

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5710982号
(P5710982)

(45) 発行日 平成27年4月30日(2015.4.30)

(24) 登録日 平成27年3月13日(2015.3.13)

| (51) Int. Cl. | | F I | |
|----------------|---------------|------------------|--------------------|
| C O 4 B | 35/115 | (2006.01) | C O 4 B 35/10 C |
| C O 4 B | 35/447 | (2006.01) | C O 4 B 35/00 S |
| C O 4 B | 35/50 | (2006.01) | C O 4 B 35/50 |
| H O 1 S | 3/16 | (2006.01) | H O 1 S 3/16 |
| B 2 8 B | 1/26 | (2006.01) | B 2 8 B 1/26 1 O 2 |

請求項の数 12 (全 18 頁)

| | | | |
|---------------|------------------------------|-----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願2010-543918 (P2010-543918) | (73) 特許権者 | 504261077 |
| (86) (22) 出願日 | 平成21年12月25日(2009.12.25) | | 大学共同利用機関法人自然科学研究機構 |
| (86) 国際出願番号 | PCT/JP2009/007279 | | 東京都三鷹市大沢二丁目2番1号 |
| (87) 国際公開番号 | W02010/073712 | (73) 特許権者 | 598014814 |
| (87) 国際公開日 | 平成22年7月1日(2010.7.1) | | 株式会社コンボン研究所 |
| 審査請求日 | 平成23年5月27日(2011.5.27) | | 愛知県名古屋市区則武新町四丁目1番35号 |
| (31) 優先権主張番号 | 特願2008-329934 (P2008-329934) | (74) 代理人 | 100081776 |
| (32) 優先日 | 平成20年12月25日(2008.12.25) | | 弁理士 大川 宏 |
| (33) 優先権主張国 | 日本国(JP) | (72) 発明者 | 平等 拓範 |
| 前置審査 | | | 愛知県岡崎市明大寺町字西郷中38 大学共同利用機関法人自然科学研究機構 分子科学研究所内 |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 透光性多結晶材料及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

光学的に異方性の単結晶粒子であって、希土類元素からなり4f電子を有する希土類イオンを前記単結晶粒子の結晶中に含めることにより磁気異方性が増強された複数の前記単結晶粒子から、配向が制御された前記単結晶粒子より成る成形体を磁場空間で成形し、前記成形体を焼成して得られた透光性の多結晶材料よりなり、

各該単結晶粒子の結晶方向が一方向に揃った多結晶構造を有する透光性多結晶材料であって、

前記単結晶粒子は、アパタイト系化合物、バナデート系化合物、アルミナ系化合物、又はイットリウムリチウムフロライド系化合物よりなり、

前記透光性多結晶材料の直線透過率は50%以上であり、

前記希土類元素が、セリウム(Ce)、プラセオジウム(Pr)、ネオジウム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホロミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)及びイッテルビウム(Yb)よりなる群から選ばれる少なくとも一種であることを特徴とする透光性多結晶材料。

【請求項2】

前記アパタイト系化合物が $A_5(O_4)_3$ (A:Ca又はSr、P又はV、OH又はF)の化学式で示されるフッ素アパタイト、水酸アパタイト又はバナジウムアパタイトである請求項1に記載の透光性多結晶材料。

【請求項3】

前記バナデート系化合物が YVO_4 の化学式で示されるイットリウムオルソバナデート、 $GdVO_4$ の化学式で示されるガドリニウムオルソバナデート及び $LuVO_4$ の化学式で示されるルテチウムオルソバナデートよりなる群から選ばれる一種である請求項1に記載の透光性多結晶材料。

【請求項4】

光学材料に用いられる請求項1に記載の透光性多結晶材料。

【請求項5】

希土類元素からなり4f電子を有する希土類イオンが添加された光学的に異方性の単結晶粒子を含む原料粉末を溶液中に分散させて、懸濁液を準備する準備工程と、

磁場空間でスリップキャストを行うことにより、前記懸濁液から成形体を得る成形工程と、

前記成形体を焼成して、結晶方位が制御された多結晶構造を有する透光性の多結晶体よりなる透光性多結晶材料を得る焼成工程と、を備え、

前記希土類イオンは、前記単結晶粒子の磁気異方性を増強させる磁気異方性増強物質であり、

前記成形工程で、前記単結晶粒子が前記磁気異方性を発揮するように温度制御しつつ、該単結晶粒子における磁化容易軸の方向に応じて静磁場及び回転磁場のうちの一方を選択して印加し、

前記焼成工程で、前記成形体を1600～1900Kの温度で一次焼結して一次焼結体を得る一次焼結工程と、該一次焼結体を1600～1900Kの温度で熱間等方加圧焼結する二次焼結工程とを順に実施して、直線透過率が50%以上の透光性多結晶材料を製造する方法であって、

前記単結晶粒子は、アパタイト系化合物、バナデート系化合物、アルミナ系化合物、又はイットリウムリチウムフロライド系化合物よりなり、

前記希土類元素が、セリウム(Ce)、プラセオジウム(Pr)、ネオジウム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホロミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)及びイッテルビウム(Yb)よりなる群から選ばれる少なくとも一種であることを特徴とする透光性多結晶材料の製造方法。

【請求項6】

前記成形工程で、前記単結晶粒子における磁化容易軸がc軸である場合は静磁場を印加する請求項5に記載の透光性多結晶材料の製造方法。

【請求項7】

前記成形工程で、前記単結晶粒子における磁化容易軸がa軸である場合は鉛直方向を回転軸とする回転磁場を印加する請求項5に記載の透光性多結晶材料の製造方法。

【請求項8】

前記単結晶粒子がアパタイト系化合物よりなり、かつ前記希土類元素がセリウム(Ce)、プラセオジウム(Pr)、ネオジウム(Nd)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)及びホロミウム(Ho)よりなる群から選ばれる少なくとも一種である場合、又は

前記単結晶粒子がバナデート系化合物よりなり、かつ前記希土類元素がプロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)及びイッテルビウム(Yb)よりなる群から選ばれる少なくとも一種である場合であって、

前記成形工程で静磁場を印加する請求項6に記載の透光性多結晶材料の製造方法。

【請求項9】

前記単結晶粒子がアパタイト系化合物よりなり、かつ前記希土類元素がプロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)及びイッテルビウム(Yb)よりなる群から選ばれる少なくとも一種である場合、又は

前記単結晶粒子がバナデート系化合物よりなり、かつ前記希土類元素がセリウム(Ce)

10

20

30

40

50

)、プラセオジウム (Pr)、ネオジウム (Nd)、テルビウム (Tb)、ジスプロシウム (Dy) 及びホロミウム (Ho) よりなる群から選ばれる少なくとも一種である場合であって、

