

氏	おお はし ゆう じ
名	大 橋 雄 二
授 与 学 位	博士 (工学)
学 位 授 与 年 月 日	平成 15 年 3 月 24 日
学 位 授 与 の 根 拠 法 規	学位規則第 4 条第 1 項
研究科、専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 電気・通信工学専攻
学 位 論 文 題 目	直線集束ビーム超音波材料解析システムにおける 漏洩弾性表面波伝搬特性の高精度測定に関する研究
指 導 教 官	東北大学教授 櫛引 淳一
論 文 審 査 委 員	主査 東北大学教授 櫛引 淳一 東北大学教授 中村 喜良 東北大学教授 長 康雄 東北大学講師 西野 秀郎

## 論 文 内 容 要 旨

### 第 1 章 緒論

近年の携帯電話などの移動体通信機器の急激な普及により、LiNbO<sub>3</sub> や LiTaO<sub>3</sub> などの強誘電体単結晶は、弹性表面波(SAW)デバイス用材料として急速に需要を拡大している。これを受け、国際電気標準会議(IEC)のワーキンググループでは、圧電単結晶 SAW ウェハ規格の統一化に向けた動きが活発化している。それにともない、圧電単結晶に対する、より厳しい品質管理が要求されることになるとともに、従来の材料評価技術の見直しや、統一的な評価基準を与えることのできる高精度な新しい材料評価技術が必要となっている。

直線集束ビーム超音波材料解析(LFB-UMC)システムは、水を負荷した試料表面に励振される漏洩弾性表面波(LSAW)の伝搬特性(位相速度、伝搬減衰)を高精度に測定することができる。これまで、SAW デバイスや光エレクトロニクスデバイス用材料に対する評価を行ないその有用性が示されてきた。また同時に測定精度に関する検討も行われてきた。相対精度については、主に測定システム内の垂直移動(z)ステージの改良と恒温チャンバー導入による温度環境の安定化が図られ、LSAW 速度の短期的な測定再現性は一固定点で±0.002% が達成された。しかし、z ステージモータ駆動に伴う発熱の影響は完全には除去されていないため、長期安定性にはまだ改良の余地があった。一方、絶対精度については、主に測定システムや超音波デバイスの動作特性に依存して、測定される LSAW 伝搬特性が変化するため、予め音響関連物理定数を精密に決定した標準試料を用いたシステムの校正法が提案してきた。従来は、2600~5100 m/s の広い速度範囲をカバーするように、等方性である合成石英ガラスや、非圧電立方晶単結晶である gadolinium gallium garnet (GGG)、Si、Ge 単結晶を標準試料として採用してきた。しかし、これら標準試料を用いた校正結果において、システム間で 0.1%オーダーの差が生じる場合があった。これは、化学的・物理的諸特性間の関係の決定や、弹性定

数の決定のような絶対測定精度を必要とする場合には重大な問題となる。このようなシステムの測定精度上の問題を解決し、材料評価装置として本来の目的である科学的、産業的問題の解決へ適用するための辞書作りを行なっていくことが重要である。

本研究は、LFB-UMC システムによる LSAW 伝搬特性測定における相対的・絶対的測定精度を向上させ、現状の科学的・産業的分野における問題解決に適用できる信頼性の高い材料評価装置を確立することを目的として行なったものである。

## 第2章 直線集束ビーム超音波材料解析システム

本章では、まず、LFB-UMC システムによる LSAW 伝搬特性の測定原理・解析法について述べた。また、薄い試料に対して生じる裏面反射波の影響の除去法を述べた。次に、測定における主な誤差要因について、 $z$  ステージの移動誤差およびカプラ温度の測定誤差を取上げ、LSAW 速度の測定誤差との関係を示した。また、これら要因による測定誤差を最小化するよう設計されたシステムの構成について述べた。特に、 $z$  ステージの移動特性について、平面超音波を用いた位相測定法により従来システムと比較を行い、安定性(再現性)に優れていることを明らかにした。この結果、連続 200 回程度の LSAW 速度測定再現性は $\pm 0.0013\%$ の高安定化が達成された。

