(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2004-231483
(P2004-231483A)
(43)公開日　平成16年8月19日(2004.8.19)

(51)Int.Cl.[7]	F I		テーマコード（参考）
C30B 29/62	C30B 29/62	E	4G073
C01B 33/26	C01B 33/26		4G077
C30B 1/10	C30B 1/10		

審査請求 未請求　請求項の数 4　ＯＬ　（全 11 頁）

(21)出願番号　特願2003-23806(P2003-23806)
(22)出願日　平成15年1月31日(2003.1.31)

(71)出願人　591149344
伊藤忠セラテック株式会社
愛知県瀬戸市東山路町１番地の１
(74)代理人　100078190
弁理士　中島　三千雄
(74)代理人　100115174
弁理士　中島　正博
(72)発明者　江副　正信
愛知県瀬戸市塩草町１１番地の４　伊藤忠セラテック株式会社内
(72)発明者　塚田　豊彦
愛知県瀬戸市塩草町１１番地の４　伊藤忠セラテック株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ムライトウィスカーの製造方法

(57)【要約】
【課題】長径が長く、アスペクト比の大きいムライトウィスカーを、環境に悪影響を与えることなく、安価に製造することが出来る方法を提供すること。
【解決手段】Al_2O_3及びSiO_2　を主成分とする化学組成を与えるムライト原料を、平均粒径が２０μｍ以下となるように粉砕する一方、そのような原料粉砕物を分散媒体中において均一に分散、混合せしめ、次いで、その混合物を造粒して得られる造粒物を用い、かかる造粒物を、焼成炉内において、焼成温度下、一定時間以上保持した後、緩やかに冷却することにより、焼成せしめた後、生成した焼成体中のガラス相を溶解、除去して、長径が長く、アスペクト比の大きいムライトウィスカーを得る。
【選択図】　　なし

【特許請求の範囲】
【請求項１】
平均長さが８μｍ以上であり、且つアスペクト比の平均が１２．０以上であるムライトウィスカーを製造する方法にして、Al_2O_3及びSiO_2を主成分とする化学組成を与えるムライト原料を、平均粒径が２０μｍ以下となるように粉砕する一方、そのような原料粉砕物を分散媒体中において均一に分散、混合せしめ、次いで、その混合物を造粒して得られる造粒物を用い、かかる造粒物を、焼成炉内において、焼成温度下、１時間以上保持した後、５００℃／時間以下の冷却速度にて、炉内温度が１０００℃となるまで冷却することにより、焼成せしめた後、生成した焼成体中のガラス相を溶解、除去して、長径が長く、アスペクト比の大きいムライトウィスカーを得ることを特徴とするムライトウィスカーの製造方法。
【請求項２】
前記ムライト原料の粉砕が、湿式粉砕操作にて実施されることを特徴とする請求項１に記載のムライトウィスカーの製造方法。
【請求項３】
前記造粒物が、１５００～１８００℃の焼成温度にて焼成されることを特徴とする請求項１又は請求項２に記載のムライトウィスカーの製造方法。
【請求項４】
前記化学組成が、Al_2O_3：５０～７０重量％、SiO_2：３０～５０重量％、その他の成分：０～５重量％となるように、前記ムライト原料が、調製されることを特徴とする請求項１乃至請求項３の何れかに記載のムライトウィスカーの製造方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【技術分野】
本発明は、ムライトウィスカーの製造方法に係り、特に、プラスチック、セラミックス、金属等の複合材料の充填材等に好適に用いられ得る、長径が長く、アスペクト比の大きいムライトウィスカーを有利に製造する方法に関するものである。
【０００２】
【背景技術】
従来より、プラスチック、セラミックス、金属等に、様々な形状の微粒子や繊維状物質を充填材として配合し、内在せしめることによって、材料の強度や耐熱性等を向上させる方法が採用されており、そのための充填材として、様々なものが開発されている。
【０００３】
一方、古くから耐火材や陶磁器等に利用されているムライト結晶は、元来、針状の結晶を成すことが広く知られているところから、プラスチック、セラミックス、金属等の複合材料における充填材としての研究が進められてきており、様々なムライト結晶（ムライトウィスカー）の製造方法が、提案されている。しかしながら、そのような従来のムライトウィスカーの製造方法にあっては、種々の問題を内在するものであった。
【０００４】
例えば、特開平２－１５７２００号公報においては、ムライト粉末又はムライト前駆体を、SO_4^{2-}及びNO_3^-の群の中から選ばれる少なくとも一種を含む水溶液中において水熱処理することにより、アスペクト比の大きいムライトウィスカーを製造する方法が示されているが、かかる製造方法においては、製造コストが高いという欠点がある。
【０００５】
また、特開平１－２１２２９９号公報、特開平３－２６１７００号公報、特開平５－５８６１８号公報、及び特開平１１－４３３９９号公報においては、SiO_2源とAl_2O_3源とを含む原料混合物に、AlF_3、或いはAlF_3及び他の添加剤を配合し、比較的低い温度で焼成することにより、ムライトウィスカーを製造する方法が提案されているのであり、更に、特開平３－２６５６００号公報では、AlF_3に替えて、ＨＦを用いることとして、ムライト組成ゾルにＨＦを添加してゲル化せしめたものを、乾燥、焼成

