



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년04월20일

(11) 등록번호 10-1614181

(24) 등록일자 2016년04월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C01G 23/00 (2006.01) C04B 35/46 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2011-7008593  
(22) 출원일자(국제) 2009년10월06일  
심사청구일자 2014년06월23일  
(85) 번역문제출일자 2011년04월15일  
(65) 공개번호 10-2011-0066938  
(43) 공개일자 2011년06월17일  
(86) 국제출원번호 PCT/JP2009/067388  
(87) 국제공개번호 WO 2010/041648  
국제공개일자 2010년04월15일  
(30) 우선권주장  
JP-P-2008-260240 2008년10월07일 일본(JP)  
(56) 선행기술조사문헌  
WO2005105704 A1  
JP평성11060240 A  
JP소화63236759 A  
WO2004039747 A1

(73) 특허권자  
스미토모 가가꾸 가부시끼가이샤  
일본 도쿄도 주오구 신가와 2초메 27-1  
(72) 발명자  
스즈키 게이이치로  
일본 에히메켄 니이하마시 하치만 3-3-3  
나루미 마사유키  
일본 에히메켄 니이하마시 쇼나이쵸 1-13-17-301  
(74) 대리인  
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 9 항

심사관 : 김용일

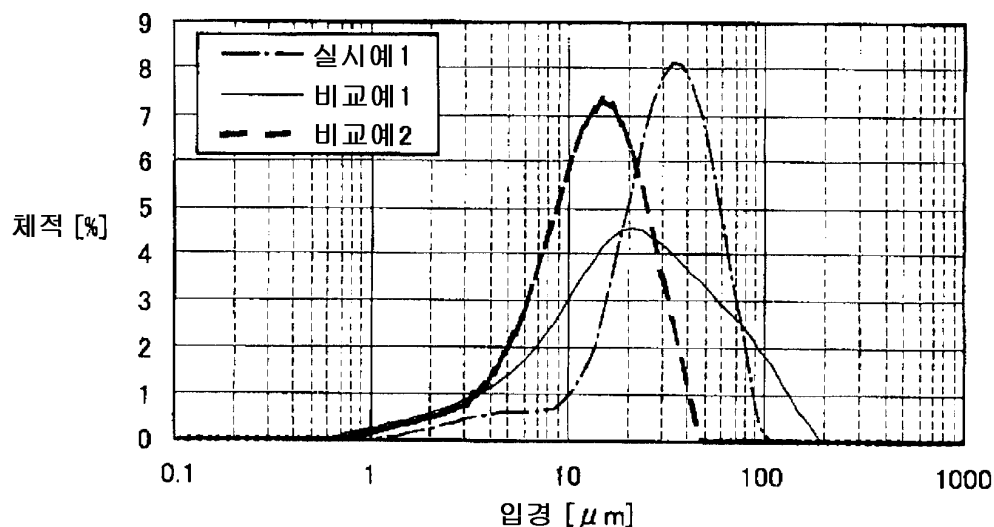
(54) 발명의 명칭 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 제조 방법

### (57) 요약

미립 성분 및 조립 성분의 생성이 억제되고, 매우 샤프한 입경 분포를 갖는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을, 효율적으로 수율 좋게 제조할 수 있는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다. 본 발명은, 티탄원 분말, 알루미늄원 분말 및 실리콘원 분말을 함유하는 전구체 혼합물을, 1100 ℃ ~ 1350 ℃ 의 온도 범위에서 3 시간 이상

(뒷면에 계속)

대표도 - 도2



유지하는 공정과 1400 ℃ 이상의 온도로 승온하고, 동 온도에서 상기 유지 후의 전구체 혼합물의 소성을 실시하여, 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 얻는 공정과, 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 분쇄하고, 분급하는 공정을 포함하고, 상기 분쇄 및 분급을 하는 공정은, 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 분쇄한 후, 상기 분쇄물을 분급함으로써, 소정 입도 이하의 분말을 얻는 공정 (A) 와, 상기 분쇄물의 나머지를 다시 분쇄한 후, 얻어진 분쇄물을 분급함으로써, 소정 입도 이하의 분말을 얻는 공정 (B) 를 구비하는, 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 제조 방법이다.

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

티탄원 분말, 알루미늄원 분말 및 실리콘원 분말을 함유하는 전구체 혼합물을, 1100 ℃ ~ 1350 ℃ 의 온도 범위에서 3 시간 이상 유지하는 공정과,

1400 ℃ 이상의 온도로 승온하고, 동 온도에서 상기 유지 후의 전구체 혼합물의 소성을 실시함으로써, 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 얻는 공정과,

상기 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 분쇄하고, 분급하는 공정을 포함하고,

여기서, 상기 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 분쇄하고, 분급하는 공정은,

상기 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체에 충격을 가하여 분쇄한 후, 얻어진 분쇄물을 분급함으로써, 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 얻는 공정 (A) 와,

상기 분쇄물의 나머지에 충격을 가하여 다시 분쇄한 후, 얻어진 분쇄물을 분급함으로써, 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 얻는 공정 (B) 를 구비하는, 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 제조 방법.

#### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 공정 (B) 가 2 회 이상 반복되는 방법.

#### 청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

분쇄에 의해 발생한 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 즉시 분급하여 분쇄 영역에서 배출하면서, 분쇄 영역에 존재하는 분쇄물의 나머지에 대해 분쇄를 계속함으로써, 상기 공정 (A) 및 공정 (B) 를 연속적으로 실시하는 방법.

#### 청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 분쇄 및 분급하는 공정은, 분급 기구 내장형 분쇄기에 의해 실시하는 것인 방법.

#### 청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말은, 최대 입경이 110  $\mu\text{m}$  이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말인 방법.

#### 청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 전구체 혼합물은, 마그네슘원 분말을 추가로 함유하는 방법.

#### 청구항 7

제 6 항에 있어서,

티타니아 환산의 티탄원 분말의 사용량은, 티타니아 환산의 티탄원 분말의 사용량, 알루미늄 환산의 알루미늄원 분말의 사용량, 및 마그네시아 환산의 마그네슘원 분말의 사용량의 합계량 100 질량부 당, 20 질량부 이상 60

질량부 이하인 방법.

#### 청구항 8

제 6 항 또는 제 7 항에 있어서,

알루미나 환산의 알루미늄원 분말의 사용량은, 티타니아 환산의 티탄원 분말의 사용량, 알루미나 환산의 알루미늄원 분말의 사용량, 및 마그네시아 환산의 마그네슘원 분말의 사용량의 합계량 100 질량부 당, 30 질량부 이상 70 질량부 이하인 방법.

