

文章编号:1001-9014(2006)02-0101-04

TbYbBiIG 晶体在 1500 ~ 1620nm 波段的带宽和温度特性研究

李 淼¹, 徐志成¹, 黄 敏², 严 密¹, 张志良¹

(1. 浙江大学 硅材料国家重点实验室, 浙江 杭州 310027

2. 浙江大学 城市学院, 浙江 杭州 310015)

摘要:以 $\text{Bi}_2\text{O}_3/\text{B}_2\text{O}_3$ 为主助熔剂和加速坩埚旋转技术改进的高温助熔剂法生长出掺 Bi 复合稀土铁石榴石 $\text{Tb}_x\text{Yb}_y\text{Bi}_{3-x-y}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 单晶. 研究了该系列晶体材料在近红外通信波段 (波长 $\lambda = 1500 \sim 1620\text{nm}$) 处的磁光性能, 其中 $\text{Tb}_{0.91}\text{Yb}_{1.38}\text{Bi}_{0.71}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 单晶有大的比法拉第旋转角 $-1671.2^\circ/\text{cm}$ ($\lambda = 1550\text{nm}, 25^\circ\text{C}$), 小的饱和磁化强度 ($4\pi Ms = 0.6 \times 10^6 \text{A/m}$), 小的法拉第旋转温度系数 ($\text{FTC} = 3.92 \times 10^{-5}/\text{K}$, $\lambda = 1550\text{nm}$), 在 $\lambda = 1500 \sim 1620\text{nm}$ 波长范围的法拉第旋转波长系数 $\text{FWC}(25^\circ\text{C})$ 为 $0.009\%/ \text{nm}$, 在 $\lambda = 1500 \sim 1620\text{nm}$ 波长和 $25 \sim 95^\circ\text{C}$ 温度范围内反向隔离度 $>40\text{dB}$. 综合性能表明 $\text{Tb}_x\text{Yb}_y\text{Bi}_{3-x-y}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 适合用作光通讯系统中宽带和温度稳定的高性能光隔离器的法拉第转子材料.

关键词:磁光材料;铁石榴石;法拉第转子

中图分类号:TN818;O482;O434 **文献标识码:**A

STUDY ON WIDEBAND AND TEMPERATURE PROPERTIES OF TbYbBiIG CRYSTAL IN 1500 ~ 1620nm BAND

LI Miao, XU Zhi-Cheng, HUANG Min, YAN Mi, ZHANG Zhi-Liang

(1. State Key Lab. of Silicon Mater, Zhejiang University Hangzhou 310027, China;

2. City College, Zhejiang University, Hangzhou 310015, China)

Abstract: By using the improved high temperature flux method with $\text{Bi}_2\text{O}_3/\text{B}_2\text{O}_3$ as main flux and the accelerated crucible rotation technique, Bi-doped compound rare earth iron garnet bulk single crystals $\text{Tb}_x\text{Yb}_y\text{Bi}_{3-x-y}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ were grown. The magneto-optical properties of these crystals were investigated in the near-infrared communication band ($\lambda = 1500 \sim 1620\text{nm}$). $\text{Tb}_{0.91}\text{Yb}_{1.38}\text{Bi}_{0.71}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ exhibits a large Faraday rotation $-1671.2^\circ/\text{cm}$ ($\lambda = 1550\text{nm}, 25^\circ\text{C}$), a small saturation magnetization ($4\pi Ms = 0.6 \times 10^6 \text{A/m}$), a small Faraday rotation temperature coefficient ($\text{FTC} = 3.92 \times 10^{-5}/\text{K}$, $\lambda = 1550\text{nm}$) and Faraday rotation wavelength coefficient $\text{FWC} = 0.009\%/ \text{nm}$ in $1500 \sim 1620\text{nm}$ at 25°C , the backward isolation above 40dB at $25 \sim 95^\circ\text{C}$ and in $1500 \sim 1620\text{nm}$. The above characteristics indicate that $\text{Tb}_x\text{Yb}_y\text{Bi}_{3-x-y}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ is a suitable Faraday rotator material used as wideband and temperature-stabilized optical isolator in the optical communication systems.

Key words: magneto-optical materials; iron garnet; Faraday rotator

引言

基于 Bi 替代稀土铁石榴石材料在近红外波段具有法拉第增强效应和很小的光吸收损耗, 已被大量地应用于光纤通讯系统中的器件如光隔离器和环形器等^[1-3]. 光隔离器是利用非互易性磁光法拉第效应来消除光纤通讯系统中来自于光纤后端和其他表面反

射光, 以维持系统稳定性的重要器件. 目前, 宽带光纤通信、波分复用等技术的发展对光隔离器提出了更高的应用技术指标, 作为光隔离器核心的法拉第转子材料, 应具有更大的带宽和更稳定的温度特性.

