

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 7 部門第 1 区分

【発行日】平成 25 年 9 月 12 日 (2013.9.12)

【公開番号】特開 2011-216458 (P2011-216458A)

【公開日】平成 23 年 10 月 27 日 (2011.10.27)

【年通号数】公開・登録公報 2011-043

【出願番号】特願 2010-200173 (P2010-200173)

【国際特許分類】

H 0 1 J 29/86 (2006.01)

H 0 1 J 9/26 (2006.01)

G 0 9 F 9/30 (2006.01)

【F I】

H 0 1 J 29/86 Z

H 0 1 J 9/26 A

G 0 9 F 9/30 3 0 9

【手続補正書】

【提出日】平成 25 年 7 月 25 日 (2013.7.25)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

第 1 のガラス基材と、

第 2 のガラス基材と、

前記第 1 のガラス基材と前記第 2 のガラス基材とを接合し、粘度が負の温度係数を有し、前記第 1 のガラス基材及び前記第 2 のガラス基材の対向する面に沿って所定の幅で延在する接合部材と、

を有するガラス基材の接合体であって、

前記第 1 のガラス基材と前記第 2 のガラス基材の少なくとも一方は、前記接合部材の幅方向の端部近傍においてガラス基材の内部方向に押し込まれて弾性変形しており、

前記接合部材の幅方向の端部近傍における、前記弾性変形しているガラス基材と前記接合部材との境界面及び前記弾性変形しているガラス基材の表面は、前記接合部材の幅方向の中央部近傍における、前記弾性変形しているガラス基材と前記接合部材との境界面よりも、ガラス基材内部側に位置し、

前記接合部材の幅方向の端部近傍において、前記接合部材の厚さ方向における残留応力が圧縮応力となる領域が形成されているガラス基材の接合体。

【請求項 2】

前記接合部材の幅方向の中央部において、前記接合部材の厚さ方向における残留応力が圧縮応力となる領域が形成され、

前記接合部材の幅方向の中央部に形成される圧縮応力となる領域と、前記接合部材の幅方向の端部に形成される圧縮応力となる領域と、に隣接して、前記接合部材の厚さ方向における残留応力が引張応力となる領域が形成されている請求項 1 に記載のガラス基材の接合体。

【請求項 3】

第 1 のガラス基材と、

第 2 のガラス基材と、

前記第 1 のガラス基材と前記第 2 のガラス基材とを接合し、粘度が負の温度係数を有し、前記第 1 のガラス基材及び前記第 2 のガラス基材の対向する面に沿って所定の幅で延在する接合部材と、
を有する気密容器であって、

前記第 1 のガラス基材と前記第 2 のガラス基材の少なくとも一方は、前記接合部材の幅方向の端部近傍においてガラス基材の内部方向に押し込まれて弾性変形しており、

前記接合部材の幅方向の端部近傍における、前記弾性変形しているガラス基材と前記接合部材との境界面及び前記弾性変形しているガラス基材の表面は、前記接合部材の幅方向の中央部近傍における、前記弾性変形しているガラス基材と前記接合部材との境界面よりも、ガラス基材内部側に位置し、

前記接合部材の幅方向の端部近傍において、前記接合部材の厚さ方向における残留応力が圧縮応力となる領域が形成されている気密容器。

【請求項 4】

前記接合部材の幅方向の中央部において、前記接合部材の厚さ方向における残留応力が圧縮応力となる領域が形成され、

前記接合部材の幅方向の中央部に形成される圧縮応力となる領域と、前記接合部材の幅方向の端部に形成される圧縮応力となる領域と、に隣接して、前記接合部材の厚さ方向における残留応力が引張応力となる領域が形成されている請求項 3 に記載の気密容器。

【請求項 5】

第 1 のガラス基材と、該第 1 のガラス基材とともにガラス構造体の少なくとも一部を形成する第 2 のガラス基材と、を接合することを含む、ガラス構造体の製造方法であって、

前記第 1 のガラス基材と前記第 2 のガラス基材との間に、粘度が負の温度係数を有し、前記第 1 のガラス基材及び前記第 2 のガラス基材の対向する面に沿って所定の幅で延在する接合部材を、該接合部材が前記第 1 のガラス基材と前記第 2 のガラス基材の双方に接触するように配置する工程と、

