

申請日期	90 年 4 月 20 日
案 號	90109575
類 別	

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書 新 型		
一、發明 名稱	中 文	
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	(4) 篠崎定雄
	國 籍	(4) 日本
		(4) 日本國埼玉縣入間郡大井町鶴岡五丁目三番一 號 日清製粉 (股) 生產技術研究所內
	住、居所	
三、申請人	姓 名 (名稱)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝
訂
線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期：

案號：

，☐有 ☐無主張優先權

日本

2000 年 4 月 20 日 2000-119542

☒有主張優先權

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

本發明係有關於玻璃微粒子內部封入氧化物、鹽等所成之微粒子之封入氧化物玻璃微粒子及其製造方法者。

先行技術中，母材粒子與氧化物、鹽等助劑或添加劑之微粒子相互混合粒子、或此等與粘合劑之混合物係用於切削工具、塑模、軸承等高硬度、高精度之機械材料、引擎活門等類之高溫耐磨損性被要求的材料、電容器、傳感器等機能性材料、各種電氣絕緣零件等電氣絕緣材料等領域者。

例如：製造燒結體時，使燒結母材粒子與燒結助劑之氧化物、鹽等微粒子、玻璃等微粒子進行混合後，更於必要時混合粘合劑類之後，取得混合物，取得之混合物呈所定形狀成型後取得成型體，以所定壓力、溫度進行所取得成型體之燒結。

其中，燒結助劑儘量使微細切削物為少量，以均勻分散者宜而愈微細者愈容易凝膠，以少量均勻分散後與燒結母材粒子將不易均勻混合之。

因此，以金鋼石粒子、陶瓷粒子等無機材料粒子、金屬粒子等之燒結材料粒子做為蕊粒子，預先將燒結助劑之各種金屬材料、陶瓷、氧化物、碳化物、氮化物等無機材料以相同或均勻的被覆於此蕊粒子後製造被覆粒子。

此被覆粒子係藉由使用此被覆粒子後，於燒結體，溶射零件等中提昇相互異種陶瓷、相互異種金屬之粘合強度、密緻性者。

例如：被揭示於本發明者申請相關之特開平

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(2)

3 - 7 5 3 0 2 號公報、特開平 7 - 5 3 2 6 8 號公報 ~ 同 7 - 5 4 0 0 8 號公報之平均粒徑 $0.1 \mu m \sim 100 \mu m$ 之無機材料或金屬材料粒子以平均粒徑 $0.005 \mu m \sim 0.5 \mu m$ 之同種或異種之無機材料或金屬材料的超微粒子進行被覆之被覆粒子及其製造方法者。其中所開示之被覆粒子的製造方法係藉由熱電漿體法等氣相法生成此超微粒子後，於所生成超微粒子之流動中導入被覆之蕊粒子，或於此超微粒子所生成之空間導入所被覆之蕊粒子後，流動狀態下使兩者接觸後，使超微粒子被覆於蕊粒子表面者。

此等公報所揭示之被覆粒子係用於燒結體之製造時有用，而同時被覆複數種之燒結助劑微粒子取得被覆粒子則有困難。

因此，被期待一種無須被覆粒子，使燒結母材粒子以少量、任意量或必要時與複數種燒結助劑微粒子可相同且均勻混合之方法者。

如上述，微粒子、特別是 $1 \mu m$ 以下之氧化物、鹽等微粒子做為燒結助劑等助劑或添加劑等被廣泛使用之。惟，助劑，添加劑其特質上，比母材粒徑小，藉由少量含於母材後，發揮性能者，因此，用於此用途之微粒子務必不凝聚於母材中，分散性良好、相同且均勻混合者。

因此，先行中例如欲於母材粉末混合複數種氧化物時，為保持高分散，儘可能使欲混合之氧化物粉末進行微細後，機械混合之。惟，氧化物粉末愈微細凝聚力愈強，即

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(3)

使大致上均勻混合母材粉末仔細看仍多數存在單一成份之凝聚粉，結果出現無法取得理想分散狀態之問題點。更且，此混合物中一旦凝聚之氧化物粉末凝聚體經解碎、粉碎後極不易分散之。

如此之助劑粉末微粒子易凝聚，且少量添加量時，由於量大，單與母材粉末粒子混合時局限於一處，因此，不易均勻分散、混合之。

因此，本發明極力開發於混合母材粉末粒子與少量助劑粉末微粒子時，不但不偏處於少量助劑粉末微粒子中，可均勻分散、混合之方法。

本發明第1課題係提供一種解決先行技問之問題點後，可輕易取得高分散化之氧化物微粒子，於母材中不使複數種少量氧化物微粒子單聚於一處，可均勻混合之封入氧化物玻璃微粒子。

又，本發明第2課題係提供一種可簡單製造此新穎的封入氧化物之微粒子的製造封入氧化物玻璃微粒子之方法者。

本發明者為解決上述課題，進行精密研討後結果發現，取得高分散化氧化物微粒子時，微細粉碎氧化物粉末原料後，其機械性混合母材粉末原料者不同於先行技術，一旦複數個氧化物微粒子作成封入相同助劑之玻璃微粒子呈分散狀態之封入氧化物微粒子後，將此於必要時藉由粉碎微細化後可簡單取得高分散化微粒子，即使與母材混合後，亦不會出現氧化物微粒子之凝聚、不均、可均勻分散者

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(4)

，做為此封入氧化物微粒子者，其封入氧化物微粒子自體分散性呈良好者，且，最適合用於具有易受損性質之玻璃者，進而完成本發明。

亦即，本發明第1形態之封入氧化物玻璃微粒子之特徵係於玻璃微粒子內部，封入2個以上由氧化物、複氧化物或氧酸之鹽或此等複氧化物或此等複鹽所成之2種以上被封入微粒子者。

其中，該微粒子之平均粒徑以 $0.05\mu\text{m} \sim 1\mu\text{m}$ 者宜，該被封入微粒子之平均粒徑為 $0.01\mu\text{m} \sim 0.3\mu\text{m}$ 者為該玻璃微粒子之平均粒徑之 $1/2$ 以下者宜。

又，構成該被封入微粒子之氧化物、複氧化物或氧酸之鹽或此等複氧化物或此等複鹽為至少2種選自氧化鈦、氧化鋯、氧化鈣、氧化矽、氧化鋁、氧化銀、氧化鐵、氧化鎂、氧化錳、氧化鉍、氧化銻、氧化釷、氧化鈹、氧化鉻、氧化鋇、氧化釩、鈦酸鋇、鈦酸鉛、鈦酸鋯酸鉛、鋁酸鋰、釩酸鉍、磷酸鈣、鋯酸鈣、氧化鈦鐵、氧化鈦鈷、錫酸鋇所成群中者宜。

又，本發明第2形態之製造封入氧化物玻璃微粒子方法之特徵係製造混合玻璃粉末原料與未玻璃化之氧化物、複氧化物或氧酸之鹽，或此等複氧化物、或由此等複鹽所成之氧化物粉末原料後，將取得之原料混合物供入熱電漿體後做成氣相狀態混合物後，此氣相狀態之該混合物進行急冷後，於玻璃微粒子內部封入2個以上由氧化物、複氧

