

[017]九州大学産学連携センター年報 : 17

<https://doi.org/10.15017/20272>

出版情報 : 九州大学産学連携センター年報. 17, 2011-10-01. 九州大学産学連携センター
バージョン :
権利関係 :



5. プロジェクト部門事業

5.1 プロジェクト部門の目標

平成11年度にプロジェクト部門が本センターに創設された。この部門は、九州大学の中に大きな研究シーズがあり、また九州地域あるいは我が国の企業に多くのニーズがある先端科学技術領域として、1) 先端機能デバイス、2) 先端機能材料、3) 環境・新エネルギー、4) 電離気体・レーザー、の4つを重点領域として定めた点に特長があり、平成18年度から新たな領域として次世代ワイヤーハーネスを加えた。更に、平成21年度からプロジェクト部門にフォトリソシステム領域を発足させた。

九州地域からの新産業技術のシーズ創出を大学主導で行う場合、九州地域で充実ニーズの高い産業分野において、プロジェクト研究を推進することが不可欠となる。そのために、プロジェクト部門客員教授にプロジェクトの企画・推進に対して企業側からの適切なニーズに関する助言を行う役割を果たして頂き、学内の部局間・企業間を横断的に連携した大学主導の先端プロジェクト研究を強力に推進することが必要となる。また、プロジェクト推進には大学院の学生はもとより国内外の優秀な博士研究員を積極的に招いてプロジェクト研究に投入する。従って、本プロジェクト部門は

- 先端的プロジェクト研究による高度な産業技術シーズの創出
を目標に掲げて、以下の3つの項目を実施する。
 - 1) 産学官の研究者等からなる研究チームの結成
 - 2) 先端研究領域における国内外の博士研究者の招へい
 - 3) 横断型プロジェクトの企画と推進

更に、リエゾン部門及びデザイン総合部門との協力により、

- 産学官交流による地域社会等への貢献
を達成できるように活動を展開している。具体的には以下の3つの項目を実施する。
 - 1) 民間企業等との共同研究・受託研究の推進
 - 2) 産学官交流の場の提供と研究シーズの発信
 - 3) 産業ニーズの発掘と産学官研究プロジェクトのコーディネートと推進

5.2 プロジェクト部門等の活動状況

5.2.1 先端機能デバイス領域（中島 寛 教授）

① 目的

本領域においては、産学連携プロジェクトチームを組織することにより、次世代半導体産業の要求に応える基板材料、薄膜材料、新規プロセス技術、新機能デバイスに関する研究を行うと共に、高度情報社会の実現に貢献できる先端的、独創的な半導体関連のプロジェクト研究を企画・推進することを目的としている。センターにはクリーンルームが設置されており、半導体研究を実施する環境は整っている。

② プロジェクト研究（概要については後述）

- (a) Si 膜への局所ひずみ技術の開発
- (b) SiGe-On-Insulator 基板の開発
- (c) Ge 上への高誘電率ゲートスタック構造の形成
- (d) 高性能 Ge-MOS デバイスの開発

③ 外部資金導入実績（平成22年度）

<プロジェクト>

- 地域イノベーションクラスタープログラム・グローバル型（第Ⅱ期）
（福岡先端システム LSI 開発拠点構想）
研究課題名：「カーエレクトロニクス用高機能 Si デバイス創成のための基盤技術
研究開発」
研究代表者：中島 寛
研 究 組 織：東芝セミコンダクター社、九州大学産学連携センター、九州大学大
学院システム情報科学研究院、九州大学大学院総合理工学研究院、
九州工業大学大学院工学研究院
研 究 期 間：平成19～23年度

<科学研究費>

- 基盤研究(A)（課題番号：21246054）
研究代表者：中島 寛
研究課題名：「高性能 ULSI のための歪み Ge チャネルの形成と物性評価」
研 究 期 間：H21～23年度
- 若手研究(B)（課題番号：21760011）
研究代表者：王 冬
研究課題名：「高性能バイポーラトランジスタのための高精度・局所歪み評価」
研 究 期 間：H21～22年度
- 特別研究員奨励費（課題番号：21・09271）
研究代表者：中島 寛

