는 성질에 따라 전형적으로 0 내지 50 중량% 내의 임의의 중량%, 일부 실시양태에서는 0 내지 25 중량%, 또는 심지어는 0 내지 50 중량%의 세라믹 재료로 첨가된다.

ZrO<sub>2</sub> 및 HfO<sub>2</sub>를 포함하는 실시양태에 대해서는, ZrO<sub>2</sub>:HfO<sub>2</sub>의 중량비가 1:0(즉, 모두 ZrO<sub>2</sub>이고; HfO<sub>2</sub>는 없음) 내지 0:1의 범위일 수 있을 뿐만 아니라, 예를 들어 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 (중량)부 이상의 ZrO<sub>2</sub> 및 상응하는 양의 HfO<sub>2</sub>(예를 들어, 약 99 (중량)부 이상의 ZrO<sub>2</sub> 및 약 1 부 이하의 HfO<sub>2</sub>), 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 부의 HfO<sub>2</sub> 및 상응하는 양의 ZrO<sub>2</sub> 일 수 있다.

(이론적 산화물 기준으로) ZrO<sub>2</sub>의, 상업적 공급원을 포함한 공급원에는 산화지르코늄 분말, 지르콘 사(zircon sand), 지르코늄, 지르코늄-함유 광석, 및 지르코늄 염(예를 들어, 지르코늄 탄산염, 아세트산염, 질산염, 염화물, 수산화물, 및 이들의 조합)이 포함된다. 부가적으로, 또는 대안적으로는, ZrO<sub>2</sub> 공급원은 ZrO<sub>2</sub>뿐만 아니라 하프니아와 같은 다른 금속 산화물을 함유하거나 제공할 수 있다. (이론적 산화물 기준으로) HfO<sub>2</sub>의, 상업적 공급원을 포함한 공급원에는 산화하프늄 분말, 하프늄, 하프늄-함유 광석, 및 하프늄 염이 포함된다. 부가적으로, 또는 대안적으로, HfO<sub>2</sub> 공급원은 HfO<sub>2</sub>뿐만 아니라 ZrO<sub>2</sub>와 같은 다른 금속 산화물을 함유하거나 제공할 수 있다.

일부 실시양태에서는, 금속 산화물 공급원의 적어도 일부(일부 실시양태에서는, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95 중량%, 또는 심지어는 100 중량%)가, 용융물에 음수의 산화물 형성 엔탈피를 갖는 하나 이상의 금속 M(예를 들어, Al, Ca, Cu, Cr, Fe, Li, Mg, Ni, Ag, Ti, Zr 및 이들의 조합), 또는 그의 합금을 포함하는 입상의 금속성 물질을 첨가하거나, 또는 기타 원료와 함함으로써, 수득되는 것이 유리할 수 있다. 이론에 국한되는 것을 원치 않지만, 금속의 산화와 연관된 발열성 반응에서 나오는 열은 균질한 용융물 및 수득되는 유리의 형성에 유익한 것으로 추정된다. 예를 들어, 원료 내에서 산화 반응에 의해 생성되는 부가적 열은 불충분한 열 전달을 제거하거나, 최소화시키거나, 적어도 감소시켜서, 특히 x, y, 및 z 치수가 50 초과 (100 초과, 또는 심지어는 150 초과) 마이크로미터인 유리 입자를 형성시킬 때, 용융물의 형성 및 균질성을 촉진시키는 것으로 추정된다. 또한, 부가적 열의 이용가능성은 다양한 화학 반응 및 물리적 공정(예를 들어, 조밀화(densification), 및 구상화(spherodization))이 완성되도록 추진하는 것을 보조하는 것으로 추정된다. 또한, 일부 실시양태에서는, 산화 반응에 의해 생성된 부가적 열의 존재가 실제로 용융물의 형성을 가능하게 하는 것으로 추정되는데, 부가적 열이 존재하지 않았더라면 재료의 높은 용융점으로 인해 용융물의 형성이 곤란하거나 실용적이지 않다. 또한, 산화 반응에 의해 생성되는 부가적 열의 존재는 유리의 형성을 가능하게 하는데, 부가적 열이 존재하지 않았더라면 소망하는 크기 범위로 제조되지 않을 수도 있다. 본 발명의 또 다른 장점은, 유리의 형성에 있어서 용융, 조밀화 및 구상화와 같은 다수의 화학적 및 물리적 공정이 단시간 내에 달성될 수 있어서, 매우 높은 급냉 속도(quench rate)가 달성될 수 있다는 점이 포함된다. 부가적인 세부사항에 대해서는, 공동 계류 중인 출원으로서 2002년 8월 2일에 출원된 미국 특허 출원 일련 제10/211,639호를 참조한다.

일부 실시양태에서는, 예를 들어 원료가 독립적으로 공급되어 용융 혼합물을 형성한다. 일부 실시양태에서는, 예를 들어 특정 원료가 함께 혼합되는 반면, 다른 원료들은 독립적으로 용융 혼합물에 첨가된다. 일부 실시양태에서는, 예를 들어, 원료가 용융 전에 함께 합해지거나 혼합된다. 원료는, 예를 들어 실질적으로 균질한 혼합물을 형성하기에 적당한 임의의 공지된 방식으로 합해될 수 있다. 이러한 배합 기법에는 볼 밀링(ball milling), 혼합, 텀블링 등이 포함된다. 볼 밀링에서의 밀링(milling) 매체는 금속 볼, 세라믹 볼 등일 수 있다. 세라믹 밀링 매체는, 예를 들어 알루미늄, 지르코니아, 실리카, 마그네시아 등일 수 있다. 볼 밀링은 건조하게, 수성 환경에서, 또는 용매-기재(예를 들어, 이소프로필 알코올) 환경에서 일어날 수 있다. 원료 배치(batch)가 금속 분말을 함유하는 경우에는, 일반적으로 밀링하는 동안에 용매를 사용하는 것이 요망된다. 이 용매는 적당한 기화점 및 원료 분산 능력을 갖는 임의의 적당한 물질일 수 있다. 밀링 시간은 수분 내지 수일, 일반적으로 수시간 내지 24 시간일 수 있다. 습윤 또는 용매 기재 밀링 시스템에서는, 액체 매질이 전형적으로 건조에 의해 제거되어, 수득되는 혼합물이 전형적으로 균질하고 실질적으로 물 및/또는 용매가 결여된다. 용매 기재 밀링 시스템이 사용되는 경우에는, 용매를 재활용하도록 건조 중에 용매 회수 시스템이 이용될 수 있다. 건조 후에는, 수득되는 혼합물은 "건조 케이크"의 형태일 수 있다. 이 케이크와 같은 혼합물은 이어서 용융 전에 소망하는 입자 크기로 붕괴되거나 분쇄될 수 있

다. 대안적으로는, 예를 들어 분무 건조 기법이 사용될 수 있다. 후자는 전형적으로 소망하는 혼합물의 구형 입자를 제공한다. 전구체 물질 또한 침전 및 졸-겔을 포함하는 습윤 화학적 방법에 의해 제조될 수 있다. 그러한 방법은 매우 높은 수준의 균질성이 요망되는 경우에 유익할 것이다.

입상 원료는 전형적으로 균질한 용융물의 형성이 신속하게 이루어질 수 있게 하는 입자 크기를 갖도록 선택된다. 전형적으로, 비교적 작은 평균 입자 크기 및 좁은 분포를 갖는 원료가 본 목적을 위해 사용된다. 일부 방법(예를 들어, 화염 형성 및 플라즈마 분무)에서는, 특히 바람직한 입상 원료는 평균 입자 크기가 약 5 nm 내지 약 50 마이크로미터 범위(일부 실시양태에서는, 약 10 nm 내지 약 20 마이크로미터, 또는 심지어는 약 15 nm 내지 약 1 마이크로미터 범위)인 것들이며, 여기에서 90 중량% 이상(일부 실시양태에서는 95 중량%, 또는 심지어는 100 중량%)의 입상물이 원료인 것인데, 이 크기 및 범위 밖의 크기도 유용할 수 있다. 크기가 약 5 nm 미만인 입상물은 취급이 곤란한 경향이 있다(예를 들어, 공급물 입자가 열악한 유동 성질을 갖는 경향이 있으므로, 공급물 입자의 유동 성질이 바람직하지 못한 경향이 있었다). 전형적인 화염 형성 또는 플라즈마 분무 공정에서 약 50 마이크로미터를 초과하는 입자를 사용하면, 균질한 용융물 및 유리, 및/또는 소망하는 조성물을 수득하는 것이 더 어려워지는 경향이 있다.

또한, 일부 경우에는, 예를 들어 입상 물질이 용융물을 형성하기 위해 화염 또는 열 또는 플라즈마 분무 장치로 공급될 때, 입상 원료가 일정 범위의 입자 크기로 제공되는 것이 바람직할 수 있다. 이론에 국한되는 것을 원치 않으나, 이는 공급물 입자의 충전 밀도(packing density) 및 강도를 촉진시키는 것으로 추정된다. 일반적으로, 가장 거친 원료 입자는 소망하는 용융물 또는 유리 입자 크기보다 더 작아야 한다. 또한, 너무 거친 입자는, 예를 들어 화염 형성 또는 플라즈마 분무 단계 중에 공급물 입자의 불충분한 열 및 기계적 스트레스를 갖는 경향이 있다. 그러한 경우에서 최종 결과는 일반적으로 공급물 입자가 더 작은 파편으로 파쇄되거나, 조성상의 균일성이 손실되거나, 소망하는 유리 입자 크기의 수율이 손실되거나, 심지어는 파편들이 일반적으로 열 공급원 외부로의 다각적 방향으로 탄도(trajecory)를 변경하므로 용융이 불완전해지는 것이다.

유리 및 유리를 포함하는 세라믹은, 예를 들어 적당한 금속 산화물 공급원 및 N 공급원(예를 들어, 금속 질화물(예를 들어, AlN), 금속 산질화물(예를 들어, 산질화알루미늄) 등(예를 들어, 다양한 조합의 질화물 및 산질화물이 질소의 공급원으로서 이용될 수 있음); 또한, 금속 산질화물은 N 및 O의 공급원으로서도 이용될 수 있음)을 가열(화염 또는 플라즈마 내의 가열 포함)하여 (및/또는 다르게는 용융물 중에 N을 제공하여(예를 들어, 용융물 내로 질소 가스를 주입), 용융물, 바람직하게는 균질한 용융물을 형성시킨 후, 용융물을 신속히 냉각시켜 유리를 제공함으로써 제조될 수 있다. 유리의 일부 실시양태는, 예를 들어 금속 산화물 공급원을 임의의 적당한 반응로(furnace)(예를 들어, 유도식으로 또는 저항식으로 가열되는 반응로, 가스-발화 반응로, 또는 전기 아크 반응로)에서 용융시킴으로써 제조될 수 있다.

유리는 전형적으로 용융된 물질(즉, 용융물)을 비교적 신속하게 냉각시켜서 수득한다. 유리를 수득하기 위한 급냉 속도(즉, 냉각 시간)는 용융물의 화학 조성, 성분의 유리 형성 능력, 용융물 및 수득되는 유리의 열적 성질, 가공 기법(들), 수득되는 유리의 치수 및 질량, 및 냉각 기법을 포함하는 다양한 요소에 의존한다. 일반적으로, 더 많은 양의  $Al_2O_3$ (즉, 75 중량% 초과  $Al_2O_3$ )를 포함하는 유리를, 특히  $SiO_2$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $P_2O_5$ ,  $GeO_2$ ,  $TeO_2$ ,  $As_2O_3$ , 및  $V_2O_5$ 와 같은 공지된 유리 형성제의 부재 하에서 형성하기 위해서는 비교적 높은 냉각 속도가 필요하다. 마찬가지로, 더 큰 치수로 용융물을 유리로 냉각시키는 것이 더 어려운데, 이는 열을 충분히 빨리 제거하기가 더 어렵기 때문이다.

본 발명의 일부 실시양태에서는, 원료가 입상 형태로 용융 상태로 가열되고, 이어서 유리 입자로 냉각된다. 전형적으로, 입자는 입자 크기가 25 마이크로미터 초과(일부 실시양태에서는, 50, 100, 150, 또는 심지어는 200 마이크로미터 초과)이다.

본 발명의 방법에 따라 유리를 제조함에 있어 달성되는 급냉 속도는  $10^2$ ,  $10^3$ ,  $10^4$ ,  $10^5$ , 또는 심지어는  $10^6$ °C/초 초과(즉, 각각 10초 미만, 1초 미만, 1/10초 미만, 1/100초 미만, 또는 심지어는 1/1000초 미만 안에 용융 상태에서부터 1000°C의 온도 강하)인 것으로 추정된다. 용융물을 냉각시키는 기법에는, 용융물을 냉각 매질(예를 들어, 고속 에어 젯트, 액체(예를 들어, 냉수), 금속판(냉각된 금속판 포함), 금속 롤(냉각된 금속 롤 포함), 금속 볼(냉각된 금속 볼 포함) 등) 내로 유출시키는 것이 포함된다. 당해 분야에 공지된 다른 냉각 기법에는 롤 냉각(roll-chilling)이 포함된다. 롤 냉각은, 예를 들어 금속 산화물 공급원을 전형적으로 용융점보다 20 내지 200°C 보다 높은 온도에서 용융시키고, 고압 하에 고속 회전 롤(들) 상에 용융물을 분무(예를 들어, 공기, 아르곤, 질소 등과 같은 가스를 사용하여)함으로써 용융물을 냉각/급냉시킴으로써 수행될 수 있다. 전형적으로, 롤은 금속으로 만들어지며, 물로 냉각된다. 금속 부크 금형(book mold)도 용융물의 냉각/급냉에 유용할 수 있다.

냉각 속도는 급냉되는 유리의 성질에 영향을 미치는 것으로 추정된다. 예를 들어, 유리의 유리 전이 온도, 밀도 및 기타 성질은 전형적으로 냉각 속도에 따라 변한다.

신속한 냉각은 또한 제어된 분위기 하에서, 예컨대 냉각 중에 소망하는 산화 상태 등을 유지하고/하거나 영향을 주는 환원성, 중성 또는 산화성 환경 하에서 수행될 수 있다. 분위기 또한 과냉된 액체로부터 결정화 동역학에 영향을 줌으로써 유리 형성에 영향을 미칠 수 있다. 예를 들어, 공기 중에서 수행한 것과 대비한, 아르곤 분위기 하에서 결정화 없이  $Al_2O_3$  용융물을 크게 과냉각시킨 것이 보고되었다. 또한, 예를 들어, 본 출원과 동일한 날짜에 출원된, 공동 계류 중인 출원서 미국 특허 출원 일련 제10/901,638호를 참조한다.

한 방법에서는, 본 발명에 따른 유리 및 유리를 포함하는 세라믹이, 예를 들어 미국 특허 제6,254,981호(Castle)에 보고된 바와 같은 화염 용융을 이용하여 제조될 수 있다. 이 방법에서는, 금속 산화물 공급원(들) 및 N 공급원(들)이 버너(예를 들어, 메탄-공기 버너, 아세틸렌-산소 버너, 수소-산소 버너 등)로 직접 공급(예를 들어, 입자, 경우에 따라 "공급물 입자"라고 불리는 형태로)된 후, 예를 들어 물, 냉각유, 공기 등에서 급냉된다. 공급물 입자는, 예를 들어 금속 산화물 공급원 및/또는 N 공급원(들)을 연삭, 응결(예를 들어, 분무 건조), 용융 또는 소결시켜서 형성시킬 수 있다. 화염으로 공급되는 공급물 입자의 크기는 일반적으로 수득되는 유리를 포함하는 입자의 크기를 결정한다.

