



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0024864  
(43) 공개일자 2022년03월03일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C09K 3/14 (2006.01) H01B 1/02 (2006.01)  
H01F 1/20 (2006.01) H01F 1/33 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
C09K 3/1445 (2013.01)  
H01B 1/02 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2022-7002264
- (22) 출원일자(국제) 2022년06월23일  
심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2022년01월21일
- (86) 국제출원번호 PCT/IB2020/055915
- (87) 국제공개번호 WO 2020/261112  
국제공개일자 2020년12월30일
- (30) 우선권주장  
62/868,342 2019년06월28일 미국(US)

- (71) 출원인  
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니  
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터
- (72) 발명자  
밀러 아담 디  
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
- (74) 대리인  
양영준, 조윤성, 김영

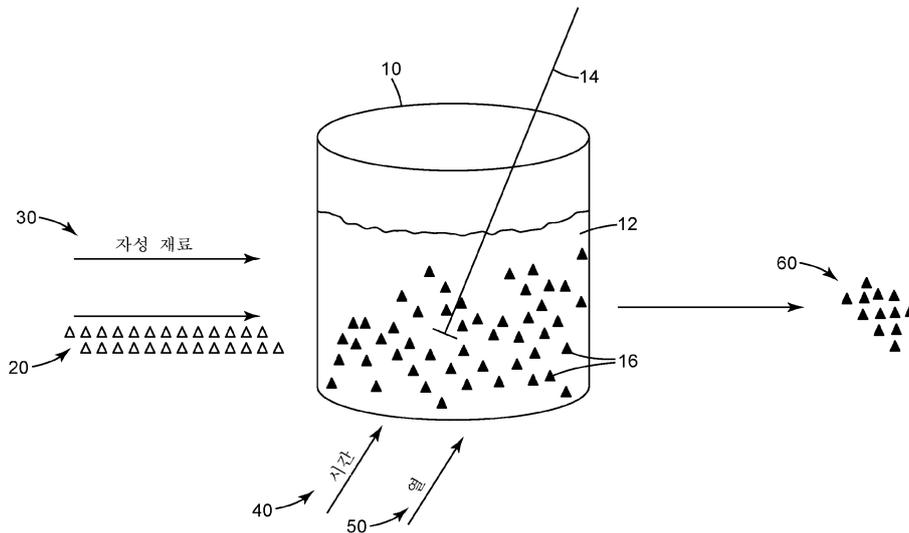
전체 청구항 수 : 총 35 항

(54) 발명의 명칭 자화가능한 연마 입자 및 이의 제조 방법

(57) 요약

자화가능한 연마 입자. 자화가능한 연마 입자는 외부 표면을 갖는 세라믹 입자; 및 외부 표면 상의 연속 금속 코팅을 가지며; 세라믹 입자의 코어 경도는 15 GPa 이상이고; 연속 금속 코팅은 철, 코발트 또는 철과 코발트의 합금의 용액상 열 침착된 층을 포함하고; 연속 금속 코팅의 두께는 1000 nm 미만이다. 자화가능한 연마 입자의 제조 방법이 또한 개시된다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

*H01F 1/20* (2013.01)

*H01F 1/33* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

외부 표면을 갖는 세라믹 입자; 및  
 외부 표면 상의 연속 금속 코팅을 포함하며;  
 세라믹 입자의 코어 경도는 15 GPa 이상이고;  
 연속 금속 코팅은 철, 코발트 또는 철과 코발트의 합금의 용액상 열 침착된 층을 포함하고;  
 연속 금속 코팅의 두께는 1000 nm 미만인, 자화가능한 입자.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 연속 금속 코팅은 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금으로 본질적으로 이루어지는, 자화가능한 입자.

#### 청구항 3

제1항에 있어서, 연속 금속 코팅은 95% 초과인 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금을 포함하는, 자화가능한 입자.

#### 청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 세라믹 입자의 중형비는 1.73 초과인, 자화가능한 입자.

#### 청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 연마 입자의 금속 코팅은 보자력( $H_c$ )이 200 Oe 미만인, 자화가능한 입자.

#### 청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 연마 입자 상의 금속 코팅은 자기 포화(magnetic saturation,  $M_s$ )에 대한 자기 잔류(magnetic remanence,  $M_r$ )의 비가 25% 미만인, 자화가능한 입자.

#### 청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 세라믹 입자는 알파 알루미늄을 포함하는, 자화가능한 입자.

#### 청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 세라믹 입자는 연마 입자를 포함하는, 자화가능한 입자.

#### 청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 세라믹 입자는 형상화된 세라믹 입자를 포함하며, 형상은 삼각형 프리즘, 피라미드, 절두 피라미드, 사다리꼴 프리즘, 프리즘, 또는 회전타원체로부터 선택되는, 자화가능한 연마 입자.

#### 청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 경도가 6 GPa 이상인, 자화가능한 입자.

#### 청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 경도가 15 GPa 이상인, 자화가능한 입자.

**청구항 12**

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 자화가능한 입자 상의 자성 코팅은 두께가 1000 nm 미만인, 자화가능한 입자.

**청구항 13**

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 자화가능한 입자 상의 자성 코팅은 두께가 100 nm 미만인, 자화가능한 입자.

**청구항 14**

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항의 복수의 자화가능한 연마 입자를 포함하는 연마 물품.

**청구항 15**

세라믹 입자를 제공하는 단계 - 각각의 세라믹 입자는 각각의 외부 표면을 가짐 -; 및  
세라믹 입자의 외부 표면을 용액상 열 분해를 통해 연속 금속 코팅으로 코팅하는 단계를 포함하며;  
연속 금속 코팅은 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금을 포함하는, 자화가능한 입자의 제조 방법.

**청구항 16**

제15항에 있어서, 상기 용액상 열 분해는 본질적으로 대기압에서 수행되는, 방법.

**청구항 17**

제15항 또는 제16항에 있어서, 자화가능한 입자는 25% 미만의 응집된 자화가능한 연마 입자를 갖는, 방법.

**청구항 18**

제15항 내지 제17항 중 어느 한 항에 있어서, 자화가능한 연마 입자에는 응집된 자화가능한 연마 입자가 본질적으로 없는, 방법.

**청구항 19**

제15항 내지 제18항 중 어느 한 항에 있어서, 금속 코팅은 단일형(unitary) 코팅인, 방법.

**청구항 20**

제15항 내지 제19항 중 어느 한 항에 있어서, 금속 코팅은 두께가 1000 nm 미만인, 방법.

**청구항 21**

제15항 내지 제20항 중 어느 한 항에 있어서, 금속 코팅은 자화가능한 입자의 5 중량% 미만인, 방법.

**청구항 22**

제15항 내지 제21항 중 어느 한 항에 있어서, 세라믹 입자는 연마 입자인, 방법.

**청구항 23**

제22항에 있어서, 세라믹 연마 입자는 분쇄된 연마 입자 또는 판상 연마 입자인, 방법.

**청구항 24**

제22항 또는 제23항에 있어서, 연마 입자는 형상화된 연마 입자이며, 형상은 삼각형 프리즘, 피라미드, 절두 피라미드, 사다리꼴 프리즘, 프리즘, 또는 회전타원체로부터 선택되는, 방법.

**청구항 25**

제15항 내지 제24항 중 어느 한 항에 따라 제조된 자화가능한 연마 입자.

**청구항 26**

비-자화가능한 입자를 용액에 제공하는 단계 - 각각의 비-자화가능한 입자는 각각의 외부 표면을 가짐 -;

금속 화합물 전구체를 용액에 제공하는 단계;

금속 화합물이 열 분해되도록 용액을 가열하여 각각의 비-자화가능한 입자가 금속 코팅을 수용하도록 하는 단계; 및

용액으로부터 자화가능한 입자를 제거하는 단계를 포함하는, 자화가능한 입자의 제조 방법.

**청구항 27**

제26항에 있어서, 금속 코팅은 금속 미립자가 실질적으로 없는 연속 금속 코팅인, 방법.

**청구항 28**

제26항 또는 제27항에 있어서, 금속 코팅은 단일형 금속 코팅인, 방법.

**청구항 29**

제26항 내지 제28항 중 어느 한 항에 있어서, 자화된 입자에는 응집체가 실질적으로 없는, 방법.

**청구항 30**

제26항 내지 제29항 중 어느 한 항에 있어서, 입자는 알루미늄 산화물, 유리 비드, 유리 버블, 탄화규소 산화물, 다이아몬드, 질화붕소, 성형된 연마 입자, 형상화된 연마 입자, 분쇄된 연마 입자, 유리 산화물, 실리카, 티타니아, 또는 활성탄인, 방법.

**청구항 31**

제26항 내지 제30항 중 어느 한 항에 있어서, 입자는 형상화된 연마 입자이며, 형상은 삼각형 프리즘, 피라미드, 절두 피라미드, 사다리꼴 프리즘, 프리즘, 또는 회전타원체로부터 선택되는, 방법.

**청구항 32**

제26항 내지 제31항 중 어느 한 항에 있어서, 금속 화합물 전구체는 철 펜타카르보닐인, 방법.

**청구항 33**

제26항 내지 제32항 중 어느 한 항에 있어서, 금속 코팅은 철, 코발트, 또는 철 또는 코발트를 함유하는 합금을 포함하는, 방법.

**청구항 34**

제26항 내지 제33항 중 어느 한 항에 있어서, 금속은 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금을 포함하는, 방법.

**청구항 35**

제26항 내지 제34항 중 어느 한 항에 있어서, 금속 코팅은 95% 초과인 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금을 포함하는, 방법.

