プレス成型されたガラス製品のひけに対する
熱的成型条件の影響*龍 腰 健 太 郎^{*1}, 黒 崎 晏 夫^{*2}
佐 藤 勲^{*2}, 佐 藤 安 雄^{*1}Effects of Thermal Conditions on Sink-Mark Generation
of Press-Formed GlassKentaro TATSUKOSHI, Yasuo KUROSAKI,
Isao SATOH and Yasuo SATOH

We present an experimental study on the effects of thermal conditions on sink-mark generation of press formed glass products. In experiments, the depth of sink-marks of glass was investigated with variation of the weight of the glass, the initial temperature of the glass, the initial temperature of a plunger, the pressing time, and the pressing pressure. The obtained results can be summarized as follows (1) The depth of the sink mark increases linearly with the weight of the glass. This is explained by the fact that the cause of the sink mark is basically shrinking of the glass. (2) It decreases exponentially with lower initial temperature of the glass. This is explained by the fact that the viscosity of the glass increases exponentially with lower temperature. (3) It is reduced with lower initial temperature of the plunger, longer pressing time and higher pressing pressure. This is explained by the fact that the glass surface, where the sink mark is generated, is cooled more effectively under these conditions. (4) It is most influenced by the initial temperature of the plunger, and least influenced by the pressing pressure.

Key Words: Heat Transfer, Viscoelasticity, Solidification, Glass, Press-Forming, Sink-Mark, Thermal Conditions

1. 緒 言

ガラスの代表的な成型方法であるプレス法はマイクロレンズからブラウン管まで、主として高い透明性と高精度の形状を必要とする光学ガラス製品の成型に利用されている。そこで問題となるのが形状のひずみである「ひけ」である。ひけとは成型品の表面に発生する局所的なくぼみで、光を透過させることが多いガラス製品では光学特性に直接影響するために数十 μm 程度のくぼみでも欠点となってしまう。

ひけという現象は樹脂の射出成型や金属等の鋳物でも問題となるが、それらのプロセスでは保圧や押湯という体積補充法が対策として利用されている。一方、ガラス素材の量が成型以前に規定されているプレス成型においては、体積補充法は原理的に適用できない。そのため、現状ではひけを見込んだ金型設計や成型後にガラスの研磨を行っており、いずれも生産効率を落とす原因となっている。したがって、プレス成型によって効率よく高精度なガラス製品を得るためには、ひ

けの抑止および発生場所の制御が必須である。

著者らは樹脂の射出成型において金型の温度を部分的に制御することによって伝熱学的にひけの発生場所を制御する研究⁽¹⁾を行い、成形プロセスを伝熱学的にとらえることが重要であることを示した。一方、ガラスについての研究は、例えばガラス内部の温度分布の内部ふく射を考慮した実験・解析⁽²⁾、金型とガラスの接触熱伝達についての研究⁽³⁾は報告されているが、ガラスのプレス成型におけるひけについては基礎的な研究すら見あたらない。

そこで、本研究では、ガラスのプレス成型プロセスの熱的制御によってひけの発生を抑止し、あるいは発生場所の制御をするための基礎的知見を得ることを目的として、プレス成型中のガラスに発現する諸現象を伝熱工学的な見地から検討することにする。

2. ガラスのプレス成型とひけについて

ガラスのプレス成型の概要を図1に示す。すなわち、以下のようなプロセスである。

- (1) 高温のガラス塊(ゴブ)を下型(Bottom Mold)に落とす。
- (2) 上型(Plunger Mold)によってプレス成型。
- (3) 上型が離れた後に冷却。

* 原稿受付 1995年7月21日。

*¹ 正員、旭硝子(株) (〒100 東京都千代田区丸の内2-1-2)。*² 正員、東京工業大学工学部 (〒152 東京都目黒区大岡山2-12-1)。

Fig. 1 Forming of Glass product

(4) 下型から取り出し、徐冷。

ガラスのプレス成型では樹脂の射出成型と異なり、成型品が完全に冷却される以前に上型を離し圧力を解放する。この理由は金型のコストと生産性の問題であり、ガラスのプレス成型の特徴である。そして、ここで問題となるのがガラス自身の熱収縮であり、ひけの根本的な原因となる。ガラスの熱収縮は材料を加熱・溶解させ成型し、上型が離れた後に冷却固化させるプレス成型では避けがたいものであり、ひけが欠点として問題とされるのは、それが局所的に成型品表面を変形させるためである。ガラスのプレス成型品において、ひけが特定の場所に局在化するのは、冷却過程におけるガラス製品の形状等を原因とする冷却の不均一さによる温度分布が関係しているものと考えられる。すなわち、ガラス成型品内の温度分布によってガラスの粘性にも分布が発生し、ガラスの熱収縮を駆動力とするガラスの流動が変形しやすい部分のみを変形させ、局所的な変形になると考えている。

