



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101821439 B

(45) 授权公告日 2012. 02. 29

(21) 申请号 200880110761. 5

(22) 申请日 2008. 09. 29

(30) 优先权数据

2007-265737 2007. 10. 11 JP

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010. 04. 08

(86) PCT申请的申请数据

PCT/JP2008/067679 2008. 09. 29

(87) PCT申请的公布数据

W02009/048000 JA 2009. 04. 16

(73) 专利权人 电气化学工业株式会社

地址 日本东京都

(72) 发明人 大岛康孝 平野勇 樋口隆行

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 樊卫民 郭国清

(51) Int. Cl.

D04H 1/4209 (2012. 01)

C08K 3/22 (2006. 01)

C08L 101/00 (2006. 01)

D01F 9/08 (2006. 01)

(56) 对比文件

JP 平 3-212454 A, 1991. 09. 18, 全文.

CN 1665974 A, 2005. 09. 07, 全文.

CN 1938221 A, 2007. 03. 28, 全文.

JP 特开 2006-342199 A, 2006. 12. 21, 全文.

JP 特开 2002-105610 A, 2002. 04. 10, 全文.

审查员 和红莉

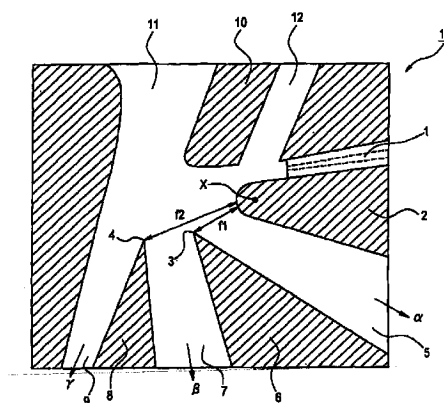
权利要求书 1 页 说明书 12 页 附图 1 页

(54) 发明名称

氧化铝纤维集合体、其制造方法及用途

(57) 摘要

本发明的目的在于提供一种氧化铝纤维集合体,其在作为例如树脂、涂料、金属、陶瓷等各种原材料的填料使用时,能够减小混合物的粘性从而提高配合氧化铝纤维的制品的生产率,并且能够充分提高热固性树脂固化物的导热率。在该氧化铝纤维集合体的通过电镜法测定的纤维根数的频率分布中,纤维长度 $50 \sim 200 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 70% 以上 (包括 100%)、纤维长度小于 $50 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 30% 以下 (包括 0)、 $50 \sim 100 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 30 ~ 50%、超过 $100 \mu\text{m}$ 且在 $200 \mu\text{m}$ 以下的纤维的根数为 30 ~ 50%、超过 $200 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 20% 以下 (包括 0),并且含有 70 ~ 100 质量%的 Al_2O_3 、0 ~ 30 质量%的 SiO_2 。



1. 一种氧化铝纤维集合体,在通过电镜法测定的纤维根数的频率分布中,纤维长度 $50 \sim 200 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 70% 以上且包括 100%、纤维长度小于 $50 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 30% 以下且包括 0、 $50 \sim 100 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 30 ~ 50%、超过 $100 \mu\text{m}$ 且在 $200 \mu\text{m}$ 以下的纤维的根数为 30 ~ 50%、超过 $200 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 20% 以下且包括 0,并且含有 70 ~ 100 质量%的 Al_2O_3 、0 ~ 30 质量%的 SiO_2 。

2. 如权利要求 1 所述的氧化铝纤维集合体,其中,纤维长度 $50 \sim 200 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 80% 以上且包括 100%、纤维长度小于 $50 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 10% 以下且包括 0、 $50 \sim 100 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 35 ~ 45%、超过 $100 \mu\text{m}$ 且在 $200 \mu\text{m}$ 以下的纤维的根数为 35 ~ 45%、超过 $200 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 15% 以下且包括 0、超过 $300 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为 5% 以下且包括 0,并且平均纤维直径为 $3 \sim 10 \mu\text{m}$,纤维直径小于 $3 \mu\text{m}$ 的纤维的根数小于 5%。

3. 一种氧化铝纤维集合体的制造方法,用于制造权利要求 1 或 2 所述的氧化铝纤维集合体,其特征在于,对含有 70 ~ 100 质量% Al_2O_3 、0 ~ 30 质量% SiO_2 的絮状氧化铝纤维施加 0.1 ~ 20MPa 的压力使其粉碎,然后进行分级。

4. 如权利要求 3 所述的氧化铝纤维集合体的制造方法,其特征在于,以纤维长度 $50 \mu\text{m}$ 和 $200 \mu\text{m}$ 为分级点进行分级,收集两个分级点间的纤维。

5. 如权利要求 3 所述的制造方法,其中,使用利用附壁效应的气流分级装置进行分级。

6. 如权利要求 5 所述的制造方法,其特征在于,

利用附壁效应的气流分级装置包括:附壁块、沿离开所述附壁块的方向依次设置的第一分级刀块和第二分级刀块,并且,所述第一分级刀块的前端设置有第一分级刀,所述第二分级刀块的前端设置有第二分级刀,

在连接所述附壁块曲面所形成的圆的中心点与所述第一分级刀的顶点的直线上,所述第一分级刀的顶点到所述附壁块表面的距离 f_1 为 $10 \sim 30\text{mm}$ 。

