

キャラクターゼーションの役割と ICG の活動

滋賀県立大学工学部材料科学科

松 岡 純

Characterization : The Role and that at ICG

Jun Matsuoka

Department of Materials Science, The University of Shiga Prefecture

1. はじめに

Characterization とは Character を明らかにすること、つまり特徴づけである。ガラスは結晶性の材料と異なって化学両論比をあまり気にせずに様々な元素を含有させることが可能である。また、原料が同じでも熔融雰囲気によってガラス中の水分量や遷移金属などの酸化還元比が変化し、純粋科学的な見方からは異なった組成と言うべき種々のガラスが生じる。非平衡物質であるため熱履歴によっても構造が変化し、密度や屈折率が仮想温度に依存することが知られているほか、ホウ素を含むガラスでは熱履歴によって三配位ホウ素と四配位ホウ素の比が変化する。つまり、ガラスは結晶に比べて多様性に富む。そのため例えば、組成は異なるが屈折率やアッペ数がほとんど同じ光学ガラスも存在

する。更には、機械的な強度やガラス表面の親水性／疎水性のように、表面の履歴に依存する特性も存在する。これらを模式的に表すと、図 1 のように複雑なものになる。このことが、「ガラスはナマモノだ」と言われる所以である。

したがって自分の手元にあるガラスのある特性を知りたいと思っても、それを決めているすべての要因を把握することは実質的には不可能である。そのため、ターゲットとしている実用特性と関連の深い構造や基礎物性などを幾つか見つけて、それらから実用特性を推測するという手法が、ガラスの組成開発、プロセス開発、耐久性評価などでは広く行われている。キャラクターゼーションとは、このような推測手法と、そのための構造決定や基礎物性等の計測のことと考えられるだろう。そのためキャラクターゼーションという言葉には広い範囲が含まれる。

2. 本特集号の概要

本特集号ではキャラクターゼーション技術に

〒522-8533 滋賀県彦根市八坂町 2500
 滋賀県立大学工学部 材料科学科
 TEL 0749-28-8365
 FAX 0749-28-8596
 E-mail : matsuoka.j@mat.usp.ac.jp

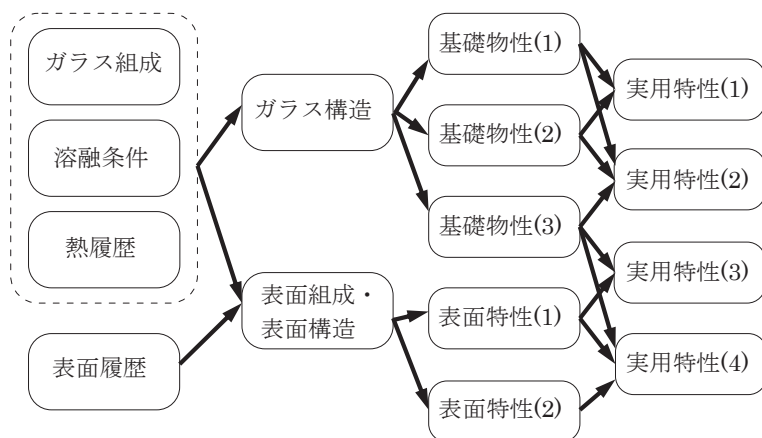


図1 ガラスの様々な特性を決める要因についての模式図

関し、それぞれの分野で活躍されている先生方に執筆を御願ひした。

岡島先生らにはガラス中の微量のFeの存在状態について、放射光施設でのXANES測定と電子状態の第一原理計算を組み合わせた研究をご紹介いただいた。図1だと、組成、溶融条件、構造に関連する内容である。分光法は一般的にピークの帰属を間違うととんでもない結論を導くことになる。岡島先生らによるその危険性の指摘は、ご自身の研究には第一原理計算という裏打ちがあるだけに説得力がある。

小池先生には、ガラスの仮想温度を分光学的に評価する方法について解説いただいた。図1では熱履歴、構造、基礎物性に関係する内容だが、屈折率や密度は仮想温度に依存するため、非接触・非破壊でこれらについての知見を得る方法として、実用的にも重要な内容である。

酒井先生には表面評価の新しい取り組みについて解説していただいた。図1では表面履歴と表面組成・表面構造の部分である。革新的で高精度のはずの測定方法でも、装置がブラックボックスでは十分なデータは得られない。特に表面分析では、見ている部分にある原子の数がバルク分析に比べ少ないため、その傾向は著しい。測定前に試料も測定装置も最適化してこそそのデータについて、解説していただいた。

