

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2015-74580

(P2015-74580A)

(43) 公開日 平成27年4月20日(2015.4.20)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO1B 33/26 (2006.01)	CO1B 33/26	4G004
BO1J 2/04 (2006.01)	BO1J 2/04	4G073

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 24 頁)

(21) 出願番号	特願2013-211360 (P2013-211360)	(71) 出願人	591155242 鹿児島県 鹿児島県鹿児島市鴨池新町10番1号
(22) 出願日	平成25年10月8日 (2013.10.8)	(71) 出願人	508239436 株式会社井川産業 鹿児島県薩摩郡さつま町田原2271-1
		(74) 代理人	100118636 弁理士 吉田 淳
		(72) 発明者	袖山 研一 鹿児島県霧島市隼人町小田1445-1 鹿児島県工業技術センター内
		(72) 発明者	吉村 幸雄 鹿児島県霧島市隼人町小田1445-1 鹿児島県工業技術センター内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 火山ガラスマイクロボールの製造方法

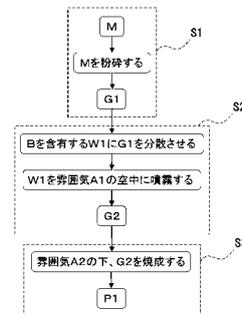
(57) 【要約】

【課題】 ギザギザした部分、エッジ状の部分あるいは鋭く尖った部分を生じにくく、強い機械的強度を有する火山ガラスマイクロボールの製造方法を提供すること。

【解決手段】

第1の工程S1において、原料Mであるシラスパルーンを粉砕し、長径が0.05μm以上、且つ15μm以下の第1の粒子G1を得、次に、第2の工程S2において、バインダーBを含む液体W1に第1の粒子G1を分散させ、この液体W1を、スプレードライヤーによって、120 から第1の粒子G1 oughが焼結を開始する温度未満の温度の雰囲気A1の空中に噴霧し、第1の粒子G1が集合してなる第2の粒子G2を得、次に、第3の工程S3において、第2の粒子G2を、第1の粒子G1 oughが焼結を開始する温度から3330 までの温度の雰囲気A2の下で焼成して、火山ガラスマイクロボールP1を製造する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

ガラス質火山噴出物を加熱処理して製造した発泡物と、ガラス質火山噴出物を加熱処理して発泡物を製造した際に副次的に得られた発泡物の破砕物と、ガラス質火山噴出物と、のうちの少なくともいずれかひとつを原料となし、当該原料を粉砕したものの中から、長径が $0.05 \mu\text{m}$ 以上、且つ $15 \mu\text{m}$ 以下の第 1 の粒子を得る第 1 の工程と、

前記第 1 の粒子を分散させた液体を、スプレードライヤーによって、 120 から前記第 1 の粒子どうしが焼結を開始する温度未満の温度の雰囲気の中で噴霧し、前記第 1 の粒子が集合してなる第 2 の粒子を得る第 2 の工程と、

前記第 2 の粒子を、前記第 1 の粒子どうしが焼結を開始する温度から 3330 までの温度の雰囲気の中で焼成する第 3 の工程と、を有することを特徴とする火山ガラスマイクロボールの製造方法。

10

【請求項 2】

ガラス質火山噴出物を加熱処理して発泡物を製造した際に副次的に得られた発泡物の破砕物を原料となし、当該原料の中から、長径が $0.05 \mu\text{m}$ 以上、且つ $15 \mu\text{m}$ 以下の第 1 の粒子を選別して得る第 1 の工程と、

前記第 1 の粒子を分散させた液体を、スプレードライヤーによって、 120 から前記第 1 の粒子どうしが焼結を開始する温度未満の温度の雰囲気の中で噴霧し、前記第 1 の粒子が集合してなる第 2 の粒子を得る第 2 の工程と、

前記第 2 の粒子を、前記第 1 の粒子どうしが焼結を開始する温度から 3330 までの温度の雰囲気の中で焼成する第 3 の工程と、を有することを特徴とする火山ガラスマイクロボールの製造方法。

20

【請求項 3】

ガラス質火山噴出物を加熱処理して発泡物を製造した際に副次的に得られた発泡物の破砕物を原料となし、当該原料の中から選別して得られる長径が $0.05 \mu\text{m}$ 以上、且つ $15 \mu\text{m}$ 以下の粒子を、前記第 1 の工程において得られる前記第 1 の粒子の中に加えることを特徴とする請求項 1 に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法。

【請求項 4】

前記第 1 の粒子を分散させた前記液体は、バインダーを含有しており、前記第 2 の粒子内において、前記第 1 の粒子どうしが当該バインダーによって一体化していることを特徴とする請求項 1 から請求項 3 のうちのいずれかの請求項に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法。

30

【請求項 5】

前記第 3 の工程において、前記第 2 の粒子の焼成が、前記第 2 の粒子を可燃性ガスの火炎の中に噴出することによって行われることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のうちのいずれかの請求項に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法。

【請求項 6】

前記第 3 の工程において、前記第 2 の粒子の焼成を行う可燃性ガスの前記火炎が、回転する筒体の中に噴出されて螺旋状に流れる可燃性ガスの火炎であり、前記火炎は、当該筒体の中に、当該筒体の中心軸方向に形成されていることを特徴とする請求項 5 に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法。

40

【請求項 7】

前記第 3 の工程において、前記第 2 の粒子の焼成が、ガス炉と、電気炉と、赤外線加熱炉と、マイクロ波加熱炉と、のうちのいずれかの炉の中で、前記第 1 の粒子どうしが焼結を開始する温度から前記第 1 の粒子の融点未満の温度の雰囲気の中で行われることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のうちのいずれかの請求項に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法。

【請求項 8】

前記第 3 の工程において、前記第 2 の粒子の焼成が、ガス炉と、電気炉と、赤外線加熱炉と、マイクロ波加熱炉と、のうちのいずれかの炉の中で、酸化焼成の雰囲気の中で行わ

50

れることを特徴とする請求項 7 に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法。

【請求項 9】

前記第 3 の工程において、前記第 2 の粒子の焼成が、ガス炉と、電気炉と、赤外線加熱炉と、マイクロ波加熱炉と、のうちのいずれかの炉の中で、還元焼成の雰囲気の下で行われることを特徴とする請求項 7 に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法。

【請求項 10】

前記第 3 の工程において、前記第 2 の粒子の焼成が、先ず、前記第 2 の粒子を可燃性ガスの前記火炎の中に噴出することによって行われ、これに引き続いて、ガス炉と、電気炉と、赤外線加熱炉と、マイクロ波加熱炉と、のうちのいずれかの炉の中で、酸化焼成の雰囲気の下で行われることを特徴とする請求項 5 または請求項 6 に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ガラス質火山噴出物に由来する火山ガラスからなる微小粒子、すなわち、火山ガラスマイクロボールの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ガラス質火山噴出物を加熱処理することによって、いわゆるシラスバルーンが製造されている（例えば、特許文献 1 を参照）。シラスバルーンは、原料となるガラス質火山噴出物を焼成することによって、火山ガラスが発泡してできたものである。

20

シラスバルーンは、様々な用途に用いられている。例えば、シラスバルーンは、セッケン等の化粧品の原料としての用いられている（例えば、特許文献 2 を参照）。特許文献 2 に開示されたセッケンは、シラスバルーンをアルカリ溶液に浸漬し、その後、アルカリ溶液に脂肪酸を添加することによって製造される。

【0003】

また、ガラス質火山噴出物の一種であるシラスを粉砕して得られる微小粒子が、洗顔料の原料の一部として用いられている（例えば、非特許文献 1 を参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

30

【0004】

【特許文献 1】特開 2009 - 292665 号公報

【特許文献 2】特開 2010 - 090395 号公報

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献 1】“夢工房 火山灰白土洗顔料きんごきんご オフィシャル通販サイト きんごきんご 220g”、[online]、株式会社天元、[平成 25 年 7 月 26 日検索]、インターネット<URL: <http://www.yumecobo.com/shopping2012/?p=56>>

【発明の概要】

40

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

シラスバルーンは、火山ガラスからなる外部構造と、やはり火山ガラスからなる内部構造と、を有している。

シラスバルーンの外部構造は、薄い外殻によって形成されており、その機械的強度は弱い。また、シラスバルーンの内部構造は、海綿状をなしており、大きな空隙率を有している。この内部構造において、空隙以外の固体部分は、薄い隔壁状の構造を有しており、この隔壁状の構造には、さまざまな大きさの穴がランダムにあいている。このため、内部構造も、機械的強度が弱い。このような外部構造と内部構造とが相俟って、シラスバルーン全体においても、機械的強度が弱い。

50

【 0 0 0 7 】

したがって、シラスバルーンは、僅かな外力が加わると、容易に破碎してしまう。例えば、人が指の間にシラスバルーンをつまんで力を加えると、シラスバルーンはその指の間で容易に破碎してしまう。また、シラスバルーンが分散している液体を機械的に攪拌すると、液体中のシラスバルーンは、攪拌時に受ける力によって容易に破碎してしまう。

シラスバルーンが破碎する場合、その外部構造の外殻と、内部構造の隔壁状の構造と、が、ともに破碎してしまう。破碎したこれらの外殻や隔壁は、前述したように火山ガラスからなっているので、ギザギザした部分、エッジ状の部分あるいは鋭く尖った部分を有している。

【 0 0 0 8 】

なお、以下の説明において、「ギザギザした部分、エッジ状の部分あるいは鋭く尖った部分」のことを、まとめて「鋭利な部分」と称する。

化粧品の原料としてシラスバルーンを用いる場合、相当数のシラスバルーンが、化粧品の製造過程で加わる外力によって破碎してしまうと考えられる。このため、鋭利な部分を有するシラスバルーンの破碎物が、最終製品の化粧品の中に存在すると考えられる。そして、鋭利な部分を有するシラスバルーンの破碎物が化粧品の使用者の目の中に入ると、眼球に傷がつく等の事故につながりかねない。

