

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3661801号
(P3661801)

(45) 発行日 平成17年6月22日(2005.6.22)

(24) 登録日 平成17年4月1日(2005.4.1)

(51) Int. Cl.⁷

F I

HO 1 S 5/327
GO 1 N 13/00
HO 1 L 21/20
HO 1 L 33/00

HO 1 S 5/327
GO 1 N 13/00
HO 1 L 21/20
HO 1 L 33/00

D

請求項の数 2 (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平7-143923	(73) 特許権者	000224798 同和鉱業株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目8番2号
(22) 出願日	平成7年5月18日(1995.5.18)	(74) 代理人	100076130 弁理士 和田 憲治
(65) 公開番号	特開平8-316586	(74) 代理人	100129470 弁理士 小松 高
(43) 公開日	平成8年11月29日(1996.11.29)	(74) 代理人	100101557 弁理士 萩原 康司
審査請求日	平成13年4月17日(2001.4.17)	(72) 発明者	大高 修司 東京都千代田区丸の内1丁目8番2号 同 和鉱業株式会社内
		(72) 発明者	清水 栄二 東京都千代田区丸の内1丁目8番2号 同 和鉱業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 II-VI 族化合物半導体単結晶体の転位密度測定方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ZnSe単結晶体の(100)面をスライスして得た基板に、表面研磨および鏡面エッチング処理を施した後、臭素メタノール溶液に浸漬することによって食刻せしめ、得られた食刻像から該(100)面上の転位を計測することを特徴とするZnSe単結晶体の転位密度測定方法。

【請求項2】

前記臭素メタノール溶液が0.1～1容積%の臭素メタノール溶液である、請求項1記載のZnSe単結晶体の転位密度測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、青色発光デバイスの材料として期待されるセレン化亜鉛(ZnSe)等のII-VI族化合物半導体単結晶中の転位密度を測定する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

II-VI族化合物半導体の一種であるセレン化亜鉛(ZnSe)は、従来、気相成長法や高圧溶融法により製造されているが、これら製造法によって得られた単結晶は結晶学的には不完全であり転位と呼ばれる結晶内の不完全部分を含んでいる。この転位の単位面積当りの数を転位密度と呼ぶが、これは青色発光デバイスの発光寿命等と密接な関係を持ち、工

ピタキシャル成長用基板として適当であるか否かを判断する上で非常に重要な特性の一つである。

【0003】

これまでZnSe単結晶の転位密度を計測する方法は、単結晶体の(111)面および(110)面を計測する方法が知られているが、まだ(100)面に対する計測方法は知られておらず、エピタキシャル成長する結晶方位が(100)面である場合でも、その方位に配位した単結晶基板から転位密度に関する情報を直接知ることができなかった。

【0004】

このため、例えば高圧溶融法で得られた大口径で長尺のバルク結晶からエピタキシャル成長用基板の方位面出しと、転位密度調査用単結晶の方位面出しとの2種類のスライスが必要であった。

10

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

前述のように従来の転位密度計測方法では、直接的に(100)面での転位密度を測定できないため、例えばZnSe単結晶基板(100)面上にエピタキシャル成長を行う場合に、基板自体として使用可能な基板であるか否かの判断を短時間で行えないという欠点を有していた。

【0006】

したがって本発明の目的は、青色発光デバイスの材料として期待されるZnSeを含めて、II-VI族化合物半導体結晶体の(100)面上の転位密度を直接計測する方法を提供することにある。

20

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは上記目的を達成すべく鋭意研究した結果、希薄臭素メタノール溶液を用いてZnSe単結晶基板の(100)面を食刻すれば、転位部分が鮮明な食刻像として得られるので、転位密度が測定でき、しかもこの方法がZnSe単結晶以外のII-VI族化合物半導体単結晶にも適用できることを見だし本発明に到達した。

【0008】

すなわち本発明は第1に、ZnSe単結晶体の(100)面をスライスして得た基板に、表面研磨および鏡面エッチング処理を施した後、臭素メタノール溶液に浸漬することによって食刻せしめ、得られた食刻像から該(100)面上の転位を計測することを特徴とするZnSe単結晶体の転位密度測定方法；第2に、前記臭素メタノール溶液が0.1~1容積%の臭素メタノール溶液である、第1記載のZnSe単結晶体の転位密度測定方法を提供するものである。

