

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4802995号
(P4802995)

(45) 発行日 平成23年10月26日(2011.10.26)

(24) 登録日 平成23年8月19日(2011.8.19)

(51) Int.Cl. F I
C 3 O B 29/28 (2006.01) C 3 O B 29/28
G O 2 F 1/09 (2006.01) G O 2 F 1/09 5 O 1

請求項の数 7 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2006-314086 (P2006-314086)	(73) 特許権者	000003067
(22) 出願日	平成18年11月21日(2006.11.21)		T D K株式会社
(65) 公開番号	特開2007-210879 (P2007-210879A)		東京都中央区日本橋一丁目13番1号
(43) 公開日	平成19年8月23日(2007.8.23)	(74) 代理人	100101214
審査請求日	平成21年8月3日(2009.8.3)		弁理士 森岡 正樹
(31) 優先権主張番号	特願2006-2380 (P2006-2380)	(72) 発明者	大井戸 敦
(32) 優先日	平成18年1月10日(2006.1.10)		東京都中央区日本橋一丁目13番1号 T
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		D K株式会社内

審査官 若土 雅之

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁性ガーネット単結晶及びそれを用いた光学素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

化学式 $B i_{\alpha} N a_{\beta} M 1_{3-\alpha-\beta} F e_{5-\gamma} M 2_{\gamma} O_{12}$ ($M 1$ は Y、L a、C e、P r、N d、S m、E u、G d、T b、D y、H o、E r、T m、Y b、L u から選択される少なくとも1種類以上の元素、 $M 2$ は S i、G e、T i から選択される少なくとも1種類以上の元素であり、 $0.5 < \alpha \leq 2.0$ 、 $0 < \beta \leq 0.8$ 、 $0.2 \leq 3 - \alpha - \beta < 2.5$ 、 $0 < \gamma \leq 1.6$)

で示されること

を特徴とする磁性ガーネット単結晶。

【請求項2】

請求項1記載の磁性ガーネット単結晶であって、

前記 γ は、 $0.007 \leq \gamma \leq 1.6$ であること

を特徴とする磁性ガーネット単結晶。

【請求項3】

請求項1又は2に記載の磁性ガーネット単結晶を用いて作製されることを特徴とする光学素子。

【請求項4】

請求項1記載の磁性ガーネット単結晶であって、

前記 β 及び γ は、 $0 < \beta \leq 0.1$ 、 $0 < \gamma \leq 0.2$ であること

を特徴とする磁性ガーネット単結晶。

10

20

【請求項 5】

請求項 4 記載の磁性ガーネット単結晶であって、
前記 β 及び γ は、 $0 < \beta \leq 0.05$ 、 $0 < \gamma \leq 0.1$ であることを特徴とする磁性ガーネット単結晶。

【請求項 6】

請求項 4 又は 5 に記載の磁性ガーネット単結晶であって、
前記 M 2 は、少なくとも Si を含む 1 種類以上の元素であることを特徴とする磁性ガーネット単結晶。

【請求項 7】

請求項 1、2 又は 4 乃至 6 のいずれか 1 項に記載の磁性ガーネット単結晶から作製されることを特徴とするファラデー回転子。 10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、磁性ガーネット単結晶及びその製造方法並びにそれを用いた光学素子に関する。

【背景技術】

【0002】

ファラデー回転子は、透過する光の偏光面を回転させる機能を有する光学素子であり、通信用光アイソレータ、光アッテネータ、光サーキュレータ、光磁界センサ等の光デバイスに使用される。ファラデー回転子は、一般に板状のビスマス (Bi) 置換希土類鉄ガーネット単結晶を用いて作製される。Bi 置換希土類鉄ガーネット単結晶は、フラックス法 20
の一種である液相エピタキシャル (LPE) 法により育成される。フラックス法による単結晶育成は、大気圧中で行われる。

【0003】

フラックス法等の溶液法により Bi 置換希土類鉄ガーネット単結晶を育成する際には、過飽和状態を保ちながらガーネット単結晶を安定に成長させるために、一般に酸化鉛 (PbO)、酸化ビスマス (Bi_2O_3) 及び酸化ホウ素 (B_2O_3) が溶媒として用いられる。このため磁性ガーネット単結晶の育成時には結晶中に少量の鉛 (Pb) が混入する。従来、通信用光デバイスに使用されるファラデー回転子には、化学式 $\text{Bi}_{3-x-y}\text{M1}_x\text{Pb}_y\text{Fe}_{5-z-w}\text{M2}_z\text{M3}_w\text{O}_{12}$ において Pb の量 y が 0.03~0.06 程度 30
である磁性ガーネット単結晶が用いられている。

【特許文献 1】特開 2001-044026 号公報

【特許文献 2】特開 2001-044027 号公報

【特許文献 3】特公平 6-046604 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

ところが近年の環境保護運動の高まりと共に、全ての工業製品で環境負荷物質である Pb の含有量を削減する努力がなされている。従って、LPE 法により育成する磁性ガーネット単結晶においても、少量ではあるが混入する Pb が環境汚染の要因になり得るとして 40
問題になってきた。そこでファラデー回転子を構成する材料である磁性ガーネット単結晶に含有する Pb の量を削減又は除去する必要が生じている。