## 第3章 相対測定精度向上に関する検討

本章では、LSAW 伝搬特性の相対測定精度に影響を与える要因について検討し、その解決策を提案した。まず、測定精度に影響を与える根本的な原因となるカプラ内の温度分布について、一次元モデルを与え、理論的・実験的に検討した。規格化熱伝導率が  $2 \times 10^2 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$  以上であるほとんどの単結晶やガラス、金属材料においてはカプラ量が同一であれば、音波の伝搬領域と熱電対で測定しているカプラ温度の差は  $0.063 \pm 0.008^\circ\text{C}$  の範囲内にあり、ほぼ一定の温度差を補正することで正しい LSAW 伝搬特性値が得られることを示した。

次に、測定の温度環境に擾乱を与える主たる原因である  $z$  軸ステージ駆動モータの発熱の影響について検討した。モータの発熱には、停止時および駆動時両方で発生する銅損と、駆動時のみ発生する鉄損があり、これが、モータ停止時と駆動時の温度差を生み出し、チャンバー内温度の擾乱として作用することを示した。この問題の解決策として、モータ駆動電流を制御する方法を提案した。この効果により、 $z$  モータ温度、カプラ温度およびその周辺の温度は安定し、中長期的な測定の安定化を実現した。また、試料の面内分布測定における試料設置も含めた再現性も、同程度の測定精度であることを示した。これは、本システムを実用化するうえで、システムの信頼性を保証する重要な結果である。

## 第4章 絶対測定精度向上に関する検討

本章では、LFB-UMC システムの絶対精度向上のための検討を行なった。はじめに、LSAW 伝搬特性の測定値に真値からの偏差を生じさせる主原因である、LFB 超音波デバイスの特性について述べた。次に、LSAW

伝搬特性の理論解析方法と標準試料を用いた LFB-UMC システムの校正方法について述べ、校正誤差要因について検討した。校正誤差要因には、標準試料と被校正試料の間の LSAW 伝搬特性値が異なることによるものと、LSAW と近い伝搬速度を有する他の伝搬波モードの影響による解析上の誤差によるものがあることを示した。これらの結果を踏まえ、LFB-UMC システムに対して、システム依存性のない、より高精度な校正を行なうための適切な標準試料について検討した。数種類の LiTaO<sub>3</sub> 基板を対象として取り上げ、異なる LFB 超音波デバイスを有する 2 台の LFB-UMC システムで LSAW 伝搬特性の測定・校正を行ない、両者を比較した。その結果、被校正試料と同一の材料・カット面・伝搬方向の標準試料を選択することによって、システム間の差を測定再現性程度(速度は±0.004%以下、減衰は±0.3%以下)まで低減し、絶対精度については速度に対し±0.02%以下、減衰に対して±0.9%以下にすることができた。<sup>1</sup> このような適切な標準試料の選択によつて、LFB デバイス・システムの相違による校正誤差をほぼ完全に除去できるだけでなく、従来からの問題であつた他の伝搬波モードの影響による解析誤差も同時に除去できることを実証した。

## 第5章 LiTaO<sub>3</sub> 単結晶に対する統一的評価への応用

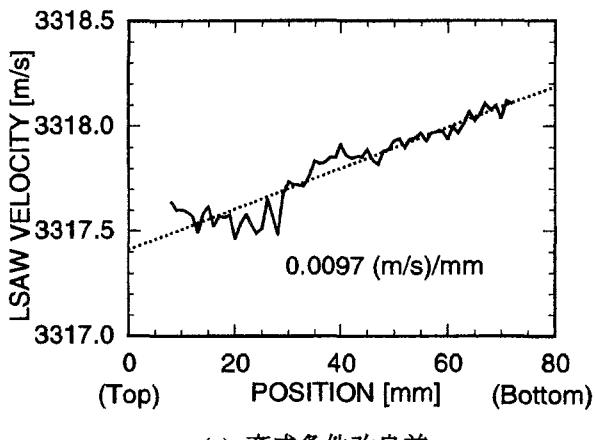
本章では、第 3 章、第 4 章で相対的・絶対的測定精度の向上が達成された LFB-UMC システムを、LiTaO<sub>3</sub> 単結晶に関連する産業的問題に適用した。始めに、名目上コングルエント組成として市販されている光学グレードの LiTaO<sub>3</sub> 単結晶を取り上げ、LFB-UMC システムによる結晶育成条件の改良を試みた。この結晶から ZY-LiTaO<sub>3</sub> 基板を準備して、結晶内の LSAW 速度(化学組成比)分布を評価したところ、特に育成軸方向の分布が大きく、図 1(a)に示すように結晶の上部から下部にかけてほぼ直線的に LSAW 速度(Li<sub>2</sub>O 濃度)が上昇する傾向が捉えられた。この育成軸方向の Li<sub>2</sub>O 濃度勾配を用いて、より均一な結晶育成のための融液組成の補正量を見積もる方法を提案した。改良した融液組成で新しく結晶を育成したところ、図 1(b)のように育成軸方向の LSAW 速度勾配は改良前の約 1/7 になり、従来法では困難であった結晶育成条件の改良に成功した。また、連続育成が行われている SAW グレードの LiTaO<sub>3</sub> 単結晶を取り上げ、同様に育成条件の改良を行なつた。その結果、育成軸方向の組成分布および、繰り返し育成回数に伴う結晶インゴット間の組成変動を低減することに成功した。この結果は、融液の化学組成比を改良することで、インゴット内、インゴット間の化学組成変動のない均一な結晶を効率良く量産できることを示す重要な結果である。

