



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201033154 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 09 月 16 日

(21)申請案號：098133963

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 10 月 07 日

(51)Int. Cl.：

C04B35/478 (2006.01)

C04B35/622 (2006.01)

B02C23/10 (2006.01)

(30)優先權：2008/10/07

日本

2008-260240

(71)申請人：住友化學股份有限公司 (日本) SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED
(JP)

日本

(72)發明人：鈴木敬一郎 SUZUKI, KEIICHIRO (JP)；鳴海雅之 NARUMI, MASAYUKI (JP)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：11 項 圖式數：2 共 30 頁

(54)名稱

酞酸鋁系陶瓷粉末之製造方法

PROCESS FOR PRODUCING ALUMINUM TITANATE-BASED CERAMICS POWDER

(57)摘要

本發明係提供一種可有效率地製造良率佳之可抑制微粒成分及粗粒成分之生成，且具有非常地尖銳的粒徑分佈之鈦酸鋁系陶瓷粉末的方法為目的。本發明係一種鈦酸鋁系陶瓷粉末之製造方法，其特徵為包含將含有鈦源粉末、鋁源粉末及矽源粉末之前驅物混合物，於 1100°C ~ 1350°C 之溫度範圍下保持 3 小時以上之步驟、與昇溫至 1400°C 以上之溫度，於相同溫度下進行前述保持後之前驅物混合物的燒成，得到鈦酸鋁系陶瓷燒成體之步驟、與將鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎、進行分級之步驟，其中前述粉碎及分級之步驟係具備有將鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎後，藉由將前述粉碎物分級，得到特定粒度以下之粉末的步驟 (A)、與將前述粉碎物之殘量再度粉碎後，藉由將得到之粉碎物分級，得到特定粒度以下之粉末的步驟 (B)。



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201033154 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 09 月 16 日

(21)申請案號：098133963

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 10 月 07 日

(51)Int. Cl.：

C04B35/478 (2006.01)

C04B35/622 (2006.01)

B02C23/10 (2006.01)

(30)優先權：2008/10/07

日本

2008-260240

(71)申請人：住友化學股份有限公司 (日本) SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED
(JP)

日本

(72)發明人：鈴木敬一郎 SUZUKI, KEIICHIRO (JP)；鳴海雅之 NARUMI, MASAYUKI (JP)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：11 項 圖式數：2 共 30 頁

(54)名稱

酞酸鋁系陶瓷粉末之製造方法

PROCESS FOR PRODUCING ALUMINUM TITANATE-BASED CERAMICS POWDER

(57)摘要

本發明係提供一種可有效率地製造良率佳之可抑制微粒成分及粗粒成分之生成，且具有非常地尖銳的粒徑分佈之鈦酸鋁系陶瓷粉末的方法為目的。本發明係一種鈦酸鋁系陶瓷粉末之製造方法，其特徵為包含將含有鈦源粉末、鋁源粉末及矽源粉末之前驅物混合物，於 1100°C ~ 1350°C 之溫度範圍下保持 3 小時以上之步驟、與昇溫至 1400°C 以上之溫度，於相同溫度下進行前述保持後之前驅物混合物的燒成，得到鈦酸鋁系陶瓷燒成體之步驟、與將鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎、進行分級之步驟，其中前述粉碎及分級之步驟係具備有將鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎後，藉由將前述粉碎物分級，得到特定粒度以下之粉末的步驟 (A)、與將前述粉碎物之殘量再度粉碎後，藉由將得到之粉碎物分級，得到特定粒度以下之粉末的步驟 (B)。

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種鈦酸鋁系陶瓷粉末之製造方法，詳細而言之，係關於一種將含有鈦源粉末、鋁源粉末及矽源粉末之前驅物混合物進行燒成，將此粉碎及分級而製造鈦酸鋁系陶瓷粉末之方法。

【先前技術】

已知，鈦酸鋁係耐熱性優異之陶瓷，例如於專利文獻 1 中揭示混合粉末狀之鈦源、鋁源，將得到之前驅物混合物燒成之方法。藉由如此方法所得之鈦酸鋁系陶瓷一般為塊狀，但是可藉由將此進行粉碎可得到粉末。得到之鈦酸鋁系陶瓷粉末係可加入水等之液體成分為黏土狀後，藉由擠壓成形法等之方法為成形體。

〔先前技術文獻〕

〔專利文獻〕

〔專利文獻 1〕國際公開第 05/105704 號文獻

【發明內容】

〔發明所欲解決之課題〕

又，鈦酸鋁系陶瓷係於粉碎時容易微細化，故藉由粉碎得到之鈦酸鋁系陶瓷粉末係包含許多之微粒成分。因此，粉碎後之鈦酸鋁系陶瓷粉末一般可藉由篩分等之分級操作，由微粒成分及粗粒成分清除，使用於成形。

已知，被清除之微粒成分係將擠壓成形品製造時所得之陶瓷成形體之細孔堵塞。又，粗粒成分係使擠壓機塞滿，因為粗粒成分具有無法得到具有薄的壁面之成形品這樣不好的狀況。因此，在現狀被清除之鈦酸鋁系陶瓷粉末之微粒成分及粗粒成分係無法直接使用於成形，完全是無效果的。

