

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 6月15日現在

機関番号：10106

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2009～2011

課題番号：21760572

研究課題名（和文） コロナ帯電を用いた超低光損失機能素子の開発

研究課題名（英文） Development of ultra-low optical loss functional glass elements using corona charging treatment

研究代表者

酒井大輔（ Sakai Daisuke ）

北見工業大学・工学部・研究員

研究者番号：10534232

研究成果の概要（和文）：コロナ帯電処理を用いたガラス内の屈折率変調により、光損失を抑制する機能性ガラス素子の実現を目標に研究を行った。屈折率の変調度はガラス内のアルカリ金属イオンの含有濃度に依存し、コロナ帯電によりガラスの屈折率は低下していることが分かった。本方法により、ガラスの光損失の抑制に成功した。更に効率を高めるための実験の中で、コロナ帯電のパターンに対応し、表面に凹凸構造を形成することのできる新奇の現象を発見した。

研究成果の概要（英文）：We studied a refractive index modulation in glass using corona charging. Aim of this study is realization of the functional glass elements that inhibit the optical loss. Modulation of the refractive index depends on the contained amount of alkali metal ion in the glass. It was found that refractive index was degraded by corona charging treatment. The Optical loss was successfully inhibited using this technique. In the experiment to further improve efficiency, we have discovered the curious phenomenon that can form a relief structure on the surface corresponding to the micro pattern of corona charging treatment.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,500,000	450,000	1,950,000
2010年度	900,000	270,000	1,170,000
2011年度	1,000,000	300,000	1,300,000
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学、構造・機能材料

キーワード：新機能材料、コロナ帯電、ガラス、光損失抑制、微細構造、微細加工

1. 研究開始当初の背景

近年、光損失を抑えたガラス部材・素子の開発が産学官の連携の元積極的に展開されており、ガラスの表面にサブ波長周期の鐘形構造を成型することで、反射率を抑えられることが報告された。これまでにガラスへの微細構造成型技術としては、フォトリソグラフィ

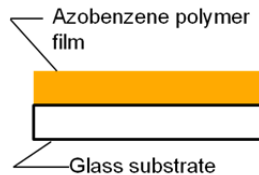
やガラスモールド・インプリント法等が提案されているが、フォトリソグラフィは必要となる装置自体が高価であり、ガラスモールド・インプリント法は平面型、もしくは、凹凸型のガラスの片面にしか加工出来ないという問題があった。

2. 研究の目的

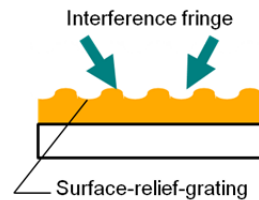
本研究では申請者らが独自に発見した新規現象を応用し、コロナ帯電を用いたガラス内部の屈折率制御方法を確立し、光損失機能を抑制する機能性ガラス素子の実現を目的とした。

3. 研究の方法

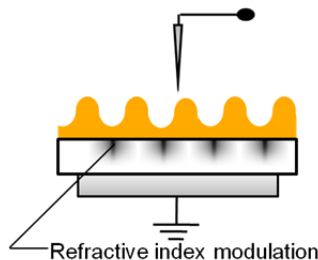
申請者らが提案するコロナ帯電を用いたガラスの屈折率を変調する方法の具体的な手段を Fig. 1(a~d)に示す。



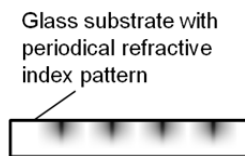
(a) テンプレート作製用材料をガラス上にコート(この図では、例としてアゾポリマー)



(b) ガラスに転写したい構造のテンプレートを作製



(c) コロナ帯電処理によりテンプレートに対応した構造がガラスに転写



(d) テンプレートを除去し、屈折率変調パターンが転写されたガラスが完成

Fig. 1: コロナ帯電処理を用いた屈折率変調分布転写手順

本プロセスによりガラスに誘起された屈折率変化は、様々な環境において安定しており、長期信頼性を有する機能性光学素子として利用することができる。本研究では、この現象をガラスの反射防止構造に応用した。コロナ帯電処理によりガラス内部に微細な屈折

