



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 118715288 A

(43) 申请公布日 2024.09.27

(21) 申请号 202380020973.9

(22) 申请日 2023.02.06

(30) 优先权数据

2022-018510 2022.02.09 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.08.08

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2023/003741 2023.02.06

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/153352 JA 2023.08.17

(71) 申请人 电化株式会社

地址 日本

(72) 发明人 相京辉洋 川畑朋浩 山口纯

山下敦司

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

专利代理师 朝鲁门

(51) Int.Cl.

C08L 101/00 (2006.01)

C01B 33/18 (2006.01)

C01F 7/025 (2006.01)

C08K 3/22 (2006.01)

C08K 3/36 (2006.01)

权利要求书1页 说明书10页 附图1页

(54) 发明名称

无机粉末

(57) 摘要

本发明的无机粉末含有球状氧化铝粉末和球状二氧化硅粉末,构成为:含有该无机粉末的评价用树脂清漆的由剪切速度2[1/s]时的粘度/剪切速度20[1/s]时的粘度定义的触变指数为10~120。

1. 一种无机粉末, 含有球状氧化铝粉末和球状二氧化硅粉末,
其按照下述步骤T测定的含有该无机粉末的评价用树脂清漆的触变指数为10~120;
步骤T:

首先, 将该无机粉末以含量成为85质量%的方式在25°C下与液状的双酚F型环氧化物
即EPIKOTE 807进行混合, 得到所述评价用树脂清漆;

接着, 对于得到的评价用树脂清漆, 使用流变仪, 测定在25°C下以剪切速度2[1/s]测定
时的粘度即 η_2 和以剪切速度20[1/s]测定时的粘度即 η_{20} ;

基于 η_2/η_{20} 求出所述触变指数。

2. 根据权利要求1所述的无机粉末,

对于所述评价用树脂清漆, 使用流变仪在25°C下以剪切速度2[1/s]测定时的粘度即 η_2
为500Pa·s~30000Pa·s。

3. 根据权利要求1或2所述的无机粉末,

对于所述评价用树脂清漆, 使用流变仪在25°C下以剪切速度0.1[1/s]测定的粘度即
 $\eta_{0.1}$ 为2000Pa·s~60000Pa·s。

4. 根据权利要求1~3中任一项所述的无机粉末,

在室温25°C、湿度55%的条件下, 按照下述步骤B测定的振实堆积密度为1.5g/cm³~
2.3g/cm³;

步骤B:

使该无机粉末以1分钟5~10g的投入量从高度25cm自然落下, 投入100cm³的测定用杯的
内部, 持续至从杯溢出, 准备山状盛满的杯;

接着, 对于山状盛满的杯, 不振实而将超出杯上表面的部分刮去后, 测定杯中填充的无
机粉末的质量, 单位为g, 算出松散堆积密度, 单位为g/cm³;

另一方面, 对于山状盛满的杯, 以在上下方向180次的条件进行行程长2cm、1秒/次的振
实后, 将超出杯上表面的部分刮去, 其后测定杯中填充的无机粉末的质量, 单位为g, 算出振
实堆积密度, 单位为g/cm³。

5. 根据权利要求4所述的无机粉末,

将按照所述步骤B测定的松散堆积密度设为A、振实堆积密度设为P时,

基于 $(P-A)/P \times 100$ 求出的压缩度为31%~44%。

6. 根据权利要求1~5中任一项所述的无机粉末,

在通过基于湿法的激光衍射散射法测定的体积频率粒度分布中, 将累积值为10%的粒
径设为 D_{10} 、累积值为50%的粒径设为 D_{50} 、累积值为97%的粒径设为 D_{97} 时,

$(D_{97}-D_{10})/D_{50}$ 为4~30。

7. 根据权利要求1~6中任一项所述的无机粉末,

在通过基于湿法的激光衍射散射法测定的体积频率粒度分布中, 将累积值为10%的粒
径设为 D_{10} 、累积值为50%的粒径设为 D_{50} 时,

$D_{50}-D_{10}$ 为0.5 μm ~17 μm 。

无机粉末

技术领域

[0001] 本发明涉及无机粉末。

背景技术

[0002] 迄今为止对无机粉末进行有各种开发。作为这种技术,例如已知专利文献1所记载的技术。专利文献1中,作为无机粉末,记载了通过火焰热喷涂法进行了球状化的具有二氧化硅涂层的球状氧化铝粉末。

