



# Li<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> ガラスの小角 X 線散乱測定 (5)

前田敬

東京理科大学 先進工学部マテリアル創成工学科

キーワード: 結晶化ガラス, 核形成剤, ガラス転移温度

## 1. 背景と研究目的

Li<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> 系 (以下 LAS 系と称する) 結晶化ガラスは、透明かつゼロ膨張という、他では得られない優れた特性を持っているため、耐熱食器、調理器のホットプレートをはじめ、多くの用途で使用されている。結晶化ガラスは母ガラスを加熱処理することにより結晶を析出させて製造されるが、ガラスの内部から均一に結晶を析出させるため、母ガラスには通常核形成剤が添加される。LAS 系結晶化ガラスにおいては一般に TiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub> が核形成剤として用いられる。これらの化学成分はガラスの熱処理中に主結晶の析出に先立って自らが微結晶となって析出することがわかっている。しかし、それがその後の主結晶の核形成をどのようなメカニズムで促進するかは、いまだに明確になっていない。この点を明らかにすることで、さらに特性が向上した結晶化ガラスの作製が期待される。本研究はこのような背景のもと、母ガラスの加熱処理による構造変化を小角 X 線散乱を用いて追跡している。そこで、今回の実験内容を以下に示す。

## 2. 実験内容

核形成剤添加量の再検討を行い、今回 ZrO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub> を核形成剤とした LAS 系結晶化ガラスを作製した。そして、ガラス転移温度( $T_g$ )以上の温度で熱処理を施し、合計 20 個のサンプルを作製し小角 X 線散乱測定に供した。

## 3. 結果および考察

Fig.1 に今回の測定結果を示す。Fig.1(a)は ZrO<sub>2</sub> を添加したガラスを 790°C( $T_g + 50^\circ\text{C}$ )で時間を変えて熱処理した試料の測定結果で、(b)は 750°C( $T_g + 10^\circ\text{C}$ )で時間を変えて熱処理した試料の測定結果である。(a)、(b)より  $T_g$  近傍での長時間熱処理によって散乱が観測され、高温での熱処理では ZrO<sub>2</sub> の散乱は観測されなかった。また、解析によって ZrO<sub>2</sub> の形状は棒状から円盤状に変化し、真球と仮定した場合の最大粒子サイズは約 14 nm と求まった。次に、Fig.1(c)は TiO<sub>2</sub> を添加したガラスを 740°C( $T_g + 10^\circ\text{C}$ )で時間を変えて熱処理した試料の測定結果である。(c)より ZrO<sub>2</sub> と同様に  $T_g$  近傍での熱処理によって散乱が観測され、解析した結果、形状は棒状から円盤状に変化し、真球と仮定した場合の最大粒子サイズは約 5 nm と求まった。今後は、測定結果の詳細(電子密度分布、粒子総数・粒子間相互作用など)な解析を行っていくと同時に、TEM を用いて局所構造の像観察を行いたい。そして、局所構造と SAXS で捉える平均構造を比較考察し、核形成メカニズム解明に迫っていきたいと考えている。

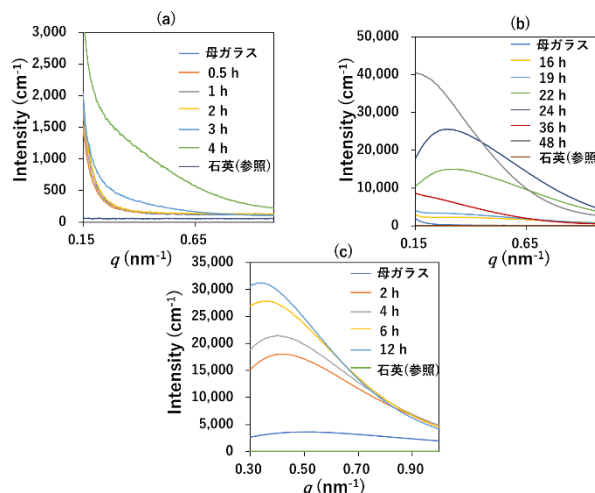


Fig.1 小角散乱測定結果