

12 th Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology (PACRIM 12), including Glass & Optical Materials Division Meeting (GOMD 2017) 参加報告

(株) 豊田中央研究所

水野 真太郎

Report on 12th Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology (PACRIM 12), including Glass & Optical Materials Division Meeting (GOMD 2017)

Shintaro Mizuno

Energy Conversion Materials Lab. Toyota Central R&D Labs., Inc.

1. 概要

2017年5月21日から26日までアメリカのハワイ島で12th Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology (略称:PACRIM 12) が米国セラミックス協会の主催で開催された。PACRIMは、日本、アメリカ、中国、韓国、オーストラリアのセラミックス協会が持ち回りで主催するセラミック技術の国際会議(2~3年ごと)で、1993年に開催された第1回の会議は、今回と同じく米国セラミックス協会主催のもと、ハワイにて開催された。今回のPACRIMは米国セラミックス協会ガラス部会のGlass & Optical Materials Division Annual Meeting 2017 (GOMD 2017) との同時開催である。両会議を合わせた発表件数は、筆者の集計では口頭、ポスターを合わせ約1400件と大変盛況であった。国別の参加人数を図1に示す。開催国である米国、および地理的に近い日本からの参加者が半数を占めた。アジア諸国

の割合も大きい。地球の裏側に位置する欧州からの参加も多数あり、参加国数は44か国と幅広く、約1200人の参加者を集めた。本会議は世界中の企業、国立研究所、およびアカデミアのセラミックス研究者や技術者が参加し、最新の研究の動向や進捗に関する情報交換が可能な貴重な国際会議と筆者は認識している。PACRIM 12からは32のシンポジウム、GOMD 2017からは6つのシンポジウムが開催された。筆者にとって興味深い発表がどちらの会議にもあり、広い会場を行ったり来たりした。以下に、筆者の興味を引いた発表のいくつかを紹介させていただく。

2. トピックス

【光学材料関連】

Shasta Crystal Inc. のCEO, Dr. Gisele Maxwell氏は“Advances in single crystal fibers and thin rod growth technologies for laser applications”のタイトルでプレナリー発表をした。同社はLaser Heated Pedestal Growth (LHPG) 法を用いて、単結晶ファイバの製造・販売を行っている。LHPGはるつぽを必要とし

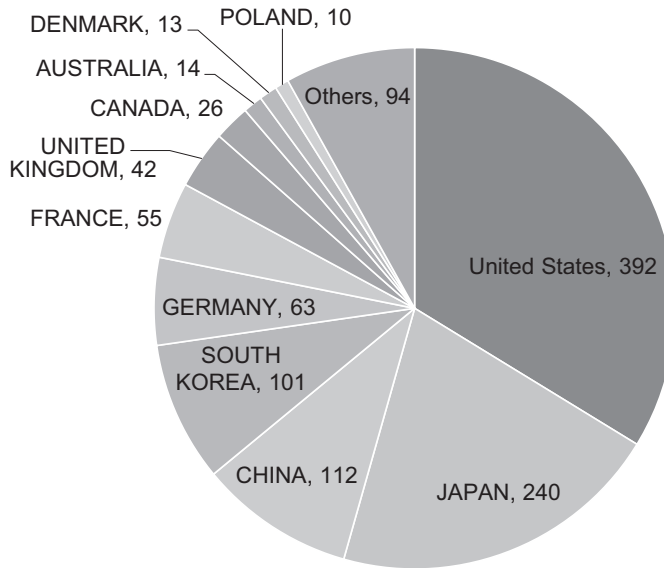


図1 PACRIM 12 と GOMD 2017 への合計参加者数（筆者集計）

ない作製法で、不純物の混入を防ぐことができる。単結晶ファイバを用いたレーザーは、高効率、ハイパワーを必要とする製造業、軍事用途や手術などへの応用が考えられている。しかし、従来はコア表面にゾルゲル法でシリカクラッドをコートしていたため熱伝導率が低いので、高出力化には問題があった。今回、Yb:YAG 単結晶コアに厚さ 1-3 μm の無添加透明 YAG 結晶クラッドをゾルゲル法によりコートしたファイバで、レーザー発振が報告された。これは結晶が高い熱伝導率を示し、かつ単結晶ファイバの損失 (0.044 dB/m@532 nm) が十分低いと可能になった。同社では Cr, Nd, Ho, Er, Yb などを添加した直径 25 μm 以上、長さ 900 mm の巻き取りが可能な結晶ファイバが作製できる。その技術によりコンパクトな kW クラスの高出力ファイバレーザーが実現可能である。

Melt in tube (MIT) 法というファイバ製法を開発した Zhejiang University の Qiu 教授は、“Control of crystallization in glass for photonic device”のタイトルで招待講演を行った。同製法ではクラッドになるシリカガラスチュー

