## 平成 27 年度

# 革新的ものづくり産業創出連携促進事業 戦略的基盤技術高度化支援事業

「次世代半導体 InGaN 用高密度ラジカルソースの開発」

# 研究開発成果等報告書概要版

# 平成28年3月

委託者 中部経済産業局 委託先 公益財団法人科学技術交流財団

第1章 研究開発の概要	1
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標	5
1)研究の背景・目的	5
2)研究開発の内容及び目標	6
( i ) 高密度ラジカルソースの重要性	
(ii) 高密度ラジカルを生成するための物理過程	
(ⅲ) ICP及びCCP複合プラズマの有用性	
(iv)実用型大口径高密度ラジカルソース装置の設計	
(∨)新設計高密度ラジカルソース装置写真	
(vi)平成27年度実施内容、目標	
<ol> <li>最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製 –前年度からの継続</li> </ol>	_
② 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの実機での評価	
<ol> <li>③ 事業化の検討</li> </ol>	
④ プロジェクトの管理・運営	
(vii)実施結果	
1-2 研究体制	13
1 〕研究組織(全体)	13
2)管理体制	14
①事業管理機関	
②再委託先	
3)管理員及び研究員	15
4)経理担当者及び業務管理者の所属、氏名	16
5)協力者	16
1-3 成果概要	17
1)最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製 一前年度からの継続一	17
2)最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの実機での評価	17
3)事業化の検討	17

1-4 当該研究開発の連絡窓口

第2章 本論	20
(1) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製 一前年度からの継続一	20
1) 新設計高密度ラジカルソース装置の基本特性	20
(i)発光分光測定結果	
( ii )ラジカル密度のRF印加電力依存特性	
2)実用型装置への進化	21
(i) RF電力分配回路及びインピーダンス整合回路の改良	
(ii) RFインピーダンス整合状態の安定性評価	
(iii) CCP電極に印可するRF電力率によるラジカル密度の変動	
(iv)異なる電極間隔でのラジカル密度変動	
(∨)RF電極リード配管構造の改良	
3) 新設計高密度ラジカルソース装置の更なる特性評価	26
(i)励起状態(2D)窒素ラジカル密度測定	
(ii) ラジカル密度径方向分布	
(2)最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの実機での評価	26
1) 最終目標に対する開発結果整理	27
(i)装置	
(ii)薄膜成長	
2) 実機評価に向けた実用型ラジカルソースの特性整理	27
(i) ラジカル密度径方向分布	
(ii) RF電極リード配管構造の改良	
(ⅲ)電極間隔の最適化	
(3)事業化の検討	28
1) HDRSビジネスの事業化に向けた展開予測	28
(i)事業内容及び事業規模予測	

(i) HDRSによるMBE結晶成長速度の向上

2) HDRS潜在性能評価

29

( ii )InGaN 結晶の成長速度及び結晶性の向上	
(iii)GaN 量子細線の成長速度及び結晶性の向上	
3)まとめ及び今後の課題・事業化展開	33
(i)まとめ	
(ii)今後の課題・事業化展開	
(4)プロジェクトの管理・運営	34
最終章 全体総括	35
(1)平成 25 年度研究開発成果	35
1) RF電力のICP部及びCCP部への分配機能付与	35
( i )RF電力及びインピーダンス整合回路の開発	
(ii)RF電力及びインピーダンス整合回路機能の評価	
2) 複合プラズマの構造最適化	35
(i)ICP部の構造検討及び最適構造の設計	
(ii) CCP部の構造検討及び最適構造の設計	
(ⅲ)ICP部及びCCP部の配置最適化構造の設計	
(iv)ラジカルソースの試作	
(2)平成26年度研究開発成果	36
1)窒素ラジカル密度及び各種プラズマパラメーターの測定評価、	
特性の改善評価	36
(i)ラジカルソースRF点火試験	
(前)各部RF電極電圧の印可RF電力依存性	
(ⅲ)各部RF電極電流の印可RF電力依存性	
(iv)発光分光測定	
(v)ラジカル密度測定	
2) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの設計	43
3) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製	44
(i)RF電力及びインピーダンス整合装置RF回路の改造	
(ii) ICP電極接続可変容量に係るプラズマ特性	

4)事業化の検討

- (3) 平成 27 年度研究開発成果
  - 1) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製 –前年度からの継続– 44
    - (i)RFインピーダンス整合状態の安定性評価
    - (ii)CCP電極に印可するRF電力率によるラジカル密度の変動
    - (ⅲ)異なる電極間隔でのラジカル密度変動
    - (iv)RF電極リード配管構造の改良
    - (v)励起状態(2D)窒素ラジカル密度測定
    - (vi)ラジカル密度径方向分布
  - 2) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの実機での評価 49
    - (i) 最終目標に対する開発結果整理
      - ① 装置
      - ② 薄膜成長
    - (ii)実機評価に向けた実用型ラジカルソースの特性整理
      - ① ラジカル密度径方向分布
      - RF電極リード配管構造の改良
      - ③ 電極間隔の最適化
  - 3) 事業化の検討
    - (i)HDRSビジネスの事業化に向けた展開予測
      - ① 事業内容及び事業規模予測
    - (ii)HDRS潜在性能評価
      - ① HDRSによるMBE結晶成長速度の向上
      - ② InGaN 結晶の成長速度及び結晶性の向上
      - ③ GaN 量子細線の成長速度及び結晶性の向上
- (4) まとめ及び今後の課題・事業化展開

56

51

- 1)まとめ 56
- 2) 今後の課題・事業化展開56

第1章 研究開発の概要

Si半導体は要請デバイス性能を実現するに当たり物理的限界を迎えており、次世代半導体材料候補としてGaN(窒化ガリウム)が有力視さている。中でもInGaN(窒化インジウムガリウム)半導体においては電子移動度が非常に大きく(14,000cm2/Vs)、高エネルギー変換効率のパワーデバイス及び高速ロジック用半導体材料として期待されている。

この薄膜成長では In (インジウム) 材料が有している特有な物性(Ga(ガリウム)等 他のⅢ属金属材料に較べて低温で高い金属蒸気圧を有す)より、低温度での結晶成長(45 0~550℃) が必須となり、従来のMOCVD法(有機金属気相成長法)では対応できず、 MBE法(分子線エピタキシー法) が必要不可欠とされる。ところで、このMBE法におい てはその結晶成長速度、結晶性の向上等の点から、窒素ラジカルソースの性能が重要となる。 従来のラジカルソースでは十分なラジカル密度が得られず、MBE法に限界があった。

我々の研究開発チーム(NUシステム株式会社、NUエコ・エンジニアリング株式会社、 国立大学法人名古屋大学)では、プラズマ物性の基礎研究成果活用により窒素ラジカルソー スの高密度化を達成し、MOCVD法と同等の高速結晶成長をMBE法にて達成している。 しかしながら、更に低温成長が必須となるInGaN結晶成長では、窒素ラジカルソースの 高性能化が必要となる。この課題に対応するためには、高密度の窒素ラジカル生成が可能で、 かつ内部エネルギーの高い、励起、順安定状態の窒素ラジカル発生が望ましいと考えられる。



図1-1. 大口径高密度ラジカルソース開発のロードマップ。

このような技術開発背景のもと、高密度ラジカルソースの課題に取り組み、実用的な装置 としての開発を実施するプロセスを注意深く考察した。その開発過程としてのロードマップ を図解すると図1-1.のようになる。

このロードマップに示すようにプラズマ物理研究成果を活用し、ラジカルソースの高密度 化を図るためには、ICP(誘導結合プラズマ)及びCCP(容量結合プラズマ)を複合し たプラズマ構成にすることが基本となる。これにより窒素ラジカルソースの高密度化が図れ、 その製品化を行い、既存のMBE装置に導入し、MOCVD法と同程度の成長速度を良品質 な結晶状態で実現できるようになる。

具体的な取組内容としては、今までに我々の研究開発チームで開発、実現してきた高密度 窒素ラジカルソースにおいて、さらに高密度化等の高機能化を図るための技術的検討を加え た。その最初の課題として、プラズマ生成におけるそのメカニズムを実験的に精査してその 可能性を検討した。その結果、ICP部及びCCP部複合プラズマ構成に改良を加え、窒素 ラジカルソースの高密度化を図るための構造最適化を進めた。

このようにして、更なる高密度化そして In GaN結晶成長の際要求される内部エネル ギーの高い窒素ラジカルの生成を可能とする技術までにその構造及び動作状態の最適化を図 るには、以下に示すような課題に対応していく必要がある。

