

ニューガラス国際技術交流会議

International Meeting on New Glass Technology (N. G. F. '92)

ニューガラスフォーラムでは、ガラスエンブリオ研究会、オプトエレクトロニクス・フォトニクス研究会、コンポジットガラス研究会および加工研究会の4研究会を設置し、技術交流活動を行っております。平成4年度は隔年毎に実施している4研究会合同による国際会議開催の年にあたり、去る平成4年10月19日、機械振興会館（東京・芝公園）において、「ニューガラス国際技術交流会議」が開催されました。会議はセッションAとセッションBに分かれ、それぞれが2つの研究会から構成されており、参加者は国内、海外を含めて約170人におよび、2会場において熱心な討議が繰り広げられました。

プログラムをご紹介しますと下記の通りです。

なお、各セッションの概要については、それぞれのセッションで幹事を務められた方々の中から執筆をお願いしました。

また、この国際技術交流会議の開催に当り、日本自転車振興会から補助金を得ました。記して謝意を表します。

プログラム

10月19日（月）

9:30~9:40

開会挨拶 岸田清作（ニューガラスフォーラム会長）

祝 辞 平松博久（通商産業省生活産業局窯業建材課長）

9:40~10:30

基調講演

「高い負荷をかけたガラス融液に関する最近の研究成果」

Dr. R. Brückner（ベルリン工科大学教授）

セッションA（ガラスエンブリオ研究会およびオプト・フォト研究会）

10:40~12:30 セッションA-1 座長 山形 茂（信越石英）

「フォトニクスガラスにおける最近の進歩」

Dr. N. F. Borrelli（コーニング，U. S. A.）

「高エネルギー光子の照射によるシリカガラスにおける前駆体起源および固有の欠陥生成」

今井宏明（日本酸素）

「シリカガラス中の酸素欠乏の生成機構」

栗津浩一（電子技術総合研究所）

13:30~15:10 セッションA-2 座長 那須弘行（三重大学）

「赤外線光学用アモルファス材料」

Dr. Jong Heo（ポハン工科大学，韓国）

「半導体微結晶の光物性と新機能性」

舩本泰章（筑波大学）

15:30~17:00 セッション A-3 座長 細野秀雄 (名古屋工業大学)

「アモルファス SiO_2 と Ge ドープ SiO_2 の欠陥中心と光学非線形」

Dr. Tsung-Ein Tsai (バージニア工芸大学, U. S. A.)

「結晶性及びアモルファス固体におけるレーザーによる結合の切断」

伊藤憲昭 (名古屋大学)

セッション B (コンポジットガラス研究会および加工研究会)

10:40~12:20 セッション B-1 座長 河西敏雄 (埼玉大学)

「マイクロオプティクスとその微細加工」

西沢紘一 (日本板硝子)

「ガラスセラミックス相の形成と制御の原理」

Dr. W. Höland (IVOCLAR, Liechtenstein)

「脆性物質の精密加工における微少片除去のメカニズム」

Dr. Choung-Lii Chao (Chung-Cheng 工業大学, 台湾)

13:30~15:10 セッション B-2 座長 新原皓一 (大阪大学)

「硬脆材料の ELID 超精密鏡面研削」

大森 整 (理化学研究所)

「タイにおけるガラス工学の研究」

Dr. Varunee Thiramongkol (タイ王室科学技術庁)

「歯科用のニューコンポジット材料」

春日敏宏 (HOYA, 現, 名古屋工業大学)

15:30~17:00 セッション B-3 座長 柳沢 修 (旭硝子)

「ゾル-ゲル法による ZrO_2 含有ガラスおよびガラスセラミックスの作製」

野上正行 (愛知工業大学)

「電解インプロセスドレッシング法による光学ガラスの加工」

Mr. Matthew Ball (ピルキントン中央研究所, 英国)



ガラスエンブリオ研究会

Session A Glass Embryo Technology

今回の国際技術交流会議では、シリカ（ドーブを含む）ガラスとレーザー光や放射線との相互作用に関し、4人（うち会員2人）の方々に講演をいただいた。以下に簡単にその概略を記す。

1) Extrinsic- and Intrinsic Defect Formation in Silica Glasses Irradiated with High-Energy Photons

