

課題番号	GR014
------	-------

**先端研究助成基金助成金(最先端・次世代研究開発支援プログラム)  
実施状況報告書(平成 23 年度)**

本様式の内容は一般に公表されます

研究課題名	窒化物半導体結晶成長の物理化学とプロセス創製
研究機関・ 部局・職名	東北大学・多元物質科学研究所・教授
氏名	福山博之

1. 当該年度の研究目的

<p>(1) 高品質 AlN 厚膜単結晶の作製</p> <p>液相成長法, 反応性スパッタ法および PXD 法によって作製された AlN 厚膜について, 結晶性, 転位構造, 不純物濃度, 極性, 表面モフォロジーの観点から評価を行ない, それぞれの結晶成長方法の最適条件を明らかにすることが目的である. この知見に基づいて, 液相成長法においては, 2 インチ炉の設計および製作を行う. 反応性スパッタ法については, 基板温度を目標 700°Cまで上げながら, さらなる結晶品質の向上を図る. また, 高温スパッタ装置の設計を開始する. PXD 法については, より広い面積で製膜が可能な Pulsed-sputtering-deposition(PSD)法を用いて AlN 薄膜テンプレート上へ AlN 結晶成長を試み, 大面積化が可能かどうか評価することを目的とする.</p> <p>(2) バルク AlN 結晶の作製</p> <p>アルミナの炭素熱還元挙動を速度論的に解明し, その結果に基づいて, バルク AlN 結晶を析出させる装置の設計と製作を行うことを目的とする.</p>
--

2. 研究の実施状況

<p>窒化物半導体結晶成長および国民との科学・技術対話の推進に関して, H23 年度の研究成果を下記の項目ごとに説明する.</p> <p>(1) 高品質 AlN 厚膜単結晶の作製</p> <p>1-1 液相成長法</p> <p>AlN 膜の転位密度を表面 TEM から定量した. また, 転位種の解析を AlN 膜断面の 2 波条件透過電子顕微鏡(TEM)観察により行い, 刃状転位が支配的であることを明らかにした. 2 次イオン質量分析装置(SIMS)により AlN 膜中の酸素および Ga について定量分析を行った. 酸素の低減については, 今後の課題である. また, 予定通り大型結晶(2 インチ)成長炉の導入を済ませることができた.</p> <p>1-2 反応性スパッタ法</p> <p>反応性スパッタ法における AlN 膜の製膜においては, 基板温度, スパッターパワー, 窒素流量比を制御因子として, スパッター条件の最適化を行い, 高品質 AlN 膜を得る条件を絞り込みつつある.</p> <p>1-3 Pulsed sputtering deposition (PSD)法</p> <p>PSD 法による AlN 厚膜の作製は, 東大生研(藤岡研究室)との共同研究であるが, AlN 膜の極性制御法を開発し, 青色 LED の試作を行った.</p>
--