[0003] 现有技术文献

[0004] 专利文献

[0005] 专利文献1:日本特开2013—014513号公报

发明内容

[0006] 然而,本发明人研究的结果发现,在将上述专利文献1所记载的无机粉末配合于树脂时,在成型时的毛刺产生和成型性方面有改善的余地。

[0007] 本发明人进一步研究后发现,在含有球状氧化铝粉末和球状二氧化硅粉末的无机粉末中,通过适当地控制含有无机粉末的评价用树脂清漆的触变指数,在将其配合于树脂而成的树脂组合物中,则能够抑制成型时的毛刺产生,并且能够提高成型性,从而完成了本发明。

[0008] 根据本发明的一个方面,提供以下无机粉末。

[0009] 1.一种无机粉末,是含有球状氧化铝粉末和球状二氧化硅粉末的无机粉末,

[0010] 按照下述步骤T测定的含有该无机粉末的评价用树脂清漆的触变指数为10~120。

[0011] (步骤T)

[0012] 首先,将该无机粉末以含量成为85质量%的方式在25°C下与液状的双酚F型环氧树脂(EPIKOTE 807)进行混合,得到上述评价用树脂清漆;

[0013] 接着,在得到的评价用树脂清漆中,使用流变仪,测定在25°C下以剪切速度2[1/s]测定时的粘度(η_2)和以剪切速度20[1/s]测定时的粘度(η_{20});

[0014] 基于 η_2/η_{20} 求出上述触变指数。

[0015] 2.根据1.所述的无机粉末,

[0016] 对于上述评价用树脂清漆,使用流变仪在25°C下以剪切速度2[1/s]测定时的粘度(η_2)为500Pa·s~30000Pa·s。

[0017] 3.根据1.或2.所述的无机粉末,

[0018] 对于上述评价用树脂清漆,使用流变仪在25°C下以剪切速度0.1[1/s]测定的粘度($\eta_{0.1}$)为2000Pa·s~60000Pa·s。

[0019] 4.根据1.~3.中任一项所述的无机粉末,

[0020] 在室温25°C、湿度55%的条件下,按照下述步骤B测定的振实堆积密度为1.5g/cm³~2.3g/cm³。

[0021] (步骤B)

[0022] 使该无机粉末以1分钟5~10g的投入量从高度25cm自然落下,投入100cm³的测定用杯的内部,持续直至从杯溢出,准备山状盛满的杯。

[0023] 接着,对于山状盛满的杯,不振实而将超出杯上表面的部分刮去后,测定杯中填充的无机粉末的质量(g),算出松散堆积密度(g/cm³)。

[0024] 另一方面,对于山状盛满的杯,在上下方向以180次的条件(行程长2cm、1秒/次)振实后,将超出杯上表面的部分刮去后,测定杯中填充的无机粉末的质量(g),算出振实堆积密度(g/cm³)。

[0025] 5.根据1.~4.所述的无机粉末,其中,

[0026] 将按照上述步骤B测定的松散堆积密度设为A、振实堆积密度设为P时,

[0027] 基于 $(P-A)/P \times 100$ 求出的压缩度为31%~44%。

[0028] 6.根据1.~5.中任一项所述的无机粉末,其中,

[0029] 在通过基于湿法的激光衍射散射法测定的体积频率粒度分布中,将累积值为10%的粒径设为D₁₀、累积值为50%的粒径设为D₅₀、累积值为97%的粒径设为D₉₇时,

[0030] $(D_{97}-D_{10})/D_{50}$ 为4~30。

[0031] 7.根据1.~6.中任一项所述的无机粉末,其中,

[0032] 在通过基于湿法的激光衍射散射法测定的体积频率粒度分布中,将累积值为10%的粒径设为D₁₀、累积值为50%的粒径设为D₅₀时,

[0033] $D_{50}-D_{10}$ 为0.5μm~17μm。

[0034] 根据本发明,提供在配合于树脂时能够抑制成型时的毛刺产生且能够提高成型性的无机粉末。

附图说明

[0035] 图1是表示热喷涂装置的构成的示意性截面图。

具体实施方式

[0036] 说明本实施方式的无机粉末的概要。

[0037] 本实施方式的无机粉末构成为含有球状氧化铝粉末和球状二氧化硅粉末,按照下述步骤T测定的含有无机粉末的评价用树脂清漆的触变指数为10~120。

[0038] 对测定评价用树脂清漆的粘度和触变指数的步骤T进行说明。

[0039] 首先,将无机粉末以含量成为85质量%的方式在25℃下与液状的双酚F型环氧树脂(EPIKOTE 807)混合,得到评价用树脂清漆。

[0040] 接着,对于得到的评价用树脂清漆,使用流变仪,测定在25℃下以剪切速度0.1[1/s]、2[1/s]、20[1/s]的各剪切速度测定时的各个粘度($\eta_{0.1}$ 、 η_2 、 η_{20})。

