

## 一般財団法人 金属系材料研究開発センター

2014.6 No.332

**TODAY** 

# 連携による研究・開発・実用化の加速



経済産業省 製造産業局 ファインセラミックス・ナノテクノロジー・材料戦略室 戦略調整官 倉敷 哲生 (元 大阪大学 大学院 准教授)

北岡康夫前・産業戦略官(現・大阪大学 大学院教授)の後任として製造産業局に着任致しました。阪大から経産省にて3年半ご活躍されたパイオニアである北岡先生に深く敬意を表します。小職は着任してまだ3週間なのですが、異動前の大学での活動を自己紹介として寄稿させて頂くと共に、今後の抱負を述べさせて頂きたいと思います。

技術と経営に長じた人材育成の必要性が問われる中,大阪大学では工学研究科と経済学研究科が「連携」し、工学研究科内にビジネスエンジニアリング専攻が平成16年4月に設置されました。工学・経済学両分野の教育プログラムを基に、次世代の産業を担える人材(研究開発リーダー、アントレプレナー、ファシリテーターなど)の育成を目指しています。工学の中でも自然科学系と社会科学系を専門とする教員が集い研究室を構成していることから、学生は専攻の共通の理念の下に、自然科学、社会科学の知識と技能を習得することができます。

修得した工学・経済学の知識を如何に知恵に変えられるかが重要であり、そのための教育システム(カリキュラム・手法・手順・教材)としてOJE (On the Job Education)法と称する専攻独自の実践型教育法を開発し実践しています。OJE 法では、問題設定・解決力能力、リーダーシップを育成することを目的として、教員が設定した課題を4人程のグループで議論させ、問題点を認識、解決手法を提案、実行させる教育プログラムです。グループの構成は自然科学系の研究室の学生は社会科学系のテーマを選択することを基本とし、教員同士が「連携」し専攻全体として計画的に実行しています(日本工学教

育協会業績賞を2度受賞). 当専攻の志望理由として OJE 法による教育を受講したいという受験生の意見も多く,また,実際に受講した履修生の毎年のアンケート結果では,満足度等の評価点が非常に高く人気科目となっています. (詳細は HP をご覧下さい<sup>1)</sup>. 「ビジネスエンジニアリング専攻」で検索できます.)

当専攻は大きく2つの講座に分かれ、小職はテ クノロジーデザイン講座に所属していました. 「信 頼性工学」,「複合材料工学」を軸に、これまでの 研究に加えて、リスクベース工学、数値シミュレー ション, マルチスケール解析技術, 機能創成デザ イン等の研究を進め、工学の発展に寄与すべく新 たなテクノロジーの創成と評価手法の構築を心が けておりました. テキスタイル複合材料のマルチ スケール解析技術や、複合材料製人工関節の設計・ 評価, 繊維リサイクル技術による木質代替材料の 開発や、電子デバイスの信頼性評価、災害シミュ レーションの開発など、「産学連携」・「学学連携」・ 「異分野連携」をキーワードに研究を遂行しており ます. (詳細は HP をご覧下さい 2). 「倉敷研究室」 で検索できます.) 今後も実学の立場から複合領域 での技術創成にお力添えをし、社会貢献を果たし たいと考えています.

環境・エネルギー問題、少子高齢化、グローバル化など我が国を取り巻く状況は厳しく、競争激化及びそれによるコスト・効率優先傾向、コンプライアンス軽視など製造業を取り巻く環境が変化しています。しかしながら、その中でも、やはり工学・ものづくりは我が国の産業競争力の源泉であり、その要の一つがJRCMを中心とした皆は方の知であると思っております。所属する室では関わることとなりました。是非、皆様方の知と、産業界での実用化・応用化への橋渡しができ、連携による研究・開発・実用化のさらなる加速が可能となるよう尽力したいと思っています。

#### (参考 URL)

- 1) http://www.mit.eng.osaka-u.ac.jp/index.html
- 2) http://www.eng.osaka-u.ac.jp/ja/research/index\_kurashiki.html

