

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2008-19123

(P2008-19123A)

(43) 公開日 平成20年1月31日(2008.1.31)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO3C 15/00 (2006.01)	CO3C 15/00 G	2H147
CO3C 23/00 (2006.01)	CO3C 23/00 D	4G059
CO3C 14/00 (2006.01)	CO3C 14/00	4G062
GO2B 6/13 (2006.01)	GO2B 6/12 M	
GO2B 6/12 (2006.01)	GO2B 6/12 N	

審査請求 未請求 請求項の数 11 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2006-191795 (P2006-191795)
 (22) 出願日 平成18年7月12日 (2006.7.12)

(出願人による申告) 平成18年度、総務省戦略的情報通信研究開発推進制度、産業再生法第30条の適用を受ける特許出願

(71) 出願人 304021288
 国立大学法人長岡技術科学大学
 新潟県長岡市上富岡町1603-1
 (74) 代理人 100105647
 弁理士 小栗 昌平
 (74) 代理人 100105474
 弁理士 本多 弘徳
 (74) 代理人 100108589
 弁理士 市川 利光
 (74) 代理人 100115107
 弁理士 高松 猛
 (72) 発明者 小松 高行
 新潟県長岡市南七日町16-9

最終頁に続く

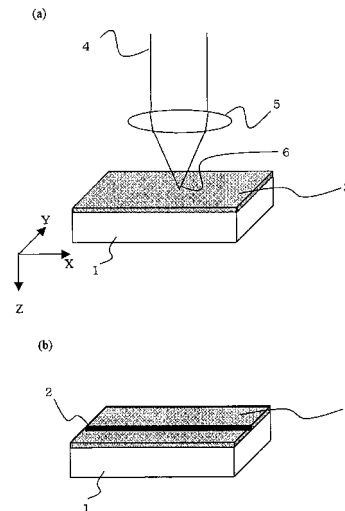
(54) 【発明の名称】 微細加工ガラス及びその加工法

(57) 【要約】

【課題】 ガラスの表面または内部に対し微細なパターンを高精度で効率良く、低コストで形成する。

【解決手段】 特定のガラス形成酸化物と、アルカリ金属、アルカリ土類金属、遷移元素及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種とを含有するガラス母体に、チタン、鉄、ニッケル、コバルト、マンガン、バナジウム、銅から選ばれる少なくとも1種を添加してなるガラスの表面または内部に、局所的な異質層を形成した後、エッチング剤と接触させて前記異質層または該異質層の周囲部分を除去することを特徴とするガラス材料の加工法。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

SiO_2 、 GeO_2 、 B_2O_3 、 P_2O_5 、 TeO_2 、 Ga_2O_3 、 MoO_3 及び WO_3 から選ばれる少なくとも 1 種のガラス形成酸化物と、アルカリ金属、アルカリ土類金属、遷移元素及び希土類元素から選ばれる少なくとも 1 種とを含有するガラス母体に、チタン、鉄、ニッケル、コバルト、マンガン、バナジウム、銅から選ばれる少なくとも 1 種を添加してなるガラスの表面または内部に、局所的な異質層を形成した後、エッチング剤と接触させて前記異質層または該異質層の周囲部分を除去することを特徴とするガラス材料の加工法。

【請求項 2】

異質層として、ガラス組成の異なる領域、クラック、屈折率の異なる領域、結晶化領域または相分離領域を形成することを特徴とする請求項 1 記載のガラス材料の加工法。

【請求項 3】

結晶化領域が、非線形光学結晶 $\text{Ba}_2\text{TiSi}_2\text{O}_8$ 、 $\text{Ba}_2\text{TiGe}_2\text{O}_8$ 、 BiBO_3 、 BaB_2O_4 、 $(\text{Sr}, \text{Ba})\text{NbO}_6$ 、 LaBGeO_5 、 $\text{Nd}(\text{MoO}_4)_3$ 、 $\text{Sm}_2(\text{MoO}_4)_3$ 、 $\text{Gd}_2(\text{MoO}_4)_3$ 、 $\text{BaTi}(\text{BO}_3)_2$ 、 $\text{Ba}_3\text{Ti}_3\text{O}_6(\text{BO}_3)_2$ 、 LiBGeO_4 、 BaTiO_3 、 LiNbO_3 、 KNbO_3 からなる結晶群の少なくとも 1 種を含有することを特徴とする請求項 2 記載のガラス材料の加工法。

【請求項 4】

レーザー照射により異質層を成形することを特徴とする請求項 1～3 の何れか 1 項に記載のガラス材料の加工法。

【請求項 5】

ガラスを、(a)還元処理または酸化処理して表面から所定深度にわたりレーザー光の発振波長における吸収係数が増大した光吸収層を形成した後、(b)ガラス表面または前記光吸収層の所定の深度にレーザー光の焦点を合わせて該レーザー光を照射し、前記ガラスの表面から前記深度にわたり前記ガラスに含まれる成分からなる異質層を形成することを特徴とする請求項 4 記載のガラス材料の加工法。

【請求項 6】

ガラスを、(a)還元処理もしくは酸化処理して表面から所定深度にわたりレーザー光の発振波長における吸収係数が増大した光吸収層を形成した後、(b)還元処理により前記光吸収層を形成した場合は酸化処理を行い、酸化処理により前記光吸収層を形成した場合は還元処理を行って当該光吸収層のガラス表面側の領域を一部消失させ、(c)次いで、前記光吸収層の所定の深度にレーザーの集光点を合わせて該レーザー光を照射し、前記ガラスの内部に前記ガラスに含まれる成分からなる異質層を形成することを特徴とする請求項 4 記載のガラス材料の加工法。

【請求項 7】

レーザー光を照射して異質層を形成した後、前記(a)において光吸収層を還元処理により形成した場合は酸化処理を行い、酸化処理により形成した場合は還元処理を行って前記光吸収層を消失させることを特徴とする請求項 5 または 6 記載のガラス材料の加工法。

