

1.6. 海外派遣研究者報告

1.6.1 高輝度紫外領域発光半導体基板と構造評価に関する調査研究

派遣教官：大島 直樹 山口大学工学部・機能材料工学科・講師

派遣期間：平成12年8月1日から9月14日まで

派遣機関：アメリカ合衆国ノースカロライナ州立大学（ロバート.F.デイビス研究室）

平成12年8月1日から9月14日までの45日間の日程で、ベンチャー・ビジネス・ラボラトリーによる海外派遣支援の一環として海外研究開発動向調査に行ってきた。今回の調査では、私の研究専門分野であるGaN半導体分野において、薄膜作成からデバイス加工までを多角的に研究を行っているアメリカ合衆国ノースカロライナ州立大学（ロバート.F.デイビス研究室）を訪れました。（写真1）

1. 訪問先

GaNに代表される窒化物半導体材料は近紫外領域発光素子材料として非常に注目され、青色レーザーダイオード等の発光素子の高寿命化を目指した結晶品質改善の研究が数多く進められている。結晶学的な見地からみたGaNの問題点は、それ自身による結晶基板が存在しないことである。そのため、サファイア基板などの異種基板上にGaN薄膜を作成する必要がある。私の訪問先であるノースカロライナ州立大学工学部材料科学科ロバート.F.デイビス研究室では、GaNとの格子不整合がもっとも小さいSiC (0001) 単結晶基板を用いることで、GaNヘテロエピ層の高品質化ならびにGaN系デバイスの高性能化を多角的に研究している。この度の海外研究開発動向調査では、訪問先をロバート.F.デイビス研究室一カ所とし、多角的な研究がどのように邁進されているか、自らも研究活動に参加しながら調査することにした。

デイビス研究室はGaN系デバイスの研究に着手する以前からSiC基板に関する研究を行ってきた。そのため、一般には表面処理の極めて行にくいSiC基板の扱いに関して様々な技術をもっている。SiC基板は製造過程において自身を研磨するのにSiC粉末を用いるため、SiC基板表面はミクロンオーダーのスクラッチが無数に存在し、Si基板のような平らな表面にはなっていない。デイビス研究室では、1600℃の水素雰囲気においてSiC基板表面の水素エッチングを行うことによって、基板表面のスクラッチを除去し平坦化を行っている。この平坦化処理を行ったSiC基板を基にして、GaN系薄膜の作成ならびにデバイスの信頼性向上に関する研究を行っている。具体的には、

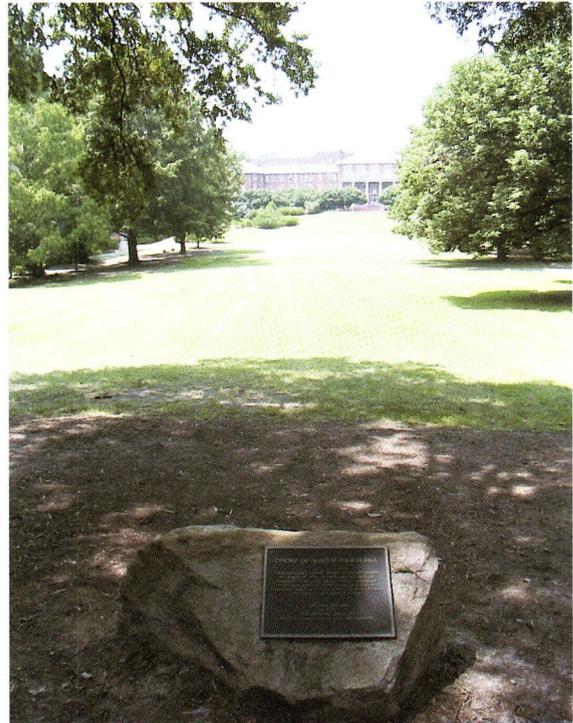


写真1

- ・ SiC基板の高温 H_2 クリーニング
(SiCのステップサーフェイスを作っています)
- ・ nタイプGaN、AlNおよびその混晶膜の成長と評価
(結晶学的・光学的・電気的特性)
- ・ pタイプGaN、AlNおよびその混晶膜の成長と評価
(同上)
- ・ Lateral growth of p-GaN by CVD
- ・ GaN device
- ・ Single crystal of GaN substrate
- ・ Plasma etching of GaN
- ・ PL, XRD, TEM analysis of GaN
- ・ Ohmic & Schottky contacts to n-GaN

