

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7503579号
(P7503579)

(45)発行日 令和6年6月20日(2024.6.20)

(24)登録日 令和6年6月12日(2024.6.12)

(51)国際特許分類

F I

C 0 4 B 37/00 (2006.01)

C 0 4 B 37/00

Z

H 0 1 S 3/16 (2006.01)

H 0 1 S 3/16

請求項の数 5 (全11頁)

(21)出願番号	特願2021-575609(P2021-575609)	(73)特許権者	502362758
(86)(22)出願日	令和2年10月13日(2020.10.13)		J X 金属株式会社
(86)国際出願番号	PCT/JP2020/038554		東京都港区虎ノ門二丁目10番4号
(87)国際公開番号	WO2021/157135	(74)代理人	110002860
(87)国際公開日	令和3年8月12日(2021.8.12)		弁理士法人秀和特許事務所
審査請求日	令和3年10月14日(2021.10.14)	(72)発明者	山崎 芳樹
審査番号	不服2022-20932(P2022-20932/J1)		日本国茨城県北茨城市華川町白場187番地4 J X 金属株式会社 磯原工場内
審判請求日	令和4年12月23日(2022.12.23)	(72)発明者	味谷 和之
(31)優先権主張番号	特願2020-19898(P2020-19898)		日本国茨城県北茨城市華川町白場187番地4 J X 金属株式会社 磯原工場内
(32)優先日	令和2年2月7日(2020.2.7)	(72)発明者	田子 雅宏
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		日本国茨城県北茨城市華川町白場187番地4 J X 金属株式会社 磯原工場内
		(72)発明者	三上 充
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 YAGセラミックス接合体及びその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

レーザーアプリケーションに使用されるYAGセラミックス接合体であって、レーザー媒質としてのYAGセラミックスと、光吸収層としてのYAGセラミックス又は光学ガラスとを接合し、レーザー媒質の周囲にある光吸収層より励起光を導入し、励起光の入射方向に対して垂直方向にレーザー媒質からレーザーを出力するYAGセラミックス接合体であって、前記レーザー媒質と前記光吸収層とを接合するための接合層としてのガラスを備え、前記ガラスは融点が1000以上1500以下であり、透過率の変化率が7%以内であることを特徴とするYAGセラミックス接合体。

【請求項2】

接合層としてのガラスは、波長650nmの光に対する屈折率が1.71~1.91であることを特徴とする請求項1に記載のYAGセラミックス接合体。

【請求項3】

YAGセラミックスとYAGセラミックスとを接合したYAGセラミックス接合体は、Yb:YAGとYb:YAG、Nd:YAGとNd:YAG、Yb:YAGとCr:YAG、Yb:YAGとSm:YAG、とを接合したことを特徴とする請求項1又は2に記載のYAGセラミックス接合体。

【請求項4】

光学ガラスは、波長650nmの光に対する屈折率が1.71~1.91であり、熱膨張率が7~9ppm/Kであることを特徴とする請求項1又は2に記載のYAGセラミッ

クス接合体。

【請求項 5】

請求項 1～4 のいずれか一項に記載の YAG セラミックス接合体の製造方法であって、一方の YAG セラミックスの表面に溶融したガラスをコーティングした後、そのガラスをコーティングした表面に、他方の YAG セラミックス又は光学ガラスを張り合わせ、その後、冷却することを特徴とする YAG セラミックス接合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、YAG（イットリウム・アルミニウム・ガーネット）セラミックス接合体に関し、特に、接合層としてガラスを介在させた、YAG セラミックス接合体及びその製造方法に関する。

10

【背景技術】

【0002】

標準的なレーザーは、蛍光体であるレーザー媒質を励起し、光学的に対向した高反射率ミラーで挟み込んだ共振器内で光増幅するアプリケーションである。ハイパワーレーザーのレーザー媒質の代表格として、YAG セラミックスが用いられている。また、レーザー媒質は、そのものが発振源となる場合以外に、別媒質から発生したレーザー光出力を増幅する、アンプとしての応用もある。

