

## 1-2 ガラス加工

### 概要

ガラスはいろいろな実験器具に使われている。フラスコ、ろうと、ピペット、リービッヒ管などの化学実験器具、また真空ゲージ管球、窓板、真空配管などの真空部品、レンズやミラー、色ガラスフィルターなどの光学部品など、身近にガラスを使った道具はたくさんある。ガスバーナーを使ってガラスを加工する、いわゆるガラス細工は本学では物理学科、化学科の学生全員が「実験技術実習」の授業で経験している。ガラス細工の研究室における重要性は以前に比べて減ったが、ガラスが研究の現場からなくなることはないであろう。ここには研究を行ううえで役立つような、ガラス加工に関連するいくつかの情報をまとめてみた。

### 1. ガラスの性質

ガラスは透明で熱に強く、化学薬品に対しても安定で、洗えばきれいになるなどのすぐれた特性をもっている。

ここで解説するガラスは酸化ケイ素  $\text{SiO}_2$  を主成分とするいわゆるガラスであるが、学問的にはこのガラスはもっと一般的な「ガラス状態を形成する物質」の一例である。液体を冷却してゆくと、凝固点に達して結晶化する物質が多いが、なかには結晶化するより先に粘度が大きくなり、液体のような透明度を保持したまま巨視的には固化するものがある。これがガラス状態である。はちみつや水あめを冷蔵庫に入れておいたところを想像すればよい。このようなガラスを加熱、昇温すると、ある狭い温度範囲で粘度が急激に低下し、流動しはじめる。これが軟化点（軟化温度）である。さらに温度を上げると流動性が増し、液体になる。

ここではガラス状態を作る物質一般を対象にすることはしないで、 $\text{SiO}_2$  ガラスに話を限る。ガラスにはいろいろな組成のものがあり、組成に応じて軟化点、膨張率がさまざまである。軟化点の低いガラスは熱膨張率が大きい傾向がある。

Pyrex（アメリカ、Corning 社の商品名。コード番号では 7740）に代表されるホウ珪酸ガラス borosilicate glass は現在、化学実験器具に最も多く使われているガラスである。ヨーロッパではこれとほぼ同じ組成のガラスが Schott 社から Duran の商品名で、また、日本では柴田ガラスからハリオ Hario の商品名で販売されている。AGC テクノグラス(株) <http://www.atgc.co.jp/>（旧・岩城硝子）がコーニングとの契約で Pyrex 製品を製造している。

熔融石英はその名のとおり石英  $\text{SiO}_2$  を熔融してつくるもので、高い軟化温度、非常に低い熱膨張率をもっている。溶け出す金属もほとんどなく、可視から紫外線までの広い範囲の光に対して透明な、非常にすぐれた素材であるが、軟化点の高い、機械的にも硬い材料であるので、熱加工にせよ、研磨にせよ、加工にはエネルギーと時間が必要なため、高価である。一口に熔融石英といっても純度、透明度などによって価格はさまざまで、目的によって使い分ける必要がある。炉心管なら透明である必要はなく、高温に耐えればよいが、紫外

線用のレンズともなれば不純物、気泡などを厳格に除く必要がある。

並ガラスと俗称される軟質ガラスや、これよりも軟化点は高いが Pyrex より低い軟化点をもつ硬質ガラスとよばれるガラスもかつては多用されたが、現在ではむしろ入手が難しい。これらは例えば同じく並ガラスといっても組成に幅があり、軟化温度もさまざまなので、溶接の際には注意が必要である。

ガラスはほとんどの化学薬品に対して安定であるが、アルカリにはかなりの速さで溶ける。顕微鏡のカバーガラス（厚さ 150  $\mu\text{m}$ ）を洗浄しようと思って濃い NaOH 水溶液にしぼらく漬けておいたら溶けてなくなってしまったことがあった。また、フッ化水素酸（フッ酸）HF に溶ける。このことは、かつてはガラスの温度計に目盛りや数字を入れる場合などに利用された。

