

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4702090号
(P4702090)

(45) 発行日 平成23年6月15日(2011.6.15)

(24) 登録日 平成23年3月18日(2011.3.18)

(51) Int.Cl. F I
C 3 O B 29/28 (2006.01) C 3 O B 29/28
H O 1 F 10/24 (2006.01) H O 1 F 10/24

請求項の数 2 (全 11 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2006-42440 (P2006-42440) (22) 出願日 平成18年2月20日 (2006.2.20) (65) 公開番号 特開2007-217257 (P2007-217257A) (43) 公開日 平成19年8月30日 (2007.8.30) 審査請求日 平成20年9月11日 (2008.9.11)</p>	<p>(73) 特許権者 000003067 T D K 株式会社 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 (74) 代理人 100101214 弁理士 森岡 正樹 (72) 発明者 大井戸 敦 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 T D K 株式会社内 審査官 若土 雅之</p>
--	---

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 $B i_{M1_3} F e_{5_2} M2 M3 O_{12}$
 (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種類の元素、M2はSi、M3はZn、Ni、Cuから選択される少なくとも1種類の元素であり、 $0.5 < 2.0$ 、 $0 < \dots < 0.04$)

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を用いて作製されていることを特徴とする光学素子。

【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、フラックス法の一つである液相エピタキシャル(LPE)法により育成される。

【0003】

LPE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程度である磁性ガーネット単結晶が用いられている。

10

【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。したがって、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されるPbの量を削減又は除去する必要が生じている。

20

【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 $\text{BiM1}_3\text{Fe}_5\text{M2M3O}_{12}$ (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種類の元素、M2はSi、M3はZn、Ni、Cu、Mgから選択される少なくとも1種類の元素であり、 $0.5 < \dots < 2.0$ 、 $0 < \dots < \dots$)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

【0007】

上記本発明の磁性ガーネット単結晶であって、前記及びは、 $0 < \dots + \dots < 0.04$ の関係を満たすことを特徴とする。

【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ていることを特徴とする光学素子によって達成される。

【発明の効果】

【0009】

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。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

本発明の一実施の形態による磁性ガーネット単結晶及びそれを用いた光学素子について図1を用いて説明する。本実施の形態では、Pbの含有量の少ない磁性ガーネット単結晶を育成するために、溶媒に含まれるPbOの少なくとも一部を他の物質で代替する。ナトリウム(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ための溶媒として有効である。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、結晶欠陥

50

や割れのない優れた品質を有する。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、光通信で使用される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問題が生じ得る。

【0011】

ここで、NaOH、Bi₂O₃及びB₂O₃を溶媒としてLPE法により育成した磁性ガーネット単結晶（(BiGdYb)₃Fe₅O₁₂）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法により育成した磁性ガーネット単結晶（(BiGdYb)₃Fe₅O₁₂）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。Naを含む溶媒から育成した磁性ガーネット単結晶の組成を蛍光X線分析により調べたところ、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のカチオンが磁性ガーネット単結晶中に入ると、電荷のバランスが崩れて磁性ガーネット単結晶が半導体となる。これにより、Naを含む溶媒から育成された磁性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。

【0012】

本実施の形態では、Naに代えてカリウム（K）を溶媒として用いる。Kは、Naと同様に磁性ガーネット単結晶を育成するための溶媒として有効な元素である。また、磁性ガーネットを構成する希土類元素やBiと比較するとKはイオン半径が極めて大きいので、Naのように磁性ガーネット単結晶中に入ることはない。したがって、磁性ガーネット単結晶を構成するカチオンがほぼ全て3価になるため、電荷のバランスが崩れ難くなる。ところが、Kを溶媒として用いて育成した磁性ガーネット単結晶であっても、光吸収を最小にするのは困難であることが分かった。この原因は主に、一部の酸素原子が欠損する酸素欠損（酸素欠陥）が生じると磁性ガーネット単結晶の電荷のバランスが崩れてしまう点にあると考えられる。

【0013】

上記の点を考慮して本実施の形態では、酸化亜鉛（ZnO）、酸化ニッケル（NiO）、酸化銅（CuO）及び酸化マグネシウム（MgO）のうちいずれか1種と、酸化ケイ素（SiO₂）とをさらに配合材料に加え、磁性ガーネット単結晶を育成した。育成した磁性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、光損失がより低減する傾向が認められた。また、ZnO、NiO、CuO及びMgOのうち2種以上と、SiO₂とを配合材料に加えても、ファラデー回転子の光損失は同様に低減した。Zn、Ni、Cu及びMgはガーネット中で2価のカチオンが安定であり、Siはガーネット中で4価のカチオンが安定である。2価及び4価のカチオンは、電荷を補償しながらガーネット中に取り込まれる。2価及び4価のカチオンをそれぞれ適量だけ磁性ガーネット単結晶に含有させることによって、酸素欠損の影響を含めて電荷のバランスをとることができる。このため、磁性ガーネット単結晶が絶縁体となり、光吸収が低減したと考えられる。

