

# 抵抗加熱・垂直ブリッジマン法による中性子単色化用大型 Cu 単結晶の作製

○戸澤慎一郎<sup>A)</sup>、宍戸統悦<sup>B)</sup>、平賀晴弘<sup>C)</sup>、大山研司<sup>C)</sup>、山口泰男<sup>C)</sup>、山田和芳<sup>C)</sup>

<sup>A)</sup>東北大学 金属材料研究所 テクニカルセンター

<sup>B)</sup>東北大学 金属材料研究所 金属ガラス総合研究センター  
バルク結晶構造制御材料研究部 結晶作製研究ステーション

<sup>C)</sup>東北大学 金属材料研究所 高量子ビーム金属物理学研究部門

## 1 緒言

研究用原子炉から引き出される中性子ビームはいろいろなエネルギーのものを含む。この中から実験に必要な特定のエネルギーのみを取り出すのが単色化結晶（モノクロメーター）である。図1にモノクロメーターの概念図を示す。モノクロメーターは形の整った直方体を多数並べたものであり、これらを切り出すには元の結晶ができるだけ大きいことが望まれる。本発表者らは、80meVのエネルギー領域のモノクロメーターに適する結晶材料を供給することを目的にこれまで高周波加熱・垂直ブリッジマン法でCuの大型単結晶の作製を試みてきた。

今回、垂直方向における温度勾配がより緩い抵抗加熱方式を適用し、垂直ブリッジマン法でCu単結晶の作製に取り組んだ。単結晶の作製を完了し、これから結晶の評価に入る段階である。

これまで行ってきた一連の実験の結果を整理し、紹介する。

## 2 実験

新たにメイン及びサブのカーボンヒーターを有する抵抗加熱用保温筒を設計し用いた。るつぼ周辺の温度ムラの解消と、Cuヒュームがヒーターに付着して発生する放電を防止することを目的として、るつぼとヒーターの間に均熱管を設けた。メイン及びサブのカーボンヒーターの設定温度を変化させて結晶育成部の温度勾配測定を行い、大型Cu単結晶作製に最適と思われる両ヒーターの温度を求めた。加熱には、高周波加熱でCu単結晶を作製した時と同じ図2の液相凝固制御装置を用いた。この装置は高周波加熱と抵抗加熱の何れかを選択できる特徴を持つ。図3に今回の抵抗加熱・垂直ブリッジマン法で大型Cu単結晶の作製をおこなった炉の内部構成と温度勾配を示す。原料のセット状態を図4に示す。Cu単結晶の具体的な作製工程は次の様である。グラファイトるつぼ（内径80mm×高さ250mm、厚さ10mm）に、高純度(5N)Cu原料を約6kg充填し、蓋をして加熱炉中の所定の場所にセットした。炉内をロータリーポンプで真空引きし、高純度のArガスを1気圧満たした後、

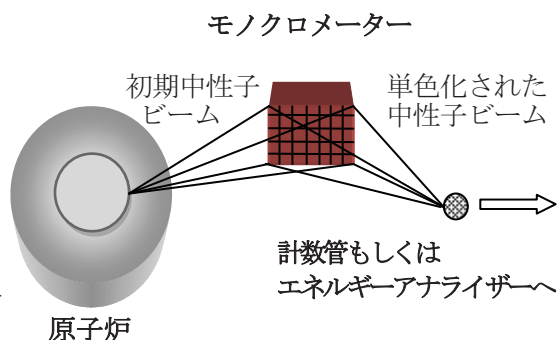


図1. Cu単結晶をモノクロメーターに使用した場合の概念図



図2. 液相凝固制御装置

Cu 原料の入ったグラファイトるつぼを Cu の融点(1083.4℃)より 300℃高い 1383℃まで加熱し、同温度で 1 時間保持した後、メインヒーター1200℃、サブヒーター1100℃に固定し、25mm/h 速度で 70 mm 降下させた後 100℃/h 速度で室温まで降温させた。