### 「戦略的基盤技術高度化支援事業」成果報告

# 「MOCVD 装置における革新的ガス供給システムの実証研究」 産学官連携グループ 松沼 健二

1. 研究開発体制 株式会社フジキン 国立大学法人 大阪大学 IRCM

#### 2. 研究開発の背景

化合物半導体は、薄膜材料を積層させることで、光デバイスから電子デバイスまで、さまざまな機能を有するデバイスをつくることができるため、現在、情報家電において不可欠な材料である。特に薄膜結晶の形成プロセスは、デバイス性能を決める最も重要なプロセスであり、現在、量産においては、有機金属気相成長法(以下 MOCVD: Metal Organic Chemical Vapor Deposition)が用いられている。

MOCVD 装置における代表的なガ ス供給方式は「ラン/ベント」であ る。**図1**に MOCVD 装置用のガス供 給系を示す。本方式は、プロセス開 始に合わせてベントラインからプロ セスラインにバルブ開閉を切り替え ることで、プロセスチャンバに目的 の有機金属材料(以下 MO 材料)を 供給するため、原子層レベルにて膜 厚・膜質を正確にコントロールした 薄膜を形成するには、バルブ開閉 を高速応答化し、MO材料の「急峻 な」切り替えを行うことが求められ る。現在、MO 材料ガスの切り替え 用バルブには、主に圧縮空気を動力 源として作動させるエアバルブ(以 下 AOV:Air Operate Valve) が広く 普及しているが、AOV はチューブ長 さ、操作空気圧 及び 同時操作さ せるバルブ数に対して作動時間が変 化するため、高速 且つ 正確なタイ

ランパン/方式の ガス 関係系 プロセスガス 基圧計 プロセスガス 基圧計 グロセスガス MOO封科A Bライン Xライン (ドルブ 大ルブ 大ルブ 大ルブ 大ルブ 大ルブ 大ルブ 大ルブ 大ルブ 大ルブ

図1 MOCVD 装置用ガス供給系

ミングでバルブを開閉することはき わめて難しい。そのため、ガス切替 時に配管内の圧力変動が少なからず 発生し、プロセスチャンバ内へ供給 する MO 材料の濃度が乱れ、膜厚・ 膜質のバラつきなど、製品「品質」 に悪影響を及ぼしている。

株式会社フジキンでは、既に AOV の代替技術として電子式作動バルブ (以下 ECV: Electrically Controlled Valve)を考案・製品化している。現状の圧縮空気による開閉方式の AOV に比べ、ECV はバルブ開閉の応答時間が 5msec 以下と圧倒的に速く、MO 材料ガスの切り替えには最適のバルブといえる。しかしながら、現行 ECV に搭載されるソレノイドコイ

ルは、バルブ閉→開の動作時に比較 的大きな電流が必要となり、特殊且 つ大型の専用電源が不可欠であるこ とから、ECV を量産機として普及さ せる上での妨げとなっていた。

#### 3 研究開発の目的

本研究開発では、前述の技術課題を解決し、MOCVD装置において最適となる新型電子式作動バルブを開発するとともに、開発バルブの動作性能および開発バルブを用いて作成した多層膜の構造および特性評価を行い、開発バルブの優位性を実証すること目的とする。表1に従来技術と開発した新技術との比較を、表2に開発目標を示す。

