

平成23年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「高出力ファイバーレーザー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24年 3月

委託者 関東経済産業局  
委託先 公益財団法人やまなし産業支援機

## 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 .....	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 .....	6
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開発と製品化 .....	7
【1-2】高性能光アイソレータ素子の製品開発 .....	15
2. 高効率化への対応	
【2-1】TGG単結晶の高性能化 .....	23
【2-2】高精度加工・高耐性コーティングの開発 .....	25
最終章 全体総括 .....	32

## 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]

スマートフォンなどの進化と世界的な普及を背景に、エレクトロニクス分野で素子の微細化・高速化・低消費電力化が進み、これに対応すべく極薄基板や低誘電率材など脆性材料に対する新しい高精度微細加工技術が求められている。このため小型で使い勝手の良いファイバーレーザーを用いたレーザー加工技術が注目され、近年、著しい成長を遂げている。このファイバーレーザーでは、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った問題があるため、レーザーに逆入射する反射光を遮断する光アイソレータを、レーザーの出射端に取り付けることが必須となる。

本研究は、高度化指針における「(十三)切削加工に係る技術」に属する。エレクトロニクスの分野で川下製造業者の抱える(イ)機能の確保・高度化、及び(ウ)性能・寸法の再現性向上という課題とニーズに応えるため、ファイバーレーザーを用いたレーザー加工について(イ)高精度・超精密加工対応と(ウ)高効率化という二つの側面から高度化を図るものであり、具体的にはファイバーレーザー出射端に取り付ける光アイソレータの小型軽量化と高レーザー耐性化を目的とした開発を行なう。

#### [研究の目的及び目標]

ファイバーレーザーを用いた工作機械の位置決め分解能向上、熱変形の抑制・補正技術の向上、機上形状・寸法計測・補正技術の実用化等の形状精度向上のためには、ファイバーレーザーの先端、即ち加工用ロボットやステージ上のガントリーなど可動部の小型軽量化が求められ、可動部に取り付けて使用する光アイソレータを小型軽量化することが重要になる。これにより、設備の構造的、動力的な負担の原因となる「慣性」が小さくなり、加工ロボットアームの制御性が大幅に向上することで、安定で緻密かつ高速な加工を実現することができる。しかし現状の光アイソレータでは、ファラデー回転材料であるTGG( $Tb_3Ga_5O_{12}$ )単結晶の特性(ベルデ定数)が低いために、所定のファラデー回転角を得るため結晶長や磁石を大きくせざるを得ず、光アイソレータの小型軽量化が困難である。

またファイバーレーザーを用いた工作機械の主軸回転・送り高加減速化、新加工方法による高スループット切削加工技術を提供するためには、レーザーの高出力化による加工速度の向上が重要である。しかしながら、現時点で入手可能なTGG単結晶を、加工速度向上に必要なハイパワーレーザーで使用した場合、TGG単結晶の光吸収により素子温度が上がり、熱レンズ効果でビーム形状が崩れてアイソレータ特性が劣化する問題や、結晶内もしくは結晶表面にレーザー破壊が発生する問題があった。

本研究開発ではファイバーレーザーを用いた高速微細加工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、ファイバーレーザーシステ

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・重量を低減して加工設備の構造的、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、以下に挙げる研究開発項目及び技術的目標値を設定し、開発を進めた。

#### 1. 高精度・超精密加工課題への対応

##### 【1-1】 新ファラデー回転材料の大型化と均質化 (株式会社オキサイド)

- ・ TGG 比 1.5 倍以上のベルデ定数
- ・ TGG の 1/2 以下の光吸収
- ・ TGG と同等以上の生産性(直径 35mm、長さ 60mm 以上)
- ・ 新ファラデー回転材料の均質化(高消光比エリア $>4\text{mm}^2$ )

##### 【1-2】 小型光アイソレータの性能評価と実機搭載評価 (株式会社オキサイド)

- ・ 従来比 1/2 以下の重量および容積
- ・ 高速微細加工に適した高出力ファイバーレーザ装置での動作実証

#### 2. 高効率化課題への対応

##### 【2-1】 高性能 TGG 単結晶の大型化と均質化 (株式会社オキサイド)

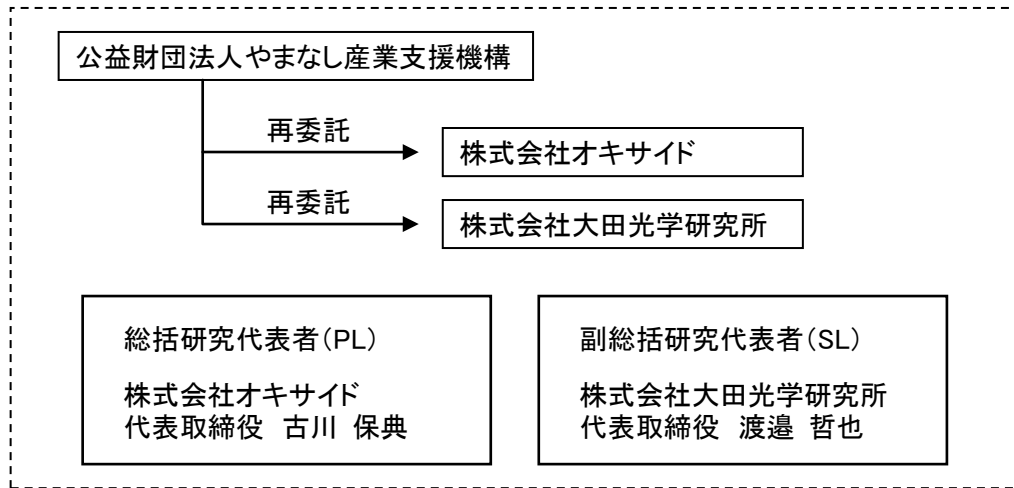
- ・ 既存 TGG 単結晶のレーザー耐性 $>2\text{MW}/\text{cm}^2$
- ・ 低ロス化 $<1\text{dB}/\text{cm}$
- ・ 既存 TGG 単結晶の高消光比化 $>35\text{dB}$
- ・ 直胴部長さ 60mm 以上

##### 【2-2】 高精度加工・高耐性コーティングの開発 (株式会社大田光学研究所)

- ・ レーザー耐性  $>2\text{MW}/\text{cm}^2$
- ・ 反射ロス  $<0.5\%$

## 1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）

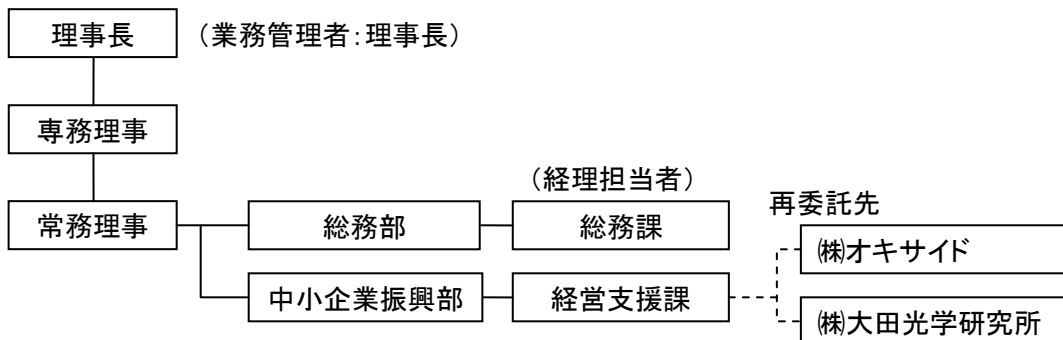
### (1) 研究組織（全体）



### (2) 管理体制

#### ① 事業管理機関

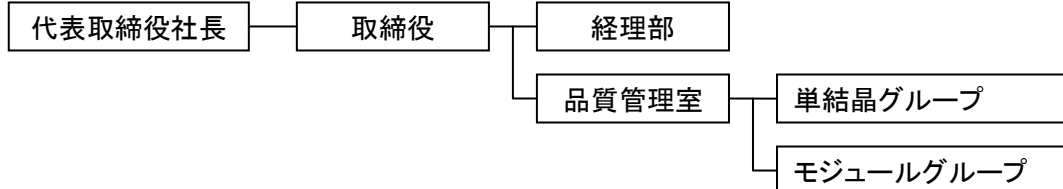
[公益財団法人やまなし産業支援機構]



#### ② 再委託先

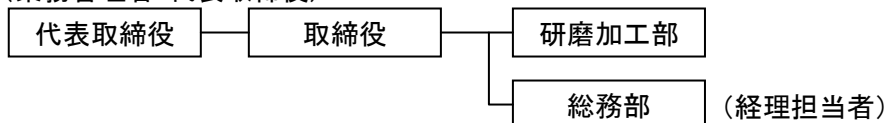
[株式会社オキサイド]

(業務管理者:代表取締役)



[株式会社大田光学研究所]

(業務管理者:代表取締役)



(3) 管理員及び研究員

①[事業管理機関] 公益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	理事長	プロジェクトの管理・運営
加藤 徹	中小企業振興部長	プロジェクトの管理・運営
一瀬 修	経営支援課長	プロジェクトの管理・運営
芹澤 速人	経営支援課 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(番号)
古川 保典	代表取締役社長	総括管理
宮本 晃男	主任研究員	【1-1】、【1-2】、【2-1】
安斎 裕	単結晶グループ主任研究員	【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主任研究員	【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	研磨加工部(副主任研究員)	【2-2】
立岡 渉	研磨加工部(研究員)	【2-2】

(4) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

[事業管理機関]

財団法人やまなし産業支援機構

(経理担当者) 総務部総務課課長補佐 野本 大貴  
 (業務管理者) 理事長 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  
 (業務管理者) 取締役 渡邊 ひろみ

(5) 協力者

氏名	所属・役職	備考
藤崎 晃	古河電気工業(株) 研究開発本部 マネージャー	アドバイザー
吉川 彰	国立大学法人 東北大学 多元物質科学研究所 准教授	アドバイザー

### 1-3 成果概要

平成21年度から平成23年度までの3年間で得られた成果は、以下のようなものである。

#### 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大型化と均質化

- (1) 光アイソレータの小型・軽量化を目的に、近赤外から可視領域で透明なファラデー回転材料として現在用いられているTGG(テルビウム・ガリウム・ガーネット)より更に高性能な材料を探索した。その結果、ベルデ定数がTGGの1.25倍である結晶Aと結晶Bの2種類、さらにTGGの1.5倍の値の結晶Cと結晶Dの2種類、合計4種類の新材料を発見し、その単結晶化に成功した。
- (2) ベルデ定数がTGG対比1.25倍の結晶Bは、開発当初はφ20x20mmのサイズで表面には浅いクラックがあったが、育成条件を最適化した結果、現在ではφ50x80mmの完全クラックフリーが得られるようになり、現行TGGと同等以上の生産性を有していることが実証された。また大型化に伴って結晶均質性が向上し、消光比は開発当初の20dBから40dBへ改善された。
- (3) 開発した新ファラデー回転材料におけるレーザー耐性の評価として、PCI法(Photothermal Common-path Interferometry)を用いて熱レンズ効果の大きさを測定した。その結果、結晶Bは現行材であるTGGに比べて20~25%ほど熱レンズ効果が小さいことがわかった。

