

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5444397号  
(P5444397)

(45) 発行日 平成26年3月19日(2014.3.19)

(24) 登録日 平成25年12月27日(2013.12.27)

(51) Int.Cl.	F 1
G 0 2 B 1/02	(2006.01) G O 2 B 1/02
G 0 2 B 3/00	(2006.01) G O 2 B 3/00 Z
C 2 3 C 16/30	(2006.01) C 2 3 C 16/30
C 0 1 B 19/04	(2006.01) C O 1 B 19/04 C

請求項の数 2 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2012-53013 (P2012-53013)
(22) 出願日	平成24年3月9日(2012.3.9)
(65) 公開番号	特開2013-186390 (P2013-186390A)
(43) 公開日	平成25年9月19日(2013.9.19)
審査請求日	平成24年10月25日(2012.10.25)

(73) 特許権者	000002130 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
(73) 特許権者	503212652 住友電工ハードメタル株式会社 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号
(74) 代理人	110001195 特許業務法人深見特許事務所
(72) 発明者	吉田 克仁 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友 電気工業株式会社 伊丹製作所内
(72) 発明者	栗巣 賢一 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友 電気工業株式会社 伊丹製作所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】光学部品の製造方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

CVD法により合成されたZnSe多結晶体からなる光学部品であって、  
前記ZnSe多結晶体は、平均粒径が50μm以上1mm以下の結晶粒で構成され、かつ相対密度が99%以上である、光学部品の製造方法であって、

CVD法によりZnSe多結晶体を合成する第1工程と、  
前記第1工程で合成されたZnSe多結晶体をプレス成形する第2工程とを含み、  
前記第2工程は、不活性ガス雰囲気下、920以上1030以下の温度および20MPa以上60MPa以下の圧力で、5分間以上荷重を負荷するという条件下で実行される、光学部品の製造方法。

## 【請求項 2】

前記第2工程は、プレス成形用の型に前記ZnSe多結晶体をセットして実行され、  
前記プレス成形用の型は、グラッシーカーボンまたは炭化ケイ素焼結体で構成される、  
請求項1に記載の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、光学部品およびその製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

ZnSe（セレン化亜鉛）は赤外光の透過特性に優れていることから、たとえば切断加工や板金に用いられている炭酸ガスレーザ用の窓材やレンズ材などのような光学部品として使用されている。このような光学部品として用いられるZnSeはCVD法（化学的蒸着法、化学気相成長法とも呼ばれる）により素材を合成した後、その素材に対して研削や研磨といった機械加工を施すことによって各種の部品形状に仕上げられている。

#### 【0003】

ところで、このような光学部品の製造コストにおいて、素材コストと加工コストの占める割合が高く、これらのコストを低減することがZnSeからなる光学部品を普及させる上で重要である。研削や研磨といった機械加工では、加工時間が長いことのみならず、大きな素材から部品形状を削り出す必要があることから、少なからず加工屑として素材を無駄にしており、製造コストを高くする原因となっている。10

#### 【0004】

そこで、より安価にZnSeからなる光学部品を製造する方法として、機械加工を可能な限り行なわない方法が提案されている。たとえば、国際公開第2003/055826号パンフレット（特許文献1）は、原料粉末から加圧・加熱プレスを用いて最終形状にネットシェイプ変形する方法を提案しており、また特開平05-043359号公報（特許文献2）は、微結晶からなる多結晶体をプレス成形加工する方法を提案している。

#### 【先行技術文献】

##### 【特許文献】

##### 【0005】

【特許文献1】国際公開第03/055826号パンフレット20

【特許文献2】特開平05-043359号公報

#### 【発明の概要】

#### 【発明が解決しようとする課題】

##### 【0006】

特許文献1の方法は、原料粉末を成形した後、焼結を行ない相対密度55%以上80%以下の焼結体を作製し、その焼結体を高温下でプレスして最終形状に変形せるものである。この方法は、機械加工を用いていないものの、粉末状の原料を使用しており、原料粉末を焼結させながら部品形状に変形せるものであり、不純物の混入が避けられず、透光性への悪影響が危惧される。30

