

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2011年4月28日(28.04.2011)



PCT



(10) 国際公開番号

WO 2011/049102 A1

- (51) 国際特許分類 : C30B 29/28 (2006.01) G02B 27/28 (2006.01)
- (21) 国際出願番号 : PCT/JP20 10/068422
- (22) 国際出願日 : 2010年10月20日(20.10.2010)
- (25) 国際出願の言語 : 日本語
- (26) 国際公開の言語 : 日本語
- (30) 優先権データ : 特願 2009-242433 2009年10月21日(21.10.2009) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について) : 株式会社フジクラ (FUJIKURA LTD.) [JP/JP]; 〒1358512 東京都江東区木場一丁目5番1号 Tokyo (JP). 独立行政法人物質・材料研究機構 (NATIONAL INSTITUTE FOR MATERIALS SCIENCE) [JP/JP]; 〒3050047 茨城県つくば市千現一丁目2番地1 Ibaraki (JP).
- (72) 発明者 ;および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) : 真田和夫 (SANADA Kazuo) [JP/JP]; 〒1358512 東京都江東区木場一丁目5番1号 株式会社フジクラ内 Tokyo (JP). 島村 清史 (SHIMAMURA Kiyoshi) [JP/

JP]; 〒3050047 茨城県つくば市千現一丁目2番地1 独立行政法人物質・材料研究機構内 Ibaraki (JP). ガルシア ビジョラ エンカルナシオン アントニア (GARCIA Villora Encarnacion Antonia) [ES/JP]; 〒3050047 茨城県つくば市千現一丁目2番地1 独立行政法人物質・材料研究機構内 Ibaraki (JP).

(74) 代理人 : 青木博昭, 外 (AOKI Hiroaki et al); 〒3300802 埼玉県さいたま市大宮区宮町3-1-1 栗原ビル3階 Saitama (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可^レ能) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

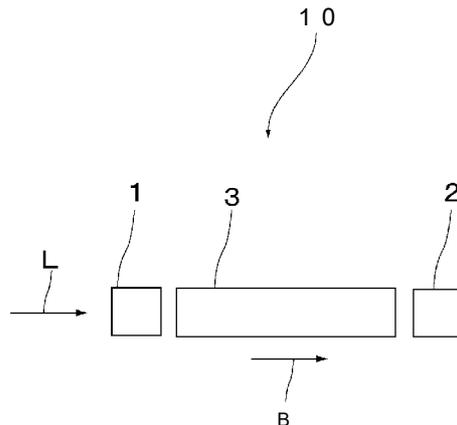
(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可^レ能) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW,

[続葉有]

(54) Title: SINGLE CRYSTAL, PROCESS FOR PRODUCING SAME, OPTICAL ISOLATOR, AND OPTICAL PROCESSOR USING SAME

(54) 発明の名称 単結晶、その製造方法、光アイソレータ及びこれを用いた光加工器

[図1]



(57) Abstract: Provided is a single crystal for optical isolators which has a larger Faraday rotation angle than single-crystal TGG in a range of wavelengths not shorter than 1,064 nm or in a range of wavelengths shorter than 1,064 nm and which renders an increase in size possible. Also provided are a process for producing the single crystal, an optical isolator, and an optical processor using the optical isolator. The single crystal is characterized by comprising a single crystal of terbium-aluminum garnet, mainly the aluminum having been partly replaced with lutetium.

(57) 要約 : 本発明は、波長1064nm以上の波長域もしくは1064nm未満の波長域において、TGG単結晶を越えるファラデー回転角を備え、大型化を実現できる光アイソレータ用単結晶、その製造方法、光アイソレータ及びこれを用いた光加工器を提供する。本発明に係る単結晶は、テルビウム-アルミニウムガーネット単結晶からなり、主としてアルミニウムの一部がルテチウムで置換されていることを特徴とする。

2 11/049102 A1

MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ
(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR,
GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT,
NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI

(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR,
NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

- 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称 :

単結晶、その製造方法、光アイソレータ及びこれを用いた光加工器

技術分野

[0001] 本発明は、ファラデー回転子として好適な単結晶、その製造方法、光アイソレータ及びこれを用いた光加工器に関する。

背景技術

[0002] 従来より、光アイソレータは光通信に用いられてきているが、近年の光加工器の発展により光加工器にも光アイソレータが必要となってきた。その際、対応が求められる波長は、主にNd :YAGレーザの1064nmである。この波長に適した材料として、近年、テルビウム・ガリウム・ガーネット(TGG : Tb₃Ga₅O₁₂)単結晶が開発され実用化されている(非特許文献1)。

[0003] しかしながら、TGGは、原料成分である酸化ガリウムの蒸発が激しいことから結晶の大型化が難しく、このことが、コストが下がらない原因となっていた。ゆえに、TGGよりも大きなファラデー回転角(ベルデ定数)を持ち、低コストで生産可能な材料の開発が望まれていた(非特許文献1)。

[0004] 上記TGGの課題を解決すべく、テルビウム・アルミニウム系ガーネット(TAG : Tb₃Al₅O₁₂)単結晶の育成に関して開発がすすめられている。TAGの育成法としては、過冷却状態のるつぼ内融液に基板結晶を着け、その表面に膜状に結晶を成長させる溶融成長法(LPE法)による製造方法が知られている(非特許文献2)。

[0005] また、テルビウム・スカンジウム・アルミニウム・ガーネット(TSAG : Tb₃Sc₂Al₃O₁₂)単結晶の育成についても研究が行われており、TSAG単結晶は、大型化に優位との報告もある(特許文献1)。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1 :特開 2 0 0 2 _ 2 9 3 6 9 3 号公報

非特許文献

[0007] 非特許文献1 :Journal of Crystal Growth 306 (2007) 195-199

非特許文献2 :Cryst. Res. Technol., 34 (1999) 5-6, p615-619

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] しかし、非特許文献2に記載のTAGは、TGGよりも大きなベルデ定数を持ったためTGGよりも優れるとされる反面、非調和溶融組成を持つ（非特許文献1）ため大型の結晶育成が困難であり、実用に至っていない。

[0009] また特許文献1に記載のTSAGは、TGGより大きなベルデ定数を有し、TAGに比べて大型の単結晶を育成できるものの、TGGに比べると、単結晶の大型化が困難であった。

[0010] 従って、現状ではTGGだけが市場で利用されている状況にある。

[0011] 本発明は、このような従来の実情に鑑みて考案されたものであり、TGG単結晶を越えるファラデー回転角を備え、十分な大型化を実現できる単結晶、その製造方法、光アイソレータ及びこれを用いた光加工器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

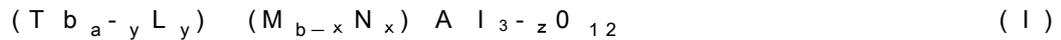
[0012] 本発明の単結晶は、テルビウム・アルミニウムガーネット単結晶からなり、主としてアルミニウム (Al) の一部がルテチウム (Lu) で置換されていることを特徴とする。

[0013] ここで、「主として」とは、Alの一部が必ずLuで置換されており、TbがLuで置換されるかどうかは任意であることを意味する。

[0014] この単結晶は、波長1064nm以上の波長域又は1064nm未満の波長域において、TGG単結晶を越えるファラデー回転角を備え、十分な大型化を実現することも可能である。さらにこの単結晶は、特に短波長域（400～700nm）においては、TGG単結晶と異なり、透過率の低下を十分

に抑制することができる。

[001 5] 上記単結晶は通常、下記化学式 (1) :



(上記式中、LはM又はNを表し、MはSc及びYからなる群より選ばれる少なくとも1種を表し、NはLuを含む。a及びbは下記式を満たす。

$$2.8 \leq a \leq 3.2$$

$$1.8 \leq b \leq 2.2$$

で表される。

[001 6] 上記化学式 (1) において、NがLuであることが好適である。

[001 7] 上記化学式 (1) において、NがY_b及びT_mからなる群より選ばれる少なくとも1種を更に含んでもよい。

[001 8] 上記化学式 (1) において、MがScであり、NがLuであり、xが下記式 :

$$0.01 \leq x \leq 0.6$$

を満たすことが好ましい。

[001 9] xが上記範囲内にあると、xが0.01未満である場合に比べて、Luによる置換効果がより十分に得られ、xが0.6より大きい場合に比べて融点を低下させることができ、育成がより容易になる。