【0014】

Si、Zn、Ni、Cu及びMgはFeと置換される元素である。このうちZn、Ni、Cu及びMgはFeと比べるとイオン半径が大きいため、磁性ガーネット単結晶中に多量に入ると結晶欠陥の発生原因となり得る。また、Siが磁性ガーネット単結晶中に多量に入ると、電荷のバランスをとるためにZn、Ni、Cu及びMgも多量に入ってしまう。結晶欠陥によるファラデー回転子の製造歩留り低下を抑制するためには、Si、Zn、Ni、Cu及びMgの置換量を合わせて0.04以下とすることが望ましい（0 < +

10

20

30

40

50

0.04)。

【0015】

Kを含む溶媒からBi置換希土類鉄ガーネット単結晶を育成する場合には、溶液の過飽和状態が安定に保たれるため、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(2.0)。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、ガーネット単結晶中のBiは化学式で0.5以上必要である(0.5)。

【0016】

また本実施の形態では、Bi置換希土類鉄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。

【0017】

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Bi₃Fe₅M₂M₃O₁₂(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種類の元素、M₂はSi、M₃はZn、Ni、Cu、Mgから選択される少なくとも1種類の元素であり、0.5<2.0、0<、0<)で示される。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、Pbをほぼ完全に除去した磁性ガーネット単結晶の光吸収及び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。

【0018】

(実施例1)

金(Au)製のルツボにGd₂O₃、Yb₂O₃、Fe₂O₃、SiO₂、ZnO、B₂O₃、Bi₂O₃、水酸化カリウム(KOH)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内の材料を溶解して融液(溶液)を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。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)₅O₁₂)を用いている。

【0019】

CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光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_{5.000}O₁₂であり、SiとZnは検出できなかった。次にICP(Inductively Coupled Plasma;高周波誘導結合プラズマ)分析法で詳しく組成を評価したところ、SiとZn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)_{3.000}Fe_{4.990}Si_{0.004}Zn_{0.005}O₁₂であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、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。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したが、結晶欠陥は特に確認されなかった(結晶欠陥密度ほぼ0個/cm²)。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。

【0020】

(実施例2)

Au製のルツボに Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 ZnO 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 KOH 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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $Bi_{1.300}Gd_{1.200}Yb_{0.500}Fe_{5.000}O_{12}$ であり、SiとZn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、SiとZn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 $(BiGdYb)_3.000Fe_{4.960}Si_{0.019}Zn_{0.020}O_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、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。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したところ、約2個/cm²の結晶欠陥が確認された。一般に、光デバイスに使用されるファラデー回転子のサイズは2mm角以下なので、結晶欠陥密度がこの程度以下であればファラデー回転子の製造歩留りにさほど影響しない。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 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

20

【0021】

(実施例3)

Au製のルツボに Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 ZnO 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 KOH 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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $Bi_{1.300}Gd_{1.200}Yb_{0.500}Fe_{5.000}O_{12}$ であり、SiとZn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、SiとZn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 $(BiGdYb)_3.000Fe_{4.960}Si_{0.022}Zn_{0.023}O_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、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。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したところ、約10個/cm²の結晶欠陥が確認された。結晶欠陥密度がこの程度まで高いと、ファラデー回転子の製造歩留りが低下する場合もある。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 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。

30

40

【0022】

(実施例4)

Au製のルツボに Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 NiO 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 KOH 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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $Bi_{1.300}Gd_{1.200}Yb_{0.500}Fe_{5.000}O_{12}$ であり、SiとNi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、SiとNi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

50

化学式は $(\text{BiGdYb})_3.000\text{Fe}_{4.990}\text{Si}_{0.004}\text{Ni}_{0.005}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、波長 $1.55\ \mu\text{m}$ の光に対して回転角 $45\ \text{deg}$ となる単結晶板を作製した。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したが、結晶欠陥は特に確認されなかった。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 $0 \sim 0.01\ \text{dB}$ であり、極めて低損失であった。

【0023】

(実施例5)

Au製のルツボに Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 NiO 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 KOH 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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光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、SiとNi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、SiとNi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 $(\text{BiGdYb})_3.000\text{Fe}_{4.960}\text{Si}_{0.019}\text{Ni}_{0.020}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、波長 $1.55\ \mu\text{m}$ の光に対して回転角 $45\ \text{deg}$ となる単結晶板を作製した。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したところ、約 $2\ \text{個}/\text{cm}^2$ の結晶欠陥が確認された。一般に、光デバイスに使用されるファラデー回転子のサイズは $2\ \text{mm}$ 角以下なので、結晶欠陥密度がこの程度以下であればファラデー回転子の製造歩留りにさほど影響しない。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 $0 \sim 0.01\ \text{dB}$ であり、極めて低損失であった。