前記接合部材を、該接合部材の厚さ方向に押圧する工程と、

前記接合部材に、前記第 1 のガラス基材を介して、照射位置が前記接合部材の延在する方向に沿って移動するように第 1 の局所加熱光を照射し、前記接合部材を幅方向全域で加熱溶融させた後に軟化点以下まで冷却させる第 1 の接合工程と、

を有し、

前記第 1 の局所加熱光による照射位置の移動速度 v (m / s) 及び前記第 1 の局所加熱光のビーム径 (m) は、前記第 1 のガラス基材の厚さを d (m)、前記第 1 のガラス基材の熱拡散率を a (m^2 / s)、前記接合部材の幅を w (m) とした場合、

$$/ v < (d / 8)^2 / (12 a) \cdots (式 1)$$

$$> w \cdots (式 2)$$

を満たすガラス構造体の製造方法。

【請求項 6】

前記第 1 の接合工程において軟化点以下まで冷却した前記接合部材に、照射位置が前記接合部材の延在する方向に沿って移動するように第 2 の局所加熱光を照射し、前記接合部材の前記幅方向における両側側部が軟化しないように該両側側部に挟まれた中央部の接合部材だけを加熱溶融させた後、加熱溶融した該中央部の接合部材を軟化点以下まで冷却させる第 2 の接合工程を有する請求項 5 に記載のガラス構造体の製造方法。

【請求項 7】

前記第 2 の局所加熱光による照射位置が、前記第 1 の局所加熱光による照射位置に追従するように、前記第 2 の局所加熱光を照射する請求項 6 に記載のガラス構造体の製造方法。

【請求項 8】

前記第 1 の接合工程における前記第 1 の局所加熱光の照射に先立って、前記接合部材に、照射位置が前記接合部材の延在する方向に沿って移動するように第 2 の局所加熱光を照射し、前記接合部材の延在する方向に沿って前記接合部材の幅方向の一部を順次加熱溶融

させた後、加熱溶融した該一部の接合部材を軟化点以下まで冷却させ、前記接合部材の延在する方向に沿って、前記接合部材の幅方向の一部領域に部分接合部を順次形成する第2の接合工程を有し、

前記第1の局所加熱光による照射位置が、前記第2の局所加熱光による照射位置に追従するように、前記第2の局所加熱光を照射する請求項5に記載のガラス構造体の製造方法。

【請求項9】

前記第2の局所加熱光は、前記接合部材の延在する方向に沿って連続的に前記部分接合部が形成されるように照射される請求項8に記載のガラス構造体の製造方法。

【請求項10】

前記第1の局所加熱光は、前記接合部材の各位置において、前記接合部材の温度が $-0.1 \cdot (T_2 - 25) / (T_{sf} - 25) - 1$ (ここで T_2 は前記接合部材の温度、 T_{sf} は前記接合部材の軟化点。) の範囲を満たす間に照射される請求項8に記載のガラス構造体の製造方法。

【請求項11】

前記第1の局所加熱光は、前記接合部材の各位置において、前記接合部材の粘度が 10^{18} (Pa・sec) 以下である間に照射される請求項8に記載のガラス構造体の製造方法。

【請求項12】

前記第1の局所加熱光は、前記接合部材の各位置において、前記接合部材の粘度が $10^{13.5}$ (Pa・sec) 以下である間に照射される請求項8に記載のガラス構造体の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

本発明は、

第1のガラス基材と、該第1のガラス基材とともにガラス構造体の少なくとも一部を形成する第2のガラス基材と、を接合することを含む、ガラス構造体の製造方法であって、

前記第1のガラス基材と前記第2のガラス基材との間に、粘度が負の温度係数を有し、前記第1のガラス基材及び前記第2のガラス基材の対向する面に沿って所定の幅で延在する接合部材を、該接合部材が前記第1のガラス基材と前記第2のガラス基材の双方に接触するように配置する工程と、

前記接合部材を、該接合部材の厚さ方向に押圧する工程と、

前記接合部材に、前記第1のガラス基材を介して、照射位置が前記接合部材の延在する方向に沿って移動するように第1の局所加熱光を照射し、前記接合部材を幅方向全域で加熱溶融させた後に軟化点以下まで冷却させる第1の接合工程と、