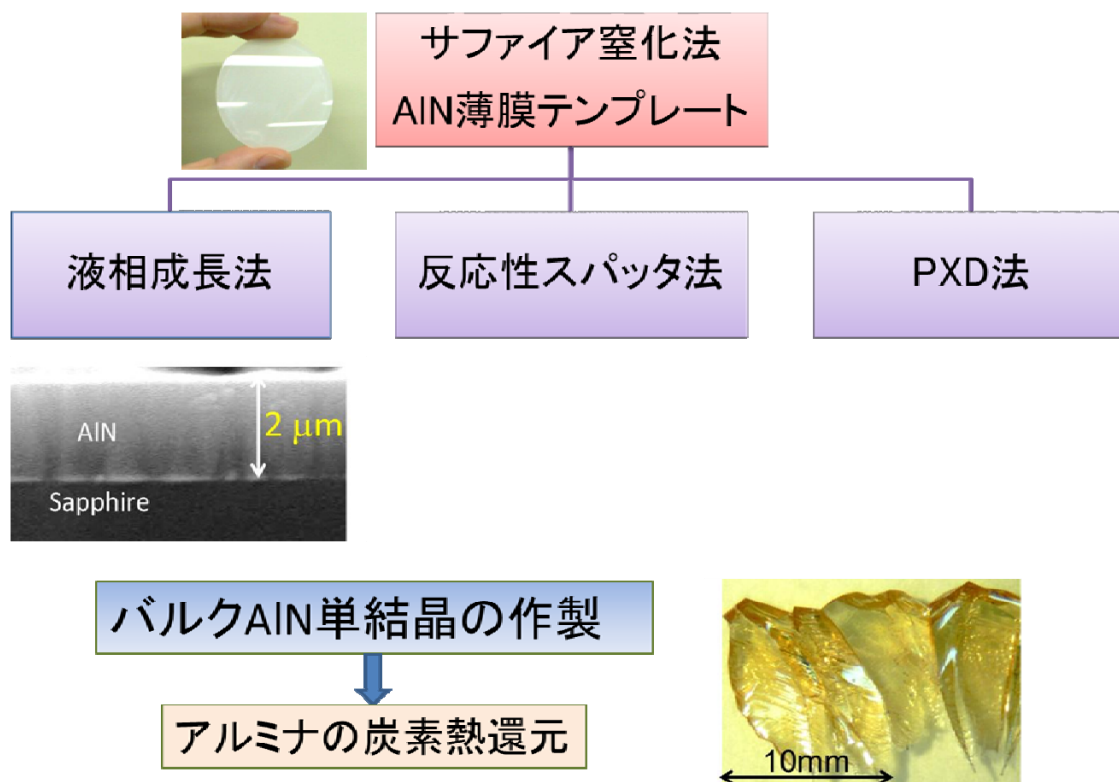
様式19 別紙1

(2) バルク AlN 結晶の作製

前年度は、アルミナの炭素熱還元窒化法により、数ミリオオーダーのバルク単結晶を得ることができた。今年度は、アルミナの炭素熱還元部と AlN 結晶の析出部について、熱力学的かつ速度論的な考察を行い、成長温度および窒素流量をパラメータとした成長炉内の熱流動解析により、高品質かつ大型の結晶を得るためのバルク結晶成長装置の改良を行った。

(3) 「国民との科学・技術対話」の推進

H23 年度は、大学祭(片平まつり)において市民向けの体験型研究公開(体験！不思議なマテリアル)を開催し、また、市民公開講座(東北大ブランドの最先端・次世代材料を語る、次世代の光を拓く結晶材料)を開催した。



3. 研究発表等

雑誌論文	(掲載済み一査読有り) 計 4 件
計 4 件	<p>(1) K. Ueno, J. Ohta, H. Fujioka, H. Fukuyama Characteristics of AlN Films Grown on Thermally-Nitrided Sapphire Substrates Appl. Phys. Express 4, 015501-1-3 (2011)</p> <p>(2) T. Kumada, M. Ohtsuka, K. Takada, H. Fukuyama Influence of sputtering conditions on crystalline quality of AlN layers deposited by RF reactive sputtering Phys. Status Solidi C8, No5, 1520-1523 (2011)</p> <p>(3) M. Adachi, K. Maeda, A. Tanaka, H. Kobatake, H. Fukuyama Homoeptaxial growth of AlN on nitrided sapphire by LPE method using Ga-Al binary solution Phys. Status Solidi A, 208, No.7,1494-1497 (2011)</p> <p>(4) K. T. Jacob , G. Rajitha , L. Rannesh , H. Fukuyama , Y. Waseda Thermodynamics of Al<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub>N solid solution: Inclination for phase separation and ordering Acta Materialia 60, 59-66 (2011)</p>
	(掲載済み一査読無し) 計 0 件
	(未掲載) 計 0 件

