

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4031200号  
(P4031200)

(45) 発行日 平成20年1月9日(2008.1.9)

(24) 登録日 平成19年10月26日(2007.10.26)

(51) Int.C1.

F 1

G02B 5/30 (2006.01)  
C03C 14/00 (2006.01)G02B 5/30  
C03C 14/00

請求項の数 12 (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2000-548754 (P2000-548754)  
 (86) (22) 出願日 平成11年4月6日 (1999.4.6)  
 (65) 公表番号 特表2002-514779 (P2002-514779A)  
 (43) 公表日 平成14年5月21日 (2002.5.21)  
 (86) 國際出願番号 PCT/US1999/007521  
 (87) 國際公開番号 WO1999/059006  
 (87) 國際公開日 平成11年11月18日 (1999.11.18)  
 審査請求日 平成18年3月17日 (2006.3.17)  
 (31) 優先権主張番号 60/085,464  
 (32) 優先日 平成10年5月14日 (1998.5.14)  
 (33) 優先権主張国 米国(US)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 397068274  
 コーニング インコーポレイテッド  
 アメリカ合衆国 ニューヨーク州 148  
 31 コーニング リヴァーフロント プ  
 ラザ 1  
 (74) 代理人 100073184  
 弁理士 柳田 征史  
 (74) 代理人 100090468  
 弁理士 佐久間 剛  
 (72) 発明者 ボレリ, ニコラス エフ  
 アメリカ合衆国 ニューヨーク州 149  
 05 エルミラ ウエスト ウォーター  
 ストリート 935

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】偏光ガラス製品

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

10 ~ 50  $\mu\text{m}$  の厚さおよび450 nm より長い波長において10 dB より大きい吸光率を有し、全厚に亘り伸長金属銀粒子を含有すると共に金属ハロゲン化物粒子を実質的に含まない、近接した非偏光域のない単一層の偏光ガラス製品。

## 【請求項2】

金属ハロゲン化物粒子を実質的に含まない極薄偏光ガラス製品の製造方法において、  
 a) 伸長金属粒子を含有した第1偏光層と、金属ハロゲン化物粒子を含有した非偏光層とを有する偏光ガラスを提供する段階と、  
 b) 前記偏光ガラスの第1偏光層を支持体に接着する段階と、  
 c) 前記非偏光層を除去して前記第1偏光層を露出させる段階と、  
 d) 極薄偏光ガラス製品を作るため前記第1偏光層を前記支持体から分離する段階と、  
 を含むことを特徴とする方法。

## 【請求項3】

前記極薄偏光ガラス製品が10 ~ 50  $\mu\text{m}$  の厚さを有することを特徴とする請求項2記載の方法。

## 【請求項4】

前記除去段階(c)後に、前記極薄偏光ガラス製品をウェーファへとさいの目に切る段階を含むことを特徴とする請求項2記載の方法。

## 【請求項5】

10

20

前記ウェーファが  $1 \text{ mm} \times 2 \text{ mm} \times 10 \sim 50 \mu\text{m}$  の寸法を有することを特徴とする請求項 4 記載の方法。

【請求項 6】

前記偏光層中の伸長金属粒子が銀であることを特徴とする請求項 2 項記載の方法。

【請求項 7】

前記除去段階を片側のラッピング作業により行うことを特徴とする請求項 2 項記載の方法。

【請求項 8】

前記除去段階を片側のラッピング作業と化学的薄片化作業との組合せにより行うことを特徴とする請求項 2 項記載の方法。

10

【請求項 9】

前記偏光ガラスが第 2 偏光層を、前記第 1 および第 2 偏光層の間に前記非偏光域を挟むようにさらに含むことを特徴とする請求項 2 項記載の方法。

【請求項 10】

前記接着段階後、前記非偏光域と第 2 偏光層とを除去して前記第 1 偏光層を露出させることを特徴とする請求項 9 記載の方法。

【請求項 11】

前記第 1 偏光層および第 2 偏光層が伸長金属粒子を含有することを特徴とする請求項 9 記載の方法。

【請求項 12】

20

前記金属粒子が銀であることを特徴とする請求項 11 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

発明の分野

本発明は極薄偏光ガラス製品およびその製造方法に関する。特に、本発明は銀含有の偏光ガラスの新規な製造方法、およびこのガラスから製作される極薄偏光ガラス製品に関する。特に、本発明は近接した非偏光域がない単一層の偏光装置に関する。

