

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(11) 공개번호 10-2024-0123341
(43) 공개일자 2024년08월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C04B 41/87 (2006.01) C04B 41/00 (2006.01)
C04B 41/45 (2006.01) C04B 41/50 (2006.01)
C04B 41/52 (2006.01) C04B 41/89 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C04B 41/87 (2013.01)
C04B 41/009 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2024-7020808

(22) 출원일자(국제) 2022년12월23일

심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2024년06월21일

(86) 국제출원번호 PCT/FR2022/052493

(87) 국제공개번호 WO 2023/118765

국제공개일자 2023년06월29일

(30) 우선권주장

FR2114401 2021년12월23일 프랑스(FR)

(71) 출원인

생-고뱅 생트레 드 레체르체 에 데투드 유로삐엔
프랑스 92400 꾸르베봐 플라스 드 리리스 12 투르
생-고뱅

(72) 발명자

빌레르모 프랑셀린 마르게리트 루이즈

프랑스 84306 카바이용 세텍스 아브뉴 알퐁스 조
프레 550 - 켄에스 20224 생-고뱅 생트레 드 레체
르체 에 데투드 유로삐엔 내

이오니카 부스케 코스타나 미하엘라

프랑스 84306 카바이용 세텍스 아브뉴 알퐁스 조
프레 550 - 켄에스 20224 생-고뱅 생트레 드 레체
르체 에 데투드 유로삐엔 내

논네 엠마뉘엘

프랑스 84306 카바이용 세텍스 아브뉴 알퐁스 조
프레 550 - 켄에스 20224 생-고뱅 생트레 드 레체
르체 에 데투드 유로삐엔 내

(74) 대리인

양영준, 류현경

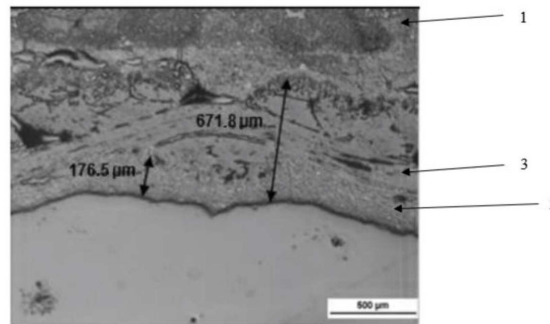
전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 발명의 명칭 코팅된 세라믹 매트릭스 복합재료 제조된 용기

(57) 요약

본 발명은 용기 내부 벽의 표면이 적어도 부분적으로, 바람직하게는 80% 초과로 적어도 원소 Li 및 Al을 함유하는 결정질 산화물 또는 상기 결정질 산화물의 전구체를 포함하는 적어도 하나의 층을 포함하는 코팅으로 피복되어 있는, 세라믹 매트릭스 복합재료 제조된 용기에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C04B 41/4515 (2013.01)

C04B 41/4535 (2013.01)

C04B 41/4556 (2013.01)

C04B 41/5024 (2013.01)

C04B 41/5032 (2013.01)

C04B 41/52 (2013.01)

C04B 41/89 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

세라믹 매트릭스 복합재로 제조된 용기이며, 여기서 상기 용기의 내부 벽의 표면은, 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 결정질 산화물 또는 상기 결정질 산화물의 전구체를 포함하는 적어도 하나의 층을 포함하는 코팅으로, 적어도 부분적으로, 바람직하게는 80% 초과로 피복된 것인 용기.

청구항 2

제1항에 있어서, 결정질 산화물이 원소 Si를 추가적으로 포함하는 것인 용기.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 결정질 산화물이 LiAlO_2 , $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$, $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$, $\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$, LiAlSiO_4 및 이들의 혼합물로부터 선택된 것인 용기.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 임의로는 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 세라믹 매트릭스 복합재의 세라믹 섬유가 산화물, 탄화물, 질화물, 탄소 및 이들의 혼합물을 95 질량% 초과로 포함하는 섬유로부터 선택된 것인 용기.

청구항 5

제4항에 있어서, 임의로는 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 세라믹 매트릭스 복합재의 세라믹 섬유가

- 95 질량% 초과 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 > 70\%$ 인 화학적 분석을 갖는 섬유, 또는
- 95 질량% 초과 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율로서 $45 < \text{SiO}_2 < 80$ 이며 Fe_2O_3 형태로 표현된 산화철의 양이 $1\% < \text{Fe}_2\text{O}_3 < 20\%$ 이고 $5\% < \text{Al}_2\text{O}_3 < 25\%$ 인 화학적 분석을 나타내는 섬유, 또는
- 95 질량% 초과 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{Al}_2\text{O}_3 > 65\%$ 인 화학적 분석을 갖는 섬유, 또는
- 95 질량% 초과 탄화규소를 포함하는 섬유, 또는
- 95 질량% 초과 탄소를 포함하는 섬유, 및
- 이들의 혼합물

로부터 선택된 것인 용기.

청구항 6

제5항에 있어서, 임의로는 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 세라믹 매트릭스 복합재의 세라믹 섬유가 질량 기준 95% 초과 알루미늄으로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 실리카로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 멀라이트로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 멀라이트 및 코런덤으로 구성된 섬유, 질량 기준 90% 초과 현무암으로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 유리로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 탄화규소로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 탄소로 구성된 섬유, 및 이들의 혼합물로부터 선택된 것인 용기.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 세라믹 매트릭스 복합재의 매트릭스가 산화물, 탄화물, 질화물, 시

알론 및 이들의 혼합물을 95 질량% 초과로 포함하는 매트릭스로부터 선택된 것인 용기.

청구항 8

제7항에 있어서, 세라믹 매트릭스 복합재의 매트릭스가

- 95 질량% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 70\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스, 또는
- 95 질량% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 70\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스, 또는
- 95 질량% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 70\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스, 또는
- 95 질량% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 70\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스, 또는
- 90 질량% 초과인 $\text{SiC} + \text{Si}_3\text{N}_4 + \text{SiAlON}$ 을 포함하는 매트릭스

로부터 선택된 것인 용기.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 코팅이

- 적어도 원소 Li, Al 및 Si를 포함하는 결정질 산화물을 포함하는 적어도 하나의 층을 포함하고/거나,
 - 15 질량% 초과인 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 1종 이상의 결정질 산화물로 이루어지고/거나,
 - 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 적어도 1종의 결정질 산화물의 전구체를 함유하고/거나,
 - 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 하기 화학적 조성:
 - o $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Li}_2\text{O} > 50\%$, 및
 - o Li_2O : $> 0.5\%$ 및 $< 30\%$, 및/또는
 - o Al_2O_3 : $> 2\%$ 및 $< 80\%$, 및/또는
 - o SiO_2 : $< 5\%$, 또는 $10\% < \text{SiO}_2 < 80\%$
- 을 갖고/거나,
- 90 질량% 초과인 산화물로 이루어지고/거나,
 - $50 \mu\text{m}$ 초과 및/또는 $2000 \mu\text{m}$ 미만의 두께를 갖는 것인
- 용기.

