顕微ラマン分光法のマッピング分析を応用した 硫化ニッケル異物の相転移状態の定量分析技術

(日本板硝子株式会社)○酒井千尋

問合せ先 : e-mail Chihiro.Sakai@nsg.com

強化板ガラス製品の安全性の維持・向上に対して、板ガラス製品の硫化ニッケル(NiS)異物の除去は非常に重要である。これらの対策として、素板製造の過程で金属探知機などの使用によりNi含有金属は除去されるが、板ガラス製品中でNiS異物を完全に除去することはできない。ISO20657_2017では、従来のオフライン・ヒートソーク試験と強化工程と連動したインライン・連続式ヒートソーク試験技術が示され、強化板ガラスの信頼性がより向上され、安全な製品を市場に供給するための処理が実施されている。

ヒートソーク試験でのNiSの β 相転移率の達成度は、製品の信頼性の向上に対して非常に重要である。NiSの α - β の相転移は、高温顕微鏡その場観察、示差熱分析、示差走査熱量測定、および高温X線測定などで確認することができるが、製品中の平均粒径 $\phi 150\mu\text{m}$ のNiS粒子の結晶状態の評価は、上記の分析評価によっては微粒子のために明確にされなかった。

研磨された断面における硫化ニッケルの結晶状態の定量化は、顕微ラマン分光のマッピング測定によって得られる α 相と β 相の比率を面積比で算出することによって、異物粒子の β 相転移率を定量的に知ることができる。これらの測定を、強化炉、強化炉からヒートソーク炉への中間ゾーン、ヒートソーク炉、および取り上げゾーンで回収されたNiS粒子に対して行うことで、ヒートソーク試験の能力の確認と、信頼性の向上を達成することができた。さらに、硫化ニッケルによる強化板ガラスの市場破損の原因を破損起点のNiS粒子の結晶状態からも知ることができた。