

光アイソレータ用単結晶 TSLAG

独立行政法人物質・材料研究機構 ガルシア・ビジョラ¹・島村清史²
環境・エネルギー研究所 船木秋晴³・蒲山和紀³・木寄剛志⁴

TSLAG single crystal for optical isolator

E. G. Villora, K. Shimamura, A. Funaki, K. Kabayama, and T. Kizaki

高出力パルスファイバレーザには、加工対象物からの反射戻り光を遮断して光源の安定化を図る光アイソレータが搭載されている。光アイソレータにはファラデー回転子と呼ばれる光学結晶が必要となり、これまでは波長 1 μm 帯において Tb₃Ga₅O₁₂ (TGG) 単結晶が広く用いられていた。TGG よりも光学特性に優れ、育成が容易である Tb₃(Sc, Lu)₂Al₃O₁₂ (TSLAG) 単結晶を開発し、さらに量産化のためにより大型かつ高品質となる結晶育成技術を構築した。

An optical isolator is used for high power pulsed fiber lasers to block out reflection light from workpieces. Currently, Tb₃Ga₅O₁₂ (TGG) single crystals are widely used for Faraday rotator at 1 μm wavelength. We developed Tb₃(Sc, Lu)₂Al₃O₁₂ (TSLAG) single crystals which have good optical properties and are easy to grow. Furthermore, we acquired growth method of large size and high quality crystal for industrialization.

1. ま え が き

近年マーケティング等に使用されるレーザ加工機の普及が進んでおり、その中で高出力化の要求が高まっている。レーザの高出力化に伴い、戻り光を遮断する役割を持つ光アイソレータがますます重要となってきている。光アイソレータの原理は、磁場中に配置したファラデー回転子と呼ばれる素子に直線偏光を入射することで偏光面を回転させるファラデー効果を利用したものであり、磁性ガラスやガーネット単結晶などが用いられている。例えば通信用波長域 (1.5 μm) アイソレータには Y₃Fe₅O₁₂ (YIG) 等の鉄系磁性ガーネットが広く使用されているが、YIG は高出力ファイバレーザに使用される波長 1 μm 帯においては吸収が大きく使用できない。よって、波長 1 μm 帯域では一般的に Tb₃Ga₅O₁₂ (TGG) が使用されている¹⁾。しかし TGG はファラデー回転角不足、酸化ガリウムの蒸発などにより結晶育成が比較的困難、非常に高価などの問題点も指摘されており、代替品の開発が望まれていた。TGG よりも優れたベルデ定数を持つ Tb₃Al₅O₁₂ (TAG) が報告されているが、インコングレント組成のため大きな結晶を得る事ができない問題がある^{2),3)}。そこで我々は TAG の一部を Sc と Lu で置換した Tb₃(Sc, Lu)₂Al₃O₁₂ (TSLAG) を開発し、TSLAG

を搭載した光アイソレータの製品化に成功した⁴⁾。本稿では TSLAG の光学特性と工業化に際し検討した結晶の大型化および高品質化について述べる。

2. TSLAG 結晶の育成と評価および課題

TSLAG はガーネット構造を取るが、ガーネット結晶の組成式は {C₃}[A₂](D₃)O₁₂ と表され、TSLAG は Tb₃(Sc, Lu)₂Al₃O₁₂ となる。Lu が主に Sc と置換することでイオン半径のバランスが改善され大きな結晶育成が容易になると考えられる。

TSLAG はチョクラルスキー法 (Czochralski 法, CZ 法) にて育成を行った。出発原料には純度 4 N の Tb₄O₇, Sc₂O₃, Al₂O₃, Lu₂O₃ を用いた。その結果、小型の場合、クラックの無い結晶が容易に得られた。

ファラデー回転子に要求される特性としては透過率、ベルデ定数、消光比、生産性が特に重要であり、それぞれ挿入損失、小型化、アイソレーション、コストに直接影響する。育成した結晶から光学測定用サンプルを切出し、透過率を測定した結果を図 1 に示す。測定波長全域で TGG と同等以上の透過率を持つことが分かったが、特に可視光領域においてその差は顕著であるため、今後幅広い波長域での応用が考えられる。

図 2 にはベルデ定数の測定結果を示す。このグラフでは TGG のベルデ定数を 1 としたときの相対値となっており、測定波長全域において TGG の 1.2 ~ 1.3 倍であ

1 光・電子材料ユニット光学単結晶グループ 主任研究員 (理学博士)
2 光・電子材料ユニット光学単結晶グループ グループリーダー (理学博士)
3 先進技術研究部
4 先進技術研究部 グループ長

