

TODAY

ものづくり力の源泉；好奇心の円環



独立行政法人 物質・材料研究機構
新構造材料センター
センター長 津崎 兼彰

「材料研究であるから研究対象材料は使われて欲しい。」使われるためには材料だけの特性ではなく社会情勢に関する因子が強く反映する。なにより新しい価値の発見が必要である。この場合の価値は経済的価値が第一だろう。環境・資源・エネルギー・安全問題も含んだ経済的価値である。この価値を生み出す材料研究の道は平坦ではない。その道は険しく、苦しい作業が必要である。しかし、苦しいばかりでは技術者研究者は生きていけないし、活力がでない。出来ることなら日々の営みは楽しくありたい。そのためには継続的な新しい可能性の発見が必要だと考えている。それを実現するのが「好奇心の円環」である。

図は Art (技能)、Science (科学)、Engineering (工学)、Industry (工業) での好奇心のあり方とそのつながりの重要性を訴えている。関西弁を使わせていただくと、Art の好奇心は「これおもしろいやん」であり個性化、Science は「どないなってんにやろ」で普遍化、Engineering は「どないかしたろ」で一般化、そして Industry は「もうけたるかいは」で差別化、として特徴づけたい。Engineering の一般化は説明を要するかと思う。Science で特定因子のもとで普遍化された現象も、それが一般的な作業環境 (多因子環境) で使えなくては意味がない、特別な合金やプロセスだけで発現する現象では使えない。Engineering の好奇心は、一般的に使えるための「どないかしたろ」である。そして、経済活動と直結する Industry では他と同じことはできない、従って差別化である。

集団としての作業である Engineering と Industry が新しい価値の発見を生み出し、どちらかといえば個人的作業である Art と Science が新しい可能性の発見を生み出すと考える。それらが相補的に関連して (円環を作って) スパイラルアップするのである。特性ばらつきのない部品をつくる Industry 分野で、その中の異常値に敏感に反応し「これおもしろいやん」と可能性の泉を深くする Artist (技能者) がいる。おもしろい現象があるからこそ「どないなってんにやろ」と Scientist (科学者) が新しいパラダイムづくりに取り組む。この Art と Science をしっかりつなぐことが新しい可能性の発見につながる。新しい可能性の発見がなければ、新しい価値は生み出せないと言い切りたい。4 分野での個々人の営みがそれぞれの好奇心にしっかりと支えられて円環を作るとき、逞しいものづくり力が形成され、持続的・社会的日本、加工貿易立国日本が実現できると考えている。

われわれは太陽系という資源に限りのある閉じた世界で営みを続けてきた。数え切れない人々が生まれ生活をしてきた。歴史が証明している。可能性と価値そして好奇心には限界がないことを。壁があるとか可能性が見えないとしたら、それは我々の感覚が鈍っているか未熟なだけである。「資源は有限、しかし創造は無限」である。「志を高く目線を上げて」進みたい。

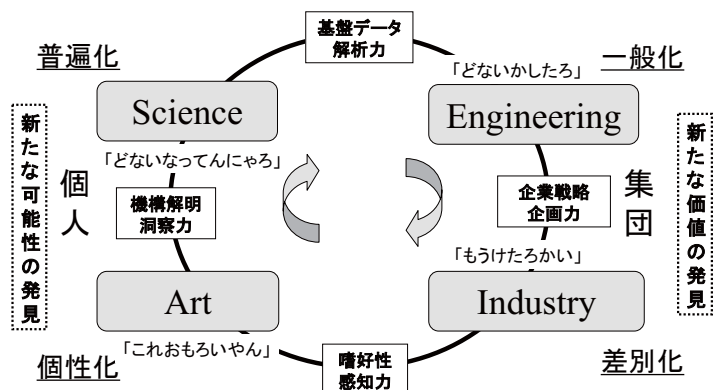


図 新たな可能性と価値を生み出すための好奇心の円環

「ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術開発
 ー 窒化物系化合物半導体基板・エピタキシャル成長技術の開発」
 非鉄材料研究部 主任研究員 松浦 尚

1. 初めに

独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構が「省エネルギー技術開発プログラム」及び「ナノテクノロジープログラム」の一環として実施する「ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術の開発ー窒化物系化合物半導体基板・エピタキシャル成長技術の開発プロジェクト」を平成19年6月18日より実施している。

