UDC: 666.181: 621.397.446

Development of Physical Tempering Method for Glass at High Viscosity Region After Press Forming – Application for Spacer-free FED Front Glass –

金杉 諭*・楢木 健*・加藤保真*・村上隆弘**・菅原恒彦*** Satoshi Kanasugi, Takeshi Naraki, Yasumasa Kato, Takahiro Murakami and Tunehiko Sugawara

For the box-shape front glass for field emission display (FED), we have developed a new physical tempering method which is called Non-uniform Tempering by Partial Quenching (NTPQ). It enables to get higher compressive stress on the periphery of the screen surface of the front glass compared with conventional uniform tempering. The vacuum stress becomes large at peripheral portion of both long and short sides. In order to prevent breakage caused by fatigue, these areas should be compressively prestressed so that the compressive stresses can cancel the high tensile vacuum stresses. In the case of the NTPQ, it succeeded in getting higher compressive stress about 100 MPa, controlling the thermal shrinkage ratio about 100 ppm at 370 degree.

1. 緒 言

FED (Field Emission Display) 12, CRT (Cathode ray tube)の特徴である高輝度、高解像度、 高階調に加えて、液晶TVの特徴である低消費電力 を合わせ持つ優位性があるため、次世代のフラット パネルディスプレイとして期待されている。エミッ タに関しては、CNT (Carbon Nano Tube)、スピン ト型、SCE、BSD、MIM等、多岐にわたり開発が進 められている。他方、電子放出源の開発に比べて、 実用的なパネル構造については、高真空のパネル容 器内部にスペーサを立てることのみに終始してきた ため、十分な検討がなされてこなかった。スペーサ の存在はチャージアップによる2次電子放出等の不 具合を引き起こす原因となり、FEDが有する高画質、 高信頼性等の優位性を損なう要因となっている。こ のため、スペーサを除去した構造の実現が、FEDが 本来有する性能を発揮する上で不可欠であると判断 した。

我々は、国家プロジェクト(CNT-FEDプロジェ クト)の成果として、全く新規な容器構造を考案す ると共に、それに適合する成型技術、ガラス新組成、 部分物理強化法、無鉛の低温封着材料と低温封着プ ロセスの要素技術を開発した⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾。最終的には、こ れらを集積することにより従来技術を想定した場合 と比較して1/4程度にまで軽量化したスペーサーフ リー型パネル容器を開発した。

本報告では、特に我々の開発したNTPQ法(<u>Non-uniform Tempering</u> by <u>Partial Quenching</u>)と称す 部分強化技術に焦点を向ける。NTPQ法は、従来の CRT用パネルの強化法に比べて5倍程度、すなわち 100MPaオーダーの圧縮応力をガラス面内に選択的 に付与することを可能にし、低コンパクションとい う優位性をあわせて有する。

2. パネル構造

本プロジェクトで開発したパネル容器構造につい て紹介する。Fig. 1に、基本構造の1/4部分と周辺構 造のモデルを示す。パネル容器は、フロントガラス、 リアガラス、リアプレート、周辺補強部材で構成さ れており、主にガラス部材とその封着部が気密封着 機能を、金属の周辺補強部材が耐圧機能を担う。

40インチサイズで周辺補強部材が無い場合には、 封着部に発生する最大真空応力が100MPa程度と大 きく、封着部の実用強度を逸脱する。一方、周辺補 強部材を設けた場合には、封着部の最大真空応力を 8MPa程度まで低減できる。また、周辺補強部材を



Fig. 1 Design of panel structure.

リアプレートと接合する金属接合部分には、25MPa 程度の真空引張応力が負荷されるが、金属の接合強 度から許容範囲内である。すなわち、封着域に発生 する曲げモーメントをガラス接合部と金属接合部に 分担させることによりガラス封着部の真空引張応力 を低減し、許容レベル以下に抑制することを可能に した。

しかし、ガラス封着部に発生する真空引張応力を 低減したトレードオフとして、フェース周辺部には 強い真空引張応力が発生する。Fig. 2に示すように、 周辺補強部材を設けることによって、フェース端部 に発生する真空引張応力は、周辺補強部材がフロン トガラス周辺部を強く拘束するため、周辺補強部材 がない場合に比べて4割程度増加する(40MPa→ 57MPa)。したがって、フェース部周辺に対して、 真空時に発生する引張応力に耐えうるだけの圧縮応 力をガラス表面に付与し、見かけのガラス強度を 80MPa程度まで高める必要があった。我々はガラス 表面に強い圧縮応力を付与する方法として風冷によ る物理強化法を選択した。



Fig. 2 Vacuum stress distributions on the front glass in the vicinity of the sealing portion of the glass envelope.

