

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2019年12月19日(19.12.2019)



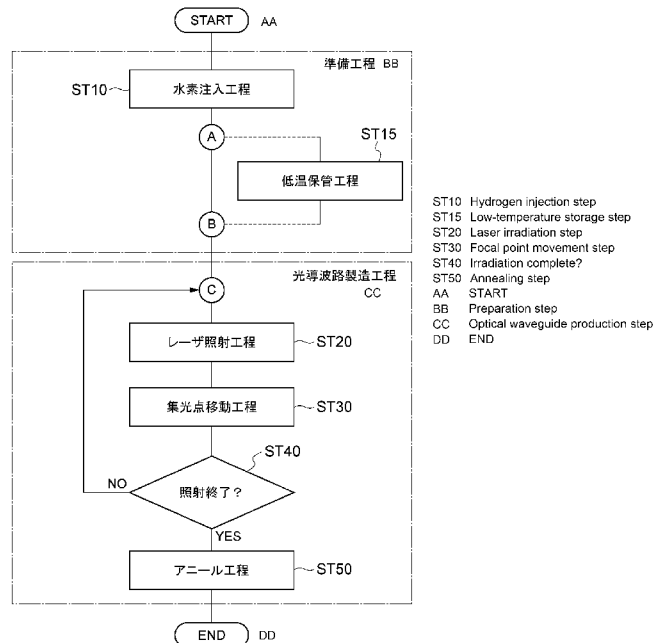
(10) 国際公開番号

WO 2019/239968 A1

- (51) 国際特許分類:
G02B 6/13 (2006.01) *G02B 6/12* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2019/022206
- (22) 国際出願日: 2019年6月4日(04.06.2019)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2018-111779 2018年6月12日(12.06.2018) JP
- (71) 出願人: 住友電気工業株式会社
(SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.)
[JP/JP]; 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜
四丁目5番33号 Osaka (JP).
- (72) 発明者: 長 能 重 博 (NAGANO Shigehiro);
〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番
33号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP).
- (74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外(HASEGAWA Yoshiki
et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二
丁目1番1号丸の内 M Y P L A Z A
(明治安田生命ビル) 9階 創英国際特
許法律事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH,

(54) Title: OPTICAL DEVICE PRODUCTION METHOD

(54) 発明の名称: 光デバイスの製造方法



(57) Abstract: This optical device production method includes a hydrogen injection step, a laser irradiation step, and a focal point movement step, wherein the laser irradiation step and the focal point movement step are repeated in an alternating manner or performed in parallel. At the hydrogen injection step, hydrogen is injected into a glass member that includes B₂O₃, and has a GeO₂ content that is less than 10% in terms of the mass fraction on an oxide basis. At the laser irradiation step, the interior of the glass member injected with hydrogen is

[続葉有]

KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY,
MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,
NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

irradiated with focused femtosecond laser light having a repetition frequency of 10 kHz or more, thereby causing a photoinduced refractive index change in the glass member. At the focal point movement step, the position of the focal point of the femtosecond laser light is moved relative to the glass member.

(57) 要約：光デバイスの製造方法は、水素注入工程と、レーザ照射工程と、集光点移動工程と、を備え、レーザ照射工程および集光点移動工程を交互に繰り返す、若しくは並行して実施する。水素注入工程では、 B_2O_3 を含み、 GeO_2 の含有量が酸化物基準の質量分率で10%未満であるガラス部材に水素を注入する。レーザ照射工程では、水素が注入されたガラス部材の内部に、10kHz以上の繰り返し周波数を有するフェムト秒レーザ光を集光照射して、ガラス部材に対して光誘起による屈折率変化を起こさせる。集光点移動工程では、ガラス部材に対してフェムト秒レーザ光の集光点位置を相対的に移動させる。

明 細 書

発明の名称：光デバイスの製造方法

技術分野

[0001] 本開示は、光デバイスの製造方法に関する。本出願は、2018年6月12日出願の日本出願第2018-111779号に基づく優先権を主張し、前記日本出願に記載された全ての記載内容を援用する。

背景技術

[0002] 光ネットワーク通信などの技術分野では、クラウドサービスの拡大に伴って、データセンターの大規模化や通信データの大容量化が急激な勢いで進められている。その一例として、例えば、シリコンフォトリクスを利用した光IC化や、高密度光配線としてのマルチコア光ファイバ (Multi-Core optical Fiber: 以下、「MCF」と記す) の適用が検討されている。MCFは、高パワーの光が光ファイバに入射されることで生じるファイバ・フューズ (Fiber Fuse) 現象による許容限界を空間分割多重方式により回避する手段となり得るため、次世代の大容量化光ファイバとして注目されている。しかしながら、MCF等の光部品の採用には、隣接するMCF間の接続、あるいはMCFのコアそれぞれから複数のシングルコアファイバへ分岐接続する技術が不可欠である。このような光学部品間の接続を可能にする部品として、例えば、低背カプラ (Low profile coupler)、グレーティングカプラ等が利用可能であるが、中でも、レーザ描画によりガラス内部へ光導波路を形成する三次元光導波路デバイスの製造は、生産性や設計の自由度の観点から注目されている。

[0003] これまでに報告されているレーザ描画による三次元光導波路デバイスは、ガラス材質、添加材料、添加量、チタンサファイア (Ti:S) レーザによるフェムト秒レーザ (約800nm) の照射条件について検討されている。例えば、特許文献1には、SiO₂成分を含有せずP₂O₅成分を含んだガラスにフェムト秒レーザを照射することによって、屈折率変化が誘発された領域

(屈折率変調領域)を空間的に分布させる方法が開示されている。この方法では、アルカリ金属酸化物、アルカリ土類金属等をガラスに添加することによって、ガラスの融点を低下させ、成形加工しやすくしている。また、Siを除く14族、Ti、Zrの酸化物をガラスに添加することにより、化学的耐久性を高めている。さらに、特許文献1には、高い屈折率変化に寄与する B_2O_3 、 GeO_2 等をガラスに添加することが開示されている。また、特許文献1は、Siを含有した材料において、レーザ光を照射した領域の屈折率が低下することを開示している。他方、非特許文献1に開示の方法では、純石英ガラス又はGe添加石英ガラスに対してフェムト秒レーザを照射することによって、屈折率変化を0.03としている。この屈折率が増大した領域では、NB OHC's (nonbridging oxygen hole centers)、Si E'の欠陥が生じていることが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2010-70399号公報

