

## 大学と企業における研究 (その2. 企業におけるガラスの研究と開発)

元AGC(株)

伊藤 節郎

### Research Life in University and Company (Part 2. Research and Development of Glass in Company)

Setsuro Ito

#### 5. 企業の研究者として

1984年9月、京大化学研究所での研究生活に別れを告げ、横浜にある現AGC研究所(当時研究開発部)の門をくぐった。期待と不安の入り混じった新社員の気分で会社生活の第1歩を踏み出した。横浜は港や海のイメージが強いが、地形的には丘陵地が多く、研究所は高台にあり、入社当日案内された屋上からは360°の視界が広がっていた。その風景を眺めている内に、新しい生活が始まるという実感と共に新たな意欲と期待が膨んでいった。研究所の東側にはキャベツ畑が広がり、その中を歩いて社宅から徒歩や自転車で通勤した。道端の草花や畑の作物で四季を感じる事が出来たが、繁華街の灯とは無縁であった。

##### (a) 研究開発を通して学んだこと

入社当初は実験室の片隅に机を置き、企業の研究を横目で見ながら何をすべきかを考えていた。1ヶ月ほどは自由に過ごしていたが、ある

日事業部で進めていた大理石を模した壁材用結晶化ガラスの開発に参加するよう命を受け、そこから企業の忙しさに身を投じるようになった。効率よく製品を作るための結晶化条件の探索が主な仕事であった。大学と違って、1m<sup>2</sup>以上のガラスの大板を結晶化するので、昇温降温の熱処理条件、電気炉の温度分布、雰囲気中の水分や酸素濃度などによって、表面の凹凸、色、微細構造などが微妙に変化し、同じものを安定的に作ることの難しさを痛感した。それでも、出来上がった製品が施工された現場を見て感動した。しかし、競合する商品や低価格の輸入天然石などに押され、残念ながら事業としては撤退する羽目になった。素材がどんなに優れていても市場の価格競争に対応できるコスト競争力がなければ商品として成り立たないことを知り、研究の段階からコスト意識を持つことが極めて大事であることを教えられた。

一方、当時、エンジニアリングセラミックスやバイオセラミックスなどの様々な分野で機械的信頼性の高いセラミックス材料が望まれていたので、結晶化ガラスを利用して高強度高靱性なガラス複合体を合成することを試みた。ガラス粉末とSiC ウィスカーを混合し、ガラスを結晶化しながら焼結することにより、強度が500MPa程度、破壊靱性が4MPa・m<sup>1/2</sup>程度(図

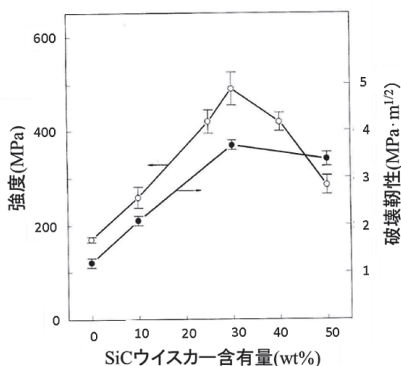


図1 SiC ウィスカー分散結晶化ガラスの強度と破壊靱性

1)の緻密な結晶化ガラス複合体を合成することが出来た。この手法を活かして、高強度高靱性でしかも生体活性なバイオ材料を開発することを目指し、大学の医学部や歯学部と共同研究を進めたが、会社の事業方針と合致せず開発を断念した。これらの研究を通じて、企業にとって重要な研究・開発とは何かを考えるようになった。

そうこうする内にガラス研究開発グループ(図2)のリーダーとなり、自分の興味ある研究よりは、むしろグループの研究開発の目標や指針策定に追われるようになり、将来の研究計画などを頻繁に議論するようになった。また、グループ内では、多種多様なガラスに関して、各事業部から依頼された開発、製造のトラブル解決、客先クレーム処理など、直近の問題を解決する研究が日々行われており、それらを調整したり指導したりで、大学での研究生生活とは全くかけ離れたものになった。しかし、これらの仕事から、世の中で使われ或は求められている様々なガラスの特徴、それらを製造する問題点、課題などを知ることが出来た。僅かな組成の違い、原料種や粒度の違い、溶融・冷却の温度、雰囲気酸化還元度、水分量などがガラスの特性や異物・泡などの欠点発生(すなわち収率)に与える影響など、大学では知りえなかった知識を得ることが出来た。さらに、仮想温度、表面状態、均質性などのわずかな特性の違いが商

