



Title	粉末連続供給型引き下げ法によるLi ₂ B ₄ O ₇ 単結晶の育成
Author(s)	阿部, 一智; 樋口, 幹雄; 小平, 紘平
Description	14aA2
Citation	日本結晶成長学会誌, 25(3), A2 https://doi.org/10.19009/jjacg.25.3_A2
Issue Date	1998-07-01
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/73408
Rights	著作権は日本結晶成長学会にある。
Type	conference paper
File Information	jacg25.3.A2.pdf



14aA2

粉末連続供給型引き下げ法による $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 単結晶の育成Growth of $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ single crystals by the pulling-down method with continuous feeding

北大院工 ○阿部一智・樋口幹雄・小平紘平

Graduate school of Engineering, Hokkaido University ○Kazutomo Abe, Mikio Higuchi, Kohei Kodaira

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ single crystals 40 mm in diameter and 100 mm long were successfully grown by the pulling-down method. Continuous powder feeding system enabled to grow long crystals with a controlled diameter. The obtained crystals were water clear and had no macroscopic defects such as bubbles and cracks.

< 緒言 >

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (LBO) 単結晶は、優れた圧電特性を有し、弾性表面波デバイスへ応用されている。我々はすでに引き下げ法により高品質の LBO 単結晶が育成できることを明らかにしているが、バッチ式のため一定の口径を持つ結晶は得られなかった¹⁾。一方、焼結棒を連続的に供給すると任意の口径を持つ結晶が得られたが、その長さに制限があった。本研究では、粉末連続供給型引き下げ法を採用し LBO の長尺結晶の育成を試みた。

< 実験 >

育成装置の概略を図 1 に示す。育成に用いた電気炉は上下二段のヒーターから構成され、任意に温度勾配を設定できるようにした。底に孔をあけた白金坩堝を上部電気炉中央と上下電気炉境界位置にそれぞれ設置した。冷却管を通して供給された LBO 粉末は上部坩堝内で融解し、その融液は白金線を伝い下部坩堝に導入した。下部坩堝底の孔から流出した融液に種結晶を接触させ、回転させながら引き下げ結晶を育成した。育成結晶の口径は粉末供給速度を変えることにより制御した。結晶の育成は<110>方向に、引き下げ速度：0.5~0.75mm/hr、回転数：20~40rpm の条件で行った。

< 結果と考察 >

粉末連続供給型引き下げ法により任意の口径を持つ長尺の LBO 単結晶が得られた。結晶引き下げ速度 0.75mm/hr、回転数 40rpm で育成した結晶を図 2 に示す。この結晶は口径約 40mm 長さ約 100mm の直胴部を有し、無色透明で気泡やクラック等が認められなかった。結晶径は粉末供給速度に依存し、これを育成初期から連続的に増加させ任意の口径に達した後、一定速度に保つことで直胴部が形成できた。

結晶から切り出したウェハは、育成条件によっては気泡が見られるものがあった。結晶引き下げ速度 0.5mm/hr の場合回転数 20rpm 以下で、0.75mm/hr の場合 30rpm 以下で結晶外縁部で円環を形成するように気泡が観察された。しかし、それぞれの回転数を 30rpm、40rpm に上げると気泡の取り込みは完全に抑制できた。これらの結果から結晶中に見られる気泡は、成長界面近傍における融液の対流が関係していると考えられる。

育成方向に平行な(110)面のX線トポグラフ像から判断すると、転位は結晶外縁部より中央部で発生しやすいことが観察された(図3)。また、育成方向に垂直な(110)面のエッチングパターンも、ピットの密度は結晶外縁部で低く中央部に向かうほど密になっていた。したがって、この方法による結晶育成時の固液界面形状は融液側に凹状になっているものと推定される。

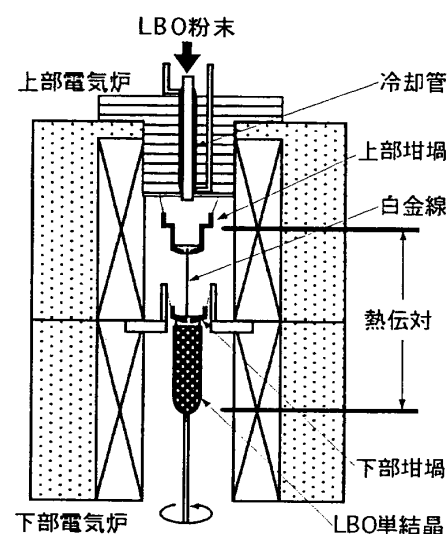


図 1 育成装置の概略図



図 2 as-grown 結晶

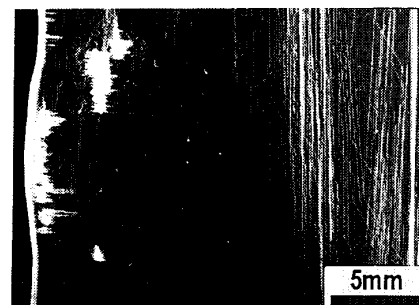


図 3 X線トポグラフ

1)北川、樋口、小平、日本セラミック協会学術論文誌 105(7)(1997)616.