#### 청구항 9

제 6 항에 있어서,

마그네시아 환산의 마그네슘원 분말의 사용량은, 티타니아 환산의 티탄원 분말의 사용량, 알루미나 환산의 알루미늄원 분말의 사용량, 및 마그네시아 환산의 마그네슘원 분말의 사용량의 합계량 100 질량부 당, 0.1 질량부 이상 10 질량부 이하인 방법.

#### 청구항 10

삭제

#### 청구항 11

삭제

### 발명의 설명

#### 기술 분야

[0001] 본 발명은, 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 제조 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는, 티탄원 분말, 알루미늄원 분말 및 실리콘원 분말을 함유하는 전구체 혼합물을 소성하고, 이것을 분쇄 및 분급하여 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

#### 배경 기술

[0002] 티탄산알루미늄은, 내열성이 우수한 세라믹스로서 알려져 있고, 예를 들어 특허문헌 1 에는, 분말상의 티탄원, 알루미늄원을 혼합하여, 얻어진 전구체 혼합물을 소성하는 방법이 개시되어 있다. 이러한 방법에 의해 얻어지는 티탄산알루미늄계 세라믹스는 통상적으로 덩어리상이지만, 이것을 분쇄함으로써 분말을 얻을 수 있다. 얻어진 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말은, 물 등의 액체 성분을 첨가하여 점토상으로 한 후, 압출 성형법 등의 방법에 의해 성형체로 할 수 있다.

#### 선행기술문헌

##### 특허문헌

[0003] (특허문헌 0001) 국제 공개 제 05/105704 호 팜플렛

### 발명의 내용

#### 해결하려는 과제

[0004] 그러나, 티탄산알루미늄계 세라믹스는, 분쇄할 때에 미세화되기 쉽기 때문에, 분쇄에 의해 얻어진 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말에는 많은 미립 성분이 함유되어 있다. 이 때문에, 분쇄 후의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말은 통상적으로 체 거르기 등의 분급 조작에 의해 미립 성분 및 조립 성분을 제거하고 나서 성형에 사용되고 있다.

[0005] 제거된 미립 성분은, 압출 성형품 제조시에 얻어지는 세라믹스 성형체의 세공을 폐색시키는 것이 알려져 있다.

또, 조립 성분은 압출기를 막히게 하는 경우가 있어, 조립 성분에서는, 얇은 벽면을 갖는 성형품이 얻어지지 않는다는 문제가 있다. 따라서, 제거된 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 미립 성분 및 조립 성분은 그대로는 성형에 사용할 수 없어, 전부 소용없게 된 것이 현상이다.

[0006] 본 발명의 목적은, 미립 성분 및 조립 성분의 생성이 억제되고, 매우 얇은 입경 분포를 갖는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 효율적으로 수율 좋게 제조할 수 있는 방법을 제공하는 것이다.

### 과제의 해결 수단

[0007] 본 발명은, 티탄원 분말, 알루미늄원 분말 및 실리콘원 분말을 함유하는 전구체 혼합물을, 1100 ℃ ~ 1350 ℃ 의 온도 범위에서 3 시간 이상 유지하는 공정과, 1400 ℃ 이상의 온도로 승온하고, 동 온도에서 상기 유지 후의 전구체 혼합물의 소성을 실시함으로써, 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 얻는 공정과, 상기 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 분쇄하고, 분급하는 공정을 포함하고, 여기서, 상기 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 분쇄하고, 분급하는 공정은, 상기 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체에 충격을 가하여 분쇄한 후, 얻어진 분쇄물을 분급함으로써, 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 얻는 공정 (A) 와, 상기 분쇄물의 나머지에 충격을 가하여 다시 분쇄한 후, 얻어진 분쇄물을 분급함으로써, 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 얻는 공정 (B) 를 구비하는, 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 제조 방법을 제공한다. 본 발명에 있어서, 공정 (B) 는 2 회 이상 반복되는 것이 바람직하다.

[0008] 공정 (B) 가 2 회 이상 반복될 때, 2 회째 이후의 공정 (B) 에 있어서의 「상기 분쇄물의 나머지」는, 「전회의 공정 (B) 에 있어서의 분급에서 얻어진 분쇄물의 나머지」로 바꿔 읽을 수 있다.

[0009] 본 발명 방법에 있어서, 분쇄에 의해 발생한 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 즉시 분급하여 분쇄 영역에서 배출하면서, 분쇄 영역에 존재하는 분쇄물의 나머지에 대해 분쇄를 계속함으로써, 상기 공정 (A) 및 공정 (B) 를 연속적으로 실시하는 것이 바람직하고, 또, 상기 분쇄 및 분급을 하는 공정은, 분급 기구 내장형 분쇄기에 의해 실시하는 것이 바람직하다.

[0010] 상기 공정 (A) 및 공정 (B) 에서 얻어지는 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말은, 최대 입경이 110  $\mu\text{m}$  이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말인 것이 바람직하다. 또, 상기 전구체 혼합물은, 마그네슘원 분말을 추가로 함유하고 있어도 된다.

[0011] 티타니아 환산의 티탄원 분말의 사용량은, 티타니아 환산의 티탄원 분말의 사용량, 알루미늄 환산의 알루미늄원 분말의 사용량, 및 마그네시아 환산의 마그네슘원 분말의 사용량의 합계량 100 질량부 당, 20 질량부 이상 60 질량부 이하인 것이 바람직하다. 또, 알루미늄 환산의 알루미늄원 분말의 사용량은, 티타니아 환산의 티탄원 분말의 사용량, 알루미늄 환산의 알루미늄원 분말의 사용량, 및 마그네시아 환산의 마그네슘원 분말의 사용량의 합계량 100 질량부 당, 30 질량부 이상 70 질량부 이하인 것이 바람직하다. 또한 마그네시아 환산의 마그네슘원 분말의 사용량은, 티타니아 환산의 티탄원 분말의 사용량, 알루미늄 환산의 알루미늄원 분말의 사용량, 및 마그네시아 환산의 마그네슘원 분말의 사용량의 합계량 100 질량부 당, 0.1 질량부 이상 10 질량부 이하인 것이 바람직하다.

[0012] 본 발명은, 상기 중 어느 하나의 방법에 의해 얻어진 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말도 함유한다. 상기 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말은, 입경 10  $\mu\text{m}$  이하인 미립 성분의 함유량이 20 체적% 이하이고, 또한, 입경 70  $\mu\text{m}$  이상인 조립 성분의 함유량이 10 체적% 미만인 것이 바람직하다.