掺 Bi 稀土铁石榴石如 GdBiIG 和 TbBiIG 受到更多重视, 主要是由于掺 Bi^{3+} 能有效地提高磁光优值. 但是, 上述单一稀土元素占据十二面体晶位的掺

收稿日期: 2005-08-15, 修回日期: 2005-11-02

基金项目: 国家自然科学基金(50472061)资助项目

作者简介: 李淼(1979-), 男, 辽宁辽阳人, 硕士, 主要从事磁光材料的研究.

Received date: 2005-08-15, revised date: 2005-11-02

Bi 铁石榴石材料的法拉第旋转对温度变化非常敏感,降低了实际工作条件下的光隔离率.石榴石结构中的十二面体晶位能由多种稀土离子占据,将 2 种对法拉第旋转的波长和温度系数起相反作用的稀土元素,复合添加于掺 Bi 铁石榴石材料中能得到较好的磁光性能[4],[5].我们将具有相反符号的法拉第旋转温度系数 FTC 和波长系数 FWC 2 种掺 Bi 铁石榴石 YbBiIG 和 TbBiIG 互溶并调节其成分比例,生长掺 Bi 复合稀土铁石榴石 $\{Tb_xYb_yBi_{3-x-y}\}[Fe_2](Fe_3)O_{12}$ 单晶,研究其在近红外光通讯波段 ($\lambda = 1500 \sim 1620nm$) 处的磁光性能,获得了 FTC 和 FWC 很小的法拉第转子材料.

1 实验

采用以 Bi_2O_3/B_2O_3 为主助熔剂的高温助熔剂法生长 TbYbBiIG 单晶.将高纯度(99.99%)稀土氧化物 Tb_4O_7 和 Yb_2O_3 与 Fe_2O_3, Bi_2O_3, B_2O_3 混合,充分研磨后倒入铂金坩埚,放置在可双向加速旋转单晶炉内.将炉温升至 $1290^\circ C$,保温 10 h,以 $0.5 \sim 3.0^\circ C/h$ 降温至 $980^\circ C$ 后自然冷却到室温,用热硝酸分离、清洗.单晶表面完整有光泽,晶体尺寸最大可达到 $8mm \times 6mm \times 5mm$.TbYbBiIG 晶体用 XRD 定向,沿着(111)向切片、细磨、抛光成 $400\mu m$ 左右的薄片,单晶组份由扫描电子能谱分析仪(EDS)测得.用振动样品磁强计 VSM (TOEI, VSM-P5-15Model) 测定饱和和磁化强度.

法拉第旋转角随温度 ($25 \sim 95^\circ C$) 和波长 ($1500 \sim 1620nm$) 变化的测量装置示意图于图 1.发射光源 (ANDO AQ2801-13B) 的输出由光纤传导后会聚,经由方解石构成的柯兰-汤姆逊棱镜偏振化沿垂直于试样表面方向上入射,由磁场强度大于 $1.0 \times 10^6 A/m$ 的钕铁硼永磁体环使试样饱和和磁化,从试样透过的光进过另一方解石构成的棱镜检偏振后由光纤接收由光功率计读出 (ANDO AQ8201-21).如未加和施加磁场时检测到的功率分别为 I_0 和 I_1 ,利用 Malus 定律 $I_1 = I_0 \cos^2 \theta_F$ 得出样品法拉第旋转角 θ_F .

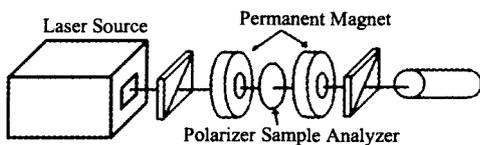


图 1 法拉第旋转角 θ_F 测量装置示意图
Fig.1 Schematic diagram of a magneto-optical apparatus for θ_F measurement

2 结果与讨论

TbYbBiIG 单晶 θ_F 在 $1500 \sim 1620nm$ 范围随波长的变化如图 2 所示.No.1 θ_F 变化对 45° 最大偏离仅为 0.7° ,有良好的波长稳定性.No.2、3 表现出较大偏离度.TbYbBiIG 单晶作为法拉第转子的隔离度 I 随波长变化见图 3.隔离度 I 由式(1)推算出^[6]

$$Isolation(\lambda, T) \approx -10 \log(\sin^2 \theta) \quad (1)$$

其中 θ 是 θ_F 偏离 45° 的角度值.计算得到 No.1 在波段 $1500 \sim 1620nm$ 的 I 大于 $40dB$;同样波段 No.2、3 的 I 较小.