##### 【1-2】小型光アイソレータの性能評価と実機搭載評価

- (1) ファラデー回転材料として現行のTGGを用いた光アイソレータを設計・試作し、TGGに効率的に磁界が集中する磁石配置とすることで、光アイソレータの大幅な小型・軽量化が可能であることを示した。長さ20mmのTGGを用いた偏光依存型光アイソレータでは、TGGを1本使うタイプでφ54x97mm(223cc)、TGGを2本使うタイプではφ26x86mm(46cc)と、従来タイプ(223cc)のそれぞれ1/2、および1/10となる小型化を実現し、いずれも挿入損失0.3dB、逆方向損失(アイソレーション)40dBという優れた特性を得た。
- (2) 次にファラデー回転材料を現行のTGGから本研究で開発した新材料に代え、さらなる小型化を図った。ベルデ定数がTGGの1.25倍である結晶Bを用いて偏光依存型光アイソレータを試作し、長さ15mmの結晶Bを2本使うタイプでφ22x71mm(27cc)のサイズを実現した。これは磁石配置最適化前の従来型に比べ、実に1/20以下のサイズである。
- (3) また便宜性を優先した光アイソレータの試作・開発も行った。入射レーザー光の偏光状態に左右されない偏光無依存型で、かつ光ファイバーの伝播光を直接入出力する光ファイバー結合型の光アイソレータを、ファラデー回転材料に結晶Bを用いて試作した。光ファイバーへの結合損失を含めた挿入損失は1dB以下、波長1045~1050nmでの逆方向損失(アイソレーション)は40dB以上であった。

## 2. 高効率化課題への対応

### 【2-1】高性能 TGG 単結晶の大型化と均質化

(1) 既存材料であるTGGの育成条件を適正化して、結晶欠陥や内部応力を低減した。育成した結晶から切り出した評価試料はすべて損失 0.1dB 以下、消光比 35dB 以上であり、当初の開発目標をクリアした。また高出力ファイバーレーザを用いた試験により、2MW/cm<sup>2</sup> 以上のレーザー耐性を有する事を確認した。

(2) さらにイリジウム坩堝の大型化、炉内温度勾配の急峻化、特定元素の添加で、φ40x60mmの真直性の良い結晶が得られるようになり、結晶の大型化と均質化に成功した。

### 【2-2】高精度加工・高耐性コーティングの開発（株式会社 大田光学研究所）

(株)大田光学研究所では、これまで培ってきた光学研磨技術をアイソレータ結晶に適用・最適化するとともに、真空蒸着法による薄膜形成を検証した。

(1) 切断工程では、薄刃の形状を最適化することで、ピリ・カケ等の不良発生を防いだ。また粗研磨、1次研磨工程においては、定盤の条件にあった砂の番手選定により表面粗さを改善した。2次研磨工程では、荷重を最適化して研磨時間を短縮するとともに、表面粗さをさらに改善した。以上の結果、目標とする研磨精度( $<\lambda/10$ )、面粗さ( $<20\text{Å}$ )を達成した。

(2) 電子ビーム蒸着にイオン・アシスト技術を組み合わせて、密着性・摩擦性に優れた反射防止膜の成膜技術を確立した。ターゲット波長 1050~1070nm において反射率  $R\leq 0.2\%$  を満たす条件として、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> と SiO<sub>2</sub> 各1層から成る膜構造を決定した。また蒸着条件を変えた成膜実験を実施し、基盤加熱温度 90~100℃の条件で反射率 $<0.2\%$ を達成した。

## 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
公益財団法人やまなし産業支援機構 経営支援課 主査 芹澤 速人	〒400-0055 山梨県甲府市大津町2192-8 TEL 055-243-1888 FAX 055-243-1890 e-mail seri@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大型化・均質化

##### (1)開発目的

光アイソレータは、光の偏光方向が磁場によって回転する「ファラデー効果」を利用した素子であり、順方向の光だけを通し、逆方向の光は遮断する機能を有する。図1-1に示すように、偏光方向を45°傾けた偏光子、検光子の間にファラデー回転材料を挿入し、これに磁場を印加した構造である。偏光子を通った入射偏光は、媒体(ファラデー回転材料)のファラデー効果により偏光方向を時計回りに45°回転させ、検光子から出射する。ファラデー回転の方向は光の伝播方向に対する磁場の方向で決まるので、逆方向から入射した光は反時計回りに45°回転することになり、偏光子の偏光方向と直交することで遮断される。ここでファラデー回転の角度は磁場強度と光路長に比例し、その比例係数(ベルデ定数)は材料固有の値となる。すなわち、[ファラデー回転角 = ベルデ定数 × 磁場強度 × 光路長(結晶長さ)]である。

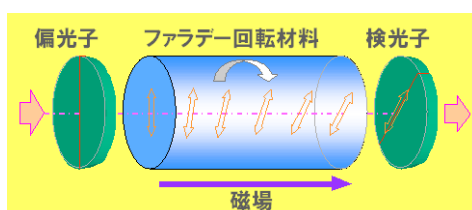


図1-1 光アイソレータの構造と動作原理

現在、波長1μm前後のファイバーレーザ用の光アイソレータでは、ファラデー回転材料として近赤外～可視域で透明なTGG(Tb<sub>3</sub>Ga<sub>5</sub>O<sub>12</sub>)単結晶が使われている。しかしこの材料は波長1064nmにおけるベルデ定数が40rad/T/mと小さく、光アイソレータとして必要なファラデー回転角45°を得るためには結晶の長さや磁石サイズを相当大きくとる必要があり、素子とシステムを小型化する上で障害となっている。

またファラデー回転材料に求められるもう一つの特性として、光吸収が少ないことがある。光吸収があるとファイバーレーザの出力がその分落ちるだけでなく、素子温度の上昇で熱レンズ効果を引き起こしビーム形状が劣化すること、さらにはファラデー回転材料や磁石材料の特性劣化を招くなどの問題を生じる。

このため本研究では、TGGに比べてベルデ定数が大きく、光吸収は少ない新材料を開発することとした。ベルデ定数を大きくするためには、必然的に磁性を担うTbイオン濃度が高くなる結晶系を探索することになるが、実用材料とするためには、単結晶化が比較的容易であることも求められる。この観点から、平成21年度には6種類の候補材を、また平成23年度にはさらにもう1種類の候補材の結晶育成を試み、その特性を評価することにした。

## (2) 実験方法

本研究における単結晶試料は、以下の図1-2に示す工程で作成した。

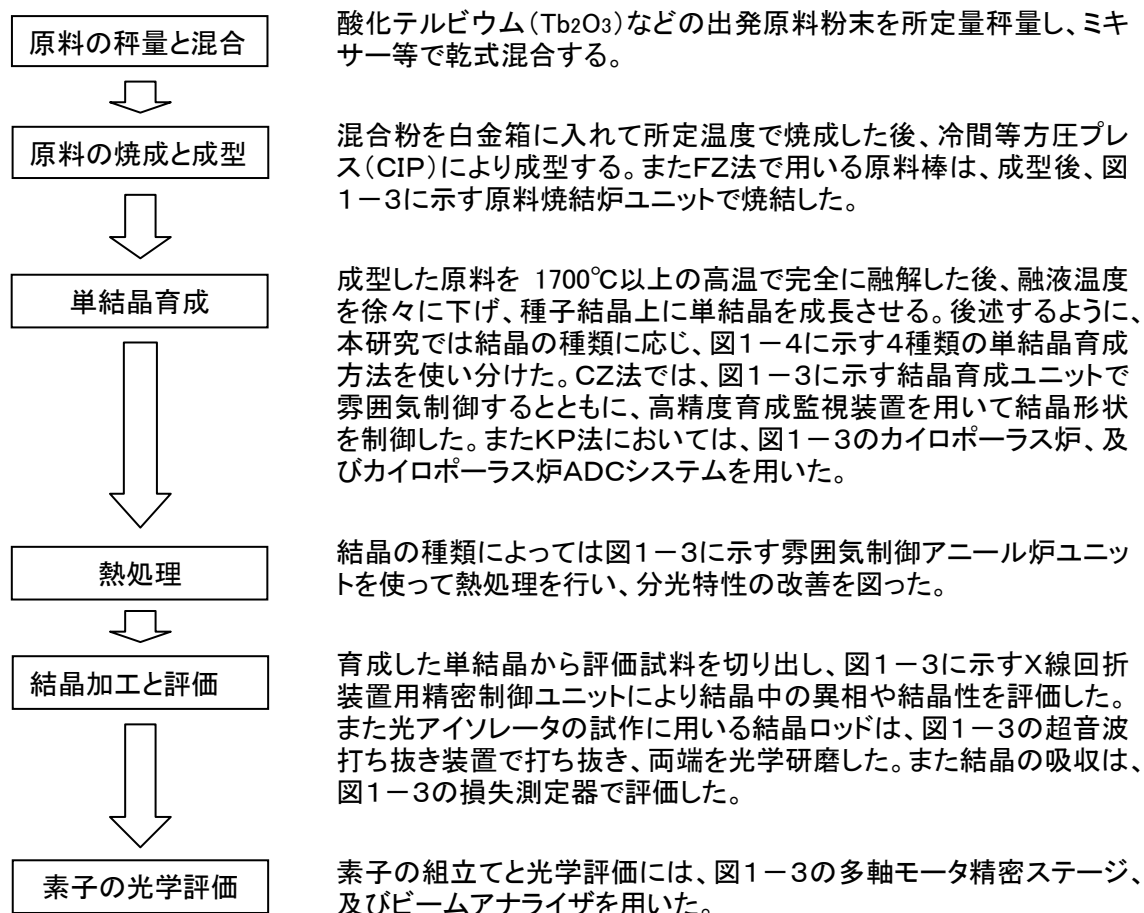


図1-2 試料作成工程

単結晶の育成方法は図1-4に示すように、高周波誘導加熱によるチョクラルスキー法(CZ法と略す)、赤外線集光加熱による浮遊帯域溶融法(FZ法と略す)、坩堝内に設置したダイのスリットを毛細管現象で上昇した融液をダイ上端で結晶化させるEFG法(Edge-defined Film-fed Growth)、抵抗加熱によるカイロポーラス法(KP法と略す)の4種類を、結晶材質に合わせて用いた。CZ法は大型で良質の単結晶を育成するのに適した方法であるが、坩堝からの不純物汚染の可能性がある。一方、FZ法は坩堝を必要とせず高融点材料が育成可能であるが、表面張力だけで溶融帯を支えるので結晶サイズに限界がある。さらにEFG法は、ダイで規定される任意形状の結晶を容易に作成できるメリットがある。またKP法は低温度勾配の融液中で準平衡状態のまま結晶成長させる方法であり、内部歪みの少ない均質な大型結晶を育成するのに適している。



