

シリコン球結晶の成長とその表面酸化

P I :	西永 頌	(東京大学工学部)
C I :	菅野卓雄	(東洋大学工学部)
	齊藤制海	(豊橋科学技術大学)
	河東田隆	(東京大学工学部)
	浅田邦博	(同上)
	岸 真人	(同上)

要旨

SL-Jで行われたSiの球状結晶成長実験の結果を述べる。この実験は二種類の実験からなる。第1は真球状に加工したSiの単結晶を出発材料とし、これを均一な温度場の中で融解・成長させるものである。加熱によって結晶は外周から融解を開始するが内部に未融解の結晶を残した状態で冷却に転じると内部の結晶を種結晶として球状の結晶が成長する。第2は棒状Si単結晶を出発材料としこの先端を加熱することによりSiの融液球を形成し未融解の棒を種結晶とし再成長させるものである。実験は軌道上時間で3日目の20時30分より開始され4日の03時25分終了した。温度変化は両試料ともプログラム通り順調に行われ特に問題はなく実験が完了した。成長後、電気炉を日本に持ち帰り、内部に装着してあったカートリッジを電気炉からはずし試料を取り出した。球状結晶は融解・成長が行われたものの容積はかなり小さくなっておりかつ半球状に近い形態に変化していた。半球状の表面には内部の球状結晶を種とし融液の内側から成長したと見られる模様が見られた。特に結晶の対称性を反映し、対称の位置にfacetの形成が見られfacetの周囲には(111)面で構成される巨大なステップが見られた。Si容積の減少は融液が石英管に開けてあった小さな穴を通り外側のTaカートリッジにふれ共融が起こったためであることが判明した。成長後の球結晶を切断し研磨後エッチングを行い固液界面の位置、不純物縞の存在の有無を調べた。それによると、部分的ながら成長が行われており、最も厚い成長層の厚さは1.2mmであった。この部分には不純物縞が消失しており、熱対流とともに非定常マッングニ流も抑制されたものと考えられる。

棒状Siに関して見てみると、融解後最初は先端に融液球が形成されていたものと見られるが、ある時点でこの融液が棒の側面に移動し、このため“たれ下がり”現象が発生したことが判明した。この結果融液がTaのカートリッジの内側に置かれている石英パイプに接しこれが原因で冷却時又は輸送時結晶の破壊が発生した。この破片を集め原形を復元して見ると最初出来ていたと思われる融液球の直径は約2cmでありほぼ予定通りであったが、その後の側面への移動によって成長は棒状Siの未融解部を種として棒の軸に対し垂直方向に進んだことがわかった。

1. はじめに

Siは工業的に最も重要な半導体材料として集積回路、個別半導体素子、太陽電池等に多用されている。これ等電子デバイスにSiを用いる場合、特定の不純物を加え伝導性を制御する必要がある。素子の特性を制御し、再現性を上げるためには不純物はできるだけ均一に分布していなければならない。素子を作る場合の出発材料は大型のシリコン単結晶基板であるが、この基板内で μ にも σ にも不純物が均一に分布していることが望ましい。しかし、地上では重力の存在のため結晶成長時融液中に熱対流が発生しこれに起因する成長界面の温度変動のため、成長結晶中に不純物の不均一分布が形成される。そこで対流を抑制し融液内の非定常流を取り除くことができれば均一な不純物分布を持つ単結晶が得られるものと考えられるが、このためには2通りの方法がある。その1つは無重力下で結晶成長を行うことであり、もう1つは磁場を加え対流を抑制しつつ結晶成長を行うことである。後者の方法はすでに地上で広くおこなわれておりSiや化合物半導体に応用され結晶成長が行われている。しかし、成長装置内に不可避免的に存在する温度分布の不均一を補正するため結晶を回転する必要がある、このために再び不純物不均一分布が形成される。又、磁場によって完全に流れを止めることも又容易ではなく、巨大かつ強力な磁場が必要となるので磁場を用いて対流を抑制することもそう容易ではない。

微小重力下でSiの融液成長を始めて行ったのはドイツのEyer等〔1〕とKoelker〔2〕である。Eyer等は1983年に打ち上げられたSL-1においてSiのフローティングゾーン法による成長実験を行った。又、同じSL-1でKoelker等はSiの棒の一端を融解させそこに球状の融液を形成し残りの棒状結晶を種結晶として単結晶成長を行った。しかし、これ等の結晶を地上に持ち帰り、不純物分布を調べたところ両結晶ともに地上で成長した結晶と殆ど同様の不純物不均一分布（不純物縞）の形成が見られた。微小重力下では熱対流は停止するものの、自由表面が存在し、かつそこに温度不均一があるとマランゴニ流が発生することが知られている。そこで、SL-1で成長した結晶の不純物縞の原因も非定常なマランゴニ流の存在のためではないかと考えられた。地上でもSiの融液成長に際しマランゴニ流の存在が予想されていたが、地上では強い熱対流があるためマランゴニ流を独立に調べることはできなかった。しかし微小重力下ではこれがはっきりと姿を現したわけである。Eyer等およびKoelker等はその後ロケット実験および1985年に打ち上げられたD-1で実験を行いSL-1結晶の不純物不均一分布は非定常マランゴニ流の存在によることを確認している〔3,4〕。彼等の実験では不純物分布の均一化ということは達成できなかったがSi融液におけるマランゴニ流の性質を明らかにすることに成功した。その意味でこの研究には重要な意義がある。

彼等の実験では何故マランゴニ流が強く発生したかを考えて見る。すでに述べたようにマランゴニ流は自由表面における温度不均一が原因であるが、彼等の用いたイメージ炉は特に温度の均一性に問題がある。イメージ炉は低電力で高温を得ることが出来るため宇宙のように電力が限られている所では便利な炉である。しかしこの炉はランプの光を楕円鏡で集光し加熱するため強い温度の不均一が発生する。宇宙の微小重力場で発生が見られた強いマランゴニ流の原因の1つはこの強い温度不均一であろう。

以上の背景のもとで我々は温度均一性のはるかに優れた抵抗炉を用いてシリコンの融液

成長を行うことを計画した。実験の目的の第1は完全に均一な温度分布の中でのSi球の融液成長であり第2はわずかな温度勾配を持つ場での半球状Siの融液成長である。前者では均熱に保たれた球状のTaカートリッジの中に球状の石英チップを置きその中で球状Si単結晶を先ず外周から融解し次に内部に残された未融解のSi部分を種として外周の方向に結晶成長を行う。後者の実験では棒状Si単結晶を円筒状のTaカートリッジの内部に置きこれを先端が高温で他端が低温となるようなゆるやかな温度場に置く。次に全体を高温にすることにより先ず先端部を融解し、先端に球状の融液を形成する。その後、全体の温度をゆっくり下げ未融解の棒状部分を種結晶として成長を行う。このような方法により、温度不均一が非常に小さい条件下でSiの融液成長を行う。

2. 実験方法

本実験では二種類の電気炉を用いた。第1の電気炉は球状Si単結晶を第2の電気炉は棒状Si単結晶を融解・成長するためのものである。Si単結晶は非常に酸化しやすいので加熱時の酸化を防ぐため、低圧のArを炉内に封入する。それに先立ち系内の空気を排気し真空にしてからArを導入する。系内の酸素を完全に排除するためこのプロセスを4回繰り返す。このような系内の浄化作業後100TorrのArを封入し先ず球状Si結晶の成長を行い次に棒状Si結晶の成長を行う。

2.1 球状Si結晶の成長

電気炉 (No. 1) の内部の様子をFig. 2. 1に示す。加熱は電気炉内部に炉壁に沿って円周状に配置されたTaの棒状ヒーターによって行われる。その周囲は多重のTaシートからなる円筒状の断熱壁によって囲まれている。棒状ヒーターによる温度不均一を改善するため試料は球状のTaカートリッジ内に置き、このTaカートリッジを均熱材として用いる。Taカートリッジの概略図をFig. 2. 2に示す。このカートリッジ内部には球状の石英チップを置きこの中にSi球を入れる。Si球が球状石英チップの中心に来るように石英チップの内壁にはFig. 2. 3に示す様に石英の突起が設けられている。成長後、結晶がこれ等の突起とぶつかり損傷を受けることのないよう温度が室温にまで下がった後結晶の周囲にゲルソの小球を挿入する。このための機構がカートリッジにつけられている。Siの球状単結晶は日本からアメリカまでの輸送および打ち上げの際の各種の振動及び衝撃によって損傷を受けることのないようTaカートリッジの外側から襯を差込みカートリッジ及び石英チップの中央に保持される。成長実験に先立ち搭乗科学者がこれ等の襯を取り除いた後カートリッジを電気炉に装填することになっている。

熱電対はヒーターの極く近くに1本と炉内のTaカートリッジ近傍に1本を置きヒーター温度で制御を行った。しかし球結晶の場合、温度制御を誤るとSi球が全く融けない場合や融けても内部に固相が残らず全体が融解してしまう場合が考えられる。前者は論外であるが後者の場合、固化時単結晶成長は行われず多結晶が成長すると考えられるので所期の目的が達成出来ない。そこでSi球の融解を正確に検出し、そこから時間をはかり全体が融解しない前に冷却に転じ成長を開始する必要がある。このため、Si球の表面が融解し始める点を赤外線放射により検出した。Siのような半導体では融液は金属的とな

