

## EFG법에 의한 $\gamma-6\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2(\text{BSO})$ 단결정의 육성

김호건, 유건종, 宮本敬\*

한양대학교 화학과

\*日本 大阪 府立 産業技術總合研究所

## Growth of $\gamma-6\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ Single Crystals by EFG Method

Ho—Kun Kim, Kun—Jong Yoo and Kei—Miyamoto\*

Department of Chemistry, Hanyang University

\*Research Institute for Industrial Technique, Osaka

### 요 약

광기능소자로 응용성이 넓은 전기광학결정  $\gamma-6\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ (이하 BSO로 약칭)을 EFG(Edge—defined Film—fed Growth)법에 의하여 판상단결정으로 육성하는 기초적 조건을 조사하고 육성된 판상단결정의 characterization 및 평가와 물성측정을 하였다. 본 연구에서 얻어진 최적성장조건은 온도구배가  $24^\circ\text{C}/\text{cm}$ , 인상속도는  $2.0\text{mm}/\text{h}$ 이었다.

결정성장 최적조건에서 육성된 BSO 결정은 제 2상의 석출이 없고 grain boundary가 존재하지 않으며 X선 분석으로도 단결정임이 확인되었다. 육성된 판상단결정의 판면은 (100)면이었고 결정성장 방향은  $\langle 110 \rangle$ 이었다. 육성된 판상단결정은 편광현미경하에서는 pore, void, inclusion, striation 등의 성장결함이 없는 양질의 단결정이었으나 미세결함인 전위(dislocation)의 존재가 확인되었고 전위밀도는  $5.1 \times 10^5/\text{cm}^2$ 이었다.

### ABSTRACT

The fundamental conditions for growing  $\gamma-6\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2(\text{BSO})$  single crystal plates by EFG(Edge—defined Film—fed Growth) method, were investigated and the characterization, quality test, property measurement were performed for obtained BSO single crystal plates. The optimum growing conditions determined in this study were as follows:

- temperature gradient;  $24^\circ\text{C}/\text{cm}$
- pulling rate;  $2.0\text{mm}/\text{h}$ .

BSO single crystal plates grown at the above optimum conditions did not include secondary phase or grain boundary and were confirmed as single crystals by X—ray analysis. It was found that the single crystal plates had (100) planes and  $\langle 110 \rangle$  growth direction. Growth defects, ie, pore, void, inclusion, striation, were not detected in the single crystal plate under polarizing microscope but dislocations (microscopic defect) were found and dislocation density was  $5.1 \times 10^5/\text{cm}^2$ .

## 1. 서 론

$\gamma$ - $6\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ (약칭 BSO)는 전기광학적 기능을 가지는 결정으로서 체심입방정, 공간군 23에 속하는 Bismuth silenite 족으로 높은 전기광학효과와 광전도성 및 선광성을 나타내기 때문에 image 가역 기록소자, volume hologram 소자 등의 광정보 처리소자로 응용할 수 있다 [1-4]. 미국의 ITEK사에서는 Czochralski법에 의하여 육성된 BSO 단결정을 이용하여 PROM (Pockels Readout Optical Memory)이라는 화상 기록장치를 만들어 이를 parallel optical computer에 응용하는 방안을 검토중이다 [3-5]. 현재 BSO 단결정은 주로 Czochralski법에 의하여 bowl 형태로 육성되고 있으며 최근에는 자동직경제어 Czochralski법에 의한 고품질 단결정의 육성도 시도되고 있으나 EFG법에 의한 판상단결정 육성연구에는 매우 적으며 그 성과도 초기단계에 있다 [6, 7]. EFG(Edge-defined Film-fed Growth)법은 일정한 형상을 가진 단결정(shaped single crystal)을 제조하는 방법중의 하나로서 1970년대초에 개발된 비교적 새로운 단결정 성장기술이다 [8]. 이 방법은 용액에 seed crystal을 접촉시키고 이를 위로 끌어올리는 점에서는 Czochralski법과 같으나, 용액중에 매우 좁은 틈새를 가진 die를 넣어서 모세관 현상에 의하여 die 속으로 들어온 용액에 seed crystal을 접촉시키는 것이 다르다. 이 방법에 의하면 용액은 die 속의 틈새를 통하여만 공급되기 때문에 성장된 단결정은 틈새의 모양과 같은 형상을 가지게 된다. 따라서 이 방법에서 틈새의 모양을 변화시키면 여러가지 형태의 단결정을 얻을 수 있다 [9, 10]. 전기광학적 기능을 가지고 각종의 광정보처리소자로서 응용되는 단결정에 있어서는 면적이 넓은 판상의 시료를 제조하는 것이 많은 정보를 처리하는데 유리하고 또한 경제적이다. 현재 이러한 판상시료는 Czochralski법에 의하여 육성된 단결정 bowl을 절단하여 만들고 있으나 단결정 bowl의 직경을 크게하는 것이 용이하

지 않기 때문에 면적이 넓은 판상시료를 얻기가 어렵다. 이에 대하여 EFG법에 의하면 판상시료를 직접 용액으로부터 작성할 수 있고 die의 크기를 크게하면 면적이 넓은 판상시료를 얻는 것도 가능하다. 따라서 EFG법은 특히 광정보 처리용 판상 단결정의 성장에 적합한 방법이라고 할 수 있다.

본 연구에서는 EFG법에 의하여 광정보처리용 소자로서 유용한 BSO판상 단결정을 육성하고 얻어진 단결정의 characterization 및 품질평가를 하여 양질의 판상단결정을 안정하게 육성시킬 수 있는 기초적 조건을 조사하였다.

## 2. 연구방법

### 2.1. 성장장치

단결정의 육성을 위한 인상기의 기본구조는 회전인상구동장치 및 control system으로 구성되어 있으며, 이 인상기의 회전수 범위는 0~60rpm, 인상속도범위는 0.0~20.0mm/h이다. 전기로는 결정성장용 저항체(canthal) 전기로를 사용하였으며 전기로의 단면도를 Fig. 1에 나타내었다. Fig. 2에는 furnace의 온도분포를 나타내었다. 전기로 온도조절은 온도조절 분해능이 0.1°C이며 설정온도의 정밀도는  $\pm 0.3\%$ 인, program temperature controller(RKC Rex P-100)를 사용하였다. 판상단결정을 육성하기 위한 die는 모세관의 폭이 약 0.5mm이며 die 선단의 형태는 판상결정의 성장이 용이하도록 오목한 형태로 만든 백금 die를 사용하였다. 백금 die의 형태는 Tatarchenko 등의 논문을 참조하여 결정하였다 [11]. 제작한 die의 그림을 Fig. 3에 나타내었다. Fig. 3의 오른쪽 그림에서 날개모양의 Pt판은 백금도가니에 die를 고정시키기 위한 것이다.