【0002】

発明の背景

非常に薄い偏光装置を使用することにより、高価なレンズ部品を必要とせず且つ更に重要なこととして高度の光透過量を維持するためのアライメント (alignment) 問題の少ない光学部品の製造が可能となる。いかなる集積装置においても、目的は光路長を短くするため回折損失を減少させることである。これらおよびその他の垂直集積工学上の見解が、公知のように、1995年3月号の雑誌「オプトエレクトロニクス (OPTOELECTRONICS)」Vol. No. 1, pp. 55 - 74 の論文「光ファイバー回路の垂直集積工学」に白石等により発表されている。

30

【0003】

これに記載されている種類の光アイソレータを製造するための最新の製品は、ニューヨーク州、コーニングのコーニング社より入手可能な高品質仕上げの光学部品ポラコア (POLACOR) (登録商標) である。この製品は主要透過方向に平行に 30 mm までの寸法を有する平面形状で入手できる。

40

【0004】

ポラコア製品はまた 0.2 mm 程度の薄層で入手できる。

【0005】

ポラコア製品以外に次のような特許、米国特許第 5,430,573 号、同第 5,332,819 号、同第 5,300,465 号、同第 5,281,562 号、同第 5,275,979 号、同第 5,045,509 号、同第 4,792,535 号、同第 4,479,819 号、特開平 4-2279337 号、特開平 5-208844 号、ヨーロッパ特許 0719741 号が公知であり、これら全てに赤外線域で偏光されるガラス製品が記載されている。

50

**【 0 0 0 6 】**

特開平4-279337号、特開平5-208844号には、特許出願により240μ以下の厚さを測定できる銅ベースの(copper-based)偏光ガラスが記載されている。しかしながら、実施例はガラスの厚さが100μないし1000μに限定されていた。この特許出願の偏光ガラスは引き伸ばされた銅ハロゲン化物含有ガラスを100μないし1000μに研磨し、次に偏光ガラス形成のため該ガラスを水素雰囲気に曝すことにより調製された。

**【 0 0 0 7 】**

前記引例に記載された方法の一つの欠点は、少なくとも極薄偏光ガラスの製造に関して言えば、本発明において必要とされているように非常に薄い自立性ガラス片を取扱い且つ処理する上の困難性である。これに関連して、特開平9-86956号は、ガラス母材に埋め込まれている小結晶の引き伸しに使用される高応力に起因した損失を低下させる方法を提案している。しかしながら、薄いガラス偏光装置の製造方法の発展が引き続き要望されている。

10

**【 0 0 0 8 】**

したがって、本発明の目的は上記欠点の減少したまたはなくなった極薄偏光ガラス製品の製造方法を提供することである。

**【 0 0 0 9 】****発明の概要**

本発明は伸張された極微小の金属粒子を全幅および全厚に分散している单一体ガラスからなることを特徴とする極薄偏光ガラスに関する。金属粒子は長軸を有し、該長軸に対して垂直に振動する光の透過率が高いように該長軸に平行な光の偏光成分を優先的に吸収するようになっている。また、偏光ガラスはフォトクロミック(photochromic)特性や、ガラスに埋まっている微小ハロゲン化物により発生される光の散乱のような望ましくない光学特性をガラスに与えようとする金属ハロゲン化物粒子が実質的に存在しないことを特徴とする。別の態様によれば、本発明は極薄偏光ガラス製品の製造方法に関する。さらに別の態様によれば、本発明は、伸長された金属銀粒子を含有する偏光ガラス製品であって、この製品が0.45μmより長い波長において10dBより大きい吸光率を示し、ガラスが銀ハロゲン化物粒子を含まず、200μm未満の厚さを有するものである偏光ガラス製品に関する。

20

**【 0 0 1 0 】****発明の詳細な説明**

厚さ200μm未満の本発明の偏光ガラス製品を作るため、偏光ガラスを薄くして厚さ50μm未満、好ましくは10μmないし40μmの極薄偏光ガラスさえも成形できる方法を開発した。

30

**【 0 0 1 1 】**

特に有益な実施の形態において、非偏光域6により隔てられている2枚のガラス層4を有するポラコアガラス8(図1)の片すなわちピース(piece)について前記方法が始まる。ポラコアガラス8の偏光層4は延伸または伸長された金属粒子を含有し、また中央非偏光域6は伸長または延伸された金属ハロゲン化物粒子を含有している。この実施の形態(図2)において、ポラコアガラスから非常に薄い製品を成形するため、ガラス8は最初に適当な材料、例えば樹脂、ワックス、樹脂/ワックス混合物を使用して適当な支持体10に粘着または接着される。ガラス8は支持体10に対し、片方の偏光層4を支持体10に接触させて接着される。次に、2枚のカバースリップ12が図2に示すようにガラスの両側に載せられる。このスリップ(これは随意である)は包装作業中のポラコアガラス8の端縁部を保護するのに役立つ。