청구항 10

제9항에 있어서, 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 결정질 산화물의 전구체가

- 리튬화된 베이어라이트,
- Li_4SiO_4 , 및
- 이들의 혼합물

로부터 선택된 것인 용기.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 내부 벽 표면의 99% 초과가 상기 코팅에 의해 코팅된 것인 용기.

청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 바닥 및 적어도 하나의 측면을 포함하는 용기.

청구항 13

리튬을 포함하는 산화물 분말, 특히 금속 또는 여러 리튬화된 전이 금속들의 산화물의 제조를 위한, 제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 따른 용기의 용도.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 세라믹 매트릭스 복합재 또는 CMC로 제조된 용기로서, 여기서 내부 벽의 표면은 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 결정질 산화물을 포함하는 적어도 하나의 층을 포함하는 코팅에 의해 적어도 부분적으로, 바람직하게는 80% 초과로 피복된 것인 용기, 그리고 상기 용기의 리튬을 포함하는 산화물 분말, 특히 금속 또는 여러 리튬화된 전이 금속들의 산화물의 제조를 위한 용도에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 리튬-이온 배터리에 대한 수요는 꾸준히 증가하고 있다. 그들 중 많은 수가 리튬을 포함하는 산화물, 특히 금속 또는 여러 리튬화된 전이 금속들의 산화물, 특히 LiFePO_4 (또는 LFP), LiMn_2O_4 (또는 LMO), 또는 리튬-니켈-코발트-망가니즈 (또는 Li-NMC) 산화물로 구성되는 부품, 일반적으로는 캐소드를 포함한다.

[0003] 캐소드는 일반적으로 금속 또는 여러 리튬화된 전이 금속들의 상기 산화물 분말을 성형하는 것에 의해 제조된다.

[0004] 상기 분말의 통상적인 제조 방법들에서는, 산화물들 및/또는 상이한 산화물 전구체들의 혼합물 제조 후, 금속 또는 여러 리튬화된 전이 금속들의 산화물의 고체-상 합성을 수행하는 것을 가능하게 하는 열 처리가 이어진다. 상기 열 처리 동안, 혼합물은 일반적으로 사가르(saggar)로 지칭되는 용기에 배치된다. 상기 분말은 물론 상기 혼합물, 특히 리튬을 함유하는 요소를 합성하기 위한 조건은 용기에 대하여 특히 까다롭다.

[0005] 상기 용기의 수명을 증가시킬 필요성이 존재한다.

[0006] 본 발명의 한 가지 목표는 이와 같은 필요성을 적어도 부분적으로 충족시키는 것이다.

발명의 내용

[발명의 개요]

[0008] 본 발명에 있어서, 이와 같은 목표는 세라믹 매트릭스 복합재 또는 CMC로 제조된 용기에 의해 달성되며, 여기서 상기 용기 내부 벽의 표면은 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 결정질 산화물 또는 상기 결정질 산화물의 전구체를 포함하는 적어도 하나의 층을 포함하는 코팅으로, 적어도 부분적으로, 바람직하게는 80% 초과로, 더욱 바람직하게는 상기 내부 벽 전체에 걸쳐 피복된다.

[0009] 본 발명자들은 본 발명에 따른 용기가 그의 사용 동안 더 낮은 열화를 나타내며, 이는 더 긴 수명, 특히 금속 또는 다중 리튬화된 전이 금속들의 산화물 분말을 제조하는 데에 있어서의 매우 큰 주기 수를 가능하게 한다는 것을 발견하였다.

[0010] 경우에 따라 서로와 조합될 수 있는 본 발명의 바람직하나 비-제한적인 실시양태들에 따라:

[0011] - 상기 결정질 산화물은 원소 Si도 포함하며;

[0012] - 상기 결정질 산화물은 LiAlO_2 , $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$, $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$, $\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$, LiAlSiO_4 및 이들의 혼합물; 특히 $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$, $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$, $\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$, LiAlSiO_4 및 이들의 혼합물로부터 선택되고;

[0013] - 임의로는 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 세라믹 매트릭스 복합재의 세라믹 섬유는 산화물, 탄화물, 질화물, 탄소 및 이들의 혼합물을 95 질량% 초과로 포함하며, 바람직하게는 본질적으로 그것으

로 구성된 섬유로부터 선택되고;

- [0014] - 임의로는 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 세라믹 매트릭스 복합재의 세라믹 섬유는 하기로부터 선택되며;
- [0015] - 95 질량% 초과 산화물을 포함하며, 바람직하게는 산화물로 본질적으로 구성되고, 전체 산화물에 대해 질량 백분율로서 $\text{SiO}_2 > 70\%$ 인 화학적 분석을 갖는 섬유,
- [0016] - 95 질량% 초과 산화물을 포함하며, 바람직하게는 산화물로 본질적으로 구성되고, 전체 산화물에 대해 질량 백분율로서 $45\% < \text{SiO}_2 < 80\%$ 이며 Fe_2O_3 형태로 표현된 산화철의 양이 $1\% < \text{Fe}_2\text{O}_3 < 20\%$ 이고 $5\% < \text{Al}_2\text{O}_3 < 25\%$ 인 화학적 분석을 나타내는 섬유,
- [0017] - 95 질량% 초과 산화물을 포함하며, 바람직하게는 산화물로 본질적으로 구성되고, 전체 산화물에 대해 질량 백분율로서 $\text{Al}_2\text{O}_3 > 65\%$ 인 화학적 분석을 갖는 섬유,
- [0018] - 95 질량% 초과 탄화규소를 포함하며, 바람직하게는 탄화규소로 본질적으로 구성된 섬유,
- [0019] - 95 질량% 초과 탄소를 포함하며, 바람직하게는 탄소로 본질적으로 구성된 섬유, 및
- [0020] - 이들의 혼합물인 섬유;
- [0021] - 임의로는 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 세라믹 매트릭스 복합재의 세라믹 섬유는 질량 기준 95% 초과 알루미늄으로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 실리카로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 멀라이트로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 멀라이트 및 코런덤으로 구성된 섬유, 질량 기준 90% 초과 현무암으로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 유리로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 탄화규소로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과 탄소로 구성된 섬유, 및 이들의 혼합물로부터 선택되고;
- [0022] - 세라믹 매트릭스 복합재의 매트릭스는 95 질량% 초과 산화물, 탄화물, 질화물, 시알론(sialon) 및 이들의 혼합물을 포함하는 매트릭스, 특히 산화물, 탄화물, 질화물, 시알론 및 이들의 혼합물로 본질적으로 구성되는 매트릭스로부터 선택되며;
- [0023] - 세라믹 매트릭스 복합재의 매트릭스는 하기로부터 선택되고:
- [0024] - 95 질량% 초과 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 70\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,
- [0025] - 95 질량% 초과 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 70\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,
- [0026] - 95 질량% 초과 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 70\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,
- [0027] - 95 질량% 초과 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 70\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,
- [0028] - 90 질량% 초과 $\text{SiC} + \text{Si}_3\text{N}_4 + \text{SiAlON}$ 을 포함하는 매트릭스;
- [0029] - 코팅은 적어도 원소 Li, Al 및 Si를 포함하는 결정질 산화물을 포함하는 적어도 하나의 층을 포함하며;
- [0030] - 코팅은 15 질량% 초과 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 1종 이상의 결정질 산화물로 구성되고;
- [0031] - 코팅은 바람직하게는 리튬화된 베이어라이트, Li_4SiO_4 및 이들의 혼합물로부터 선택되는 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 적어도 1종의 결정질 산화물의 전구체를 함유하며;
- [0032] - 코팅은 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 하기 화학적 조성을 가지고:
- [0033] - $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Li}_2\text{O} > 50\%$, 및
- [0034] - $\text{Li}_2\text{O}: > 0.5\%$ 및 $< 30\%$, 및/또는