유리의 일부 실시양태는 또한 다른 기법, 예컨대: 레이저 스피닝 용융과 자유낙하 냉각, 테일러(Taylor) 와이어 기법, 플라즈마트론 기법, 해머와 앤빌 기법, 원심분리 급냉, 공기층 스플랫 냉각, 단일 롤러 및 이중 롤러 급냉, 롤러-판 급냉, 및 펜던트 드롭 용융 추출(예를 들어, [세라믹의 신속한 고체화(Rapid Solidification of Ceramics), Brockway 등, 금속 및 세라믹 정보 센터, 국방 정보 분석 센터의 한 부서, 오하이오주의 콜럼버스, 1984년 1월] 참조)에 의해 수득될 수 있다. 유리의 일부 실시양태는 또한 다른 기법, 예컨대: 적당한 전구체의 열적(화염 또는 레이저 또는 플라즈마-관련 포함) 열분해, 금속 전구체의 물리적 증기 합성(PVS), 및 기계화학적 가공에 의해 수득될 수도 있다. 용융물의 형성, 용융물의 냉각/급냉, 및/또는 다른 유리 형성에 대한 다른 기법에는 증기상 급냉, 플라즈마 분무, 용융-추출, 및 기체 또는 원심분리 원자화(atomization)가 포함된다. 증기상 급냉은, 예를 들어 스퍼터링에 의해 수행될 수 있는데, 여기에서 금속 합금 또는 금속 산화물 공급원이 스퍼터링 표적(들)으로 형성된다. 표적은 스퍼터링 장치 내 소정 위치에 고정되고, 코팅될 기재(들)는 표적(들)의 마주 보는 위치에 놓여진다. 전형적으로  $10^{-3}$  torr의 산소 기체 및 Ar 기체의 전형적인 압력에서, 표적(들)과 기재(들) 사이에서 방전이 발생되고, Ar 또는 산소 이온이 표적과 충돌하여 반응 스퍼터링을 일으킴으로써, 기재 상에 조성물의 필름을 증착시킨다. 플라즈마 분무에 관한 부가적 세부사항에 대해서는, 예를 들어 공동계류 중인 출원인 2003년 8월 2일에 출원된 미국 특허 출원 일련 제10/211,640호를 참조한다.

기체 원자화는 공급물 입자를 가열하여 이들을 용융물로 전환시키는 것을 포함한다. 그러한 용융물의 얇은 흐름이 분열적인 에어 젯트와의 접촉을 통해 원자화된다(즉, 흐름이 미세 액적으로 세분화됨). 이어서, 수득되는, 실질적으로 불연속적이고, 일반적으로 타원체인 유리 입자(예를 들어, 비드)가 회수된다. 비드 크기의 예에는 약 5 마이크로미터 내지 약 3 mm 범위의 직경을 갖는 것들이 포함된다. 용융-추출은, 예를 들어 미국 특허 제5,605,870호(Strom-Olsen 등)에서 보고된 바와 같이 수행될 수 있다. 예를 들어, 미국 특허 제6,482,758호(Weber)에서 보고된 바와 같이 레이저 빔 가열을 이용하는 무용기(container-less) 유리 형성 기법도 또한 본 발명에 따른 유리를 제조하는데 유용할 수 있다.

예시적인 분말 공급기 장치가 도 1 내지 6에 도시되어 있다. 분말 공급기 어셈블리(1000)는 분말(1110)을 수납하고 화염-용융 장치(1500)로 전달한다. 화염-용융 장치(1500)는 분말(1110)을 용융시키고 또 다른 물질(들), 예컨대 분원에 개시된 것들로 변환시키기 위해 수용하는 분말 수용 구역(1510)을 포함한다. 분말(1110)은 분말 공급기 어셈블리(1000)의 방출구(1130)를 통해 분말 수용 구역(1510)으로 전달된다. 연결관(1900)이 방출구(1130)와 분말 수용 구역(1510) 사이에 위치한다. 또한 깔때기(1300)가 분말(1110) 흐름을 수용하고 방출구(1130)를 떠난 후에 그 방향을 안내하기 위해 방출구(1130) 근처에 위치한다.

분말 공급기 어셈블리(1000)는 분말(1110)을 수납하기 위한 호퍼(1100)를 포함한다. 전형적으로, 호퍼(1100)는 원통형 벽으로 한정되는 몸체(1120)를 포함하나, 다른 몸체 형상도 가능하다. 또한, 호퍼(1100)는 일체형 조각 또는 복수개의 조각으로 제작될 수 있다. 도시된 예시적 실시양태에서 호퍼(1100)는 또한 커버 구역(1200)을 포함한다. 커버 구역(1200)은 분말(1110)을 호퍼(1100)로 공급하기 위한 개구(1710)를 포함한다. 임의의 상업적으로 입수가능한 전달 수단, 예컨대 스크루 공급기, 진동 공급기, 또는 브러쉬 공급기가 호퍼(1100)에 분말(1110)을 채우기 위해 사용될 수 있다. 커버 구역(1200)은 또한 (도 6에 도시된 바와 같이)축(shaft) 수용 개구(1422)를 갖는 구역을 포함할 수도 있다.

브러쉬 어셈블리(1400)가 호퍼(1100) 몸체(1120) 내에 배치된다. 브러쉬 어셈블리(1400)는 브러쉬 어셈블리(1400)을 회전시키기 위한 수단, 예컨대 모터(1800)에 연결된다. 모터(1800)는 또한 모터(1800)의 속도를 조절하기 위한 수단, 예컨대 모터 속도 제어기(1850)에 연결될 수 있다. 사용된 브러쉬 어셈블리는 미국 일리노이주 시카고 소재의 맥마스터-카(McMaster-Carr)사에서 입수가 가능한 나일론 스트립 브러쉬(전체 높이 1 인치(2.5 cm), 강모 길이 5/16 인치(0.8 cm), 및 직경 0.02 인치(5 밀리미터)), 파트# 7415T61이었다. 브러쉬 어셈블리는 축에 접합되고, 이는 다시 미국 일리노이주 시카고 소재의 보다인 전기 회사(Bodine Electric Company)에서 입수가 가능한 DC 기어 모터(130 볼트, 비 60:1, 토크 22 Lb-in)에 접합되고 구동되었다. 모터의 속도는 역시 보다인에서 입수가 가능한 타입-FPM 속도 조절가능 PM 모터 제어, 모델 # 818을 사용하여 제어하였다.

브러쉬 어셈블리(1400)는 말초부(1411) 및 기부측 말단(1412)을 갖는 강모 구성요소(1410)를 포함한다. 분말(1110)이 화염-용융 장치(1500)로 전달되기 위해 호퍼(1100) 내에 위치되면, 브러쉬 어셈블리(1400)가 호퍼(1100) 내에서 회전한다. 브러쉬 어셈블리(1400)가 회전하면, 강모 구성요소(들)(1410)가 호퍼(1100) 내 분말(1110)을 스크리닝(screening) 부재(1600)를 통해 몰아낸다. 브러쉬 어셈블리(1400)의 회전 속도를 조정함으로써, 스크리닝 부재(1600)를 통한 분말(1110)의 공급 속도를 제어할 수 있다.

브러쉬 어셈블리(1400)는 스크리닝 부재(1600)와 협동하여 소망하는 성질을 가진 분말(1110)을 방출구(1130)로부터 화염-용융 장치(1500)의 분말 수용 구역(1510)으로 전달한다. 강모(1410)의 말초부 말단(1411)은 스크리닝 부재(1600)와 인접하게 위치한다. 강모(1410)의 말초부 말단(1411)과 스크리닝 부재(1600) 사이에 작은 간극이 사용될 수 있으나, 이 간극은 분말의 입자 크기와 동일한 정도의 크기로 유지하는 것이 전형적이다. 그러나 당업자는 취급되는 분말의 특정 물성에 따라 간극이 훨씬 더 클 수도 있다는 점을 이해할 것이다. 또한 강모(1410)의 말초부 말단(1411)은 스크리닝 부재(1600)와 같은 높이로 위치하거나, 스크리닝 부재(1600) 내 메쉬 개구(1610) 쪽으로 튀어나와 개구를 통과해 돌출하도록 위치할 수도 있다. 강모(1410)가 개구(1610)를 통과해 튀어나오게 하기 위해서는, 강모(1410)의 적어도 일부가 직경이 메쉬 크기보다 더 작아야 할 필요가 있다. 강모 구성요소(1410)는 상이한 직경 및 길이를 갖는 강모의 조합을 포함할 수 있으며, 임의의 특정 조합은 소망하는 작동 조건에 의존할 것이다.

강모(1400) 말단(1411)을 개구(1610) 내로 통과시켜 돌출되도록 하면, 임의의 입자가 개구(1610)를 가로질러 다리를 형성하는 것을 강모(1410)가 파괴할 수 있다. 또한 강모(1410)는 분말 공급에 전형적으로 일어날 수 있는 다른 유형의 차단물을 파괴하게도 될 것이다. 강모 구성요소(1410)는 일체형 조각일 수도 있거나, 또는 복수개의 강모 단편으로부터 형성될 수도 있다. 또한, 강모 구성요소가 메쉬 개구 내로 및/또는 통과하여 돌출할 것이 요망되면, 선택된 강모(1410) 크기는 가장 작은 메쉬 개구(1610)보다 더 작아야 할 필요가 있다.

도 3을 참조하면, 도시된 예시적 실시양태에서는, 호퍼(1100)가 원통형 몸체(1120)를 한정하는 벽을 포함할 수 있다. 이러한 형상은 방출구(1130)로부터의 분말의 유속이 더 잘 제어되게 하는 대칭을 편리하게 제공한다. 또한 원통형 형상은 회전하는 브러쉬 어셈블리(1400)와 함께 사용하기에 잘 맞는데, 그 강모 구성요소(1410)가 벽 쪽으로 돌출하여 스크리닝 부재 상에 분말이 축적될 수 있는 면적을 거의 남기지 않거나 전혀 남기지 않기 때문이다. 그러나 특정 사용 조건이 지배하는 경우에는 다른 기하형태도 가능하다.

호퍼(1100)는 또한 커버 구역(1200)을 포함한다. 커버 구역(1200)은 호퍼 공급기 어셈블리(1700)로부터 분말(1110)을 수용하기 위한 개구(1710)를 가진다. 커버 구역(1200)은 몸체(1120)와 협동하여 분말 체임버(1160)를 형성한다. 커버(1200) 상의 개구(1710)는 또한, 질소, 아르곤 또는 헬륨과 같은, 분위기를 중화시키거나 분말 또는 입자를 화염-용융 장치로 전달하는데 보조하기 위한 가스가 호퍼(1100) 상의 가스 유입관(1150)으로 유입될 수 있도록, 생략되거나 밀봉될 수도 있다. 가스는 또한 시스템 내에서 분말 또는 입자를 둘러싸는 분위기를 조절하는 데에도 사용될 수 있다. 또한, 가스 유입관(1910)은 방출구(1130) 뒤에, 예를 들어 연결관(1900) 상에 위치할 수 있다.

분말 공급기 어셈블리(1000) 전체는 분말 이송을 추가 보조하도록 진동될 수 있다. 경우에 따라 스크리닝 부재는 분말 공급기 어셈블리(1000)를 통한 분말 이송을 보조하도록 진동될 수도 있다. 당업자는 다른 가능한 진동 수단이 사용될 수 있고, 특정 사용 조건에 따라 입수가 가능한 상업적 진동 시스템 및 장치가 많이 있음을 인식할 것이다.

도 6을 참조하면, 호퍼(1100)는 커버(1200) 및 몸체(1120)를 포함하는 경우, 제거가능한 커버(1200)가 스크리닝 부재(1600)의 세정 또는 교체를 위해 분말 체임버(1160)로 접근을 쉽게 할 것이다. 또한, 브러쉬 어셈블리(1400)는 강모 구성요소(1410)와 스크리닝 부재(1600) 사이의 소망하는 맞물림을 형성하도록 위치될 수도 있다. 브러쉬 어셈블리(1400)가 회전하는 축(1420)에 부착되어 있으면, 축(1420)은 커버(1200) 내 개구(1422) 밖으로 돌출하여, 예를 들어 모터(1800)에

의해 구동될 수 있다. 브러쉬 어셈블리(1400)의 속도는 속도 제어기(1850)와 같은 수단에 의해 제어될 수 있다. 이 예시적 분말 공급 장치에 관한 추가적 세부사항은 공동계류 중인 출원으로서 2003년 12월 18일에 출원된 미국 특허 출원 일련 제 10/739,233호에서 찾아볼 수 있다.

전형적으로, 본 발명에 따른 유리 및 유리-세라믹은 각각 서로에 대해 수직인 x, y 및 z 치수를 가지며, 이 때 x, y 및 z 치수는 각각 10 마이크로미터 이상이다. 일부 실시양태에서는, x, y 및 z 치수가 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, 5 mm 이상, 또는 합체된 경우 심지어는 10 mm 이상이다. 재료의 x, y 및 z 치수는 치수의 크기에 따라 욕안으로 또는 현미경을 사용하여 결정된다. 보고되는 z 치수는, 예를 들어 구형의 직경, 코팅물의 두께, 또는 각주 형상의 가장 좁은 치수이다.

특정 금속 산화물의 첨가는 본 발명에 따른 세라믹의 성질 및/또는 결정성 구조 또는 미세구조뿐만 아니라, 세라믹 제조에 있어서의 원료 및 중간체의 가공을 변경시킬 수 있다. 예를 들어, MgO, CaO, Li<sub>2</sub>O, 및 Na<sub>2</sub>O와 같은 산화물 첨가물은 유리의 T<sub>g</sub> 및 T<sub>x</sub>(여기에서 T<sub>x</sub>는 결정화 온도임) 모두를 변경시키는 것으로 관찰되었다. 이론에 얽매이지 않길 바라나, 그러한 첨가물은 유리 형성에 영향을 미치는 것으로 추정된다. 또한, 예를 들어 그러한 산화물 첨가물은 전체 시스템의 용융 온도를 감소시키고(즉, 보다 낮은 용융 공융점 쪽으로 시스템을 유도함), 유리 형성을 용이하게 할 수 있다. 다성분 시스템(4원 등)에서 복합 공융점을 기초로 한 조성물은 더 나은 유리 형성 능력을 가질 수 있다. 액체 용융물의 점도 및 작동 범위 내 유리의 점도도 또한 특정 요구되는 산화물(들) 이외의 금속 산화물의 첨가로 인해 영향을 받을 수 있다.

유리-세라믹을 형성하기 위해 유리 및 유리를 포함하는 세라믹을 결정화시키는 것 또한 물질의 첨가에 의해 영향을 받을 수 있다. 예를 들어, 특정 금속, 금속 산화물(예를 들어, 티탄산염 및 지르콘산염), 및 불화물은 핵형성체로서 작용하여, 유익한 결정의 비균질 핵형성을 초래할 수 있다. 또한, 일부 산화물의 첨가는 준안정 상의 성질을 변화시켜, 재가열 시에 유리로부터 불투명해질 수 있다. 또 다른 측면으로는, 결정성 ZrO<sub>2</sub>를 포함하는 본 발명에 따른 세라믹에 대해서는, ZrO<sub>2</sub>의 사각형/입방체 형태를 안정화시키는 것으로 알려진 금속 산화물(예를 들어, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, CeO<sub>2</sub>, CaO, 및 MgO)을 첨가하는 것이 바람직할 수 있다.

본 발명에 따른 세라믹을 제조하기 위한 금속 산화물 공급원 및 기타 첨가제의 특정 선택에는 전형적으로, 예를 들어 소망하는 조성, 미세구조, 결정화도, 물리적 성질(예를 들어, 경도 또는 인성), 바람직하지 못한 불순물의 존재, 및 세라믹의 제조에 사용되는 특정 공정(장비, 및 용융 및/또는 고체화 전 및/또는 중의 원료의 임의 정제 포함)의 소망하거나 요구되는 성질이 고려된다.

일부 예에서는, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>O, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, SiO<sub>2</sub>, TeO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 금속 산화물을 제한된 양으로 혼입시키는 것이 바람직할 수 있다. 상업적 공급원을 포함하는 공급원에는 산화물 자체, 복합 산화물, 원소(예를 들어, Si) 분말, 광석, 탄산염, 아세트산염, 질산염, 염화물, 수산화물 등이 포함된다. 이러한 금속 산화물은, 예를 들어 수득되는 유리-세라믹의 물리적 성질을 개질하고/하거나 가공을 개선하기 위해 첨가될 수 있다. 이러한 금속 산화물은 사용 시에, 예를 들어 소망하는 성질에 따라, 유리-세라믹의 집합적으로 0 초과 내지 20 중량%(일부 실시양태에서는, 집합적으로 0 초과 내지 5 중량%, 또는 심지어는 집합적으로 0 초과 내지 2 중량%)의 양으로 첨가된다.

