

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4334193号
(P4334193)

(45) 発行日 平成21年9月30日(2009.9.30)

(24) 登録日 平成21年7月3日(2009.7.3)

(51) Int.Cl. F I
C O 4 B 38/00 (2006.01) C O 4 B 38/00 3 O 4 B
C O 4 B 38/10 (2006.01) C O 4 B 38/10 L

請求項の数 4 (全 11 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2002-242174 (P2002-242174) (22) 出願日 平成14年8月22日 (2002.8.22) (62) 分割の表示 特願平5-504174の分割 原出願日 平成4年8月12日 (1992.8.12) (65) 公開番号 特開2003-73180 (P2003-73180A) (43) 公開日 平成15年3月12日 (2003.3.12) 審査請求日 平成14年8月22日 (2002.8.22) (31) 優先権主張番号 9117421.9 (32) 優先日 平成3年8月12日 (1991.8.12) (33) 優先権主張国 英国 (GB) (31) 優先権主張番号 9117422.7 (32) 優先日 平成3年8月12日 (1991.8.12) (33) 優先権主張国 英国 (GB)</p> <p>前置審査</p>	<p>(73) 特許権者 502269309 ダイテック コーポレイション リミテッド イギリス国、エス6 6ピーダブリュ シェフィールド、スタニントン、ストウブスロード (番地なし) (74) 代理人 100065226 弁理士 朝日奈 宗太 (72) 発明者 サンプルック、ロドニー マーティン イギリス国、エス30 1エックスエイシェフィールド、カルバー、ブルックフィールズ 11</p>
---	---

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐火粒子からなる多孔質耐火物の製法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

耐火粒子からなる多孔質耐火物の製法であって、
 (a) 液状キャリアー中に出発耐火粒子を含んでなる分散液を調製する工程、
 (b) 機械的手段により分散液中にガスを導入する工程、
 (c) 液状キャリアーを除去して泡に起因する孔を有する固形物を提供する工程、および
 (d) 固形物を焼成する工程
 を含んでなり、
 前記出発耐火粒子の平均粒径が、5 μmより小さく、
 前記分散液が5 ~ 1 0 0 0 m P a ・ s の臨界粘度を持ち、固形物を形成するために重合される重合性モノマー材料を含み、
 前記固形物は、重合されたモノマー材料および前記出発耐火粒子からなり、
 実質的に出発耐火粒子から成り、気孔率が20 ~ 95 %である最終製品を製造するために、前記 (d) 工程において重合されたモノマー材料が取り除かれることを特徴とする製法。

【請求項 2】

分散液が20 ~ 250 m P a ・ s の臨界粘度を持つ請求項 1 記載の製法。

【請求項 3】

攪拌によりガスを導入する請求項 1 または 2 記載の製法。

【請求項 4】

孔寸法が定まったフィルターによりガスを導入する請求項 1 または 2 記載の製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、多孔質耐火物および特にその製法に関する。

【0002】

【従来の技術】

粒状固体と液状キャリアの混合物にガスを導入して発泡体を形成し、つぎに乾燥および焼成することにより多孔質固体、特にセラミックを形成することが知られている。

【0003】

1952年に発行されたFR-A-1003500には、水中にクレーを含んでなるコロイド状懸濁液に泡を形成させると同時に凝固させる方法が開示されており、それにより均一寸法の連通孔が形成されるといっている。実施例において、解こう剤はソーダであり、ソーダはアルミニウム粉末と反応して、その場で泡を形成する水素ガスを発生して凝集を起こさせる。

10

【0004】

1962年に発行されたUS-A-3041190には、湿潤泡を形成するために有機発泡剤およびベーマイト構造を有するコロイド状アルミナを使用することが開示されている。コロイド状アルミナの使用により泡が少なくとも30分間は壊れなくなるといっている。

20

【0005】

1972年に発行されたGB-A-1272010には、粒状セラミック材料を水性コロイド分散液バインダーおよびガス発生剤と混合して、加熱による活性化後に均一に分布している微細孔を含む構造を提供する方法が開示されている。

