平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「高出カファイバーレーザ加工実現を目指した

高性能光部品の製品開発」

研究開発成果等報告書

平成22年 3月

委託者 関東経済産業局 委託先 財団法人やまなし産業支援機

第1章 研究開発の概要	
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標	1
1-2 研究体制	
(研究組織·管理体制、研究者氏名、協力者)	.3
1-3 成果概要	.5
1-4 当該研究開発の連絡窓口	7
第2章 本論	
1. 高精度・微細化課題への対応	
【1-1】新ファラデー回転材料の探索と製品化	8
【1-2】高性能光アイソレータ素子の製品開発	19
2. 高効率化への対応	
【2-1】TGG 単結晶の高性能化	31
【2-2】高精度加工の開発	35
最終章 全体総括	44

目 次

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

[研究開発の背景]

情報通信機器などエレクトロニクスの分野で素子の微細化・高速化・低消費電力化が進むにつ れ、極薄基板や低誘電率材などの脆性材料に対応できる新たな高精度微細加工技術が求めら れている。また難加工材や複雑構造物の加工では、従来からガスレーザーや固体レーザーが使 われてきたが、装置が大掛かりで且つ振動に弱く、加工機の可動部への取り付けが困難であるな どの問題があった。このため、従来のレーザーに比ベ小型軽量であり、簡単な構造で使い勝手の 良いファイバーレーザを用いたレーザー加工技術が実用化され、近年、著しい成長を遂げている。 しかしこのファイバーレーザには、被加工物からの反射戻り光があると動作が不安定になり、場合 によってはレーザーの破損に至るという問題があるため、反射光がレーザーに逆入射することを 遮断する光アイソレータを、レーザー先端に取り付けることが必須となる。

光アイソレータは、磁気光学効果の一種であるファラデー効果により、光の偏光面を磁場の強さ に応じた角度に回転させる材料(ファラデー回転材料)と磁石を、2枚の偏光板(もしくはビーム偏 向子)で挟んだ構造であり、順方向には光を通すが逆方向の光は遮断する素子である。光アイソ レータを取り付けたファイバーレーザは、ロボットアームや加工ステージ上のガントリーなど可動部 に設置されるので、高速かつ高精度な微細加工のためには、光アイソレータも小型・軽量である (即ち「慣性」が小さい)ことが求められる。ここでファラデー回転角は、材料に特有のベルデ定数、 材料に印加される磁場強度、および材料の厚さ(光路長)の3つの積で与えられるので、大きなベ ルデ定数を持つ材料であればその分、光路長や磁石を小さくすることができ、光アイソレータの小 型・軽量化が可能となる。一方、大型部品の加工などにおいて、高効率化・高スループット化のた めに加工速度を上げようとすると、ファイバーレーザの高出力化が必要となるが、このためには光 アイソレータにも、強力なレーザー光を入射しても特性が劣化しない、十分なレーザー耐性を持つ ことが要求される。

現在、ファイバーレーザ用のファラデー回転材料として、可視から近赤外まで広い波長範囲で 透明な Tb3Ga5O12(TGG)単結晶が用いられている。しかしこの材料は、1.3~1.5µm の通信波長 帯で一般的な Y3Fe5O12(YIG)系に比べるとベルデ定数が小さく、必要な結晶サイズや磁石が大き くなってしまう問題がある。またレーザー耐性が低く、高速加工に必要なサブキロワット級のレー ザーで使用した場合、結晶の内部もしくは表面にレーザー損傷が発生するという問題もあった。さ らに反射戻り光抑制のためには一般に 35dB 以上の消光比が必要とされるが、現状の TGG 結晶 では結晶育成時の熱応力に起因した光学的不均一が存在するため、十分な消光比が得られない という課題もある。

[研究の目的及び目標]

本研究開発ではファイバーレーザを用いた高速微細加エシステムの上記課題を解決することを 目指して、ファラデー回転材料の特性やレーザー耐性など、材料面からの抜本的改善を行う。ま た実際に光アイソレータを試作して開発した材料を評価するとともに、ファイバーレーザシステム に適した高性能光アイソレータを開発する。これにより光アイソレータ素子の寸法・重量を低減し、 加工設備の構造的、動力的な負荷を低減することにより、高精度な微細加工を実現する。同時に、 材料加工速度の向上に必要な高出力のファイバーレーザへの適用を可能とし、スループットとコ スト面で高効率化を達成することを目的とする。

具体的には、以下2つの課題に対して4つのテーマを設定し、それぞれに開発目標を掲げた。 1. 高精度・微細化課題への対応

【1-1】新ファラデー回転材料の探索と製品化 (株式会社オキサイド)

ガーネット系における構成元素適正化やガーネット以外の結晶系探索などの手法により、

- ・ TGG 対比 1.5 倍のベルデ定数
- ・ TGG の 1/2 以下の光吸収

を示す新材料を探索し、その単結晶化を実現することを目標とした。

【1-2】高性能光アイソレータ素子の製品開発 (株式会社オキサイド)

開発した材料のファラデー回転特性、損失、レーザー損傷閾値などを評価するとともに、磁 石配置などの磁界解析も含め、この材料に適した光アイソレータを設計・試作することにより、

・ 従来比 1/2 以下の重量および容積

を有する光アイソレータを実現することを目標とした。

- 2. 高効率化課題への対応
- 【2-1】TGG 単結晶の高性能化 (株式会社オキサイド)

光アイソレータの小型軽量化が要求される一方で、単純部材切断のようにレーザーの高出 カ化が優先される分野も存在する。その場合、既存の TGG の特性改善が開発効率の面で最 適となる。そこで TGG の結晶成長条件を適正化することで結晶欠陥や内部応力を低減し、

- ・レーザー耐性 > 2MW/cm²
- ・損失 < 1dB/cm
- ・消光比 > 35dB

を達成することを目標とした。

【2-2】高精度加工の開発 (株式会社大田光学研究所)

素子の透過特性やレーザー耐性には、ファラデー回転材料の光学面の加工精度や、そこ に施す無反射コーティングの良し悪しが多大な影響を与える。このため本研究開発では、材 料の加工試作を通して加工条件の適正化を図り、

- λ/10 以下の研磨精度
- 20Å以下の面粗さ

の加工精度を達成することを目標とした。これは、将来開発する無反射コーティングと併せ、

・レーザー耐性 > 2MW/cm²

を実現する上で基礎となるものである。

1-2 研究体制(研究組織·管理体制、研究者氏名、協力者)

(1)研究組織(全体)



(2)管理体制

①[事業管理者]

財団法人やまなし産業支援機構



(3)管理員及び研究員

①[事業管理者]

財団法人やまなし産業支援機構

(管理員)

氏名	所属·役職	実施内容
廣瀬 正文	専務理事	プロジェクトの管理・運営
市川 勝茂	新産業創造部長	プロジェクトの管理・運営
木之瀬 久司	新産業創造部情報推進課長	プロジェクトの管理・運営
野本 大貴	新産業創造部情報推進課主査	プロジェクトの管理・運営

2[再委託先]

株式会社オキサイド

(研究員)

氏名	所属·役職	実施内容
古川 保典	代表取締役社長	総括管理
宮本 晃男	取締役	[1-1],[1-2],[2-1]
坂田 泰之	品質管理室長	[1-1],[2-1]
林 武志	単結晶グループ研究員	[1-1],[2-1]
牧尾 諭	モジュールグループ研究員	[1-2],[2-2]
鈴木 幸司	モジュールグループ研究員	【1-2】
株式会社大田光学研究	2 ត	【】内は前述のテーマ番号を示す

株式会社大田光学研究所

(研究員)

氏名	所属·役職	実施内容
渡邊 哲也	代表取締役	[2-2]
石原 隆太	研究員	[2-2]
立岡 渉	研究員	[2-2]
		【 】内は前述のテーマ番号を示す

(4) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

[事業管理者]

財団法人やまなし産業支援機構

(経理担当者)	総務部総務課長	木之瀬 久司
(業務管理者)	専務理事	廣瀬 正文

[再委託先]

株式会社オキサイド

(経理担当者) 経理部 取締役 石井 千津子

(業務管理者) 代表取締役社長 古川 保典

株式会社大田光学研究所

- (経理担当者) 総務部 部長 小池 真琴
- (業務管理者) 代表取締役 渡邊 哲也

1-3 成果概要

本年度に得られた成果概要は、以下の通りである。

1. 高精度・微細化課題への対応

【1-1】新ファラデー回転材料の探索と製品化

既存のTGG単結晶に比べて高いファラデー回転特性を有する新材料を探索し、その単結晶 化を図った。具体的には、磁性イオンであるテルビウムを取り巻くイオン場の適正化を指針に、 ガーネット構造における構成元素の一部を置換するアプローチと、より範囲を広げ、単位体積当 たりのテルビウムイオンの濃度を高めることを指針に、ガーネット構造以外のペロブスカイト系や バナデート系、シリケート系を探索するアプローチとを採用し、六種類の候補を決めた。それら候 補の単結晶化を試みて、以下の結果を得た。

