

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6324247号
(P6324247)

(45) 発行日 平成30年5月16日(2018.5.16)

(24) 登録日 平成30年4月20日(2018.4.20)

(51) Int.Cl.

F I

C O 3 B 19/08 (2006.01)

C O 3 B 19/08 B

C O 1 B 33/12 (2006.01)

C O 1 B 33/12 A

C O 1 B 35/00 (2006.01)

C O 1 B 35/00

C O 3 B 19/10 (2006.01)

C O 3 B 19/10 D

C O 3 C 12/00 (2006.01)

C O 3 C 12/00

請求項の数 6 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2014-146691 (P2014-146691)
 (22) 出願日 平成26年7月17日(2014.7.17)
 (65) 公開番号 特開2016-23095 (P2016-23095A)
 (43) 公開日 平成28年2月8日(2016.2.8)
 審査請求日 平成29年4月6日(2017.4.6)

(73) 特許権者 000000240
 太平洋セメント株式会社
 東京都港区台場二丁目3番5号
 (74) 代理人 110000084
 特許業務法人アルガ特許事務所
 (74) 代理人 100077562
 弁理士 高野 登志雄
 (74) 代理人 100096736
 弁理士 中嶋 俊夫
 (74) 代理人 100117156
 弁理士 村田 正樹
 (74) 代理人 100111028
 弁理士 山本 博人

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 無機酸化物微小中空粒子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

アルミニウム酸化物及びケイ素酸化物と、アルカリ金属酸化物、2族元素酸化物、4族元素酸化物及びホウ素酸化物から選ばれる1種以上の酸化物とで形成された無機酸化物微小中空粒子であって、アルミニウム酸化物を1.08～14.87重量%、ケイ素酸化物を33.02～65.58重量%、アルカリ金属酸化物を5.76～16.38重量%、2族元素酸化物8.57～12.73重量%、ホウ素酸化物を5.22～36.79重量%含有し、中空室を区画する殻を有し、当該殻が無気孔であり、平均円形度が0.85以上、殻の厚みが50nm～1μmであり、平均粒子径0.5～20μmであることを特徴とする無機酸化物微小中空粒子。

【請求項 2】

耐熱温度が600～1600である請求項1記載の無機酸化物微小中空粒子。

【請求項 3】

熱伝導率が0.005～0.1W/m・Kである請求項1又は2記載の無機酸化物微小中空粒子。

【請求項 4】

かさ密度が0.01～0.4g/cm³である請求項1～3のいずれかに記載の無機酸化物微小中空粒子。

【請求項 5】

粒子強度が0.3～480MPaである請求項1～4のいずれかに記載の無機酸化物微

小中空粒子。

【請求項 6】

圧縮強度が 1 ~ 8 0 0 M P a である請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の無機酸化物微小中空粒子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、無機酸化物微小中空粒子に関する。

【背景技術】

【0002】

酸化物中空粒子や酸化物多孔質材料は、断熱性材料、遮熱性材料、触媒担体、建築材料等の分野で使用されている。例えば、(特許文献 1、非特許文献 1、2) フライアッシュ中空粒子はセメント系断熱体の成分として用いられている。しかし、フライアッシュ中空粒子は、粒子径が大きく、有色であることから、薄膜を必要とする断熱性材料、プラスチックフィラー、増感剤等の分野では応用されるに至っていない。また、フライアッシュ中空粒子は熱伝導率が高く、断熱性に劣る。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】特表 2 0 0 5 - 5 3 6 3 3 3 号公報

【非特許文献】

【0004】

【非特許文献 1】石炭灰ハンドブック(第 4 版)、11 - 8 3 ~ 11 - 8 5 (環境技術協会、日本フライアッシュ協会編)

【非特許文献 2】機能性フィラーの開発技術、2 0 9 - 2 1 2 頁(株式会社シーエムシー発行)

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の課題は、粒子径が小さく、断熱性、遮熱性に優れた新たな無機酸化物微小中空粒子を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

