

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7280547号

(P7280547)

(45)発行日 令和5年5月24日(2023.5.24)

(24)登録日 令和5年5月16日(2023.5.16)

(51)国際特許分類

F I

C 0 3 C 11/00 (2006.01)

C 0 3 C 11/00

C 0 3 C 3/093(2006.01)

C 0 3 C 3/093

C 0 3 C 15/00 (2006.01)

C 0 3 C 15/00

G

請求項の数 4 (全9頁)

(21)出願番号 特願2018-95314(P2018-95314)
(22)出願日 平成30年5月17日(2018.5.17)
(65)公開番号 特開2019-163198(P2019-163198
A)
(43)公開日 令和1年9月26日(2019.9.26)
審査請求日 令和3年4月5日(2021.4.5)
(31)優先権主張番号 特願2017-111421(P2017-111421)
(32)優先日 平成29年6月6日(2017.6.6)
(33)優先権主張国・地域又は機関
日本国(JP)
(31)優先権主張番号 特願2017-216983(P2017-216983)
(32)優先日 平成29年11月10日(2017.11.10)
(33)優先権主張国・地域又は機関
日本国(JP)
(31)優先権主張番号 特願2018-46303(P2018-46303)
最終頁に続く

(73)特許権者 000232243
日本電気硝子株式会社
滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号
(72)発明者 辻口 雅人
滋賀県大津市晴嵐二丁目7番1号 日本
電気硝子株式会社内
審査官 須藤 英輝

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 多孔質ガラス部材の製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

質量%で、 SiO_2 40～70%、 B_2O_3 10～30%、 Na_2O 3～15%、 ZrO_2 3超～10%、 Al_2O_3 2～5%、 RO (RはMg、Ca、Sr及びBaから選択される少なくとも1種) 8～20%、 CaO 8～20%を含有し、質量比で $\text{Na}_2\text{O}/\text{B}_2\text{O}_3$ が0.3～0.5であるガラス母材を熱処理し、2相に分相させる工程、及び、一方の相を酸で除去する工程を含むことを特徴とする多孔質ガラス部材の製造方法。

【請求項2】

ガラス母材が、2～1000のアスペクト比を有することを特徴とする請求項1に記載の多孔質ガラス部材の製造方法。

【請求項3】

熱処理温度が500～800であることを特徴とする請求項1又は2に記載の多孔質ガラス部材の製造方法。

【請求項4】

質量%で、 SiO_2 40～70%、 B_2O_3 10～30%、 Na_2O 3～15%、 ZrO_2 3超～10%、 Al_2O_3 2～5%、 RO (RはMg、Ca、Sr及びBaから選択される少なくとも1種) 8～20%、 CaO 8～20%を含有し、質量比で $\text{Na}_2\text{O}/\text{B}_2\text{O}_3$ が0.3～0.5であることを特徴とする多孔質ガラス部材用ガラス母材。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【 0 0 0 1 】

本発明は、多孔質ガラス部材の製造方法に関する。

【 背景技術 】

【 0 0 0 2 】

近年、多孔質ガラスは、シャープな細孔分布と大きな比表面積を持ち、耐熱性、耐有機溶媒性を持つため、分離膜、散気管、電極材料や触媒の担持体など幅広い用途への利用が検討されている。これらのなかには、アルカリ性の環境下で使用する場合もあり、応用を考慮すると多孔質ガラスには耐アルカリ性が必要とされる。耐アルカリ性多孔質ガラスは、ジルコニアを含んだアルカリホウケイ酸ガラスからなるガラス母材を熱処理してシリカリッチ相と酸化ホウ素リッチ相の2相に分離し、酸化ホウ素リッチ相を酸で除去することにより作製される（例えば、特許文献1参照）。

10

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 3 】

【 文献 】特許第 4 9 5 1 7 9 9 号

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 4 】

しかしながら、特許文献1に記載されている耐アルカリ性多孔質ガラスの製造方法では、製造途中に多孔質ガラス部材に割れが発生する場合があります、所望の形状の部材を作製することが困難であった。

20

【 0 0 0 5 】

以上に鑑み、本発明は、多孔質ガラス部材に割れが発生しにくい多孔質ガラス部材の製造方法を提供することを目的とする。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 6 】

