



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0010793
(43) 공개일자 2017년02월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B02C 17/02 (2006.01) B02C 17/10 (2006.01)
B02C 17/20 (2006.01) B02C 23/08 (2006.01)
C01B 25/44 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B02C 17/02 (2013.01)
B02C 17/10 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-7034946
(22) 출원일자(국제) 2015년05월28일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2016년12월13일
(86) 국제출원번호 PCT/US2015/032900
(87) 국제공개번호 WO 2015/184102
국제공개일자 2015년12월03일
(30) 우선권주장
62/005,367 2014년05월30일 미국(US)

(71) 출원인
코닝 인코포레이티드
미국 뉴욕 (우편번호 14831) 코닝 원 리버프론트
플라자
(72) 발명자
힐, 킴벌리 에린
미국, 뉴욕 14858, 린들레이, 스노웰 로드 9023
무르타그, 마틴 조셉
미국, 뉴욕 14886, 트루만스버그, 스왓프 콜리지
로드 4162
(74) 대리인
청운특허법인

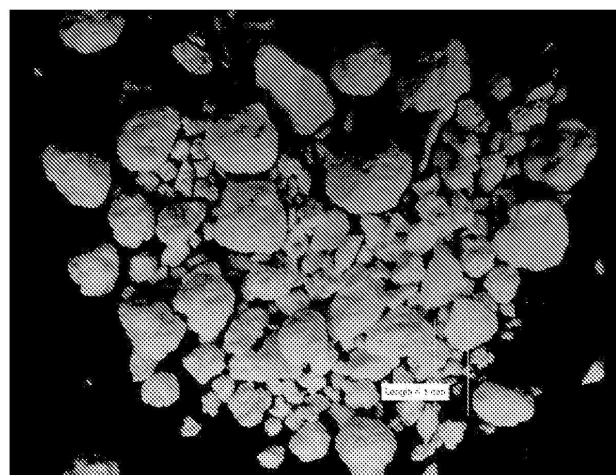
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 알루미늄 메타인산 불 밀링 방법

(57) 요약

알루미늄 메타인산(ALMP) 미립자 제품을 준비하는 방법은 연마 매체로써 불 밀의 밀링 챔버를 충전하는 단계와, ALMP 공급원료를 상기 밀링 챔버에 적재하는 단계를 포함한다. ALMP 공급원료는 0.25 내지 0.5의 파티클 감소 지수에서 ALMP 파티클로 연마 매체에 의해 밀링절삭된다. 밀링이 실행되는 기간 동안에 복수의 시간 단계에서, ALMP 파티클의 미세 파편은 밀링 챔버로부터 제거되는 한편으로, ALMP 파티클의 거친 파편은 부가적인 밀링을 위해 상기 밀링 챔버에 남아 있다. 100 μm 내지 700 μm 의 중간 파티클 크기의 파티클 크기 분포를 갖는 ALMP 미립자 제품이 밀링 챔버로부터 제거된 ALMP 파티클로부터 준비된다.

대표도 - 도1



1 mm

(52) CPC특허분류

B02C 17/20 (2013.01)

B02C 23/08 (2013.01)

C01B 25/44 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법으로서,

볼 밀의 밀링 챔버를 연마 매체로써 충전하는 단계;

상기 밀링 챔버에 알루미늄 메타인산 공급원료를 적재하는 단계;

상기 연마 매체로써, 0.25 내지 0.5의 파티클 감소 지수에서 알루미늄 메타인산 파티클로 상기 알루미늄 메타인산 공급원료를 밀링하는 단계;

상기 밀링이 진행되는 기간 동안에 복수의 시간 단계에서, 부가적인 밀링을 위해 상기 밀링 챔버에 상기 알루미늄 메타인산 파티클의 거친 과편을 남겨두면서, 상기 밀링 챔버로부터 상기 알루미늄 메타인산 파티클의 미세 과편을 제거하는 단계; 및

상기 밀링 챔버로부터 제거된 상기 알루미늄 메타인산 파티클로부터 100 μm 내지 700 μm 의 중간 파티클 크기를 갖는, 파티클 크기 분포된 알루미늄 메타인산 미립자 제품을 준비하는 단계;를 포함하는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 밀링 챔버를 연마 매체로써 충전하는 단계는 세라믹 재료로 만들어진 연마 매체를 선택하는 단계를 포함하는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 3

청구항 2에 있어서,

상기 세라믹 재료로 만들어진 연마 매체를 선택하는 단계는 알루미나로 만들어진 연마 매체를 선택하는 단계를 포함하는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 4

청구항 2에 있어서,

상기 밀링 챔버를 연마 매체로써 충전하는 단계는 세라믹 재료로 라이닝처리된 밀링 챔버를 선택하는 단계를 포함하는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 5

청구항 4에 있어서,

상기 세라믹 재료로 라이닝처리된 밀링 챔버를 선택하는 단계는 알루미나로 라이닝처리된 밀링 챔버를 선택하는 단계를 포함하는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 6

청구항 1에 있어서,

알루미늄 메타인산 파티클의 미세 과편은 100 μm 내지 700 μm 의 파티클 크기를 갖는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 7

청구항 1에 있어서,

상기 알루미늄 메타인산 미립자 제품은 100 μm 보다 큰 중간 파티클 크기를 갖는 파티클 크기 분포를 갖는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 8

청구항 1에 있어서,

상기 알루미늄 메타인산 공급원료는 0.1 mm 내지 5.0 mm의 응집 파티클 크기를 갖는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 9

청구항 1에 있어서,

상기 미세 파편은 알루미늄 메타인산 공급원료의 밀링을 중지하지 않으면서 복수의 시간 단계에서 제거되는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 10

청구항 1에 있어서,

상기 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 상기 파티클 크기 분포는 400 μm 내지 700 μm 의 중간 파티클 크기를 갖는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 11

청구항 10에 있어서,

상기 연마 매체는 복수의 개별 볼을 포함하고, 각각의 볼은 상기 알루미늄 메타인산 공급원료에서 최대 파티클보다 10 배 내지 15 배 더 큰 크기를 갖는, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

청구항 12

청구항 10에 있어서,

상기 밀링 동안에 상기 볼 밑에 대한 특별한 인풋 에너지는 0.5 kWh/ton 내지 2 kWh/ton인, 알루미늄 메타인산 미립자 제품의 준비 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 출원은 2014년 05월 30일에 출원된 미국 가특허출원번호 제61/005,367호를 우선권 주장하고 있으며, 이 특허출원 문헌은 참조를 위해 본 명세서에 그 내용이 모두 통합되어 있다.

[0002] 본 분야는 전반적으로 주어진 파티클 크기 분포를 갖는 내화 재료 미립자 제품의 분쇄 방법, 특히 준비 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 알루미늄 메타인산(ALMP; $\text{Al}(\text{PO}_3)_3$)은 0.1 mm 내지 5 mm 이상의 응집 파티클 크기를 갖는 하소된 제품(calced product)으로서 만들어진다. 도 1은 하소된 바와 같은 일례의 ALMP 파티클 크기를 나타낸다. ALMP는 일단 하소되면, 파티클 정도(대략적으로 10 GPa에 이르는 정도)를 갖는 내화 재료이다. 유리 뱃치에서의 하소된 ALMP의 사용 이전에, ALMP는 압쇄(crushing), 충격, 및 마손(attrition)과 같은 파티클 파쇄 메카니즘을 사용한 분쇄 방법을 통해 파티클의 크기 감소 처리된다.

