

J A E R I - M

86-002

中性子照射によるシリコンドーピング

1986年2月

堀口 洋二・梅井 弘

日本原子力研究所  
Japan Atomic Energy Research Institute

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。  
入手の問合せは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費領布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division  
Department of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura,  
Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1986

編集兼発行 日本原子力研究所  
印 刷 いばらき印刷株

中性子照射によるシリコンドーピング

日本原子力研究所東海研究所研究炉管理部

堀口洋二・梅井 弘

(1986年1月7日受理)

シリコン単結晶に中性子を照射しリンをドープする NTD 法は、次の核反応により行われる。



この方法は、シリコン中にリンが均一にドープされるため、シリコン半導体製造の一分野として現在、各国において用いられている。原研においては、1975年より研究を開始し1977年7月より実用照射を行っている。本報告は、原研における過去10年間の研究開発とドーピング技術についてまとめたものである。

Silicon Doping by Neutron Irradiation

Youji Horiguchi and Hiroshi Umei

Department of Research Reactor Operation,  
Tokai Research Establishment,  
Japan Atomic Energy Research Institute  
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received January 7, 1986)

The report describes a review of research and development about neutron transmutation doping (NTD) techniques which have been carried out in JAERI for the past ten years. The NTD technique can produce phosphor-31 from silicon-30 through the following nuclear reaction,



The technique provides silicon crystals in which phosphor-31 is homogeneously distributed, and is now widely used all over the world. JAERI started the development of NTD technique in 1975 and then has commercially produced phosphor-31 doped silicon using the technique since July of 1977.

Keywords : Silicon, Neutron Irradiation, NTD, Doping, JRR-2, JRR-4, Research Reactor

## 目 次

1. はじめに.....	1
2. シリコン単結晶の製造.....	1
3. NTDのドープ技術 .....	3
3.1 原 理.....	3
3.2 シリコンの放射能.....	4
(1) シリコン中の不純物.....	4
(2) シリコン表面汚染.....	4
(3) $^{32}\text{P}$ の生成.....	4
4. 照射技術の開発.....	6
4.1 断面内の均一化.....	6
4.2 軸方向の抵抗率分布.....	6
4.3 照射量制御.....	7
4.4 照射後の放射能.....	7
4.5 照射前抵抗による影響.....	8
5. JRR-4におけるNTD結晶の製造 .....	8
6. JRR-2におけるNTD結晶の製造 .....	8
7. おわりに.....	9
謝 辞.....	10
参考文献.....	11

## Contents

1. Preface .....	1
2. Production of Silicon Single Crystal .....	1
3. Neutron Transmutation Doping Technique .....	3
3.1 Principle of Silicon Doping .....	3
3.2 Radioactivity of Silicon .....	4
(1) Impurities in Silicon .....	4
(2) Surface Contamination of Silicon .....	4
(3) Formation of $^{32}\text{P}$ .....	4
4. Development of Irradiation Technique .....	6
4.1 Radial Resistivity Distribution .....	6
4.2 Axial Resistivity Distribution .....	6
4.3 Control of Irradiation Fluence .....	7
4.4 Radioactivity of Silicon After Irradiation ....	7
4.5 Influence of Initial Resistivity .....	8
5. Production of NTD in JRR-4 .....	8
6. Production of NTD in JRR-2 .....	8
7. Conclusions .....	9
Acknowledgments .....	10
References .....	11

List of Tables

No.

1. Specific Activity of Impurities in Silicon (Calculation Value)
2. Results of Investigation for Nuclear Reactor Irradiation of Silicon
3. Schedule for Development of Silicon Doping in JAERI
4. Characteristics of JRR-2 and JRR-4
5. Silicon Experiment Schedule in JRR-2
6. Reactors in the world for Silicon Irradiation

List of Figures

No.

1. Production Method of Silicon
2. Production Method of Polycrystalline Silicon
3. Production of Single Crystal by Czochralski Method
4. Production of Single Crystal by Float Zoning Method
5. Generation Method for Doping
6. Measurment of Resistivity by Four-Point Method and Spreading-  
Resistance Method
7. Results of Measurment by Spreading-Resistance Method and Four-Point  
Method
8. Radial Resistivity Variation of Silicon Rod Conventionally Doped  
and Neutron Transmutation Doped
9. Annealing of Silicon Irradiated in Light-Water Reactor and  
Heavy-Water Reactor
10.  $\gamma$ -ray Spectrum of Irradiated Silicon After Etching
11. Formation of  $^{32}\text{P}$  Isotope in Silicon
12. Resistivity Distribution of Rotated and Non-Rotated Silicon Rod
13. Blockdiagram of SPND Measurement System
14. Fluence Correction Factor vs Silicon Diameter in D-Irradiation  
Pipe at JRR-4
15. JRR-4 Core Arrangement
16. Diagram of D-Irradiation Pipe
17. Diagram of L-Irradiation Pipe
18. Radial Pattern of JRR-2 Core Configuration
19. Silicon Irradiation Facility in JRR-2
20. Change of Neutron Flux in Silicon Rod at VT-9(JRR-2)
21. NTD Silicon Production in JAERI'S Reseach Reactor

## 1. はじめに

シリコン単結晶に中性子を照射しリンを均一にドープ(Dope)するNTD法(Neutron Transmutation Doping)は、1961年M. Tanenbaum, A.D. Millsによって発表<sup>1)</sup>され、その後半導体の進歩と共に1975年頃よりNTD技術の必要性が生じ実用化していった。これはシリコン中に存在する<sup>30</sup>Siに中性子を照射して生成される<sup>31</sup>Siが半減期2.62時間で $\beta^-$ 崩壊し、安定同位元素である<sup>31</sup>Pに変換することを利用しリンをシリコン中に均一にドープする方法で、これらの中性子源には原子炉が用いられている。これによってドープされたリンの均一性は、従来の不純物を添加する方法では得られない均一化を示すため、現在は、半導体用シリコン製造の一分野をなしている。

シリコン半導体を使用した半導体素子には、集積回路(IC), サイリスタ(SCR), パワ・トランジスタ, ダイオード等数多くある。このうちNTD法の有効な製品としては、大電力用のサイリスタやパワ・トランジスタ, ダイオード等があり、現在これらに使用されるシリコン結晶の世界における生産量<sup>2)</sup>は、1984年で180 ton/年と言われている。日本では、そのうち約90 ton/年を使用しその65%がNTD化されたものである。

原研では、1975年シリコンメーカーの依頼により、研究炉におけるNTDシリコンの製造<sup>3,4,5)</sup>に関する照射実験を開始し、1977年からは、(財)放射線照射振興協会によってシリコン単結晶の実用照射を開始した。ここでの生産量は1984年で約1.8 ton/年である。

本報告は、シリコン単結晶の照射を開始し早くも10年を経過しようとしているので、シリコン単結晶の製造とNTDを開始する経緯や、その後の開発状況について取りまとめたものである。

## 2. シリコン単結晶の製造

半導体材料であるシリコンは、次の方法にて製造される。それは、原料の珪石をアーク還元して得られる「工業用シリコン」を、精製、その後ハロゲン化合物、或は水素化合物にし、これを蒸溜法や昇華法にて精製し不純物を除去して半導体用の「高純度シリコン化合物」を得る。この「高純度シリコン化合物」を熱分解や還元し、細かい結晶の粒子が集合したシリコンの多結晶を得ている。この製造方法のうちハロゲン化合物を使用したのをトリクロロシラン(SiHCl<sub>3</sub>)法と呼び、水素化合物を使用した方をモノシラン(SiH<sub>4</sub>)法と呼んでいる。これらの工程概念をFig. 1に示す。この様にシリコン多結晶の製造には、主に二つの方法があるが、一般的にはトリクロロシラン法が使用されている。この方法は、石英容器内に、シリコンの細い棒(Slim Rod)をブリッヂ状に組み立て、電気を流し加熱すると、Slim Rodの表面でトリクロロシランが熱分解し、シリコンの微粒子が付着し棒状の多結晶(Polycrystalline Rod)が作られる方法である。その一例をFig. 2に示す。この多結晶を用いてこれを再び熔融・再結晶させ、結晶が一定の結晶軸方向に統一された単結晶に転化させて半導体材料とする。この単結晶化する方法には、主に二つの方法

## 1. はじめに

シリコン単結晶に中性子を照射しリンを均一にドープ(Dope)するNTD法(Neutron Transmutation Doping)は、1961年M. Tanenbaum, A.D. Millsによって発表<sup>1)</sup>され、その後半導体の進歩と共に1975年頃よりNTD技術の必要性が生じ実用化していった。これはシリコン中に存在する<sup>30</sup>Siに中性子を照射して生成される<sup>31</sup>Siが半減期2.62時間で $\beta^-$ 崩壊し、安定同位元素である<sup>31</sup>Pに変換することを利用しリンをシリコン中に均一にドープする方法で、これらの中性子源には原子炉が用いられている。これによってドープされたリンの均一性は、従来の不純物を添加する方法では得られない均一化を示すため、現在は、半導体用シリコン製造の一分野をなしている。

シリコン半導体を使用した半導体素子には、集積回路(IC), サイリスタ(SCR), パワ・トランジスタ, ダイオード等数多くある。このうちNTD法の有効な製品としては、大電力用のサイリスタやパワ・トランジスタ, ダイオード等があり、現在これらに使用されるシリコン結晶の世界における生産量<sup>2)</sup>は、1984年で180 ton/年と言われている。日本では、そのうち約90 ton/年を使用しその65%がNTD化されたものである。

原研では、1975年シリコンメーカーの依頼により、研究炉におけるNTDシリコンの製造<sup>3,4,5)</sup>に関する照射実験を開始し、1977年からは、(財)放射線照射振興協会によってシリコン単結晶の実用照射を開始した。ここでの生産量は1984年で約1.8 ton/年である。

本報告は、シリコン単結晶の照射を開始し早くも10年を経過しようとしているので、シリコン単結晶の製造とNTDを開始する経緯や、その後の開発状況について取りまとめたものである。

## 2. シリコン単結晶の製造

半導体材料であるシリコンは、次の方法にて製造される。それは、原料の珪石をアーク還元して得られる「工業用シリコン」を、精製、その後ハロゲン化合物、或は水素化合物にし、これを蒸溜法や昇華法にて精製し不純物を除去して半導体用の「高純度シリコン化合物」を得る。この「高純度シリコン化合物」を熱分解や還元し、細かい結晶の粒子が集合したシリコンの多結晶を得ている。この製造方法のうちハロゲン化合物を使用したのをトリクロロシラン(SiHCl<sub>3</sub>)法と呼び、水素化合物を使用した方をモノシラン(SiH<sub>4</sub>)法と呼んでいる。これらの工程概念をFig. 1に示す。この様にシリコン多結晶の製造には、主に二つの方法があるが、一般的にはトリクロロシラン法が使用されている。この方法は、石英容器内に、シリコンの細い棒(Slim Rod)をブリッヂ状に組み立て、電気を流し加熱すると、Slim Rodの表面でトリクロロシランが熱分解し、シリコンの微粒子が付着し棒状の多結晶(Polycrystalline Rod)が作られる方法である。その一例をFig. 2に示す。この多結晶を用いてこれを再び熔融・再結晶させ、結晶が一定の結晶軸方向に統一された単結晶に転化させて半導体材料とする。この単結晶化する方法には、主に二つの方法

があり、その一つは引上げ法(Czochralski Method)と言われ、多結晶塊を石英ルツボに入れて加熱熔融し、一定の結晶方向に切り出してある単結晶の種を熔融部に浸け引上げる方法で、その結晶は「CZ結晶」と言われている。その装置概念を Fig. 3 に示す。

もう一方は浮遊帯精製法(Float Zoning Method)で、多結晶棒の周囲より高周波コイルで加熱熔融し単結晶の種を熔融部に浸け、コイルの移動にしたがって熔融帯も移動させることにより棒状のままで多結晶を単結晶にする方法で、「FZ結晶」と言われている。その装置概念を Fig. 4 に示す。この様に FZ 結晶は、CZ 結晶に比べて石英ルツボなどを使用しないので周囲の汚染が少なく、高純度の結晶を作ることが出来る。この高純度の特徴を利用して NTD 法によってドーピングする結晶の対象となる。

これらのシリコン単結晶は、極めて純粋な状態では電気的に不導体であり、適当な抵抗値まで引下げなければ、電気材料として使用出来ない。また、半導体物質として最も重要な性質である導電型(正の導電型を P 型、負の導電型を N 型と言う)を附与する必要があり、この導電型を決定し、かつ抵抗値を制御する物質として極微量の不純物を、主として単結晶化の工程で添加する。これをドープ剤(Dopant)と言う。一般的には、P 型のドープ剤としてボロン(B)、N 型のドープ剤としてはリン(P)、アンチモン(Sb)、ヒ素(As)などが使用される。これらのドープ剤を導入する方法としては、①世代法、②多結晶ドープ法、③単結晶ドープ法、④ガスドープ法等がある。CZ 結晶はもっぱら単結晶化の工程でドープ剤を添加するが、FZ 結晶については NTD を行わないものののみドープ剤を添加し、その方法としては世代法が良く用いられる。これは最初高濃度のドープ剤を含む芯棒(Slim Rod)上に多結晶を析出させ、この棒(Master Rod)より更に芯棒を作り多結晶を析出させる工程を繰返し行い、目的とするドーパント濃度の結晶棒を作る方法である。その概念を Fig. 5 に示す。