特許文献2：特開平9-311237号公報

非特許文献

[0005] 非特許文献1：K.M.Davis, et al., "Writing waveguides in glass with a femtosecond laser", OPTICS LETTERS, Vol.21, No.21 November 1, 1996, pp.1729-1731

非特許文献2：Y. Ikuta, et al., "Effects of H₂ impregnation on excimer-laser-induced oxygen-deficient center formation in synthetic SiO₂ glass", APPLIED PHYSICS LETTERS, Vol.80, No.21 May 27, 2002, pp.3916-3918

非特許文献3：生田順亮, et al., "真空紫外光用合成石英ガラス", Reports Res. Lab. Asahi Glass Co., Ltd., 54, 2003, pp.31-35

非特許文献4：石川真二 "紫外線書込型長周期ファイバグレーティングの熱緩和特性解析", 信学技法, 11, 1999, pp.19-24

非特許文献5: D.L.Williams, et al., “ENHANCED UV PHOTONSENSITIVITY IN BORON CODOPED GERMANOSILICATE FIBERS”, ELECTRONICS LETTERS, 7th January, 1993, Vol. 29, No. 1, pp.45-47

非特許文献6: B.I.Greene, et al., Photoselective Reaction of H₂ with Germanosilicate Glass”, LEOS’94 (1994), Vol.2, PD-1.2, pp.125-126

非特許文献7: Junji Nishii, et al., “Ultraviolet-radiation-induced chemical reactions through one- and two-photon absorption process in GeO₂-SiO₂ glasses”, OPTICS LETTERS, Vol.20, No.10, May 15, 1995, pp.1184-1186

非特許文献8: K. Hirao, et al., “Writing Waveguides in Silica-related Glasses with Femtosecond Laser”, Jpn. J. APPL. PHYS., Vol.37, suppl. 37-1, 1998, pp.49-52

発明の概要

[0006] 本開示に係る光デバイスの製造方法は、水素注入工程と、レーザ照射工程と、集光点移動工程と、を備え、レーザ照射工程および集光点移動工程を交互に繰り返す、若しくは並行して実施する。水素注入工程では、B₂O₃を含み、GeO₂の含有量が酸化物基準の質量分率で10%未満であるガラス部材に水素を注入する。レーザ照射工程では、水素が注入されたガラス部材の内部に、10kHz以上の繰り返し周波数を有するフェムト秒レーザ光を集光照射して、ガラス部材に対して光誘起による屈折率変化を起こさせる。集光点移動工程では、ガラス部材に対してフェムト秒レーザ光の集光点位置を相対的に移動させる。

図面の簡単な説明

[0007] [図1]本開示に係る光デバイスの製造方法を説明するためのフローチャートである。

[図2]本開示に係る光デバイスの製造方法を実施するための製造装置の構成を示す図である。

[図3]ガラス部材を構成する主な異なる材料(SiO₂、B₂O₃)それぞれに

ついて、入射光波長に対する透過率変化の測定結果を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0008] [本開示が解決しようとする課題]

[0009] 発明者らは、従来の光導波路デバイスの製造方法について検討した結果、以下のような課題を発見した。すなわち、純石英にフェムト秒レーザを照射した際に生じる NBOHC' s、 SiE' の欠陥は、外乱に弱く、不安定な状態であり、安定性に問題がある。また、欠陥、組成変形等を生じるには、 SiO_2 、添加材料の結合手を切断するエネルギーが必要である。そのため、波長400nmよりも短い波長、例えば、波長200nmが有効である。しかし、ガラス部材に添加されているGeによって波長400nm程度からレーザ光の吸収が生じるため、レーザ光の波長を400nm以上とする必要がある。すなわち、400nmよりも短い波長を使用することは困難である。400nm以上のレーザ光を使用した場合、必要なエネルギーが不足することによって屈折率変化を生じさせる効率が低下する虞がある。また、純石英ガラスやGe添加の石英ガラスでは、熔融温度が1100℃以上と高く、ガラス形成加工における熱処理等の影響によって、ガラス表層から外部へGeが拡散し、ガラス表層とガラス内部とにGe濃度分布が生じる。これにより、ガラスに歪みが生じ、光学研磨、切断等の加工の際にガラスにクラック等が入る虞がある。

[0010] 本開示は、上述のような課題を解決するためになされたものであり、ガラス部材の加工性の低下を抑制し、安定した高屈折率領域を効率よく形成するための光デバイスの製造方法を提供することを目的としている。

[本開示の効果]

[0011] 本開示によれば、ガラス部材の加工性の低下を抑制し、安定した高屈折率領域を効率よく形成するための光デバイスの製造方法を提供することができる。

[0012] [本開示の実施形態の説明]

本開示の実施形態の内容をそれぞれ個別に列挙して説明する。一実施形態

に係る光デバイスの製造方法は、水素注入工程と、レーザ照射工程と、集光点移動工程と、を備え、レーザ照射工程および集光点移動工程を交互に繰り返す、若しくは並行して実施する。水素注入工程では、 B_2O_3 を含み、 GeO_2 の含有量が酸化物基準の質量分率（mass fraction）（すなわち、 Ge 等のガラスを構成する元素やドーパントが酸化物（たとえば GeO_2 ）の形で含まれていると仮定して、全体の質量に対する対象の酸化物の質量の割合）で10%未満であるガラス部材に水素を注入する。レーザ照射工程では、水素が注入されたガラス部材の内部に、10kHz以上の繰り返し周波数を有するフェムト秒レーザ光を集光照射して、ガラス部材に対して光誘起による屈折率変化を起こさせる。集光点移動工程では、ガラス部材に対してフェムト秒レーザ光の集光点位置を相対的に移動させる。

[0013] なお、本明細書において、「光誘起による屈折率変化」とは、レーザ光などの光照射によりガラス内部で誘起される屈折率変化を意味する。また、「屈折率変化」は、光照射領域以外の屈折率を基準とした、屈折率変化が生じた光照射領域内における最大屈折率差 Δn で規定される。光照射によりガラス内で誘起される屈折率変化 Δn は、ガラス内部に残留する圧力（圧縮応力および／または引張応力）に起因した屈折率変化 Δn_p （以下、「圧力由来の屈折率変化」と記す）と、ガラス内部で生じる添加材料の結合欠陥やガラス内部における組成変動に起因した屈折率変化 Δn_d （以下、「構造由来の屈折率変化」と記す）との組み合わせである。