次に、現在、ほとんどの結晶製造業者で結晶評価に利用されているキュリー温度の測定条件について、4 社の 36°Y-cut LiTaO<sub>3</sub> ウェハを取り上げて評価した。各社のウェハに対する LSAW 速度測定値と、各社の条件で測定したキュリー温度の関係は、図 2(a)のように各社で異なる傾向を示した。一方、キュリー温度の測定条件を統一した場合、図 2(b)のように結晶製造業者に関係なく一直線の比例関係が得られた。これより、各社のキュリー温度測定値は、測定条件や装置、校正精度に起因して異なることが明らかとなった。この問題に対し、高精度測定が可能な LSAW 速度を用いたキュリー温度の校正法を提案した。

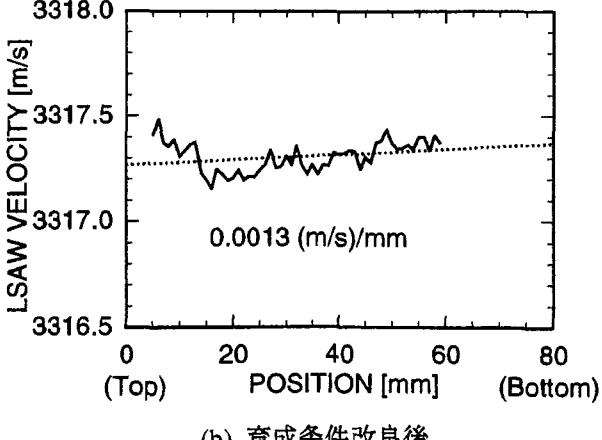
本章の結果は、材料科学における問題解決のための有用な辞書となると考える。

## 第6章 結論

本研究で得られた結果は、固体材料や薄膜材料の弾性定数決定など、LSAW 伝搬特性の絶対値を必要とする応用において、より信頼性の高い数値を得るために重要な指針を与えると考える。また、本研究において提案した LSAW 速度を基準としたキュリー温度の校正法は、他の化学的・物理的諸特性値の校正に対しても適用可能であり、LFB-UMC システムを他の材料評価装置の校正を行なうための高精度なものとしてても応用できる。SAW デバイス用圧電単結晶ウェハの規格を統一するうえで、化学組成比やキュリー温度、格子定数、SAW 速度などの化学的・物理的諸特性間の関係を正しく把握し、所望のデバイス特性を得るために許容幅を設定するとともに、それらの諸特性を測定する各種評価装置の校正を行なうことが重要となる。このような要求に対して、LFB-UMC システムは、絶対的な基準を与える装置として有用な役割を果たすものと考える。

