

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0000782

(43) 공개일자 2023년01월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C04B 35/195 (2006.01) B01D 39/20 (2006.01)

C04B 35/626 (2006.01) C04B 35/64 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C04B 35/195 (2013.01)

B01D 39/2068 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2021-0083346

(22) 출원일자 2021년06월25일

심사청구일자 2021년06월25일

(71) 출원인

창원대학교 산학협력단

경상남도 창원시 의창구 창원대학교 20(퇴촌동)

(72) 발명자

김순호

경상남도 창원시 마산합포구 3·15대로 154

(74) 대리인

김중석

전체 청구항 수 : 총 17 항

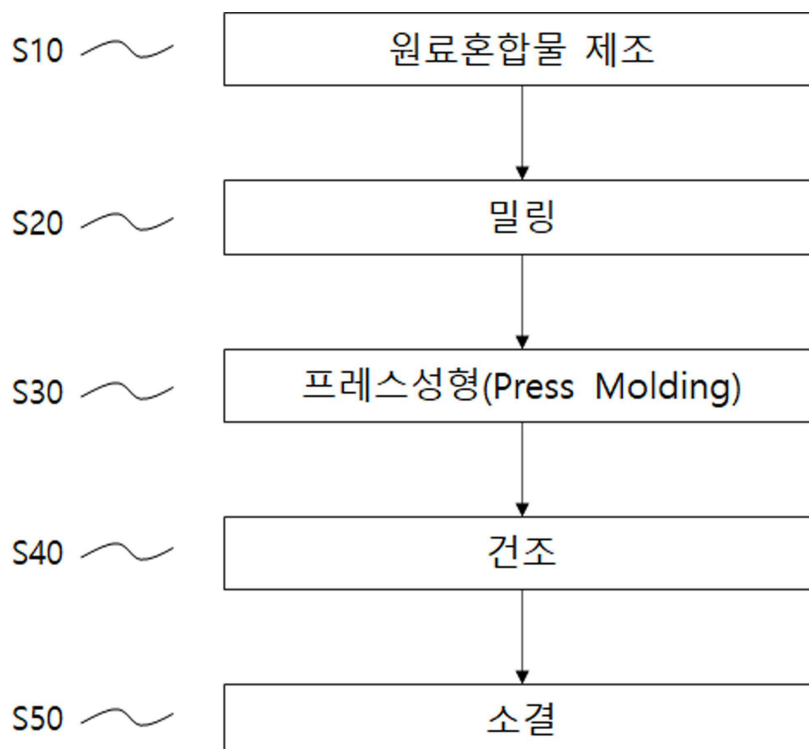
(54) 발명의 명칭 고령토 광물을 활용한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조방법 및 이를 이용한 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물

(57) 요약

본 발명은 열팽창이 낮은 MAS계 코디어라이트에 고령토 광물의 까다로운 소성 조건을 개선하고 기계적 특성을 증가시키기 위해 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조방법 및 이를 이용한 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물에 관한 것이다.

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



본 발명에 따른 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조 방법은, 할로이사이트 고령토 (Halloysite Kaolin), 점토(Clay), 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin), 활석(talc), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 산화마그네슘(MgO)을 혼합하여 원료혼합물을 제조하는 제1단계; 상기 원료혼합물을 볼밀(Ball Mill)과 포트밀(Pot Mill)을 이용하여 밀링하는 제2단계; 상기 밀링 처리 된 원료혼합물에 압력을 가하여 프레스성형(Press Molding)하는 제3단계; 상기 프레스성형(Press Molding) 처리 된 원료혼합물을 건조하는 제4단계; 상기 건조 처리된 원료혼합물을 산화분위기에 소성시켜 소결하는 제5단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

(52) CPC특허분류

C04B 35/62615 (2013.01)

C04B 35/64 (2013.01)

C04B 2235/3206 (2013.01)

C04B 2235/3217 (2013.01)

C04B 2235/349 (2013.01)

C04B 2235/604 (2013.01)

C04B 2235/6583 (2013.01)

C04B 2235/9607 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay), 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin), 활석(talc), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 산화마그네슘(MgO)을 혼합하여 원료혼합물을 제조하는 제1단계;

상기 원료혼합물을 볼밀(Ball Mill)과 포트밀(Pot Mill)을 이용하여 밀링하는 제2단계;

상기 밀링 처리 된 원료혼합물에 압력을 가하여 프레스성형(Press Molding)하는 제3단계;

상기 프레스성형(Press Molding) 처리 된 원료혼합물을 건조하는 제4단계;

상기 건조 처리된 원료혼합물을 산화분위기에 소성시켜 소결하는 제5단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay) 및 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin)를 혼합한 혼합물의 산화마그네슘(MgO)/산화알루미늄(Al_2O_3) 몰(mole) 비율은 0.9 내지 1.1 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조 방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay) 및 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin)를 혼합한 혼합물의 이산화규소(SiO_2)/산화알루미늄(Al_2O_3) 몰(mole) 비율은 2.4 내지 2.6 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조 방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 제5단계의 소성은,

1,220 내지 1,380 °C에서 수행하는 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조 방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 원료혼합물은 상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin) 34.00 (w/w)%, 점토(Clay) 20.00 (w/w)%, 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin) 12.50 (w/w)%, 활석(talc) 18.90 (w/w)%, 산화알루미늄(Al_2O_3) 9.30 (w/w)% 및 산화마그네슘(MgO) 5.30 (w/w)% 혼합하는 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조 방법.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 제5단계에서 소결한 후 1,380 ℃에서 1시간 동안 유지한 경우,

800℃에서 열팽창계수가 2.20×10^{-6} (/℃) 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디에라이트 세라믹 제조 방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 제5단계에서 소결한 후 1,380 ℃에서 1시간 동안 유지한 경우,

1,000℃에서 열팽창계수가 2.57×10^{-6} (/℃) 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디에라이트 세라믹 제조 방법.

청구항 8

할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay), 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin), 활석(talc), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 산화마그네슘(MgO)을 포함하는 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디에라이트계 세라믹 조성물.

청구항 9

제 8항에 있어서,

상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay) 및 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin)를 혼합한 혼합물의 산화마그네슘(MgO)/산화알루미늄(Al_2O_3) 몰(mole) 비율은 0.9 내지 1.1 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디에라이트계 세라믹 조성물.

청구항 10

제 8항에 있어서,

상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay) 및 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin)를 혼합한 혼합물의 산화마그네슘(MgO)/산화알루미늄(Al_2O_3) 몰(mole) 비율은 2.4 내지 2.6 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디에라이트계 세라믹 조성물.

청구항 11

제 8항에 있어서,

상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin) 34.00 (w/w)%, 점토(Clay) 20.00 (w/w)%, 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin) 12.50 (w/w)%, 활석(talc) 18.90 (w/w)%, 산화알루미늄(Al_2O_3) 9.30 (w/w)% 및 산화마그네슘(MgO) 5.30 (w/w)% 혼합하는 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디에라이트계 세라믹 조성물.

청구항 12

제 8항에 있어서,

800℃에서 열팽창계수가 2.20×10^{-6} (/℃) 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물.

청구항 13

제 8항에 있어서,

1,000℃에서 열팽창계수가 2.57×10^{-6} (/℃) 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물.

청구항 14

제 9항 내지 제 11항 중 어느 한 항에 있어서,

취임강도는 52 내지 54 N 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물.

청구항 15

제 9항 내지 제 11항 중 어느 한 항에 있어서,

부피 비중은 2.00 이하 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물.

청구항 16

제 9항 내지 제 11항 중 어느 한 항에 있어서,

KS F 3510에 따른 수분 흡수율은 8.0 내지 9.0% 인 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물.

청구항 17

할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay), 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin), 활석(talc), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 산화마그네슘(MgO)을 포함하는 것을 특징으로 하는 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물을 포함하는 필터.

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 열팽창율(계수)이 낮은 MAS계의 코디어라이트 세라믹스를 제조하기 위하여 고령토 광물(점토, 고령토, 탈크)을 활용한 최적의 배합조건으로 까다로운 소성조건을 개선하고 기계적 특성을 증가시키기 위해 최적조건인 고령토 광물의 조성물로 코디어라이트 합성분말을 저가로 합성하기 위한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조방법 및 이를 이용한 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물에 관한 것이다.

