

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25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

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。

(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 膜の成長における高速成長および面内均一性を達成し、実用的な大口径 AlN 厚膜を作製することを目的とする。

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、DC パルススパッタ法により、より高品質な AlN 膜の作製を行う。

1-3 MOVPE 法+アニール法

発光素子の短波長化に向けて、MOVPE 法と高温アニール法を組み合わせた AlN 結晶基板の飛躍的な高品質化を最優先に行う。

(2) バルク AlN 結晶の作製

バルク AlN 結晶成長装置の製作を行い、直径 1 インチサイズのバルク AlN 結晶を作製する。

(3) 「国民との科学・技術対話」の推進

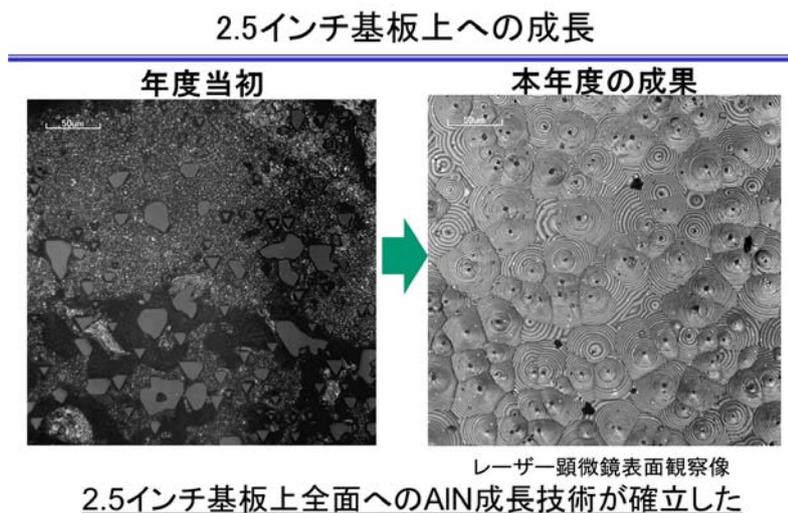
今年度は、宮城県立古川黎明高等学校を招待して、東北大学サイエンス研修を開催する。

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 膜の成長において、下図左に示すように今年度当初の段階では、部分的な AlN 結晶の侵食も見られ、基板上への全面に成長は至らなかったが、サファイア基板の設置方法、窒素ガスの吹き込み方法ならびに微量成分（酸素、炭素など）の濃度について検討した結果、大口径（2.5 インチ）基板上全面への AlN 成長技術を確認することができた。

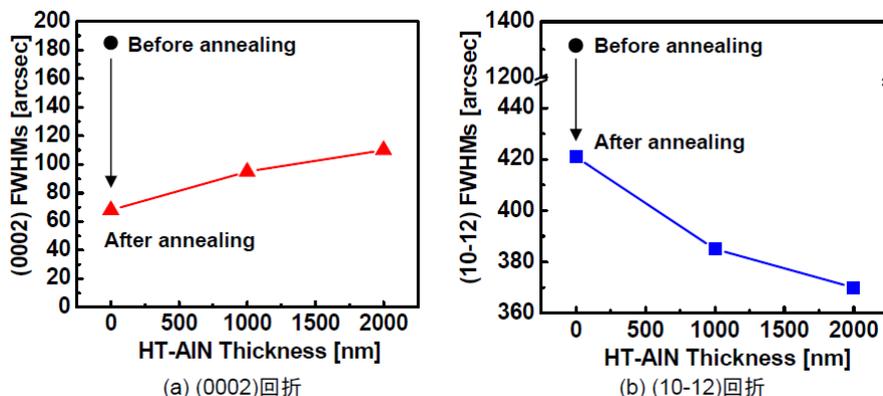


1-2 反応性スパッタ法

反応性スパッタ法における AlN 膜の製膜において、DC パルススパッター法による AlN 製膜を開始した。スパッタ因子（スパッタ出力）を 200~1000 W まで変化させて製膜を行い、これまでの RF スパッタ法より、製膜速度を増大させることができた。今後、AlN 膜の高品質化との両立を目指す。

