LiNbO₃ 単結晶のラッピング特性*

野 田 寿 一** 井 田 一 郎**

Lapping Characteristics of Lithium Niobate

Single Crystals

Juichi NODA, Ichiro IIDA

This paper deals with the hardness and lapping characteristics of LiNbO₃ crystals used for electro-optic elements, comparing with those of lead glass and quartz. The results obtained are as follows: (1) The anisotropy in knoop hardness is marked between (0001) and (1100) surfaces of LiNbO₃, causing the strong influences on lapping quantity and surface roughness and the weak one on lapping force. (2) As the increase in diameters of abrasive grains, the anisotropy is emphasized in lapping characteristics. (3) The largest lapping quantity is obtained from a (0001) surface, while the worst roughness from lead glass. The former is governed mainly by the cleavage fracture in LiNbO₃, whereas the latter by the fracture in glass. The lapping characteristics of a (1100) surface exhibits the intermediate between lead glass and quartz. (4) The friable character of silicon carbide abrasives brings the decrease in stock-removing rate, the improvement in roughness and the decrease in lapping force. (5) From viewpoints of surface asperities and microstructures on lapped surfaces, the (0001) surface resembles the lead glass surface, while the (1100) surface looks like the quartz surface.

1. 緒 言

光変調素子や、超音波トランスデューサなどに用いられる LiNbO₃ 単結晶はかたくてもろいので、精密加工にはラッピングやポリシングが適用される。しかし、この結晶に関しては、モースかたさが5であるということ以外機械的特性は明らかでない。とくに、結晶特有の異方性と加工特性の関係についてはまったく検討されていない。一方、ポリシ面の品位は前加工のラッピングによって支配されるから、まずラッピング特性を定量的に把握する必要がある。

そこで、本報では LiNbO₃ のラッピングにおける結晶異方性に着目して、(0001) 面と (1100) 面を選び、鉛ガラスや水晶と比較しながら、これらのかたさ、ラップ量、表面あらさ、ラップ抵抗およびラップ面の微視的構造を検討した。

2. 実験装置とその方法

2.1 試 料

表1に示すとおり、用いた試料は LiNbO₃ とこれよりやわらかい鉛ガラスならびにそれよりかたい水晶を選ん

だ。LiNbO₃ は六方晶系に属するので¹⁾、図1に示すようにC軸に垂直な(0001)とそれに平行な(1100)を扱うことにした。切断はX線背面ラウエ法による方位測定装置とダイヤモンド砥石切断機とによった。

2.2 実験条件および加工諸量の測定法

実験装置については、すでに詳細に報告されている回転円盤形であるので^{2),3)}、説明を省略する。実験条件は表2に示すとおりで、その選定根拠は LiNbO₃ の試料数が少ないのにもかかわらず、加工要因が多いので、ラップ量が少ないように軽荷重とした。また、ラップ剤の粘性による試料の浮上りを避けるために低いラップ剤濃度を採用する。

測定諸量は以下のものを対象にした。①ラップ量：化学天秤(最小読み2mg)で測定し、ラップ前後の重量差

表 1 試料の特性

試 料	方位と成分	モースかたさ 200 g (kg/mm ²)	密度 (g/cm ³)
鉛ガラス	SiO ₂ 54%, PbO34%	420	3.30
LiNbO ₃ 結 晶	(0001)	390 [1120]	4.64
		380 [1010]	
	(1100)	660 [0001]	
		280 [1120]	
水 晶	(1120)	750	2.65

試料の大きさ 11×12×(1~2) mm

試料の個数 8個

*原稿受付 昭和44年8月12日。昭和43年度精機学会春季大会学術講演会(昭和43年4月5日)にて発表。

**正 会 員 日本電信電話公社(武蔵野市緑町 3-9-11)

図 1 LiNbO₃ の結晶構造

表 2 ラッピング条件

ラ ッ プ 盤	回転円盤形ラップ試験機
ラ ッ プ	鋳 鉄
回転速度 (m/min)	25 (66 rpm)
ラップ圧力 (g/cm ²)	42, 83, 125, 167
ラップ距離 (m)	25, 75, 125, 175, 250
ラップ時間 (min)	1, 3, 5, 7, 10
砥 粒	GC: #800 #1500 #3000
	WA: #1500 #3000
濃 度	砥粒: 水=1:3 (重量比)
供 給 量 (cc)	2 (1 回供給)