## [新技術を実現するための解決すべき研究課題]

- 課題①:ICP及びCCP複合構成に供給するRF電力の分配比率を系統的に変更できる 電力分配機能の開発。
- 課題②: 複合プラズマ部における I C P 及び C C P の 位置構成等プラズマ構造の 最適化及 び構造改良。

本研究開発プロジェクトではこの2課題に対応した技術開発を行い、このロードマップに 裏付された実用型高密度ラジカルソースを設計・試作した。次に、ラジカル密度の測定等プ ラズマ物理特性を明確にし、この研究開発の最終段階における実機(実用型MBE装置)搭 載による結晶成長性能評価を実施できるよう、更なるラジカルソースの改良等に努めた。

本プロジェクトの初年度(平成25年度)においては、この高密度化のメカニズムを更に 精査検証し、ラジカル高密度化及び励起状態窒素ラジカル生成を可能にする技術までにそ の構造及び動作状態の最適化を図った。具体的には、RF(高周波)電力のICP部及び CCP部への分配最適化及びプラズマソース内部におけるICP部及びCCP部のそれぞ れの最適化、配置の最適構成化等、これら検討結果を反映した設計を行い、RFパワー配 分を変動、最適化決定できる機能構造を有する新規ラジカルソースを試作した。

本プロジェクトの第二年度(平成26年度)においては、この試作機を試験評価して以下 の実験課題に対処した。

課題1:ICP部及びCCP部複合構成に供給するRF電力の分配比率最適化。

課題2: 複合プラズマ部における | CP部及びCCP部の位置構成等プラズマ

#### 構造の最適化。

これらの課題に対応して、試作高密度評価用ラジカルソースを活用してラジカル密度測定 等の評価実験を実施した。

これら2年間の試験研究結果を踏まえて、本プロジェクト第三年度(平成27年度)において、実機評価を可能にするラジカル装置の評価、改良を実施した。平成27年度の実施内 容を項目毎にまとめると次のようになる。

#### ①最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製

従来の設計及び試作機評価を踏まえて実用型ラジカルソース装置として、改良、進 化を図った。この他、実機評価に対処すべく、装置構成の材料及びその構造に改良を 加えた。特に安定動作を確実なものとするため、ICP、CCP電極用RF電力導入管 結合部構造を改良した。

②最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの実機での評価

実機搭載評価に対応する種々なる検討(信頼性向上に向け、各 RF 電極の配置及び固 定治具構造の改良、この他、上記の電極配管構造の改良等)を加えた。更には、各種評 価実験を行い、実機評価を可能とするための装置性能の改良、具現化に努めた。

この装置特性を有効に活用し、実機評価を万全とするため、MBE装置の主力メー カーとの共同評価実験体制を構築した。現在、先方との協議を重ね、計画を慎重に進め つつある。これにより本開発機の総合性能評価が可能となり、更に事業化の促進に寄与 するものと期待する。

③事業化の検討

開発した実用型ラジカルソース装置の特性を生かした実機性能評価、特性開発を行う環境構築を図った。これと並行して、今回開発のラジカルソースの事業化に向けた特性評価、そ

の向上を図った。

これらの総合性能評価において事業化に十分な性能が認められれば、早急な事業展開が可 能となると期待される。しかしながら、実用化性能に不十分な点が認められた場合には非常 な足かせとなる。この観点から事前に技術的要因を検討し必要となれば改良を施しておく必 要がある。今回は装置信頼性において問題となったRF電力供給用配管系の構造改良を図り、 その信頼性向上に大きく寄与する技術的改良を加えることができた。

更に事業を大きく進展させるためには、MBE以外の用途も開発する必要がある。この横 展開を可能にするためにはさらに突っ込んだラジカルソースの特性把握が重要である。今回 は原料窒素ガス供給量の増大における挙動を調べた。通常MBE装置で使われる流量(6~ 8sccm)より高流量(20sccm)においても高密度化が達成できることを確認している。 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1)研究の背景・目的

[特定ものづくり基盤技術の種類] 主たる技術:真空(従たる技術:溶射・蒸着)

[川下製造業者等の課題・ニーズ] エ. 生産装置の最適化

現在、MBE(分子線エピタキシー)等の高度な真空技術を活用し、先進的な半導体デバイ イスを製造、生産する川下製造業者等では、技術革新が進み、多ような用途の半導体デバイ スが開発され、小型化、軽量化、省電力化等の多機能化が進んでいる。新規半導体材料を扱 う川下製造業者等では、さらに高性能な半導体材料が要望され、従来では使用されていな かったInGaN(窒化インジウムガリウム)等の新規半導体材料を扱う必要性が生じてい る。さらに、InGaN新規半導体に対応した新しい製造プロセスに対処すべく生産装置の 最適化が求められている。

GaN(窒化ガリウム)系半導体の薄膜成長は従来、MOCVD(有機金属気相成長)法 が用いられていた。しかし、InGaNの薄膜成長は低温成長(450~550℃)が望ま れ、MOCVD法に代わる製法としての窒素ラジカルソースを用いたMBE法が注目されて いる。MBE法では、成長過程をその場観察し、原子層レベルで成長過程を観察・制御でき るため、MOCVD法よりも高性能の薄膜結晶成長ができる。しかし、従来は窒素ラジカル ソースで得られるラジカル密度に限界があり、GaNの成長速度が遅いという事業化に際し て課題があった。

このような背景を受けて、[高度化指針に定める高度化目標]としては以下の2項目に向けて展開を図る。

ア. 顧客ニーズに対応した応用プロセスの実現

工.生産装置の最適化に向けた技術の向上

今回開発する高度進化した高密度ラジカルソースの実現により、生産性の改善、生産装置の最適化等が可能となり、かつ顧客ニーズに対応した応用プロセスの実現、生産性の改善に向けた技術の向上が図られる。

これらの高度化目標を達成するためには、まず、顧客ニーズとしてMBE用ラジカル ソースの高密度化、これによる実用的 InGaN結晶成長装置事業の拡張展開を図る必要が ある。これは取りも直さず、新規半導体材料生産装置の最適化、その先には環境負荷低減に 向けた技術の向上に繋がる。

 $\mathbf{5}$ 

- 2)研究開発の内容及び目標
- (i) 高密度ラジカルソースの重要性

実用的 I n G a N 結晶成長装置事業の拡張展開を視野に入れるためには、MBE 結晶成長 の高性能化が必要不可欠となる。移動度が大きく将来の電子デバイス材料として有望視され ている高比率に I n Nを含む I n G a N 結晶を良質にエピタキシャル結晶成長させるために は、高密度の N ラジカルを供給できる分子線源(ラジカルソース)の実現及びその実用化 が大口径でなされることが必要である。その状況を図1-2.及び図1-3.に示す。



図1-2. 分子線エピタキシャル結晶成長(MBE)技術と高密度ラジカルソースの関係。



図1-3. 分子線エピタキシャル結晶成長(MBE)における結晶成長過程。

図1-2. に示すMBEでは、結晶構成元素を要素元素毎に原子状態にして結晶表面へ供給する。構成元素の内Ⅲ属元素であるGa、In等はPBNルツボ内に材料を入れ、高温に加熱して原子蒸気を発生させて供給する。これに対して、V属元素である窒素原子は、プラズマ生成源を使用して窒素ガス内における窒素分子の励起・解離を通し、窒素原子を生成し供給源とする。

他方、結晶成長速度に関して考察すると、図1-3. に示すようにその成長速度は、上記 にて得られるⅢ族及びV属元素の供給量により決まってくることが分かる。高速成長を得る ためには、それぞれの供給フラックス量を多くする必要がある。Ⅲ属元素はその供給用ルツ ボの加熱温度を高くすれば達成される。これに対して、V属(窒素)元素に関しては、プラ ズマセルのプラズマの状態を改良し、その中での窒素分子解離度合いを高める必要がある。 このためには、プラズマの特性をより深く理解してプラズマ構造の改良が必要不可欠となる。

(ii) 高密度ラジカルを生成するための物理過程

このMBEにて使用するラジカルソースの高密度化を図る上でラジカル生成部であるプラ ズマ内部にてどのような窒素ラジカル生成に係る物理プロセスが存在しているかを考えてみ る。ラジカル生成部であるプラズマ内部において、通常の状態(大気圧、常温)にて分子状 態が一番安定である窒素は図1-4.の状態図にて示すエネルギー最低の状態にある。この 状態の窒素分子には分子の励起エネルギー表(図中左のテーブル)に示す種々の励起状態が 存在する。この窒素分子中に外部からICP電極あるいはCCP電極を経由してRF(高周 波:13.56MHz等)電力を印可するとプラズマが形成される。このプラズマ中にはR F電力印可により生成される高エネルギー状態の電子が存在することとなる。そのうち10 eV以上の高いエネルギーをもった電子により窒素分子は電子衝突励起され、解離状態へと 進展する分子エネルギー順位へと励起遷移する。この過程が効率よく発生することが高密度 の窒素原子ラジカルを発生させるためには必要となる。

