



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년06월13일
 (11) 등록번호 10-1746128
 (24) 등록일자 2017년06월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 C04B 35/443 (2006.01) C04B 35/64 (2006.01)
 (52) CPC특허분류
 C04B 35/443 (2013.01)
 C04B 35/64 (2013.01)
 (21) 출원번호 10-2015-0161768
 (22) 출원일자 2015년11월18일
 심사청구일자 2015년11월18일
 (65) 공개번호 10-2017-0058048
 (43) 공개일자 2017년05월26일
 (56) 선행기술조사문헌
 KR1019990016261 A*
 JP2006290688 A*
 JP01136705 A*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 경일대학교산학협력단
 경상북도 경산시 하양읍 가마실길 50
 (72) 발명자
 장철우
 대구광역시 수성구 청수로 257 ,1306동1605호(황금동,캐슬골드파크3단지)
 함성원
 대구광역시 수성구 지범로 21
 (74) 대리인
 손성호

전체 청구항 수 : 총 1 항

심사관 : 김란

(54) 발명의 명칭 **MgAl2O4 Spinel 성형체의 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 MgAl2O4 나노분체의 분산 단계에서 분산제 외에 모노머 류의 유기물을 추가로 첨가하여 MgAl2O4 입자의 수화에 따른 입자들의 응집 및 침강이 거의 없는 안정한 슬러리를 만들고, 이 용액을 본 발명의 독특한 성형법인 필터 프레스+젤 캐스팅의 복합기술로 성형하여, 투명한 MgAl2O4 세라믹을 얻는데 필수적인 국부적으로 기공들의 불균일 분포가 없는 매우 균일한 성형체를 제공하는 것을 요지로 한다. 본 발명에서 첨가하는 모노머는 나노입자 표면에 흡착하여 기하학적으로 입자 침강을 방해하는 역할을 하며, 정전기적 반발력을 부여하는 분산제와 더불어 MgAl2O4 슬러리의 안정성을 배가시킨다. 이러한 슬러리의 배가된 안정성과 필터 프레스+젤 캐스팅 성형법의 조합은 투명 세라믹 제조에 필수적인 매우 균일한 MgAl2O4 성형체 제작을 가능하게 한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류
C04B 2235/3222 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

증류수에 Acrylamide와 Methylenebisacrylamide를 5~20wt% 녹인 모노머 용액을 제조하는 단계,
 제조한 모노머 용액에 평균입경이 57nm인 MgAl2O4 나노분말을 슬러리 총량의 50~60wt% 되게 투입하고, 분산제로 Citric acid를 0.3~2.0wt% 혼합하여 분산된 슬러리를 제작하는 단계,
 분산된 슬러리에 상기 모노머들을 젤화시키기 위하여 젤화반응 개시제인 Ammonium persulfate 용액을 슬러리 단위 무게 1g 당 1 μ l 첨가하고 혼합하는 단계,
 슬러리를 구멍 크기가 0.2 μ m 이하인 필터를 장착한 금형 내로 주입하고 가압하여 슬러리가 함유하고 있는 수용액을 여과시킨 후, 성형체를 금형에서 분리하여 가열된 오븐에 넣고 1시간 동안 젤화(Gelation) 시키는 단계,
 제작한 성형체를 대기 분위기 하, 1,550 $^{\circ}$ C~1,600 $^{\circ}$ C의 온도에서 1차 소성하고, 2차로 1,380 $^{\circ}$ C~1,550 $^{\circ}$ C 에서 열간 정수압소결(HIP)을 하여 MgAl2O4 세라믹을 제작하는 단계를 포함하여 이루어지는
 균일 MgAl2O4 Spinel 성형체의 제조방법

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 투명 방탄창, 투명 IR 탐색기 보호용 돔, 고 에너지 RF 장치용 윈도우 등에 사용되는 투명 MgAl2O4 Spinel 세라믹의 제조단계 중에서 그 성형체를 제조하는 방법에 관한 것으로써, 보다 상세하게는 나노 크기의 MgAl2O4 Spinel 원료를 출발물질로 사용하여 젤 캐스팅, 필터 프레스 등의 습식공정으로 균일한 성형체를 제조할 수 있는 방법에 관한 것이다. MgAl2O4 Spinel 원료분말은 분산 단계에서 용매인 물과의 수화반응에 의해 분말원료들의 응집이 발생하고, 이로 인해 투명 세라믹 제조의 필수 요건인 균일한 성형체 및 소결체 제조가 곤란하여 투명한 MgAl2O4 세라믹을 얻기가 어려운 것으로 알려져 있다. 본 발명은 MgAl2O4 Spinel 습식성형의 기술적 난점을 극복함으로써, 투명 세라믹 제조에 필수적인 균일 MgAl2O4 Spinel 성형체를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] (종래의 기술)