[0004] ALMP의 충격 밀링은 파티클을 압쇄하기 위한 실린더 내에서의 링 및/또는 로우터 블레이드로써 연마식 금속 실린더에서 현재 실행된다. 그러나, 하소된 ALMP의 내화 특성 때문에, 링 및/또는 로우터 블레이드는 밀링 작동 동안에 마모되어, 최종 ALMP 미립자 제품에서 금속, 주로 철 오염을 초래한다. 유리 생산을 위해, 최종 ALMP 미립자 제품에서의 철의 오염은 최종 유리 제품의 성능 특성에 해가 된다. 자성에 의한 분리가 밀링절삭된 제

품으로부터의 금속 오염물질을 제거하기 위한 이후 해결 단계로서 통상적으로 사용된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 더욱이, ALMP 응집은 하소의 결과로서, 응집 크기에 기초한 다양한 압축의 영향을 받는다. 도 2는 하소된 바와 같은 ALMP의 이미지 파티클 크기를 나타낸다. ALMP의 이러한 독특한 미세구조에 기인하여, 요구되는 최종 파티클 크기 분포가 제어되기 어렵다. 충격 밀(impact mill)로의 인풋 에너지가 응집 압축 응력보다 더 크다면, 응집체는 가루화될 것이고, 여러 유리 बै치 공정에 적당하지 않을 수 있는 초-미세 ALMP 제품을 만들며, 이는 즉, ALMP 제품이 운송 편리성을 위해 상당히 미세할 수 있고 그리고 बै치 더스팅(dusting)을 심화시킬 수 있다 (aggravate).

과제의 해결 수단

[0006] 하나의 예시적인 실시예에 있어서, 주어진 파티클 크기 분포를 갖는 ALMP 미립자 제품을 준비하는 방법은 세라믹 재료로 만들어진 연마 매체를 사용하여 볼 밀에 ALMP 공급원료를 건조 밀링하는 단계를 포함한다. 밀링 동안의 다양한 시간 단계에서, ALMP 파티클의 미세 파편(fine fraction)은 볼 밀로부터 제거되는 한편으로, 연속된 밀링 동안에 볼 밀에 ALMP 파티클의 거친 파편을 남기게 된다. 주어진 파티클 크기 분포를 갖는 ALMP 미립자 제품은 볼 밀로부터 제거된 ALMP 파티클로부터 준비된다.

[0007] 상기 기재한 사항과 아래 상세한 설명 모두는 단지 예시적이고 본 발명의 특징과 특성의 전반적인 또는 개괄적인 이해를 돕기 위한 것이라는 것을 알 수 있을 것이다. 첨부한 도면은 실시예의 이해를 더욱 돕기 위해 제공하도록 포함되어 있고, 그리고 본 명세서의 일부를 이루도록 통합되어 있다. 도면은 본 발명의 다양한 실시예를 나타내고 있으며, 상세한 설명과 함께 본 발명의 작동 및 원리를 설명하기 위해 사용된다.

[0008] 아래 기재된 사항은 첨부한 도면의 도면에 대한 설명이다. 도면은 반드시 축척에 맞춰져 있지 않고, 도면에서의 특정 구성요소와 특정 시점은 간략하고 명확하게 나타내기 위하여 확대되거나 개략적으로 나타내어질 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0009] 도 1은 하소된 바와 같은 ALMP의 일례의 파티클 크기를 나타낸 도면이다.
 도 2는 하소된 바와 같은 ALMP의 단면의 SEM 이미지 파티클을 나타낸 도면이다.
 도 3a - 도 3c는 일례의 볼 밀을 나타낸 도면이다.
 도 3d는 공기 배출된 볼 밀 공정을 나타낸 도면이다.
 도 4는 일 실시예에 따른 샘플과 비교예에 따른 샘플에 대한 밀링 시간의 함수로서 파티클 감소 지수를 나타낸 도면이다.
 도 5는 일 실시예에 따른 샘플과 비교예에 따른 샘플에 대한 밀링 시간의 함수로서 본드 밀링 작업 지수를 나타낸 도면이다.
 도 6은 일 실시예에 따른 샘플과 비교예에 따른 샘플에 대한 본드 밀링 작업 지수의 함수로서 파티클 감소 지수를 나타낸 도면이다.
 도 7은 일 실시예에 따른 샘플과 비교예에 따른 샘플에 대한 밀링 시간의 함수로서 중간 파티클 크기를 나타낸 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 주어진 파티클 크기 분포를 갖는 알루미늄 메타인산(ALMP) 미립자 제품의 제조 방법이 본 명세서에 기재되어 있다. 일 실시예에 있어서, 주어진 파티클 크기 분포는 100 μm 내지 700 μm 의 중간 파티클 크기(d_{50})를 갖는 파티클을 포함한다. 다른 한 실시예에 있어서, 주어진 파티클 크기 분포는 100 μm 보다 더 큰 중간 파티클 크기를 갖는 파티클을 포함한다.

[0011] 일 실시예에 있어서, 주어진 파티클 크기 분포를 갖는 ALMP 미립자 제품을 만드는 방법이 건조 ALMP 공급원료를

볼 밀에 적재하는 단계와, ALMP 공급원료의 파티클 크기에 비해 감소된 중간 파티클 크기를 갖는 ALMP 파티클에 ALMP 공급원료를 밀링절삭하도록 상기 볼 밀을 작동시키는 단계를 포함하며, 이 경우 다양한 시간 단계에서, 밀링 동안에, ALMP 파티클의 미세 파편이 볼 밀로부터 제거된다. 다양한 시간 단계에서 ALMP 파티클의 미세 파편의 제거에 의한 이러한 볼 밀링은 ALMP 파티클의 미세 파편이 계속 존재하는 볼 밀링에 비해 보다 큰 밀링 효율을 갖는다고 알려져있다. 미세 파편에 고려되는 것은 요구되는 파티클 크기 분포에 따라 결정될 것이다. 일 실시예에 있어서, 미세 파편은 100 μm 내지 700 μm 의 파티클 크기를 포함할 수 있다. 다른 한 실시예에 있어서, 미세 파편은 212 μm 내지 425 μm 의 파티클 크기를 포함할 수 있다.

