



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년03월20일

(11) 등록번호 10-1504792

(24) 등록일자 2015년03월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C04B 37/00 (2006.01) C03B 5/43 (2006.01)

C04B 35/48 (2006.01) C04B 35/64 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-7027042

(22) 출원일자(국제) 2009년04월30일

심사청구일자 2013년12월06일

(85) 번역문제출일자 2010년12월01일

(65) 공개번호 10-2011-0014624

(43) 공개일자 2011년02월11일

(86) 국제출원번호 PCT/US2009/002666

(87) 국제공개번호 WO 2009/134411

국제공개일자 2009년11월05일

(30) 우선권주장

61/126,267 2008년05월02일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

JP11092245 A

JP2005200295 A

전체 청구항 수 : 총 9 항

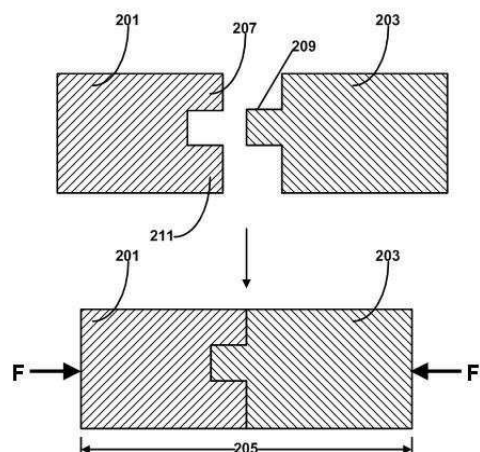
심사관 : 한정선

(54) 발명의 명칭 지르콘 블록을 결합하는 물질 및 방법

(57) 요약

복수의 지르콘 컴포넌트를 결합함으로써 큰 지르콘 블록을 제조하기 위한 방법 및 그러한 공정에서 사용되는 본딩 물질이 개시된다. 본 발명에 따르면, 큰-사이즈 이소프레싱 장치 없이도 큰 지르콘 블록의 제조가 가능하다. 본 발명은 예컨대, LCD 제조에서 사용되는 유리 시트를 제조하는 퓨전 다운-드로우 공정에 사용되는 큰 사이즈 이소파이프를 제조하는 데 특히 유용하다.

대표도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

하기의 단계를 포함하는 지르콘 블록을 제조하는 방법:

- (i) 결합되는 표면을 가진 복수의 지르콘 컴포넌트를 제공하는 단계;
- (i)(a) 지르콘 입자를 제공하는 단계;
- (i)(b) 상기 지르콘 입자를 티타늄-함유 물질의 용액 또는 티타늄-함유 물질의 졸로 함침시킨 다음, 건조시켜 티타늄-코팅된 지르콘 입자를 형성하는 단계;
- (ii) 상기 티타늄-코팅된 지르콘 입자를 포함하는 본딩 물질을, 결합되는 복수의 지르콘 컴포넌트 표면들의 인터페이스에 적용하는 단계;
- (iii) 상기 결합되는 표면들을 접촉시키는 단계; 및
- (iv) 상기 인터페이스에서 결합(bonding)이 일어나도록 적어도 1000 °C로 상기 인터페이스를 가열하는 단계.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 (ii) 단계에서, 본딩 물질은 소결 조제(sintering aid)를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 지르콘 블록을 제조하는 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 단계 (i)(a)에서 제공된 지르콘 입자는 2 μm 이하의 평균 크기를 갖는 것을 특징으로 하는 지르콘 블록을 제조하는 방법.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 (i) 단계에서 제공되는 지르콘 컴포넌트는 결합되는 인터록킹 조인트(interlocking joint)를 갖는 것을 특징으로 하는 지르콘 블록을 제조하는 방법.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 (iii) 단계에서 지르콘 컴포넌트 및 인터페이스는 적어도 1500 °C로 가열되는 것을 특징으로 하는 지르콘 블록을 제조하는 방법.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 (i) 단계에서 제공되는, 결합되는 적어도 하나의 지르콘 컴포넌트는 (ii) 단계 전에 1000 °C 이상 온도에서 전-소결(pre-sintered) 되는 것을 특징으로 하는 지르콘 블록을 제조하는 방법.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 (iii) 단계의 적어도 일부분 동안, 상기 지르콘 컴포넌트는 결합되는 표면들에 대해 수직 방향으로 압축력(compressive force)이 적용되는 것을 특징으로 하는 지르콘 블록을 제조하는 방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 압축력은 결합되는 표면 사이의 인터페이스 바깥 방향으로 본딩 물질의 일 부분에 힘을 가하여 결합 인터페이스에서 과-충진(over-filling)이 일어나도록 하는 것을 특징으로 하는 지르콘 블록을 제조하는 방법.

