

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2021-155246
(P2021-155246A)

(43) 公開日 令和3年10月7日(2021.10.7)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C3OB 29/30 (2006.01)	C3OB 29/30 A	4G077
C3OB 15/00 (2006.01)	C3OB 15/00 Z	

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2020-56000 (P2020-56000)
(22) 出願日 令和2年3月26日 (2020.3.26)

(71) 出願人 000183303
住友金属鉱山株式会社
東京都港区新橋5丁目11番3号
(74) 代理人 100107766
弁理士 伊東 忠重
(74) 代理人 100070150
弁理士 伊東 忠彦
(72) 発明者 梶ヶ谷 富男
東京都青梅市末広町1丁目6番1号 住友
金属鉱山株式会社内
Fターム(参考) 4G077 AA02 BC32 CF10 EA02 EC07
EG02 GA10 HA04 HA12 PB09
PB13 PD01 PE04 PF53

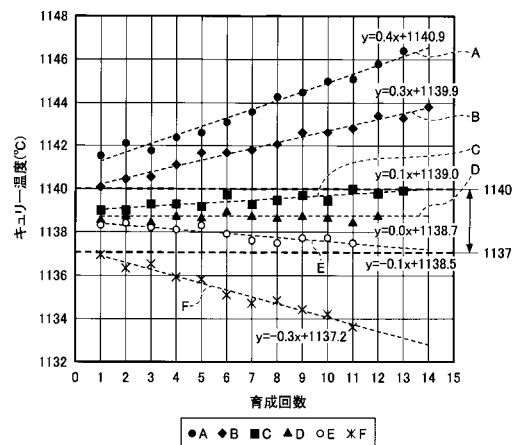
(54) 【発明の名称】 ニオブ酸リチウム単結晶及びその製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】キュリー温度の均一性に優れた高品質のニオブ酸リチウム単結晶、及び該単結晶を安定的に提供することができる製造方法の提供。

【解決手段】ニオブ酸リチウム単結晶において、前記単結晶のボトム部のキュリー温度が1137 を超え、1140 未満である。また、ニオブ酸リチウム単結晶の育成方法において、育成される単結晶のキュリー温度が1138.5 を中心値として1137.5 以上1139.5 以内になるようにLi₂CO₃粉末とNb₂O₅を所定量混合した原料を用いて単結晶を育成する工程を有する。

【選択図】 図3



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

ニオブ酸リチウム単結晶において、
前記単結晶のボトム部のキュリー温度が 1 1 3 7 を超え、1 1 4 0 未満であることを特徴とするニオブ酸リチウム単結晶。

【請求項 2】

前記キュリー温度が 1 1 3 8 以上 1 1 3 9 以下であることを特徴とする請求項 1 に記載のニオブ酸リチウム単結晶。

【請求項 3】

ニオブ酸リチウム単結晶の育成方法において、
育成される単結晶のキュリー温度が 1 1 3 8 . 5 を中心値として 1 1 3 7 . 5 以上 1 1 3 9 . 5 以内になるように Li_2CO_3 粉末と Nb_2O_5 を所定量混合した原料を用いて単結晶を育成する工程を有する、ニオブ酸リチウム単結晶の製造方法。

10

【請求項 4】

前記キュリー温度が目標キュリー温度より低い場合には、 Li_2CO_3 粉末の質量比を高め、前記キュリー温度が目標キュリー温度より低い場合には、 Nb_2O_5 の質量比を高めて前記キュリー温度を制御することを特徴とする請求項 3 に記載のニオブ酸リチウム単結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】**

20

【0001】

本発明は、ニオブ酸リチウム単結晶及びその製造方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

ニオブ酸リチウム ($LiNbO_3$ 、以下、「LN」と略称する場合がある)単結晶は、融点が約 1 2 5 0 、キュリー温度が約 1 1 4 0 の人工の強誘電体結晶である。LN単結晶から切り出され、研磨加工して得られるLN単結晶基板は、主に移動体通信機器に搭載される表面弾性波素子 (SAWデバイス) の材料として用いられている。