##### 【0007】

特許文献2の方法は、平均粒径が3μm以下の焼結体（多結晶体）を1300～1500の温度下で加圧成形し、成形品を作製する方法である。この方法は、多結晶体のクリープ変形を利用したものであることから、結晶粒径の小さい焼結体を用いる必要があり、これにより粒界すべりをおこしクリープ変形を容易にするものである。したがって、この方法は、機械加工を用いていないものの、結晶粒径の大きな多結晶体では、クリープ変形速度が低下し、焼結体強度が低下してクラックや破壊が発生する可能性がある。CVD法で合成したZnSe多結晶体は、通常10μm以上の結晶粒径となるため、特許文献2の方法は適用できない。

##### 【0008】

したがって、CVD法で合成したZnSe多結晶体は、可視域から赤外域までの光の広い波長領域で高い透過率をもっているというメリットがあるものの、機械加工を採用しない上記のような従来の方法を用いることはできず、製造コストを低減させることは困難であった。このため、CVD法で合成したZnSe多結晶体を用いて、機械加工を採用せず、安価に光学部品を製造する方法を開発することが求められていた。40

##### 【0009】

本発明は、上記のような現状に鑑みなされたものであって、その目的とするところは、CVD法で合成したZnSe多結晶体を用いて、機械加工を採用せず、安価に製造できる光学部品を提供することにある。

#### 【課題を解決するための手段】

10

20

30

40

50

**【0010】**

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討を重ねたところ、従来、機械加工でしか部品の形状へと成形加工できないと考えられていたCVD法で合成された比較的大きな結晶粒径からなるZnSe多結晶体を用いても、特定の条件を採用すればプレス成形法により部品形状に成形できるとの知見が得られ、またそのような条件で加工されたZnSe多結晶体は特有の特性を有するとの知見を得、これらの知見に基づきさらに検討を重ねることにより本発明を完成させたものである。

**【0011】**

すなわち、本発明の光学部品は、ZnSe多結晶体からなるものであって、該ZnSe多結晶体は、平均粒径が50μm以上1mm以下の結晶粒で構成され、かつ相対密度が99%以上であることを特徴とする。 10

**【0012】**

また、本発明は、上記の光学部品の製造方法にも係わり、該製造方法は、CVD法によりZnSe多結晶体を合成する第1工程と、該第1工程で合成されたZnSe多結晶体をプレス成形する第2工程とを含み、該第2工程は、不活性ガス雰囲気下、920以上1030以下の温度および20MPa以上60MPa以下の圧力で、5分間以上荷重を負荷するという条件下で実行されることを特徴とする。

**【0013】**

ここで、該第2工程は、プレス成形用の型に該ZnSe多結晶体をセットして実行され、該プレス成形用の型は、グラッシャーカーボンまたは炭化ケイ素焼結体で構成されることが好ましい。 20

**【発明の効果】****【0014】**

本発明の光学部品は、安価に製造できるという優れた効果を有する。

**【発明を実施するための形態】****【0015】**

以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

**<光学部品>**

本発明の光学部品は、ZnSe多結晶体からなるものであって、該ZnSe多結晶体は、平均粒径が50μm以上1mm以下の結晶粒で構成され、かつ相対密度が99%以上であることを特徴とする。 30

**【0016】**

ここで、上記平均粒径は、当該光学部品（ZnSe多結晶体）を塩酸でエッティングした後、光学顕微鏡を用いて20倍で写真撮影し、その写真上に60mmの直線を任意に5本引き、その各直線上に存在する結晶粒の粒界間距離を測定し、それらの平均値を平均粒径とする。

**【0017】**

この平均粒径が50μm未満では粒界散乱による可視域での吸収率の低下という不都合があり、1mmを超えると成形時に破損する危険性が高くなるという問題がある。この平均粒径は、より好ましくは50μm以上300μm以下である。 40

**【0018】**

また、上記相対密度は、ZnSeの理論密度（5.27g/cm<sup>3</sup>）との相対的な割合をいい、アルキメデス法により比重を測定したものを理論密度で除することで求めることができる。相対密度が99%未満では、空孔が無視できない程度存在することを意味し、空孔による光の散乱が大きくなり、光学部品としては使用できないという問題がある。相対密度の上限は、高くなればなるほど好ましく100%が理想であるため特に限定する必要はない。この相対密度は、より好ましくは99.8%以上である。

**【0019】**

このような本発明の光学部品は、赤外光等を利用した各種の装置に組み込まれる光学的な機能を果たす部品であって、たとえば切断加工や板金に用いられている炭酸ガスレーザ 50