を密度で割って求めた。②表面あらさ: 触針式表面あらさ測定機 (触針先端半径 5μ , 縦倍率 $\times 300 \sim \times 3000$, 横倍率 $\times 100$) を用いた。③ラップ抵抗: リン青銅の片持ばね ($50 \times 50 \times 1.5$ mm) と抵抗線ひずみゲージの組合せで検出した。直線性は 130g まで保証できるが, その感度は 7g/mm で多少低い。ラップ抵抗の変動が $30 \sim 50\%$ あったので, 抵抗はその中間値とした。④表面観察: 一部のラップ面の微視的構造を電子顕微鏡 ($\times 3750$) で観察した。

3. 実験結果とその考察

3.1 試料のかたさ

LiNbO₃ のスラブかたさを 25g から 500g まで求めた。印加時間は $45 \sim 60\text{s}$ で一定値に落着くものとして, 45s に設定した。図 2 に示すとおり, かたさが一定値に近づく 200g では, 水晶がもっともかたく, (0001) と鉛ガラスでは約 50kg/mm^2 の差はあるが, ほとんど同程度のかたさとみてよい。しかも (0001) において, スラブ圧こんの長軸を $[1\bar{1}00]$ 方向と $[11\bar{2}0]$ 方向に選んだ場合, その差はほとんどない。これに対して, (1100) における $[0001]$ 方向のスラブかたさは $[11\bar{1}0]$ 方向のそれよりもほぼ 2 倍高くなる。

図 2 スラブかたさの荷重依存性

一方, スラブ圧こんの状況を見ると, (0001) においては図 3 (a) の代表例に示される形状で, われの境界は明りょうで, $[1\bar{1}00]$ 方向と $[11\bar{2}0]$ 方向の差は認められない。しかし, (1100) では同図 (b), (c) に示すように $[0001]$ 方向と $[11\bar{2}0]$ 方向とでまったく異なる。前者のわれはスラブ圧こんの短軸方向に拡がり, 後者のわれはスラブ圧こんに沿って一方向に拡がっている。

われの拡がりは概して, (1100) より (0001) のほうで約 20% 大きく, この面がわれやすいことを示唆する。以上は (0001) ではへき開面 $\{1102\}$ が 3 回対称であるのに対し, (1100) ではへき開面が c 軸には対称であるが, それと直角では非対称であることによると考えられる。したがって, c 軸に関するこの異方はラッピング特性に顕著に現われる。

3.2 ラップ量

ラップ距離に対するラップ量の関係は図 4 に示すとおりで, (1100) と (0001) をくらべると, 前者には後者よりスラブかたさで約 25% も低い方向があるのにもかかわらず, 前者のラップ量は後者のそれより少ない。これは自由方向に転動する砥粒がへき開面に作用するさい, (0001) におけるへき開面は (1100) のそれより対称性が高いので, 前者のへき開破壊が多いためと考えられる。しかも, この傾向は図 5 に示すとおり, 粒径が大きくなると顕著に現われる。これは粒径が大きくなると, 作用砥粒数が減少するので, 砥粒 1 個当りの分担荷重が増して, へき開破壊を促進するということで説明できる。

一方, LiNbO₃ と水晶を比較すると, (0001) のスラブかたさは水晶のその約半分であるが, ラップ量では前者が後者の 3 倍近くもある。一般に, 水晶ではへき開性が弱いといわれ⁴⁾, 引張破壊がおもに作用する。したが

(a) (0001) (b) (1100) (c) (1100)