[0020] また前記化学式 (1) 中のy及びzは下記式 :

$$0 \leq y \leq 0.5$$

$$- 0.5 \leq z \leq 0.5$$

を満たすことが好ましい。

[0021] ここで、前記化学式 (1) 中のy及びzは下記式 :

$$0 \leq y \leq 0.2$$

$$- 0.2 \leq z \leq 0.2$$

を満たすことがさらに好ましい。

[0022] ここで、yが0であることがさらに好ましい。この場合、yが0でない場合に比べて、ベルテ定数の低下が十分に抑制される。

[0023] また本発明は、酸化テルビウム、酸化アルミニウム及び酸化ルテチウムを含む粉末原料を加熱溶解し、得られた融液から融液成長法によって、上述した単結晶を得ることを特徴とする単結晶の製造方法である。

[0024] また本発明は、上記単結晶を有する光アイソレータである。この光アイソレータは、上記単結晶を有しており、上記単結晶は、上述したように、1064 nm以上の波長域においても、短波長域(400~700 nm)においても、TGG単結晶を越えるファラデー回転角を備えることが可能である。このため、本発明の光アイソレータは、様々な発振波長のレーザ光源を備えた光加工器の光アイソレータとして使用することが可能であり、極めて高い汎用性を有する。

[0025] さらに本発明は、レーザ光源と、前記レーザ光源から出射されるレーザ光の光路上に配置される光アイソレータとを備える光加工器であって、前記光アイソレータが上記光アイソレータである光加工器である。

[0026] この光加工器によれば、単結晶として、テルビウム・アルミニウムガーネット単結晶からなり、主としてAlの一部がLuで置換されている単結晶を用いることで、TGGよりもファラデー回転角を大きくすることが可能となる。このため、TGGを用いた場合よりも光アイソレータを小型化することが可能となる。その結果、TGGを光アイソレータに用いた場合よりも、光加工器を小型化することが可能となる。

[0027] ここで、前記レーザ光源の発振波長は1064 nmであると好適である。

[0028] あるいは、前記レーザ光源の発振波長は400~700 nmであってもよい。上記単結晶は、短波長域(400~700 nm)においても、TGG単結晶を越えるファラデー回転角を備え、透過率の低下を十分に抑制することもできる。このため、光加工器におけるレーザ光源の発振波長が400~700 nmであっても光アイソレータによる出力の低下が十分に防止される。

発明の効果

[0029] 本発明の単結晶は、テルビウム・アルミニウムガーネット単結晶において、主としてAlの一部をLuで置換させたことにより、波長1064 nm以

上の波長域のみならず波長 1064 nm 未満の波長域においても、TGG を超えるファラデー回転角を実現できる。ゆえに、本発明によれば、例えば Nd : YAG レーザを用いた光加工器の光アイソレータに好適な単結晶が実現される。また、本発明の単結晶は、大型化を実現することも可能となる。さらに本発明の単結晶は、短波長域 (400 ~ 700 nm) においては、TGG 単結晶と異なり、透過率の低下を十分に抑制することもできる。

[0030] 本発明の単結晶の製造方法によれば、テルビウム・アルミニウムガーネット単結晶からなり、主として Al の一部が Lu で置換されているテルビウム・アルミニウム系ガーネット型単結晶を容易に育成することができる。ゆえに、本発明に係る製造方法は、単結晶の量産に貢献することができる。

図面の簡単な説明

[0031] [図1] 本発明に係る単結晶を用いた光アイソレータの一実施形態を示す概略図である。

[図2] 本発明に係る単結晶を、結晶引上げ炉を用いて育成する工程を示す図である。

[図3] 本発明に係る単結晶を用いた光加工器の一実施形態を示す概略図である。

[図4] 実施例 1 の単結晶 (結晶 A) の TGG に対するファラデー回転角比率と波長との関係を示すグラフである。

[図5] 実施例 2 の単結晶 (結晶 C) の TGG に対するファラデー回転角比率と波長との関係を示すグラフである。

[図6] 実施例 3 の単結晶 (結晶 E) の TGG に対するファラデー回転角比率と波長との関係を示すグラフである。

[図7] 実施例 1 の単結晶 (結晶 A) における透過率と波長との関係を示すグラフである。

[図8] 実施例 2 の単結晶 (結晶 C) における透過率と波長との関係を示すグラフである。

[図9] 実施例 3 の単結晶 (結晶 E) における透過率と波長との関係を示すグラフである。

フである。

発明を実施するための形態

[0032] 以下、本発明の実施形態について、図面を参照して詳細に説明する。

[0033] 図1は、本発明の光アイソレータの一実施形態を示す概略図である。図1に示すように、光アイソレータ10は、偏光子1と、検光子2と、偏光子1と検光子2との間に配置されるファラデー回転子3とを備えている。ここで、偏光子1及び検光子2は、それらの透過軸同士が互いに非平行となるように、例えば45°の角度をなすように配置されている。

[0034] ファラデー回転子3には、例えば偏光子1から検光子2に向かう方向、即ち光Lの入射方向に沿って磁束密度Bが印加されるようになっており、ファラデー回転子3は、磁束密度Bの印加により、偏光子1を通過した光Lについて、その偏光面を回転させて、検光子2の透過軸を通過させるようになっている。

[0035] ここで、ファラデー回転子3について詳細に説明する。

[0036] ファラデー回転子3は、テルビウム・アルミニウムガーネット単結晶からなり、主としてAlの一部がLuで置換された単結晶で構成されている。

[0037] この単結晶は、波長1064nm、あるいはそれよりも長い波長域において、TGG単結晶を越えるファラデー回転角を備え、十分な大型化を実現することも可能である。さらにこの単結晶は、短波長域(400〜700nm)においても、TGG単結晶を越えるファラデー回転角を備え、透過率の低下を十分に抑制することもできる。このように、本発明の単結晶によれば、広い波長域において、TGGよりも高いファラデー回転角を得ることができ、従って、本発明の単結晶は、極めて高い汎用性を有する。

[0038] ここで、Alの一部はAl及びLu以外の元素で置換されていても置換されていなくてもよい。Alの一部がAl及びLu以外の元素で置換される場合、このようなAl及びLu以外の元素としては、Sc、Y、Tm及びYbなどが挙げられる。

[0039] 上記単結晶は通常、下記化学式(1)：



(上記式中、LはM又はNを表し、MはSc及びYからなる群より選ばれる少なくとも1種を表し、NはLuを含む)

で表される。上記式中、aは通常3であるが、欠陥等の発生により2.8～3.2の範囲で変動し得る。またbは通常2であるが、欠陥等の発生により、1.8～2.2の範囲で変動し得る。

[0040] 上記化学式(1)中、NはLuを含むものであればよい。従って、NはLuのみで構成されていてもよく、Luのほか、更にYb及び/又はTmからなる元素を含むものであってもよい。

[0041] 上記化学式(1)においては、MがScであり、NがLuであり、xが下記式：

$$0.01 \leq x \leq 0.6$$

を満たすことが好ましい。

[0042] この場合、xが上記範囲内にあると、xが0.01未満である場合に比べて、Luの置換効果がより十分に得られ、xが0.6より大きい場合に比べて融点を低下させることができ、育成がより容易になる。

[0043] ここで、xは、下記式：

$$0.05 \leq x \leq 0.2$$

を満たすことが特に好ましい。

[0044] また上記化学式(1)において、y及びzは下記式：

$$0 \leq y \leq 0.5$$

$$- 0.5 \leq z \leq 0.5$$

を満たすことが好ましい。この場合、y及びzが上記範囲を外れる場合に比べて、結晶内の歪が小さく抑えられる。

[0045] ここで、前記化学式(1)中のy及びzは下記式：

$$0 \leq y \leq 0.2$$

$$- 0.2 \leq z \leq 0.2$$

を満たすことがより好ましい。

[0046] ここで、 y は小さい値であればある程好ましく、0 であることが最も好ましい。即ち、 T_b は、 T_b 以外の元素で置換されていないことが好ましい。この場合、 y が 0 でない場合、即ち T_b が T_b 以外の元素で置換されていない場合に比べて、ペルデ定数の低下を十分に抑制することができる。また z は 0 であることが最も好ましい。