そこで本発明者は、噴霧熱分解法により種々の中空粒子を製造し、その粒子径、厚み、殻の特性等について種々検討してきたところ、アルミニウム酸化物とケイ素酸化物を必須とし、これにアルカリ金属酸化物、2 族元素酸化物、4 族元素酸化物及びホウ素酸化物から選ばれる 1 種以上を含有させた微小中空粒子であって、中空室を区画する殻を有し、当該殻を無気孔とし、殻の厚み及び平均粒子径を一定の範囲とした微小中空粒子が、耐熱性に優れ、かつ断熱効果、遮熱効果が格段に優れたものとなることを見出し、本発明を完成した。

【0007】

すなわち、本発明は、次の〔1〕~〔7〕を提供するものである。

【0008】

〔1〕アルミニウム酸化物及びケイ素酸化物と、アルカリ金属酸化物、2 族元素酸化物、4 族元素酸化物及びホウ素酸化物から選ばれる 1 種以上の酸化物とで形成された無機酸化物微小中空粒子であって、中空室を区画する殻を有し、当該殻が無気孔であり、平均円形度が 0 . 8 5 以上、殻の厚みが 5 0 n m ~ 1 μ m であり、平均粒子径 0 . 5 ~ 2 0 μ m であることを特徴とする微小中空粒子。

〔2〕噴霧熱分解法で合成されたものである〔1〕記載の無機酸化物微小中空粒子。

〔3〕耐熱温度が 6 0 0 ~ 1 6 0 0 である〔1〕又は〔2〕記載の無機酸化物微小中空

10

20

30

40

50

粒子。

〔４〕熱伝導率が $0.005 \sim 0.1 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ である〔１〕～〔３〕のいずれかに記載の無機酸化物微小中空粒子。

〔５〕かさ密度が $0.01 \sim 0.4 \text{ g/cm}^3$ である〔１〕～〔４〕のいずれかに記載の無機酸化物微小中空粒子。

〔６〕粒子強度が $0.3 \sim 480 \text{ MPa}$ である〔１〕～〔５〕のいずれかに記載の無機酸化物微小中空粒子。

〔７〕圧縮強度が $1 \sim 800 \text{ MPa}$ である〔１〕～〔６〕のいずれかに記載の無機酸化物微小中空粒子。

【発明の効果】

10

【０００９】

本発明の無機酸化物微小中空粒子は、熱伝導率が小さく、熱安定性にも優れるため、薄膜を必要とする断熱材料用フィラー、遮熱材料用フィラーとして有用である。

【図面の簡単な説明】

【００１０】

【図１】実施例１の無機酸化物微小中空粒子の透過型電子顕微鏡（TEM）像を示す図である。

【図２】実施例３の無機酸化物微小中空粒子の透過型電子顕微鏡（TEM）像を示す図である。

【図３】実施例５の無機酸化物微小中空粒子の透過型電子顕微鏡（TEM）像を示す図である。

20

【図４】実施例６の無機酸化物微小中空粒子の走査型電子顕微鏡（SEM）像を示す図である。

【図５】比較例１の無機酸化物微小中空粒子（殻に気孔がある）の透過型電子顕微鏡（TEM）像を示す図である。

【図６】実施例６の無機酸化物微小中空粒子を水に添加した後の状態を示す図である。

【図７】比較例１の無機酸化物微小中空粒子（殻に気孔がある）を水に添加した後の状態を示す図である。

【図８】実施例２の無機酸化物微小中空粒子のX線回折スペクトルを示す図である。

【発明を実施するための形態】

30

【００１１】

本発明の無機酸化物微小中空粒子は、アルミニウム酸化物及びケイ素酸化物と、アルカリ金属酸化物、２族元素酸化物、４族元素酸化物及びホウ素酸化物から選ばれる１種以上の酸化物とで形成された無機酸化物微小中空粒子であって、中空室を区画する殻を有し、当該殻が無気孔であり、平均円形度が 0.85 以上、殻の厚みが $50 \text{ nm} \sim 1 \mu\text{m}$ であり、平均粒子径 $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ であることを特徴とする。

【００１２】

本発明の無機酸化物微小中空粒子を構成する無機酸化物は、アルミニウム酸化物及びケイ素酸化物を必須とし、さらにアルカリ金属酸化物、２族元素酸化物、４族元素酸化物及びホウ素酸化物から選ばれる１種以上の酸化物を有する。