**발명의 설명**

**기술 분야**

**배경 기술**

- [0001] 다양한 유형의 연마 물품이 당업계에 알려져 있다. 예를 들어, 코팅된 연마 물품은 일반적으로 수지성 결합제 재료에 의해 배킹에 접착된 연마 입자를 갖는다. 예에는 배킹에 접착된 정밀 형상화된 연마 복합체를 갖는 구조화된 연마재 및 사포가 포함된다. 연마 복합체는 일반적으로 연마 입자 및 수지성 결합제를 포함한다.
- [0002] 접합된 연마 물품은 수지성 또는 유리질(vitreous)일 수 있는 결합제 매트릭스 내에 보유된 연마 입자를 포함한다. 결합제와 연마제의 이러한 혼합물은 전형적으로 블록, 스틱, 또는 휠로 형상화된다. 예에는 그라인드스톤(grindstone), 컷오프 휠(cutoff wheel), 혼(hone), 및 웨트스톤(whetstone)이 포함된다.
- [0003] 예를 들어 코팅된 연마 물품 및 접합된 연마 물품과 같은 연마 물품 내의 연마 입자의 정밀한 배치 및 배향은 수년 동안 지속적인 관심의 원천이 되어 왔다.
- [0004] 예를 들어, 코팅된 연마 물품은 분쇄된 연마 입자를 배킹에 수직인 종축과 정렬시키기 위해 연마 입자의 정전 코팅과 같은 기술을 사용하여 제조되어 왔다. 마찬가지로, 형상화된 연마 입자는 미국 특허 출원 공개 제 2013/0344786 A1호(키퍼트(Keipert))에 개시된 바와 같은 기계적 방법에 의해 정렬되어 왔다. 또한, 미국 특허 제1,930,788호(버크너(Buckner))는 접합된 연마 물품에서 철 분진의 얇은 코팅을 갖는 연마 그레인을 배향시키기 위한 자속의 사용을 기술한다.
- [0005] 자성 재료를 연마 입자에 접합하기 위한 새로운 재료 및 방법에 대한 지속적인 필요성이 존재한다.

**발명의 내용**

[0006] 따라서, 일 태양에서, 본 발명은 외부 표면을 갖는 세라믹 입자; 및 외부 표면 상의 연속 금속 코팅을 포함하는 자화가능한 연마 입자를 제공하며; 세라믹 입자의 코어 경도는 15 GPa 이상이고; 연속 금속 코팅은 철, 코발트 또는 철과 코발트의 합금의 용액상 열 침착된 층을 포함하고; 연속 금속 코팅의 두께는 1000 nm 미만이다.

[0007] 상기의 발명의 내용은 본 발명의 각각의 예시된 실시 형태 또는 모든 구현 형태를 설명하고자 하는 것은 아니다. 추가의 특징 및 이점이 하기의 실시 형태에서 개시된다. '도면' 및 하기의 '발명을 실시하기 위한 구체적인 내용'은 본 명세서에 개시된 원리를 사용하는 소정 실시 형태를 더 구체적으로 예시한다.

**정의**

[0009] 하기에 정의된 용어들에 대해, 하기의 정의에서 사용된 용어의 수정에 대한 구체적인 언급에 기초하여 청구범위 또는 본 명세서의 다른 어디에서든 상이한 정의가 제공되지 않는 한, 이러한 정의가 청구범위를 포함하여, 전체 본 명세서에 적용될 것이다:

[0010] 수치 값 또는 형상과 관련하여 용어 "약" 또는 "대략"은 수치 값 또는 성질 또는 특성의 +/- 5%를 의미하지만, 또한 정확한 수치 값뿐만 아니라 수치 값 또는 성질 또는 특성의 +/- 5% 이내의 임의의 좁은 범위도 명백히 포함한다. 예를 들어, "약" 100℃의 온도는 95℃ 내지 105℃의 온도를 지칭하지만, 또한 예를 들어 정확히 100℃의 온도를 포함하는, 그 범위 내의 임의의 더 좁은 범위의 온도 또는 심지어 단일 온도를 명백히 포함한다. 예를 들어, "약" 1 Pa-sec의 점도는 0.95 내지 1.05 Pa-sec의 점도를 말하지만, 정확하게 1 Pa-sec의 점도를 또한 명확히 포함한다. 유사하게, "실질적으로 정사각형"인 주연부(perimeter)는, 각각의 측면 에지가 임의의 다른 측면 에지의 길이의 95% 내지 105%인 길이를 갖는 4개의 측면 에지를 갖는 기하학적 형상을 기술하려는 것이지만, 각각의 측면 에지가 정확하게 동일한 길이를 갖는 기하학적 형상을 또한 포함한다.

[0011] 특성 또는 특징과 관련하여 용어 "실질적으로"는 특성 또는 특징이, 그러한 특성 또는 특징과 정반대의 것이 나타나는 것보다 더 큰 정도로 나타난다는 것을 의미한다. 예를 들어, "실질적으로" 투명한 기재는 투과시키지 못하는 (예를 들어, 흡수하고 반사하는) 것보다 더 많은 방사선(예를 들어, 가시광)을 투과시키는 기재를 지칭한다. 따라서, 그것의 표면에 입사하는 가시광의 50% 초과를 투과시키는 기재는 실질적으로 투명하지만, 그것의 표면에 입사하는 가시광의 50% 이하를 투과시키는 기재는 실질적으로 투명하지 않다.

[0012] 용어 "세라믹"은 산소, 탄소, 질소, 또는 황과 조합된 적어도 하나의 금속 원소(규소를 포함할 수 있음)로 제조된 다양한 경질, 취성, 내열성 및 내부식성 재료 중 임의의 것을 지칭한다. 세라믹은 예를 들어 결정질 또는 다결정질일 수 있다.

[0013] 용어 "페리자성"(ferrimagnetic)은 페리자성(ferrimagnetism)을 나타내는 재료를 지칭한다. 페리자성은 고체에서 발생하는 영구 자성의 한 유형으로, 개별 원자와 연관된 자기장이 일부는 (강자성(ferromagnetism)에서와 같이) 평행하게 또는 동일한 방향으로, 그리고 그 밖의 것은 (반강자성(antiferromagnetism)에서와 같이) 대체로 역평행하게 또는 반대 방향으로 쌍을 이루도록 자체적으로 자발적으로 정렬된다. 페리자성 재료의 단결정의 자

성 거동은 평행 정렬에 기인할 수 있으며; 역평행 배열에서의 이들 원자의 회석 효과는 이들 재료의 자성 강도를 금속 철과 같은 순수 강자성(ferromagnetic) 고체의 자성 강도보다 대체로 더 작게 유지한다. 페리자성은 페라이트로 알려진 자성 산화물에서 주로 발생한다. 페리자성을 생성하는 자발적 정렬은, 각각의 페리자성 재료의 특징인 퀴리점(Curie point)으로 불리는 온도 초과에서 완전히 파괴된다. 재료의 온도가 퀴리점 미만으로 되면, 페리자성이 회복된다.

- [0014] 용어 "강자성"은 강자성을 나타내는 재료를 지칭한다. 강자성은 소정의 전기적으로 대전되지 않은 재료가 다른 재료를 강하게 끌어당기는 물리적 현상이다. 다른 물질과는 대조적으로, 강자성 재료는 쉽게 자화되며, 강한 자기장에서 자화는 포화로 불리는 분명한 한계에 접근한다. 자기장이 인가된 다음 제거될 때, 자화는 그의 원래 값으로 되돌아가지 않는다. 이러한 현상은 이력 현상으로 지칭된다. 각각의 재료에 대해 일반적으로 상이한 퀴리점으로 불리는 소정 온도로 가열될 때, 강자성 재료는 그의 특징적인 특성을 잃고 자성이 아니게 되지만; 냉각 시에 다시 강자성으로 된다.
- [0015] 용어 "자성" 및 "자화된"은 달리 명시되지 않는 한 20℃에서 강자성 또는 페리자성이거나, 그렇게 제조될 수 있음을 의미한다.
- [0016] 용어 "자기장"은 임의의 천체 또는 천체들(예컨대, 지구 또는 태양)에 의해 생성되지 않는 자기장을 지칭한다. 일반적으로, 본 발명의 실시예 사용되는 자기장은 자화가능한 연마 입자가 배향되는 영역에서의 전체 강도가 약 10 가우스(1 mT) 이상, 바람직하게는 약 100 가우스(10 mT) 이상, 그리고 더 바람직하게는 약 1000 가우스(0.1 T) 이상이다.
- [0017] 용어 "자화가능한"은 자화될 수 있거나 이미 자화된 상태에 있음을 의미한다.
- [0018] 용어 "형상화된 연마 입자"는 생성되는 세라믹 본체가 비-랜덤하게 형상화되도록 그의 제조 동안 일부 지점에 의도적으로 형상화된(예를 들어, 압출된, 다이 컷팅된, 성형된, 스크린-인쇄된) 세라믹 연마 입자를 지칭한다. 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "형상화된 연마 입자"는 기계적 분쇄 또는 밀링 작업에 의해 얻어지는 세라믹체를 배제한다.
- [0019] 용어 "판상의 분쇄된 연마 입자"는 폭 및 길이보다 작은 두께를 특징으로 하는 소판(platelet) 및/또는 플레이크(flake)와 유사한 분쇄된 연마 입자를 지칭한다. 예를 들어, 두께는 길이 및/또는 폭의 1/2, 1/3, 1/4, 1/5, 1/6, 1/7, 1/8, 1/9보다 작거나, 심지어 1/10보다 작을 수 있다. 마찬가지로, 폭은 길이의 1/2, 1/3, 1/4, 1/5, 1/6, 1/7, 1/8, 1/9보다 작거나, 심지어 1/10보다 작을 수 있다.
- [0020] 용어 "본질적으로 부재하는"은, 지칭되는 물체의 총 중량을 기준으로, 5 중량% 미만(예컨대, 4, 3, 2, 1, 0.1 중량% 미만, 또는 심지어 0.01 중량% 미만, 또는 심지어 완전히 부재함)으로 포함하는 것을 의미한다.
- [0021] 용어 "형상화된 연마 입자"는 연마 입자의 적어도 일부분이, 정밀 형상화된 연마 입자를 형성하도록 소결되는 진구체 정밀 형상화된 연마 입자를 형성하는 데 사용되는 주형 공동으로부터 복제된 미리 결정된 가공된 형상을 갖는 연마 입자를 지칭한다. 정밀-형상화된 연마 입자는 일반적으로 연마 입자를 형성하기 위해 사용되었던 주형 공동을 실질적으로 복제하는 미리 결정된 기하학적 형상을 가질 것이다.
- [0022] 용어 "길이"는 물체의 최장 치수를 지칭한다.
- [0023] 용어 "폭"은 물체의 길이에 수직인 물체의 최장 치수를 지칭한다.
- [0024] 용어 "두께"는 물체의 길이 및 폭 둘 모두에 수직인 물체의 최장 치수를 지칭한다.
- [0025] 용어 "중형비"는 입자의 질량 중심을 통한 입자의 단축에 대한 입자의 질량 중심을 통한 입자의 장축의 비로서 정의된다.
- [0026] 접미사 "(들)"은 수식된 단어가 단수 또는 복수일 수 있음을 나타낸다.
- [0027] 용어 "자기 포화"(magnetic saturation)는 자기장에서 얻어질 수 있는 최대 유도 자기 모멘트이다.
- [0028] 용어 "자기 잔류"(magnetic remanence)는 외부 자기장을 0으로 감소시킬 때 재료 내에서 지속되는 자화이다.
- [0029] 용어 "보자력"은 재료의 유도 자화가 0이 되는 외부 자기장 강도이다.
- [0030] 용어 "단분산"은 모든 입자가 대략 동일한 크기인 크기 분포를 기술한다.
- [0031] 단수 형태 ("a", "an", 및 "the")의 용어는, 내용이 명확히 달리 나타내지 않는 한, 복수의 지시 대상을 포함한다.