TbYbBiIG 单晶 θ_F 随温度的变化如图 4 所示.从中看出 No.1、3 的 Q_F 基本保持在 45° ,有良好的温度稳定性.No.2 在温度范围 $25^\circ C \sim 95^\circ C$ 表现出单调上升趋势,最大偏离度近 5° .隔离度随温度变化见图 5,由式(1)推算出 I .No.1、3 的 I 较大, No.3 在 $25 \sim 95^\circ C$ 温度范围皆大于 $45dB$, No.1 在 $25 \sim 95^\circ C$ 温度范围大于 $36dB$, No.2 的隔离度曲线随温度呈单调下降到 $20dB$.

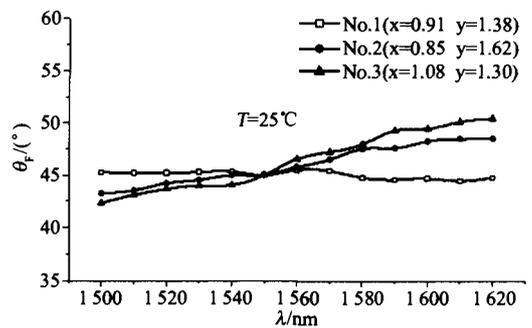


图 2 $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$ 晶体的 θ_F 随 λ 变化曲线 ($25^\circ C$)
Fig.2 Wavelength dependence of θ_F for $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$ at $25^\circ C$

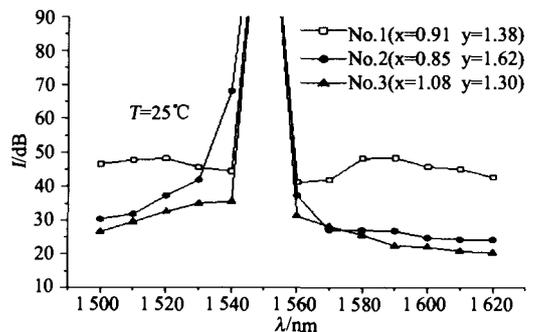


图 3 $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$ 晶体作为法拉第转子 I 随 λ 变化曲线 ($25^\circ C$)
Fig.3 Wavelength dependence of I using $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$ as Faraday rotator at $25^\circ C$

波长系数定义为

$$FWC = (\theta_{F1500} - \theta_{F1620}) / \theta_{F1500} / 120 \times 100, \quad (2)$$

这里 Q_{F1500} 和 Q_{F1620} 分别是在波长 1500nm 和 1620nm 处法拉第旋转角(λ 变化为 120nm).

在波长 1550nm 处的温度系数由式(3)计算

$$FTC = (Q_{F25^\circ C} - Q_{F95^\circ C}) / Q_{F25^\circ C} / 70, \quad (3)$$

这里 $Q_{F25^\circ C}$ 和 $Q_{F95^\circ C}$ 分别是 25°C 和 95°C 的 θ_F .

几种不同铁石榴石晶体的磁光性能列于表 1 中.

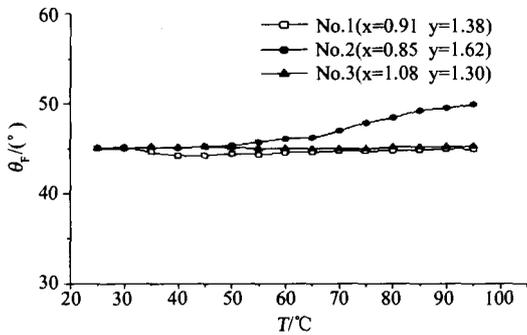


图 4 $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$ 晶体的 θ_F 随温度变化曲线($\lambda = 1550nm$)

Fig. 4 Temperature dependence of θ_F for $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$ ($\lambda = 1550nm$)

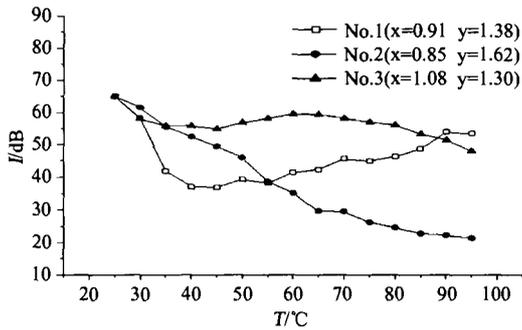


图 5 $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$ 晶体作为法拉第转子隔离度 I 随温度变化曲线($\lambda = 1550nm$)

