

## 欠陥制御育成による高機能光学単結晶

研究者：北村 健二 独立行政法人 物質・材料研究機構 フェロー  
開発企業：古川 保典 株式会社オキサイド 代表取締役社長  
(推薦者：岸 輝雄 独立行政法人 物質・材料研究機構 理事長)



北村 健二 氏



古川 保典 氏

### 1. 技術の背景

従来の育成法で製造したニオブ酸リチウム ( $\text{LiNbO}_3$ )、タンタル酸リチウム ( $\text{LiTaO}_3$ ) 単結晶は多量の欠陥を含み、多くの特性はその欠陥の存在に強く影響されていた。このことが光通信素子の高速化、レーザー光の波長変換など、光技術への応用に限界をもたらしていたため、次世代の大容量超高速光通信や光情報処理などのレーザー光応用分野では、低欠陥量で特性が大幅に改善された単結晶が望まれていた。

### 2. 技術の概要

ニオブ酸リチウムとタンタル酸リチウムの単結晶は、本来強誘電体として優れた光機能特性を持っているが、従来から市販されている結晶には不定比欠陥 (ニオブやタンタル成分が過剰に含まれることで生じる欠陥) が数%に至るほど多量に含まれているため、十分に機能を発揮することができなかった。これ

は、均一な単結晶を育成するためにどうしてもニオブやタンタル成分を過剰にしなければならないという、従来の単結晶育成法そのものの問題である。

物質・材料研究機構は、欠陥を低減するために、原料を全自動で連続供給しながら単結晶を育成する新たな単結晶育成法（二重るつぼ法）を開発した。

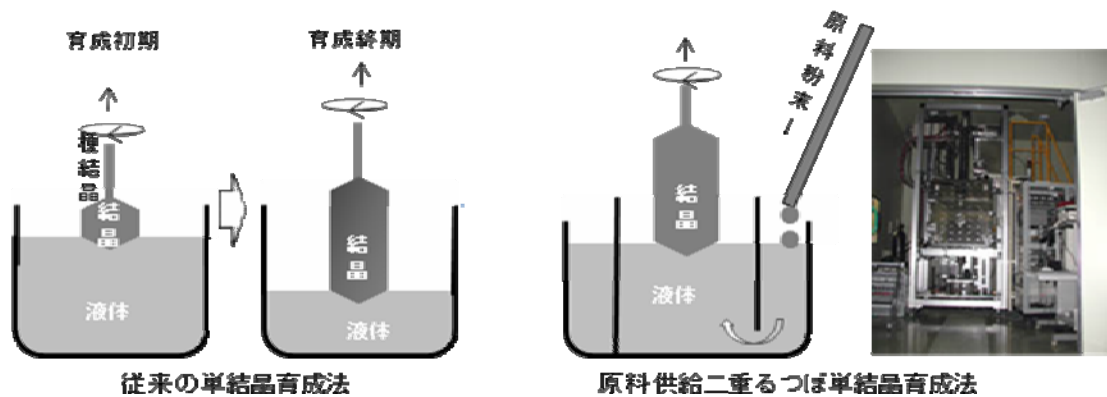


図 1 . 従来の単結晶育成法(回転引上げ法) 図 2 . 原料供給を備えた二重るつぼ法

図 1 に従来の単結晶育成法を示す。この方法は、原料を容器（るつぼ）に入れて高温で融かした後そこに種結晶を浸し、全体の温度を少しずつ冷やしながら種結晶を回転しつつ引き上げるもので、半導体用シリコンの大型単結晶育成にも利用されている一般的な方法である。しかしこの方法で単結晶を育成する場合、育成とともに融液の量は減少し、温度も徐々に下げなくてはならないなど、一定の環境で育成することはできない。また、ニオブ酸リチウムとタンタル酸リチウムの単結晶を育成する場合は、育成する結晶の組成と融液の組成が一致（一致溶解組成）しないと、均一な組成の単結晶が育成できないという制約もある。この一致溶解組成はニオブあるいはタンタル成分が過剰な組成であり、この過剰のニオブやタンタルが結晶中に多量の欠陥（不定比欠陥）をもたらしている。

研究者の北村氏らは、この不定比欠陥量を低減するには、リチウムを過剰に含む融液から定比に近い組成（Li:Nb や Li:Ta 比が 1 に近い組成）の単結晶を育成すればよいことを明らかにしたが、従来の方法で均一な組成の単結晶を育

成することは不可能に近い。そこで、図2に示すような原料の連続供給を伴う二重るつぼ法を開発した。そこでは、単結晶は内側るつぼから成長し、成長している単結晶と同じ組成、同じ量の原料粉末が全自動供給装置から外側るつぼに連続的に供給される。これによつてるつぼ内の融液量は一定に保たれ、育成される結晶と融液の組成が異なっても均一な定比組成の単結晶を育成することができるようになった。その結果、従来の材料よりも欠陥密度が1～2桁以上低く、3～4インチ径の大型サイズの単結晶を世界に先駆けて製品化することに成功した(図3)。