40

**【 0 0 1 2 】**

その他の適当な接着用化合物、例えばコネチカット州、ロックヒル所在のロックタイト会社から入手可能なシアノアクリレート(cyanoacrylate)接着剤のLoctite 412も使用することができる。ガラスを支持体に接着して後、上部偏光層および中央非偏光層は

50

、例えば片側ラッピング作業により除去され、該ラッピング作業に続いて任意に酸化セリウムスラリーによる艶出し作業が行われる。次に、下部偏光層が支持体に接着されている間に、ガラスは希望の厚さを有する偏光ガラスの薄いウェーファを作るため、さいの目に切られまたはスライス（薄片化）される。このスライス作業は高速の精密ウェーファソーを使用して行われる。このウェーファは更に希望の寸法にするため色々の長さに切断またはスライスされる。次に、このウェーファはアセトンのような適当な溶剤の中に溶解することにより支持体から分離または取り除かれ、随意に研磨作業により仕上げられ、次に洗浄される。上部偏光層および中央非偏光層の除去作業も片側ラッピング作業、化学的薄片化（chemical thinning）作業または片側ラッピング作業と化学的薄片化作業との組合せにより行うことができる。有益な化学的薄片化作業の実施例は、例えば酸フッ化物や溶融水酸化ナトリウムのような適当な化学物質の使用を含んでいる。この工法を使用することにより  $1\text{ }\mu$  ないし  $200\text{ }\mu$ （好ましくは  $100\text{ }\mu$  未満）の厚さを有する  $1\text{ mm} \times 2\text{ mm}$  のウェーファを入手することができる。

#### 【0013】

別の実施の形態（図3）において、薄片化されるべきポラコアガラス8の片が例えば米国特許第4,486,213号に記載されている種類の外側スキンガラスのような適当な媒体14に包まれる。この実施の形態において、スキンガラスまたはその他の適当な媒体に包まれている間に上述のような2枚の偏光層から偏光ガラスの薄ウェーファがスライスされる。この方法の効果は、薄片化作業中の取扱いを容易にするために外側スキンガラスがポラコアガラス片に付加的な容積および剛性を与えることである。引き続いて外側スキンガラスが任意の方法例えば化学的溶解により除去される。

#### 【0014】

別の実施の形態において、伸長された金属ハロゲン化物粒子、好ましくは銀ハロゲン化物粒子を含むガラスが、上記のスライス法および薄片化法のいずれかにより希望の厚さ、好ましくは  $10\text{ }\mu$  ないし  $50\text{ }\mu$  の厚さに、薄片化される。希望の厚さにスライスおよび薄片化して後、米国特許第4,479,819号および米国特許第4,908,054号に記載されている還元ガス環境に曝して全てのハロゲン化銀粒子を伸長金属銀粒子に転化させ且つこれによりガラスの偏光を行う。

#### 【0015】

なお別の実施の形態において、金属ハロゲン化物含有ガラスが先ず複合構造物の形成のため適当な媒体に包まれる。この媒体は好ましくはガラスに作用しない任意のガス透過性材料である。特に有効なこの媒体例は米国特許第4,486,213号に記載されている外側スキンガラスである。次に、複合構造物（すなわち、スキンガラスと金属ハロゲン化物含有ガラス）は同時に引き伸ばされて薄い金属ハロゲン化物含有ガラスを形成し、この金属ハロゲン化物含有ガラスの中の金属ハロゲン化物粒子は、例えば、この明細書に参考のため引用する米国特許第4,486,213号に記載されているような望ましいアスペクト比に引き伸ばされている。図4は金属ハロゲン化物を引き伸ばす実際の方法を示す。図4において、複合構造物16が金属ハロゲン化物含有ガラス18とスキンガラス20とを含んでいる。複合構造物16が矢印22で示す再伸長炉の高温区域を貫通し、ここで加熱され且つ引張りロール24により展張状態で引っ張られて引き伸ばされた複合構造物26となる。

#### 【0016】

この引き伸ばされた複合構造物は、次に、還元性ガス環境に曝されて、延伸状金属ハロゲン化物粒子を還元し、かくして伸長または延伸された金属粒子を含むガラスを形成する。次に、この構造物を前述のようにスライスして、スキンガラスに包まれた非常に薄い偏光ガラス8のスライスに形成することができる。スキンガラスは、延伸された偏光ガラスを露出するため除去することができる。例えばスキンガラスは適当な溶剤を使用して洗い流すことができる。

