

平成 2 1 年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「新素材に対応した切削加工技術の開発」

研究開発成果報告書

平成 2 2 年 3 月

委託者 関東経済産業局

委託先 並木精密宝石株式会社

目 次

第 1 章 研究開発の概要

1－1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1－2 研究体制 (研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)

1－3 成果概要

1－4 当該研究開発の連絡窓口

第 2 章 本論

総括

第1章 研究開発の概要

本研究開発は、平成21年11月9日に関東経済産業局と並木精密宝石株式会社の間で締結された、平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業「新素材に対応した切削加工技術の開発」に関する委託契約書（平成21-11-05 関東会第32号）に基づき平成22年3月31日の完了期限で進捗した開発である。

本研究開発の目的は、平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業「（十三）切削加工に係る技術」分野で川下製造業者の抱えるニーズである機能の確保・高度化、面粗さ・精度の再現性向上を目指し、透明酸化物、導電性、ワイドバンドギャップと言う優れた特性を持つ新素材 Ga_2O_3 単結晶を、LED、LDの高輝度化、紫外線センサー、パワーデバイス、HEMT（High Electron Mobility Transistor）等の用途で、世界に先駆けてビジネス化するため、その元となる良品質な Ga_2O_3 単結晶基板を製造する技術を確認すること及びその用途に応じた評価を進めることである。

目的達成のために並木精密宝石株式会社が主体となり、新素材 Ga_2O_3 単結晶を EFG 法により製造し、改善した切削加工法を採用することで Ga_2O_3 単結晶基板を試作し、再委託先の名城大で高品質の GaN 育成に向けたエピ成長を実施した。さらなる用途開発のために、LED、LD、紫外線センサー等の研究開発機関にサンプルを提供して Ga_2O_3 単結晶基板の用途開発を進めた。

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

研究開発の背景は、ブルーLEDが1993年に上市されて18年経過し、LEDの用途が信号、携帯電話、表示板などに浸透し、高輝度、省エネという時代の流れに乗る形でテレビやパソコンのバックライト、さらには一般照明にまで用途を広げつつあるなかで、サファイヤ基板上の GaN（窒化ガリウム）だけが実用化されていることに対して、新規基板材料として有望な Ga_2O_3 単結晶の基板としての可能性を追求することにある。

それら用途に対応するため本研究開発受託者並木精密宝石では2006年からEFG法により Ga_2O_3 単結晶の試作を進めており2008年には2インチの Ga_2O_3 単結晶の引き上げに成功している。^[1]

本研究開発の目的は、新素材 Ga_2O_3 単結晶を、LEDの高輝度化等に応用するために、良品質な Ga_2O_3 単結晶を製造する技術および切削加工により基板とする技術を確認すること、およびLED以外の用途開発を進めることである。

Ga_2O_3 単結晶基板は GaN との格子定数のミスマッチは大きいですが、GaN をエピタキシャル成長させる時に表面を窒化することで容易に GaN 層を生成できることが分かっており^[2]、欠陥の少ない GaN をエピタキシャル成長できる可能性がある。この技術に応用する用途として、LDの高輝度化、パワーデバイス、HEMT（High Electron Mobility Transistor）等の用途が考えられるため名城大天野教授との再委託契約に

基づいて、 Ga_2O_3 単結晶基板上への GaN エピタキシャル成長の研究も進める。

本研究開発の目標値は

① 高度切削加工技術の開発

①－1 ヘキ開を克服する切削加工技術の開発

①－2 表面あらさ $Ra=0.06\text{nm}$ の達成

①－3 量産技術の確立

② 高品質 Ga_2O_3 単結晶の製造

②－1 2 インチ Ga_2O_3 単結晶の試作

②－2 Ga_2O_3 単結晶品質改善（半値幅 100 秒以下）

②－3 量産技術の確立

③ サンプルの評価と用途開発

Ga_2O_3 単結晶基板のサンプルを企業、大学等に提供し、サンプルの評価と用途の開発を進める。名城大に再委託して、GaN on Ga_2O_3 を実施する。

④ 研究開発の管理・運営

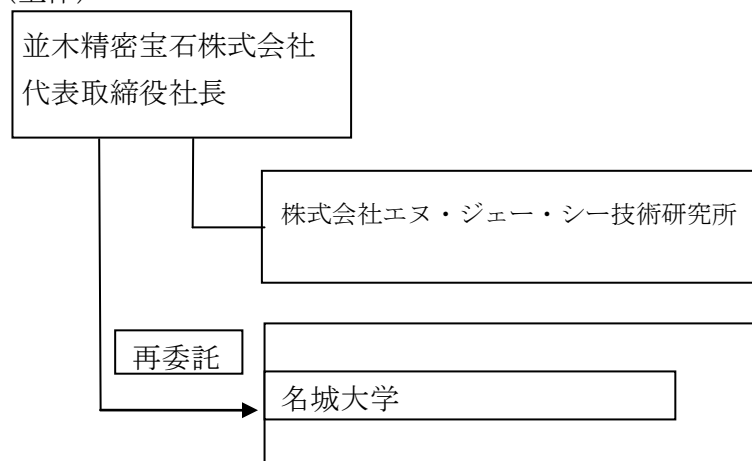
事業管理者・並木精密宝石株式会社において、本研究開発の管理を行う。研究開発の研究経緯と成果について取りまとめ、成果報告書を作成する。

- ・ 本研究の実用化に向けた到達の度合いを検証するとともに、事業化に向けての課題等について研究実施者と調整を行う。
- ・ 研究開発推進委員会を委託契約期間内に 3 回（2 ヶ月で 1 回程度）開催する。

1-2 研究体制

(1) 研究組織及び管理体制

1) 研究組織（全体）



統括研究代表者（P L）
エヌ・ジェー・シー技術研究所
所長 砂川 和彦

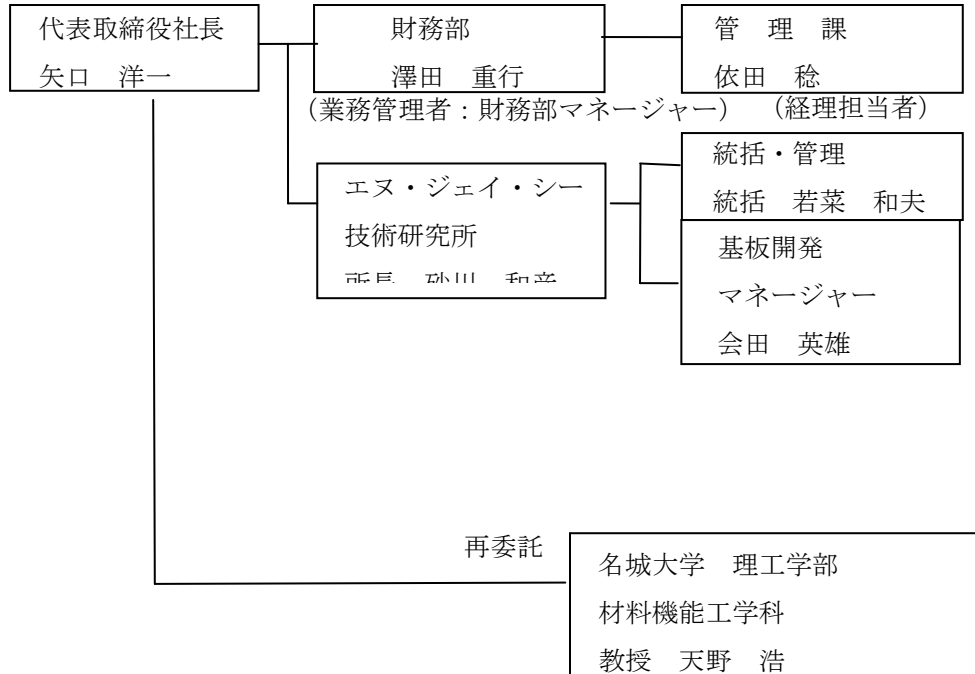
副統括研究代表者（S L）
エヌ・ジェー・シー技術研究所
統括 若菜 和夫

副統括研究代表者（S L）
名城大学 理工学部
機能材料工学科
教授 天野 浩

2) 管理体制

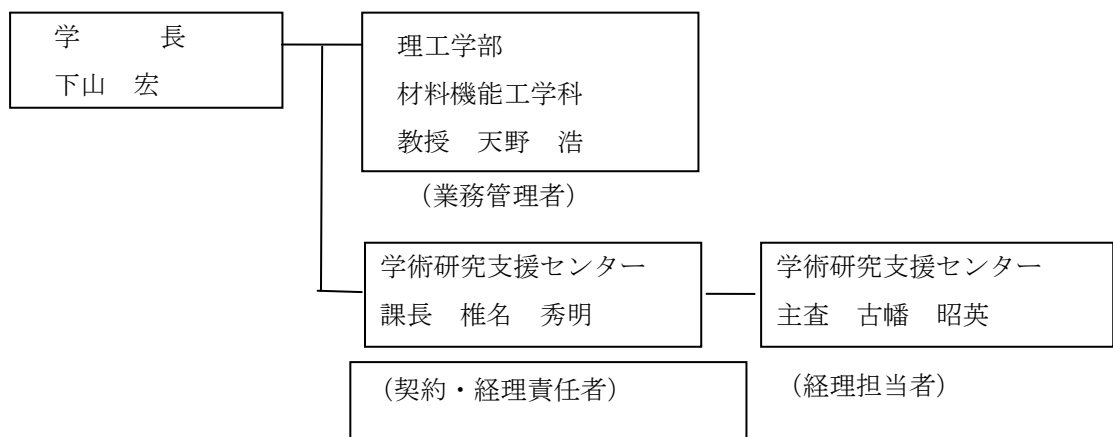
①事業管理者

[並木精密宝石株式会社]



② 再委託先

[名城大学]



(2) 管理員及び研究員

【事業管理者】並木精密宝石株式会社

①管理員

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
矢口 洋一	並木精密宝石株式会社 代表取締役社長	④
砂川 和彦	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 所長	①②③④
若菜 和夫	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 総括	①②③④
会田 英雄	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 マネージャー	①②③④

② 研究員

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
砂川 和彦（再掲）	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 所長	①②③④
若菜 和夫（再掲）	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 総括	①②③④
会田 英雄（再掲）	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 マネージャー	①②③④
小山 浩司	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 チーフ	①②③
片倉 春治	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 研究員	①
西口 健吾	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 研究員	②
青田 奈津子	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 研究員	①②③
木村 豊	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 研究員	①②
池尻 憲次郎	エヌ・ジェイ・シー技術研究所 研究員	①②③