【 0 0 0 9 】

また、シラスを粉碎して得られる微小粒子においても、シラスを粉碎する過程で火山ガラスが破碎することとなるので、鋭利な部分が存在している。このため、シラスを粉碎した微小粒子を含有する化粧品にも、鋭利な部分を有するシラスの微小粒子が存在していると考えられる。したがって、シラスバルーンを原料として用いる化粧品と同様に、シラスを粉碎した微小粒子を含有する化粧品においても、この微小粒子の存在が、化粧品の使用者の眼球に傷がつく等の事故の原因になりかねない。

【 0 0 1 0 】

かかる事情に鑑み、独立行政法人国民生活センターは、平成22年8月18日付の報告書「火山灰を含む洗顔料の使い方に注意！」をインターネット上で公表している(http://www.kokusen.go.jp/pdf/n-20100818_2.pdfを参照、[平成25年7月26日検索])。

この報告書では、市販されている10銘柄の火山灰を含む洗顔料について実施したテスト結果が報告されている。報告書第3頁には「全ての銘柄の不溶性成分に一定以上の大きさの粒子やとがった部分を含む粒子が含まれていた。」と記載されている。ここで「不溶性成分」とは、テスト対象の化粧品から採取した「水、エタノール及びアセトンに不溶で、且つ短時間で沈殿する物質」のことである。

【 0 0 1 1 】

さらに、この報告書の第4頁には、不溶性成分の顕微鏡写真が掲載されている。この顕微鏡写真から、不溶性成分に鋭利な部分が存在していることが明らかである。この鋭利な部分を有する不溶性成分は、シラスバルーンの破碎物やシラスの微小粒子であると考えられる。

本発明は、上記問題を解決するものであり、その目的とするところは、ギザギザした部分、エッジ状の部分あるいは鋭く尖った部分を生じにくく、強い機械的強度を有する火山ガラスマイクロボールの製造方法を提供することである。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 2 】

本発明は、その課題を解決するために以下のような構成をとる。請求項1の発明に係る火山ガラスマイクロボールの製造方法は、ガラス質火山噴出物を加熱処理して製造した発泡物と、ガラス質火山噴出物を加熱処理して発泡物を製造した際に副次的に得られた発泡物の破碎物と、ガラス質火山噴出物と、のうちの少なくともいずれかひとつを原料となし、当該原料を粉碎したもののの中から、長径が0.05 μm以上、且つ15 μm以下の第1の粒子を得る第1の工程と、前記第1の粒子を分散させた液体を、スプレードライヤーに

10

20

30

40

50

よって、120 から前記第1の粒子どうしが焼結を開始する温度未満の温度の雰囲気の中に噴霧し、前記第1の粒子が集合してなる第2の粒子を得る第2の工程と、前記第2の粒子を、前記第1の粒子どうしが焼結を開始する温度から3330 までの温度の雰囲気の下で焼成する第3の工程と、を有する。

【0013】

以下の説明において、「本発明の第1の工程と、第2の工程と、第3の工程と、を経て得られる微小粒子」のことを、単に「火山ガラスマイクロボール」と称する。そして、特に断ることもなく「火山ガラスマイクロボール」と言う場合は、後述する第1の火山ガラスマイクロボールと第2の火山ガラスマイクロボールの両方のことを言うものとする。

ガラス質火山噴出物として、ガラス質火山岩とガラス質火山砕屑物とを挙げることができる。

10

【0014】

ガラス質火山岩とは、真珠岩、黒曜岩、松脂岩等の総称である。ガラス質火山岩は、火山ガラスが主成分となっている岩石である。

ガラス質火山砕屑物とは、火山活動によって地表に放出された碎片状の固体物質であり、火山ガラスが主成分となっている。ガラス質火山砕屑物として、例えば、火山礫、火山灰、シラス、シリカサンドを挙げることができる。

【0015】

より具体的には、ガラス質火山砕屑物として、例えば、北海道地方の俵真布白土、東北地方の中野白土、北上土、関東地方の鹿沼土、寺内土、大沢土、中部地方の木曾土、九州地方の鹿屋土を挙げることができる。さらに、九州地方に存在するシラスとして、例えば、加久藤シラス、吉田シラス、串良シラスを挙げることができる。

20

ガラス質火山噴出物を加熱処理して製造した発泡物とは、シラスパルーンまたはパーライトのことであり、ともに火山ガラスからなる。なお、このパーライトは、JIS A 5007に規定されているパーライトであり、真珠岩、松脂岩、黒曜岩又はこれに準ずる石質を有する岩石を粉砕し、焼成膨脹させて製造される。

【0016】

シラスパルーンと同様に、パーライトは、火山ガラスからなる外部構造と、やはり火山ガラスからなる内部構造と、を有している。パーライトの内部構造は、火山ガラスが膨脹する際に形成された多数の小さな気孔を有している。このため、パーライトも、僅かな外力によって、容易に破砕してしまう。

30

なお、以下の説明において、「ガラス質火山噴出物を加熱処理して製造した発泡物」のことを、単に「発泡物」と称する。また、「ガラス質火山噴出物を加熱処理して発泡物を製造した際に副次的に得られた発泡物の破砕物」のことを、単に「副次的破砕物」と称する。さらに、「第1の工程において、第1の粒子を得るための原料となる発泡物、副次的破砕物あるいはガラス質火山噴出物」のことを、単に「原料」と称する。

【0017】

原料は、発泡物、副次的破砕物及びガラス質火山噴出物のうちのいずれかひとつであっても良いし、発泡物、副次的破砕物及びガラス質火山噴出物のうちのふたつであっても良いし、発泡物、副次的破砕物及びガラス質火山噴出物であっても良い。

40

第1の工程において、原料を粉砕する際は、原料に外力を加えて粉砕してやれば良い。例えば、ミル等を用いて原料を粉砕しても良いし、アルミナセラミックスや金属板等の原料よりも硬いものに原料を衝突させて粉砕しても良い。

【0018】

第1の工程において、原料を形成する火山ガラスが粉砕されることになるので、第1の工程から得られる第1の粒子の表面には、鋭利な部分が存在している。

原料が、発泡物と副次的破砕物とのうちのいずれかひとつまたは両方である場合、この原料を粉砕して得られる第1の粒子は、水分をほとんど含有していない。本願発明者の知見によれば、この場合に得られる第1の粒子の強熱減量は、2重量%未満である。これは、発泡物の製造過程での加熱処理において、発泡物の原料となるガラス質火山噴出物が含

50

有していた水分は、ほとんど蒸発してしまうからである。

【0019】

原料が、乾燥処理を施していないガラス質火山噴出物である場合、通常、第1の粒子は、水分を含有している。この水分は、原料のガラス質火山噴出物に由来するものであり、この場合の第1の粒子の強熱減量は2重量%以上になり得る。

なお、本明細書において、「試料の強熱減量」とは、以下の手順により算出される値のことである。

【0020】

まず、試料を110で乾燥し、この乾燥した試料の重量を第1の重量として測定する。次いで、乾燥させた試料をさらに950~1050に加熱し、この加熱した試料の重量を第2の重量として測定する。そして、試料の強熱減量を、次の(1)式により算出する。

強熱減量 = { (第1の重量) - (第2の重量) } / (第1の重量) × 100 …… (1)

【0021】

第1の粒子は、中実体であり、内部に空隙を有していない。なぜならば、原料の内部に空隙が存在していたとしても、第1の工程において原料を粉砕する際に、原料の内部の空隙の周囲の構造が、破壊されてしまうからである。

本願発明者は、試行錯誤の結果、第1の粒子が有すべき長径について以下の知見を得ている。

【0022】

まず、第1の粒子の長径は0.05 μm以上、且つ15 μm以下であることが必要である。また、第1の粒子の長径は0.4 μm以上、且つ6 μm以下であることが、好ましい。さらに、第1の粒子の長径は0.4 μm以上、且つ4 μm以下であることが、より好ましい。また、第1の粒子の長径の最大値と最小値の差(すなわち、第1の粒子の長径のばらつき幅)は、3.5 μm以下であることが好ましい。これらの数値が持つ意味については後述する。なお、「第1の粒子の長径」とは、1粒の第1の粒子において、最大の径となる部分の長さのことを言うものとする。

【0023】

第2の工程において、スプレードライヤーが、第1の粒子が分散している液体を、120から第1の粒子どうしが焼結を開始する温度未満の温度の雰囲気の中に、液滴として噴霧する。なお、「第1の粒子どうしが焼結を開始する温度」とは、互いに隣接して接触する第1の粒子どうし間において、その接触部分で、火山ガラスの相互移動が生じる温度である。本願発明者の知見によれば、火山ガラスである第1の粒子どうしが焼結を開始する温度は、550~600以上の温度である。

【0024】

なお、本願発明者の知見によれば、第1の粒子が分散している液体が後述する無機系のバインダー(例えば、水ガラス、ケイ酸ナトリウムあるいは水酸化ナトリウム)を含有している場合と、第1の粒子が分散している液体が後述する無機系のバインダーを含有していない場合と、を比較すると、スプレードライヤーから噴霧された液体に分散していた第1の粒子どうしが焼結を開始する温度は、前者の場合の方が、後者の場合よりも100~250低くなる。

【0025】

また、本願発明者の知見によれば、第1の粒子がシラスの粉砕物のみからなり、第1の粒子が分散している液体が無機系のバインダーを含有していない場合、スプレードライヤーから噴霧された液体に分散していた第1の粒子どうしが焼結を開始する温度は、800 ± 50であった。

スプレードライヤーから噴霧された液体の液滴には、第1の粒子が分散している。この噴霧された液滴から液体が蒸発し、液滴に含まれていた第1の粒子が後に残る。この結果、第1の粒子が集合してなる第2の粒子が形成される。また、本願発明者が確認したとこ

10

20

30

40

50

るによれば、第2の粒子は、球体に近い形状を有している。

【0026】

第1の粒子が水分を含有している場合、第2の工程において、この水分の少なくとも一部が、第1の粒子の外へ蒸発して逃げる。第2の工程において、第1の粒子を分散させた液体が噴霧される雰囲気の下では、第1の粒子が含有する水分によって、第1の粒子が発泡することはない。なぜならば、この雰囲気は、第1の粒子の融点よりも低い温度であるからである。