表 1 従来技術と新技術(新型 ECV)との比較

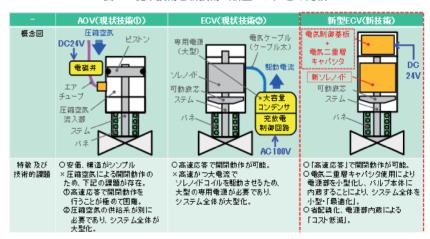


表 2 新型 ECV 研究開発の目標値

|  | 対象     | 検計項目    | 現状(AOV)                         | 目標値             | 借考   |
|--|--------|---------|---------------------------------|-----------------|--|
|  | パルプ本体  | 開閉応答時間  | 数10~<br>300msec程度               | ①10msec以下       | 「急峻な」ガス切替を行うためには、<br>パルブ開閉を高速応答させる必要あり。                                    |
|  |        | 電磁適合性   | (適用外)                           | 基準値内            | 電子式を検討する場合、電磁適合性の考慮必要。   |
|  |        | デッドスペース | 0.1cc程度                         | 現状と同等以下         | 現状は、プロセスライン側とベントライン側のパルブ<br>をブロック上に一体化した「ブロック弁」を使用し、<br>デッドスペースを最小限に抑えている。 |
|  |        | 接ガス材質   | 優れた耐食性を有する材質                    |                 | 現状のAOVと同等の耐食性が必要。  |
|  |        | 外部シール性能 | 5×10-14Pa·m²/sec以下              |                 | 現状のAOVと同等の性能が必要。   |
|  |        | シート性能   | 5×10 <sup>-12</sup> Pa·m³/sec以下 |                 | 現状のAOVと同等の性能が必要。   |
|  |        | 耐久性     | 開閉回数 400万回以上                    |                 | 現状のAOVと同等の性能が必要。   |
|  |        | Cv値(※2) | 0.1(小型パルブ).                     | 、0.3(大型パルブ)     | 現状のAOVと同等の性能が必要。   |
|  | システム全体 | 最適構成    | バルブ本体、<br>圧縮空気の供給系、<br>電磁弁、の構成  | ②全電子化<br>③ロスト低減 | 現状はパルブ(AOV)本体、<br>パルブの動力源となる圧縮空気の供給系、<br>電磁弁及び電磁弁の制御系が必要。                  |

(※2)Cv値:バルブ等における流体の流れ易さを定量的に表した数値

#### 4. 開発成果 4-1 バルブ特性 評価結果 ①新型 ECV の単 体特性評価

試作した新型 ECV(図2)の 応答特性を図3 に示す。立ち上 がり及答時間は、 5msec で達あり、 目標値を達成し



図2 新型 ECV

ていることを確認した。また、耐久 試験後(開閉:400万 cyc)におい てもバルブ動作に異常がないことを 確認している。

# ②模擬配管によるバルブ応答特性評価

ラン/ベント方式のガス切替を実施するための模擬配管系の概念図を図4に、ガス切替評価条件を図5に示す。模擬配管系に設置した原料供給ラインについて、ガスCラインにアルゴンガス(Ar ガス) を、ガスB ラインに $N_2$  ガスを供給する。Ar ガスは MOCVD プロセスにおける有機金属材料を模擬し、 $N_2$  ガスはダミーガスを模擬している。プロセスラインとベントラインには、キャリアガスとして $N_2$  ガスを供給した。

ガス切替バルブに従来の AOV を 用いた場合、開発した ECV を用い た場合、それぞれのガス切替時にお ける Ar ガス濃度の測定結果を図6、 図7に示す。

図6、図7より、バルブ「閉から開」と「開から閉」ともに、Ar ガス濃度の立上り 及び 立下りの応答特性は、いずれにおいても新型ECVが優れており、その応答時間は、10msec以下であることを確認した。

#### 4-2 プロセス試験結果

LED等の研究開発に用いられるMOCVD装置(量産規模の実機、2インチウェハ使用)にて、従来技術(ガス切替バルブに AOVを使用した従来のガス供給系)および開発技術(ガス切替バルブに新型 ECVを使用した新しいガス供給系)を用いて、図8に示す評価用のInGaN/GaN多層構造をそれぞれ作製し、多層膜構造および実デバイスに近い構造での評価を実施した。

## ①断面 TEM 観察による評価

従来技術のAOVと新型ECVを 用いて作製した構造評価用InGaN/

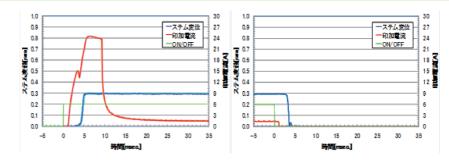


図3 新型 ECV 応答特性(左図:立上り、右図:立下り)

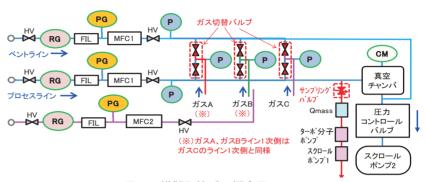


図4 模擬配管系の概念図

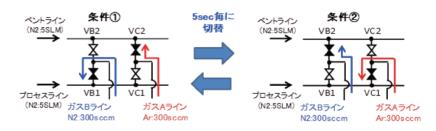


図5 ガス切替評価条件

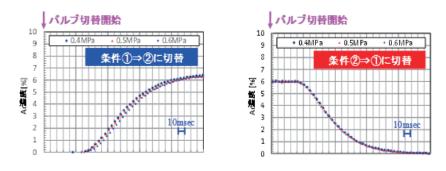


図6 AOV 使用時におけるガス切替評価結果(AOV チューブ長さ:1m)

