(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 118215645 A
(43)申请公布日 2024.06.18

(21)申请号 202280070214.9
(22)申请日 2022.10.14
(30)优先权数据
2021-170694 2021.10.19 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2024.04.18
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2022/038424 2022.10.14
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2023/068202 JA 2023.04.27
(71)申请人 松下知识产权经营株式会社
地址 日本
(72)发明人 栗副直树 泽亮介 佐藤夏希 吉冈达郎 关野彻 后藤知代 赵成训
(74)专利代理机构 永新专利商标代理有限公司 72002
专利代理师 刘凤岭 陈建全
(51)Int.Cl.
C04B 35/111(2006.01)
C01F 7/023(2006.01)
C04B 38/00(2006.01)

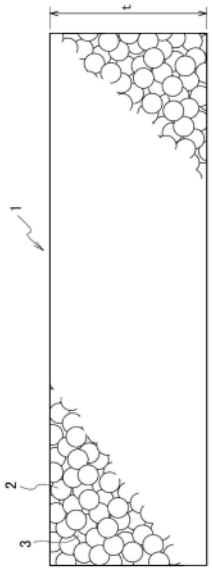
权利要求书1页 说明书20页 附图18页

(54)发明名称

勃姆石结构体及其制造方法

(57)摘要

勃姆石结构体(1)包含多个勃姆石粒子(2)，相邻的勃姆石粒子(2)结合在一起。该勃姆石结构体(1)中勃姆石的微晶尺寸为10nm以下、气孔率为15％以下。勃姆石结构体(1)的制造方法具备:通过将机械化学处理后的水硬性氧化铝与含水的溶剂混合而得到混合物的混合工序;和在压力为10～600MPa、且温度为50～300℃的条件下对该混合物进行加压及加热的加压加热工序。



CN 118215645 A

1.一种勃姆石结构体,其包含多个勃姆石粒子,且相邻的所述勃姆石粒子结合在一起,其中,

勃姆石的微晶尺寸为10nm以下,

气孔率为15%以下。

2.根据权利要求1所述的勃姆石结构体,其中,按照JIS T6526测定的弯曲强度为50MPa以上。

3.根据权利要求1或2所述的勃姆石结构体,其中,所述勃姆石结构体进一步含有无机氧化物粒子。

4.根据权利要求1～3中任一项所述的勃姆石结构体,其中,勃姆石相为形状不一定的晶体。

5.根据权利要求3所述的勃姆石结构体,其中,所述无机氧化物粒子的平均粒径为5μm以下。

6.根据权利要求3或5所述的勃姆石结构体,其中,所述无机氧化物粒子的维氏硬度为10GPa以下。

7.根据权利要求3、5及6中任一项所述的勃姆石结构体,其中,所述无机氧化物粒子的弹性模量为320GPa以下。

8.根据权利要求3及5～7中任一项所述的勃姆石结构体,其中,所述无机氧化物粒子含有硅。

9.一种勃姆石结构体的制造方法,其具备:

混合工序,其通过将机械化学处理后的水硬性氧化铝与含水的溶剂混合而得到混合物;和

加压加热工序,其在压力为10～600MPa、且温度为50～300℃的条件下对该混合物进行加压及加热。

10.根据权利要求9所述的勃姆石结构体的制造方法,其中,所述混合工序是通过将机械化学处理后的水硬性氧化铝及无机氧化物粒子与含水的溶剂混合而得到混合物的工序。

勃姆石结构体及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及勃姆石(boehmite)结构体及其制造方法。

背景技术

[0002] 勃姆石是用AlOOH的组成式表示的铝氧化氢氧化物(aluminum oxide hydroxide)。勃姆石所具有的特性是:不溶于水,对于酸及碱在常温下也几乎不反应,因此化学稳定性高,进而脱水温度高达500℃左右,因而耐热性也优异。具有这样的特性的勃姆石的粉末一直用于树脂添加剂、催化剂原料及研磨剂等。

[0003] 此外,勃姆石的比重为3.07左右。因此,期望采用勃姆石开发轻质、且化学稳定性及耐热性优异的结构体。专利文献1中,公开了通过在140℃～低于350℃下对由氢氧化铝、反应促进剂和水形成的混合物进行水热处理,可得到多孔质勃姆石成形体。在该多孔质勃姆石成形体中,板状或针状的勃姆石结晶可形成连晶结构,通过使它们相互连结而形成连续气孔,而且气孔率为65％以上,弯曲强度(JIS R1601)为400N/cm^2以上。

[0004] 现有技术文献

[0005] 专利文献

[0006] 专利文献1:日本特开2003-238150号公报

发明内容

[0007] 但是,在专利文献1中,由于使用钠及钙的氢氧化物作为反应促进剂,所以它们以杂质的形式残存于所得到的结构体中。因此,在专利文献1的制备方法中,存在难以得到保持勃姆石本来的特性的成形体的问题。另外,在专利文献1中,记载着所得到的成形体的弯曲强度最大为1600N/cm^2(16MPa)左右。可是,例如在使用成形体作为板构件的情况下,要求更高的强度。

[0008] 本发明是鉴于这样的以往技术所存在的课题而完成的。而且本发明的目的在于提供具有高强度的勃姆石结构体以及该勃姆石结构体的制造方法。

[0009] 为了解决上述课题,本发明的第一方案涉及一种勃姆石结构体,其包含多个勃姆石粒子,且相邻的勃姆石粒子结合在一起。在该勃姆石结构体中,勃姆石的微晶尺寸为10nm以下,气孔率为15％以下。

[0010] 本发明的第二方案涉及一种勃姆石结构体的制造方法,其具备:通过将机械化学处理后的水硬性氧化铝与含水的溶剂混合而得到混合物的混合工序;和在压力为10～600MPa、且温度为50～300℃的条件下对该混合物进行加压及加热的加压加热工序。

附图说明

[0011] 图1是概略地表示本实施方式涉及的勃姆石结构体的一个例子的剖视图。

[0012] 图2是概略地表示本实施方式涉及的勃姆石结构体的其它例子的剖视图。

[0013] 图3是表示实施例1-1及比较例1-1的试验试样的弯曲强度及维氏硬度、以及用扫

描式电子显微镜(SEM)观察该试验试样表面的结果的图。

[0014] 图4是表示实施例2-1及2-2以及比较例2-1的试验试样的X射线衍射图谱、以及ICSD中注册的勃姆石(AlOOH)及诺三水铝石($Al(OH)_3$:nordstrandite)的X射线衍射图谱的曲线图。

[0015] 图5(a)是表示实施例3-1的试验试样1中的位置1的背散射电子图像的图。图5(b)是表示将实施例3-1的试验试样1中的位置1的背散射电子图像二值化所得到的数据的图。

[0016] 图6(a)是表示实施例3-1的试验试样1中的位置2的背散射电子图像的图。图6(b)是表示将实施例3-1的试验试样1中的位置2的背散射电子图像二值化所得到的数据的图。

[0017] 图7(a)是表示实施例3-1的试验试样1中的位置3的背散射电子图像的图。图7(b)是表示将实施例3-1的试验试样1中的位置3的背散射电子图像二值化所得到的数据的图。

[0018] 图8(a)是表示实施例3-2的试验试样1中的位置1的背散射电子图像的图。图8(b)是表示将实施例3-2的试验试样1中的位置1的背散射电子图像二值化所得到的数据的图。

[0019] 图9(a)是表示实施例3-2的试验试样1中的位置2的背散射电子图像的图。图9(b)是表示将实施例3-2的试验试样1中的位置2的背散射电子图像二值化所得到的数据的图。

[0020] 图10(a)是表示实施例3-2的试验试样1中的位置3的背散射电子图像的图。图10(b)是表示将实施例3-2的试验试样1中的位置3的背散射电子图像二值化所得到的数据的图。

[0021] 图11(a)是表示实施例3-3的试验试样1中的位置1的背散射电子图像的图。图11(b)是表示将实施例3-3的试验试样1中的位置1的背散射电子图像二值化所得到的数据的图。

[0022] 图12(a)是表示实施例3-3的试验试样1中的位置2的背散射电子图像的图。图12(b)是表示将实施例3-3的试验试样1中的位置2的背散射电子图像二值化所得到的数据的图。

[0023] 图13(a)是表示实施例3-3的试验试样1中的位置3的背散射电子图像的图。图13(b)是表示将实施例3-3的试验试样1中的位置3的背散射电子图像二值化所得到的数据的图。

[0024] 图14是表示将实施例4-1及比较例4-1的水硬性氧化铝的粒子放大500倍及3000倍进行观察所得到的结果的照片。

[0025] 图15是表示对于实施例4-1及比较例4-1的水硬性氧化铝的红外光谱分析结果的曲线图。

[0026] 图16是表示实施例5-1及比较例5-1的试验试样的弯曲强度及维氏硬度、以及对该试验试样的断面及原料粉末采用扫描式电子显微镜进行观察所得到的结果的图。

[0027] 图17是表示实施例6-1及实施例6-2的试验试样的弯曲强度及维氏硬度、以及对该试验试样的断面采用扫描式电子显微镜进行观察所得到的结果的图。

[0028] 图18是表示对实施例6-1的试验试样的断面采用扫描式电子显微镜进行观察所得到的结果的图。

具体实施方式

[0029] 以下,参照附图对本实施方式涉及的勃姆石结构体以及勃姆石结构体的制造方法

进行说明。再者,附图的尺寸比率为了方便说明而被夸张,有时与实际的比率不同。

[0030] [第一实施方式的勃姆石结构体]

[0031] 本实施方式的勃姆石结构体1如图1所示的那样,包含多个勃姆石粒子2。而且,相邻的勃姆石粒子2彼此相互结合在一起,由此形成由勃姆石粒子2组合而成的勃姆石结构体1。另外,在相邻的勃姆石粒子2之间存在气孔3。

[0032] 勃姆石粒子2也可以是只由勃姆石相形成的粒子,也可以是由勃姆石和勃姆石以外的氧化铝或氢氧化铝的混合相形成的粒子。例如,勃姆石粒子2也可以是由勃姆石形成的相与由三水铝石($Al(OH)_3$:gibbsite)形成的相混合而成的粒子。

[0033] 构成勃姆石结构体1的勃姆石粒子2的平均粒径没有特别的限定,但优选为300nm以上且20μm以下,进一步优选为300nm以上且10μm以下,特别优选为300nm以上且5μm以下。通过使使勃姆石粒子2的平均粒径在此范围内,勃姆石结构体1中所含的勃姆石的微晶减小,因而能够提高勃姆石结构体1的强度。此外,通过使勃姆石粒子2的平均粒径在此范围内,则如后所述,勃姆石结构体1的内部中存在的气孔3的比例成为15%以下,因此可提高勃姆石结构体1的强度。再者,本说明书中,作为“平均粒径”的值,只要不特别说明,就采用通过扫描式电子显微镜(SEM)或透射式电子显微镜(TEM)等观察手段,作为在几个~几十个视场中所观察的粒子的粒径的平均值而算出的值。

[0034] 勃姆石粒子2的形状没有特别的限定,例如能够规定为球状。此外,勃姆石粒子2也可以是晶须状(针状)的粒子或鳞片状的粒子。晶须状粒子或鳞片状粒子与球状粒子相比,与其它粒子的接触性提高,因而可提高勃姆石结构体1整体的强度。

[0035] 如上所述,本实施方式的勃姆石结构体1由勃姆石粒子2的粒子组构成。也就是说,勃姆石结构体1由以勃姆石为主体而成的多个勃姆石粒子2构成,通过使勃姆石粒子2彼此相互结合而形成勃姆石结构体1。此时,勃姆石粒子2彼此也可以是点接触的状态,也可以是勃姆石粒子2的粒子面彼此接触的面接触的状态。

[0036] 其中,相邻的勃姆石粒子2经由铝的氧化物及氢氧化物中的至少一方而结合在一起。也就是说,勃姆石粒子2不是通过由有机化合物形成的有机粘合剂而结合,也不是通过由除铝的氧化物及氢氧化物以外的无机化合物形成的无机粘合剂而结合。也就是说,如后所述,勃姆石结构体1能够通过一边对机械化学处理后的水硬性氧化铝和水的混合物进行加压一边进行加热而形成。因此,勃姆石结构体1由于不存在来源于反应促进剂的杂质,所以可保持勃姆石本来的特性。

[0037] 勃姆石结构体1至少具有由勃姆石(AlOOH)形成的勃姆石相,但也可以具有勃姆石相以外的其它结晶相。作为勃姆石结构体1所具有的勃姆石相以外的其它结晶相,可以列举出由氢氧化铝($Al(OH)_3$)形成的三水铝石相及由氧化铝(Al_2O_3)形成的γ氧化铝相。但是,勃姆石结构体1优选以勃姆石相为主体。如上所述,由于勃姆石轻质、而且具有高的化学稳定性及耐热性,因此通过以勃姆石相为主体,能够得到轻质、且化学稳定性及耐热性优异的勃姆石结构体1。

[0038] 在本实施方式的勃姆石结构体1中,勃姆石相的存在比例优选为50质量%以上,更优选为60质量%以上,进一步优选为70质量%以上。通过增加勃姆石相的比例,能够得到轻质、且化学稳定性及耐热性优异的勃姆石结构体1。再者,勃姆石结构体1中的勃姆石相的比例可通过用X射线衍射法测定勃姆石结构体1的X射线衍射图谱,然后进行Rietveld解析来

求出。

[0039] 如上所述,勃姆石结构体1除勃姆石相以外,也可以具有由氢氧化铝($Al(OH)_3$)形成的三水铝石相。但是,氢氧化铝由于具有对酸及碱的反应性,所以为了更加提高勃姆石结构体1的化学稳定性,优选降低三水铝石相的存在比例。对于降低三水铝石相的存在比例,只要对勃姆石结构体1进行加热使其从三水铝石相脱水即可。也就是说,通过对勃姆石结构体1进行加热而产生脱水反应,晶体结构从三水铝石相向勃姆石相变化。由此,三水铝石相减少,勃姆石相增加,从而可提高勃姆石结构体1的化学稳定性。再者,勃姆石结构体1的加热条件只要是产生三水铝石相的脱水反应的条件就不特别限定,例如优选在大气中加热至300℃以上。

[0040] 此外,作为降低勃姆石结构体1中的三水铝石相的存在比例的方法,还优选通过对原料即水硬性氧化铝进行加热,来使水硬性氧化铝中的三水铝石的存在比例降低。具体地讲,还优选使用通过将水硬性氧化铝加热至例如300℃以上而减低了三水铝石的水硬性氧化铝。通过使用这样的减低了三水铝石的水硬性氧化铝作为原料,也能够降低勃姆石结构体1中的三水铝石相的存在比例,从而提高勃姆石结构体1的化学稳定性。再者,勃姆石结构体1还能够通过如后述那样一边对减低了三水铝石的水硬性氧化铝和水的混合物进行加压一边实施加热来形成。

[0041] 在勃姆石结构体1中,勃姆石的微晶尺寸为10nm以下。勃姆石结构体1中所含的勃姆石的微晶尺寸越小,则得到的勃姆石结构体1的弯曲强度越提高,因而可提高勃姆石结构体1的强度。再者,在勃姆石结构体1中,勃姆石的微晶尺寸更优选为8nm以下,进一步优选为5nm以下。

[0042] 勃姆石结构体1中所含的勃姆石的微晶尺寸可采用粉末X射线衍射法测定勃姆石的衍射峰,然后从衍射峰的半峰宽及衍射角(衍射X射线的布拉格角)采用谢乐公式来求出。具体地讲,在将勃姆石结构体1粉碎后,对勃姆石结构体1进行粉末X射线衍射测定。然后,从勃姆石结构体1中的勃姆石的衍射峰的半峰宽及衍射角,采用数学式1的谢乐公式求出微晶尺寸。

[0043] [数学式1]