ガラスからはナトリウムをはじめとするアルカリ金属がわずかに溶け出す。その量は多くの目的には無視できる程度であるが、これに敏感な実験ではガラスの使用をあきらめて、アルカリ金属を含まない熔融石英、あるいはプラスチックなどを使う必要がある。

ガラスは圧縮には強いが、引っ張りには弱い。ガラスが壊れるのは多くの場合、表面に自然に発生する微小な裂け目（マイクロクラック）が大きく発達して割れることによる。マイクロクラックが発達しないようにすれば破壊はかなり避けられるわけで、この目的で作られたのが自動車のフロントガラスに使われている強化ガラスである。強化ガラスはたとえば表面のナトリウムを溶出させて、あとにナトリウムよりも体積の大きいカリウムを埋め込んでつくられる。こうした表面はもっと拡がろうとし、周りからは圧縮応力を受けている。そのため、マイクロクラックは発達しにくい。長年風雨にさらされた窓ガラスがもろくなるのは表面からナトリウムが溶け出して、表面に引っ張り応力がかかる（つまり表面が縮もうとする）ためだと言われている。光ファイバーが曲げても容易に折れないのは線引き直後にシリコーン樹脂でコーティングし、マイクロクラックの発生を抑えているからである。

このような性質をよく意識すると、破壊を避けて、ガラスをうまく使いこなすことができる。厚いガラスは機械的には強いが熱ショック（急熱、急冷）には弱い。たとえば厚いガラス板の一方の表面を急に熱すると、その部分は熱膨張する。まだ冷えている反対側の表面はそのために引っ張り応力がかかる。このときガラス表面にマイクロクラックがあると、そのクラックは引っ張られて拡がり、割れに発展する。これに対してガラス板が薄い場合には、熱がすぐに反対側に伝わるため表裏両面の温度差は小さく、熱膨張の差も小さいので割れにくい。また、ガラスの容器は内部を減圧にすることには比較的耐えるが、加圧には弱い。これも破壊がマイクロクラックから始まることを理解すれば納得できる。

気体の透過性は軟質<硬質<Pyrex<熔融石英の順に大きくなる。ヘリウムは熔融石英の容器の壁をわずかながら透過するので、液体ヘリウム用のデュワーは軟質ガラスでつくる。熔融石英で作られたデュワーはときどき真空ポンプで引きなおす必要がある。

以下では特に断らない限り、Pyrex に代表されるホウ珪酸ガラスを念頭において説明する。

## 2. 実験室で出会うガラス加工

ビーカー、フラスコなどの Chemical Labware をつくることはここでは考えない。これらは

普通はしかるべき販売元から買う。実験室で問題になるのは修理、改造であろう。ガラス細工の技術それ自身は実験化学講座 [1] に書いたので、そちらを見てほしい。特殊なガラス器を製作したいときは注文に応じてくれるところがある[2]。

ガラスの加工はガスバーナーを使いたいいわゆるガラス細工だけではない。古来レンズなど光学部品を作ってきたのは研削、研磨の技術と科学であった。しかしこれを解説する資格は筆者にはない。ここでは現代のガラスの最先端応用の多くは、液晶パネルひとつとってみてもわかるように精密加工と深く関係していることを述べるにとどめる。

## 2.1 真空配管

ガラス細工の必要性が減ったとはいえ、実験室でまだかなり需要があるのが真空配管であろう。純粹な真空というよりも、ガスを扱うなどの用途で、ガラスの真空ラインはまだ広く使われている。

配管などに使いやすいのは直径 8 ミリから 25 ミリまでの中肉管である。12 ミリぐらいが一番使いやすい。6 ミリ以下のガラス管は加工しようとして焼くとつぶれてしまいやすい。また、25 ミリを越える径のガラス管を加工するには大きな炎が必要で、素人の手にあまる。真空配管をつくるための部品である摺り合わせジョイント、摺り合わせコックなども市販されている[2]。ガラス製の大きな真空チャンバーは、修理が事実上できないため、作られることはなくなったが、ベーキングとトラップさえしっかりやればガラスで容易に超高真空がつけられることは知っていてもいいだろう[3]。