研究課題名：「局所酸化濃縮による歪み Ge-On-Insulator 基板の形成」

研究期間：H21～23年度

<受託研究>

- ・委託者：独立行政法人日本学術振興会
- ・研究題目：「応用物性・結晶工学、薄膜・界面物性分野に関する学術動向の調査研究」

<民間との共同研究>

- ・研究題目：「化合物半導体を用いた MOS 構造に関する研究」
- ・民間機関：富士電機(株)

<奨学寄付金>

- ・受入数：0件（平成22年度）

④ 研究業績（平成22年度）

- (a) 論文発表等：計15件
 - ・原著論文：10件
 - ・著書、総説：0件
 - ・国際会議プロシーディング等：5件
 - ・その他：0件
- (b) 学会発表：計19件
 - ・国内学会：9件
 - ・国際学会：10件
- (c) 特許等：
 - ・国内特許出願数：0件
 - ・公開特許公報：0件
- (d) 論文リスト（平成22年度発表の10件以内）
 - ・ Passivation of Electrically Active Defects in Ge-Rich SiGe-on-Insulator by Al_2O_3 Deposition and Subsequent Post-Deposition Annealing
H. Yang, M. Iyoda, S. Ikeura, D. Wang, H. Nakashima
Applied Physics Express, Vol. 3, No. 7, pp. 071302-1-3 (2010)
 - ・ Microstructure and strain distribution in freestanding Si membrane strained by Si_xN_y deposition
H. Gao, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima, D. Wang, H. Nakashima
Materials Science and Engineering A, Vol. 527, pp. 6633-6637 (2010)
 - ・ Strain distribution in freestanding Si/ Si_xN_y membranes studied by transmission electron microscopy
H. Gao, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima, D. Wang, H. Nakashima
Thin Solid Films, Vol. 518, pp. 6787-6791 (2010)

- Measurement of Strain in Freestanding Si/Si_xN_y Membrane by Convergent Beam Electron Diffraction and Finite Element Method
H. Gao, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima, D. Wang, H. Nakashima
Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 49, pp. 090208-3 (2010)
- 極薄 GeO₂界面層を有する Zr 系 high-k/Ge ゲートスタック構造の形成
平山佳奈、岩村義明、上野隆二、楊 海貴、王 冬、中島 寛
九州大学大学院総合理工学報告, 第32巻, 第3号, pp. 5-11 (2010)
- Fabrication of Ge-MOS capacitors with high quality interface by ultra-thin SiO₂/GeO₂ bi-layer passivation combined with the subsequent SiO₂-depositions using magnetron sputtering
K. Hirayama, K. Yoshino, R. Ueno, Y. Iwamura, H. Yang, D. Wang, H. Nakashima
Solid State Electronics, Vol. 60, No.1, pp. 122-127 (2011)
- Effective passivation of defects in Ge-rich SiGe-on-insulator substrates by Al₂O₃ deposition and subsequent post-annealing
H. Yang, M. Iyota, S. Ikeura, D. Wang, H. Nakashima
Solid State Electronics, Vol. 60, No.1, pp. 128-133 (2011)
- Measurement of strain and strain relaxation in free-standing Si membranes by convergent beam electron diffraction and finite element method
H. Gao, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima, D. Wang, H. Nakashima
Acta Materialia, Vol. 59, pp. 2882-2890 (2011)
- Effect of Al₂O₃ Deposition and Subsequent Annealing on Passivation of Defects in Ge-rich SiGe-on-Insulator
H. Yang, M. Iyota, S. Ikeura, D. Wang, H. Nakashima
Key Engineering Materials, Vol. 470, pp. 79-84 (2011)
- Defect Evaluation by Photoluminescence for Uniaxially Strained Si-On-Insulator
D. Wang, K. Yamamoto, H. Gao, H. Yang, H. Nakashima
The Electrochemical Society Transactions Vol. 34, No. 1, pp. 1117-1122 (2011)