シリコン結晶中のドーパント濃度と抵抗率は、ほぼ逆比例するので、シリコン結晶の抵抗率を測定することにより、結晶中に存在する極微量のドーパント濃度を測定することが出来る。この抵抗率の測定方法としては、4 探針法(Four-Point Method)と拡がり抵抗法(Spreading - Resistance Method)とがある。その測定概念を Fig. 6 に示す。また、この両測定法における測定例<sup>7)</sup>を Fig. 7 に示す。

この様に従来法にて作った FZ 結晶のドーパント濃度を 4 探針法にて抵抗率を測定すると、約 ± 10 % の濃度分布があり、これを拡がり抵抗法で微視的に濃度分布を調べると、± 30 ~ 40 % のドーパント濃度のバラツキが存在する。

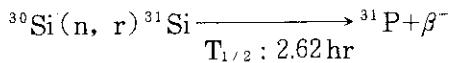
シリコン単結晶の電気的特性を決定するドーパント濃度は、結晶全体において均一であることが望ましいが、現在行っている FZ 法にて単結晶を製造する場合、ドーパントを均一に分布させることはむずかしい。それは、①溶融体-固体界面の熱的不均一性、②重力による溶融体の対流などがあり、これらを除くことは極めて困難である。この様な従来法の結晶で整流器、サイリスタ、ダイオード等を作った場合、抵抗率の低い部分からブレーキダウンが起り始める。従って、所定の耐圧を得るのには抵抗率のより高い結晶を使用するため、電流値の制限等が現われる。

NTD 結晶は、従来法に比べて抵抗率の均一性に優れているため、その電気的特性が良く、現在、広く利用されている大きな理由である。NTD 法と従来法とにて製造した結晶の抵抗率分布を Fig. 8 に示す。

### 3. NTDのドープ技術

### 3.1 原理

シリコン単結晶に中性子を照射するNTD法は、原子炉の熱中性子を照射し、ドナーであるリンを次の反応によりドープするものである。



このリンの製造される割合は次の計算式から求められる。

ここで

[P] : Si中にドープされる P の濃度 (atoms/cm<sup>3</sup>)

[ $^{30}\text{Si}$ ]： Si 中の  $^{30}\text{Si}$  の濃度 (atoms/cm $^3$ ) … 天然存在比 3.05 %

$\bar{\sigma}$  : 反応断面積 ( $\text{cm}^2$ )

$\phi_{th}$  : 热中性子束 ( $n/cm^2 \cdot sec$ )

$t$  : 照射時間(sec)

なお、半導体シリコンの抵抗率( $\rho$ )とドーパント濃度との間には、次の実験式が成り立つ。

ここで

$\rho$  : 電気抵抗率 ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )

[P]: リンの濃度(atoms/cm<sup>3</sup>)

[B]: ボロンの濃度(atoms/cm<sup>3</sup>)

これにより、照射前の抵抗率を  $\rho_0$ 、照射後の抵抗率を  $\rho$  照射前の濃度を  $[P_0]$ 、 $[B_0]$  照射による濃度を  $[P]$  とすれば、

## N型素材の場合

$$[\text{P}] = -\frac{5 \times 10^{15}}{\rho_0} + \frac{5 \times 10^{15}}{\rho} \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

P型素材の場合

以上より、仮りに  $\rho_0 \gg \rho$  とし  $\phi_{\text{th}}$  を  $1 \times 10^{13} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$  とすると、照射時間は次の様になる。

照射後抵抗 $\rho$ ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )	照射時間 $t$ (min)
200	245
150	326
100	490
50	980

この様にして、中性子照射により得たシリコン単結晶は、原子炉内の中性子や $\gamma$ 線により損傷を受けるので、そのままでは半導体素子として使用できない。そこで、この損傷である格子欠陥を回復させるため、熱処理(Annealing)を行う必要がある。

熱処理は、照射する原子炉によって格子欠陥の状態が変るので、それぞれ異った条件となる。一般には、軽水炉と重水炉とでは、重水炉の方が格子欠陥が少なく、低い温度でかつ短時間に回復するため良い特性が得られる。原子炉の違いにおける熱処理の比較<sup>2)</sup>をFig. 9に示す。

### 3.2 シリコンの放射能

NTD結晶を製造するには、原子炉内にて中性子を照射するため、照射後試料の放射能に対する取扱いや一般市場に出回る危険性などについて検討する必要があり、シリコン自身、シリコン中の不純物及びシリコン表面の汚染に基づく放射能、ならびに二次反応によって生成される<sup>32</sup>Pの問題などを検討した。ここで、シリコンは照射で生成する<sup>31</sup>Siの半減期が2.62時間と短かく、2～3日の冷却で十分取扱いが可能であるので、次の点について実験データをもとに検討した。

#### (1) シリコン中の不純物

半導体用シリコンは、その特性上非常に純粋な物質であるが、NTD結晶の製造実験を開始するに当って、シリコン中の不純物を調査した。シリコン結晶中の不純物は、これまで報告されているデータ<sup>8)</sup>を使用し計算した。この計算では一般にFZ結晶より純度が悪いと言われている。CZ結晶についての値を使用して行い、2～3日の冷却により、十分持出し可能であることが分った。結果をTable 1に示す。

#### (2) シリコン表面汚染

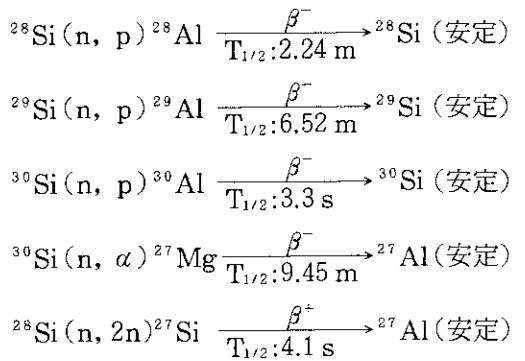
シリコンの表面汚染に基づく放射能を、 $\gamma$ 線スペクトル測定により検討した。 $\gamma$ 線はGe(Li)検出器と400 ch M.C.Aを接続し、エッチング前後における変化を測定した。これにより、エッチング前は1370 KeV(Na-24)にピークがあったが、エッチング後は無くなっている。これは、照射時におけるプール水や照射容器などによる汚れがシリコン結晶表面に付着していたものと思われる。このことは、シリコンの表面汚染はエッチング液(HF+HNO<sub>3</sub>の混酸)にてエッチングすることにより、十分除去することが可能であることを示している。なお、エッティング後の $\gamma$ 線スペクトルは、バックグラウンドのそれと同じであり、それをFig. 10に示す。

$\beta$ 線の測定は、GM計数装置を用いて行い、エッティング後はバックグラウンド相当であった。

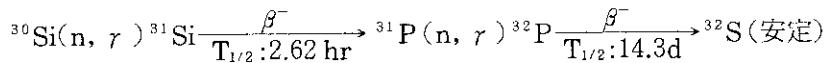
#### (3) <sup>32</sup>Pの生成

シリコン単結晶を原子炉内で照射する場合、原子炉内の各中性子エネルギーにより各種の核

反応<sup>9)</sup>が考えられる。それを次に示す。



これらの反応により生成される核種は、いずれも短寿命であり、数時間放置することにより残留放射能はなくなる。ここで考えられるのは、次の核反応による<sup>32</sup>Pの生成である。これについて、次の計算により算出<sup>10)</sup>した。



但し、 $t \gg 1/\lambda_1 \approx 4\text{ hr}$

ここで、

$N_0$ :	$^{30}\text{Si}$ の原子数	(atoms/g-Si)
$N_1$ :	$^{31}\text{Si}$ の原子数	(atoms/g-Si)
$N_2$ :	$^{31}\text{P}$ の原子数	(atoms/g-Si)
$N_3$ :	$^{32}\text{P}$ の原子数	(atoms/g-Si)
$\sigma_1$ :	$^{30}\text{Si}$ の反応断面積	$0.11 \times 10^{-24}$ (cm <sup>2</sup> )
$\sigma_2$ :	$^{31}\text{P}$ の反応断面積	$0.20 \times 10^{-24}$ (cm <sup>2</sup> )
$\lambda_1$ :	$^{31}\text{Si}$ の減衰係数	$7.35 \times 10^{-5}$ (sec <sup>-1</sup> )
$\lambda_2$ :	$^{32}\text{P}$ の減衰係数	$5.61 \times 10^{-7}$ (sec <sup>-1</sup> )
$\phi$ :	熱中性子束	(n/cm <sup>2</sup> · sec)
$t$ :	照射時間	(sec)

これにより求めた計算結果を Fig. 11 に示す。

これらの検討をふまえて、シリコン単結晶を原子炉内にて照射した。その結果、最大照射量の約 $1 \times 10^{18}$  nvt の場合でも照射後 2 ~ 3 日の冷却によってシリコン単結晶は、問題なく取扱えることを確認した。

## 4. 照射技術の開発

シリコン単結晶のNTDに関するシリコン業界の打診が、昭和50年当初原研にあり、当時、50～70 mm $\phi$ ×300 mm $l$  の大型試料を均一に、かつ精度良く照射した経験はなかった。また、照射後これらが製品として一般市場に出ることになるので、その安全性について種々検討した(3.2参照)。この検討結果を Table 2 に示す。これにより、比較的容易に実験が出来る JRR-4 を使用し各種の特性を調査した<sup>11,12)</sup>。

昭和50年12月より、(社)新金属協会と「中性子照射によるシリコン単結晶への<sup>31</sup>Pのドーピングに関する調査」について受託調査契約を結び業務を開始した。まず始めに大型試料照射用の照射筒(D照射筒)<sup>\*1</sup>の設計・製作を行い、昭和51年3月に設置した。その後、NTDに関する実験を行い、諸特性を調べ、十分実施可能であることを確認した。また、より大口径との要請によりL照射筒<sup>\*2</sup>を設置し要請に答えるとともに、JRR-2におけるNTDを実施すべく昭和54年より照射装置の開発を開始して各種の特性測定を実施し昭和58年より実用照射を開始した。これら一連の開発経過を Table 3 に示す。またこれらNTD結晶の製造に使用している原子炉の諸元を Table 4 に示す。

JRR-4において実施した特性調査を次に記す。

### 4.1 断面内の均一化

NTDシリコンの最大の特徴は、従来法と比較して断面内の抵抗率の均一性が格段に良いことである。これは、原理的に分る様にシリコンの同位体である<sup>30</sup>Siに中性子が均一に照射されれば、当然<sup>31</sup>Pが均一に分布することになるからである。しかし、原子炉内の中性子束は幾何学的分布を持っているので、これに対してシリコン単結晶に均一に照射する必要があり、ここでは断面内の均一化を回転照射にて行った。これは、シリコンインゴットをアルミニウム製ホルダに装填し、これを鎖で回転照射装置に連結し実施した。この時の回転数は2.5 RPMである。この結果、シリコン結晶の断面内の抵抗率分布の変動 $\Delta\rho$ <sup>\*3</sup>は約4%(65 mm $\phi$ )となり、これは回転しない状態で照射した、断面内の $\Delta\rho$ 約20%(50 mm $\phi$ )より大巾に向上していることが認められた。それらの比較を Fig. 12 に示す。なお回転数の変化による差は認められなかった。

### 4.2 軸方向の抵抗率分布

原子炉内の中性子束分布の勾配により軸方向の抵抗率分布は不均一になる。これらの分布を均一化する方法としては、次の方法が考えられる。

\*1 D照射筒 内径74 mm $\phi$ ×全長6 mのアルミニウム製パイプ (Fig. 16 参照)

\*2 L照射筒 内径118 mm $\phi$ ×全長6 mのアルミニウム製パイプ (一部黒鉛装填, Fig. 17 参照)

\*3  $\Delta\rho = \frac{\rho_{\max} - \rho_{\min}}{\rho_{\min}} \times 100 (\%)$

- (1) フィルタを入れ平坦化する方法
- (2) 勾配が逆の位置にて照射する方法
- (3) 一定速度で移動させる方法

(1)のフィルタ法は、中性子束の高い所を抑えるため、中性子損失が大きく、また炉の運転状態によっても変化するので、フィルタの形状、寸法等の最適化をはかる必要がある。JRR-4で実験的に行った結果では、L照射筒で0.8mm $\phi$ のチタンを使用し、79 mm $\phi$ ×294 mm $l$ のインゴットで、軸方向の中性子束分布の変動 $\Delta\rho$ は約4.2%であった。またD照射筒では0.4mm $\phi$ のチタンを使用し、63 mm $\phi$ ×300 mm $l$ のインゴットで、 $\Delta\rho$ は約4.5%を得ている。但し、炉の運転状態などにても変動するので詳細には、今後検討する必要がある。また、(2)の位置交換方法は、シリコン結晶の長さを200 mmの場合について実験を行い、JRR-4 D照射筒で $\Delta\rho$ 約5%を得ているが、長さを300 mmにした場合、照射筒の寸法との関係で位置を変える効果が無く、現在は固定照射で行っている。その $\Delta\rho$ は10~14%である。(3)の定速移動方法は、一定速度で照射孔を通過させる方法で原理的には中性子束の変動がなければ、完全な均一化が得られる。スエーデンの Studsvik 研、R-2炉の水平孔で実施している。

どの方法についても一長一短はあるが、 $\Delta\rho$ :5%を目標に今後抵抗率の均一化の向上を進める必要がある。

#### 4.3 照射量制御

照射量の制御については、当初、照射時間により制御していたが、原子炉内の中性子束変動や照射試料の寸法による違いによって精度良く制御することがむずかしい。そこで照射孔近くに、RhエミッターのSPND (Self Powered Neutron Detector)を配置し、その出力信号とシリコンの中性子束とを校正した後、その出力信号を積算しながら照射を行い、精度良い照射が可能となった。そのブロックダイヤグラムをFig. 13に示す。