【再委託先】

名城大学

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
天野 浩	理工学部 材料機能工学科 教授	③

1-3 成果概要

本研究開発は短期間にもかかわらず集中した研究開発を進めることが出来、期待通りの成果が出せた。

ただし、Ga₂O₃単結晶を量産する技術の確立までは到らなかった。あと2年は自社で研究開発を推進して技術を確認する計画である。

本研究開発の目標値は以下のとおりであり、項目ごとに達成度を記入した。

- | | | |
|---|----------|----------|
| ① 高度切削加工技術の開発 | 達成度：100% | |
| ①-1 ヘキ開を克服する切削加工技術の開発 | } | 達成度：100% |
| ①-2 表面あらさ Ra=0.06nm の達成 | | |
| ①-3 量産技術の確立 | | |
| ② 高品質 Ga ₂ O ₃ 単結晶の製造 | 達成度：80% | |
| ②-1 2インチ Ga ₂ O ₃ 単結晶の試作 | } | 達成度：100% |
| ②-2 Ga ₂ O ₃ 単結晶品質改善（半値幅 100 秒以下） | | |
| ②-3 量産技術の確立 | | |
| ③ サンプルの評価と用途開発 | 達成度：30% | |
| Ga ₂ O ₃ 単結晶基板のサンプルを企業、大学等に提供し、サンプルの評価と用途の開発を進める。名城大に再委託して、GaN on Ga ₂ O ₃ を実施する。 | | |
| ④ 研究開発の管理・運営 | 達成度：100% | |
| <ul style="list-style-type: none">・ 事業管理者・並木精密宝石株式会社において、本研究開発の管理を行う。研究開発の研究経緯と成果について取りまとめ、成果報告書を作成する。・ 本研究の実用化に向けた到達の度合いを検証するとともに、事業化に向けての課題等について研究実施者と調整を行う。・ 研究開発推進委員会を委託契約期間内に3回（2ヶ月で1回程度）開催する。 | | |

1-4 当該研究開発の連絡窓口

所属：並木精密宝石株式会社 NJC 技術研究所

氏名：砂川 和彦

電話：03-5390-7873

Fax：03-5390-7624

E-mail：sunak@namiki.co.jp

第2章 本論

本研究開発の目的は、透明酸化物、導電性、ワイドバンドギャップと言う優れた特性を持つ新素材 Ga_2O_3 単結晶を、LED、LD の高輝度化、紫外線センサー、パワーデバイス、HEMT (High Electron Mobility Transistor) 等の用途で、世界に先駆けてビジネス化するため、その元となる良品質な Ga_2O_3 単結晶基板を製造する技術確立すること及びその用途に応じた評価を進めることである。

目的達成のために並木精密宝石株式会社が主体となり、新素材 Ga_2O_3 単結晶を EFG 法により製造し、改善した切削加工法を採用することで Ga_2O_3 単結晶基板を試作し、再委託先の名城大で高品質の GaN 育成に向けたエピ成長を実施した。さらなる用途開発のために、LED、LD、紫外線センサー等の研究開発機関にサンプルを提供して Ga_2O_3 単結晶基板の用途開発を進めた。

用途の1番手と考えられているものはLEDであるが、その構造は図1-1 サファイヤ基板 LED に示したように、サファイヤ基板上に GaN をエピタキシャル成長させて発光させる方法になっている。しかるにサファイヤ基板は絶縁体であるため通電法に工夫が凝らされてはいるが電流が発光層全体に均一に流れない構造であり発光効率、電流密度を上げにくい構造になっている。

しかるに、 Ga_2O_3 単結晶基板は透明導電体基板であるため図1-2 Ga_2O_3 基板 LED に示したように発光層を挟み込むように電極が配置できるため大電流が均一に流せるだけでなくチップサイズに対する発光面積が大きく取れ、小型、高輝度 LED が可能となる。

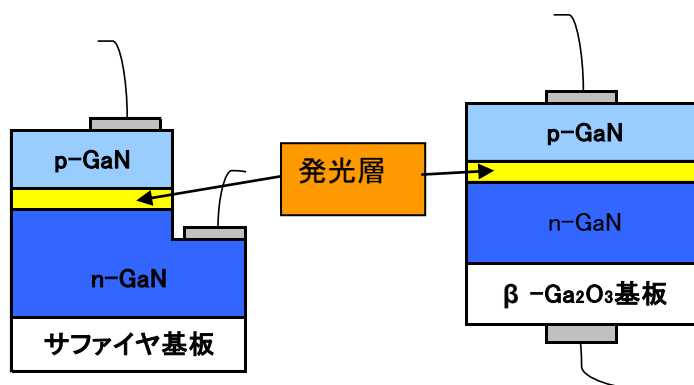


図 1-1 サファイヤ基板 LED

図 1-2 Ga_2O_3 基板 LED

その用途に対応するため本研究開発以前の 2006 年から EFG 法により Ga_2O_3 単結晶の試作を進めており 2008 年には 2 インチの単結晶の引き上げに成功した。^[1]

本研究開発の目的は、新素材 Ga_2O_3 単結晶を、LED の高輝度化等に応用するために、良品質な Ga_2O_3 単結晶を製造する技術および切削加工により基板とする技術確立することである。

また、Ga₂O₃ 単結晶基板は GaN との格子定数のミスマッチは大きいですが、GaN をエピタキシャル成長させる時に表面を窒化することで容易に GaN 層を生成できることが分かっており^[2]、欠陥の少ない GaN をエピタキシャル成長できる可能性がある。この技術を応用する用途として、LD の高輝度化、パワーデバイス、HEMT (High Electron Mobility Transistor) 等の用途が考えられるため名城大天野教授との再委託契約に基づいて、Ga₂O₃ 単結晶基板上への GaN エピタキシャル成長の研究も進めている。

① 高度切削加工技術の開発

切削加工技術としては、弊社が実施している原始レベルでの研磨加工により、下図のとおりサファイヤ単結晶の表面平均粗さの理論値 Ra=0.06nm が達成できており、この技術を Ga₂O₃ 単結晶の切削加工に応用することで目的を達成する計画であった。図の説明は以下のとおり

図 1-3 研磨モデル 原子が平面状に整列している面を少しの傾き(オフ角度 0.15 度)をつけて研磨したモデル。

図 1-4. 理論値 原子 1 個分の整列した階段状の理論平均粗さが Ra=0.06nm となる。

図 1-5. サファイヤ研磨実績 Ra=0.067nm とほぼ理論値どおりになっている。

図 1-6. ステップ化処理 実際に研磨した基板を熱処理して研磨モデルと同じ階段を具現化した。

研磨技術（サファイヤ基板）

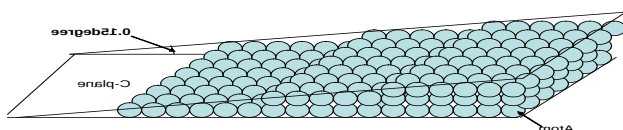


図1-3 研磨モデル

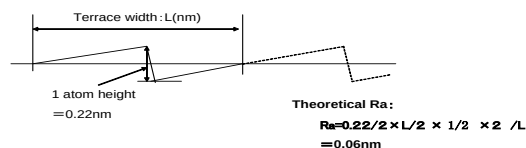


図1-4 理論値 Ra=0.06nm

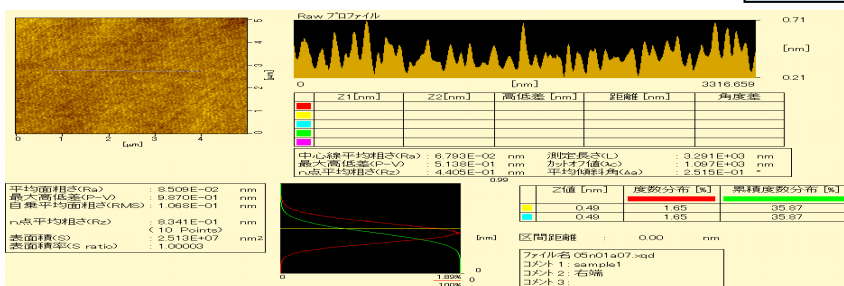


図1-5 サファイヤ研磨実績 Ra=0.06

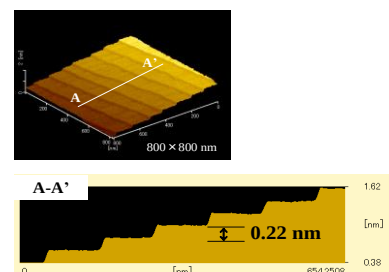


図1-6 ステップ化

研磨の理論限界 Ra=0.06nmであることが確認できた

実績に述べたサファイヤ基板は、へき開がほとんど無く切削加工が容易な素材である。しかるに、新素材 Ga_2O_3 結晶は激しいへき開性を示し、切削加工がほとんど不可能な素材である。新技術として、へき開を認めたうえでへき開の方向に逆らわず切削加工を実施するという特殊な切削加工法を採用することで原子レベルの切削・研磨加工を可能にする計画であった。

Ga_2O_3 単結晶は図 1-7 Ga_2O_3 単結晶の結晶構造に示したとおり、単斜晶が安定相であり研磨して使用する面方位は a—面（100）面である。然るにへき開面が（100）面と（001）面（a-面とほぼ垂直な面）であることが知られており^[3]、研磨面がへき開面という研磨に対して不利な条件であることが分かっていた。

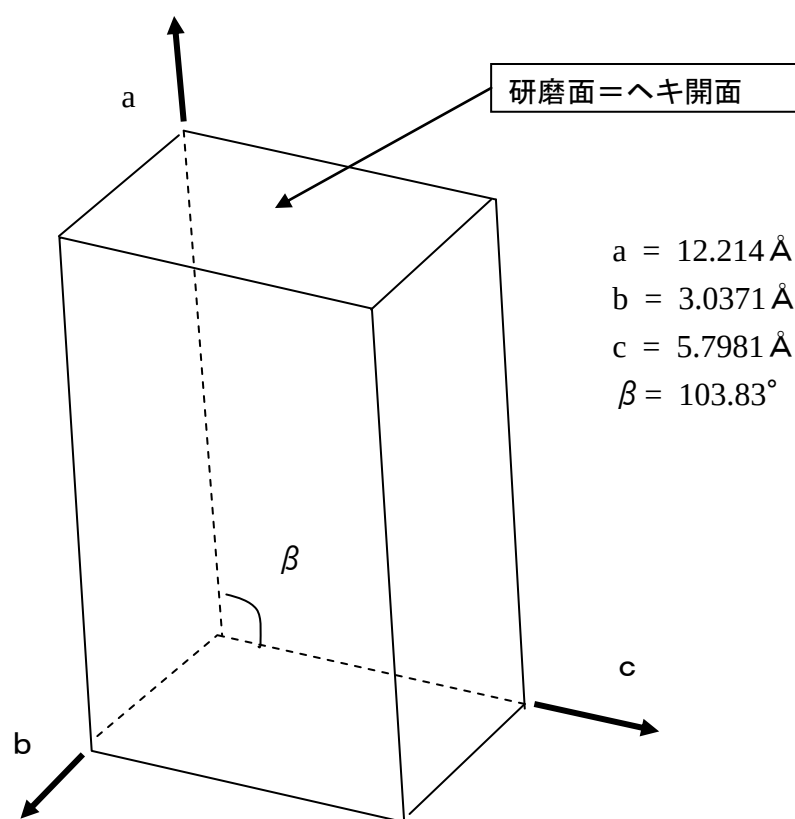


図 1-7 Ga_2O_3 単結晶の結晶構造

新技術開発上の課題と解決策は以下のとおりであり①-1 から①-3 を本研究開発の目標とする。

基板製造にかかわる主な工程は、切断、軸方位補正研削、研磨の順である。本

研究開発では、各工程別に問題点を解決して目標を達成することとした。ヘキ開が発生する主な原因が切断にあるのか、研削・研磨にあるのか分からなかったが、切断後にはヘキ開による剥離が観察されたので切断工程を見直すこととした。