【0005】

本発明の目的は、Pb の含有量を削減した磁性ガーネット単結晶及びその製造方法並びにそれを用いた光学素子を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記目的は、化学式 $\text{Bi}_a\text{Na}_\beta\text{M1}_{3-a-\beta}\text{Fe}_{5-\gamma}\text{M2}_\gamma\text{O}_{12}$ (M1 は Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu 50

から選択される少なくとも1種類以上の元素、M2はSi、Ge、Tiから選択される少なくとも1種類以上の元素であり、 $0.5 < \alpha \leq 2.0$ 、 $0 < \beta \leq 0.8$ 、 $0.2 \leq 3 - \alpha - \beta < 2.5$ 、 $0 < \gamma \leq 1.6$ で示されることを特徴とする磁性ガーネット単結晶によって達成される。

【0007】

上記本発明の磁性ガーネット単結晶であって、前記 γ は、 $0.007 \leq \gamma \leq 1.6$ であることを特徴とする。

【0008】

また上記目的は、上記本発明の磁性ガーネット単結晶を用いて作製されることを特徴とする光学素子によって達成される。

10

【0009】

さらに上記目的は、Na、Fe、M1及びM2（M1はY、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luから選択される少なくとも1種類以上の元素、M2はSi、Ge、Tiから選択される少なくとも1種類以上の元素）を含む材料から融液を生成し、前記融液を用いて磁性ガーネット単結晶を育成することを特徴とする磁性ガーネット単結晶の製造方法によって達成される。

【0010】

上記本発明の磁性ガーネット単結晶の製造方法であって、前記材料における前記M2のFeに対するモル比は、 0.004 以上であることを特徴とする。

【0011】

20

上記本発明の磁性ガーネット単結晶であって、前記 β 及び γ は、 $0 < \beta \leq 0.1$ 、 $0 < \gamma \leq 0.2$ であることを特徴とする。さらには、前記 β 及び γ は、 $0 < \beta \leq 0.05$ 、 $0 < \gamma \leq 0.1$ であることを特徴とする。また、前記M2は、少なくともSiを含む1種類以上の元素であることを特徴とする。

さらに上記目的は、化学式 $\text{Bi}_{\alpha}\text{Na}_{\beta}\text{M1}_{3-\alpha-\beta}\text{Fe}_{5-\gamma-\sigma}\text{M2}_{\gamma}\text{M3}_{\delta}\text{O}_{12}$ （M1はY、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luから選択される少なくとも1種類以上の元素、M2はSi、Ge、Tiから選択される少なくとも1種類以上の元素、M3はPtであり、 $0.5 < \alpha \leq 2.0$ 、 $0 < \beta \leq 0.8$ 、 $0.2 \leq 3 - \alpha - \beta < 2.5$ 、 $0 < \gamma + \delta \leq 1.6$ 、 $0 \leq \gamma < 1.6$ 、 $0 < \delta < 0.16$ ）で示されることを特徴とする磁性ガーネット単結晶によって達成される。

30

また上記目的は、上記本発明の磁性ガーネット単結晶から作製されることを特徴とするファラデー回転子によって達成される。

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、磁性ガーネット単結晶に含まれるPb量を削減し、あるいは完全に除去することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0013】

〔第1の実施の形態〕

40

本発明の第1の実施の形態による磁性ガーネット単結晶及びその製造方法並びにそれを用いた光学素子について図1及び図2を用いて説明する。本実施の形態では、従来の溶媒に含まれるPbをナトリウム（Na）で代替し、Na及び鉄（Fe）を含む溶媒から磁性ガーネット単結晶を育成する。Naと酸素とを含有する物質は他の酸化物に比べて低い温度で溶解するものが多いため、磁性ガーネット単結晶を育成する際の溶媒としても有効である。例えば水酸化ナトリウム（NaOH）を含む溶媒から育成された磁性ガーネット単結晶は、欠陥や割れのない優れた品質が得られる。そのため溶媒の材料からPbOを除外し、Naを含む物質と Bi_2O_3 及び B_2O_3 を溶媒に用いることにより、従来磁性ガーネット単結晶に微量含まれていたPbをほぼ完全に除去できる。

【0014】

50

ところが、Naを含む溶媒から育成したガーネット単結晶は、光通信で使用する1300～1600nmの波長帯域での光吸収が極めて大きいということが判明した。大きな光吸収を持つガーネット単結晶を加工してファラデー回転子等の光学素子を作製すると、光学素子の光損失（挿入損失）が高くなってしまいうという問題が生じ得る。したがって、Pbがほぼ完全に除去された光学素子の光損失を低減させるために、Naを含む溶媒を用いて育成されるガーネット単結晶の光吸収を減少させる必要がある。

