

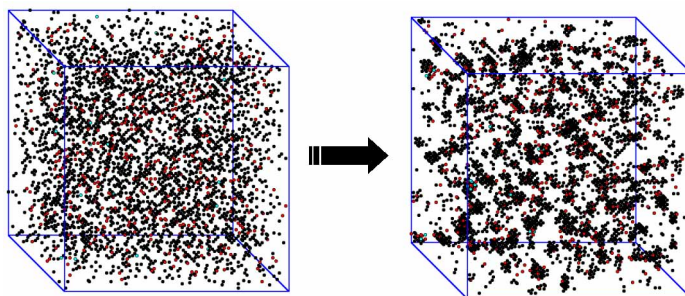
TODAY

材料開発 —— ひと味違う切り口



東京工業大学大学院理工学研究科

教授 里 達 雄



計算機内でのナノクラスタの形成

原子がランダムに分布する状態から原子の小集合体(ナノクラスタ)が自発的に形成される。これにより合金強度が増大する。

材料があらゆる産業、情報通信、医療分野等の基盤であることは言うまでもない。新しい材料は新規の技術を可能にし、新規の技術は新しい材料を要求する。材料開発は、しかし息の長い仕事である。創造主はこちらが考えるほどには新材料創製に協力的でない。かくして、ない知恵を絞り、身近の材料をじっと眺めることになる。

材料は見る側の心の有り様に依じてさまざまな姿をあらわす。これは材料構造の階層性のゆえであろう。われわれは金属を眺めるとき、自ずとある「切り口」で見ている。その「切り口」に応じて、あるいは、その「切り口」の制約下で材料を評価・理解する。階層構造は「スケール」という切り口で見えてくる。例えば、肉眼で見る、ルーペで見る、光学顕微鏡で見る、電子顕微鏡で見る、等である。すなわち、メートルからナノメートルへのスケールダウンにより階層世界が見えてくる。金属原子の大きさは数nmであり、ナノメートルの世界では原子・分子が主役となる。

「材料ナノテクノロジー」が大型プロジェクトとして動き出そうとしている。ナノワールドでは、金属もセラミックもポリマーも共通原理で理解できるのではとの期待が高まる。

漢数詞では大きさのスケールが、 10^0 : 「一」
 10^{-1} : 「分」 10^{-2} : 「厘」 10^{-3} : 「毛」 10^{-4} : 「糸」
 10^{-5} : 「忽」 10^{-6} : 「微」 10^{-7} : 「纖」 10^{-8} : 「沙」

10^{-9} : 「塵」 10^{-10} : 「埃」 10^{-23} : 「浄」となっているようだ(塵劫記)。極微の世界にずいぶん多くの呼び方があることに驚く。ナノの世界は「塵」ということか。

ところで、「ナノスケール」という切り口は単にスケールを小さくしたというだけではない。「拡大して見る」ということ以上に、見る側に大きな発想の変革を迫る。そして「全く別のもの」が見えてくる。そのことが大事であり、新しい材料開発のチャンスが生まれる。

金属内部はどこも一様ではなく、粒界・界面があり、格子欠陥があり、極微の原子集合体(上図)がありと、変幻自在、複雑多様である。この複雑多様性こそが有用特性を発現させるもととなっている。

21世紀は「材料をより有効に生かす」時代となるであろう。そのためには多面的切り口により材料をさらに深く理解する必要があり、同時にその切り口から材料の最適設計を着想することが求められる。「切り口」をどうするかが大変重要であり、ひと味もふた味も違う切り口が鍵となる。自然界に見られる「自己組織化」や「自己修復性」という切り口からまた新規の材料開発が着想できそうである。仕事の「ネタ」は山ほどに転がっていることをぜひ若い人たちに伝えたい。

海外出張報告 アルミリサイクルに関する国際シンポジウム発表 及び欧米の技術開発動向調査

古河電気工業㈱メタル総合研究所リサイクルグループリーダー 大瀧 光弘

1. はじめに

JRCMは、非鉄金属系素材リサイクル促進技術に関するプロジェクトなかのアルミニウム高度リサイクル技術開発研究を受託し、1993年から10年間で推進している。このたび、2000年10月22～25日に米国ピッツバーグで開催されたTMS(The Minerals, Metals & Materials Society)主催の「金属及び工業材料のリサイクルに関する第4回国際シンポジウム」に、本プロジェクトの成果である真空蒸留技術、溶湯清浄化技術、ドロス残灰の有効利用技術の3件を報告した。

