

# 热稳定法拉第旋转 TbYbBiIG 磁光单晶及性能\*

张守业 张志良 徐明祥

(浙江大学材料科学与工程学系, 杭州 310027)

**摘要** 采用高温溶液法, 以  $\text{Bi}_2\text{O}_3/\text{B}_2\text{O}_3$  为助熔剂成功地生长出掺铋复合稀土铁石榴石( $\text{TbYbBi})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 简称 TbYbBiIG)晶体。晶体外形规则, 最大尺寸为  $7 \times 6 \times 4 \text{ mm}^3$ , X 射线衍射分析证实, 生长的晶体为 TbYbBiIG 单相单晶体, 扫描电镜能谱分析其组成为  $\text{Tb}_{2.06}\text{Yb}_{0.46}\text{Bi}_{0.48}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 。在  $1.0 \mu\text{m} \sim 1.7 \mu\text{m}$  波段测量出晶体法拉第旋转谱和光吸收谱。当  $\lambda = 1.55 \mu\text{m}$  时, 在  $10^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$  温度范围内测得法拉第旋转  $\theta_F$  的温度系数为  $d\theta_F/dT = -2.3 \times 10^{-2} \text{ deg} \cdot \text{mm}^{-1} \text{K}^{-1}$ 。研究结果表明, TbYbBiIG 单晶体在近红外波段  $\theta_F$  约为 YIG 单晶的 3 倍, 温度系数小, 是制作高性能光隔离器的一种好材料。

**关键词** 磁光晶体, 晶体生长, 法拉第旋转。

## 1 引言

近年来, 随着光纤通信技术发展, 对信息传输质量的要求越来越高。为了防止系统中存在的反射光对激光源稳定性的影响, 在光传输系统中必须使用高性能的光隔离器。作为隔离器核心部件的法拉第转子材料, 铋替代稀土铁石榴石单晶的研究特别受到重视, 这是由于此类晶体在近红外波段具有大的法拉第旋转角  $\theta_F$ 、小的光吸收损耗和低的饱和磁化场等优点。对于一个高性能的磁光隔离器, 除了要求具有小的外形尺寸、低的插入损耗和大的隔离度外, 还要求器件的隔离性能不受(或少受)环境温度影响, 即要有热的稳定性。目前使用或研制中的窄带磁光隔离器, 主要采用两类磁光晶体作法拉第转子。一类为钇铁石榴石(YIG)单晶。此种晶体法拉第旋转温度系数较小, 制成的器件温度稳定性能较好。但在近红外波段晶体的法拉第旋转角  $\theta_F$  较小, 在  $\lambda = 1.55 \mu\text{m}$  时  $\theta_F \sim 180^\circ/\text{cm}$ , 饱和磁化场也较高(约  $1.4 \times 10^5 \text{ A/m}$ ), 不利于缩小隔离器的整体尺寸; 另一类是铋替代的钆铁石榴石(GdBIG)单晶<sup>[1]</sup>。此种晶体磁光优值高, 在近红外波段约比 YIG 的磁光优值大一个数量级。当  $\lambda = 1.55 \mu\text{m}$  时,  $\theta_F$  可达  $1300^\circ/\text{cm}$ , 为使偏振面旋转  $45^\circ$ , 仅需几百微米厚的晶片即可, 并且晶体的饱和磁化场较低(约几万  $\text{A/m}$ )。显然, 此类晶体的上述特性对缩小器件尺寸极为有利。但是, 与 YIG 相比, GdBIG 材料的法拉第旋转温度系数较大, 因而不宜用于高性能磁光隔离器。

\* 国家自然科学基金资助项目。

收稿日期: 1996 年 3 月 17 日; 收到修改稿日期: 1996 年 6 月 6 日

为满足高性能隔离器对磁光单晶材料的要求, 可行的办法之一是将法拉第旋转温度系数符号不同的两种材料复合, 通过温度效应的互补达到既有大的法拉第旋转、又有小的温度系数的目的。本文采用助熔剂法生长掺铋复合稀土铁石榴石 $(\text{TbYbBi})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 单晶, 研究单晶在近红外波段(1.0~1.7 μm)磁光性能和法拉第旋转的热稳定性。结果表明, TbYbBiIG 单晶材料可以满足高性能磁光隔离器对法拉第转子材料的要求。

## 2 TbYbBiIG 单晶生长

为了生长掺铋的铽镱铁石榴石块状单晶体, 采用以  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  为主要助熔剂的助熔剂晶体生长法, 选用高纯氧化物  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Tb}_2\text{O}_7$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  和  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  作为初始熔料, 按既定摩尔百分比配料称重 200 g, 在玛瑙研钵中经仔细混合和研磨后, 置于铂坩埚中, 放入可使坩埚沿正反两方向加速旋转的单晶炉内, 使炉温升至 1290°C, 保温数十小时, 使坩埚加速旋转并以 0.5~3°C/hr 的速率降温至 980°C, 切断电源后使之随炉冷却至室温。生长过程温度程序控制由 WT-400 电脑温控仪执行。生成的晶体, 以稀硝酸煮沸法使之与凝固了的助熔剂残渣分离。所得晶体均呈凸多面体状, 外形规则, 表面有金属光泽。一般晶体有  $2 \times 3 \times 4 \text{ mm}^3$  大小量级, 最大晶体约为  $7 \times 6 \times 4 \text{ mm}^3$ 。晶体经粉末 X 射线衍射数据确定为石榴石相, X 射线劳厄衍射斑点分析表明所得晶体为单晶体, 测得晶格常数  $a = 1.2337 \text{ nm}$ 。经扫描电镜能谱分析, 得到晶体组成为  $\text{Tb}_{2.06}\text{Yb}_{0.46}\text{Bi}_{0.48}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 。