本發明之目的係提供一種可有效率地製造良率佳之可抑制微粒成分及粗粒成分之生成，且具有非常地尖銳的粒徑分佈之鈦酸鋁系陶瓷粉末的方法。

〔用以解決課題之手段〕

本發明係提供一種鈦酸鋁系陶瓷粉末之製造方法，其特徵為包含將含有鈦源粉末、鋁源粉末及矽源粉末之前驅物混合物，於 $1100^{\circ}\text{C} \sim 1350^{\circ}\text{C}$ 之溫度範圍下保持 3 小時以上之步驟、與昇溫至 1400°C 以上之溫度，藉由於相同溫度下進行前述保持後之前驅物混合物的燒成，得到鈦酸鋁系陶瓷燒成體之步驟、與將前述鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎、進行分級之步驟，於此，將前述鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎、進行分級之步驟係具備有對前述鈦酸鋁系陶瓷燒成體施加衝擊而粉碎後，藉由將得到之粉碎物進行分級，得到特定粒度以下之鈦酸鋁系陶瓷粉末的步驟（A）、與對前述粉碎物之殘量施加衝擊而再度粉碎後，藉由將得到之粉碎物進行分級，得到特定粒度以下之鈦酸鋁系陶瓷粉末的步驟（B）。本發明中，步驟（B）係反覆 2 次以上為佳。

步驟 (B) 反覆 2 次以上時，第 2 次以後之步驟 (B) 時之「前述粉碎物之殘量」亦可稱為「前次之步驟 (B) 時之分級得到之粉碎物的殘量」。

本發明之方法中，將藉由粉碎產生之特定粒度以下的鈦酸鋁系陶瓷粉末立即分級，由粉碎區域持續排出，並對於存在於粉碎區域之粉碎物的殘量繼續粉碎，連續地進行前述步驟 (A) 及步驟 (B) 為佳，又，將前述粉碎及分級之步驟係藉由分級機構內藏型粉碎機進行為佳。

上述步驟 (A) 及步驟 (B) 所得之特定粒度以下的鈦酸鋁系陶瓷粉末之最大粒徑為 $110\mu\text{m}$ 以下之鈦酸鋁系陶瓷粉末為佳。又，上述前驅物混合物係尚可含有鎂源粉末。

氧化鈦換算之鈦源粉末的使用量係氧化鈦換算之鈦源粉末的使用量、氧化鋁換算之鋁源粉末的使用量、及氧化鎂換算之鎂源粉末的使用量之每合計量 100 質量份，20 質量份以上 60 質量份以下為佳。又，氧化鋁換算之鋁源粉末的使用量係氧化鈦換算之鈦源粉末的使用量、氧化鋁換算之鋁源粉末的使用量、及氧化鎂換算之鎂源粉末的使用量之每合計量 100 質量份，30 質量份以上 70 質量份以下為佳。又，氧化鎂換算之鎂源粉末的使用量係氧化鈦換算之鈦源粉末的使用量、氧化鋁換算之鋁源粉末的使用量、及氧化鎂換算之鎂源粉末的使用量之每合計量 100 質量份，0.1 質量份以上 10 質量份以下為佳。

本發明亦包含藉由上述之任一種之方法得到之鈦酸鋁系陶瓷粉末。前述鈦酸鋁系陶瓷粉末係粒徑 $10\mu\text{m}$ 以下之

微粒成分的含有量為 20 體積%以下，且粒徑 70 μm 以上之粗粒成分的含有量未達 10 體積%為佳。

〔發明之效果〕

依據本發明，可有效率地製造不包含微粒成分及粗粒成分的具有非常地尖銳的粒徑分佈之鈦酸鋁系陶瓷粉末。即，依據本發明之製造方法，微粒成分及粗粒成分等之成形粉末係可抑制不適當的成分之產生，且可製造良率佳之具有成形粉末之適合的粒徑分佈之鈦酸鋁系陶瓷粉末。

〔用以實施本發明之最佳形態〕

本發明之鈦酸鋁系陶瓷粉末之製造方法係含有下述之步驟。

(1) 將含有鈦源粉末、鋁源粉末及矽源粉末之前驅物混合物，於 1100 $^{\circ}\text{C}$ ~ 1350 $^{\circ}\text{C}$ 之溫度範圍下保持 3 小時以上之步驟（保持步驟）。

(2) 藉由昇溫至 1400 $^{\circ}\text{C}$ 以上之溫度，於相同溫度下實行前述保持後之前驅物混合物的燒成，得到鈦酸鋁系陶瓷燒成體之步驟（燒成步驟）。

(3) 將前述鈦酸鋁系陶瓷燒成體進行粉碎、分級之步驟（粉碎-分級步驟）。

(1) 保持步驟

本步驟係將含有鈦源粉末、鋁源粉末及矽源粉末之前

驅物混合物於 1100°C ~ 1350°C 之溫度範圍下保持 3 小時以上。前述前驅物混合物係可藉由混合鈦源粉末、鋁源粉末、及矽源粉末製得。該前驅物混合物係可藉由燒成，得到鈦酸鋁系陶瓷。

構成前驅物混合物之鈦源粉末係構成鈦酸鋁系陶瓷之鈦成分成爲之物質的粉末，如此物質係舉例如氧化鈦之粉末。氧化鈦係可使用舉例如氧化鈦 (IV)、氧化鈦 (III)、氧化鈦 (II) 等，氧化鈦 (IV) 爲佳。氧化鈦 (IV) 係可爲結晶性或非晶質。氧化鈦 (IV) 爲結晶性時，結晶型係可舉出銳鈦礦型、金紅石、板鈦礦等，較佳係銳鈦礦型、金紅石。

本發明使用之鈦源粉末係可藉由於空氣中進行燒成，得到二氧化鈦 (氧化鈦) 之物質的粉末。如此物質係舉例如鈦鹽、烷氧化鈦、氧化鈦、氮化鈦、硫化鈦、鈦等。

具體而言之，鈦鹽係可舉係三氯化鈦、四氯化鈦、硫化鈦 (IV)、硫化鈦 (VI)、硫酸鈦 (IV) 等。具體而言之，烷氧化鈦係可舉係乙氧化鈦 (IV)、甲氧化鈦 (IV)、tert-丁氧化鈦 (IV)、異丁氧化鈦 (IV)、n-丙氧化鈦 (IV)、四異丙氧化鈦 (IV) 及此等之螯合物等。