[0012] 표 A1은 ALMP 미립자 제품 샘플 I 및 II에 대한 파티클 특징을 나타내고 있다. 샘플 I는 본 명세서에 기재된 바와 같이, 밀링 동안에 다양한 시간 단계에서 미세 파편의 제거로써 만들어졌다. 샘플 II는 밀링 동안에 미세 파편의 제거 없이 만들어졌고, 그리고 비교를 위해 표 A1에 나타내어졌다. 파티클 크기 분포 용어에 있어서, 매개변수(d_{50})는 샘플 볼륨의 50 %가 존재하는 최대 파티클 직경이다(또한 볼륨만큼의 중간 파티클 크기로 알려져 있음). 매개변수(d_{10})는 샘플 볼륨의 10%가 존재하는 최대 파티클 직경이다. 매개변수(d_{90})는 샘플 볼륨의 90%가 존재하는 최대 파티클 직경이다.

표 A1

샘플	d_{10}	d_{50}	d_{90}	분포 폭	알파	베타
I	12.1	240.0	352.0	1.42	142.4	2.0
II (비교)	13.8	120.0	328.0	2.62	167.5	2.8

[0013]

[0014] 도 3a는 일례의 볼 밀(10)을 나타낸 도면이며, 상기 볼 밀은 베어링(14)에 의해 그 축선방향 축선을 중심으로 회전 지지되도록 중공의 실린더형 셸(12)을 포함한다. (여러 볼 밀 설계품에 있어서, 셸(12)은 물러 상에 지지될 수 있다.) 셸(12)은 내마모성 재료로 만들어진 내측 라이너(18)를 구비한다. 셸(12)은 밀링 챔버(13)를 제공하며, 상기 밀링 챔버는 연마 매체(16)로 부분적으로 충전된다. 연마 매체(16)는 볼로 만들어지고, 상기 볼은 구나, 실린더나, 또는 다른 덩어리 형상의 형태를 취할 수 있다.

[0015] 공급 재료는 화살표 24로 지시된 바와 같이, 셸(12)에서의 개구(22)를 통해 밀링 챔버(13)로 안내될 수 있다. 밀링절삭된 재료를 밀링 챔버(13) 외측으로 배출하도록 동일한 개구(22)가 사용될 수 있다. 도 3b에 도시된 바와 같이, 배출 격자(26)는 개구(22)에 장착될 수 있는 한편으로, 밀링절삭된 재료를 밀링 챔버(13) 외측으로 배출한다. 배출 격자(26)는 밀링 챔버(13)로부터 개구(22)를 통해 제거될 파티클의 크기를 제어하도록 다양한 슬롯 및 구멍을 가질 것이다. 배출 하우징(28)은 또한 밀링 챔버(13)로부터 제거될 밀링절삭된 파티클을 수집하도록 제공될 수 있다. (여러 볼 밀 설계품에 있어서, 공급 재료 및 밀링절삭된 재료에 대한 별개의 유입 포트 및 유출 포트 각각이 제공될 수 있음.)

[0016] 볼 밀(10)에 의해 만들어진 최종 ALMP 미립자 제품의 금속 오염을 피하기 위하여, 연마 매체(16) 및 내측 라이너(18)는 비-금속 재료로 만들어질 수 있다. 일 실시예에 있어서, 연마 매체(16) 및 내측 라이너(18)는 세라믹 재료(예를 들면, 알루미늄과 같은 알루미늄-기반의 세라믹 재료)로 만들어진다. 세라믹 재료로 만들어진 내측 라이너 및 연마 매체를 구비한 볼 밀이 세라믹 볼 밀로서 기재될 수 있다.

[0017] 상기 기재된 방법을 실행하기 위하여, ALMP 공급원료(도 3c에서 20)가 연마 매체(16)로 사전에 충전된 밀링 챔버(13)로 공급된다. 일 실시예에 있어서, 밀링 챔버(13)의 총 볼륨의 20 % 내지 30 %가 ALMP 공급 원료로 충전될 수 있고, 그리고 밀링 챔버(13)의 총 볼륨의 45 % 내지 50 %가 연마 매체(16)로 충전될 수 있다. 일 실시예에서의 ALMP 공급원료가 0.1 mm 내지 대략적으로 5 mm 크기의 응집 파티클을 포함한다. 밀링 챔버(13)는 예를 들면, 커버(도 3c에서 30)가 개구(22)에 장착됨으로써, 폐쇄된다. 볼 밀(10)은 구동 모터(32) 및 기어 박스(34)를 사용하여 밀링 챔버(13)나 또는 셸(12)을 회전시킴으로써 작동된다. 밀 공구의 주의 깊은 회전 속도의 선택에 의해, 볼(연마 매체(16))은 밀링 챔버(13)를 통해 유동(cascade)하고, ALMP 파티클과 충돌하며, ALMP 파티클의 연마 및/또는 압쇄를 초래한다. 밀 공구가 원심분리기처럼 작동하는 속도가 임계 속도로 알려졌다. 일반적으로, 볼이 요구되는 밀링 작용을 ALMP 파티클에 효과적으로 부여할 수 없기 때문에, 밀 공구가 원심분리기로서 작용하지 않는 것이 바람직하다. 회전 속도는 임계 속도 아래로 선택될 수 있다. 일 실시예에 있어서, 회전 속도는 임계 속도의 대략 65 %이도록 선택된다.

[0018] 상기 기재된 방법에 따라, 다양한 시간 단계에서, ALMP 파티클의 미세 파편이 밀링 챔버(13)로부터 제거된다. 상기 방법은 밀링 챔버(13)의 회전을 중지하는 단계, 배출 격자(도 3b에서 26)를 설치하는 단계, 및 요구되는 미세 파편을 제거하는 단계를 포함할 수 있다. 시간 단계의 수와, 상기 시간 단계 사이의 간격은 경험적으로 결정될 수 있지만, 그러나 재료 특성 및 파티클 감소 지수에 따라 전반적으로 결정될 것이다.

[0019] 대안적인 실시예에 있어서, 미세 파편이 볼 밀의 작동을 차단하지 않으면서 다양한 시간 단계에서 제거될 수 있도록, 볼 밀이 설계될 수 있다. 예를 들면, 도 3d에 도시된 셋업에 있어서, 공기-배출식(air-swept) 밀링 챔버(40)의 인풋 단부는 공급기(42) 및 공기 공급원(44)과 연결된다. (밀링 챔버(40)는 상기 밀링 챔버(13)에 대해 기재된 바와 같은 재료로써 라이닝처리(lined) 될 수 있다.) 공급기(42)는 ALMP 공급원료를 밀링 챔버(40)에 제공할 것이고, 그리고 공기 공급원(44)은 사전결정된 유동 율로 상기 밀링 챔버(40)에 공기를 제공할 것이다. 공기는 상기 언급된 다양한 시간 단계에서 밀링 챔버(40)에 제공되어, 밀링 챔버(40)의 작동을 반드시 차단시키지 않고도 상기 밀링 챔버(40) 외측으로 파티클을 배출할 것이다. 배출된 파티클은 공기 공급원(48)과 연결된 공기 분급기(46)에 수용된다. 미세 파편의 명세를 충족하는 파티클이 공기 분급기(46)로부터 제품 수집기(50)로 배출될 것이다. 남아있는 거친 파티클은 밀링 챔버(40)로 복귀될 수 있다.