本プロジェクトは名城大学の天野教授をプロジェクトリーダーとして、大阪大学、名城大学、福井大学、昭和電工(株)、住友電気工業(株)、サンケン電気(株)、JRCM((財)金属系材料研究開発センター、豊田合成(株)、日本ガイシ(株)、シャープ(株)、(株)豊田中研、古河機械金属(株))で実施されており、ここでは平成19年度の成果について報告をする。

2. 事業の背景・目的

高周波デバイス、パワーデバイス等の高性能電子デバイスは、今後の21世紀社会を支える情報家電、コンピュータ、情報通信機器のみならず自動車、医療機器など極めて広範な分野の製品の高機能化や制御を実現する中核的役割を果たす存在であり、それを実現する材料として窒化物半導体に大きな期待が寄せられている。

しかしながら既存のバルク半導体単結晶成長技術やエピタキシャル成長技術は限界に達し、これらデバイス用に十分な品質の結晶作製に対応できず、その実用化に大きな制約となっている。

このため本プロジェクトでは従来の半導体材料では実現できない領域で動作可能なハイパワー・超高効率の電力素子、超高速電子素子などの作製に必要な窒化物半導体結晶成長技術の確立を目指し、

- ①高品質大口径単結晶基板の開発
- ②高品質大口径エピタキシャル成長技術の開発
- ③窒化物半導体単結晶基板上電子デバイスの作製と評価

に取り組むことにより、我が国のエネルギー消費量削減に大きく貢献することを目的とする。

3. 研究開発成果の概要

研究開発項目①「高品質大口径種結晶基板の開発」

(1) 窒化物単結晶成長における基礎技術の検討

- ・溶液攪拌を熱対流だけでなく、育成容器の揺動により実施し、溶液攪拌条件と結晶表面状態に相関があることを明らかにした。さらに大口径化に必要な溶液攪拌条件を検討するために、シミュレーションを実施し、結晶育成部の温度差印加および揺動によって誘起される溶液の流れを解析した。その結果、温度差印加および坩堝を傾ける事によって坩堝全体に大きな渦流れが発生する事や傾ける向きによって渦流れの回転方向が変化する等の解析結果を得た。

- ・HVPE法で作製したm面GaN自立結晶基板上にLPE成長を行い、得られたGaN結晶の結晶性をX線回折により評価した。大きなファセットを有する形状にLPE成長しc軸方向及びc軸に垂直方向のXRC半値幅がそれぞれ156.0～459.9arcsec、200.1～1447arcsecと、種基板の半値幅(下記)より小さく、LPE成長による結晶性の向上が確認された。

- ・大口径化および生産性向上のため、有極性基板を用い、既存装置にて要素技術検討を行った。従来よりも大容積の容器を用い、内部構造を工夫することにより、同一バッチで複数のφ2インチ結晶を得ることができた。

(2) 大口径種結晶の開発

- ・HVPE法により、下地結晶及びバッファ層の探索を行い、m面結晶を作製し、開発した剥離技術を用い、サイズ10x10mm以上・厚さ約230μmのm面GaN自立結晶基板を得、これらの自立結晶をNaフラックスLPE法によるm面GaN成長実験用の種基板として提供した。
- ・作製した種基板の評価では、

GaN(1-100)X線ロックングカーブ半値幅はc軸に垂直な入射では800arcsec程度と比較的良好な値を示したものの、a軸に垂直な入射ではやや大きくなったこと、m面に垂直方向での転位や、c面積層欠陥の存在、結晶中の酸素やSiの混入など今後は積層欠陥の低減と不純物の低減を目指す。

(3) 高導電性窒化物単結晶基板の開発

- ・n型不純物として期待されるSi、Ge、Sn、Oを添加し育成条件の検討を行うため、不純物検討用小型育成装置を導入し、有極性テンプレート上に不純物元素を微量添加した育成を試みた。その結果、n型不純物としてはGeが最も有望であることがわかった。そして無極性GaN結晶育成の基礎検討をもとに、無極性種結晶上にGeを添加した育成を開始した。