また、シリコンの直徑の変化によって中性子束に変化が生じるので、これらの測定を行い、その補正係数を求めた。JRR-4 D照射筒におけるこれらの測定結果をFig. 14に示す。

#### 4.4 照射後の放射能

照射後シリコンインゴットの放射能は、予備実験(3.2参照)により問題ないことを確認しているが、実際のインゴットを取りその測定を行った。これは、照射後インゴット表面をエッチング液(HF+HNO<sub>3</sub>の混酸)にてエッチングし、G·M計数装置及び $\gamma$ 線スペクトル装置にて測定を行い、B·G相当であることを確認した。但し、長時間照射(目安として50 Ω·cm以下)を行う場合3.2で検討したように<sup>32</sup>Pが生成されるので、その放射能の取り扱いについて考慮する必要がある。

#### 4.5 照射前抵抗による影響

中性子照射用シリコン単結晶は、照射前の抵抗率が低いと、その抵抗率分布が照射後の抵抗率分布に影響し、不均一になるので照射前抵抗率は高いことが望ましい。しかしこうして生産規模で定常的に一定の高抵抗の結晶を作ることは難しいと言われているので、これら照射前抵抗の違いの影響を調査した。これは異った照射前抵抗の結晶を目標抵抗  $200, 100, 50 \Omega \cdot \text{cm}$  の 3 つのグループに分けて照射し、照射後抵抗を測定した。その結果 3.1 の抵抗率を表す諸式において  $\rho_0 \gg \rho$  とせず、(4), (5) 式をそのまま用いることにより問題ないことを確認した。

### 5. JRR-4におけるNTD結晶の製造

JRR-4 は、遮蔽研究用炉として設置されたスイミングプール型の軽水減速、軽水冷却炉であり、炉出力は最大 3.5 MW である。燃料は 93% 濃縮の MTR 型が 20 体装荷されている。制御板はカドミウム製の粗調整用が 4 枚と微調整用が 1 枚使用されており、その周囲をグラファイト反射体が挿入され、そこに各種の照射筒が設置されている。この炉心配置図を Fig. 15 に示す。この内の D 及び L 照射筒において NTD を実施している。この各照射筒の寸法、照射方式を Fig. 16, 17 に示す。これらの照射方式を用いて、昭和 51 年 3 月より 4 項における諸特性を測定し、次の結果を得た。

- (1) 断面内の抵抗率分布は、回転照射を行うことにより  $4\rho$  2~4 % である。
- (2) 軸方向分布は、固定照射にて  $300 \text{ mm}l$  で  $4\rho$  10~14 % である。
- (3) 時間で照射量を制御する場合、制御板パターンにより補正する必要がある。その後 SPND 制御を行うことにより精度良い制御が可能となった。
- (4) 照射後の放射能は、表面汚染が主であり、表面をエッチング等により除去することにより問題ない。
- (5) 照射前抵抗の違いによる影響は、照射量を求めるさいに初期抵抗率を考慮した式を用いることにより問題なかった。

これらの試験結果を踏まえて、昭和 52 年 7 月より D 照射筒における NTD 結晶の製造を開始した。その後、より大口径との要請を受けて L 照射筒の設計、製作、設置を行い、昭和 52 年 11 月より大口径（約  $100 \text{ mm}\phi$ ）の NTD 結晶の製造を開始した。

### 6. JRR-2におけるNTD結晶の製造

JRR-4 での NTD 実用化をふまえて、JRR-2 においても照射を開始した。

JRR-2 は、重水減速・重水冷却の CP-5 型の原子炉であり、炉出力は最大 10 MW である。燃料は MTR 型の 93% 濃縮 U-Al 合金で 24 体より成っている。制御棒は 6 本より構成されその周囲に照射孔が配置されている。その炉心配置図を Fig. 18 に示す。

#### 4.5 照射前抵抗による影響

中性子照射用シリコン単結晶は、照射前の抵抗率が低いと、その抵抗率分布が照射後の抵抗率分布に影響し、不均一になるので照射前抵抗率は高いことが望ましい。しかし工場生産規模で定常に一定の高低抗の結晶を作ることは難しいと言われているので、これら照射前抵抗の違いの影響を調査した。これは異った照射前抵抗の結晶を目標抵抗 200, 100, 50 Ω·cm の 3 つのグループに分けて照射し、照射後抵抗を測定した。その結果 3.1 の抵抗率を表す諸式において  $\rho_0 \gg \rho$  とせず、(4), (5) 式をそのまま用いることにより問題ないことを確認した。

### 5. JRR-4におけるNTD結晶の製造

JRR-4 は、遮蔽研究用炉として設置されたスイミングプール型の軽水減速、軽水冷却炉であり、炉出力は最大 3.5 MW である。燃料は 93 % 濃縮の MTR 型が 20 体装荷されている。制御板はカドミウム製の粗調整用が 4 枚と微調整用が 1 枚使用されており、その周囲をグラファイト反射体が挿入され、そこに各種の照射筒が設置されている。この炉心配置図を Fig. 15 に示す。この内の D 及び L 照射筒において NTD を実施している。この各照射筒の寸法、照射方式を Fig. 16, 17 に示す。これらの照射方式を用いて、昭和 51 年 3 月より 4 項における諸特性を測定し、次の結果を得た。

- (1) 断面内の抵抗率分布は、回転照射を行うことにより  $\Delta\rho / \rho$  2~4 % である。
- (2) 軸方向分布は、固定照射にて 300 mm $\ell$  で  $\Delta\rho / \rho$  10~14 % である。
- (3) 時間で照射量を制御する場合、制御板パターンにより補正する必要がある。その後 SPND 制御を行うことにより精度良い制御が可能となった。
- (4) 照射後の放射能は、表面汚染が主であり、表面をエッチング等により除去することにより問題ない。
- (5) 照射前抵抗の違いによる影響は、照射量を求めるさいに初期抵抗率を考慮した式を用いることにより問題なかった。

これらの試験結果を踏まえて、昭和 52 年 7 月より D 照射筒における NTD 結晶の製造を開始した。その後、より大口径との要請を受けて L 照射筒の設計、製作、設置を行い、昭和 52 年 11 月より大口径（約 100 mm $\phi$ ）の NTD 結晶の製造を開始した。

### 6. JRR-2におけるNTD結晶の製造

JRR-4 での NTD 実用化をふまえて、JRR-2 においても照射を開始した。

JRR-2 は、重水減速・重水冷却の CP-5 型の原子炉であり、炉出力は最大 10 MW である。燃料は MTR 型の 93 % 濃縮 U-Al 合金で 24 体より成っている。制御棒は 6 本より構成されその周囲に照射孔が配置されている。その炉心配置図を Fig. 18 に示す。

#### 4.5 照射前抵抗による影響

中性子照射用シリコン単結晶は、照射前の抵抗率が低いと、その抵抗率分布が照射後の抵抗率分布に影響し、不均一になるので照射前抵抗率は高いことが望ましい。しかし工場生産規模で定常に一定の高低抗の結晶を作ることは難しいと言われているので、これら照射前抵抗の違いの影響を調査した。これは異った照射前抵抗の結晶を目標抵抗 200, 100, 50 Ω·cm の 3 つのグループに分けて照射し、照射後抵抗を測定した。その結果 3.1 の抵抗率を表す諸式において  $\rho_0 \gg \rho$  とせず、(4), (5) 式をそのまま用いることにより問題ないことを確認した。

### 5. JRR-4におけるNTD結晶の製造

JRR-4 は、遮蔽研究用炉として設置されたスイミングプール型の軽水減速、軽水冷却炉であり、炉出力は最大 3.5 MW である。燃料は 93 % 濃縮の MTR 型が 20 体装荷されている。制御板はカドミウム製の粗調整用が 4 枚と微調整用が 1 枚使用されており、その周囲をグラファイト反射体が挿入され、そこに各種の照射筒が設置されている。この炉心配置図を Fig. 15 に示す。この内の D 及び L 照射筒において NTD を実施している。この各照射筒の寸法、照射方式を Fig. 16, 17 に示す。これらの照射方式を用いて、昭和 51 年 3 月より 4 項における諸特性を測定し、次の結果を得た。

- (1) 断面内の抵抗率分布は、回転照射を行うことにより  $\Delta\rho / \rho$  2~4 % である。
- (2) 軸方向分布は、固定照射にて 300 mm $\ell$  で  $\Delta\rho / \rho$  10~14 % である。
- (3) 時間で照射量を制御する場合、制御板パターンにより補正する必要がある。その後 SPND 制御を行うことにより精度良い制御が可能となった。
- (4) 照射後の放射能は、表面汚染が主であり、表面をエッチング等により除去することにより問題ない。
- (5) 照射前抵抗の違いによる影響は、照射量を求めるさいに初期抵抗率を考慮した式を用いることにより問題なかった。

これらの試験結果を踏まえて、昭和 52 年 7 月より D 照射筒における NTD 結晶の製造を開始した。その後、より大口径との要請を受けて L 照射筒の設計、製作、設置を行い、昭和 52 年 11 月より大口径（約 100 mm $\phi$ ）の NTD 結晶の製造を開始した。

### 6. JRR-2におけるNTD結晶の製造

JRR-4 での NTD 実用化をふまえて、JRR-2 においても照射を開始した。

JRR-2 は、重水減速・重水冷却の CP-5 型の原子炉であり、炉出力は最大 10 MW である。燃料は MTR 型の 93 % 濃縮 U-Al 合金で 24 体より成っている。制御棒は 6 本より構成されその周囲に照射孔が配置されている。その炉心配置図を Fig. 18 に示す。

NTD にはこれらの照射孔の内 VT-9 を使用し、この照射孔には中性子と  $\gamma$  線を低減することと、シリコンの冷却を考慮し、軽水を注入した。

照射装置は、昭和 54 年より均一照射装置のモックアップ実験を開始して昭和 56 年に設置した。その後、各種の特性測定を行って昭和 58 年より NTD の生産を開始した。この均一照射装置の特徴は、①運転中にシリコン結晶の交換が可能であること、②断面内均一化のため回転照射が出来ること、③照射量は、照射筒に設置した SPND を使用し制御出来ることで、これら一連の操作とデータの記録等はマイクロコンピュータにて処理出来る様になっている。また、照射用のインゴットはキャスク内に 15 本収容可能であり、キャスクよりの取出しはシリコンの放射能を減衰した約 2 日後に、インゴットのみを取り出せる構造になっている。これらの装置概略図を Fig. 19 に示す。これらの装置を用いて、JRR-4 で実施したシリコン単結晶への  $^{31}\text{P}$  のドープ技術の経験を基にして各種の特性を調査した。その実験日程を Table 5 に示す。これにより以下の結果が得られた。

- (1) 軸方向の分布は、固定照射の場合、シリコンロッド 300 mm<sup>l</sup> に対して、 $\Delta\rho$  は、10~12% であった。また、径方向分布は回転照射を行うことにより、 $\Delta\rho$  2~4 %である。
- (2) 固定照射で軸方向分布の最適位置は、照射孔底より 250 mm の位置である。
- (3) シリコンインゴットの径による中性子束の変化を見るため、長さ 50 mm のシリコン結晶を重ね、その間に Al-Co ワイヤを入れて測定した結果 79 mm $\phi$  を 1.0 とすると、65 mm $\phi$  で 0.93、50 mm $\phi$  で 0.86 であった。結果を Fig. 20 に示す。

これら一連の特性データをマイクロコンピュータに入力し、制御させることにより抵抗値は、目標とする値に対して良く一致していることを確認した。これらを基に、昭和 57 年度より試験的に NTD を開始し、昭和 58 年度より実用照射を行っている。

## 7. おわりに

シリコン単結晶に中性子を照射しリンをドープする NTD は、シリコン半導体製造分野の一部として定着し、今、世界ではヨーロッパを中心として多くの原子炉<sup>13,14,15,16)</sup>で実施している。それを Table 6 に示す。

原研、研究炉においては 1975 年開発を始めて、1977 年に NTD の実用照射を開始して以来、Fig. 21 に示す様な生産状況である。なお、現在 NTD を実施している照射孔の寸法、熱中性子束、カドミウム比とそこにおける NTD 結晶の照射特性については次に示す。

特性	照射孔 VT-9 照射孔	JRR-4	
		D 照射孔	L 照射孔
照射孔の内径 (mm)	88 $\phi$	74 $\phi$	118 $\phi$
熱中性子束 (n/cm <sup>2</sup> · sec)	$2.5 \times 10^{13}$	$6 \times 10^{13}$	$2 \times 10^{13}$
カドミウム比	200~250	7~10	7~10

特性	照射孔 JRR-2 VT-9 照射孔	JRR-4	
		D 照射孔	L 照射孔
最大試料寸法(mm)	79φ×310ℓ	65φ×300ℓ	100φ×300ℓ
断面内分布(%)	Δρ : 2~4	Δρ : 2~4	Δρ : 2~4
軸方向分布(%)	Δρ : 10~12	Δρ : 10~14	Δρ : 10~14
ねらい抵抗に対する誤差(%)	± 2~3	± 3.5	± 3.5

$$\Delta \rho = \left( \frac{\rho_{\max} - \rho_{\min}}{\rho_{\min}} \right) \times 100 (\%)$$

これにより、ロッド断面内の抵抗率の均一性については良いと考えられるが、今後は目標抵抗値に対する適中率および軸方向の均一化の向上、ならびに照射損傷の少ない照射場での照射などより良い精度の照射が求められよう。コストの低減化も重要な課題である。また結晶のより大口径化の方向やCZ結晶、MCZ結晶<sup>\*</sup>への応用を考慮する必要があり、さらにシリコン以外の半導体材料であるGaAs<sup>17)</sup>に関するNTD化の開発の動向を把握することも肝要と思われる。