様式19 別紙1

会議発表	専門家向け 計 24 件
計 24 件	<p>&lt;招待講演&gt;</p> <p>(1) 福山博之          サファイア窒化法の熱力学と窒化機構およびその展開          日本結晶成長学会ナノ構造・エピタキシャル成長分科会、第3回窒化物半導体結晶成長講演会-窒化物半導体の応用・評価および結晶成長基礎-,福岡県福岡市、2011年6月17日-18日</p> <p>(2) 福山博之          サファイア窒化法の熱力学と窒化機構およびその展開—紫外発光素子用高品質窒化アルミニウム膜の作製を目指して—          第7回固体イオニクスセミナー、富山県氷見市、2011年9月4日-6日</p> <p>&lt;一般講演&gt;</p> <p>(3) T.Kumada, M.Ohtsuka, H.Fukuyama          Influence of sputtering power on crystalline quality of AlN layer deposited at 823 K by reactive sputtering          5th Asia-Pacific Workshop on Widegap Semiconductors (APWS-2011), Toba, Mie, May 22-26, (2011)</p> <p>(4) M.Adachi, K.Maeda, A.Tanaka, D.Morikawa, K.Tsuda, H.Kobatake, M.Ohtsuka, H.Fukuyama          Solution growth of AlN layer on nitrided sapphire substrate under normal pressure using Ga-Al binary flux          5th Asia-Pacific Workshop on Widegap Semiconductors(APWS-2011)Toba, Mie, May 22-26, (2011)</p> <p>(5) K.Ueno, S.Inoue, J.Ohta, H.Fujioka, H.Fukuyama          Polarity control of AlN epilayers grown on thermally-nitrided sapphire substrates(poster)          9<sup>th</sup> International Conference on Nitride semiconductors(ICNS-9), Glasgow, UK, July 10-15, (2011)</p> <p>(6) M.Adachi, A.Tanaka, D.Morikawa, K.Tsuda, H.Kobatake, M.Ohtsuka, H.Fukuyama          Dislocation and polarity analysis of AlN layer grown from liquid phase epitaxy using Ga-Al flux          9<sup>th</sup> International Conference on Nitride semiconductors(ICNS-9), Glasgow, UK, July 10-15, (2011)</p> <p>(7) T.Kumada, M.Ohtsuka, H.Fukuyama          Influence of sputtering power and N<sub>2</sub> flow ratio on crystalline quality of AlN layers deposited at 823 K by RF reactive sputtering          9<sup>th</sup> International Conference on Nitride semiconductors(ICNS-9), Glasgow, UK, July 10-15, (2011)</p> <p>(8) K.Ueno, E.Kishikawa, S.Inoue, J.Ohta, H.Fujioka, M. Oshima, H.Fukuyama          Demonstration of nitride based light emitting diodes on the thermally-nitrided sapphire substrates using a polarity control technique by the surface oxidation          International Symposium on Surface Science –Towards Nano-, Bio-, and Green Innovation- Tower Hall Funabori, Funabori, Tokyo, December 11-15, (2011)</p> <p>(9) 安達正芳, 田中明和, 森川大輔, 津田健治, 小島秀和, 大塚 誠, 福山博之          Ga-Al液相成長AlNの転位解析および極性判定          第72回 応用物理学会学術講演会、山形県山形市、2011年8月29日-9月2日</p> <p>(10) 熊田智行, 大塚 誠, 福山博之          反応性スパッタ法により823 Kで作製されたAlN膜の結晶品質に及ぼす窒素流量比の影響          第72回 応用物理学会学術講演会、山形県山形市、2011年8月29日-9月2日</p> <p>(11) 上野耕平, 岸川英司, 井上 茂, 太田実雄, 藤岡 洋, 尾嶋正治, 福山博之          極性を制御した窒化サファイア基板上への窒化物半導体発光素子の試作          第72回 応用物理学会学術講演会、山形県山形市、2011年8月29日-9月2日</p> <p>(12) 上野耕平, 岸川英司, 井上 茂, 太田実雄, 藤岡 洋, 尾嶋正治, 福山博之          パルススパッタ堆積法による窒化サファイア基板上へのAlN単結晶薄膜成長と発光素子の試作          第41回結晶成長国内会議(NCCG-41)茨城県つくば市、2011年11月3日-5日</p> <p>(13) 安達正芳, 福山博之, 杉山正史, 田中明和          Ga-Al フラックスを用いたAlN 液相成長における成長温度の影響          日本金属学会2011年秋期講演(第149回)大会 沖縄県宜野湾市、2011年11月7日-9日</p>

