

УДК 621.315.592

Актуальные задачи получения материалов электронной микрографии в условиях микрографии

Б. Е. Патон¹, В. Ф. Лапчинский¹, Е. А. Аснис¹,
С. П. Заболотин¹, П. И. Баранский², В. М. Бабич²

¹Інститут електрозварки ім. Є. О. Патона НАН України, Київ

²Інститут фізики напівпровідників НАН України, Київ

Надійшла до редакції 28.04.98

Показана можливість одержання в умовах мікрографізації методом електроно-променевої безтигельної зонної плавки досконаліх напівпровідникових монокристалів, а також вивчення ряду фундаментальних проблем фізики кристалізації.

К изучению возможностей получения в условиях микрографии новых уникальных материалов исследователи разных стран проявили большой интерес в начале 1970-х гг. Были определены и основные классы материалов, производство которых в условиях микрографии экономически оправданно и перспективно: полупроводниковые материалы, сверхчистые химические элементы, предназначенные для легирования полупроводников и металлов, а также композиционные материалы.

Существенное повышение качества полупроводников, легирующих элементов для них и металлов специального назначения является одной из приоритетных задач практических всех научно-технологических центров материаловедческого профиля во всех промышленно развитых странах. Однако детальный анализ современных технологий получения монокристаллов показывает [1], что гравитационное поле Земли создает неустранимые препятствия на пути дальнейшего совершенствования их качества.

Это связано в первую очередь с тем, что транспорт атомов матрицы и легирующих примесей в условиях кристаллизации контролируется процес-

сами термической и концентрационной конвекции, которые полностью подавить практически невозможно. Конвективный перенос массы вследствие этих процессов приводит к деформации температурных и концентрационных полей в непосредственной близости к фронту кристаллизации, обеспечивая тем самым не только появление негомогенностей в распределении примесных атомов и структурных дефектов, но также изменения при этом даже режим кристаллизации. В результате этого изменяется скорость роста кристалла со всеми вытекающими последствиями.

К кристаллам, которые используются в опто- и микрэлектронике, предъявляются весьма высокие требования по уровню их чистоты, гомогенности и совершенства. При этом не следует забывать, что из кремния и германия сверхвысокой чистоты изготавливают детекторы ядерных излучений, без которых не могут работать в безопасных условиях ядерные реакторы современных энергетических систем; на основе сверхчистого кремния, легированного впоследствии примесью фосфора методом ядерной трансмутации (при облучении кристаллов Si тепловыми нейтронами) изготавливают высоковольтные вентили и тиристоры большой мощности, большие

интегральные микросхемы, устройства СВЧ-техники и другие приборы. Сложные полупроводниковые соединения элементов III—V, II—VI групп (типа GaAs или CdS соответственно) используют для нужд оптоэлектроники, аэрокосмической техники и ядерной энергетики.

Все вышеупомянутые материалы являются ключевыми как для усовершенствования существующих, так и разработки принципиально новых устройств, средств автоматики и твердотельной электроники.

Космические условия (высокий вакуум и микрогравитация) могут быть эффективно использованы для реализации ряда металлургических процессов, одним из которых является бестигельная зонная плавка полупроводниковых монокристаллов, компонентов сложных полупроводниковых соединений, легирующих элементов и сверхчистых металлов с помощью электронно-лучевого нагрева [5].

Современный уровень развития космической техники делает реальной практическую постановку вопроса о производстве в космосе материалов с уникальными свойствами.

Есть основания ожидать, что свойства полупроводниковых кристаллов, получаемых в космических условиях, по своим основным параметрам будут близкими к теоретически ожидаемым, а сами материалы будут пользоваться большим спросом в наиболее современных областях науки и техники.

Одним из наиболее перспективных методов обработки материалов в космосе (при сварке, плавлении, испарении и реализации иных высокотемпературных процессов) является электронно-лучевой нагрев.