ガラスのプレス成型におけるひけは粘弾性体であるガラス溶融体の流動・変形を伴う冷却・固化という複雑な現象の産物である。また、ガラスの変形を支配するガラス内の温度分布には熱伝導や対流伝熱のみならず内部ふく射が影響している。したがって、ひけを解析するためにはこれらの現象をふまえた基礎的なモデルを確立する必要がある。そこで、本報告ではその第1段階として、プレス成型品に発現するひけに対するガラス重量(体積)、ガラス初期温度、上型初期温度、プレス時間、プレス圧力の五つの熱的成型条件の影響を伝熱工学的な見地から実験的に検討することにより、ガラスのプレス成型におけるひけの基本的性質についての知見を得ることを目的とする。

3. 実験装置および方法

3・1 実験装置 ガラスのひけはその熱収縮を根本的な原因とする現象であるために前述したような熱的

Fig. 2 Experimental setup

Fig. 3 Plunger and Glass in Crucible

成型条件が大きく影響すると予想される。実際のプレス成型では高温のガラス塊(Gob)を下型に落とし、上型(Plunger Mold)によってプレス成型するが、実験では設備の都合上、あらかじめのつぼ内で溶解したガラスをプレスした。図2に実験装置、図3に上型、るつぼの詳細図を示す。プレス成型に先立って上型およびガラス素材を含むるつぼは独立に制御されたSiCヒータによってそれぞれ所定の温度に加熱される。上型はSUS 420製で実際のプレス成型に合わせてNi系めっきを約15 μm 施しプラスト処理している。実験に用いたるつぼは Al_2O_3 製、それを取り囲む下型はInconel-600製で1000°C近い高温によるねじ等の焼付き防止を考慮している。プレスは窒素エア・ハイドロシリンダによってガラスに上型を所定の時間押しつけることで行われるが、上型が降下する実際のプレスとは逆に下型が上昇する構造になっている。所定の時間プレスされた後は上型がガラスから離れ、ガラスは自

然放冷される。プレス圧力はシリンダに直結されたロードセルによって測定した。成型途上のガラス素材や型の温度はシース熱電対(K-type, $\phi 0.5$ mm)を、上型については内部(成型面から2 mm)に直接挿入し、ガラスはガラス内部に直接挿入して測定した。

表1に実験条件を示す。今回の実験において、ひけは上型が離れた後の冷却中に、上型と接していたガラス上表面のみに発生する。なお、成型品表面のひけの測定は、完全に冷却された成型品の上型によって成型された表面上の互いに直交する2直線を表面形状測定器によってトレースし、表面縁部からの最大深さの平均値をひけ深さ $D[\mu\text{m}]$ とした。

3・2 供試ガラスおよび実験手順 本実験で使用するガラスはブラウン管用ガラスで、その組成を表2に、粘性曲線を図4に示す⁽⁴⁾⁽⁵⁾。実験は、あらかじめ予備溶解後冷却して重量を調整したガラス素材を熱電対と共にるつぼ内に入れ、これを実験装置(下型)にセットし、以下のような過程を経て実施される。1 成型当た