청구항 9

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 방법은 하기의 (v) 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 지르콘 블록을 제

조하는 방법:

(v) 결합되는 위치에서 블록의 외부 표면이 평평하며(planar), 뎀프(bump) 또는 딥(dip)이 없도록 상기 외부 표면을 머시닝(mashing)하는 단계.

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 출원은 2008년 5월 2일에 발명의 명칭 ‘지르콘 블록을 결합(welding)하기 위한 물질 및 방법’으로 출원된 미국 가출원 번호 61/126267의 우선권 이익을 함유하며, 그 내용은 전체로서 본 명세서에 포함된다.

[0002] 본 발명은 지르콘 블록을 성형하는 물질 및 방법에 관한 것이다. 특히, 본 발명은 큰-사이즈의 지르콘 블록을 성형하기 위한, 지르콘 블록을 결합하기 위한 물질 및 방법에 관한 것이다. 본 발명은, 예컨대, 유리 시트 제조에서 퓨전 다운-드로우 공정을 위한 큰-사이즈 이소파이프를 제조하는 데 유용하다.

배경기술

[0003] LCD 디스플레이용 초기(pristine) 표면을 가진 고 품질 유리 기관을 제조하기 위한 리딩(leading) 공정이 퓨전 다운-드로우 공정이다. 이러한 퓨전 다운-드로우 공정에서 성형 장치는 전형적으로 이소파이프로 불리며, 도 1에 도시되어 있다. 상기 도면에서 이소파이프 100은 트로프 103 및 웨지 107을 포함한다. 유리 멜트는 유입구 튜브 101을 통해 트로프로 도입된다. 유리 멜트의 스트림은 트로프의 양 측면 위로 넘쳐 흐르게 하여, 트로프 및 웨지의 양 측면 아래로 흐르게 한다. 2개의 유리 스트림은 웨지 109의 바닥에서 합쳐지며, 여기에서 이들은 함께 융합(fuse) 되어 성형 과정에서 이소파이프 표면에 노출되지 않는 2개의 원(pristine) 표면을 가진 하나의 단일(a single) 유리 시트 111을 형성하게 된다. 이소파이프를 제조하기 위한 전형적인 방법으로, 지르콘은 이소프레사라 불리는 기계 내에서 이소택틱하게 압축되어 큰 블록('그린 바디'로 불림)으로 된 후, 예컨대 1500

℃ 이상의 높은 온도에서 소결된다. 소결 과정에서, 지르콘 결정 그레인(grains)이 성장하고, 팩킹되어, 그린 바디는 조밀한 세라믹 몸체로 변형된다. 그린 바디의 큰 수축이 소결동안 전형적으로 관찰된다. 이소파이프의 통상적인 운전 조건하에서 상대적으로 안정한 구조 및 밀도를 가진, 소결된 조밀 세라믹 블록은 이후 이소파이프용 형상 및 크기를 위해 커팅된다.

[0004] LCD 패널 제조업자가 사용하는 LCD 유리 기판 크기는 해마다 점진적으로 증가하고 있다. 유리 기판이 넓어질수록 이소파이프도 넓어지는 것이 요구된다. 종래에 이소파이프는 하나의 단일 피스(unitary piece) 지르콘 블록으로부터 머시닝되었다. 당연히, 단일 피스의 지르콘 세라믹 물질을 기반으로 하는, 보다 큰 사이즈 이소파이프에 적합한 보다 넓은 지르콘 블록이 요구되므로, 더 큰 이소택틱 프레스가 요구되고 있다. 소결된 지르콘 블록의 머시닝 및 소결 과정 동안 그린 바디의 수축을 고려할 때, 이소파이프 사이즈가 한 세대에서 다음 세대로 증가함에 따라 요구되는 이소프레스는 훨씬 더 커지고 있다. 더 큰 이소택틱 프레스를 위한 높은 자본 투자가 특히 Gen-10 (2850 x 3050 mm), Gen-11, G-12 또는 그 이상의 큰-사이즈의 유리 기판에 대해서는 엄청나게 과중하다. 덧붙여서, 더 크고 더 무거운 블록을 처리하는 공정은 입자 크기 증가와 함께 지속된 오래된 또 다른 이슈들 중 크랙 형성, 비균질한 그레인 분포, 더 낮은 그린 및 소결 밀도 및 더 낮은 강도에 대한 높은 잠재적 가능성과 같은 기술적인 어려움에 놓여 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 따라서, 큰-사이즈 지르콘 세라믹 몸체를 제조하기 위한 효율적이면서도 효과적인 공정에 대한 요구가 있다. 본 발명은 이러한 요구를 만족시키는 것이다.

