

強化板ガラスの高い信頼性のための硫化ニッケル異物の β 相転移率の定量分析法

(日本板硝子株式会社) ○酒井千尋

Quantitative analysis of beta-phase transformation of Nickel Sulfide for high reliability of tempered sheet glass

/C. Sakai (NIPPON SHEET GLASS CO., LTD.)/

Spontaneous breakage of tempered sheet glass is caused by volume expansion during beta-phase transformation of Nickel Sulfide. The Nickel Sulfide is one of the most dangerous defects. Heat Soak Test has been carried out as one of the effective solutions for the reduction of spontaneous breakage. It is important that we quantitatively analyze the degree of beta-phase transformation of Nickel Sulfide in manufacturing process, in order to guarantee the reliability of in-line continuous Heat Soak Test. For fine-grained Nickel Sulfide in the fractured origin, the crystallographic evaluation by mapping method using micro-Raman spectrometry will be shown in the presentation.

問合せ先: chihiro.sakai@nsg.com

1. はじめに (背景と課題)

強化板ガラスに含まれる硫化ニッケルの β 相転移率の定量的な評価は、ヒートソーク試験の信頼性を確保するためには重要である。硫化ニッケルの α - β の相転移は、粉末X線回折法によって明確に示すことが出来るが、平均粒径が $150\mu\text{m}$ の微細な異物粒子に対しては有効な評価法ではない。したがって、我々は強化板ガラス製品の安全性と信頼性を確保するために新たな評価技術を確立することが求められている。

2. 解決方法 (実験的アプローチ)

顕微ラマン分光法は、ガラスのネットワーク構造の解析に幅広く活用されている。また、酒井¹⁾によって、共焦点顕微ラマン分光法がガラスに包有される結晶質の異物の同定にも有効であることが示された。このような最新の分析技術を自然破損した強化板ガラスの始発点に含まれる硫化ニッケルの分析に応用できれば、微小な粒子の結晶状態を定量的に把握できる。

図1は、板ガラスに含まれる硫化ニッケル粒子の顕微ラマン分光測定の結果を示す。特徴的なラマンバンドの比較によって、 α 相と β 相は明確に識別できることがわかる。

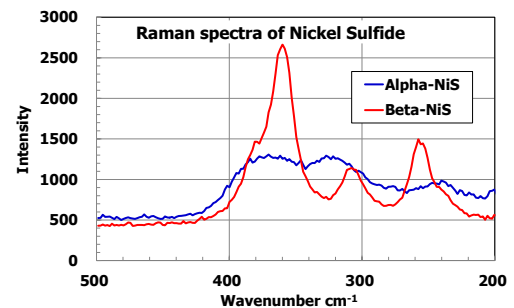


Figure 1. alpha-beta phases of Nickel Sulfide by micro-Raman spectrometry

3. 調査結果 (β 相転移度と体積膨張率)

図2には、反射顕微鏡と顕微ラマン分光法によるマッピング測定の結果を比較して示す。ガラス中の硫化ニッケル粒子は、 β 相転移によって自然破損を引き起こすが、粒子全体の約55%に α 相が残存していることがわかる。図2の結果に対して、それぞれの結晶相の β 相転移による単位胞体積の変化を考慮すると、約3%の体積膨張を引き起こしたことがわかった。これらの結果を、ヒートソーク試験の実工程での評価に応用すれば、高い信頼性を持つ強化板ガラスの生産に応用することができる。

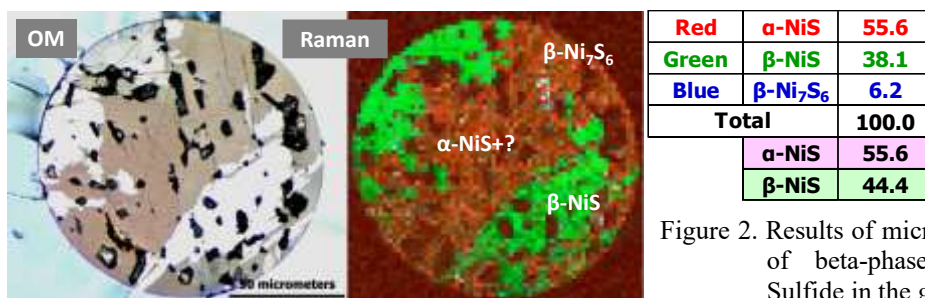


Figure 2. Results of micro-Raman mapping and degree of beta-phase transformation of Nickel Sulfide in the glass product

4. 文献

- 1) 酒井千尋 「顕微ラマン分光法を活用した微小な結晶質異物の迅速な同定」 第58回ガラスおよびフォトンクス材料討論会、2017。