#### 【0017】

この実施の形態において、金属ハロゲン化物含有ガラスは成形され硬化された後、または

10

20

30

40

50

スキンガラスと金属ハロゲン化物含有ガラスの両者が米国特許第3,582,306号に記載されているような分離したガラス搬送機または米国特許第4,204,027号および米国特許第4,214,886号に記載されているような積層ガラス板から排出されている途中の溶融状態、のいずれかにおいてスキンガラス中に包むことができる。

#### 【0018】

なお、別の実施の形態において、金属ハロゲン化物含有ガラスは、スキンガラスに包まれる以前に、望ましいアスペクト比を有する伸長金属ハロゲン化物粒子を成形するために先ず引き伸ばされる。スキンガラスに包まれた後、構造体は還元性ガス環境に曝されて、金属ハロゲン化物粒子を還元し、伸長金属粒子を含む偏光ガラスを形成する。還元工程の後、伸長金属粒子を含む偏光ガラスは前述の方法を使用して薄くされて希望の厚さになる。

さらに別の態様において、伸長された金属銀粒子を含有する偏光ガラス製品は、0.45  $\mu\text{m}$ より長い波長において10dBより大きい吸光率を示し、そのガラスが銀ハロゲン化物粒子を含まず、200  $\mu\text{m}$ 未満の厚さを有する。

#### 【0019】

##### 実施例

次の実施例は100  $\mu\text{m}$ 未満の厚さ、好ましくは50  $\mu\text{m}$ 未満の厚さ、さらに好ましくは10  $\mu\text{m}$ ないし40  $\mu\text{m}$ の厚さを有する偏光ガラスの好適な製造方法を説明する。次の実施例に使用するポラコアガラス製品は2層（偏光層と非偏光層）または3層ガラス（2枚の非偏光層の間に挟まれた偏光層）のいずれかである。

#### 【0020】

- 1) ガラススライドとポラコア片との厚さをマイクロメータを使用して測定し記録する；
- 2) ガラススライドとポラコア片とカバースリップを予め低温に調節されている加熱板に載せて暖める；
- 3) 温度設定「ロジン」をガラススライドに塗りつけ且つロジンを溶融させ；溶融したときポラコアのガラス片をロジンに載せ、カバースリップをガラス片の両側に載せ（図面参照）、ガラススライドを加熱板から除去してガラスを冷却させる；
- 4) ガラススライドとポラコア片と一緒に厚さ測定を行い、この厚さからガラススライドとポラコア片の厚さを引き算して、薄片化作業中のポラコアの厚さを決定するためロジン（塗りつけた）の厚さを得る；
- 5) ガラススライドが以後の作業のため十分冷却した後、ガラススライドを例えばBuehler Petro-thin unit（イリノイ州、Lake Bluff、Buehler会社から入手できる）のような薄片化装置（thinning apparatus）に乗せ、例えば研磨作業によりポラコア片の上部を約100ミクロの厚さが残るまで除去する；
- 6) ガラススライドを装置から除きマイクロメータを使用してガラススライドとポラコア片の厚さを測定し、この数値からガラススライドの厚さとロジンの厚さを後で引き算してポラコア材料の残留量を得る；
- 7) ポラコア片を研削して、その上部を十分に除去し、非常に薄い約20  $\mu\text{m}$  - 50  $\mu\text{m}$ の残量片を得る。研削作業と測定作業は希望の厚さになるまで繰り返される；
- 8) 極薄偏光ガラス製品を得るため研磨する。この作業のため例えば酸化セリウムのような公知の研磨剤を使用できる。

#### 【0021】

上記方法を使用した別の実験において、研磨作業後に10  $\mu\text{m}$ 程度の低い平均厚さを有する数バッチ（batch）の偏光ガラス製品を製造した。

#### 【0022】

本発明のガラス偏光装置の光学上の性能を評価するため、光学顕微鏡で測定して27  $\mu\text{m}$ ないし34  $\mu\text{m}$ の厚さを有する15mm × 15mm正方形の数個のサンプルを、ウェーファーの透過率およびコントラスト比を測定することによりテストした。支持体に取りつけたままのウェーファーでは、測定透過率は約90%であり、コントラスト比は波長1510nmないし1590nmにおいて3124ないし3514であった。これらのサンプルにつ