[0014] 本実施形態の一態様では、ガラス部材に B_2O_3 を添加することによって、ガラス部材の熔融温度を500℃以下にまで下げることができる。また、ガラス部材における GeO_2 の含有量が酸化物基準の質量分率で10%未満であるため、 Ge 濃度分布による歪みの発生が抑制される。すなわち、ガラス部材の加工性の低下を抑制できる。さらに、水素の注入により構造由来の屈折率変化 Δn_d の更なる増大が可能となり、より大きな屈折率変化 Δn が形成される（光閉じ込め効率の向上）。また、構造由来の屈折率変化が生じた場合に、ガラスに注入された水素の効果によって屈折率変化領域の安定性が向

上する。すなわち、ガラス内部への安定した高屈折率領域の形成を行うことができる。また、上述の通り、ガラス部材におけるGeO₂の含有量が酸化物基準の質量分率で10%未満であるため、Geによる光吸収は極めて小さい、あるいは無視することができる。これにより、照射するレーザ光の波長として、エネルギーの高い、短いレーザ波長を選択することが可能となる。その結果、屈折率増大領域を効率よく形成できる。以上のように、本実施形態の一態様では、ガラス部材の加工性を向上させ、安定した高屈折率領域を効率よく形成することができる。

[0015] 本実施形態の一態様として、ガラス部材はSiO₂を主成分とし、Geを含まなくてもよい。この場合、Geの影響を全く受けない安定したガラス部材を形成することができる。

[0016] 本実施形態の一態様として、ガラス部材は、アルカリ金属及びアルカリ土類金属のうちの1つ以上を含んでもよい。この場合、ガラス部材の熔融温度の低下に寄与する。

[0017] 本実施形態の一態様として、フェムト秒レーザ光の波長は、265 nm以上420 nm以下の範囲内であってもよい。この場合、フェムト秒レーザからのレーザ光が照射されたガラス部材内部の同一位置において、圧力由来の屈折率変化 Δn_p と構造由来の屈折率変化 Δn_d の双方を生じさせることができる。また、構造由来の屈折率変化 Δn_d を効率よく形成できる。

[0018] 本実施形態の一態様として、水素注入工程は、ガラス部材を10⁶ Pa以上の水素雰囲気中に保持する工程を含んでもよい。

[0019] [本願発明の実施形態の詳細]

本願発明に係る光デバイスの製造方法の具体例を、以下に添付の図面を参照しながら詳細に説明する。なお、本発明は、これら例示に限定されるものではなく、請求の範囲によって示され、また、請求の範囲と均等の意味および範囲内での全ての変更が含まれることが意図されている。また、図面の説明において同一の要素には同一符号を付して重複する説明を省略する。

[0020] 図1は、本実施形態に係る光デバイスの製造方法を説明するためのフロー

チャートである。また、図2は、本実施形態に係る光デバイスの製造方法を実施するための製造装置の構成を示す図である。

[0021] 図2に示された製造装置は、フェムト秒レーザ20と、該フェムト秒レーザ20を駆動させるためのレーザ駆動部25と、集光光学系（集光レンズ）30と、X-Y-Zステージ40と、該X-Y-Zステージ40を駆動させるためのステージ駆動部45と、これら各部の動作を制御するための制御部50と、を備える。

[0022] レーザ駆動部25は、制御部50からの指示に従って、フェムト秒レーザ20から出力されるパルスレーザ光（以下、「フェムト秒レーザ光」と記す）のパワーおよび繰り返し周波数を制御する。これにより、フェムト秒レーザ20からは、数百フェムト秒以下のパルス幅を有するフェムト秒レーザ光が出力可能である。特に、パルス幅が数百フェムト秒以下に設定されたフェムト秒レーザ光は、そのピークパワーを 10^5 W/cm^2 以上にする事ができるため有効である。また、出力されるフェムト秒レーザ光の繰り返し周波数は、ガラス材料の内部に形成される光導波路の屈折率および構造を滑らかにする為には 10 kHz 以上であるのが好ましい。X-Y-Zステージ40のデバイス搭載面上には、光デバイスとなるべきガラス部材10が置かれる。

[0023] ガラス部材10を形成する基板材料は、 SiO_2 を主成分とする。「 SiO_2 を主成分とする」とは、酸化物基準の質量分率で SiO_2 が全体の50%よりも多く含有されていることを意味する。一例として SiO_2 の含有量範囲は、酸化物基準の質量分率で約50～100%であってよく、より好ましくは60%以上95%以下であってよい。

[0024] ガラス部材10の形成を行ううえで、材料の溶融温度が低いことは有用である。本実施形態のガラス部材10は、溶融温度を下げる作用を有する B_2O_3 を含んでいる。 B_2O_3 は、添加量が適切な範囲にあるときに、安定なガラスを形成する。一例として、 B_2O_3 の添加量範囲は、酸化物基準の質量分率で、10%以上50%未満であってよく、より好ましくは10～40%であっ

てよい。

[0025] また、熔融温度を低下させる更なる添加材料としては、アルカリ金属、アルカリ土類金属等が有効である。アルカリ金属では、例えば、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 等が挙げられる。アルカリ土類金属では、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO 等が挙げられる。また、他の有効な添加材料としては ZnO が挙げられる。アルカリ金属である Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 等は、添加量が30%以下の場合に化学的耐久性の低下がみられない。そのため、アルカリ金属の添加量範囲は、0～30%であってよく、より好ましくは0～20%であってよい。アルカリ土類金属である MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO 等は、添加量が30%以下であればガラスの安定性を低下させないため、アルカリ土類金属の添加量範囲は、0～30%であってよく、より好ましくは0～20%であってよい。

[0026] 熔融温度を下げる作用を有する B_2O_3 は、フェムト秒レーザを照射した際の屈折率増加にも寄与し得る。このような添加材料としては、 B_2O_3 以外に、 GeO_2 、 Al_2O_3 、 Ga_2O_3 、 In_2O_3 、 Bi_2O_3 、希土類酸化物等が挙げられる。これらの添加材料は、添加量が40%以下の場合であれば、ガラス部材を失透させ難く、熔融温度の上昇を引き起こし難い。そのため、添加量範囲は、0～40%であってよく、より好ましくは0～30%であってよい。ただし、 GeO_2 は、後述のように400nm以下の光を吸収するため、照射されるレーザ光の短波長化を制約する。また、 GeO_2 はガラス部材の歪みを発生させる原因になる。そのため、 GeO_2 に関しては、 GeO_2 の作用が無視できる程度の添加量である必要がある。例えば、 GeO_2 の添加量の上限は、酸化物基準の質量分率で10%未満であり、より好ましくは5～8%である。一例として、 GeO_2 は無添加であってよい。

