# 平成25年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「MOCVD 装置における革新的ガス供給システムの実証研究」

# 研究開発成果等報告書

# 平成26年3月

# 委託者 近畿経済産業局

委託先 一般財団法人金属系材料研究開発センター

- 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
  - 1-3 成果概要
  - 1-4 当該研究開発の連絡窓口
- 第2章 本論
  - 2-1 ①高出カソレノイドの研究開発
  - 2-2 ②電気制御基板の研究開発
  - 2-3 ③機械加工部品の製作
  - 2-4 ④高出カソレノイド 及び 新型 ECV の性能評価
  - 2-5 ⑤模擬配管系の製作
  - 2-6 ⑥ラン/ベント方式によるガス切替評価
  - 2-7 ⑦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)によるプロセス試験
  - 2-8 ⑧新技術(ガス切替バルブに「新型 ECV」を使用した新しいガス供給系)によるプロセス試験

第3章 全体総括

#### 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

#### 1-1-1 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り、その製造技術 は日本のコア技術のひとつになっている。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 要なプロセスである。

現在、量産の薄膜結晶形成プロセスでは、有機金属気相成長法(以下 MOCVD: Metal Organic Chemical Vapor Deposition)が用いられているが、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1-1-1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。本方式では、プロセスチャンバへの MO 材料の供給量が、プロセスライン への供給時間により決まる。よって、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

るためには、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)が用いられている。AOV 方式は構造 が簡単で安価なため、現在広く普及してい る。一方、表1-1-1に示す通り、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



図 1-1-1:MOCVD 装置用ガス供給系

化するため、高速 且つ 正確なタイ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。

パラメータ	影響	作動時間 変化量
チューブ長さ	チューブ長さが長くなるほど、 バルブ作動時間が長くなる。 (閉→開、開→閉ともに)	チューブ長さ +1m変化時、 ・閉→開: +35msec ・開→閉: +20msec
操作空気圧	操作圧力が高くなるほど、 バルブ閉→開の作動時間が短くなる。 逆に、バルブ開→閉の作動時間は長くなる。	操作圧力 +0.1MPa変化時、 ・閉→開:-10msec ・開→閉:+10msec
同時操作させる バルブ数	同時操作させるバルブ数が増えるほど、 バルブ閉→開の作動時間が長くなる。 (バルブ開→閉の場合は変わらず)	同時操作のバルブ数 +1個変化時、 ・閉→開: +25msec ・開→閉: 変化なし

表	1 - 1	-1:AOV	の各パラメ	ータに対す	る作動時間の	D変化量
---	-------	--------	-------	-------	--------	------

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(※1))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(対して AOV は、バルブ開閉の 応答時間が数 10~最大 300msec 程度)。

図1-1-2に、ECVの内部構造を示す。ECVは、 棒状のステムと一体を成す可動鉄心を、ソレノイド に通電し電磁誘導により吸引させることでバルブ は開となり、ソレノイドへの遮電により、吸引力を開 放することでバネの力によりバルブは閉とすること ができる。株式会社フジキンでは、飽和磁束密度 が2T(テスラ)以上の磁性体材料を開発・採用する ことで、磁性体材料の体積を非常に小さくすること に成功し、流体制御バルブの小型化及び軽量化も 図っている。

一方、ECV に搭載されるソレノイドコイルへの駆 動電流の制御は、バルブ閉→開の動作時に比較 的大きな電流を瞬時にソレノイドコイルに流す必要 があるため、特殊且つ大型の専用電源が不可欠 である(図1-1-3)。さらに、専用電源と ECV 本 体とを接続する配線ケーブルは、5A 程度の高電流 を通電させるため、専用の高価な配線が必要とな る。これらの技術的課題は、ECV を量産機として普 及させる上での妨げとなっていた。

(※1)ECV:Electrically Controlled Valve の略称



<u> 図1-1-2:ECV 内部構造</u>



<u>図1-1-3:ECV本体 及び 専用電源 外観</u>

## 1-1-2 研究目的 及び 目標

本研究開発は、「中小企業の特定ものづくり基盤技術の高度化に関する指針」の中の、下記の事項に相当する。

(二十)真空の維持に係る技術に関する事項

- 1. 真空の維持に係る技術において達成すべき高度化目標
- (1)情報家電に関する事項
  - ①川下製造業者の抱える課題及び要請(ニーズ)

ウ. 生産装置の最適化

②高度化目標

ウ. 高品質化、高機能化、高性能化、信頼性の向上、操作容易性の向上(安全性の向上を含 む。)、用途の拡大、最適化、故障診断機能の付与、耐食性の向上、新素材の利用、加工技 術の高度化等の生産装置の最適化

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電子式作動バ ルブの製品化を目指した。具体的には、極めて低内部抵抗の電気二重層キャパシタを用いて ECV の電源部分を小型化し、ECV 本体への内蔵を可能とする。電気二重層キャパシタは、アルミ 電解コンデンサと比較して、単位面積当たりの静電容量が非常に大きいため、同じ静電容量であ れば、ECV の専用電源を小型化することができる。さらに、小型化した専用電源を ECV 本体に内 蔵することで、省スペース化、省配線化に加え、コスト削減が可能である(表1-1-2参照)。川 下製造業者からのニーズを踏まえ、研究開発においては表1-1-3を目標値とした。