り熱輻射率が低下する。従ってSi球の表面からの熱輻射を計測していれば表面が融解した時点で信号が急に低下するのでその時点を検出することが可能である。

2.2 棒状Siの結晶成長

棒状Siの融解成長は球状Siと同様であるが別の電気炉（No. 2）を用いて行われた。ヒーターおよび炉壁の断熱方式は全く同じであるが中央に置くカートリッジが異なる。これをFig. 2.4に示す。Si棒はこのカートリッジの中心に置かれるが一端は固定され、低温に保たれる。他端は熱せられて融解し、そこに融液球が作られる。融液球が大きくなりすぎたり、又は何らかの原因により偏心して外側のTaカートリッジにふれるようなことがあるとTaカートリッジとSiが共融する可能性があるのでTaカートリッジの内側に石英のワイヤ管を挿入しこれを防ぐ構造とした。又、この状態では、Si棒は片側だけが支えられる‘片持ち梁’構造となるので打ち上げの衝撃で折れる危険性がある。そこでSi棒の先端部を球結晶の場合と同様、ネジを外から差し込み3方向から固定した。このカートリッジも成長実験の前、保管場所から出し搭乗科学者がネジを取り除き電気炉に装填する。本電気炉の温度監視のためヒーターの近くに熱電対を1本置きもう一本の熱電対は棒状試料に溝を刻みその中を通し融解予定部分の近くに置き温度測定を行った。温度制御は後者の熱電対により行った。

2.3 試料

球状Siの成長のために用いた試料は直径2cmの球状単結晶Siで地上でフローティングゾーン法で成長させた大型単結晶から切り出し球状に加工したものである。これをFig. 2.5に示す。これには不純物としてりんが添加されており比抵抗は $1\Omega\text{-cm}$ のものを用了。この球結晶を化学エッチング後2.1で述べたカートリッジに入れ、周囲からネジで固定しArを封入したプラスチックに保管する。その後軌道上で実験に先立ちプラスチックから取り出しネジを除いた後CGF炉に挿入し実験を行った。球状結晶をカートリッジに入れた時の様子をFig. 2.6に示す。

棒状試料も球状試料と同様に地上で成長したフローティングゾーン結晶から切り出し成形したものでこれもFig. 2.5に示してある。不純物は同じくりんで比抵抗は $0.7\Omega\text{-cm}$ である。試料の寸法および熱電対用の溝の位置をFig. 2.7に示す。又、Taの円筒カートリッジを装着する前の様子をFig. 2.8に示す。

3. 実験結果

3.1 球状Siの融解と成長

加熱はほぼあらかじめ設定した温度プログラム通り行われた。先ず、真球成長用のNo. 1炉に800Wの電流が投入され加熱を開始した。温度は順調に上昇しヒーター温度で 1430°C まで達した後約20分間保持しその後ゆっくり温度を下げ 1399°C で約40分保持した。この時間までに球成長は終わるはずなのでこれが終わってからは比較的早く温度を降下させた。

成長後カートリッジは炉内に置かれたまま冷却される。成長が順調であれば球結晶が出来

ているはずであるが成長した結晶が坩堝内の突起とあたって結晶が損傷を受ける可能性がある。そこでこれを防ぐ目的で小さなプラスチック(テフロン)ボールを外から押し込み球結晶と石英坩堝の間に入れクッション材として用いることとした。しかし、本実験では冷却後搭乗科学者がプラスチックボールの挿入操作を行った所、ボールは多少は送られたものの球形カートリッジ部分には入らず、何らかの不具合があったものと考えられた。

CGFが日本に輸送されカートリッジを取り出した所次のことがわかった。まず、カートリッジの球形部分の外側が球形石英坩堝の半分とともにはずれ、CGF炉内に落下していたこと、次に球結晶は完全な球ではなく半球に近い形状となっており、融液の一端が石英坩堝の小さな穴を通して外側のTaと接触した形跡があること等である。この接触のためその部分で結晶が坩堝内に固定され落下せず残留していたことがわかった。半球状の結晶の直径は約16mmとなっておりはじめあった20mmの球の体積から考えると60%近くのSiが失われている。石英坩堝に保持されている様子をFig. 3.1に示す。残された半球の部分は真球に近い。これは融解が外側から起こり固液界面が同心球を保ちながら内部へと進行したためと思われる。半球の上にはフレットが対称的に形成されており結晶の対称性を反映しているものと考えられる。フレットの1つをFig. 3.2に示す。フレット上では融液が残りこれがフレットの周辺から固化するため中央に最後に固化した部分に対応した突起が形成されている。まだ方位の同定は行っていないがSiではフレットは(111)面に限られるのでこのフレット面も(111)であるものと考えられる。

次に60%以上ものSiが失われた原因を考える。残留したSi結晶が、石英坩堝の穴に接触した形で保持されていたことから融液が石英坩堝の穴を通して外側のTaのカートリッジに接触し共融が起こりそのため吸い取られる形で融液が失われたものとするのが自然である。この穴は輸送時にSi球結晶を中央に保持するため金属製ネジを挿入するためのものである。石英坩堝に開けられた穴は2mm程度であるがこれを通してSi融液が外に引き出されるという事態は全く想定していなかった。さらに石英坩堝の内側にはSi融液を坩堝の中心に保持するため石英製の突起が設けられており、この突起もこのようなことが起こることを防ぐはずであった。しかし、結果的に見ると、この突起はこの目的のためにはあまり役に立っておらず融液は容易に石英の壁にふれ、かつ容易に2mmという小さな穴を通り抜けて外側のTaに触れている。このことからスペース内部にはかなり大きなg-ジッターがあり融液球がかなり大きくゆれ動いていたものと考えられる。

3.2 棒状Siの融解と成長

棒状Siの融解・成長はNo. 2炉を用いて行われた。No. 1炉のヒーター電源をoffにした後、800Wの電力をNo. 2炉に加え加熱を行った。ヒーター温度を最初1470℃近くまで上昇させしばらく保持した後ゆっくり下げ結晶成長を行った。温度制御はSi棒にとりつけた熱電対を用いて行った。温度の上昇と降下はほぼプログラム通りに行われ特別に問題となるような事態は見られなかった。

TaカートリッジはNo. 2電気炉に装着したまま地上に戻され、そのまま日本に輸送された後炉体からはずされた。この時、炉体内にSiの小さな破片がいくつか落下していることが発見された。Taの円筒カートリッジの先端部にはSi棒を固定するためのネジを差し込む穴が開けられているがSiの破片はこの穴から落下したものである。

次にTaカートリッジから試料をとりはずす作業が高純度窒素を充填したクリーンボックス内で行われたが、このとき、カートリッジの根元のねじが容易にはずれないという事態が発生した。そのためやむを得ずカートリッジを室内に取り出し寒材を用いて内側を冷却し熱膨張の差によりねじ部をゆるめ取り外した。しかし、内部を観察すると試料はかなり細く破れており、いずれかの時点で結晶の破壊が起こったことが判明した。

細く破壊している部分から比較的大きなかたまりを取り出し水溶性の接着材を用いてもとの結晶の形を復元することを試みた。これをFig. 3.3に示す。これによるとSi棒は先端から72mm融解し最初は先端部に融液球を作っていたと思われる。しかし、ある時点で融液が偏心し未融解の棒状部分をつたわり側面へと移動したものと考えられる。この移動は重力が存在する場での“たれ下がり”に似ている。勿論、微小重力下では上下方向は意味を持たないが融液が側面に移動した後の融液球の方向を下と表現している。この“たれ下がり”的融液移動のため融液の“下”部がTaの内側に入れてあった石英のフィッパ管に接したものと考えられる。この状態で温度降下が行われたが、結晶は未融解の棒状Si部分を種として一方から成長するとともに石英管に接した部分からも多結晶成長が起こった可能性は否定できない。

4. 考察

先ず、球状Siの結晶成長について考えて見る。内部に存在する種結晶から融液球を成長させた実験は歴史的に見ても最初のものと考えられる。ただし、本実験ではかなりの融液が外側に“吸い”出されてしまっており内部の種から成長した部分はそれ程多くはない。しかし、成長の終わりの部分に対応する表面にはいくつかのfacetやそれを中心にfacetで構成される巨大なstepが形成されておりこの表面を調べることにより半球上のすべての面方位に関し自由表面が結晶化した場合の成長の様子を詳細に知ることが出来る。又、結晶の形は半球状とはいえ、その部分は真球に近く、球状結晶の融解が外周から始まりほぼ均一に内側に進み固液界面は常に球状であったものと考えられる。中心に球状結晶を残した状態の融液球は最初は球状石英坩堝の中心付近にありゆっくり移動していたと思われる。しかし、ある時点でこの融液球が一方向に進んだ時固定用のねじのために坩堝に開けられていた穴にあたり、その勢いで融液が穴から押し出され外側のTaカートリッジに触れたものと思われる。一度このような接触が起こると共融は停止することなく進み多くの融液が流出することとなった。しかし、温度が下がり融解から成長に転ずると流出も止まり残った融液が球状に成長したものと思われる。

このような試料の外観をもとにした解析と実験時の炉内温度、赤外線輻射率、ヒータ印加電力の実測値を比較してみる。Fig. 4.1には赤外線検出器の出力を温度に換算した値の時間変化を示した。この換算値の絶対値は現実の輻射率が物質により異なるので正確ではないが、その変化は温度変化及び表面状態の変化に対応している。Si球が融解するとき、輻射率が急に下がるので、その点を検出して温度制御の基準時間とする。Fig. 4.1の矢印の所でこれが起こっている。このグラフはたて軸の目盛りが荒すぎるので、はっきりとはしないが、この時刻を契機に投入電力が低下しているので、制御系は正