- (1)ガーネットにおける構成元素を一部置換した結晶 A、及び結晶 B をチョクラルスキー法(CZ 法)で育成し、一部クラックがあるものの透明結晶を得た。これらの特性を評価したところ、2種類の結晶ともに波長 1.064 µm におけるベルデ定数がTGGの 1.25 倍の 50rad/T/m であり、消光比も 20~30dB あって、新規ファラデー回転材料として有望であることがわかった。
- (2)ペロブスカイト系ではAIのペロブスカイトをCZ法で、ScのペロブスカイトをFZ法で育成した。 いずれも透明単結晶が得られたが、AIの場合は複屈折性が強く、また Sc の場合はクラックで 充分なサイズのサンプルが取れなかったため、いずれもベルデ定数の測定まで至らなかった。
- (3)シリケート結晶はCZ法で育成することができたが、結晶の内部に細かい包含物が多く、その散乱のため光学特性の評価に至らなかった。
- (4)バナデート結晶をFZ法で育成し、着色はあるもののクラックの無い結晶が得られた。ベルデ 定数を測定したところ、TGGの1.5倍である62rad/T/mを示し、上述のガーネット系を上回るさ らに有望な材料であることがわかった。まだ現時点で消光比が低いが、育成条件を最適化して 結晶の均質化を図れば、改善は可能であると考える。

以上述べたように、目標値であるTGG対比 1.5 倍のベルデ定数を持つ新材料を1種類、また 目標には若干届かないもののTGG対比 1.25 倍の材料を2種類、今回の研究で新たに見出し、 かつ単結晶化に成功した。本研究成果を基に、H22年3月、特許2件を出願予定である。なお、 TGG対比 1/2 以下の光吸収というもう一つの目標については、今後、材料の結晶性・均質性を 向上させた上で、改めて検討したい。 【1-2】高性能光アイソレータ素子の製品開発

開発したファラデー回転材料を用いて、微細加工用途の高出カファイバーレーザに適した光 アイソレータを開発すべく、光学設計・熱設計・機械設計を行い、試作して実証した。最初の試作 では、磁石性能が設計値を下回ったため、十分なアイソレータ特性が得られなかったが、磁石の 設計パラメータ(残留磁東密度)を現実の値に修正することで、設計値と実測値が一致するよう になった。今回、光アイソレータの設計・試作で、主として検討した事項は以下の通りである。

- (1)磁石配置の最適化: ファラデー回転材料として長さ 20mm のTGG結晶を考えると、ベルデ 定数が40rad/T/mのため、45[®]のファラデー回転角に対して磁界強度 0.98T が必要となり、長 さ20mmのNdFeB円筒型磁石の場合、磁石外径が 100mm 以上となってしまう。そこで磁石配 置の工夫と最適化を試み、円筒型磁石3個を組み合わせて使うことで、より小さい磁石サイズ でも同等の磁界強度が得られる構成を見出した。
- (2)光学設計: 偏光無依存型と偏光依存型の2種類の光アイソレータを設計・試作した。偏光 依存型では、偏光子に PBS を用いるタイプとプレート型偏光子を用いるタイプとを試み、いず れも正常に動作した。偏光子で分離される光の処理は、内部にダンパーを設けることで行っ た。
- (3)【2-1】で開発したTGG単結晶を用い、Φ26 x (86~90)mm、及びΦ54 x (97~121)mm のサ イズの偏光依存型光アイソレータを設計・試作した。Φ26 のタイプは長さ 20mm のTGGを2本 使うもので、有効エリア径1.5mm、Φ54のタイプはTGGを1本使い、有効エリア径3mmである。 なおそれぞれのタイプにおける長さの違いは、使っている偏光子の種類による。いずれのアイ ソレータも挿入損失 0.3dB 以下、アイソレーション(逆方向損失)40dB 以上と十分な性能を示し、 設計の妥当性だけでなく、用いたTGG結晶の特性も含めて、問題の無いレベルであることを 実証した。
- (4)【1-2】で開発した新規ファラデー回転材料3種については、まだ試作の段階まで至ってい ないが、TGG対比 1.25 倍のベルデ定数を持つ結晶 A と結晶 B については、上記TGGと同じ 構成でФ21 x 86mm、もしくはФ37 x 97mm となることが見積もられ、TGGを使った光アイソレ ータの 50~60%の容積及び重量が可能である。またTGG対比 1.5 倍のベルデ定数を持つバ ナデートについては、さらに大幅な小型化が期待され、従来比 1/2 以下の重量および容積とい う当初目標を、充分にクリアする見込みである。
- 2. 高効率化課題への対応
- 【2-1】TGG 単結晶の高性能化

ファイバーレーザの高出力化に対応するため、既存のTGG単結晶の高性能化も平行して進めた。結晶成長条件の適正化を検討し、以下の結果を得た。

- (1)イリジウム坩堝を用いたCZ法により、クラックや介在物の無い透明単結晶が得られた。
- (2)クロスニコルによる観察で、結晶内部にコアやストリエーションを確認することができたが、コ

ア以外の部分から切り出したロッドで評価したところ、透過損失 <1dB/cm、消光比 >35dB の 開発目標をクリアした。またベルデ定数は、波長 1.064 µ m において 40rad/T/m であった。 (3)レーザー耐性は未評価であり、今後の課題である。

【2-2】高精度加工の開発

光アイソレータでは、ファラデー回転材料の光学面を高精度に研磨加工し、その上に無反射 コーティングを施す必要がある。本研究では、このうちの高精度研磨加工について、(株)大田光 学研究所で加工試作と作製条件適正化検討を行った。得られた結果は、以下の通りである。

(1)切断工程においては、薄刃の形状を改良することで、ピリ・カケ不良の改善ができた。

(2)粗研磨、一次研磨においては、砂の番手を高めることで表面粗さの改善が出来たが、減耗 量が一定しない問題が生じた。この対策として、砂の注入時間の最適化、及び定盤(パット)管 理の徹底が重要であった。

- (3)二次研磨においてはセリウム系の研磨剤を使用し、研磨条件の最適化により、目標とした 研磨精度 λ/10 以下、面粗さ20 Å以下を達成した。
- (4)レーザー耐性の評価には、試料に無反射コーティングを施す必要があり、今回の研究では 検討対象としなかった。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

連絡先・連絡担当者	住所
株式会社オキサイド 代表取締役社長 古川 保典	〒408-0302 山梨県北杜氏武川町牧原1747-1 TEL 0551-26-0022 FAX 0551-26-0033 e-mail furukawa@opt-oxide.com
株式会社大田光学研究所 代表取締役 渡邊 哲也	〒400-0226 山梨県南アルプス市有野2768 TEL 055-285-4341 FAX 055-285-4983 e-mail oota_op@kis-net.jp
財団法人やまなし産業支援機構 新産業創造部情報推進課 主査 野本 大貴	〒400-0055 山梨県甲府市大津町2192-8 TEL 055-243-1888 FAX 055-243-1890 e-mail nomo@yiso.or.jp

第2章 本論

1. 高精度・微細化課題への対応

【1-1】新ファラデー回転材料の探索と製品化

(1)目的と目標

現在、波長1µm前後のファイバーレーザ用ファラデー回転材料として、近赤外~可視域で透明 なTGG(Tb3Ga5O12)単結晶が使われているが、この材料はベルデ定数が40rad/T/mと小さく、実 用を考慮して0.5Tの磁場中でファラデー回転角45°を得ようとすると約4cmもの長さの結晶が必 要となり、素子とシステムを小型化する上で大きな障害となっている。このため、本研究開発では TGG対比1.5倍以上のベルデ定数を持つ新規なファラデー回転材料を探索し、単結晶化すること を目標とした。

またファラデー回転材料に光吸収があると、ファイバーレーザの出力が減じられるだけでなく、 光アイソレータの温度が上がってファラデー回転材料や磁石材料の特性劣化を引き起こし、アイ ソレータ機能が失われる可能性がある。このため探索する新規のファラデー回転材料では、TGG 対比 1/2 以下の光吸収となることが目標である。

(2)実験方法

材料探索に当たり、ベルデ定数を上げる指針として、磁性を担うテルビウムイオン(Tb⁺³)が単位 体積あたりなるべく高濃度含まれる結晶を選び、またテルビウムイオンを取り巻く結晶場の適正化 を図った。具体的には、①TGG 結晶のガリウム(Ga)元素を別の元素で置換する「ガーネット構造 における構成元素適正化検討」と、②ガーネット構造以外の結晶構造として、「ペロブスカイト構造 やバナデート系、シリケート系における新材料探索」という二つのアプローチで進めた。その中か ら、表1-1-1に示す6種類の材料を候補に選び、実際に単結晶化を試みた。

新材料	結晶構造	結晶系	Tb含有量(個/cc)
結晶A	+) ->l	立方晶	1.27E+22
結晶 B	ጠተም	立方晶	1.27E+22
ペロブスカイト(AI)	ペロゴフカノレ	斜方晶	1.94E+22
ペロブスカイト(Sc)		斜方晶	1.61E+22
シリケート	この供	単斜晶	1.82E+22
バナデート	ての他	正方晶	1.23E+22