前記成形工程で回転磁場を印加する請求項 7 に記載の透光性多結晶材料の製造方法。

【請求項 10】

前記アパタイト系化合物が $\text{Ca}_5(\text{O}_4)_3(\text{X})_2$ (X: Ca 又は Sr、Y: P 又は V、Z: OH 又は F) の化学式で示されるフッ素アパタイト、水酸アパタイト又はバナジウムアパタイトである請求項 5 に記載の透光性多結晶材料の製造方法。

【請求項 11】

前記バナデート系化合物が YVO_4 の化学式で示されるイットリウムオルソバナデート、 GdVO_4 の化学式で示されるガドリニウムオルソバナデート及び LuVO_4 の化学式で示されるルテチウムオルソバナデートよりなる群から選ばれる一種である請求項 5 に記載の透光性多結晶材料の製造方法。

10

【請求項 12】

前記成形工程で印加する磁場の強度が 1T (テスラ) 以上であり、該成形工程で前記単結晶粒子の結晶温度が 300K 以下となるように温度制御する請求項 5 に記載の透光性多結晶材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

20

本発明は透光性多結晶材料及びその製造方法に関する。本発明に係る透光性多結晶材料は、例えば、レーザー装置、光計測や光通信用素子等に用いられる光学材料に好適に利用することができる。

【背景技術】

【0002】

近年、レーザー媒質として多結晶材料を用いたセラミックスレーザーが注目されている。セラミックスレーザーにおけるレーザー媒質は、例えば、原料粉末を所定形状にプレス成形してから真空中で焼成することにより製造される(例えば、特許文献 1、非特許文献 1 参照)。

【0003】

30

このセラミックスレーザーにおけるレーザー媒質には、光学的に等方性の材料が用いられている。そして、光学的等方性材料としては、結晶構造が立方晶系の YAG 多結晶が主に用いられている。この光学的等方性材料である立方晶系の YAG 多結晶は、全ての方向に対して同じ屈折率を示す。このため、YAG 単結晶と同様、レーザー媒質として有効に機能する。

【0004】

また、YAG の他に、 Y_2O_3 や Sc_2O_3 等の立方晶系の多結晶がレーザー媒質に用いられている。

【0005】

このように従来のセラミックスレーザーにおけるレーザー媒質としては、専ら立方晶系の多結晶が研究開発され実用化に至っている。これは、多結晶は多数の微小な単結晶粒子により構成されているところ、屈折率に結晶方位依存性を有する光学的に異方性の単結晶粒子を普通に成形、焼結しても、レーザー媒質として不適な光散乱の大きい多結晶しかできないためである。

40

【0006】

一方、アパタイト系結晶 (FAP、SFAP、SVAP 等) やバナデート系結晶 (YVO_4 等) 等は、固体レーザーにおける発振効率を高めることができるので、利得媒体として有用である。しかし、アパタイト系結晶は六方晶系に属し、またバナデート系結晶は正方晶系に属する。すなわち、アパタイト系結晶やバナデート系結晶 (YVO_4 等) 等は光学的に異方性の材料である。このため、これらの光学的異方性材料は利得媒体として極め

50

て有用であるにもかかわらず、レーザー媒質として用いる場合、必然的に単結晶材料を選択することになる。

【0007】

しかし、単結晶材料は一般にチョコラルスキー（CZ）法等の単結晶育成により製造されているが、この単結晶育成においては作製可能な試料の大きさや形状に厳しい制約がある上、育成に時間を要するためプロセスに課題がある。

【0008】

これに対し、多結晶材料の作製手法である焼結により異方性媒体の作製が可能となれば、高強度レーザーの実現のために必要とされながらも単結晶では作製不能である大型バナデート媒質又は大型アパタイト媒質の作製が比較的容易になるなど、レーザー技術のさらなる発展に大きく貢献することができる。

10

【特許文献1】特開平5-235462号公報

【非特許文献1】Annu.Rev. Mater. Res. 2006.36:397-429, "Progress in Ceramic Lasers", Akio Ikesue, Yan Lin Aung, Takunori Taira, Tomosumi Kamimura, Kunio Yoshida and Gary L. Messing

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明は上記実情に鑑みてなされたものであり、光学的に異方性の単結晶粒子を成形、焼成して得られる透光性を有する多結晶体よりなる透光性多結晶材料を提供することを目的とする。

20

【課題を解決するための手段】

【0010】

(1) 本発明の透光性多結晶材料は、光学的に異方性の単結晶粒子であって、希土類元素からなり4f電子を有する希土類イオンを前記単結晶粒子の結晶中に含めることにより磁気異方性が增強された複数の前記単結晶粒子から、配向が制御された前記単結晶粒子より成る成形体を磁場空間で成形し、前記成形体を焼成して得られた透光性の多結晶体よりなり、各該単結晶粒子の結晶方向が一方向に揃った多結晶構造を有する透光性多結晶材料であって、

前記単結晶粒子は、アパタイト系化合物、バナデート系化合物、アルミナ系化合物、又はイットリウムリチウムフロライド系化合物よりなり、

30

前記透光性多結晶材料の直線透過率は50%以上であり、

前記希土類元素が、セリウム(Ce)、プラセオジウム(Pr)、ネオジウム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホロミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)及びイッテルビウム(Yb)よりなる群から選ばれる少なくとも一種であることを特徴とする。

【0011】

(2) 本発明の透光性多結晶材料において、前記単結晶粒子がアパタイト系化合物又はバナデート系化合物よりなるとよい。

【0012】

40

(3) 本発明の透光性多結晶材料において、好ましくは、前記アパタイト系化合物が $\text{A}_5(\text{O}_4)_3$ (A: Ca又はSr、P又はV、OH又はF)の化学式で示されるフッ素アパタイト、水酸アパタイト又はバナジウムアパタイトである。

【0013】

(4) 本発明の透光性多結晶材料において、好ましくは、前記バナデート系化合物が YVO_4 の化学式で示されるイットリウムオルソバナデート、 GdVO_4 の化学式で示されるガドリニウムオルソバナデート及び LuVO_4 の化学式で示されるルテチウムオルソバナデートよりなる群から選ばれる一種である。

【0014】

(5) 本発明の透光性多結晶材料において、好ましくは、前記希土類元素が、セリウム

50

(Ce)、プラセオジウム(Pr)、ネオジム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホロミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)及びイッテルビウム(Yb)よりなる群から選ばれる少なくとも一種である。

【0015】

(6)本発明の透光性多結晶材料は、好ましくは、光学材料に用いられる。

【0016】

(7)本発明の透光性多結晶材料の製造方法は、希土類元素からなり4f電子を有する希土類イオンが添加された光学的に異方性の単結晶粒子を含む原料粉末を溶液中に分散させて、懸濁液を準備する準備工程と、