しくこの融解を検出していたことがわかる。Fig. 4. 2に投入電力と時間の関係を示す。再びFig. 3. 4に戻ると、赤外線温度は融解開始後ゆれており、これはカプセル内で融液球が揺れ動いていることに対応するものと考えられる。ところが、融解開始後16分34秒で、突然この温度変動が停止しており、このことはこの時点で融解球が内部で固定されたことに対応しているものと理解できる。すなわち、融解開始後約17分経過したところで融解球が石英坩堝の小さな穴にあたりそこで融液が押し出されTaカトリッドにふれ融液の流出が起こるとともに融液球がそこで固定されたものと考えられる。

坩堝内に残ったSi球を切断し、その断面を研磨後化学的にエッチングし、固液界面と不純物縞の形成の有無を調べた。Fig. 4. 3に断面の全体図を示す。融液の流出が起こったので再成長層はあまり厚くはないが、同図Aに示す部分では約1.2mmの厚さの成長層が得られている。この拡大図をFig. 4. 4に示す。これによると、未融解部分は地上での熱対流のため導入された不純物縞が明瞭に観察されるが、宇宙で成長させた1.2mmの部分には全く不純物縞が観察されていない。

もう一箇所比較的再成長層厚の大きい所を同図Bに示す。この部分は融液が流出した穴の近くで成長時坩堝壁に接しており、固化時、石英坩堝との間の熱膨張係数の差のため強いひずみがかかり多数の転位が導入された。同図での黒い点は転位によるエッチャットである。しかし、再びこの部分にも不純物縞は見られない。地上で成長させた部分にははっきりと不純物縞が現れているので宇宙で成長させた部分に不純物縞が見られないということは、宇宙で熱対流とともに非定常のマッコーニ流も抑制できたのではないかと考えられる。

宇宙での微小重力場でSL-1, D-1によりSiの融液成長を行ったEyer等およびKoelberは非定常マッコーニ流による強い不純物縞の形成を見たが、われわれの実験では、均熱化に大きな努力を払ったため非定常マッコーニ流の抑制が可能となったのではないかと考えられる。特に、われわれの実験に近いKoelberの実験では、成長層の最終部分にまで不純物縞が形成されており、ディメンション的にはわれわれの実験とほぼ同じ大きさの部分にまで不純物縞が導入されている。従って、われわれの実験で不純物縞が導入されていないことは、われわれの成長部分のディメンションが小さかったことが原因ではなく、やはり温度均一性の格段の向上にその原因があるものと言える。

次に棒状Siの融解・成長について考察する。棒状Siは先端部から72mm融解しておりかつ未融解部の先端はFig. 3. 3で見たように鋭く尖っている。また、その内側に棒の円周に沿って段が認められ、これが融液と棒の境界と考えられる。従って最初融液は計画通り棒状Siの先端に球状に形成されていたものと考えられる。その直径は融解量から見ると1.90cmである。しかし、ある時点ですでに述べた融液移動が発生した。この原因はまだ不明であるがSi棒の表面と融液のぬれ性が非常に良かったため融液球が何らかの不安定性でどちらかに傾くと接触面積が大きくなった方に益々傾き前節で見たような“たれ下がり”が発生したのではないかと考えられる。地上でしゃぼん球をふくらませる時球が時折管の側面にまわり込み安定してしまうのと似た現象と思われる。

このまわり込みが起こった時刻を再び温度データおよび印加電力データから求めて見る。Fig. 4. 5に棒状試料に直接とりつけた熱電対の温度の時間変化を示す。これを注意深く調べると、融解時、図中矢印をつけた時間で温度が急に上昇しており、同時に制御系

はこれを検出して印加電力を急減している。この様子をFig. 4.6に示す。このことは融液球がこの時側面にまわりこみ、そのため棒状試料の温度が急上昇したと考えるのが自然である。従って、このように考えるとまわり込みは、SL-J時間で4日の0時29分に起こったことがわかる。まわり込みの起こった後の棒状試料先端形状を見ると先端が細長い円すい形となっており融液球がまわり込むとき、この円すい部分を表面が突き破って移動したことになる。このことは、かなり大きな力が融液球にかかりこのような移動が行われたことを示している。

この“たれ下がり”の結果、融液球は外側の石英管内壁に接した状態となり固化されたものと考えられる。この状態で冷却が行われたことになるが細く破壊された時間と原因についてはまだ明かではない。Taカトリッジを炉体からはずす時すでに炉内にSiの破片が見られたということは破壊が起こったのはTaカトリッジをはずす過程以前で起こったことは明かである。一つの可能性として軌道上から地球に運ばれ、更に日本に運ばれる輸送過程で何らかの衝撃が加わり破壊されたことも考えられる。これについてはそれを裏付けるデータは何もない。もう一つの可能性として融液が石英管壁に接した状態で冷却された時、お互いの熱膨張係数の差のために破壊されたとする考え方がある。しかし、石英の熱膨張係数は非常に小さく、Siが温度降下時縮小するとSiは石英から離れる傾向にありその方向には力は加わらない。しかし石英管壁に沿う方向にはSiに強い引っ張り応力が加わるのでこれが原因で破壊が起こった可能性は否定できない。

以上見たように、球結晶を融解させて得られた融液球も、棒状試料の先端に形成された融液球もともに大きくゆれ動いていたものと考えられる。そのため、各々ある時刻に融液球は石英の小さな穴に衝突し、棒状試料先端の融液球はまわり込んだものと思われる。この原因はスペース内のg-ジッターであろうが、残留重力の時間変化を調べた限りでは、この二つの出来事の近くで、大きなg-ジッターが発生した気配はない。従って、融液球はいずれの場合も、小さなg-ジッターを吸収し、時間経過とともに大きくゆれ動いて行ったものと考えられる。

5. 結論

Si球結晶および棒状結晶の両方の試料において加熱はほぼプログラム通り順調に行われ微小重力下で融解と成長が行われた。しかし、両方の場合とも予期しなかった事態が起こり予想した結果とはかなり異なる結果となった。球結晶成長では融液が石英管壁の小さな穴を通して外のTaカトリッジに接触しそのため共融が起こり多くの融液が外部に流出した。しかし残された融液は半球状ではあるが球状に成長し表面には結晶の対称性を反映した配置にfacetが形成されている様子が観察された。

成長後の球結晶を切断し研磨後エッチングを行い固液界面の位置、不純物縞の存在の有無を調べた。それによると、部分的ながら成長が行われており、最も厚い成長層の厚さは1.2mmであった。この部分には不純物縞が消失しており、熱対流とともに非定常マングニ流も抑制されたものと考えられる。

棒状試料では最初は融液球が棒状Siの先端に形成されたと考えられるが、それがあ

間接に影響し温度降下時、又は輸送時歪みがかかり結晶はかなり細く破壊された。この破片を集め原形を復元することにより移動前棒状Siの先端に形成されていた融液球は直径が約2cmとほぼ予定の大きさになっていたことがわかった。

引用文献

- [1] A.Eyer, H.Leiste and R.Nitsche, :Proc. 5th European Symposium on Materials Sciences under Microgravity, Schloss Elmau 1984. ESA SP-222, (1984)173-182
- [2] H. Koelker, :Proc. 5th European Symposium on Materials Sciences under Microgravity, Schloss Elmau 1984. ESA SP-222, (1984)169-172
- [3] A.Eyer, H.Leiste and R.Nitsche, :J. Crystal Growth 71, (1985)173-182
- [4] H. Koelker, :Proc. of the Norderney Symposium on Scientific Results of the German Spacelab Mission D1, Norderney 1986. DFVLR-WPF D1, (1987)264-267

