

# 金属微粒子含有ガラスの作製とレーザー照射による微粒子の移動

千葉大学 ○岩元建樹 ◎比田井洋史 松坂壮太 千葉明 森田昇

ガラス内部への金属微粒子の導入方法として、CW レーザ背面照射法を提案している。これはガラス越しの金属箔にレーザーを照射することで微粒子を導入する手法であるが、箔の熱伝導により伝導率の低い金属しか導入できていない。本発表では箔の代わりに微粒子を用いることでより多くの金属の導入可能性を検討し、金属微粒子を含有したガラスの作製を行った。その結果、SUS 微粒子含有ガラスを作製し、レーザー照射による移動を確認した。

## 1. 緒言

ガラスは化学的、物理的な安定性に優れており、高い透明性を有することから、電氣的、光学的に広く応用されている。電氣的な応用例として、半導体パッケージ基板に応用する例が挙げられる。これは内部に配線を施したガラスを基板として用いることで、より高密度かつ自由度の高い回路基板とする技術である<sup>1)</sup>。また、光学的な応用例としては、光情報処理用材料として応用する例である。例えば、2価のサマリウムイオンをガラスにドープすることで、光メモリーとして情報を記録できることがわかっている<sup>2)</sup>。

このような背景に対して CW レーザ背面照射法(CW-LBI 法)では、ガラスの背面に密着させた金属箔に向かって CW レーザを照射することで金属微粒子がガラス内へ導入されるという手法である<sup>3)</sup>。このようにレーザーによりガラス内部に微粒子を導入する手法は従来になく、様々な応用が期待できる。しかし、箔の熱伝導が高いと熱が拡散し、照射部が十分に加熱されないことから熱伝導率の低い金属しか導入できない。そのため、導入可能な金属は限られている<sup>4)</sup>。

本研究では箔の代わりに微粒子を用いることでより多くの金属の導入可能性を検討する。そのために、微粒子として導入可能な微粒子を含有したガラス試料の作製を行い、微粒子を原料としたガラス内での移動を実現した。

## 2. 種々のガラスへの微粒子導入

先行研究<sup>4)</sup>より、CW-LBI 法により直接微粒子の導入が可能なのは限られていることがわかっており、その中でもホウケイ酸ガラスは直接微粒子の導入が可能である。しかし、ホウケイ酸ガラスは軟化点が高く、加工が困難である。そこで、軟化点の低いソーダライムガラスや鉛ガラスを用いることができれば、加工が容易になると考えた。そこで、本項目ではソーダライムガラスと鉛ガラスを試料として利用するため、微粒子導入可能性を検討した。

### 2.1 実験方法

実験方法を Fig. 1 に示す。レーザー発振器には Raycus 社製のファイバーレーザー装置(20W CW Fiber Laser)を用いた。また、本研究で用いたガラス及び金属の物性値を Table. 1 に示す<sup>5)</sup>。まず、SUS 箔にレーザー照射を行うことでホウケイ酸ガラス内に微粒子を導入する。その状態でレーザー照射を続け、焦点位置を一定にし続けることで微粒子が光源方向に移動した。その後ホウケイ酸ガラスを経由して目的のガラスに微粒子を入れ、その中の微粒子を CCD カメラで観察した。

### 2.2 実験結果

Fig. 2 にソーダライムガラスへの微粒子導入の様子を、Fig. 3 に鉛ガラスへの微粒子導入の様子を示す。ホウケイ酸ガラスを経由してソーダライムガラスへと導入された微粒子は、Fig. 2(b) に示されているように微粒子として存在している。同様に、Fig. 3(b) より、鉛ガラス内で微粒子は確認できず、変質部のみが確認できた。これはより低い出力でガラス自体の光吸収が生じてしまうからである。よって、鉛ガラスへの微粒子導入は困難である。

以上から、ソーダライムガラスへの導入が可能、鉛ガラスへの導入は困難であり、試料に適していないと考えられる。しかし、今回の実験でソーダライムガラスへレーザー照射をした際、頻繁にソーダライムガラスが割れてしまい、微粒子の移動が困難であった。よって、ソーダライムガラスも試料として利用するのは困難であると考えられる。