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(5)

化物或氧酸之鹽、或此等複氧化物或複鹽所成2種以上被封入微粒子之封入氧化物玻璃微粒子者。

其中，該玻璃微粒子之平均粒徑為 $0.05\mu\text{m} \sim 1\mu\text{m}$ 者，該被封入微粒子之平均粒徑為 $0.01\mu\text{m} \sim 0.3\mu\text{m}$ ，為該玻璃微粒子平均粒徑之 $1/2$ 以下者宜。

又，構成該氧化物粉末原料之氧化物、複氧化物或氧酸之鹽或此等複氧化物或此等複鹽以至少2種選自由氧化鈦、氧化鋯、氧化鈣、氧化矽、氧化鋁、氧化銀、氧化鐵、氧化鎂、氧化錳、氧化釷、氧化鈾、氧化鈾、氧化鈾、鈦酸鋇、鈦酸鉛、鈦酸鋯酸鉛、鋁酸鋰、釷酸釷、磷酸鈣、鋯酸鈣、氧化鈦鐵、氧化鈦鈷、錫酸鋇、氧化鉻、氧化鋇、氧化釷所成群者宜。

又，該玻璃粉末原料之平均粒徑為 $0.5\mu\text{m} \sim 10\mu\text{m}$ ，該氧化物粉末原料之平均粒徑以 $0.1 \sim 5\mu\text{m}$ 者宜。

又，該熱電漿體之溫度以高於該玻璃粉末原料之沸點及該氧化物粉末原料之沸點者宜，該熱電漿體之氣分以大氣壓下之氣分者宜。

另外，該熱電漿體氣分以 $25\text{kPa} \sim 80\text{kPa}$ 者宜，急冷氣相狀態之該混合物氣分以不活性氣分、氧化性氣分、或還原性氣分者宜。

[圖面之簡單說明]

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(6)

圖 1 係代表本發明封入氧化物玻璃微粒子一例構成之模式截面圖者。

圖 2 係代表本發明封入氧化物玻璃微粒子的製造方法之一例裝置圖者。

圖 3 係代表實施圖 2 所示本發明封入氧化物玻璃微粒子製造方法之熱電漿體處理之封入氧化物玻璃微粒子製造裝置之一實施例的線圖截面圖者。

圖 4 係代表本發明實施例 1 所取得封入氧化物玻璃微粒子 1 例之截面 TEM 照片者。

〔主要元件對照表〕

1 0	封入氧化物玻璃微粒子
1 4	被封入微粒子
1 2	玻璃部份
5 0	粉末原料混合供給裝置
4 2 g	氣體供給源
4 2 f	供給粉末原料混合物之供給口
4 2 e	氣體噴出口
4 2 c	高周波振動用旋管
4 3	熱電漿體
4 2 d	冷卻用外套管
4 2 b	石英管
4 2 a	電漿室
4 2	電漿噴燈

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(7)

- 4 0 封入氧化物玻璃微粒子製造裝置
- 4 4 a 第 1 次冷卻之冷卻室
- 4 4 石英雙重管
- 4 4 c 冷卻用外套管
- 4 4 b 石英管
- 4 6 a 第 2 次冷卻之冷卻室
- 4 6 c 冷卻用外套管
- 4 6 b 內管
- 4 6 冷卻雙重管
- 4 8 b 內管
- 4 8 急冷管
- 4 8 c 冷卻用外套管
- 4 8 a 封入微粒子生成室
- 5 2 製品回收部
- 5 2 d 氣體吸引源
- 5 2 c 氣體吸引排出口
- 5 2 a 連接回收室
- 5 2 b 回收濾器
- 2 0 封入氧化物玻璃微粒子製造過程

〔發明實施之最佳形態〕

針對本發明添附有關封入氧化物玻璃微粒子及其製造方法圖面所示之理想實施形態，進行以下之詳細說明。

圖 1 係代表構成本發明第 1 形態之封入氧化物玻璃微

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(8)

粒子 1 例之模式截面圖者。

如同圖之封入氧化物玻璃微粒子 10 (以下稱玻璃微粒子) 具有以玻璃為主成份之玻璃部份 12 與封入此玻璃部份 12 之複數被封入微粒子 14 者。且, 此複數被封入微粒子 14 係凝聚後均未形成 1 凝聚體, 基本上各處分散於玻璃微粒子 10 內之後被封入者。因此, 本發明封入氧化物玻璃微粒子 10 與單以玻璃超微粒子、玻璃被膜被覆 1 個微粒子表面、複數微粒子之凝聚體表面之被覆微粒子完全不同者。

封入氧化物玻璃微粒子 10 只要是微粒子者, 其平均粒徑並未特別限定, 其平均粒徑以 $0.05\ \mu\text{m} \sim 1\ \mu\text{m}$ 之微粒子者宜, 更佳者為 $0.1\ \mu\text{m} \sim 0.5\ \mu\text{m}$ 之微粒子。又, 粒度分佈亦未特別限制, 以粒度均勻, 即, 粒度分佈之半值幅度窄者宜。

另外, 封入氧化物微粒子 10 之形狀亦無特別限定, 部份被封入微粒子 14 擠出外部者亦可, 例如: 由提高封入氧化物玻璃微粒子 10 自體之分散性面觀之, 封入氧化物玻璃微粒子 10 以略球狀者宜。

封入被封入微粒子 14 之玻璃部份 12 之主成份為非晶質者。玻璃係液化或氣化結晶質固體後, 來結晶化於玻璃轉移溫度以下進行固化之非晶質固體者, 一般, 本發明比起氧化物微粒子係較易受損、粉碎者。以玻璃部份 12 之主成份做為玻璃時, 於封入氧化物玻璃微粒子 10 適當進行粉碎處理後, 玻璃輕易破壞後, 可使封入於內部之被

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(9)

封入微粒子 1 4 於玻璃粉末呈高分散化狀態。

又，玻璃其某種程度大小者（ $1\mu\text{m}$ 以上）為易於粉碎，且為非晶質者，未依方向有不同割裂，因此，於封入氧化物玻璃微粒子 1 0 進行適當粉碎處理後，可取得粒徑均勻（粒度分佈幅度狹窄）之微粒子者。

做為玻璃部份 1 2 之主成份玻璃者，可以先行公知所有無機玻璃為例，如：石英玻璃，蘇打石灰玻璃等矽酸鹽玻璃、矽酸硼系玻璃等實用玻璃之外，玻璃珐瑯等例，較佳者如：矽酸鹽玻璃、矽酸硼系玻璃之例者。

又，封入氧化物玻璃微粒子 1 0 中所佔玻璃部份 1 2 之比例只要於玻璃部份 1 2 可封入被封入微粒子 1 4 者，則無特別限定，一般，玻璃部份 1 2 所佔比例以 3 0

v o l % ~ 9 0 v o l % 者宜，較佳者為 4 0 v o l % ~ 7 5 v o l %，更佳者為 5 0 v o l % ~ 6 0 v o l % 者。