[0027] ガラス部材の化学的耐久性を向上させる添加材料としては、 SnO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 などが挙げられる。 SnO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 などは、添加量が40%以下の場合であれば、ガラス部材を失透させ難く、熔融温度の上昇を引き起こし難い。そのため SnO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 などの添加量範囲は

、0～40%であってよく、より好ましくは0～30%であってよい。

[0028] 清澄剤に用いられる添加材料としては、 Sb_2O_3 が挙げられる。 Sb_2O_3 の添加量は40%以下であってよい。

[0029] ガラス部材には、あらかじめ H_2 が注入されている。ガラス部材への水素注入は、屈折率変化後の安定性、および高屈折率の向上に寄与するため、極めて重要な要素となる。フェムト秒レーザ20から出力されたフェムト秒レーザ光は、集光光学系30により、X-Y-Zステージ40上に設置されたガラス部材10の内部（集光点位置35）に集光される。これにより、ガラス部材10の内部に屈折率変化領域15（光導波路）が形成される。

[0030] ステージ駆動部45は、制御部50からの指示に従って、X-Y-Zステージ40のデバイス搭載面が、X軸方向、Y軸方向、およびZ軸方向それぞれに沿って移動するよう、X-Y-Zステージ40を駆動させる。この構成により、ガラス部材10に対してフェムト秒レーザ光の集光点位置35が相対的に移動することになる。制御部50は、上述のようにレーザ駆動部25およびステージ駆動部45の各動作を制御することにより、ガラス部材10の内部に任意パターン（Z軸の深さ方向情報を加味したX-Y平面上に投影された光導波路の形状に一致）の屈折率変化領域15を作り込む（光デバイスとしての光導波路デバイスの製造）。

[0031] 次に、上述のような構成を有する製造装置を利用して光デバイス（本実施形態に係る光デバイス）を製造する、本実施形態に係る光デバイスの製造方法を図1のフローチャートに沿って説明する。なお、以下の説明では、一例として、任意パターンの光導波路（屈折率変化領域）が作りこまれた三次元光導波路デバイス（光デバイス）を製造する場合について説明する。

[0032] 本実施形態に係る光デバイスの製造方法は、準備工程と、光導波路製造工程により、構成されている。まず、準備工程では、三次元光導波路デバイスとなるべきガラス部材10（例えば平行平板ガラス）が用意され、一旦、チャンバー内に設置される。ガラス部材10が設置された状態で、チャンバー内には99.9%以上の純度の水素ガスが導入され、当該チャンバー内の気

圧が 10^6 Pa（ほぼ 10^6 Pa）以上に維持される。水素注入期間は、1日以上、4週間以内である。硝材の厚さが例えば0.5 mm以上の場合、 H_2 の拡散速度の兼ね合いにより、必要に応じて4週間以上とする場合もある。これにより、ガラス部材10に水素が注入される（ステップST10）。なお、ステップST10の水素注入工程直後に光導波路製造工程が行われない場合は、ガラス部材10から抜け出る水素量を抑制するため、該水素が注入されたガラス部材10が -10°C 以下で低温保管される（ステップST15）。なお、ステップST15（低温保管工程）は、図1中の点A～点Bで示された期間に実施される。

[0033] 光導波路製造工程では、水素が注入されたガラス部材10の内部に任意パターンの光導波路（屈折率変化領域15）が作りこまれる。具体的に、水素が注入されたガラス部材10は、ステップST10の完了後、直ちにX-Y-Zステージ40のデバイス搭載面上に設置され、フェムト秒レーザ光が照射される（ステップST20）。制御部50は、フェムト秒レーザ20から、ガラス部材10の内部において光誘起による屈折率変化を起こさせるエネルギー量を有するとともに 10 kHz 以上の繰り返し周波数を有するフェムト秒レーザ光が出力されるよう、レーザ駆動部25を制御する。フェムト秒レーザ20から出力されたフェムト秒レーザ光は、集光光学系30により、ガラス部材10の内部に集光され、このフェムト秒レーザ光の集光点位置35の近傍（集光領域）において光誘起による屈折率変化が形成される。ガラス部材10における所定部位のレーザ照射が完了すると、制御部50は、ステージ駆動部45を制御し、X-Y-Zステージ40のデバイス搭載面上に設置されたガラス部材10の位置を移動させる（ステップST30）。このように、集光点移動工程（ステップST30）では、ガラス部材10の設置位置および／またはフェムト秒レーザ光の集光点位置35を連続的または断続的に変更することにより、ガラス部材10の内部におけるフェムト秒レーザ光の集光点位置35が移動する。なお、ガラス部材10の設置位置および／またはフェムト秒レーザ光の集光点位置35が連続的に変更される場合に

は、レーザ照射工程（ST20）および集光点移動工程（ST30）は並行して実施され得る。

[0034] なお、上記ステップST20のレーザ照射工程およびステップST30の集光点移動工程、すなわち、制御部50によるレーザ駆動部25およびステージ駆動部45の動作制御は、ガラス部材10の内部に予め設計された光導波路パターンが形成されるまで、図1中の点Cで示された時点に戻って、照射条件を変更しながら、または同条件で繰り返し行われる（ステップST40）。ガラス部材10への光導波路（屈折率変化領域15）の作り込みが完了すると（ステップST40）、長期間、 Δn が変化しないように、エージング処理や、残留水素を除去するため、ガラス部材10はアニールされる（ステップST50）。以上の工程（ステップST10～ST50、または、ステップST15を含むステップST10～ステップST50）を経て、三次元光導波路デバイスが得られる。

[0035] 次に、三次元光導波路デバイスを製造するための上記レーザ照射工程（ステップST20）について、詳細に説明する。

[0036] まず、製造されるべき三次元光導波路デバイスは、ベース材料となるガラス部材にレーザ光を集光させる必要がある。すなわち、レーザ光の集光領域において屈折率を増大させながらガラス部材に対する集光領域（集光点位置35を含む）の相対位置を移動させることで（レーザ集光領域のスキャン）、ガラス部材内において任意パターンの屈折率変化領域が形成される。このような任意パターンの屈折率変化領域を形成するため、照射系にはレーザ光源および集光光学系が必要となるとともに、集光光学系と連動して動作する稼動ステージが必要となる。図2の例では、レーザ光源としてのフェムト秒レーザ20およびレーザ駆動部25、集光光学系30としての集光レンズ、および、稼動ステージとしてのX-Y-Zステージ40およびステージ駆動部45が設けられている。制御部50は、これら各部の動作を制御する。