1-3 MOVPE 法+アニール法

発光素子の短波長化に向けて AlN 結晶品質を向上させるため、三宅准教授（三重大）と共同研究を行った。三重大で MOVPE 法によってサファイア基板上に AlN 膜を作製し、当研究室で開発した高温アニール法により、1500-1700 °C で 2 時間アニールを行った。その結果、以下の図に示すように、X 線ロックアップ測定において、アニール前後で飛躍的な半値幅の低減が見られ、AlN 結晶膜の高品質化を達成することができた。



様式19 別紙1

(2) バルク AlN 結晶の作製

高周波誘導加熱方式を採用し、アルミナを原料とするバルク AlN 結晶成長装置を製作した。2173 K の成長温度で SiC 基板の上に厚さ 4 μm 程度の AlN 結晶を成長させることに成功した。さらなる厚膜化を目指して研究を継続する。

(3) 「国民との科学・技術対話」の推進

今年度は、宮城県立古川黎明高等学校を招待して、東北大学サイエンス研修を開催した。研修の様子を動画にて記録し、You Tube 上で公開した。

動画の URL: <https://www.youtube.com/watch?v=U7wpV7qEViM>

3. 研究発表等

<p>雑誌論文</p> <p>計 3 件</p>	<p>(掲載済み－査読有り) 計 3 件</p> <p>(1) Masayoshi Adachi, Kenji Tsuda, Masashi Sugiyama, Junji Iida, Akikazu Tanaka, Hiroyuki Fukuyama High-quality AlN layer homoepitaxially grown on nitride a-plane sapphire using a Ga-Al flux Applied Physics Express, 6, 091001-1-3, (2013) DOI: 10.7567/APEX.6.091001 http://dx.doi.org/10.7567/APEX.6.091001</p> <p>(2) Yu You, Mikako Kato, Makoto Otsuka, Hiroyuki Fukuyama The Influence of ZrO₂ Additions on Al₂O₃ Evaporation and AlN Crystal Growth by Thermal Nitridation of Al₂O₃-ZrO₂ Pellets Journal of the American Ceramic Society, 96, 10, 3054–3060, (2013) DOI: 10.1111/jace.12545 http://web.b.ebscohost.com/ehost/detail?vid=3&sid=f49722e7-aa67-44c0-a115-8a78b72186bf%40sessionmgr110&hid=122&bdata=Jmxhbm9amEmc210ZT1laG9zdC1saXZl#db=aph&AN=90673654</p> <p>(3) Kohei Ueno, Eiji Kishikawa, Shigeru Inoue, Jitsuo Ohta, Hiroshi Fujioka, Masaharu Oshima, Hiroyuki Fukuyama Effect of growth stoichiometry on the structural properties of AlN films on thermally nitrided sapphire (11-20) physica status solidi (RRL) - Rapid Research Letters, 8, 3, 256–259 (2014) DOI 10.1002/pssr.201308275 http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/pssr.201308275/abstract</p> <p>(掲載済み－査読無し) 計 0 件</p> <p>(未掲載) 計 0 件</p>
<p>会議発表</p> <p>計 20 件</p>	<p>専門家向け 計 20 件</p> <p><招待講演></p> <p>(1) Hiroyuki Fukuyama AlN Layer Growth Using Ga-Al Flux and Its Thermodynamic Principle ISPlasma 2014/IC-PLANTS 2014, Nagoya, Japan, March 2-6, (2014)</p> <p>(2) Masayoshi Adachi, Masashi Sugiyama, Junji Iida, Akikazu Tanaka, Hiroyuki Fukuyama Liquid phase epitaxial growth of AlN on nitrided sapphire substrate using Ga-Al solution 2013 JSAP-MRS Joint Symposia, Kyoto, Japan, Sep. 16-20, (2013)</p>