【0027】

第2の工程を経て得られる第2の粒子において、第2の粒子を形成する第1の粒子どうしの間には微細な隙間が存在している。この隙間は、第2の粒子の外に連通している。第2の工程において、第1の粒子から外へ蒸発した水分は、この隙間を通過して第2の粒子の外へ逃げてしまう。

10

なお、第2の工程において、第1の粒子を分散させた液体の液滴をスプレードライヤーが噴霧する雰囲気の温度が、120 未満である場合、噴霧された液滴から液体が十分に蒸発しないおそれがある。なぜならば、液体を噴霧することによって、液体を噴霧する雰囲気の温度が、100 未満に低下する可能性が大きくなるからである。液体を噴霧する雰囲気の温度が、100 未満に低下すると、第2の粒子が十分に乾燥せず、第2の粒子の収率が低下してしまう。

【0028】

第1の粒子を分散させた液体の液滴をスプレードライヤーによって噴霧する雰囲気の温度が、第1の粒子どうしが焼結を開始する温度以上の温度である場合においても、第2の粒子の収率が低下してしまう。かかる温度では、第2の工程において、液体が液滴から急激に蒸発してしまう。そして、この急激な蒸発によって第2の粒子に力が加わり、第2の粒子が砕け散りやすくなってしまう。第2の粒子が砕け散ると、第1の粒子がバラバラに存在する状態に戻ってしまう。

20

【0029】

第2の工程において、無機物を含有しない水を、第1の粒子を分散させる液体として用いることができる。無機物を含有しない水を用いることによって、火山ガラスマイクロボールに、第1の粒子を分散させる液体に由来する成分が残存することを防止できる。

第2の工程において、無機物を含有しない水に代えて、有機溶剤を、第1の粒子を分散させる液体として用いることができる。有機溶剤の成分は、第3の工程を終える段階において焼失してしまい、火山ガラスマイクロボールに残存しない。

30

【0030】

第2の工程において、原料の構成成分である無機物（例えば、ケイ素、アルミニウム、カリウム、ナトリウム、カルシウム、鉄、マグネシウム等）を含有する液体を、第1の粒子を分散させる液体として使うことができる。この液体の成分が火山ガラスマイクロボールに残存しても、この火山ガラスマイクロボールの化学組成、化学的特性及び物理的特性は、第1の粒子を分散させる液体として無機物を含まない水や有機溶剤を用いて得た火山ガラスマイクロボールの化学組成、化学的特性及び物理的特性に近いものとなる。

【0031】

なお、第1の粒子を分散させる液体において、原料の構成成分である無機物の含有量が少なくなればなるほど、かかる液体を用いて得られる火山ガラスマイクロボールの化学組成、化学的特性及び物理的特性と、第1の粒子を分散させる液体として無機物を含まない水や有機溶剤を用いて得られる火山ガラスマイクロボールの化学組成、化学的特性及び物理的特性と、の差異は、小さくなる。

40

【0032】

また、第1の粒子を分散させる液体において、原料の構成成分である無機物の含有量をコントロールすれば、かかる液体を用いて得られる火山ガラスマイクロボールの化学組成、化学的特性及び物理的特性と、第1の粒子を分散させる液体として無機物を含まない水や有機溶剤を用いて得られる火山ガラスマイクロボールの化学組成、化学的特性及び物理

50

的特性と、の差異を、コントロールすることができる。

【0033】

本願発明者の知見によれば、第2の工程において、第1の粒子を分散させる液体が水である場合、スプレードライヤーが液体を噴霧する雰囲気温度を、例えば、120～400とすることができる。この400の温度は、電気温風機を有する公知のスプレードライヤーにおいて、この電気温風機を用いて得られる雰囲気温度の上限値である。

第2の工程において用いるスプレードライヤーは、公知のスプレードライヤーであれば良い。スプレードライヤーは、例えば、第1の粒子が分散している液体を高速回転するディスクに落とし、小さな液滴として吹き飛ばす方式のものであれば良い。あるいは、スプレードライヤーは、例えば、第1の粒子を分散させる液体と、第1の粒子と、を、いわゆる二流体ノズルにおいて混合し、この混合したものを霧状の液滴として噴出する方式のものであっても良い。

【0034】

二流体ノズルとは、第1の粒子を分散させる液体と、第1の粒子と、を、ノズルの内部又は外部において混合し、霧状の小さな液滴として噴霧することを可能に構成されている。二流体ノズルには、例えば、圧力方式のものサイフォン方式のものがある。

圧力方式の二流体ノズルでは、第1の粒子を分散させる液体が、ポンプまたはタンクで加圧されて二流体ノズルへ搬送される。サイフォン方式の二流体ノズルでは、第1の粒子を分散させる液体が、高速で流れる気体の吸引力を利用して二流体ノズルへ搬送される。

【0035】

本願発明者の知見によれば、第2の工程において、二流体ノズルを備えるスプレードライヤーを用いることが好ましい。なぜならば、スプレードライヤーから噴霧される液滴において、第1の粒子が均一に分散しているからであり、噴霧される液滴の大きさを制御しやすく、第2の粒子の粒径がばらつくことを容易に防止できるからである。このことは、火山ガラスマイクロボールの粒径のばらつきを防止するうえで有意である。

【0036】

第3の工程において、第1の粒子どうしが焼結を開始する温度以上の温度から3330までの温度の雰囲気の中で、第2の粒子を焼成する。なお、第3の工程において、第2の粒子を焼成する雰囲気温度の上限が3330であること理由は、アセチレンと酸素とを混合して完全燃焼させて得られる火炎の温度が3330であることに基づく。

先ず、第3の工程において、以下に述べる第1の条件の下で、第2の粒子が焼成される場合について述べる。ここで、第1の条件とは、「第1の粒子どうしが焼結を開始する温度以上の温度であり、且つ第1の粒子を形成する火山ガラスの融点未満の温度である雰囲気」という条件である。なお、火山ガラスの融点は、900～1000である。

【0037】

以下の説明において、「第1の条件下で第3の工程を経て得られる火山ガラスマイクロボール」のことを、特に「第1の火山ガラスマイクロボール」と称する。

第1の粒子どうしが焼結を開始する温度以上の温度の雰囲気下では、先ず、第2の粒子の表面において、第1の粒子を形成する火山ガラスの表面が軟化する。そして、第2の粒子の表面において、互いに接触する第1の粒子どうしが、その接触部分で焼結し、一体化する。その後、第1の粒子どうしの焼結が、第2の粒子の内側に向かって進行する。

【0038】

この結果、第1の火山ガラスマイクロボールは、中実体の第1の粒子どうしが焼結して一体化した微小粒子となる。本願発明者が確認したところによれば、かかる第1の火山ガラスマイクロボールは、発泡物、副次的破砕物あるいはガラス質火山噴出物と比較して、強い機械的強度を有する。

また、第3の工程において、第1の粒子の表面が軟化することと、第1の粒子の鋭利な部分に熱が集中しやすいことが相俟って、第1の粒子の表面から鋭利な部分が消失する。このため、第1の粒子どうしが焼結してなる第1の火山ガラスマイクロボールは、鋭利な部分を有しない。また、第1の火山ガラスマイクロボールは、その強い機械的強度のた

10

20

30

40

50

めに、壊れにくく、鋭利な部分を生じにくい。

【0039】

第1の火山ガラスマイクロボールにおいては、互いに焼結した第1の粒子どうしの間に微細な隙間が存在する。この隙間は、第1の火山ガラスマイクロボールの外に連通している。

次に、第2の工程を経て得られる第2の粒子において、第2の粒子を形成する第1の粒子が水分を含有している場合について述べる。

【0040】

本願発明者が実験を繰り返した後に行った考察によれば、第1の粒子の長径が0.05 μm以上、且つ15 μm以下であるので、第3の工程における加熱処理によって、第1の粒子が含有する水分は、第1の粒子の内部に留まっていることはできず、第1の粒子の外へ蒸発して逃げてしまう。そして、第1の粒子の外へ逃げた水分は、第1の粒子どうし間の隙間を通して第2の粒子の外へ逃げてしまう。さらに、第1の火山ガラスマイクロボールを得るに際し、第3の工程で第2の粒子を焼成する温度は、第1の粒子の融点よりも低い温度である。このため、第1の粒子が含有している水分が原因となって、第1の粒子が発泡することはなく、ひいては、第1の火山ガラスマイクロボールが発泡することもない。

10

【0041】

次に、第1の火山ガラスマイクロボールを液体に分散させた場合について述べる。

第1の火山ガラスマイクロボールを液体に分散させると、液体中の第1の火山ガラスマイクロボールにおいて、液体が毛細管現象によって第1の粒子どうし間の微細な隙間に浸透する。その後、液体中で第1の火山ガラスマイクロボールが沈殿した場合であっても、僅かな外力を、液体又は液体中の第1の火山ガラスマイクロボールに加えることによって、極めて容易に、第1の火山ガラスマイクロボールは液体に分散した状態に戻る。

20

【0042】

また、液体に分散した第1の火山ガラスマイクロボールは、その後、液体中で沈殿したとしても、そのまま固結して大きな塊を形成してしまうことがない。この理由は、第1の火山ガラスマイクロボールが球体に近い形状を有するからであると考えられる。

すなわち、沈殿した第1の火山ガラスマイクロボールどうしは互いに点接触している状態となっており、第1の火山ガラスマイクロボールどうしの間には液体が入り込む隙間が十分に確保されている。このため、第1の火山ガラスマイクロボールどうしを互いに引き寄せる力が非常に小さく、沈殿した第1の火山ガラスマイクロボールどうしが固結して大きな塊を形成してしまうことがない。

30

【0043】

なお、本願発明者の知見によれば、発泡物の破砕物やガラス質火山噴出物の粉砕物を水に分散させて放置すると、破砕物や粉砕物の密度や形状の違いが原因となって、粉砕物や粉砕物は、様々な沈降速度で沈殿し、層状に堆積して固結し、大きな塊を形成してしまう。そして、いったんこのような塊が形成されると、再び、破砕物や粉砕物が水に分散した状態に戻すためには、非常に大きな外力をこの塊に加えなければならない。また、分散した状態に戻すことができたとしても、暫く時間が経過すると、再び、層状に堆積し固結し、大きな塊が形成されてしまう。