【0024】

(実施例6)

Au製のルツボに Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 NiO 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 KOH 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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光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、SiとNi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、SiとNi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 $(\text{BiGdYb})_3.000\text{Fe}_{4.960}\text{Si}_{0.022}\text{Ni}_{0.023}\text{O}_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、波長 $1.55\ \mu\text{m}$ の光に対して回転角 $45\ \text{deg}$ となる単結晶板を作製した。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したところ、約 $10\ \text{個}/\text{cm}^2$ の結晶欠陥が確認された。結晶欠陥密度がこの程度まで高いと、ファラデー回転子の製造歩留りが低下する場合もある。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 $0 \sim 0.01\ \text{dB}$ であり、極めて低損失であった。

【0025】

(実施例7)

Au製のルツボに Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 CuO 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、 KOH 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

10

20

30

40

50

内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。Ca Mg Zr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $Bi_{1.300}Gd_{1.200}Yb_{0.500}Fe_{5.000}O_{12}$ であり、SiとCu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、SiとCu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 $(BiGdYb)_3.000Fe_{4.990}Si_{0.004}Cu_{0.005}O_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、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。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したが、結晶欠陥は特に確認されなかった。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。

【0026】

(実施例8)

Au製のルツボに Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 CuO 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、KOH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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。Ca Mg Zr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $Bi_{1.300}Gd_{1.200}Yb_{0.500}Fe_{5.000}O_{12}$ であり、SiとCu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、SiとCu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 $(BiGdYb)_3.000Fe_{4.960}Si_{0.019}Cu_{0.020}O_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、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。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したところ、約2個/cm²の結晶欠陥が確認された。一般に、光デバイスに使用されるファラデー回転子のサイズは2mm角以下なので、結晶欠陥密度がこの程度以下であればファラデー回転子の製造歩留りにさほど影響しない。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9)

Au製のルツボに Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 CuO 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 、KOH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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。Ca Mg Zr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光X線分析により組成分析したところ、組成は $Bi_{1.300}Gd_{1.200}Yb_{0.500}Fe_{5.000}O_{12}$ であり、SiとCu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、SiとCu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 $(BiGdYb)_3.000Fe_{4.960}Si_{0.022}Cu_{0.023}O_{12}$ であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、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。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したところ、約10個/cm²の結晶欠陥が確認された。結晶欠陥密度がこの程度まで高いと、ファラデー回転子の製造歩留りが低下する場合もある。単結晶板の研磨面に無反

10

20

30

40

50

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 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0~0.01 dBであり、極めて低損失であった。

【0028】

(実施例10)

Au製のルツボにGd₂O₃、Yb₂O₃、Fe₂O₃、SiO₂、MgO、B₂O₃、Bi₂O₃、KOH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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光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_{5.000}O₁₂であり、SiとMg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、SiとMg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)_{3.000}Fe_{4.990}Si_{0.004}Mg_{0.005}O₁₂であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、波長1.55 μmの光に対して回転角45 degとなる単結晶板を作製した。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したが、結晶欠陥は特に確認されなかった。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 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0~0.01 dBであり、極めて低損失であった。

【0029】

(実施例11)

Au製のルツボにGd₂O₃、Yb₂O₃、Fe₂O₃、SiO₂、MgO、B₂O₃、Bi₂O₃、KOH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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光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_{5.000}O₁₂であり、SiとMg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、SiとMg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)_{3.000}Fe_{4.960}Si_{0.019}Mg_{0.020}O₁₂であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、波長1.55 μmの光に対して回転角45 degとなる単結晶板を作製した。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したところ、約2個/cm²の結晶欠陥が確認された。一般に、光デバイスに使用されるファラデー回転子のサイズは2 mm角以下なので、結晶欠陥密度がこの程度以下であればファラデー回転子の製造歩留りにさほど影響しない。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 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0~0.01 dBであり、極めて低損失であった。

【0030】

(実施例12)

Au製のルツボにGd₂O₃、Yb₂O₃、Fe₂O₃、SiO₂、MgO、B₂O₃、Bi₂O₃、KOH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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光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_{5.000}O₁₂であり、SiとMg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、SiとMg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)_{3.000}Fe_{4.990}Si_{0.004}Mg_{0.005}O₁₂であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、波長1.55 μmの光に対して回転角45 degとなる単結晶板を作製した。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したが、結晶欠陥は特に確認されなかった。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 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0~0.01 dBであり、極めて低損失であった。

