

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7228793号
(P7228793)

(45)発行日 令和5年2月27日(2023.2.27)

(24)登録日 令和5年2月16日(2023.2.16)

(51)国際特許分類		F I			
G 0 2 F	1/355(2006.01)	G 0 2 F	1/355	5 0 1	
G 0 2 F	1/37 (2006.01)	G 0 2 F	1/37		
C 3 0 B	15/00 (2006.01)	C 3 0 B	15/00		Z

請求項の数 6 (全12頁)

(21)出願番号	特願2019-106935(P2019-106935)	(73)特許権者	314012076 パナソニックIPマネジメント株式会社 大阪府大阪市中央区域見2丁目1番61号
(22)出願日	令和1年6月7日(2019.6.7)	(74)代理人	110002952 弁理士法人鷲田国際特許事務所
(65)公開番号	特開2020-201341(P2020-201341A)	(72)発明者	領木 直矢 大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内
(43)公開日	令和2年12月17日(2020.12.17)	(72)発明者	宮野 謙太郎 大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内
審査請求日	令和4年1月17日(2022.1.17)	(72)発明者	大野 啓 大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 波長変換デバイス

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

一般式 $RAMO_4$ で表される単結晶体（一般式において、Rは、Sc、In、およびラ
ンタノイド系元素からなる群から選択される一つまたは複数の三価の元素を表し、AはGa
およびAlからなる群から選択される一つまたは複数の三価の元素を表し、Mは、Mg
、Mn、およびCoからなる群から選択される一つまたは複数の二価の元素を表す）から
なる $RAMO_4$ 結晶と、レーザ結晶と、ミラーと、を含むキャビティを有する、
波長変換デバイス。

【請求項2】

前記レーザ結晶は、Nd:YAG、Nd:YVO₄、Yb:YAGまたはYb:YVO₄
のいずれかである、

請求項1に記載の波長変換デバイス。

【請求項3】

前記一般式 $RAMO_4$ における前記RはScまたはInであり、前記AはAlまたはGa
であり、前記MはMg、CoおよびMnからなる群から選ばれる一つ、または二つ以上
の組み合わせである、

請求項1または2に記載の波長変換デバイス。

【請求項4】

前記 $RAMO_4$ 結晶が、化学式 $InGaMgO_4$ で表される結晶である、

請求項3に記載の波長変換デバイス。

【請求項 5】

前記 RAMO_4 結晶が、一般式 $\text{ScAlM}'\text{O}_4$ で表される結晶である（一般式において、 M' は、 Mg 、 Co および Mn からなる群から選ばれる一つまたは二つ以上の組み合わせを表す）、

請求項 1 または 2 に記載の波長変換デバイス。

【請求項 6】

前記 RAMO_4 結晶が、化学式 $\text{ScAlM}_x\text{Co}_{1-x}\text{O}_4$ で表される（ただし、 $0.7 < x < 0.9$ ）結晶である、

請求項 5 に記載の波長変換デバイス。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

本開示は、波長変換デバイスに関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来、 $\text{Nd}:\text{YAG}$ レーザや $\text{Nd}:\text{YVO}_4$ レーザから発せられる光を、非線形光学効果を用いて波長変換することによって、緑色光等の可視レーザー光を得たり、緑色光をさらに変換した紫外レーザー光を得たりする波長変換デバイスが数多く開発・実用化されてきた。これらの変換光は、レーザー加工やレーザーディスプレイ等に用いられている。

【0003】

20

非線形光学効果を用いた波長変換の方法の一つとして、複屈折率を有する非線形光学結晶の使用が広く知られている。非線形光学結晶としては、様々な無機酸化物系結晶が検討されている。例えば、三酸化ホウ素 (BO_3) を基本構造に有する GdCOB (化学式: $\text{GdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$) が、 $\text{Nd}:\text{YAG}$ レーザの第 2 高調波発生用の非線形光学結晶として優れており、 GdCOB より複屈折率の大きい YCOB (化学式: $\text{YCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$) も優れた非線形光学結晶として報告されている。