【請求項 8】

レーザー光を、連続的に移動させながら間歇的に照射する、あるいは移動速度 $0.1 \sim 5000 \mu\text{m}/\text{s}$ にて連続的に移動させることで異質層をパターン化することを特徴とする請求項 4～7 の何れか 1 項に記載のガラス材料の加工法。

【請求項 9】

SiO_2 、 GeO_2 、 B_2O_3 、 P_2O_5 、 TeO_2 、 Ga_2O_3 、 MoO_3 及び WO_3 から選ばれる少なくとも 1 種のガラス形成酸化物と、アルカリ金属、アルカリ土類金属、遷移元素及び希土類元素から選ばれる少なくとも 1 種とを含有するガラス母体に、チタン、鉄、ニッケル、コバルト、マンガン、バナジウム、銅から選ばれる少なくとも 1 種を添加してなるガラスからなり、かつ請求項 1～8 の何れか一項に記載の加工法により得られ、前記異質層または該異質層の周囲部分が除去されていることを特徴とする微細加工ガ

10

20

30

40

50

ラス。

【請求項 10】

異質層として、組成の不均一領域、クラック、屈折率変化領域、結晶化領域または相分離領域が形成されることを特徴とする請求項 9 記載の微細加工ガラス。

【請求項 11】

結晶化領域が、非線形光学結晶 $Ba_2TiSi_2O_8$ 、 $Ba_2TiGe_2O_8$ 、 $BiBO_3$ 、 BaB_2O_4 、 $(Sr, Ba)NbO_6$ 、 $LaBGeO_5$ 、 $Nd(MoO_4)_3$ 、 $Sm_2(MoO_4)_3$ 、 $Gd_2(MoO_4)_3$ 、 $BaTi(BO_3)_2$ 、 $Ba_3Ti_3O_6(BO_3)_2$ 、 $LiBGeO_4$ 、 $BaTiO_3$ 、 $LiNbO_3$ 、 $KNbO_3$ からなる結晶群の少なくとも 1 種を含有することを特徴とする請求項 10 記載の微細加工ガラス。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ガラスの表面及び/または内部にパターンを有する微細加工用ガラス、並びに前記パターンを形成するための微細加工技術に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、ディスプレイパネル、光導波路、フォトニック結晶等に代表されるように、ガラス材料の微細加工技術において、ナノ～サブ μm オーダーでの加工技術が要求されつつある。一般的にガラス表面を加工する技術としては(1)半導体プロセスを応用したフォトリソグラフィや、(2)現在プラズマディスプレイパネルのリブ形成において利用されているサンドブラスト加工等が挙げられる(例えば、特許文献 1～3 参照)。しかし、フォトリソグラフィでは半導体技術をそのまま応用できるため、ナノオーダーでの加工が可能であるものの、レジスト形成・エッチング・レジスト除去の一連の工程を経るため工程が複雑である。また、サンドブラスト加工では、大面積領域を高速に加工できるものの、マイクロメートルオーダーより微細な加工は困難である。

20

【0003】

また、これらの手法はガラス表面を加工する方法であるが、ガラス内部を微細加工する方法は報告例が少ない。良く知られた方法では、ピコ～フェムト秒のパルス幅を持つレーザーを透明なガラスに集光照射して集光点で小爆発(マイクロエクスプロージョン)を誘起させてスルーホールを形成する方法が報告されている(例えば、特許文献 4 参照)。しかし、加工対象の多くはシリカ系であり、密度の高いガラスに対しては注入するエネルギー量(消費電力)に対する加工効率が悪く実用的な技術までには至っていない。また、加工部が滑らかな仕上がりであることも電子部品及び光学部品等の応用には必要事項であるが、上記のフォトリソグラフィ以外で達成することは困難であった。

30

【0004】

【特許文献 1】特開平 6 - 64939 号公報

【特許文献 2】特開平 10 - 104815 号公報

【特許文献 3】特開平 5 - 182592 号公報

【特許文献 4】特開 2004 - 101585 号公報

40

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明はこのような状況に鑑みてなされたものであり、ガラスの表面または内部に対し微細なパターンを高精度で効率良く、低コストで形成することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記目的を達成するために、本発明は下記のガラス材料及びその微細加工法を提供する。

(1) SiO_2 、 GeO_2 、 B_2O_3 、 P_2O_5 、 TeO_2 、 Ga_2O_3 、 MoO_3 及び

50

WO₃ から選ばれる少なくとも1種のガラス形成酸化物と、アルカリ金属、アルカリ土類金属、遷移元素及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種とを含有するガラス母体に、チタン、鉄、ニッケル、コバルト、マンガン、バナジウム、銅から選ばれる少なくとも1種を添加してなるガラスの表面または内部に、局所的な異質層を形成した後、エッチング剤と接触させて前記異質層または該異質層の周囲部分を除去することを特徴とするガラス材料の加工法。

(2) 異質層として、ガラス組成の異なる領域、クラック、屈折率の異なる領域、結晶化領域または相分離領域を形成することを特徴とする上記(1)記載のガラス材料の加工法。

(3) 結晶化領域が、非線形光学結晶 Ba₂TiSi₂O₈、Ba₂TiGe₂O₈、BiBO₃、BaB₂O₄、(Sr、Ba)NbO₆、LaBGeO₅、Nd(MoO₄)₃、Sm₂(MoO₄)₃、Gd₂(MoO₄)₃、BaTi(BO₃)₂、Ba₃Ti₃O₆(BO₃)₂、LiBGeO₄、BaTiO₃、LiNbO₃、KNbO₃ からなる結晶群の少なくとも1種を含有することを特徴とする上記(2)記載のガラス材料の加工法。