この様に、NTD法は工業界と原子力とを結びつけたユニークな原子炉の利用分野であり、今後ともその発展が期待されている。

### 謝 辞

本報告は、NTD法によるシリコン照射を始めてから10年になるのを機会にその経緯とドープ技術についてまとめたものである。その間、JRR-2管理課、JRR-4管理課、放射線管理第2課、(財)放射線照射振興協会および研究炉利用課の諸氏には、終始御協力を得ました。また本報告をまとめるにあたっては、宮坂靖彦研究炉技術課長、島敬二郎課長代理(研究炉管理部)、伊勢武治主任研究員(原子炉工学部)、佐藤久男技術課長代理((財)放射線照射振興協会)に御協力頂いた。特に(財)放射線照射振興協会、辻村重男専務理事には内容について貴重なご意見を頂いた。

以上の諸氏に対して深く感謝の意を表します。

\* 磁場の存在下で引上げてつくる結晶。通常のCZ結晶より抵抗の均一性がよい。

## 参考文献

- 1) M. Tanenbaum and A.D. Mills, J. Electrochem. Soc., Vol.108 p.171 (1961)
- 2) 滝口蓮一, 研究用原子炉による半導体の研究 KURR-TR-263 p.27 (1985)
- 3) 森 栄幸, Isotope-news, (3), 10 (1976)
- 4) 山本 章, Radioisotope, 26, 1772 (1977)
- 5) 梅井 弘, 炉中性子研究の現状と今後の課題(原子力学会専門委編), 59, (1967)
- 6) 深町考三, 滝口蓮一, 材料科学(中華民国) Vol 6, No.3 (1975)
- 7) 阿部考夫, 電子通信学会 Vol 58, No.1 (1974)
- 8) 本島健次, 返東昭次, 中山了司, 分析機器 Vol 6, p.567 (1968)
- 9) 遊佐 厚, 八鉢吉文, 長谷部和博, 樋口英雄, Radioisotope Vol 27. No.4, p.173 (1977)
- 10) A. Kant, T.P. Cali and H.D. Thompson : Anal. Chem. 28, 1867 (1956)
- 11) 梅井 弘, 研究用原子炉による半導体の研究, KURR-TR-263 p.31 (1985)
- 12) 山本章他, 私信 (1976, 1977)
- 13) J.M. Meese, Neutron Transmutation Doping in Semiconductors, Plenum Press (1979)
- 14) J. Guldberg, Neutron-Transmutation-Doped Silicon, Plenum Press (1981)
- 15) R. Larrabee, Neutron Transmutation Doping of Semiconductor Materials, Plenum Press (1984)
- 16) D.C. Gupta, Semiconductor Processing, ASTM Special Technical Publication 850 (1984)
- 17) 矢萩正人他, 研究用原子炉による半導体の研究, KURR-TR-263 p.44 (1985)

Table 1 Specific Activity of Impurities in Silicon  
(Calculation Value)

天然核種	存在比 (%)	不純物等 (ppm)	反応断面積 (barn)	生成核種	半減期	主な放出エネルギー(MeV)		比放射能 ( $\mu$ Gi/g)
						$\beta$	$\tau$	
<sup>55</sup> Mn	100	0.025	13.4	<sup>56</sup> Mn	2.58h	2.81	0.85	$1.8 \times 10^{-3}$ $1.8 \times 10^{-17}$ $1.7 \times 10^{-31}$ $1.6 \times 10^{-45}$
<sup>63</sup> Cu	69.1	0.54	3.7	<sup>64</sup> Cu	12.8h	0.57	0.51	$3.1 \times 10^{-3}$ $4.8 \times 10^{-6}$ $7.2 \times 10^{-9}$ $1.1 \times 10^{-11}$
<sup>121</sup> Sb	57.25	0.075	6.8	<sup>122</sup> Sb	2.75d	1.41	0.57	$7.8 \times 10^{-6}$ $2.2 \times 10^{-5}$ $6.3 \times 10^{-6}$ $1.8 \times 10^{-6}$
<sup>123</sup> Sb	42.75	"	2.5	<sup>124</sup> Sb	60 d	0.63	0.61	$1.0 \times 10^{-6}$ $9.8 \times 10^{-7}$ $9.2 \times 10^{-7}$ $8.7 \times 10^{-7}$
<sup>197</sup> Au	100	0.049	96	<sup>198</sup> Au	2.67d	0.96	0.411	$7.9 \times 10^{-4}$ $2.2 \times 10^{-4}$ $6.0 \times 10^{-6}$ $1.7 \times 10^{-6}$

計算条件：熱中性子束： $2 \times 10^{13} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$

照射時間：10 hr

Table 2 Results of Investigation for Nuclear  
Reactor Irradiation of Silicon.

項目	要望	検討結果										
1. 不純物による誘導放射能	持出し可能なこと。	<p>*不純物確認のため放射化分析により調査を行い。十分持出し可能であることを確認した。</p> <p>原研での持出し基準</p> <table border="1"> <tr> <td>スミヤ</td><td>200dpm/100cm<sup>2</sup></td></tr> <tr> <td>サーベイ</td><td>2000 cpm 以下</td></tr> </table>	スミヤ	200dpm/100cm <sup>2</sup>	サーベイ	2000 cpm 以下						
スミヤ	200dpm/100cm <sup>2</sup>											
サーベイ	2000 cpm 以下											
2. 大形試料	直径 50φ ~ 100φ 長さ 約300 単位: mm	<p>*一般の共同利用で実施している試料と比較して、はるかに大形試料となる。</p> <p>照射孔、照射方式について検討した。</p> <table border="1"> <tr> <td>炉</td><td>照 射 孔</td></tr> <tr> <td>JRR-2</td><td>VT-1~12</td></tr> <tr> <td>JRR-3</td><td>VC-1~4</td></tr> <tr> <td>JRR-4</td><td>Tor S pipe</td></tr> <tr> <td>JMTR</td><td>A1照射孔</td></tr> </table>	炉	照 射 孔	JRR-2	VT-1~12	JRR-3	VC-1~4	JRR-4	Tor S pipe	JMTR	A1照射孔
炉	照 射 孔											
JRR-2	VT-1~12											
JRR-3	VC-1~4											
JRR-4	Tor S pipe											
JMTR	A1照射孔											
3. 照射時間	$\phi_{th}$ : $1 \times 10^{13}$ で 6~7 hr nvt で $3 \times 10^{17}$ 前後 ( $\rho$ で 100 Ω·cm 前後)	* JRR-4 は途中取り出し可能、他は専用の装置が必要となる。										
4. nvt の均一化	1. 照射量を数%の誤差で制御する。 (SPNDによる照射量のコントロール) 2. 断面内の均一化 3. 軸方向の均一化	* 均一装置の設置が必要										
5. 営利照射	照射した試料は製品として販売する。	<p>* 研究炉においては、研究・開発のみであるので認可が必要</p> <p>* JMTR では可能</p>										

Table 3 Schedule for Development of Silicon Doping in JAERI

年 度 項 目 \	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60
I R R - 4											
D 照射筒の製作	12月 計画実験	3月 設計・製作・設置									
NTD 特性実験		■									
NTD 結晶製造開始			■	■	■	■	■	■	■	■	→
L 照射筒の製作			5月 11月 計画実験	■	■						
特性測定				■							
NTD 結晶製造開始			■	■	■	■	■	■	■	■	→
I R R - 2											
均一装置製作					■	■	■	■			
NTD 特性実験							■	■			
NTD 結晶製造開始								■	■	■	→
					モックアップ 設計・製作・設置						
									R2 停止		

Table 4 Characteristics of JRR-2 and JRR-4

項目 炉	JRR-2	JRR-4
目的	<ul style="list-style-type: none"> <li>・基礎研究(ビーム・ループ実験)</li> <li>・燃料・材料の照射</li> <li>・RI生産</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・遮蔽に関する基礎的工学的研究</li> <li>・各種試料の照射</li> <li>・教育訓練</li> </ul>
型式	濃縮ウラン 重水減速冷却(CP-5型)	濃縮ウラン 軽水減速冷却 (スイミングプール型)
最大熱出力	10 MW	3.5 MW
着工年月	昭和32.7	昭和37.1
臨界年月	昭和35.10	昭和40.1
最大熱中性子束	$1.8 \times 10^{14} \text{ n/cm}^2 \cdot \text{sec}$	$8 \times 10^{13} \text{ n/cm}^2 \cdot \text{sec}$
燃料	93%濃縮 U-Al合金 MTR型 円筒型	93%濃縮 U-Al合金 MTR型
冷却材 減速材	重水 重水	軽水 軽水
実験設備	水平実験孔 ..... 13 垂直実験孔 ..... 10 熱中性子柱 ..... 1 気送管 ..... 1	プール ..... 2 リドタンク ..... 1 散乱実験孔 ..... 1 気送管 ..... 1

Table 5 Silicon Experiment Schedule in JRR-2

項目	期間	56年 1月	2月	3月	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	4月	5月	備考
JRR-2 運転パターント (数字はサイクル番号)		*				*	中止	**											
☆シリコン特性実験 反応度、キャスク遮蔽、シリコン 照射後取扱い等 SPND特性、軸方向分布径による 中性子の歪、照射量制御。		6/21	7/8	9/1	1/2	3/4	5/				6/	7/8	9/	10/11	12/13	1/1	2/		
☆シリコン特性実験 長さをえた場合の軸方向分布 径による中性子の歪、照射量の 制御。		1/26,27																	
☆シリコン特性実験 軸方向分布、照射量制御、照射 位置変動。		2/12, 16,19																	
☆シリコン特性実験 その3に同じ (No.2 SPND) その3とシリコンウェハーによ る抵抗測定		3/4,5																	
☆シリコン特性実験 (No.2 SPND) その5に同じ その5,-		4/20,21,22,23,24																	
☆シリコン特性試験 軸方向分布、水中での Flux測定、サイクル間 Flux変動、円筒、角型燃 料との違い。		6/30,7/1,2,3,6,7,8,9,10																	
☆シリコン特性実験 軸方向分布、照射量制 御サイクル間 Flux変動 7/21,23,24																			
☆シリコン特性実験 軸方向分布、照射量制御 7/21,23,24																			
* R-2-57-01 cycle より試験的シリコン 単結晶の照射を 開始する。																			
* 9.2サイクル円筒燃料棒被損 ** 4サイクルより全数角型燃料																			
* R-2-57-01 cycle より試験的シリコン 単結晶の照射を 開始する。																			

Table 6 Reactors in the World for Silicon Irradiation

研 究 所 (国名)	原 子 炉	炉 出 力 (MW)	減 速 材	処 理 量 (ton/年)
Harwell (England)	DIDO	26	D <sub>2</sub> O	35
	PLUTO	26	D <sub>2</sub> O	
Saclay (France)	OSIRIS	70	H <sub>2</sub> O	30
	ORPHEE	14	D <sub>2</sub> O	
Grenoble (France)	MELUSINE	8	H <sub>2</sub> O	30
	SILOE	30	(D <sub>2</sub> O Tank) H <sub>2</sub> O	
Fontenay-Aux Roses (France)	TRITON	6.5	H <sub>2</sub> O	
Studsvik (Sweden)	R-2	50	H <sub>2</sub> O	15
RISÖ (Denmark)	DR-3	10	D <sub>2</sub> O	10
Missouri Univ (U. S. A)	MURR	10	H <sub>2</sub> O	10
JAERI (Japan)	JRR-4	3.5	H <sub>2</sub> O	2
	JRR-2	10	D <sub>2</sub> O	