鈦源粉末係使用氧化鈦粉末爲佳，較佳係氧化鈦 (IV) 粉末。

鋁源粉末係構成鈦酸鋁系陶瓷之鋁成分所成的物質的粉末，可舉例如 alumina (氧化鋁) 之粉末。氧化鋁係可爲結晶性或非晶質。氧化鋁爲結晶性時，該結晶型係可舉

γ 型、 δ 型、 θ 型、 α 型等，較佳可使用 α 型之氧化鋁。

本發明使用之鋁源粉末係可藉由於空氣中進行燒成，得到於氧化鋁之物質的粉末。如此物質係可舉例如鋁鹽、烷氧化鋁、氫氧化鋁、金屬鋁等。

鋁鹽係可為無機酸之鹽（無機鹽）或有機酸之鹽（有機鹽）。具體而言之，鋁無機鹽係可舉硝酸鋁、硝酸鉍鋁等之硝酸鹽；碳酸鉍鋁等之碳酸鹽等。鋁有機鹽係可舉例如草酸鋁、乙酸鋁、硬脂酸鋁、乳酸鋁、月桂酸鋁等。

又，具體而言之，烷氧化鋁係可舉例如異丙氧化鋁、乙氧化鋁、sec-丁氧化鋁、tert-丁氧化鋁等。

氫氧化鋁係可為結晶性或非晶質。氫氧化鋁為結晶性時，該結晶型係可舉例如三水鋁石型、三水鋁礦型、諾三水鋁石型、水鋁石、假軟水鋁石型等。非晶質之氫氧化鋁係亦可舉例如將鋁鹽、烷氧化鋁等之這般水溶性鋁化合物的水溶液進行水解所得之鋁加水分解物。

鋁源粉末係可使用氧化鋁粉末為佳，較佳係 α 型之氧化鋁粉末。

矽源粉末係包含矽成分所成之鈦酸鋁系陶瓷的物質之粉末，可舉例如二氧化矽、一氧化矽等之氧化矽（二氧化矽）粉末。

本發明使用之矽源粉末係可藉由於空氣中進行燒成，得到二氧化矽之物質的粉末。如此物質係可舉例如矽酸、碳化矽、氮化矽、硫化矽、四氯化矽、乙酸矽、矽酸鈉、原矽酸鈉、玻璃粉末等，以工業上容易取得之點，玻璃粉

末等為佳。

玻璃粉末係將矽砂、長石、石灰等組成之原料混合物熔解，將得到之熔解物稱為進行急冷所得之玻璃的薄片或粉末。

矽源粉末係亦可使用兼有矽源與鋁源之物質的粉末。這般的物質係可舉例如鹼長石等之長石。

前驅物混合物係可含有鎂源粉末，此時，鈦酸鋁系陶瓷係可得到鈦酸鋁鎂。鎂源粉末係構成鈦酸鋁系陶瓷之鎂成分組成的物質之粉末，可舉例如 *magnesia* (氧化鎂) 之粉末。

鎂源粉末係可藉由於空氣中進行燒成，得到氧化鎂之物質的粉末。如此物質係可舉例如鎂鹽、烷醇鎂、氫氧化鎂、氮化鎂、金屬鎂等。

具體而言之，鎂鹽係可舉氯化鎂、高氯酸鎂、磷酸鎂、焦磷酸鎂、草酸鎂、硝酸鎂、碳酸鎂、乙酸鎂、硫酸鎂、檸檬酸鎂、乳酸鎂、硬脂酸鎂、水楊酸鎂、豆肉蔻酸鎂、葡糖酸鎂、二甲基丙烯酸鎂、苯甲酸鎂等。

具體而言之，烷醇鎂係可舉甲醇鎂、乙醇鎂等。

鎂源粉末係亦可使用兼有鎂源與鋁源之物質的粉末。這般物質係可舉例如氧化鎂尖晶石 ($MgAl_2O_4$)。

鈦源粉末之使用量、鋁源粉末之使用量、鎂源粉末之使用量、及矽源粉末之使用量係可基於換算含有與各別被包含者同量之 Ti、Al、Mg、或 Si 之氧化鈦 [TiO_2] 的量、氧化鋁 [Al_2O_3] 的量、氧化鎂 [MgO] 的量、及二氧

化矽〔 SiO_2 〕的量之結果而決定。氧化鈦換算之鈦源粉末的使用量係氧化鈦換算的鈦源粉末之使用量、氧化鋁換算之鋁源粉末之使用量及氧化鎂換算的鎂源粉末之使用量的每合計量（以下，稱為全氧化鈦·氧化鋁·氧化鎂量）100 質量份，一般為 20~60 質量份，較佳為 30~50 質量份。氧化鋁換算之鋁源粉末的使用量係每全氧化鈦·氧化鋁·氧化鎂量 100 質量份，一般為 30~70 質量份，較佳為 40~60 質量份。又，二氧化矽換算之矽源粉末的使用量係每全氧化鈦·氧化鋁·氧化鎂量 100 質量份，一般為 0.1~20 質量份，較佳為 1~10 質量份。氧化鎂換算之鎂源粉末的使用量係每全氧化鈦·氧化鋁·氧化鎂量之 100 質量份，一般為 0.1~10 質量份，較佳為 0.5~5 質量份。

前驅物混合物係可藉由例如混合鈦源粉末、鋁源粉末、矽源粉末及任意所使用之鎂源粉末得到。混合係可以乾式進行或以濕式進行。混合之順序並不特別地被限定，例如可將此等之原料粉末同時地混合。