Fig. 5 Temperature dependence of I using $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$ as the Faraday rotator ($\lambda = 1550nm$)

表 1 几种用作法拉第转子的铁石榴石晶体在 $\lambda = 1550nm$ 处的磁光性质

Table 1 Magneto-optical properties of several iron garnets as Faraday rotator ($\lambda = 1550nm$)

| Crystal | YIG | $Gd_xBi_{3-x}Fe_5O_{12}$ ($x = 0.78$) | $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$ ($x = 0.91$ $y = 1.38$) |
|--|-----------------------|--|---|
| Specific Faraday Rotation (deg/cm) | 216.0 | -1306.2 | -1617.2 |
| Saturation Magnetization $4\pi Ms$ (A/m) | 1.8×10^6 | 1.2×10^6 | 0.48×10^6 |
| FWC (%/nm) | 0.067 | 0.124 | 0.009 |
| FTC (/K) | 6.60×10^{-4} | 2.43×10^{-3} | 3.92×10^{-5} |

表 1 中 YIG 和 GdBiIG 的 $FWC = (\theta_F 1.55 \sim \theta_F 1.57) / \theta_F 1.55 / 20 \times 100$, 从波长变化 20nm 窄带角度定义, 而我们用波长变化 120nm 的宽带角度定义来考察带宽性能, 从图 1 ~ 图 4 及表 1 比较, $Tb_{0.91}Yb_{1.38}Bi_{0.71}Fe_5O_{12}$ 晶体的 θ_F 比 YIG 和 GdBiIG 的 θ_F 大, 更重要的是其 FWC 和 FTC 最小, 具有宽带和温度稳定特性.

法拉第旋转与波长和温度关系属于磁光材料的内禀性质. 波长关系在近红外波段 1300 ~ 1600nm 主要取决于组成材料的磁性离子的电偶极子跃迁 [7]. θ_F 由式(4)表示 [8]

$$\theta_F(\lambda, T) = C_e(\lambda)M_c(T) + A_e(\lambda)M_A(T) + D_e(\lambda)M_D(T). \quad (4)$$

其中 $C_e(\lambda)$, $A_e(\lambda)$ 和 $D_e(\lambda)$ 是十二面体位 $\{c\}$, 八面体位 $\{a\}$ 和四面体位 $\{d\}$ 的电偶极子引起的与波长有关的磁光系数. $M_c(T)$, $M_A(T)$, $M_D(T)$ 分别是上述 $\{c\}$, $\{a\}$ 和 $\{d\}$ 3 个次晶格磁化强度. 可以看出, 改变替代稀土离子的类型和量的比例从而改变磁光系数和改变各次晶格的磁化强度来改变对总磁化强度的贡献, 最终改变铁石榴石晶体法拉第旋转的波长和温度系数.

一些重要的铁石榴石的 $\theta_F \sim \lambda$ 和 $\theta_F \sim T$ 关系可以化为 2 组 [9]. 一组是如 YIG 和 TbIG 的 FWC 和 FTC 都为正, 另一组如 YbIG 的 FWC 和 FTC 都为负. 将两种具有相反符号的 FWC 和 FTC 的掺 Bi 稀土铁石榴石 ($TbBiIG$ 和 $YbBiIG$) 复合, 可以获得具有宽带和温度稳定性的法拉第转子材料. 选 $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$ 体系, 因为:

1. TbIG 和 YbIG 有相反的 FWC 和 FTC, 两者共同作用时可以调节到对法拉第旋转角 FWC 和 FTC 最小;
2. 十二面体晶位掺 Bi^{3+} 能增强法拉第旋转角;
3. Yb^{3+} 离子半径较小可以获得较大的 Bi^{3+} 浓度;
4. TbIG 和 YbIG 在近红外波段 1300 ~ 1600nm 不存在吸收带.