[0044] $D=K\times\lambda/(\beta\times\cos\theta)$

[0045] D:微晶尺寸(nm)、K:谢乐常数、λ:测定X射线的波长(nm)、β:半峰宽(°)、θ:衍射X射线的布拉格角(°)

[0046] 勃姆石结构体1的断面中的气孔率优选为15%以下。也就是说,当观察勃姆石结构体1的断面时,每单位面积的气孔的比例的平均值优选为15%以下。当气孔率为15%以下时,勃姆石粒子2彼此结合的比例增加,因此勃姆石结构体1变得致密,强度提高。因此,可提高勃姆石结构体1的耐久性。此外,在气孔率为15%以下的情况下,可抑制在勃姆石结构体1中以气孔3为起点发生裂纹,因此可提高勃姆石结构体1的弯曲强度。再者,勃姆石结构体1的断面中的气孔率优选为10%以下,更优选为5%以下,进一步优选为3%以下。勃姆石结构体1的断面中的气孔率越低,则越抑制以气孔3为起点的裂纹,因此可提高勃姆石结构体1的强度。

[0047] 本说明书中,气孔率可采用以下的方法求出。首先,观察勃姆石结构体1的断面,判别勃姆石粒子2及气孔3。然后,测定单位面积和该单位面积中的气孔3的面积,求出每单位

面积的气孔3的比例。当在多处求出这样的每单位面积的气孔3的比例后,将每单位面积的气孔3的比例的平均值作为气孔率。再者,在观察勃姆石结构体1的断面时,可采用光学显微镜、扫描式电子显微镜(SEM)或透射式电子显微镜(TEM)。此外,单位面积和该单位面积中的气孔3的面积也可以通过将用显微镜观察得到的图像二值化来测定。

[0048] 勃姆石结构体1的内部中存在的气孔3的尺寸没有特别的限定,但优选尽量小。通过减小气孔3的尺寸,可抑制以气孔3为起点的裂纹,因而可提高勃姆石结构体1的强度,提高勃姆石结构体1的耐久性。再者,勃姆石结构体1的气孔3的尺寸优选为5μm以下,更优选为1μm以下,进一步优选为100nm以下。勃姆石结构体1的内部中存在的气孔3的尺寸可与上述的气孔率同样,通过用显微镜观察勃姆石结构体1的断面来求出。

[0049] 勃姆石结构体1只要具有勃姆石粒子2彼此相互结合在一起、勃姆石的微晶尺寸为10nm以下、并且气孔率为15%以下这样的结构即可。因此,勃姆石结构体1只要具有这样的结构,其形状就不特别限定。勃姆石结构体1的形状可规定为例如板状、膜状、矩形状、块状、棒状及球状。此外,当勃姆石结构体1为板状或膜状时,其厚度t没有特别的限定,例如可规定为50μm以上。本实施方式的勃姆石结构体1如后述那样可通过加压加热法形成。因此,可以容易地得到加厚的勃姆石结构体1。再者,可将勃姆石结构体1的厚度t规定为1mm以上,也可规定为1cm以上。勃姆石结构体1的厚度t的上限没有特别的限定,例如可规定为50cm。

[0050] 如上所述,勃姆石结构体1因勃姆石的微晶尺寸及气孔率在规定的范围内而具有高的机械强度。因此,勃姆石结构体1的按照日本工业标准JIS T6526:2018(牙科用陶瓷材料)测定的弯曲强度优选为50MPa以上。再者,勃姆石结构体1的弯曲强度可通过JIS T6526的2轴弯曲试验进行测定。当勃姆石结构体1的弯曲强度为50MPa以上时,因机械强度优异而使机械加工性提高。因此,能够容易将勃姆石结构体1用于例如要求高的机械强度及加工性的建筑构件。再者,勃姆石结构体1的弯曲强度更优选为80MPa以上,进一步优选为100MPa以上。勃姆石结构体1的弯曲强度的上限没有特别的限定,例如可规定为300MPa。

[0051] 在本实施方式的勃姆石结构体1中,多个勃姆石粒子2不是通过由有机化合物形成的有机粘合剂而结合,而且也不是通过由除铝的氧化物及氢氧化物以外的无机化合物形成的无机粘合剂而结合。因此,在勃姆石结构体1中所含的金属元素中,铝以外的元素的含有比例优选为5质量%以下,更优选为3质量%以下,进一步优选为1质量%以下。勃姆石结构体1由于钠及钙等杂质几乎不存在,因此可保持勃姆石本来的特性。

[0052] 这样一来,本实施方式的勃姆石结构体1含有多个勃姆石粒子2,通过使相邻的勃姆石粒子2结合而成。而且,在勃姆石结构体1中,勃姆石的微晶尺寸为10nm以下,气孔率为15%以下。本实施方式的勃姆石结构体1由于勃姆石的微晶尺寸为10nm以下、且气孔率为15%以下,因此勃姆石粒子2彼此致密且牢固地结合。其结果是,勃姆石结构体1因机械强度提高而能够具有高的耐久性。此外,在勃姆石结构体1中,多个勃姆石粒子2不使用有机粘合剂以及由除铝的氧化物及氢氧化物以外的无机化合物形成的无机粘合剂进行结合。另外,勃姆石结构体1以勃姆石相为主体而形成。因此,勃姆石结构体1成为轻质、且化学稳定性优异的结构体。

[0053] [第一实施方式的勃姆石结构体的制造方法]

[0054] 接着,对第一实施方式涉及的勃姆石结构体1的制造方法进行说明。勃姆石结构体1可通过在将机械化学处理后的水硬性氧化铝与含水的溶剂混合后进行加压加热来得到。

水硬性氧化铝是通过对氢氧化铝进行加热处理而生成的水合物,含有ρ氧化铝。这样的水硬性氧化铝具有通过水合反应而结合并硬化的性质。因此,通过采用加压加热法,可进行水硬性氧化铝的水合反应,使水硬性氧化铝彼此相互结合,同时在勃姆石中使晶体结构发生变化,因此能够得到勃姆石结构体1。

[0055] 具体地讲,首先,对水硬性氧化铝的粉末实施机械化学处理,将水硬性氧化铝的粗大颗粒粉碎而成为微粒。通过使水硬性氧化铝成为微粒,使水硬性氧化铝的比表面积增加,因而促进水硬性氧化铝与含水的溶剂的水合反应。另外,通过对水硬性氧化铝实施机械化学处理,使水硬性氧化铝粒子的表面的羟基增加,从而提高与溶剂的反应性。其结果是,水硬性氧化铝的粒子彼此变得容易结合,因此可得到高强度的勃姆石结构体1。

[0056] 对水硬性氧化铝粉末的机械化学处理只要是通过对水硬性氧化铝的粗大颗粒进行粉碎而成为微粒的方法就不特别限定。机械化学处理优选的是采用选自球磨机、珠磨机及振动磨机中的至少一种的粉碎处理。其中,机械化学处理优选的是采用行星球磨机的粉碎处理。行星球磨机是通过装有水硬性氧化铝和硬质球(介质)的罐的自转运动和载置该罐的台座的旋转(公转运动)来进行水硬性氧化铝的粉碎的球磨机。这样的行星球磨机除硬质球与罐壁的碰撞以外,还通过逆向进行自转及公转而施加更强力的离心力,因此能够在短时间内进行亚微米水平的粉碎处理。

[0057] 机械化学处理中采用的硬质球(介质)没有特别的限定,能够使用陶瓷、树脂或金属制的球。此外,机械化学处理中采用的罐也没有特别的限定,能够使用陶瓷、树脂或金属制的罐。陶瓷制的硬质球及罐能够使用由氧化锆、氧化铝、玛瑙或氮化硅形成的。再者,从有效地进行水硬性氧化铝的粉碎的观点出发,优选硬质球及罐为陶瓷制。

[0058] 对水硬性氧化铝粉末的机械化学处理可以是湿式,也可以是干式,还可以将湿式和干式组合。但是,从有效地进行水硬性氧化铝的粉碎的观点出发,优选机械化学处理为湿式。

[0059] 湿式粉碎时所用的溶剂需要使用不易与水硬性氧化铝反应的溶剂。也就是说,当作为湿式粉碎的溶剂使用水时,粉碎中水硬性氧化铝和水完成水合反应,不能得到微细的水硬性氧化铝。因此,作为湿式粉碎的溶剂,优选使用有机溶剂。此外,作为湿式粉碎的溶剂优选使用醇类,更优选使用乙醇。乙醇难以与水硬性氧化铝发生反应,而且在粉碎后可以容易地除去,因此能够适合作为湿式粉碎的溶剂使用。

[0060] 实施机械化学处理后的水硬性氧化铝的粉末的平均粒径没有特别的限定,但优选为0.1μm～5μm,更优选为0.5μm～3μm。通过使水硬性氧化铝的粒径在此范围内,变得容易进行水硬性氧化铝与含水的溶剂的水合反应,因而促进水硬性氧化铝的粒子彼此的结合。而且,由于勃姆石结构体1中的勃姆石的微晶尺寸达到10nm以下,因此可更加提高勃姆石结构体1的强度。再者,水硬性氧化铝的粉末的平均粒径如上所述,能够采用扫描式电子显微镜(SEM)或透射式电子显微镜(TEM)等观察手段进行测定。

[0061] 接着,将实施机械化学处理后的水硬性氧化铝的粉末与含水的溶剂混合制备混合物。含水的溶剂优选为纯水或去离子水。但是,含水的溶剂除水以外,也可以含有酸性物质或碱性物质。此外,含水的溶剂只要是水为主成分即可,例如也可以含有有机溶剂(例如醇类等)。

[0062] 相对于水硬性氧化铝的溶剂的添加量优选为可充分进行水硬性氧化铝的水合反

应的量。溶剂的添加量相对于水硬性氧化铝优选为20～200质量%,更优选为50～150质量%。

[0063] 接着,将由水硬性氧化铝和含水的溶剂混合而成的混合物填充到模具的内部。在将该混合物填充在模具中后,也可以根据需要对模具进行加热。然后,通过对模具内部的混合物施加压力,使模具内部成为高压状态。此时,通过使水硬性氧化铝高填充化,且使水硬性氧化铝的粒子彼此相互结合而进行高密度化。具体地讲,通过在水硬性氧化铝中加入水,水硬性氧化铝发生水合反应,在水硬性氧化铝粒子的表面生成勃姆石和氢氧化铝。然后,通过在模具内部对该混合物一边进行加热一边进行加压,生成的勃姆石和氢氧化铝在相邻的水硬性氧化铝粒子间相互扩散,使水硬性氧化铝粒子彼此缓慢结合。然后,通过加热进行脱水反应,由此使晶体结构从氢氧化铝向勃姆石变化。再者,可以推测这样的水硬性氧化铝的水合反应、水硬性氧化铝粒子间的相互扩散及脱水反应大致同时进行。

[0064] 然后,从模具内部取出成形体,便得到多个勃姆石粒子2彼此经由铝的氧化物及氢氧化物中的至少一方而结合的勃姆石结构体1。

[0065] 再者,由水硬性氧化铝与含水的溶剂混合而成的混合物的加热加压条件只要是可进行水硬性氧化铝和该溶剂的反应那样的条件就不特别限定。例如,优选一边将由水硬性氧化铝与含水的溶剂混合而成的混合物加热至50～300℃,一边以10～600MPa的压力进行加压。再者,对由水硬性氧化铝与含水的溶剂混合而成的混合物进行加热时的温度更优选为80～250℃,进一步优选为100～200℃。此外,对由水硬性氧化铝与含水的溶剂混合而成的混合物进行加压时的压力更优选为50～600MPa,进一步优选为200～600MPa。

[0066] 其中,作为形成勃姆石结构体的方法,可考虑只对勃姆石粉末进行加压的方法。可是,即使将勃姆石粉末放入模具内,并在常温下进行加压,勃姆石的粒子彼此也难以相互反应,难以使该粒子彼此牢固地结合。因此,在所得到的压粉体中存在许多气孔,使机械强度并不充分。

[0067] 此外,作为由陶瓷形成的无机构件的制造方法,已知以往有烧结法。烧结法是通过在低于熔点的温度下对由无机物质形成的固体粉末的集聚体进行加热来得到烧结体的方法。因此,作为形成勃姆石结构体的方法,还可考虑在通过只对勃姆石粉末进行加压而形成压粉体后,在500℃进行烧成的方法。但是,当在500℃对压粉体进行烧成时,进行勃姆石的脱水反应,晶体结构从勃姆石向γ氧化铝变化。γ氧化铝的比重为3.98左右,因此不能得到轻质的结构体。此外,即使在500℃左右对勃姆石粉末的压粉体进行加热,勃姆石粒子彼此也难以烧结,因此在所得到的结构体中存在许多气孔,使机械强度并不充分。

[0068] 另外,作为勃姆石结构体的形成方法,还可考虑在通过只对勃姆石粉末进行加压而形成压粉体后,在1400℃进行烧成的方法。当在1400℃下对勃姆石粉末的压粉体进行烧成时,勃姆石粉末彼此烧结而形成结构体。但是,当在1400℃下对勃姆石的压粉体进行烧成时,进行勃姆石的脱水反应,晶体结构从勃姆石向α氧化铝变化。因此,由于与脱水相伴的气孔的发生而阻碍致密化,而且α氧化铝的比重为3.98左右,因而不能得到致密且轻质的、强度优异的结构体。与此相对照,在本实施方式的制造方法中,由于一边对由水硬性氧化铝与含水的溶剂混合而成的混合物进行加热一边进行加压,因此能够得到以勃姆石相为主体的、致密且轻质的、强度优异的结构体。

[0069] 这样一来,本实施方式的勃姆石结构体1的制造方法具备:通过将机械化学处理后

的水硬性氧化铝与含水的溶剂混合而得到混合物的混合工序;和对该混合物进行加压及加热的加压加热工序。而且,优选将混合物的加热加压条件规定为50～300℃的温度、且10～600MPa的压力。在本实施方式的制造方法中,由于在这样的低温条件下成形勃姆石结构体1,因此所得到的结构体以勃姆石相为主体。因此,能够用简易方法得到轻质、且化学稳定性优异、而且杂质量减低的勃姆石结构体1。另外,在本实施方式的制造方法中,由于使用机械化学处理后的水硬性氧化铝,因此能够使勃姆石结构体1中的勃姆石的微晶尺寸在10nm以下。此外,通过使用机械化学处理后的水硬性氧化铝,可促进水硬性氧化铝与含水的溶剂的水合反应,水硬性氧化铝的粒子彼此容易结合。所以,能够得到高强度的勃姆石结构体1。

[0070] [第二实施方式的勃姆石结构体]

[0071] 接着,对第二实施方式涉及的勃姆石结构体详细地进行说明。再者,对于与第一实施方式相同的构成附加相同的符号,并将重复的说明省略。

[0072] 第二实施方式的勃姆石结构体1A如图2所示的那样含有多个勃姆石粒子2,与第一实施方式同样,相邻的勃姆石粒子2彼此相互结合在一起。而且,勃姆石结构体1A除勃姆石粒子2以外,进一步含有无机氧化物粒子4,无机氧化物粒子4高度地分散在勃姆石结构体1A的内部。也就是说,本实施方式的勃姆石结构体1A包含多个勃姆石粒子2和多个无机氧化物粒子4,是至少通过使勃姆石粒子2彼此相互结合而形成的成形体。通过使勃姆石结构体1A含有无机氧化物粒子4,无机氧化物粒子4便作为骨材发挥作用,因此可提高勃姆石结构体1A的强度。

[0073] 在勃姆石结构体1A中,勃姆石粒子2的平均粒径及形状能够规定为与第一实施方式相同。此外,勃姆石结构体1A除勃姆石相以外,也可以具有由氢氧化铝($Al(OH)_3$)形成的三水铝石相,但从提高化学稳定性的观点出发,优选三水铝石相的存在比例较小。