率変化を形成する、従来にない新しい技術を提案した。当該期間内に本研究により明らかにする点を、以下三点の課題に絞り、研究を進めた。

- (1) 屈折率が変化するメカニズムの解明
- (2) 光損失を抑制するための屈折率分布の最適化
- (3) より効率的な光損失の抑制方法の検討

それぞれの具体的な内容を以下に述べる。

- (1) 屈折率が変化するメカニズムの解明

①屈折率計測

材質の異なるガラスを用いた比較実験を実施した。それぞれのガラスに回折格子を転写し、その構造から計測される回折効率と、アッペ屈折計による計測を基に、誘起屈折率変化量と変調深さを見積もった。

②誘起屈折率分布の消去

構造が転写されたガラスを加熱、あるいは、加熱とコロナ帯電処理の組み合わせを行い、誘起屈折率分布の消去特性について調べ、メカニズムの考察を行った。

- (2) 光損失を抑制するための屈折率分布の最適化

①使用可能なテンプレート

屈折率分布の誘起プロセスの最適化に向け、アゾポリマー以外の材料をテンプレートとして使用可能か調べた。用いた材料としては、ポリスチレン製の微小球や、一般的なフォトリソグラフィをテンプレートとした屈折率誘起実験を実施した。

②屈折率分布の観察

構造テンプレートと屈折率変調の関係を調べるため、ガラス基板上に誘起される屈折率分布を共焦点レーザー顕微鏡(CLSM)により観察した。

③有効な転写構造

誘起される屈折率変調の周期依存性を調べた。サブミクロン~マイクロオーダー周期の構造テンプレートを用いた実験を実施した。

- (3) より効率的な光損失の抑制方法の検討

①ケミカルエッチングによる選択性

光損失の抑制効率をより高めるため、ガラス内に誘起される屈折率分布と表面の形状を組み合わせる方法について検討した。コロナ帯電により処理したガラスを KOH 水溶液を用いてケミカルエッチングし、エッチングの選択性を調べた。

②水溶液コートによるレリーフ構造形成

コロナ帯電処理を行ったガラス表面の濡れ性改善に着目し、粘性の高い水溶液のコートによる表面への影響を調べた。

4. 研究成果

コロナ帯電によるガラス内の屈折率変調度は、ガラス内のアルカリ金属イオンの含有濃度に依存し、帯電処理により屈折率は低下していることが分かった。変調の周期が大きいほど、屈折率の変調度も高くなる。正確なメカニズムの解明に向け、現在分析が進行している。本方法により効率良く形成できる屈折率変調構造を検討し、ガラスの光損失を抑制することが出来た。従来の構造的反射防止構造に比べ十分な結果は得られなかったが、更に効果を高めるための実験の中で、コロナ帯電のパターンに対応し、表面に凹凸構造を形成することのできる新奇の現象を発見することが出来た。

本研究の中で、汎用性の高いガラスやテンプレートの材料が使用可能であることが明らかとなった。現象の応用にあたって非常に意義深いと言え、成果として2件の国際会議発表(うち1件は招待講演)と、1報の論文発表として発信しており、更に現在2報の論文を投稿している。応用に向けた大面積処理も手掛けており、100mm×100mmへの均一処理が可能となった。今後、現象のメカニズムが明らかになることで、新たに発見した凹凸形成法と併せ、更に光損失を抑制した機能性ガラスの実現に近づくと確信している

それぞれの課題で得られた具体的な結果を以下に述べる。

(1) 屈折率が変化するメカニズムの解明

①屈折率計測

ガラスの材質に着目した比較実験を行った結果、アルカリ金属イオンの含有濃度と誘起屈折率変化量の間、正の相関関係が認められた。屈折計を用いた計測結果、 10^{-4} 以上の屈折率変化が達成されていないことが分かった。この時得られた回折効率から、屈折率変調領域の深さを見積もったところ数100nmオーダー程度であることが推定された。

②誘起屈折率分布の消去

屈折率変調分布が転写されたガラスを長時間加熱した結果、徐々にその分布が消去されていくことが分かった。また、加熱時にコロナ帯電処理を行うと、2時間程度の処理で、屈折率の分布はほぼ完全に消去された。1度消去が完了したガラスには再度屈折率変調分布を転写出来ないことが分かった。

(2) 光損失を抑制するための屈折率分布の最適化

①使用可能なテンプレート

アゾポリマーだけではなく、ポリスチレン製の微粒子($3\mu\text{m}\phi$)をガラス上に単層に自己組織化したテンプレートや、マスク露光を行い現像したフォトリソ膜構造も、コロナ帯電処理による屈折率分布誘起に有効なテ