40

ここでアルミニウム酸化物としては Al_2O_3 が好ましく、また、ケイ素酸化物としては SiO_2 が好ましく、その含有量はアルミニウム酸化物１モルに対して２モル以上が好ましく、 $2 \sim 60$ モルがより好ましい。本発明の無機酸化物微小中空粒子においては、アルミニウム酸化物とケイ素酸化物の両者を必須とするのが、耐熱性、無気孔化の点から好ましい。

【００１３】

アルカリ金属酸化物としては、 Na_2O 、 K_2O 、 Rb_2O 、 Cs_2O 等が挙げられる。アルカリ金属酸化物の含有量は、アルミニウム酸化物１モルに対して $0 \sim 40$ モルが好ましく、 $0 \sim 30$ モルがより好ましく、 $0.01 \sim 30$ モルがさらに好ましい。

【００１４】

50

2 族元素酸化物としては、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO 、 RaO 等が挙げられる。2 族元素酸化物の含有量は、アルミニウム酸化物 1 モルに対して 0 ~ 40 モルが好ましく、0 ~ 30 モルがより好ましく、0.01 ~ 30 モルがさらに好ましい。

【0015】

4 族元素酸化物としては、 TiO_2 、 ZrO_2 、 HfO_2 等が挙げられる。4 族元素酸化物の含有量は、アルミニウム酸化物 1 モルに対して 20 ~ 10 モルが好ましく、0 ~ 5 モルがより好ましく、0.01 ~ 1 モルがさらに好ましい。

【0016】

ホウ素酸化物は、 B_2O_3 が好ましい。ホウ素酸化物の含有量は、アルミニウム酸化物 1 モルに対して 0 ~ 60 モルが好ましく、0.01 ~ 60 モルがより好ましい。

10

【0017】

アルカリ金属酸化物、2 族元素酸化物、4 族元素酸化物及びホウ素酸化物から選ばれる酸化物は 1 種以上を含んでいればよいが、2 種以上を組み合わせる含有していてもよい。これらの酸化物の含有量の調整により、無機酸化物微小中空粒子の耐熱性を調節することができる。これらの酸化物の合計含有量は、アルミニウム酸化物 1 モルに対して 0.01 ~ 200 モルが好ましく、0.01 ~ 150 モルがより好ましい。

【0018】

本発明において無機酸化物中空粒子とは、中空室を区画する殻を有する粒子であることをいい、単なる多孔質とは相違する。本発明の粒子が、このような構造を有することは、図 1 ~ 図 5 の TEM 像および SEM 像から明らかである。

20

また、本発明の無機酸化物微小中空粒子の殻は無気孔であり、比較例 1 のような酸化アルミナのみから構成される中空粒子とは明確に相違する（図 5 参照）。本発明の無機酸化物微小中空粒子の殻が無気孔であることは、透過型電子顕微鏡（TEM）像、及び図 6 のように水に浮かぶことにより確認できる。本発明の無機酸化物微小中空粒子は、殻が無気孔であることにより、優れた断熱性、遮熱性を有する。

【0019】

本発明の無機酸化物微小中空粒子の殻の厚みは、50 nm ~ 1 μm であり、50 ~ 500 nm が好ましく、50 ~ 400 nm がより好ましく、50 ~ 300 nm がさらに好ましい。殻の厚みが 1 μm を超えると、中空室が十分でなく、熱伝導率が十分に小さい粒子とならない。また、殻の厚みが小さすぎる場合には、粒子の強度が十分でない可能性がある。

30

【0020】

本発明の無機酸化物微小中空粒子の平均粒子径は、0.5 μm ~ 20 μm であり、好ましくは 1 μm ~ 20 μm であり、より好ましくは 2 μm ~ 15 μm である。20 μm を超える場合は、一部が球状でなくなることがあり、好ましくない。なお、平均粒子径の調整は、噴霧に使用するスプレーノズルのノズル径あるいは霧化方式を変えることによって行うことができ、2 流体ノズル、4 流体ノズル、超音波霧化方式などが利用できる。ここで粒子径は、電子顕微鏡の解析によって測定でき、その平均は、JIS R 1629「ファインセラミックス原料のレーザ回折・散乱法による粒子径分布測定方法」、レーザ回折・散乱法による粒子径分布測定装置として、例えばマイクロトラック（日機装株式会社製）などによって計算できる。