[0074] 在勃姆石结构体1A中,勃姆石的微晶尺寸优选为10nm以下,更优选为8nm以下,进一步优选为5nm以下。与第一实施方式同样,勃姆石结构体1A中所含的勃姆石的微晶尺寸越小,则越能够提高所得到的勃姆石结构体1A的强度。

[0075] 勃姆石结构体1A与第一实施方式同样,在相邻的勃姆石粒子2之间、相邻的无机氧化物粒子4之间以及勃姆石粒子2与无机氧化物粒子4之间中的至少一处存在气孔3。勃姆石结构体1A的气孔3的尺寸与第一实施方式同样,优选为5μm以下,更优选为1μm以下,进一步优选为100nm以下。此外,勃姆石结构体1A的断面中的气孔率也与第一实施方式同样,优选为15%以下,更优选为10%以下,进一步优选为5%以下,特别优选为3%以下。

[0076] 如上所述,勃姆石结构体1A除勃姆石粒子2以外,还含有无机氧化物粒子4。无机氧化物粒子4大多在粒子的表面具有多个羟基。因此,如后述的那样,当通过一边对水硬性氧化铝和无机氧化物粒子的混合物进行加压一边进行加热而形成勃姆石结构体1A时,通过脱水缩合而使勃姆石粒子2和无机氧化物粒子4变得容易结合。其结果是,由于勃姆石粒子2和无机氧化物粒子4牢固地结合,因而能够提高勃姆石结构体1A的强度。

[0077] 无机氧化物粒子4由选自碱金属、碱土金属、过渡金属、贱金属及半金属中的至少一种金属元素的氧化物形成。再者,本说明书中,碱土金属除钙、锶、钡及镭以外,还包含铍及镁。贱金属包含铝、锌、镓、镉、铟、锡、汞、铊、铅、铋及钋。半金属包含硼、硅、锗、砷、锑及碲。

[0078] 无机氧化物粒子4能够使用由选自氧化铝(Al_2O_3)、氧化锆(ZrO_2)、莫来石($3Al_2O_3$·

$2SiO_2$)、锆石($ZrSiO_4$)、堇青石($2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$)、镁橄榄石($2MgO \cdot SiO_2$)、氧化钇($Y_2O_3$)、块滑石($MgO \cdot SiO_2$)、二氧化硅(石英玻璃、$SiO_2$)、氧化钛($TiO_2$)、氧化铜(CuO)及氧化铁($Fe_2O_3$)中的至少一种形成的粒子。

[0079] 再者,勃姆石结构体1A也可以含有无机碳化物粒子以代替无机氧化物粒子4。此外,勃姆石结构体1A除无机氧化物粒子4以外,也可以含有无机碳化物粒子。由于无机碳化物粒子也作为骨材发挥作用,所以通过含有无机碳化物粒子,可提高勃姆石结构体1A的强度。再者,无机碳化物粒子能够使用由选自碱金属、碱土金属、过渡金属、贱金属及半金属中的至少一种金属元素的碳化物形成的粒子。此外,无机碳化物粒子也能够使用由碳化硅(SiC)形成的粒子。

[0080] 优选无机氧化物粒子4含有硅。此外,优选无机氧化物粒子4含有二氧化硅(SiO_2)。通过使无机氧化物粒子4含有二氧化硅成分,变得容易在粒子表面生成羟基。其结果是,通过脱水缩合而使勃姆石粒子2和无机氧化物粒子4变得容易结合,因此可更加提高勃姆石结构体1A的强度。再者,含二氧化硅的无机氧化物粒子优选的是由选自莫来石($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$)、锆石($ZrSiO_4$)、堇青石($2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$)、镁橄榄石($2MgO \cdot SiO_2$)、块滑石($MgO \cdot SiO_2$)及石英玻璃($SiO_2$)中的至少一种形成的粒子。

[0081] 在勃姆石结构体1A中,无机氧化物粒子4的平均粒径优选为5μm以下。由于无机氧化物粒子4的粒径越小则比表面积越大,因此能够增加勃姆石粒子2和无机氧化物粒子4的接触部位,从而增加这些粒子的粘合部位。其结果是,可更加提高勃姆石结构体1A的强度。再者,无机氧化物粒子4的平均粒径更优选为3μm以下,进一步优选为1μm以下。无机氧化物粒子4的平均粒径如上所述,可采用扫描式电子显微镜(SEM)或透射式电子显微镜(TEM)等观察手段进行测定。

[0082] 在勃姆石结构体1A中,无机氧化物粒子4的平均粒径也可以为0.1mm～10cm。通过在勃姆石结构体1A中添加粒径比较大的无机氧化物粒子4,可提高勃姆石结构体1A的硬度。也就是说,通过在勃姆石结构体1A中含有硬度高、且粒径大的无机氧化物粒子4,起因于无机氧化物粒子4,还可提高勃姆石结构体1A本身的硬度。

[0083] 无机氧化物粒子4从填充性的观点出发,优选维氏硬度为10GPa以下。如后述的那样,勃姆石结构体1A能够在将机械化学处理后的水硬性氧化铝粒子及无机氧化物粒子与含水的溶剂混合后,通过一边加压一边加热来制造。其中,在无机氧化物粒子的维氏硬度低的情况下,在对水硬性氧化铝粒子、无机氧化物粒子及溶剂的混合物进行加压时,混合物中无机氧化物粒子因压力而破碎。其结果是,被破碎的无机氧化物粒子进入混合物中的空隙内,因此可最密地填充水硬性氧化铝及无机氧化物粒子。然后,通过使最密地填充的水硬性氧化铝及无机氧化物粒子粘合,便能够得到具有高的强度的勃姆石结构体1A。再者,无机氧化物粒子4的维氏硬度采用按照JIS R1610(精细陶瓷的硬度试验方法)对构成无机氧化物粒子4的材料所测定的值。

[0084] 无机氧化物粒子4的弹性模量(杨氏模量)优选为320GPa以下。在无机氧化物粒子4的弹性模量低的情况下,在对水硬性氧化铝粒子、无机氧化物粒子4及溶剂的混合物进行加压时,混合物中无机氧化物粒子4能够挠曲。因此,当在通过加热加压工序使水硬性氧化铝及无机氧化物粒子4粘合而形成勃姆石结构体1A后进行减压作业时,在勃姆石结构体1A的内部无机氧化物粒子能够维持原来的形状。其结果是,能够抑制粒子间的界面上的剥离,从

而能够维持勃姆石结构体1A的高的强度。再者,无机氧化物粒子4的弹性模量(杨氏模量)采用按照JIS R1602(精细陶瓷的弹性模量试验方法)对构成无机氧化物粒子4的材料所测定的值。

[0085] 再者,表1中示出了可成为无机氧化物粒子4的构成材料的氧化铝、氧化锆、莫来石、锆石、堇青石、镁橄榄石及二氧化硅(石英玻璃)的维氏硬度的代表值。此外,表1中还一并示出了这些无机氧化物的弯曲强度、热膨胀系数及比重的代表值。另外,表1中还一并示出了勃姆石的维氏硬度、弯曲强度、热膨胀系数及比重的代表值。

[0086]

表1

	JIS标准	勃姆石 AlOOH	氧化铝 Al_2O_3	氧化锆 ZrO_2	莫来石 $3Al_2O_3 \cdot 2SiO2$	锆石 $ZrSiO_4$	堇青石 $2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$	镁橄榄石 $2MgO \cdot SiO_2$	石英玻璃 SiO_2
烧结体的硬度(维氏硬度)(GPa)	R1610	1.5	13	12	9.8	8	7	8	8.6～9.8
烧结体的强度(弯曲强度)(MPa)	R1601	50	1200	1200	180	100	100	150	67～69
热膨胀系数(10^{-6}/℃)	R1618	7～11	8.2	9.1	5.3	3.2	2.8	9.7	0.51～0.58
比重	R1634	3	3.9	6	2.7	3.2	2.2	3.2	2.2

[0087] 此外,表2中示出了氧化铝、莫来石、氧化锆、氧化钇、镁橄榄石、堇青石、块滑石及二氧化硅的弹性模量(杨氏模量)的代表值。

[0088] 表2

[0089]

	化学式	弹性模量（杨氏模量）（GPa）
氧化铝	Al_2O_3	360
莫来石	$3Al_2O_3 \cdot 2SiO2$	210
氧化锆	ZrO_2	200
氧化钇	Y_2O_3	160
镁橄榄石	$2MgO \cdot SiO_2$	150
堇青石	$2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$	140
块滑石	$MgO \cdot SiO_2$	120
石英玻璃	SiO_2	72～74

[0090] 在勃姆石结构体1A中,优选勃姆石相为形状不一定的晶体。也就是说,在用显微镜观察勃姆石结构体1A的断面时,优选勃姆石相在表面具有多个凹凸,且勃姆石相的形状不一定。此外,优选勃姆石相在表面不具有小平面(facet)即平坦面。通过使勃姆石相为形状不一定的结晶体,勃姆石粒子2(勃姆石相)和无机氧化物粒子4的接触面积增大,因此能够提高它们的结合力。

[0091] 再者,在勃姆石结构体1A中,无机氧化物粒子4为粒子形状,而且也可以在粒子表面具有小平面即平坦面。通过使无机氧化物粒子4为具有小平面那样的球状粒子,在成形时无机氧化物粒子4的分散性提高,因此能够在勃姆石结构体1A中使无机氧化物粒子4大致均匀地分散。其结果是,能够抑制勃姆石结构体1A的强度及硬度的偏差。另外,通过使无机氧化物粒子4具有小平面,在勃姆石结构体1A的成形时,有能够发挥抑制水硬性氧化铝晶体生长的钉扎效应的可能性。其结果是,通过抑制勃姆石粒子2的龟裂,从而可更加提高勃姆石结构体1A的强度。

[0092] 在勃姆石结构体1A中,无机氧化物粒子4为粒子形状,而且也可以是不具有小平面的形状不一定的形状。通过使无机氧化物粒子4为形状不一定的粒子,与形状不一定的勃姆石粒子2互相缠绕的部位增加。其结果是,无机氧化物粒子4与勃姆石粒子2之间的剪切强度提高,因而能够更加提高勃姆石结构体1A整体的强度。

[0093] 在勃姆石结构体1A中,勃姆石粒子2和无机氧化物粒子4的含有比例没有特别的限定。也就是说,在勃姆石结构体1A中,在想提高勃姆石的特性的情况下,只要减小无机氧化物粒子4的含有比例即可。此外,例如,在想更加提高勃姆石结构体1A的强度的情况下,也可以增加无机氧化物粒子4的含有比例。因此,在勃姆石结构体1A中,能够将无机氧化物粒子4的体积比例规定为10～90体积%,还能够规定为20～70体积%,还能够进一步规定为25～60体积%。

[0094] 勃姆石结构体1A的形状能够与第一实施方式同样,规定为例如板状、膜状、矩形状、块状、棒状及球状。此外,当勃姆石结构体1A为板状或膜状时,其厚度t没有特别的限定,例如能够规定为50μm以上。再者,能够将勃姆石结构体1A的厚度t规定为1mm以上,还能够规定为1cm以上。勃姆石结构体1A的厚度t的上限没有特别的限定,例如能够规定为50cm。

[0095] 如上所述,勃姆石结构体1A由于多个勃姆石粒子2相互牢固地结合在一起、且勃姆石的微晶尺寸为10nm以下,因而具有高的机械强度。因此,勃姆石结构体1A按照JIS T6526:2018测定的弯曲强度也优选为50MPa以上。再者,勃姆石结构体1A的弯曲强度更优选为80MPa以上,进一步优选为100MPa以上。勃姆石结构体1A的弯曲强度的上限没有特别的限定,例如可规定为300MPa。

[0096] 这样一来,本实施方式的勃姆石结构体1A含有多个勃姆石粒子2及多个无机氧化物粒子4,相邻的勃姆石粒子2结合在一起。而且,在勃姆石结构体1A中,勃姆石的微晶尺寸为10nm以下,气孔率为15%以下。在本实施方式的勃姆石结构体1A中,由于勃姆石的微晶尺寸为10nm以下,且气孔率为15%以下,因而使勃姆石粒子2及无机氧化物粒子4致密且牢固地粘合。其结果是,勃姆石结构体1A因机械强度提高而能够具有高的耐久性。此外,勃姆石结构体1A因作为骨材的无机氧化物粒子4分散而能够更加提高强度。

[0097] [第二实施方式的勃姆石结构体的制造方法]

[0098] 接着,对第二实施方式涉及的勃姆石结构体1A的制造方法进行说明。勃姆石结构体1A能够与第一实施方式同样,通过加压加热法来得到。也就是说,勃姆石结构体1A可在将机械化学处理后的水硬性氧化铝及无机氧化物粒子与含水的溶剂混合后通过加压及加热来得到。通过采用这样的加压加热法,以水硬性氧化铝及无机氧化物粒子混合的状态进行水硬性氧化铝的水合反应。而且,水硬性氧化铝一边彼此相互结合,一边使晶体结构向勃姆石变化。其结果是,能够得到含有勃姆石粒子2及无机氧化物粒子4的、由相邻的勃姆石粒子2结合而成的勃姆石结构体1A。

[0099] 具体地讲,首先,对水硬性氧化铝的粉末实施机械化学处理。对水硬性氧化铝的机械化学处理能够与第一实施方式同样地进行。再者,实施机械化学处理后的水硬性氧化铝的粉末的平均粒径没有特别的限定,但优选为0.1μm～5μm,更优选为0.5μm～3μm。

[0100] 接着,对无机氧化物粒子的粉末实施机械化学处理。对无机氧化物粒子的机械化学处理能够与对水硬性氧化铝的机械化学处理同样地进行。也就是说,机械化学处理优选的是采用选自球磨机、珠磨机及振动磨机中的至少一种的粉碎处理。其中,机械化学处理优选为采用行星球磨机的粉碎处理。此外,对无机氧化物粒子的粉末的机械化学处理可以是湿式,也可以是干式,也可以将湿式和干式进行组合。再者,在无机氧化物粒子难以与水反应的情况下,作为湿式粉碎的溶剂,也可以使用水。

[0101] 实施机械化学处理后的无机氧化物粒子的粉末的平均粒径没有特别的限定,但优选为0.1μm～5μm,更优选为0.5μm～3μm。通过使实施机械化学处理后的无机氧化物粒子和水硬性氧化铝的平均粒径为同等,无机氧化物粒子和水硬性氧化铝变得容易均匀地混合。因此,可促进无机氧化物粒子和水硬性氧化铝的粘合,更加提高勃姆石结构体1A的强度。再者,无机氧化物粒子的粉末的平均粒径能够采用扫描式电子显微镜(SEM)或透射式电子显微镜(TEM)等观察手段进行测定。

[0102] 对水硬性氧化铝的机械化学处理和对无机氧化物粒子的机械化学处理可以分开进行,也可以一并进行。也就是说,也可以在分别实施了对水硬性氧化铝及无机氧化物粒子的机械化学处理后将它们混合。此外,也可以在将水硬性氧化铝及无机氧化物粒子放入一个罐内后,一并进行机械化学处理。但是,优选水硬性氧化铝及无机氧化物粒子均匀地进行混合,所以优选一并对其实施机械化学处理。

[0103] 接着,将实施机械化学处理后的水硬性氧化铝的粉末及无机氧化物粒子的粉末与含水的溶剂混合而制备混合物。含水的溶剂优选为纯水或去离子水。此外,含水的溶剂除水以外,也可以含有酸性物质或碱性物质,也可以含有有机溶剂。

[0104] 溶剂相对于水硬性氧化铝和无机氧化物粒子的混合物的添加量优选为可充分进行水硬性氧化铝的水合反应的量。溶剂的添加量相对于水硬性氧化铝优选为20～200质量%,更优选为50～150质量%。