様式19 別紙1

	<p>(14) 加藤三香子, 小島秀和, 大塚 誠, 福山博之 アルミナの炭素熱還元挙動の温度依存性(ポスター) 日本金属学会2011年秋期講演(第149回)大会 沖縄県宜野湾市、2011年11月7日-9日</p> <p>(15) 熊田智行, 大塚 誠, 福山博之 応性スパッタ法により基板温度 823 K で作製された AlN 膜の結晶性と窒素流量比の関係(ポスター) 日本金属学会2011年秋期講演(第149回)大会、沖縄県宜野湾市、2011年11月7日-9日</p> <p>(16) 高杉茉莉, 安達正芳, 福山博之, 田中明和 Ga-Al フラックスを用いた単結晶 AlN 膜の作製とその評価(ポスター) 日本金属学会2011年秋期講演(第149回)大会、沖縄県宜野湾市、2011年11月7日-9日</p> <p>(17) 熊田智行, 大塚誠, 福山博之 反応性スパッタ法により基板温度823Kで作製されるAlN膜の結晶性向上 第11回多元物質科学研究所研究発表会、宮城県仙台市、2011年12月8日</p> <p>(18) 安達正芳, 高杉茉莉, 杉山正史, 田中明和, 福山博之 窒化サファイア基板上LPE-AlN膜の回転ドメインとその単一化 2012年春季第59回応用物理学関係連合講演会、東京都新宿区、2012年3月15-18日</p> <p>(19) 上野耕平, 岸川英司, 井上 茂, 太田実雄, 藤岡 洋, 尾嶋正治, 福山博之 窒化サファイア基板上に成長したAlN 薄膜の高品質化 2012年春季第59回応用物理学関係連合講演会、東京都新宿区、2012年3月15-18日</p> <p>(20) 熊田智行, 大塚 誠, 福山博之 反応性スパッタ法により作製されたAlN 膜の結晶性に及ぼす基板温度の影響 2012年春季第59回応用物理学関係連合講演会、東京都新宿区、2012年3月15-18日</p> <p>(21) 岸川英司, 上野耕平, 井上 茂, 太田実雄, 藤岡 洋, 尾嶋正治, 福山博之 AlN酸化層を利用した極性反転メカニズムの検討 2012年春季第59回応用物理学関係連合講演会、東京都新宿区、2012年3月15-18日</p> <p>&lt;主催会議&gt;</p> <p>(22) 福山博之 サファイア窒化法の熱力学と窒化機構およびその展開—高品質窒化アルミニウム膜の作製を目指して— 窒化物ナノ・エレクトロニクス材料研究センター講演会、宮城県仙台市、2012年1月12-13日</p> <p>(23) 安達正芳, 福山博之 Ga-Alフラックスを用いたAlNの液相成長とその結晶評価 第5回窒化物半導体の高品質結晶成長とその素子応用、宮城県仙台市、2011年8月8-9日</p> <p>(24) 安達正芳, 福山博之 窒化サファイア基板上LPE-AlN膜のツイストドメインとそのシングル化 第6回窒化物半導体の高品質結晶成長とその素子応用、宮城県仙台市、2011年12月26-27日</p> <p>一般向け 計 0 件</p>
<p>図書</p> <p>計 0 件</p>	
<p>産業財産権 出願・取得状 況</p> <p>計 0 件</p>	<p>(取得済み) 計 0 件</p> <p>(出願中) 計 0 件</p>
<p>Webページ (URL)</p>	<p>東北大学多元物質科学研究所福山研究室</p> <p><a href="http://www.tagen.tohoku.ac.jp/modules/laboratory/index.php?laboid=17">http://www.tagen.tohoku.ac.jp/modules/laboratory/index.php?laboid=17</a></p>

様式19 別紙1

<p>国民との科学・技術対話の実施状況</p>	<p>(1) 東北大学片平まつり開催 会場係責任者の他、福山研究室としてブース出展を行う。 2011年10月8日-9日、宮城県仙台市 東北大学片平キャンパスにて開催された、一般市民向けのイベント。来場者は2日間全体で 7,324 名。東北大学附属研究所等を一般向けに公開し、研究に関連した実験・体験をお子さんも交えて楽しんでもらう体験イベント。福山研では「体験！不思議なマテリアル」と題し、ガリウムや磁石を使った体験コーナーを出展。</p> <p>(2) 市民公開講座開催 最先端・次世代研究開発支援プログラムの一環として、12月28日(水)に、せんだいメディアテーク1Fにて、一般市民向けに公開講座を行い、60名ほどの参加者があった。第1部では、「次世代の光を拓く結晶材料」と題して講演を行う。第2部では市民の皆様との質疑応答。市民公開講座ということで、生の市民の方の声を聴く貴重な機会となった。</p>
<p>新聞・一般雑誌等掲載 計0件</p>	
<p>その他</p>	