磁場空間でスリップキャストを行うことにより、前記懸濁液から成形体を得る成形工程と、

前記成形体を焼成して、結晶方位が制御された多結晶構造を有する透光性の多結晶体よりなる透光性多結晶材料を得る焼成工程と、を備え、

前記希土類イオンは、前記単結晶粒子の磁気異方性を増強させる磁気異方性増強物質であり、

前記成形工程で、前記単結晶粒子が前記磁気異方性を発揮するように温度制御しつつ、該単結晶粒子における磁化容易軸の方向に応じて静磁場及び回転磁場のうちの一方を選択して印加し、

前記焼成工程で、前記成形体を1600～1900Kの温度で一次焼結して一次焼結体を得る一次焼結工程と、該一次焼結体を1600～1900Kの温度で熱間等方加圧焼結する二次焼結工程とを順に実施して、直線透過率が50%以上の透光性多結晶材料を製造する方法であって、

前記単結晶粒子は、アパタイト系化合物、バナデート系化合物、アルミナ系化合物、又はイットリウムリチウムフロライド系化合物よりなり、

前記希土類元素が、セリウム(Ce)、プラセオジウム(Pr)、ネオジム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホロミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)及びイッテルビウム(Yb)よりなる群から選ばれる少なくとも一種であることを特徴とする。

【0017】

一次焼結工程での加熱温度は1700～1900Kであり、二次焼結工程での加熱温度は1700～1900Kであることがさらに好ましい。

【0018】

(8)本発明の透光性多結晶材料の製造方法において、前記単結晶粒子がアパタイト系化合物又はバナデート系化合物よりなるとよい。

【0019】

本発明の透光性多結晶材料の製造方法において、好ましくは、前記希土類元素が、セリウム(Ce)、プラセオジウム(Pr)、ネオジム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホロミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)及びイッテルビウム(Yb)よりなる群から選ばれる少なくとも一種である。

【0020】

(9)本発明の透光性多結晶材料の製造方法において、好ましくは、前記成形工程で、前記単結晶粒子における磁化容易軸がc軸である場合は静磁場を印加する。

【0021】

(10)本発明の透光性多結晶材料の製造方法において、好ましくは、前記成形工程で、前記単結晶粒子における磁化容易軸がa軸である場合は回転軸と垂直方向の回転磁場を印加する。

【0022】

(11)本発明の透光性多結晶材料の製造方法において、好ましくは、前記単結晶粒子

10

20

30

40

50

がアパタイト系化合物よりなり、かつ前記希土類元素がセリウム (Ce)、プラセオジウム (Pr)、ネオジウム (Nd)、テルビウム (Tb)、ジスプロシウム (Dy) 及びホロミウム (Ho) よりなる群から選ばれる少なくとも一種である場合、又は前記単結晶粒子がバナデート系化合物よりなり、かつ前記希土類元素がプロメチウム (Pm)、サマリウム (Sm)、エルビウム (Er)、ツリウム (Tm) 及びイッテルビウム (Yb) よりなる群から選ばれる少なくとも一種である場合であって、前記成形工程で静磁場を印加する。

【0023】

(12) 本発明の透光性多結晶材料の製造方法において、好ましくは、前記単結晶粒子がアパタイト系化合物よりなり、かつ前記希土類元素がプロメチウム (Pm)、サマリウム (Sm)、エルビウム (Er)、ツリウム (Tm) 及びイッテルビウム (Yb) よりなる群から選ばれる少なくとも一種である場合、又は前記単結晶粒子がバナデート系化合物よりなり、かつ前記希土類元素がセリウム (Ce)、プラセオジウム (Pr)、ネオジウム (Nd)、テルビウム (Tb)、ジスプロシウム (Dy) 及びホロミウム (Ho) よりなる群から選ばれる少なくとも一種である場合であって、前記成形工程で回転磁場を印加する。

10

【0024】

(13) 本発明の透光性多結晶材料の製造方法において、好ましくは、前記アパタイト系化合物が $\text{Ca}_5(\text{O}_4)_3$ (: Ca 又は Sr、 : P 又は V、 : OH 又は F) の化学式で示されるフッ素アパタイト、水酸アパタイト又はバナジウムアパタイトである。

20

【0025】

(14) 本発明の透光性多結晶材料の製造方法において、好ましくは、前記バナデート系化合物が YVO_4 の化学式で示されるイットリウムオルソバナデート、 GdVO_4 の化学式で示されるガドリニウムオルソバナデート及び LuVO_4 の化学式で示されるルテチウムオルソバナデートよりなる群から選ばれる一種である。

【0026】

(15) 本発明の透光性多結晶材料の製造方法において、好ましくは、前記成形工程で印加する磁場の強度が 1 T 以上であり、該成形工程で前記単結晶粒子の結晶温度が 300 K 以下となるように温度制御する。

【発明の効果】

30

【0027】

本発明の透光性多結晶材料は、光学的に異方性の単結晶粒子を成形、焼成して得られる多結晶材料よりなり、その多結晶構造を構成する各単結晶粒子の結晶方向が一方向に揃っている。このため、この透光性多結晶材料を例えば光学材料としてのレーザー媒質に利用すれば、誘導放出断面積の大きな材料のセラミック化が可能となり、高出力でレーザー発振可能な大型媒体を短時間で簡便に作製することができる。

【図面の簡単な説明】

【0028】

【図1】本実施形態の透光性多結晶材料の製造方法において、希土類元素が添加された単結晶粒子の磁気異方性を説明する図である。

40

【図2】本実施形態の透光性多結晶材料の製造方法において、希土類元素が添加された単結晶粒子の磁気異方性の温度依存性を示すグラフである。

【図3】本実施形態の透光性多結晶材料の製造方法において、フッ素アパタイトの相対密度の焼結温度依存性を示すグラフである。

【図4】本実施形態の透光性多結晶材料の製造方法を模式的に説明する図である。

【図5】実施例1で得られた Nd : FAP セラミックス及び実施例2で得られた Yb : FAP セラミックスについて、X線回折をした結果を示すグラフである。

【符号の説明】

【0029】

1 ... スラリー (懸濁液)

2 ... 石膏製モールド

50

3 ... 電磁石

【発明を実施するための最良の形態】

【0030】

以下、本発明の透光性多結晶材料及びその製造方法の実施形態について詳しく説明する。なお、本発明の透光性多結晶材料及びその製造方法は、説明する実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において、当業者が行い得る変更、改良等を施した種々の形態にて実施することができる。

【0031】

本実施形態の透光性多結晶材料の製造方法は、準備工程と、成形工程と、焼成工程とを備えている。

10

【0032】

準備工程では、希土類元素が添加された光学的に異方性の単結晶粒子を含む原料粉末を溶液中に分散させて、懸濁液を準備する。

【0033】

ここに、光学的に異方性の単結晶粒子とは、屈折率が結晶方位によって変化する単結晶粒子、すなわち屈折率に結晶方位依存性を有する単結晶粒子のことである。光学的に異方性の単結晶粒子としては、六方晶、三方晶及び正方晶のうちのいずれか一つの結晶構造を有するものを挙げるができる。