### 2.2. 육성방법

#### 2.2.1. Seed crystal 작성

99.99% 이상 순도의 시약  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 와  $\text{SiO}_2$ 를  $6\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$  조성(mol비)이 되도록 조합하여 전

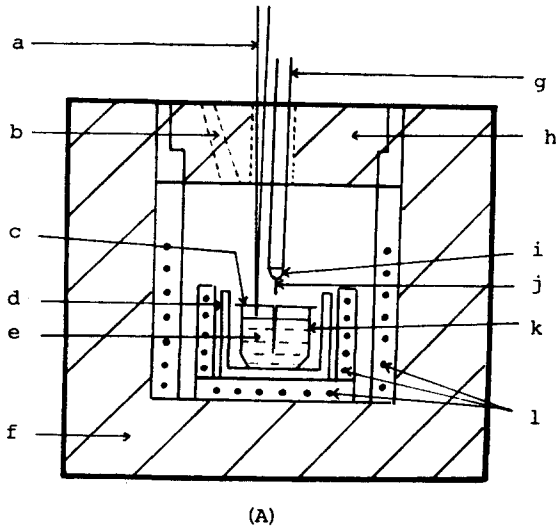


Fig. 1. Electric furnace for EFG growing of BSO single crystal, a;thermocouple, b; window, c;Pt dit, d;alumina crucible e; melt, f;refractor, g;seed holder, h;cover, i;Pt wire, j;seed crystal, k;Pt crucible, l;heating elements m;alumina powder, n;heating elements

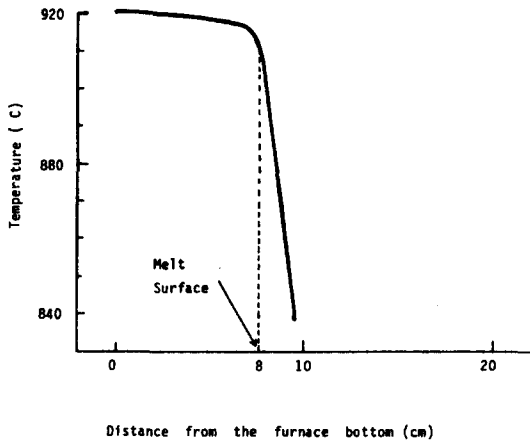


Fig. 2. Temperature profile of the one zone furnace.

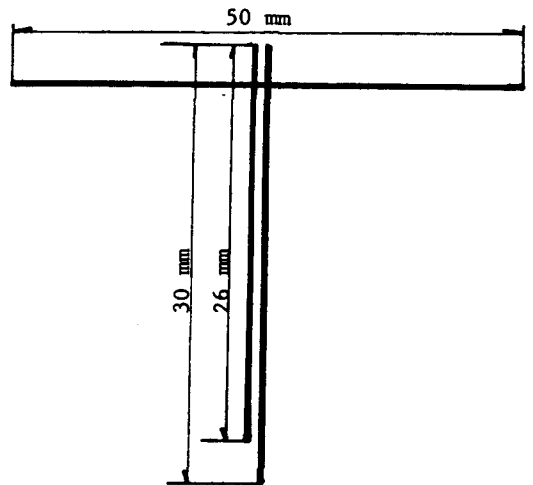
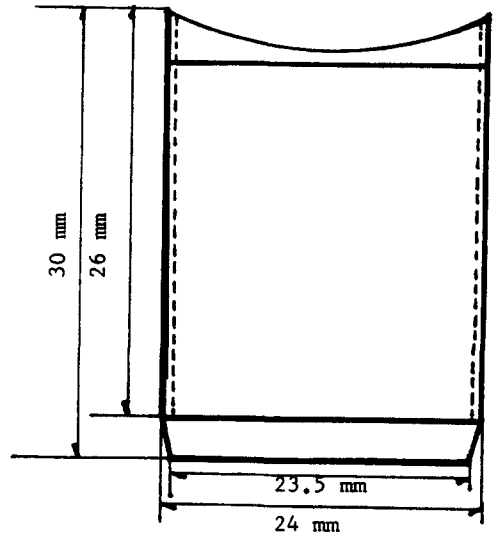


Fig. 3. Pt die for BSO single crystal plate by EFG method.

체 중량이 약 250g이 되도록 하였다. 이를 알루미늄 유발에서 충분히 혼합한 뒤 용량 50ml의 백금도가니에 이를 Fig. 1에 나타난 전기로 중에서 용융시켰다. 이때 thermocouple을 용액 표면에 접하도록 하여 용액 표면의 온도를 측정하였고 이 온도가 BSO조성의 용점인 900°C

를 유지하도록 하였다 [12]. 이 상태로 1시간 유지한 뒤 인상기의 시료 holder에 백금선을 매달고 백금선을 용액 표면에 접촉시켜서 BSO 단결정을 육성시켰다. 이때 인상속도는 5.0mm/h로 하고 회전속도는 30rpm으로 하였다. 그 결과 직경 2.5cm, 길이 6.3cm의 봉상단결정을 얻을 수 있었다. 이 단결정을 (100)면이 나오도록 절단하여 Fig. 4에 보이는 것과 같은 판상시료를 만들고 이를 EFG법에 의한 판상단결정 육성시의 seed crystal로 하였다.

