



Title	無機剤接着を用いた高出力色素レーザー用色素溶液石英セルの製作
Author(s)	黒田, 紀夫; 太田, 隆夫
Description	高出力色素レーザー用色素溶液石英セルを市販の段継ぎ中間ガラスを利用した無機剤接着法により製作した。ここで開発した方法により従来困難とされていた高い光学測定精度を持った石英セルが作られ, 多方面に応用出来る事が示された。
Citation	北海道大学電子科学研究所技術部技術研究報告集, 1, 71-74
Issue Date	1992
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/1449
Type	departmental bulletin paper
File Information	KJ00000697024.pdf



無機剤接着を用いた高出力色素レーザー用 色素溶液石英セルの製作

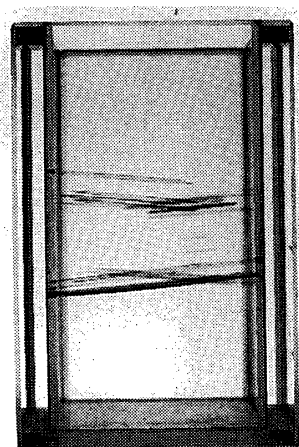
黒田 紀夫・太田 隆夫（硝子工作室）

高出力色素レーザー用色素溶液石英セルを市販の段継ぎ中間ガラスを利用した無機剤接着法により製作した。ここで開発した方法により従来困難とされていた高い光学測定精度を持った石英セルが作られ、多方面に応用出来る事が示された。

1 ま え が き

高出力レーザー励起の色素レーザーに使用される色素溶液石英セルは、光励起された色素の一部が光化学反応を受けるのにもない色素溶液が石英セル内壁面で局部熱反応を起こすことにより相当の頻度で剝離損傷を受ける(写真1)。損傷を受けた石英セルは再加工を行なうことができない。この石英セル1個の値段は大型で20万円小型で10万円と高価で研究費消費の大きな要素となっている(硝子工作室の製作費は約一万円ぐらい)。

我々はこれまでに幾種類かの光物理科学研究のための光学用石英セルを製作してきた。その技術を踏まえて、今回上述の色素レーザー用石英セルの製作を行い、これまで非常に困難とされていた、石英材料間における無機剤接着法をコーニング社製段継ぎ中間ガラスに種々の工夫をこらし、高精度で確立することができたので、その詳細を報告する。

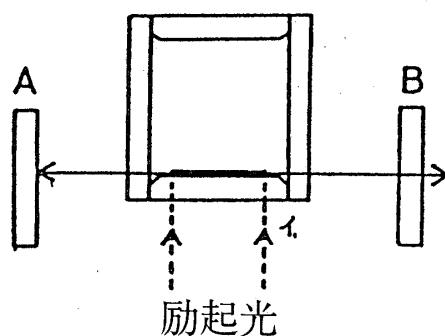


(写真1)

2 製作および検討

従来石英セルの製作方法として1) エポキシ樹脂系接着法, 2) 電着法, 3) 熔融接着法が行われている。1)の方法は比較的手軽にセルを製作できるが, 色素の溶媒として, アルコール, ジオキサン等, の有機溶媒を用いるので化学的耐久性に問題がある。2の方法は接着面の研磨精度が要求される。又機械的強度に問題が残る。3の場合には次のような問題がある。使用する板の厚さ3mm程度と厚く, 又色素溶液の濃度が相当に高いため図1に示すように基本レーザー(ここではエキシマーレーザー光)を色素溶液はセルの内壁前面で殆ど吸収し, ミラーA, Bで矢印方向に色素レーザー発振が生じる。

このため接着面, イ, を熔融することによって, 色素レーザー発振光路に歪みが生じ, 光学条件を満たしての熔融接着法は相当高度の技術を有しても遂行することは困難である。以上の問題点を考慮して, 色素溶液セル製作のための無機剤接着法を試みた。(図1石英セルとレーザー発振光路の概略)



2-1 無機剤接着法

無機接着剤の条件としては, 1) 被接着材料の耐熱限度より接着剤の熔融温度が低い事, 2) 被接着材料と接着剤の膨張係数が互いに近い事が要求される。

これらの点を考慮して今回用いた種々のガラスについて表1にその膨張係数と軟化温度を示す(# 1 から # 4 はコーニング社の中間ガラス)

	膨張係数/°C ⁻¹	軟化温度/°C
石英	5.5×10^{-7}	1580
# 1	12.8×10^{-7}	1185
# 3	17.0×10^{-7}	1140
# 4	23.4×10^{-7}	1100
# 3 + # 4	20.8×10^{-7}	1100

2-2 石英セルの製作

石英セル製作の実際と試作製品の試験結果を示す。接着剤として前記のコーニング社製段継ぎ中間ガラス# 1, # 3, # 4を単独, 或は混合しながら中間ガラスを粉末にし200メッシュより細かい材料として用いた。粉末剤をポリビニルアルコール水溶液に混ぜペースト状にして接着面に塗布し図2に示されるような手順に従い電気炉内で接着させた。以下に種々検討した結果の主なものを記す。