유용한 제형물에는 공융점 조성(들)의, 또는 그 부근의 것들(예를 들어, 삼원 공융 조성물)이 포함된다. 본 발명의 개시내용을 읽고 난 후에는, 본원에 개시된 조성물 외에도 4원 및 기타 고도 공융 조성물을 포함하는 상기와 같은 다른 조성물도 당업자에게 자명해질 것이다.

물질의 미세구조 또는 상 조성(유리질/결정성)은 다수의 방식으로 결정될 수 있다. 다양한 정보가, 예를 들어 광학 현미경, 전자 현미경, 시차 열분석(DTA), 및 x-선 회절(XRD)를 사용하여 수득될 수 있다.

광학 현미경을 사용하면, 비정질 물질은 전형적으로 결정 경계와 같은 광산란 중심이 결핍되어 있으므로 현저하게 투명한 반면, 결정성 물질은 결정성 구조를 나타내고 광산란 효과로 인해 불투명하다.

입자(예를 들어, 비드) 등에 대한 비정질(또는 유리) 산출량(yield) 백분율은 -100+ 120 메쉬 크기 분획(즉, 150-마이크로미터 개구 크기 내지 125-마이크로미터 개구 크기의 체로 수집된 분획)을 사용하여 계산될 수 있다. 측정은 하기 방식으로 수행된다. 단일층의 입자, 비드 등을 유리 슬라이드 상에 펼쳐 놓는다. 입자, 비드 등을 광학 현미경을 사용하여 관찰한다. 광학 현미경 집안렌즈의 십자선을 기준으로 사용하여, 직선을 따라 놓여진 입자, 비드 등을, 광학 투명도에 따라 비정질 또



는 결정성으로 계수한다(즉, 투명하면 비정질임). 전형적으로 총 500개의 입자, 비드 등을 계수하나, 더 적은 수의 입자, 비드 등을 사용할 수도 있으며, 비정질 산출량 백분율은 비정질 입자, 비드 등의 양을 계수된 총 입자, 비드 등으로 나누어서 구한다. 본 발명에 따른 방법의 실시양태는 비정질(또는 유리) 산출량 백분율이 50, 60, 70, 75, 80, 85, 90, 95% 이상, 또는 심지어는 100% 이다.

모든 입자가 비정질(또는 유리)인 것이 소망되고, 수득되는 산출량이 100% 미만이면, 비정질(또는 유리) 입자는 비-비정질(또는 비-유리) 입자로부터 분리될 수 있다. 그러한 분리는, 예를 들어 밀도 또는 광학 투명도를 기초로 한 분리를 포함하는 임의의 통상적 기법에 의해 수행될 수 있다.

DTA를 사용하면, 물질의 상응하는 DTA 형적(trace)이 발열성 결정화 이벤트( $T_x$ )를 포함하는 경우, 물질은 비정질로 분류된다. 동일한 형적이 또한  $T_x$  보다 낮은 온도에서 흡열성 이벤트( $T_g$ )를 포함하면, 이는 유리상으로 이루어졌다고 간주된다. 물질의 DTA 형적이 그러한 이벤트를 포함하지 않으면, 이는 결정상을 포함하는 것으로 간주된다.

시차 열분석(DTA)은 하기의 방법을 사용하여 수행될 수 있다. DTA 실행은 (독일 쉘브 소재의 넷쉬 인스트루먼트즈(Netzsch Instruments)사에서 상표명 "넷쉬 STA 409 DTA/TGA"로 수득되는 것과 같은 장비를 사용하여) -140+ 170 메쉬 크기 분획(즉, 105-마이크로미터 개구 크기 내지 90-마이크로미터 개구 크기의 체로 수집된 분획)을 사용하여 이루어진다. 일정량(전형적으로 약 400 밀리그램(mg))의 각 스크린된 샘플을 100-마이크로리터  $Al_2O_3$  샘플 받침대에 놓는다. 각 샘플을 정적 공기 중에서 실온(약 25°C)으로부터 1100°C까지 10°C/분의 속도로 가열한다.

분말 x-선 회절 XRD를 사용하여 (미국 뉴저지주 마와 소재의 필립스(Phillips)사에서 상표명 "필립스(PHILLIPS) XRG 3100" 하에 수득된 것과 같은 x-선 회절계, 및 1.54050 옴스트롬의 구리 K  $\alpha_1$  방사선을 사용하여), 결정화된 물질의 XRD 형적 내에 존재하는 피크를, 국제 회절 데이터 센터(International Center for Diffraction Data)에서 발행한 JCPDS(Joint Committee on Powder Diffraction Standards; 분말 회절 표준 공동 위원회) 데이터베이스에 제공되는 결정상의 XRD 패턴과 비교함으로써, 물질 내에 존재하는 상을 결정할 수 있다. 또한, XRD는 상의 유형을 결정하기 위해 정성적으로 사용될 수 있다. 넓고 확산된 강도의 피크의 존재는 물질의 비정질 성질을 나타내는 것으로 본다. 넓은 피크 및 잘 정의된 피크 모두가 존재하는 것은 유리 매트릭스 내에 결정성 물질의 존재를 나타내는 것으로 본다.

초기에 형성된 유리 또는 세라믹(결정화 이전의 유리 포함)은 소망하는 것보다 크기가 더 클 수 있다. 유리가 소망하는 기하학적 형상 및/또는 크기이면, 크기 축소는 전형적으로 필요하지 않다. 유리 또는 세라믹은 분쇄, 및/또는 롤 분쇄, 죠 크러싱(jaw crushing), 해머 밀링, 볼 밀링, 펠트 밀링, 충격 분쇄 등을 포함하는 당해 분야에 공지된 분쇄 및/또는 세분화 기법을 사용하여 더 작은 조각으로 전환될 수 있다. 일부 예에서는, 2개 또는 복수개의 분쇄 단계를 갖는 것이 바람직하다. 예를 들어, 세라믹은 형성 (고체화)된 후, 소망하는 것보다 더 큰 형태일 수 있다. 제1 분쇄 단계는 이러한 비교적 큰 덩어리 또는 "청크(chunk)"를 분쇄하여 더 작은 조각을 형성시키는 것을 포함할 수 있다. 이러한 청크의 분쇄는 해머 밀, 충격 분쇄기 또는 죠 크러셔로써 달성될 수 있다. 이러한 더 작은 조각들은 이어서 분쇄되어, 소망하는 입자 크기 분포를 생성할 수 있다. 소망하는 입자 크기 분포(경우에 따라 그릿(grit) 크기 또는 등급으로 칭해짐)을 생성하기 위해서는, 복수개의 분쇄 단계를 수행하는 것이 필요하다. 일반적으로 분쇄 조건은 소망하는 입자 형상(들) 및 입자 크기 분포를 달성하도록 최적화된다. 수득되는, 소망하는 크기를 갖지 않는 입자는 너무 큰 경우에는 재분쇄되거나, 너무 작은 경우에는 "재활용"되어 재용융을 위한 원료로서 사용될 수 있다.

입자의 형상은, 예를 들어 세라믹의 조성 및/또는 미세구조, 세라믹이 냉각된 기하형태, 및 세라믹이 분쇄된 방식(즉, 사용된 분쇄 기법)에 의존할 수 있다. 일반적으로, "블록과 같은" 형상이 바람직한 경우에는, 이 형상을 얻기 위해 더 많은 에너지가 이용될 수 있다. 반대로, "첨예한" 형상이 선호되는 경우에는, 이 형상을 얻기 위해 더 적은 에너지가 이용될 수 있다. 또한 상이한 소망하는 형상을 얻기 위해 분쇄 기법이 변경될 수 있다. 일부 입자에서는 1:1 내지 5:1 범위의 평균 종횡비(aspect ratio)가 전형적으로 요망되고, 일부 실시양태에서는, 1.25:1 내지 3:1, 또는 심지어는 1.5:1 내지 2.5:1이 요망된다.

예를 들어 물품을 직접 소망하는 형상으로 형성시키는 것도 본 발명의 범주 내에 속한다. 예를 들어, 소망하는 물품은 용융물을 금형 내로 붓거나 성형함으로써 형성 (성형 포함)될 수 있다. 또한, 예를 들어 공동계류중인 출원서로서 2003년 2월 5일에 출원된 미국 특허 출원 일련 제10/358,772호에 기술된 성형 기법을 참조한다.

본 발명에 따른 세라믹의 실시양태는 치수에 제한 없이 수득될 수 있다. 이는 유리 전이 온도 초과 온도에서 수행되는 합체 단계를 통해 가능한 것으로 밝혀졌다. 이 합체 단계는 본질적으로 둘 이상의 더 작은 입자로부터 하나의 더 큰 크기의



물체를 형성한다. 예를 들어, 본 발명에 따른 유리는 상당한 결정화가 일어나기( $T_x$ ) 전에 유리 전이( $T_g$ )를 거치는데, 이는 발열( $T_x$ )보다 더 낮은 온도에서 흡열( $T_g$ )이 존재함에 의해 입증된다. 예를 들어, 세라믹(결정화 이전의 유리 포함)은 또한, 예를 들어 유리를 포함하는 입자, 및/또는 섬유 등을  $T_g$  초과로 가열하여, 입자 등이 합체하여 형상을 형성하도록 함으로써 제공될 수 있다. 합체에 사용되는 온도 및 압력은, 예를 들어 유리의 조성 및 결과 물질의 소망하는 밀도에 의존할 수 있다. 온도는 유리 전이 온도보다 커야 한다. 특정 실시양태에서는, 가열이 약 850°C 내지 약 1100°C(일부 실시양태에서는, 900°C 내지 1000°C) 범위의 하나 이상의 온도에서 수행된다. 전형적으로, 유리는 유리의 합체를 보조하기 위해 합체 중에 가압된다(예를 들어, 0 초과 내지 1 GPa 이상). 한 실시양태에서는, 입자 등의 1회 투입량을 금형에 넣고, 유리의 점성 흐름이 비교적 큰 부분으로 합체하게 되는 유리 전이 초과 온도에서 열간 가압(hot-pressing)을 수행한다. 전형적인 합체 기법의 예에는 열간 가압, 열간 등방 가압(hot isostatic pressing), 열간 압출, 열간 단조(hot forging) 등(예를 들어 소결, 플라즈마 보조 소결)이 포함된다. 예를 들어, 유리를 포함하는 입자(예를 들어, 본체에 의해 수득되는 것)(비드 및 미소구체 포함), 섬유 등이 더 큰 입자 크기로 형성될 수 있다. 합체는 또한 소망하는 형태(예를 들어, 기하학적 형상)로 형상화된 물체를 초래할 수 있다. 일부 실시양태에서는, 형상화된 물체가 1:1 초과, 또는 심지어는 2:1 초과의 중형비를 갖는 막대(rod)이다. 일부 실시양태에서는, 수득되는 합체된 물체를 추가적 열 처리 전에 냉각시키는 것이 바람직하다. 열 처리 이후에는, 요망되는 경우 합체된 물체는 더 작은 입자 크기 또는 소망하는 입자 크기 분포로 분쇄될 수 있다.

유리 및/또는 유리-세라믹(예를 들어, 입자)의 합체는 또한 무가압 또는 가압 소결, 단조, 열간 압출 등을 포함하는 다양한 방법에 의해 달성될 수 있다.

일부 실시양태에서는, 유리의 합체는 1.1 atm 초과 압력 하(일부 실시양태에서는, 1.25 atm, 1.5 atm, 2 atm, 5 atm 초과, 또는 심지어는 10 atm 초과 압력 하)에, 동일한 유리를 1.0 atm의 압력 하의 분위기에서 수행되는 가열 중의 압력을 제외하고는 동일한 방식으로 가열했을 때와 비교하여 유리의 조밀화 속도가 증가되기에 충분한 기체성 분위기(예를 들어, 질소)에서 수행될 수 있으며, 이 때 1.1 atm 초과 압력 하(일부 실시양태에서는, 1.25 atm, 1.5 atm, 2 atm, 5 atm 초과, 또는 심지어는 10 atm 초과 압력 하)에서의 기체성 분위기는 교체되는 유리의 적어도 일부의 외표면의 적어도 일부와 직접적으로 접촉한다(예를 들어, 공동계류 중인 출원으로서, 본 출원과 동일한 날짜에 출원된 미국 특허 출원 일련 제10/901,638호 참조). 일부 실시양태에서는, 질소 함유 기체성 분위기가 유리에 대한 질소 공급원으로서 역할을 할 수 있다(즉, 질소를 유리 내로 도입할 수 있음).

일반적으로, 열 처리는 유리-세라믹을 제공하기 위해 유리를 열 처리하기 위해 당해 분야에 공지된 것들을 포함하여 다양한 방식 중 임의의 방식으로 수행될 수 있다. 예를 들어, 열 처리는, 예를 들어 저항적, 유도적 또는 가스 가열 반응로를 사용하여 배치 형태로 수행될 수 있다. 대안적으로는, 예를 들어 열 처리(또는 그 일부)는, 예를 들어 회전식 가마, 유동층 반응로 또는 진자 가마(pendulum kiln)를 사용하여 연속적으로 수행될 수 있다. 회전식 가마 또는 진자 가마의 경우에는, 물질이 전형적으로 상승된 온도에서 작동하는 가마 내로 직접 공급된다. 유동층 반응로의 경우에는, 열 처리될 유리가 전형적으로 기체(예를 들어, 공기, 불활성 또는 환원성 기체) 중에 부유된다. 상승된 온도에서의 시간은 수초(일부 실시양태에서는, 심지어는 5 초 미만) 내지 수분 내지 수시간의 범위일 수 있다. 온도는 전형적으로 유리의  $T_x$  내지 1600°C, 보다 전형적으로는 900°C 내지 1600°C, 및 일부 실시양태에서는 1200°C 내지 1500°C 범위이다. 열 처리의 일부를 다수의 단계(예를 들어, 핵형성을 위한 한 단계, 및 결정 성장을 위한 또 다른 단계; 여기에서 조밀화도 전형적으로 결정 성장 단계 중에 일어남)로 수행하는 것도 본 발명의 범주 내에 속한다. 다수 단계의 열 처리를 수행할 때, 전형적으로 핵형성 및 결정 성장 속도 중 어느 것 또는 모두를 제어하는 것이 요망된다. 일반적으로, 대부분의 세라믹 가공 작업 중에는 상당한 결정 성장 없이 최대 조밀화를 수득하는 것이 요망된다. 이론에 국한되는 것을 원치 않으나, 일반적으로 세라믹 분야에서는 더 큰 결정 크기가 감소된 기계적 성질을 초래하는 반면, 더 미세한 평균 결정자(crystallite) 크기는 개선된 기계적 성질(예를 들어, 보다 높은 강도 및 보다 높은 경도)을 초래하는 것으로 추정된다. 특히, 밀도가 이론적 밀도의 90, 95, 97, 98, 99% 이상, 또는 심지어는 적어도 100%이고, 평균 결정 크기가 0.15 마이크로미터 미만, 또는 심지어는 0.1 마이크로미터 미만인 세라믹을 형성하는 것이 매우 바람직하다.

본 발명의 일부 실시양태에서는, 유리 또는 유리를 포함하는 세라믹이 열 처리 전에 어닐링될 수 있다. 그러한 경우에는, 어닐링은 전형적으로 유리의  $T_x$  미만의 온도에서, 수초 내지 수시간 또는 수일의 시간 동안 수행된다. 전형적으로, 어닐링은 3 시간 미만, 또는 심지어는 1 시간 미만의 기간 동안 수행된다. 경우에 따라, 어닐링은 또한 공기 이외의 분위기 하에서 수행될 수 있다. 또한, 열 처리의 상이한 단계(즉, 핵형성 단계 및 결정 성장 단계)는 상이한 분위기 하에서 수행될 수 있다. 본 발명에 따른 유리의  $T_g$  및  $T_x$ 를 비롯하여  $T_x - T_g$ 는 열 처리 중에 사용되는 분위기에 따라 이동할 수 있는 것으로 추정된다.

당업자는 당해 분야에 공지된 기법을 사용하여 유리의 시간-온도-변환(TTT) 연구로부터 적절한 조건을 결정할 수 있다. 당업자라면 본 발명의 개시내용을 읽고 난 후에 본 발명에 따른 유리-세라믹을 제조하는데 사용되는 유리에 대한 TTT 곡선을 제공하고, 본 발명에 따른 유리-세라믹을 제공하는데 적절한 핵형성 및/또는 결정 성장 조건을 결정할 수 있을 것이다.