【0006】

1985年に発行されたUS-A-4505586には、増粘剤、界面活性剤およびバインダーを混入し、ベーマイトと水からなるスラリーに泡を導入しつつ発泡体を製造する方法が開示されている。スラリーがアルカリ性であるばあい、界面活性剤はアニオン性または非イオン性であり、スラリーが酸性であるばあい、カチオン性または非イオン性である。バインダーはセメントであってよい。

30

【0007】

1988年に発行されたDE-A-3729371には、粒状セラミック材料、アルミノシリケートヒドロゲル、界面活性剤およびゲル強化剤を混合することにより形成される主にオープンセルからなる多孔質構造が、非常に一般的な用語で開示されている。界面活性剤は好ましくはシリコングリコールであり、ゲル強化剤は好ましくはシリカヒュームである。

【0008】

1989年に発行されたGB-A-2213814には、二酸化ケイ素のスリップと発泡剤溶液を混合し、攪拌し、アルカリ性のマグネシウムまたはカルシウム化合物を添加することにより発泡混合物を調製することが開示されている。

40

【0009】

1989年に発泡されたEP-A-0330963には、粒状セラミック材料およびフィルム形成ポリマーを含んでなる水性セラミック組成物を泡立たす方法が開示されている。スルホン酸塩および天然石鹼のような界面活性剤を使用することができる。

【0010】

1990年に発行されたJP-A-0234583には、発泡剤をゾルに分散させ、続いてゲル化させて、空孔率傾斜 (porosity gradient) を有する多孔質セラミックをうることが開示されている。

【0011】

1990年に発行されたEP-A-0360244には、セルローズ、ポリアクリルアミ

50

ドなどのような高分子量材料の溶液とセラミック粉末を混合することを含むマクロポアを有する構造の製法が開示されている。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の1つの目的は、物の改良された製法および改良された物を提供することにある。特に原料体 (green body)、すなわち焼成前のものを、より優れた機械的強度ならびに取扱いおよび機械加工特性を有するように迅速につくることができる。本方法は、匹敵する方法によるものよりも容積が大きいおよび/または孔寸法が小さい物をつくる可能性を提供する。さらに、この方法は広範囲の出発材料に適用することができ、本質的に出発材料のみからなる物が形成される。

10

【0013】

【課題を解決するための手段】

本発明は、耐火粒子からなる多孔質耐火物の製法であって、

(a) 液状キャリアー中に粒子を含んでなる分散液を調製する工程、

(b) 機械的手段により分散液中にガスを導入する工程、

(c) 液状キャリアーを除去して泡に起因する孔を有する固形物を提供する工程、および

(d) 固形物を焼成する工程

を含んでなり、

分散液が $5 \sim 1000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ の臨界粘度を持ち、重合性モノマー材料を含み、重合性モノマー材料は固形物を形成するために重合され、最終製品を製造する焼成工程で取り除かれ、実質的に出発耐火粒子から成り、真空孔率が $20 \sim 95\%$ である製法 (請求項 1)

20

分散液が $20 \sim 250 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ の臨界粘度を持つ請求項 1 記載の製法 (請求項 2)、

攪拌によりガスを導入する請求項 1 または 2 記載の製法 (請求項 3)、

孔寸法が定まったフィルターによりガスを導入する請求項 1 または 2 記載の製法 (請求項 4)

を提供することに関する。

【0014】

【発明の実施の形態】

「臨界粘度」という用語は、限界応力値に対応する粘度であり、ケー・エス・チョウ (K. S. Chou) およびエル・ジェイ・リー (L. J. Lee) の「イフェクツ・オブ・ディスパーザンツ・オン・ザ・レオロジカル・プロパティーズ・アンド・スリップ・キャストイング・オブ・コンセントレイティッド・アルミナ・スラリーズ (Effects of Dispersants on the Rheological Properties and Slip Casting of Concentrated Alumina Slurries)」, ジャーナル・オブ・ジ・アメリカン・セラミック・ソサイエティー (J. Amer. Ceram. Soc.) , 72 (9) 1989年, 1622 ~ 1627 頁が参照される。

30

【0015】

分散液の臨界粘度は、約 $5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ ~ 約 $1000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 、好ましくは約 $20 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ ~ 約 $250 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ の範囲にあるであろう。好ましい範囲は、ガス捕捉方法による。機械的手段、たとえば攪拌による捕捉に対しては、好ましい範囲は約 $20 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ ~ 約 $200 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ である。孔寸法が定まったフィルターを用いる機械的手段による捕捉に対しては、好ましい範囲は約 $50 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ ~ 約 $250 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ である。