高品質で定比組成の大型単結晶が育成できたことで、従来材料との特性の違いが次々に明らかになった。特に、光通信に利用する電気光学効果や波長変換に利用する非線形光学効果が約30%も改善されることが初めて明らかになった。さらに、欠陥密度を低くできたことで、波長変換素子を製造するための重要な因子である分極

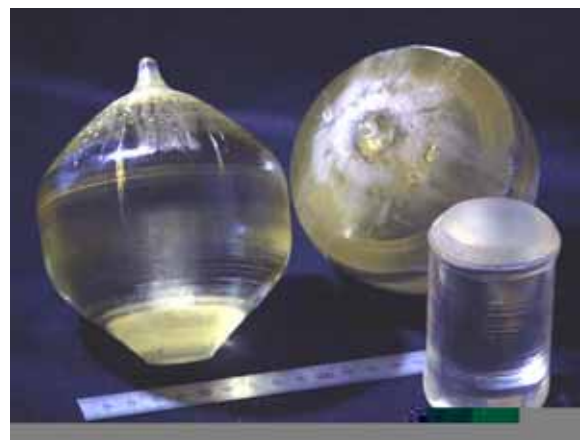


図3 .欠陥密度を制御した定比タンタル酸リチウム単結晶(二重るつぼ法で最大4インチ径まで達成)

反転電界が、従来材料よりも1桁以上低くなることを発見した。その結果、従来は薄い結晶板でしかできなかった波長変換素子をバルク化することが可能になり、最大5ミリ角の開口をもつ世界でもトップレベルの大型波長変換素子を開発することができた。

### 3 . 効果

株式会社オキサイドは、これらの研究成果をもとに、独創的な単結晶製造装置と最新技術とを融合した事業を展開する目的で設立された国立研究所発第一号のベンチャー企業で、欠陥制御したニオブ酸リチウム単結晶とタンタル酸リチウム単結晶を実用レベルにまで進展させ、また新市場開拓に積極的に取り組んできた。

販売した主要顧客の約6割が北米・欧州の大手企業・大学、残り4割が日本国内の大手企業・大学・研究所であることに象徴されるように、これらの低欠陥単結晶を入手できるようになったことで、日米欧を中心とした大学、企業での波長変換素子や光変調器などの光学機能部品への応用開発が活発化した。

開発した定比ニオブ酸リチウム単結晶やタンタル酸リチウム単結晶は優れた光機能特性、加工特性をもっている。物質・材料研究機構では、波長変換素子への易加工性（図4）と耐光損傷性、さらに高熱伝導性を活かし、高効率で高品質の波長変換素子についても開発を進めてきた。すでに、1,064nm YAG基本レーザー光から、連続光20Wという高出力の532nm波長（緑色）への変換（図5）、355nm波長（紫外）への変換、1.5~4ミクロン赤外光への変換に成功し、今までにない高効率の波長変換素子が作製できることを確認している。これらの高効率波長変換によるレーザー光源は、コンパクトで扱いも簡便であることから、大型ディスプレイ用光源や医療、診断、計測用などの光源としての応用が進んでいる。また、今まで適当な光源がなかった波長領域でも、新しい応用分野が開発されようとしている。

既に素子を製造販売するためのベンチャーも設立され、今後次世代の大容量超高速光通信分野や光情報処理分野などの波長変換素子や光変調器、光スイッチ素子などに用いる単結晶として発展していくことが期待される。

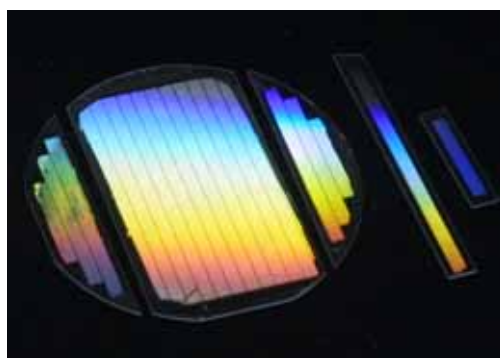


図4 .開発した欠陥制御単結晶基板（3インチ径）を波長変換素子へ加工。これから切り出して図5のようなデバイスを作成。

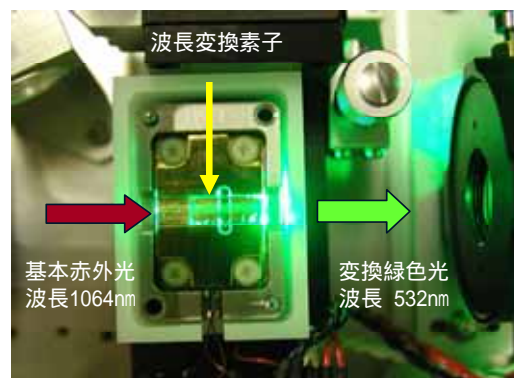


図5 . 開発した材料を用いた波長変換の様子。左から赤外の入射光が素子を通過することにより、緑色の変換光が発振