瀬川先生らにはシュリーレン法によるマクロ

な均質性評価について解説していただいた。図1では溶融条件、ガラス構造、実用特性に関連する。この方法は古くから使われている方法であるが、これまでの解説記事では、写真によって脈理や欠陥を示す程度であった。それに対し本解説では、画像解析に基づく定量的な評価を目指しての、計測条件の最適化への考え方を示していただいた。

荒井先生にはフォトダークニング現象の原因究明に向け、様々な研究手法を駆使して取り組んだことを解説していただいた。図1の中では、構造（電子欠陥、配位構造）、基礎物性（光吸収）、実用特性（フォトダークニング）がすべて入っている。短編の推理小説のような構成で、結論の部分で直接的証拠はまだ得られていないと書かれているものの、数々の間接的証拠から犯人を特定できたという結果になっており、キャラクター化の進め方のお手本とできるだろう。

このように本特集号では様々な角度から、キャラクター化について御執筆いただいた。しかしその大洋はあまりにも広く、御執筆いただいた内容は、その中の幾つかの島に過ぎない。そこで、それを少しでも補うため、本稿のうち残りでは、国際ガラス委員会（International Commission on Glass：略称ICG）で行われているキャラクター化関連の活動

表1 ICG に設置されている Technical Committee (2011 年現在)

ガラスの基礎科学	キャラクターゼーション
TC03 ガラス構造	TC02 耐候性と化学分析
TC07 結晶化と結晶化ガラス	TC06 機械的性質
TC08 ガラスの緩和現象	TC10 光学特性
TC22 構造と物性の関係	TC19 ガラス表面と診断
TC26 格子振動とガラス構造	応用
TC27 原子モデルとシミュレーション	TC04 医用・生命工学用ガラス
ガラス製造	TC05 核廃棄物・有害廃棄物の固化
TC11 ガラス製造用材料・炉材	TC16 ナノ構造ガラス
TC13 ガラス製造における環境対応	TC20 オプトエレクトロニクス用ガラス
TC14 ガラス中の気体・気泡	TC24 ガラスへのコーティング
TC15 センサーと高度制御	広報・教育・連絡
TC18 ガラス溶融	TC01 広報と連絡
TC21 溶融プロセスのモデル化	TC17 ガラスの時代考証
TC25 成形プロセスのモデル化	TC23 教育と訓練

について紹介したい。

3. 国際ガラス委員会 (ICG) とは

国際ガラス委員会はガラスの研究開発に関する国際組織¹⁾で、世界各国のガラスに関する学協会が正会員である。我が国からは日本セラミックス協会が会員となっている。また、賛助会員や個人会員の制度も最近になって作られている。その活動としてよく知られているのは3年に一度の国際ガラス会議 (International Congress on Glass : 略称はこれも ICG なので紛らわしい) であり、千人規模の学会である。国際ガラス委員会ではこれ以外に、Congress の無い年に開催される3百人規模の Annual Meeting などの国際会議も開催している。これらは会員となっている開催国の学協会との共催の形で開催されている。ICG の活動のもう一つの柱は、表1に示した Technical Committee による TC 活動であり、研究開発情報の調査やラウンドロビントの実施、Workshop の開催などを行っている。TC のメンバーは ICG 会員となっている学協会関連の個人であり、日本からも産官学から延べ40人以上がメンバーとなっている。各 TC の活動を取りまとめる組織として ICG の中に Coordinating Technical Com-

mittees (CTC) という組織が設置され、TC を五つのクラスターにグループ化し、10人弱の委員により TC 活動の取り纏めを行っている。日本からも CTC に委員を出しており、最近では伊藤節郎博士 (旭硝子)、横尾俊信教授 (京大)、松岡 (滋賀県立大) の順に委員となり、今年6月に松岡が5年の任期を終えて、井上博之教授 (東大) に交替した。

4. ICG の TC 活動に見るキャラクターゼーション

ICG は非営利団体であるが、その TC 活動の多くはガラスの製造技術など企業の活動と深く関連している。そのため活動は precompetitive なものを中心となるため、標準化と並んでキャラクターゼーションは大きな柱になっている。活動内容は Annual Report として公開されており、ホームページから入手できる²⁾。本稿では2010年のレポートをもとに、その活動のうちキャラクターゼーションに関係するものを紹介する (2011年のレポートは今年6月中に公開予定)。