[0041] 然后,基于 η_2/η_{20} 算出上述触变指数。

[0042] 上述触变指数的上限为120以下,优选为100以下,更优选为70以下。由此,能够提高树脂组合物的成型性。

[0043] 上述触变指数的下限为10以上,优选为30以上,更优选为50以上。由此,能够提高树脂组合物的毛刺特性。

[0044] 上述评价用树脂清漆的剪切速度 $2[1/s]$ 时的粘度(η_2)的上限例如为 $30000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下,优选为 $20000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下,更优选为 $15000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下。由此,能够提高操作性、抑制成型时的流动压力所导致的线材变形。

[0045] 上述粘度(η_2)的下限例如为 $500\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以上,优选为 $5000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以上,更优选为 $8000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以上。由此,能够提高操作性、抑制成型时的毛刺不良。

[0046] 上述评价用树脂清漆的以剪切速度 $0.1[1/s]$ 测定的粘度($\eta_{0.1}$)的上限例如为 $60000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下,优选为 $50000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下,更优选为 $45000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下。由此,能够抑制成型时的空气卷入所导致的空隙产生。

[0047] 上述以剪切速度 $0.1[1/s]$ 测定的粘度的下限例如为 $2000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以上,优选为 $10000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以上,更优选为 $20000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以上。由此,能够防止成型时的树脂中的填料分离。

[0048] 无机粉末中,使用按照下述步骤B求出的松散堆积密度(A)和振实堆积密度(P),基于 $(P-A)/P\times 100$ 算出压缩度。

[0049] 无机粉末的压缩度的上限例如为 44% 以下,优选为 43% 以下,更优选为 42% 以下。由此,可以期待无机粉末与树脂的混合性的提高。

[0050] 无机粉末的压缩度的下限例如为 31% 以上,优选为 32% 以上,更优选为 33% 以上。由此,可以期待粉体的操作性的提高。

[0051] 无机粉末的振实堆积密度(P)的上限例如为 $2.3\text{g}/\text{cm}^3$ 以下,优选为 $2.2\text{g}/\text{cm}^3$ 以下,更优选为 $2.1\text{g}/\text{cm}^3$ 以下。由此,致密性提高,有可能提高树脂组合物的强度。

[0052] 无机粉末的振实堆积密度(P)的下限例如为 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上,优选为 $1.6\text{g}/\text{cm}^3$ 以上,更优选为 $1.7\text{g}/\text{cm}^3$ 以上。由此,有可能提高粉体的操作性。

[0053] (振实堆积密度、松散堆积密度的测定步骤B)

[0054] 使该无机粉末以1分钟 $5\sim 10\text{g}$ 的投入量从高度 25cm 自然落下,投入 100cm^3 的测定用杯的内部,持续直至从杯溢出,准备山状盛满的杯。

[0055] 接着,对于山状盛满的杯,不振实而将超出杯上表面的部分刮去后,测定杯中填充的无机粉末的质量(g),算出松散堆积密度(g/cm^3)。

[0056] 另一方面,对于山状盛满的杯,在上下方向以180次的条件(行程长 2cm 、1秒/次)振实后,将超出杯上表面的部分刮去后,测定杯中填充的无机粉末的质量(g),算出振实堆积密度(g/cm^3)。

[0057] 通过基于湿法的激光衍射散射法测定无机粉末的体积频率粒度分布,在该体积频率粒度分布中,将累积值为 10% 的粒径设为 D_{10} 、累积值为 50% 的粒径设为 D_{50} 、累积值为 97% 的粒径设为 D_{97} 。

[0058] $(D_{97}-D_{10})/D_{50}$ 的下限例如为4以上,优选为5以上,更优选为6以上。如果粒度分布变得过窄或 D_{50} 变得过大,则有时粉体自身的流动性、填充性恶化。

[0059] $(D_{97}-D_{10})/D_{50}$ 的上限例如为30以下,优选为25以下,更优选为20以下。通过粒度分布不会变得过宽或 D_{50} 不会变得过小,而处于适当的范围,能够提高粉体自身的流动性、填充性。

