

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4263045号
(P4263045)

(45) 発行日 平成21年5月13日(2009.5.13)

(24) 登録日 平成21年2月20日(2009.2.20)

(51) Int. Cl.		F I		
CO1G	49/00	(2006.01)	CO1G	49/00 Z
CO1F	7/02	(2006.01)	CO1F	7/02 G
HO1F	1/36	(2006.01)	HO1F	1/36

請求項の数 6 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2003-271815 (P2003-271815)
 (22) 出願日 平成15年7月8日(2003.7.8)
 (65) 公開番号 特開2005-29437 (P2005-29437A)
 (43) 公開日 平成17年2月3日(2005.2.3)
 審査請求日 平成17年11月24日(2005.11.24)

(73) 特許権者 000006895
 矢崎総業株式会社
 東京都港区三田1丁目4番28号
 (74) 代理人 100105647
 弁理士 小栗 昌平
 (74) 代理人 100105474
 弁理士 本多 弘徳
 (74) 代理人 100108589
 弁理士 市川 利光
 (72) 発明者 加藤 孝幸
 静岡県裾野市御宿1500番地 矢崎部品
 株式会社内
 審査官 後藤 政博

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フェライト内包セラミック中空粒子及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

フェライト粉末同士が焼結してなる内層と、セラミック粉末同士が焼結してなる外層との2層構造の外殻を有するフェライト内包セラミック中空粒子の製造方法であって、

a) 樹脂粉末と、樹脂粉末よりも小径のフェライト粉末とを圧接させながら混合し、フェライト粉末がその一部を埋込んだ状態で樹脂粉末の表面を被覆してなるフェライト粉末被覆粒子を形成する工程と、

b) フェライト粉末被覆粒子と、樹脂粉末よりも小径のセラミック粉末とを圧接させながら混合する工程と、

c) 得られた被覆粒子を焼成して、樹脂粉末を焼失させるとともに、フェライト粉末同士及びセラミック粉末同士を焼結させる工程と、

を含むことを特徴とするフェライト内包セラミック中空粒子の製造方法。

【請求項2】

工程 b) において、平均粒径が異なる2種以上のセラミック粉末を用い、フェライト粉末被覆粒子と圧接混合することを特徴とする請求項1記載のフェライト内包セラミック中空粒子の製造方法。

【請求項3】

工程 b) において、材質が異なる2種類以上のセラミック粉末を用い、フェライト粉末被覆粒子と圧接混合することを特徴とする請求項1または2記載のフェライト内包セラミック中空粒子の製造方法。

10

20

【請求項 4】

セラミック粉末がアルミナ粉末であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 の何れか 1 項に記載のフェライト内包セラミック中空粒子の製造方法。

【請求項 5】

アルミナ粉末と、他のセラミック粉末とを用いることを特徴とする請求項 3 記載のフェライト内包セラミック中空粒子の製造方法。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 の何れか 1 項に記載の製造方法により得られ、かつ、フェライト粉末同士が焼結してなる内層と、セラミック粉末同士が焼結してなる外層との 2 層構造の外殻を有することを特徴とするフェライト内包セラミック中空粒子。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、フェライト粉末同士が焼結してなる内層と、セラミック粉末同士が焼結してなる外層との 2 層構造の外殻を有するフェライト内包セラミック中空粒子及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

例えば電磁波遮蔽材料として、プラスチック等の軽量材料にフェライト粉末を分散させ、軽量化とともに成形容易性を図ることが行われている。また、更なる軽量化を目的として、フェライトの中空粒子を用いた電磁波遮蔽材料も知られている。

20

【0003】

従来、フェライト中空粒子を得るには、例えば、フェライト粉末を含有するスラリーに樹脂粉末を分散させてフェライト粉末含有スラリーで被覆した樹脂粉末とし、これを加熱処理して樹脂粉末を焼失させて粒子内部を中空化する方法（例えば、特許文献 1 参照）や、酸化鉄等のフェライトの構成成分となる金属または金属化合物（例えば金属酸化物、金属水酸化物等）を含有する溶液に樹脂粉末を分散させ、フェライト構成成分含有溶液で被覆した樹脂粉末とし、これを加熱処理して樹脂粉末を焼失させて粒子内部を中空化する方法（例えば、特許文献 2）等を行っている。