りの所要時間は約90 minである。

(1) ガラスと上型の温度が安定するまで約45 min 持つ。

(2) プレス(プレス時間 $t_d=10\sim 35$ s)。

(3) プレス後は上部ヒータと下部ヒータの間で冷却。

4. 実験結果および考察

4・1 ひけの基本的性質 今回の実験でプレス成型されたガラス上表面に発生したひけの形状を図5に模式図として示す。ガラスのプレス成型では、上型は成型品内部の冷却が十分進行しないうちに取り外される。今回用いた上型表面は約10 μm のレベルで平坦であるので、プレス直後はガラス上表面は平坦であるはずであるが、冷却後のガラス上表面中央部には約500 μm 以上のくぼみが観察されることから、ひけは冷却中に発生したと予測される。なお、十分に冷却された後のガラス成型品のるつぼに接する側面および底面にはひけは観察されなかった。これはるつぼの表面が比較的凸凹でガラスとの接着性が大きいためと考えられる⁽⁶⁾。つまり、今回のプレス成型の実験条件では上型が離れた後はガラス上表面には拘束力が作用しないので、ガラスの収縮はガラス上表面のみを選択的に変形させたといえる。

4・2 各パラメータとひけ深さの関係 図6～10に表1に示した各パラメータの変化によるひけ深さおよび上型の温度上昇の変化を示す。本研究ではひけの発生とガラス上表面の冷却の関係を検討することを目的の一つとしているが、ガラスの冷却量を直接測定することは難しいので、プレス中のガラスの冷却量を上型の温度上昇によって評価している。また、各図において注目したもの以外のパラメータは図6～10中に示すようにほぼ同一条件で測定を行っている。

図6(a)はガラス重量とひけ深さの関係を示したものであり、図6(a)からガラスの重量の増加とともにひけ深さも大きくなることがわかる。これはひけがガラスの熱収縮を根本的な原因とするためである。また、図6(a)に示される結果を測定した際のガラス初期温

Table 1 Experimental Conditions

Parameter	Experimental condition
Weight of glass : W_g [g]	50~70
Initial temperature of glass : T_{gi} [$^{\circ}\text{C}$]	880~940
Initial temperature of a plunger : T_{pi} [$^{\circ}\text{C}$]	410~530
Pressing time : t_d [s]	10~35
Pressing pressure : P [MPa]	0.15~0.75

Table 2 Contents of TV-bulb Glass

SiO_2	60%
SrO	10%
BaO , Na_2O , K_2O	7%(Each)
Ca , Al , Ti , Ce , Sb	Less than 1%(Each)

Fig. 4 Viscosity of TV-bulb Glass

Fig. 5 Shape of sink-mark

(a) Effect of glass weight on depth of sink mark

(b) Effect of glass weight on temperature increase of plunger

Fig. 6

度、プレス圧力の変化の幅が比較的広い割には測定されたひけ深さの変動は小さく、今回の実験の範囲ではガラス初期温度、プレス圧力のひけに対する影響力はガラス重量のそれより小さいといえる。図6(b)はガラス重量と上型の温度上昇の関係で、若干のばらつきはあるもののガラス重量による上型温度上昇の変化は見られない。このことはプレス中のガラスから上型への熱移動、すなわちガラス上表面のプレス時の冷却がガラス重量には影響されず、図6(a)に示したひけ深さの変化は体積収縮量の変化がそのまま現れたものであることを示唆している。

図7(a)はガラス初期温度とひけ深さの関係を示したものであり、図7(a)からガラス初期温度が低下するにつれてひけ深さは急激に減少することがわかる。これは、図4に示したようにガラスの粘度が温度の低下につれて指数関数的に上昇してガラスが変形しにくくなるためと考えられる。また、図4によるとガラスのFlow Pointは約900°Cであり、この温度以下になると急激にひけが減少するという事実は工業的には非

(a) Effect of initial temperature of glass on depth of sink mark

(b) Effect of initial temperature of glass on temperature increase of plunger

Fig. 7

常に重要な知見である。図7(b)はガラス初期温度と上型の温度上昇の関係で、若干ではあるが右上がりの傾向を示している。これはプレス時における上型とガラスの温度差の拡大に伴って上型へ流入する熱量が増加することを示している。

図8(a)は上型初期温度とひけ深さの関係を示したものである。図8(a)から上型初期温度が高いほどひけ深さも大きくなることからわかる。図11の記述に示すように、成型品の上表面近傍のガラスはプレス中は上型への接触熱移動によって急激に冷却されるが、上型が離れると内部からのふく射と熱伝導により再加熱され(リヒートと呼ぶ)再び軟らかくなる。このリヒートによる成型品の上表面近傍のガラスの軟化は、ガラス上表面近傍の冷却の顕著な上型初期温度が低い場合ほど小さく、ひけも発生しにくくなる。このことは図8(b)の上型初期温度と上型の温度上昇の関係からもうかがうことができる。すなわち、上型初期温度が下がってガラスとの温度差が拡大するほどプレス中に上