荷重 500 g, 印加時間 45 s ダイヤモンドペースト (3 μ) による金相ポリシ仕上

図 3 スープ圧こん

○鉛ガラス, ●水晶, ×LiNbO₃ (0001),
△LiNbO₃ (1100)
(a) GC #1500 による場合 (b) WA #1500 による場合
ラップ圧力 125 g/cm², 回転速度 25 m/min

図 4 ラップ距離とラップ量の関係

GC 砥粒, ラップ圧力 125 g/cm², 回転速度 25 m/min
ラップ距離 125 m

図 5 粒径とラップ量の関係

って LiNbO₃ のへき開破壊と水晶の引張破壊の差が現われたものと考えられるが、ラップ量には前者による作用が、後者による作用よりはるかに効いてくる。同様に、200 g 以下のスープかたさでも (0001) と鉛ガラスではほぼ等しいのにもかかわらず、ラップ量では前者は後者より約 15% 多い。これもへき開破壊と引張破壊の差が現

れたものといえる。

また、WA 砥粒より加工量の多い GC 砥粒によるほうが、方位の違いによる影響が大きい。

なお、ラップ距離とラップ圧力のラップ量に及ぼす影響をみると、GC 砥粒の粉碎が #1500 付近よりあらいうで現われているのに対し、WA 砥粒ではまだ顕著でない。しかし、この実験範囲では GC 砥粒の粉碎によってラップ量が減少しても、WA 砥粒によるそれより小さくなることはなかった。

3.3 ラップ面の表面あらさ

ラップ量に示された結晶の異方性は、図 6 の表面あらさ曲線にも明らかに影響される。われの大きさは (1100) より (0001) で大きく、その表面あらさも悪い。すなわち、へき開破壊の難易の差によるものであるが、図 7 に示すように、ラップ量と同じく粒径による影響が距離や圧力に比べもっとも大きい。

水晶は多少へき開性があるといっても、その機械的強度はかたさとラップ量に示されたように、もっとも強いので、その表面あらさももっともよい。一方、粒径の大きい砥粒について着目すると、(0001) の表面あらさは図

GC #800, ラップ圧力 125 g/cm²
ラップ距離 125 m, 回転速度 25 m/min

図 6 表面あらさ曲線の代表例

GC 砥粒, ラップ圧力 125 g/cm²
ラップ距離 125 m, 回転速度 25 m/min
図 7 粒径と表面あらさの関係

(a) GC #1500 による場合 (b) WA #1500 による場合
○鉛ガラス, ●水晶, ×LiNbO₃ (0001), △LiNbO₃ (1100)
ラップ圧力 125 g/cm², 回転速度 25 m/min
図 8 ラップ距離に対する表面あらさの推移

2 のスूपかたさと図のラップ量からみて, 鉛ガラスのそれより大きいことが予想されるのにもかかわらず, その順位が逆になっている。これは LiNbO₃ のへき開破壊とガラスの引張破壊の違いによるもので, (0001) のようにへき開面が 3 回対称をもつ場合, 3 方向にへき開を生じるので, われやすい代りに, その拡がりも鉛ガラスより小さくなる。すなわち, われの拡がりの大小が表面あらさの違いになったものと推定できる。

ところで, 表面あらさの向上は図 8 に示すとおりである。GC 砥粒と WA 砥粒によるあらさの向上程度は 0.2 ~ 0.5 μ で両者の差はないが, 最終表面あらさをみると, WA 砥粒では GC 砥粒の場合より約 30% 悪い。これは WA 砥粒が GC 砥粒に比べじん性があるので, 粉砕が進まないためによるもので, #3000 ではその差が認められなかったが, それよりあらい #1500 によればその差が現われてくる。

さらに, GC 砥粒では図 9 に示すとおり, ラップ圧力に対するあらさの向上程度は 0.1 ~ 0.2 μ で, WA 砥粒ではこれが認められない。これも粉砕の進行速度の大小を示すものである。