【0003】

LN単結晶は、産業的には、主にチョクラルスキー (以下、「Cz」と略称する場合がある)法により育成され、例えば、特許文献 1 に記載の高周波誘電加熱式育成炉が使用される。そして、通常、白金坩堝を用い、大気雰囲気下若しくは酸素濃度が 2 0 % 程度の窒素 - 酸素混合ガス雰囲気下で育成されている。育成されたLN単結晶は、無色透明若しくは透明感の高い淡黄色を呈している。育成されたLN単結晶は、育成、冷却時の熱応力による残留歪みを取り除くための「アニール処理」と、結晶全体の電気的な極性を揃えて単一分極とするための「ポーリング処理」を行った後に基板加工工程へ引き渡される。

30

【0004】

ここで、Cz法とは、坩堝内の原料融液表面に種結晶を接触させ、該種結晶を回転させながら連続的に引上げることで種結晶と同一結晶方位の単結晶を得る方法である。所望のサイズ (結晶径 × 結晶長さ) まで結晶育成を行った後は、結晶の引上げ速度や融液温度の調整によって育成結晶を原料融液から切り離し、室温近傍まで冷却を行って育成炉から結晶を取り出す。尚、Cz法による結晶育成においては、結晶成長界面で原料融液の固化によって発生する潜熱を、効率良く種結晶を通して上方に伝導することが重要であるため、原料融液表面から上方に向かって温度が低下するよう調整された温度勾配下で実施される。そして、Cz法では、一般的に、直径 1 0 mm 程度以下の種結晶が用いられ、種結晶の直径に対して数倍 ~ 数十倍の直径を有する単結晶を育成することができる。

40

【先行技術文献】**【特許文献】****【0005】**

【特許文献 1】 特開 2 0 1 9 - 6 6 1 2 号公報

50

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

ところで、LN単結晶育成においては、均一な組成の単結晶を育成することが重要である。結晶組成は、結晶内を伝わる弾性波の速度と比例関係にあるため、LN単結晶基板を用いて作製されるSAWデバイスの特性に大きな影響を与える。従って、組成の均一性は1本の結晶内の均一性だけでなく、結晶間でも均一である必要がある。

【0007】

しかしながら、LN結晶は軽元素であるLiが構成元素となっているために、LN結晶の組成を化学分析等で精度良く測定することができない。そこで、組成と比例関係にあるキュリー温度(LN結晶が常誘電体から強誘電体に相転移する温度)の測定で代用され、キュリー温度の均一性で組成の均一性を保証している。適切な組成で育成されていないLN結晶は、結晶内、及び結晶間でキュリー温度が変動するという問題がある。

10

【0008】

本発明は、このような問題点に関して着目したもので、キュリー温度の均一性に優れたLN単結晶を安定的に提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記目的を達成するため、本発明の一態様に係るニオブ酸リチウム単結晶は、ニオブ酸リチウム単結晶において、

20

ボトム部のキュリー温度が1137 を超え、1140 未満であることを特徴とする。

【0010】

また、本発明の他態様に係るニオブ酸リチウム単結晶の育成方法において、

育成される単結晶のキュリー温度が1138.5 を中心値として1137.5 以上1139.5 以内になるようにLi₂CO₃粉末とNb₂O₅を所定量混合した原料を用いて単結晶を育成する工程を有することを特徴としている。

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、結晶組成(キュリー温度)の均一性に優れた高品質のニオブ酸リチウム単結晶を安定的に提供することができる。

30

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図1】高周波誘導加熱式単結晶育成装置130の概略構成を模式的に示す断面図である。

【図2】原料組成と育成される結晶のキュリー温度との関係を示した調査結果である。

【図3】目標とする育成後の単結晶のキュリー温度に応じて原料組成を設定して単結晶を複数回育成した時のキュリー温度の変化を示した図である。

【発明を実施するための形態】

【0013】

以下、図面を参照して、本発明を実施するための形態の説明を行う。

40

【0014】

[単結晶育成装置と単結晶育成方法の概要]