⑤ 学会活動等実績（平成22年度）

- 応用物理学会九州支部理事

⑥ 研究員等受け入れ実績（平成22年度）

- 氏名(国籍)：王 冬 (中国)
受入れ身分：学術研究員（特任准教授）
研究テーマ：「局所歪み印加 Si 層の光学的評価」
受入れ期間：平成22年4月～平成23年3月
- 氏名(国籍)：楊 海貴 (中国)
受入れ身分：JSPS 外国人特別研究員
研究テーマ：「局所酸化濃縮による歪み Ge-On-Insulator 基板の形成」
受入れ期間：平成22年4月～平成23年3月

⑦ 代表的プロジェクト研究内容

(a) Si 膜への局所ひずみ技術の開発

研究体制：東芝セミコンダクター社、九州大学産学連携センター、九州大学大学院システム情報科学研究院、九州大学大学院総合理工学研究院、九州工業大学大学院工学研究院

研究経過：本研究開発では、RF アナログ IC の構成デバイスであるバイポーラ接合トランジスタ（BJT）の高機能化を図るために、縦方向ひずみ機能を賦与して電子の走行速度を向上させるひずみ印加技術およびそのデバイス化技術の基盤を確立することを目的としている。

このプロジェクト研究に於いて、本領域は、研究代表を務めると共に、ストレスソースによりひずみを印加した Si 層のひずみ率と欠陥をフォトルミネッセンス（PL）分光法で評価し、ストレスソースを最適化することを目的としている。平成22年度に得られた結果は、以下の通りである。

ひずみを印加するためのストレス構造の適正化を行った。ストレスには Si に対して伸長ひずみが印加できる SiN 膜を用いた。Si 薄膜上に SiN 膜を成膜し、種々の形状、サイズの開口部を設けて、SiN 膜直下、開口部に発生するひずみと欠陥をラマンとフォトルミネッセンス法で評価した。その結果、開口部のエッジ領域で、大きなひずみが発生するがそれに伴い欠陥も導入されやすいことを示した。

ひずみの深さ方向分布の評価として、SiN/SOI 試料のバックチャネルで移動度を評価する方法を新たに構築した。その結果、深い位置（150nm）でも移動度の30%向上が明らかとなり、ドリフト層へのひずみ導入がその低抵抗化に有効であることを示した。

(b) SiGe-On-Insulator 基板の開発

研究体制：KASTEC 先端機能デバイス領域

研究経過：平成21年度に採択された科学研究費補助金・基盤研究（A）「高性能 ULSI のための歪み Ge チャネルの形成と物性評価」（研究代表者：九州大学 中島 寛、研究期間：3年間）の次年度として実施した。本研究では、SiGe-On-Insulator（SGOI）チャネル層の物性を解明すること、および SGOI への歪み印加による SiGe チャネルの高移動度化を目的としている。平成22年度は、SGOI チャネル層の結晶性評価の研究を実施し、以下の成果が得られた。

SGOI 形成時に発生する積層欠陥起因の深いアクセプタを低減するため、Al 堆積後アニール（Al-PDA）を検討した。低 Ge 濃度領域では FGA と Al-PDA は共に有効に機能するが、高 Ge 濃度領域では、FGA は機能しないのに対して、Al-PDA は有効との知見を前年度に得た。この技術を更に発展させるために、Al の代わりに Al_2O_3 を用いることにより、欠陥低減効果と Al/SGOI 界面反応の防止ができることを明らかにした。

SGOI 層への歪み導入のため、初期 SiGe 膜厚の異なる基板を Ge 濃度50%まで濃縮し、歪み率と正孔移動度を調べた。その結果、SiGe 膜厚が薄い程高い移動度を示し、これは高い圧縮歪みと高い結晶性が起因していることを明らかにした。最適 SiGe 膜

