

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl. ⁷ C30B 13/12	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2005년06월03일 10-0492808 2005년05월24일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-2001-7014906	(65) 공개번호	10-2002-0012229
(22) 출원일자 번역문 제출일자	2001년11월22일 2001년11월22일	(43) 공개일자	2002년02월15일
(86) 국제출원번호 국제출원일자	PCT/JP2000/003264 2000년05월22일	(87) 국제공개번호 국제공개일자	WO 2000/71786 2000년11월30일

(81) 지정국

국내특허 : 중국, 이스라엘, 인도, 대한민국, 러시아, 미국,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 사이프러스, 독일, 덴마크, 스페인, 핀란드, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴,

(30) 우선권주장 JP-P-1999-00178815 1999년05월22일 일본(JP)

(73) 특허권자 카가쿠키쥬쥬 신코지교단
 일본국 사이타마겐 카와구찌시 혼쥬 4-1-8

(72) 발명자 사사키타카토모
 일본국오사카후스이타시아마다니시2-8

모리유스케
일본국오사카후카타노시키사이치8쵸메16-9

요시무라마사시
일본국히로시마켄후쿠야마시노베히로쵸2-10

(74) 대리인 하상구
 하영욱

심사관 : 김경민

(54) 고품질 단결정의 육성방법과 그 장치

요약

도가니(1) 내에서 가열용해한 원료용액(2)에 종자결정(4)을 접촉시켜서 단결정을 육성하는 방법으로서, 도가니(1) 내의 원료용액(2) 속에 블레이드체(5) 혹은 방해판체를 배치하고, 도가니(1)를 회전시키면서 끌어올려 육성함으로써 CLBO를 비롯한 각종 단결정을, 고점성의 원료용액(2)에서 고품질, 고성능의 결정으로서 육성한다.

대표도

도 1

명세서

기술분야

본 출원의 발명은, 고품질 단결정의 육성방법과 그 장치에 관한 것이다. 더욱 상세하게는, 본 출원의 발명은 고점성의 용액원료라도 고품질의 단결정을 육성할 수 있는 새로운 결정육성방법과 그를 위한 장치에 관한 것이다.

배경기술

종래부터, 산화물 등의 단결정의 육성방법으로서, 원료를 도가니 내에서 가열용해한 후에, 종자결정을 원료용액에 접촉시키고, 이 종자결정을 회전시키면서 등근봉형상 단결정을 끌어올려 육성하는 방법이 알려져 있다. 이 인상법은, 대구경 결정을 효율적으로 육성할 수 있는 방법으로서 다양한 단결정의 육성을 위해 사용되고도 있다.

또, 원료를 도가니 내에서 가열용해한 후에, 종자결정을 원료용액에 접촉시키고, 액면하에서 온도를 서서히 낮추어 결정을 석출시켜서 육성하는 방법(카이로폴러스법) 등도 알려져 있다.

그러나, 종래의 종자결정과 접촉에 의한 단결정의 육성방법에는, 소요온도에서의 육성시의 원료용액의 점성이 높은 경우에는, 도가니 내의 원료용액의 흐름이 나빠지기 때문에, 온도나 과포화도 등의 불균일성이 발생하고, 결정의 품질이 저하되기 쉽다는 문제가 있었다.

예를 들면, 비선형 광학결정으로서의 CsLiB₆O₁₀(CLBO) 등은 고출력 자외레이저광 발생용의 것으로서 주목받고 있는 것으로서, 극고레이저 손상내력, 극저광학손실, 고균일성 등의 우수한 성능과 품질을 갖는 것으로 하는 것이 요망되고 있지만, 봉산염계 결정이기 때문에 그 용해용액의 점성이 높고, 이것이 고품질, 고성능의 단결정을 육성하는 것을 곤란하게 하고 있었다. 실제의 측정에서도, 예를 들면 셀프플러스 조성의 CLBO용액의 점성은, 육성온도의 840℃ 근방에 있어서 약 1000CS(센티스톡스;centistokes)의 높은 점도에 있는 것이 확인되고 있다.

그리고, 예를 들면, CLBO냉각법에서의 시드(seed)봉 회전에 의한 단결정의 육성에서는, 도 7에 나타낸 바와 같이 원료용액의 온도분포가 양호하지 않고, 게다가 결정육성이 빠르기 때문에, 어떻게 하여도 고품질, 고성능 결정을 육성하는 것이 제약되고 있었다.