表1-1-1 六種類の新ファラデー回転材料候補

単結晶の育成には材料に応じ、高周波誘導加熱によるチョクラルスキー法(CZ法と略す)と、赤 外線集光加熱による浮遊帯域溶融法(FZ法と略す)とを使い分けた。それぞれの結晶育成方法 の概念を、図1-1-1に示す。CZ法は大型で良質の単結晶を育成するのに適した手法であるが、 必ず坩堝を必要とする。これに対しFZ法では坩堝を必要としないので、適当な坩堝の無い高融点 材料であっても育成可能であり、また坩堝からの汚染も考えなくて良い。



図1-1-1 単結晶育成法方法の概念図

(3)実験結果

(3-1)結晶A

テルビウム(Tb)を主成分とするガーネットでは、テルビウム・ガリウム・ガーネット(Tb₃Ga₅O₁₂、略称 TGG)が実用化されている。一方、テルビウム・アルミニウム・ガーネット(Tb₃Al₅O₁₂、略称 TAG) は、以前からベルデ定数が TGG を上回ることが知られているが、分解溶融型の結晶のために大型結晶を融液から作製することができない。もしベルデ定数が TAG のように高く、かつ、TGGのように一致溶融型のガーネット結晶を開発できれば、ファラデー回転材料として有望である。そこで TAG のアルミニウム(Al)の一部を、元素 A、元素 B、元素 C で置換することによってガーネット構造を安定化し、融液からの単結晶化を図った。

結晶育成法は、高周波誘導加熱式のチョクラルスキー法(CZ 法)とした。結晶 A の一般式は、 Tb₃A_xB_xC_yAl_{5-2x-y}O₁₂ で示される。原料は、各金属酸化物の粉末を用いた。所定量を秤量し、十分 に混合した後、混合粉を焼成し、結晶 A の化合物粉を得た。この粉を冷間等方圧プレス(CIP)に よって成形した。 CZ 法の結晶育成において、誘導加熱によって高温になる坩堝を耐火物で断熱保温する。通常、 この坩堝~耐火物周りをホットゾーンと呼ぶ。結晶 A の融点は不明だが、1700℃~1900℃程度と 予想される。そこで本結晶育成のホットゾーンは、イリジウム坩堝の周囲をジルコニア耐火物やア ルミナ耐火物を用いて保温し、更に、イリジウム坩堝の酸化を防ぐために透明石英管でシールす る構造を採用した。成形した原料をイリジウム坩堝に入れ、耐火物で覆った。原料は1回に全てが

坩堝に入らないので 2 回に分けて原料チャージ をおこなった。種結晶には、目的とする結晶 A に 最も組成と構造が近く、入手可能なガリウムガー ネット系結晶を用いた。結晶育成の準備が整った 後で、結晶育成ユニットを用いて石英管内の大 気を真空に排気し、代りに雰囲気ガスを導入した。 CZ 炉は自動プログラムで昇温し、原料が完全に 融解した後、種付け温度を調整した。種付けの 後、徐々に結晶径を大きくしながら育成した。直 径制御は、重量センサを介したコンピュータによ る自動制御(ADC)によっておこなった。1 本目の 結晶育成後、原料を追加し、同じ手順で2本目の 結晶を育成した。今回、既設の CZ 炉に構成した ホットゾーンの概略を図1-1-2に示す。



図1-1-2 ホットゾーンの概要

育成した1,2本目の結晶を図1-1-3に示す。2本目の方が良好な直径制御ができている。 どちらの結晶も、下部に乳白色の部分があり、微細な包含物が入っている。一方、育成の前半は、 透明な結晶が成長し、僅かに黄色みを帯びている。透明な部分から、ベルデ定数測定用のサンプ ルを採取した。また、結晶性評価用のサンプルも同時に加工した。





#2

図1-1-3 育成した結晶 A

ベルデ定数測定用サンプルは、3×3×5mm³の角柱状に切断し、3×3の両端面を鏡面研磨した。波長 1.064 µ m におけるベルデ定数の測定結果を図1-1-4に示す。ベルデ定数は、 50rad/T/m という大きな値が得られた。この値は、既存の TGG に比べ 1.25 倍である。消光比も 30dB 以上と大きく、結晶 A は新ファラデー回転材料として有望であることが判明した。



図1-1-4 結晶 A のベルデ定数と消光比

(3-2)結晶 B

ガーネット構造には大中小3種類の金属イオンサイトがあり、テルビウムはその最も大きなサイトを 100%占めるのが化学量論的に本来あるべき構造である。しかし実際には、その大きなサイトにテルビウムイオン以外のイオン種が混入する、という報告がある。するとテルビウムが減る分、 ベルデ定数が小さくなる。これが事実ならば、ガーネット構造の大きなサイトを 100%テルビウムが 占め、更には中サイズのサイトにもテルビウムイオンを置換させることができれば、ベルデ定数の 大きな新ファラデー回転材料が期待できる。そこでテルビウムを化学量論比の 3.0 よりも多くした 結晶 B の育成を試みた。

結晶育成法は、高周波誘導加熱式 のチョクラルスキー法(CZ法)とした。結 晶 B の融点は不明であるが、TGG より も若干高い 1800°C±100°C程度と予想 されるため、イリジウム坩堝を用いた。 結晶 B は、従来の化学量論比のテルビ ウムガーネットの Tb3.0 に対して Tb3.2 とした。CZ法よる育成の詳細は、先に 述べた結晶 A の場合とほぼ同様であ る。



図1-1-5 育成した結晶 B

育成した結晶を図1-1-5に示す。

僅かに黄色を帯びた透明な結晶である。大きさは、長さ50mm、直胴部直径20mmである。表面に 浅いクラックが数か所入っているが、目視で認められる包含物は無く、サインプル評価に十分な 品質の結晶が育成できた。

サンプルは、結晶の上下から結晶性評価用の薄板を切断し、真中の部分をファラデー回転材 料の特性評価用に用いた。サンプルの切断面は鏡面研磨した。研磨後、真中の部分をマクロ透 過観察、マクロ偏光観察した。結果を図1-1-6に示す。図aは両端面を鏡面研磨した結晶Bの 外観である。透過光を用いて内部を観察した図bからは、結晶の周辺部にクラックが入っているこ とが分かる。更に、偏光観察によって結晶内の歪分布を調べると、クラック部分だけでなく、結晶 の中心部にコアが原因の歪があることが分かった(図c)。



図1-1-6 結晶 B の内部観察 a:結晶の外観、b:透過光観察、c:偏光観察

上記の観察結果に基づいてクラックが無く歪の小さい部分から、ベルデ定数測定用の 3×3× 10mm³ 角柱を切断した。ベルデ定数と消光比の測定結果を図1-1-7に示す。ベルデ定数は、 48~50rad/T/m、消光比は 20~28dB だった。ベルデ定数は、既存の TGG に比べて 1.2~1.25 倍 大きい。消光比は、一般的にファラデー回転材料に求められる 30dB 以上に対して本育成結晶は 小さいが、結晶育成パラメータを最適化することで改善することができる。結晶 B もまた、新ファラ デー回転材料として有望であることが判明した。



(3-3) ペロブスカイト(AI)

ペロブスカイトは、大小2種類の金属イオンの複酸化物 ABO₃を一般式とする一群の結晶である。 ペロブスカイトは、金属イオンと酸素イオンが稠密に充填された結晶構造であるために、Tb の単 位体積当たりの濃度を高めることが可能であり、大きなベルデ定数が予測される。ペロブスカイト 構造の理想的な結晶系は立方晶系であるが、これが僅かに変形した正方晶系、斜方晶系、菱面 体晶系をとることもある。この場合も結晶格子の変形が小さければ、複屈折も小さいことが期待で きる。本開発では、大きなAイオンサイトに Tb、小さなBイオンサイトに AIまたは Sc を配置した、 ペロブスカイト(AI)とペロブスカイト(Sc)の2種類を結晶化した。本節では、ペロブスカイト(AI)の 実験結果を報告する。

結晶育成法は、高周波誘導加熱式のチョクラルスキー法(CZ 法)を採用した。融点は 2000℃前 後と予想されるため、イリジウム坩堝を使用した。原料を秤量し、十分に混合した。混合粉を焼成 し、テルビウムアルミネーテの複合酸化物粉を得た。この粉を冷間等方圧プレス(CIP)によって成 形した。

CZ 法のホットゾーンは、ジルコニア耐火物で構成した。成形した原料をイリジウム坩堝に入れ、 ジルコニア耐火物とアルミナ耐火物で保温し、透明石英管でシールした。石英管内の大気は、結 晶育成ユニットを用いて雰囲気ガスに置換した。原料融解後に種付けし、所定の結晶径まで太ら せて自動制御育成(ADC)した。

育成した結晶は黄色透明で、クラックのない良好な品質であった。育成した結晶の直胴部を切り 出し(図1-1-8)、評価用サンプルを加工した。内部を観察したところ、目視で認められる大きな 散乱体はなく、磁気光学特性の評価用に十分な品質の単結晶が作製できたことを確認した。