[0047] 次に、上記ファラデー回転子 3 の製造方法について説明する。

[0048] まずファラデー回転子 3 を構成するガーネット型単結晶を育成する結晶引き上げ炉について図 2 を参照しながら説明する。図 2 は、上記ガーネット型単結晶を、結晶引き上げ炉を用いて育成する工程を示す図である。

[0049] 図 2 に示すように、結晶引き上げ炉 20 は、イリジウム製のルツポ 21 と、ルツポ 21 を收容するセラミック製の内側保温材 22A と、内側保温材 22A を包囲するように設けられる外側保温材 22B と、内側保温材 22A と外側保温材 22B との間に設けられる高周波コイル 23 とを主として密閉ハウジング 24 中に備えている。高周波コイル 23 は、ルツポ 21 に誘導電流を生じさせ、ルツポ 21 を加熱するためのものである。また結晶引き上げ炉 20 は、内側保温材 22A を載置するための載置台 25 と、載置台 25 を支持する支持部 26 とを備えており、ルツポ 21 は、ルツポ 21 の位置を調整するための位置調整台 27 を介して載置台 25 上に配置されている。なお、図 2 において、符号 29 は、種結晶を示しており、矢印 A は、種結晶 29 の回転方向、即ち育成結晶 30 の回転方向を示し、矢印 C は、育成結晶 30 の引き上げ方向を示す。

[0050] 次に、上記結晶引き上げ炉 20 を用いた上記単結晶の育成方法について説明する。

[0051] まず Tb_4O_7 粉末、 Al_2O_3 粉末、 Lu_2O_3 粉末を含む粉末原料を用意する。このとき、粉末原料は、必要に応じ、 Sc_2O_3 粉末、 Tm_2O_3 粉末及び Y_2O_3 粉末の少なくとも 1 種をさらに含んでもよい。上記粉末原料は、例えば上記 Tb_4O_7 粉末、 Al_2O_3 粉末、及び Lu_2O_3 粉末を湿式混合した後、乾燥させることにより得ることができる。

- [0052] 粉末原料中の Tb_4O_7 粉末、 Al_2O_3 粉末、 Lu_2O_3 粉末の配合率は、育成すべき単結晶の組成に基づいて決定する。このとき、 Tb_4O_7 粉末、 Al_2O_3 粉末、 Lu_2O_3 粉末の配合率は、例えば次の通りにすればよい。
- [0053] 即ち、 Tb_4O_7 粉末の配合率は通常、粉末原料のモル数を基準（100モル%）として、18～30モル%とする。
- [0054] Al_2O_3 粉末の配合率は通常、粉末原料のモル数を基準として、35～55モル%とする。
- [0055] Lu_2O_3 粉末の配合率は通常は、粉末原料のモル数を基準として、0モル%より大きく、10モル%以下とする。
- [0056] なお、粉末原料中に Sc_2O_3 粉末、 Tm_2O_3 粉末及び Y_2O_3 粉末を含める場合、粉末原料中の Sc_2O_3 粉末、 Tm_2O_3 粉末又は Y_2O_3 粉末の配合率は通常、以下の通りとすればよい。
- [0057] 即ち Sc_2O_3 粉末の配合率は通常、粉末原料のモル数を基準として、0～35モル%とする。
- [0058] Tm_2O_3 粉末の配合率は通常、粉末原料のモル数を基準として、0～10モル%とする。
- [0059] Y_2O_3 粉末の配合率は通常、粉末原料のモル数を基準として、0～35モル%とする。
- [0060] なお、上記粉末原料が、 Sc_2O_3 粉末を含む場合、 Lu_2O_3 粉末は、 Sc_2O_3 粉末と Lu_2O_3 粉末との合計モル数に対し、0.5～30モル%の範囲となるように配合されることが好ましい。この場合、より良質の結晶を得ることができる。特に、 Lu_2O_3 粉末は、 Sc_2O_3 粉末と Lu_2O_3 粉末との合計モル数に対し2.5～10モル%の範囲となるように配合されることがさらに好ましい。この場合、結晶形状制御性および結晶性ともに良質となり、全体が透明な結晶が得られる。言い換えると、 Lu_2O_3 粉末を、 Sc_2O_3 粉末と Lu_2O_3 粉末との合計モル数に対し2.5モル%未満の割合で配合する場合に比べて、結晶全体でクラックが発生しにくくなる。一方、 Lu_2O_3 粉末を、 Sc_2O_3 粉末と Lu_2O_3 粉末との合計モル数に対し10モル%を超える

割合で配合する場合に比べて、結晶形状が一定となりやすく直径変動が小さくなり、より透明な結晶が得られる。なお、ここで言う「モル%」とは、ScとLuとの合計原子数に対するLuの原子数の割合である。

[0061] そして、上記粉末原料をルツボ21に詰めした後、高周波コイル23に電流を印加する。すると、ルツボ21が加熱され、ルツボ21内で粉末原料が室温から所定の温度まで加熱される。ここで、所定の温度は、粉末原料を溶解させることが可能な温度である。こうして粉末原料が溶解され、融液28が得られる。続いて、融液28を融液成長法によって成長させる。具体的には、まず棒状の結晶引き上げ軸、即ち種結晶29を用意する。そして、種結晶29の先端を融液28に漬けた後、種結晶29を所定の回転数で回転させながら、所定の引き上げ速度で引き上げる。

[0062] このとき、種結晶29としては、例えばイットリウム・アルミニウム・ガーネット(YAG)などのガーネット型単結晶を用いる。

[0063] 種結晶29の回転数は、好ましくは3〜50rpmとし、より好ましくは3〜10rpmとする。

[0064] 種結晶29の引き上げ速度は、好ましくは0.1〜3mm/hとし、より好ましくは0.5〜1.5mm/hとする。

[0065] 種結晶29の引き上げは、不活性ガス雰囲気下で行うことが好ましい。不活性ガスとしては、Ar、窒素などを用いることができる。種結晶29を不活性ガス雰囲気下にするためには、密閉ハウジング24中に不活性ガスを所定の流量で導入しながら排出すればよい。

[0066] こうして種結晶29を引き上げると、種結晶29の先端に、上記化学式(1)で表されるバルク状の育成結晶30を得ることができる。このとき、育成結晶30が、テルビウム・アルミニウムガーネット型単結晶からなり、主としてAlの一部がLuで置換されていると、育成結晶30を容易に作製することができ、育成結晶30の大型化を実現することができる。

[0067] 次に、本発明の光加工器について図3を参照しながら詳細に説明する。なお、図3において、図1と同一又は同等の構成要素については同一符号を付

し、重複する説明を省略する。

[0068] 図3は、本発明の光加工器の一実施形態を示す概略図である。図3に示すように、光加工器100は、レーザ光源11と、レーザ光源11から出射されるレーザ光Lの光路P上に配置される光アイソレータ10とを備えている。この光加工器100によれば、レーザ光源11から出射されたレーザ光Lが光アイソレータ10を通過して出射され、その出射光により被加工体Qを加工することが可能となっている。

[0069] ここで、光アイソレータ10に用いられる単結晶は、上述したように、波長1064nm以上の波長域において、TGG単結晶を越えるファラデー回転角を備え、十分な大型化を実現することも可能である。

[0070] 従って、レーザ光源11としては、発振波長が1064nmのNd:YAGレーザ、発振波長が1080nmのYbドープファイバレーザを用いることが好適である。

