

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号
特開2006-242582
(P2006-242582A)

(43) 公開日 平成18年9月14日(2006.9.14)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
GO 1 N 21/35 (2006.01)	GO 1 N 21/35 Z	2 G O 5 9
GO 1 M 11/00 (2006.01)	GO 1 M 11/00 T	2 G O 8 6
GO 1 N 21/23 (2006.01)	GO 1 N 21/23	
GO 1 N 21/45 (2006.01)	GO 1 N 21/45 A	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2005-54432 (P2005-54432)	(71) 出願人 000104722 京セラキンセキ株式会社 東京都狛江市和泉本町1丁目8番1号
(22) 出願日 平成17年2月28日 (2005.2.28)	(72) 発明者 若林 裕子 東京都狛江市和泉本町1丁目8番1号 京セラキンセキ株式会社内
	Fターム(参考) 2G059 AA01 AA02 BB08 DD12 DD13 EE01 EE05 EE09 EE10 EE12 HH01 HH02 JJ19 KK04 2G086 EE02 EE07 EE08 EE09

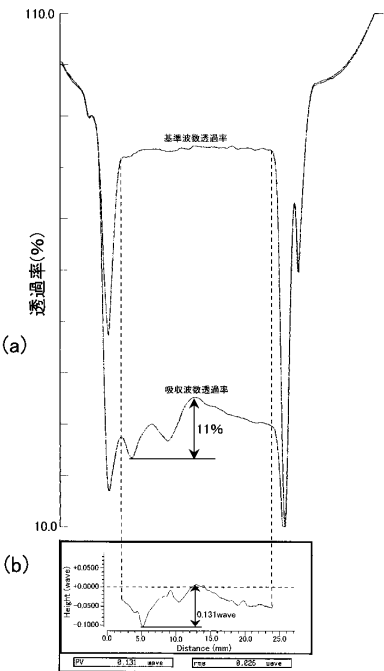
(54) 【発明の名称】 光学用水晶の選別方法

(57) 【要約】

【課題】 従来、屈折率均質性の高い水晶を選別するために、屈折率均質性そのものを測定する方法においては試験サンプルの加工や測定準備に手間がかかるという問題があった。

【解決方法】 高精度光学部品用として、可視域での屈折率均質性の高い水晶を選別するにあたり、可視域での屈折率が赤外域での不純物による吸収係数と相関があることを利用して、この吸収係数もしくは透過率のばらつきを測定し、これらのばらつきの小さい水晶を屈折率均質性の高い水晶として選別することを特徴する光学用水晶の選別方法。

【選択図】 図1



(a) 赤外域での基準波数及び吸収波数での透過率分布
(b) 可視域での透過波面収差分布

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水晶の赤外域 $3300 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ の任意の波数で位置を変えて測定した透過率もしくは吸収係数を用いて、可視域での屈折率及び複屈折率の均質性の異なる水晶を選別することを特徴とする光学用水晶の選別方法。

【請求項 2】

請求項 1 の記載の選別方法は、水晶の透過率もしくは吸収係数の最大値と最小値の差が小さい水晶を選別することを特徴とする光学用水晶の選別方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、高精度光学部品用材料として、高品質な水晶を選別する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

光学ガラス等、高精度光学部品用材料においては光学的に高い均質性が重要であり、光学的均質性を検査する方法が様々に発明されている。

【0003】

従来は材料の屈折率の均質性はコノスコープ像の乱れの有無や干渉計あるいはシュリーレン装置を用いて検査される。

【0004】

20

前記のような光学材料の屈折率の不均質を検出する検査方法として、以下のような文献が開示されている。

【0005】

【特許文献 1】特開 2001-141653 号公報

【0006】

尚、出願人は前記した先行技術文献情報で特定される先行技術文献以外には、本発明に関連する先行技術文献を、本件出願時までに見出すに至らなかった。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

30

短波長レーザーを光源として使用する光ピックアップ用水晶光学部品は透過波面収差が非常に小さいことが求められる。この透過波面収差は板面精度及び屈折率の均質性によるため、ウォラストンプリズム等の光学部品において、材料中の屈折率均質性が高いことが重要である。

【0008】

従来より、材料の屈折率の均質性を評価するためには干渉計あるいはシュリーレン装置が用いられてきた。この際、試験サンプルの表面状態が測定に直接影響を及ぼすため、試験サンプルの表面を光学研磨し、鏡面に仕上げる必要があったり、屈折率マッチング液に浸けたりといった手間がかかり、厚みのある試験サンプルでないと検出精度が上がらないといった問題があった。

40

【0009】

一方、結晶中の屈折率の不均質の要因は育成中の組成ずれやバウンダリ等の結晶欠陥や不純物の偏析であり、結晶育成時の育成状態に依存する。たとえば、コングルエント組成のニオブ酸リチウム単結晶では育成時の組成変動により、キュリー点及び格子定数とともに複屈折率や屈折率変動することが知られており、実際の品質評価や管理に応用されている。