[0037] ガラス部材にレーザを集光させることにより該ガラス部材の内部において屈折率を増大させるメカニズムは、以下の2つに分類される。

- [0038] 第1のメカニズムは、Ti:Sレーザ（波長800nm以下のフェムト秒レーザ）による屈折率増大メカニズムである。このTi:Sレーザによる屈折率増大メカニズムでは、ガラス部材の内部におけるレーザが集光された領域に高圧プラズマが発生する。ガラス部材のレーザ集光領域では、高圧プラズマの衝撃により動的圧縮から外側に圧力波が発生・伝搬することで、レーザ集光領域においてガラスの密度変化が生じる。更にレーザ照射後には、弾性拘束によりレーザ集光領域の中心部に圧縮応力が発生することで、ガラス部材の内部に高密度ガラス領域が形成される。このとき、高密度ガラス領域における屈折率変化 Δn は、0.015程度となる。この第1のメカニズムにより生じる屈折率変化が、圧力由来の屈折率変化 Δn_p に相当する。
- [0039] 第2のメカニズムは、ガラス部材に含まれる材料の結合手をレーザ光によって切断することにより結合欠陥を生じさせ、この結合欠陥により屈折率を変化させるメカニズムである。結合欠陥や組成変動が生じることにより、レーザ照射領域の屈折率のみが周囲の領域よりも高められる。すなわち、構造由来の屈折率変化である。なお、この第2のメカニズム（構造由来の屈折率変化）は、例えば光ファイバのコアにグレーティング構造を形成する際にも用いられる。
- [0040] この第2のメカニズムにおいては、添加材料の結合手を切断するために、添加材料の吸収端波長よりも短い波長のレーザ光を用いてもよい。しかしながらその場合、ガラス部材の光入射面と集光領域との間に存在するガラス材料の領域においても、集光領域に向かう（集光前の）レーザ光を添加材料が吸収し、添加材料の結合手が切断される。したがって、集光領域のみに屈折率変化を生じさせることが難しい。そこで、本実施形態では、多光子吸収（主に2光子吸収）によって集光領域においてのみ添加材料の結合手を切断し、屈折率変化を生じさせる。例えば2光子吸収の場合、2光子吸収が生じた領域ではレーザ光の波長の $1/2$ の波長に相当するエネルギーがガラス材料に与えられる。したがって、レーザ光の波長の $1/2$ が添加材料の吸収端波長よりも短く、レーザ光の波長が添加材料の吸収端波長よりも長くなるよう

にすれば、2光子吸収が生じる領域のみににおいて添加材料の結合手を切断することが可能となる。なお、光強度が高くなる集光領域においてのみ2光子吸収を生じさせ、ガラス部材の光入射面と集光領域との間に存在するガラス材料の領域において2光子吸収を生じさせないためのレーザ光の照射条件の調整は、極めて容易である。

[0041] 図3は、ガラス部材を構成する材料 (SiO_2 、 B_2O_3) それぞれについて、入射光波長に対する透過率変化の測定結果を示すグラフである。なお、図3では、 GeO_2 についての入射光波長に対する透過率変化の測定結果を破線で示している。図3に示されるように、 SiO_2 の透過率は150nmから220nmにかけて次第に上昇しており、 B_2O_3 の透過率は200nmから265nmにかけて次第に上昇しており、 GeO_2 の透過率は350nmから420nmにかけて次第に上昇している。ガラス部材10が GeO_2 を10%以上含む場合、 GeO_2 の吸収端波長よりも短い波長のレーザ光を照射すると、集光領域のみに屈折率変化を生じさせることが困難となる。本実施形態では、ガラス部材における GeO_2 の添加量が10%未満であるため、 GeO_2 による光の吸収は生じない、又は極めて小さい。そこで、フェムト秒レーザ光の波長は、 GeO_2 の吸収端波長よりも短い420nm未満とすることができる。例えば、フェムト秒レーザ光の波長を420nm (図3にD1で示す) とした場合、2光子吸収による波長は210nm (図3にD2で示す) となる。この場合、 B_2O_3 の結合手を切断することができる。ただし、 SiO_2 の結合手を効率的に切断することは困難である。

[0042] そこで、フェムト秒レーザ光の波長としては、波長380nm以下が有利であり、360nm以下は更に有利である。例えば、フェムト秒レーザ光の中心波長が360nm (図3にD3で示す) である場合、2光子吸収によるエネルギーは、180nm (図3にD4で示す) の波長の光のエネルギーに相当する。この場合、 SiO_2 の結合手を切断することができ、欠陥や組成変形を生じさせる上で有効である。なお、フェムト秒レーザ光の波長が B_2O_3 の吸収端波長よりも短い265nm以下の場合には、集光領域のみに屈折率

変化を生じさせることが困難となる。そのため、フェムト秒レーザ光の波長
の下限は265nmであってよい。

[0043] その他、レーザ光源に要求される条件としては、パルス幅は1ピコ秒よりも狭く、高ピークパワーを有している固体レーザやガスレーザ、ファイバレーザ等の基本波長、あるいは、波長変換波長が有効である。特に、数百フェムト秒以下のパルス幅は、ピークパワーを 10^5 W/cm^2 以上にする事ができるため、有効である。またレーザ光源から出力されるパルスレーザ光の繰り返し周波数は、製造時間の短縮のため、10kHz以上が望ましい。

[0044] 以上説明した光デバイスの製造方法では、ガラス部材10に B_2O_3 を添加することによって、ガラス部材10の熔融温度を500℃以下にまで下げることができる。また、ガラス部材10における GeO_2 の含有量が酸化物基準の質量分率で10%未満であるため、Ge濃度分布による歪みの発生が抑制される。すなわち、ガラス部材10の加工性の低下を抑制できる。さらに、水素の注入により構造由来の屈折率変化 Δn_d の更なる増大が可能となり、より大きな屈折率変化 Δn が形成される（光閉じ込め効率の向上）。その結果、ガラス部材10内に形成される屈折率変化領域（光導波路領域）の曲率半径をより小さく設計できることから、得られる光デバイスの小型化が可能になる。

[0045] また、 H_2 が注入されたサンプル（水素処理）と H_2 が注入されないサンプル（非水素処理）とを比較した場合、フェムト秒レーザ光の照射によって増大した屈折率増加分の緩和速度は、 H_2 が注入されていないサンプルの方が速い。すなわち、非水素処理のサンプルの活性化エネルギーは、水素処理のサンプルに比べて小さいため、反応速度の観点から、非水素処理のサンプルに書き込まれた屈折率増加領域は不安定と考えられる。本実施形態では、水素処理が行われていることによって、フェムト秒レーザ光の照射によって切断された結合手が水素で終端されと考えられる。これにより、 B_2O_3 が添加されたガラス材料の内部に形成された屈折率変化領域を安定化させることが可能となる。このように、構造由来の屈折率変化が生じた場合に、ガラスに