[0003] 종래의 투명 MgAl2O4 Spinel 세라믹은 0.5~5 μ m 의 마이크론 원료를 사용하고, 소결 소결촉진로 LiF를 첨가하여 1,650 $^{\circ}$ C 이상의 온도에서 소결하여 제작(US2006021726A1)하여 왔다. 이 방법으로 MgAl2O4 Spinel 세라믹을 제작하게 되면, 소결촉진제로 첨가한 LiF가 입계에 남게 되어 강도, 경도 등의 기계적 특성이 저하하는 문제가 있기 때문에, 보다 극한 환경에서 내구성을 요구하는 투명 방탄창, 투명 IR 탐색기 보호용 돔 등의 제품에 적용하는 데 한계를 가지고 있다.

[0004] 최근에는 소결특성이 매우 좋은 나노원료를 출발물질로 이용함으로써, LiF 같은 소결 촉진제를 첨가하지 않고서도 기계적 특성이 우수한 투명한 MgAl2O4 Spinel 세라믹을 제작 하려는 기술들이 소개 되고 있다. 투명한 MgAl2O4 세라믹을 제조하기 위해서는 무엇보다도 최종 제품 내부에 기공을 완벽히 제거해 주는 것이 필요한데,

이를 위해서는 입자 응집체로 인해 발생하는 큰 기공이 없는 균일한 성형체를 제작하는 것이 가장 중요하다. 나노분말을 사용하여 균일한 성형체를 제작하기 위해서는 그 분말들이 분산매 내에서 단분산 상태로 잘 분산되어야 하고, 그 균일한 단분산 상태가 성형체에서도 그대로 유지되어야 한다. 일반적으로 나노 크기의 MgAl2O4 원료 분말은 응집성이 매우 강해서 원료 분산공정에서 특수한 분산공정이 필요하며, 더불어서 MgAl2O4 원료는 분산공정 중에 분산매인 물과 반응하여(수화반응) 응집체를 형성하게 되므로 내부 기공분포가 균일한 성형체를 얻기가 매우 어렵다. 이러한 문제들로 인하여 성형체의 균일성을 확보하기가 가장 용이한 것으로 알려져 있는 습식성형법으로도 균일한 MgAl2O4 성형체를 제조하기가 매우 어려운 것으로 알려 지고 있다. 그래서 투명 MgAl2O4 세라믹은 대부분 건식성형을 통해 제작되는데, 특수한 분산장치를 사용하여 나노 크기의 초미립자를 분산 → 분무건조를 통한 과립분말 제조 → 건식 프레스(건식성형) → 1차 대기 소결 → 2차 열간정수압소결(HIP)의 순서로 이어지는 공정을 통해 제작하는 것이 일반적이다.

[0006] 나노분말을 이용한 균일 MgAl2O4 성형체의 제작에는 다음과 같은 방법들이 제안되고 있으며, 건식성형법과 습식성형법으로 나누어 설명한다.

[0008] 첫째, 건식성형에 관한 기술들은 다음과 같은 것들이 있다.

[0010] MgAl2O4 나노분말의 수화에 따른 입자의 응집 및 침강 문제를 해결하기 위하여 물 대신 이소프로판올 또는 에틸렌 글리콜(Journal of European Ceramic Society, Vol. 32, pp. 2869~2886, 2012) 등의 유기용매를 분산매로 사용하여 건식공정을 적용하는 방법이 제안되고 있는데, 이 방법에서는 은 분무건조 중에 성형체 내부 불균일성 유발 인자인 하드 케이크(hard cake)가 제거 되거나, 분무건조 과정에서 엄밀한 공정제어를 통해 하드 케이크가 거의 없게 제작하였다 하더라도 그 분무건조한 과립분체를 금형에 넣고 성형하는 과정에서 과립분말에 가해지는 압력의 불균일한 전달로 인하여 성형체 내부에 넓은 기공분포를 남기게 되는 문제가 남는다. 이러한 하드 케이크 및 넓은 기공분포는 이후 소결공정에서 소재 내부에 큰 기공을 잔류시키는 원인으로 작용하게 된다. 최근에는 이러한 건식공정의 단점을 극복하기 위해 일축 프레스 성형한 1차 성형체를 350~700MPa의 매우 높은 압력(일반적으로는 200MPa 이하의 압력을 적용함)으로 냉간정수압 성형하여 성형체 내부의 불균일성을 최소화 하는 방법들(① Journal of american ceramic society, Vol. 93, No. 9, pp2656~2666, 2010, ② USP6,066584) 도 제안되고 있으나, 냉간정수압 성형장치의 비용이 습식장치에 비해 수백 배에 이르므로 향후 양산을 고려하면 경제적으로 매우 불리하다.