【特許文献 1】特開平 10 182264 号公報

30

【特許文献 2】特開平 7 - 237923 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかし、何れの方法でも、樹脂粉末の分散状態が悪いと樹脂同士が結着し、得られるフェライト中空粒子は球形ではなく歪な形状となり、粒径も一様とはなり難い。更には、樹脂粉末はフェライト粉末含有スラリーやフェライト構成成分含有溶液に分散後、取り出して乾燥されることから、フェライト粉末やフェライト構成成分の付着量にバラツキが生じたり、付着量が十分でないことが多く、焼成後のフェライトからなる殻の厚さが一様では無く、薄殻のものも数多く含まれる。そのため、これらのフェライト中空粒子を用いて電磁波遮蔽材料を製造した場合、歪な形状のものや薄殻のものに応力が集中して強度的に劣る可能性が高い。

40

【0005】

本発明は、上記実情に鑑みてなされたものであり、従来よりも殻厚が厚く、球形に近く、粒径も揃っており、高強度のフェライト中空粒子を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記の目的を達成するために、本発明は、下記のフェライト内包セラミック中空粒子及びその製造方法を提供する。

(1) フェライト粉末同士が焼結してなる内層と、セラミック粉末同士が焼結してなる外

50

層との2層構造の外殻を有するフェライト内包セラミック中空粒子の製造方法であって、
a) 樹脂粉末と、樹脂粉末よりも小径のフェライト粉末とを圧接させながら混合し、フェ
ライト粉末がその一部を埋込んだ状態で樹脂粉末の表面を被覆してなるフェライト粉末被
覆粒子を形成する工程と、

b) フェライト粉末被覆粒子と、樹脂粉末よりも小径のセラミック粉末とを圧接させなが
ら混合する工程と、

c) 得られた被覆粒子を焼成して、樹脂粉末を焼失させるとともに、フェライト粉末同士
及びセラミック粉末同士を焼結させる工程と、
を含むことを特徴とするフェライト内包セラミック中空粒子の製造方法。

(2) 工程b)において、平均粒径が異なる2種以上のセラミック粉末を用い、フェライ
ト粉末被覆粒子と圧接混合することを特徴とする上記(1)記載のフェライト内包セラミ
ック中空粒子の製造方法。

(3) 工程b)において、材質が異なる2種類以上のセラミック粉末を用い、フェライト
粉末被覆粒子と圧接混合することを特徴とする上記(1)または(2)記載のフェライト
内包セラミック中空粒子の製造方法。

(4) セラミック粉末がアルミナ粉末であることを特徴とする上記(1)~(3)の何れ
か1項に記載のフェライト内包セラミック中空粒子の製造方法。

(5) アルミナ粉末と、他のセラミック粉末とを用いることを特徴とする上記(3)記載
のフェライト内包セラミック中空粒子の製造方法。

(6) 上記(1)~(5)の何れか1項に記載の製造方法により得られ、かつ、フェライ
ト粉末同士が焼結してなる内層と、セラミック粉末同士が焼結してなる外層との2層構造
の外殻を有することを特徴とするフェライト内包セラミック中空粒子。

【発明の効果】

【0008】

本発明によれば、殻厚も厚く、球形に近く、欠落部も無く、また粒径も揃ったフェライ
ト中空粒子が得られる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

以下に、添付図面を参照しつつ本発明の好ましい実施形態を説明する。

【0010】

図1は本発明のフェライト内包セラミック中空粒子の製造工程を模式的に示す図であり
、図2は出発原料として用いるフェライト粉末被覆粒子を模式的に示す拡大図であり、図
3はフェライト粉末被覆粒子を得るために好適な製造装置の構成を示す概略図である。

【0011】

本発明では、先ず、図1(b)及び図2に示すように、樹脂粉末10を、樹脂粉末10
よりも小径のフェライト粉末11がその一部を埋込んだ状態で被覆した粒子を作製する。

【0012】

このフェライト粉末被覆粒子を作製するには、例えば図3に示す構成の製造装置1を用
いて行う。図示される製造装置1は、回転自在でドラム状を呈するチャンバ2の中心軸に
、インナー3とスクレーパー4とを所定距離おいて配置して概略構成されている。インナ
ー3は、樹脂粉末10とフェライト粉末11とからなる混合粉体5の取り入れ及び送り出
しを円滑に行えるように、チャンバ2の内壁と対向する側の面が断面略半円状を呈して
おり、またチャンバ2の内壁との間で僅かな隙間を形成している。このような構成の製
造装置1として、例えばメカノフュージョンシステム(ホソカワミクロン(株)製「AM-1
5F」が知られている。