다. 따라서, 예를 들어, "화합물"을 함유하는 재료에 대한 언급은 둘 이상의 화합물의 혼합물을 포함한다.

**도면의 간단한 설명**

[0032] 첨부 도면과 관련하여 본 발명의 다양한 실시 형태의 하기의 상세한 설명을 고찰할 때 본 발명이 더 완전히 이해될 수 있다.

도 1은 본 발명의 실시 형태에서 자화가능한 입자를 제조하는 방법을 예시한다.

도 2는 본 발명에 따른 연마 물품을 제조하기에 유용한 예시적인 자화가능한 연마 입자(로드(rod))(100)의 개략적 사시도이다.

도 2a는 선 2A-2A를 따라 취한 자화가능한 연마 로드(100)의 개략 단면도이다.

도 2b는 본 발명에 따른 예시적인 자화가능한 형상화된 연마 입자의 개략적 평면도이다.

도 2c는 선 2C-2C를 따라 취한 자화가능한 형상화된 연마 입자의 개략 단면도이다.

도 3은 응집된 자화가능한 연마 입자를 도시하는 개략 사시도이다.

도 4는 응집되지 않은 자화가능한 연마 입자를 도시하는 개략 사시도이다.

도 5는 본 발명에 따른 코팅된 연마 물품의 단면도이다.

일정한 축적으로 도시되지 않을 수 있는 전술된 도면은 본 발명의 다양한 실시 형태를 개시하고 있지만, 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용에 언급된 바와 같이 다른 실시 형태가 또한 고려된다. 모든 경우에, 이러한 개시 내용은 명백한 제한에 의해서가 아니라 예시적인 실시 형태의 표현으로서 현재 개시되는 발명을 기술한다. 본 발명의 범주 및 사상에 속하는 많은 다른 변형 및 실시 형태가 당업자에 의해 고안될 수 있는 것이 이해되어야 한다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0033] 본 발명의 임의의 실시 형태를 상세히 설명하기 전에, 본 발명은 그의 응용에 있어서 하기의 설명에 기재된 구성요소들의 사용, 구성, 및 배열의 상세 사항으로 제한되지 않음이 이해된다. 본 발명은 다른 실시 형태가 가능하며, 본 명세서를 읽을 때 당업자에게 명백해질 다양한 방법으로 실시되거나 수행될 수 있다. 또한, 본 명세서에 사용된 표현 및 용어는 설명의 목적을 위한 것이며, 제한적인 것으로 간주되어서는 안 됨이 이해된다. 본 명세서에서 "포함하는" "구비하는" 또는 "갖는" 및 이들의 활용형의 사용은 그 뒤에 열거된 항목 및 그 등가물뿐만 아니라 추가 항목을 포함함을 의미한다. 다른 실시 형태가 이용될 수 있고, 구조적 또는 논리적 변화가 본 발명의 범주로부터 벗어남이 없이 이루어질 수 있음이 이해된다.

[0034] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 종점(endpoint)에 의한 수치 범위의 언급은 그 범위 내에 포함되는 모든 수를 포함한다(예를 들어, 1 내지 5는 1, 1.5, 2, 2.75, 3, 3.8, 4, 및 5 등을 포함한다).

[0035] 달리 나타내지 않는 한, 본 명세서 및 실시 형태에 사용되는, 성분의 양, 특성의 측정치 등을 표현하는 모든 수는 모든 경우에 용어 "약"에 의해 수식되는 것으로 이해되어야 한다. 따라서, 반대로 지시되지 않는 한, 전술한 명세서 및 첨부된 실시 형태의 목록에 기재된 수치 파라미터는 본 발명의 교시 내용을 이용하는 당업자가 얻고자 하는 원하는 특성에 따라 달라질 수 있다. 최소한으로, 그리고 청구된 실시 형태의 범주에 대한 균등론의 적용을 제한하려는 시도로서가 아니라, 각각의 수치 파라미터는 보고된 유효 숫자의 수의 관점에서 그리고 통상의 반올림 기법을 적용함으로써 적어도 해석되어야 한다.

[0036] 입자 상에, 특히 연마 입자 상에 금속 코팅을 제공하는 것은 다양한 기술을 사용하여 많은 다양한 시도가 이루어지는 지속적인 도전이었다. 예를 들어, 철-기반 코팅의 무전해 또는 물리적 증착이 있다. 그러나, 이러한 이전의 접근법 둘 모두는 문제를 나타낸다.

[0037] 소성된 연마 입자 상에 금속 코팅을 제공하는 것에 의해 발생하는 다른 문제는 응집체가 형성되는 경향이다.

[0038] 본 명세서에 기재된 방법을 사용하여 제조된 철 코팅은 물리적 증착으로부터의 스테인리스 강 304보다 자성 특성이 개선되며, 무전해 침착으로부터의 니켈 금속보다 자성 특성이 우수할 뿐만 아니라 환경 건강 및 안전 문제가 더 적다. 물리적 증착과 관련하여, 본 명세서에 제공된 일부 실시 형태가 또한 바람직하는데, 그 이유는 코팅이 대기압에서 그리고 자본-집약적 진공 발생기 없이 일어날 수 있기 때문이다.

- [0039] 또한, 더 높은 자성 반응을 제공하고 입자 상에 존재하는 코팅 재료의 양을 감소시킬 필요가 있다. 이는 매우 작은 비자성 입자, 예를 들어 500 μm 미만의 길이의 입자에 대해 특히 그러하다.
- [0040] 도 1은 본 발명의 실시 형태에서 자화가능한 입자를 제조하는 방법을 예시한다. 용액상 침착 용기(10)는 코팅을 위한 입자(20)를 수용할 수 있다. 코팅 재료(30), 예를 들어 자성 전구체 재료가 용기(10)에 의해 수용된다. 일 실시 형태에서, 자성 전구체 재료(30)는 용액의 일부로서 제공된다. 용기(10)는 용액(12) 내에서의 입자(16)의 코팅을 용이하게 한다. 일부 실시 형태에서, 코팅을 달성하기 위해 소정 기간(50) 동안 열(40)이 용기(10)에 제공된다. 용액(12)은, 예를 들어 교반 스틱(14)으로 표시된 바와 같이 교반될 수 있다. 충분한 코팅이 적용된 후에, 자화가능한 입자(60)가 용기(10)로부터 제거된다.
- [0041] 용액상 침착에 의해 생성된 자화가능한 입자(60)는 그의 높은 자기 포화, 낮은 보자력, 및 높은 도자성(permeability)으로 인해 자기장에 매우 반응성이다. 물리적 증착을 통해 적용된 스테인리스 강 코팅은 비자성 크롬 및 덜 자성인 니켈의 첨가로 인해 순수 철의 자기 포화의 대략 75%의 자기 포화를 가질 것이다. 또한, 다른 방법에 필요한 것보다 적은 코팅 재료를 사용하는 것이 가능하며, 이는 연마 입자가 연마 물품 내에 정렬된 후에 코팅이 일반적으로 유용하지 않기 때문에 이점이 있다.
- [0042] 도 1에 약술된 공정은 또한 연속 금속 코팅을 제공하고 코팅된 입자의 응집을 피하면서 대기압에서 그리고 비교적 낮은 온도에서 수행될 수 있기 때문에 이전의 접근법에 비해 이점을 제공한다. 예를 들어, 도 1의 공정은 200℃만큼 낮거나, 190℃만큼 낮거나, 180℃만큼 낮거나, 170℃만큼 낮거나, 160℃만큼 낮거나, 150℃만큼 낮거나, 140℃만큼 낮거나, 130℃만큼 낮거나, 120℃만큼 낮거나, 또는 110℃만큼 낮거나, 또는 100℃만큼 낮거나, 또는 90℃만큼 낮거나, 또는 80℃만큼 낮은 온도에서 달성될 수 있다.
- [0043] 자성 재료는 가열될 때 금속으로 분해되는 유기금속 전구체일 수 있다. 예를 들어, 자성 전구체 재료는 철 펜타카르보닐, 페로센, 사이클로펜타다이에닐철 다이카르보닐 이량체, 다이코발트 옥타카르보닐, 테트라코발트 오데칼카르보닐, 코발트 카르보닐 니트로실, 코발토센, 및 사이클로펜타다이에닐코발트 다이카르보닐일 수 있다.
- [0044] 추가적으로, 다른 금속 재료 또는 그의 유기금속 전구체가 금속 합금계 코팅을 형성하는 데 유용할 수 있다. 예를 들어, 니켈, 규소, 몰리브덴, 크롬, 구리, 망간, 알루미늄, 및 바나듐은 관심 대상일 수 있는 철 및/또는 코발트와 합금을 형성할 수 있다.
- [0045] 입자는 알루미늄이나 섬유, 유리 비드, 유리 버블, 탄화규소 섬유, 다이아몬드, 질화붕소, 성형된 연마 입자, 형상화된 연마 입자, 분쇄된 연마 입자, 유리 섬유, 실리카, 티타니아, 활성탄, 또는 자성 코팅으로부터 이득을 얻을 임의의 다른 적합한 입자일 수 있다.
- [0046] 본 명세서에 기재된 방법 및 시스템의 한 가지 이점은 금속 코팅이 비교적 낮은 온도에서 적용될 수 있다는 것이다. 예를 들어, 온도는 200℃ 미만일 수 있다. 비교적 낮은 온도는 코팅 시스템의 구성에 있어서 더 많은 유연성을 허용한다. 예를 들어, 실리콘 오일 베스를 사용하여 도 1의 용기(10)와 같은 용기에 열을 제공할 수 있다.
- [0047] 생성된 코팅은 연속적인 단일형(unitary) 금속 코팅이다. 예를 들어, 연속 코팅은 별개의 미립자를 포함하지 않는 코팅을 지칭한다. 단일형 코팅은 단일형 유닛인, 예를 들어 별개의 금속 입자들의 응집체가 아닌 금속 코팅을 지칭한다. 일 실시 형태에서, 금속 코팅은 철 합금 코팅이다. 합금은 또한 코발트, 크롬, 니켈, 망간, 또는 임의의 다른 적합한 금속을 함유할 수 있다.
- [0048] 도 2 및 도 2a를 참조하면, 예시적인 자화가능한 연마 입자(100)는 외부 표면(130) 상에 배치된 금속 코팅(120)을 갖는 세라믹 입자(110)이다. 도 2a의 실시 형태에서, 금속 코팅(120)은 세라믹 입자(110)의 전체 외측 표면(130) 상에 있다. 대안적으로, 금속 코팅(120)은 세라믹 입자(110)의 외부 표면(130)의 일부 상에 있을 수 있다. 일부 실시 형태에서, 금속 코팅(120)은 연속 금속 코팅일 수 있다. 도 2 및 도 2a의 실시 형태에서, 세라믹 입자(110)는 원통형 형상이다. 다른 실시 형태에서, 예를 들어 도 2b 및 도 2c에서, 예시적인 자화가능한 연마 입자(200)는 외부 표면(230) 상에 배치된 금속 코팅(270)을 갖는 절두 삼각형 피라미드 세라믹 입자(260)를 포함한다. 금속 코팅(270)은 측면(225a, 225b, 225c)에 의해 서로 연결된 서로 반대편에 있는 주 표면(221, 223)을 갖는다. 그러나, 로드(100) 및 절두 삼각형 피라미드 세라믹 입자(260)가 예시되어 있지만, 다른 입자가 또한 사용될 수 있음이 명백히 고려된다.
- [0049] 세라믹 입자는 임의의 연마 재료의 입자일 수 있다. 유용한 세라믹 재료에는, 예를 들어, 용융 산화알루미늄, 열처리된 산화알루미늄, 백색 용융 산화알루미늄, 세라믹 산화알루미늄 재료, 예를 들어 미국 미네소타주 세인트

