

研究活動報告

物理精製研究分野 (1996.1-1996.12)

教授：一色 実，助手：三村耕司，王 吉豊，石川幸雄
受託研究員：菊池 猛，合田泰之，下向 仁
研究留学生：楊 柏梁，具 本欣
大学院生：三樹 剛，宋 秀善，高 光旭，米倉 洋
 菊地 克，斎藤浩一，横田泰利，池田篤史
 岸田 学，末繁由隆
研 究 生：宋 士恵

本研究分野は、金属及び半導体を対象に主として高純度素材の作製、新しい精製プロセスの開発、高純度素材の特性解明、特性に与える不純物効果等の研究を行っている。1996年の研究活動の概略を以下に述べる。

1. 鉄の高純度精製

高純度鉄は、磁気デバイスあるいは半導体用素材として注目が高まっている。従来超高純度鉄の精製には陰イオン交換法を用いていたが、より生産性の高い精製プロセスの開発を目指して溶媒抽出法による精製効果を調べた。基礎実験として、4-メチル-2-ペンタノン (MIBK) を用いたバッチ法で不純物の抽出挙動を詳細に調べ、3Nの電解鉄を5Nまで精製出来ることを確認した。今後カラム法への拡張および陰イオン交換法との組み合わせなどにより、生産性の高い高純度鉄の精製プロセスを確立することを検討している。

2. 水素プラズマ溶解による鉄、コバルトからの脱酸

真空溶解では脱酸が困難な金属である鉄、コバルトについて水素プラズマアーク溶解を試み、その精製機構を検討した。プラズマガスに少量の水素 (1~5vol%) を添加するだけで溶解初期の脱酸速度が大幅に増加し、初期酸素濃度 157mass ppm の鉄では5分間の溶解で酸素濃度 10ppm 以下、60分後には 3ppm 以下となった。現在、反応速度定数の水素濃度依存性を求めて精製機構の検討を行っている。初期酸素濃度 316ppm のコバルトの場合にも、2分の溶解で 10ppm 以下まで脱酸が可能であった。

3. 荷電粒子放射化分析法による高純度金属中の酸素分析

金属中の酸素はその特性に大きな影響を及ぼすため、その精製法や分析法の研究は重要である。本年度は、表面酸化膜の影響を除去できる荷電粒子放射化分析法を用いて、高純度水素中の浮遊帯熔融精製した鉄、銅や水素プラズマ精製した鉄について酸素分析を行った。その結果、鉄の場合概ね 1mass ppm 程度までは不活性ガス融解法と荷電粒子放射化分析法による分析値に大きな違いがないことが分かった。

4. マグネトロンスパッタ法による銅薄膜の作製と評価

銅はアルミニウム合金に代わる LSI の配線材として注目されているが、スパッタ膜の材料学的見地からの研究が遅れている。本年は、RF マグネトロンスパッタ法により銅薄膜を作製し、配向性に及ぼすスパッタガス圧、基板温度、基板バイアス電圧、熱処理の影響を詳細に調べた。

特に負の基板バイアスの付加により、膜の平滑性と質が改善されることが分かった。

5. Zn の高純度化と ZnSe 単結晶の気相成長

Zn は短波長域でのオプトエレクトロニクス用材料として最も注目されているワイドギャップ II - VI 族化合物半導体用構成元素として非常に重要な金属であり、超高純度化が必要とされている。今まで、真空蒸留法と重複帯溶融精製法からなる精製プロセスで世界最高級の Zn を得ることができ、すでに市販され、国内外を問わず、この分野の多くの研究者によって使用されている。更なる高純度化の必要性及び生産性の観点から、現在採用している帯溶融法と真空蒸留法の最適化に関する実験を開始し、従来よりも簡単なプロセスでより高純度の亜鉛を得ることが出来、残留抵抗比は従来法の25000程度から約40000へと増加した。また、これらの高純度 Zn を素材とし、ZnSe 単結晶を成長させ、アルカリ金属を添加し、その挙動を調べた。

6. 高純度 CdTe 単結晶の成長と評価

高純度 Cd 及び Te を用い、CdTe を合成、一方向凝固及び昇華法による更なる精製後、昇華法による CdTe 単結晶の成長を試み電気的・光学的特性を評価した。その結果、赤外線透過スペクトルの解析から介在物と電気的に活性な欠陥濃度に関する知見が得られること、Cd 位置に置換した不純物は室温で不安定で Te 位置の不純物と会合欠陥を生じることが分かり、また不純物を添加することにより主要な発光ラインの起源に関する知見を得た。

7. MOCVD 法による窒素ドーパ ZnSe のホモエピタキシャル成長と窒素の活性化

ZnSe 系の青色レーザーダイオード (LD) が室温で連続発振するに至っているがその実用化には明らかにすべき諸問題が残されている。その問題解決の一手段としてホモエピタキシャル成長に期待が持たれている。一方、現在までに得られている (LD) の構造は MBE 法によるものであるが、量産化には MOCVD 法が優れている。このため MOCVD 法によるホモエピタキシャル成長を試み、アンモニアを原料として N 添加を試みた。II 族、VI 族原料の供給比およびキャリアガスを選ぶことにより、従来よりも高効率に N がドーパされること明らかとなってきた。

8. HWE 法による CdTe のヘテロエピタキシャル成長

GaAs 基板上に等温気相エピタキシー (ISOVPE) 法により HgZnCdTe 系赤外線検出素子用材料を成長させることを最終目的として、ISOVPE 成長に必要な基板作製の第一段階として CdTe/GaAs の成長をホットウォールエピタキシャル (HWE) 法により試み、ソース温度、基板温度等の成長膜への影響を明らかにした。

9. 等温気相エピタキシー法による HgCdZnTe エピタキシャル膜の成長

現在実用化されている HgCdTe 赤外線検出素子よりも優れた特性が期待される HgCdZnTe 薄膜単結晶を等温気相エピタキシー法によって作製することを目的として実験を進めており、良好な薄膜単結晶を成長させる成長条件の最適化を行った。

10. その他

上記研究に加え、都市ごみ焼却灰の熱プラズマ溶融処理、イオンビームデポジション法による高純度鉄薄膜成長及び評価、II - VI 族化合物の物性評価、ZnSe の MBE 成長、AgGaS₂ 単結晶成長とその評価等に関する共同研究を行っている。