【0034】

六方晶の結晶構造を有する単結晶粒子として、好ましくは、アパタイト系化合物よりなる単結晶粒子、アルミナ系化合物よりなる単結晶粒子等を挙げるができる。また、正方晶の結晶構造を有する単結晶粒子として、好ましくは、バナデート系化合物よりなる単結晶粒子、イットリウムリチウムフロライド系化合物よりなる単結晶粒子等を挙げるができる。

20

【0035】

六方晶系のアパタイト系化合物よりなる単結晶粒子としては、例えば、 $\text{A}_5(\text{BO}_4)_3$ ($\text{A} : \text{Ca}$ 又は Sr 、 $\text{B} : \text{P}$ 又は V 、 $\text{O} : \text{OH}$ 又は F) の化学式で示されるフッ素アパタイト、水酸アパタイト又はバナジウムアパタイトを挙げることができる。

【0036】

正方晶系のバナデート系化合物よりなる単結晶粒子としては、例えば、 YVO_4 の化学式で示されるイットリウムオルソバナデート、 GdVO_4 の化学式で示されるガドリニウムオルソバナデートや LuVO_4 の化学式で示されるルテチウムオルソバナデートを挙げることができる。

30

【0037】

希土類元素は、外殻電子により遮蔽された 4f 電子の寄与により固有の磁性特性を発現する。このため、光学的に異方性の単結晶粒子に希土類元素を添加することにより、結晶中の希土類イオンにより誘起される磁気異方性を駆動力とした結晶配向制御が可能になる。

【0038】

光学的に異方性の単結晶粒子に添加される希土類元素としては、例えば、セリウム (Ce)、プラセオジウム (Pr)、ネオジウム (Nd)、プロメチウム (Pm)、サマリウム (Sm)、テルビウム (Tb)、ジスプロシウム (Dy)、ホロミウム (Ho)、エルビウム (Er)、ツリウム (Tm) や イッテルビウム (Yb) を挙げるができる。これらの希土類元素のうちの一つが単独で各単結晶粒子に含まれていてもよいし、あるいは複数種類の希土類元素が各単結晶粒子に含まれていてもよい。またこれらの希土類元素の中でも、特に固体レーザーにドーブする代表的な元素である Nd 及び Yb のうちの少なくとも一方が単結晶粒子に含まれていることが好ましい。なお、ガドリニウム (Gd) およびルテチウム (Lu) は基底状態の軌道角運動量の値が 0 でありスピン角運動量しか有さないため、結晶軸と磁化の方向が対応しない。ゆえに Gd および Lu の単独での添加は磁気異方性誘起増強効果を生じない。

40

50

【 0 0 3 9 】

希土類元素が添加された単結晶粒子の準備方法は特に限定されず、例えば、仮焼きによる固相反応、あるいは湿式合成法により、所定の酸化物粉末に希土類元素を均一分散させればよい。

【 0 0 4 0 】

そして、例えば、希土類元素が添加された単結晶粒子としての酸化物粉末と、他の所定の酸化物粉末との混合粉末よりなる原料粉末を、水（溶媒）及び高分子系分散剤に添加することで、懸濁液を準備することができる。なお、溶媒及び分散剤の種類、並びに分散剤の添加濃度については、特に限定されず、原料粉末の状態に応じて適宜選択することができる。また、この懸濁液を準備する際、希土類元素が添加された単結晶粒子としての酸化物粉末を複数種類用いてもよい。

10

【 0 0 4 1 】

成形工程では、磁場空間でスリップキャストを行うことにより、前記懸濁液から成形体を得る。

【 0 0 4 2 】

このときのスリップキャストの方法は特に限定されず、例えば、石膏製等の多孔性容器に前記懸濁液を注ぎ込み、重力方向に脱水して乾燥、成形すればよい。

【 0 0 4 3 】

本実施形態の製造方法における成形工程では、このスリップキャストを磁場空間で行う。このとき印加する磁場の強度は、希土類元素が添加された単結晶粒子の磁気異方性の大きさに応じて適宜設定可能であるが、1 T（テスラ）以上であることが望ましく、1.4 T程度であることが特に望ましい。1.4 T程度の磁場強度であれば、汎用の電磁石装置により直径180 mm、ギャップ70 mm程度の範囲において均質な磁場を容易に発生させることができるため、大口径の透光性多結晶材料を容易に製造することが可能になるからである。また、本実施形態において印加磁場強度の上限は磁場発生装置の制約により15 Tであることがよい。希土類イオンの異方性により、1.4 Tという低磁場の印加によっても単結晶粒子を高度に配向させることが可能である。

20

【 0 0 4 4 】

成形工程で印加する磁場の発生手段は、印加しようとする磁場強度に応じて適宜選定可能である。超伝導磁石や永久磁石を用いてもよいが、均質かつ広大な磁場空間を容易に得られることから電磁石を用いることが望ましい。

30

【 0 0 4 5 】

磁場印加の具体的方法は、希土類元素が添加された単結晶粒子の磁化容易軸の方向により決められる。すなわち、希土類元素が添加された単結晶粒子における磁化容易軸がc軸である場合は静磁場を印加し、希土類元素が添加された単結晶粒子における磁化容易軸がa軸である場合は鉛直方向を軸とする回転磁場を印加する。

【 0 0 4 6 】

回転磁場を印加する場合、磁場の回転速度は0.1 rpm ~ 100 rpmであることが好ましい。磁場の回転速度が0.1 rpm未満の場合には単結晶粒子の配向性が低下するおそれがあり、100 rpmを越える場合には、遠心力に起因する分散性の低下に伴い配向性が低下するおそれがある。

40

【 0 0 4 7 】

具体的には、希土類元素としてセリウム（Ce）、プラセオジウム（Pr）、ネオジム（Nd）、テルビウム（Tb）、ジスプロシウム（Dy）又はホロミウム（Ho）が添加されたアパタイト系化合物よりなる単結晶粒子（例えば、Nd : FAP (Ca₅(PO₄)₃F) においては、磁化容易軸がc軸になる。すなわち、磁化率の異方性が、 $a < c$ となる。このため、Ce、Pr、Nd、Tb、Dy又はHoが添加されたアパタイト系化合物よりなる単結晶粒子の場合、図1(a)に示されるように、c軸と印加磁場方向が平行となる方向に磁気トルクが生じるため、任意方向の静磁場を印加することで一軸的配向性が得られる。これにより、各単結晶粒子の結晶方向が一方向に揃った成形体を得るこ

50

とができる。

【0048】

同様に、希土類元素としてプロメチウム (Pm)、サマリウム (Sm)、エルビウム (Er)、ツリウム (Tm) 又はイッテルビウム (Yb) が添加されたバナデート系化合物よりなる単結晶粒子においては、磁化容易軸が c 軸になり、磁化率の異方性が、 $a < c$ となる。このため、Pm、Sm、Er、Tm 又は Yb が添加されたバナデート系化合物よりなる単結晶粒子の場合、c 軸と印加磁場方向が平行となる方向に磁気トルクが生じるため、任意方向の静磁場を印加することで一軸的配向性が得られる。これにより、各単結晶粒子の結晶方向が一方向に揃った成形体を得ることができる。