①-1 ヘキ開を克服する研削（切断の見直し） 達成度 100%

ヘキ開を克服する研削の問題は、切断工程後にヘキ開による剥離が観察され、研削・研磨工程でも剥離が消しきれないという問題点を解決するためにヘキ開を認めたくえで従来技術の応用に加えてヘキ開に逆らわず切断加工を実施する切断加工法を採用した。切断工程でのヘキ開（剥離）対策は

- ―ガラス等の平板にサンドイッチして切断すること
- ―ドレッシングを実施し、切断速度を最適化すること
- ―砥石の砥粒を細かくすること

の3点で解決できた。

次に、ヘキ開の激しいa-面（001）面を研削・研磨して基板に仕上げるための試験結果を述べる。

①-2 表面粗さ $Ra=0.06nm$ 達成（研削、研磨） 達成度 100%

表面粗さ目標 $Ra=0.06nm$ は図 1-3 から図 1-6 で述べたように、サファイヤの場合、原子一個分 $0.22nm$ の高低差であり、理論的にその $1/4$ として達成できる表面粗さである。然るに新素材 Ga_2O_3 単結晶の場合、研磨面 a-面は a-軸格子 $1.2214nm$ に2層の研磨面が入る構造になっている。理論的に Ga_2O_3 単結晶のステップ構造はステップ高さが $0.61nm$ となるはずであり、この高低差が研磨面粗さに影響するため理論値が $Ra=0.15nm$ ($0.61nm/4$) となることがわかった。したがって、目標値表面粗さ $Ra=0.06nm$ を $Ra=0.15nm$ に変更することとした。なお、a-面ジャストで研磨をすることで $Ra=0.03nm$ を達成したデータは後ほど述べる。

研削は、微粒のダイヤモンド研削を実施した。すなわちサブミクロンオーダーの砥粒を使用し、ヘキ開の影響を回避し、研削傷の発生を抑えるとともに面方位調整をし、ファイナル研磨での負荷を減らし仕上げ精度向上を目標に実施した。旧方法では軸補正を裏面基準で実施していたが、（X線測定した面の軸方向に合わせて裏面を研削加工し、その裏面に平行になるように表面を研磨していた）表面基準で合わせることに変更して（表面をX線測定し表面を軸方位に合わせて加工し面を出してしまう、その後裏面を表面に平行に加工する方法）張替え回数を減らすとともに軸精度が改善できることが確認できた。軸出し後は目標としている ± 0.3 度に対して約半分の 0.15 度以下となっており、それを最終研磨した後でも目標の ± 0.3 度を十分に満足できることが分かった。

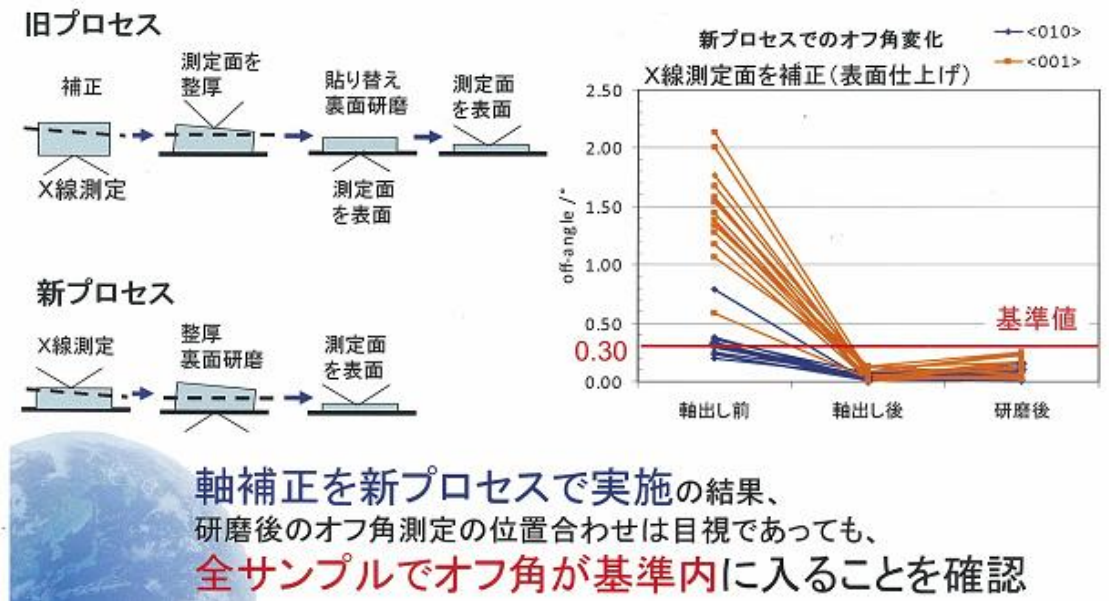


図 1-10 軸精度向上の工程

研磨は一次、二次、ファイナル研磨の 3 工程を実施し、研磨材としては SiO₂ 系を使用した。実績としては研磨材の違いにより研磨速度が変わるが図 1-11 Ga₂O₃ 単結晶研磨面 AFM 像-1 および図 1-12 Ga₂O₃ 単結晶研磨面 AFM 像-2 に示したとおり、表面粗さを 0.15nm 以下に低減でき、目標を達成した。

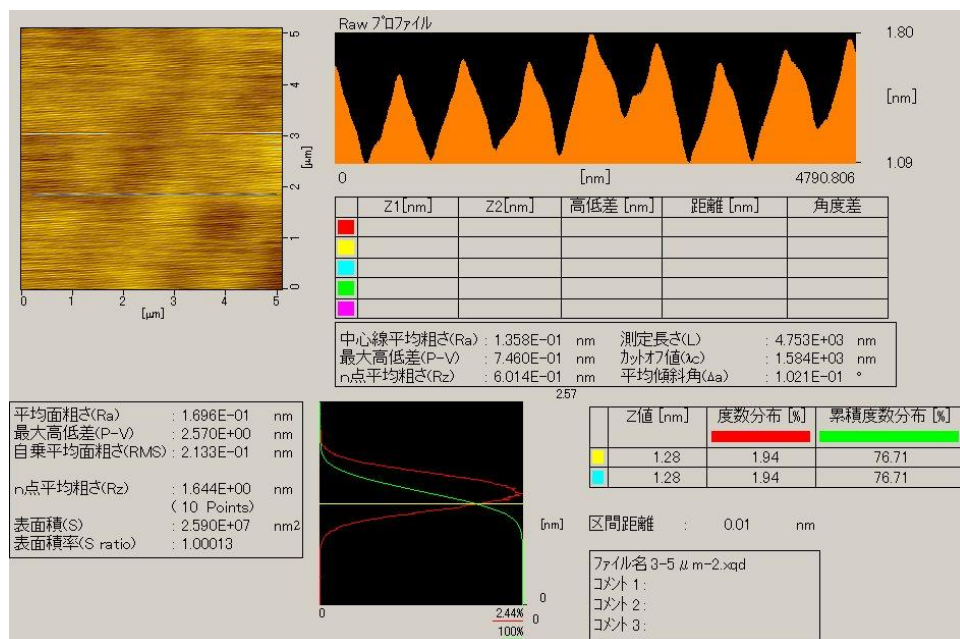


図 1-11 Ga₂O₃ 単結晶研磨面 AFM 像— 1

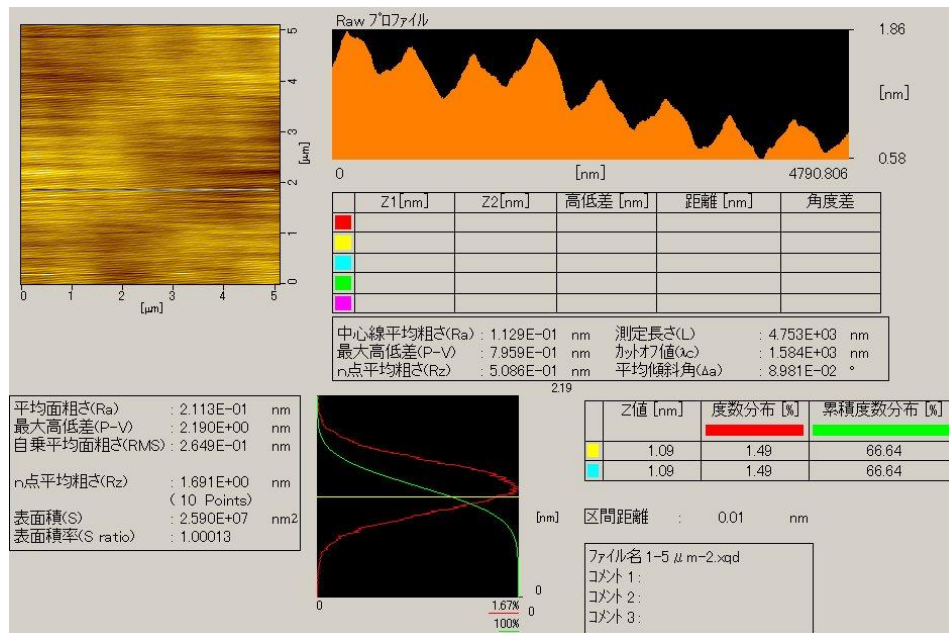


図 1-12 Ga₂O₃ 単結晶研磨面 AFM 像—2

AFM 像は 2 枚とも、大略 0.6nm ののこぎり状の凹凸になっており、理論的な 0.6 1nm のステッパーテラス構造が観察されていると思われる。具体的にはステッピング処理を実施することで整列したステッパーテラス構造が AFM 像として観察されることになる。

①-3 量産技術確立 達成度 100%

試作により量産へのフィードバックをまとめ品質を重視した生産性の良い方法を確認することが目標であった。

ヘキ開を回避して切断する、研削で面方位を合わせる、研磨で基板表面粗さを原子レベルまでにすることが可能となった。今回確立した対策（ノウハウ）をすべて組み合わせることで、Ga₂O₃ 単結晶の量産が必要になったときには即座に対応可能な技術確立が完成した。

② 高品質 Ga₂O₃ 単結晶の製造

LED、LD の高輝度化、紫外線センサー、パワーデバイス、HEMT 等の用途に適応するため 2 インチの大きさで高品質である Ga₂O₃ 単結晶の製造という必要条件を確保するための技術開発を進める。

現状の結晶育成技術では、FZ (Floating Zone) 法で 1 インチ以下と小さく結晶品質の悪い結晶しか製造できていない。

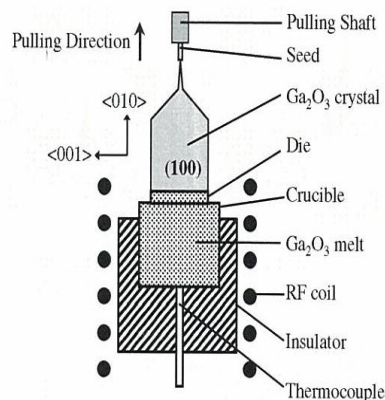


Fig. 1. Schematic diagram of furnace for EFG process.

