(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2005 年2 月17 日 (17.02.2005)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2005/014499 A1

(51) 国際特許分類[7]: C03C 8/24

(21) 国際出願番号: PCT/JP2004/011432

(22) 国際出願日: 2004 年8 月3 日 (03.08.2004)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2003-207183 2003 年8 月11 日 (11.08.2003) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 日本電気硝子株式会社 (NIPPON ELECTRIC GLASS CO., LTD.) [JP/JP]; 〒5208639 滋賀県大津市晴嵐２丁目７番１号 Shiga (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 伊藤 伸敏 (ITOU, Nobutoshi) [JP/JP]; 〒5208639 滋賀県大津市晴嵐２丁目７番１号 日本電気硝子株式会社内 Shiga (JP). 奥長 清行 (OKUNAGA, Kiyoyuki) [JP/JP]; 〒5208639 滋賀県大津市晴嵐２丁目７番１号 日本電気硝子株式会社内 Shiga (JP). 小嶋 哲也 (KOJIMA, Tetsuya) [JP/JP]; 〒5208639 滋賀県大津市晴嵐２丁目７番１号 日本電気硝子株式会社内 Shiga (JP).

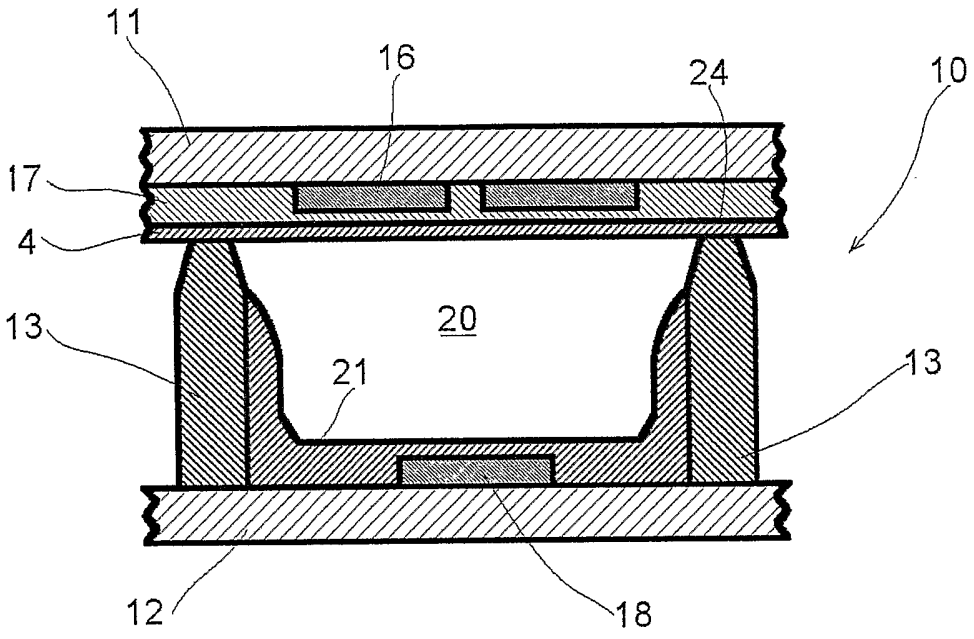
(74) 代理人: 江原 省吾, 外 (EHARA, Syogo et al.); 〒5500002 大阪府大阪市西区江戸堀１丁目１５番２６号 江原特許事務所 Osaka (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI,

[続葉有]

(54) Title: GLASS PASTE AND METHOD FOR PRODUCTION THEREOF

(54) 発明の名称: ガラスペースト及びその製造方法



(57) Abstract: A glass paste containing an inorganic oxide glass powder and an organic component, characterized in that said glass paste contains the foreign substance having an outer size of 10 μm or more in an amount of 30 pieces/100 g or less. The glass paste can be used for preventing the reliability of a gas-tight sealing from being lost due to the generation of a gas form a foreign substance during firing.

[続葉有]

WO 2005/014499 A1

NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

２文字コード及び他の略語については、定期発行される各*PCT*ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約: 本発明のガラスペーストは、無機酸化物ガラス粉末と有機成分とを含有するガラスペーストであって、該ガラスペースト中に存在する外形寸法が１０μｍ以上の有機質異物の個数が３０個／１００ｇ以下である。これにより、焼成時に異物から発生する気体によって気密封止の信頼性が損なわれるような封止形体となるのを防止することが可能となる。

明細書

ガラスペースト及びその製造方法

技術分野

本発明は、気密封止構造体を形成するガラスペースト及びその製造方法に関し、さらに詳しくはプラズマディスプレイパネル等の隔壁形成材料に適するガラスペースト及びその製造方法に関する。

背景技術

気密封止構造体を構成するために使用されるガラスペーストは、無機酸化物ガラス粉末と有機成分とを含有しており、種々の成型法を利用して複雑な構造体を成形、焼成することで、所望とする性能を実現できるため、光部品用途や電子部品用途さらに画像表示デバイス用途等で多数使用されている。その中でも特に精細かつ緻密な構造体を形成するために、ガラスペーストにより精細な配列構造を形成するものとして、例えばプラズマディスプレイパネル（以下ＰＤＰと略す）を構成する隔壁（バリアリブ、障壁）形成用途で利用されるガラスペーストがある。

ＰＤＰは自己発光型の画像表示装置であって、軽量薄型、高視野角等の優れた特性を有するフラットディスプレイであるが、図１にその代表的な構造を部分断面図で示した様に、前面ガラス基板１１と背面ガラス基板１２の２枚の基板間を多数のガス放電部に仕切るための隔壁１３が設けられている。また、ガラス基板１１上には対をなすＩＴＯ等よりなる透明電極１６が形成され、この透明電極１６間で電圧が印加されることによってプラズマ放電が発生する。そしてこの透明電極１６上には、基板ガラスを被覆するように誘電体層１７とＭｇＯ等よりなる保護膜４が形成されている。背面ガラス１２上には、アドレス電極１８が形成され、さらにそれを被覆するように蛍光体２１が塗布されている。透明電極１６間に電圧が印加されて、隔壁１３によって仕切られた放電空間２０内にプラズマが発生して、プラズマ放電によって紫外線が蛍光体２１に照射され、蛍光体２１が発光するというのが、このＰＤＰの基本的な動作原理である。