7



図1-4. 高密度ラジカルソースに要求されるプラズマ特性。

(ⅲ)ICP及びCCP複合プラズマの有用性

上記のような窒素分子からの分解プロセス(窒素ラジカル生成過程)を効率よく行うため にはプラズマ中に存在する高エネルギーを有する電子の量を高めておく必要がある。通常、 MBE装置内でプラズマを形成する際にはICPがプラズマ源として採用されている。しか しながら、ICPプラズマには図1-5.で示すような特徴があり、プラズマ密度(電子の 量)はある程度高く生成されるが、その平均エネルギーは若干低い。このICPプラズマ内 に存在する電子のエネルギー分布は図中左下の挿絵図のようになる。

これに対して、CCPプラズマは若干高い圧力領域を得意とし、かつ、高エネルギー成分 を含んだ電子エネルギー分布となる。これら2つのプラズマの特徴を引き出して窒素分子の 高分解能を実現できないかとの考えから発案されたのがICP、CCP複合プラズマである。 この形態のプラズマにおいてはトータルとしての電子密度も高くでき、かつ高エネルギーを 有する電子成分を高めることもできる。現在までに小型のラジカルソース源にてその効果は +分認められている。この考え方を用いて大型化ができないかとの期待の下に本プロジェク トでは設計、試作がなされた。



図1-5. ICP&CCP複合プラズマ構成。

(iv)実用型大口径高密度ラジカルソース装置の設計

我々研究開発チームでは、この複合プラズマ構造を用いて窒素ラジカルソースの高密度化 を達成しており、高品質及び高速結晶成長が得られるMBE法の可能性を実証しつつある。 今回の研究開発における装置性能向上に向けた技術的課題としては、RF電力の最適分配比 率の実現、複合プラズマにおけるプラズマ構造の最適化等が挙げられる。

(v) 新設計高密度ラジカルソース装置写真

今回試作された新設計高密度ラジカルソース装置がラジカル密度測定装置に接続された様 子を図1-6. に写真で示す。





図1-6.新設計高密度ラジカルソース装置写真(ラジカル密度測装置に接続)。

(vi) 平成27年度実施内容、目標

平成27年度における主たる事業項目における実施内容、目標及び実施結果を示す。 ①最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製 一前年度からの継続一 試作機にて実験評価したプラズマ特性の系統的変動を生かして、その可変動部分を 最適化する。この最適化に向けた実験結果を吟味評価し、実用型装置への進化を図る。

この他に実機評価に係る課題として、装置構成の材料に関する制約があり、それに 対応する。

これらを総合した目標は、「実用化評価装置への搭載を可能とする実用型装置の実現」となる。

②最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの実機での評価

事業化を目標とする実機搭載評価を実現する。今回開発の最終装置(最適化複合プ ラズマ実用型ラジカルソース)に更なる特性改善実験を行い、実機評価に向けたラジ カルソースの総合性能のさらなる向上を図る作業が重要となる。

その目標は、「量産型MBE装置搭載による総合性能の評価」とし、進捗を図った。

③事業化の検討

開発した実用型ラジカルソース装置を実機評価し、その事業化展開を開始する。これと 並行して、今回開発の複合型プラズマ構成からなるラジカル源の有用性を実証し、それに よる事業展開のイメージを明確にする。これらの結果を用いて総合評価し、事業化に十分 な性能が認められれば、早急な事業展開が可能となると期待される。

更に事業を大きく進展させるためには、MBE以外の用途も開発する必要がある。この 横展開を可能にするためにもさらに突っ込んだラジカルソースの特性把握は重要である。

その目標は、「実用型MBEにおける総合評価及び事業展開に向けた技術 基本情報の収集」である。

④プロジェクトの管理・運営

研究開発委員会を開催するなど研究体構成員相互の調整を図るほか、プロジェクトの進 捗管理、報告書の取りまとめなど、プロジェクトの運営・管理を行った。

上記委員会の開催や定期的な進捗状況の報告の他に、機械装置の検収等に合わせてプロ ジェクトメンバーと随時打ち合わせを行い、研究開発の進捗状況及び再委託費の執行状況 について確認するとともに、スケジュール管理及び経費の適切な執行についてアドバイス を行った。

11

#### (vii) 実施結果

以上の実施結果を最終設定目標に関して整理したものを下記表にまとめた。この中 で実機評価の段階に移るには装置性能の評価が十分であること及びその項目の中でも 装置作動状態の安定性が満足していることが重要である。今回の評価によると、装置 性能は実機評価に十分耐え得るものと判断できる。

		項目	現状	最終目標	開発結果
1		基底状態(2S)窒素ラジカル密度	10 <sup>11</sup> cm <sup>-3</sup>	10 <sup>12</sup> cm <sup>-3</sup> 以上	0
2	壮	励起状態(2D)窒素ラジカル密度	-	10 <sup>11</sup> cm <sup>-3</sup> 以上	0
3	盈置	ラジカル照射面積	200 <i>ф</i>	4000以上	0
4		均質性	10%	10% 以下	0
5		継続稼働時間	1 時間	1 時間以上	0
6		In <sub>1-x</sub> Ga <sub>x</sub> N結晶混晶比Xの低減	X=0. 8	X<0. 05	
7	薄膜成	In <sub>1-x</sub> Ga <sub>x</sub> N結晶成長速度	2. 5 <i>μ</i> m/時間	3µm/時間 以上	
8	長	膜厚均一性	±3%程度	±2%以下 (6インチ結晶基板)	

この中の目標項目を以下のように分類整理した。

[装置]

OICP、CCP混合プラズマ構成からなる新設計高密度ラジカルソース装置及びRF電 カ分配供給機能を有するRF回路を開発し、基底状態(2S)窒素ラジカル密度及び励 起状態(2D)窒素ラジカル密度測定等、上記目標項目の評価を行い、良好な結果を得 た。

○複合プラズマ部の最適化を図る等、実機評価に対応すべく実用型装置構造へ改良した。 [薄膜成長]

- 〇この項目に関しては、本研究開発事業の後半にて対応を考えるとし、今回開発実用型高 密度ラジカルソースの実機評価にむけた準備を種々検討し、実施した。
- ○最終的に、MBE専業メーカーとの共同評価実験を調整、整備し、進めることとして、 現在進捗中である。

## 1-2 研究体制

1)研究組織(全体)



## 2)管理体制

①事業管理機関

公益財団法人科学技術交流財団



## ②再委託先

NUシステム株式会社

取締役		技術開発部		経理課
-----	--	-------	--	-----

## NUエコ・エンジニアリング株式会社



## 国立大学法人名古屋大学



## 3) 管理員及び研究員

【事業管理機関】 公益財団法人科学技術交流財団

管理員

	氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
岩田	勇二	専務理事	4
進士	研三	事務局長	4
出口	和光	業務部長	4
田尻	耕治	副部長兼科学技術コーディネータ	4
佐藤	ス	副部長兼科学技術コーディネータ	4
小塚	義成	科学技術コーディネータ	4
那須	規宏	業務部中小企業課長	4

【再委託先】

研究員

## NUシステム株式会社

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
宮地 光彦	取締役・技術開発部	1, 2, 3
横井 智子	技術開発部・経理部	1, 2, 3

## NUエコ・エンジニアリング株式会社

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
加納浩之	代表取締役・技術開発部	1, 2, 3
岳平田 17紀	· 牧师用无部	$\cup$ $\checkmark$

国立大学法人名古屋大学

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
堀 勝	大学院工学研究科・教授	2
近藤 博基	大学院工学研究科・准教授	2
石川健治	大学院工学研究科・特任教授	2
小田修	大学院工学研究科・特任教授	2

#### 4) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(事業管理者)

公益財団法人科学技術交流財団

(経理担当者)	総務部総務課	齋藤	光生
(業務管理者)	業務部中小企業課	那須	規宏

(再委託先)

NUシステム株式会社

(経理担当者)	経理課	横井	智子
(業務管理者)	取締役·技術開発部	宮地	光彦

NUエコ・エンジニアリング株式会社

(経理担当者)	管理部経理係	加納	敦子
(業務管理者)	代表取締役·技術開発部	加納	浩之

国立大学法人名古屋大学

- (経理担当者) 工学部工学研究科 社会連携室 曽田 薫(業務管理者) 大学院工学研究科 電子情報システム工学専攻 堀 勝
- 5)協力者(アドバイザー)