することにより、ムライトウィスカーを製造する方法が、開示されている。加えて、特開平６－１９１９９９号公報や特開平１０－１０１５００号公報等においては、Ｓｉ及びＡｌを含む原料を、種々の添加剤と共に焼成して、その焼成体中にムライト結晶を生成させ、その後、焼成体中のガラス相を溶解、除去せしめることにより、低コストで、ムライトウィスカーを製造する方法が、提案されている。

【０００６】

しかしながら、このような従来の製造方法にあっては、原料に配合せしめられたAlF_3　等の添加剤が加熱されて、刺激性や毒性を有するヒューム、ガス等を発生するものであるところから、これらの製造方法を工業的規模で実施するに際しては、排ガスの処理、環境・人体への悪影響等の問題を、内在するものであった。

【０００７】

【特許文献１】

特開平２－１５７２００号公報

【特許文献２】

特開平１－２１２２９９号公報

【特許文献３】

特開平３－２６１７００号公報

【特許文献４】

特開平５－５８６１８号公報

【特許文献５】

特開平１１－４３３９９号公報

【特許文献６】

特開平３－２６５６００号公報

【特許文献７】

特開平６－１９１９９９号公報

【特許文献８】

特開平１０－１０１５００号公報

【０００８】

【解決課題】

ここにおいて、本発明は、かかる事情を背景にして為されたものであって、その解決課題とするところは、プラスチック、セラミックス、金属等の複合材料の充填材として好適に用いられ得る、長径が長く、アスペクト比の大きいムライトウィスカーを、環境に悪影響を与えることなく、安価に製造する方法を提供することにある。

【０００９】

【解決手段】

そして、本発明は、かかる課題の解決のために、平均長さが８μｍ以上であり、且つアスペクト比の平均が１２．０以上であるムライトウィスカーを製造する方法にして、Al_2O_3及びSiO_2　を主成分とする化学組成を与えるムライト原料を、平均粒径が２０μｍ以下となるように粉砕する一方、そのような原料粉砕物を分散媒体中において均一に分散、混合せしめ、次いで、その混合物を造粒して得られる造粒物を用い、かかる造粒物を、焼成炉内において、焼成温度下、１時間以上保持した後、５００℃／時間以下の冷却速度にて、炉内温度が１０００℃となるまで冷却することにより、焼成せしめた後、生成した焼成体中のガラス相を溶解、除去して、長径が長く、アスペクト比の大きいムライトウィスカーを得ることを特徴とするムライトウィスカーの製造方法を、その要旨とするものである。

【００１０】

このように、本発明に従うムライトウィスカーの製造方法にあっては、細かく粉砕された原料粉砕物を分散媒体中において均一に分散、混合せしめ、その混合物を造粒して得られる造粒物を、焼成炉内において、焼成温度（最高温度）下、一定時間以上保持した後、緩やかな冷却速度にて炉内温度が１０００℃となるまで冷却することにより、焼成せしめる