40

【0021】

本発明の無機酸化物微小中空粒子の粒子径分布（粒度分布）は、せまい程好ましく、粒子の 80 % 以上が平均粒子径の $\pm 5.0 \mu m$ にあるのが好ましく、粒子の 80 % 以上が平均粒子径の $\pm 4.5 \mu m$ にあるのがより好ましく、粒子の 80 % 以上が平均粒子径の $\pm 4.0 \mu m$ にあるのがさらに好ましい。

【0022】

本発明の無機酸化物微小中空粒子の形状は、図 1 ~ 図 4 から明らかなように、球状であり、平均円形度は 0.85 以上である。このような形状は、噴霧熱分解法により製造することにより達成される。

50

ここで、円形度は、走査型電子顕微鏡写真から粒子の投影面積（ A ）と周囲長（ PM ）を測定し、周囲長（ PM ）に対する真円の面積を（ B ）とすると、その粒子の円形度は A/B として表される。そこで、試料粒子の周囲長（ PM ）と同一の周囲長を持つ真円を想定すると、周囲長は $PM = 2\pi r$ 、面積は $B = \pi r^2$ であるから、 $B = \pi (PM/2\pi)^2$ となり、この粒子の円形度は、 $\text{円形度} = A/B = A \times 4\pi / (PM)^2$ として算出される。100個の粒子について円形度を測定し、その平均値でもって平均円形度とする。なお、本発明の無機酸化物微小中空粒子は、各種フィラーとして混合したときの分散性、混合性など点から、平均円形度は、0.85以上、好ましくは0.90以上である。

【0023】

本発明の無機酸化物微小中空粒子の耐熱温度は600～1600であるのが好ましく、700～1600であるのがより好ましい。

10

【0024】

本発明の無機酸化物微小中空粒子の熱伝導率は、0.005～0.1W/m・Kが好ましく、0.005～0.08W/m・Kがより好ましく、0.01～0.06W/m・Kがさらに好ましい。本発明の無機酸化物微小中空粒子は熱伝導率が小さいため、断熱材料、遮熱材料として優れている。ここで、熱伝導率は、迅速熱伝導率計QTM-500（京都電子工業社製）を用いた非定常熱線法により測定できる。

【0025】

本発明の無機酸化物微小中空粒子のかさ密度は、0.01～0.4g/cm³であるのが好ましく、0.02～0.4g/cm³であるのがより好ましく、0.03～0.4g/cm³であるのがさらに好ましい。かさ密度は、JIS R 1628「ファインセラミックス粉末のかさ密度測定方法」の測定方法、パウダテスタ（ホソカワミクロン社製）などの粉体力学特性測定装置により測定できる。

20

【0026】

本発明の無機酸化物微小中空粒子の粒子強度は、0.3～480（90%生存時）MPaであるのが好ましく、0.3～320MPaであるのがより好ましく、0.3～100MPaであるのがさらに好ましい。粒子強度は、ASTM D 3102-78に準拠した水銀圧入ポロシメーターにより測定できる。

【0027】

本発明の無機酸化物微小中空粒子の圧縮強度は、1～800MPaであるのが好ましく、1～700MPaであるのがより好ましく、1～500MPaであるのがさらに好ましい。ここで圧縮強度は、微小圧縮試験機MCT-510（株式会社島津製作所製）により測定できる。

30

【0028】

本発明の無機酸化物微小中空粒子の安息角は、30～70°であるのが好ましく、40～60°であるのがより好ましく、45～55°であるのがさらに好ましい。

ここで、安息角は、中空粒子を薄膜状の断熱材料用フィラー又は、遮熱材料用フィラーとして利用する際の、基材への均一な分散性の点で重要である。安息角は、JIS R 9301-2-2「アルミナ粉末-第2部：物性測定方法-2：安息角」の測定方法、パウダテスタ（ホソカワミクロン社製）などの粉体力学特性測定装置により測定できる。

40

【0029】

本発明の無機酸化物微小中空粒子は、例えば噴霧熱分解法により製造することができる。具体的には、2流体ノズルや4流体ノズル等の流体ノズルで原料化合物含有溶液を噴霧する噴霧熱分解法により製造することができる。