図1-1-8 ペロブスカイト(AI)単結晶から切断した直胴部サンプル

図1-1-8のサンプルを更に六面研磨し、偏光子と検光子の間において磁気光学特性測定 用の角柱サンプルを加工研磨した。ベルデ定数の測定を試みたが、複屈折が大きいために消光 比が低く、正確な検光子の回転角が決定できなかった。ベルデ定数の測定には、更に精密な複 屈折調査が必要である。 (3-4) ペロブスカイト(Sc)

もう一つの新材料候補ペロブスカイト(Sc)の単結晶を育成した。狙いは、前節のペロブスカイト (AI)と同じく、Tb の高濃度添加によるベルデ定数向上である。

ペロブスカイト(Sc)の融点は 2200℃を越える高い温度と予想される。イリジウム坩堝は溶融の 危険があるために、坩堝を使わないフローティングゾーン法(FZ 法)を結晶育成法に採用した。FZ 法の加熱源ランプは、ハロゲンランプとキセノンアークランプ(Xe ランプ)がある。本育成には、 3000℃まで加熱可能な Xe ランプを備えた FZ 炉を使用した。原料を秤量し、アルミナ乳鉢を用い、 十分に湿式混合した。乾燥後、混合粉を棒状にプレス成形し、図1-1-9に示す原料焼結炉ユ ニットにて高温で焼結し、原料棒を作製した。

図1-1-10にFZ法の概念を示す。Xe ランプから出た光は、回転楕円鏡で反射され、もう一方の焦点に集まる。この位置に原料と種結晶を置くと両者の先端が溶けて間に溶融帯が形成される。 この溶融体をゆっくりと原料側に移動させることによって、種結晶側に育成結晶として固化させる ことができる。

育成した結晶を図1-1-11に示す。結晶は透明で淡黄色を呈していた。結晶内にクラックが 入っているため、磁気光学特性評価用のサンプルは採取できなかった。



図1-1-9 原料焼結炉ユニット





図1-1-11 育成したペロブスカイト(Sc)の結晶

(3-5) シリケート

テルビウムのシリケートは、今までに単結晶の育成報告が無い。しかし、類似の化合物として GdやLuのシリケートがシンチレータ用の単結晶として実用化されている。したがって、テルビウム シリケートも単結晶化が可能であると考えられるため、結晶育成を試みた。結晶中のテルビウム 濃度が高いために、単結晶が作製できれば高いベルデ定数が期待できる。

結晶育成法は、高周波誘導加熱式のチョクラルスキー法(CZ法)を採用した。融点の報告はないが、1950℃~2100℃という高温が予想される。そこで坩堝はイリジウム製を使用した。原料を秤量し、十分に混合した。混合粉を焼成し、テルビウムシリケートの複合酸化物粉を得た。この粉を冷間等方圧プレス(CIP)によって成形した。

CZ法のホットゾーンは、シリケートの融点がアルミナ耐火物の融点を越えるため、主要部はジ ルコニア耐火物で構成した。成形した原料をイリジウム坩堝に入れ、ジルコニア耐火物で覆った。 ホットゾーンはイリジウム坩堝の酸化を防ぐために透明石英管でシールした。種結晶には、目的と するテルビウムシリケートと結晶構造が同じで融点が 2100℃と高いルテチウムシリケートを用い た。石英管内の大気は、結晶育成ユニットを用いて雰囲気ガスに置換した。



図1-1-12 シリケート単結晶

CZ炉は自動プログラムで昇温し、原料が完 全に融解した後、種付け温度を調整した。種付 けの後、徐々に結晶径を大きくしながら育成し た。直径制御は、重量センサを介してコンピュー タを用いた自動制御(ADC)でおこなった。テル ビウムシリケートは高融点の新材料のために、 ホットゾーンの最適化と最適種付け温度の探索 に時間がかかった。このため結晶育成は1本実 施した。

育成した結晶を図1-1-12に示す。結晶は 僅かに黄色みを帯びているが、透明である。結 晶の表面には細かい縞模様があるが、大きなク ラックや、非対称成長などはなく、単結晶が作 製出来た。結晶の直胴部から評価用サンプル を加工した。最初に、結晶の上下を除き、結晶 の直胴部を切り出した(図1-1-13a)。

その次に、内部観察のためにその側面4ヶ所を研磨した。側面を研磨したサンプルを図1-1-13bに示す。結晶の内部には、細かい包含物が多数含まれており、透明部分だけを取り出すこと は困難であった。最後に、比較的良好な部分からサイコロ状のサンプルを加工した。図1-1-1 4に6面を全て研磨したサイコロ状サンプルを示す。内部の散乱体のためにベルデ定数の測定は 困難であった。



図1-1-13 評価用のシリケート加工 (a:上下両端を切断 b:更に4方の側面を研磨)



図1-1-14 作製した評価サンプル(内部に散乱体が含まれている)

(3-6) バナデート

希土類バナデートでは、レーザ発振媒体としてネオジウムを添加したイットリウム・バナデート (Nd:YVO₄)が知られている。しかし、希土類バナデートを磁気光学結晶として利用した例は無い。

テルビウム・バナデートの融点は報告例がないが、他の希土類バナデートとの類推から 1800℃ 前後と予想される。単結晶作製法は、株式会社オキサイドにおいて Nd:YVO₄育成に実績のあるフ ローティングゾーン法(FZ 法)を採用した。加熱源は 4 個のハロゲンランプである。 使用した装置を 図1-1-15に示す。結晶が成長する部分は、透明石英管で大気からシールされ、雰囲気制御 が可能である。



図1-1-15 FZ 装置の炉体中心部(左)と全体像(右)

原料を秤量し、十分に混合した。原料粉を仮焼した後、冷間等方圧プレス(CIP)によって棒状に 成形し、更に原料焼結炉ユニットを用いて緻密な焼結棒を得た。

FZ 装置に原料と種結晶をセットし、徐々にランプに加える電力を増やした。溶融温度まで達した 後に、原料棒と種結晶の先端を融解させた。両者を接触させて溶融帯を形成し、種結晶と融液を 十分なじませてから、結晶育成を開始した。20~30mm の長さの結晶を育成後、原料と育成結晶 を切り離し、徐冷した。



図1-1-16 育成したバナデート結晶

育成した結晶を図1-1-16に示す。結晶の色は茶色だったが、成長方向に濃淡があった。ク ラックが無く、結晶性の良い部分から、評価用のサンプルを切断した。長さ 3mm のサンプルの両 端面を鏡面研磨し、磁気光学特性を測定した。測定結果を図1-1-17に示す。ベルデ定数は 62rad/T/mだった。この値は、TGGの40rad/T/mの1.5倍以上である。消光比は約22dBだった。 現状の消光比は、TGGに比べて低いが、バナデートの結晶育成条件を最適化すれば改善が期 待できる。本実験によってテルビウム・バナデート結晶は、TGGを凌駕する新規ファラデー回転材 料として有望であることが判明した。



図1-1-17 作製したバナデート結晶のベルデ定数と消光比

(4)まとめと今後の課題

現行のTGG結晶の 1.5 倍のベルデ定数を持つ新規ファラデー回転材料を探索し、その単結晶 化を試みた結果、以下の成果を得た。

- 1) TGGと同じガーネット構造であり、その構成元素の一部を置換した結晶 A、及び結晶 B のCZ 法による育成に成功し、いずれの結晶もTGG対比 1.25 倍のベルデ定数を有することを見出した。
- 2) FZ法で育成に成功したバナデート結晶のベルデ定数はさらに高く、TGG対比 1.5 倍の値を示した。
- 3) ペロブスカイト系はAI、及びScとの組み合わせで検討したが、AIは複屈折が強く、またScは クラックでサンプルが取れなかったため、評価に至らなかった。
- 4)シリケート結晶は内部散乱が多く、評価に至らなかった。

以上のように、バナデート系、ガーネット系で新規ファラデー回転材料として有望な結晶が見出 され、特にバナデート系ではTGG対比 1.5 倍という当初目標を達成することが出来た。今後は育 成条件の適正化により結晶の均質性を高め、高消光比や低吸収など、ベルデ定数以外の特性も 改善していく必要がある。なお本研究成果を基に、H22年3月、特許2件を出願予定である。

【1-2】高性能光アイソレータ素子の製品開発

(1)目的と目標

本研究で開発したファラデー回転材料を用いて、微細加工用途の高出力ファイバーレーザに適 した光アイソレータを設計・試作し、将来の製品開発化を図る。目標は、従来比 1/2 以下の重量お よび容積の光アイソレータである。

(2)実験方法

(2-1)ファラデー回転子の評価方法

ファラデー回転子のベルデ定数測定の概略を図1-2-1に示す。LD 光源からのファイバー出 カ光をレンズで平行光線にし、これを偏光子、ファラデー回転子、検光子の順に通して透過光の 出力を測定する。最初にサンプル(ファラデー回転材料)の無い状態で検光子を回転させ、パワー メータで光が消光する角度 θ_1 を求める。次にサンプル(ファラデー回転材料)を挿入し、同じくパ ワーメータで光が消光する角度 θ_2 を求める。ファラデー回転角 θ_f は $\theta_1 \ge \theta_2$ の差であり、これを 磁界強度 M とファラデー回転子の長さL で除した θ_f /M /L がベルデ定数となる。