本発明者は、種々の実験を繰り返した結果、ガラス母材のガラス組成を厳密に規制することにより上記技術的課題を解決しえることを見出した。

【 0 0 0 7 】

即ち、本発明の多孔質ガラス部材の製造方法は、質量%で、 SiO_2 40～80%、 B_2O_3 0超～40%、 Na_2O 0超～20%、 ZrO_2 3超～10%、 Al_2O_3 2～5%、 RO （ R は Mg 、 Ca 、 Sr 及び Ba から選択される少なくとも1種）0.5～20%を含有し、質量比で $\text{Na}_2\text{O}/\text{B}_2\text{O}_3$ が0.25～0.5であるガラス母材を熱処理し、2相に分相させる工程、及び、一方の相を酸で除去する工程を含むことを特徴とする。なお、「 $\text{Na}_2\text{O}/\text{B}_2\text{O}_3$ 」は、 Na_2O の含有量を B_2O_3 の含有量で除した値を指す。

30

【 0 0 0 8 】

割れの原因は、酸化ホウ素リッチ相を酸により除去する工程で生じる体積変化であり、その体積変化の原因は、多孔質ガラスの細孔中に残留しているシリカゲルの水和による膨張、シリカリッチ相中から Na_2O が溶出することによる収縮である。検討した結果、ガラス母材中の $\text{Na}_2\text{O}/\text{B}_2\text{O}_3$ 比が膨張、収縮に影響を与えることが分かった。具体的には、 $\text{Na}_2\text{O}/\text{B}_2\text{O}_3$ 比を0.25～0.5にすると、膨張量と収縮量が同程度になり、体積変化が起こりにくく、多孔質ガラス部材に割れが発生しにくくなることを見出した。

40

【 0 0 0 9 】

本発明の多孔質ガラス部材の製造方法は、ガラス母材が、質量比で $\text{B}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ が0.3～0.5であることが好ましい。

【 0 0 1 0 】

本発明の多孔質ガラス部材の製造方法は、ガラス母材が、2～1000のアスペクト比を有することが好ましい。なお、アスペクト比は下記の式により算出する。

【 0 0 1 1 】

50

アスペクト比 = (ガラス母材の底面積) $^{1/2}$ / ガラス母材の厚み

【 0 0 1 2 】

本発明の多孔質ガラス部材の製造方法は、熱処理温度が 5 0 0 ~ 8 0 0 であることが好ましい。

【 0 0 1 3 】

本発明の多孔質ガラス部材用ガラス母材は、質量%で、 SiO_2 4 0 ~ 8 0 %、 B_2O_3 0 超 ~ 4 0 %、 Na_2O 0 超 ~ 2 0 %、 ZrO_2 3 超 ~ 1 0 %、 Al_2O_3 2 ~ 5 %、 RO (R は M g、C a、S r 及び B a から選択される少なくとも 1 種) 0 . 5 ~ 2 0 % を含有し、質量比で $\text{Na}_2\text{O} / \text{B}_2\text{O}_3$ が 0 . 2 5 ~ 0 . 5 であることを特徴とする。

【 0 0 1 4 】

本発明の多孔質ガラス部材用ガラス母材は、質量比で $\text{B}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ が 0 . 3 ~ 0 . 5 であることが好ましい。

【 0 0 1 5 】

本発明の多孔質ガラス部材は、質量%で、 SiO_2 8 5 ~ 9 8 %、 Al_2O_3 1 ~ 1 0 %、 ZrO_2 1 ~ 1 0 % を含有することを特徴とする。

【 発明の効果 】

【 0 0 1 6 】

本発明によれば、多孔質ガラス部材に割れが発生しにくい多孔質ガラス部材の製造方法を提供することが可能となる。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 1 7 】

本発明の多孔質ガラス部材の製造方法について説明する。

【 0 0 1 8 】

まず、以下のようにして多孔質ガラス部材用ガラス母材を用意する。質量%で、 SiO_2 4 0 ~ 8 0 %、 B_2O_3 0 超 ~ 4 0 %、 Na_2O 0 超 ~ 2 0 %、 ZrO_2 3 超 ~ 1 0 %、 Al_2O_3 2 ~ 5 %、 RO (R は M g、C a、S r 及び B a から選択される少なくとも 1 種) 0 . 5 ~ 2 0 % を含有し、質量比で $\text{Na}_2\text{O} / \text{B}_2\text{O}_3$ が 0 . 2 5 ~ 0 . 5 のガラス組成になるように、ガラス原料を調合する。以下に、各成分の含有量を上記のように特定した理由を説明する。なお、特に断りがない場合、以下の成分含有量に関する説明において、「 % 」は「 質量 % 」を意味する。

