

TODAY

材料産業における人材対策の結集のために

社団法人 日本鉄鋼協会 専務理事 小島 彰

最近では学生の材料産業への評価が高まり、材料学科志望の学生が増えるなど、以前と比べて良い状況が継続している。政策面でも経済産業省を中心に産業人材対策が充実されているが、競争力のある産業を支えるのはとどのつまり優秀な人材であるので、政策当局が目を向けるのは当然と言えよう。

一方、学協会や団体でも様々な対策が実施されている。今後これら活動を一層可視化し、相互に協力することにより材料産業へ優秀な学生がさらに集まることを期待している。このため、筆者が関係してきた人材事業を紹介し、連携強化の礎としたい。

日本鉄鋼協会では育成事業として人材対策を行っている。対象はこれまで企業技術者を中心に実施してきたが、一昨年から学生向けの学生鉄鋼セミナーを開始した。

企業技術者向けセミナーでは、過去34年間の実績を有する「蔵王鉄鋼工学セミナー」を始め各種のものがある。鉄鋼工学セミナーは、毎年7月末の約1週間、150名程度の鉄鋼企業の若手技術者（30歳程度）が蔵王の研修施設で企業の壁を超えて合宿し、製鉄、製鋼、材料・圧延の3コース別に大学教員、企業技術者から構成される教師陣から鉄鋼技術の基礎を学ぶものである。競争企業の技術者が1週間、寝食を共にし、勉強することは鉄鋼技術の勉強のみならず、企業の枠を超えた人的ネットワークを形成する上で極めて効果的な研修である。

19年度からは学生鉄鋼セミナーがプログラムに加えられた。学生鉄鋼セミナーは、修士1年生を中心とする2泊3日の合宿タイプと学部3年生を中心とするバスによる製鉄所見学会に分類される。

合宿タイプのもは、製鉄、製鋼、材料・圧延の3コース、総員45名程度である。学生は自分の行っている研究報告を行い、他の学生参加者、企業技術者、大学教員など参加者からの質疑応答をこなす。参加学生は企業技術者や大学教員から幅広い形の講義を受ける。通常、夕食後の交流会ではアフターファイブの雰囲気の中で企業技術者から経験に即した話を伺い、表面からは見えない鉄鋼業の実態を把握することができる。これらに加え、製鉄所や研究所の現場視察など3日間のプログラムで鉄鋼業の活動状況やそこでの技術者のかかわり方などを考える良い機会となる。

バスによる製鉄所見学会は、19年度は支部の事業で60名程度の参加であったが、20年度から本部事業に移行し、360名程度の参加者となっている。大学の教室単位で製鉄所を見学するプログラムに対してバス代を支援するもので、21年度は500名程度の参加が見込まれている。

大学での鉄鋼特別講義も経済産業省の鉄鋼課製鉄企画室の協力を得て実施されている。鉄鋼課で対応できない部分について協会職員や企業技術者に協力してもらっている。私自身、いくつかの大学を担当したが、つたない話に対しても真剣に聞いてもらう雰囲気は自分にとっても刺激的な機会である。学生は鉄鋼業についての話を聞く機会が少ないようで、鉄鋼業のダイナミックさや技術力の高さに感心したという感想と共に、環境問題への関心の高さなど大学生の意識を認識する良い機会となる。

19年度からは、産学人材パートナーシップ事業が文部科学省、経済産業省の協力も得て、開始されたが、鉄鋼協会は材料分科会の事務局を務めている。人材対策にかかる産学連携を図るのが目的であるが、この場を通じて、大学も産業界も相手の置かれている実情を把握していないことが理解された。大学では、国立大学の法人化以降、教員評価が厳しく実施され、論文の発表件数が重要指標となり、時間や予算のかさむ鉄鋼研究は敬遠される傾向にあること、大学院重視の動きの中で博士課程の定員充足率が研究室の評価指標となり、博士コース院生の少ない研究室はそれを維持していくことが困難であるなどの報告がされた。こうした動きに対して、大学の人材育成機能やものづくりに必要な研究を継続することの重要性を産業界が一丸となって関係方面へ提言していくことの必要性が強調された。