図1-2-1 ベルデ定数評価光学系の概略

ベルデ定数測定のために構築した多軸モータ精密ステージの写真を図1-2-2に示す。偏光 子及び検光子は、それぞれ 180°以上の回転が可能な神津精機製モータステージ(RA16A-WH) を、結晶評価部には最大 100mm の結晶まで対応できるよう、X,Y 軸が±50mm のストロークを持つ 神津精機製モータステージ(XA10A-L1)を採用した。また偏光子部及び結晶評価部の傾き補正 のために、回転ステージ及びゴニオステージを用いた。結晶評価部に円筒磁石を設置し、その中 にファラデー回転材料を挿入して、偏光の回転角を測定する。

また光アイソレータの組立は、この多軸モータステージの結晶評価部に組立ジグを置くことにより行った。



図1-2-2 多軸モータ精密ステージ

(2-2)磁石の磁界強度測定方法

光アイソレータでは、ファラデー回転材料に磁界を印加する磁石の評価も重要である。図1-2 -3は、円筒型磁石の中心軸上の磁界測定の一例であり、Φ1.5mmのホール素子のプローブを ステージ上で動かして磁界を測定した。



図1-2-3 円筒型磁石における磁界強度測定方法

(3)実験結果

光アイソレータには、偏光依存型と偏光無依存型とがある(図1-2-4)。 偏光依存型は偏光 子(ポラライザー)で入射光を直線偏光とし、ファラデー回転子により偏光方向を 45°回転させた 後に第2の偏光子(アナライザー)から出射するものであり、順方向の光はファラデー回転後の偏 光方向とアナライザーの方向が一致するため透過するが、逆方向の光はファラデー回転後の偏 光方向とアナライザーの方向が直交することにより遮断されるものである。これに対し偏光無依存 型は、ビーム偏向子の複屈折性を利用するもので、入射光は二つの偏光に分離されて異なる方 向に進み、ファラデー回転子で偏光方向を 45°回転させた後、λ/2 板、第2のビーム偏向子を通 る間に再び合成されて出射する。一方、逆方向の光は、光軸から離間する方向に偏光が進むた めに、ファイバーに結合しない、あるいはアパーチャーでけられて遮断される。



図1-2-4 光アイソレータの種類と構造

(3-1) 偏光無依存型光アイソレータの設計と試作

初回試作ではファラデー回転材料として TGG 結晶を想定し、偏光無依存型光アイソレータを設計した。レーザー加工で一般的な波長 1.064 µm における TGG のベルデ定数は 40rad/T/m であり、TGG の結晶長を実用サイズである 20mm とすると、45°のファラデー回転角を得るためには0.98T もの強磁場が必要となる。このため、磁石の大きさがアイソレータの寸法、重量、コストを大きく左右することになり、効率的な磁場設計が光アイソレータの小型化、低コスト化にとって本質的に重要な要素となる。

磁石材料として残留磁東密度 >1.38T(公称値)のNdFeB系42H材を想定し、長さ20mmのTGG 結晶を取り囲む円筒型の磁石を考える。円筒型磁石の内径、外径、長さを変えて中心軸上 20mm の TGG 結晶に印加される磁場強度を計算し、ファラデー回転角を見積もると、図1-2-5のよう になる。これからファラデー回転角 45°を得るためには、外径 100mm 以上の円筒型磁石が必要 なことがわかった。これをもとに光アイソレータを設計すると、図1-2-6に示すようにサイズがΦ 110x60mm(570cc)と非常に大きなものとなる。ここでビーム偏向素子として、長さ 10mm の YVO4 結晶を想定した。







図1-2-6 円筒型磁石を用いた光アイソレータの構成と寸法

そこで次に3個の円筒型磁石を用い、磁石の配置を最適化することで中心軸上の磁界を強める 方策を検討した。TGG 結晶が挿入される中心の円筒型磁石を長さ20mm と固定し、それを挟む両 端の円筒型磁石の長さ、磁石間ギャップ、全体の外径を変えてファラデー回転角を計算した。磁 石の内径はいずれも5mm とした。長さ20mm の TGG 結晶で、ファラデー回転角が45°になる磁 石外径を計算すると、図1-2-7のようになる。3個の円筒型磁石をΦ38-Φ5 x20mm として、磁 石間ギャップを5mm とした光アイソレータを設計すると、図1-2-6に示した従来型に比べ約1/6 のサイズ(Φ40x78mm)となった。



図1-2-7 三個の円筒磁石の構成で、ファラデー回転角が 45°となる Gap 及び磁石寸法

Φ38-Φ5.1 × 5mm^tの薄板磁石を積み重ね、三個の円筒 型磁石を実際に試作した。中心に長さ20mmのTGG結晶を 挿入して1.064μmのレーザー光に対するファラデー回転角、 透過損失、消光比を測定した結果を、図1-2-8、図1-2 -9に示す。事前の計算結果に反し、円筒型磁石が3個とも 20mmとした場合でも、ファラデー回転角は45°に達せず、 40°程度であった。この原因として磁石の性能劣化や組合 せによるロスなどが考えられるが、実効的には磁石の残留 磁東密度が見掛け上1.18Tに下がったものと見做すことが 出来る。



透過損失は0.15dB以下であり、Φ5mmの結晶断面の60%以上 でほぼ均一であった。また消光比は 25dB から 40dB の範囲で、

分布に偏りがあった。この分布は、結晶性や磁界分布の影響を反映しているものと思われる。



図1-2-9 磁石内に配置された TGG 結晶断面における透過損失及び消光比の分布

次にビーム偏向子とλ/2波長板を加え、偏光無依存型光アイソレータを組立てた。試作品の外 観を図1-2-10に示す。この光アイソレータを、シングルモードのファイバコリメータ間に挿入し、 この系における挿入損失を測定したところ、コリメータの結合損失も含めて 0.8dB 以下であった。し かし、逆方向損失(アイソレーション)は 19dB しかなく、目標の 30dB を大きく下回った。この原因は、 先に述べたように試作品の磁界強度が不足して、ファラデー回転角が 45°に届かず 40°程度で あったためである。今回の磁石の磁気特性を前提にすれば、ファラデー回転角 45°を得るために は、磁石外径をΦ50mm まで拡大する必要があるものと思われる。



図1-2-10 試作した偏光無依存型光アイソレータの外観

(3-2) 偏光依存型光アイソレータの設計と試作

2回目の試作として、TGG 結晶を用いた偏光依存型光アイソレータを設計した。前節に述べたように、先の偏光無依存型における試作で磁界強度が不足し、磁石の残留磁束密度が見掛け上 1.18T に劣化した場合に相当する結果しか得られなかったので、今回は最初から残留磁束密度を 1.18T とみなして設計した。

先に述べたように、3個の円筒型磁石の中心に TGG 結晶を配置する構成では、45°のファラ デー回転角を得るためには磁石外径を 50mm 程度にする必要がある。それよりさらに磁石外径 を小さくする方策として、TGG 結晶を2個使い、これを3個の円筒型磁石の両端に配置する構成 も考えられ、この場合、磁石外径を 22mm 程度まで小さくすることができる。今回は、この2種類 の構成で設計し、磁石外径 22mm のタイプにはΦ3mmxL20mm の TGG を2個、また磁石外径 50mm のタイプにはΦ5mmxL20mm の TGG1個を用いることとした。いずれのアイソレータも本体 が円筒型のため、台座を設けて、光軸高さをそれぞれ 30mm、45mm となるようにした。(図1-2 -11)



図1-2-11 台座を取り付けた状態

図1-2-12は、外径 22mm、内径 3.1mm で、長さを 10, 15, 20mm と変えた円筒型磁石を中央 に配し、その両側にそれぞれTGG結晶が挿入された長さ 20mm の円筒型磁石を、厚さ 3mmの アルミニウム製スペーサを介して接続した時の、波長 1.064 µm のレーザー光に対するファラデ ー回転角を測定した結果である。TGGのベルデ定数から計算した角度と実測値はほぼ一致して おり、中央部の磁石長が 15mm のときに光アイソレータとして必要なファラデー回転角 45°が得 られることがわかった。

TGG 20mm x2



図1-2-12 両端にTGG結晶を配置した構成でのファラデー回転角

同様に図1-2-13は、中央の外径 50mm、内径 5.1mm、長さ 20mm の円筒型磁石にTGG結 晶を挿入し、その両側に長さをそれぞれ 5, 10, 15, 20mm と変えた円筒型磁石を、厚さ 4mm のア ルミニウム製スペーサを介して接続した時の、波長 1.064 µm のレーザー光に対するファラデー 回転角を測定した結果である。こちらも計算値と実測値はほぼ一致し、両端の磁石長が 20mm のとき、光アイソレータとして必要なファラデー回転角 45°が得られることがわかった。



図1-2-13 中央にTGG結晶を配置した構成でのファラデー回転角

外径 22mm と 50mm の円筒型磁石をケースに納め、それぞれにTGG結晶を挿入して接着固定 したファラデー回転子組立体を、図1-2-14に示す。それぞれのサイズは、 Ф24 x 62mm、 及 び Ф 52 x 69mm である。



