

ガラス研究機関訪問

—第2回 ザールランド大学新材料研究所—

東京工業大学 無機材料工学科 岩崎 光伸

Introduction to Institut fuer Neue Materialien gem. GmbH

Dr. Mitsunobu Iwasaki

Tokyo Institute of Technology

Abstract

Institut fuer Neue Materialien gem. GmbH (INM) is located in Saarland university in Saarbruecken, Germany. The director of INM is Prof. H. Schmidt who came from Fraunhofer Institut for silicatiforschung, Wuerzburg. INM was established in April, 1990, and now around 200 people work here. I worked here for 14 months from early April in 1993 to the end of May in 1994. INM has the three large groups, whose bosses are prof. Schmidt, prof. Clasen and prof. Gleiter, respectively. Prof. Schmidt's group is divided into four small groups, which are ceramic group, glass group, Ormocer synthesis group and Ormocer technology group. The boss of Ceramic group is Dr. Nass who is dealing with nanoparticles of oxides and carbides. Dr. Mennig is the boss of glass group in which metal (and semiconductor) dots with nanometer scale in Ormocer matrix are made research for nonlinear optical or photocromic materials. In Ormocer synthesis group, whose boss is Dr. Kasemann, coatings for mechanical and chemical protection based on Organic-inorganic sol-gel nanocomposites are prepared. Dr. Krug, who is the boss of Ormocer technology group, is dealing with Organic-inorganic nanocomposites for micro optical applications.

新材料研究所(Institut fuer Neue Materialien: INM)は、ドイツ南西に位置するSaarland州の州都Saarbrueckenの近郊のSaarland大学内にあり、まわりを森に囲まれたとても環境の良いところに立地しています。INMは、Fraunhofer Institut fuer Silicatiforschung, Wuerzburg からきたHelmut Schmidt教授を所長として、1990年4月にわずか20人程度の学生と指導者から始まりました。そして、1994年6月現在約200人に達する大規模な研究所に急成長

しております。私は、ここに昨年4月初めから今年5月末までの14カ月間勤務しておりました。設立してからまだ5年目ということもあり、マスター、ドクターの学生がたくさんおり、指導者も比較的若いため、非常に活気あふれる研究所であるというのが私の第一印象でした。勤務初日に、Schmidt教授はFraunhofer Institutが比較的応用研究重視であり、Max Planck Institutが基礎研究重視であるのに対して、INMは応用研究と基礎研究の比重が同じであるのが特長の一つであると説明してくれました。INMの所長であるSchmidt教授は、Organic

〒152 東京都目黒区大岡山2-12-1
Tel. 03-5734-2523

modified Ceramics (Ormocer)の先駆者の一人であり、私は渡独以前日本でゾルゲル法によるガラスの合成の研究をしていたころからOrmocerに興味を抱き、是非ともSchmidt教授のところに留学したいと思っておりまして、いざ私がドイツに旅立ち、SaarbrueckenでSchmidt教授にお会いしたときは感慨無量の思いでした。INMが他の二つの研究所ともっとも異なる点は、INMはSaarland州の管轄下にあり、地元と密接に関わっている点であります。毎年、Saarland大学から10人程度学生を受け入れ教育指導しているのはもちろんのこと、地元の企業起こしおよびそれらの育成にも深く関わっていくことも目的の一つであります。現在5年目を迎え、すでにINM出身の学位取得者は6人を数え、これからも続々と学位取得予定者が控えております。学位取得者は、そのままINMに残って働いているほか、この不況のさなかHoechst AGなどのドイツ大手メーカーにも就職しております。外国人留学生も多く、イタリア、クロアチア、トルコ、ロシアなどのヨーロッパ圏内からきた学生もいれば、ブラジル、中国、韓国、インド、タイなどの圏外からきている学生もあり、全員で15人前後の学生が勉強しております。彼らはとても熱心に仕事をし、休日でもINMに來ているのはほとんど彼らのみで、さしずめ休