【0004】

例えば特許文献 1 には、 YCOB が $\text{Nd}:\text{YAG}$ レーザの第 3 高調波発生に好適であることが示されている。また、特許文献 2 には、 GdCOB と YCOB との混晶である GdYCOB が示されており、 Gd と Y との組成比により複屈折率を制御する方法が示されている。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【文献】特許第 4100733 号公報
特許第 3936466 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、 $\text{Nd}:\text{YAG}$ レーザの発振波長である 1064nm における複屈折率は GdCOB が 0.034 であり、 YCOB が 0.041 である。そしてこれらの混晶である GdYCOB において、 Gd と Y の組成比により制御できる複屈折率の範囲は 0.034 から 0.041 の間である。したがって、 GdYCOB は、 $\text{Nd}:\text{YAG}$ レーザの第 3 高調波より高次の高調波発生には適していない。ここで、 $\text{Nd}:\text{YAG}$ レーザの第 4 高調波発生に適した結晶としては、 0.050 の複屈折率を有する CLBO (化学式: $\text{CsLiB}_6\text{O}_{10}$) が挙げられる。ただし、 CLBO 結晶は脆く、潮解性を有している。そのため、波長変換デバイスの長寿命化を達成するには乾燥雰囲気でのパッケージや加熱状態での使用等が必須であるという問題がある。これらの光高調波発生をより安定に高効率で行うため、複屈折率が適度に大きく、組成比による複屈折率の制御が可能であり、かつ機械的・化学的・熱的に安定した結晶が求められている。

40

50

【0007】

本開示は、前記従来の課題を解決するもので、光高調波発生を安定に高効率で行う波長変換デバイスを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

前記従来の課題を解決するために、本開示は、以下の波長変換デバイスを提供する。

【0009】

[1] 一般式 $RAMO_4$ で表される単結晶体（一般式において、Rは、Sc、In、Y、およびランタノイド系元素からなる群から選択される一つまたは複数の三価の元素を表し、Aは、Fe(III)、Ga、およびAlからなる群から選択される一つまたは複数の三価の元素を表し、Mは、Mg、Mn、Fe(II)、Co、Cu、Zn、およびCdからなる群から選択される一つまたは複数の二価の元素を表す）からなる $RAMO_4$ 結晶と、レーザ結晶と、ミラーと、を含むキャビティを有する、波長変換デバイス。

10

【0010】

[2] 前記レーザ結晶は、Nd:YAG、Nd:YVO₄、Yb:YAGまたはYb:YVO₄のいずれかである、[1]に記載の波長変換デバイス。

【0011】

[3] 前記一般式 $RAMO_4$ における前記RはScまたはInであり、前記AはAlまたはGaであり、前記MはMg、Co、およびMnからなる群から選ばれる一つ、または二つ以上の組み合わせである、[1]または[2]に記載の波長変換デバイス。

20

【0012】

[4] 前記 $RAMO_4$ 結晶が、化学式 $InGaMgO_4$ で表される結晶である、[3]に記載の波長変換デバイス。

【0013】

[5] 前記 $RAMO_4$ で表される結晶が、一般式 $ScAlM'O_4$ で表される結晶である（一般式において、M'は、Mg、CoおよびMnからなる群から選ばれる一つまたは二つ以上の組み合わせを表す）、[1]または[2]に記載の波長変換デバイス。

【0014】

[6] 前記 $RAMO_4$ 結晶が、化学式 $ScAlMg_xCo_{1-x}O_4$ で表される（ただし、 $0.7 < x < 0.9$ ）結晶である、[5]に記載の波長変換デバイス。

30

【発明の効果】

【0015】

本開示によれば、光高調波発生を安定に高効率で行う波長変換デバイスを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】本実施の形態における波長変換デバイスの構成を示す模式図

【図2】本実施の形態の波長変換デバイスに用いる $ScAlMgO_4$ 結晶の屈折率分散を示す図

【図3】本実施の形態の波長変換デバイスに用いる $ScAlMgO_4$ 結晶の格子モデルを示す図

40

【図4】本実施の形態の波長変換デバイスに用いる $ScAlMgO_4$ 結晶の製造に用いる高周波加熱方式炉の構成を示す模式図

【発明を実施するための形態】

【0017】

以下、本開示の実施の形態の波長変換デバイスについて、図面を参照しながら説明する。

本実施の形態では、一般式 $RAMO_4$ で表される単結晶体（一般式において、Rは、Sc、In、Y、およびランタノイド系元素からなる群から選択される一つまたは複数の三価の元素を表し、Aは、Fe(III)、Ga、およびAlからなる群から選択される一つまたは複数の三価の元素を表し、Mは、Mg、Mn、Fe(II)、Co、Cu、Zn