Φ24 x 62mm タイプ

Ф52mm x 69mm タイプ

図1-2-14 ファラデー回転子組立体

もうひとつの重要な構成部品である偏光子は、プリズム型の PBS(偏光ビームスプリッタ: PBSHP-05-10640)と、プレート型偏 光子(PBS-50s01-P-1064B)の2種類を検討した。PBS は 5mm 角の大きさであり、これを外径 24mm、もしくは 52mm の偏光子ホ ルダーに接着固定した。PBS からの偏光分離光は、ダンパーに てホルダー内部に反射させる構造となっている。PBSの組立写真 を図1-2-15に示す。





一方、プレート型偏光子は3 x 11 x 1mm^tの板を、入射光に対してブリュースタ角(56.4°)になるよう傾けてホルダー内に取り付ける。通常の偏光子1個(Single)の場合と、消光比を上げるために偏光子を2個重ねた(Double)場合とを検討した。プレート型偏光子でも、偏光分離光を反射させるためのダンパーを備えた。組立写真を、図1-2-16に示す。



図1-2-16 プレート型偏光子の組立写真

偏光子とファラデー回転子を組み合わせ、光アイソレータとする。ここで磁石の磁界がベースな ど他の磁性体の影響を受けないように、台座を設けた。光アイソレータの外観写真を図1-2-17に示す。磁石や偏光子の構成により4種類のサイズに分かれる。Φ26mmのタイプは開口径 3mm、光軸高さ30mmであり、Φ54mmタイプは開口径5mm、光軸高さ45mmである。



PBS, Single Φ26x3x86mm



Double 026x3x106mm



PBS, Single Φ54x5x97mm



Double Φ54x5x121mm

図1-2-17 光アイソレータの外観写真(偏光依存型)

試作した光アイソレータの特性を評価した。図1−2−18は、Φ26mm タイプの損失、及びアイ ソレーションを示す。また表1−2−1に、偏光子の種類別に結果をまとめる。

偏光子	損失	アイソレーション	有効エリア
PBS	0.1 dB	40 dB	1.5 mm
プレート型(Single)	0.2 dB	40 dB	1.5 mm
プレート型(Double)	0.6 dB	≧40 dB	1.5 mm

表1-2-1 Φ26mm タイプのアイソレータ特性



図1-2-18 Ф26mm タイプの光アイソレータにおける特性分布

同様にФ54mm タイプの光アイソレータの特性を、表1-2-2と図1-2-19に示す。

偏光子	損失	アイソレーション	有効エリア
PBS	0.1 dB	41.5 dB	3 mm
プレート型(Single)	0.2 dB	42.6 dB	3 mm
プレート型(Double)	0.6 dB	45.2 dB	3 mm

表1-2-2 Φ54mm タイプのアイソレータ特性



図1-2-19 Φ54mm タイプの光アイソレータにおける特性分布

(3-3)新規ファラデー回転材料を用いたアイソレータの設計

【1-1】で述べたように、本研究で開発した新しいファラデー回転材料である結晶Aや結晶Bに おいて、ベルデ定数がTGGの約1.25倍の50rad/T/mであることが確認された。これらの材料を用 いた光アイソレータを、前節と同様に残留磁東密度1.18Tの同じ磁石構成で設計したところ、有効 エリア径1.5mmの場合に磁石外径を17mmと小径化でき、光アイソレータのサイズはΦ21×86mm (30cc)となった。また有効エリア径3mmの場合は、磁石外径が33mm、光アイソレータのサイズは Φ37×97mm(105cc)となる。いずれも、TGGを用いた場合の50~60%に小型化される。

またベルデ定数がTGGの1.5倍であるバナデート結晶については、まだ設計は完了していないが、当然ながら更に大幅な小型化が期待される。

(4)まとめと今後の課題

【2-1】で開発したTGG結晶をファラデー回転材料として用い、光アイソレータを設計・試作した。その結果、

- 1)最初に偏光無依存型の光アイソレータを設計し、磁石配置の最適化により従来の約 1/6 の サイズに小型化できることがわかったが、試作に用いた磁石の特性不足により、十分なアイ ソレータ特性が得られなかった。
- 次に現状の磁石特性を前提に、偏光依存型の光アイソレータを設計した。長さ 20mm のTG G結晶を1本使うタイプで、サイズはФ54x97mm(223cc)もしくはФ54x121mm(278cc)であり、 損失 0.3dB 以下、アイソレーション 40dB という十分な特性を得た。
- 3) さらに磁石外径を小さくするため、20mm のTGG結晶を2本使うタイプで設計試作し、サイズ Φ26x86mm(46cc)もしくはΦ26x90mm(48cc)で、損失 0.3dB 以下、アイソレーション 40dB と いう十分な特性を得た。
- 4) レーザー耐性の評価は未実施であり、現在、実験準備を進めているところである。

【1-1】で開発した新しいファラデー回転材料については、まだ試作に至っていないが、

- ベルデ定数がTGGの約 1.25 倍である結晶 A や結晶 B の場合、光アイソレータのサイズは、 有効エリア径 1.5mm の場合にФ21×86mm(30cc)、有効エリア径 3mm ならばФ37× 97mm(105cc)と見積もられ、上記のTGGを用いた光アイソレータに比べて、50~60%の小型 化が可能である。
- 6) ベルデ定数がTGGの約 1.5 倍であるバナデートでは、さらに大幅な小型化が期待でき、「従 来比 1/2 以下の重量および容積」という当初目標は、充分に達成できる見込みである。

2. 高効率化への対応

【2-1】TGG単結晶の高性能化

(1)目的と目標

高精度微細加工で光アイソレータの小型・軽量化が要求される一方、単純部材切断のようにレ ーザーの高出力化への対応が優先される分野も存在し、こうした用途・分野では既存のTGG単 結晶の特性改善が現実的なアプローチと考えられる。このため本研究では、新しいファラデー回 転材料の探索・開発と平行して、既存のTGGの高性能化も取り上げた。具体的にはTGGの結晶 成長条件を適正化することで、結晶内の欠陥や内部応力を低減し、吸収特性やレーザー耐性の 向上を図ろうとするものである。開発目標として、①レーザー耐性 > 2MW/cm2、②透過損失 <1dB/cm、③消光比 > 35dBを掲げた。

(2)実験方法

TGGは融点が 1725℃と高いため、イリジウム坩堝を用いたチョクラルスキー法(CZ法)で育成 する。まず高純度の Tb2O3と Ga2O3を所定量秤量・混合して焼成した後、冷間等方圧プレス(CI P)して棒原料とした。これをイリジウム坩堝に装填し、高周波加熱で昇温・溶解した後、種結晶 を液面に接触させ、充分馴染んだ後に引き上げを開始する。育成雰囲気は 1%O2-N2 である。引 き上げ速度 1~3mm/h、回転速度 10~30rpm で最適条件を探した。また結晶径の制御は、結晶 重量を測定することによる自動直径制御システム(ADC)により行った。単結晶育成装置を図2 -1-1に示す。



図2-1-1 単結晶育成装置 (手前が結晶育成ユニット)

育成した結晶は、外観及び内部欠陥を評価するとともに、サンプルを切り出して光学特性を評価した。図2-1-2に、損失測定器を示す。また、一部は雰囲気熱処理をして、光学特性の変

化を見た。図2-1-3に雰囲気制御アニール炉ユニット を示す。





図2-1-2 損失測定器

図2-1-3 雰囲気制御アニール炉ユニット

(3)実験結果

育成した結晶を図2-1-4に示す。育成後半でねじれたが、クラックは無く、また内部に介在 物等の欠陥も認められなかった。しかし結晶の肩部とテール部から縦断面のサンプルを切り出し、 クロスニコルで観察したところ、図2-1-5に示すように成長縞(ストリエーション)とコアが見ら れた。

育成した結晶の透過損失を測定したのが、図2-1-6である。レーザー加工で一般的な波長 1064nmも含めて、900~1400nmの範囲でほとんど吸収は見られない。また雰囲気制御アニール 炉ユニットを使って雰囲気熱処理してみたが、透過特性に変化は見られなかった。











次に、コアの無い部分から長さ20mmのロッドを10本切り出し、端面に無反射コーティングを施 して透過損失、消光比、ベルデ定数を測定した。結果を図2-1-7~9に示す。透過損失、消光 比は目標をクリアした。さらに光アイソレータとして素子レベルで評価しており、その結果は既に 【1-2】で述べた。なおレーザー耐性は未評価であり、今後の課題である。



図2-1-7 TGG結晶の透過損失



図2-1-9 TGG結晶のベルデ定数

(4)まとめと今後の課題

既存のTGG単結晶の成長条件を最適化することで結晶品質を改善し、TGGのレーザー耐性の向上と吸収低減を図った。その結果、

- 1)イリジウム坩堝を用いたチョクラルスキー法(CZ法)により、クラックや介在物の無い透明単結 晶が得られた。
- 2)結晶のコアの無い部分から切り出した長さ20mmのロッドを評価したところ、透過損失が0.1dB 以下、消光比 35dB 以上であり、当初目標をクリアした。ベルデ定数は波長 1064nm において 40rad/T/m であり、一般に言われている値と同じであった。
- 3)レーザー耐性は未評価であり、今後の課題として残った。現在、その準備を進めている。