[0001]

배경 기술

- [0003] 세라믹스는 일반적으로 열전도도가 낮기 때문에 갑작스러운 온도변화를 겪게 되면 재료 내에 상당한 열구배가 생기고, 부피변화에 의하여 응력발생이 일어나게 된다. 재료표면은 온도상승과 더불어 압축응력을 받으나, 대부분은 압축강도가 크기 때문에 온도상승에 따른 파손 위험을 적게 받는다. 그러나 급격한 온도 하락시 재료의 표면은 인장응력을 받게 되어 깨지게 된다. 따라서 높은 내열충격성 세라믹스 재료 개발의 주된 방법은 낮은 열팽창율을 유도하여 열 충격에 의한 재료 내의 응력을 줄이는 것이다. 대표적인 MAS($\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$)계 조성을 갖는 재료들은 기계적 특성상의 취약점에도 불구하고 기계구조재료로 각광을 받고 있는데, 이것은 이들이 지니는 저열팽창 특성을 응용한 내열재료 개발의 가능성 때문이다. MAS계의 코디어라이트(cordierite, $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$)의 경우, 낮은 열팽창율, 내열충격성, 낮은 유전율, 높은 전기절연성 등의 특성을 보이지만, 순수한 코디어라이트는 합성 시 소성 범위가 매우 좁아 소결온도가 5°C 낮으면 결정이 생성되지 않고, 조금이라도 높으면 코디어라이트가 포스테라이트(postelite), 스피넬(spinel) 및 물라이트(mulite) 등으로 다시 분해가 되면서 재료의 열팽창계수는 크게 증가하게 된다.
- [0004] 이러한 까다로운 소성 조건에도 불구하고 열팽창율이 매우 낮고 원료의 조달이 용이하기 때문에 활용도가 매우 높다. 이에 따라 고순도 미립의 코디어라이트 합성분말을 저가로 합성하기 위한 연구가 진행되고 있다. 열충격 저항성을 요구하는 재료는 산업용으로 근래 리튬이온 양극재로 원료 소성용 BOX 내화물 및 고온의 공기정화 및 수질정화용 세라믹필터용은 비중이 크고 열용량이 높기 때문에 코스트가 높고 내열충격성이 낮고 급열급랭을 할 수 없게 되고 소성 중에 유기물에 나오는 가스가 배출되기 어려운 문제가 있다. 따라서 본 발명은 이러한 문제를 개선하기 위해서 고령토를 활용한 코디어라이트 합성으로 특성을 연구개발 시험을 진행하였다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0006] (특허문헌 0001) (비특허문헌 1) D. Kim, H. T. Kim, S. S. Ryu and H. J. Kim, Korean J. Met. Mater. 53, 16 (2015).

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0007] 본 발명은 상기의 문제점을 해결하기 위해서 안출된 것으로서, 본 발명의 목적은 MAS계 코디어라이트의 소성 범위를 벗어날 때 발생할 수 있는 문제점을 해결할 수 있도록 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조방법을 제공하는 것이다.
- [0008] 발명이 해결하고자 하는 기술적 과제들은 이상에서 언급한 기술적 과제들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 기술적 과제들은 아래의 기재로부터 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0010] 본 발명에 따른 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조 방법은,
- [0011] 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay), 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin), 활석(talc), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 산화마그네슘(MgO)을 혼합하여 원료혼합물을 제조하는 제1단계;
- [0012] 상기 원료혼합물을 볼밀(Ball Mill)과 포트밀(Pot Mill)을 이용하여 밀링하는 제2단계;
- [0013] 상기 밀링 처리된 원료혼합물에 압력을 가하여 프레스성형(Press Molding)하는 제3단계;
- [0014] 상기 프레스성형(Press Molding) 처리된 원료혼합물을 건조하는 제4단계;

- [0015] 상기 건조 처리된 원료혼합물을 산화분위기에 소성시켜 소결하는 제5단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0016] 상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay) 및 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin)를 혼합한 혼합물의 산화마그네슘(MgO)/산화알루미늄(Al_2O_3) 몰(mole) 비율은 0.9 내지 1.1 인 것을 특징으로 한다. 또한, 상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay) 및 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin)를 혼합한 혼합물의 이산화규소(SiO_2)/산화알루미늄(Al_2O_3) 몰(mole) 비율은 2.4 내지 2.6 인 것을 특징으로 한다.
- [0017] 상기 제5단계에서 소결한 후 1,380 °C에서 1시간 동안 유지한 경우, 800°C에서 열팽창계수가 $2.20 \times 10^{-6} / ^\circ C$ 인 것을 특징으로 한다. 또한, 상기 제5단계에서 소결한 후 1,380 °C에서 1시간 동안 유지한 경우, 1,000°C에서 열팽창계수가 $2.57 \times 10^{-6} / ^\circ C$ 인 것을 특징으로 한다.
- [0018] 상기 제1단계에서 상기 원료혼합물은 상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin) 34.00 (w/w)%, 점토(Clay) 20.00 (w/w)%, 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin) 12.50 (w/w)%, 활석(talc) 18.90 (w/w)%, 산화알루미늄(Al_2O_3) 9.30 (w/w)% 및 산화마그네슘(MgO) 5.30 (w/w)% 혼합하는 것을 특징으로 한다.
- [0019] 또한, 본 발명에 따른 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물은,
- [0020] 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay), 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin), 활석(talc), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 산화마그네슘(MgO)을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0021] 상기 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물은,
- [0022] 꺾임강도는 KS L 1591 기준방법으로 52 내지 54 N이고, 부피 비중은 2.00 이하이고, KS L 3412에 따른 수분 흡수율은 8.0 내지 9.0% 인 것을 특징으로 한다.
- [0023] 또한, 본 발명에 따른 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물을 포함하는 필터는,
- [0024] 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay), 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin), 활석(talc), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 산화마그네슘(MgO)을 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0026] 상기 과제의 해결 수단에 의해, 본 발명은 MAS계 코디어라이트의 소성 범위를 벗어날 때 발생할 수 있는 문제점을 해결하여 낮은 열팽창율, 내열충격성, 낮은 유전율 및 높은 전기절연성의 특성을 나타내는 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조방법을 제공할 수 있다.
- [0027] 또한, 본 발명은 저열팽창 코디어라이트 세라믹을 제조할 수 있는 최적 배합 조건을 제공할 수 있다.
- [0028] 또한, 본 발명은 물리적인 특성과 수축율을 고려한 코디어라이트 세라믹 소재 개발 조건을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0030] 도 1은 본 발명인 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조방법을 보여주는 순서도이다.
- 도 2는 본 발명의 일실시예에 따라 원료의 분쇄 입자 크기 분포를 나타낸 그래프이다.
- 도 3은 본 발명의 일실시예에 따라 다양한 온도에서 원료 배합에 따른 코디어라이트 결정 형성에 의한 수축 결과를 나타낸 그래프이다.
- 도 4는 본 발명의 일실시예에 따라 다양한 온도에서 원료 배합에 따른 코디어라이트 결정 형성에 의한 꺾임강도 결과를 나타낸 그래프이다.
- 도 5는 본 발명의 일실시예에 따라 다양한 온도에서 원료 배합에 따른 코디어라이트 결정 형성에 의한 수분 흡수율 결과를 나타낸 그래프이다.
- 도 6은 본 발명의 일실시예에 따라 다양한 온도에서 원료 배합에 따른 코디어라이트 결정 형성에 의한 부피비중

결과를 나타낸 그래프이다.

도 7은 본 발명의 일실시예에 따라 다양한 온도에서 원료 배합에 따른 코디어라이트 결정 형성에 의한 기공율 결과를 나타낸 그래프이다.

도 8은 본 발명의 일실시예에 따라 원료 배합에 따른 코디어라이트 결정 형성에 의한 열팽창계수 측정 결과를 나타낸 그래프이다.

도 9는 본 발명의 일실시예에 따라 1,200 내지 1,380℃의 온도에서 소성 된 코디어라이트 결정의 XRD 결과이다.

도 10은 본 발명의 일실시예에 따라 1,220℃의 온도에서 소성 된 코디어라이트 결정의 SEM 결과이다.

도 11은 본 발명의 일실시예에 따라 1,260℃의 온도에서 소성 된 코디어라이트 결정의 SEM 결과이다.

도 12는 본 발명의 일실시예에 따라 1,300℃의 온도에서 소성 된 코디어라이트 결정의 SEM 결과이다.

도 13은 본 발명의 일실시예에 따라 1,340℃의 온도에서 소성 된 코디어라이트 결정의 SEM 결과이다.