注入された H_2 の効果によって屈折率変化領域の安定性が向上する。すなわち、ガラス内部への安定した高屈折率領域の形成を行うことができる。

[0046] また、圧力由来の屈折率変化 Δn_p は、例えば、上記非特許文献1に記載されたような、レーザ照射によるガラス内部における特定部位の高密度領域化により形成される（百分率表示で1.5%程度）。また、構造由来の屈折率変化 Δn_d は、例えば上記非特許文献5～7に記載されたような、ファイバグレーティングの製造等で利用されている屈折率増加メカニズムにより形成される。

[0047] 上記非特許文献5～7では、ガラス部材にGeが添加されているため、400nm以下の波長の光は、Geによって吸収される。特許文献2、非特許文献8によれば、質量分率95%の SiO_2 、質量分率5%の GeO_2 からなる石英ガラスに波長800nmのフェムト秒レーザを照射した場合、その集光領域の屈折率は3%程度上昇する。このような屈折率の上昇は、圧力由来の屈折率変化 Δn_p と、構造由来の屈折率変化 Δn_d が組み合わされた結果であると考えられる。しかし、レーザ波長が800nmなので、 GeO_2 起因の構造由来の屈折率変化 Δn_d を誘発するためには、少なくとも波長800nmの3光子吸収以上の多光子吸収によるエネルギーが必要である。2光子吸収の発生確率に比べ3光子吸収以上の多光子吸収の発生確率は著しく低い。加えて、形成加工工程での熱処理によって、ガラス部材では GeO_2 の濃度分布に起因する歪みが誘発される。この場合、研磨や切断等の加工性が低下する。

[0048] 本実施形態では、ガラス部材10における GeO_2 の含有量が酸化物基準の質量分率で10%未満であるため、Geによる光吸収は低く抑えられ、無視できるレベルとなる。これにより、照射するレーザ光として、エネルギーの高い、短波長のレーザ光を選択することが可能となる。その結果、屈折率増大領域を効率よく形成できる。以上のように、本実施形態の一態様では、ガラス部材10の加工性を向上させ、安定した高屈折率領域を効率よく形成することができる。

[0049] また、ガラス部材 10 が SiO_2 を主成分とし、Ge を含まない場合、Ge の影響を全く受けない安定したガラス部材を形成することができる。

[0050] また、ガラス部材 10 がアルカリ金属及びアルカリ土類金属のうちの 1 つ以上を含んでいる場合、屈折率変化領域における屈折率の向上に寄与するとともに、ガラス部材 10 の熔融温度の低下に寄与する。ガラス部材 10 の熔融温度が低下することによって、ガラス部材 10 を容易に加工することができる。

[0051] また、フェムト秒レーザ光の波長は、265 nm 以上 420 nm 以下の範囲内であってもよい。この場合、フェムト秒レーザからのレーザ光が照射されたガラス部材内部の同一位置において、圧力由来の屈折率変化 Δn_p と構造由来の屈折率変化 Δn_d の双方を生じさせることが可能になる。また、フェムト秒レーザ光が高いエネルギーを有するため、構造由来の屈折率変化 Δn_d を効率よく形成できる。

[0052] また、水素注入工程は、ガラス部材を 10^6 Pa 以上の水素雰囲気中に保持する工程を含んでもよい。この場合、ガラス部材 10 に対する水素の注入が好適に実施され得る。

[0053] 本発明による光デバイスの製造方法は、上述した実施形態に限られるものではなく、他に様々な変形が可能である。

符号の説明

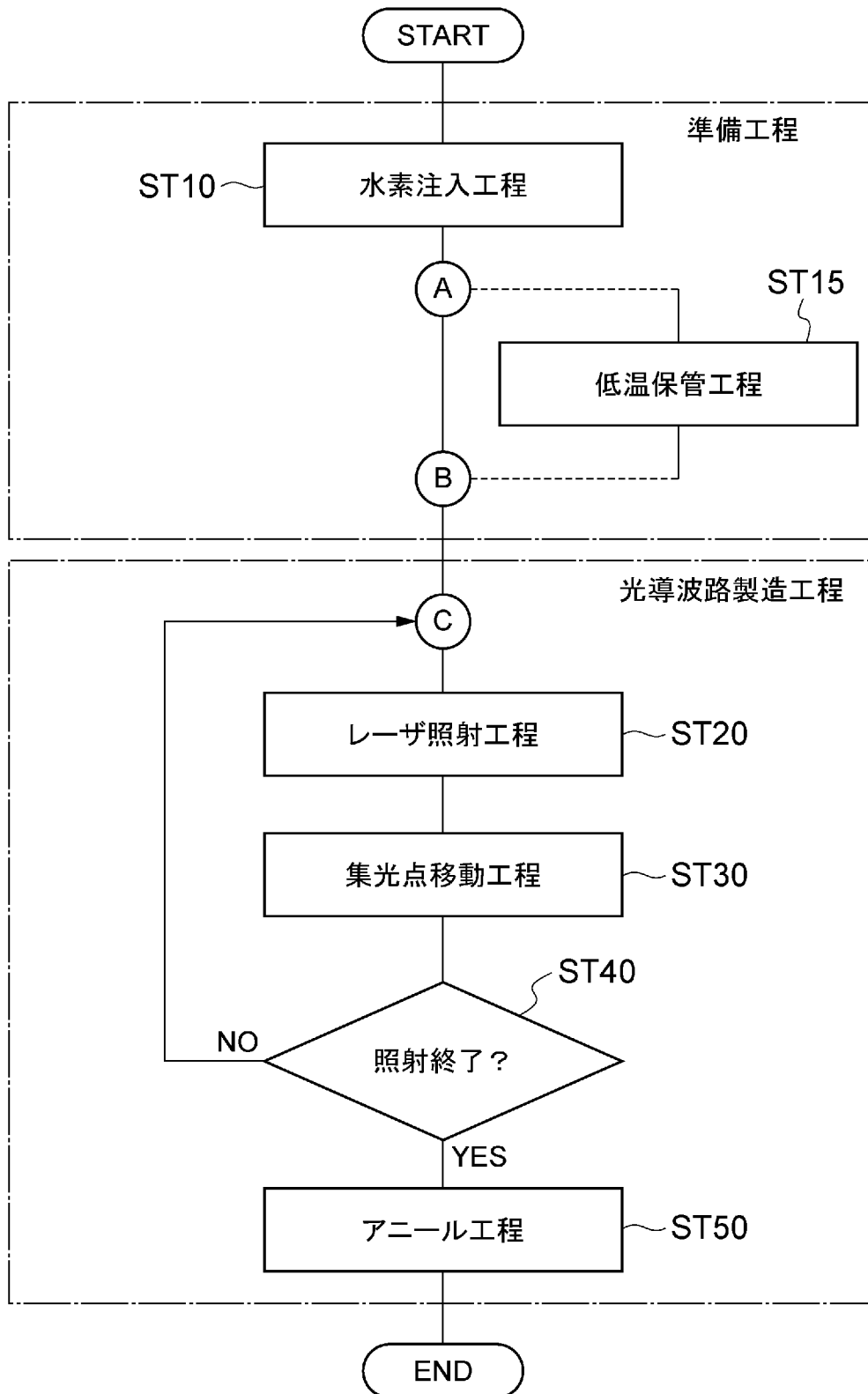
[0054] 10…ガラス部材、15…屈折率変化領域（光導波路）、20…フェムト秒レーザ、25…レーザ駆動部、30…集光光学系（集光レンズ）、35…集光点位置、40…X-Y-Z ステージ、45…ステージ駆動部、50…制御部。