[0012] 둘째, 습식성형에 관한 기술들은 다음과 같은 것들이 있다.

[0014] MgAl2O4 성형체의 균일성을 확보하기 위하여 습식성형법인 슬립캐스팅을 시도한 기술들이 소개되고 있다. MgAl2O4 분체의 수화에 의한 입자들의 응집을 억제시키기 위하여, 에칠알콜에 H3PO4와 Al(H2PO4)3 혼합한 용액으로 표면을 개질한 MgAl2O4 원료를 슬립캐스팅 하는 방법(Bulletine of Material Science, Vol. 34, No. 2, pp. 327~335, 2011)이 그 중 하나이다. 이 방법은 출발물질의 크기가 마이크론 단위 (0.5~1.0 μ m)의 MgAl2O4 분말을 사용하며, 응집성이 강한 나노분말에 적용한 예는 없다. 또, 원료의 표면개질 과정에서 에칠 알콜 같은 비싼 유기용매가 과량 필요하고, 부가적인 공정장치 및 공정이 추가되므로 경제적으로 불리하다. 나노분말을 이용한 슬립캐스팅법(Journal of american ceramic society, Vol. 94, No. 5, pp.1388~1396, 2011) 도 제안되고 있는데, NH4PAA(Ammonium Poly Acrylic Acid)와 같은 고분자 분산제를 나노원료와 함께 분산공정에 투입하여 불침법으로 잘 분산된 용액을 얻고, 이 용액을 석고 몰드에 부어 슬립캐스팅 하는 방법이다. 이 방법에서는 분산제 NH4PAA를 첨가하여 슬러리를 제작하는데, 그 슬러리는 시간이 지나면서 NH4PAA 분자들이 서로 가교 하여 응집하는 특성이 있어, 그 슬러리를 석고몰드에 붓고 장시간 방치해 두어야 하는 슬립 캐스팅으로는 균일한 성형체를 제작하기가 어렵다. 이 논문에서는 슬립 캐스팅한 성형체를 투명하게 제작하는 방법은 제시되지 않고 있다. 아울러, 슬립캐스팅은 성형물드로 사용하는 석고 틀로부터 성형체가 오염이 되기 쉬워서 열처리 후에 소재의 재현성 또는 수율을 저하 시키기 쉬운 공정이다. 또 다른 습식성형법인 젤 캐스팅법이 있는데, 이 방법은 세라믹 입자와 모노머 혼합용액을 폴리머화 반응에 의해 1시간 이내에 굳히는 방법으로써, 분산계 내의 세라믹 입자들이 시간에 따라 응집하고 침강하는 문제를 최소화할 수 있기 때문에, 성형체가 매우 균일하며 매우 높은 성형강도를 가지므로 그린기공이 용이하고 핸들링하는 동안 국부적 파손 등의 문제가 없는 양산화 측면에서 매우 경제적인 방법이다. 이 젤 캐스팅법을 MgAl2O4 성형체 제작에 적용한 예가 최근의 발표논문(Journal of american ceramic society, Vol. 93, No. 9, pp.2656~2666, 2010) 에서 제안되고 있다. 이 논문에서는 평균 입경이 0.1 μ m 이상인 서브 마이크론 크기의 MgAl2O4 분말을 사용하였고, 나노분말을 젤 캐스팅한 예는 제안되어 있지않다. 젤 캐스팅법에서는 슬러리를 제작할 때에 통상 물의 함유량이 슬러리 전체 무게의 30 wt% 이하인데, 그 함유량을 초과하면 성형체의 밀도가 낮아지게 되어 과도한 건조 및 소결수축이 발생하고 이로 인하여 제품이 휘거나 뒤틀리는 현상이 일어난다. 나노분말은 비표면적이 커서 분산 시 50~60 wt%의 과량의 물이 필요하므로 젤 캐스