도 14는 본 발명의 일실시예에 따라 1,380℃의 온도에서 소성 된 코디어라이트 결정의 SEM 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0031] 본 명세서에서 사용되는 용어에 대해 간략히 설명하고, 본 발명에 대해 구체적으로 설명하기로 한다.
- [0032] 본 발명에서 사용되는 용어는 본 발명에서의 기능을 고려하면서 가능한 현재 널리 사용되는 일반적인 용어들을 선택하였으나, 이는 당 분야에 종사하는 기술자의 의도 또는 판례, 새로운 기술의 출현 등에 따라 달라질 수 있다. 따라서 본 발명에서 사용되는 용어는 단순한 용어의 명칭이 아닌, 그 용어가 가지는 의미와 본 발명의 전반에 걸친 내용을 토대로 정의되어야 한다.
- [0033] 명세서 전체에서 어떤 부분이 어떤 구성요소를 “포함” 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있음을 의미한다.
- [0034] 아래에서는 첨부한 도면을 참고하여 본 발명의 실시예에 대하여 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다.
- [0035] 본 발명에 대한 해결하고자 하는 과제, 과제의 해결 수단, 발명의 효과를 포함한 구체적인 사항들은 다음에 기재할 실시 예 및 도면들에 포함되어 있다. 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시 예들을 참조하면 명확해질 것이다.
- [0037] 일반적으로, 코디어라이트 결정의 동질이상 (polymorphism)은 α , β , μ 등 3상으로 존재하는 것으로 알려져 있다. 알파 코디어라이트(α -cordierite) 결정은 고온에서 안정하며 베타 코디어라이트(β -cordierite) 결정은 상대적으로 불안정한 상태로 β 형에서 α 형으로 전이는 830 ℃ 부근에서 일어난다. 코디어라이트 결정은 결정축 방향에 따라 이방성 열팽창을 갖는 특이한 열적 특성을 보이고 있는데, a축 방향은 $2.9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, c축 방향은 $-1.1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 를 갖는 것으로 알려져 있다. 이러한 이방성은 합성을 위해 사용되는 원료의 배향에 의하여 영향을 받기도 하지만, 승온과 냉각 시 열팽창 거동의 차이를 일으켜 결정입자에 미세크랙 (micro crack)을 일으키며, 이로 인하여 기계적강도가 떨어지게 된다. 기계적 강도를 증진하기 위하여 코디어라이트에 물라이트(mulite : $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)를 첨가하여 고온에서 소결함으로써 강도를 증가시키는 연구가 수행되었다.
- [0038] MAS($\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$)계 조성을 갖는 재료들은 기계적 특성상의 취약점에도 불구하고 기계구조 재료로 각광을 받고 있는데, 이것은 이들이 지니는 저열팽창 특성을 응용한 내열재료 개발의 가능성 때문이다. MAS계의 코디어라이트(cordierite, $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$) 결정의 경우, 낮은 열팽창율, 내열충격성, 낮은 유전율, 높은 전기절연성 등의 특성을 보이지만, 합성시 소성범위가 매우 좁아 소성온도가 낮으면 코디어라이트 결정이 충분히 생성되지 않고, 조금이라도 높으면 코디어라이트가 포스테라이트(postelite), 스피넬(spinel) 및 물라이트(mulite) 등으로 다시 분해가 되면서 재료의 열팽창계수는 크게 증가하게 된다.
- [0039] 본 발명은 이러한 문제를 해결하기 위하여 코디어라이트 조성에서 점토광물의 배합범위를 조정하고, 소성 조건

에 따른 열팽창계수, 꺾임강도, 부피비중 및 수분 흡수율을 확인하여 최적의 코디어라이트 세라믹을 제조하였다.

[0041] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명을 보다 상세히 설명하기로 한다.

[0042] 본 발명에 따른 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조 방법은, 도 1에 나타난 바와 같으며 아래에 보다 구체적으로 설명하였다.

[0043] 먼저, 제1단계(S10)는 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay), 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin), 활석(talc), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 산화마그네슘(MgO)을 혼합하여 원료혼합물을 제조한다.

[0044] 보다 구체적으로, 상기 원료혼합물은 상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin, HK) 34.00 (w/w)%, 점토(Clay, CL) 20.00 (w/w)%, 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin, NK) 12.50 (w/w)%, 활석(talc, TL) 18.90 (w/w)%, 산화알루미늄(Al_2O_3 , AL) 9.30 (w/w)% 및 산화마그네슘(MgO, MG) 5.30 (w/w)% 혼합하는 것이 바람직하다.

[0045] 코디어라이트 합성에 사용된 kaolin-talc-alumina계 원료들의 화학조성을 표 1에 나타내었다.

표 1

Chemical composition (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	SO ₃	Particle Size (μm)
HK	51.42	31.72	0.03	0.80	1.80	0.31	0.12	0.03	13.7	7.0
CL	52.90	31.20	0.34	0.59	0.15	0.10	1.27	0.67	12.78	5.00
NK	48.10	36.80	0.86	1.24	0.04	0.07	0.39	0.01	12.49	5.00
Talc	54.58	0.38	0.00	0.01	2.05	35.78	0.20	0.00	7.00	2.80
Al ₂ O ₃	0.02	99.97	0.01	-	-	-	-	-	-	5.00
MgO	0.00	0.00	0.02	-	-	99.60	0.38	-	-	7.00

HK : Halloysite Kaolin, NK : Kaolinite Kaolin, CL : Clay

[0049] MgO원으로는 탈크(Sandong, China)이고, Al₂O₃원은 소결성을 고려하여 평균입도 0.5 μm인 알루미늄(DCP-05, Daehan ceramics Ltd, Korea)를 사용하였다. 고령토는 코디어라이트 결정상 형성을 고려하여 Fe₂O₃ 이외 불순물이 적은 관상(tubular)형의 할로이사이트(halloysite) 결정상을 갖는 카올린(PA, Pungsan mineals, Korea) 및 관상의 카올리나이트(kaolinite) 결정상을 갖는 카올리나이트 고령토(Auckland, New Zealand)이고, 점토는 China Clay(Honyama, China)와 점토광물을 기본으로 하여 부족분의 Al₂O₃ 및 MgO를 첨가하였다.

[0050] 상기 원료혼합물에서 상기 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin, NK)를 12.50 (w/w)% 초과하는 경우 성형 시 박리현상이 발생하므로 상기 조건으로 실시하는 것이 바람직하다.

[0051] 또한, 이론 코디어라이트 산화마그네슘(MgO)/산화알루미늄(Al₂O₃) 몰(mole) 비율 1.0과 이산화규소(SiO₂)/산화알루미늄(Al₂O₃) 몰(mole) 비율 2.5기준 보다 산화알루미늄(Al₂O₃) 및 산화마그네슘(MgO)은 유지하고 이산화규소(SiO₂) 함량을 중량기준으로 0.84%에서 최대 1.9%정도 적게 배합 설정하였다.

[0053] 다음으로, 제2단계(S20)는 상기 원료혼합물을 볼밀(Ball Mill)과 포트밀(Pot Mill)을 이용하여 밀링한다. 보다 구체적으로, 상기 원료혼합물을 볼밀(Ball Mill)과 포트밀(Pot Mill)에서 각각 24시간 밀링한 후 표준체 44 μm를 정통하는 입도를 사용하였다.

- [0055] 다음으로, 제3단계(S30)는 상기 밀링 처리 된 원료혼합물에 압력을 가하여 프레스성형(Press Molding)한다. 보다 구체적으로, 상기 밀링 처리 된 원료혼합물에 200 kg/cm²의 압력으로 프레스성형한다.
- [0057] 다음으로, 제4단계(S40)는 상기 프레스성형(Press Molding) 처리 된 원료혼합물을 건조한다. 보다 구체적으로, 100 내지 120 ℃에서 3시간 동안 건조한다.
- [0059] 다음으로, 제5단계(S50)는 상기 건조 처리된 원료혼합물을 산화분위기에 소성시켜 소결한다. 보다 구체적으로, 1,220 내지 1,380 ℃에서 소성 후 3시간 동안 소결한다.
- [0060] 상기 제5단계(S50)에서 소결한 후 1,380 ℃에서 1시간 동안 유지한 경우, 800℃에서 열팽창계수가 $2.20 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 인 것을 특징으로 한다. 또한, 상기 제5단계(S50)에서 소결한 후 1,380 ℃에서 1시간 동안 유지한 경우, 1,000℃에서 열팽창계수가 $2.57 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 인 것을 특징으로 한다.
- [0062] 본 발명인 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물은 상기 기술된 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 제조 방법에 의해 제조되는 것이 바람직하며, 앞서 기술된 기술 구성과 동일하다.
- [0063] 상기 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물은 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay), 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin), 활석(talc), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 산화마그네슘(MgO)을 포함하는 것을 특징으로 한다. 보다 구체적으로, 상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin) 34.00 (w/w)%, 점토(Clay) 20.00 (w/w)%, 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin) 12.50 (w/w)%, 활석(talc) 18.90 (w/w)%, 산화알루미늄(Al_2O_3) 9.30 (w/w)% 및 산화마그네슘(MgO) 5.30 (w/w)% 혼합하는 것이 바람직하다.
- [0064] 상기 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 조성물은 상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay) 및 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin)를 혼합한 혼합물의 산화마그네슘(MgO)/산화알루미늄(Al_2O_3) 몰(mole) 비율이 0.9 내지 1.1 인 것을 특징으로 한다. 또한, 상기 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay) 및 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin)를 혼합한 혼합물의 이산화규소(SiO_2)/산화알루미늄(Al_2O_3) 몰(mole) 비율은 2.4 내지 2.6 인 것을 특징으로 한다.
- [0065] 상기 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 조성물은 800℃에서 열팽창계수는 $2.20 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 이고, 1,000℃에서 열팽창계수는 $2.57 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 인 것을 특징으로 한다.
- [0066] 상기 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물은 꺾임강도 KS L 1591는 52 내지 54 N이고, 부피 비중은 2.00 이하이고, KS L 3412에 따른 수분 흡수율은 8.0 내지 9.0% 인 것을 특징으로 한다.
- [0068] 본 발명인 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 조성물을 포함하는 필터는 상기 기술된 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 제조 방법에 의해 제조되는 것이 바람직하며, 앞서 기술된 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트 세라믹 조성물의 기술 구성과 동일하다.
- [0070] 아래는 본 발명인 고령토 광물을 포함한 저열팽창 코디어라이트계 세라믹 제조 방법의 일실시예에 따라 상기 원료혼합물의 배합조건을 달리하여 표 2에 비교예 및 실시예를 나타내었다.