50

、およびC dからなる群から選択される一つまたは複数の二価の元素を表す)からなるRAMO₄結晶を用いた波長変換デバイスについて説明する。

【0018】

図1は、本実施の形態における波長変換デバイスの構成を示す模式図である。図1に示す波長変換デバイス100は、励起レーザダイオード110と、集光レンズ120と、ミラーコーティング130と、レーザ結晶140と、RAMO₄結晶150と、出力ミラー160と、コリメートレンズ170と、を有している。

【0019】

励起レーザダイオード110から発せられた励起光は、集光レンズ120によって集光され、励起光を透過するミラーコーティング130が端面に施されたレーザ結晶140に入射する。なお、本構成では、励起光はレーザ結晶140の端面(ミラーコーティング130が施された面)から入射しているが、レーザ結晶140の側面から励起光を入射させてもよい。その場合、ミラーコーティング130は全反射ミラーであってもよい。また、ミラーコーティング130の代わりに同様の反射特性を持つミラーをレーザ結晶140に隣接して配置しても構わない。

10

【0020】

レーザ結晶140は、本実施の形態では、Nd:YAGであるが、Nd:YVO₄やYb:YAG、Yb:YVO₄等を用いることもできる。これらによれば、実用的な固体レーザの発振波長に対応できる。入射した励起光によって励起されたレーザ結晶140は所定の波長の光(基本波)を発する。当該光は、RAMO₄結晶150を透過し、その先に配置された出力ミラー160で反射する。

20

【0021】

本実施形態の波長変換デバイス100では、ミラーコーティング130が端面に施されたレーザ結晶140と、RAMO₄結晶150と、出力ミラー160とによってキャビティ(光共振器)が構成されており、光はキャビティ内を繰り返し往復し、レーザ結晶140を透過するたびに誘導放出により増幅される。

【0022】

また、RAMO₄結晶150中を光が透過する際、その非線形光学効果により基本波とは波長の異なる分極波が発生し、位相整合条件を満たす波長を持つ分極波の振幅は増幅される。

30

【0023】

出力ミラー160は、基本波および励起光を全反射するが、所望の波長を持つ分極波は透過する構成となっている。出力ミラー160を透過した光はコリメートレンズ170により進行方向を平行に調整される。以上により、所望の波長に波長変換されたレーザ光180が得られる。

【0024】

本実施形態のように、レーザ結晶140がNd:YAGである場合、当該レーザ結晶140は波長808nmの励起レーザダイオード110で励起されて波長1064nmの赤外光を発生する。そして、RAMO₄結晶が半分の波長532nmの位相整合条件を満たす場合、波長532nmの光に波長変換される。すなわち第2高調波が発生し、緑色のレーザ光180が得られる。

40

【0025】

また、RAMO₄結晶が1/3の波長355nmの位相整合条件を満たす場合は、波長355nmへの波長変換が行われる。すなわち第3高調波が発生し、紫外(UV-A)のレーザ光180が得られる。

【0026】

さらに、RAMO₄結晶が1/4の波長266nmの位相整合条件を満たす場合は、波長266nmへの波長変換が行われる。すなわち第4高調波が発生し、深紫外(UV-C)のレーザ光180が得られる。

【0027】

50

上記、各種の位相整合条件を満たせるか否かは、 RAMO_4 結晶の有する複屈折率 n に大きく依存する。複屈折率 n とは、常光(Ordinary Ray)の屈折率 n_o と異常光(Extra-ordinary Ray)の屈折率 n_e との差である。複屈折率 n が小さいと波長変換が不可能になり、大きすぎると位相整合条件から離れるため変換効率が低下する。

【0028】

以下、 RAMO_4 結晶の一つである ScAlMgO_4 結晶の例を用いて説明する。図2は、本実施の形態における ScAlMgO_4 結晶の屈折率分散を示す図である。屈折率は、J.A.WoolIAM社製のM-2000を用いて、分光エリプソメトリー評価により測定した。波長245nm~1700nm、常温の条件で、複数の角度で反射ミューラー測定および透過ミューラー測定を実施し、フィッティングにより屈折率を導出した。なお、一部測定値のない波長域における屈折率は、多項式近似による外挿を行った。