ガラス配管の加工で知っておくべきことは「異種のガラスはつながらない！」ことである。Pyrex の配管に異なる種類のガラスを溶接しようとしてはいけない。溶接できたと思っても、室温まで冷却する過程で膨張率の違いから割れてしまうからである。ガラスが同じ種類のものであるかどうかを敏感に判別するには次のような方法がある。比較したい二つのガラスの一部をとってバーナーで融かし、つま楊枝程度の細い棒をつくる。これらの端をつき合わせて溶接し、まだ柔らかい状態で細く引いてみる。さめてゆくにつれてガラスは固くなるが、軟化点の違いによって粘度に極端に差が出るので、軟化点の異なるガラスはすぐに判別できる。

ガラス細工のもうひとつの鉄則は溶接したあと、よく焼きなましをすること。割れにくいといわれる Pyrex でも、これを怠るとある日突然ピシッと配管が割れることになる。

ガラスの真空配管を固定するときは、1) まずクランプをガラス管にとりつけ、2) 次にクランプをムッフ（ゲンコツ）に固定するとよい。できればさらに、3) ガラス管を弱い炎で焼いて、固定による歪みをぬいておくともよい。1) でガラスをクランプするときは力いっぱい締め上げる。ここがゆるいと固定したことにならず、かえって配管が割れる原因になる。

「異種のガラスはつながらない」と言ったが、異なるガラスの間に中間の性質を持つガラスをいくつものはさんで溶接する「段継ぎ」という高級技術もある。ただしこれは上級者むき。この方法で溶融石英と Pyrex とを溶接することもできる。

ガラス管の内側を洗って乾かしたいことがよくある。汚れがひどいときは片方に栓をして溶媒を入れ、漬け洗い、あるいはブラシで洗う。その後、栓をはずし、水を流しながら洗う。

乾燥は乾いた空気を吹き流して行う。試験管のように一端を閉じたガラス管はオープン（電気乾燥機）に入れても乾かないので注意。内側の水分が蒸発するだけで、冷えれば蒸気は再び凝結する。湿った空気を外に追い出すことが要点である。閉じた管の場合はビニールチューブなどをさし入れて空気を送るなどの工夫をすれば乾燥できる。ブラシ洗い、乾燥などの際に、ガラス管の内側に傷をつけないように注意すること。ガラスが割れる原因になる。

## 2.2 金属との接合

ガラスで配管を作る場合でも、ポンプなど真空装置の主要部分は金属製である場合が多い。こういうときにはどこかで金属配管とガラス配管を接続することが必要になる。これには「継手」を使うのが一般的である。Oリングを使った継手はこういうときに便利である。配管の径が 15 mm、または 18 mm であれば真空用のゲージポート（図 1）がそのまま使える [4]。真空用に JIS 規格で設計されているから安心して使うことができる。インチ規格でよければ、継手の有名どころである Swagelok から Swagelok と繋がる Oリング継手が提供されている [5]（図 2）。これらの規格にはずれた Oリング継手が必要になれば、わが工作工場で作ることができる。直径 50 mm の石英管を金属製の真空配管につなぐために自作した Oリングジョイントの例を図 3 に示す。



図 1 ゲージポート（アルバック社のカタログより）。接続できる管の径は 15 または 18 mm.

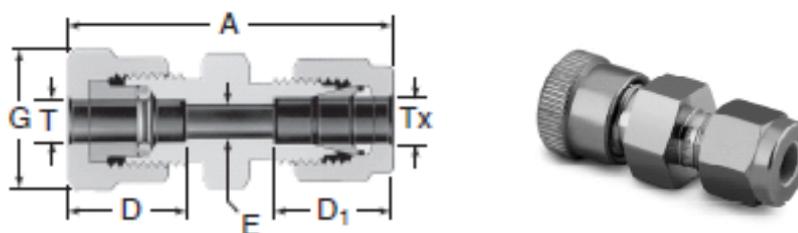


図 2 1/4 インチの管をつなぐ Oリングジョイント” Ultra-Torr”（Swagelok 社のカタログより）  
接続できる管の径は 1/2, 3/8, 1/4 など（いずれもインチ）。