上記のＰＤＰパネルの隔壁を成形する方法としては、特許文献１に記載されているに、層状に形成したリブ層上に、所望のパターンを有するレジスト膜を形成し、その後にサンドブラスト加工で不要部を除去して隔壁を形成するサンドブラスト法、特許文献２に記載されているように、厚膜ペーストのスクリーン印刷と焼成を複数回繰り返すことによって隔壁を形成する印刷法、さらに感光性ペースト法やプレス法、転写法等がある。いずれの方法を採用するにしても、この隔壁１３の大きさは、幅５０～１２０μｍ程度であって、その高さは７０～３００μｍという微細な障壁構造物である。そして、何らかの理由でこの隔壁が気密性、装置内部のガス純度、構造強度等を維持、確保することができなくなると、プラズマ放電をおこなうことができなくなり、蛍光体は発光せず、ＰＤＰとしての機能が損なわれることとなる。

特許文献１：特開平１０－２８３９３８号公報

特許文献２：特開平０５－１０１７７６号公報

前述したように、ＰＤＰでガラスペーストが利用される場合、精細な構造を有する隔壁等に使用されるガラスペーストにおいては、そのガラスペースト中に構成成分として意図的に添加されたものではないもの、すなわち気泡、隔壁形成後の傷、サンドブラスト等の加工方法に起因する残渣等の欠陥が隔壁部に存在していると、ＰＤＰを組み立てた後に気密性の低下、装置内部のガス純度低下、構造強度の脆弱化等の問題が発生する危険性がある。また、残渣に起因して放電空間２０内の真空度が維持できなくなり、電極間に電圧を印加しても充分なプラズマ放電が得られず、結果としてＰＤＰパネルとしての機能を十分に発揮することができなくなる虞もある。

このため、使用する粉末ガラスの粒径を精密に調整し、粉末ガラスの偏析等を防止するために、ガラス粉末と有機溶媒の混合方法や分散方法として各種の装置による調整方法が試用された。また、前述した各種の隔壁形成方法は、さらに種々の改良が施されて、より寸法精度の高い隔壁が形成可能となる方法が採用されるようになってきている。また、真空度を損なうものとして、隔壁を構成する材料中の吸着ガスや水分等についても、減圧状態では充分な配慮が必要であって、隔壁構成材料の加熱処理や特定気体雰囲気中による熱処理等の発明も行われた。

しかし、上述のような各種の取り組みにもかかわらず、ＰＤＰを大規模に生産する設備により、ガラスペーストを使用して隔壁を形成する際、組み立て成形品についての品質検査において、充分な真空状態が実現できず、ＰＤＰに所望の性能を発揮できない場合が発生した。このような不具合は、高品質で高い歩留まりの製造状態を構築し、安定した製造によって需要に見合う生産を実現するためには、大きな障害となるものであった。

発明の開示

本発明者らは、かかる状況に鑑み、ＰＤＰ等の気密封止構造体に利用されるガラスペーストとして、これまで求められてきた諸特性に加え、高い封止強度特性と信頼性のある封止状態を併せ持つガラスペースト及びその製造方法の提供を課題とするものである。

本発明のガラスペーストは、無機酸化物ガラス粉末と有機成分とを含有するガラスペーストであって、該ガラスペースト中に存在する外形寸法が１０μｍ以上の有機質異物の個数が３０個／１００ｇ以下であることを特徴とする。

本発明のガラスペーストにおいて、より安定した構造体を形成するためには有機質異物の数量は、３０個／１００ｇ以下であるが、より好ましくは２０個／１００ｇ以下、１０個／１００ｇ以下と少ない方がよい。そしてさらに好ましくは５個／１００ｇ以下とすることである。

ここで、有機質異物とは、Ｃ（炭素）、Ｈ（水素）、Ｏ（酸素）を主元素として構成される有機化合物｛Ｃｌ（塩素）等のハロゲン元素やＳ（イオウ）、Ｎ（窒素）、Ｐ（燐）等、さらにマグネシウムや鉄等の微量金属を含有する場合もある｝を主成分とするものであり、上記の有機化合物がＣ原子の共有結合を特徴とし、かつ、意図してガラスペースト中に添加していないものを意味する。

上記の有機質異物は、通常、ガラスペーストの製造工程内で使用される装置、工具等を発生源とするものであって、製造途中の工程の各段階において使用治具等からやむなく混入するものである。この有機質異物は、どのような装置、工具等を使用するかによって、その種類や発生量は異なる。このような有機質異物の例を幾つか示すと以下のようなものがある。例えば、凝集物の破砕に利用される３本ロール

に搭載されているスキージと呼ばれる部品は、３本ロールで処理したガラスペーストをロールから引き剥がす役割を有するものであるが、ガラス粉末やフィラー粉末によって経時的に摩耗される。そして、この摩耗粉が有機質異物となる。また、ペーストを扱う際に使用するヘラや保管容器等の道具も有機質異物の発生原因となる場合がある。あるいは、ガラス粉末の製造工程において、粗砕ガラスを一時保管する容器等の内壁が経時的に摩耗することによって、有機質異物が発生する場合もある。

有機質異物の外形寸法は、平均粒径や、最大又は最小粒径のことではなく、個々の有機質異物粒子ついての長軸径を意味している。この長軸径とは、短軸径に直交する２本の平行線で粒子の投影像を挟んだときの間隔であって、短軸径は投影像を２本の平行線で挟み最小の間隔を示す時の間隔のことである。

また、本発明の無機酸化物ガラス粉末は、有機成分と混合してガラスペーストを構成するための無機酸化物ガラス粉末であって、該無機酸化物ガラス粉末中に存在する外形寸法が１０μｍ以上の有機質異物の個数が２０個／１００ｇ以下であることを特徴とする。

無機酸化物ガラス粉末中の外形寸法が１０μｍ以上の有機質異物の数は、ガラス粉末１００ｇ中で２０個以下とすることで、ガラスペーストとして調整した後に所望の流動性を得るのに好都合であって、焼成後の安定した強度を実現するために好適なものである。そして、さらに高い焼成強度を得るためには有機質異物の数は、１３個／１００ｇ以下とする方がよく、さらに好ましくは６個／１００ｇ以下とすることである。そして一層好ましくは、４個／１００ｇ以下とすることである。