又，封入氧化物玻璃微粒子 1 0 係於內部封入複數之被封入微粒子 1 4 者。封入被封入微粒子 1 4 係由氧化物、複氧化物或氧酸鹽或此等複氧化物或此等複鹽所構成者。

其中，構成本發明中被封入微粒子 1 4 之氧化物、被氧化物或氧酸鹽，或此等複氧化物或此等複鹽（以下總稱此為氧化物）並無特別限定，任何氧化物、複氧化物、氧酸鹽、複鹽者均可，粉碎封入氧化物玻璃微粒子 1 0 後，或針對直接狀態下所使用之用途進行適當選取者即可。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

線

五、發明說明(10)

例如：氧化鈦、氧化鋯、氧化鈣、氧化矽、氧化鋁、氧化銀、氧化鐵、氧化鎂、氧化錳、氧化鉍、氧化銻、氧化釷、氧化鈹、氧化鉻、氧化鋇、氧化釩等氧化物、鈦酸鋇、鈦酸鉛、鋁酸鋰、釩酸鉍、磷酸鈣、鋯酸鈣、鈦酸鋯酸鉛、氧化鈦鐵、氧化鈦鈷、錫酸鋇等複氧化物或氧酸鹽等例。

又，封入1個封入氧化物玻璃微粒子10內之複數被封入微粒子14種類可為同類，亦可為不同種類者。

又，被封入微粒子14亦可部份玻璃化者。

另外，被封入微粒子14之平均粒徑並無特別限定，封入氧化物玻璃粒子10之尺寸，粉碎封入氧化物玻璃微粒子10後，或直接狀態下因應所使用用途進行適當選擇，一般以 $0.01\mu\text{m} \sim 0.3\mu\text{m}$ ，為該玻璃微粒子之平均粒徑 $1/2$ 以下者宜，更佳者為 $0.05\mu\text{m} \sim 0.2\mu\text{m}$ 。

又，封入氧化物微粒子10之形狀亦無特別限定，任何形狀均無妨。

如上述，本發明封入氧化物玻璃微粒子10自體呈 $0.05 \sim 1\mu\text{m}$ 之微細者。

又，封入氧化物玻璃微粒子自體為微細之如：平均粒徑 $0.01\mu\text{m} \sim 0.3\mu\text{m}$ 之複數種氧化物於玻璃微粒子內被維持高分散化者，因此，僅考量玻璃微粒子之分散即可，即使萬一玻璃微粒子凝聚時，由於為多成份之凝膠，結果仍比先行者更具分散性。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

特

訂

線

五、發明說明(11)

因此，本發明封入氧化物玻璃微粒子如燒結助劑等極適於少量，且欲儘量使複數成份（複數種）分散時。

又，粉碎本發明封入氧化物玻璃微粒子後取得之微粒子比先行方法取得之微粒子後，其與燒結母材粒子混合後仍具高分散者，因此具增強燒結體之強度，以少量之燒結助劑之混合量即可完成之優點。

本發明之封入氧化物玻璃微粒子基本上係如以上所構成者。

以下，參照圖2及圖3，針對本發明第2形態之封入氧化物玻璃微粒子之製造方法進行以下說明。

圖2係代表本發明第2形態封入氧化物玻璃微粒子製造方法一例之裝置圖者。圖3係代表實施圖2所示本發明封入氧化物玻璃微粒子製造方法之熱電漿體處理的封入氧化物玻璃微粒子製造裝置之1實施例線圖截面圖者。製造本發明封入氧化物玻璃微粒子之方法並非僅限於此等圖示例者。

如圖2所示，實施本發明封入氧化物玻璃微粒子之製造方法的封入氧化物玻璃微粒子製造過程20係使形成玻璃部份12之玻璃粉末原料22與形成被封入微粒子14之氧化物粉末原料24相互混合之混合處理步驟26以及此混合處理步驟26所取得之玻璃粉末原料22與氧化物粉末原料24相互之混合物進行熱電漿體處理後，使由氧化物粉末原料24被微細化之複數被封入微粒子14於玻璃粉末原料22所使得之玻璃部份12進行封入後，藉由

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

線

五、發明說明(12)

製造本發明封入氧化物玻璃微粒子10之熱電漿體處理步驟28所構成者。

本發明所使用之玻璃粉末原料22係供給構成封入被封入微粒子14之玻璃部份12的玻璃者，只要是上述玻璃部12之玻璃粉末原料者則別無限定。此玻璃粉末原料22之平均粒徑並無特別限定，而一般，封入氧化物玻璃微粒子10之平均粒徑為 $0.05 \sim 1 \mu\text{m}$ 者，以 $0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 者宜，更佳者其全粒子為 $10 \mu\text{m}$ 以下者。

本發明所使用之氧化物粉末原料24係供與構成封入被封入微粒子14於玻璃微粒子10內部之氧化物、複氧化物，或氧酸之鹽、或此等複氧化物或此等複鹽者，只要是氧化物或複氧化物或氧酸鹽之粉末原料者，則無特別限定。此氧化物粉末原料24之平均粒徑並無特別限定，一般被封入微粒子14之平均粒徑為 $0.1 \mu\text{m} \sim 0.3 \mu\text{m}$ 時，以 $0.1 \mu\text{m} \sim 5 \mu\text{m}$ 者宜，更佳者全粒子為 $5 \mu\text{m}$ 以下者。

圖2所示之混合處理步驟26係混合玻璃部份12之玻璃粉末粒子22與被封入微粒子14之氧化物粉末原料24之步驟者。此混合處理步驟26中，只要可混合兩粉末原料22與24者則任意混合均無妨，惟，以均勻混合兩粉末原料22與24者為宜。其中，此混合處理步驟26中所使用之混合方法並無特別限定，一般可藉由高速切斷、撞擊型混合器、磨碎型混合器進行乾式混合，或藉

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(13)

由球磨機之濕式混合等先行公知的混合方法例者。

如此混合處理步驟26所取得之粉末原料混合物係送入熱電漿體處理步驟28者。

熱電漿體處理步驟28係於圖3所示之封入氧化物玻璃微粒子製造裝置中進行者。

圖3所示之封入氧化物玻璃微粒子製造裝置40係具有具電漿體室42a之電漿體噴燈42與石英雙重管44，以及冷卻雙重管46與急冷管48及粉末原料混合物供給裝置50及製品回收部52者。

其中，電漿體噴燈42係，具有構成產生熱電漿體（電漿體焰）43於內部之電漿室42a的石英管42b與裝置於此石英管42b外側之高周波振動用旋管42c，以及設於此高周波振動用旋管42c外側之冷卻用外套管42d及設於此石英管42b上部，噴出方向為往接線方向、軸方向及半徑方向3方向噴出電漿用氣體之氣體噴出口42e，以及於電漿室42a內所形成熱電漿體43中供入粉末原料混合物之供給口42f者。