【0015】

ここで、NaOH、Bi₂O₃及びB₂O₃を含む溶媒からLPE法により育成した(BiGdYb)₃Fe₅O₁₂単結晶を加工して、ファラデー回転子を作製した。このファラデー回転子の波長1.55μmの光に対する光損失は3dBであった。また、Pbを含む溶媒からLPE法により育成した(BiGdYb)₃Fe₅O₁₂単結晶を加工して、別のファラデー回転子を作製した。このファラデー回転子の波長1.55μmの光に対する光損失は0.05dB以下であった。したがって、Naを含む溶媒を用いて作製されたファラデー回転子の光損失は、Pbを含む溶媒を用いて作製されたファラデー回転子の光損失と比較して極めて高いことが分かった。蛍光X線分析で組成を調べたところ、Naを含む溶媒から育成したガーネット単結晶からは100～300ppm程度のNaが検出された。Bi置換希土類鉄ガーネットを構成するカチオン（陽イオン）は、基本的に3価である。このため、1価が安定な価数であるNaのカチオンがガーネット単結晶中に入ると、電荷のバランスが崩れてガーネット単結晶が半導体となる。これにより、Naを含むガーネット単結晶では光吸収が発生していると考えられる。

【0016】

本実施の形態では、酸化ケイ素(SiO₂)、酸化ゲルマニウム(GeO₂)、酸化チタン(TiO₂)及び酸化白金(PtO₂)のうち少なくとも1種をNaと共に配合材料に加え、ガーネット単結晶を育成した。育成したガーネット単結晶をファラデー回転子に加工して光損失を評価したところ、光損失が低下する傾向が認められた。Si、Ge、Ti及びPtはガーネット中で4価のカチオンが安定となるため、ガーネット中に含有されるNaの1価のカチオンを補償することにより、ガーネット単結晶の電荷のバランスがとれるようになったためと考えられる。

【0017】

さらに本実施の形態では、Naを含む配合材料にGeO₂を種々の配合量で加えて、複数種類のガーネット単結晶を育成した。本実施の形態では、配合材料中におけるGeのFeに対するモル比(Ge/Feモル比)をパラメータとして用い、Ge/Feモル比を0～0.02の範囲内で種々の値に設定した。育成した複数種類のガーネット単結晶をそれぞれファラデー回転子に加工し、光損失を評価した。その結果、配合材料にGeO₂をわずかに添加するだけでもファラデー回転子の光損失は大幅に低下し、Ge/Feモル比が0.004の配合材料を用いて作製したファラデー回転子の光損失は、0～0.01dBと極めて低くなることが分かった。Ge/Feモル比を0.004より大きくしても、ファラデー回転子の光損失は0～0.01dBで変化はなかった。

【0018】

Ge/Feモル比が0.004である配合材料から育成したガーネット単結晶を蛍光X線分析及びICP(Inductively Coupled Plasma;高周波誘導結合プラズマ)分析により組成分析したところ、化学式(BiGdYb)_{2.996}Na_{0.004}Fe_{4.993}Ge_{0.007}O₁₂が得られた。したがって、Geのようにガーネット中で4価が安定な元素がガーネット単結晶中に入ることによってファラデー回転子の光損失が低下し、特にガーネット単結晶中のGe量を化学式で0.007にするとファラデー回転子の光損失を最低にすることができ分かった。そしてガーネット単結晶中のGe量をさらに増加させてもファラデー回転子の光損失は最低値のままである。

【0019】

Ge以外のSi、Ti及びPtなどのガーネット中で4価が安定な元素についても、上

10

20

30

40

50

記と同様の条件でファラデー回転子の光損失を低減できることが分かった。また、Ge、Si、Ti及びPtのうち2種以上を組み合わせて用いても、上記と同様の条件でファラデー回転子の光損失を低減できることが分かった。すなわち、Na、Fe及びM2（M2はSi、Ge、Ti、Ptから選択される少なくとも1種類以上の元素）を含む配合材料から育成したガーネット単結晶を用いることにより、低損失のファラデー回転子が得られる。さらに、M2のFeに対するモル比（M2/Feモル比）が0.004以上である配合材料から育成したガーネット単結晶を用いることにより、さらに低損失のファラデー回転子が得られる。

【0020】

Si、Ge、Ti及びPtなどのガーネット中で4価が安定な元素と、2価の状態ではガーネット中に入るPbとで電荷補償させて光損失を低減する技術は、従来から知られている（例えば、特許文献1乃至3参照）。しかし、PbとSi、Ge、Ti及びPtから選択される少なくとも1種の元素とで電荷補償させたガーネット単結晶から作製されるファラデー回転子の光損失は0.01～0.05dB程度である。それに対し、NaとSi、Ge、Ti及びPtから選択される少なくとも1種の元素とで電荷補償させたガーネット単結晶から得られるファラデー回転子の損失は0～0.01dBである。したがって本実施の形態によれば、Pbを含む従来のファラデー回転子よりもさらに低損失で優れた特性が得られることが分かった。これは、NaとSi、Ge、Ti及びPtとの組合せの方が完全に電荷を補償できるためと考えられる。

【0021】

Si、Ge、Ti及びPtが所定量以上ガーネット単結晶中に入り電荷のバランスが崩れると、電荷を補償するようにNaがガーネット中に入る。そのためSi、Ge、Ti及びPtでFeを多量に置換した場合でも、Naがガーネットに入ることによって電荷は補償される。しかしながら、磁性ガーネット単結晶においてSi、Ge、Ti及びPtの置換量が1.6より大きくなると、キュリー点が室温付近まで低下するためファラデー回転子としての使用が困難になる。したがって、Si、Ge、Ti及びPtの置換量の上限は化学式で1.6となる。4価が安定な元素と1価が安定な元素とが1:2の比率でガーネット単結晶に入れば電荷のバランスをとることができるため、ガーネット単結晶にSi、Ge、Ti及びPtが化学式で1.6だけ入るとき、Naは化学式で0.8だけ入る。すなわち、ファラデー回転子に使用可能な磁性ガーネット単結晶に含まれるNaの上限は化学式で0.8となる。

