

課題番号	GR016
------	-------

**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	太陽電池用高品質・高均質シリコン多結晶インゴットの成長技術の開発
研究機関・ 部局・職名	東北大学・金属材料研究所・准教授
氏名	藤原航三

1. 当該年度の研究目的

<p><b>1. 高品質・高均質 Si 多結晶インゴットの成長技術の開発 :</b> 最終目標達成のための【第一段階】～【第三段階】の研究計画の中で、本年度は【第一段階】～【第二段階】の研究を行う。</p> <p><b>【第一段階】矩形インゴット用デンドライトキャスト装置の新規開発</b> 前年度に設計した新規キャスト装置を導入する。装置導入後、ただちに各種調整を行い、成長実験に取り掛かる。</p> <p><b>【第二段階】矩形インゴットの多結晶組織制御技術の開発</b> 新規キャスト装置を用いて、矩形インゴットの多結晶組織制御技術を開発する。インゴットの成長初期に発現させるデンドライト成長において、次の3つの制御技術を開発する。</p> <p>(1)デンドライトの優先成長方位を&lt;112&gt;もしくは&lt;110&gt;のどちらか一つに制御する手法の開発 (2)デンドライトの発生数を制御する手法の開発 (3)デンドライトの伸びる向きを一方向に制御する手法の開発</p> <p><b>2. Si の融液成長メカニズムの研究 :</b> その場観察装置を用いた研究では、デンドライト成長メカニズムの研究（前年度から継続）および固液界面（成長界面）の形状決定メカニズムの研究を行い、その制御法を明らかにする。Si の成長界面は成長速度が大きくなると平坦な界面からジグザグ状のファセット界面へと変化する。成長速度を決定するパラメータは、過冷却度と温度勾配である。この2つのパラメータを系統的に変えて実験を行い、界面形状の制御法を見出す。</p>
---

2. 研究の実施状況

<p><b>1. 高品質・高均質 Si 多結晶インゴットの成長技術の開発 :</b> 本年度は、新規キャスト成長装置の導入を行い、Si多結晶インゴットの成長実験を開始した。本装置は、インゴットの成長初期に結晶成長メカニズムの制御を行うための機構を有しており、20cm 角のインゴットを作製することができる。従って、実用サイズの太陽電池基板(15.6cm 角)を切り出すことができる。現在、成長初期のデンドライト成長を制御するための技術開発に取り掛かっており、デンドライトを効果的に発現させるための条件を検討している。</p> <p><b>2. Si の融液成長メカニズムの研究 :</b> その場観察装置を用いて、デンドライト成長メカニズムの研究および固液界面（成長界面）形状の</p>
---

様式19 別紙1

決定メカニズムの研究を行った。Si のデンドライトには、 $\langle 112 \rangle$ 方向に優先成長するものと $\langle 110 \rangle$ 方向に優先成長するものがあるが、成長時の過冷却度を制御することで、デンドライトの優先成長方位を $\langle 112 \rangle$ もしくは $\langle 110 \rangle$ のどちらか一つに制御できることを明らかにした (図 1 参照)。また、一方向成長過程の界面形状決定メカニズムの研究を行った。成長方向を $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ 、 $\langle 112 \rangle$ 、または $\langle 111 \rangle$ に制御して一方向成長実験を行い、それぞれの固液界面形状と成長速度の関係を調べた。 $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ および $\langle 112 \rangle$ 成長において、炉内の温度勾配が  $8\text{K/mm}$  のもとでは、成長速度がおよそ  $100\ \mu\text{m/s}$  以上になると平坦な固液界面からジグザグ状のファセット界面へと変化することが明らかになった。(図 2 参照)。成長方向に対する温度場の解析により、成長速度が大きくなると固液界面前方の融液中に局所的に負の温度勾配が形成されるため、平坦な固液界面に導入される揺らぎが成長してジグザグ状のファセット界面へと変化することが明らかとなった。平坦界面からファセット界面へ変化する時の臨界の成長速度は炉内の温度勾配が緩やかな程小さくなることを明らかにした。