電漿體噴燈42係為石英管42b與外套管42d相互雙重管者，介著旋管42c插入其間所構成者，惟，本發明並無限定於此，旋管42c亦可卷回外側，構成3以上之多重管者亦可，且其大小並無特別限定。又，氣體噴出口42e之電漿用氣體噴出方向亦未限定為3方向，於各種方向噴出均可。

氣體噴出口42e係於電漿體噴燈42之外上側被連

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

線

五、發明說明(14)

接1個或複數氣體供給源42g者。

由氣體供給源42g供給電漿體用氣體於氣體噴出口42e後，由氣體噴出口42e於電漿體室42a往上述3方向噴出電漿用氣體後，此噴出之電漿體用氣體藉由高周波(RF)電源之高周波電壓所外加之高周波振動用旋管42c後被電漿化，於電漿體噴燈42之電漿室42a內形成熱電漿體43。

又，由氣體噴出口42e所供給之電漿用氣體被限定於氫氣、氮氣等稀氣體、氫氣、氮氣、氧氣、及此等混合氣體者。又，氣體噴出口42e所供給之該氣體供給量可依電漿室42a之大小、熱電漿體43之性狀、粉末原料混合物之處理量等做適當選取。

又，高周波振動用旋管42c所外加之高周波周波數及電壓，電流並無特別限定，可依其熱電漿體43之溫度、性狀等做適當選擇。

其中，如此所形成之熱電漿體43之溫度務必使玻璃粉末原料22與氧化物粉末原料24相互之粉末原料混合物進行氣相化者，因此，其粉末原料22及24務必為沸點以上。又，熱電漿體43溫度愈高愈易進行兩粉末原料22及24混合物之氣相化，因此，熱電漿體43之溫度愈高愈佳，惟，並無特別限定之。具體例如：亦可使熱電漿體43之溫度高達6000℃以上者。另外，上限亦未特別限定，不易計測，決定上限有其困難點，惟，理論上以到達10000℃者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(15)

又，熱電漿體43之氣分並無特別限定，以大氣壓以下之氣分，亦即大氣壓氣分，或減壓氣分者宜。做為熱電漿體43之大氣壓以下氣分者並無特別限定，一般以25 kPa ~ 80 kPa者宜。

粉末原料混合物之供給口42f亦於電漿體噴燈42外上側連接粉末原料混合物供給裝置50者。

由粉末原料混合物供給裝置50於供給口42f之粉末原料混合物係擔載於攜帶氣體，導入熱電漿體者。粉末原料混合物之攜帶氣體被限定為氬氣、氮氣等稀氣、氬氣、氮氣、氧氣，及此等混合氣體者。又，使電漿用氣體或其一部份（混合前氣體之1個或2個以上）做為粉末原料混合物之攜帶氣體使用亦可。

如此，導入熱電漿體43之粉末原料混合物係藉由熱電漿體43之熱被加熱後，瞬間進行氣化、熱電漿體中共同以氣相狀態存在粉末原料混合物之玻璃粉末原料22與氧化物粉末原料24者。其中，由供給口42f所供給之粉末原料混合物之供給量及擔載粉末原料混合物之攜帶氣體種類、供給量均無特別限定，可依其熱電漿體43之性狀，粉末原料混合物之處理量做適當選擇，一般粉末原料混合物中，玻璃粉末原料22所佔比例以30vol% ~ 90vol%者宜，較佳者為40vol% ~ 75vol%，更佳者為50vol% ~ 60vol%者。

石英雙重管44係設於電漿體42之下側，內部藉由熱電漿體43使氣相化之玻璃粉末原料22與氧化物粉末

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(16)

原料 2 4 相互混合氣體由熱電漿體 4 3 導出，構成第 1 次冷卻之冷卻室 4 4 a，具有比電漿體 4 2 石英管 4 2 b 稍大徑之石英管 4 4 b 以及設置於此石英管 4 4 b 外側之冷卻用外套管 4 4 c 者。

冷卻雙重管 4 6 係設置於石英雙重管 4 4 之下側，於內部、使石英雙重管 4 4 中第 1 次被冷卻之氣相、液相或固相之玻璃粉末原料 2 2 與氧化物粉末原料 2 4 更具有構成第 2 次冷卻之冷卻室 4 6 a 之石英雙重管 4 4 之石英管 4 4 b 與略同徑之內管 4 6 b 以及設於此內管 4 6 b 外側之冷卻用外套管 4 6 c 者。

急冷管 4 8 係設於冷卻雙重管 4 6 之下側，於內部具有使冷卻雙重管 4 6 中第 2 次冷卻之氣相、液相或固相玻璃粉末原料 2 2 與氧化物粉末原料 2 4 進行急冷後，構生成成本發明封入氧化物玻璃微粒子 1 0 之封入微粒子生成室 4 8 a 之比冷卻雙重管 4 6 之石英管 4 6 b 更大徑之內管 4 8 b 與設於此內管 4 8 b 外側之冷卻用外套管 4 8 c 者。

此急冷管 4 8 之封入微粒子生成室 4 8 a 中，於冷卻雙重管 4 6 中使第 2 次冷卻之氣相或液相玻璃粉末原料 2 2 與氧化物粉末原料 2 4 相互之混合物進行急速冷卻後，由氣相或液相之玻璃粉末原料 2 2 與氧化物粉末原料 2 4 相互混合物一起呈固體，而比氧化物粉末原料 2 4 更微細化，亦即，比氧化物粉末原料 2 4 粒子之粒徑更小，理想者以十分之一至數十分之一之粒徑被封入微粒子 1 4

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (17)

做為核粒子被生成者。此核粒子周邊由玻璃粉末原料 2 2 所形成之玻璃被覆後，此等幾個凝聚後，最後以玻璃部份 1 2 封入複數之被封入微粒子 1 4 後生成本發明封入氧化物玻璃微粒子 1 0。

其中，使氣相或液相狀態之原料混合物進行急冷之急冷管 4 8 封入微粒子生成室 4 8 a 內之氣分並無特別限定，於不活性氣分、氧化性氣分、還原性氣分均可。其中，做為不活性氣分、氧化物氣分、或還原性氣分者雖未特別限定，一般如：至少 1 種之氫氣、氫氣、氮氣之不活性氣體氣分，或此等不活性氣體中含氫之氣分者，具體例如，做為氫氣氣分、氫氣氣分等稀氣氣分者如：氮氣氣分、氫氣或氫氣或氮氣之混合氣氣分等不活性氣分，於不活性氣體中含氫氣之還原性氣分，不活性氣體中含氧之氧化性氣分例者，又，其氧化性、還原性之尺度亦未限定。

更且，石英雙重管 4 4、冷卻雙重管 4 6 及急冷管 4 8 均與電漿噴燈 4 2 同時呈雙重管構成者，惟，本發明並不限於此，亦可為 3 以上之多重管構成者，且，其尺寸亦無特別限定。