[0071] なお、光アイソレータ10に用いられる単結晶は、短波長域(400~700nm)においても、TGG単結晶を超えるファラデー回転角を示す。このため、このような単結晶を用いる場合、レーザ光源11としては、発振波長が400~700nmであるレーザ光源を用いることもできる。このようなレーザ光源11としては、例えば発振波長が405nmのGaN系半導体レーザや、発振波長が700nmのチタンサファイアレーザなどが挙げられる。なお、このように、短波長域の発振波長を有するレーザ光源11を備えた光加工器100によれば、被加工体Qの切断部が熱によって損傷を受けることがなくなるため、切断面を滑らかにすることができる。また上記単結晶は、TGG単結晶の場合と異なり、短波長域(400~700nm)においても、透過率の低下を十分に抑制することができる。このため、光加工器100におけるレーザ光源11の発振波長が400~700nmであっても光アイソレータ10による出力の低下は十分に防止される。

[0072] 本発明は、上記実施形態に限られるものではない。例えば上記実施形態では、レーザ光源11の発振波長として、1064nm以上、または400~

700 nmの範囲を挙げているが、これらに限定されるものではない。レーザー光源の発振波長は、700～1064 nmの範囲内、例えば800 nm付近、又は1030～1080 nmであつてもよい。

[0073] また上記実施形態では、単結晶は、光加工器の光アイソレータに使用されているが、光アイソレータに限らず、ファラデー回転子を使用しファラデー回転角の変化を計測することで磁界の変化を観測する光磁界センサなどにも適用可能である。

実施例

[0074] 以下、本発明の内容を、実施例を挙げてより具体的に説明するが、本発明は、下記の実施例に限定されるものではない。

[0075] (実施例 1)

まず、純度99.99%の酸化テルビウム (Tb_4O_7) 原料粉末と、純度99.99%の酸化アルミニウム (Al_2O_3) 原料粉末と、純度99.99%の酸化スカンジウム (Sc_2O_3) 原料粉末と、純度99.99%の酸化ルテチウム (Lu_2O_3) 原料粉末とを準備した。

[0076] そして、上記各原料粉末を湿式混合して混合粉末を得た。このとき、 Lu_2O_3 原料粉末は、 Sc_2O_3 原料粉末及び Lu_2O_3 原料粉末の合計モル数を基準(100モル%)として2.5モル%の割合で含まれるようにした。次いで、上記混合粉末を乾燥させ、最終原料(粉末原料)として1rるつぼに投入した。るつぼの形状は円筒形であり、直径約は60mm、高さは約60mmであった。

[0077] そして、粉末原料を室温から1950℃まで加熱して溶解させることにより融液を得た。次いで、この融液に、YAG(イットリウム・アルミニウム・ガーネット)からなる3mm×3mm×70mmの角棒状の種結晶の先端を着け、種結晶を、10rpmの回転数で回転させながら、種結晶を1時間当たり1mmの速度で引き上げ、バルク状の結晶を育成した。こうして直径約2.5cm、長さ約12cmの透明な単結晶(結晶A)を得た。

[0078] このとき、結晶の育成はArガス雰囲気で行い、Arガスの流量は3.3

$\times 10^{-5} \text{ m}^3 / \text{s}$ とした。

[0079] こうして得られた結晶AについてX線回折を行ったところ、 $\text{Tb}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ のピークが確認された。また、得られた結晶Aについて、X線回折および電子スピン共鳴 (EPR) による構造解析を行った結果、Alの一部がSc及びLuで置換され、Tbの一部がScで置換されていることが確認された。

[0080] さらに、上記結晶Aについて、ICP (誘導結合プラズマ) による化学分析を行い、単結晶の組成 (Tb、Sc、Al、Lu及びOの原子数比) を確認した。ICPによる化学分析は、具体的には以下のようにして行った。即ちまず結晶Aの直胴部下端から50mgを切り出して切出片を得た。次に、白金ルツボに切出片を入れ、続いて、4ホウ酸リチウム250mgを加えた。続いて、この白金ルツボを高温加熱炉に収容して1030°Cで2時間加熱し、切出片を融解させた。その後、白金ルツボを放冷した後、50mlのビーカーに切出片を入れ、さらにHCl20mlを加えた。次いで、ビーカーをホットプレート上に配置して緩やかに加熱し、切出片からHCl中に各元素成分 (Tb、Sc、Al及びLu) を溶解させた。このとき、ビーカー内に得られた溶液を50mlにメスアップし、この溶液について、ICPによる化学分析を行った。この結果、下記式：



で表される組成 ($x = 0.05$ 、 $y = 0.02$ 、 $z = 0.03$ 、 $a = 2.99$ 、 $b = 1.99$) を有する単結晶が得られていることが確認された。

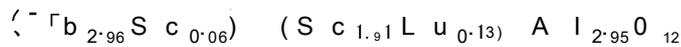
[0081] (実施例2)

混合粉末を得る際、 Lu_2O_3 原料が、 Sc_2O_3 原料粉末及び Lu_2O_3 原料粉末の合計モル数を基準として5モル%の割合で含まれるようにしたこと以外は実施例1と同様にして直径約2.5cm、長さ約12cmの透明な単結晶 (結晶C) を得た。

[0082] この結晶CについてX線回折を行ったところ、 $\text{Tb}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ のピークが確認された。また、得られた結晶Cについて、X線回折およびEPRによる構造解析を行った結果、Alの一部がSc及びLuで置換され、Tbの一部

が Sc で置換されていることが確認された。

[0083] さらに、上記結晶 C について、実施例 1 と同様にして ICP (誘導結合プラズマ) による化学分析を行った。その結果、下記式：



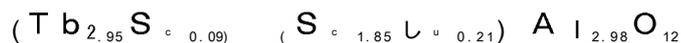
で表される組成 ($x = 0.13$ 、 $y = 0.06$ 、 $\zeta = 0.05$ 、 $a = 3.02$ 、 $b = 2.04$) を有する単結晶が得られていることが確認された。

[0084] (実施例 3)

混合粉末を得る際、 Lu_2O_3 原料粉末が Sc_2O_3 原料粉末及び Lu_2O_3 原料粉末の合計モル数を基準として 10 モル% の割合で含まれるようにしたこと以外は実施例 1 と同様にして直径約 2.5 cm、長さ約 12 cm の透明な単結晶 (結晶 E) を得た。

[0085] この結晶 E について X 線回折を行ったところ、 $Tb_3Al_5O_{12}$ のピークが確認された。また、得られた結晶 E について、X 線回折および EPR による構造解析を行った結果、Al の一部が Sc 及び Lu で置換され、Tb の一部が Sc で置換されていることが確認された。

[0086] さらに、上記結晶 E について、実施例 1 と同様にして ICP (誘導結合プラズマ) による化学分析を行った。その結果、下記式：



で表される組成 ($\chi = 0.21$ 、 $y = 0.09$ 、 $\zeta = 0.02$ 、 $a = 3.04$ 、 $b = 2.06$) を有する単結晶が得られていることが確認された。

[0087] (比較例 1)

比較例として、Fujian Castech Crystals 社製 $Tb_3Ga_5O_{12}$ (TGG) を使用した。

[0088] [特性評価]

(ファラデー回転角)

上記のようにして得られた実施例 1～3 及び比較例 1 の単結晶について、633 nm、1064 nm 及び 1303 nm の波長におけるファラデー回転角を測定した。

[0089] このとき、ファラデー回転角の測定は以下のようにして行った。即ちまず偏光子と検光子との間に単結晶を配置しない状態で検光子を回転させて消光状態にした。次に、実施例 1～3 及び比較例 1 の単結晶を、 W [mm] \times H [mm] \times L [mm] = 3.5 mm \times 3.5 mm \times 12 mm となるように角棒状に切り出し、これを、偏光子と検光子との間に配置し、単結晶の長手方向に沿って 0.42 T の磁束密度を印加した状態で光を入射し、再度検光子を回転させて消光状態にした。そして、偏光子と検光子との間に単結晶を挟む前の検光子の回転角と、単結晶を挟んだ後の検光子の回転角との差を算出し、この角度差をファラデー回転角とした。このとき、ファラデー回転角は、光源の波長を 633 nm、1064 nm および 1303 nm のそれぞれについて測定した。そして、こうして測定したファラデー回転角に基づいて、ファラデー回転角比率を算出した。ここで、ファラデー回転角比率は、各実施例のファラデー回転角と TGG のファラデー回転角とに基づいて、下記式：