그래서, 본 출원의 발명은, 이상과 같은 종래기술의 문제점을 해소하고, 고점성의 원료용액이라도 고품질, 고성능의 단결정을 육성할 수 있는, 개선된 새로운 방법과, 그를 위한 장치를 제공하는 것을 과제로 하고 있다.

발명의 상세한 설명

본 출원의 발명은, 상기 과제를 해결하는 것으로서, 제1로는, 도가니 내에서 가열용해한 고점성의 원료용액에 종자결정을 접촉시켜서 단결정을 육성할 때에, 도가니 내 바닥면 근방의 원료용액 속에 블레이드체 또는 방해판체를 배치하고, 상기 블레이드체 또는 방해판체는 회전시키지 않고 도가니를 회전시키면서 육성하는 방법으로서, 종자결정이 접촉되는 원료용액의 액면하를 서냉하여 종자결정의 표면에 단결정을 석출시켜서 육성하는 것을 특징으로 하는 고점성의 원료용액을 이용하는 고품질 단결정의 육성방법을 제공한다. 또, 본 출원의 발명은, 제2로는, 원료용액에 접촉시킨 종자결정을 서서히 인상함으로써 육성하는 방법을, 제3으로는, 종자결정이 접촉하는 원료용액의 액면하를 서냉하여 종자결정의 표면에 단결정을 석출시켜서 육성하는 방법을, 제4로는, 도가니를 회전시키고 동시에 종자결정도 회전시키는 방법을, 제5로는 산화물 단결정을 육성하는 상기 방법을, 제6으로는, 산화물 단결정이 봉산염계 산화물의 단결정인 방법을, 제7로는, 봉산염계 산화물이 CsLiB₆O₁₀ 또는 이것의 Cs 및 Li의 한쪽 또는 양쪽을 다른 알칼리금속원소 및 알칼리토륨금속원소의 적어도 일종에 의해 부분적으로 치환한 산화물인 방법을, 제8로는, Al 및 Ga의 원소의 한쪽 또는 양쪽이 도프되어 있는 산화물인 방법을 제공한다. 그리고, 본 출원의 발명은, 제9로는, 봉산염계 산화물이 Gd_xY_{1-x}Ca₄O(BO₃)₃(0<x<1)로 표시되고, 인상법에 의해 육성되는 방법을, 제10으로는, 산화물 단결정이 LiNbO₃, LiTaO₃, 산화물 고온 초전도물질 또는 산화물 열전변환 물질인 방법을 제공한다.

그리고 본 출원의 발명은, 제11로는, 도가니 내에서 가열용해된 고점성의 원료용액에 종자결정을 접촉시켜서 단결정을 육성하기 위한 장치에 있어서, 도가니 내의 바닥면 근방의 원료용액 속에 배치되는 블레이드체 또는 방해판체와 함께, 도가니를 회전시키는 회전체를 구비하고 있음과 동시에, 종자결정이 접촉되는 원료용액의 액면하를 서냉하는 냉각기구가 구비되어 있는 것을 특징으로 하는 고품질 단결정의 육성장치를 제공하고, 제12로는, 원료용액에 접촉시킨 종자결정을 서서히 인상하는 인상기구가 구비되어 있는 육성장치를, 제13으로는 종자결정이 접촉하는 원료용액의 액면하를 서냉하는 냉각기구가 구비되어 있는 육성장치를, 제14로는, 종자결정을 회전시키는 기구가 구비되어 있는 육성장치를, 제15로는, 상기 어느 하나의 육성장치로 이루어지는 산화물 단결정 육성장치를, 제16으로는, 봉산염계 산화물 단결정을 육성하기 위한 상기 육성장치를 제공한다.

도면의 간단한 설명

- 도 1은 본 발명의 방법, 장치의 개요를 나타낸 구성도,
- 도 2는 실시예로서의 육성장치를 나타낸 단면도,
- 도 3은 블레이드체를 예시한 평면도,
- 도 4는 블레이드체의 측면도,
- 도 5는 결정성장의 이력을 나타낸 도면,
- 도 6은 원료용액의 온도분포를 나타낸 도면,

도 7은 종래법의 경우 용액의 온도분포를 나타낸 도면이다.

< 도면의 주요부분에 대한 부호의 설명 >

- 1 : 도가니 2 : 원료용액
- 3 : 시드봉 4 : 종자결정
- 5 : 블레이드체 6 : 회전체
- 7 : 지지봉

실시예

본 출원의 발명은, 상기와 같은 특징을 보유하는 것이지만, 이하에 그 실시형태에 대하여 설명한다.