- ・無極性GaN結晶育成の最適化を行ない、炭素添加によりm面が広く育成することが確認され、種結晶よりも高品質な無極性GaN結晶を育成できることを確認した。又機械的揺動、熱対流等の攪拌技術の効果を明らかにし、これらの検討結果をもとに大型GaN結晶育成装置を設計し導入した。

(4) 高抵抗化窒化物単結晶基板の開発

- ・p型不純物ドーピングによる高抵抗化実験に先立ち、ノンドーピングでの残留キャリア低減について検討した。酸素源として坩堝材のアルミナおよび雰囲気中の酸素・水分を想定し、これらの影響を検証する実験を行った結果、残留キャリアを低減して高抵抗化するには、坩堝材質の吟味が重要であるとの指針が得られた。

- ・無極性面種基板等を用い、炭素添加条件、溶液のNa/Ga比の検討を行った。炭素を0.5mol%以上添加することによりm面が広く成長することが確認された。そして、種結晶よりも結晶性が向上していることがわかった。

研究開発項目②「高品質大口径エピタキシャル成長技術の開発」

(1) 大口径基板上的高品質エピタキシャル結晶成長技術

・既存の MOVPE 装置を用いて、n 型および半絶縁性 +c 面 GaN および -c 面 GaN 基板上 (抵抗率 $>10^5 \cdot \text{cm}$)、及びオフ角の異なるサファイア上に AlGaIn/GaN という極めて標準的な FET 構造を試作し、表面構造を AFM にて、また半導体パラメータアナライザを用いて静特性を確認した。+c 面上、-c 面上ともに表面は原子ステップが観測され、平坦であった。

・加圧、超高速バルブスイッチングが可能な装置の実現のため、メーカー技術者と綿密に打ち合わせを行い、2 気圧 (= 大気圧 +1 気圧) まで加圧可能な装置を設計した。またバルブスイッチング速度に関しては、オン、オフにかかる時間が 10m 秒のバルブを用いることとした。

・ジェントルミルを導入し従来の FIB では、TEM 観察用試料作製に 2 日かかっていたが、マイクロサンプリングおよびジェントルミルを用いることにより、表面のコンタミネーションが全く除去され、5 時間で TEM 観察が可能になった。

(2) 高 In 組成窒化物層成長技術

・シクロペンタジエニルインジウム の特性調査を行ない、同 In 原料の調査を終了した。

(3) 高 Al 組成窒化物層成長技術

・n 型および半絶縁性 GaN 基板上、及びオフ角の異なるサファイア上に AlGaIn/GaN FET 構造を試作し、表面構造を AFM にて、また静特性を半導体パラメータアナライザにより確認した。表面の平坦性は、サファイアのオフ角に極めて敏感であり、m 軸方向に 0.2-0.3 度のオフがある場合、もっとも RMS 指数が小さくなり、それより小さくても、大きくても RMS 指数は急激に増大した。FET の静特性のオフ角依存性は顕著ではなかった。

・AlN 基板上の AlGaIn の貫通転位密度の AlN モル分率依存性を調査した。AlN 上では、AlN モル分率 0.5 付近が最も貫通転位密度が高くなり、また溝加工しても転位密度の低減が十分でないことがわかった。

・無極性面 AlN 結晶の成長基礎検討を昇華法により実施した。10mm

角の (100) 面 SiC 基板上への AlN 成長を実施し無極性 (100) 面の AlN がヘテロエピタキシャル成長していることを確認できた。又 (001) 面 SiC 基板上へ AlN 厚膜結晶を成長して、その断面から無極性面を切り出す方法についても約 $4 \times 6\text{mm}$ の無極性 AlN 単結晶基板の切り出しに成功した。

(4) 結晶成長その場観察評価技術

・サファイア (0001) 面基板を用いた GaN 上の AlGaIn 成長中のそりを測定可能であることがわかった。

研究開発項目③「窒化物半導体単結晶基板上電子デバイスの作製と評価」

(1) 横型電子デバイスの評価

・トランジスタ /TEG パターンを標準化し、エピ材料・構造・品質とトランジスタ特性との相関関係について、プロセス要因を極力排除して評価していくためのマスクパターン (コンタクトライナー用) を設計・作製した。同時にオーミック /ショットキーメタル形成、露光条件等のプロセス検討を推進中。