ブ中に、コア材になる機能性ガラスのロッドを入れ、クラッドガラスは軟化（粘性高）、コアガラスは熔融（粘性低）する温度まで昇温し紡糸する。通常のガラスプリフォームは、コアガラス、クラッドガラスともに軟化する温度まで加熱し紡糸するが、そのような温度域では結晶化や分相が起こりやすい。同製法ではコアが完全熔融する温度まで昇温して紡糸した後に急冷するため、結晶化や分相が起こらず失透を回避することができる。ガラスとして安定、かつ高融点であるシリカガラスチューブをクラッドに用いることで、コアが完全熔融して融液となっても形状を保持することができる。

また紡糸中のファイバに熱処理を加え、ナノ結晶化したファイバを実現した。さらに結晶化ガラスからのレーザー発振にも成功したと報告した。この技術は結晶とガラスの光学特性を併せ持つ高機能なファイバレーザーを実現できる。

Frozen Sorbet 法という結晶化ガラスの製法を提案した北大の中西助教は、“Development of light-storage glass composites using the frozen sorbet technique”のタイトルで招待講

演を行った。フラックス法のように目的結晶の原料とフラックス材としてガラス成分を混合し溶解するが、全体が完全に溶解するより若干温度を低くし、時間を制御して目的結晶を析出・成長させ、流し出し急冷する。同法を用いて、発表者らは長残光結晶 Eu^{2+} , Dy^{3+} : SrAl_2O_4 のナノ結晶を含有した透明なガラスの作製に成功している。

上述のように、レーザー発振可能な単結晶ファイバやナノ結晶化ガラスなど、従来とは異なるレベルの透明媒質が報告された。作製条件探索の難しさ、安定性の問題などがあるものの、これらの媒質はファイバレーザーの高出力化、高機能化を実現できる可能性がある。

【SOFC 関連】

Bundesanstalt für Materialforschung und-prüfung (BAM) の Ralf Müller 氏は“Sintering and foaming of barium silicate glass powder”のタイトルで発表した。SOFC 用の候補シールガラスを様々な手順で粉碎し、それらを焼結した場合の泡形成について報告した。候補シールガラスは BaO-SiO_2 系ガラスである。粉碎を進めると泡は大きく増加する。発泡は粉碎雰囲気によって大きく影響され、 $\text{Ar} \approx \text{N}_2 \ll \text{Air} < \text{CO}_2$ の順に発泡が顕著になる。泡の成分は CO_2 ガスであり、形成の原因はガラス粉末表面に吸着した炭化物と推察された。発表者は、水中または 10 wt% HCl 中の粉碎により泡形成をかなり減少させられることを見出した。

Technical university of Denmark の Karsten Agerstedt 氏は“Optimisation of sealing process and interfaces between glass-ceramic sealing and SOC stack components”のタイトルでポスター発表を行った。既報の SOFC 用シーリング結晶化ガラスと、著者らが開発している結晶

化ガラス「V 11」の性能の比較を行った。比較対象の G 18 シリーズは BaO ベース、RANA は CaO ベース、SACN は Na_2O を含み SiO_2 が比較的多いガラスである。G 18 シリーズは、Battelle Memorial Institute (US) により米国特許登録されているシールガラスである。V 11 の熱膨張係数 (CTE) は、接合するインターコネクタ (Corfer 22 APU) の $12.4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ とよく一致した。大気中で予備熱処理した Crofer 22 APU に、V 11 を大気中 850°C でシーリングしたところ強固に接着した。

SOFC 用のシール材料は、様々なガラスや結晶化ガラスが候補材料として検討されており、それぞれの基礎特性データの取得が活発に行われている。また、学術界のみならず Fraunhofer IKTS や AIST など国の研究機関からの発表が多数みられた。

【Professor Komatsu Kinen Honorary Symposium】

GOMD シンポジウム 6 として、小松教授 (Nagaoka Univ. Tech.) の記念シンポジウム、“Professor Komatsu Kinen Honorary Symposium”が開催された。小松教授の略歴が本間准教授 (Nagaoka Univ. Tech.) より紹介された後、小松教授より“結晶化ガラス”を中心としたこれまでの研究成果について講演がなされた。ガラスへのレーザー照射による結晶ラインの書き込み技術は小松研の代名詞のひとつであり、Coe College の M. Affatigato 教授もこの分野で世界のトップであると明言されていた。レーザー照射による結晶パターンニング技術は結晶成長技術の“beyond the law of nature”であるとの小松教授の言葉は、この技術の面白さと、可能性の大きさを物語っている。今後の発展に期待したい。