

SiGe 結晶成長の地上準備実験

木下恭一¹、荒井康智¹、宮田浩旭²、田中涼太²、曾根武彦³、吉川淳一³、木原孝志⁴、
柴山博治⁴、窪田保志⁴、島岡太郎⁵、藁科祐輔⁶、稲富裕光¹、阪田薫穂¹、高柳昌弘¹、
依田眞一¹

¹宇宙航空研究開発機構、²(株)エイ・イー・エス、³有人宇宙システム(株)

⁴宇宙技術開発(株)、⁵(財)日本宇宙フォーラム、⁶(株)アイネット

Preparatory Experiments of SiGe Crystal Growth on the Ground

Kyoichi Kinoshita¹, Yasutomo Arai¹, Hiroaki Miyata², Ryota Tanaka², Takehiko Sone³, Jyunichi Yoshikawa³, Takashi Kihara⁴, Hiroharu Shibayama⁴, Yasushi Kubota⁴, Taro Shimaoka⁵, Yusuke Warashina⁶, Yuko Inatomi¹, Kaoruho Sakata¹, Masahiro Takayanagi¹ and Shinichi Yoda¹

¹Institute of Space and Astronautical Science, JAXA, 2-1-1, Sengen, Tsukuba, 305-8505

²Advanced Engineering Services Co. Ltd. Takezono, Tsukuba, 305-0032

³Utilization Engineering Dept., JAMSS, 1-1-26, Kawaguchi, Tsuchiura, 300-0033

⁴Space Environment Utilization Group, SED, 1-12-2, Takezono. Tsukuba, 305-0032

⁵Japan Space Forum, 2-2-1, Otemachi, Chiyoda-ku, Tokyo, 100-0004

⁶Inet Corporation, 5-19-6, Shikatebukuro, Minami-ku, Saitama 336-0031

E-Mail: kinoshita.kyoichi@jaxa.jp

Abstract: We have prepared for SiGe crystal growth experiments on board the ISS “Kibo”. The two-dimensional model of the TLZ (traveling liquidus-zone) method will be studied by microgravity experiments because disturbance in constituent element by convection upon freezing is avoided in microgravity. For successful space experiments, growth conditions using a bread board model of a gradient heating furnace (GHF) for space experiments are examined on the ground. Procedures for determining growth conditions and finally fixed growth conditions are reported.

Key words: Crystal growth, TLZ method, Si-Ge alloy, GHF, Microgravity

1. はじめに

微小重力環境下で均一組成の混晶育成を可能とする新しい結晶成長方法 Traveling Liquidus-Zone 法 (略称 TLZ 法) を考案し、国際宇宙ステーション内日本実験棟「きぼう」を利用した宇宙実験の準備を進めてきた^{1) - 5)}。適合性試験炉(BBM 炉)を使用して宇宙実験条件の最適化を図ったのでその手順と結果について報告する。

2. 宇宙実験の目的

均一組成の混晶育成用に考案した飽和溶融帯移動法(Traveling Liquidus Zone Method, 略称 TLZ 法)を SiGe の結晶成長を通して確立することを目的とする。大口径均一組成達成のためには軸方向だけではなく、径方向の均一性も求められる。対流の抑制できる微小重力下では結晶化に伴う溶質濃度分布を見積ることが容易となるので、径方向の組成分布を評価するために考案した二次元 TLZ モデル⁶⁾の妥当性を宇宙実験を通して検証する。

3. BBM 炉を用いた宇宙実験準備

TLZ 法における二次元性の考察のためには宇宙実験で TLZ 法の原理による結晶成長が進むことが前提となる。そのためには、一定な温度勾配の設定が望ましい。宇宙実験用の温度勾配炉は地上実験で

通常使用する電気炉よりもヒータの距離が短く、長い領域にわたり一定な温度勾配を維持するのが難しい。そのため、地上での実験条件出しを十分行う必要がある。

まず、ダミー試料を用いて、宇宙実験条件の温度勾配 7°C/cm と 14°C/cm に対する加熱条件を求めた。次いで、実際の試料により加熱条件を調整した。図 1 は BBM 炉による最初の実験結果である。温度勾配 14°C/cm の育成条件と Si_{0.5}Ge_{0.5} 組成を狙ったが得られた結果は、温度勾配 8.4°C/cm (TLZ 法一次元モデル式から逆算)で、初期の Ge モル分率が 0.54、3.2mm 成長後の Ge モル分率が 0.52 になっており、狙いの組成より 2~4 at%ずれていた。結晶組成はソリダス温度を反映しているため、初期界面の温度は 1090°C、成長終了時界面温度は 1099°Cであることがわかる。初期界面温度として約 20°C低すぎ、終期界面温度として約 10°C低すぎると言える。

この結果を受けて、2 回目の実験条件として初期界面温度が 20°C高くなり、成長後の界面温度が 10°C高くなるようヒータ加熱温度を調整した。得られた結果を図 2 に示す。初期界面の Ge 濃度は温度調整の甲斐あって 0.49 とほぼ目標の値になっていた。Ge 濃度は 8mm 程度の成長まではほぼ一定であるが、そこからは漸増し、15.6mm 成長した所では 0.54 になっていた。これはヒータの移動速度設定

