

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-343702

(P2005-343702A)

(43) 公開日 平成17年12月15日(2005.12.15)

| (51) Int. Cl. ⁷ | F I | テーマコード (参考) |
|----------------------------|---------------|-------------|
| C03C 10/14 | C03C 10/14 | 2H047 |
| C03C 10/12 | C03C 10/12 | 2H048 |
| G02B 1/00 | G02B 1/00 | 2H050 |
| G02B 5/28 | G02B 5/28 | 4G062 |
| G02B 6/00 | G02B 6/00 396 | |

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 10 頁) 最終頁に続く

| | | | |
|-----------|------------------------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願2004-161442 (P2004-161442) | (71) 出願人 | 301021533 独立行政法人産業技術総合研究所 東京都千代田区霞が関1-3-1 |
| (22) 出願日 | 平成16年5月31日(2004.5.31) | (71) 出願人 | 000232243 日本電気硝子株式会社 滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 |
| | | (74) 代理人 | 100064584 弁理士 江原 省吾 |
| | | (74) 代理人 | 100093997 弁理士 田中 秀佳 |
| | | (74) 代理人 | 100101616 弁理士 白石 吉之 |
| | | (74) 代理人 | 100107423 弁理士 城村 邦彦 |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光学材料、光学デバイス及びエタロン

(57) 【要約】

【目的】 製造コストが低く、温度ムラがあっても光線の方向が変化しにくく、赤外線透過性に優れ、光路長温度依存性を抑制できる光学材料、光デバイス及びエタロンを提供することを目的とする。

【構成】 本発明の光学材料は、 - 石英固溶体又は - ユークリプタイト固溶体を主結晶として析出し、肉厚 3 mm で、波長 1200 ~ 1700 nm のうちいずれかの波長における赤外線透過率が 50 % 以上であり、 - 40 ~ 100 における熱膨張係数が $-2.0 \sim -2.0 \times 10^{-6} /$ であり、前記熱膨張係数 と分極率の温度係数が $-0.5 < 19.5 \times 10^{-6}$ の関係を有する結晶化ガラスからなることを特徴とする。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- 石英固溶体又は - ユークリプタイト固溶体を主結晶として析出し、肉厚 3 mm で、波長 1200 ~ 1700 nm のうちいずれかの波長における赤外線透過率が 50 % 以上であり、 $-40 \sim 100$ における熱膨張係数が $-2.0 \sim 2.0 \times 10^{-6}/$ であり、前記熱膨張係数と分極率の温度係数が $-0.5 < 19.5 \times 10^{-6}$ の関係を有する結晶化ガラスからなることを特徴とする光学材料。

【請求項 2】

結晶化ガラスは、モル%で、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O の含量が 9 % 以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の光学材料。

10

【請求項 3】

結晶化ガラスが、モル%で、 SiO_2 67 ~ 79 %、 Al_2O_3 8 ~ 18 %、 Li_2O 2 ~ 8 %、 $ZrO_2 + TiO_2$ 0.5 ~ 4.5 %、 P_2O_5 0 ~ 10 %、 $MgO + ZnO$ 2 ~ 8 % を含有することを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の光学材料。

【請求項 4】

結晶化ガラスが、モル%で、 SiO_2 69 ~ 75 %、 Al_2O_3 10 ~ 15 %、 Li_2O 4 ~ 6 %、 $ZrO_2 + TiO_2$ 1 ~ 4 %、 P_2O_5 0 ~ 5 %、 $MgO + ZnO$ 3 ~ 5 % を含有することを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の光学材料。

【請求項 5】

結晶化ガラスは、モル%で、 B_2O_3 の含有量が 0.5 ~ 10 % であることを特徴とする請求項 1 に記載の光学材料。

20

【請求項 6】

結晶化ガラスが、モル%で、 SiO_2 60 ~ 79 %、 Al_2O_3 8 ~ 18 %、 Li_2O 2 ~ 15 %、 $ZrO_2 + TiO_2$ 0.5 ~ 4.5 % を含有することを特徴とする請求項 1 又は 5 に記載の光学材料。