10

20

30

40

50

いて測定された吸光率は29ないし31の範囲にあった。

【0023】

ここで企画されているように、研削作業は1工程で完成するか、または一連の作業で完成することができる。例えば、最初の研削作業は、希望の厚さの最初の近似値以内に厚さを減らすため1200グリットの研削砥石を使用して実施し、これに続いて最終希望厚さが実際の仕様内に入るよう2400グリットの研削砥石を使用して第2研削作業を実施することができる。

【0024】

上記引例において、ポラコア片の元の表面の一つ、すなわちガラススライドと接触している面は全研削作業中保護されていたことが分かる。極薄偏光ガラスを製造する最終作業は偏光ガラスをガラススライドから任意の公知の方法で分離することである。溶剤（例えば塩化メチレン）と超音波浴槽を使用することがこの目的に特に有効なことが分かった。

10

【0025】

上記説明は本発明の例証的実施例を表現したもので、本発明のすべての態様を表現する意図がないものと理解されるべきである。上記実施例に加えて、当業者は本発明の予定の思想および範囲から逸脱することなく多数の訂正と変更を実施できることは明らかである。

【図面の簡単な説明】

【図1】 極薄偏光ガラスの製造に使用できるポラコアガラスの略図

【図2】 本発明の極薄偏光ガラス製造方法の実施の形態の略図

【図3】 本発明の極薄偏光ガラス製造方法の別の実施の形態の略図

20

【図4】 金属ハロゲン化物含有ガラスが外側の表皮ガラスに包まれて処理される実施の形態の略図

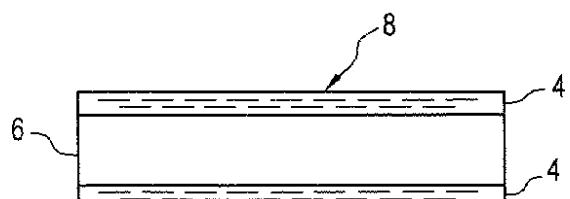
【符号の説明】

- 4 偏光ガラス層
- 6 非偏光域
- 8 偏光ガラス
- 10 支持体
- 12 カバースリップ
- 14 媒体
- 16 複合構造物

30

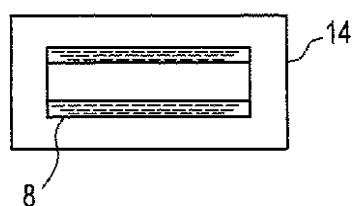
【図1】

FIG.1



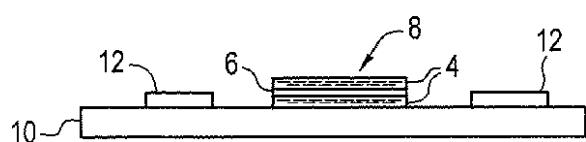
【図3】

FIG.3



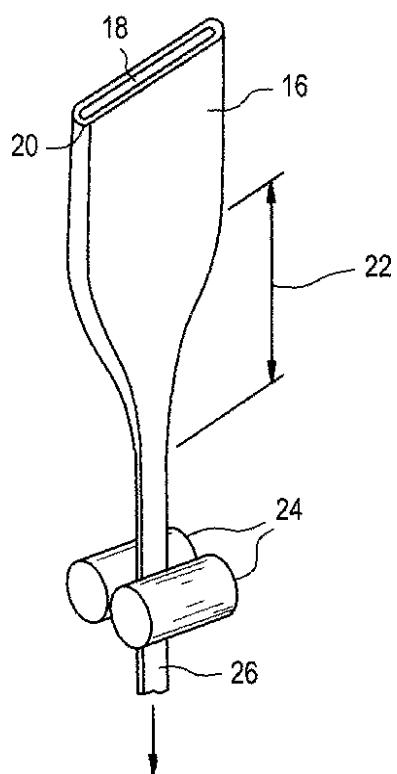
【図2】

FIG.2



【図4】

FIG.4



---

フロントページの続き

(72)発明者 グロスマン, デイヴィッド ジー  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14830 コーニング ウォール ストリート 200  
(72)発明者 マン, ラリー ジー  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14870ペインテッド ポスト ヴァージニア ロード  
15  
(72)発明者 モーダースキー, ジーン エム  
アメリカ合衆国 ニューメキシコ州 87108 アルバカーキー カレ デル モンテ 351  
3

審査官 井上 信

(56)参考文献 特開平8-248227(JP, A)  
特開平8-231241(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G02B 5/30