

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810018480.9

[51] Int. Cl.

C30B 29/28 (2006.01)

C30B 11/00 (2006.01)

C30B 15/00 (2006.01)

[43] 公开日 2008年11月19日

[11] 公开号 CN 101307496A

[22] 申请日 2008.2.3

[21] 申请号 200810018480.9

[71] 申请人 中国科学院安徽光学精密机械研究所  
地址 230031 安徽省合肥市蜀山湖路 350 号  
1125 信箱

[72] 发明人 张庆礼 殷绍唐 孙敦陆 刘文鹏  
丁丽华 谷长江 李为民 秦清海  
万松明

[74] 专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理有限公司

代理人 余成俊

权利要求书 1 页 说明书 3 页

## [54] 发明名称

钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG 及其熔体法晶体生长方法

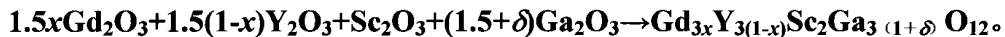
## [57] 摘要

本发明为钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG 及其熔体法晶体生长方法，它的分子式可表为  $Gd_{3x}Y_{3(1-x)}Sc_2Ga_{3(1+\delta)}O_{12}$  ( $x = 0 \sim 1$ ,  $\delta = -0.2 \sim 0.2$ )，可用  $Gd_2O_3$ 、 $Y_2O_3$ 、 $Sc_2O_3$ 、 $Ga_2O_3$ ，或相应的钆、钇、铈、镓的其他化合物进行配料，只要能最终化合为  $Gd_{3x}Y_{3(1-x)}Sc_2Ga_{3(1+\delta)}O_{12}$  即可；配制好的原料经充分混合、压制成形、高温烧结后，成为晶体生长的起始原料；生长起始原料放入坩埚经加热充分熔化后，成为熔体法生长的初始熔体，然后可用熔体法如提拉法、坩埚下降法、温梯法及其他熔体法来进行生长；对于需用籽晶定向生长的熔体法，籽晶为 GYSGG 单晶、或钇铈镓石榴石 YSGG 单晶、或钆钇铈镓石榴石单晶 GSGG。GYSGG 单晶可用作  $Bi^{3+}$  掺

1、钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG，其特征在于：化合物的分子式可表示为  $Gd_{3x}Y_{3(1-x)}Sc_2Ga_{3(1+\delta)}O_{12}$ ，其中， $x$  的取值范围为  $0\sim 1$ ， $\delta$  值可取正值和负值，范围为  $-0.2\sim 0.2$ 。

2、根据权利要求 1 所述的钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG，其特征在于：所述的原料配方为：

采用  $Gd_2O_3$ 、 $Sc_2O_3$ 、 $Y_2O_3$  作为原料，按如下化合式进行配料：



3、根据权利要求 2 所述的钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG，其特征在于：所述原料  $Gd_2O_3$ 、 $Y_2O_3$ 、 $Sc_2O_3$ 、 $Ga_2O_3$  采用相应的钆、钇、铈、镓的其他化合物来进行代替进行原料配制，只要通过化合反应能最终形成  $Gd_{3x}Y_{3(1-x)}Sc_2Ga_{3(1+\delta)}O_{12}$  化合物即可。

4、根据权利要求 2 或 3 所述的钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG 的熔体法晶体生长方法，其特征在于：

(1)、将配好的原料进行充分混合后，用模具压制成块状，在  $1000\sim 1400^\circ C$  下烧结  $10\sim 24$  小时，成为 GYSGG 晶体生长的初始原料，或者压制成块状的原料不经烧结而直接成为晶体生长的初始原料；

(2)、将制备好的初始原料放入生长坩埚内，通过加热并充分熔化，获得晶体生长初始熔体，然后采用熔体法晶体生长工艺——包括提拉法、坩埚下降法、温梯法以及其他从熔体进行单晶生长的方法来进行生长。