【 0 0 1 9 】

SiO_2 はガラスネットワークを形成する成分である。 SiO_2 の含有量は 4 0 ~ 8 0 % であり、4 5 ~ 7 5 %、5 0 ~ 7 0 %、特に 5 2 ~ 6 5 % であることが好ましい。 SiO_2 の含有量が少なすぎると、耐候性や機械的強度が低下する傾向がある。一方、 SiO_2 の含有量が多すぎると、分相しにくくなる。

【 0 0 2 0 】

B_2O_3 はガラスネットワークを形成し、分相を促進する成分である。 B_2O_3 の含有量は 0 超 ~ 4 0 % であり、1 0 ~ 3 0 %、特に 2 0 ~ 2 5 % であることが好ましい。 B_2O_3 を含有していないと、上記効果が得にくい。一方、 B_2O_3 の含有量が多すぎると、耐候性が低下しやすくなる。

【 0 0 2 1 】

$\text{B}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ は 0 . 3 ~ 0 . 5、0 . 3 5 ~ 0 . 4 8、0 . 3 8 ~ 0 . 4 6、特に 0 . 4 ~ 0 . 4 5 であることが好ましい。 $\text{B}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ が小さすぎると、後述するアルカリ水溶液にて SiO_2 コロイドを除去する工程において、内部応力が発生しやすくなるため多孔質ガラス部材に割れが発生しやすくなる。一方、 $\text{B}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ が大きすぎると、後述するアルカリ水溶液にて SiO_2 コロイドを除去する工程において、機械的強度が低下しやすくなるため多孔質ガラス部材に割れが発生しやすくなる。なお、「 $\text{B}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ 」は、 B_2O_3 の含有量を SiO_2 の含有量で除した値を指す。

【 0 0 2 2 】

Na_2O は熔融温度を低下させて熔融性を改善する成分であるとともに分相を促進させ

10

20

30

40

50

る成分である。 Na_2O の含有量は0超～20%であり、3～10%、特に4～8%であることが好ましい。 Na_2O を含有していないと、上記効果が得にくい。一方、 Na_2O の含有量が多すぎると、逆に分相しにくくなる。

【0023】

$\text{Na}_2\text{O} / \text{B}_2\text{O}_3$ は0.25～0.5であり、0.28～0.4、特に0.3～0.35であることが好ましい。 $\text{Na}_2\text{O} / \text{B}_2\text{O}_3$ が小さすぎると、後述する酸にて酸化ホウ素リッチ相を除去する工程において、酸化ホウ素リッチ相を除去し難くなる。一方、 $\text{Na}_2\text{O} / \text{B}_2\text{O}_3$ が大きすぎると、シリカゲルの水和による膨張量が、シリカリッチ相中から Na_2O が溶出することによる収縮量より小さくなりやすく、多孔質ガラス部材に割れが発生しやすくなる。

10

【0024】

ZrO_2 は耐候性を向上する成分である。 ZrO_2 の含有量は3超～10%であり、4～8%、特に5～7%であることが好ましい。 ZrO_2 の含有量が少なすぎると、上記効果が得にくい。一方、 ZrO_2 の含有量が多すぎると、失透しやすくなると共に分相しにくくなる。

【0025】

Al_2O_3 は耐候性や機械的強度を向上させる成分である。 Al_2O_3 の含有量は2～5%であり、特に3～4%であることが好ましい。 Al_2O_3 の含有量が少なすぎると、上記効果が得にくい。 Al_2O_3 の含有量が多すぎると、分相しにくくなる。

【0026】

RO (R は Mg 、 Ca 、 Sr 及び Ba から選択される少なくとも1種)は、シリカリッチ相の ZrO_2 含有量を増加し、耐候性を向上させる成分である。 RO の含有量(MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO の含量)は0.5～20%であり、1～17%、3～15%、4～13%、特に5～10%であることが好ましい。 RO の含有量が少なすぎると、上記効果が得にくい。一方、 RO の含有量が多すぎると、分相しにくくなる。なお、 MgO 、 CaO 、 SrO 及び BaO の含有量は各々0～20%、1～17%、3～15%、4～13%、特に5～10%であることが好ましい。なかでも耐候性を向上させる効果が特に大きいという点で CaO を使用することが好ましい。

20

【0027】

本発明の多孔質ガラス部材用ガラス母材には、上記成分以外にも下記の成分を含有させることができる。

30

【0028】

K_2O は、熔融温度を低下させて熔融性を改善する成分であるとともに分相を促進させる成分である。 K_2O の含有量は0～20%、3～10%、特に4～8%であることが好ましい。 K_2O の含有量が多すぎると、逆に分相しにくくなる。