はじめに、図1を参照して、LN単結晶育成で一般的に用いられているCz法の単結晶育成装置130の構成例、および、単結晶育成方法の概要について説明する。

【0015】

図1は、高周波誘導加熱式単結晶育成装置130の概略構成を模式的に示す断面図である。LN単結晶の育成では、抵抗加熱式単結晶育成装置も用いられているが、図1においては、高周波誘導加熱式単結晶育成装置が例として示されている。高周波誘導加熱式単結晶育成装置と抵抗加熱式単結晶育成装置との違いは、以下の通りである。高周波誘導加熱

50

式の単結晶育成装置の場合は、ワークコイル70によって形成される高周波磁場によりワークコイル70内に設置されている金属製坩堝10の側壁に渦電流が発生し、その渦電流によって坩堝10自体が発熱体となり、坩堝10内にある原料150の融解や結晶育成に必要な温度環境の形成を行う。抵抗加熱式の単結晶育成装置の場合は、坩堝10の外周部に設置されている抵抗加熱ヒーターの発熱で原料150の融解や結晶育成に必要な温度環境の形成を行っている。どちらの加熱方式を用いても、Cz法の本質は変わらないので、以下、高周波誘導加熱式単結晶育成装置を用いた単結晶育成方法に関して説明する。

【0016】

図1に示すように、高周波誘導加熱式単結晶育成装置130は、チャンバー100内に坩堝10を配置する。坩堝10は、坩堝台20上に載置される。チャンバー100内には、坩堝10を囲むように断熱材50が配置されている。更に、坩堝10を囲むように耐火材60の外にワークコイル70が配置され、ワークコイル70が形成する高周波磁場によって坩堝壁に渦電流が流れ、坩堝10自体が発熱体となる。チャンバー100の上部には引上げ軸(シード棒)80がモータ82により回転可能かつ上下方向に移動可能に設けられている。引上げ軸(シード棒)80の下端の先端部には、種結晶140を保持するためのシードホルダ81が取り付けられている。

10

【0017】

また、必要に応じて、坩堝10の上端から内側に延びて坩堝10の上端周辺部を覆うリフレクタ30と、リフレクタ30から上方に筒状に延びるアフターヒータ40を備えてもよい。リフレクタ30及びアフターヒータ40は、いずれも坩堝10と同様に発熱体として機能し、ワークコイル70により渦電流が発生し、誘導加熱される。リフレクタ30は坩堝10内の保温、アフターヒータ40は引き上げられた単結晶の保温に用いられる。よって、リフレクタ30及びアフターヒータ40は、ワークコイル70の高周波磁場で誘導加熱が可能な金属材料から構成される。

20

【0018】

載置台90は、耐火物60内の坩堝10、坩堝台20、リフレクタ30、アフターヒータ40、耐火物50、60を支持するための支持台である。チャンバー100は、更に載置台90に支持された耐火物60内の構成要素に加え、ワークコイル70を含めて全体を覆う筐体である。

30

【0019】

チャンバー100の外部には、ワークコイル70及び高周波誘導加熱式単結晶育成装置130の各構成要素に電力供給を行う電源110と、高周波誘導加熱式単結晶育成装置130の全体の動作を制御する制御部が必要に応じて設けられる。

【0020】

次に、個々の構成要素について更に詳細に説明する。

【0021】

Cz法で用いる坩堝10は、育成する結晶径Dに応じて、坩堝10の内径dも変化させ、一般的には $D/d = 0.5 \sim 0.7$ 程度となるように選定される。例えば、結晶径Dが110mmである単結晶を育成する場合には、内径dが150mm~220mm程度の坩堝10が用いられる。

40

【0022】

Cz法では、坩堝10内の単結晶原料150の融液表面に種結晶140となる単結晶片を接触させ、種結晶140を引上げ軸(シード棒)80により回転させながら上方に引上げることにより、種結晶140と同一方位の円筒状の単結晶を育成する。

【0023】

種結晶140の回転速度や引上げ速度は、育成する単結晶の種類、育成時の温度環境に依存し、これ等の条件に応じて適切に選定する必要がある。また、単結晶育成に際しては、成長界面で融液の結晶化によって生じる固化潜熱を、種結晶140を通して上方に逃がす必要があるため、成長界面から上方に向かって温度が低下する温度勾配(例えば、5/cm程度)下で行う必要がある。加えて、育成単結晶の形状が曲がったり、挟れたりし