과제의 해결 수단

[0006] 본 발명의 일 측면에 따르면,
 [0007] 하기의 단계를 포함하는 지르콘 블록을 제조하는 방법이 제공된다.
 [0008] (i) 결합되는 표면을 가진 복수의 지르콘 컴포넌트를 제공하는 단계;
 [0009] (ii) 지르콘 입자를 포함하는 본딩 물질을, 결합되는 복수의 지르콘 컴포넌트 표면들의 인터페이스에 적용하는 단계;
 [0010] (iii) 상기 표면들을 결합되도록 접촉시키는 단계; 및
 [0011] (iv) 상기 인터페이스에서 결합이 일어나도록 적어도 1000 ℃ 까지 가열하는 단계.
 [0012] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (ii) 단계에서, 본딩 물질은 하기의 물질을 더 포함한다.
 [0013] 티타니아 입자; 및
 [0014] 선택적 소결 조제(sintering aid).
 [0015] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 지르콘 입자는 2 μm 이하, 어떤 구체예에서는 1 μm 이하의 평균 크기를 갖는다.
 [0016] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 본딩 물질은 1 μm 이하의 평균 크기를 갖는 티타니아 입자를 더 포함한다.
 [0017] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (ii) 단계에서, 본딩 물질은 티타니아의 총 중량 %이 본딩 물질의 0.1% 이상의 티타니아 입자를 더 포함한다.
 [0018] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (ii) 단계에서, 본딩 물질은 티타니아 입자가 줄로써 존재하는 티타니아 입자를 더 포함한다.
 [0019] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 단계 (ii)에서, 본딩 물질은 슬러리이며, 어떤 구체예에서, 수용성 슬러리이다.
 [0020] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (i) 단계에서 지르콘 컴포넌트는 결합되는 인터록킹 조인트

(interlocking joint)를 가진다.

- [0021] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (ii) 단계에서, 본딩 물질은 (iii) 단계 전 조인트들의 표면들에 미리-적용(pre-applied)된다.
- [0022] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (i) 단계에서 제공되는, 결합되는 적어도 하나의 지르콘 컴포넌트는 1500 °C보다 높은 온도에서 처리되지 않는다.
- [0023] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (i) 단계에서 제공되는, 결합되는 적어도 하나의 지르콘 컴포넌트는 1000 °C보다 높은 온도에서 처리되지 않는다.
- [0024] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, (iii) 단계에서, 지르콘 컴포넌트 및 인터페이스는 오스왈드 숙성(Oswald ripening) 공정을 수행한다.
- [0025] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (iii) 단계에서 지르콘 컴포넌트 및 인터페이스는 1500 °C까지 가열된다.
- [0026] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (i) 단계에서 제공되는, 결합되는 적어도 하나의 지르콘 컴포넌트는 (ii) 단계 전에 1000 °C 이상의 온도에서 전-소결(pre-sintered) 된다.
- [0027] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (i) 단계에서 제공되는, 결합되는 적어도 하나의 지르콘 컴포넌트는 (ii) 단계 전에 1400 °C 이상의 온도에서 전-소결(pre-sintered) 된다.
- [0028] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (i) 단계에서 제공되는, 결합되는 적어도 하나의 지르콘 컴포넌트는 (ii) 단계 전에 1500 °C 이상의 온도에서 전-소결(pre-sintered) 된다.
- [0029] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 (iii) 단계의 적어도 일부분 동안, 상기 지르콘 컴포넌트는 결합되는 표면들에 대해 수직 방향에서 압축력(compressive force)을 적용한다.
- [0030] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 본딩 물질은 본딩 인터페이스에서 과충진(over-filled)되는 것을 특징으로 하는 지르콘 블록을 제조하는 방법.
- [0031] 본 발명의 일 측면에 따른 일 구체예에서, 상기 방법은 하기의 (v) 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 지르콘 블록을 제조하는 방법:
- [0032] (v) 결합되는 위치에서 블록의 외부 표면이 실질적으로 평평하며(planar), 범프(bump) 및 딥(dip)이 없도록 상기 외부 표면을 머시닝(machining)하는 단계.
- [0033] 본 발명의 제 2 측면에서, 하기의 물질을 포함하는 지르콘 블록을 결합하기 위한 본딩 물질이 제공된다:
- [0034] (i) 지르콘 입자
- [0035] (ii) 티타니아 입자; 및
- [0036] (iii) SiO_2 , Y_2O_3 및 Fe_2O_3 와 같은 선택적 소결 조제.
- [0037] 본 발명의 제 2 측면에 따른 본딩 물질의 일 구체예에서, 상기 지르콘 입자는 2 μm 이하, 어떤 구체예에서 1 μm 이하의 평균 크기를 갖는다.
- [0038] 본 발명의 제 2 측면에 따른 본딩 물질의 일 구체예에서, 상기 본딩 물질은 1 μm 이하의 평균 크기를 갖는 티타니아 입자를 더 포함한다.
- [0039] 본 발명의 제 2 측면에 따른 본딩 물질의 일 구체예에서, 티타니아의 총 중량 %은 0.1% 이상이다.
- [0040] 본 발명의 제 2 측면에 따른 본딩 물질의 일 구체예에서, 상기 단계 (ii)에서, 티타니아 입자는 줄이다.
- [0041] 본 발명의 제 2 측면에 따른 본딩 물질의 일 구체예에서, 티타니아 입자는 10 μm 이하의 평균 크기를 가진다.
- [0042] 본 발명의 제 2 측면에 따른 본딩 물질의 일 구체예에서, 상기 단계 (ii)에서, 본딩 물질은 슬러리이며, 어떤 구체예에서, 수용성 슬러리이다.