【請求項 7】

結晶化ガラスが、モル%で、 SiO_2 65 ~ 75 %、 Al_2O_3 10 ~ 16 %、 B_2O_3 0.8 ~ 8 %、 Li_2O 4 ~ 12 %、 $ZrO_2 + TiO_2$ 1 ~ 4 % を含有することを特徴とする請求項 1、5 又は 6 に記載の光学材料。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載の光学材料を構成部材の一部に含むことを特徴とする光学デバイス。

30

【請求項 9】

請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載の光学材料を構成部材の一部に含むことを特徴とするエタロン。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、主結晶として、- 石英固溶体又は - ユークリプタイト固溶体を析出した結晶化ガラスからなる光学材料に関し、また、その光学材料を構成部材の一部に含む光通信光学デバイス及びエタロンに関するものである。

40

【背景技術】

【0002】

近年、光通信技術の発達に伴い、光ファイバを用いたネットワークが急速に整備されつつある。このネットワークの中では、複数の波長の光を一括して伝送する波長多重技術が用いられるようになり、波長フィルタやカプラ、導波路等が重要なデバイスになりつつある。

【0003】

また、この種の光通信デバイスの他にも、レンズやプリズムを利用した微小光学型の光通信デバイスが広く利用されている。これらの光通信デバイスには光学材料として、透明

50

性に優れ、寸法安定性に優れている石英ガラス (SiO_2) が広く使用されている。

【0004】

また、この種の光通信デバイスの中には、温度によって特性が変化し、屋外での使用に支障を来すものがあるため、そのような光通信デバイスの特性を温度変化によらずに一定に保つ技術、いわゆる温度補償技術が必要とされている。

【0005】

温度補償を必要とする光通信デバイスの代表的なものとして、アレイドウエーブガイド (以下、AWGという) や平面光回路 (以下、PLCという) 等の導波路デバイスやファイバブラッググレーティング (以下、FBGという) やファブリペローエタロン (以下、エタロンという) がある。

10

【0006】

数式1に示すように、これらの光通信デバイスでは、その周囲温度が変化すると、屈折率と熱膨張係数が変化することによって光路長が変化するという問題を有している。

【0007】

$$1/L \cdot dS/dT = (dn/dT) + n \cdot \dots \text{数式1}$$

【0008】

ここで、Lは基材の肉厚 (mm)、Sは光路長 (mm)、nは屈折率、 α は熱膨張係数を表す。

【0009】

AWGやPLC等の導波路デバイスやFBGでは、負の熱膨張係数を持つ材料や大きな負の屈折率温度依存性を持つ材料を基材として使用することによって、これらのデバイスの光路長の温度依存性低減を図っている (例えば、特許文献1参照。)

20

【0010】

ところが、特許文献2に記載されたような手法を用いてエタロンの光路長の温度依存性を低減することは、エタロンの構造上、技術的に困難である。

【0011】

従って、従来、エタロンでは、光路長の温度依存性が低い石英ガラス (例えば、特許文献2参照。)、光路長の温度依存性が低い $\text{Cs}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ 系ガラス (例えば、特許文献3参照。)、又は $\text{B}_2\text{O}_3 - \text{BaO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ 系ガラス (例えば、特許文献4参照。) を基板材料として使用することが提案されている。

30

【特許文献1】特開2001-342038号公報

【特許文献2】特開2000-47029号公報

【特許文献3】特開2002-20136号公報

【特許文献4】特開2002-321937号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

しかしながら、特許文献2に記載の石英ガラスは、熔融法では、熔融温度を1700以上にしなければならず、熔融が困難であるとともに、このような高温に耐えることが出来る特殊な熔融炉を必要とする。また、特殊な方法で、より低い温度で石英ガラスを製造することも提案されているが、いずれにしても、製造コストが高いという問題がある。また、特許文献3又は特許文献4に記載のガラスは、熱膨張係数が大きいため、このガラスをエタロンに用いた際に、温度ムラがあると変形して光線の方向が変化しやすくなる虞があった。

40

【0013】

本発明は、上記事情に鑑みなされたものであり、製造コストが低く、温度ムラがあっても光線の方向が変化しにくく、赤外線透過性に優れ、光路長温度依存性を抑制できる光学材料、光デバイス及びエタロンを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0014】