10

【0029】

図2に示すように、Nd:YAGレーザの発振波長である1064nmにおける、 ScAlMgO_4 結晶の常光の屈折率 n_o は1.822であり、異常光の屈折率 n_e は1.761であり、複屈折率 n は0.061である。これは、従来の代表的な非線形光学結晶であるGdCOB(化学式: $\text{GdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$)の複屈折率 $n=0.034$ や、YCOB(化学式: $\text{YCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$)の複屈折率 $n=0.041$ 、CLBO(化学式: $\text{CsLiB}_6\text{O}_{10}$)の複屈折率 $n=0.050$ と比較して大きい値である。

【0030】

また、 ScAlMgO_4 結晶の、1064nmにおける常光の屈折率 $n_o=1.822$ と、320nmにおける異常光の屈折率 $n_e=1.822$ とが一致する。そのため、 ScAlMgO_4 単結晶の角度や温度を調整することで、320nmの周辺の波長域で位相整合条件を満たして波長変換を行うことが可能である。また、1064nmにおける複屈折率 n が大きいほど、より短波長側における異常光の屈折率 n_e と1064nmにおける常光の屈折率 n_o とが一致することになるため、より短波長への波長変換を行うことが可能となる。

20

【0031】

CLBO結晶はNd:YAGレーザの第4高調波(266nm)発生まで可能な結晶として知られており、複屈折率 n がCLBO結晶より大きい RAMO_4 結晶は、より短波長への波長変換、すなわち高次の高調波発生に適しているといえる。

30

【0032】

なお、非線形光学結晶として適用するためには、光学的な特性の他に、結晶育成が工業的に可能であることと、結晶が機械的・化学的・熱的に安定であることが求められる。これに対し、 RAMO_4 結晶(例えば ScAlMgO_4 結晶)は、チョクラルスキー法による結晶引き上げ装置でバルク結晶を育成することができるため、結晶育成が工業的に可能である。詳細な製法については、後述する。

【0033】

また、 RAMO_4 結晶(例えば ScAlMgO_4 結晶)の機械的・化学的・熱的な特性は、以下のように優れている。例えば ScAlMgO_4 結晶のモース硬度は4~5[mohs']であり、非線形光学結晶として十分な強度を有する。 ScAlMgO_4 結晶は水溶性、潮解性がなく、使用環境の湿度に制約がない。 ScAlMgO_4 結晶の融点は約1900[]であり、熱的に非常に安定している。つまり、 RAMO_4 結晶(例えば ScAlMgO_4 結晶)は機械的・化学的・熱的に安定した結晶であり、非線形光学結晶に好適である。

40

【0034】

図3は、本実施の形態における RAMO_4 結晶の一例である ScAlMgO_4 結晶の格子モデルを示す図である。 ScAlMgO_4 結晶は、擬似岩塩構造の ScO_x 層と、ウルツ鉱構造の AlMgO_x 層とが交互に積層された構造を有し、グラファイトや六方晶BNと同様の(0001)面(劈開面)にて結晶が劈開する性質を有する。この劈開性は、(

50

0 0 0 1) 面を基準として結晶を所定の形状に加工する際に好適に作用する。

【0035】

ScAlMgO₄ 結晶の a 軸の格子定数は 0.3246 nm であり、c 軸の格子定数は 2.5160 nm である。この a 軸と c 軸の格子定数の大きな差異が、良好な非線形光学特性（異方性）の一因となっている。

【0036】

ここで、RAMO₄ 結晶は、構成する元素を別の元素に置換したり、組成比を変更したりすると、格子定数が変化する。複屈折率 n と格子定数との間には相関があるため、RAMO₄ 結晶の構成元素および組成比を変更することにより、複屈折率 n を自在に制御することが可能である。

【0037】

例えば、一般式 RAMO₄ の R を Sc または In とし、A を Al または Ga とし、M を Mg、Co、および Mn からなる群から選ばれる一つ、または二つ以上の組み合わせとすると、種々の格子定数と種々の複屈折率 n とを実現できる。これらの結晶の化学式と a 軸の格子定数、1064 nm における複屈折率 n の計算値を表 1 に示す。

【0038】

【表 1】

化学式	a 軸の格子定数 [nm]	複屈折率 Δn @1064nm
ScAlMgO ₄	0.3236	0.061
ScAlCoO ₄	0.3248	0.054
ScAlMnO ₄	0.3259	0.049
ScGaMgO ₄	0.3271	0.044
InAlMgO ₄	0.3290	0.039
InGaMgO ₄	0.3302	0.036