ものであるところから、各々の造粒物中において、焼成による化学反応（ムライトウィスカーの生成・成長反応）を充分に生ぜしめ得るのであり、その結果、生成した焼成体中のガラス相を溶解、除去することによって、長径が長く、アスペクト比の大きいムライトウィスカーを、ウィスカー成長助剤となる所定の化学物質を用いることなく、効率良く製造することが出来るのである。

【００１１】

なお、かかる本発明に従うムライトウィスカーの製造方法においては、前記ムライト原料の粉砕は、湿式粉砕操作にて実施されることが望ましく、このように、湿式粉砕操作によりムライト原料が粉砕されることによって、粉砕後、原料粉砕物の分散媒体中への分散、混合が、容易ならしめられ得るのである。

【００１２】

また、本発明の望ましい態様の一つによれば、前記造粒物は、１５００～１８００℃の焼成温度にて焼成されることとなるのであり、このような焼成温度にて焼成されることにより、焼成体中に、ムライトウィスカーを効果的に生成、成長せしめることが出来る。

【００１３】

さらに、このような本発明におけるムライトウィスカーの製造方法にあっては、一般に、化学組成が、Al_2O_3：５０～７０重量％、SiO_2：３０～５０重量％、その他の成分：０～５重量％となるように、前記ムライト原料が、調製されることとなる。このように調製されたムライト原料を用いることにより、ムライトウィスカーの収率を高めることが出来るのである。

【００１４】

【発明の実施の形態】

ところで、かかる本発明に従うムライトウィスカーの製造方法においては、先ず、Al_2O_3源原料や、SiO_2源原料、或いはAl_2O_3成分及びSiO_2成分を共に含有する原料鉱物等が出発原料として用いられて、Al_2O_3及びSiO_2を主成分とする化学組成を与えるムライト原料が、準備される。

【００１５】

ここにおいて、Al_2O_3源原料としては、焼成後にAl_2O_3を生じ得る化合物であれば、如何なる原料であっても用いられ得るものであり、例えば、アルミナゲル、アルミナゾル、水酸化アルミニウム、仮焼アルミナ等を挙げることが出来る。また、SiO_2源原料としても、焼成後にSiO_2を生じ得る原料であれば、如何なる化合物であっても用いられ得るのであり、例えば、シリカ、シリカゲル、シリカゾル、ヒュームドシリカ等を挙げることが出来る。さらに、Al_2O_3成分及びSiO_2成分を共に含有する原料鉱物であっても、好適に用いられ得るのであり、例えば、ばんど頁岩、カオリナイト、ハロイサイト、デッカイト等のアルミナ－シリカ質粘土鉱物や、これらの粘土鉱物を含む粘土、例えば、チャイナクレー、フリントクレー、頁岩粘土、木節粘土、蛙目粘土等が、適宜に用いられ得るのである。

【００１６】

なお、ムライトウィスカー（ムライト結晶）の化学組成は、Al_2O_3：７１．８％、SiO_2：２８．２％であることから、ムライトウィスカーの収率を確保するためには、ムライト原料中におけるAl_2O_3成分の含有量は５０重量％以上であることが好ましく、その一方、Al_2O_3成分が過剰に存在すると、コランダム結晶の生成を引き起こし、ムライトウィスカーの成長を阻害する恐れがあるため、Al_2O_3成分の含有量は、７０重量％以下とすることが、好ましい。また、かかるAl_2O_3成分の含有量に対応して、SiO_2成分の含有量は３０～５０重量％とすることが、好ましい。なお、Al_2O_3、SiO_2以外の成分は、特に意図的に添加されるものではなく、出発原料より持ち込まれる成分であり、ムライトウィスカーの生成には全く関与しないものであるところから、ムライトウィスカーの収率を確保する観点より、Al_2O_3、SiO_2以外のその他の成分は、０～５重量％とすることが好ましい。