팅과 같은 성형방법을 적용하게 되면, 전술한 제품의 휨 또는 뒤틀림이 심하게 일어나기 쉬워서, MgAl2O4 나노분말의 젤 캐스팅에 관한 기술은 아직까지 제안되고 있지 않은 상태이다. 또한, 세라믹 성형체 제작에 많이 이용되고 있는 습식공정인 필터 프레스 방법으로 MgAl2O4 성형체를 제작하는 기술도 제안되고 있지 않은데, 이는 슬립캐스팅과 같이 시간에 따른 입자들의 응집 및 침강 문제가 있기 때문으로 판단된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0015] 이에, 본 발명에서는 기존 공정기술의 한계를 극복하면서 경제적으로도 유리한 습식공정을 적용하여 투명 MgAl2O4 세라믹을 제조하는데 필수적인 균일한 성형체의 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다. MgAl2O4 나노분말의 분산 단계에서 분산제 외에 모노머류의 유기물을 추가로 첨가하여 MgAl2O4 입자의 수화에 따른 입자들의 응집 및 침강이 거의 없는 안정한 슬러리를 만들고, 이 용액을 본 발명의 독특한 성형법인 필터 프레스+젤 캐스팅의 복합기술로 성형하여, 투명한 MgAl2O4 세라믹을 얻는데 필수적인 국부적으로 기공들의 불균일 분포가 없는 매우 균일한 성형체를 제공하는데 그 목적이 있다. 본 발명에서 첨가하는 모노머는 나노입자 표면에 흡착하여 기하학적으로 입자 침강을 방해하는 역할을 하며, 정전기적 반발력을 부여하는 분산제와 더불어 MgAl2O4 슬러리의 안정성을 배가시킨다. 본 발명은 이러한 슬러리의 배가된 안정성과 필터 프레스+젤 캐스팅 성형법을 이용하여 투명 세라믹 제조에 필수적인 균일한 MgAl2O4 성형체를 제공하는데 그 목적이 있는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0016] (발명의 구성 및 작용)
- [0018] 이하, 본 발명에 관하여 자세히 설명한다.
- [0020] 본 발명은 다음과 같은 단계의 공정으로 구성된다.
- [0022] 1) 증류수에 Gelcasting용 모노머인 Acrylamide와 Methylenebisacrylamide를 5~20wt% 녹인 모노머 용액을 제조하는 단계.
- [0024] 2) 제조한 모노머 용액에 평균입경이 57nm이고 비표면적이 30m²/g, 순도가 99.99% 이상인 고순도의 MgAl2O4 나노분말을 슬러리 (모노머 용액 + MgAl2O4 분말) 총량의 50~60wt% 되게 투입하고, 분산제로 Citric acid를 0.3~2.0wt% 혼합하여 충분히 잘 분산된 슬러리를 제작하는 단계. 모노머는 그 크기가 분자 단위로 매우 작고 나노분말의 표면에 흡착하여 나노분말들 간의 응집을 기하학적으로 방해하는 역할을 하므로, MgAl2O4 입자들의 응집 및 침강이 없는 매우 안정한 슬러리를 얻는데 효과적이다. 이 모노머는 분산에 효과적일 뿐만 아니라, 후공정인 젤화(폴리머화) 공정에서 성형체의 강도를 부여하는 역할도 하게 된다.
- [0026] 3) 분산된 슬러리에 상기 모노머들을 젤화시키기 위하여 젤화반응 개시제인 Ammonium persulfate 용액을 슬러리 단위 무게(1g)당 1μl 대해 첨가하고 혼합하는 단계
- [0028] 4) 상기의 MgAl2O4 슬러리를 구멍 크기가 0.2μm 이하인 필터를 장착한 금형 내로 주입하고 가압하여 슬러리가 함유하고 있는 수용액을 여과시킨 후, 성형체를 금형에서 분리하여 60℃로 가열된 오븐에 넣고 1시간 동안 젤화(Gelation) 시키는 단계. 본 발명의 필터 프레스+젤 캐스팅 복합기술은 필터 프레스 공정에서 분산 시 투입한 물량의 50~70wt% 를 제거하고 젤화 시키는 성형방법으로써, 필터 프레스에 의해 성형밀도가 40% 이상인 균일한 성형체를 제작할 수 있고 나노분말의 높은 비표면적으로 인하여 불가능하였던 젤 캐스팅 기술의 장점을 십분 활용할 수 있게 되어서 그린가공이 가능한 성형체를 제조할 수 있으며 그 성형체의 균일성으로 인하여 투명 MgAl2O4 세라믹을 용이하게 제조할 수 있는 것이다. 젤화를 위하여 필터 프레스한 성형체는 반드시 금형으로부터 분리할 필요는 없고, 금형 자체를 가열하여 그 자리에서 젤화 시켜도 된다.
- [0030] 5) 이렇게 제작한 성형체를 대기 분위기 하, 1,550℃~1,600℃의 온도에서 1차 소성하고, 2차로 1,380℃~1,550℃에서 열간정수압소결(HIP)을 하여 기공이 없는 투명 MgAl2O4 세라믹을 제작하는 단계.