50

本発明者等は、光学材料として、熱膨張係数が低く、赤外線透過率が高く、熱膨張係数と、分極率の温度係数とをコントロールした結晶化ガラスを用いれば、光学材料の製造コストが低く、温度ムラがあっても光線の方向が変化しにくく、赤外線の透過性に優れ、光路長温度依存性を抑制できるという知見を得、本発明として提案するものである。

【0015】

すなわち、本発明の光学材料は、
 - 石英固溶体又は
 - ユークリプタイト固溶体を主結晶として析出し、肉厚3mmで、波長1200～1700nmのうちいずれかの波長における赤外線透過率が50%以上であり、
 - 40～100における熱膨張係数が
 $-2.0 \sim -2.0 \times 10^{-6} /$ であり、前記熱膨張係数と分極率の温度係数が
 $-0.5 < 19.5 \times 10^{-6}$ の関係を有する結晶化ガラスからなることを特徴とする。 10

【0016】

また、本発明の光学デバイスは、
 - 石英固溶体又は
 - ユークリプタイト固溶体を主結晶として析出し、肉厚3mmで、波長1200～1700nmのうちいずれかの波長における赤外線透過率が50%以上であり、
 - 40～100における熱膨張係数が
 $-2.0 \sim -2.0 \times 10^{-6} /$ であり、前記熱膨張係数と分極率の温度係数が
 $-0.5 < 19.5 \times 10^{-6}$ の関係を有する結晶化ガラスからなる光学材料を構成部材の一部に含むことを特徴とする。

【0017】

また、本発明のエタロンは、
 - 石英固溶体又は
 - ユークリプタイト固溶体を主結晶として析出し、肉厚3mmで、波長1200～1700nmのうちいずれかの波長における赤外線透過率が50%以上であり、
 - 40～100における熱膨張係数が
 $-2.0 \sim -2.0 \times 10^{-6} /$ であり、前記熱膨張係数と分極率の温度係数が
 $-0.5 < 19.5 \times 10^{-6}$ の関係を有する結晶化ガラスからなる光学材料を構成部材の一部に含むことを特徴とする。 20

【発明の効果】

【0018】

本発明の光学材料は、
 - 石英固溶体又は
 - ユークリプタイト固溶体を主結晶として析出し、肉厚3mmで、波長1200～1700nmのうちいずれかの波長における赤外線透過率が50%以上であり、
 - 40～100における熱膨張係数が
 $-2.0 \sim -2.0 \times 10^{-6} /$ である結晶化ガラスなるため、この光学材料をエタロン等の光学デバイスを構成する材料（基材又は基板材料）として、又は微小光学型の光通信デバイスに使用されるプリズム、レンズ等として使用した際、温度ムラがあっても光線の方向が変化しにくい。また、結晶化ガラスの原ガラス（母ガラス）は石英ガラスよりも低温で（1700以下で）、しかも一般的に使用される溶融炉で容易に溶融できるため、製造コストが安価になる。 30

【0019】

また、本発明の光学材料は、肉厚3mmで、波長1200～1700nmのうちいずれかの波長における赤外線透過率が50%以上であるため、エタロン用基板材料、プリズム、レンズ等の光学材料を用いた光学デバイスの光損失を抑制できる。赤外線透過率が70%以上であると好ましく、80%以上であるとより好ましい。さらに、肉厚3mmで、1200～1700nmの全波長範囲にわたって赤外線透過率が50%以上であると特に好ましい。 40

【0020】

一般に光学材料の光路長温度係数は上記した数式1で表され、屈折率温度係数 dn/dT は下記の数式2で表される。

【0021】

$$dn/dT = (n^2 - 1)(n^2 + 2) / 6n \times (\quad - 3 \quad) \cdots \text{数式 2}$$

【0022】

ここで、 \quad は分極率温度係数を表す。 50

【0023】

上記した結晶化ガラスの屈折率は、1.5程度であることから、光路長温度係数 $1/L \cdot dS/dT$ は、数式1及び数式2から下記の数式3のように近似できる。

【0024】

$$1/L \cdot dS/dT = 0.62 \times (-0.5) \cdots \text{数式3}$$

【0025】

数式3から (-0.5) が小さい程、光路長温度係数が小さくなることがわかる。

【0026】

本発明の光学材料は、 (-0.5) が 19.5×10^{-6} よりも小さい結晶化ガラスからなるため、光路長温度係数が小さく、具体的には $1/L \cdot dS/dT$ が 12.0×10^{-6} よりも小さくなり、エタロン等の光デバイスの選択波長がシフトしにくくなる。また (-0.5) は、 19.0×10^{-6} より小さいと好ましい。