【0022】

Naを含む溶媒で磁性ガーネット単結晶を育成する場合には、Naを含まない溶媒に比して溶液の過飽和状態をより安定に保つことができる。そのためBiは、化学式で2.0程度まで安定してガーネット単結晶に入ることができる。一方、ファラデー回転子として十分な回転係数（deg/μm）を得るためには、Biは化学式で0.5以上は必要である。

【0023】

また本実施の形態では、磁性ガーネット単結晶に含まれる希土類元素として、単独又は組合せにより安定してFeとガーネット単結晶を作ることができるイットリウム（Y）、ランタン（La）、セリウム（Ce）、プラセオジウム（Pr）、ネオジウム（Nd）、サマリウム（Sm）、ユウロピウム（Eu）、ガドリニウム（Gd）、テルビウム（Tb）、ジスプロシウム（Dy）、ホルミウム（Ho）、エルビウム（Er）、ツリウム（Tm）、イッテルビウム（Yb）及びルテチウム（Lu）が用いられる。

【0024】

以上説明したように、本実施の形態による磁性ガーネット単結晶は、化学式 $Bi_{\alpha}Na_{\beta}M1_{3-\alpha-\beta}Fe_{5-\gamma}M2_{\gamma}O_{12}$ （M1はY、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luから選択される少なくとも1種類以上の元素、M2はSi、Ge、Ti、Ptから選択される少なくとも1種類以上の元素であり、 $0.5 < \alpha \leq 2.0$ 、 $0 < \beta \leq 0.8$ 、 $0.2 \leq 3 - \alpha - \beta < 2.5$ 、 $0 < \gamma \leq$

10

20

30

40

50

1. 6) で表される。本実施の形態によれば、Pbをほぼ完全に除去した磁性ガーネット単結晶及びそれを用いた光学素子を実現できる。また本実施の形態によれば、光学素子の光損失を低減できる。

以下、本実施の形態による磁性ガーネット単結晶及びその製造方法並びにそれを用いた光学素子について、実施例及び比較例を用いてより具体的に説明する。

【0025】

(実施例1-1)

図1は、磁性ガーネット単結晶育成工程の一部を示している。まず、金(Au)製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのGe/Feモル比を0.006とした。
950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。融液8から磁性ガーネット単結晶膜を育成するための基板には、引き上げ法により育成したガーネット単結晶のインゴットから作製された単結晶ウエハを用いる。本実施例では単結晶育成用基板10として、CaMgZr置換GGG(ガドリニウム・ガリウム・ガーネット)単結晶基板($(GdCa)_3(GaMgZr)_5O_{12}$)を用いている。

【0026】

CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $Bi_{1.300}Gd_{1.200}Yb_{0.500}Fe_{4.990}Ge_{0.010}O_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶膜12の化学式は $(BiGdYb)_{2.995}Na_{0.005}(FeGe)_5O_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0~0.01dBであり、極めて低損失であった。

【0027】

(実施例1-2)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのGe/Feモル比を0.004とした。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $Bi_{1.300}Gd_{1.200}Yb_{0.500}Fe_{4.993}Ge_{0.007}O_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶膜12の化学式は $(BiGdYb)_{2.996}Na_{0.004}(FeGe)_5O_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0~0.01dBであり、極めて低損失であった。

【0028】

(実施例1-3)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 B_2O_3 、Bi

Ge_2O_3 、 NaOH を充填して、電気炉に配置した。このときの Ge/Fe モル比を0.008とした。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところNaが検出され、組成は $\text{Bi}_{1.293}\text{Gd}_{1.200}\text{Yb}_{0.500}\text{Na}_{0.007}\text{Fe}_{4.987}\text{Ge}_{0.013}\text{O}_{12}$ であった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0~0.01dBであり、極めて低損失であった。

10

【0029】

(実施例1-4)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 NaOH を充填して、電気炉に配置した。このときの Ge/Fe モル比を0.012とした。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.290}\text{Gd}_{1.200}\text{Yb}_{0.500}\text{Na}_{0.010}\text{Fe}_{4.980}\text{Ge}_{0.020}\text{O}_{12}$ であった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0~0.01dBであり、極めて低損失であった。

20

【0030】

(実施例1-5)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 NaOH を充填して、電気炉に配置した。このときの Ge/Fe モル比を0.020とした。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.283}\text{Gd}_{1.200}\text{Yb}_{0.500}\text{Na}_{0.017}\text{Fe}_{4.967}\text{Ge}_{0.033}\text{O}_{12}$ であった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0~0.01dBであり、極めて低損失であった。

30

40

【0031】

(実施例1-6)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 NaOH を充填して、電気炉に配置した。このときの Ge/Fe モル比を0.002とした。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガ

50

ーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.300}\text{Gd}_{1.200}\text{Yb}_{0.500}\text{Fe}_{4.997}\text{Ge}_{0.003}\text{O}_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶膜12の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.998}\text{Na}_{0.002}(\text{FeGe})_{5.000}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対して回転角 45deg となる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は $0.2\sim0.25\text{dB}$ であった。

10

【0032】

(実施例1-7)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのGe/Feモル比を 0.003 とした。 950°C まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、 850°C まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚 $500\mu\text{m}$ の磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.300}\text{Gd}_{1.200}\text{Yb}_{0.500}\text{Fe}_{4.994}\text{Ge}_{0.006}\text{O}_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶膜12の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.997}\text{Na}_{0.003}(\text{FeGe})_{5.000}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対して回転角 45deg となる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は $0.04\sim0.07\text{dB}$ であった。

20

【0033】

(実施例1-8)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのSi/Feモル比を 0.006 とした。 950°C まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、 850°C まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚 $500\mu\text{m}$ の磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.300}\text{Gd}_{1.200}\text{Yb}_{0.500}\text{Fe}_{4.990}\text{Si}_{0.010}\text{O}_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶膜12の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.995}\text{Na}_{0.005}(\text{FeSi})_{5.000}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対して回転角 45deg となる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は $0\sim0.01\text{dB}$ であり、極めて低損失であった。

30

40

【0034】

(実施例1-9)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのTi/Feモル比を 0.0

50

06とした。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.300}\text{Gd}_{1.200}\text{Yb}_{0.500}\text{Fe}_{4.990}\text{Ti}_{0.010}\text{O}_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶膜12の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.995}\text{Na}_{0.005}(\text{FeTi})_{5.000}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0～0.01dBであり、極めて低損失であった。

10

【0035】

(実施例1-10)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 PtO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのPt/Feモル比を0.006とした。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.300}\text{Gd}_{1.200}\text{Yb}_{0.500}\text{Fe}_{4.990}\text{Pt}_{0.010}\text{O}_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶膜12の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.995}\text{Na}_{0.005}(\text{FePt})_{5.000}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0～0.01dBであり、極めて低損失であった。

20

30

【0036】

(比較例1-1)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶膜12を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.300}\text{Gd}_{1.200}\text{Yb}_{0.500}\text{Fe}_{5.000}\text{O}_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.998}\text{Na}_{0.002}\text{Fe}_{5.000}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は3.0～3.5dBであり、極めて高損失であった。

40

【0037】

50

図2は、上記の実施例及び比較例について、配合材料のM2/F eモル比、育成したガーネット単結晶のNa量 β 及びM2量 γ 、並びに作製したファラデー回転子の光損失(dB)をまとめて示している。図2に示すように、Na及びM2を含む磁性ガーネット単結晶を用いたファラデー回転子(実施例1-1乃至1-10)では、Naを含みM2を含まない磁性ガーネット単結晶を用いたファラデー回転子(比較例1-1)よりも光損失を低減できることが分かる。特に、磁性ガーネット単結晶のM2量 γ が0.007以上である場合(実施例1-1乃至1-5及び1-8乃至1-10)、Pbを含む溶媒から育成した磁性ガーネット単結晶を用いて作製した従来のファラデー回転子(例えば光損失0.05dB以下)と比較しても極めて低損失のファラデー回転子が得られる。

【0038】

10

また、Na、Fe、M1及びM2を含む材料から育成した磁性ガーネット単結晶を用いることによって、低損失のファラデー回転子が得られることが分かる。特に、M2/F eモル比が0.004以上である場合には、極めて低損失のファラデー回転子が得られる。

【0039】

〔第2の実施の形態〕

本発明の第2の実施の形態による磁性ガーネット単結晶及びその製造方法並びにそれを用いた光学素子について図1及び図3を用いて説明する。Naは希土類やBiと比べてイオン半径が大きな元素であり、ガーネットの結晶構造で希土類、Biと同じサイトを占める。ガーネット膜の育成では単結晶割れを防ぐため、基板と膜の格子定数をほぼ同じにする必要がある。そこでNaがガーネット中に入った場合に格子定数を一定の値に維持するため、BiやGd、Tbなどの比較的大きなイオン半径を持つ元素の量を減らし、Yb、Ho、Yなどの比較的小さなイオン半径を持つ元素を増やす必要が出てくる。Biは回転子の厚さに大きな影響を与え、GdやTbなどは回転子の飽和磁界に影響を与える。そこでガーネット中のNa量が増えると格子定数を一定に保つため、希土類、Biの組成が変わることになり、飽和磁界や厚さなどの回転子の特性がPbを含有する従来の回転子と異なってくる。Pb含有の従来回転子は同じ特性を持つ非鉛回転子で代替することが望ましい。そのためにはNa量 β は少ない方が好ましく、実用的には少なくとも0.1以下とすることが必要となる。さらに非鉛の回転子の特性を従来の回転子に同等まで近づけるにはNa量 β は0.05以下とすることがさらに望ましい。また、Si、Ge、Tiの中でもSiはイオン半径の小さな元素であり、Siをガーネットに加えると大きなイオン半径を持つNaがガーネットに入る効果を緩和する効果がある。そのためSiをガーネット中に添加して電荷補償することが望ましい。PtはSi、Ge、Tiと同じく4価が安定な陽イオンの状態でガーネット中のNaと電荷補償し光吸収を抑制する効果がある。しかし、Ptは安定な複合酸化物を作りやすい元素であり、Pt量 δ が0.16より大きいガーネット膜の育成を試みると、ガーネット膜の育成と同時に溶液中でPtを含有する複合酸化物の析出が起き、溶液の過飽和状態を安定に維持できなくなる。そのためファラデー回転子の作製に必要な厚さ数百 μm で結晶欠陥の少ないガーネット膜を育成することは困難となる。従って、Pt量 δ は0.16より小さいことが望ましい。