표 2

com- pounding	compounding ratio (wt %)						
	HK	CL	NK	TL	AL	MG	SUM
비교예 1 : C-1	66.50	-	-	18.90	9.30	5.30	100

비교예 2 : C-2	-	66.50	-	18.90	9.30	5.30	100
비교예 3 : C-3	34.00	32.50	-	18.90	9.30	5.30	100
실시예 1 : C-4	34.00	20.00	12.50	18.90	9.30	5.30	100
HK : Halloysite Kaolin, NW : Kaolinite Kaolin, CL : Clay, TL : Talc, AL : Al ₂ O ₃ , MG : MgO							

[0073] 코디에라이트의 합성을 위한 원료조합은 표 2와 같이 도출된 배합을 Ball Mil과 Pot mill에서 각각 24시간 milling한 후, 표준체 4 μm 를 전통하는 입도를 사용하였다. 이러한 고령토 광물을 활용한 코디에라이트 합성효과를 고찰하기 위하여 코디에라이트 이론조성 MgO 13.8% Al₂O₃ 34.9% SiO₂ 51.3%를 기준으로 조합을 실시하였다. 샘플의 혼합비를 MgO/Al₂O₃의 mole비 1.0 및 SiO₂/Al₂O₃의 mole비 2.5기준을 표 3에 나타내었다.

표 3

NO.	Chemical component mole, ratio					800 $\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	1,000 $\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$
	SiO ₂ (wt %)	Al ₂ O ₃ (wt %)	MgO (wt %)	MgO/Al ₂ O ₃ (mole rate)	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ (mole rate)		
C-1	49.73	34.00	13.71	1.0270	2.4860	2.28	2.66
C-2	50.46	33.36	13.45	1.0275	2.5029	2.51	2.91
C-3	50.08	33.68	13.58	1.0272	2.4601	2.45	2.87
C-4	49.40	34.45	13.57	1.0059	2.4277	2.20	2.57
St	51.30	34.90	13.80	1.0087	2.4782		

[0077] 소지의 혼합×분쇄는 300 cc 용량의 알루미늄 포트밀에 여러 가지 크기의 알루미늄 볼을 사용하여 실시하였다. 소지 중량 100 g에 물 90 c를 넣어서 24시간 밀링하여 분쇄된 혼합분말의 85~90%가 10 μm 이하의 입도가 되도록 조절하였다. 입도분석(Particle Size Analyzer)은 Horiba사 LA-950으로 동적광산란식 입도분포 측정하였으며, 측정범위는 0.1~8,00 nm이다. 그리고 싱글 나노입자의 평가 등을 고감도, 고정도로 3가지 항목(나노입자측정·제타전위측정·분자량 측정)을 추가 분석하였다.

[0078] 상기 표 2의 비교예 및 실시예의 시편 제작은 핸드프레스를 공정을 적용하여 성형압력 20 kg/cm² 으로 금형을 사용하여 $\Phi 30$ mm의 원형시편과 20 x 5 x 10 mm크기의 사각바(rectangle bar) 시편을 건식성형제조하고 10 $^{\circ}\text{C}$ 에서 24시간 건조 시킨 후, 전기로 산화분위기에서 승온속도 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 으로 1,220 $^{\circ}\text{C}$, 1,260 $^{\circ}\text{C}$, 1,300 $^{\circ}\text{C}$, 1,340 $^{\circ}\text{C}$, 1,380 $^{\circ}\text{C}$ 에서 각각의 소성온도에서 2시간씩 유지하였다.

[0080] 아래는 본 발명에서는 합성된 코디에라이트 사용 시 제조비용이 높은 단점을 해결하고 높은 열충격 저항성을 위하여 talc-alumina-clay 다성분 천연원료를 사용하여 합성조건 및 소결거동을 고찰하고, 새로운 천연 원재료의 첨가량의 변화로 코디에라이트의 소결거동에 미치는 영향을 고찰하였다.

[0081] (1) 수분 수축율 측정

[0082] 수축율은 버니어캘리퍼스를 사용하여 시편을 30 mm 간격으로 성형하고 건조 및 소성 후, 각각의 시편 길이의 변화를 KS L 3412 기준으로 측정하였다.

[0084] (2) 꺾임강도(MOR:Modulus of Rupture)

[0085] 꺾임강도는 KS L 1591 기준방법으로 꺾임 시 파괴되는 시편 표면의 최대 인장 응력으로 정의된다. 세라믹에서 알루미늄 꺾임 강도 시험은 매우 자주 이용된다. 원통형이나 직사각형모양의 단면을 가지는 막대나 빔, 또는 원, 정사각형, 직사각형 판 등이 시편의 일반적 형태이다. 여기서 b는 시편의 너비이고, d는 시편의 두께이다. 3점 꺾임 강도는 $6f = 3pl/2bd^2$ 이고, 여기서 p는 파괴 하중이고, l 은 지지점 사이의 거리이다.

[0087] (3) 흡수율 및 부피비중, 기공률

[0088] 1) 흡수율은 단위 중량당의 흡수량을 백분율로 나타낸 값으로, 흡수율 시험은 시험체의 절건질량과 표건질량을 구하고 KS L 3412에 따라 산출하였다.

[0089] 2) 부피비중 (Bulk Density, BD)

[0090] 시험체의 부피에 대한 무게비중을 말한다.

[0091] 3) 겉보기 기공률(Aparent Porosity, AP)

[0092] 겉보기 기공률(%)은 시험체의 총부피 중 개기공이 점하는 용적을 백분율로 나타낸다.

[0094] (4) 열팽창계수

[0095] 소결된 시편의 열팽창계수는 시편의 직경과 길이를 각각 4 x 25 mm 크기로 제작하여 딜라토미터 (Dilatometer, Netzsch, DIL- 402C, Germany)를 이용하여 공기분위기에서 10 °C/min로 승온하며 측정하였다.

[0097] 아래는 상기 비교예 및 실시예 혼합 조건을 통해 제조된 코디어라이트 세라믹의 실험 결과를 나타내었다.

[0098] (1) 코디어라이트 입도 분쇄 및 특성

[0099] 코디어라이트의 최적의 분산조건은 ① 선속도, ② 분쇄시간, ③ 분쇄매체 크기, ④ 분산제 종류에 따른 변수를 갖고 있으며, 본 실험에 사용된 원재료의 평균입경은 표 1과 같으며 혼합 분쇄된 입도는 도 2에 나타난 바와 같이 평균입도는 10 μm인 것을 확인하였다.

[0101] (2) 수축율

[0102] 수축율의 분포경우 고령토 및 점토류의 광물첨가 변화인 표 2와 같이, 점토광물의 특성상 입자가 적고 가소성이 높은 점토류의 고령토의 증가는 기준배합으로 그 결과는 도 3에 나타내었다. C-1 배합의 경우 1,220 °C에서 1.26%이고, 1,380 °C의 경우 4.40%이며, 가장 수축이 많은 C-2 배합의 경우는 1.80%에서 10.30%로 나타났다. 그 외 C-3 및 C-4 배합은 중간정도인 1,380°C에서 6.20% 및 8.40%로 나타났다. 즉 수축율이 적은 순위는 가소성이 적은 할로이사이트 고령토, 카올리나이트 고령토 및 점토순 이며 전체적으로는 1,340°C에서 급격하게 수축이 증가하며, 이러한 현상은 변곡점이며 코디어라이트 합성이 완료되고 1,380°C에서는 다시 액상의 증가로 예측된다.

[0104] (3) 꺾임강도 (MOR)

[0105] 본 발명에서 꺾임강도의 경우는, 도 4에 나타난 바와 같이, C-2 배합이 1,340°C에서 5.10 N/mm²로 가장 높다가 1,380°C에서는 전반적으로 낮아지는 현상을 나타났다. 이러한 현상은 위의 수축율에서 나타난 바와 같이 1,340°C에서 최고점으로 나타난다.