今井 宏明（日本酸素(株)）

製法に依存して存在する点欠陥が常磁性欠陥の生成におよぼす影響を明らかにするとともに、前駆体を含有しないシリカガラス中に2種類の常磁性欠陥（E'-センターとNBOHC）が生成することから、シリカガラスに固有な欠陥対の生成を考えた。さらに、常磁性欠陥の生成量が吸収されたエネルギーに依存することを示した。

2) Generation Mechanisms of the Oxygen Deficient Centers in Silica Glasses

栗津 浩一（電子技術総合研究所）

Si-O-Si結合から酸素が抜けた欠陥はソラリゼーションなどの光学特性の劣化原因となる。ハロゲンを用いた脱水処理過程で



という反応が生じるのがその生成機構であることを生成した X_2 分子（ガラス中に閉じこめられた）の濃度と酸素欠陥の濃度の検討から提案した。

3) Defect Centers and Optical Nonlinearity in α - SiO_2 and Ge(-P)-Doped SiO_2

T. E. Tsai (Virginia Polytechnic Institute)

Tsai博士は米国海軍研究所光学部において、Dr. Griscom, Dr. Friebeleと一体となってガラスへの放射線やレーザー照射効果の分野をリードしている台湾生まれの研究者である。今回の講演では $\text{SiO}_2:\text{GeO}_2$ ガラスにみられる第二高調波発生(SHG)と光誘起屈折率回折格子(Hills Grating)の形成のオリジンが酸素欠陥の GeE' 中心への転

化に起因するという最近の研究結果をレビューしつつ、具体的モデルとしてはGeとSiに配位された酸素空孔が最も可能性が高いという自身のごく最近の研究結果を紹介された。

4) Laser-Induced Bond Breaking in Crystalline Amorphous Solids

伊藤 憲昭（名古屋大学理学部物理学科）

伊藤教授は数年前に SiO_2 の結晶とガラスの電子励起による欠陥生成のダイナミックスに関する自身の実験結果にもとづいた理論を提出され、これが現在この分野の理論面の大きな支えになっている。本講演では SiO_2 とRXを比較しつつ、欠陥の生成においては励起で生成した正孔-電子対が自由励起子を経て自己束縛励起子(STE)を生成することがキーであることを強調された。また、RXでのF-H中心対の生成と SiO_2 の E' , PORの生成が類似していることを示された。

本研究会の前身は六年前に発足したシリカガラス研究会であるが、当時と比べると、製造プロセスの理解を含めたサイエンスの面で格段の進歩があったことを痛感した。現在は世界をリードしつつあると云っても過言ではないと思う。その主因は日本ではメーカーと大学や公的研究機関の研究者とが情報を共有できたことがあげられる（もちろん、その前提としてシリカが半導体関連産業で極めて重要であり、高品位化、高品質化への強いニーズがあったことを忘れてはなるまい）。アメリカでは研究者が資料の製造履歴を知らないのが最近までごく普通であったことを考えると、このことの重要性がはっきりする。研究会は産・官・学、そしていろいろな学会組織に属する研究者を網羅しており、Interdisciplinaryな情報の交換と共用の場として、これからも活用していただきたいと思った次第である。

（名古屋工業大学材料工学科 細野秀雄）

—— オプト・フォト研究会 ——

Session A Optoelectronics and Photonics Technology

ニューガラス国際技術交流会議において、オプトエレクトロニクス・フォトリクス研究会（以下、オプト・フォト研と記す）は、エンブリオ研究会と合同で、セッション A として、1992 年 10 月 19 日、東京芝の機械振興会館大ホールにおいて開催された。オプト・フォト研としては、海外から 2 名、国内から 2 名の先端的研究を行っている研究者を招き、講演していただいた。

1) Recent Advance on Photonic Glasses

N. F. Borrelli (Corning Incorporated USA)

ここ 10 年間フォトリックミックスガラスの基礎研究や多色ガラスの開発、光を利用した平板マイクロレンズの製法や光導波路などの微小光学用ガラスの研究開発、さらには 3 次の非線形を示す微粒子分散ガラスや高屈折ガラスの基礎的研究など、先鋭的な研究を数多く手懸けてきた特殊光学ガラスの第一人者である博士が、非共鳴型の高い 3 次の非線形光学特性を持つガラス、特に高濃度の酸化鉛を含む SF-6 の非線形光学特性を中心に広範なレビュー講演が行われた。

2) Amorphous Materials for Infrared Fiber Optics

Jong Heo (Department of Science and Engineering Pohang Institute of Science and Technology, Korea)