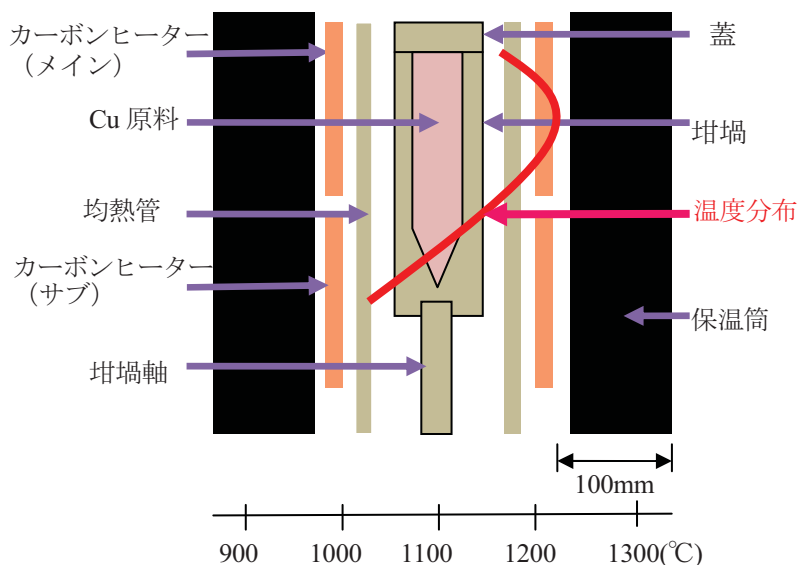


図 3. 炉の内部構成および温度勾配  
(メインヒーター1200℃、サブヒーター1100℃設定時)



図 4. 原料セットの様子

### 3 結果および考察

図 5 は上記の条件で実験を終えた炉を開封した様子である。均熱管を設けたことにより Cu ヒュームによる放電は発生しなかった。図 6 に得られた Cu 単結晶 (直径 75×長さ 140、重量約 6kg) を示す。図 7 に以前に高周波加熱方式で作製した Cu 単結晶について面心立方晶構造の(200)面に対して、ロッキングカーブを測定した結果を示す。ピークの半値全幅(FWHM)の値が小さく、ピーク自体の割れも観測されず、サブグレインを含まない良質な単結晶であった。更に育成方向に沿ってモザイク幅の分布を調べた結果を図 8 に示す。良結晶性の Cu 単結晶の場合、FWHM の数値は 0.3~0.4 度の狭い範囲に収まった。この Cu 単結晶をモノクロメーター用に切断・研磨して組み込んだ例が図 9 である。

一方の抵抗加熱方式で作製した Cu 単結晶に関しては基礎的評価を進めている最中である。高周波加熱方式での作製の場合と比べ、縦方向の温度勾配が緩いこと、および温度制御をより精密に行うことができたことを勘案すると、更に結晶性の高い Cu 単結晶が獲得できていることが期待される。

