

Б. Е. Патон¹, Е. А. Аснис¹, С. П. Заболотин¹,
П. И. Баранский², В. М. Бабич², В. П. Бондаренко³,
Н. А. Юрчук³

¹Институт электросваривания ім. Є. О. Патона НАН України, Київ

²Институт фізики напівпровідників НАН України, Київ

³Институт надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, Київ

Получение совершенных материалов в космосе

Наводяться матеріали з технологічних експериментів, направлених на отримання досконалих напівпровідникових та композиційних матеріалів в умовах мікрогравітації методом електронно-променевої бестигельної зонної плавки, в тому числі і в надглибокому вакуумі.

По заданию Национального космического агентства Украины для проведения экспериментов на Международной космической станции Институт электросварки им. Е. О. Патона Национальной академии наук Украины совместно с другими академическими организациями и Киевским политехническим институтом проводит работы, направленные на получение в космосе совершенных полупроводниковых и композиционных материалов, а также создания необходимой технологической аппаратуры для этих целей.

С российской стороны в качестве партнера по проведению космического эксперимента выступает Институт химических проблем микроэлектроники / Гиредмет (исследование германия и антимонида галлия).

Полупроводниковые материалы являются основой электронной техники, применяющейся во всех областях науки и техники. Есть ряд причин, по которым полупроводники являются весьма перспективными для получения их в космосе: полупроводниковые материалы используются в высокотехнологической аппаратуре, и стоимость процесса их производства достаточно высока; для практических целей требуются сравнительно небольшие их количества; свойства полупроводников во многом зависят от технологии их производства, потому что сила тяжести, непреодолимая в земных условиях, сильно деформирует температурные и концентрационные поля и соответственно снижает качество получаемых полупроводников.

По этим причинам в настоящее время проблема исследования и получения полупроводниковых ма-

териалов в космосе стала одной из самых актуальных. В то же время эта задача сложна и многопланова. Над ее решением работают многие научные организации в мире. Мы рассмотрим лишь некоторые из технологических вариантов, полезных, по нашему мнению, при выращивании монокристаллов в условиях микрогравитации и которые предполагается осуществить на борту МКС.

Для проведения исследований в космосе нами принят и разрабатывается метод бестигельной электронно-лучевой зонной плавки, который является весьма перспективным, так как он позволяет наиболее полно использовать главные отличительные особенности космоса — микрогравитацию и космический вакуум, в т. ч. и сверхглубокий при выведении вакуумпровода от плавильной установки в аэродинамический след за молекулярным экраном. В этом случае в плавильном пространстве можно получить сверхглубокий вакуум — 0.10—10 нПа.

Кроме указанных отличительных особенностей данного метода, есть ряд других отличий.

- Высокая термическая эффективность (КПД процесса достигает более 80 %) и в связи с этим — малая потребляемая мощность.
- Указанный метод позволяет легко регулировать и удерживать заданную протяженность расплавленной зоны, что существенно при разработке как научных основ, так и практической реализации процесса.
- Обработка материалов может осуществляться в широком диапазоне температур 250—3000 °С и охватывать широкий круг обрабатываемых ма-

териалов и соединений.

- В условиях микрогравитации и связанного с нею отсутствия тепловой конвекции бестигельная зонная плавка позволяет изучить влияние на структуру и электрофизические свойства полупроводников других видов конвекции, в том числе термокапиллярной.
- Данный метод позволяет управлять лучом при его непосредственном воздействии на образец.

На рис. 1 приведена схема метода бестигельной электронно-лучевой зонной плавки. Плавление образца осуществляется путем перемещения вдоль продольной его оси высокотемпературной зоны. Она образуется за счет непосредственной бомбардировки материала дисковым пучком электронов, который формируется специальным кольцевым электронно-лучевым нагревателем. Конструкция разрабатываемой экспериментальной полетной установки позволяет при необходимости вести плавку также в ампулах.

Для проведения исследований в космосе предполагается использовать кремний, германий и антимонид галлия (GaSb). Кремний — широко применяемый в настоящее время полупроводник для создания приборов электронной техники. По прогнозам специалистов в течение последующих 25 — 30 лет он останется основным полупроводниковым материалом для микроэлектроники. Германий и антимонид галлия наряду с кремнием выбраны нами в качестве основных модельных объектов для исследования и являются весьма важными с практической точки зрения полупроводниками.