最後にインターンシップの状況を報告したい。関東地域インターンシップ推進協会の立ち上げに関係して以来、インターンシップには個人的にも関心が深く、大学でのインターンシップの実施状況を毎年調査している。その結果は朝日新聞社発行の「大学ランキング」に公開されている。

以上、小生の関係している活動を紹介したが、類似の活動が様々な場で実施されている。目的や志を同じくされる団体との協力をお願いする次第である。

「ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術の開発
 -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（NEDO）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-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20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. 研究開発の実施体制

本プロジェクトの研究開発体制を図1に示す。

4. 研究開発成果の概要

1) 「高品質大口径単結晶基板の開発」

(1) 窒化物単結晶成長における基礎技術の検討

・溶液攪拌時における溶液流れに関して、大型炉における1軸揺動攪拌について自由界面モデルを用いてFluentで解析したところ、静置状態と比較して揺動攪拌条件（揺動角度：10°、揺動周期：1～5rpm）では、揺動周期にかかわらず基板面上の流速が約30倍（～2cm/秒）に増加し、窒素濃度が均一化されることが分かった。

・高品質 GaN 結晶育成条件検討のため、育成圧力とマクロ欠陥（インクルージョン）の相関を調査したところ、インクルージョン低減に効果的である溶液攪拌を実施しない系において、育成圧力を3.7MPaから2.7MPaに低圧化すると、インクルージョン低減（30%以上⇒5%以下）が可能であることが明らかとなった。

・転位低減に有効な成長モード解明に向けた溶液組成の検討を行ったところ、低 Ga 比では、横方向成長

が促進され平坦な LPE 結晶が得られた。一方、高 Ga 比では三次元成長することが分かり、溶液組成により成長モードを制御できることが明らかになった。

・成長方位制御のために成長面に対する Sr 添加効果の調査を行ったところ、Sr 添加量の増加に伴い、自然核のアスペクト比(c軸長/a軸長)は増大し、m面が広く現れた m 面 GaN LPE 結晶を得ることが出来るなど、Sr 添加は成長方位制御に有効であることが分かった。

・各種無極性種基板結晶上への LPE 成長を実施したところ、a 面 GaN 種基板結晶上への LPE 成長では、単一グレインの(11-20)GaN XRC 半値幅は100秒と狭く、a 面 GaN においても Na フラックス LPE 法により結晶性が改善する可能性を示した。

(2) 大口径種結晶の開発

・HVPE 下地基板材料およびバッファ層材料と作製条件を探索し、10mm □以上の自立 m 面 GaN 結晶を作製するとともに、Na フラックス LPE 種結晶として合計52枚提供した。さらに、直径約45mmの m 面自立基板の作製に成功した。

・m面に適した清浄環境下で種結晶を作製するため、2インチHVPE装置を新規導入し、反応管構造・材質等を工夫することにより、m面 GaN 結晶中の Si 濃度 $< 5 \times 10^{17}/\text{cm}^3$ 、酸素濃度 $\leq 2 \times 10^{18}/\text{cm}^3$ まで低減することに成功した。