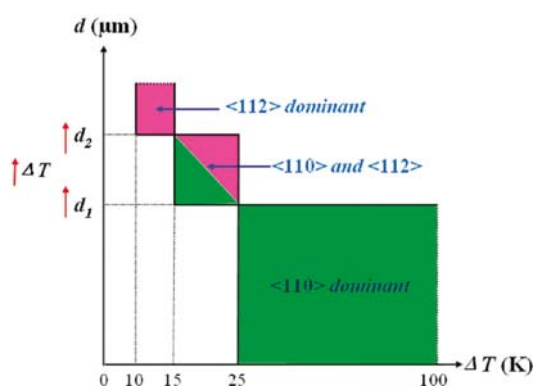


図 1 デンドライトの優先成長方位に及ぼす過冷却度と双晶間隔の影響。図中で赤の領域では $\langle 112 \rangle$ デンドライトのみ成長し、緑の領域では $\langle 110 \rangle$ デンドライトのみ成長することを明らかにした。

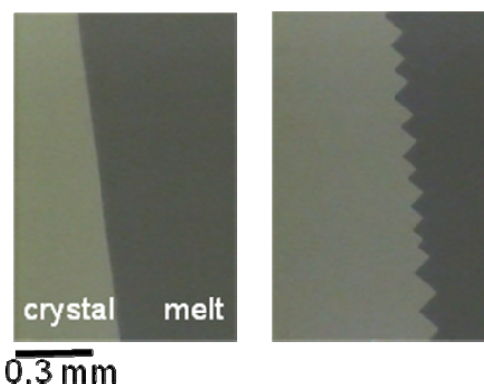


図 2 一方向成長過程の固液界面形状の観察結果。成長速度が遅い時は左図のように平坦な界面で成長し、成長速度が速い時は、右図のようなジグザグ状のファセット界面で成長することを明らかにした。

3. 研究発表等

雑誌論文	(掲載済み一査読有り) 計 4 件
計 6 件	<p>1) Xinbo Yang, Kozo Fujiwara, Kensaku Maeda, Jun Nozawa, Haruhiko. Koizumi and Satoshi Uda, "Dependence of Si faceted dendrite growth velocity on undercooling", Applied Physics Letters 98, Art. No. 012113 (2011).</p> <p>2) Xinbo Yang, Kozo Fujiwara, Kensaku Maeda, Jun Nozawa, Haruhiko. Koizumi and Satoshi Uda, "Dependence of Si-faceted dendrite growth orientation on twin spacing and undercooling", Crystal Growth &amp; Design 11, 1402-1410 (2011).</p> <p>3) Kozo Fujiwara, Raira Gotoh, Xinbo Yang, Haruhiko Koizumi, Jun Nozawa and Satoshi Uda, "Morphological transformation of a crystal-melt interface during unidirectional growth of silicon", Acta Materialia 59, 4700-4708 (2011).</p> <p>4) Mukkannan Arivanandhan, Raira Gotoh, Kozo Fujiwara, Tetsuo Ozawa, Yasuhiro Hayakawa, and Satoshi Uda, "The impact of Ge codoping on grown-in O precipitates in Ga-doped Czochralski-silicon", Journal of Crystal Growth 321, 24-28 (2011).</p> <p>5) Kentaro Kutsukake, Takuro Abe, Noritaka Usami, Kozo Fujiwara, Kohei Morishita, and Kazuo Nakajima, "Formation mechanism of twin boundaries during crystal growth of silicon",</p>

