

低融点ガラスVaneetectシリーズ VS-1298M

Low-Melting Vanadate Glass Vaneetect Series VS-1298M

五十幡 貴弘 Takahiro Ikabata
イノベーション推進本部 新事業開発部

1 概要

近年、住宅の断熱規制が推進されており、窓断熱用途として真空複層ガラス (Vacuum Insulation Glass) が注目されている。VIGの製造には主に低融点ガラスが用いられており、ガラスパネルの高気密性、高信頼性を実現している。

当社は低融点バナジウム系ガラスVaneetectシリーズとして、Vaneetect II (400℃接合)、Vaneetect III (300℃接合)を開発した。しかし、IIは接合温度が高温度であり、IIIは銀を含有するため高価であった。そこで、銀非含有でさらなる低融点(350℃接合)・低コスト化を実現したVS-1298Mを開発した。

Recently, housing thermal insulation regulations have been promoted, and Vacuum Insulation Glass (VIG) has attracted attention for heat insulation applications for windows. Low-melting Glass is used for VIG to achieve high airtightness and high reliability.

We have developed Low-melting Vanadate Glass, VaneetectII (400 °C bonding) and VaneetectIII (300 °C bonding). However, II has a high bonding temperature, and III is expensive because it contains silver. Therefore, we have developed VS-1298M (350 °C bonding), a silver-free vanadate glass with an extremely low melting point.

2 製品の特長

- ・銀非含有で最も低融点(350℃)。
- ・大気、不活性ガス、真空中で気密封着が可能。
- ・ガラス、セラミックス、金属等と良好に接合。

3 開発の経緯

現行のVIG気密封着用ガラスは450℃封着の鉛・ビスマス系ガラスが主流であり、より低温で溶融する鉛フリーガラスが常に要求されている。バナジウム系ガラスの低融点化には銀の添加が効果的であるが、銀は高価である。そこで、銀非含有で350℃接合を目標として開発を行った。以下に克服すべき課題と開発指針を示す。

- ① 銀非含有であること。銀は陽イオン状態でガラス中に取り込まれていると推定されているため、同様の陽イオンであるアルカリ金属類で代替検討した。
- ② ガラス温度特性：軟化点が310~330℃程度であり、350±10℃で接合可能であること。
- ③ 結晶化開始温度：接合温度+50℃以上(400℃以上)であること。低融点ガラスが結晶化すると接着性が失われるため、高いほど好ましい。
- ④ 熱膨張係数(CTE)：調整可能であること。被着体と低融点ガラスのCTEが乖離している場合、剥離やクラックによる信頼性の低下が発生する。
- ⑤ 化学的信頼性：耐水、酸、アルカリ性試験および気密性等は現行品である鉛、ビスマス系ガラス同等であること。

4 技術内容

低融点ガラスVP-1298Mを開発した。開発品は銀を含有せず、350℃で溶融して接合が可能である。示差熱分析(DTA)を用いてガラス転移温度 T_g 、軟化点 T_s 、結晶化開始温度 T_{cry} を測定した。開発品および従来品400℃接合水準の測定結果を表1に示す。また、ガラス粉末の圧粉成型体を用いてボタンフロー試験(目標温度30分保持)を行った。試験結果を図1に示す。成型体は320℃から軟化を開始し、350℃で流動していることが確認できる。

表1 低融点ガラス温度特性(代表値)

Table 1 Temperature Characteristics of Low Melting Glass

サンプル		開発品	400℃接合品
T_g	℃	261	312
T_s	℃	321	381
T_{cry}	℃	439	483



図1 ガラス粉末ボタンフロー試験

Figure 1 Button Flow Test of Glass Powder

開発品ガラス粉末は熱膨張調整フィラと混合し、有機溶剤やバインダ樹脂等を用いてペースト化が可能である。ガラスペーストはディスペンサで任意の形状に塗布が可能である。熱膨張係数をソーダライムガラスと同等に調整したVS-1298Mを開発した。厚み3mmのソーダライムガラス2枚を接合距離200 μ m、350℃で接合し、耐水、耐塩水、耐酸性、耐アルカリ性試験を実施した。結果を表2に示す。VS-1298Mは試験後の低融点ガラスの剥離が少なく、化学的信頼性が高いことが確認できる。

表2 VS-1298Mの信頼性試験結果

Table 2 Reliability Test Result of VS-1298M

試験条件	耐水性 120℃, 0.199 MPa, 48 h	耐塩水性 100 g/L NaCl, 35℃, 1000 h	耐酸性 0.25 mol/L H ₂ SO ₄ , 50℃, 2 h	耐塩基性 0.5 mol/L NaOH, 50℃, 2 h
試験前				
試験後				

5 今後の展開

- ・ 開発品のサンプル提供と実用性評価