40

【0044】

次に、第3の工程において、以下に述べる第2の条件の下で、第2の粒子が焼成される場合について述べる。ここで、第2の条件とは、「火山ガラスの融点以上の温度であって、且つ3330 以下の温度である雰囲気」という条件である。また、以下の説明において、「第2の条件下で第3の工程を経て得られる火山ガラスマイクロボール」のことを、特に「第2の火山ガラスマイクロボール」と称する。

【0045】

第3の工程において、まず、第2の粒子が第1の火山ガラスマイクロボールとなる。

第2の粒子を形成する第1の粒子が水分を含有していたとしても、前述の理由により、

50

第1の火山ガラスマイクロボールが発泡することはなく、第1の火山ガラスマイクロボールは水分を含有していない。

第1の火山ガラスマイクロボールは、さらに加熱されて、第1の火山ガラスマイクロボールを形成する火山ガラスが溶融し、ひとつの中実体の球体となる。この球体が、第2の火山ガラスマイクロボールである。また、第1の火山ガラスマイクロボールは水分を含有していないので、第2の火山ガラスマイクロボールが発泡することはない。

【0046】

第2の火山ガラスマイクロボールは、溶融した火山ガラスの表面張力によって球体をなし、滑らかな表面を有する。そして、第2の火山ガラスマイクロボールが形成する球体は、その最大径と最小径との差が非常に小さく、真球と称しても良い形状を有する。

本願発明者が確認したところによれば、第2の火山ガラスマイクロボールは、発泡物、副次的破砕物、ガラス質火山噴出物あるいは第1の火山ガラスマイクロボールと比較して、これらよりも強い機械的強度を有し、壊れにくく、鋭利な部分を生じにくい。

【0047】

次に、第2の火山ガラスマイクロボールを液体に分散させた場合について述べる。

第2の火山ガラスマイクロボールを液体に分散させた場合、その後、第2の火山ガラスマイクロボールが沈殿したとしても、僅かな外力を、液体又は液体中の第2の火山ガラスマイクロボールに加えることによって、極めて容易に、第2の火山ガラスマイクロボールは液体に分散した状態に戻る。また、沈殿した第2の火山ガラスマイクロボールが固結して大きな塊を形成してしまうこともない。

【0048】

この理由は、第2の火山ガラスマイクロボールがほぼ真球と称して良い形状を有しているからであると考えられる。すなわち、第2の火山ガラスマイクロボールが有するかかる形状のために、沈殿して隣接する第2の火山ガラスマイクロボールどうしの接触面積が小さく、第2の火山ガラスマイクロボールどうしの間に液体が入り込む間隙が十分に確保され、第2の火山ガラスマイクロボールどうしを互いに引き寄せる力が非常に小さくなる。また、第2の火山ガラスマイクロボールの粒径が比較的そろっていることも、第2の火山ガラスマイクロボールが示すこの特性に寄与していると考えられる。

【0049】

本願発明者が確認したところによれば、火山ガラスマイクロボールは、水、油、エマルジョン、有機溶剤に馴染みやすく、これらの液体に容易に分散する。そして、これらの液体中において火山ガラスマイクロボールが沈殿したとしても、僅かな外力を加えることによって、極めて容易に、沈殿した火山ガラスマイクロボールは液体に分散する。この点において、火山ガラスマイクロボールは、例えば、化粧品、接着剤、塗料に添加する原料として好適であり、化粧品等の製品中において、火山ガラスマイクロボールが固結することがない。すなわち、火山ガラスマイクロボールを原料に用いた化粧品等を使用する際は、化粧品等の容器を軽く振ったり揺すったりするだけで、化粧品等を最良の状態にすることができる。

【0050】

本願発明者が確認したところによれば、火山ガラスマイクロボールの表面は、人間の皮脂等の汚れを吸着しやすい。この点において、火山ガラスマイクロボールは、洗顔料やセッケン等の化粧品に添加する原料として好適である。

本願発明者が確認したところによれば、火山ガラスマイクロボールは、その固体部分において、吸水性及び吸油性が、シラスバルーンやパーライトに比べて低い。この点において、火山ガラスマイクロボールを接着剤に添加する原料として好適である。火山ガラスマイクロボールを接着剤に添加することにより、接着剤本体をなす合成樹脂等の絶対的使用量を少なくすることができ、乾燥後の接着剤の容積が大きく減少することを防止できる。

【0051】

本願発明者が確認したところによれば、火山ガラスマイクロボールは、紫外線の吸収能力や散乱能力に優れている。また、火山ガラスマイクロボールに光が外部から入る場合、

10

20

30

40

50

火山ガラスマイクロボールにおいて、光の吸収及び散乱は、いずれの方向から入る光に対しても同じように生じる。この点において、火山ガラスマイクロボールは、紫外線等の光の透過を防止する膜等を形成する原料や、各種反射材を形成する原料として好適である。

【0052】

本願発明者が確認したところによれば、火山ガラスマイクロボールを、表面が平滑な部材の上に撒くことによって、かかる部材どうしが密着してしまうことを防止できる。この点において、火山ガラスマイクロボールは、いわゆるスペーサーを形成する素材として好適である。表面が平滑な部材として、例えば、ガラス板、金属板、プラスチック板等を挙げることができる。

【0053】

本願発明者の知見によれば、15 μm を超える長径の粒子が第1の粒子となる場合、この粒子の内部に、空隙が存在するおそれが高くなる。第1の粒子として内部に空隙を有する粒子が存在することは、第3の工程において、この内部の空隙が原因となって、第1の粒子の内部で発泡が生じることとなりやすく、ひいては、火山ガラスマイクロボールの形状が歪になることとなりやすい。特に、第1の粒子の空隙に水分が残っていた場合には、第1の粒子の内部で発泡を生じる可能性がさらに高くなる。このことは、火山ガラスマイクロボールの機械的強度が弱くなる原因となり、僅かな外力によって火山ガラスマイクロボールが壊れる原因ともなり、火山ガラスマイクロボールに鋭利な部分が生じやすくなる原因ともなる。さらに、火山ガラスマイクロボールが球形であることによって生じる前述の作用効果の発現を妨げる原因にもなり得る。

【0054】

また、15 μm を超える長径の粒子が第1の粒子となる場合、この粒子は、極端に歪な形状となりやすい。第1の粒子として極端に歪な形状の粒子が存在することは、第2の粒子の形状が歪になる原因となり、火山ガラスマイクロボールの形状が歪になる原因ともなる。特に、第1の火山ガラスマイクロボールにおいて、その形状が歪になる原因となる。火山ガラスマイクロボールが歪な形状を有することは、火山ガラスマイクロボールの機械的強度が弱くなる原因となる。

【0055】

本願発明者の知見によれば、第1の粒子の長径は小さければ小さいほど良い。具体的には、第1の粒子の長径が小さくなればなるほど、第2の粒子の表面の凹凸が小さくなり、第2の粒子の表面が平滑になり、第2の粒子の形状が真球に近づく。また、第3の工程における第1の粒子どうしの焼結が進行しやすくなり、第1の粒子の表面から鋭利な部分が消失しやすくなる。この結果、第1の火山ガラスマイクロボールの表面がより平滑になり、第1の火山ガラスマイクロボールの機械的強度が強くなる。また、第1の火山ガラスマイクロボールの形状が真球に近づくことにもなる。

【0056】

本願発明者が実験により確認したところによれば、第2の工程を経て得られる第2の粒子の粒径のばらつきの程度を、より小さくコントロールするとともに、第3の工程を経て得られる火山ガラスマイクロボールの粒径や形状のばらつきの程度を、より小さくコントロールするためには、第1の粒子の長径が、0.4 μm 以上、且つ6 μm 以下であることが好ましい。第1の粒子の長径が、0.4 μm 以上、且つ6 μm 以下であれば、第1の粒子の中に、歪な形状を有する粒子が混入する可能性がより低くなり、第2の粒子の表面の凹凸がより小さくなり、第2の粒子の表面がより平滑になり、第2の粒子の形状が真球により近づく。

【0057】

さらに、第1の粒子の長径が、0.4 μm 以上、且つ4 μm 以下であれば、第1の粒子の中に、歪な形状を有する粒子が混入する可能性がより一層低くなり、第2の粒子の表面の凹凸がより一層小さくなり、第2の粒子の表面がより一層平滑になり、第2の粒子の形状が真球により一層近づく。

本願発明者が実験により確認したところによれば、第2の工程を経て得られる第2の粒

10

20

30

40

50

子の粒径や形状のばらつきの程度を、より小さくコントロールするとともに、第3の工程を経て得られる火山ガラスマイクロボールの粒径や形状のばらつきの程度を、より小さくコントロールするためには、第1の粒子の平均長径が、 $0.7\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $1.4\ \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

【0058】

なお、本明細書において、「第1の粒子の平均長径」とは、以下の値のことを言うものとする。

すなわち、測定対象となる第1の粒子の集合において、長径が以下となる第1の粒子の量の存在比(体積%)を測定する。この存在比が50体積%となるときの長径が、「第1の粒子の平均長径」である。

【0059】

本願発明者が実験により確認したところによれば、第1の粒子の長径の最大値と最小値との差を $3.5\ \mu\text{m}$ 以下にコントロールすることは、第2の粒子の形状を真球に近づけるうえで好ましく、第1の火山ガラスマイクロボールの形状を真球に近づけるうえでも好ましい。

本願発明者の知見によれば、発泡物、副次的破砕物あるいはガラス質火山噴出物を選別または粉砕することによって、 $0.05\ \mu\text{m}$ 未満の長径を有する第1の粒子を得ることは、非常に困難であり作業効率が悪化する原因ともなるので、好ましくない。また、本願発明者は、火山ガラスマイクロボールの形状を真球に近づけるといふ観点からは、第1の粒子の長径が $0.05\ \mu\text{m}$ 未満である必要がほとんどないことを確認している。