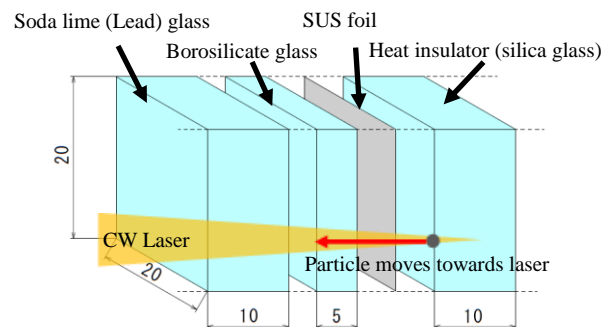


Fig. 1 Manipulating SUS particle into the glasses through borosilicate glass

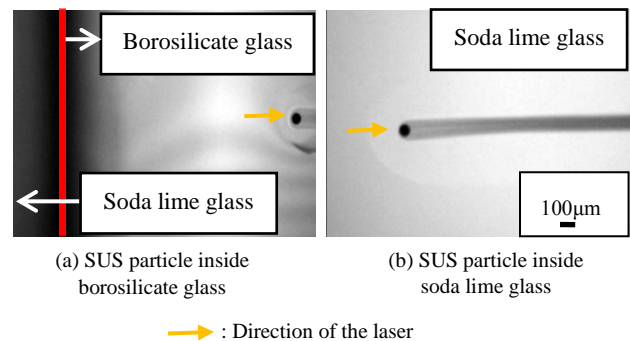


Fig. 2 Manipulating SUS particle into soda lime glass

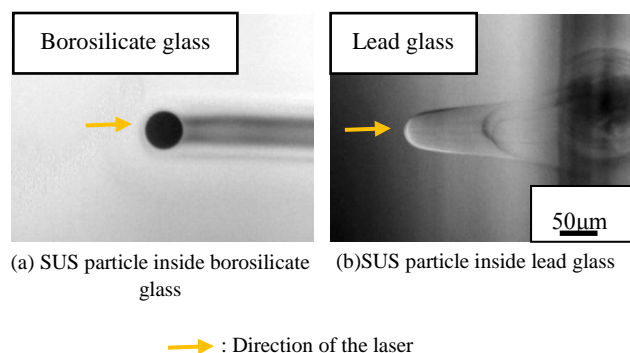


Fig. 3 Manipulating SUS particle into lead glass

Table 1 Properties of materials

	Borosilicate glass	Soda lime glass	Lead glass	SUS304
Softening point[K]	820	730	858	-
Melting point[K]	-	-	-	1673
CTE* [ $\times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ ]	37	90	80	-
Density[g/cm <sup>3</sup> ]	2.23	2.5	4.8	7.9

\*Coefficient of thermal expansion

### 3. レーザアニーリングによる試料作製

前述したように、ホウケイ酸ガラスは電気炉等で熱処理を行う際に結晶化してしまい、広範囲の加熱による加工は困難である。そこで、レーザアニーリングを用いた局所的な加熱であれば試料作製が可能と考え、作製を行った。

#### 3.1 実験方法

Fig. 4 に実験方法を示す。レーザ発振器には PSL 株式会社製のパルス制御レーザ装置 PYS-2003 を用いた。SUS 粉末(100mesh)を撒いた石英ガラスの上に、ホウケイ酸ガラスをかぶせ治具で固定した。その試料に向け、パルス幅 0.6ms フルエンス 1.4J/cm<sup>2</sup> のパルスレーザを照射することでアニーリングを行った。試料は自動ステージ上に設置しており、スポットサイズ程度ずつずらしながらレーザ照射を行うことで粉末を撒いた範囲全体が 1 パルスずつ照射されるようにした。

#### 3.2 実験結果

レーザ照射と同方向から、レーザ顕微鏡を用いて試料の一部の形状測定を行った。形状測定を行った図を Fig. 5 に示す。Fig. 5 (a) が形状測定の図であり、Fig. 5(b) が実際の写真を合成したものである。破線円部で代表されるように、100 $\mu\text{m}$  程度の凸部が形成されていることがわかる。本実験で用いた SUS 粉末の直径は最大でも 150 $\mu\text{m}$  である。そのため、この凸部は SUS 粉末がホウケイ酸ガラスに埋め込まれていることにより生じたと考えられる。