[0060] $D_{50}-D_{10}$ 的上限例如为 $17\mu\text{m}$ 以下,优选为 $16\mu\text{m}$ 以下,更优选为 $15\mu\text{m}$ 以下。由此,能够确保适度的流动性、热导率等。

[0061] $D_{50}-D_{10}$ 的下限例如为 $0.5\mu\text{m}$ 以上,优选为 $1\mu\text{m}$ 以上,更优选为 $2\mu\text{m}$ 以上。由此,能够

确保填充性。

[0062] 无机粉末的粒度分布是基于利用激光衍射光散射法的粒度测定的值,例如可以利用“型号LS-13-230”(Beckman Coulter公司制)作为粒度分布测定机进行测定。测定时,溶剂使用水,作为预处理,使用均化器施加200W的输出进行分散处理1分钟。另外,制备成使PIDS(Polarization Intensity Differential Scattering(偏振强度微分散射))浓度为45~55%。应予说明,水的折射率使用1.33,粉末的折射率考虑粉末的材质的折射率。例如,非晶二氧化硅以折射率为1.50进行测定,氧化铝以折射率为1.68进行测定。

[0063] 在本实施方式中,例如通过适当地选择无机粉末中含有的各成分的种类、配合量、无机粉末的制备方法等,可以控制上述评价用树脂清漆的触变指数、堆积密度和压缩度。其中,例如可举出:对刚捕集后的氧化铝粉末和/或二氧化硅粉末实施适当的保管处理、适当地调整这些粉末在分级处理时的开度、并用不同粒径的球状氧化铝粉末和球状二氧化硅粉末等,作为用于将上述评价用树脂清漆的触变指数、堆积密度和压缩度设为所期望的数值范围的要素。

[0064] 对本实施方式的无机粉末进行详细说明。

[0065] 无机粉末中含有的球状氧化铝粉末和球状二氧化硅粉末也分别称为熔融球状粒子,在由可燃气体与助燃气体的燃烧反应而形成的高温火焰中供给原料粉末并在其熔点以上进行熔融球状化而制造。如果需要,也可以对这样得到的熔融球状粒子进行分级、筛分处理。

[0066] 例如,可以通过分别制造球状氧化铝粉末和球状二氧化硅粉末并将它们混合来得到无机粉末。

[0067] 将用于制造熔融球状粒子的热喷涂装置的概略图的一例示于图1。

[0068] 图1的热喷涂装置100由设置有燃烧器1的熔融炉2、用于通过鼓风机9的抽吸对由火焰的高温排气生成的熔融球状粒子进行分级的旋风分离器4、以及回收不能利用旋风分离器4捕集的微粉的袋式过滤器8构成。

[0069] 熔融炉2由立式炉体构成,但不限于此,也可以是水平放置而将火焰沿水平方向喷出的所谓卧式炉或倾斜炉。

[0070] 高温排气通过具备水冷夹套的配管3、5进行冷却。

[0071] 鼓风机9可以连接有未图示的抽吸气体量控制阀和气体排气口。

[0072] 熔融炉2、旋风分离器4和袋式过滤器8的下部可以连接有未图示的捕集粉抽出装置。

[0073] 分级可以使用具有重力沉降室、旋风分离器、旋转叶片的分级机等公知的设备来进行。该分级操作可以并入熔融球状化品的输送工序中进行,也可以统一捕集后在另一管路中进行。

[0074] 作为可燃气体,例如可使用乙炔、丙烷、丁烷等中的1种或2种以上,但优选发热量较小的丙烷、丁烷或其混合气体。

[0075] 作为助燃气体,例如可使用含有氧的气体。一般而言,使用99质量%以上的纯氧是廉价且最优选的。为了减少气体的发热量,也可以将空气、氩等非活性气体混合到助燃气体中。

[0076] 就作为原料粉末的氧化铝原料粉末而言,例如可以使用平均粒径为3~70 μm 的氧

化铝粉末。氢氧化铝粉末向高温火焰中的供给可以是干法或利用水等进行了浆料化的湿法。

[0077] 就作为原料粉末的二氧化硅原料粉末而言,例如可以使用将水晶、天然硅石等二氧化硅质原料调整成 $1\mu\text{m}$ 以下的粒子比例为 $15\sim 50\%$ 、 $5\mu\text{m}$ 以上的粒子比例为 $50\sim 80\%$ 的粒度构成的粉末。