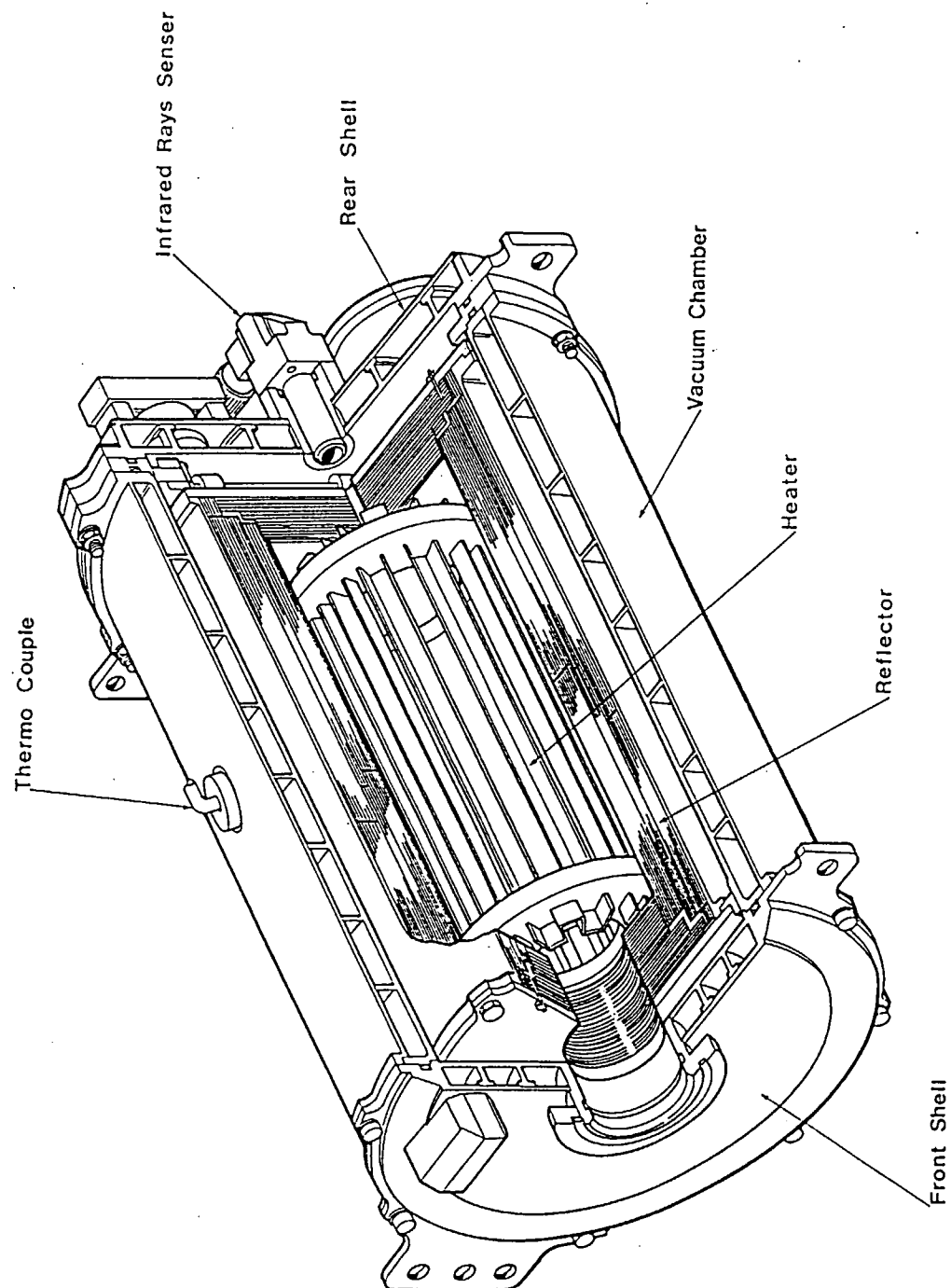


Fig. 2.1 球状Si成長用電気炉 (No.1)。

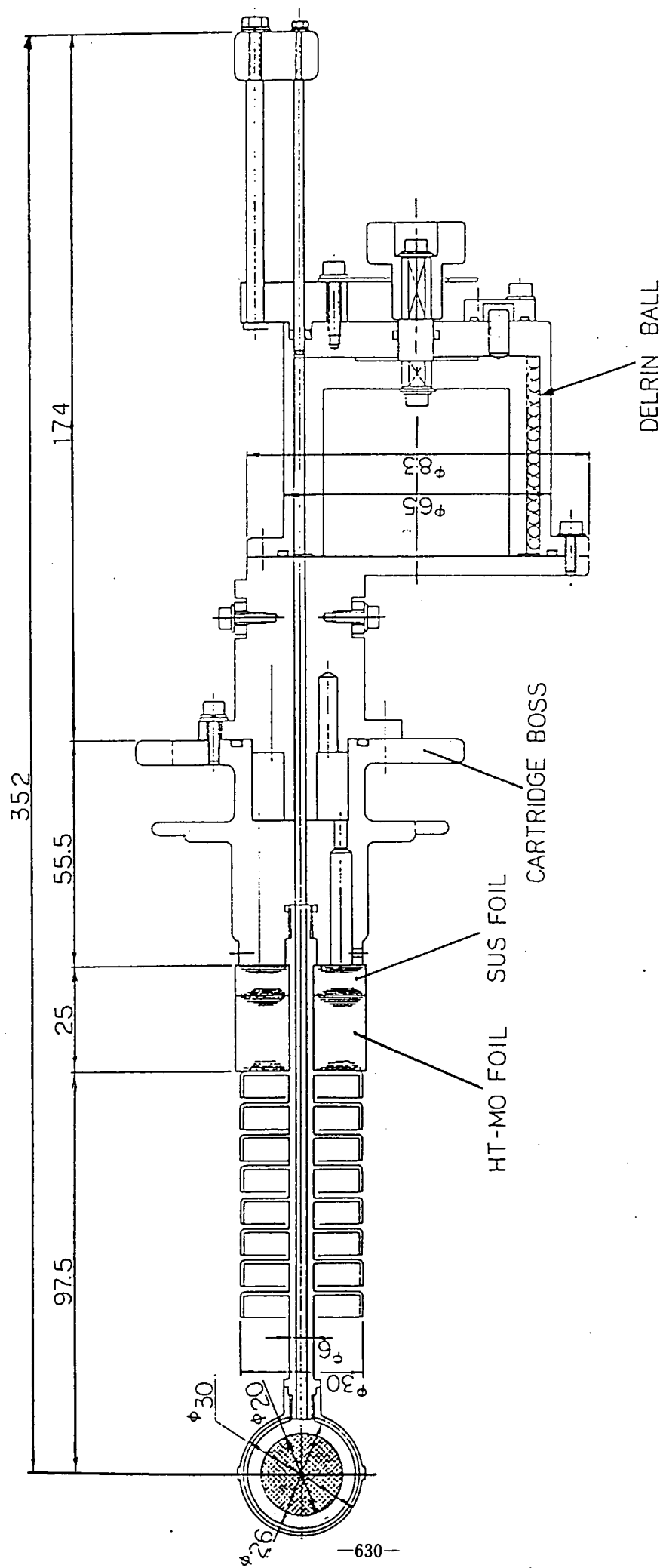


Fig. 2.2 球状Si成長用Taカートリッジ。

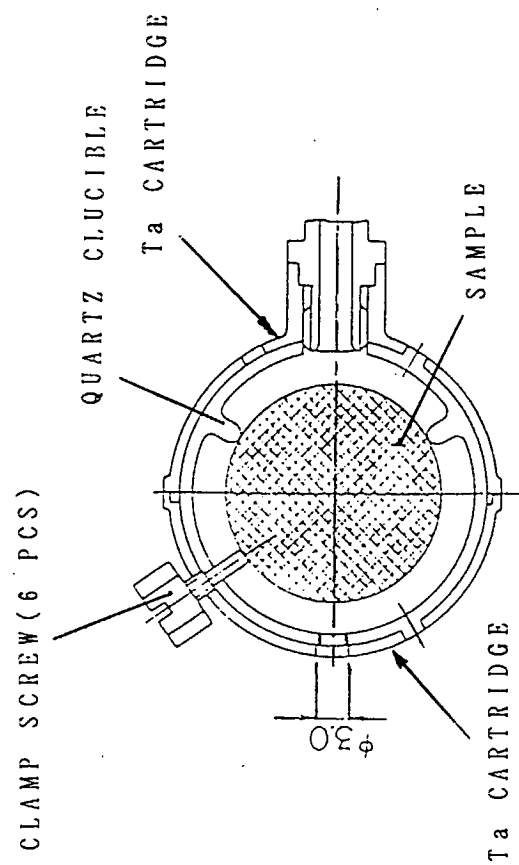


Fig. 2.3 球状Siを入れる石英ルツボ。

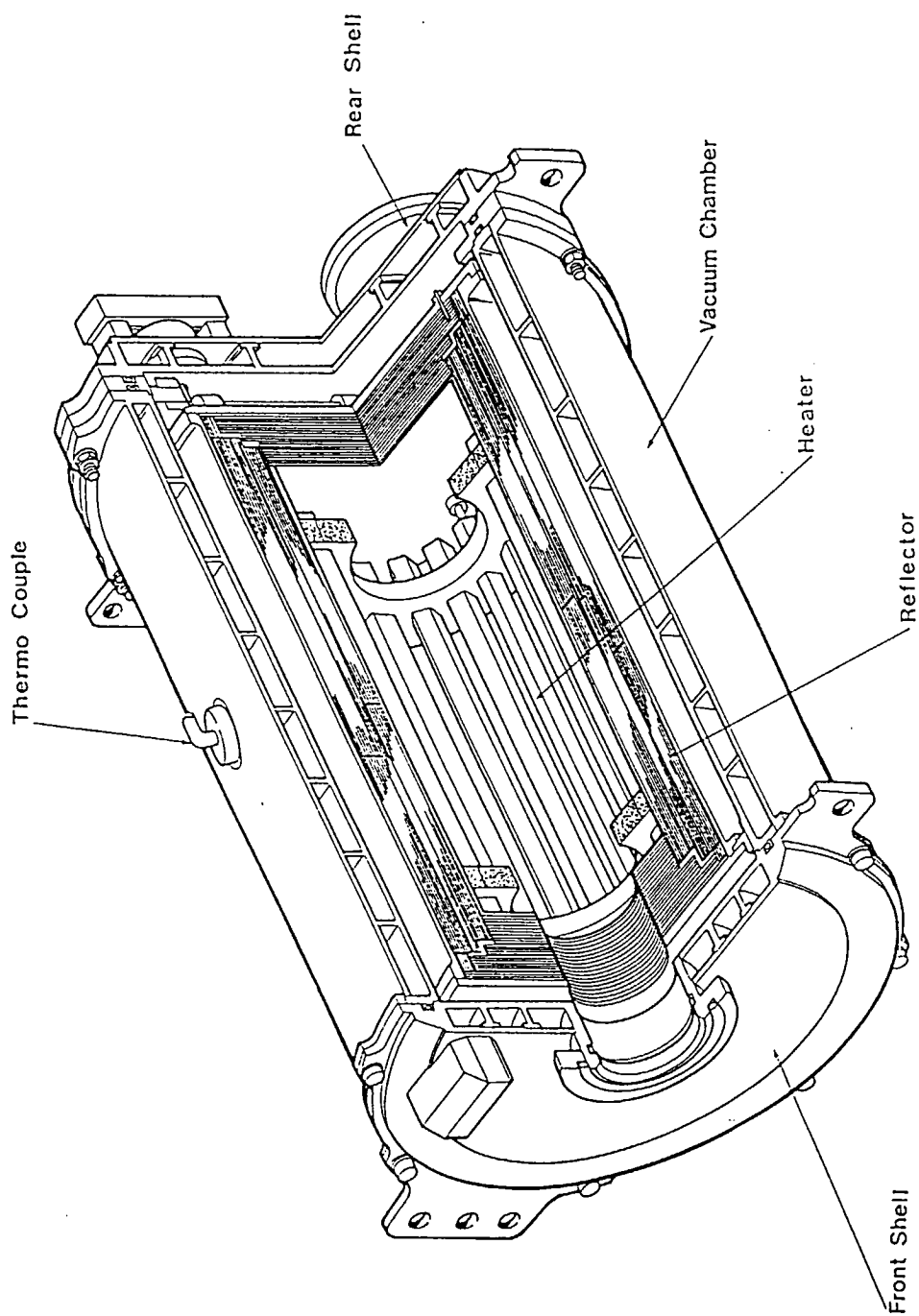


Fig. 2.4 棒状Si成長用電気炉 (No. 2)。