將上述原料粉末混合時，一般於粉碎容器內，藉由進行攪拌粉碎介質，同時一邊粉碎進行混合。一般粉碎容器係可使用不鏽鋼等之金屬材料所構成者，內表面可塗佈氟樹脂、聚矽氧樹脂、胺基甲酸酯樹脂等。粉碎介質係可舉例如粒子徑 1mm~100mm，較佳為 5mm~50mm 之氧化鋁珠、二氧化鋯珠等。

攪拌係例如可使投入有上述原料粉末及粉碎介質之粉碎容器振動，藉由使其旋轉進行。藉由使粉碎容器振動或

旋轉，原料粉末與粉碎介質同時地被攪拌、混合，同時被粉碎。欲使粉碎容器振動或旋轉係可使用例如振動磨機、球磨機、行星式軋機等之這種一般之粉碎機，以在工業上規模中容易實施之點，可使用振動磨為佳。混合係可以連續式進行或以間歇式進行，以在工業上規模中容易實施之點，連續式進行為佳。混合及粉碎需要之時間係一般為 1 分～6 小時，較佳為 1.5 分～2 小時。

混合及粉碎時，可加入分散劑、助磨劑、解膠劑等之添加劑。助磨劑係可舉例如甲醇、乙醇、丙醇等之一元醇；丙二醇、聚丙二醇、乙二醇等之二元醇；三乙二胺等之胺類；棕櫚酸、硬脂酸、油酸等之高級脂肪酸類；碳黑、石墨等之碳材料等。此等係可個別單獨使用或組合 2 種以上使用。

使用添加劑時，該合計使用量係對於原料粉末之合計使用量，即對於鈦源粉末、鋁源粉末、矽源粉末及鎂源粉末之合計使用量 100 質量份，一般為 0.1～10 質量份，較佳為 0.5～5 質量份，更佳為 0.75～2 質量份。

使用添加劑時，依據該性質，可由混合後之前驅物混合物，除去添加劑。例如，藉由於大氣中進行加熱燒毀，可除去添加劑。此時之加熱溫度一般為 500℃ 以下。

保持步驟係將上述之這般前驅物混合物於 1100℃～1350℃ 之溫度範圍下保持 3 小時以上。經由這般保持步驟，藉由進行燒成，可得到稠密的鈦酸鋁系陶瓷燒成體，藉由此，可抑制鈦酸鋁系陶瓷燒成體的粉碎時時微粒成分之

生成。

於 1100 ~ 1350°C 之溫度範圍進行保持係爲了以未達 1500°C 之燒成溫度，製造熱膨脹係數小的鈦酸鋁系陶瓷。

前驅物混合物（鈦源粉末、鋁源粉末、矽源粉末及可隨意添加之鎂源粉末的混合物）係維持粉末狀之原狀，昇溫至 1100°C ~ 1350°C 之溫度範圍，可保持同溫度範圍或可將前驅物混合物進行成形所得之成形體保持至上述溫度範圍。將前驅物混合物成形之方法係可舉一般之方法，例如使用單軸壓力機、打錠機等，於成形模內進行加壓之方法、於前驅物混合物中，加入水等之液體成分後，使用造粒機、擠壓機等進行成形，乾燥之方法等。

將前驅物混合物於 1100°C ~ 1350°C 之溫度範圍下進行保持之時間係 3 小時以上，較佳爲 4 小時以上、更佳爲 6 小時以上。又，保持時間一般爲 24 小時以下。保持至 1100°C ~ 1350°C 之溫度範圍間，只要不脫離同溫度範圍，可將前驅物混合物保持至一定溫度或慢慢地昇溫或慢慢地降溫或交互地反覆昇溫與降溫。昇溫或降溫時之昇溫速度或是降溫速度，以將前驅物混合物進行保持同溫度範圍之容易的點，一般爲 100°C / 小時以下、較佳爲 80°C / 小時以下、更佳爲 50°C / 小時以下。

昇溫至上述溫度範圍時及於上述溫度範圍下保持時之氣氛，一般於大氣中，可依據使用之原料粉末，即藉由鈦源粉末、鋁源粉末、矽源粉末及鎂源粉末之種類與使用量比係可於氮氣、氬氣等之惰性氣中或可於一氧化碳氣、氫

氣等之這般還原性氣體中。又，可於將水蒸氣分壓降低之氣氛中昇溫及保持。

對上述溫度範圍之昇溫及保持，一般使用管狀電爐、箱型電爐、隧道窯、遠紅外線爐、微波爐、豎窯、反射爐、旋轉窯爐、輓膛爐等之一般的加熱爐進行。

(2) 燒成步驟

本步驟中，將經由上述保持步驟之前驅物混合物，藉由昇溫至 1400°C 以上、一般為未達 1500°C 之溫度，於相同溫度下進行燒成，得到鈦酸鋁系陶瓷燒成體。燒成，一般可藉由緊接著上述保持步驟昇溫至上述燒成溫度實行，於與上述保持步驟同樣之氣氛中，使用同樣之加熱爐實行。

燒成時需要之時間係對於經由上述保持步驟之前驅物混合物轉移至鈦酸鋁系陶瓷充分時間即可，藉由前驅物混合物之量、烘焙爐之形式、燒成溫度、燒成氣氛等不同，一般為 10 分 ~ 24 小時。

進行如上所述，可得到鈦酸鋁系陶瓷燒成體。這般的鈦酸鋁系陶瓷燒成體係將前驅物混合物維持粉末狀之燒成時，一般為塊狀，又，將前驅物混合物之成形體燒成時，大約維持成形後之成形體的形狀。