[0105] 接着,将由水硬性氧化铝及无机氧化物粒子与含水的溶剂混合而成的混合物填充到模具内部。在将该混合物填充在模具内后,也可以根据需要对模具进行加热。然后,通过对模具内部的混合物进行加压,使模具内部成为高压状态。此时,水硬性氧化铝及无机氧化物粒子形成高填充化,水硬性氧化铝的粒子彼此相互结合。然后,通过加热进行脱水反应,成为相互结合的勃姆石粒子2。此外,在无机氧化物粒子的表面中存在羟基的情况下,由于进行与勃姆石粒子2的脱水缩合反应,因而使勃姆石粒子2和无机氧化物粒子4相互结合。

[0106] 然后,从模具内部中取出成形体,由此可得到勃姆石粒子2彼此结合、而且无机氧化物粒子4分散的勃姆石结构体1A。

[0107] 将由水硬性氧化铝及无机氧化物粒子与含水的溶剂混合而成的混合物的加热加压条件与第一实施方式同样,优选一边加热至50～300℃一边以10～600MPa的压力进行加压。再者,该混合物加热时的温度更优选为80～250℃,进一步优选为100～200℃。此外,该混合物加压时的压力更优选为50～600MPa,进一步优选为200～600MPa。

[0108] 这样一来,本实施方式的勃姆石结构体1A的制造方法具备:通过将机械化学处理后的水硬性氧化铝及无机氧化物粒子与含水的溶剂混合而得到混合物的混合工序;和对该混合物进行加压及加热的加压加热工序。而且,混合物的加热加压条件优选规定为50～300℃的温度、且10～600MPa的压力。在本实施方式的制造方法中,使用机械化学处理后的水硬性氧化铝及无机氧化物粒子。因此,能够一边使勃姆石结构体1A中的勃姆石的微晶尺寸为10nm以下,另外一边使作为骨材发挥作用的无机氧化物粒子高度分散。因此,能够得到高强度的勃姆石结构体1A。

[0109] 实施例

[0110] 以下,通过实施例及比较例对本实施方式更详细地进行说明,但本实施方式并不限定于这些实施例。

[0111] [例子1]

[0112] (试验试样的制备)

[0113] <实施例1-1>

[0114] 首先,作为水硬性氧化铝,准备住友化学株式会社制造的水硬性氧化铝BK-112。再者,该水硬性氧化铝的中心粒径为16μm。用粉末X射线衍射法对该水硬性氧化铝粉末进行了分析,结果得知为勃姆石与三水铝石(氢氧化铝)的混合物。此外,该水硬性氧化铝还包含ρ氧化铝。

[0115] 接着,采用行星球磨机对水硬性氧化铝实施机械化学处理。具体地讲,首先,在树脂制的罐内,投入水硬性氧化铝、作为溶剂的乙醇和硬质球(介质)。再者,罐使用聚酰胺制、且容量为250mL的罐。介质使用氧化锆制、且直径Φ为3mm的介质。

[0116] 然后,用行星球磨机对装有水硬性氧化铝、溶剂及硬质球的罐进行处理,从而将水

硬性氧化铝粉碎。再者,作为行星球磨机,采用Fritsch公司制造的行星式球磨机Classic Line P-5。此外,将罐的转速规定为200rpm,将处理时间规定为3小时。接着,在将水硬性氧化铝及溶剂的混合物从罐中取出后除去该溶剂,由此得到机械化学处理后的水硬性氧化铝。

[0117] 接着,在以相对于机械化学处理后的水硬性氧化铝成为80质量%的方式称量了去离子水后,采用玛瑙制的研钵和研棒将水硬性氧化铝与去离子水混合,从而得到混合物。接着,将所得到的混合物投入至具有内部空间的圆筒状的成形用模具(Φ10)的内部。然后,在400MPa、180℃、20分钟的条件下对该混合物进行加热及加压,由此得到实施例1-1的试验试样。

[0118] <比较例1-1>

[0119] 首先,作为水硬性氧化铝,准备住友化学株式会社制造的水硬性氧化铝BK-112。接着,在以相对于水硬性氧化铝成为80质量%的方式称量了去离子水后,采用玛瑙制的研钵和研棒将该水硬性氧化铝与去离子水混合,从而得到混合物。接着,将所得到的混合物投入至具有内部空间的圆筒状的成形用模具(Φ10)的内部。然后,在400MPa、180℃、20分钟的条件下对该混合物进行加热及加压,由此得到比较例1-1的试验试样。也就是说,比较例1-1的试验试样是没有对水硬性氧化铝实施机械化学处理的试样。

[0120] (弯曲强度测定)

[0121] 对实施例1-1及比较例1-1的试验试样,按照JIS T6526测定了弯曲强度。其结果是,如图3所示的那样,实施例1-1的试验试样的弯曲强度(应力的最大值)为83.2MPa。与此相对照,比较例1-1的试验试样的弯曲强度为51.4MPa。

[0122] (维氏硬度测定)

[0123] 对实施例1-1及比较例1-1的试验试样,按照JIS R1610测定了维氏硬度。其结果是,如图3所示的那样,实施例1-1的试验试样的维氏硬度为2.48GPa。与此相对照,比较例1-1的试验试样的维氏硬度为1.87GPa。

[0124] (显微镜观察)

[0125] 对实施例1-1及比较例1-1的试验试样,采用扫描式电子显微镜进行了表面观察。其结果是,如图3所示的那样,得知在比较例1-1的试验试样中,如用符号A表示那样,存在许多粗大的粒子。与此相对照,在实施例1-1的试验试样中不存在粗大的粒子。也就是说,实施例1-1的试验试样与比较例1-1相比,粒子发生了微细化且均匀化。

[0126] [例子2]

[0127] (试验试样的制备)

[0128] <实施例2-1>

[0129] 首先,作为水硬性氧化铝,准备住友化学株式会社制造的水硬性氧化铝BK-112。接着,采用行星球磨机对该水硬性氧化铝实施机械化学处理。具体地讲,首先,在树脂制的罐内投入水硬性氧化铝、作为溶剂的乙醇和硬质球(介质)。再者,罐使用聚酰胺制、且容量为250mL的罐。介质使用氧化锆制、且直径Φ为3mm的介质。

[0130] 然后,用行星球磨机对装有水硬性氧化铝、溶剂及硬质球的罐进行处理,从而将水硬性氧化铝粉碎。再者,行星球磨机采用与实施例1-1相同的球磨机。此外,将罐的转速规定为200rpm,将处理时间规定为1小时。接着,在将水硬性氧化铝及溶剂的混合物从罐中取出

后除去溶剂,由此得到机械化学处理后的水硬性氧化铝。

[0131] 接着,在以相对于机械化学处理后的水硬性氧化铝成为80质量%的方式称量了去离子水后,采用玛瑙制的研钵和研棒将水硬性氧化铝与去离子水混合,从而得到混合物。接着,将所得到的混合物投入至具有内部空间的圆筒状的成形用模具(Φ10)的内部。然后,在400MPa、180℃、20分钟的条件下对该混合物进行加热及加压,由此得到实施例2-1的试验试样。

[0132] <实施例2-2>

[0133] 除了在行星球磨处理中,作为罐使用氧化锆制的罐,且将处理时间规定为3小时以外,与实施例2-1同样,得到了实施例2-2的试验试样。

[0134] <比较例2-1>

[0135] 将按与比较例1-1相同的方法制备的试验试样作为比较例2-1的试验试样。

[0136] (微晶尺寸的测定)

[0137] 对实施例2-1及2-2以及比较例2-1的试验试样,采用X射线衍射装置进行了粉末X射线衍射测定,求出了微晶尺寸。具体地讲,在将各试验试样粉碎后,进行采用Cu-Kα射线的粉末X射线衍射测定。然后,根据各试验试样中的勃姆石的衍射峰的半峰宽及衍射角,采用数学式1的谢乐公式求出微晶尺寸。图4中示出了各试验试样的X射线衍射图谱。图4中还示出了在ICSD中注册的勃姆石(AlOOH)及诺三水铝石($Al(OH)_3$)的X射线衍射图谱。

[0138] 根据图4中的衍射角2θ=14.5°附近的衍射峰中的半峰宽及衍射角求出了各试验试样的微晶尺寸。其结果是,使用树脂罐的实施例2-1的试验试样中的勃姆石的微晶尺寸为6.8nm。此外,使用陶瓷罐的实施例2-2的试验试样中的勃姆石的微晶尺寸为3.4nm。与此相对照,没有进行机械化学处理的比较例2-1的试验试样中的勃姆石的微晶尺寸为10.3nm。

[0139] [例子3]

[0140] (试验试样的制备)

[0141] <实施例3-1>

[0142] 首先,作为水硬性氧化铝准备住友化学株式会社制造的水硬性氧化铝BK-112。接着,对该水硬性氧化铝采用行星球磨机实施机械化学处理。具体地讲,首先,在氧化锆制的罐内,投入水硬性氧化铝、作为溶剂的乙醇和硬质球(介质)。再者,罐使用容量为250mL的罐。介质使用氧化锆制、且直径Φ为3mm的介质。

[0143] 然后,用行星球磨机对装有水硬性氧化铝、溶剂及硬质球的罐进行处理,从而将水硬性氧化铝粉碎。再者,行星球磨机采用与实施例1-1相同的球磨机。此外,将罐的转速规定为250rpm,将处理时间规定为3小时。接着,从罐中取出水硬性氧化铝及溶剂的混合物,然后除去溶剂,从而得到机械化学处理后的水硬性氧化铝。

[0144] 接着,以相对于机械化学处理后的水硬性氧化铝成为80质量%的方式称量去离子水,然后采用玛瑙制的研钵和研棒混合水硬性氧化铝和去离子水,从而得到混合物。接着,将所得到的混合物投入到具有内部空间的圆筒状的成形用模具(Φ10)的内部。然后,在400MPa、180℃、20分钟的条件下对该混合物进行加热及加压,从而得到实施例3-1的试验试样。

[0145] <实施例3-2>

[0146] 除了在行星球磨处理中,作为罐使用聚酰胺制的罐,将罐的转速规定为200rpm,将

处理时间规定为3小时以外,与实施例3-1同样,得到了实施例3-2的试验试样。

[0147] <实施例3-3>

[0148] 除了在行星球磨处理中,作为罐使用聚酰胺制的罐,将罐的转速规定为200rpm,将处理时间规定为1小时以外,与实施例3-1同样,得到了实施例3-3的试验试样。

[0149] 实施例3-1～3-3中的罐的材质、行星球磨机中的罐的转速及行星球磨机的处理时间归纳示出在表3中。

[0150] 表3

[0151]

	粉碎条件			气孔率(%)			
	罐材质	转速	处理时间	位置1	位置2	位置3	平均值
实施例3-1	氧化锆	250rpm	3小时	0.255	0.585	0.249	0.36
实施例3-2	聚酰胺	200rpm	3小时	0.629	0.225	0.379	0.41
实施例3-3	聚酰胺	200rpm	1小时	0.618	0.964	0.621	0.73

[0152] (气孔率测定)

[0153] 首先,对圆柱状的实施例3-1的试验试样的断面实施氩离子截面抛光加工(CP加工)。接着,采用扫描式电子显微镜(SEM),对试验试样的断面,以2000倍的放大倍数观察背散射电子图像。通过观察试验试样的断面的3处(位置1～3)而得到的背散射电子图像如图5(a)、图6(a)及图7(a)所示。在所观察的背散射电子图像中,灰色的粒子为勃姆石粒子2,白色部为气孔3。

[0154] 接着,通过对3个视场的SEM图像分别进行二值化而使气孔部分明确。将图5(a)、图6(a)及图7(a)的背散射电子图像二值化后的图像分别如图5(b)、图6(b)及图7(b)所示。然后,从所二值化后的图像中算出气孔部分的面积比例,将其平均值作为气孔率。具体地讲,根据图5(b),位置1的气孔部分的面积比例为0.255%。根据图6(b),位置2的气孔部分的面积比例为0.585%。根据图7(b),位置3的气孔部分的面积比例为0.249%。因此,实施例3-1的试验试样的气孔率为位置1～3的气孔部分的面积比例的平均值即0.36%。

[0155] 另外,对于实施例3-2及实施例3-3的试验试样,也与实施例3-1的试验试样同样地求出了气孔率。通过观察实施例3-2的试验试样的断面的3处(位置1～3)而得到的背散射电子图像如图8(a)、图9(a)及图10(a)所示。另外,将图8(a)、图9(a)及图10(a)的背散射电子图像二值化后的图像分别如图8(b)、图9(b)及图10(b)所示。通过观察实施例3-3的试验试样的断面的3处(位置1～3)而得到的背散射电子图像如图11(a)、图12(a)及图13(a)所示。另外,将图11(a)、图12(a)及图13(a)的背散射电子图像二值化后的图像分别如图11(b)、图12(b)及图13(b)所示。实施例3-1、实施例3-2及实施例3-3的试验试样的气孔率归纳示出在表3中。

[0156] 由例子1得知:通过使用机械化学处理后的水硬性氧化铝,使试验试样的弯曲强度及维氏硬度提高。另外还得知:通过使用机械化学处理后的水硬性氧化铝,使构成试验试样的粒子微细化,且均匀地分散。

[0157] 由例子2得知:将水硬性氧化铝与水混合并进行了加热及加压的试验试样因观测

到勃姆石的峰而是主要由勃姆石形成的结构体。此外还得知:在采用机械化学处理后的水硬性氧化铝的试验试样中,勃姆石的微晶尺寸为10nm以下。

[0158] 由例子3得知:在由机械化学处理后的水硬性氧化铝形成的试验试样中,气孔率低于1%。这样一来,得知勃姆石的微晶尺寸为10nm以下、且气孔率为15%以下的勃姆石结构体具有高的弯曲强度。

[0159] [例子4]

[0160] (试验试样的制备)

[0161] <实施例4-1>

[0162] 将按实施例1-1制备的、机械化学处理后的水硬性氧化铝作为本例子的水硬性氧化铝。

[0163] <比较例4-1>

[0164] 将住友化学株式会社制造的水硬性氧化铝BK-112直接作为本例子的水硬性氧化铝。

[0165] (显微镜观察)

[0166] 对实施例4-1及比较例4-1的水硬性氧化铝,采用扫描式电子显微镜进行了粒子的观察。如图14所示的那样,得知未实施机械化学处理的比较例4-1的水硬性氧化铝较多地存在粒径超过10μm的粗大颗粒。与此相对照,在机械化学处理后的实施例4-1的水硬性氧化铝中,粗大颗粒被粉碎,成为几μm左右的微细粒子。另外,在实施例4-1的水硬性氧化铝中,水硬性氧化铝的粒径大致均匀。

[0167] (反应性简易评价)

[0168] 对各例子的水硬性氧化铝与水混合时的混合物的温度及水的温度进行了测定,评价了基于水硬性氧化铝和水的反应的温度变化。具体地讲,分别在实施例4-1及比较例4-1的水硬性氧化铝中混合80质量%的去离子水,测定此时的混合物的温度及该去离子水的温度。测定结果如表4所示。

[0169] 表4

[0170]

实施例4-1 (有机械化学处理)	比较例4-1 (无机械化学处理)
+4.7℃ (31.8℃)	+2.0℃ (29.1℃)

[0171] 当在实施例4-1的水硬性氧化铝中混合去离子水时,混合物的温度达到31.8℃。此外,所混合的去离子水的温度为27.1℃。因此,通过机械化学处理后的水硬性氧化铝与水反应而使温度上升4.7℃。与此相对照,当在比较例4-1的水硬性氧化铝中混合去离子水时,混合物的温度达到29.1℃。此外,去离子水的温度为27.1℃。因此,通过未进行机械化学处理的水硬性氧化铝与水反应而使温度上升2.0℃。

[0172] 这样一来,得知通过对水硬性氧化铝实施机械化学处理,将水硬性氧化铝的粗大颗粒粉碎而成为微粒,比表面积提高,因此水硬性氧化铝和水的反应性提高。

[0173] (红外光谱分析)