## 表1-1-2:従来技術と新技術(新型 ECV)との比較

対象	検討項目	現状(AOV)	目標値	備考
バルブ本体	開閉応答時間	数10~ 300msec程度	①10msec以下	「急峻な」ガス切替を行うためには、 バ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バルブ をブロック上に一体化した「ブロック弁」を使用し、 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	5×10⁻¹²Pa∙	m³/sec以下	現状のAOVと同等の性能が必要。
	シート性能	5×10⁻¹²Pa∙	m³/sec以下	現状のAOVと同等の性能が必要。
	耐久性	開閉回数 4	00万回以上	現状のAOVと同等の性能が必要。
	Cv値(※2)	0.1(小型バルブ)	、0.3(大型バルブ)	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、 圧縮空気の供給系、 電磁弁、の構成	②全電子化 ③コスト低減	現状はバルブ(AOV)本体、 バルブの動力源となる圧縮空気の供給系、 電磁弁 及び 電磁弁の制御系が必要。

# <u>表1-1-3:新型 ECV 研究開発の目標値</u>

(※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。

# 1-1-3 実施計画 及び 実施結果

	実施時期											
実施内容	平成23年度			平成24年度				平成25年度				
	1/4	2/4	3/4	4/4	1/4	2/4	3/4	4/4	1/4	2/4	3/4	4/4
①高出カソレノイドの			: :••••	••						-		
研究開発		• • •		→						-		
②電気制御基板の				••								
研究開発				▶								
③機械加工部品の製作				••								
④高出カソレノイド				••								
及び、新型ECVの性能評価				→								
⑤模擬配管系の製作							>					
⑥ラン/ベント方式によるガ								•••				
ス切替評価								$\rightarrow$				
⑦従来技術(ガス切替バル						: • • • • •						
ブにAOVを使用した従来			-			:		r.				
のカス供給糸)によるフロ								$\rightarrow$				
てん試験 の新社術 (ガラ切麸 バルブ			-									
			-									•••
新しいガス供給系)によ												
るプロセス試験												
⑨プロジェクトの管理・運営												
・研究開発委員会の開催												
・報告書の作成												

••••• ▶ :計画当初

━━━━━ :実績

## 1-2 研究体制

## 1-2-1 管理員及び研究員

【事業管理機関】一般財団法人金属系材料研究開発センター

①管理員

氏名	所属・役職
松沼 健二	産学官連携グループ 主席研究員

## 【再委託先】 ※研究員のみ

株式会社 フジキン

氏名	所属·役職	備考
西野功二	大阪ハイテック研究創造開発センター	統括研究代表者
	特任執行役員	(PL)
平田薫	大阪ハイテック研究創造開発センター	副統括研究代表者
	主事	(SL)
森崎和之	大阪ハイテック研究創造開発センター	

国立大学法人大阪大学

氏名	所属·役職	
藤原康文	大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻	教授
小泉惇	大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻	助教

## 1-2-2 実施場所

- ① 事業管理機関
  - 一般財団法人金属系材料研究開発センター(最寄り駅:JR 東海道線・JR 山手線 新橋駅) 〒105-0003 東京都港区西新橋1丁目5番11号
- 2 研究実施場所

一般財団法人金属系材料研究開発センター

(最寄り駅: JR 東海道線・JR 山手線 新橋駅) < 再掲>

〒105-0003 東京都港区西新橋1丁目5番11号

株式会社フジキン 大阪ハイテック研究創造開発センター

(最寄り駅:ニュートラム ポートタウン東駅)

〒559-0031 大阪府大阪市住之江区南港東8丁目2番29号

国立大学法人 大阪大学(最寄り駅:大阪モノレール 阪大病院前駅 )

〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1

## 1-3 成果概要

委託業務期間(H23 年度~H25 年度)における	法守守道
研究開発の目標と内容	连风仍远
<ul> <li>①高出カソレノイドの研究開発</li> <li>電気二重層キャパシタの特性を有効に利用するには、低電圧 且</li> <li>つ 大電流で駆動するためのソレノイドの研究開発が必要となる。</li> <li>低電圧、大電流駆動の仕様にて、バルブ動作に必要な吸引力を得るための構造、コイル線径、巻き数の最適化を行う。</li> </ul>	達成率:100% 左記仕様にて、高出カソレノイドの設 計・試作を完了。
②電気制御基板の研究開発 低電圧、大電流駆動のソレノイドを制御するため、大電流用の 電気スイッチング素子、充放電用の電気二重層キャパシタなど の選定を行い、各電子パーツを最適化する。同時に、電気制御 基板をECV本体に内蔵することにより、電流モニタによる故障時 の自己診断機能を含む電気制御基板を研究開発・試作する。	達成率:100% 左記のハード及びソフト仕様にて、電 気制御基板の設計・製作を完了。
③機械加工部品の製作 開発した高出カソレノイド及び 電気制御基板を搭載するバ ルブ本体(ボディ、ステム、カバー等)の設計、製作を行う。	達成率:100% 小型バルブ、大型バルブともに、高出 カソレノイド 及び 電気制御基板を搭 載するバルブ本体(ボディ、ステム、カ バー等)の設計、製作を完了した。
<ul> <li>④高出カソレノイド及び新型ECVの性能評価 開発した高出カソレノイドの吸引力を定量的に評価するため、専用のソレノイド吸引力測定装置を製作し、ソレノイドのストロークごとの吸引力測定を正確且つ高速に測定。 バルブ本体に高出カソレノイド及び電気制御基板を搭載し、ガス切替用バルブとしての基本性能(開閉応答時間、外部シール性能、シート性能、耐久性、Cv値)を確認。 ECVの高速開閉応答の性能を詳細に評価するため、専用のバルブ開閉速度の測定装置を製作する。本装置にて、バルブ開 閉時の応答時間及び各機械部品の挙動を確認。 EMC指令によるイミュニティ試験(電磁耐性試験)、エミッション 試験(電磁不干渉性試験)を行い、ECVの電磁適合性を判断する。</li> </ul>	達成率:100% 専用のソレノイド吸引力測定装置の 製作を完了。ソレノイドの吸引力測定を 正確 且つ 高速に測定可能であるこ とを確認済み。 バルブの基本特性は、確認済み。 専用のバルブ開閉速度の測定装置 は製作完了。バルブ開閉時の応答時 間 及び 各機械部品の挙動を確認 済み。 EMC試験は、イミュニティ試験 及び エミッション試験を実施し、EMC 規格 に適合していることを確認済み。
⑤模擬配管系の製作 MOCVD 装置用のガス供給システムにおけるラン/ベント方式 のガス切替を実施するための模擬配管系を設計・製作。	達成率:100% 模擬配管系の設計・製作は問題なく 完了。
<ul> <li>⑥ラン/ベント方式によるガス切替評価</li> <li>上記⑤で製作した模擬配管系により、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)と新技術(ガス切替バルブに「新型 ECV」を使用した新しいガス供給系)とのガス切替速度の比較評価を行う。</li> <li>従来技術と新技術とで、それぞれガス切替時におけるガス濃度の切り替わり時間及び配管内の圧力変動量の差を定量的に確認。</li> </ul>	達成率:100% 模擬配管系を用いて、従来技術 (AOV)と新技術(新型 ECV)とでガス切 替速度の比較評価を実施。 AOVと新型ECVとの性能比較の定量 化を完了。