(4) レーザ照射により異質層を成形することを特徴とする上記(1)～(3)の何れか1項に記載のガラス材料の加工法。

(5) ガラスを、(a)還元処理または酸化処理して表面から所定深度にわたりレーザ光の発振波長における吸収係数が増大した光吸収層を形成した後、(b)ガラス表面または前記光吸収層の所定の深度にレーザ光の焦点を合わせて該レーザ光を照射し、前記ガラスの表面から前記深度にわたり前記ガラスに含まれる成分からなる異質層を形成することを特徴とする上記(4)記載のガラス材料の加工法。

(6) ガラスを、(a)還元処理もしくは酸化処理して表面から所定深度にわたりレーザ光の発振波長における吸収係数が増大した光吸収層を形成した後、(b)還元処理により前記光吸収層を形成した場合は酸化処理を行い、酸化処理により前記光吸収層を形成した場合は還元処理を行って当該光吸収層のガラス表面側の領域を一部消失させ、(c)次いで、前記光吸収層の所定の深度にレーザの集光点を合わせて該レーザ光を照射し、前記ガラスの内部に前記ガラスに含まれる成分からなる異質層を形成することを特徴とする上記(4)記載のガラス材料の加工法。

(7) レーザ光を照射して異質層を形成した後、前記(a)において光吸収層を還元処理により形成した場合は酸化処理を行い、酸化処理により形成した場合は還元処理を行って前記光吸収層を消失させることを特徴とする上記(5)または(6)記載のガラス材料の加工法。

(8) レーザ光を、連続的に移動させながら間歇的に照射する、あるいは移動速度0.1～5000 μm/sにて連続的に移動させることで異質層をパターン化することを特徴とする上記(4)～(7)の何れか1項に記載のガラス材料の加工法。

(9) SiO₂、GeO₂、B₂O₃、P₂O₅、TeO₂、Ga₂O₃、MoO₃ 及びWO₃ から選ばれる少なくとも1種のガラス形成酸化物と、アルカリ金属、アルカリ土類金属、遷移元素及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種とを含有するガラス母体に、チタン、鉄、ニッケル、コバルト、マンガン、バナジウム、銅から選ばれる少なくとも1種を添加してなるガラスからなり、かつ上記(1)～(8)の何れか一項に記載の加工法により得られ、前記異質層または該異質層の周囲部分が除去されていることを特徴とする微細加工ガラス。

(10) 異質層として、組成の不均一領域、クラック、屈折率変化領域、結晶化領域または相分離領域が形成されることを特徴とする上記(9)記載の微細加工ガラス。

(11) 結晶化領域が、非線形光学結晶 Ba₂TiSi₂O₈、Ba₂TiGe₂O₈、BiBO₃、BaB₂O₄、(Sr、Ba)NbO₆、LaBGeO₅、Nd(MoO₄)₃、Sm₂(MoO₄)₃、Gd₂(MoO₄)₃、BaTi(BO₃)₂、Ba₃Ti₃O₆(BO₃)₂、LiBGeO₄、BaTiO₃、LiNbO₃、KNbO₃ からなる結晶群の少なくとも1種を含有することを特徴とする上記(10)記載の微細加工

10

20

30

40

50

ガラス。

【発明の効果】

【0007】

本発明によれば、フォトリソグラフィ等の複雑な工程を経ないで微細加工が可能であることから、コスト削減に有効である。また、本発明の微細加工ガラスは光導波路、フォトニック結晶素子、ディスプレイパネル基板等の電子部品、光学部品に供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

以下、本発明に関して図面を参照して詳細に説明する。

【0009】

図1～図3は、本発明に係るガラス材料の加工法の基本工程を模式的に示す図であり、図1はその斜視図、図2はレーザ照射部分を図1のXZ断面に沿って示す図、図3は同じくYZ断面に沿って示す図（但し、異質層は4条）である。

【0010】

本発明では、 SiO_2 、 GeO_2 、 B_2O_3 、 P_2O_5 、 TeO_2 、 Ga_2O_3 、 V_2O_5 、 MoO_3 、 WO_3 から選ばれる少なくとも1種のガラス形成酸化物と、アルカリ金属、アルカリ土類金属、遷移元素及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種とを含有するガラス母体に、チタン、鉄、ニッケル、コバルト、マンガン、バナジウム、銅から選ばれる少なくとも1種（以下、「熱源元素」という）を添加してなるガラス1を出発材料に用いる。ガラス1において、ガラス形成酸化物は、ガラス形成能を高める効果がある。また、熱源元素は、レーザ光の吸収源として作用し、異質層の形成に寄与する。更に、アルカリ金属、アルカリ土類金属、遷移金属及び希土類元素は、異質層の形成を促進するための補助媒体として機能する。

【0011】

尚、ガラス1において、これら各成分の組み合わせには制限はなく、使用する用途に応じて任意の組成を選択することが好ましい。また、ガラス1は、一般のガラスに含まれるその他の成分を含んでもよい。更に、ガラス1は、ガラス転移温度が250～750となるようなガラス組成であることが好ましい。ガラス転移温度が低くなるほど、遷移金属及び希土類元素の添加量は少なくて済むが、250未満では化学耐久性に問題が生じ、エッチング液に浸漬しなくても大気中で分解するおそれがある。一方、ガラス転移温度が高くなるほど遷移金属及び希土類元素を多量に添加する必要がある。光学部品への応用を考慮すると、透明性が保たれるガラス転移温度の上限は750程度が好ましい。

【0012】

加工に際し、先ず、各図の(a)に示すように、ガラス1の表面に還元処理または酸化処理に施す。還元処理または酸化処理により、ガラス1の熱源元素のイオン価が変わり、ガラス1の表面から所定深度にわたり、照射されるレーザ光の吸収係数が増大した光吸収層3が形成される。従って、還元処理及び酸化処理の何れかを採択するかは、照射されるレーザ光の発振波長における吸収係数が大きくなればどちらでもよい。例えば、波長1064nmのNd:YAGレーザを用いる場合は、ガラス1の熱源元素のイオン価がそれぞれ Ti^{3+} 、 V^{3+} 、 V^{4+} 、 Fe^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Cr^{4+} 、 Mn^{4+} 、 Cu^{2+} であるとより効率的にレーザ光を熱に変換する。そのため、ガラス1に添加された状態での熱源元素のイオン価を元に、このようなイオン価になるように、還元処理または酸化処理の何れかを採択する。