3. 新物理強化法

物理強化法に関しては、厚みが6mmの板で100~200MPaの表面圧縮応力を従来法(自動車ガラスで 実施されているlog η =10^{7~8}dPa·s程度の低粘性域から の均一冷却法)で導入しようとすると、強化開始時 のガラス表面粘性はlog η =10⁷~10⁸dPa·s程度が必要 であった。

しかし、プレス成型後にパネル形状に影響を与え ずに金型から取り出せるガラス粘性は10¹¹ dPa・s以上 と知られている。よって、プレス成型終了後の風冷 強化を想定した場合、冷却開始粘性は10¹¹ dPa・s以上 となり、従来法と比較してかなり高粘性域からガラ スを冷却する必要が生じた。

プレス成型後の比較的低温度域の強化プロセスで は、高粘性域からの高い強化応力付与が第一の課題 である。さらに、物理強化法を適用するとコンパク ションが増大する問題があるため、コンパクション を低減できる物理強化法の開発が第二の課題であ る。

3.1 強化シミュレーションによる強化温度検討

Fig. 3に、FED候補組成ガラスに対する1次元強化 シミュレーション(粘弾性解析)の結果を示す。な お、計算は風冷時の熱伝達係数が180 W/m²Kでガラ ス板厚10mmの場合で、強化圧縮応力と一時引張応 力は強化圧縮応力の最大値で正規化している。





*: the viscosity of glass surface when quenching start

Fig. 3に示すように、ガラス粘性が10¹¹ dPa・s以上 では残留する強化圧縮応力は小さくなり、逆に一時 引張応力が大きくなる。すなわち、従来の一様冷却 法では高粘性域からの冷却で高い圧縮応力付与を狙 うと、一時引張応力による割れが発生する。以上の シミュレーション結果から、プレス成型プロセスへ の従来法の適用は不可能と判断した。 3.2 強化シミュレーションによる局所冷却効 果検討

前述のように、ガラス表面に80MPa程度の強い圧 縮応力の付与を狙うと、パネル成型プロセスでは従 来法の適用が困難であるとともに、大きな強化圧縮 応力を付与することとコンパクションを許容限界内 に抑制することの両立が困難であった。これらを解 決するために、従来の一様に表面全体を冷却する物 理強化法とは異なる、部分強化法(Non-uniform Tempering by Partial Quenching)を考案した。

NTPQ法は、割れの原因となる真空引張応力が大きいフェース端部に対し、選択的かつ部分的により 大きな圧縮応力を付与することが可能である。原理 としては、平面応力の効果を用いて、強化不要な箇 所の表面圧縮応力の低減を許す代わりに、強化必要 な箇所の表面圧縮応力の増加を狙った手法である。 Fig. 4に、平面応力効果による板厚方向の残留応力 分布の模式図を示す。冷却箇所の平面残留応力は圧 縮となり、非冷却箇所の平面残留応力は引張りにな る。つまり、均一冷却した場合の板厚方向応力分布 (Fig. 4青線)と比較して、部分冷却は冷却箇所が全 体的に圧縮側にシフトし(Fig. 4青矢印)、非冷却箇 所が全体的に引張側にシフトする(Fig. 4赤矢印)。



Red line : partial quenching

Fig. 4 Residual stress distributions in glass plate.

平面応力の付与効果を確認するため、粘弾性解析 を行った。Fig. 5に解析モデルと面内の熱伝達係数 分布図を示し、Fig. 6に解析結果である残留応力の 分布図を示す。Fig. 6より、150W/m²Kの対流熱伝達 係数で全面を均一に冷却した場合と比較して、全面 冷却と同様の150W/m²Kの対流熱伝達係数で局所的 に冷却した方が、平面応力の効果がプラスされ、残 留応力が大きい。対流熱伝達係数の分布が大きいほ ど平面応力効果も大きいが、分布が大きすぎると、 周辺(局所冷却範囲外)の表面に引張応力が発生す るとわかった。

以上より、全面冷却と同様の対流熱伝達係数で局 所的に冷却した場合、全面均一冷却よりも局所冷却 の方が部分的に大きい残留応力を付与できると解析 的に確認した。



Fig. 5 Calculation model and distribution of heat transfer coefficient.



Fig. 6 Result of calculation.