また、本発明のガラスペーストの製造方法は、無機酸化物ガラス粉末と有機成分とを混合分散処理するガラスペーストの製造方法であって、有機質異物の個数が２０個／１００ｇ以下である無機酸化物ガラス粉末と前記有機成分とを混合分散処理することで、有機質異物の個数が３０個／１００ｇ以下のガラスペーストとすることを特徴とする。

図面の簡単な説明

図１は、プラズマディスプレイパネルの構造を表す部分断面図。

発明を実施するための最良の形態

本発明のガラスペーストは、無機酸化物ガラス粉末と有機成分とを含有するガラスペーストであって、該ガラスペースト中に存在する外形寸法が１０μｍ以上の有機質異物の個数が３０個／１００ｇ以下であることに加え、有機質異物が、無機酸化物ガラスの平均粒径の１０倍以上大きい外形寸法を有することが好ましい。

ここで、有機成分以外の有機質異物が、無機酸化物ガラスの平均粒径の１０倍以上大きい外形寸法を有するとは、有機質異物の外形寸法が無機酸化物ガラスによる粉末の平均粒径に対して１０倍以上であることを意味している。そして、有機質異物の外形寸法とは、上述のように、個々の有機質異物粒子の長軸径を意味している。

また、本発明のガラスペーストは、上記の構成に加え、有機質異物が、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリアミド、テトラフルオロエチレンの重合体、セルロース、及びレーヨンの中から選択される１以上の成分を含むものであることが好ましい。

好ましくは、ポリプロピレン（プロピレンC_3H_6の重合体　Ｐｏｌｙｐｒｏｐｙｌｅｎ　$(CH_3CH_2CH)_n$）、ポリエチレン（Ｐｏｌｙｅｔｈｙｌｅｎｅ　$(CH_2CH_2)_n$）、ポリアミド（Ｐｏｌｙａｍｉｄｅ）、テトラフルオロエチレンCF_2CF_2の重合体（Ｐｏｌｙｔｅｔｒａｆｌｕｏｒｏｅｔｈｙｌｅｎｅ　$(CF_2CF_2)_n$）、セルロース（Ｃｅｌｌｕｌｏｓｅ　$(C_6H_{10}O_5)_n$）、レーヨン（ｒａｙｏｎ）の中から選択される１種類以上の成分を質量百分率で１％以上含有する。

また、有機質異物は、上記の成分に加え、アセテート、アクリル、アズロン、ポリエステル、ポリスチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリビニルアルコール、ポリビニルクロリド、ポリビニリデンクロリド、マニラアサ、アマ、ジュート、サイザル、羊毛、綿、絹、モヘア、カラムシ、リネン、ビキューナ、カボック、インドアサ、ポリ（１－ブテン）、ポリ（３－メチル－１ブテン）、ポリ（１－ペンテン）、天然ゴム、ポリイソプレン、ポリブタジエン、ジエンスチレンコポリマー、エチレンプロピレンコポリマー、ポリウレタンを質量百分率で２％以上含有するものであってもよい。

また、本発明のガラスペーストは、上記の構成に加え、有機質異物の外形寸法が、２．０ｍｍ以下であることが好ましい。

ここで、有機質異物の外形寸法は、上述のように、個々の有機質異物粒子の長軸径である。１０μｍ未満の外形寸法を有する有機質異物は、検出が困難となる場合が多く、除去できない場合が多いが、２．０ｍｍ（２０００μｍ）以上の外形寸法を有する有機質異物は、通常の分級操作等によって充分除去が可能である。

また、本発明のガラスペーストは、上記の構成に加え、有機質異物が、繊維状、薄片状、又は塊状の形態であることが好ましい。

ここで、有機質異物は、必ずしも、繊維状、薄片状、塊状のうちいずれか１の形態のみを択一的に呈している必要はなく、上記の３つの形態のうち、２つ以上又は全ての形態が複合されたような状態となっていても良い。上記の３つの形態のうち、特に精細な配列構造等を形成する場合に問題となるのは、繊維状、薄片状の形態を有する有機質異物であるが、塊状である場合にも、高温に加熱されて発泡の原因となる場合がある。

また、本発明のガラスペーストは、上記の構成に加え、無機酸化物ガラス粉末が４０～８５質量%、有機成分が１５～６０質量%であることが好ましい。

無機酸化物ガラス粉末と有機成分の含有比率は、ガラスペーストの粘性、流動特性や成形性等の性質に大きく影響するものであって、気密封止構造体を所望の成形方法で製造するために重要である。無機酸化物ガラス粉末の比率が４０質量%未満になると、気密封止構造体を焼成する際に緻密化した構造を形成しがたく、無機酸化物ガラス粉末の含有比が８５質量%を越えると、ガラスペーストの成形性を他の条件等によって調節しにくくなる。したがって、無機酸化物ガラス粉末の配合比率は４０質量%から８５質量%までの範囲であることが好ましい。例えば、ＰＤＰ等の微細な配列構造を形成する用途でガラスペーストが使用される場合には、この条件はさらに厳しくなり、無機酸化物ガラス粉末の配合比率は４５質量%から７０質量%の範囲とする方がよい。

また、有機成分の含有比率については、６０質量%より多くなるとガラスペーストの粘性が小さくなりすぎ、また、成形後のガラスペーストの生地から焼成等する場合の脱気処理にも時間を要するため、６０質量%以下とする方がよい。一方、有機成分の含有比率が１５質量%より少なくなると、ガラスペーストの流動性が小さくなりすぎるため、ガラスペーストの成形性が阻害され、微細な形状を有する構造

体などを形成することが困難となる。そして、２０μｍ以下の平均粒径を有するガラス粉末を採用する場合には、このような傾向がより顕著になるため、有機成分の含有比率は１８質量％から５０質量％が好ましく、さらに好ましくは２０質量％から４５質量％の範囲とする方がよい。

また、本発明のガラスペーストは、上記の構成に加え、軟化点が６２０℃以下であることが好ましい。

ここで、軟化点が６２０℃以下であることは、ガラスペーストの焼成によって、ガラス基板等の他の気密構造体を構成する部位に支障がでないようにするために必要となる条件であって、軟化点がこの温度より高くなると、ガラス基板の変形等に伴う機能低下といったような支障が生じる場合もある。また、６２０℃より高い軟化点を有する場合には、焼成時の泡切れ性が劣化する場合がある。さらに好ましくは、軟化点が５７０℃以下である方がよい。なお、ここでの軟化点は、ガラス粉末について、製品粒径の粉末を用いて計測するものであって、マクロ型示差熱分析計（ＭａｃｒｏＤＴＡ）を使用して計測したものである。