⑦従来技術(ガス切替用バルブにAOVを使用した従来のガス供給 るいにトスプロセス試験	達成率:100%
ホニートのショートン記録	
   国立大学法人大阪大学において、LED 等の研究開発に用い	MOGVD 装直にて、従米技術により発 光ダイオード構造 及び 構造特性確
	初日の計判を作制
	12月12日表。 12日前期の発生性性 ちだ 芽生性
で美施し、光元ダイオード構造でリファイア基板工にTF設し、光 	工記試料の光元符件 及び 構造符
	住を唯認元」。
裂作した試料について、In 組成、 膜厚などの構造特性、発光波 長、発光半値幅などの発光特性を確認。	
⑧新技術(ガス切替バルブに「新型ECV」を使用した新しいガス	達成率:100%
供給系)によるプロヤス試験	
	「新型 FCV」によるガス切替のプ
「新 刑 FCVu=FAガス 切 萃 のプロセスを宇 施」 「ΔΟVu	
	ロビハと天心。
タとの	
いく。	データとの比較を行った結果、新
具体的には、下記(1)~(3)の項目の通り。	技術の実用上の優位性を実証で
	きた。
(1)MOCVD 装置にて、新技術(ガス切替バルブに「新型 ECV」を	
使用した新しいガス供給系)により薄膜形成プロセスを実施し、発	
米ダイオード構造をサファイア其板上に作製 まずけ簡易的に発	
元僧でのるInGan/Gan 単ナチアを「僧として、フォトルミネッセンス」	
測定により評価しなりい構造を作裂し、評価を行う。 フォトルミネッ	
センス測定により評価した結果を基にして、発光タイオート構造で	
ある活性層が6周期のInGaN/GaN多重量子井戸(MQW)構造の作	
製と、デバイスプロセスにより電流注入型の発光デバイスによる発	
光ダイオードとしての素子特性(発光効率、リーク電流など)を評	
価。	
(2)作製した発光ダイオード構造の試料に対し、発光ダイオード	
パッケージングを実施。	
(3) 作製した試料について In 組成 瞙厚などの構造特性 発光	
のナーダと比戦9 る。作器9 る柄道は、半成 24 年度に検討し、彼	
米技術にて作製した評価用構造として、界面急峻性を評価しやす	
い構造を作製する。界面急峻性の評価として、X 線分析(反射率測	
定、回折測定)によりマクロな組成分布を数値として測定し、断面	
TEM 観察により実空間による測定を行う。これにより、X 線分析の	
数値が界面の組成分布を反映しているのか、あるいは界面の空間	
的な揺らぎに起因しているのかについて調べる。また SIMS 測定	
ころう、穴和した=1 21回返な1472よれとしるしてど推惑する。これでの測定は用し 発化ガンナードの特殊にちに転ナスニレーに	
416の測定結果と、死兀ダイオートの特性とを比較することにより、	
(9)フロジェクトの管理・運営	達成率:100%
プロジェクトの研究経緯と成果について取りまとめをする。本研究	H23年度~25年度の委託業務を、当初
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	の計画に沿って、滞りなく実施。
けての理題等について研究室協会と調整を行う 雨季詳失事業者	
が作成する帳票書類について、指導・確認を行う。	

## 1-4 当該研究開発の連絡窓口

(フリガナ): マツヌマ ケンジ
氏名: 松沼 健二
所属組織名:一般財団法人金属系材料研究開発センター 産学官連携グループ
所属役職: 主席研究員
Tel:03-3592-1283 Fax: 03-3592-1285
E-mail: kmatsunuma@jrcm.jp