赤外線透過用ファイバーの開発は、超低損失光ファイバーとしてばかりでなく、赤外線利用の温度測定や形状センサーとして、また CO₂ レーザ等のパワー伝送として重要な意味を持っている。

許鐘博士はソウル大学卒業後 UCLA で学位を取得し、その後米国の Rutgers 大学で赤外ファイバーガラスの研究を続け、一昨年韓国に帰国した。Rutgers 大学で自ら研究したカルコゲナイドガラス等の赤外透過性ガラスの開発の現状について講演された。

3) Progress of New Laser Glasses

泉谷 徹郎 (HOYA(株))

核融合用大出力レーザーガラスとして Nd³⁺ リン酸塩ガラスが開発されたが、Nd³⁺ 以外の Yb³⁺, Er³⁺, Tm³⁺, Ho³⁺ の導入により蛍光寿命の長い（蓄積エネルギーの大きい）ガラスが可能になり、さらに増感剤の利用により発光強度を高めることができ、アップコンバージョンの利用により短波長のレーザー光が得られるようになった。泉谷博士の豊富な経験を基礎に、近赤外域や核融合等への応用が期待される最新のレーザーガラスについて紹介された。

4) Observation of Lasing in CuCl Quantum Dots

舩本 泰章 (筑波大学)

数十メートル程度の半導体微結晶の示す新しい光物性について、CuCl 微結晶のレーザー発振と Ge 微結晶の可視光発光を例にとって、非常に興味深い講演が行われた。

本国際会議は、私を含めて参加した研究者がフォトリクス材料として興味を集めている新材料の研究最先端を肌で感じ取ることができ、極めて有意義な会議であったと思う。

(三重大学工学部分子素材工学科 那須 弘行)

加工研究会

Session B Machining & Processing Technology

加工技術関連では、4件のプレゼンテーションが行われた。海外から、英国のピルキントングループの中央研究所の Matthew Ball 氏と台湾の中正理工大学の Choung-Lii Chao 氏、国内からは、理化学研究所の大森整氏と日本板硝子(株)の西沢紘一氏より、研究成果をもとにした講演があった。

前回の国際技術交流会議の際の反省点として、できるならば具体的製品、例えばガラス基板などの製作に関する講演の希望が挙げられていた。しかし現実には、各社が主要製品の製造にかかわる技術や問題点を公表することは容易でないという事情もあり、前回と同様な最先端の超精密加工寄りの講演になった。講演内容の概要を述べる。

1) Ductile Mode Diamond Grinding of Optical Glasses using Electrolytic In-process Dressing Techniques

M. Ball, N. A. Murphy, P. Shore (Pilkington Research Centre, England)

ガラスレンズなどの製作では、粗研削⇒ラッピング⇒ポリシングの工程が採られてきたが、最近、ラッピングとポリシングを新たな超精密鏡面研削に置き換えることが提案されている。ガラスをダイヤモンド砥石で研削する場合、切り屑が脆性破砕で形成される brittle mode の条件と金属の加工におけるような延性的に生成する ductile mode の研削条件がある。超精密鏡面研削は後者によって実現でき、日本の理化学研究所の中川、大森両先生が提案された ELID 研削条件を適用し、従来研削条件との比較した。

ガラス BK7 と SF10 を加工物とし、クランフィールド大学精密工学センター (CUPE) 製の 7 軸制御研削盤に 3~6 μm (#400) ダイヤモンド鑄鉄ボンド砥石を取り付けて研削を行なった。研削の際には、一般に砥石のドレッシングが行なわれる。これは加工に携わるダイヤモンド砥粒の頭が鑄鉄ボンドより突き出た状態にするために必要である。ELID 研削は、砥石を陽極にし、研削液を電解液

に見立てて電解法でボンド剤を軟質な膜にするドレッシング条件を取り入れた研削である。このドレッシング法と従来法のスティック砥石を鑄鉄ボンド砥石面に擦り付けるドレッシング法の研削抵抗、表面粗さ、加工変質層深さなどの測定・比較を行なった。ELID 研削で ductile mode の研削が可能になると、研削されたガラス面には方向性をもつ引っ掻き痕に微細な破砕がなく、表面粗さは 24 nmRmax と小さい。しかし、研削抵抗が大きい。一方、従来のドレッシング法による brittle mode の研削では、微細な破面で構成され、表面粗さは 430 nmRmax と大きく、研削抵抗は 1/5 と小さくなる。このように ductile mode と brittle mode の研削で表面状態の違いが生じるのは当然であるが、研削抵抗にも明らかな相違がでており、これを ELID 研削で明確にすることができた。なお、加工変質層については、フッ酸水溶液によるエッチング法を用いて欠陥を検出しており、ductile mode の研削でその深さが 2 μm であった。