また、本発明のガラスペーストは、上記の構成に加え、結晶化ガラス粉末及び／または無機結晶質粉末をフィラーとして含有することが好ましい。

上記の結晶化ガラス粉末はガラスセラミックスよりなる粉末であり、無機結晶質粉末はセラミックス等よりなる粉末である。

ここで、結晶化ガラスとは、ガラス相中に結晶相を加熱処理等により析出させたものであり、無機結晶粉末は、ガラス質を含有しない結晶相のみの粉末である。そして、いずれの粉末を含有する場合でも、フィラーに必要とされる機能を満足すれば支障はない。

また、本発明のガラスペーストは、上記の構成に加え、フィラー中にチタニア、アルミナ、ジルコニア、シリカ、マグネシア及びムライトの何れかを少なくとも１質量％以上含有することが好ましい。

すなわち、上記のフィラー中に、チタニアと称するTiO_2（酸化チタニウム）、アルミナと称するAl_2O_3（酸化アルミニウム）、ジルコニアと称するZrO_2（酸化ジルコニウム）、シリカと称するSiO_2（二酸化珪素）、マグネシアと称するＭｇＯ（酸化マグネシウム）、ムライトと称するAl_2O_3－SiO_2系化合物（３Ａ

$l_2O_3 \cdot 2SiO_2$と表記されることが多い）のうち何れかを少なくとも１質量%以上を含有させる。

フィラーは前述したような機能を実現するために添加するものであるが、気密構造体を構成するガラスペーストのフィラーとして特に好適なものは、チタニア、アルミナ、ジルコニア、シリカ、マグネシア、ムライトを含有させたものである。また、ガラスペーストによって精細な配列構造を形成する際には、ジルコニア、アルミナを含有させたフィラーを使用するのが好ましい。そして、本発明のガラスペーストでは、上記フィラーに加えて、ジルコン、ジルコン酸バリウム、コージエライト、チタン酸鉛、チタン酸バリウム、酸化亜鉛、酸化錫、炭化珪素、ウレマナイト等のフィラーを一種または２種以上添加してもよく、またその一部を必要に応じて無機顔料等に置換することも可能である。さらに、フィラー粒子の形状については、破砕物であっても、造粒などの処理によって所定形状に成形したものであってもよい。すなわち、球状体、多面体やフィラメント状体等の形体の粉末粒子を適宜選択することが可能である。尚、フィラーの調整方法としては、ボールミル等の各種粉砕、混合装置を必要に応じて併用することが可能である。

本発明のガラスペーストは、ディスプレイ表示素子の気密封着に使用するのに好適である。

例えば、代表的なディスプレイ表示素子であるブラウン管、すなわちＣＲＴのフェースとファンネルの気密封着に、本発明のガラスペーストを適用することができる。

とりわけ、本発明のガラスペーストは、プラズマディスプレイパネル（ＰＤＰ）、電子放出素子（ＦＥＤ）、蛍光表示管（ＶＦＤ）に好適である。

プラズマディスプレイの隔壁等のように、非常に微細なミクロンオーダーの構造体を形成する必要のある用途に適用されることによって、本発明のガラスペーストは顕著な効果を奏する。

また、本発明の無機酸化物ガラス粉末は、有機成分と混合してガラスペーストを構成するための無機酸化物ガラス粉末であって、該無機酸化物ガラス粉末中に存在する外形寸法が１０μｍ以上の有機質異物の個数が２０個／１００ｇ以下であることに加え、破砕物を含有するのが好ましい。

破砕物は、何らかの機械的な衝撃力によって複数の粒子に粉砕されたものであり、生成した表面は反応性に優れ、活性な状態を有し表面積が大きいため、高温状態に加熱することによって、周囲の他の破砕物と速やかに共融状態となり易いため、好ましいものである。

また、破砕物の含有は、成形顆粒や造粒顆粒、気相や液相から成形された粉末の添加を妨げるものではない。必要とされる性能を実現するために、これらの性状を有するものを所定量を添加することが可能である。

また、本発明のガラスペーストの製造方法は、無機酸化物ガラス粉末と有機成分とを混合分散処理するガラスペーストの製造方法であって、有機質異物の個数が２０個／１００ｇ以下である無機酸化物ガラス粉末と前記有機成分とを混合分散処理することで、有機質異物の個数が３０個／１００ｇ以下のガラスペーストとすることに加え、ガラス粉末の粉砕・保存時に、その保存容器内張に耐酸化性金属材料を使用することにより無機酸化物ガラス粉末を得ることが好ましい。

上記の耐酸化性金属材料は、室温で空気中において保管容器として使用できるものであるならば、特に限定されるものではない。例えば、ＳＵＳ３０４等のステンレス材料等によって構成され、気密性を確保できる容器であれば使用することができる。

ガラスペーストの混合分散処理は、例えば、ロールミル、ビーズミル、ボールミル等の一般的な混練装置で行うことができる。

ここでのロールミルは、３本ロールに代表される凝集粒子の解砕装置や、その応用装置であり、ビーズミルは、駆動されるビーズを媒体とする媒体撹拌ミルである。また、ボールミルは、セラミックス製のボール等を容器内で転動することによって凝集粒子を解砕する働きをする、いわゆる狭義のボールミルばかりでなく、振動ボールミルや媒体遊星ミル等をも含むものである。

また、本発明のガラスペーストを構成するガラス粉末のガラス組成は、特に限定されるものではないが、ＰｂＯを含有するガラスでなければ所望の特性を実現できない場合は、例えば$PbO-B_2O_3-SiO_2$系ガラス等を採用することができる。またそれ以外にも、$BaO-ZnO-B_2O_3$系、$ZnO-Bi_2O_3-B_2O_3$系等を採用することも可能である。$PbO-B_2O_3-SiO_2$系ガラスの例をあげれば、