(フリガナ): ニシノ コウジ

氏名: 西野 功二

所属組織名:㈱フジキン 大阪ハイテック研究創造開発センター

所属役職: 特任執行役員

Tel:06-6612-0251 Fax: 06-6612-8541

E-mail: k-nishino@fujikin.co.jp

e-Rad 研究者番号(8ケタ):80601591

(フリガナ): ヒラタ カオル

氏名: 平田 薫

所属組織名:㈱フジキン 大阪ハイテック研究創造開発センター

所属役職: 主事

Tel:06-6612-0251 Fax: 06-6612-8541

E-mail: <u>k-hirata@fujikin.co.jp</u>

e-Rad 研究者番号(8ケタ):90601592

## 第2章 本論

## 2-1 ①高出カソレノイドの研究開発

新型ECVにおいても、従来のECVと同様に高出カソレノイドが必要となる。電気二重層キャパシタの特性を有効に利用するには、低電圧 且つ 大電流で駆動するためのソレノイドの研究開発が必要となる。 低電圧、大電流駆動の仕様にて、バルブ動作に必要な吸引力を得るための構造、コイル線径、巻き数の 最適化を行った。

現状品のソレノイドの寸法で同じ吸引力を得ようとする場合、アンペアターンを同じ値にする必要が ある。電気二重層キャパシタの耐電圧が低いため、低電圧化が必要で、電流値は大きくなる。その条 件下にて、最適なソレノイドコイルの線材径、巻数を導き出し、試作、開発を行った。

また、「新型 ECV」では、さまざまな規模の化合物半導体生産装置に対応するため、小型バルブ(Cv 値=0.1、小規模生産装置に搭載)用の小型ソレノイドの他、現状のECVでは未開発であった、大型バ ルブ(Cv 値=0.3、大規模生産装置に搭載)用の大型ソレノイドの開発を行った。

バルブとしてのシート性能、Cv 値を現状の AOV と同等にするため、下記の吸引力、ストロークを発 生させるための設計、製作を行った。

小型ソレノイド: Ф28mm 以下、ストローク 0.4mm で吸引力 200N 以上。

大型ソレノイド: Ф39mm 以下、ストローク 0.8mm で吸引力 400N 以上。

## 2-1-2 高出カソレノイドの構造図

図2-1-1 及び 図2-1-2にそれぞれ小型 及び 大型ソレノイドの外観図を示す。

ソレノイドの形状は、新型 ECV が現状の AOV と同等サイズとなるよう、小型が Ф23.6mm × 25mm、大型 が Ф33.6mm × 28mm とし、目標である小型 Ф28mm 以下、大型 Ф39mm 以下を達成している。

可動鉄心の中心には、ステムを挿入するための貫通穴が形成されており、M3.5 のねじにて、それぞれ を固定・一体化する構造としている。

ソレノイド本体については、上部に M2.5 のめねじが形成されており、ねじ止めによる固定が可能となっている。



図2-1-1:小型ソレノイド 外観図

#### 図2-1-2:大型ソレノイド 外観図

#### 2-2 ②電気制御基板の研究開発

低電圧、大電流駆動のソレノイドを制御する電気制御基板を開発するには、下記仕様を満足する 必要がある。

小型ソレノイド用: 幅 28mm 以下、CPU 制御で自己診断機能の搭載、出力 20A 以上 (バルブ ON 信号入力後、5msec 以内)。

大型ソレノイド用: 幅 39mm 以下、CPU 制御で自己診断機能の搭載、出力 40A 以上 (バルブ ON 信号入力後、10msec 以内)。

上記を満足する電気制御基板を研究開発するため、下記項目についての検討、実施を行った。

- (1) 電気制御基板のブロック図の検討 及び 作成。
- (2)大電流用の電気スイッチング素子、電気二重層キャパシタ 及び 各電子パーツの選定。
- (3) 新型 ECV 本体に内蔵可能なサイズの基板設計。
- (4) 電気制御基板の制御ソフト製作。

図2-2-1に、新型 ECV の電気制御基板ブロック図を示す。外部電源からの供給電圧(24VDC)にて、 電気二重層キャパシタ内に電荷をチャージし、後段のスイッチ回路により、新型 ECV ソレノイドへ所定の 電流を印加する。電気二重層キャパシタは静電容量が非常に大きく、大電流の充放電が行えることから、 上記回路構成にて低電圧、大電流駆動のソレノイドの制御が可能である。また、異常動作時の自己診 断機能として、外部電源からの供給電圧、電気二重層キャパシタの充電電圧、ソレノイドへの印加電流 及び 電気制御基板温度のモニタ回路を搭載しており、それぞれのモニタ値を内蔵 CPU にて常時監視す ることが可能である。



<u>図2-2-1:新型 ECV</u> 電気制御基板ブロック図

## 2-3 ③機械加工部品の製作

開発した高出カソレノイド 及び 電気制御基板を搭載するバルブ本体(ボディ、ステム、カバー等) の設計、製作を行った。新型 ECV の単体性能を確認するため、1/4inch UJR 継手出しの単弁仕様と した。また、仕様(a)~(c)を満足するバルブ構造の設計 及び 製作を行った。

(a)ガス供給ライン間隔が、小型バルブが28mm以下、大型バルブが39mm以下に装着可能

(b)ソレノイドが円筒形であり、駆動回路基板、電気二重層キャパシタのケースも取り合いを考慮した形状にする。

(c) 電気制御系のみ、容易に交換できる構成。

図2-3-1に、新型 ECV(小型)の組立図を示す。従来型 ECV と同様、棒状のステムと一体を成す可 動鉄心を、ソレノイドに通電し電磁誘導により吸引させることでバルブは開となり、ソレノイドへの遮電 により、吸引力を開放することでバネの力によりバルブは閉となる。電気制御基板 及び 電気二重層 キャパシタはバルブ本体上部に設置することにより、上記(a)~(c)の仕様を満足した。