### 발명의 효과

[0013] 본 발명에 의하면, 미립 성분 및 조립 성분을 함유하지 않는 매우 얇은 입경 분포를 갖는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 효율적으로 제조할 수 있다. 즉, 본 발명의 제조 방법에 의하면, 미립 성분 및 조립 성분 등의 성형 분말로서 부적합한 성분의 발생이 억제되어 있고, 성형 분말로서 바람직한 입경 분포를 갖는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 수율 좋게 제조할 수 있다.

### 도면의 간단한 설명

[0014] 도 1 은 본 발명에 있어서 바람직하게 사용되는 분급 기구 내장형의 분쇄 장치의 일례를 나타내는 개략 단면도이다.

도 2 는 실시예 1, 비교예 1 및 비교예 2 에서 얻어진 티탄산알루미늄마그네슘 분말의 입경 분포 스펙트럼이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0015] 본 발명의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 제조 방법은, 하기의 공정을 포함한다.
- [0016] (1) 티탄원 분말, 알루미늄원 분말 및 실리콘원 분말을 함유하는 전구체 혼합물을, 1100 °C ~ 1350 °C 의 온도 범위에서 3 시간 이상 유지하는 공정 (유지 공정).
- [0017] (2) 1400 °C 이상의 온도로 승온하고, 동 온도에서 상기 유지 후의 전구체 혼합물의 소성을 실시함으로써, 티탄 산알루미늄계 세라믹스 소성체를 얻는 공정 (소성 공정).
- [0018] (3) 상기 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 분쇄하고, 분급하는 공정 (분쇄·분급 공정).
- [0019] (1) 유지 공정
- [0020] 본 공정에서는, 티탄원 분말, 알루미늄원 분말 및 실리콘원 분말을 함유하는 전구체 혼합물을 1100 °C ~ 1350 °C 의 온도 범위에서 3 시간 이상 유지한다.      상기 전구체 혼합물은, 티탄원 분말, 알루미늄원 분말, 및 실리콘원 분말을 혼합함으로써 얻을 수 있다.      이 전구체 혼합물은, 소성됨으로써 티탄산알루미늄계 세라믹스로 유도되는 것이다.
- [0021] 전구체 혼합물을 구성하는 티탄원 분말이란, 티탄산알루미늄계 세라믹스를 구성하는 티탄 성분이 되는 물질의 분말이고, 이러한 물질로는, 예를 들어 산화티탄의 분말을 들 수 있다.      산화티탄으로는, 예를 들어, 산화티탄 (IV), 산화티탄 (III), 산화티탄 (II) 등을 들 수 있고, 산화티탄 (IV) 가 바람직하게 사용된다.      산화티탄 (IV) 는 결정성이어도 되고, 아모르퍼스여도 된다.      산화티탄 (IV) 가 결정성인 경우, 결정형으로는 아나타제형, 루틸형, 브루카이트형 등을 들 수 있고, 바람직하게는 아나타제형, 루틸형이다.
- [0022] 본 발명에서 사용되는 티탄원 분말은, 공기 중에서 소성함으로써 티타니아 (산화티탄) 로 유도되는 물질의 분말이어도 된다.      이러한 물질로는, 예를 들어 티타늄염, 티타늄알콕시드, 수산화티타늄, 질화티탄, 황화티탄, 티탄 등을 들 수 있다.
- [0023] 티타늄염으로서 구체적으로는, 3 염화티탄, 4 염화티탄, 황화티탄 (IV), 황화티탄 (VI), 황산티탄 (IV) 등을 들 수 있다.      티타늄알콕시드로서 구체적으로는, 티탄 (IV) 에톡시드, 티탄 (IV) 메톡시드, 티탄 (IV) tert-부톡시드, 티탄 (IV) 가소부톡시드, 티탄 (IV) n-프로폭시드, 티탄 (IV) 테트라이소프로폭시드, 및, 이들의 킬레이트 화물 등을 들 수 있다.
- [0024] 티탄원 분말로는, 산화티탄 분말이 바람직하게 사용되고, 보다 바람직하게는 산화티탄 (IV) 분말이다.
- [0025] 알루미늄원 분말이란, 티탄산알루미늄계 세라믹스를 구성하는 알루미늄 성분이 되는 물질의 분말이고, 예를 들어, 알루미늄 (산화알루미늄) 의 분말을 들 수 있다.      알루미늄은 결정성이어도 되고, 아모르퍼스여도 된다.      알루미늄이 결정성인 경우, 그 결정형은,  $\gamma$  형,  $\delta$  형,  $\theta$  형,  $\alpha$  형 등을 들 수 있고, 바람직하게는  $\alpha$  형의 알루미늄이 사용된다.
- [0026] 본 발명에서 사용되는 알루미늄원 분말은, 공기 중에서 소성함으로써 알루미늄으로 유도되는 물질의 분말이어도 된다.      이러한 물질로는, 예를 들어 알루미늄염, 알루미늄알콕시드, 수산화알루미늄, 금속 알루미늄 등을 들 수 있다.
- [0027] 알루미늄염은, 무기산의 염 (무기염) 이어도 되고, 유기산의 염 (유기염) 이어도 된다.      알루미늄 무기염으로서 구체적으로는, 예를 들어, 질산알루미늄, 질산암모늄알루미늄 등의 질산염 ; 탄산암모늄알루미늄 등의 탄산염 등을 들 수 있다.      알루미늄 유기염으로는, 예를 들어, 옥살산알루미늄, 아세트산알루미늄, 스테아르산알루미늄, 락트산알루미늄, 라우르산알루미늄 등을 들 수 있다.
- [0028] 또, 알루미늄알콕시드로서 구체적으로는, 예를 들어, 알루미늄이소프로폭시드, 알루미늄에톡시드, 알루미늄 sec-부톡시드, 알루미늄 tert-부톡시드 등을 들 수 있다.
- [0029] 수산화알루미늄은 결정성이어도 되고, 아모르퍼스여도 된다.      수산화알루미늄이 결정성인 경우, 그 결정형은, 예를 들어, 기브자이트형, 바이어라이트형, 노드스트란다이트형, 베마이트형, 슈도 베마이트형 등을 들 수 있다.      아모르퍼스의 수산화알루미늄으로는, 예를 들어, 알루미늄염, 알루미늄알콕시드 등과 같은 수용성 알루미늄 화합물의 수용액을 가수 분해하여 얻어지는 알루미늄 가수 분해물도 들 수 있다.
- [0030] 알루미늄원 분말로는, 알루미늄 분말이 바람직하게 사용되고, 보다 바람직하게는  $\alpha$  형태의 알루미늄 분말이다.

