## マイクロ引下げ法:20年間の適用範囲拡大へ挑戦

The challenge for enlarging the application field of the micro-pulling down method

東北大金研<sup>1</sup>、東北大 NICHe<sup>2</sup>

吉川 彰 1,2

IMR, Tohoku Univ. 1, NICHe, Tohoku Univ. 2

Akira Yoshikawa<sup>1,2</sup>

E-mail: yoshikawa@imr.tohoku.ac.jp

【背景】マイクロ引下げ( $\mu$ -PD)法は坩堝下端に穴を空け固液界面を形成し、下方向に成長させる融液成長法である。その基本構想はステファノフ法の一つとして 1970 年代に Tatarchenko によるスケッチが記載されている[1]。この方法で世界で初めて実際に単結晶を作製した報告は 1982 年の宮澤信太郎先生の SHAPED MELT LOWERING (SML)による試み[2]であり、GaSb を題材に  $k_{eff}$ を 1 に近づける方法として紹介されている。その後、1990 年代に福田承生研究室で多くの酸化物、半導体の作製が試みられ、マイクロ引下げ( $\mu$ -PD)法という名前が多く使われる様になった[3-5]。 $\mu$ -PD 装置の外観を図 1 に示す[6]。私は 1997 年から福田研究室にてこの技術に関わり始め、今年で 20 年目になる。本報告では、20 年間における物質群・融点・形状・役割等の適用範囲の拡大への挑戦について紹介したい。

【物質群の拡大】物質群は酸化物[3-5]から、精密雰囲気制御が必要なフッ化物[4-7]へ拡大し、 更に本格的な吸湿性対策が必要な他のハロゲン化物[8]の作製技術も確立した。近年は合金 [9]や有機[10]の作製も可能となっている。

【融点範囲の拡大】初期の頃は白金坩堝を使っていたため、1700℃以下のものが対象であったが、Ir を使い始めて 2100℃、Re を使うことで 2480℃まで対象範囲が拡大した。逆に 200℃以下低温へ拡大することで有機物が作製できるようになり、高周波を坩堝ではなく、金属自体に乗せることで 2800℃の Ir 金属の融液成長にも成功している。

【形状の拡大】初期の頃は小さな結晶を作るのみであったが、 坩堝下端にダイを設け、濡れ角を踏まえることで、ロッド、 チューブ、板、長尺線材へと作製可能な形状が広がった。最 大径で1インチ径が、最長としては15m 超が成功している。 【探索から量産技術への拡大】これまでに日本ガイシ、トー キン、TDK、C&A などが μ-PD 法を量産技術として活用す ることを検討したことが知られている。



図1. µ-PD 装置 Micropuller O-01 (株C&A 製) の外観図

- 1. V. A. Tatarchenko, J. Cryst. Growth 37 (1977) 272
- 2. S. Miyazawa, J. Cryst. Growth 60 (1982) 331-337
- 3. D.H. Yoon, I. Yonenaga, T. Fukuda, N. Ohnishi, J. Cryst. Growth 142, 339 (1994).
- 4. A. Yoshikawa, M. Nikl, G. Boulon, T. Fukuda, Opt. Mater. 30, 6 (2007).
- 5. T. Fukuda, V.I. Chani, Eds., Shaped Crystals: Growth by Micro-Pulling-Down Technique (Springer-Verlag, New York, 2007).
- 6. http://c-and-a.jp/
- 7. A. Yoshikawa, K. Kamada, T. Fukuda, et al., J. Cryst. Growth 270, 427 (2004).
- 8. Y. Yokota, A. Yoshikawa, et al., Radiation Measurements 45 (2010) 472–474
- 9. A. Yoshikawa, Y. Sutou, "Metal Alloy Fibers", Advances in materials research, 8. Shaped Crystals Growth by Micro-Pulling-Down Technique, Springer-Verlag Berlin (2007) 331-333
- 10. K. Kamada, A. Yoshikawa, et al., J. Cryst. Growth 452 (2016)162-165