트 폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니(3M Company)로부터 쓰리엠 세라믹 어브레이시브 그레인(3M CERAMIC ABRASIVE GRAIN)으로 구매가능한 것, 흑색 탄화규소, 녹색 탄화규소, 이붕화티타늄, 탄화붕소, 탄화티타늄, 탄화티타늄, 입방정 질화붕소, 가넷, 용융 알루미늄아 지르코니아, 졸-겔 유도된 세라믹(예를 들어, 크로미아, 세리아, 지르코니아, 티타니아, 실리카, 및/또는 산화주석으로 도핑된 알루미늄 세라믹), 실리카(예를 들어, 석영, 유리 비드, 유리 버블 및 유리 섬유), 장식, 또는 플린트(flint)가 포함된다. 졸-겔 유도된 분쇄된 세라믹 입자의 예에는 미국 특허 제4,314,827호(레이티저(Leitheiser) 등), 제4,623,364호(코트링어(Cottringer) 등); 제4,744,802호(슈바벨(Schwabel)), 제4,770,671호(몬로(Monroe) 등); 및 제4,881,951호(몬로 등)에서 찾아볼 수 있다. 졸-겔-유래 연마 입자를 제조하는 방법에 관한 추가의 상세 사항은 예를 들어 미국 특허 제4,314,827호(레이티저); 제5,152,917호(피퍼(Pieper) 등); 제5,213,591호(셀릭카야(Celikkaya) 등); 제5,435,816호(스퍼게온(Spurgeon) 등), 제5,672,097호(후프만(Hoopman) 등), 제5,946,991호(후프만 등), 제5,975,987호(후프만 등), 및 제6,129,540호(후프만 등)와, 미국 특허 출원 공개 제2009/0165394 A1호(쿨러(Culler) 등) 및 제2009/0169816 A1호(에릭슨(Erickson) 등)에서 찾아 볼 수 있다.

- [0050] 세라믹 입자는 형상화되거나(예를 들어, 정밀 형상화되거나) 또는 랜덤(예를 들어, 분쇄되고/되거나 판상)일 수 있다. 형상화된 세라믹 입자 및 정밀 형상화된 세라믹 입자는, 예를 들어 미국 특허 제5,201,916호(베르그(Berg)), 제5,366,523호(로웬호스트(Rowenhorst)(Re 35,570호)), 제5,984,988호(베르그), 제8,142,531호(아데프리스(Adefris) 등), 및 미국 특허 제8,764,865호(보덴(Boden) 등)에 기재된 바와 같은 졸-겔 기술을 사용하는 성형 공정에 의해 제조될 수 있다.
- [0051] 미국 특허 제8,034,137호(에릭슨 등)는 특정 형상으로 형성된 다음에 분쇄되어, 그들의 원래 형상 특징부의 일부분을 보유하는 샤드(shard)를 형성한 세라믹 알루미늄 입자를 기재한다. 일부 실시 형태에서, 세라믹 입자는 정밀 형상화된다(즉, 세라믹 입자는 입자를 제조하기 위해 사용되는 생산 공구 내의 공동의 형상에 의해 적어도 부분적으로 결정되는 형상을 갖는다).
- [0052] 세라믹 입자의 예시적인 형상은 분쇄된 피라미드(예를 들어, 3-, 4-, 5-, 또는 6-면 피라미드), 절두 피라미드(예를 들어, 3-, 4-, 5-, 또는 6-면 절두 피라미드), 원추, 절두 원추, 로드(예를 들어, 원통형, 벌레형(vermiform)), 및 프리즘(예를 들어, 3-, 4-, 5-, 또는 6-면 프리즘)을 포함한다. 일부 실시 형태(예를 들어, 절두 피라미드 및 프리즘)에서, 세라믹 입자는 복수의 측부 소면(facet)에 의해 서로 연결되는 2개의 서로 반대편에 있는 주 소면을 갖는 소판을 각각 포함한다.
- [0053] 일부 실시 형태에서, 세라믹 입자는 바람직하게는 종횡비가 1.73 이상, 2 이상, 3 이상, 5 이상, 또는 심지어 10 이상인 분쇄된 연마 입자를 포함한다.
- [0054] 바람직하게는, 본 발명의 실시예에 사용되는 세라믹 입자는 코어 경도가 6 GPa 이상, 7 GPa 이상, 8 GPa 이상, 또는 15 GPa 이상이다.
- [0055] 연마 입자 및 이의 제조 방법에 사용하기 적합한 세라믹 입자에 관한 추가의 상세 사항은, 예를 들어 미국 특허 제8,142,531호(아데프리스 등); 제8,142,891호(쿨러 등); 및 제8,142,532호(에릭슨 등); 및 미국 특허 출원 공개 제2012/0227333호(아데프리스 등); 제2013/0040537호(슈바벨 등); 및 제2013/0125477호(아데프리스)에서 찾아볼 수 있다.
- [0056] 일부 실시 형태에서, 금속 코팅은 세라믹 입자를 덮어서 이를 둘러싼다. 금속 코팅은 별개의 금속 입자 대신에 단일 금속 코팅으로 이루어진 단일형 자화가능한 재료일 수 있다. 금속 코팅에 사용하기 위한 예시적인 유용한 자화가능한 재료는 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금을 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 금속 코팅은 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금으로 본질적으로 이루어지며, 예를 들어, 95% 초과금속 코팅이 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금으로 구성된다.
- [0057] 금속 코팅의 두께는 1000 nm 미만, 500 nm 미만, 300 nm 미만, 200 nm 미만, 100 nm 미만, 또는 50 nm 미만이다.
- [0058] 자성 금속 코팅의 자기 포화는 바람직하게는 18 kOe의 전계 강도로 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 또는 10 emu/g 이상이다. 일부 실시 형태에서, 금속 코팅의 자기 포화는 18 kOe의 전계 강도로 10 emu/g 초과, 예컨대 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 또는 60 emu/g 이상이다. 일부 실시 형태에서, 금속 코팅의 자기 포화는 18 kOe의 전계 강도로 65 또는 70 emu/g 이상이다. 일부 실시 형태에서, 금속 코팅의 자기 포화는 18 kOe의 전계 강도로 75, 80, 85, 90 또는 95 emu/g 이상이다. 일부 실시 형태에서, 금속 코팅의 자기 포화는 18 kOe의 전계 강도로 100, 115, 120, 125, 130, 또는 135 emu/g 이상이다. 금속 코팅의 자기 포화는 전형적으로 250 emu/g 이

하이다. 더 높은 자기 포화는 세라믹 입자의 질량당 더 적은 금속 코팅을 갖는 자화가능한 세라믹 입자를 제공하는 것을 가능하게 할 수 있다.