用の窓材やレンズ材が含まれる。

#### 【0020】

このような本発明の光学部品は、以下のような製造方法によって製造される。換言すれば、以下のような製造方法によって製造される光学部品は、上記のような特性を示す。したがって、本発明の光学部品は、研削や研磨などの機械加工を採用せず、安価に製造できるという優れた効果を有する。

#### 【0021】

##### < 製造方法 >

本発明の光学部品は、以下のような製造方法により製造される。すなわち、当該製造方法は、CVD法によりZnSe多結晶体を合成する第1工程と、該第1工程で合成されたZnSe多結晶体をプレス成形する第2工程とを含み、該第2工程は、不活性ガス雰囲気下、920以上1030以下の温度および20MPa以上60MPa以下の圧力で、5分間以上荷重を負荷するという条件下で実行されることを特徴とする。すなわち、本発明の製造方法は、研削や研磨などの機械加工を採用せずに、CVD法で合成された比較的大きな結晶粒径を有するZnSe多結晶体を用いて安価に光学部品を製造できるという効果を有している。

10

#### 【0022】

ここで、該第2工程は、プレス成形用の型に該ZnSe多結晶体をセットして実行され、該プレス成形用の型は、グラッシャーカーボンまたは炭化ケイ素焼結体で構成されことが好ましい。

20

#### 【0023】

本発明者らは、CVD法で合成したZnSe多結晶体の高温での特性を調べた結果、920以上で多結晶体が軟化し、荷重を加えると塑性変形することを見出した。塑性変形を生じさせる温度は高ければ高い方がより変形しやすくなるが、不活性ガス雰囲気下で1030を超えるとZnSeの分解が始まる。このため、920以上1030以下の温度で成形する必要があることが判明した。より好ましい温度は、950以上1020以下である。

#### 【0024】

また、加熱下で塑性成形を生起させる雰囲気は、ZnSeの酸化を防止する観点からは、圧力が $1 \times 10^{-3}$ Pa以下の真空や、Arまたは窒素等の不活性ガス雰囲気下で加熱する必要があるが、真空中で加熱する場合は950を超えるとZnSeの分解が始まるため、不活性ガス雰囲気下で実行することが好ましい。

30

#### 【0025】

一方、光学部品としてレンズを成形する場合、レンズは通常凹形状や凸形状を呈するため、成形時に形状の変形を伴うことから成形時の加圧面積がその変形に伴って変化し、一定とはならない。たとえば、成形用の型と素材（ZnSe多結晶体）との接触面積が変形に伴って増えることから、負荷する圧力を一定に維持することは困難であり、圧力を必ずしも一定に保持する必要はない。

#### 【0026】

このような成形時の圧力は、成形用の型と素材との接触面積が大きくなる変形末期に負荷される圧力が重要である。したがって、成形圧力は、負荷荷重を変形後の接触面積（すなわち光学部品の表面積）で除した圧力を基準とし、20MPa以上60MPa以下の圧力条件を採用することが好ましい。その圧力が20MPa未満の場合、十分に変形しない場合があり、60MPaを超えると、多結晶体に亀裂が入る等の破損に至る場合がある。より好ましい範囲は、25MPa以上50MPa以下である。

40

#### 【0027】

また、上記加圧の方法としては、時間とともに徐々に荷重を増加する方法で型と素材との接触面積が増えていくのを補うことができる。荷重を増加する速度としては、遅い方が好ましいが、生産性との兼ね合いでその速度は限定される。通常、0.2MPa/秒以上0.5MPa/秒以下とすることが好ましい。このときの変形速度は、概ね $3 \times 10^{-4}$ ~

50

$1 \times 10^{-3}$  / 秒程度の値となる。ここで当該変形速度とは、素材の変形量 ( L ) を素材の元の寸法 ( L ) と変形に要した時間 ( T ) で割った値 ( L / L / T ) である。

#### 【 0 0 2 8 】

このようなプロセスを経ることで、CVD法により合成されたZnSe多結晶体（すなわち第1工程で合成されたZnSe多結晶体）は、上記の条件を採用したプレス成形（第2工程）により光学部品へと成形されることになる。プレス成形時の加熱および加圧により、該ZnSe多結晶体は変形とともに再結晶化し、結晶粒は成長する。結晶粒の成長は加熱温度と加熱時間に依存する。光学部品の最終の形状に仕上げるためには、少なくとも5分間以上の加圧と加熱が必要である。すなわち、第2工程において、5分間以上荷重を負荷する必要がある。

