

三次元マイクロ引き下げ法の開発とスプリング形状サファイア単結晶の作製

Developments of three dimensional micro-pulling-down method and growth of spring-shaped sapphire single crystal

東北大 NICHe¹, 東北大金研², Piezo Stuido³, 山形大理⁴, C&A⁵

◦横田 有為¹, 高杉 樹², 大橋 雄二^{1,3}, 井上 憲司³, 吉野 将生², 山路 晃広², 黒澤 俊介^{1,4}, 鎌田 圭^{1,5}, 吉川 彰^{1,2,5}

NICHe, Tohoku Univ.¹, IMR, Tohoku Univ.², Piezo Studio³, Yamagata Univ.⁴, C&A⁵

◦Yuui Yokota¹, Tatsuki Takasugi², Yuji Ohashi^{1,3}, Kenji Inoue³, Masao Yoshino², Akihiro Yamaji², Shunsuke Kurosawa^{1,4}, Kei Kamada^{1,5}, Akira Yoshikawa^{1,2,5}

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

[緒言] マイクロ引き下げ(μ -PD)法は、坩堝内部の熔融原料を坩堝底部の穴から引き下げることで単結晶を育成する手法であり、坩堝底部の形状によって作製する単結晶の断面形状を制御できることから、ファイバー形状や板状などの二次元的に形状制御した単結晶の育成が行われてきた。我々も、これまでに μ -PD法を用いた形状制御機能性単結晶材料の開発を行い、サファイアにおけるファイバー状、板状、チューブ状等の単結晶育成^[1]、および Ce:Y₃Al₅O₁₂ シンチレータ材料やランガサイト系圧電材料などにおいて角柱状、円柱状、板状、チューブ状等の単結晶育成に成功してきた^[2,3]。しかし、従来の μ -PD法では二次元的な形状制御に留まっており、さらに複雑な形状制御結晶育成を実現するためには三次元的な制御が必要となる。そこで今回は、結晶成長中の断面形状だけではなく、三次元的に単結晶の形状を制御可能な三次元マイクロ引き下げ(Three dimensional micro-pulling-down, 3D- μ -PD)法を開発し、スプリング形状サファイア単結晶を作製することでその実証を行った。

[実験方法] μ -PD炉の引き下げ軸をPCによってX, Y, Z軸方向にそれぞれ独立に自動制御可能な機構を開発し、更に軸の回転方向 θ も同時に制御可能とした。さらに、スプリング形状の径、ピッチ数、移動速度等を入力することで、自動で目的とするスプリング形状で軸が移動するソフトウェアを開発した。原料として純度4N以上の α -Al₂O₃を用い、ダイを有するMo坩堝、サファイア種結晶を用いてAr+2%H₂雰囲気下で単結晶育成を行った。育成中の固液界面近傍はCCDカメラにより観察した。

[結果・考察] 図1に開発した3D- μ -PD炉を示す。従来の μ -PD炉に備わっていたZ軸に加えて、X軸、Y軸、 θ 軸を加えた三次元的な軸制御が可能な機構を開発した。この3D- μ -PD炉を用いて、下部にダイを有するMo坩堝によるスプリング形状のサファイア単結晶育成を行った。育成中にメニスカスがMo坩堝の壁面に広がったが、引き下げ軸のスプリング形状の自動制御に従ってサファイア単結晶が徐々に成長した(図2)。その結果、3D- μ -PD法でスプリング形状のサファイア単結晶を作製することに成功した。当日は、Mo坩堝のダイ形状を変化させた際のスプリング形状サファイア単結晶の結晶作製への影響も含めて報告する。

[1] Y. Yokota, A. Yoshikawa, *et al.*, *J. Cryst. Growth*, 2011, **318**, 908-911. [2] Y. Yokota, A. Yoshikawa, *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 2011, **50**, 09ND03. [3] Y. Yokota, A. Yoshikawa, *et al.*, *J. Cryst. Growth*, 2016, **452**, 69-72.



Fig.1 Developed 3D- μ -PD furnace.

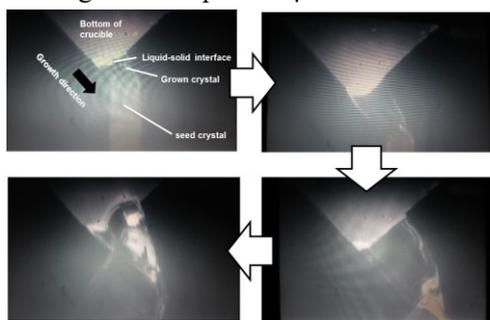


Fig.2 Liquid-solid interface during crystal growth.