7. 如权利要求 6 所述的制造方法,其特征在于, f_1 为 $10 \sim 15\text{mm}$ 。

8. 如权利要求 5 所述的制造方法,其特征在于,

利用附壁效应的气流分级装置包括:附壁块、沿离开所述附壁块的方向依次设置的第一分级刀块和第二分级刀块,并且,所述第一分级刀块的前端设置有第一分级刀,所述第二分级刀块的前端设置有第二分级刀,

在连接所述附壁块曲面所形成的圆的中心点与所述第二分级刀的顶点的直线上,所述第二分级刀的顶点到所述附壁块表面的距离 f_2 为 $30 \sim 50\text{mm}$ 。

9. 如权利要求 8 所述的制造方法,其特征在于, f_2 为 $30 \sim 40\text{mm}$ 。

10. 如权利要求 5 ~ 9 中任一项所述的制造方法,其特征在于,利用附壁效应的气流分级装置中,从原料供给喷嘴喷出的空气压力为 $0.2 \sim 0.3\text{MPa}$ 。

11. 一种热固性树脂固化物,含有权利要求 1 或 2 所述的氧化铝纤维集合体。

氧化铝纤维集合体、其制造方法及用途

技术领域

[0001] 本发明涉及氧化铝纤维集合体、其制造方法及用途。具体而言,本发明涉及在作为树脂、涂料、陶瓷等各种原材料的功能性填料使用时,混合物的粘性小、成型性良好、特别是配合在树脂中时能够提高树脂成型物的导热率的、纤维长度得到控制的氧化铝纤维集合体。

背景技术

[0002] 在各种原材料中配合氧化铝纤维集合体来赋予功能性时,存在混合物的粘性变高、生产率得不到提高的问题。特别是在各种原材料为热固性树脂的情况下,虽然进行了配合氧化铝材料来提高导热率的研究,但导热率的提高并不充分。

发明内容

[0003] 为了减小含有各种原材料和氧化铝纤维集合体的混合物(以下也简称“混合物”)的粘性,构成氧化铝纤维集合体的纤维的长度,与像须晶那样极短或者像长纤维那样极长的情况相比,设定为预定范围内的长度为宜。专利文献1中提出了在各种原材料为金属的情况下,使用含有85%以上纤维长度为 $10 \sim 100 \mu\text{m}$ 的氧化铝纤维的混合物的方案,但是,将其用作树脂填料时,混合物的粘性不够低,不能充分提高树脂成型物的导热率。另外,由于在水中进行粉碎,因此氧化铝纤维的制造需要花费时间和劳力。

[0004] 专利文献1:日本公开专利:特开2002-105610号公报

[0005] 本发明的目的在于,调节氧化铝纤维集合体的纤维长度分布,以减小混合物的粘性并提高配合氧化铝纤维的制品的生产率,特别是在作为热固性树脂填料使用时,使该树脂固化物的导热率充分提高。

[0006] 本发明为一种氧化铝纤维集合体,在通过电镜法测定的纤维根数的频率分布中,纤维长度 $50 \sim 200 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为70%以上(包括100%)、纤维长度小于 $50 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为30%以下(包括0)、 $50 \sim 100 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为30~50%、超过 $100 \mu\text{m}$ 且在 $200 \mu\text{m}$ 以下的纤维的根数为30~50%、超过 $200 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为20%以下(包括0),并且含有70~100质量%的 Al_2O_3 、0~30质量%的 SiO_2 。

[0007] 本发明的氧化铝纤维集合体中,优选:纤维长度 $50 \sim 200 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为80%以上(包括100%)、纤维长度小于 $50 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为10%以下(包括0)、 $50 \sim 100 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为35~45%、超过 $100 \mu\text{m}$ 且在 $200 \mu\text{m}$ 以下的纤维的根数为35~45%、超过 $200 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为15%以下(包括0)、超过 $300 \mu\text{m}$ 的纤维的根数为5%以下(包括0),并且平均纤维直径为 $3 \sim 10 \mu\text{m}$,纤维直径小于 $3 \mu\text{m}$ 的纤维的根数小于5%。

[0008] 另外,本发明为一种氧化铝纤维集合体的制造方法,用于制造本发明的氧化铝纤维集合体,其特征在于,对含有70~100质量% Al_2O_3 、0~30质量% SiO_2 的絮状氧化铝纤维施加 $0.1 \sim 20\text{MPa}$ 的压力使其粉碎,然后进行分级。该情况下,优选以纤维长度 $50 \mu\text{m}$ 和 $200 \mu\text{m}$ 为分级点进行分级,收集两个分级点间的纤维。另外,优选使用利用附壁效应的气流

分级装置进行分级。

[0009] 使用利用附壁效应的气流分级装置进行分级时,优选使用下述气流分级装置,其包括:附壁块、沿离开所述附壁块的方向依次设置的第一分级刀块和第二分级刀块,并且,所述第一分级刀块的前端设置有第一分级刀,所述第二分级刀块的前端设置有第二分级刀,在连接所述附壁块曲面所形成的圆的中心点与所述第一分级刀的顶点的直线上,所述第一分级刀的顶点到所述附壁块表面的距离 f_1 设定为 $10 \sim 30\text{mm}$ 、优选设定为 $10 \sim 15\text{mm}$ 。另外,优选:在连接所述附壁块曲面所形成的圆的中心点与所述第二分级刀的顶点的直线上,所述第二分级刀的顶点到所述附壁块表面的距离 f_2 设定为 $30 \sim 50\text{mm}$ 、更优选设定为 $30 \sim 40\text{mm}$ 。

