

TSFZ装置の試料合成環境の改良

森福洋二*

Improvement of crystal synthesis technique by the traveling solvent floating zone (TSFZ) method

Youji Morifuku*

TSFZ法 (Travelling Solvent Floating Zone) は原材料と種子の間に組成の違う溶剤を挟み結晶育成を行う手法で、溶剤を挟み込むことにより、その結晶の融点よりも低温で結晶育成を行える方法です。

結晶の育成を行うには図2のように、上側に原料棒、下側に種結晶を位置し、その間に穴のあいた白金板を溶融帯支持板兼加熱源として挟み、その上に溶剤を乗せ、白金板を加熱させることにより、溶剤を溶かし、融帯を形成します。白金板には直径1 mm程度の穴が7個開けて

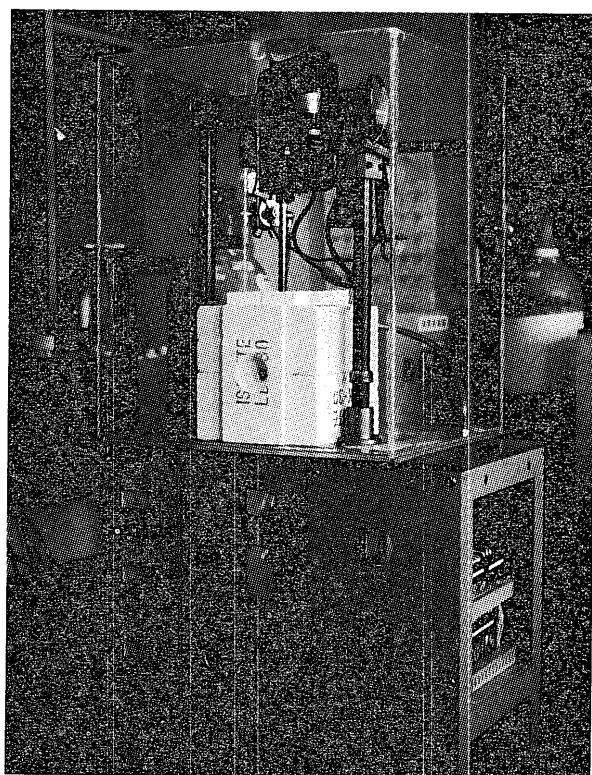


図1. TSFZ装置

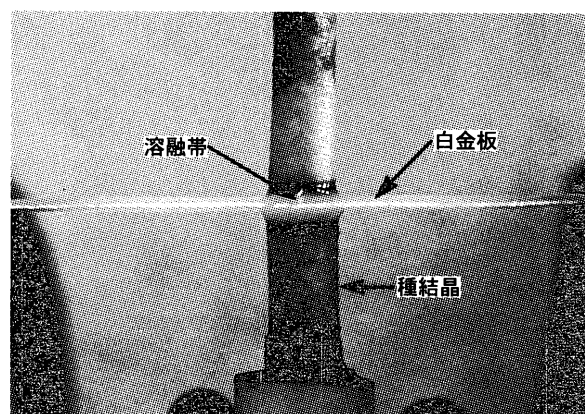


図2. 炉の中心部

あり、この穴を通じて融帯は上方から下方へ移動するので、融帯と原料棒、融帯と種結晶を常時接触させることにより、白金板を隔てて原料棒の融解側の融液（上方）と、結晶が析出する側の融液（下方）が存在することになります。また、原料棒と種結晶を互いに逆回転させることにより、融帯のより効率的な混合を行い、これを下に移動させることにより融帯を結晶化させ、原料棒を融帯化させます。このことにより、上から下へ原料棒が供給され、常に一定量の融帯が形成され、下側の種結晶は下降するに従って、その先端部分に析出した結晶を積み上げて行きます。

