インライン連続式ヒートソーク試験による高信頼性強化板ガラス

（日本板硝子株式会社）○酒井千尋

In-line continuous Heat Soak Test and high reliable tempered sheet glass /○Sakai C. (NIPPON SHEET GLASS CO., LTD.) / Heat Soak Test is one of the suitable solutions for the avoidance of spontaneous breakage of tempered and heat-strengthened glass. Two kinds of the Heat Soak Tests have been standardized as ISO20657, in 2017. The one is conventional off-line Heat Soak Test, and the other is new advanced in-line continuous Heat Soak Test. The in-line continuous Heat Soak Test has large benefits for the productivity improvements (e.g. production time shortening, mass production, and thermal homogeneity). We can produce a lot of tempered sheet glass with high reliability by in-line continuous Heat Soak Test, automatically.

問合先 : e-mail Chihiro.Sakai@nsg.com

【緒言】 2017年にISO20657として、強化板ガラスの硫化ニッケル（NiS：Nickel Sulfide）による自然破損（Spontaneous Breakage）を防ぐためのヒートソーク試験技術（HST：Heat Soak Test）が国際規格として制定された。ISO20657には、既存のオフライン・ヒートソーク試験技術と、新たな提案によって登録されたインライン・連続式ヒートソーク試験技術が具体的な処理条件（温度と時間）と共に記載されている。強化板ガラスの自然破損は、ガラス製品に含まれるNiSの結晶相が、室温で不安定なα相から室温で安定なβ相に相転移することにより発生する体積膨張（約4%）によって起こることが知られている。

従来のヒートソーク試験技術は、強化板ガラスの製造工程（加熱→急冷）を経て熱処理された板ガラス製品を再度室温からソーク炉内に挿入して加熱する方法であり、ソーク炉の加熱と冷却を繰り返す作業を伴い、製品の挿入や取り出しなどで自動化が難しい。いっぽう、後者は強化と冷却の工程の直ぐ下流に連続してソーク炉を設置できるので、ソーク試験に対して自動化が可能となり、作業の効率化や時間短縮が期待できる。また、ソーク炉は常に一定温度に保たれて炉内の均熱化も維持できるので、ソーク処理試験における信頼性の向上にも大きく寄与する。以下に、オフライン・ヒートソーク試験とインライン・連続式ヒートソーク試験の違いを比較して示し、ヒートソーク試験の信頼性の向上に対して述べていく。

【結果と考察】

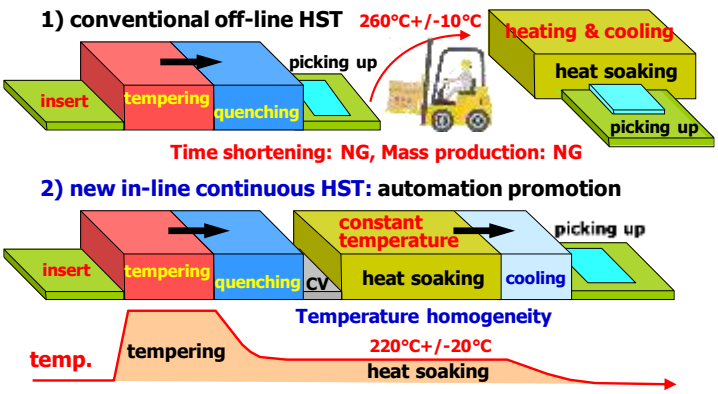

Fig.1 Comparison of two kinds of Heat Soak Tests

Fig.1は、従来タイプのオフライン・ヒートソーク試験技術と新しいインライン・ヒートソーク試験技術のそれぞれの工程を比較したものである。オフライン・ヒートソーク試験では、強化炉からの製品の取上やソーク炉への挿入に対して製品のハンドリングが必要であることがわかる。また、ソーク炉はその都度開閉が必要となるので、炉内の均熱化などが難しい。

いっぽう、インライン・連続式ヒートソーク試験では、常に一定温度（220℃±20℃）に保持されたソーク炉内に強化直後の製品が自動的に挿入されるので、人為的なハンドリングが生じず、またソーク炉内の均熱も維持することができる。したがって、常に一定のソーク処理温度での処理が可能となる。以下に、インライン・ヒートソーク試験での NiS の β 相転移率の変化を調べるために、加熱処理した NiS サンプルの顕微ラマン分光測定を行った結果を示す。