[0010] 并且,上述利用附壁效应的气流分级装置中,优选从原料供给喷嘴喷出的空气压力为 $0.2 \sim 0.3\text{MPa}$ 。

[0011] 另外,本发明为一种热固性树脂固化物,含有本发明的氧化铝纤维集合体。

[0012] 发明效果

[0013] 在氧化铝纤维集合体的配合量相同时,混合物的粘性与以往相比减小。其结果是能够提高配合氧化铝纤维的制品的生产率。另外,由于粘性小,可以制造小型且薄型的部件。另外,通过使环氧树脂等热固性树脂固化物中含有该氧化铝纤维集合体,能够显著增大其导热率。

附图说明

[0014] 图 1 是表示利用附壁效应的气流分级装置的主要部分的一例的剖面概略图。

[0015] 标记的说明

[0016] 1:原料供给喷嘴;2:附壁块;3:第一分级刀;4:第二分级刀;5、7、9:通道;6:第一分级刀块;8:第二分级刀块;10:进气块;11、12:进气道;13:气流分级装置;x:附壁块 2 的中心点; f_1 :在连接附壁块 2 的中心点 x 与第一分级刀 3 的顶点的直线上,第一分级刀 3 的顶点到附壁块 2 表面的距离; f_2 :在连接附壁块 2 的中心点 x 与第二分级刀 4 的顶点的直线上,第二分级刀 4 的顶点到附壁块 2 表面的距离; α :含有大量以纤维长度小于 $50\mu\text{m}$ 的纤维为主体的纤维的射流; β :含有大量以纤维长度 $50 \sim 200\mu\text{m}$ 的纤维为主体的纤维的射流; γ :含有大量以纤维长度超过 $200\mu\text{m}$ 的纤维为主体的纤维的射流。

具体实施方式

[0017] 本发明的氧化铝纤维集合体由化学组成为 Al_2O_3 : $70 \sim 100$ 质量%、 SiO_2 : $0 \sim 30$ 质量%的纤维束的集合物构成。构成集合物的各纤维的长径比优选为 3 以上。作为氧化铝,可以是 α -氧化铝、 γ -氧化铝、 δ -氧化铝、 θ -氧化铝等的任何一种。其中,含有 α -氧化铝且具有上述组成的集合体的导热性和耐热性大。化学组成可以通过荧光 X 射线分析、化学分析等常规方法进行定量。

[0018] 本发明的氧化铝纤维集合体的第一要素是:在通过电镜法测定的纤维根数的频率分布中,纤维长度 $50 \sim 200\mu\text{m}$ 的纤维的根数为 70%以上(包括 100%)。如果该纤维的根数小于 70%,则混合物的粘度变高,配合氧化铝纤维的制品的生产率得不到充分提高。另外,也难以使配合氧化铝纤维的制品的导热率充分增大。优选该纤维的根数为 80%以上

(包括 100%)。

[0019] 本发明的氧化铝纤维集合体的第二要素是：在通过电镜法测定的纤维根数的频率分布中，纤维长度小于 $50\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的根数为 30% 以下（包括 0）、纤维长度 $50\sim 100\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的根数为 30～50%、纤维长度超过 $100\text{ }\mu\text{m}$ 且在 $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下的纤维的根数为 30～50%、纤维长度超过 $200\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的根数为 20% 以下（包括 0）。

[0020] 如果纤维长度小于 $50\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维根数超过 30% 或者纤维长度 $50\sim 100\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的根数小于 30%，则相对较长的纤维增多，混合物的粘度变高，配合氧化铝纤维的制品的生产率得不到充分提高。如果纤维长度 $50\sim 100\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的根数超过 50%，混合物的粘度也会变高而出现同样的现象。如果纤维长度超过 $100\text{ }\mu\text{m}$ 且在 $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下的纤维的根数小于 30%，则配合氧化铝纤维的制品的导热率变小，如果超过 50%，则混合物的粘度变高。从混合物的粘度及配合氧化铝纤维的制品的导热率的观点考虑，优选纤维长度超过 $200\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维尽可能少，但容许含有至 20%。

[0021] 特别优选：纤维长度小于 $50\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的根数为 10% 以下（包括 0）、纤维长度 $50\sim 100\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的根数为 35～45%、纤维长度超过 $100\text{ }\mu\text{m}$ 且在 $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下的纤维的根数为 35～45%、纤维长度超过 $200\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的根数为 15% 以下（包括 0）、纤维长度超过 $300\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的根数为 5% 以下（包括 0）。

[0022] 本发明的氧化铝纤维集合体，优选通过电镜法测定的平均纤维直径为 $3\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ ，且纤维直径小于 $3\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的根数小于 5%。如果平均纤维直径超过 $10\text{ }\mu\text{m}$ ，则单位质量的根数减少，因此可能得不到充分的加强效果。如果平均纤维直径小于 $3\text{ }\mu\text{m}$ ，则混合物的粘性显著变高，而且在作业中飞溅，被吸入体内的可能性也变高。根据以上的理由，优选纤维直径小于 $3\text{ }\mu\text{m}$ 的纤维的含量小于 5%。