請求の範囲

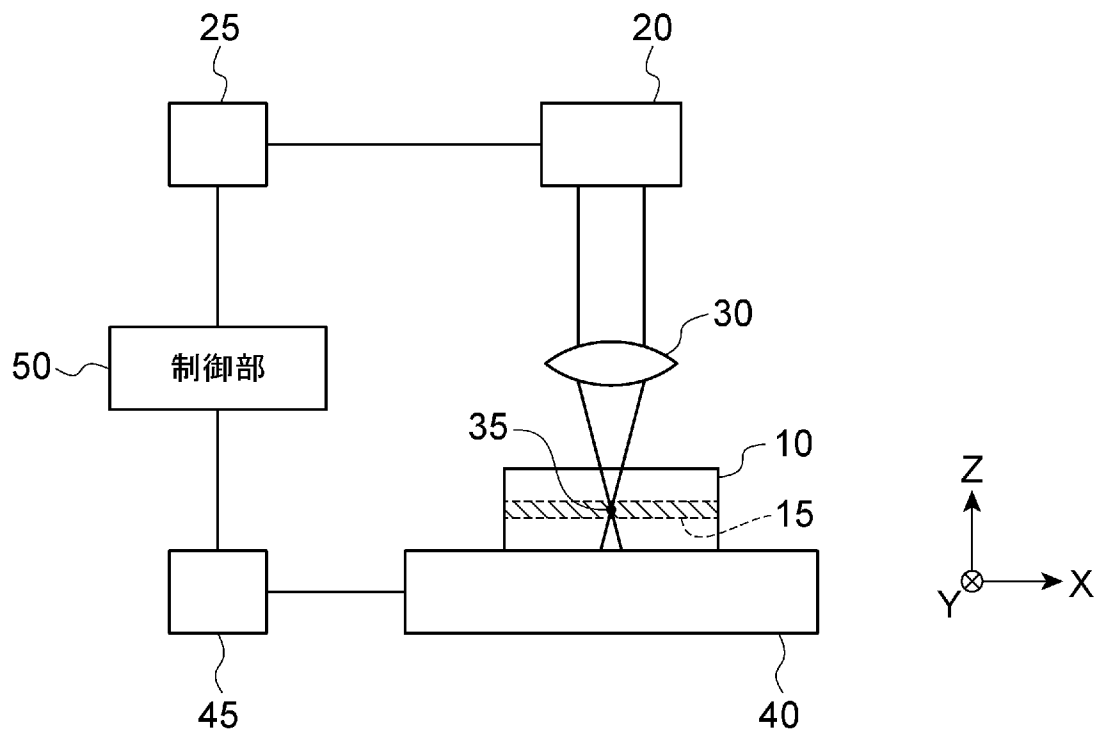
- [請求項1] B_2O_3 を含み、 GeO_2 の含有量が酸化物基準の質量分率で10%未満であるガラス部材に水素を注入する水素注入工程と、
水素が注入された前記ガラス部材の内部に、10kHz以上の繰り返し周波数を有するフェムト秒レーザ光を集光照射して、前記ガラス部材に対して光誘起による屈折率変化を起こさせるレーザ照射工程と、
前記ガラス部材に対して前記フェムト秒レーザ光の集光点位置を相対的に移動させる集光点移動工程と、を備え、
前記レーザ照射工程および前記集光点移動工程を交互に繰り返す、若しくは並行して実施する、光デバイスの製造方法。
- [請求項2] 前記ガラス部材は、 SiO_2 を主成分とし、 GeO_2 を含まない、請求項1に記載の光デバイスの製造方法。
- [請求項3] 前記ガラス部材は、質量分率で60%以上95%以下の SiO_2 を含む、請求項1に記載の光デバイスの製造方法。
- [請求項4] B_2O_3 の質量分率が10%以上50%未満である、請求項1から請求項3のいずれか一項に記載の光デバイスの製造方法。
- [請求項5] 前記ガラス部材は、アルカリ金属及びアルカリ土類金属のうちの1つ以上の元素を含む、請求項1から請求項4のいずれか一項に記載の光デバイスの製造方法。
- [請求項6] 前記ガラス部材は、 SnO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 のうちの1つ以上の元素を含む、請求項1から請求項5のいずれか一項に記載の光デバイスの製造方法。
- [請求項7] 前記フェムト秒レーザ光の波長は、265nm以上420nm以下の範囲内である、請求項1から請求項6のいずれか一項に記載の光デバイスの製造方法。
- [請求項8] 前記水素注入工程は、前記ガラス部材を 10^6Pa 以上の水素雰囲気中に保持する工程を含む、請求項1から請求項7のいずれか一項に