[0020] 밀링 공정의 효율은 파티클 크기 감소 지수, 밀 공구로의 인풋 에너지, 파티클을 밀링하는데 필요한 작업, 및 밀링 작업 지수에 의해 정량화될 수 있다. 이들 매개변수가 아래 기재되어 있다.

[0021] 파티클 크기 감소 지수는 공급 재료의 파티클 크기가 시간(t)에서 밀링에 의해 감소되는 정도를 나타내는 무차원 값이다. 달리 말하자면, 파티클 크기 감소 지수는 공급 재료에 대한 시간(t)에서의 밀링절삭된 제품의 파티클 크기를 비교한다. 파티클 크기 감소 지수가 방정식 (1A)로부터 결정될 수 있다.

$$D(I) = \frac{d_i - d_L}{d_0 - d_L} \quad (1A)$$

[0022]

[0023] 방정식 (1A)에 있어서, D(I)은 파티클 크기 감소 지수이고, d_i 는 시간(t)에서의 밀(mill) 샘플의 d_{50} 이고, d_L 는 최종 밀링절삭된 파티클 크기(즉, 파티클 파쇄의 다른 핵형성이 심지어 다른 밀링으로써 가능하지 않는 샘플의 밀링 한계에서의 d_{50})이고, d_0 는 공급 재료의 d_{50} 이고, 그리고 d_{50} 은 중간 파티클 크기이다. (Kwan et al., "Development of a novel approach towards predicting the milling behavior of pharmaceutical powders," European Journal of Pharmaceutical Sciences 23 (2004) 327-336. 참조)

[0024] 방정식 (1A)의 최종 밀링절삭된 파티클 크기(d_L)는 아래 방정식 (1B)로부터 결정될 수 있다.

$$d_L = 29.5 \left(\frac{K_{1c}}{H} \right)^2 \quad (1B)$$

[0025]

[0026] 상기 방정식 (1B)에 있어서, K_{1c} 는 평균 파티클 파괴 인성이고, 그리고 H는 평균 파티클 경도이다. (J. T. Hagan, "Micromechanics of Crack Nucleation During Indentations," Journal of Materials Science 14 (1979) 2975-2980. 참조)

[0027] 본드(Bond)의 이론에 기초하여, 파티클을 밀링절삭하는데 필요한 작업이 아래 방정식 (2A)로부터 결정될 수 있다.

$$W = W_i \left(\frac{10}{\sqrt{P_{80}}} - \frac{10}{\sqrt{F_{80}}} \right) \quad (2A)$$

[0028]

[0029] 상기 방정식 (2A)에 있어서, W는 작업 인풋(kWh/ton)이고, W_i 는 압쇄 및 연마에 대한 재료의 저항을 나타내는 연마성 작업 지수(kWh/ton)이고, F_{80} 는 제품의 80% 통과 크기(μm)이고, 그리고 P_{80} 는 공급원료의 80% 통과 크기(μm)이다. (Jankovic et al., "Relationships between comminution energy and product size for a magnetite ore, The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy, Vol. 110, March 2010 참조)

[0030] 방정식 (2A)의 연마성 작업 지수(W_i)가 아래 방정식 (2B)에 의해 주어진다.

$$W = \frac{49}{P^{0.23} G_{bP}^{0.82} \left(\frac{10}{\sqrt{P_{80}}} - \frac{10}{\sqrt{F_{80}}} \right)} \quad (2B)$$

[0031]

[0032] 상기 방정식 (2B)에 있어서, P는 폐쇄 체(closing sieve) 크기(μm)이고, G_{bP} 는 연마성(상호 시간(reciprocal time)에서의 볼 밀의 회전(rpm) 당 중력 가속도)이고, F_{80} 는 제품의 80% 통과 크기(μm)이고, 그리고 P_{80} 는 공급 원료의 80% 통과 크기이다.

[0033] 실시예 1 - 표 1에 기재된 평균 파티클 기계적 특성을 갖는 ALMP 공급원료(0.1 mm 내지 5.0 mm의 응집 파티클 크기)가 제공되었다.

표 1

[0034]

평균 파티클 기계적 특성	알루미늄 메타인산(ALMP)
탄성 계수 (GPa)	100
경도 (GPa)	3.6
파괴 인성 ($MPa \cdot m^{1/2}$)	3.8

[0035] 실시예 2 - 실시예 1로부터의 ALMP 공급원료의 샘플이 원통형 알루미늄 연마 매체가 45% 볼륨 충전된 상태에서, E.R. Advanced Ceramics, Inc.가 제공하는 미국 Stoneware Roalox Alumina-Fortified 연마 단지에서 볼 밀링되었다. 연마 매체의 크기는 0.5 인치(외경) 바이(by) 0.5 인치(길이) 및 1.25 인치(외경) 바이 1.25 인치(길이)이었다. 연마 단지(grinding jar)는 8.5 인치의 높이와 8.875 인치의 직경을 구비하였다. 밀 공구를 작동시키기 위한 명확한 인풋 에너지가 1.00 내지 1.25 kWh/ton이었다. 볼 밀링은 밀링 공정 동안에 다양한 시간 단계에서 미세 파편의 제거를 포함하였다. 표 2는 이러한 실시예에 따른 볼 밀링의 결과를 나타낸다.

표 2

[0036]

샘플	1	2	3	4	5	6	7
시간 (min)	15	30	45	60	75	90	105
공급원료 d_0 (μm)	1500	1500	1500	1500	1500	1500	1500
최종 d_L (μm)	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0
제품 d_t (μm)	950	825	700	630	420	380	240
감소 지수	0.63	0.54	0.46	0.37	0.27	0.24	0.14
공급원료 d_{80} (μm)	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600
제품 d_{80} (μm)	1360	1240	1140	1030	815	610	410
$P^{0.23}$ (μm)	5.30	5.30	5.10	5.10	4.71	4.52	3.86
W_i (kWh/ton)	12.2	10.4	9.5	8.2	6.7	5.1	4.2

[0037] 실시예 3(비교) - 실시예 1로부터의 ALMP 공급원료의 샘플이 원통형 알루미늄 연마 매체가 45 % 충전된 상태에서, E.R. Advanced Ceramics, Inc.가 제공하는 미국 Stoneware Roalox Alumina-Fortified Grinding Jar에서, 볼 밀링되었다. 연마 매체의 크기는 0.5 인치(외경) 바이(by) 0.5 인치(길이) 및 1.25 인치(외경) 바이 1.25 인치(길이)이었다. 연마 단지(grinding jar)는 8.5 인치의 높이와 8.875 인치의 직경을 갖는다. 밀 공구를 작동시키기 위한 명확한 인풋 에너지는 1.00 kWh/ton 내지 1.25 kWh/ton이었다. 볼 밀링은 밀링 공정 동안에 미

세 파편의 임의의 제거를 포함하지 않았으며, 이는 밀링이 미세 파편이 계속 존재하여 일어났다는 것을 의미한다. 표 3은 이러한 비교예에 따른 볼 밀링의 결과를 나타낸다.