【0039】

表 1 のように RAMO₄ 結晶の構成元素を変更すると、結晶の複屈折率 n が 0.036 から 0.061 まで分布する。したがって、これらの結晶の混晶を作成して組成比を調整することにより、複屈折率 n を 0.036 から 0.061 の間の任意の値に制御することが可能である。

【0040】

従来、複屈折率 n = 0.034 を有する GdCOB 結晶が Nd : YAG レーザの第 2 高調波 (532 nm) 発生まで可能な結晶として知られており、複屈折率 n = 0.041 を有する YCOB 結晶が Nd : YAG レーザの第 3 高調波 (355 nm) 発生まで可能な結晶として知られており、複屈折率 n = 0.050 を有する CLBO 結晶が Nd : YAG レーザの第 4 高調波 (266 nm) 発生まで可能な結晶として知られている。これらを鑑みると、上記の RAMO₄ 結晶は Nd : YAG レーザの第 2 高調波から第 4 高調波までの任意の波長に適した複屈折率を得ることができるといえる。

【0041】

上記の組み合わせの中でも、複屈折率 n = 0.036 を有する InGaMgO₄ は、Nd : YAG レーザの第 2 高調波 (532 nm) 発生において、位相整合角度が 90° の非臨界位相整合条件を室温において満たす。したがって、Nd : YAG レーザの第 2 高調波 (532 nm) 発生に最適である。

【0042】

一方、RAMO₄ 結晶が、ScAlMgO₄、ScAlCoO₄、ScAlMnO₄、もしくはこれらの混晶、すなわち一般式 ScAlM'Q₄ (M' は Mg、Co、および Mn からなる群から選ばれる一つ、または二つ以上の組み合わせを表す) で表される結晶である場

10

20

30

40

50

合、複屈折率 n を 0.049 から 0.061 の間、すなわち適度に大きな値に制御できる。従来、複屈折率 $n = 0.050$ を有する CLBO 結晶が Nd : YAG レーザの第 4 高調波 (266 nm) 発生まで可能な結晶として知られており、このことから、一般式 $\text{ScAlMg}_x\text{Co}_{1-x}\text{O}_4$ で表される結晶は、Nd : YAG レーザの第 4 高調波 (266 nm) 発生に好適であるといえる。

【0043】

さらに、RAMO₄ 結晶として、結晶育成の安定性が高い ScAlMgO_4 と ScAlCoO_4 との混晶も好ましい。当該 RAMO₄ 結晶は、化学式 $\text{ScAlMg}_x\text{Co}_{1-x}\text{O}_4$ で表される結晶 ($0 < x < 1$) となる。化学式中の組成比 x を変化させた場合の a 軸の格子定数と 1064 nm における複屈折率 n の計算値を表 2 に示す。

10

【0044】

【表 2】

$\text{ScAlMg}_x\text{Co}_{1-x}\text{O}_4$ における組成比 x	a 軸の格子定数 [nm]	複屈折率 Δn @ 1064 nm
1.0	0.3236	0.061
0.9	0.3237	0.060
0.8	0.3238	0.060
0.7	0.3240	0.059
0.6	0.3241	0.058
0.5	0.3242	0.058
0.4	0.3243	0.057
0.3	0.3244	0.056
0.2	0.3246	0.056
0.1	0.3247	0.055

20

【0045】

表 2 から、Mg と Co との組成比を表す x が $0.7 \sim 0.9$ である場合に、複屈折率 n は $0.059 \sim 0.060$ の間となり、Nd : YAG レーザの第 3 高調波 (355 nm) 発生において、位相整合角度が 90° の非臨界位相整合条件を室温において満たす。したがって、当該構成は、Nd : YAG レーザの第 3 高調波 (355 nm) 発生に最適である。

30

【0046】

なお、本開示に適用可能な RAMO₄ 結晶 150 は、 ScAlMgO_4 結晶をはじめ、上記で例を挙げた元素の組合せやその組成比に限定されない。また、レーザ結晶 140 の発振波長は、Nd : YAG の 1064 nm に限定されない。

【0047】

また、ミラーコーティング 130 および出力ミラー 160 は、所定の波長の光に対して高い反射率を有する諸々の材質を用いることができる。また集光レンズ 120 およびコリメートレンズ 170 は、所定の波長の光を透過する諸々の材質を用いることができる。また、位相整合による光高調波発生に際しては、和周波発生、差周波発生も可能である。