質量百分率でＰｂＯ　５０～７５％、B_2O_3　０～２０％、SiO_2　１０～３０％、Al_2O_3　０～６％、　ＺｎＯ　１～１０％、ＣａＯ＋ＭｇＯ＋ＳｒＯ＋ＢａＯ　０～１０％　$SnO_2+TiO_2+ZrO_2$　０～６％の組成を有するものが好適に使用できる。また、ＢａＯ－ＺｎＯ－B_2O_3系ガラスの例をあげれば、モル百分率で、ＢａＯ　５～４０％、ＺｎＯ　２０～５５％、B_2O_3　１５～５０％、SiO_2　０～２％の組成を有するものが好適に使用できる。さらに、ＺｎＯ－Bi_2O_3－B_2O_3系ガラスであれば、質量百分率でＺｎＯ　２５～４５％、Bi_2O_3　１５～３５％、B_2O_3　１０～３０％　SiO_2　０．５～８％　ＣａＯ＋ＳｒＯ＋ＢａＯ　８～２４％の組成を有するものが好適に使用できる。

また、上記のような組成系のガラスに、適宜必要性に応じた範囲内で、着色成分としてＣｕ、Ｆｅ、Ｎｉ、Ｍｎ、Ｃｏ、Ｃｒ、Ａｇ、Ａｕ、Ｔｅ等を添加することが可能である。これらの添加成分は、酸化物、炭酸塩、金属、硝酸塩、硫酸塩等としてガラス中に添加溶融して所定の機能を満足させることが可能であって、具体的な添加量としては、これらの添加物を酸化物として表して０．５質量%以下の含有量とすることで目的を達成することができる。

また、本発明のガラスペーストは、上記の有機成分として、熱可塑性樹脂、可塑剤、溶剤等を必要に応じて添加することができる。熱可塑性樹脂は、ペーストの乾燥後の強度を高め、また柔軟性を付与する成分であり、その含有量の範囲は、質量百分率で０．１～２０％であることが好ましい。熱可塑性樹脂としては、ポリビニルブチラール、ポリブチルメタアクリレート、ポリメチルメタアクリレート、ポリエチルメタアクリレート、エチルセルロース等を単独、あるいは所定配合比で混合して使用することが可能である。また、可塑剤は、乾燥速度を調整するとともに柔軟性も付与できる成分であり、その含有量は質量百分率で０～１０％であることが好ましい。可塑剤としては、ジオクチルフタレート、ジイソオクチルフタレート、ブチルベンジルフタレート、ジブチルフタレート、ジカプリルフタレート等が使用可能であって、単独、あるいは所定配合比で混合して使用することが可能である。さらに、溶剤は、材料をペースト化するために必要となる成分であってその含有量は、質量百分率で５～３０％であることが好ましい。溶剤としては、ジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート（別称ブチルカルビトールアセテート）、

ターピネオール（別称テルピネオール）、２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタジオールモノイソブチレート、ジブチルフタレート（別称フタル酸ジブチル）、ジオクチルフタレート（別称フタル酸ジオクチル）、ポリエチレングリコール等を単独、あるいは所定配合比で混合して使用することが可能である。

また、本発明のガラスペーストに感光性を付与する場合、感光性モノマー、感光性オリゴマー、感光性ポリマー等を少なくとも１種以上含有させ、さらに必要に応じて光重合開始剤、紫外線吸収剤、増感剤、増感助剤、重合禁止剤等を適宜添加して所定の機能を付与することもできる。

上記の諸材料、諸成分を用いてペーストを作成するには、それぞれの材料すなわちガラス粉末、フィラー粉末、樹脂、可塑剤、溶剤等を用意して、次いでそれぞれを配合比に見合う適量分だけ秤量して混合調整すればよい。この時、混合の手順や混合装置等は、必要に応じて選択することが可能であって、不用意に乾燥させたり、混合操作等が不十分であったりすることによって、ペースト内に凝集体が発生することないように管理することができるならば、特に限定されるものではない。

以上のように、本発明のガラスペーストは、無機酸化物ガラス粉末と有機成分とを含有するガラスペーストであって、該ガラスペースト中に存在する外形寸法が１０μｍ以上の有機質異物の個数が３０個／１００ｇ以下であるため、焼成時に異物から発生する気体によって気密封止の信頼性が損なわれるような封止形体となるのを防止することが可能であり、ガラスペーストを使用する気密構造体の良品率の向上に寄与する。

有機質異物が、無機酸化物ガラスの平均粒径の１０倍以上大きい外形寸法を有し、または、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリアミド、テフロン、セルロース、レーヨンを含み、または、２．０ｍｍ以下の外形寸法を有し、または、繊維状、薄片状、塊状のいずれかの形態を有することにより、ガラスペースト中の有機質異物を有機成分や無機酸化物ガラスと容易に識別することができ、品質検査等においても容易に有機質異物を特定することができる。そのため、異物発生品を早期に発見して除去することが可能あり、工程内の不良品駆除を速やかに行うことができる。

有機無機酸化物ガラス粉末が４０～８５質量％、有機成分が６０～１５質量％であることにより、気密構造体を製造する際に必要となる最適な流動特性を満足する

粉液比率を採用することによって、強固かつ高い気密性を有する構造体を容易に製造することが可能となる。

軟化点が６２０℃以下であることにより、焼成時に気密構造体を構成する板ガラス等の構造部材に対し大きな負荷を与えることがなく、また、加熱処理等を行う設備等の経時的な劣化を遅延させ、設備費用に関わる定期的なメンテナンス費用負担等を抑制することが可能となる。

結晶化ガラス粉末及び／または無機結晶質粉末をフィラーとして含有させることにより、ガラスペーストが使用される用途等に応じ、適切な性質を実現することのできるフィラーを採択することができ、それによって焼成後の気密構造体に所望の性能を付与することができる。

フィラー中にチタニア、アルミナ、ジルコニア、シリカ、マグネシア及びムライトの何れかを少なくとも１質量%以上含有させることにより、気密構造体に求められる所要強度、耐薬品性、形状維持性等の特性をガラスペーストに付与することができる。

本発明のガラスペーストは、ディスプレイ表示素子の気密封着に使用されることにより、気密性ばかりでなく封着後の封止部の形状を一定の形状にすることに大きく寄与し、これによってもたらされる強度、化学的耐久性、絶縁性等の性質向上に寄与する。したがって、気密封止体の寸法の大小に影響されない高い封着後特性を実現でき、今後の気密封止体の大型化にも容易に対応することが可能となる。例えば、ＰＤＰ等の表示デバイスに使用される場合、その表示面積の増大にも適応することができる。