【００１７】

次いで、Al_2O_3成分、SiO_2　成分、及びその他の成分が所定割合となるように調製されたムライト原料は、平均粒径が２０μｍ以下となるように粉砕される。このように、ムライト原料が細かく粉砕されることにより、粉砕物を均一に分散、混合した後に造粒して得られる粒状物中においては、Al_2O_3源原料及びSiO_2　源原料が密接に位置せしめられ得るのであり、これにより、Al_2O_3とSiO_2　との間における化学反応（ムライトウィスカー生成・成長反応）が、より有効に、且つ均一に起こり得るのである。

【００１８】

ここで、上述の如きムライト原料の粉砕は、従来より公知の各種粉砕操作であれば、何れの方法によっても実施可能である。また、実際の粉砕に際しては、ムライト原料全体をまとめて粉砕することも、或いは、各出発原料を個別に粉砕することも、可能である。具体的には、乾式粉砕操作、或いは、液体の介在する湿式粉砕操作の何れによっても実施され得るが、粉砕と分散媒体中への混合を同時に行なうことができる湿式粉砕操作が、より好適に採用されることとなる。なお、原料の粉砕には、ボールミル、振動ミル、タワーミル等の各種粉砕機を用いることが出来る。

【００１９】

このようにして得られた原料粉砕物は、水等の分散媒体と共に、混合装置内に投入されて、混合されることとなるが、原料粉砕物を分散媒体中において均一に分布せしめるためには、分散媒体中における原料粉砕物の流動性が確保される必要がある。具体的には、原料粉砕物と分散媒体の合計量に対する、固形物たる原料粉砕物の割合が、８０重量％を超えると、粘度が高くなり、原料粉砕物の混合及び均一な分散が困難となるところから、好ましくは３０～７０重量％の割合となるように、原料粉砕物及び分散媒体の量が調整されることとなる。なお、混合に際しては、原料粉砕物を分散媒体中において均一に分散、混合せしめ得る手法であれば、如何なるものであっても、用いられ得るのであり、例えば、高速撹拌機付き混合器や、粉砕・混合を同時に実施し得る撹拌・粉砕用ボール入りミル等が、好適に用いられる。

【００２０】

さらに、ムライト原料が分散媒体中に均一に分散せしめられてなる混合物を脱水、乾燥し、必要に応じて所定のバインダーを加えた後、押出成形等の公知の手法により、所定形状の造粒物を作製する。

【００２１】

そして、得られた造粒物は、焼成炉にて焼成されることとなるが、本発明においては、かかる造粒物を、焼成炉内において、焼成温度（最高温度）下、１時間以上保持した後、５００℃／時間以下の冷却速度にて炉内温度が１０００℃となるまで冷却して、焼成せしめるところに、大きな特徴を有しているのである。即ち、Al_2O_3源原料とSiO_2　源原料が密接に位置せしめられた造粒物を、焼成炉内において、焼成温度（最高温度）下、一定時間以上保持した後、緩やかな冷却速度にて炉内温度が１０００℃となるまで冷却すると、個々の造粒物は均一に、且つ充分に加熱せしめられて、各造粒物の内部における化学反応（ムライトウィスカーの生成・成長反応）が充分に進行せしめられるところから、以て、造粒物中に生成するムライトウィスカーは、長径が長く、アスペクト比の大きなものとなるのである。

【００２２】

なお、かかる造粒物の焼成の際に用いられる焼成炉としては、焼成温度（最高温度）における保持時間及び冷却時間を容易に制御することが出来るものであれば、如何なるものであっても用いることが出来るが、例えば、シャトル炉、トンネル炉、或いは電気炉等が、好適に用いられることとなる。また、焼成温度（最高温度）は、造粒物の組成や用いられる炉の性能等を考慮して、最適な温度が適宜設定されることとなるが、ムライトウィスカーを収率良く製造するためには、一般に、１５００～１８００℃の範囲内において設定されることが、望ましいのである。