製品回收部 5 2 係回收急冷管 4 8 之封入微粒子生成室 4 8 a 中所生成之本發明封入氧化物玻璃微粒子 1 0 之部份，設於急冷管 4 8 之外側，連通封入微粒子生成室 4 8 a 之回收室 5 2 a 與設置於回收室 5 2 a 及封入微粒子生成室 4 8 a 連通部間，本發明之封入氧化物玻璃微粒子 1 0 與攜帶氣體、電漿用氣體等之流動化氣體進行分離

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (18)

後，回收濾器 5 2 b 與封入微粒子生成室 4 8 a 內之本發明封入氧化物玻璃微粒子 1 0 同時吸引該流動化氣體，藉由濾器 5 2 b 所分離之該流動化氣體具有吸引排出氣體之吸引排出口 5 2 c。

此氣體吸引排出口 5 2 c 係於製品回收部 5 2 之外上側連接氣體吸引源 5 2 d。

藉由氣體吸引源 5 2 d 後，經過氣體吸引口 5 2 c 之吸引流動化氣體係由產生熱電漿 4 3 所用之氫氣、氮氣、氫氣、氧氣等電漿用氣體及氫氣體等之粉末原料混合物之攜帶氣體所成，由封入微粒子生成室 4 8 a 同時與本發明封入氧化物玻璃微粒子吸引於製品回收部 5 2。於封入微粒子生成室 4 8 a 所生成之本發明封入氧化物玻璃微粒子 1 0 係藉由濾器 5 2 b 完全回收於回收室 5 2 a，氣體吸引口 5 2 c 藉由濾器 5 2 b 後，被排出所分離之流動化氣體。

粉末原料混合物供給裝置 5 0 雖未圖示，藉由混合處理步驟 2 6 之各種混合裝置後，使混合之玻璃粉末原料 2 2 與氧化物粉末原料 2 4 相互之粉末原料混合物擔載於氫氣等攜帶氣體後供入電漿噴燈 4 2 之熱電漿 4 3 者，因此，具有貯留於粉末原料混合物之貯留室與擔載貯留於此貯留室之粉末原料混合物於攜帶氣體之混合室以及供給攜帶氣體於此混合室之氣體供給源等。

圖示例之封入氧化物玻璃微粒子製造裝置 4 0 係使玻璃粉末原料 2 2 與氧化物粉末原料 2 4 相互之粉末原料混

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(19)

合物進行氣相化之電漿噴燈 4 2 及氣相之粉末原料混合物進行急冷後，具有生成本發明封入氧化物玻璃微粒子 1 0 之急冷管 4 8 相互間進行中間冷卻之第 1 次及第 2 次冷卻之 2 段冷卻所進行之石英雙重管 4 4 及冷卻雙重管 4 6 者，惟，本發明並未限定於此，亦可完全未具此等中間冷卻方法者，具有進行 1 段之中間冷卻方法者亦可，或具有進行 3 段以上之中間冷卻方法者均可。

實施本發明封入氧化物玻璃微粒子製造過程之熱電漿處理步驟 2 8 封入氧化物玻璃微粒子製造基本上如上所構成者，以下針對其作用及製造本發明封入氧化物玻璃微粒子之熱電漿處理步驟 2 8 進行說明。

首先，於混合處理步驟 2 6 所取得之粉末原料混合物送入熱電漿處理步驟 2 8 後，供於如圖 3 所示封入氧化物玻璃微粒子製造裝置 4 0 之粉末原料混合物供給裝置中。此時，封入氧化物玻璃微粒子製造裝置 4 0 中，於電漿噴燈 4 2 之高周波振動用旋管 4 2 c 外加所定之高周波電壓，由氣體噴出口 4 2 e 噴出由氣體供給源 4 2 g 所供給之電漿用氣體，電漿室 4 2 a 內產生熱電漿 4 3 後，被維持之。

再由粉末原料混合物供給裝置 5 0 通過供給口 4 2 f 後，於形成於電漿室 4 2 a 內之熱電漿 4 3 中供給粉末原料混合物後，粉末原料混合物中玻璃粉末原料 2 2 與氧化物粉末原料 2 4 蒸發後共同呈氣相狀態。

如此，藉由熱電漿 4 3 後呈氣相狀態之玻璃粉末原料

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(20)

2 2 與氧化粉末原料 2 4 之兩原料係由電漿室 4 2 a 下降後，由熱電漿 4 3 取出、置入石英雙重管 4 4 a 後第 2 次被冷卻之。

接著，第 2 次被冷卻後呈氣相狀態或部份呈液相狀態之玻璃粉末原料 2 2 與氧化物粉末原料 2 4 之兩原料更下降後，進入急冷管 4 8 之封入微粒子生成室 4 8 a。封入微粒子生成室 4 8 a 係由熱電漿脫離後，更大於冷卻雙重管 4 6 之冷卻室 4 6 a 尺寸，因此，進入封入微粒子生成室 4 8 a 呈氣相狀態或部份液相狀態之玻璃粉末原料 2 2 與氧化物粉末原料 2 4 之兩原料急冷立刻凝固後，比氧化物粉末原料 2 4 更微細化，亦即，小於氧化物粉末原料 2 4 之粒子粒徑，如：以十分之一至數十分之一之粒徑被封入微粒子 1 4 做成核粒子後，於此核粒子周圍被覆由玻璃粉末原料 2 2 所形成之玻璃，此等些許聚集，最後以玻璃部份 1 2 封入被數之封入微粒子 1 4 後生成本發明封入氧化物微粒子 1 0。

如此，以玻璃部份 1 2 封入被微細化之氧化物、複氧化物或氧酸鹽或此等複氧化物或此等複鹽所成之複數個被封入微粒子 1 4 後，可取得本發明封入氧化物微粒子 1 0。

又，於 1 個封入氧化物玻璃微粒子封入複數之被封入微粒子 1 4 之種類可為同類，亦可為不同類者。

另外，被封入微粒子 1 4 亦可為部份玻璃化者。

如上述，製造本發明封入氧化物玻璃微粒子之方法中

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (21)

，藉由石英雙重管 4 4 及冷卻雙重管 4 6 後不被限定 2 段中間冷卻，亦可為 1 段中間冷卻，或可為 3 段以上之中間冷卻者。

本發明封入氧化物玻璃微粒子之製造方法基本上如以上所構成者。

[實施例]

以下，以實施例為基準，進行本發明具體說明。

(實施例 1)

將平均粒徑 $2\ \mu\text{m}$ 之硼矽酸玻璃粉末原料 2 2 與平均粒徑 $0.6\ \mu\text{m}$ 之氧化鎂及平均粒徑 $1\ \mu\text{m}$ 之氧化鋁粉末原料 2 4 依圖 2 所示之封入氧化物玻璃微粒子製造過程 2 0，使用圖 3 所示之封入氧化物玻璃微粒子製造裝置 4 0，於內部封入氧化鎂及氧化鋁之被封入微粒子 1 4 後，進行製造佔玻璃部份 1 2 比例為 5 0 v o l % 之封入氧化物玻璃微粒子 1 0。