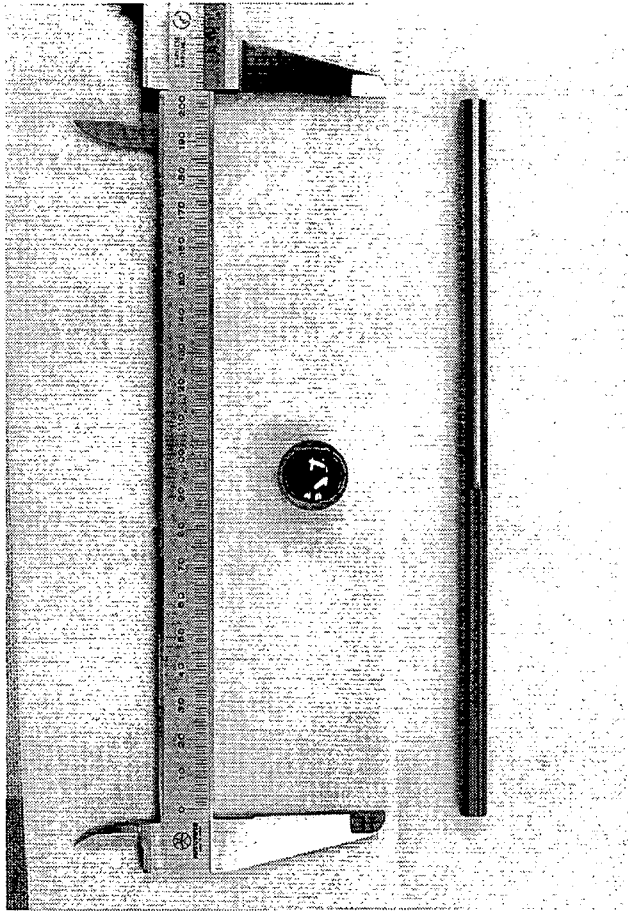


Fig. 2.5 球状および棒状Siの形状。

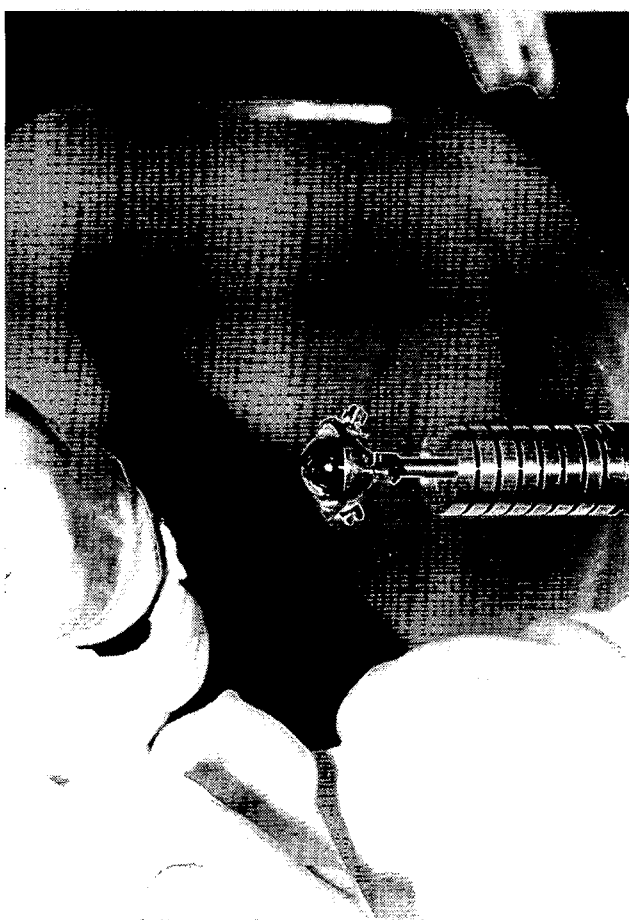


Fig. 2.6 Si球結晶をTaカートリッジに収容した様子。

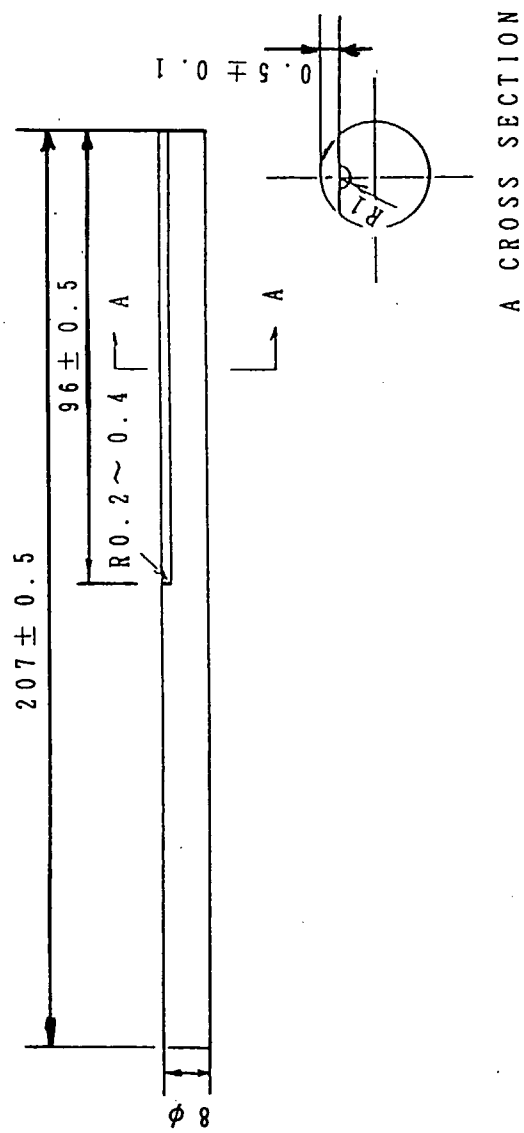


Fig. 2.7 棒状試料の模式図。

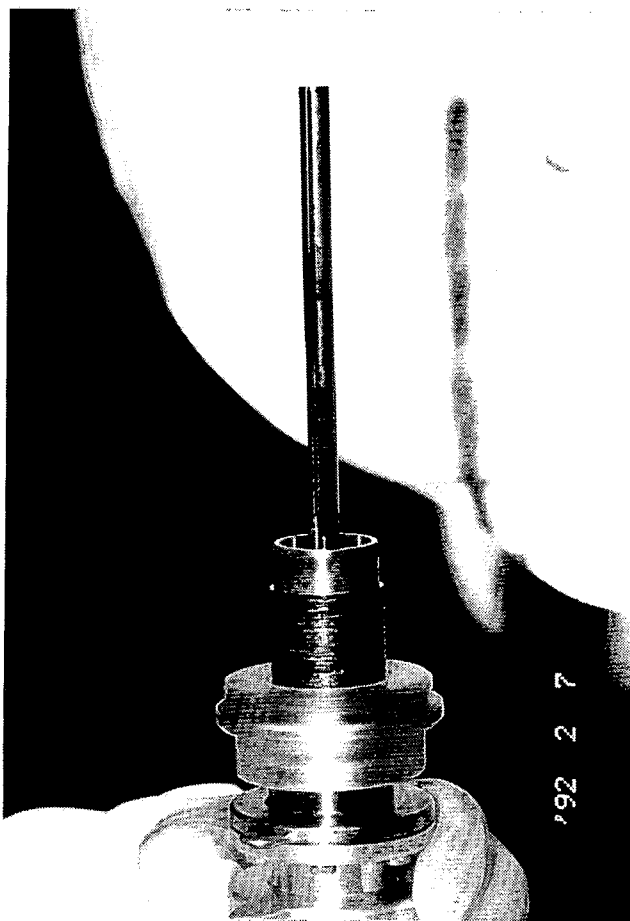