【0049】

一方、希土類元素として Pm、Sm、Er、Tm 又は Yb が添加されたアパタイト系化合物よりなる単結晶粒子 (例えば、 $Yb : FAP (Ca_5 (PO_4)_3 F)$) においては、磁化容易軸が a 軸になる。すなわち、磁化率の異方性が、 $c < a$ となる。このため、Pm、Sm、Er、Tm 又は Yb が添加されたアパタイト系化合物よりなる単結晶粒子の場合、a 軸が磁場印加方向と平行に配向する。このとき、図 1 (b) に示されるように、c 軸は磁場と垂直な面内でトルクを受けず、任意の方向と成り得る。このため、磁場印加方向と垂直な方向を回転軸方向とする回転磁場を印加することにより、c 軸が一軸的に配向した成形体を得ることができる。すなわち、各単結晶粒子の結晶方向が一方向に揃った成形体を得ることができる。

【0050】

同様に、希土類元素として Ce、Pr、Nd、Tb、Dy 又は Ho が添加されたバナデート系化合物よりなる単結晶粒子においては、磁化容易軸が a 軸になり、磁化率の異方性が、 $c < a$ となる。このため、Ce、Pr、Nd、Tb、Dy 又は Ho が添加されたバナデート系化合物よりなる単結晶粒子の場合、a 軸が磁場印加方向と平行に配向し、c 軸は任意の方向と成り得るため、磁場印加方向と垂直な方向を回転軸方向とする回転磁場を印加することにより、c 軸が一軸的に配向した成形体を得ることができる。

【0051】

なお、このような磁気特性と磁場印加方法との関係は、六方晶、三方晶又は正方晶のいずれの場合においても同じである。すなわち、単結晶粒子の結晶構造が六方晶、三方晶又は正方晶のいずれの場合であっても、希土類元素が添加された単結晶粒子の磁化容易軸方向に応じて所定の磁場印加方法を採用することにより、各単結晶粒子の結晶方向が一方向に揃った成形体を得ることができる。

【0052】

ここに、単結晶粒子における磁化容易軸は、結晶構造、添加されている希土類元素のイオン種及び結晶温度に依存する。例えば、Yb が 1.8 at. % 添加された YVO_4 単結晶の磁気異方性の温度依存性を図 2 に示す。なお、図 2 において、印は 1.8 at. % Yb : YVO_4 単結晶における c 軸方向の磁化率を示し、印は 1.8 at. % Yb : YVO_4 単結晶における a 軸方向の磁化率を示す。

【0053】

図 2 より明らかなように、結晶温度が低いほど希土類イオンによる磁気異方性誘起効果が大きいことがわかる。1.8 at. % Yb : YVO_4 の場合、例えば結晶温度を 300 K から 200 K に低下させることにより磁気異方性の大きさは 1.85 倍となる。このように成形工程において懸濁液を冷却して結晶温度を低くすることは印加磁場強度を増加させることと等価の効果をも有する。一方、成形工程における単結晶粒子の結晶温度が高すぎると、希土類イオンによる磁気異方性誘起効果が小さくなって、単結晶粒子における磁気異方性が小さくなり、結晶の配向制御に必要な印加磁場強度が高くなったり、あるいは結晶の配向制御自体が困難又は不可能になったりする。したがって、成形工程においては、希土類元素が添加された単結晶粒子が所定の磁気異方性を発揮するように温度制御する必要がある。かかる観点より、成形工程では、単結晶粒子の結晶温度が 300 K 以下となるように温度制御することが好ましく、単結晶粒子の結晶温度が 273 K 以下となるように

10

20

30

40

50

温度制御することがより好ましい。

【0054】

成形工程において、希土類元素が添加されたアパタイト系化合物又はバナデート系化合物よりなる単結晶粒子が磁場配向可能となるように懸濁液を温度制御すれば、1 T ~ 1.4 Tの印加磁場強度で結晶方向を高度に一軸配向させることができる。なお、成形工程における単結晶粒子の結晶温度が低ければ低いほど、希土類イオンによる磁気異方性誘起効果が大きくなるため、結晶の配向制御に必要な印加磁場強度を低くできて好ましいが、低温環境下における粒子の分散性と成形性の観点より成形工程における単結晶粒子の結晶温度の下限は180 Kとすることが好ましい。

【0055】

焼成工程では、前記成形体を焼成して、結晶方位が制御された多結晶構造を有する透光性の多結晶材料よりなる透光性多結晶材料を得る。すなわち、こうして得られた透光性多結晶材料では、多結晶構造を構成する各単結晶粒子の結晶方向が一方向に揃ったものとなる。焼成工程においては磁場を印加しなくても高い配向性を有する透明多結晶材料を得ることができる。

【0056】

この焼成工程では、一次焼結工程と、二次焼結工程とを順に実施する。

【0057】

一次焼結工程では、前記成形体を1600 ~ 1900 Kの温度で一次焼結して一次焼結体を得る。一次焼結温度は1700 ~ 1900 Kであることがよい。図3にフッ素アパタイト焼結体($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}_2$)の相対密度を示す。相対密度とは、試料中の気孔がゼロであるときの密度(理論密度)に対する、実際の試料密度の比率(百分率)をいう。

【0058】

この焼結体の相対密度は1600 K以上、好ましくは1700 K以上の処理で飽和する。ゆえに一次焼結工程における処理温度が1600 Kよりも低いと、一次焼結段階の緻密化が不十分となるため、二次焼結工程で得られる多結晶材料の透光性が低下する。一方、一次焼結温度が1900 Kよりも高いと、異常粒成長により結晶粒が粗大化するため、二次焼結工程で得られる多結晶材料の機械的強度が低下する。この一次焼結工程における雰囲気、時間及び圧力は特に限定されないが、例えば雰囲気：大気、一次焼結時間：0.5 ~ 3時間程度の常圧焼結とすることができる。

【0059】

二次焼結工程では、一次焼結体を1600 ~ 1900 Kの温度で熱間等方加圧焼結する。二次焼結での焼結温度は1700 ~ 1900 Kであることがよい。二次焼結工程における二次焼結温度が一次焼結温度の下限である1700 K未満、更には1600 K未満の場合には、熱間等方加圧による緻密化が最適とならないため、得られる多結晶材料の透光性が低下する。一方、二次焼結温度が1900 Kよりも高いと、結晶粒が粗大化するため、得られる多結晶材料の機械的強度が低下する。この二次焼結工程における雰囲気、時間及び圧力は特に限定されないが、例えば雰囲気：アルゴン、二次焼結時間：0.5 ~ 1時間程度、二次焼結圧力：100 ~ 200 MPa程度とすることができる。