図 2-1. EFG 法

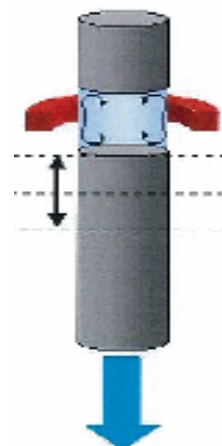


図 2-2. FZ 法

図 2-1 EFG 法に本研究開発で実施する EFG 法の概略図を、図 2-2 FZ 法に従来法である FZ 法の概略図を示した。図 2-2 の従来法では、赤で示した高周波加熱ヒータで加熱される部分の結晶粉末が溶解し浮遊帯熔融部（白い部分 Floating Zone）ができる。下部の結晶を引き下げることで熔融帯が結晶化しながら成長していく。この方法では、浮遊帯熔融部から熔融液が重力により流れ出さない太さが限界になるため 1 インチ程度の大きさが限界になっているだけでなく、結晶成長速度をコントロールすることが難しく結晶品質を改善することが困難であった。

それに対して、図 2-1 EFG 法で示した今回提案する EFG 法は坩堝に原料を熔融し、2 枚の金属板（ダイ）を近接させて配置することで、板の間に毛細管現象で熔融原料が押し上げられそれを結晶化させながら引き上げる方法である。この方法では 2 枚の金属板を大きくすることで 2 インチ以上を容易に製造できること、板状の製品に対して始めからニアネットでできること、結晶成長速度等をコントロールできるため結晶品質を改善できること等のメリットがある。当然、EFG 法では雰囲気温度コントロールが重要であり、弊社のようにサファイヤ結晶育成を EFG 法で実施している背景が無ければ相当に期間がかかると考えられる。

本研究開発では EFG 法の結晶育成技術をフルに活用して 2 インチの結晶品質の良好な Ga_2O_3 単結晶を製造するという難問に取り組もうというものである。本研究開発開始時点では、EFG 法で 2 インチ結晶が試作できるようになったが、結晶品質が悪く半値幅が 100 秒を超えていた。育成法の改善（熱バランスの改善）による結晶品質改善（半値幅が 100 秒以下）、2 インチ結晶の生産性改善（多数枚同時生産）を進めることとした。

新技術開発上の課題と解決策は以下のとおりであり②-1 から②-3 を本研究開発

の目標とした。

②-1 2 インチ結晶の試作 達成度 100%

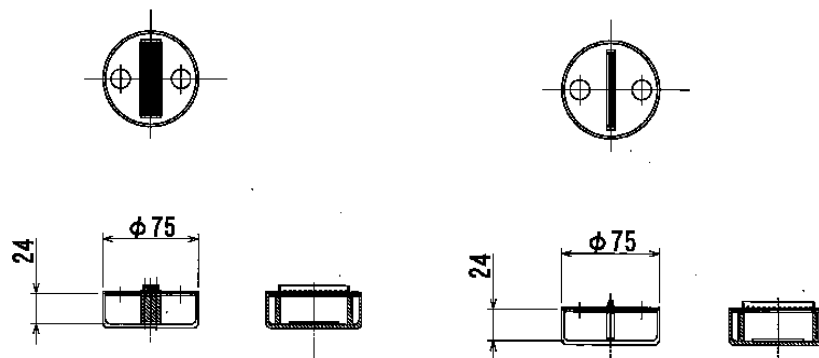
本研究開発では EFG 法の Ga_2O_3 結晶育成技術（世界一のサファイヤ単結晶育成実績）をフルに活用して、ダイ形状の変更等により 2 インチの結晶品質の良好な単結晶を製造する。並木精密宝石以外では 2 インチ Ga_2O_3 単結晶は出来ていない。参照文献 Japanese Journal of Applied Physics Vol. 47, No. 11, 2008. pp. 8506-8509 Hideo Aida, Kengo Nishiguchi Namiki Precision Jewel Co., Ltd.

具体的にはダイ形状を Ver. 1 から Ver. 3 まで変更して Ga_2O_3 単結晶の品質向上と生産性改善を図った。

図 2-3 セットアップ変更（Ver. 1 から Ver. 2）のごとく、Ver. 1 では生産性を良くする目的で 3 枚同時引き上げのダイセットになっていたが 3 枚同時引き上げのための準備が不足していたため 1 枚引き上げとして使用していた。そのため引き上げしないスリットから溶融した Ga_2O_3 が蒸発することで収率が大幅に低減していた。

Ver. 2 でスリットを 1 本に絞って同じ坩堝容量で引き上げるリボンの長さを稼ぐ方法を試験した。ルツボの形状（容量）を変えなかった理由は誘導加熱のコイルのサイズが決まっているためである。

試験結果は原料が 1.5 倍に対して約 2 倍の長さで製品 Ga_2O_3 単結晶が製造できることが確認できた。



イリジウムセットアップver. 1

イリジウムセットアップver. 2

図 2-3 セットアップ変更（Ver. 1 から Ver. 2）

しかし、図 2-4 リボン長さと結晶品質で分かるように、シードホルダーからの距離が 100mm 辺りで何らかの異常が発生して結晶品質を悪化させていることが分かった。同図の温度データを見ると異常発生時点で温度が急に変化していることが分かったが完璧な対策は打ち出せていない。意識的に温度を下げる対策を採っている。

■リボン長さとの偏光ランク分布との相関

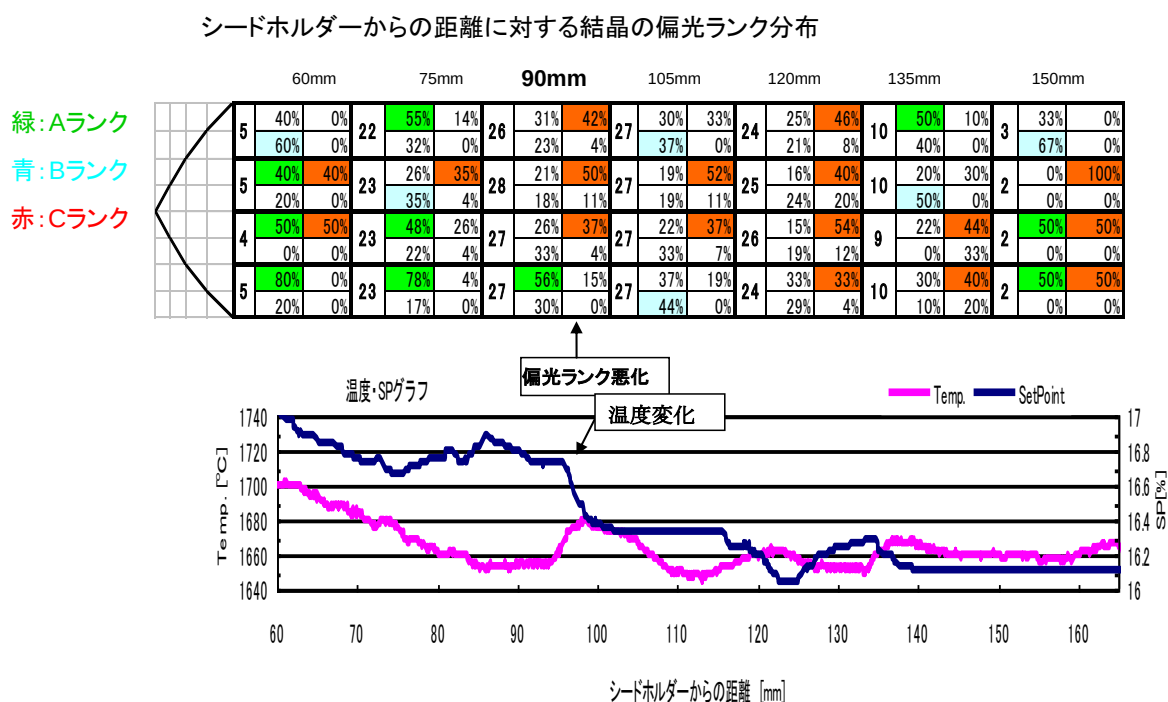


図 2-4 リボン長さとの Ga_2O_3 単結晶品質

②-2 結晶品質改善 達成度 100%

育成法の改善（熱バランスの改善および育成速度の調整等）による Ga_2O_3 単結晶品質改善（半値幅が 100 秒以下）を図る。

はじめに、図 2-5 スプレディング条件による単結晶育成条件に示したが、良好な品質の Ga_2O_3 単結晶を製造するためにはシーディングからスプレディングが重要であることが分かった。そこで、良好な単結晶が製造できる範囲である「加熱出力降下レートを 0.15%/h 以下」に抑えてスプレディングすることとした。