略語・専門用語	正式表記	説明
ファラデー回転子		媒質に磁界を印加したとき、この媒質に直線偏光が通過すると、磁界の強さに応じて偏光面・振動面が回転する(ファラデー効果)。このファラデー効果を積極的に発現させ、光・磁気デバイスに活用する媒質(物質)。
ベルデ定数		ファラデー回転子の光路長をL、回転子に印加する磁界をH、回転子に生じる偏光回転角を θ としたとき、 $V = \theta / L \cdot H$ で示されるファラデー回転子(物質)固有の比例定数。
CZ法	チョクラルスキー法、Czochralski法	融液からの単結晶育成方法のひとつ。引き上げ法とも呼ばれ、大型結晶を育成することができる。
消光比		直線偏光を入射した素子から出射される、2つの直交する偏光成分の比率を示す。数値が高いほどアイソレータとして戻り光を遮断する能力が高くなる。

ることが確認された。

このように光学特性に優れるTSLAG単結晶ではあるが、工業化に当たり課題があった。一般にガーネット単結晶を所定の結晶方位に合わせて引き上げる場合、結晶中心にコアと呼ばれる部分が形成される。コアは引き上げ時に結晶中心とそれ以外での成長方式が異なることに起因するが、コア部とその周囲で格子定数がわずかに変化することによりコア部近傍では強い内部歪みを生じる。TSLAGにもこのコアが存在するため、アイソレータ

に搭載する素子を切り出す際にこのコア部近傍を避けながら加工する必要があった。そのため、小さいサイズのTSLAG結晶からはわずかの素子しか切り出す事ができず、コストと安定供給の面から工業化には結晶の大型化が必要であった。

3. TSLAG結晶の大型化

特性に優れるTSLAG結晶を低コストかつ安定して供給するため、結晶の大型化を試みた。結晶の大型化に伴い、育成中や冷却中にクラックが発生しやすくなった。そこで炉内の温度条件を改善して育成中における結晶内部の熱応力を小さくした。またADC(自動結晶径制御)のパラメータの最適化により結晶径を精微に制御できるようにした。その結果、従来の2倍の直径においても、再現性よく育成することができるようになった。大型化に成功した結晶を図3に示す。

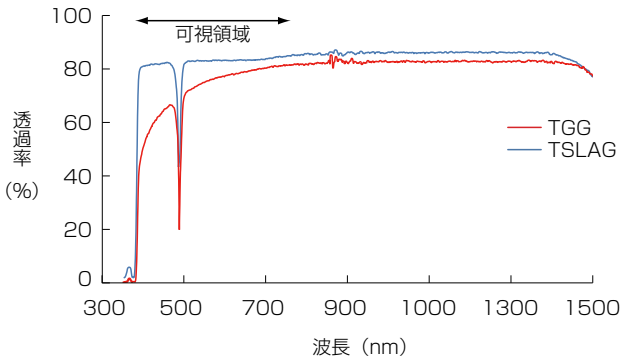


図1 TSLAGとTGGの透過率

Fig. 1. Transmittance spectrum of TSLAG and TGG.

4. 結晶の高品質化

高出力ファイバレーザ用のファラデー回転子には高い消光比が要求される。消光比とは直線偏光が結晶を通過するとき発生する他の偏光成分との比率であり、アイソレータの戻り光遮断能力に大きく関わるパラメータで

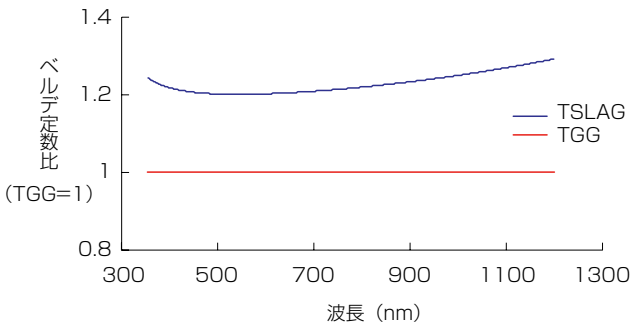


図2 ファラデー回転角の測定結果 (TGGを1とした場合の相对比较)

Fig. 2. Faraday rotation angle ratio of TSLAG and TGG (TGG value is 1).



図3 大型TSLAG単結晶
Fig. 3. TSLAG single crystal.