Fig.2 は、板ガラス中に包有された NiS 粒子に対してインライン・連続式ヒートソーク試験の熱履歴で加熱したサンプルの顕微ラマン分光法の測定結果を示す。強化工程をイメージした 450℃-15min 加熱では、NiS は明確なラマンピークを持たない α 相であるが、その下流で連続的ヒートソークされた NiS は明瞭なピークを持つ β 相に相転移していることがわかる。

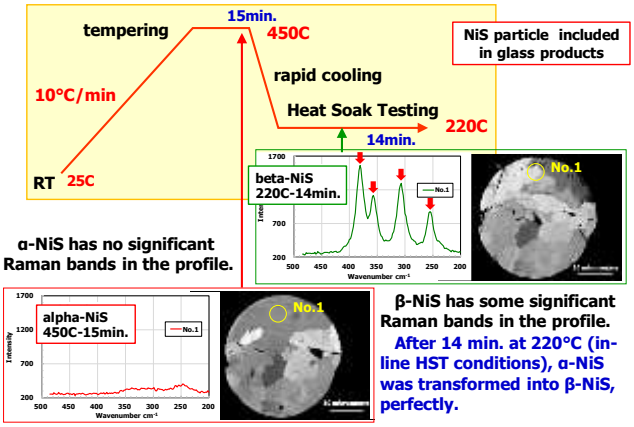

Fig.2 Results of micro-Raman spectrometry for alpha-beta phase transformation of NiS

同様な調査は、高温顕微鏡を用いた「その場」観察法と示差熱分析、および高温X線回折法によって確認され、高温X線回折法と顕微ラマン分光法によって NiS の β 相転移率が定量的に求められた。

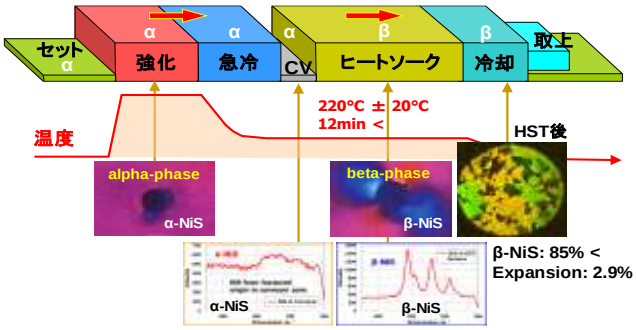

Fig.3 Phase transformation of NiS for in-line continuous HST by micro-Raman spectrometry

Fig.3 は、インライン・連続式ヒートソーク試験の前後で採集された NiS 粒子内部の結晶状態を顕微ラマン分光法で測定した結果を示す。顕微ラマン分光法の測定は強化炉内の NiS、ヒートソーク炉前のコンベアー上、およびヒートソーク炉内とその下流で採集された NiS に対して実施された。マッピング分析法によってヒートソーク試験後の NiS には 85%の体積比で β 相が含まれ 2.9%の体積膨張が計算された。強化板ガラスはヒートソーク試験後に破損して、NiS が完全に除去されることが確認された。

インライン・連続式ヒートソーク試験によって、我々は以下のように多くのメリットを得ることが出来る。

1) 強化工程と直接連動した自動化されたヒートソーク炉によって、ソーク漏れの無い高い信頼性を持つ安全な強化板ガラスの製品を製造することができる。また、生産性の向上や異形品種や大量生産の強化にも柔軟に対応できる。
2) インライン・連続式ヒートソーク試験では、ヒートソーク炉の加熱と冷却を繰り返さない（炉内は常に一定温度に保持される）ので、炉内の均熱が維持されて β 相転移を安定的に再現できる。
3) 従来のオフライン式に対して低温処理（220℃）も可能となるので短時間での生産が可能となった。

インライン・連続式ヒートソーク試験技術では、ヒートソーク炉の下流側にさらに熱的なショック炉を併設することによって、クラック発生して自然破損まで至らない不完全な NiS や熔融欠点や異物なども熱的ショックによって除去することも可能となった。