- [0059] 일부 실시 형태에서, 금속 코팅의 보자력은 300 Oe(외르스테드) 미만이다. 일부 실시 형태에서, 보자력은 250, 200, 150, 또는 100 Oe 미만이다. 보자력은 전형적으로 1 Oe 이상이고, 일부 실시 형태에서는 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 또는 50 Oe 이상이다. 일부 실시 형태에서, 자기 포화( $M_s$ )에 대한 자기 잔류( $M_r$ )의 비는 25% 미만이다.
- [0060] 본 발명에 따른 자화가능한 연마 입자의 제조 방법은 연속적일 수 있거나 그렇지 않을 수 있는 일련의 순차적인 단계들을 포함한다.
- [0061] 한 단계에서, 입자가 제공되며, 각각의 입자는 각각의 외부 표면을 갖는다. 일 실시 형태에서, 입자는 세라믹 입자이지만, 기재된 방법은 세라믹 입자로 제한되도록 의도되지 않으며, 자성 코팅으로부터 이득을 얻을 수 있는 임의의 적합한 입자에 사용될 수 있다.
- [0062] 본 방법은 또한 세라믹 입자의 외부 표면을 용액상 열 침착을 통해 연속 금속 코팅으로 코팅하는 단계를 포함한다. 금속 코팅은 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금을 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 세라믹 입자는 산화알루미늄, 또는 다시 말해 알루미늄을 포함한다. 예를 들어, 일부 실시 형태에서, 세라믹 입자는 50, 60, 70, 80, 90, 95, 또는 심지어 100% 이상의 알루미늄을 포함한다. 세라믹 입자가 100 중량% 미만의 알루미늄을 포함하는 경우, 세라믹 입자의 나머지는 전형적으로 금속 산화물이다. 용액상 열 침착은 전형적으로 본질적으로 대기압에서 수행된다. 용액상 열 침착은 종종 불활성 분위기 하에 교반 반응기에서 수행된다. 일부 실시 형태에서, 용액상 열 침착은 연속 관형 반응기에서 수행된다. 일부 실시 형태에서, 용액상 열 침착은 철 펜타카르보닐의 열 분해를 포함한다. 그러나, 자성 전구체 재료는 또한 페로센, 사이클로펜타다이에닐철 다이카르보닐 이량체, 다이코발트 옥타카르보닐, 테트라코발트 도데칼카르보닐, 코발트 카르보닐 니트로실, 코발토센, 사이클로펜타다이에닐코발트 다이카르보닐, 또는 다른 적합한 전구체중 임의의 것일 수 있다.
- [0063] 자화가능한 연마 입자 및/또는 본 발명에 따른 그의 제조에 사용되는 세라믹 입자는 연마제 산업에서 인식되는 특정 공칭 등급에 따라 독립적으로 크기설정될 수 있다. 예시적인 연마 산업 공인 등급 표준은 ANSI(American National Standards Institute), FEPA(Federation of European Producers of Abrasives), 및 JIS(Japanese Industrial Standard)에 의해 공표된 것들을 포함한다. ANSI 등급 명칭(즉, 규정 공칭 등급)은 예를 들어 ANSI 4, ANSI 6, ANSI 8, ANSI 16, ANSI 24, ANSI 36, ANSI 46, ANSI 54, ANSI 60, ANSI 70, ANSI 80, ANSI 90, ANSI 100, ANSI 120, ANSI 150, ANSI 180, ANSI 220, ANSI 240, ANSI 280, ANSI 320, ANSI 360, ANSI 400, 및 ANSI 600을 포함한다. FEPA 등급 명칭은 F4, F5, F6, F7, F8, F10, F12, F14, F16, F16, F20, F22, F24, F30, F36, F40, F46, F54, F60, F70, F80, F90, F100, F120, F150, F180, F220, F230, F240, F280, F320, F360, F400, F500, F600, F800, F1000, F1200, F1500, 및 F2000을 포함한다. JIS 등급 명칭은 JIS8, JIS12, JIS16, JIS24, JIS36, JIS46, JIS54, JIS60, JIS80, JIS100, JIS150, JIS180, JIS220, JIS240, JIS280, JIS320, JIS360, JIS400, JIS600, JIS800, JIS1000, JIS1500, JIS2500, JIS4000, JIS6000, JIS8000, 및 JIS10,000을 포함한다.
- [0064] 대안적으로, 본 발명에 따른 제조에 사용되는 자화가능한 연마 입자 및/또는 세라믹 입자는 ASTM E-11 "시험 목적을 위한 쇄그물 및 체에 대한 표준 규격(Standard Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes)"에 따른 미국 표준 시험 체를 사용하여 공칭 선별 등급으로 등급화될 수 있다. ASTM E-11은 지정된 입자 크기에 따른 재료의 분류를 위해 프레임에 장착된 짜여진 쇄그물 매체를 사용하여 시험 체의 설계 및 구성에 대한 요건을 규정하고 있다. 전형적인 명칭은 -18+20으로 나타낼 수 있는데, 이는 세라믹 입자가 18번 체에 관한 ASTM E-11 규격을 충족시키는 시험 체를 통과하고 20번 체에 관한 ASTM E-11 규격을 충족시키는 시험 체에 걸려 보유된다는 것을 의미한다. 일 실시 형태에서, 세라믹 입자는 대부분의 입자가 18 메시(mesh) 시험 체를 통과하고 20, 25, 30, 35, 40, 45, 또는 50 메시 시험 체에 걸려 유지될 수 있게 하는 입자 크기를 갖는다. 다양한 실시 형태에서, 세라믹 입자는 공칭 선별 등급이 -18+20, -20+25, -25+30, -30+35, -35+40, -40+45, -45+50, -50+60, -60+70, -70+80, -80+100, -100+120, -120+140, -140+170, -170+200, -200+230, -230+270, -270+325, -325+400, -400+450, -450+500, 또는 -500+635일 수 있다. 대안적으로, -90+100과 같은 맞춤 메시 크기(custom mesh size)가 사용될 수 있다.
- [0065] 용액상 열 침착을 통해 세라믹 입자를 연속 금속 코팅으로 코팅하는 방법은 그렇게 형성된 자화가능한 연마 입자의 응집을 감소시킬 수 있는 것으로 밝혀졌다.

- [0066] "응집체"는 전하 또는 극성에 의해 결속될 수 있는 입자 입자들 사이의 약한 회합을 지칭하며 더 작은 실체로 분해될 수 있다. 도 3은 응집체 형태의 자화가능한 연마 입자의 일부 예를 도시한다. 응집체는 응집체(300, 301, 302)의 경우와 같이 서로 응집된 적어도 2개의 자화가능한 연마 입자를 포함한다. 다른 실시 형태에서, 응집체는 응집체(303)의 경우와 같이 서로 응집된 3개의 자화가능한 연마 입자를 포함한다. 또 다른 실시 형태에서, 응집체는 응집체(304, 305, 또는 306)의 경우와 같이 서로 응집된 4개의 자화가능한 연마 입자를 포함한다. 또 다른 실시 형태(도시되지 않음)에서, 응집체는 서로 응집된 4개 초과 자화가능한 연마 입자를 포함할 수 있다. 응집된 자화가능한 연마 입자는 단일의, 별개의, 응집되지 않은 자화가능한 연마 입자와 동일한 방식으로 배향될 수 없다. 일부 실시 형태에서, 자화가능한 연마 입자의 대부분(즉, 50% 이상)은 도 4에 도시된 바와 같이 별개의 응집되지 않은 입자로서 존재한다. 예를 들어, 자화가능한 연마 입자의 60%, 65%, 70%, 75%, 80%, 85%, 90%, 95%, 또는 99% 이상은 별개의 응집되지 않은 입자로서 존재한다. 일부 실시 형태에서, 자화가능한 연마 입자에는 응집된 자화가능한 연마 입자가 본질적으로 없다.
- [0067] 본 발명에 따라 제조된 자화가능한 연마 입자는 느슨한(loose) 형태(예를 들어, 자유 유동 또는 슬러리 상태)로 사용될 수 있거나, 다양한 연마 물품(예를 들어, 코팅된 연마 물품, 접합된 연마 물품, 부직 연마 물품, 및/또는 연마 브러시)에 포함될 수 있다. 그의 이방성 자성 특성으로 인해, 자화가능한 연마 입자는 제어된 연마 입자 배향 및 위치를 갖는 상기 다양한 연마 물품을 제공하기 위해 자기장을 사용하여 배향 및 조작될 수 있다.
- [0068] 일 실시 형태에서, 연마 물품의 제조 방법은
- [0069] a) 주 표면을 갖는 기재 상에 본 명세서에 기재된 자화가능한 연마 입자를 제공하는 단계; 및
- [0070] b) 자화가능한 연마 입자에 자기장을 인가하여 자화가능한 연마 입자의 대부분이 주 표면에 실질적으로 수직으로 배향되게 하는 단계를 포함한다.
- [0071] 단계 b)에서 자기장이 인가되지 않으면, 생성된 자화가능한 연마 입자는 자기 모멘트를 갖지 않을 수 있고, 구성 연마 입자 또는 자화가능한 연마 입자는 랜덤하게 배향될 수 있다. 그러나, 충분한 자기장이 인가될 때, 자화가능한 연마 입자는 자기장과 정렬되는 경향이 있을 것이다. 유리한 실시 형태에서, 세라믹 입자는 장축(예를 들어, 2의 종횡비)을 가지며, 장축은 자기장에 평행하게 정렬된다. 바람직하게는, 자화가능한 연마 입자의 대부분 또는 심지어 전부는 서로 실질적으로 평행하게 정렬되는 자기 모멘트를 가질 것이다.
- [0072] 자기장은 임의의 외부 자석(예컨대, 영구 자석 또는 전자석)에 의해 공급될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 자기장은 전형적으로 0.5 내지 1.5 kOe의 범위이다. 바람직하게는, 자기장은 개별 자화가능한 연마 입자의 규모에서 실질적으로 균일하다.
- [0073] 연마 물품의 제조를 위해, 결합제(예를 들어, 유리질 또는 유기) 전구체를 경화시켜 연마 물품을 생성하기 전에 자기장을 선택적으로 사용하여 자화가능한 연마 입자를 배치 및/또는 배향할 수 있다. 자기장은 자화가능한 연마 입자가 결합제 내의 제 위치에 고정되기 전에 자화가능한 연마 입자에 걸쳐 실질적으로 균일할 수 있거나 전체에 걸쳐 연속적일 수 있거나, 또는 불균일할 수 있거나, 또는 심지어 별개의 섹션으로 효과적으로 분리될 수 있다. 전형적으로, 자기장의 배향은 미리 결정된 배향에 따른 자화가능한 연마 입자의 정렬을 달성하도록 구성된다.
- [0074] 자기장 구성 및 그를 생성하기 위한 장치의 예가 미국 특허 제8,262,758호(가오(Gao)) 및 미국 특허 제2,370,636호(칼톤(Carlton)), 제2,857,879호(존슨(Johnson)), 제3,625,666호(제임스(James)), 제4,008,055호(파알(Phaal)), 제5,181,939호(네프(Neff)), 및 영국 특허 제1 477 767호(에덴빌 엔지니어링 워크스 리미티드 (Edenville Engineering Works Limited))에 기재되어 있다.
- [0075] 일부 실시 형태에서, 수평 배킹에 대해 수직 또는 경사진 배향을 유지하면서, 자기장을 사용하여 자화가능한 연마 입자를 코팅된 연마 물품의 결합제 전구체 상에 침착시킬 수 있다. 결합제 전구체를 건조 및/또는 적어도 부분적으로 경화시킨 후, 자화가능한 연마 입자는 그의 배치 및 배향으로 고정된다. 대안적으로 또는 추가적으로, 강한 자기장의 존재 또는 부재가 자화가능한 연마 입자를 결합제 전구체 상에 선택적으로 배치하는 데 사용될 수 있다. 자기장이 슬러리 내의 자화가능한 입자에 작용하는 것을 제외하고는, 슬러리 코팅된 연마 물품의 제조를 위해 유사한 공정이 사용될 수 있다. 상기 공정은 또한 부직 배킹 상에서 수행하여 부직 연마 물품을 제조할 수 있다.
- [0076] 마찬가지로, 접합된 연마 물품의 경우에, 자화가능한 연마 입자는 상응하는 결합제 전구체 내에 위치되고/되거나 배향될 수 있으며, 이어서 이는 프레싱되고 경화된다.