【発明を実施するための最良の形態】

【0027】

本発明の光学材料は、波長1550nmの波長における屈折率が1.54以下であると、エタロン用基板材料、プリズム、レンズ等の光学材料を用いた光学デバイスと光ファイバなどを接合させた時に、接合面での光反射を抑制できる。屈折率が1.53以下であると好ましく、1.52以下であるとより好ましい。

【0028】

また、結晶化ガラスの結晶粒径が0.5μm以下であると、肉厚3mmで、波長1200~1700nmのうちいずれかの波長における赤外線透過率が50%以上になりやすいため好ましい。

【0029】

本発明の光学材料は、モル%で、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O の含量が9%以下である $Li_2O - Al_2O_3 - SiO_2$ 系結晶化ガラス、あるいはモル%で B_2O_3 の含有量が0.5~10%である $Li_2O - Al_2O_3 - SiO_2$ 系結晶化ガラスからなることが望ましい。その理由は次のとおりである。

【0030】

Li_2O 、 Na_2O 又は K_2O のアルカリ金属酸化物は、分極率温度係数を大きくさせる成分である。 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O の含量が9%より多いと、結晶化ガラスの分極率温度係数が大きくなり、光路長温度係数が大きくなるため好ましくない。 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O の含量の好ましい範囲は8.5%以下、より好ましい範囲は8%以下である。

【0031】

B_2O_3 は分極率温度係数を低下させる成分であり、 B_2O_3 が0.5%より少ないと、結晶化ガラスの分極率温度係数が大きくなり、光路長温度係数が大きくなるため好ましくない。 B_2O_3 が10%よりも多いと、 α -石英固溶体又は β -ユークリタイト固溶体を主結晶として析出させることが困難となり、 $2.0 \times 10^{-6}/$ 以下の熱膨張係数が得られ難くなる。また、結晶粒径が大きくなり、赤外線透過率が50%より低くなるため好ましくない。 B_2O_3 の好ましい範囲は0.8~8%、より好ましい範囲は1~6%である。

【0032】

モル%で、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O の含量が9%以下である $Li_2O - Al_2O_3 - SiO_2$ 系結晶化ガラスは、具体的に、モル%で、 SiO_2 67~79%、 Al_2O_3 8~18%、 Li_2O 2~8%、 $ZrO_2 + TiO_2$ 0.5~4.5%、 P_2O_5 0~10%、 $MgO + ZnO$ 2~8%を含有することが望ましく、このように限定した理由は次のとおりである。

【0033】

SiO_2 は、ガラスの網目を構成する主成分であると共に析出結晶の構成成分であり、分極率温度係数を小さくする。 SiO_2 が67%より少ないと、分極率温度係数が大きくなり、ガラスが不安定になると共に所望の結晶粒径を有する α -石英固溶体又は β -ユークリタイト固溶体を主結晶として析出させることが困難となる。一方、79%より多く

なると、ガラスの溶融が困難となる。SiO₂の好ましい範囲は、68～77%、より好ましい範囲は、69～75%である。

【0034】

Al₂O₃も、ガラスの網目構成成分であると共に結晶構成成分である。Al₂O₃が8%より少ないと、所望の結晶を析出させることが困難となり、 2.0×10^{-6} /以下の熱膨張係数が得られ難くなる。一方、18%より多くなると、ガラスが失透しやすくなる。Al₂O₃の好ましい範囲は、9～16%、より好ましい範囲は、10～15%である。

【0035】

Li₂Oは、-石英固溶体結晶又は-ユークリプタイト固溶体結晶の構成成分である。Li₂Oが2%より少ないと、所望の結晶を析出させることが困難となり、 2.0×10^{-6} /以下の熱膨張係数が得られ難くなる。一方、8%より多くなると、分極率の温度係数が大きくなりすぎる。Li₂Oの好ましい範囲は、3～7%、より好ましい範囲は、4～6%である。