열 처리는, 예를 들어 물질을 상승된 온도에서 반응로 내로 직접 공급함으로써 일어날 수 있다. 대안적으로는, 예를 들어 물질은 훨씬 보다 낮은 온도(예를 들어, 실온)에서 반응로 내로 공급된 후에, 소망하는 온도로 소정의 가열 속도로 가열될 수 있다. 열 처리를 공기 이외의 분위기 하에서 수행되는 것은 본 발명의 범주 내에 속한다. 일부 경우에는, 열 처리를 환원성 분위기(들) 하에 하는 것이 바람직할 수도 있다. 또한, 예를 들어 열간 등방 가압에서처럼 기체 가압 하에, 또는 기체 가압 반응로에서 열 처리를 하는 것도 바람직할 수 있다. 이론에 국한되는 것을 원치 않으나, 분위기는 유리 및 유리-세라믹의 성분 중 일부의 산화 상태에 영향을 미칠 수 있는 것으로 추정된다. 그러한 산화 상태의 변화는 유리 및 유리-세라믹의 다양한 착색을 초래할 수 있다. 또한, 핵형성 및 결정화 단계는 분위기에 의해 영향을 받을 수 있다(예를 들어, 분위기는 유리의 일부 화학종의 원자 이동성에 영향을 미칠 수 있음).

부가적 열 처리를 수행하여 물질의 소망하는 성질을 더욱 개선시키는 것도 본 발명의 범주 내에 속한다. 예를 들어, 잔류 다공도를 제거하여 물질의 밀도를 증가시키기 위해, 열간 등방 가압을 (예를 들어, 약 900°C 내지 약 1400°C의 온도에서) 수행할 수 있다.

수득되는 물품 또는 열 처리된 물품을 전환(예를 들어, 분쇄)시켜 물품(예를 들어, 본 발명에 따른 연마 입자)을 제공하는 것은 본 발명의 범주 내에 속한다.

전형적으로, 유리-세라믹은 그것의 형성에 이용되는 유리보다 더 강하다. 따라서 물질의 강도는, 예를 들어 유리를 결정성 세라믹 상(들)으로 전환시키는 정도에 의해 조정될 수 있다. 대안적으로는 또는 부가적으로는, 물질의 강도는, 예를 들어 발생된 핵형성 부위의 개수에 의해 영향을 받을 수 있는데, 그러한 핵형성 부위의 개수는 다시 결정상(들)의 결정의 개수 및 크기에 영향을 주도록 사용될 수 있다. 유리-세라믹 형성에 관한 부가적 세부사항에 대해서는, 예를 들어 [Glass-Ceramics, P.W. 맥밀란(McMillan), Academic Press, Inc., 제2판, 1979]을 참조한다.

다수의 다른 유형의 세라믹 가공(예를 들어, 소성된 물질을 조밀하고 소결된 세라믹 물질로 소결시킴)에 비해, 유리를 결정화시켜 유리-세라믹을 형성하는 동안에는 비교적 수축율이 적다 (전형적으로는 30 부피% 미만; 일부 실시양태에서는, 20 부피%, 10 부피%, 5 부피% 미만, 또는 심지어는 3 부피% 미만). 수축의 실제 양은, 예를 들어 유리의 조성, 열 처리 시간, 열 처리 온도, 열 처리 압력, 결정화되는 유리의 밀도, 형성된 결정상의 상대적 양(들), 및 결정화도에 의존한다. 수축량은 팽창계(dilatometry), 아르키메데스 방법, 또는 열 처리 전후의 물질의 치수 측정을 포함하는, 당해 분야에 공지된 통상적 기법에 의해 측정될 수 있다. 일부 경우에는, 열 처리 도중에 휘발성 화학종의 방출이 어느 정도 있을 수 있다.

일부 실시양태에서는, 비교적 낮은 수축율 특징은 특히 유리할 수 있다. 예를 들어, 물품은 유리상에서 소망하는 형상 및 치수(즉, 최종 제품에 가까운 형상(near-net shape))로 성형된 후, 유리를 적어도 부분적으로 결정화시키도록 열 처리될 수 있다. 그 결과, 결정화된 물질의 제조 및 기계가공과 연관된 실질적인 비용 절감이 실현될 수 있다.

일부 실시양태에서는, 유리가 x, y, z 방향을 가지며, 각각의 길이가 1 cm 이상(일부 실시양태에서는, 5 cm 이상, 또는 심지어는 10 cm 이상)이고, 여기에서 유리는 일정 부피를 가지며, 수득되는 유리-세라믹은 x, y, z 방향을 가지고, 각각의 길이가 1 cm 이상(일부 실시양태에서는, 5 cm 이상, 또는 심지어는 10 cm 이상)이며, 유리-세라믹은 부피가 유리 부피의 70% 이상(일부 실시양태에서는, 75, 80, 85, 90, 95, 96% 이상, 또는 심지어는 97% 이상)의 부피를 가진다.

예를 들어, 본 발명에 따른 유리-세라믹을 제조하기 위한 일부 예시적인 유리의 열 처리 중에는,  $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$  및/또는 입방체/사각형  $\text{ZrO}_2$ , 일부 경우에는 단사정계  $\text{ZrO}_2$ 와 같은 상의 형성이 약 900°C 초과 온도에서 일어날 수 있다. 이론에 국한되는 것을 원치 않으나, 지르코니아-관련 상이 유리로부터 핵을 형성하는 제1 상인 것으로 추정된다.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ReAlO}_3$ (여기에서 Re는 하나 이상의 희토류 양이온임),  $\text{ReAl}_{11}\text{O}_{18}$ ,  $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ,  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  등의 상의 형성은 일반적으로 약 925°C 초과 온도에서 일어나는 것으로 추정된다. 전형적으로, 이 핵형성 단계 동안의 결정자 크기는 나노미터 단위이다. 예를 들어, 10 내지 15 나노미터만큼 작은 결정이 관찰되었다. 적어도 일부 실시양태에 대해서는, 약 1300°C에서 약 1 시간 동안의 열 처리는 완전한 결정화를 제공한다. 일반적으로, 각각의 핵형성 및 결정 성장 단계에 대한 열 처리 시간은 수초(일부 실시양태에서는, 심지어는 5 초 미만) 내지 수분 내지 1시간 이상의 범위일 수 있다.

평균 결정 크기는 ASTM 표준 E 112-96 "평균 결정립 크기를 구하는 표준 시험 방법"에 따른 접선법(line intercept method)에 의해 구할 수 있다. 샘플을, 전형적으로 직경이 약 2.5 cm이고 높이가 약 1.9 cm인 수지 원통 내에서의 장착용 수지(예컨대, 미국 일리노이주 레이크 블러프 소재의 뷰엘러(Buehler)사에서 상표명 "트란소프틱 파우더(TRANSOPTIC POWDER)"로 수득되는 것)에 장착시킨다. 장착된 단편은 연마기(예컨대, 미국 일리노이주 레이크 블러프 소재의 뷰엘러사에서 상표명 "에포메트 3(EPOMET 3)"으로 수득되는 것)를 사용하여 통상적인 연마 기법을 사용하여 제조된다. 샘플을 다이아몬드 휠로 약 3분간 연마한 후, 45, 30, 25, 9, 3 및 1-마이크로미터 슬러리로 각각 5 분간 연마한다. 장착되고 연마된 샘플을 금-팔라듐의 박층으로 스퍼터링하고, 주사 전자 현미경(예컨대, 미국 매사추세츠주 피바디 소재의 JEOL 사의 모델 JSM 840A)를 사용하여 관찰한다. 샘플에서 발견되는 미세구조의 전형적인 후방 산란 전자(BSE) 현미경 사진을 사용하여 하기와 같이 평균 결정자 크기를 구한다. 현미경 사진을 가로질러 그려진 무작위 직선의 단위 길이( $N_L$ ) 당 교차하는 결정자의 개수를 계수한다. 이 개수로부터 평균 결정자 크기를 하기 등식을 사용하여 구한다.

$$\text{평균 결정 크기} = \frac{1.5}{N_L M}$$

[식 중,  $N_L$ 은 단위 길이 당 교차된 결정자의 개수이고, M은 현미경 사진의 확대율임].

또 다른 측면으로는, 본 발명에 따른 세라믹(유리-세라믹 포함)은 1, 2, 3, 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 심지어는 100 부피%의 결정자를 포함하는데, 이 때 결정자는 평균 크기가 1 마이크로미터 미만, 0.5 마이크로미터 미만, 0.3 마이크로미터 미만, 또는 심지어는 0.15 마이크로미터 미만이다.

본 발명에 따른 세라믹에 존재할 수 있는 결정자 상의 예에는 알루미늄(예를 들어, 알파 및 베타 알루미늄), REO,  $Y_2O_3$ ,  $HfO_2$ ,  $ZrO_2$ (예를 들어, 입방체  $ZrO_2$  및 사각형  $ZrO_2$ ), 하나 이상의 기타 금속 산화물, 예컨대 BaO, CaO,  $Cr_2O_3$ , CoO, CuO,  $Fe_2O_3$ ,  $GeO_2$ ,  $Li_2O$ , MgO, MnO, NiO,  $Na_2O$ ,  $P_2O_5$ ,  $Sc_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $Bi_2O_3$ , SrO,  $TeO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $V_2O_5$ , ZnO를 비롯하여 "복합 금속 산화물"(복합  $Al_2O_3$  · 금속 산화물(예를 들어, 복합  $Al_2O_3$  · REO(예를 들어,  $ReAlO_3$ (예를 들어,  $GdAlO_3$ ,  $LaAlO_3$ ),  $ReAl_{11}O_{18}$ (예를 들어,  $LaAl_{11}O_{18}$ ), 및  $Re_3Al_5O_{12}$ (예를 들어,  $Dy_3Al_5O_{12}$ )), 복합  $Al_2O_3$  ·  $Y_2O_3$ (예를 들어,  $Y_3Al_5O_{12}$ ), 및 복합  $ZrO_2$  · REO(예를 들어,  $La_2Zr_2O_7$ )) 및 이들의 조합이 포함된다. 전형적으로, 본 발명에 따른 세라믹은 공용 미세구조 특징은 없다.

일부 실시양태에서는, 본 발명에 따른 세라믹은  $ZrO_2$  및/또는  $HfO_2$ 를 세라믹의 총 중량을 기준으로 30 중량% 이하로(일부 실시양태에서는, 15 내지 30 중량%의  $ZrO_2$  및/또는  $HfO_2$ 의 범위로) 추가로 포함한다.

복합  $Al_2O_3$  · 금속 산화물(예를 들어, 복합  $Al_2O_3$  · REO 및/또는 복합  $Al_2O_3$  ·  $Y_2O_3$ (예를 들어, 가넷 결정 구조를 나타내는 알루미늄 산화물))의 알루미늄 양이온의 일부를 치환하는 것도 본 발명의 범주 내에 속한다. 예를 들어, 복합  $Al_2O_3$  ·  $Y_2O_3$ 의 Al 양이온의 일부는 Cr, Ti, Sc, Fe, Mg, Ca, Si, Co 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 원소의 양이온으로 치환될 수 있다. 예를 들어, 복합  $Al_2O_3$  ·  $Y_2O_3$ 의 Y 양이온의 일부는 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 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 원소의 양이온으로 치환될 수 있다. 또한, 예를 들어, 복합  $Al_2O_3$  · REO의 희토류 양이온의 일부는 Y, Fe, Ti, Mn, V, Cr, Co, Ni, Cu, Mg, Ca, Sr 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 원소의 하나 이상의 양이온으로 치환될 수 있다. 상술한 바와 같은 양이온의 치환은 세라믹의 성질(예를 들어, 경도, 인성, 강도, 열전도성 등)에 영향을 미칠 수 있다.

세라믹(유리 및 유리-세라믹 포함)에 관한 부가적 세부사항(조성, 제조, 사용 및 성질 포함), 및 그것의 제조 방법은 각각 2001년 8월 2일에 출원되었으나 현재 포기된 미국 특허 출원 일련 제09/922,526호, 제09/922,527호, 제09/922,528호, 및 제09/922,530호; 각각 2002년 8월 2일에 출원된 제10/211,597호, 제10/211,638호, 제10/211,629호, 제10/211,598호, 제10/211,630호, 제10/211,639호, 제10/211,034호, 제10/211,044호, 제10/211,628호, 제10/211,491호, 제10/

211,640호, 및 제10/211,684호; 각각 2003년 2월 5일에 출원된 제10/358,772호, 제10/358,765호, 제10/358,910호, 제10/358,855호, 및 제10/358,708호; 및 각각 2003년 12월 18일에 출원된 제10/740,262호, 제10/794,420호, 제10/739,440호, 제10/740,096호, 제10/739,441호, 제10/739,624호, 및 제10/739,439호의 출원에서 찾아볼 수 있다.

본 발명의 유리-세라믹의 실시양태를 제공하기 위해 비정질 물질을 열 처리하여 형성된 결정은, 예를 들어 침상 등축형, 원주형, 또는 납작한 판상형 특징일 수 있다.

본 발명에 따른 유리 및 유리-세라믹의 일부 실시양태, 및 그러한 유리-세라믹을 제조하는데 사용되는 일부 유리는, 각각 유리 또는 유리-세라믹의 총 중량에 대해 75 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 80 중량%, 85 중량% 이상, 또는 심지어는 90 중량% 이상; 일부 실시양태에서는, 75 내지 90 중량%의 범위)의  $Al_2O_3$ , 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 1 중량% 이상, 5 중량% 이상, 10 중량% 이상, 15 중량% 이상, 20 중량% 이상, 또는 23.9 중량%; 일부 실시양태에서는, 10 내지 23.9 중량%, 또는 15 내지 23.9 중량%의 범위)의  $La_2O_3$ , 1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 5 중량% 이상, 10 중량% 이상, 15 중량% 이상, 20 중량% 이상, 또는 심지어는 24.8 중량%; 일부 실시양태에서는, 10 내지 24.8 중량%, 15 내지 24.8 중량%의 범위)의  $Y_2O_3$ , 및 0.1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 1 중량% 이상, 2 중량% 이상, 3 중량% 이상, 4 중량% 이상, 5 중량% 이상, 6 중량% 이상, 7 중량% 이상, 또는 심지어는 8 중량%; 일부 실시양태에서는, 0.1 내지 8 중량% 또는 0.1 내지 5 중량%, 또는 0.1 내지 2 중량%의 범위)의  $MgO$ 를 포함한다.

본 발명에 따른 유리 및 유리-세라믹의 일부 실시양태, 및 그러한 유리-세라믹을 제조하는데 사용되는 일부 유리는, 각각 유리-세라믹 또는 유리의 총 중량에 대해 75 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 80 중량%, 85 중량% 이상, 또는 심지어는 90 중량% 이상; 일부 실시양태에서는, 75 내지 90 중량%의 범위)의  $Al_2O_3$ , 및 1 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 5 중량% 이상, 10 중량% 이상, 15 중량% 이상, 20 중량% 이상, 또는 심지어는 25 중량% 이상; 일부 실시양태에서는, 10 내지 25 중량%, 15 내지 25 중량%의 범위)의  $Y_2O_3$ 를 포함한다.

본 발명에 따른 유리 및 유리-세라믹의 일부 실시양태, 및 그러한 유리-세라믹을 제조하는데 사용되는 일부 유리는, 각각 유리-세라믹 또는 유리의 총 중량에 대해 75 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 80 중량%, 85 중량% 이상, 또는 심지어는 90 중량% 이상)의  $Al_2O_3$ , 및 10 중량% 이상(일부 실시양태에서는, 15, 20 중량% 이상, 또는 심지어는 25 중량% 이상)의  $Y_2O_3$ 를 포함한다.

본 발명에 따른 유리 및 유리-세라믹의 일부 실시양태, 및  $ZrO_2$  및/또는  $HfO_2$ 를 포함하는 그러한 유리-세라믹을 제조하는데 사용되는 일부 유리에 대해서는, 존재하는  $ZrO_2$  및/또는  $HfO_2$ 의 양이 각각 유리-세라믹 또는 유리의 총 중량에 대해 5, 10, 15 중량% 이상, 또는 심지어는 20 중량% 이상일 수 있다.