В течение ряда лет в Институте электросварки им. Е. О. Патона совместно с Институтом физики полупроводников НАН Украины проводятся теоретические и экспериментальные исследования возможностей получения совершенных полупроводниковых монокристаллов в условиях микрогравитации методом бестигельной зонной плавки электронным пучком в форме диска и разработкой физико-технологических основ процесса перекристаллизации, пригодного для применения в этих условиях.

Метод электронно-лучевой бестигельной зонной плавки имеет следующие преимущества: высокую термическую эффективность (КПД процесса достигает 80 %); в связи с этим потребляемая мощность невелика, что очень важно при дефиците энергии на борту длительно функционирующего космического объекта; указанный метод позволяет легко регулировать и удерживать заданную высоту расплавленной

зоны, что существенно при разработке и реализации процесса направленной кристаллизации;

бестигельная зонная плавка позволяет получать материалы значительно более высокой чистоты и структурного совершенства, чем в ампулах. Гомогенное зарождение кристаллов в условиях бестигельной кристаллизации также благоприятствует получению значительно более совершенной структуры, чем гетерогенное зарождение (при использовании тиглей и ампул);

зонная электронно-лучевая плавка создает благоприятные условия для получения плоского фронта кристаллизации в отличие от других видов зонной плавки, в том числе при резистивном или индукционном нагреве;

в условиях микрогравитации (и связанным с нею отсутствием тепловой конвекции) бестигельная зонная плавка позволяет наиболее полно изучить влияние на структуру материалов других видов конвекции, в том числе термо-капилярной.

Практическое отсутствие гравитации обеспечивает ряд технологических возможностей, которые нельзя реализовать в земных условиях, в частности, позволить (при надобности) увеличивать длину зоны до размеров периметра кристалла, получать более однородное температурное поле вблизи фронта кристаллизации, значительно уменьшать радиальное изменение концентрации примесей, повышая однородность ее распределения по объему кристалла по сравнению с кристаллами, выращенными в земных условиях.

Институт электросварки им. Е. О. Патона имеет 30-летний опыт создания оборудования для электронно-лучевого нагрева в космосе. Это оборудование неоднократно испытывалось на орбите в условиях микрогравитации и подтвердило свою надежность и эффективность.

Однако, несмотря на большое количество уже проведенных экспериментов, перспективы использования космоса для организации промышленного производства уникальных материалов пока не совсем ясны [2, 4]. Полученные результаты экспериментов не всегда допускают однозначность трактовки, а в ряде случаев — просто противоречат друг другу [3]. На фоне подавленной тепловой конвекции (за счет микрогравитации), более отчетливо начинают проявляться другие виды конвекции, которые также оказывают свое влияние на процесс кристаллизации и свойства кристаллов. Поэтому чрезвычайно важной, на наш взгляд, является проблема оценки целесообразности использования

микрогравитации для промышленного производства материалов конкретного сортамента. В то же время уже сейчас не вызывает сомнений целесообразность получения материалов в небольших количествах, но с уникальными свойствами, таких как сверхчистые полупроводники Si и Ge специального назначения, а также химических компонентов для синтеза полупроводниковых соединений типа A^3B^5 , A^2B^6 , тройных и более сложных полупроводниковых соединений, легирующих материалов для всей полупроводниковой промышленности и цветной металлургии, а также для специальных нужд биологии и медицины.

Особое место в ряду уникальных возможностей (недостижимых в земных условиях) принадлежит, безусловно, развитию фундаментальных исследований в условиях микрогравитации, которые непосредственно связаны с изучением физики фазовых переходов при больших переохлаждениях, выяснением особенностей процесса кристаллизации в условиях микрогравитации, получением закономерностей, устанавливающих связь между режимами роста кристаллов, их структурой, а следовательно, и свойствами, открывающими принципиально но-

вые пути в овладении управляемой технологией.

