高屈折リン酸塩系ガラスの粘弾性挙動

Viscoelastic Behavior of Some High Refractive Index Phosphate Glasses

産総研，　°北村 直之，福味 幸平，赤井 智子

AIST , °Naoyuki Kitamura, Kohei Fukumi, Tomoko Akai

E-mail: naoyuki.kitamura@aist.go.jp

【緒言】熱ナノインプリントに代表される精密金型成形技術は, 光学ガラス材料にとっても回折光学素子やサブ波長光学素子のような高度な光学素子を製造できる方法として期待されている。我々は高い光学機能を付与することを目的として, ビスマスやニオブ等の高屈折率成分を含有するリン酸塩ガラスを検討してきた[1,2]。その中でも，$ZnO-Bi_2O_3-P_2O_5$ 系と $BaO-Nb_2O_5-P_2O_5$ 系は PO_4 がガラス網目構造を形成できない低濃度領域まで高屈折率成分を含有させることが可能で，かつ，1.8 以上の屈折率を示すガラス系である。この２系統のガラスに対してサブミクロンオーダーの周期構造のインプリント成形を試みているが，Fig.1 に示されるように金型形状の転写度合いが大きく異なることを見出している[3]。金型プレスによる成形性の解明には, 対象となるガラスの高温

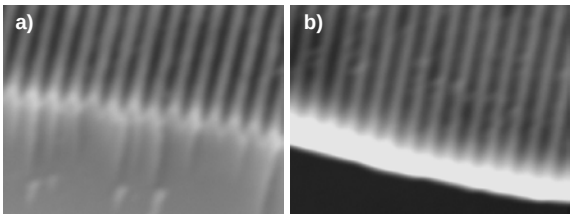

Fig. 1　SEM images of the fracture cross-section of (a) $25BaO-50Nb_2O_5-25P_2O_5$ and (b) $55ZnO-20Bi_2O_3-25P_2O_5$ glasses imprinted with the 1D periodic subwavelength structure.

での粘性や弾性を明らかにし, 適正な成形プロセスを確立することが必要不可欠である。本研究では, 上記２系統の高屈折率ガラスの粘弾性挙動を明らかにすることを目的として, 高温クリープ挙動を調べた。

【実験方法】クリープ挙動の測定は精密成形機(GMP-311V, 東芝機械)およびクリープ試験機(CCT-15,オプト企業)を用いて行った。直径 8mm 高さ 8mm の円柱形試料の粘度を TMA で計測した屈伏点 At の+20℃から-40℃の温度範囲で平行平板法を用いて行った。

【結果と考察】Fig.2 に $55ZnO-20Bi_2O_3-25P_2O_5$, $20ZnO-20Bi_2O_3-60P_2O_5$, $25Bi_2O_3-75P_2O_5$, $40BaO-20Nb_2O_5-40P_2O_5$, $50BaO-50P_2O_5$ ガラスの粘度の温度依存性を Fig.2 に示す。同一の方法で測定された BK7 の結果も比較のために示している。$ZnO-Bi_2O_3-P_2O_5$ 系ガラスと $50BaO-50P_2O_5$ のガ

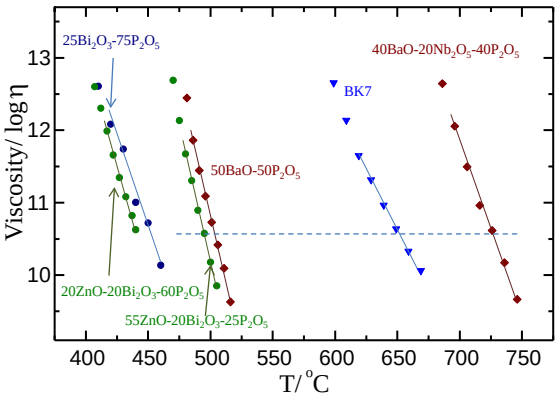

Fig. 2 Temperature dependence of viscosity of some high refractive index phosphate glasses and BK7.

ラスでは粘度の温度依存性が敏感であることがわかる。これに対して，酸化ニオブを含有する $40BaO-20Nb_2O_5-40P_2O_5$ ガラスは粘度の温度依存性が少し緩やかで, $ZnO-Bi_2O_3-P_2O_5$ 系よりも金型成形で用いられる BK7 の振舞に近いことがわかる。$55ZnO-20Bi_2O_3-25P_2O_5$ および $40BaO-20Nb_2O_5-40P_2O_5$ ガラスについて，種々の温度でクリープコンプライアンス J(t)を求め, At(Fig.2 中の破線粘度)における J(t)を２項の Voigt モデルを用いて解析した。最小二乗法解析から得られた弾性率 E_1,E_2 および粘度η_1,η_2 は，前者のガラスで E_1=2.85, E_2=0.65[MPa], $\log\eta_1$=10.5, $\log\eta_2$=10.8[dPa･s]，後者のガラスで E_1=3.31, E_2=0.70[MPa], $\log\eta_1$=10.5, $\log\eta_2$=10.8 [dPa･s]となった。高温下において弾性率が低いことが転写性に関係している可能性がある。詳細は当日報告する。

【謝辞】　本研究は、戦略的イノベーション創造プログラム/革新的設計生産技術(NEDO)の助成を受けて行なわれた。

1)N.Kitamura et al., Mat.Sci.Eng.B161(2009)91.
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.

© 2016年 応用物理学会