日は外人天国でした。日本人は、私の他に東京理科大学の清先生がポスドクとして1年間の予定（今年7月まで）で滞在しています。私がINMで働き始めてからすぐ、掲示板に私の写真付きのプロフィールが張り出され、恥ずかしかったのですが、初めての日本人だったこともあり、多くの人がすぐに覚えてくれ気軽に声をかけてくれたので、以後楽しく過ごすことができました。

さて、INMは大きく三つのグループに分かれ、Schmidt教授、Clasen教授、Gleiter教授がそれぞれのグループを統括しております（図1）。そのなかでもSchmidt教授のグループは最大勢力で、全体の7割強くらいを占めています。Schmidtグループは、さらにセラミックスグループ、ガラスグループ、Ormocer合成グループ、Ormocer技術開発グループの4つに分かれます。ちなみにわたしはガラスグループに所属しておりました。これらすべてのグループは、ほとんどゾルゲル法に関連した研究を行っております。セラミックスグループは主に酸化物などの微粒子の作製とその評価について、ガラスグループでは主に微粒子分散有機無機ハイブリッド材料について、Ormocer合成グループでは有機無機ハイブリッド材料の合成とその評価について、Ormocer技術開発グループは有機無機ハイブリ

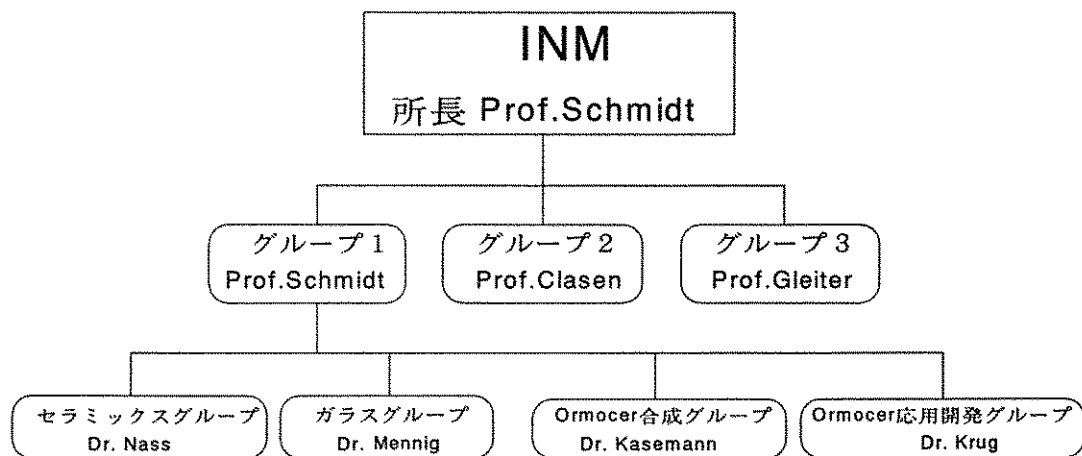


図1 Institut fuer Neue Materialien (INM)の組織図

ッド材料の応用研究について行っております。これらのグループは、一応このように分かれているもののテーマによっては有機的に結びついて研究を行っております。Clasen教授のグループでは、主にシリカガラスの作製及びその評価の研究、Gleiterグループでは、ナノ微粒子金属（合金）の研究を行っています。ガラスに関する研究は、SchmidtグループのガラスグループおよびClasenグループにおいていくらか行われているというのが現状です。以下、それぞれのグループについての研究を、私の知っている範囲内で簡単に紹介したいと思います。

Schmidtグループ

このグループにおける統一したテーマはナノコンポジットであり、4つの小グループがそれぞれの立場からこれにアプローチしています。以下、順次グループごとに紹介していきます。

セラミックスグループ

セラミックスグループのボスであるDr. Nassは、Schmidt教授とともにFraunhofer Institut fuer Silicatiforschungからきました。このグループでは、セラミックス微粒子、成型体、薄膜などの作製と評価、そしてそれらの工業化に主眼において研究が行われております。具体的には、酸化物、炭化物ナノ微粒子の作製、電気泳動法による成型体および焼結体の作製、酸化物コーティングなどです。