【0030】

用いられるアルミニウム、ケイ素等の原料としては、中空粒子を形成したときの組成が前記酸化物の組成になる無機塩、酸化物粒子、酸化物粒子の分散液およびゾル溶液であればよい。

【0031】

原料化合物含有溶液は、原料化合物を、水あるいはエタノール等の有機溶媒と混合して

50

、調製できる。溶媒としては、水と有機溶媒を混合したものも用いることができる。例えば、アルミニウム化合物としては、硝酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硫酸アルミニウム、アルミニウムイソプロポキシド、アルミニウム酸化物、アルミニウム酸化物のゾルなどの化合物を用いることができる。ケイ素化合物としては、ケイ酸ナトリウム、ケイ酸カリウム、オルトケイ酸テトラエチル、ケイ素酸化物、シリカゾルなどを用いることができる。原料化合物含有溶液の濃度は、各元素の総量として、 $0.01\text{ mol/L} \sim 2.0\text{ mol/L}$ が好ましく、 $0.1\text{ mol/L} \sim 1.0\text{ mol/L}$ がより好ましい。なお、原料化合物含有溶液中には、リンゴ酸、クエン酸や乳酸などの有機酸を添加してもよい。

【0032】

原料化合物含有溶液は、2流体ノズルで噴霧するのが、粒子径の調整、生産性の点で好ましい。ここで2流体ノズルの方式には、空気と原料化合物含有溶液とをノズル内部で混合する内部混合方式と、ノズル外部で空気と原料化合物含有水溶液を混合する外部混合方式があるが、いずれも採用できる。

【0033】

噴霧されたミストは、 $100 \sim 600$ の乾燥ゾーン、次いで $600 \sim 1650$ の熱分解ゾーンを通過させることにより、熱分解され、中空粒子となる。乾燥ゾーンの温度は、中空性を保つための点から $350 \sim 550$ が好ましく、 $400 \sim 500$ がより好ましい。この乾燥ゾーンによりミストの外側が、乾燥されて無機化合物の膜を形成し、それを起点に内部液が乾燥されるため、粒子が中空形状に形成される。

熱分解ゾーンの温度は、生産コストの点から $700 \sim 1650$ が好ましく、 $800 \sim 1500$ がより好ましい。この熱分解ゾーンでは、高温で急激に熱分解反応を進めることで、乾燥ゾーンにて形成された中空構造を強固にすることにより、中空室を区画する殻を有する中空粒子であって、殻の厚さの一定な中空粒子が得られる。

【0034】

得られた無機酸化物中空粒子は、フィルターを通過させるなど分級して、粒子径の調整をしてもよい。得られた中空粒子は、組成や熱分解ゾーンの温度などにより無気孔化が不十分となる場合があるので、無気孔化をするために、必要に応じて中空粒子を 1000 以上、好ましくは $1150 \sim 1650$ に加熱してもよい。この加熱処理をすることにより、殻の表面の酸化物が溶融して孔が閉塞し、前記組成からなる無気孔の殻を有する中空粒子が得られる。

【0035】

本発明の無機酸化物微小中空粒子は、前記のように無気孔の殻を有する中空構造を有し、かつ熱伝導率が低いことから、断熱材料用フィラー、遮熱材料用フィラーとして有用である。また、平均粒子径 $0.5\text{ }\mu\text{m} \sim 20\text{ }\mu\text{m}$ という微細な粒子であることから、薄膜状の断熱材料用フィラー、遮熱材料用フィラーとして特に有用である。従って、断熱性、遮熱性が要求される各種容器、隔壁、床、屋根等に薄膜状の断熱材、遮熱材を形成するのに有利である。

【実施例】

【0036】

次に実施例を挙げて本発明を説明する。

【0037】

実施例 1

原料化合物を蒸留水に溶解した 0.2 mol/L 含有水溶液を噴霧熱分解装置の溶液タンクに投入した。投入された水溶液は送液ポンプにより、2流体ノズルを介してミスト状に噴霧され、乾燥ゾーン（約 450 ）、次いで熱分解ゾーン（約 700 ）を通過させた。バグフィルターを用いて中空粒子を回収した。得られた中空粒子を約 1000 で焼成し、目的とする無機酸化物微小中空粒子を得た。