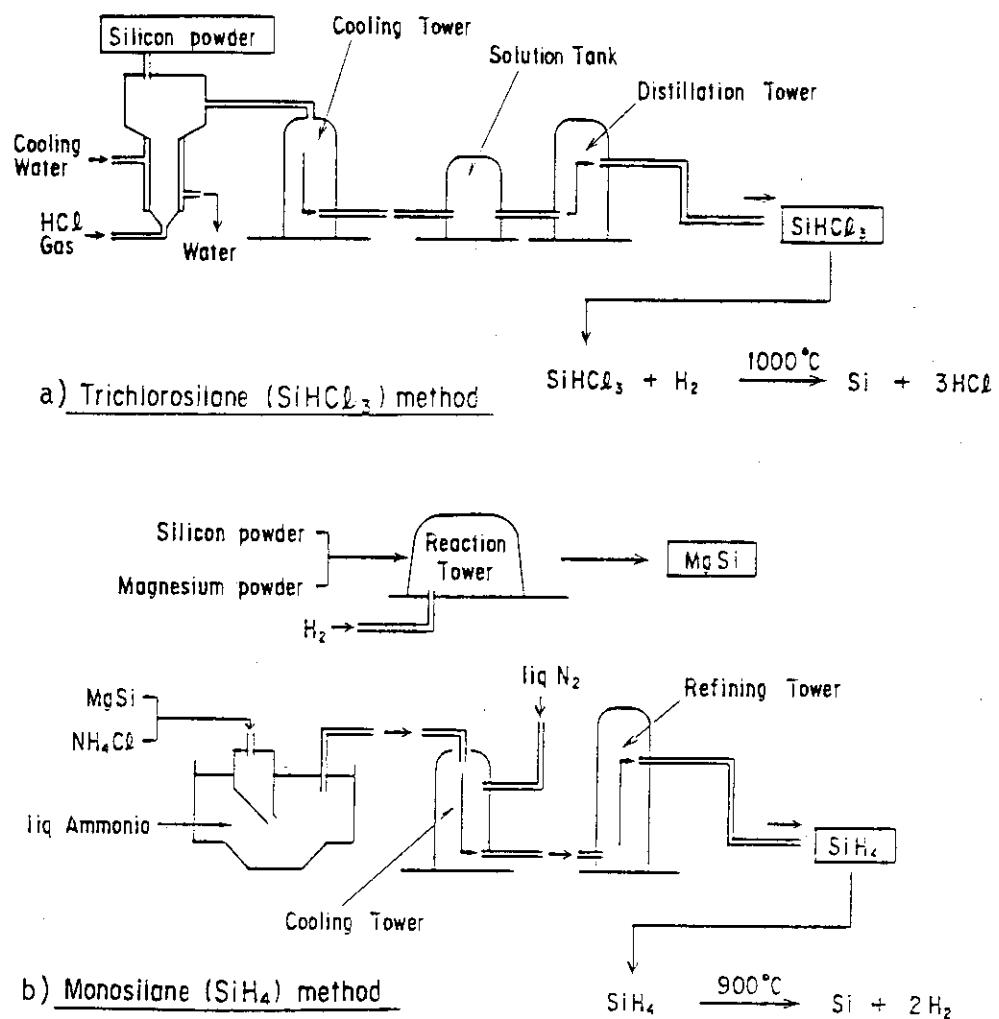


Fig. 1 Production Method of Silicon

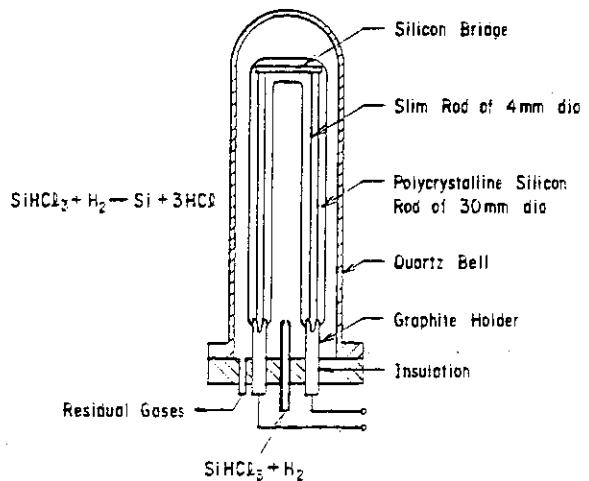


Fig. 2 Production Method of Polycrystalline Silicon

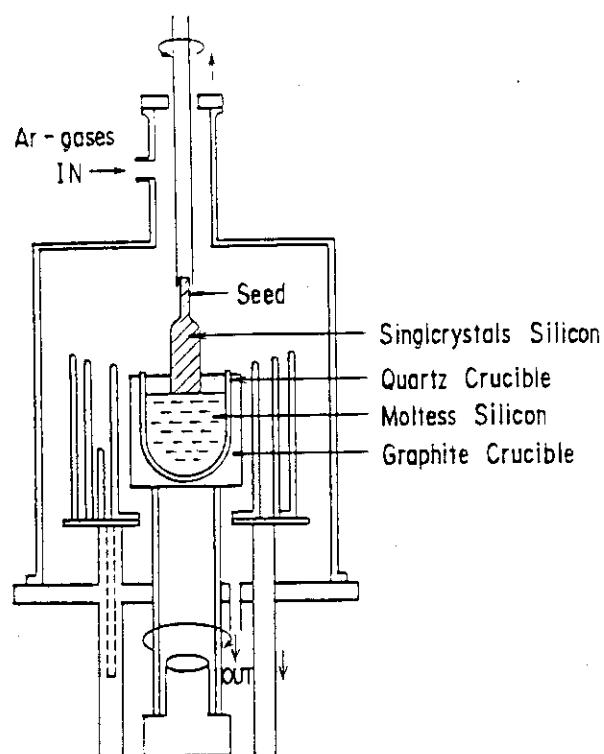


Fig. 3 Production of Single Crystal by Czochralski Method

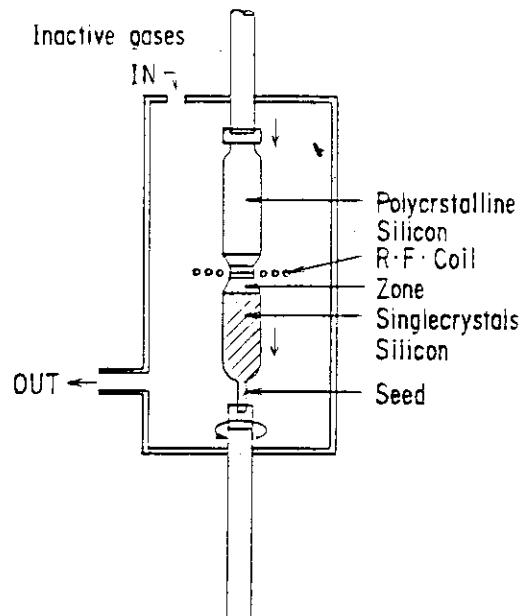


Fig. 4 Production of Single Crystal by Floatzone Method

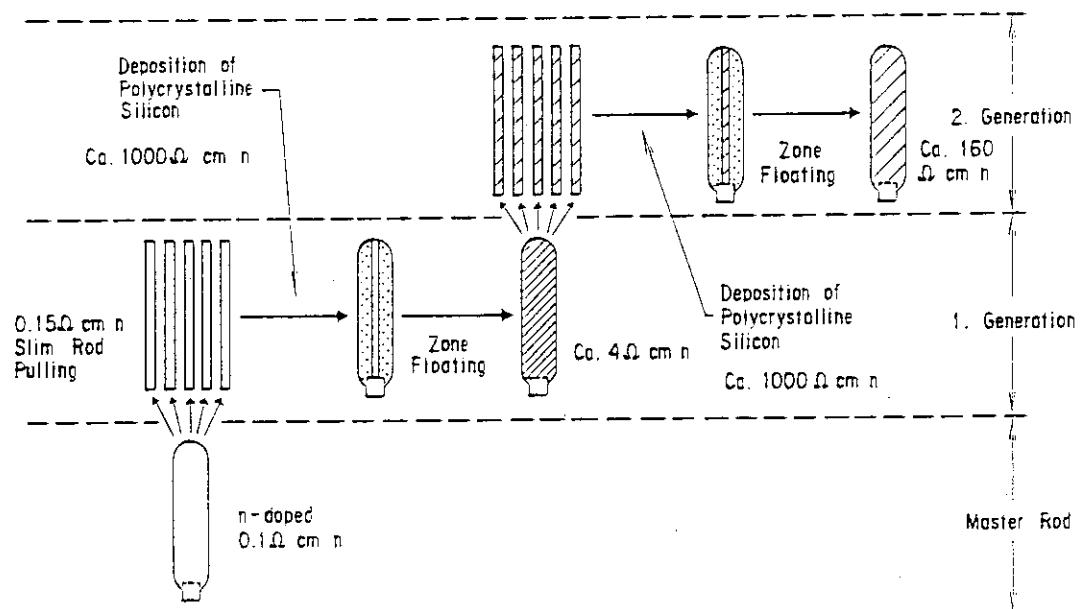


Fig. 5 Generation Method for Doping

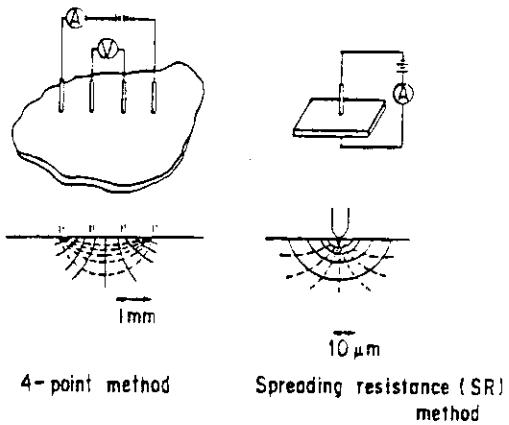


Fig. 6 Measurment of Resistivity  
by Four-point Method and  
Spreading-Resistance Method

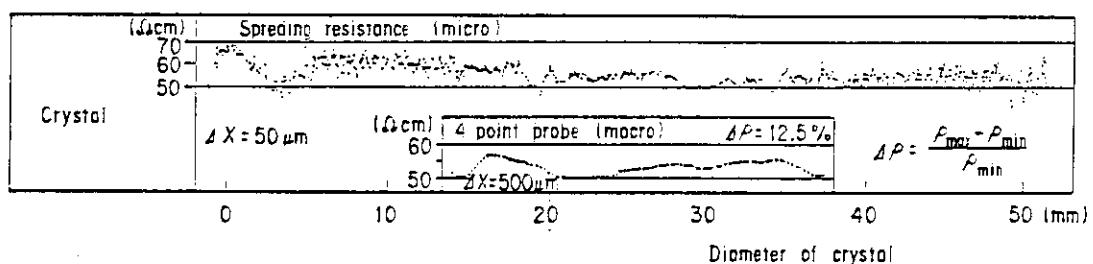


Fig. 7 Results of Measurment by Spreading-Resistance  
Method and Four-point Method

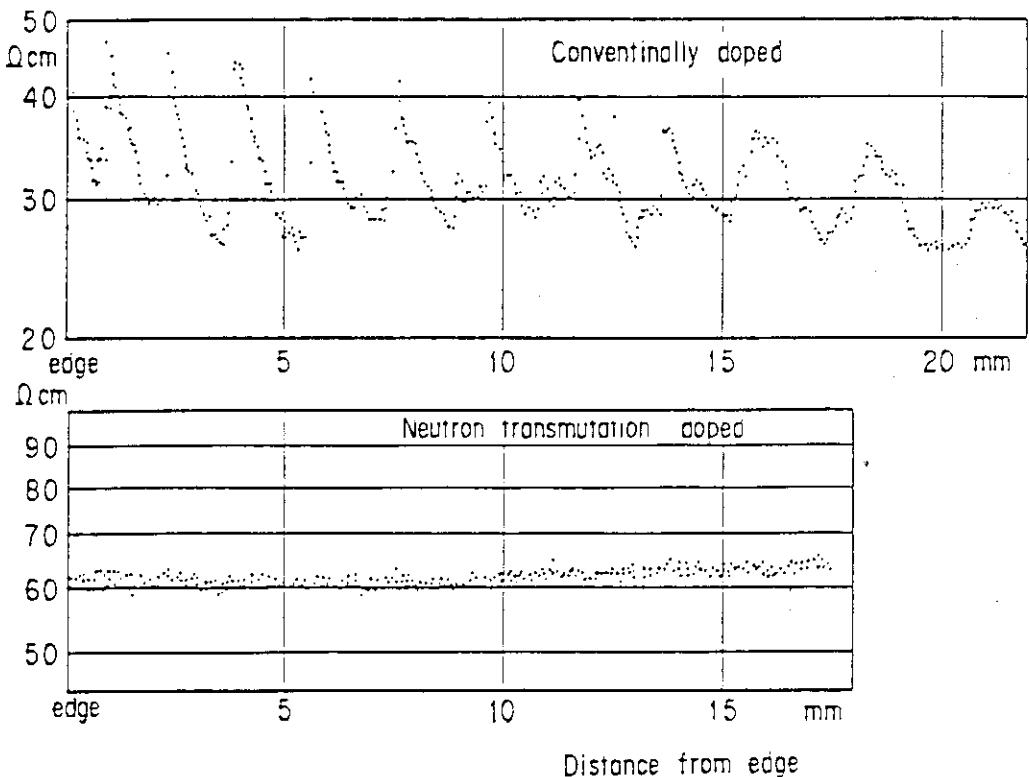


Fig. 8 Radial Resistivity Variation of Silicon Rod Conventinally Doped and Neutron Transmutation Doped

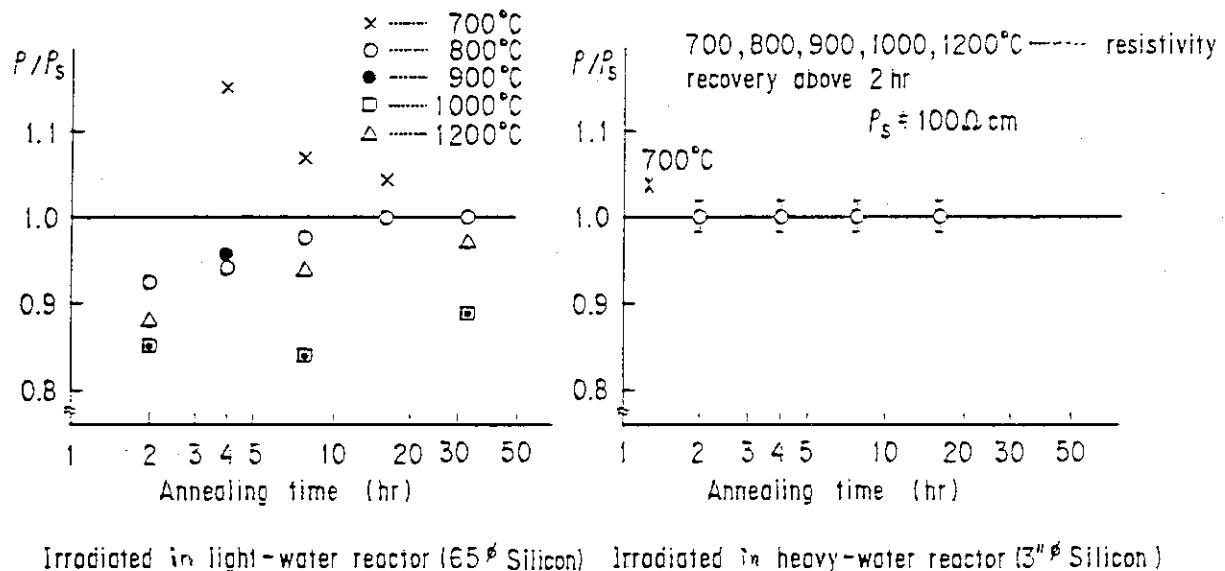


Fig. 9 Annealing of Silicon Irradiated in Light-water Reactor and Heavy-water Reactor