50

ないようにするため、原料融液内においても成長界面から坩堝壁に向かって水平方向に温度が高くなる温度勾配（例えば、3 / cm）下で行う必要がある。原料融液内の熱対流を安定化させるために、成長界面から坩堝底に向かって垂直方向に温度が高くなる温度勾配下で単結晶育成を行うとよい。

【0024】

そして、LN単結晶を育成する場合には、LN結晶の融点が1250 で、育成雰囲気には酸素が必要であることから、融点が1760 程度で化学的に安定な白金（Pt）製の坩堝10が用いられる。育成時の引上げ速度は、一般的には数mm/H程度、回転速度は数～数十rpm程度で行われる。また、育成時の炉内は、大気若しくは酸素濃度20%程度の窒素-酸素の混合ガス雰囲気とするのが一般的である。このような条件下で、所望の大きさまで単結晶を育成した後、引上げ速度の変更や融液温度を徐々に高くする等の操作を行うことで、育成単結晶を原料融液から切り離し、その後、育成炉のパワーを所定の速度で低下させることで徐冷し、炉内温度が室温近傍となった後に育成炉内から単結晶を取り出す。

10

【0025】

このような方法で育成され、炉から取り出された単結晶は、結晶内の温度差に起因する残留歪を除去するためのアニール処理、結晶内の自発分極の方向を揃えるためのポーリング処理を行った後に、スライス、研磨等を行う基板加工工程へ引き渡される。

【0026】

[原料チャージ方法]

ところで、特許文献1に記載された育成炉を用いてCz法によるLN結晶の育成を行う場合、育成される結晶の重量は、Pt坩堝内にチャージした原料の重量の50%から最大でも80%である。そして、次の育成を実施する際には、育成した結晶の重量分の原料を坩堝内にチャージすることで、前育成と同一の原料量としている。

20

【0027】

このような育成を繰り返し行う場合、原料組成が不適切であると、結晶内だけでなく、結晶間でキュリー温度に変動が生じる。

【0028】

本発明者は、原料組成と育成される結晶のキュリー温度との関係を詳細に調査した結果、育成される単結晶のキュリー温度が1138.5 を中心値として1137.5 以上1139.5 以内になるようにLi₂CO₃粉末とNb₂O₅を所定量混合した原料を用いて単結晶を育成する場合、結晶内、結晶間で最もキュリー温度の変動が小さいことを見出した。

30

【0029】

即ち、単結晶を育成して次の単結晶を育成する場合、使用した原料を追加して補うことになるが、次の単結晶の育成では、残った原料と追加した原料との混合原料を用いることになる。よって、育成回数が増加するにつれて、全体の原料組成が徐々に変化することは避けられないが、育成される単結晶のキュリー温度が1138.5 を中心値として1137.5 以上1139.5 以内になるように調整された混合原料を毎回使用することにより、単結晶間でのキュリー温度の変動を小さくすることができる。

40

【0030】

そこで、本発明では、育成される単結晶のキュリー温度が1138.5 を中心値として1137.5 以上1139.5 以内になるようにLi₂CO₃粉末とNb₂O₅を所定量混合した原料を用いて単結晶を育成する工程を有するニオブ酸リチウム単結晶の製造方法を提供する。

【0031】

また、本発明では、上記製造方法で育成されたニオブ酸リチウム単結晶は、キュリー温度が1137 を超え、1140 未満であることを特徴としている。

【0032】

以下、詳細に説明する。

50

【0033】

前述したように、育成炉を用いてCz法によるLN単結晶の育成を行う場合、繰り返して結晶育成が行われる。1回目で単結晶が育成され、次の育成を実施する際には、1回目で育成した単結晶の重量分の原料150を坩堝10内にチャージすることで、前育成と同一となるようにしている。この時、原料組成は、一般的に1回目と同じ原料組成で行われる。

【0034】

図2は、原料組成と育成される結晶のキュリー温度との関係を示した調査結果である。図2に示すように、原料組成と、その原料150から育成された結晶のキュリー温度には、リチウムがリッチであると結晶のキュリー温度が高くなる傾向が有る。よって、育成結晶のキュリー温度が所望の範囲から外れそうな場合には、原料組成を調整することで、キュリー温度の調整ができる。即ち、育成される単結晶のキュリー温度を高めたい場合には、原料中におけるリチウムの質量比を高くし、単結晶のキュリー温度を低くしたい場合には、原料中におけるリチウムの質量比を低くすればよい。なお、原料は、例えば、 Li_2CO_3 粉末と Nb_2O_5 とを所定量混合して原料150としている。