[0174] 对实施例4-1及比较例4-1的水硬性氧化铝进行了红外光谱分析。具体地讲,通过全反射测定法(ATR法)测定了各例子的水硬性氧化铝中的表面的红外吸收光谱。测定结果

如图15所示。

[0175] 根据图15,在机械化学处理后的实施例4-1的水硬性氧化铝中,观测到基于羟基(OH基)的吸收峰。与此相对照,在未进行机械化学处理的比较例4-1的水硬性氧化铝中,没有观测到基于羟基(OH基)的吸收峰。这样一来,可以认为由于机械化学处理后的水硬性氧化铝在粒子表面具有羟基,因而使与水的反应性提高。

[0176] 由反应性简易评价及红外光谱分析得知:机械化学处理后的水硬性氧化铝与水的反应性提高。因此,可以认为在一边对水硬性氧化铝和水的混合物进行加热一边进行加压时,由于高效率地进行水硬性氧化铝的水合反应、水硬性氧化铝粒子间的相互扩散及脱水反应,因而使勃姆石粒子彼此牢固地结合。

[0177] [例子5]

[0178] (试验试样的制备)

[0179] <实施例5-1>

[0180] 首先,作为水硬性氧化铝,准备住友化学株式会社制造的水硬性氧化铝BK-112。另外,作为锆石($ZrSiO_4$),准备第一稀元素化学工业株式会社制造的硅酸锆MZ-50B。

[0181] 接着,将水硬性氧化铝及锆石分别各按50体积%称量,另外对水硬性氧化铝及锆石,采用行星球磨机实施机械化学处理。具体地讲,首先,在树脂制的罐内投入水硬性氧化铝、锆石、作为溶剂的乙醇和硬质球(介质)。再者,罐使用聚酰胺制、且容量为250mL的罐。介质使用氧化锆制、且直径Φ为3mm的介质。

[0182] 然后,用行星球磨机对装有水硬性氧化铝、锆石、溶剂及硬质球的罐进行处理,从而将水硬性氧化铝及锆石粉碎。再者,行星球磨机采用与实施例1-1相同的球磨机。此外,将罐的转速规定为200rpm,将处理时间规定为3小时。接着,在从罐中取出水硬性氧化铝、锆石及溶剂的混合物后除去溶剂,由此得到机械化学处理后的水硬性氧化铝和锆石的混合物。

[0183] 接着,在以相对于水硬性氧化铝成为80质量%的方式称量了去离子水后,采用玛瑙制的研钵和研棒将水硬性氧化铝和锆石的混合物与去离子水混合,从而得到混合物。接着,将所得到的混合物投入到具有内部空间的圆筒状的成形用模具(Φ10)的内部。然后,在400MPa、180℃、20分钟的条件下对该混合物进行加热及加压,从而得到实施例5-1的试验试样。

[0184] <比较例5-1>

[0185] 首先,准备与实施例5-1相同的水硬性氧化铝及锆石,另外将水硬性氧化铝及锆石分别各按50体积%称量。接着,在以相对于水硬性氧化铝成为80质量%的方式称量了去离子水后,采用玛瑙制的研钵和研棒混合该水硬性氧化铝、锆石和去离子水,从而得到混合物。接着,将所得到的混合物投入到具有内部空间的圆筒状的成形用模具(Φ10)的内部。然后,在400MPa、180℃、20分钟的条件下对该混合物进行加热及加压,由此得到比较例5-1的试验试样。也就是说,比较例5-1的试验试样是对水硬性氧化铝及锆石未实施机械化学处理的试样。

[0186] (弯曲强度测定)

[0187] 对实施例5-1及比较例5-1的试验试样,按照JIS T6526测定了弯曲强度。其结果是,如图16所示的那样,实施例5-1的试验试样的弯曲强度为102.1MPa。与此相对照,比较例5-1的试验试样的弯曲强度为34.1MPa。

[0188] (维氏硬度测定)

[0189] 对实施例5-1及比较例5-1的试验试样,按照JIS R1610测定了维氏硬度。其结果是,如图16所示的那样,实施例5-1的试验试样的维氏硬度为3.0GPa。与此相对照,比较例5-1的试验试样的维氏硬度为1.8GPa。

[0190] (显微镜观察)

[0191] 对实施例5-1及比较例5-1的试验试样,采用扫描式电子显微镜进行了断面观察。其结果是,如图16所示的那样,得知在比较例5-1的试验试样中存在许多粗大的粒子。与此相对照,在实施例5-1的试验试样中不存在粗大的粒子。也就是说,实施例5-1的试验试样与比较例5-1相比,勃姆石粒子及锆石粒子发生了微细化及均匀化。

[0192] 另外,图16中也示出了加压加热处理之前的水硬性氧化铝及锆石的混合物的扫描式电子显微镜照片。由图16得知:比较例5-1的水硬性氧化铝及锆石的混合物含有许多粗大的粒子。与此相对照,实施例5-1的水硬性氧化铝及锆石的混合物通过机械化学处理而使粒子微细化,结果不包含粗大的粒子。

[0193] 这样一来,通过机械化学处理可使水硬性氧化铝及锆石粉碎并大致均匀地混合,因此在所得到的试验试样中勃姆石及锆石牢固地粘合。因此,可知该试验试样在弯曲强度及维氏硬度双方都为良好的结果。此外,根据图3及图16,通过含有作为无机氧化物粒子的锆石,可进一步提高所得到的试验试样的弯曲强度及维氏硬度。

[0194] [例子6]

[0195] (试验试样的制备)

[0196] <实施例6-1>

[0197] 首先,作为水硬性氧化铝,准备住友化学株式会社制造的水硬性氧化铝BK-112。另外,作为氧化铝(Al_2O_3),准备住友化学株式会社制造的Advanced Aluminas AA-03。再者,Advanced Aluminas AA-03是具有接近多面体球状的形状的α氧化铝的单晶粒子,中心粒径为0.40μm。

[0198] 接着,将水硬性氧化铝及氧化铝粉末分别各按50体积%称量,另外对水硬性氧化铝及氧化铝粉末,采用行星球磨机实施机械化学处理。具体地讲,首先,将水硬性氧化铝、氧化铝粉末、作为溶剂的乙醇和硬质球(介质)投入至树脂制的罐内。再者,罐使用聚酰胺制、且容量为250mL的罐。介质使用氧化锆制、且直径Φ为3mm的介质。

[0199] 然后,通过用行星球磨机对装有水硬性氧化铝、氧化铝粉末、溶剂及硬质球的罐进行处理,从而将水硬性氧化铝粉碎。再者,行星球磨机采用与实施例1-1相同的球磨机。此外,将罐的转速规定为250rpm,将处理时间规定为3小时。接着,从罐中取出水硬性氧化铝、氧化铝粉末及溶剂的混合物,然后除去溶剂,由此得到机械化学处理后的水硬性氧化铝和氧化铝粉末的混合物。

[0200] 接着,在以相对于水硬性氧化铝成为80质量%的方式称量去离子水后,采用玛瑙制的研钵和研棒将水硬性氧化铝和氧化铝粉末的混合物与去离子水混合,从而得到混合物。接着,将所得到的混合物投入到具有内部空间的圆筒状的成形用模具(Φ10)的内部。然后,在400MPa、180℃、20分钟的条件下对该混合物进行加热及加压,由此得到实施例6-1的试验试样。

[0201] <实施例6-2>

[0202] 除了使用堇青石($2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$)以代替氧化铝(Advanced Aluminas AA-03)以外,与实施例6-1同样,得到了实施例6-2的试验试样。再者,堇青石使用丸ス釉薬合資会社制造的SS-200(平均粒径为7.5μm)。

[0203] (弯曲强度测定)

[0204] 对实施例6-1及实施例6-2的试验试样,按照JIS T6526测定了弯曲强度。其结果是,如图17所示的那样,实施例6-1的试验试样的弯曲强度为103.2MPa。此外,实施例6-2的试验试样的弯曲强度为90.7MPa。

[0205] (维氏硬度测定)

[0206] 对实施例6-1及实施例6-2的试验试样,按照JIS R1610测定了维氏硬度。其结果是,如图17所示的那样,实施例6-1的试验试样的维氏硬度为2.6GPa。此外,实施例6-2的试验试样的维氏硬度为1.9GPa。

[0207] 根据图3及图17,通过含有氧化铝或堇青石作为无机氧化物粒子,可进一步提高要得到的试验试样的弯曲强度。

[0208] (显微镜观察)

[0209] 对实施例6-1及实施例6-2的试验试样,采用扫描式电子显微镜进行了断面观察。其结果是,得知如图17所示的那样,实施例6-1及实施例6-2的试验试样都不存在粗大的粒子。也就是说,得知在实施例6-1及实施例6-2的试验试样中,勃姆石粒子及无机氧化物粒子都实现了微细化及均匀化。

[0210] 此外,图18中示出了用扫描式电子显微镜观察实施例6-1的试验试样的断面时的结果。由图18得知:在该试验试样中,由勃姆石相形成的勃姆石粒子2成为形状不一定的晶体。也就是说,得知勃姆石粒子2在表面具有多个凹凸,且形状不固定。与此相对照,得知由α氧化铝形成的无机氧化物粒子4为粒子形状,而且在粒子表面具有小平面。

[0211] 以上,对本实施方式进行了说明,但本实施方式并不限定于这些,在本实施方式的主旨的范围内可进行多种变形。

[0212] 这里引用日本专利申请特愿2021-170694号(申请日:2021年10月19日)的全部内容。

[0213] 产业上的可利用性

[0214] 根据本公开,能够提供具有高的强度的勃姆石结构体以及该勃姆石结构体的制造方法。

[0215] 符号说明:

[0216] 1、1A勃姆石结构体

[0217] 2勃姆石粒子

[0218] 3气孔

[0219] 4无机氧化物粒子

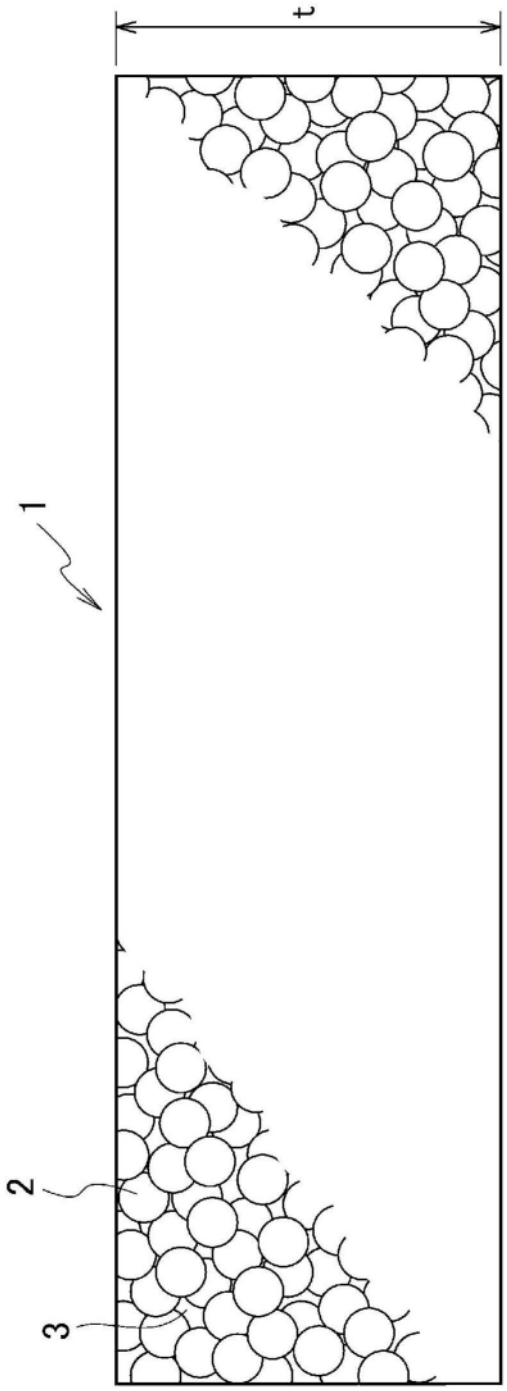


图1

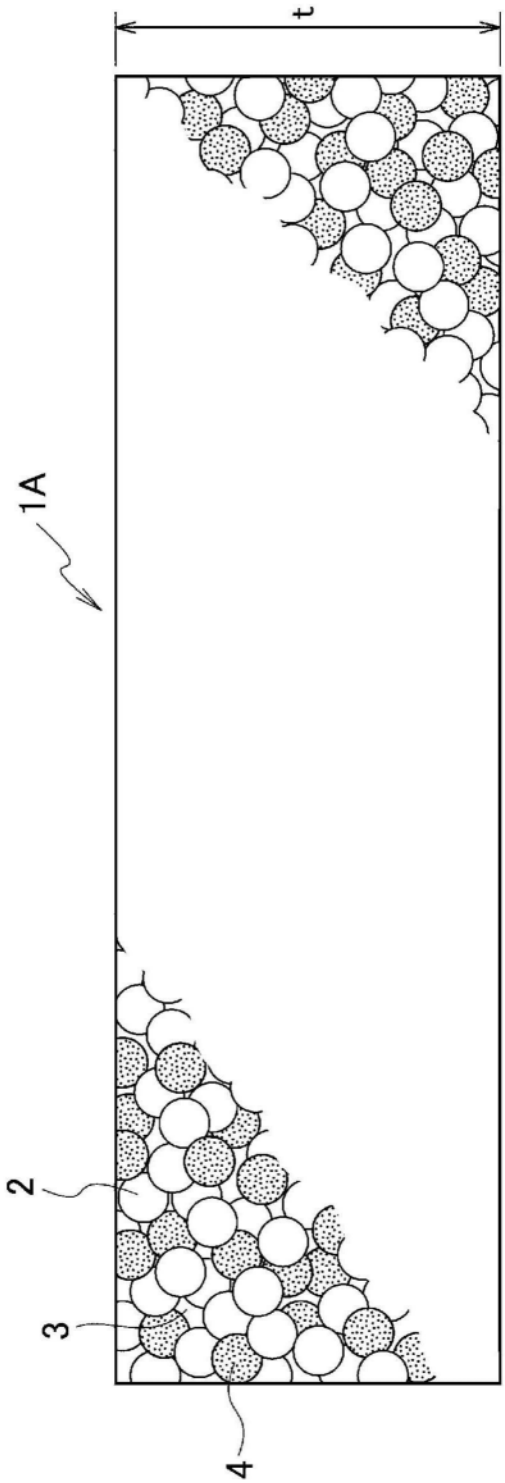


图2

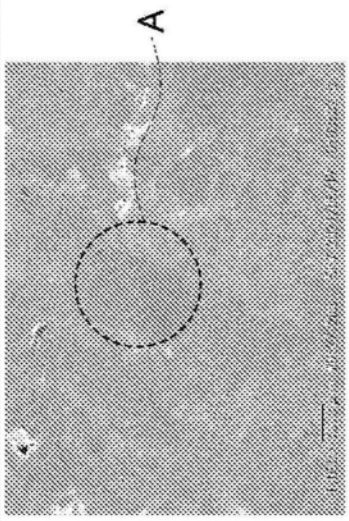
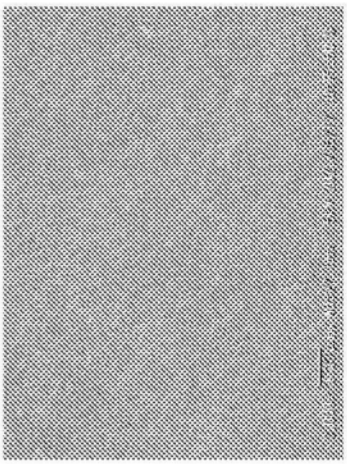
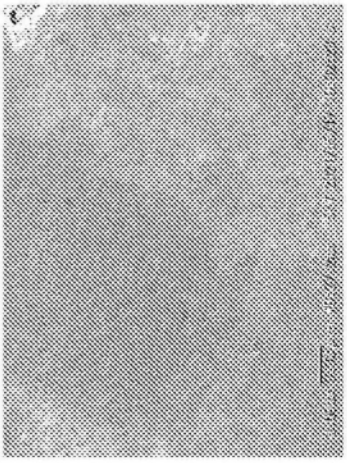
	比较例1-1 （无行星球磨处理）	实施例1-1 （有行星球磨处理）
弯曲强度（MPa）	51.4	83.2
维氏硬度（GPa）	1.87	2.48
试验试样的表面 放大倍数 1000倍		
试验试样的表面 放大倍数 3000倍		