とくに、本発明のガラスペーストは、プラズマディスプレイパネル、電子放出素子、及び蛍光表示管に適用されることにより、安定した封着構造を長期的に維持し、封着構造体に要求される性能を長時間に亘り発揮させることができる。

本発明の無機酸化物ガラス粉末は、有機成分と混合してガラスペーストを構成するための無機酸化物ガラス粉末であって、該無機酸化物ガラス粉末中に存在する外形寸法が１０μｍ以上の有機質異物の個数が２０個／１００ｇ以下であるので、微細構造物を構成するために用いられるガラスペーストとして使用されると、ガラスペーストを焼成することで得られる焼成物に生じる欠陥を減らすことができ、また

焼成物の構造強度を安定させることができる。

無機ガラス粉末は、破砕物を含有するため、破砕方法や破砕装置を変更することによって所望の粒径、粒度分布を有する無機ガラス粉末を容易に調整することが可能であって、用途や性能に応じて最適な粒度の無機ガラス粉末を適宜選択して使用することによって、高い性能を実現する構造物を形成することを可能とする。

本発明のガラスペーストの製造方法は、無機酸化物ガラス粉末と有機成分とを混合分散処理するガラスペーストの製造方法であって、有機質異物の個数が３０個／１００ｇ以下である無機酸化物ガラス粉末と前記有機成分とを混合分散処理するものであるため、封着後に封着構造体の封着部に印加される外力によってもたらされる封着体内部の応力分布等が局所的に集中拡大されるようなことがなく、製品組み立て後の品質検査において重要視される強度特性を確実に確保することができる。

さらに、ガラス粉末の粉砕・保存時に、その保存容器内張に耐酸化性金属材料を使用することにより無機酸化物ガラス粉末を得る構成とすることにより、ガラス粉末によって容器内壁が摩耗することで発生する異物を有機質ではなく、金属材質とすることができ、封着操作等で有機質異物より発生するガスを抑止することが可能となる。すなわち、有機質異物の発生源を排除することによって、ガラスペーストの信頼性を向上させ、安定した製品を製造することができる。

以下に本発明のガラスペーストとその製造方法について、実施例に基づいて説明する。

【実施例１】

実施例に係るガラスペーストは、次のような手順で作製される。まず、ガラス粉末は表１に示したＡ～Ｊの所定組成となるように各種無機原料を秤量して、所定量を小型ロッキングミキサーによって４時間混合し、原料混合バッチを作成する。この原料混合バッチを白金坩堝、あるいは石英坩堝中で１０００℃以上の温度に加熱することによって、原料相互の化学反応を促進させ、ガラス化反応を起こさせて５時間以上溶融し、撹拌等の均質化手段も併用することによって、均質な溶融状態とする。次いで、この坩堝の底部に配設された溶融ガラス流出口より溶融ガラスを流出させ、約１ｍｍのフィルム状ガラスにロール成形し、成形後まだ高温状態にある

フィルム状ガラスを、水を蓄えたＳＵＳ製の容器中に投入して、有機質異物の混入が防止された状態で熱衝撃を与えて粗粉砕を行う。付着した水分を除去するために、得られた粗粉砕ガラスを加熱炉中で１０時間の脱水乾燥処理を行って乾燥粗砕ガラスを得る。得られたガラスを、耐酸化性金属材料としてのステンレス鋼で形成された容器内に一時的に保管する。そして、この乾燥した粗砕ガラスをアルミナ製ボールミル中に投入して６時間の粉砕処理を行う。得られたガラス粉末について、その平均粒度（Ｄ５０）の計測を島津製作所製のＳＡＬＤ－２０００Ｊを使用して行い、ガラスの軟化点の測定をマクロ型示差熱分析計により行い、変曲点の該当する温度を軟化点とした。以上の一連の計測の結果を表１にまとめた。また得られたガラス粉末中の有機質異物の計測をこの段階で行ったところ、粉末１００ｇ当たり０個であり、充分高い清浄度を有する状態であった。

表１

試料No.	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
(質量%) PbO	65.0	–	–	65.6	64.0	67.9	–	67.9	–	55.2
B_2O_3	6.9	16.8	26.9	6.1	2.0	2.6	24.1	3.1	20.4	29.9
SiO_2	18.0	6.6	2.0	22.7	21.8	27.6	7.1	25.0	5.1	10.0
Al_2O_3	3.0	–	–	–	7.0	0.1	–	1.9	–	4.9
Bi_2O_3	–	–	26.0	–	–	–	–	–	21.1	–
CaO	6.1	–	13.1	5.6	5.2	–	–	–	12.3	–
MgO	–	–	–	–	–	–	–	–	1.5	–
BeO	–	33.7	32.0	–	–	–	26.5	–	12.4	–
ZnO	–	42.9	–	–	–	–	42.3	–	27.2	–
SnO_2	1.0	–	–	–	–	–	–	2.1	–	–
TiO_2	–	–	–	–	–	1.8	–	–	–	–
軟化点(℃)	560	592	565	574	642	581	615	550	604	540
平均粒度(μm)	1.0	3.5	3.4	1.9	2.8	1.2	2.4	3.0	1.8	2.1

また、フィラーについては、表２に示した配合比のものを使用した。なお、アルミナについては前述同様の方法で平均粒度を測定したところ、Ｄ５０＝２．１μｍ、同様にチタニアについては、Ｄ５０＝０．６μｍ、α－石英については、Ｄ５０＝２．０μｍ、ジルコニアについては、Ｄ５０＝１．７μｍ、マグネシアについては、Ｄ５０＝２．２μｍであった。

表２

試料No.	a	b	c	d	e	f
組成(質量%)						
アルミナ	−	60.0	80.0	100.0	50.0	40.0
チタニア	−	10.0	10.0	−	50.0	20.0
α－石英	50.0	−	−	−	−	−
ジルコニア	10.0	30.0	10.0	−	−	30.0
マグネシア	40.0	−	−	−	−	10.0