【0029】

ZnO は、シリカリッチ相の ZrO_2 含有量を増加し、耐候性を向上させる成分である。 ZnO の含有量は、0～20%、0～10%、特に0～3%未満であることが好ましい。 ZnO の含有量が多すぎると、分相しにくくなる。

【0030】

上記成分以外にも、本発明の効果を損なわない範囲で種々の成分を含有させることができる。例えば、 TiO_2 、 La_2O_3 、 Ta_2O_5 、 TeO_2 、 Nb_2O_5 、 Gd_2O_3 、 Y_2O_3 、 Eu_2O_3 、 Sb_2O_3 、 SnO_2 、 P_2O_5 及び Bi_2O_3 等をそれぞれ15%以下、さらには10%以下、特に5%以下、含量で30%以下の範囲で含有させてもよい。

40

【0031】

次に、調合したガラスパッチを、1300～1500 で4～12時間熔融する。次いで、熔融ガラスを板状に成形した後、400～600 で10分～10時間徐冷を行いガラス母材を得る。得られたガラス母材の形状は特に限定されないが、表面形状が矩形や円形の板状であることが好ましい。なお、得られたガラス母材を所望の形状にするために、切削、研磨等の加工を施しても構わない。また、耐火物炉による連続生産でも構わない。

50

ガラスの溶融および成形の方法は、上記の方法に限定されるものではない。

【0032】

得られたガラス母材は、アスペクト比が2～1000、特に5～500であることが好ましい。アスペクト比が小さすぎると、酸化ホウ素リッチ相を酸により除去する工程において、ガラス母材の表面と内部にて酸化ホウ素リッチ相を除去する速度に大きな差が出るため、応力が発生しやすく多孔質ガラス部材が割れやすくなる。一方、アスペクト比が大きすぎると、取り扱いにくくなる。

【0033】

なお、得られたガラス母材の底面積と厚みは、上記アスペクト比となるように適宜調整すればよい。例えば、底面積は1～1000mm²、特に5～500mm²であることが好ましく、厚みは0.1～1mm、特に0.2～0.5mmであることが好ましい。

10

【0034】

次に、得られたガラス母材を熱処理し、シリカリッチ相と酸化ホウ素リッチ相の2相に分相させる。熱処理温度は、500～800、特に600～700であることが好ましい。熱処理温度が高すぎると、ガラス母材が軟化し、所望の形状を得にくくなる。一方、熱処理温度が低すぎると、ガラス母材を分相させにくくなる。熱処理時間は、10分以上、1時間以上、特に3時間以上であることが好ましい。熱処理時間が短すぎると、ガラス母材を分相させにくくなる。熱処理時間の上限は特に限定されないが、長時間熱処理しても分相はある一定以上は進まなくなるため、現実的には、180時間以下である。

【0035】

20

次に、2相に分相させたガラス母材を酸に浸漬させ、酸化ホウ素リッチ相を除去し、多孔質ガラス部材を得る。酸としては、塩酸、硝酸を用いることができる。なお、これらの酸を混合して用いてもよい。酸の濃度は0.1～5規定、特に0.5～3規定であることが好ましい。酸の浸漬時間は1時間以上、10時間以上、特に20時間以上であることが好ましい。浸漬時間が短すぎると、多孔質ガラス部材を得にくくなる。浸漬時間の上限は特に限定されないが、現実的には、100時間以下である。浸漬温度は20以上、25以上、特に30以上であることが好ましい。浸漬温度が低すぎると、多孔質ガラス部材を得にくくなる。浸漬温度の上限は特に限定されないが、現実的には、95以下である。

【0036】

30

なお、ガラス母材を熱処理し、シリカリッチ相と酸化ホウ素リッチ相の2相に分相させる工程において、ガラス母材の最表面にシリカ含有層（シリカを概ね80質量%以上含有する層）が形成される傾向がある。シリカ含有層は酸で除去し難いため、シリカ含有層が形成された際は、分相させたガラス母材を切削、研磨し、シリカ含有層を除去した後に酸に浸漬させると、酸化ホウ素リッチ相を除去しやすくなる。

【0037】

さらに、得られた多孔質ガラスの細孔中に残留するZrO₂コロイド、SiO₂コロイドを除去することが好ましい。以下に、ZrO₂コロイド、SiO₂コロイドの除去方法を説明するが、これらの方法に限定されるものではない。