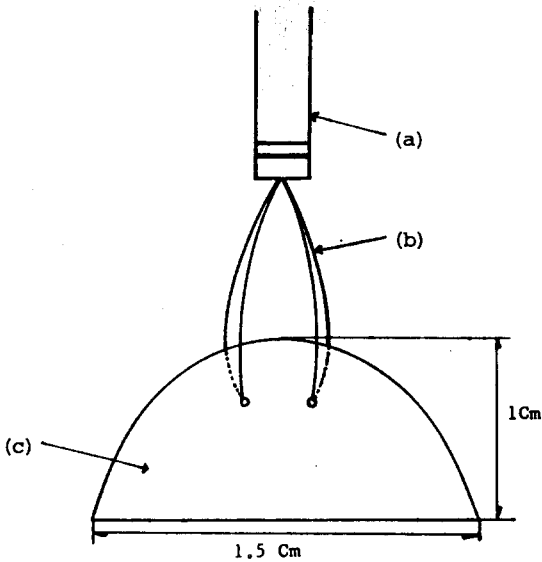


Fig. 4. Seed crystal(thickness 1.0mm)  
(a) seed holder, (b) Pt wire, (c) (100) plane

### 2.2.2. BSO판상단결정 육성

99.99%이상 순도의 시약으로 조합한 BSO 조성의 batch 약 250g을 용량 50ml의 백금도가니에 넣고 Fig. 5와 같이 백금 die를 설치한 뒤 이를 Fig. 2에 나타난 전기로에서 용융시켰다. 이 때 용액 표면의 온도는 910°C를 유지하게 하고 용액 표면에서 백금 die 선단까지의 거리는 3.4mm이었다. 용융된 상태로 1시간 유지한 다음에 Fig. 5(B)에서와 같이 백금 die를

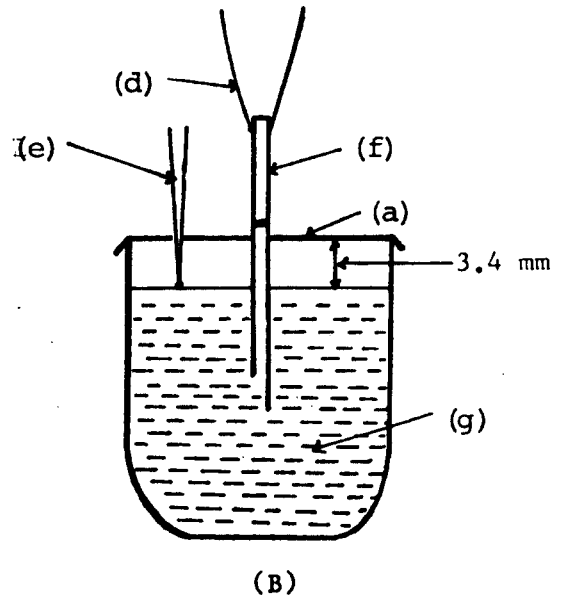
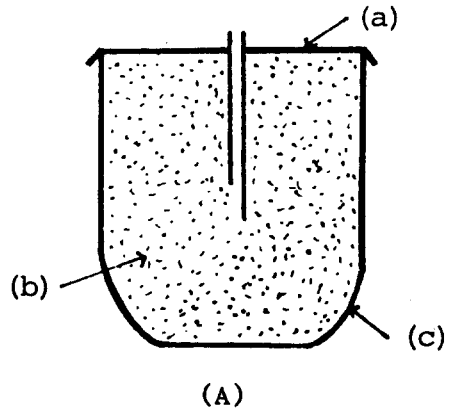


Fig. 5. Setting of Pt Crucible and die.

(A) at room temperature

(B) at 910 C EFG furnace

(a) Pt die, (b) starting material, (c) Pt crucible, (d) Pt wire, (e) thermocouple, (f) seed crystal, (g) melt

통하여 올라온 용액에 seed 결정을 접촉시키고 이를 일정한 속도로 인상시켰다. 이 때 인상속도는 2.0~5.0mm/h로 변화시켰다. 또한 백금

die의 용액 표면에서의 거리를 3.4~1.0mm로 변화시키며 같은 실험을 하였다. 결정 육성의 실험조건을 Table 1에 정리하였다.

Table 1. Growing conditions for BSO single crystal plate

Pulling rate (mm/h)	Height of die tip (mm)	Temperature gradient at crystal—melt interface (°C/cm)
5.0	3.4	24
2.0	3.4	24
5.0	1.0	24
2.0	1.0	24

2.3. 육성된 결정의 characterization 및 평가

2.3.1. Characterization

육성된 결정의 일부를 분쇄하여 분말 X선 회절(power XRD)에 의하여 석출결정상을 확인(identification)하였다. 판상결정의 판면에 대한 Laue X선 분석에 의하여 단결정성을 확인하고 판면의 면지수를 결정하였다.

2.3.2. 평가

가. 거시적 결함 조사

육성된 결정의 편광현미경 관찰을 통하여 pore, inclusion 등의 분포상황을 조사하고 Striation, thermal strain 등의 성장결함의 존재 여부를 확인하였다.

나. 미시적 결함

육성된 판상 결정의 양면을 광학연마한 뒤 19% HCl 수용액에 3초간 침적하여 etching시키고 이를 금속현미경으로 관찰하여 etch pit를 조사하였다. 또한 etch pit의 수와 결정의 면적으로부터 전위밀도(dislocation density)를 산출하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Seed Crystal

결정인상속도 5.0mm/h, 회전속도 30rpm에 의하여 육성된 BSO seed crystal을 Fig. 6에 나타내었고, 이 결정의 성장방향에 수직인 절단

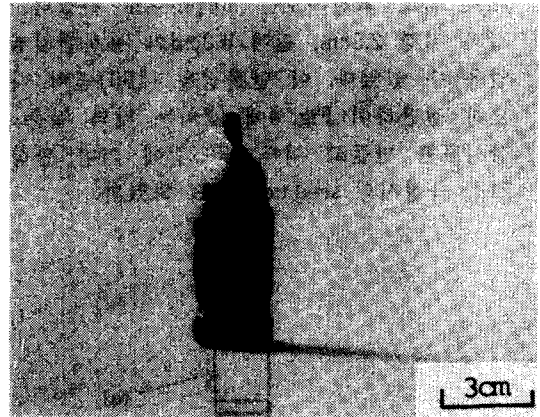


Fig. 6. BSO single crystal grown for seed crystal.

면에 대한 Back Laue X선 분석 결과 체심입방 결정의 (110)면에 대한 전형적인 pattern을 갖는 단결정임이 확인되었다. 이 단결정으로부터 (100)면이 나오도록 절단하여 만든 판상시표에 대한 etching시험 결과 전위밀도가  $1.6 \times 10^4 / \text{cm}^2$ 임이 확인되었다.