【0060】

こうして製造された本実施形態に係る透光性多結晶材料は、希土類元素を含む複数の光学的に異方性の単結晶粒子を成形、焼成して得られた透光性の多結晶材料よりなり、各単結晶粒子の結晶方向が一方向に揃った多結晶構造を有する。

【0061】

ここに、透光性多結晶材料における透光性とは、吸収や散乱なしに光が多結晶材料中を進むこと、すなわち光学的に透明であることを意味する。より具体的には、多結晶材料の厚さ：0.8 mm、光の波長：1000 nmの透過率測定条件における直線透過率が50%以上である(好ましくは70%以上である)ことを意味する。直線透過率とは、透光性多結晶材料の厚み方向の光の透過率を示す。

10

20

30

40

50

【0062】

(実施例)

【0063】

以下の実施例により本発明をより具体的に説明する。なお、本発明は以下の実施例により限定されるものではない。

【0064】

(実施例1)

【0065】

実施例1では、希土類元素としてNdを、異方性の単結晶粒子として $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ の化学式で示されるフルオロアパタイト(FAP)をそれぞれ用いて、透光性多結晶材料としてのNd:FAPセラミックスを製造した。

10

【0066】

<準備工程>

【0067】

湿式法により作製した4at.%Nd:FAP単結晶体を乳鉢にて粉碎し、平均粒子径約 $0.2\mu\text{m}$ の4at.%Nd:FAP単結晶粒子とした。この4at.%Nd:FAP単結晶粒子3gに、水3mL及び分散剤(アクアリック、日本触媒製)1mLを添加することにより4at.%Nd:FAP懸濁液よりなるスラリー1を作製した。

【0068】

<成形工程>

20

【0069】

図4に示すように、スラリー1を石膏モールド2に注ぎ、296Kの温度にて、電磁石3を用いて1.4Tの水平方向の磁場を印加しつつ、スラリー1を重力方向に脱水、成形した。

【0070】

ここに、4at.%Nd:FAP単結晶体における磁化容易軸はc軸であるため、4at.%Nd:FAP単結晶体にはc軸と印加磁場方向とが平行となる方向に磁気トルクが発生する。このため、実施例1における成形工程では、石膏モールド2を回転させることなく、水平方向の静磁場をスラリー1に印加することにより、4at.%Nd:FAP単結晶体のc軸を印加磁場方向と平行な方向に一軸的に配向させた。

30

【0071】

その後、室温で72時間、自然乾燥させて、直径7mm、厚さ10mmの円柱状の成形体を得た。

【0072】

<焼成工程>

【0073】

得られた成形体を大気雰囲気下、加熱温度:1873K、加熱時間:1時間の条件で焼成することにより一次焼結を行なった。得られた一次焼結体の相対密度は90%以上であった。

【0074】

40

さらに、得られた一次焼結体に対して、アルゴン雰囲気下、加熱温度:1873K、加熱時間:1時間、圧力:196MPaの条件で、カプセルフリーのHIP(Hot Isostatic Pressing:熱間等方加圧成形)処理を施して二次焼結を行い、実施例1のNd:FAPセラミックスを製造した。

【0075】

実施例1で得られたNd:FAPセラミックスを直径7mm、厚さ0.8mmに成形し、波長1000nmの光における直線透過率を測定したところ77%となり、透光性を示した。

【0076】

(実施例2)

50

【0077】

本実施例では、希土類元素としてYbを、異方性の単結晶粒子として、実施例1と同様、 $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ の化学式で示されるFAPをそれぞれ用いて、透光性多結晶材料としてのYb:FAPセラミックスを製造した。

【0078】

<準備工程>

【0079】

湿式法により作製した4at.%Yb:FAP単結晶体を乳鉢にて粉碎し、平均粒子径約 $0.2\mu\text{m}$ の4at.%Yb:FAP単結晶粒子とした。この4at.%Yb:FAP単結晶粒子3gに、水3mL及び分散剤(アクアリック:日本触媒製)1mLを添加することにより4at.%Yb:FAP懸濁液(スラリー)よりなるスラリー1を作製した。

10

【0080】

<成形工程>

【0081】

図4に示すように、スラリー1を石膏モールド2に注ぎ、296Kの温度にて、電磁石3を用いて1.4Tの水平方向の磁場を印加しつつ、スラリー1を重力方向に脱水、成形した。

【0082】

ここに、4at.%Yb:FAP単結晶体における磁化容易軸はa軸であるため、4at.%Yb:FAP単結晶体にはa軸と印加磁場方向とが平行となる方向に磁気トルクが発生する。このとき、4at.%Yb:FAP単結晶体のc軸は磁場と垂直な面内で磁気トルクを受けないため、4at.%Yb:FAP単結晶体のc軸は任意の方向を向き得る。このため、実施例2における成形工程では、印加磁場方向の垂直方向である鉛直方向を回転軸として、石膏モールド2を17rpmで回転させて、水平方向の回転磁場をスラリー1に印加することにより、4at.%Yb:FAP単結晶体のc軸を回転軸方向と平行な方向に一軸的に配向させた。

20

【0083】

その後、室温で72時間、自然乾燥させて、直径7mm、厚さ10mmの円柱状の成形体を得た。

【0084】

<焼成工程>

【0085】

得られた成形体を実施例1と同様に一次焼結するとともにHIP処理を施して、実施例2のYb:FAPセラミックスを得た。

30

【0086】

この実施例2で得られたYb:FAPセラミックスは光学的に透明であり、実施例1と同等の透光性を示した。

【0087】

(実施例3)

【0088】

実施例1の焼成工程において、一次焼結での加熱温度を1773Kに変更すること以外は、実施例1と同様にして、実施例3のNd:FAPセラミックスを製造した。なお、実施例3の焼成工程における一次焼結で得られた一次焼結体の相対密度は90%以上であった。

40

【0089】

この実施例3で得られたNd:FAPセラミックスは光学的に透明であり、実施例1と同等の透光性を示した。

【0090】

(実施例4)

【0091】

50

実施例 2 の焼成工程において、一次焼結での加熱温度を 1 7 7 3 K に変更すること以外は、実施例 2 と同様にして、実施例 4 の Y b : F A P セラミックスを製造した。なお、実施例 4 の焼成工程における一次焼結で得られた一次焼結体の相対密度は 9 0 % 以上であった。

【 0 0 9 2 】

この実施例 4 で得られた Y b : F A P セラミックスは光学的に透明であり、実施例 1 と同等の透光性を示した。

【 0 0 9 3 】

(実施例 5)

【 0 0 9 4 】

実施例 1 の焼成工程において、一次焼結時の圧力を 1×10^{-4} Pa、加熱温度を 1 6 4 3 K に変更すること以外は、実施例 1 と同様にして、実施例 5 の N d : F A P セラミックスを製造した。なお、実施例 5 の焼成工程における一次焼結で得られた一次焼結体の相対密度は 9 0 % 以上であった。