原料化合物としては、コロイダルシリカ、オルトケイ酸テトラエチル、硝酸アルミニウム九水和物、硝酸マグネシウム六水和物、硝酸カルシウム四水和物、四ほう酸ナトリウム十水和物を用いた。

10

20

30

40

50

その他の実施例では、硝酸カリウム、四塩化チタン水溶液を用いた。

【0038】

得られた無機酸化物微小中空粒子の化学組成及び合成温度（熱分解温度）を表1に示す。図1～図4に本発明の無機酸化物微小中空粒子（実施例1、3、5及び6）のTEM像およびSEM像を、図5に比較例1のアルミナ中空粒子のTEM像を示す。

【0039】

図6及び図7に実施例6及び比較例1の無機酸化物中空粒子を水に添加して混合した後の状態を示す。実施例6の無機酸化物中空粒子は殻が無気孔であるため粒子の中に水が入らず浮いている。一方、比較例1の中空粒子は殻に孔があるため粒子の中に水が入り沈んでいる。

10

【0040】

図8に実施例2の無機酸化物中空粒子のX線回折スペクトルの一例を示す。殻が溶解して非晶質になっていることがわかる。

【0041】

表2に、得られた無機酸化物中空粒子の物性評価結果を示す。

【0042】

【表1】

No.		化学組成 (モル比)								熱分解温度 (℃)
		Al ₂ O ₃	SiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	TiO ₂	B ₂ O ₃	
実施例	1	1.00	52.00	25.00	—	12.50	12.50	—	50.00	700
	2	1.00	5.59	0.95	—	0.86	0.86	—	1.86	900
	3	1.00	7.48	0.26	0.25	0.84	0.29	—	0.51	1100
	4	1.00	10.00	—	0.38	0.88	—	—	—	1300
	5	1.00	10.00	—	0.13	0.29	—	—	—	1500
	6	1.00	2.51	0.01	0.01	—	0.02	0.06	—	1600
	7	1.00	10.00	—	0.02	0.04	—	—	—	1650
比較例	8	1.00	—	—	—	—	—	—	—	1650

20

【0043】

30

【表 2】

評価項目	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No. 5	No. 6	No. 7	No. 8	測定法・測定装置
平均粒子径	μm	2.4	2.6	4.9	4.5	12.0	3.1	7.3	マイクログラック
殻の厚み	nm	106	135	99	197	700	265	80	透過型電子顕微鏡 (TEM)
平均円形度	-	0.94	0.91	0.95	0.89	0.95	0.92	0.86	
かさ密度	g/cm ³	0.079	0.082	0.082	0.106	0.014	0.219	0.017	パウダデスタ
安息角	度	48	51	50	53	46	49	52	パウダデスタ
融点	℃	650	855	1060	1250	1460	1550	1610	JIS M 8801.12 準拠 (酸化性雰囲気)
熱伝導率	W/mK	0.028	0.038	0.051	0.06	0.066	0.068	0.048	非定常熱線法
粒子強度	Mpa	1.4	1.2	1.9	8.7	18.1	17.5	18.6	ASTM D 3102-78 に準拠
圧縮強度	Mpa	8.1	9.7	11.8	15	13.6	20.0	26.6	微小圧縮試験機 MCT-510 (島津製作所製)
化学成分 wt%	Al ₂ O ₃	1.08	14.38	14.87	12.95	13.95	39.26	14.44	
	SiO ₂	33.02	47.37	65.58	76.33	82.20	57.98	85.08	
	Na ₂ O	16.38	8.26	2.32	0.00	0.00	0.24	0.00	
	K ₂ O	0.00	0.00	3.44	4.49	1.61	0.46	0.20	
	CaO	7.41	6.80	6.87	6.23	2.24	0.00	0.28	蛍光X線分析
	MgO	5.32	4.89	1.70	0.00	0.00	0.24	0.00	
	TiO ₂	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.82	0.00	
	B ₂ O ₃	36.79	18.29	5.22	0.00	0.00	0.00	0.00	