3.2. 판상단결정의 육성

인상속도 5.0mm/h, 용액 표면으로부터 die 선단의 높이가 3.4mm인 경우에 결정이 성장되는 과정을 Fig. 7에 나타내었다. Fig. 7에서 보는 바와 같이 이 경우에는 melt zone이 die 전체(die의 왼쪽 끝에서 오른쪽 끝까지)에 형성되지 않아 melt의 공급이 충분치 않았고, 결정중에 많은 성장결함(광학적 불균일성)이 발생하는 것이 관찰되어 도중에 결정인상을 멈추었다. 이 경우에 얻어진 판상결정을 Fig. 8에 나타내었고, Fig. 8의 검은 부분을 편광현미경에서 관찰한 결과를 Fig. 9에 나타내었다. Fig. 9로부터 이 부분에는 다수의 void 또는 pore가 존재하는 것을 확인하였다.

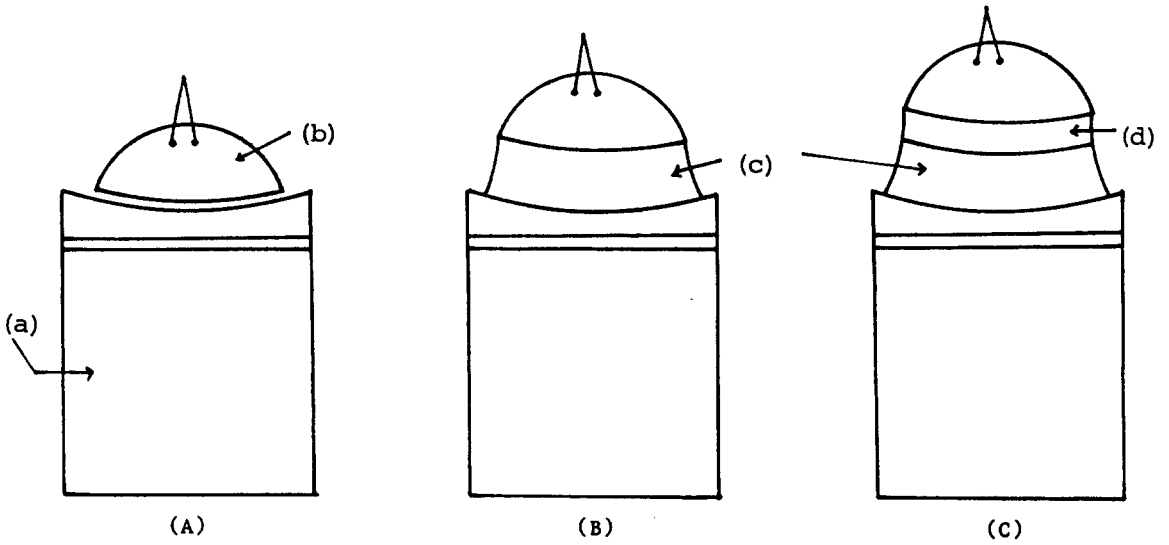


Fig. 7. Schematic growing process of BSO single crystal plate.

(a) Pt die, (b) seed crystal, (c) melt zone, (f) solidified crystal

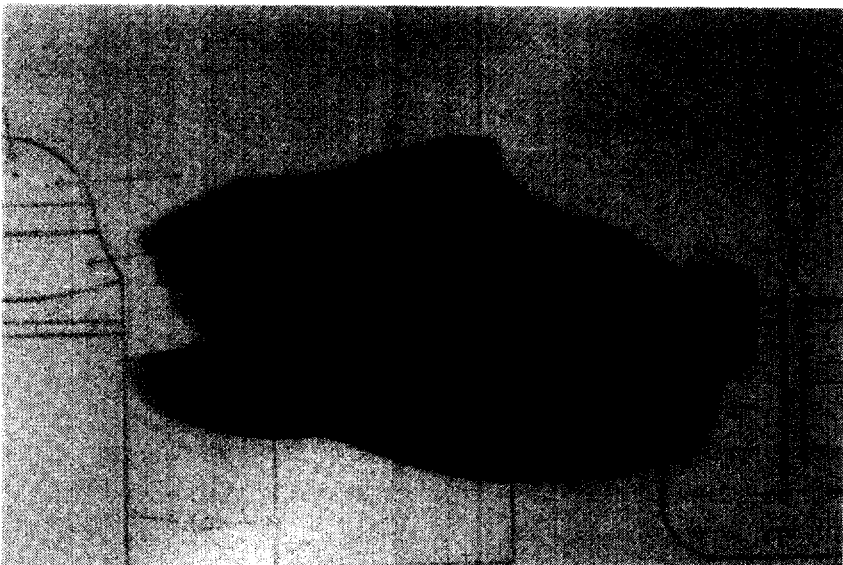


Fig. 8. BSO single crystal plate including defect (pulling rate 5.0mm/h)

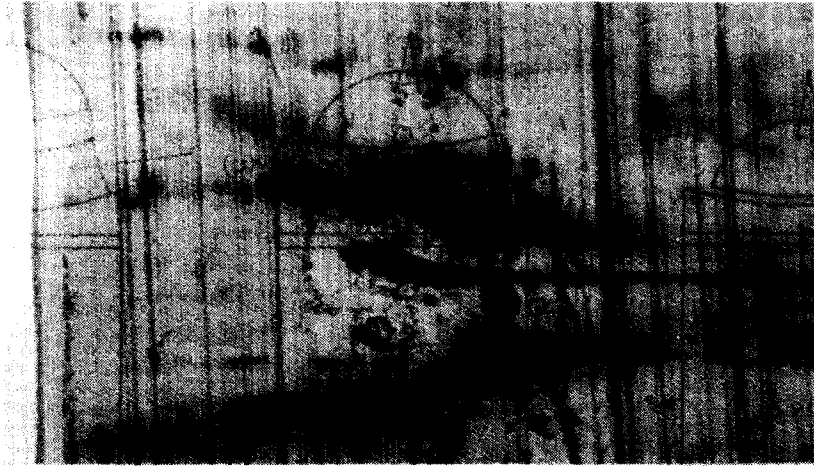


Fig. 9. Optical microphotograph of BSO single crystal plate including void and pore

다른 조건을 같이 하고 인상속도를 2.0mm/h로 하였을 경우에도 melt zone이 Fig. 7과 같은 형상을 이루어 안정한 melt 공급이 이루어지지 않았다. 따라서 이 경우에 얻어진 판상결정 중

에도 void, pore 등이 포함되어 있었으나 그 양은 상기한 경우보다 감소한 것을 확인하였다.