などのテーマである。私のもっとも興味のあるGaN薄膜作成に関する研究では、有機金属化学気層成長(MO-CVD)法による製膜と分子線エピタキシー(MBE)法による製膜を行っている。私はMBE法による製膜に興味があるので、デイビス研究室にてMBE法によるSiC基板上のGaN薄膜の高品質化を研究しているJef氏(博士課程)といっしょに行動を共にすることにした。

2. GaN製膜

ノースキャロライナ州の州都がローリー市であり、ダーラム市が隣接する。ローリー市からダーラム市にかけての一带は、ローリー国際空港を拠点にして大規模な研究開発地域となっている。ノースキャロライナ州立大学のほかに、デューティー大学（私立大学）などの大学の他に、Creeリサーチ社やIBM社などの大企業の研究開発所が設立されている。デューティー大学では中型のサイクロトロン放射光施設があり理工系の教育研究が盛んである。デビス研究室はデューティー大学との共同研究の一環として、このサイクロトロン放射光施設に結晶製膜・分析装置を持っている（写真2）。上述のJef氏はこの装置で実験研究を行っているため、実験日は早朝から車で移動する。

Jef氏の研究では、窒化物半導体作製の際の窒素源として高純度アンモニアガスを用いている。一般にMBE法でGaNを作製する場合には、CVD法と比べて成長温度が低いことならびに原料ガス圧が低いことなどの理由によりプラズマ放電により単原子窒素を生成する。アンモニアガスを用いる利点は、プラズマから生成される窒素が励起状態（ラジカル）であるのに対し、アンモニアガスの場合は基板表面に置ける吸着熱解離反応により基底状態の単原子窒素が生成されることにある。そのため、アンモニアガスを用いた場合には、結晶成長中に置ける結晶へのダメージの低減が期待できる。

SiC基板と窒化物半導体の格子定数を比較した場合、6H-SiCにおけるc面の格子定数（3.08 Å）とAlN（3.11 Å）の格子不整合率が約1%であり、もっとも小さい不整合率である。アンモニアガスMBE法に置いては、低温バッファ層を用いた2段階成長法を活用するのが困難なため、AlN層をバッファ層として用いることにした。AlN層の成長条件は、基板温度950℃、NH₃ガス流量2sccm、Alセル（k-セル）温度1100℃である。予め化



写真2

学洗浄をおこなったSiC基板をMBE装置内に搬送し、加熱処理による表面清浄化を行う。その後、AlN層の成長を行った。SiCとAlNの格子定数差が小さいとは言え、1%の格子不整合率は決して小さい値ではなく、AlN層の膜厚が薄い段階では3次元的な成長（島状成長）を行う。膜厚が厚くなるにしたがってAlN層表面平坦性の回復が期待できる。実際に行った実験では、原子レベルで平坦なAlN層までは得ることができなかったものの、GaN層成長の下地としてまずまずの平坦性を確保することができた。しかしながら、マシンタイムの都合上、GaN層の成長まで行えたのはわずかに1回だけであったので、充分納得できるGaN層を得るまでには到らなかった。AlNならびにGaN成長に置けるMBE装置内のサンプルホルダーの様子を写真3に示す。基板温度を750-950℃まで上昇させているのでサンプルホルダーは赤熱している。また、マスフローコントローラで流量を調節したアンモニアガスは写真手前のノズルから基板直上に導入される。

3. ベンチャービジネス

デビス教授は自らの研究成果を基に、高品質GaN膜の製膜方法を特許申請し、ベンチャービジネス化されていました。具体的には、6H-SiC上にCVDで作製したGaN層をエッチングして種（seed）を作り、そこからLateral Growthによって低欠陥GaN層を形成するという手法のPendeo-epitaxial Growth of GaNです。この「Pendeo-epitaxy」は登録商標としても申請されていました。州立大学という公立機関であっても、このようなベンチャービジネス活動を積極的に行っている現場を見ると、大変刺激になりました。

4. 最後に

この度は、平成12年度VBL海外研究動向調査として渡航させていただきまして有り難うございました。ここに厚くお礼申し上げます。



写真3

今回の海外渡航では、45日間という短期間ではありますが、滞在箇所を一カ所に固定し、受け入れ先の研究陣と行動を共にすることによって、米国大学における研究活動をつぶさに調査することができました。今回の渡航では、先方の博士課程の学生（二人）と修士課程の学生（一人）に密着することができました。それぞれの学生さん達の研究に取り組む姿勢は真剣そのものであり、いつも学生同士で研究に関する議論をしていました。たまたまデバイス研究室の学生構成が修士課程と博士課程だけという環境だったことも差し引いても、日本の大学院生とは随分と違うと感じました。アメリカでは成果を出せばそれに対して報酬が良くなるという制度が徹底しているため、学生と言えども一研究者として自身を主張していく姿勢が身に付いているように感じます。また、研究を進める上で圧倒的なファシリティーが数多くあり、それぞれの装置を専門とする研究スタッフ（訪問先では博士課程の学生）がついているため、手軽に高度な解析ができるという環境も見逃せません。