- [0043] 본 발명의 제 2 측면에 따른 본딩 물질의 일 구체예에서, 본딩 물질은 유리 바인더를 포함한다.
- [0044] 본 발명의 제 2 측면에 따른 본딩 물질의 일 구체예에서, 상기 본딩 물질은 적어도 하나의 지르코닐 염을 포함한다.
- [0045] 본 발명의 제 2 측면에 따른 본딩 물질의 일 구체예에서, 상기 본딩 물질은 콜로이드성 티타니아를 포함한다.
- [0046] 본 발명의 제 3 측면은 하기의 단계를 포함하는 퓨전-드로우 유리 제조 공정을 위한 지르콘 이소파이프를 제조하는 방법을 제공한다:
- [0047] (i) 결합되는 표면을 가진 복수의 지르콘 컴포넌트를 제공하는 단계;
- [0048] (ii) 지르콘 입자를 포함하는 본딩 물질을, 결합되는 복수의 지르콘 컴포넌트 표면들의 인터페이스에 적용하는 단계;
- [0049] (iii) 상기 인터페이스를 적어도 1000 °C로 가열함으로써 결합된(bonded) 지르콘 블록을 얻는 단계;
- [0050] (iv) 바람직한 형상 및 치수의 이소파이프가 되도록, (iii) 단계에서 얻어진 결합된 지르콘 블록을 머시닝하는 단계.
- [0051] 본 발명의 다양한 측면의 하나 이상의 구체예는 하나 이상의 하기의 장점을 가진다. 첫째, 큰 지르콘 바디는 단일의, 큰-사이즈 그린 바디를 형성하는 데 통상 요구되는 크고, 비싼 이소프레싱 장비 필요없이 제조될 수 있다. 둘째, 복수의 컴포넌트의 결합은 선택된 본딩 물질의 조성 때문에, 지르콘 블록과 접촉되는 유리 멜트를 오염시키지 않는다. 셋째, 결합된 지르콘 블록은 결합된 영역 내에서 범프 또는 덩이 실질적으로 존재하지 않는 평평한 표면을 가지도록 머시닝될 수 있어 표면 상에 흐르는 유체가 바람직하지 않은 정도로 교란되지는 않을 것이다.
- [0052] 본 발명의 추가적인 잇점 및 장점은 후술한 상세한 설명에서 열거될 것이며, 당업자는 상세한 설명으로부터 분명히 이해할 수 있거나 또는 첨부된 도면 뿐만아니라 상세한 설명 및 그에 따른 청구항에서 개시된 바를 실제적으로 적용함으로써 쉽게 인지할 수 있을 것이다.
- [0053] 전술한 일반적인 설명 및 후술할 상세한 설명은 본 발명을 예시적으로 보여주는 예로써 이해되어야 하며, 청구항에서 청구된 본 발명의 성질 및 특징을 이해시키는 개괄이나 프레임으로써 제공되는 것으로 이해되어야 할 것이다.