伯東株式会社

電子機器事業部 営業一部 営業第一グループ 主任 佐橋 秀典

関西支店 電子機器営業部 営業グループ 課長代理待遇 垂水 通

次世代半導体の市場動向等を含め、新設計高密度ラジカルソース装置を販売してい くうえで、アドバイスをいただく。 1-3 成果概要

1) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製 –前年度からの継続–

複合プラズマの最適構造を、実用型ラジカルソースにおいて実現するため、装置の 作製、改良等継続実施した。また、実機評価に十分対応できるものとするため、装置 構成の材料及びその構造に各種検討を加えた。更に、安定動作を確実なものとするた め、ICP、CCP電極用RF電力導入管結合部に構造改良を加えた。これにより、 実機試験性能評価に対応できる装置に仕上がった。

2) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの実機での評価

事業化の基本特性評価を可能とする実機搭載による評価を実現するために種々なる検 討(具体的には、信頼性向上のための各RF電極の配置及び固定治具構造の改良、この 他、上記の電極配管構造の改良等)を加えた。更には、今回開発の最終装置(最適化複 合プラズマ実用型ラジカルソース)に対して特性改善に向け、各種評価実験を行い、実 機評価を可能とするための装置性能の改良、具現化に努めた。

この装置特性を有効活用し、万全の実機評価を可能とするため、量産型MBE装置の 主力メーカーとの共同評価実験体制を構築した。現在、万端の準備を整えて計画を慎重 に進めつつある。これにより本開発機の総合性能評価が可能となり、更に事業化の促進 に寄与するものと期待する。

3)事業化の検討

次に、開発した実用型ラジカルソース装置の特性を生かし、高い量産性特性を有する実機 での性能評価、特性開発を図っていくための環境構築に努めた。これと並行して、今回開発 のラジカルソースの更なる性能向上、信頼性向上など実用化に向けた特性評価、その向上を 図った。

これら実機評価と並行し、今回開発の複合プラズマ型ラジカルソースの有用性に係るM BE結晶成長実験結果(R&D型ラジカルソース)を集約し、その事業化展開への有効 性を検証した。

更に事業を大きく進展させるためには、MBE以外の用途も開発する必要がある。この横 展開を可能にするためにはさらに突っ込んだラジカルソースの特性把握が重要である。今回 は原料窒素ガス供給量の増大における挙動を調べた。通常 MBE 装置で使われる流量(6~ 8sccm)より高流量(20sccm)においても高密度化が達成できることを確認している。

# 1-4 当該研究開発の連絡窓口

【事業管理機関】

事業管理機関 (機関名)	連絡先
公益財団法人	①所在地
科学技術交流財団	<b>〒</b> 470-0356
	愛知県豊田市八草町秋合1267番1
	②連絡先担当者氏名 那須 規宏
	③電話番号 0561-76-8326
	④FAX番号 0561-21-1651
	⑤E-mail nasu@astf.or.jp

## 【研究実施機関】

研究実施機関 (機関名)	連絡先		
NUシステム株式会社	①所在地		
	<b>〒</b> 465-0005		
	愛知県名古屋市名東区香流一丁目415番地		
	②連絡先担当者氏名 宮地 光彦		
	③電話番号 052-771-4441		
	④FAX番号 052-771-4442		
	⑤E-mail miyachi@nu-system.co.jp		
NUエコ・エンジニア	①所在地		
リング株式会社	<b>〒</b> 470-0232		
	愛知県みよし市黒笹いずみ二丁目3番地8		
	②連絡先担当者氏名 加納浩之		
	③電話番号 0561-36-0390		
	④FAX番号 0561-36-0390		
	5E-mail nu-eco@hm7.aitai.ne.jp		
国立大学法人	①所在地		
名古屋大学	<b>〒</b> 464-8601		
	愛知県名古屋市千種区不老町		
	②連絡先担当者氏名 堀 勝		
	③電話番号 052-789-4420		
	④FAX番号 052-789-3462		
	5E-mail hori@nuee.nagoya-u.ac.jp		

第2章 本論

(1)最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製 一前年度からの継続一 従来の設計及び試作機評価を踏まえて実用型ラジカルソース装置作製を継続実施し た。この他に実機評価に十分対応できるものとするため、装置構成の材料及びその構 造に各種検討を加えた。以下にその詳しい内容を述べる。

1)新設計高密度ラジカルソース装置の基本特性

(i) 発光分光測定結果



図2-1. 典型的条件における発光分光特性。

図2-1. に典型的条件のプラズマからの発光分光測定結果を示す。この発光スペク トルから窒素分子、その励起状態及び窒素原子からの発光が認められるが、窒素以外の不純 物由来の発光は認められない。ラジカルソース装置の大気解放後の取り付け時には、水素、 酸素などの不純物由来の発光が認められる。今回の発光スペクトルにおいてはこのような発 光は認められず、装置自体が非常に良好な真空状態を満たしていることを示している結果と 考える。 (ii)ラジカル密度のRF印加電力依存特性

図2-2. にラジカル密度測定結果を示す。ここでは基底状態の窒素原子ラジカル の密度を真空紫外光吸収分光法にて測定した。その測定密度は各種のプラズマ生成パ ラメーターに依存していることが分かる。密度測定値が高くなるパラメーターとして は、投入RF電力の他に今回導入した電力分配機能にある。ICP電極に比してCC P電極への投入電力比率を大きくすることにより、ラジカル密度の増大が認められる ようである。



図2-2. ラジカル密度のRF電力依存性特性。

2) 実用型装置への進化

(i)RF電力分配回路及びインピーダンス整合回路の改良

今回改良・開発した新設計高密度ラジカルソース装置においては、RF印可電力は電力分配回路及びインピーダンス整合回路を含むRF回路を通してラジカルソース部に供給配電される。ここでは、ラジカル密度等各種プラズマパラメーターの測定結果を評価・分析し、実用型装置としての改良・変更を実施した。

特に重要な点は、CCP電極及びICP電極に印可するRF電力の供給条件である。 RF電力印可時においてラジカルソースが安定して作動するためにはRF電力供給時に おける電源とのインピーダンスの整合が取れることが重要となる。そのために挿入する 容量に可変機能を持たせたものに変更した。更には、CCP電極へのRF電力分配用の 可変容量範囲の拡大を図って、制御機能の最適化を再検討した。

#### (ii)RFインピーダンス整合状態の安定性評価

CCP電極へのRF電力分配機能を有する可変容量を大きく変えて電力分配率を変動 させた時のプラズマの安定性を測定評価した。ここでは、RFインピーダンス整合回 路の可変容量成分(LOAD の割合)を変動させてプラズマの安定状態に外部から変動 を加えた時に、2個のCCP電極及びICP電極に印可される電圧、電流成分をモニ ター測定した。その結果を図2-3~8. に示す。この結果から分かるように、プラ ズマの状態は非常に安定しており、今回のRF電力分配領域ではこの新設計高密度ラジ カルソース装置は安定的に動作するものと考えられる。



図2-3. VC3=2000pF, VC4=500pF, 窒素流量:6sccm。





図2-5. VC3=2000pF, VC4=500pF, 窒素流量:10sccm。

23



図2-6. VC3=500pF, VC4=500pF, 窒素流量:10sccm。



図2-7. VC3=1000pF, VC4=1000pF, 窒素流量:6sccm。



図2-8. VC3=1000pF, VC4=1000pF, 窒素流量:10sccm。

(iii) CCP電極に印可するRF電力率によるラジカル密度の変動

CCP電極に印可するRF電力の供給条件を変えた際のラジカル密度がどのように 変動するかは非常に興味のあるところである。今回は、RF電力分配用の可変容量範 囲の拡大を図って、制御機能の最適化を検討した。その結果、最適条件が存在するこ とが判明した。

(iv)異なる電極間隔でのラジカル密度変動

この新設計高密度ラジカルソース装置のラジカル密度測定評価を重ねる中で、この装置においてラジカル密度を決める構造要素として各RF電極の間隔が非常に重要となることが判明した。この電極間隔には最適値が存在していることが判明した。

(
∨)
RF電極リード配管構造の改良

電極構造の信頼性を高めるために、その電極リード用配管構造を改良した。この配管構造は、各電極にRF電力を供給すると同時に配管内に冷却水を巡回させて電極部の冷却を

行う機能を有し、ラジカルソース装置においては非常に重要な構造部分である。この変更 により、配管接続構造の信頼性が向上し、使用時における構造の脆弱性及びそれにより発 生する真空リーク等の重大なトラブルを回避できる。