10

【0036】

ZrO₂とTiO₂は、結晶核を形成する作用を有する成分である。ZrO₂とTiO₂の含量が0.5%より少ないと、核形成作用が不十分となり、所望の粒径を有する結晶を均一に析出させることができなくなる。一方、4.5%より多くなると、ガラスの溶融が困難となり、失透が発生しやすくなるため好ましくない。ZrO₂とTiO₂の含量の好ましい範囲は、0.7～4.2%、より好ましい範囲は、1～4%である。

【0037】

P₂O₅は、核形成作用を促進する効果がある。10%より多くなると、ガラスの粘度が高くなり、溶融が困難となる。P₂O₅の好ましい範囲は、0～7%、より好ましい範囲は、0～5%である。

20

【0038】

MgOとZnOは、-石英固溶体結晶又は-ユークリプタイト固溶体結晶の構成成分である。MgOとZnOの含量が2%より少ないと、所望の結晶を析出させることが困難となり、 2.0×10^{-6} /以下の熱膨張係数が得られ難くなる。一方、8%より多くなると、分極率温度係数が大きくなりすぎる。MgOとZnOの含量の好ましい範囲は、2.5～6%、より好ましい範囲は、3～5%である。

【0039】

モル%でB₂O₃の含有量が0.5%以上であるLi₂O-Al₂O₃-SiO₂系結晶化ガラスは、モル%で、SiO₂ 60～79%、Al₂O₃ 8～18%、Li₂O 2～15%、ZrO₂+TiO₂ 0.5～4.5%を含有することが望ましく、このように限定した理由は次のとおりである。

30

【0040】

SiO₂は、ガラスの網目を構成する主成分であると共に析出結晶の構成成分であり、分極率温度係数を小さくする。SiO₂が60%より少ないと、分極率温度係数が大きくなり、ガラスが不安定になると共に所望の結晶粒径を有する-石英固溶体又は-ユークリプタイト固溶体を主結晶として析出させることが困難となる。一方、79%より多くなると、ガラスの溶融が困難となる。SiO₂の好ましい範囲は、62～77%、より好ましい範囲は、65～75%である。

40

【0041】

Al₂O₃も、ガラスの網目構成成分であると共に結晶構成成分である。Al₂O₃が8%より少ないと、所望の結晶を析出させることが困難となり、 2.0×10^{-6} /以下の熱膨張係数が得られ難くなる。一方、18%より多くなると、ガラスが失透しやすくなる。Al₂O₃の好ましい範囲は、9～17%、より好ましい範囲は、10～16%である。

【0042】

Li₂Oは、-石英固溶体結晶又は-ユークリプタイト固溶体結晶の構成成分である。Li₂Oが2%より少ないと、所望の結晶を析出させることが困難となり、 2.0×10^{-6} /以下の熱膨張係数が得られ難くなる。一方、15%より多くなると、分極率温

50

度係数が大きくなりすぎる。Li₂Oの好ましい範囲は、3～13%、より好ましい範囲は、4～12%である。

【0043】

ZrO₂とTiO₂は、ガラス中に結晶核を形成する作用を有する成分である。ZrO₂とTiO₂の含量が0.5%より少ないと、核形成作用が不十分となり、所望の粒径を有する結晶を均一に析出させることができなくなる。一方、4.5%より多くなると、ガラスの溶融が困難となり、失透が発生しやすくなるため好ましくない。ZrO₂とTiO₂の含量の好ましい範囲は、0.7～4.2%、より好ましい範囲は、1～4%である。

【0044】

尚、本発明では、必要に応じて他の成分、例えばAs₂O₃、SnO₂、BaO、Sb₂O₃、CaO、SrO等の成分を添加することが可能である。 10

【0045】

As₂O₃は、一般にガラスの清澄剤として用いられているが、結晶の転移を促進する作用を有する。そのためAs₂O₃が1%より多くなると、 α -スポジューメン固溶体が析出しやすくなり、 $2.0 \times 10^{-6}/$ 以下の熱膨張係数が得られ難くなる。As₂O₃の好ましい範囲は0.8%以下、より好ましい範囲は0.6%以下である。