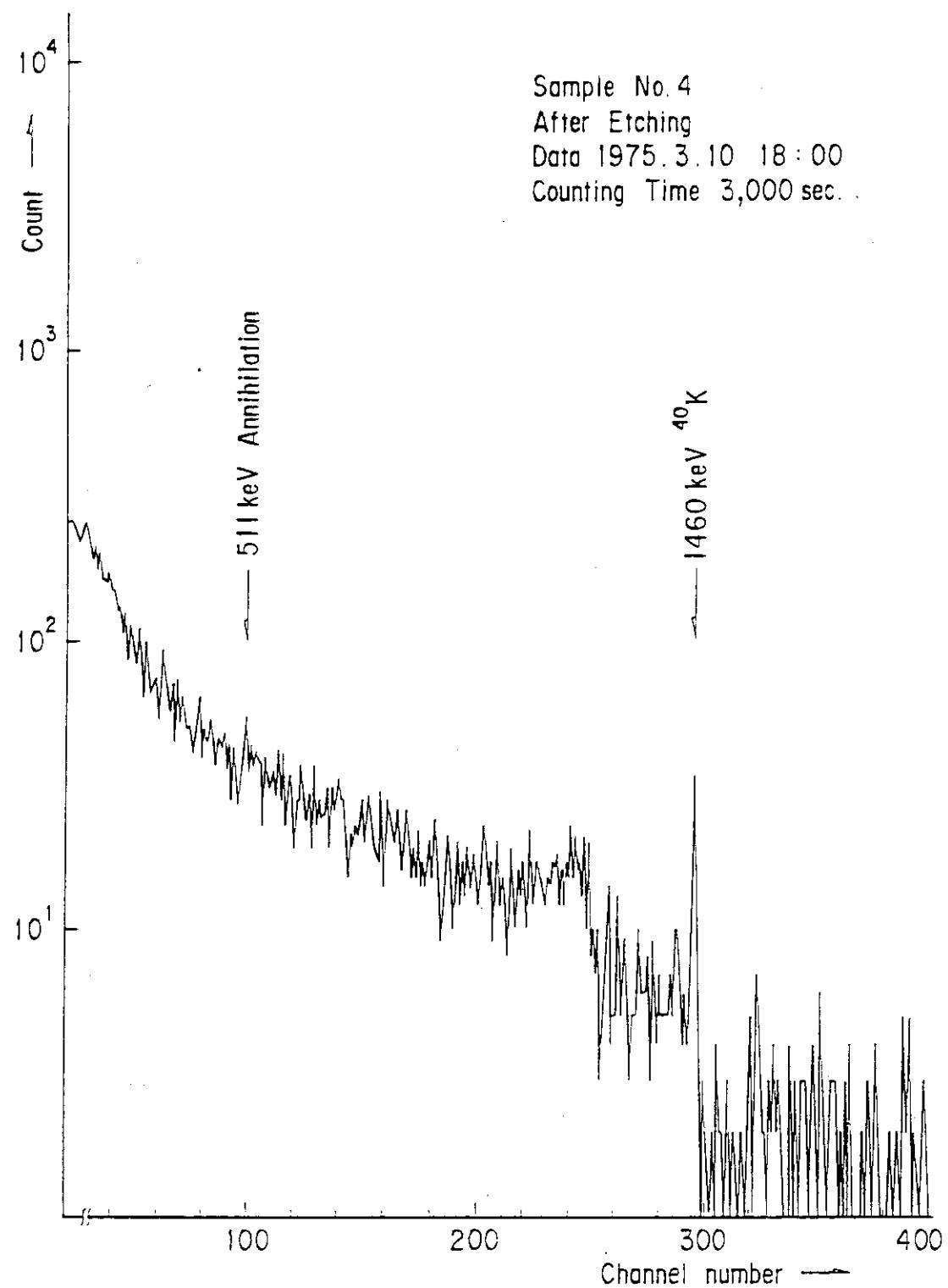
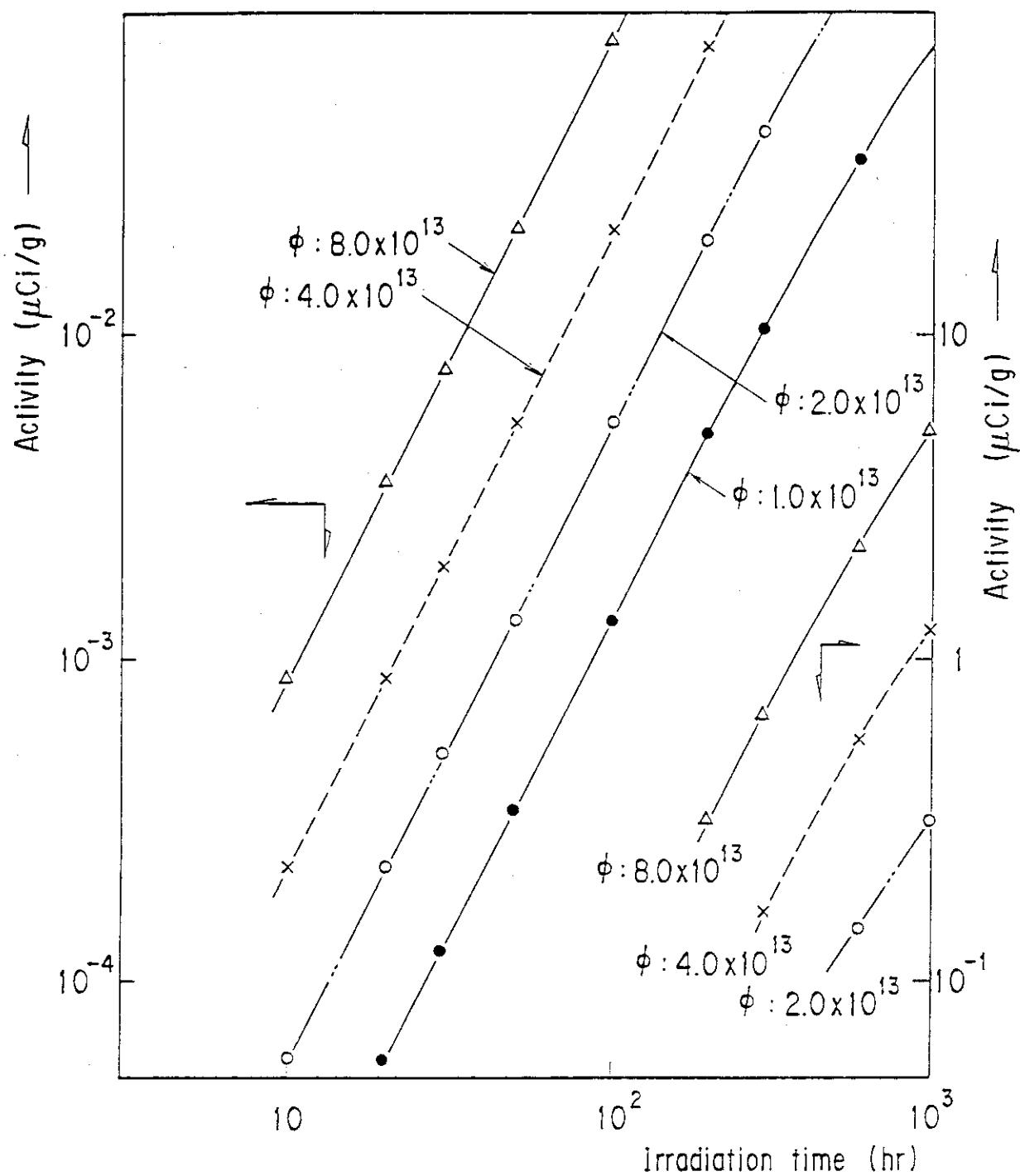


