

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 24 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>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、下記の項目ごとに当該年度の目的について説明する。</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 膜中の酸素の低減を図る。また、大型結晶（2 インチ）成長炉を用いて、AlN 厚膜を作製し、AlN 膜の結晶性の評価を行い、高速成長および面内均一性の向上を図る。</p> <p>1-2 反応性スパッタ法</p> <p>AlN 膜の極性制御法を検討し、AlN 膜の表面性状の向上ならびに高品質化に向けた高温スパッタ装置の設計・製作を開始する。</p> <p>1-3 Pulsed sputtering deposition (PSD)法</p> <p>東大藤岡研とともに PSD 法による AlN 厚膜の高品質化および素子化に向けた検討を行う。</p> <p>(2) バルク AlN 結晶の作製</p> <p>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う。自発核形成によって、結晶内に歪の無いバルク単結晶 AlN を作製し、無歪バルク結晶の光学的な評価も行う。</p> <p>(3) 「国民との科学・技術対話」の推進</p> <p>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）を開催する。</p>

2. 研究の実施状況

(1) 高品質 AlN 厚膜単結晶の作製

1-1 液相成長法

サファイア基板上の AlN 膜の成長における酸素分圧の影響と結晶極性の関係について研究を行い、AlN 膜成長機構を解明した。また、昨年度導入した大型炉を用いて、大口径化（2 インチ）を試み、大口径化に向けた課題について検討した。

1-2 反応性スパッタ法

反応性スパッタ法における AlN 膜の製膜においては、Al の two-monolayer 法により、AlN 膜の極性制御を行った。AlN 膜の横方向成長を促進し、結晶品質を向上させるため、高温かつパルススパッターを可能とする装置の改造を行い、新たに必要な電源を購入し、現在その調整を行っている。

1-3 Pulsed sputtering deposition (PSD)法⇒MOVPE 法+アニール法

東大生研（藤岡研究室）との共同研究として、PSD 法による窒化サファイア基板上的での AlN 成長条件の探索、成長機構の解明を行い、薄膜の高品質化を行った。青色 LED の試作を行ったが、結晶品質が課題となったため、さらなる短波長化には至っていない。

(2) バルク AlN 結晶の作製

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条件の検討および成長機構の解明を行った。その知見を踏まえて、現在、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設計を行っている。

(3) 「国民との科学・技術対話」の推進

平成24年度は、第2回市民公開講座（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3件
計3件	<p>(1) T. Kumada, M. Ohtsuka, K. Takada, H. Fukuyama Influence of sputter power and N2 gas flow ratio on crystalline quality of AlN layers deposited at 823 K by RF reactive sputtering Phys. Status Solidi C, 9, No.3-4 (2012) 515-518 DOI: 10.1002 http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/pssc.201100489/abstract</p> <p>(2) M.Adachi, M.Sugiyama, A.Tanaka, H.Fukuyama Elimination of rotational domain in AlN layers grown from Ga-Al flux and effects of growth temperature on the layers Mater. Trans., Vol.53, No.7 (2012) 1295-1300, DOI:10.2320 https://www.jstage.jst.go.jp/article/matertrans/53/7/53_MBW201112/_article</p>