- [0035] - Al_2O_3 : > 2% 및 < 80%, 및/또는
- [0036] - SiO_2 : < 5%, 또는 $10\% < \text{SiO}_2 < 80\%$;
- [0037] - 코팅은 90 질량% 초과와 산화물로 구성되며;
- [0038] - 코팅은 $50\ \mu\text{m}$ 초과 및/또는 $2000\ \mu\text{m}$ 미만의 두께를 가지고;
- [0039] - 내부 벽 표면의 99% 초과가 상기 코팅에 의해 피복되며;
- [0040] - 용기는 바닥 및 적어도 하나의 측면을 포함한다.
- [0041] 본 발명은 또한 상기 용기의, 리튬을 포함하는 산화물 분말, 특히 금속 또는 다중 리튬화된 전이 금속들의 산화물의 제조를 위한 용도에 관한 것이다.
- [0042] **[정의]**
- [0043] - "세라믹 매트릭스 복합재" 또는 "CMC"는 통상적으로 세라믹 매트릭스에 의해 견고하게 서로 결합된 세라믹 섬유들로 구성되는 생성물을 의미하는 것으로 이해됨.
- [0044] - "세라믹"은 금속체는 물론 유기성도 아닌 생성물을 의미하는 것으로 이해됨. 본 발명의 문맥에서는, 산화물 유리 및 탄소를 포함하거나 탄소를 구성되는 재료가 세라믹 생성물인 것으로 간주됨.
- [0045] - "코팅"은 CMC 기재와 다른 특성을 가지는 재료(들)의 하나 이상 층을 의미하는 것으로 이해됨. 상기 층 중 적어도 하나, 특히 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 결정질 산화물을 포함하는 층은 특히 온도를 상승시킨 후의 CMC 지지체의 반응 및 상기 CMC 표면 상의 침착의 결과일 수 있음.
- [0046] - 결정질 산화물의 "전구체"는 특히 본 발명에 따른 용기의 최초 사용 동안의 바람직하게는 공기 중 400°C 를 초과하는 온도에서의 열 처리 후 임의로 CMC 중 1종 이상 원소와의 조합으로 상기 결정질 산화물로 이어지게 되는 1종 이상의 재료를 의미하는 것으로 이해됨.
- [0047] - "섬유"는 그의 길이가 그의 등가 직경의 5배를 초과하는 필라멘트임.
- [0048] - 섬유의 "등가 직경"은 절반-길이에서의 그의 단면과 동일한 표면의 디스크 직경임.
- [0049] - "단순 다발(simple bundle)"은 단면에 10개 초과, 바람직하게는 500,000개 미만의 섬유를 포함하며 그의 길이가 직경의 5배를 초과하는 섬유 조립체임.
- [0050] - "조립된 다발"은 다발들의 조립체임.
- [0051] - "시알론"의 SiAlON 은 적어도 원소 Si, Al 및 N의 옥시니트라이드인 화합물, 특히 하기 화학식들 중 하나에 부합하는 화합물임:
- [0052] - $\text{Si}_x\text{Al}_y\text{O}_u\text{N}_v$, 식 중:
- [0053] (- x는 0 이상, 0.05 초과, 0.1 초과 또는 0.2 초과이며, 1 이하, 0.8 이하 또는 0.4 이하이고,
- [0054] - y는 0 이상, 또는 0.1 초과, 0.3 초과 또는 0.5 초과이며, 1 이하이고,
- [0055] - u는 0 초과, 0.1 초과 또는 0.2 초과이며, 1 이하 또는 0.7 이하이고,
- [0056] - v는 0 초과, 0.1 초과, 0.2 초과 또는 0.5 초과 또는 0.7 초과이며, 1 이하이고,
- [0057] - $x+y > 0$ 이며,
- [0058] x, y, u 및 v는 최고의 것에 대비하여 표준화되고 합쳐서 1이 되는 화학량론 지수임);
- [0059] - 일반적으로 " α - SiAlON " 또는 " $\text{SiAlON}-\alpha$ "로 지칭되는 $\text{Me}_x\text{Si}_{12-(m+n)}\text{Al}_{(m+n)}\text{O}_n\text{N}_{16-n}$ (식 중, $0 \leq x \leq 2$ 이며, Me는 란타늄족원소, Fe, Y, Ca, Li 양이온 및 이들의 혼합물로부터 선택되는 양이온이고, $0 \leq m \leq 12$, $0 \leq n \leq 12$ 및 $0 < n+m \leq 12$ 임).
- [0060] - 명료성을 위하여, 조성물 중 이러한 산화물들의 함량 수준을 나타내는 데에는 단순 산화물의 화학식이 사용됨. 예를 들어, " SiO_2 " 또는 " Al_2O_3 "는 선택된 조성물 중 이러한 단순 산화물의 함량을 지칭하는 반면, "실

리카" 및 "알루미나"는 각각 SiO_2 및 Al_2O_3 로 구성되는 이들 산화물 상의 실제 존재를 나타내는 데에 사용됨.

- [0061] - 달리 언급되지 않는 한, 산화물들의 모든 함량은 산화물 기준 질량 백분율임. 금속 원소의 산화물의 질량 함량은 업계의 일반적인 관습에 따라 가장 안정한 산화물 형태로 표현되는 그와 같은 원소의 총 함량과 관련됨.
- [0062] - HfO_2 는 ZrO_2 로부터 화학적으로 해리가능하지 않음. 그러나, 본 발명에 있어서, HfO_2 가 고의로 첨가되지는 않음. 따라서, HfO_2 는 오로지 불가피한 산화하프늄 불순물을 지칭하는데, 이와 같은 산화물은 항상 자연상에서 일반적으로 5% 미만, 일반적으로 2% 미만인 질량 함량으로 지르코니아 공급원 중에 존재함. 명료성을 위하여, 산화지르코늄 및 미량 산화하프늄의 총 함량은 " ZrO_2 " 또는 " $\text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2$ "로서 호환가능하게 나타낼 수 있음.
- [0063] - 산화물들의 함량 합계가 이러한 모든 산화물들의 존재를 암시하는 것은 아님.
- [0064] - "포함하다"는 표시된 것들이 아닌 다른 원소가 존재할 수 있다는 의미에서 비-제한적으로 해석되어야 함.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0065] CMC

[0066] CMC는 통상적으로 세라믹 매트릭스에 의해 서로 견고하게 결합된 세라믹 섬유로 구성되는 생성물이다.