【0013】

フェライト粉末被覆粒子の作製に際して、先ず、チャンバ2に樹脂粉末10とフェライ
ト粉末11との混合粉体5を投入し、チャンバ2を高速で矢印方向に回転させる。この
回転に伴い、遠心力により混合粉体5はチャンバ2の内壁に押し付けられる。次いで、
混合粉体5がインナー3とチャンバ2の内壁との隙間を通過する際に、剪断力により樹脂粉末

10

20

30

40

50

10とフェライト粉末11とが相互に押し付け合い、フェライト粉末11の一部が樹脂粉末10の表面に埋め込まれる。そして、インナー3を通過した混合粉末5はスクレーパー4により掻き取られ、同様のプロセスが繰り返し行われ、最終的に、図2に示したように、樹脂粉末10の全表面を覆うようにフェライト粉末11の一部が埋め込まれる。このときのフェライト粉末11の樹脂粉末10への埋込量としては、焼成の際の剥離防止をより確実にを行うために、粉末体積の50～80%程度が好ましく、処理時間やチャンバ2の内壁とインナー3との隙間を適宜調整する。

【0014】

また、フェライト粉末11として、粒径の異なる粉末を使用してもよい。例えば、大小2種類のフェライト粉末を用いると、フェライト粉末被覆粒子において、大径のフェライト粉末同士で形成される隙間に小径のフェライト粉末が入り込んだ状態が得られ、より緻密で強固なフェライト中空粒子が得られる。

【0015】

尚、上記のような圧接混合に際して、チャンバ2を加熱してもよい。加熱により樹脂粉末10が軟化し、フェライト粉末11が埋込みやすくなる。但し、インナー3による押圧作用により若干発熱するため、特に時間の短縮等の必要がない場合には常温で行うことができる。

【0016】

次いで、このフェライト粉末被覆粒子と、セラミック粉末とを同様に厚接混合し、図1(c)に示すようなフェライト粉末被覆粒子をセラミック粉末12で被覆したセラミック粉末被覆粒子を作製する。そして、このセラミック粉末被覆粒子を焼成して樹脂粉末10を焼失させるとともに、フェライト粉末11同士の焼結とセラミック粉末12同士の焼結とを同時に行うことにより、図1(d)に示すような、フェライト粉末11からなる内層とセラミック粉末12からなる外層との2層構造のフェライト内包セラミック中空粒子30が得られる。従って、焼成条件として、フェライト粉末11及びセラミック粉末12が共に焼結することが必要である。

【0019】

また、樹脂粉末10の種類に制限はないが、安価で、より低温側で、しかも瞬時に分解するものが好ましく、例えばポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレン、ポリプロピレン等からなる粉末を好適に使用できる。特にポリメチルメタクリレートは、これらの中でも最も低温(約350)でほぼ完全にガス化して焼失することから好ましいといえる。樹脂粉末10の粒径にも制限がなく、目的とするフェライト中空粒子25の粒径に応じて適宜選択される。

【0022】

セラミック粉末12としては、空気中での焼結が可能であることから、酸化物系や窒化物系の粉末が好ましく、中でも安価で、容易に入手でき、汎用性も有し、また焼結性も比較的高いことから、アルミナ粉末やシリカ粉末等が好ましいといえるが、これらに限定されることはない。また、セラミック粉末12は、粒径の異なる粉末を使用してもよい。例えば、大小2種類のセラミック粉末を用いると、セラミック粉末被覆粒子において、大径のセラミック粉末同士で形成される隙間に小径のセラミック粉末が入り込んだ状態が得られ、より緻密で強固なセラミック粉末からなる層が得られる。更には、異なる材質のセラミック粉末12を組み合わせることもできる。

【0023】

また、フェライト粉末11からなる内層と、セラミック粉末12からなる外層との殻厚の比率は制限されるものではなく、目的に応じて適宜設定できる。

【実施例】

【0027】

以下に実施例及び比較例を挙げて本発明を更に説明するが、本発明はこれにより何ら制限されるものではない。

(実施例1)

10

20

30

40

50

メカノフュージョンシステム（ホソカワミクロン（株）製「AM-15F」；図3参照）に、平均粒径20 μ mに分級されたポリメチルメタクリレート粉末を50重量%、平均粒径0.2 μ mに分級されたフェライト粉末を47.5重量%及び平均粒径0.01 μ mに分級されたフェライト粉末を2.5重量%の割合で混合して投入し、チャンバを2500rpmで30分間回転させて圧接混合し、フェライト粉末被覆被覆粒子を得た。尚、インナーとチャンバとの隙間を1mmとした。