본 연구에서 이용한 furnace의 경우 온도구배 측정치(Fig. 2)로부터 용액 상방의 온도구

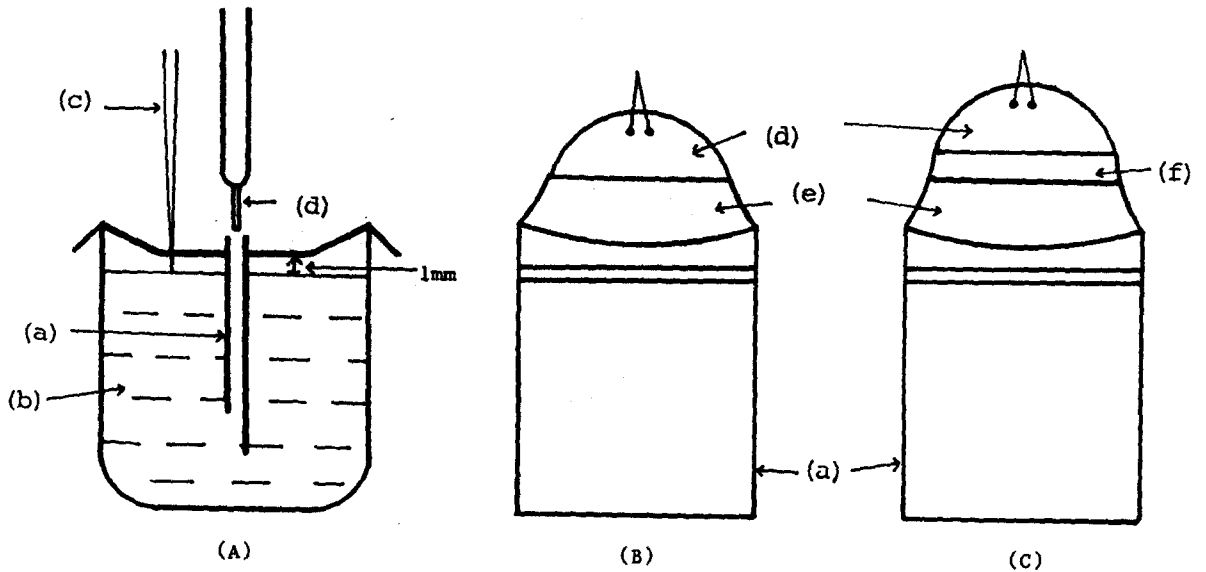


Fig. 10. Setting of Pt crucible and die (A), Schematic growing process of BSO single plate (B), (C)

(a) Pt die, (b) melt, (c) thermocouple, (d) crystal, (e) melt zone, (f) solidified crystal

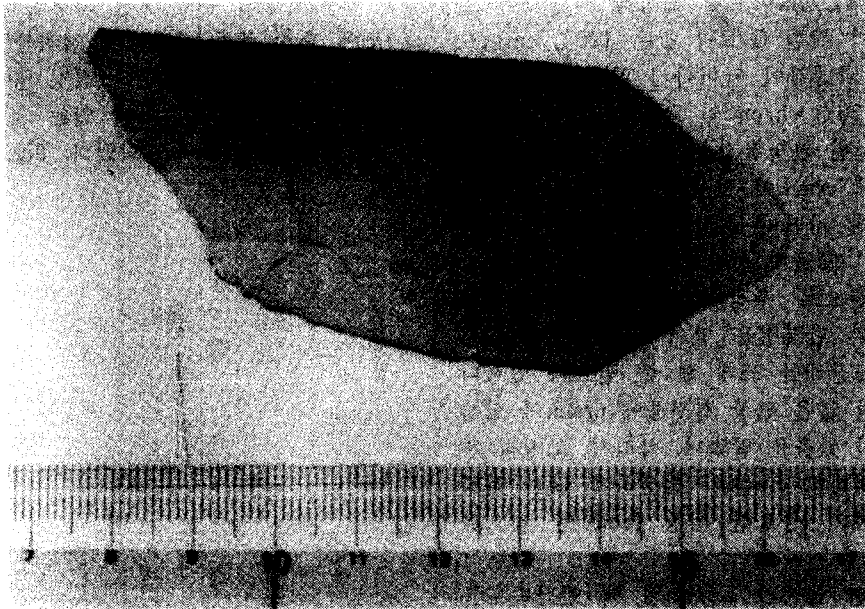


Fig. 11. BSO single crystal plate grown by EFG method(pulling rate 2.0mm/h)

배는  $24^\circ\text{C}/\text{cm}$ 로서 큰 편이었다. 이 경우에 용액 표면의 온도를  $910^\circ\text{C}$ 로 유지하면 용액 표면으로부터의 높이 4.0mm인 부분의 온도는 BSO의 용점인  $900^\circ\text{C}$  이하로 된다. 따라서 die 선단의 높이를 용액 표면으로부터 3.4mm로 했을 경우에는 die의 capillary를 통하여 올라온 용액 중 일부가 고화하는 현상이 일어날 수 있고 판상결정의 성장에 따른 충분한 용액공급이 이루어지지 않았다고 판단되었다.

다음에 인상속도를 2.0mm/h로 하고 die 선단의 높이를 용액 표면으로부터 1.0mm로 하였을 경우에는 melt의 공급이 충분하여 안정한 melt zone을 형성하였고 정상상태(steady state)에서 결정성장이 이루어졌다. 이 때의 결정성장과정을 Fig. 10에 나타내었다. 이 경우에는 void 또는 pore 등의 성장결함이 전혀 없는 균일한 판상결정을 얻을 수 있었고 이를 Fig. 11에 나타내었다.

EFG법에서는 CZ법과 달리 결정을 회전시키지 않으므로 결정성장 중 용액의 균질성 유지

가 어렵고, 고-액 계면 부근에 조성적 과냉각 영역이 형성되기 쉽다. 조성적 과냉각 영역이 형성되면 결정이 cellular 상으로 성장하므로 결정중에 pore, inclusion 등이 혼입되어 양질의 단결정을 얻을 수 없다. 고-액 계면 부근에 조성적 과냉각 영역이 형성되지 않고 결정이 plane front로 성장하기 위한 조건은 다음식에 의하여 주어진다.

$$\frac{G}{R} \geq \frac{M_L C_0 (1-k)}{k D_L} \quad (1)$$

여기서  $G$ 는 고-액 계면의 온도구배,  $R$ 은 인상속도(결정성장속도),  $M_L$ 은 액상선구배,  $C_0$ 는 용액조성,  $k$ 는 고-액 분배계수이며  $D_L$ 은 확산계수이다. 윗 (1)식으로부터 결정중에 inclusion 등을 포함하지 않는 양질의 단결정을 얻으려면  $G/R$ 의 값을 크게 해 줄 필요가 있다. 따라서 결정 육성시에는 온도구배를 크게 하거나 인상속도를 느리게 하는 것이 양질의 단결정을 얻는데 유리하다. 본 연구의 경우에