- [0031] 실리콘원 분말은, 실리콘 성분이 되어 티탄산알루미늄계 세라믹스에 함유되는 물질의 분말로서, 예를 들어, 이산화규소, 일산화규소 등의 산화규소 (실리카) 의 분말을 들 수 있다.
- [0032] 본 발명에서 사용되는 실리콘원 분말은, 공기 중에서 소성함으로써 실리카로 유도되는 물질의 분말이어도 된다. 이러한 물질로는, 예를 들어, 규산, 탄화규소, 질화규소, 황화규소, 4 염화규소, 아세트산규소, 규산나트륨, 오르토규산나트륨, 유리 플릿 등을 들 수 있고, 바람직하게는, 공업적으로 입수가 용이한 면에서 유리 플릿 등이다.
- [0033] 유리 플릿이란, 규사, 장식, 석회 등으로 이루어지는 원료 혼합물을 용해하고, 얻어진 용해물을 급랭하여 얻어지는 유리 플레이크 또는 분말을 말한다.
- [0034] 실리콘원 분말로서, 실리콘원과 알루미늄원을 겸한 물질의 분말을 사용할 수도 있다. 이와 같은 물질로는, 예를 들어, 알칼리 장식 등의 장식을 들 수 있다.
- [0035] 전구체 혼합물은, 마그네슘원 분말을 함유하고 있어도 되고, 이 경우, 티탄산알루미늄계 세라믹스로서 티탄산알루미늄마그네슘을 얻을 수 있다. 마그네슘원 분말이란, 티탄산알루미늄계 세라믹스를 구성하는 마그네슘 성분이 되는 물질의 분말이고, 예를 들어, 마그네시아 (산화마그네슘) 의 분말을 들 수 있다.
- [0036] 마그네슘원 분말은, 공기 중에서 소성함으로써 마그네시아로 유도되는 물질의 분말이어도 된다. 이러한 물질로는, 예를 들어, 마그네슘염, 마그네슘알콕시드, 수산화마그네슘, 질화마그네슘, 금속 마그네슘 등을 들 수 있다.
- [0037] 마그네슘염으로서 구체적으로는, 염화마그네슘, 과염소산마그네슘, 인산마그네슘, 피롤린산마그네슘, 옥살산마그네슘, 질산마그네슘, 탄산마그네슘, 아세트산마그네슘, 황산마그네슘, 시트르산마그네슘, 락트산마그네슘, 스테아르산마그네슘, 살리실산마그네슘, 미리스트산마그네슘, 글루콘산마그네슘, 디메타크릴산마그네슘, 벤조산마그네슘 등을 들 수 있다.
- [0038] 마그네슘알콕시드로서 구체적으로는, 마그네슘메톡시드, 마그네슘에톡시드 등을 들 수 있다.
- [0039] 마그네슘원 분말로서 마그네슘원과 알루미늄원을 겸한 물질의 분말을 사용할 수도 있다. 이와 같은 물질로는, 예를 들어, 마그네시아스피넬 ( $MgAl_2O_4$ ) 을 들 수 있다.
- [0040] 티탄원 분말의 사용량, 알루미늄원 분말의 사용량, 마그네슘원 분말의 사용량, 및 실리콘원 분말의 사용량은, 각각에 함유되는 것과 동량의 Ti, Al, Mg, 또는 Si 를 함유하는, 티타니아 [ $TiO_2$ ] 의 양, 알루미늄아 [ $Al_2O_3$ ] 의 양, 마그네시아 [ $MgO$ ] 의 양, 및 실리카 [ $SiO_2$ ] 의 양으로 환산한 결과에 기초하여 결정된다. 티타니아 환산의 티탄원 분말의 사용량은, 티타니아 환산의 티탄원 분말의 사용량, 알루미늄아 환산의 알루미늄원 분말의 사용량 및 마그네시아 환산의 마그네슘원 분말의 사용량의 합계량 (이하, 전체 티타니아·알루미늄아·마그네시아량이라고 부른다) 100 질량부 당, 통상적으로 20 ~ 60 질량부이고, 바람직하게는 30 ~ 50 질량부이다. 알루미늄아 환산의 알루미늄원 분말의 사용량은, 전체 티타니아·알루미늄아·마그네시아량 100 질량부 당, 통상적으로 30 ~ 70 질량부이고, 바람직하게는 40 ~ 60 질량부이다. 또, 실리카 환산의 실리콘원 분말의 사용량은, 전체 티타니아·알루미늄아·마그네시아량 100 질량부 당, 통상적으로 0.1 ~ 20 질량부이고, 바람직하게는 1 ~ 10 질량부이다. 마그네시아 환산의 마그네슘원 분말의 사용량은, 전체 티타니아·알루미늄아·마그네시아량의 100 질량부 당, 통상적으로 0.1 ~ 10 질량부이고, 바람직하게는 0.5 ~ 5 질량부이다.
- [0041] 전구체 혼합물은, 예를 들어, 티탄원 분말, 알루미늄원 분말, 실리콘원 분말 및 임의로 사용되는 마그네슘원 분말을 혼합함으로써 얻을 수 있다. 혼합은, 건식으로 실시해도 되고, 습식으로 실시해도 된다. 혼합의 순서는 특별히 한정되는 것이 아니고, 예를 들어, 이들의 원료 분말을 동시에 혼합할 수 있다.
- [0042] 상기 원료 분말을 혼합할 때에는, 통상적으로 분쇄 용기 내에서, 분쇄 미디어와 함께 교반함으로써, 분쇄하면서 혼합한다. 분쇄 용기로는, 통상적으로 스테인리스강 등의 금속 재료로 구성된 것이 사용되고, 내표면이 불소 수지, 실리콘 수지, 우레탄 수지 등으로 코팅되어 있어도 된다. 분쇄 미디어로는, 예를 들어, 입자경 1 mm ~ 100 mm, 바람직하게는 5 mm ~ 50 mm 의 알루미늄아 비즈, 지르코니아 비즈 등을 들 수 있다.
- [0043] 교반은, 예를 들어, 상기 원료 분말 및 분쇄 미디어를 투입한 분쇄 용기를 진동시키거나 회전시킴으로써 실시할 수 있다. 분쇄 용기를 진동 또는 회전시킴으로써, 원료 분말이 분쇄 미디어와 함께 교반되어 혼합됨과 동시에, 분쇄된다. 분쇄 용기를 진동 또는 회전시키기 위해서는, 예를 들어, 진동 밀, 볼 밀, 유성 밀 등과 같은 통상적인 분쇄기를 사용할 수 있고, 공업적 규모에서의 실시가 용이한 면에서, 진동 밀이 바람직하게 사용된



다. 혼합은, 연속식으로 실시해도 되고, 회분식으로 실시해도 되는데, 공업적 규모에서의 실시가 용이한 면에서, 연속식으로 실시하는 것이 바람직하다. 혼합 및 분쇄에 필요로 하는 시간은, 통상적으로 1 분 ~ 6 시간, 바람직하게는 1.5 분 ~ 2 시간이다.