- (3) 福山博之
Ga-Al フラックス法による AlN 膜成長－熱力学的視点
第 43 回結晶成長国内会議(NCCG-43), 長野市, 11 月 6-8 日, (2013)
- (4) 福山博之, 安達正芳
固液界面制御による単結晶 AlN 膜の結晶成長
日本金属学会 2014 年(第 154 回)春期講演大会, 東京都, 3 月 21-23 日, (2014)
- <一般講演>
- (5) Masayoshi Adachi, Kenji Tsuda, Masashi Sugiyama, Junji Iida, Akikazu Tanaka, Hiroyuki Fukuyama
Ga-Al solution growth of high-quality AlN on nitrided a-plane sapphire
6th Asia-Pacific Workshop on Widegap Semiconductors, (APWS-2013), Tamsui, Taiwan, May 5-15, (2013)
- (6) Masayoshi Adachi, Mari Takasugi, Masashi Sugiyama, Junji Iida, Akikazu Tanaka, Hiroyuki Fukuyama
Polarity inversion and growth mechanism of AlN layer grown on nitrided sapphire using Ga-Al flux
10th International Conference on Nitride Semiconductors (ICNS-10), Washington DC, USA, Aug.25-30, (2013)
- (7) Hiroyuki Fukuyama, Masayoshi Adachi, Mari Takasugi, Masashi Sugiyama, Junji Iida
Crystal growth of AlN using Ga-Al flux
6th French Research Organizations – Tohoku University joint Workshop on Frontier Materials(Frontier 2013), Sendai, Japan, Dec.1-5, (2013)
- (8) 関谷竜太, 安達正芳, 大塚 誠, 福山博之
a 面サファイア基板の大気中熱処理における表面性状の変化とサファイア窒化反応に及ぼす影響
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 5 回窒化物半導体結晶成長講演会 –ナノ構造、分極の制御と原子レベルでの理解–, 大阪府大阪市, 6 月 21-22 日, (2013)
- (9) 安達正芳, 高杉茉莉, 杉山正史, 飯田潤二, 田中明和, 福山博之
Ga-Al 液相成長法により成長した AlN の極性と成長メカニズム
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 5 回窒化物半導体結晶成長講演会 –ナノ構造、分極の制御と原子レベルでの理解–, 大阪府大阪市, 6 月 21-22 日, (2013)
- (10) 関谷竜太, 安達正芳, 大塚 誠, 福山博之
大気中熱処理による a 面サファイア基板の表面性状の変化と表面窒化に及ぼす影響
日本金属学会 2013 年秋期講演大会(第 153 回), 石川県金沢市, 9 月 17-19 日, (2013)
- (11) 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 膜における熱処理による高品質化
日本金属学会 2013 年秋期講演大会(第 153 回), 石川県金沢市, 9 月 17-19 日, (2013)
- (12) 安達正芳, 杉山正史, 飯田潤二, 田中明和, 福山博之
Ga-Al フラックスを用いた AlN の液相エピタキシャル成長法の開発
日本金属学会 2013 年秋期講演大会(第 153 回), 石川県金沢市, 9 月 17-19 日, (2013)
- (13) 西尾 剛, 三宅秀人, 平松和政, 福山博之
サファイア上 AlN 成長における N₂-CO アニールによる AlN 緩衝層制御
第 74 回応用物理学会秋季学術講演会, 京都府京田辺市, 9 月 16-20 日, (2013)
- (14) Kohei Ueno, Jitsuo Ohta, Hiroshi Fujioka, Masaharu Oshima, Hiroyuki Fukuyama
Defect reduction by homoepitaxial growth of AlN on the thermally-nitrided sapphire using pulsed sputtering deposition
2013 JSAP-MRS Joint Symposia, 京都府京田辺市, 9 月 16-20 日, (2013)
- (15) 安達正芳, 杉山正史, 飯田潤二, 田中明和, 福山博之
Ga-Al を用いた AlN 液相成長における結晶極性と成長機構
第 43 回結晶成長国内会議(NCCG-43), 長野県長野市, 11 月 6-8 日, (2013)