原料焼結炉ユニット



結晶育成ユニット



高精度育成監視ユニット



カイロポーラス炉、及び  
カイロポーラス炉ADCシステム



雰囲気制御アニール炉ユニット



超音波打ち抜き装置



X線回折装置用精密制御ユニット



損失測定器



多軸モータ精密ステージ



ビームアナライザ

図1-3 本研究で用いた試料の作成・評価用装置類

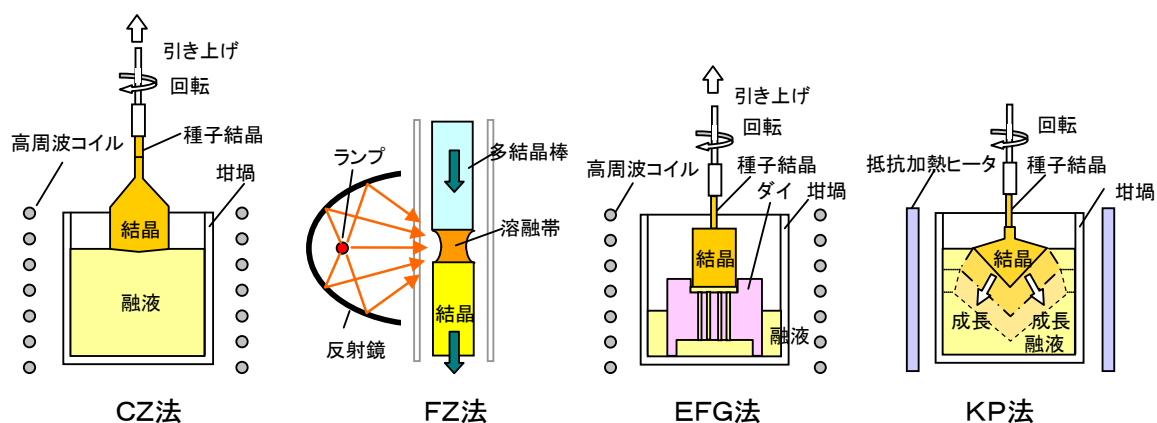


図1-4 本研究で用いた単結晶育成方法

### (3) 研究結果

#### (3-1) 新ファラデー回転材料の探索結果

ベルデ定数がTGGよりも大きくなる可能性がある材料系の結晶化を試み、最終的に以下の4種類の新材料を見出した。表1-1に示す。消光比や結晶サイズは、開発初期と大型化・均質化した最新の値を併記した。なお結晶の外観写真は開発当初のものであるが、相互の比較のために縮尺を合わせた。

表1-1 開発した4種の新材料

\* 注: 下段太字は最新の値

材料名	結晶系	育成方法	ベルデ定数 (@1064nm)	育成した結晶の典型例		
				消光比	サイズ	外観(開発初期)
結晶A	立方晶	CZ法	50 rad/T/m (TGGの1.25倍)	>30dB	φ15x15mm	
結晶B	立方晶	CZ法	50 rad/T/m (TGGの1.25倍)	>20dB ↓ <b>&gt;40dB*</b>	φ20x20mm ↓ <b>φ50x80mm*</b>	
結晶C	正方晶	FZ法 CZ法 EFG法	60 rad/T/m (TGGの1.5倍)	>20dB ↓ <b>&gt;30dB*</b>	φ3x15mm ↓ <b>φ12x30mm*</b>	
結晶D	立方晶	KP法	60 rad/T/m (TGGの1.5倍)	>30dB	結晶クラック (10x10x20mm)	

結晶Aは、イリジウム坩堝を用いた高周波誘導加熱のチョコラルスキー法(CZ法)で育成した。φ15x15mmのクラックフリーの結晶が得られたが、結晶下部は乳白色に白濁し、微細な包含物が見られた。結晶上部から3x3x5mmの評価用サンプルを切り出し、図1-3に示した多軸モータ精密ステージを使って、ベルデ定数と消光比の入射偏光角依存性を測定した。結果を図1-5(1)に示す。ベルデ定数は50 rad/T/mと、TGGの1.25倍であり、消光比も30dB以上であった。

結晶Bも、結晶Aと同様のCZ法で育成した。サイズはφ20x20mmと大きいですが、表面に浅いクラックが数本あり、また結晶の中心部にはコアと思われる強い歪みが認められた。ベルデ定数は結晶Aと同じ50 rad/T/mであるが、消光比は~20dBとやや低かった。これは結晶育成条件がまだ最適化されていないため、結晶性が低いことが原因と思われる。

結晶Cは融点が1800°C前後と高い事が予想されたため、坩堝が不要な浮遊帯域溶融法(FZ法)で育成した。結晶はφ3x15mmと小さく、茶色に着色していた。結晶性の良さそうな部分からサンプルを切り出し評価したところ、図1-5(3)に示すように60rad/T/mとTGGの1.5倍のベルデ定数を有していた。消光比は>20dBとまだ不十分なレベルであり、結晶性の改善が必要である。

結晶Dは融点が2000°C以上と高いため、タングステン(W)坩堝を用いるカイロポーラス法(KP法)で育成した。結晶は黒色に着色し、全体に大きくクラックが入っていたが、熱処理により透明化した。サンプルを切り出し評価したところ、図1-5(4)に示すようにベルデ定数は60rad/T/m、また消光比も>30dBと、ファラデー回転材料として極めて有望な値であった。ベルデ定数は結晶Cと同じであるが、結晶Dは立方晶のため光学的に等方的であることが有利な点である。

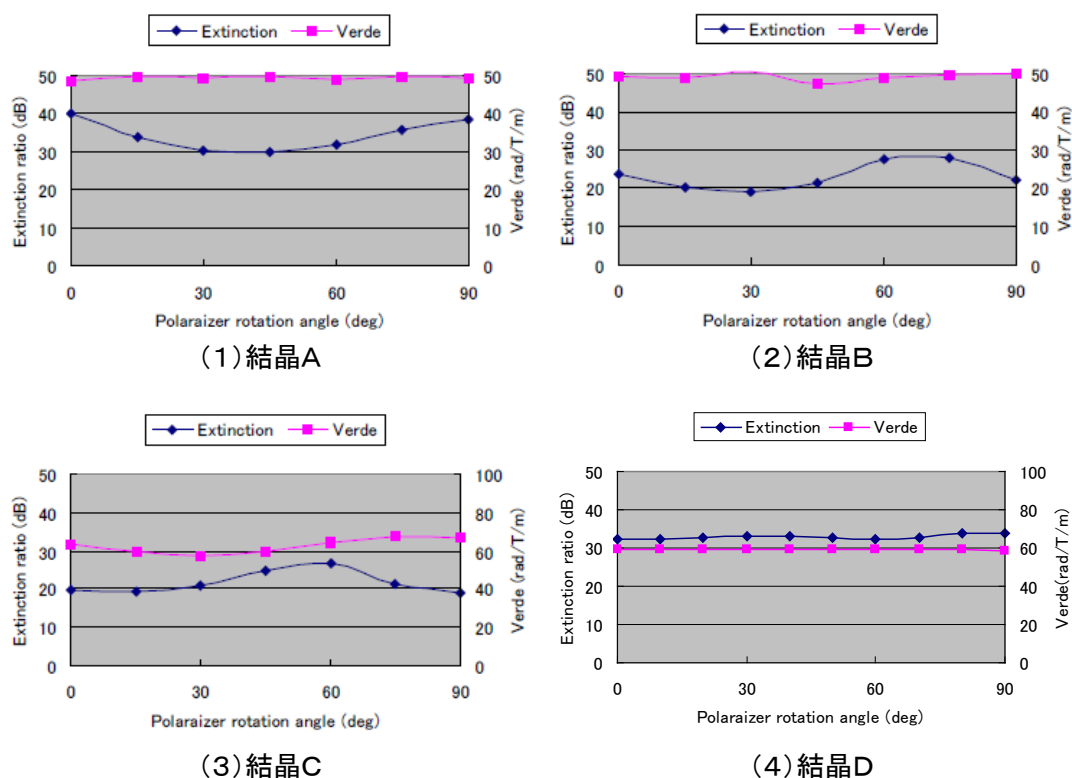


図1-5 開発した新ファラデー回転材料のベルデ定数と消光比

### (3-2) 結晶Bの大型化と均質化

図1-6に、H22年度、H23年度に育成した結晶Bの外観写真を示す。

H21年度の開発当初は、結晶直胴部で $\phi 20 \times 20 \text{mmL}$ のサイズであり、結晶表面に浅いクラックが入っていた。また成長界面が下に凸で、炉の温度勾配が強すぎることが推察された。このためH22年度には $\phi 80$ の大型坩堝を用い、坩堝上部の保温を強化して縦方向の炉内温度勾配を弱める対策を施した。その結果、結晶は $\phi 40 \times 60 \text{mmL}$ に大型化し、結晶胴部はクラックフリーとなった。しかし増径部 $10 \sim 15 \text{mm} \phi$ の段階で結晶径が変動しており、この部分では結晶内部にクラックが認められた。

H23年度は、さらなる大型化と均質化を目指して、以下の2点を対策した。

①種子結晶をYAGから結晶Bへ変更：H21年度、及びH22年度は、種子結晶としてYAGを代用した。このため、YAGと結晶Bの格子定数の違いから、種子付け界面付近に歪みが入り、これが増径部のクラックを引き起こした可能性がある。そこでH22年度に育成した結晶Bの胴部から種子結晶を切り出し、これをH23年度の結晶育成に用いた。

②高精度育成監視装置の導入：H22年度の結晶において増径部で径変動があり、これがクラックのトリガーになった可能性があることから、結晶径を精度良く制御するため題記の高精度育成監視装置を導入した。この装置を用いることで、径変動の無い結晶を育成する事が可能となった。

以上の対策の結果、図1-6で示した $\phi 50 \times 80 \text{mmL}$ の結晶が得られ、結晶全体にわたり完全クラックフリーであった。これは現状のTGG結晶よりも大きく、結晶BがTGGと同等以上の生産性を有している事を示している。

結晶の大型化は、同時に結晶品質の向上ももたらす。図1-7に、H22年度に育成した結晶、及びH23年度に育成した結晶の、ベルデ定数と消光比の入射偏光依存性(左図)と、評価試料断面における消光比分布(右図)を示す。消光比は、H21年度の開発当初は20dB程度であったが、H22年度には $\sim 35 \text{dB}$ 、H23年度には $\sim 40 \text{dB}$ と着実に改善した。また消光比分布を見ても、H23年度には $2 \text{mm} \times 2 \text{mm}$ の中心領域で30dB以上が確保されるなど、均質性の向上が確認された。

結晶Bの分光特性を、従来材であるTGGと比較して図1-8に示す。いずれの結晶も、500nm付近にTbに起因すると思われる吸収があるが、それ以外は1500nm付近まで透明である。