Fig. 2.8 棒状試料をセットした後の様子。この後
同筒状Taカートリッジ（内側に石英ライナー
管が入ったもの）をかぶせる。

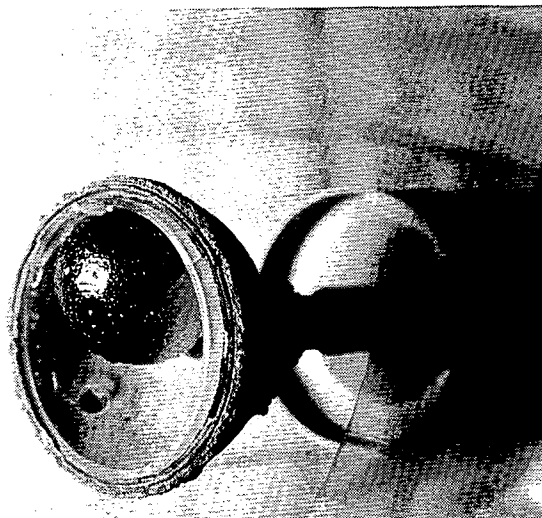


Fig. 3.1 回収後の球状試料。半球状に変化し、かつ石英
ルツボの穴からTaカートリッジに接触し固着
されている。

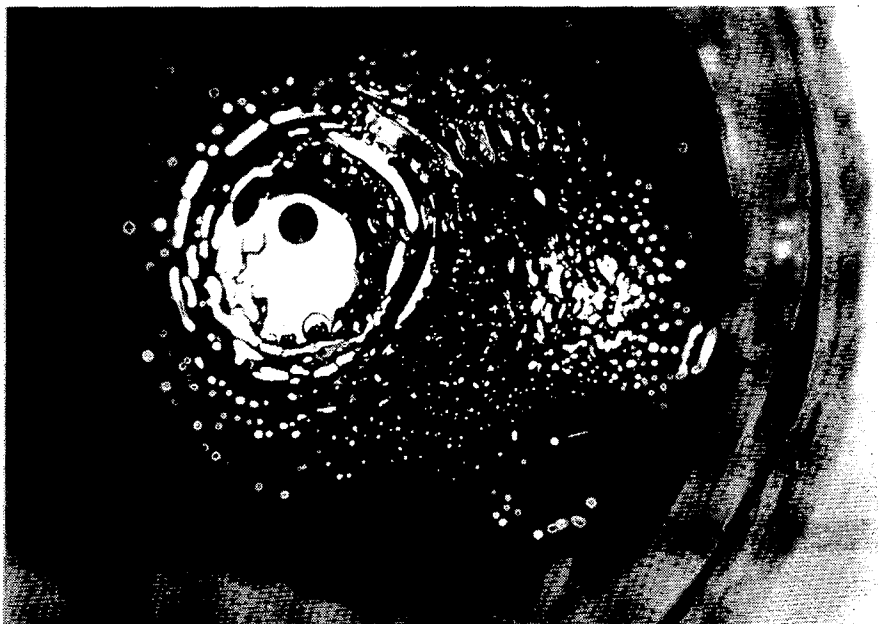


Fig. 3.2 成長後の球状試料表面に観察されるファセット。

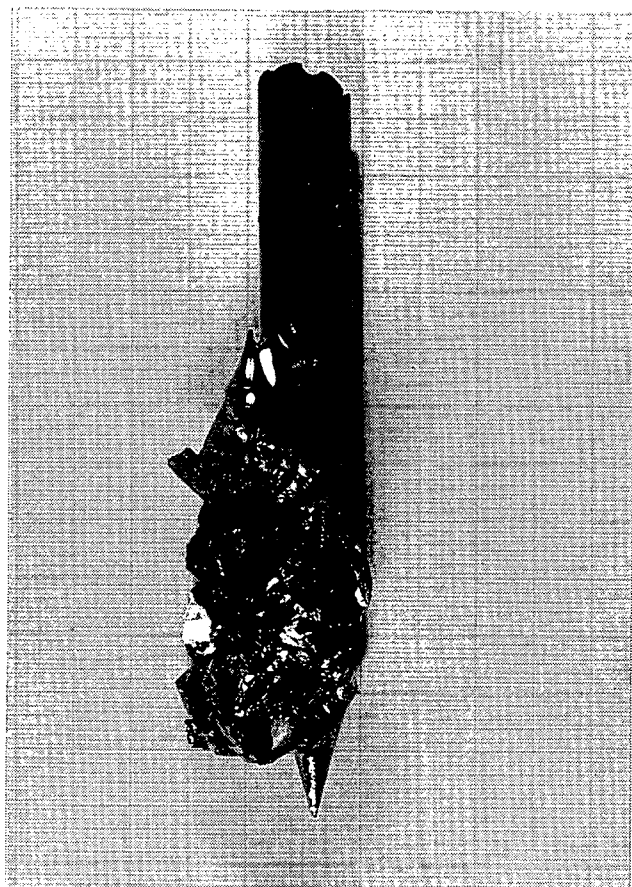