4. その他特記事項

当該研究に関する福山研究室の受賞一覧

- (1) Masayoshi Adachi  
Yong Researcher Award 受賞  
“Dislocation and polarity analysis of AlN layer grown from liquid phase epitaxy using Ga-Al flux”  
physica status solidi, 9th International Conference on Nitride semiconductors (ICNS-9), 2011.7.15
- (2) 加藤三香子  
2011年秋期講演大会 優秀ポスター賞  
「アルミナの炭素熱還元挙動の温度依存性」  
(社)日本金属学会、2011.11.8
- (3) 安達正芳  
旗野奨学基金第5回多元物質科学研究奨励賞  
「液相成長法による単結晶窒化アルミニウムの作製と評価」2011.12.8
- (4) 加藤三香子  
旗野奨学基金第6回多元物質科学研究奨励賞  
「アルミナの酸素熱還元析出法による高品質バルク窒化アルミニウム単結晶の作製」2011.12.8
- (5) 高杉茉莉  
旗野奨学基金第6回多元物質科学研究奨励賞  
「液相成長法を用いた単結晶窒化アルミニウムの結晶成長における酸素の影響」2011.12.8

## 実施状況報告書(平成23年度) 助成金の執行状況

本様式の内容は一般に公表されず

## 1. 助成金の受領状況(累計)

(単位:円)

	①交付決定額	②既受領額 (前年度迄の 累計)	③当該年度受 領額	④(=①-②- ③)未受領額	既返還額(前 年度迄の累 計)
直接経費	130,000,000	48,700,000	0	81,300,000	0
間接経費	39,000,000	14,610,000	0	24,390,000	0
合計	169,000,000	63,310,000	0	105,690,000	0

## 2. 当該年度の収支状況

(単位:円)

	①前年度未執 行額	②当該年度受 領額	③当該年度受 取利息等額 (未取利息を除 く)	④(=①+②+ ③)当該年度 合計収入	⑤当該年度執 行額	⑥(=④-⑤) 当該年度未執 行額	当該年度返還 額
直接経費	48,602,770	0	0	48,602,770	44,868,484	3,734,286	0
間接経費	14,580,000	0	0	14,580,000	14,580,000	0	0
合計	63,182,770	0	0	63,182,770	59,448,484	3,734,286	0

## 3. 当該年度の執行額内訳

(単位:円)

	金額	備考
物品費	34,115,585	LPE結晶育成装置、微小領域X線照射装置等
旅費	1,147,070	研究成果発表旅費等
謝金・人件費等	7,079,392	博士研究員人件費
その他	2,526,437	学会参加費等、論文校閲料他
直接経費計	44,868,484	
間接経費計	14,580,000	
合計	59,448,484	

## 4. 当該年度の主な購入物品(1品又は1組若しくは1式の価格が50万円以上のもの)

物品名	仕様・型・性能 等	数量	単価 (単位:円)	金額 (単位:円)	納入 年月日	設置研究機関 名
一次元高速検出器 搭載桌上型粉末X	D2 Phaser-BS	1	5,775,000	5,775,000	2011/11/22	東北大学
LPE結晶育成装置	(株)第一機電製	1	22,050,000	22,050,000	2012/1/23	東北大学
微小領域X線照射 装置	独)フルカーエイエック スエス製	1	1,890,000	1,890,000	2012/3/27	東北大学
合金	4N Ga 10kg	1	724,500	724,500	2011/9/22	東北大学
合金	4N Ga 10kg	1	577,500	577,500	2012/3/2	東北大学
酸素濃度計	TB-II F-S	1	615,300	615,300	2011/7/25	東北大学
酸素濃度計	TB-II F-PS	1	648,375	648,375	2012/2/28	東北大学