図1-6 結晶Bの大型化

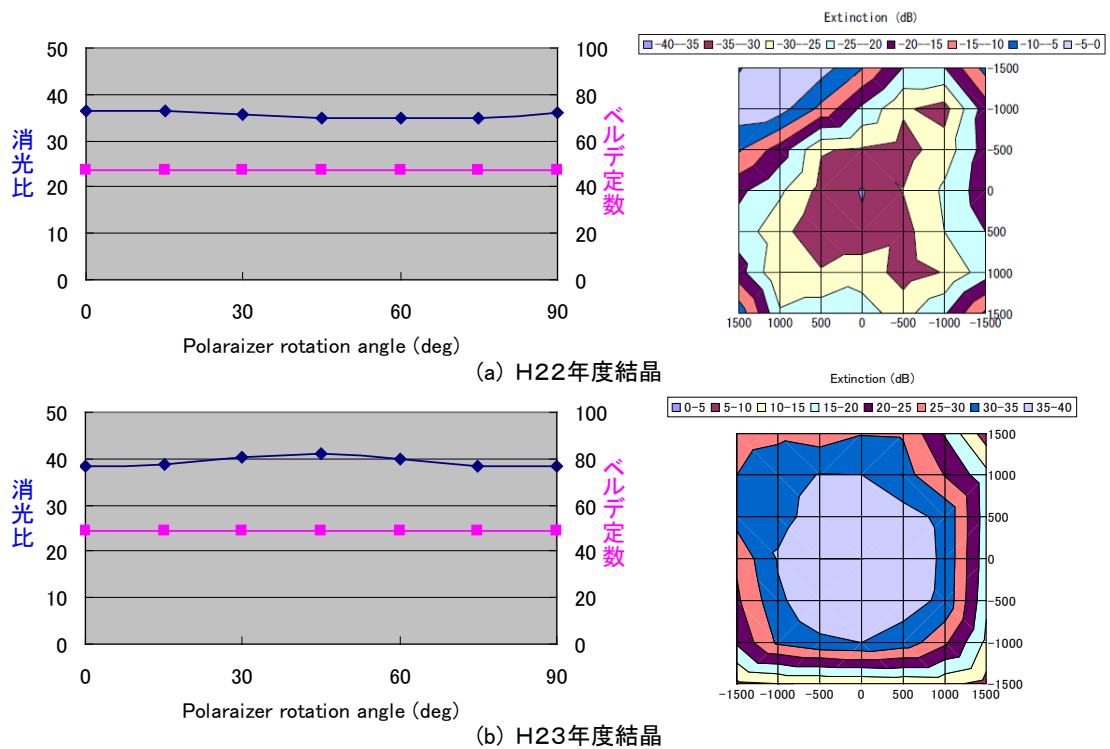


図1-7 大型化した結晶Dのベルデ定数と消光比(左図)、及び消光比分布(右図)

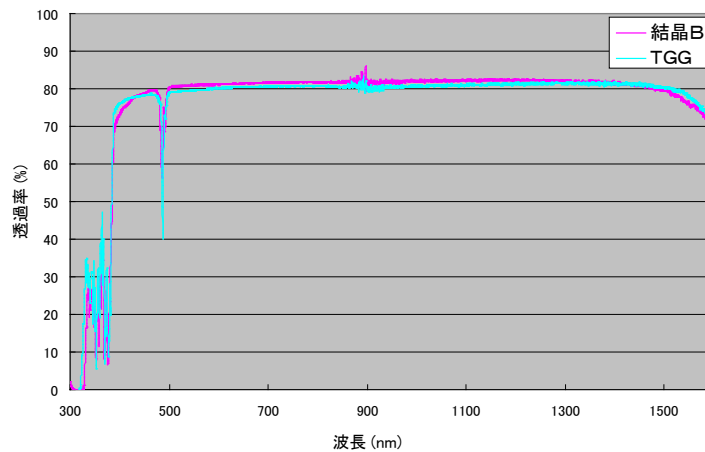


図1-8 TGG及び結晶Bの分光特性

結晶Bの特性で、ベルデ定数以外に注目すべき点は、そのレーザー耐性の高さである。加工用途ではハイパワーのファイバーレーザが用いられるが、この時、光アイソレータのファラデー回転材料(現状ではTGG)がレーザー光を吸収して高熱になり、素子内に屈折率分布が生じる「熱レンズ効果」でレーザービームの形状が崩れることが、実用上大きな問題になっている。

熱レンズ効果の生成には、結晶が光を吸収して熱が発生する過程と、発生した熱が熱伝導で散逸する過程とが関与している。すなわち光吸収による発熱と、熱伝導による冷却とのバランスにより、熱レンズ効果の大小(起こり易さ)が決まってくる。こうした熱レンズ効果の起きやすさを評価する手法としてPCI法(Photothermal Common-path Interferometry)が知られており、我々もこのPCI法による新ファラデー回転材料の評価を試みた。

測定系の概念を図1-9に、実際の測定装置を図1-10に示す。波長 1064nm のレーザー光で熱レンズ効果を引き起こし、その影響により生じる波長 633nm のプローブ光のビーム広がりを検出するものである。PCI法による測定値は

$$\text{PCI測定値} \propto (\text{光吸収係数} / \text{熱伝導度}) \times (\text{dn/dT})$$

となる。ここで dn/dT は、屈折率の温度係数である。PCI測定値が小さいほど、熱レンズ効果は起こりにくく、ファラデー回転材料として好ましいという事になる。

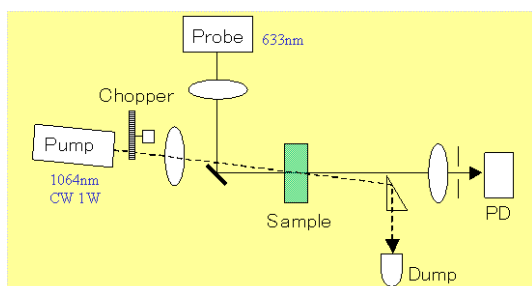


図1-9 PCI法の概念図



図1-10 PCI法の測定装置

結晶A、結晶B、結晶C、及び従来材のTGGをそれぞれ数試料ずつPCI法で測定した。測定結果の一部を図1-11に示す。注目すべきは、結晶Bが従来材のTGGに比べて20~25%低いPCI測定値を示していることである。結晶Bで熱レンズ効果が小さい理由が、材料の光吸収が少ないためなのか、それとも熱伝導が大きいためかは、この測定だけでは判別できないが、結晶Bが従来材のTGGに比べ、特に高出力レーザー用途で優位に立つ材料であることは明らかである。

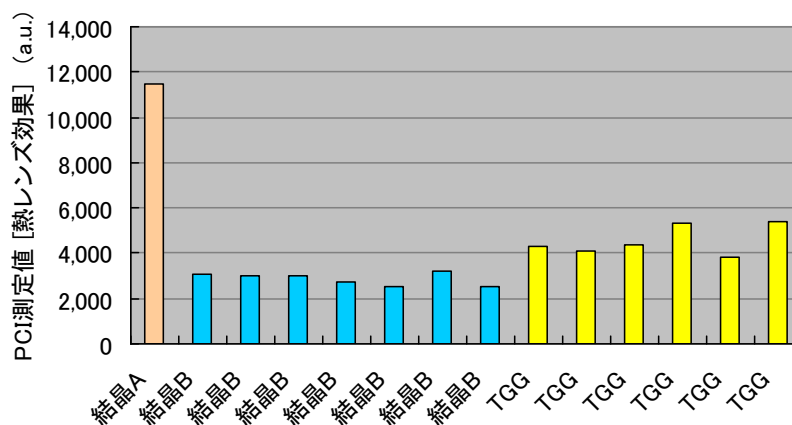


図1-11 PCI法によるファラデー回転材料の評価結果



## 【1-2】高性能光アイソレータ素子の製品開発

### (1) 開発目的

本研究で開発したファラデー回転材料を使って、微細加工用途の高出力ファイバーレーザに適した小型光アイソレータを開発する。目標サイズは従来比 1/2 以下である。

### (2) 開発方針

光アイソレータは、偏光依存型と偏光無依存型とに分類される(図2-1)。偏光依存型はPBS(偏光ビームスプリッタ)などの偏光子(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 $45^\circ$ 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。偏光依存型光アイソレータでは、レーザーの偏光方向をポラライザーの偏光方向に一致させる必要がある、あるいはレーザーの出射光のうち、ポラライザーの偏光方向に一致した成分だけを通す(利用する)事ができる。

これに対し偏光無依存型はビームディスプレーサの複屈折性を利用するものであり、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 $45^\circ$ 回転させた後、 $\lambda/2$ 板、第2のビームディスプレーサ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伝播するために、入力側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。ビームディスプレーサとしては、 $\text{YVO}_4$ などの複屈折結晶が用いられる。偏光無依存型光アイソレータは入射レーザーの偏光方向に制約が無く、利便性が高い。

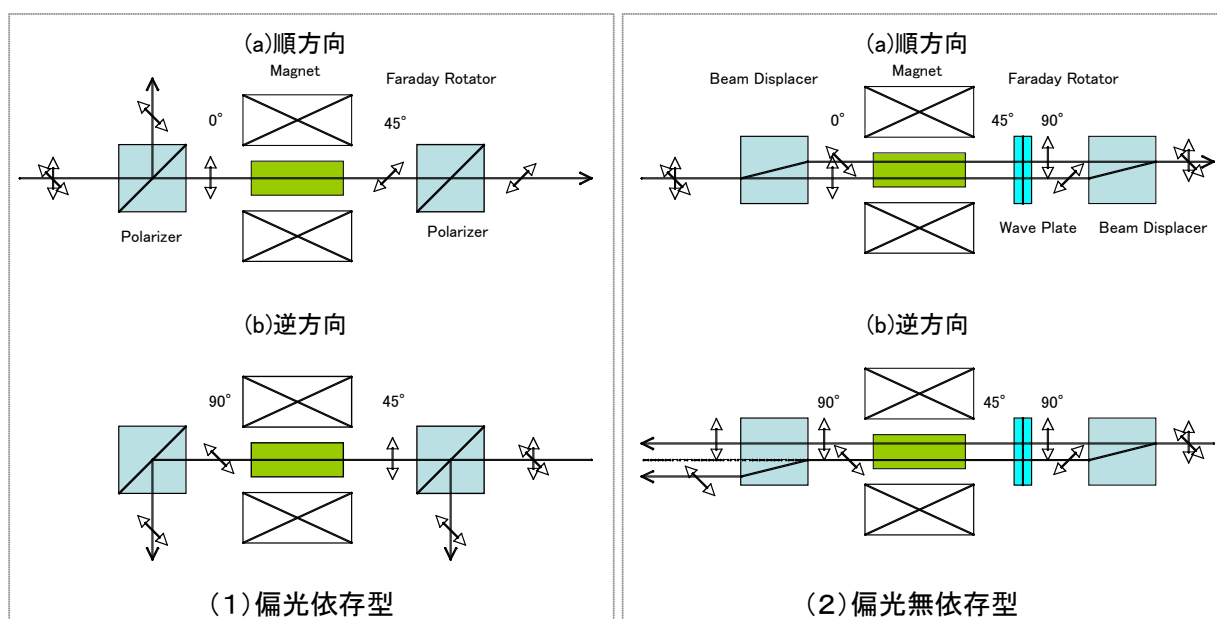


図2-1 光アイソレータの種類と構造

### (3) 磁石設計

最初にファラデー回転材料としてTGGを想定し、従来の設計で光アイソレータのサイズを見積もった。レーザー加工で一般的な波長 1064nm 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、コストを決める主たる要因となり、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な課題となる。

