

X線その場観察法によりメニスカス高さ制御したSiC溶液成長
SiC solution growth controlled meniscus height by in-situ X-ray observation 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, 秋田光俊², 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 Corporation²,
Nagoya Univ. Institute of Materials and Systems for Sustainability³

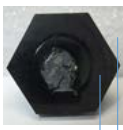
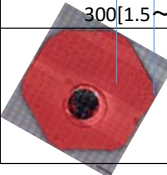
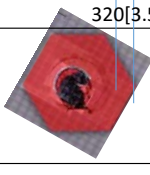
○Takenobu Sakai¹, Mitutoshi Akita², Motohisa Kado², Hironori Daikoku², Shunta Harada³,
and Toru Ujihara³ <E-mail: sakai@gym.nagoya-u.ac.jp>

【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ものの、転位発生や多形変化等の課題がある[1-2]。これまで、X線透過法を活用したその場観察手法を開発[3]し、結晶との表面張力により生ずる溶液の形状であるメニスカスの高さで結晶成長の厚みをその場観察・計測してきた[3]。本研究では、メニスカス高さが結晶成長や多形変化に与える影響をX線その場観察法によって評価する。

【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、φ12mmの4H-SiCのC面を種結晶として、1820～1870℃において13時間結晶成長を行った。その間X線その場観察によって、メニスカス高さを計測しながら、メニスカス高さが①減少、②維持、③増加するように制御した。

【結果・考察】表1に結果を示す。メニスカス高さを減少させたサンプル①では、結晶口径が顕著に拡大している。成長面は4Hを維持しているが、成長速度が減少していた。メニスカス高さを増加させたサンプル③では、直胴に近い形状の結晶が得られた。結晶多形は6Hに変化していることを確認した。メニスカス高さの増加は温度勾配の増加を引き起こすために、炭素過飽和度の増加によって2次元核成長が促進された可能性が考えられる。これらに対して、メニスカス高さを維持したサンプル②では成長表面は4Hであり、成長途中の成長速度変化は小さく、①よりも安定した成長と言える。以上より、メニスカス高さが減少すると過飽和度の減少により成長速度が減少し、メニスカス高さが大きいと過飽和度の増加によるポリタイプ不安定性が顕在化することが確認され、メニスカス高さを所定の値に維持する必要性が明らかとなった。

表 1. 結晶の外観と結晶多形測定

サンプルNo.	①	②	③
温度×時間	1870℃×13h	1820℃×13h	1865℃×13h
メニスカス制御	1.8mm(成り行き:減少)	2mm, 3h +0.3mm/h	3mm, 3h +0.6mm/h
メニスカス高さ(X線)	1.8→1.0mm	2±0.5mm	3→1.5→4mm
結晶 成長面	 22mm 10mm t=4.5mm 350	 16 10mm 5 380	 13 10mm 8.3 530
側面 成長速度 (μm/h) [結晶厚み]	390[0～1.5mm] 300[1.5～4.5]	500[0～3.5] 320[3.5～5.0]	600[0～2.1] 400[2.1～3.3] 420[3.3～4.7]
ラマン分光 (成長面)	 4H	 4H	 6H 下半分

【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.
[3]酒井武信、他, 第 64 回応用物理学会春季学術講演会予稿集, (2017) 15a-F204-4