[0078] 无机粉末中的球状二氧化硅粉末的含量在球状氧化铝粉末和球状二氧化硅粉末的合计值100质量%中例如为 $3\sim 30$ 质量%,优选为 $3\sim 20$ 质量%,更优选为 $3\sim 10$ 质量%。

[0079] 球状二氧化硅粉末可以是非晶和/或结晶。

[0080] 球状二氧化硅粉末例如通过下述方法测定的非晶率优选为 95% 以上,更优选为 97% 以上。非晶率是使用粉末X射线衍射装置(例如RIGAKU公司制商品名“型号MiniFlex”),在 $\text{CuK}\alpha$ 射线的 2θ 为 $26^\circ\sim 27.5^\circ$ 的范围进行X射线衍射分析,由特定衍射峰的强度比测定。在二氧化硅质粉末的情况下,结晶二氧化硅在 26.7° 存在主峰,但在非晶二氧化硅中不存在峰。当非晶二氧化硅和结晶二氧化硅混合存在时,可得到与结晶二氧化硅的比例对应的 26.7° 的峰高,因此根据试样的X射线强度与结晶二氧化硅标准试样的X射线强度之比算出结晶二氧化硅混合比(试样的X射线衍射强度/结晶二氧化硅的X射线衍射强度),由公式非晶率($\%$) = $(1 - \text{结晶二氧化硅混合比}) \times 100$ 求出非晶率。

[0081] 作为球状氧化铝粉末和/或球状二氧化硅粉末的“球状”的程度,例如优选具有小于累积粒度分布 75% (d_{75})的粒径的粒子的平均球形度为 0.90 以上,具有 d_{75} 以上的粒径的粒子的平均球形度为 0.85 以上。一般而言,如果提高球状二氧化硅粉末的平均球形度,则有流动性提高的倾向,特别是通过将具有 d_{75} 以上的粒径的粗粒子的平均球形度设为 0.85 以上,能够进一步提高本实施方式的效果。

[0082] 平均球形度可以将利用实体显微镜(例如Nikon公司制型号“SMZ-10型”)、扫描式电子显微镜等拍摄的粒子像导入图像分析装置(例如Nippon Avionics公司制等),按以下方式进行测定。即,由照片测定粒子的投影面积(A)和周长(PM)。如果将与周长(PM)对应的真圆的面积设为(B),则该粒子的真圆度可以表示为 A/B 。因此,如果假设具有与试样粒子的周长(PM)相同的周长的真圆,则由于 $PM = 2\pi r$ 、 $B = \pi r^2$,所以成为 $B = \pi \times (PM/2\pi)^2$,各个粒子的球形度能够以球形度 $= A/B = A \times 4\pi / (PM)^2$ 的形式算出。求出这样得到的任意的200个粒子的真圆度,将其平均值作为平均球形度。

[0083] 应予说明,作为上述以外的真圆度的测定法,也可以由利用粒子像分析装置(例如Sysmex公司制型号“FPIA-1000”)定量地自动测定的各个粒子的圆形度,利用公式真圆度 $= (\text{圆形度})^2$ 进行换算来求出。

[0084] 可以适当地使用将本发明的无机粉末配合于树脂组合物而成的材料作为树脂成型材料。

[0085] 接下来,对本实施方式的树脂组合物进行说明。

[0086] 树脂组合物除了本发明的无机粉末以外,还含有树脂、公知的树脂添加剂等。

[0087] 树脂组合物中,无机粉末可以单独使用,也可以与其他填料混合使用。树脂组合物中可以含有 $10\sim 99$ 质量%的无机粉末,或者也可以含有 $10\sim 99$ 质量%的含有无机粉末和其他填料的混合无机粉末。另外,混合无机粉末中,相对于无机粉末100质量%,其他填料的含量例如为 $1\sim 20$ 质量%,也可以为 $3\sim 15$ 质量%。

[0088] 应予说明,本说明书中,只要没有特别明示,“~”表示包含上限值和下限值。

[0089] 作为其他填料,例如可举出二氧化钛、氮化硅、氮化铝、碳化硅、滑石、碳酸钙等。其他填料的平均粒径使用5~100 μm 左右,对其粒度构成和形状没有特别限制。