图3

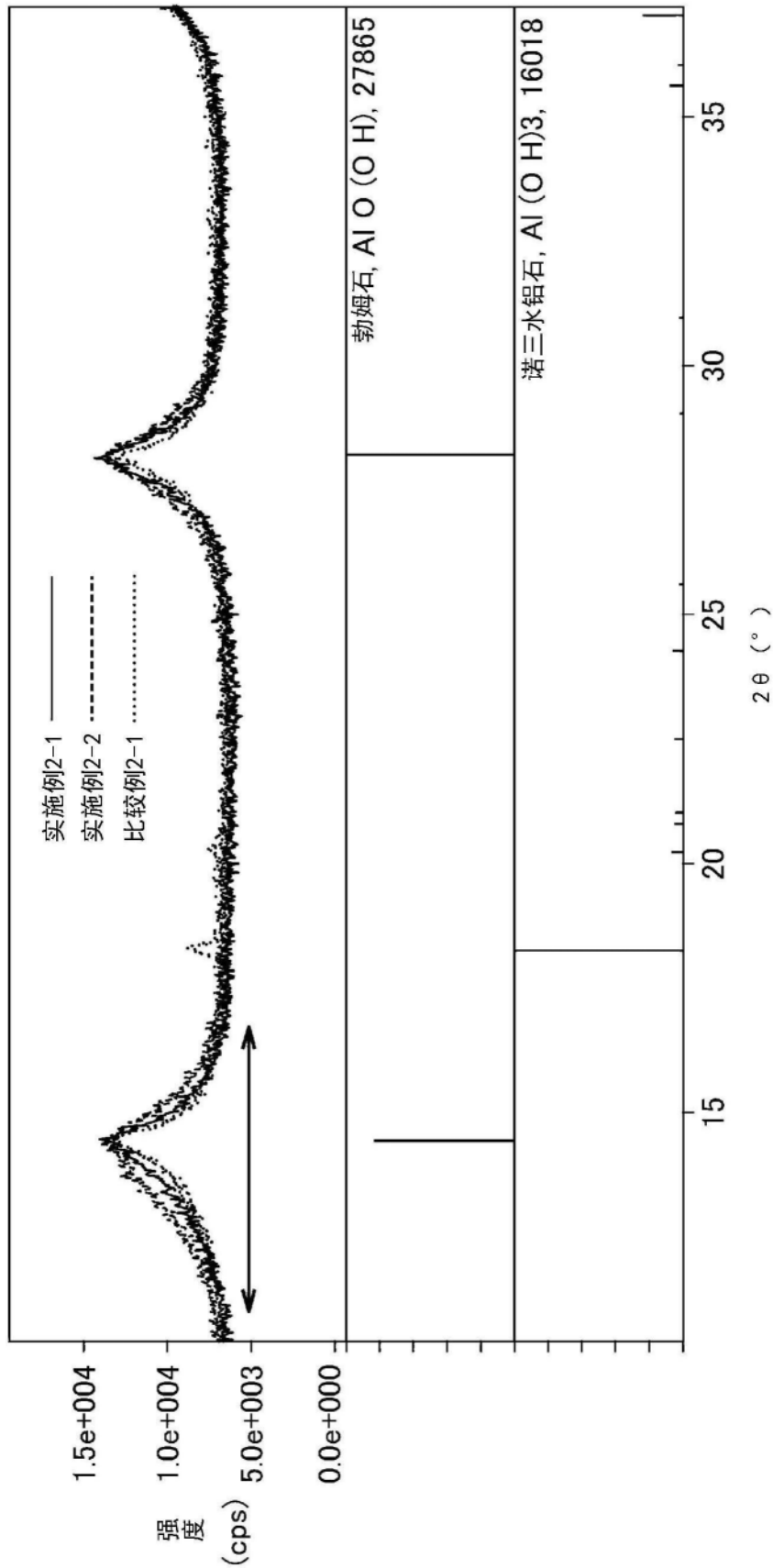
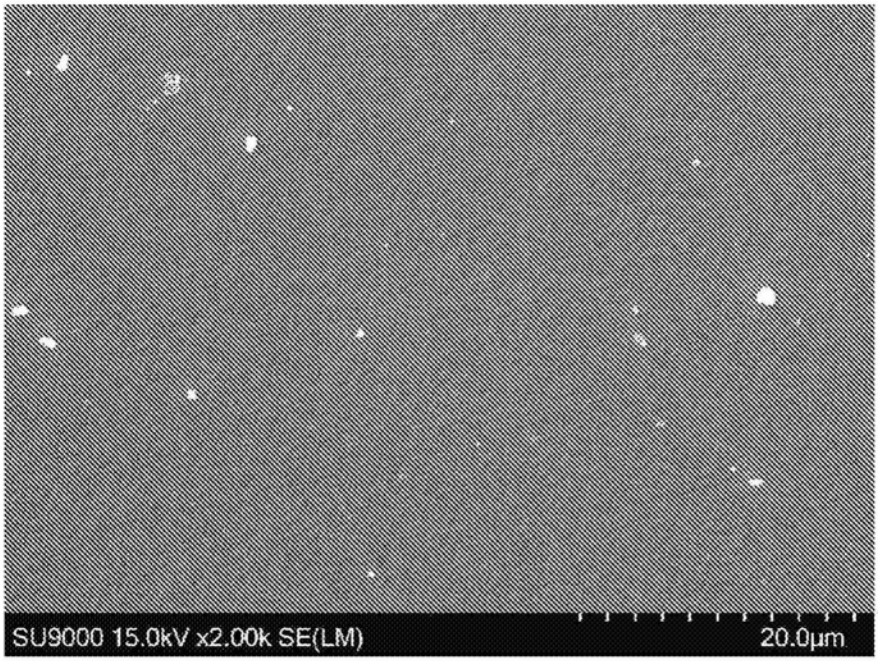

实施例2-1
实施例2-2
比较例2-1
勃姆石, Al O (O H), 27865
诺三水铝石, Al (O H)3, 16018
强度 (cps)
1.5e+004
1.0e+004
5.0e+003
0.0e+000
15
20
25
30
35
2θ (°)

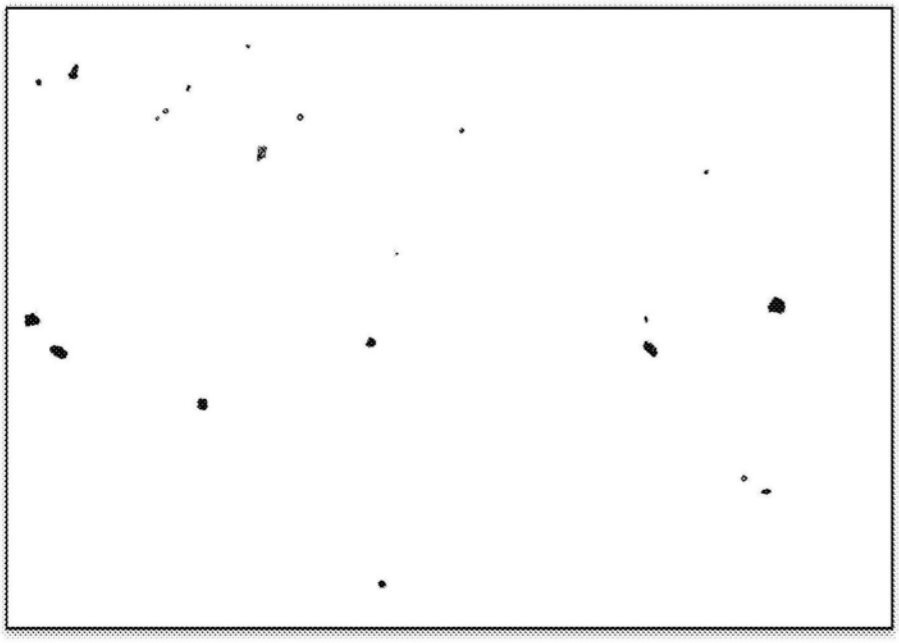
图4

(a)



实施例3-1的试验试样的背散射电子图像（位置1）

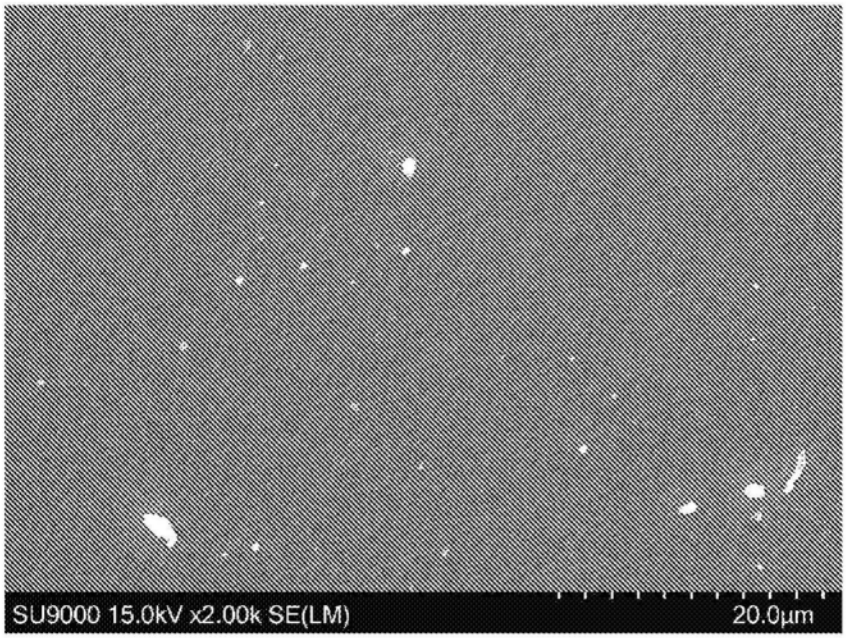
(b)



实施例3-1的试验试样的二值化数据（位置1）

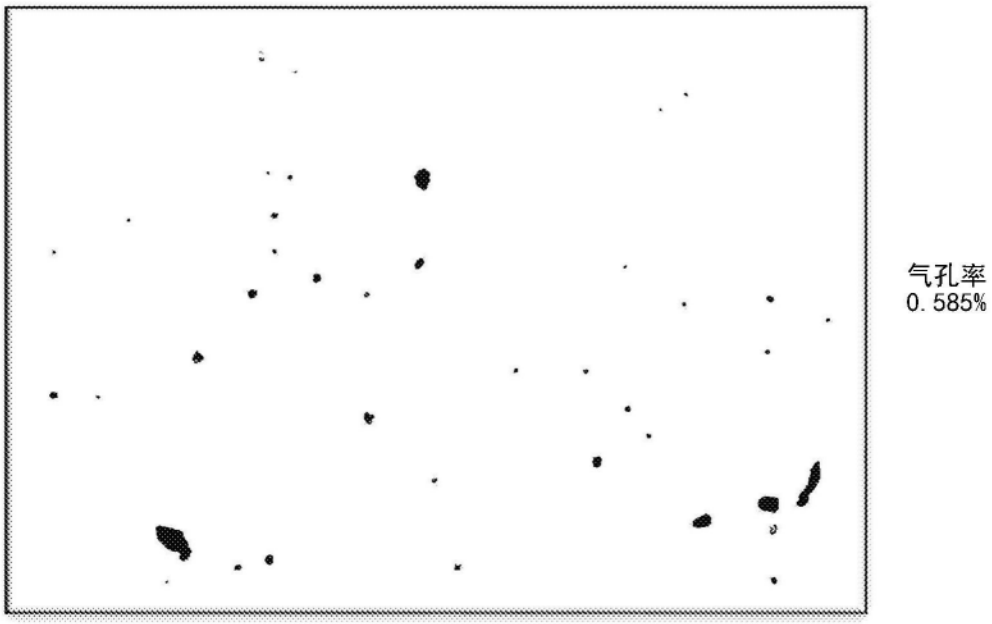
图5

(a)



实施例3-1的试验试样的背散射电子图像（位置2）

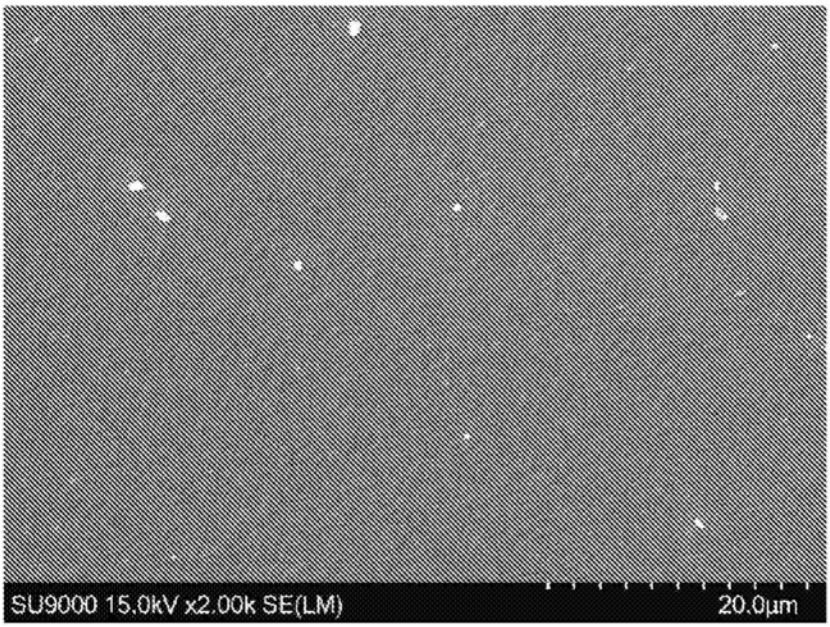
(b)



实施例3-1的试验试样的二值化数据（位置2）

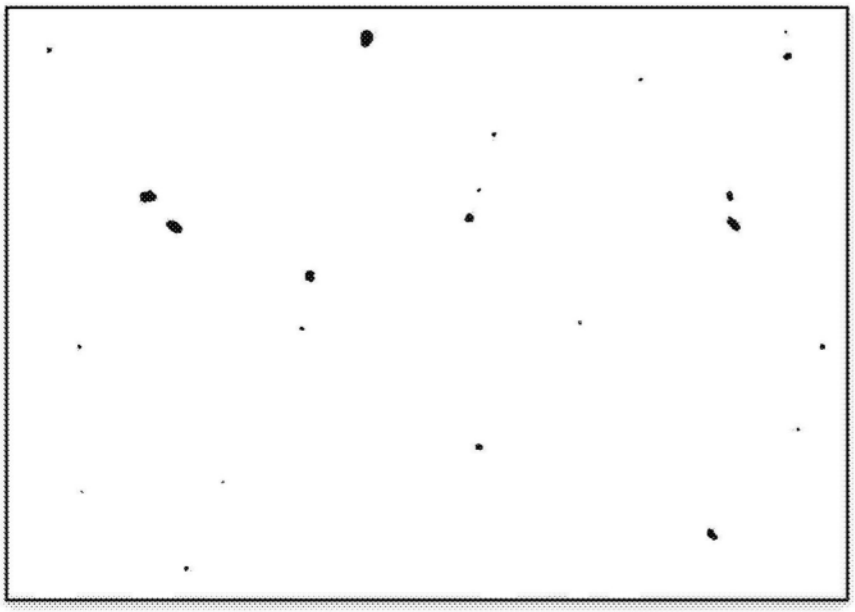
图6

(a)