を有し、

前記第1の局所加熱光による照射位置の移動速度 v (m/s) 及び前記第1の局所加熱光のビーム径 (m) は、前記第1のガラス基材の厚さを d (m)、前記第1のガラス基材の熱拡散率を a (m²/s)、前記接合部材の幅を w (m) とした場合、

$$v < (d/8)^2 / (12a) \cdots (\text{式1})$$

$$v > w \cdots (\text{式2})$$

を満たすガラス構造体の製造方法である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0037】

次に本発明の気密容器の製造方法を図3及び図4を用いて詳細に説明する。

本発明のガラス構造体の製造方法では、図3に示すように、一对のガラス基材13及び14に接合材1aを挟持させた仮組物に、接合材の厚さ方向（ガラス基材対及び接合材に垂直の方向）の加圧力を持続的に印加する工程を含む。そして、この仮組物に対し第1の局所加熱光41を照射する工程を含む。この照射工程には、仮組物又は第1の局所加熱光41の光源を、接合材1aの延在する方向（図2で接合材1aの幅方向と垂直かつガラス基材13や14と平行の方向。図3の矢印Dで示す方向）に移動させる工程が含まれる。このガラス構造体の製造方法では、第1の局所加熱光41の照射時に照射領域421においてガラス基材13、14が選択的（局所的）に弾性変形することにより、照射領域421における接合材1aへの加圧力が増大することを特徴としている。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0038】

前記加圧力の増大は、第1の局所加熱光41が入射する側に位置する第1のガラス基材13及びそれに対向する側に位置する第2のガラス基材14の基材厚さ方向（図3の矢印yで示す）の温度差（温度分布）によって生じる。ガラス基材の厚さ方向の温度差は、以下のようにして生じる。すなわち、接合材1aが第1の局所加熱光41のエネルギーを吸収することで接合材1aの温度が局所的に上昇し、温度上昇領域421において接合材1aが軟化溶融して流動性を生じる。軟化溶融した接合材1aがガラス基材13、14に伝熱的に良好に接触することにより、ガラス基材13、14は、高温かつ流動性を有する接合材1aに接触し、急激に加熱される。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0043】

図4(a)は、一对のガラス基材13、14に挟まれるように接合材1aを配置したアセンブリ段階を表す図である。この段階では、ガラス基材対を介して、接合材1aには圧力が印加されている。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0051

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0051】

次に本発明のガラス構造体の製造方法が満たすべき要件について説明する。

本発明に係るガラス構造体の製造方法では、第1の局所加熱光の照射位置近傍のガラス基材に上述した意味でのバイメタル効果を生じさせる必要がある。そして、バイメタル効果でガラス基材が反っている状態において、接合材の幅方向の端部の溶融接合が行われる必要がある。そのためには、加熱溶融した高温の接合材からガラス基材内部へ伝達した熱がガラス基材内部で拡散してガラス基材内部の温度分布が均一化してしまう前の段階で、接合材の幅方向端部の接合が行われればよい。この要件は、ガラス基材対の少なくとも一方において満たされれば、接合部材の幅方向端部に圧縮応力領域が形成されるという本発明の効果を達成することができる。そこで、以下では、第1の局所加熱光の入射側に配された

第 1 のガラス基材（リアプレート 13）について議論する。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0054

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0054】

ガラス基材において上述したバイメタル効果が生じる条件は、ガラス基材の厚さを d とすると、 d と表せる。発明者等の実験及び検討によれば、最終的に形成される接合部材の幅方向の端部 91 付近（図 4（h）参照）に十分な圧縮応力を発生させるための条件は、

$$d > 8 \times$$

と表せる。これに、上記の d 及び t を代入して変形すると、

$$v < (d/8)^2 / (12a) \cdots \cdots (式 1)$$

となる。第 1 の局所加熱光が入射する側の第 1 のガラス基材の厚さ d 及び該第 1 のガラス基材の熱拡散率 a が与えられたとき、上記の式 1 を満たすような移動速度 v 及び移動方向のビーム径 w を、第 1 の局所加熱光の照射条件として選択すればよい。これにより、照射位置におけるガラス基材に上述したバイメタル効果が生じ、最終的に形成される接合部材の幅方向の端部 91 に十分な圧縮応力の領域が形成される。