[0090] 作为上述树脂,例如可举出环氧树脂;有机硅树脂;酚醛树脂;三聚氰胺树脂;脲醛树脂;不饱和聚酯;氟树脂;聚酰亚胺、聚酰胺酰亚胺、聚醚酰亚胺等聚酰胺;聚对苯二甲酸丁二醇酯、聚对苯二甲酸乙二醇酯等聚酯;聚苯硫醚;全芳香族聚酯;聚砜;液晶聚合物;聚醚砜;聚碳酸酯;马来酰亚胺改性树脂;ABS树脂、AAS(丙烯腈丙烯酸橡胶苯乙烯)树脂、AES(丙烯腈、乙烯、丙烯、二烯橡胶-苯乙烯)树脂等。它们可以单独使用或组合使用2种以上。

[0091] 树脂组合物例如可以通过将规定量比的原料成分利用混合机、亨舍尔混合机等混合后利用加热辊、捏合机、单螺杆或双螺杆挤出机等混炼,冷却后进行粉碎来制造。

[0092] 以上,对本发明的实施方式进行了说明,但这些是本发明的例示,可以采用上述以外的各种构成。另外,本发明不限于上述实施方式,能够实现本发明的目的的范围内的变形、改良等包含在本发明中。

[0093] 实施例

[0094] 以下,参照实施例对本发明进行详细说明,但本发明不受这些实施例的记载任何限定。

[0095] <无机粉末的制造>

[0096] 使用图1所示的热喷涂装置100,制造各种球状氧化铝粉末和球状二氧化硅粉末。

[0097] 图1所示的热喷涂装置100具备:熔融炉2、设置于熔融炉2的上部的燃烧器1、以及直接连接设置于熔融炉2的下部的由旋风分离器4和袋式过滤器8构成的捕集系管路。

[0098] 燃烧器1具有能够形成内焰和外焰的双管结构,设置于熔融炉2的顶部,分别连接可燃气体供给管11、助燃气体供给管12、原料供给管13。

[0099] 在熔融炉2内,从原料供给管13将原料粉末供给到高温火焰中,使其熔融,能够形成经球状化的熔融球状粒子。通过熔融炉2的熔融球状粒子与燃烧排气一起被鼓风机9抽吸,在配管3、5内随空气移动,由旋风分离器4或袋式过滤器8分级、捕集。

[0100] (实施例1)

[0101] • 球状氧化铝粉末的制造

[0102] 使用上述热喷涂装置100,从可燃气体供给管11供给作为可燃性气体的LPG,从助燃气体供给管12供给作为助燃气体大气中的空气,在燃烧器1中,通过LPG与氧的燃烧而形成高温火焰。

[0103] 利用配置于配管3的未图示的旋转阀向旋风分离器4供给二次空气。二次空气使用大气中的空气。另外,将旋风分离器4的下部的阀的开闭程度(下部开度)设为100%。

[0104] 作为原料粉末,使用平均粒径(D_{50})在2~45 μm 的范围具有极大值的氧化铝粉末。将由袋式过滤器8捕集的熔融球状粒子作为球状氧化铝粉末回收。

[0105] • 球状二氧化硅粉末的制造

[0106] 作为原料粉末,使用平均粒径(D_{50})为5 μm 的天然硅石粉末,作为原料的载气,设为10 Nm^3/hr ,将燃烧器的可燃性气体的供给量设为10 Nm^3/hr ,将助燃气体的供给量设为25 Nm^3/hr ,除此之外,与上述球状氧化铝粉末的制造同样。

[0107] 将由袋式过滤器8捕集的熔融球状粒子作为平均粒径(D_{50})为0.3 μm 的球状二氧化

硅粉末回收。

[0108] • 无机粉末的制造

[0109] 球状二氧化硅粉末在刚捕集后以湿度60~80%、温度20~30°C在铝袋中(生产日本公司制,LAMIZIP AL)保管28天以内(保管处理)。将刚将铝袋开封并取出后的球状二氧化硅粉末与上述刚制造后的球状氧化铝粉末以质量比为90:10进行混合,得到无机粉末。

[0110] (实施例2~4)

[0111] 在球状氧化铝粉末的制造中分级处理时,将下部开度分别变更为20%、25%、35%,除此之外,与上述实施例1同样地进行,使用所得到的球状氧化铝粉末,得到无机粉末。

[0112] (比较例1)

[0113] 不混合球状二氧化硅粉末,使用上述球状氧化铝粉末作为无机粉末。

[0114] (比较例2)

[0115] 将不实施上述保管处理而在大气中保管28天的上述球状二氧化硅粉末与在球状氧化铝粉末的制造中分级处理时设为下部开度100而得到的上述球状氧化铝粉末以质量比为98:2进行混合,得到无机粉末。

[0116] (比较例3)