20

30

以下、本実施の形態による磁性ガーネット単結晶及びその製造方法並びにそれを用いた光学素子について、実施例及び比較例を用いてより具体的に説明する。

40

【0040】

(実施例2-1)

Au製のルツボ4にGd₂O₃、Yb₂O₃、Fe₂O₃、GeO₂、SiO₂、B₂O₃、Bi₂O₃、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのGe、SiとFeのモル比(Ge+Si)/Feは0.006である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500 μm の磁性ガーネット単結晶膜12が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成はBi_{1.000}Gd_{1.610}Y

50

$\text{b}_{0.390}\text{Fe}_{4.990}\text{Ge}_{0.005}\text{Si}_{0.005}\text{O}_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶膜12の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.995}\text{Na}_{0.005}(\text{FeGeSi})_{5.000}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対して回転角 45deg となる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは $410\mu\text{m}$ 、 1mm 角の形状での飽和磁界は 618Oe であった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は $0\sim 0.01\text{dB}$ であり、極めて低損失であった。

【0041】

10

(実施例2-2)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 SiO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのGe、SiとFeのモル比 $(\text{Ge}+\text{Si})/\text{Fe}$ は0.004である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚 $500\mu\text{m}$ の磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.000}\text{Gd}_{1.610}\text{Yb}_{0.390}(\text{FeGeSi})_{5.000}\text{O}_{12}$ であり、GeとSi量は確定できずNaは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.996}\text{Na}_{0.004}\text{Fe}_{4.993}\text{Ge}_{0.004}\text{Si}_{0.003}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対して回転角 45deg となる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは $410\mu\text{m}$ 、 1mm 角の形状での飽和磁界は 618Oe であった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は $0\sim 0.01\text{dB}$ であり、極めて低損失であった。

20

【0042】

30

(実施例2-3)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 SiO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのGe、SiとFeのモル比 $(\text{Ge}+\text{Si})/\text{Fe}$ は0.008である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚 $500\mu\text{m}$ の磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところNaが検出され、組成は $\text{Bi}_{0.990}\text{Gd}_{1.610}\text{Yb}_{0.393}\text{Na}_{0.007}\text{Fe}_{4.987}\text{Ge}_{0.008}\text{Si}_{0.005}\text{O}_{12}$ であった。育成した単結晶膜12を加工して、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対して回転角 45deg となる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは $413\mu\text{m}$ 、 1mm 角の形状での飽和磁界は 618Oe であった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は $0\sim 0.01\text{dB}$ であり、極めて低損失であった。

40

【0043】

(実施例2-4)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 SiO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのGe、SiとF

50

eのモル比 $(\text{Ge} + \text{Si}) / \text{Fe}$ は0.012である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{0.986}\text{Gd}_{1.610}\text{Yb}_{0.394}\text{Na}_{0.010}\text{Fe}_{4.980}\text{Ge}_{0.015}\text{Si}_{0.005}\text{O}_{12}$ であった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは415μm、1mm角の形状での飽和磁界は617Oeであった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0～0.01dBであり、極めて低損失であった。

【0044】

(実施例2-5)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 SiO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのGe、SiとFeのモル比 $(\text{Ge} + \text{Si}) / \text{Fe}$ は0.020である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{0.990}\text{Gd}_{1.590}\text{Yb}_{0.403}\text{Na}_{0.017}\text{Fe}_{4.967}\text{Ge}_{0.028}\text{Si}_{0.005}\text{O}_{12}$ であった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは413μm、1mm角の形状での飽和磁界は626Oeであった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0～0.01dBであり、極めて低損失であった。

【0045】

(実施例2-6)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 SiO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのGe、SiとFeのモル比 $(\text{Ge} + \text{Si}) / \text{Fe}$ は0.060である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{0.500}\text{Gd}_{1.580}\text{Yb}_{0.420}\text{Na}_{0.050}\text{Fe}_{4.900}\text{Ge}_{0.080}\text{Si}_{0.020}\text{O}_{12}$ であった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは431μm、1mm角の形状での飽和磁界は631Oeであった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0～0.01dBであり、極めて低損失であった。

【0046】

(実施例2-7)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 SiO_2 、 B_2

10

20

30

40

50

O_3 、 Bi_2O_3 、 NaOH を充填して、電気炉に配置した。このときの Ge 、 Si と Fe のモル比 $(\text{Ge} + \text{Si}) / \text{Fe}$ は0.120である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、 Au 製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。 CaMgZr 置換 GGG 基板10を Au 製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500 μm の磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{0.923}\text{Gd}_{1.510}\text{Yb}_{0.467}\text{Na}_{0.100}\text{Fe}_{4.800}\text{Ge}_{0.160}\text{Si}_{0.040}\text{O}_{12}$ であった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55 μm の光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは443 μm 、1mm角の形状での飽和磁界は662Oeであった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55 μm の光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0～0.01dBであり、極めて低損失であった。