- [0031]
- [0032] 이하, 수치한정 이유에 대하여 설명한다.
- [0034] 젤캐스팅을 위한 모노머 용액의 모노머 함유량이 5wt% 미만이면 MgAl2O4 나노분말의 분산효과를 충분히 발휘할 수 없고, 젤화를 통하여 얻어지는 성형체 내의 폴리머 량이 부족하여 그린가공에 충분한 강도를 부여할 수

없다. 모노머의 첨가량이 20wt%를 초과하여도 나노분말의 분산효과 및 성형체 그린강도가 크게 개선되지 않고 경제적으로도 불리하기 때문에 모노머 용액 내의 모노머 함유량은 5~20wt%로 한정하는 것이 바람직하다.

[0036] 모노머 용액에 투입되는 MgAl2O4 나노분말의 평균입도가 0.1 μ m를 초과하게 되면, 소결온도가 나노분말에 비해 100~150 $^{\circ}$ C 만큼 높아지기 때문에, 설비비가 비싸지고 소결 후 얻어지는 MgAl2O4 소결체의 구성입자가 5 μ m 이상으로 커지게 되어 입자 크기에 의존하는 강도, 경도 등의 특성이 저하하게 되므로, 소재의 기계적 특성과 경제적인 측면에서 평균입경이 0.1 μ m 미만인 나노원료를 사용하는 것이 바람직하다.

[0038] 모노머 용액에 투입되는 나노분말의 량은 50~60wt% 의 범위가 바람직한데, 50wt% 미만이면 필터 프레싱 과정에서 원하는 일정 부피의 성형체를 제작하는데 많은 시간이 소요되므로 경제적으로 불리하고, 60wt%를 초과하게 되면 성형체 제작을 위한 슬러리의 점도가 과도하게 상승하고, 유동성이 부족하게 되어 금형 내로 슬러리를 주입하기가 곤란하게 되며, 슬러리 내에 잔류하는 기포를 다량 함유하게 되어 소결 후 결함이 남게 된다.

[0040] 슬러리 제작 시에 투입되는 분산제로 Citric Acid의 첨가량은 0.3~2.0wt%가 바람직하다. 그 첨가량이 0.3wt% 미만이 되면 분산제가 부족하여 입자들의 분산이 어려워지고, 또 2.0wt% 를 초과하게 되면 슬러리의 점도가 증가하면서 침강이 일어난다.

[0041]

[0042] 필터 프레싱할 때 사용하는 금형은 steel, aluminum 등의 금속 재질의 것을 사용한다. 슬러리에 압력을 가하여 배수할 때 사용하는 필터는 구멍 크기가 0.2 μ m 이하인 멤브레인 필터 또는 alumina, silica 등의 세라믹 필터판을 사용하는 것이 바람직한데, 구멍 크기가 0.2 μ m를 초과하는 필터를 사용하면 공정 시에 나노분말들이 모노머 용액과 함께 배출되므로 좋지 않다. 이 후 이어지는 젤 캐스팅 공정의 온도 및 시간은 일반적으로 알려져 있는 조건이므로 그 수치에 관해서는 특별히 한정하지 아니한다.

[0044] 성형체들은 대기 중에서 1,550 $^{\circ}$ C~1,600 $^{\circ}$ C의 온도로 가열하여 1차 소결하게 된다. 소결온도가 1,550 $^{\circ}$ C 미만이면 소결밀도가 이론밀도의 95% 이하가 되어 2차 열간정수압소결(HIP)에서 기공이 없는 투명 MgAl2O4 세라믹을 얻기가 어렵고, 1,600 $^{\circ}$ C를 초과할 경우에는 소결밀도는 95% 이상으로 치밀화 되지만 소결체 구성 입자들의 크기가 증가하여 강도, 경도 등의 기계적 특성이 저하하게 되므로 1차 소결온도는 1,550 $^{\circ}$ C~1,600 $^{\circ}$ C의 범위로 제한하는 것이 바람직하다. 이러한 1차 소결체들은 2차로 1,380 $^{\circ}$ C~1,550 $^{\circ}$ C에서, 총계는 1,450 $^{\circ}$ C~1500 $^{\circ}$ C 에서 열간정수압(HIP)소결을 하여 투명 MgAl2O4 세라믹을 제작하게 된다.

