



Title	原料連続供給型引き下げ法によるルチル単結晶の育成
Author(s)	樋口, 幹雄; Higuchi, M.; 硯, 琢己 他
Description	14aA1
Citation	日本結晶成長学会誌, 25(3), A1 https://doi.org/10.19009/jjacg.25.3_A1
Issue Date	1998-07-01
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/73407
Rights	著作権は日本結晶成長学会にある。
Type	conference paper
File Information	jacg25.3.A1.pdf



14aA1

原料連続供給型引き下げ法によるルチル単結晶の育成

Growth of rutile single crystals by the pulling-down method with continuous feeding

北大院工 ○樋口幹雄、 堀 琢己、 小平紘平

Graduate School of Eng., Hokkaido University M. Higuchi, T. Togi and K. Kodaira

Rutile single crystals 25 mm in diameter were grown by a newly developed pulling-down method with continuous feeding. An iridium crucible was used as a rf-susceptor and a melt-supporting plate. The used of a heat-shielding plate made of porous zirconia was essential to perform smooth seed touch and stable growth run.

【はじめに】ルチル(TiO_2)は非常に大きい複屈折(0.29)を示すとともに化学的耐久性に優れていることから、偏光子用材料として極めて有用であり、光アイソレーター等に応用されている。ルチル単結晶はFZ法およびベルヌーイ法により育成されているが、得られる結晶の口径には制限がある。一方、引き下げ法はるつぼ底部中央の孔より流出する融液を固化させる方法で、るつぼ径に相当する口径の結晶が比較的容易に得られる。本研究では、原料連続供給型の引き下げ法を用いて大口径ルチル単結晶の育成を試みた。

【実験】原料供給は、焼結棒あるいは粒状 TiO_2 のいずれかを用いておこなった。原料棒は99.9%の TiO_2 粉末をCIP成形し、 1200°C で3h焼結することにより作製した。育成装置の概略図を図1に示す。高周波誘導加熱されたイリジウムるつぼ上方より供給された原料は融液となり、るつぼの孔(2mm ϕ)を通して下部に流出する。これに種結晶を接触させ、回転させながら引き下げるにより育成をおこなった。育成条件は育成速度: 5mm/h、回転数: 10rpm、育成方位: c軸、育成雰囲気: 窒素とした。本実験では主に、るつぼ下方の熱遮蔽板の効果および原料供給の方法について検討した。

【結果】るつぼ下方の熱遮蔽板を設置しないで育成を行った場合、るつぼ底面からの輻射による熱損失が非常に大きくなり、高周波出力が必要以上にかかるだけでなく、温度勾配が著しく急峻になり流出した融液はるつぼ底に沿って急速に固化した。このとき得られた結晶は種結晶との間にエピタキシーがなく、単結晶は得られなかった。これに対して、熱遮蔽板を設置すると温度勾配が緩くなり、その結果スムーズな種付けをおこなうことができ、安定した育成が可能となった。原料棒を使用した場合でも直胴部をもつ結晶が得られるが、育成中に原料の追加ができないため得られる結晶の長さには制限がある。また、原料棒では下端がるつぼ上方で融けたのち液滴となって落下するため、供給に時間的な間隔が生じる。一方、粒状の原料を用いたところ、供給量の厳密な制御と長時間の育成が可能となり、図2に示すような結晶が得られた。現在のところ、用いているイリジウムるつぼの直径が30mmであるため、最大25mm程度の口径にとどまっているが、るつぼ径を大きくすることにより、さらに大口径のルチル単結晶の育成が可能である。

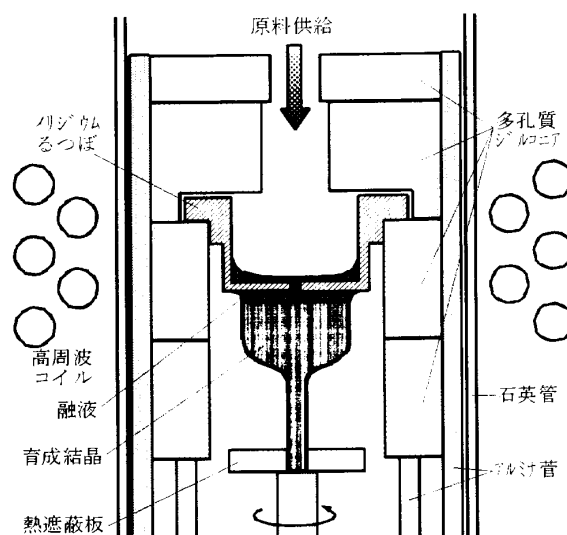


図1. 育成装置の概略

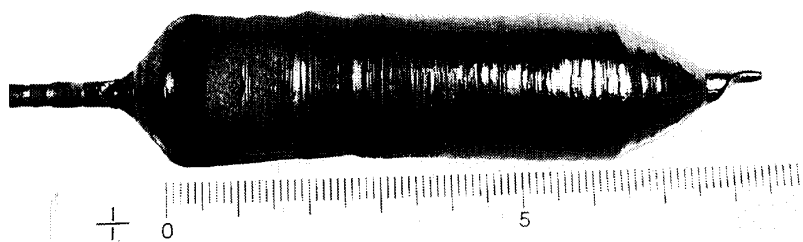


図2. 引き下げ法により育成されたルチル単結晶