Поскольку GaSb — бинарный полупроводник, разлагающийся при плавке в вакууме, планируется проведение процесса его плавки в среде аргона (~ 30 кПа) в запаянной кварцевой ампуле без контакта образца со стенками контейнера. Образцы будут

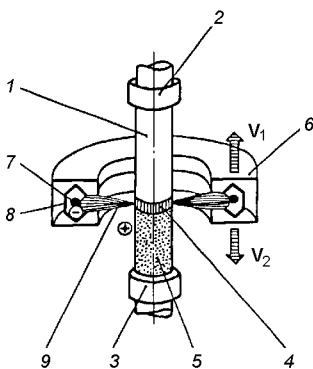


Рис. 1. Схема метода бестигельной электронно-лучевой зонной плавки: 1 — переплавляемый образец, 2 — верхний держатель, 3 — нижний держатель, 4 — расплавленная зона, 5 — переплавленный участок, 6 — электронно-лучевой нагреватель, 7 — катод, 8 — фокусирующее устройство, 9 — электронный пучок

иметь форму цилиндра диаметром 10 мм и полезной длиной 50—100 мм. Свойства полученных монокристаллов будут детально сопоставлены с земными.

Все указанные материалы обладают сильной зависимостью электрофизических свойств от структурного состояния материала, наличия и характера распределения примесей (легирующих и сопутствующих), а также дефектов структуры. Наземные технологии производства Si, Ge и GaSb хорошо отработаны и позволяют получать эти материалы с высоким уровнем электрофизических характеристик. Использование этих материалов для космического эксперимента позволит получить наиболее объективные оценки отличия их характеристик.

Эксперименты по кристаллизации полупроводников в космосе свидетельствуют о высокой чувствительности распределения примесей в твердой фазе к особенностям процессов теплопереноса, протекающих в расплаве при его кристаллизации. В условиях орбитального полета где гравитация незначительна, сильно ослабевает влияние гравитационной тепловой конвекции на процессы теплопереноса в расплаве и существенно возрастает влияние капиллярных сил вблизи поверхности расплава. Как показали эксперименты (в т. ч. численные), в невесомости при наличии свободной поверхности расплава определяющая роль в механизме теплопереноса принадлежит термокапиллярной, а при концентрации примесей в полупроводнике свыше 10^{17} см^{-3} — и концентрационно-капиллярной конвекции.

Следует отметить, что совершенство полупроводниковых монокристаллов подразумевает также и их очистку.

Процессы кристаллизации в космосе обуславливают сильную чувствительность кристаллизационного процесса к различным факторам космического полета, основным из которых является преобладание капиллярных видов конвекции в условиях невесомости в областях расплава, граничащих с его свободной поверхностью, что способствует неоднородному распределению примеси (компонентов) в поперечном сечении и объеме выращиваемого кристалла.

На борту космического аппарата есть неконтролируемые, переменные по величине и направлению микроускорения. Эти микроускорения, основными источниками которых являются: действие двигателей ориентации космического аппарата и коррекции орбиты, функционирование аппаратуры жизнеобеспечения, физическая деятельность экипажа и др. влияют на гидродинамическую ситуацию в расплаве и сказываются на особенностях кристаллизационного процесса и свойствах выращиваемых кристаллов. По-видимому, одним из важных направлений воздействия на факторы, которые отрицательно влияют на совершенство структуры полу-

проводников является создание регулируемой термокапиллярной конвекции, что возможно сделать с помощью регулирования поверхностного натяжения расплавленной зоны за счет управления электронным лучом при его непосредственном воздействии на образец.

Высокая чистота кремния по легирующим примесям, доведенная к настоящему времени до 10^{10} ат/см³ не исключает высокого содержания сопутствующих примесей, особенно кислорода на уровне 10^{15} — 10^{17} ат/см³ в кристаллах, выращенных по методу Чохральского или методам зонной плавки.