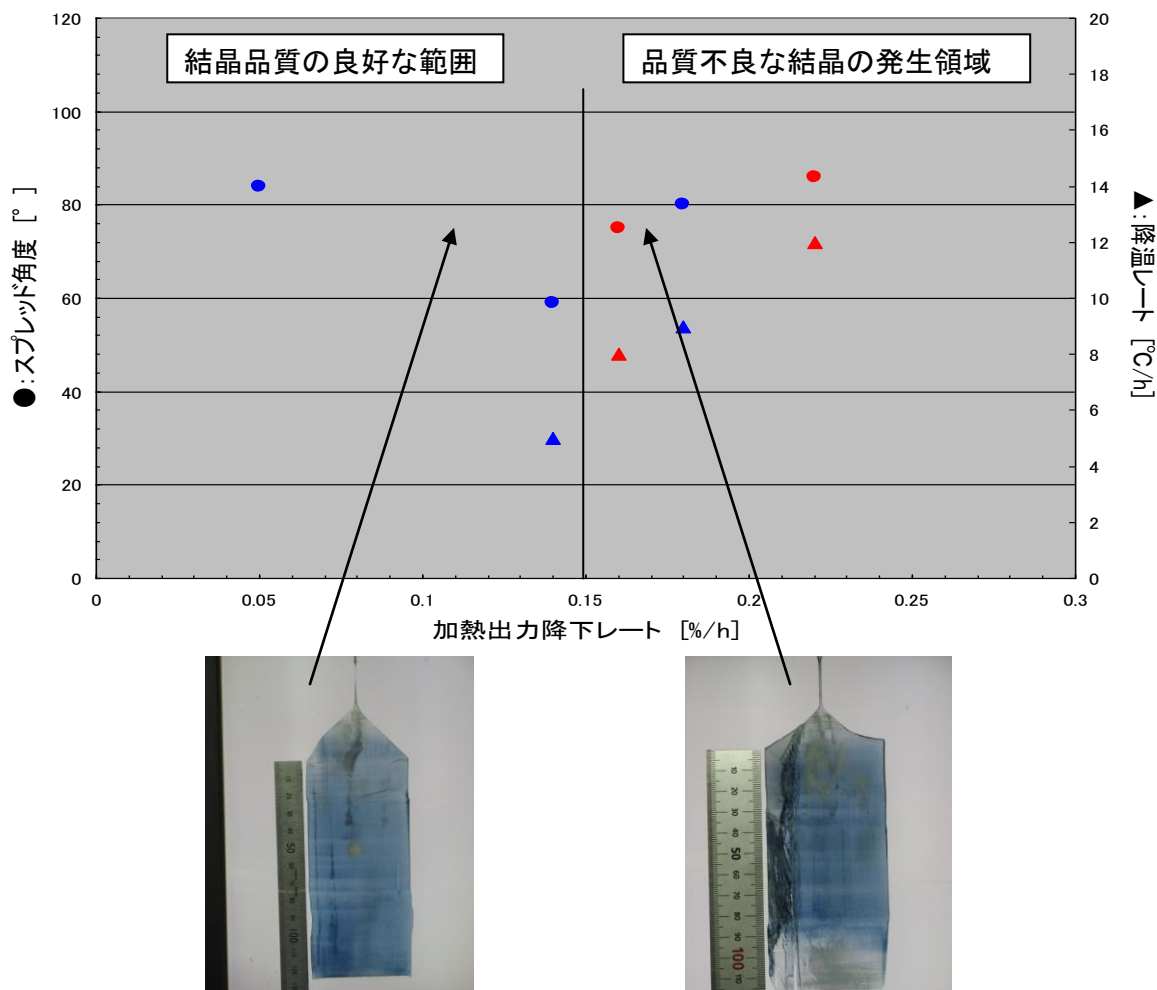


図 2-5 スプレディング条件による単結晶育成条件

次に、ネッキング温度とネック太さであるが、図 2-6 ネッキング温度とネック太さの単結晶への影響に示したとおり Ver. 1 坩堝を使用する範囲では「ネッキング温度が高く、ネックが細い」ことが品質の良い Ga_2O_3 単結晶を製造できる条件であった。

しかし、Ver. 2 の坩堝では再現性が悪くなっている。原因は、Ver. 1 でも起こっているがダイの変形によって温度、入力、引き上げ速度等の要因を上回る影響を及ぼしている可能性が考えられる。Ver. 1 はダイ容積が Ver. 2 の 3 倍あるため変形に対して強度があることが分かっており使用頻度が激しいにもかかわらず繰り返しのデータの信頼性が高くなっている。逆に Ver. 2 はダイ変形が悪影響を及ぼしていることがデータをばらつかせていると考えられる。したがって、ダイ変形の少ないような設計で坩堝を造り替えて確実なデータを取ることにした。

■ネッキング条件

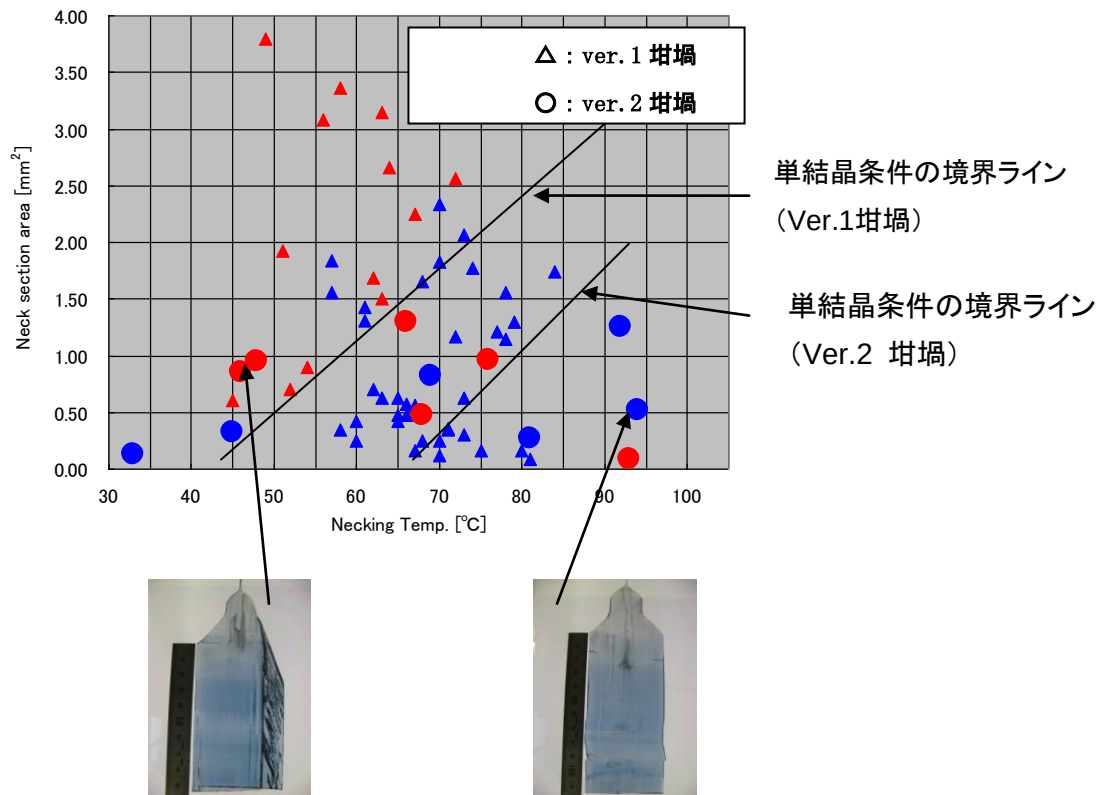


図 2-6 ネッキング温度とネック太さの単結晶への影響

②-3 量産技術確立 達成度 50%

2 インチ結晶の生産性改善（多数枚同時生産）を進めることで量産技術の確立を図る。この目的のため多数枚同時生産を可能とし、さらに良品質の Ga_2O_3 単結晶を量産するためダイの変形の影響をなくすことを目指して、図 2-7 セットアップ変更（Ver. 2 から Ver. 3）のごとく Ver. 3 の坩堝を新規に購入してテスト中である。Ver. 3 は今までの知見を基にしてダイの変形を防ぐ対策を兼ねて 3 枚同時に引き上げる方法とし、3 枚分の原料確保のため坩堝深さを 24mm から 39mm に増やした。従来から坩堝深さについては議論されていた。すなわち、ダイトップまで融液があがらない、またはあがりにくい危険性を危惧していたが Ga_2O_3 の物性が徐々に明らかになる中で十分安全であることが確認されたため坩堝容量を増やすこととした。今後、3 枚同時引き上げに挑戦するために、シードの準備とシードホルダーの設計に掛かっている。

量産技術の確立については残念ながら時間が不足しており今後自社で進める。

③ サンプルの評価と用途開発

達成度：30%

Ga₂O₃ 単結晶基板のサンプルを企業、大学等に提供し、サンプルの評価と用途の開発を進めた。名城大に再委託して、Ga_N on Ga₂O₃ を実施した。エピ成長は出来たがさらなる改善、用途開発には今後 1、2 年要するため自社で研究開発を進め実用化に結びつける。

用途として期待しているものは、LED、LD の高輝度化、紫外線センサー、パワーデバイス、HEMT (High Electron Mobility Transistor) 等である。

LED、LD の高輝度化については、再委託先の名城大と Ga_N on Ga₂O₃ の研究開発を実施しており、日本軽金属がエピ成長の発表をしている。[2] [5] [6]

紫外線センサー用途^{[4] [7] [8]}に対しては、京都大学、石巻専修大学が取り組んでおりサンプル提供は進めている。

パワーデバイス、HEMT (High Electron Mobility Transistor) の用途については具体的にサンプルを提供していないが、SiC 基板、Ga_N 基板での用途開発が進んでいる。SiC 基板系は沖電気をはじめとして東芝等がパワーデバイスを発表している。Ga_N 系はパナソニック、富士通が力を入れている。これらの会社にサンプルを持ち込めるまでのデータ蓄積を名城大と進めている。

④ 研究開発の管理・運営

ここまで平成 21 年度戦略的基盤技術高度化支援事業「(十三) 切削加工に係る技術」の実施内容および高品質 Ga₂O₃ 単結晶の製造の実施内容を述べてきた。

ここでは、明らかになってきた Ga₂O₃ 単結晶そのものの物性や本研究開発の到達点を明らかにして今後の方向を示す。

④-1 切削・研磨加工

本研究開発での目標を 100%達成した。しかるに Ra=0.06nm の数値を 0.15nm 変更している点は調査不足であった。(ただし結晶そのものが出来なかった)そこで本研究開発の技術で a-面ジャストを出せば Ra=0.00 も不可能ではないと考え挑戦した結果が図 3-1 a-面 Ga₂O₃ 単結晶 AFM 像である。