- [0077] 도 5를 참조하면, 예시적인 코팅된 연마 물품(500)은 배킹(520) 및 연마 층(530)을 갖는다. 연마 층(530)은 결합체 층(550)에 의해 배킹(520)의 표면(570)에 고정된 본 발명에 따른 자화가능한 연마 입자(540)를 포함한다. 코팅된 연마 물품(500)은 결합체 층(550)과 동일하거나 상이한 결합체를 포함할 수 있는 선택적인 사이즈 층(560)을 추가로 포함할 수 있다. 예를 들어, 예폭시 수지, 우레탄 수지, 페놀 수지, 아미노플라스틱 수지, 또는 아크릴 수지를 포함하는, 연마 물품을 위한 다양한 결합체 층이 알려져 있다.
- [0078] 본 발명에 따른 코팅된 연마 물품의 제조에 관한 추가의 상세 사항은, 예를 들어 미국 특허 제4,314,827호(레이티저 등), 제4,652,275호(블뢰허(Bloecher) 등), 제4,734,104호(브로버그(Broberg)), 제4,751,137호(투메이(Tumey) 등), 제5,137,542호(부카난(Buchanan) 등), 제5,152,917호(피퍼 등), 제5,417,726호(스타우트(Stout) 등), 제5,573,619호(베네딕트(Benedict) 등), 제5,942,015호(콜러 등), 및 제6,261,682호(로(Law))에서 찾아볼 수 있다.
- [0079] 부직 연마 물품은 전형적으로 자화가능한 연마 입자가 결합체에 의해 접합된 다공성(예컨대, 로프티 오픈 다공성(lofty open porous)) 중합체 필라멘트 구조를 포함한다. 본 발명에 따른 부직 연마 물품의 제조에 관한 추가의 상세 사항은, 예를 들어, 미국 특허 제2,958,593호(후버(Hoover) 등), 제4,018,575호(데이비스(Davis) 등), 제4,227,350호(피처(Fitzer)), 제4,331,453호(다우(Dau) 등), 제4,609,380호(바넷(Barnett) 등), 제4,991,362호(하이어(Heyer) 등), 제5,554,068호(카르(Carr) 등), 제5,712,210호(윈디슈(Windisch) 등), 제5,591,239호(에드블롬(Edblom) 등), 제5,681,361호(샌더스(Sanders) 등), 제5,858,140호(버거(Berger) 등), 제5,928,070호(럭스(Lux) 등), 제6,017,831호(비어즐리(Beardsley) 등), 제6,207,246호(모렌(Moren) 등), 및 제6,302,930호(럭스)에서 찾아볼 수 있다.
- [0080] 본 발명에 따른 연마 물품은 공작물을 연마하기에 유용하다. 연마 방법은 스내깅(snagging)(즉, 고압 고스톡(high stock) 제거)으로부터 폴리싱(예를 들어, 코팅된 연마 벨트를 이용한 의료용 임플란트의 폴리싱)까지의 범위이며, 여기서 후자는 전형적으로 더 미세한 등급의 연마 입자로 행해진다. 한 가지 그러한 방법은 연마 물품(예를 들어 코팅된 연마 물품, 부직 연마 물품, 또는 접합된 연마 물품)을 작업편의 표면과 마찰 접촉시키는 단계, 및 연마 물품 또는 작업편 중 적어도 하나를 다른 것 대해 이동시켜 표면의 적어도 일부분을 연마하는 단계를 포함한다.
- [0081] 작업편 재료의 예들은 금속, 금속 합금, 신종(exotic) 금속 합금, 세라믹, 유리, 목재, 목재형 재료, 복합재, 도장면, 플라스틱, 보강 플라스틱, 석재 및/또는 그 조합을 포함한다. 작업편은 평탄하거나 그와 연관된 형태 또는 윤곽을 가질 수 있다. 예시적인 작업편에는 금속 성분, 플라스틱 성분, 파티클보드(particleboard), 캠축(camshafts), 크랭크축(crankshafts), 가구 및 터빈 블레이드(turbine blade)가 포함된다.
- [0082] 본 발명에 따른 연마 물품은 손으로 및/또는 기계와 함께 이용될 수 있다. 연마 물품 및 작업편 중 적어도 하나는 연마 시 다른 하나에 대해 이동된다. 연마는 습식 또는 건식 조건 하에서 수행될 수 있다. 습식 연마를 위한 예시적인 액체는 물, 중래의 방청 화합물을 함유하는 물, 윤활제, 오일, 비누 및 절삭유제(cutting fluid)를 포함한다. 액체는 예를 들어 소포제(defoamer), 탈지제(degreaser)를 또한 포함할 수 있다.
- [0083] **실시 형태**
- [0084] 하기의 실시 형태는 본 발명을 예시하는 것으로 그리고 비제한적인 것으로 의도된다.
- [0085] 실시 형태 1은 자화가능한 입자를 포함한다. 자화가능한 입자는 외부 표면을 갖는 세라믹 입자이다. 자화가능한 입자는 외부 표면 상에 연속 금속 코팅을 갖는다. 세라믹 입자의 코어 경도는 15 GPa 이상이다. 연속 금속 코팅은 철, 코발트 또는 철과 코발트의 합금의 용액상 열 침착된 층을 포함한다. 연속 금속 코팅의 두께는 1000 nm 미만이다.
- [0086] 실시 형태 2는 실시 형태 1의 특징을 포함하지만, 연속 금속 코팅은 철, 코발트 또는 철과 코발트의 합금이다.
- [0087] 실시 형태 3은 실시 형태 1 또는 실시 형태 2의 특징을 포함하지만, 연속 금속 코팅은 95% 초과와 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금이다.
- [0088] 실시 형태 4는 실시 형태 1 내지 실시 형태 3 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 세라믹 입자의 종횡비는 1.73 초과이다.
- [0089] 실시 형태 5는 실시 형태 1 내지 실시 형태 4 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 연마 입자의 금속 코팅은 보자력( $H_c$ )이 200 Oe 미만이다.

- [0090] 실시 형태 6은 실시 형태 1 내지 실시 형태 5 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 연마 입자 상의 금속 코팅은 자기 포화(MS)에 대한 자기 잔류(MR)의 비가 25% 미만이다.
- [0091] 실시 형태 7은 실시 형태 1 내지 실시 형태 6 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 세라믹 입자는 알파 알루미나이다.
- [0092] 실시 형태 8은 실시 형태 1 내지 실시 형태 7 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 세라믹 입자는 연마 입자이다.
- [0093] 실시 형태 9는 실시 형태 1 내지 실시 형태 8 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 세라믹 입자는 형상화된 세라믹 입자이고, 형상은 삼각형 프리즘, 피라미드, 절두 피라미드, 사다리꼴 프리즘, 프리즘, 또는 회전타원체로부터 선택된다.
- [0094] 실시 형태 10은 실시 형태 1 내지 실시 형태 9 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 자화가능한 입자는 경도가 6 GPa 이상이다.
- [0095] 실시 형태 11은 실시 형태 1 내지 실시 형태 10 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 자화가능한 입자는 경도가 15 GPa 이상이다.
- [0096] 실시 형태 12는 실시 형태 1 내지 실시 형태 11 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 자화가능한 입자 상의 금속 코팅은 두께가 1000 nm 미만이다.
- [0097] 실시 형태 13은 실시 형태 1 내지 실시 형태 12 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 자화가능한 입자 상의 금속 코팅은 두께가 100 nm 미만이다.
- [0098] 실시 형태 14는 제1항 내지 제13항 중 임의의 항의 복수의 자화가능한 연마 입자를 갖는 연마 물품을 포함한다.
- [0099] 실시 형태 15는 자화가능한 입자의 제조 방법을 포함한다. 본 방법은 세라믹 입자를 제공하는 단계를 포함하며, 각각의 세라믹 입자는 각각의 외부 표면을 갖는다. 본 방법은 또한 세라믹 입자의 외부 표면을 용액상 열 분해를 통해 연속 금속 코팅으로 코팅하는 단계를 포함한다. 연속 금속 코팅은 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금이다.
- [0100] 실시 형태 16은 실시 형태 15의 특징을 포함하지만, 상기 용액상 열 분해는 본질적으로 대기압에서 수행된다.
- [0101] 실시 형태 17은 실시 형태 15 또는 실시 형태 16의 특징을 포함하지만, 자화가능한 입자는 25% 미만의 응집된 자화가능한 연마 입자를 갖는다.
- [0102] 실시 형태 18은 실시 형태 15 내지 실시 형태 17 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 자화가능한 연마 입자에는 응집된 자화가능한 연마 입자가 본질적으로 없다.
- [0103] 실시 형태 19는 실시 형태 15 내지 실시 형태 18 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 금속 코팅은 단일형 코팅이다.
- [0104] 실시 형태 20은 실시 형태 15 내지 실시 형태 19 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 금속 코팅은 두께가 1000 nm 미만이다.
- [0105] 실시 형태 21은 실시 형태 15 내지 실시 형태 20 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 금속 코팅은 자화가능한 입자의 5 중량% 미만이다.
- [0106] 실시 형태 22는 실시 형태 15 내지 실시 형태 21 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 세라믹 입자는 연마 입자이다.
- [0107] 실시 형태 23은 실시 형태 22의 특징을 포함하지만, 세라믹 연마 입자는 분쇄된 연마 입자 또는 관상 연마 입자이다.
- [0108] 실시 형태 24는 실시 형태 22 내지 실시 형태 23 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 연마 입자는 형상화된 연마 입자이고, 형상은 삼각형 프리즘, 피라미드, 절두 피라미드, 사다리꼴 프리즘, 프리즘, 또는 회전타원체로부터 선택된다.
- [0109] 실시 형태 25는 제15항 내지 제24항 중 임의의 항에 따라 제조된 자화가능한 연마 입자를 포함한다.
- [0110] 실시 형태 26은 자화가능한 입자의 제조 방법을 포함한다. 본 방법은 비-자화가능한 입자를 용액에 제공하는

