

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 1 区分

【発行日】平成 28 年 11 月 10 日 (2016.11.10)

【公開番号】特開 2015-160771 (P2015-160771A)

【公開日】平成 27 年 9 月 7 日 (2015.9.7)

【年通号数】公開・登録公報 2015-056

【出願番号】特願 2014-36375 (P2014-36375)

【国際特許分類】

C 3 0 B 11/00 (2006.01)

C 3 0 B 29/12 (2006.01)

【F I】

C 3 0 B 11/00 C

C 3 0 B 29/12

【手続補正書】

【提出日】平成 28 年 9 月 16 日 (2016.9.16)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

原料を保持する保持部と、

この保持部に保持された原料を気化させたときの初留を回収する初留回収部と、

前記保持部に保持された原料を気化させたときの本留を回収し、結晶を育成するための結晶育成部とを備えた

ことを特徴とする結晶育成用るつぼ。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の結晶育成用るつぼにおいて、

前記保持部に保持された原料を気化させたときの本留を凝縮させる本留凝縮部を更に備え、

前記結晶育成部は、この本留凝縮部で凝縮させた原料融液を回収し、保持する

ことを特長とする結晶育成用るつぼ。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の結晶育成用るつぼにおいて、

前記保持部と前記結晶育成部との間に、蒸留用充填物を更に備えた

ことを特長とする結晶育成用るつぼ。

【請求項 4】

請求項 1 に記載の結晶育成用るつぼにおいて、

前記初留回収部の上部に、同軸コールドトラップを備えた

ことを特長とする結晶育成用るつぼ。

【請求項 5】

請求項 1 に記載の結晶育成用るつぼにおいて、

前記初留回収部の横側に、並列コールドトラップを備えた

ことを特長とする結晶育成用るつぼ。

【請求項 6】

請求項 1 に記載の結晶育成用るつぼにおいて、

前記結晶育成部は、ゾーン精製部を更に備えた

ことを特長とする結晶育成用るつば。

【請求項 7】

請求項 1 に記載の結晶育成用るつばにおいて、
前記結晶育成部の下部に、種結晶発生部を更に備えた
ことを特長とする結晶育成用るつば。

【請求項 8】

請求項 1 に記載の結晶育成用るつばにおいて、
前記結晶育成部の下部に、種結晶選択部と、この種結晶選択部の下部に種結晶発生部と
を更に備えた
ことを特長とする結晶育成用るつば。

【請求項 9】

請求項 1 に記載の結晶育成用るつばにおいて、
前記結晶育成部の下部に、冷却棒を更に備えた
ことを特長とする結晶育成用るつば。

【請求項 10】

結晶育成装置であって、
請求項 1 に記載の結晶育成用るつばと、
この結晶育成用るつばを加熱するための加熱炉と、
前記結晶育成用るつばの温度を制御するための温度制御部とを備えた
ことを特徴とする結晶育成装置。

【請求項 11】

請求項 10 に記載の結晶育成装置において、
前記温度制御部は、前記結晶育成用るつばの前記保持部と前記初留回収部と前記結晶育
成部とを個別に加熱制御する
ことを特徴とする結晶育成装置。

【請求項 12】

原料を保持する保持部と、この保持部に保持された原料を気化させたときの初留を回収
する初留回収部と、前記保持部に保持された原料を気化させたときの本留を回収し、結晶
を育成するための結晶育成部とを備えた結晶育成用るつばの前記保持部に前記原料を充填
し、
前記結晶育成用るつばを減圧封止し、
前記結晶育成用るつばを加熱して前記原料を気化させて、初留を前記初留回収部に、本
留を前記結晶育成部に回収し、
この結晶育成部で回収した本留から結晶を育成する
ことを特徴とする結晶育成方法。

【請求項 13】

請求項 12 に記載の結晶育成方法において、
前記結晶育成用るつばとして、前記保持部に保持された原料を気化させたときの本留を
凝縮させる本留凝縮部を更に備えたものを用い、
前記本留を前記結晶育成部に回収する工程では、前記本留凝縮部で凝縮させた原料融液
を前記結晶育成部において回収し、保持する
ことを特長とする結晶育成方法。

【請求項 14】

請求項 12 に記載の結晶育成方法において、
育成する結晶として、臭化タリウムの結晶を育成する
ことを特長とする結晶育成方法。

【請求項 15】

請求項 13 に記載の結晶育成方法において、
前記初留を前記初留回収部に回収する工程では、
前記結晶育成用るつばの前記初留回収部の温度を、前記保持部、前記本留凝縮部、前記

結晶育成部より低温とする

ことを特長とする結晶育成方法。

【請求項 16】

請求項 13 に記載の結晶育成方法において、

前記本留を前記結晶育成部に回収する工程では、

前記結晶育成用つばの前記本留凝縮部の温度を前記原料の凝縮が生じる温度とし、

前記初留回収部の温度を、前記本留凝縮部および前記結晶育成部より低温とする

ことを特長とする結晶育成方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0023

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0023】

保持部 12 は、結晶育成部 18 と接続する管部 17 の上端がその下方から突出した形状となっており、この管部 17 が下方から突出していることにより、保持部 12 は他の部位から隔離する形で原料 20 を保持する。

初留回収部 14 は、保持部 12 に保持された原料 20 を気化させたときの初留を回収する部分であり、保持部 12 と接続する管部 15 の上端が初留回収部 14 の底部より突出した形状となっている。管部 15 は、管部 17 よりその径が小さく、この管部 15 が初留回収部 14 の底部から突出していることによって初留回収部 14 は初留 24 を他の部位から隔離する形で保持する。