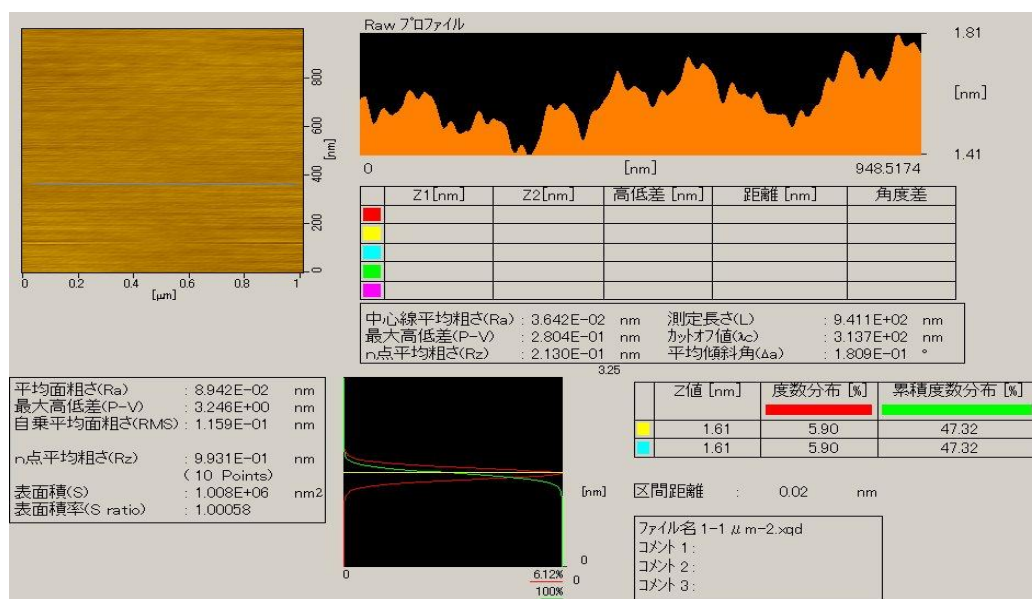


図 3-1 a-面 Ga₂O₃ 単結晶 AFM 像

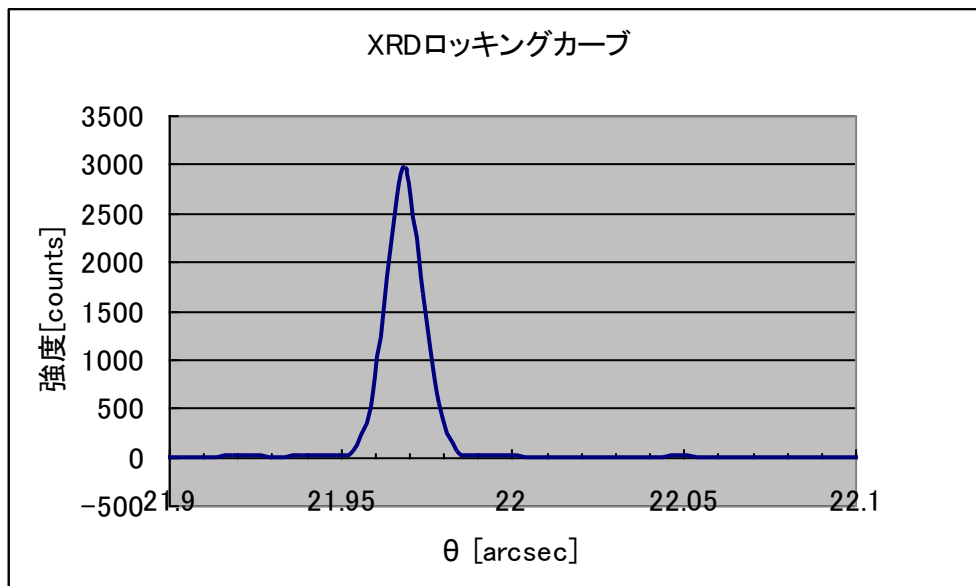
結果、実際はありえない Ra=0.036nm となった。これは究極の平坦面（テラス面）を観察していることを意味しているだけで全く意味のない努力ではあるが Ra=0.06 の達成も可能であることを証明できた。

切削加工技術については、量産技術を含めて目標を達成できているが、Ga₂O₃ 単結晶の用途開発が十分には進んでいないため現状ではサンプル作成に役立てるだけで将来を期待している。

④-2 高品質 Ga₂O₃ 単結晶の製造

この技術は研究開発期間内で 35 ラン実施した。1 ランで丸 2 日掛かる結晶育成のため、徹夜が 35 日分は発生したことになる。約 4 ヶ月に集中してラン数を稼いだ、解析とアクションの遅れがでるため十分な実績が上げられなかった。

しかるに、結晶品質を大幅に改善できていることも確かで図 3-2 XRD ロッキングカーブに最近のデータを示した、約 50arcsec と 100 秒の目標値はクリアしている。ただし、2 インチの結晶全面にわたって目標の 100 秒をクリアできているサンプルはまだ少ない。