[0067] 바람직하게는, 임의로 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 세라믹 섬유는 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과, 산화물, 탄화물, 질화물, 탄소 및 이들의 혼합물을 포함하는 섬유로부터 선택된다.

[0068] 바람직하게는, 임의로 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 세라믹 섬유는 하기로부터 선택된다:

[0069] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 > 90\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 섬유.

[0070] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 > 45\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 > 50\%$ 및 $\text{SiO}_2 < 80\%$ 이고, Fe_2O_3 형태로 표현된 산화철의 양이 $1\% < \text{Fe}_2\text{O}_3 < 20\%$ 이며, $5\% < \text{Al}_2\text{O}_3 < 25\%$ 인 화학적 분석을 갖는 섬유,

[0071] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $Al_2O_3 > 65\%$, 바람직하게는 $Al_2O_3 > 70\%$, 또는 심지어는 $Al_2O_3 > 80\%$, 또는 심지어는 $Al_2O_3 > 90\%$, 또는 심지어는 $Al_2O_3 > 95\%$ 인 화학적 분석을 갖는 섬유.

[0072] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과,의 탄화규소를 포함하는 석유,

[0073] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 탄소를 포함하는 섬유, 및

[0074] - 이들의 혼합물인 섬유.

[0075] 일 실시양태에서, 임의로 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 세라믹 섬유는 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 실질적으로 100%의 알루미늄으로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 실질적으로 100%의 실리카로 구성된 섬유, 질량 기준 바람직하게는 95% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 실질적으로 100%의 비정질 실리카로 구성되는 것, 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 실질적으로 100%의 멀라이트로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 실질적으로 100%의 멀라이트 및 코르덤으로 구성된 섬유, 질량 기준 90% 초과, 바람직하게는 95% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 실질적으로 100%의 현무암으로 구성된 섬유, 바람직하게는 세척된, 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 98% 초과,

바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 실질적으로 100%의 유리로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 실질적으로 100%의 탄화규소로 구성된 섬유, 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 실질적으로 100%의 탄소 및 이들의 혼합물로 구성된 섬유로부터 선택된다.

[0076] 바람직하게는, CMC 매트릭스는 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과, 산화물, 탄화물, 질화물, 시알론 및 이들의 혼합물을 포함하는 매트릭스로부터 선택된다.

[0077] 바람직하게는, CMC 매트릭스는 하기로부터 선택된다:

[0078] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0079] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0080] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 70\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 80\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 90\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 95\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0081] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0082] - 질량 기준 90% 초과, 바람직하게는 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, SiC+Si₃N₄+SiAlON을 포함하는 매트릭스. 일 실시양태에서, 특히 매트릭스가 질량 기준 50% 초과, 바람직하게는 60% 초과, 바람직하게는 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과, SiC를 포함하는 경우, 상기 매트릭스 중 SiC+Si₃N₄+SiAlON의 보충물(complement)은 금속제 규소를 포함하며, 바람직하게는 상기 보충물은 질량 기준 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과, 바람직하게는 90% 초과, 금속제 규소로 구성된다.

[0083] 일 실시양태에서, CMC는 임의로 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 상기 CMC의 섬유가 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 SiO₂ > 70%, 바람직하게는 SiO₂ > 80%, 바람직하게는 SiO₂ > 90%, 또는 심지어는 SiO₂ > 99%인 화학적 분석을 가지며, 상기 CMC의 매트릭스가 하기로부터 선택되는 것이다:

[0084] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스.

[0085] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는

99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0086] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 70\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 80\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 90\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 95\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0087] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스.

[0088] 일 실시양태에서, CMC는 임의로 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 상기 CMC의 섬유가 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 > 45\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 > 50\%$ 및 $\text{SiO}_2 < 80\%$ 이고, Fe_2O_3 형태로 표현된 산화철의 양이 $1\% < \text{Fe}_2\text{O}_3 < 20\%$ 이며, $5\% < \text{Al}_2\text{O}_3 < 25\%$ 인 화학적 분석을 가지며, 상기 CMC의 매트릭스가 하기로부터 선택되는 것이다:

[0089] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0090] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0091] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 70\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 80\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 90\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 95\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0092] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스.

[0093] 일 실시양태에서, CMC는 임의로 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 상기 CMC의 섬유가 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{Al}_2\text{O}_3 > 65\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3 > 70\%$, 또는 심지어는 $\text{Al}_2\text{O}_3 > 80\%$, 또는 심지어는 $\text{Al}_2\text{O}_3 > 90\%$, 또는 심지어는 $\text{Al}_2\text{O}_3 > 95\%$ 인 화학적 분석을 가지며, 상기 CMC의 매트릭스가 하기로부터 선택되는 것이다:

[0094] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과인 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{MgO} > 70\%$,

바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2+\text{MgO} > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2+\text{MgO} > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2+\text{MgO} > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2+\text{MgO} > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2+\text{MgO} > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0095] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과, 바람직하게는 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3 > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3 > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3 > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3 > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3 > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3 > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0096] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과, 바람직하게는 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2 > 70\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2 > 80\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2 > 90\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2 > 95\%$, 바람직하게는 $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2 > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2 > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0097] - 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과, 바람직하게는 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{MgO} > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{MgO} > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{MgO} > 90\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{MgO} > 95\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{MgO} > 98\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{MgO} > 99\%$ 인 화학적 분석을 갖는 매트릭스,

[0098] - 질량 기준 85% 초과, 바람직하게는 90% 초과, 바람직하게는 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 $\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4+\text{SiAlON}$ 을 포함하는 매트릭스. 일 실시양태에서, 특히 매트릭스가 질량 기준 50% 초과, 바람직하게는 60% 초과, 바람직하게는 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과, 바람직하게는 SiC 를 포함하는 경우, $\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4+\text{SiAlON}$ 의 보충물은 금속제 규소를 포함하며, 바람직하게는 상기 보충물은 질량 기준 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과, 바람직하게는 90% 초과, 바람직하게는 금속제 규소로 구성된다.