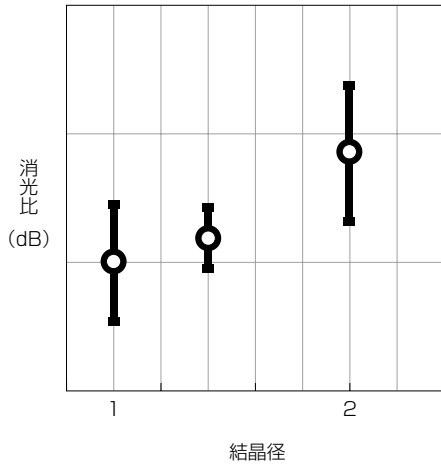


図4 結晶径と消光比の相関
(結晶径は従来のものを1とする)

Fig. 4. Relation of crystal size to extinction ratio.

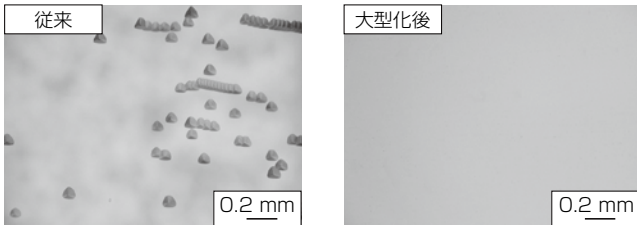


図5 {111}面におけるエッチピット写真
Fig. 5. Etch pits on a {111} surface.

ある。また消光比は結晶内部の応力と相関があり、内部応力が小さいほど消光比が良好となる。結晶径と消光比の相関を図4に示す。サンプルの切り出し位置により数値にバラつきはあるものの、結晶径が大きいほど消光比が良くなる傾向が見られた。

次に各サイズの結晶から板材を切出して鏡面研磨を行い、強リン酸によるエッチングを行った。エッチング後の写真を図5に示す。従来結晶では結晶内部の転位に対応したエッチピットが多数観察され、転位密度は $10^2 \sim 10^3 / \text{cm}^2$ であった。一方大型化した結晶ではほぼエッチピットは観察されず転位密度は $10 / \text{cm}^2$ 以下であった。

太径化により消光比が向上したことから結晶内部の応力が緩和されたと考えられる。またこれは転位密度の減少からもわかる。内部応力が減少した要因として、一つは結晶中心に存在するコアの影響が少ない領域が増えたことが挙げられる。もう一つは大型化により結晶内の温度勾配が緩くなったためであると考えられる。

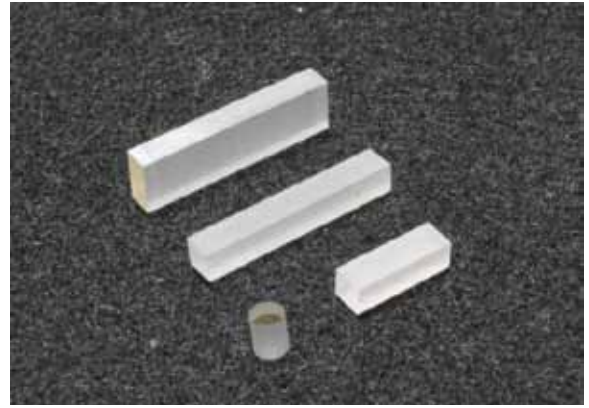


図6 TSLAGロッドの加工例
Fig. 6. TSLAG rods.

図6は結晶から切出し加工したロッドの写真である。TSLAGは加工性も良好であり、高い量産歩留まりにより製品化を達成することができた。

5. むすび

光アイソレータ用ファラデー回転子として開発したTSLAG単結晶は現在広く使用されているTGGと比較して優れた光学特性を有しており、TSLAGのサイズアップを図り種々の条件を調整したところ従来の2倍の直径となる結晶が安定して得られるようになった。結晶を大型化することにより内部応力が減少し消光比が向上することが明らかになった。

参考文献

- 1) M. Y. A. Raja *et al.*: "Room-temperature inverse Faraday effect in terbium gallium garnet", *Appl. Phys. Lett.*, 67, P.2123-2125, 1995
- 2) S. Ganschow *et al.*: "On the Crystallization of Terbium Aluminium Garnet", *Cryst. Res. Technol.*, 34, P.615-619, 1999
- 3) M. Geho *et al.*: "Growth of terbium aluminum garnet ($\text{Tb}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$; TAG) single crystals by the hybrid laser floatingzone machine", *J. Cryst. Growth* 267, P.188-193, 2004
- 4) 大道浩見ほか:「パルスファイバレーザ用光アイソレータ」, フジクラ技報, 第126号, P.22-24, 2014