【0060】

請求項2の発明に係る火山ガラスマイクロボールの製造方法は、ガラス質火山噴出物を加熱処理して発泡物を製造した際に副次的に得られた発泡物の破砕物を原料となし、当該原料の中から、長径が $0.05\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $15\ \mu\text{m}$ 以下の第1の粒子を選別して得る第1の工程と、前記第1の粒子を分散させた液体を、スプレードライヤーによって、 120 から前記第1の粒子どうしが焼結を開始する温度未満の温度の雰囲気の中に噴霧し、前記第1の粒子が集合してなる第2の粒子を得る第2の工程と、前記第2の粒子を、前記第1の粒子どうしが焼結を開始する温度から 3330 までの温度の雰囲気の下で焼成する第3の工程と、を有する。

【0061】

前述したように、発泡物は、その機械的強度が弱い。このため、ガラス質火山噴出物から発泡物を製造する際、副次的破砕物の発生を避けられない。長径が $0.05\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $15\ \mu\text{m}$ 以下の副次的破砕物を、第1の粒子として用いることができる。

本願発明者の知見によれば、副次的破砕物から選別される第1の粒子の長径は $0.05\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $15\ \mu\text{m}$ 以下であることが必要である。また、副次的破砕物から選別される第1の粒子の長径は、 $0.4\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $6\ \mu\text{m}$ 以下であることが、好ましく、さらに、 $0.4\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $4\ \mu\text{m}$ 以下であることが、より好ましい。そして、副次的破砕物から選別される第1の粒子の長径の最大値と最小値の差は、 $3.5\ \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。これに加えて、副次的破砕物から選別される第1の粒子の平均長径は、 $0.7\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $1.4\ \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。これ等の条件は、発泡物、副次的破砕物あるいはガラス質火山噴出物を粉砕して第1の粒子を得る場合と同様の理由による。

【0062】

従来であれば、副次的破砕物は、産業廃棄物として処分するしかなかった。このようなものから、鋭利な部分を生じにくく強い機械的強度を有する火山ガラスマイクロボールを製造することができる。

なお、請求項2の発明において、第2の工程及び第3の工程は、請求項1の発明の第2の工程及び第3の工程と同様の作用効果を奏するとともに、第3の工程を経て得られる火山ガラスマイクロボールも、請求項1の発明の場合と同様の作用効果を奏する。

【0063】

請求項3の発明に係る火山ガラスマイクロボールの製造方法は、請求項1に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法であって、ガラス質火山噴出物を加熱処理して発泡物を製造した際に副次的に得られた発泡物の破砕物を原料となし、当該原料の中から選別して得られる長径が0.05 μ m以上、且つ15 μ m以下の粒子を、前記第1の工程において得られる前記第1の粒子の中に加える。

【0064】

請求項3の発明において、第1の工程は、請求項2の発明の第1の工程が奏する作用効果を奏する。

【0065】

請求項4の発明に係る火山ガラスマイクロボールの製造方法は、請求項1から請求項3のうちのいずれかの請求項に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法であって、前記第1の粒子を分散させた前記液体は、バインダーを含有しており、前記第2の粒子内において、前記第1の粒子どうしが当該バインダーによって一体化している。

10

【0066】

第2の粒子内において、第1の粒子どうしがバインダーによって一体化するので、第2の工程を経て得られる第2の粒子の取扱いが容易化される。

バインダーとして、例えば、ゼラチン、デキストリン、馬鈴薯でんぶん、アルギン酸ソーダ、アラビアゴム、ソルビット、ガールガム、グルコース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、メチルセルロース、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ケイ酸ナトリウム、ケイ酸カリウム、シリカゾル、アルミナゾル、水ガラスを挙げることができる。

20

【0067】

なお、バインダーが有機系のものであれば、バインダーは、第3の工程が完了する際に、焼失しており、火山ガラスマイクロボールには、バインダーの成分が残存しない。

原料の構成成分である金属元素（例えば、ケイ素やナトリウム等）が主体となっている無機系のバインダーを使うことも可能である。このような無機系のバインダーとして、例えば、水ガラス、シリカゾルを挙げることができる。本願発明者の知見によれば、無機系のバインダーを使う場合と、無機系のバインダーを使わない場合と、を比較すると、第1の粒子どうしが焼結を開始する温度は、前者の場合の方が、後者の場合よりも100~250 低くなる。

30

【0068】

このような無機系のバインダーの使用量や、無機系のバインダーにおける金属元素等の含有量をコントロールすれば、無機系のバインダーを用いて得られる火山ガラスマイクロボールの化学組成、化学的特性及び物理的特性と、有機系のバインダーを使って得られる火山ガラスマイクロボールの化学組成、化学的特性及び物理的特性と、の差異をコントロールすることができ、また、差異をほとんどなくすることもできる。

【0069】

請求項5の発明に係る火山ガラスマイクロボールの製造方法は、請求項1から請求項4のうちのいずれかの請求項に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法であって、前記第3の工程において、前記第2の粒子の焼成が、前記第2の粒子を可燃性ガスの火炎の中に噴出することによって行われる。

40

【0070】

第3の工程において、第2の粒子の焼成は、第2の粒子を可燃性ガスの火炎の中に噴出することによって行われる。この場合、第2の粒子の焼成を、火山ガラスの融点を超える温度であって、且つ3330 以下の温度の雰囲気の下で行うことができる。

可燃性ガスとして、例えば、メタン、エタン、プロパン、ブタン、イソブタン、アセチレンを挙げることができ、これらのうちの2種以上のガスを混合したものを可燃性ガスとして用いても良い。また、可燃性ガスは、天然ガス、石油ガス、石炭ガス、シェールガスであっても良い。

【0071】

50

第3の工程において、第2の粒子の焼成を可燃性ガスの火炎の中で行う場合、第2の粒子は、燃焼する可燃性ガスの流れにのって流れ、加熱雰囲気の外へ短時間のうちに出てしまう。このため、第3の工程において、第2の粒子の焼成が短時間のうちに行われることとなり、第2の粒子が含有する鉄分はほとんど酸化せず、火山ガラスマイクロボールは高い白色度を呈する。

【0072】

請求項6の発明に係る火山ガラスマイクロボールの製造方法は、請求項5に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法であって、前記第3の工程において、前記第2の粒子の焼成を行う可燃性ガスの前記火炎が、回転する筒体の中に噴出されて螺旋状に流れる可燃性ガスの火炎であり、前記火炎は、当該筒体の中に、当該筒体の中心軸方向に形成されている。

10

【0073】

本願発明者の知見によれば、第2の粒子の焼成が可燃性ガスの火炎の中で行われる場合、第1の粒子の長径が0.05 μm 以上、且つ以下3 μm 以下であれば、可燃性ガスの火炎の中での第2の粒子の焼成時間の長短にかかわらず、第1の粒子が含有する水分によって、第1の粒子が発泡することはなく、火山ガラスマイクロボールが発泡することもない。

【0074】

本願発明者の知見によれば、第2の粒子の焼成を可燃性ガスの火炎の中で行う場合、第1の粒子の長径が3 μm を超え、且つ15 μm 以下であれば、可燃性ガスの火炎の中における第2の粒子の焼成時間を長くすることが好ましい。このようにすることで、第1の粒子の内部に残存する水分によって、第1の粒子が発泡することを防止することができ、火山ガラスマイクロボールが発泡することをも防止することができる。

20

【0075】

可燃性ガスの火炎の中での第2の粒子の焼成時間を長くするには、例えば、可燃性ガスの火炎の長さを長くすれば良い。可燃性ガスの火炎の長さを長くすることで、第2の粒子が可燃性ガスの火炎の中にいる時間が長くなり、第2の粒子の焼成時間を長くなる。

可燃性ガスを回転する筒体の中に噴出すると、噴出した可燃性ガスは、筒体の内壁から力を受け、筒体の中に可燃性ガスの螺旋状の流れが形成される。この可燃性ガスの螺旋状の流れに点火することで、強い上昇気流が起こり、筒体の中に可燃性ガスの螺旋状の火炎が折り重なった火炎の柱が形成される。そして、筒体の長さを長くし、可燃性ガスの流量を増やすこと、または筒体の回転数を上げることによって、可燃性ガスの火炎の長さを長くすることができる。

30

【0076】

なお、筒体の中に可燃性ガスの火炎を形成するに当たっては、筒体を回転させて、可燃性ガスの螺旋状の流れを形成させることが必要である。

回転していない筒体の中で、可燃性ガスの火炎を形成すると、筒体の中で、火炎の径方向の長さが部分的に大きくなってしまふ。そして、火炎の径方向の長さが大きくなっている箇所近傍で、筒体の内壁が局所的に高温化し、この高温化した部分の温度が、第1の粒子の融点を越えてしまふ。この結果、第2の粒子が高温化した内壁に融着し、筒体が第2の粒子によって閉塞してしまふ。このような筒体の閉塞は、火山ガラスマイクロボールの収率が低下する原因になる。

40

【0077】

これに対して、回転する筒体の中で、可燃性ガスの火炎を形成した場合は、火炎の径方向の長さは、部分的に大きくなることなく、筒体の内壁が局所的に高温化することもない。したがって、第2の粒子が内壁に融着することが、防止され、筒体が第2の粒子によって閉塞することも、防止される。そして、筒体の中で、第2の粒子どうしが互いに融着することなく、第2の粒子は軟化・溶融して火山ガラスマイクロボールとなる。

【0078】

なお、筒体を垂直または斜め上方に傾斜させて設置し、可燃性ガスを筒体の下端側から

50

上端側に向けて流すことが好ましい。このようにすることによって、筒体の中において、曲がらず火炎が螺旋状に折り重なってまっすぐに伸びる火炎の柱が、容易に形成され、第2の粒子が可燃性ガスの火炎の中にいる時間を容易にコントロールできる。

また、筒体の中に可燃性ガスを噴出するにあたって、可燃性ガスとともに、酸素又は空気を筒体の中に噴出させても良い。あるいは、筒体の中に噴出する可燃性ガスの流れによって、筒体近傍の空気が筒体の中に引きこまれる構成としても良い。筒体の中への可燃性ガスの供給量と、筒体の中への酸素又は空気の供給量と、筒体の傾斜角度と、筒体の回転数と、のうちの少なくともいずれかひとつの要素又は複数の要素をコントロールすることによって、筒体の中における第2の粒子の焼成温度や焼成雰囲気をコントロールすることができ、火山ガラスマイクロボールの真球度や白色度をコントロールすることができる。