Fig. 3.3 破壊された結晶を水溶性接着材で復元したもの。

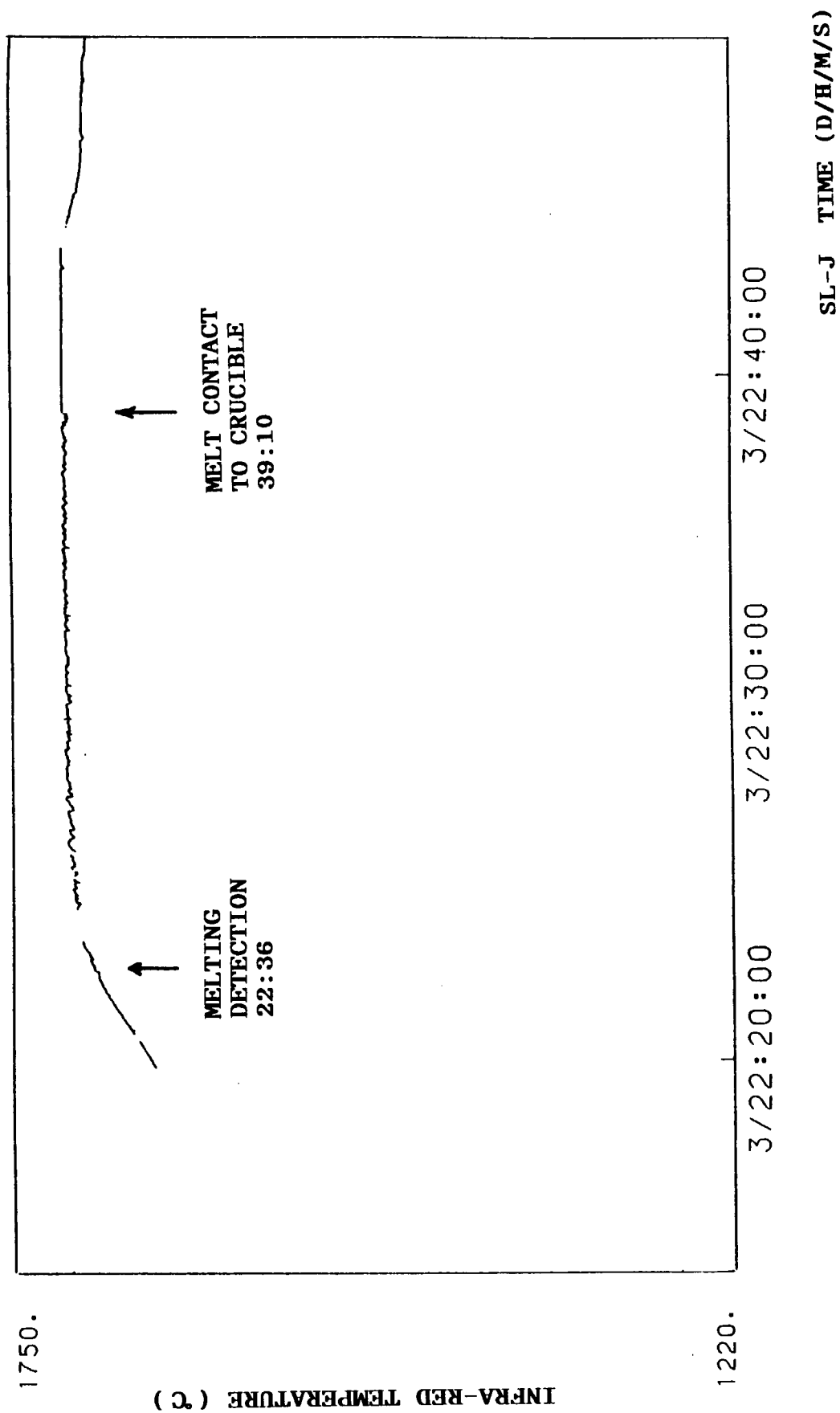


Fig. 4.1 赤外線温度計の指示値の時間変化。

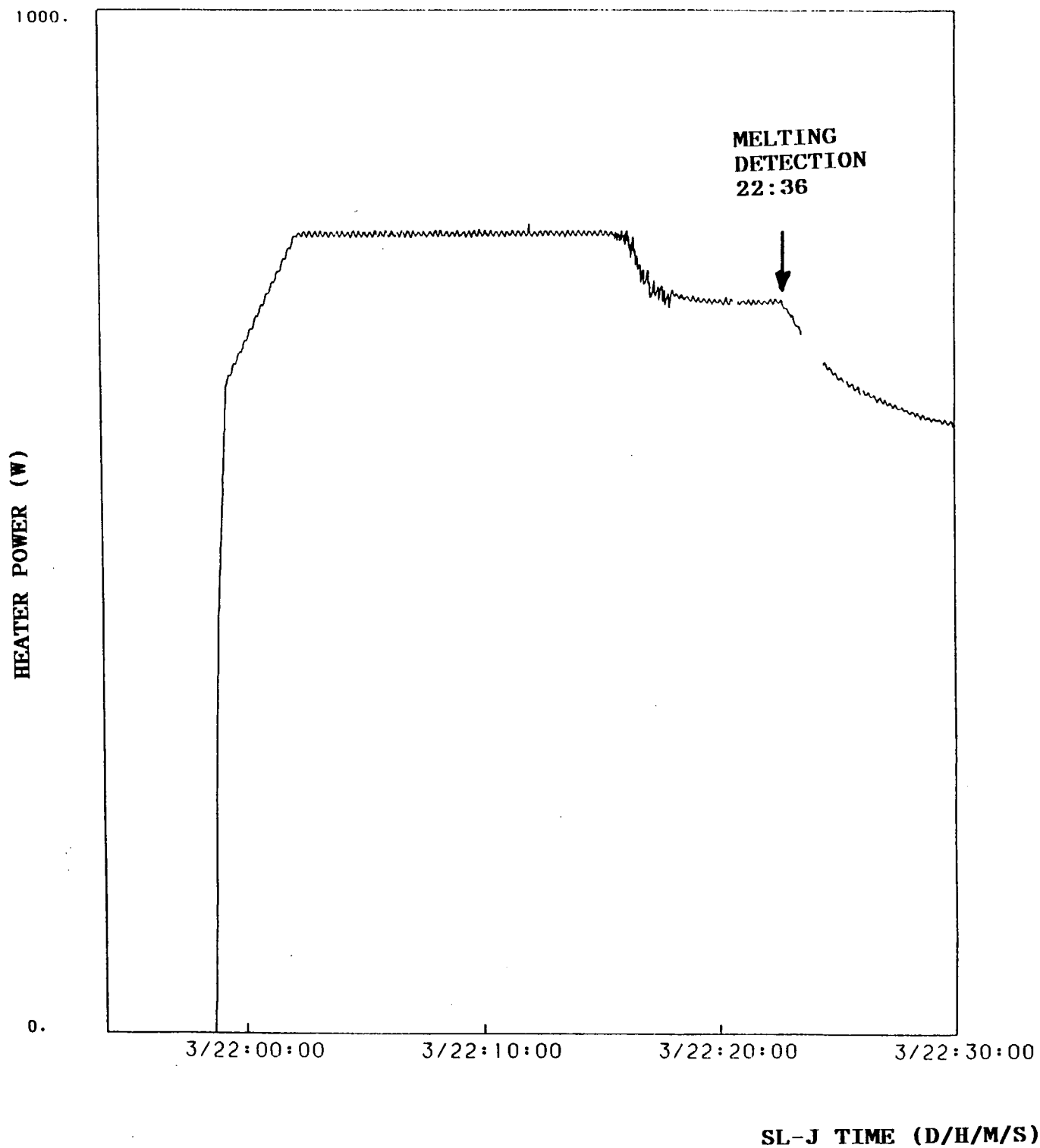


Fig. 4.2 球状Si成長用電気炉への投入電力。

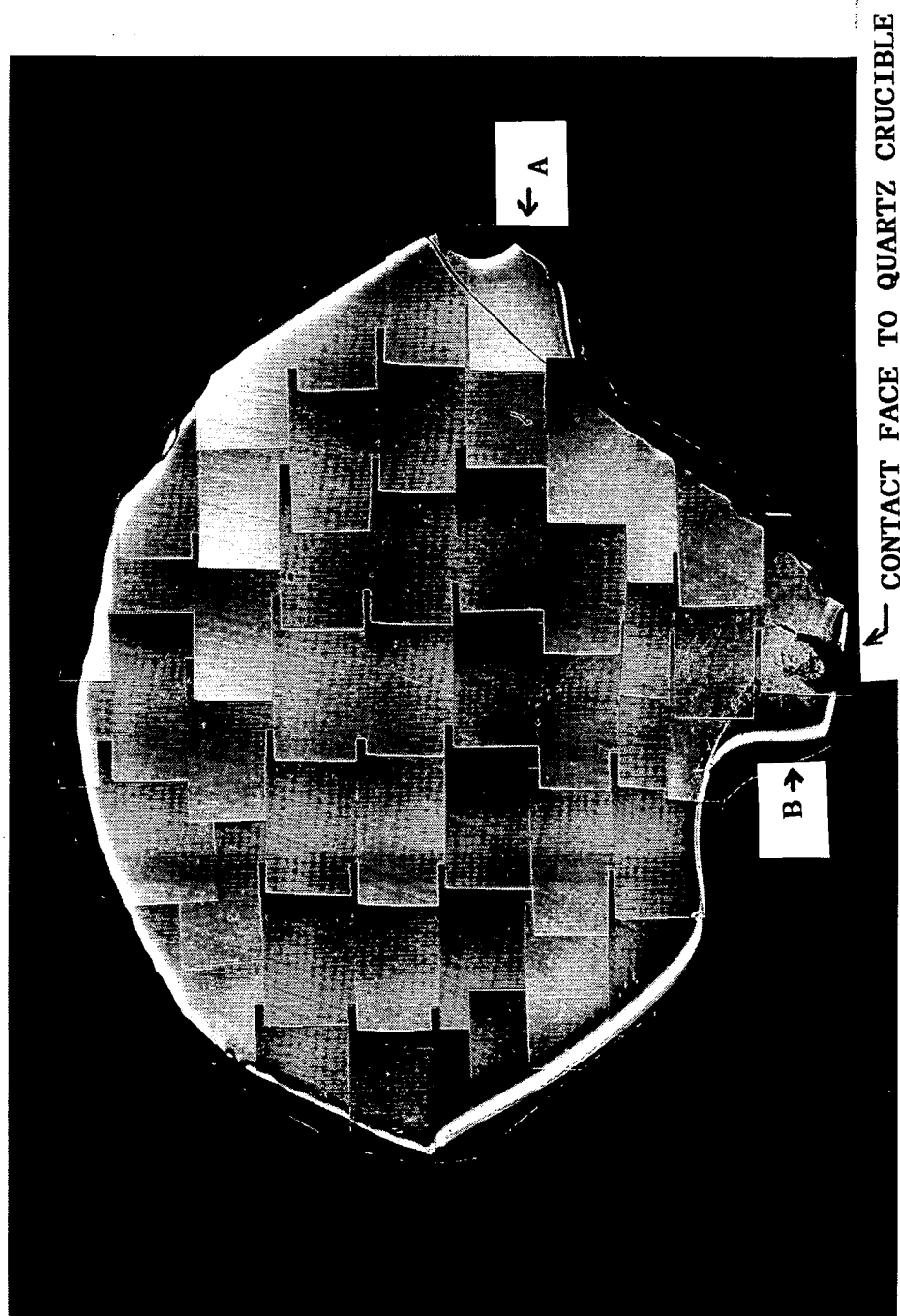


Fig. 4.3 球状結晶の成長後断面。Aは比較的厚い成長度を得られた部分、