3) 新設計高密度ラジカルソース装置の更なる特性評価

(i)励起状態(2D)窒素ラジカル密度測定

励起状態にあるラジカル密度には異なる真空紫外光(測定波長 150nm)を使用する必要があり、その調整を行った後に密度測定を実施した。その結果、この励起状態ラジカル密度に対応する測定された光吸収率を得ることができた。この光吸収率とラジカル密度の関係を導出したが、これは基底状態のラジカル密度の同等の特性曲線に比べて吸収率が小さくなっている。このために、測定感度が低くなり、今回の測定領域においては測定データの信頼度確保が難しい領域となっている。しかしながら、測定結果からその密度は、目標値(10<sup>11</sup> cm<sup>-3</sup>)以上の値が得られているものと判断できた。

(
ii )ラジカル密度径方向分布

基底状態ラジカル密度の径方向分布を測定した。その測定位置はラジカル源開口部(HD RSオリフィス)から330mm であった。このラジカルを活用してMBE結晶成長を行 う位置は、更に開口部から離れた位置(720mm)にある。そこで、その均一性評価はこ の720mmnの位置にて行うこととした。窒素原子の直進性を考慮して評価した結果、 10%の変動内に入る均一性は、半径200mm(直径400mm)以上あるものと判断でき た。

(2) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの実機での評価

事業化の基本特性評価を可能とする実機搭載による評価を実現するために種々なる検 討(具体的には、信頼性向上のための各 RF 電極の配置及び固定治具構造の改良、この 他、上記の電極配管構造の改良等)を加えた。更には、今回開発の最終装置(最適化複 合プラズマ実用型ラジカルソース)に対して特性改善に向け、各種評価実験を行い、実 機評価を可能とするための装置性能の改良、具現化(新設計高密度ラジカルソース装置) に努めた。その結果を最終設定目標に関して整理したものを下記表にまとめた。

26

1) 最終目標に対する開発結果整理

	項目		現状	最終目標	開発結果
1	基底状態(2S)窒素ラジカル密度		10 <sup>11</sup> cm <sup>-3</sup>	10 <sup>12</sup> cm <sup>-3</sup> 以上	0
2	壮	励起状態(2D)窒素ラジカル密度	-	10 <sup>11</sup> cm <sup>-3</sup> 以上	0
3	衣置	ラジカル照射面積	200 <i>ф</i>	4000以上	0
4		均質性	10%	10% 以下	0
5		継続稼働時間	1 時間	1 時間以上	0
6		In <sub>1-x</sub> Ga <sub>x</sub> N結晶混晶比Xの低減	X=0. 8	X<0. 05	
7	薄膜成	In <sub>1-x</sub> Ga <sub>x</sub> N結晶成長速度	2. 5 <i>μ</i> m/時間	3µm/時間 以上	
8	長	膜厚均一性	±3%程度	±2%以下 (6インチ結晶基板)	

この中の目標項目を以下のように分類整理してみた。

- (i) 装置
- OICP、CCP混合プラズマ構成からなる新設計高密度ラジカルソース装置及びRF電 カ分配供給機能を有するRF回路を開発し、基底状態(2S)窒素ラジカル密度及び励 起状態(2D)窒素ラジカル密度測定等、上記目標項目の評価を行い、良好な結果を得 た。

○複合プラズマ部の最適化を図る等、実機評価に対応すべく実用型装置構造へ改良した。

(ii)薄膜成長

- 〇この項目に関しては、本研究開発事業の後半にて対応を考えるとし、今回開発実用型高 密度ラジカルソースの実機評価にむけた準備を種々検討し、実施した。
- 〇最終的に、量産型専業メーカーとの共同評価実験を調整、整備し、進めることとして、 現在進捗中である。
- 2)実機評価に向けた実用型ラジカルソースの特性整理
- (i)ラジカル密度径方向分布
- ラジカル源開口部(HDRSオリフィス)からMBE結晶成長を行う位置における 10%

の変動内に入るその均一性は半径200mm(直径400mm)以上ある。

(ii)RF電極リード配管構造の改良

電極構造の信頼性を高めるために、配管接続構造の信頼性を向上。これにより真空リー ク等の重大なトラブルを回避。

(iii) 電極間隔の最適化

電極間隔の変動によるラジカル密度測定からRF電極間隔最適化の重要性が分かった。

(3)事業化の検討

開発した実用型ラジカルソース装置の特性を生かして、高い量産性特性を有する実機での 性能評価、特性開発を行っていくための環境構築を図った。これと並行して、今回開発のラ ジカルソースの更なる性能向上、信頼性向上など実用化に向けた特性評価、その向上を図っ た。これらの総合性能評価は事業化展開を図る上で重要なことと位置付ける。この観点から 事前に技術的要因を検討し必要となれば改良を施しておく必要がある。今回は装置信頼性に おいて問題となったRF電力供給用配管系の構造改良を図り、その信頼性向上に大きく寄与 する技術的改良を加えることができた。

更に事業を大きく進展させるためには、MBE以外の用途も開発する必要がある。この横 展開を可能にするためにはさらに突っ込んだラジカルソースの特性把握が重要である。今回 は原料窒素ガス供給量の増大における挙動を調べた。通常 MBE 装置で使われる流量(6~ 8sccm)より高流量(20sccm)においても高密度化が達成できることを確認している。

1) HDRSビジネスの事業化に向けた展開予測

(i) 事業内容及び事業規模予測

GaN MBE結晶成長装置特に量産型装置のビジネスにおいて、N ラジカルソースの高 密度化及びその大型化はGaN半導体ビジネスにおいて非常に重要なものとなっている。そ の事業予測を以下の表にまとめた。

28

品名	用途	市場規模	販売予測	備考
小型ラジカルソース	各種研究用	約10台/年	0.8億円/年	リベール社評価完了。良好な 結果。販売開始。既に10機関 以上に見積もり提出済み。
中型ラジカルソース	Si半導体プ ロセス用	2000-10000台/年(2016-2030) (プロセス装置の2割に搭載と 仮定)	160-800億円/年	リベール社より仕様確認、開 発完了。IMECなどが開発中。 Siデバイスメーカーへのアク セスが必要。
大型ラジカルソースI	窒化物系パ ワーデバイ ス用	100-500台/年(2016-2030) (エピ装置の2割がMBEと仮定)	8-50億円/年	リベール社より仕様確認、開 発完了。リベール社に評価用 HDRSを発送済み(2/15)。
大型ラジカルソースII	太陽電池用	30-300台/年(2018-2030)	3-30億円/年	リベール社より仕様確認、開 発完了。SOITECなどが集光型 太陽電池開発中。情報収集要。
今回開発品	高性能LED用 次世代ロ ジック用	LED用 100-500台/年(2018-2030) (エピ装置の2割がMBEと仮定) ロジック用 8000-20000台/年(2020-2030) (ロジックの4割に搭載と仮定)	LED用 1-50億円/年 ロジック用 800-2000億円/年	本事業

2) HDRS潜在性能評価

次に、上記事業予測に対する今回開発の複合型ラジカルソースの潜在的可能性を判断し、 次の事業展開を考える際に重要な判断材用となるHDRSの特性、性能評価結果を列挙する。

(i) HDRSによるMBE結晶成長速度の向上



[7] Y. Cordier, Phys. Status Solidi C9, N0.3-4, 523-526 (2012).

図2-9. MBE結晶成長における成長速度対窒素ガス流量。

(ii) InGaN 結晶の成長速度及び結晶性の向上

## ICP

In<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>N Growth rate: 0.36 μm/hr. Threading dislocation density: 3x10<sup>10</sup> cm<sup>-2</sup>

# HDRS

$$\label{eq:result} \begin{split} & \text{In}_{0.1}\text{Ga}_{0.9}\text{N} \\ & \text{Growth rate: } 1.30 \ \mu\text{m/hr.} \\ & \text{Threading dislocation} \\ & \text{density: } 4x10^9 \ \text{cm}^{-2} \end{split}$$



After Z. H. Wu, et al., Appl. Phys. Lett. **98** (14), 141905 (2011).



図2-10. InGaN 成長速度及び結晶構造評価。

☑ 2 - 1 1. Result of X-ray RSM measurement around (1-105)-plane diffract ion for InGaN epilayer and GaN template grown by using (a) CRS and (b) HDRS.



 $\boxtimes 2-12$ . XRC(X-ray rocking curve) profiles for (0002) plane diffraction of InGaN films grown by (a)CRS and (b) HDRS.



 $\boxtimes 2-1$  3. FWHM of the XRC peaks of the InGaN films as a function of the molar fraction of In.