ンプレートとして機能することが分かった。これにより、従来アゾポリマーでは形成することが難しかった周期の構造や、高いSNの構造、非周期的な構造テンプレートを作製することが可能となった。

②屈折率分布の観察

ポリスチレン微小球やフォトリソを用いて形成される屈折率変調パターンをCLSMで観察することで、テンプレートと変調分布の関係が明らかになった。配向微小球をテンプレートとしてコロナ帯電処理したガラス表面のCLSM像をFig. 2に示す。この図は、ガラス表面の反射光強度分布を明暗で示している。このことから、ガラス基板がテンプレートでマスクされていない部分の反射率が減衰、つまり屈折率が低下しているということが分かった。

③有効な転写構造

テンプレートとして、周期の異なる回折格子を用い、ガラスに形成される屈折率分布から得られる回折効率を調べた結果、その効率は周期が大きくなるにつれて高くなることが分かった。この結果は、屈折率変調度に周期依存性があることを示唆し、大きな周期であるほど、屈折率の変調度が高くなることが分かった。これにより、コロナ帯電処理による屈折率変化は、 10^{-3} オーダーまで向上させることができた。一方、サブ波長のような微細なパターンは、コロナ帯電処理だけでは光損失抑制に十分な屈折率変調を得ることは困難であると判断された。光損失の抑制効率を高めるため、ガラス表面の形状との組み合わせについて検討を行った。

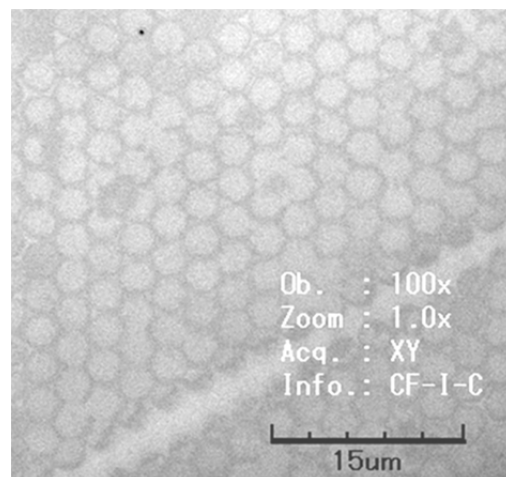


Fig. 2: 配向微小球をテンプレートとして屈折率が変調されたガラス表面のCLSM像

(3) より効率的な光損失の抑制方法の検討

①ケミカルエッチングによる選択性

コロナ帯電処理により、屈折率分布が転写されたガラスを KOH 水溶液でケミカルエッチングしたところ、選択性を持ったエッチングが行われることが分かった。テンプレートでマスクされていない屈折率が低下した部分が、屈折率が低下していない部分に比べ 1.6 倍のエッチングレートでエッチングされ、ガラス表面に凹凸形状が形成されることが分かった。2 時間のコロナ帯電処理により 4 μm 周期の屈折率変調を起したガラスの、ケミカルエッチング前後の断面図を原子間力顕微鏡 (AFM) により観察した (Fig. 3)。エッチングレートの増幅は、表面から 200nm 程の深さまで届いていたことから、行った実験条件では表面から深さ 200nm までのガラスの屈折率が低下していたと見積もることが出来た。

②水溶液コートによるレリーフ構造形成

PVA とグルコースを溶かした粘性の高い水溶液を、コロナ帯電処理により回折格子を転写したガラス上にコートすると、乾燥が進むにつれて表面がレリーフ形状になることが分かった。深さ 1 μm 以上のレリーフが水溶液を乾燥するだけで形成することが出来た。CLSM で観察した、水溶液乾燥前後の断面図を Fig. 4 に示す。得られる回折効率は、ガラスのみで得られる効率の 100 倍以上に増幅することが出来た。