40

【0016】

分散液は、意図する最終製品に従って選択された粒子を液状キャリアー中に含んでなり、好ましくは、性状が本質的にコロイド状であるように調製される。平均粒径は約 $5 \mu\text{m}$ より小さくなる傾向があり、粒子の 95% が約 $2 \mu\text{m}$ より小さいことが好ましい。粒子がこの寸法より大きいと、粒子が沈降または沈殿する傾向がある。しかしながら、粒子はもっと大きく、たとえば $100 \mu\text{m}$ またはそれ以上にすることができ、そのばあい、望ましくない沈降を制御するために薬剤が存在する。モノマーの重合が、沈降を防止するための好適な手段である。

50

【0017】

存在する粒子の性質は、形成すべき多孔体の意図する最終用途による。セラミックのばあい、アルミナ、ムライト、炭化ケイ素、チッ化ケイ素、チッ化ホウ素、炭化ホウ素、キン青石、シリカ；ジルコニア、スピネル、ヒドロキシアパタイト、マグネシア、あるいは他の金属酸化物、たとえば酸化スズもしくは酸化チタン、または金属塩、たとえば硝酸ニッケル、炭酸ニッケルなどの1種またはそれ以上であってよい。

【0018】

多成分組成物を用いてもよい。金属または合金、たとえばフェロクロム、フェロシリコンを用いてもよい。工業的プロセスからの塵や他の廃物を用いてもよい。粒子は、ゼラチン状沈殿物でありうる。必要であれば、適当な粒径分布を達成するために粉末を挽くまたは粉砕してよい。このことは、粒子が他のプロセスからの廃物であるばあい、特に有用である。粒子の高分散液をゾル-ゲル技術により調製することもできる。

10

【0019】

分散液中の固形分含量は、最低約10重量%、最高約90重量%となる傾向があり、好ましい範囲は約40重量%～約85重量%である。

【0020】

液状キャリアーは水であることが好都合であるが、有機物、たとえばアルコール、グリコールなど、または混合物であってもよい。

【0021】

形成された分散液において早すぎる固体の沈降が生じやすいという危険性があるばあい、分散が維持されるように薬剤、たとえば解こう剤を添加することが好ましい。小さい粒子のばあい、早すぎる沈降または沈殿は、当然、分散液のコロイド性を損なう傾向があり、時間とともに粒子の凝集により沈降が生じうる。薬剤は、その性質が粒子および液状キャリアーにより決まる解こう剤であってよく、水中にセラミック粒子を含むものについては、単成分もしくは多成分界面活性剤（非イオン性、カチオン性もしくはアニオン性）または炭水化物を用いることができる。pHを調節する添加剤およびポリマーも好適な薬剤である。大きいまたは小さい粒子には、重合性モノマーを用いることもできる。

20

【0022】

ガスの泡は任意の都合のよい方法により導入することができる。便利さと経済性からガスは空気である。好ましい導入方法をつぎの1～5に示す。

30

1. 分散液を、大気にさらしつつ高い強度および/または高速で攪拌する。攪拌は、好ましくは、ミキサー、たとえば高速で回転しているメカニカルミキサーを用いて行なう。攪拌は、最終製品の所望の物理的および他の性質にしたがい発泡が達成されるまで空気の泡を分散液中に導入するために十分な時間行なう。発泡倍率、すなわち出発分散液の体積に対する形成された発泡体の体積の割合は、約10:1と約1.0:1の間、好ましくは約2:1と約7:1の間でありうる。分散液の発泡は視覚的に判断することもできる。すなわち、十分な空気が導入されると発泡した組成物はメレンゲまたは軽石の外観を呈するからである。導入することのできる他のガスには、チッ素および酸素が含まれる。

2. ガスを、攪拌下に、定められた孔寸法のフィルターを通して泡立てて分散液に導入することができる。このばあい、発泡体の最終孔寸法はフィルターの孔寸法に依存しうる。

40

3. 1つの態様において、高圧ガスを目の細かいフィルターを通過させ、つぎに好適なチャンパー内で分散液と密に混合し、空気を含ませた混合物をノズルから放出する。

4. エアゾル法を用いることもでき、そのばあい、分散液を加圧容器に収容し、ガスを加圧下に分散液に注入してノズルを通過する放出時に発泡体を形成する。

5. もう1つの技術において、反応性ガス発生物質を分散液に添加することができ、この物質は、含まれているばあいも攪拌もしくは加熱されるばあいも、分散液と一緒に存在する酸またはアルカリと反応して所望のガスをその場で生成するように選択される。

【0023】

分散液の発泡特性は界面活性剤を含ませることにより制御することができる。泡はフォームビルダー（foam builder）を含ませることにより安定化することができる。1つの物

50

質の添加により両方の役割を満たすこともできる。

【0024】

形成された発泡体の崩壊を防止するために結合剤または安定化剤を添加することができる。解こう剤がこの役割を満たすことができるが、カチオン性、アニオン性または非イオン性界面活性剤も考慮しうることがわかった。

【0025】

他の添加剤、たとえば液化剤 (liquefier)、粘度調整剤、補強性繊維または粒子、促進剤、凝結遅延剤 (retarder)、着色剤などが存在してもよい。

【0026】

発泡組成物は、親容器 (parent container) または型から移動させるのに十分なグリーン強度 (green strength) をもたせるようにする。この組成物は液体を追い出すために乾燥することができる。水のばあい、乾燥は、オープンにおいて約 100 より低い温度で行なうか、または高周波乾燥装置を用いて行なうことができる。乾燥工程は変更することができる。たとえば、乾燥は、グリーン強度がえられる前に、減圧下に行なって発泡体を膨脹させることができる。発泡体の発泡の程度したがって孔寸法は選択された圧力により決まる。高められた温度で乾燥すると、発泡体が僅かに膨脹する傾向がある。不均一な収縮および乾燥によるヒビ割れを防止するために乾燥工程中の湿度を制御することが好ましいが、分散液中に重合性の材料が存在すると、この工程は不必要かも知れない。

10

【0027】

分散液は、乾燥工程においてある種の役割を果たす他の成分を含んでもよい。その例には、グリーン強度を向上させる樹脂のようなバインダー、たとえばポリ塩化ビニル、ガム、セルロース、および重合性の材料が含まれる。特定のクラスのそのような添加剤は、可溶性アクリレート類およびアクリルアミド類のような有機モノマーである。添加剤を、好ましくは、脱イオン水もしくは他のキャリアー液または混合物に添加してプレミックス溶液を形成し、発泡前に開始剤を分散液に添加し、発泡後に触媒を添加する。高められた温度は触媒の好適な代替手段となりえ、また、両方を一緒に用いることができる。乾燥後にえられる発泡体は比較的荒いものであり、形成すべき発泡体の形状が複雑であるばあい前記添加が特に好ましい。

20

【0028】

続いての工程は、意図する製品および使用する材料の性質による。適当な工程の例は造形 (shaping)、たとえば機械加工、焼成、孔への触媒および/または他の薬剤の含侵を含む。本発明により製造した多孔体はつぎのものを含みうる。触媒担体、フレームサポート (flame supports)、ガスフィルター、エアフレッシュナー (airfresheners)、セラミック外装 (ceramic armour)、ディーゼル粒子トラップ (diesel particulate trap)、絶縁材料、人体の人工部品、金属フィルター、再使用可能なフィルター、液体フィルター、可燃性および/または毒性材料の貯蔵および輸送、湿度センサー、クロマトグラフィー、熱い燃焼ガスの濾過のためのフィルターキャンドル (filter candle)、ダイアフラム、メンブレン、耐火分割手段 (refractory separators)、相分割手段 (phase dividers)、および高温燃料電池の電解質。

30

【0029】

最終製品の特性は、方法を実施する条件により変わる。分散液中の固形分含量が少ないと、粘度は低下するが、分散安定性は影響をうけることがあり、粘度の低い分散液からは密度の低い、すなわち所定の固形分含量に対して孔含有率がより高い製品がえられる。ガスの泡を導入する際の攪拌速度を上げることにより、形成される製品の孔含有量が高くなり、平均孔寸法が小さくなる。