우선, 본 출원의 발명의 단결정 육성방법에 있어서는, 도가니 내에서 가열용해한 원료용액에 종자결정을 접촉시켜서 단결정을 육성하는 것을 기본으로 하고 있다. 그리고 본 발명의 육성방법에 있어서는, 종래부터 알려져 있는 인상법, 또는 서냉에 의한 냉각법(카이로폴러스법) 등의 각종 형태가 적절히 채용된다. 어떤 경우에도 원료물질의 용해에 의해 생성시킨 용액(용액인 경우를 포함한다)에, 종결정을 접촉시켜서 단결정을 육성하는 점에 있어서 공통하고 있다.

본 발명 방법의 실시예에 있어서는, 육성장치는 도가니와, 이 도가니 내에 넣은 원료를 가열용해하기 위한 가열수단과, 가열온도의 검출·제어수단, 그리고 가열용해된 원료용액(용액을 포함한다)에 종자결정을 접촉시키는 결정지지수단을 기본적으로 구비하고 있다. 그리고, 본 출원의 발명에 있어서는, 예를 들면 그 개요도를 나타낸 도 1과 같이, 도가니(1) 내에서 가열용해한 원료용액(2)에, 시드봉(3) 등의 결정지지수단에 의해 지지한 종자결정(4)을 접촉시켜서 단결정을 육성할 때에, 도가니(1) 내의 원료용액(2) 속에는 블레이드체(5) 또는 방해판체를 배치하고, 도가니(1)를 회전시키면서 육성을 하는 것을 특징으로 하고 있다. 이 도가니(1)의 회전을 위하여, 육성장치에는 예를 들면 도가니(1)를 놓은 상태에서 회전하는 회전체(6)를 구비하고도 있다.

인상법에 의한 경우에는, 시드봉(3)을 회전하면서, 또는 회전하지 않는 정지한 상태에서 시드봉(3)을 윗쪽으로 끌어올리게 된다. 한편, 냉각법에 의한 경우에는 중공의 시드봉(3)을 사용하여 중공부에 냉각가스를 공급하고, 액면하를 서냉하여 종자결정(4)의 표면에 단결정을 석출시켜서 육성을 하는 방법이나, 액면하의 서냉을 위하여 화로의 히터 전체의 온도를 서서히 낮추는 방법 등이 채용된다. 전자의 방법은, 종결정을 녹이지 않도록 하기 위하여 사용된다. 이들 경우도 시드봉(3) 등의 지지수단은 회전시켜도 좋고, 또는 회전하지 않는 정지상태에 있어도 좋다. 단, 본 출원의 발명은, 기본적인 사상으로서 이상과 같은 시드봉(3), 그리고 이것에 지지한 종자결정(4)의 회전을 필수로 하지 않고, 도가니(1)를 회전시키는 것을 특징으로 하고 있다. 시드봉(3)과 종자결정(4)의 회전은, 이 도가니(1)의 회전에 대한 상대운동으로서 적절히 필요에 따라서 선택되게 된다.

그리고, 본 출원의 발명에서는 블레이드체(5) 또는 방해판체는, 원료용액(2) 내에서는 그 자신은 정지상태에 있어도 좋고, 한편, 도가니(1)는 예를 들면 도 1과 같이, 회전체(6)에 의해서 회전하도록 하고 있다.

이와 같은 특징이 있는 블레이드체(5) 또는 방해판의 존재와, 도가니(1)의 회전에 의해서 원료용액의 교반효과가 높아져서, 육성의 경우에 문제로 되는 확산경계층(diffusion boundary layer)을 얇게 할 수 있고, 원료물질의 성장표면으로의 공급량을 증가시키며, 또한 과포화도를 균일하게 할 수 있다. 이것에 의해서, 육성온도에 있어서 고점성의 원료용액이라고도 고품질, 고성능의 단결정을 육성하는 것이 가능하게 된다.

블레이드체(5) 또는 방해판체에 대해서는 각종 형상의 것으로 하고, 육성의 대상이 되는 단결정이나 원료물질의 조성, 종류, 그리고 원료용액의 조성이나 점성, 또한 원료용액(2) 속으로의 삽입깊이나, 도가니(1)의 회전중심으로부터의 거리, 원료용액(2)의 흐름방향과 흐름속도 등을 고려하여 배치할 수 있다. 바람직한 것으로서는, 예를 들면 복수매의 블레이드를 방사상으로 배치하여 그들 중심부에서 고정하였다. 이른바 스크류형상의 것으로 하는 것이나, 복수매의 방해판 소편을 배치한 것 등이 예시된다.