## 3 近红外波段磁光性能测量

单晶材料在近红外波段法拉第旋转谱的测量, 是在 CGX-1 型磁光旋转测试仪上以磁光调制倍频法进行。为便于测试, 先将获得的块状 TbYbBiIG 单晶体经 X 射线定向, 沿(111)面切割, 并经仔细研磨和抛光制成厚度为 130 μm 的薄片状测试样品。测试装置方框图如图 1 所示。

考虑到在近红外光区域测量, 光源采用碘钨灯。测量时, 在处于相互垂直的起偏器与检偏器之间放置磁光调制器和置于磁化场中的被测单晶样品, 以示波器上出现光电倍频信号作为测量基准<sup>[1]</sup>。

图 2 是 TbYbBiIG 单晶在 1.0~1.7 μm 范围内所测得的法拉第旋转谱, 图中的光吸收谱用红外光谱仪测得。

为了测试单晶材料法拉第旋转  $\theta_F$  温度稳定性, 在被测样品处增加了变温装置。图 3 给出当  $\lambda = 1.55 \mu\text{m}$  时, 样品环境温度由 5°C 升至 80°C 范围内  $\theta_F$  与温度  $T$  的关系, 由图得到 TbYbBiIG 单晶的  $\theta_F$  温度系数为

$$\frac{d\theta_F}{dT} \approx 2.1 \times 10^{-2} \text{ deg} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$$

按温度稳定性定义

$$S = (1/\theta_F)(d\theta_F/dT)$$

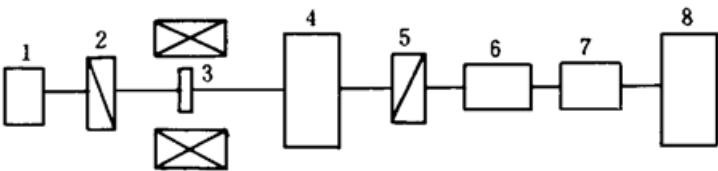


Fig. 1 Schematic diagram of the apparatus used to measure the Faraday rotation.

1: light source; 2: polarizer; 3: sample; 4: modulator; 5: analyzer; 6: monochromator; 7: detector; 8: oscilloscope

可得 TbYbBiIG 单晶温度稳定度为  $S = 0.035 \text{ K}^{-1}$ , 这比 YIG 单晶温度稳定度  $0.06 \text{ K}^{-1}$ <sup>[2]</sup> 要小得多。

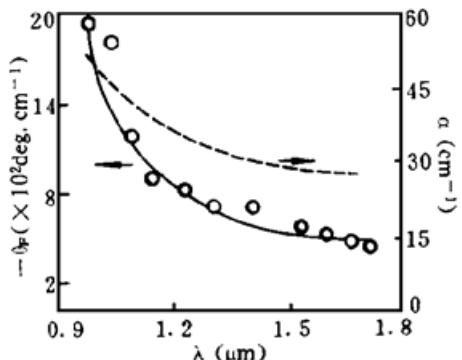


Fig. 2 The Faraday rotation spectra and optical absorption coefficient in the near infrared region for TbYbBiIG

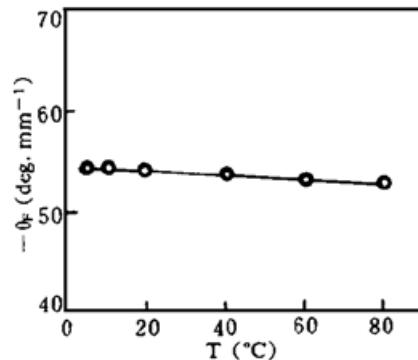


Fig. 3 Temperature dependence of the Faraday rotation of  $(\text{TbYbBi})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$  crystals at  $\lambda = 1.55 \mu\text{m}$

## 4 讨 论

法拉第旋转  $\theta_F$  与温度的关系, 是材料的一种本征磁光性能, 对磁光器件性能相关甚大。从本质上说, 法拉第旋转的温度关系起源于材料饱和磁化强度的温度关系。对于石榴石型结构的晶体, 其饱和磁化强度是氧离子所构成的四面体位、八面体位和十二面体位上磁性离子所产生的三个次晶格磁化强度之矢量和。因此, 通过改变各次晶格磁化强度对总磁化强度的贡献, 或改变次晶格中替代离子/稀土离子的种类和数量, 原则上讲即可调节晶体饱和磁化强度随温度的变化关系。按 Booth 等人<sup>[3]</sup>的实验结果, 一些重要的稀土铁石榴石材料, 其  $\theta_F$  与温度间的变化关系可以分为两类(如图 4):一类材料, 例如 GdIG 和 YbIG, 它们的  $\theta_F$  有正的温度系数; 另一类材料, 例如 TbIG、DyIG 和 YIG 等, 其  $\theta_F$  有负的温度系数。因而可以期望将上述两类温度系数符号不同的材料复合, 通过温度效应补偿, 应该得到  $\theta_F$  的温度系数很小的材料, TbYbBiIG 单晶  $\theta_F$  的温度系数很小证明了这一论据。