40

【0030】

形成される最終製品が本質的に出発耐火材料のみからなり、残留二次材料 (residual secondary materials)、たとえば無機バインダーを除去する必要がなくなることが本発明の特徴の1つである。

【0031】

50

我々の評価によれば、形成された製品中の孔寸法を非常に均一に制御することができる。孔は独立起泡であっても、および/または空孔率 (porosity) がオープンであってもよい。真空孔率 (true porosity) は約 20% ~ 約 95% の範囲でありうる。

【0032】

もう一つの観点から本発明は、液状キャリアー中に粒子を含んでなる分散液であって、約 5 mPa.s ~ 約 1000 mPa.s の臨界粘度を有することを特徴とする分散液を提供する。

【0033】

本発明は、粒状耐火材料と水からなる粘度の低い分散液に重合性モノマーを含ませ、発泡させ、乾燥し、つぎに焼成することを特徴とし、形成される製品が比較的荒いものである、多孔質耐火物の発泡方法を含む。重合は、好ましくは、反応性有機モノマーを架橋させることにより進行する。その例は、アンモニウムアクリレートまたはヒドロキシエチルメタクリレートのようなアクリレート類などを含む。好ましくは、水または他の液状キャリアーに溶解してプレミックス溶液を与え、そこに開始剤を添加して遊離基ビニル重合を起こさせるモノマーである。プロセスを促進するために熱および/または触媒を用いることができる。もう一つの態様において、分散液はガラクトースのような単糖類を含み、それは縮合により二量体、三量体または重合体にして同じ効果をもたせることができる。

【0034】

もう一つの観点から本発明は、結合した耐火粒子を含んでなる焼成多孔体からなる製品であって、多孔体が本質的に耐火粒子のみからなることを特徴とする製品を提供する。

【0035】

さらにもう一つの観点から本発明は、結合した耐火粒子の発泡体を含んでなるグリーン強度を有する製品であって、焼成したときに除去される重合したモノマーを含むことを特徴とする製品を提供する。

【0036】

【実施例】

本発明をよりよく理解しうるために、つぎの実施例 (ただし、実施例 I X 以外は本発明の参考例) を参照して本発明を例証して説明する。

【0037】

実施例 I 分散液またはスラリーの調製

表 I に特定した異なる粒状材料を、各々、水および界面活性剤 DECON 75 と特定の割合で混合し、5 分間または均質なスリップがえられるまで攪拌した (市販処方である DECON 75 は多塩基性分散剤および非イオン性界面活性剤を含むと考えられる)。つぎに、このスリップを、28 μm にセットされた KERRY 150W 24000 Hz 超音波装置に 2 分間かけて、本質的にコロイド状の懸濁液を形成した。

【0038】

実施例 II

2 μm より小さい平均粒径を有するアルミナ粉末 (Alcoa Grade A16 SG) を 80 重量% 含んでなるスラリーを、実施例 I と同様にして調製した。スリップを 10 ~ 16 μm の孔を有する直径 120 mm のブフナー漏斗に移し、チッ素を 0.4 バールの圧力でこの漏斗を約 2 分間通過させ泡立てた。つぎに、チッ素の供給を止め、発泡スリップを濾紙ボックス (filter paper box) に移し、室温で約 20 時間乾燥した。つぎに、サンプルを、1 / 分の昇温速度で 400 まで加熱し、その温度に 1 時間維持し、つぎに 5 / 分の昇温速度で 1450 まで加熱し、その温度に 1 時間維持することにより焼成した。つぎに、サンプルを室温まで冷却した。結果を表 I に示す。

【0039】

実施例 III

3 μm より小さい平均粒径を有するヒドロキシアパタイト (Jesse Shirley Grade G1A) を 61 重量% 含んでなるスラリーを、実施例 I と同様にして調製した。スリップを 10 ~ 16 μm の孔を有する直径 120 mm のブフナー漏斗に移し、チッ素を 0.4 バールの圧力でこの漏斗を約 2 分間通過させ泡立てた。つぎに、チッ素の供給を止め、発泡スリップ

