29p-B6-3

# 高温型遠心加速装置の材料プロセスへの応用

### Material processing by high temperature centrifuge

# 産総研 <sup>0</sup>杵鞭 義明

# National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST)<sup>1</sup>

### E-mail: y.kinemuchi@aist.go.jp

#### 1はじめに

材料プロセスにおいて、結晶成長への重力の影響がしばしば着目される。特に微小重力下や浮遊 プロセス中の結晶成長といった地球重力以下で の実験が盛んである。一方で、高重力下での結晶 成長もその対極的な実験として行われてきた。 [1-3] 1000G (G: 9.81 m/s<sup>2</sup>)以上の高い重力下では 最も顕著な効果は質量差に起因する沈降であろ う。例えば10万Gという高重力下で、合金の組 成傾斜が原子質量差に起因した沈降により固相 中で起こる。[4]

本講演では、高重力の沈降に起因すると思われる興味ある結晶成長の事例に関して述べる。

#### 2 高温型遠心加速装置(產総研設置 CIS-3)

CIS-3 は、無機材料プロセス対応を目的として 産総研と新東工業により 2003 年に開発した高温 型遠心加速装置である。1000℃までの加熱を可能 とするためローター材質に Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>を採用し、ロー ター回転半径 80mm 最高回転数 10,000rpm により 約 10,000G の発生が可能である。チャンバー雰囲 気は、真空もしくは大気圧以下でのガス中処理 (Ar、N2、H2 混合ガス etc)とすることができる。 密閉系とする場合は、金属箔などのカプセルを利 用する。試料サイズ 40x28x10 [mm<sup>3</sup>] 最大質量 40g、 1 バッチ 2 試料処理が可能となっている。

#### 3フラックスを用いた BaTiO<sub>3</sub>厚膜形成

BaTiO<sub>3</sub>はペロブスカイト構造をもつ誘電体で ある。室温近傍では正方晶、キュリー温度(120℃) 以上では立方晶をとる。フラックスにより板状結 晶が得られることが知られている。工業的には粉 末焼結による多結晶体が良く利用されている。ま た焼結による基板上への成膜は、拘束焼結により 一般に困難であることが知られている。一方、 1000G での重力下では比較的容易に厚膜(膜厚 数10μm)の成膜が可能である。[5]ここでは物質輸 送を促進させる目的でフラックス(LiF)を添加し た。フラックスは高温にて溶融するため、BaTiOa は重力によりフラックス中を沈降しさらに溶解 再析出の過程を経て緻密な膜を形成する。膜表面 は比較的平滑で、残留フラックスも認められなか った。膜は 5um 程度の結晶で構成される多結晶 膜で、結晶配向は見られなかった。なお同様の組

成での1Gによる実験では膜の緻密化は見られず、 顕著なフラックスの残留が観察された。

#### 4 BiSbTe 合金の溶融凝固

Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>-Sb<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>合金は菱面体で層状構造をもつ 化合物で熱電材料として知られている。層状構造 に起因して強い異方性を示す。1000G程度の加速 度で溶融凝固させると、回転半径方向に c 軸配向 した板状結晶(厚さ 100µm)が得られる。[6] 温度 勾配から想定される結晶成長方向とは異なるこ とから、加速度の影響が強く示唆された。p型の 結晶の表面は鏡面状で極点図では明瞭な 3 回対 称が確認された。一方n型は結晶表面にストライ プが入りやすく、配向は見られるものの結晶性は 低かった。そのため、熱電特性(出力因子)は、 p型は単結晶の値に一致したが、n型は抵抗率が 高く単結晶の6割程度であった。p型とn型はSb 量が異なり、Sb 量が多いほど結晶性が良くなる 傾向があった。a軸とc軸の格子定数比はSb量 が高いほど小さくなり異方性が強いことから、構 造的な異方性も結晶成長に影響しているようで ある。

#### 引用文献

- G. Müller, J. Crystal Growth, Vol. 99, 1242-1257 (1990).
- [2] R. S. Sokolowski and M. E. Glicksman, J. Crystal Growth, Vol. 119, 126-140 (1992).
- [3] H. Wiedemeier, L. L. Regel and W. Palosz, J. Crystal Growth, Vol. 119, 79-93 (1992).
- [4] T. Mashimo, S. Okazaki and S. Tashiro, Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 36, L498-L500 (1997).
- [5] Y. Kinemuchi, P. H. Xiang, H. Kaga, K. Watari, H. Ishiguro, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 89, 3290-93 (2006).
- [6] Y. Kinemuchi, T. Aoki, H. Kaga, K. Okanoue, H. Ishiguro, K. Watari, J. Elect. Mater., Vol. 38, 1089-1092 (2009).