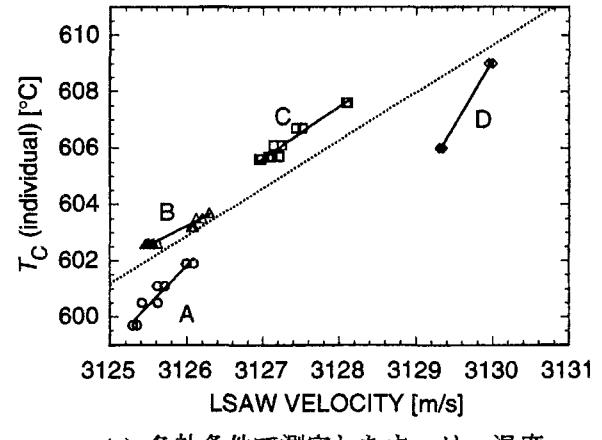


(a) 育成条件改良前

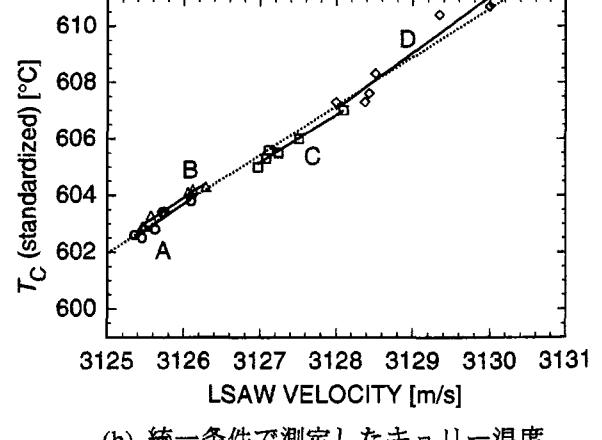


(b) 育成条件改良後

図 1 結晶育成条件改良前後の ZY-LiTaO<sub>3</sub>に対する LSAW 速度の育成軸方向分布  
実線：測定値、点線：近似直線



(a) 各社条件で測定したキュリー温度



(b) 統一条件で測定したキュリー温度

図 2 各社 36°YX-LiTaO<sub>3</sub>に対する LSAW 速度と各測定条件下のキュリー温度の関係  
実線：各社の結果に対する近似直線  
点線：全体に対する近似直線

# 論文審査結果の要旨

直線集束ビーム超音波材料解析(LFB-UMC)システムは、水/試料境界面上を伝搬する漏洩弾性表面波(LEAW)の速度を精密に測定でき、新しい材料解析評価技術として注目されている。この計測技術を確立し、材料科学の分野において実用化するためには、測定精度の向上と実用的システムの開発が重要な研究課題である。著者は、このシステムにおける相対的・絶対的測定精度とその測定誤差の要因について詳細に理論的・実験的検討を行い、高精度測定を達成する測定手順を確立し、プロトタイプのシステムを構築した。本論文はその成果をまとめたもので、全編6章よりなる。

第1章は緒論で、本研究の背景を述べ、研究の目的を明示している。

第2章では、LFB-UMCシステムによるLEAW速度の測定原理・解析法、およびシステムの構成について述べている。本システムにおける主な測定誤差要因として、測定において最も重要な垂直移動(z)ステージの移動誤差および水力プラ温度の測定誤差を取り上げ、理論的・実験的検討を詳細に行い、LEAW速度の測定誤差との関係を明らかにしている。その結果、究極的には測定環境の安定化が最終課題であることを示し、それを実現するシステムを構築している。連続200回程度のLEAW速度測定において、±0.0013%の再現性を達成している。この成果は非常に高く評価できる。

第3章では、LEAW速度の測定において、相対的測定精度に影響を与える要因について詳細な検討を行っている。その結果、その根本原因是測定における温度擾乱であり、水力プラ表面での蒸発とzステージの駆動モータからの発熱にあることを明らかにし、その解決策を見出すとともにその長期的測定精度安定化(±0.003%)を実現した。これは実用上重要な成果である。

第4章では、システムの絶対精度を向上させるための検討を行っている。LEAW速度の絶対値は標準試料を用いたシステム校正法に従い求められるが、その校正誤差要因には、標準試料と被校正試料の間のLEAW伝搬特性値が異なることによるものと、LEAWと近い伝搬速度を有する他の伝搬波モードの影響による解析上の誤差によるものがあることを明らかにした。その結果、適切な標準試料の選択によって、校正誤差をほぼ完全に除去できることを実証した。これは実用上大きな貢献である。

第5章では、以上のようにして実現したLFB-UMCシステムを、LiTaO<sub>3</sub>単結晶に関連する産業的問題に適用し、本システムの有用性を実証している。すなわち、弾性波デバイス及びオプトエレクトロニクスデバイス用単結晶基板に対して、キュリー温度測定などの従来の評価技術では困難であった結晶育成条件の改良に成功し、また、従来の評価技術のより高精度な校正法も提案するなど、産業上の問題の解決に貢献した。

第6章は結論である。

以上要するに本論文は、直線集束ビーム超音波材料解析システムの高精度化・高信頼性化を目指した研究で、測定誤差要因と測定精度を明らかにし、材料研究に実用できるシステムを構築し、その有用性を実証したもので、超音波計測学、材料工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。