



Li₂O-Al₂O₃-SiO₂ ガラスの小角 X 線散乱測定 (6)

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

これまでの測定では、LAS 系のベース組成に対して ZrO₂ を外割で 2 mol% 添加した試料の測定を行ったが母ガラス全体でムラができやすいことが分かった。そこで、今回の測定ではより核生成が誘発されやすい ZrO₂ 2.5 mol% 添加した試料を作製した。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 に 760°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を示す。これまでと比べて ZrO₂ 生成量は増大し SAXS の散乱強度としても顕著に増大していくことが確かめられた。しかし、最大の散乱強度を示したのは熱処理時間 12 h 施した試料であり、ZrO₂ は溶解度が高く本研究室のガラス作製方法ではムラができやすいことが予想される。解析結果(粒子間距離・粒子サイズの変化)を Fig.2 及び Fig.3 に示す。Fig.2 より、粒子間距離は 12 h-20 h 間で少しバラつきがあるが、熱処理時間ごとに広がっていく傾向が見られた。Fig.3 より、粒子サイズは 2.0 mol% 添加の時よりはバラつきが少なく、1.6~2.4 nm 間で変化することが分かった。これは核生成が誘発されやすい添加量に増やしたことで、散乱体粒子はより微細になっていることが推測される。今後の展望としては、坩堝をアルミナ製ではなく、白金製の坩堝を用いて熔融を行うことや、熔融中に攪拌することができれば均質性の向上を図ることができ、より精密に評価できると推測される。

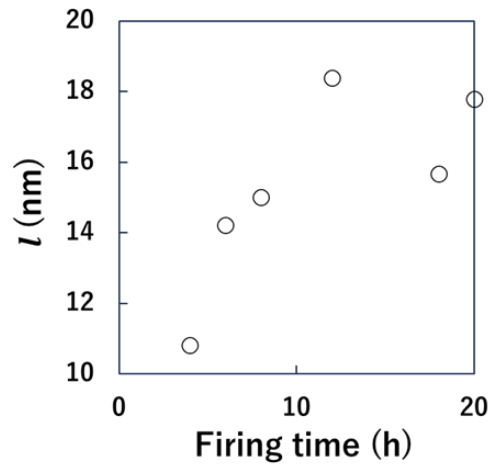
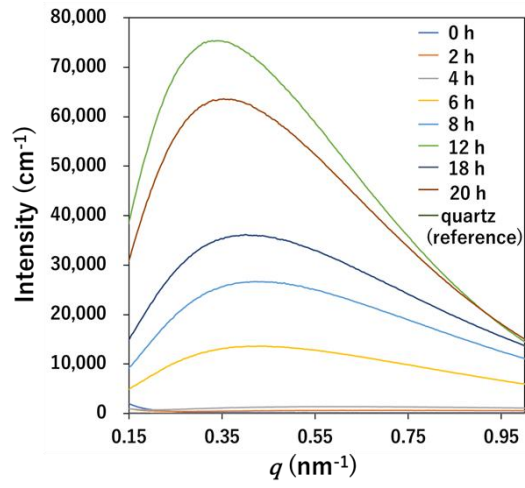


Fig.2 粒子間距離の変化

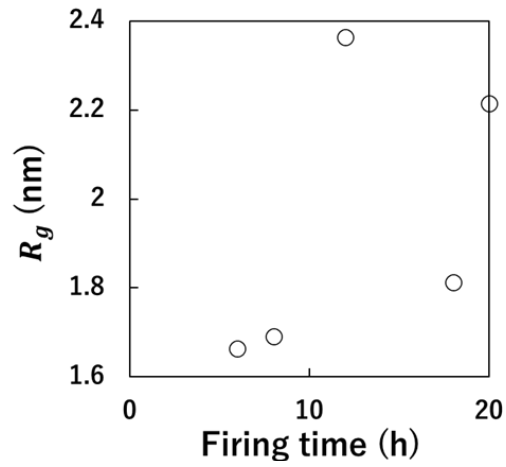


Fig.3 粒子サイズの変化