표 3

샘플	9	10	11	12	13	14
시간 (min)	60	105	120	135	150	165
공급원료 d_0 (μm)	1160	1160	1160	1160	1160	1160
최종 d_L (μm)	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0
제품 d_t (μm)	548	360	260	210	150	120
감소 지수	0.46	0.29	0.20	0.16	0.11	0.08
공급원료 d_{80} (μm)	1775	1775	1775	1775	1775	1775
제품 d_{80} (μm)	990	825	631	562	380	310
$P^{0.23}$ (μm)	4.90	4.71	4.52	4.35	4.01	3.86
W_i (kWh/ton)	12.3	9.3	6.7	6.0	4.4	3.8

미세 파편의 제거를 포함하지 않는 볼 밀링(실시예 3)에 대한 다양한 시간 단계(실시예 2)에서의 미세 파편의 제거를 포함한 볼 밀링에 의한 밀링 효율의 향상은 표 2 및 표 3에 나타난 결과를 비교함으로써 관찰될 수 있다. 예를 들면, 0.46의 파티클 크기 감소 지수에 대해(상기 방정식 (1A) 참조), 실시예 2에 대한 밀링 시간(미세 파편이 제거된 볼 밀링)은 45 분(표 2)이었고, 그리고 실시예 3에 대한 밀링 시간(미세 파편이 제거되지 않은 볼 밀링)은 60 분(표 3)이었다.

도 4는 밀링 시간 곡선(A 및 B)의 함수로서 파티클 크기 감소 지수를 나타낸다. 곡선 A는 표 2의 데이터에 기초하고(즉, 시한의(timed) 중간정도의 미세 파편이 제거되는 볼 밀링에 대한 데이터; 데이터 점은 채워진 하얀색 원에 의해 나타내어짐), 그리고 곡선 B는 표 3의 데이터에 기초하고(즉, 임의의 중간정도의 미세 파편의 제거가 없는 볼 밀링에 대한 데이터; 데이터 점이 채워진 검정색 원에 의해 나타내어진다). 임의의 파티클 감소 지수에 대해, 곡선 A에서의 밀링 시간은 곡선 B에서의 밀링 시간보다 더 적을 것이며, 이는 보다 적은 밀링 시간이 미세 파편의 임의의 제거가 없는 볼링(곡선 B)에 비해 다양한 단계에서 미세 파편의 제거(곡선 A)에 의한 볼 밀링으로 특별한 파티클 감소 지수를 달성하는데 요구된다는 것을 의미한다. 도 4는 표 2의 샘플(곡선 A)과 비교하여 표 3의 샘플(곡선 B)에 대해 21 %의 밀링 시간의 증대를 나타낸다.

도 5는 밀링 시간 선 C 및 D의 함수로서 본드 연마성 작업 지수를 나타낸다. 선 C는 표 2의 데이터에 기초하고(데이터 점은 채워진 하얀색 원에 의해 나타내어짐), 그리고 선 D는 표 3의 데이터에 기초한다(데이터 점은 채워진 검정색 원에 의해 나타내어짐). 임의의 밀링 시간 동안에, 선 C에서의 본드 연마성 작업 지수는 선 D에서의 본드 연마성 작업 지수보다 더 작을 것이며, 이는 보다 작은 작업이 미세 파편의 임의의 제거가 없는 볼 밀링(선 D)에 비해 다양한 단계에서의 미세 파편의 제거에 의한 볼 밀링(선 C)으로 특별한 밀링 시간을 달성하도록 요구된다는 것을 의미한다. 양 밀링 방법에 대해 동일한 파티클 감소 지수에 도달하도록, 밀링 시간에 있어 4배(four-fold) 증가는 다양한 시간 단계에서 미세 파편의 제거에 의한 볼 밀링에 비해 미세 파편의 임의의 제거가 없는 볼 밀링에 필요할 수 있다.

도 6은 파티클 크기 감소 지수 선 E 및 F의 함수로서 본드 연마성 작업 지수를 나타낸다. 선 E는 표 2의 데이터에 기초하고(데이터 점은 채워진 하얀색 원에 의해 나타내어짐), 그리고 선 F는 표 3의 데이터에 기초한다(데이터 점은 채워진 검정색 원에 의해 나타내어짐). 일반적으로, 임의의 파티클 감소 지수에 대해, 선 E에서의 본드 연마성 작업 지수는 선 F에서의 본드 연마성 작업 지수보다 더 작으며, 이는 보다 작은 작업이 미세 파편의 임의의 제거가 없는 볼 밀링(선 F)에 비해 다양한 단계에서 미세 파편의 제거에 의한 볼 밀링(선 E)으로써 특별한 파티클 감소 지수를 달성하는데 요구된다는 것을 의미한다. 도 6은 다양한 시간 단계에서 미세 파편의

제거에 의해 밀링절삭된 샘플(선 E, 표 2)에 비해 미세 파편의 임의의 제거 없이 밀링절삭된 샘플(선 F, 표 3)에 대한 파티클 크기 감소 지수의 함수로서 톤 당 작업 량(에너지)의 38% 증가를 나타낸다.

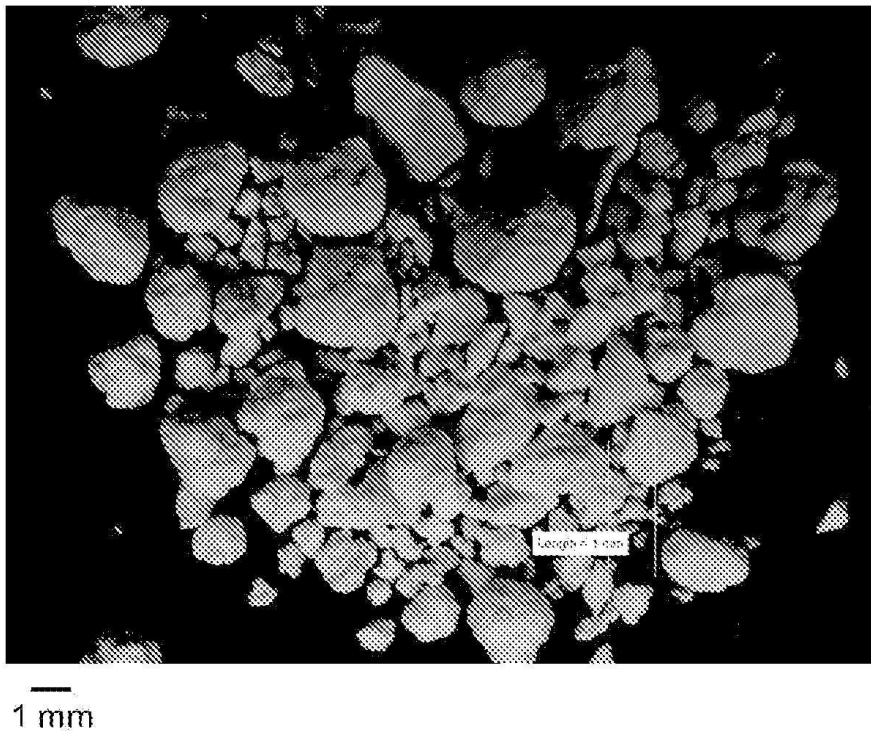
[0043] 도 4 - 도 6에 도시된 바와 같이, 연속의 미세 파편의 존재하에서의 밀링 ALMP는 톤당 보다 큰 밀링 작업을 초래한다. 작업 인풋을 감소시키기 위하여, 파티클의 과-밀링(over-milling)을 방지하기 위하여, 그리고 밀링 공정의 총 효율의 향상시키기 위하여, 다양한 시간 단계에서의 미세 파편의 제거가 밀링 공정에 적용될 수 있다. 미세 파편의 파티클 크기는 요구되는 최종 파티클 크기 분포에 따라 결정될 것이다.