온도구배 24°C/cm이므로 조성적 과냉각이 일어나지 않기 위한 G/R의 값은 120°C/cm이므로 조성적 과냉각이 일어나지 않기 위한 G/R의 값은 120°C·h/cm<sup>2</sup>인 것으로 계산되었다. 그러나 형성된 판상결정을 전기로 밖으로 꺼낼 때 결정중에 crack이 발생하는 경우가 있었다. 이는 고-액 계면의 온도구배가 24°C/cm로서 비교적 크기 때문에 성장된 결정중에 열응력이 걸리기 때문으로 추정되었다. 이상의 결과로부터 양질의 단결정을 얻기 위하여는 고-액 계면의 온도구배를 크게 해 줄 필요가 있으나 이로 인하여 얇은 판상 결정중에 crack이 발생할 가능성이 있음을 알았다. 따라서, 조성적 과냉각을 방지하고 crack이 발생하지 않는 적당한 온도구배가 중요한 성장 factor인 것으로 판단되었다.

die 선단의 높이가 1.0mm일 때 인상속도를 5.0mm/h로 하면 일정한 크기의 판상결정을 얻을 수 있었으나 이 결정 중에는 많은 inclusion이 존재하였다. 이는 고-액 계면에서 heat balance가 이루어지지 않거나 고-액 계면 전방에 조성적 과냉각 영역이 형성되었기 때문으로 추정되었다. 위에서 기술한 판상단결정 육성조건에 대한 실험결과를 Table 2에 정리하였다.

Table 2. Experimental growing condition and results

Pulling rate (mm/h)	Height of die tip (mm)	Temperature gradient (°C/cm)	Characteristic of obtained crystals
5.0	3.4	24	pore and void
2.0	3.4	24	pore and void
5.0	1.0	24	inclusions
2.0	1.0	24	Good(often cracked)

### 3.3. 판상결정의 characterization 및 평가

3.2.절에 기술한 최적 육성조건에 의하여 육성된 판상결정에 대한 결과는 다음과 같다.

#### 3.3.1. X선 분석

BSO결정의 분말 X선 회절분석 및 결정 단면에 대한 X선 회절분석 결과를 Fig. 12에 나타내었다. Fig. 12로부터 결정 중에는 BSO 이외의 결정상이 존재하지 않는 것과 결정 판면이 (100)면임이 확인되었다. Fig. 13에는 판상

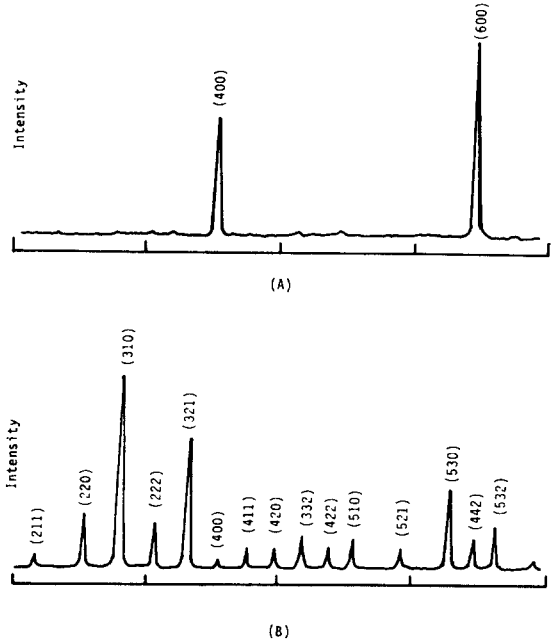


Fig. 12. X-ray diffraction patterns of BSO crystal plate(A) and crystal powder(B)

결정의 판면에 대한 back Laue reflection pattern을 나타내었다. Fig. 13의 반점으로 부터 체심입방정계인 BSO의 (100)방향의 대칭 pattern을 확인하였고 결정성장방향은 <110>이었다.

#### 3.3.2. 편광현미경 관찰

Fig. 14에 편광현미경 관찰에 이용한 BSO 판상시료(양면 광학연마, 두께 1.0mm)의 사진을 나타내었다. 이 시료를 편광현미경하에서 관찰한 결과 적어도 편광현미경하에서는 grain boundary가 발견되지 않았고 inclusion, void, pore, striation 등의 성장결함도 관찰되지 않았다. 그러나 이 시료를 crossed nicol 상태(소광

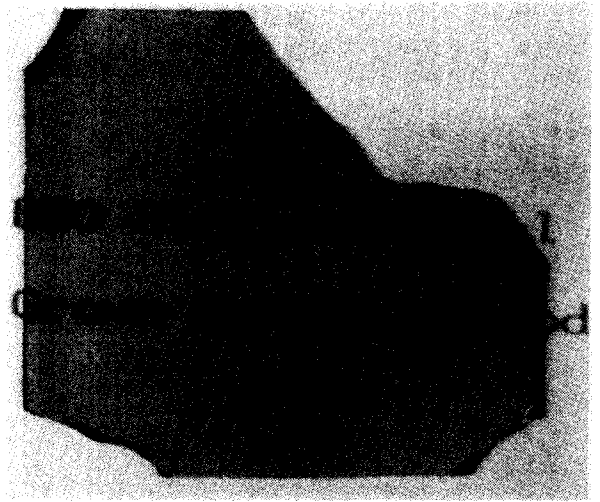


Fig. 14. Polished BSO single crystal plate (thickness 1.0mm)

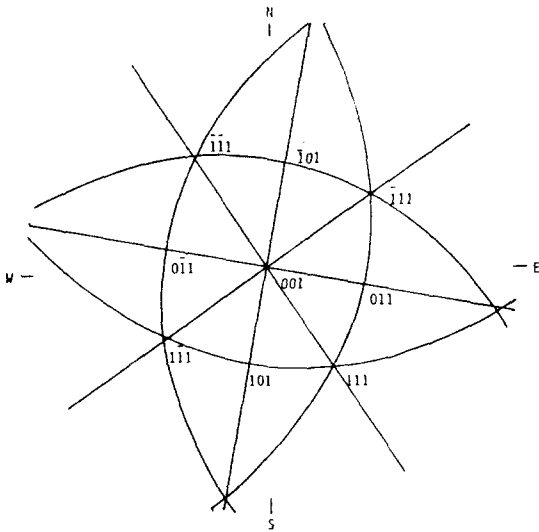


Fig. 13. Back Laue reflection pattern of BSO single crystal plate and growth direction determination by the Laue Technique.