이들 블레이드체(5)나 방해판체는 회전하지 않는 정지상태로 놓여 있지만, 원하는 바에 따라서는 진동이나, 상하방향 및 수평방향의 적어도 어느 하나의 왕복운동 등의 운동을 부여하도록 하여도 된다. 또, 블레이드체(5)나 방해판체는 도 1에 나타낸 바와 같이 지지봉(7)에 의해 윗쪽에서 도가니(1) 내로 삽입하고, 또한 끌어올릴 수 있도록 하여, 원료용액(2) 속으로의 배치깊이 등을 조절할 수 있도록 하여도 좋으며, 도가니(1)의 저부 등에 부착 고정할 수 있도록 하여도 된다. 보다 바람직하게는 전자와 같이 하는 것이 고려된다.

회전체(6)에 의한 도가니(1)의 회전에 대해서는, 종자결정(4)의 회전방향에 대하여 정회전, 또는 정역 전환회전할 수 있도록 하는 것이 고려된다. 또, 이 도가니(1)의 회전에 대해서는 육성의 과정에 있어서 회전속도를 변경제어할 수 있도록 하는 것도 고려된다. 회전방향이나 회전속도의 변경제어는 예를 들면 도가니(1) 속의 용액의 흐름, 온도나 단결정 육성의 크기 등의 광학적 검지나, 또는 용액의 흐름, 온도 등의 블레이드체(5) 내지는 지지봉(7)에서의 감압, 감열검지 등과 관련한 것으로 하는 것도 고려된다.

그리고, 본 발명이 대상으로 하는 단결정은, 각종의 것이어도 좋고, 육성온도에서의 원료용액이 고점성인 것에 대하여 본 발명은 보다 효과적이다. 단결정으로서, 예를 들면 각종 산화물이 있다. 특히, 본 발명은 고품질, 고성능의 단결정이 요

망되고 있는 CsLiB₆O₁₀(CLBO), 혹은 그 조성에서의 Cs, Li의 다른 알칼리금속, 또는 알칼리 토류금속원자에 의한 부분적 치환조성, 나아가서는 Al, Ga 등의 원자가 도프된 것 등의 점성이 높은 봉산염계 결정의 육성에 바람직하다. 후술하는 실시예에 있어서는 상기 CLBO의 냉각법에 의한 육성을 예로서 설명하고 있지만, 이것에 한정되는 것은 아니다.

인상법(초크랄스키법 : Cz법)에 의한 GdYCOB, 즉 Gd_xY_{1-x}Ca₄O(BO₃)₃의 결정육성에 있어서도, 본 발명의 방법에 의해서 고품질의 결정이 얻어진다. 특히, 인상법에 있어서는 방해판체의 배치가 유효하다.

또, 육성되는 산화물로서는, LiNbO₃, LiTaO₃, 그리고 산화물 고온 초전도재료, Na_xCo₂O₄(x는 약 1) 등의 산화물 열전변환재료도 예시된다.

그래서 이하에 실시예를 나타내고, 더욱 상세하게 본 출원의 발명에 대하여 설명한다.

[실시예]

(육성장치)

육성장치로서, 전체가 도 2의 구성으로 되도록 하였다. 백금 도가니를 사용하고, 이 도가니를 모터에 의해 회전할 수 있도록 하고 있다. 또, 이 장치에서는 시드봉(3)으로서 중공의 것을 사용하고, 그 하단에는 종자결정(4)을 지지하고, 중공의 시드봉(3) 내로의 시드 냉각용 가스의 공급에 의해, 종자결정(4)을 냉각할 수 있도록 하고 있다. 이것에 의해서 종자결정(4)이 녹아 떨어지는 것을 방지하고 있다. 이 장치에 의하면, 종래에는 종자결정이 용해하여 곤란하였던 펠트(melt)조성에서의 육성도 가능하게 된다.

백금 도가니 내에는, 도 3 및 도 4에 나타낸 백금제의 스크류형 블레이드체(5)를 지지봉(7)에 부착하여 배치하였다. 블레이드체(5)는 6매의 블레이드를 보유하고, 블레이드 각도 40°로서 배치하고 있다. 블레이드체(5)는 그 블레이드 중심(A)이 도가니의 회전중심에 상당하는 평면위치에 배치되고, 도가니의 내저면으로부터의 블레이드 중심(A)의 거리(H)가 조정될 수 있도록 하고 있다. 또한, 거리(H)에 대해서는 가능한 한 도가니의 내저면 근방에 위치하도록 하였다.

또한, 도 4에 나타내고 있는 알신티관 및 FKS파이프는, 모두 가부시키가이샤 플루야긴조쿠(FUYAMETAL CO., LTD.)로부터 구입한 것으로서, 알신티관은 알루미늄(Al₂O₃)가 주원료로 되어 있는 것이고, 또 FKS파이프는 백금(Pt)에 ZrO₂을 함유한 것에 의해 구성되어 있다.

(단결정 육성)

상기 육성장치를 사용하여 도가니를 회전시켜서 냉각법에 의해 CLBO 단결정의 육성을 행하였다.

시드봉은 회전시키지 않고, 마찬가지로 블레이드체도 회전하지 않는 정지상태에 있어서 육성을 행하였다. 원료용액은 CLBO 셀프플럭스 조성으로 하고 있다. 이 셀프플럭스의 성분조성은, Cs : Li : B : O = 1 : 1 : 5.5 : 9.2로 하였다. 또 이 조성은 화학양론조성(펠트조성)으로 하는 것도 양호한 것이 확인되어 있다.

원료용액의 최고 가열온도는 900℃로 하였다.

온도강하와 도가니 회전의 조건은 다음과 같이 하였다.

온도강하 ; 0.1℃/day

도가니 회전 ; 30rpm

온도강하의 측정점은, 최소의 기준은 용액의 액면으로 하고, 그 후, 그 액면의 온도에 대하여 0.1℃/day가 강하시키고 있다. 그 때의 온도측정은, 도 2에 나타낸 제어용 센서에 의해서 행하고, 용액 전체에 한결같이 0.1℃/day로 강하시키도록 하고 있다.

도 5는 종래의 통상법과 비교한 경우의 결정이력을 나타낸 것이고, 도 6은 원료용액의 온도분포를 나타낸 것이다. 도 6으로부터는, 도가니 내의 용액의 온도분포가 종래법에 비하여 액면으로부터의 높이방향에서 보다 균일화되고, 결정성장장이 균일하게 되어 있는 것을 알 수 있다.

이 도 6의 원료용액의 온도분포의 결과에 대하여 더욱 검토하였더니, 액면으로부터의 높이(깊이)가 약 10cm인 위치까지의 동안의 온도차(Δt)가 -0.5℃까지의 범위에 있는 것, 즉, -0.5℃~0℃인 것이 양질의 단결정의 육성을 위하여 바람직한 것이 확인되었다.

또, 도 5에 표시되어 있는 바와 같이, 종래의 육성법에서는 최초의 개시시의 성장은 느리지만, 도중에서 성장속도가 올라가서 최종적인 성장속도는 상당히 빠르게 된다. 이것은 결정이 작을 때는 시드봉이 회전하여도 교반효과가 그다지 없고, 결정이 커지게 되면 결정자신이 용액을 교반하여 급격히 성장이 빨라지는 것을 나타내고 있다.

이것에 대하여, 본 발명의 방법에 의한 블레이드체를 삽입하고 도가니를 회전시키는 것에 의한 육성에서는, 최초의 개시시의 성장은 종래의 시드봉 회전에 의한 육성의 경우보다도 빠르다. 왜냐하면 도가니의 회전에 의해서 용액의 교반이 충분히 행해지기 때문에, 확산경계층이라 불리우는 육성속도를 결정하는 층이 얇게 되기 때문이다. 또한 과포화도가 균일하게 되기 때문이다.

(결정의 평가)

육성된 결정의 품질을 평가하기 위하여, 결정을 두께 1.5cm로 웨이퍼상으로 커트하고 3면 연마를 실시한 샘플에 대하여 He-Ne 레이저에 의해 결정의 내부산란을 관찰하였다. 품질이 좋은 결정에서는 내부에 산란이 일어나고, 내부가 빨갛게 빛나 산란점을 알 수 있다. 결함이 있는 장소에 대해서는 패스가 보인다.

관찰 결과, 본 발명의 방법에 의해서 블레이드체를 삽입하고 도가니를 회전시킴으로써 육성된 결정은 품질이 우수한 것이 확인되고, 종자결정의 하부에 있어서 약간의 패스가 보였다.

한편, 종래법에 의해 육성된 결정에서는, 전체적으로 패스가 보이고, 결정의 품질에 있어서 문제가 있었다.

또, 내레이저 특성평가용 시료로서, 상기와 같은 것 및 종래의 방법으로 육성한 결정의 10mm×10mm×15mm 사이즈의 것을 사용하였다. 손상역치의 측정은 (001)면에 대하여 행하였다. 레이저의 광원은 세로, 가로 싱글모드의 Q스위치 Nd : YAG 레이저를 사용하였다. 평가는 Nd : YAG 레이저의 제4고조파인 발진파장 266nm에 대하여 행하였다. 펄스폭은 0.75ns이다.

직경 8mm의 광을 초점거리 100mm의 렌즈에 의해 집광시켰다. 여기에서는, 초점부가 입사표면에서 5mm로 되도록 결정의 위치를 조정하고, 1쇼트마다 결정을 이동시켰다. 이 경우의 집광조건에서는 입사표면에 손상이 발생하지 않는 것을 확인하였다. Nd : YAG 레이저의 동축상에 연속광의 He-Ne 레이저를 통과시키고, 이동시마다 레이저 조사부에 산란점이 있는지 여부를 확인함과 동시에, 쇼트 후에 새롭게 산란점이 발생하는지 여부를 눈으로 조사하여 손상의 유무를 판단하였다. 입사에너지가 손상역치에 비하여 높은 경우, 집광부에서는 플라즈마가 관찰된다. 역시 부근에서는 산란점의 발생이 확인될 뿐이다. 레이저 펄스의 강도는 $\lambda/2$ 판(편광회전자)와 폴라로이저의 조합에 의해 변화시켰다. 입사에너지는 칼로리미터로 교정을 행한 바이프러너포토투브와 오실로스코프에 의해 모니터하였다. 참조시료로서 용융석영(10.4GW/cm²)을 사용하였다.

이와 같은 순서로 Nd : YAG 레이저의 제4고조파(266nm)에 의해 내부 레이저 손상역치를 측정하였다. 본 발명의 방법에 의해서 블레이드체를 삽입하고, 도가니를 회전시킴으로써 육성한 결정의 내부 레이저 손상역치와, 종래법으로 육성한 결정 및 용융석영의 내부 레이저 손상역치를 표 1에 나타내었다.

표 1.

방법	손상역치 (GW/cm ²)
용융석영	10.4
종래법	8.8-8.9
본 발명	10.4-20.8

표 1에서 표시되는 바와 같이, 종래의 육성법에 의해 육성한 결정의 내부 레이저 손상역치는 용융석영에 비하여 낮은 것에 대하여, 블레이드체를 삽입하고 도가니를 회전시킴으로써 육성한 본 발명의 방법에 의한 결정의 내부 레이저 손상역치는, 최저치의 경우에도 용융석영보다 높은 값을 갖고, 최고치의 경우에는 용융석영의 2배정도나 되는 것이 확인되었다.

이상과 같이, 종래의 방법으로 육성한 결정과 본 발명의 방법으로 육성한 결정의 내부 레이저 손상역치를 비교하면, 본 발명의 결정의 쪽이 종래의 것보다 상당히 높게 되는 것을 알 수 있다. 이것은 결정성이 상당히 좋게 된 것을 의미한다.

산업상 이용 가능성

이상 상세히 설명한 바와 같이, 본 출원의 발명에 의해서 CLBO를 비롯한 각종 단결정이 고점성의 원료용액으로부터 고품질, 고성능의 결정으로서 육성되게 된다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.
삭제

청구항 2.
삭제

청구항 3.

도가니 내에서 가열용해한 고점성의 원료용액에 종자결정을 접촉시켜서 단결정을 육성할 때에, 도가니 내 바닥면 근방의 원료용액 속에 블레이드체 또는 방해판체를 배치하고, 상기 블레이드체 또는 방해판체는 회전시키지 않고 도가니를 회전시키면서 육성하는 방법으로서, 종자결정이 접촉되는 원료용액의 액면하를 서냉하여 종자결정의 표면에 단결정을 석출시켜서 육성하는 것을 특징으로 하는 고점성의 원료용액을 이용하는 단결정의 육성방법.