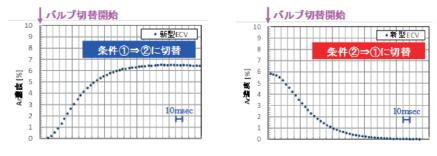


図7 新型 ECV 使用時におけるガス切替評価結果

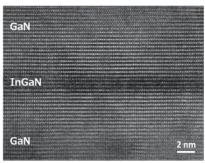


図8 構造評価用 InGaN/GaN 多層構造

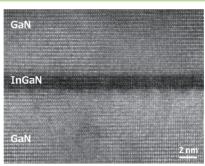
GaN 多層構造を断面 TEM 観察によ り評価した。どちらの試料も厚い InGaN 層と GaN との界面が急峻で あることがわかった。中央の InGaN 層付近の高倍率で観察した断面 TEM 像を図9に比較して示す。従来技術 の AOV にて作製した試料では、図 9でも示したように比較的急峻でな い界面となっていることがわかる。 一方、新型 ECV を使用した場合には、 InGaN 層上下の界面が明瞭に観察さ れている。また、図10に示すように、 下側の厚い InGaN も同様に新型 ECV にて急峻な界面が形成されている。 このことから、新型 ECV を使用する ことにより、従来技術の AOV を使 用した場合よりも、急峻性の優れた InGaN/GaN 界面構造が作製できるこ とが分かった。

#### ②発光特性評価

実デバイスに近い LED 構造を従来 技術の AOV と新型 ECV を用いて作 製し、発光特性評価を行った。図 11 に示した発光スペクトルから明らか なように、新型 ECV により作製し た試料では、最大強度付近でシャー プなスペクトルを示しているのに対 し、従来型 AOV により作製した試 料では、同じ発光波長に加えて、長 波長側にもブロードに広がったスペ クトルを示している。このことは、 インジウムの拡散などによる InGaN 量子井戸層の膜厚揺らぎにより、発 光スペクトルが広がったためと考え られる。このことから、新型 ECV を 用いて青色LEDを作製することに よって、より均一な量子井戸が作製 可能であることを示している。

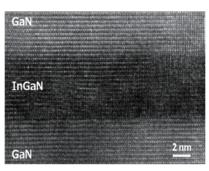


従来型 AOV により作製

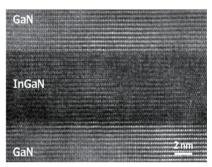


新型 ECV により作製

図9 構造評価用 InGaN/GaN 多層構造(中央の InGaN)の高倍率断面 TEM 観察

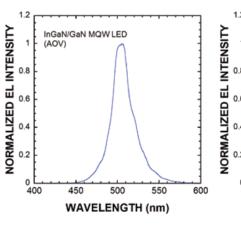


従来型 AOV により作製



新型 ECV により作製

図 10 構造評価用 InGaN/GaN 多層構造(下側の InGaN)の高倍率断面 TEM 観察



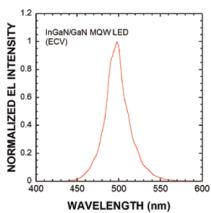


図 11 青色 LED の試料構造発光スペクトル

#### 5. 今後の展開

本開発品は、既存のラン/ベント方式のユーザである MOCVD 装置メーカーへ単体出荷を行うとともに、装置のエンドユーザー向けとして、従来方式からの置き換え需要を

狙っていく。また、大阪大学で実施する各種の実証試験から得られる知見により、「新型 ECV」の効果をアピールすることが可能であり、サンプル出荷を促進するものと考える。

The Japan Research and Development Center for Metals

#### JRCM NEWS /第 332 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 2014年6月1日

発行人 小紫 正樹

発行所 一般財団法人 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