본 발명에 따른 유리 또는 유리-세라믹 등은 벌크 물질의 형태일 수 있으나, 본 발명에 따른 유리, 유리-세라믹 등을 포함하는 복합체를 제공하는 것도 본 발명의 범주 내에 속한다. 그러한 복합체는, 예를 들어 상 또는 섬유(연속 또는 불연속) 또는 입자(위스커 포함)(예를 들어, 금속 산화물 입자, 붕소화물 입자, 탄화물 입자, 질화물 입자, 다이아몬드 입자, 금속성 입자, 유리 입자, 및 이들의 조합)를, 본 발명에 따른 유리, 유리-세라믹 등, 또는 층상 복합체 구조(예를 들어, 유리-세라믹부터 유리-세라믹을 제조하는데 사용된 유리로의 구배, 및/또는 유리-세라믹의 상이한 조성물의 층)에 분산시켜 포함할 수 있다.

본 발명에 따른 특정 유리는, 예를 들어  $T_g$ 가 약 750°C 내지 약 950°C의 범위일 수 있다.

본 발명에 따른 물질의 평균 경도는 하기와 같이 구할 수 있다. 물질의 단편들을, 전형적으로 직경이 약 2.5 cm이고 높이가 약 1.9 cm인 수지 원통 내에서의 장착용 수지(예컨대, 미국 일리노이주 레이크 블러프 소재의 뷰엘러사에서 상표명 "트란소프트 파우더"로 취득되는 것)에 장착시킨다. 장착된 단편은 연마기(예컨대, 미국 일리노이주 레이크 블러프 소재의 뷰엘러사에서 상표명 "에포메트 3"으로 취득되는 것)를 사용하여 통상적인 연마 기법을 사용하여 제조된다. 샘플을 125-마이크로미터 다이아몬드를 함유하는 다이아몬드 휠로 약 3분간 연마한 후, 45, 30, 25, 9, 3 및 1-마이크로미터 슬러리로 각각 5 분간 연마한다. 미세경도 측정은 100-그램 인텐트 부하를 사용하는 빅커스(Vickers) 압인기가 장착된 통상적인 미세경도 시험기(예컨대, 일본 도쿄 소재의 미츠토요 사(Mitutoyo Corporation)에서 상표명 "미투토요(MITUTOYO) MVK-VL"로 취득한 것)를 사용하여, 이루어진다. 미세경도 측정은 ASTM 시험 방법 E384 물질의 미세경도에 대한 시험 방법 (1991)에 언급된 지침에 따라 이루어진다. 평균 경도는 10회 측정값들의 평균이다.

본 발명에 따른 특정 유리는, 예를 들어 평균 경도가 5 GPa 이상(일부 실시양태에서는, 적어도 6 GPa, 7 GPa, 8 GPa, 또는 9 GPa; 전형적으로 약 5 GPa 내지 약 10 GPa의 범위)이고, 본 발명에 따른 결정성 세라믹은 5 GPa 이상(일부 실시양태에서는, 적어도 6 GPa, 7 GPa, 8 GPa, 9 GPa, 10 GPa, 11 GPa, 12 GPa, 13 GPa, 14 GPa, 15 GPa, 16 GPa, 17 GPa, 또는 18 GPa; 전형적으로 약 5 GPa 내지 약 18 GPa의 범위), 및 본 발명에 따른 유리-세라믹, 또는 유리 및 결정성 세라믹을 포함하는 본 발명에 따른 세라믹은 5 GPa 이상(일부 실시양태에서는, 적어도 6 GPa, 7 GPa, 8 GPa, 9 GPa, 10 GPa, 11 GPa, 12 GPa, 13 GPa, 14 GPa, 15 GPa, 16 GPa, 17 GPa, 또는 18 GPa (이상); 전형적으로 약 5 GPa 내지 약 18 GPa의 범위)이다. 본 발명에 따른 연마 입자는 평균 경도가 15 GPa 이상, 일부 실시양태에서는 16 GPa 이상, 17 GPa 이상, 또는 심지어는 18 GPa 이상이다.

본 발명에 따른 특정 유리는, 예를 들어 열팽창계수가 25℃ 이상 내지 약 900℃의 온도 범위에 걸쳐 약  $5 \times 10^{-6}/K$  내지 약  $11 \times 10^{-6}/K$ 의 범위일 수 있다.

전형적으로, 또한 바람직하게는, 본 발명에 따른 세라믹의, 경우에 따라 비중이라 불리는 (참)밀도는 전형적으로 이론적 밀도의 70% 이상이다. 더욱 바람직하게는, 본 발명에 따른 세라믹의 (참)밀도는 이론적 밀도의 75%, 80%, 85%, 90%, 95%, 96%, 97%, 98%, 99%, 99.5% 이상 또는 심지어는 100%이다. 본 발명에 따른 연마 입자는 밀도가 이론적 밀도의 85%, 90%, 92%, 95%, 96%, 97%, 98%, 99%, 99.5% 이상 또는 심지어는 100%이다.

물품은 본 발명에 따른 세라믹을 사용하여, 예를 들어 충전제, 강화 재료, 및/또는 매트릭스 재료로서 제조될 수 있다. 예를 들어, 본 발명에 따른 세라믹은 복합재의 강화 재료(예를 들어, 세라믹, 금속 또는 (열경화 또는 열가소성)고분자)로서 사용하기에 적당한 입자 및/또는 섬유 형태의 형태일 수 있다. 입자 및/또는 섬유는, 예를 들어 매트릭스 재료의 탄성계수, 내열성, 내마모성, 및/또는 강도를 증가시킬 수 있다. 복합재를 제조하는데 사용되는 입자 및/또는 섬유의 크기, 형상 및 양은, 예를 들어 특정 매트릭스 재료 및 복합재의 용도에 의존할 수 있으나, 강화 입자의 크기는 전형적으로 약 0.1 내지 1500 마이크로미터, 보다 전형적으로는 1 내지 500 마이크로미터, 또한 바람직하게는 2 내지 100 마이크로미터의 범위이다. 고분자 응용분야를 위한 입자의 양은 전형적으로 약 0.5 중량% 내지 약 75 중량%, 더욱 전형적으로는 약 1 내지 약 50 중량%이다. 열경화성 고분자의 예에는 페놀계, 멜라민, 우레아 포름알데히드, 아크릴레이트, 에폭시, 우레탄 고분자 등이 포함된다. 열가소성 고분자의 예에는 나일론, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리우레탄, 폴리에스테르, 폴리이미드 등이 포함된다.

강화된 고분자 재료(즉, 본 발명에 따른 강화 입자가 고분자 내에 분산됨)를 위한 용도의 예에는, 예를 들어 콘크리트, 가구, 바닥재, 도로, 목재, 목재 유사 재료, 세라믹 등을 위한 보호 코팅물을 비롯하여, 미끄럼 방지 코팅물 및 사출성형된 플라스틱 부품 및 부분이 포함된다.

또한, 예를 들어 본 발명에 따른 세라믹은 매트릭스 재료로서 사용될 수 있다. 예를 들어, 본 발명에 따른 세라믹은 다이아몬드, 입방형-BN,  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ,  $Si_3N_4$  및 SiC와 같은 세라믹 재료 등을 위한 결합체로서 사용될 수 있다. 그러한 재료를 포함하는 유용한 물품의 예에는 복합 기재 코팅, 절삭 도구 인서트 연마재 응집체, 및 유리화된 휠과 같은 접촉 연마재 물품이 포함된다. 본 발명에 따른 세라믹은, 예를 들어 복합 물품의 탄성계수, 내열성, 내마모성, 및/또는 강도를 증가시키는 결합체로서 사용될 수 있다.

본 발명에 따른 연마 입자는 일반적으로 결정성 세라믹(예를 들어, 75, 80, 85, 90, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 98, 99, 99.5 부피% 이상, 또는 심지어는 100 부피%의 결정성 세라믹)을 포함한다. 또 다른 측면으로는, 본 발명은 미세 내지 조제 범위의 입자 크기 부피를 갖는 복수개의 입자를 제공하는데, 복수개의 입자의 적어도 일부는 본 발명에 따른 연마 입자이다. 또 다른 측면으로는, 본 발명에 따른 연마 입자의 실시양태는 일반적으로(예를 들어, 75, 80, 85, 90, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 98, 99, 99.5 부피% 이상, 또는 심지어는 100 부피%의) 본 발명에 따른 유리-세라믹을 포함한다.

본 발명에 따른 연마 입자는, ANSI(미국 국립 표준 연구소), FEPA(유럽 연마제 제품 제조업자 연방), 및 JIS(일본 공업 규격)과 같은 산업계 인정 등급 규격의 사용을 포함하는, 당해 분야에 잘 알려진 기법을 사용하여 스크리닝되고 분류될 수 있다. 본 발명에 따른 연마 입자는 광범위한 입자 크기, 전형적으로 약 0.1 내지 약 5000 마이크로미터, 약 1 내지 약 2000 마이크로미터, 약 5 내지 약 1500 마이크로미터, 또는 심지어는 일부 실시양태에서는, 약 100 내지 약 1500 마이크로미터 크기의 범위로 사용될 수 있다.

주어진 입자 크기 분포에는, 거친 입자에서 미세 입자까지의 일정 범위의 입자 크기가 있을 것이다. 연마제 기술에 있어서는, 이러한 범위가 경우에 따라 "거친", "제어" 및 "미세" 분획으로 불린다. 연마제 산업계에서 수용되는 등급 규격에 따라 분류된 연마 입자는 수치 한계 내에서 각각의 공칭 등급에 대한 입자 크기 분포를 명시한다. 그러한 산업계에서 수용하는

등급 규격(즉, 명시된 공칭 등급)에는 미국 국립 표준 연구소(ANSI) 규격, 유럽 연마제 제품 제조업자 연방(FEPA) 규격, 및 일본 공업 규격(JIS)으로 알려진 것들이 포함된다. ANSI 등급 명칭(즉, 명시된 공칭 등급)에는 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 600이 포함된다. FEPA 등급 명칭에는 P8, P12, P16, P24, P36, P40, P50, P60, P80, P100, P120, P150, P180, P220, P320, P400, P500, P600, P800, P1000, 및 P1200이 포함된다. JIS 등급 명칭에는 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 JIS10,000이 포함된다.

분쇄 및 스크리닝 후에는, 전형적으로 다수의 상이한 연마 입자 크기 분포 또는 등급이 있을 것이다. 이러한 다수의 등급은 그 특정 시점에서 제조업자 또는 공급자의 필요를 충족하지 않을 수도 있다. 재고를 최소화하기 위해서는, 요구에서 벗어난 등급을 다시 유리 형성을 위한 용융물로 재활용하는 것이 가능하다. 이러한 재활용은 분쇄 단계 후에 일어날 수 있는데, 여기에서 입자는 특정 분포로 스크리닝되지 않은 큰 덩어리 또는 더 작은 조각(경우에 따라 "미세물"이라 칭해짐)이다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 연마 입자를 제조하는 방법으로서, 본 발명에 따른 유리 입자 또는 유리를 포함하는 입자를 열 처리하여 본 발명에 따른 유리-세라믹을 포함하는 연마 입자를 제공하는 단계를 포함하는 방법을 제공한다. 대안적으로는, 예를 들어 본 발명은 연마 입자를 제조하는 방법으로서, 본 발명에 따른 유리를 열 처리하고, 수득된 열 처리된 물질을 분쇄하여 본 발명에 따른 유리-세라믹을 포함하는 연마 입자를 제공하는 단계를 포함하는 방법을 제공한다. 분쇄 시, 유리는 상당히 결정화된 유리-세라믹 또는 결정성 물질을 분쇄한 것보다 더 첨예한 입자를 제공하는 경향이 있다.

또 다른 측면으로는, 본 발명은 각각 본 발명에 따른 복수개의 연마 입자가 결합체를 통해 함께 결합되어 있는 응집체 연마재 그레인(grain)을 제공한다. 또 다른 측면으로는, 본 발명은 결합체 및 복수개의 연마 입자를 포함하는 연마재 물품(예를 들어, 코팅된 연마재 물품, 접착 연마재 물품(유리화, 수지성 및 금속 결합 연삭 휠, 절단 휠, 마운트 포인트(mounted point) 및 스톤 포함), 부직 연마재 물품, 및 연마 브러쉬)으로서, 연마 입자 중 적어도 일부가 본 발명에 따른 연마 입자(연마 입자가 응집된 것 포함)인 연마재 물품을 제공한다. 그러한 연마재 물품을 제조하고 연마재 물품을 사용하는 방법은 당업자에게 잘 알려져 있다. 또한, 본 발명에 따른 연마 입자는 연마 입자를 이용하는 연마재 응용분야, 예컨대 화합물 연마용 슬러리(예를 들어, 연마용 화합물), 밀링 매체, 스톤블라스트 매체, 진동 밀 매체 등에서 사용될 수 있다.

코팅된 연마재 물품은 일반적으로 지지체(backing), 연마 입자, 및 연마 입자를 지지체 상에 유지시킬 하나 이상의 결합체를 포함한다. 지지체는 천, 고분자 필름, 섬유, 부직망, 종이, 이들의 조합, 및 이들의 처리된 양태를 포함하는 임의의 적당한 물질일 수 있다. 적당한 결합체에는 무기 또는 유기 결합체(열경화성 수지 및 방사선 경화성 수지 포함)이 포함된다. 연마 입자는 코팅된 연마재 물품의 한 층 또는 두 층에 존재할 수 있다.

코팅된 연마재 물품의 한 예가 도 7에 도시되어 있다. 도 7을 참조하면, 코팅된 연마재 물품 1은 지지체(기재)(2) 및 연마재 층(3)을 포함한다. 연마재 층(3)은 메이크 코트(5) 및 사이즈 코트(6)에 의해 지지체(2)의 주요 표면에 결합된 본 발명에 따른 연마 입자(4)를 포함한다. 일부 경우에는, 슈퍼사이즈 코트(supersize coat)(도시되지 않음)가 사용된다.

접착 연마재 물품은 전형적으로 유기, 금속성 또는 유리화 결합체에 의해 함께 유지되는 연마 입자의 형상화된 덩어리를 포함한다. 그러한 형상화된 덩어리란, 예를 들어 연삭 휠 또는 절단 휠과 같은 휠(wheel)의 형태일 수 있다. 연삭 휠의 직경은 전형적으로 약 1 cm 내지 1 미터 초과이며; 절단 휠의 직경은 약 1 cm 내지 80 cm 초과(보다 전형적으로는 3 cm 내지 약 50 cm)이다. 절단 휠 두께는 전형적으로 약 0.5 mm 내지 약 5 cm, 보다 전형적으로 약 0.5 mm 내지 약 2 cm이다. 형상화된 덩어리는 또한, 예를 들어 스톤, 단편, 마운트 포인트, 디스크(예를 들어, 이중 디스크 연삭기) 또는 기타 통상적인 접착 연마재 형상의 형태일 수도 있다. 접착 연마재 물품은 전형적으로 접착 연마재 물품의 총 부피에 대해 약 3 내지 50 부피%의 결합 물질, 약 30 내지 90 부피%의 연마 입자(또는 연마 입자 배합물), 50 부피% 이하의 첨가제(분쇄 보조제 포함), 및 70 부피% 이하의 세공을 포함한다.

한 예시적인 연삭 휠이 도 8에 나와 있다. 도 8을 참조하면, 휠로 성형되어 있고 허브(12) 상에 장착되어 있는 본 발명에 따른 연마 입자(11)를 포함하는 연삭 휠(10)이 도시되어 있다.

부직 연마재 물품은 전형적으로 본 발명에 따른 연마 입자가 구조 전체에 분포되어 있고 유기 결합체에 의해 거기에 접착되어 결합되어 있는 열린 다공성 고분자 필라멘트 구조를 포함한다. 필라멘트의 예에는 폴리에스테르 섬유, 폴리아미드 섬유 및 폴리아라미드 섬유가 포함된다. 한 예시적인 부직 연마재 물품이 도 9에 나와 있다. 도 9를 참조하면, 전형적인 부직 연마재 물품의 약 100×로 확대된 개략적 도식이 나와 있는데, 섬유성 매트(50)를 기재로서 포함하고, 그 위에 본 발명에 따른 입자(52)가 결합체(54)에 의해 접착되어 있다.