[数 1]

$$\text{ファラデー回転角比率} = \frac{\text{ファラデー回転角比率の算出対象となる単結晶のファラデー回転角}}{\text{TGG のファラデー回転角}}$$

により算出した。ここで、TGG のファラデー回転角と、ファラデー回転角比率の算出対象となる単結晶のファラデー回転角は、同一波長の値を用いた。結果を図 4～図 6 に示す。図 4～図 6 はそれぞれ、実施例 1～3 の単結晶におけるファラデー回転角比率と波長との関係を示すグラフである。図 4～図 6 においてはそれぞれ、実施例 1～3 の単結晶におけるファラデー回転角比率と波長との関係については実線で示し、比較例 1 の TGG のファラデー回転角比率 (= 1) と波長との関係を破線にて併記した。

[0090] (透過率)

上記のようにして得られた実施例 1～3 及び比較例 1 の単結晶を、 W [mm] \times H [mm] \times L [mm] = 3.5 mm \times 3.5 mm \times 12 mm となるように角棒状に切り出し、この切り出した結晶について、広い波長域 (20

0 ~ 1400 nm) における透過率を測定した。結果を図7 ~ 図9に示す。図7 ~ 図9はそれぞれ、実施例1 ~ 3の単結晶における透過率と波長との関係、即ち透過スペクトルを示すグラフである。図7 ~ 9においてはそれぞれ、比較例1のTGGの透過スペクトルの結果も併記した。なお、図7 ~ 図9において、実施例1 ~ 3の透過スペクトルは実線で、比較例1の透過スペクトルは破線で示した。

[0091] 図4 ~ 図9に示す結果より、以下の点が明らかとなった。

(1) テルビウム・アルミニウムガーネット単結晶からなり、A1の一部がLuで置換された実施例1 ~ 3の単結晶は、評価した3つの波長のいずれにおいても、ファラデー回転角がTGGに比べて大きかった。

(2) 実施例1 ~ 3の単結晶はいずれも、ほぼ全波長域に亘って、TGG以上の透過率を有していた。特に、400 ~ 700 nmの波長域において、波長が短くなるほど、比較例1 (TGG) の透過率が急減するのに対して、実施例1 ~ 3の単結晶は、波長400 nmでも700 nmにおける透過率と同レベルの値が観測された。即ち、実施例1 ~ 3の光アイソレータでは、400 ~ 700 nmの範囲においても高い透過率が維持された。

(3) 実施例1 ~ 3の単結晶はいずれも、直径約2.5 cm、長さ約12 cmの大型で且つ透明な単結晶を得ることができた。

[0092] 以上の結果より、テルビウム・アルミニウムガーネット単結晶においてA1の一部をLuで置換させた単結晶は、波長1064 nm、あるいはそれよりも長い波長域において、TGGを超えるファラデー回転角を得ることができる。ゆえに、本発明は、Nd:YAGレーザを用いた光加工機の光アイソレータ用単結晶として好適である。さらに本発明の単結晶によれば、短波長域 (400 ~ 700 nm) においても、TGG単結晶を越えるファラデー回転角を備え、透過率の低下を十分に抑制することもできる。従って、本発明の単結晶によれば、広い波長域において、TGGよりも高いファラデー回転角を得ることができる。従って、本発明の単結晶は、極めて高い汎用性を有する。

[0093] また本発明に係る単結晶は、十分な大型化を実現することができる。このため、得られた単結晶から、多数の単結晶を切り出すことができ、光アイソレータの価格を低下させることができる。

[0094] さらに、本発明に係る単結晶は、長波長域（1064 nm以上）に加えて短波長域（400～700 nm）においても、TGGを越える高い透過率を保持しており、ファラデー回転角もTGGより大きい。ゆえに、本発明に係る単結晶は、短波長域（400～700 nm）においても、TGGよりも優れた光アイソレータとして機能し、短波長レーザ用の光アイソレータとしても有効に機能し得る。

産業上の利用可能性

[0095] 本発明の単結晶は、波長が1064 nm以上である長波長領域に加えて、波長が1064 nm未満である波長領域においても光アイソレータ用単結晶として有効である。即ち、本発明の単結晶は、主に長波長域、たとえば1064 nm、あるいはそれよりも長い波長域用途に好適であるが、その他に、波長が800 nm付近の広帯域用途、波長が1030～1080 nmの高パワー用途、さらに波長が400～700 nmの短波長用途にも適用することができる。

本発明はファラデー回転子を使用しファラデー回転角の変化を計測することで磁界の変化を観測する光磁界センサなどにも適用可能である。

符号の説明

- [0096] 10…光アイソレータ
11…レーザ光源
20…結晶引上げ炉
21…イリジウム製ルツボ
22A…内側保温材
22B…外側保温材
23…高周波コイル
28…融液

29…結晶引き上げ軸

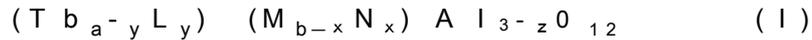
30…育成結晶

100…光加工器

請求の範囲

[請求項1] テルビウム・アルミニウムガーネット単結晶からなり、主としてアルミニウムの一部がルテチウム (Lu) で置換されている、単結晶。

[請求項2] 下記化学式：



(上記式中、LはM又はNを表し、MはSc及びYからなる群より選ばれる少なくとも1種を表し、NはLuを含む。a及びbは下記式を満たす。

$$2.8 \leq a \leq 3.2$$

$$1.8 \leq b \leq 2.2$$

で表される、請求項1に記載の単結晶。

[請求項3] 前記化学式中のNがLuである、請求項2に記載の単結晶。

[請求項4] 前記化学式中のNがYb及びTmからなる群より選ばれる少なくとも1種を更に含む、請求項2に記載の単結晶。

[請求項5] 前記化学式中のMがScであり、NがLuであり、xが下記式：

$$0.01 \leq x \leq 0.6$$

を満たす、請求項2又は3に記載の単結晶。

[請求項6] 前記化学式中のy及びzが下記式：

$$0 \leq y \leq 0.5$$

$$- 0.5 \leq z \leq 0.5$$

を満たす、請求項5に記載の単結晶。

[請求項7] 前記化学式中のy及びzが下記式：

$$0 \leq y \leq 0.2$$

$$- 0.2 \leq z \leq 0.2$$

を満たす、請求項6に記載の単結晶。

[請求項8] yが0である請求項6又は7に記載の単結晶。

[請求項9] 酸化テルビウム、酸化アルミニウム及び酸化ルテチウムを含む粉末原料を加熱溶解し、得られた融液から融液成長法によって、請求項1

に記載の単結晶を得ることを特徴とするアイソレータ用単結晶の製造方法。

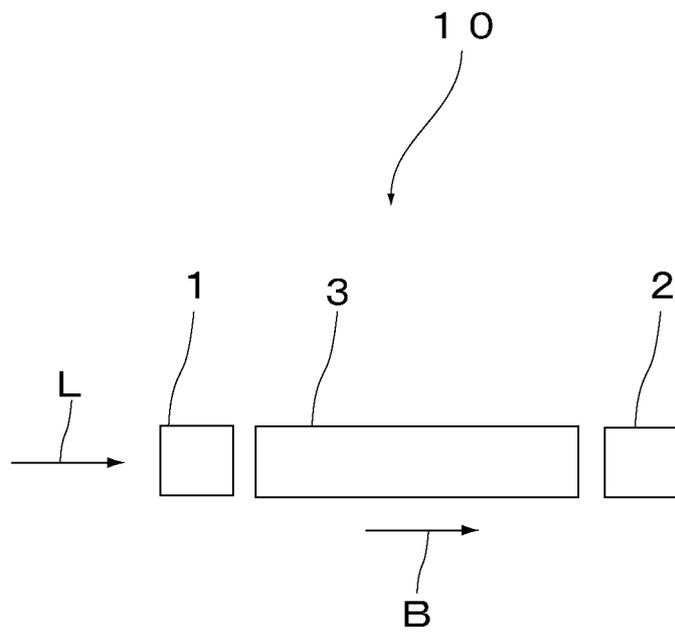
[請求項 10] 請求項 1～8 のいずれか一項に記載の単結晶を有する光アイソレータ。