前記ガラス基材の厚さ d は、第 1 の局所加熱光により優先的に加熱された接合材からみた入射側のガラス基材の厚みを代表することが可能である。したがって、局所加熱段階にある入射側のガラス基材が、加熱工程より前に接合された二以上のガラス機材が一体的な構造物として捉える事が可能な場合は、一体的に扱える基材の厚みの合計をガラス機材の厚み d とする。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0059

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0059】

本発明のガラス構造体の製造方法及び気密容器の製造方法に適用可能な第 1 の局所加熱光の照射条件は、上述した式 1 及び 2 を満足すれば良い。照射加熱中のガラス基材のバイメタル効果によって荷重が集中する領域を局在させるために、第 1 の局所加熱光のビーム径 w を接合材の幅 w 以下にならない範囲内で小さくし、移動速度 v をより高速にして照射することが好適である。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0066

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0066】

接合材 1a は、第 1 の局所加熱光 41 の照射によって、接合材 1a の延在する方向 D に沿って順次加熱されて溶融し、その後軟化点以下まで冷却する。第 1 の局所加熱光 41 は、枠部材 14 上に配置され全体として枠状の形状に形成された接合材 1a に沿って移動しながら照射される。この際、図 5（a）、（c）に示すように、第 1 の局所加熱光 41 のビームスポットを大きめに設定し、接合材 1a の幅方向全域で接合材 1a を加熱溶融させる。なお、図 5（c）は図 5（a）の CC 線から見た平面図である。

【手続補正 10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0084

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0084】

接合材 1 a は、第 2 の局所加熱光 4 2 の照射によって、接合材 1 a の延在する方向 D に沿って順次加熱されて溶融し、その後軟化点以下まで低下する。第 2 の局所加熱光 4 2 は、枠部材 1 4 上に配置され全体として枠状の形状に形成された接合材 1 a の延在する方向に沿って移動しながら照射される。このとき、接合材 1 a の幅方向の少なくとも一部が溶融し、その後接合材 1 a の温度が軟化点以下に低下する。これにより、接合材 1 a の延在する方向 D に沿って、接合材 1 a の幅方向の一部領域に、リアプレート 1 3 と枠部材 1 4 とを部分的に接合する部分接合部が順次形成される。図 1 1 (a) に示すように、接合材 1 a の幅方向の両側側部 4 6 が突き出すように形成されている場合、図 1 1 (b) に示すように、この幅方向両側側部の突き出した部分に部分接合部 5 5 が形成される。また、図 1 2 (a) に示すように、接合材 1 a の幅方向の中央部が突き出すように形成されている場合には、図 1 2 (b) に示すように、この幅方向中央部の突き出した部分に部分接合部 7 5 が形成される。第 2 の局所加熱光 4 2 の照射によって枠部材 1 4 とリアプレート 1 3 との間に部分接合部を形成するためには、上述したように、接合材 1 a の膜厚に接合材 1 a の幅方向で分布を持たせ、部分接合部を形成したい部分の膜厚を他の部分の膜厚より大きくすればよい。第 2 の局所加熱光 4 2 の照射によって枠部材 1 4 とリアプレート 1 3 との間に部分接合部を形成するための他の方法としては、第 2 の局所加熱光 4 2 のビーム強度に接合材 1 a の幅方向で分布を持たせてもよい。例えば、上述した幅方向に膜厚分布を有する接合材 1 a を、幅方向の膜厚分布がフラットな接合材に置換した場合、第 2 の局所加熱光 4 2 のビームプロファイルを、部分接合部を形成したい部分のビーム強度が他の部分のビーム強度より強いプロファイルにすればよい。部分接合部を形成したい部分のビーム強度が局所的に増大するビームプロファイルとすることで、接合材 1 a の膜厚に幅方向の分布を持たせた場合と同様に、第 2 の局所加熱光 4 2 の照射により枠部材 1 4 とリアプレート 1 3 との間に部分接合部が形成される。これは、第 2 の局所加熱光 4 2 のビーム強度に接合材 1 a の幅方向の分布があると、第 2 の局所加熱光 4 2 の照射時の接合材 1 a の膨張率に幅方向の分布が生じ、第 2 の局所加熱光 4 2 の照射中の接合材 1 a の膜厚に幅方向の分布が形成されることによるものである。このように、部分接合部を形成するためには、予め用意した接合材の膜厚分布を利用しても良い。あるいは、第 2 の局所加熱光 4 2 の強度分布に応じた接合材 1 a の膨張率分布によって生じる第 2 の局所加熱光 4 2 の照射中の接合材 1 a の膜厚分布を利用しても良い。さらにまた、それらを組合せてもよい。