b-Ga₂O₃, (600) , $2\theta = 45.8179$

scan step: 0.005° 入射スリット : 0.1mm x 0.1mm

FWHM : 0.0139° 約 50 秒

図 3-2 XRD ロッキングカーブ

当初の結晶と比較すれば大幅な改善がなされていることがわかるということで図 3-3 X 線ロッキングカーブ（従来品）を添付した。

従来は、マルチピークで半地幅も 200 秒～300 秒あることも普通であった。本研究開発で結晶品質に関するデータが大幅に改善された。

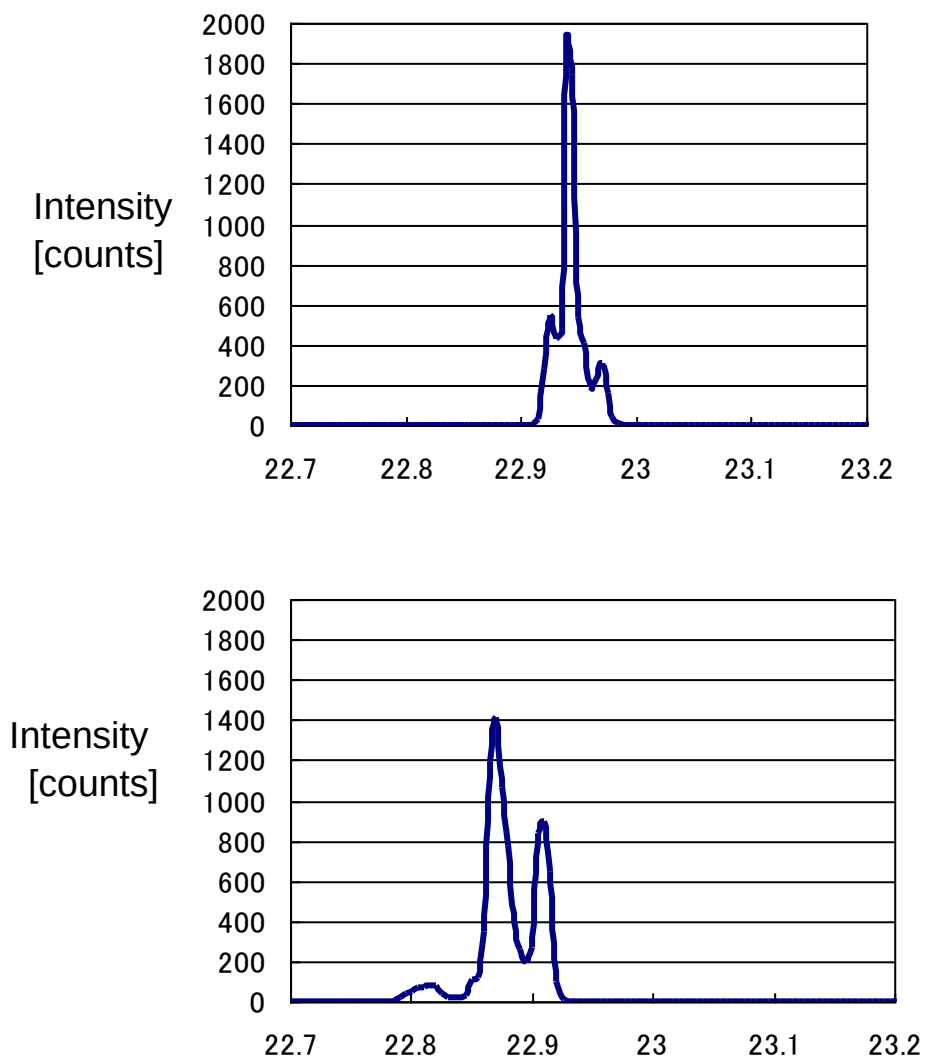


図 3-3 X 線ロックンングカーブ（従来品）

追加データとして CL スペクトル、 Ga_2O_3 単結晶内の不純物元素の存在分布、透過率の測定結果、データシート比較を添付した。

—CL 発光は 380nm～390nm にピークが存在することが分かった。データシートの理論値と大体一致している。

— Ga_2O_3 単結晶内の不純物元素の分布がほぼ一定で偏析等が起こっていないことも確認できた。

—透過率は 260nm 程度から透過が可能となり、300nm で 60%、400nm で 85%の透過率が得られた。

—データ比較では、本研究開発での測定値と理論値（文献値）のデータ比較で

は、ほぼ同等な結果となっていることが分かった。

なお、特許は 3 件申請済である。件名：Ga₂O₃ 単結晶およびその製造法

酸化ガリウム単結晶の製造方法及び製造装置

酸化ガリウム単結晶の製造方法および酸化ガリウム単結晶

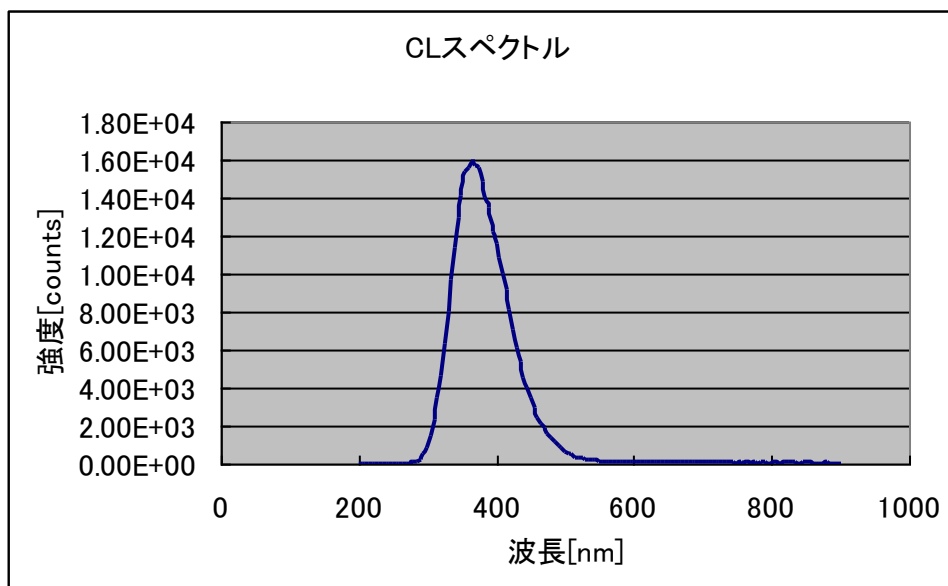
出願者：並木精密宝石株式会社 発明人：西口健吾、会田英雄、小山浩司

また、参考資料として以下の資料を添付した。

—Ga₂O₃ 単結晶育成から研磨までのデータ（例：091210）3 枚

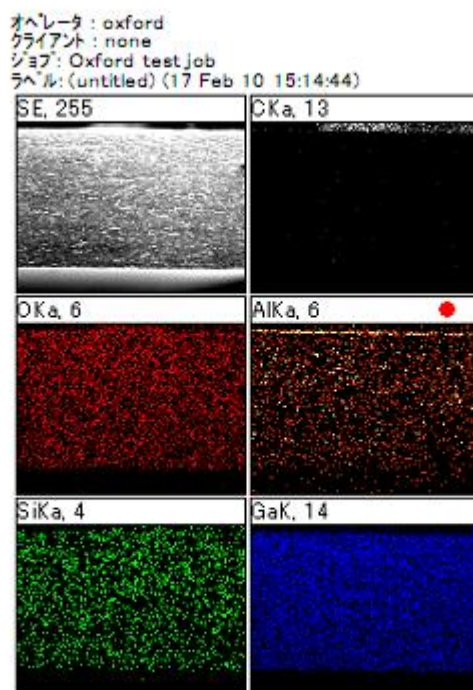
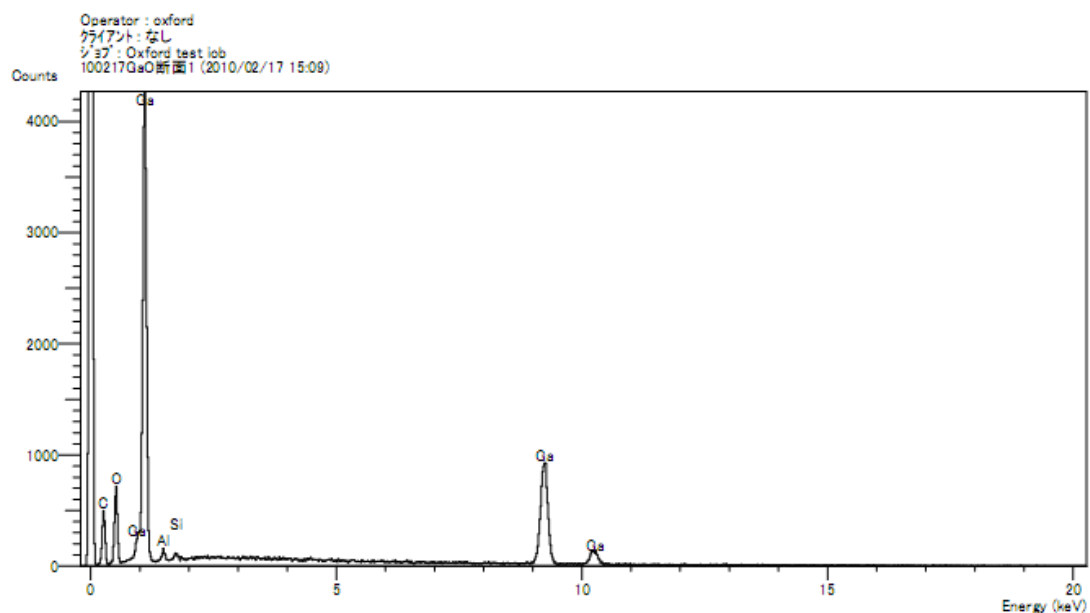
以上述べたとおり、本研究開発「新素材に対応した切削加工技術の開発」についてはほぼ目標値を達成し完了した。ただし目標とした Ga₂O₃ 単結晶の品質は改善できたが、量産化技術は確立できなかった。総括でも述べるが並木精密宝石としてさらに 2 年間研究開発を継続する方針である。

データ



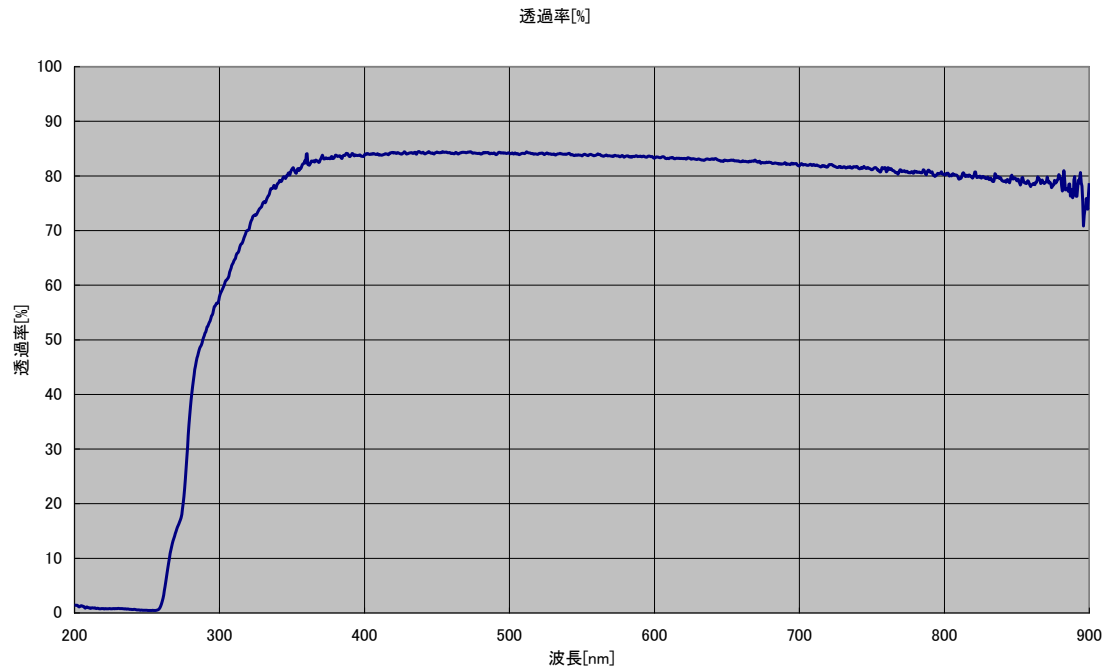
CL 発光は 380nm～390nm にピークが存在することが分かった。データシートの理論値と大体一致している。

Ga_2O_3 単結晶内の不純物元素の存在分布



Ga_2O_3 単結晶内の不純物元素の分布がほぼ一定で偏析等が起こっていないことも確認できた。

透過率の測定結果



透過率は 260nm 程度から透過が可能となり、300nm で 60%、400nm で 85%の透過率が得られた。

データシート

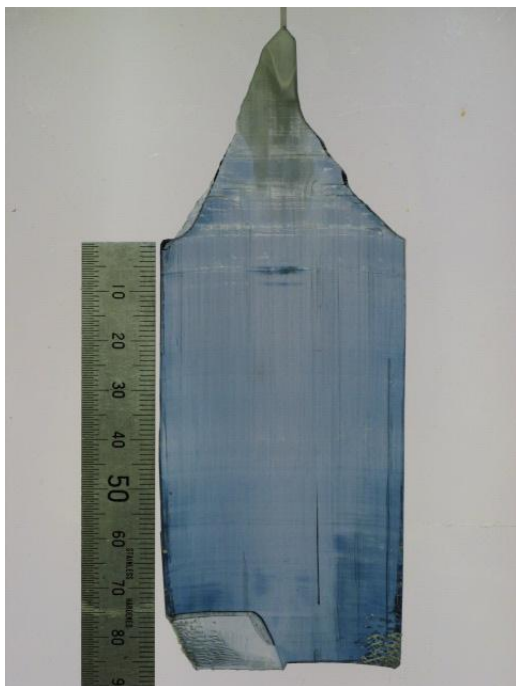
評価		アニール前		アニール後	
		測定値	文献値	測定値	文献値
AFM	RMS	0.3nm	0.2nm	0.3~10nm	?
	モフォロジー	-	-	三角錐or四角形状の凸凹	ステップ
透過率	透過率・吸収端	~85%@460nm、0.4t、吸収端260nm	80%前後@460nm、吸収端260nm		
GDMS	不純物		-		-
SIMS	不純物マップ		Sn偏析なし(面内、深さ方向)		Sn表面偏析(2桁UP)
EPMA	不純物マップ	Si偏析なし(社内)	Sn偏析なし(面内)		
ラマン分光	結合	右に同じ	348,418,478,632,659,768[cm ⁻¹]		
CL(ピーク波長)	転位?	362nm	380~390nm		
XRD	結晶性	50arcsec@0.1mmx0.1mm	43~162arcsec		
ホール測定	抵抗率		7.92x10 ⁻² Ω cm		6.53x10 ⁻² Ω cm
	キャリア密度		0.98x10 ¹⁸		1.15x10 ¹⁸
	移動度		80.4cm ² /Vs		82.9cm ² /Vs
ピッカース硬度	(100)	~700Hv	~750Hv		
熱伝導率	熱伝導率、比熱		13.4W/mK		
熱膨張率	a軸	-	-		
	b軸				
	c軸				

