

論文 / 著書情報
Article / Book Information

| | |
|-------------------|---|
| 論題(和文) | レーザー局所加熱によるテルライトガラス表面への屈折率パターン形成 |
| Title(English) | Refractive Index Patterning of Tellurite Glass Surfaces by Laser Spot Heating |
| 著者(和文) | 井上悟, 柴田修一, 矢野哲司, 山根正之, 山本一洋 |
| Authors(English) | Satoru Inoue, SHUICHI SHIBATA, Tetsuji Yano, masayuki yamane, Kazuhiro Yamamoto |
| 出典(和文) | 第43回ガラスおよびフォトンクス材料討論会講演予稿集, Vol. , No. , pp. B-18 |
| Citation(English) | , Vol. , No. , pp. B-18 |
| 発行日 / Pub. date | 2002, |

Refractive Index Patterning of Tellurite Glass Surfaces by Laser Spot Heating/ ○ S. Inoue, (AML / NIMS), S. Shibata, T. Yano, M. Yamane (TIT) and K. Yamamoto (NSG) / The refractive index patterning of the tellurite glass surfaces has been performed with the irradiation of pulse laser beam. The correlation between the index change and the specific heat of glasses has been investigated and the possible mechanism has been discussed from the view point of fictive temperature of the glasses. The index change less than 0.1 was believed to be originated with the change of the fictive temperature of the glass.

問合せ先 : E-mail INOUE.Satoru@nims.go.jp

「はじめに」屈折率のパターニングは種々の光デバイスの進歩に重要なプロセスである。従来ガラスに対してこのような屈折率のパターンを作る技術としてはイオン交換、CVD、PVD などを利用する方法がある。

一般にガラスは、ガラス転移温度以上に加熱後、再びガラスに戻すときの冷却速度が速いか遅いかによって最終的に到達される状態が異なり、その結果密度や屈折率などの物性が異なってくる。この概念に基づけば、冷却速度を変えることで1つのガラスから物性の異なるガラスを作ることができ、レーザー光によるスポット加熱、レーザー光遮断による急冷を利用すれば様なガラス板上に屈折率の異なる小さいガラスの島が作れ、最終的に屈折率パターン形成や光記憶材料への応用も可能であると考えられる。我々はこれまで、レーザー光吸収のために外割で2mol%のCoOを添加した15Na₂O-85TeO₂(mol%)ガラス表面にレーザー光照射による局所加熱・急冷を行なうと照射部分の屈折率が低下すること[1]、また、フェムト秒レーザー光を照射することで照射ビームサイズとほぼ同じ大きさの屈折率差約0.3のドットパターンが形成できることを報告してきた[2]。本講演では、レーザー光吸収のために外割で2mol%のCoOを添加した3成分系テルライト系ガラス(Na₂O:TeO₂=15:85に固定し、第3成分としてAl₂O₃、TiO₂、GeO₂を添加した)について、レーザー光の照射条件やガラスの性質との関連から、屈折率低下のしくみについて調査した結果を示す。

「実験」

1・試料の作製と基礎物性の測定 レーザー光吸収のために外割で2mol%のCoOを添加した15Na₂O-85TeO₂(mol%)ガラスおよび、Na₂O:TeO₂=15:85(mol%)に固定し、第3成分の添加による屈折率の変化挙動に関する知見を得るため、これに第3成分としてAl₂O₃、TiO₂、GeO₂を添加した3成分系のガラスを熔融法で作製した。作製したガラスから約10mm×30mm×1mmの板状に切り出して光学研磨し、これに熱履歴をそろえるために熱処理を施したものを実験及び測定に用いた。得られた試料に対しては、熱膨張、紫外～近赤外における吸収スペクトルの測定を行なった。

2・レーザー光照射と照射部分の屈折率分布の測定 加熱用レーザー光にはQ-switch pulse YAGレーザーの第二高調波(波長:532nm)を用いた。試料ガラスはレーザー光が反射する際のアブレーションを低減するためにマッチング液(本実験ではエタノールを使用)を満たしたセル中にホルダーで保持した。レーザー光は試料表面で直径~800μmになるように集光した。照射時間と照射パワーを調整して照射し、レーザー照射後試料の表面を実体顕微鏡と金属顕微鏡の反射モードで観察した。照射部分の屈折率分布をエリプソメーターにコンピューター操作のX-Yステージを組み込んで50μm×50μmの解像度で測定した。照射部分の屈折率分布をエリプソメーターにコンピューター操作のX-Yステージを組み込んで50μm×50μmの解像度で測定した。1枚の試料に同じ条件で位置を変えて5ヵ所以上に照射し、マッピング測定の結果から最大変化部分の屈折率を読みとって平均を取った。