その後、精製・溶湯清浄化技術を中心としたテーマに関する海外技術開発の動向調査を目的として、欧米の3か国、4か所を訪問し、関係各企業・大学との討議を行った。

調査メンバーは、大瀧光弘(古河電気工業㈱)を団長に、大隅研治(㈱神戸製鋼所)、久保田和利(スカイアルミニウム㈱)、渡辺良夫(住友軽金属工業㈱)、佐藤丘憲(日本軽金属㈱)、藤後光男(三菱アルミニウム㈱)の6名である。

2. 本プロジェクトに関連する最新技術動向

これまで、欧米ではアルミニウムリサイクルに関する国家プロジェクト情報はなかったが、今回の調査で、オランダが1999～2002年までのEET(Economy, Ecology, Technology)プロジェクトを、またAA(アメリカ・アルミニウム協会)が自動車シュレッダースクラップからのアルミニウムの選別技術に関する1年間のプロジェクト

を、2000年8月から開始したとの情報が得られた。

(1) 液相精製技術

今回の海外調査の結果、これまでわずかながら情報を得ていたアーヘン工科大学、デルフト工科大学及びアルコア社での分別結晶法の開発状況が判明した。

ドイツ・アーヘン工科大学で研究しているスクリュウコンベアを用いた分別結晶技術は、中国や南米でSnの製造に商業的に用いられている分離技術をアルミニウム及び亜鉛の精製に応用したもので、Zn合金の精製実験では良好な結果が得られたが、アルミニウム合金では装置材料の溶損のために中断状態とのことである。

オランダ・デルフト工科大学/TNO/CORUSグループで研究している分別結晶技術は、液体有機物の固液分離技術(Wash Column法)を、アルミニウム材料の分別結晶法における初晶の分離に応用しようとするものである。EETプロジェクトとして研究開発を開始したばかりで、まだ実験装置の製作にまで至っておらず、理論計算から精製の可能性を評価した段階に過ぎなかった。

一方、今回訪問しなかったが、米国・アルコア社の分別結晶法は、すでに高純度アルミニウム地金の生産に用いられている偏析凝固法を用いたもので、メモリーディスク用アルミニウムスクラップのFe、Si量低減に応用した事例がTMSシンポジウムで紹介された。不純物除去率は20～42%と低いが、実用化を考慮して歩留まりは82%の高水準で達成したとの発表があった。本プ



TMS シンポジウム会場にて

ロジェクトでも要素技術研究の一つとして偏析凝固法を検討し、鋳物スクラップのような不純物濃度の高いスクラップでは除去効果が大きいことを確認したが、展伸材には不適切なので要素技術研究で中断した経緯がある。

以上のように、海外ではスクラップリサイクル技術として分別結晶法による精製技術開発の動きが活発化ははじめている。

(2) 気相精製

真空蒸留法に関して、Al-Li合金スクラップからLi金属を回収するライボルト方式でのAl-Zn-Mg合金の実験結果(容量約250kg/ch)が、アーヘン工科大学から紹介された。本プロジェクトで開発中の真空蒸留技術の処理能力やZn除去速度に対して、アーヘン工科大学やアルコア社から高い評価が得られた。

(3) 溶湯清浄化技術

セラミックフォームフィルター(CFF)メーカーとして歴史のあるセリー社の開発した、CFF2段フィルターによる溶湯中の介在物除去技術、及び2段フィルター間に塩化物系介在物を吸収するSalt Mediaを充填して溶湯をろ過するSalt Filterについての全貌が判明した。

一方、アーヘン工科大学では、水モ

デルを用いた C F F での介在物除去機構の解明を V A W (Vereingte Aluminium-Werke Ag) 社と共同で実施しているが、まだ基礎研究の段階であった。本プロジェクトの開発技術である内部ろ過法に対して、アルコア社やセリー社から強い関心が示された。