把 $TbYbBiIG$ 看作 Yb^{3+} 溶入 $TbBiIG$ 的固溶体. 端点成分为 $YbBiIG$ 和 $TbBiIG$ 时, 因为 $YbBiIG$ 具有负的 FWC 和 FTC, $TbBiIG$ 具有正的 FWC 和 FTC, 掺 Yb^{3+} 到 $TbBiIG$ 形成 $TbYbBiIG$ 固溶体, 就会存在介于 2 个端点之间某个成分, 这个成分有介于 2 个端点之间的 FWC 和 FTC 值, 那么就是说存在具有接近零 FWC 和 FTC 的复合稀土铁石榴石 $Tb_xYb_yBi_{3-x-y}Fe_5O_{12}$, 而 $Tb_{0.91}Yb_{1.38}Bi_{0.71}Fe_5O_{12}$ 单晶的 θ_F 对波长和温度有很小的变化, 正是满足这样条件的磁光材料.

3 结论

采用 $\text{Bi}_2\text{O}_3/\text{B}_2\text{O}_3$ 为助熔剂和加速坩埚旋转技术改进的高温助熔剂法能生长出掺 Bi 复合稀土铁石榴石 $(\text{TbYbBi})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 单晶。2 种具有相反符号的法拉第旋转温度系数和波长系数 Bi 掺杂稀土铁石榴石 (TbBiIG 和 YbBiIG) 复合, 可以获得具有宽带和温度稳定的磁光法拉第转子材料。 $\text{Tb}_{0.91}\text{Yb}_{1.38}\text{Bi}_{0.71}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 单晶有大的比法拉第旋转角 $-1671.2^\circ/\text{cm}$ ($\lambda = 1550\text{nm}$, 25°C), 具有小的饱和磁化场 $0.48 \times 10^6 \text{Am}^{-1}$, 法拉第旋转温度系数 FTC 在中心波长 $\lambda = 1550\text{nm}$ 处为 $3.92 \times 10^{-5}/\text{K}$, 法拉第旋转波长系数 FWC 为 $0.009\%/\text{nm}$, 同时在 $\lambda = 1500 \sim 1620\text{nm}$ 波长范围和 $25 \sim 95^\circ\text{C}$ 温度范围反向隔离度 $>40\text{dB}$, 都优于传统的 YIG 和 GdBiIG 石榴石晶体的综合性能, 适合用作温度稳定的宽带高性能磁光隔离器的法拉第转子磁光材料。

REFERENCES

- [1] Scott G B, Lakkison D E. Magneto-optic properties and applications of Bismuth substituted iron garnets [J]. *IEEE Trans. Magn.*, 1976, **12**(4):292—311.
- [2] Matsuda K, Minemoto H, Kamada O, et al. Bi-substituted rare-earth iron garnet composite film with temperature independent Faraday rotation for optical isolators [J]. *IEEE Trans. Magn.*, 1987, **23**(5): 3479—3481.
- [3] Tamaki T, Kaneda H, Kawanmura N. Magneto-optical properties of $(\text{TbBi})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ and its application to a $1.5 \mu\text{m}$ wideband optical isolator [J]. *J. Appl. Phys.*, 1991, **70**(8):4581—4583.
- [4] ZHANG Zhi-Liang, ZHANG Shou-Ye, XU Ming-Xiang. Growth and magneto-optical properties of $(\text{YbTbBi})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ bulk single crystal [J]. *J. Infrared Millim. Waves* (张志强, 张守业, 徐明祥. $(\text{YbTbBi})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 块状单晶生长及其磁光性能. *红外与毫米波学报*), 1996, **15**(6):469—471.
- [5] ZHAO Wei-Zhong. Magneto-optic current sensors based on $\text{YbBi} \cdot \cdot \text{YIG}$ [J]. *J. Infrared Millim. Waves* (赵渭忠. $\text{YbBi} \cdot \cdot \text{YIG}$ 磁光电流传感器性能研究. *红外与毫米波学报*), 2001, **20**(4):244—248.
- [6] Fratello Y J, Licht S J, Brandle C D. Innovative improvements in Bismuth-doped rare-earth iron garnet Faraday rotator [J]. *IEEE Trans. Magn.*, 1996, **31**(5): 4102—4107.
- [7] Zhang G Y, Xu X W, Chong T C. Faraday rotation spectra of Bismuth-substituted rare-earth iron garnet crystals in optical communication band [J]. *J. Appl. Phys.*, 2004, **95**(10):5267—5270.
- [8] Umezawa H, Yokoyama Y, Koshizuka N. Temperature dependence of Faraday rotation in Bi-substituted terbium iron film [J]. *J. Appl. Phys.*, 1988, **63**(8):3113—3115.
- [9] Booth R C, White E A D. Magneto-optic properties of rare earth iron garnet crystals in the wavelength range $1.1 \sim 1.7 \mu\text{m}$ and their use in device fabrication [J]. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 1984, **17**:579—587.