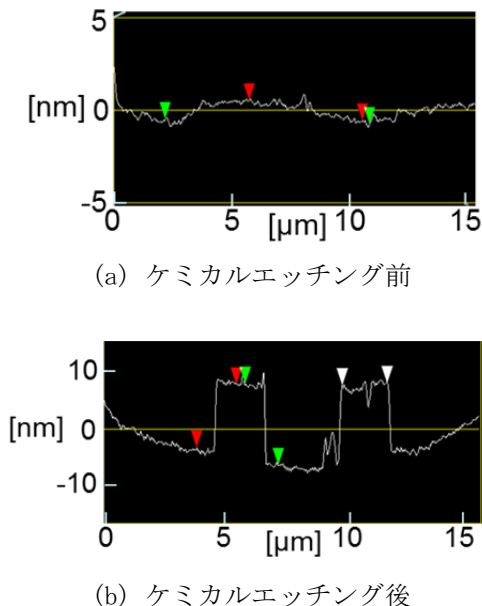
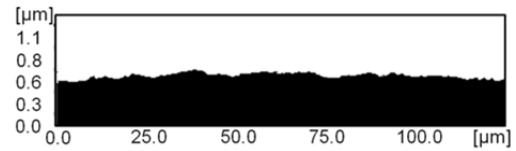
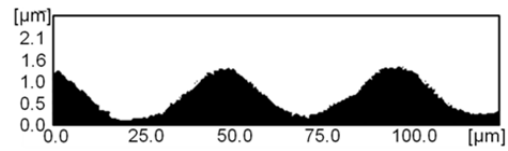


Fig. 3: AFM により観察したケミカルエッチング前後のガラス表面の断面図



(a) 乾燥前



(b) 乾燥後

Fig. 4: CLSM により観察した水溶液表面の断面図

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 2 件)

1. D. Sakai, D. Miho, K. Harada, D. Barada, and T. Fukuda

Replicative Fabrication of Diffractive Structure from Self-Assembled Particles onto a Glass Substrate Using Corona-Charging Treatment, *Optical Review*, 査読あり, vol.17 pp187-190 (2010).

2. D. Sakai, D. Miho, K. Harada, D. Barada, and T. Fukuda, Study of Grating Structures Transferred to Glass Substrates via Corona Charging, *Japanese Journal of Applied Physics*, 査読あり, vol.49 01AE01-1-4 (2010).

[学会発表] (計 6 件)

1. 酒井大輔, 福田隆史, 原田建治, コロナ帯電処理ガラス基板を利用したレリーフ構造の形成, *Optics & Photonics Japan 2011*, 2011 年 11 月 29 日, 大阪大学

2. D. Sakai, T. Fukuda, E. Uchida, K. Harada, and D. Barada, Unique Amplification Method for Diffraction Efficiency of the Grating Recorded in a Glass Substrate by Corona-charging Treatment, *Sixth International Conference on Molecular Electronics and Bioelectronics*, 2011 年 3 月 16 日, Sendai International Center, Japan

3. 酒井大輔, 内田江美, 原田建治, 茨田大輔, 福田隆史, コロナ帯電処理を用いたガラスへの情報記録 -フォトレジストの適用可能性検討と記録メカニズムの考察-, 第 71 回応用物理学会学術講演会, 2010 年 9 月 15 日, 長崎大学

4. 酒井大輔, 原田建治, 茨田大輔, 福田隆

史, コロナ帯電法によってガラス基板に転写されたホログラムの消去に関する検討, 第 57 回応用物理学関係連合講演会, 2010 年 3 月 17 日, 東海大学

5. 酒井大輔, 原田建治, 三保大地, 茨田大輔, 福田隆史, ガラスへの機能性付加に向けたコロナ帯電による光学記録の転写・消去に関する研究, 第 70 回応用物理学学会学術講演会, 2009 年 9 月 8 日, 富山大学

6. D. Sakai, D. Miho, K. Harada, D. Barada, and T. Fukuda, Replicative Fabrication of Diffractive Structure from Self-assembled Particles onto a Glass Substrate Using Corona Charging Treatment, The eighth Japan-Finland Joint Symposium on Optics in Engineering 2009, 2009 年 9 月 4 日, Tokyo University of Science, Japan

6. 研究組織

(1) 研究代表者

酒井 大輔 (SAKAI DAISUKE)

北見工業大学・情報システム工学科・研究員

研究者番号: 10534232

研究協力者

原田 建治 (HARADA KENJI)

北見工業大学・情報システム工学科・准教授

研究者番号: 30312820

福田 隆史 (FUKUDA TAKASHI)

独立行政法人産業技術総合研究所・電子光技術研究部門・主任研究員

研究者番号: 50357894

(2) 研究分担者

()

研究者番号:

(3) 連携研究者

()

研究者番号: