



超高品質人工水晶の超音波マイクロスペクトロスコピー

(課題番号：13555085)

平成13年度～平成14年度科学研究費補助金
[基盤研究(B)(2)] 研究成果報告書

平成15年5月

研究代表者： 櫛引 淳一
(東北大学大学院工学研究科)

| | |
|--|-----|
| 目次 | |
| (1) 課題番号 | 1 |
| (1) 課題番号: 13555085 | |
| (2) 研究課題 | 1 |
| (3) 研究組織 | 1 |
| 超高品質人工水晶の超音波マイクロスペクトロスコピー | |
| (4) 研究経費 | 1 |
| (3) 研究組織: | |
| (5) 研究目的 | 2 |
| 研究代表者: 柳引 淳一 (東北大学大学院工学研究科・教授) | |
| (6) 研究成果 | 4 |
| 研究分担者: 荒川 元孝 (東北大学大学院工学研究科・助手) | |
| 1. 超音波マイクロスペクトロスコピー (UMS) 技術 | 4 |
| A. 直線集束ビーム (LFB) 超音波材料特性解析システム | 4 |
| B. LFB システムの校正用超精密標準試料 | 19 |
| C. 超精密 LSAW 速度測定のための標準試料の最適選択法 | 28 |
| D. 超精密バルク波音速測定法とシステム | 47 |
| 研究分担者: 西野 秀郎 (東北大学大学院工学研究科・講師, 平成14年度) | |
| 2. 水晶の精密音響関連物理定数と測定法 | 57 |
| A. バルク波音速による決定法 (人工水晶の精密定数) | 57 |
| B. LSAW 速度を併用した決定法 | 68 |
| C. 人工水晶と天然水晶の音響特性の比較 | 82 |
| D. 天然水晶の精密定数 | 100 |
| (4) 研究経費: 平成13年度 11,000千円 | |
| 3. 人工水晶の品質と音響特性 | 106 |
| 平成14年度 2,900千円 | |
| (7) まとめ | 111 |
| 計 13,900千円 | |
| (8) 研究発表 | 113 |
| (1) 学会誌等 | 113 |
| (2) 口頭発表等 | 113 |

平成13～14年度科学研究費補助金 [基盤研究 (B)(2)] 研究成果報告書

(1) 課題番号： 13555085

(2) 研究課題：超高品質人工水晶の超音波マイクロスペクトロスコピー

(3) 研究組織：

研究代表者：櫛引 淳一（東北大学大学院工学研究科・教授）

研究分担者：荒川 元孝（東北大学大学院工学研究科・助手）

研究分担者：高長 和泉（東北大学大学院工学研究科・助手、平成13年度）

研究分担者：宮下 雅仁（東北大学電気通信研究所・非常勤研究員、平成13年度）

研究分担者：西野 秀郎（東北大学大学院工学研究科・講師、平成14年度）

研究分担者：永井 邦彦（東洋通信機(株)・水晶技術本部・技術材料部・部長）

(4) 研究経費：平成13年度 11,000千円

平成14年度 2,900千円

計 13,900千円

(5) 研究目的

水晶デバイスは、バルク弾性波(BAW)デバイスや弾性表面波(SAW)デバイスとして広く用いられており、特に振動子に関しては無線機器の局部発振器、デジタル機器のクロック発生器など、現在ほとんどの電子機器に用いられる基幹的部品の一つである。また、近年の情報通信の全世界的な発展、特に個人用のデジタル通信機器や移動体無線機器の爆発的普及は、水晶デバイス生産に対し著しい需要増をもたらしている。今後も情報通信システムの高速化、高品質化の傾向が加速することは間違いないと思われるが、同時に水晶デバイスへの性能要求も一段と高度化すると予測される。これは水晶デバイスの性能が、デジタル通信システムにおける搬送波やクロックの周波数確度、安定度、位相雑音などを支配し、その結果として通信システム全体の性能をも左右するためである。

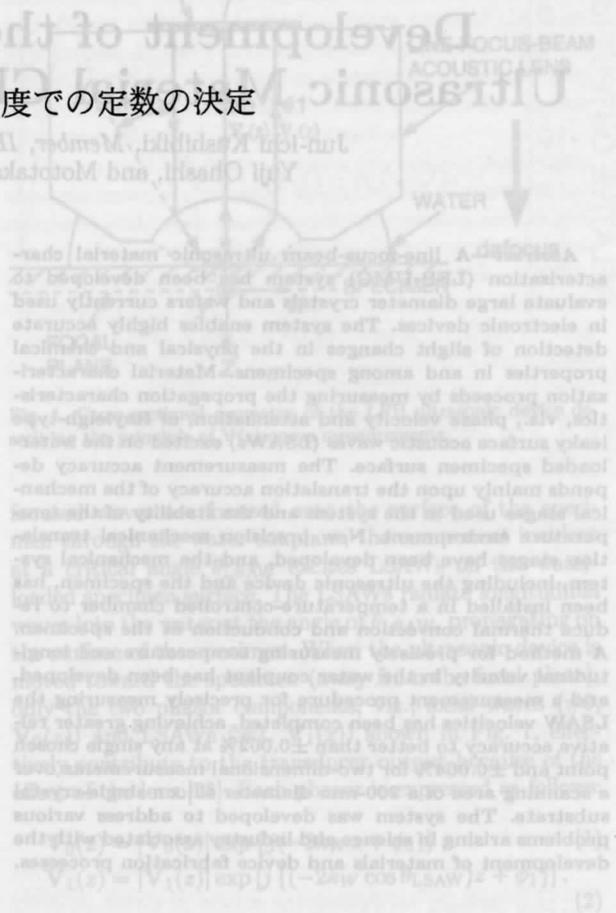
電子デバイスの性能は、一般に材料の品質と作製法の双方に依存する。水晶デバイスに関しては、人工結晶の品質自体が最終的なデバイス性能を支配すると考えられる。世界における人工水晶育成技術の歴史は長く、現在かなりの品質を供給できる技術レベルに達している。また、その品質は材料の不純物濃度、成長速度、成長炉中の種基板の配置など様々な要因に依存するが、その制御は長年にわたり蓄積された経験によるところも少なくない。

しかし、将来の情報通信システムの動向を考慮すれば、水晶の結晶素材にも一層の品質向上が求められ、なおかつ要求条件の変化に即応できる品質管理体系の構築が必要となるであろうと予測する。すなわち、音響デバイスの設計において最も直接的な物理量である弾性定数、圧電定数、誘電率、密度等の変化を正確に検出し、これを結晶育成に係わる諸条件との関連に基づいて把握する方法とデバイス基板の評価法の確立が望まれる。

本代表研究者らは、物質・材料表面の音響特性を非接触的・非破壊的に精密計測できる直線集束ビーム (Line-Focus-Beam: LFB) 超音波顕微鏡を中心とした「超音波マイクロスペクトロスコピー (Ultrasonic Micro-Spectroscopy: UMS) 技術」に関する基礎研究および応用開発研究を進めてきた。UMS 技術は東北大学で独自に発明・開発したもので、現在、新しい応用分野を次々と開拓している。とりわけ、SAW デバイス用材料としても広く用いられている LiNbO_3 , LiTaO_3 単結晶に適用し、その弾性関連物理定数を高精度で決定することに成功している。さらに結晶育成条件に起因した基板材料間の特性偏差を高精度で評価・選別する手法を確立するなど、結晶評価技術としての有用性を実証している。

これまでの研究成果と経験から、人工水晶の結晶品質管理と品質向上に UMS 技術の適用が飛躍的な効果をもたらすと確信しており、次の3項目に本技術を適用し、人工水晶産業・科学分野における新しい解析・評価技術としての”辞書作り”を行うものである。

- (1) 人工水晶の結晶育成評価技術の確立
- (2) 音速換算±0.1 m/s (±0.002%)の絶対精度での定数の決定
- (3) デバイス基板の評価法の確立



I. INTRODUCTION

EVALUATION techniques of material properties and device fabrication processes associated with research and development of new device materials and devices in 1980s have been rapidly changing. The importance of the ultimate performance of these devices depends primarily upon the quality of materials and accordingly upon the technology of the device fabrication process. As present it is of the greatest importance to produce higher quality larger diameter substrates of semiconductor single crystals such as silicon (Si) and gallium arsenide (GaAs) and of ternary single crystals such as lithium niobate (LiNbO₃) and lithium tantalate (LiTaO₃) with homogeneity of their chemical and physical properties in and among crystals.

(5)

Manuscript received December 4, 2000; accepted July 2, 2001. This work was supported by the Japanese Government Grant-in-Aid for Scientific Research (Specially Cooperative Type) from the Ministry of Education, Science, Culture and Sports of Japan. The author is grateful to the Institute for Materials and Chemical Process, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST) for their kind support and cooperation in the course of this work.

0882-4002/01/0000-0000\$17.00/0

D. 天然水晶の精密定数

1. はじめに

これまで、我々は、人工水晶のZ軸伝搬の縦波音速が音響関連物理定数（弾性定数、圧電定数、誘電率、密度）の文献値[1]による計算値と比べて38 m/s異なることを明らかにし[2]、弾性表面波(SAW)デバイス用人工水晶の音響関連物理定数を高精度に測定した[3]。さらに、人工水晶と天然水晶のX板、Y板、Z板に対してバルク波音速、漏洩弾性表面波(LSAW)速度を測定し、天然水晶の音速は人工水晶のそれよりも1 m/s以内で小さいことを捉えた[4]。

本報では、人工水晶の音響関連物理定数決定法[3]に基づき、天然水晶の音響関連物理定数を決定した。

2. 試料の作製

天然水晶試料として、良質なブラジル産の左水晶の原石からX、Y、Z板および6枚の回転Y板（(021)面、(302)面、(304)面、ATカット、BTカット、STカット）を切り出した。厚さは3.1-5.3 mmであり、両面を平行光学研磨している。試料面のずれは音速の誤差となるため、X線回折法によりそれを測定し、音速を補正した。音速測定位置である試料中央付近の平行度は、すべての試料に対して10"以内であり、平行度のずれが音速測定に与える影響は無視できる。また、密度を高精度に測定するために、ブロック状の試料を切り出した。

3. 測定および検討

3-1 測定方法

音速測定は、RFパルス信号を用いた複素量計測法により行う[5]。合成石英ロッドの片端面に超音波トランスジューサを装着した超音波デバイスを用い、カップラを介して試料に超音波パルスを伝搬させる。トランスジューサは、縦波の場合にはZnO圧電薄膜、横波の場合にはX-cut LiNbO₃板である。

縦波の場合には、カップラとして純水を用いるため、超音波デバイスと試料との距離を適切に設定することにより、ロッド端からの反射信号と試料の表面からの反射信号 V_1 とを時間軸上で分離できる。 V_1 および試料の裏面からの反射信号 V_2 の位相を測定し、 V_2 の位相

を V_1 の位相で規格化することにより、試料中での位相回転($-2kh$)と試料裏面での反射の際の位相回転 π の和

$$\phi = -2kh + \pi \quad (1)$$

を抽出することができる。ここで、 k は試料中の波数、 h は試料の厚さであり、波数 k は試料の音速 V と角周波数 ω との間に $k = \omega/V$ の関係が成り立つ。したがって、位相回転 ϕ および試料の厚さ h を測定することにより、

$$V = -\frac{2\omega h}{\phi - \pi} \quad (2)$$

の関係式を用いて試料の音速 V を求めることができる。

一方、横波の場合には、ロッドと試料とをサロール（サリチル酸フェニル）を用いて接着するため、ロッド端からの反射信号と試料表面からの反射信号とを分離することができない。したがって、測定される位相回転 ϕ には、接着層での透過あるいは反射の際の位相回転 θ_{BL} が含まれる。 θ_{BL} は、接着層の音響パラメータ（音速、減衰係数、密度）をあらかじめ測定しておき、さらに、ロッドから試料をみた反射係数の測定値と計算値を比較して接着層の厚さを求めることにより、計算することができる。したがって、横波の場合の音速は

$$V = -\frac{2\omega h}{\phi - \pi - \theta_{BL}} \quad (3)$$

の関係式より求めることができる。

試料の厚さは光電走査方式の測長器を用いて測定する。

密度は、アルキメデスの原理に基づき、空気中と水中での試料の重量を測定することにより求める[6]。

表1 バルク波音速の測定値

| モード | 試料 | | 音速 (m/s) |
|-----|-------|----------|---------------|
| 縦波 | (330) | X | 5748.83± 0.20 |
| | (400) | Y | 6005.52± 0.17 |
| | (006) | Z | 6318.89± 0.22 |
| | (021) | 21.49°Y | 5372.23± 0.30 |
| | (304) | 133.61°Y | 7012.00± 0.25 |
| 横波 | (400) | Y | 3916.71± 0.13 |
| | (006) | Z | 4687.49± 0.11 |
| | (302) | 152.31°Y | 3327.46± 0.12 |

表2 応力一定時の誘電率の測定値[3]
(人工水晶に対する値)

| | |
|------------------------------|--------------|
| $\epsilon_{11}^T/\epsilon_0$ | 4.507± 0.011 |
| $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ | 4.628± 0.011 |

3-2 測定結果

定数決定に用いるバルク波音速の測定結果を表1に示す。音速の測定誤差は、測定周波数範囲における位相回転のばらつき、および試料の厚さの測定精度(±0.10 μm)から与えている。音速は、回折の影響が小さい高周波数帯の値を用いた。縦波に対しては165~220 MHz、横波に対しては115~150 MHzとした。デバイスおよび試料付近は±0.01℃で制御できる恒温チャンバー内に設置されている。すべての試料に対する位相回転の測定は23.0±0.1℃で行われており、各試料に対する測定中の温度のばらつきは±0.01℃以内であった。また、定数を決定するための試料に関しては、20℃、26℃でも音速を測定し、測定された音速を23.00℃の値に補正した。補正量は最大でも0.05 m/sと小さい。厚さ測定に用いる測長器は恒温チャンバー内に設置されており、試料の厚さは十分に安定した温度環境下で測定を行った。

誘電率は、音速に与える影響が小さいことから、人工水晶の値を用いる[3]。人工水晶

表3 音響関連物理定数の測定値

| | | |
|--|------------------------------|-----------------------|
| 弾性定数 ($\times 10^9$ N/m ²) | c_{11}^E | 86.7961 \pm 0.0073 |
| | c_{12}^E | 7.0080 \pm 0.0150 |
| | c_{13}^E | 11.9557 \pm 0.0176 |
| | c_{14}^E | 18.0499 \pm 0.0046 |
| | c_{33}^E | 105.7531 \pm 0.0078 |
| | c_{44}^E | 58.1959 \pm 0.0029 |
| 圧電定数 (C/m ²) | e_{11} | -0.1698 \pm 0.0011 |
| | e_{14} | -0.0434 \pm 0.0025 |
| 比誘電率 | $\epsilon_{11}^S/\epsilon_0$ | 4.423 \pm 0.011 |
| | $\epsilon_{33}^S/\epsilon_0$ | 4.628 \pm 0.011 |
| 密度 (kg/m ³) | ρ | 2648.57 \pm 0.05 |

表4 定数決定に用いていない縦波音速の測定値と決定した定数による計算値 (単位: m/s)

| 試料 | 測定値 | 計算値 | 差 | |
|-------|-----------------|---------|---------|-------|
| (302) | 152.31 γ | 6926.47 | 6926.66 | -0.19 |
| AT | 144.78 γ | 7015.99 | 7016.08 | -0.09 |
| BT | 49.13 γ | 6161.70 | 6162.12 | -0.42 |
| ST | 137.25 γ | 7031.55 | 7030.85 | +0.70 |

表5 定数決定に用いていないX軸偏波の横波音速の測定値と決定した定数による計算値 (単位: m/s)

| 試料 | 測定値 | 計算値 | 差 | |
|-------|-----------------|---------|---------|-------|
| (021) | 21.49 γ | 4570.53 | 4570.24 | +0.29 |
| (304) | 133.61 γ | 3451.27 | 3451.54 | -0.27 |
| AT | 144.78 γ | 3319.66 | 3319.80 | -0.14 |
| BT | 49.13 γ | 5083.43 | 5083.53 | -0.10 |
| ST | 137.25 γ | 3391.32 | 3391.42 | -0.10 |

試料に対する応力一定時の誘電率の測定結果を表2に示す。

密度は、ブロック状の試料に対して測定を行い、 2648.57 ± 0.05 (kg/m³)となった。

3-3 定数の決定および検討

決定した人工水晶の音響関連物理定数を表3に示す。決定した定数の精度を確認するため、定数決定に用いていないバルク波音速の測定値と、決定した定数による計算値を比較した。縦波音速、X軸偏波の横波音速に対する結果をそれぞれ表4、表5に示す。

縦波音速に関しては0.7 m/s以内、X軸偏波の横波音速に関しては0.3 m/s以内で一致している。人工水晶に対するばらつきよりは大きいものの、決定した定数は、 $\pm 0.01\%$ の精度のバルク波音速を与える定数であるといえる。

4. あとがき

本報告では、人工水晶に対する音響関連物理定数決定の検討に基づき、天然水晶の音響関連物理定数を高精度に決定した。良質なブラジル産の天然水晶の原石から定数決定用および定数決定精度確認用として、X, Y, Zの基本3面と複数の回転Y板を切り出した。これらの試料に対して、縦波音速、横波音速、密度を高精度に測定し、音響関連物理定数を決定した。定数決定に用いていない試料に対する音速の測定値と決定した定数による計算値を比較したところ、測定値と計算値は、縦波では0.7 m/s以内、X軸偏波の横波では0.3 m/s以内で一致した。

参考文献

- [1] R. Bechmann, A. D. Ballato, and T. J. Lukaszek, "High-order temperature coefficients of the elastic stiffnesses and compliances of alpha-quartz," in Proc. IRE., pp. 1812-1822 (1962).
- [2] J. Kushibiki, S. Nishiyama, and I. Takanaga, "Measurements of bulk acoustic properties of synthetic α -quartz," Electron. Lett., vol. 36, pp. 928-929 (2000).
- [3] J. Kushibiki, I. Takanaga, and S. Nishiyama, "Accurate measurements of the acoustical physical constants of synthetic α -quartz for SAW devices," IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr., vol. 49, pp. 125-135 (2002).
- [4] J. Kushibiki, M. Ohtagawa, and I. Takanaga, "Comparison of acoustic properties between natural and synthetic α -quartz crystals," J. Appl. Phys., in press (2003).

[5] J. Kushibiki and M. Arakawa, "Diffraction effects on bulk-wave ultrasonic velocity and attenuation measurements," J. Acoust. Soc. Am., vol. 108, pp. 564-573 (2000).

[6] H. A. Bowman and R. M. Schoonover, "Procedure for high precision density determinations by hydrostatic weighing," J. Res. Nat. Bur. Stand., Vol. 71C, pp. 179-198 (1967).

3. 人工水晶の品質と音響特性

1. はじめに

人工水晶はQ値が非常に大きく、弾性波デバイス用の材料として広く用いられている。現在、人工水晶の品質評価法として赤外線吸収係数による方法が採用されており [1]、吸収係数に応じて、高品質水晶振動子用、高周波産業用水晶振動子用、低周波産業用水晶振動子用と用途が分けられている [1]。

筆者らはLFB/PW超音波材料解析システムを用いた人工水晶の評価法の開発に関する研究を行っている。これまでに、弾性表面波(SAW)デバイス用の人工水晶の音響関連物理定数(弾性定数、圧電定数、誘電率、密度)を高精度に測定した [2]。さらに、人工水晶と天然水晶のX板、Y板、Z板に対してバルク波音速、漏洩弾性表面波(LSAW)速度を測定し、天然水晶の音速は人工水晶のそれよりも1 m/s以内で小さいことを捉えた [3]。

本報では、本評価法を人工水晶に適用するための基礎的検討として、品質の異なる人工水晶および天然水晶を取り上げ、バルク波音速、LSAW速度を測定し、比較、検討を行う。

2. 測定方法

バルク波音速の測定は、RF トーンバースト超音波パルスを用いた複素型測定法により行う [4]。LSAW速度はLFB超音波材料解析システムにより測定する [5]。

3. 測定結果および検討

3-1 試料

試料として品質の異なる3種類の人工水晶(東洋通信機(株)社製)を取り上げた。また、天然水晶(ブラジル産)も併せて用いる。各結晶からX, Y, Zの基本3面を切り出した。厚さを約4~5 mmとし、両面を光学研磨した。すべての試料の平行度は、音速の測定位置付近において10"以内である。また、試料面が結晶面とずれている場合には音速の誤差となるため、X線回折装置により試料の面方位を求め、数値計算により補正した。

各結晶のY板に対してフーリエ変換赤外分光光度計により赤外線吸収係数を測定し、文献 [6] に示されている換算式を用いてQ値を求めた。結果を公称値と併せて表1に示す。

表1 人工水晶の Q 値 ($\times 10^6$)

| | 測定値 | 公称値 |
|---------|------|------|
| Grade A | 3.80 | 3.82 |
| Grade B | 2.85 | 2.20 |
| Grade C | 1.89 | 1.85 |

3-2 バルク波音速

すべての試料の縦波音速、および Y 板と Z 板の X 軸偏波の横波音速の測定を行った。20, 23, 26℃付近において測定を行い最小二乗法により近似直線を求め、23.00℃における音速を求めた。一例として、Z 軸伝搬の音速を Q 値に対してプロットしたものを図 1 に示す。図中の実線は人工水晶の測定値に対して最小二乗法により直線近似を行ったものである。天然水晶の Q 値は不明であり、Q=0 にプロットした。本報では試料間の相対比較を目的とすることから、測定誤差として、厚さ測定の再現性 ($\pm 0.02 \mu\text{m}$)、温度に対する近似直線からのずれ (縦波で $\pm 0.014 \text{ m/s}$ 以内、横波で $\pm 0.017 \text{ m/s}$ 以内)、および面方位測定の不確かさ ($\pm 0.003^\circ$) による音速変化を考慮した。人工水晶のバルク波音速と Q 値との関係を表 2 に示す。人工水晶間の音速の差分は $0.02 \sim 0.24 \text{ m/s}$ であった。また、人工水晶の音速は天然水晶のそれよりも $0.24 \sim 0.82 \text{ m/s}$ 大きかった。

3-3 LSAW 速度

超音波周波数を 225 MHz とし、23℃において LSAW 速度を測定した。LSAW 速度の伝搬方向依存性が極大または極小となる伝搬方向、すなわち、Z 板に対しては X, Y 軸、Y 板に対しては X, Z 軸、X 板に対しては 77°Y , 153°Y 軸伝搬に対して測定を行った。一例として、Z-cut Y 軸伝搬の LSAW 速度の測定結果を図 2 に示す。図中の実線は、人工水晶の測定値に対して最小二乗法により直線近似を行ったものである。測定値は SAW デバイス用の人工水晶 (Grade C) を標準試料として絶対校正した [7]。測定誤差として、50 回の繰り返し測定を行ったときの再現性 ($\pm 2\sigma$, σ : 標準偏差)、および面方位測定の不確かさ ($\pm 0.003^\circ$) による音速変化を考慮した。人工水晶の LSAW 速度と Q 値との関係を表 3 に示す。人工水晶間の LSAW 速度の差分は $0.07 \sim 0.42 \text{ m/s}$ であった。また、人工水晶の LSAW 速度は天然水晶のそれよりも $0.17 \sim 0.73 \text{ m/s}$ 大きかった。

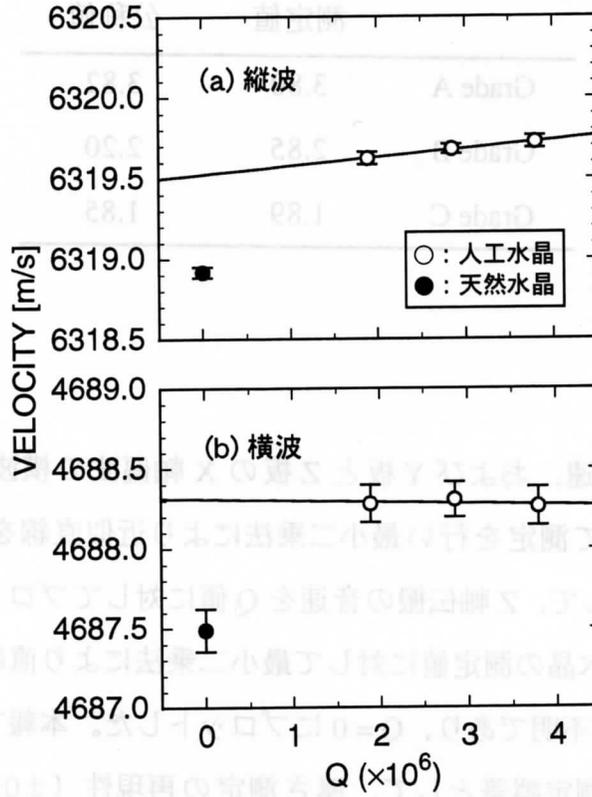


図1 人工水晶のZ軸伝搬のバルク波音速のQ値依存性

表2 人工水晶の23℃におけるバルク波音速とQ値との関係

| 試料 | モード | 音速 (m/s) | 誤差 (m/s) | Q値に対する分解能 (x10 ⁶) |
|-------|-----|---|------------|-------------------------------|
| X-cut | 縦波 | $5749.45 + 0.4 \times 10^{-8} \times Q$ | ± 0.04 | ± 9.3 |
| Y-cut | 縦波 | $6006.12 - 6.6 \times 10^{-8} \times Q$ | ± 0.18 | ± 2.6 |
| Z-cut | 縦波 | $6319.52 + 5.3 \times 10^{-8} \times Q$ | ± 0.04 | ± 0.72 |
| Y-cut | 横波 | $3916.69 + 1.3 \times 10^{-7} \times Q$ | ± 0.12 | ± 0.94 |
| Z-cut | 横波 | $4688.31 - 0.9 \times 10^{-8} \times Q$ | ± 0.12 | ± 12.4 |

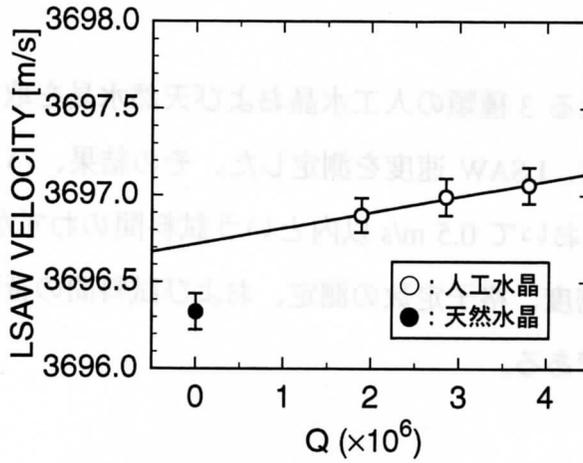


図2 人工水晶の Z-cut Y 軸伝搬の LSAW 速度の Q 値依存性

表3 人工水晶の 23℃における LSAW 速度と Q 値との関係

| 試料 | 伝搬方向 | 音速 (m/s) | 誤差 (m/s) | Q 値に対する分解能 ($\times 10^6$) |
|-------|-------|---|------------|------------------------------|
| X-cut | 77°Y | $3868.00 - 2.2 \times 10^{-7} \times Q$ | ± 0.14 | ± 0.61 |
| X-cut | 153°Y | $3182.12 - 1.0 \times 10^{-7} \times Q$ | ± 0.14 | ± 1.3 |
| Y-cut | X | $3170.93 - 3.7 \times 10^{-8} \times Q$ | ± 0.13 | ± 3.3 |
| Y-cut | Z | $3824.07 + 1.5 \times 10^{-8} \times Q$ | ± 0.13 | ± 8.8 |
| Z-cut | X | $3266.54 + 7.2 \times 10^{-8} \times Q$ | ± 0.09 | ± 1.1 |
| Z-cut | Y | $3696.72 + 9.1 \times 10^{-8} \times Q$ | ± 0.11 | ± 1.2 |

3-4 検討

Q 値に対するわずかな音速の変化を捉えることができた。人工水晶の Q 値は結晶の育成速度に依存し、結晶中の OH 基の濃度を反映する [6]。このことから、結晶中の OH 基の濃度を反映して音速が変化していると考え。Q 値に対する音速の変化の傾向は、試料面、伝搬モードにより異なるが、これは弾性波の伝搬に関与する音響関連物理定数が異なることによるものと考え。誤差を Q 値に対する音速の傾きで割ることにより Q 値に対する音速の分解能を求めた。結果を表 2、表 3 に併せて示す。これらより、バルク波音速の場合には Z 軸伝搬の縦波音速が、LSAW 速度の場合には X-cut 77°Y 軸伝搬が Q 値に対して最も分解能が高いことがわかる。

4. まとめ

本報では、品質の異なる 3 種類の人工水晶および天然水晶を取り上げ、X 板、Y 板、Z 板に対してバルク波音速、LSAW 速度を測定した。その結果、バルク波音速において 0.3 m/s 以内、LSAW 速度において 0.5 m/s 以内という試料間のわずかな音速の違いを捉えることができた。今後、密度、格子定数の測定、および試料間の音響関連物理定数の関係について検討を行う予定である。

参考文献

- [1] IEC 60758 (1993).
- [2] J. Kushibiki et al., IEEE Trans. UFFC, Vol. 49, pp. 125-135 (2002).
- [3] 櫛引他, 信学技報, Vol. US2001-55, pp. 53-58 (2001.9).
- [4] J. Kushibiki and M. Arakawa, J. Acoust. Soc. Am., Vol. 108, pp. 564-573 (2000).
- [5] J. Kushibiki et al., IEEE Trans. UFFC, Vol. 49, pp. 99-113 (2002).
- [6] 浅原, 永井, セラミックス, Vol. 15, pp. 170-175 (1980).
- [7] J. Kushibiki and M. Arakawa, IEEE Trans. UFFC, Vol. 45, pp. 421-430 (1998).

(7) まとめ

以上、本研究では、本研究代表者らが発明・開発した超音波マイクロスペクトロスコピー (UMS) 技術を人工水晶の結晶育成評価技術の確立、高精度な音響物理定数の決定、デバイス基板の評価法の確立に適用したものである。研究成果を要約すると以下のようになる。

1. 計測システムの高精度化

音響関連物理定数を高精度に決定するために、LFB 超音波材料解析(LFB-UMC)システム、超高周波バルク超音波計測システム、超精密厚さ測定システム、精密絶対周波数発生システム、誘電率測定システムの精度を向上させた。また、LFB-UMC システムを高精度に絶対校正するための適切な標準試料の選択法を見出し、漏洩弾性表面波(LSAW)速度の絶対精度を $\pm 0.02\%$ 以下にした。

2. 水晶の音響関連物理定数の精密測定

(A) 人工水晶の精密定数

SAW グレードの人工水晶から X 板, Y 板, Z 板, および複数の回転 Y 板を切り出し、縦波音速、横波音速、密度、誘電率を高精度に測定することにより、すべての音響関連物理定数を精密に決定した。定数決定に用いていない試料に対する音速の測定値と決定した定数による計算値を比較したところ、測定値と計算値は $\pm 0.2 \text{ m/s}$ ($\pm 0.0004\%$) 以内で一致した。

(B) 天然水晶と人工水晶の音響特性の比較

天然水晶と人工水晶の X 板, Y 板, Z 板を用意し、縦波音速、横波音速、漏洩弾性表面波速度の測定を行った。この結果、すべての場合において音速差は 1.00 m/s 以内となり、天然水晶と人工水晶の音響関連物理定数は非常に近い値であることがわかった。

(C) LSAW 速度を併用した決定法

Class32 に属する結晶に対して、X 板, Y 板, Z 板のみを用い、LSAW 速度とバルク波音速を併用して音響関連物理定数を決定する方法を検討し、天然水晶の音響関連物理定数を決定した。定数決定に用いていない LSAW 速度の測定値と決定した定数による計算値を比較したところ、測定値と計算値は $\pm 0.4 \text{ m/s}$ 以内で一致した。

(D) 天然水晶の精密定数

(A)と同様の手法を用いて、天然水晶の音響関連物理定数の精密値を決定した。

3. 人工水晶の品質と音響特性

異なる育成条件で作成した下記の人工水晶結晶から切り出し・研磨加工を行った試料に対して、バルク波音速、LSAW 速度、密度、格子定数を計測し、バルク波音速に対して 0.3 m/s 以内、LSAW 速度に対して 0.5 m/s 以内という結晶間のわずかな違いを捉えた。不純物濃度、特に OH 基濃度に対して、伝搬方向、モードにより音速の変化の傾向が異なること

を明らかにした。密度は測定精度内で違いが見られなかった。格子定数は、 a に対しては不純物濃度に対して一定であり、 c に対しては不純物濃度が大きくなるほど大きくなる傾向が捉えられた。また、Brice による文献値と比較し、傾向が異なることを示した。

試料 1 : SAW デバイス用大型単結晶 (育成速度大, 不純物(Al, Na, Li, OH)濃度大)

試料 2 : 振動子 (一般通信機器) 用単結晶 (育成速度中, 不純物(Al, Na, Li, OH)濃度中)

試料 3 : 振動子 (高品質通信機器) 用単結晶 (育成速度小, 不純物(Al, Na, Li, OH)濃度小)

以上の研究成果については、内容を整理し、関係学会において発表、および学会誌等に投稿予定である。

(8) 研究発表

(1) 学会誌等

1. J. Kushibiki, Y. Ono, Y. Ohashi, and M. Arakawa, "Development of the line-focus-beam ultrasonic material characterization system," IEEE. Trans. UFFC, Vol. 49, No. 1, pp. 99-113 (2002.1).
2. J. Kushibiki, I. Takanaga, and S. Nishiyama, "Accurate measurements of the acoustical physical constants of synthetic α -quartz for SAW devices," IEEE. Trans. UFFC, Vol. 49, No. 1, pp. 125-135 (2002.1).
3. J. Kushibiki, M. Arakawa, and R. Okabe, "High-accuracy standard specimens for the line-focus-beam ultrasonic material characterization system," IEEE. Trans. UFFC, Vol. 49, No. 6, pp. 827-835 (2002.6).
4. I. Takanaga and J. Kushibiki, "A method of determining acoustical physical constants for piezoelectric materials by line-focus-beam acoustic microscopy," IEEE. Trans. UFFC, Vol. 49, No. 7, pp. 893-904 (2002.7).
5. J. Kushibiki, R. Okabe, and M. Arakawa, "Precise measurements of bulk-wave ultrasonic velocity dispersion and attenuation in solid materials in the VHF range," J. Acoust. Soc. Am, in press (2002).
6. J. Kushibiki, M. Ohtagawa, and I. Takanaga, "Comparison of acoustic properties between natural and synthetic α -quartz crystals," J. Appl. Phys., in press (2003).
7. M. Arakawa, J. Kushibiki, and N. Aoki, "An evaluation of effective radiuses of bulk-wave ultrasonic transducers as circular piston sources for accurate velocity measurements," submitted to IEEE. Trans. UFFC.
8. Y. Ohashi and J. Kushibiki, "Proper standard specimens for calibrating the LFB ultrasonic material characterization system," submitted to IEEE Trans. UFFC.

(2) 口頭発表等

[国際学会等]

1. J. Kushibiki, M. Arakawa, and R. Okabe, "Ultrasonic spectroscopy characterization of silicate glasses in the VHF Range," 2001 IEEE International Ultrasonics Symp. 3B-4 (2001.10).
2. Y. Ohashi and J. Kushibiki, "Proper standard specimen for calibrating the LFB ultrasonic material characterization system," 2002 IEEE International Ultrasonics Symp. 3A-3 (2002.10).