【0003】

20

YAG セラミックスは、Nd、Sm、Yb、Cr などのドーパントをドープすることで特性が大きく変化する。アンプ用として、Nd：YAG 多結晶材料の周囲に Sm をドープした光吸収層 YAG 多結晶の開発が報告されている（非特許文献 1、2）。また、エネルギー蓄積に優れる Yb：YAG レーザー多結晶体に対しても、Cr をドープした YAG 多結晶体を接合することで、ハイパワー動作が確認されている（非特許文献 3）。

【0004】

YAG セミラックスは専らハイパワーレーザーに用いられており、レーザー発振部分の YAG セミラックスに対して寄生発振防止用の光吸収層として、異なるドーパントの YAG セラミックスや光吸収用の光学ガラスを接合する技術が求められている。また、大口径の透明 YAG セラミックスの需要もあり、これらの需要を満たすために YAG セラミックス同士の接合、YAG セラミックスと光吸収用の光学ガラスとの接合技術が必要となる。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【文献】特表 2014 - 519721 号公表

【非特許文献】

【0006】

【文献】A. Ikesue, Y. L. Aung, Nature Photonics 22, 721-727(2008)

【文献】Yamamoto, R.M. et al., Roc, Adv. Solid State Photon, Nara, Japan WC5 (2008)

40

【文献】S. Banerjee, et al., Opt. Lett. 37, 2175-2177 (2012)

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、上記のような事情に鑑みてなされたものであって、その目的は、YAG セミラックスと YAG セラミックスとを接合した接合体、あるいは、YAG セラミックスと光学ガラスとを接合した接合体であって、接合界面における光の反射を抑制した接合体及びその製造方法を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

50

上記の課題を解決できる、本発明の実施形態は、ＹＡＧセラミックスと、ＹＡＧセラミックス又は光学ガラスとを接合したＹＡＧセラミックス接合体であって、接合層として、ガラスを備え、透過率の変化率が７％以内である、ところに要旨を有する。

【発明の効果】

【０００９】

本発明によれば、接合界面における光の反射が抑制されたＹＡＧセラミックスとＹＡＧセラミックスとの接合体、あるいは、ＹＡＧセラミックスと光学ガラスとの接合体、を提供することができるという優れた効果を有する。

【図面の簡単な説明】

【００１０】

【図１】本発明の一実施形態に係るＹＡＧセラミックス接合体の模式図である。

【図２】標準的なレーザーアプリケーションの模式図である。

【発明を実施するための形態】

【００１１】

セラミックス同士の接合自体はこれまでも報告されており、接合面を平坦に加工した後、温度をかけながら加圧して、セラミックス同士の原子拡散による拡散接合により接合することが行われている。この拡散接合は、接合面同士を鏡面に研磨加工し、接合面を接触させた状態で温度を上昇させ、拡散できる状態にする。しかし、拡散接合による処理は、数百度から千数百度程度の炉内で処理する必要があるため、セラミックスの熱膨張を考慮した位置決めや高度な温度制御をする必要があるため、面内均一に接合することが困難であった。さらに、接合面積を増加させた場合には、その処理はより困難となった。

【００１２】

近年、セラミックス同士を接合する他の方法として、常温接合方法が報告されている。常温接合は、被接合物を真空チャンバーの中に導入し、Ａｒビーム等の原子ビームかイオンビームにより被接合面の表面を照射する。照射した面は、元素の表面結合手がむき出しになっている状態になり、被接合面同士を接触させることにより、元素拡散なしに常温でも強固な接合を作り出すことができる技術である。しかし、接合できる接合面の平坦度を原子層レベルまで上げる必要があり（Ｒａ＝サブｎｍ～数ｎｍのオーダー）、セラミックスでは数ｃｍ角程度のサンプルで成功が報告されているものの、それより大きいサイズでは高い研磨精度に律速されるため、加工コストが高くなるという問題がある。

【００１３】

さらに、光学接着剤を用いて接合することも知られている（特許文献１）。しかし、該接着剤は、一般的に熱膨張率が大きく、温度を変えたときに歪が大きくなるという問題がある。また、接着剤の主成分が有機物材料であることから、耐熱（耐冷）性が劣るという問題がある。特に、レーザーアプリケーション用として使用する場合、強い光に晒される環境下にあるため、有機物の骨格成分の耐熱（耐冷）性や耐光性の低下が進むという問題がある。さらに、屈折率を調整するために、接着剤中にナノ粒子を入れることも行われているが、ナノ粒子を入れる量によっては、接合強度が低下することも懸念される。

【００１４】

このように、レーザー用セラミックスに代表されるような、透明性が高く、高密度（例えば、相対密度が９９．９９％以上）のセラミックス同士、もしくは他の光学材料を接合させることは、極めて困難である。これまで光学セラミックス（ＹＡＧセラミックス等）や他の光学材料（光学ガラス等）は透明性が要求されるため、接合界面をよい状態のまま接合強度を高く接合することが求められてきた。材料同士の表面拡散を利用した拡散接合や、接着剤による接合では、透明性かつ耐性のある接合体を作製することは困難であり、均一な接合を量産レベルで実現するために抜本的な解決が求められてきた。

【００１５】

そこで、着目したのが、ガラス材を用いた接合である。ガラスは、室温時に弾性をもつ固体的な性質と、温度を上げた際に流動的な性質をもつ液体的な性質を併せ持ち、賦形性に富む材料であるため、材料形成の幅が広い材料である。本発明では、このようなガラス

10

20

30

40

50

を接合層として用いて、YAGセラミックス同士の接合体、もしくはYAGセラミックスと他の光学材料（光学ガラス）の接合体を作製することを特徴とするものである。ガラスを接合層として用いたYAGセラミックス接合体は、接合界面において、光の反射が抑制されて透過率が高く、レーザーアプリケーションに極めて有用である。

【0016】

本実施形態に係るセラミックス接合体は、YAGセラミックスと、YAGセラミックス又は光学ガラスとを接合したYAGセラミックス接合体であって、接合層としてガラスを備え、透過率の変化率が7%以内であることを特徴とするものである。より好ましくは、変化率が5%以内であり、さらに好ましくは変化率が3%以内である。

ここで、透過率の変化率とは、YAGセラミックス母材（接合前）とYAGセラミックス接合体（接合後）のそれぞれに対して、波長650nmの光（レーザーダイオード）を入射して、その透過率を測定して、以下の式から算出するものである。

$$\text{透過率の変化率 (\%)} = \{ (\text{母材の透過率}) - (\text{接合体の透過率}) \} / (\text{母材の透過率}) \times 100$$

透過率の変化率が7%以内であれば、接合界面において、光の反射が十分に抑制されたものといえ、レーザーアプリケーションとして用いることができる。

【0017】

また、本発明の実施形態において、接合層としてのガラスとして、波長650nmの光に対する屈折率が1.71~1.91のガラス材を用いることが好ましい。接合対象物であるYAGセラミックスの屈折率は、ドーパントの種類にもよるが、1.83程度であり、また、寄生発振を抑制するために用いられる光学ガラスは、レーザー媒質であるYAGセラミックスと同程度の屈折率をもつことから、これらと同等の屈折率（1.71~1.91：波長650nm）を備えたガラス材料を接合層として用いることにより、YAGセラミックス接合体における接合界面での光の反射が抑制されて、高い透過率を有するという優れた効果が得られる。

【0018】

接合層としてのガラスは、ケイ酸塩を主成分とする透明な材料であり、アルカリシリケート系ガラス材料、アルミノシリケート系ガラス、ボロシリケート系ガラス、ゲルマノシリケート系ガラス、含鉛系ガラス、ピスマスポレート系ガラスなどを用いることができる。また、接合プロセスを考慮すると、低融点（融点：1500以下）のガラスを用いることが好ましいが、融点が高くても屈折率がYAGセラミックスや光学ガラスと近い値であれば、特に問題はない。また、ガラス材料の一部又は全部を結晶化させたものを用いることができる。