### 4. アニーリング試料のレーザ照射

前項目において作製した試料に項目 2 で用いた実験装置と同じ装置を用いて、微粒子の導入可能性を検討した。

#### 4.1 実験方法

CW レーザを照射し、アニール後の試料の微粒子導入を試みた。出力は 20W で照射を行い、試料を自動ステージで移動することにより焦点位置の調節を行った。

#### 4.2 実験結果

レーザ照射を行った結果を Fig. 6 に示す。Fig. 6 に示されているように、粒径 50 $\mu\text{m}$  程の微粒子の導入が確認できた。さらにレーザ照射を続けた場合の図を Fig. 7 に示す。Fig. 7(a) の 3 秒後の画像を Fig. 7(b) に示す。光源方向に向かって微粒子が移動していることが確認できる。ガラス内の微粒子が光源方向に向かって移動したことから、この微粒子は導入した SUS 粒であるといえる。以上から、アニーリングにより微粒子として導入可能な金属微粒子を含有したガラス試料作製ができた。

### 5. 結言

レーザアニーリングを用いることで、SUS 粒を含有したホウケイ酸ガラスの作製に成功した。試料にレーザ照射を行い、SUS 微粒子の導入を確認した。

### 6. 参考文献

- 1)株式会社フジクラ: <http://www.fujikura.co.jp/rd/field/ed.html>
- 2)平尾一之: 光情報を制御する赤色ガラス, 材料 Vol.45, Feb.1996, 249-250 (3)
- 3)山崎貴斗, 比田井洋史, 戸倉和, “CW レーザ背面照射法(CW-LBI)によるガラスの内部変質(第3報), 精密工学会誌, 76, 5, 577-581, 2010
- 4) Hirofumi Hidai, Takato Yamazaki, Sho Itoh, Kuniaki Hiromatsu, and Hitoshi

Tokura, Metal particle manipulation by laser irradiation in borosilicate glass, OPTICS EXPRESS, 18, 19, 2010

5) コーニングジャパン株式会社:

<http://www.corning.com/lifesciences/japan/en/index.aspx>

6) 株式会社ニラコ: <http://nilaco.jp/pdf/ALLOY.000139.pdf>

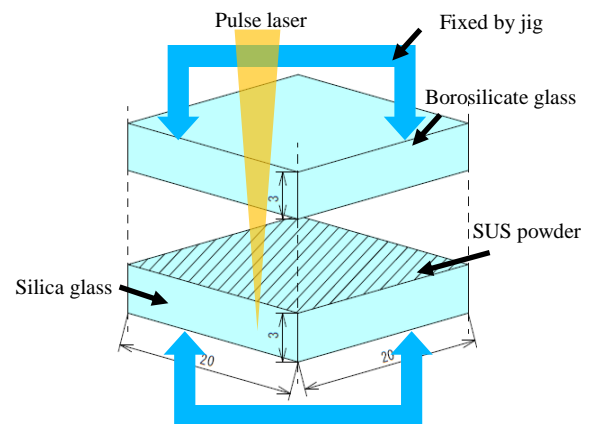


Fig. 4 Annealing process of borosilicate glass

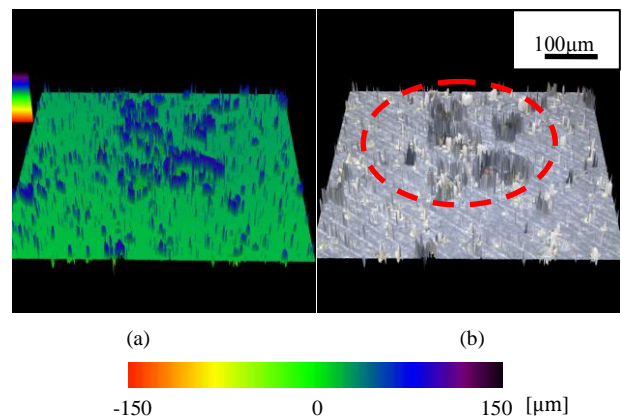


Fig. 5 Shape measurement of annealed sample

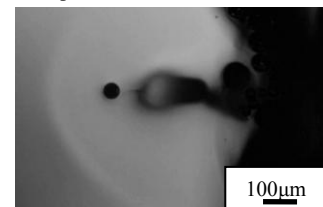


Fig. 6 SUS particle imported from SUS powder

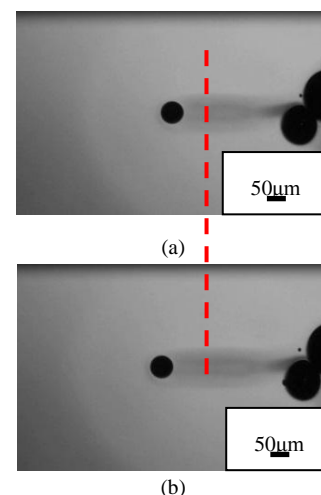


Fig. 7 SUS particle moving towards laser