10

【0047】

(実施例2-8)

Au 製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 GeO_2 、 SiO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 NaOH を充填して、電気炉に配置した。このときの Ge 、 Si と Fe のモル比 $(\text{Ge} + \text{Si}) / \text{Fe}$ は0.002である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、 Au 製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。 CaMgZr 置換 GGG 基板10を Au 製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500 μm の磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.000}\text{Gd}_{1.610}\text{Yb}_{0.390}(\text{FeGeSi})_{5.000}\text{O}_{12}$ であり、 Na は検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、 Na の含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.998}\text{Na}_{0.002}\text{Fe}_{4.997}\text{Ge}_{0.002}\text{Si}_{0.001}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55 μm の光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは410 μm 、1mm角の形状での飽和磁界は618Oeであった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55 μm の光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0.2～0.25dBであった。 Ge を添加しない回転子よりは低損失であった。

20

30

【0048】

(実施例2-9)

Au 製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 NaOH を充填して、電気炉に配置した。このときの Si と Fe のモル比 Si / Fe は0.006である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、 Au 製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。 CaMgZr 置換 GGG 基板10を Au 製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500 μm の磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.000}\text{Gd}_{1.520}\text{Yb}_{0.480}\text{Fe}_{4.990}\text{Si}_{0.010}\text{O}_{12}$ であり、 Na は検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、 Na の含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.995}\text{Na}_{0.005}(\text{FeSi})_{5.000}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55 μm の光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは410 μm 、1mm角の形状での飽和磁界は6

40

50

180eであった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0~0.01dBであり、極めて低損失であった。

【0049】

(実施例2-10)

Au製のルツボ4にGd₂O₃、Yb₂O₃、Fe₂O₃、GeO₂、B₂O₃、Bi₂O₃、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのGeとFeのモル比Ge/Feは0.006である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成はBi_{1.000}Gd_{1.610}Yb_{0.390}Fe_{4.990}Ge_{0.010}O₁₂であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶の化学式は(BiGdYb)_{2.995}Na_{0.005}(FeGe)_{5.000}O₁₂であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは410μm、1mm角の形状での飽和磁界は6180eであった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0~0.01dBであり、極めて低損失であった。

【0050】

(実施例2-11)

Au製のルツボ4にGd₂O₃、Yb₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂、B₂O₃、Bi₂O₃、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのTiとFeのモル比Ti/Feは0.006である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成はBi_{1.000}Gd_{1.610}Yb_{0.390}Fe_{4.990}Ti_{0.010}O₁₂であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶の化学式は(BiGdYb)_{2.995}Na_{0.005}(FeTi)_{5.000}O₁₂であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長1.55μmの光に対して回転角45degとなる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは410μm、1mm角の形状での飽和磁界は6180eであった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長1.55μmの光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は0~0.01dBであり、極めて低損失であった。

【0051】

(実施例2-12)

Au製のルツボ4にGd₂O₃、Yb₂O₃、Fe₂O₃、PtO₂、B₂O₃、Bi₂O₃、NaOHを充填して、電気炉に配置した。このときのPtとFeのモル比Pt/Feは0.006である。950℃まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、850℃まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚500μmの磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分

析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.000}\text{Gd}_{1.610}\text{Yb}_{0.390}\text{Fe}_{4.990}\text{Pt}_{0.010}\text{O}_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.995}\text{Na}_{0.005}(\text{FePt})_{5.000}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対して回転角 45deg となる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは $410\mu\text{m}$ 、 1mm 角の形状での飽和磁界は 618Oe であった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は $0\sim0.01\text{dB}$ であり、極めて低損失であった。

10

【0052】

(比較例2-1)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 NaOH を充填して、電気炉に配置した。 950°C まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、 850°C まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。膜厚 $500\mu\text{m}$ の磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{1.000}\text{Gd}_{1.610}\text{Yb}_{0.390}\text{Fe}_{5.000}\text{O}_{12}$ であり、Naは検出できなかった。次にICP分析法で詳しく組成を評価したところ、Naの含有量を確定できた。その結果、磁性ガーネット単結晶の化学式は $(\text{BiGdYb})_{2.998}\text{Na}_{0.002}\text{Fe}_{5.000}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜12を加工して、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対して回転角 45deg となる単結晶板を作製した。その単結晶板の研磨面に無反射コートを成膜し、ファラデー回転子を作製した。回転子の厚さは $410\mu\text{m}$ 、 1mm 角の形状での飽和磁界は 618Oe であった。作製したファラデー回転子から20個抜き取り、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対する光損失を評価した。ファラデー回転子の光損失は $3.0\sim3.5\text{dB}$ であり、極めて高損失であった。

20

【0053】

(比較例2-2)