3・ガラスの熱的性質の測定 レーザー光照射部分の温度上昇を見積もるため、レーザーフラッシュ法[3]を利用して、作製したガラスの室温~T_g付近の熱拡散率・比熱・熱伝導率の測定をおこなった。

「結果」表-1に実験に用いたガラスのバッチ組成を示した。また、表-2には、密度、屈折率、ガラス転移点、熱膨張係数を、表-3には、25°C(C_p)、T_g付近(C_p-t_g)、T_g以上の加

Table 1. Batch compositions of the glass samples

| glass | TeO ₂ | Na ₂ O | Al ₂ O ₃ | GeO ₂ | TiO ₂ | CoO |
|-------|------------------|-------------------|--------------------------------|------------------|------------------|-----|
| TN | 85 | 15 | | | | 2 |
| TNA1 | 80.8 | 14.2 | 5 | | | 2 |
| TNA2 | 76.5 | 13.5 | 10 | | | 2 |
| TNG1 | 80.8 | 14.2 | | 5 | | 2 |
| TNG2 | 76.5 | 13.5 | | 10 | | 2 |
| TNG3 | 72.3 | 12.7 | | 15 | | 2 |
| TNT1 | 80.8 | 14.2 | | | 5 | 2 |
| TNT2 | 76.5 | 13.5 | | | 10 | 2 |

Fraction number was given in mol%.

熱における最大値(Cp-max)等をまとめて示した。添加前の組成(TN)に比べて、アルミナを加えた組成に置いて Tg 付近の比熱が小さくなっているが、その他の組成では添加後に比熱が増加している。図-1に、形成された屈折率変化量とガラスの Tg 以上での比熱の平均値(Cp-tg+Cp-max)/2 との関係を示した。弱パワー長時間照射(0.06W-900sec)の場合非常に大きな屈折率変化が発生しているものの、相関係数は0.66である。一方、強パワー短時間照射(0.4W-1/4sec)の場合は屈折率変化は小さいものの相関係数は0.78で非常に強い相関を示している。また、図-2には、屈折率の変化と、エネルギー収支に基づいたモデル計算より見積もった、レーザー照射部分の最高到達温度とガラス転移温度の差との相関をプロットした。弱パワー長時間照射(a)においては相関係数が0.76で有るのに対して、強パワー短時間照射(b)では0.91であり、非常に強い相関を示している。言い換えると、屈折率変化が0.1より小さい場合に置いては、屈折率変化がガラスの比熱と強い相関を示し、そして、最高到達温度が高いほど屈折率の低下が大きくなっている。したがって、強パワー短時間照射では、照射部分の温度上昇・急冷によりガラスの仮想温度が変化して屈折率が低下しているものと考えられる。

Table 2. Densities, thermal properties and refractive indices of the sample glasses

| glass | density (g/cm ³) | Tg (°C) | thermal expansion coefficient (x 10 ⁻⁷ °C ⁻¹) | refractive index (at 632.8nm) |
|-------|------------------------------|---------|--|-------------------------------|
| TN | 5.025 | 268 | 235 | 2.165 |
| TNA1 | 4.850 | 292 | 215 | 2.130 |
| TNA2 | 4.694 | 320 | 190 | 2.087 |
| TNG1 | 4.948 | 276 | 234 | 2.127 |
| TNG2 | 4.938 | 289 | 217 | 2.090 |
| TNG3 | 4.923 | 302 | 201 | 2.052 |
| TNT1 | 4.890 | 281 | 227 | 2.181 |
| TNT2 | 4.847 | 300 | 211 | 2.192 |