발명의 효과

- [0054] 본 발명은 복수의 지르콘 컴포넌트를 결합함으로써 큰 지르콘 블록을 제조하기 위한 방법 및 그러한 공정에서 사용되는 본딩 물질에 관한 것이다. 본 발명에 따르면, 큰-사이즈 이소프레싱 장치 없이도 큰 지르콘 블록의 제조가 가능하다. 본 발명은 예컨대, LCD 제조에서 사용되는 유리 시트를 제조하는 퓨전 다운-드로우 공정에 사용되는 큰 사이즈 이소파이프를 제조하는 데 특히 유용하다.

도면의 간단한 설명

- [0055] 첨부된 도면은 본 발명의 더 나은 이해를 위해 제공되는 것이며, 본 명세서에 병합되어 그 일부를 구성한다.
- 도 1은 퓨전 다운-드로우에 의해 유리 시트를 형성하는 이소파이프 작동 스킴을 보여준다.
- 도 2는 결합된 지르콘 블록을 제조하기 위한 본 발명의 공정의 일 구체예를 도시한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0056] 달리 지시하지 않는 한, 성분의 중량%, 치수 및 상세한 설명 및 청구항에서 사용된 어떤 물리적 성질에 사용되는 값으로 표시된 모든 숫자들은 모든 경우에 '약(about)'으로써 수정될 수 있음이 이해되어야 한다. 또한 명세서 및 청구항에서 사용된 정확한 숫자로써의 수치는 본 발명의 추가적인 구체예를 형성하는 것으로 이해되어야 한다. 실시예에 개시된 숫자 값의 정확도를 보증하기 위해 노력하였다. 그러나, 어떤 측정된 숫자 값은 각각의

측정 기구에서 발견되는 표준 편차로부터 기인한 어떤 오류를 내재적으로 포함할 수 있다.

[0057] 본 발명의 명세서 및 청구항의 여기에서 사용된, 부정관사 'a' 또는 'an'은 '적어도 하나'를 의미하며, 달리 지적하지 않는 한, '단지 하나(only one)'로써 제한되지 않는다. 따라서, 예컨대, '적어도 하나의 소결 조제(a sintering aid)'는 달리 지적하지 않는 한, 복수의 소결 조제들과 같은 2개 이상을 포함하는 구체예를 포함한다.

[0058] 여기에서, 컴포넌트의 'wt%' 또는 '중량 퍼센트' 또는 'percent by weight'는 달리 지적하지 않는 한, 조성물의 총 중량 또는 컴포넌트가 포함된 제품의 총 중량을 기준으로 한 것이다. 여기에서 사용된 모든 퍼센트는 달리 지적하지 않는 한 중량에 의한 것이다.

[0059] 본 발명은 큰-사이즈를 가진 이소파이프와 같은 장치를 만드는 데 적당한 큰 지르콘 블록을 제조하기 위한 공정을 제공한다. 본 발명은 Gen-10 및 그 이상의 세대와 전술한 것과 같은 큰-사이즈 이소파이프를 제조하는 데 특히 유리하다. 그러나, 본 발명은 Gen 8 및 그 이하와 같은 더 작은 세대용 이소파이프를 제조하는 데 사용될 수 있다. 예컨대, 본 발명은 더 큰 이소파이프를 제조하는 데 결합있는 이소파이프 부분을 리사이클(recycle)할 수 있게 한다. 예시적인 개조 공정은 하기의 단계를 포함할 수 있다: (a) 결합있는 이소파이프 또는 이들의 프리폼으로부터 사용되는 부분을 확인하고, 절단(severing)하는 단계; (b) 상기 사용되는 부분을 결합되는 컴포넌트로 준비하는 단계; (c) 본 발명에 따른 컴포넌트를 사용하는 이소파이프 또는 이들의 프리폼을 형성하기 위해 결합하는 단계.

[0060] I. 결합되는 지르콘 컴포넌트.

[0061] 본 발명의 어떤 구체예에 따른, 결합되는 지르콘 컴포넌트는 지르콘 파우더 및 다른 성분을 이소프레싱하여 제조된 그린 바디일 수 있다. 그러한 지르콘 그린 바디를 제조하는 공정은 예컨대, 미국 특허 번호 7,259,119에 개시되어 있으며, 이들의 관련 부분은 여기에 참조로서 포함되어 있다. 그린 바디는 지르콘 입자에 더하여, TiO_2 , 및 소량의 하나 이상의 SiO_2 , Fe_2O_3 , Y_2O_3 , 다른 소결 조제 및 다른 물질을 포함할 수 있다. 전형적으로, 그린 바디는 1000 °C 이상의 온도에서 소결되지 않는다.