(3) 粉碎・分級步驟

本步驟中，將上述鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎、進行分

級，可得到鈦酸鋁系陶瓷粉末。本發明之製造方法中，粉碎・分級步驟係具備有以下之步驟。

(A) 對鈦酸鋁系陶瓷燒成體施加衝擊而粉碎後，藉由將得到之粉碎物進行分級，得到特定粒度以下之鈦酸鋁系陶瓷粉末的步驟、及

(B) 對該粉碎物之殘量施加衝擊而再度粉碎後，藉由將得到之粉碎物進行分級，得到特定粒度以下之鈦酸鋁系陶瓷粉末的步驟。

使上述步驟(A)及(B)所得之特定粒度以下的鈦酸鋁系陶瓷粉末組合為目的之鈦酸鋁系陶瓷粉末。依據具備有上述步驟(A)及(B)之粉碎及分級，僅選擇、回收特定粒度以下之成分，故可得到不包含粗粒成分之鈦酸鋁系陶瓷粉末。然而，藉由步驟(B)之再度的粉碎及分級，因為將步驟(A)之粗粒成分以特定粒度以下之成分進行回收，故可高度地抑制作為成形粉末之不適當的粗粒成分之生成。本發明中，上述步驟(B)係可反覆2次以上為佳。步驟(B)反覆次數越多，可提高作為目的之鈦酸鋁系陶瓷粉末之產量，可減低最後殘餘之粗粒成分的量。

步驟(B)反覆2次以上時，第2次以後之步驟(B)時之「前述粉碎物的殘量」，亦稱為「前次之步驟(B)時分級得到之粉碎物的殘量」。

又，本步驟係藉由將粉碎產生之特定粒度以下的鈦酸鋁系陶瓷粉末立即分級由粉碎區域持續排出，並對於存在於粉碎區域之粉碎物的殘量繼續粉碎，連續地進行前述步

驟 (A) 及步驟 (B) 為佳。藉由粉碎產生之微細的粉末滯留至粉碎區域，與對給予之後的粉碎不良影響相比，將藉由粉碎產生之特定粒度以下的鈦酸鋁系陶瓷粉末立即由粉碎區域排出，則可有效率地進行持續實行之殘量的粉碎物之粉碎。

又，可供粉碎・分級步驟之經由上述保持步驟及燒成步驟所得之鈦酸鋁系陶瓷燒成體係稠密，故即使藉由上述粉碎及分級，也不易產生微粒成分。因此，依據本發明之製造方法，不包含微粒成分及粗粒成分，可得到粒徑分佈尖銳的鈦酸鋁系陶瓷粉末。

又，上述步驟 (A) 及 (B) 中被回收之特定粒度以下的鈦酸鋁系陶瓷粉末係考慮到本發明所得之鈦酸鋁系陶瓷粉末的成形之容易及所得之成形品的品質等，最大粒徑為 $110\mu\text{m}$ 以下之粉末為佳。

欲實施上述之這般的步驟 (A) 及步驟 (B) 之粉碎・分級裝置，可適當地使用圖 1 所表示之分級機構內藏型的粉碎裝置。圖 1 所表示之粉碎裝置係具備有於下方具有氣體導入口 101、於上方具有氣體及粉末之排出口 102 之本體 100。本體 100 之內部係依據圓筒狀體 103，被區分為外側粉碎區域 200 與內側之分級區域 300。又，在本體 100 係為了供給粉碎及分級之對象所組成的物質，設置投入口 104 連通粉碎區域 200。

於粉碎區域 200 係為了實行粉碎，於端部設置具備有粉碎鎚 202 之粉碎用轉體 201。更具體而言之，為了與粉

碎區域 200 之內壁被形成襯墊 203 隔有間隙之狀態，於粉碎用轉體 201 之外周部，可備有多個之粉碎鏈 202。粉碎用轉體 201 係將其中心軸作為中心自由旋轉。又，粉碎區域 200 係於其下方連通至通氣體導入口 101。

分級區域 300 係可以粉碎區域 200 粉碎，將隨著由氣體導入口 101 被導入之氣體的氣流移動之粉末，分級為微粉與粗粉分級，為僅使微粉通過之區域連通至排出口 102，在分級區域 300 係與備有於該中心軸作為中心旋轉的分級用轉體 301、分級用轉體 301 之外周部上，可設立例如約傾斜角度 6 度之多個的分級用扇 302 所組成之分級機構。分級機構係僅使被分級之微粉通過，以由排出口 102 排出之方式配置。

首先，於使用這般的粉碎裝置之鈦酸鋁系陶瓷燒成體的粉碎及分級中，由投入口 104 被投入之鈦酸鋁系陶瓷燒成體係可於於粉碎區域 200 被導入、粉碎。粉碎係可將粉碎用轉體 201 旋轉，可藉由粉碎鏈 202 施加衝擊成為。於此，氣體導入口 101 之後，空氣或惰性氣等之氣體，於本體 100 內部，該氣體係由粉碎區域 200 之底經由分級區域 300 之底，橫切分級用扇 302，對排出口 102 流入或是由粉碎區域 200 之底通過分級區域 300 之外側側面，由分級區域 300 之上方流入下方，橫切分級扇 302，對排出口 102 流入。因此，被粉碎之粉末係藉由該氣體流入分級區域 300。於分級區域 300 中被粉碎之粉末係藉由來自分級區域 300 朝排出口 102 的氣流之搬送力及可藉由分級用轉

體 301 所給予之離心力的差，可分離為微粉與粗粉。即，受到經由氣流之搬送力比較大作用之微粉係通過分級用扇 302，可由排出口 102 被排出、回收。另一方面，受到離心力比較大作用之粗粉係不通過分級用扇 302，由圓筒狀體 103 之下方回復至粉碎區域 200。回復至該粉碎區域 200 之粗粉係被再度粉碎後，以分級區域 300 被再度分級。本裝置係可將這般的粉碎及分級操作反覆實施。