値 0.3mm/h が平均の結晶成長速度 0.156mm/h よりも速すぎて界面位置が低温側にシフトしたことや組成的過冷却が発生したことが影響していると考えられる。成長速度は 1 回目の実験より速くなり、温度勾配が 10.1°C/cm に上昇したことがうかがえるが、これは初期界面温度の調整が温度勾配も変化させたことによる。界面温度の調整と温度勾配の調整が独立して行えないところに、温度条件設定の難しさがある。実験を遂行中に、カートリッジ先端部がネジ式の場合と溶接の場合とで、カートリッジ内温度分布が変化することが判明した。宇宙実験では、カートリッジ先端部は電子ビーム溶接されていることから、先端部溶接カートリッジで最終的なヒータ加熱条件の詰めを行った。

図 3 に温度勾配 14°C/cm の最終実験結果を示す。Ge モル分率は 0.50±0.01 に収まっており、界面温度がほぼ目的の温度で一定な値を取るよう設定できた。また、温度勾配もほぼ 14°C/cm を達成していた。宇宙実験では本実験条件を微調整して、設定する予定である。

宇宙実験では 14°C/cm の温度勾配の他に、7°C/cm の温度勾配の実験を予定しており、7°C/cm におけるヒータ設定温度も同様にして決定した。

4. まとめ

TLZ 法による結晶成長では、温度勾配が一定であることが望ましい。ヒータ構造が市販の炉と異なる宇宙実験用電気炉での実験条件の詰めを BBM 炉を用いて行い、最終実験条件を決定した。温度勾配炉と実験用カートリッジは 2011 年 1 月 20 日に打上予定である。今後は宇宙実験の運用が重要となるので、実験の成功に向けて運用に注力していきたい。

参考文献

- 1) Kinoshita K., H. Kato, M. Iwai, T. Tsuru, Y. Muramatsu, S. Yoda, method", *J. Crystal Growth*, **225**, 59 (2001)
- 2) Kinoshita K., Y. Hanaue, H. Nakamura, S. Yoda, M. Iwai, T. Tsuru, Y. Muramatsu, *J. Crystal Growth*, **237-239**, 1859 (2002).
- 3) 木下恭一, 緒方康行, 越川尚清, 足立 聡, 松本 聡, 岩井正行, 鶴 哲也 (他 4 名)、*日本結晶成長学会誌* **29**, 349 (2002).
- 4) Nakamura H., Y. Hanaue, H. Kato, K. Kinoshita and S. Yoda, *J. Crystal Growth*, **258**, 49 (2003).
- 5) K. Kinoshita and S. Yoda, *J. Crystal Growth*, (in press)
- 6) 足立 聡, 緒方康行, 松本 聡, 吉崎 泉, 高柳昌弘, 木下恭一, 依田真一、日本機械学会 2005 年度年次大会、(2005 年 9 月、東京)

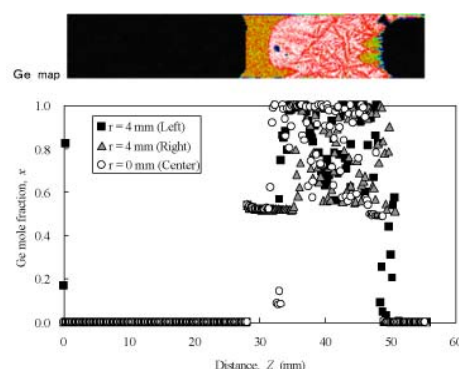


Fig. 1 Ge axial concentration profiles for the first run of experiments.

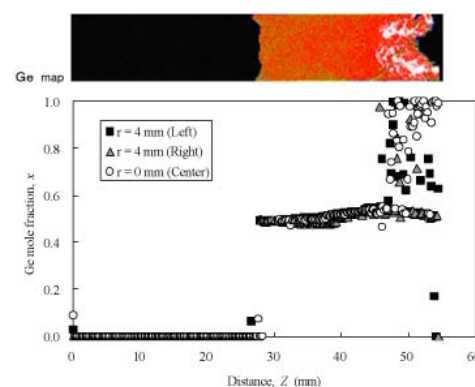


Fig. 2 Ge axial concentration profiles for the second run of experiments.

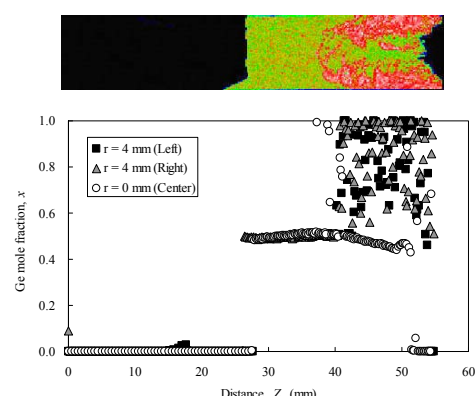


Fig. 3 Ge axial concentration profiles for the final run of experiments.