유용한 연마 브러쉬에는 지지체와 일체인 복수개의 강모를 갖는 것들(예를 들어, 미국 특허 제5,427,595호(Pihl 등), 제 5,443,906호(Pihl 등), 제5,679,067호(Johnson 등), 및 제5,903,951호(Ionta 등)이 포함된다. 바람직하게는, 그러한 브러쉬는 고분자 및 연마 입자의 혼합물을 사출성형하여 제조된다.

연마 입자를 제조하는데 적당한 유기 결합제에는 열경화성 유기 고분자가 포함된다. 적당한 열경화성 유기 고분자의 예에는 페놀성 수지, 우레아-포름알데히드 수지, 멜라민-포름알데히드 수지, 우레탄 수지, 아크릴레이트 수지, 폴리에스테르 수지, 펜던트  $\alpha, \beta$ -불포화 카르보닐기를 갖는 아미노플라스틱 수지, 에폭시 수지, 아크릴화 우레탄, 아크릴화 에폭시, 및 이들이 조합이 포함된다. 결합제 및/또는 연마재 물품은 또한 섬유, 윤활제, 습윤제, 요변성(thixotropic) 물질, 계면활성제, 안료, 염료, 대전방지제(예를 들어, 카본 블랙, 산화바나듐, 흑연 등), 커플링제(예를 들어, 실란, 티탄산염, 지르코알루미늄 산염 등), 가스화제, 현탁화제 등을 포함할 수도 있다. 이 선택적인 첨가제들의 양은 소망하는 성질을 제공하도록 선택된다. 커플링제는 연마 입자 및/또는 충전제에 대한 접착성을 개선시킬 수 있다. 결합제 화학은 열 경화되거나, 방사선 경화되거나, 이들의 조합일 수 있다. 결합제 화학에 대한 부가적 세부사항은 미국 특허 제4,588,419호(Caul 등), 제4,751,138호(Tumey 등), 및 제5,436,063호(Follett 등)에서 찾아볼 수 있다.

유리화 접착 연마재에 대해 보다 구체적으로는, 비정질 구조를 나타내고 전형적으로 경질인 유리성 고정 물질이 당해 분야에 잘 알려져 있다. 일부 경우에는, 유리성 결합 물질이 결정성 상을 포함한다. 본 발명에 따른 고정된, 유리화 연마재 물품은 바퀴(절단 휠 포함), 스톤, 마운트 포인트 또는 기타 통상적인 접착 연마재 형상의 형상일 수 있다. 일부 실시양태에서는, 본 발명에 따른 유리화 접착 연마재 물품이 연삭 휠의 형태이다.

유리성 결합 물질을 형성하는데 사용되는 금속 산화물의 예에는: 실리카, 규산염, 알루미늄, 소다, 칼시아, 포타시아, 티타니아, 산화철, 산화아연, 산화리튬, 마그네시아, 보리아, 규산알루미늄, 붕규산염 유리, 규산알루미늄리튬, 이들의 조합 등이 포함된다. 전형적으로 유리성 결합 물질은 10 내지 100% 유리 프리트를 포함하는 조성물로부터 형성될 수 있으나, 보다 전형적으로는 조성물이 20% 내지 80%의 유리 프리트, 또는 30% 내지 70% 유리 프리트를 포함한다. 유리성 결합 물질의 나머지 부분은 비-프리트 물질일 수 있다. 대안적으로는, 유리성 결합은 비-프리트 함유 조성물로부터 유도될 수 있다. 유리성 결합 물질은 전형적으로 약 700°C 내지 약 1500°C의 범위, 보통 약 800°C 내지 약 1300°C의 범위, 경우에 따라 약 900°C 내지 약 1200°C의 범위, 또는 심지어는 약 950°C 내지 약 1100°C의 범위의 온도(들)에서 숙성된다. 결합이 숙성되는 실제 온도는, 예를 들어 특정 결합 화학에 의존한다.

일부 실시양태에서는, 유리화 결합 물질에는 실리카, 알루미늄(바람직하게는 10 중량% 이상의 알루미늄), 및 보리아(바람직하게는, 10 중량% 이상의 보리아)를 포함하는 것들이 포함된다. 대부분의 경우, 유리화 결합 물질은 알칼리 금속 산화물(들)(예를 들어,  $\text{Na}_2\text{O}$  및  $\text{K}_2\text{O}$ )(일부 경우에는 10 중량% 이상의 알칼리 금속 산화물(들))이 추가로 포함된다.

결합제 물질은 또한 충전제 물질 또는 연삭 보조제를, 전형적으로 입자성 물질의 형태로 함유할 수 있다. 전형적으로 입자성 물질은 무기 물질이다. 본 발명을 위해 유용한 충전제의 예에는: 금속 탄산염(예를 들어, 탄산칼슘(예를 들어, 백악(chalk), 방해석(calcite), 이회토(marl), 트래버틴(travertine), 대리석 및 석회암), 탄산마그네슘칼슘, 탄산나트륨, 탄산마그네슘), 실리카(예를 들어, 석영, 유리 비드, 유리 버블 및 유리 섬유), 규산염(예를 들어, 활석, 점토, (몬트모릴로나이트), 펠스파(feldspar), 운모, 규산칼슘, 메타규산칼슘, 규산알루미늄산나트륨, 규산나트륨), 금속 황산염(예를 들어, 황산칼슘, 황산바륨, 황산나트륨, 황산나트륨알루미늄, 황산알루미늄), 석고, 질석(vermiculite), 목재 가루, 알루미늄 삼수화물, 카본블랙, 금속 산화물(예를 들어, 산화칼슘(석회), 산화알루미늄, 이산화티탄), 및 금속 아황산염(예를 들어, 아황산칼슘)이 포함된다.

일반적으로, 연삭 보조제의 첨가는 연마재 물품의 유용 수명을 증가시킨다. 연삭 보조제는 연마의 화학적 및 물리적 공정에 대해 상당한 효과를 갖는 물질로서, 개선된 성능을 초래한다. 이론에 얽매이지 않으나, 연삭 보조제(들)는 (a) 연마 입자 및 연마될 작업편 사이의 마찰을 감소시키거나, (b) 연마 입자가 "캡핑"되는 것을 방지(즉, 금속 입자가 연마 입자의 최상부에 용접되는 것을 방지)하거나, 또는 연마 입자가 캡핑하는 것을 적어도 감소시키거나, (c) 연마 입자와 작업편 사이의 계면 온도를 감소시키거나, 또는 (d) 연삭력을 감소시키는 것으로 추정된다.

연삭 보조제는 광범위한 상이한 물질을 포함하며, 무기 또는 유기 기재일 수 있다. 연삭 보조제의 화학적 군의 예에는 왁스, 유기 할로겐화물 화합물, 할로겐화물 염 및 금속 및 그의 합금이 포함된다. 유기 할로겐화물 화합물은 전형적으로 연마 중에 파괴되어 할로젠 산 또는 기체성 할로겐화물 화합물을 방출할 것이다. 그러한 물질의 예에는 테트라클로로나프탈렌, 펜타클로로나프탈렌, 및 폴리염화비닐과 같은 염소화 왁스가 포함된다. 할로겐화물 염의 예에는 염화나트륨, 칼륨 크리올라이트, 나트륨 크리올라이트, 암모늄 크리올라이트, 칼륨 테트라플루오로보레이트, 나트륨 테트라플루오로보레이트, 불

화규소, 염화칼륨 및 염화마그네슘이 포함된다. 금속의 예에는 주석, 납, 비스무트, 코발트, 안티몬, 카드뮴, 및 철 티탄이 포함된다. 기타 비주요 연삭 보조제에는 황, 유기 황 화합물, 흑연 및 금속성 황화물이 포함된다. 또한 상이한 연삭 보조제의 조합을 사용하는 것은 본 발명의 범주 내이며, 어떤 경우에는 시너지 효과를 만들 수도 있다

연삭 보조제는 코팅된 연마재 및 접착 연마재 물품에 특히 유용할 수 있다. 코팅된 연마재 물품에서는 연삭 보조제가 전형적으로 수퍼사이즈 코트에서 사용되는데 연마 입자의 표면 상에 적용된다. 그러나 경우에 따라 연삭 보조제는 사이즈 코트에 첨가된다. 전형적으로, 코팅된 연마재 물품 내로 혼입된 연삭 보조제의 양은 약 50 내지 300 g/m<sup>2</sup> (바람직하게는 약 80 내지 160 g/m<sup>2</sup>)이다. 유리화된 접착 연마재 물품에서는 연삭 보조제가 전형적으로 물품의 세공 내로 함침된다.

연마재 물품은 본 발명에 따른 연마 입자를 100% 함유하거나, 또는 그러한 연마 입자와 기타 연마 입자 및/또는 희석제 입자와의 배합물을 함유할 수 있다. 그러나 연마재 물품 중 약 2 중량% 이상, 바람직하게는 약 5 중량% 이상, 보다 바람직하게는 약 30 내지 100 중량%의 연마 입자가 본 발명에 따른 연마 입자여야 한다. 일부 경우에는, 본 발명에 따른 연마 입자가 또 다른 연마 입자 및/또는 희석제 입자와 5 대 75 중량%, 약 25 대 75 중량%, 약 40 대 60 중량%, 또는 약 50 대 50 중량%(즉, 동등한 중량)의 비율로 배합될 수 있다. 적당한 통상적인 연마 입자의 예에는 융합 산화알루미늄(백색 융합 알루미늄, 열 처리된 산화알루미늄 및 갈색 산화알루미늄 포함), 탄화규소, 탄화붕소, 탄화티탄, 다이아몬드, 입방형 질화붕소, 가넷, 융합 알루미늄-지르코니아, 및 졸-겔-유래의 연마 입자 등이 포함된다. 졸-겔-유래의 연마 입자는 시드(seed)되거나 시드되지 않을 수 있다. 마찬가지로, 졸-겔-유래의 연마 입자는 무작위 모양을 가지거나, 입자와 연관된 모양, 예컨대 막대 또는 삼각형 모양을 가질 수 있다. 졸-겔 연마 입자의 예에는 미국 특허 제4,314,827호(Leitheiser 등), 제4,518,397호(Leitheiser 등), 제4,623,364호(Cottringer 등), 제4,744,802호(Schwabel), 제4,770,671호(Monroe 등), 제4,881,951호(Wood 등), 제5,011,508호(Wald 등), 제5,090,968호(Pellow), 제5,139,978호(Wood), 제5,201,916호(Berg 등), 제5,227,104호(Bauer), 제5,366,523호(Rowenhorst 등), 제5,429,647호(Larmie), 제5,498,269호(Larmie), 및 제5,551,963호(Larmie)에 기재된 것들이 포함된다. 알루미늄 분말을 원료 공급원으로 사용하여 제조된 소결 알루미늄 연마 입자에 관한 부가적 세부사항도 또한, 예를 들어 미국 특허 제5,259,147호(Falz), 제5,593,467호(Monroe), 및 제5,665,127호(Moltgen)에서 찾아볼 수 있다. 융합 연마 입자에 관한 부가적 세부사항은, 예를 들어 미국 특허 제1,161,620호(Coulter), 제1,192,709호(Tone), 제1,247,337호(Saunders 등), 제1,268,533호(Allen), 및 제2,424,645호(Baumann 등), 제3,891,408호(Rowse 등), 제3,781,172호(Pett 등), 제3,893,826호(Quinan 등), 제4,126,429호(Watson), 제4,457,767호(Poon 등), 제5,023,212호(Dubots 등), 제5,143,522호(Gibson 등), 및 제5,336,280호(Dubots 등), 및 각각 2000년 2월 2일에 출원된 미국 특허 출원 일련 제09/495,978호, 제09/496,422호, 제09/496,638호, 및 제09/496,713호; 각각 2000년 7월 19일에 출원된 제09/618,876호, 제09/618,879호, 제09/619,106호, 제09/619,191호, 제09/619,192호, 제09/619,215호, 제09/619,289호, 제09/619,563호, 제09/619,729호, 제09/619,744호, 및 제09/620,262호; 2000년 11월 2일에 출원된 제09/704,843호; 및 2001년 1월 30일에 출원된 제09/772,730호에서 찾아볼 수 있다. 세라믹 연마 입자에 관한 부가적 세부사항은 각각 2001년 8월 2일에 출원되었으나 현재 포기된 미국 특허 출원 일련 제09/922,526호, 제09/922,527호, 제09/922,528호, 및 제09/922,530호, 각각 2002년 8월 2일에 출원된 제10/211,597호, 제10/211,638호, 제10/211,629호, 제10/211,598호, 제10/211,630호, 제10/211,639호, 제10/211,034호, 제10/211,044호, 제10/211,628호, 제10/211,491호, 제10/211,640호, 및 제10/211,684호, 및 각각 2003년 2월 5일에 출원된 제10/358,772호, 제10/358,765호, 제10/358,910호, 제10/358,855호, 및 제10/358,708호에서 찾아볼 수 있다.

일부 경우에는, 연마 입자의 배합물이 둘 중 한 유형의 연마 입자를 100% 함유하는 연마재 물품에 비해 개선된 연삭 성능을 나타내는 연마재 물품을 초래할 수도 있다.

연마 입자의 배합물이 있는 경우, 배합물을 형성하는 연마 입자 유형은 동일한 크기일 수 있다. 대안적으로는, 연마 입자 유형은 상이한 입자 크기일 수 있다. 예를 들어, 더 큰 크기의 연마 입자가 본 발명에 따른 연마 입자일 수 있고, 더 작은 크기의 입자가 또 다른 연마 입자 유형일 수 있다. 반대로, 예를 들어 더 작은 크기의 연마 입자가 본 발명에 따른 연마 입자일 수 있고, 더 큰 크기의 입자가 또 다른 연마 입자 유형일 수 있다.

적당한 희석제 입자의 예에는 대리석, 석고, 부싯돌, 실리카, 산화철, 규산알루미늄, 유리(유리 버블 및 유리 비드 포함), 알루미늄 버블, 알루미늄 비드 및 희석제 응집체(agglomerate)이 포함된다.

본 발명에 따른 연마 입자는 또한 연마재 응집체 내로 또는 연마재 응집체와 함해될 수 있다. 연마재 응집체 입자는 전형적으로 복수개의 연마 입자, 결합제 및 선택적 첨가제를 포함한다. 결합제는 유기질 및/또는 무기질일 수 있다. 연마재 응집체는 무작위 모양이거나, 응집체와 연관된 소정의 모양을 가질 수 있다. 모양은 블록, 원통형, 피라미드, 동전, 정사각형 등일 수 있다. 연마재 응집체 입자는 전형적으로 입자 크기가 약 100 내지 약 5000 마이크로미터, 전형적으로 약 250 내지 약 2500 마이크로미터 범위이다. 연마재 응집체 입자에 관한 부가적 세부사항은, 예를 들어 미국 특허 제4,311,489호



(Kressner)), 제4,652,275호(Bloecher 등), 제4,799,939호(Bloecher 등), 제5,549,962호(Holmes 등), 및 제5,975,988호(Christianson), 및 2000년 10월 16일에 출원된 미국 특허 출원 일련 제09/688,444호 및 제09/688,484호; 2000년 10월 16일에 출원된 제09/688,444호, 제09/688,484호, 및 제09/688,486호; 및 2001년 10월 5일에 출원된 제09/971,899호, 제09/972,315호, 및 제09/972,316호에서 찾아볼 수 있다.

연마 입자는 연마재 물품 내에 균일하게 분포되거나, 연마재 물품의 선택된 영역 또는 부분에 집중되어 있을 수 있다. 예를 들어, 코팅된 연마재 내에는 두 층의 연마 입자가 있을 수 있다. 제1 층은 본 발명에 따른 연마 입자 이외의 연마 입자를 포함하고, 제2(최외) 층은 본 발명에 따른 연마 입자를 포함한다. 마찬가지로 접착 연마재에서는, 연삭 휠의 두 구별된 구역이 있을 수 있다. 최외 구역은 본 발명에 따른 연마 입자를 포함할 수 있는 반면, 최내 구역은 그렇지 않다. 대안적으로는, 본 발명에 따른 연마 입자가 접착 연마재 물품 전체에 균일하게 분포되어 있을 수 있다.