[0099] 일 실시양태에서, CMC는 임의로 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 상기 CMC의 섬유가 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과, 바람직하게는 탄소 섬유를 포함하며, 상기 CMC의 매트릭스가 질량 기준 90% 초과, 바람직하게는 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 $\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4+\text{SiAlON}$ 을 포함하는 매트릭스로부터 선택되는 것이다. 일 실시양태에서, 특히 매트릭스가 질량 기준 50% 초과, 바람직하게는 60% 초과, 바람직하게는 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과, 바람직하게는 SiC 를 포함하는 경우, 상기 매트릭스 중 $\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4+\text{SiAlON}$ 의 보충물은 금속제 규소를 포함하며, 바람직하게는 상기 보충물은 질량 기준 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과, 바람직하게는 90% 초과, 바람직하게는 금속제 규소로 구성된다.

[0100] 일 실시양태에서, CMC는 임의로 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 상기 CMC의 섬유가 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과, 바람직하게는 탄소를 포함하며, 상기 CMC의 매트릭스가 질량 기준 90% 초과, 바람직하게는 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 $\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4+\text{SiAlON}$ 을 포함하는 매트릭스로부터 선택되는 것이다. 일 실시양태에서, 특히 매트릭스가 질량 기준 50% 초과, 바람직하게는 60% 초과, 바람직하게는 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과, 바람직하게는 SiC 를 포함하는 경우, 상기 매트릭스 중 $\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4+\text{SiAlON}$ 의 보충물은 금속제 규소를 포함하며, 바람직하게는 상기 보충물은 질량 기준 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과, 바람직하게는 90% 초과, 바람직하게는 금속제 규소로 구성된다.

[0101] 일 실시양태에서, CMC는 임의로 단일 및/또는 조립된 다발의 형태로 조립되어 있는 상기 CMC의 섬유가 질량 기준 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과, 바람직하게는 산화물을 포함하며, 전체 산화물에 대해 질량 백분율 기준으로 $\text{SiO}_2 > 70\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 > 80\%$, 바람직하게는 $\text{SiO}_2 > 90\%$, 또는 심지어는 $\text{SiO}_2 > 99\%$ 인 화학적 분석을 가지며, 상기 CMC의 매트릭스가 질량 기준 90% 초과, 바람직하게는 95% 초과, 바람직하게는 97% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 $\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4+\text{SiAlON}$ 을 포함하는 매트릭스로부터 선택되는 것이다. 일 실시양태에서, 특히 매트릭스가 질량 기준

50% 초과, 바람직하게는 60% 초과, 바람직하게는 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과와 SiC를 포함하는 경우, 상기 매트릭스 중 $\text{SiC} + \text{Si}_3\text{N}_4 + \text{SiAlON}$ 의 보충물은 금속제 규소를 포함하며, 바람직하게는 상기 보충물은 질량 기준 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과, 바람직하게는 90% 초과와 금속제 규소로 구성된다.

[0102] 바람직하게는, 그리고 상기한 실시양태와 관계없이, CMC는 하기 임의적인 특징들 중 하나 이상을 포함한다:

[0103] - CMC는 소결됨. 일 실시양태에서, 상기 소결은 최초 사용 동안에 (다른 말로 하면 제자리로) 수행될 수 있음;

[0104] - CMC는 15% 초과, 바람직하게는 20% 초과, 바람직하게는 25% 초과, 바람직하게는 30% 초과 및 바람직하게는 45% 미만, 바람직하게는 40% 미만인 부력의 원리에 따라 흡수(imbibition)에 의해 측정되는 개방 다공성(open porosity)을 가짐;

[0105] - CMC는 부피 기준 30% 초과, 바람직하게는 40% 초과, 바람직하게는 50% 초과, 바람직하게는 60% 초과 및/또는 70% 미만의 임의로 단일 및/또는 조립된 스레드(thread)의 형태로 조립되어 있는 섬유를 포함함;

[0106] - 상기 섬유는 통상적으로 수백개 내지 수천개의 섬유를 포함하는 다발인 다발의 형태로 그룹화되어 있음;

[0107] - 바람직하게는 다발인 상기 섬유는 50 mm 초과, 또는 심지어는 100 mm 초과의 길이를 가짐;

[0108] - 바람직한 실시양태에서, 바람직하게는 다발인 상기 섬유는 (부직) 웹, 니트 (단일 메시이거나 단방향 섬유 및 /또는 다발에 의해 보강됨), 브레이드(braid)의 직물 (씨실 다발 및 날실 다발을 가짐) 형태, 또는 섬유 및/또는 다발이 서로에 대하여 부착되어 있는 것의 형태 (필라멘트 권취 또는 ESF ("가공된 특수 섬유"))로 배열됨.

[0109] CMC를 수득하는 것을 가능하게 하는 모든 제조 방법이 실행될 수 있다.

[0110] 제조 방법은 특히 하기 단계들을 포함할 수 있다:

[0111] - 건조 및/또는 소결 후에 매트릭스를 형성할 수 있는 슬립(slip)을 사용하여 직물 또는 웹, 바람직하게는 다발의 직물 또는 웹 세트를 함침시키는 단계;

[0112] - 상기 식물 및/또는 웹을 적층하는 단계로서, 상기 적층이 가압에 의해, 또는 진공하에서 수행될 수 있는 단계.

[0113] 특히 원하는 기계적 특성에 따라, 상기 직물 또는 층들은 상이한 직물 또는 층 다발들이 모두 실질적으로 동일한 방향 또는 상이한 방향, 예를 들면 45°로 존재하도록 적층될 수 있다.

[0114] 코팅

[0115] 상기 코팅은 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 결정질 산화물을 포함하는 적어도 하나의 층을 포함한다. 상기 산화물은 임의로 및 우선적으로 Si도 포함할 수 있다.

[0116] 바람직하게는, 상기 결정질 산화물은 리튬화된 분말, 특히 리튬화된 전이 금속 산화물 분말의 제조 동안 도달되는 최대 온도를 초과하는 용점을 갖는다.

[0117] 바람직하게는, 상기 결정질 산화물은 LiAlO_2 , $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$, $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$, $\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$, LiAlSiO_4 및 이들의 혼합물, 바람직하게는 LiAlO_2 , $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$, $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$ 및 이들의 혼합물로부터 선택된다. 더욱 바람직하게는, 상기 결정질 산화물은 $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$, $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$ 및 이들의 혼합물로부터 선택된다.

[0118] 본 발명자들은 특히 A1 (이와 같은 경우에서 A1은 CMC로부터 유래함)을 포함하지 않는 상기 결정질 산화물의 전구체 사용의 경우에서, 특히 중량 기준 15% 내지 25% 범위인 소량의 상기 코팅 중 결정질 산화물로 인하여 원하는 열화에 대한 내성이 수득될 수 있다는 것을 입증하였다.

[0119] 바람직하게는, 코팅은 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 결정질 산화물을 포함하는 상기 층들 중 적어도 하나, 예를 들면 Li_4SiO_4 를 포함하며, 바람직하게는 본질적으로 Li_4SiO_4 로 구성되는 층, 그리고 적어도 원소 Li, Si 및 Al을 포함하는 결정질 산화물, 바람직하게는 결정화된 화합물 $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$ 를 포함하는 층인 적어도 2개의 층을 포함한다.