(4) ドロス処理及びドロス残灰の再利用技術

TMSシンポジウムではドロス処理に関して17件と多くの報告がみられた。その多くはドロス発生抑制のための溶

解技術及びドロスからのアルミニウム回収技術に関するものであり、本プロジェクトのようなドロス自体の再利用方法に関しては注目すべき報告は存在しなかった。

3. まとめ

今回の調査によって、アルミニウムスクラップのリサイクルが世界的な課題となりつつあり、技術開発が加速されてきたことが感じられた。また、本プロジェクトでの開発技術及びその体

制はいずれも世界的にも類例のない技術であり、実用化までにはまだ解決すべき課題が残されているものの、その技術の先見性やレベルが高い評価を得ており、かつ強い関心をもたれていることも確認することができた。

この内容は、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)と(財)金属系材料研究開発センター(JRCM)との共同研究「非鉄金属系素材リサイクル促進技術研究開発」の一端を紹介したものである。

海外出張報告

MRS 2000 Fall Meetingにおける技術動向調査報告

21世紀のあかり推進部 西川重昭 渡部正孝

2000年11月25日から12月1日まで、ボストンで開催されたMRS (Material Research Society 2000 Fall Meeting) のGaN系シンポジウムを中心として技術動向を調査した。

1. MRS

産官学がニューマテリアルの新知見を共有することを目的に1973年に設立された非営利組織で、年2回の主要Meeting開催のほか、関連書籍等の出版により情報交換を推進している。

2. 2000 Fall Meetingの様子

Hynes Convention Center、Sheraton Hotel及びMarriott Hotelの3施設で、大小計41のシンポジウムが実施された。このなかでGaN系とSiC系の2つのシンポジウムが特定の材料を対象としたが、ほかは材料横断的なシンポジウムである。講演総数2,073件、ポスター展示1,556件、合計3,629件の研究が発表された。

GaN系等のいくつかのシンポジウムを除き、シンポジウムの名称が昨年とは変わっていた。材料横断的テーマ

決定の困難さを感じられる。

限られた数のシンポジウムを観察した結果ではあるが、各講演会場への出席者数はシンポジウムの発表件数に比例していたようだ。有機エレクトロニック・フォトリック材料シンポジウムの盛況が印象的だった。

3. GaN系シンポジウム

講演・ポスターで271件の発表があり、昨年に引き続き最大のシンポジウムであった。別のシンポジウムにおいてGaN系材料を取り上げている発表も散見された。

発表にかかわる研究機関は25か国、延べで331大学、109企業、45国研、10軍研究所の計495機関であった。米、日、独、仏に次いで韓国が上位に付けている。

GaN系の注目すべき発表については後述する。

4. ナノ材料等

明らかにナノ材料を称えた7つのシンポジウムの発表件数合計は841件であるが、その他のシンポジウムでも相

当数のナノ材料に分類できる発表を含む。ナノ材料の用途は半導体デバイスやディスプレイを想定しているものが多いなかで、ナノチューブによる水素吸蔵に関して9件の連続した発表があり注目された。

5. GaN系シンポジウム ("GaN and Related Alloys") における注目すべき発表

以下に、GaN系化合物半導体に関する注目すべき発表のうち、主なものを概説する。

【基板】

Structure and Optical Properties of GaN Bulk Crystals Grown from the Liquid Phase

M. Albrecht, Erlangen-Nuernberg大 (Ioffe Inst., TDI と共同)

・ Gaベースのメルト中、50mmのGaN種結晶基板上に1,000、2気圧未満でLPE成長。

・ いまできているのは配向多結晶。最大で長さ15mm、直径20mm、結晶粒の寸法 3mm × 1.5mm。



MRS シンポジウム会場にて

Growth of Self-Seeded Aluminum Nitride by Sublimation-Recondensation and Substrate Preparation
C. Rojo, Crystal IS (Rensselaer Polytechnic Inst. と共同)

- ・ GaN 系、特に Al リッチの混晶を成長させる基板として有望な、AlN 単結晶を得ることが目的。
- ・ 昇華法、Al + N₂ の状態で温度勾配により輸送。2,000、成長速度 0.9 mm/h。
- ・ 直径 15mm、結晶粒の寸法は 10mm × 6 mm 程度、多結晶の部分もある。
- ・ 黄色または無色。CL では、深いレベルからの発光が強く、バンドエッジの 0.8 倍程度。
- ・ 基板の上に AlN を成膜し、各種評価や HEMT 試作等を実施。