其中，圖 2 所示之混合處理步驟 2 6 中，係利用高速攪拌型混合機 H i - X（日清工程（股份）製）。

又，圖 3 所示封入氧化物玻璃微粒子製造裝置 4 0 中，電漿噴燈 4 2 之石英管 4 2 b、石英雙重管 4 4 之石英管 4 4 b、冷卻雙重管 4 6 之內管 4 6 b 及急冷管 4 8 內管 4 8 b 之尺寸分別為內徑 5 5 m m、長 2 2 0 m m、內徑 1 2 0 m m、長 2 5 0 m m、內徑 1 2 0 m m、長

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

線

五、發明說明 (22)

1 0 0 m m 及內徑 4 0 0 m m 、長 9 0 0 m m 者。

又，氧化鎂、氧化鋁之粉末原料 2 4 與硼矽酸玻璃粉末原料 2 2 相互之供給比例為粉末原料混合物中，硼矽酸玻璃粉末原料 2 2 之混合比例為 5 0 v o l % 者。

又，電漿噴燈 4 2 之高周波振動用旋管 4 2 c 中，外加約 4 M H z ，約 3 0 k V A 之高周波後，由氣體噴出口 4 2 e 所噴出之電漿用氣體時，使用氬氣 6 0 ℓ / 分鐘、氧 2 0 ℓ / 分鐘之混合氣體。此時，形成於電漿噴燈 4 2 之電漿室 4 2 a 之熱電漿 4 3 氣分為約 4 0 k P a 之減壓氣分者。

又，粉末原料混合物係由電漿噴燈 4 2 之供給口 4 2 擔載於攜帶氣體之 1 0 ℓ / 分鐘氬氣後，以 3 0 g / 小時之比例供於熱電漿 4 3 中。

另外，急冷管 4 8 之封入微粒子生成室 4 8 a 內之氣分係以含有氬氣所成做為還原性氣分者。

如此，可製造收率佳之封入氧化物玻璃微粒子 1 0 者。

如此製造封入氧化物玻璃微粒子 1 0 其平均粒徑為 0 . 3 μ m 之略球狀者，封於內部之被封入粒子 1 4 之平均粒徑為 0 . 0 5 μ m 者，封入氧化物玻璃微粒子 1 0 中，其玻璃部份 1 2 之比例為 5 0 v o l % 之封入氧化物玻璃微粒子者。

本實施例所取得封入氧化物玻璃微粒子 1 0 之截面 T E M 相片示於圖 4 。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(23)

由圖4 1個封入氧化物玻璃微粒子證明係藉由玻璃部份封入複數之被封入微粒子所構成之略球狀微粒子者，且，複數被封入微粒子證明於封入氧化物玻璃微粒子內具良好分散性被封入者。

以上，針對本發明封入氧化物玻璃微粒子及其製造方法進行詳細說明，惟，本發明並非限於以上例者，只要未超出本發明主旨範圍下，可進行各種改良、變更。

〔產業上可利用性〕

如以上之詳細說明中，本發明封入氧化物玻璃微粒子為微細之平均粒徑為 $0.01\mu\text{m} \sim 0.3\mu\text{m}$ 其1種或複數種氧化物高分散維持於玻璃微粒子內，因此，僅針對其玻璃微粒子本身之分散，藉由適當粉碎處理後，即可取得高分散化氧化物微粒子。又，萬一玻璃微粒子凝聚仍為多成份凝聚者，結果仍比先行者更具分散性者。

又，玻璃微粒子本身為微細之平均粒徑為 $0.05\mu\text{m} \sim 1\mu\text{m}$ ，因此亦可取得高分散化氧化物微粒子者。

因此，本發明封入氧化物玻璃微粒子極適於以燒結助劑等少量，且儘可能分散複數成份（複數種類）者時。又，粉碎本發明封入氧化物玻璃微粒子後取得之微粒子比先行方法取得之微粒子較具高分散性，因此，具有燒結體強度增加、助劑之混合量可以少量解決等優點。

又，本發明封入氧化物玻璃微粒子之製造方法可有效製造收率良好之具以上極大效果之新穎封入氧化物玻璃微

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

線

五、發明說明(24)

粒子者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱：

封入氧化物之玻璃微粒子及其製造方法)

本發明係提供一種封入氧化物之玻璃微粒子，封入 2 個以上 2 種以上由氧化物、複氧化物或氧酸之鹽或此等複氧化物或此等複鹽所成之被封入微粒子於玻璃微粒子內部者。此微粒子混合玻璃粉末原料與未進行玻璃化之氧化物、複氧化物或氧酸鹽、或此等複氧化物或此等複鹽所成之氧化物粉末原料後，將取得原料混合物供與熱電漿體後，做成氣相狀態之混合物後，此氣相狀態之混合物藉由急冷後，可容易被製造之。此微粒子可容易取得高分散化之氧化物微粒子，不會使複數種少量氧化物微粒子偏頗存在於母材中，可呈一致均勻混合者。

英文發明摘要(發明之名稱：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

訂

線

六、申請專利範圍 1

1 . 一種封入氧化物玻璃微粒子，其特徵係於玻璃微粒子內部封入 2 個以上由氧化物、複氧化物或氧酸鹽或此等複氧化物，抑或此等複鹽所成之 2 種以上被封入微粒子者。

2 . 如申請專利範圍第 1 項之封入氧化物玻璃微粒子，其中該玻璃微粒子之平均粒徑為 $0.05 \mu\text{m} \sim 1 \mu\text{m}$ 者，該被封入微粒子之平均粒徑為 $0.01 \mu\text{m} \sim 0.3 \mu\text{m}$ 為該玻璃微粒子平均粒徑之 $1/2$ 以下者。

3 . 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之封入氧化物玻璃微粒子，其中構成該被封入微粒子之氧化物、複氧化物或氧酸鹽或此等複氧化物或此等複鹽為至少 2 種選自氧化鈦、氧化鋯、氧化鈣、氧化矽、氧化鋁、氧化銀、氧化鐵、氧化鎂、氧化錳、氧化鉍、氧化銻、氧化釷、氧化鈹、氧化鉻、氧化鋇、氧化釩、鈦酸鋇、鈦酸鉛、鈦酸鋯酸鉛、鋁酸鋰、釩酸鉍、磷酸鈣、鋯酸鈣、氧化鈦鐵、氧化鈦鈷、錫酸鋇所成群中者。

4 . 一種封入氧化物玻璃微粒子之製造方法，其特徵係混合玻璃粉末原料與未玻璃化氧化物、複氧化物或氧酸鹽，或此等複氧化物或此等複鹽所成之氧化物粉末原料後，於熱電漿體供給取得原料混合物後，做成氣相狀態之混合物後，使此氣相狀態之該混合物進行急冷後，製造封入 2 個以上由氧化物、複氧化物或氧酸鹽，或此等複氧化物或此等複鹽所成 2 種以上被封入微粒子於玻璃微粒子內部者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