[請求項 11] レーザ光源と、
前記レーザ光源から出射されるレーザ光の光路上に配置される光アイソレータとを備える光加工器であって、
前記光アイソレータが 請求項 10 に記載の光アイソレータである光加工器。

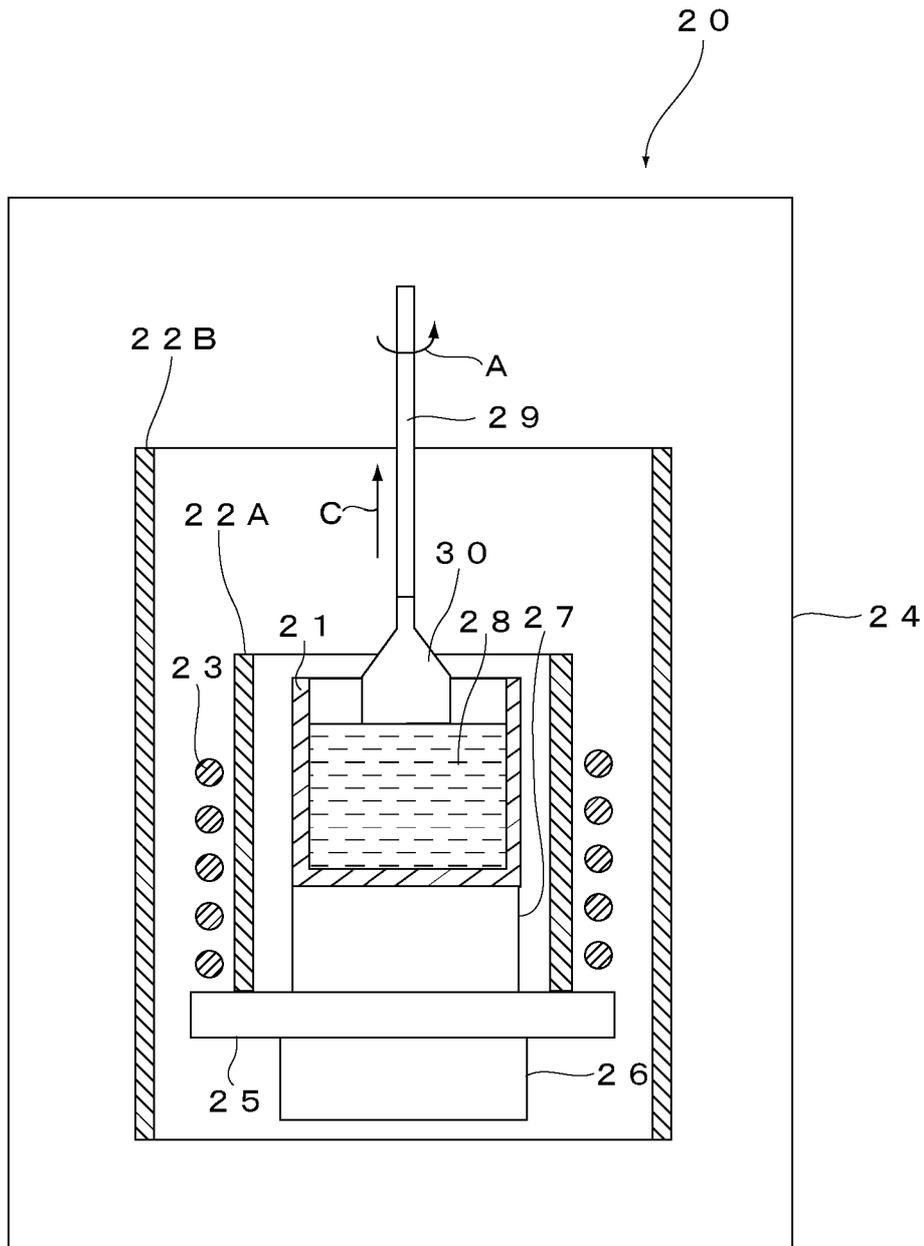
[請求項 12] 前記レーザ光源の発振波長が 1064 nm である、請求項 11 に記載の光加工器。

[請求項 13] 前記レーザ光源の発振波長が $400 \sim 700 \text{ nm}$ である、請求項 11 に記載の光加工器。

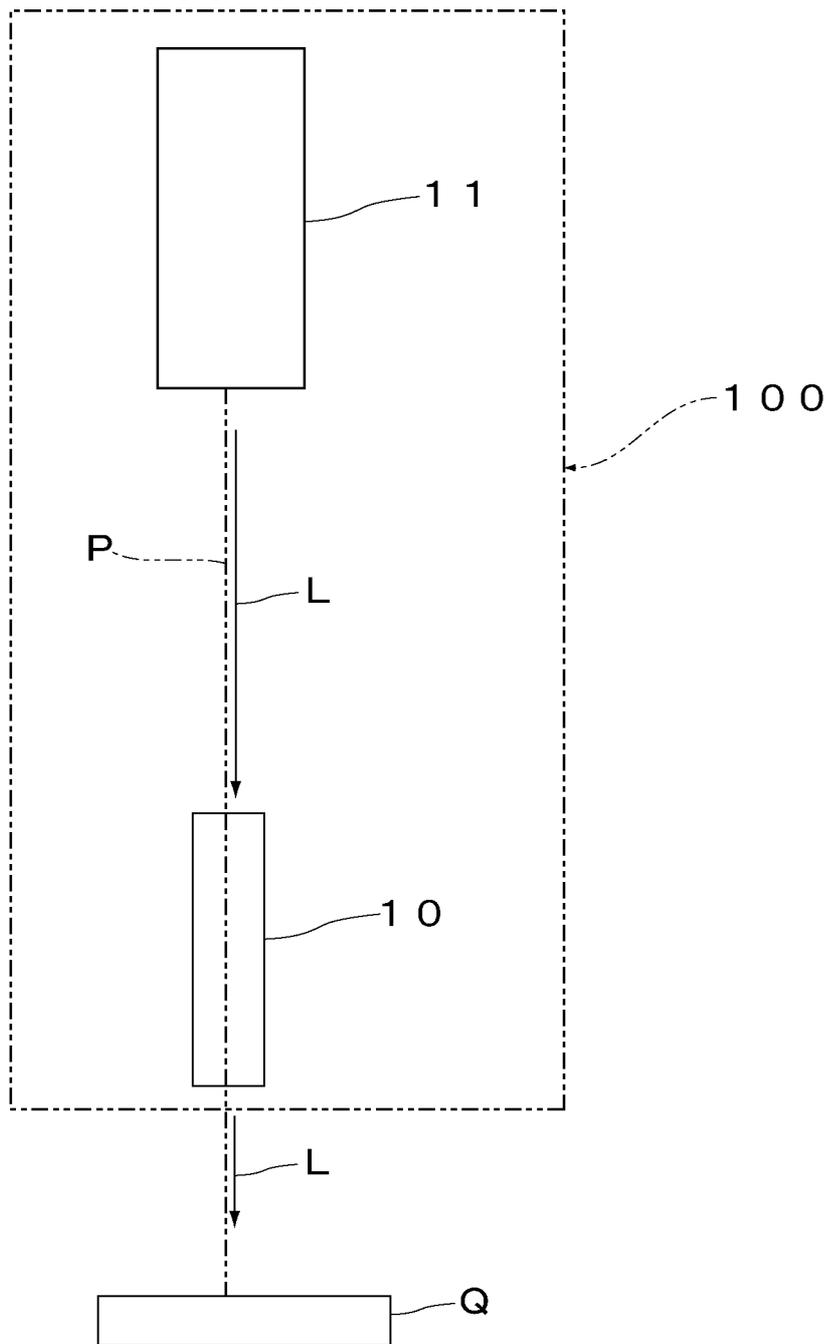
[図1]