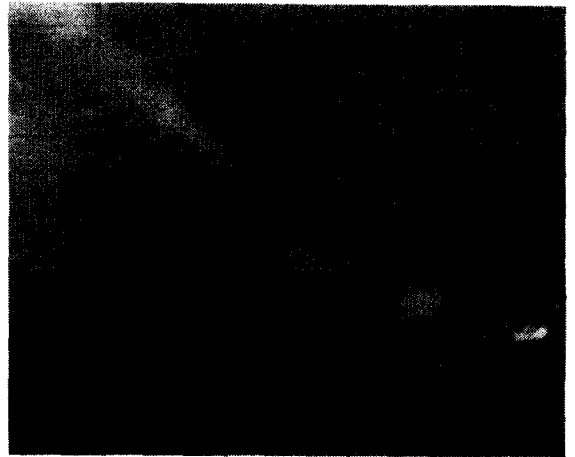


Fig. 15. Optical microphotograph of BSO single crystal plate (thickness 1.0mm)

상태)에서 관찰하면 Fig. 15에서 보는 바와 같이 광학적으로 불균질한 부분(하얀 부분)이 극히 일부 존재하는 것이 확인되었다. 이러한 부분은 시료중에 불규칙하게 존재하며 또한 이 부분에 inclusion 등은 존재하지 않았다.

### 3.3.3. etching 및 전위밀도 계산

HCl에 의하여 etching실험을 한 BSO 판상시료의 금속현미경 사진을 Fig. 16에 나타내었다.

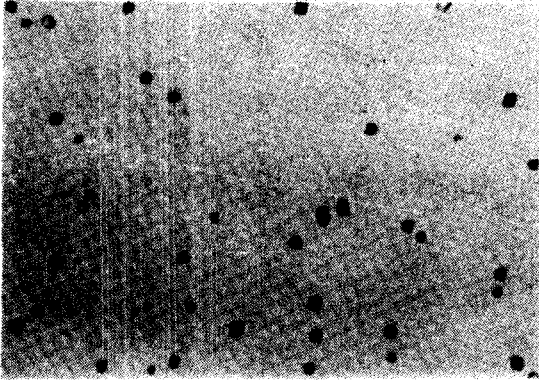


Fig. 16. Etch pits in(100) plane of BSO single crystal plate

Fig. 16에 보이는 etch pit 수로부터 전위밀도를 계산한 결과 평균 전위밀도는  $5.1 \times 10^5/\text{cm}^2$ 이었다. 이 값은 자동적경제어 Czochralski법에 의하여 육성된 고품질 BSO 단결정의  $10^3/\text{cm}^2$ 보다는 많은 값이나 bridgeman법에 의하여 육성된 BSO 단결정의  $7 \times 10^6/\text{cm}^2$ 보다는 적은 값이다 [7,13]. Table 3에는 BSO의 전위밀도계산 data를 나타내었다.

본 연구에서 얻은 결정성장 최적 조건인 온도구배  $24^\circ\text{C}/\text{cm}$ , 인상속도  $2.0\text{mm}/\text{h}$ 에서 성장시킨 BSO 판상결정은 성장결함인 void, pore, inclusion, striation 등은 확인되지 않았으나 원자 order의 미세결함인 전위가 발견되었다. 전위의 생성원인은 여러가지가 있으나 중요한 것은 seed crystal로부터의 전파 및 성장 후 결정에 걸리는 thermal strain에 의한 것이다 [14].

Table 3. List of dislocation density of BSO.

Position	Dislocation Density (mm/cm <sup>2</sup> )	Position	Dislocation Density (mm/cm <sup>2</sup> )
1	$5.6 \times 10^5$	10	$6.5 \times 10^5$
2	$5.2 \times 10^5$	11	$5.3 \times 10^5$
3	$4.4 \times 10^5$	12	$5.1 \times 10^5$
4	$4.9 \times 10^5$	13	$5.3 \times 10^5$
5	$5.1 \times 10^5$	14	$4.5 \times 10^5$
6	$6.1 \times 10^5$	15	$5.2 \times 10^5$
7	$5.5 \times 10^5$	16	$4.3 \times 10^5$
8	$5.3 \times 10^5$	17	$5.0 \times 10^5$
9	$4.2 \times 10^5$	18	$4.5 \times 10^5$
Average	$5.1 \times 10^5$		

BSO의 seed crystal에서 확인한 전위밀도는  $10^4/\text{cm}^2$ 이었으나 성장시킨 판상결정의 전위밀도는  $5.1 \times 10^5/\text{cm}^2$ 로서 약간 증가한 것을 알 수 있었다. 이와 같은 사실은 seed crystal의 전위가 성장되는 판상결정에 전달되고, 판상결정에서 새로운 전위가 발생했음을 의미한다. 새로운 전위의 생성원인은 after heating에 의한 annealing이 충분히 이루어지지 않아서 결정중

에 thermal strain이 미약하게 걸렸기 때문으로 추정된다. 이는 결정판을 광학현미경의 소광상태에서 관찰하였을 때 미세한 광학적 불균질부분이 확인되는 것으로 뒷받침된다. 그러나 전위의 발생에 대하여는 생성원인이 많기 때문에 보다 상세한 검토가 필요하다.

