

大型ルチル単結晶の IR-FZ 育成における集光位置と傾斜角の最適化

Optimization of Focus Position and Tilt Angle in IR-FZ Growth of Large Rutile Single Crystal

山梨大院クリスタル研 °綿打 敏司, 野田 尚希, 天野 睦, 丸山 祐樹, 長尾 雅則, 田中 功

Univ. of Yamanashi, °S. Watauchi, N. Noda, M. Amano, Y. Maruyama, M. Nagao, I. Tanaka

E-mail: watauchi@yamanashi.ac.jp

〔緒論〕 IR-FZ 法は坩堝不要の帯熔融法の一つで赤外線を吸収する物質であれば、大抵、加熱溶解することが可能であるため、坩堝材汚染のない様々な物質の高品質結晶の育成に利用されてきた。しかし、これまで低コストに有効な育成結晶の大口径化は困難であった。例えば、従来の IR-FZ 法により育成されたルチル単結晶の直径の既報値は 13mm である。我々は、これまでに集中加熱に用いる回転楕円面鏡の傾斜角度(θ)^{1,2)}や集光位置(MP)³⁾を個別に制御することでルチル単結晶の大口径化を実現できることを報告してきた。本研究では、 θ と MP を組み合わせて系統的に制御することでルチル単結晶の一層の大口径化を目指した。

〔実験〕 TiO₂粉末(純度>4N)を用い、円柱状に加圧成形した後、基本的に空气中で 1200 °C、5 時間、焼結することで原料棒を作製した。焼結後に計測した原料棒の直径を原料径とした。16~28 mm の範囲で径の異なる原料棒を複数用意した。結晶育成には回転楕円面鏡の θ と MP を変化させることができる赤外線集中加熱炉((株)クリスタルシステム:型式 TLFZ-4000-H-VPO)を用いた。先ず、 θ と MP を固定して比較的小さな直径の原料棒を用いて結晶育成を行い、良好な結晶を育成できた場合には、同じ θ と MP の条件でより大口径の原料棒を用いて育成を行った。結晶育成が困難であった場合には、ほぼ同じ径の原料棒を用いて MP の値を 2 mm より大きくさせて結晶育成を行った。MP の値を大きくしても結晶育成が困難な場合は、 θ の値を 2.5°より大きくさせて結晶育成を行った。こうしてより大口径のルチル単結晶を育成するための条件を調べた。

〔結果と考察〕 $\theta=0^\circ$ 、MP=+6 mm では、原料径 21 mm まで安定した育成が可能で育成結晶径は 20 mm に達した。 $\theta=5^\circ$ 、MP=+0 mm では、原料径 22 mm まで安定した育成が可能で育成結晶径は 21 mm に達した。MP=+2 mm とすると原料径 24 mm でも育成可能で育成結晶径を 22 mm まで拡大できた(表 1 左)。更に $\theta=7.5^\circ$ 、MP=+4 mm

では、原料径 25mm でも結晶育成に成功し、育成結晶径は最大の 24 mm になった(表 1 右)。しかし、28 mm の原料径を使用した育成では融液が垂れやすく、 θ を 10°、MP=+8 mm に変更するなどの調整を行っても安定して育成を行うことができなかった。

1) M.A.R. Sarker *et. al.*, *J. Cryst. Growth*, 312 (2010), pp. 2008-2011. 2) S. Watauchi *et. al.*, *J. Cryst. Growth*, 360 (2012), pp. 105-110. 3) S. Watauchi *et. al.*, *J. Cryst. Growth*, 496-497 (2018), pp. 69-73.

Table I Grown crystals and their growth conditions		
$\theta(^{\circ})$	5.0	7.5
MP (mm)	24	25
Feed dia. (mm)	24	25
Crystal dia. (mm)	22	24
Grown Crystal		