10

#### 【 0 0 2 9 】

なお、プレス成形時、加圧による変形を与えると歪が入るが、歪量は変形速度に依存して大きくなる。従って、歪量を小さくするためには、加圧変形は長い時間をかけて徐々に変形させる方がよい。一方で、時間をかけ過ぎると粒成長により結晶粒が肥大化してしまい、変形後の形状精度が悪化する。歪が少なく形状精度が高い形状が得られる成形時間は、温度によって異なるので、一義的に決めることはできない。しかし、上記の通り、5分間以上とすることは必要であり、より好ましくは5分以上30分以下とすることが好適である。

#### 【 0 0 3 0 】

また、30分を超えると、粒が成長しすぎて形状精度が悪化したり、最悪の場合、破損するという不都合を生じる可能性がある。

20

#### 【 0 0 3 1 】

なお、該第2工程は、上記のように、プレス成形用の型に該ZnSe多結晶体をセットして実行されるが、該プレス成形用の型は、グラッシャーカーボンまたは炭化ケイ素焼結体で構成されることが好ましい。1000近くの高温で強度を保っており、ZnSeとの反応性が低く、熱膨張係数が小さいためである。ここで、グラッシャーカーボンとは、ガラス状炭素であり、気体透過度が0（ゼロ）のものをいう。

#### 【 0 0 3 2 】

なお、CVD法によりZnSe多結晶体を合成する第1工程の条件は、従来公知の条件を採用することができ、特に限定されない。たとえば、基板温度を550～800、圧力を100～2000Paとする条件下で、ZnとH<sub>2</sub>Seとを反応させることにより、ZnSe多結晶体を合成することができる。

30

#### 【 0 0 3 3 】

このようにしてCVD法で合成されたZnSe多結晶体は、通常平均粒径が10μm以上の結晶粒で構成されるが、本発明においては5～25μm程度の平均粒径を有するものを用いることが好ましい。粒が大きすぎると成形中に破損する可能性があるためである。なお、このような平均粒径とするためには、上記の条件において、特に基板温度を550～650程度とすることが好ましい。

#### 【 0 0 3 4 】

なお、本発明の製造方法は、上記の通り、研削や研磨などの機械加工を行なわないことを特徴とするものであるが、ここでいう機械加工とは、最終の光学部品の形状を成形するために行なわれるものであって、製造コストに影響を及ぼすような加工屑を排出する加工を意味する。したがって、第1工程で合成されたZnSe多結晶体を第2工程で用いるプレス成形用の型にセットできるような形状に成形する予備加工や、その際に行なわれる鏡面研磨加工等は、ここでいう機械加工には含まれず、このような予備加工や鏡面研磨加工の採用を排除するものではない。

40

#### 【 実施例 】

#### 【 0 0 3 5 】

以下、実施例を挙げて本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

50

**【0036】**

<実施例1～16および比較例1～4>

まず、以下の条件により、CVD法でZnSe多結晶体を合成した（第1工程）。すなわち、基板温度を650℃、圧力を2000Paとし、ZnとH<sub>2</sub>Seとを反応させることにより、ZnSe多結晶体を合成した。

**【0037】**

なお、このようにして合成されたZnSe多結晶体は、次の第2工程を実行する前に、直径10mm、厚み6mmの円板状に加工した。このときのZnSe多結晶体の密度をアルキメデス法を用いて測定したところ5.27g/cm<sup>3</sup>であり、平均粒径は光学部品を測定するのと同様の方法で測定したところおおよそ20～30μm程度であった。

10

**【0038】**

次いで、上記で円板状に加工したZnSe多結晶体をプレス成形することにより光学部品を製造した（第2工程）。

**【0039】**

すなわち、上記で円板状に加工したZnSe多結晶体の表面を鏡面研磨加工した後、プレス成形用のグラッシャーカーボン製の型にセットした。この型は、上下一対の型と型の外周を拘束するリング状の筒からなり、一方の型は鏡面研磨された平型で、他方の型は、面が19.89mmの曲率半径を有した凸型の鏡面研磨面のものを使用した。