品の成否を分けることなども知った。同時に、それらの現象や原因の解明には、地道な基礎研究が極めて重要で、その研究成果が企業の収益に大きく貢献することを実感し、研究に対する考え方が次第に変わっていった。

また、窓ガラスや瓶などと違って、エレクトロニクスやフォトン分野のガラスは様々な素材と組み合わせながら、デバイス、モジュールを経て製品化される場合が多い。従って、例えばガラス素材の特性が優れていても、最終製品を作り上げるまでの製造工程に適したガラス素材でなければ受け入れてもらえない。しかし、通常、客先工程の詳細は分からないので、推測しながら、その工程に適したガラス開発を進めるしかない。企業間の情報交換がもっと進めば、時間やエネルギーを無駄にすることなく、開発が加速されるのではないかとつくづく思った。

#### (b) 社外活動を通して学んだこと

1985年にニューガラスフォーラム(NGF)が設立され、ガラスの技術革新への期待と共にニューガラス開発に関するプロジェクト立ち上げの機運が盛り上がる中で、アモスタルマテリアル、コンジュゲートマテリアルなど、後のナノガラスプロジェクトに繋がる先導研究の推進に関わった。また、1999年に始まった「ガラス産業技術戦略2025」の作成、2001年の改定版の発行にも関与した。同時期に、国際ガラス委員会

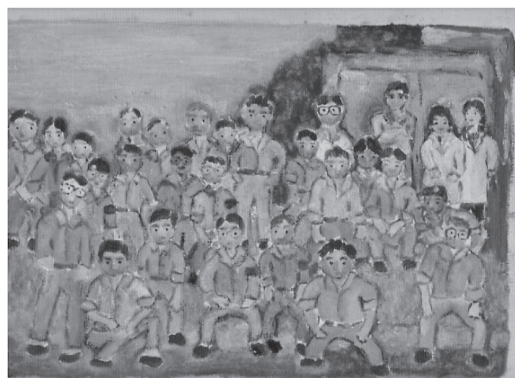


図2 1993年頃のガラスグループの仲間達、前列中央筆者(グループ研究員画)

(ICG)の統括技術委員(CTC)になり、各国におけるガラスの技術開発の状況を議論するようになった。これらの仕事は、研究とは全く異なるものであったが、様々な人と交流し意見を交わすことによって、世の中がガラスに対してどのような期待を持ち、何を求めているのか、それにどう答えるべきなのか、などを考える良い機会となった。また、これらの仕事を通じて、企業での材料開発においては、1.機能・特性、2.コスト、3.環境・エネルギーの3点を考慮することが大事であることを次第に認識するようになった。つまり、材料開発は経済や政治の問題にも深く関わっており、それらも考慮しなければならず、単に科学・技術の知識だけでは開発は覚束ないことを知った。さらに、研究には目的が明確でそれを達成するための研究と目的を創造するための研究の2つのタイプがあり、企業においては、前者の研究が重要であることは論を待たないが、後者の研究もより重要になって来るのではないかと感じた。

## 6. ニューガラスを目指して

1985年のNGF設立以後、社内においてもガラスに対する新たな風が吹き始め、ニューガラスへの期待が語られ、新しいガラスや技術へ目が向けられ、大学との共同研究なども進められた。そんな中、いろいろな分野の新しい機能性ガラスの研究に挑戦し様々な知見を得ることは出来たが、それを開発段階まで進めることは難しかった。

### (a) 光制御ガラス

1988年から10年計画で、国家プロジェクト「非線形光電子材料の研究開発」が始まり、これに参画し、超高速な情報処理を可能にする光スイッチ用の3次非線形光学材料の開発を目指した。光物理やレーザー技術などに疎い我々ではあったが、それらの専門分野の研究者と交流し議論を深めながら、名大中村教授(現名誉教授)の指導を受けて、ガラス中に数nmサイズの

CuCl半導体超微粒子を分散析出させた $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系ガラス(図3)において3次非線形感受率( $\chi^{(3)}$ )が $5 \times 10^6 \text{ esu}$ でピコ秒オーダーの光応答速度を示す当時世界最高レベルの材料を開発することができた<sup>1)</sup>(図4)。光照射によりCuCl微粒子中に励起子が生成し屈折率が超高速に変化する現象であるが、微粒子のサイズ、光照射条件、微粒子析出後の冷却条件などを制御することによってプロジェクトの目標値を達成することが出来た。ガラスが斯くも新奇的な機能を示す素材であることに驚かされ、新しい材料開発には異分野との交流が大事であり、同時にガラスにはまだまだ未知の特性が潜んでいるのではないかとつくづく感じた。その後、産学官のいろいろな機関で非線形光学ガラ