Oリングは便利だが、微量の漏れやガス放出がある。これが許容できないときや、ベーキング（焼き出し）したいとき、あるいは冷却したいときには Oリングは使えない。こういう

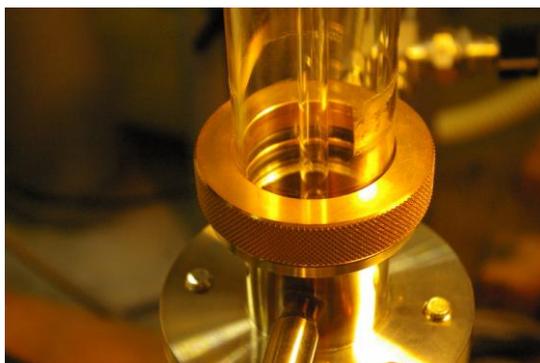


図3 自作したOリングジョイント 直径50mmの石英管とステンレスの真空配管をつないでいる。Oリングが2本入っているの見える。

ときはガラスと金属の溶接の出番である [6]。コバール Kovar という金属（組成：Fe 54%、Ni 29%、Co 17%）は熱膨張係数が温度変化も含めて Pyrex とほぼ一致しており、Pyrex と溶接できる。

（註）軟質ガラスと白金の溶接は例外的にきわめて容易で、素人でも簡単につくれる。電気化学では Pt 電極をガラスに封入するためによく用いられてきた。

保存や移動のために試料などを真空中に封止したい（seal したい）こともある。容器にバルブをつけておき、真空排気してバルブを閉め、真空装置から切り離すこともできるが、小さいものときは銅パイプをつぶす圧着封止法がある。また、ガラスアンプルなどを真空、あるいは減圧にして封じ切りたいときは図4のようなくびれをあらかじめつくっておき、内部を真空、あるいはガス置換してからこの部分をガスバーナーで焼きつぶす。くびれ部分の肉厚が薄くならないように作ることがコツである。くびれを作るとき、ただ引くとガラスが薄くなりがちであるが、こうなると焼きつぶすときにガラスに穴が開きやすい。あらかじめ肉をためておき、少し吹いてから引く。

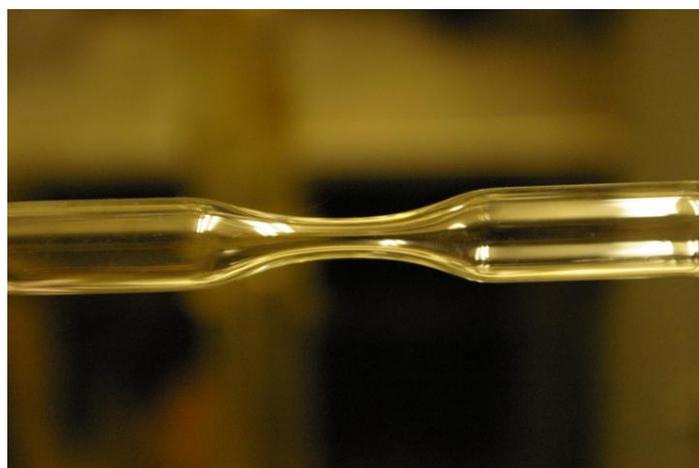


図4 真空（減圧）のガラスアンプルを封じ切る

### 3. 摺り合わせジョイントの取り扱い

ガラスの摺り合わせジョイント（図5）の角度はJISで1/10テーパー（tapered、勾配）と決められている。摺り合わせに15/25と書いてあればすり合わせの径（最大の部分）が15mm、摺り合わせ部分の長さが25mmということの意味する。原理的には、どの器具も摺り合わせの径が同じなら勝手に組み合わせてよいことになっている。ただし注意すべきはガスバーナーで加工するなど、高い温度にさらされたガラスは変形していることである。高温に熱せられたガラスは膨張するが、一旦熱膨張したガラスは冷えても完全には元に戻らない。したがって、ジョイントや真空コックを使ったガラス細工をするときは摺り合わせから5cm以内のところまで炎があたるような細工はしてはいけない。摺り合わせのごく近くまでバーナーで加熱されたことのあるジョイントは膨張による変形が残って、摺り合わせが本来の性能を発揮しない。高真空用など要求がきつところには、このような加熱履歴のあるジョイントや真空コックは使わない方がよい。