3.3 局所冷却試験

3.3.1 方 法

Fig. 7に示す強化評価装置を製作し、冷却条件の 適正化のための予察試験を実施した。予察試験では、 145mm×115mm×t5.0mmの平板ガラスを電気炉に て加熱し、本装置を用いて急冷した。冷却方法とし て部分冷却と全面冷却の2方法を実施し、両者の表 面圧縮応力を比較した。Fig. 8に強化評価装置のノ ズル配置概略図を示す。全面冷却は、Fig. 8中の上 下10本のノズルをすべて用い、均一冷却を仮定して ガラス全面を冷却した、また、NTPQを仮定した部 分冷却は、Fig. 8中の上下中央の2本のみを使い、 ガラス中央のみを部分的に冷却した。



Fig. 7 Device of physical tempering evaluation.



Fig. 8 Cooling nozzle pattern.

3.3.2 結 果

Fig. 9に、部分強化したサンプルの冷却開始粘性 と強化により冷却部分に残留する表面圧縮応力との 関係を示す。NTPQによって、板厚5mm、冷却開始 粘性が10¹¹ dPa・s程度の場合、熱伝達係数が100 W/m²K程度で80MPa程度の表面圧縮応力が導入可能 であると判明した。

さらに、Fig. 10より、冷却開始粘性が10¹¹ dPa·s





* : the viscosity of glass surface when quenching start



Fig. 10 Residual compressive stress vs. glass viscosity* relation of comparison between NTPQ and conventional quenching.

* : the viscosity of glass surface when quenching start

程度からでも、部分冷却品は全面冷却品と比較して 強い残留圧縮応力が付与できるとわかった。つまり、 平面方向に積極的に温度分布を形成しガラスの平面 応力を付与することで、全面冷却に対して約30%増 の表面圧縮応力を冷却箇所に付与できるとわかっ た。

3.4 NTPQ法を用いたフロントガラスの試作

予察検討結果に基づいて、NTPQ法による外径18 インチのフロントガラスの試作を実施しその有効性 を確認した。さらに、試作を通して18インチのFED フロントパネルの必要板厚と風冷条件を決定した。 3.4.1 方 法

Fig. 11に製作した強化装置本体とその他の付属装置を模式的に示す。金型からパネルを取り出し、約10s後に冷却ノズルにより冷却を開始した。Fig. 10に、NTPQ法の強化装置本体と冷却ノズル配置の概略を示す。

Fig. 12に示したように、フロントガラス外面 (フェース面)の周辺部(短軸端と長軸端)に、



Conventional cooling fan

Fig. 11 Schematic view of physical tempering devices.





quenching nozzles at four corners of the inner surface

Fig. 12 Schematic view of partial quenching

nozzles.

NTPQ法による部分強化を目的としたスリット状の 冷却ノズルを設けた。また、フロントガラス内面 (強化装置上側)のコーナー部には、表面での引張 応力の発生を防ぐための円筒状の冷却用ノズルを設 けた。フロントガラスは、外面コーナーの4点で支 持した。冷却時の熱伝達係数は、120~150 W/m²K、 冷却開始粘性は10¹¹ dPa·s、冷却時間は120~300秒と した。

3.4.2 結 果

Fig. 13に、試作したサンプルの写真を示す。ガラス表面の強化圧縮応力分布は、バビネ型表面応力計(折原製作所製BTP-M)を用いて評価した。Fig. 15に、NTPQ法と従来の全体を一様に冷却する方法(全面冷却)により付与された表面圧縮応力分布の比較を示す。Fig. 14中には、フェースの1/4部分に発生する真空応力分布を示した。大きな真空応力(引張応力)が形成される領域において選択的かつ部分的に冷却を強めている。

Fig. 15、Fig. 16に示すように、従来の全面冷却の 場合、表面圧縮応力はフェース全面でほぼ一様であ るのに対し、NTPQ法の場合には真空応力の大きな 領域(フェース端部)に十分大きな表面圧縮応力を 付与でき、逆に真空応力が小さく大きな表面圧縮応 力が必要ない領域(フェース中央部)で表面圧縮応 力を抑制できている。つまり、Fig. 4で示した平面



Fig. 13 18 inch FED front glass.



Fig. 14 Vacuum stress on the outer surface of front glass (a quarter part).



Fig. 15 Compressive stress distribution along the minor axis.



Fig. 16 Compressive stress distribution along the periphery of the long side in the diagonal direction.