[0044] 도 7은 실시예 2 및 실시예 3에서 밀링절삭된 샘플에 대한 밀링 시간의 함수로서 중간 파티클 크기를 나타낸다. 채워진 하얀색 원(70)은 실시예 2의 샘플을 나타내는 한편으로, 채워진 검정색 원(72)은 실시예 3의 샘플을 나타낸다. 실시예 2는 일 실시예에 따른 400 내지 700 μm 의 주어진 범위의 중간 파티클 크기를 갖는 파티클 크기 분포를 만든다. 도 4 - 도 6의 결과에 기초하여, 400 내지 700 μm 의 중간 파티클 크기를 갖는 파티클 크기 분포는 매개변수(0.5 내지 2 kWh/ton의 과-밀링, 6 내지 8 kWh/ton의 밀링 작업, ALMP 공급원료에서의 최대 파티클보다 10 배 내지 15 배 더 큰 크기를 갖는 밀링 매체, 및 0.25 내지 0.5의 파티클 크기 감소 지수를 최소화하기 위한 특별한 에너지 인풋)에 따른 다양한 단계에서 미세 파편의 제거로써 볼 밀링에 의해 달성될 수 있다.

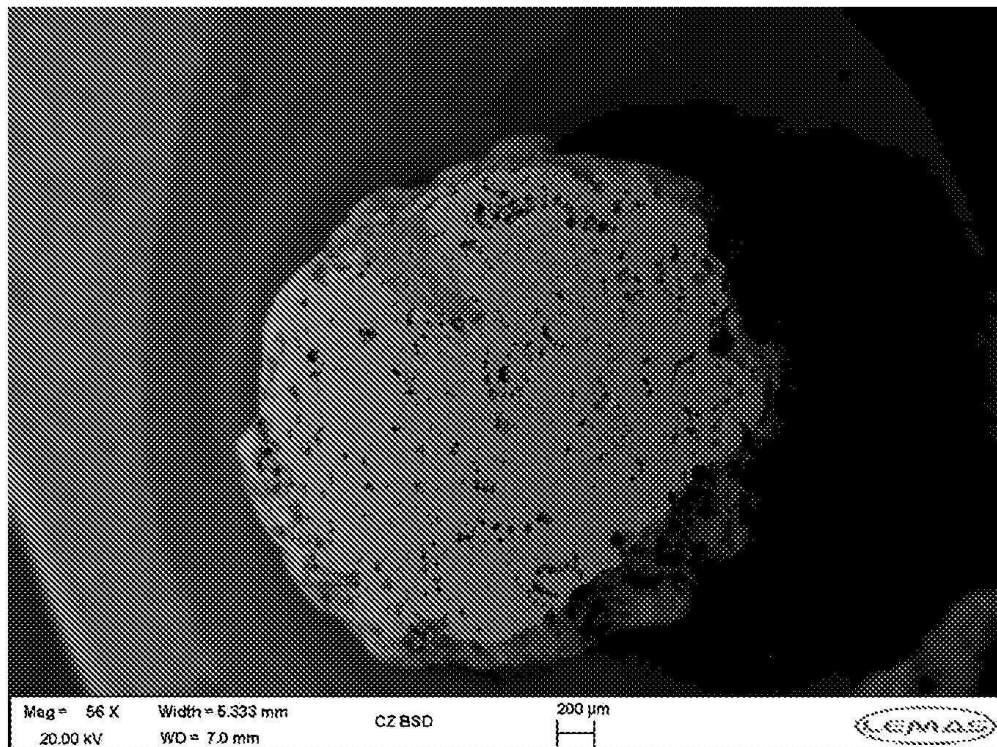
[0045] 본 발명이 한정된 수의 실시예와 관련하여 기재되어 있는 한편으로, 본 발명의 장점을 이해하고 있는 당업자는 본 명세서에 개시된 바와 같은 본 발명의 범주 내에서 여러 실시예가 유도될 수 있다는 것을 알 수 있을 것이다. 이에 따라, 본 발명의 범주는 첨부된 청구범위에 의해서만 한정될 수 있다.