【0019】

（YAGセラミックス）

YAGセラミックスは、 $Y_3Al_5O_{12}$ を母体とする多結晶体に、レーザー発振用又は光吸収用として、ドーパント（Nd、Yb、Cr、Sm、Erなど）を添加したバルク材料である。また、ドーパ元素による吸収がなく、可視光領域（波長380nm~760nm）から、赤外領域（上限は波長3000nm）付近までの透過率が80%以上である。YAGセラミックスの屈折率はドーパントの種類によって多少変動するが、波長650nmの光に対して1.83程度である。高密度体にすることで、バルク内に残存ポアが少なくものを用いることが好ましく、目的に応じて、無添加のYAGセラミックスを用いてもよい。

【0020】

（光学ガラス）

光学ガラスは、YAGセラミックスから発振する光を吸収することができ、寄生発振を低減するための光吸収層（クラッド）として使用することができる。レーザー媒質（コア）を形成するYAGセラミックスと同等の屈折率（波長650nmの光に対する屈折率が1.71~1.91）及び熱膨張率（7~9ppm/K）を有し、YAGの発振波長（波長1030nm、1064nm）において光吸収を持つ材料を用いることが好ましい。

【 0 0 2 1 】

次に、本発明の実施形態に係る Y A G セラミックス接合体の製造方法の一例及び適用例について、以下に説明する。

Y A G セラミックスと Y A G セラミックス又は光学ガラスを接合するために、一方の Y A G セラミックスの表面に熔融したガラス（接着ガラス）をコーティングした後、コーティングした面に、他方の Y A G セラミックス又は光学ガラスを張り合わせ、その後、徐冷することにより、図 1 に示すような接合層としてガラスを介した Y A G セラミックス接合体を作製することができる。また、接着ガラスとして、光学ガラスと同質の材料（チタノシリケートガラスなど）を用いることにより、実質的に Y A G セラミックス / 光学ガラス、からなる接合体を作製することができる。

10

【 0 0 2 2 】

接合層としてガラスを介して接合した Y A G セラミックス接合体は、例えば、以下のようなレーザーアプリケーションに使用することができる。

標準的なレーザーアプリケーションの模式図を図 2 に示す。レーザーダイオード 1 の励起光 2 により蛍光体であるレーザー媒質 3（Y b : Y A G セラミックスなど）を励起し、対向する高反射ミラー 4、4' で挟み込んだ共振器内で光増幅させた後に、レーザー 5 として放出する。このとき、レーザー媒質 3 の端面が反射面となって、ミラー 4、4' で形成される面と異なる方位でレーザー発振する寄生発振 6 が発生する。この寄生発振 6 が生じると、本来の対向ミラー 4、4' から構成される共振器から予測されるレーザー光よりも出力が低下するため、これを低減することが求められる。

20

【 0 0 2 3 】

この寄生発振 6 を低減するために、レーザー媒質の周囲に同等の屈折率を有し、レーザー媒質の発振波長帯で光吸収する光吸収層 7 が形成されている。光吸収層 7 として、C r などの遷移金属をドープした C r : Y A G セラミックスを接合することにより、寄生発振 6 を防止することができる。また、本出願人は以前、光吸収層として、 $0.1 \sim 10.0 \text{ cm}^{-1}$ の吸収係数を有し、レーザー媒質との屈折率差が ± 0.1 以内、レーザー媒質との線熱膨張係数差が $\pm 1 \text{ ppm/K}$ 以内であるガラス（光学ガラス）を用いることを提案した（特願 2019-002307）。

【 0 0 2 4 】

レーザー媒質となる Y b : Y A G セラミックスと、光吸収層となる C r : Y A G セラミックス又は光学ガラスとの接合において、本発明に係るガラスを接合層として用いた Y A G セラミックス同士の接合体、あるいは、Y A G セラミックスと他の光学材料（光学ガラス）との接合体を適用することができる。なお、上記では、レーザー媒質となる Y A G セラミックスと、光吸収層となる Y A G セラミックス又は光学ガラスとの接合について説明したが、光吸収層との接合以外の目的、例えば、レーザー媒質となる Y A G セラミックスの大口径化を目的として、同質の Y A G セラミックスを複数、ガラス接合層を介して接合する場合においても、本発明を適用することができる。