記載の光デバイスの製造方法。

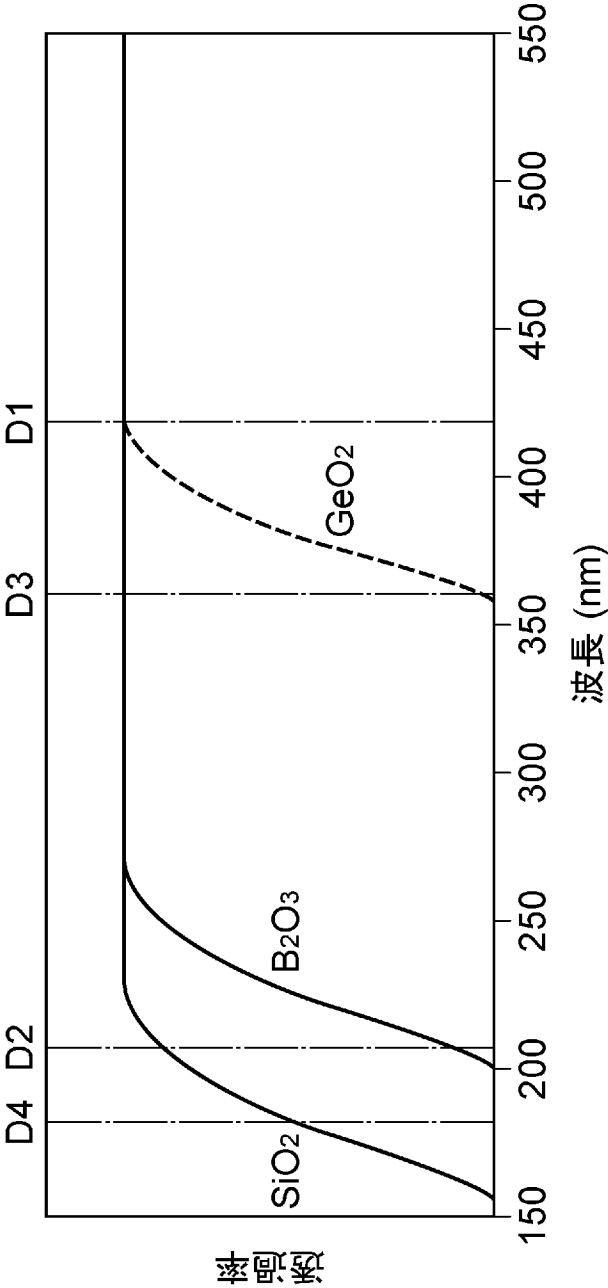
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/022206

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. G02B6/13(2006.01) i, G02B6/12(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. G02B6/02-6/036, G02B6/12-6/14, G02B6/44

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2019
Registered utility model specifications of Japan	1996-2019
Published registered utility model applications of Japan	1994-2019

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 2004-238280 A (CARL-ZEISS-STIFTUNG) 26 August 2004, paragraphs [0025]-[0115] & US 2004/0180773 A1, paragraphs [0034]-[0133]	1-3, 5-8 4
Y	JP 2009-211042 A (OHARA, INC.) 17 September 2009, paragraphs [0025]-[0087], fig. 1 & US 2009/0203513 A1, paragraphs [0050]-[0153], fig. 1	1-8
Y	JP 2001-324634 A (NIPPON SHEET GLASS CO., LTD.) 22 November 2001, paragraphs [0010], [0023]-[0030], fig. 1 (Family: none)	1-8



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
29 July 2019 (29.07.2019)

Date of mailing of the international search report
13 August 2019 (13.08.2019)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/022206

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2004-505002 A (CORNING INCORPORATED) 19 February 2004, paragraphs [0018], [0047], [0051], fig. 4, 9 & US 2002/0033031 A1, paragraphs [0031], [0058], [0062], fig. 4, 9 & WO 2002/010083 A1 & CN 1729149 A & KR 10-2004-0094802 A	1-8
Y	JP 2006-508382 A (UNIVERSITY OF SOUTHAMPTON) 09 March 2006, paragraphs [0030], [0095]-[0096] & US 2006/0127024 A1, paragraphs [0034], [0129]-[0130] & WO 2004/049024 A1	1-8
Y	US 2009/0074347 A1 (XIA et al.) 19 May 2009, paragraphs [0050]-[0051] (Family: none)	1-8
Y	CN 106767 488 A (BEIJING INFORMATION SCIENCE & TECHNOLOGY UNIVERSITY) 31 May 2017, paragraph [0004], fig. 1 (Family: none)	7-8
Y	CN 101359067 A (UNIV XI AN JIAOTONG) 04 February 2009, page 4, line 13 to page 5, line 8, fig. 2-3 (Family: none)	7-8
A	JP 2009-505118 A (OHARA, INC.) 05 February 2009, paragraphs [0065]-[0066], [0085] & US 2009/0122407 A1, paragraphs [0127]-[0128], [0145] & WO 2007/021022 A1	1-8

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. G02B6/13(2006.01)i, G02B6/12(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. G02B6/02-6/036, G02B6/12-6/14, G02B6/44

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2019年
日本国実用新案登録公報	1996-2019年
日本国登録実用新案公報	1994-2019年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y A	JP 2004-238280 A（カールーツアイスーシュティフツンク） 2004.08.26, [0025]-[0115] & US 2004/0180773 A1, [0034]-[0133]	1-3, 5-8 4
Y	JP 2009-211042 A（株式会社オハラ）2009.09.17, [0025]-[0087], 図1 & US 2009/0203513 A1, [0050]-[0153], 図1	1-8
Y	JP 2001-324634 A（日本板硝子株式会社）2001.11.22, [0010], [0023]-[0030], 図1（ファミリーなし）	1-8

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

29.07.2019

国際調査報告の発送日

13.08.2019

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

奥村 政人

2 L

4 7 5 2

電話番号 03-3581-1101 内線 3295

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2004-505002 A (コーニング インコーポレイテッド) 2004.02.19, [0018], [0047], [0051], 図 4, 9 & US 2002/0033031 A1, [0031], [0058], [0062], 図 4, 9 & WO 2002/010083 A1 & CN 1729149 A & KR 10-2004-0094802 A	1-8
Y	JP 2006-508382 A (ユニバーシティ、オブ、サウサンプトン) 2006.03.09, [0030], [0095]-[0096] & US 2006/0127024 A1, [0034], [0129]-[0130] & WO 2004/049024 A1	1-8
Y	US 2009/0074347 A1 (XIA et al.) 2009.05.19, [0050]-[0051] (フ ァミリーなし)	1-8
Y	CN 106767488 A (BEIJING INFORMATION SCIENCE & TECHNOLOGY UNIVERSITY) 2017.05.31, [0004], 図 1 (ファミリーなし)	7-8
Y	CN 101359067 A (UNIV XI AN JIAOTONG) 2009.02.04, 第 4 頁第 13 行-第 5 頁第 8 行. 図 2-3 (ファミリーなし)	7-8
A	JP 2009-505118 A (株式会社オハラ) 2009.02.05, [0065]-[0066], [0085] & US 2009/0122407 A1, [0127]-[0128], [0145] & WO 2007/021022 A1	1-8