[0023] 电镜法如下所述。

[0024] <试样制备>在试样台上粘贴导电碳带，在其上分散约 0.5g 试样后，喷吹压缩空气而将多余的纤维除掉。

[0025] <测定>将试样设置在扫描电镜 (SEM)（例如 JEOL 制“JSM-5300”）上，以 100 倍的倍率拍摄照片，使用市售的器具（例如 ミットヨ 公司制 デジタルノギス）测定任意选择的 1000 条纤维的纤维直径及纤维长度，求出纤维根数的频率分布、平均纤维直径、平均纤维长度。另外，纤维长度用国际标准样品（日立サイエンスシステムズ公司制，日立标准メツスケール HMS-2000）进行修正。该修正方法如下：首先，在与试样测定的条件相同的条件下观察尺寸校正用图案间距 (pattern pitch)，将任意长度的图案间距重复测定 10 次，计算其平均值。使用该平均值和标准样品上标明的平均值，使用算式：校正系数 = (标准样品的试验报告中记载的平均值) / (重复测定 10 次而得到的图案间距的平均值) 来计算校正系数。用该校正系数乘以实际测定的纤维长度，由此得到修正后的值。

[0026] 本发明的氧化铝纤维集合体可以通过本发明的氧化铝纤维集合体的制造方法进行制造。本发明的制造方法，以絮状的氧化铝纤维为原料，以将其在特定条件下粉碎、分级为基本技术。以下进行详细说明。

[0027] 作为原料的絮状氧化铝纤维是含有 70～100 质量% Al_2O_3 、0～30 质量% SiO_2 的絮状氧化铝纤维，例如可以优选使用电气化学工业公司制造的商品名“アルセン（散装）”等。该絮状原料中含有的纤维长度为 $100\text{ }\mu\text{m}\sim 10\text{cm}$ 的纤维的根数通常为 50% 以上。

[0028] 絮状原料的粉碎可以使用加压粉碎机、球磨机、搅拌粉碎机、辊式粉碎机等,在本发明中采用施加 0.1 ~ 20MPa 的压力进行加压粉碎的方式。加压粉碎方式,是指在上下压板之间加入絮状原料,从上下施加压力而进行粉碎的方式。列举其市售品,有三庄インダストリー公司制造的商品名“テーブルプレス”、“ロータリープレス”和エヌピーシステム公司制造的商品名“ニュートンプレス”等。

[0029] 加压压力为 0.1 ~ 20MPa,优选 1 ~ 10MPa。如果小于 0.1MPa,则粉碎不充分,难以供给到分级机。如果超过 20MPa,则纤维的长度变得过短,难以有效地制造具有本发明的纤维长度分布的氧化铝纤维集合体。通过加压压力能够控制氧化铝纤维集合体的纤维长度分布。例如,通过使加压压力接近 0.1MPa,能够增加纤维长度为 100 ~ 200 μm 的纤维的含量,通过使加压压力接近 20MPa,能够增加纤维长度为 50 ~ 100 μm 的纤维的含量并减少纤维长度超过 300 μm 的纤维的含有率。

[0030] 采用加压粉碎方式的理由如下。即,加压粉碎能够防止像球磨机等的粉碎那样,将已经变短的纤维进一步粉碎的过粉碎现象,另外,长纤维未粉碎而原样残留的现象也减少,因此,通过之后的分级处理 能够有效地制造具有预定的纤维长度分布的氧化铝纤维集合体。即,能够提高作为本发明主成分的纤维长度为 50 ~ 200 μm 的纤维的收率,而且能够抑制会引起纤维集合体凝聚的纤维长度超过 300 μm 的纤维的含有率。

[0031] 接着,对粉碎物进行分级。分级原料为粉体的情况下,已知有气流分级法、淘析分级法、筛分级法方式等,但由于本发明为纤维的分级,因此难以应用筛分级法。气流分级法是利用气流进行的分离操作,淘析分级法是利用越小的粒子沉降所需的时间越长的性质进行的分离操作。本发明中使用气流分级法,其中优选使用利用附壁效应的气流分级装置。

[0032] 利用附壁效应的气流分级装置是利用下述性质工作的气流分级装置:将通过喷射器等加速后的粉碎物以空气为载气从喷嘴喷射到分级室内时,由于纤维所受的惯性力的差异,纤维长度短的纤维(质量小的纤维)沿附壁块流动,而纤维长度长的纤维(质量大的纤维)飞行得更远。所述气流分级装置中,设有多个具有分级刀的分级刀块,以便能够根据不同纤维长度来收集多种分级物。关于这样的分级装置,有较多的专利文献(例如日本特开平 7-178371 号公报、日本特开平 11-319717 号公报、日本特开 2001-246327 号公报等),而且也有较多的市售品,因此可以使用这些市售品。列举市售品,有株式会社マツボー公司制造的商品名“エルボジェット”和セイシン企业公司制造的商品名“クラッシュール”等。

[0033] 对于利用附壁效应的气流分级装置的结构,在上述专利文献中进行了详细说明。以下,参考图 1 的表示利用附壁效应的气流分级装置的主要部分的一例的概略剖面图,简要说明其结构。气流分级装置 13 具有如下结构:设置有位于后方侧板的表面左侧的块(未图示),附壁块 2,具有分级刀 3、4 的分级刀块 6、8,原料供给喷嘴 1 和通道 5、7、9 等,并设置有覆盖上述部件的上表面且与后方侧板相对的前面侧板(未图示)。分级刀块根据分级点的数量(或导入通道的数量,导入通道的数量比分级点的数量多一个)而设置多个,分级刀块根据分级点的数量(或导入通道的数量,导入通道的数量比分级点的数量多一个)而设置多个,分级刀以自由调节角度的方式安装在这些分级刀块的前端。在图 1 中,作为分级刀块,沿离开附壁块 2 的方向依次设置第一分级刀块 6 和第二分级刀块 8。并且,在第一分级刀块 6 的前端安装有第一分级刀 3,在第二分级刀块 8 的前端安装有第二分级刀 4。另外,具有一定流量的空气从通过设置进气块 10 而在其两侧形成的进气道 11、12 导入,并流过通

道 5、7、9 的结构。通道 5、7、9 连接到旋风分离器（未图示），收集根据分级点分级的氧化铝纤维集合体。在有些装置中，在进气道上设置有进气刀，能够调节导入的空气量。

[0034] 从原料供给喷嘴 1 喷出的粉碎物受到与纤维长度（质量）相应的惯性力，含有较多纤维长度短的纤维的射流流入距离附壁块 2 近的通道，含有较多纤维长度长的纤维的射流流入距离附壁块 2 远的通道。其结果是能够从旋风分离器收集到具有以纤维长度为分级点的不同纤维长度分布的氧化铝纤维集合体。

[0035] 在本发明中，优选至少设定纤维长度 $50\ \mu\text{m}$ 、 $200\ \mu\text{m}$ 这两个分级点。由此，能够从旋风分离器主要收集到以纤维长度小于 $50\ \mu\text{m}$ 的纤维为主体的氧化铝纤维集合体、以纤维长度 $50\sim 200\ \mu\text{m}$ 的纤维为主体的氧化铝纤维集合体和以纤维长度超过 $200\ \mu\text{m}$ 的纤维为主体的氧化铝纤维集合体。在图 1 中，含有较多以纤维长度小于 $50\ \mu\text{m}$ 的纤维为主体的纤维 α 的射流流入距离附壁块 2 最近的通道 5，含有较多以纤维长度 $50\sim 200\ \mu\text{m}$ 的纤维为主体的纤维 β 的射流流入通道 7，含有较多以纤维长度超过 $200\ \mu\text{m}$ 的纤维为主体的纤维 γ 的射流流入距离附壁块 2 最远的通道 9。

[0036] 分级点的数量可以根据分级刀块的设置数量而增减。在本发明中也可以设定 3 个以上的分级点。

[0037] 另一方面，分级点的大小（纤维长度）可以通过附壁块 2 与分级刀 3、4 间的距离等来增减。在连接附壁块 2 的中心点 x、即附壁块 2 的曲面所形成的圆的中心点 x 与第一分级刀 3 的顶点的直线上，将第一分级刀 3 的顶点到附壁块 2 表面的距离（分级刀间隙）设定为 f_1 、第二分级刀 4 的顶点到附壁块 2 表面的距离设定为 f_2 时，优选 f_1 为 $10\sim 30\text{mm}$ 、更优选 $10\sim 15\text{mm}$ 。另外，优选 f_2 为 $30\sim 50\text{mm}$ 、更优选 $30\sim 40\text{mm}$ 。

[0038] 从原料供给喷嘴 1 喷出的空气压力优选为 $0.05\sim 0.5\text{MPa}$ ，更优选 $0.2\sim 0.3\text{MPa}$ 。如果小于 0.05MPa ，则不能使纤维散开，另外，如果超过 0.5MPa ，则大量纤维进入纤维长度长的导入通道，这两种情况可能都不能进行分级。

[0039] 在本发明中，通过在第一分级刀 3（纤维长度为 $50\ \mu\text{m}$ ）与第二分级刀 4（纤维长度为 $200\ \mu\text{m}$ ）之间回收分级纤维，能够容易地制造本发明的氧化铝纤维集合体。另外，通过将 2 个以上的分级点划分收集的氧化铝纤维集合体适量混合，还可以控制纤维长度分布。混合可以使用 V 型搅拌机、诺塔混合器等。

[0040] 使用本发明的氧化铝纤维集合体制备混合物时，可以适当配合硅石粉末、氧化铝粉末、氮化硅粉末、氮化铝粉末、氮化硼粉末、玻璃纤维、碳纤维等。

[0041] 在混合物为氧化铝纤维集合体和树脂的树脂混合物的情况下，作为树脂，可以使用：环氧树脂、有机硅树脂、酚醛树脂、三聚氰胺树脂、脲树脂、不饱和聚酯、含氟树脂、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 树脂（丙烯腈-丙烯酸橡胶-苯乙烯）、AES 树脂（丙烯腈-三元乙丙橡胶-苯乙烯）等。其中，优选将本发明的氧化铝纤维集合体配合到环氧树脂、酚醛树脂、三聚氰胺树脂、聚氨酯、有机硅等热固性树脂中，特别优选配合到环氧树脂中，可以在需要散热性的家电、汽车部件中使用。

[0042] 作为环氧树脂的固化剂，可以使用例如：酚醛清漆树脂、双酚化合物、三官能酚类、马来酸酐或富马酸酐等酸酐、间苯二胺、二氨基二苯基甲烷、二氨基二苯砜等芳香族胺等。

另外,根据需要配合固化促进剂。作为固化促进剂,可以使用 1,8-二氮杂双环(5,4,0)十一碳-7-烯、三苯基膦、苄基二甲胺、2-甲基咪唑等。

[0043] 应用本发明的氧化铝纤维集合体作为树脂填料时,优选预先用硅烷偶联剂对氧化铝纤维集合体进行表面处理。作为硅烷偶联剂的添加比例的一例,相对于氧化铝纤维集合体 100 质量份为 0.01 ~ 10 质量份。列举硅烷偶联剂,有 γ -环氧丙氧基丙基三甲氧基硅烷、 β -(3,4-环氧环己基)乙基三甲氧基硅烷等环氧硅烷、氨丙基三乙氧基硅烷、脲丙基三乙氧基硅烷、N-苯基氨基丙基三甲氧基硅烷等氨基硅烷、苯基三甲氧基硅烷、甲基三甲氧基硅烷、十八烷基三甲氧基硅烷等疏水性硅烷化合物或巯基硅烷等。

[0044] 树脂混合物的制备可以通过将各种材料用搅拌机或混合器等混合后,用热辊混炼机、捏合机、单螺杆或双螺杆挤出机等熔融混炼,冷却后进行粉碎来制造。将该粉碎物压片,使用例如传递成型装置、普通的模具等将其再次熔融并注入模具中,使其固化,由此形成本发明的热固性树脂固化物。热固性树脂固化物中本发明的氧化铝纤维集合体的含有率例如为 1 ~ 60 体积%。

[0045] 实施例

[0046] 实施例 1 ~ 7、比较例 1 ~ 4

[0047] 将 150g 絮状的氧化铝-二氧化硅纤维的市售品 (Al_2O_3 :97 质量% (α -氧化铝 55 质量%)、 SiO_2 :3 质量%、平均纤维直径:3.8 μm 、纤维长度 100 μm ~ 10cm 的纤维的根数的含有率:50%以上)} 投入内径 8cm、深 20cm 的钢制模具中,在 0 ~ 30MPa 的加压压力下加压粉碎。该加压粉碎物具有表 1、表 2 的参考例 1 所示的特性。

[0048] 使用气流分级装置(マツボ-公司制,商品名“エルボジェット”),以 50 μm 、200 μm 这两点作为分级点的纤维长度将上述加压粉碎物进行分级。另外,气流分级装置的分级刀间隙 f1 设定为 10 ~ 20mm、f2 设定为 20 ~ 45mm,与分级原料一同从原料供给喷嘴喷出的空气的压力设定为 0.25MPa,粉碎物的供给速度设定为 1kg/小时。从各旋风分离器收集以纤维长度小于 50 μm 的纤维为主体的集合体、以纤维长度 50 ~ 200 μm 的纤维为主体的集合体、和以纤维长度超过 200 μm 的纤维为主体的集合体,将其中以纤维长度为 50 ~ 200 μm 的纤维为主体的氧化铝纤维集合体作为本发明的氧化铝纤维集合体。

[0049] 比较例 5 ~ 7

[0050] 除了对絮状的氧化铝-二氧化硅纤维的市售品进行球磨机粉碎以代替加压粉碎以外,与实施例 1 同样地制造氧化铝纤维集合体。即,在内容积 60L 的球磨机中投入氧化铝球 20kg(直径 30mm 的球 5kg、直径 20mm 的球 7kg、直径 10mm 的球 8kg) 和与实施例 1 相同的絮状氧化铝-二氧化硅纤维的市售品 1kg,以 30rpm 的转速粉碎 1 分钟(比较例 5)、5 分钟(比较例 6)或 7 分钟(比较例 7)(注:表 1、2 的参考例 2 中示出了该 7 分钟粉碎物的特性),然后将该球磨机粉碎物与实施例 1 同样地进行分级处理。

[0051] 比较例 8

[0052] 对市售的氧化铝长纤维 (Al_2O_3 :70 质量%、 SiO_2 :30 质量%、平均纤维直径 10 μm 、密度 2.9g/cm³) 进行切割,使纤维长度为 100 μm 。

[0053] 对于这些氧化铝纤维集合体,通过上述方法测定纤维直径及纤维长度分布,并且如下测定以纤维长度 50 ~ 200 μm 的纤维为主体的氧化铝纤维集合体的收率。另外,如下测定环氧树脂混合物的粘度及环氧树脂固化物的导热率。这些结果示于表 1、表 2。

[0054] < 氧化铝纤维集合体的收率 >

[0055] 测定分级处理得到的以纤维长度小于 50 μm 的纤维为主体的氧化铝纤维集合体、以纤维长度 50 ~ 200 μm 的纤维为主体的氧化铝纤维集合体、以纤维长度超过 200 μm 的纤维为主体的氧化铝纤维集合体各自的质量, 求出以纤维长度 50 ~ 200 μm 的纤维为主体的氧化铝纤维集合体相对于总质量的质量百分比, 作为氧化铝纤维集合体的收率。

[0056] < 环氧树脂混合物的粘度 >

[0057] 在液状环氧树脂 (日本环氧树脂株式会社制, 商品名“エピコート 807”) 100g 中以 10 体积% 或 15 体积% 的比例配合氧化铝纤维集合体, 在 30℃ 的测定温度下以 2/ 秒的剪切速度测定溶液的粘度 (cps (mPa · S))。另外, 氧化铝纤维集合体的密度为 3.63g/cm³, 进行体积换算。

[0058] < 环氧树脂固化物的导热率 >

[0059] 按照以下所示的配合比例称量各材料, 在乙烯袋中干混后, 使用辊表面温度为 100℃ 的混合辊进行 5 分钟混炼, 然后进行冷却粉碎。利用传递成型机 (温度 175℃、传递输出 5.1MPa、成型时间 90 秒) 将粉碎物制成直径 28mm、厚度 3mm 的圆板状环氧树脂固化物, 使用导热率测定装置 (アグネ公司制“ART-TC-1 型”) 在 23℃ 的测定环境温度下通过温度梯度法测定导热率。

[0060] [配合比例]

[0061] 氧化铝纤维集合体 214.7g (注: 相当于环氧树脂固化物的 45 体积%。另外, 在氧化铝长纤维的集合体的情况下, 由于密度不同, 因此配合量变更为 171g 时, 为环氧树脂固化物的 45 体积%)

[0062] 氨基类硅烷偶联剂 1.2g (信越化学工业公司制, 商品名“KBE-903”)

[0063] 环氧树脂 37.2g (日本环氧树脂公司制, 商品名“YX-4000H”)

[0064] 环氧树脂 17.1g (日本化药公司制, 商品名“ECON-1020”)

[0065] 固化剂 28.3g (群荣化学工业公司制, 商品名“PSM-4261”)

[0066] 蜡 1.9g (クラリアントジャパン公司制, 商品名“WAX-E”)

[0067] 固化促进剂 0.7g (北兴化学工业公司制, 商品名“TPP”)

[0068]

表 1

	加压压力 (Mpa)	分级条件			纤维直径的频率分布 (%)			平均纤维 直径(μm)	纤维根数的频率分布(%)						收率(%)	
		f1 (mm)	f2 (mm)	空气压 力(Mpa)	小于 3~10μm	3~10μm	超过 10μm		小于 50μm	50~100μm	超过 100μm 且 在 200μm 以下	超过 200μm	超过 300μm	50~200μm		合计
参考例 1	1	-	-	-	32	68	0	4	18	43	28	11	5	71	100	-
参考例 2	-	-	-	-	32	68	0	4	43	31	20	6	4	51	100	-
实施例 1	0.1	15	35	0.25	1	99	0	6	5	35	40	20	10	75	100	75
实施例 2	1	15	35	0.25	1	99	0	6	3	39	45	13	3	84	100	65
实施例 3	10	15	35	0.25	1	99	0	6	3	41	45	11	1	86	100	45
实施例 4	20	15	35	0.25	1	99	0	6	2	44	44	10	1	88	100	25
实施例 5	1	15	30	0.25	3	97	0	6	4	49	38	9	1	87	100	50
实施例 6	1	15	40	0.25	1	99	0	6	3	33	49	15	2	82	100	74
实施例 7	1	10	40	0.25	1	99	0	6	10	40	41	7	2	81	100	78
比较例 1	0	粉碎物凝聚，无法供给到分级机。														
比较例 2	30	粉碎物中明显观察到大量微粉，因此未进行分级处理。														
比较例 3	1	15	20	0.25	15	85	0	5	5	64	23	8	1	87	100	33
比较例 4	1	20	45	0.25	1	99	0	6	1	18	64	17	2	82	100	62
比较例 5	-	粉碎物凝聚，无法供给到分级机。														
比较例 6	-	15	35	0.25	1	99	0	6	4	37	34	25	12	71	100	41
比较例 7	-	15	35	0.25	1	99	0	6	8	42	28	22	10	70	100	38
比较例 8	-	未进行分级处理			0	100	0	10	0	100	0	0	0	100	100	-

[0069] 表 2

[0070]

	环氧树脂混合物的粘度(cps)		导热率(W/m·K)
	10 体积%	15 体积%	
参考例 1	40	146	1.7
参考例 2	57	186	1.3
实施例 1	27	105	2.1
实施例 2	16	61	2.2
实施例 3	17	60	2.0
实施例 4	15	55	1.9
实施例 5	18	85	1.9
实施例 6	21	98	1.9
实施例 7	17	71	1.8
比较例 1	未测定		
比较例 2	未测定		
比较例 3	30	120	1.5
比较例 4	35	137	1.7
比较例 5	未测定		
比较例 6	60	180	1.7
比较例 7	57	165	1.7
比较例 8	纤维不分散因而未测定		0.9

[0071] 由表 1、2 可知,与比较例相比,实施例配合到环氧树脂中后的粘度低,成形性优良,而且环氧树脂固化物的导热率高。另外,与球磨机粉碎后进行分级处理的例子相比,加压粉碎后进行分级处理的例子以纤维长度 $50 \sim 200 \mu\text{m}$ 的纤维为主体的氧化铝纤维集合体的收率高,并且,会引起纤维集合体的凝聚的纤维长度超过 $300 \mu\text{m}$ 的纤维的含有率少。另外,通过控制分级装置的刀间隙 f_1 、 f_2 ,可以控制纤维直径、纤维长度分布,由此能够将树脂的粘度抑制得较低,显著提高环氧树脂固化物的导热率。

[0072] 实施例 8 ~ 10、比较例 9

[0073] 除了使用 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ 的质量比为 $50/50 \sim 100/0$ 的范围的各种氧化铝 - 二氧化硅纤维以外,与实施例 2 同样地制造氧化铝纤维集合体并进行评价。这些结果示于表 3。另外,纤维直径的频率分布在实施例 8 ~ 10 及比较例 9 中均为:小于 $3 \mu\text{m}$ 为 1%、 $3 \sim 10 \mu\text{m}$ 为 99%。

[0074] 另外,氧化铝 - 二氧化硅纤维的化学组成的调节通过改变下述方法中纺丝原液的羟铝基氯化物(aluminum oxychloride)水溶液与硅溶胶的比例来进行,所述方法为:将含有羟铝基氯化物水溶液、硅溶胶和聚乙烯醇的粘度为 $7000\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的纺丝原液,以每孔 $20\text{ml}/$