酸化物、炭化物ナノ微粒子の作製の研究では、高濃度に分散した Al_2O_3 、 SiO_2 、 SiC 、ムライトなどのナノ微粒子溶液の作製を試みております。微粒子の表面電荷を制御することにより凝集を防ぐという考えにたって、様々な有機物の添加、pH値などの凝集への影響を調べております。また、ミセルを用いても同様の研究を進めております。これらの高濃度に分散されたナノ微粒子溶液を用いて、スリップキャスト、ドクターブレードなどにより成型体、成型シートを作製し、低温で焼結する実験も行っております。

電気泳動法による成型体および焼結体の作製の研究においては、取り扱いの困難な100nm以下の微粒子を有機溶媒に分散させ、その溶液に電圧をかけることにより、片方の電極板に微粒子が堆積することを利用し、成型体を作製する研究を行っております。 Al_2O_3 では、 $1g/cm^2$ minの速度で極板に堆積させることができます。この方法によってできた成形体は、単一の粒径をもち、かさ密度が大きいと、強度が高いという特長があります。また、 Al_2O_3 のみでなく、 SiO_2 、 SiC でも行われております。平均粒径50nmの SiO_2 粒子を用いて、チューブ状の成型体もできております。

酸化物コーティングの研究では、 $BaTiO_3$ 、 ZrO_2 、PZTなどの薄膜をガラス、金属などの基板へコーティングが行われております。 Y_2O_3 / ZrO_2 フィルムのステンレス基板へのコーティングでは、磨耗特性の向上をねらっております。

ところで、Dr. Nassはとても気さくな方で、Schmidtグループの四人のボスの中では学生に一番人気があるように見うけられました。先生は、非常に仕事熱心で有名で、休日出勤もよくされ、その折にはたまにINMIに5つくらいの娘も連れてこられたりしておりました。この娘がとてもお茶目でかわいかったのにはびっくりしました。

ガラスグループ

ガラスグループのボスは、Dr. Mennigで、旧東ドイツから来られた方です。私と東京理科大から来られた清先生はこのグループに所属しておりました。このグループでは、ゾルゲル法による SiO_2 厚膜の作製、色素あるいは金属（又は半導体）微粒子含有有機無機ハイブリッド材料の作製とその評価などが行われております。私自身は、 CdS 微粒子含有有機無機ハイブリッド材料の作製とその光学的特性の研究に携わっております。

ゾルゲル法による SiO_2 厚膜の作製の研究では、

出発原料に RSi(OR')_3 、コロイダルシリカを用いることにより、7.5mmのクラックフリーな SiO_2 厚膜が作成可能であることが報告されています。また、 ZrO_2 をドーピングすることにより、屈折率の設計なども可能です。この方法で SiO_2 をコートしたガラスファイバーで織った布の耐熱性は、コートしていないものよりも良かったという結果もでています。

微粒子含有有機無機ハイブリッド材料の作製とその評価の研究では、非線形光学材料とフォトクロミック材料に大別されます。非線形光学材料の作製の研究では、アミノ基などの官能基を用いることにより、溶液中にてAu、CdSなどの微粒子の安定化をはかり、かつ官能基の微粒子に対する比率により微粒子径を制御できることが分かっています。Auドーピングフィルムの三次の非線形感受率($\chi^{(3)}$)は、 10^{-7} 程度と報告されています。CdS含有材料では、CdSの平均粒径が5nm程度で非常に粒径分布の狭いものができており、 $\chi^{(3)}$ 測定が待ちどろしいです。

フォトクロミック材料としては、AgCl含有有機無機ハイブリッド薄膜を作製しています。フォトクロミック挙動のマトリックス依存性、AgClにBrを添加した時の挙動などがシステムティックに調査されています。有機色素含有有機無機ハイブリッド材料では、さまざまな色素を用いて、溶媒、マトリックスのフォトクロミック挙動への影響の調査が進められています。

Dr. Mennigは、非常にタフな方で、したがってかなり学生に(当然私にも)厳しい人でした。しかしながら、たまに良いデータが取れると、この時ばかりは“Mitsu”(私のドイツでのニックネーム)とってかわいがってくれました。

Ormocer合成グループ

Ormocer合成グループのボスであるDr. Kasemannも、Dr. NassとともにFraunhofer Institut fuer Silicatforschungから来られた方です。このグループでは、ガラス、金属基板