30

【実施例】

【 0 0 2 5 】

以下、実施例および比較例に基づいて説明する。なお、本実施例はあくまで一例であり、この例によって何ら制限されるものではない。すなわち、本発明は特許請求の範囲によってのみ制限されるものであり、本発明に含まれる実施例以外の種々の変形を包含するものである。

40

【 0 0 2 6 】

（実施例 1）

Y A G セラミックスとして、 $0.5 \text{ at \% Y b : Y A G}$ （ $2 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$ 、 5 mm 厚）を 2 枚用意し、接合層としてガラス材（L X - 57 B : 日本電気硝子社製）を用意した。ガラス材を 1000 で熔融し、熔融したガラスを一方の Y A G セラミックスの表面にコーティングした後、他方の Y A G セラミックスを張り合わせて、Y A G セラミックス接合体を作製した。

50

なお、Yb:YAGセラミックスの屈折率は、波長650nmの光に対して1.83であり、接合層のガラス材の屈折率は、同波長に対して1.71である。また、Yb:YAGセラミックスの熱膨張率は8ppm/Kであり、ガラス材の熱膨張率は8ppm/Kである。

YAGセラミックス母材（接合前）及び得られたYAGセラミックス接合体（接合後）に対して、それぞれレーザー光（波長：650nm）を入射し、接合前後における透過率を測定、比較した結果、その変化率は7%であり、接合界面での光反射が抑制されていることを確認した。また、この接合体をガラス転移点以上の600の高温環境下においても、また、液体窒素温度の低温環境下においても、剥離、割れ等が発生していないことを確認した。

【0027】

10

20

30

40

50

【表 1】

(実施例1) YAGセラミックス／接着ガラス／YAGセラミックス					
	屈折率 (波長650nm)	熱膨張率 (ppm/K)	透過率の変化率 (接合体の透過率／ 母材の透過率)	接合体の低温耐性 (液体窒素温度)	接合体の高温耐性 (600℃温度)
YAGセラミックス(母材)	1.83	8			
接着ガラス	1.71	8			
接合体 (YAGセラミックス／接着ガラス／YAGセラミックス)			7%	剥離、割れなし	剥離、割れなし

【0028】
(実施例2)

YAGセラミックスとして0.5at%Yb:YAG(2cm×1cm、5mm厚)、チタノシリケート系ガラス(光学ガラス:2cm×1cm、5mm厚)を用意し、接合層として、前記光学ガラスと同じガラス材を用意した。ガラス材を1250で溶融し、溶融したガラスをYAGセラミックスの表面にコーティングした後、光学ガラスを張り合わせて、YAGセラミックス接合体を作製した。なお、光学ガラスの屈折率は、波長650nmの光に対して1.81であり、熱膨張率は7ppm/Kである。

YAGセラミックス母材(接合前)及び得られたYAGセラミックス接合体(接合後)に

対して、それぞれレーザー光（波長：650nm）を入射し、接合前後における透過率を比較した結果、その変化率は1.5%であり、接合界面での光反射が抑制されていることを確認した。また、この接合体をガラス転移点以上の700℃の高温環境下においても、また、液体窒素温度の低温環境下においても、剥離、割れ等が発生していないことを確認した。

【0029】

【表2】

(実施例2) YAGセラミックス／光学ガラス					
	屈折率 (波長650nm)	熱膨張率 (ppm/K)	透過率の変化率 (接合体の透過率／ 母材の透過率)	接合体の低温耐性 (液体窒素温度)	接合体の高温耐性 (700℃温度)
YAGセラミックス(母材)	1.83	8			
光学ガラス(チタノシリケートガラス)	1.81	9			
接合体 (YAGセラミックス／光学ガラス)			1.5%	剥離、割れなし	剥離、割れなし