(3) 高導電性窒化物単結晶基板の開発

・昨年度、低抵抗化に成功した n 型不純物である Ge の高濃度添加技術を開発するために、小型炉で温度、炭素添加量等の育成条件を最適化

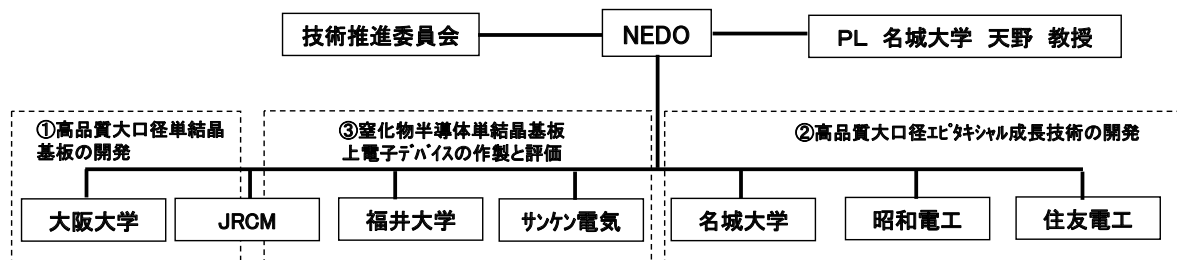


図1 研究開発体制

し、Ge 取込量： $2 \times 10^{18}/\text{cm}^3$ を実現した。

(4) 高抵抗化窒化物単結晶基板の開発

・不純物低減技術として、 ϕ 2 インチ結晶育成において、H19 年度で見出した小型炉での育成環境高純度化条件を適用し、炉材からの不純物を含む雰囲気と隔離することで従来よりも酸素濃度が低減された。

・高抵抗化に向けた各種元素の添加実験を行った結果、元素種類によらず、ノンドーパでの残留キャリア濃度以上の濃度を添加すると高抵抗化することを見出した。Mn を $3 \times 10^{18}/\text{cm}^3$ 導入した結晶の比抵抗は $10200 \Omega \cdot \text{cm}$ に高抵抗化し、Zn を $10^{19}/\text{cm}^3$ 程度添加すると $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ まで高抵抗化することが分かった。

(5) 大口径化技術の開発

・溶液攪拌強化による面内成長厚さ、品質バラツキ低減を実施したところ、機械的揺動と熱対流の組み合わせによる攪拌において、各種揺動条件を検討することにより、 ϕ 3 インチ基板の全面に LPE 成長することができた。面内の厚さバラツキは ϕ 2 インチと同等であった。

・新型揺動装置開発として 4 軸シャフトによる揺動制御技術の高度化を実施し、正転回転、反転回転、1 軸揺動などの揺動条件との検討を開始した。

2) 「高品質大口径エピタキシャル成長技術の開発」

(1) 大口径基板の高均一・高品質結晶成長技術の開発

・成長温度 650°C 、窒素キャリアガス、1.5 気圧にて TMAI・TMGa と NH_3 の周期 0.2 秒の交互供給による $\text{Al}_{0.25}\text{Ga}_{0.75}\text{N}(100\text{nm})/\text{GaNFET}$ 構造を作製し、X 線半値幅 160 秒、AFM 荒さ指数 0.7nm を達成した。

・圧力印加により、GaInN 中の InN モル分率の増加を確認。

・図 2 に示すように、超高速バルブスイッチング高温 MOVPE 装置への高温対応チャンバー及び排気システムを増設した。

(2) 高 In 組成窒化物層成長技術の開発

・CpIn を用いて GaInN の大気圧成長を実施した。原料会合の兆候は視認されず、新 In 源としての有用性が示唆された。

・2 気圧での高 In 組成 ($\text{In} > 0.4$) の GaInN 層の成長に成功した。しかし、In 組成のばらつきが $\sim 16\%$ 程度あり、基板の均熱が必要であることが判明した。

・2 インチ径 GaN 極性面 (c 面) 及び非極性 (a 面) テンプレート基板上への GaInN ヘテロ接合成長実施した。フォトルミネッセンス強度は、下地層の結晶品質に依存し、極性面基板上の場合が相対的に高い。また、層内に空洞の発生を確認した。

・対象サンプルとして Si 基板及び Fe ドープ半絶縁性 GaN 基板上に GaN チャネルトランジスタ構造エピを作製。電子移動度などを評価、GaInN チャネル構造で目標とすべきデータを取得した。

(3) 高 Al 組成窒化物層成長技術

・超高速バルブスイッチング高温デジタル MOVPE 装置導入にあたり、ガス導入ノズルや整流板等についてシミュレーションを活用し高速ガス切替を可能とする構造設計を行った。

