

# ガラス融液の濡れ性を利用した 超半球型光学素子の作製

東京理科大学 基礎工学部 材料工学科

岸 哲生

## Fabrication of super-spherical optical devices by using wetting property between glass melt and substrate

Tetsuo Kishi

Department of Materials Science and Technology, Faculty of Industrial Science and Technology, Tokyo University of Science

### 1. はじめに

近年、情報技術における光の利用が進み、通信、記録、情報処理を高度に実現することが可能になっている。これに伴い、光学素子に求められる性能や信頼性も高いものとなり、デバイスの形状や特性の誤差を低減し、所望の性能の素子を歩留り良く得ると同時に、大量生産性をも向上させることが求められている。特に、デバイスの集積化は益々進行しており、微小光学素子を作製するプロセスや材料に大きな注目が集まっている。

球の一部を切り取った超半球状のガラスは、光の回折限界を超える分解能を有する Solid Immersion Lens (SIL) や極めて高い効率で光を閉じ込める Whispering Gallery Mode (WGM) 共振器として用いることができる。SIL および WGM 共振器が望みの光機能を発現するためには、マイクロメートルサイズの超半球

型素子をナノメートルオーダーの加工精度で作製しなければならない。SIL では底面位置（レンズ高さ）が数百 nm 以下の加工精度を満たす必要があり、WGM 共振器の球直径および表面性状にはさらに厳しい作製精度が求められる。このように極めて高い加工精度を既存の加工技術で満たすことはできない。

私はこれまでに、高温のガラス融液が持つ高い表面張力と基板との濡れ性を利用して、ガラス超半球をマイクロメートルサイズで作製する Surface-tension Mold (StM) 法を開発してきた<sup>1)</sup>。表面性状を制御した炭素基板上でガラス微粉を熱処理し液滴化することで、同一形状のガラス超半球を一括して大量に作製することができる。球面は非接触で形成され、融体表面がそのまま固化されることで光学的に理想的な自由表面となる。微小液滴に対しては重力の影響はほとんどなく無重力状態と見なせるため、真球度の高い球面が得られる。基板との接触面は基板の表面粗さを写し取った表面性状となるので、基板にナノメートルオーダーの研磨を施すことで光学的に十分な平滑面を付与できる。本稿では、これまでに得られた研究成果と今後の

〒278-8510 千葉県野田市山崎 2641  
TEL 04-7124-1501 (内線 4316)  
FAX 04-7122-1499  
E-mail: t-kis@rs.noda.tus.ac.jp

展望について述べる。

## 2. Surface-tension Mold 法の原理

ガラスは高温で形成した融液を急冷し過冷却状態を凍結することで得られ、ガラス転移温度以下で固体状態となる<sup>2)</sup>。ガラス製品の成形は液相温度以上の高温からガラス転移温度まで(粘度 $\eta=10^2\sim 10^{13}$ dPa $\cdot$ s)である。StM法では、ガラスが自発的に変形を始める軟化点 $T_s$ ( $\eta=4.5\times 10^7$ dPa $\cdot$ s)以上の温度で熱処理を行う。

一般的なケイ酸塩系ガラスの表面張力<sup>3)</sup>は約300 mN/mであり、水(72 mN/m)やエタノール(23 mN/m)に比べて大きな値を持っている。固体表面上に保持した液滴の形状は、Youngの式<sup>4,5)</sup>:  $\gamma_L \cos\theta_E = \gamma_S - \gamma_{SL}$ によって決まる。ここで $\gamma_S$ および $\gamma_L$ はそれぞれ固体および液体の表面張力、 $\gamma_{SL}$ は固液間の界面張力、 $\theta_E$ は液面と固体表面の成す角で与えられるYoungの接触角である。固体の表面張力が小さいほど、液体の表面張力が大きいほど液滴は球形に近づく(接触角が大きくなる)。高エネルギー表面を有する無機ガラス融液を超半球状の液滴に成形するには、表面張力が小さい固体基板が必要である。本研究では、酸化物ガラスとの反応性が低く離型性が良いカーボン基板を使用した。また、固体表面上の液滴は少なからず重力の影響を受けるため、その球面は歪む。しかしながら、数十 $\mu$ m以下の液滴では重力の影響はほとんど無視できるようになり、真球面からのズレは数十nmにまで低減される。