5、根据权利要求 4 所述的钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG 的熔体法晶体生长方法，其特征在于：对于需使用籽晶定向生长的熔体法生长工艺，如提拉法，籽晶为 GYSGG 单晶、或钇铈镓石榴石 YSGG 单晶、或钆铈镓石榴石 GSGG 单晶，籽晶方向一般为  $[111]$  方向，以及其他任意方向。

## 钆钇钪镓石榴石晶体 GYSGG 及其熔体法晶体生长方法

### 技术领域

本发明涉及外延薄膜衬底材料、晶体生长领域，具体是钆钇钪镓石榴石及其熔体法晶体生长方法。

### 技术背景

掺铋钇铁石榴石 Bi:YIG 是比纯钇铁石榴石 YIG 性能更为优良的磁光薄膜材料。因纯 GGG 晶体的晶格参数和 YIG 的晶格参数非常匹配，为 1.2376nm，所以 GGG 晶体是 YIG 外延薄膜的理想衬底材料。Bi<sup>3+</sup>掺入 YIG 后，YIG 的晶格参数变大，如果使用钆钪石榴石 GGG 作为它的衬底材料，则 Bi:YIG 薄膜和衬底 GGG 间有较大的晶格失配，这对薄膜的制备、质量和性能等都将产生不良影响。此时需要根据薄膜的晶格参数，选择合适的、晶格参数较 GGG 晶体更大的衬底材料。人们通过长时间的探索，已经报道了在 GGG 中掺入 Ca、Mg、Zr 等杂质来增大 GGG 的晶格参数，并已制备出了质量良好的(Ca,Mg,Zr):GGG 晶体。但 Ca,Mg,Zr 这些离子的掺入会造成晶体的应力很大，给生长、加工、使用都带来了一定的问题。因此，有必要寻找比 GGG 晶格参数大、制备相对容易的 Bi:YIG 外延衬底材料。

### 发明内容

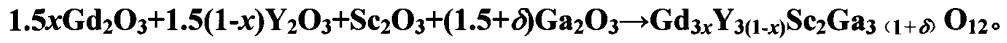
本发明的目的是提供一种钆钇钪镓石榴石晶体 GYSGG 及其熔体法晶体生长方法，通过 Gd<sup>3+</sup>部分或全部取代钇钪镓石榴石 Y<sub>3</sub>Sc<sub>2</sub>Ga<sub>3</sub>O<sub>12</sub> (YSGG) 中的 Y<sup>3+</sup>，形成钆钪镓石榴石和钇钪镓石榴石的混晶——钆钇钪镓石榴石晶体（简称为 GYSGG）。

本发明的技术方案如下：

钆钇钪镓石榴石晶体 GYSGG，其特征在于：化合物的分子式可表示为 Gd<sub>3x</sub>Y<sub>3(1-x)</sub>Sc<sub>2</sub>Ga<sub>3(1+δ)</sub>O<sub>12</sub>，其中，x 的取值范围为 0~1，δ 值可取正值和负值，范围为 -0.2~0.2。

所述的钆钇钪镓石榴石晶体 GYSGG，其特征在于：所述的原料配方为：

采用  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  作为原料，按如下化合式进行配料：



所述的钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG，其特征在于：所述原料  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Ga}_2\text{O}_3$  采用相应的钆、钇、铈、镓的其他化合物来进行代替进行原料配制，只要通过化合反应能最终形成  $\text{Gd}_{3x}\text{Y}_{3(1-x)}\text{Sc}_2\text{Ga}_{3(1+\delta)}\text{O}_{12}$  化合物即可。

所述的钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG 的熔体法晶体生长方法，其特征在于：

(1)、将配好的原料进行充分混合后，用模具压制成药块状，在  $1000\sim 1400^\circ\text{C}$  下烧结  $10\sim 24$  小时，成为 GYSGG 晶体生长的初始原料，或者压制成药块状的原料不经烧结而直接成为晶体生长的初始原料；