10

【0035】

本実施形態では、単結晶のキュリー温度が1138.5を中心値として1137.5以上1139.5以内になるように、 Li_2CO_3 粉末と Nb_2O_5 との原料組成を調整する。原料組成の調整方法としては、いくつか方法が考えられる。例えば、前の育成と同じ組成の仮焼原料に対し、育成される単結晶のキュリー温度を高い方向に調整する場合には Li_2CO_3 を添加し、低い方向に調整する場合には Nb_2O_5 を添加する。つまり、Liを含む Li_2CO_3 を添加してLiの質量比を高くし、Liを含まない Nb_2O_5 を添加してLiの質量比を低くする。 Li_2CO_3 粉末及び Nb_2O_5 の添加量は、図2の組成とキュリー温度との関係から計算することができる。

20

【0036】

図3は、目標とする育成後の単結晶のキュリー温度が、1137、1138、1138.5、1139、1140、1141になるように原料組成を設定して単結晶を育成し、その後、1回目と同じ原料組成で結晶育成を行った時のキュリー温度の変化を示した図である。なお、上記キュリー温度は、育成された単結晶の直胴部の下側部（ボトム部）の位置のキュリー温度とした。図3において、目標キュリー温度が1141の場合が曲線Aで示され、1140の場合が曲線Bで示されている。同様に、目標キュリー温度が1139の場合が曲線Cで示され、1138.5の場合が曲線Dで示されている。更に、目標キュリー温度が1138の場合が曲線Eで示され、1137の場合が曲線Fで示されている。

30

【0037】

図3に示されるように、目標のキュリー温度を1138.5を中心値として1137.5以上1139.5以下になるように、 Li_2CO_3 粉末と Nb_2O_5 との原料組成を調整し、10回以上繰り返し育成された単結晶は、キュリー温度が1137を超え、1140未満の範囲で安定している。特に、目標のキュリー温度が1138を超え1139未満になるように、 Li_2CO_3 粉末と Nb_2O_5 との原料組成を調整した場合、10回以上繰り返し育成された単結晶は、キュリー温度が、1138以上、1139以下の範囲で安定しておりより好ましい。これに対し、1137（曲線F）では、徐々にキュリー温度が低くなり、1140（曲線B）では、徐々にキュリー温度が上昇する。

40

【0038】

また、目標のキュリー温度を、1138.5を中心値として1137.5以上1139.5以下になるように、 Li_2CO_3 粉末と Nb_2O_5 との原料組成を調整し育成された単結晶は、単結晶内のキュリー温度のばらつきを抑えることが可能である。目標のキュリー温度を1137.5以上1139.5以下に設定して得られた結晶において、結晶トップ部とボトム部のキュリー温度の差は、育成1回目の結晶で0.5以内、育

50

成10回目の結晶で1以内と安定している。これに対し、1137（曲線F）では、育成1回目の結晶で1以内、育成10回目の結晶で2 ボトム側が低くなる。1140（曲線B）では、育成1回目の結晶で1.0以内、育成10回目の結晶で2 ボトム側が高くなり、ばらつきが大きくなっている。

【0039】

目標キュリー温度が1137.5以上1139.5以下の場合には、育成回数が増えてもキュリー温度の変化は少なく、特に目標キュリー温度が1138以上1139以下の場合には、育成回数が増えても、非常にキュリー温度の変動が小さくなっていることが示されている。

【0040】

[実施例]

以下、本発明の実施例について比較例も挙げて具体的に説明する。

【0041】

[実施例1]

図1に示す高周波誘導加熱式単結晶育成装置を用い、内径150mmのPt坩堝を用いて結晶直胴部径が110mmの128°RY-LN結晶育成を行った。

【0042】

まず、Pt製坩堝10内に原料150としてキュリー温度1138.5の結晶が得られるように組成を調整したLN粉をチャージし、原料150を融解させた後、種結晶140の先端部を坩堝10内の原料融液に浸し、結晶育成を行った。育成した結晶の固化率（=結晶重量/原料チャージ量）は70%であった。