以上述べたように、既存のTGGに関して、一部を除きほぼ開発目標を達成することが出来た。 当面は、残された課題であるレーザー耐性の評価・改善にまず取り組むが、前節で述べたように 【1-1】の新材料探索で期待される成果が出ており、今後の開発の軸足は、【1-1】の新材料 に移して行く所存である。

【2-2】高精度加工の開発 (株式会社 大田光学研究所)

(1)目的

電子部品を作製する上で小型・高機能・省エネへのニーズがあり、この条件を充たす超微細加 エとしてレーザー加工があるが、そこでは高スループットと高精度を両立させたファイバーレーザ 加工機用高性能光アイソレータが必要となっている。

光アイソレータとは、被加工物からの反射戻り光がレーザーに逆入射するのを阻止するもので あり、加工ロボットなどのアーム部分に使用される部品である。高性能光アイソレータの実現に は、この機能を成り立たせるための基幹部材であるファラデー回転材料が重要であり、このファ ラデー回転材料の光学面を高性能な無反射面に仕上げることが必須条件である。

株式会社大田光学研究所でこれまで培ってきたガラス部品に対応した光学研磨の技術を結晶に応用し、結晶に対応した光学研磨技術として開発するのが本研究の目的である。

(2)実験方法

中出カファイバーレーザ用光アイソレータのファラデー回転材料に求められる条件として、面 精度、表面粗さ、外観等が挙げられる。本研究においては、この条件を充たす研磨工程の開発 及び適合性の調査をおこなった。以下に、実験手順と各工程における条件、仕様等を示す。

- (2-1)実験手順
 - ①研磨機準備
 - ②試料(サンプル品)の準備
 - ③光学研磨(試料切断、粗研磨、1次研磨、2次研磨)
 - ④試料面精度評価、試料表面粗さ評価
 - ⑤試料外観評価
- (2-2)研磨機準備
 - 各工程で使用した研磨機及び仕様は以下の通りである。
 - ①切断: 切断機
 - ②粗研磨: ラップ盤片面研磨機(定盤:石英)
 - ③1次研磨(砂カケ): ラップ盤片面研磨機(定盤:LP-16)
 - ④2次研磨(機械研磨):精密片面研磨機(定盤:LP-66)
- (2-3)試料準備

本研究で使用した試料は、株式会社オキサイドから提供されたTGG系ファラデー回転材料である。図2-2-1に示す結晶インゴットをサンプルサイズに加工して研磨し、評価する。

結晶名	TGG系結晶
形状	単結晶ブロック
寸法	3.0(X 軸)× 3.0(Y 軸)× 9.2(Z 軸)
個数	8個

表2-2-1 実験に用いたサンプルの仕様







図2-2-2 外郭作製後の試料

(2-4)加工仕様

本研究における加工仕様は、以下の表2-2-2の通りである。

項	E	仕様
角柱断面		1.75mm×1.75mm(公差:+0/-0.05)
仕上形状	長さ	7.5mm 以上
	面取り	無くても可能
	面状態	鏡面(15µm以上減耗)
	面数	2 面
开度去	傾斜角	両端面の一稜線対 $:3^\circ$ ~ 6° (図 1 $ heta$ =93 $^\circ$ ~96 $^\circ$)
「「「「「「「」」」	平行度	10 秒以内(研磨面間)
	外観	キズ等無きこと
	面精度	λ /10 以下(有効領域:Φ1.5)
側面	面状態	ラップ研磨

表2-2-2 加工仕様





(3)実験結果:光学研磨

(3-1)試料切断

本研究で使用する結晶インゴットを製品サイズに切断する。

薄刃切断砥石で切断されたTGG系結晶において、エッジチッピングの発生状態に注目した。切断機の設定条件である切断速度の条件変更且つ薄刃切断砥石の刃先材料の選定を行い、エッジチッピングを最小限に抑える事が可能となった。さらに、薄刃の先端形状を改良することで、試料を切断する際に生じるエッジチッピング発生がこれまで以上に抑えられ、それまで 200 μ m 以上であったチッピング不良が 100 μ m 未満になり、チッピングの個数も低減する事が出来た。

(3-2)試料貼付・外郭

切断されたTGG系結晶を研磨面、側面の各専用工具皿に貼り付け、外郭を作製する。

(3-3)粗研磨

専用工具皿に貼り付けたTGG系結晶ブロックを、ラップ盤片面研磨機にて粗研磨を実施する。 以下の表2-2-3は粗研磨工程における設定条件である。

項目	設定条件
研磨機	オスカー式ラップ盤片面研磨機
研磨剤	砂(番手低い)
定盤	石英
回転速度	20rpm
加工荷重	専用工具皿 (Φ75、T=6)
加工時間	120min

表2-2-3 粗研磨設定条件

(3-4)一次研磨

粗研磨を実施後、定盤の種類を変更し、砂(番手が高いもの)にて一次研磨を実施する。以下 の表2-2-4は一次研磨工程における設定条件である。

表2-2-4 一次研磨設定条件

項目	設定条件	
研磨機	オスカー式ラップ盤片面研磨機	
研磨剤	砂(番手高い)	
定盤	パット LP-46	
回転速度	20rpm	
加工荷重	専用工具皿 (Φ75、T=6)	
加工時間	120min	

(3-5)二次研磨

ー次研磨実施後、最終研磨として精密鏡面研磨を実施する。研磨剤はセリウム系研磨剤を使 用した。以下の表2-2-5は二次研磨工程の設定条件である。

項目	設定条件	
研磨機	オスカー式研磨機	
研磨剤	セリウム系 ミレークE-21	
研磨剤濃度	10%前後	
定盤	パット LP-66	
回転速度	15rpm	
加工荷重	専用工具皿 (Φ75、T=6)	
加工時間	300min	

表2-2-5 二次研磨設定条件

(4)実験結果:加工精度

(4-1)面精度測定

原子、分子が周期的に配列した結晶には、結晶軸が存在する。この結晶軸の方位により、結晶 構造が異なり、熱変化による影響や硬度に違いが生じる。面精度の規格を達成する為には、その 結晶軸方位における性質を知る必要がある。

本研究では、予め研磨面の結晶軸が決められており、その結晶軸に従い加工を実施し、規格を 充たす面形状を作り出した。

ガラスの加工においては熱の影響が無視できず、測定時の環境により面変化が生じてしまうこ とが知られている。結晶は、ガラス以上に熱による影響を受け面形状が乱れる恐れがあり、加工 時間の短縮が望ましく、また面精度測定時の注意点として、測定する試料が測定環境に順応した 温度になった時点で実施することが望ましい。これは、研磨時において試料に研磨熱及び研磨剤 の熱が蓄えられてしまい、面精度に影響が発生してしまうからである。

各試料の結果は表2-2-6の通りである。前章で述べた加工工程により研磨を実施し、二次 研磨完了後面精度測定を行った。本研究では試料全てが λ /10 以下であり、目標仕様を達成す る事が出来た。尚、面精度測定には干渉計を使用した。

(4-2)角度・平行度測定

面精度測定後、角度・平行度測定を実施した。結果は表2-2-7の通りである。

前述の通り、TGG系結晶インゴットを切断後、外郭を作製した。この工程において、角度付けを 行い、その時点で測定を実施した。結果は全ての試料が規格を充たしていた。その後、粗研磨、 一次研磨、二次研磨を実施した。二次研磨完了後の結果を表に示してあるが、前章で述べた加 エエ程は角度へ悪影響を与えていないことが分かる。結果、試料全てが規格を達成した。

試料 NO	面精度		
	研磨面 A(wave)	研磨面B(wave)	
1	0.060	0.051	
2	0.069	0.083	
3	0.064	0.063	
4	0.060	0.061	
5	0.055	0.060	
6	0.067	0.051	
7	0.063	0.082	
8	0.060	0.063	

表2-2-6 面精度測定結果

表2-2-7 角度·平行度測定結果

試料 NO	角度 <i>θ</i> 【93 [°] ~96 [°] 】	平行度【10″以内】
1	94° 32″	6″
2	94°23″	6″
3	94° 37″	6″
4	94° 32″	6″
5	94°29″	6″
6	94° 35″	6″
7	94° 37″	6″
8	94° 32″	6″

(4-3)表面粗さ

以下の図は、各工程完了後の面状態を示したものである。工程を進む毎に表面の状態がなだ らかになることが確認出来、また砂目の状況も良化していることが分かる。切断完了時の表面の 状態は、表面の粗さが不均一であるが、粗研磨、一次研磨を実施していく毎に表面の粗さが均一 に変化した。一次研磨工程では、仮艶が発生し且つ砂目も殆ど無い状態になり、二次研磨完了時 では、砂目は一切無く、表面粗さの規格10Å以下を充たす結果となった。表2-2-8は、二次研 磨完了後の表面粗さをまとめたものである。