Fig. 10  $\gamma$ -ray Spectrum of Irradiation Silicon After Etching

Fig. 11 Formation of  $^{32}\text{P}$  Isotope in Silicon

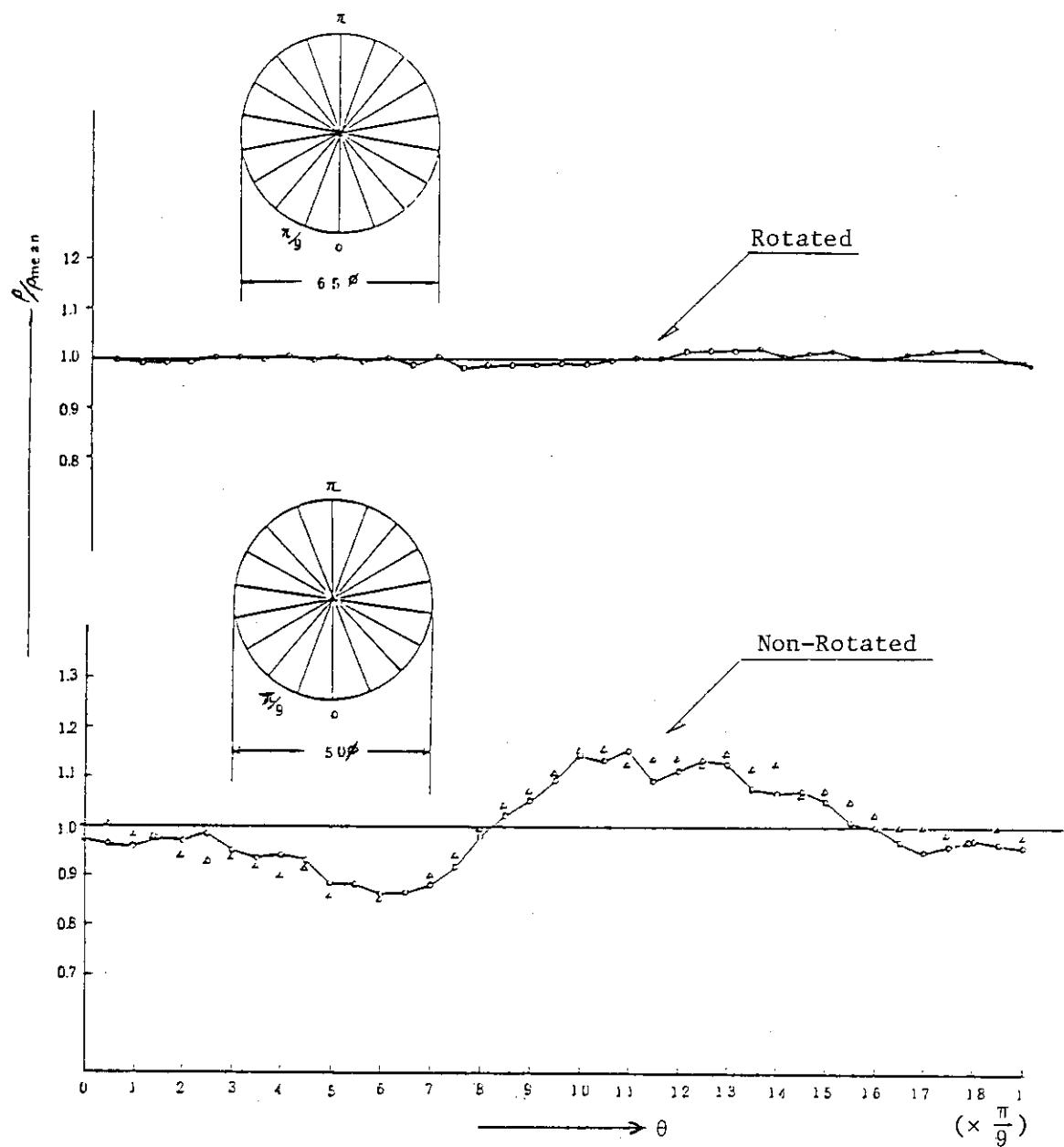


Fig. 12 Resistivity Distribution of Rotated and Non-Rotated Silicon Rod

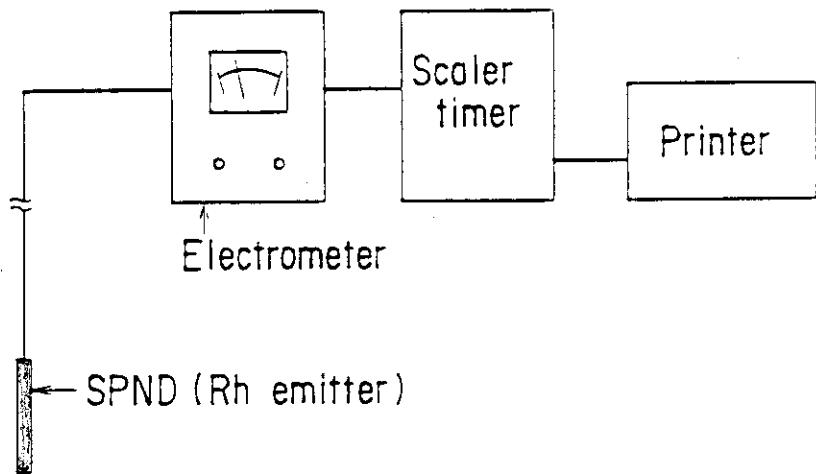


Fig. 13 Blockdiagram of SPND Measurement System

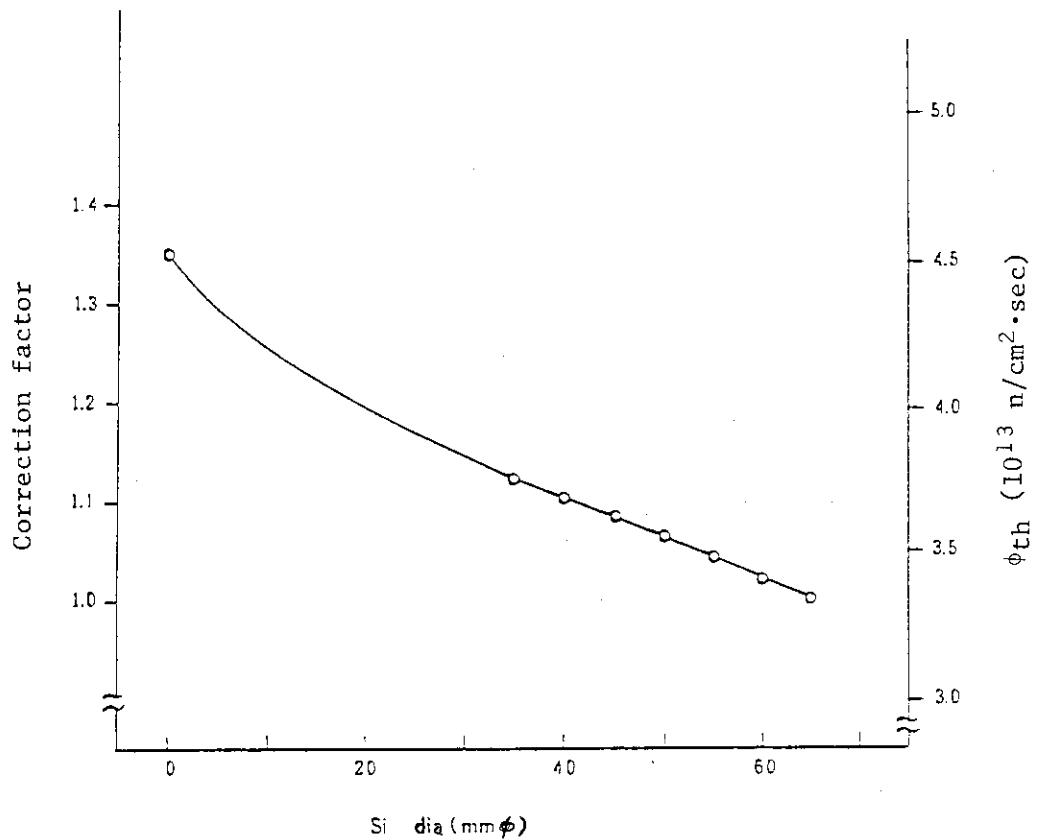


Fig. 14 Fluence Correction Factor vs Silicon Diameter  
in D-Irradiation pipe at JRR-4

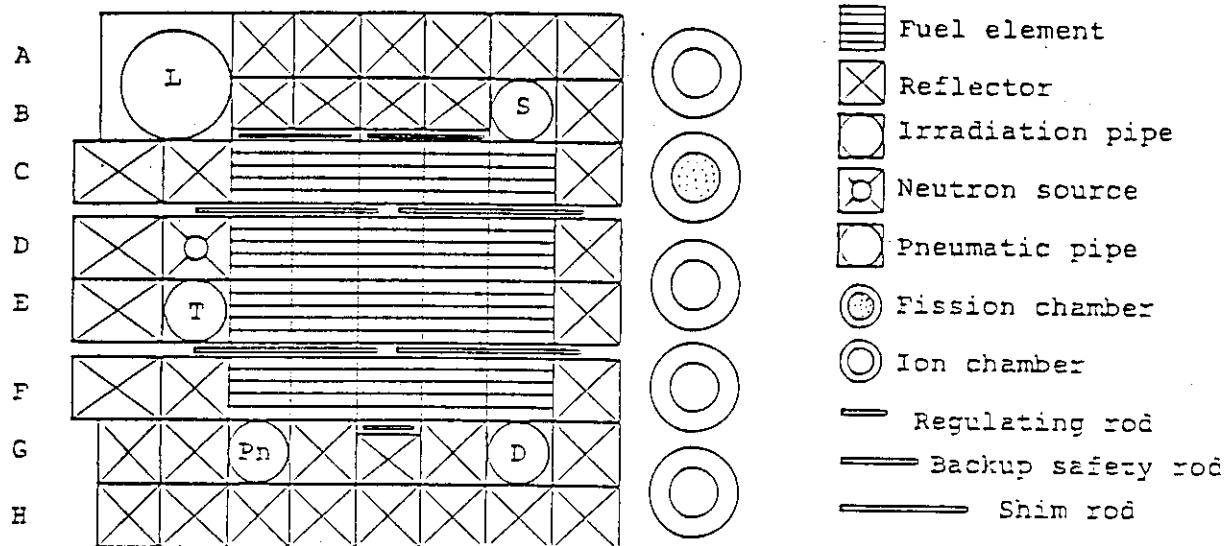


Fig. 15 JRR-4 core arrangement

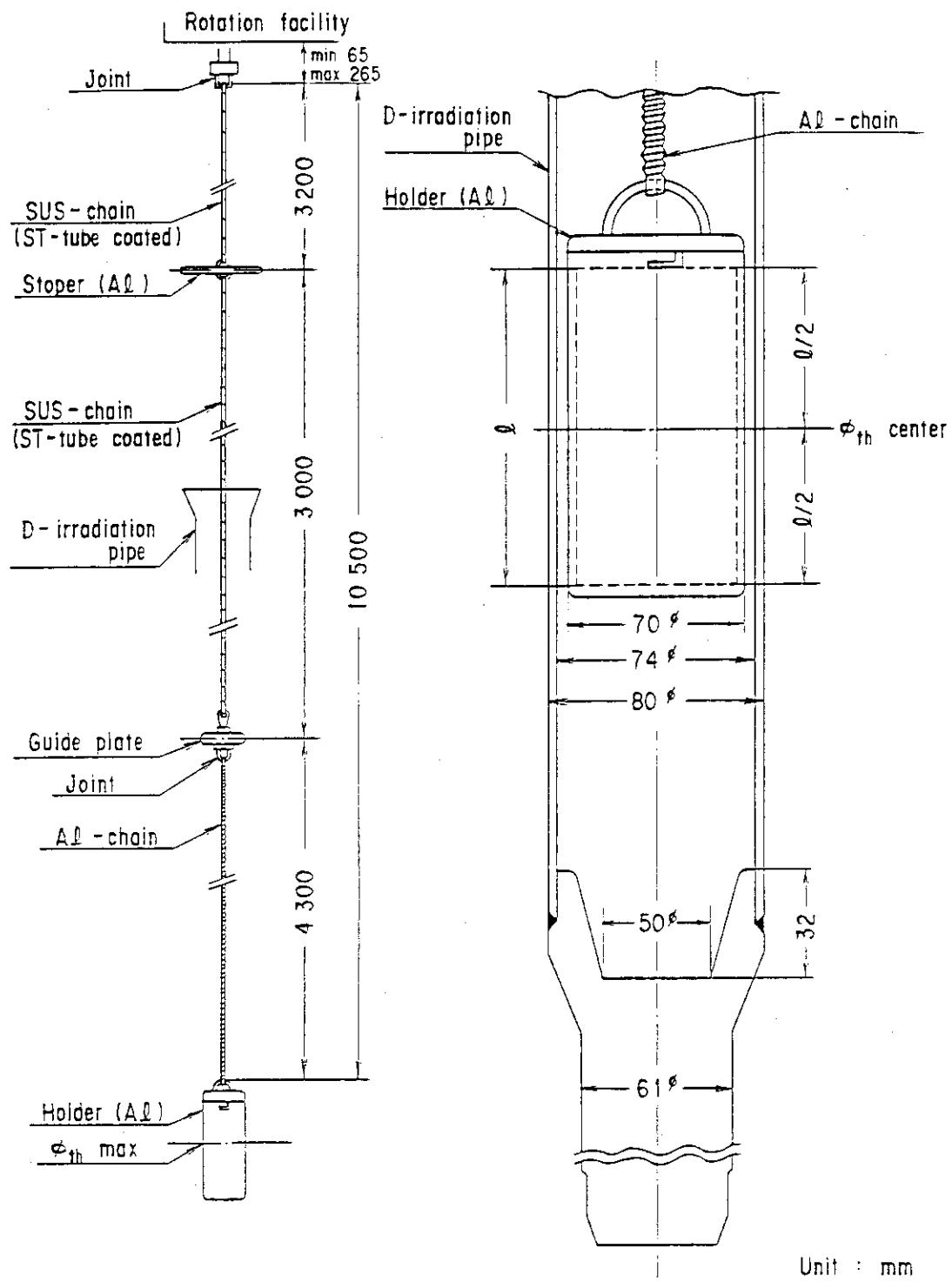
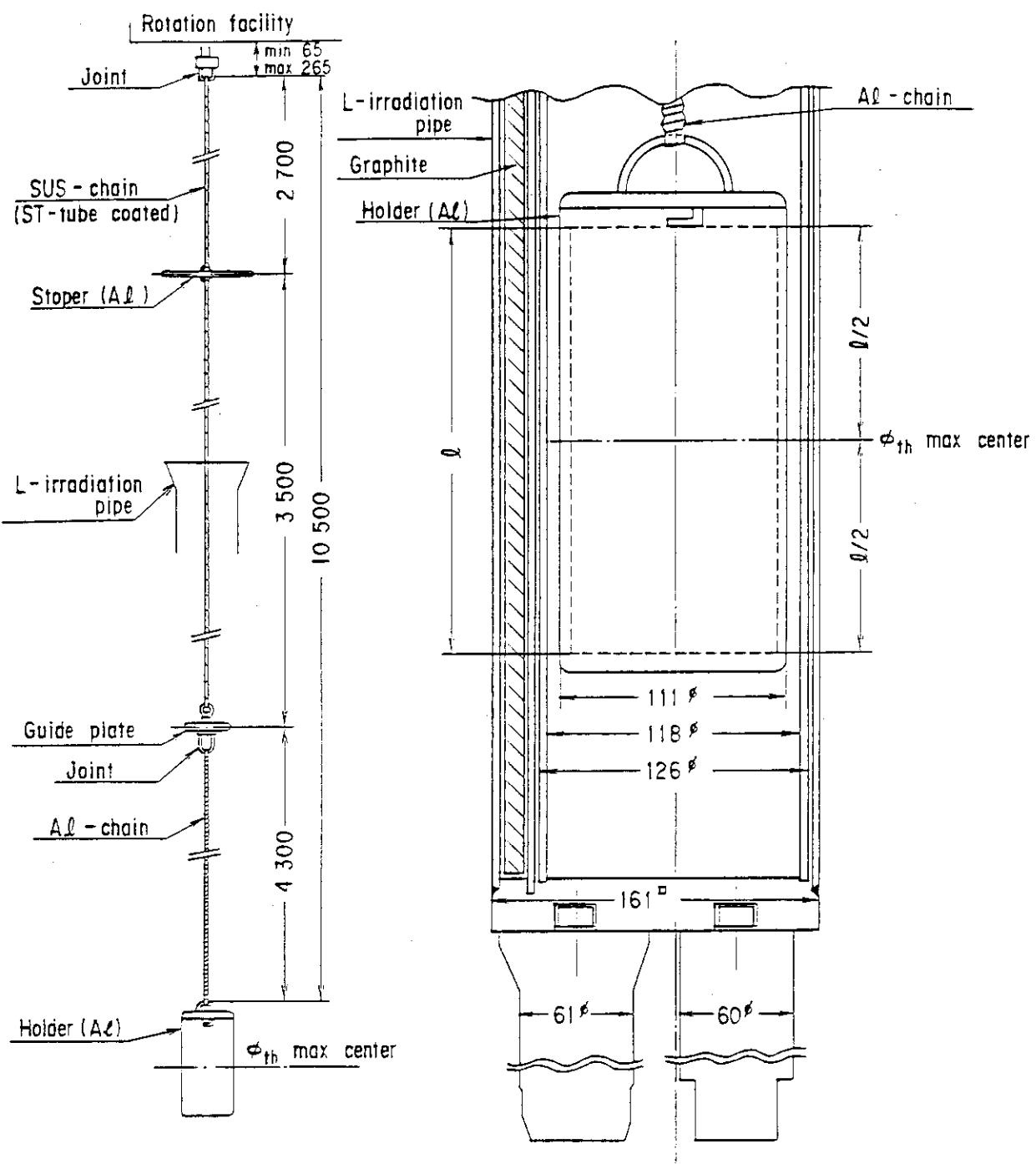
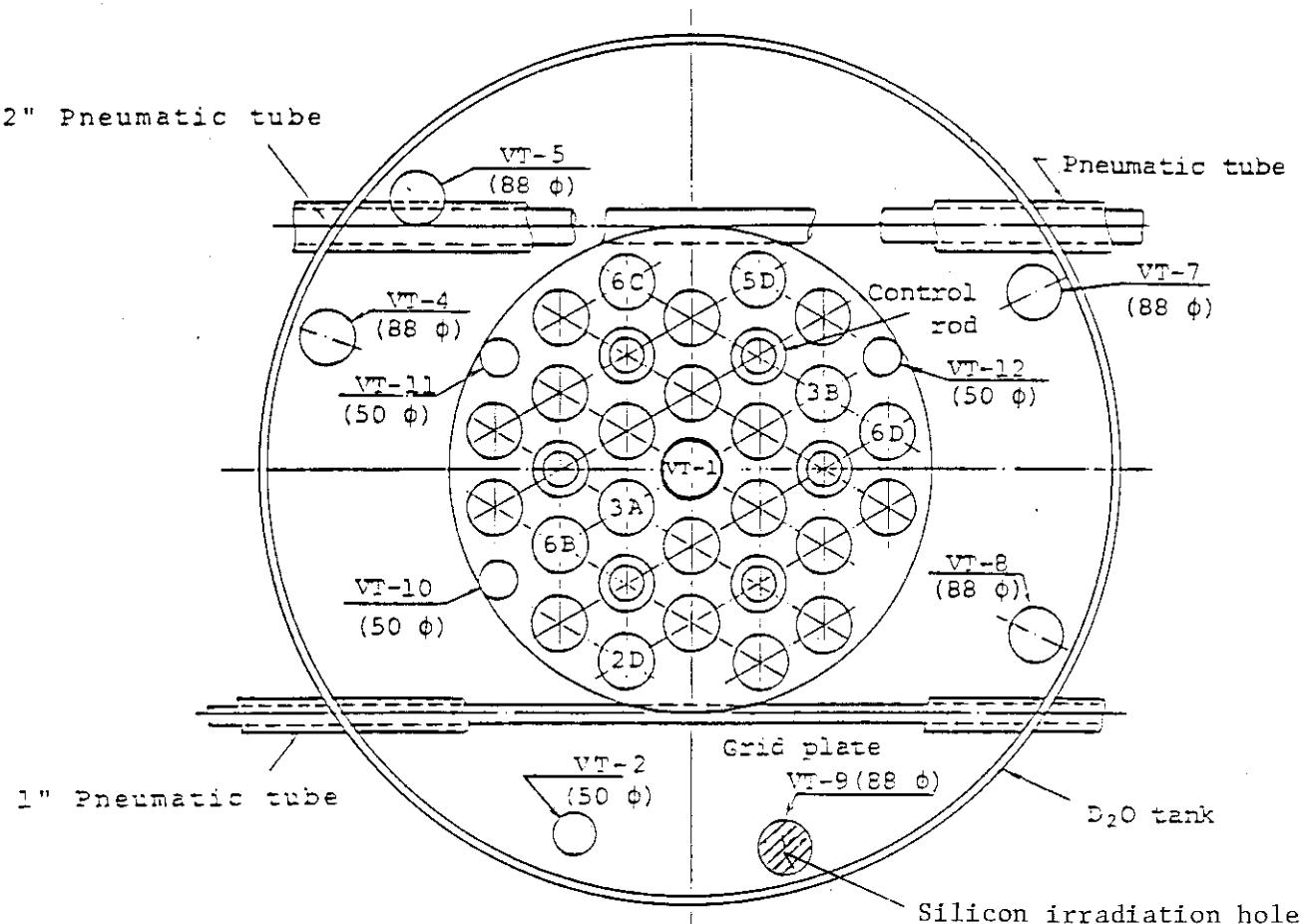