様式19 別紙1

	<p>(16) 竹内洋仁, 大塚 誠, 福山博之 反応性パルススパッタ法により作製した AlN 膜のアニール処理に伴う結晶品質改善 2013 年度第 13 回多元物質科学研究所研究発表会, 宮城県仙台市, 12 月 6 日, (2013)</p> <p>(17) 安達正芳, 福山博之, 杉山正史, 飯田潤二 Ga-Al 液相法を用いた窒化サファイア基板上 AlN 膜成長 日本鉄鋼協会第 167 回春季講演大会, 東京都, 3 月 21-23 日, (2014)</p> <p>(18) 藤原圭吾, 安達正芳, 大塚 誠, 福山博之 窒化サファイア基板上への AlN 膜液相成長のその場観察 日本金属学会 2014 年(第 154 回)春期講演大会, 東京都, 3 月 21-23 日, (2014)</p> <p>(19) 関谷竜太, 安達正芳, 大塚 誠, 福山博之 Al 極性 AlN 膜基板上への低酸素分圧下における AlN 膜液相成長 日本金属学会 2014 年(第 154 回)春期講演大会, 東京都, 3 月 21-23 日, (2014)</p> <p>(20) 西尾 剛, 鈴木周平, 三宅秀人, 平松和政, 福山博之 サファイア上 AlN 緩衝層の N₂-CO アニールと MOVPE 法による AlN 成長 2014 年第 61 回応用物理学会春季学術講演会, 神奈川県相模原市, 3 月 17 日-20 日, (2014)</p> <p>一般向け 計 0 件</p>
<p>図 書 計 0 件</p>	
<p>産業財産権 出願・取得状 況 計 0 件</p>	<p>(取得済み) 計 0 件 (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 http://www.tagen.tohoku.ac.jp/modules/laboratory/index.php?laboid=17</p>
<p>国民との科学・ 技術対話の実 施状況</p>	<p>最先端・次世代研究開発支援プログラムの一環として、8 月 1 日に宮城県立古川黎明高等学校を招待し、夏季研修を行った。多元物質科学研究所(片平キャンパス)福山研究室及び工学研究科マテリアル開発系(青葉山キャンパス)の 3 研究室にて、合計十数名の学生に対し、各研究室にてラボツアーを行った。</p> <p>【参考:研修動画】 全体の様子 Car-V Net TVb 版 http://cat-vnet.tv/movie/lab_tour_2013/001_01.html You tube 版 https://www.youtube.com/watch?v=H_s2iEoiJPo&feature=youtu.be 福山研究室の様子 Car-V Net TVb 版 http://cat-vnet.tv/movie/lab_tour_2013/001_05.html You tube 版 https://www.youtube.com/watch?v=U7wpV7qEViM</p>
<p>新聞・一般雑誌 等掲載 計 0 件</p>	
<p>その他</p>	<p>最先端次世代研究開発支援プログラムに関する、以下の発表を行った。</p> <p>福山博之 窒化物半導体結晶成長の物理化学とプロセス創製 最先端研究開発支援プログラム FIRST シンポジウム「科学技術が拓く 2030 年」へのシナリオ 東京都新宿区, 2 月 28 日-3 月 1 日, (2014)</p>

様式19 別紙1

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) 安達正芳

日本結晶成長学会ナノエピ分科会研究奨励賞(日本結晶成長学会)

Ga-Al 液相成長法により成長した AlN の極性と成長メカニズム(2013年6月22日)

(2) 安達正芳

奨励賞(材料プロセッシング部門)(公益社団法人日本金属学会)

2013年9月17日

(3) 関谷竜太

旗野奨学基金第8回多元物質科学研究所研究奨励賞(多元物質科学研究所長)

Ga-Al フラックスを用いた AlN の液相成長(2013年12月6日)

(4) 竹内洋仁

旗野奨学基金第8回多元物質科学研究所研究奨励賞(多元物質科学研究所長)

反応性パルス DC スパッタ法を用いた高品質 AlN 膜の作製(2013年12月6日)

実施状況報告書(平成25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	89,900,000	40,100,000	0	0
間接経費	39,000,000	26,970,000	12,030,000	0	0
合計	169,000,000	116,870,000	52,130,000	0	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	6,928,414	40,100,000	0	47,028,414	47,028,414	0	0
間接経費	0	12,030,000	0	12,030,000	12,030,000	0	0
合計	6,928,414	52,130,000	0	59,058,414	59,058,414	0	0

3. 当該年度の執行額内訳

(単位:円)

	金額	備考
物品費	32,408,478	バルク生成炉、MO-CVD装置等
旅費	895,569	研究成果発表旅費等
謝金・人件費等	11,488,499	博士研究員人件費、派遣研究員人件費等
その他	2,235,868	TEM-EDX分析、基板ユニットヒーター交換作業等
直接経費計	47,028,414	
間接経費計	12,030,000	
合計	59,058,414	

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
黒鉛炉用部品	ネムス(株)製 黒 鉛炉用部品	1	2,694,300	2,694,300	2013/6/25	東北大学
SiCウエハ	セラミック フォーラム(株)	1	556,500	556,500	2013/7/29	東北大学
バルク生成炉	サイエンス・テクノ ロジー(株)製BR- 2300	1	17,850,000	17,850,000	2013/12/27	東北大学
MO-CVD装置	ジー・テック(有) 製 GMO-8035Y	1	8,235,990	8,235,990	2014/3/31	東北大学