具備有圖 1 所表示之構成的粉碎裝置係可舉 HOSOKAWA MICRON CORP (股) 製之 ACM 粉碎機 (例如，ACM 粉碎機，ACM-10)，可適合地適用於本發明。

本發明所得之鈦酸鋁系陶瓷粉末係具有不包含微粒成分及粗粒成分之尖銳的粒徑分佈。具體而言之，依據本發明，可得到例如粒徑為 $10\mu\text{m}$ 以下之微粒成分的含有量為 20 體積%以下，較佳為 10 體積%以下，粒徑 $70\mu\text{m}$ 以上之粗粒成分的含有量未達 10 體積%、最佳為未達 5 體積%之鈦酸鋁系陶瓷粉末。又，藉由本發明所得之鈦酸鋁系陶瓷粉末之平均粒子徑 (中質粒徑) 較佳為 $20\mu\text{m}$ 以上，最大粒徑係 $110\mu\text{m}$ 以下較佳。

藉由保持步驟之條件 (保持時間、保持溫度等) 與上述分級機構內藏型之粉碎裝置的粉碎用轉體及分級用轉體之轉數、氣體之流量等之調整，可控制鈦酸鋁系陶瓷粉末之粒徑特性 (粒徑分佈、平均粒子徑及最大粒徑)。

本發明所得之鈦酸鋁系陶瓷粉末係具有不含有微粒成分及粗粒成分之尖銳的粒徑分佈，故可適合使用作為陶瓷

成形體材料。陶瓷成形體係舉例如坩堝、托架、殼體、爐材等之煅燒爐用冶具、柴油引擎、使用於汽油引擎等之內燃引擎的排氣氣體淨化之過濾器與觸媒載體、發電裝置之零件、基板、冷凝器等之電子零件等。

【實施方式】

〔實施例〕

以下，將本發明藉由實施例更詳細地進行說明，但本發明係不被限定於此等。

< 實施例 1 >

混合氧化鈦（IV）粉末〔杜邦（股）、「R-900」〕38.1 質量份、 α 氧化鋁粉末〔住友化學（股）製、「AES-12」〕52.5 質量份、氧化鎂尖晶石粉末 5.7 質量份、長石粉末〔福島長石、 SiO_2 換算之矽含有量係 72 質量%、 Al_2O_3 換算之鋁含有量係混合 15 質量%〕3.7 質量份，得到前驅物混合物。

將該前驅物混合物放入氧化鋁坩堝中，於大氣中，以 300°C / 小時之速度，昇溫至 1100°C 為止，於 $1100\sim 1300^\circ\text{C}$ 保持 5 小時後，再以昇溫速度 300°C / 小時昇溫至 1430°C 為止，藉由於相同溫度保持 3.75 小時進行燒成，得到鈦酸鋁鎂燒成體。

接著，將該鈦酸鋁鎂燒成體，使用具備有圖 1 所表示之構成的分級機構內藏型之粉碎裝置〔

HOSOKAWAMICRON (股) 製之 ACM 粉碎機 ACM-10] , 以粉碎用轉體之轉數 3000rpm、分級用轉體之轉數 2000rpm、氣體 (空氣) 之流量 $15\text{Nm}^3/\text{min}$ 之條件下, 藉由進行粉碎及分級, 得到鈦酸鋁鎂粉末。得到之鈦酸鋁鎂粉末之粒徑特性如表 1 所示。又, 粒徑分佈光譜如圖 2 所示。又, 表 1 所表示之粒徑特性及圖 1 所表示之粒徑分佈光譜係使用 Sysmex 股式会社製「Mastersizer2000」測定。

< 實施例 2 >

於 $1100\sim 1300^\circ\text{C}$ 之保持時間為 6.7 小時之以外, 與實施例 1 相同作法, 得到鈦酸鋁鎂粉末。得到之鈦酸鋁鎂粉末的粒徑特性如表 1 所示。

< 實施例 3 >

粉碎用轉體之轉數為 6800rpm 之以外, 與實施例 2 相同作法, 得到鈦酸鋁鎂粉末。得到之鈦酸鋁鎂粉末的粒徑特性如表 1 所表示。

< 比較例 1 >

首先, 與實施例 2 相同作法, 得到鈦酸鋁鎂燒成體。接著, 將該鈦酸鋁鎂燒成體, 使用石磨 [中央化工機商事 (股) 製之 Premaxx PR-200V] , 可藉由以齒間 $90\mu\text{m}$ 、轉數 2000rpm 之條件下、進行, 得到粉碎鈦酸鋁鎂粉末。得

到之鈦酸鋁鎂粉末的粒徑特性如表 1 所表示。又，粒度分佈光譜如圖 2 所表示。

< 比較例 2 >

首先，將與實施例 1 使用者相同之前驅物混合物，加入氧化鋁坩堝中，於大氣中，藉由以 $300^{\circ}\text{C} / \text{小時}$ 之速度，昇溫至 1100°C 為止，於 $1100 \sim 1300^{\circ}\text{C}$ 保持 2 小時後，再於昇溫速度 $300^{\circ}\text{C} / \text{小時}$ 昇溫至 1450°C 為止，於相同溫度保持 4 小時保持進行燒成，得到鈦酸鋁鎂燒成體。