[0107] (4) 흡수율 및 부피비중과 기공율

[0108] 코디어라이트는 열충격 저항성이 높고 열팽창율이 작아 고온특성이 우수한 고온용 내화물재료로 사용된다. 따라서 제조 시 재료에 따른 중요한 인자는 기공율 및 흡수율에 따라 열팽창계수가 변화가 중요하다. 일반적으로 점토광물은 수축이 많고 소성온도가 증가함에 따라 흡수율과 기공율이 감소하고 부피비중은 증가하는 현상이 나타난다.

[0109] 본 실험의 경우에 도 5의 경우 1,220 °C에서부터 온도가 증가함으로 소결 및 코디어라이트가 합성되어 흡수율은 2.30%에서 2.0%까지 감소되는 일반적인 현상을 보인다. 그러나 흡수율 또한 마찬가지로 변곡점이 1,340 °C 이상 일 때 급격하게 감소하여 1,380 °C 경우는 C-1을 제외하고는 2.00~2.50%로 확인되었다. 점토광물의 소성온도

증가에 따라, 도 6에 나타난 바와 같이, 부피비중도 1,220 °C일 때 1.81정도에서 1,380 °C에서는 최대 2.26 까지 증가하였다. 도 7에 나타난 바와 같이, 기공율과 흡수율은 소성온도가 증가함에 따라 낮아지는 현상을 보이지만 코디어라이트 전체적인 4 종류 배합 모두 1,340 °C 이상에서는 급격한 감소현상으로 나타났다.

[0111] (5) 코디어라이트의 열팽창계수 측정 시험결과

[0112] 코디어라이트 열팽창계수가 가장 낮은 C-4 배합의 시험 결과는 도 8에서 나타난 바와 같이 800 °C에서 $2.20 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 이고, 1,000 °C에서 $2.57 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 을 보여주고 있다.

[0113] 고령토 광물의 순위는 고령토 배합인 C-1은 800 °C에서 $2.28 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 그리고 1,000 °C에서 $2.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 으로 나타나고, C-2는 $2.51 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 과 $2.91 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 로 상대적으로 높은 편이다. C-3의 경우 고령토와 점토를 1:1로 배합한 경우로 $2.45 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 와 $2.87 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 로 나타났다.

[0114] 열팽창계수는 고령토광물을 기준으로 보면, 관상고령토와 관상고령토 점토를 혼합한 배합인 C-4 그리고 낮은 순은 C-1 배합 관상고령토, 다음은 C-3 관상고령토와 점토를 혼합한 배합의 경우이며 가장 높은 C-2 점토를 배합한 형태이다. 이는 Al_2O_3 , MgO 의 공급원을 동일한 조건이므로 비교대상으로 고령토광물의 형태가 관상고령토, 관상고령토로 나타난 것을 볼 수 있다

[0116] (6) 화학성분과 열팽창계수 특성

[0117] $\text{MgO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ mole비 1.0과 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ mole 2.5기준에서 표 3에서 보는 바와 같이, $\text{MgO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ mole비는 1.06과 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ mole비는 2.427인 C-4의 열팽창계수는 800 °C에서는 $2.20 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 이고, 1,000 °C 일 때는 $2.57 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 로 가장 낮은 저열팽창계수를 나타내었다.

[0118] C-2의 경우는 $\text{MgO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ mole 비 1.027과 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ mole비가 2.502일 때 열팽창계수는 800 °C 경우 $2.51 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 이고, 1,000 °C에서 $2.91 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 로 까지 증가하였다. 이것은 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 mole비 2.5 기준으로는 2.502는 SiO_2 의성분이 2.5보다 낮은 것이 저 열팽창계수를 만족하였기 때문이다. 따라서 일반적으로 코디어라이트에 물라이트(Mulite)를 첨가하는 조건과 같은 코디어라이트 이론조성인 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 mole비 2.5보다 낮은 Al_2O_3 를 과량으로 하는 합성조건인 C-4의 2.427에서 C-1의 2.486이며, MgO 가 높은 $\text{MgO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 경우는 1.0 이상의 저열팽창계수인 조건을 확인하였다.

[0120] (7) XRD 및 결정 특성고찰

[0121] 고령토광물의 원재료를 활용한 kaolin-talc-alumina를 활용한 코디어라이트 합성의 원료사용조건을 표 2와 같이 하여 제조된 코디어라이트의 각 온도에서의 결정상 분석결과를 도 9에 나타내었다. 120°C에서부터 알파 코디어라이트 결정상이 발달하기 시작하여 온도가 높아질수록 피크의 강도가 증가하였다. 경우 (b)는 서서히 Mulite상 seed가 석출되는 현상을 확인 할 수 있으며, 1,300 °C의 경우 (c)는 코디어라이트 내부에서 Mulite 결정이 선명하게 석출되는 것을 볼 수 있으며, 다음 소성온도 1,340 °C 경우 (d)는 코디어라이트가 서서히 액상화로 되면서 완전한 치밀질로 진행된다. 그리고 소성온도가 증가한 (e) 1,380 °C의 경우는 코디어라이트가 물라이트 조직을 감싼 형태의 고용체를 형성하고 있다.

[0123] (8) SEM 분석결과

[0124] 코디어라이트 결정상을 SEM, 분석결과는 도 10 내지 도 14와 같이 나타났다. 각각의 온도별 결정상을 살펴보면 먼저, 도 10에 나타난 바와 같이, 소성온도가 저온의 경우인 1,220 °C의 경우는 코디어라이트 결정은 μ 상이 없 어지고 α 상이 선명하게 나온 XRD의 경우처럼 치밀화가 진행된 것을 볼 수 있다.

- [0125] 또한, 도 11에 나타난 바와 같이, 1,260 °C의 경우 1,220 °C 이전에는 기타 결정상으로 물라이트(mulite, $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), 스피넬($\text{spinel}, \text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$), hypothetical silica 등이 관찰되었으며, hypothetical silica는 1,220 °C 이상에서는 관찰되지 않았다. 물라이트 결정상은 1,260 °C부터 점차 소멸되고, 도 12에 나타난 바와 같이 1,340 °C에서는 물라이트는 관찰되지 않으며, 스피넬 결정상만이 미미하게 관찰되었다. 각 온도별 흡수율과 부피밀도를 도 5 및 도 6에 나타내었다. 흡수율은 온도가 상승할수록 낮아져 1,380 °C에서 부터 급격히 감소하기 2.50%로 낮아졌다. 부피밀도는 흡수율이 감소함에 따라 증가되었으며 1,380 °C에서 2.20 g/cm^3 값을 보이고 있다.
- [0127] 결론적으로, MAS($\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$)계 조성을 갖는 재료들은 기계적 특성상의 취약점에도 불구하고 기계구조 재료로 각광을 받고 있는데, 이것은 이들이 지니는 저열팽창 특성을 응용한 내열재료 개발의 가능성 때문이다. MAS계의 코디어라이트(cordierite, $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$)의 경우, 낮은 열팽창율, 내열충격성, 낮은 유전율, 높은 전기절연성 등의 특성을 보이지만, 합성 시 소성범위가 매우 좁아 소성온도가 낮으면 코디어라이트 결정이 충분히 생성되지 않고, 조금이라도 높으면 코디어라이트가 포스테라이트(postelite), 스피넬(spinel) 및 물라이트(mulite) 등으로 다시 분해가 되면서 재료의 열팽창계수는 크게 증가하게 된다.
- [0128] 이러한 문제를 해결하기 위하여 코디어라이트 조성에서 점토광물의 배합범위를 조정하여 검토한 결과 원료혼합물의 최적배합조건은 할로사이트 고령토와 점토 및 카올리나이트 고령토를 혼합한 혼합물의 산화마그네슘(MgO)/산화알루미늄(Al_2O_3) 몰(mole) 비율은 1.06이고, 이산화규소(SiO_2)/산화알루미늄(Al_2O_3) 몰(mole) 비율은 2.427로 나타났다.
- [0129] 또한, 1,380°C에서 1시간 동안 유지한 조건에서 열팽창계수 800°C 에서 $2.20 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 이고, 1,000 °C에서 $2.57 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 와 물리적인 특성과 수축율 등 고려하여 최적조건의 코디어라이트질 산업용으로 차세대 소성용 세라믹 도구의 소재개발을 실시하였다.
- [0130] 또한, 본 연구를 통한 고령토광물을 활용한 저 열팽창 코디어라이트 합성에서 원료혼합물의 최적배합조건은 중량기준으로 할로사이트 고령토(Halloysite Kaolin, HK) 34.00 (w/w)%, 점토(Clay, CL) 20.00 (w/w)%, 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin, NK) 12.50 (w/w)%, 활석(talc, TL) 18.90 (w/w)%, 산화알루미늄(Al_2O_3 , AL) 9.30 (w/w)% 및 산화마그네슘(MgO , MG) 5.30 (w/w)%의 조건으로 확인되었다.
- [0131] 또한, 상기 원료혼합물의 최적배합조건에서 꺾임강도는 53.10 N로 나타났으며, 부피비중 2.0 이하, 수분 흡수율은 8.40%로 KS L 3412의 기준을 만족하는 것으로 나타났다.
- [0133] 상기 과제의 해결 수단에 의해, 본 발명은 MAS계 코디어라이트의 소성 범위를 벗어날 때 발생할 수 있는 문제점을 해결하여 낮은 열팽창율, 내열충격성, 낮은 유전율 및 높은 전기절연성의 특성을 나타내는 저열팽창 코디어라이트 세라믹 제조방법을 제공할 수 있다.
- [0134] 또한, 본 발명은 저열팽창 코디어라이트 세라믹을 제조할 수 있는 최적 배합 조건을 제공할 수 있다.
- [0135] 또한, 본 발명은 물리적인 특성과 수축율을 고려한 코디어라이트 세라믹 소재 개발 조건을 제공할 수 있다.
- [0137] 이와 같이, 상술한 본 발명의 기술적 구성은 본 발명이 속하는 기술분야의 당업자가 본 발명의 그 기술적 사상이나 필수적 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다.
- [0138] 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적인 것이 아닌 것으로서 이해되어야 하고, 본 발명의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타나며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 등가 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

