

論文 / 著書情報  
Article / Book Information

論題(和文)	ガラスmicro-SILの作製 -基板のぬれ性とガラス組成の関係-
Title(English)	
著者(和文)	岸哲生, 矢野哲司, 柴田修一
Authors(English)	Tetsuo Kishi, Tetsuji Yano, SHUICHI SHIBATA
出典(和文)	第44回ガラスおよびフォトンクス材料討論会講演要旨集, Vol. , No. P-11, pp. 45-46
Citation(English)	, Vol. , No. P-11, pp. 45-46
発行日 / Pub. date	2003,

Preparation of glass  $\mu$ -SIL —Composition dependence of the wetting property between glass melt and glassy carbon substrate— / ○T. Kishi, T. Yano, S. Shibata (T.I.Tech.) / Fine glass particles were heated on the glassy-carbon substrate to obtain the micrometer-sized Solid Immersion Lens ( $\mu$ -SIL).  $\text{Na}_2\text{O-CaO-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  was chosen to investigate the composition dependence of the wetting property between glass melt and glassy carbon substrate. Obtained glass particles were found to have the super-spherical shape. The contact angle of the super-spherical glass particles was ranging from  $125^\circ$  to  $147^\circ$  depending on the glass composition, and there was a composition at which the shape of the glass satisfied the optical condition of the SIL. These results revealed that the super-spherical shape of the  $\mu$ -SIL can be controlled by the glass composition thorough the wetting property.

問合せ先: t-kis@glass.ceram.titech.ac.jp

### 【緒言】

真球の一部を切り取った形状の超半球ガラスは、光の回折限界を超える分解能を有する Solid Immersion Lens (SIL)として機能し、高密度光記録用のピックアップとしての応用が期待されている。現在、SILはガラス球の一部を研磨して作製されているが、マイクロメートルオーダーのSIL ( $\mu$ -SIL)を精度良く作製する技術はない。我々はガラス融液と基板とのぬれ性に着目し、数 $\mu\text{m}$ から数十 $\mu\text{m}$ の微小超半球ガラスの新しい作製方法を開発した。所望の大きさに粉碎したガラスをグラッシーカーボン基板上で熱処理することにより、一度のプロセスで大量の超半球ガラスを作製できる。 $20\text{Na}_2\text{O}\cdot 10\text{CaO}\cdot 70\text{SiO}_2$ ガラス( $n_D = 1.52$ )では球面と底面のなす接触角 $\theta$ が $133^\circ$ の超半球が得られる。これはSILに求められる屈折率 $n$ と接触角 $\theta$ の関係 $n = 1/\cos\theta$ を満たしており、作製したガラスがSILとして機能することを確認している。

本研究の作製方法はほとんどのガラス組成に適用できるので、様々な屈折率の超半球ガラスを作製できる。一方、ガラスの表面張力には組成依存性があり、組成に応じて作製できるガラスの超半球度が変化すると考えられる。したがって、所望のレンズ特性を発現させるためには適切なガラス組成を選択しなければならないが、融液と基板とのぬれ性と組成の関係はわかっていない。そこで、本研究は微小ガラス液滴と基板との接触角のガラス組成依存性を明らかにし、SILとして機能するための条件との関係について検討することを目的とした。今回は、 $20\text{Na}_2\text{O}\cdot 10\text{CaO}\cdot x\text{B}_2\text{O}_3\cdot (70-x)\text{SiO}_2$ ガラスの組成が超半球度に与える影響について報告する。

### 【実験】

$20\text{Na}_2\text{O}\cdot 10\text{CaO}\cdot x\text{B}_2\text{O}_3\cdot (70-x)\text{SiO}_2$ [mol%]ガラス ( $x = 0, 10, 20, 30, 40, 50$ )を溶融法により作製し、それぞれのガラスを $20\sim 53\mu\text{m}$ に粉碎・篩い分けした。これをグラッシーカーボン基板上で分散させた後、 $\text{H}_2/\text{N}_2$ 還元雰囲気中 $800^\circ\text{C}$ で30分間保持した。昇温速度および降温速度は $10^\circ\text{C}/\text{min}$ である。グラッシーカーボン基板は鏡面研磨したもので、中心線平均粗さ $R_a$ は $2\text{nm}$ 以下である。作製した試料は走査型電子顕微鏡 (SEM)で観察した。SEM写真から粒径と底面の直径を測定し幾何学的に接触角を求めた。

### 【結果】

図1(a), (b)に $x = 30, x = 50$ 組成のSEM写真をそれぞれ示す。写真からガラスは超半球状に変形していることがわかる。その球面は真球面とほぼ同じ曲率を有する極めて滑らかな面となっており、基板接触面も十分に平滑である。この他のガラス組成についても同様の表面性状であることを確認した。

図2の破線は、 $20\text{Na}_2\text{O}\cdot 10\text{CaO}\cdot x\text{B}_2\text{O}_3\cdot (70-x)\text{SiO}_2$  ガラスの接触角を  $\text{B}_2\text{O}_3$  量  $x$  [mol%] に対してプロットしたものである。 $\text{B}_2\text{O}_3$  量  $x$  が増えるにつれて接触角  $\theta$  は大きくなっていき、 $x = 30$  付近で最大となった。さらに  $x$  が大きくなると逆に減少していった。