【0038】

40

ZrO₂コロイドは、例えば硫酸にて除去することができる。硫酸の濃度は0.1～5規定、特に1～5規定であることが好ましい。硫酸の浸漬時間は1時間以上、特に10時間以上であることが好ましい。浸漬時間が短すぎると、ZrO₂コロイドを除去しにくくなる。浸漬時間の上限は特に限定されないが、現実的には、100時間以下である。浸漬温度は20以上、25以上、特に30以上であることが好ましい。浸漬温度が低すぎると、ZrO₂コロイドを除去しにくくなる。浸漬温度の上限は特に限定されないが、現実的には、95以下である。

【0039】

SiO₂コロイドは、例えばアルカリ水溶液にて除去することができる。アルカリとしては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等を用いることができる。なお、これらのアル

50

カリを混合して用いてもよい。アルカリ水溶液の浸漬時間は10分間以上、特に30分間以上であることが好ましい。浸漬時間が短すぎると、 SiO_2 コロイドを除去しにくくなる。浸漬時間の上限は特に限定されないが、現実的には、100時間以下である。浸漬温度は15以上、特に20以上であることが好ましい。浸漬温度が低すぎると、 SiO_2 コロイドを除去しにくくなる。浸漬温度の上限は特に限定されないが、現実的には、95以下である。

【0040】

得られた多孔質ガラス部材は、質量%で、 SiO_2 85～98%、 Al_2O_3 1～10%、 ZrO_2 1～10%を含有する。なお、多孔質ガラス部材は、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 ZrO_2 の含有量が多いため、耐アルカリ性に優れている。

10

【0041】

多孔質ガラス部材の細孔分布の中央径は、1 μm 以下、200nm以下、150nm以下、120nm以下、100nm以下、90nm以下、80nm以下、70nm以下、60nm以下、特に50nm以下であることが好ましい。細孔分布の中央径の下限は特に限定されないが、現実的には1nm以上、2nm以上、さらには5nm以上である。また、孔は、真球状、略楕円体、チューブ状等の様々な形状を有する。なお、多孔質ガラス部材の厚み、アスペクト比は、ガラス母材と同等である。

【実施例】

【0042】

以下、実施例に基づき本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

20

【0043】

表1～3は、本発明の実施例（試料No. 1～14、16～24）及び比較例（試料No. 15）を示している。

【0044】

【表1】

	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6	No.7
ガラス組成 (質量%)							
SiO_2	53	53	52	51	52	53	52
B_2O_3	23.6	22.9	24.5	24.5	23.6	23.6	22.9
Na_2O	6.4	7.1	6.5	7.5	6.4	6.4	7.1
ZrO_2	6	6	6	6	6	4	6
Al_2O_3	3	3	3	3	4	5	4
CaO	8	8	8	8	8	8	8
$\text{Na}_2\text{O}/\text{B}_2\text{O}_3$	0.27	0.31	0.27	0.31	0.27	0.27	0.31
$\text{B}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$	0.45	0.43	0.47	0.48	0.45	0.45	0.44
細孔分布の中央値 (nm)	44	40	34	25	42	40	38
割れ	○	○	○	○	○	○	○

30

40

【0045】

50

【表 2】

	No.8	No.9	No.10	No.11	No.12	No.13	No.14	No.15
ガラス組成 (質量%)								
SiO ₂	51	51	50	50	49	57	60	53
B ₂ O ₃	22.9	24.5	24.5	24.5	24.5	20.5	17.5	24.5
Na ₂ O	7.1	6.5	6.5	7.5	7.5	5.5	5.5	5.5
ZrO ₂	6	6	6	6	6	6	6	6
Al ₂ O ₃	5	4	5	4	5	3	3	3
CaO	8	8	8	8	8	8	8	8
Na ₂ O/B ₂ O ₃	0.31	0.27	0.27	0.31	0.31	0.27	0.31	0.22
B ₂ O ₃ /SiO ₂	0.45	0.48	0.49	0.49	0.50	0.36	0.29	0.46
細孔分布の中央値 (nm)	36	31	28	24	23	40	34	48
割れ	○	○	○	○	○	○	○	×