实施例3-1的试验试样的背散射电子图像（位置3）

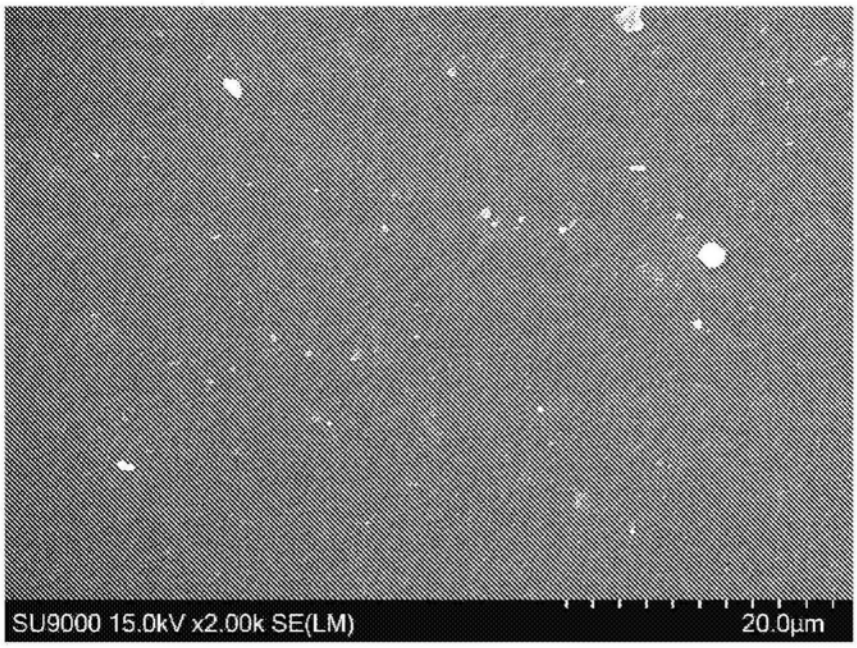
(b)



实施例3-1的试验试样的背散射电子图像（位置3）

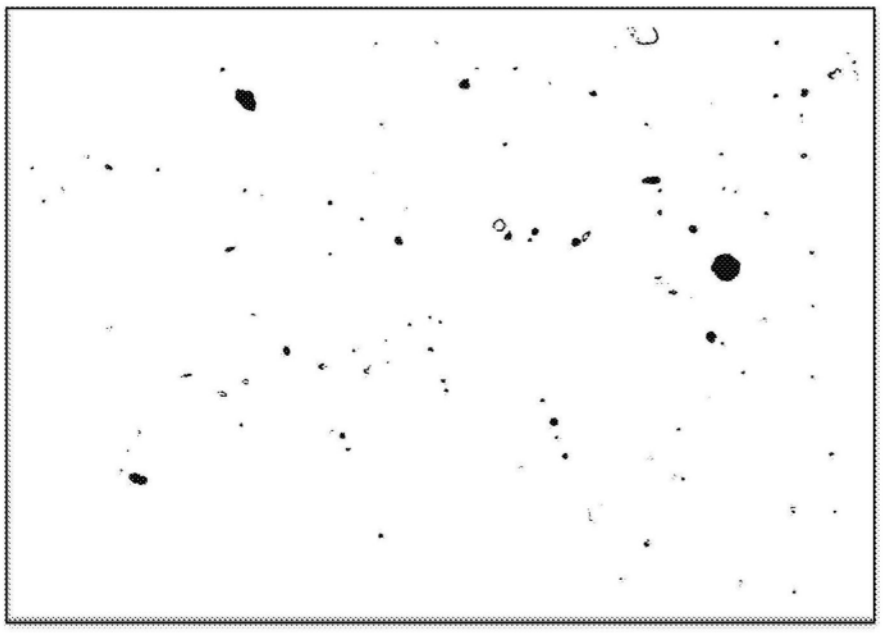
图7

(a)



实施例3-2的试验试样的背散射电子图像（位置1）

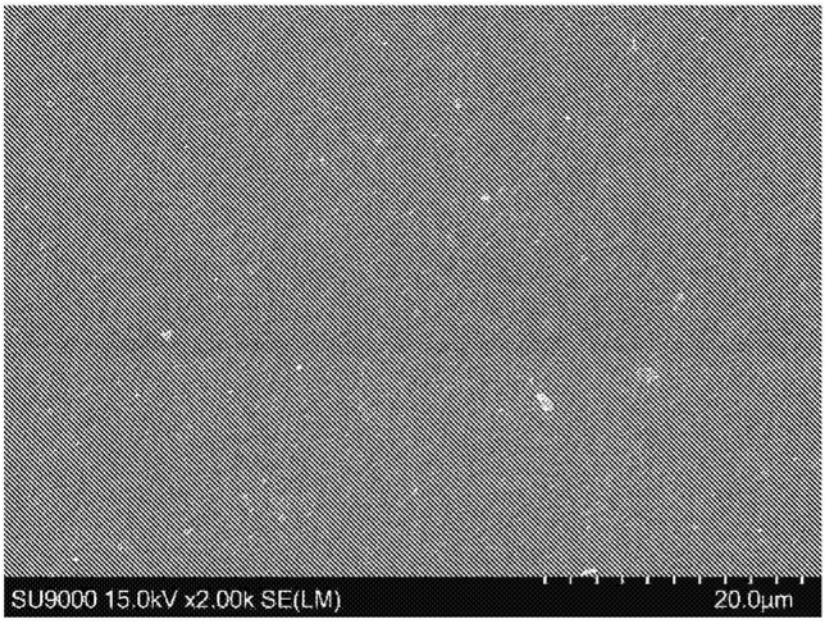
(b)



实施例3-2的试验试样的背散射电子图像（位置1）

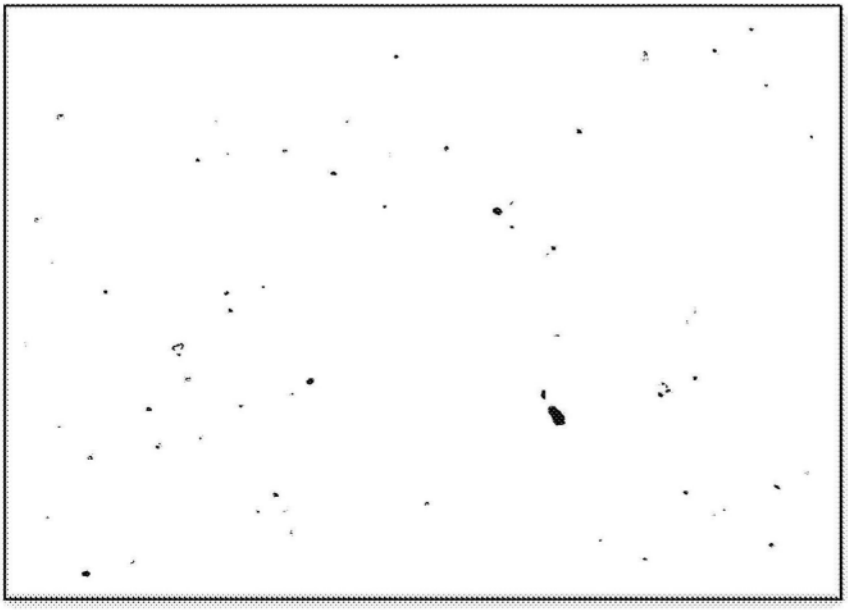
图8

(a)



实施例3-2的试验试样的背散射电子图像（位置2）

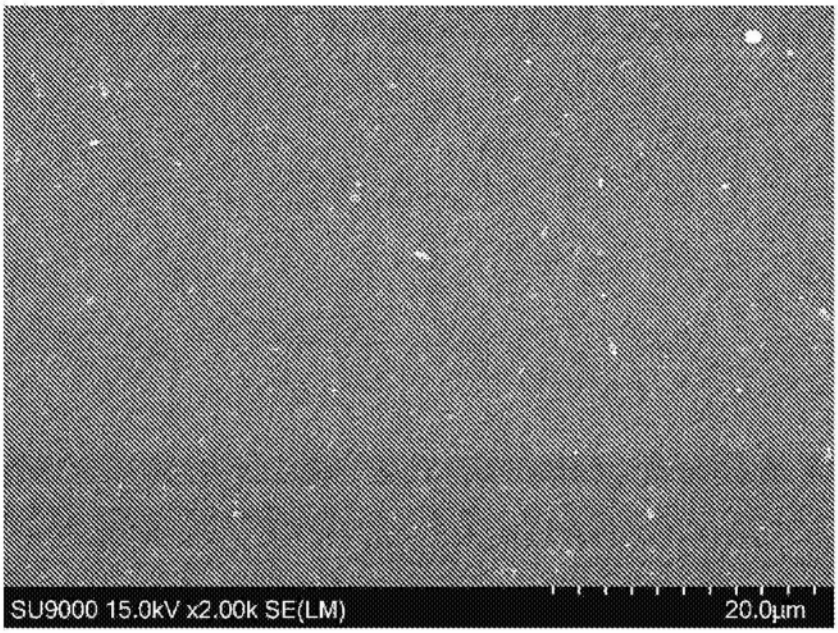
(b)



实施例3-2的试验试样的背散射电子图像（位置2）

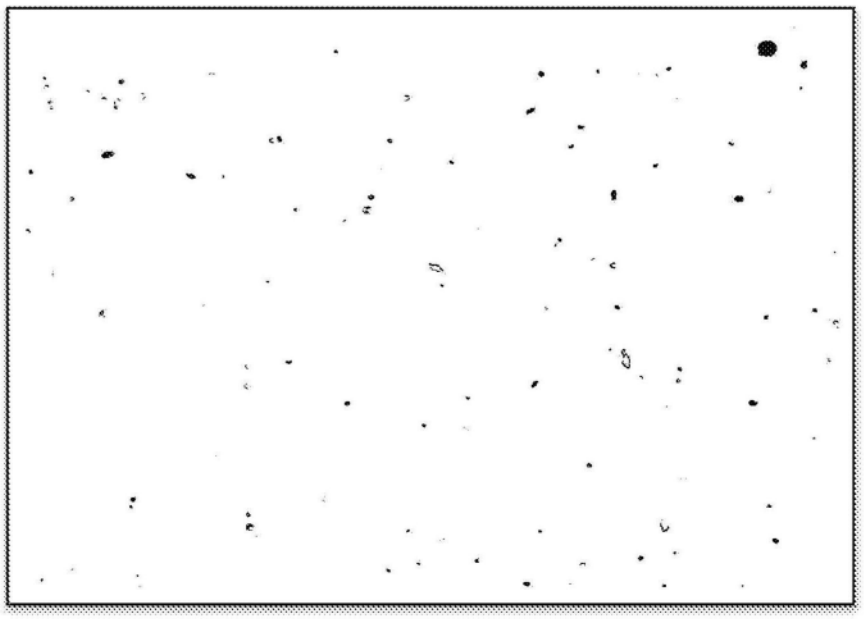
图9

(a)



实施例3-2的试验试样的背散射电子图像（位置3）

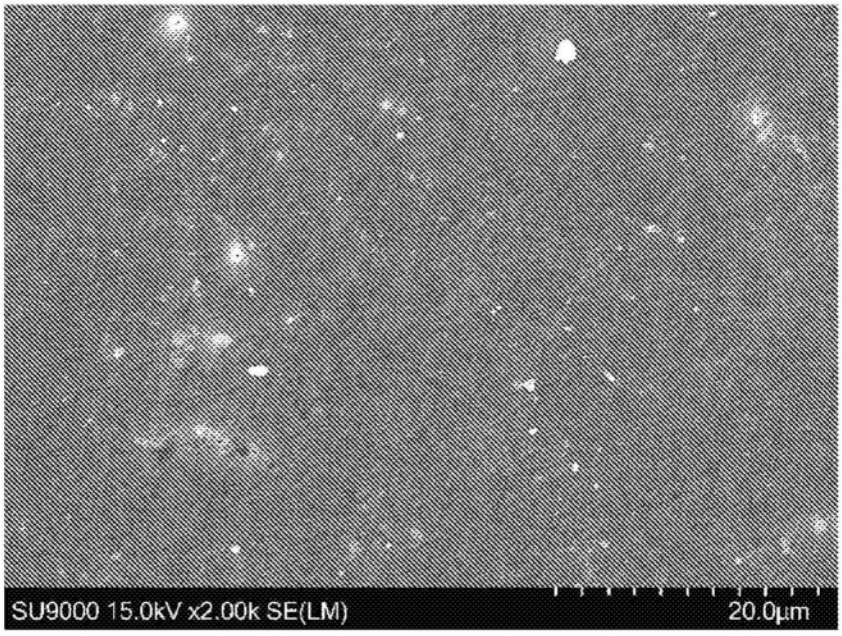
(b)



实施例3-2的试验试样的背散射电子图像（位置3）

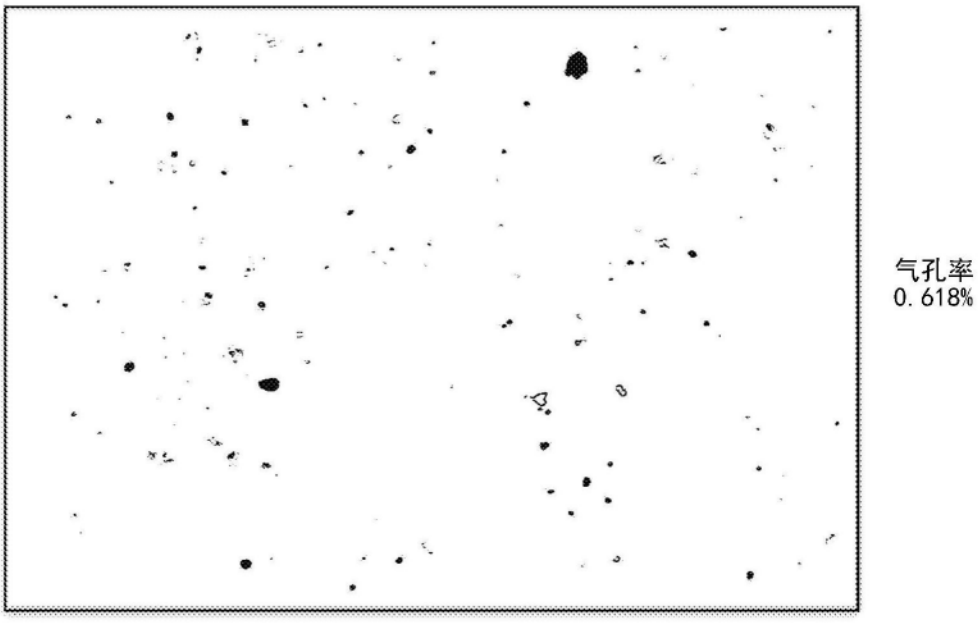
图10

(a)