[0117] 将不实施上述保管处理而在大气中保管28天的上述球状二氧化硅粉末与在球状氧化铝粉末的制造中分级处理时设为下部开度100%而得到的上述球状氧化铝粉末以质量比为85:15进行混合,得到无机粉末。

[0118]

[表1]

无机粉末		单位	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	比较例1	比较例2	比较例3
粘度	剪切速度 $0.1S^{-1}$ $\eta_{0.1}$	Pa·s	30800	21320	23220	40630	1889	1692	56244
	剪切速度 $2S^{-1}$ η_2	Pa·s	9306	9300	9680	13430	351	320	23427
	剪切速度 $20S^{-1}$ η_{20}	Pa·s	137	154	164	146	128	78	174
粉末测试仪	触变指数 η_2/η_{20}		68	60	59	92	3	4	135
	松散堆积密度	g/cm ³	1.4	1.3	1.4	1.3	1.3	1.6	1.1
	振实堆积密度	g/cm ³	2.1	2.1	2.1	2.0	2.4	2.3	1.9
	压缩度	%	35	37	35	35	45	30	42
	D ₁₀	μm	3.0	2.2	2.2	1.9	3.7	3.2	2.5
粒度分布	D ₅₀	μm	16	7	7	5	22	9	7
	D ₉₇	μm	99	72	63	68	79	66	73
	D ₅₀ -D ₁₀	μm	5	5	4	3	18	6	5
	(D ₉₇ -D ₁₀)/D ₅₀		6	10	9	14	3	7	10
成型性			良好	良好	良好	良好	良好	良好	不良
毛刺特性			良好	良好	良好	良好	不良	不良	良好

[0119] <粘度>

[0120] 将得到的无机粉末以含量成为85质量%的方式在25°C下与液状的双酚F型环氧化

物(EPIKOTE 807)进行混合,得到上述评价用树脂清漆。

[0121] 对于得到的评价用树脂清漆,使用流变仪(AntonPaar公司制),测定在25°C下以剪切速度0.1[1/s]测定的粘度($\eta_{0.1}$)、以剪切速度2[1/s]测定时的粘度(η_2)和以剪切速度20[1/s]测定时的粘度(η_{20})。使用所得到的 η_2 、 η_{20} ,利用式 η_2/η_{20} 求出触变指数。

[0122] <松散堆积密度、振实堆积密度>

[0123] 在得到的无机粉末中,在室温25°C、湿度55%的条件下,使用粉末测试仪(Hosokawa Micron公司制,PT-E型),测定松散堆积密度和振实堆积密度。

[0124] 具体步骤如下。

[0125] 使作为测定样品的无机粉末以1分钟5~10g的投入量从高度25cm自然落下,投入100cm³的测定用杯的内部,持续直至从杯溢出,准备山状盛满的杯。

[0126] 接着,对于山状盛满的杯,不振实而将超出杯上表面的部分刮去后,测定杯中填充的无机粉末的质量(g),算出松散堆积密度(g/cm³)。

[0127] 另一方面,对于山状盛满的杯,在上下方向以180次的条件(行程长2cm、1秒/次)振实后,将超出杯上表面的部分刮去后,测定杯中填充的无机粉末的质量(g),算出振实堆积密度(g/cm³)。

[0128] 将按照上述步骤求出的松散堆积密度设为A、振实堆积密度设为P时,基于式: $(P-A)/P \times 100$ 求出压缩度(%)。

[0129] <粒度分布>

[0130] 对于得到的无机粉末,使用粒度分布测定装置(Beckman Coulter公司制,LS-13-230),通过基于湿法的激光衍射散射法求出体积频率粒度分布。溶剂使用水,作为预处理,使用均化器施加200W的输出进行分散处理1分钟。另外,以使PIDS(Polarization Intensity Differential Scattering)浓度为45~55%的方式进行制备并测定。

[0131] 基于得到的体积频率粒度分布,算出累积值为X%的粒径 D_x 。

[0132] <成型性>

[0133] 使用亨舍尔混合机(Nippon Coke&Engineering公司制“FM-20C/I”),将得到的无机粉末90质量份、联苯型环氧树脂(Japan Epoxy Resin株式会社制YX-4000HK)5.5质量份、酚醛树脂(苯酚芳烷基树脂,明和化成株式会社制MEHC-7800S)4.8质量份、三苯基膦(北兴化学工业株式会社制:TPP)0.15质量份和N-苯基-3-氨基丙基三甲氧基硅烷(信越化学工业株式会社制:KBM-573)0.35质量份在常温、转速2000rpm的条件下混合,将得到的混合物在同向咬合双螺杆挤出混炼机(螺杆直径 $D=25\text{mm}$, $L/D=10.2$,桨叶转速50~120rpm,喷吐量3.0kg/Hr,混炼物温度98~100°C)中加热混炼,得到树脂组合物。