40

【0048】

(RAMO₄ 結晶の育成について)

上述の RAMO₄ 結晶 150 は、チョクラルスキー法 (以下、「CZ 法」とも称する) による結晶引き上げ装置で作成することができる。

【0049】

本実施の形態の RAMO₄ 結晶 150 を作製するための装置 (結晶引き上げ装置) の例には、高周波加熱方式炉または抵抗加熱方式炉が含まれる。以下、高周波加熱方式炉によ

50

り RAMO_4 結晶の一つである ScAlMgO_4 結晶を製造する場合について説明する。ただし、上述のように RAMO_4 結晶は、 ScAlMgO_4 結晶に限定されない。また、高周波加熱方式炉の代わりに、抵抗加熱方式炉を用いてもよい。

【0050】

図4は、本実施の形態における ScAlMgO_4 結晶の製造に用いる高周波加熱方式炉の構成を示す模式図である。図4において、高周波加熱方式炉400は、原料410と、ルツボ420と、ルツボ支持軸421と、耐火材422と、断熱材430と、加熱コイル440と、結晶引き上げ軸450と、シードホルダ451と、種結晶452とを有している。なお、図4には示していないが、高周波加熱方式炉400は、CZ法による結晶引き上げに必要なチャンバ、真空ポンプ、ガス導入口、ガス排気口、高周波電源、温度やガス流量の制御装置などを有している。10

【0051】

原料410は、酸化スカンジウム (Sc_2O_3) と、酸化アルミニウム (Al_2O_3) と、酸化マグネシウム (MgO) との混合物である。充填密度を高めるために混合物を焼結させた後、ルツボ420に充填し、加熱溶融させている。

【0052】

ルツボ420は、イリジウム製であり、原料410が充填されている。ルツボ420の材質はこれに限らず、原料410の溶融温度における耐熱性と原料410との耐反応性を有するものであれば種々の材質を使用できる。例えば、白金、タングステン、モリブデン、タンタル等も好ましい材質として挙げられる。20

【0053】

ルツボ支持軸421は、タングステン製であり、設定した速度で回転、昇降する機能を持つ。ルツボ支持軸421の材質はこれに限らず、当該部の加熱温度における耐熱性と、原料410およびルツボ420を支持する強度を有する種々の材質を使用できる。なお、ルツボ420が回転、昇降の必要がなければ、ルツボ支持軸421を省く構成も可能である。

【0054】

耐火材422は、ジルコニア製であり、ルツボ420とルツボ支持軸421のどちらの材質にも耐反応性を有している。

【0055】

断熱材430は、ジルコニア製であり、ルツボ420の周囲を囲んでいる。断熱材430のルツボ420の上方および下方には、それぞれ結晶引き上げ軸450とルツボ支持軸421とを挿入するための貫通孔が設けられている。30

【0056】

耐火材422および断熱材430の材質はこれに限らず、当該部の加熱温度における耐熱性と、周囲雰囲気との耐反応性を有する種々の材質を使用できる。

【0057】

加熱コイル440は、銅製の管(銅管)であり、断熱材430を取り囲むように配置され、銅管の内部には冷却水が循環している。加熱コイル440に高周波電流を流すと高周波磁束が発生する。高周波磁束によりルツボ420に渦電流が発生し、ルツボ420の表面が発熱する。これにより、ルツボ420内の原料410が加熱される。40

【0058】

なお、図示しないが、高周波加熱方式炉400は、加熱コイル440を昇降する機構も有している。

【0059】

結晶引き上げ軸450は、アルミナ製であり、設定した速度で回転、昇降する機能を持つ。結晶引き上げ軸450の材質はこれに限らず、当該部の加熱温度における耐熱性と、周囲雰囲気との耐反応性を有する種々の材質を使用できる。シードホルダ451は、イリジウム製であり、結晶引き上げ軸450に接続され、先端に種結晶452をセットすることが可能である。シードホルダ451の材質はこれに限らず、原料の溶融温度における耐50

熱性と種結晶 4 5 2 との耐反応性を有する種々の材質を使用できる。

【 0 0 6 0 】

種結晶 4 5 2 は、 $S c A l M g O_4$ 製であり、形状は、正四角柱であるが、加工が可能であれば形状はこれに限らず、円柱や、切り欠きを有した角柱など、種々の形状を使用できる。