[0062] 택일적으로, 본 발명의 특정 구체예에 따른 지르콘 컴포넌트는 지르콘 파우더 및 다른 성분을 이소프레싱하여 제조된 소결된 그린 바디일 수 있다. 소결된 지르콘 블록은 본 발명에 따라 결합되기 전에, 1000 °C 이상의 온도에서, 특정 구체예에서는 1200 °C 이상, 특정 구체예에서는 1400 °C 이상, 특정 구체예에서는 1500 °C 이상 온도에서 소결된다.

[0063] 1500°C 이상에서 소결된 지르콘 블록은 퓨전 다운-드로우 공정의 통상적인 운전 조건하에서 고 밀도, 고 모듈러스, 안정된 치수 및 성질을 가질 수 있다. 소결된 지르콘 블록은 하기에 개시된 것처럼, 결합(bonding) 공정 동안 단부들(ends)로부터 압축될 수 있다.

[0064] 결합 전에, 상기 컴포넌트들은 함께 결합되는 인터페이스 상에 인터록킹의 기하학적 형태(geometry) 및/또는 구조를 가지도록 머시닝되는 것이 바람직하다. 도 2는 결합되는 2개의 지르콘 컴포넌트 표면들의 인터록킹 구조를 도시한다.

[0065] 특정 구체예에 있어서, 하나의 컴포넌트는 나머지 다른 하나보다 더 작은 사이즈 및/또는 중량을 가지는 것이 바람직하다. 어떤 구체예에서는, 최종 결합된 지르콘 블록은 실질적으로 동일한 길이 및/또는 중량을 가진 2개의 컴포넌트로부터 형성된 결합된 블록보다 더 높은 기계적 강도를 가질 수 있다.

[0066] 개별적인 컴포넌트의 결합되는 표면들은, 컴포넌트들이 밀접하게 접촉하여 배치될 때 매칭되도록 정확하게 머시닝되는 것이 바람직하다. 결합되는 표면들의 정밀한(close) 매칭은 소결 과정에서 보이드(void)를 형성하는 것을 피할 수 있어서, 결합 강도를 향상시킨다.

[0067] II. 결합 물질

[0068] 본 발명에서 사용되는 결합 물질은 지르콘 입자를 포함한다. 특정 구체예에 있어서, 지르콘 입자는 2 μm를 초

과하지 않는 평균 입자 크기를 가진다. 특정 구체예에 있어서, 지르콘 입자는 1 μm 를 초과하지 않는 평균 입자 크기를 가진다. 특정 구체예에 있어서, 2 μm 를 초과하지 않는 평균 입자 크기를 가지는 입자와 같은 보다 작은 지르콘 입자는 이웃하는 지르콘 그레인 및 결합되는 표면과 결합을 형성하는 데 있어서, 훨씬 더 활성을 갖고 있어(active), 결합되는 표면들 사이에 오래 지속되고, 강한 부착(adhesion)을 형성하는 데 있어서 더욱 효과적이다.

[0069] 지르콘 입자는 기계적인 그라인딩 및 큰 지르콘 블록의 밀링, 졸-겔 공정등 및 이들의 조합과 같은 다양한 공정에 의해 형성될 수 있다. 지르코닐 염은 합성된 지르콘 입자를 제조하기 위한 졸-겔 공정에서 사용되는 것이 바람직할 수 있다.

[0070] 지르콘 입자에 더하여, 본딩 물질은 TiO_2 입자를 더 포함할 수 있다. 상기 TiO_2 입자는 티타늄 염 및/또는 $\text{Ti}(\text{O}-\text{이소프로필})_4$ 과 같은 유기티타늄 물질로부터 졸-겔 공정에 의해 제조될 수 있다.

[0071] 특정 구체예에 있어서, 본딩 물질은 지르콘 입자를 티타늄 염 등과 같은 티타늄 함유 물질의 용액 또는 졸로 함침(impregnating)한 후 건조하여 제조할 수 있다. 이에 따라, 티타늄-코팅된 지르콘 입자를 얻을 수 있다.

[0072] 제조 방법과 관계없이 TiO_2 -소스 물질은 본딩 물질 내에서 TiO_2 의 분포가 실질적으로 균일하도록 지르콘 입자와 실질적으로 균질하게 혼합된다.