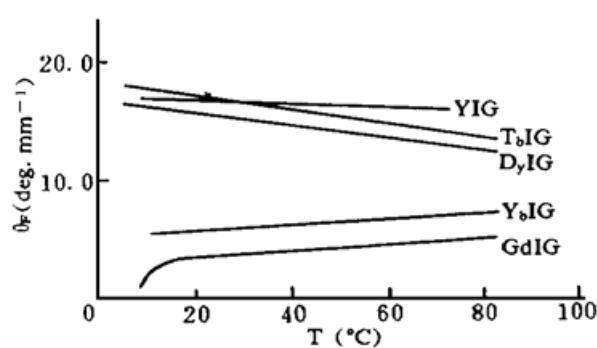


Fig. 4 Temperature dependences of the Faraday rotation for several iron garnet crystals

七十年代初, Wittekoek 等人发现, 以铋离子部分替代稀土铁石榴石的稀土离子, 可以使晶体的法拉第长旋转角显著增大并改善了其磁学性能<sup>[4]</sup>。之后, 掺铋稀土铁石榴石便成为磁光晶体材料的研究焦点。但是, 由于此类结构的材料存在的相区狭窄, 晶体生长相当困难。为此, 本文采取了如下措施: 1) 由于生长 YIG 时使用的  $\text{PbO}/\text{B}_2\text{O}_3$  系助熔剂已不再适用, 为了生长 TbYbBiIG 单晶, 采用了  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  作为主要助熔剂; 2) 为有利于单晶生长, 本文采用可使铂坩埚沿正反方向加速旋转的技术<sup>[5]</sup>和小于  $0.8^\circ\text{C}/\text{hr}$  的降温速率。

**结 论** 通过将具有法拉第旋转正温度系数的 YbIG 与具有负温度系数的 TbIG 复合, 并以  $\text{Bi}^{3+}$  部分替代稀土离子而生长的 TbYbBiIG 单晶, 在近红外波段具有很好的磁光性能, 即法

拉第旋转角大、光吸收损耗低、法拉第旋转温度系数很小。此类晶体可满足高性能光隔离器对法拉第转子材料的要求。

### 参 考 文 献

- [1] Zhang Shouye, Zhang Zhiliang, Huang Min Magneto Optic properties of GdBIG bulk crystals in near-infrared wavelength range. *Chinese J. of Infrared & Millimeter Wave* 1992, **11**(1): 89~ 92
- [2] K. Machida, Y. Asahara, H. Ishikawa et al ., Magneto-optical properties of Bi Substituted epitaxial rare-earth iron garnet thick films. *J. Appl. Phys.* , 1987, **61**(8): 3256~ 3258
- [3] R. C. Booth, E. A. D white, Magneto-optic properties of rare earth iron garnet crystals in the wavelength range 1. 1~ 1. 7  $\mu\text{m}$  and their use in device fabrication. *J. Phys. (D): Appl. Phys.* , 1984, **17**(3): 579~ 587
- [4] S. Wittekoek, T. J. A. Poma, J. M. Robertson et al ., Magneto-optic spectra and the dielectric tensor elements of bismuth substituted iron garnets at photon energies between 2. 2~ 5. 2 eV. *Phys. Rev. (B)* , 1975, **12**(7): 2777~ 2788
- [5] 蔡文永, 张守业, 张志良, 加速坩埚旋转法生长铁氧体单晶。磁性材料与器件, 1988, **19**(3): 11~ 15

## Temperature Stable Faraday Rotation TbYbBiIG Single Crystals and Magneto Optical Properties

Zhang Shouye      Zhang Zhiliang      Xu Mingxiang

(Department of Materials and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027)

(Received 17 March 1996; revised 6 June 1996)

**Abstract** The  $\text{Bi}^{3+}$ -substituted composite rare-earth iron garnet  $(\text{TbYbBi})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$  (TbYbBiIG) bulk single crystals have been successfully grown by using  $\text{Bi}_2\text{O}_3/\text{B}_2\text{O}_3$  as a flux. The wavelength and temperature dependence of Faraday rotation of TbYb-BiIG have been measured together with the optical absorption spectra in the wavelength range of 1. 0~ 1. 7  $\mu\text{m}$ . The Faraday rotation temperature coefficient of a new type TbYbBiIG bulk crystal is  $-2.3 \times 10^{-2}$  (deg/mm·K) in temperature range of 10°C to 80°C and it is expected to be used as a more practical Faraday rotator for optical isolator with temperature-stable isolation.

**Key words** Faraday rotation, magneto-optical crystals.