2) The Micro Material Removal Mechanisms Involved in the Precision Machining of Brittle Materials

Choung-Lii Chao (Chung-Cheng Institute of Tech., Taiwan)

ガラスのような脆性材料にダイヤモンド圧子を押し込んだり、引っ掻いたり、またダイヤモンドバイトで切削した場合に ploughing, cutting, delaminating, 脆性破壊といった現象が生じる。これらは脆性材料の超精密加工における基本的な加工現象であり、ploughing については、まさにガラス面にルーリングエンジンを用いて回折格子を作る場合の現象に該当する。ダイヤモンド工具によって材料が塑性変形して両側に掻き分けられて溝が形成される。ソーダガラスなどは塑性流れが観察されるが、シリコンになると溝や凹みの周辺に転移が観察される。

cutting では、加工物材料の剪断によって切り屑

が連続して工具のすくい面に生じる場合が ductile mode 切削であり、ソーダガラスは銅やアルミニウムのような金属と似た切り屑が発生する。切り屑に圧縮応力が存在すると割れが発生しないが、引っ張り応力側になると切り屑に割れが発生してくる。工具のすくい角は0度で切削が可能であるが、大きな負角になると工具刃先の前方が大きな圧縮になり、ductile mode の切削がより有利になる。

delamination は ductile mode の材料除去のときであり、工具が通過した跡の圧縮残留応力によりリボン状に剝離してくる。ソーダガラス、シリコンの加工面に発生している。

脆性破壊は、ガラスに $20\mu\text{m}$ 以上の押し込みが与えられると発生する。工具と加工物の間の摩擦力は、切削方向に添ったラテラルクラックの原因にもなり、溝幅の10倍にもなる大きな切り屑を脆性的に生成し、材料除去という点で有利になる。

3) Ultra Precision Mirror Surface Grinding with ELID (Electrolytic In-process Dressing)

大森 整 (理化学研究所)

ダイヤモンド砥石には、レジンボンド、ビトリファイボンド、メタルボンドなどの結合剤からなる砥石がある。メタルボンド砥石の中でも鑄鉄ファイバボンド砥石は、砥粒の保持力や砥石の剛性といった点で優れ、しかも砥粒に機械的な衝撃を与えることがない電解ドレッシング法が適用できる。電解インプロセスドレッシング(ELID)では、研削の進行中に加工にあずかっていない砥石面のドレッシングを進め、常に砥粒の突き出し状態を一定に保った研削であり、ductile mode の研削あるいは超精密鏡面研削に適する。

この砥石とドレッシング法の開発の経緯について述べ、ELID 研削が様々な形式の平面研削、研削切断、円筒研削、複雑形状研削などに利用できるなどの特徴を述べた。

特にダイヤモンド砥石については、従来は $10\mu\text{m}$ 以下の細かい砥粒の砥石を製作しても機械的なドレッシングを採用してきたので、砥粒が脱落してしまい実質的に研削できないといった問題があった。しかし、ELID 方式のドレッシングは、大

きい砥粒にも当然のことながら、 $0.3\mu\text{m}$ あるいはそれ以下の細かい砥粒の砥石でも結合剤の除去を有利にし、研削を円滑に進めることができる。シリコンウエハは 30nmRmax に、また、ガラスは BK 7、 38nmRmax に仕上がる。

4) Precise Processing of Microoptics Materials

西沢 紘一 (日本板硝子)

光学部品の一つの発展の方向に微細化、集積化があり、様々な微小光学部品や光 IC を用いるシステムの将来イメージを明確にした。

これらの微小光学部品の製法としては様々なものがある。ここでは、イオン交換法やイオン拡散法、FHD (flame hydrolysis deposition) 法、モールド法などによるマトリックスレンズ、光導波路、光ファイバー部品などの作製法の概略を示した。そこでは機械加工というよりも微細パターン形成に用いるリソグラフィ技術や材料技術といった物理的・化学的な処理、材料と加工の境界技術が重要な技術になっている。