図5 摺り合わせジョイント

しばらく使わないで保存するときはグリースを拭き取って摺り合わせの間に薄い紙を挟んでおく。こうすればグリースが硬くなって摺り合わせが外れなくなる事態は避けられる。グリースには油脂系のグリース（アピエゾンなど）とシリコングリース（DuPont、信越化学など）とがある。シリコングリースは伸びがよく、硬さが温度によってほとんど変わらず、使い勝手はよいが、塗った箇所を長期間動かさずにおくと結晶化することがあるので、真空配管など長期間にわたって使う摺り合わせに使うことは勧められない。結晶化がおこれば摺り合わせは動かなくなり、切断・廃棄するしか手がなくなる。

テフロン活栓にOリングを組み込んだ、グリースを使わない真空コックも市販されている。

テーパースりは道具がなくては作れないが、ベルジャーの底面などに使われている平面摺りは簡単に作れる。平面摺りにしたい部分をほぼ平面に加工し、研磨材で仕上げればよい。厚めのガラス板に研磨剤（註）を少量載せ、少量の水を加えた上に研磨したいガラス製品を載せてゆっくりと摺る。やってみるとガラスが意外に柔らかいことがわかる。だんだん細か

い研磨剤に取り替えながら摺れば上質の摺り合わせができる。研磨剤を取り替えるときは荒い研磨剤を水でよく洗い落としてから細かい研磨剤に移ること。

(註) 研磨剤はカーボランダムなど、硬い材料の細かい粉である。粉のサイズは篩い分けでそろえるため、篩の細かさで表現される。ある研磨剤が 100 メッシュであるというのは 1 インチに 100 本のワイヤが入った篩を通るサイズの粉 (つまり直径約 1/100 インチの粉) であることを意味する。

#### 4. 光学セル (キューベット) の取り扱い

分光測定に使う光学セル (キューベットともいう) にはガラス製のものと熔融石英製のものがある。ガラスセルは貼り合わせで作る。これに対して石英セルは板を光学接着、あるいは溶接してつくることが多い。ガラスを貼り合わせでつくるのは溶接しようとする平面がゆがんでしまうからである。また、膨張係数の大きなガラスではセルのような、接合部分の多いものを溶接で作るのはきわめて難しい。これに対して熔融石英は膨張係数が極めて小さいため、局所加熱で加工ができる。

光学セルは機械的には丈夫ではないので、超音波洗浄機で洗うのは避けたい。超音波洗浄機で強く洗うとバラバラになることもある。また、セルは内部で固体が析出すると洗いにくいで、乾かさないように気をつける。使ったあとは溶媒でざっとすすいでエタノールなどの溶媒に漬けて保存する。こうすることによって、セルに残った溶液が乾いて内部に結晶が析出するのを防ぐことができる。こすり洗いはセルの表面に細かい擦り傷をつけやすいので、やってはいけない。しつこい汚れに対する最後の手段と思うべきである。水蒸気洗浄、あるいはソックスレ抽出器を使って熱アルコールで洗うのは効果的である。石英セルについてしつこい汚れが有機物であるときは、私のレシピは 1) 濃硫酸に漬け置き、2) 濃硫酸と過酸化水素水をほぼ等量混合したもの (ピラニア溶液と俗称される) に漬ける、などである。前者は大きい分子に対する硫酸の溶解性に期待しており、後者は有機物を徹底的に酸化・分解するつもりでやるわけである。接着剤で張り合わせたガラスセルはこれらの方法で洗ってはいけない。接着剤が分解されてセルがバラバラになる。