[0120] 예를 들면, 적어도 원소 Li, Si 및 Al을 포함하는 화합물 (바람직하게는 결정화된 화합물 $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$)을 포함하는 상기 층은 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 결정질 산화물을 포함하는 상기 층 (바람직하게는 Li_2SiO_4 의 층)과

CMC 사이에 배치된다.

- [0121] 일 실시양태에 있어서, 상기 코팅은 질량 기준 15% 초과, 바람직하게는 20% 초과, 바람직하게는 25% 초과, 적어도 원소 Li 및 Al 및 임의로 Si를 포함하는 1종 이상의 결정질 산화물로 구성된다.
- [0122] 일 실시양태에 있어서, 상기 코팅은 질량 기준 30% 초과, 바람직하게는 40% 초과, 바람직하게는 50% 초과, 바람직하게는 60% 초과, 바람직하게는 70% 초과, 바람직하게는 80% 초과, 더욱 바람직하게는 90% 초과, 바람직하게는 95% 초과, 또는 더욱 바람직하게는 98% 초과, 적어도 원소 Li 및 Al 및 임의로 Si를 포함하는 1종 이상의 결정질 산화물로 구성된다. 더욱 바람직하게는, 코팅은 본질적으로 적어도 원소 Li 및 Al 및 임의로 Si를 포함하는 1종 이상의 결정질 산화물로 구성된다.
- [0123] 일 실시양태에서, 코팅은 적어도 원소 Li 및 Al 및 임의로 Si를 포함하는 적어도 1종의 결정질 산화물의 전구체를 함유한다. 상기 실시양태에서는, 예를 들면 최초 사용 동안 온도를 상승시키는 것에 의해 차후에 적어도 원소 Li 및 Al 및 임의로 Si를 포함하는 상기 적어도 1종의 결정질 산화물이 형성되게 된다.
- [0124] 일 실시양태에서, 적어도 원소 Li 및 Al 및 임의로 Si를 포함하는 결정질 산화물의 Al 중 적어도 일부 및/또는 Si 중 적어도 일부는 특히 예를 들면 최초 사용 동안 온도를 상승시키는 것에 의한 Li와의 반응에 의해 CMC로부터 유래한다.
- [0125] 바람직하게는, 코팅은 전체 산화물에 대해 질량 백분율을 기준으로 하기 화학적 조성을 갖는다:
- [0126] - Li_2O : > 0.5%, 바람직하게는 > 1%, 바람직하게는 > 2%, 바람직하게는 > 3%, 및 바람직하게는 < 30%, 바람직하게는 < 25%, 및/또는
- [0127] - Al_2O_3 : > 2%, 바람직하게는 > 4%, 바람직하게는 > 6%, 바람직하게는 > 8%, 바람직하게는 > 10%, 바람직하게는 > 12%, 및 바람직하게는 < 80%, 및/또는
- [0128] - SiO_2 : 일 실시양태에서 < 5%. 일 실시양태에서, >10%, 바람직하게는 > 15%, 바람직하게는 > 20%, 바람직하게는 > 25%, 바람직하게는 > 30%, 및 바람직하게는 < 80%, 바람직하게는 < 75%, 바람직하게는 < 70%, 및
- [0129] - $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Li}_2\text{O}$ > 50%, 바람직하게는 > 60%, 바람직하게는 > 70%, 또는 > 80%, 또는 > 90%.
- [0130] 바람직하게는, 코팅은 질량 기준 90% 초과, 바람직하게는 95% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과, 바람직하게는 99.5% 초과, 산화물로 구성된다. 바람직하게는, 코팅은 본질적으로 산화물로 구성된다.
- [0131] 상기 코팅의 두께는 바람직하게는 50 μm 초과, 바람직하게는 100 μm (마이크로미터) 초과, 바람직하게는 200 μm 초과, 바람직하게는 300 μm 초과, 또는 심지어는 400 μm 초과, 또는 심지어는 500 μm 초과, 또는 심지어는 600 μm 초과 및/또는 바람직하게는 2000 μm 미만, 바람직하게는 1500 μm 미만, 바람직하게는 1000 μm 미만, 바람직하게는 800 μm 미만이다.
- [0132] 바람직하게는, 코팅된 내부 벽의 표면은 용기의 바닥 및 상기 바닥과 접촉하는 측면의 일부를 포함한다. 다른 말로 하면, 코팅은 용기 측면의 하부 부분을 넘어 연장되는데, 용기가 그의 운용 위치에서 고려될 때, 상기 부분은 상기 용기의 사용 동안 분말과 접촉되는 곳이 된다.
- [0133] 바람직하게는, 용기 내부 벽 표면의 85% 초과, 바람직하게는 90% 초과, 바람직하게는 95% 초과, 바람직하게는 96% 초과, 바람직하게는 98% 초과, 바람직하게는 99% 초과가 상기 코팅에 의해 코팅된다. 바람직하게는, 코팅은 용기 내부 벽의 실질적인 전체 표면으로 연장된다.
- [0134] 바람직하게는, 용기 바닥 외부 벽의 적어도 일부, 바람직하게는 전체 표면이 코팅에 의해 코팅된다.
- [0135] 일 실시양태에서는, 용기 벽 전체 표면적의 90% 초과, 바람직하게는 95% 초과, 바람직하게는 99% 초과가 코팅에 의해 코팅된다.
- [0136] 바람직하게는, 코팅은 그의 사용 전에 열 처리에 적용되는데, 상기 열 처리 동안, 바람직하게는 900°C 초과, 바람직하게는 950°C 초과 및 CMC의 열화 온도 미만인 최대 온도에 도달한다.
- [0137] 질량 기준 SiO_2 > 80%인 화학적 분석을 갖는 임의로 다발의 형태로 조립되어 있는 섬유를 포함하는 CMC의 경우, 상기 열 처리 동안 도달되는 상기 최대 온도는 바람직하게는 1000°C 미만이다.
- [0138] Al_2O_3 > 65%인 화학적 분석을 갖는 임의로 다발의 형태로 조립되어 있는 섬유를 포함하거나, 또는 95%를 초과하

는 탄화규소를 포함하는 임의로 다발의 형태로 조립되어 있는 섬유를 포함하는 CMC의 경우, 상기 열 처리 동안 도달되는 상기 최대 온도는 바람직하게는 1300℃ 미만이다.