【００２３】

ここにおいて、造粒物の焼成は、具体的には、以下のようにして実施される。即ち、先ず、造粒物を、１５００～１８００℃程度まで加熱可能な焼成炉内に投入し、炉内が焼成温度（最高温度）に達するまで加熱する。そして、焼成温度（最高温度）にて１時間以上、好ましくは１．５～５時間保持された後、５００℃／時間（ｈ）以下、好ましくは５０～３５０℃／時間（ｈ）の冷却速度にて、炉内温度が１０００℃となるまで冷却されて、焼成した粒状物（焼成体）が得られることとなる。

【００２４】

なお、造粒物中におけるムライトウィスカーの生成は、焼成炉内の温度を昇温させる過程（昇温過程）、特に、焼成温度（最高温度）付近の温度領域においても起こり得るものであるが、本発明にあっては、造粒物は、焼成温度（最高温度）にて一定時間以上保持せしめられ、且つ緩やかな冷却速度にて冷却せしめられることにより、その内部において充分にムライトウィスカーを生成、成長せしめ得るところから、昇温速度及び昇温時間については、特定の条件が課されるものではない。一方、冷却過程においては、ムライトウィスカーと共に生成したガラス相の中から、温度の低下と共に、ムライトウィスカーの構成成分（Al_2O_3 成分及びSiO_2 成分）が析出し、これら析出したものが、ムライトウィスカーの生成及び成長に大きく寄与することとなるが、炉内温度が１０００℃未満となると、そのような析出した成分もガラス相内に取り込まれてしまい、ムライトウィスカーの生成及び成長に寄与し得なくなるため、上述の如く、炉内温度が１０００℃となるまでの冷却速度を調整することは、非常に重要である。

【００２５】

そして、かかる得られた焼成体中のガラス相を、フッ酸水溶液、水酸化ナトリウム水溶液、硫酸及び塩酸等の混酸等を用いて、溶解、除去することにより、長径が長いムライトウィスカー、具体的には、平均長さが８μｍ以上であり、且つアスペクト比の平均が１２．０以上であるムライトウィスカーが、効率良く得られるのである。なお、ガラス相を溶解、除去した後でも、ムライトウィスカーが自然に分散せず、凝集している粒（凝集粒）については、ミル等の粉砕機により、解砕処理が行なわれることとなる。

【００２６】

【実施例】

以下に、本発明の代表的な実施例を含む幾つかの実験例を示し、本発明を更に具体的に明らかにすることとするが、本発明が、そのような実験例の記載によって、何等の制約をも受けるものでないことは、言うまでもないところである。また、本発明には、以下の実験例に含まれる実施例の他にも、更には上記の具体的記述以外にも、本発明の趣旨を逸脱しない限りにおいて、当業者の知識に基づいて種々なる変更、修正、改良等を加え得るものであることが理解されるべきである。

【００２７】

実験例　１

Al_2O_3 源として水酸化アルミニウムを、またSiO_2 源としてシリカ粉を、更にはAl_2O_3 成分とSiO_2 成分を同時に含む鉱物であるカオリナイトを含む粘土を、それぞれ出発原料として用いて、焼成して得られる焼成体における化学組成でAl_2O_3 が６０重量％となるような配合割合において、それら出発原料を配合して、出発原料が異なる２種類のムライト原料（原料Ａ、Ｂ）を調製した。なお、各出発原料の化学組成を、下記表１に示す。

【００２８】

【表１】

	水酸化アルミニウム	シリカ粉	粘土
Ig. Loss	34.53	0.10	14.21
SiO_2	0.01	98.95	41.55
Al_2O_3	65.20	0.07	41.67
Fe_2O_3	0.01	0.16	1.41
TiO_2	0.00	0.03	0.48
CaO	0.01	0.01	0.15
MgO	0.01	0.01	0.07
K_2O	0.00	0.15	0.21
Na_2O	0.20	0.32	0.23
合計	99.97	99.80	99.98

