

ガラス加工技術向上への取り組みと育成について

森木義隆、岡本久和、川崎竜馬

東海国立大学機構 名古屋大学 全学技術センター装置開発技術支援室

概要

東海国立大学機構名古屋大学全学技術センター装置開発技術支援室ではガラス加工を通しての研究支援業務も行っている。主な業務内容は既製品ガラス器具の修理・改良、およびガラス器具の新規作製である。研究者に継続的に安定したガラス加工サービスを提供するためには日々の業務の中で自己の技術・知識の向上に努めるのはもちろんのこと、後輩職員の技術向上を促すことが重要になってくる。本稿では、加工技術向上と育成の取組みの一部を報告する。

1. 既製品ガラス器具の製作と実験

ガラス部門に多数の業務を依頼する化学系研究室では実験に既製品ガラス器具を組み合わせ使用することが多いが、我々はガラス器具を使用した経験が乏しいため新規製作・修理する際に重視すべき点（壊れやすい箇所、必要な形状）が分からないことがあり、予想以上に労力を費やすことになりやすい。

そこで、化学系研究室で頻繁に行われている蒸留実験と抽出実験で使用するガラス器具を製作し、これらを用いて化学実験を体験することでガラス器具修理・製作を行う上で役立つ経験・知識・技術が得られると考えた。

2.1 研究室見学

化学実験の知識が乏しかったため書籍などで抽出・蒸留実験の知識を得ることに努めた。ただそれだけでは不十分であったため工学研究科 有機高分子化学専攻の上垣外教授に研究室見学・実験指導をお願いし、今回実施する蒸留実験について実演を交えながらご教授いただいた。また、ガラス器具が使用されている他の実験（NMR、分液ロート、カラムクロマトグラフィーなど）の様子についても見学させていただき、様々な実験について理解を深めた。

2.2 抽出実験

固形物の中にある成分を溶媒により効率よく取り出す実験である。研修では乾燥させたレモンの皮からリモネンという成分を抽出し、その際に使用する『ソックスレー抽出器』、『二重式冷却管』、『蛇管』を製作することとした（図1）。

2.3 蒸留実験

混合溶液に含まれる溶液の沸点の差を利用して分離する実験である。研修では蒸留よりワインからエタノールの分離し、その際に使用する『ビグリュウ分留管』、『リービッヒ冷却管』を製作することとした（図2）。

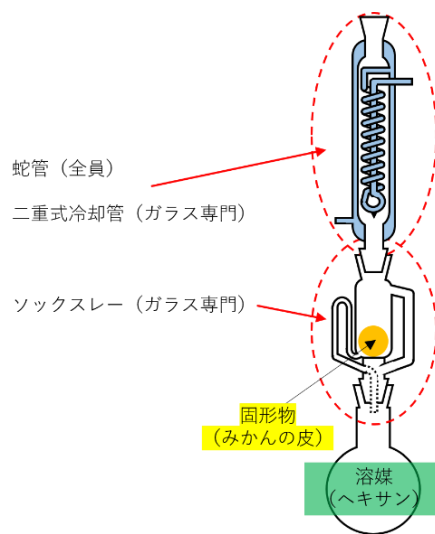


図1. 抽出装置の概略図

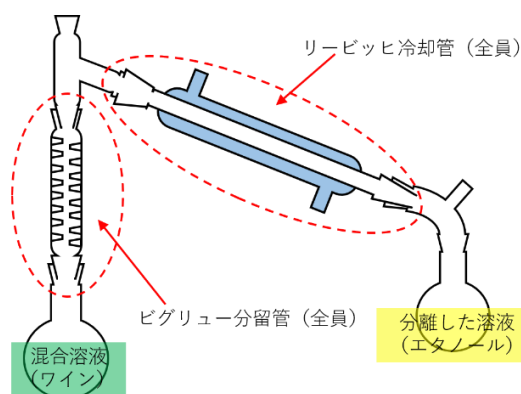


図2. 蒸留装置の概略図

2.4 ビグリュウ分留管

管の内側に多数の突起があり、この突起を利用して溶液を分離するガラス器具である。この器具はガラス管を溶融してカーボン棒で押すことで突起を付ける作業を繰り返すことで製作した。その際に『突起の肉厚が薄くならないこと』、『突起同士が内部で溶着しないこと』に十分注意を払った。