### 3.3.4. 광투과율

두께 0.5의 BSO 판상시료에 대한 광투과율

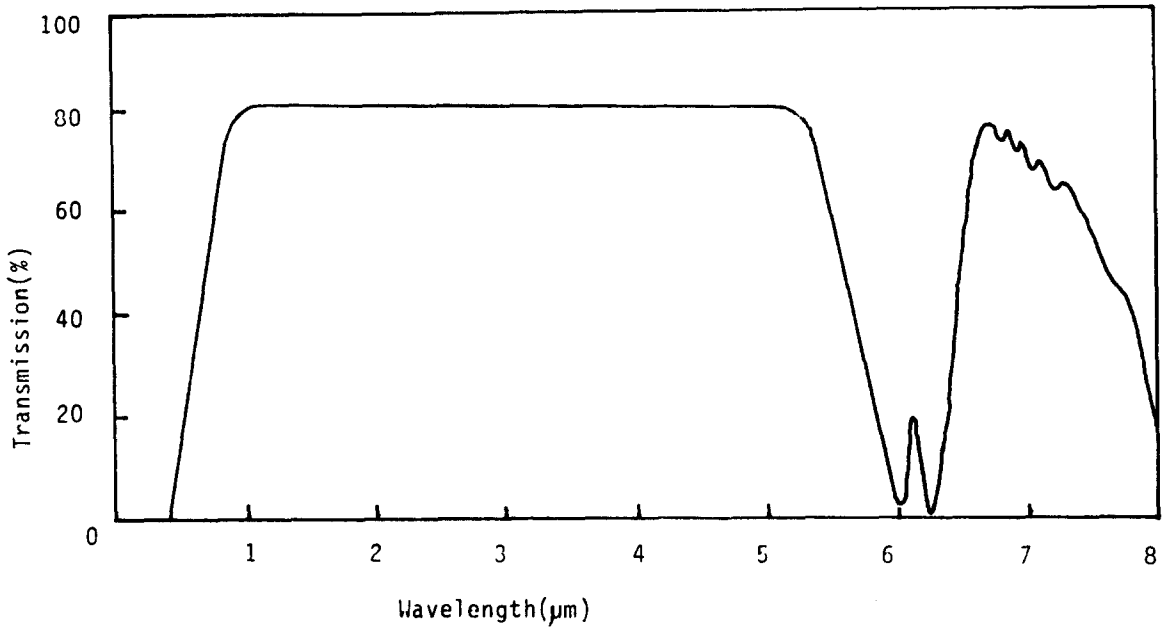


Fig. 17. Optical transmission of BSO single crystal plate(thickness 0.5mm)

측정 결과를 Fig. 17에 나타내었다. Fig. 17으로부터 이 시료는  $1.1\mu\text{m} \sim 5.3\mu\text{m}$  파장역의 빛을 82% 투과시키는 것을 알 수 있다.

이 결과는 Czochralski법에 의하여 육성된 양질의 BSO 단결정에 대한 측정치와 거의 동등한 값이다 [6].

#### 4. 결 론

EFG법에 의하여 BSO 판상 단결정을 육성하기 위한 최적조건을 규명하기 위하여 결정육성에 적합한 장치를 제작하고, 이 장치를 이용하여 판상결정을 육성하면서 결정성장 factor를 조사하였다. 육성된 결정에 대하여 characterization과 quality test를 하였다.

- 1) 판상결정 육성의 가장 중요한 factor는 melt zone의 안정성이었다. melt zone이 안정하게 유지될 때 판상결정이 정상상태(steady state)로 육성되었다.
- 2) EFG법에서는 상부가 낮고 하부가 높은 온도구배 하에서 결정을 육성시키므로

die선단의 높이를 가급적 용액 표면에 가깝게 하여 die 선단의 온도를 높이면 die 중에 용액 공급이 충분해져서 안정한 melt zone을 유지할 수 있었다. 가장 적합한 용액 선단의 높이는 용액으로부터 1.0mm이었다.

- 3) 온도구배와 인상속도는 고-액 계면의 형상을 일정하게 유지시키고 melt zone 중에 조성적 과냉각을 방지하여 성장결함이 없는 단결정을 육성시키는데 중요한 factor임을 알았다. 본 연구에서 얻은 최적온도구배는  $24^\circ\text{C}/\text{cm}$ 이었고, 인상속도는  $2.0\text{mm}/\text{h}$ 이었으나, 큰 온도구배로 인하여 육성된 결정중에 crack이 발생하는 경우가 있었다.
- 4) 최적조건에서 육성된 BSO 판상결정은 판면이 (100)면이고 성장방향이  $\langle 110 \rangle$ 인 단결정임이 확인되었다.
- 5) 육성된 BSO 판상단결정은 적어도 편광현미경하에서는 pore, void, inclusion, striation 등의 성장결함이 없는 양질의 단결

정이었으나 미세결함인 전위(dislocation)의 존재가 확인되었고 전위밀도는  $5.1 \times 10^5/\text{cm}^2$ 이었다. 이러한 전위발생원인은 seed crystal로부터의 전위의 이전 또는 결정성장후 걸리는 미세한 열응력에 의한 것으로 추정되었다.

#### 감사의 글

본 논문은 과학 재단 '87 목적기초 연구비 지원에 의한 것입니다. 이에 감사의 뜻을 표합니다.

#### 참고문헌

- [ 1 ] S. C. Abrahams, P. B. Jamieson and J. L. Bernstein, J. Chem. Phys., 47 (1967) 4034.
- [ 2 ] E. R. Aldrich, H. L. Hou and M. L. Harvil, Appl. Phys., 42 (1971) 493.
- [ 3 ] R. A. Sprague and P. Nisenson, SPIC. Optical Information Processing, 83 (1976) 51.
- [ 4 ] M. P. Petrov, S. I. Stepanov, T. G. Pencheva and V. V. Kulikov, Opt. Spectrosc. (USSR), 55 (1983) 192.
- [ 5 ] S. L. Hou and D. S. Oliver, Appl. Phys. Letters, 18 (1970) 325.
- [ 6 ] J. C. Brice, T. M. Bruton, O. F. Hill and P. A. C. Whiffin, J. Crystal Growth, 24 (1974) 429.
- [ 7 ] K. Tada et al. J. Japan Chem. Soc., 140 (1981) 1630.
- [ 8 ] H. E. Labella, Jr. and A. I. Mlavsky, Mater. Res. Bull., 6 (1971) 571.
- [ 9 ] V. A. Borodin, T. A. Steriopolo and V. A. Tatarchenko, Proc. European Meeting on Crystal Growth '82, Materials for Electronics, Progur, August, (1982) p. 320.
- [10] V. A. Borodin, V. V. Sidorov, T. A. Steriopolo and T. A. Tatarchenko, J. Crystal Growth, 82 (1987) 89.
- [11] V. A. Tatarchenko, J. Crystal Growth, 37 (1977) 272.
- [12] Ernest M. Levin and Rogert S. Roth, J. Research N. B. S., 68a (1964) 197.
- [13] H. Kim, S. Ito, T. Tadash and M. Tashiro, J. JPN. Ceram. Sci., 90 (1982) 348.
- [14] D. Hull and D. J. Bacon, 3rd ed., p.78, Pergamon Press, (1984) p.78.