코팅된 연마재 물품에 관한 추가적 세부사항은, 예를 들어 미국 특허 제4,734,104호(Broberg), 제4,737,163호(Larkey), 제5,203,884호(Buchanan 등), 제5,152,917호(Pieper 등), 제5,378,251호(Culler 등), 제5,417,726호(Stout 등), 제5,436,063호(Follett 등), 제5,496,386호(Broberg 등), 제5,609,706호(Benedict 등), 제5,520,711호(Helmin), 제5,954,844호(Law 등), 제5,961,674호(Gagliardi 등), 및 제5,975,988호(Christianson)에서 찾아볼 수 있다. 접착 연마재 물품에 관한 추가적 세부사항은, 예를 들어 미국 특허 제4,543,107호(Rue), 제4,741,743호(Narayanan 등), 제4,800,685호(Haynes 등), 제4,898,597호(Hay 등), 제4,997,461호(Markhoff-Matheny 등), 제5,037,453호(Narayanan 등), 제5,110,332호(Narayanan 등), 및 제5,863,308호(Qi 등)에서 찾아볼 수 있다. 유리질 접착 연마재에 관한 추가적 세부사항은, 예를 들어 미국 특허 제4,543,107호(Rue), 제4,898,597호(Hay 등), 제4,997,461호(Markhoff-Matheny 등), 제5,094,672호(Giles Jr. 등), 제5,118,326호(Sheldon 등), 제5,131,926호(Sheldon 등), 제5,203,886호(Sheldon 등), 제5,282,875호(Wood 등), 제5,738,696호(Wu 등), 및 제5,863,308호(Qi)에서 찾아볼 수 있다. 부직 연마재 물품에 관한 추가적 세부사항은, 예를 들어 미국 특허 제2,958,593호(Hoover 등)에서 찾아볼 수 있다.

본 발명은 표면을 연마하는 방법으로서, 본 발명에 따른 하나 이상의 연마 입자를 작업편의 표면과 접촉시키는 단계; 및 연마 입자 접촉된 표면 중 하나 이상을 이동시켜 상기 표면의 적어도 일부가 연마 입자로 연마되는 단계를 포함하는 방법을 제공한다. 본 발명에 따른 연마 입자로 연마하는 방법은 스내깅(snagging)(즉 고압 고연삭량) 내지 연마(예를 들어 의료용 임플란트를 코팅된 연마재 벨트로 연마하는 것)의 범위이며, 후자는 전형적으로 보다 미세한 등급(예를 들어, ANSI 220 및 보다 미세한 등급) 연마 입자로서 수행된다. 연마 입자는 또한 정밀 연마 응용분야, 예컨대 캠 샤프트(cam shaft)를 유리화 고정 휠로 연삭하는데 사용될 수도 있다. 특정 연마 응용분야에서 사용되는 연마 입자의 크기는 당업자에게 명백할 것이다.

본 발명에 따른 연마 입자로 연마하는 것은 건식 또는 습식으로 수행될 수 있다. 습식 연마에 있어서는, 액체가 도입되어 완전 범람을 이룰 때까지 가벼운 안개 형태로 공급될 수 있다. 흔히 사용되는 액체의 예에는 물, 수용성 오일, 유기 윤활제 및 유화액이 포함된다. 액체는 연마와 연관된 열을 감소시키고/시킴거나 윤활제로서 작용하는 역할을 할 수 있다. 액체는 살균제, 소포제 등과 같은 첨가제를 소량 함유할 수 있다.

본 발명에 따른 연마 입자는, 예를 들어 알루미늄 금속, 탄소강, 연강(mild steel), 공구강(tool steel), 스테인레스강, 경화강(hardened steel), 티탄, 유리, 세라믹, 목재, 목재 유사 물질(예를 들어, 합판 및 파티클 보드), 도료, 도장된 표면, 유기 코팅 표면 등과 같은 작업편을 연마하는데 유용할 수 있다. 연마 중에 적용되는 힘은 전형적으로 약 1 내지 약 100 킬로그램의 범위이다.

## 실시예

본 발명의 이점 및 실시양태를 하기의 비제한적인 실시예에 의해 더욱 예시되나, 이러한 실시예에서 언급된 특정 물질 및 그것의 양뿐만 아니라 기타 조건 및 세부사항은 당연히 본 발명을 한정하는 것으로 이해되어서는 안 된다. 모든 부 및 백분율은 달리 언급되지 않는 한 중량 기준이다. 달리 언급되지 않는 한, 모든 실시예는 상당량의 SiO<sub>2</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, GeO<sub>2</sub>, TeO<sub>2</sub>, As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 및 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>를 함유하지 않았다.

### 실시예 1 내지 14

250-ml 폴리에틸렌 병(직경 7.3 cm)을 다양한 분말의 혼합물 50 그램(하기 표 1에 나타난 바와 같음, 원료의 공급원은 표 2에 나열됨), 75 그램의 이소프로필 알코올, 및 200 그램의 알루미늄 밀링 매체(원통형 모양, 높이 및 직경 모두 0.635 cm; 99.9% 알루미늄; 미국 콜로라도주 골든 소재의 쿠어스(Coors)에서 수득됨)로 채웠다. 폴리에틸렌 병의 내용물을 분

당 16 회전 (rpm)으로 16 시간 동안 밀링하였다. 밀링 후에는, 밀링 매체를 제거하였고, 슬러리를 미온(약 75℃)의 유리("파이렉스(PYREX)") 팬에 붓고, 실온(약 25℃)에서 건조시켰다. 건조된 혼합물을 도료 브러쉬의 보조 하에 70-메쉬 스크린(212 마이크로미터 개구 크기)을 통해 스크리닝하였다.

스크리닝 후, 밀링된 공급물 입자의 혼합물을 천천히 (0.5 그램/분) 수소/산소 토치(torch) 화염에 공급하여 입자를 용융시켰다. 입자를 용융시켜 용융 액적을 생성하는데 사용된 토치는 미국 펜실베이니아주 헬러타운 소재의 베들레헴 애피라터스사(Bethlehem Apparatus Co.)에서 수득한 베들레헴 벤치 버너 PM2D 모델 B였다. 토치용 수소 및 산소 유량은 하기와 같았다. 내부 링에 있어서는, 수소 유량이 1분 당 8 표준 리터(SLPM)이고, 산소 유량은 3.5 SLPM이었다. 외부 링에 있어서는 수소 유량은 23 SLPM이고, 산소 유량은 12 SLPM이었다. 건조되고 크기 조정된 입자를 천천히 (0.5 그램/분) 토치 화염에 공급하였고, 화염은 입자를 용융시키고 이들을 연속적으로 순환하는 난류의 물이 든 19-리터 (5-갤런) 원통형 용기(직경 30 센티미터(cm) 및 높이 34 cm) 내로 직접 수송하여 용융 액적을 신속히 급냉하였다. 화염이 물과 충돌하는 각도는 약 45°였고, 화염 길이, 버너에서 물 표면까지는 직경이 약 18 센티미터(cm)였다. 수득된 용융 및 급냉된 입자를 팬에 수집하고, 110℃에서 건조하였다. 입자는 모양이 구형이었고 (이하, "비드"라 칭해짐), 크기가 수 마이크로미터 내지 250 마이크로미터 이하로 다양하였으며, 비드에 따라 투명(즉, 비정질)하고/하거나 불투명(즉, 결정질)하였다.

비정질 수율 백분율을 수득된 화염-형성된 비드로부터 -100+ 120 메쉬 크기 분획(즉, 150-마이크로미터 개구 크기 내지 125-마이크로미터 개구 크기 스크린으로 수집된 분획)을 사용하여 계산하였다. 측정은 하기 방식으로 수행되었다. 단일층의 비드를 유리 슬라이드 상에 펼쳐 놓았다. 광학 현미경을 사용하여 비드를 관찰하였다. 광학 현미경 대안렌즈의 십자선을 가이드로서 사용하여, 직선을 따라 놓인 비드를 광학 투명도(즉, 투명하면 비정질임)에 따라 비정질 또는 결정질로 계수하였다. 총 500개의 비드를 계수하고, 비정질 비드의 양을 총 계수된 비드로 나눔으로써 비정질 수율 백분율을 구하였다.

상 조성(비정질/결정질)을 시차 열분석(DTA)를 통해 구하였다. 물질의 해당 DTA 형적이 발열성 결정화 이벤트( $T_x$ )를 포함하면, 그 물질은 비정질로 분류된다. 동일한 형적이  $T_x$  보다 낮은 온도에서 흡열성 이벤트( $T_g$ )를 또한 포함하면, 유리를 포함하는 것으로 간주되었다. 물질의 DTA 형적이 그러한 이벤트를 포함하지 않으면, 결정성 상을 함유하는 것으로 간주되었다.

시차 열분석(DTA)을 하기 방법을 사용하여 실시예 1의 비드에 대해 수행하였다. DTA는 (독일 셀브 소재의 넷쉬 인스트루먼트 사로부터 상표명 "넷쉬 STA 409 DTA/TGA"로 수득한 장비를 사용하여) -140+ 170 메쉬 크기 분획(즉, 105-마이크로미터 개구 크기 내지 90-마이크로미터 개구 크기 스크린으로 수집된 분획)을 사용하여 수행하였다. 각 스크린된 샘플의 양을 100-마이크로리터  $Al_2O_3$  샘플 홀더에 놓았다. 각 샘플을 질소 분위기 하에서 실온(약 25℃)에서부터 1100℃까지 10℃/분의 속도로 가열하였다.

실시예 1에서 제조된 비드의 DTA 형적은, 형적의 곡선에서 하향 변화에 의해 입증되는 바와 같이 약 870℃의 온도에서 흡열성 이벤트를 나타냈다. 이러한 이벤트는 유리 물질의 유리 전이( $T_g$ )로 인한 것으로 추정된다. 동일 물질은 형적에서 첨예한 피크에 의해 입증되는 바와 같이 약 920℃의 온도에서 발열성 이벤트를 나타냈다. 이러한 이벤트는 물질의 결정화( $T_x$ )로 인한 것으로 추정된다. 따라서 물질은 유리질인 것으로 결정되었다.

DTA는 실시예 2 내지 15에서 상술한 바와 같이 수행되었다. 해당 유리 전이( $T_g$ ) 및 결정화( $T_x$ ) 온도가 하기 표 1에 열거되어 있다.

[표 1a]

실시예	배치양, g	성분의 중량%	비정질 수율 백분율	유리전이 °C	유리 결정화 °C	질소 함량, 중량%
조성물 A	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.49 ZrO <sub>2</sub> : 9.6 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.45	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 40.98 ZrO <sub>2</sub> : 18.12 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 40.9	NM	863	932	ND
1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.46 AlN: 2.5 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.42 ZrO <sub>2</sub> : 8.61	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 38.92 AlN: 5.0 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 38.84 ZrO <sub>2</sub> : 17.22	NM	858	926	0.26
2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 24.7 AlN: 2.5 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 22.8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 49.4 AlN: 5 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 45.6	NM	853	926	0.21
3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 15.8 AlN: 6.4 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.0 ZrO <sub>2</sub> : 8.9	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 31.6 AlN: 12.7 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 38.0 ZrO <sub>2</sub> : 17.7	85	NM	NM	NM
4	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 13.3 AlN: 8.9 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.0 ZrO <sub>2</sub> : 8.9	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 26.6 AlN: 17.7 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 38.0 ZrO <sub>2</sub> : 17.7	94	NM	NM	0.54
5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 18.3 AlN: 3.9 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19 ZrO <sub>2</sub> : 8.9	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 36.6 AlN: 7.7 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 38.0 ZrO <sub>2</sub> : 17.7	84	NM	NM	NM

[표 1b]

실시예	배치양, g	성분의 중량%	비정질 수율 백분율	유리 전이 °C	유리 결정화 °C	질소 함량, 중량%
6	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 18.3 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.2 ZrO <sub>2</sub> : 9 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 2.5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 36.6 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 40.4 ZrO <sub>2</sub> : 18.0 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 5.0	88	NM	NM	NM
7	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 5.3 Al: 8.4 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 23.2 ZrO <sub>2</sub> : 10.4 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 2.8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 10.5 Al: 16.7 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 46.4 ZrO <sub>2</sub> : 20.7 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 5.7	93	832	915	NM
8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 5.3 Al: 8.3 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.7 ZrO <sub>2</sub> : 10.3 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 1.5 SiC: 1.5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 10.5 Al: 16.7 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 46.4 ZrO <sub>2</sub> : 20.7 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 2.9 SiC: 2.9	96	832	918	NM
9	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.5 Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.5 ZrO <sub>2</sub> : 8.6 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 2.5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 39.0 Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 39.0 ZrO <sub>2</sub> : 17.1 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 5.0	95	867	923	NM
10	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.5 Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.5 ZrO <sub>2</sub> : 8.6 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 1.3 SiC: 1.3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 39.0 Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 39.0 ZrO <sub>2</sub> : 17.1 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 2.5 SiC: 2.5	91	NM	NM	NM
11	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 17.1 Al: 9 AlN: 4.2 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.7	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 34.1 Al: 18.0 AlN: 8.4 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 39.4	88	NM	NM	NM

[표 1c]

실시예	배치양, g	성분의 중량%	비정질 수율 백분율	유리 전이 °C	유리 결정화 °C	질소 함량, 중량%
12	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 10.1 Al: 16.0 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.7 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 6.2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.1 Al: 32.0 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 41.5 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 6.4	97	857	905	NM
13	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 16.1 Al: 8.5 AlN: 3.9 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 18.6 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 2.9	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 32.1 Al: 17.0 AlN: 7.9 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 37.2 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 5.8	95	NM	NM	NM
14	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 10.1 Al: 16.0 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.7 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 1.6 SiC: 1.6	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.1 Al: 32.0 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 41.5 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 3.2 SiC: 3.2	95	851	910	NM

ND -- 구하지 못함

NM -- 측정하지 않음

[표 2]

원료	출처
알루미나(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) 입자	미국 애리조나주 보크사이트 소재의 알코아 인더스트리얼 케미컬즈(Alcoa Industrial Chemicals)사에서 상표명 "Al6SG"으로 수득
알루미늄(Al) 입자	미국 메사추세츠주 워드힐 소재의 알파 에사(Alfa Aesar)사에서 수득
질화알루미늄(AlN) 입자	미국 메사추세츠주 뉴튼 소재의 에이치. 씨. 스타크(H. C. Stark)사에서 수득
산화가돌리늄(Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) 입자	미국 캘리포니아주 마운틴 패스 소재의 몰리코프 사(Molycorp Inc.)에서 수득
산화란탄(La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) 입자	몰리코프 사(Molycorp, Inc.)에서 수득하고, 배치 혼합 전에 700°C에서 6 시간 동안 소성함
탄화규소(SiC) 입자	미국 일리노이주 시카고 소재의 수피리어 그래파이트 사(Superior Graphite Co.)에서 수득
질화규소(Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ) 입자	에이치. 씨. 스타크(H. C. Stark)사에서 수득
산화이트륨(Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) 입자	에이치. 씨. 스타크(H. C. Stark)사에서 수득
지르코니아(ZrO <sub>2</sub> ) 입자	(미국 조지아주 마리에타 소재의 지르코니아 세일즈 사(Zirconia Sales, Inc.)에서 상표명 "DK-2"로 수득)

실시예 1, 2 및 4의 질소 함량의 정량적 분석을 하기와 같이 x-선 형광을 이용하여 결정하였다. 각 샘플의 일부를 에탄올과 함께 탄화붕소 막자사발에서 밀링하였다. 수득된 슬러리를 황동 디스크에 적용하고, 디스크를 스테인리스강 XRF 샘플 홀더에 놓았다. 준비된 샘플을 각각 붕소(B) 내지 우라늄(U)에 대해 정량적 및 반-정량적으로, 로듐 X-선 공급원, 진공 분위기 및 25 mm 직경 측정 구역이 장착된 파장 분산형 X-선 형광 분광계(일본 리가쿠(Rigaku)사에서 상표명 "리가쿠(RIGAKU) ZSX-100e"로 수득됨)를 사용하여 분석하였다. 반-정량적 XRF 원소 분석을 위해 소프트웨어 프로그램(분광계에 포함된 SQX 소프트웨어)을 사용하였는데, 소프트웨어는 개별 원소 강도 데이터를 각 샘플에 대해 관찰된 총 강도로 나누었고, 기본 파라미터 알고리즘을 사용하여 흡수/증진 효과를 밝혔다. 결과를 이용된 원소 범위 내(이 경우, 붕소로부터 우라늄까지)에서 100%로 표준화하였다. 해당 N의 양을 상기 표 1에 나열하였다.