【 0 0 9 5 】

この実施例 5 で得られた N d : F A P セラミックスは光学的に透明であり、実施例 1 と同等の透光性を示した。

【 0 0 9 6 】

(比較例 1)

【 0 0 9 7 】

実施例 1 の焼成工程において、一次焼結での加熱温度を 1 5 7 3 K に変更すること以外は、実施例 1 と同様にして、比較例 1 の N d : F A P セラミックスを製造した。なお、比較例 1 の焼成工程における一次焼結で得られた一次焼結体の相対密度は 9 0 % 以下であった。

【 0 0 9 8 】

この比較例 1 で得られた N d : F A P セラミックスは光学的に透明ではなく、透光性を示さなかった。

【 0 0 9 9 】

(比較例 2)

【 0 1 0 0 】

実施例 2 の焼成工程において、一次焼結での加熱温度を 1 5 7 3 K に変更すること以外は、実施例 2 と同様にして、比較例 2 の Y b : F A P セラミックスを製造した。なお、比較例 2 の焼成工程における一次焼結で得られた一次焼結体の相対密度は 9 0 % 以下であった。

【 0 1 0 1 】

この比較例 2 で得られた Y b : F A P セラミックスは光学的に透明ではなく、透光性を示さなかった。

【 0 1 0 2 】

(比較例 3)

【 0 1 0 3 】

実施例 1 の焼成工程において、二次焼結 (H I P 処理) での加熱温度を 1 2 7 3 K に変更すること以外は、実施例 1 と同様にして、比較例 3 の N d : F A P セラミックスを製造した。

【 0 1 0 4 】

この比較例 3 で得られた N d : F A P セラミックスは光学的に透明ではなく、透光性を示さなかった。

【 0 1 0 5 】

(比較例 4)

【 0 1 0 6 】

実施例 2 の焼成工程において、二次焼結 (H I P 処理) での加熱温度を 1 2 7 3 K に変

10

20

30

40

50

更すること以外は、実施例 2 と同様にして、比較例 4 の Y b : F A P セラミックスを製造した。

【 0 1 0 7 】

この比較例 4 で得られた Y b : F A P セラミックスは光学的に透明ではなく、透光性を示さなかった。

【 0 1 0 8 】

(結晶方位の評価)

【 0 1 0 9 】

実施例 1 で得られた N d : F A P セラミックス及び実施例 2 で得られた Y b : F A P セラミックス試料について、X 線回折装置 (「 R I N T 2 0 3 5 」、株式会社リガク製) を用いて結晶方位の評価を行った。

【 0 1 1 0 】

その結果を図 5 に示す。なお、図 5 中、(A) は実施例 1 で得られた N d : F A P セラミックスについての評価結果、(B) は実施例 2 で得られた Y b : F A P セラミックスについての評価結果、(C) は希土類元素が添加されていない F A P 単結晶粉末についての評価結果、(D) は希土類元素が添加されていない F A P 単結晶粉末の J C P D S カードデータをそれぞれ示す。

【 0 1 1 1 】

図 5 に示される結果より、(A) の実施例 1 で得られた N d : F A P セラミックスについては、(0 0 1) 面の相対強度が上昇しており、c 軸配向していることが確認された。また、(B) の実施例 2 で得られた Y b : F A P セラミックスについては、(h k 0) 面の相対強度が上昇しており、a 軸を磁化容易軸とした結晶配向が観察された。

【 0 1 1 2 】

したがって、1 . 4 T の磁場印加により、レーザー媒質として必要な高度で一軸的な配向性の付与が可能であることが確認できた。

【 0 1 1 3 】

よって、異方性結晶を用いたレーザセラミック媒体の作製が可能であることが実証された。

【 0 1 1 4 】

(その他の実施例)

【 0 1 1 5 】

なお、前記実施例 1、3、5 では、希土類元素として N d を、異方性の単結晶粒子として $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ の化学式で示されるフルオロアパタイト (F A P) をそれぞれ用い、成形工程で静磁場を印加して、透光性多結晶材料としての N d : F A P セラミックスを製造する例について説明した。しかし、実施例 1、3、5 において、希土類元素として、N d の代わりに、C e、P r、T b、D y 又は H o を用いてもよい。また、異方性の単結晶粒子として、 $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ の化学式で示されるフッ素アパタイト (F A P) の代わりに、 $\text{Sr}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ 、 $\text{Sr}_5(\text{VO}_4)_3\text{F}$ 、 $\text{Ca}_5(\text{VO}_4)_3\text{F}$ 、 $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ 、 $\text{Sr}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ 、 $\text{Sr}_5(\text{VO}_4)_3\text{OH}$ 又は $\text{Ca}_5(\text{VO}_4)_3\text{OH}$ を用いたりしてもよい。これらの場合にも、実施例 1、3、5 と同様、成形工程で静磁場を印加することで、透光性多結晶材料を製造することができる。

【 0 1 1 6 】

同様に、前記実施例 1、3、5 において、希土類元素として、N d の代わりに、P m、S m、E r、T m 又は Y b を用いるとともに、異方性の単結晶粒子として、 $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ の化学式で示されるフッ素アパタイト (F A P) の代わりに、 YVO_4 の化学式で示されるイットリウムオルソバナデート、 GdVO_4 の化学式で示されるガドリニウムオルソバナデート又は LuVO_4 の化学式で示されるルテチウムオルソバナデートを用いてもよい。これらの場合にも、実施例 1、3、5 と同様、成形工程で静磁場を印加することで、透光性多結晶材料を製造することができる。

【 0 1 1 7 】

10

20

30

40

50

また、前記実施例 2、4 では、希土類元素として Yb を、異方性の単結晶粒子として $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ の化学式で示されるフルオロアパタイト (FAP) をそれぞれ使い、成形工程で回転磁場を印加して、透光性多結晶材料としての Yb : FAP セラミックスを製造する例について説明した。しかし、実施例 2、4 において、希土類元素として、Yb の代わりに、Pm、Sm、Er 又は Tm を用いるとともに、異方性の単結晶粒子として、 $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ の化学式で示されるフッ素アパタイト (FAP) の代わりに、 $\text{Sr}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ 、 $\text{Sr}_5(\text{VO}_4)_3\text{F}$ 、 $\text{Ca}_5(\text{VO}_4)_3\text{F}$ 、 $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ 、 $\text{Sr}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ 、 $\text{Sr}_5(\text{VO}_4)_3\text{OH}$ 又は $\text{Ca}_5(\text{VO}_4)_3\text{OH}$ を用いてもよい。これらの場合にも、実施例 2、4 と同様、成形工程で回転磁場を印加することで、透光性多結晶材料を製造することができる。

