放電プラズマ焼結法による透光性 CaF_2 セラミックスの開発

Transparent Calcium fluoride ceramics by spark plasma sintering

北見大工 [1]，阪大レーザー研 [2]　○(M1) 黒沢 将平 [1]，藤岡 加奈 [2]，古瀬 裕章 [1]
Kitami Inst. Tech. [1], ILE Osaka Univ. [2] ◦Shohei Kurosawa[1], Kana Fujioka[2], Hiroaki Furuse[1]
E-mail: m3225400091@std.kitami-it.ac.jp

はじめに

フッ化物系セラミックスは紫外域から赤外域にわたる広い波長域の光に対して透過率が高く、フォノンエネルギーが比較的低いことから、幅広い波長領域における固体レーザー材料として期待されている。しかし、焼結手法に放電プラズマ焼結法(SPS)を用いた先行研究では、焼結体にフッ素欠陥や炭素不純物による着色が生じやすく、レーザー発振に至った報告はない。今後の新材料開発において、SPS によるフッ化物系セラミックスの透明化技術は重要と考えている。

SPS を用いた先行研究では、炭素系の焼結型やシートを用いて焼結されており、その際に炭素化合物が混入することが透光性を大幅に低減する要因と述べられている[1]。このことから、本研究では炭素汚染を抑制し、フッ化物材料の透明セラミック化に適した焼結条件の探索を目的とした。第一のステップとして、複数の透光性セラミックスに関する報告がある CaF_2 を対象材料に選定し、焼結温度や保持時間、焼結型の違い等が焼結体の光学品質に与える影響を調査した。その結果として、比較的低温での透明セラミック化に成功した。

実験方法と結果

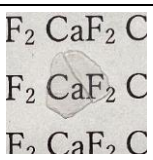
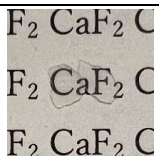
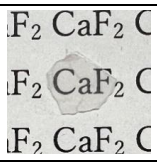
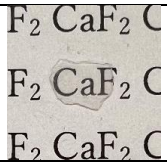
初めに、市販の CaF_2 粉末を 600℃で脱水処理をした。その後 CaF_2 粉体を焼結型に詰め、SPS 装置にセットし、真空下、加圧力 80 MPa、焼結温度 800－900℃の条件で焼結することにより、CaF_2 焼結体を得た。その後、試料の両面に光学研磨を施した。

表 1 に SPS 条件および焼結後の試料画像をまとめた表を示す。850℃および 900℃の比較的低い焼結温度で透光性が得られた。一方、いずれの試料も焼結後に破砕しており、焼結時の加圧力や降温条件を見直す必要がある。図 2 に各試料の透過スペクトルを示す。焼結温度 850℃よりも 900℃の方が高い透過率が得られた。また焼結時間による大きな違いは見られなかった。

講演では、得られた焼結体の微細組織に加えて、その他の焼結条件や焼結型等が光学品質に与える影響と、今後の展望について議論する予定である。

[1] P. Wang et al., J. Eur. Ceram. Soc. 37, 4103 (2017).

Table1: SPS conditions and images of CaF_2 ceramics.

試料名	#1	#2
焼結温度	900℃	900℃
保持時間	10min	1h
試料写真		
試料名	#3	#4
焼結温度	850℃	850℃
保持時間	1h	3h
試料写真		

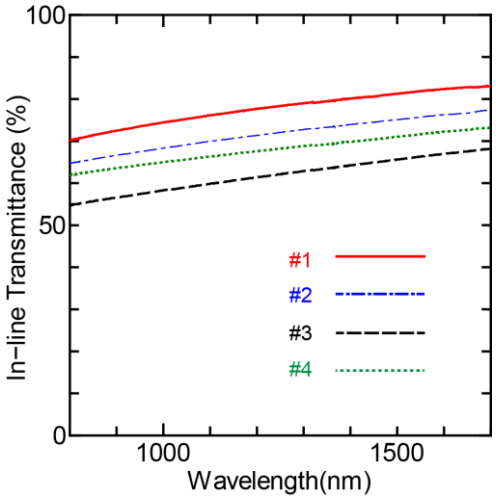


Fig.2: Transmitted spectra of CaF_2 ceramics.