- [0139] 바람직하게는, 상기 최대 온도에서의 유지 시간은 5시간 초과, 바람직하게는 8시간 초과 및 20시간 미만, 바람직하게는 15시간 미만이다.
- [0140] 열 처리의 실행은 유리하게도 코팅의 부착성을 상당히 향상시키는 것을 가능하게 한다.
- [0141] 상기 열 처리는 특히 상기 산화물의 전구체로부터 유래하고/거나 Al의 적어도 일부가 CMC로부터 유래하는 경우에, 코팅에 존재하는 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 적어도 1종의 결정질 산화물을 수득하는 것도 가능하게 할 수 있다.
- [0142] 코팅은 관련 기술분야 통상의 기술자에게 알려져 있는 어떠한 기술에 따라서도, 특히 브러시를 사용한 적용, 분무, 특히 습식 분무, 진공 함침에 의해 용기 내부 벽 표면의 적어도 일부에 적용될 수 있다.
- [0143] 일 변형에서는, 상기 산화물의 전구체가 용기 벽 표면의 적어도 일부에 적용된 다음, 예를 들면 열 처리를 사용하여 상기 산화물로 전환된다.
- [0144] 바람직하게는, 상기 산화물의 전구체는 하기로부터 선택된다:
- [0145] - 리튬화된 베이어라이트,
- [0146] - Li_4SiO_4 , 이 경우 Al은 CMC로부터 유래함 (결정질 산화물이 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하며, 그것은 이후 $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$ 가 될 수 있음), 및
- [0147] - 이들의 혼합물.
- [0148] 용기
- [0149] 용기는 어떠한 형상도 가질 수 있다.
- [0150] 본 발명에 따른 상기 용기의 외주는 다각형, 특히 직사각형 및 정사각형, 원 또는 타원으로부터 선택될 수 있다.
- [0151] 바람직하게는, 본 발명에 따른 용기는 바닥 및 적어도 하나의 측면을 포함하며, 상기 바닥 및 적어도 하나의 측면은 바람직하게는 20 mm 미만, 더욱 바람직하게는 15 mm 미만, 또는 심지어는 10 mm 미만, 및/또는 바람직하게는 2 mm 초과, 바람직하게는 4 mm 초과, 더욱 바람직하게는 5 mm 초과,의 평균 두께를 갖는다.
- [0152] 일 실시양태에서, 상기 용기의 바닥은 그의 측면의 것에 비해 더 큰, 바람직하게는 10% 더 큰, 바람직하게는 20% 더 큰, 바람직하게는 30% 더 큰 두께를 갖는다.
- [0153] 일 실시양태에서, 상기 용기의 바닥 및 측면은 10% 미만, 바람직하게는 5% 미만의 두께 차이를 갖는다. 바람직하게는, 상기 실시양태에서, 상기 용기의 바닥은 그의 측면의 것과 실질적으로 동일한 두께를 갖는다.
- [0154] 일 실시양태에서는, 벽 두께가 일정하지 않다. 바람직하게는, 측면의 두께는 용기 바닥 측에서 더 크다. 바람직하게는, 용기 바닥과 접촉되는 측면 부분은 용기 바닥에 대향하여 위치하는 측면 부분의 두께에서 10% 더 큰 두께를 갖는다.
- [0155] 일 실시양태에서, 본 발명에 따른 용기는 500 mm 미만, 바람직하게는 400 mm 미만, 또는/또는 바람직하게는 100 mm 초과, 바람직하게는 200 mm 초과,의 더 큰 길이인 길이, 그리고 500 mm 미만, 바람직하게는 400 mm 미만, 또는/또는 바람직하게는 100 mm 초과, 바람직하게는 200 mm 초과인 길이에 대하여 수직으로 측정되는 최소 치수인 너비를 갖는다.
- [0156] 일 실시양태에서, 용기는 적어도 2개의 부분으로 구획화될 수 있으며, 상기 적어도 2개의 부분은 리튬 산화물, 특히 금속 또는 여러 리튬화된 전이 금속들의 산화물을 포함하는 분말을 합성한다는 목표로 열 처리 동안 기체의 순환을 가능하게 하는 공간에 의해 분리될 수 있다.
- [0157] 일 실시양태에서, 용기 바닥과 상기 적어도 하나 측면 사이의 각도는 90°에 상당한다. 일 실시양태에서, 상기 각도는 90°를 초과하며, 100° 미만이다.
- [0158] 일 실시양태에서, 본 발명에 따른 용기는 500 mm 미만, 바람직하게는 400 mm 미만, 또는/또는 바람직하게는 100 mm 초과, 바람직하게는 200 mm 초과,의 직경을 갖는다.

[0159] 바람직하게는, 본 발명에 따른 용기는 0.1 리터 초과, 바람직하게는 1 리터 초과, 바람직하게는 2 리터 초과, 바람직하게는 3 리터 초과 및/또는 바람직하게는 25 리터 미만, 바람직하게는 20 리터 미만, 바람직하게는 15 리터 미만의 부피를 갖는다.

[0160] 일 실시양태에서, 본 발명에 따른 용기의 CMC 바닥 및 측면은 모놀리식 조립체를 형성한다. 다른 말로 하면, 상기 바닥 및 측면은 하나이며 동일 부품이고, 바닥과 측면 사이의 연결부는 바람직하게는 5 mm 초과, 바람직하게는 10 mm 초과, 바람직하게는 20 mm 초과를 포함한다.

[0161] 일 실시양태에서, 용기는 CMC로 구성되는 서로 다른 부품, 예를 들면 CMC로 구성되는 플레이트들의 조립체이며, 상기 다양한 부품들 사이의 연결부는 특히 모르티스(mortise) 및 테논(tenon) 조인트, 및/또는 브래킷연결 조립체, 및/또는 네스팅(nesting) 조립체 (특히 노치(notch) 또는 홈을 사용하는 것), 및/또는 금속 또는 세라믹 핀, 및/또는 금속 또는 세라믹 스크류 및/또는 금속 또는 세라믹 리벳, 및/또는 금속 또는 세라믹 키(key)를 이용하여 구성될 수 있다.

[0162] [실시예]

[0163] 본 발명을 나타낼 목적으로, 하기 비-제한적인 실시예들을 제공한다.

[0164] 하기 방법에 의해, 금속 또는 여러 리튬화된 전이 금속들의 산화물 분말 합성 동안의 열화에 대한 내성을 평가한다:

[0165] 2 g의 리튬 히드록시드를 실시예에 따라 코팅을 포함하거나 포함하지 않는 각 타일 표면의 중심에 배치한다. 다음에, 조립체를 전기 노에 배치하고, 공기 중에서 하기 열 처리에 적용한다:

[0166] - 900℃로 상승,

[0167] - 900℃에서 10시간 동안 유지,

[0168] - 주변 온도로 강하.

[0169] 각 실시예에 대하여, 내열화성 시험 전에, 타일 중심 구역의 가장자리 면을 수득하기 위하여 실시예에 따라 코팅되거나 코팅되지 않은 타일을 절단하고, 수지를 사용하여 상기 가장자리 면을 코팅한 후, 비치도록 연마한다. 다음에, 내열화성 시험 전에, 실시예 타일의 평균 두께 E_0 를 측정하기 위하여 광학 현미경을 사용하여 상기 연마된 가장자리를 관찰하는데, 상기 평균 두께 E_0 는 5개의 서로 다른 관찰 구역에 걸쳐 측정된 두께들의 산술 평균이다.