## 3. StM法によるガラス超半球の作製とアレイ化技術

図1(a)は、StM法によって作製した $20\text{Na}_2\text{O}-10\text{CaO}-70\text{SiO}_2$ [mol%]ガラス超半球(屈折率 $n_d=1.519$ )のSEM像である。粉碎・篩分けした $5\sim 20\mu\text{m}$ のガラス粉を炭素基板上還元雰囲気中 $800^\circ\text{C}$ で30分間熱処理した。得られた試料が光学素子として十分に高い表面平滑性と真球度を有していることが確認できる。濡

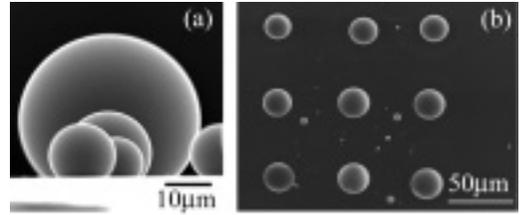


図1 StM法で作製したガラス超半球のSEM像。

- (a)ガラス微粉から作製した超半球を横方向から観察,  
(b)オプティカルコンタクト、リソグラフィとStM法を組み合わせで作製したアレイ状ガラス超半球。

れ性(接触角)は液体の表面張力によって変化するため、ガラス組成を連続的に変化させることによって作製するガラス超半球の形状を調節することが可能となる。我々は種々のボロシリケート系ガラス(屈折率 $1.519\sim 1.786$ )に対してStM処理を施し、ガラス組成により接触角を $120^\circ$ から $165^\circ$ まで制御できることを確認している<sup>6,7)</sup>。

StM法で得られるガラス超半球のサイズは熱処理前のガラス微粉のサイズによって決まる。工学的な観点から、光学素子はサイズを揃えて作製される必要がある。また、微小光学素子を実装することを考慮すると、素子を整列して作製するのが望ましい。我々はStM法を発展させ、リソグラフィとの組み合わせによるサイズ/配置の揃ったアレイ状ガラス超半球作製プロセスを開発した<sup>8)</sup>。厚さ $10\mu\text{m}$ のガラス箔を接着剤不使用のオプティカルコンタクトにより炭素基板に貼り付け、リソグラフィによる微細加工技術を用いてガラス箔をタイル状に切り分けた。これにStM処理を施すことでアレイ状ガラス超半球を得た。図1(b)が作製した試料のSEM像である。 $27\pm 2\mu\text{m}$ と狭い粒度分布を持ったガラス超半球がアレイ状に作製できている。このようにして作製したアレイ状ガラス超半球は、コーティング等の一体化処理を経て基板から取り外される。

## 4. ガラス超半球のSIL超解像

StM法で作製したガラス超半球のうちSIL

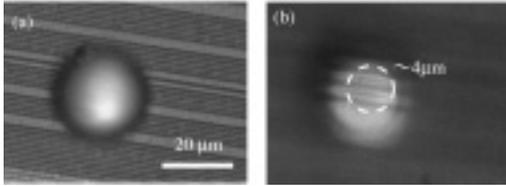


図2

(a)LSI チップ上に設置したガラス超半球  
 (b)ガラス超半球 (SIL) を通して得られた LSI チップ表面の反射顕微鏡像。

の光幾何学条件を満たす 20 Na<sub>2</sub>O-10 CaO-70 SiO<sub>2</sub> [mol%] ガラス ( $n_s=1.519$ ) を用いて SIL 超解像機能の評価を行った<sup>9)</sup>。図2は、作製した SIL を LSI チップ上に設置して得られた反射光学顕微鏡像である。SIL を通してチップ表面を観察することで、LSI チップ表面に存在する数十 nm の微小な凹凸が明瞭に観察できていることがわかる (図2(b))。また、横方向の分解能を評価したところ、通常の光学顕微鏡観察に比べて分解能が2.3倍向上していることを確認した。これは理論分解能に一致する値であり、この SIL が理想的な形状を有していることを示している。