次に、得られたガラス粉末を最終的なガラスペースト中の配合比として、表３にまとめて示したような比率で混合する作業を行った。具体的には、まず、ガラス粉末として７１～５１質量%、フィラーとしてアルミナ、チタニア、ジルコニア等を適宜配分したフィラー７～２１質量%相当をそれぞれ秤量して準備した。また、有機成分としては、溶剤としてブチルカルビトールアセテート、ターピネオールを適量、可塑剤としてジオクチルフタレート、ブチルベンジルフタレート、ジブチルフタレートを適量、さらに分散剤としてソルビタンセスキオレート、グリセロールモノオレートを適量調整して、併せてガラスペーストに対する配合比で２２～３０質量%添加し、ホモジナイザーにより均質混合し、そこに上記のガラス粉末、フィラーを添加した。そして、得られた無機粉末と有機成分の粗混合ペーストについて、ロール間隙を隙間ゲージを使用することによって予め微調整し、ＳＵＳ３０４製スキージを備えた３本ロールミルを使用して混練操作を行い、ガラスペーストを得た。また、以上の一連の製造工程については、有機物の介在を極力避けた工具や装置、保管容器等を特別に採用することによって、製造中に有機質異物の混入する可能性を排除することができるような環境下での製造を実現した。

表３

	実施例									
試料No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
ガラス粉末の種類	H	A	B	C	D	E	F	G	I	J
含有量(質量%)	61	58	65	62	59	69	63	71	55	51
フィラー粉末の種類	a	b	c	c	d	d	e	e	f	f
含有量(質量%)	16	13	10	15	15	8	13	7	21	19
有機成分配合量(質量%)	23	29	25	23	26	23	24	22	24	30
有機質異物数(個／100gペースト)	1	ND	1	ND	ND	1	ND	2	1	ND

得られたガラスペーストを使用して、封止状態での有機質異物の数を計測する評

価を行うため、スクリーン印刷装置を使用して、２００ｍｍ×２００ｍｍ×１ｍｍの寸法を有する無アルカリ板ガラスの表面にスクリーン印刷によって１００μｍの厚みを有する積層構造体を形成した。そして、この構造物をサンドブラスト処理に掛けた後、形成された隔壁（リブ）構造物の表面を走査型電子顕微鏡によって２００倍の倍率にて調査し、ガラスペースト１００ｇ当たりの有機質異物数を測定した。その結果、本発明のガラスペーストは表３に示す様に、いずれも有機質異物の数がまったく検出されないか、あるいは検出されたとしても１～２個／１００ｇと少なく高い清浄性を有する状態にあることが確認できた。また、これらの有機質異物の長軸径を計測したところ、その寸法は３１～６８μｍであった。表中ＮＤと表記したのは、検出されないことを意味している。また、（リブ）構造物の表面におけるカケ不良等の構造強度に関する評価を行ったところ、カケやクラック等の強度低下によって発生する欠陥についても認められず、高い強度を有する状態であることを確認することができた。

【比較例１】

製造工程において有機質異物に対する特別の対策を何ら行わずに、実施例１と同様の手順によって、実施例１と同様のガラスペーストを作製した。すなわち、ガラス粉末を保管する容器や工具等の対策を行わず、また、ロールミル等で使用する道具やスキージ等、有機質異物の発生源となるものを使用した状態で作製した。そしてこのガラスペーストを使用して同様の評価を行ったところ、表４に示す様な結果が得られた。すなわち、比較例１のガラスペーストは、有機質異物の数が３１～１１０個／１００ｇであり、実使用に供することが困難な品位であることが判明した。

表４

	比較例									
試料No.	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
ガラス粉末の種類	H	A	B	C	D	E	F	G	I	J
含有量(質量%)	61	58	65	62	59	69	63	71	55	51
フィラー粉末の種類	a	b	c	c	d	d	e	e	f	f
含有量(質量%)	16	13	10	15	15	8	13	7	21	19
有機成分配合量(質量%)	23	29	25	23	26	23	24	22	24	30
有機質異物数(個／100gペースト)	35	65	38	31	54	53	33	110	101	78

【実施例２】

次いで、実施例のガラスペーストを使用して封止構造体を形成した後のリーク性について、以下の手順で評価を行った。

まず、実施例１と同様の手順で、ガラス粉末、フィラー、有機成分を準備し、秤量、調合を行って、実施例１の試料Ｎｏ．１～１０のガラスペーストを作製した。次いで、これらガラスペーストを予め準備したＰＤＰ用の板ガラス（寸法１０×１０×０．７ｍｍ）にスクリーン印刷を使用して、板ガラスの透光面の一面側上に端縁に沿って幅１００μｍ、高さ１００μｍの寸法を有する隔壁類似の印刷断面となるように、口の字形状の外観を呈する構造物を形成するため複数回に亘る積層印刷を行った。その後、この印刷を行った試料面を上方へ向けた状態で仮焼成をし、同寸法を有する別のＰＤＰ用板ガラスを、印刷によって形成したガラスペーストによる構造体を挟むように乗せて、ＰＤＰの製造工程で行われると同様の加熱焼成を行った。こうして得られた試験用焼成構造体を４００検体（試料Ｎｏ．１～１０の各ペーストについて４０検体ずつ作製した。）を使用して、グロスリーク試験、ファインリーク試験を行った。その結果、実施例のガラスペーストを使用した場合には、グロスリーク試験、ファインリーク試験のいずれについてもリークは認められず、問題の発生しない品位であることが判明した。

【比較例２】

一方、比較例として試料Ｎｏ．１１～２０のガラスペーストを使用して実施例２と同様の作成手順によって試験用焼成構造体を４００検体作製した。この試験用焼成構造体を使用して、実施例２と同様にグロスリーク試験、ファインリーク試験を行った。その結果、グロスリーク試験において、４００検体の内６検体にリークが認められた。また。グロスリークの後に行ったファインリーク試験では、４００検体中３検体にリークが認められることが判明した。リーク発生試料について、顕微鏡によって原因追跡調査を実施したところ、リーク発生９検体の内の８検体に有機質異物の痕跡と有機質異物の発泡による隔壁の変形が確認された。また、残りの１検体は、有機質異物によるものではなく、印刷後の焼成中に取り扱いミスによって生じた割れによるものであることが確認できた。そして、このような実施例２と比較例２の評価を行うことによって、実施例のガラスペースト（試料Ｎｏ．１～１０）

によって作成された気密構造体は、各種のリーク試験に充分に耐え得る品位を有することが判明した。

請求の範囲

１．　無機酸化物ガラス粉末と有機成分とを含有するガラスペーストであって、該ガラスペースト中に存在する外形寸法が１０μｍ以上の有機質異物の個数が３０個／１００ｇ以下であることを特徴とするガラスペースト。