などの表面改質、二次の非線形光学効果を有する薄膜などについて研究しております。

基板の表面改質の研究においては、基板表面の強度、くもり、よごれ、腐食の改善を行っています。プラスチック基板の強度改善の研究では、50nm以下の酸化物微粒子を含有したOrmocer膜をコーティングすることにより、透明なひっかき強度の高い薄膜ができています。くもりを改善するためのコーティングでは、エポキシ基を開裂させることにより、非イオン性で親水性のC-OH基を多く有し、Si-O-Si骨格をもった薄膜を作製しています。汚れ防止膜においては、フッ素含有シランを出発原料としたゾルを用いて基板にコーティングすることにより、表面エネルギーの低い膜を形成しています。金属の腐食防止膜においては、エポキシシランとベーマイト微粒子を含有したゾルをコーティングすることにより透明な密着性のよい耐酸性のよい膜が得られています。

二次の非線形光学効果を有する薄膜の研究においては、二次の非線形光学効果を有する色素を側鎖にもつシリコンアルコキシドを用いてOrmocer薄膜を作製し、電圧をかけて積極的に配向させることにより、高い二次の非線形光学特性を得ています。

昨年パリ郊外で行われたワークショップに参加したとき、Dr. Kasemannと一緒にお酒を飲む機会がありました。そのときに印象に残っている彼の言葉は、“指導者である私が一生懸命働けば、学生もそれを見てついてきてくれるだろう”ということでした。非常に日本的考えでもあったので共感を覚えました。

Ormocer応用開発グループ

Ormocer応用開発グループのボスであるDr. Krugは、Max Planck Institut, Mainzから来られ、高分子物理に長けた方です。このグループでは、Ormocerのオブティクスあるいはマイクロオブティクスへの応用の研究を行っています。具体的には、マスク、レーザー、スタ

ンパー、ホログラフィーを用いてOrmocer表面の微細加工をおこなっております。

以上がSchmidt教授のグループの研究内容の概要であります。次に、Clasen教授、Gleiter教授のグループの研究内容について少し紹介いたします。

Clasenグループ

Clasen教授は、Phillipsから来られた方です。このグループでは、主にコロイダルシリカを用いたSiO₂ガラスの作製とその評価に関する研究を行っております。大型シリカガラスの作製、各種着色シリカガラスの作製、SiO₂ガラスの焼結に関する研究などが実際に行われております。このグループと同じようなことを日本のとある会社がやっており、その会社の日本語のペテントを一度に十数件ほどもってきて、英語に訳してくれと言われたときには、閉口しました。ペテントをもってきた学生はタイ人で、どうして日本人はタイのお米が食べられないの？”と、問われ返答に困ったこともありました。

Gleiter グループ

Gleiter教授は、Saarland大学の教授もかねており、ナノ微粒子金属あるいは合金の研究をしております。ナノ合金の研究としては、AgとFeのような合金を作らない金属ナノ微粒子同志

の界面領域における組成の研究、Al, Wナノ微粒子の他元素による表面修飾などが実際行われているテーマです。また、Fe-Si-Bナノ微粒子合金にCu, Nbなどをドーブし、磁気的特性をあげる研究も行われております。

このグループの学生のなかに、日本に興味を持ち、日本語の勉強をしている人がいました。

(Saarland大学には日本語のクラスがありました。)特に科学分野において、ドイツにとって日本は良い競争相手であるという意識が強く、日本に関心を持ち、日本語にかなり真剣に取り組んでいるドイツ人がかなり多いことに驚されました。

このように、INMは設立されてからまだ五年目ということもあり、発展途上にあるというのが率直な感想ですが、学生、指導者ともども非常に活気があり、1992年には75件の口頭発表及びポスター発表がなされています。また、Sol-Gel Production ('93), Saar-Lor-Lux ('92), Eurogel ('91)の会議がINM主催で行われています。このことから、INMはこれからのゾルゲルに関する研究の中心的役割を担っていくことは間違いないと確信しております。

最後になりましたが、このような研究の機会を与えて下さいましたINMのSchmidt教授と東京工業大学 山根正之教授に感謝の意を表します。