【0046】

また、SnO₂は5%まで添加することができる。すなわちSnO₂は、5%まで添加しても、As₂O₃と異なり、結晶の転移を促進する作用は殆ど見られないからである。さらに、SnO₂は核形成能も有しているため、核形成剤の使用量を少なくできる。 20

【実施例】

【0047】

以下、本発明を実施例に基づいて詳細に説明する。

【0048】

表1は、本発明の実施例1～5と、比較例6～8を示す。

【表 1】

| 組成 (mol%) | 実施例 | | | | | 比較例 | | |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| SiO ₂ | 72.5 | 73.2 | 73 | 71.3 | 69.4 | 71.7 | 71.7 | 71.7 |
| Al ₂ O ₃ | 12 | 12 | 14.5 | 14.5 | 14.4 | 14 | 14.6 | 14 |
| B ₂ O ₃ | — | — | — | 1.3 | 4 | — | — | — |
| Li ₂ O | 5 | 5 | 5.5 | 10.4 | 10.3 | 9.2 | 10.5 | 9.2 |
| Na ₂ O | — | — | — | — | — | 0.4 | — | 0.4 |
| K ₂ O | 2.5 | 1.8 | 1 | — | — | 0.2 | — | 0.2 |
| ZrO ₂ | 1 | 1 | 1.5 | 1.3 | 1.3 | 1.5 | 1.3 | 1.5 |
| TiO ₂ | 2.5 | 2.5 | 1 | — | — | 1.5 | — | 1.5 |
| P ₂ O ₅ | — | — | 0.5 | 0.6 | — | 0.5 | 1.3 | 0.5 |
| ZnO | 2.5 | 2.5 | 2 | — | — | — | — | — |
| MgO | 1.6 | 1.6 | 0.5 | — | — | 0.5 | — | 0.5 |
| BaO | 0.4 | 0.4 | 0.5 | — | — | 0.5 | — | 0.5 |
| SnO ₂ | — | — | — | 0.6 | 0.6 | — | 0.6 | — |
| 結晶化温度 (°C) | 850 | 850 | 890 | 840 | 820 | 850 | 840 | 1020 |
| 主結晶種 | β-Q | β-Q | β-Q | β-Q | β-Q | β-Q | β-Q | β-Spd |
| α (×10 ⁻⁶ /°C) [-40~100°C] | 1.3 | 0.9 | 0.8 | -1.5 | -1.1 | -0.7 | -1.8 | 1.2 |
| 透過率 (%) [1550nm] | 90 | 90 | 88 | 90 | 85 | 90 | 89 | 10 |
| φ-0.5α (×10 ⁻⁶ /°C) | 18.7 | 19.2 | 18.7 | 17.9 | 17.3 | 20.1 | 20.5 | 測定不可 |
| 屈折率 [1550nm] | 1.516 | 1.518 | 1.506 | 1.515 | 1.516 | 1.523 | 1.514 | 測定不可 |
| dn/dT (×10 ⁻⁶ /°C) | 9.5 | 10.6 | 10.4 | 13.4 | 13 | 13.7 | 15.3 | 測定不可 |
| 1/L·dS/dT (×10 ⁻⁶ /°C) | 11.5 | 12 | 11.6 | 11.1 | 10.7 | 12.6 | 12.6 | 測定不可 |
| φ (×10 ⁻⁶ /°C) | 19.4 | 19.7 | 18.3 | 17.2 | 16.7 | 19.7 | 19.6 | 測定不可 |
| 結晶粒径 [μm] | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 1 |

※β-Q: β-石英固溶体、β-Spd: β-スポジューメン固溶体

【0049】

表1の実施例及び比較例は、以下のようにして作製した。

【0050】

まず表中の組成となるように調合したバッチ原料を、白金坩堝に入れ、1580で20時間溶融した。次いで、この溶融ガラスをカーボン板上に流し出してロール成形することによって、厚さ5mmのガラス板を成形し、室温まで徐冷した。

【0051】

次に各ガラス板に、780、3時間の核形成処理を施した後、表中の結晶化温度で1時間の結晶化処理を施し、室温まで冷却させ、実施例1~5及び比較例6~8の結晶化ガラスを作製した。

【0052】

こうして得られた結晶化ガラスについて、主結晶種、熱膨張係数()、屈折率(n)、屈折率温度係数(dn/dT)、光路長温度係数(1/L·dS/dT)、分極率温度係数()、1550nmにおける赤外線透過率、及び結晶粒径を測定した。