・既存の MOVPE 装置を用いて、中間目標である Al 組成比率 $x: 0.2 \leq x \leq 0.5$ の AlGaIn エピタキシャル層を得るための成長条件を確立した。AlGaIn (Al 組成約 30%) をチャンネルに用いた AlGaIn チャネル HEMT のエピ成長を実施し、2 次元電子ガスの存在を確認した。さらに AlGaIn 層の結晶性向上に伴い、シート抵抗が低減し HEMT エピ特性向上を示す結果を得た。

・上述の AlGaIn チャネル HEMT 構造を有極性 AlN 基板上に成長し、良好な結晶性の AlGaIn エピ層が得られ、シート抵抗も最も低い値となった。これにより本構造における AlN 基板の有用性を確認できた。

・5mm 角の無極性 (m 面) AlN 基板の試作に成功。X 線ロックング



図 2 超高速バルブスイッチング高温 MOVPE 装置への高温対応チャンバー及び排気システムの外観

カーブの半値幅 (約 150 秒)、AFM による表面粗さ ($R_a < 1\text{nm}$)、電子線回折による表面ダメージ評価等からエピレディ表面の実現を確認した。

・無極性 AlN 単結晶の成長基礎検討のために、無極性面 AlN 基板開発装置を設計、導入した。特に長時間成長における成長雰囲気安定化・高純度化、温度分布最適化を図るべく、炉内構造を実験検討した。

・m 面 AlN 基板上に AlGaIn/AlN エピタキシャル層の成長を実施した結果、有極性 AlN 基板上とは異なり、高密度の欠陥が AlGaIn/AlN エピの界面に発生し結晶性が悪化する現象が見られた。(今後、無極性面 AlN 基板に最適なエピ構造/デバイス構造の最適化が不可欠である。)

・AlN 基板の結晶性評価を実施した。有極性結晶の長尺成長により、転位密度が $2 \times 10^6 \text{cm}^{-2}$ という高品質結晶を実現した。

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

・プロセス要因を極力排除し、エピ材料・構造・品質とトランジスタ特性との相関関係を評価するために平成 19 年度に設計した標準 TEG マスクパターンを用いた FET プロセス (コンタクトアライナー使用) を開発した。平成 20 年度は、電極金属のリフトオフ性を改善するための遠紫外光レジスト改質装置を導入し、ゲート長 $3 \mu\text{m}$ の円形 FET や、電極間距離を連続的に変化させたオーミック抵抗評価用の円形オーミックパターンなどを安定して作製できるスループロセスを構築した。

・Na フラックス液相成長の有極性 GaN 基板を含めた各種の GaN 基板の上に、エピグループによってエピ成長された AlGaIn/GaN ヘテロ構造 (Al 組成 27%) を用いて標準横型 FET を試作した。ゲート長 $3 \mu\text{m}$ の円形 FET において、最大ドレイン電流 $510\text{mA}/\text{mm}$ 、しきい値電圧 -6.1V の良好な特性を確認した。最大ドレイン電流の値は、Si 基板上に作製した同様の FET の特性と同等以上であり、Na フラックス GaN 基板の優位性が実証できた。ただし、ドレイン耐圧の向上が課題として残された。

(2) 縦型電子デバイスの評価

・Na フラックス基板上 p-n ダイオード特性と市販品 HVPE 基板上 p-n ダイオードの耐圧特性を比較した。市販品 HVPE 基板上ダイオードでは最大耐圧が 1kV 未満であったのに対し、Na フラックス基板上ダイオードでは設計耐圧に近い 1kV 以上の耐圧が確認された。今後、結晶欠陥との相関およびリーク電流発生源の検討を予定している。

(3) 窒化物単結晶基板上デバイスの優位性確認

・先期導入した水銀プローブ装置に IV 測定を追加し HEMT のリーク特性を非破壊評価する手法を確立した。GaN HEMT ウエハを用いて、リーク及び耐圧に関する情報が得られることを確認した。