新型 ECV(大型)の組立図を図2-3-2に示す。バルブの動作機構 及び パーツ構成は、小型と同様 であり、各パーツを大型化することにより、大流量化(Cv 値=0.3)に対応した。

図2-3-3、図2-3-4にそれぞれ小型、大型の構造図 及び 完成品の画像を示す。





<u> 図2-3-1:新型 ECV(小型) 組立図</u>



図2-3-3:新型 ECV(小型) 完成品画像



図2-3-4:新型 ECV(大型) 完成品画像

## 2-4 ④高出カソレノイド及び新型 ECV の性能評価

## 2-4-1 耐久試験結果(性能評価結果)

表2-4-1、表2-4-2にそれぞれ新型 ECV(小型 及び 大型)の耐久試験前 及び 試験後の結 果を示す。

耐久試験前に、バルブとしての基本性能(外部シール性能、シート性能、Cv値)を確認し、小型、大型ともに、基本性能は目標値を達成しており、バルブとしての性能に問題がないことを確認できた。

また、耐久試験後(400 万回開閉終了後)においても、小型、大型ともに異常は確認されず、耐久性 能についても問題ないことを確認できた。

时时同步		耐圧・気密試験	弁座漏洩試験	室温	流量	Heリーク検査(	Pa∙m3∕sec)	
用用回数	供試品No.	(1. 5)1. 1MPa	1. 1MPa	流量	Cv値			最小検出感度
			正庄·逆圧	L⁄min		外部	シート	(Pa∙m <sup>3</sup> ∕sec)
	1	GOOD	モレナシ	16.5	0.135	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	2	GOOD	モレナシ	12.4	0.101	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
耐久試験前	3	GOOD	モレナシ	12.1	0.099	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
確認	4	GOOD	モレナシ	14.7	0.120	最小検出感度以下	最小検出感度以下	$5.0 \times 10^{-12}$
	5	GOOD	モレナシ	12.9	0.105	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	6	GOOD	モレナシ	15.1	0.123	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	1	GOOD	モレナシ	16.2	0.132	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	2	GOOD	モレナシ	15.2	0.124	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
100万回	3	GOOD	モレナシ	12.2	0.100	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
開閉後	4	GOOD	モレナシ	14.4	0.118	最小検出感度以下	最小検出感度以下	5.0x10 <sup>-12</sup>
	5	GOOD	モレナシ	12.7	0.104	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	6	GOOD	モレナシ	14.9	0.122	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	1	GOOD	モレナシ	16.6	0.135	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	2	GOOD	モレナシ	15.3	0.125	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
400万回	3	GOOD	モレナシ	12.5	0.102	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
開閉後	4	GOOD	モレナシ	14.8	0.121	最小検出感度以下	最小検出感度以下	5.0x10 <sup>-12</sup>
	5	GOOD	モレナシ	13.3	0.109	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	6	GOOD	モレナシ	15.2	0.124	最小検出感度以下	最小検出感度以下	

表2-4-1:新型 ECV(小型) 耐久試験結果

表2-4-2:新型 ECV(大型) 耐久試験結果

		耐圧·気密試験	弁座漏洩試験	室温	流量	Heリーク検査(	Pa∙m3∕sec)	
用闭凹数	供試品No.	(1.5)1.1MPa	1. 1MPa	流量	Cv值			最小検出感度
			正圧・逆圧	L⁄min		外部	シート	(Pa∙m³∕sec)
	101	GOOD	モレナシ	37.8	0.309	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	102	GOOD	モレナシ	38.9	0.317	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
耐久試験前	103	GOOD	モレナシ	37.8	0.309	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
確認	104	GOOD	モレナシ	38.7	0.316	最小検出感度以下	最小検出感度以下	5.0x10 <sup>-12</sup>
	105	GOOD	モレナシ	38.5	0.314	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	106	GOOD	モレナシ	38.5	0.314	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	101	GOOD	モレナシ	37.7	0.308	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	102	GOOD	モレナシ	38.8	0.317	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
100万回	103	GOOD	モレナシ	38.2	0.312	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
開閉後	104	GOOD	モレナシ	38.5	0.314	最小検出感度以下	最小検出感度以下	$5.0 \times 10^{-12}$
	105	GOOD	モレナシ	38.6	0.315	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	106	GOOD	モレナシ	38.2	0.312	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	101	GOOD	モレナシ	37.7	0.308	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	102	GOOD	モレナシ	38.6	0.315	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
400万回	103	GOOD	モレナシ	38.1	0.311	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
開閉後	104	GOOD	モレナシ	38.1	0.311	最小検出感度以下	最小検出感度以下	5.0x10 <sup>-12</sup>
	105	GOOD	モレナシ	38.6	0.315	最小検出感度以下	最小検出感度以下	
	106	GOOD	モレナシ	38.1	0.311	最小検出感度以下	最小検出感度以下	

## 2-4-2 高出カソレノイドの性能評価装置の製作 及び 評価

開発した高出カソレノイドの吸引力を定量的に評価するため、専用のソレノイド吸引力測定装置を 製作し、ソレノイドのストロークごとの吸引力測定を正確 且つ 高速に測定した。(試作ロットごとのソ レノイドの吸引力のばらつき幅を定量化する。)

図2-4-1に、製作したソレノイド吸引力測定装置の写真(制御ボックス前面 及び 機械装置側 面)を示す。



図2-4-1:ソレノイド吸引力測定装置 写真

ソレノイドの実測に際しては、事前に装置の動作確認を行い、目標である最大測定値 1000N(最小分解 能 1N)を測定可能であることを確認した。

図2-4-2に小型ソレノイド、大型ソレノイドの吸引力特性の測定結果を示す。ソレノイド吸引力の個体差バラツキを確認するため、小型ソレノイド、大型ソレノイドともに各3台にて吸引力を測定した。