※単位…重量%

【００２９】
次いで、かかる調製された２種類のムライト原料を、アルミナ質ボールを充填させたボールミルを用いて、原料Ａの一部については乾式粉砕操作を、また、原料Ａの残りと原料Ｂについては湿式粉砕操作を、それぞれ実施した。これらの粉砕操作の後の各ムライト原料の平均粒径を、下記表２に示す。そして、乾式粉砕操作にて得られたムライト原料の微細粉については、撹拌機の付いた密閉容器中において、撹拌・混合（乾式混合）を行ない、適度に加湿せしめた後、プレス機により、直径：１０ｍｍ、厚さ：３ｍｍの円盤状の造粒物を作製した。一方、湿式粉砕が施されたムライト原料については、液体混合可能な高速撹拌機の設備の付いたタンク内において、分散媒体（水）中に均一に分散、混合せしめた後、原料Ａの混合物（混合液）については、スプレードライヤーを用いて、脱水、乾燥、造粒を同時に行ない、直径：０．２～３ｍｍの略球状の造粒物を作製した。また、原料Ｂの混合物（混合液）にあっては、フィルタープレスにて脱水した後、押出機を用いて、直径：５ｍｍ、長さ：１０ｍｍ前後の円柱形状の造粒物を作製した。
【００３０】
さらに、このようにして得られた各造粒物を、シャトル炉内の耐火性坩堝に入れ、焼成温度（最高温度）：１６００℃、焼成温度までの昇温時間：７時間、及び下記表２に示す種々の条件（１６００℃における保持時間、１０００℃までの冷却速度）にて加熱処理を行ない、各造粒物の焼成体を得た。
【００３１】
そして、その得られた各焼成体に対して、濃度：３０重量％のフッ酸水溶液を用いて、２０℃、２０時間の条件にて浸漬処理を行ない、各焼成体中のガラス相を溶解、除去せしめ、更に溶解残渣を濾過し、洗浄、乾燥することにより、各種の針状結晶を得た。このようにして得られた結晶は、Ｘ線回折により、何れも、ムライトウィスカーであることを確認した。
【００３２】

また、かかる得られたムライトウィスカーは、再度、液中に分散させ、観察試料台の上に液と共にのせ、ムライトウィスカーが横たわった状態となるように乾燥させた後、走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）を用いて、各原料より生成されたムライトウィスカーについて、その長さ及びアスペクト比を測定した。２００個の結晶粒から算出したウィスカーの長さ、及びアスペクト比の平均を、下記表２に併せて示す。

【００３３】

【表２】

方法No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
原料	原料A								原料B	
粉砕後の平均粒径（μｍ）	10.2					23.4			8.6	
混合方式	乾式		湿式							
1600℃における保持時間（時間）	2	4	0.5	2	4		2	4	2	
1000℃までの冷却時間（時間）	3				0.5	3			0.5	3
1000℃までの冷却速度（℃／時間）	200				1200	200			1200	200
平均長さ（μｍ）	10.6	9.3	12.8	14.2	12.9	14.8	8.1	8.3	11.4	13.5
アスペクト比の平均	6.1	6.7	9.7	12.9	10.4	13.5	7.7	7.0	9.6	12.4

※ 原料A･･･水酸化アルミニウム ＋ 粘土
原料B･･･水酸化アルミニウム ＋ シリカ粉

【００３４】

かかる表２の結果からも明らかなように、本発明に従う方法（方法Ｎｏ．４、６、１０）

より得られたムライトウィスカーにあっては、平均長さが８μｍ以上あり、且つアスペクト比の平均が１２．０以上であることを確認した。一方、本発明の範囲外の方法（方法Ｎｏ．１～３、５、７～９）により得られたムライトウィスカーにあっては、ＳＥＭによる観察の際に、アスペクト比の大きいウィスカーとアスペクト比の小さいウィスカーとが混在していることが認められ、その結果、アスペクト比の平均も小さなものとなっている。

【００３５】

実験例　２

実験例１で用いたものと同種の水酸化アルミニウム、シリカ粉、及びカオリナイトを含む粘土を、出発原料として用いて、下記表３に示される如く、Al_2O_3含有量が異なる５種類のムライト原料（原料Ｃ、Ｄ、Ｅ、Ｆ、Ｇ）を調製した。次いで、各々のムライト原料を、分散媒体としての水と共に、ボールミル中に投入し、原料の粉砕と混合を同時に行なった。なお、かかる投入の際には、原料と水の合計量に対して、原料の割合が約６０重量％となるように、原料及び水の量を調整した。