【0043】

次の育成では、初回育成と同一組成の原料を、初回育成で得られた結晶と同一重量分Pt坩堝内に追加し、2回目育成を行った。同様の手順で育成を10回繰り返した。

【0044】

得られた結晶全てに関して、結晶のトップ部とボトム部からサンプリングし、TG-DTA装置を用いてキュリー温度測定を実施したところ、分析精度に起因するバラつきのみで、全て1138.5±0.5であり、結晶トップ部とボトム部のキュリー温度の差は見られず、且つ10回の育成で傾向を持った変化も見られなかった。

【0045】

[実施例2]

目標のキュリー温度を1139とした以外は、実施例1と同様の条件で、結晶直胴部径110mmの128°RY-LN結晶の繰り返し育成を10回実施した。得られた結晶全てに関して、結晶のトップ部とボトム部からサンプリングし、TG-DTA装置を用いてキュリー温度測定を実施したところ、育成回数が増えるに従ってキュリー温度が高くなる傾向が見られ、1回目育成でボトム部において1139であったキュリー温度が、10回目の育成結晶では1139.4となった。また、結晶トップ部とボトム部のキュリー温度差も、繰り返し育成回数が増えるに従って大きくなる傾向が見られ、育成1回目では0.5の差であったものが、10回目の育成結晶ではトップ部に対してボトム部のキュリー温度が1高くなっていた。

【0046】

[実施例3]

狙いのキュリー温度を1138とした以外は、実施例1と同様の条件で、結晶直胴部径110mmの128°RY-LN結晶の繰り返し育成を10回実施した。得られた結晶全てに関して、結晶のトップ部とボトム部からサンプリングし、TG-DTA装置を用いてキュリー温度測定を実施したところ、育成回数が増えるに従ってキュリー温度が低くなる傾向が見られ、1回目育成でボトム部において1138.3であったキュリー温度が、10回目の育成結晶では1137.7となった。また、結晶トップ部とボトム部のキュリー温度差も、繰り返し育成回数が増えるに従って大きくなる傾向が見られ、育成1回目では0.5の差であったものが、10回目の育成結晶ではトップ部に対してボトム

10

20

30

40

50

部のキュリー温度が1 低くなっていた。

【0047】

実施例1~3より、実際に測定した単結晶のキュリー温度が1137.7 以上1139.4 以下の範囲内では、単結晶の育成回数が増加しえも、非常に安定したキュリー温度の単結晶を製造することが可能であることが示された。

【0048】

[比較例1]

目標のキュリー温度を1140 とした以外は、実施例1と同様の条件で、結晶直胴部径 110 mmの128 ° R Y - L N結晶の繰り返し育成を10回実施した。得られた結晶全てに関して、結晶のトップ部とボトム部からサンプリングし、T G - D T A装置を用いてキュリー温度測定を実施したところ、育成回数が増えるに従ってキュリー温度が高くなる傾向が見られ、1回目育成でボトム部において1140.2 であったキュリー温度が、10回目の育成結晶では1142.6 となった。また、結晶トップ部とボトム部のキュリー温度差も、繰り返し育成回数が増えるに従って大きくなる傾向が見られ、育成1回目では1 の差であったものが、10回目の育成結晶ではトップ部に対してボトム部のキュリー温度が2 高くなっていた。

10

【0049】

なお、比較例1においては、目標キュリー温度は1140 に設定しているが、実際のキュリー温度は1140.2 以上である。よって、キュリー温度1140 未満は、本発明で有効に機能する温度範囲内にある。

20

【0050】

[比較例2]

目標のキュリー温度を1137 とした以外は、実施例1と同様の条件で、結晶直胴部径 110 mmの128 ° R Y - L N結晶の繰り返し育成を10回実施した。得られた結晶全てに関して、結晶のトップ部とボトム部からサンプリングし、T G - D T A装置を用いてキュリー温度測定を実施したところ、育成回数が増えるに従ってキュリー温度が低くなる傾向が見られ、1回目育成でボトム部において1136.8 であったキュリー温度が、10回目の育成結晶では1134.3 となった。また、結晶トップ部とボトム部のキュリー温度差も、繰り返し育成回数が増えるに従って大きくなる傾向が見られ、育成1回目では1 の差であったものが、10回目の育成結晶ではトップ部に対してボトム部のキュリー温度が2 低くなっていた。