磁石材料として残留磁束密度 1.38T の NdFeB 系 42H 材を想定し、長さ 20mm のTGG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、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2-2(1)に示すようにサイズが  $\phi 110 \times 60$ mm (570cc) と非常に大きなものとなる。

そこで次に3個の円筒型磁石を用い、磁石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が挿入される中心の円筒型磁石を長さ 20mm とし、ファラデー回転角が 45° になる磁石外径を計算すると、従来型に比べ約 1/6 のサイズ ( $\phi 40 \times 78$ mm) が可能である事がわかった。

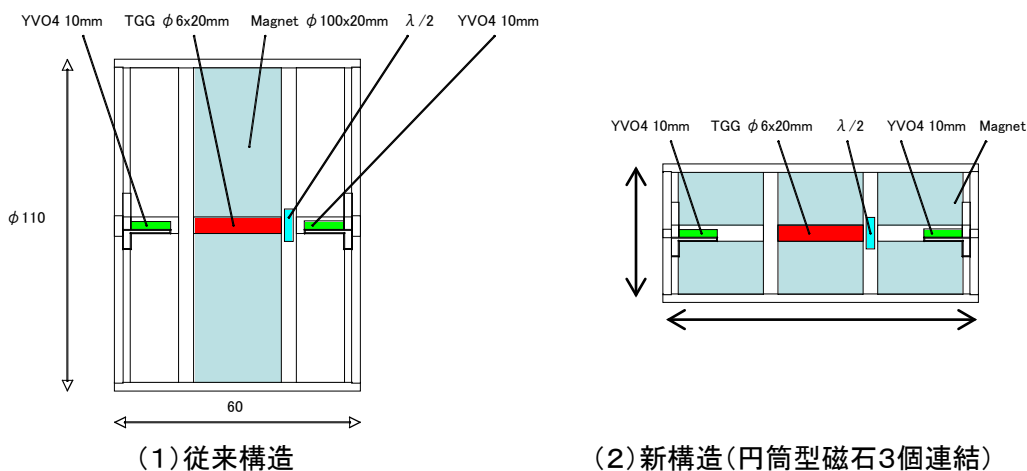


図2-2 磁石構造の最適化による光アイソレータの小型化 (偏光無依存型)

### (4) 偏光依存型光アイソレータの試作と評価

ファラデー回転材料としてTGGを使った偏光依存型の光アイソレータを、実際に試作した。試作工程を、図2-3に示す。3個の円筒型磁石を連結した磁石組立体の中心軸上にファラデー回転材料を挿入して、ファラデー回転子組立体とする。さらに、そのファラデー回転子組立体の両端に偏光子組立体を取り付け、台座を付けると光アイソレータの完成である。

試作では3個連結のうち中央の円筒型磁石に1個のファラデー回転材料を挿入するタイプⅠと、両端の円筒型磁石にそれぞれ1個(計2個)のファラデー回転材料を挿入するタイプⅡの2種類を検討した。タイプⅠの磁石外径は50mmであるが、タイプⅡでは磁石外径を22mmとさらにスリム化することができる。

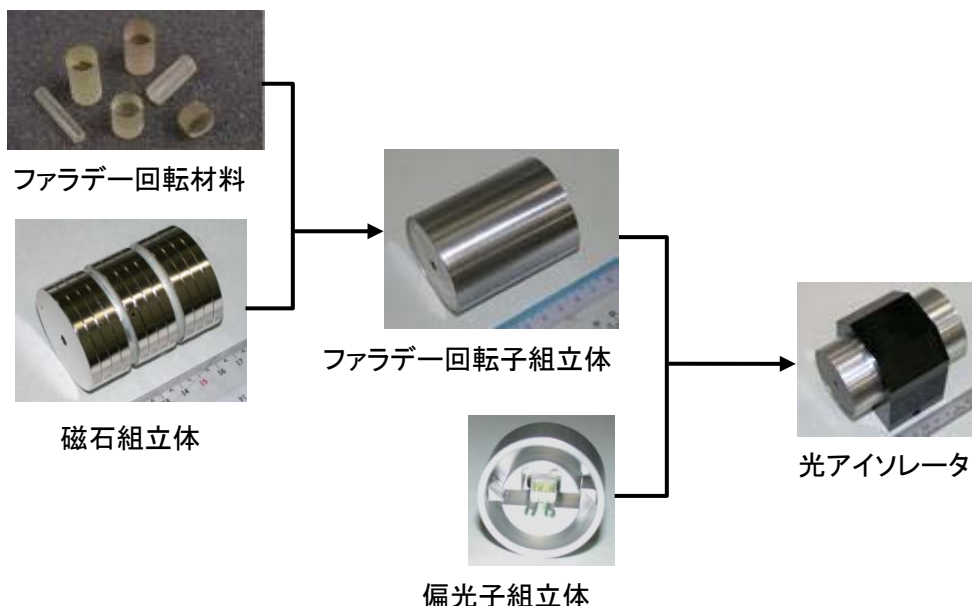


図2-3 光アイソレータ(偏光依存型)の試作工程

偏光子としてプリズム型のPBS(偏光ビームスプリッタ)と、プレート型偏光子の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の偏光子ホルダに接着固定した。PBSからの偏光分離光はダンパーを設け、ホルダ内部に反射させる構造となっている。PBSの組立写真を図2-4(1)に示す。

一方、プレート型偏光子は3 x 11 x 1mm<sup>t</sup>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2-4(2)に示す。



図2-4 偏光子組立体の外観

完成した光アイソレータを、図2-5に示す。ファラデー回転材料であるTGGを1個使うタイプ I と2個使うタイプ II の2種類、偏光子組立体としてPBSを使うタイプとプレート型偏光子を1枚使う Single と2枚使う Double の計3種類を組み合わせ、合計6種類の光アイソレータを試作した。PBS を使うものとプレート型偏光子1枚を使う Single とは同一サイズである。



図2-5 試作した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結果を、表2-1、表2-2に示す。プレート型偏光子を2枚使うDoubleタイプは、逆方向損失(アイソレーション)は高いものの、挿入損失も大きくなってしまふ。一方、PBSタイプやプレート型偏光子を1枚使う Single タイプは、挿入損失 0.2dB 以下、逆方向損失(アイソレーション)40dB 以上と、実用上十分な性能を示した。

表2-1 ファラデー回転材料を1個使ったタイプ I (φ54)のアイソレータ特性

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2-2 ファラデー回転材料を2個使ったタイプ II (φ26)のアイソレータ特性

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

ファラデー回転材料をTGGよりベルデ定数の大きな新材料に変えることで、光アイソレータをさらに小型化することが出来る。図2-6は、ファラデー回転材料を2個使うタイプⅡにおいて、結晶Bを使ったものとTGGを使ったものとを比較したものである。結晶Bを使った偏光依存型光アイソレータにおいて、 $\phi 22 \times 71 \text{mm}$  (27cc)の最小サイズを実現した。これは、図2-2(1)に示した従来型光アイソレータに比べると、実に1/20の小型化を達成したことになる。



図2-6 結晶Bを使った偏光依存型光アイソレータ  
(手前側。奥はTGGを使った試作品)

## (5)ファイバー結合型偏光無依存光アイソレータの試作

### (5-1)全体設計

前節までの検討で光アイソレータの小型化を達成したので、次により利便性の高い偏光無依存型光アイソレータの試作を行なった。さらに光の入出射を空間伝播でなく、光ファイバーに直接結合するタイプとした。光ファイバー結合型とすることで装置配置の自由度が高まり、例えば加工ヘッドの小型・軽量化が可能となるメリットが考えられる。

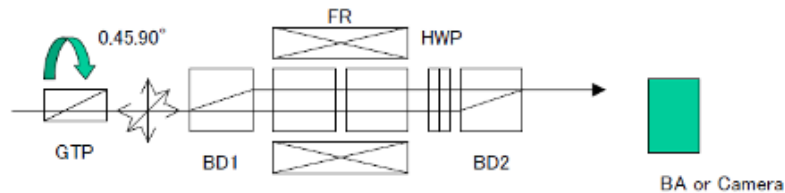
まず $\phi 18 - \phi 3.1 \times 15 \text{mm}$ の円筒型磁石を3個連結した磁石組立体において、結晶Bのファラデー回転子( $\phi 3 \times 15 \text{mm}$ )2個を両端の円筒型磁石中心軸に挿入してファラデー回転子組立体とする。偏光依存型ではこのファラデー回転子組立体の両端に偏光子を配置するが、偏光無依存型の場合は $\lambda/2$ 波長板、及びYVO<sub>4</sub>結晶を使ったビームディスプレーサを取り付けることになる。

以上で空間伝播型の偏光無依存光アイソレータとなるが、今回はこれに加えて両端に光ファイバーコリメータを取り付け、入出射光をシングルモード光ファイバーに結合する。さらに入射側のビームディスプレーサで分離される逆方向伝播光を光アイソレータ筐体内で減衰処理するため、内部にプリズムを備えた放熱ケースで全体を覆う構造とした。

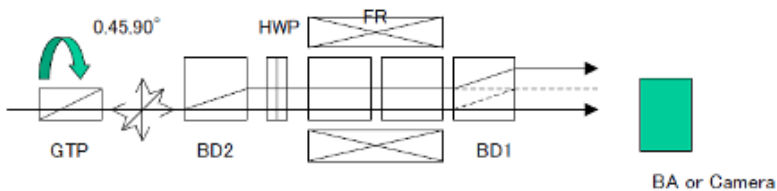
(5-2) 偏光無依存型光アイソレータの評価

偏光無依存型光アイソレータにおける光の伝播の仕方を、図2-7で説明する。最初に順方向入射のケースを考える。入射光はビームディスペーサ BD1 を伝播する間にその偏光成分に応じて分離される。すなわち  $0^\circ$  方向の偏光成分は直進し、 $90^\circ$  方向の偏光成分は光軸から遠ざかる方向に伝播する。ファラデー回転子 FR では、それぞれの偏光成分が磁界に対して右回りに  $45^\circ$  回転し、 $\lambda/2$  波長板 HWP でさらに  $45^\circ$  回転するので、もともと  $0^\circ$  方向の偏光成分は  $90^\circ$  方向へ、もともと  $90^\circ$  方向の偏光成分は  $0^\circ$  方向へと入れ替わる事になる。このためビームディスペーサ BD2 では、BD1 で分離された偏光成分が再び合波される方向に伝播する。

これに対して光が逆方向に入射する場合、ビームディスペーサ BD2 において分離された各偏光成分は、 $\lambda/2$  波長板で偏光方向を  $45^\circ$  回転するが、次のファラデー回転子 FR では磁場方向が逆になるので  $-45^\circ$  回転することになり、結局、偏光方向は元に戻ってしまう。このためビームディスペーサ BD1 で再び合波されることなく、順方向時の入射スポット位置から外れた両側に、それぞれ出射することになる。