10

【0118】

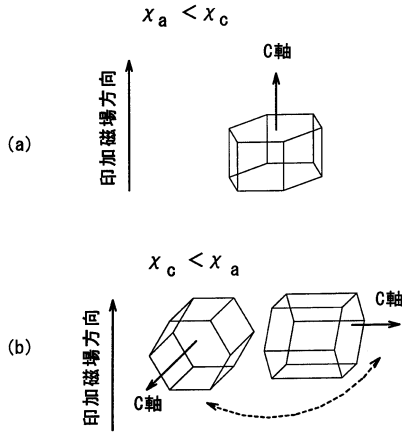
同様に、前記実施例 2、4 において、希土類元素として、Yb の代わりに、Ce、Pr、Nd、Tb、Dy 又は Ho を用いるとともに、異方性の単結晶粒子として、 $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ の化学式で示されるフッ素アパタイト (FAP) の代わりに、 YVO_4 の化学式で示されるイットリウムオルソバナデート、 GdVO_4 の化学式で示されるガドリニウムオルソバナデート又は LuVO_4 の化学式で示されるルテチウムオルソバナデートを用いてもよい。これらの場合にも、実施例 2、4 と同様、成形工程で回転磁場を印加することで、透光性多結晶材料を製造することができる。

【産業上の利用可能性】**【0119】**

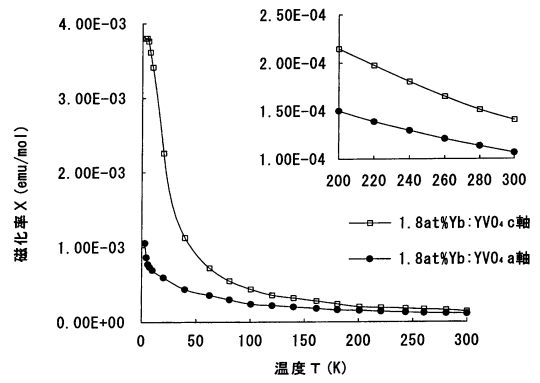
本実施形態に係る透光性多結晶材料は、好ましくは光学材料に用いられる。この光学材料としては、例えば、レーザー媒質、光学基板、窓、レンズ、プリズム、ビームスプリッタ、ファイバやスラブなどの導波路を挙げることができる。これらの光学材料のうちではレーザー媒質が特に好ましい。

20

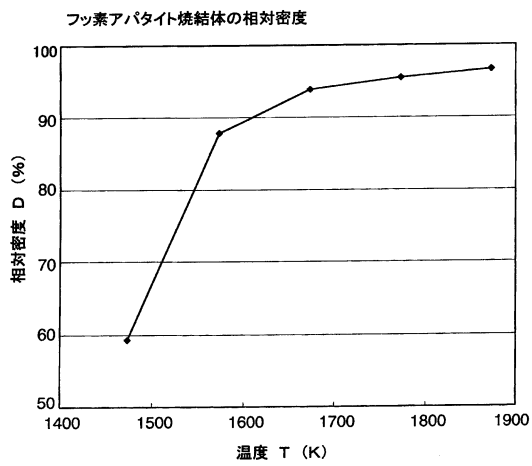
【図1】



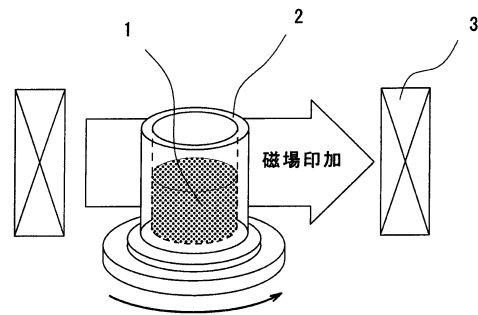
【図2】



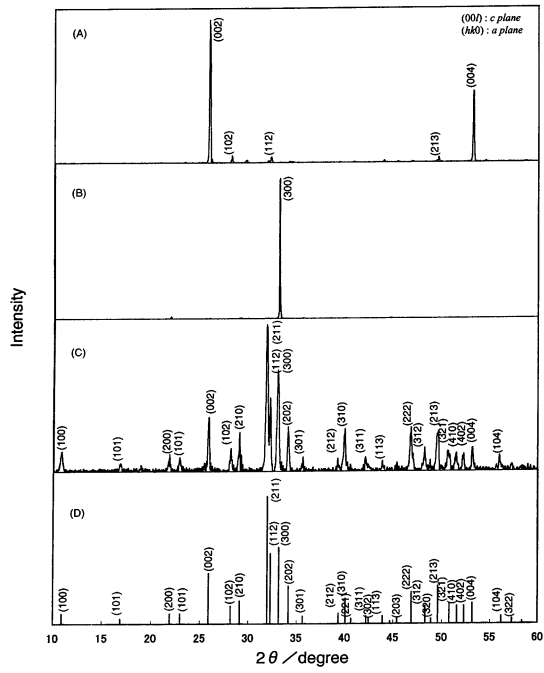
【図3】



【図4】



【 5 】



X線回折による配向度評価
(A) 4%Yb:FAPセラミックス (B) 4%Nd:FAPセラミックス (C) FAP粉末
(D) PDF 00-015-0876

フロントページの続き

- (72)発明者 秋山 順
愛知県岡崎市明大寺町字西郷中38 大学共同利用機関法人自然科学研究機構 分子科学研究所内
- (72)発明者 浅井 滋生
愛知県名古屋市南区阿原町23-1 独立行政法人科学技術振興機構 JSTイノベーションプラザ東海内
- (72)発明者 原 邦彦
愛知県名古屋市西区則武新町4丁目1番35号 株式会社コンボン研究所内

審査官 小川 武

- (56)参考文献 特開2002-193672(JP,A)
特開2004-315313(JP,A)
特開2008-037064(JP,A)
特開2001-172421(JP,A)
特開平09-087012(JP,A)
特開2003-112974(JP,A)
特開2005-336023(JP,A)
特開2002-293609(JP,A)
特開平08-245259(JP,A)
JING-Liang He, 4-ps passively mode-locked Nd:Gd0.5Y0.5V04 laser with a semiconductor saturable-absorber mirror, optics letters, 2004年12月1日, Vol.29 No.23, P.2803-2805, 意見書添付文献
池末明生, 固体レーザーの現状とセラミックス化への期待, マテリアルインテグレーション, 1999年, Vol.12 No.4, P.49-56
井上幸治 他, 強磁場印加によるハイドロキシアパタイトの結晶配向, 材料とプロセス, 日本, 日本鉄鋼協会, 2002年3月1日, Vol.15, No.1, pp.226
秋山順 他, 強磁場中試料回転スリップキャストによるc軸配向HApバルク体の作製, 日本金属学会誌, 日本, 日本金属学会, 2006年, Vol.70, No.5, pp.412-414
Tohru S Suzuki, Orientation Amplification of Alumina by Colloidal Filtration in a Strong Magnetic Field and Sintering, Advanced Engineering Materials, 2001年, 3 No.7, P.490-492

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C04B 35/00 - 35/51