また、ファシリティーが豊富であるだけでなく、一つ一つの装置の設計が巧みになっていることも驚きま

した。私が実験を行った装置には、MBE成長室だけでなく、その場オージェ分光装置（AES）ならびにフォトン分光装置（PEEM）が装備されていました。これらの装置は、作製したサンプルのその場分析装置として利用することもできるし、一方でそれぞれを独立した評価や装置として使うこともできます。一見、当たり前のことのようにですが、実際にGaN/AlNサンプルを作製している傍らで、別の二つの研究グループがAESとPEEMでそれぞれのサンプルの評価測定を同時進行させている場面は、驚嘆してしまいました。これほど利便性の高い設計を施された装置を、ごく普通に使いこなしている。お互いに干渉せずに作業を進められるので、マシンタイムの節約にもなるし、研究グループ間の議論も当然のように盛んに行われます。また、装置を使いこなす上でのノウハウもスムーズに伝達されますから、お互いの実験精度が飛躍的に向上します。これらの体験は、自分の研究を進める上で、研究テーマならびに研究の方法という両方の観点から、大変参考になりました。

連絡先：nohshima@materia.amse.yamaguchi-u.ac.jp

1.6.2 次世代波長変換結晶開発に関する調査研究

派遣教官：小松 隆一 山口大学工学部・機能材料工学科・助教授

派遣期間：平成12年7月25日から10月5日まで

派遣機関：オランダ・ナイメーヘン大学、ドイツ・マックスボルン研究所、ブルガリア・科学アカデミー

VBLの海外研究開発動向調査により、7月25日より10月5日まで、オランダ・ナイメーヘン大学の固体化学研究室（7/26-9/29）、ドイツ・マックスボルン研究所（8/15-22）、ブルガリア・科学アカデミー（9/30-10/3）を訪問した。

本研修の目的は、紫外波長変換結晶の調査である。携帯電話基板の微細加工、Siウエハのステッパー光源等に低コスト、高信頼性、メンテナンスフリーの紫外固体レーザーが注目されているが、この工業用の高出力紫外固体レーザー研究の大きなターゲットは、紫外域での波長変換結晶開発である。現在使用可能な紫外波長変換結晶には、 BaB_2O_4 (BBO) (Chen, 中国)、 $CsLiB_6O_{10}$ (CLBO) (佐々木, 阪大)と $Li_2B_4O_7$ (LB4) (小松)があるが、工業用の高出力紫外固体レーザーには、これらの結晶では未だ十分でなく、世界中で結晶探索が行われている。そこで本調査では、高品質結晶成長の研究と調査(ナイメーヘン大学)、紫外波長変換結晶の調査(マックスボルン研究所)及び短波長の光学窓である CaF_2 の調査(ブルガリア科学アカデミー)を行った。

ナイメーヘンは、アムステルダムから東に、電車で1時間程度の距離で、ドイツと国境を接している静か

な町であるが、NEC・東京エレクトロン等の日本の会社も進出している。ナイメーヘン大学の固体化学研究室は、Bennema、Vlieg、Enckevortを擁し、ヨーロッパの結晶成長の理論、実験の中心の1つである。Bennema先生は、2年前に退官したが、今でも成長の理論プロジェクトを組織しているので、週に1、2回出校して、各結晶方位での過飽和度と成長速度の関係を計算し、ポストドクの学生の実験、計算を指導している。現在の興味は、日本では余り活発ではないが、有機物結晶の結晶成長で、医薬品、波長変換結晶への応用からも、市場は大きく伸びるとのことである。そのためにユニバー等の乳製品の会社等から研究生が来ていた。実際の有機物の育成で興味深かったのは、中国から来ていたProf. WuさんのADPの育成であった。単純なガラスピーカーの育成容器であったが、大変参考になった。来年度よりこちらでも育成容器を作って、有機結晶の育成を開始したい。Prof. Vliegは、Bennemaの後任で、RHEEDの振動を解析した先駆者の1人である。今の仕事は、放射光を用いた結晶表面の解析で、波長変換結晶KDPの成長メカニズムの解析を終わり、Prof. Wuが作ったADPを解析中である。放射光の施設は、ベルギーにあるので、月に半分は出張であった。Dr. Enckevort(写真-1参照)は、表面観察では著名な研究者