(1) 順方向伝播の場合

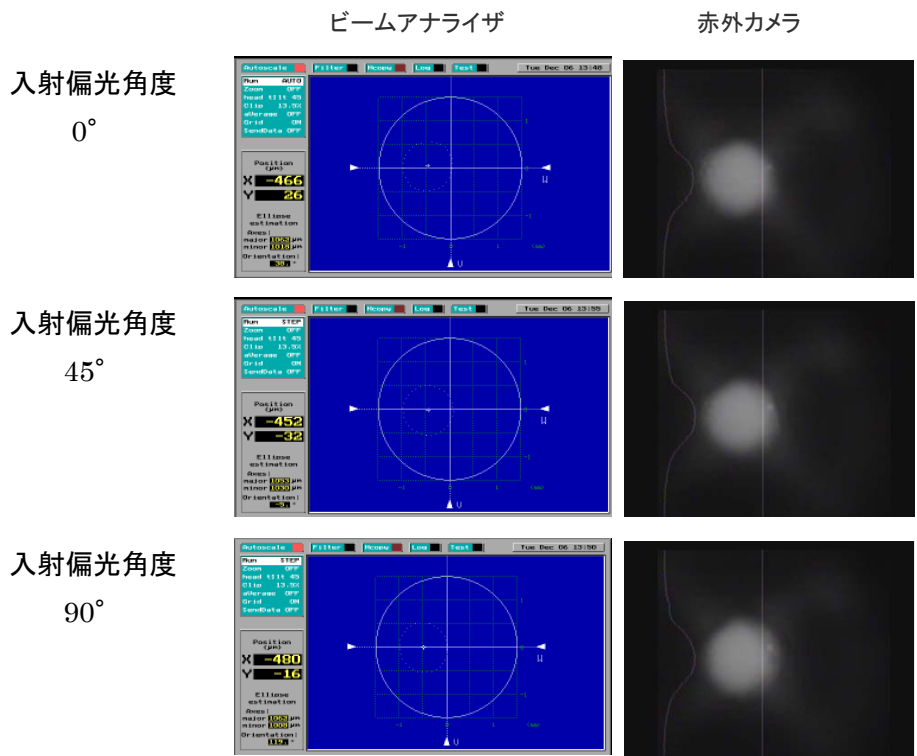


(2) 逆方向伝播の場合

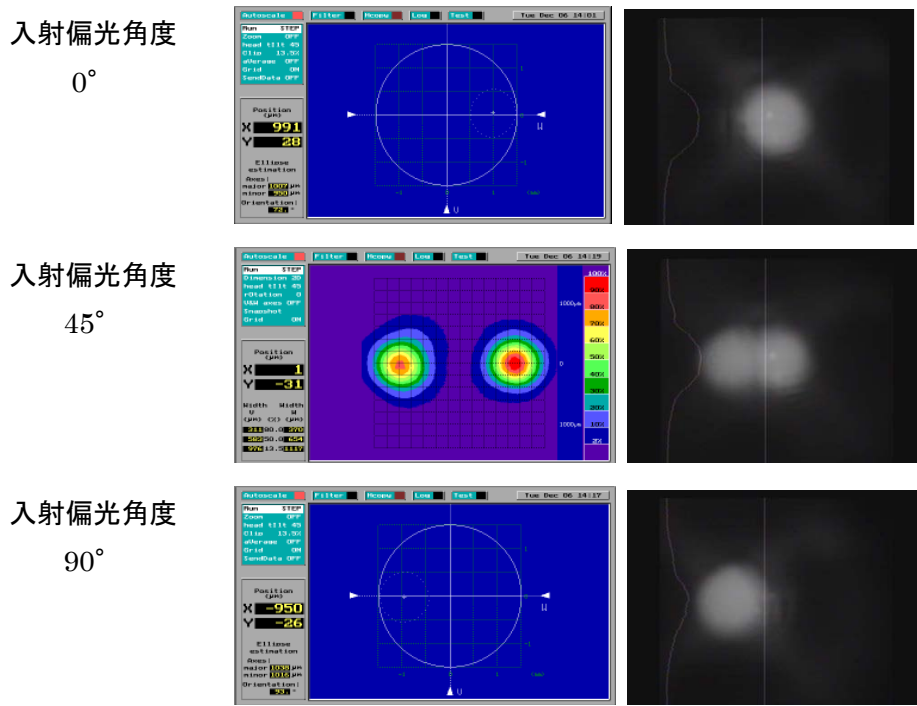
図2-7 偏光無依存型光アイソレータにおける光の伝播

ビームディスペーサとして複屈折結晶である YVO<sub>4</sub> を用い、そのビーム分離特性を評価した。図2-7の評価光学系においてGTP(グラントムソンプリズム)で入射偏光の角度を  $0^\circ$   $45^\circ$   $90^\circ$  と変え、その時の出射スポットの位置の変化を、ビームアナライザと赤外カメラを用いて観察した。その結果を、図2-8に(1)順方向の場合、(2)逆方向の場合について示す。

順方向では、入射光の偏光方向を変えても出射スポットの位置が変化せず、偏光無依存の特性が発揮されていることがわかる。これに対し逆方向の場合、入射偏光の角度によって出射スポットの位置が大きく変化し、順方向の入射スポット位置からそれぞれ外れた位置へ出射している



(1) 順方向入射の場合



(2) 逆方向入射の場合

図2-8 偏光無依存型光アイソレータにおける出射スポットの変化

### (5-3) 光ファイバー結合型偏光無依存光アイソレータの評価

次に 1064nm 帯シングルモード光ファイバーコリメータを作製した。非球面レンズ( $f$  2.5, 1060nmAR コート付き)鏡筒とコリメータパイプを、YAG レーザーで溶接固定する。次に光ファイバーの AR コート付フェルールをコリメータパイプに挿入し、光をレンズより出射させて、設計動作距離(WD)60mm の半分の位置に設置した全反射ミラーからの反射戻り光を光源側のカップラにて分離測定する。反射再結合パワーが最大となるようにフェルールの位置を調整した。

光ファイバーコリメータを取り付けた偏光無依存型光アイソレータの外観を図2-9に示す。この光アイソレータを、1064nmLD光源を用いて評価した。入射側ファイバーに偏波コントローラを挿入して、偏光を回転させた時の順方向の挿入損失は 0.89dB 以下であり、損失変動(PDL)は 0.04dB であった。一方、逆方向損失(アイソレーション)は波長依存性があり、1047nmに最大の 49dB となり、1064nm では 30dB であった。最大アイソレーションの波長が 1064nm からずれた理由は、組み立て時の調整を順方向で行ったために生じた誤差と思われる。



図2-9 光ファイバー結合型偏光無依存光アイソレータの外観

### (5-4) 放熱ケースの組み立てと評価

試作した光ファイバー結合型偏光無依存光アイソレータにおいて、逆方向の伝播光は入射側ビームディスペーサとコリメータのプリズムにより分離され、放熱ケース内で吸収させて熱に変換し、外部に光が出ない構造としている。放熱ケースでは分離光を反射ミラーで分岐させて、光軸方向に設けられた円筒状の穴の側壁で光を拡散吸収させる。



図2-10 放熱ケース付きの最終製品

放熱ケース内に設置したファイバー結合型偏光無依存光アイソレータに対し、10Wのファイバーレーザーを逆方向に入射した時の温度上昇を測定した。図2-11にレーザー動作時間に対するケース温度の測定結果を示す。入射パワーを上げるとケース温度は上昇するが、10W一定となつてからは約 58°C程度で飽和していることがわかる。

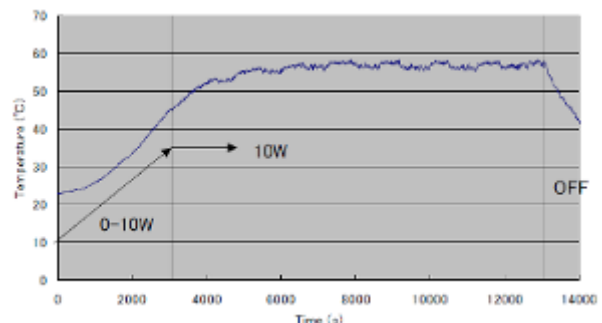


図2-11 逆方向入射時(10W)のケース温度上昇



## 2. 高効率化への対応

### 【2-1】高性能 TGG 単結晶の大型化と均質化

#### (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。

#### (2) 実験結果（平成21年度）

H21年度に育成した結晶を図3-1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3-2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。



図3-1 育成したTGG単結晶（H21年度）

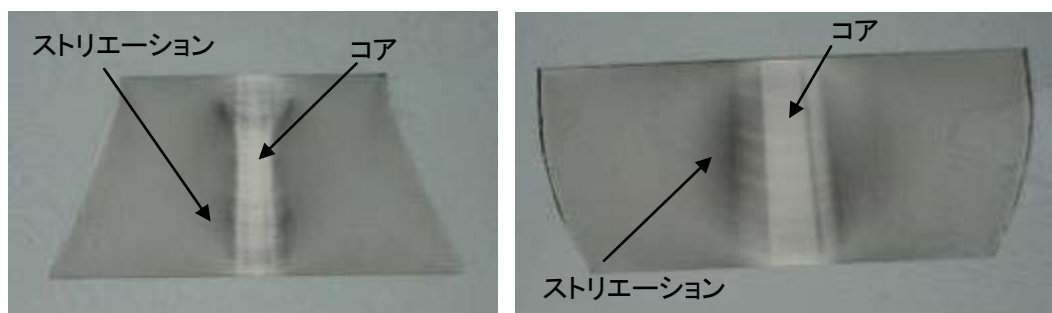


図3-2 クロスニコルで見た結晶内部の歪み

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、消光比を測定した。結果を図3-3、4に示す。透過損失<1dB、消光比>35dBと開発目標をクリアした。

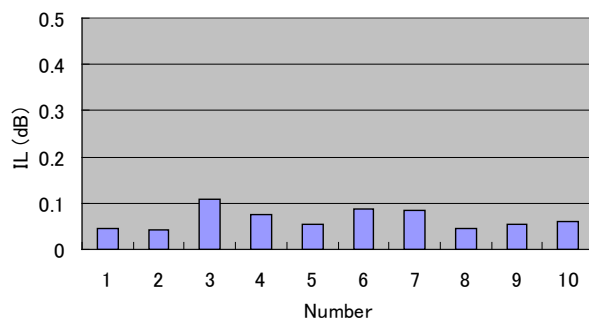


図3-3 TGGサンプルの透過損失 (N = 10)

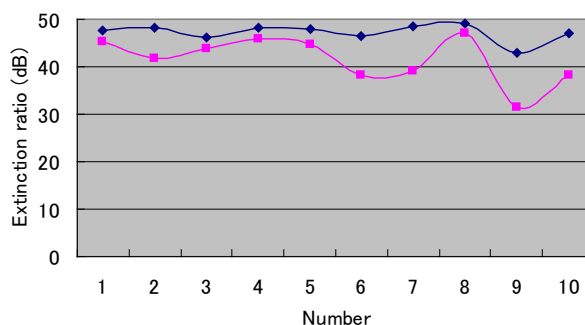


図3-4 TGGサンプルの消光比 (N = 10)