(2)、将制备好的初始原料放入生长坩埚内，通过加热并充分熔化，获得晶体生长初始熔体，然后采用熔体法晶体生长工艺——包括提拉法、坩埚下降法、温梯法以及其他从熔体进行单晶生长的方法来进行生长。

所述的钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG 的熔体法晶体生长方法，其特征在于：对于需使用籽晶定向生长的熔体法生长工艺，如提拉法，籽晶为 GYSGG 单晶、或钇铈镓石榴石 YSGG 单晶、或钆钇铈石榴石 GSGG 单晶，籽晶方向一般为 [111] 方向，以及其他任意方向。

本发明采用 Gd 来部分或全部取代钇铈镓石榴石  $\text{Y}_3\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$  (YSGG)，形成钆钇铈镓石榴石和钇铈镓石榴石的混晶——钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG，可获得晶格参数为  $1.245\text{nm}\sim 1.257\text{nm}$  的大晶格参数晶体。适当调节混晶比例，可获得与 Bi:YIG 晶格参数相匹配的外延衬底材料。由于  $\text{Gd}^{3+}$  在 YSGG 中的分凝系数为 1，生长获得优质的 GYSGG 相对容易，同时 GYSGG 有良好的机械性能、热性能，并可获得大口径的单晶，因此，GYSGG 是性能优良的 Bi:YIG 外延生长衬底材料。

具体实施方式

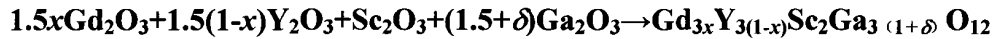
具体说明如下：

1、本发明为钆钇铈镓石榴石晶体 GYSGG，发明化合物的分子式可表示为  $\text{Gd}_{3x}\text{Y}_{3(1-x)}\text{Sc}_2\text{Ga}_{3(1+\delta)}\text{O}_{12}$ ，其中， $x$  的取值范围为  $0\sim 1$ ， $\delta$  值可取正值和负值，范围为  $-0.1\sim 0.1$ 。

2、本发明包括 GYSGG 晶体的熔体法晶体生长方法，包括以下步骤：

(1)、GYSGG 晶体生长原料的配料方法：

A、采用  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Ga}_2\text{O}_3$  作为原料，按如下化合式进行配料：



B、所用原料  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Ga}_2\text{O}_3$  可用相应的钷、铈、铕、镱的其他化合物来进行代替其氧化物进行原料配制，只要通过化合反应能最终形成  $\text{Gd}_{3x}\text{Y}_{3(1-x)}\text{Sc}_2\text{Ga}_{3(1+\delta)}\text{O}_{12}$  化合物即可。

(2)、GYSGG 晶体生长原料的压制和烧结成型方法：

把 (1) 中配好的原料进行充分混合后，用模具压制成形（通常为圆盘形状），在  $1000\sim 1400^\circ\text{C}$  下烧结  $10\sim 24$  小时，成为 GYSGG 晶体生长的初始原料，或者压制成形的原料不经烧结而直接成为晶体生长的初始原料。

(3)、熔体法生长工艺：

把 (1)、(2) 制备好的原料放入生长坩埚内，通过加热并充分熔化，获得晶体生长初始熔体。然后采用熔体法晶体生长工艺——包括提拉法、坩埚下降法、温梯法以及其他从熔体进行单晶生长的方法来进行生长。对于需使用籽晶定向生长的熔体法生长工艺如提拉法，籽晶为 GYSGG 单晶、或钷铕镱石榴石 YSGG 单晶、或钷铕镱石榴石 GSGG 单晶，籽晶方向一般为 [111] 方向，以及其他任意方向。已用提拉法生长出了无散射、气泡、云层、无开裂的优质 GYSGG 晶体，口径达到了  $\text{Ø}53\text{mm}$ 。