【0013】

尚、酸化処理は、酸化性の気体（酸素、オゾン、二酸化窒素等）、酸化性溶融塩（過マンガン酸カリウム、二酸化ナトリウム等）中にてガラス1を熱処理すればよい。一方、還元処理は還元性の気体（水素、アンモニア、アセチレン、一酸化炭素等）、還元性溶融塩（アンモニウム塩、ハロゲン化物塩等）中にてガラス1を熱処理すればよい。また、熱処理に用いられる酸化剤や還元剤の種類、気体を用いるときの気圧、加熱温度等の条件はガ

10

20

30

40

50

ラス 1 の組成に応じ適宜設定されるが、加熱温度はガラス転移温度 ± 100 の範囲が好ましい。還元処理または酸化処理を施す前に、レーザ照射面となるガラス表面を光学研磨することも好ましい。

【0014】

次いで、光吸収層 3 中にレーザ光 4 を照射する。レーザ光 4 はレンズ 5 を用いて、光吸収層 3 に集光点 6 を合わせ、集光点 6 の位置を例えば X 方向に空間的に連続して移動させることで、光吸収層 3 に線状の異質層 2 を形成することができる。これは、照射されたレーザ光 4 が、光吸収層 3 に存在する熱源元素にレーザ光 4 に対応するエネルギー順位間の遷移を励起し、光励起した電子が輻射を伴わない緩和、つまり熱を放出し、これら熱源元素の周囲で局所的な加熱が起こるためである。そして、光吸収層 3 では、上記のように熱源元素が光励起をより起こしやすいイオン価になっており、異質層 2 の形成がより促進される。従って、異質層 2 を確実に形成するには、熱源元素の含有量を、ガラス 1 を構成する全成分の合計量に対して 0.1 ~ 20 モル % とすることが好ましく、0.5 ~ 5 モル % がより好ましい。

10

【0015】

レーザ光 4 は、照射部分を異質層 2 に変化させることができるエネルギー量であれば、発振波長、種類は問わないが、熱源元素の極大吸収波長近傍であることが好ましく、具体的には波長 1064 nm の Nd : YAG レーザを用いることが好ましい。ナノ秒以下のパルス幅を持つレーザを使用することによってガラス内部に異質層 2 を形成することができる。また、連続発振のレーザを用いることにより、空間的にレーザ光 4 の集光点 6 を移動させて線状加工が可能となる。また、波長 1064 nm の Nd : YAG レーザを用いた場合、レーザ光 4 の照射パワーが 3 ~ 100 W / cm² であることが特に好ましい。尚、線状に移動させる場合、レーザ光 4 の移動速度は 0.1 ~ 5000 μ m であることが好ましく、より好ましくは 0.1 ~ 500 μ m / s であり、特に好ましくは 1 ~ 100 μ m / s である。

20

【0016】

異質層 2 は、ガラス組成が異なる領域、クラック、屈折率の異なる領域、結晶化領域、相分離領域の何れかであるが、これらの何れの形態を採るかは、ガラス組成やレーザ照射強度等により決まる。尚、クラックの形成には、ピッカーズ圧子により微小クラックを形成し、その後、微小クラックにレーザ照射すればよい。

30

【0017】

次いで、各図の (b) に示すように、ガラス 1 を、異質層 2 が形成された深度までエッチング液に浸漬することで、ガラス 1 を優先的にエッチングし、異質層 2 のみを残すことでガラス 1 の表面に線状の凸部が形成される。あるいは、図 3 (c) に示すように、ガラス 1 の全体をエッチング液中に浸漬し、異質層 2 を優先的にエッチングすることで、ガラス 1 の表面に線状の凹溝を形成することもできる。

【0018】

ここで、異質層 2 をエッチングするのか、周辺のガラス 1 をエッチングするのかは、ガラス構成成分及び異質層 2 の形態によって異なる。また、エッチング液の種類及び濃度は、ガラス組成によって化学的耐久性が異なるため、ガラスの化学的耐久性に応じて選択されるべきであるが、作業の効率を考慮すると、フッ化水素酸、塩酸、硫酸、硝酸等の強酸水溶液、有機酸もしくはそれらの混合液で処理されることが好ましい。

40

【0019】

尚、所望により、図 2 (c) に示すように、残存する光吸収層 3 を消失させることもできる。光吸収層 3 を消失させるには、先の光吸収層 3 の形成に際し、還元処理を行った場合は酸化処理、酸化処理を行った場合は還元処理を行えばよい。ここでの還元処理または酸化処理は、光吸収層 3 を形成したきの還元処理または酸化処理と同様に行うことができ、その処理条件はいずれも残存する光吸収層 3 を消失できれば制限はない。

【0020】

また、上記の工程に従い、光吸収層 3 にレーザ光 4 を移動させながら間歇的に照射し、

50

エッチング液に浸漬することにより、図4に示すように、異質層2を周期的なドットアレイとして形成することもできる。

【0021】

更に、上記の工程では、レーザ光4を光吸収層3の表面に照射しているが、レーザ光4を、レンズ5を調整して集光点6を光吸収層3の内部の所望の位置(深さ)に照射することで、ガラス1の内部に異質層2を形成することもできる。また、レンズ5によりレーザ光4の集光点6の深度調整を行う方法の他に、下記の工程を経ることでガラス1の内部に異質層2を形成することができる。

【0022】

図5はその工程を示す模式図であるが、図2に従いXZ断面を示している。先ず、図5(a)に示すように、ガラス1を還元処理または酸化処理して所定の深度で光吸収層3を形成する。