[0044] 혼합 및 분쇄에 있어서는, 분산제, 분쇄 보조제, 해고제 등의 첨가제를 첨가하여도 된다. 분쇄 보조제로는, 예를 들어, 메탄올, 에탄올, 프로판올 등의 1 가 알코올류 ; 프로필렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 에틸렌글리콜 등의 2 가 알코올류 ; 트리에탄올아민 등의 아민류 ; 팔미트산, 스테아르산, 올레산 등의 고급 지방산류 ; 카본 블랙, 그래파이트 등의 탄소 재료 등을 들 수 있다. 이들은 각각 단독 또는 2 종 이상을 조합하여 사용된다.

[0045] 첨가제를 사용하는 경우, 그 합계 사용량은, 원료 분말의 합계 사용량, 즉 티탄원 분말, 알루미늄원 분말, 실리콘원 분말 및 마그네슘원 분말의 합계 사용량 100 질량부에 대해, 통상적으로 0.1 ~ 10 질량부, 바람직하게는 0.5 ~ 5 질량부, 더욱 바람직하게는 0.75 ~ 2 질량부이다.

[0046] 첨가제를 사용한 경우, 그 성질에 따라서는 혼합 후의 전구체 혼합물에서 첨가제를 제거해도 된다. 예를 들어, 대기 중에서 가열하여 소실시킴으로써, 첨가제를 제거해도 된다. 이 때의 가열 온도는, 통상 500 ℃ 이하이다.

[0047] 유지 공정에서는, 상기와 같은 전구체 혼합물을 1100 ℃ ~ 1350 ℃ 의 온도 범위에서 3 시간 이상 유지한다. 이와 같은 유지 공정을 거쳐, 소성을 실시함으로써, 치밀한 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 얻을 수 있고, 이로써, 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체의 분쇄시에 있어서의 미립 성분의 생성을 억제할 수 있다.

[0048] 1100 ~ 1350 ℃ 의 온도 범위에서 유지하는 것은, 열 팽창 계수가 작은 티탄산알루미늄계 세라믹스를 1500 ℃ 미만의 소성 온도에서 제조하기 때문이다.

[0049] 전구체 혼합물 (티탄원 분말, 알루미늄원 분말, 실리콘원 분말 및 임의로 첨가되는 마그네슘원 분말의 혼합물) 은, 분말상인 채로 1100 ℃ ~ 1350 ℃ 의 온도 범위로 승온하여, 동 온도 범위를 유지해도 되고, 전구체 혼합물을 성형하여 얻어지는 성형체를 상기 온도 범위로 유지해도 된다. 전구체 혼합물을 성형하는 방법으로는, 통상적인 방법, 예를 들어, 1 축 프레스기, 타정기 등을 사용하여 성형형 내에서 가압하는 방법, 전구체 혼합물에 물 등의 액체 성분을 첨가한 후, 조립기, 압출기 등을 사용하여 성형하고, 건조시키는 방법 등을 들 수 있다.

[0050] 전구체 혼합물을 1100 ℃ ~ 1350 ℃ 의 온도 범위에서 유지하는 시간은, 3 시간 이상이고, 바람직하게는 4 시간 이상, 더욱 바람직하게는 6 시간 이상이다. 또, 유지 시간은 통상적으로 24 시간 이하이다. 1100 ℃ ~ 1350 ℃ 의 온도 범위로 유지하는 동안, 동 온도 범위를 벗어나지 않는 한, 전구체 혼합물을 일정 온도로 유지해도 되고, 서서히 승온해도 되며, 서서히 강온해도 되고, 승온과 강온을 교대로 반복해도 된다. 승온 또는 강온하는 경우의 승온 속도 또는 강온 속도는, 전구체 혼합물을 동 온도 범위로 유지하기 쉬운 면에서, 통상 100 ℃/시간 이하, 바람직하게는 80 ℃/시간 이하, 더욱 바람직하게는 50 ℃/시간 이하이다.

[0051] 상기 온도 범위로 승온할 때, 및 상기 온도 범위에서 유지할 때의 분위기는, 통상적으로 대기 중이지만, 사용하는 원료 분말, 즉 티탄원 분말, 알루미늄원 분말, 실리콘원 분말 및 마그네슘원 분말의 종류나 사용량 비에 따라서는, 질소 가스, 아르곤 가스 등의 불활성 가스 중이어도 되고, 일산화탄소 가스, 수소 가스 등과 같은 환원성 가스 중이어도 된다. 또, 수증기 분압을 낮게 한 분위기 중에서 승온 및 유지해도 된다.

[0052] 상기 온도 범위로의 승온 및 유지는, 통상적으로 관상 전기로, 상자형 전기로, 터널로, 원적외선로, 마이크로파 가열로, 샤프트로, 반사로, 로터리로, 롤러 하스로 등의 통상적인 가열로를 사용하여 실시된다.

[0053] (2) 소성 공정

[0054] 본 공정에 있어서, 상기 유지 공정을 거친 전구체 혼합물을, 1400 ℃ 이상, 통상적으로는 1500 ℃ 미만의 온도로 승온하고, 동 온도에서 소성함으로써, 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 얻는다. 소성은, 통상적으로 상기 유지 공정에 계속해서 상기 소성 온도로 승온함으로써 실시되고, 상기 유지 공정과 동일한 분위기 중에서, 동일한 가열로를 사용하여 실시된다.

[0055] 소성에 필요한 시간은, 상기 유지 공정을 거친 전구체 혼합물이 티탄산알루미늄계 세라믹스로 천이하는데 충분한 시간이면 되고, 전구체 혼합물의 양, 소성로의 형식, 소성 온도, 소성 분위기 등에 따라 상이하지만, 통상적으로는 10 분 ~ 24 시간이다.