实施例3-3的试验试样的背散射电子图像（位置1）

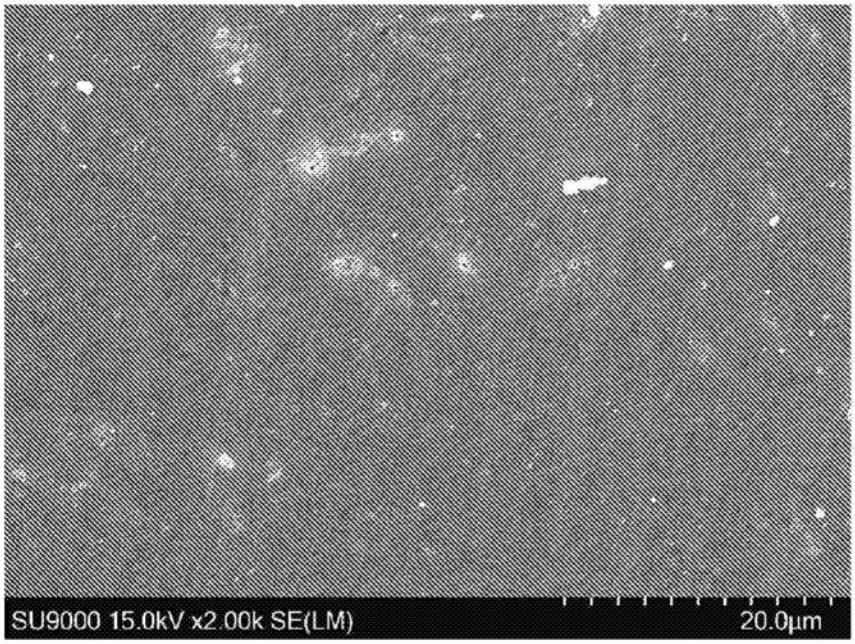
(b)



实施例3-3的试验试样的背散射电子图像（位置1）

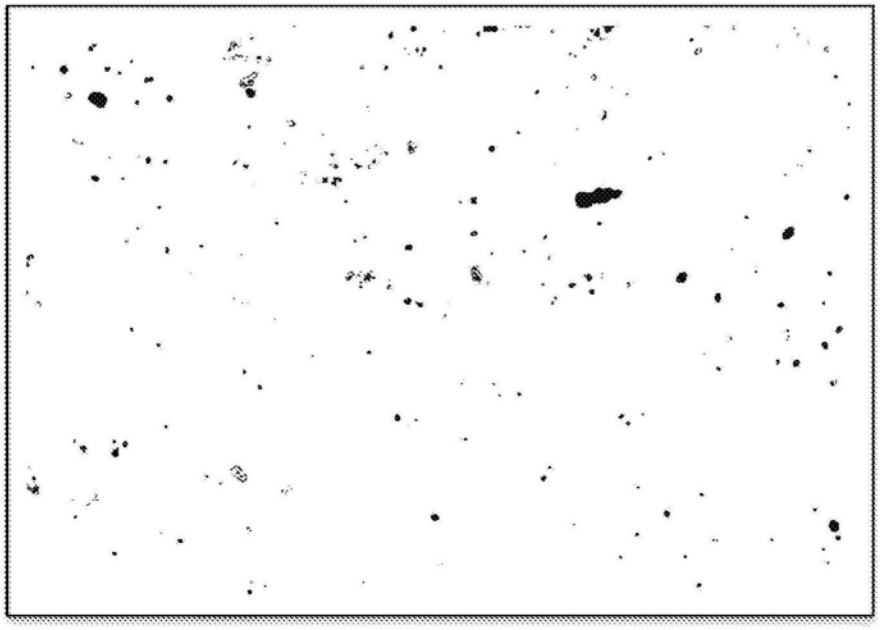
图11

(a)



实施例3-3的试验试样的背散射电子图像（位置2）

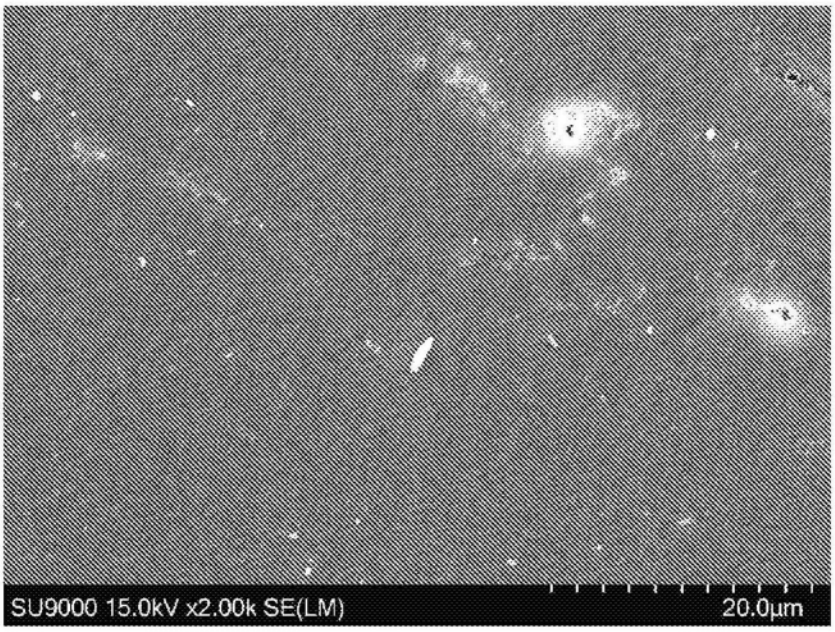
(b)



实施例3-3的试验试样的背散射电子图像（位置2）

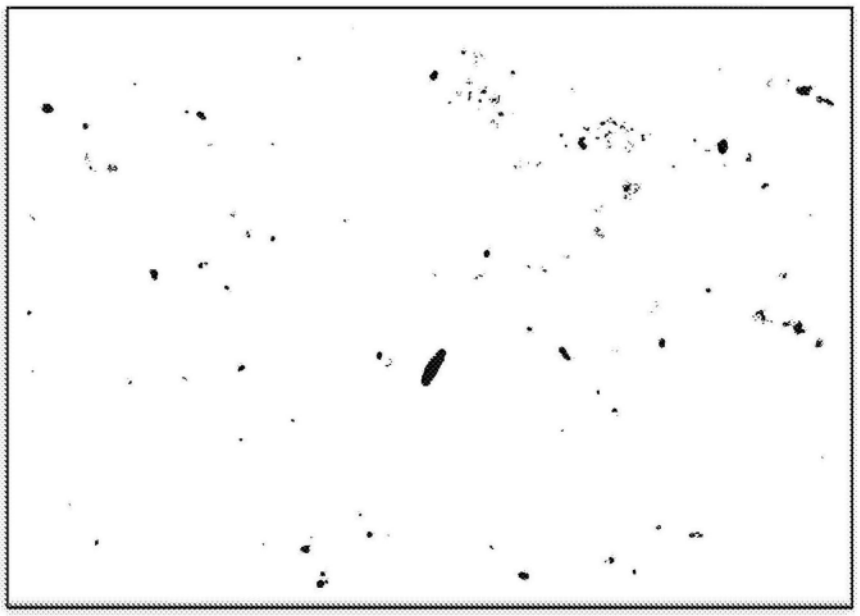
图12

(a)



实施例3-3的试验试样的背散射电子图像（位置3）

(b)



实施例3-3的试验试样的背散射电子图像（位置3）

图13

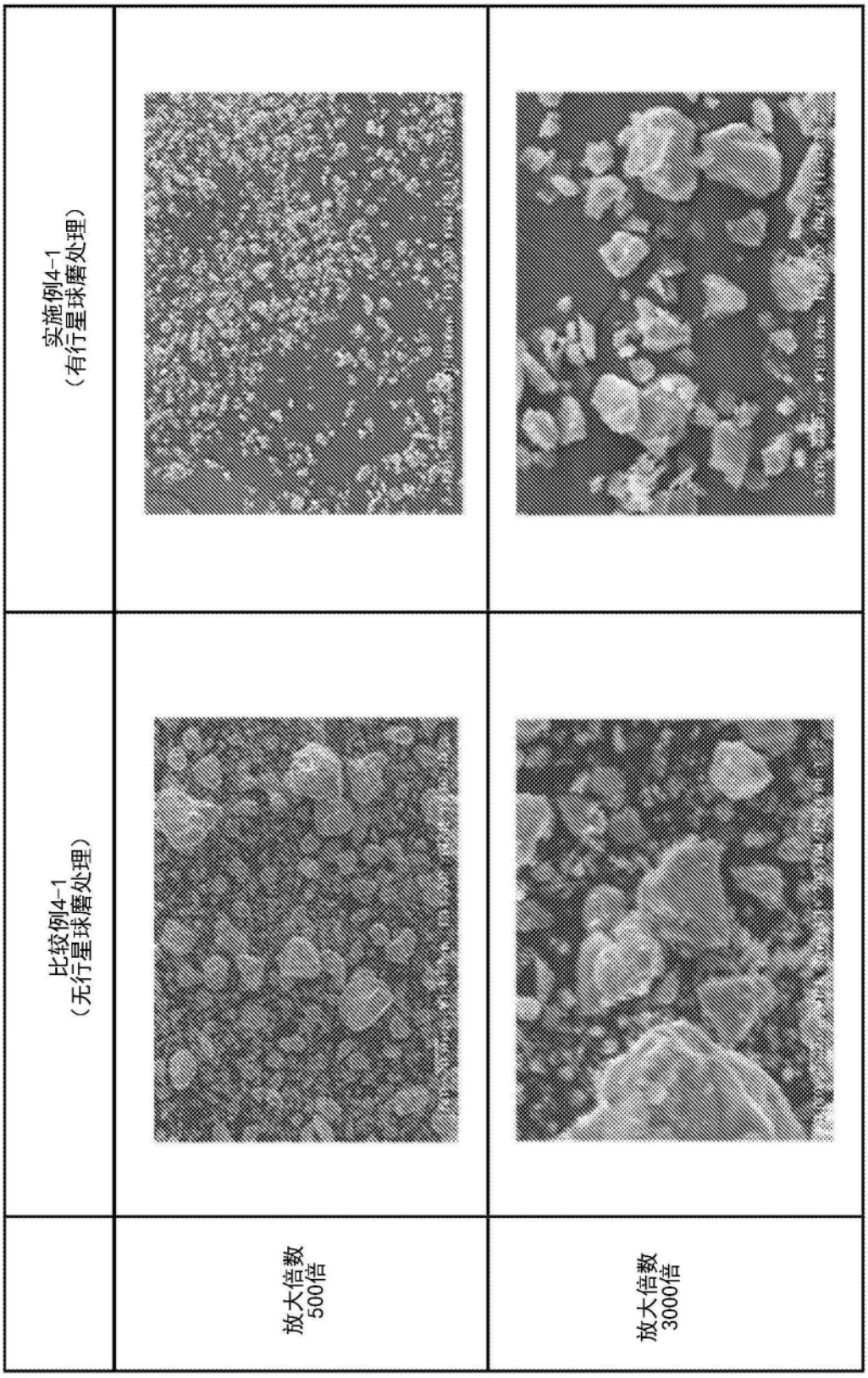


图14

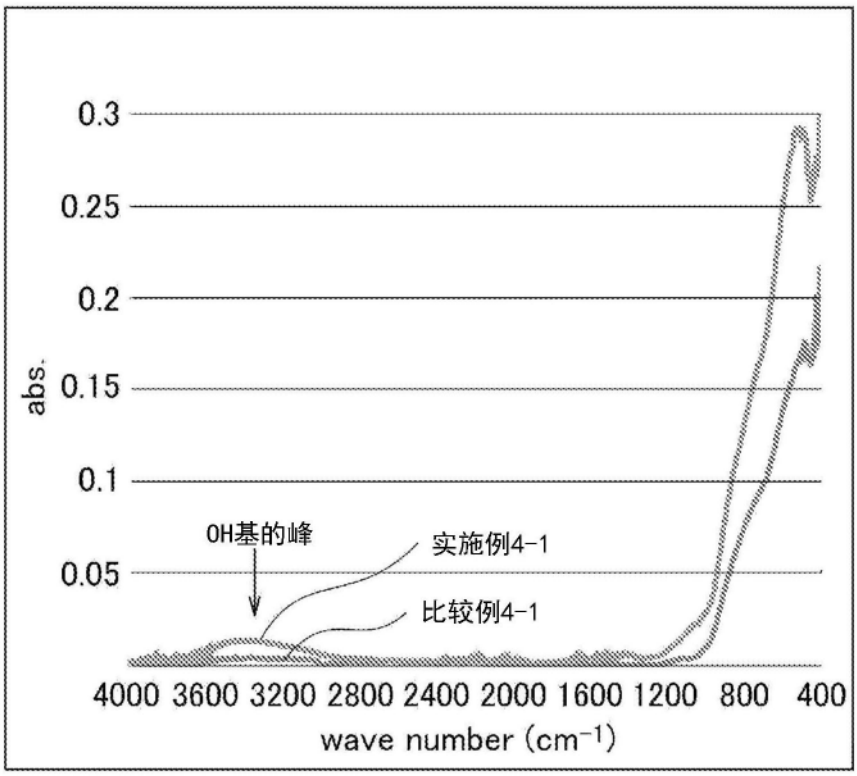

0.3
0.25
0.2
0.15
0.1
0.05
abs.
OH基的峰
实施例4-1
比较例4-1
4000 3600 3200 2800 2400 2000 1600 1200 800 400
wave number (cm⁻¹)

图15

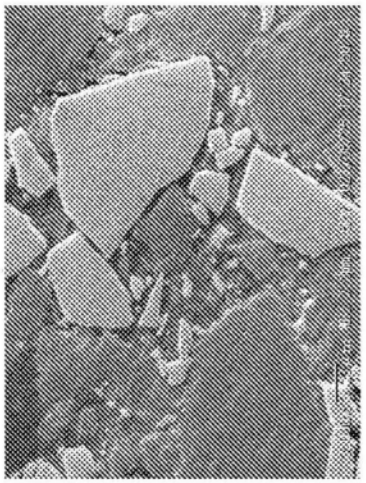
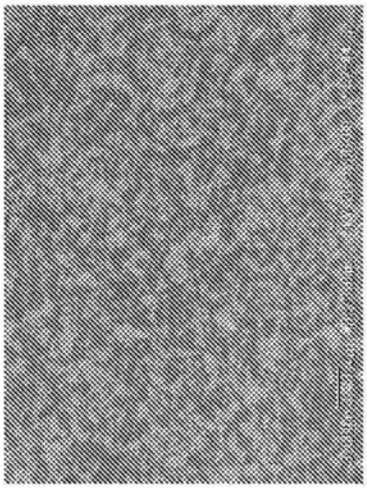
	比较例5-1 （无行星球磨处理）	实施例5-1 （有行星球磨处理）
无机氧化物粒子	锆石	锆石
弯曲强度（MPa）	34.1	102.1（最大117）
维氏硬度（GPa）	1.8	3.0
试验试样的断面 （放大倍数3000倍）		
原料粉末 （放大倍数3000倍）		

图16

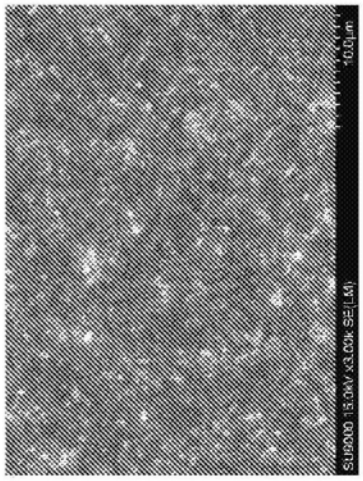
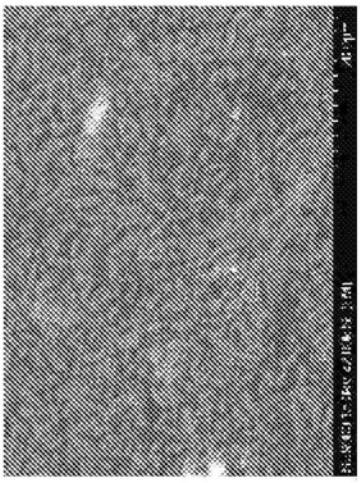
	实施例6-1	实施例6-2
无机氧化物粒子	氧化铝	堇青石
弯曲强度（MPa）	103.2	90.7
维氏硬度（GPa）	2.6	1.9
试验试样的断面（放大倍数3000倍）		

图17



图18