### (3) 結晶の大型化 (平成22年度)

H21年度に育成した結晶では胴部後半が螺旋状にねじれる現象が起き、これが結晶の長尺化を阻害していた。この現象は結晶の熱伝導が小さいために、成長界面で生じる凝固潜熱が上方に抜けないことが原因で起きたものと思われる。このため、H22年度は坩堝より上方の炉内保温構造を改造して縦方向の温度勾配を強めると共に、GGGなど他のガーネット結晶で実績のある特定の元素添加を試みた。

育成した結晶を、H21年度の結晶と比較して、図3-5に示す。極めて真直性の良いφ40x60mmの大型結晶がクラックフリーで得られた。添加元素の影響か結晶には若干の着色がみられたが、光アイソレータとして使われる波長1064nm付近での吸収は認められなかった。

H21年度 (φ27x40mm)



H22年度 (φ40x60mm)



図3-5 TGG結晶の大型化

## 【2-2】高精度加工・高耐性コーティングの開発（株式会社 大田光学研究所）

### (1)光学研磨

#### 1-1. 切断工程

材料となる結晶Bインゴットを製品サイズに切断する。切断工程において重要視されることは、エッジチッピングの発生であったが、切断機の設定条件である切断速度、薄刃切断砥石の刃先材料の形状及び材質の選定を行った結果、エッジチッピングの発生を最小限に抑える事が可能となった。その結果、実験当初200 $\mu$ m以上のチッピング不良が100 $\mu$ m未満になり、最終的には安定して80 $\mu$ m前後のチッピングにまで落ち着かせることに成功した。また、チッピング発生個数の減少にも繋がり、後工程への影響も極力抑えることが可能となった。

#### 1-2. 貼付・外郭加工工程

製品サイズが小さいことから、試料単体での加工は不可能である。専用工具に貼付け、外郭加工を実施する。

#### 1-3. 粗研磨工程

外郭加工の次工程は、粗研磨である。研磨工程専用の工具皿に試料を貼付け、ラップ盤片面研磨機にて粗研磨を実施する。表4-1はこれまで実験した結果の最良の設定条件である。

表4-1 粗研磨設定条件

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:800~1200)
定盤	石英
回転速度	20rpm以下
加工荷重	専用工具皿(Φ75、T=6)
加工時間	120min以上

#### 1-4. 一次研磨工程

粗研磨工程では、規格寸法の上限まで削りこむことを目的とし、一次研磨工程では、切断工程で発生したチッピング及び粗研磨工程で落としきれないチッピングを無くすことを目的として研磨を実施する。表4-2は粗研磨条件同様これまで実験した結果の最良の設定条件である。

表4-2 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:2000~3000)
定盤	パット LP-46
回転速度	15rpm未満
加工荷重	専用工具皿(Φ75、T=6)
加工時間	120min以上

## 1-5. 二次研磨工程

一次研磨工程完了後、定盤と研磨剤の種類を変更し、精密鏡面加工を実施する。表4-3は粗研磨条件同様、これまで実験した結果の最良の設定条件である。

表4-3 二次研磨設定条件

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
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

## (2) 研磨実験結果

結晶を研磨する上で、先ず初めに結晶の特性を理解しなければならない。結晶には、結晶軸というものが存在し、原子、分子が周期的に配列している。結晶軸により構造が異なり、熱変化による影響や硬度に違いが生じることは、各文献に記されている。研磨工程に移る前に、その結晶特有の性質を踏まえ、光学研磨方法を応用することで結晶に対応出来る最適な研磨方法を見出した。

以下に各検査項目における結果と考察を記す。

### 2-1. 面精度測定

試料形状の違いにより、面精度においては若干の違いが見られたが、全体的に一定の面精度を達成することに成功し、各試料における規格を充たすことに成功した。

また、研磨工程中における品物へのダメージ及び研磨完了後の熱変化による面精度の状況についても観測した。結果から述べると、研磨完了直後の面精度、研磨完了1日後の面精度に誤差は認められず、本研究では、結晶特有の熱による影響はほぼ無かったといえる。表4-4は、各試料条件における面精度の平均結果である。

表4-4 面精度の平均結果

面形状	面精度(平均値)	
	研磨面 A(wave)	研磨面 B(wave)
Φ3.0	0.072	0.075
1.75 × 1.75	0.062	0.064

### 2-2. 角度・平行度測定

外郭を作製する工程において、試料の条件の一つである角度付けを実施する。外郭工程完了後、角度を測定し、規格を充たしているか確認を行い、次工程に移る。その後の工程における角度不良は一切発生しておらず、試料全てが規格を達成した。表4-5は、各試料条件における角度・平行度の平均結果である。

表4-5 角度・平行度の平均結果

規格値		結果(平均値)	
角度	平行度	角度	平行度
93° ~96°	10 秒以内	94° 32''	6''
0.9° ~1.1°	0.1° 以内	1° 12''	0.1° 以内

### 2-3. 表面粗さ

表面粗さの課題は、時間が必要とされた。試行錯誤の結果、規格を充たすことが出来たが、粗研磨工程完了後の表面粗さの状態により、研磨工程の研磨時間が左右される状況であった。形状による表面粗さの違いは発生せず、結晶Bの材質特性に合った研磨方法の開発が要求された。表4-6は、表面粗さの平均結果である。

表4-6 表面粗さ平均結果

表面粗さ RMS (1 Å = 0.1nm)	
研磨面 A(平均値)	研磨面 B(平均値)
0.54	0.56

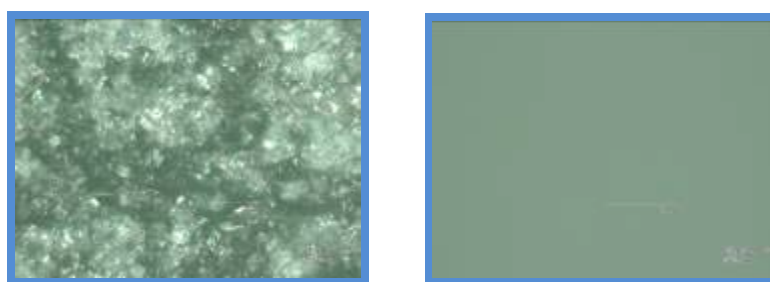


図4-1 表面の様子(左:切断後、右:二次研磨後)

### 2-4. 外観検査

本研究では、集光機を用いた目視検査及び顕微鏡を用いて検査を実施した。各工程完了後、簡易的な外観検査を行い、研磨表面のキズ、ピリ、カケ発生具合を確認した。

粗研磨工程完了後の外観結果では、実験当初やや濃い砂目が残っており、キズ等の状況確認が困難であったが、砂の番手を変更することにより、研磨設定時間における減耗量の確保と、外観の両立を達成した。

一次研磨工程完了後の外観結果では、粗研磨工程との違いとして定盤が変更され、より鏡面に近い状態となった。これは、定盤をガラスからパットに変更し、より表面が滑らかに加工出来たことが考えられる。通常、定盤がパットで研磨剤が砂という組み合わせは行わないが、本研究で新たな試みということで実施した方法である。キズの状態は、砂の番手から推測できる状態であった。

二次研磨工程では、パットの種類、研磨剤を砂からセリウム系の研磨剤に変更し、鏡面加工を行った。前工程までは、予想していた減耗量が設定時間に得られたが、この工程ではそれに反し、鏡面加工における設定条件の改良に手間取った。実験を進めていくに連れ、荷重等により減耗量の改善がみられ、表面のキズ、ピリ、カケの除去にも繋がった。また、この工程において、新たな

キズの混入、ピリ、カケの発生は見当たらず、外観規格の条件を充たすことに成功した。

表4-7は各工程後のピリ、カケの状態(大きさの最大値)である。

表4-7 各工程後のピリ、カケ状態(左:一次研磨、右:二次研磨)

面形状	ピリ・カケ Max 平均値(単位:um)		面形状	ピリ・カケ Max 平均値(単位:um)	
	A面	B面		A面	B面
Φ3	87	89	Φ3	55	57
1.75×1.75	86	87	1.75×1.75	53	52

### (3)成膜

本研究では、真空蒸着法の一つである電子ビーム蒸着式に加え、イオン・アシストの技術を用い成膜を実施した。成膜における最大の目的は、反射率の規格を達成させることであるが、他に成膜密着性、耐摩擦性、化学的安定性といった要点を重要視し、様々な環境特に温度・湿度に耐えられる成膜特性を充たすことである。

比較的高い屈折率を有する結晶Bにおいては、一般的な光学ガラスに比べ反射ロスが高く、ARコート(反射防止膜)を実現させる為には、先ず蒸着材料の選定が必要とされる。屈折率が高い蒸着材と屈折率がそれほど高くない蒸着材をある特定の比率で交互に成膜することにより、限りなく反射ロスを防いだ成膜を開発した。

#### 3-1. 真空蒸着装置構成

本研究で使用する蒸着装置は、河合光学株式会社製 KCV800 型である。真空蒸着装置の構成は、物質を加熱して蒸発させる蒸発源、装置内空間における残留ガスや蒸発分子が衝突することにより発生する酸化等を防ぐための真空空間、さらに膜密着性、緻密性を充たすためのイオンプレーティングの一種であるイオン・アシスト、これら環境が揃うことにより、飛来してきた分子で表面に膜を形成し、その機能を発揮させる基盤である。表4-8は、真空蒸着装置の仕様であり、図4-2は真空蒸着装置の外観・概念図である。

表4-8 KVC800(河合光学株式会社製)仕様

真空室の大きさ	Φ820 × 1000H
基盤ドーム	Φ700 (基盤回転モーター駆動式)
蒸着方法	シングル水晶式膜厚計による自動蒸着
モニター機構	水晶膜厚計とコンピュータ連動機構
蒸発源	電子銃 (1基)
イオン源	KIG-2 (アルゴンガス)
高真空排気系	ULVAC クライオポンプ
	SHINKO メカニカルブースターポンプ
	MARUYAMA 油回転真空ポンプ
	PolyCold ポリコールド
到達圧力	24時間以内に $8.0 \times 10^{-4}$ Pa 以下
排気時間	$5.0 \times 10^{-3}$ Pa まで約 30分以内