2.5 ソックスレー

固形物から成分を抽出する作業を効率よく行うガラス器具である。製作はソックスレーが十分に機能するよう設計上の注意点に十分留意して行ったが、初めてということもあり当初の実施日程だけでは完成させることができず、各自、追加研修日を設けて完成に至った(図3)。



図3. 講師による加工指導

2.6 蛇管

蛇管は小さいスペースで大きな表面積を得ることが出来るので、中に水などを流し効率の良い冷却部品などとして使用されている。銅パイプ(Φ16~20mm)にガラス管(Φ5mm)を一定の間隔で巻付け、冷めると膨張係数が銅パイプの方が大きいのでガラス-銅の間に隙間が出来て取り外して完成となる。蛇管は溶かし具合が難しく『銅パイプの回転速度』、『炎とガラスの距離』、『炎の強さ』を上手く調整しないとガラスが伸び切れたり銅と溶着したりしてしまうが、何度か練習を重ねることにより感覚を掴み、完成させることが出来た(図4)。

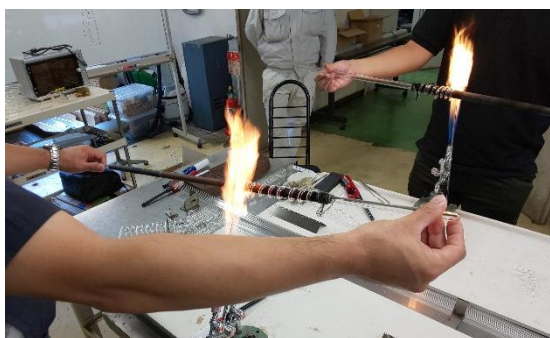


図4. 加工の様子

2.7 二重冷却管

冷却水が中心部の蛇管と最外層に流れるため冷却効率が非常に高く、沸点の低い溶媒でも液化させることが可能なガラス器具である。今回の抽出実験ではこんなに冷却効率の高いものを使用する必要はなかったのだが、構造が複雑で作り応えもあり研修題材として適していると考え、この器具を選択した。製作は中心部の蛇管から順番に行ったが、当初の実施日程だけでは完成させることができず、各自、追加

研修日を設けて完成に至った。

2.8 リービヒ冷却管

実験では斜めに設置し、ビグリュウ分留管などで分離した溶媒の蒸気を液化させるのに使用するガラス器具である。

2.9 実験

分析・物質技術系の方に講師を願いし、講師の指導のもと実験で使用する薬品に対するリスクアセスメント、ガラス器具の組立・設置・実験を実施した。講師の方々が事前に実施した予備実験(実験の条件出し)のおかげで全行程がスムーズに進み、1日で目標どおりの結果(蒸留実験ではエタノール分離、抽出実験ではリモネン抽出)を得ることが出来た。



図5. 抽出実験の様子

2. 石英製ヨウ素セルの製作

2022年度に宇宙航空研究開発機構(以下、JAXA)から宇宙科学研究所 先端工作技術グループを通じて相談があり、JAXAではヨウ素安定化レーザー(石英ヨウ素セルを利用)を使用した光時計を将来の測位衛星の時計として搭載することを目指しており、石英セルにヨウ素を封入してもらえないかという協力依頼を受けた。

この依頼にはガラス加工、ヨウ素精製、真空関係の技術や知識が必要であり、育成の題材としては最適であると考えた。そこで私はJAXA担当者との調整や必要な実験器具の購入選定などを行い、若手職員に講師の指導の下、実務をお願いした。

2.1 最終目標と今回の目標

JAXAから依頼された石英セルにヨウ素封入することが最終目標であるが1回での成功は難しい。そこでより安価に製作可能なテスト用セル(図6.)を3個用意し、封入→評価→再チャレンジを繰り返すことにした。



図6. テスト用セル

2.2 封入作業の注意点

市販のヨウ素でもかなり高い純度であるが、ヨウ素セルに封入するためには十分ではないことが参考文献より判明した。また、参考文献[1]は古い文献であるがガラス加工技術を多用してヨウ素封入を実施している。そこで今回は参考文献[1]を出来る限り模倣して作業を行い、参考文献[2]は真空度やベーキングの温度条件などの参考とした。