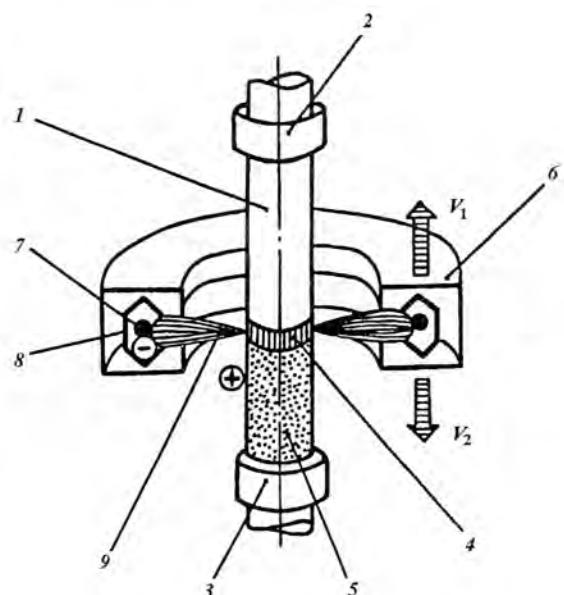
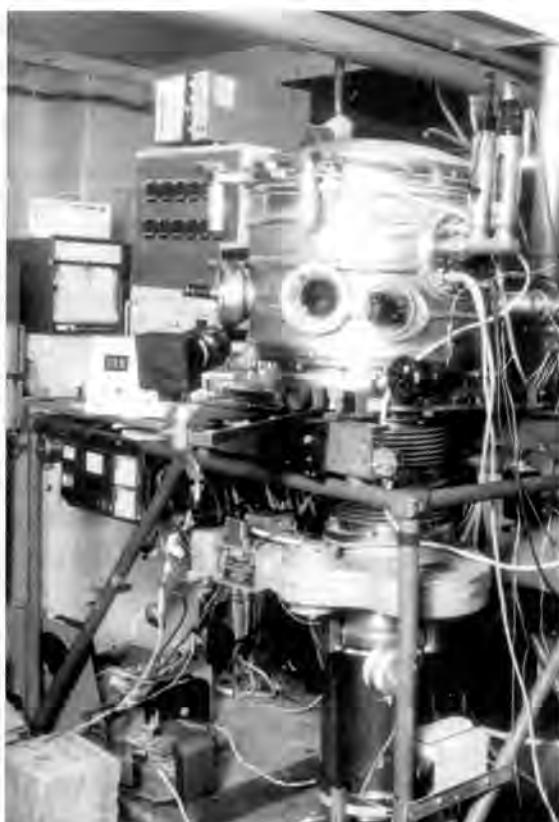
К задачам этого круга относятся следующие.

1. Разработка физико-технологических основ механизма роста кристаллов и выяснение особенностей процессов диффузии, тепло- и массопереноса в условиях микрогравитации, а также определение влияния на упомянутые процессы термокапиллярной конвекции.

2. Реализация принципиальной возможности выращивания кристаллов при гомогенном зарождении в условиях микрогравитации, которая открывает путь к получению сильных переохлаждений расплава, с помощью которых можно существенно расширить ассортимент выращиваемых монокристаллов (который в принципе не может быть реализован в наземных условиях).

3. Поиск эффективных путей для практической реализации плоского фронта кристаллизации и выращивания кристаллов в условиях микрогравитации с минимумом напряженного состояния.

4. Изучение и детальный анализ взаимосвязи между микроструктурой материала и условиями его выращивания, что существенно повысит возможность прогнозов в границах данной технологии



Общий вид и принцип работы установки для быстротельной зонной плавки дисковым электронным лучом. 1 — переплавляемый образец, 2 — верхний держатель, 3 — нижний держатель, 4 — расплавленная зона, 5 — переправленный участок, 6 — электронно-лучевой нагреватель, 7 — катод, 8 — фокусирующее устройство, 9 — электронный пучок.

и обеспечит получение материалов с заранее заданными свойствами.

Разработкой научно-методических основ получения монокристаллических и особо чистых материалов в условиях микрогравитации, а также созданием специализированного оборудования Институт электросварки им. Е. О. Патона занимается с начала 1980-х гг. В работе принимали участие Институт металлофизики НАН Украины, НПО «Научный центр» (г. Зеленоград), КБОМ (г. Москва) и другие организации.

В настоящее время в Институте электросварки им. Е. О. Патона создан и эксплуатируется в лабораторных условиях макет однопозиционной космической установки для обработки материалов методом электронно-лучевого нагрева.