[国内学会等]

1. 岡部亮一, 荒川元孝, 櫛引淳一, "VHF 帯における石英系ガラスの超音波スペクトロスコピー," 東北大学電気通信研究所 第 30 回超音波エレクトロニクス研究会 30-2 (2001.6).
2. 櫛引淳一, 太田川真則, 高長和泉, "LFB/PW 超音波材料解析システムによる天然水晶と人工水晶の音響特性の比較," 東北大学電気通信研究所 第 313 回音響工学研究会 第 31 回超音波エレクトロニクス研究会 313-2, 31-2 (2001.7).
3. 荒川元孝, 櫛引淳一, "バルク超音波パルスを用いた音速測定における接着層の影響の補正," 信学技報 US2001-50, pp. 15-22 (2001.9).
4. 櫛引淳一, 太田川真則, 高長和泉, "LFB/PW 超音波材料解析システムによる天然水晶と人工水晶の音響特性の比較," 信学技報 US2001-55, pp. 53-58 (2001.9).
5. 岡部亮一, 荒川元孝, 櫛引淳一, "VHF 帯における石英系ガラスの超音波スペクトロスコピー," 信学技報 US2001-56, pp. 59-66 (2001.9).
6. 岡部亮一, 荒川元孝, 櫛引淳一, "VHF 帯における速度分散および減衰の精密測定法と石英系ガラスへの応用," 第 22 回超音波エレクトロニクスの基礎と応用に関するシンポジウム (USE2001) B-2, pp. 13-14 (2001.11).
7. 櫛引淳一, 太田川真則, 高長和泉, "LFB/PW 超音波材料解析システムによる天然水晶と人工水晶の音響特性の比較," 第 22 回超音波エレクトロニクスの基礎と応用に関するシンポジウム (USE2001) P2-11, pp. 193-194 (2001.11).
8. 太田川真則, 高長和泉, 櫛引淳一, 西野秀郎, "LFB/PW 超音波材料解析システムによる水晶の音響関連物理定数の決定法," 日本音響学会春季講演論文集 1-1-1, pp. 957-958 (2002.3).
9. 大橋雄二, 櫛引淳一, "LFB 超音波材料解析システムの絶対校正精度に関する検討 — 適切な標準試料の選択 —," 日本音響学会春季講演論文集 1-1-2, pp. 959-960 (2002.3).
10. 岡部亮一, 荒川元孝, 櫛引淳一, "超音波ダブルパルス干渉法による速度分散の精密測定," 日本音響学会春季講演論文集 1-1-4, pp. 963-964 (2002.3).
11. 荒川元孝, 青木直哉, 櫛引淳一, "精密音速測定を目指したバルク超音波トランスデューサの円形ピストン音源としての実効径の評価," 東北大学電気通信研究所 第 35 回超音波エレクトロニクス研究会 35-3 (2002.7).
12. 太田川真則, 高長和泉, 櫛引淳一, "LFB/ PW 超音波材料解析システムによる Class32 結晶の音響関連物理定数の一決定法," 東北大学電気通信研究所 第 35 回超音波エレクトロニクス研究会 35-5 (2002.7).
13. 荒川元孝, 青木直哉, 櫛引淳一, "精密音速測定を目指したバルク超音波トランスデューサの円形ピストン音源としての実効径の評価," US-2002-60, pp. 37-42 (2002.9).
14. 太田川真則, 高長和泉, 櫛引淳一, "LFB/PW 超音波材料解析システムによる Class32 結晶の音響関連物理定数の一決定法," 信学技報 US-2002-62, pp. 49-54 (2002.9).

15. 大橋雄二, 櫛引淳一, "LFB 超音波材料解析システムの絶対校正のための適切な標準試料," 第 23 回超音波エレクトロニクスの基礎と応用に関するシンポジウム (USE2002) B-4, pp. 115-116 (2002.11).
16. 荒川元孝, 青木直哉, 櫛引淳一, "精密音速測定を目指したバルク超音波トランスデューサの円形ピストン音源としての実効径の評価," 第 23 回超音波エレクトロニクスの基礎と応用に関するシンポジウム (USE2002) B-5, pp. 117-118 (2002.11).
17. 安達正利, 唐木智明, 櫛引淳一, 荒川元孝, "ランガサイト系 $\text{Ca}_3\text{NbGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ 単結晶の育成," 圧電材料・デバイスシンポジウム C-1, pp. 47-50 (2003.2).
18. 櫛引淳一, 荒川元孝, 山岸龍, 西野秀郎, "LFB/PW 超音波材料解析システムによる人工水晶の評価," 圧電材料・デバイスシンポジウム F-1, pp. 89-90 (2003.2).
19. 櫛引淳一, 荒川元孝, 山岸龍, 西野秀郎, "LFB/PW 超音波材料解析システムによる人工水晶の評価," 日本音響学会春季講演論文集 3-10-5, pp. 1201-1202 (2003.3).

本報告書収録の学術雑誌等発表論文は本ファイルに登録していません。なお、このうち東北大学在籍の研究者の論文で、かつ、出版社等から著作権の許諾が得られた論文は、個別に **TOUR** に登録しております。