#### 付録 1 : ゴム栓に孔をあけてガラス管を通すときの注意

ゴム栓に孔をあけてガラス管を通したいという必要が時々おこる。ゴム栓にコルクボーラーで孔をあけ、ガラス管を力いっぱい押し込んでいる最中にガラス管が折れて手に刺さる。この事故は実験室で時々おこり、ときには大怪我になる。これは原則としてやってはいけない作業である。できるかぎりガラス管をやめて、金属のパイプでやること。どうしてもガラス管で、というときは :

- 1) ガラス管はできるだけ短くする
- 2) 手をタオルなどで厚く巻く
- 3) グリセリンを孔のほうに (ガラス管ではなく) 塗る
- 4) 一気に通そうとしないで、時々引き出しては入れなおす

を守れば、事故はほぼ 100%避けられる。グリセリンは水で簡単に洗い落とせる。

## 付録 2 : デシケータの蓋がとれないとき

グリースが固くなってデシケータの蓋がとれない、ということが時々おこる。こういうときは、

1) デシケータの蓋を紐でしばって一晩吊るしておく。身が外れて落ちてもこわれぬように床からわずかに浮かし、下に毛布などを敷いておく。翌朝来てみると外れている。意外に成功率が高い。摺り合わせの栓が外れなくなったフラスコなどにも応用できるが、フラスコはたいてい軽いので、重りをつける。

2) グリースを塗った部分をドライヤーで加熱してやわらかくする。デシケータの蓋は厚いので、急に熱しすぎて熱膨張でガラスが割れないように注意。

3) 頑固なときは蓋と身のすき間に片刃のかみそり、あるいはカッターの刃を当てて木槌で少しずつ叩き込む。ガラスが欠けることがあるので、刃の当て方に気をつける。ゆっくりやればかなりの確率で成功する。

いずれの方法も、急がず、ゆっくりやるのがコツである。急ぐと大抵、ガラスが壊れて終わりになる。

## 付録 3 : 安価にできるフローセル

温度を一定にして反応の時間変化を追いたい、スペクトルの温度依存性を調べたい、色素レーザーの色素溶液を循環させたいなど、フローセルの必要を感じる場面はかなりある。しかしスタンダードモデルは市販されておらず、特注になることが多い。簡単なガラス細工で市販のスペクトル用のセルをフローセルに生まれ変わらせる方法を紹介する。

溶融石英のセルに段継ぎで Pyrex の管をつけたものが藤原製作所、水戸理化ガラスなどから購入できる。この Pyrex 管に液が入り出す配管を図 6 のように同軸構造でつくって取り付ければ簡単にフローセルが出来上がる。このガラス細工は難しそうに見えるが、実はそれほど難しくない。ホースの取り付け、分光計などへの取り付けの際に光学セルの部分に力がかかると破損の危険が少なく、固定も簡単である。また、セルにシール部分がないので液漏れが起こる心配が少ない。



図 6 安価につくれるフローセル

## 参考文献、Websites など

1. ガラス細工の技術について  
第5版実験化学講座 基礎編Ⅱ 日本化学会編、丸善
2. 注文で特殊なガラス器具を作ってくれるところ：  
幕張理化学硝子製作所（千葉市花見川区幕張町 5-124）  
桐山製作所 <http://www.kiriyama.co.jp/>  
水戸理化硝子 <http://www.milas.co.jp/product/glass.html>
3. 真空の物理と応用 熊谷寛夫・富永五郎 物理学選書 11 裳華房
4. ゲージポート（アルバック社の HP から）  
<http://www.ulvac-es.co.jp/products/kiko/haikan.html>  
ここに出ているのはクイックカップリングのもの。このほかにフランジに溶接したタイプのものも市販されている。
5. スウェジロック社の HP  
<http://www.swagelok.co.jp/downloads/webcatalogs/JP/MS-01-32.PDF>
6. 金属とガラスの接続について  
東芝マテリアル（株） [http://www.toshiba-tmat.co.jp/list/me\\_se.htm](http://www.toshiba-tmat.co.jp/list/me_se.htm)  
キャノンアネルバテクニクス（株）「真空基礎講座」  
<http://www.canon-anelvatx.co.jp/techinfo/lecture/5313.html>