부호의 설명

[0140]

S10. 할로이사이트 고령토(Halloysite Kaolin), 점토(Clay), 카올리나이트 고령토(Kaolinite Kaolin), 활석(talc), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 산화마그네슘(MgO)을 혼합하여 원료혼합물을 제조하는 제1단계

S20. 상기 원료혼합물을 볼밀(Ball Mill)과 포트밀(Pot Mill)을 이용하여 밀링하는 제2단계

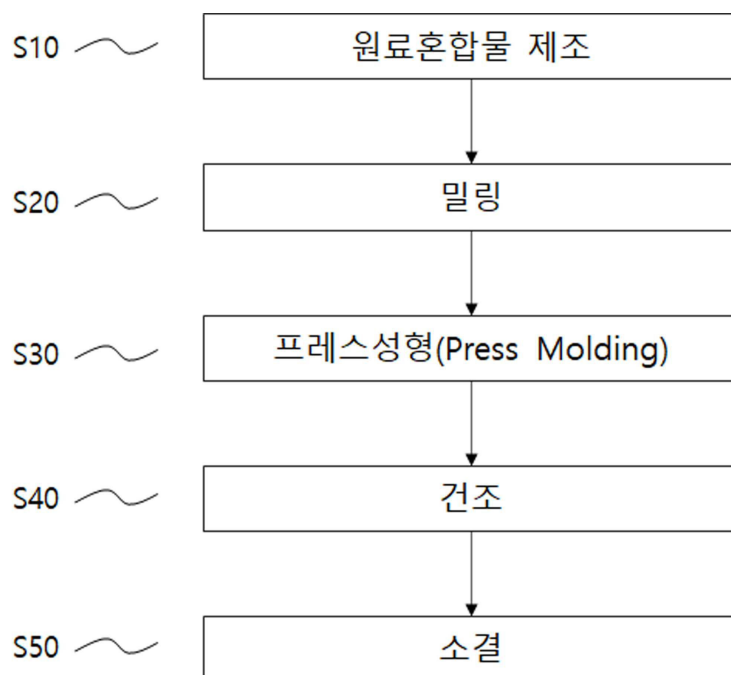
S30. 상기 밀링 처리 된 원료혼합물에 압력을 가하여 프레스성형(Press Molding)하는 제3단계

S40. 상기 프레스성형(Press Molding) 처리 된 원료혼합물을 건조하는 제4단계

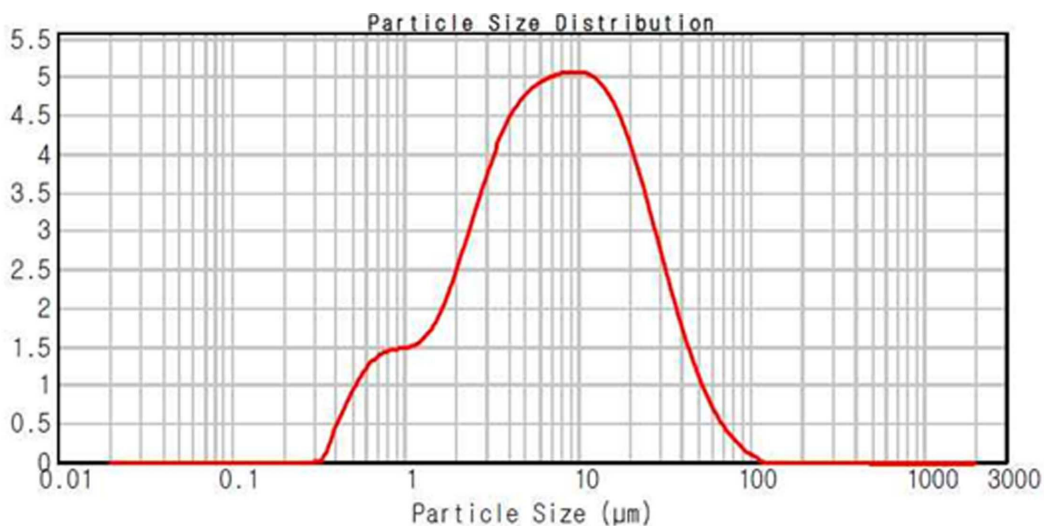
S50. 상기 건조 처리된 원료혼합물을 산화분위기에 소성시켜 소결하는 제5단계