Characteristics of FIELO- GaN Grown by Hydride Vapor Phase Epitaxy

A. Usui, NEC

- ・ HVPE による FIELO-GaN 成長膜は、転位密度は 10⁶cm⁻²、PL ディケイ時間は最長 1.3 ns でこれまでの MOVPE より長い。
- ・ サファイア 2" 基板の上に 60 ~ 400 μm の GaN 膜を積んで冷却すると、熱膨張差によって自然に基板と膜が剥がれ、自立した 35 mm GaN 基板が

得られた。

- ・ FIELO-GaN 上に、InGaN MQW 青色 LD をつくった。

HVPE による自立 GaN 膜の作成と、その上への GaN の成膜・その特性については、ほかに数件 (Air Force Research Lab., Univ. Massachusetts, Samsung, Wright State Univ., Univ. Dayton, Tech. Univ. Munich 等) の発表があった。

【紫外発光】

UV Emitter Based on High-Efficiency GaN/Al_xGa_{1-x}N Multi-Quantum Wells

M. Iwaya, 名城大

- ・ LED において発光面上に発光強度の分布が見られ、強度の高い領域は転位密度の低い領域に対応している。
- ・ 低転位密度 + Si ドープによって、室温でも GaN に近い PL 発光特性が得られる。

Current Injection UV-Emission from InAlGa_n Multi-Quantum-Well Light-Emitting Diodes

A. Kinoshita, 理研 (早稲田大と共同)

- ・ InAlGa_n で、230 nm の PL を室温で観測した。
- ・ 基板は CREE の (0001) SiC。
- ・ MQW、厚い発光層とも、活性層の上 (上下?) に SL 層を入れている。
- ・ 電流注入での発光ピーク波長は、MQW で 360 nm、厚い発光層で 340 nm。

Improved Optical Quality of BAIGaN/AlN MQW Structure Grown on 6H-SiC Substrate by Controlling Residual Strain Using Multi-Buffer Layer

Hideo Kawanishi, 工学院大

- ・ 6H-SiC 上の BAIGaN で B5-13% が可能。
- ・ B_{0.07}Al_{0.52}Ga_{0.41}N/AlN MQW で発

光波長 248.1 nm

- ・ 成長温度 1,460 / 1,200。
- ・ 導電性はいまだ得られていない。

【その他の構造・プロセス】

Transfer of Nitride Device Heterostructures from Sapphire Growth Substrates to Silicon by Metal bonding and Laser Lift-Off
T. Sands, UC Berkeley

- ・ サファイア基板側からエキシマレーザー光を照射して、GaN 素子部分を剥離する。

- ・ レーザ照射により基板/nitride界面は 1,000 になるが、nitrideの大部分は < 400 に保てる。

- ・ 電極上に In を成膜して「In/Pd/GaN/ サファイア基板」とし、これと「Pd/Si 基板」とを張り合わせて 200 に加熱し、Pd-In 反応により接合する。レーザー照射によりサファイア基板を剥がす。「GaN/ 電極 / 中間層 / Si」構造が完成。

- ・ 剥離前後で LED 特性には変化がなかった。

Integration of In_xGa_{1-x}N Laser Diodes with Dissimilar Substrates by Laser Lift-Off

W. S. Wong, Xerox

- ・ LD 構造 (GaN/ サファイア基板) の上に Si または Cu 板を張り付けて、レーザーリフトオフによってサファイア基板を取り外す。Cu だと放熱がよい。
- ・ Al₂O₃-GaN 界面が 900 になっても、界面から 2 μm 離れた GaN 側では 200。