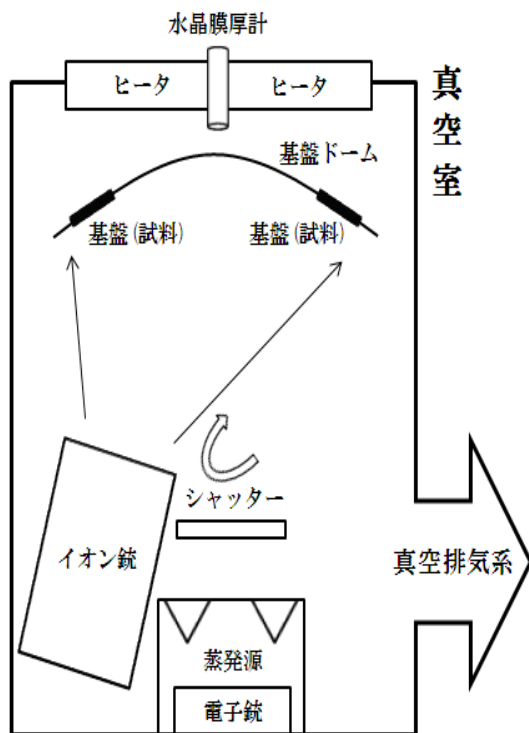


図4-2 イオンビームアシスト蒸着の概念図と真空蒸着装置外観

### 3-2. 成膜物質

比較的高い屈折率を有する結晶Bにおいては、屈折率が低い蒸着材と屈折率が高い蒸着材を交互に成膜することで規格である高反射率を達成出来ることがシミュレーションの段階で予想が出来た。

高反射率規格を充たす為に、幾つかの蒸着材料を候補にあげ、本研究での蒸着材料は、低屈折率材料としてSiO<sub>2</sub>、高屈折材料としてTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を選定した。蒸着材料に関しては、蒸着材料のメーカーとして名高いドイツのメルク社製を一貫して使用した。

表4-9は、本研究で使用した蒸着材料の性質である。

表4-9 蒸着材料の性質

蒸着物質	メーカー	融点	沸点
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MERCK	3290K(3017°C)	5731K(5458°C)
SiO <sub>2</sub>	MERCK	1650°C	2230°C

### 3-3. 分光光度計

成膜された基盤(試料)の反射率の測定は、日立ハイテック社製「U-4100」分光光度計を用いて評価を行なった。表4-10は、分光光度計の仕様である。

表4-10 U-4100(分光光度計)仕様

試料室	室内寸法: 480×470×200 光束距離: 200mm
設定可能波長範囲	175nm～3300nm
測定可能波長範囲	240nm～2600nm
波長表示	0.01nm 単位
波長正確さ	紫外/可視域: ±0.2nm
	近赤外域: ±0.1nm
光源	紫外域: 重水素ランプ
	可視/近赤外域: 50W ハロゲンランプ
測光方式	ダブルビーム直接比率測光方式
測定モード	吸光度(Abs)、透過率(%T)、反射率(%R)

#### (4)成膜実験結果

一般的に膜数を増やすことで、紫外領域、可視領域、赤外領域の各領域において高反射率の実現は容易となるが、各膜厚制御が難しくなる傾向にある。反射率を限りなく 0%に充たす高品質 AR コートを実現するためには、一般的に  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  の 2 種類を蒸着材料とする誘電体多層膜が用いられていることが各種論文に掲載されている。成膜方法では、電子ビーム蒸着法やイオンビームスパッタリング法等が挙げられるが、本研究では、電子ビーム蒸着法に加え、イオン・アシスト技術を応用して成膜を行った。

成膜された基盤の品質を正しく評価する為に、日立ハイテック社製の精度が高い分光光度計を使用して高品質な反射防止膜 (AR コート) を開発することに成功した。

規格を充たす成膜を設計する手順として、成膜シミュレーションソフトを使用して、膜設計を行った。蒸着材料を選定し、各膜層に成膜する物理膜厚数値をプログラムに入力し、シミュレートを実行すると、総膜数は 10 層となり、規格を充たす成膜を計画出来た。このシミュレート結果から、さらに  $\text{SiO}_2$  と  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  の比率を調整することで、総膜数を減らし、制御し易い且つ成膜時間の短縮を狙った成膜を開発することになり、実現可能となった。

##### 4-1. 成膜シミュレーション

成膜専用ソフトを活用することで規格の条件を充たす設計を行った。シミュレーションを行う条件として、低屈折率  $\text{SiO}_2$  と高屈折率  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  を交互に並べる構成とし、波長  $\lambda = 1064\text{nm}$  において反射率  $R \leq 0.2\%$  の規格に対し、波長  $\lambda = 1050\text{nm}$  から  $1080\text{nm}$  の範囲において、反射率  $R \leq 0.1\%$  となるように設計を行った。これは、真空状況及び環境の状況により波長の誤差が生じる事が予想される為、あらかじめ予想出来る波長範囲を計算した。

シミュレートの自動計算では、総膜数は 10 層となったが、各材料の比率を物理膜厚で計算することにより、最終的に総膜数は 2 層となった。

図4-3は、成膜シミュレーションのグラフであり、縦軸が反射率、横軸が波長である。



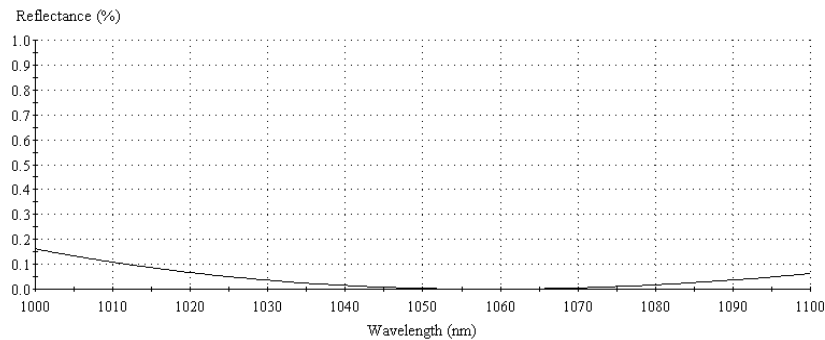


図4-3 成膜シミュレーション

#### 4-2. 成膜評価

結晶Bの特性により、高温による蒸着は不可能であった。加熱温度の上限は120°Cまでとの制約があり、結晶の特性を崩さないように蒸着を実施する為には、100°C前後の加熱温度が最適だと考えられ、低温における蒸着性能の向上を模索した。

一般的に成膜において高温による蒸着であれば、耐剥がれ性、耐密着性、耐摩擦性の精度は高まる傾向にある。本研究では、低温蒸着対策として、イオン・アシスト技術を用いることとした。イオンを基盤(試料)に照射しながら蒸着材を成膜することにより、各条件を充たす事が可能になることを予測した。この技術を取り入れ、低温蒸着を実施することとした。

成膜状態は、加熱温度90°Cの条件下で実施した結果が最良であった。スコッチテスト(テープテスト)においても膜の損傷は見受けられず、規格条件である反射率も達成出来た。低温蒸着における膜の強度という面で、耐剥がれ性の条件を充たす事が難題であったが、イオン・アシスト技術を応用し蒸着することで、この規格も充たす事が出来た。しかし、実験では、90°Cより低い低温領域においてイオン・アシスト技術を用いながら蒸着を試みたが、反射率の条件を充たせないことを確認した。これは、イオン・アシスト技術でも補うことの出来ない低温蒸着における危険要素である膜の密着性不足により起こったことが考えられる。

本研究では、イオン・アシスト技術を導入し、結晶特性を損傷させない加熱温度による問題を解決することで、結晶Bを蒸着することに成功した。さらに、反射率向上を目指す為には、蒸着材の選定、加熱温度の最適性、真空度の最適性等、様々な要素を煮詰めることが予想される。

表4-11は、加熱温度における反射率の結果である。

表4-11 各加熱温度における反射率

加熱温度	70°C	80°C	90°C	100°C
測定波長(λ)	1064nm	1064nm	1064nm	1064nm
反射率(R)	4.5%	0.8%	<0.2%	<0.2%

## 最終章 全体総括

本事業は当初の開発目標を完全に達成した。これまでの成果を、サブテーマ別にまとめる。

サブテーマ	研究目標	研究成果
【1-1】 新ファラデー回 転材料の開発と 製品化	<ul style="list-style-type: none"> <li>・TGG比 1.5 倍以上のベル デ定数</li> <li>・TGG比 1/2 以下の光吸収</li> <li>・TGGと同等以上の生産性</li> </ul>	<ol style="list-style-type: none"> <li>①ベルデ定数がTGGの 1.25 倍の新材料2種(結晶A、結 晶B)と、TGGの 1.5 倍の新材料2種(結晶C、結晶D) の開発に成功した。 [H21年度、H23年度]</li> <li>②PCI法による評価で、結晶BはTGGに比べて熱レンズ 効果が 20~25%小さいことを実証。高出力ファイバーレ ーザ用途での優位性を示した。 [H22年度]</li> <li>③開発した新材料の大型化・均質化を進めた結果、特に 結晶Bではφ50x80mm の大型化を達成し、TGGと同 等以上の生産性を実証した。 [H23年度]</li> </ol>
【1-2】 高性能アイソレ ータ素子の製品 開発	<ul style="list-style-type: none"> <li>・従来比 1/2 以下の重量及 び容積</li> <li>・高出力レーザー装置での動 作実証</li> </ul>	<ol style="list-style-type: none"> <li>①磁石構造やファラデー回転子の配置を最適化すること で、TGGを使った光アイソレータの体積を 570cc から 46cc へ小型化した。 [H21年度]</li> <li>②ファラデー回転子をTGGよりベルデ定数が大きい結晶 Bに変えることで、22cc への小型化に成功。従来の 1/20 以下のサイズとした。 [H22年度]</li> <li>③新たにファイバー結合型偏光無依存光アイソレータを 開発し、高出力レーザー耐性を実証した。 [H23年度]</li> </ol>
【2-1】 TGG単結晶の 高性能化	<ul style="list-style-type: none"> <li>・レーザー耐性 &gt;2MW/cm<sup>2</sup></li> <li>・低ロス化 &lt;1dB/cm</li> <li>・高消光比化 &gt;35dB</li> </ul> <ul style="list-style-type: none"> <li>・直胴長さ 60mm 以上</li> </ul>	<ol style="list-style-type: none"> <li>①イリジウム坩堝を使ったCZ法でクラックや介在物の無 い結晶が得られ、レーザー耐性、ロス、消光比などの特 性が目標をクリアした。 [H21年度]</li> <li>②温度勾配の急峻化、元素添加などによりφ40x60mm の大型化を達成した。 [H22年度]</li> <li>③事業化に向け、PR活動を開始した。 [H23年度]</li> </ol>
【2-2】 高精度加工・高 耐性コーティン グの開発  〔(株)大田光学 研究所〕	<ul style="list-style-type: none"> <li>・レーザー耐性 &gt;2MW/cm<sup>2</sup></li> <li>・反射ロス &lt;0.5%</li> </ul>	<ol style="list-style-type: none"> <li>①光アイソレータ用ファラデー回転材料の光学研磨にお ける製造条件を検討し、レーザー耐性 2MW/cm<sup>2</sup> を実現 する研磨精度を達成した。 [H21年度]</li> <li>②イオン・アシストを付与した電子ビーム蒸着により、反 射ロス&lt;0.2%の緻密かつ密着性の良い反射防止膜製 造条件を確立した。 [H22年度]</li> <li>③開発技術の再現性を確認すると共に、評価用サンプル の試作を行なった。 [H23年度]</li> </ol>

### 【今後の方針】

以上の成果を踏まえ、今後は新規ファラデー回転材料と小型高性能光アイソレータの事業化に向  
けて、生産技術の高度化と共に、顧客PR活動を強力に推進していく。