【００３６】

次いで、このようにして得られた原料及び水の混合物（混合液）に対して、スプレードライヤーを用いて、脱水、乾燥、造粒を同時に行ない、更にその得られた造粒物を、シャトル炉にて焼成した。なお、造粒物の焼成は、焼成温度（最高温度）における保持時間：２時間、１０００℃までの冷却速度：２００℃／時間の条件にて行ない、また、焼成温度までの昇温時間については、実験例１と同様とした。更に、焼成温度については、１４００～１８００℃の範囲内において、原料の組成に応じた温度を適宜選択した。そして、得られた各焼成体に対して、実験例１と同様の処理を施すことにより、各種の針状結晶を得た。

【００３７】

このようにして得られた結晶について、Ｘ線回折により結晶の組成を調べると共に、実験例１と同様に、ＳＥＭによる測定結果より、ムライトウィスカーの平均長さ、及びアスペクト比の平均を求めた。その結果を、下記表３に示す。

【００３８】

【表３】

原料	C	D	E	F	G
Al_2O_3含有量	40	50	60	70	80
粉砕後の平均粒径（μｍ）	5.4	11.5	12.0	11.1	13.6
焼成温度(℃)	1450	1520	1600	1700	1780
平均長さ（μｍ）	9.1	13.4	14.3	12.1	7.6
アスペクト比の平均	8.7	14.9	12.6	12.2	5.7
収率(%)	35	45	63	66	72

【００３９】

また、Ｘ線回折による結晶の組成を調べたところ、原料Ｃ、Ｄ、Ｅ、及びＦより得られた

結晶は、全て、ムライトウィスカーの単一相であることが確認されたが、Al_2O_3含有量が８０重量％となるように調製された原料Ｇより得られた結晶中には、ムライトウィスカーの他に、コランダム結晶の存在が認められた。更に、上記表３の結果からも明らかなように、Al_2O_3含有量が４０重量％となるように調製された原料Ｃより得られたムライトウィスカーにあっては、そのアスペクト比が小さいことが確認され、また、その収率も少ないものであった。一方、原料Ｄ、Ｅ、Ｆより得られたムライトウィスカーは、平均長さも長く、アスペクト比も大きいものであることが認められた。

【００４０】

【発明の効果】

以上の説明から明らかなように、本発明に従うムライトウィスカーの製造方法にあっては、細かく粉砕されたムライト原料を、所定の分散媒体中において均一に分散、混合せしめた後、その混合物を造粒して得られる造粒物を用い、かかる造粒物を、焼成炉内において、焼成温度下、一定時間保持した後、緩やかな冷却速度にて炉内温度が１０００℃となるまで冷却することにより、焼成せしめるものであるところから、かかる造粒物中のAl_2O_3とSiO_2との間における化学反応（ムライトウィスカーの生成・成長反応）が、より有効に、且つ均一に生ぜしめられ、以て、長径が長く、アスペクト比の大きいムライトウィスカーを、効率良く製造することが出来るのである。

【００４１】

また、本発明において用いられるムライト原料は、焼成後にムライトウィスカーを構成することとなるAl_2O_3及びSiO_2を主成分とするものであり、その他の添加剤（ウィスカー成長助剤）等は一切必要とされないものであるところから、本発明に従えば、ムライトウィスカーを、環境に悪影響を与えることなく、且つ安価に製造することが出来るのである。

フロントページの続き

(72)発明者　成瀬　剛
愛知県瀬戸市塩草町１１番地の４　伊藤忠セラテック株式会社内

Ｆターム(参考) 4G073 BA57 BA63 BD01 BD19 CE04 FB11 FB21 FC01 FC09 FC25
FD01 FD21 FD23 FD24 FD25 GA11
4G077 AA04 BD16 CA01 CA04 EC02 EC05 EC07 JA06 JB07 JB12