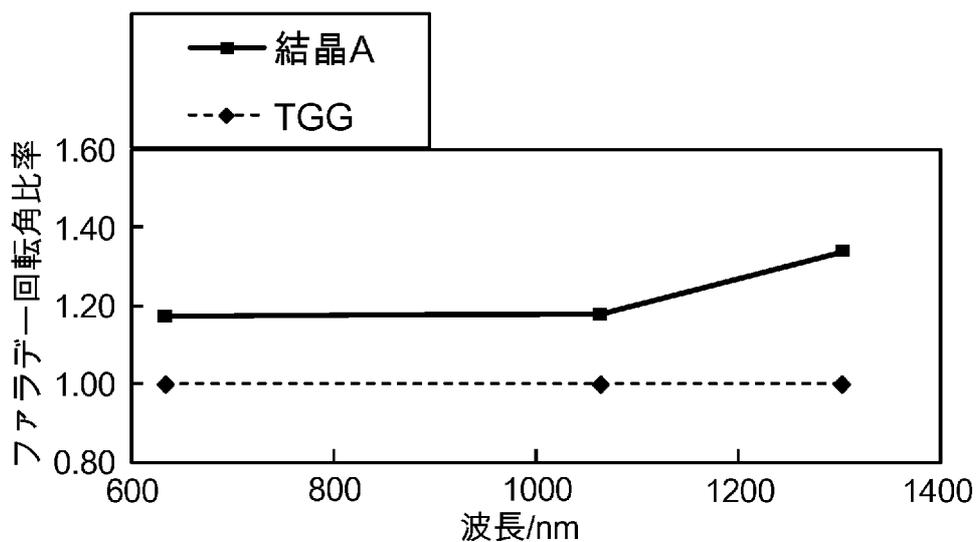
[図2]



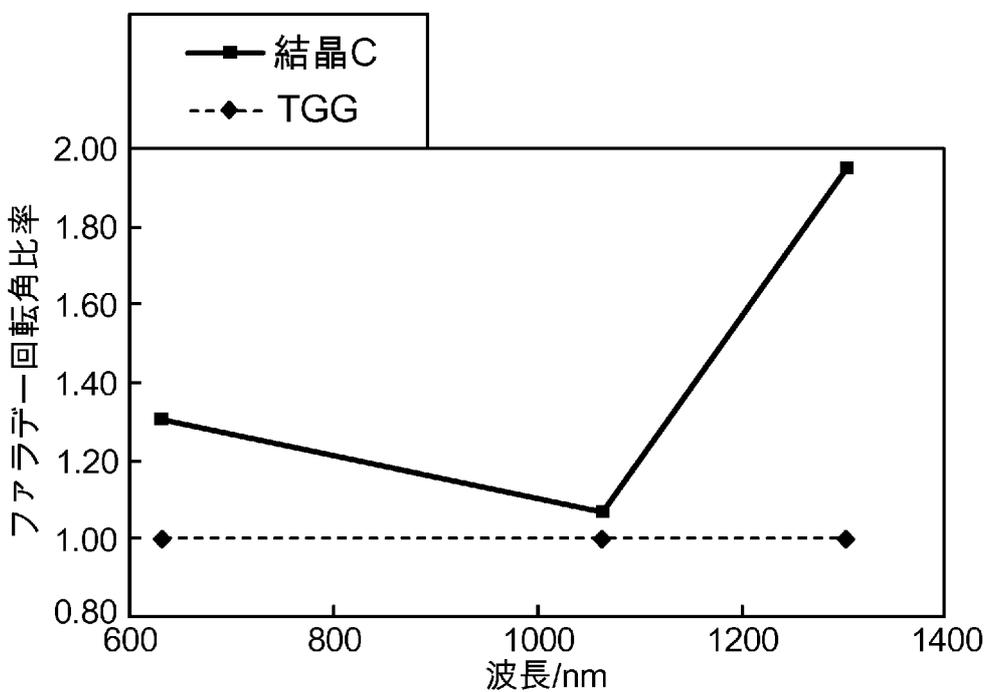
[図3]



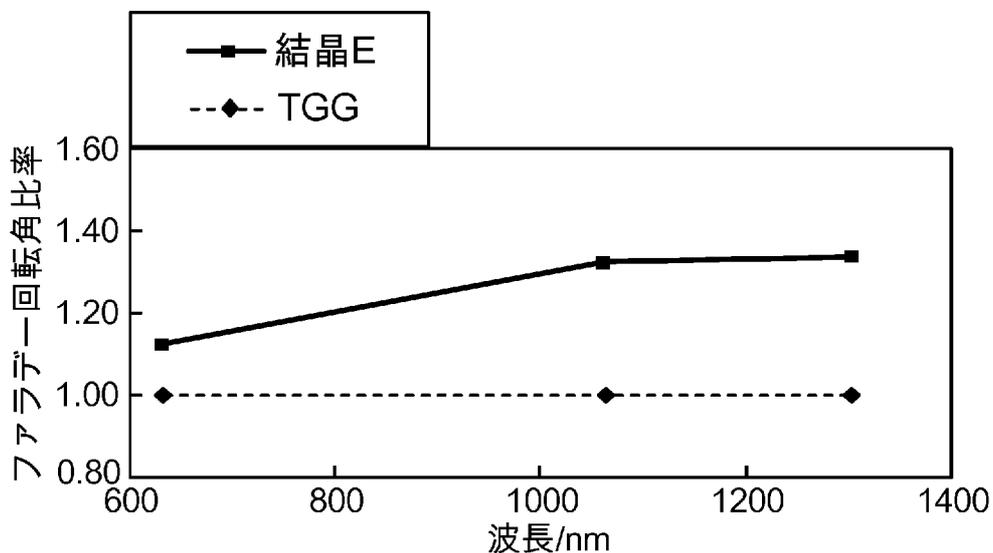
[図4]



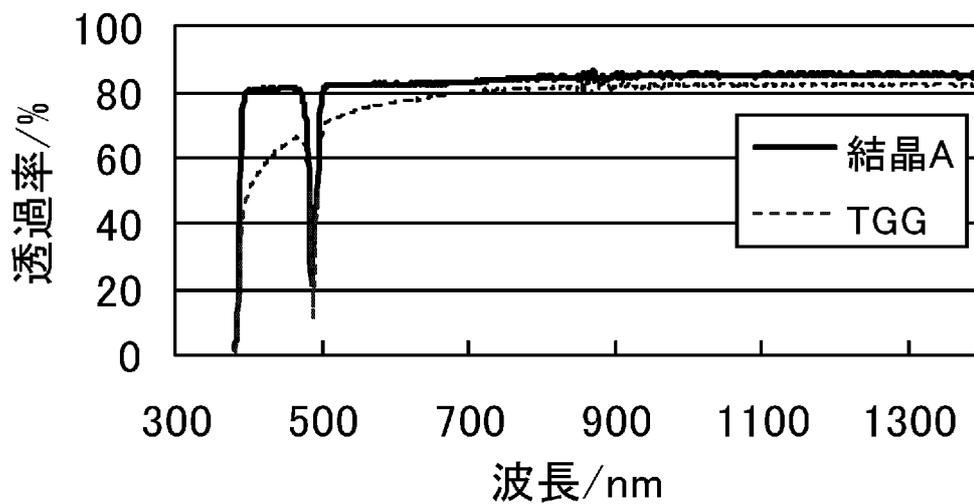
[図5]