Зонная перекристаллизация материалов на установке осуществляется путем перемещения вдоль продольной оси образца высокотемпературной зоны. Она образуется за счет бомбардировки материала пучком электронов в форме диска, который формируется специальной кольцевой электронной пушкой. При этом в вакууме 10^{-4} — 10^{-6} мм рт.ст. температурная обработка материала может производиться в диапазоне от 250 до 3000 °С. Принцип работы и общий вид установки показан на рисунке.

На указанной установке были получены монокристаллы кремния и проведены исследования их структуры и электрофизическими свойствами. Исследования показали, что в процессе зонного переплава кристаллографическая ориентация, задаваемая затравочным кристаллом, сохранялась по всей длине образца (длина образца 90 мм).

Исследования электрофизических свойств этих кристаллов показали, что однократный проход зоны обеспечивает повышение среднего значения удельного электросопротивления образца приблизительно в четыре раза (от 15 до 60 Ом·см), что свидетельствует не только о высокой эффективности очистки кристалла, но также и том, что поступательное перемещение расплавленной зоны по длине кристалла заметным образом не нарушает формы фронта кристаллизации.

Результаты исследования образцов с помощью рентгеновской дифрактометрии свидетельствуют о некотором повышении уровня микронапряжений у концов слитка, что связано, по-видимому, с проявлением температурных перепадов у его концов (при появлении расплавленной зоны и ее исчезновении — в конце процесса перекристаллизации).

В условиях примесной проводимости равномер-

ное распределение удельного электросопротивления по диаметру слитков является также свидетельством того, что и сама примесь по сечению слитка также распределена достаточно равномерно.

Условия микрогравитации при прочих равных условиях позволяют обеспечить фронт кристаллизации наиболее близким к плоскому, что в свою очередь значительно снизит уровень микронапряжений в кристаллах, повысит их структурное совершенство и степень равномерности в распределении атомов легирующей примеси по объему кристалла, а следовательно, и концентрации основных носителей заряда и их подвижности.

Таким образом, проведенные наземные эксперименты по использованию бестигельной зонной плавки кристаллов кремния, осуществляющей с помощью электронного луча, указывают на хорошую перспективу применения данной технологии в условиях микрогравитации для получения полупроводников высокого качества, а также для ее применения с целью решения ряда фундаментальных задач физики невесомости и фазовых переходов.

Работа выполняется по заказу Национального космического агентства Украины.

1. Космическое материаловедение / Под ред. Б. Фойебахера., Г. Хамахера, Р. Наумана. — М.: Мир, 1989.—478 с.
2. Мильвидский М. Г., Н. А. Верезуб Н. А., Картаых А. В. и др. Выращивание монокристаллов полупроводников в космосе: результаты, проблемы, перспективы // Кристаллография.—1997.—42, № 5.—С. 913—923.
3. Регель Л. Л. Космическое материаловедение // Итоги науки и техники / ВИНИТИ.—1984.—21.—Ч. I.—244 с.; 1987.—29.—Ч. II.—296 с.; 1990.—34.—Ч. III.—336 с.; 1991.—36.—Ч. IV.—364 с.
4. Baranskii P. I. Mikrogravitation and possible ways to preparing high-quality technically important semiconductors // International Center For Gravity Materials Science And Applications; Clarkson University Potsdam, N. Y. 13699-5700 USA, May, 1994.—P. 40—42.
5. Paton B. E., Lapchinskii V. F. Welding in space and related technologies. — Cambridge International science Publishing, 1997.—121 p.

URGENT TOOKS OF PRODUCING MATERIALS FOR ELECTRONIC ENGINEERING UNDER MICROGRAVITY

B. E. Paton, V. F. Lapchinskii, E. A. Asnis,
S. P. Zabolotin, P. I. Baranskii, and V. M. Babich

We show the feasibility of producing perfect single semiconductor crystals under microgravity conditions by the method of crucibles zone melting. A number of fundamental problems in the physics of crystallization can also be solved under these conditions.