小型ソレノイドの吸引力は、供試品 3 台ともに、目標であるギャップ 0.4mm 時に吸引力 200N 以上を確認できた。また、各供試品での吸引力のバラツキ幅は 20N 以下であった。

大型ソレノイドの吸引力についても、供試品3台ともに、目標であるギャップ0.8mm時に吸引力400N以上を確認できた。また、各供試品での吸引力のバラツキ幅は小型と同様、20N以下であった。



## 2-4-3 機械的特性測定装置の製作 及び 評価

ECV の高速開閉応答の性能を詳細に評価するため、専用のバルブ開閉速度の測定装置を製作した。本装置にて、電動バルブの繰り返し動作時の開閉応答時間の経時変化 及び バルブ動作時の 各機械部品の挙動を確認を行った。

図2-4-3に、製作した機械的特性測定装置の写真(制御ボックス前面、機械装置側面)を示す。

<u>制御ボックス前面</u>

機械装置側面



図2-4-3:機械的特性測定装置 写真

上記装置を用いて、試作した新型 ECV の応答特性を確認した。同一の個体にてバルブ開閉動作を 5 回繰り返し実施した。図2-4-4 及び 図2-4-5では、バルブ開閉の ON/OFF 信号をトリガとして各 繰り返し測定結果を示している。各測定結果が 1msec 以内で重なりあっていることから良好な再現性を示 していることを確認した。立ち上がり 及び 立下り応答時間は、小型が 5msec 以下、大型が 10msec 以下 であり、それぞれ目標値を達成していることを確認した。



### 2-5 ⑤模擬配管系の製作

MOCVD 装置用のガス供給システムに用いられるラン/ベント方式のガス切替を実施し、ガス切替時における配管内のガスの挙動を評価するため、模擬配管系を設計・製作した。

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2-5-1に示す。

本配管系は、MOCVD装置のガス供給系で用いられるラン/ベント配管を模擬しており、プロセスチャンバを模擬した真空チャンバに直結するプロセスラインと、真空チャンバをバイパスして直接排ガスライン に接続するベントラインとを有している。また、複数種の原料ガスの供給を模擬した原料供給ライン(ガスA ライン~ガスCライン)が、それぞれガス切替バルブを介してプロセスラインとベントラインとに接続され ている。ガス切替バルブにより、原料供給ラインからのガス供給をベントライン側からプロセスライン側 に、又はプロセスライン側からベントライン側へ、所定のタイミングで切替えることが可能である。

ガス切替バルブの2次側には、真空チャンバへ供給するガス成分 及び 濃度をリアルタイムでモニ タを行うための四重極ガス質量分析計(以下 Qmass)を取り付けている。真空チャンバ直近のプロセス ラインから図2-5-2のサンプリングバルブを介して Qmass にガスを取り込むことで、プロセスガスの 濃度をモニタすることが可能である。



図2-5-1:模擬配管系 概念図

サンプリングバルブはダイレクトダイヤフラム構造の流量調整バルブであり、Qmass に取り込むガス 流量は、バルブの開度によりコントロールできる。このサンプリングポートは直接真空系と繋がっている

ため、測定系のデッドボリューム は 0.000785cc と非常に小さく、ほ ぼリアルタイムで正確なガス濃度 を Qmass で測定できる。



図2-5-2:サンプリングバルブ構造

2-6 ⑥ラン/ベント方式によるガス切替評価

実施項目⑤で製作した模擬配管系により、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)と新技術(ガス切替バルブに「新型 ECV」を使用した新しいガス供給系)とのガス切替速度の比較評価を行った。図2-6-1に、ガス切替速度の比較評価条件を示す。

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 N2 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、N2 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 N2 ガスを供給する。

Qmass の設定は、Ar ガスのイオン電流値を検出するため Mass ナンバーを「40」に設定し、プロセスライン中の Ar ガス濃度をモニタするようにした。

条件 1 から条件 2 への切替にて、VB1・VC2 を開→閉へ、VB2・VC1 を閉から開へと、同時のタイミング で切替の操作信号を入力する。逆に、条件 2 から条件 1 への切替は、VB2・VC1 を開→閉へ、VB1・VC2 を閉→開へと切り替える。条件1から条件2への切替(又はその逆)は、MOCVD の実プロセスにおけるラ ン/ベント方式のガス切替を想定しており、ガス切替時のガスの流れを確認するための条件である。



図2-6-1:ガス切替評価条件

ガス切替バルブに AOV を用いた場合について、ガス切替時の Ar ガス濃度の測定結果を図2-6-2~ 図2-6-4に示す。

操作圧 及び チューブ長さと Ar ガス濃度の応答時間との関係は、AOV の機械的な開閉応答時間と傾向が一致していることから、Qmass によるガス濃度モニタシステムがリアルタイム 且つ 正確にガス濃度 を検出していることが分かった。

以上のことから、ガス切替バルブに AOV を用いた場合、急峻なガス切替を行うことが極めて困難であり、 その要因が、開閉応答時間が操作圧 及び チューブ長さにより変化することが、ガス濃度のプロファイリ ングから確認できた。



図2-6-2:AOV 使用時におけるガス切替評価結果③(AOV チューブ長さ:1m)



図2-6-3:AOV 使用時におけるガス切替評価結果③(AOV チューブ長さ:3m)