全行程を通しての注意点は精製によりヨウ素の純度を上げること、そしてベーキングより使用するガラス器具や石英セルに付着している不純物を十分取り除くことである。

2.3 ブレイクシールの使用方法と製作

この部品は精製作業に必要な部品であり、本学教員に製作指導をお願いした。使用方法としては1次精製、2次精製したヨウ素の保管容器の上部に設置する。この容器は精製したヨウ素を長期保存可能であり、使用したいときには真空ラインにこの容器を接合してあらかじめライン内に配置したガラスコーティングされた金属片をライン外から磁石を用いて操作してブレイクシールにぶつけることで破壊することで精製済みヨウ素を使用することが出来るものである。このシールの製作上の注意点としては非常に薄く作ること、破壊しやすい形状に作ることである。



図7. ブレイクシール

2.4.1 1次精製

目的は市販のヨウ素に含まれている不純物をなるべく多く除去し、精製したヨウ素を保存することである。

参考文献[1]を元に製作したガラスライン (図8) を

排気装置 (油回転、油拡散ポンプ) に接続して排気を開始する。真空度が上がると常温でヨウ素が昇華するため容器Aを液体窒素で冷却する。その状態で容器C (モレキュラーシーブ) の水分をヒーターで除去しながらガラスライン全体をハンドバーナーでベーキングする。その後、容器Aを液体窒素から外すとヨウ素の昇華が始まる。その際、容器Bを液体窒素で冷却すると不純物が多く析出するのでこの容器Bをラインより封じ切る (図9)。最後に排気装置を取り外して容器D (ブレイクシール付き保管容器: 図10) を氷水で冷やしゆっくりヨウ素を結晶化させ容器を封じ切って分離する。



図8.1 1次精製のガラスライン



図9. 析出した不純物



図10.1 1次精製後のヨウ素

2.5 2次精製

目的はヨウ素の純度をさらに高めるとともに、3個の容器に小分けにすることである。

この工程では1次精製で使用した容器Bは設置しないが、その他は同じ流れで作業を実施する。

2.6 石英セルへのヨウ素封入

2次精製したヨウ素をテスト用セルへ封入する。ヨウ素保管容器が石英セルに置き換わっただけでその工程は2次精製と同じである。

注意すべき点は石英セルのベーキング温度である。比較的近年の論文である参考文献[2]や企業見学の情報収集でもこのベーキング温度は高めに設定されていたので我々もヒーター (設定温度750°C) とハンドバーナーを使い、800°C近い温度でベーキングを実施

した。製作したライン（図11）、ヨウ素封入が完了したテスト用セル（図12）、条件比較（表1）は下図のとおりである。



図 11. 石英セルへヨウ素封入の様子



図 12. ヨウ素封入が終了したテスト用セル

表 1. 条件比較（ヨウ素封入）

	参考論文①	参考文献②	企業見学	ガラス加工室
排気時間	8時間	記載なし	技術情報のため 記載不可	8時間×3日
真空度	8×10^{-4} Pa	記載なし		1.5×10^{-4} Pa
石英セルの ベーキング処理	450°C (電気炉)	800°C (電気炉) 32時間×2回		マントルヒーター + バーナー
モレキュラーシープの 脱水	450°C (電気炉)	記載なし		マントルヒーター (設定温度600°C)
ガラスラインの ベーキング処理	バーナー	記載なし		バーナー

2.7 テスト用セルの評価

1個目のセルは封入工程で失敗してしまい、現在2個目のセルを JAXA に評価をお願いしているところである。評価が思わしくなければ3回目のチャレンジを考えている。

3. まとめ

既製品ガラス器具の製作から実験までを通して体験することで加工技術と化学知識の向上はもちろんのこと、ガラス器具を使用者目線で見ることができたのは大きな経験となった。

また、石英製ヨウ素セルの製作についても真空ライン製作や精製作業といった加工技術やその関連知識の習得、向上を促すことができた。

今後も機会があれば技術・知識の向上につながる企画を実施し、難しい依頼案件についても積極的にチャレンジしていきたい。

参考文献

- [1] 著者名：田中敬一・岩崎茂雄
論文名：「 $^{127}\text{I}_2$ の精製と波長標準用 $^{127}\text{I}_2$ 吸収セルの寿命評価」
掲載雑誌名：計測と制御 Vol.25, No.3 P266-273 (昭和61年3月)
- [2] 著者名：石川純
論文名：「波長標準の高度化・安定化よう素安定化He-Ne レーザ用高品質よう素セルの供給」
掲載雑誌名：産総研 Today(Web マガジン) 2005～2006, P44～45