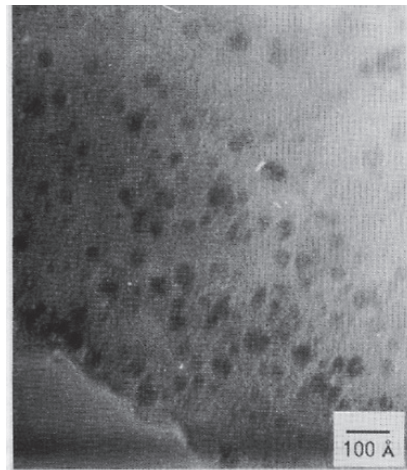


図3 CuCl半導体微粒子分散ガラス

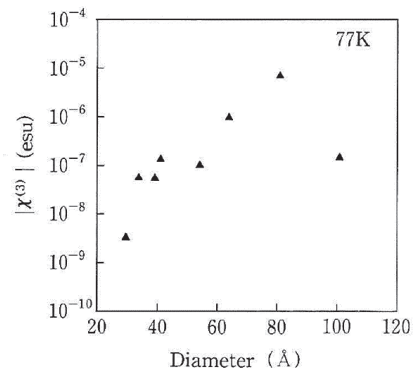


図4 CuCl分散ガラスの3次非線形感受率の粒径依存性

スに関する研究が盛んに行われるようになった<sup>2)</sup>。正に、時代を先取りする先駆的な研究であったと自負しているが、ITバブルの崩壊と共に2000年以降は、この分野の研究熱が急速に冷めて行ったような気がする。しかし、この研究は、社内のガラス研究において新しい分野へ目を向けさせ、新しい技術を導入する転機をもたらした。

(b) 低脆性ガラス

1995年AGCに特別研究員制度が発足し任命された。特別研究員は自分の研究室を持ち、自分の思う研究をすることが許されたので、再び基礎的な研究に戻ることにした。ガラスグループのリーダーを務める間に様々な問題に出会ったが、事業部や客先からのクレームが多かったガラスの割れに関する問題が何時も念頭にあった。この機会に割れにくいガラスを開発してみようと考えた。以前、事業部の友人から、「ガラスが割れやすい」と顧客から文句を言われるので調べてほしいと言われたことを思い出した。その割れ易さとは、平均強度の違いではなく破壊確率の僅かな違いであると言う。例えば2種のガラスを或る工程に流した時、Aガラスは1000個の内2個(破壊確率0.2%)、Bガラスは1個(破壊確率0.1%)破損するという微妙な割れの差であると言う。私は大した差ではないと思った。しかし、ガラスが割れるとそれを除去するために工程を止めなければならず、その間は製品を作ることができなくなる。AガラスはBガラスに比べて停止時間が2倍長くなる。従って、収率として大きな差が生じ、当然、顧客はBガラスを要求すると言うことであった。なるほどと納得したが、この割れの問題をどうしたら解決できるのか？ ガラスの破壊に関する研究は、1900年代の初めごろから行われており、その物理的な原理は詳細に調べられていた。しかし、どんな組成のガラスをどんな条件で製造したら割れにくくなるのかはよく分かっていなかった。

ガラスの破壊は、ガラスの表面に発生するクラックと引き続いて起こるクラックの成長に由来するので、クラックの発生をある程度抑制できれば、破壊確率0.1%程度は割れ難くすることは可能ではないかと考えた。従来、クラック成長に関する研究は数多く行われていたが、クラック発生に関する研究はあまり行われていなかった。和田氏(元NEG)らが第10回ICG(1972)で発表したIndentationによるクラック発生の研究にヒントを得て、各種ガラスのクラック発生を調べてみた。その結果、クラック発生のし易さは、ガラス組成によって著しく異なり、また、同組成のガラスでも仮想温度の違いによって全く異なることが分かった。これらの知見からガラス組成とクラック発生との関係を調べながらガラスの脆さに関する研究を進めていくうちに、ソーダ石灰ガラス(SL)のCaをMgで置換することによってクラック発生荷重が10倍程度高いガラス(LB)が得られ(図5)、ガラスの脆さを低減できることを見出した<sup>3)</sup>。また、そのガラスの表面を硬い物で引っ掻いても塑性流動による応力緩和が起これ、クラックが発生せず樹脂や金属のような引っ掻き痕を示すことが分かった(図6)。これらの結果は米国のガラス学会で話題になり、LessBrittleGlassと呼ばれるようになり、20世紀のガラス組成に関する話題の一つに取り上げられた<sup>4)</sup>。以後、この