- [0056] 이상과 같이 하여, 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 얻을 수 있다. 이와 같은 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체는, 전구체 혼합물을 분말상인 채 소성한 경우에는 통상적으로 덩어리상이고, 또, 전구체 혼합물의 성형체를 소성한 경우에는, 성형 직후의 성형체의 형상을 거의 유지한 형상이다.
- [0057] (3) 분쇄·분급 공정
- [0058] 본 공정에 있어서, 상기 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체를 분쇄하고, 분급하여, 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 얻는다. 본 발명의 제조 방법에 있어서, 분쇄·분급 공정은 이하의 공정을 구비한다.
- [0059] (A) 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체에 충격을 가하여 분쇄한 후, 얻어진 분쇄물을 분급함으로써, 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 얻는 공정, 및,
- [0060] (B) 그 분쇄물의 나머지에 충격을 가하여 다시 분쇄한 후, 얻어진 분쇄물을 분급함으로써, 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 얻는 공정.
- [0061] 상기 공정 (A) 및 (B) 에서 얻어지는 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 합한 것이, 목적하는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말이다. 상기 공정 (A) 및 (B) 를 구비하는 분쇄 및 분급에 의하면, 소정 입도 이하의 성분만을 선별, 회수할 수 있기 때문에, 조립 성분을 함유하지 않는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 얻을 수 있다. 또한, 공정 (B) 에 있어서의 재차의 분쇄 및 분급에 의해, 공정 (A) 의 조립 성분을 소정 입도 이하의 성분으로 하여 회수하기 때문에, 성형 분말로서 부적합한 조립 성분의 생성을 고도로 억제할 수 있다. 본 발명에 있어서는, 상기 공정 (B) 는 2 회 이상 반복되는 것이 바람직하다. 공정 (B) 를 반복하는 횟수가 많을수록, 목적으로 하는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 수득량을 올릴 수 있어, 최종적으로 남은 조립 성분의 양을 저감할 수 있다.
- [0062] 공정 (B) 가 2 회 이상 반복될 때, 2 회째 이후의 공정 (B) 에 있어서의 「상기 분쇄물의 나머지」는, 「전회의 공정 (B) 에 있어서의 분급에 의해 얻어진 분쇄물의 나머지」로 바꿔 읽을 수 있다.
- [0063] 또, 본 공정에서는, 분쇄에 의해 발생한 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 즉시 분급하여 분쇄 영역에서 배출하면서, 분쇄 영역에 존재하는 분쇄물의 나머지에 대해 분쇄를 계속함으로써, 상기 공정 (A) 및 공정 (B) 를 연속적으로 실시하는 것이 바람직하다. 분쇄에 의해 발생한 미세한 분말이 분쇄 영역에 체류하면, 그 후의 분쇄에 악영향을 주는데 비하여, 분쇄에 의해 발생한 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 즉시 분쇄 영역에서 배출하면, 계속하여 실시되는 나머지 분쇄물의 분쇄를 효율적으로 실시할 수 있다.
- [0064] 또한, 분쇄·분급 공정에 사용되는, 상기 유지 공정 및 소성 공정을 거쳐 얻어지는 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체는 치밀하기 때문에, 상기 분쇄 및 분급에 의해서도 미립 성분이 잘 생기지 않는다. 따라서, 본 발명의 제조 방법에 의하면, 미립 성분 및 조립 성분을 함유하지 않는, 입경 분포가 샤프한 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 얻을 수 있다.
- [0065] 또, 상기 공정 (A) 및 (B) 에 있어서 회수되는 소정 입도 이하의 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말은, 본 발명에 의해 얻어지는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 성형 실시 용이성 및 얻어지는 성형품의 품질 등을 고려하면, 최대 입경이 110  $\mu\text{m}$  이하인 분말인 것이 바람직하다.
- [0066] 상기와 같은 공정 (A) 및 공정 (B) 를 실시하기 위한 분쇄·분급 장치로서 도 1 에 나타내는 분급 기구 내장형의 분쇄 장치를 바람직하게 사용할 수 있다. 도 1 에 나타내는 분쇄 장치는, 기체 도입구 (101) 를 하방에 갖고, 기체 및 분말의 배출구 (102) 를 상방에 갖는 본체 (100) 를 구비한다. 본체 (100) 의 내부는, 통형상체 (103) 에 의해, 외측의 분쇄 영역 (200) 과 내측의 분급 영역 (300) 으로 구분되어 있다. 또, 본체 (100) 에는, 분쇄 영역 (200) 에 통하는, 분쇄 및 분급의 대상이 되는 물질을 공급하기 위한 투입구 (104) 가 형성되어 있다.
- [0067] 분쇄 영역 (200) 에는, 분쇄를 실시하기 위한, 단부에 분쇄 해머 (202) 를 구비하는 분쇄용 회전체 (201) 가 형성되어 있다. 보다 구체적으로는, 복수의 분쇄 해머 (202) 가, 분쇄용 회전체 (201) 의 외주부에, 분쇄 영역 (200) 의 내벽에 형성된 라이나 (203) 와 간극을 두도록 하여 설치되어 있다. 분쇄용 회전체 (201) 는, 그 중심축을 중심으로 하여 자유롭게 회전할 수 있다. 또, 분쇄 영역 (200) 은, 그 하방에서 기체 도입구 (101) 에 연속해 통해 있다.
- [0068] 분급 영역 (300) 은, 분쇄 영역 (200) 에서 분쇄되고, 기체 도입구 (101) 로부터 도입되는 기체의 기류를 타고 이동한 분말을 미분과 조분으로 분급하여, 미분만을 통과시키기 위한 영역으로, 배출구 (102) 에 연속해 통해

있다. 분급 영역 (300) 에는, 그 중심축을 중심으로 하여 자유롭게 회전할 수 있는 분급용 회전체 (301) 와 분급용 회전체 (301) 의 외주부에, 예를 들어 경사 각도 6 도 정도로 기립하여 형성된 복수의 분급용 팬 (302) 으로 이루어지는 분급 기구를 구비하고 있다. 분급 기구는, 분급된 미분만을 통과시켜, 배출구 (102) 에서 배출할 수 있도록 배치되어 있다.