２．　有機質異物が、無機酸化物ガラスの平均粒径の１０倍以上大きい外形寸法を有することを特徴とする請求の範囲１に記載のガラスペースト。

３．　有機質異物が、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリアミド、テトラフルオロエチレンの重合体、セルロース、及びレーヨンの中から選択される１以上の成分を含むものであることを特徴とする請求の範囲１に記載のガラスペースト。

４．　有機質異物の外形寸法が、２．０ｍｍ以下であることを特徴とする請求の範囲１に記載のガラスペースト。

５．　有機質異物が、繊維状、薄片状、又は塊状の形態であることを特徴とする請求の範囲１に記載のガラスペースト。

６．　無機酸化物ガラス粉末が４０～８５質量%、有機成分が１５～６０質量%であることを特徴とする請求の範囲１に記載のガラスペースト。

７．　軟化点が６２０℃以下であることを特徴とする請求の範囲６に記載のガラスペースト。

８．　結晶化ガラス粉末及び／または無機結晶質粉末をフィラーとして含有することを特徴とする請求の範囲６に記載のガラスペースト。

９．　フィラー中にチタニア、アルミナ、ジルコニア、シリカ、マグネシア及びムライトの中から選択される何れかの成分を少なくとも１質量%以上含有することを特徴とする請求の範囲８記載のガラスペースト。

１０．　ディスプレイ表示素子の気密封着に使用されるものであることを特徴とする請求の範囲１に記載のガラスペースト。

１１．　ディスプレイ表示素子が、プラズマディスプレイパネル、電子放出素子、及び蛍光表示管の何れかであることを特徴とする請求の範囲１０に記載のガラスペースト。

１２．　有機成分と混合してガラスペーストを構成するための無機酸化物ガラス

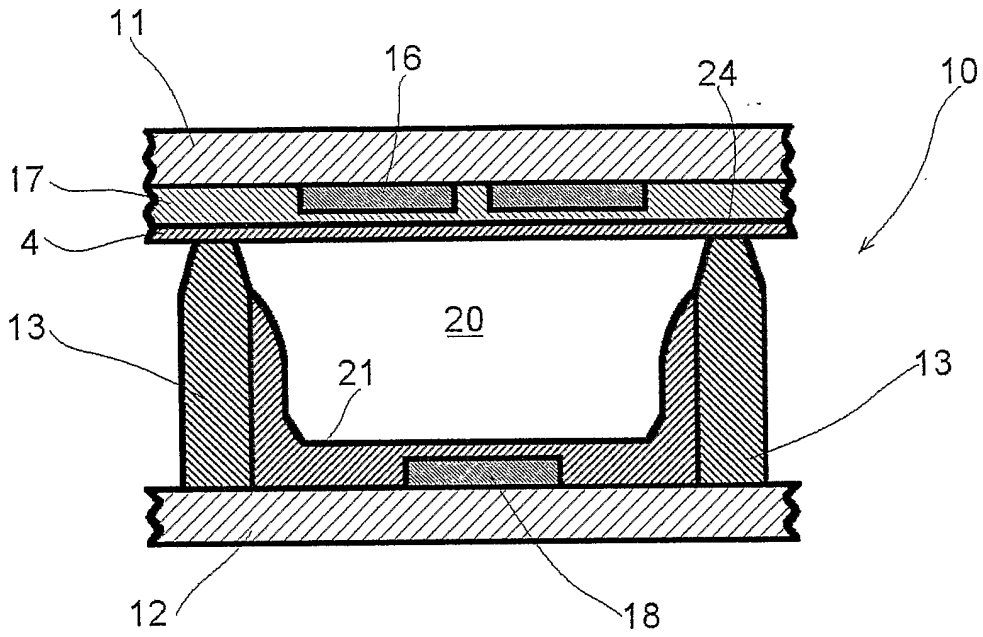
粉末であって、該無機酸化物ガラス粉末中に存在する外形寸法が１０μｍ以上の有機質異物の個数が２０個／１００ｇ以下であることを特徴とする無機酸化物ガラス粉末。

１３．　該無機ガラス粉末は、破砕物を含有することを特徴とする請求の範囲１２に記載の無機酸化物ガラス粉末。

１４．　無機酸化物ガラス粉末と有機成分とを混合分散処理するガラスペーストの製造方法であって、有機質異物の個数が２０個／１００ｇ以下である無機酸化物ガラス粉末と前記有機成分とを混合分散処理することで、有機質異物の個数が３０個／１００ｇ以下のガラスペーストとすることを特徴とするガラスペーストの製造方法。

１５．　ガラス粉末の粉砕・保存時に、その保存容器内張に耐酸化性金属材料を使用することにより無機酸化物ガラス粉末を得ることを特徴とする請求の範囲１４に記載のガラスペーストの製造方法。

FIG. 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2004/011432

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl[7] C03C8/24

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl[7] C03C1/00-14/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2002-362978 A (Asahi Glass Co., Ltd.), 18 December, 2002 (18.12.02), Par. Nos. [0002] to [0006], [0015], [0019] to [0025] (Family: none)	1-6,8-15 7
Y	JP 2002-326839 A (Nippon Electric Glass Co., Ltd.), 12 November, 2002 (12.11.02), Claims; Par. No. [0007] (Family: none)	7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
05 November, 2004 (05.11.04)	30 November, 2004 (30.11.04)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2004)

国際調査報告

国際出願番号　PCT／JP2004／011432

A.　発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl.[7] C03C8/24

B.　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl.[7] C03C1/00-14/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922－1996年
日本国公開実用新案公報	1971－2004年
日本国実用新案登録公報	1996－2004年
日本国登録実用新案公報	1994－2004年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C.　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求の範囲の番号
X	JP 2002－362978 A（旭硝子株式会社）2002.12.18，【0002】－【0006】，【0015】，【0019】－【0025】段落（ファミリーなし）	1－6，8－15
Y		7
Y	JP 2002－326839 A（日本電気硝子株式会社）2002.11.12，特許請求の範囲，【0007】段落（ファミリーなし）	7

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日　05.11.2004	国際調査報告の発送日　30.11.2004
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ISA／JP） 郵便番号100－8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官（権限のある職員）　4T　3234 村守　宏文 電話番号　03－3581－1101　内線　3416