Au製のルツボ4に Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 PtO_2 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 NaOH を充填して、電気炉に配置した。このときのPtとFeのモル比 Pt/Fe は 0.100 である。 950°C まで炉温を上げてルツボ4内の材料を溶解して融液8を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液8を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板10をAu製の固定治具2に取り付けて炉内に投入し、 850°C まで炉温を下げてから基板10の片面を融液8に接触させてエピタキシャル成長を40時間行った。育成した表面に多数の結晶欠陥のある膜厚 $365\mu\text{m}$ の磁性ガーネット単結晶膜が得られた。育成した単結晶を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $\text{Bi}_{0.950}\text{Gd}_{1.590}\text{Yb}_{0.380}\text{Na}_{0.080}\text{Fe}_{4.840}\text{Pt}_{0.160}\text{O}_{12}$ であった。単結晶膜の厚さが不足したため、波長 $1.55\mu\text{m}$ の光に対して回転角 45deg となる単結晶板は作製できなかった。

30

40

【0054】

図3は、上記の実施例及び比較例について、配合材料の $(\text{M2}+\text{M3})/\text{Fe}$ モル比、育成したガーネット単結晶のNa量 β 、M2量 γ 、及びM3量 δ 、並びに作製したファラデー回転子の光損失(dB)をまとめて示している。図3に示すように、Na、M2及びM3を含む磁性ガーネット単結晶を用いたファラデー回転子(実施例2-1乃至2-12)では、M2及びM3を含まない磁性ガーネット単結晶を用いたファラデー回転子(比較例2-1)よりも光損失を低減できることが分かる。特に、磁性ガーネット単結晶のNa量 β が 0.1 以下であってGe及びSiからなるM2量 γ (M3量 $\delta=0$)が 0.2 以下である場合(実施例2-1乃至2-8)、好ましくはNa量 β が 0.05 以下であって、

50

M2量 γ (M3量 $\delta = 0$) が0.1以下である場合 (実施例2-1乃至2-6及び2-8) 極めて低損失のファラデー回転子が得られる。

【図面の簡単な説明】

【0055】

【図1】単結晶育成工程の一部を示す図である。

【図2】本発明の第1の実施の形態の実施例1-1乃至1-10及び比較例1-1のM2/F eモル比、Na量 β 、M2量 γ 、及び光損失をまとめて示す表である。

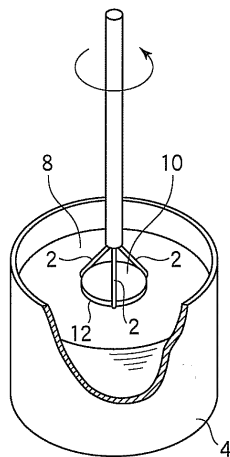
【図3】本発明の第2の実施の形態の実施例2-1乃至2-12及び比較例2-1及び2-2の(M2+M3)/F eモル比、Na量 β 、(M2+M3)量($\gamma + \delta$)、及び光損失をまとめて示す表である。

【符号の説明】

【0056】

- 2 固定治具
- 4 ルツボ
- 8 融液
- 10 基板
- 12 単結晶膜

【図1】



【図2】

	元素 M2	配合材料	ガーネット単結晶		ファラデー回転子 光損失 (dB)
		M2/F eモル比	Na量 β	M2量 γ	
実施例1-1	Ge	0.006	0.005	0.010	0~0.01
実施例1-2	Ge	0.004	0.004	0.007	0~0.01
実施例1-3	Ge	0.008	0.007	0.013	0~0.01
実施例1-4	Ge	0.012	0.010	0.020	0~0.01
実施例1-5	Ge	0.020	0.017	0.033	0~0.01
実施例1-6	Ge	0.002	0.002	0.003	0.2~0.25
実施例1-7	Ge	0.003	0.003	0.006	0.04~0.07
実施例1-8	Si	0.006	0.005	0.010	0~0.01
実施例1-9	Ti	0.006	0.005	0.010	0~0.01
実施例1-10	Pt	0.006	0.005	0.010	0~0.01
比較例1-1	-	-	0.002	-	3.0~3.5

【図3】

	元素 M2+M3	配合材料	ガーネット単結晶		ファラデー回転子 光損失 (dB)
		(M2+M3)/F eモル比	Na量 β	(M2+M3)量 $\gamma + \delta$	
実施例2-1	Ge, Si	0.006	0.005	0.010	0~0.01
実施例2-2	Ge, Si	0.004	0.004	0.007	0~0.01
実施例2-3	Ge, Si	0.008	0.007	0.013	0~0.01
実施例2-4	Ge, Si	0.012	0.010	0.020	0~0.01
実施例2-5	Ge, Si	0.020	0.017	0.033	0~0.01
実施例2-6	Ge, Si	0.060	0.050	0.100	0~0.01
実施例2-7	Ge, Si	0.120	0.100	0.200	0~0.01
実施例2-8	Ge, Si	0.002	0.002	0.003	0.2~0.25
実施例2-9	Si	0.006	0.005	0.010	0~0.01
実施例2-10	Ge	0.006	0.005	0.010	0~0.01
実施例2-11	Ti	0.006	0.005	0.010	0~0.01
実施例2-12	Pt	0.006	0.005	0.010	0~0.01
比較例2-1	-	-	-	-	3.0~3.5
比較例2-2	Pt	0.100	0.080	0.180	-

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2004-083390 (JP, A)
特開昭62-143893 (JP, A)
特開2003-306397 (JP, A)
国際公開第2002/022920 (WO, A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C30B 1/00-35/00
G02F 1/09