

無アルカリ硼珪酸ガラスへの気中溶解技術の応用

旭硝子(株) 生産技術センター

酒本 修

Application of the in-flight melting technology to an alkaline free borosilicate glass

Sakamoto Osamu

Asahi Glass Co.,Ltd. Production Technology Center

概要

ガラス溶融プロセスにおける画期的な省エネルギーを目指す「気中溶解（インフライトメルティング）技術」は、2005年度より、NEDO技術開発機構委託による研究プロジェクトとして開発を開始し、3年間の先導研究の成果を踏まえて、2008年度からは、「エネルギーイノベーションプログラム／革新的ガラス溶融プロセス技術開発」のNEDOプロジェクトとして新たな体制・目標で研究開発を進めている。プロジェクトの全体概要は文献を参照されたい¹⁾。本稿では、プロジェクトの1テーマである、液晶用無アルカリ硼珪酸ガラスへの気中溶解技術の応用についての開発概要を述べる。

1. はじめに

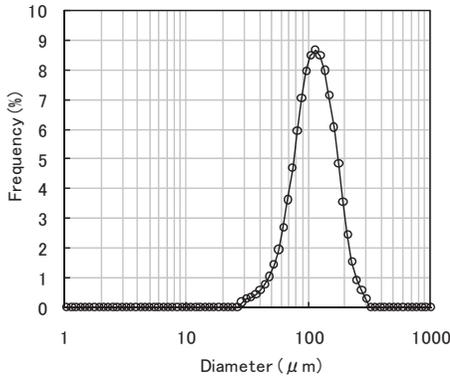
気中溶解技術は、原料段階で略目標組成になるように造粒された顆粒原料を、酸素燃焼バーナー及びプラズマによって発生させた超高温場

に直接投入することによって個々の顆粒を瞬時に溶融してガラス液滴にする技術であり、超高温場を通過する1秒以下の短時間でガラス溶融するので、溶融時間と溶融炉サイズを劇的に小さくすることができ、その結果、大幅なエネルギー効率の向上が期待できる。本プロジェクトにおいては、汎用ガラスであるソーダライムガラスとともに、液晶など電子分野に必須な硼珪酸ガラスも開発ターゲットとしている。先導研究において、硼珪酸ガラスを気中溶解すると硼酸が激しく揮散し、硼酸残存率とガラス化率とがトレードオフの関係になることが明らかになっている²⁾。したがって、硼素の揮散抑制が、硼珪酸ガラスの気中溶解における最大の課題である。

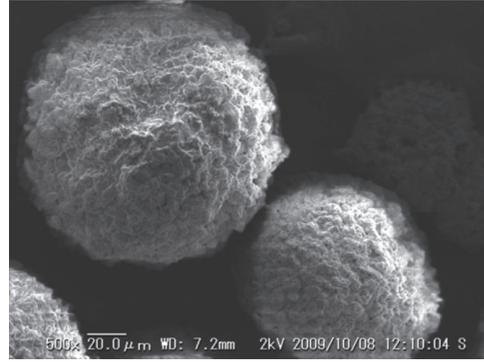
2. 原料造粒技術

気中溶解技術においては、高温場に投入する原料の状態が非常に重要で、本プロジェクトにおいては、均質性が高く、粒度分布がシャープにできるスプレードライ法により造粒した造粒体を気中溶解用原料として使っている。図1に無アルカリ硼珪酸ガラス造粒体原料の粒度分布とSEM写真を示す³⁾。ガラス組成は、50 SiO₂

〒230-0045 神奈川県横浜市鶴見区末広町 1-1
TEL 045-503-7152
FAX 045-503-5179
E-mail: osamu-sakamoto@agc.com



(a) 造粒体の粒度分布



(b) 造粒体のSEM写真

図1 硼珪酸ガラス造粒体の粒度分布(a)とSEM写真(b)

-15 B₂O₃-10 Al₂O₃-25 BaO (wt%) であり、1次原料としては、珪砂、硼酸、アルミナ、炭酸バリウム の4種類を使っている。気中溶解では、造粒体原料を気体搬送などの手段で気中溶解用バーナーに投入するが、気中での溶解過程が終了する前に破壊されないように、ある程度の強度を持っていることが必要である。スプレードライ法は、1次原料を分散したスラリーを作ってそれを乾燥させるプロセスであり、スラリーの性状が、得られる造粒体の特性や品質を大きく左右する。これまでの基礎検討で、無アルカリ硼珪酸ガラスに適した造粒方法を見出してきている。

3. 硼珪酸ガラスの気中溶解

無アルカリ硼珪酸ガラスを気中溶解して得たガラス粒子の粒径とガラス組成を詳細に調べた結果、ガラス粒径が小さいほど硼酸の残存率が小さくなっていることがわかり、気中溶解プロセス中で反応が終了する前に造粒体が破壊されることによって硼酸残存率が低下していると考えた。造粒体の強度に影響を及ぼす因子は幾つかあるが、その中で、1次原料粒径の影響を調査したところ、粒径が小さい珪砂を使うほど造粒体強度が大きくなることがわかり、それらの造粒体を気中溶解してガラス化率と硼酸残存