10

【 0 0 4 6 】

【表 3】

	No.16	No.17	No.18	No.19	No.20	No.21	No.22	No.23	No.24
ガラス組成 (質量%)									
SiO ₂	51	51	48	51.4	49.5	48	54.4	51.3	51
B ₂ O ₃	23.2	21.4	20.6	22.1	21	20	23.4	21	23.6
Na ₂ O	6	6.6	6.2	6.7	6.5	6	7.2	6.4	6.4
ZrO ₂	6	6	6	8	8	8	4	9.5	6
Al ₂ O ₃	5	3	3	3	3	3	3	3	5
CaO	8.8	12	16.2	8.8	12	15	8	8.8	8
Na ₂ O/B ₂ O ₃	0.26	0.31	0.30	0.30	0.31	0.30	0.31	0.30	0.27
B ₂ O ₃ /SiO ₂	0.45	0.42	0.43	0.43	0.42	0.42	0.43	0.41	0.46
細孔分布の中央値 (nm)	30	22	12	20	14	8	58	20	38
割れ	○	○	○	○	○	○	○	○	○

20

【 0 0 4 7 】

表中の各組成になるように調合した原料を白金坩堝に入れた後、1400 で6時間溶融した。ガラスバッチの溶融に際しては、白金スターラーを用いて攪拌し、均質化を行った。次いで、溶融ガラスをカーボン板上に流し出して、板状に成形した後、500 で30分間徐冷しガラス母材を得た。

【 0 0 4 8 】

得られたガラス母材を電気炉にて675 で24時間熱処理し、分相させた。分相後のガラス母材を、切削、研磨し、5mm×5mm×0.5mm(厚み)にした。次いで、1規定の硝酸(90)中に48時間浸漬した後、イオン交換水で洗浄し、多孔質ガラス部材を得た。

40

【 0 0 4 9 】

得られた多孔質ガラス部材の表面をFE-SEM(日立製作所製SU-8220)で観察したところ、いずれのガラスも、スピノーダル分解に基づいたスケルトン構造を有していた。また、得られた多孔質ガラス部材の組成、細孔分布の中央径、割れを評価した。

【 0 0 5 0 】

組成は、エネルギー分散型X線分析装置(堀場製作所社製EX-250)により測定した。

【 0 0 5 1 】

細孔分布の中央値は、細孔分布測定装置(カンタクローム社製QUADRASORB SI)により測定した。

50

【 0 0 5 2 】

割れは、多孔質ガラス部材に割れが確認されなかったものを「○」、割れが確認されたものを「×」として評価した。

【 0 0 5 3 】

多孔質ガラス部材の組成は、いずれのガラスも、質量％で SiO_2 93％、 ZrO_2 4％、 Al_2O_3 3％であった。

【 0 0 5 4 】

本発明の実施例である No. 1～14、16～24 の試料は、割れが確認されなかった。一方、比較例である No. 15 の試料は、割れが確認された。

【 0 0 5 5 】

さらに、No. 1～14、16～24 の試料の細孔中に残留する SiO_2 コロイドを除去するために、水酸化ナトリウム水溶液（90 ）中に6時間浸漬した際の割れの発生状況を評価した。表には示していないが、 $\text{B}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ が 0.41～0.46 である No. 1、2、5～8、16～24 の試料は、割れが確認されなかった。一方、 $\text{B}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ が 0.36 以下または 0.47 以上である No. 3、4、9～14 の試料は割れが確認された。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 5 6 】

本発明の製造方法は、分離膜、散気管、電極材料や触媒の担持体など幅広い用途に利用される多孔質ガラス部材の製造方法として好適である。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(32)優先日 平成30年3月14日(2018.3.14)

(33)優先権主張国・地域又は機関

日本国(JP)

(56)参考文献 特開昭 6 2 - 2 0 2 8 3 9 (J P , A)
米国特許第 0 4 6 6 5 0 3 9 (U S , A)
特開平 0 1 - 1 4 5 3 4 9 (J P , A)
特開平 0 3 - 1 4 6 4 4 0 (J P , A)
特開昭 6 1 - 1 0 6 4 3 7 (J P , A)

森本繁樹, SiO₂-B₂O₃-Al₂O₃-ZrO₂-RO-R₂O系ガラスの分相, 日本セラミックス協会学術論文誌, 日本, 1990年, 98 [10], pp.1093-1096

森本繁樹, 高化学的耐久性ポーラスガラスの作製, 日本セラミックス協会学術論文誌, 日本, 1990年, 98 [12], pp.1291-1295

(58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)

C 0 3 C 1 / 0 0 - 1 4 / 0 0
C 0 3 C 1 5 / 0 0 - 1 5 / 0 2
I N T E R G L A D