図2-2-3 切断後の表面

図2-2-4 粗研磨後の表面



図2-2-5 一次研磨後の表面



図2-2-6 二次研磨後の表面

試料 NO	表面粗さ RMS	(1 Å =0.1nm)
	研磨面A	研磨面 B
1	0.55	0.59
2	0.53	0.58
3	0.56	0.54
4	0.50	0.53
5	0.53	0.56
6	0.55	0.56
7	0.57	0.58
8	0.53	0.56

表2-2-8 試料表面粗さ結果

(4-4)外観検査

前章で述べた加工工程の通り、切断から二次研磨まで研磨を実施した。一次研磨完了時及び 最終外観検査の結果を、表2-2-9、表2-2-10、表2-2-11に示す。尚、本研究では、顕 微鏡、集光機を用い検査を実施した。表は一次研磨完了後、二次研磨完了後の外観検査の結果 であるが、実験途中では、粗研磨工程、一次研磨工程、二次研磨工程において、常時簡易外観 検査を実施した。また、各工程完了時には、外観検査を実施し、工程毎の外観の状況を記録した。 外観検査実施は以下の通りである。

- ① 粗研磨完了 ⇒ 外観検査
- ② 一次研磨完了 ⇒ 外観検査
- ③ 二次研磨(60分後) ⇒ 外観検査
- ④ 二次研磨(120分後) ⇒ 外観検査
- ⑤ 二次研磨(240 分後) ⇒ 外観検査
- ⑥ 二次研磨(300 分後) ⇒ 外観検査

	ピリ・カケ Ma×値(単位:um)		一次研磨	完了後 とり・か
試料NO	A面 (矢印側)	B面 (矢印逆側)	150	根核(105
1	95	75		12 m (1 2 5 0 m)
2	80	85	<u>چَ</u> 100	• • •
3	90	80	∓ 75	
4	50	50	£ 50	
5	90	60	25 ٿ	
6	75	75	0	
7	35	40		1 2 3
8	75	80		

表2-2-9 一次研磨完了後ピリ・カケの結果

表2-2-10 二次研磨完了後ピリ・カケの結果

	ピリ・加ケ Maメ値(単位:um)		
試料NO	A面 (矢印側)	B面 (矢印逆側)	
1	90	71	
2	73	82	
3	80	45	
4	45	46	
5	90	60	
6	72	73	
7	31	37	
8	69	77	



◆ A面 (矢印側)

٠

4 5

試料NO.

■ B面 (矢印逆側)

.

6 7 8

	外観		
武料NO	A面 (矢印側)	B面 (矢印逆側)	
1	B3	B3	
2	B3	B3	
3	B3	B3	
4	B3	B3	
5	B3	B3	
6	B3	B3	
7	B3	B3	
8	B3	B3	

表2-2-11 二次研磨完了後の外観結果

粗研磨工程完了後の外観検査では、砂の番手が低いことによる影響もあり、やや濃い砂目の 状態であった。これは、定盤が石英ということもあり、砂の砥粒により混入したと考えられる。砂目 が濃い状態であった為、キズの確認は正確には出来なかったが、顕微鏡で検査した限り問題は なかった。

ー次研磨工程では、研磨時間が経過するに伴い減耗量が減少する傾向がみられた。外観検査 においても、粗研磨完了後の初回 60 分研磨後の結果は、減耗量が予想以上に得られ、研磨面 の砂目状態が明らかに改善された。引き続き研磨を継続したが、初回 60 分の研磨後ほどの減耗 量及び砂目状態の変化は見られなかった。これは、砂の番手が高く(細かい)なり、砂の砥粒が脱 落したと推測出来、定盤が硬い石英から軟らかいパットに変わったことも考えられる。しかし結果 的には、この工程で180分の研磨を実施し、合計で約10µmの減耗が得られ、この時点で仮艶が 目視にて確認出来た。顕微鏡での確認検査においても、特に問題となるキズは発生していない。 顕微鏡の倍率を上げ検査を実施すると、一次研磨工程では砂目と艶(鏡面)の箇所が明確に判断 出来る。この工程を取り入れた目的は、砂工程で混入してしまうピリ・カケの状態を改善し、且つ 砂工程でもパットを使用する事により仮艶を発生させ、二次研磨工程での研磨時間を短縮させる 為である。

二次研磨工程では、最終工程としてセリウム系の研磨剤を使用した。一次研磨工程と同様に研 磨時間 60 分毎に外観検査を実施した。この二次研磨工程においても、研磨時間の経過に伴い減 耗量が減少した。研磨剤砥粒の脱落、パットの目詰まりも考えられるが、減耗量に観点を置くと、 一次研磨工程時に既に研磨面は仮艶を発生させており、二次研磨工程では研磨面の粗さ(突き 出し量)が小さかったことが考えられる。実験では、300 分の研磨を実施し、合計で約5µmの減耗 が得られた。この減耗量は、この工程における初回 120 分の減耗量であり、その後は殆ど減耗が 得られなかった。この二次研磨工程では新たなキズの混入は見当たらなかった。また、先に述べ た様に、今回は実験であった為、300 分の研磨を実施したが、結果的には、一次研磨の結果が良 好だったということもあり、120分の研磨で規格(鏡面)を充たすことが可能であった。

(5)まとめ

本研究では、結晶光学研磨における機械仕様条件及び技術を開発し、研磨を通して結晶光学 製品の高品質化を目標として試作実験を実施した。これまでに開発した光学研磨の技術を基に 結晶研磨を試み、その影響について検討した。ここでは、本研究で明らかになったことを以下に要 約する。

- (1) 切断工程において、切断する薄刃の形状を改良(丸くする)する事で、ピリ・カケの改善が出 来た。
- (2) 粗研磨、一次研磨において、砂の番手が高くなればなるほど、表面の粗さが改善することが 確認出来た。さらに、仮艶を発生させることが出来た。しかし、減耗量が一定しない欠点も確認 した。砂の粒径が細かくなると、目詰まりあるいは目こぼれを生じることにより、減耗を得る能力 を失ってしまう。砂の注入時間の最適化及び定盤(パット)の管理を徹底することにより、減耗量 を安定させることが出来たが、さらなる向上が可能と思われる。
- (3) 二次研磨工程では、目標である λ /10 以下の研磨精度、20 Å 以下の面粗さを達成した。一次研磨段階で既に仮艶が発生したことにより、短時間で鏡面にすることが出来た。また通常の研磨工程と比べ、明らかに減耗量が少なかった。これは、表面がほぼ艶だったことが考えられる。

最終章 全体総括

以上、平成21年度の研究開発により得られた成果と課題を、サブテーマ別に表でまとめる。 平成21年度研究成果のまとめ

サブテーマ	研究目標	研究成果と課題
【1-1】 新ファラデー 回転材料の探 索と製品化	・TGG比 1.5 倍以上のベ ルデ定数 ・TGG比1/2以下の光吸 収	 ①ガーネット構造の一部元素を置換した結晶 A、及び結晶 Bで、TGG比 1.25 倍のベルデ定数を確認。CZ法で単結晶化にも成功。 ②FZ法で育成したバナデート系結晶で、TGG比 1.5 倍のベルデ定数を確認。目標を達成した。 ③以上の結果より、特許2件を出願。(H22/3) ④光吸収は未検討。(結晶の高品位化・均質化が前提)
【1-2】 高性能アイソ レータ素子の 製品開発	・従来比 1/2 以下の重量 及び容積	 ①TGGを使った光アイソレータで、磁石配置の最適化により従来比 1/6 のサイズを実現。 ②TGG比 1.25 倍のベルデ定数を持つ結晶 A、もしくは結晶 B に代える事で、上記TGGを用いた光アイソレータに比べても、さらに 50~60%のサイズへの小型化が可能。 ③TGG対比ベルデ定数 1.5 倍のバナデートについては、今後設計予定であるが、さらに大幅な小型化が期待され、従来比 1/2 の目標は達成の見込み。
【2-1】 TGG単結晶の 高性能化	・レーザ耐性 >2MW/cm² ・低ロス化 <1dB/cm ・高消光比化 >35dB	①TGG結晶の成長条件を最適化し、低ロス化(< 1dB/cm)、及び高消光比化(>35dB)を達成。 ②レーザ耐性は未評価。
【2ー2】 高精度加工の 開発	・レーザ耐性>2MW/cm² ∫研磨精度 <λ/10 【面粗さ <20 Å 】	 ①光学研磨の製造条件を検討し、精度λ/10 以下、面粗さ20Å以下を達成。 ②レーザ耐性クリアのためには、本研究の範囲外である「無反射コーティング技術」の確立が必要。

【今後の課題と方針】

以上、平成21年度の研究を通じて、①開発した新材料の大型化・均質化や、②無反射コーティング技術の確立、さらには③開発した光アイソレータの実機搭載等、次の課題が新たに見えてきた。今後はこれらの新たな課題への取り組みが必要であり、そのなかから高出力ファイバーレーザ加工の実現を図り、切削加工に係わる川下製造業者等の課題やニーズに応えていきたい。