(iii) GaN 量子細線の成長速度及び結晶性の向上

GaN NWs grown by HDR Sand ICP







図2-15. HDRSによる GaN 量子細線の成長速度及び平均細線径。

Optical Property of GaN NWs



図2-16. HDRSによる GaN 量子細線の PL 発光強度。(励起光源:He-Cd laser  $\lambda$  = 325nm)

3)まとめ及び今後の課題・事業化展開

(i) まとめ

目標項目の〈装置〉に係る目標値は、達成した。

今回開発のICP、CCP混合プラズマ構成の有用性が証明され、高い実用性を有する 装置化が達成された。このラジカルソース装置の基本特性である高いラジカル密度の実現、 及び広い均一性能の確保が実験的に検証された。また、装置改良により、装置稼働状況の安 定性が確保され、実機試験への準備が完了した。

目標項目の〈薄膜成長〉に関し、本研究開発事業の後半にてその対応を検討するとの指針 に従い、今回開発HDRSの実機評価にむけた対応準備を種々検討実施した。

(
ii) 今後の課題・事業化展開

現在、装置性能が十分に機能し、このHDRS構造の優位性が実験的に検証されつつある ことより、実機試験準備が完了していると判断する。最終的に、量産型MBEメーカーとの 共同評価実験を調整、整備し、進めることとして、現在進捗中である。この検証結果を受け て、事業化展開の加速化を図る。 (4) プロジェクトの管理・運営

研究開発委員会を開催するなど研究体構成員相互の調整を図るほか、プロジェクトの進捗 管理、報告書の取りまとめなど、プロジェクトの運営・管理を行った。

上記委員会の開催や定期的な進捗状況の報告の他に、機械装置の検収等に合わせてプロ ジェクトメンバーと随時打ち合わせを行い、研究開発の進捗状況及び再委託費の執行状況に ついて確認するとともに、スケジュール管理及び経費の適切な執行についてアドバイスを 行った。

【第1回研究開発委員会】

開催日時:平成27年9月29日(火)午前10時~午前11時30分

開催場所:知の拠点あいち

出席者数:13名

開催内容:事業の進捗状況について

【第2回研究開発委員会】

開催日時:平成28年2月23日(火)午前10時~午前11時50分

開催場所:科学技術交流財団研究交流センター

出席者数:14名

開催内容:事業の進捗状況、総括及び次年度以降の計画について

34

## 最終章 全体総括

(1) 平成 25 年度研究開発成果

1) RF電力のICP部及びCCP部への分配機能付与

(i) RF電力及びインピーダンス整合回路の開発

ICP、CCP混合複合プラズマに供給するRF電力をICP部及びCCP部に任意の電力比率にて供給可能とするRF電力及びインピーダンス整合機能を有する高周波処理回路部を設計、作製。これにより、複合プラズマで生成されるラジカルの状態を制御し、かつその生成密度を高めることを目的とした。

(ii) RF電力及びインピーダンス整合回路機能の評価

上記項目で設計、製作したRF電力及びインピーダンス整合回路を実際のラジカル ソースに取り付けて性能を評価。ここでは、このRF回路が初期設計通りの機能及び性 能を示すか、さらにラジカル高密度化の回路設定が可能となるか実験的に調べ、回路の 調整を行った。RF電力供給能力、インピーダンス整合機能を測定評価した結果、「イ ンピーダンス整合回路」の以下の目標性能達成を確認した。

[| C P 用仕様(目標数値、機能)]

•周波数:13.56MHz

- ・電力比率:50%(設計時見込値、ラジカルソースの特性により要変更)
- RF電力:最大1000W対応可能
- インピーダンス整合機能:反射電力10%以下

[CCP用仕様(主、副電極構成に対応、目標数値、機能)]

- •周波数:13.56MHz
- ・電力比率:50%(設計時見込値、ラジカルソースの特性により要変更)
- RF電力:最大1000W対応可能
- ・インピーダンス整合機能:反射電力10%以下

2) 複合プラズマの構造最適化

既開発の高密度ラジカルソースを用いたプラズマ物理及びラジカル密度の測定結果からラ ジカルソースの基本構造の最適化を検討した。プラズマシミュレーションソフトでの解析技 術を参照した。 (i)ICP部の構造検討及び最適構造の設計

従来開発の | C P 部の構造を解析・評価、特に | C P コイル形状等を検討し、その採 用構造を決定した。

(ii) CCP部の構造検討及び最適構造の設計

従来のCCP部の構造を解析・評価、特に高密度化に寄与するCCP部とするため、 電極形状の検討、配置などを検討し、その採用構造を決定した。

(ⅲ)ICP部及びCCP部の配置最適化構造の設計

ICP部及びCCP部の配置の最適化を検討。特にラジカルソースのプラズマ構成部 に関してプラズマ物理の観点から検討を加えた。

(iv) ラジカルソースの試作

上記(i)~(iii)までの成果を基に、目標装置「新設計高密度ラジカルソース装置」 を試作した。

(2) 平成 26年度研究開発成果

1)窒素ラジカル密度及び各種プラズマパラメーターの測定評価、特性の改善評価

平成25年度に試作した開発機に関し、そのラジカル密度等各種プラズマパラメーターを 測定評価した。この測定に先立ち、新規開発したラジカルソースのプラズマ点火実験を行っ た。従来のプラズマ放電開始と同ような特性と考えて対応したが、実際は異なる特性を有し ており、RF電力及びインピーダンス整合装置の改良により安定したプラズマ形成が可能と なった。

(i)ラジカルソースRF点火試験

今回試作のラジカルソース点火試験を実施した。本開発機には主及び副のCCP電 極及びICP電極を有する。このため従来型の複合プラズマとは異なる特性を有する 可能性が考えられた。図F-1.にRF電力を2種のCCP電極(CCP1、CCP 2)及びICP電極に分配供給する回路を示す。左から入力されたRF印可電力は3 つに分配され、各CCP電極へは可変容量(VC3, VC4)を経由(直列接合配 置)して分配される。そのCCPへの供給電力はこの可変容量の容量値を変えること により変動させる。容量値の大きいほど投入電力が大きくなる。

新設計高密度ラジカルソース装置の詳細



ー1台のRF電源から2か所のCCPと1か所のICPへ電力伝達-

図 F-1. RF電力分配及びインピーダンス整合装置のRF電力分配部の回路図。 このように分配されたRF電力は、新規ラジカルソース内の各RF電極(ICP, CCP 1, CCP2)に図 F-2. で示すように配電、供給される。



図F-2.新規ラジカルソースにおけるRF電力供給配電の様子。

このように分配供給されたRF電力を300Wと一定にして各CCP電極への電力



図 F-3. CCP電極への投入割合を変動させた時のプラズマ安定性評価結果。

投入割合を変化させてプラズマの点火試験を実施した。その際のプラズマ形成の安 定性を調べたのが図 F-3. である。CCP電極へのRF電力供給条件を変動させた時 のRFマッチング条件実験結果からその特性には安定・不安定領域が存在し、両CC P電極へのRF電力投入量率の多きい方がよりプラズマを安定させて供給されること が分かった。

(ii) 各部RF電極電圧の印可RF電力依存性

印可するRF電力を変動させた際、各RF電極にかかる高周波電力波形ピーク間電 圧を計測した結果をRF電力の関数として示したのが図F-4.及び図F-5.である。 ここで、各CCP電極への印可電力はVC3とVC4を調整することで其々CCP1 とCCP2に印加される電圧の調整が可能となる。図F-4.に示すようなVC3=0、 VC4=8の場合には、CCP2に較べCCP1へより大きなRF電力が投入される。

これに対して、図 F-5. に示すようなVC3=8, VC4=0の場合には、CCP 1に較べCCP2へより大きなRF電力が投入される。



図F-4. 各RF電極にかかる高周波電力ピーク間電圧の印可RF電力依存性。



図F-5.各RF電極にかかる高周波電力ピーク間電圧の印可RF電力依存性。

これらの結果より次のことが分かる。CCP電極のRF電圧は投入電力の大きい方 が大きくなっている。それらに較べ、ICP電極のRF電圧は大きな違いを見せない。 また、RF印可電力が2000W以上になると明らかに異なるRF電力依存性を示す。

(ⅲ)各部RF電極電流の印可RF電力依存性

次に、印可するRF電力を変動させた際の各RF電極に流れる高周波電流を計測した結果をRF電力の関数として図F-6.及び図F-7.に示す。ここで、各CCP電 極への印可電力はVC3とVC4を調整することで可能となる。図F-6.に示すよう

なVC3=0、VC4=8の場合には、CCP1にCCP2より大きなパワーが投入 される。

これに対して、図 F-7. に示すようなVC3=8、VC4=0の場合には、CCP 2にCCP1より大きなパワーが投入される。これら投入電力比率の違いにより若干 の変動はあるがRF電圧より違いは小さくなっている。特にICP電極に流れる高周 波電流に関してはほぼ同じ程度でかつRF投入電力依存性に違いが認められない。



