

# 中性子単色化用 Cu 単結晶の結晶性向上に関する技術的工夫

戸澤慎一郎<sup>\*1</sup>, 穴戸統悦<sup>\*2</sup>, 湯蓋邦夫<sup>\*2</sup>, 平賀晴弘<sup>\*3</sup>, 大山研司<sup>\*3</sup>, 山口泰男<sup>\*3</sup>, 山田和芳<sup>\*3\*4</sup>

<sup>\*1</sup> 東北大学金研・テクニカルセンター, <sup>\*2</sup> 東北大学金研・金属ガラス総合研究センター・結晶作製研究ステーション,  
<sup>\*3</sup> 東北大学金研・高量子ビーム金属物理学研究部門, <sup>\*4</sup> 東北大学原子分子材料科学高等研究機構 (WPI-AIMR)

## 1. 概要

研究用原子炉から引き出される中性子ビームのうち、特に 80meV のエネルギー領域の単色化に用いる結晶 (モノクロメーター) 材料として、Cu の大型単結晶の作製を試みた。高周波加熱と抵抗加熱の 2 つの方式を適用し、垂直ブリッジマン法を用いて Cu 単結晶を作製し、結晶性に関して評価を行った。

## 2. 実験

図 1 に高周波加熱、図 2 に抵抗加熱の原料チャージから実験終了までの坩堝周りの様子を示す。グラファイト坩堝 (内径 80mm×高さ 250mm、厚さ 10mm) に、5N の Cu 原料を約 6kg 充填し、グラファイト製の蓋をした。炉内を真空引きし、高純度の Ar ガスを 1 気圧満たした後、原料を高周波加熱または抵抗加熱により溶かし、垂直ブリッジマン法で大型 Cu 単結晶の作製を試みた。図 3 に高周波加熱時の坩堝周り幾何学配置、図 4 に抵抗加熱時の坩堝周り幾何学配置、および温度勾配を示す。高周波加熱では、Cu ヒュームによる放電と輻射熱からワークコイルを保護するために、グラファイト坩堝をアルミナ坩堝で囲った。抵抗加熱では、同じ目的でカーボン均熱管を設け、カーボンヒーターを保護した。

**高周波加熱の場合；** Cu 原料を充填した坩堝を 1h かけて Cu の融点 (1084.4℃) の直上まで加熱し、同温度にて 1h 保持し、その後、同温度のまま、24mm/h の速度で降下させた。坩堝を 70mm 降下させた時点で停止し、その後、4h かけて室温まで冷却した。

**抵抗加熱の場合；** Cu 原料を充填した坩堝を 400℃/h の速度で Cu の融点の直上まで加熱し、同温度にて 1h 保持し、その後、同温度のまま 24mm/h の速度で降下させた。坩堝を 70mm 降下させたところで停止し、その後、100℃/h の速度で室温まで冷却した。

最後に、両加熱方式で得られた Cu インゴットの結晶性を評価し、比較した。

## 3. 結果と考察

まず、坩堝形状による結晶性の依存性の有無を確認するために、坩堝の形状を変えて高周波加熱方式で作製した Cu インゴットの結晶性を比較したが、差は現れなかった (ロッキングカーブ省略)。図 5、6 に高周波加熱方式及び抵抗加熱方式で作製した Cu 単結晶の中性子回折によるロッキングカーブを示す。実験の初期には高周波加熱方式を適用し、後期には、結晶性の更なる向上を目指して、固液界面近傍の温度勾配を緩く設定できて、かつ温度制御をより精密に行うことのできる抵抗加熱方式に切り替えた。しかし、両ロッキングカーブからわかるように、加熱方式の違いによる結晶性の違いは認められない。ブリッジマン法においては、結晶を容器内で直接成長させるため、坩堝と融液の濡れ性、成長結晶に与える熱応力に関係する坩堝周りの垂直および水平方向の温度分布、冷却過程における結晶と坩堝の熱収縮の差などを十分に検討する必要がある。坩堝内壁の平滑度が高いことも要求される。加えて、大型単結晶の成長においては、増径部から発生する双晶を制御する工夫が求められる。

## 4. まとめ

80 meV のエネルギー領域の単色化結晶 (モノクロメーター) に供する、大型 Cu 単結晶の作製を垂直ブリッジマン法で試みた。坩堝の形状を二種類にし、高周波加熱方式で結晶作製を行ったが、結晶性に差は現れなかった。更に、高周波加熱と抵抗加熱の 2 方式を適用し、単結晶の作製を試みたが、これまでに得られた単結晶の結晶性には差は見出せない。