[0073] 본딩 물질은 건조 파우더, 슬러리, 페이스트 등의 형태를 취할 수 있다. 슬러리 및 페이스트는 특정 구체예에서는 취급 편리성 및 결합되는 표면으로의 적용성 때문에 바람직하다. 본딩 물질은 유기 바인더, 유기 용매 등을 포함할 수 있다. 바람직하게 이들 유기 물질은 유해한 잔류물을 남기지 않고 결합의 최종 단계 전에 제거된다.

[0074] 또한, 본딩 물질은 예컨대, 오스왈드 숙성(Oswald ripening) 또는 다른 결정 성장 및 결합 메카니즘과 같이, 냉각 동안 침전되고 결정화되는 전이(transient) 액상전 상태(liquidous phase)를 통해서, 지르콘 입자 성장 및 결합을 촉진시키는 소결 조제를 더 포함할 수 있다.

[0075] 소결 조제의 비 제한적인 예시는 SiO_2 , Y_2O_3 , Fe_2O_3 , 등을 포함한다. 특정 구체예에 있어서, 본딩 물질은 Fe_2O_3 를 실질적으로 함유하지 않는데, 특히 결합된 지르콘이 퓨전 다운-드로우 유리 제조 공정에서 통상적인 이소카이프의 운전 조건하에서 높은 크리프(creep) 내성을 갖는 것이 요구되는 경우이다.

[0076] 결합 전에, 본딩 물질은 적어도 하나의 지르콘 컴포넌트의 표면에 적용된다. 특정 구체예에서는, 모든 컴포넌트들의 결합되는 표면들에 적용된다. 그러한 적용은 본딩 물질이 슬러리 또는 페이스트, 브러쉬 코팅, 딥 코팅, 플로우 코팅, 스프레이등과 같은 형태를 취하여 적용될 수 있다. 특정 구체예에서는, 결합되는 표면들이 밀접하게 접촉하도록 놓여지기에 앞서, 적용 시 결합되는 표면들 상의 본딩 물질을 건조시키고, 이후 상승된 온도까지 가열된다.

[0077] 특정 구체예에 있어서, 본딩 물질은 결합되는 표면들 사이에서 과-충진된다. 이로써 인터페이스가 소결 시 본딩 물질에 의해 실질적으로 완전하게 채워지게 되며, 결합되는 지르콘 블록의 표면 상에 있는 결합 영역에서 딥 형성을 방지한다.

[0078] III. 결합(bonding) 공정

[0079] 결합 단계 과정에서, 본딩 물질 내에서 입자들은 결합된 지르콘 블록을 제조하기 위한 통상의 공정 내에서 이소프레스된 지르콘 그린 바디의 것과 유사한 소결 공정을 수행한다. 따라서, 지르콘 입자, TiO_2 입자 및 소결 조제는 상호 부착(adhere)하여 조밀한 물질 층을 형성한다. 특정 이론에 구속되는 것을 의도하지는 않지만, 상기 입자는, 결정 그레인이 성장하고, 상호 팩킹되는 오스왈드 숙성 공정을 거치는 것으로 생각된다.

[0080] 또한, 지르콘 입자, 티타니아 입자 및 선택적인 소결 조제는 지르콘 컴포넌트의 결합되는 표면들과 반응하여 강한 결합을 형성할 수 있다. 결합 공정 동안, 상기 본딩 물질은 전형적으로 수축될 수 있다.

[0081] 결합되는 표면들 사이에서 본딩 물질의 조밀한 층을 얻기 위해, 특정 구체예에 있어서는, 결합되는 표면들은 결합되는 표면들에 대하여 수직인 압축력을 받는 것이 바람직하다. 물론, 그러한 압축력은 상기 인터페이스에 적용되는 총 힘 중 하나의 요소(component)일 수 있다. 적용되는 압축력 덕분에 본딩 물질의 수축에도 불구하고

표면 간에 실질적으로 보이드-없는 결합을 형성할 수 있다. 또한, 압축력은 결합되는 표면 사이의 인터페이스 바깥 방향으로 본딩 물질의 일 부분에 힘을 가할 수 있어 전체적인(overall) 과-충진(over-filling) 효과를 발생시키는 바, 이는 결합된 지르콘 블록의 표면 상에 딥(dip)이 바람직하지 않는 특정 구체예에서는 유리할 수 있다.