(a) Effect of initial temperature of plunger on depth of sink mark

(b) Effect of initial temperature of plunger on temperature increase of plunger

Fig. 8

(a) Effect of pressing time on depth of sink mark

(b) Effect of pressing time on temperature increase of plunger

Fig. 9

型へ流入する熱量が増加して、上型の温度上昇が大きくなっている。

図9(a)はプレス時間とひけ深さの関係を示したものである。図9(a)からプレス時間が長くなるにつれてひけ深さが小さくなることからわかる。これはプレス時間が長ければよりガラス上表面の冷却が進み、結果として成型品に発現するひけも浅くなるためであり、現象的には上型初期温度によって見られたひけの変化と同一である。また、図9(b)のプレス時間と上型の温度上昇の関係では温度上昇の値が他と比較して大きい。これは非定常的な熱移動の生じている上型内の温度を成型面から2 mmの点の温度の最大値で代表しているためである。

さらに、図10(a)はプレス圧力とひけ深さの関係を示したものである。図10(a)からプレス圧力が高いほどひけ深さも浅くなることからわかる。しかし、その影響は上型初期温度やプレス時間に比べて大きくない。プレス圧力によって成型品に発現するひけが変化する要因は、図10(b)の上型の温度上昇がプレス圧力によ

ってわずかながら増加することから、上型とガラス上表面との接触熱抵抗がプレス圧力によって変化するためであると推察される。

4.3 実験式の算出 今回のモデル実験におけるひけ深さに与える各成型パラメータの影響の様子を定量的に把握するために本実験の測定データから実験式を求めてみる。今回の実験では五つのパラメータを考えているが、ここではガラス重量を $W_g = 65$ g、ガラス初期温度を $T_{gi} \geq 910^\circ\text{C}$ で固定し、プレス時におけるガラス上表面の冷却度を代表する他の三つのパラメータ(無次元上型初期温度 T_{pi}^* 、無次元プレス時間 t_d^* 、無次元プレス圧力 p^*)に対する相関を求めた。本実験結果に対応する実験式を式(1)に示す。

$$D = \bar{D}(1 + A_{T_{pi}} \cdot T_{pi}^*) \cdot (1 + A_{t_d} \cdot t_d^*) \times (1 + A_p \cdot p^*) \quad [\mu\text{m}] \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\bar{D} = 859.1 \mu\text{m}, A_{T_{pi}} = 0.350, 0,$$

$$A_{t_d} = -0.289, A_p = -0.169$$

$$\left[W_g = 65 \text{ g}, T_{gi} \geq 910^\circ\text{C}, 410^\circ\text{C} \leq T_{pi} \leq 530^\circ\text{C} \right. \\ \left. 10 \text{ s} \leq t_d \leq 35 \text{ s}, 0.15 \text{ MPa} \leq P \leq 0.75 \text{ MPa} \right]$$

(a) Effect of pressing pressure on depth of sink mark

(b) Effect of pressing pressure on temperature increase of plunger

Fig. 10

$$T_{pi}^* = \frac{T_{pi} - \bar{T}_{pi}}{\delta T_{pi}}, \quad t_d^* = \frac{t_d - \bar{t}_d}{\delta t_d}, \quad P^* = \frac{P - \bar{P}}{\delta P} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\left[\begin{array}{l} \bar{T}_{pi} = 500.0^\circ\text{C}, \quad \delta T_{pi} = 120.0^\circ\text{C} \\ \bar{t}_d = 10.0 \text{ s}, \quad \delta t_d = 25.0 \text{ s} \\ \bar{P} = 0.2 \text{ MPa}, \quad \delta P = 0.6 \text{ MPa} \end{array} \right]$$

この実験式を導出する手順としては、式(2)に示すように、三つのパラメータを基準条件 ($T_{pi}=500^\circ\text{C}$, $t_d=10 \text{ s}$, $P=0.2 \text{ MPa}$) と実験での変化幅 ($\delta T_{pi}=120^\circ\text{C}$, $\delta t_d=25 \text{ s}$, $\delta P=0.6 \text{ MPa}$) によって無次元化した後、感度の大きい順(上型初期温度、プレス時間、プレス圧力)で最小二乗法により修正トンプソン τ 法⁷⁾ を用いて整理しながら各係数を決定した。