도면

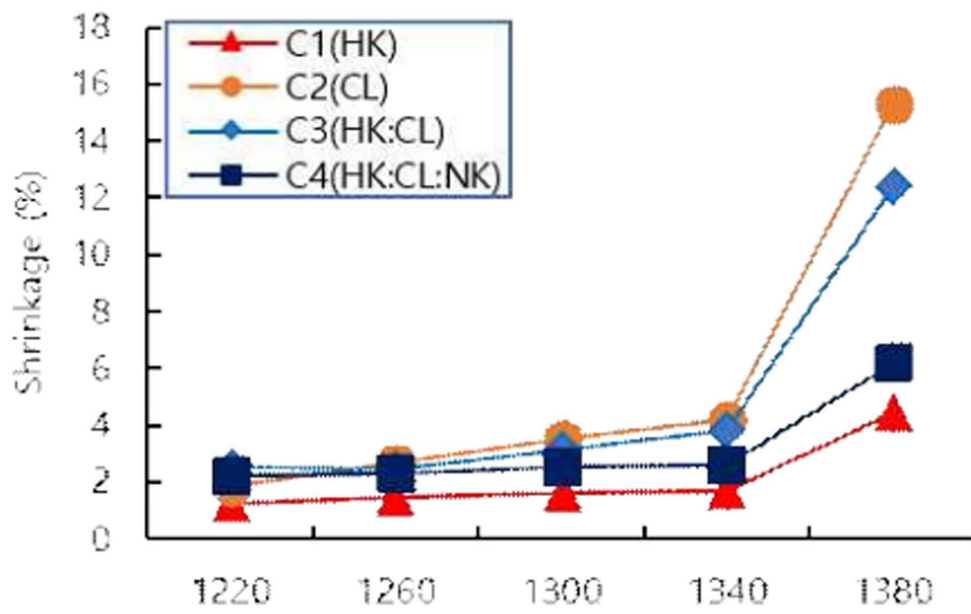
도면1



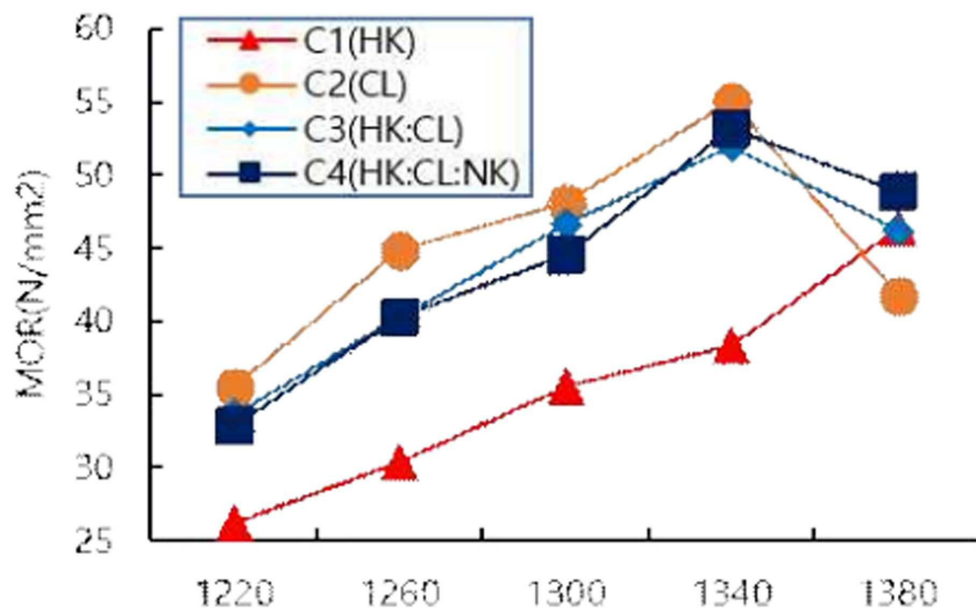
도면2



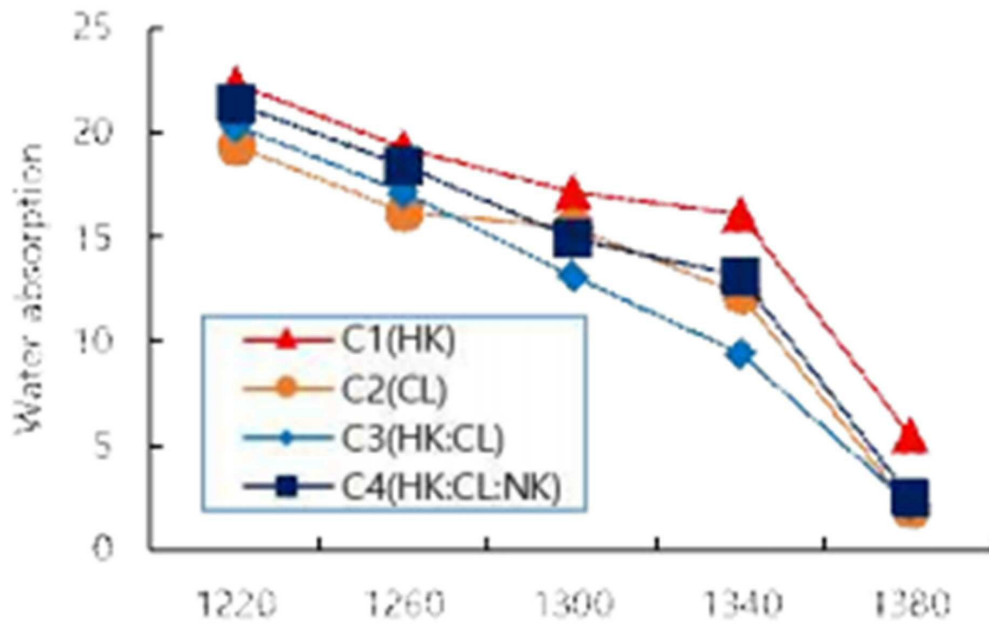
도면3



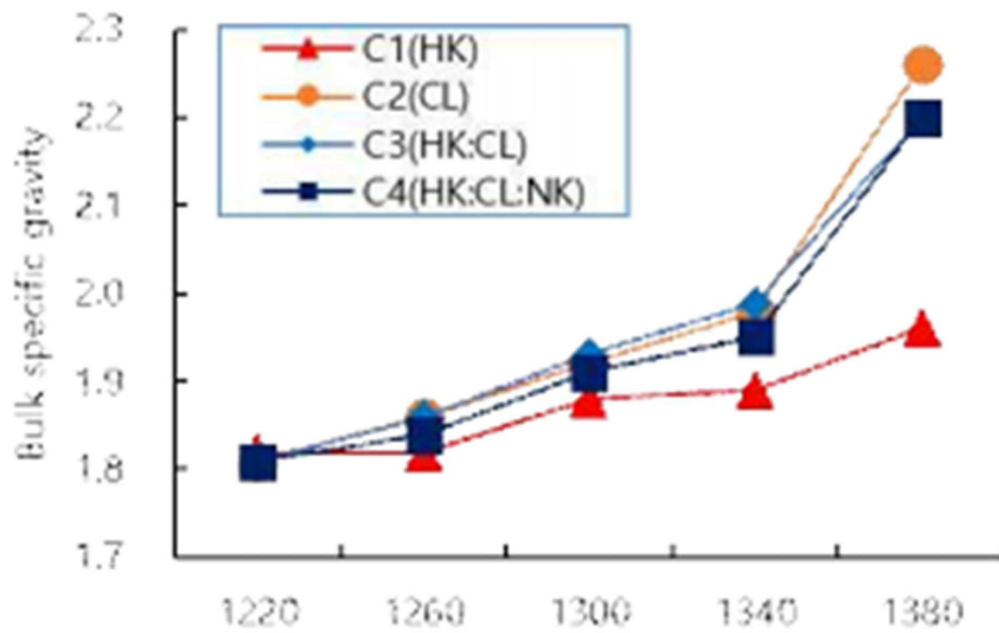
도면4



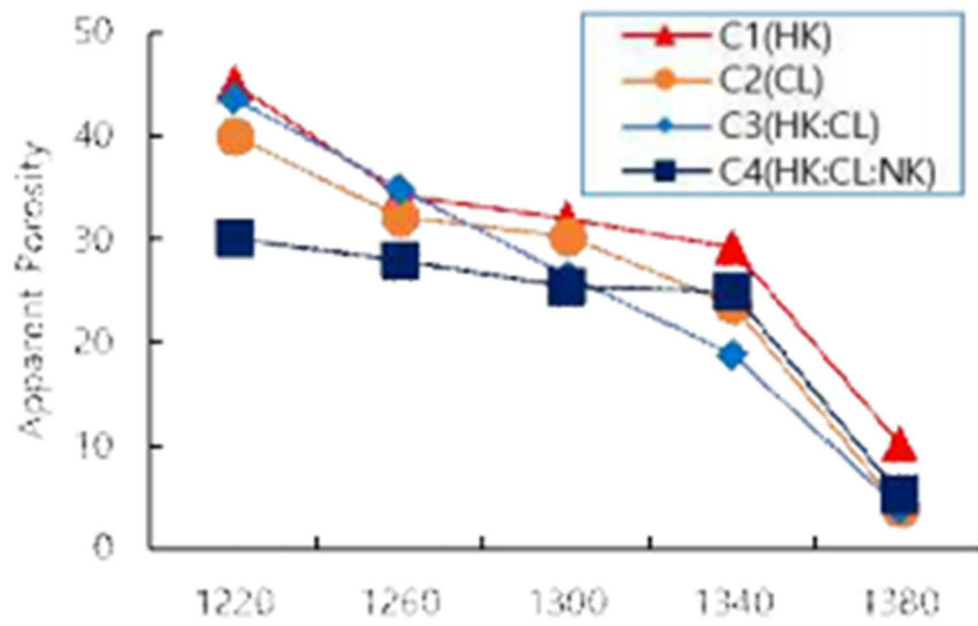
도면5



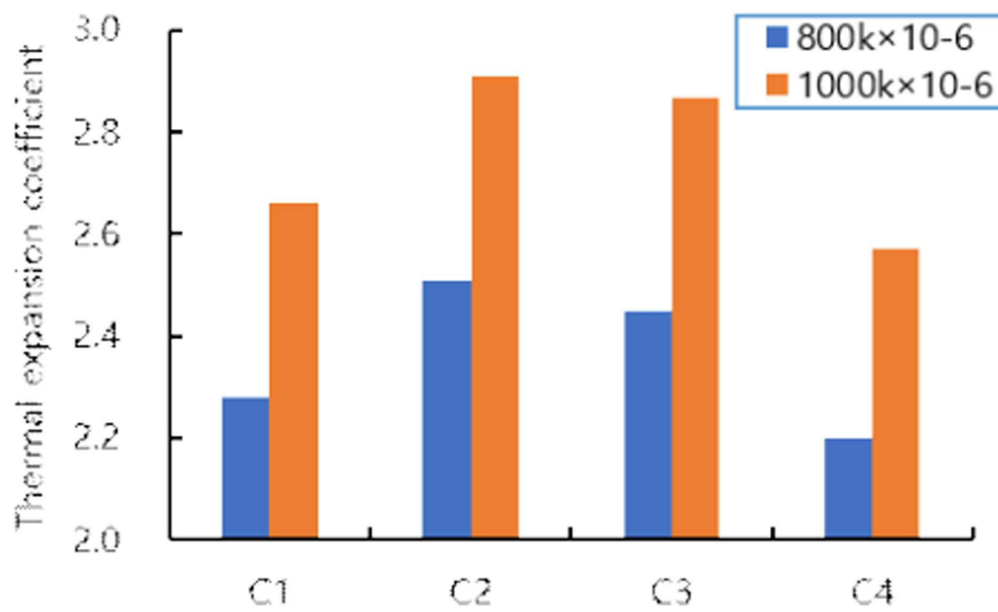