Проведенные нами исследования содержания кислорода в кремнии показали, что даже при плавке в земных условиях в вакууме — 1 мПа содержание кислорода в переплавленном образце снижается почти на два порядка, что свидетельствует о хорошей перспективе получения кристаллов высокой чистоты в сверхглубоком вакууме, обеспечиваемом молекулярным экраном.

При необходимости выполнить глубокую очистку кристалла не только от фоновых, но и легирующих примесей с высокой упругостью пара (например фосфора), сверхглубокий вакуум, обеспечиваемый молекулярным экраном также окажет весьма эффективное воздействие. Наши эксперименты показали, что даже при вакууме 3 мПа обеспечивается практически 12-кратное снижение содержания фосфора по сравнению с исходным переплавляемым кристаллом.

На борту космической станции предполагается осуществить ряд экспериментов по получению совершенных полупроводниковых и композиционных материалов. Следует отметить, что все эксперименты, как было сказано, будут проведены в сравнительном плане с наземными экспериментами по одинаковым технологиям и циклограммам процесса плавки.

При электронно-лучевой зонной плавке кремния и германия в условиях микрогравитации будет значительно изменен процесс тепломассопереноса и гидродинамики по сравнению с наземными условиями, и при этом практически не будет тепловой конвекции, что должно привести к равномерному тепловому полю в зоне кристаллизации и благоприятно сказаться на оптимальной форме фронта кристаллизации, который будет максимально приближен к плоскому. При этом следует ожидать равномерного распределения сопутствующих и легирующих примесей как в радиальном направлении, так и в объеме выращиваемого кристалла.

Протяженность расплавленной зоны один из основных параметров процесса зонной плавки, который оказывает влияние на структуру и электрофизические свойства полупроводника. Весьма важным является также наблюдение за распределением температуры вдоль зоны, так как именно темпера-

турный градиент оказывает влияние на возникновение конвекции Марангони.

При помощи разработанной методики с применением телевизионного пирометра проводятся наблюдения высоты зоны и распределения температуры вдоль нее.

Один из экспериментов, который предполагается провести на орбите — плавка в теплозащитном экране. Как показали расчеты, температура поверхности образца в случае применения теплозащитного экрана увеличивается на 120—150 °С, а это, в свою очередь, кроме обеспечения большей стабильности процесса роста кристалла и снижения температурного градиента вдоль высоты зоны, положительно влияет на степень снижения временных и остаточных напряжений в кристалле.

На орбите предполагается провести также зонную плавку с вращением образца и перемешиванием расплава в процессе плавки. Конструкция установки позволяет это выполнить. Вращение образца, как показали наземные исследования, не приводит к деформации теплового поля в радиальном направлении и создает хорошие предпосылки для получения фронта кристаллизации, близкого к плоскому, более равномерному распределению температуры по сечению расплавленной зоны и соответственно получения равномерного распределения примесей и удельного электросопротивления по сечению растущего кристалла. В наземных экспериментах мы имеем при вращении устойчивую зону, по форме приближающуюся к цилиндрической. Насколько устойчивой будет расплавленная зона растущего монокристалла кремния при непосредственном воздействии электронного луча при вращении в условиях микрогравитации, должны показать эксперименты. Учитывая достаточно высокий уровень поверхностного натяжения, следует ожидать, что расплавленная зона будет устойчивой, и не будет приобретать форму скакалки (неустойчивость).

В связи с тем, что при отсутствии тепловой конвекции в условиях микрогравитации очистка образцов практически происходить не будет, предполагается исследовать особенности кристаллизации монокристаллов кремния с помощью очистки расплавленной зоны за счет принудительного вывода из нее заряженных ионов внешним тянущим электрическим полем (при прохождении через образец постоянного тока), приложенным в направлении оси роста кристалла в процессе электронно-лучевой плавки. Этот механизм, как показали наземные эксперименты, должен работать даже в условиях, когда коэффициент сегрегации примесей приближается (как у бора) к единице.