接著，將該鈦酸鋁鎂燒成體，藉由使用上述分級機構內藏型之粉碎裝置，於粉碎用轉體之轉數 6800rpm 、分級用轉體之轉數 2000rpm 、氣體（空氣）之流量 $15\text{Nm}^3 / \text{min}$ 的條件下，藉由進行粉碎及分級，得到鈦酸鋁鎂粉末。將得到之鈦酸鋁鎂粉末的粒徑特性如表 1 所表示。又，粒度分佈光譜如圖 2 所表示。

< 比較例 3 >

分級用轉體之轉數為 500rpm 之以外係與比較例 2 相同作法，得到鈦酸鋁鎂粉末。得到之鈦酸鋁鎂粉末的粒徑特性如表 1 所表示。

< 比較例 4 >

粉碎用轉體之轉數為 4000rpm 之以外係與比較例 2 相同作法，得到鈦酸鋁鎂粉末。得到之鈦酸鋁鎂粉末的粒徑

特性如表 1 所表示。

< 比較例 5 >

粉碎用轉體之轉數為 3000rpm 之以外係與比較例 2 相同相作法，得到鈦酸鋁鎂粉末。得到之鈦酸鋁鎂粉末的粒徑特性如表 1 所表示。

[表 1]

	平均粒子徑 (μm)	粒徑 10 μm 以下之 微粒成分(體積%)	粒徑 70 μm 以上之 粗粒成分(體積%)	是否超過粒徑 110 μm 之粗粒成分
實施例 1	31.5	8.3	4.0	無
實施例 2	29.7	8.7	2.2	無
實施例 3	20.1	17.2	0	無
比較例 1	26.4	18.5	11.9	有
比較例 2	13.4	33.4	0	無
比較例 3	14.1	31.2	0.4	無
比較例 4	17.4	26.0	0	無
比較例 5	17.3	28.9	1.0	無

實施例 1~3 係全部滿足本發明之事，故可抑制所得之鈦酸鋁系陶瓷粉末之微粒成分及粗粒成分的生成。又，隨著粉碎用轉體之轉數的增加，可看見微粒成分增加。

另一方面，比較例 1~5 係無法滿足本發明之任一種的事之例。比較例 1 中，雖然保持步驟可適切地被控制，但是無法分級，故微粒成分及粗粒成分變多。比較例 2~5 係保持步驟時保持時間短，故微粒成分變多。

這次被揭示之實施形態及實施例係應考慮到全部之方

面舉例，但不限制於此。本發明之範圍並非上述說明者而係藉由申請專利範圍來表示，包含與申請專利範圍均等之意思及範圍內之全部的變更。

【圖式簡單說明】

〔圖 1〕係表示可適合地使用於本發明中之分級機構內藏型的粉碎裝置之一例的概略截面圖。

〔圖 2〕係實施例 1、比較例 1 及比較例 2 所得到之鈦酸鋁鎂粉末的粒徑分佈光譜。

【主要元件符號說明】

- 100：本體
- 101：氣體導入口
- 102：排出口
- 103：圓筒狀體
- 104：投入口
- 200：粉碎區域
- 201：粉碎用轉體
- 202：粉碎鏈
- 203：襯墊
- 300：分級區域
- 301：分級用轉體
- 302：分級用扇

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：98133963

04B 37/478

(2006.01)

※申請日：98年10月07日

※IPC分類：

04B 37/02

(2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

B2C 27/10

(2006.01)

鈦酸鋁系陶瓷粉末之製造方法

Process for producing aluminum titanate-based ceramics powder

二、中文發明摘要：

本發明係提供一種可有效率地製造良率佳之可抑制微粒成分及粗粒成分之生成，且具有非常地尖銳的粒徑分佈之鈦酸鋁系陶瓷粉末的方法為目的。本發明係一種鈦酸鋁系陶瓷粉末之製造方法，其特徵為包含將含有鈦源粉末、鋁源粉末及矽源粉末之前驅物混合物，於 1100℃ ~ 1350℃ 之溫度範圍下保持 3 小時以上之步驟、與昇溫至 1400℃ 以上之溫度，於相同溫度下進行前述保持後之前驅物混合物的燒成，得到鈦酸鋁系陶瓷燒成體之步驟、與將鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎、進行分級之步驟，其中前述粉碎及分級之步驟係具備有將鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎後，藉由將前述粉碎物分級，得到特定粒度以下之粉末的步驟 (A)、與將前述粉碎物之殘量再度粉碎後，藉由將得到之粉碎物分級，得到特定粒度以下之粉末的步驟 (B)。

三、英文發明摘要：

七、申請專利範圍：

1. 一種鈦酸鋁系陶瓷粉末之製造方法，其特徵為包含將含有鈦源粉末、鋁源粉末及矽源粉末之前驅物混合物，於 $1100^{\circ}\text{C} \sim 1350^{\circ}\text{C}$ 之溫度範圍下保持 3 小時以上之步驟、與

昇溫至 1400°C 以上之溫度，藉由於相同溫度下進行前述保持後之前驅物混合物的燒成，得到鈦酸鋁系陶瓷燒成體的步驟、與

將前述鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎、進行分級之步驟，

在此，將前述鈦酸鋁系陶瓷燒成體粉碎、進行分級之步驟係具備有

對前述鈦酸鋁系陶瓷燒成體施加衝擊而粉碎後，藉由將得到之粉碎物進行分級，得到特定粒度以下之鈦酸鋁系陶瓷粉末的步驟（A）、與對前述粉碎物之殘量施加衝擊而再度粉碎後，藉由將得到之粉碎物進行分級，得到特定粒度以下之鈦酸鋁系陶瓷粉末的步驟（B）。

2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中前述步驟（B）係反覆 2 次以上。

3. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之方法，其中將藉由粉碎產生之特定粒度以下的鈦酸鋁系陶瓷粉末立即進行分級，由粉碎區域持續排出，並對於存在於粉碎區域中粉碎物之殘量繼續進行粉碎，連續地進行前述步驟（A）及步驟（B）。

4. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中前述粉碎及

分級之步驟係藉由分級機構內藏型粉碎機進行。

5. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中前述特定粒度以下之鈦酸鋁系陶瓷粉末之最大粒徑為 $110\mu\text{m}$ 以下的鈦酸鋁系陶瓷粉末。

6. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中前述前驅物混合物係尚含有鎂源粉末。

7. 如申請專利範圍第 6 項之方法，其中氧化鈦換算之鈦源粉末的使用量係氧化鈦換算之鈦源粉末的使用量、氧化鋁換算之鋁源粉末的使用量、及氧化鎂換算之鎂源粉末的使用量之每合計量 100 質量份為 20 質量份以上 60 質量份以下。

8. 如申請專利範圍第 6 項或第 7 項之方法，其中氧化鋁換算之鋁源粉末的使用量係氧化鈦換算之鈦源粉末的使用量、氧化鋁換算之鋁源粉末的使用量、及氧化鎂換算之鎂源粉末的使用量之每合計量 100 質量份為 30 質量份以上 70 質量份以下。

9. 如申請專利範圍第 6 項之方法，其中氧化鎂換算之鎂源粉末的使用量係氧化鈦換算之鈦源粉末的使用量、氧化鋁換算之鋁源粉末的使用量、及氧化鎂換算的鎂源粉末之使用量之每合計量 100 質量份為 0.1 質量份以上 10 質量份以下。

10. 一種鈦酸鋁系陶瓷粉末，其特徵為藉由申請專利範圍第 1 項之方法所得到。

11. 如申請專利範圍第 10 項之鈦酸鋁系陶瓷粉末，

其中前述鈦酸鋁系陶瓷粉末之粒徑 $10\mu\text{m}$ 以下的微粒成分之含有量為 20 體積%以下，且粒徑 $70\mu\text{m}$ 以上的粗粒成分之含有量為未達 10 體積%。

圖 1

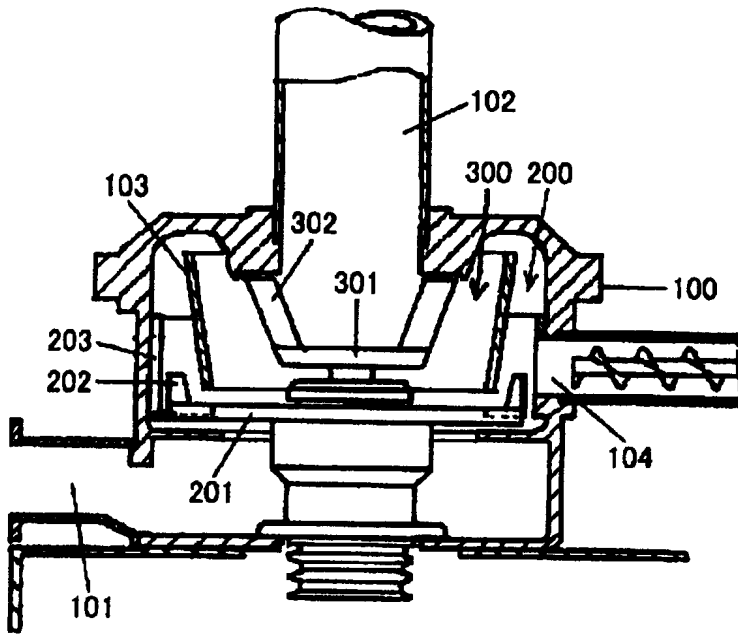
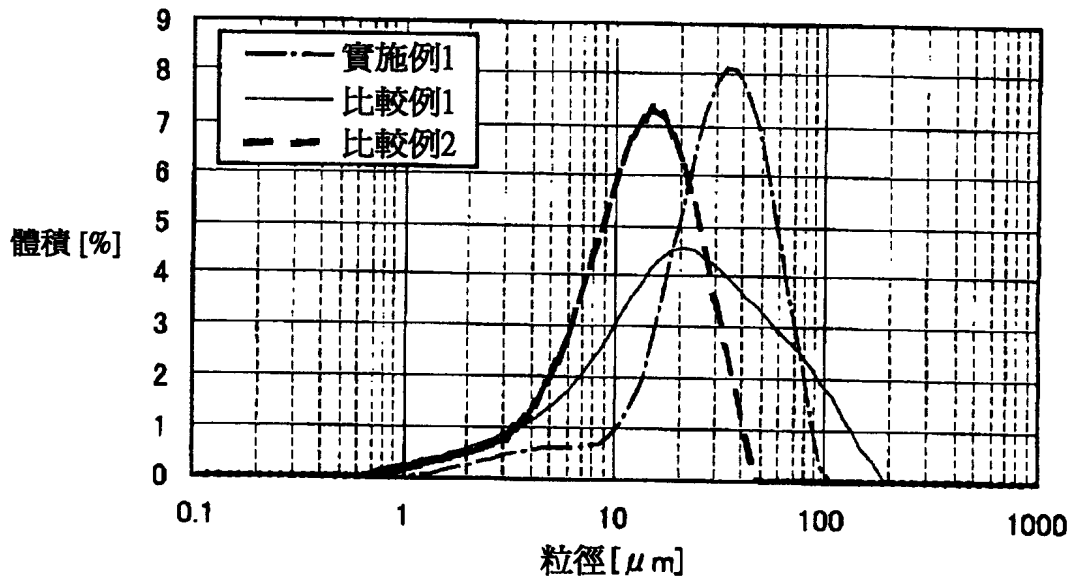


圖 2



四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：無

(二) 本代表圖之元件符號簡單說明：無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無