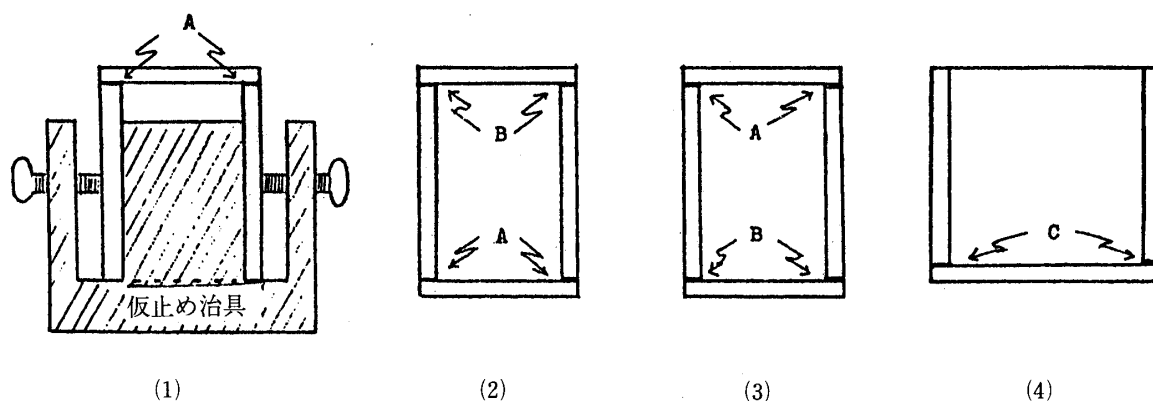
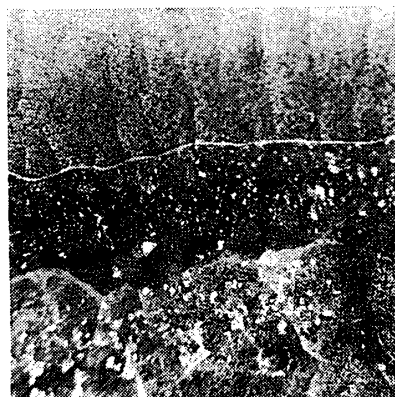


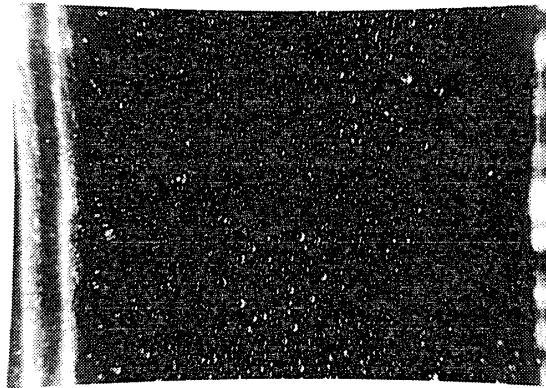
図2. 石英セル製作手順概略

- 1) 接合面Aをアロンアルファで仮どめ
- 2) 接合面Bをペースト状接着剤で塗布し電気炉内(1100℃)で30分放置
- 3) (1)で仮どめした面A(加熱で簡単に剥がれる)を上にして,(2)におけると同様に面Aにペースト状接着剤を塗布し電気炉に入れる
- 4) 面A. Bを接着後底面Cを前と同様に仕上げる

- (a) #1の場合には電気炉内の温度は1200℃前後に保つ事が要求され、石英のアニール温度が1140℃であるためセルと下敷に用いた石英板に付着し部分的に剥離を引き起こす。
- (b) #3の場合にも(a)と同様。
- (c) #4の場合は温度に関しては問題は無いが、接着面に亀裂が入る。これは膨張係数が比較的大きいためと考えられる。
- (d) #3と#4の種々の場合混合比を検討したが、割合は2:3前後が最も適当の様に思われる。しかし、この場合にも#3と#4の粉末を混合しただけのものは、接着面において#3と#4が分離して付き、更に#4の側に亀裂を生じる(写真2)



この点を改良するために上記2:3の粉末混合物を一旦ガラス状に熔融し冷めた後200メッシュの粉末にしたものを用いた。その結果写真3に見られるように非常に良いものとなった。この好結果をもたらした熔融混合接着剤の膨張係数は $20.8 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 、軟化点は1100℃と見積られる。又電気炉内の温度は1100℃で加熱時間は30分が適当である。(写真3)



試作製品について種々の試験：以上述べたように色素溶液石英セル製作に段継ぎ中間ガラスを利用した無機剤接着法は有効なことが示されたが，更に種々の光学用石英製品の製作に応用できることが期待されるのでいくつかの項目について試験を行った。その結果を表2に示す。これらの結果は，ここで考案した接着法によりつくられたものは真空及び窒素温度での光学用石英部品として十分に耐えられる事をしめしている。

表2 製品の種々の試験

試験項目	結 果
加 熱	約1000℃で接着面に変化なし
急 冷	液体窒素中に浸しても変化なし
真 空	10-5 Torr に減圧しても変化なし
強 度	接着相手面をえぐるほどに強く接着

4 む す び

以上の石英セルの無機剤接着による製作は，これまで困難とされていた光学用測定精度を保った石英製品，例えば極低温用デューワーの光路部分の製作，太い石英管の接続，セル内の遮断等に有効に応用出来るものと思われる。

上記無機質接着剤は特許申請中である。

参 考 文 献

- 1, 硝子ハンドブック p.689. 倉書店
- 2, 日本硝子技術研究会会誌21号 p.38.