Пропускание электрического тока наряду с влиянием эффекта Пельтье на границе твердой и жидкой фаз позволит провести очистку кристалла кремния в условиях микрогравитации от примесей

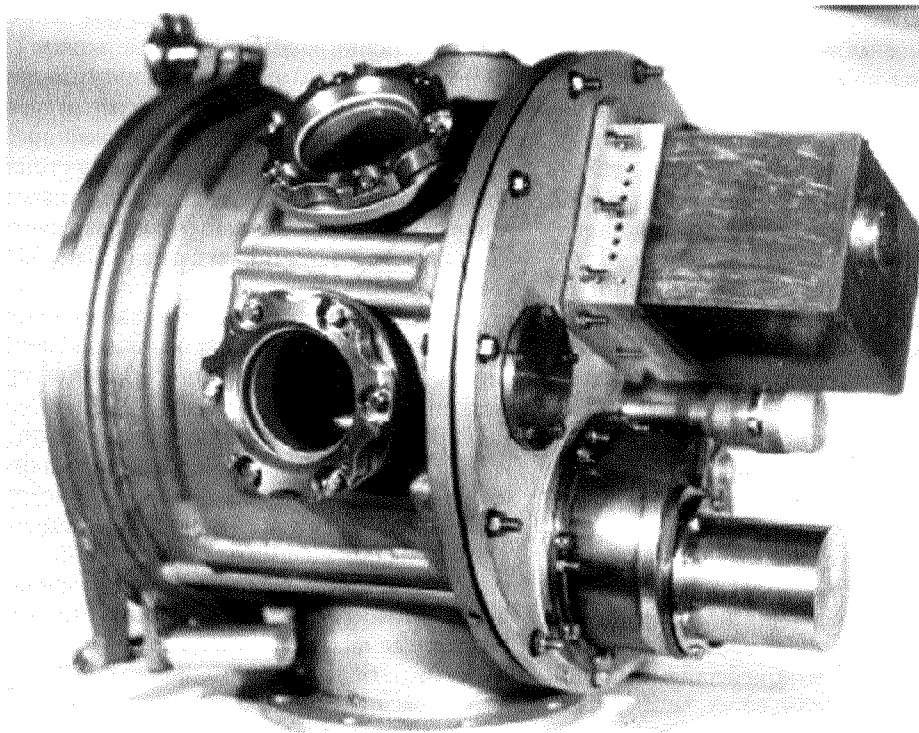


Рис. 2. Общий вид ростовой камеры экспериментальной полетной установки

ных атомов донорного и акцепторного типа, причем процессу электропереноса в условиях микрогравитации не будет препятствовать гравитационная конвекция, вследствие чего процесс должен быть более эффективным. В настоящее время в ИЭС им. Е. О. Патона отрабатываются наземные эксперименты этой технологии.

Для проведения исследований в условиях микрогравитации композиционных материалов выбран композиционный материал типа WC-Ni, хорошо сочетающий пластичность металлической связки с износостойкостью и коррозионной стойкостью тугоплавкой составляющей.

Получать качественные композиты системы WC-Ni существующими методами в земных условиях не представляется возможным из-за влияния гравитационной ликвации. Для получения беспористого состояния материалов при жидкофазном спекании необходимо повышать температуру нагрева до расплавления связки. При этом из-за значительного отличия по плотности карбида вольфрама (15.5 г/см^3) и никелевой связки (8.9 г/см^3) происходит расслоение предварительно подготовленного материала, что в свою очередь приводит к неравномерности распределения составляющих композита

по высоте образца и, соответственно, значения твердости — параметра, определяющего работоспособность материала.

При зонном нагревании изделий в процессе жидкофазного спекания возможно получение материала со значительно меньшей ликвацией по сравнению с другими технологическими методами нагрева даже в земных условиях, а в условиях микрогравитации седиментации вообще не должно происходить.

В настоящее время в ИЭС им. Е. О. Патона изготавливается полетный вариант экспериментальной установки, а также проводятся наземные эксперименты для решения указанных выше проблем.

На рис. 2 показан общий вид ростовой камеры экспериментальной полетной установки.

THE PRODUCTION OF PERFECT MATERIALS IN SPACE

B. E. Paton, E. A. Asnis, S. P. Zabolotín, P. I. Baranskii,
V. M. Babich, V. P. Bondarenko, and N. A. Yurchuk

We present the information on technological experiments aimed at the production of perfect semiconductor and composite materials under microgravity by the method of electron beam crucibleless zone melting, including in ultrahigh vacuum.