[0069] 이와 같은 분쇄 장치를 사용한 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체의 분쇄 및 분급에 있어서, 투입구 (104) 로부터 투입된 티탄산알루미늄계 세라믹스 소성체는, 먼저, 분쇄 영역 (200) 에 도입되어 분쇄된다. 분쇄는, 분쇄용 회전체 (201) 가 회전되고, 분쇄 해머 (202) 에 의해 충격을 가함으로써 이루어진다. 여기서, 기체 도입구 (101) 에서는, 공기 혹은 불활성 가스 등의 기체가 본체 (100) 내부에 도입되어 있고, 그 기체는 분쇄 영역 (200) 의 바닥에서 분급 영역 (300) 의 바닥을 지나, 분급용 팬 (302) 을 횡단하여 배출구 (102) 로 흐르거나, 또는 분쇄 영역 (200) 의 바닥에서 분급 영역 (300) 의 외측 측면을 지나, 분급 영역 (300) 의 상방에서 하방으로 흘러 분급 팬 (302) 을 횡단하여, 배출구 (102) 로 흐른다. 따라서, 분쇄된 분말은, 그 기체에 의해 분급 영역 (300) 에 유입된다. 분급 영역 (300) 에 있어서, 분쇄된 분말은, 분급 영역 (300) 에서 배출구 (102) 를 향하는 기류의 반송력 및 분급용 회전체 (301) 에 의해 부여되는 원심력의 차이에 의해 미분과 조분으로 분리된다. 즉, 기류에 의한 반송력이 크게 작용하는 미분은, 분급용 팬 (302) 을 통과하여 배출구 (102) 에서 배출되고, 회수된다. 한편, 원심력이 크게 작용하는 조분은, 분급용 팬 (302) 을 통과하지 않고, 통형상체 (103) 의 하방에서 분쇄 영역 (200) 으로 되돌아온다. 이 분쇄 영역 (200) 으로 되돌아온 조분은, 다시 분쇄된 후, 분급 영역 (300) 에서 다시 분급된다. 본 장치에서는, 이와 같은 분쇄 및 분급 조작을 반복하여 실시할 수 있다.

[0070] 도 1 에 나타내는 구성을 구비하는 분쇄 장치로는, 호소카와 마이크론 (주) 제조의 ACM 펄버라이저 (예를 들어, ACM 펄버라이저 ACM-10) 를 들 수 있고, 본 발명에 바람직하게 적용할 수 있다.

[0071] 본 발명에 의해 얻어지는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말은, 미립 성분 및 조립 성분을 함유하지 않는 샤프한 입경 분포를 갖는 것이다. 구체적으로는, 본 발명에 의하면, 예를 들어, 입경이 10  $\mu\text{m}$  이하인 미립 성분의 함유량이 20 체적% 이하, 바람직하게는 10 체적% 이하이고, 입경 70  $\mu\text{m}$  이상인 조립 성분의 함유량이 10 체적% 미만, 바람직하게는 5 체적% 미만인 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말을 얻을 수 있다. 또, 본 발명에 의해 얻어지는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 평균 입자경 (메디안경) 은, 바람직하게는 20  $\mu\text{m}$  이상이고, 최대 입경은, 바람직하게는 110  $\mu\text{m}$  이하이다.

[0072] 유지 공정의 조건 (유지 시간, 유지 온도 등) 이나 상기 분급 기구 내장형의 분쇄 장치에 있어서의 분쇄용 회전체 및 분급용 회전체의 회전수, 기체의 유량 등의 조정에 의해, 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 입경 특성 (입경 분포, 평균 입자경 및 최대 입경) 을 제어할 수 있다.

[0073] 본 발명에 의해 얻어지는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말은, 미립 성분 및 조립 성분을 함유하지 않는 샤프한 입경 분포를 갖는 것이기 때문에, 세라믹스 성형체 재료로서 바람직하게 적용할 수 있다. 세라믹스 성형체로는, 예를 들어, 도가니, 세터, 토깍, 로제 등의 소성로용 지그, 디젤 엔진, 가솔린 엔진 등의 내연기관의 배기 가스 정화에 사용되는 필터나 촉매 담체, 발전 장치의 부품, 기관, 콘덴서 등의 전자 부품 등을 들 수 있다.

[0074] 실시예

[0075] 이하, 본 발명을 실시예에 의해 더욱 상세하게 설명하지만, 본 발명은 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0076] <실시예 1>

[0077] 산화티탄 (IV) 분말 [듀퐁 (주), 「R-900」] 38.1 질량부,  $\alpha$  알루미늄 분말 [스미토모 화학 (주) 제조, 「AES-12」] 52.5 질량부, 마그네시아스피넬 분말 5.7 질량부, 장식 분말 [후쿠시마 장식,  $\text{SiO}_2$  환산의 실리콘 함유량은 72 질량%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  환산의 알루미늄 함유량은 15 질량%] 3.7 질량부를 혼합하여, 전구체 혼합물을 얻었다.

[0078] 이 전구체 혼합물을 알루미늄 도가니에 넣고, 대기 중, 300  $^{\circ}\text{C}$ /시간의 속도로 1100  $^{\circ}\text{C}$  까지 승온하고, 1100 ~ 1300  $^{\circ}\text{C}$  에서 5 시간 유지한 후, 추가로 승온 속도 300  $^{\circ}\text{C}$ /시간으로 1430  $^{\circ}\text{C}$  까지 승온하고, 동 온도에서 3.75 시간 유지함으로써 소성하여, 티탄산알루미늄마그네슘 소성체를 얻었다.

[0079] 다음으로, 이 티탄산알루미늄마그네슘 소성체를, 도 1 에 나타내는 구성을 구비하는 분급 기구 내장형의 분쇄 장치 [호소카와 마이크론 (주) 제조의 ACM 펄버라이저 ACM-10] 를 사용하여, 분쇄용 회전체의 회전수 3000 rpm, 분급용 회전체의 회전수 2000 rpm, 기체 (공기) 의 유량 15  $\text{Nm}^3/\text{min}$  의 조건에서, 분쇄 및 분급함으로써 티탄산알루미늄마그네슘 분말을 얻었다. 얻어진 티탄산알루미늄마그네슘 분말의 입경 특성을 표 1 에 나타낸다.

또, 입경 분포 스펙트럼을 도 2 에 나타낸다. 또한, 표 1 에 나타내는 입경 특성 및 도 1 에 나타내는 입경 분포 스펙트럼은, 시스맥스 주식회사 제조 「마스터사이저 2000」 을 사용하여 측정했다.