발명의 효과

[0045] 상술한 바와 같이 본 발명에 따르면, Acrylamide와 Methylenebisacrylamide로 구성된 모노머 수용액에 분산제인 Citric Acid를 첨가하고 평균입경이 $d_{50}=57\text{nm}$ 인 MgAl2O4 Spinel 나노원료를 분산시킨 슬러리를 필터 프레싱+젤 캐스팅 방법으로 성형함으로써 투명한 MgAl2O4 Spinel 세라믹 제조에 필수적인 균일한 성형체 제작을 가능하게 하는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0046] [도 1] 은 본발명의 필터 프레싱+젤 캐스팅 방법으로 성형한 성형체로부터 얻은 투명 MgAl2O4 세라믹 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0047] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 상세히 설명한다.

[0049] (실시예)

[0050] 증류수에 모노머인 Acrylamide 과 Methylenebisacrylamide 을 24 : 1의 비율로 하여 10wt% 녹인 용액 90ml 에 평균입경 $d_{50}=57\text{nm}$, 비표면적 30 m^2/g , 순도 99.99%인 MgAl2O4 원료 100g과 분산제인 Citric Acid를 1.0g을 투입하고 YTZ 볼을 혼합매체로 2시간 동안 볼밀링하여 잘 분산된 MgAl2O4 슬러리를 제작하였다. 이 때, 슬러리의 pH는 8~10 의 범위가 되도록 조정하였다. 이렇게 제작한 슬러리에 젤화 개시제인 Ammonium persulfate 용액을 슬러리 1g당 1 μ l의 량으로 첨가 및 혼합한 후, 진공 탈포하여 슬러리 내의 기포를 제거하였다. 이 슬러리를 기공크기 0.2 μ m인 멤브레인 필터가 장착된 금형 내로 주입하고 가압하여 성형체를 제작하였으며, 필터 프레싱한 후의 성형체의 상대밀도는 40% 였다. 이 성형체는 오븐에 넣고 60 $^{\circ}$ C로 가열 및 1시간 동안 유지하여 성형체 내

모노머들을 젤화시키고 건조하였다. 공기 분위기 하, 1,570℃에서 2시간 동안 소결하였다. 1차 소결 후의 소결체들은 상대밀도 98% 이상 이었다. 1차 소결체들은 내부의 기공을 제거하기 위하여 1,500℃, 180MPa, 3시간의 조건으로 열간등압소결을 하였다. 열간등압소결 후의 소결체들의 밀도는 99.9% 이상이었으며, [도 1]에서와 같이 투명한 상태인 것을 확인하였다.

[0051]

[0052] (비교예)

[0053] 증류수 90ml에 평균입경 $d_{50}=57\text{nm}$, 비표면적 $30\text{m}^2/\text{g}$, 순도 99.99%인 MgAl2O4 나노원료 100g, 분산제인 NH4PAA를 5.0g 투입하고 YTZ 볼을 혼합매체로 2시간 동안 볼밀링 하여 잘 분산된 MgAl2O4 슬러리를 제작하였다. 이렇게 제작한 슬러리는 진공 탈포 후, 석고몰드에 부어 슬립 캐스팅 하였다. 캐스팅이 완료되어 석고몰드로부터 탈형한 성형체는 대기중, 상온에서 3일 동안 건조하였으며, 그 성형체의 상대밀도는 38~40% 였다. 이 성형체는 대기 중, 1,570℃에서 2시간 동안 소결하였다. 1차 소결 후의 소결체들은 상대밀도 98% 이상 이었다. 1차 소결체들은 내부의 기공을 제거하기 위하여 1,500℃, 180MPa, 3시간의 조건으로 열간정수압소결(HIP)을 하였다. 열간정수압소결 후의 소결체들의 밀도는 99.9% 이상이었으며, 반투명한 상태인 것을 확인하였다.

부호의 설명

도면

도면1