3.4 ラップ抵抗

材質や異方性によるラップ抵抗の差は図 10 に示され

○鉛ガラス, ●水晶, ×LiNbO₃ (0001), △LiNbO₃ (1100)
GC #1500, ラップ距離 125 m, 回転速度 25 m/min
図 9 ラップ圧力と表面あらさの関係

○鉛ガラス, ●水晶, ×LiNbO₃ (0001), △LiNbO₃ (1100)
GC #1500, ラップ圧力 125 g/cm, 回転速度 25 m/min
図 10 ラップ距離とラップ抵抗の関係

るとおりで, 水晶だけが低く, ほかは認められない。水晶はスूपかたさからみても, もっともかたいので, 砥粒の切込み深さが浅く転動しやすい。したがって, 各砥粒についてもっともラップ抵抗が小さいといえる。しかし, ほかの試料については抵抗の変動のために, 鉛ガラスと LiNbO₃ の違い方性による抵抗の差を区別するまでに至らなかった。

また, 同図からわかるように, 初期段階において GC 砥粒と WA 砥粒のいずれの場合にも, ラップ抵抗が減少する。これは第一に, 加工が進むにともなって砥粒が粉砕され, 作用砥粒数が減少する結果, 砥粒と試料の接触面積が減少するためと考えられる。第二に, ほぼ同径の作用砥粒が均一に分布し, しかも円形でないので, 初期には作用砥粒どうしが接触し, 砥粒の転動がなめらかにならない。しかし, 加工が進むと, 試料やラップのチップあるいは粉砕砥粒が作用砥粒の間に入って, 砥粒の直接接触を避けるように作用する結果, 砥粒の転動が容易になってくるためと考えられる。抵抗の減少度合は WA 砥粒より GC 砥粒によるほうが約 20% 大きい。これは GC 砥粒が粉砕されやすくラップ量も多いので, 上述の作用が WA 砥粒による場合より大きいことを示す。

一方, 図 11 に示すとおり, 粒径が小さくなるほどラ

GC 砥粒, ラップ圧力 125 g/cm², 回転速度, 25 m/min, ラップ距離 225 m

図 11 粒径とラップ抵抗の関係

ラップ抵抗は大きい傾向をもつ。これは砥粒濃度が一定であるから、粒径が小さいと作用砥粒数が多くなって、接触面積が増すばかりでなく、砥粒どうしの干渉によって、その転動が妨げられ、抵抗が大きくなると考えられる。

3.5 ラップ面の微視的構造

検鏡の結果、GC 砥粒と WA 砥粒の両者によるラップ面構造には大差なかったもので、GC 砥粒によるラップ面にかぎって、電子顕微鏡によって観察した。

#3000 では、表面あらさに鉛ガラスは 0.8 μ, (0001) は 0.7 μ, 水晶は 0.6 μ, (1100) は 0.5 μ と多少差があっても、観察結果では目立たない。

ところが、#1500 になると図 12 に示すとおり、鉛ガラスと (0001)、水晶と (1100) は類似し、あらさ曲線と対応する。しかし、よくみると (0001) における大きなわれは鉛ガラスに比べて少ない。したがって、平均すると鉛ガラスの表面あらさのほうが悪い。これからも鉛ガラスの引張破壊と LiNbO₃ のへき開破壊の差異が認められる。

一方、(0001) と (1100) を比較すると、前者には大きなわれが散在するのに対し、後者には大きなわれがない。すなわち、(0001) のへき開破壊が大きいことを示している。

3. 結 言

LiNbO₃ の (0001) と (1100) について、鉛ガラスや水晶と比較しながら、これらのかたさとラッピング特性を検討して、以下に要約される結論を得た。

1. スープかたさは水晶 > (1100) [0001] > 鉛ガラス > (0001) > (1100) [1120] の順にあり、かたさとわれの状況から LiNbO₃ には c 軸に関して強い異方性があるといえる。

2. ラップ量は (0001) > 鉛ガラス > (1100) > 水晶の順にあり、結晶の異方性に対しては粒径による影響もつ

鉛 ガ ラ ス

水 晶

LiNbO₃ (0001)