Fig. 16 Diagram of D-Irradiation pipe



Unit : mm

Fig. 17 Diagram of L-Irradiation pipe



- Fuel element
  - Vertical experimental thimble
  - ◎ Control rod
- |    |   |                            |
|----|---|----------------------------|
| 3A | } | In-core irradiation hole   |
| 3B |   |                            |
| 6B |   |                            |
| 6C |   | (Cylindrical fuel element) |
| 2D |   |                            |
| 5D |   |                            |
| 6D |   |                            |

Fig. 18 Radial Pattern of JRR-2 core Configuration

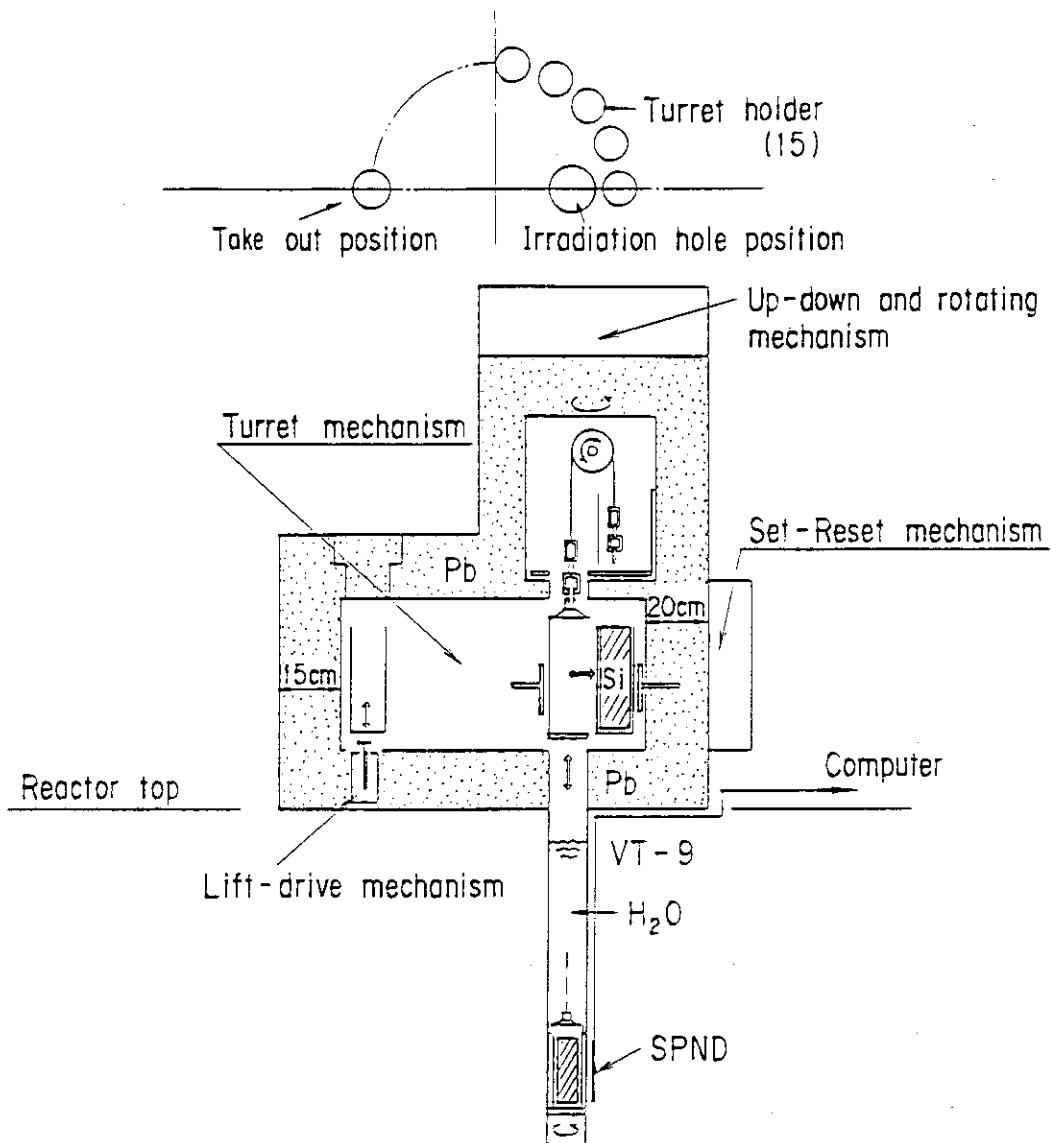


Fig. 19 Silicon Irradiation Facility in JRR-2

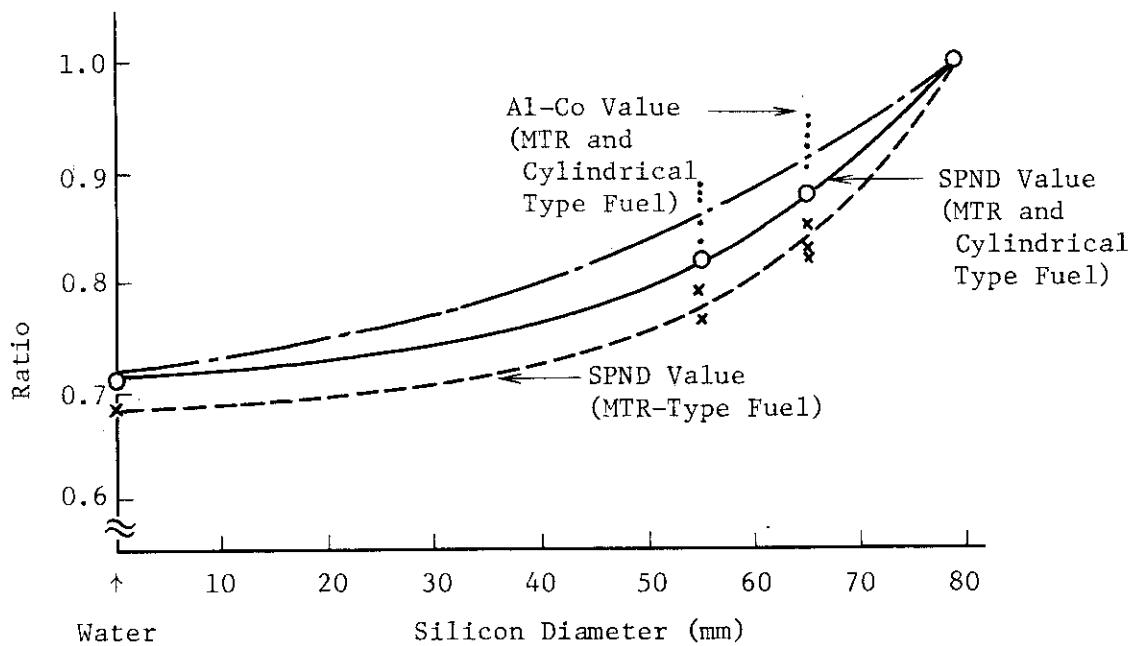


Fig. 20 Change of Neutron Flux in Silicon Rod at VT-9 (JRR-2)

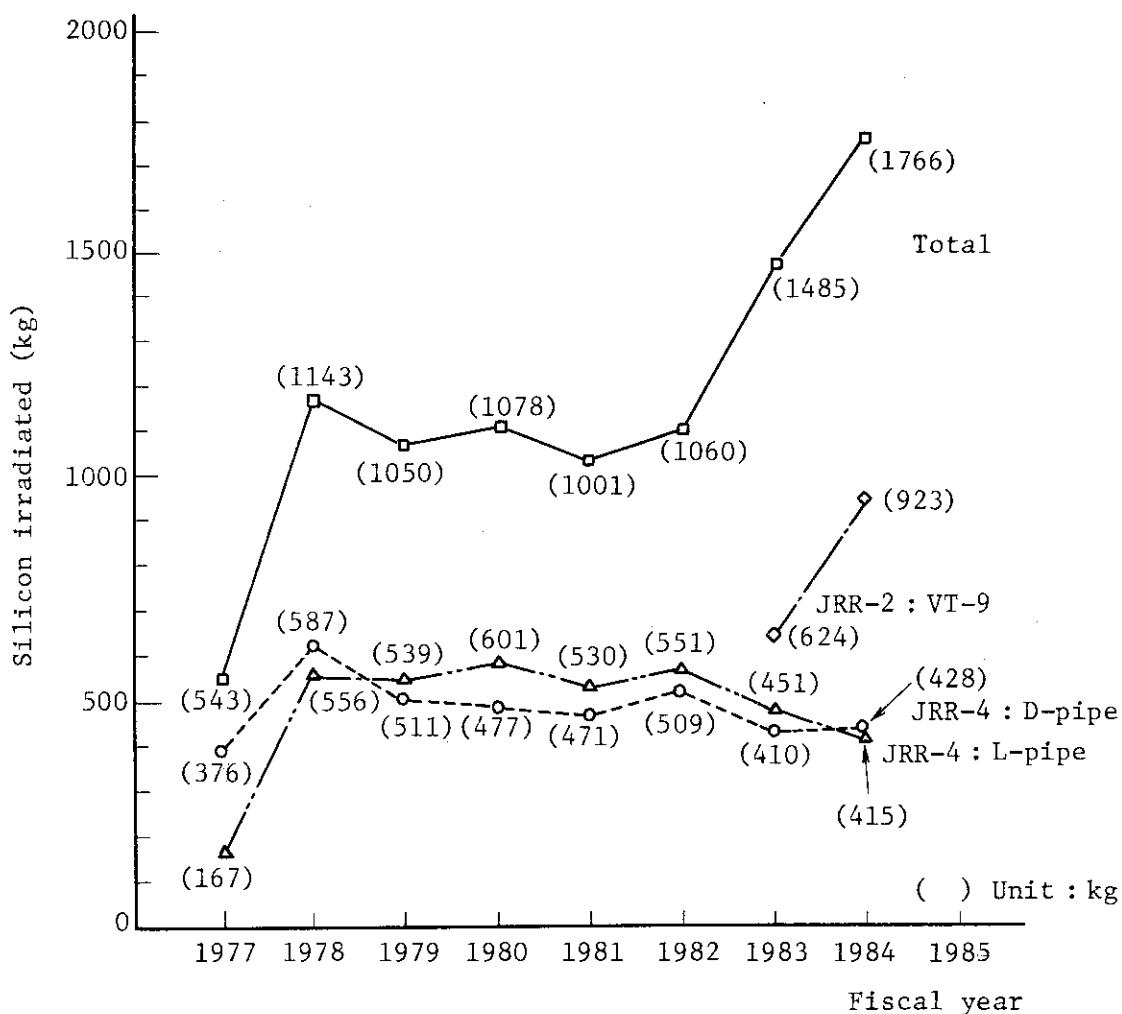


Fig. 21 NTD Silicon Production in JAERI's Research Reactor