【0028】

次いで、得られたフェライト粉末被覆粒子と、平均粒径0.2 μ mに分級されたアルミナ粉末とを用い同様に圧接混合してアルミナ粉末被覆粒子を得た。

【0029】

そして、得られたアルミナ粉末被覆粒子を700 に加熱した電気炉に入れ、5 /分の昇温速度でアルミナ粉末の焼結温度である1600 まで加熱し、同温度で3時間保持した後、10 /分の降温速度で室温まで冷却した。

【0030】

得られた粒子を走査型電子顕微鏡で観察したところ、個々の粒子は2層構造で、厚い殻で形成された中空粒子であり、球形に近く、欠落部も無く、また粒径も揃っていた。

【0031】

（比較例1）

平均粒径0.2 μ mに分級されたフェライト粉末を含有するスラリーに、平均粒径20 μ mに分級されたポリメチルメタクリレート粉末を分散させた。次いで、フェライト粉末含有スラリーからポリメチルメタクリレート粉末を取り出し、乾燥してフェライト粉末被覆されたポリメチルメタクリレート粉末を得た。そして、このフェライト粉末で被覆されたポリメチルメタクリレート粉末を用い、実施例1と同様に焼成した。

【0032】

得られた粒子を走査型電子顕微鏡で観察したところ、幾つかの粒子が結合したような数珠状の中空粒子が多数存在していた。また、殻厚も薄く、一部が欠落した中空粒子も存在していた。

【図面の簡単な説明】

【0033】

【図1】本発明のフェライト内包セラミック中空粒子の製造工程を模式的に示す図である。

【図2】フェライト粉末被覆粒子を模式的に示す拡大図である。

【図3】図2に示すフェライト粉末被覆粒子を製造するために好適な装置の一例を示す概略構成図である。

【符号の説明】

【0034】

- 1 製造装置
- 2 チャンバ
- 3 インナー
- 4 スクレーパー
- 10 樹脂粉末
- 11 フェライト粉末
- 25 フェライト中空粒子
- 30 フェライト中空粒子（フェライト内包セラミック中空粒子）

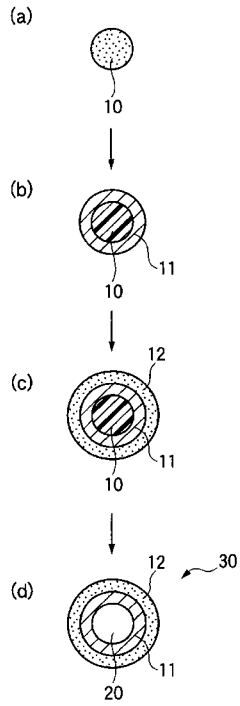
10

20

30

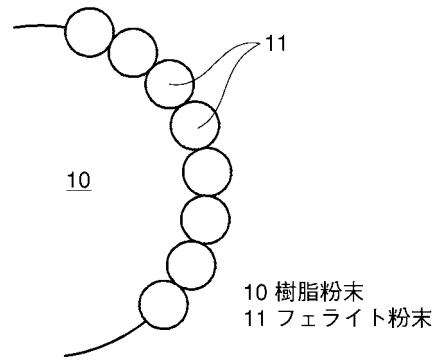
40

【図1】

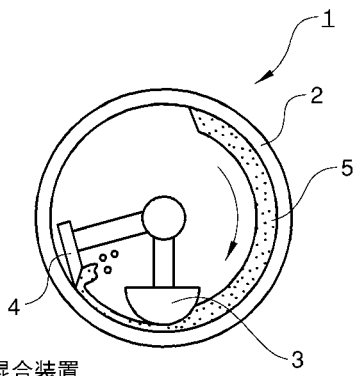


- 10 樹脂粉末
- 11 フェライト粉末
- 12 セラミック粉末
- 20 空孔
- 30 フェライト内包セラミック中空粒子

【図2】



【図3】



- 1 圧接混合装置
- 2 チャンバー
- 3 インナー
- 4 スクレーパー
- 5 混合粉末

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平05 - 163023 (JP, A)
特開平07 - 237923 (JP, A)
特開2003 - 160330 (JP, A)
特開2003 - 062444 (JP, A)
特開2001 - 342010 (JP, A)
特開2000 - 302446 (JP, A)
特開平02 - 137715 (JP, A)
特開2003 - 137554 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C01G 49/00 - 49/08