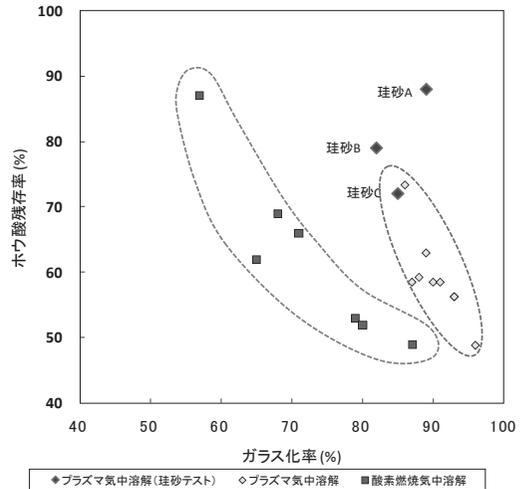


図2 ガラス化率と硼酸残存率との関係

珪砂 A：平均粒径=0.5 μm

珪砂 B：平均粒径=4.5 μm

珪砂 C：平均粒径=9.1 μm

率を調べた結果、図2に示すように、もっとも小さな珪砂を使った造粒体を気中溶解した時に、硼酸残存率が最も高くなることがわかった³⁾。珪砂 A を使用した場合の硼酸残存率は90%近く、この値は、実製造している硼珪酸ガラスの硼酸残存率に匹敵するため、実用レベルであるといえる。

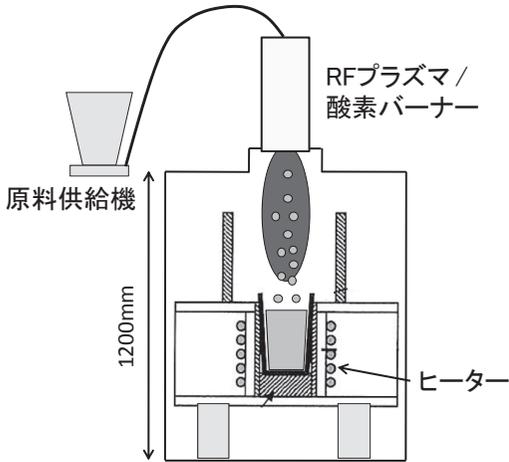


図3 プラズマ気中溶解ガラスメルト採取設備概念図

4. 気中溶解ガラスの品質

ガラスの溶解品質を評価する上で、泡は欠くことのできない指標であるが、プラズマ溶融では、これまで、ガラス粒子しかサンプリングできず、泡数や大きさを正しく評価できなかった。最近、プラズマ溶融したガラスブロック体の作成に成功し、泡の評価を開始している。装置概念図を図3に示す。気中溶解されたガラス粒子が冷却される前に、高温に保持した坩堝で受け、ガラスメルトを作成し、その後冷却して取り出す。ガラスブロックは未溶融珪砂などなく透明なガラスである(図4)。今のところ、清澄剤成分を添加していないこともあり、100

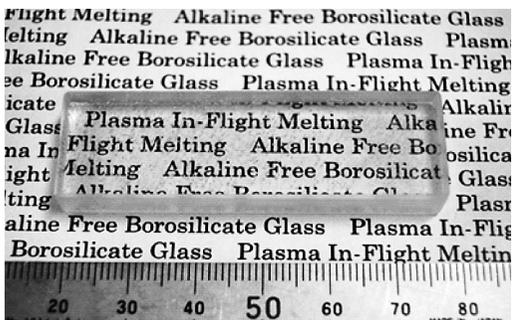


図4 プラズマ気中溶解で作成したガラスブロック

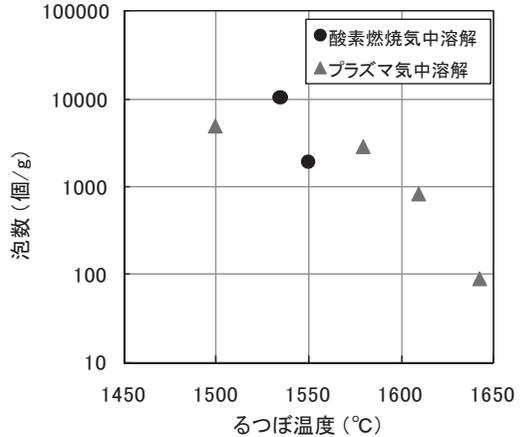


図5 プラズマ気中溶解ガラス中の残存泡数

μm以下の微細な泡が多数存在するが、泡数は坩堝の設定温度を高くするほど少なくなり、1640℃の時に、当面のプロジェクト目標値である0.1 vol%以下を達成できている(図5)。

5. 今後の開発課題と計画

これまでの研究によって、無アルカリ硼珪酸ガラスも気中溶解可能であり、最大の課題であった硼酸の揮散を抑制する考え方を明らかにできた。今後は、実用化に向けた課題とその対策方針を明らかにすることがプロジェクト目標である。また、気中溶解では、従来難しかった特殊ガラスも溶解可能性があると思われるので、その可能性検討も進めていく。

参考文献

- 1) 伊勢田徹, NEW GLASS, 25 (4) (2010) 46
- 2) NEDO, 平成17~19年成果報告書「直接ガラス化による革新的省エネルギーガラス溶解技術の研究開発」, 2008年3月
- 3) O. Sakamoto, C. Tanaka, S. Miyazaki, N. Shinohara, S. Ohkawa, "Application of The In-flight Melting Technology Using RF Plasma To An Alkaline Free Borosilicate Glass", The 3rd International Congress on Ceramics (大阪), 2010年11月