今回の改良点は、結晶育成を行うとき、結晶に大気中の水分等の不純物の混入を防ぐため、結晶

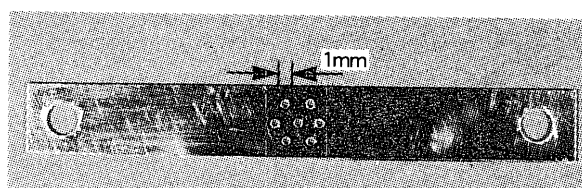


図3. 熱源の白金板

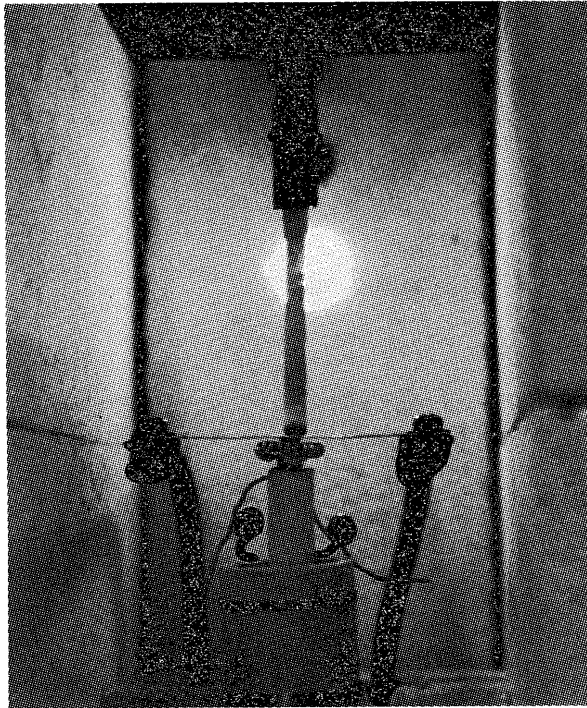


図4. 炉の内部

育成が行われる雰囲気乾燥空気にする予定でしたが、結晶化がアルゴンガス雰囲気の中で行うと不純物の混入の少ない結晶ができるらしいとのことから、乾燥空気の代わりにアルゴンガスを使用する事になりました。また、白金板から発生する熱が周囲へ漏れにくい構造にする為に、原料棒、白金板、種結晶の全てを、図4のように耐火煉瓦で囲み込みました。耐火煉瓦は煉瓦同士の接触部分に、凹凸を持たせ、互いにはまりこむ形状にする事により、熱が周囲へ逃げにくい構造にしました。実際に試料が合成される部分は観察しやすいように、耐火煉瓦に図5のように直径15mm～40mm程度の円錐状に広がった穴を開け、以前廃棄になっていた顕微鏡の接眼レンズの一部、直径15mm程度の凸レンズをそこに設置しました。これにより試料の取り付け設定時及び、合成中の状態が拡大した状態で観察できるようになりました。試料合成中は雰囲気としてアルゴンガスを図6のように耐火煉瓦で囲った炉の後部から炉内に直接流し込む構造にしました。また、炉内がほぼ完全な状態に囲まれているため、白金板に通電していない時、炉の内部は暗く、試料の状態が確認しづらいとのことから、炉の内部の耐火煉瓦の壁面に電球を埋め込み白金板を過熱しない状態でも炉内

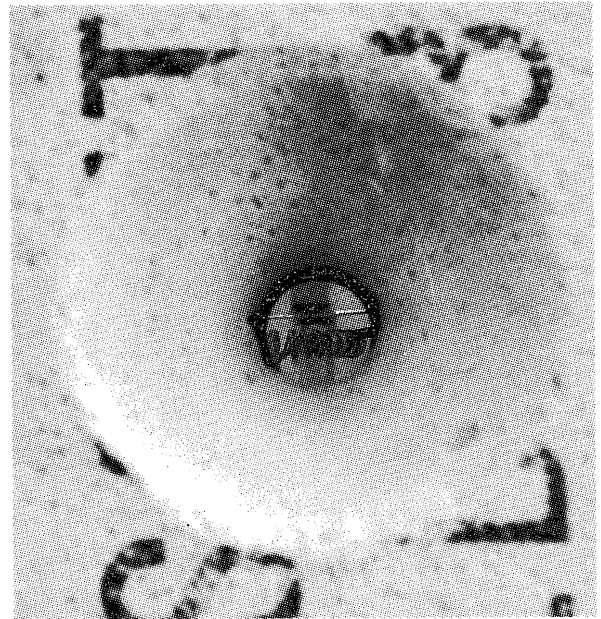


図5. 炉の内部拡大鏡

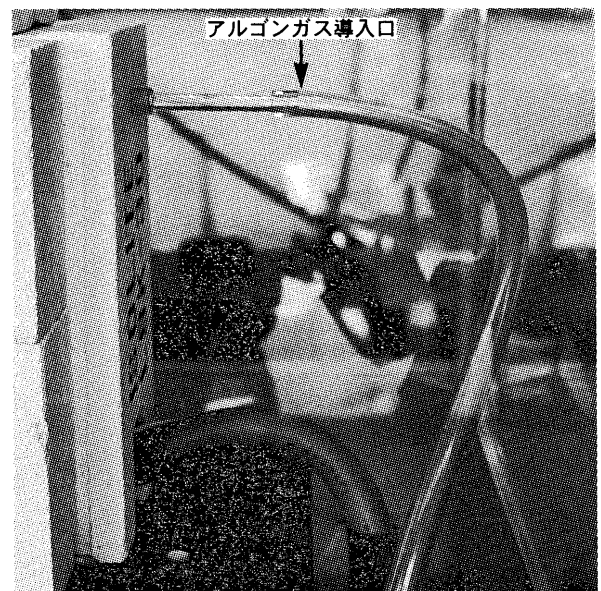


図6. 炉後部のアルゴンガス導入口

が明るく観察でき、試料位置の調整などを行う際の作業がしやすくなりました。耐火煉瓦で囲った炉の中のアルゴンガスは、構造上周圍に漏れますが、これは装置の上部の可動範囲を含む装置全体を、厚さ3mmのアクリル板で作成した箱で囲み込み、この中の全ての雰囲気をアルゴンで満たすようにしました。このアクリルの箱の上部にはガス抜き用の穴を設け、アクリルの箱の内部の下方からアルゴンガスが溜まり、上部のガス抜き用の穴から、アルゴンガスよりも軽い大気が押し出されると同時に、真空ポンプにより強制的に排出す

るようにしました。可動範囲の全てを包み囲み込むことにより、より安定した状態の雰囲気の中での試料合成が可能となったはずです。

また実際に結晶育成を行う場合、白金板に加える電圧・電流による、白金板の温度制御、アフタ

ーヒータの温度制御、試料の下降速度等のいろいろな事柄が絡み合いますが、依頼があれば、より効率的な試料合成の行える実験装置への改良を更に続けて行いたいと思います。