【0010】

同様に水晶の屈折率や複屈折の不均質も結晶育成時の育成状態に依存すると考えられるため、水晶の育成状態変化に敏感に反応し、屈折率や複屈折率と相関のもつ物性値で従来の検査方法より、簡便な検査方法で検出可能であるならばその物性値を検査することで高

50

い屈折率均質性をもつ材料を選別することが可能になると考えた。

【0011】

一般に人工水晶の育成において、温度制御が不安定であったり、育成条件が不適当な場合には、育成方向に平行にスキャンした所定波数での赤外吸収が不均質な分布になることが知られている。

【課題を解決するための手段】

【0012】

そこで本願発明者は、人工水晶における赤外吸収と屈折率の関係を調査したところ、水晶中の赤外域 $3300 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ で透過率が低下した位置では、可視域の屈折率が低下するというサンプル内の位置によるばらつきが非常によく一致し、赤外吸収による透過率の低下が大きいほど屈折率の低下も大きく、透過率の数%のばらつきが 10^{-6} オーダーの屈折率ばらつきに相当することが確認できた。

【0013】

この赤外域 $3300 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ における透過率低下は Al, H, Li, Na 等の不純物による吸収であると知られており、これら不純物が可視域での屈折率低下に寄与していると考えられる。そのため、上記赤外域での透過率の低下と屈折率の低下との間に、上記のような相関があると考えられる。

【0014】

よって、水晶中の赤外域 $3300 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ で透過率のばらつきを測定し、そのばらつきの小さい水晶を選別することで、可視光域での屈折率均質性が高く、光学部品用としてより高品質な水晶を選別する方法を提供できる。

【発明の効果】

【0015】

このように本発明の選別方法を用いることにより、 10^{-6} オーダーという高精度の屈折率変化を、赤外域 $3300 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ での数%オーダーの透過率変化として検出できるため、S/N比が高い測定が可能であり、従来の屈折率均質性そのものを測定する方法と比べると、表面仕上げの精度がやや低く、厚みの薄い試験サンプルを用いても測定できるため、測定前の処理や準備が簡便となる。

【0016】

また、上記赤外域での任意の波数における赤外吸収係数は水晶振動子の機械的内部損失とも相関があるため、同じ波数で設定すれば、同時に振動子用水晶としての選別と高精度光学部品用水晶としての両方の選別が可能である。(J I S C 6704 参照)

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。不純物の吸収による赤外域での透過率低下及び吸収係数と可視域での屈折率の低下との相関データをとるため、標準水晶サンプルを用意する。この標準水晶サンプルは X, Y, Z 軸に平行な稜線をもつ直方体とし、屈折率均質性を測定するために光学研磨し、表面の鏡面加工を行う。

はじめに干渉計に偏光板を用いて、直線偏光とし、標準水晶サンプルへの入射光方向を任意の結晶軸と合わせ、標準水晶サンプル中の位置を変えた数箇所での透過波面収差を測定し、常光線及び異常光線の屈折率均質性を算出する。

【0018】

次に赤外分光光度計とサンプル駆動装置を用いて、干渉計で測定した位置と同一位置での基準波数透過率と吸収波数透過率を測定し、基準透過率と吸収透過率との差を算出し、厚みで割って赤外吸収係数を求める。ここで、基準波数透過率と吸収波数透過率とは以下のように定める。吸収のない赤外域 $3800 \sim 4000 \text{ cm}^{-1}$ の範囲から波数を一つ選び、この選んだ波数を基準波数とし、この基準波数における透過率を基準波数透過率とし、赤外域 $3300 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ の範囲から不純物の吸収による波数を1つ選び、この選んだ波数を吸収波数とし、この吸収波数における透過率を吸収波数透過率とする。

以上により同一標準水晶サンプル中の異なる数箇所の位置での屈折率と赤外吸収係数が

求められ、これらの相関関係を求める。

この相関関係により、透過率を測定し、透過率及び赤外吸収係数のばらつきの小さい水晶を選別することで、屈折率均質性の高い水晶を選別できる。

【0019】

次に赤外域での吸収波数透過率のばらつきを測定する方法を述べる。

はじめに赤外分光光度計と試験サンプルを移動するためのサンプル台を備えた、1軸もしくはX、Yの2軸ステージの駆動装置を用意する。次に基準となる吸収のない $3800 \sim 4000 \text{ cm}^{-1}$ の任意の1波数に設定し、一定速度でサンプルをのせたサンプル台をスキャンさせながら、透過率を測定し、透過率をチャート紙上にラインプロットする。その後、赤外域 $3300 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ の範囲内の不純物による吸収のある任意の1波数に設定し、駆動装置を用いて、先の基準波数測定開始位置までサンプル位置を戻し、チャート紙ヘデータをプロットするペン先も、先の基準波数測定データプロット開始位置まで戻す。その上で、先の基準波数測定時と同一の一定速度、同一の測定位置をサンプル台をスキャンさせながら、透過率を測定し、先の基準波数測定時にプロットしたチャート紙上のグラフに上書きする形式で、透過率データをラインプロットする。