様式19 別紙1

	<p>(3) M.Adachi, M.Takasugi, D.Morikawa, K.Tsuda, A.Tanaka, H.Fukuyama Analysis of the dislocation and polarity in an AlN layer grown using Ga-Al flux Appl. Phys. Express, 5 (2012) 101001-1-3 DOI: 10.1143 http://apex.jsap.jp/link?APEX/5/101001/</p> <p>(掲載済み一査読無し) 計 0 件</p> <p>(未掲載) 計 0 件</p>
<p>会議発表</p> <p>計 25 件</p>	<p>専門家向け 計 25 件</p> <p><招待講演></p> <p>(1) H.Fukuyama, M.Adachi, M.Takasugi, M.Sugiyama, J. Iida, A.Tanaka Growth of high quality AlN layer and its polarity control by LPE using Ga-Al flux 2013 Photonics West-OPTO, San Francisco, California, United States, Feb.2-7,(2012)</p> <p><一般講演></p> <p>(2) M.Kato, M.Ohtsuka, H.Fukuyama Growth of bulk AlN using Alumina reduction method(poster) 4th International symposium on growth of III-Nitrides(ISGN-4), p.129, St.Petersburg, Russia, July 16-19, (2012)</p> <p>(3) M.Adachi, M.Sugiyama, A.Tanaka, H.Fukuyama Annealing effect for unification of in-plane domain in AlN layers grown from Ga-Al flux(poster) 4th International symposium on growth of III-Nitrides(ISGN-4), p.220, St.Petersburg, Russia, July 16-19, (2012)</p> <p>(4) T.Kumada, M.Ohtsuka, H.Fukuyama High-quality AlN layer deposited at high substrate temperature with high sputter power by RF reactive sputtering(poster) 4th International symposium on growth of III-Nitrides(ISGN-4), p.241, St.Petersburg, Russia, July 16-19, (2012)</p> <p>(5) M.Takasugi, M.Adachi, M.Sugiyama, A.Tanaka, H.Fukuyama Effect of oxygen partial pressure on the growth of single-crystalline aluminum nitride layer using liquid phase epitaxy technique. (poster) 4th International symposium on growth of III-Nitrides(ISGN-4), p.264, St.Petersburg, Russia, July 16-19, (2012)</p> <p>(6) K.Ueno, E.Kishikawa, S.Inoue, J.Ohta, H.Fujioka, M.Oshima, H.Fukuyama Dramatic improvement in the crystalline quality of AlN grown on thermally-nitrided sapphire substrates by pulsed sputtering deposition(poster) 4th International symposium on growth of III-Nitrides(ISGN-4), p.265, St.Petersburg, Russia, July 16-19, (2012)</p> <p>(7) M.Kato, M.Ohtsuka, H.Fukuyama Temperature Dependence of Growth of Bulk AlN using Alumina as Source Material International Workshop on Nitride Semiconductors 2012(IWN2012), Sapporo, Japan, 10/14-19, (2012)</p> <p>(8) K.Ueno, E.Kishikawa, S.Inoue, J.Ohta, H.Fujioka, M.Oshima, H.Fukuyama Pulsed sputtering deposition of high-quality AlN on thermally-nitrided sapphire substrates International Workshop on Nitride Semiconductors 2012(IWN2012), Sapporo, Japan, 10/14-19, (2012)</p> <p>(9) M.Takasugi, M. Adachi, M.Sugiyama, A.Tanaka, H.Fukuyama Influence of oxygen partial pressure on the growth of aluminum nitride layer using Ga-Al flux (poster) International Workshop on Nitride Semiconductors 2012(IWN2012), Sapporo, Japan, 10/14-19, (2012)</p> <p>(10) T.Kumada, M.Ohtsuka, H.Fukuyama Polarity inversion of AlN layer deposited on Al thin interlayer using RF reactive sputtering(posters)</p>

	<p>International Workshop on Nitride Semiconductors 2012(IWN2012),Sapporo,Japan, 10/14-19, (2012)</p> <p>(11) M.Adachi, M.Sugiyama, A.Tanaka, H.Fukuyama High quality AlN layer homoepitaxially grown on nitrated a-plane sapphire using Ga-Al flux (poster) International Workshop on Nitride Semiconductors 2012(IWN2012),Sapporo,Japan, 10/14-19, (2012)</p> <p>(12) T.Kumada, M.Ohtsuka, H.Fukuyama Influence of N2 gas flow ratio on crystalline quality of Al-polar AlN layer deposited using reactive magnetron sputtering 第5回先進プラズマ科学と窒化物及びナノ材料への応用に関する国際シンポジウム / 5th Internaitonal Symposium on advanced plasma science and its applications for nitrides and nanomaterials(ISPlasma2013), Nagoya, Japan, 1/28-2/1, (2013)</p> <p>(13) 加藤三香子、大塚誠、福山博之 アルミナを原料に用いたバルクAlN単結晶の作製 第4回窒化物半導体結晶成長講演会(プレIWN2012講演会)、東京都、4月27-28日、(2012)</p> <p>(14) 高杉茉莉、安達正芳、杉山正史、田中明和、福山博之 Ga-Alフラックス法によるAlN成長に及ぼす酸素分圧の影響 第4回窒化物半導体結晶成長講演会(プレIWN2012講演会)、東京都、4月27-28日、(2012)</p> <p>(15) 加藤三香子、大塚 誠、福山博之 アルミナを原料に用いたバルクAlN結晶成長の温度依存性 第73回応用物理学会学術講演会、愛媛県松山市、9月11-14日、(2012)</p> <p>(16) 熊田智行、大塚 誠、福山博之 極薄Al中間層を用いたAl極性AlN膜成長 第73回応用物理学会学術講演会、愛媛県松山市、9月11-14日、(2012)</p> <p>(17) 高杉茉莉、安達正芳、杉山正史、田中明和、福山博之 Ga-Al液相成長法を用いたAlN成長における酸素分圧の影響 第73回応用物理学会学術講演会、愛媛県松山市、9月11-14日、(2012)</p> <p>(18) 安達正芳、杉山正史、田中明和、福山博之 Ga-Alフラックス法を用いた窒化a面サファイア基板上への高品質AlN成長 第73回応用物理学会学術講演会、愛媛県松山市、9月11-14日、(2012)</p> <p>(19) 関谷竜太、大塚誠、安達正義、福山博之 熱処理によるa面サファイア基板の表面性状の変化 金属学会2012年(第151回)秋期講演大会、愛媛県松山市、9月17-19、(2012)</p> <p>(20) 安達正芳、杉山正史、飯田潤二、田中明和、福山博之 Ga-Alフラックス法を用いた窒化a面サファイア基板上への高品質AlN成長 2012年第12回多元物質科学研究所研究発表会、宮城県仙台市、12月10日(2012)</p> <p>(21) 関谷竜太、大塚 誠、福山博之 a面サファイア基板の窒化における表面性状の影響 第11回日本金属学会東北支部研究発表大会、宮城県仙台市、12月13日(2012)</p> <p>(22) 杉山正史、飯田潤二、田中明和、高杉茉莉、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 一般社団法人資源・素材学会平成25年度春季大会、千葉県習志野市、3月28-30日(2013)</p> <p>(23) 尤 玉、加藤三香子、大塚誠、福山博之 Al₂O₃熱窒化法によるバルクAlN結晶成長に及ぼすZrO₂添加の効果 一般社団法人資源・素材学会平成25年度春季大会、千葉県習志野市、3月28-30日(2013)</p> <p>(24) 安達正芳、津田健治、渡邊郁磨、杉山正史、飯田潤二、田中明和、福山博之 Ga-Al液相法により成長したAlN膜の極性反転構造 2013年 第60回応用物理学会春季学術講演会、神奈川県厚木市、3月27-30日(2013)</p> <p>(25) 尤玉、加藤三香子、大塚誠、福山博之 Al₂O₃熱窒化法によるAlN結晶成長に及ぼすZrO₂添加の効果 2013年 第60回応用物理学会春季学術講演会、神奈川県厚木市、3月27-30日(2013)</p> <p>一般向け 計0件</p>
--	---