【産業上の利用可能性】

【0030】

本発明は、接合界面での光反射が抑制され、温度変化に対しても破壊が起こり難い、Y A

GセラミックスとＹＡＧセラミックスとの接合体、あるいは、ＹＡＧセラミックスと光学ガラスとの接合体、を提供することができるという優れた効果を有する。本発明に係るセラミックス接合体は、ハイパワーレーザー（アンプ）などのレーザーアプリケーションとして有用である。

【符号の説明】

【 0 0 3 1 】

- 1 レーザーダイオード
- 2 励起光
- 3 レーザー媒質（コア）
- 4 ミラー
- 5 レーザー
- 6 寄生発振
- 7 光吸収層（クラッド）

10

20

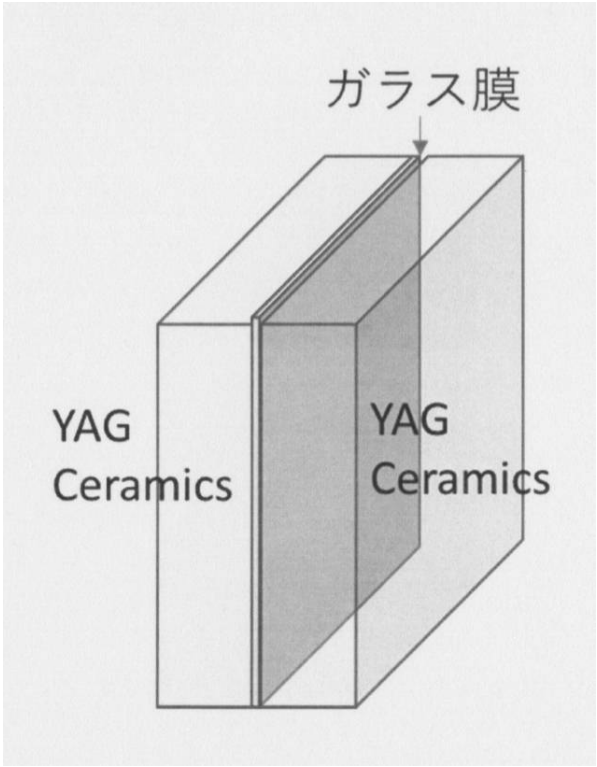
30

40

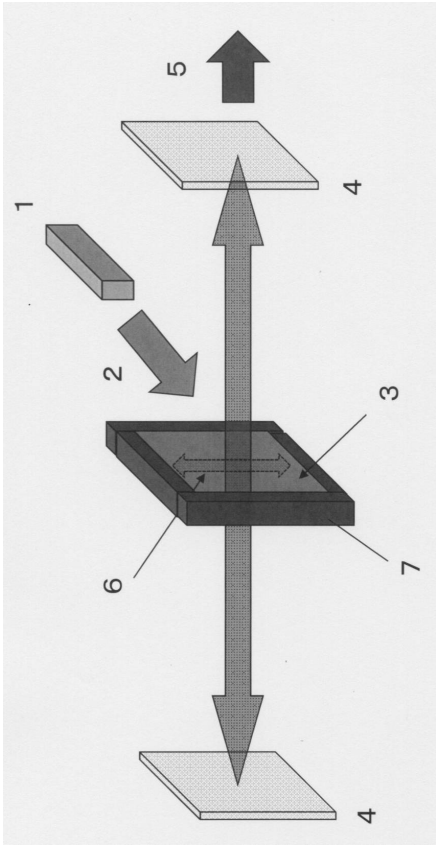
50

【図面】

【図 1】



【図 2】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

日本国茨城県北茨城市華川町白場 1 8 7 番地 4 J X 金属株式会社 磯原工場内

合議体

審判長 宮澤 尚之

審判官 小野 久子

審判官 後藤 政博

- (56)参考文献 米国特許出願公開第 2 0 0 6 / 0 2 2 7 8 2 9 (U S , A 1)
米国特許出願公開第 2 0 0 5 / 0 2 5 4 5 3 6 (U S , A 1)
特開 2 0 0 4 - 3 4 9 7 0 1 (J P , A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
C04B37/00-37/04
C04B35/505
H01S3/06-3/16