図2-6-4:AOV 使用時におけるガス切替評価結果③(AOV チューブ長さ:5m)

次に、ガス切替バルブを AOV から新型 ECV に置き換え、ガス切替時の Ar ガス濃度を測定した結果を 図2-6-5に示す。

条件1から2への切替(バルブ閉から開への切替)と、条件2から1への切替(バルブ開から閉への切 替)の測定結果から、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 立下り応答時 間が 10msec 以下であることを確認できた。

以上のことから、ガス切替バルブに新型 ECV を用いた場合は、バルブの操作信号とほぼ同時にバルブの開閉動作が行われ、急峻なガス切替が可能であることを実証した。



図2-6-5:新型 ECV 使用時におけるガス切替評価結果

## 2-7 ⑦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)によるプロセス試験 2-7-1 概要

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)によるプロセス試験を行うために、評価用の InGaN/GaN 多層構造を作製し、主に構造の評価を実施した。

#### 2-7-2 評価用試料の構造

青色 LED の発光層となる InGaN/GaN 構造について、SIMS 測定、X 線分析(反射率測定、回折測定)、 TEM 観察による評価を実施しやすい図 2-7-1 に示す InGaN/GaN 多層膜構造を検討した。サファイア基板 上に低温 GaN 緩衝層を成長した後、成長層の結晶性を向上させるために(a)の GaN 緩衝層を3 µm とし た。次に、(b) SIMS 測定によって In のピークトップを観察するために InGaN を 10 nm とした。(c)と(e)の GaN バリア層は、インジウム原料である TMIn ラインのバルブを閉じた後に残るインジウム組成のテール 部分を評価できるように 25 nm とした。(d)の InGaN 井戸層は、InGaN/GaN LED の量子井戸と同じ厚さと することによって、LED 構造中に作製される InGaN/GaN 多重量子井戸における InGaN/GaN の界面の急 峻性や、InGaN 井戸層の結晶状態を断面 TEM 観察するために設けた。(f)の InGaN 層は、X 線分析によっ て InGaN 層の結晶状態を評価するために設けた。

#### 2-7-3 InGaN/GaN 多層構造の作製

従来技術の AOV を用いて図 2-7-1 で示した構造を MOCVD 装置により作製した。InGaN/GaN 多層構造 の作製では、Ga 原料である TMGa を RUN 側に流した状態で TMIn を VENT ラインに流すバルブを閉じ、 それと同時に RUN ラインに流すバルブを開けることによって、InGaN 層の成長を開始した。GaN 層の成長 に移る際には、TMIn を RUN ラインに流すバルブを閉じ、それと同時に VENT ラインに流すバルブを開ける ことによって行った。TMIn を RUN/VENT で切り替えることによって生じる RUN/VENT ラインそれぞれの流 量変化を補償するために、ダミーラインの RUN/VENT の切り替えを、TMIn の切り替えと同時に行った。



図 2-7-1: 構造評価用 InGaN/GaN 多層構造



図 2-7-2:構造評価用 InGaN/GaN 多層膜構造表面の断面 TEM 像(従来技術の AOV による成長)。

## 2-7-4 断面 TEM 観察による評価

従来技術のAOVを用いて作製した図2-7-1の構造評価用InGaN/GaN多層膜の断面TEM像を図2-7-2 に示す。厚いInGaN層((b),(f))とGaNとの界面は、急峻であることがわかる。また、中央の(d) InGaN層に おいては、上下の界面がやや不明瞭であり、比較的急峻でない界面が形成されていることがわかる。

## 2-7-5 X線分析による評価

X線分析をX線反射率測定(図 2-7-3)とロッキングカーブ測定(図 2-7-4)により行った。X線反射率測 定では、重畳する振動の振幅と数からラフネスがわかり、広い範囲で振幅が観察されていることから、マ クロスケールで界面が良好であることがわかる。また、ロッキングカーブ測定では、急峻な界面を仮定して 膜厚と In 組成のみをパラメータとしたフィッティング結果とよく合っていることがわかる。これらのフィッティ ング結果から得られた膜厚、組成、ラフネスは、次節の表 2-8-1 に新型 ECVを用いて作製した試料と比較 して示す。



# 2-8 ⑧新技術(ガス切替バルブに「新型 ECV」を使用した新しいガス供給系)によるプロセス試験 2-8-1 概要

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)によるプロセスと、新技術(ガス切 替バルブに「新型 ECV」を使用した新しいガス供給系)によるプロセスによりInGaN/GaN 多層構造を作 製し、In 組成、膜厚、ヘテロ界面の組成急峻性、実デバイスに近い構造での特性評価を実施した。

## 2-8-2 新型 ECV バルブの設置

ガス切替バルブに新型 ECV を使用したプロセス試験を行うための原料供給ラインは、従来型の AOV ラインと並列に接続される配管を新設した。InGaN/GaN 多層構造を作製する際に、4 つのバルブ (①TMIn RUN、②TMIn VENT、③DUMMY RUN、④DUMMY VENT)が連動して動作する。そのため、こ れら4つのバルブすべてに新型 ECV を用い、その効果を調べた。図 2-8-1 に新設した新型 ECV の取 付前後の写真を示す。

## 2-8-3 断面 TEM 観察による評価

従来技術の AOV と新型 ECV を用いて作製した図 2-7-1 の構造評価用 InGaN/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



新型 ECV 新設前 新型 ECV 新設後 図 2-8-1:新設した新型 ECV の取付前後の写真



## 従来型 AOV により作製

新型 ECV により作製

図 2−8−2: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 2-8-3:構造評価用 InGaN/GaN 多層構造(下側の InGaN)の高倍率断面 TEM 観察