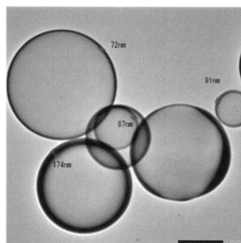
10

20

30

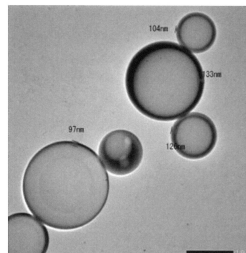
40

【圖 1】



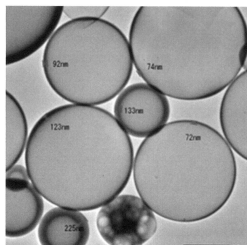
No. 1 中空粒子

【圖 3】



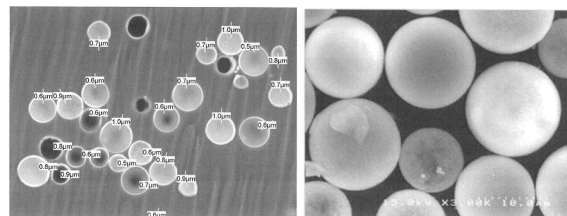
No. 5 中空粒子

【圖 2】



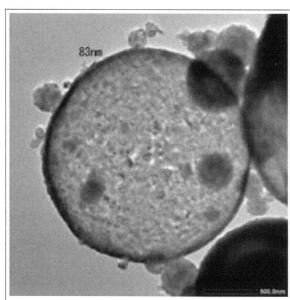
No. 3 中空粒子

【 図 4 】



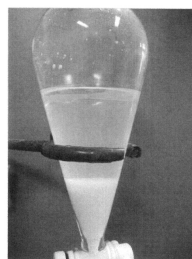
No. 6 中空粒子

【 図 5 】



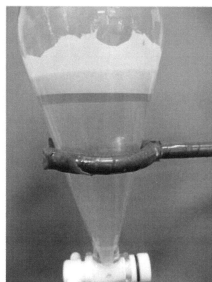
No. 8 アルミナ中空粒子（気孔がある）

【圖 7】



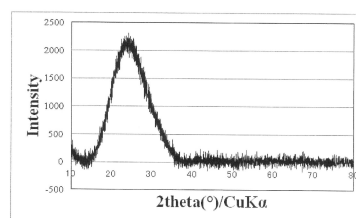
No. 8 アルミナ中空粒子（気孔がある）

【 図 6 】



No. 6中空粒子

【 図 8 】



No. 2中空粒子のX線回折スペクトル

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
B 0 1 J 19/00 (2006.01) B 0 1 J 19/00 N

- (72)発明者 一坪 幸輝
 千葉県佐倉市大作 2 丁目 4 番 2 号 太平洋セメント株式会社中央研究所内
- (72)発明者 山崎 広樹
 千葉県佐倉市大作 2 丁目 4 番 2 号 太平洋セメント株式会社中央研究所内
- (72)発明者 増田 賢太
 千葉県佐倉市大作 2 丁目 4 番 2 号 太平洋セメント株式会社中央研究所内
- (72)発明者 荻原 隆
 福井県福井市文京 3 丁目 9 番 1 号 国立大学法人福井大学内
- (72)発明者 小寺 喬之
 福井県福井市文京 3 丁目 9 番 1 号 国立大学法人福井大学内

審査官 原 和秀

- (56)参考文献 特開平 0 7 - 0 9 6 1 6 5 (J P , A)
 特開 2 0 0 2 - 0 3 7 6 4 5 (J P , A)
 特開 2 0 1 3 - 1 3 6 4 6 9 (J P , A)
 特開 2 0 1 4 - 0 8 0 3 5 6 (J P , A)
 「石炭灰ハンドブック(第4版)」, 日本, 環境技術協会・日本フライアッシュ協会, 2 0 0 5
 年 5 月, p.11-83~11-85

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
 C 0 3 B 1 9 / 0 0 - 1 9 / 1 4
 B 0 1 J 1 9 / 0 0
 C 0 1 B 3 3 / 1 2
 C 0 1 B 3 5 / 0 0
 C 0 3 C 1 2 / 0 0 - 1 2 / 0 2