・熱抵抗測定を実施するための部材の調査、選定及び手配を実施した。

・外部購入した GaN 基板、及び SiC 等多種基板上に自社でのエピタキシャル成長により GaN HEMT ウエハの作製を行い、デバイス試作を実施した。デバイス特性の比較をしたところ、n 型 GaN 基板を用いた HEMT において、Si 基板上の HEMT に比べて、高い順方向特性が得られる一方で、耐圧特に基板を

経由する縦方向の耐圧が低いという問題が確認された。

(4) 有極性及び無極性デバイス構造の比較

・モンテカルロデバイスシミュレータを用いて、InN または高 In 組成の InGaN をチャネル層とするダブルヘテロ接合 FET の電流利得遮断周波数のゲート長依存性を計算した。InN チャネルではゲート長 50nm 以下で、また InGaN チャネル (In 組成 75%) ではゲート長 30nm 以下で、1THz を超える電流利得遮断周波数を期待できることが分かった。

・AlGaIn/GaN ヘテロ構造へのオーミック電極として、従来の Ti/Al/Mo/Au に加えて V/Al/Mo/Au を検討した。前者では、750-800℃ の熱処理にて接触抵抗率 $8 \times 10^6 \Omega \text{ cm}^2$ が得られたが、後者では、650℃ の低温熱処理により接触抵抗率 $4 \times 10^6 \Omega \text{ cm}^2$ の低抵抗特性が得られることが分かった。高 In 組成 InGaIn や InN は高温熱処理による特性変動が懸念され、低温熱処理プロセスの開発が重要である。

5. 今後の研究開発について

1) 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 ~ 20 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。

2) 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 ~ 20 年度で研究開発された超高速バルブスイッチング加圧及び高温デジタル 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。

3) 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 (鉄鋼材料研究部)

■ 第 1 回「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発プロジェクト」シンポジウム開催

平成 21 年 4 月 14、15 日の 2 日間、東京工業大学大岡山キャンパスにて、第 1 回のシンポジウムを開催した。参加者は鉄鋼業界、鉄鋼需要業界 (自動車業界、電力業界、重工メーカー、JR 等) および大学・国研関係者の約 400 名が参加された。14 日の午前中のセッションでは、全体会議として、NEDO の古谷理事の主催者挨拶、経済産業省製鉄企画室の覚道室長の来賓挨拶の後、名古屋大学副総長の宮田プロジェクトリーダーより、プロジェクト全体の成果及びその革新性についての報告が行われた。

14 日の午後及び 15 日は、溶接技術 S G、高温クリープ S G、水素脆化 S G、制御鍛造 S G、及び内部起点疲労破壊 S G に分かれ、それぞれの研究成果の報告がなされ、成果あるいは残されている研究課題についての活発な質疑が行われた。

14 日のシンポジウム後、JRCM 主催で開催された懇親会には、約 200 名が参加者。本プロジェクトに関する成果、技術課題、研究の方向性、あるいは大学研究のポテンシャル向上と技術者育成等についての議論・意見交換が交わされ、和やかなうちにも、有意義な懇親を深めることが出来た。

本シンポジウムでの議論、意見交換を通じ、本プロジェクトの研究成果は、科学的視点で革新性が高いこと、及び需要業界からは、地球環境

問題の解決あるいは安心・安全社会構築の視点で研究成果の実用化に大きな期待が寄せられていることが明らかとなった。また、鉄鋼関連技術の大学教育の高度化の観点から、国家プロジェクトの果たす役割の重要性について認識が深まった。

今後はこれらの得られた情報を活用し、更なるプロジェクト研究成果の高度化とその実用化の道筋の明確化を推進していく予定である。



シンポジウム会場風景

The Japan Research and Development Center for Metals

JRCM NEWS / 第 271 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。
本書の内容を無断で複写・複製・転載することを禁じます。

発行 2009 年 5 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 東洋海事ビル 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