30

【0009】

【作用】

本発明において原料として用いるZnSe単結晶基板は、まず垂直ブリッジマン炉または垂直徐冷炉を用いて高圧溶融法によるZnSe多結晶を種結晶として該種結晶上に育成することにより単結晶を得る。すなわち前者では溶融体の入ったるつぼを温度勾配のついた電気炉中を降下させて結晶を育成し、後者では上下方向に温度勾配のついた電気炉中なるつぼを置き温度勾配のついたまま徐冷してつぼ下面より結晶を析出成長させる。

40

【0010】

次いでこの単結晶をスライサーで(100)方位に切り出したものを遊離砥粒を介在させて行うラッピングにより研磨し、さらに表面を鏡面仕上げするために鏡面エッチングして所定形状に切り出したものである。

【0011】

本発明では、単結晶基板を0.1容積%の臭素メタノール溶液に浸漬することにより基板表面を食刻させるが、食刻条件としては室温で溶液を攪拌しながら80~150秒程度浸漬すれば鮮明な食刻像が得られるので、これから転位密度を計測することができる。

【0012】

50

【実施例】

図1は本実施例に用いられた単結晶基板食刻装置を示す模式断面図、図2はZnSe単結晶基板を食刻した後の腐食部分を示す顕微鏡写真で同図(a)は400倍、同図(b)は1000倍に拡大したものであって、これらを参照して以下説明する。

【0013】

あらかじめ高圧溶融法によって得られたZnSe単結晶から(100)面をスライスして5mm角×1mm厚の基板を切り取り、該基板の表面を研磨した後、鏡面エッチング処理を施したものを供試基板とした。

【0014】

図1に示す単結晶基板食刻装置の反応槽1に入れられた常温(約20℃)の1容積%臭素メタノール溶液6に上記ZnSe基板5が浸漬するようにテフロン製バスケット2に入れて反応槽中にセットした。

【0015】

反応槽底部にはあらかじめ攪拌子3が設けられており、反応槽下部にあるマグネチックスターラー4で攪拌子3を250rpmの速度で120秒回転させ、食刻処理を行った。

【0016】

上記食刻処理を施したZnSe基板を反応槽より取り出し、メタノール中で超音波洗浄し乾燥した後、ノマルスキー微分干渉顕微鏡で腐食部分(転位部分)を観察した。

【0017】

観察したZnSe基板上の転位部分を図2(a)の400倍、同図(b)の1000倍の写真として示したが、これらから単位面積当りの転位密度を容易に計測することができた。

【0018】

なお、ZnSe以外のII-VI族化合物半導体単結晶についても食刻処理を試みたが、ZnSeの場合とほぼ同様の結果が得られた。

【0019】

【発明の効果】

以上説明したように、従来II-VI族化合物半導体単結晶の(100)面における転位密度を直接計測する手段がなかったが、本発明の方法によれば、簡易な装置を用いて(100)面に食刻処理を施すことにより明確鮮明になった転位を計測できるので、短時間で(100)面の転位密度が測定され、II-VI族半導体のエピタキシャル成長基板としての適否が容易に判断できるようになった。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例に用いられた単結晶基板食刻装置を示す模式断面図である。

【図2】ZnSe単結晶基板を食刻した後の腐食部分を示す顕微鏡写真で(a)は400倍、(b)は1000倍の拡大写真である。

【符号の説明】

- 1 反応槽
- 2 バスケット
- 3 攪拌子
- 4 マグネチックスターラー
- 5 ZnSe基板
- 6 臭素メタノール溶液

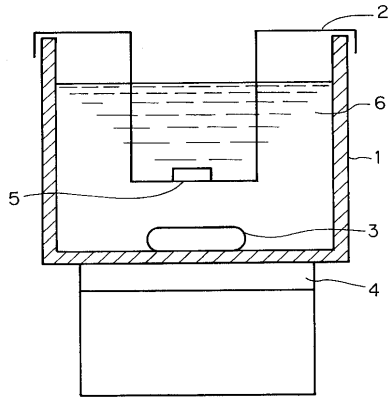
10

20

30

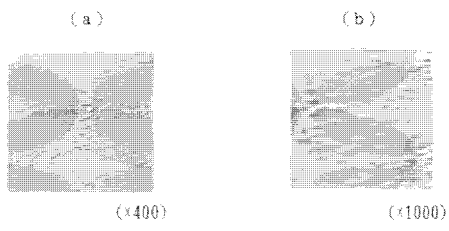
40

【 図 1 】



【 図 2 】

断面代用写真



フロントページの続き

(72)発明者 梅津 一之
東京都千代田区丸の内1丁目8番2号 同和鉱業株式会社内

審査官 柏崎 康司

(56)参考文献 特開平03-034586(JP,A)
特開平01-191056(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
H01L 33/00
H01S 5/00-5/50