단계를 포함한다. 각각의 비-자화가능한 입자는 각각의 외측 표면을 갖는다. 본 방법은 또한 금속 화합물 전구체를 용액에 제공하는 단계를 포함한다. 본 방법은 또한 금속 화합물이 열 분해되도록 용액을 가열하여 각각의 비-자화가능한 입자가 금속 코팅을 수용하도록 하는 단계를 포함한다. 본 방법은 또한 용액으로부터 자화가능한 입자를 제거하는 단계를 포함한다.

- [0111] 실시 형태 27은 실시 형태 26의 특징을 포함하지만, 금속 코팅은 금속 미립자가 실질적으로 없는 연속 금속 코팅이다.
- [0112] 실시 형태 28은 실시 형태 26 또는 실시 형태 27의 특징을 포함하지만, 금속 코팅은 단일형 금속 코팅이다.
- [0113] 실시 형태 29는 실시 형태 26 내지 실시 형태 28 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 자화된 입자에는 응집체가 실질적으로 없다.
- [0114] 실시 형태 30은 실시 형태 26 내지 실시 형태 29 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 입자는 알루미늄나섬유, 유리 비드, 유리 버블, 탄화규소 섬유, 다이아몬드, 질화붕소, 성형된 연마 입자, 형상화된 연마 입자, 분쇄된 연마 입자, 유리 섬유, 실리카, 티타니아, 또는 활성탄이다.
- [0115] 실시 형태 31은 실시 형태 26 내지 실시 형태 30 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 입자는 형상화된 연마 입자이고, 형상은 삼각형 프리즘, 피라미드, 절두 피라미드, 사다리꼴 프리즘, 프리즘, 또는 회전타원체로부터 선택된다.
- [0116] 실시 형태 32는 실시 형태 26 내지 실시 형태 31 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 금속 화합물 전구체는 철 펜타카르보닐이다.
- [0117] 실시 형태 33은 실시 형태 26 내지 실시 형태 32 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 금속 코팅은 철, 코발트, 또는 철 또는 코발트를 함유하는 합금이다.
- [0118] 실시 형태 34는 실시 형태 26 내지 실시 형태 33 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 금속 코팅은 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금이다.
- [0119] 실시 형태 35는 실시 형태 26 내지 실시 형태 34 중 임의의 실시 형태의 특징을 포함하지만, 금속 코팅은 95% 초과인 철, 코발트, 또는 철과 코발트의 합금이다.

[0120] **실시예**

[0121] 하기의 실시예는 본 발명을 예시하는 것이며 비제한적인 것으로 의도된다.

[0122] **재료**

[0123] 재료는 이들의 공급처와 함께 표 1에 열거되어 있다. 달리 언급되지 않는 한, 모든 다른 시약은 미국 미주리주 세인트 루이스 소재의 시그마-알드리치 컴퍼니(Sigma-Aldrich Company)와 같은 정제 화학 물질 판매처로부터 입수하였거나 입수할 수 있거나, 공지된 방법에 의해 합성할 수 있다.

[표 1]

재료 목록

명칭	설명	공급처
철	펜타카르보닐철, 99.5%	미국 매사추세츠주 하버힐 소재의 알파 에이사(Alfa Aesar)
다이코발트	1 내지 5%의 핵산으로 안정화된 옥타카르보닐다이코발트	미국 매사추세츠주 하버힐 소재의 알파 에이사
질소	불활성 가스, N <sub>2</sub>	미국 코네티컷주 덴버리 소재의 프랙스에어(Praxair)
m-옥탄	옥탄, 무수, ≥99%	미국 미주리주 세인트 루이스 소재의 시그마-알드리치 코포레이션
테칸	테칸, 무수, ≥99%	미국 미주리주 세인트 루이스 소재의 시그마-알드리치 코포레이션
SAP1	형상화된 연마 입자를 미국 특허 제 8,142,531 호(아테프리스 등)의 개시 내용에 따라 제조하였다. 알루미늄 졸 겔을 등변 삼각형 형상의 폴리프로필렌 주형 공동 내에 성형함으로써 형상화된 연마 입자를 제조하였다. 건조 및 소성 후에, 생성된 형상화된 연마 입자는 대략 98 도의 구배각으로 약 100 μm(면 길이) × 30 μm(두께)였다. 이어서, 형상화된 연마 입자를 미국 특허 제 5,213,591 호(셀틱카야 등)에 기재된 방법에 따라 무기 재료로 코팅하였다.	미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니
SAP2	형상화된 연마 입자를 미국 특허 제 8,142,531 호(아테프리스 등)의 개시 내용에 따라 제조하였다. 알루미늄 졸 겔을 등변 삼각형 형상의 폴리프로필렌 주형 공동 내에 성형함으로써 형상화된 연마 입자를 제조하였다. 건조 및 소성 후에, 생성된 형상화된 연마 입자는 대략 98 도의 구배각으로 약 1.4 mm(면 길이) × 0.35 mm(두께)였다. 이어서, 형상화된 연마 입자를 미국 특허 제 5,213,591 호(셀틱카야 등)에 기재된 방법에 따라 무기 재료로 코팅하였다.	미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니

[0125]

[0126]

자성 특성 시험 방법

[0127]

레이크 쇼어(Lake Shore) 7400 시리즈 진동 샘플 자력계(VSM)(미국 오하이오주 웨스터빌 소재의 레이크 쇼어 크리오토크닉스, 인크.(Lake Shore Cryotronics, Inc.))를 사용하여 실온에서 자성 입자(분말)의 자성 특성을 시험하였다. 자성 측정 전에 자성 입자의 질량을 측정하였다(벨런스 모델 MS105DU, 스위스 소재의 메틀러 톨레도(Mettler Toledo)). 레이크 쇼어 모델 730935(P/N 651-454)와 유사한, 비어 있는 VSM 샘플 홀더의 질량을 사용하여 저울의 영점을 맞추었다. 각각의 샘플에 대해, 새로운 VSM 홀더를 사용하였다. 자성 입자를 VSM 샘플 홀더 내에 (홀더의 대략 15 밀리미터(mm) 탭 내에) 로딩한 후에, 분말의 질량을 측정하였다. 분말을 홀더의 탭 내에 고정시키기 위하여, 접착제(쓰리엠 스킵치-웰드 인스턴트 어드히시브(3M SCOTCH-WELD Instant Adhesive) ID No. 62-3801-0330-9, 미국 미네소타주 메이플우드 소재의 쓰리엠 컴퍼니)를 적용하였다. 접착제를 측정 전에 4시간 이상 동안 건조시켰다. 자성 입자의 자기 모멘트(emu)를 자기장  $H = 18$  킬로외르스테드(kOe)에서 측정하였다. 18 kOe에서 측정된 자기 모멘트를 자성 입자의 질량으로 나누어서 연마 입자의 질량당 포화 자화  $M_s$ (emu/g)를 계산하였다. 자성 분말에 대해, 측정된 보자력  $H_c(0e)$  및 잔류 자화  $M_r/M_s$ 를 또한 기록하였다. 이들 값은 자기장  $H$ 를 +20 kOe로부터 -20 kOe로 스위핑(sweeping)함으로써 기록된 자화 루프로부터 취하였다. 각각의 측정에 대한 자기장  $H$ 의 스위핑 속도는 26.7 Oe/s였다.

[0128]

원소 분석 시험 방법

[0129]

일본 소재의 올림푸스 코포레이션(Olympus Corp.)으로부터의 올림푸스 델타 프로페셔널 핸드헬드(Olympus Delta Professional handheld) XRF 분석기를 사용하여 알루미늄(또는 규소)에 대한 철의 상대적인 양을 측정하였다. 샘플 윈도우의 전체 바닥이 분말(약 5 mm 깊이)로 덮이도록 0.12 밀(0.003 mm) 마일라(Mylar) 샘플 윈도우를 갖는 3 센티미터(cm) 직경의 샘플 컵 내에 샘플을 로딩하였다. 검출된 원소의 중량 백분율을 기기의 "지오캠"(GeoChem) 보정으로부터 결정하였으며, 관심 원소의 중량비가 표 2에 제시되어 있다.