실시에 3 내지 5 및 11 내지 14의 비정질 비드를 저항적으로 가열된 반응로에서 질소 기류의 분위기 하에서 1300℃에서 15 분간, 15℃/분의 구배 속도로 열 처리하여 결정화하였다. 열 처리에서 수득된 비드는 광학 현미경(열 처리 전에, 비드는 투명함)을 사용하여 관찰한 바, 불투명하였다. 열 처리된 비드의 불투명성은 비드의 결정화의 결과인 것으로 추정된다. 비정질 물질은 전형적으로 결정 경계와 같은 광산란 중심의 결핍으로 인해 주로 투명한 반면, 결정성 입자는 결정 경계의 광산란 효과로 인해 불투명하다. 결정화된 실시예 4의 비드의 질소 함량을 실시예 1, 2, 및 4에 대해 상술한 바와 같이 분석하였으며, 0.52 중량%인 것으로 밝혀졌다.

#### 실시에 15

약 25 그램의 실시예 4의 비정질 비드를 흑연 금형에 넣고, 단일축 가압 장치(미국 캘리포니아주 브레아 소재의 씨멀 테크놀로지(Thermal Technology, Inc.)사에서 상표명 "HP-50"으로 수득됨)를 사용하여 열간 가압하였다. 열간 가압은 질소 분위기 하에서 13.8 메가파스칼 (MPa)(1 평방 인치 당 2000 파운드 (2 ksi))의 압력으로 수행하였다. 열간 가압로를 970℃까지 25℃/분으로 승온시켰다. 직경 약 34 밀리미터 (mm) 및 두께 6 mm인 수득된 투명한 디스크를 "칩멍크 (Chipmunk)" 죠 크러셔(타입 VD, 미국 캘리포니아주 버뱅크 소재의 비코 사(BICO, Inc.)에서 제조됨)를 사용하여 입자로 분쇄하고 -30+ 35 분획(즉, 600-마이크로미터 개구 크기 내지 500-마이크로미터 개구 크기 스크린으로 수집된 분획) 및 -35+ 40 메쉬 분획(즉, 500-마이크로미터 개구 크기 내지 425-마이크로미터 개구 크기 스크린으로 수집된 분획)을 유지하도록 분류하였다.

DTA 형적을 실시예 1 내지 14에서 상술한 바와 같이 수행하여, 실시예 15는 열간 가압 공정 후에도 여전히 비정질임을 확인하였다. 열간 가압된 물질은 유리 전이( $T_g$ ) 및 결정화( $T_x$ ) 온도에 의해 입증되는 바와 같이 유리 구조를 나타냈다.

분쇄되고 분류된 입자를 전기적으로 가열된 반응로에서 1300℃에서 15 분간 열 처리하여 결정화시켜 연마 입자를 준비하였다. 열 처리에서 수득된 입자는 광학 현미경을 사용하여 관찰한바 불투명하였다(열 처리 전에는 입자는 투명하였음). 열 처리된 입자의 불투명성은 입자의 결정화의 결과인 것으로 추정된다. 비정질 물질(유리질 물질 포함)은 전형적으로 결정 경계와 같은 광산란 중심의 결핍으로 인해 우세적으로 투명한 반면, 결정성 입자는 결정 경계의 광산란 효과로 인해 불투명하다.

연마 입자의 밀도를 비중병(pycnometer)(미국 조지아 노크로스 소재의 마이크로메리틱스(Micromeritics)사에서 상표명 "아큐픽(Accupyc) 1330"으로 수득됨)을 사용하여 측정하였다. 밀도는 3.92 g/cm<sup>3</sup> 인 것으로 밝혀졌다.

결정화된 입자의 한 분획을 직경 약 2.5 cm 및 높이 약 1.9 cm의 수지 원통 내에서 장착용 수지(일리노이주 레이크 블러프의 뷰엘러(Buehler)사에서 상표명 "트란소프트 파우더"로 수득됨)에 장착시켰다. 장착된 단편은 연마기(일리노이주 레이크 블러프의 뷰엘러사에서 상표명 "에포메트 3"으로 수득됨)를 사용하는 통상적인 연마 기법을 사용하여 제조하였다. 샘플을 125-마이크로미터 다이아몬드를 함유하는 다이아몬드 휠로 약 3분간 연마한 후, 45, 30, 15, 9, 3 및 1-마이크로미터 슬러리 각각으로 5 분간 연마하였다. 미세경도 측정을 100-그램 인덴트 부하를 사용하는 빅커스 압인기가 장착된 통상적인 미세경도 시험기(일본 도쿄 소재의 미즈토요사에서 상표명 "미투토요 MVK-VL"로 수득됨)을 사용하여 수행하였다. 미세경도 측정은 ASTM 시험 방법 E384 [물질의 미세경도에 대한 시험 방법(1991)]에 기재된 지침에 따라 수행하였다. 결정화(열 처리)된 실시예 16의 경도는, 10회 측정의 평균을 기준으로 18.8 GPa인 것으로 밝혀졌다.

본 발명의 다양한 변형에 및 변경에는 본 발명의 범위 및 사상에서 벗어나지 않고서도 당업자에게 명백해질 것이며, 본 발명이 본원에 언급된 예시적 실시양태로 당연히 한정되지 않는 것임을 이해해야 한다.

### 도면의 간단한 설명

도 1은 화염-용융 장치에 있어서의 분말 공급기 어셈블리를 포함하는 장치의 한 예시적 실시양태의 측면도이다.

도 2는 도 1의 장치의 단면도이다.

도 3은 도 1의 장치의 단면 분해 조립도이다.

도 4는 도 1의 분말 공급기 어셈블리 일부의 측면도이다.

도 5는 도 1의 분말 공급기 어셈블리 일부의 사시도이다.

도 6은 도 1의 분말 공급기 어셈블리 일부의 횡단면도이다.

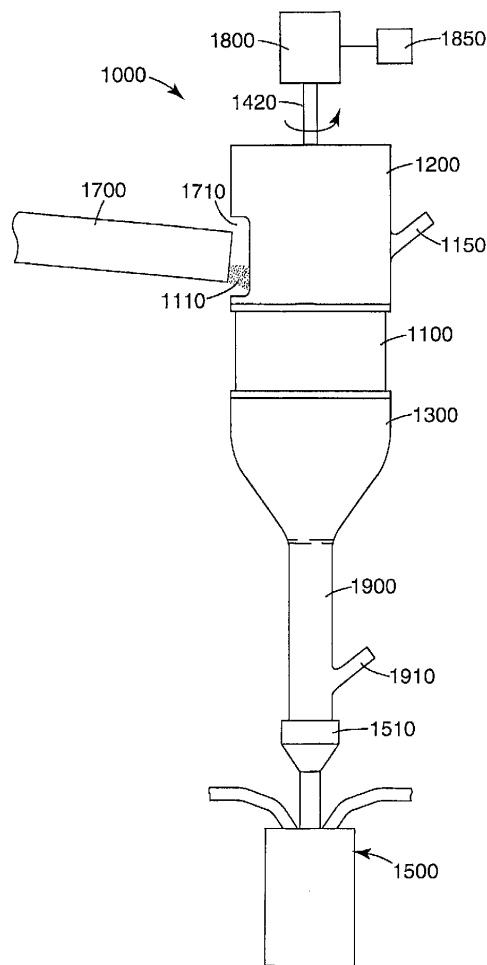
도 7은 본 발명에 따른 연마 입자를 포함하는 코팅된 연마재 물품의 단편적인 단면 개략도이다.

도 8은 본 발명에 따른 연마 입자를 포함하는 접착 연마재 물품의 사시도이다.

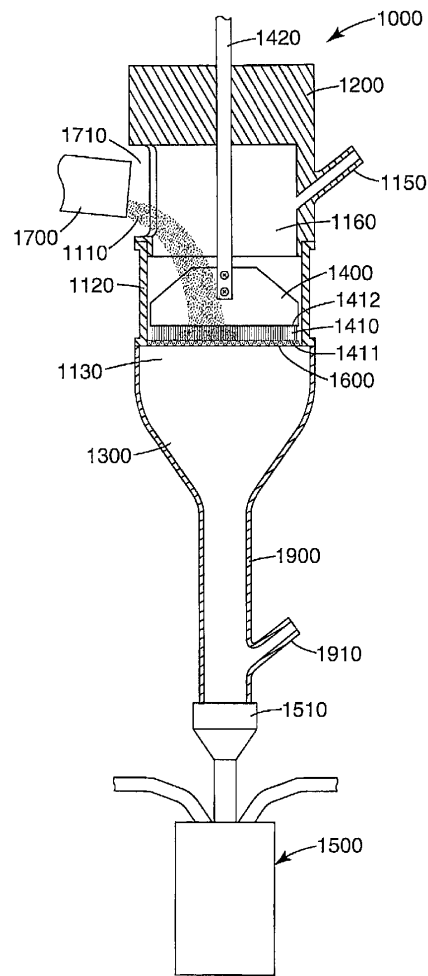
도 9는 본 발명에 따른 연마 입자를 포함하는 부직 연마재 물품 일부의 확대된 개략도이다.

## 도면

도면1

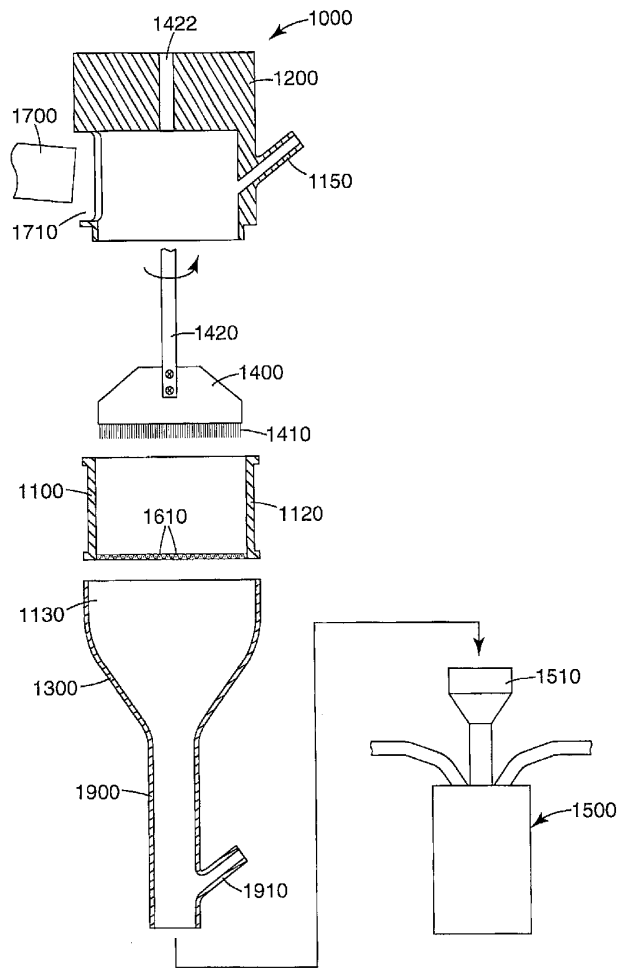


도면2

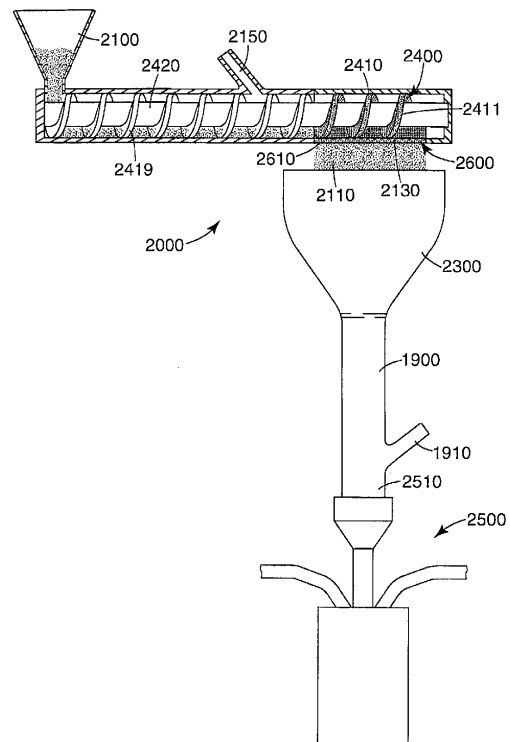




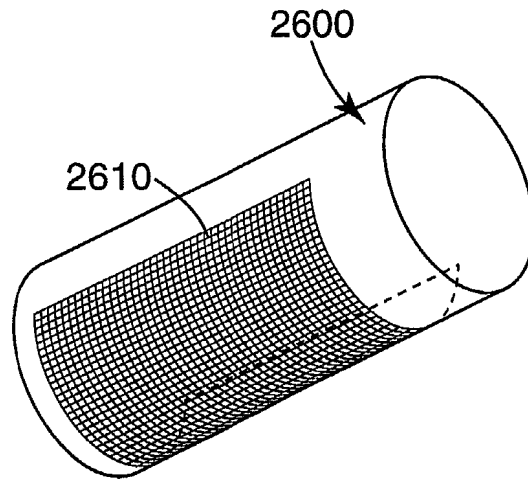
도면3



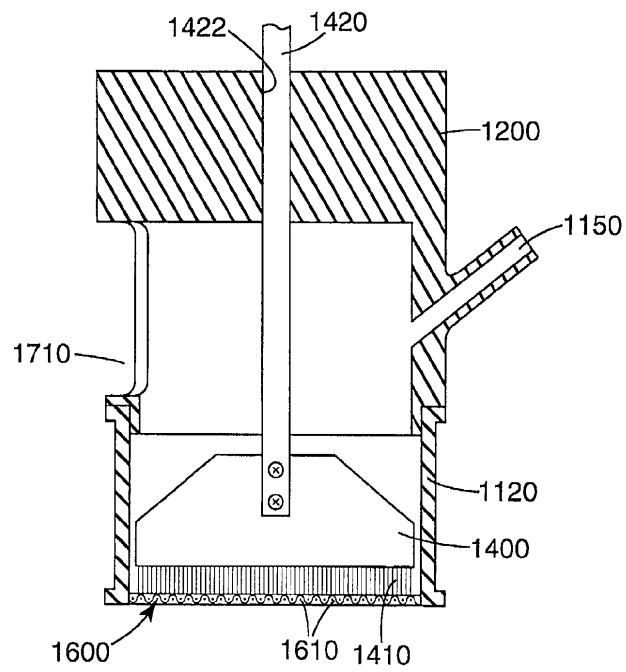
도면4



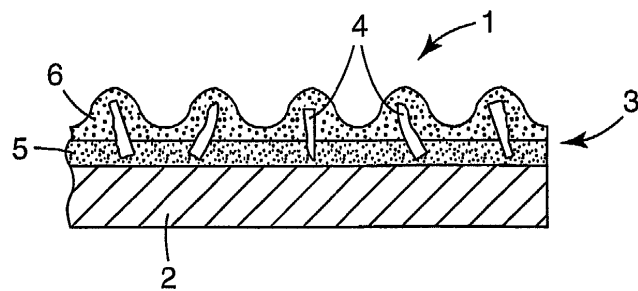
도면5



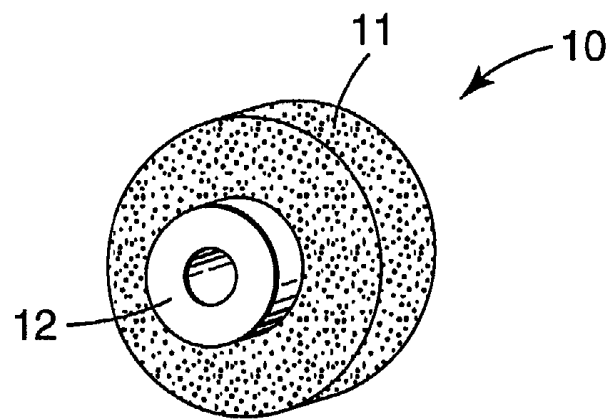
도면6



도면7



도면8



도면9