도면

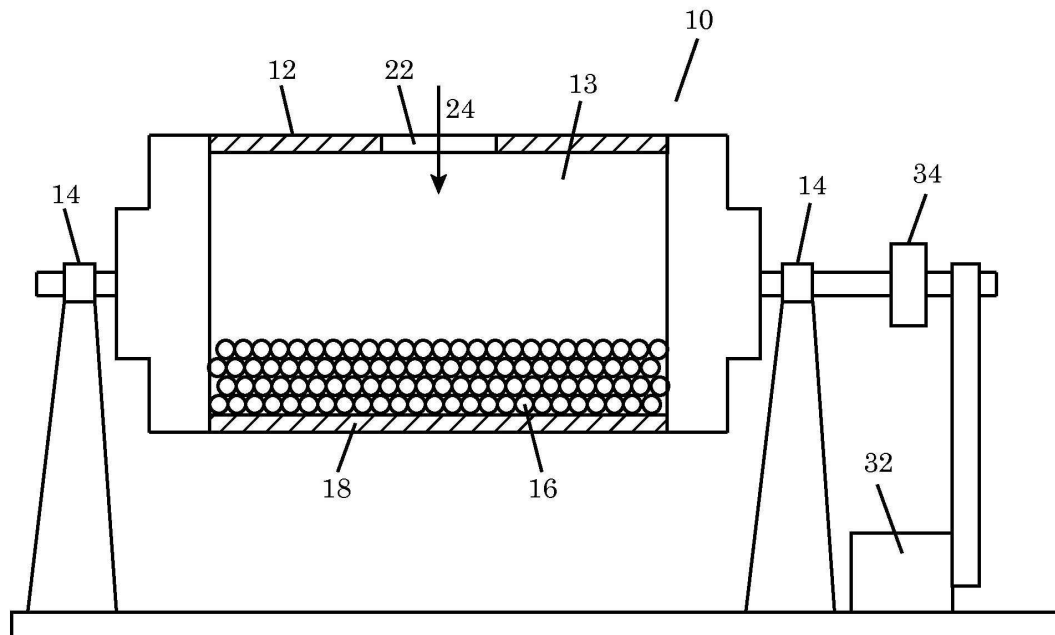
도면1



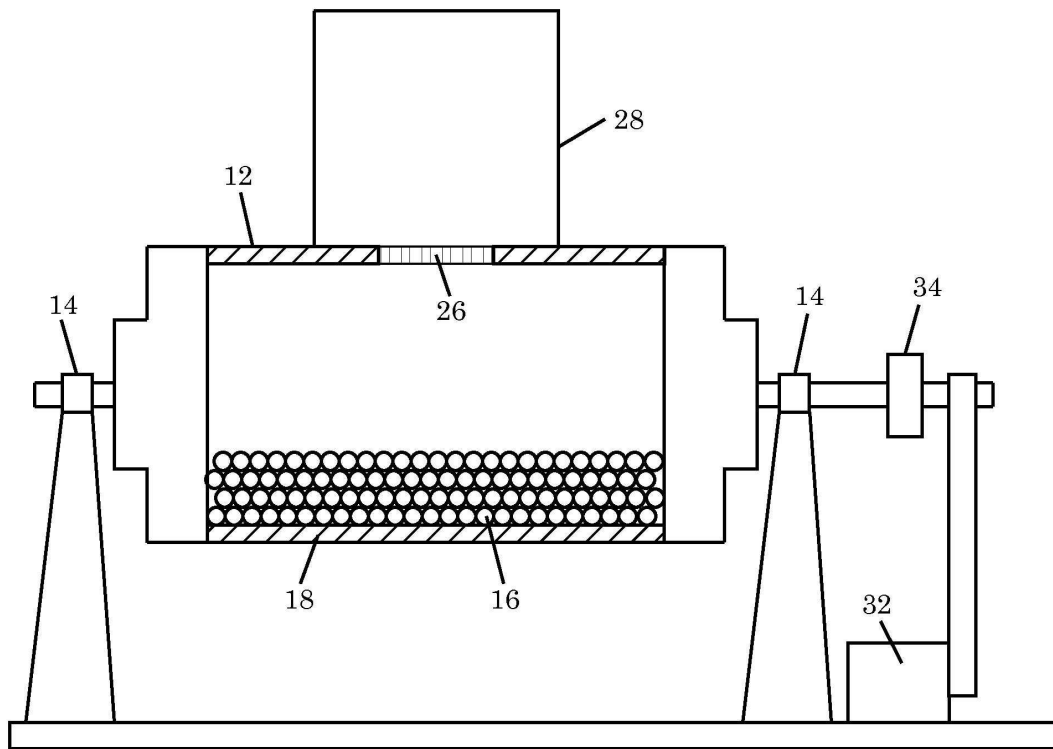
도면2



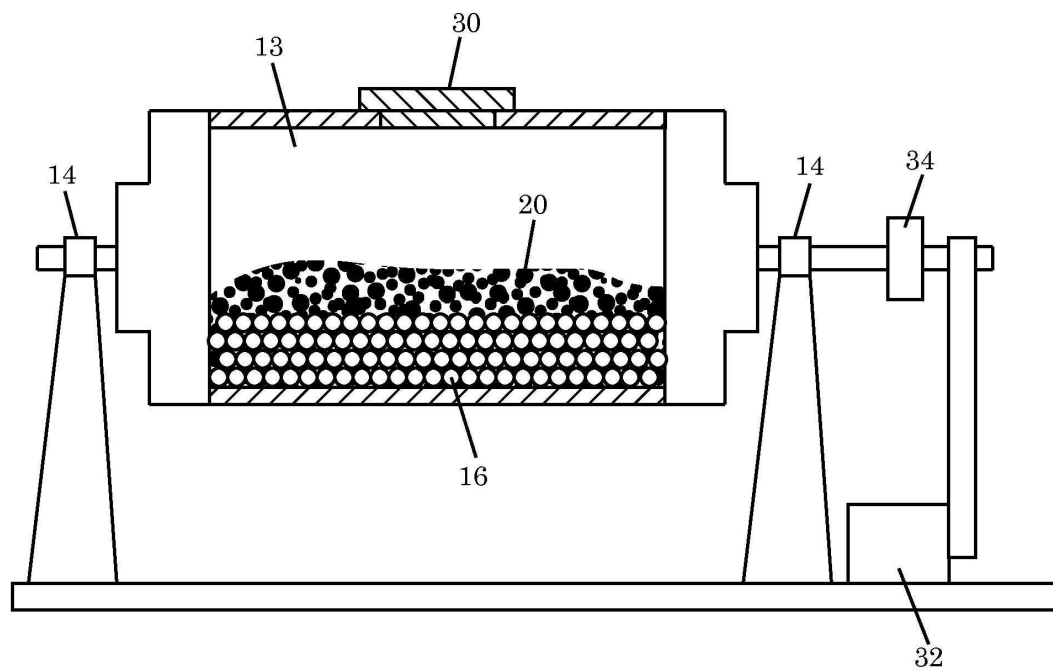
도면3a



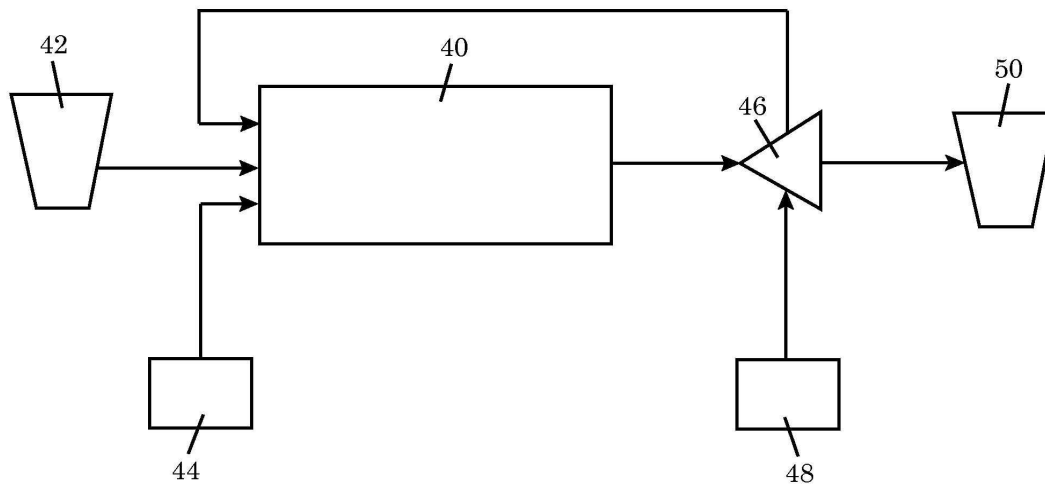