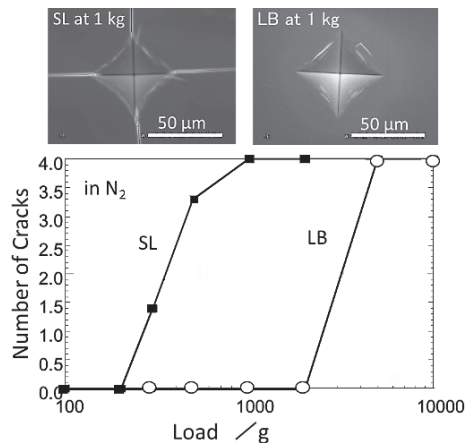


図5 SLおよびLBガラスのクラック発生荷重



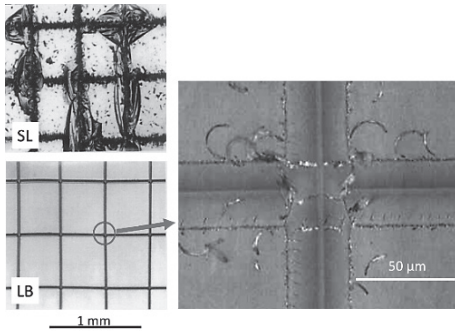


図6 SLおよびLBガラスの引っ掻き痕

分野で多くの研究が行われるようになり、この手法や考え方は、ガラス組成開発における機械特性評価の指標として利用され、特に、薄型テレビやスマホなどのディスプレイ用ガラスの開発に貢献したと思っている。

ガラスの脆さ、すなわちクラックの発生し易さは、基本的には応力下でのガラス構造の緻密化や流動による変形と関係づけられるので、分

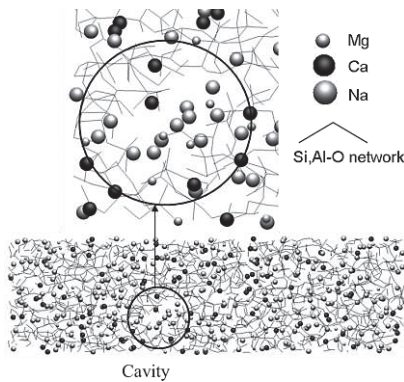


図7 引張り応力5GPa下でのSLガラス中に発生する空孔

子動力学 (MD) 法を採用してガラス構造を調べることにした。MD法で見る原子オーダーのガラス構造は、ガラスが均質であるというイメージとは異なり、網目や修飾イオンの分散が極めて不均質であった。その不均質な構造が応力下でどのように変形しながら破壊に至るのかを調べ、網目の組み換えやイオンの移動による cavity の発生 (図7) のし易さと脆さを関係づけて考察した<sup>5)</sup>。MD法は網目構造やイオンの動きを視覚的に見ることが出来、定性的ではあるが、モノごとの本質を捉えることができるような気がした。現在までに、計算機科学の分野は格段に進歩しガラス構造に関する新しい知見が次々と得られており、割れにくいガラスの更なる発展に繋がっていくものと思う。

2006年AGCを定年後もそのまま研究を続けることが出来た。2010年、東工大に新たに共同研究講座・部門制度が創設され、思いがけず、その第1号として、東工大長津田キャンパスの応用セラミックス研究所 (当時) 内にAGC旭硝子無機材料研究部門が開設され特任教授に任命され、25年振りに再び大学での研究生活を送ることになった。

#### 参考文献

- 1) 中村新男, 伊藤節郎, 化学と工業 44 (3), 392 (1991)
- 2) 杉本直樹, 伊藤節郎, 機能材料, 19 (12), 5 (1999)
- 3) S. Sehgal, S. Ito, J. Am. Ceram. Soc., 81 (9), 2485 (1998), and J. Non-Cryst. Solids, 253, 126 (1999)
- 4) C. R. Kurkjian, W. R. Prindle, J. Am. Ceram. Soc., 81 (4), 795 (1998)
- 5) S. Ito, J. J. Ceram. Soc., 112 (9), 477 (2004)