청구항 4.

제3항에 있어서, 도가니를 회전시킴과 동시에 종자결정도 회전시키는 것을 특징으로 하는 단결정의 육성방법.

청구항 5.

제3항 또는 제4항에 있어서, 산화물 단결정을 육성하는 것을 특징으로 하는 단결정의 육성방법.

청구항 6.

제5항에 있어서, 산화물 단결정이 봉산염계 산화물의 단결정인 것을 특징으로 하는 단결정의 육성방법.

청구항 7.

제6항에 있어서, 봉산염계 산화물은, $CsLiB_6O_{10}$ 또는 이것의 Cs 및 Li의 하나 이상을 다른 알칼리금속원소 및 알칼리토류금속원소의 1종 이상에 의해 부분적으로 치환한 산화물인 것을 특징으로 하는 단결정의 육성방법.

청구항 8.

제7항에 있어서, Al 및 Ga 원소중 하나 이상이 도프되어 있는 산화물인 것을 특징으로 하는 단결정의 육성방법.

청구항 9.

제6항에 있어서, 봉산염계 산화물은 $Gd_xY_{1-x}Ca_4O(BO_3)_3$ ($0 < x < 1$)로 표시되고, 인상법에 의해 육성되는 것을 특징으로 하는 단결정의 육성방법.

청구항 10.

제5항에 있어서, 산화물 단결정은 $LiNbO_3$, $LiTaO_3$, 산화물 고온 초전도물질 또는 산화물 열전변환물질인 것을 특징으로 하는 단결정의 육성방법.

청구항 11.

삭제

청구항 12.

삭제

청구항 13.

도가니 내에서 가열용해된 고점성의 원료용액에 종자결정을 접촉시켜서 단결정을 육성하기 위한 장치에 있어서, 도가니 내 바닥면 근방의 원료용액 속에 배치되는 블레이드체 또는 방해판체와 함께 도가니를 회전시키는 회전체를 구비하고 있음과 동시에, 종자결정이 접촉되는 원료용액의 액면하를 서냉하는 냉각기구가 구비되어 있는 것을 특징으로 하는 고점성의 원료용액을 이용하는 단결정의 육성장치.

청구항 14.

제13항에 있어서, 종자결정을 회전시키는 기구가 구비되어 있는 것을 특징으로 하는 단결정의 육성장치.

청구항 15.

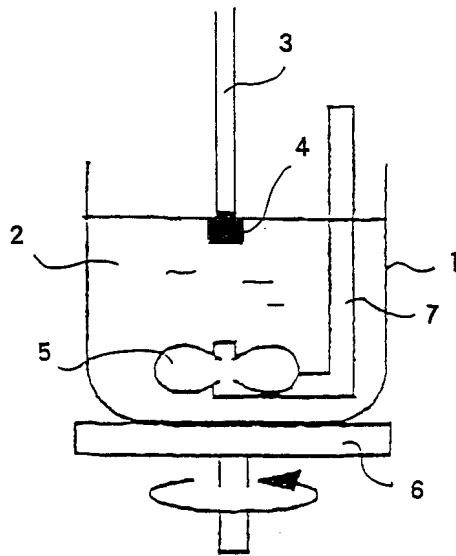
제13항 또는 제14항에 기재된 육성장치에 의해 이루어지는 것을 특징으로 하는 산화물 단결정 육성장치.

청구항 16.

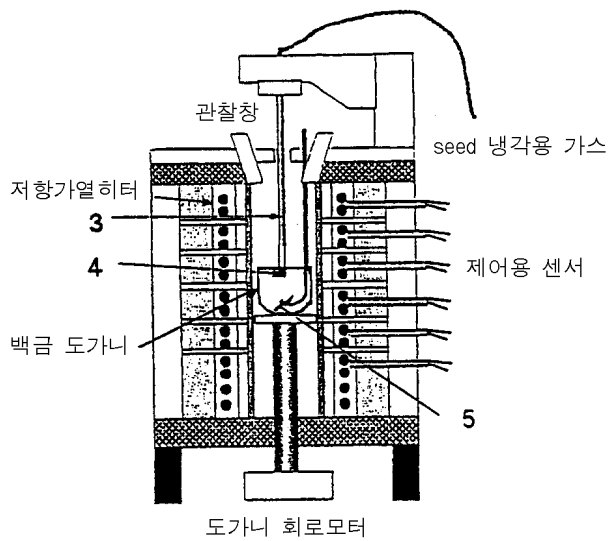
제15항에 있어서, 봉산염계 산화물 단결정을 육성하기 위한 것을 특징으로 하는 산화물 단결정 육성장치.