「ガラスの基礎科学」のクラスターには六つの TC が所属している。このうち“TC 03 : ガラス構造”では2010年には、ホウケイ酸ガラ

ス中の4配位ホウ素の割合 N_4 のNMRによる決定についてのラウンドロビンテストを行った。 N_4 が小さい領域では測定機関の間のバラつきは小さかったが、 N_4 が0.4付近になると測定機関により0.05程度の差が生じた。このラウンドロビンテストは測定機関や測定方法を拡大して続行している。“TC 26：格子振動とガラス構造”はTC 03から独立した新しいTCであり、その目的の一つに、実用ガラスのキャラクタリゼーションへの非弾性分光法の応用を挙げている。ただし新しいTCであるため、2010年の時点ではまだ成果は得られていない。

「ガラス製造」のクラスターには七つのTCが所属している。このうち“TC 11：ガラス製造用材料・炉材”では2010年にはTC 02と共同で、AGC セラミックスから提供された耐火物中の不純物分析を行った。硫黄、窒素、炭素について3種の方法で分析を行った結果、TOF-SIMSによる分析では不十分なことが明らかになった。“TC 13：ガラス製造における環境対応”では製造時の排出物のキャラクタリゼーションに興味を寄せている。また“TC 18：ガラス熔融”では2010年には、 $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2$ ガラス中の Na_2O の活量の決定について、測定方法間の比較を行うラウンドロビンテストを行った。これは、 Na_2O の活量は清澄剤の酸化還元平衡などに関係するが未解明な部分が多いので、測定方法が異なっている場合にも同じ土俵で比較できるようにするために、単純組成での比較からスタートしたものである。この組成では評価方法によって2倍程度の差が生じた。また、ガラスの品質のキャラクタリゼーションについてもTC 18では興味を寄せている。

「キャラクタリゼーション」というクラスターの存在は、ガラスにおけるキャラクタリゼーションの重要性を示している。このクラスターには“TC 02：耐候性と化学分析”、“TC 06：機械的性質”、“TC 10：光学特性”、“TC 19：ガラス表面と診断”の四つのTCが属しており、

その活動の多くがキャラクタリゼーション方法の開発、比較、標準化に関するものである。TC 02では2010年にはリサイクルガラスの化学キャラクタリゼーションについて論文を公表し、2011年の検討課題として低鉄含有フロートガラスや高純度シリカのキャラクタリゼーションを挙げている。TC 06では板ガラスの端面強度についてのラウンドロビンテストの結果を数年前に公表しており、強度測定の方法について更に検討を進める予定である。TC 10の目的は実用ガラスの光学特性のキャラクタリゼーションに対する社会的要求に対応することであり、近年は光学ガラスだけでなくソーラーパネル用ガラスの評価などについても検討を進めている。TC 19では結晶化ガラスのX線回折測定についてのラウンドロビンテストを行ってきたが、これを完了させ、新しいテーマでラウンドロビンテストを開始する予定である。

「応用」クラスターでは新種ガラス・新用途ガラスを扱っているため、新しいキャラクタリゼーション手法についても検討を行っている。“TC 04：医用・生命工学用ガラス”ではガラスの生体活性についてのラウンドロビンテストを行っている。“TC 16：ナノ構造ガラス”ではガラス表面にコーティングした光触媒性ナノ TiO_2 のキャラクタリゼーションを行った。“TC 24：ガラスへのコーティング”では透明導電膜の特性評価についてのラウンドロビンテストを行っており、2011年にも続行する。

「広報・教育・連絡」クラスターに属する“TC 23：教育と訓練”ではTC 03の協力を得て、ガラスのキャラクタリゼーションに関する学生ワークショップを開催している。

5. おわりに

本特集号の趣旨を説明するとともに、ICGのTCが行っている活動のうちキャラクタリゼーションに関係する内容を紹介した。ガラスの研究開発に携わる者にとってキャラクタリゼーションの重要性は常識だろうが、その方法には開

発途上のものも多い。また、ガラスを材料として使うデバイスメーカー、セットメーカーの技術者の中には、ガラスも半導体と同様に基本組成が決まれば特性はほぼ決まるという勘違いもよく見られ、そのような誤解を解く中でキャラクターゼーションの重要性について強調する必要もある。この特集号がそのための一助になれば幸いである。

参考文献

- 1) www.icglass.org
- 2) http://www.icglass.org/userfiles/file/ARCTC_2010_040511.pdf (約 8 MB あります。ご注意ください)