(2) 縦型電子デバイスの評価

・c 面有極性 GaN 基板上縦型 p-n ダイオードを試作した。GaN 自立基板は、現在市場で入手可能な 15mm 角基板を用いている。n-GaN 層および p-GaN 層の不純物濃度および膜厚は p-n ダイオード耐圧として 1kV 程度が得られる条件に設定した。ダイオードは ICP により円型メサ構造となっている。メサ直径は 100 ~ 400m ϕ である。特性評価項目としては、p-n ダイオード耐圧およびリーク電流を中心にした逆方向特性を予定している。

(3) 窒化物単結晶基板上デバイスの優位性確認

・各種基板上の窒化物半導体エピを用いた横型電子デバイスを作製・評価するための基礎検討を行った。具体的には①水銀プローブの導入 (水銀プローブ装置を導入しウエハ状態での CV 測定により HEMT のキャリアプロファイルを非破壊評価する手法を確立) ② FET・SBD 及び TEG パターン設計 (小素子を中心に設計し、一部熱抵抗の測定を行うための大型デバイスも作製できるもの) ③各種基板上への HEMT 構造のエピ成長及びデバイス試作 (GaN 基板、及び SiC 等他種基板上

に自社でのエピタキシャル成長により GaN HEMT ウエハの作製) を実施した。

(4) 有極性及び無極性デバイス構造の比較

・微細電極パターン露光装置を導入し、AlGaIn/GaN 系 HEMT 作製のためのスループロセスを構築した。また、非接触移動度評価装置を導入し、HEMT エピの電気的特性を非接触で迅速に評価できる体制を構築した。エピ開発グループから供給された有極性 GaN 基板上 AlGaIn/GaN 系 HEMT エピを用いて、基本 HEMT デバイスの試作を完了した。

・波動方程式とポアソン方程式を連立させた計算が可能である福井大学独自開発の量子効果シミュレーターを用いて、FET ゲート電極下方向の AlGaIn/GaN ヘテロ接合界面の解析を行った。その結果、エネルギーポテンシャルと電子密度分布を確認出来た

4. 今後の研究開発について

研究開発項目①「高品質大口径種結晶基板の開発」

エピグループへの高品質 GaN 基板供給量を増大させ、平成 19 年度に研究開発した GaN 結晶育成技術を高度化・活用し、大型で高品質の導電性制御された有極性、及び無極性 GaN 結晶の育成・供給体制を確立する。

研究開発項目②「高品質大口径エピタキシャル成長技術の開発」

平成 19 年度で研究開発された加圧超高速バルブスイッチング MOVPE 装置による原子レベルで平坦な界面の AlGaIn-InGaIn ヘテロ接合構造形成技術を大型窒化物基板及び他種基板上の成長に適用し、研究開発項目①にフィードバックするとともに、研究開発項目③と連携して世界をリードする成果を上げるための結晶成長法を確立する。

研究開発項目③「窒化物半導体単結晶基板上電子デバイスの作製と評価」

窒化物単結晶基板上 FET と他種基板上 FET の特性の差違、及びその利害得失を明確化すると共に基板 / エピ層の品質とデバイス特性との関係を明らかにし研究開発項目①、②へフィードバックする。

活動報告

■非鉄材料研究部

「窒化物系化合物半導体基板・エピタキシャル成長技術の開発」NEDO 技術推進委員会

昨年度スタートした「窒化物系化合物半導体基板・エピタキシャル成長技術の開発（平成 19～23 年度）」において、第 1 回技術推進委員会が平成 20 年 5 月 9 日に開催された。本委員会は外部有識者の意見をプロジェクトの運営管理に反映させる為に、NEDO ナノテクノロジー・材料技術開発部が年 1 回の頻度で主催するもので、有識者として委員長の西永頌豊橋技術科学大学名誉教授他 5 名の技術推進委員、経済産業省から 3 名、また研究開発実施者からはプロジェクトリーダーの天野名城大教授を始め、12 機関から 19 名が参加した。

まず、NEDO よりプロジェクトの概要説明があった後、天野プロジェクトリーダーが研究開発項目「高品質大口径エピタキシャル成長技術の開発」と「プロジェクト全体」について、サブリーダーである森大阪大学教授が「高品質大口径単結晶基板の開発」、葛原福井大教授が「窒化物半導体単結晶基板上電子デバイスの作製と評価」について、平成 19 年度の進捗および今後の研究方針をそれぞれの研究グループを代表して発表し、質疑応答がなされた。

