



Li₂O-Al₂O₃-SiO₂ 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

Li₂O-Al₂O₃-SiO₂ 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 TiO₂、ZrO₂ 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

まず、核形成剤添加量の再検討を行い、ZrO₂ を核形成剤とした LAS 系結晶化ガラスを作製した。さらに、従来の LAS 系結晶化ガラスの核形成剤とは異なり、新たな核剤として核形成作用や結晶化挙動が未だあまり言及されていない Nb₂O₅ に着目したガラスの作製も同時に行った。そして、作製したガラスを 5×10×1 mm³ の形に研磨をして加工した後、ガラス転移温度(T_g)以上の温度で熱処理を施し、小角 X 線散乱測定に供した。

3. 結果および考察

Fig. 1 は ZrO₂ を添加したガラスを 750°C(T_g+10°C)で時間を変えて熱処理した試料の測定結果である。T_g 近傍での長時間熱処理によって散乱は観測されたが、その挙動は熱処理時間に対して一貫性は確認できず、サンプル全体で組成ムラがある可能性が示唆された。次に、Fig. 2 は Nb₂O₅ を添加したガラスを 730°C(T_g+30°C)で時間を変えて熱処理した試料の測定結果である。ZrO₂ と同様に T_g 近傍での熱処理によって散乱が観測された。しかし、ZrO₂ の散乱挙動とは異なり熱処理時間に比例して散乱も大きくなっていくことから、ガラス内部で Nb の電子密度が顕著に増大していくことが分かった。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 10 nm と求まった。今後は、電子密度分布・粒子総数・粒子間相互作用などの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う。そして、局所構造と SAXS で捉える平均構造を比較考察し、新たな知見を発見し、核生成メカニズム解明につなげていく予定である。

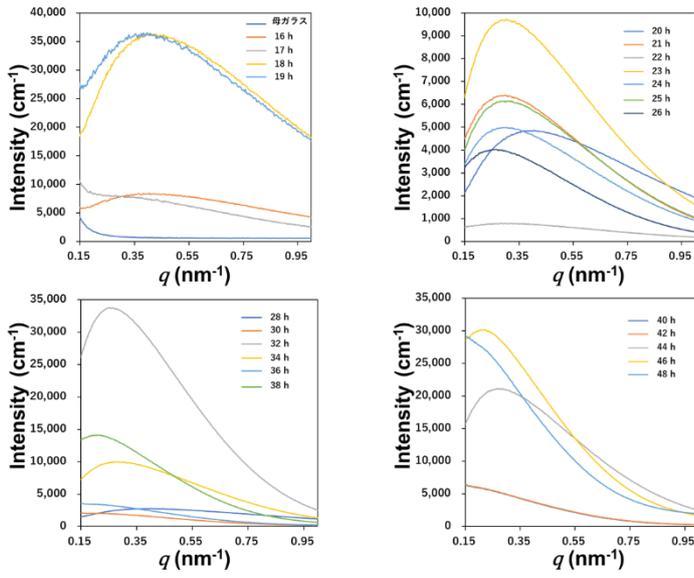


Fig. 1 ZrO₂ 散乱測定結果

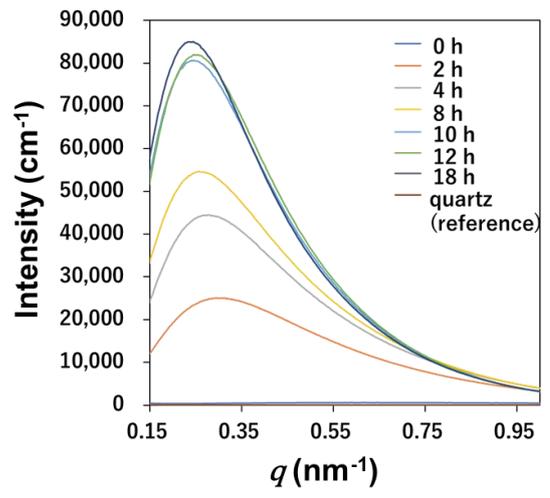


Fig. 2 Nb₂O₅ 散乱測定結果