【 0 0 6 1 】

原料 4 1 0 の加熱溶解および結晶の育成を行うに際しては、高周波加熱方式炉 4 0 0 の内部の雰囲気を入活性ガス雰囲気に置換する。具体的には、高周波加熱方式炉 4 0 0 内を真空引き後、所定のガスを導入し常圧にする。ガスは、高周波加熱方式炉 4 0 0 外にあるガス供給源（図示せず）から、当該高周波加熱方式炉 4 0 0 の内部に供給する。

10

【 0 0 6 2 】

ガス種としては、不活性ガスとして窒素が主に用いられるが、これに限定されず、アルゴン等を用いても構わない。

【 0 0 6 3 】

上記のガス雰囲気に置換した後、原料 4 1 0 を加熱溶解させ、結晶育成させる。まず、電源投入後、原料 4 1 0 が溶解する温度になるまで、ルツボ 4 2 0 に大きな負荷をかけない程度に時間をかけて加熱コイル 4 4 0 に与える電力を徐々に増やして加熱する。加熱時間は、ルツボ 4 2 0 の大きさに依存するが、ルツボ 4 2 0 の外径が 8 0 mm ~ 1 5 0 mm である場合は、1 5 時間 ~ 6 0 時間が好ましい。原料 4 1 0 の溶解確認後、育成する結晶の酸素欠乏を防止するために、炉内に酸素を導入する。炉内の酸素濃度は、0 . 1 体積 % ~ 1 0 体積 % が好ましい。

20

【 0 0 6 4 】

続いて、種付け工程を実施する。結晶引き上げ軸 4 5 0 を、一定速度で回転させながら、溶解した原料 4 1 0 に種結晶 4 5 2 が接するまで、徐々に下降させる。種結晶 4 5 2 が、溶解した原料 4 1 0 に接した後、溶解した原料 4 1 0 の融液温度が、結晶の引き上げに適切な温度で安定するまで待機する。

【 0 0 6 5 】

続いて、結晶育成工程を実施する。結晶引き上げ軸 4 5 0 を一定速度で回転させながら一定速度で上昇させる。ここで、結晶引き上げ軸 4 5 0 の回転速度は 1 r p m ~ 1 0 r p m、引き上げ速度は 0 . 1 m m / h ~ 1 . 5 m m / h が好ましい。結晶引き上げ軸 4 5 0 の上端には、ロードセル（図示せず）が備えられており、引き上げ中の結晶の重量測定が可能である。引き上げ開始後は、この重量測定値から計算した結晶直径を基に加熱コイル 4 4 0 に与える電力を調整する。そして、自動直径制御（Automatic Diameter Control (ADC)）により所望の結晶形状に制御する。

30

【 0 0 6 6 】

所望の長さまで結晶を引き上げた後、原料 4 1 0 から結晶を切り離し、炉内への酸素導入を停止させる。続いて、冷却工程を実施する。ルツボ 4 2 0 および引き上げた結晶に大きな負荷をかけない程度に時間をかけて加熱コイル 4 4 0 に与える電力を徐々に減らして冷却する。冷却の時間は、ルツボ 4 2 0 の大きさに依存するが、ルツボ 4 2 0 の外径が 8 0 mm ~ 1 5 0 mm である場合は、2 0 時間 ~ 7 0 時間が好ましい。冷却完了後、高周波加熱方式炉 4 0 0 内から結晶を取り出し、所定の形状に加工する。

40

【産業上の利用可能性】

【 0 0 6 7 】

本開示によれば、光高調波発生を安定に高効率で行う波長変換デバイスを提供することができる。波長変換デバイスで得られた変換光は、レーザ加工やレーザディスプレイ等に有用である。