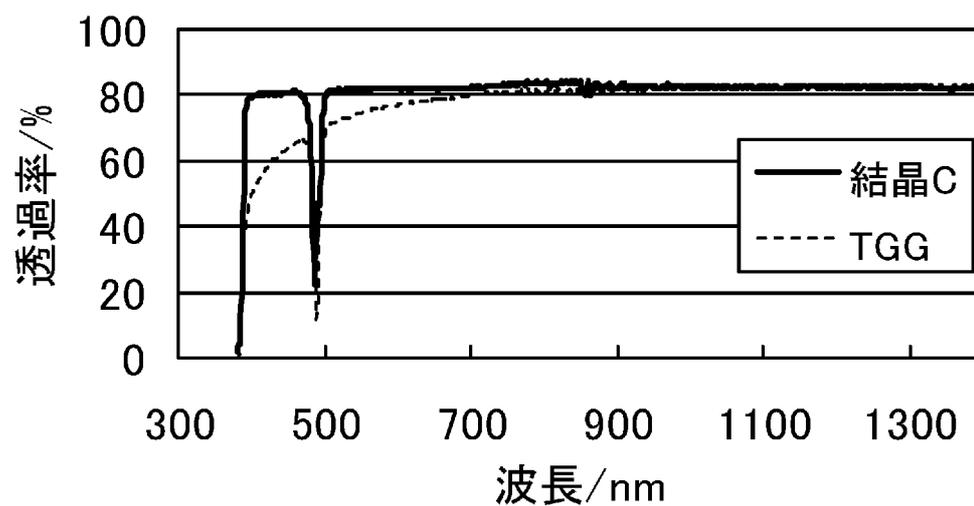
[図6]



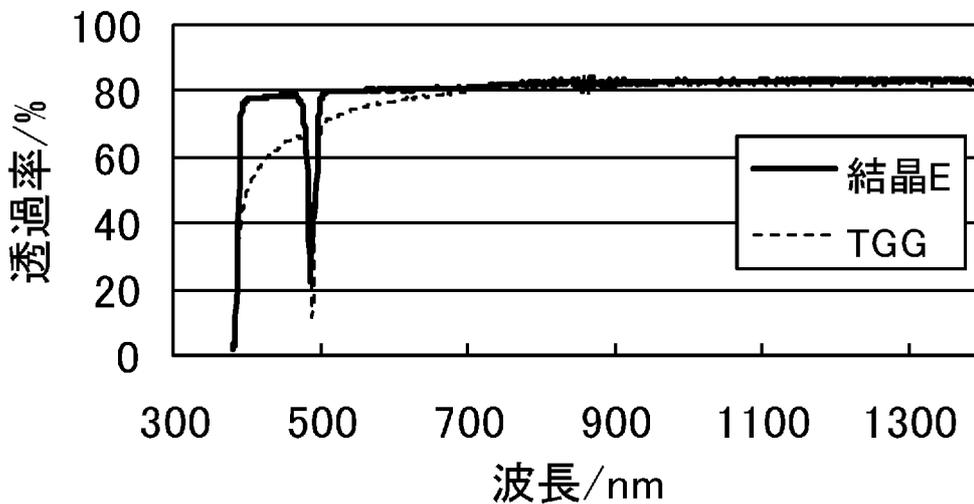
[図7]



[図8]



[図9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP2 010 / 068422

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/28 (2006.01)i, G02B2 7/28 (2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C30B2 9/28, G02B2 7/28

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo	Shinan	Koho	1922-1	996	Jitsuyo	Shinan	Toroku	Koho	1996-2010
Kokai	Jitsuyo	Shinan	Koho	1971-2010	Toroku	Jitsuyo	Shinan	Koho	1994-2010

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

Science Direct, CA (STN), JSTPlus (JDreaml I),
Science Citation Index Expanded (Web of Science)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 07-089797 A (Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.), 04 April 1995 (04.04.1995), paragraphs [0019] to [0021]; example 3 (Family: none)	1-13
A	JP 2001-226196 A (Tokin Corp.), 21 August 2001 (21.08.2001), paragraph [0001]; claims; paragraphs [0023] to [0027] (Family: none)	1-13

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
04 November, 2010 (04.11.10)

Date of mailing of the international search report
16 November, 2010 (16.11.10)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP2 010 / 068422

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 06- 507986 A (Al lied Si gnal Inc.), 08 September 1994 (08.09.1994), cl aims & US 5113472 A & US 5175787 A & US 5245689 A & US 5113472 A & EP 586542 A & WO 1992/ 021996 AI	1-13
A	DE 3342205 AI (HUBER GUNTER) , 30 May 1985 (30.05.1985), ent ire text (Fami ly : none)	1-13
A	JP 2007- 169647 A (Gene ral El ectri c Co.), 05 July 2007 (05.07.2007), paragraph [0017] ; table 1 6 US 2007/ 0187645 AI & CN 1995274 A & IL 180012 D & NL 1033061 AI	1-13
A	JP 2005- 126718 A (GE Medi cal Systems Gl obal Technol ogy Co., L.L.C.), 19 May 2005 (19.05.2005), claims 4, 8 & US 2004/ 0084655 AI & US 2003/ 0127630 AI & US 2003/ 0075706 AI & DE 102004051519 A & NL 1027265 A & CN 1629251 A	1-13
A	CHANI V И, YOSH IKAWA A, FUKUDA T, Mel t growth of (Tb, Lu)3Al5O12 mixed garnet fiber crystal s, J. Cryst . Growth , Vol .212 No .3/ 4, 2000.05, Page . 469- 475	1-13
A	GUALT IERI D. M., Magneto-opt ical wavegui des of alumi num garnet , Journal of Appl ied Phys ics, 1993, Vol .73, No .10, p.5626- 5628	1-13
A	GUALT IERI D. M., MORRI S R. C., Epi taxi al wavegui des of alumi num garnet , Journal of Appl ied Phys ics, Vol .74, No .1, 1993, p.20- 23	1-13

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C30B29/28 (2006.01) i, G02B27/28 (2006.01) i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C30B29/28, G02B27/28

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-
 日本国公開実用新案公報 1971-2
 日本国実用新案登録公報 1996-
 日本国登録実用新案公報 1994-2

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

Science Direct, LA (STN), JSTPlus (JDream1), Scienc Citation Index Expanaed (WeD of Science)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 07-089797 A (三菱重工業株式会社) 1995.04.04, 【0019】 - 【0021】の実施例3 (ファミリーなし)	1-13
A	JP 2001-226196 A (株式会社 トーキン) 2001.08.21, 【0001】、 【特許請求の範囲】、【0023】- 【0027】 (ファミリーなし)	1-13
A	JP 06-507986 A (アライド・シグナル・インコーポレーテッド) 1994.09.08, 特許請求の範囲 & US 5113472 A & US 5175787 A & US 5245689 A & US 5113472 A & EP 586542 A & wo 1992/021996 AI	1-13

c 欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの
- 「B」 国際出願 日前の出願または特許であるが、国際出願 日以後に公表されたもの
- 「C」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
- 「D」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「E」 国際出願 日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

- 「F」 国際出願 日又は優先 日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「G」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「H」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「I」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

04.11.2010

国際調査報告の発送日

16.11.2010

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA / JP)
 郵便番号 100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

吉田 直裕

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

4G

3028

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	DE 3342205 AI (HUBER GUNTER) 1985. 05. 30, 全文 (ファミリーなし)	1 - 1 3
A	JP 2007-169647 A (ゼネラル'エレクトリック'カンパニィ) 2007. 07. 05, 【0017】、【表1】 & US 2007/0187645 AI & CN 1995274 A & IL 180012 D & NL 1033061 AI	1 - 1 3
A	JP 2005-126718 A (ジーイー'メデイカル'システムズ'グローバル 'テクノロジー'カンパニー'エルエルシー) 2005. 05. 19, 【精 求項4】、【精求項8】 & US 2004/0084655 AI & US 2003/0127630 AI & US 2003/0075706 AI & DE 102004051519 A & NL 1027265 A & CN 1629251 A	1 - 1 3
A	CHANI V I , YOSHIKAWA A, FUKUDA T , Melt growth of (Tb, Lu) ₃ A ₁₅ O ₁₂ mixed garnet fiber crystals, J. Cryst. Growth, Vol. 212 No. 3/4 , 2000. 05 , Page. 469—475	1 - 1 3
A	GUALTIERI D. M. , Magneto-optical waveguides of aluminum garnet, Journal of Applied Physics, 1993 , Vol. 73, No. 10, p. 5626—5628	1 - 1 3
A	GUALTIERI D. M. , MORRIS R. C. , Epitaxial waveguides of aluminum garnet, Journal of Applied Physics, Vol. 74 , No. 1 , 1993 , p. 20-23	1 - 1 3