Table-3 Specific heat at 25°C, at Tg and after jumping up, Cp-max

| sample | Cp at 25°C | Cp at Tg, Cp-tg | Cp-max | (Cp-tg+Cp-max)/2 |
|--------|------------|-----------------|---------|------------------|
| | (J/g/K) | (J/g/K) | (J/g/K) | (J/g/K) |
| TN | 0.43 | 0.56 | 0.77 | 0.67 |
| TNA1 | 0.44 | 0.52 | 0.64 | 0.58 |
| TNA2 | 0.44 | 0.54 | 0.68 | 0.61 |
| TNG1 | 0.51 | 0.60 | 0.70 | 0.65 |
| TNG2 | 0.51 | 0.57 | 0.70 | 0.64 |
| TNG3 | 0.54 | 0.66 | 0.80 | 0.73 |
| TNT1 | 0.50 | 0.72 | 0.83 | 0.78 |
| TNT2 | 0.55 | 0.60 | 0.74 | 0.68 |

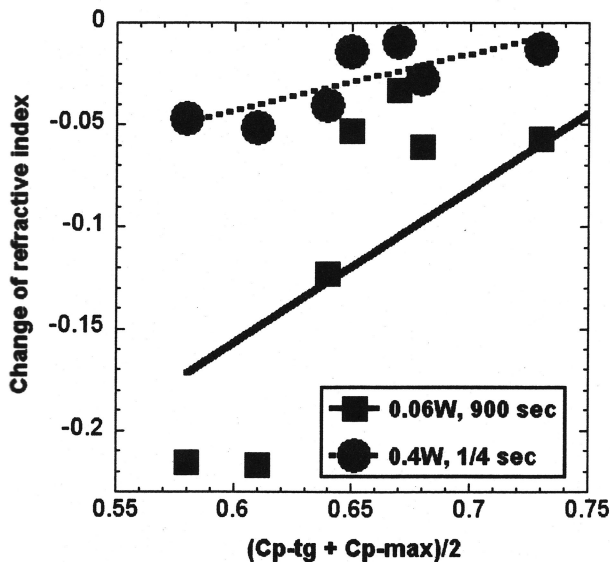


Fig-1 Correlation between the refractive index change and the specific heat above Tg

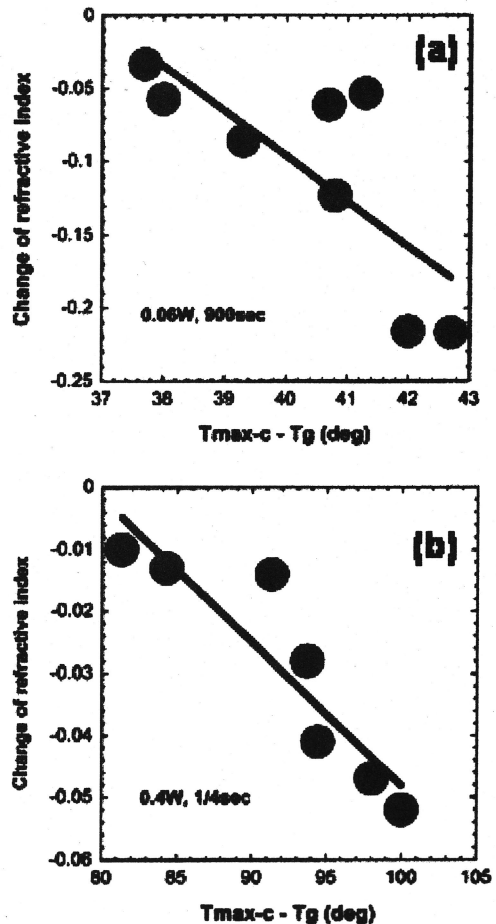


Fig-2 Correlation between the index change and the estimated maximum temperature change above Tg.

引用文献

- 1) S.Inoue, A.Nukui, K.Yamamoto, T.Yano, S.Shibata, M.Yamane and T.Maeseto, Appl. Opt., 37 (1998) 48.
- 2) S.Inoue, A.Nukui, K.Yamamoto, T.Yano, S.Shibata, M.Yamane and T.Maeseto, J. Mat. Sci., 37 (2002) 3495.
- 3) 日本工業規格 JIS R 1611 「ファインセラミックスのレーザーフラッシュ法による熱拡散率・比熱容量・熱伝導率試験法」