도면

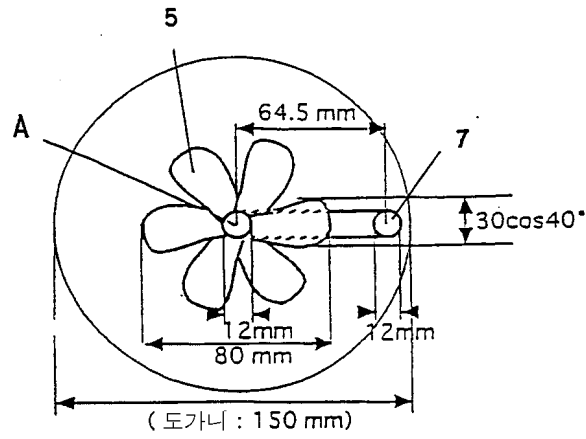
도면1



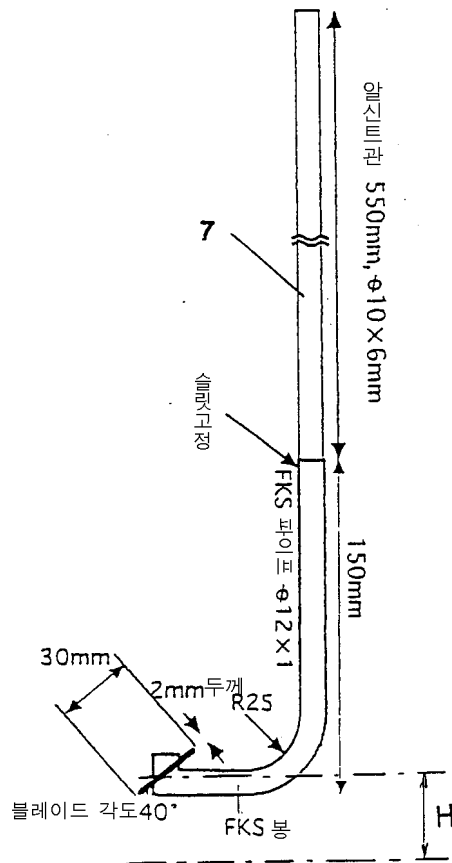
도면2



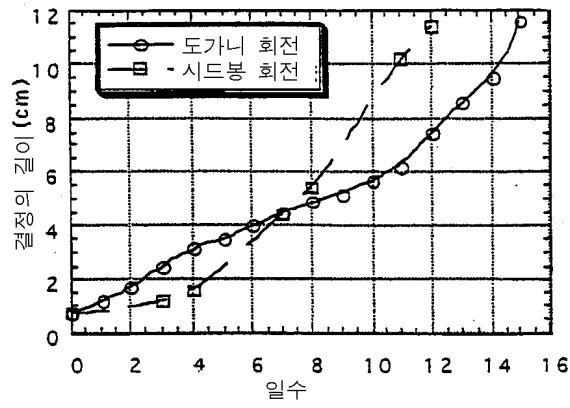
도면3



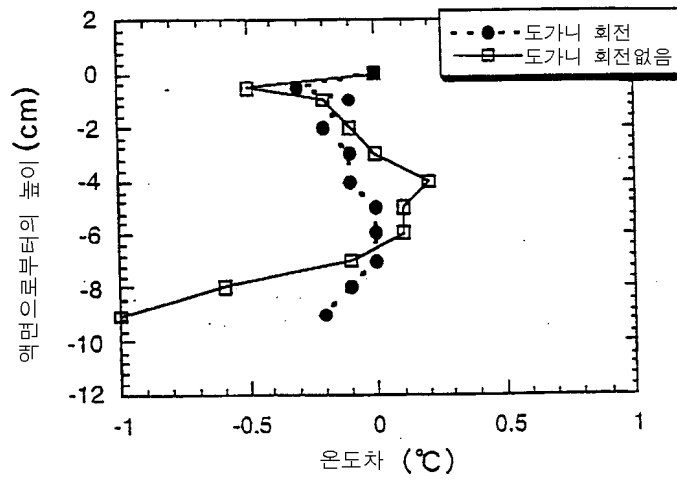
도면4



도면5



도면6



도면7