六、申請專利範圍 2

5 . 如申請專利範圍第 4 項之封入氧化物玻璃微粒子之製造方法，其中該玻璃微粒子之平均粒徑為 $0.05 \mu\text{m} \sim 1 \mu\text{m}$ 者，該被封入微粒子之平均粒徑為 $0.01 \mu\text{m} \sim 0.3 \mu\text{m}$ 為該玻璃微粒子平均粒徑之 $1/2$ 以下者。

6 . 如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之封入氧化物玻璃微粒子之製造方法，其中構成該氧化物粉末原料之氧化物、複氧化物或氧酸鹽，或此等複氧化物或此等複鹽為至少 2 種選自氧化鈦、氧化鋯、氧化鈣、氧化矽、氧化鋁、氧化銀、氧化鐵、氧化鎂、氧化錳、氧化鉍、氧化銻、氧化釷、氧化釷、氧化鈹、鈦酸鉛、鈦酸鋯酸鉛、鋁酸鋰、釩酸鉍、磷酸鈣、鋯酸鈣、氧化鈦鐵、氧化鈦鈷、錫酸鋁、氧化鉻、氧化鋇、氧化釩所成群中者。

7 . 如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之封入氧化物玻璃微粒子之製造方法，其中該玻璃粉末原料之平均粒徑為 $0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 者，該氧化物粉末原料之平均粒徑為 $0.1 \mu\text{m} \sim 5 \mu\text{m}$ 者。

8 . 如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之封入氧化物玻璃微粒子之製造方法，其中該熱電漿溫度比該玻璃粉末原料之沸點及該氧化物粉末原料之沸點高。

9 . 如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之封入氧化物玻璃微粒子之製造方法，其中該熱電漿氣分為大氣壓以下之氣分者。

10 . 如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之封入氧化物

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

六、申請專利範圍 3

玻璃微粒子之製造方法，其中該熱電漿氣分爲 2 5 k P a
～ 8 0 k P a 者。

1 1 . 如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之封入氧化物
玻璃微粒子之製造方法，其中使氣相狀態之該混合物進行
急冷之氣分爲不活性氣分、氧化性氣分、或還原性氣分者
。

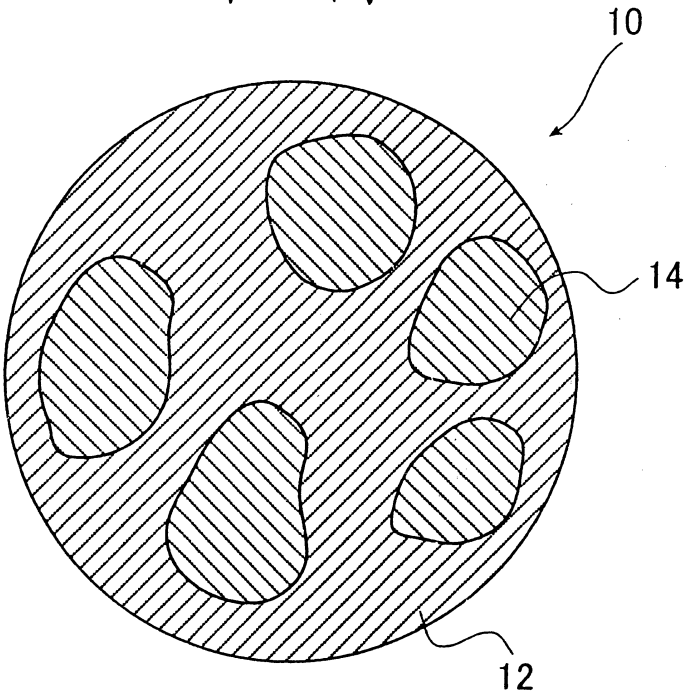
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