[0082] 압축력은 다양한 방법으로 적용될 수 있다. 일 예시적인 구체예에서는, 제 1 컴포넌트의 하나의 근접 단부(proximal end)는, 소결 동안 제 1 컴포넌트의 원격 단부(distal end)에 추가적인 적용되는 힘의 존재 또는 부존재 하에서, 제 2 컴포넌트의 단부 위에 배치된다. 이러한 구체예에 있어서, 제 1 컴포넌트의 중력은 본딩 물질 및 결합되는 표면들 상에 가해지는 압축력의 적어도 일부를 제공한다. 다른 구체예에 있어서, 제 1 컴포넌트는 제 2 컴포넌트와 단부-대-단부(end-to-end) 관계로 접촉하고, 양쪽 단부 모두는 수평으로 지지되며, 이후 외부 힘 F 및 F'가 각각의 단부에 적용된다.

[0083] 특정 구체예에 있어서, 결합되는 컴포넌트들은 결합 공정 동안 현저한 부피 변화를 겪지 않는다. 결합 공정 동안 현저한 부피 변화는 결합되는 세라믹 바디를 부분적으로 크래킹할 수 있다. 실질적으로 조밀화되지 않은 지르콘 그린 바디는 결합 조건 하에서, 현저한 수축을 겪을 수 있기 때문에, 특정 구체예에서는, 개별 컴포넌트를 결합 전에 미리 조밀화하고 부피 면에서 안정화시키는 것이 바람직하다. 따라서, 특정 구체예에서는, 결합되는 적어도 하나의 컴포넌트, 특정 구체예에서는, 2개 또는 모든 컴포넌트가 적어도 1000 °C에서, 특정 구체예에서는 적어도 1200 °C에서, 특정 구체예에서는 적어도 1400 °C에서, 특정 구체예에서는 적어도 1300 °C에서 전-소결되는 것이 바람직하다.

[0084] IV. 결합-후 마감(Post-bonding finishing)

[0085] 최종, 결합된 지르콘 블록은 최종 제품을 제조하기 위해 추가적으로 결합-후 마감 처리될 수 있다. 이러한 결합-후 마감 처리는 예컨대, 표면 그라인딩 및 폴리싱 및 이소파이프와 같은 최종 제품의 바람직한 형상 및 치수로 머시닝하는 것을 포함할 수 있다.

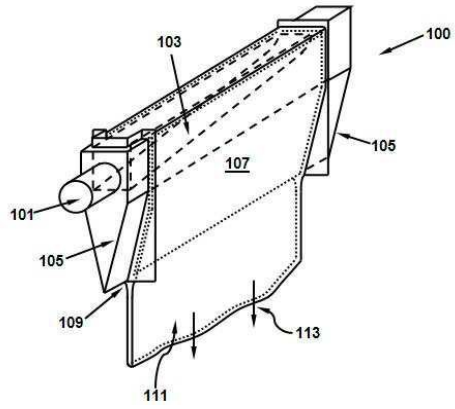
[0086] 전술한 바와 같이, 결합 인터페이스 주위의 표면 마감은 상기 영역에서 범프 또는 딥을 제거하는 데 특히 유용할 수 있다. 이소파이프의 경우, 유리 용융물이 흐르는 평활한 표면은 균일한 두께 및 높은 표면 품질을 갖는 유리 시트를 얻는데 매우 중요하다. 결합되는 표면들 사이의 갭 내에 채워지는 본딩 물질이 없으면, 인터페이스 내에 딥이 형성되어 제조된 유리 시트 내에 불규칙성을 야기할 수 있다.

[0087] 도 2는 장부 조인트(mortise and tenon joint: 207, 209 및 211)로 결합된 2개의 지르콘 블록(컴포넌트 201 및 203)의 예시를 보여준다. 다른 조인트 디자인이 또한 상정할 수 있다. 상기 조인트들은 최종, 결합된 지르콘 블록에 기계적 강도를 제공한다. 도 2에서 도시된 조인트는 결합 과정 중 압축력 F 및 F' 하에서, 양호한 접촉 및 본딩 물질로부터 지르콘 블록의 표면 상으로의 지르콘 결정 성장, 그리고 블록들로부터 조인트로 지르콘 결정이 성장하는 것을 보장하도록 보조하여, 2개의 블록들의 결합을 달성하여 결합된 지르콘 블록 205를 형성하도록 한다.

[0088] 당업자에게는 본 발명의 범위 및 사상을 벗어나지 않고, 다양한 개량 및 변경이 가능하다는 것이 자명할 것이다. 따라서, 본 발명은 본 발명의 개량물 및 개조물이 첨부된 청구항 및 이들의 등가물 내에 포함하는 것으로 의도된 것이다.

도면

도면1



도면2

