

坩堝内隔壁を用いた CZ 法による金属 Cu 単結晶作成

Crystal growth of Cu single crystal by CZ technique using partition in the crucible

榊福田結晶研¹, 立命館大², 東北大金研³

○高橋 和也¹, 安藤 宏孝¹, 熊谷 毅¹, 藤井 高志^{1,2}, 川又 透³, 杉山 和正³, 福田 承生¹

Fukuda Crystal Lab.¹, Ritsumeikan Univ.², IMR, Tohoku Univ.³

○K. Takahashi¹, H. Ando¹, T. Kumagai¹, T. Fujii^{1,2}, T. Kawamata³, K. Sugiyama³, T. Fukuda¹

E-mail: takahashi@fxtal2002.com

【はじめに】CuはNi同様グラフェン用基板として注目され、高品質かつ大面積エピタキシャル基板が要求されるようになってきた。Cu単結晶は高周波誘導加熱 CZ 法により直径10mmまで無転位結晶作成が報告[1]されているが、我々が技術開発してきたNiやFe-Gaとは異なり熱伝導率が大きいため CZ 法での大口径化が困難であった。様々な工夫をして前回直径1インチの単結晶作成を報告[2]したが、今回、更に工夫した二重坩堝式 CZ 法により直径2インチサイズの単結晶作成に成功し、大口径化への見通しを立てた。

【実験方法】Si作成等と同類のカーボンヒーターを熱源とした抵抗加熱式 CZ 装置を使用した。結晶は、純度3Nの原料とカーボン製の二重坩堝を用い、Ar雰囲気中にて成長速度1~3mm/h、結晶回転速度4~20rpm、引上げ方位<111>で作成した。種結晶には高品質な<111>Ni単結晶を用いた。

【結果と考察】二重坩堝式 CZ 法を用いることにより1インチ作成時に問題であった融液表面に浮遊する酸化物等の除去は可能となったが、時間経過や結晶成長に伴う温度低下などによる反応物、析出物のような浮遊物の発生、および、それらを核とした成長、固化は依然として課題であった。そこで、内側坩堝の円錐型の形状を生かし、外側坩堝の位置を可変させてサイズの制御可能な隔壁として用い、結晶成長面に対する融液面を常に一定に狭めた状態を維持しながら結晶回転による融液の攪拌や、融液面の大面積化に伴う径方向の温度勾配低下を抑制することにより浮遊物の固化を防止した。作成法の模式図を図1に示す。作成した直径2インチ×長さ50mm（重さ1.2kg）のCu単結晶の写真を図2に示す。引上げ方向において10mm間隔毎に平行移動してインゴット表面をラウエ測定した結果、同じスポットが観測され、方位のズレが無いことが確認された。(111)Cu基板のX線による評価、および、(111)Cu基板上に成膜されたグラフェンの結果についても報告する。

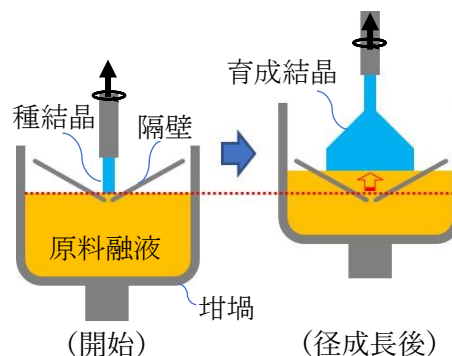


図1 隔壁使用時の作成模式図

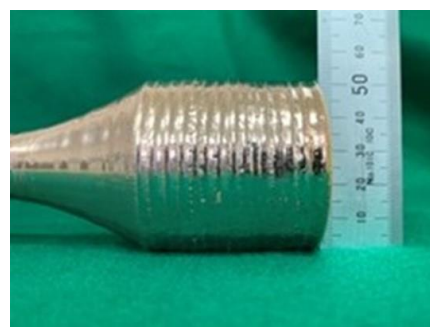


図2 直径2インチ Cu 単結晶

References [1] H. Fehmer, *et al.*, J. Cryst. Growth, vol.13-14 (1972) [2] 熊谷 他, 68 回応用物理学会春季学術講演会, 17p-Z32-7 (2021)