図F-6.各RF電極にかかる高周波電流の印可RF電力依存性。



図F-7.各RF電極にかかる高周波電流の印可RF電力依存性。

#### (iv)発光分光測定



図 F-8. に典型的条件のプラズマからの発光分光測定結果を示す。

図 F-8. 典型的条件における発光分光特性。

この発光スペクトルから窒素分子、その励起状態及び窒素原子からの発光が認められる が、窒素以外の不純物由来の発光は認められない。ラジカルソース装置の大気解放後の取 り付け時には、水素、酸素などの不純物由来の発光が認められる。今回の発光スペクトル においてはこのような発光は認められず、装置自体が非常に良好な真空状態を満たしてい ることを示している結果と考える。

次に、この窒素原子スペクトルに関して、3種の窒素原子発光(746nm、821nm、 867nm)の強度をRF電力の関数としてそれぞれ図 F-9. 図 F-10. 図 F-11. にプロットした。どのスペクトルにおいても印可RF電力1300W 以上において、 VC3及びVC4への依存性が強くなり、VC3=4、VC4=0の条件におき発光 の強度が増大する傾向を示す。非常に興味のある結果と考える。



図 F-9. 窒素原子発光(≒746nm)のRF電力量依存性。



図 F-10. 窒素原子発光(≒821nm)のRF電力量依存性。



図 F-11. 窒素原子発光(≒867nm)のRF電力量依存性。

(v) ラジカル密度測定

ラジカル密度測定結果を図 F-12. に示す。基底状態の窒素原子ラジカルの密度を 真空紫外光吸収分光法にて測定した。この手法を用いるとラジカル絶対密度が得られ る。その測定密度は各種のプラズマ生成パラメーターに依存していることが分かる。 密度測定値が高くなるパラメーターとしては、投入RF電力の他に今回導入した電力 分配機能にある。ICP電極に比してCCP電極への投入電力比率を大きくすること により、特にRF投入電力の多い条件下で得られるラジカル密度の増大が顕著になる ようである。複合プラズマ実用型ラジカルソース設計においてはこれらの測定結果を 参考とする。



図 F-12.今回試作の新設計高密度ラジカルソース装置により得られるラジカ ル密度の各種パラメーター依存特性。

#### 2) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの設計

上記各種評価結果、特に窒素ラジカル密度及び各種プラズマパラメーターの測定結果 を評価・分析して、実用型装置としての構造、特性等を設計した。特に重要な点は、 CCP電極及びICP電極に印可するRF電力の供給条件である。RF電力印可時に おいてラジカルソースが安定して作動するためにはRF電力供給時における電源との インピーダンスの整合が取れることが重要となる。

ラジカルソースRF点火時における安定性能評価実験から、安定性確保のために、固

定容量を挿入していたが、この値が最適値かどうかを判断するために、ICP用可変容 量に変更してマッチング機能を付与する必要がある。また、ラジカル密度測定結果を踏 まえると、CCP電極へのRF電力分配用の可変容量はより大きいものがよりラジカル 密度を高める効果があることが示された。これらの点を考慮して実用型装置の設計に反 映することとした。更に、この改良と並行してラジカルソース装置そのものの電極構造 の改良を図り、ICP及びCCP電極構造の最適化を狙った。

3)最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製

(i) RF電力及びインピーダンス整合装置RF回路の改造

上記最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの設計のもとに実用型ラジカルソースと しての装置改良製作を実施した。

RF電力及びインピーダンス整合装置RF回路の改良作製部は大きく2か所になる。 CCP電極へのRF電力分配機能を有する可変容量を更に大きく変えられる用に可変 領域を2倍に拡大した可変容量素子とした。次に、ICP電極に挿入する容量に可変 機能を持たせたものに変更した。

(ii)ICP電極接続可変容量に係るプラズマ特性

ICP電極のRF電極リターン側に可変容量を接続し、この容量値に対する印可R Fパワーの反射電力特性を測定した。この結果から、マッチングがとれ、反射電力の 低い状態を具現する容量範囲は非常に狭いことが分かった

4) 事業化の検討

平成26年度に実施した実用型装置の試作開発を発展させて、MBE装置への搭載、結晶 成長評価へとつなげていくため、対応装置メーカーとの協議を開始した。

(3) 平成 27 年度研究開発成果

1) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの作製 一前年度からの継続-

従来の設計及び試作機評価を踏まえて実用型ラジカルソース装置作製を継続実施した。この他に実機評価に十分対応できるものとするため、装置構成の材料及びその構造に各種検討を加えた。以下にその詳しい内容を述べる。

(i) RFインピーダンス整合状態の安定性評価

CCP電極へのRF電力分配機能を有する可変容量を大きく変えて電力分配率を変動 させた時のプラズマの安定性を測定評価した。ここでは、RFインピーダンス整合回 路の可変容量成分(LOAD の割合)を変動させてプラズマの安定状態に外部から変動 を加えた時に、2個のCCP電極及びICP電極に印可される電圧、電流成分をモニ ター測定した。その結果を図F-13~18.に示す。この結果から分かるように、プ ラズマの状態は非常に安定しており、今回のRF電力分配領域ではこの新設計高密度ラ ジカルソース装置は安定的に動作するものと考えられる。





1 3

-400W

- 1000W

-1600W

LOAD(%)

CCP2電流のLOAD依存性

-

電流(A) 3

**---** 400W

LOAD(%)

LOAD(%)

CCP1電流のLOAD依存性

#### LOAD(%)

図 F-15. VC3=2000pF, VC4=500pF, 窒素流量:10sccm。

LOAD(%)

(Y) 15 10

------ 1600W

LOAD(%)

ICP電流のLOAD依存性

....



図 F-16. VC3=500pF, VC4=500pF, 窒素流量:10sccm。



図 F-17. VC3=1000pF, VC4=1000pF, 窒素流量:6sccm。



図 F-18. VC3=1000pF, VC4=1000pF, 窒素流量:10sccm。

(ii) CCP電極に印可するRF電力率によるラジカル密度の変動

CCP電極に印可するRF電力の供給条件を変えた際のラジカル密度がどのように 変動するかは非常に興味のあるところである。今回は、RF電力分配用の可変容量範 囲の拡大を図って、制御機能の最適化を検討した。その結果、最適条件が存在するこ とが判明した。

(ⅲ)異なる電極間隔でのラジカル密度変動

この新設計高密度ラジカルソース装置のラジカル密度測定評価を重ねる中で、この装置においてラジカル密度を決める構造要素として各RF電極の間隔が非常に重要となることが判明した。この電極間隔には最適値が存在していることが判明した。

(iv) RF電極リード配管構造の改良

電極構造の信頼性を高めるために、その電極リード用配管構造を改良した。この配管構造は、各電極にRF電力を供給すると同時に配管内に冷却水を巡回させて電極部の冷却を

行う機能を有し、ラジカルソース装置においては非常に重要な構造部分である。この変更 により、配管接続構造の信頼性が向上し、使用時における構造の脆弱性及びそれにより発 生する真空リーク等の重大なトラブルを回避できる。

(v)励起状態(2D)窒素ラジカル密度測定

励起状態にあるラジカル密度には異なる真空紫外光(測定波長 150nm)を使用する必要があり、その調整を行った後に密度測定を実施した。その結果、この励起状態ラジカル密度に対応する測定された光吸収率を得ることができた。この光吸収率とラジカル密度の関係を導出したが、これは基底状態のラジカル密度の同等の特性曲線に比べて吸収率が小さくなっている。このために、測定感度が低くなり、今回の測定領域においては測定データの信頼度確保が難しい領域となっている。しかしながら、測定結果からその密度は、目標値(10<sup>11</sup> cm<sup>-3</sup>)以上の値が得られているものと判断できた。

(vi)ラジカル密度径方向分布

基底状態ラジカル密度の径方向分布を測定した。その測定位置はラジカル源開口部(HD RSオリフィス)から330mm となっている。このラジカルを活用してMBE結晶成長 を行う位置は、更に開口部から離れた位置(720mm)にある。そこで、その均一性評価 はこの720mm の位置にて行うこととした。窒素原子の直進性を考慮して評価した結果、 10%の変動内に入る均一性は、半径200mm(直径400mm)以上あるものと判断でき た。

2) 最適化複合プラズマ実用型ラジカルソースの実機での評価

事業化の基本特性評価を可能とする実機搭載による評価を実現するために種々なる検 討(具体的には、信頼性向上のための各 RF 電極の配置及び固定治具構造の改良、この 他、上記の電極配管構造の改良等)を加えた。更には、今回開発の最終装置(最適化複 合プラズマ実用型ラジカルソース)に対して特性改善に向け、各種評価実験を行い、実 機評価を可能とするための装置性能の改良、具現化(新設計高密度ラジカルソース装置) に努めた。その結果を最終設定目標に関して整理したものを下記表にまとめた。