結晶性を左右する各因子を更に考慮し、結晶性の向上を目指す計画である。



図 1.高周波加熱；原料チャージから実験終了までの様子



図 2.抵抗加熱；原料チャージから実験終了までの様子

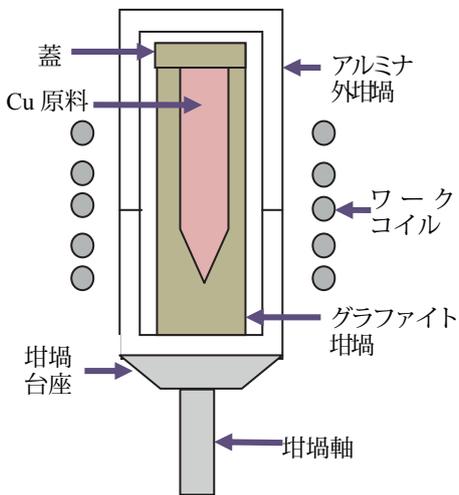


図 3.高周波加熱；炉の内部構成

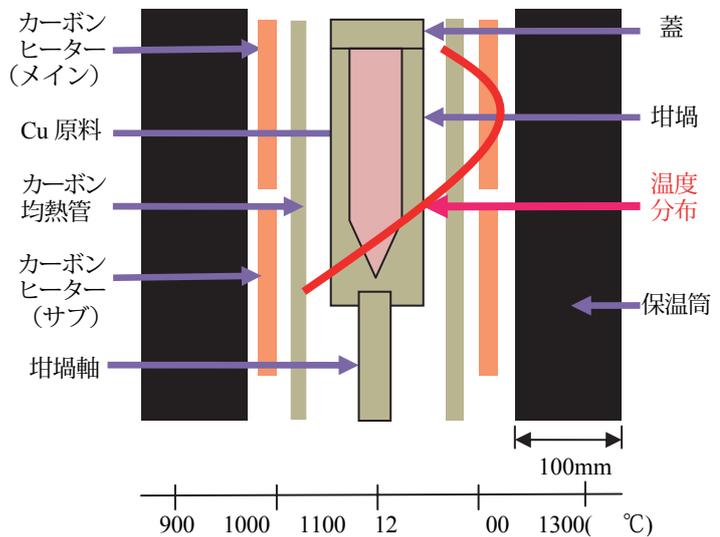


図 4. 抵抗加熱；炉の内部構成および温度勾配  
(メインヒーター1200℃、サブヒーター1100℃  
に設定したケース)

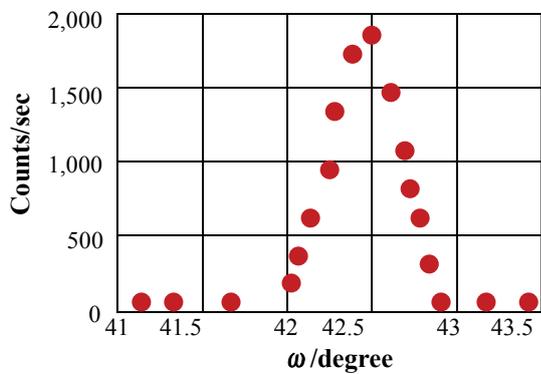


図 5.高周波加熱で作製した Cu 単結晶の  
ロッキングカーブ；(200)面

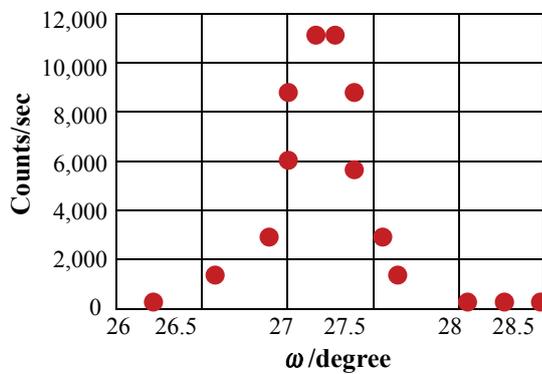


図 6. 抵抗加熱で作製した Cu 単結晶の  
ロッキングカーブ；(111)面