[0134] 使用所得到的树脂组合物,使用螺旋流动模具,依据EMMI-1-66(Epoxy Molding Material Institute;Society of Plastic Industry)进行。模具温度为175°C,成型压力为4.5MPa,保压时间为90秒。

[0135] 当螺旋流动为200cm以上时,评价为成型性良好,当小于200cm时,评价为成型性不良。

[0136] <毛刺特性>

[0137] 另外,对于得到的树脂组合物,使用具有2 μm 、5 μm 、10 μm 、30 μm 的狭缝的毛刺测定用模具,用游标卡尺测定在以成型温度为175°C、成型压力为7.4MPa进行成型时流出到狭缝中

的树脂,对在各个狭缝测定的值进行平均,求出毛刺长度(μm)。

[0138] 当毛刺长度为1mm以下时,评价为能够抑制成型时的毛刺产生(良好),当超过1mm时,评价为成型时有产生毛刺的风险(不良)。

[0139] 实施例1~4的无机粉末与比较例3相比,显示能够提高树脂组合物的成型性的结果,与比较例1、2相比,显示能够抑制成型时的毛刺产生的结果。

[0140] 本申请主张以2022年2月9日申请的日本申请特愿2022-018510号为基础的优先权,并将其全部公开内容并入本文。

[0141] 符号说明

[0142] 1燃烧器

[0143] 2熔融炉

[0144] 3配管

[0145] 4旋风分离器

[0146] 5配管

[0147] 8袋式过滤器

[0148] 9鼓风机

[0149] 11可燃气体供给管

[0150] 12助燃气体供给管

[0151] 13原料供给管

[0152] 100热喷涂装置

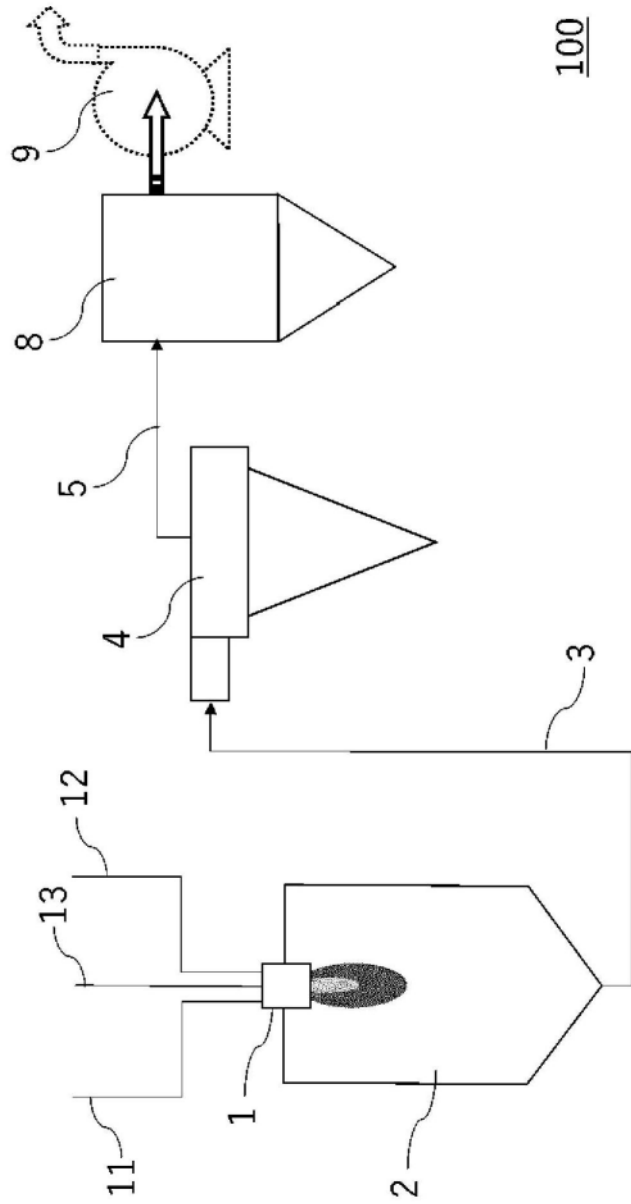


图1