- ・ 仮に張り付けた Si または Cu をあとで取り去って、「LD 膜」をつくることもできる。これをダイヤモンドベース上に接着するのもよい。

Group-III Nitride Quantum Heterostructures Emitting in the Whole Visible Range

N. Grandjean, CNRS

- ・ MBEにより自然に発生する島状構造を活用して、量子ドットをつくる。
- ・ 島の高さ (3nm ~ 5.5nm) に、PL 発光波長 (2.6eV ~ 1.9eV) が対応する。
- ・ 波長が変わるメカニズムは、Stark 効果が量子サイズによるのか不明。
- ・ 白色 LED が可能となる。
Drastic Reduction of Threading Dislocation Density of AlGaIn on SiC by Using Highly-Si-Incorporated AlGaIn Superlattice
M. Aino, 理研 (早大と共同)
- ・ Si を $1.2 \times 10^{20}/\text{cm}^3$ 含んだ AlGaIn。
- ・ (AlGaIn 80 nm + AlGaIn:Si 20 nm) $\times 6$ で、TDD (Thermal Dislocation Density) が $10^{10}/\text{cm}^2$ ~ $10^8/\text{cm}^2$ 。
- ・ Si ドープ層中で、転位が折れ曲がる。
- ・ SiC 基板でもサファイア基板でも同様の効果あり。
Growth and Characterization of the GaN Underlying Layer Used in Blue-Violet GaN-Based Laser Diodes on Sapphire
Kenji Funato, ソニー
- ・ 下層を改善して転位を低減し、寿命を延ばした (1,000 h 以上)。
- ・ 結晶の relaxation は転位を増加させ、閾電流が高くなる。
- ・ 成長圧力は 0.9-1.6 atm、圧力を高めると relaxation を抑える傾向がある。
- ・ PL 強度は EPD $1.2 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 以上で顕著に低下する。
- ・ ELO は line $2 \mu\text{m}/\text{space } 10 \mu\text{m}$ で、wing の転位密度は $\text{mix} < 10^5 \text{ cm}^{-2}$ 、 $\text{edge} < 10^6 \text{ cm}^{-2}$
- ・ LD 寿命は、低出力では ELO がサファイアの 2 倍くらいあるが、高出力になると差が小さくなる。
- ・ 出力は ELO で 1.21 W/mA (74mA)、サファイアで 0.92 W/mA (90mA)。
- ・ サファイア上の最小転位密度は $4 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 、ELO では $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下。

Gallium Nitride Films from Liquid Precursors

M. Puchinger, Max-Planck-Inst.

(UCSB と共同)

- ・ 基板上に先駆体の溶液をスピコートし、これを N_2 中で熱処理して GaN 結晶を得る。
- ・ 現状では、サファイア上で、薄い膜からはファセットはあっても単結晶の GaN 膜 (20 nm) が得られたが、厚い膜からは多結晶しか得られなかった。

【LED の動向】

Development of High Power Nitride LEDs for Semiconductor Lighting

S. A. Stockman, LumiLeds

- ・ 現状の最高レベルは、AlInGaP で 100 lm/W (600 nm 黄色)、InGaIn で 80 lm/W (540 nm 黄緑)。
- ・ エポキシ樹脂の耐熱性から、砲弾型では光出力 0.1W が限度だろう (いまは 5 ~ 10 mW)。一方、いますぐ

にでも 1 素子あたり 1 W ほしい。

- ・ 銅ブロックへの直接ボンディングが有望。2 ~ 2.5" 基板に 18 個の LED を実装する構想がある。チップサイズを拡大し、次にフリップチップでマルチチップ実装という構想もある。
- ・ チップサイズ拡大に伴い、くし状電極が必要になるだろう。試作もしている。
- ・ ただし、チップサイズが大きくなると効率がどんどん下がっていくというデータもあるので、LumiLeds が目指すのは「分割チップ + マルチチップ実装」。
- ・ <青色 LED のデモをしながら> 従来の LED に比べて 15 倍の電流で 20 倍の光出力。白色 LED もあり、これは赤と緑の 2 種類の蛍光体を使っているが、まだ低効率。
- ・ <応用> LCD バックライト、室内照明、道路・トンネル照明、等々。10 W デバイスが望まれる。
- ・ 最も重要なのは、熱の問題。

金属学会セミナー

「鉛フリーはんだ実装の基礎と技術」

(社)日本金属学会主催 (JRCM 他協賛) で、下記のとおりセミナーが開催されます。

日 時 : 平成 13 年 3 月 27 日 (火) 9:30 ~ 17:05

場 所 : 千葉工業大学芝園キャンパス 8 号館 1 階 8109 講義室

T E L 047-454-5700 千葉県習志野市芝園 2-1-1

内 容 : 鉛フリーはんだの LCA / IMS 国際共同プロジェクト / 鉛フリーはんだの状態図と組織 / リフトオフ発生のメカニズムと対策 / 機械的信頼性 (疲労、熱疲労、クリープ、接続界面) / マイグレーションと電気的信頼性 / 鉛フリーめっき技術の現状 / 国内外における鉛フリーはんだ標準化の動向 / リフトオフメカニズム解明による鉛フリーはんだ実用化推進 / 自動車における鉛フリーはんだ実用化