도면3b



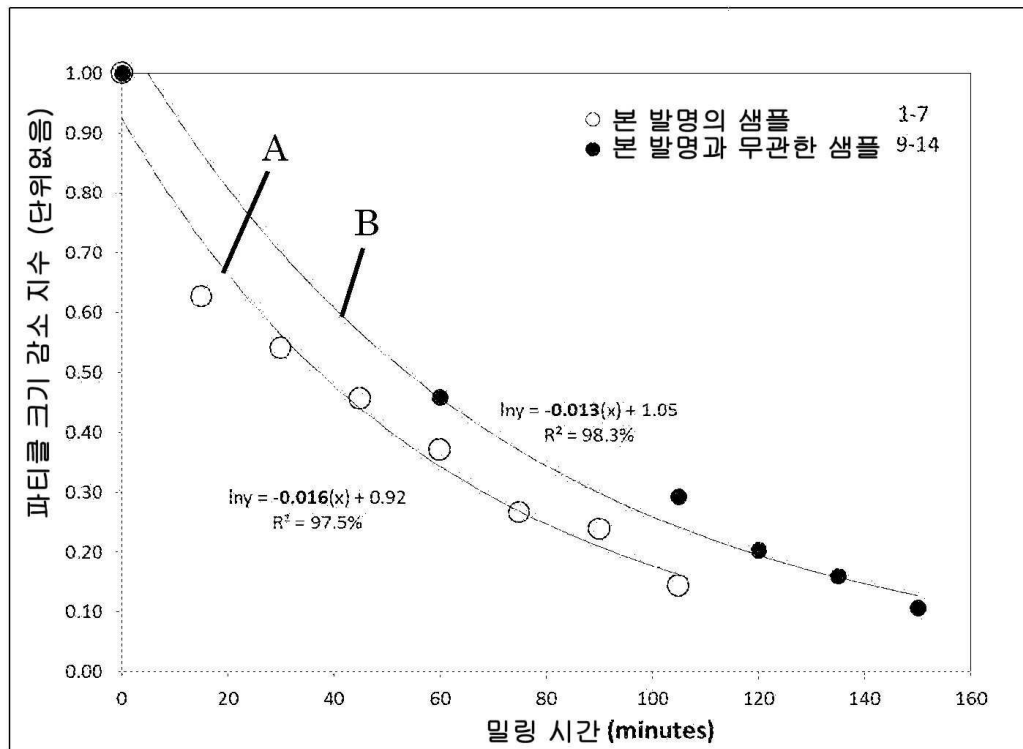
도면3c



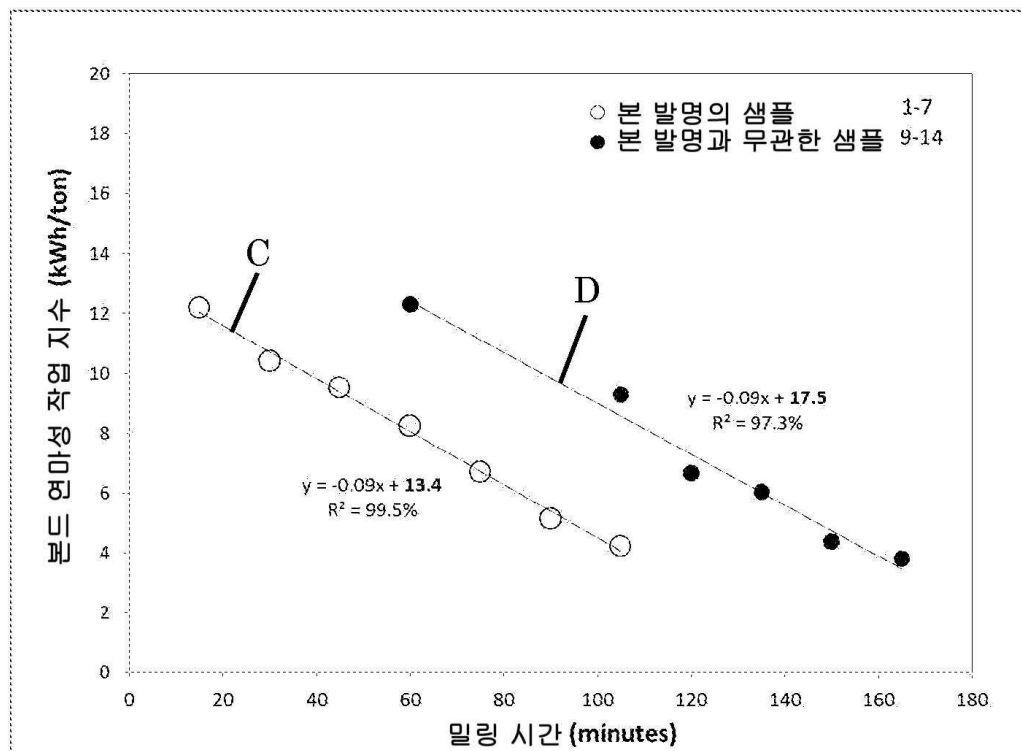
도면3d



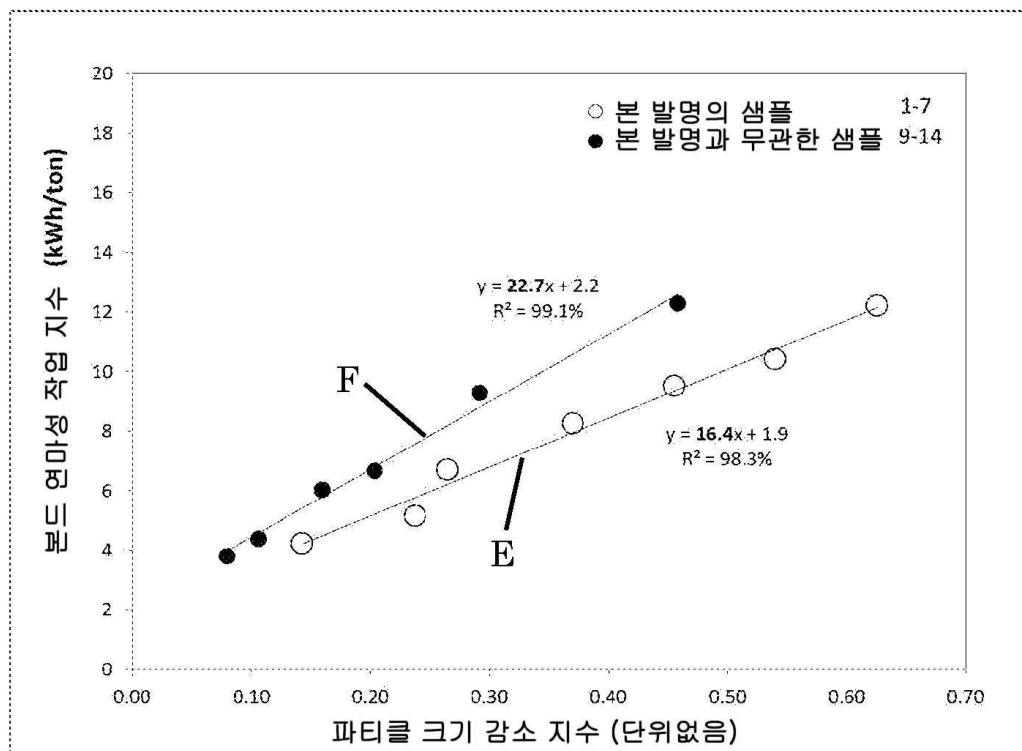
도면4



도면5



도면6



도면7

