

X線透過法による溶液法 SiC 結晶成長のその場観察

In-situ observation of solution growth of SiC crystal by X-ray transmission method

名大 未来社会創造機構¹, トヨタ自動車㈱², 名大 未来材料・システム研究所³,
 ○酒井武信¹, 加渡幹尚², 大黒寛典², 原田俊太³, 宇治原徹³

Nagoya Univ. Institute of Innovation for Future Society¹, Toyota Motor Co.²,
 Nagoya Univ. Institute of Materials and Systems for Sustainability³

○Takenobu Sakai¹, Motohisa Kado², Hironori Daikoku², Shunta Harada³, and Toru Ujihara³

E-mail: sakai@gvm.nagoya-u.ac.jp

【緒言】SiC 溶液成長技術は高品質バルク結晶を実現できる可能性の大きい手法である[1-3]。しかし、多形変化や溶液の巻き込み(インクルージョン)なしで安定に結晶成長を実現するための実験・シミュレーションによる最適条件探索には非常に長い研究開発期間を必要とする。その要因として、2000°C近い高温域での結晶成長であるために、溶液の挙動や結晶との接触状態等の結晶成長のその場の物理的な状態が十分に把握できていないことにある。そこで、本研究ではX線透過法を活用したその場観察手法を開発し、まず溶液の挙動として、液面形状と流動状態の観察を行う。

【実験方法】開発したその場観察装置の概要図をFig. 1に示す。高周波加熱溶液成長炉に工業用X線装置(TITAN-160型, 最高出力3kW)を取り付けて、黒鉛ルツボの側面から140kV×2mAの条件でX線を透過し画像を取り込んだ。液面形状の観察は、Si-40at%Cr溶液にて行った。一方、溶液の流動状態の観察は、X線の吸収率の異なるトレーサーを用いる方式[4]を参考にして、溶液をSi融液に変更して、Siと比較してX線吸収率の大きい直径2mmのベアリング用炭化タングステン(WC)硬球を投入して、融液の流れを現すトレーサーとしてその動きを観察した。

【結果・考察】Fig. 2に1840°Cにおける液面形状の観察結果を示す。液面は中央と左右に盛り上がりのある形状であった。この温度で電源を切ると中央の盛り上がりはほぼ平らになるため、この盛り上がりは高周波電磁誘導によるローレンツ力によるもの[5]といえる。両側の盛り上がりは、黒鉛ルツボへの表面張力による濡れ上がりである。また、溶液液面の動きは、不規則で激しく脈動していた。次に、1600°CのSi融液を用いてWC硬球の動きを観察した。記録された画像は、1秒間に30フレームであるため、その時間間隔は約0.03秒である。そのフレーム間のWC硬球の移動距離を画面上で読み取った結果をFig. 3に示す。WCの動きには二つの特徴があった。一つは、ルツボ内壁に沿って上昇し液面付近から下降する回転流である。この部分のWC硬球の移動速度は0.3~0.4m/secであった。一方、ルツボ中央付近では、2個のWC硬球の動きで示した様に流れの方向は一様でなく、移動速度は0.05~0.1m/sec程度であった。この流れは、前述のルツボ内壁の回転流がぶつかり合うことにより生じたと思われる。このルツボ中央からの上昇流が、SiC結晶成長のための炭素の輸送に寄与していると考えられる。[6]

【参考文献】

- [1]M. Kado, *et al.*, *Mater. Sci. Forum*, 740-742(2013) 73-76.
 [2]K. Kusunoki, *et al.*, *J. Cryst. Growth* 392(2014)60-65.
 [3]S. Harada, *et al.* *Mater. Sci. Forum*, 778-780(2014) 67-70.
 [4]K. Kakimoto *et al.*, *J. Cryst. Growth*, 88(1988)365.
 [5]K. Ariyawong, *et al.*, *Mater. Sci. Forum*, 778-780(2014) 71-74.
 [6]H. Daikoku, *et al.*, *Cryst. Growth Des.*, 16(2016) 1256-1260.

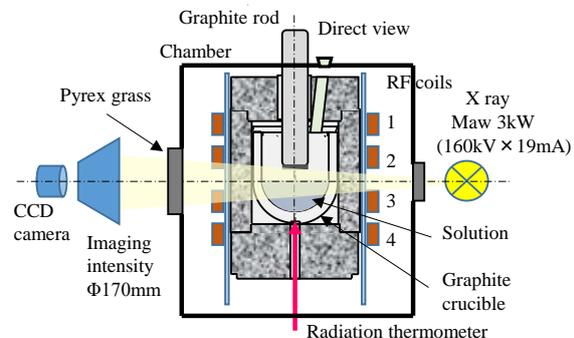


Fig.1 Schematic illustration of in-situ observation system.

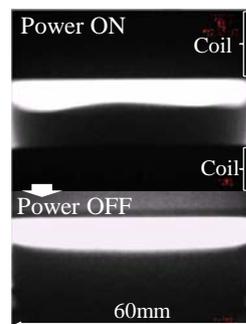


Fig.2 Observation of solution surface.

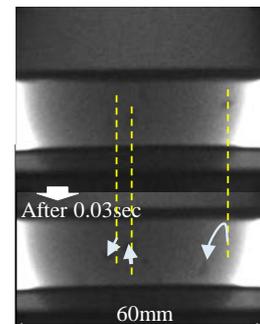


Fig.3 Moving speed of the WC ball.