一方、機械的な微小球面加工法として当社が開発したリップ型工具による最新の加工法の紹介があった。リップ型工具は円錐形であり、その内面を砥石やポリシャにし、それにロッドレンズや小中口径のレンズを押しあてて球面加工するもので、粗研磨から仕上研磨まで可能である。なお、工具を高速回転させると研磨剤の砥粒が加工液から分離して工具面に張り付いて結果として高濃度になり、それに加工物を押しつけると丁度工具面とは非固体接触状態で砥粒によってのみ研磨され、高品質、高精度の球面仕上に有効である。

以上、4件の講演の概要である。ガラスレンズの製作において、基本的には従来の研磨法を中心とする製法の衰微は考えられないが、今後需要が見込まれる非球面レンズなどの製作になると、今回の講演の加工技術が重要になると思われる。

(埼玉大学工学部 河西 敏雄)

コンポジットガラス研究会

Session B Composite Glass Technology

ニューガラス国際技術交流会議のセッション B において、コンポジットガラスに関して四つの講演が行われた。これらの講演のうち、2 件は海外からの講演であり、ニューガラスの海外における研究開発の動向およびそれらの用途について紹介していただいた。国内からの 2 件の発表はコンポジットガラスの最先端の興味深い研究に関するものであった。以下にその概要を簡単に紹介する。

1) Fundamentals of Controlled Formation of Glass-Ceramics

W. Höland (IVOCLAR, Liechtenstein)

ガラス中に生成させる結晶相をいかに制御するかが新しい結晶化ガラスを開発するための重要な因子である。結晶化ガラス形成の基本的な四つの原理が述べられ、それらの具体例として、アパタイト結晶化ガラス、高強度結晶化ガラス、マシンブル結晶化ガラスなどについてその構造、および特性についての解説があった。さらにケイ酸塩系、リン酸塩系、ケイ-リン酸塩系の結晶化ガラスを例にあげ、各種産業用途、医療用途などの応用面について紹介された。

2) Glass Technology Research in Thailand

Varunee Thiramongkol (Department of Science Service, Ministry of Science Technology & Energy, Thailand)

タイ国内には 14 のガラス会社があり、主として製品の品質管理に重点を置いた研究が行われている。しかし、政府の研究所においてはガラス工学に関する研究も行われている。例えば、熔融速度の制御プロセス、ガラス繊維の断熱建材への利用、断熱材料の評価設備、靱殻から調整したナノサイズの構造を持つシリカ、結晶化ガラスなどがある。今後数年以内に、ニューガラスの分野で、例えばコンピュータ用ガラス基板についての研究が行われる予定などが紹介された。

3) New Composite Materials for Dental-Use

春日 敏宏 (HOYA(株), 現 名古屋大学)

最先端医療分野においては、生体親和性や機械的加工性が良い上に、高い強度をもつ材料が要求されている。本講演では、人口歯根や人口歯冠のような歯科材料を目的としたマイクロ又はナノ粒子複合高強度ニューガラス材料として、ジルコニア強化結晶化ガラスの合成とその機能について、報告された。

原料として、調製された結晶化ガラス粉末とジルコニア粉末を用いることによって、相対密度 94% 以上の未焼結体が作られ、HIP 法により、理論密度近く迄緻密化された。このバイオセラミックは高い曲げ強度と破壊靱性を示した。

生体活性は、擬似体液中の表面反応と生体骨への結合強度とによって評価された。また、ドリルによる切削性についても確認されている。

4) ZrO₂ Containing Glass and Glasses-Ceramics

野上 正行 (愛知工業大学)

ZrO₂ は機械的、化学的に優れた性質を示す酸化物であり、多量の ZrO₂ を含有することにより、これらの性質に優れたガラスが得られることが期待される。

40~60 mol% の ZrO₂ を含む ZrO₂-SiO₂ 系のガラスがゾル-ゲル法により作られ、800~1200°C の熱処理により四面体構造の ZrO₂ が析出した。結晶化ガラスの破壊靱性は ZrO₂ の結晶サイズの増大と共に増加するが、モノクリンクな ZrO₂ 又は Zr の出現とともに減少する。Al₂O₃ を添加すると ZrO₂ の結晶成長が促進されるとともに ZrO₂ のモノクリンクへの転位を押さえ、高靱性の結晶化ガラスが得られた。

(大阪大学産業科学研究所 新原 浩一)