[0170] 각 실시예에 대하여, 내열화성 시험 후에, 타일 중심 구역의 가장자리 면을 수득하기 위하여 실시예에 따라 코팅되거나 코팅되지 않은 타일을 절단하고, 수지를 사용하여 상기 가장자리 면을 코팅한 후, 비치도록 연마한다. 다음에, 실시예 타일의 시각적으로 변형되지 않은 재료 두께에 해당하는 평균 두께 E1을 측정하기 위하여 광학 현미경을 사용하여 상기 연마된 가장자리를 관찰하는데, 상기 평균 두께 E1은 5개의 서로 다른 관찰 구역에 걸쳐 측정된 두께의 산술 평균이다.

[0171] 실시예의 내열화성은 E_0-E_1 으로 정의된다. 차이 E_0-E_1 이 더 낮을수록, 내열화성은 더 높다.

[0172] 실시예들의 제조 프로토콜을 하기한다:

[0173] a) 본 발명에서 벗어난 실시예 1에서 사용되는 타일

[0174] 본 발명에서 벗어난 실시예 1에서 사용되는 타일은 하기 치수를 가지는 세인트-고바인 퍼포먼스 세라믹스 앤드 리프랙토리즈(Saint-Gobain Performance Ceramics and Refractories) 사에 의해 판매되고 있는 알룬덤(Alundum)® AH199 재료의 플레이트이다: 50 x 50 x 11 mm³.

[0175] b) 본 발명에서 벗어난 실시예 2 및 본 발명에 따른 실시예 3에서 사용되는 타일

[0176] 상기 실시예들에서 사용되는 타일은 50 x 50 x 4.5 mm³의 치수를 가지는 이노바세람(Inovaceram) 사에 의해 판매되고 있는 HT-C Typ SM 소결 CMC 타일이다.

[0177] c) 실시예 1 및 3으로부터의 코팅된 타일의 코팅을 수득하기 위한 현탁액

[0178] 리튬 히드록시드를 0.3 mol/L에 상당하는 농도로 물에 도입한 다음, 리튬 히드록시드가 용해될 때까지 조립체를

교반 유지한다. 다음에, 시그마 알드리치(Sigma Aldrich) 사에 의해 판매되고 있는 루독스(Ludox) AS40 콜로이드성 실리카를 SiO_2 에 대한 리튬 히드록시드의 물비가 4에 상당하도록 하는 방식으로 교반하에 첨가한다.

다음에, 시트르산을 사용하여 8.5에 상당하는 값으로 pH를 조정한다. 시트르산의 도입 후 10분 동안 교반을 유지한다. 다음에, 수득되는 현탁액을 65℃로 18시간 동안 건조 오븐에 배치한다.

d) 코팅 타일의 표면 상에서의 코팅의 제조

하기 방법을 사용하여, 알룬덤® AH199 타일 및 소결된 CMC 타일 상에서 코팅을 수득한다.

실시에 1을 수행하기 위하여, c) 항 종료시에 수득되는 현탁액을 브러시를 사용하여 a) 항에서 기술된 타일에 적용한다.

실시에 3을 수행하기 위하여, c) 항에서 수득된 현탁액을 브러시를 사용하여 b) 항에서 기술된 타일들 중 하나에 적용한다.

다음에, 60℃에서 12시간 동안 건조한 후, 건조된 코팅된 타일을 전기 노에서 하기 열 처리 HT에 적용한다:

- 10℃/분에 상당하는 속도로 20℃에서 900℃까지 상승시킴,

- 900℃에서 10시간 동안 유지함,

- 실온으로의 자연 강하.

첨부된 도 1은 내열화성 시험을 수행하기 전에 실시에 3의 코팅된 타일을 절단한 후 두께의 관찰 동안 광학 현미경하에서 수득된 이미지이다. CMC 타일 (1)의 표면 상에 존재하는 하기 2개의 층이 구별될 수 있다; Li_4SiO_4 의 층 (2) 및 결정화된 화합물 $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$ 를 포함하는 층 (3).

다음에, 그렇게 수득되는 타일들을 상기한 내열화성 시험에 적용한다.

하기 표 1에 내열화성 시험의 결과를 요약하는 바, 실시예는 금속 또는 여러 리튬화된 전이 금속들의 산화물 분말 합성에 사용된 용기를 나타낸다.

[표 1]

실시에	시험 전의 평균 두께 E_0 (mm)	내열화성 시험 전에 실시예로부터의 가장자리 면의 연마된 표면상에서 수행된 X-선 회절에 의해 강조된 코팅에서의 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 결정질 산화물	내열화성, E_0-E_1 (mm)
1(*) 알룬덤® AH199로 제조된 코팅된 타일	-	-	-
2(*) 비코팅 CMC 타일	4.5	-	4.5
3 코팅된 CMC 타일	4.5	$\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$	1

(*) : 본 발명에서 벗어난 것

내열화성 시험 전에 본 실시예로부터의 가장자리 면의 연마된 표면 상에서 수행된 X-선 회절에 의해, 실시예 3 코팅에서의 결정질 산화물 $\text{Li}_3\text{AlSiO}_5$ 의 존재를 입증한다.

열 처리 HT 후, 본 발명에서 벗어난 실시예 1은 스케일드(scaled) 코팅을 포함하는데, 알룬덤® AH199 지지체 플레이트에 그것이 부착되지 않는다. 따라서, 열화에 대한 내성 시험을 수행하는 것이 가능하지 않았다.

반면, 본 발명에 따른 실시예 3은 표면 균열 없이 균질한 코팅을 포함한다. 본 발명에서 벗어난 실시예 1과 본 발명에 따른 실시예 3의 비교는 코팅을 위한 지지체 재료로서의 CMC에 대한 필요성을 보여준다.

본 발명에서 벗어난 실시예 2와 본 발명에 따른 3의 비교는 실시예 3의 열화에 대한 내성이 1 mm에 상당하여, 4.5 mm에 상당하는 실시예 2의 것에 비해 훨씬 작다는 것을 보여준다.

- [0198] 상기 실시예들은 본 발명, 특히 세라믹 매트릭스 복합재와 적어도 원소 Li 및 Al을 포함하는 결정질 산화물 또는 상기 결정질 산화물의 전구체를 포함하는 그의 코팅의 특정 조합 선택의 장점을 보여준다.
- [0199] 열화에 대한 낮은 내성은 CMC에서 타일 표면 상에 코팅을 제조하는 데에 리튬화된 베이어라이트의 현탁액이 대안적으로 사용되는 경우에도 측정되었다.
- [0200] 이러한 결과는 본 발명에 따른 용기의 효과성을 보여준다.
- [0201] 물론, 본 발명이 단순히 목적을 보여주기 위하여 제공되는 기술된 실시양태들로 제한되는 것은 아니다.
- [0202] 특히, 본 발명에 따른 생성물이 특정 형상 또는 치수로 제한되는 것은 아니다.

도면

도면1

