

2016 年度ガラス表面・分析研究討論会参加報告

日本電気硝子(株) 技術統括部 評価技術部

豊福 直樹

Report on Seminar of Glass Surface and Analysis 2016

Naoki Toyofuku

Evaluation Technology Department, Corporate Technology Division, Nippon Electric Glass Co., Ltd.

日本セラミックス協会ガラス部会表面・分析分科会主催の2016年度ガラス表面・分析研究討論会が2017年2月15日に日本セラミックス協会会議室にて開催された。近年、コーティングによりガラスの高機能化が進められているが、その研究開発を支える分析技術も重要となっている。今回の研究討論会では、最前線で活躍される4名の講師から2件のコーティングに関する研究開発と2件の分析技術に関する講演を聞かせて頂いた。

最初は北海道大学の忠永清治教授から「ゾルーゲル法によるガラス基板へのコーティングと応用」という題目で講演が行われた。ゾルーゲル法は溶液系から無機材料や無機-有機複合材料を合成する手法である。忠永教授は多孔質ゾル層を温水に短時間浸漬することで、微細凹凸構造が形成されることを見出され、その技法を超撥水膜や低反射 (AR: Anti-Reflection) 膜の作製に適用された。また、層状複水酸化物に適用した事例を紹介された。層状複水酸化物は、層間にアニオンを取り込むため、温水処理過程で有機アニオン性色素を添加することで膜に光学機能を付与できることが特徴である。さ



写真1 講演中の様子

らに、TEOS-MTESを薄板ガラスにコートすることで、面内及び端面の強度を上げることができるとの報告もあった。ゾルーゲル法は簡便に機能性膜をガラス表面にコートすることができるため、今後も注目したい。

2件目は日本板硝子株式会社の皆合哲男氏から「光触媒コーティング技術を利用した機能性ガラス」という題目で講演が行われた。皆合氏はオンラインCVDによりガラス表面に酸化チタン膜をコーティングし、その膜の紫外光応答型光触媒効果を利用し、汚れにくいガラスを開発された。アナタース型の酸化チタンはバンドギャップが3.2 eVであり、380 nmより短い波長の紫外線照射により価電子帯から伝導帯に電子が励起され、その際に生じる還元力を持つスーパーオキサイドアニオンと強い酸化力を持

つヒドロキシラジカルを利用してガラス表面の汚れを分解させるとともに、超親水性作用により汚れを浮かせるというものである。さらに、この酸化チタン膜上にスパッタリング製法により銅系化合物を成膜することにより、可視光応答型の抗菌・抗ウイルス性光触媒ガラスも開発された。このメカニズムは、可視光により励起された酸化チタンの電子によりCu(II)が還元され、形成されたCu(I)化合物が細菌の細胞膜上の代謝酵素を失活させるものである。窓ガラスへの利用が紹介されており、太陽光が利用できるため、興味深い内容であった。

3件目は株式会社コベルコ科研の小北哲也氏から「RBS/ERDAによる薄膜材料評価事例」という題目で講演が行われた。RBS/ERDAは数100 eV～数MeVに加速したイオン（通常はHe⁺）を試料表面に照射し、散乱された1次イオンや叩き出された2次イオンを検出することで、非破壊で深さ方向の組成や密度を評価できる手法である。マトリックス効果を受けず、感度が理論計算で定まっていることから、標準試料なしでの定量の信頼性が高く、水素濃度の定量も可能である。スパッタせずに深さ方向の情報が得られるため、分析面の変質や選択スパッタ、押し込み等による組成変化を受けない。深さ方向分析におけるスパッタによる組成変化は問題であり、特にガラスの中のアルカリは顕著に表れる。RBS/ERDAを用いることで、表面から深部に至るより確からしい組成分析が期待できるため、研究開発に有用な分析装置として期待している。

最後の講演は株式会社リガクの西郷真理氏から「X線回折法による薄膜材料評価」の題目で、X線反射率法とX線回折法の原理とアプリケーションについて紹介された。X線反射率法は1 nm～1000 nm程度の薄膜（単層膜・多層膜ともに可能）の膜厚・密度測定や表面及び界面の粗さ測定が可能である。臨界全反射角近傍で膜表面と膜-ガラス基板界面（多層膜の場合、それぞれの膜-膜界面を含む）から反射される



写真2 ショートポスターセッションの様子

X線の干渉と減衰を含むX線反射率プロファイルと計算で得られるプロファイルをフィッティングさせることで各パラメータを得ることができる。それゆえ、結晶・非結晶に関わらず適用可能で、非破壊測定である。ガラス基板に成膜された結晶性の膜は結晶配向していることがあり、X線回折結果は粉末データベースと異なるパターンとなることがある。その際には、インプレーン測定とアウトオブプレーン（通常の $2\theta/\omega$ 測定）の併用や二次元検出器を用いた測定が有効である。また、二次元検出器は感度が高いため、微量や微小な結晶を測定することもできる。X線を用いた解析技術の更なる発展に期待したい。

全講演終了後に1時間弱のショートポスターセッションが行われ、各講演の質疑応答で聞くことができなかった質問を行うことができた。ガラス表面・分析研究討論会は、ガラス表面に関する研究開発とそれを支える分析に関する講演が設けられ、各分野を専門とする講師の方と深いディスカッションができる有用な研究討論会である。私は、職場で表面分析に携わっているが、最適な手法を選択したり、あるいは複数の手法を併用したりしながら、現象の本質を調べることは重要である。ガラス表面・分析研究討論会は分析手法の原理から、その事例を紹介して頂けるので、打ってつけの討論会である。今後も積極的に参加して得られる情報を活用していきたいと考えている。