【符号の説明】

【 0 0 6 8 】

1 0 0 波長変換デバイス

1 1 0 励起用レーザダイオード

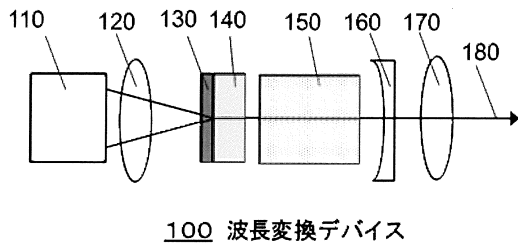
50

- 1 2 0 集光レンズ
- 1 3 0 ミラーコーティング
- 1 4 0 レーザ結晶
- 1 5 0 R A M O ₄ 結晶
- 1 6 0 出力ミラー
- 1 7 0 コリメートレンズ
- 1 8 0 レーザ光
- 4 0 0 高周波加熱方式炉
- 4 1 0 原料
- 4 2 0 ルツボ
- 4 2 1 ルツボ支持軸
- 4 2 2 耐火材
- 4 3 0 断熱材
- 4 4 0 加熱コイル
- 4 5 0 結晶引き上げ軸
- 4 5 1 シードホルダ
- 4 5 2 種結晶

10

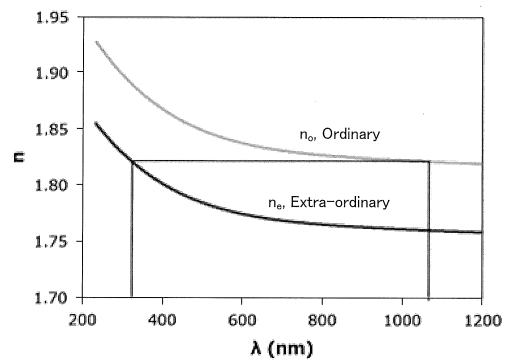
【図面】

【図 1】



【図 2】

20

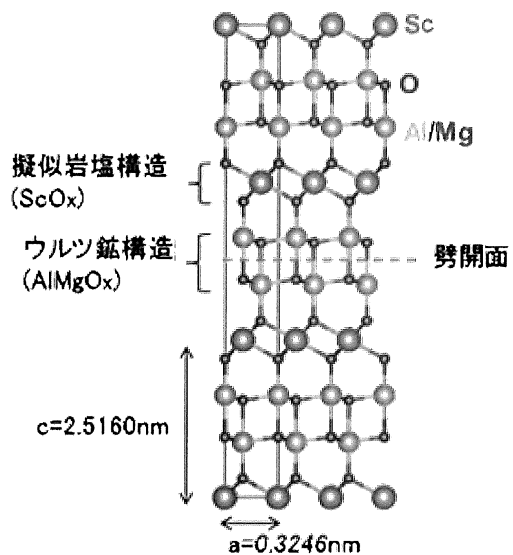


30

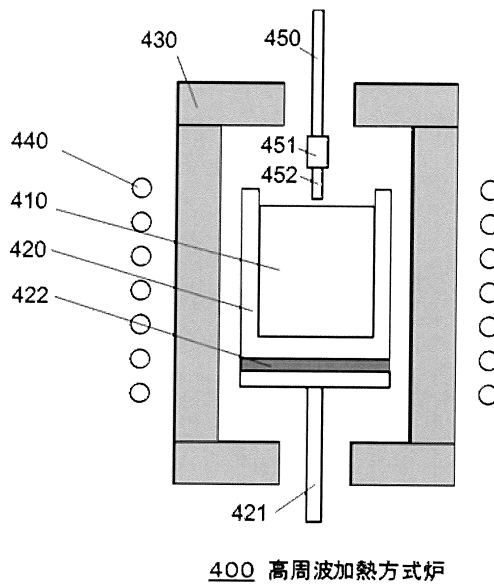
40

50

【 図 3 】



【 図 4 】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(72)発明者 石橋 明彦

大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内

(72)発明者 信岡 政樹

大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内

審査官 堀部 修平

(56)参考文献

特開2017-208502(JP,A)

特表2013-544436(JP,A)

特開2000-031532(JP,A)

米国特許出願公開第2016/0138182(US,A1)

中国特許出願公開第103103612(CN,A)

特開2006-066863(JP,A)

特開2010-123819(JP,A)

特開2007-147889(JP,A)

特開平10-107356(JP,A)

金子他, H V P E法によるSiO₂ワイドマスクパターンを施したScAlMgO₄基板上の高品質自立GaN基板の作製, 2020年 第81回応用物理学会秋季学術講演会 講演予稿集, 10p-Z02-8, 13-097

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

G02F 1/00 - 1/125

G02F 1/21 - 7/00

H01S 3/00 - 3/02

H01S 3/04 - 3/0959

H01S 3/098 - 3/102

H01S 3/105 - 3/131

H01S 3/136 - 3/213

H01S 3/23 - 4/00

C30B 1/00 - 35/00