10

【0023】

次いで、図5(b)に示すように、光吸収層3を還元処理で形成した場合は酸化処理、光吸収層3を酸化処理で形成した場合には還元処理を行い、光吸収層3のガラス表面側の一部を所定の深度まで消失させる。ここでの還元処理または酸化処理は、光吸収層3を形成した際の還元処理または酸化処理と同様に行うことができ、その処理条件はいずれも残存する光吸収層3を消失できれば制限はない。これにより、ガラス1の所定の深度に光吸収層3が形成される。

【0024】

20

次いで、図5(c)に示すように、光吸収層3にレーザ光1を照射して照射部分を異質層2に変化させる。レーザ照射は、レンズ5を調整して、集光点6を光吸収層3に合わせ、X方向またはY方向に走査する。

【0025】

そして、ガラス1をエッチング液に浸漬することで、側端面に露出している異質層2を起点としてエッチング液がガラス内部へと浸入し、異質層2が除去される。

【0026】

尚、この場合も、所望により、図5(d)に示すように残存する光吸収層3を消失させる。光吸収層3を消失させるには、上記と同様に、先の光吸収層3の形成に際し、還元処理を行った場合は酸化処理、酸化処理を行った場合は還元処理を行う。

30

【0027】

尚、上記一連の工程は、酸化処理または還元処理により光吸収層3を形成した後、光吸収層3にレーザ照射を行っている。しかし、ガラス1に含まれる熱源元素が、レーザ光の吸収係数が大きくなるイオン価(上記の例では、 Ti^{3+} 、 V^{3+} 、 V^{4+} 、 Fe^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Cr^{4+} 、 Mn^{4+} 、 Cu^{2+})に予めなっている場合には、光吸収層3を形成することなく、レーザ照射を行うことができる。このように吸収係数の大きなイオン価の熱源元素を含むガラス1にするには、ガラス形成に用いる熱源元素含有化合物として、前記イオン価となるものを使用する。

【実施例】

【0028】

40

以下に実施例を挙げて本発明を更に説明するが、本発明はこれらに限定されない。

[実施例1]

0.3モル%の Fe_2O_3 、33.3モル%の BaO 、16.7モル%の TiO_2 及び50モル%の GeO_2 からなるガラスを熔融法により作製し、10mm×10mm×1mmに加工後、レーザ照射面となる10mm×10mmの面に光学研磨を施した。その後、レーザ照射面を上にして、ガラス転移温度近傍の670で、2時間、1気圧、7% H_2 -93% Ar 混合雰囲気中にて還元熱処理を行い、表面近傍に Fe^{2+} を多く含有する光吸収層3を生成した(図2(a)参照)。光吸収層3の生成は、端面を鏡面加工して光学顕微鏡観察で行い、表面から200 μm の厚さを持つことを確認した。

【0029】

50

次いで、光吸収層3の表面に集光点を合わせ、連続発振のNd:YAGレーザ(波長1.06 μm)を、照射パワー80W/cm²でX方向に空間的に連続して5 $\mu\text{m/s}$ の速度で移動させ、線状に成長した結晶からなる異質層2を形成した(図2(b)参照)。異質層2についてX線回折測定及び顕微ラマン散乱スペクトルにより定性分析を行ったところ、Ba₂TiGe₂O₈結晶が形成していた。

【0030】

次いで、ガラスを室温下、1モル/L濃度硝酸溶液中に1時間浸漬することによりエッチング処理を施した。共焦点レーザ顕微鏡によりレーザ照射部分を観察したところ、異質層2以外の周辺のガラスが優先的にエッチングされていた。図6にレーザ照射部分の電子顕微鏡写真を示すが、線状の凸部が形成されていることがわかる。

10

【0031】

[実施例2]

実施例1と同一のガラスを用い、670、1気圧、7% H₂ - 93% Ar混合雰囲気中にて還元熱処理を2時間行って光吸収層3を形成した後、光吸収層3に連続発振のNd:YAGレーザ(波長1.06 μm)を、照射パワー60W/cm²でX方向に空間的に連続して7 $\mu\text{m/s}$ の速度で移動させ、屈折率の異なる異質層2を形成した(図2(b)参照)。異質層2についてX線回折測定及び顕微ラマン散乱スペクトルにより定性分析を行ったところ、周囲のガラス同様に非晶質体であることを確認した。

【0032】

次いで、ガラスを室温下、1モル/L濃度硝酸溶液中に1時間浸漬することによりエッチング処理を施した。共焦点レーザ顕微鏡によりレーザ照射部分を観察したところ、異質層2が優先的にエッチングされていた。図7にレーザ照射部分の電子顕微鏡写真を示すが、線状の凹溝が形成されていることがわかる。

20

【0033】

[実施例3]

実施例1と同一のガラスを用い、670、1気圧、7% H₂ - 93% Ar混合雰囲気中にて還元熱処理を2時間行って光吸収層3を形成した後、光吸収層3の表面にピッカーズ圧子を用いて微小クラックを形成し、クラックの周辺に集光点を合わせ、連続発振のNd:YAGレーザ(波長1.06 μm)を、照射パワー35W/cm²でX方向に空間的に連続して500 $\mu\text{m/s}$ の速度で移動させ、クラックを進展させた。顕微鏡観察したところ、レーザビームが照射された部分の表面から深さ100 μm にわたってクラックが形成しているのを確認した。

30

【0034】

次いで、ガラスを室温下、1モル/L濃度硝酸溶液中に1時間浸漬することによりエッチング処理を施した。共焦点レーザ顕微鏡によりレーザ照射部分を観察したところ、異質層2が優先的にエッチングされており、線状の凹溝が形成されていた。

【0035】

[実施例4]