Bは融液が石英ルツボに接した状態で固化した部分を示す。

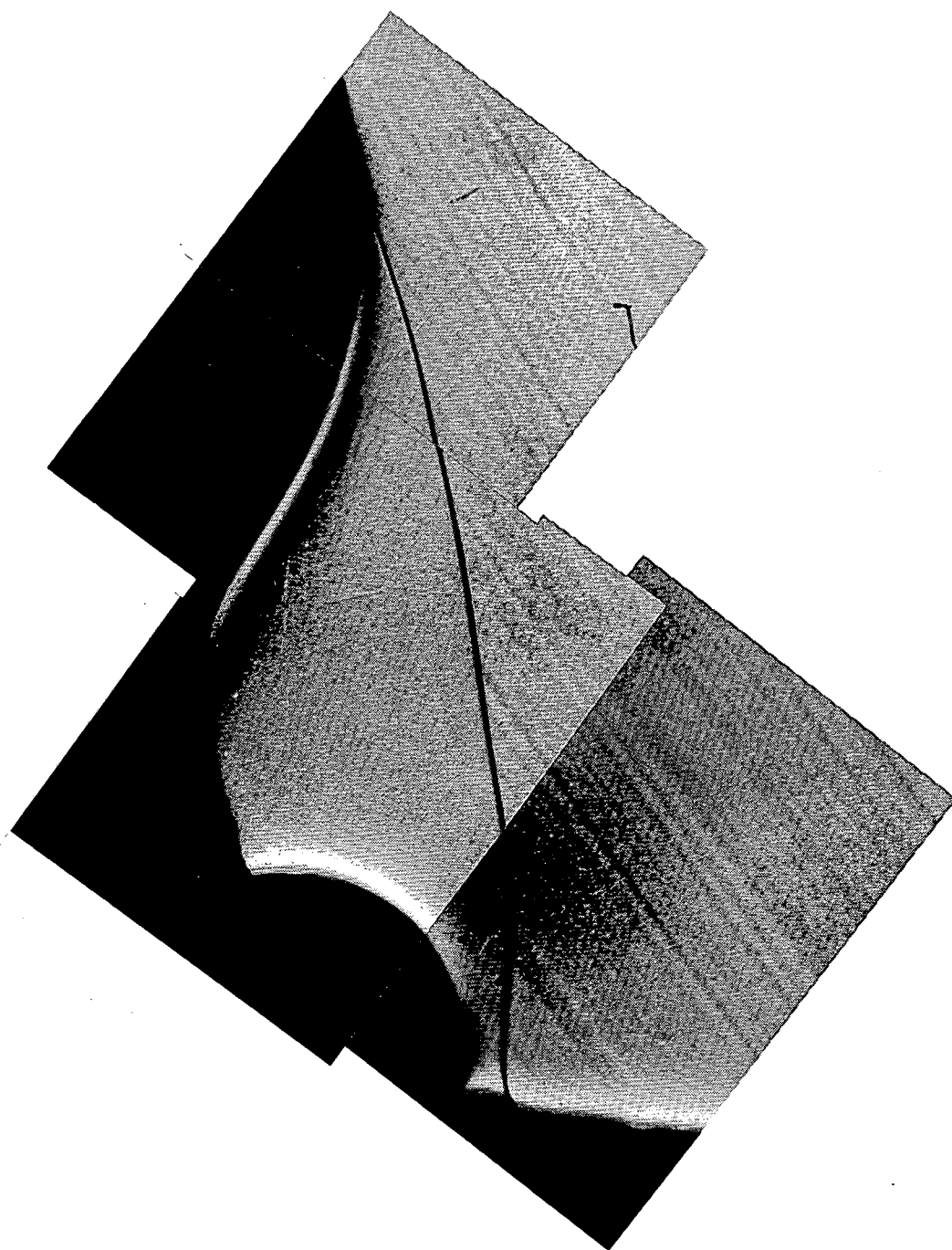


Fig. 4.4 Fig. 4.3におけるAの部分の拡大図。

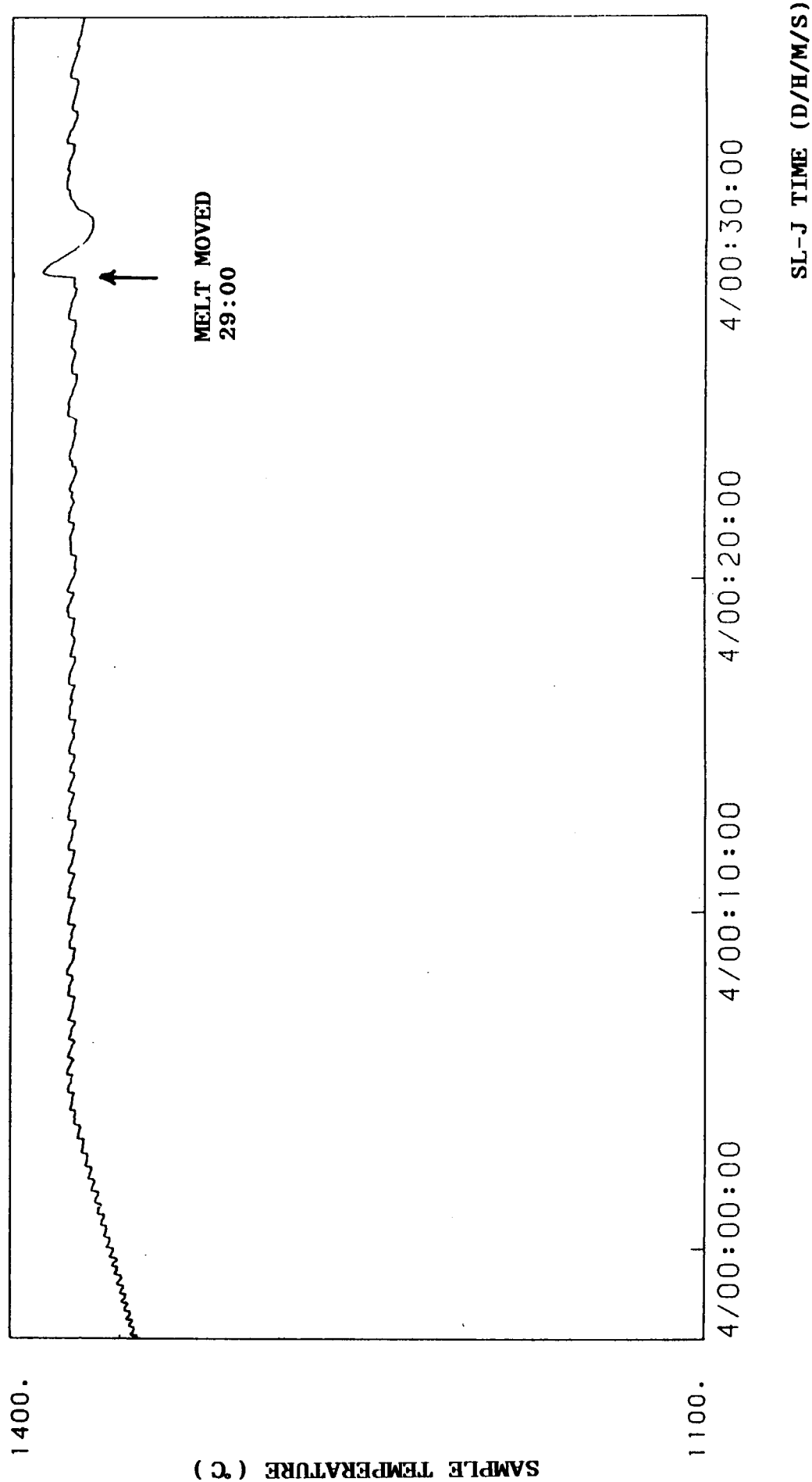
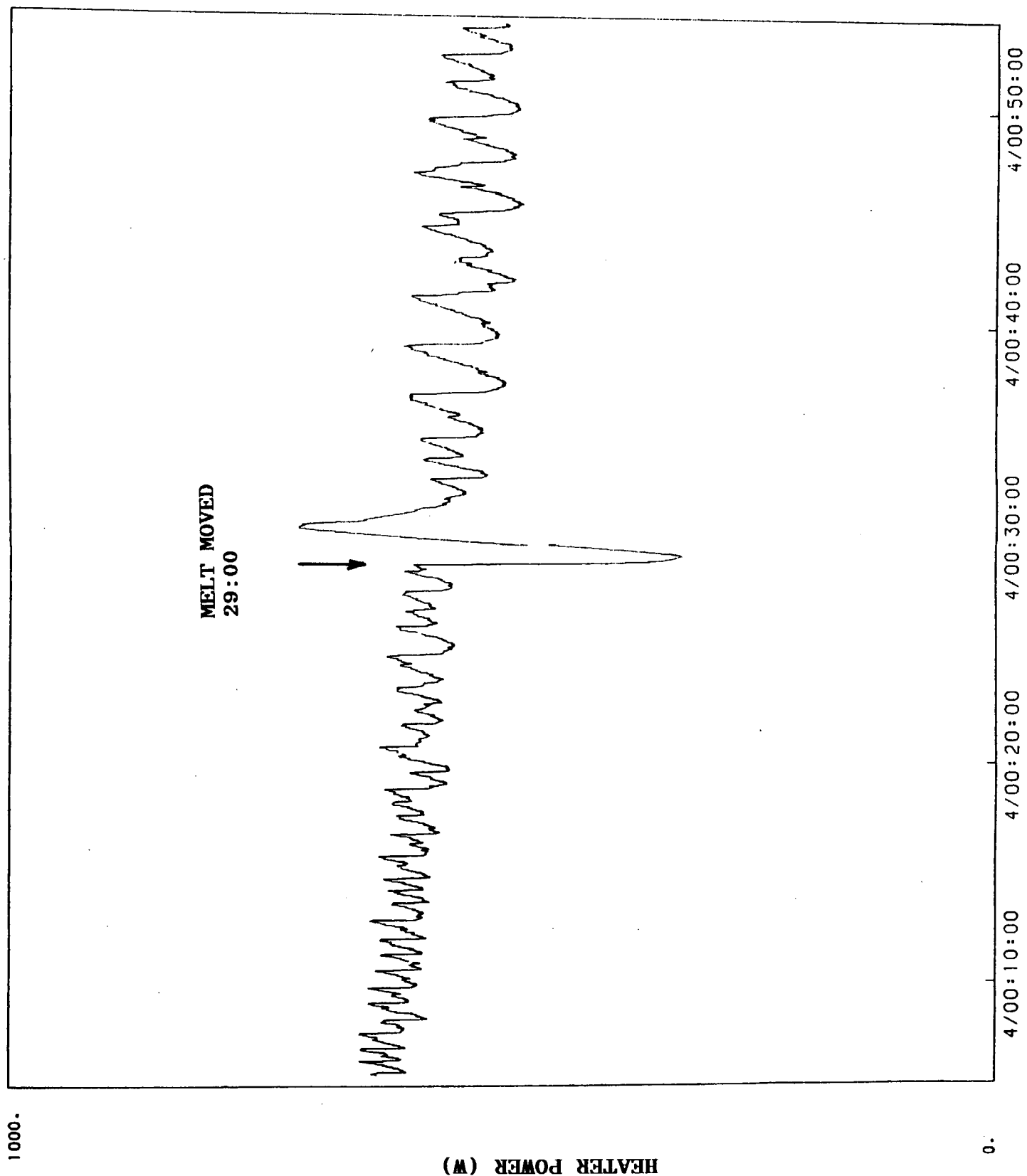


Fig. 4.5 棒状試料にとりつけた熱電対による温度測定値



SL-J TIME (D/H/M/S)

Fig. 4.6 棒状Si成長用電気炉への投入電力