【手続補正 1 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0096

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0096】

接合材として 1 mm 幅、5 μ m 厚のフリット（旭硝子株式会社製 BAS 115）を用い、被接合ガラス基材として高歪点ガラス基材（旭硝子株式会社製 PD 200）を用いた。第 2 の局所加熱光 4 2 は、パワー 212 W、波長 808 nm、ビーム径 1.2 mm、走査速度 600 ~ 2000 mm/s、レーザ光出力強度 120 W の条件で照射した。第 1 の局所加熱光 4 1 は、波長 808 nm、ビーム径 1.2 mm、走査速度 600 ~ 2000 mm/s の条件で照射し、レーザ光出力強度は 280 W ~ 350 W の範囲で変化させた。

【手続補正 1 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0113

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 1 1 3 】

次に、第 2 の局所加熱光 4 2 の有効ビーム内に含まれる測温点 A 5 と、第 2 の局所加熱光 4 2 の有効ビーム外に位置する測温点 A 3、A 4 において、接合材 1 a の温度を測定した。測温点 A 5 は第 2 の局所加熱光 4 2 の中心位置から第 1 の局所加熱光 4 1 と反対方向に 0 . 3 mm 離れた位置とした。測温点 A 3 は第 2 の局所加熱光 4 2 中心位置から第 1 の局所加熱光 4 1 側に 1 . 0 mm 離れた位置とした。測温点 A 4 は測温点 A 5 からレーザ光の走査方向と垂直な方向に 0 . 6 mm 離れた位置とした。第 2 の局所加熱光 4 2 を照射中の接合材の温度は、測温点 A 5 において 6 7 0 ~ 7 1 0 であつた。一方、測温点 A 3 においては 1 1 0 ~ 1 8 0 であり、測温点 A 4 においては 2 3 0 ~ 3 3 0 であつた。

【 手続補正 1 3 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 1 5 0

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 1 5 0 】

(実施例 7)

実施例 7 は、実施例 3 における第 1 の局所加熱光 4 1 と第 2 の局所加熱光 4 2 の光軸間距離 5 0 mm を 2 0 0 mm に変更したことを除き、実施例 3 と同様とした。第 1 の局所加熱光 4 1 を照射する直前の接合材 1 a、1 b の温度は放射温度計の測定値で 1 5 0 ~ 1 9 0 であり、接合材 1 a、1 b の軟化点以下であつた。また、接合材 1 a、1 b は幅方向の一部だけが接合し、仮固定状態が得られたことを確認した。

【 手続補正 1 4 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 1 5 2

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 1 5 2 】

本実施例の条件で、ステップ 3 (図 8 (e)) において、第 1 の局所加熱光 4 1、枠部材 1 4 に関して、

$$= 2 \text{ mm}$$

$$w = 1 \text{ mm}$$

$$v = 1000 \text{ mm} / \text{s}$$

$$d = 1.5 \text{ mm}$$

$$a = 4.6 \times 10^{-1} \text{ mm}^2 / \text{s}$$

より、

$$/ v = 2 \times 10^{-3}$$

$$(d/8)^2 / 12a = 6.4 \times 10^{-3}$$

となり、第 1 の局所加熱光 4 1 の照射が式 1 及び式 2 を満たすことが確認された。

同様にして、本実施例の条件で、ステップ 4 (図 8 (j)) において、第 1 の局所加熱光 4 1、フェースプレート 1 2 に関して、

$$= 2 \text{ mm}$$

$$w = 1 \text{ mm}$$

$$v = 1000 \text{ mm} / \text{s}$$

$$d = 1.8 \text{ mm}$$

$$a = 4.6 \times 10^{-1} \text{ mm}^2 / \text{s}$$

より、

$$/ v = 2 \times 10^{-3}$$

$$(d/8)^2 / 12a = 9.2 \times 10^{-3}$$

となり、第 1 の局所加熱光 4 1 の照射が式 1 及び式 2 を満たすことが確認された。