10

【0079】

請求項7の発明に係る火山ガラスマイクロボールの製造方法は、請求項1から請求項4のうちのいずれかの請求項に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法であって、前記第3の工程において、前記第2の粒子の焼成が、ガス炉と、電気炉と、赤外線加熱炉と、マイクロ波加熱炉と、のうちのいずれかの炉の中で、前記第1の粒子どうしが焼結を開始する温度から前記第1の粒子の融点未満の温度の雰囲気の下で行われる。

【0080】

第3の工程において、第2の粒子の焼成を、ガス炉、電気炉、赤外線加熱炉あるいはマイクロ波加熱炉の中において行うことによって、第2の粒子を焼成する雰囲気の温度を容易にコントロールできる。

20

なお、本願発明者の知見によれば、第2の粒子の焼成をガス炉、電気炉、赤外線加熱炉あるいはマイクロ波加熱炉の中において行う場合、第2の粒子を焼成する雰囲気の温度は、第1の粒子どうしが焼結を開始する温度から第1の粒子の融点未満の温度であることが好ましい。第2の粒子を焼成する雰囲気の温度が、第1の粒子の融点以上になると、第2の粒子どうしが互にくっついてしまう可能性が生じ、第2の粒子が炉の内壁に融着したりする可能性も生じる。

【0081】

請求項8の発明に係る火山ガラスマイクロボールの製造方法は、請求項7に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法であって、前記第3の工程において、前記第2の粒子の焼成が、ガス炉と、電気炉と、赤外線加熱炉と、マイクロ波加熱炉と、のうちのいずれかの炉の中で、酸化焼成の雰囲気の下で行われる。

30

【0082】

ガス炉、電気炉、赤外線加熱炉あるいはマイクロ波加熱炉の中において第2の粒子を焼成する場合、第2の粒子は時間をかけて徐々に升温する。炉の中の酸素濃度をコントロールすることによって、炉の中を酸化焼成の雰囲気とすることができる。炉の中の酸素濃度、焼成温度及び焼成時間をコントロールすることによって、第2の粒子が含有する鉄分の酸化の程度をコントロールできる。そして、この鉄分の酸化の程度のコントロールを介して、火山ガラスマイクロボールの色あいをコントロールできる。

【0083】

炉の中を酸化焼成の雰囲気にするには、例えば、炉の中に大気を導入すればよい。第2の粒子が含有する鉄分の酸化の程度を高める場合、例えば、焼成温度を高くしたり、焼成時間を長くしたりすればよい。炉の中への大気を導入する代わりに、酸素を供給しても良い。酸素の供給量をコントロールすれば、第2の粒子が含有する鉄分の酸化の度合いをコントロールできる。

40

【0084】

このようにして得られる火山ガラスマイクロボールは、黄色、肌色、ピンク色、紫色、橙色、茶色あるいはこれらの色の間の色を呈する。この火山ガラスマイクロボールの色は、有機顔料等を用いる着色とは異なり、火山ガラスが含有する鉄分の酸化に由来するものであり、人体や自然環境に対して無害であり、退色や変色を生じにくい。

火山ガラスマイクロボールの色をコントロールすることによって、かかる火山ガラスマ

50

マイクロボールを原料の一部に用いる化粧品等の製品の色をコントロールすることができる。

【0085】

また、このようにして得られる火山ガラスマイクロボールは、機械的強度が強く、壊れにくく、鋭利な部分を生じにくい。

【0086】

請求項9の発明に係る火山ガラスマイクロボールの製造方法は、請求項7に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法であって、前記第3の工程において、前記第2の粒子の焼成が、ガス炉と、電気炉と、赤外線加熱炉と、マイクロ波加熱炉と、のうちのいずれかの炉の中で、還元焼成の雰囲気の下で行われる。

10

【0087】

ガス炉、電気炉、赤外線加熱炉あるいはマイクロ波加熱炉の中において第2の粒子を焼成する場合、第2の粒子は時間をかけて徐々に昇温する。炉の中を還元焼成の雰囲気とすることによって、第2の粒子が含有する鉄分の酸化を防止でき、高い白色度を呈する火山ガラスマイクロボールを得ることができる。

炉の中を還元焼成の雰囲気とするには、炉の中を真空雰囲気にするか、炉の中に不燃性ガスを供給すれば良い。不燃性ガスとして、例えば、窒素、二酸化炭素、不活性ガスを挙げることができる。

【0088】

高い白色度を呈する火山ガラスマイクロボールを化粧品等の製品の原料として用いることによって、化粧品等の製品の白色度を高くすることができる。

20

【0089】

請求項10の発明に係る火山ガラスマイクロボールの製造方法は、請求項5または請求項6に記載の火山ガラスマイクロボールの製造方法であって、前記第3の工程において、前記第2の粒子の焼成が、先ず、前記第2の粒子を可燃性ガスの前記火炎の中に噴出することによって行われ、これに引き続いて、ガス炉と、電気炉と、赤外線加熱炉と、マイクロ波加熱炉と、のうちのいずれかの炉の中で、酸化焼成の雰囲気の下で行われる。

【0090】

可燃性ガスの火炎の中で焼成した第2の粒子を、さらに、酸化焼成の雰囲気とした炉の中において焼成すると、第2の粒子が含有する鉄分が酸化し、火山ガラスマイクロボールに、鉄分の酸化による色が付く。

30

【発明の効果】

【0091】

上記のような火山ガラスマイクロボールの製造方法であるので、ギザギザした部分、エッジ状の部分あるいは鋭く尖った部分を生じにくく、強い機械的強度を有する火山ガラスマイクロボールを製造可能である。

【図面の簡単な説明】

【0092】

【図1】第1の実施の形態における第1の火山ガラスマイクロボールの製造工程の説明図である。

40

【図2】第2の実施の形態における第2の火山ガラスマイクロボールの製造工程の説明図である。

【図3】可燃性ガスのバーナーの説明図である。

【発明を実施するための形態】

【0093】

図1を参照しつつ、本発明の第1の実施の形態を説明する。

公知のシラスバルーンが、原料Mとして準備されている。第1の工程S1において、原料Mを粉砕し、以下の3つの条件を満足する第1の粒子G1を得る。すなわち、第1の粒子G1が満足する1番目の条件は、長径が $0.05\mu\text{m}$ 以上、且つ $15\mu\text{m}$ 以下であるという条件であり、2番目の条件は、平均長径が $0.07\mu\text{m}$ 以上、且つ $1.4\mu\text{m}$ 以下で

50

あるという条件であり、3番目の条件は、第1の粒子G1をなす粒子の長径の最大値と最小値の差が $3.5\ \mu\text{m}$ 以下であるという条件である。

【0094】

原料Mの粉碎は、空気の流れに原料Mをのせて流し、原料Mを空気の流れと共にアルミナセラミックスに衝突させることによって行う。原料Mがアルミナセラミックスに衝突することによって、原料Mの表面や内部に局所的な応力集中が生じ、原料Mは粉碎される。粉碎された原料Mが、前記3つの条件を満足する第1の粒子G1になるまで、粉碎された原料Mを、空気の流れに再びのせ、繰り返しアルミナセラミックスに衝突させる。

【0095】

原料Mは、その内部に空隙を有しているが、アルミナセラミックスと衝突することによって、この空隙の周囲に存在する構造が壊されてしまう。この結果、第1の粒子G1は、中実体の粒子となる。また、第1の粒子G1の表面には、鋭利な部分が存在している。

原料Mから第1の粒子G1を得る工程が、第1の工程S1をなす。

第1の工程S1で得られた第1の粒子G1は、第2の工程S2に送られる。

【0096】

第2の工程S2において、先ず、バインダーBとしてのPVA（ポリビニルアルコール）を含有する水W1に、第1の粒子G1を分散させる。そして、第1の粒子G1が分散した水W1を、スプレードライヤーDによって、 $120\sim 400$ の雰囲気A1の空中に噴霧する。なお、 400 の温度は、火山ガラスである第1の粒子G1どうしが焼結を開始する温度よりも低い温度である。

【0097】

スプレードライヤーDは、二流体ノズルNを有する公知のスプレードライヤーである。バインダーBを含有する水W1と、第1の粒子G1と、が、この二流体ノズルNに供給されて一緒になり、第1の粒子G1が分散している水W1が、二流体ノズルNから無数の液滴LDとなって雰囲気A1の空中に噴霧される。

各液滴LDは、第1の粒子G1とバインダーBとを含む。雰囲気A1の空中に噴霧された各液滴LDは、空中に拡散した状態となっている。このような各液滴LDから、水W1がそれぞれ蒸発し、後には乾燥した第2の粒子G2がそれぞれ残る。これらの第2の粒子G2は、空中で拡散した状態となっているので、第2の粒子G2どうしがくっついてしまうことはない。

【0098】

第2の粒子G2において、第1の粒子G1どうしの間の隙間には、バインダーBが存在しており、バインダーBによってこの第2の粒子G2を形成する第1の粒子G1どうしが接合された状態となっている。したがって、第2の粒子G2全体が一体化している。

第1の粒子G1は前述の長径を有しているので、第2の粒子G2の表面の凹凸は小さく、第2の粒子G2の表面は平滑となっており、第2の粒子G2の最大径と最小径の差も小さく、第2の粒子G2は真球に近い球体をなしている。

【0099】

スプレードライヤーDは、二流体ノズルNから液滴LDを噴霧するので、液滴LDに存在する第1の粒子G1の量を一定の範囲内に容易にコントロール可能であり、第2の粒子G2の粒径をも一定の範囲内に容易にコントロール可能である。

バインダーBを含有する水W1に第1の粒子G1を分散させ、第1の粒子G1が分散している液滴LDをスプレードライヤーDによって雰囲気A1の空中に噴霧し、第2の粒子G2を得るまでの工程が、第2の工程S2をなす。

