

Na₂O-Al₂O₃-P₂O₅ ガラスの屈伏点近傍の粘弾性挙動 Viscoelastic nature of Na₂O-Al₂O₃-P₂O₅ glasses near deformation temperature

産総研¹, 関大工² °北村 直之¹, 林堂孝彦², 福味幸平¹, 内山弘章², 幸塚広光²
AIST¹, Kansai Univ.², °N. Kitamura¹, T. Hayashido², K. Fukumi¹, H. Uchiyama², H. Kozuka²
E-mail: Naoyuki.kitamura@aist.go.jp

【緒言】モールド成形をはじめとするガラス熱加工では転移点以上における粘弾性特性が重要である。特に近年の精密曲面成形やマイクロメートルサイズ以下の金型成形ではガラスのミクロな構造に起因する粘弾性現象を詳細に理解する必要がある。たとえば、低屈伏点リン酸塩ガラスの250nm ピッチの反射防止構造付きレンズの一体成型が可能になっている[1]が、ビスマスを含む高屈折率リン酸塩ガラスでは同程度の微細な金型形状を正確に転写できないことを我々は報告している[2,3]。金型成形が行われる屈伏点 At 近傍における粘弾性特性の報告は少ない。本研究では、Na₂O-Al₂O₃-P₂O₅ ガラスを対象として、At 近傍での粘弾性特性を一軸圧縮クリープ試験ならびに動的粘弾性測定により調べた。

【実験方法】15Na₂O-20Al₂O₃-65P₂O₅, 50Na₂O-10Al₂O₃-40P₂O₅ ガラスは通常の熔融急冷法により作製した。一軸圧縮クリープ試験には直径 10mm 高さ 10mm の円柱状に、動的粘弾性測定には 10×50×1mmt の板形状に加工した。クリープ試験はクリープ試験機(CCT-15, Opto Kigyō)を用いて荷重 420N・窒素気流中で行った。TMA で決定した At(前者:609°C、後者:445°C)の近傍で試験を行った。動的粘弾性測定は動的粘弾性解析装置(DMS6300, Seiko II)を用いて行った。板状試料の両端保持して中央を振動させ応力の遅延変動により貯蔵弾性率 E'(ω)と損失弾性率 E''(ω)が算出された。0.01~100Hz の周波数 f で室温から At 前後までの温度範囲で測定を行った。また、室温の弾性率 E₀、剛性率 G₀、ポアソン比 ν₀ は超音波パルスエコー法により決定した。

【結果と考察】一軸圧縮クリープ試験で得られたクリープ関数 J(t)に 10 項のべき乗関数を Fitting し、これをラプラス変換-逆ラプラス変換する[4]ことにより緩和剛性率 G(t)を得た。Fig.1 に 40Na₂O-10Al₂O₃-50P₂O₅ ガラスの G(t)を示す。図からわかるように時間-温度換算則が成り立っている。同則で得られるシフトファクターと温度の逆数の関係を 15Na₂O-20Al₂O₃-65P₂O₅ ガラスの結果とともに Fig.2 に示す。Narayanawamy の式により近似でき、傾きから粘性速度の活性化エネルギー ΔH[kJ/mol]が求められるが、BK7 とは違い[5]屈伏点前後で傾きが異なった。15Na₂O-20Al₂O₃-65P₂O₅ ガラスでは屈伏点の上下でそれぞれ 454 と 747、40Na₂O-10Al₂O₃-50P₂O₅ ガラスでは、282 と 784 となった。屈伏点以下ではΔHの違いは小さいが、屈伏点以上では2倍程度異なっていることはガラス構造の高温での変形と関係している可能性がある。屈伏点以上での J(t)を精査したところ、遅い緩和と考えられる挙動が観察されていた。当日は他の組成比のガラスの結果ならびに動的粘弾性の温度依存性の結果と併せて、屈伏点近傍での構造緩和を議論する。

[1] T. Tamura et al., APEX3 (2010)112501. [2] N. Kitamura et al., J. Non-Linear Opt. Phys. Mat. 19(2010)753. [3] N. Kitamura et al., Key Eng. Mat.702(2016)96. [4] M. Arai, J. Therm. Stresses, 32 (2008) 1235. [5] 伊藤ら, 計算数理工学論文集 Vol.10, No.07-10120.

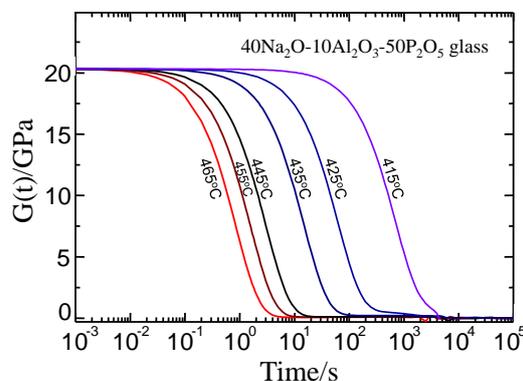


Fig. 1 Shear relaxation modulus of 40Na₂O-10Al₂O₃-50P₂O₅ glass.

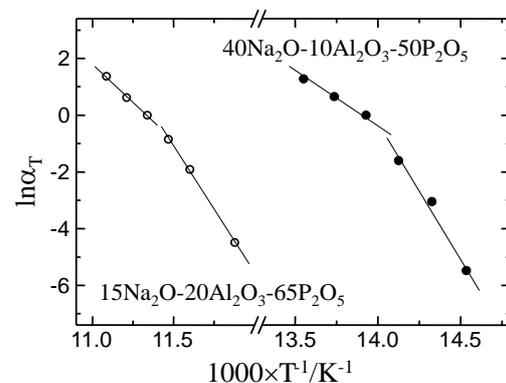


Fig. 2 Shift factor of 40Na₂O-10Al₂O₃-50P₂O₅ and 15Na₂O-20Al₂O₃-65P₂O₅ glass.