個々の質疑ではデータの中身、マクロ的な研究の位置づけ、研究成果の出口とのつながり、等で厳しい指摘も出されたが、全体としては本プロジェクトに対する期待が大きく、初年度にもかかわらず既存の装置を使って成果を出しているなど、プロジェクトの中間目標達成に向けていいスタートがきれているとのご意見をいただいた。また、今後の実施計画に対しては、実用化を見据えた研究開発を更に加速する為、基板開発 G、エピ開発 G、デバイス

評価 G の 3 グループ間での情報共有や連携の高度化を進めて行く事が特に重要であるとのコメントをいただいた。

本会議での委員各位のご意見を今後の研究実施計画に反映し、研究目標の実現を目指していきたい。（松浦主任研究員）

■産学官連携 G

4 月 30 日に、「吸着浮上機能を付与した超大型・軽量多孔質セラミックス定盤の開発」の第 1 回研究開発推進委員会を開催した。プロジェクトリーダーの高田氏（㈱ナノテム）から 18 年度～19 年度の研究開発の進捗状況について報告があり、18 年度の目標は、G5 クラスのセラミックスの試作を行うことであった。結果として、目的とした G5 クラスの多孔質セラミックスの焼成技術及び平面精密加工技術に関して、知見を得るとともに試作することが出来た。今年度の目標としては、サイズアップ（G6 クラス）と実用化に向けた機能化並びにコスト面を考慮した製造方法の簡略化を目標としている。

また、長岡技術科学大学の松丸准教授から、これまでの成果として、①負の熱膨張係数材料の合成②正の熱膨張率を示す材料と負の熱膨張率を示す材料を混合し、多孔質セラミックスを作成・評価③極低熱膨張係数の材料となることを確認した。（畑中産学官連携 G 長）

□お知らせ

平成 20 年度日本金属学会関東支部講習会「疲労現象の理解はどこまで進んだか」

主催：日本金属学会関東支部

日時：2008 年 8 月 28 日（木）

9 時 30 分～17 時 00 分

会場：東京理科大学生涯学習センター（森戸記念館）第 2 フォーラム
新宿区 神楽坂 4-2-2

交通：JR 総武・中央線 飯田橋駅
徒歩 7 分

地下鉄 有楽町線・南北線・東西線・大江戸線飯田橋駅 B3 出口 5 分

参加費：（テキスト代を含む）

会員 10,000 円、（協賛学会協会員も同額）、非会員 20,000 円、学生 3,000 円

定員：70 人、会場の都合で定員になり次第申し込みを締め切らせていただきます。

詳細：下記の日本金属学会関東支部事務局にメールでご連絡下さい。案内状・申込書をお送りいたします。申込み先：〒113-8656 東京都文京区本郷 7-3-1

東京大学大学院工学系研究科マテリアル工学専攻内

日本金属学会関東支部事務局石川百合子宛

E-mail: ishikawa@material.t.u-tokyo.ac.jp

「疲労現象の理解はどこまで進んだか」

講義概要

講演	講師
I. 基調講演 疲労問題を新しい計測法と材料から考える	東京工業大学 肥後矢吉
II. アルミニウムとその合金の疲労	東京工業大学 熊井真次
III. 鉄鋼材料および溶接鋼構造物の疲労寿命評価	大阪大学 大沢直樹
IV. 金属材料の高温疲労、クリープ疲労および熱疲労	株式会社 IHI 野中 勇
V. 破面から何がわかるか、破面をどう読むか	横浜国立大学 梅澤 修
VI. FLARP の現状と課題—新しい疲労寿命予測法について—	九州大学 豊貞雅宏
VII. 構造材料の強度保証とき裂の非破壊計測	富山大学 三原 毅
VIII. 橋梁の疲労に関する検査と診断	株式会社 BMC 阿部 允

The Japan Research and Development Center for Metals

JRCM NEWS / 第 260 号

内容に関するご意見、ご質問は JRCM 総務企画部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・複製・転載することを禁じます。

発行 2008 年 6 月 1 日

発行人 小紫正樹

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