式(1)で予測されるひけ深さを図8~10中に実線で示したが、これらに見られるように式(1)はガラス上表面のひけ深さに対する各成型パラメータの影響をよく表していることがわかる。さらに、この式(1)の妥当性の確認のため、式(1)の導出に使用したデータとは別に、表3に示すようなひけが最も小さくなると予

Table 3 Comparison between Eq.(1) and Experimental Data

No.	Wg [g]	Tgi [°C]	Tpi [°C]	td [s]	P [MPa]	D[μm] Eq.(1)	D[μm] (Exp.)
1	65	930	424	35	0.759	400	400
2	65	932	414	35	0.748	386	390
3	65	933	415	35	0.732	390	395

Fig. 11 Model of sink mark generation

想される条件で実験を行い式(1)による値と比較した結果、非常によい一致を得た。したがって、式(1)に示されるとおり、ひけに対する各成型パラメータの影響はほぼ線形で互いに独立に評価できるといえる。また、式(1)の定数Aの比較から、ひけ深さに対する影響は上型初期温度の変化が最も大きく、プレス圧力の変化はわずかな影響しか及ぼさないことがわかる。

本来、ひけは成型品の形状による冷却速度分布や金型界面との接着状態によって影響される。したがって、今回の実験ではガラスの形状は一定であるため、本報で述べるひけの挙動や各成型パラメータの影響は本実験固有のものである。しかし、今回の実験ではガラスの形状、型(るつぼ)との接着状態等は一定であり、かつ観察されたひけの発生場所も上表面に集中するため、少なくとも今回の実験系におけるひけの発生に対する各成型パラメータの影響は定量的に評価できる。また、こうして得られた結果は成型プロセス中で必ず自由表面を有するガラスプレス成型品の自由表面に発生する挙動を定性的に検討するには十分有効であると考ええる。

5. 結 言

プレス成型によって高精度なガラス製品を得るため

に、その形状ひずみであるひけに注目し、プレス成型の基本的な熱的成型条件について基礎的な実験的検討を行うことによって以下のような結果を得た。

(1) ガラス重量(体積)の増加に比例してひけ深さは大きくなる。

(2) ガラス初期温度が低下するとひけ深さは指数関数的に小さくなる。

(3) ひけ深さは上型初期温度の低下、プレス時間の延長、プレス圧力の増加にほぼ比例して小さくなる。

(4) ひけ深さに対する影響は上型初期温度が最も大きく、プレス圧力の影響が最も小さい。

今回得られた結果より、ひけを防止するためには生産性等の現実性を無視すれば、なるべく低い初期温度のガラス塊をより低い上型温度で十分なプレス時間、プレス圧力をとることが望ましいといえる。実際の製造現場では、生産サイクルや寸法等の問題が存在し、簡単には成型条件を変更できない。しかし、上型初期温度については比較的容易に変更が可能であり式(1)

に見られるようにひけに与える影響も大きいので、この点に注目すればひけの発生量の減少を、ひいては生産性向上につながる可能性がある。

なお、本研究において多大な協力をいただいた若月博氏、津田匡博氏〔旭硝子(株)〕に謝意を表す。

文 献

- (1) 黒崎晏夫・龍腰健太郎・佐藤 勲, 成型加工, **26** (1990), 505-510.
- (2) Field, R. E. and Viskanta, R., *J. Am. Ceram. Soc.*, **73** 7(1990), 2047-2053.
- (3) Fellows, C. J. and Shaw, F., *Glass Technol.*, **19** 1(1978), 4-9.
- (4) TV GLASS BULBS, 旭硝子カタログ, 旭硝子(株) (1985).
- (5) 日本硝子製品工業会, ガラス製造の現場技術, (1993), 9-12, 日本硝子製品工業会.
- (6) 黒崎晏夫・佐藤 勲・斎藤卓志, 成型加工'94, (1994), 237-240.
- (7) 長野靖尚, 熱流体計測の測定精度と不確かさ, 日本機械学会熱工学スクリーニング&ワークショップ資料, (1990), 25-31.