実施例1と同一のガラスを用い、670、1気圧、7% H₂ - 93% Ar混合雰囲気中にて還元熱処理を2時間行って光吸収層3を形成した後、光吸収層3に連続発振のNd:YAGレーザ(波長1.06 μm)を、照射パワー80W/cm²でX方向及びY方向に移動させ、一箇所当たり10秒間レーザ照射し、Ba₂TiGe₂O₈結晶からなるドット状の異質層2を形成した。

40

【0036】

次いで、ガラスを室温下、1モル/L濃度硝酸溶液中に1時間浸漬することによりエッチング処理を施した。共焦点レーザ顕微鏡によりレーザ照射部分を観察したところ、異質層2以外の周辺のガラスが優先的にエッチングされており、ドット状の凸部が形成されていた(図4参照)。

【0037】

[実施例5]

50

実施例 1 と同一のガラスを用い、670、1気圧、7% H₂ - 93% Ar 混合雰囲気中にて還元熱処理を2時間行って光吸収層3を形成した後、光吸収層3に連続発振のNd:YAGレーザ(波長1.06 μm)を、照射パワー60 W/cm²でX方向及びY方向に移動させ、一箇所当たり3秒間レーザ照射してドット状の異質層2を形成した。

【0038】

次いで、ガラスを室温下、1モル/L濃度硝酸溶液中に1時間浸漬することによりエッチング処理を施した。共焦点レーザ顕微鏡によりレーザ照射部分を観察したところ、異質層2が優先的にエッチングされており、ドット状の凹部が形成されていた。

【0039】

[実施例6]

10モル%のSm₂O₃、40モル%のBaO、50モル%のB₂O₃からなるガラスを用い、還元熱処理を行うことなく、連続発振のNd:YAGレーザ(波長1.06 μm)を、照射パワー60 W/cm²でX方向に空間的に連続して10 μm/sの速度で移動させ、屈折率の異なる異質層2を形成した。

【0040】

次いで、ガラスを室温下、無水酢酸中に1.5時間浸漬することによりエッチング処理を施した。共焦点レーザ顕微鏡によりレーザ照射部分を観察したところ、異質層2が優先的にエッチングされ、線状の凹溝が形成されていた。

【0041】

[比較例1]

実施例1と同一のガラスを用い、還元熱処理を行うことなく、表面に集光点を合わせて連続発振のNd:YAGレーザ(波長1.06 μm)を、照射パワー100 W/cm²でX方向に空間的に連続して5 μm/sの速度で移動させたが、照射部に変化は確認されなかった。

【0042】

次いで、ガラスを室温下、1モル/L濃度硝酸溶液中に1時間浸漬することによりエッチング処理を施した。共焦点レーザ顕微鏡によりレーザ照射部分を観察したが、レーザ照射部及び周辺のガラス部のエッチング速度は同じであり、凸凹形状は確認されなかった。