### 5. ガラス超半球の WGM 共振

20 Na<sub>2</sub>O-10 CaO-70 SiO<sub>2</sub> ガラスに発光中心として Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を 0.5 mol% 添加したガラス超半球を作製し発光特性の評価を行った<sup>10)</sup>。励起光 (Ar<sup>+</sup>レーザー、波長: 514.5 nm) をガラス超半球の赤道面に入射して得られた蛍光スペクトルを図3に示す。Eu<sup>3+</sup>の蛍光スペクトルの上に鋭いスパイク状のピークが複数本周期的に並んでいる。理論計算により得られるモードの間隔  $\Delta\nu$  と測定結果が良い一致を見せたことから、作製したガラス超半球が WGM 共振器として動作していることが確認された。共振ピークの半値幅から見積もった光閉じ込め効率  $Q$  値は  $10^3 \sim 10^4$  であった。作製したガラス超半球が真円に近い赤道面を有しており、優れた光共振器として機能することを確認した。

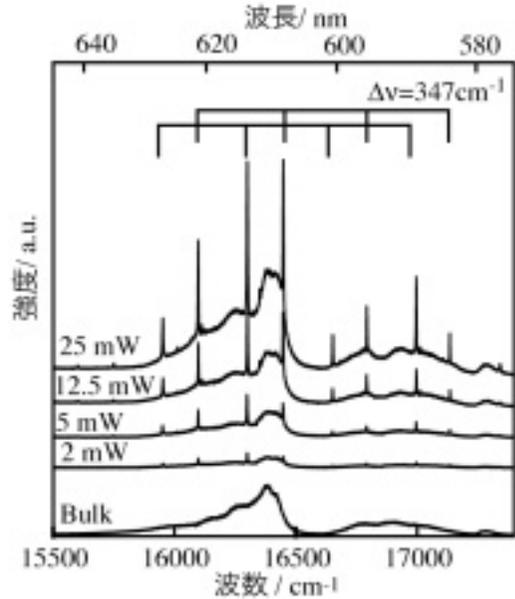


図3 Eu<sup>3+</sup>添加ガラス超半球 (直径 6.8 μm) の蛍光スペクトル。

### 6. 今後の展望

本稿では、ガラス融液の持つ高い表面張力と基板との濡れ性を利用して超半球型素子を作製する StM 法と作製した素子の光機能について述べた。同一形状・サイズの素子を一度のプロセスで大量に作製できる StM 法は、機能、コスト共に大きな可能性を持っており、様々な応用分野への展開が期待される。また、StM 法において重要となる表面張力の組成依存性や高粘性液体の濡れ挙動などガラス融体の基礎物性を明らかにすることで、その他広範なガラス成形プロセスに対しても貢献できるものと考えられる。

#### 参考文献

- 1) 矢野哲司, 岸哲生, 柴田修一, “超半球型微小光学ガラスの作製と応用,” 応用物理, 74, 745 (2005).
- 2) 山根正之他編: ガラス工学ハンドブック, p.2 (朝倉書店, 1999).
- 3) たとえば, R. E. Boni and G. Derge, “Surface tensions of silicates,” *Trans. AIME*, 20653 (1956)
- 4) T. Young, “An Essay on the Cohesion of Fluids,”

- Philos. Trans. Soc. London*, 95 (1805) 65.
- 5) A. Dupre, *Theorie Mecanique de la Chaleur* (Gauthier-Villars, Paris, 1869) 368.
  - 6) T. Kishi, S. Shibata and T. Yano, "Fabrication of Micrometer-Size Solid Immersion Lens; Composition Dependence of Wettability of Substrate by Glass Melt," *J. Non-Cryst. Sol.*, to be published.
  - 7) T. Kishi, S. Shibata and T. Yano, "Fabrication of high-refractive-index glass micron-sized solid immersion lenses by a surface-tension mold technique," *J. Non-Cryst. Sol.*, to be published.
  - 8) T. Kishi, S. Shibata and T. Yano, "Fabrication of SIL array of glass by Surface-tension Mold technique," *Proc. SPIE*, 6126, 61260 P (2006).
  - 9) T. Yano, S. Shibata and T. Kishi, "Fabrication of Micrometer-Size Glass Solid Immersion Lens," *Appl. Phys. B*, 83, 167 (2006).
  - 10) T. Kishi, S. Shibata and T. Yano, "Preparation of micrometer-sized super-spherical glasses for optical resonator," *Proc. XX ICG*, o-14-022 (2004).