様式19 別紙1

	<p>Scripta Materialia 65, 556-559(2011).</p> <p>6) Kentaro Kutsukake, Takuro Abe, Noritaka Usami, Kozo Fujiwara, Ichiro Yonenaga, Kohei Morishita, and Kazuo Nakajima , " Generation mechanism of dislocations and their clusters in multicrystalline silicon during two-dimensional growth", Journal of Applied Physics 110, Art. No. 083530 (2011).</p> <p>(掲載済み一査読無し) 計 0 件 (未掲載) 計 0 件</p>
<p>会議発表 計 6 件</p>	<p>専門家向け 計 6 件</p> <p>1) X. Yang, K. Fujiwara, S. Uda, " Dependence of Si faceted dendrite growth velocity on twin spacing and undercooling ", シンガポール, 6 月 26 日-7 月 1 日, The 6th Biennial International Conference on Materials for Advanced Technologies (ICMAT2011).</p> <p>2) 後藤頼良、藤原航三、宇田聡, " SiGe 結晶成長におけるファセット的セル成長機構の解析 " 8 月 29 日-9 月 2 日, 山形, 第 72 回応用物理学学会学術講演会</p> <p>3) 藤原航三, " Si ファセットデンドライトの成長メカニズム "(受賞記念講演), 11 月 3 日-5 日, つくば, 第 41 回結晶成長国内会議</p> <p>4) 藤原航三、後藤頼良、Xinbo Yang、小泉晴比古、野澤純、宇田聡, " Si の一方向成長過程における成長界面の形状変化 " 11 月 3 日-5 日, つくば, 第 41 回結晶成長国内会議</p> <p>5) 藤原航三、Xinbo Yang、小泉晴比古、野澤純、宇田聡, "Si&lt;110&gt;デンドライトの成長メカニズム", 11 月 7 日-9 日, 沖縄, 日本金属学会 2011 年秋期(第 149 回)大会</p> <p>6) 楊新波、藤原航三、宇田聡, " Dependence of Si faceted dendrite growth velocity on twin spacing and undercooling ", 11 月 7 日-9 日, 沖縄, 日本金属学会 2011 年秋期(第 149 回)大会</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</p> <p>(出願中) 計 0 件</p>
<p>Webページ (URL)</p>	<p>・金研学びの勧め vol.1、東北大学金属材料研究所ホームページ、 <a href="http://www.imr.tohoku.ac.jp/ge/public/interview/index.html">http://www.imr.tohoku.ac.jp/ge/public/interview/index.html</a></p> <p>・研究業績、宇田研究室ホームページ、<a href="http://www.uda-lab.imr.tohoku.ac.jp/">http://www.uda-lab.imr.tohoku.ac.jp/</a></p>
<p>国民との科 学・技術対 話の実施状 況</p>	<p>東北大学片平まつり、10 月 8 日-9 日、小学生~大人、約 2000 人、一般向けの研究所公開において、Si結晶の展示、およびSiの結晶成長過程のムービーを紹介した。</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

第 28 回日本結晶成長学会論文賞受賞

## 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ます

## 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	126,000,000	91,100,000	0	34,900,000	0
間接経費	37,800,000	27,330,000	0	10,470,000	0
合計	163,800,000	118,430,000	0	45,370,000	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	89,977,550	0	0	89,977,550	89,977,550	0	0
間接経費	27,143,000	0	0	27,143,000	27,143,000	0	0
合計	117,120,550	0	0	117,120,550	117,120,550	0	0

## 3. 当該年度の執行額内訳

(単位:円)

	金額	備考
物品費	89,242,941	分析走査電子顕微鏡、デンドライト利用キャスト成長装置、高機能縦型顕微鏡炉、透明石英ルツボ、原料Siな
旅費	420,230	装置打ち合わせ2回、国内会議3回、国内研究会1回
謝金・人件費等	0	
その他	314,379	英文校閲、論文掲載料
直接経費計	89,977,550	
間接経費計	27,143,000	
合計	117,120,550	

## 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
透明石英るつぼ	箱型(20×10× 10 mm)	1	504,000	504,000	2011/6/9	東北大学
DCインバーターチ ラー	キャスト付き	1	954,030	954,030	2011/6/15	東北大学
透明石英るつぼ	箱型(20×10× 10 mm)	1	504,000	504,000	2011/6/24	東北大学
ポリSi	11N Sナゲット	1	535,500	535,500	2011/8/2	東北大学
分析走査電子顕微 鏡	EBSD装置付き	1	29,925,000	29,925,000	2011/8/30	東北大学
透明石英るつぼ	箱型(20×10× 10 mm)	1	504,000	504,000	2011/9/22	東北大学
透明石英るつぼ	箱型(20×10× 10 mm)	1	504,000	504,000	2011/11/22	東北大学
デンドライト利用 キャスト成長装置	2ゾーン加熱式	1	46,662,000	46,662,000	2011/12/28	東北大学
高機能縦型顕微鏡 炉	るつぼ移動機構 付き	1	6,999,300	6,999,300	2012/3/6	東北大学