【0020】

このようにして得られた基準波数透過率と吸収波数透過率の差より算出される吸収係数のばらつきと標準水晶サンプルで得られた赤外吸収係数と可視域での屈折率の相関により、水晶の赤外域 $3300 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ の任意の波数で位置を変えて測定した透過率もしくは吸収係数の最大値と最小値の差が小さい水晶を選別することで、試験サンプルの屈折率均質性を推定し、より高品質な水晶を選別することが可能となる。

【0021】

また、試験サンプル表面内でのXY方向の分解能は干渉計の場合、測定波長、測定倍率及びCCDカメラの画素数等によって決まり、本発明の赤外分光光度計によるスキャン方向の分解能はビーム径及びスリット幅によって決まる。スリット幅は測定光の強度を一定以上にするためにはスリット幅を一定サイズ以下にすることはできない。スリット幅が大きいと、その幅において、平均化されたデータとなってしまうため、スキャン方向の分解能は低くなり、線や点状の局所的欠陥による屈折率の不均質に対する感度は低下してしまう。そのため、干渉計での分解能に比べ、本発明の分解能は低くなってしまう。よって、本発明において、赤外分光光度計の光強度を強くし、ビーム径やスリット幅を可能な限り小さくすることによって、分解能の向上を図ることもできる。

【実施例】

【0022】

屈折率均質性が悪い水晶ブロック（厚み 25 mm ）の中央部分（図2の測定範囲）をZYGOS社製レーザー干渉計GPI-XP（ 632.8 nm ）を用いて異常光線の屈折率均質性を測定した結果を図1（b）に示す。縦軸は透過波面収差であり、横軸は水晶ブロック内での位置を示す。厚みを同一としているため、屈折率は透過波面収差に正比例し、測定波長と厚みより屈折率を算出できる。この測定範囲での透過波面収差のP-V値 0.131 wave であるので、屈折率のP-V値は 3.29×10^{-6} である。

【0023】

次に同じ水晶ブロックを日本分光製IR-700型赤外分光光度計を用いて、干渉計で透過波面収差を測定した位置と同一測定範囲での透過率を測定した結果を図1（a）に示す。基準波数を 3900 cm^{-1} 、吸収波数を 3500 cm^{-1} として、基準波数透過率及び吸収波数透過率を測定した。

この図を見ると基準波数透過率に比べ、吸収波数透過率は $50 \sim 60\%$ 近く低下しており、測定範囲における基準波数透過率と吸収波数透過率の差の最大値と最小値の差は 11% である。

【0024】

赤外域 3500 cm^{-1} での吸収波数透過率分布と可視域 632.8 nm での異常光線の透過波面収差分布を比較すると、赤外域の吸収波数透過率が低く吸収の大きい位置では

10

20

30

40

50

可視域の異常光線屈折率が低くなり、赤外域の吸収波数透過率が高く、吸収の小さい位置では可視域の異常光線屈折率が高くなる傾向があり、吸収波数透過率の低下率が大きく、吸収が大きいほど、可視域での異常光線屈折率の低下率も大きい傾向がある。このように可視域の透過波面収差と不純物による赤外域の吸収帯での透過率は相関がある。

【0025】

しかし、透過波面分布で見られる小さなピークが透過率分布では観察されない。これは赤外分光光度計測定時のスリット幅が大きいため、干渉計のデータと比較して、サンプルXY方向での分解能が小さいためであると考えられる。そのため、両者の相関の精度を上げるためには赤外分光光度計の光強度を強くし、ビーム径やスリット幅を可能な限り小さくすると更に良い結果を得ることができる。

10

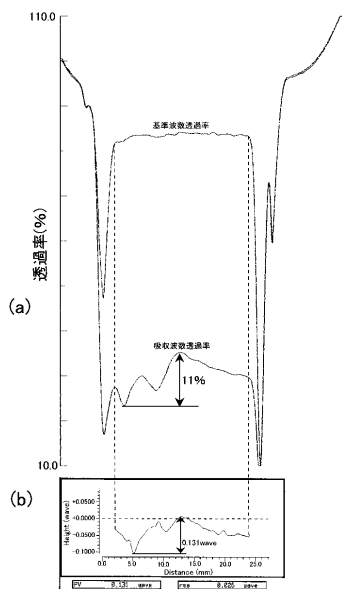
【図面の簡単な説明】

【0026】

【図1】(a)は赤外分光光度計で測定した赤外域での基準波数透過率と吸収波数透過率の分布であり、(b)は干渉計で測定した可視域での透過波面収差分布である。

【図2】水晶ブロック中の測定範囲と透過率測定時のスキャン方向を示す模式図である。

【図1】



(a) 赤外域での基準波数及び吸収波数での透過率分布
(b) 可視域での透過波面収差分布

【図2】