【0100】

第2の工程S2で得られた第2の粒子G2は、第3の工程S3に送られる。

第2の粒子G2は、バインダーBによって一体化しているので、第2の粒子G2は、第2の工程S2から第3の工程S3へ送られる過程で壊れない。

第3の工程S3において、第2の粒子G2は、電気炉F1の中で焼成される。

電気炉F1における第2の粒子G2の焼成は、 600 以上であり、且つ 900 未満

10

20

30

40

50

の温度の雰囲気 A 2 の中において行われる。この 600 の温度は、第 1 の粒子 G 1 どうしが焼結を開始する温度以上の温度である。また、900 未満の温度は、第 1 の粒子 G 1 を形成する火山ガラスの融点未満の温度である。

【0101】

電気炉 F 1 内では、まず、第 2 の粒子 G 2 の表面において、第 1 の粒子 G 1 の表面が軟化する。そして、表面が軟化した第 1 の粒子 G 1 と、これに隣接するやはり表面が軟化した第 1 の粒子 G 1 と、は、その接触部分において焼結して一体化する。

その後、第 1 の粒子 G 1 どうしの焼結による一体化が、第 2 の粒子 G 2 の内側に向かって進行する。第 2 の粒子 G 2 全体にわたって、第 1 の粒子 G 1 どうしの焼結による一体化が終わると、第 2 の粒子 G 2 はひとつの一体化した微小粒子となる。この微小粒子が、第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 である。第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 は、天然物に由来する火山ガラスによって形成されている。

10

【0102】

電気炉 F 1 において第 2 の粒子 G 2 を焼成し第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 を得るまでの工程が、第 3 の工程 S 3 をなす。

第 1 の粒子 G 1 どうしが焼結する際、第 1 の粒子 G 1 どうしの間の隙間に存在していたバインダー B は、燃えて消失する。したがって、第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 には、バインダー B が残存していない。

【0103】

第 1 の粒子 G 1 の表面が軟化する際、火山ガラスの表面張力によって、第 1 の粒子 G 1 の表面は、丸みを帯びた形状となり、第 1 の粒子 G 1 の表面から鋭利な部分が消失する。したがって、かかる第 1 の粒子 G 1 どうしが焼結してなる第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 にも、鋭利な部分が存在しない。

20

第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 を形成する第 1 の粒子 G 1 どうしの間には、微細な隙間が存在している。この隙間は、第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 の外に連通している。

【0104】

第 1 の粒子 G 1 が水分 W 2 を後発的に含有している場合があり得る。この場合、水分 W 2 の少なくとも一部は、第 2 の工程 S 2 において水 W 1 とともに蒸発する。

また、第 2 の粒子 G 2 を形成する第 1 の粒子 G 1 が、水分 W 2 の一部が含有していたとしても、この水分 W 2 は、第 3 の工程 S 3 の加熱処理において、第 1 の粒子 G 1 どうしが焼結する際に蒸発してしまう。第 1 の粒子 G 1 は前述の長径を有しているので、第 1 の粒子 G 1 から蒸発する水分 W 2 は、第 1 の粒子 G 1 内に留まっていることはできず、第 1 の粒子 G 1 の外へ逃げてしまう。そして、第 1 の粒子 G 1 の外へ逃げた水分 W 2 は、第 1 の粒子 G 1 どうし間の隙間を通過して第 2 の粒子 G 2 の外へ逃げてしまう。

30

【0105】

本願発明者が実験により確認したところによれば、第 1 の粒子 G 1 が前述の長径を有していれば、第 1 の粒子 G 1 から蒸発する水分 W 2 が、第 1 の粒子 G 1 を発泡させることはなく、ひいては、第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 を発泡させることもない。

第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 において、中実体である第 1 の粒子 G 1 どうしが焼結して一体化しており、発泡を生じていない。このため、第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 は、発泡物、副次的破砕物あるいはガラス質火山噴出物と比較して、高い機械的強度を有し、壊れにくく、鋭利な部分を生じにくい。

40

【0106】

前述したように、第 2 の粒子 G 2 の粒径を一定の範囲内に容易にコントロールできるので、第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 の粒径も容易にコントロールできる。

なお、第 3 の工程 S 3 において、第 2 の粒子 G 2 を焼成する際、電気炉 F 1 内を真空にすると、電気炉 F 1 内の雰囲気 A 2 は、還元焼成の雰囲気となる。この雰囲気の下では、第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 が含有する鉄分は酸化せず、第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 は高い白色度を呈する。

50

【0107】

第3の工程S3において、第2の粒子G2を焼成する際、電気炉F1内に大気を導入すると、電気炉F1内の雰囲気A2は、酸化焼成の雰囲気となる。この雰囲気の下では、第1の火山ガラスマイクロボールP1が含有する鉄分が酸化し、第1の火山ガラスマイクロボールP1は黄色、肌色、ピンク色、紫色、橙色、茶色あるいはこれらの色の間の色を呈する。

【0108】

第3の工程S3において、雰囲気A2の酸素濃度や第2の粒子G2の焼成時間をコントロールすることで、第1の火山ガラスマイクロボールP1が呈する色をコントロールできる。

10

次いで、図2を参照しつつ、本発明の第2の実施の形態を説明する。

準備される原料M、第1の工程S1及び第2の工程S2は、第1の実施の形態の場合と同様である。

【0109】

第3の工程S3において、第2の粒子G2は、可燃性ガスであるアセチレンと酸素とを混合して燃焼させた火炎の中で焼成される。この焼成は、3330の雰囲気A3の下において行われる。

雰囲気A3の下では、極めて短時間のうちに、先ず、第2の粒子G2を形成する第1の粒子G1どうしが焼結し、バインダーBが燃えて消失する。第2の粒子G2を形成する第1の粒子G1が、水分W2を含有していたとしても、水分W2は、第1の粒子G1どうしが焼結するまでに、第1の粒子G1の外へ蒸発して逃げ、さらに、第1の粒子G1どうしの間の隙間を通過して第2の粒子G2の外へ逃げてしまう。

20

【0110】

第1の粒子G1どうしが焼結した後、第2の粒子G2を形成するすべての第1の粒子G1が完全に溶融し一体化し、ひとつの微小粒子となる。この微小粒子が第2の火山ガラスマイクロボールP2である。

第2の火山ガラスマイクロボールP2には、第1の粒子G1の形は残ってはならず、第1の粒子G1どうしの間にあった隙間もなくなっており、第2の火山ガラスマイクロボールP2はひとつの中実体となっている。

【0111】

30

第2の火山ガラスマイクロボールP2は、溶融した火山ガラスの表面張力によって、ほぼ真球に近い球状をなす。この結果、第2の火山ガラスマイクロボールP2は、発泡物、副次的破砕物あるいはガラス質火山噴出物と比較して、強い機械的強度を有している。また、第2の火山ガラスマイクロボールP2は、第1の火山ガラスマイクロボールP1よりも強い機械的強度を有している。この高い機械的強度のため、第2の火山ガラスマイクロボールP2は、壊れにくく、鋭利な部分を生じにくい。

【0112】

第3の工程S3において、第2の粒子G2の焼成は、アセチレンと酸素とを混合して燃焼させた火炎の中で行われるため、第2の火山ガラスマイクロボールP2内の鉄分は酸化しにくい。このため、第2の火山ガラスマイクロボールP2には色が付かず、第2の火山ガラスマイクロボールP2は高い白色度を呈する。

40

このようにして得られた第2の火山ガラスマイクロボールP2を、第1の実施の形態と同様に、酸化焼成の雰囲気A2とした電気炉F1の中においてさらに焼成しても良い。酸化焼成の雰囲気A2とした電気炉F1の中で第2の火山ガラスマイクロボールP2を焼成すると、第2の火山ガラスマイクロボールP2が含有する鉄分が酸化され、第2の火山ガラスマイクロボールP2は、黄色、肌色、ピンク色、紫色、橙色、茶色あるいはこれらの色の間の色を呈する。

【0113】

次に、図3を参照しつつ、アセチレンと酸素とを混合して燃焼させた火炎を得るためのバーナー1の構成例を説明する。

50

バーナー 1 は、アセチレンを噴出するノズル 10 と、酸素を噴出するノズル 11 と、筒体 12 と、回転機構 15 と、を有する。

筒体 12 は、細長い円筒形をなし、長手方向の両端が開口しており、鉛直に設置されている。ノズル 10 とノズル 11 とは、筒体 12 の内側の下方の開口端 13 側端部に位置し、上方の開口端 14 側に向かって、アセチレンと酸素を噴出可能に構成されている。

【0114】

ノズル 11 の上流側の配管 17 には、第 2 の粒子 G 2 を貯蔵するタンク 19 に通じる配管 18 が接続されており、ノズル 11 から酸素と共に第 2 の粒子 G 2 を筒体 12 内に噴出可能に構成されている。

回転機構 15 は、筒体 12 をその長手方向の中心軸 CL 周りに回転可能に構成されている。

【0115】

次に、第 3 の工程 S 3 において、バーナー 1 を使って第 2 の粒子 G 2 の焼成する場合について説明する。

まず、筒体 12 を回転機構 15 によって回転させつつ、ノズル 10 からアセチレンを噴出させ、ノズル 11 から酸素を噴出させる。筒体 12 内に噴出したアセチレンと酸素とからなる混合ガスは、回転する筒体 12 の内壁から力を受け、螺旋を描きつつ開口端 13 側から開口端 14 側へ流れる。この混合ガスの螺旋状の流れ 20 に点火する。この結果、筒体 12 の中には、混合ガスの螺旋状の火炎が折り重なった火炎の柱が形成される。

【0116】

筒体 12 内に形成された火炎の柱は、開口端 13 側から開口端 14 側まで達する長さを有している。また、この火炎の柱は、混合ガスの螺旋状の流れ 20 が燃焼して形成されたものであり、筒体 12 が回転しているため、火炎の柱の太さは、開口端 13 側から開口端 14 側までほぼ一様であり、火炎の柱が筒体 12 の内壁を局所的に加熱することはなく、筒体 12 の内壁に第 2 の粒子 G 2 が融着することも防止される。