도면6



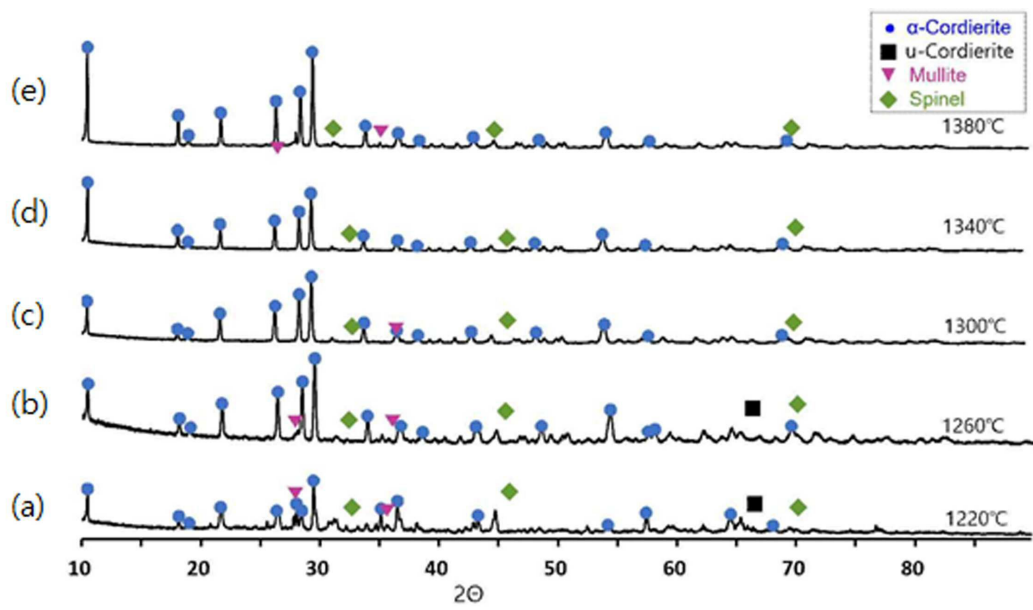
도면7



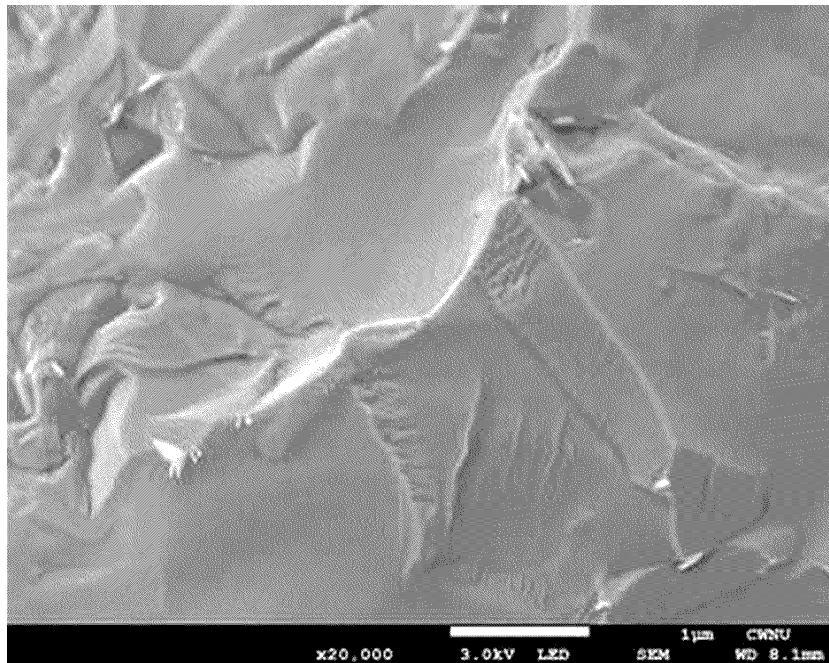
도면8



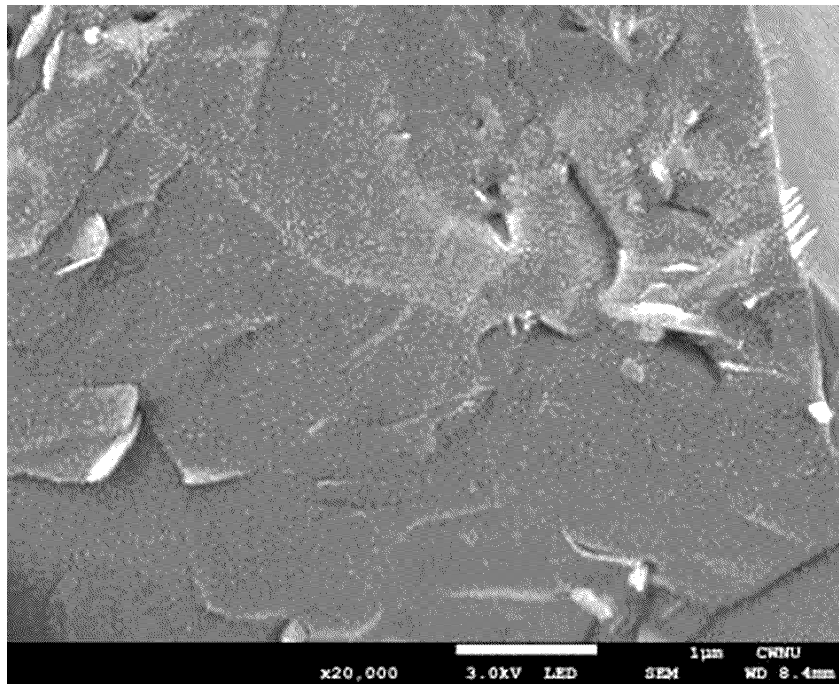
도면9



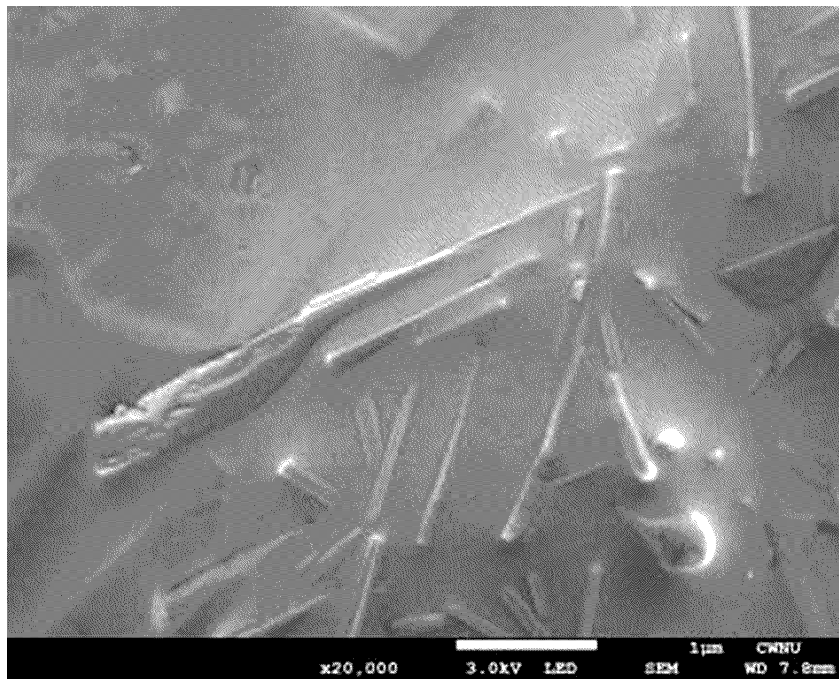
도면10



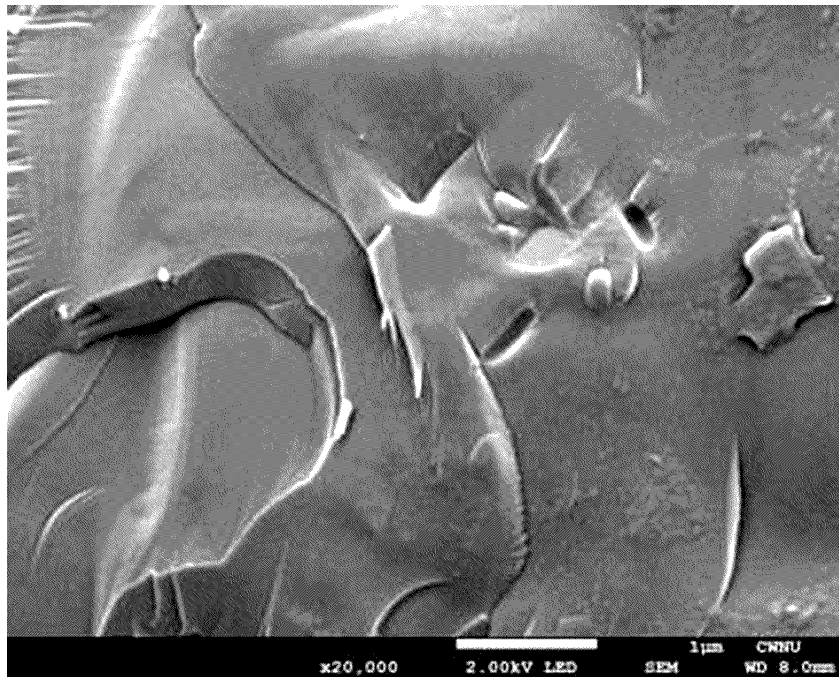
도면11



도면12



도면13



도면14