応力の効果により、部分的に大きい表面圧縮応力を 付与できた。

フェース端部での表面圧縮応力は、パネルの機械 的長期信頼性の維持を考慮して設定した目標の 80MPaを大きく上回る150MPa以上を付与できた。 なお、フェース中央の表面圧縮応力の抑制はコンパ クションに対して効果的である。NTPQ法による構 造評価用フロントガラスのコンパクション特性につ いては、次章の「フロントパネルのコンパクション 特性」で説明する。

3.5 フロントガラスのコンパクション特性3.5.1 目 的

一般に、強化応力を残留させたガラスはコンパク ションが増大する。そこで、NTPQ法による試作サ ンプルについて、熱処理条件とコンパクションとの 関係を把握し、実用的な熱処理温度領域を求めた。 3.5.2 試験内容

コンパクションは、サンプルのフェース外面の2 点に圧痕を打ち、熱処理前後での圧痕の間隔の差を 測定し算出した。

3.5.3 結 果

Fig. 17に、NTPQ法と全面冷却それぞれについて の熱処理温度とコンパクションとの関係を示す。な お、サンプルは各熱処理温度において1時間保持し た。Fig. 17の凡例に記載した数値は、フェース端部 で測定された表面圧縮応力値である。NTPQサンプ ル(フェース端部=68MPa)の熱収縮曲線と全体冷 却サンプル(フェース端部=58MPa)の熱収縮曲線 を比較すると、NTPQサンプルの場合、フェース端 部での表面圧縮応力が全体冷却サンプルの場合に比 べて大きいにもかかわらず、コンパクションは相対 的に小さい。NTPQ法はフェース端部を選択的に急 冷するため、端部の収縮量は大きくなるが、フェー ス中央部は冷却が比較的弱くなるため収縮量を抑制 できる。すなわち、NTPQにより有効画面内の対流 熱伝達係数を抑えることで、フェース全体を一様に 冷却した場合に比べて、有効画面内のコンパクショ ンの抑制を可能とした。

また、NTPQサンプル(フェース端部=93MPa: 推定)の熱収縮曲線と全体冷却サンプル(フェース 端部=93MPa:推定)の熱収縮曲線を比較すると、 両者のコンパクションの差はさらに顕著である。今 回の試作で適用した冷却条件範囲でNTPQサンプル と全体冷却サンプルとを比較すると、フェース端部 に付与する表面圧縮応力が大きいほど、NTPQ法に



Fig. 17 Thermal shrinkage of tempered front glass.

よるコンパクション低減効果が大きい。

他方、半田ガラスによる封着を想定した場合の熱処理温度440℃においては、Fig. 17中の強化サンプルのすべてが、CRTの強化パネルの実績に基づいて色ずれなどで問題とならない許容限度と考えられる100ppmを大きく超える300ppm以上となっている。 Fig. 17の熱収縮曲線からは、NTPQ法を用いたとしても、封着温度を370℃未満にしなければ、目標とする100ppm以下のコンパクションを達成できない。しかし、本プロジェクトで開発した封着材の封着温度350℃であることから、目標とする100ppm以下のコンパクションの達成を可能にした⁽³⁾。

4. 結 論

以上により、本プロジェクトで開発した新物理強 化法(NTPQ)と低温封着材の両者を組み合わせる ことで、高い圧縮応力の付与と低コンパクションを 両立したスペーサーフリーFEDフロントガラスの開 発に成功した。

我々は、フロントパネルの新たな物理強化法 (NTPQ法)を開発し、プレス成型品の最大真空引張 応力発生箇所であるパネルフェース面端部へ、 100MPaの表面圧縮応力の付与に成功した。さらに、 フェース面端部が部分的に強化され、フェース内部 の強化は抑制されているため、強化によるコンパク ションの増加を小さくでき、低温封着材と組み合わ せることで許容コンパクション量100ppm以下を達 成した。

当技術により、国家プロジェクトで考案したス ペーサーフリー構造で発生する真空引張応力に耐え うるフロントガラスの製作を可能とするとともに、 従来のフロントガラスの強化法より高い表面圧縮応 力の付与が可能なため、フロントガラスの軽量化に 対しても非常に有利な技術である。

一謝 辞一

本研究は、CRTガラス本部がNEDOから委託を受けたカー ボンナノチューブFEDプロジェクトの一環として、委託費用 によって実施したものである。研究を進めるにあたりお世話 になった皆様に感謝の意を表する。

-参考文献-

- T. Sugawara, T. Murakami, Y. Kuroki, M. Ueki, T. Naraki, Y. Yasumasa and S. Kanasugi, A Novel Spacer-Free Panel Structure and Glass for FED, JSID 2006
- (2) K. Ishizeki et al., A Nobel Hermetic-Sealing Material for FEDs, JSID 2006
- (3) 地球温暖化防止新技術プログラム カーボンナノチュー ブFEDプロジェクト, NEDO成果報告書