定 員 : 130 人

参加費 : 会員 (含む JRCM 賛助会員) 15,000 円 会員外 30,000 円

問い合わせ先 : (社)日本金属学会

〒 980-0845 仙台市青葉区荒巻字青葉

T E L 022-223-3685 E-mail stevent@jim.or.jp

ANNOUNCEMENT

第3回「スーパーメタルシンポジウム」を開催

第3回「スーパーメタルシンポジウム」が1月29日、30日の2日間にわたり東京国立オリンピック記念青少年総合センターにおいて開催された。このシンポジウムは、JRCMと(財)次世代金属・複合材料研究開発協会(RIMCOF)が主催し、経済産業省産業技術環境局と新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)が後援して開催されたもので、昨年に続き3回目になる。

当日は、約300人に及ぶ参加者があり、スーパーメタルについて最新の研究開発成果を熱心に聴講する姿が目立った。

1日目は、招待講演として、産業技術融合領域研究所所長(東京大学名誉教授) 岸 輝雄:「材料技術分野戦略について」、日経BPクリエイティブ企画制作部長 丸山正明:「スーパーメタルを事業化する駆動力」が行われた。午後からは、鉄系(JRCM)、アルミニウム系(JRCM)、ナノ(RIMCOF)、アモルファス(RIMCOF)の

平成11年度成果を中心とした総括報告が行われた。

2日目は、鉄系、アルミ系とナノ・アモルファスの3つの分科会に分かれて、38件の一般講演とパネル討議や総合討議が行われた。

鉄系分科会

鉄系分科会では、企業より、結晶粒微細化機構の研究成果とプロセスウインドウの拡大を目指した新たな取り組み、強磁場中加工熱処理による1.6 μ m微細結晶粒径の達成成果及びインレンズSEMによる構造解析結果が報告され、再委託大学からは微細結晶粒形成機構の研究、計算科学による組織制御モデル研究成果が報告された。また本年は総括として京都大学牧教授より、鉄系スーパーメタルの成果の総括と今後の研究課題としてオーステナイト結晶粒の微細化の推進という貴重な提言をいただいた。

会場からは、微細結晶粒形成機構、



超微細粒鋼の特性についての活発な質疑が行われた。

アルミニウム分科会

アルミニウム分科会では、企業6社及び3大学からの研究発表が行われた。平成11年度以降、研究成果において目覚ましい進歩がみられ目標達成がほぼ確実となってきた。温間制御圧延・加工、溶湯圧延、異周速圧延等の要素技術を利用することにより結晶粒径3 μ m、強度1.5倍以上、耐食性3倍以上という特性が得られている。微細結晶粒達成のメカニズムについても解明されつつある。また、今後の方向についても、参加者から多くの貴重なご意見を頂戴した。

JRCM 講演会のお知らせ

日時: 平成13年3月13日(火)

16:10 ~ 17:10

場所: JRCM会議室

演題: 「今後の素材産業のあり方について(仮題)」

講師: 経済産業省製造産業局次長
増田 優 氏

詳しくはJRCMホームページをご覧ください。

JRCM SCHEDULE

開催月日	会議・イベント	場所	担当	備考
3月6日	第33回評議員会	JRCM会議室	総務部	平成13年度事業計画及び予算
3月13日	第49回理事会	JRCM会議室	総務部	平成13年度事業計画及び予算
3月13日	JRCM講演会	JRCM会議室	総務部	経済産業省製造産業局次長 増田 優 氏

The Japan Research and Development Center for Metals
JRCM NEWS/ 第173号

内容に関するご意見、ご質問はJRCM総務課までお寄せください。
本誌は地球環境保全を考慮し再生紙を使用しています。
本書の内容を無断で複製転載することを禁じます。

発行 2001年3月1日

発行人 小島 彰

発行所 財団法人 金属系材料研究開発センター

〒105-0003 東京都港区西新橋一丁目5番11号 第11東洋海事ビル6階

T E L (03)3592-1282(代)/FAX(03)3592-1285

ホームページURL <http://www.jrcm.or.jp/>

E-mail jrcm@oak.ocn.ne.jp