を濾紙ボックスに移し、室温で約20時間乾燥した。つぎに、サンプルを、1 /分の昇温速度で400 まで加熱し、その温度に1時間維持し、つぎに5 の昇温速度で1300 まで加熱し、その温度に1時間維持することにより焼成した。つぎに、サンプルを室温まで冷却した。結果を表Iに示す。

【0040】

実施例IV

部分的に安定化されたイットリアジルコニア (Zirconia Sales Grade HSY-3) を75重量%含んでなるスラリーを、実施例Iと同様にして調製した。スリッパを10~16 μmの孔を有する直径120mmのプフナー漏斗に移し、チッ素を0.4バールの圧力でこの漏斗を約2分間通過させ泡立てた。つぎに、チッ素の供給を止め、泡スリッパを濾紙ボックスに移し、室温で約20時間乾燥した。つぎに、サンプルを、1 /分の昇温速度で400 まで加熱し、その温度に1時間維持し、つぎに5 の昇温速度で1500 まで加熱し、その温度に1時間維持することにより焼成した。つぎに、サンプルを室温まで冷却した。結果を表Iに示す。

【0041】

実施例V

2 μmより小さい平均粒径を有するアルミナ粉末 (Alcoa Grade A16 SG) を75重量%含んでなるスラリーを、実施例Iと同様にして調製した。つぎに、スリッパを400mlのビーカーに移し、1250回転/分で回転しているパドル型攪拌翼を用いて5分間攪拌し空気を捕捉した。つぎに、発泡スリッパを濾紙ボックスに移し、36 のオープン中に10時間置いた。つぎに、サンプルを、1 /分の昇温速度で400 まで加熱し、その温度に1時間維持し、つぎに5 の昇温速度で1450 まで加熱し、その温度に1時間維持することにより焼成した。つぎに、サンプルを室温まで冷却した。結果を表Iに示す。

【0042】

実施例VI

部分的に安定化されたイットリアジルコニア (Zirconia Sales Grade HSY-3) を71.4重量%含んでなるスラリーを、実施例Iと同様にして調製した。つぎに、スリッパを400mlのビーカーに移し、1250回転/分で回転しているパドル型攪拌翼を用いて5分間攪拌し空気を捕捉した。つぎに、発泡スリッパを濾紙ボックスに移し、室温で約20時間乾燥した。つぎに、サンプルを、1 /分の昇温速度で400 まで加熱し、その温度に1時間維持し、つぎに5 の昇温速度で1500 まで加熱し、その温度に1時間維持することにより焼成した。つぎに、サンプルを室温まで冷却した。結果を表Iに示す。

【0043】

実施例VII

2 μmより小さい平均粒径を有するアルミナ粉末 (Alcoa Grade A16 SG) を78重量%含んでなるスラリーを、実施例Iと同様にして調製した。つぎに、スリッパを400mlのビーカーに移し、1250回転/分で回転しているパドル型攪拌翼を用いて5分間攪拌し空気を捕捉した。つぎに、発泡スリッパを濾紙ボックスに移し、室温で約20時間乾燥した。つぎに、サンプルを、1 /分の昇温速度で400 まで加熱し、その温度に1時間維持し、つぎに5 の昇温速度で1450 まで加熱し、その温度に1時間維持することにより焼成した。つぎに、サンプルを室温まで冷却した。結果を表Iに示す。

【0044】

実施例VIII

50gのヒドロキシアパタイト、2.74mlのDECONE 75および50mlの脱イオン水からなるスリッパを形成した。スリッパを、24mmの振幅で2分間超音波攪拌した。アガロース1gを添加した。スリッパを90 に加熱し、つぎに、空気中で1200rpmで3分間攪拌した。発泡スリッパを濾紙ボックスに注ぎ、冷蔵庫で8 に冷却してアガロースを固化させた。固化発泡体をグリーン強度まで乾燥し、つぎに1350 で1時間焼成した。生成物の平均孔径は24 μmであった。