LiNbO₃ (1100)

GC #1500, ラップ圧力 125 g/cm², 回転速度 25 m/min, ラップ距離 125 m

図 12 ラップ面の電顕写真

とも大きい。

3. 表面あらさは鉛ガラス>(0001)>(1100)>水晶の順位をとり、異方性の影響が大きい。しかし、LiNbO₃ (0001) と鉛ガラスのラップ量と表面あらさに対応がないのは前者のへき開破壊と、後者の引張破壊の違いが現われるからといえる。

4. ラップ抵抗では水晶がもっとも小さい値を示したが、ほかの鉛ガラスと LiNbO₃ の違いや異方性による差は認められない。ラップ抵抗の推移については初期にその減少をとめない、GC 砥粒による抵抗の減少度合は WA 砥粒によるそれより大きい。

5. 微視的構造をみると、(0001) と鉛ガラスは大きな貝がら状のわれが散在する点で類似する。一方、(1100) と水晶は微細われの発生でよく似ている。さら

に、(0001) と (1100) のへき開破壊の違いは、粒径が大きくなると目立つ。

おわりに、本研究を遂行するにあたり、種々ご支援をいただいた当所新開暢一誘電材料研究室長と、実験に協力された中島 徹氏に感謝します。

引用文献

- 1) 新開暢一: LiNbO₃ の物性, 応用物理, **36**, 2 (1967) 140.
- 2) 井田一郎, 新井湧三, 鈴木 誠, 福田満利: セラミックのラッピング特性, セラミックの砥粒加工 (第2報), 精密機械, **33**, 4 (1967) 252.
- 3) 井田一郎, 深瀬雅彦, 古本俊一: ジルコンチタン酸鉛磁器のラッピング特性, 精密機械, **33**, 10 (1967) 640.
- 4) 橋本宇一, 谷口紀男 (監修): 非金属材料加工技術の講座 3, 非金属材料の工学的性質, 地人書館, (1964) 181.

——表紙説明——

デジタル電子マイクロメータ

写真説明 デジタル電子マイクロメータ, デジタルコンパレータ, デジタルプリンタの組合せです。

本器は差動変圧器を検出器として寸法, 変位を高精度で測定し, 測定値を数字で表示します。また出力をデジタルプリンタ, デジタルコンパレータ, デジタル演算器等に継ぐことによって, 記録, 選別, 演算制御など広範囲に利用できます。

特長

- デジタル表示で読取が容易で個人差ができません。
- 最小桁 0.1μ で $0 \sim \pm 120\mu$, 最小桁 1μ で $0 \sim 1500\mu$ の広範囲な測定ができ, レンジの切換は自動です。
- 主要回路は IC を用い信頼性は高く小型です。
- 二進化十進の出力を持ち, 多くの応用が可能です。

(本 社) 東京都港区南麻布 4-12-20
(03) 446-1111

(支 店) 大阪市大淀区中津本通 1-2
(06) 372-0521

安電電気株式会社

(名古屋) (052) 582-7281
(札幌) (0122) 26-8391
(福岡) (092) 76-5347
(厚 木) (0462) 22-3311

表示桁数	4桁表示 (スケールオーバー表示付)
表示方式	数字表示管, 極性表示± (自動)
表示時間	0.5 ~ 3 sec ∞ (HOLD時)
計測時間	0.2 sec
測定範囲	HIGH レンジ $0 \sim \pm 119.9\mu$ (最小桁 0.1μ) LOW レンジ $0 \sim \pm 1499\mu$ (最小桁 1μ)
精 度	HIGH レンジ $\pm 0.3\mu$ 以内 LOW レンジ $\pm (\pm 0.3\% + 1 \text{ digit})$ 以内
データ出力	1-2-4-8 BCD
電 源	100 V $\pm 10\%$ 50/60 Hz 20 VA
外形寸法	100 (H) $\times$ 240 (W) $\times$ 350 (D)
重 量	6.5 kg