図3の破線は  $20\text{Na}_2\text{O}\cdot 10\text{CaO}\cdot x\text{B}_2\text{O}_3\cdot (70-x)\text{SiO}_2$  ガラスの屈折率  $n_D$  と接触角  $\theta$  の関係である。屈折率は Appen と Gan Fu-Si の加成性を用いて算出した。図中の実線は SIL に最適な屈折率と接触角の関係  $n = -1/\cos \theta$  を表している。今回対象とした  $20\text{Na}_2\text{O}\cdot 10\text{CaO}\cdot x\text{B}_2\text{O}_3\cdot (70-x)\text{SiO}_2$  ガラスでは、実線と破線の交点  $x = 47$  [mol%] で SIL に最適な屈折率と接触角の関係を得られることがわかる。

### 【考察】

$20\text{Na}_2\text{O}\cdot 10\text{CaO}\cdot x\text{B}_2\text{O}_3\cdot (70-x)\text{SiO}_2$  ガラスにおいて、 $\text{B}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  比の変化に応じて接触角が変化することがわかった。表面張力にはガラス中に含まれる結合が重要な影響を持つことが知られていることから、網目形成カチオンの平均架橋酸素数に注目した。図2に実線で示したように、平均架橋酸素数は  $x < 30$  で B の 4 配位化に伴い増加し、接触角と同じ  $x = 30$  で最大となった後、 $x > 30$  で平面 3 配位 B の存在により大きく減少する。ガラス構造と接触角の間には、網目形成カチオンの架橋酸素数が増えるにしたがって接触角が大きくなるという相関関係があると示唆される。今回の実験で  $\text{Na}_2\text{O}\cdot \text{CaO}\cdot \text{B}_2\text{O}_3\cdot \text{SiO}_2$  系において、SIL に最適な超半球度を与える組成が得られた事実は、組成による表面張力の最適化によって、超半球度を制御することが可能であることを示すものであり、他の光学定数の領域に対しても適切な組成を選択することで様々な  $\mu$ -SIL が作製可能であることを強く示唆している。

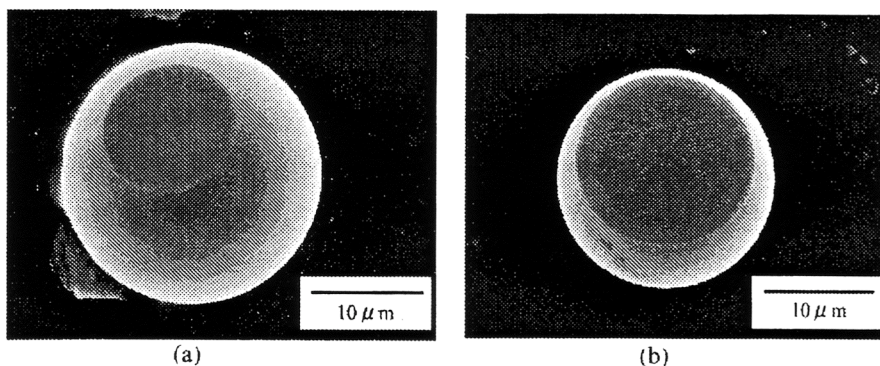


Fig 1. SEM Photographs of  $20\text{Na}_2\text{O}\cdot 10\text{CaO}\cdot x\text{B}_2\text{O}_3\cdot (70-x)\text{SiO}_2$  super-spherical glasses. (a)  $x=30$  (b)  $x=50$ .

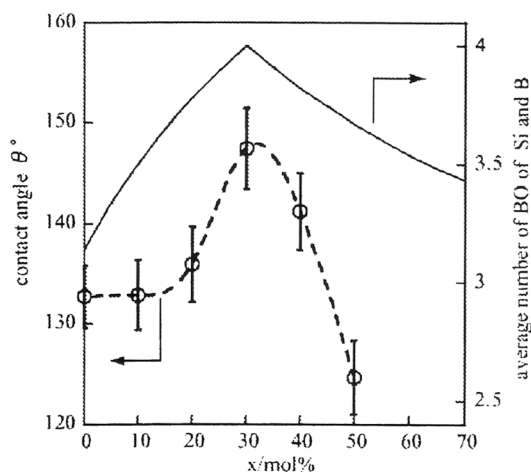


Fig 2. Contact angle and average number of BO of Si and B in  $20\text{Na}_2\text{O}\cdot 10\text{CaO}\cdot x\text{B}_2\text{O}_3\cdot (70-x)\text{SiO}_2$ .

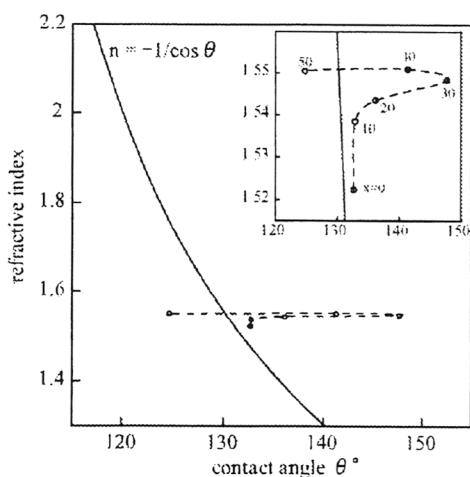


Fig 3. Correlation between contact angle and refractive index  $n_D$  of  $20\text{Na}_2\text{O}\cdot 10\text{CaO}\cdot x\text{B}_2\text{O}_3\cdot (70-x)\text{SiO}_2$  glass.