本留凝縮部 16 は、保持部 12 に保持された原料 20 を気化させたときの本留を凝縮させる部分であり、初留回収部 14 と後述する結晶育成部 18 との間に配置されている。本留凝縮部 16 では、管部 15 の末端が下凸に突出しており、この本留凝縮部の下凸部分で凝縮して液化した凝縮原料 26 が重力によって自然落下し、管部 17 を介して結晶育成部 18 で回収される。

結晶育成部 18 は、本留凝縮部 16 で凝縮させた原料融液 28 からなる本留 30 を保持し、この保持した本留 30 から結晶を育成する際に結晶が生成される箇所である。

直管部 13 は、結晶育成用つば 10 内を減圧するための真空排気装置 110 (図 2 参照) の真空排気管 112 (図 2 参照) に連通する管状の部分で、初留回収部 14 の上方に配置されている。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0032】

次いで、結晶育成用つば 10 の直管部 13 の先端に真空排気管 112 を接続する。真空排気装置 110 には原料 20 の蒸気が吸引された場合でも除去できるように、液体窒素で冷却したトラップを搭載する。この状態で真空排気装置 110 を起動し、結晶育成用つば 10 の内部を真空引きして、そのまま 1 時間保持することで、常温で揮発する成分を除去する (ステップ S14)。

通常、臭化タリウムは水溶液中で合成されるため、その表面には多量の水分が付着している可能性が高い。このため、水分を除去するために真空引きを続けながら結晶育成用つば 10 全体を徐々に升温する (ステップ S16)。具体的には、真空排気装置 110 によって真空引きした状態で、室温 ~ 100 まで 1 時間で升温し、100 で 1 時間保持する。次いで 300 まで 1 時間で升温し、300 で 1 時間保持する。

なお、温度が高いほど水分の除去は行いやすくなるが、あまり高い温度では融点以下であっても臭化タリウムの蒸気圧が高くなって多量の蒸発が生じてしまうため、適温に保つ

ことが望ましい。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0037】

初留 24 の回収工程の後、不純物の少ない本留 30 を結晶育成部 18 へと導く本留 30 の回収工程に移行する。

まず、結晶育成用つば 10 の結晶育成部 18 と本留凝縮部 16 の温度を原料 20 の融点付近まで下げる。具体的には、結晶育成部 18 と本留凝縮部 16 が 480 、保持部 12 が 600 、初留回収部 14 が 300 となるようヒータ制御部 106 を設定する。そしてこの状態を 5 時間保持する（ステップ S24）。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0038】

このステップ S24 の状態では、原料 20 から発生する蒸気（図 5 中の白抜き矢印）は初留回収部 14 へ到達する前に本留凝縮部 16、遅くとも管部 15 において凝縮して液体（凝縮原料 26）となり、結晶育成用つば 10 の本留凝縮部 16 内部側の管壁に付着する。付着した凝縮原料 26 は、本留凝縮部 16 の下凸の壁面を伝って中央へと移動し、最終的に原料融液 28 からなる液滴となって落下し、管部 17 を通じて結晶育成部 18 へと導かれる（図 5 に示す状態）。

これにより、不純物が最も少ない本留 30 を結晶育成部 18 へと回収することができる。また、本留凝縮部 16 と初留回収部 14 を繋ぐ管を溶封する必要が無いため、安全かつ効率的に初留 24 の回収工程から本留 30 の回収工程へと移行することができる。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0121

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0121】

図 14 に示すように、本実施例の結晶育成用つば 10 H は、本留凝縮部 96 が本留を結晶育成部 91 へ導くための下凸の構造を有しておらず、代わりに蒸留時に結晶育成用つば 10 H を斜めに配置することで、本留凝縮部 96 で凝縮した本留が重力によって管部 97 を通じて結晶育成部 91 に導かれるよう保持部 92 と本留凝縮部 96 が配置されているものである。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0130

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0130】

10, 10A, 10B, 10C, 10D, 10E, 10F, 10G, 10H ... 結晶育成用つば、

12, 92 ... 保持部、

13, 13A, 13B ... 直管部、

14 ... 初留回収部、

1 5 , 1 7 , 9 7 ...管部、
1 6 , 9 6 ...本留凝縮部、
1 8 , 6 1 , 7 1 , 7 3 , 8 1 , 9 1 ...結晶育成部、
2 0 ...原料、
2 4 ...初留、
2 6 ...凝縮原料、
2 8 ...原料融液、
3 0 ...本留、
4 2 ...蒸留用充填物、
5 2 ...同軸コールドトラップ、
5 3 ...トラップ部、
5 4 ...冷却部、
5 6 ...並列コールドトラップ、
5 7 ...並列管、
5 8 ...トラップ部、
5 9 ...冷却部、
6 2 ...ゾーン精製部、
6 4 ...可動ヒータ、
7 2 , 7 4 ...種結晶発生部、
7 6 ...種結晶選択部、
8 2 ...冷却棒、
1 0 0 ...結晶育成装置、
1 0 2 ...ヒータ、
1 0 4 ...加熱炉、
1 0 6 ...ヒータ制御部、
1 0 8 ...昇降装置、
1 0 9 ...支柱、
1 1 0 ...真空排気装置、
1 1 2 ...真空排気管。