

X線透過法による 溶液法 SiC 結晶成長の溶液表面形状の経時変化の観察

Time dependence of the meniscus height for 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り、溶液表面に対する種結晶の相対的位置関係により、溶液の流れや温度勾配が異なる[1-2]ことによる結晶成長面の性状が異なることがある。特に、接液後の種結晶を溶液表面より上方へ引き上げて形成される架橋すなわちメネスカスを利用した結晶成長法においては、メネスカスにより温度差を生じさせるために、この温度差が結晶成長を決定する重要な要因の一つとなる。そこで、開発したX線その場観察手法を用いて、結晶成長に伴うメネスカスの高さの時間的変化を明らかにする。

【実験方法】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線を透過する装置を開発した。Si-40at%Cr溶液に、φ22mmの4H-SiCのC面を種結晶として、1890~1970℃において17~24時間結晶成長を行った。その間X線その場観察装置によって、メネスカスの高さの観察を行った。予備実験の結果、今回は種結晶の径が大きいために、結晶と溶液の識別はできず両者が一体となった画像となった。そこで、Fig.1に示す様に、種結晶の厚みを含めた溶液の高さを見かけのメネスカス高さとして定義して計測し、成長後の結晶と種結晶の厚みを差し引いて、溶液のメネスカス高さとして整理した。

【結果・考察】Fig.2に見かけのメネスカスの観察例を示す。成長時間を増すごとに見かけのメネスカス高さは増加している。しかし、12~24時間の成長の場合、ルツボ内壁への溶液の濡れ上がりが部分的に多くなり、X線透過方向に対する厚みが4~6mmにまで増すために、溶液液面の観察を阻害する部分も現れた。この濡れ上がりは、溶液液面の低下の一因と考えられる。Fig.3に、4つのサンプルの成長開始時の高さを0として、液面の位置は低下するので負の値として示した。液面高さは時間とともに低下した。すなわち見かけのメネスカス高さは時間とともに増加し、24時間経過後には、4.5~6mm増加した。冷却後の結晶厚み約1mmを差し引いた値が、溶液としてのメネスカス高さとなるので、24時間の成長の間に、溶液のメネスカス高さは3.5~5mm増加することが判明した。

【参考文献】

- [1] H. Daikoku, *et al.*, Cryst. Growth Des., 16(2016) 1256-1260.
- [2] K. Kusunoki, *et al.*, J. Cryst. Growth 392(2014) 60-65.

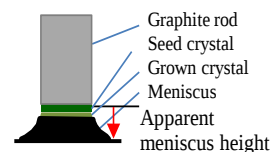


Fig.1 Definition of apparent meniscus height.

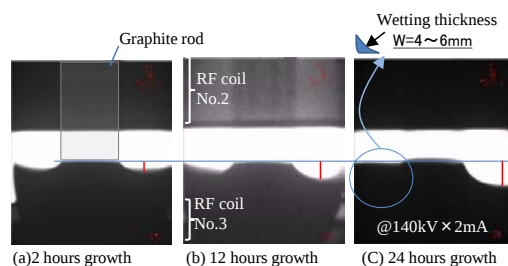


Fig.2 Same in-situ observations of apparent meniscus height by X-ray transmission method.

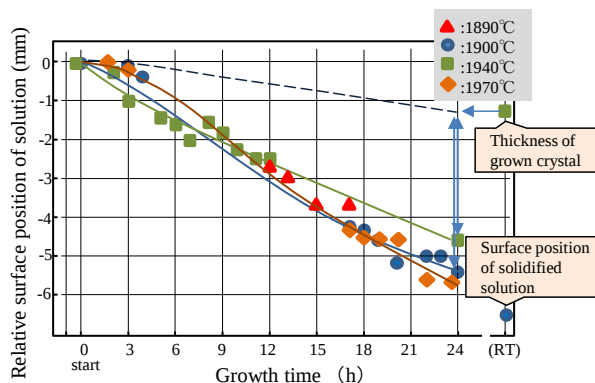


Fig.3 The time dependence of apparent meniscus height for SiC solution growth.