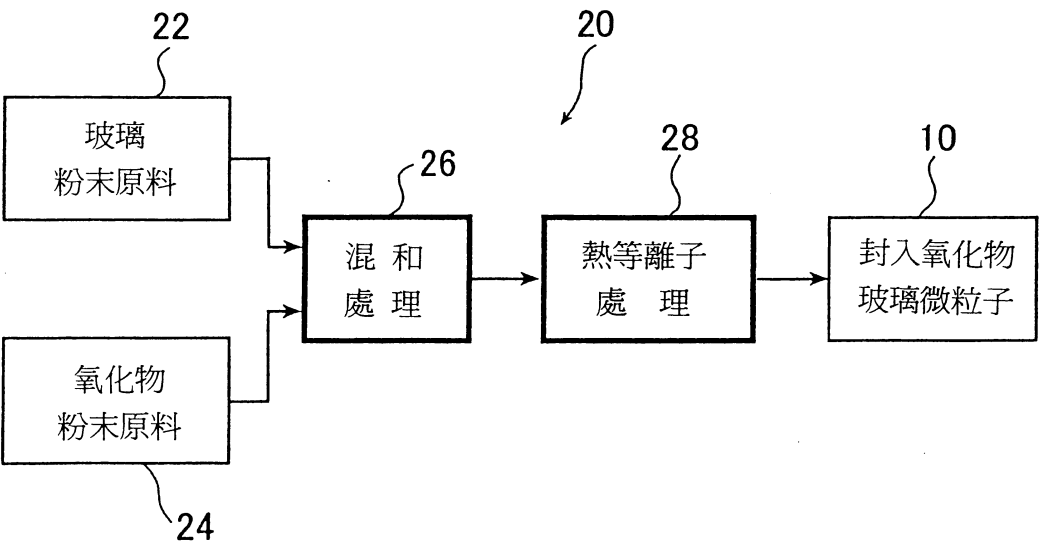
訂

線

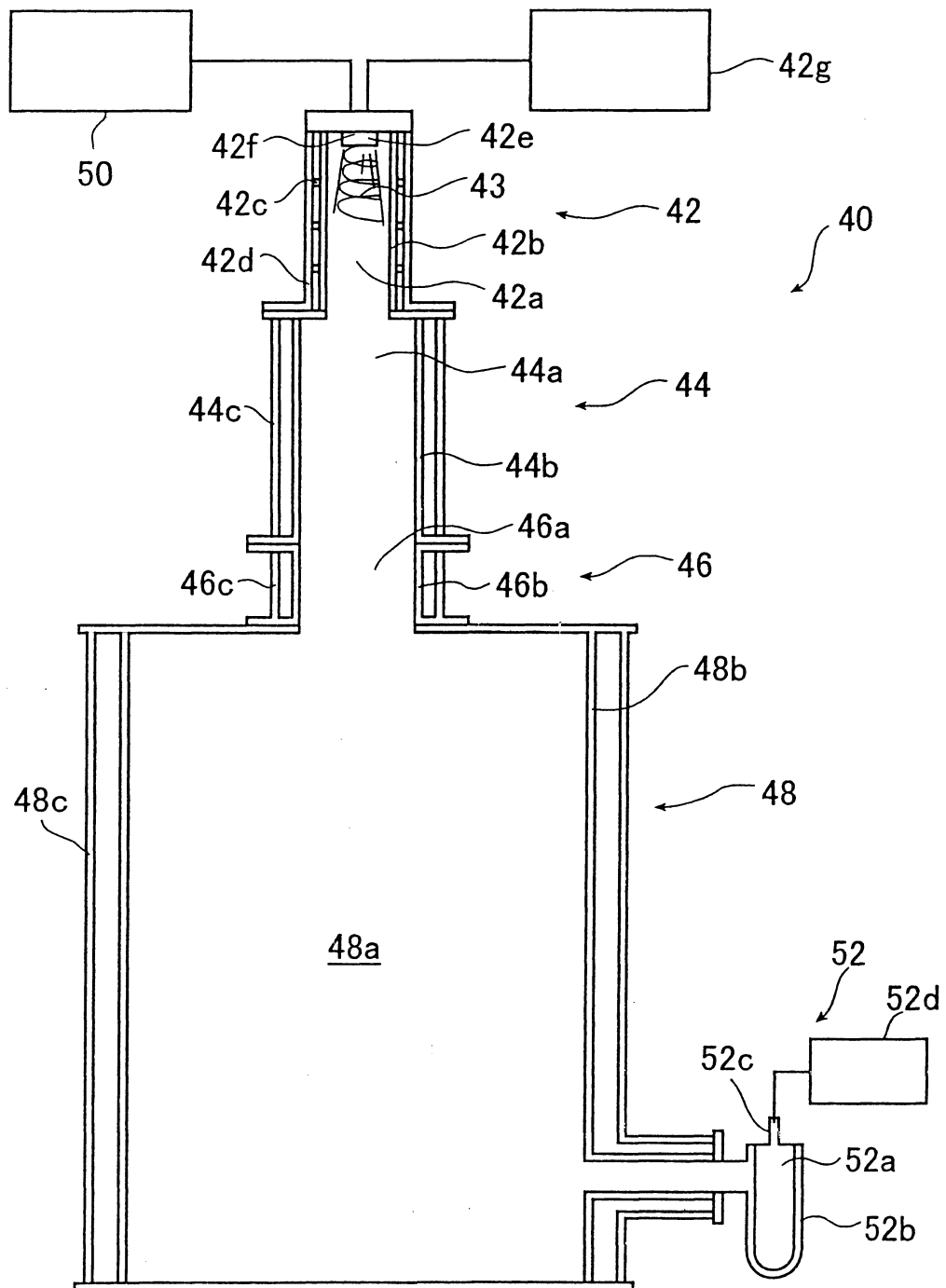
第 1 圖



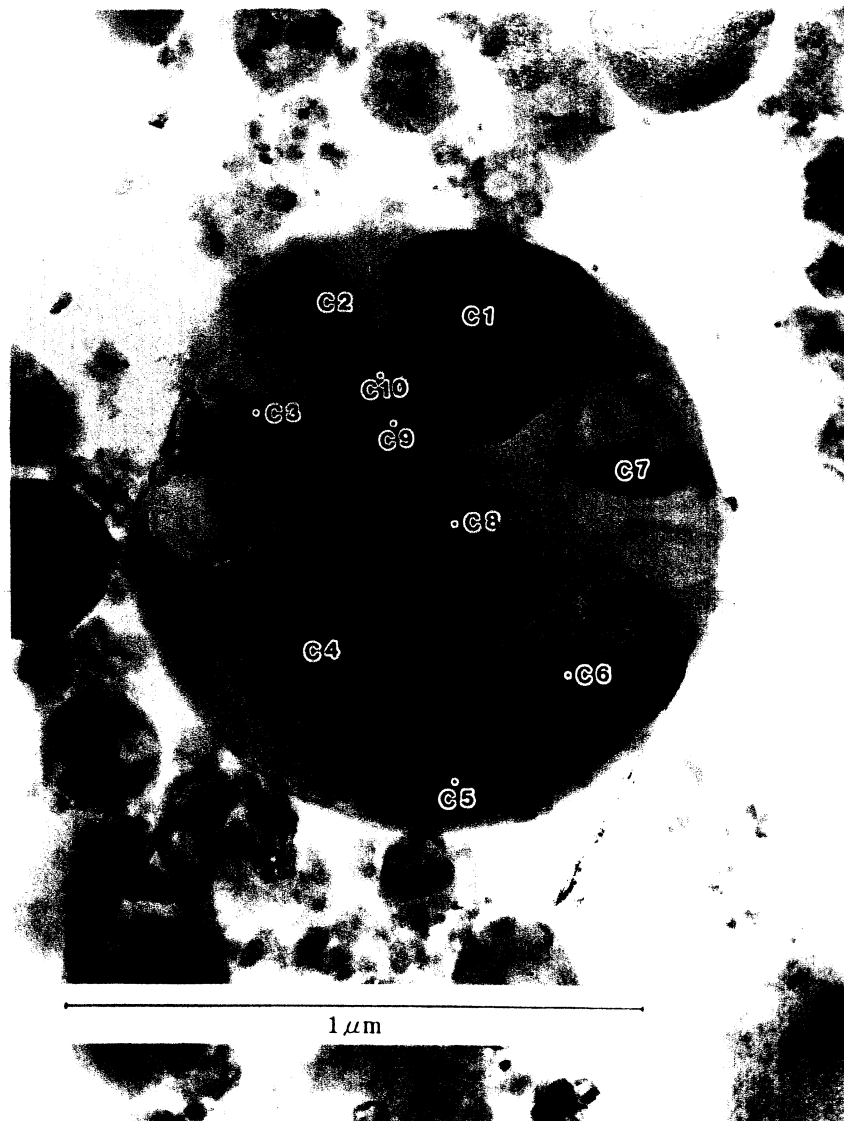
第 2 圖



第 3 圖



第 4 圖



公告本

91年6月7日 修正 本

申請日期	90 年 4 月 20 日
案 號	90109575
類 別	B2ZF/00, C33C4/00

A4
C4

536435

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書(修正本)

一、發明 名稱	中 文	封入氧化物之玻璃微粒子及其製造方法
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	(1) 西村敬一 (2) 藤井隆司 (3) 湯蓋一博
	國 籍	(1) 日本 (2) 日本 (3) 日本 (1) 日本國埼玉縣入間郡大井町鶴岡五丁目三番一號 日清製粉(股) 生產技術研究所內
	住、居所	(2) 日本國埼玉縣入間郡大井町鶴岡五丁目三番一號 日清製粉(股) 生產技術研究所內 (3) 日本國埼玉縣入間郡大井町鶴岡五丁目三番一號 日清製粉(股) 生產技術研究所內
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 日清製粉集團本社股份有限公司 株式会社日清製粉グループ本社
	國 籍	(1) 日本
	住、居所 (事務所)	(1) 日本國東京都千代田區神田錦町一丁目二五番地
	代 表 人 姓 名	(1) 正田修