[0130]

코팅 중량 백분율 시험 방법

[0131]

코팅이 순수한 금속이라고 가정하여 헬름 비중병(Accu Pyc II TEC, 미국 조지아주 노르크로스 소재의 마이크로메리틱스 인스트루먼트 코포레이션(Micromeritics Instrument Corp.))을 사용하여 측정된, 코팅 후 밀도 변화에 기초하여 코팅 중량 백분율을 계산하였다. 결과가 표 2에 제시되어 있다.

[0132]

일반 절차

[0133]

달리 언급되지 않는 한, 모든 조작은 표준 슈렌크(Schlenk) 기술 또는 질소-충전된 글로브박스를 사용하여 건조 질소 분위기 하에서 수행하였다. 건조, 무산소 용매를 사용하였다.

[0134] 실시예 1 (EX-1)

[0135] 250 mL의 2구 슈링크 플라스크를 40 g의 SAP1로 충전하였다. 이어서, 캐놀러 전달을 통해 약 100 mL의 *n*-옥탄을 첨가하였다. 다음으로, 플라스틱 주사기를 통해 5 mL의 철 펜타카르보닐을 첨가하였다. 플라스크에 환류 응축기를 장착하고 반응 혼합물을 실리콘 오일 베스 내에서 환류에서 가열하였다. PTFE 코팅된 자석 교반 막대로 혼합물을 질소 분위기 하에 600 RPM으로 교반하였다. 이를 16시간 동안 교반한 다음 열을 제거하였다. 고체를 여과에 의해 수집하고 헵탄으로 헹구었다. 생성된 질은 회색 분말을 진공 오븐 내에서 40°C에서 16시간 동안 건조시켜, 40.0 g의 단리된 수득량을 얻었다.

[0136] 실시예 2 (EX-2)

[0137] 250 mL의 2구 슈링크 플라스크를 40 g의 SAP1로 충전하였다. 이어서, 캐놀러 전달을 통해 약 125 mL의 *n*-옥탄을 첨가하였다. 다음으로, 플라스틱 주사기를 통해 9 mL의 철 펜타카르보닐을 첨가하였다. 플라스크에 환류 응축기를 장착하고 반응 혼합물을 실리콘 오일 베스 내에서 환류에서 가열하였다. PTFE 코팅된 자석 교반 막대로 혼합물을 질소 분위기 하에 400 RPM으로 교반하였다. 이를 20시간 동안 교반한 다음 열을 제거하였다. 고체를 여과에 의해 수집하고 헵탄으로 헹구었다. 생성된 질은 회색 분말을 진공 오븐 내에서 40°C에서 16시간 동안 건조시켜, 40.15 g의 단리된 수득량을 얻었다.

[0138] 실시예 3 (EX-3)

[0139] 250 mL의 2구 슈링크 플라스크를 40 g의 SAP2로 충전하였다. 이어서, 캐놀러 전달을 통해 약 125 mL의 *n*-옥탄을 첨가하였다. 다음으로, 플라스틱 주사기를 통해 9 mL의 철 펜타카르보닐을 첨가하였다. 플라스크에 환류 응축기를 장착하고 반응 혼합물을 실리콘 오일 베스 내에서 환류에서 가열하였다. PTFE 코팅된 자석 교반 막대로 혼합물을 질소 분위기 하에 400 RPM으로 교반하였다. 이를 22시간 동안 교반한 다음 열을 제거하였다. 고체를 여과에 의해 수집하고 헵탄으로 헹구었다. 생성된 질은 회색 분말을 진공 오븐 내에서 40°C에서 16시간 동안 건조시켜, 41.0 g의 단리된 수득량을 얻었다.

[0140] 실시예 4 (EX-4)

[0141] 250 mL, 2구 슈링크 플라스크를 질소 분위기 글로브박스 내에서 12.6 g의 다이코발트 옥타카르보닐로 충전하였다. 이것을 밀봉하고 박스로부터 꺼냈다. 나머지 조작용 벤치 탑 슈링크 라인을 사용하여 수행하였다. 플라스크에 40 g의 SAP1을 로딩하였다. 이어서, 캐놀러 전달을 통해 약 125 mL의 *n*-옥탄을 첨가하였다. 플라스크에 환류 응축기를 장착하고 반응 혼합물을 실리콘 오일 베스 내에서 환류에서 가열하였다. PTFE 코팅된 자석 교반 막대로 혼합물을 질소 분위기 하에 450 RPM으로 교반하였다. 이를 19.5시간 동안 교반한 다음 열을 제거하였다. 고체를 여과에 의해 수집하고 헵탄으로 헹구었다. 생성된 질은 회색 분말을 진공 오븐 내에서 40°C에서 16시간 동안 건조시켜, 39.7 g의 단리된 수득량을 얻었다.

[0142] 실시예 5 (EX-5)

[0143] 250 mL, 2구 슈링크 플라스크를 질소 분위기 글로브박스 내에서 6.1 g의 다이코발트 옥타카르보닐로 충전하였다. 이것을 밀봉하고 박스로부터 꺼냈다. 나머지 조작용 벤치 탑 슈링크 라인을 사용하여 수행하였다. 플라스크에 40 g의 SAP2를 로딩하였다. 이어서, 캐놀러 전달을 통해 약 125 mL의 *n*-옥탄을 첨가하였다. 다음으로, 플라스틱 주사기를 통해 5 mL의 철 펜타카르보닐을 첨가하였다. 플라스크에 환류 응축기를 장착하고 반응 혼합물을 실리콘 오일 베스 내에서 환류에서 가열하였다. PTFE 코팅된 자석 교반 막대로 혼합물을 질소 분위기 하에 500 RPM으로 교반하였다. 이를 16시간 동안 교반한 다음 열을 제거하였다. 고체를 여과에 의해 수집하고 헵탄으로 헹구었다. 생성된 질은 회색 분말을 진공 오븐 내에서 40°C에서 16시간 동안 건조시켜, 40.15 g의 단리된 수득량을 얻었다.

[0144] [표 2]

금속 코팅된 입자의 특성

실시예	자성 특성			질량비, X:Fe (Co)	코팅 중량 (%)
	M <sub>s</sub> (emu/g)	H <sub>c</sub> (Oe)	M <sub>r</sub> /M <sub>s</sub> (%)		
EX-1	0.72	93	20.7	14.7 (X=Al)	0.30
EX-2	2.7	48	18.2	7.7 (X=Al)	0.56
EX-3	11.4	34	5.9	0.74 (X=Al)	3.0
EX-4	11.0	21	13.3	3.2 (X=Al)	6.8
EX-5	3.8	97.5	23.3	1.8 (X=Al)	3.5

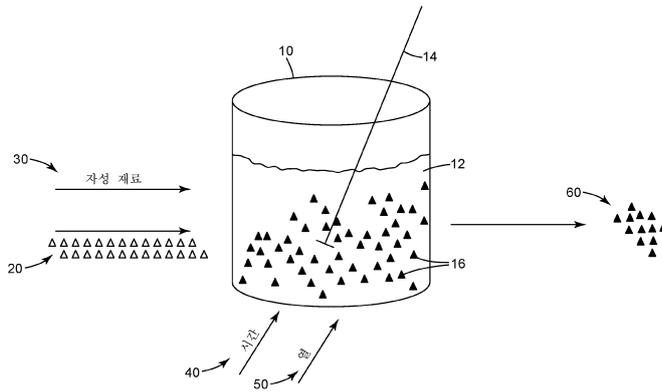
[0145]

[0146]

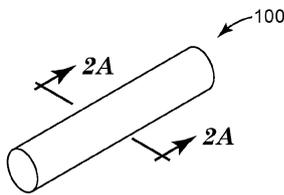
본 명세서에 인용된 모든 참고 문헌 및 간행물은 전체적으로 본 발명에 참고되어 본 명세서에 명백하게 포함된다. 본 발명의 예시적인 실시 형태가 논의되었으며, 본 발명의 범주 내에 있는 가능한 변형을 참조하였다. 예를 들어, 예시적인 일 실시 형태와 관련하여 도시된 특징부를 본 발명의 다른 실시 형태와 관련하여 사용할 수 있다. 본 발명에서의 이들 및 다른 변경 및 수정은 본 발명의 범주로부터 벗어남이 없이 당업자에게 명백할 것이며, 본 발명은 본 명세서에 기술된 예시적인 실시 형태로 제한되지 않음이 이해되어야 한다. 따라서, 본 발명은 하기에 제공되는 청구범위 및 그 등가물에 의해서만 제한되어야 한다.

**도면**

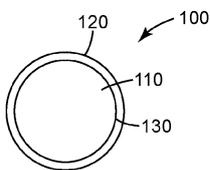
**도면1**



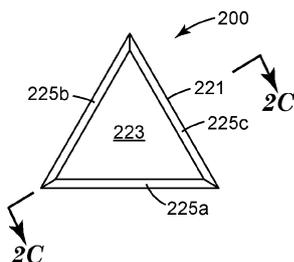
**도면2**



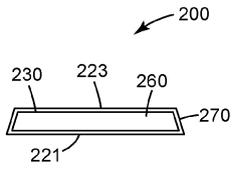
**도면2a**



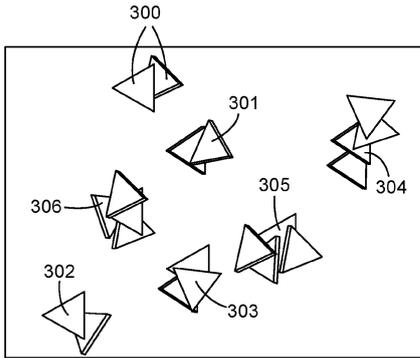
**도면2b**



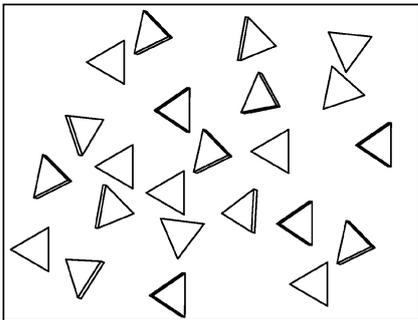
도면2c



도면3



도면4



도면5