**【0040】**

続いて、このZnSe多結晶体をセットした型一式をプレス成形機（商品名：「GMP-207」、東芝機械社製）にセットした後、試料室を真空状態にして450℃まで加熱した。その後、不活性ガスとして窒素ガスを封入することにより不活性ガス雰囲気とし、表1記載の成形温度まで加熱した。

20

**【0041】**

次いで、温度がその成形温度に達した後、0.02kN/秒の速度で加圧を行ない、表1に示す最大荷重まで負荷し、この最大荷重で5分間保持することにより、光学部品（レンズ）を製造した。なお、この最大荷重と上記型（光学部品）の表面積から算出した圧力（最大面接觸時圧力）を成形圧力として表1に示した。

**【0042】**

このようにして得られた光学部品（レンズ）の凸形状の曲率半径（R値）を3次元形状測定器（商品名：「UA3P」、Panasonic社製）を用いて測定した。各実施例および各比較例の光学部品（レンズ）の測定結果（R値）と型の曲率半径（19.89mm）との差|R（R値と型の曲率半径との差を、型の曲率半径に対する割合（%）で表示したもの）|とを表1に示した。評価基準は、この|R|が±1%以内のものを良品とした。

30

**【0043】**

なお、上記で得られた光学部品を塩酸でエッチングした後、前述の方法によりZnSe多結晶体の結晶粒の平均粒径および相対密度を求めた。その結果を表1に示す。

**【0044】**

【表1】

	成形温度 (°C)	最大荷重 (kN)	成形圧力 (MPa)	R 値 (mm)	$\Delta R$ (%)	相対密度 (%)	平均粒径 (μm)
実施例 1	920	2	25.48	20.0695	0.902	100	60
実施例 2	920	4.5	57.33	20.0326	0.717	100	50
実施例 3	940	3	38.21	19.9563	0.333	99.99	160
実施例 4	940	4	50.95	19.9169	0.135	100	150
実施例 5	950	2.5	31.85	19.9055	0.078	100	270
実施例 6	950	4.5	57.33	19.8742	-0.079	99.99	260
実施例 7	960	2.5	31.85	19.8777	-0.062	99.99	480
実施例 8	960	4	50.95	19.8629	-0.136	100	450
実施例 9	970	2	25.48	19.8568	-0.167	100	660
実施例 10	970	3	38.21	19.8453	-0.225	100	630
実施例 11	980	2.5	31.85	19.7851	-0.527	100	790
実施例 12	980	3.5	44.59	19.7694	-0.471	99.99	780
実施例 13	1000	2	25.48	19.7582	-0.663	99.99	990
実施例 14	1000	4.5	57.33	19.7223	-0.843	99.99	980
実施例 15	1020	3	38.21	19.7352	-0.778	99.98	990
実施例 16	1020	4	50.95	19.7225	-0.842	99.98	980
比較例 1	910	3.5	15.00	20.1051	1.081	100	30
比較例 2	910	4.5	57.33	-	-	100	35
比較例 3	910	5	63.69	-	-	100	40
比較例 4	1050	3	38.21	-	-	99.98	1300

10

20

30

40

## 【0045】

表1中、「R値」および「 $\Delta R$ 」が空欄のものは、第2工程において、光学部品が破損または一部気化することにより、測定できなかったことを示す。

## 【0046】

表1より明らかなように、各実施例の光学部品は、各比較例の光学部品に比し、良好に生産でき、以って本発明の光学部品が、研削や研磨などの機械加工を採用せず、安価に製造できるという優れた効果を有することを確認した。

## 【0047】

以上のように本発明の実施の形態および実施例について説明を行なったが、上述の各実

50

施の形態および実施例の構成を適宜組み合わせることも当初から予定している。

**【 0 0 4 8 】**

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

---

フロントページの続き

(72)発明者 京谷 達也  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電工ハードメタル株式会社内

審査官 藤岡 善行

(56)参考文献 特開平04-340901(JP,A)  
特表2009-517217(JP,A)  
特開2011-013354(JP,A)  
国際公開第2009/142238(WO,A1)  
国際公開第03/055826(WO,A1)  
特開2002-234774(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G 02 B 1 / 02  
C 01 B 19 / 04  
C 23 C 16 / 30  
G 02 B 3 / 00