小时供给到圆周面上设有 300 个直径 0.3mm 的孔的、直径 150mm 的中空圆盘内,并使该圆盘以 50m/ 秒的圆周速度旋转,由此形成液丝,然后利用 550℃ 的热风使其干燥固化得到前体纤维,接着将该前体纤维在辊底式炉中在 1300℃ 下煅烧,从而制造絮状的氧化铝-二氧化硅纤维。

[0075]

表 3

	氧化铝纤维的 Al ₂ O ₃ / SiO ₂ 的 质量比	平均纤维 直径(μm)	纤维根数的频率分布(%)							环氧树脂混合物的粘度 (cps)		导热率 (W/m·K)
			小于 50μm	50~100μm	超过 100μm 且 在 200μm 以下	超过 200μm	超过 300μm	50~200μm	总计	10 体积%	15 体积%	
实施例 8	100/0	6.0	6	39	42	13	3	81	100	13	52	2.4
实施例 9	80/20	6.0	3	37	44	16	3	81	100	12	55	1.4
实施例 10	70/30	6.0	3	35	43	19	4	78	100	12	47	1.1
比较例 9	50/50	6.2	2	37	43	18	4	80	100	12	56	0.7

[0076] 参考特定的实施方式对本发明进行了详细说明,但是,对本领域技术人员来说显而易见的是,在不偏离本发明的精神和范围的情况下可以进行各种变更及修正。

[0077] 另外,本申请以 2007 年 10 月 11 日提出的日本专利申请(特愿 2007-265737)为

基础,引用了该申请的全部内容。另外,在此引用的所有参考作为整体并入本说明书中。

[0078] 产业上的利用可能性

[0079] 本发明的氧化铝纤维集合体能够作为例如树脂、涂料、金属、陶瓷等各种原材料的填料使用。本发明的环氧树脂固化物能够作为例如需要具有导热性的家电部件或汽车部件等使用。

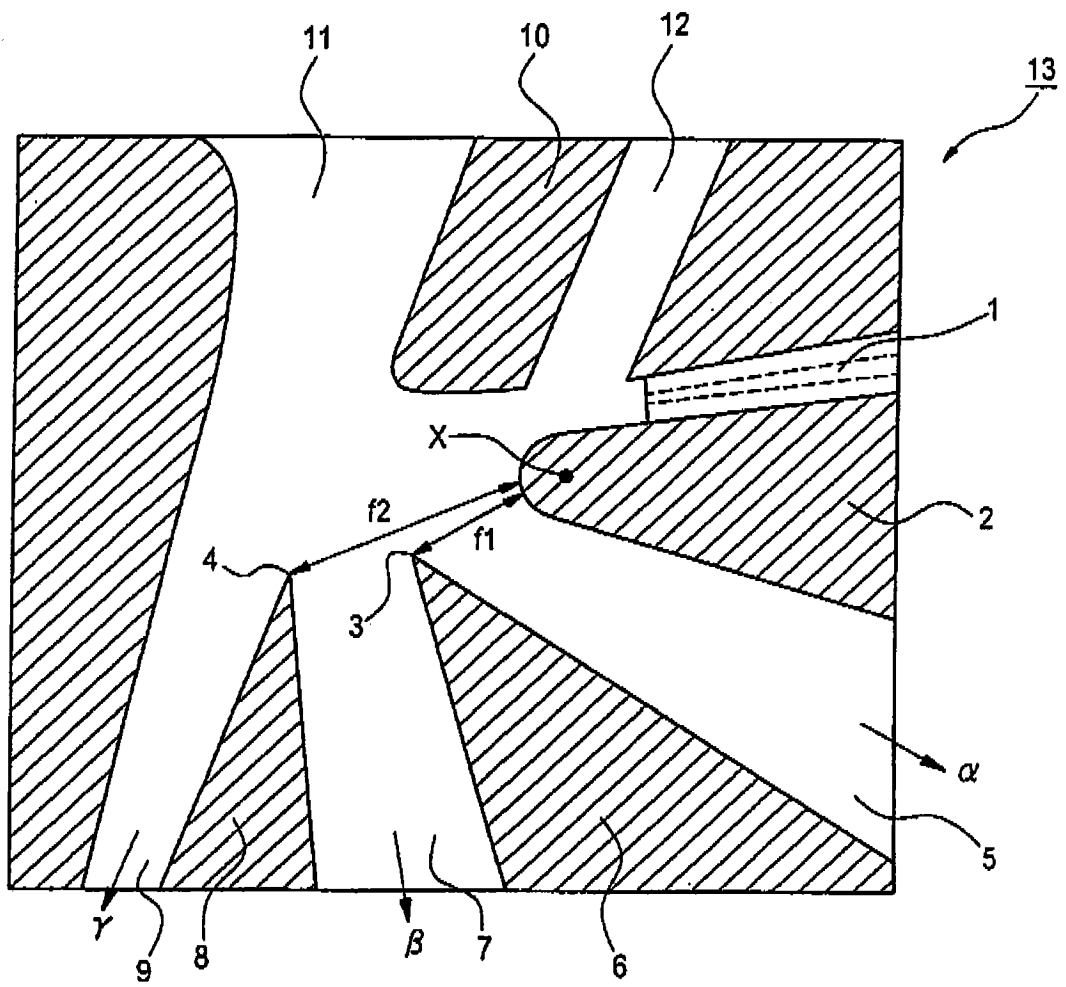


图 1