様式19 別紙1

図書 計0件	
産業財産権 出願・取得状況 計0件	(取得済み) 計0件 (出願中) 計0件
Webページ (URL)	東北大学多元物質科学研究所福山研究室 http://www.tagen.tohoku.ac.jp/modules/laboratory/index.php?laboid=17
国民との科学・技術対話の実施状況	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、7月30(月)-31日(火)に、東北大学青葉山キャンパスにて、一般市民向けに公開講座を行った。「次世代の光を拓く結晶材料」と題して講演を行った。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。(参加者数・約30名)
新聞・一般雑誌等掲載 計0件	
その他	

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(4件)

- (1) 加藤三香子
日本結晶成長学会 ナノ構造・エピタキシャル成長分科会 発表奨励賞
アルミナを原料に用いたバルク AlN 単結晶の作製(2012.4.28)
- (2) 安達正芳
旗野奨学基金 多元物質科学研究所研究奨励賞
新規液相成長法による高品質単結晶窒化アルミニウムの作製(2012.12.10)
- (3) 熊田智行
旗野奨学基金 多元物質科学研究所研究奨励賞
反応性スパッタ法を用いた高品質窒化アルミニウム単結晶膜の作製(2012.12.10)
- (4) 加藤三香子
東北大学大学院環境科学研究科長賞(2013.3.25)

実施状況報告書(平成24年度) 助成金の執行状況

本様式の内容は一般に公表されません

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	41,200,000	40,100,000	0
間接経費	39,000,000	14,610,000	12,360,000	12,030,000	0
合計	169,000,000	63,310,000	53,560,000	52,130,000	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 (未収利息を除 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	3,734,286	41,200,000	0	44,934,286	38,005,872	6,928,414	0
間接経費	0	12,360,000	0	12,360,000	12,360,000	0	0
合計	3,734,286	53,560,000	0	57,294,286	50,365,872	6,928,414	0

3. 当該年度の執行額内訳

(単位:円)

	金額	備考
物品費	23,241,259	同時測定装置、加熱ステージ他
旅費	2,846,834	研究成果発表旅費他
謝金・人件費等	9,583,022	博士研究員人件費、派遣研究員他
その他	2,334,757	学会参加費他
直接経費計	38,005,872	
間接経費計	12,360,000	
合計	50,365,872	

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
TG-DSC/CP同時 測定装置 一式	(独)ネッチ・ケレイバ ウ社製	1	11,970,000	11,970,000	2013/1/25	東北大学
顕微鏡用加熱ステ ージ式	(英)Linkam Scientific Instruments社製	1	6,258,000	6,258,000	2013/2/27	東北大学
				0		