【0045】

10

20

30

40

50

実施例 IX

アルミナ、アンモニウムアクリレートモノマー、ミスエチレンビスアクリルアミド (methylenebisacrylamide) 架橋剤、アンモニウムポリカルボキシレート分散剤、ポリメタクリル酸のアンモニウム塩、テーパー (Teepol) 界面活性剤および水を混合して低粘度スリップを形成し、それを実施例 I の方法により超音波振動に付した。過硫酸アンモニウム開始剤を攪拌下に添加した。スリップをビーカーに移し、ケンウッドミキサー (Kenwood mixer) を用いて攪拌し (175 W の出力で速度を 3 に設定して約 5 分間行なった)、粘稠度の均一な発泡体をえた。トリエタノールアミン触媒を約 30 秒で攪拌下に添加した。発泡体が重合し始め、室温で 24 時間放置し、つぎにオープン内で 60 で乾燥した。つぎに、サンプルを、400 に 1 時間加熱し、つぎに 1450 に 2 時間加熱することにより焼成した。

10

【0046】

実施例 X

アクリルアミド、メチレンビスアクリルアミドおよび水からプレミックス溶液を調製した。アルミナおよび DECON 75 を添加し、滑らかなスリップがえられるまで全体を攪拌した。スリップを超音波振動に 2 分間付した。低粘度スリップをビーカーに移し、過硫酸アンモニウムを添加した。スリップをミキサーを用いて攪拌して泡を発生させた。テトラメチルエチレンジアミンを 1 分間で攪拌下に添加し、放置して混合物を均質化した。それをビーカーに移し、14 時間放置した。つぎにサンプルを取り出し、オープン内で 70 に加熱した。つぎにサンプルをゆっくりと 1450 になるまで加熱し、その温度で 1 時間放置した。サンプルの空孔率は 81% であった。

20

【0047】

【表 1】

表 I

実施例 番号	セラミック 材料	ガス捕捉 方法	材料含量 (重量%)	DECON (mg/ 材料 1g)	乾燥温度 (°C)	焼成温度 (°C)	臨界粘度 (mPas)	密度 (%)
II	Al ₂ O ₃	F	80.0	30.0	RT	1450	101.4	7.0
III	HA	F	61.0	50.0	RT	1300	64.4	13.0
IV	ZrO ₂	F	75.0	50.0	RT	1500	182.0	19.0
V	Al ₂ O ₃	S	75.0	50.0	36.0	1450	23.0	16.0
VI	ZrO ₂	S	71.4	50.0	RT	1500	27.1	16.0
VII	Al ₂ O ₃	S	78.0	70.0	RT	1450	45.0	39.0
VIII	HA	S	48.0	60.0	固化-8 乾燥-RT	1350	15.0	52.0
IX	Al ₂ O ₃	S	68.0	*	60	1450	180.0	7.0
X	Al ₂ O ₃	S	59.0	40.0	70	1450	103.0	19.0

F = ブフナー漏斗、S = 機械的攪拌機、HA = ヒドロキシアパタイト、RT = 室温、
* = 明細書参照

【0048】

【発明の効果】

耐火粒子からなる多孔質耐火物の製法であって、

- (a) 液状キャリアー中に粒子を含んでなる分散液を調整する工程、
- (b) 分散液中にガスを導入する工程、
- (c) 液状キャリアーを除去して泡に起因する孔を有する固形物を提供する工程、および
- (d) 固形物を焼成する工程

を含んでなり、分散液が低い臨界粘度を持ち、重合性モノマー材料を含み、重合性モノマー材料は固形物を形成するために重合され、最終製品を製造する焼成工程で取り除かれることで、実質的に出発耐火粒子から成り、真空孔率が20～95%である多孔質耐火物を製造することができる。

フロントページの続き

- (72)発明者 ビナー、ジョナサン グラハム ピール
イギリス国、エヌジー2 7ティーキュー ノッティンガム、ウエストブリッジフォード、クラ
ンベリー クローズ 41
- (72)発明者 スミス、ロバート テレンス
イギリス国、エス5 7ユービー シェフィールド、ヒアワード ロード 44
- (72)発明者 ライヘルト、ジュッタ
イギリス国、エルイー13 1エイチエス レセスターシャー、メルトン モウブレイ、ライル
クローズ 6

審査官 小川 武

- (56)参考文献 特開昭56-041868(JP,A)
特開昭63-166780(JP,A)
特開昭51-062866(JP,A)
特表昭61-501908(JP,A)
特開昭50-089420(JP,A)
特開昭63-270368(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C04B 38/00-38/10