【図面の簡単な説明】

【0043】

【図1】本発明に係るガラス加工法の基本工程を模式的に示す断面図である。

【図2】図1のXZ断面に沿って示す図である。

【図3】図1のYZ断面に沿って示す図である。

【図4】レーザ光を間歇照射し、エッチングした後のガラスを示す模式図である。

【図5】光吸収層をガラス内部に形成し、レーザ照射を行う工程を説明するための模式図である。

【図6】実施例1で得られたガラスをエッチング処理後の、レーザ照射部周辺部の共焦点レーザ顕微鏡像写真(a)及び断面プロファイル(b)である。

【図7】実施例2で得られたガラスをエッチング処理後の、レーザ照射部周辺部の共焦点レーザ顕微鏡像写真(a)及び断面プロファイル(b)である。

【符号の説明】

【0044】

- 1 : ガラス
- 2 : 異質層
- 3 : 光吸収層
- 4 : レーザ光
- 5 : 集光レンズ
- 6 : 集光点

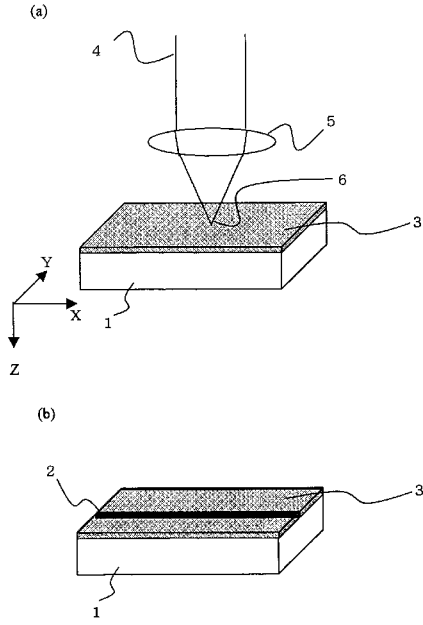
10

20

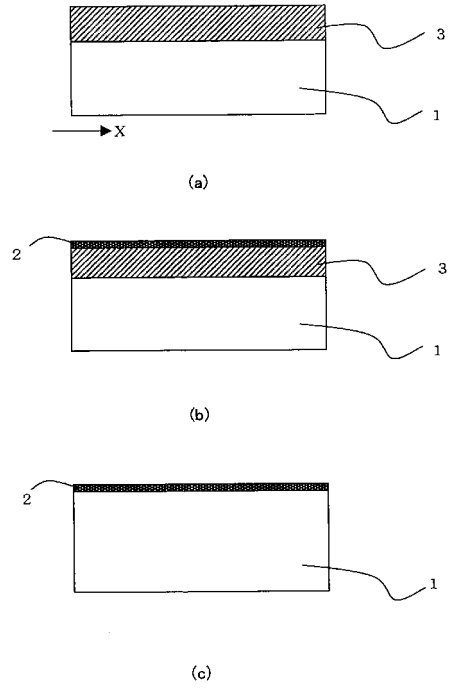
30

40

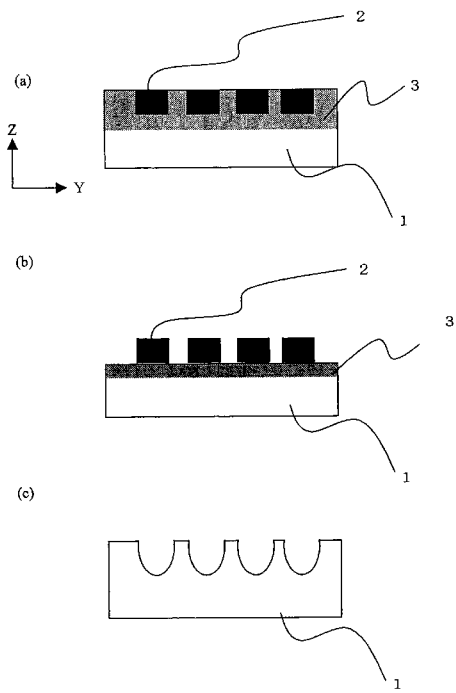
【 図 1 】



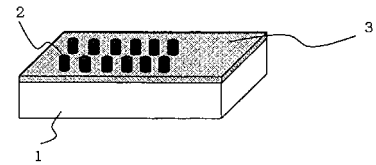
【 図 2 】



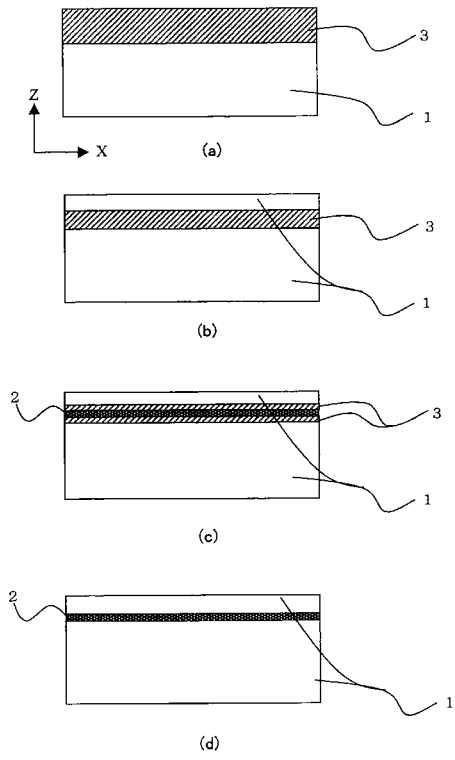
【 図 3 】



【 図 4 】

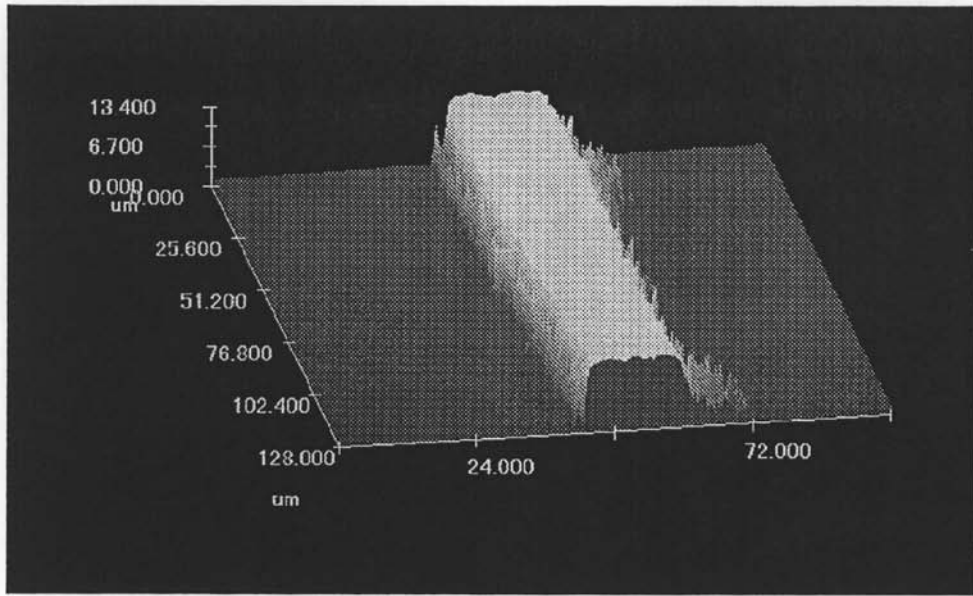


【 図 5 】

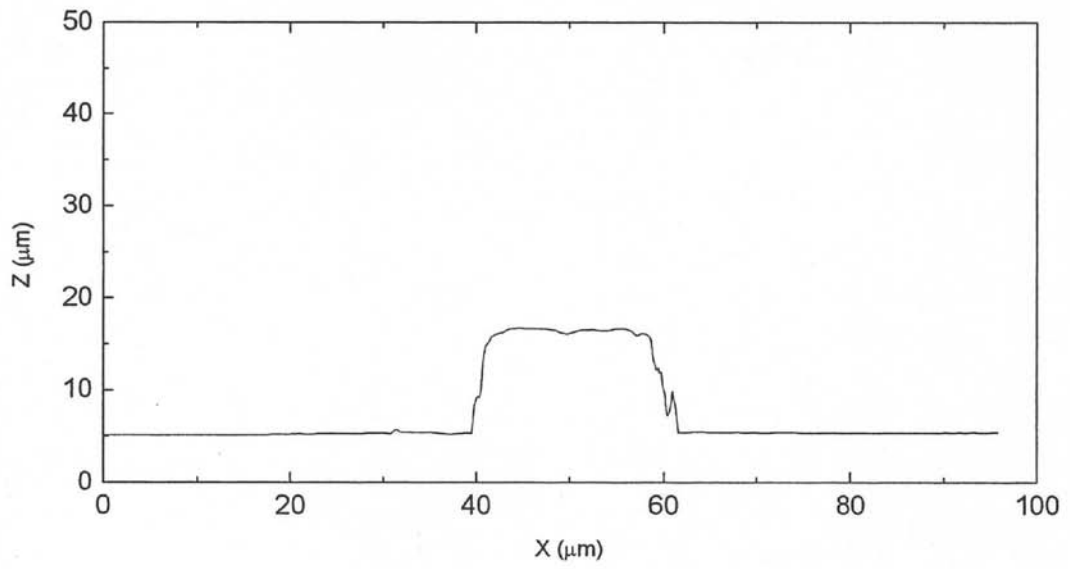


【 図 6 】

(a)