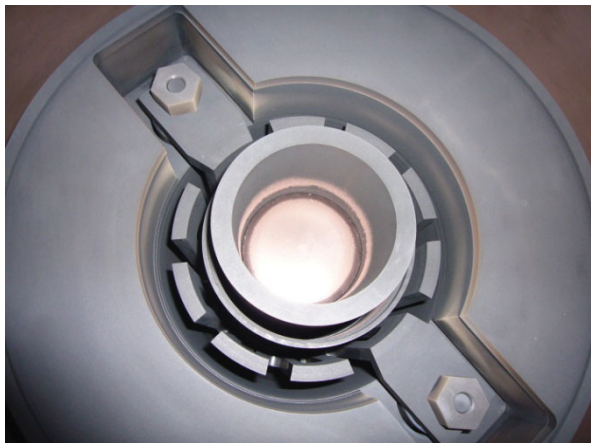


図 5. 単結晶作製実験後の炉内の様子

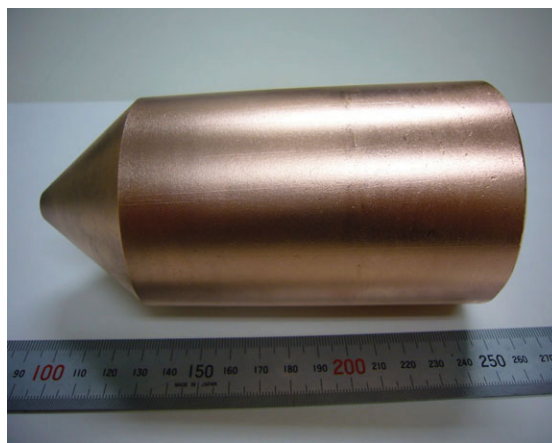


図 6. 得られた Cu 単結晶の外観

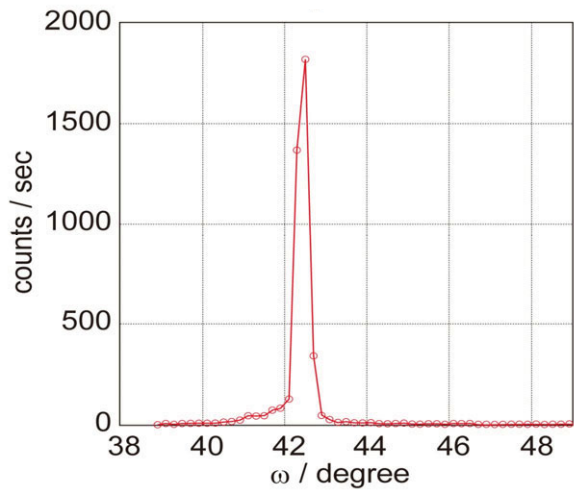


図 7. Cu 単結晶のロックンクカーブ  
(高周波加熱で作製)

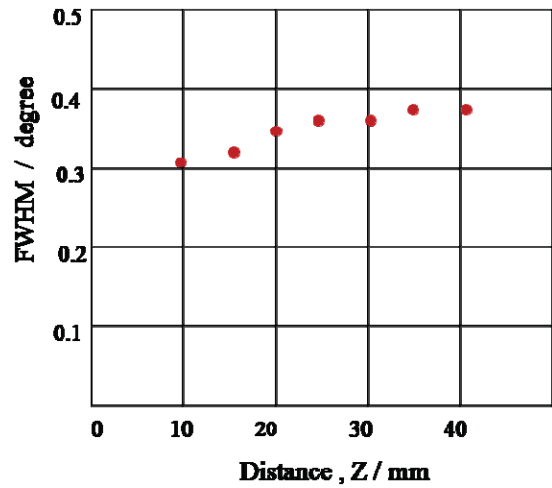


図 8. Cu 単結晶の垂直方向における FWHM 値の変化  
(高周波加熱で作製)

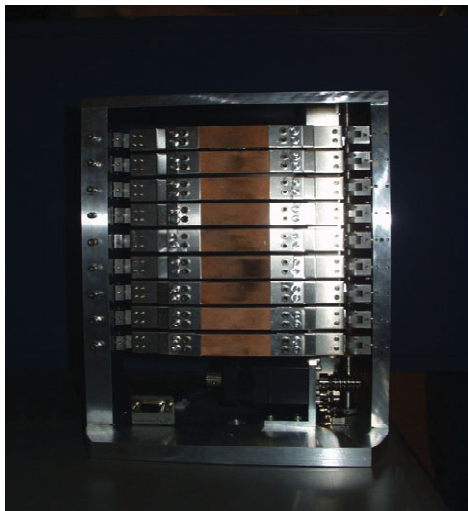


図 9. モノクロメーターの試験的組み込み