

E206

粉末焼結法を用いた透明シリカガラス製造プロセスの解明

(九大院工) ○ (学) 國川 晃太郎・(正) 藤野 茂*・(正) 梶原 稔尚

【緒言】

シリカガラスは低熱膨張性、化学耐久性、真空紫外～赤外光の高透過率などの物性に優れていることから、次世代のフォトニクス、バイオ分野などの基礎素材として期待されている。シリカガラスの一般的な製造方法は熔融法であるが、シリカガラスの軟化温度は1774℃であるため、高温製造プロセスを要する。本研究室では、熔融法に比べ製造温度が低く成形容易な粉末焼結法に着目した。粉末焼結法では常温のシリカガラス原料を、大気中にて焼結を行うと結晶質であるクリストバライトが生成される。この結晶化には焼結雰囲気条件(酸素分圧、シラノール基)が重要な因子となる。本研究室では高真空雰囲気下、1600℃で焼結することにより、透明シリカガラス焼結体の作製に成功した¹⁾。しかしながら、高真空雰囲気下における結晶化挙動、さらには本条件下におけるシリカガラス中の水分による結晶化への影響の詳細な知見は得られていない。

本研究室ではこれまでに酸素分圧及び高真空雰囲気下における水分含有量と結晶化の関係性に関して提案している(Fig.1)。しかしながらその詳細な結晶化メカニズムに関しては未解明である。

本研究では水分含有量の異なるシリカガラスを用いて水分量の推移に関して定量評価を行い、構造変化を調査した。さらには高温 UV ラマンその場観察装置を用いて高真空雰囲気下におけるシリカガラス構造変化と水分量推移の相関について検討した。

【実験方法】

水分含有量が 1000ppm, 100ppm, 1ppm の 3 種類のシリカガラス(コバレントマテリアル株式会社製)を用いて各焼成温度、時間の試料を FT-IR(日本分光 FT/IR-620)測定によりシリカガラス中に残存している水分の定量評価を以下の式により行った²⁾。

$OH\text{ contents (wt\%)} = 0.097 \times \text{Absorbance at } 3670\text{cm}^{-1} / d$
3670 cm^{-1} に見られるシラノール基の吸収ピーク強度からシラノール基量から断面プロファイルを作製した。

また、各試料における温度上昇による D₁(平面 4 員環), D₂(平面 3 員環)の挙動を高温 UV ラマン分光装置を用いてその場観察した。入射光として、黒体放射の影響を無視できる波長 325nm の HeCd レーザー(レーザー強度:10mW)を顕微鏡で集光し、試料に照射した。サンプルからのラマン散乱光を分光器を介して検出器で測定した。その際の露光時間は 400 秒とした。

【実験結果および考察】

高真空雰囲気下において高温保持した各試料は焼成

温度、時間に関係なく 1000ppm→200ppm、100ppm→50ppm、1ppm→変化なし、となった。さらに、1400℃にて焼成した水分量 1000ppm の試料の断面プロファイルを図.2 に示す。全ての焼成時間において表面直下にシラノール基は多く存在した。また、焼成時間 5H→7H においてシラノール基は内部に拡散した。この現象と高温 UV ラマン装置を用いて測定した結果の相関に関する詳細に関しては当日報告させていただきたい。

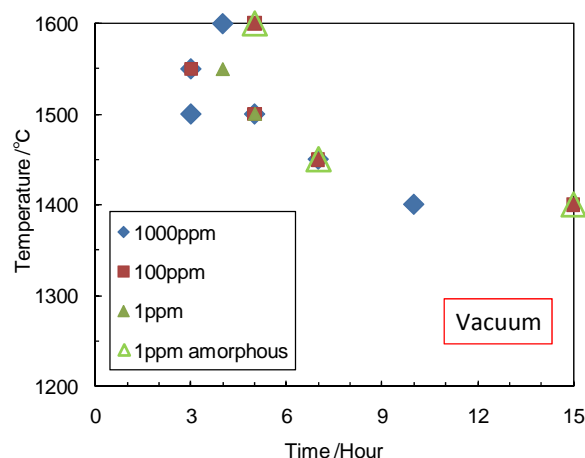


Fig.1 真空中における結晶化開始時間線図

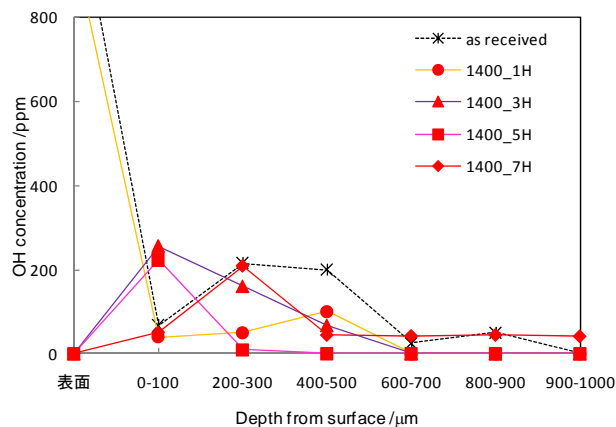


Fig.2 シラノール基の断面プロファイル(1000ppm)

1) 藤野 茂、國川晃太郎、梶原稔尚、粉末および粉末冶金 vol.55, pp.216-220, No.3 (2008) .

2) N. Yamagizawa, et al Cosochmi - Acta, Vol. 61, No.6, pp. 1165-1170, 1997

* TEL: 092-802-2756 FAX: 092-802-2796

E-mail: fujino@apex.chem-eng.kyushu-u.ac.jp