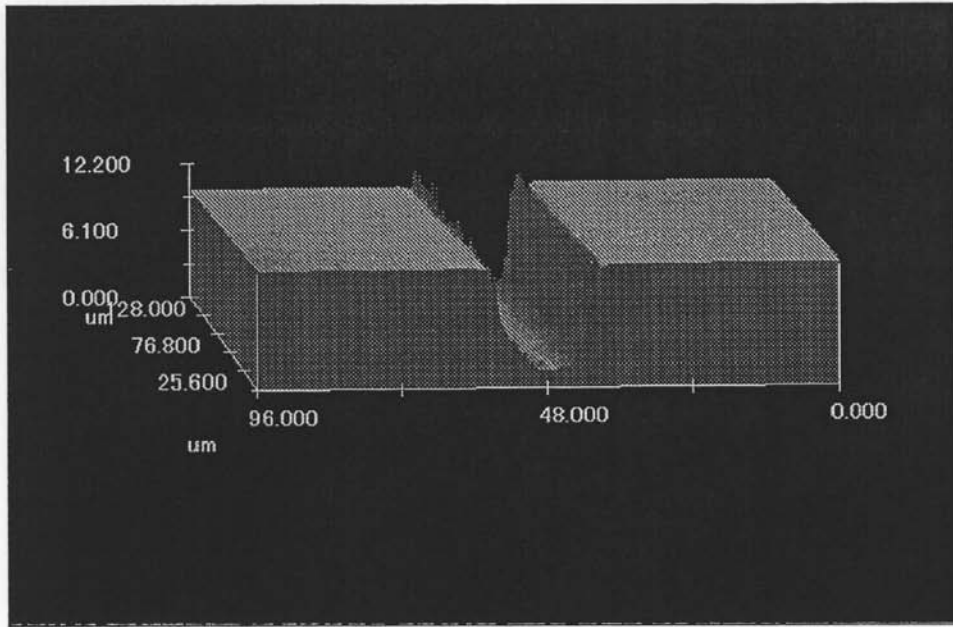


(b)

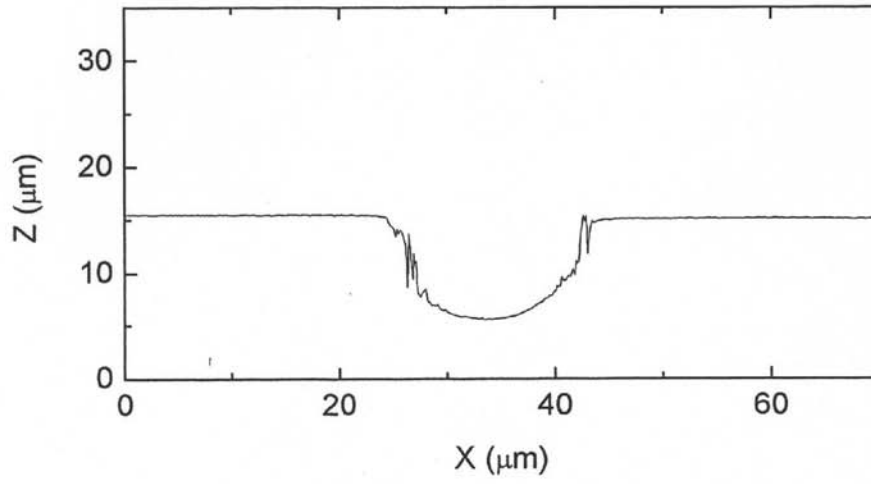


【 図 7 】

(a)



(b)



フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I			テーマコード(参考)
G 0 2 B	3/00	(2006.01)	G 0 2 B	3/00	Z	
G 0 2 B	1/02	(2006.01)	G 0 2 B	1/02		

(72)発明者 本間 剛

新潟県長岡市下々条町 2 8 5 0 - 1 グランアベニュー A 1 0 4

(72)発明者 紅野 安彦

新潟県長岡市巻島 1 丁目 1 4 1 ヴィラ・グランドゥール C - 1 号室

(72)発明者 藤原 巧

新潟県長岡市青葉台 5 - 5 1 - 1

F ターム(参考) 2H147 EA02C EA14C EA32C EA37C EA39C FA24 FA27 FB02 FB03 FC03
 FE03 FF01 FF02 FF07 GA10
 4G059 AA11 AB01 AB05 AB09 AC30 BB12
 4G062 AA04 BB01 BB10 CC09 CC10 DA01 DA02 DA10 DB01 DC01
 DC02 DD01 DD02 DE01 DF01 EA01 EA02 EA10 EB01 EC01
 EC02 ED01 EE01 EF01 EF02 EG01 EG02 EG05 FA01 FA10
 FB01 FB02 FB04 FC01 FD01 FD02 FD05 FD06 FE01 FF01
 FG01 FG02 FH01 FJ01 FK01 FK02 FL01 GA01 GA02 GA10
 GB01 GC01 GD01 GD02 GE01 HH01 HH03 HH05 HH06 HH07
 HH08 HH09 HH11 HH12 HH13 HH15 HH17 HH20 JJ01 JJ03
 JJ05 JJ07 KK01 KK02 KK03 KK04 KK05 KK07 KK10 MM02
 MM12 NN40 QQ08 QQ20