央の InGaN 層付近の高倍率で観察した断面 TEM 像を図 2-8-2 に比較して示す。従来技術の AOV にて 作製した試料では、図 2-8-2 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 2-8-3 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。

## 2-8-4 X線分析による評価

X線反射率測定とロッキングカーブ測定のフィッティング結果から得られた膜厚、In組成、界面ラフネスを、 表 2-8-1 に示す。新型 ECV を用いて作製した InGaN/GaN 多層構造は、断面 TEM 観察結果と同様に、界 面ラフネスが低く抑えられていることが分かった。このことから、同じ成長シーケンスでも、新型 ECV を使う ことにより、界面平坦性のより高い構造を作製できることが示された。

N.		従来型 AOV	_	新型 ECV			
膜構成	膜厚 (nm)	In 組成	ラフネス (nm)	膜厚 (nm)	In 組成	ラフネス (nm)	
表面層	0.83	-	0.44	0.83	_	0.38	
(f) InGaN	7.83	0.89	1.4	8.71	0.88	1.1	
(e) GaN	20.4	-	0.47	22.7	-	0.62	
(d) InGaN	2.04	0.90	0.63	2.20	0.88	0.59	
(c) GaN	20.2	-	1.2	22.4	-	0.87	
(b) InGaN	7.87	0.90	1.0	8.54 0.89		0.81	
(a) GaN	_	_	1.1	_	_	0.75	

**表 2-8-1**: 従来技術の AOV 及び新型 ECV を用いて作製した InGaN/GaN 多層構造の X 線 分析から得られた構造パラメータ



図 2-8-4: 青色 LED の試料構造発光スペクトル

## 2-8-5 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 2-8-4 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。

#### 第3章 全体総括

#### 3-1 研究開発の成果

本研究開発では、MOCVD 装置において最適となる電子式作動バルブ(新型 ECV)の製品化を目指 した。平成23年度~25年度の取り組み 及び 成果としては、下記の通りである。

#### ①高出カソレノイドの研究開発

ソレノイドの材質として、コバルトを含んだ高磁束密度の金属により、電気二重層キャパシタでの低電 圧で瞬間的な大電流の駆動に適した小型で高出力のソレノイドを開発した。

#### ②電気制御基板の研究開発

電気制御回路に CPU を搭載し、プログラミングによる演算による電気二重層キャパシタへの充電電 圧の制御、大電流の瞬間的な駆動を小型形状で実現した。

#### ③機械加工部品の製作

高出カソレノイドと電気制御基板をバルブの上部に一体型で最適に組み込むための設計をして、電 気部品のケースについては、スリット構造として、放熱出来る構造で製作した。

#### ④高出カソレノイド及び、新型 ECV の性能評価

高出カソレノイド単体の性能を評価するため、専用の性能評価装置と新型 ECV の機械特性を評価するための専用の機械特性評価装置を設計、製作した。

#### ⑤模擬配管系の製作

MOCVD 装置用のガス供給システムにおけるラン/ベント方式のガス切替を実施するための模擬配 管系を設計し、製作を完了した。

#### ⑥ラン/ベント方式によるガス切替評価

上記⑤で製作した模擬配管系により、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)と新技術(ガス切替バルブに「新型 ECV」を使用した新しいガス供給系)とのガス切替速度の比較評価を実施。AOV と新型 ECV との性能比較の定量化を完了した。

⑦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)によるプロセス試験

国立大学法人大阪大学において、MOCVD 装置を用いた実機による評価を目的にガス濃度モニタを 設置し、従来技術の制御性能を確認すべく、インジウム原料の濃度を測定可能とした。

また、LED 等の研究開発に用いられている MOCVD 装置にて、従来技術により薄膜形成プロセスを実施。MOCVD 装置にて、従来技術により発光ダイオード構造 及び 構造特性確認用の試料を作製するとともに、上記試料の発光特性 及び 構造特性の確認を完了した。

⑧新技術(ガス切替バルブに「新型 ECV」を使用した新しいガス供給系)によるプロセス試験 MOCVD 装置の既設ガス切替用 AOV と並列に「新型 ECV」用の配管を新設し、AVO と新型 ECV の

どちらでもプロセス性能評価できるように切替用バルブを追加・動作確認を行った。

また、「新型 ECV」によるガス切替のプロセスを実施し、「AOV」によるガス切替のプロセス

で作製した各種試料の基準データとの比較を行った結果、新技術の実用上の優位性を実証できた。

⑨プロジェクトの管理・運営(一般財団法人金属系材料研究開発センター)
PL、SL、また各関係者と連絡を密に行い、定期的に委員会を招集して進捗と課題について確認を行うなど、プロジェクト全体の計画的な管理・運営を行った。

#### 3-2 研究開発後の課題・事業化展開について

開発成果品は、既存のラン/ベント方式のユーザである MOCVD 装置メーカ様に単体出荷を行い、装置のエンドユーザ様向けには、従来方式からの置き換え需要を狙っていく。特に、今回、阪大で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。

また、将来の事業展開の柱として、今回開発する MOCVD 装置のラン/ベント方式の更なる改良にとどまらず、 その上流側に存在する液体材料の気化系に、㈱フジキンのコア技術である「自動圧力制御技術」や「圧力制御 式流量コントロール技術」などを活用することにより、システム全体の安定性、再現性、信頼性の大幅な向上を 目指す。そこで追加研究開発された成果は、フジキンのソリューションの一環として、化合物半導体製造装置 メーカに提案、販売していく予定である。