- [0080] <실시예 2>
- [0081] 1100 ~ 1300 ℃ 에서의 유지 시간을 6.7 시간으로 한 것 이외에는, 실시예 1 과 동일하게 하여, 티탄산알루미늄마그네슘 분말을 얻었다. 얻어진 티탄산알루미늄마그네슘 분말의 입경 특성을 표 1 에 나타낸다.
- [0082] <실시예 3>
- [0083] 분쇄용 회전체의 회전수를 6800 rpm 으로 한 것 이외에는, 실시예 2 와 동일하게 하여, 티탄산알루미늄마그네슘 분말을 얻었다. 얻어진 티탄산알루미늄마그네슘 분말의 입경 특성을 표 1 에 나타낸다.
- [0084] <비교예 1>
- [0085] 먼저, 실시예 2 와 동일하게 하여, 티탄산알루미늄마그네슘 소성체를 얻었다. 다음으로, 이 티탄산알루미늄마그네슘 소성체를, 맷돌 밀 [츄오 화공기 상사 (주) 제조의 프레막스 PR-200 V] 를 사용하여, 톱니 간극 90  $\mu\text{m}$  , 회전수 2000 rpm 의 조건에서, 분쇄함으로써 티탄산알루미늄마그네슘 분말을 얻었다. 얻어진 티탄산알루미늄마그네슘 분말의 입경 특성을 표 1 에 나타낸다. 또, 입도 분포 스펙트럼을 도 2 에 나타낸다.
- [0086] <비교예 2>
- [0087] 먼저, 실시예 1 에서 사용한 것과 동일한 전구체 혼합물을 알루미늄이나 도가니에 넣고, 대기 중, 300 ℃/시간의 속도로 1100 ℃ 까지 승온하고, 1100 ~ 1300 ℃ 에서 2 시간 유지한 후, 추가로 승온 속도 300 ℃/시간으로 1450 ℃ 까지 승온하고, 동 온도에서 4 시간 유지함으로써 소성하여, 티탄산알루미늄마그네슘 소성체를 얻었다.
- [0088] 다음으로, 이 티탄산알루미늄마그네슘 소성체를, 상기 분급 기구 내장형의 분쇄 장치를 사용하여, 분쇄용 회전체의 회전수 6800 rpm, 분급용 회전체의 회전수 2000 rpm, 기체 (공기) 의 유량 15  $\text{Nm}^3/\text{min}$  의 조건에서, 분쇄 및 분급함으로써 티탄산알루미늄마그네슘 분말을 얻었다. 얻어진 티탄산알루미늄마그네슘 분말의 입경 특성을 표 1 에 나타낸다. 또, 입도 분포 스펙트럼을 도 2 에 나타낸다.
- [0089] <비교예 3>
- [0090] 분급용 회전체의 회전수를 500 rpm 으로 한 것 이외에는, 비교예 2 와 동일하게 하여, 티탄산알루미늄마그네슘 분말을 얻었다. 얻어진 티탄산알루미늄마그네슘 분말의 입경 특성을 표 1 에 나타낸다.
- [0091] <비교예 4>
- [0092] 분쇄용 회전체의 회전수를 4000 rpm 으로 한 것 이외에는, 비교예 2 와 동일하게 하여, 티탄산알루미늄마그네슘 분말을 얻었다. 얻어진 티탄산알루미늄마그네슘 분말의 입경 특성을 표 1 에 나타낸다.
- [0093] <비교예 5>
- [0094] 분쇄용 회전체의 회전수를 3000 rpm 으로 한 것 이외에는, 비교예 2 와 동일하게 하여, 티탄산알루미늄마그네슘 분말을 얻었다. 얻어진 티탄산알루미늄마그네슘 분말의 입경 특성을 표 1 에 나타낸다.

표 1

	평균 입자경 ( $\mu\text{m}$ )	입경 $10\mu\text{m}$ 이하의 미립 성분 (체적%)	입경 $70\mu\text{m}$ 이상의 조립 성분 (체적%)	입경 $110\mu\text{m}$ 초과의 조립 성분의 유무
실시예 1	31.5	8.3	4.0	없음
실시예 2	29.7	8.7	2.2	없음
실시예 3	20.1	17.2	0	없음
비교예 1	26.4	18.5	11.9	있음
비교예 2	13.4	33.4	0	없음
비교예 3	14.1	31.2	0.4	없음
비교예 4	17.4	26.0	0	없음
비교예 5	17.3	28.9	1.0	없음

[0095]

[0096]

실시예 1 ~ 3 은 본 발명의 요건을 전부 만족하고 있기 때문에, 얻어지는 티탄산알루미늄계 세라믹스 분말의 미립 성분 및 조립 성분의 생성이 억제되어 있다. 또한, 분쇄용 회전체의 회전수의 증가에 따라, 미립 성분이 증가하는 경향이 보였다.

[0097]

한편, 비교예 1 ~ 5 는, 본 발명의 어느 하나의 요건을 만족하고 있지 않는 예이다. 비교예 1 은, 유지 공정은 적절히 제어되고 있지만, 분급하고 있지 않기 때문에 미립 성분 및 조립 성분이 많아졌다. 비교예 2 ~ 5 는, 유지 공정에 있어서의 유지 시간이 짧았기 때문에, 미립 성분이 많아졌다.

[0098]

이번에 개시된 실시형태 및 실시예는 모든 면에서 예시로서, 제한적인 것이 아닌 것으로 생각되어야 할 것이다. 본 발명의 범위는 상기한 설명이 아니라 특허청구의 범위에 의해 나타내어지고, 특허청구의 범위와 균등한 의미 및 범위 내에서의 모든 변경이 포함되는 것이 의도된다.

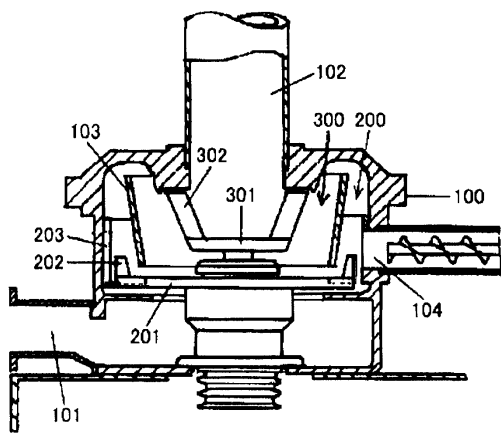
### 부호의 설명

[0099]

100 : 본체	101 : 기체 도입구
102 : 배출구	103 : 통 형상체
104 : 투입구	200 : 분쇄 영역
201 : 분쇄용 회전체	202 : 분쇄 해머
203 : 라이나	300 : 분급 영역
301 : 분급용 회전체	302 : 분급용 팬

도면

도면1



도면2