【0117】

そして、タンク 19 の第 2 の粒子 G 2 を、配管 17 に流し、ノズル 11 から酸素と共に筒体 12 の中に噴出させる。ノズル 11 から噴出した第 2 の粒子 G 2 は、混合ガスの螺旋状の流れ 20 とともに開口端 14 に向かって、火炎の柱の中を流れる。第 2 の粒子 G 2 は、火炎の柱の中を流れる間に焼成されて、第 2 の火山ガラスマイクロボール P 2 になる。

筒体 12 の長さを長くして回転させることで、筒体 12 内の混合ガスの螺旋状の流れ 20 の長さを長くすることができ、筒体 12 内の火炎の柱の長さを長くすることができ、第 2 の粒子 G 2 の焼成時間を長くすることができる。第 1 の粒子 G 1 の長径が $3\ \mu\text{m}$ を超え、且つ $15\ \mu\text{m}$ 以下であるとともに、第 1 の粒子 G 1 の内部に水分 W 2 が残存している場合であっても、バーナー 1 を使って第 2 の粒子 G 2 の焼成することで、水分 W 2 が第 1 の粒子 G 1 を発泡させることを確実に防止できるとともに、水分 W 2 が第 2 の火山ガラスマイクロボール P 2 を発泡させることも確実に防止できる。

【0118】

第 1 の実施の形態及び第 2 の実施の形態において、第 1 の粒子 G 1 が満足する 1 番目の条件は、長径が $0.05\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $15\ \mu\text{m}$ 以下であるという条件であるとした。この 1 番目の条件が、長径が $0.05\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $6\ \mu\text{m}$ 以下という条件であれば、より好ましい。また、1 番目の条件は、長径が $0.05\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $4\ \mu\text{m}$ 以下であるという条件であれば、より一層好ましい。これに加えて、第 2 の実施の形態においては、第 1 の粒子 G 1 が満足する 1 番目の条件が、長径が $0.05\ \mu\text{m}$ 以上、且つ $3\ \mu\text{m}$ 以下という条件であれば、さらに一層好ましい。

【0119】

第 1 の実施の形態及び第 2 の実施の形態において、原料 M はシラスバルーンであるとしたが、原料 M はパーライトであっても良いし、副次的破砕物やガラス質火山噴出物であっても良い。原料 M がガラス質火山噴出物である場合、第 1 の工程 S 1 において、原料 M を粉砕するに際し、公知のミルを用いることができる。

10

20

30

40

50

第 1 の実施の形態及び第 2 の実施の形態の第 1 の工程 S 1 において、原料 M がアルミナセラミックスに衝突して粉碎されるとした。これに代えて、原料 M を、硬質のボールまたはビーズを粉碎媒体に利用する乾式又は湿式での遊星ボールミル、振動ボールミル、ビーズミル等を用いて粉碎し、第 1 の粒子 G 1 を得ることも可能である。

【 0 1 2 0 】

原料 M がガラス質火山噴出物である場合、原料 M は、ガラス質火山噴出物に由来する水分 W 3 を含有している。この場合、第 2 の粒子 G 2 を形成する第 1 の粒子 G 1 に、水分 W 3 の一部が残存する可能性がある。しかし、水分 W 2 が第 1 の粒子 G 1、第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 あるいは第 2 の火山ガラスマイクロボール P 2 を発泡させることがないのと同じ理由によって、水分 W 3 が第 1 の粒子 G 1、第 1 の火山ガラスマイクロボール P 1 あるいは第 2 の火山ガラスマイクロボール P 2 を発泡させることはない。

10

【 0 1 2 1 】

第 1 の実施の形態及び第 2 の実施の形態において、電気炉 F 1 を用いるとしたが、これに代えて、ガス炉、赤外線加熱炉あるいはマイクロ波加熱炉を用いても良い。

第 2 の実施の形態において、第 2 の粒子 G 2 は、アセチレンと酸素とを混合して燃焼させた火炎の中で焼成されるとしたが、他の可燃性ガスを燃焼させた火炎の中で焼成しても良い。

【 0 1 2 2 】

第 1 の実施の形態において、雰囲気 A 1 は 1 2 0 ~ 4 0 0 であるとしたが、雰囲気 A 1 の温度範囲の上限は、第 1 の粒子 G 1 どうしが焼結を開始する温度未満であれば、4 0 0 でなくとも良い。

20

第 1 の実施の形態において、雰囲気 A 2 は 6 0 0 以上であり、且つ 9 0 0 未満の温度であるとしたが、雰囲気 A 2 の温度範囲は、第 1 の粒子 G 1 どうしが焼結を開始する温度から、第 1 の粒子 G 1 が溶融し始める温度未満の温度までの範囲でありさえすれば良い。

【 0 1 2 3 】

第 2 の実施の形態において、雰囲気 A 3 は 3 3 3 0 であるとしたが、雰囲気 A 3 の温度範囲は、第 1 の粒子 G 1 が溶融し始める温度から、第 3 の工程で用いる可燃性ガスが燃焼して得られる火炎の温度までの範囲でありさえすれば良い。

図 3 に示したバーナー 1 において、第 2 の粒子 G 2 を貯蔵するタンク 1 9 に通じる配管 1 8 が配管 1 7 に接続されているとした。これに代えて、配管 1 8 がノズル 1 0 に連なる可燃性ガスの配管に接続されていても良い。この場合、ノズル 1 0 から可燃性ガスと共に第 2 の粒子 G 2 が筒体 1 2 内に噴出される。

30

【 0 1 2 4 】

図 3 に示したバーナー 1 において、筒体 1 2 は鉛直に設置されているとした。これに代えて、筒体 1 2 の中心軸線 C L は傾斜していても良い。中心軸線 C L の傾斜の度合いは、筒体 1 2 の中に噴出する可燃性ガスの量や酸素の量に応じて変えてやれば良い。中心軸線 C L の傾斜の度合いや筒体 1 2 の回転数をコントロールすることによって、第 2 の粒子 G 2 の焼成時間をコントロールすることができる。そして、第 2 の火山ガラスマイクロボール P 2 の形状（すなわち、真球度）や、第 2 の火山ガラスマイクロボール P 2 の色をコントロールすることができる。

40

【 0 1 2 5 】

図 3 に示したバーナー 1 において、ノズル 1 1 から酸素と共に第 2 の粒子 G 2 が筒体 1 2 内に噴出する構成とした。これに代えて、以下の構成とすることも可能である。

すなわち、ノズル 1 1 と配管 1 7 を設ける代わりに、ノズル 1 0 に連なる可燃性ガスの配管に、第 2 の粒子 G 2 を貯蔵するタンク 1 9 に通じる配管 1 8 を接続する。そして、ノズル 1 0 から可燃性ガスと共に第 2 の粒子 G 2 が筒体 1 2 内に噴出させる。また、筒体 1 2 の開口端 1 3 側端部から、空気を筒体 1 2 内に供給する。ノズル 1 0 から可燃性ガスを筒体 1 2 内に噴出することにより、筒体 1 2 の開口端 1 3 周辺に存在する空気が筒体 1 2 内に開口端 1 3 側端部から吸い込まれる。

50

【産業上の利用可能性】

【0126】

上記のようなガラス質火山噴出物に由来する微小粒子の製造方法であるので、化粧品等の添加物を製造・供給する産業等において有用である。

【符号の説明】

【0127】

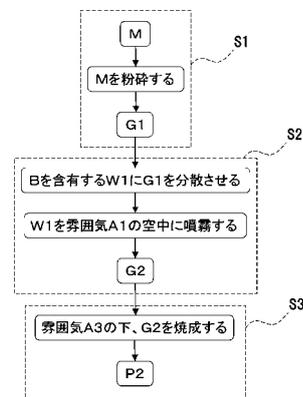
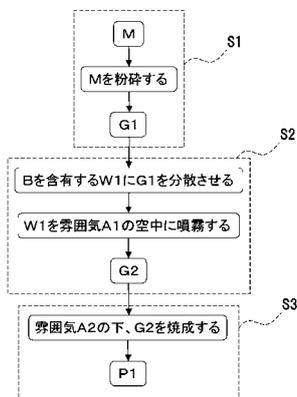
- M 原料
- G1 第1の粒子
- G2 第2の粒子
- P1、P2 火山ガラスマイクロボール
- S1 第1の工程
- S2 第2の工程
- S3 第3の工程
- 1 バーナー
- 10、11 ノズル
- 12 筒体
- 13、14 筒体の開口端
- 15 回転機構
- 17、18 配管
- 19 タンク
- 20 混合ガスの螺旋状の流れ

10

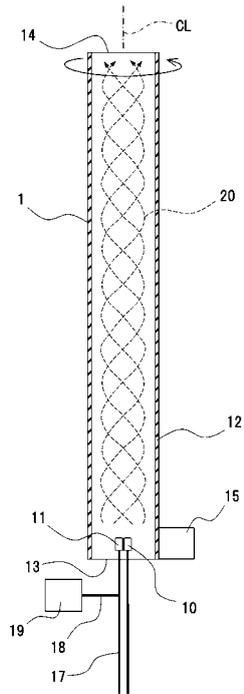
20

【図1】

【図2】



【 図 3 】



フロントページの続き

- (72)発明者 塚本 翔悟
鹿児島県霧島市隼人町小田 1 4 4 5 - 1 鹿児島県工業技術センター内
- (72)発明者 新山 孝子
鹿児島県霧島市隼人町小田 1 4 4 5 - 1 鹿児島県工業技術センター内
- (72)発明者 山之内 清竜
鹿児島県霧島市隼人町小田 1 4 4 5 - 1 鹿児島県工業技術センター内
- (72)発明者 井川 猛志
鹿児島県薩摩郡さつま町田原 2 2 7 1 - 1 株式会社井川産業内
- (72)発明者 井川 智行
鹿児島県薩摩郡さつま町田原 2 2 7 1 - 1 株式会社井川産業内

Fターム(参考) 4G004 EA02 EA08
4G073 BD03 BD11 BD21 BD23 CE10 FA09 FD22 FD24 FD25 FD30
UA08 UB31