(i) 最終目標に対する開発結果整理

		項目	現状	最終目標	開発結果
1		基底状態(2S)窒素ラジカル密度	10 <sup>11</sup> cm <sup>-3</sup>	10 <sup>12</sup> cm <sup>-3</sup> 以上	0
2	壮	励起状態(2D)窒素ラジカル密度	-	10 <sup>11</sup> cm <sup>-3</sup> 以上	0
3	<b>衣</b> 置	ラジカル照射面積	200 <i>ф</i>	4000以上	0
4		均質性	10%	10% 以下	0
5		継続稼働時間	1 時間	1 時間以上	0
6		In <sub>1-x</sub> Ga <sub>x</sub> N結晶混晶比Xの低減	X=0. 8	X<0. 05	
7	薄膜成	In <sub>1-x</sub> Ga <sub>x</sub> N結晶成長速度	2. 5 <i>μ</i> m/時間	3µm/時間 以上	
8	長	膜厚均一性	土 <b>3%程度</b>	±2%以下 (6インチ結晶基板)	

この中の目標項目を以下のように分類整理した。

- ① 装置
  - OICP、CCP混合プラズマ構成からなる新設計高密度ラジカルソース装置及びRF電 力分配供給機能を有するRF回路を開発し、基底状態(2S)窒素ラジカル密度及び励 起状態(2D)窒素ラジカル密度測定等、上記目標項目の評価を行い、良好な結果を得 た。

〇複合プラズマ部の最適化を図る等、実機評価に対応すべく実用型装置構造へ改良した。

2 薄膜成長

- 〇この項目に関しては、本研究開発事業の後半にて対応を考えるとし、今回開発実用型高 密度ラジカルソースの実機評価にむけた準備を種々検討し、実施した。
- ○最終的に、量産型専業メーカーとの共同評価実験を調整、整備し、進めることとして、 現在進捗中である。
- (ii) 実機評価に向けた実用型ラジカルソースの特性整理
- ① ラジカル密度径方向分布

ラジカル源開口部(HDRSオリフィス)からMBE結晶成長を行う位置における 10% の変動内に入るその均一性は半径200mm(直径400mm)以上ある。 RF電極リード配管構造の改良

電極構造の信頼性を高めるために、配管接続構造の信頼性を向上させたことにより真空 リーク等の重大なトラブルを回避した

③ 電極間隔の最適化

RF電極間隔の最適化が重要。

3)事業化の検討

開発した実用型ラジカルソース装置の特性を生かして、高い量産性特性を有する実機での 性能評価、特性開発を行っていくための環境構築を図った。これと並行して、今回開発のラ ジカルソースの更なる性能向上、信頼性向上など実用化に向けた特性評価、その向上を図っ た。

これらの総合性能評価は事業化展開を図る上で重要なことと位置付ける。総合評価におい て事業化に十分な性能が認められれば、早急な事業展開が可能となると期待される。しかし ながら、事業化展開を図る上で、実用化性能に不十分な点が認められた場合には非常な足か せとなる。この観点から事前に技術的要因を検討し必要となれば改良を施しておく必要があ る。今回は装置信頼性において問題となったRF電力供給用配管系の構造改良を図り、その 信頼性向上に大きく寄与する技術的改良を加えることができた。

更に事業を大きく進展させるためには、MBE以外の用途も開発する必要がある。この横 展開を可能にするためにはさらに突っ込んだラジカルソースの特性把握が重要である。今回 は原料窒素ガス供給量の増大における挙動を調べた。通常 MBE 装置で使われる流量(6~ 8sccm)より高流量(20sccm)においても高密度化が達成できることを確認している。

(i)HDRSビジネスの事業化に向けた展開予測

① 事業内容及び事業規模予測

GaN MBE結晶成長装置特に量産型装置のビジネスにおいて、N ラジカルソースの高 密度化及びその大型化はGaN半導体ビジネスにおいて非常に重要なものとなっている。そ の事業予測を以下の表にまとめた。

51

品名	用途	市場規模	販売予測	備考
小型ラジカルソース	各種研究用	約10台/年	0.8億円/年	リベール社評価完了。良好な 結果。販売開始。既に10機関 以上に見積もり提出済み。
中型ラジカルソース	Si半導体プ ロセス用	2000-10000台/年(2016-2030) (プロセス装置の2割に搭載と 仮定)	160-800億円/年	リベール社より仕様確認、開 発完了。IMECなどが開発中。 Siデバイスメーカーへのアク セスが必要。
大型ラジカルソースI	窒化物系パ ワーデバイ ス用	100-500台/年(2016-2030) (エピ装置の2割がMBEと仮定)	8-50億円/年	リベール社より仕様確認、開 発完了。リベール社に評価用 HDRSを発送済み(2/15)。
大型ラジカルソースII	太陽電池用	30-300台/年(2018-2030)	3-30億円/年	リベール社より仕様確認、開 発完了。SOITECなどが集光型 太陽電池開発中。情報収集要。
今回開発品	高性能LED用 次世代ロ ジック用	LED用 100-500台/年(2018-2030) (エピ装置の2割がMBEと仮定) ロジック用 8000-20000台/年(2020-2030) (ロジックの4割に搭載と仮定)	LED用 1-50億円/年 ロジック用 800-2000億円/年	本事業

(ii)HDRS潜在性能評価

次に、上記事業予測に対する今回開発の複合型ラジカルソースの潜在的可能性を判断し、 次の事業展開を考える際に重要な判断材用となるHDRSの特性、性能評価結果を列挙する。

① HDRSによるMBE結晶成長速度の向上



[7] Y. Cordier, Phys. Status Solidi C9, N0.3-4, 523-526 (2012).

図 F-19. MBE結晶成長における成長速度対窒素ガス流量。

② InGaN 結晶の成長速度及び結晶性の向上

## ICP

In<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>N Growth rate: 0.36 μm/hr. Threading dislocation density: 3x10<sup>10</sup> cm<sup>-2</sup>

# HDRS

$$\label{eq:result} \begin{split} & \text{In}_{0.1}\text{Ga}_{0.9}\text{N} \\ & \text{Growth rate: } 1.30 \ \mu\text{m/hr.} \\ & \text{Threading dislocation} \\ & \text{density: } 4\text{x}10^9 \ \text{cm}^{-2} \end{split}$$



After Z. H. Wu, et al., Appl. Phys. Lett. **98** (14), 141905 (2011).

- Topo
   GaN
   (a)

   Independent of the second of t
- 図 F-20. InGaN 成長速度及び結晶構造評価。

☑ F-21. Result of X-ray RSM measurement around (1-105)-plane diffract ion for InGaN epilayer and GaN template grown by using (a) CRS and (b) HDRS.



 $\boxtimes$  F-22. XRC(X-ray rocking curve) profiles for (0002) plane diffraction of InGaN films grown by (a)CRS and (b) HDRS.



 $\boxtimes$  F-23. FWHM of the XRC peaks of the InGaN films as a function of the molar fraction of In.

③ GaN 量子細線の成長速度及び結晶性の向上

GaN NWs grown by HDR Sand ICP



March, 2014, Nagoya.





図 F-25. HDRSによる GaN 量子細線の成長速度及び平均細線径。

Optical Property of GaN NWs



図 F-26. HDRSによる GaN 量子細線の PL 発光強度。(励起光源: He-Cd laser  $\lambda$  = 325nm)

(4) まとめ及び今後の課題・事業化展開

1)まとめ

目標項目の〈装置〉に係る目標値は、達成した。

今回開発のICP、CCP混合プラズマ構成の有用性が証明され、高い実用性を有する 装置化が達成された。このラジカルソース装置の基本特性である高いラジカル密度の実現、 及び広い均一性能の確保が実験的に検証された。また、装置改良により、装置稼働状況の安 定性が確保され、実機試験への準備が完了した。

目標項目の〈薄膜成長〉に関し、本研究開発事業の後半にてその対応を検討するとの指針 に従い、今回開発HDRSの実機評価にむけた対応準備を種々検討実施した。

2) 今後の課題・事業化展開

現在、装置性能が十分に機能し、このHDRS構造の優位性が実験的に検証されつつある ことより、実機試験準備が完了していると判断する。最終的に、量産型MBEメーカーとの 共同評価実験を調整、整備し、進めることとして、現在進捗中である。この検証結果を受け て、事業化展開の加速化を図る。