000O₁₂であり、SiとMg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、SiとMg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)_{3.000}Fe_{4.960}Si_{0.022}Mg_{0.023}O₁₂であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、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。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したところ、約10個/cm²の結晶欠陥が確認された。結晶欠陥密度がこの程度まで高いと、ファラデー回転子の製造歩留りが低下する場合もある。単結晶板の研磨面に無反射コートを作成し、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

【0031】

(比較例1)

Au製のルツボにGd₂O₃、Yb₂O₃、Fe₂O₃、B₂O₃、Bi₂O₃、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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光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_{5.000}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)_{2.998}Na_{0.002}Fe_{5.000}O₁₂であることが分かった。育成した単結晶膜を加工して、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。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したが、結晶欠陥は特に確認されなかった。その単結晶板の研磨面に無反射コートを作成し、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。

20

【0032】

(比較例2)

Au製のルツボにGd₂O₃、Yb₂O₃、Fe₂O₃、B₂O₃、Bi₂O₃、KOH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内の材料を溶解して融液を生成し、Au製の攪拌用治具を使用して融液を攪拌した。CaMgZr置換GGG基板をAu製の固定治具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の片面を融液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。育成した単結晶膜を蛍光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_{5.000}O₁₂であった。育成した単結晶膜を加工して、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。赤外偏光顕微鏡で単結晶板の結晶内部を観察したが、結晶欠陥は特に確認されなかった。その単結晶板の研磨面に無反射コートを作成し、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0.1dB程度であった。

30

40

【0033】

図1は、上記の実施例及び比較例における溶媒に含まれる元素と、育成した磁性ガーネット単結晶のSi量、M3となる元素、M3量、+、及び結晶欠陥密度(個/cm²)と、作製したファラデー回転子の光損失(dB)とをまとめて示している。図1に示すように、実施例1乃至12の磁性ガーネット単結晶は、Kを含む溶媒から育成され、かつM2(Si)及びM3(Zn、Ni、Cu及びMgのうち少なくとも1種)を含有している(>0、>0)。一方、比較例1の磁性ガーネット単結晶は、KではなくNaを含む溶媒から育成されている。また、比較例1及び2の磁性ガーネット単結晶は、M2及びM3を含有していない。さらに、実施例1乃至12並びに比較例1及び2の磁性ガー

50

ネット単結晶では、P bが検出されなかった。

【0034】

実施例1乃至12の磁性ガーネット単結晶を用いたファラデー回転子は、P bがほぼ完全に除去されているのに加えて、比較例1及び2の磁性ガーネット単結晶を用いたファラデー回転子よりも低損失であることが分かる。特に、M2量及びM3量が0<+0.04の関係を満たす場合(実施例1、2、4、5、7、8、10及び11)には、磁性ガーネット単結晶の結晶欠陥密度が低いため、ファラデー回転子の製造歩留りが向上する。

【図面の簡単な説明】

【0035】

【図1】本発明の一実施の形態の実施例及び比較例における溶媒に含まれる元素と、育成した磁性ガーネット単結晶のSi量、M3となる元素、M3量、+及び結晶欠陥密度と、作製したファラデー回転子の光損失とをまとめて示す表である。

【符号の説明】

【0036】

M2(Si)量

M3量

【図1】

	溶媒	磁性ガーネット単結晶				ファラデー回転子	
		Si量β	M3量γ	β+γ	結晶欠陥密度(個/cm ²)	光損失(dB)	
実施例1	K, Bi, B	0.004	0.005	0.009	2	0~0.01	
実施例2	K, Bi, B	0.019	0.020	0.039	2	0~0.01	
実施例3	K, Bi, B	0.022	0.023	0.045	10	0~0.01	
実施例4	K, Bi, B	0.004	0.005	0.009	2	0~0.01	
実施例5	K, Bi, B	0.019	0.020	0.039	2	0~0.01	
実施例6	K, Bi, B	0.022	0.023	0.045	10	0~0.01	
実施例7	K, Bi, B	0.004	0.005	0.009	2	0~0.01	
実施例8	K, Bi, B	0.019	0.020	0.039	2	0~0.01	
実施例9	K, Bi, B	0.022	0.023	0.045	10	0~0.01	
実施例10	K, Bi, B	0.004	0.005	0.009	2	0~0.01	
実施例11	K, Bi, B	0.019	0.020	0.039	2	0~0.01	
実施例12	K, Bi, B	0.022	0.023	0.045	10	0~0.01	
比較例1	Na, Bi, B	-	-	-	2	3.0~3.5	
比較例2	K, Bi, B	-	-	-	2	0.1	

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2004-083390(JP,A)
特開平10-072296(JP,A)
特開2004-191468(JP,A)
特開2003-306397(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B 1/00-35/00
H01F 10/24