10

20

30

50

【0053】

表から明らかなように、実施例1～5は、いずれも主結晶として - 石英固溶体を析出し、熱膨張係数が小さかった。また、1550nmでの赤外線透過率も85%以上であった。さらに ($-0.5 \times$) の値が低く、 $19.2 \times 10^{-6} /$ 以下であり、光路長の温度依存性 (dS/dT) は、 $12.0 \times 10^{-6} /$ 以下であった。1550nmでの屈折率も1.506～1.518となった。

【0054】

一方、比較例6および7は、($-0.5 \times$) の値が $19.6 \times 10^{-6} /$ 以上と高いため、光路長の温度依存性 (dS/dT) も、 $12.6 \times 10^{-6} /$ と高かった。比較例8は、主結晶が - スポジューメン固溶体であり、結晶粒径が $0.5 \mu\text{m}$ よりも大きいため、1550nmでの赤外線透過率が10%であり、屈折率及び光路長の温度依存性を測定することができなかった。そのため、エタロンなどの光学デバイスの構成材料(基材)、レンズ、プリズム等の光学材料として使用することができない。

10

【0055】

尚、表中の主結晶種は、周知のX線回折法によって同定した。また熱膨張係数は、ディラトメーターを使用して測定した。さらに赤外線透過率は、各試料の厚さを3mmとし、1550nmにおける赤外線透過率を、分光光度計(島津製作所製UV3100)を使用して測定した。屈折率の温度依存性は試料の温度を変えて屈折率を測定することで評価し、分極率温度係数は数式2より求めた。また、光路長の温度依存性は、波長1100～1700nmの範囲の光を用いた干渉光学系中の一方の光路中に試料を配置し、試料温度を変化させた時に観察された干渉縞の変化から求められた光路長の温度依存性の内、最も大きかった値によって評価した。

20

【産業上の利用可能性】

【0056】

以上説明したように、本発明の光学材料は、製造コストが低く、温度ムラがあっても光線の方向が変化しにくく、赤外線の透過性に優れ、光路長温度依存性を抑制できるため、寸法安定性、赤外線の透明性及び光路長のアサーマル性を必要とするエタロン等の光学デバイスの構成材料として好適であるばかりでなく、寸法安定性と赤外線の透明性を必要とする微小光学型の光学デバイスの構成材料(例えば、レンズ、プリズム等の光学材料)としても適している。

30

フロントページの続き

| | | | | |
|--------------------------|------|---------|------|------------|
| (51)Int.Cl. ⁷ | | F I | | テーマコード(参考) |
| G 0 2 B | 6/10 | G 0 2 B | 6/10 | C |
| G 0 2 B | 6/12 | G 0 2 B | 6/12 | N |

(74)代理人 100120949

弁理士 熊野 剛

(74)代理人 100121186

弁理士 山根 広昭

(72)発明者 北村 直之

大阪府池田市緑丘1丁目8番31号 独立行政法人産業技術総合研究所 関西センター内

(72)発明者 永金 知浩

滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本電気硝子株式会社内

(72)発明者 姫井 裕助

滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本電気硝子株式会社内

(72)発明者 坂本 明彦

滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本電気硝子株式会社内

Fターム(参考) 2H047 QA01

2H048 GA09 GA13 GA62

2H050 AB55 AB64

4G062 AA11 BB01 CC10 DA06 DA07 DB03 DB04 DC01 DC02 DC03

DD01 DD02 DD03 DE01 DE02 DE03 DF01 EA01 EA02 EA03

EA04 EB01 EB02 EB03 EC01 EC02 EC03 ED01 ED02 ED03

EE01 EF01 EG01 FA01 FB01 FB02 FB03 FC01 FC02 FC03

FD01 FE01 FF01 FG01 FH01 FJ01 FK01 FL01 GA01 GB01

GC01 GD01 GE01 HH01 HH03 HH05 HH07 HH09 HH11 HH13

HH15 HH17 HH20 JJ01 JJ03 JJ05 JJ07 JJ10 KK01 KK03

KK05 KK07 KK10 MM02 MM04 NN15 NN29 QQ02 QQ11