30

【0051】

なお、比較例2においては、目標キュリー温度は1137 に設定しているが、実際のキュリー温度は1136.8 以下である。よって、キュリー温度1137 より高い温度は、本発明で有効に機能する温度範囲内にある。

【0052】

このように、本実施例によれば、単結晶のキュリー温度が1138.5 を中心とし1137.5 以上1139.5 以下になるように、 Li_2CO_3 粉末と Nb_2O_5 との原料組成を調整し単結晶を育成することにより、単結晶の育成回数を重ねても、キュリー温度が略均一な高品質のニオブ酸リチウム単結晶を構成できることが示された。

40

【0053】

更に、目標のキュリー温度が1138 を超え1139 未満になるように、 Li_2CO_3 粉末と Nb_2O_5 との原料組成を調整し10回以上繰り返し育成された単結晶は、キュリー温度が1138 以上1139 以下の範囲で安定しておりキュリー温度の均一性が高い高品質のニオブ酸リチウム単結晶を構成できることが示された。

【0054】

以上、本発明の好ましい実施形態及び実施例について詳説したが、本発明は、上述した実施形態及び実施例に制限されることはなく、本発明の範囲を逸脱することなく、上述した実施例に種々の変形及び置換を加えることができる。

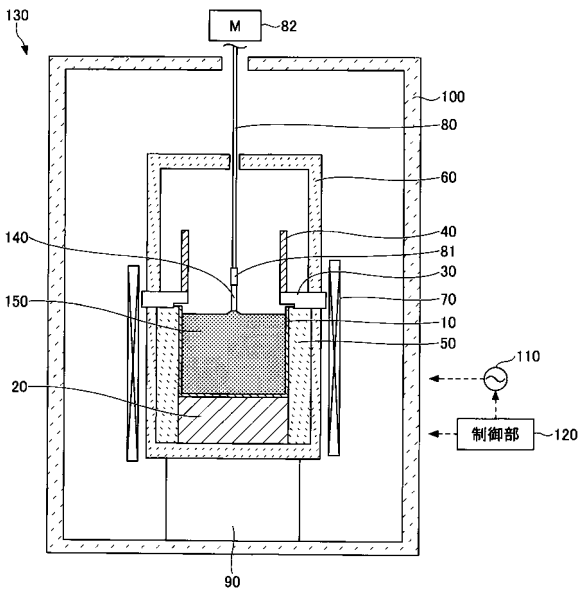
【符号の説明】

50

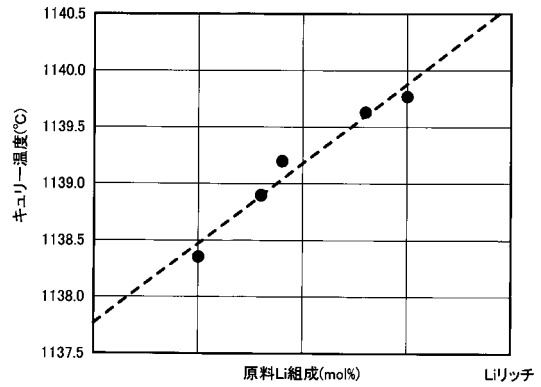
【 0 0 5 5 】

- 1 0 坩 埚
- 2 0 坩 埚 台
- 3 0 リ フ レ ク タ
- 4 0 ア フ タ ー ヒ ー タ
- 5 0、 6 0 耐 火 物
- 7 0 ワ ー ク コ イ ル
- 8 0 引 き 上 げ 軸
- 8 1 シ ー ド ホ ル ダ
- 9 0 載 置 台
- 1 0 0 チ ャ ン バ ー
- 1 1 0 電 源
- 1 2 0 制 御 部
- 1 4 0 種 結 晶
- 1 5 0 原 料

【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】