本研究開発での測定値と理論値（文献値）のデータ比較では、ほぼ同等な結果となっていることが分かった。

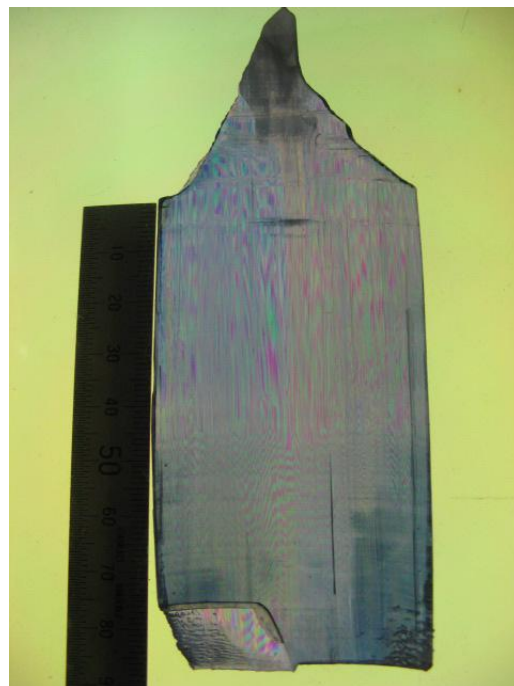
Ga₂O₃単結晶育成、研削・研磨データシート （例：#091210）

全工程のまとめとして、結晶育成から研削・研磨、評価結果までを一貫してまとめたデータシート（①から⑥）

①Ga203 as grown （左：全体写真、右：偏光写真）

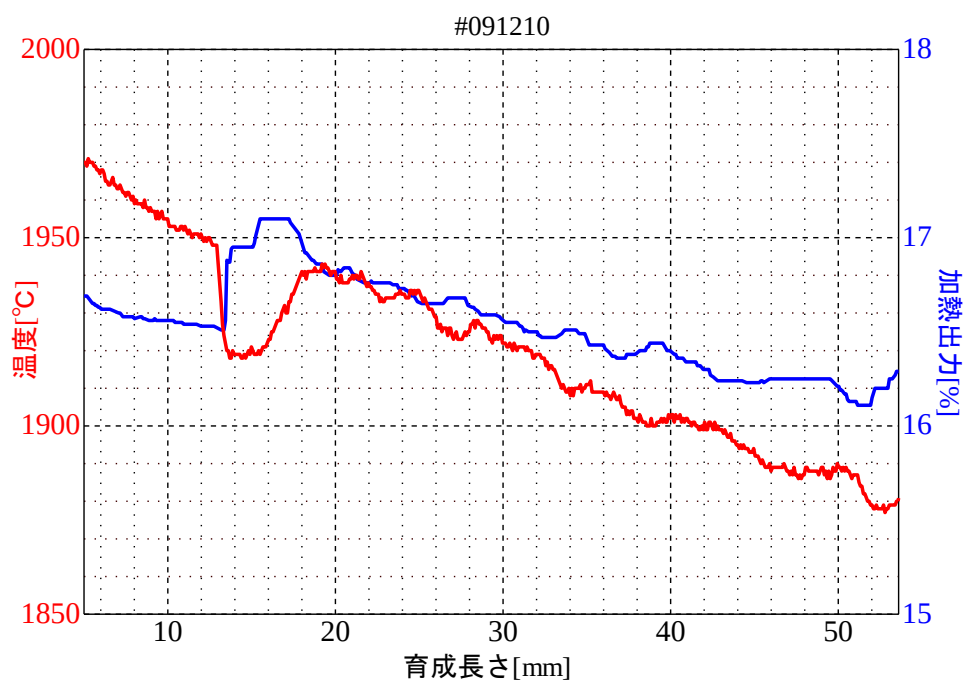


全体写真



偏光写真

②育成条件



出力-温度変化グラフ

③切断（1枚のリボンをサンプルサイズに切断しナンバリング）

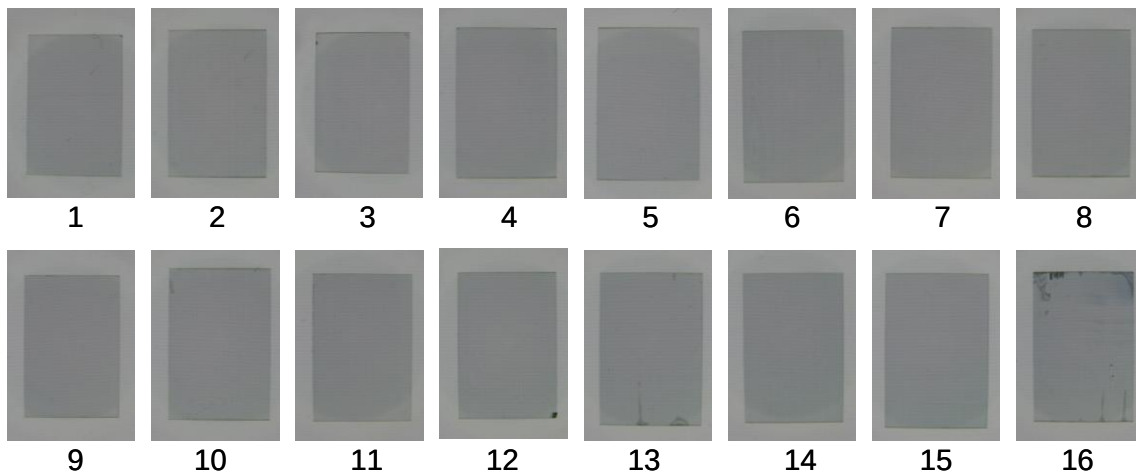


substrate No.

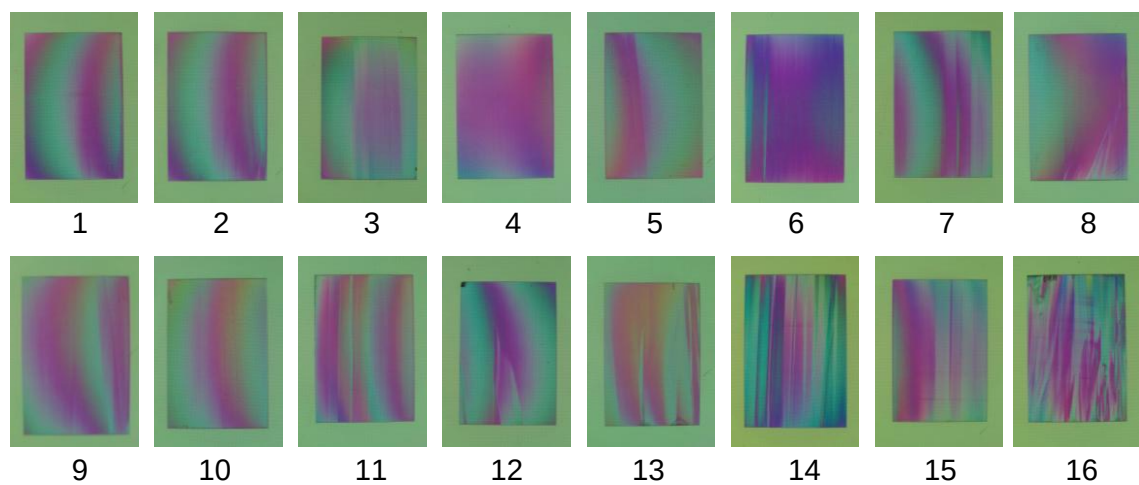
1	2	3	4
5	6	7	8
9	10	11	12
13	14	15	16

研磨後

④基板外観写真



⑤偏光写真



⑥検査結果

No.	オフ角度			外観				総合判定	偏光判定
	$\langle 010 \rangle$	$\langle 001 \rangle$	判定	長軸	短軸	厚み (0.4mm)	判定		
1	0.00	0.06	A	15.02	10.03	0.42	A	A	B
2	-0.04	-0.24	B	15.02	9.96	0.42	A	B	B
3	-0.16	0.17	A	15.01	10.00	0.42	A	A	C
4	0.03	-0.17	A	15.02	10.01	0.42	A	A	A
5	-0.08	0.12	A	15.00	10.04	0.43	A	A	B
6	0.01	0.01	A	15.01	9.98	0.43	A	A	B
7	-0.12	0.25	B	15.01	10.02	0.43	A	B	C
8	-0.01	-0.17	A	14.99	10.00	0.43	A	A	B
9	-0.01	0.04	A	14.98	10.04	0.43	A	A	C
10	-0.15	-0.05	A	14.98	9.98	0.43	A	A	B
11	0.11	-0.06	A	15.00	10.01	0.43	A	A	C
12	-0.13	-0.10	A	15.00	10.02	0.42	A	A	B
13	0.07	0.22	B	14.98	10.04	0.42	A	B	C
14	0.07	0.04	A	15.01	9.99	0.42	A	A	D
15	-0.09	0.03	A	15.00	10.01	0.42	A	A	C
16	-0.07	0.04	A						D

総括

本研究開発は、平成 21 年 11 月 9 日に関東経済産業局と並木精密宝石株式会社の間で締結された、平成 21 年度戦略的基盤技術高度化支援事業「新素材に対応した切削加工技術の開発」に関する委託契約書（平成 21-11-05 関東会第 32 号）に基づき平成 22 年 3 月 31 日の完了期限で進捗した開発である。

本研究開発の目的は、平成 21 年度戦略的基盤技術高度化支援事業「（十三）切削加工に係る技術」分野で川下製造業者の抱えるニーズである機能の確保・高度化、面粗さ・精度の再現性向上を目指し、透明酸化物、導電性、ワイドバンドギャップと言う優れた特性を持つ新素材 Ga_2O_3 単結晶を、LED、LD の高輝度化、紫外線センサー、パワーデバイス、HEMT（High Electron Mobility Transistor）等の用途で、世界に先駆けてビジネス化するため、その元となる良品質な Ga_2O_3 単結晶基板を製造する技術を確立すること及びその用途に応じた評価を進めることである。

目的達成のために並木精密宝石株式会社が主体となり、新素材 Ga_2O_3 単結晶を EFG 法により製造し、改善した切削加工法を採用することで Ga_2O_3 単結晶基板を試作し、再委託先の名城大で高品質の GaN 育成に向けたエピ成長を実施した。さらなる用途開発のために、LED、LD、紫外線センサー等の研究開発機関にサンプルを提供して Ga_2O_3 単結晶基板の用途開発を進めた。

結果はおおむね目標を達成できたが、2 点、 Ga_2O_3 単結晶の量産化、用途開発で十分な進展が果たせなかった。この 2 点はかなりの時間を要する開発項目であり、並木精密宝石としては本研究開発終了後も 2 年間は継続することを決めており、関東経済産業局の委託業務を完成させる計画である。

終わりに、多大なご指導、ご教授をいただきました関東経済産業局、名城大に感謝いたします。

以上

文献

- [1] EFG 法による 2 インチ Ga_2O_3 単結晶育成 会田英雄 JPN. J. APPL. Phys. 47 (2008) 8506
- [2] NH_3 窒化による GaN 形成 大平重雄 第 65 回応用物理学会 (2004 秋) 1P-W-4
- [3] ヘキ開面 Chem. Phys. 323 (2006) 193
- [4] $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ 基板を用いて作成したショットキーダイオードの破壊特性 藤田静雄、大平重雄 第 69 回応用物理学会
- [5] Ga_2O_3 のアンモニア窒化法によるカチオンドープ GaN 結晶の作製とその評価 北大院工、NIMS、堀場製作所 第 69 回応用物理学会
- [6] $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ の発光に対する Cr イオンの効果 千歳科技大 山中明生 第 57 回応用物理学関係連合講演会 (2010 春)
- [7] Au- Ga_2O_3 ショトキーフォトダイオードの特性 石巻専修大学 國分義弘 第 57 回応用物理学関係連合講演会 (2010 春)
- [8] Ga_2O_3 紫外線センサの作製と連続監視システムへの応用 京大 藤田静雄、日本軽金属 大平重雄 第 57 回応用物理学関係連合講演会 (2010 春)