厚で50%まで濃縮した SGOI は正孔移動度 $570\text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$ を示した。これは、Si の正孔移動度と比べて約3倍の高移動度化が実現したことを意味する。

(c) Ge 上への高誘電率ゲートスタック構造の形成

研究体制：KASTEC 先端機能デバイス領域、九州大学総合理工学研究院

研究経過：平成21年度に採択された科学研究費補助金・基盤研究（A）「高性能 ULSI のための歪み Ge チャンネルの形成と物性評価」（研究代表者：九州大学 中島 寛、研究期間：3年間）の次年度として実施した。本研究では、Ge 基板に対して良質な界面特性を有する高誘電率ゲート（High-k）絶縁膜の形成技術確立することを目的としている。平成22年度に得られた成果は以下の通りである。

Ge-MOS 構造として、Ge 表面を $\text{SiO}_2/\text{GeO}_2$ の2層膜でパッシベーションする手法を確立した。GeO₂及びSiO₂膜の役割はそれぞれ Ge 表面のダングリングボンド終端化及びGeO₂中への不純物（水や炭化水素）混入防止にある。この2層パッシベーション膜を大気暴露無しで形成する手法を開発した。この手法を用いれば、低い界面準位密度（ $4 \times 10^{11}\text{ cm}^{-2}\text{eV}^{-1}$ ）の MOS 構造が実現できる。更に、Al 堆積熱処理すれば、界面準位密度が $1 \times 10^{11}\text{ cm}^{-2}\text{eV}^{-1}$ まで低減できることを見出した。更に、2層パッシベーションと High-k 膜形成技術を組合せて、酸化膜換算膜厚で1.5 nm、界面準位密度 $6 \times 10^{11}\text{ cm}^{-2}\text{eV}^{-1}$ 、同一 EOT の SiO₂と比べて4桁のゲートリーク電流低減ができた。

(d) 高性能 Ge-MOS デバイスの開発

研究体制：KASTEC 先端機能デバイス領域

研究経過：平成21年度に採択された科学研究費補助金・基盤研究（A）「高性能 ULSI のための歪み Ge チャンネルの形成と物性評価」（研究代表者：九州大学 中島 寛、研究期間：3年間）の課題において、Ge-MOS デバイス試作の研究を実施した。本研究では、上記（c）の研究に加え、デバイス試作に不可欠となる高濃度ソース・ドレインの形成、低抵抗コンタクトの形成等の研究を実施した。また、デバイス試作ラインを整備し、n-チャンネル、p-チャンネル MOSFET を作製した。平成22年度に得られた成果は以下の通りである。

ソース・ドレイン領域の形成は、n-チャンネル MOSFET の場合 P の固相拡散、p-チャンネル MOSFET の場合 B のイオン注入、を用いた。いずれも 10^{19} cm^{-3} 台の高濃度不純物導入が可能となり、その接合特性として On/Off 比 10^5 を実現した。

コンタクトに関しては、n-Ge 基板上への低抵抗オーミックコンタクトを実現した。従来、Ge 表面はフェルミレベルが荷電子帯近傍にピンニングされ、金属の仕事関数が反映され難いと考えられて来た。これに対して、TiN のスパッタ堆積によりフェルミレベルを伝導帯近傍に変調できることを見出し、n-Ge に対するオーミックコンタクトが実現した。

上述のゲート絶縁膜形成、ソース・ドレイン形成、等により、n-および p-MOSFET を試作した。その結果、電子移動度 $1097\text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$ 、正孔移動度 $376\text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$ の性能が得られた。これは、Si と比べて約1.5～1.7倍の高移動度化を意味する。

⑧ 今後の研究計画

- ① H19年度に採択された地域イノベーションクラスタープログラム（先端福岡システム LSI 拠点構想）、研究課題名：「カーエレクトロニクス用高機能 Si デバイス創成のための基盤技術研究開発」を継続して実施する。
- ② H21年度に採択された科学研究費補助金 基盤研究（A）「高性能 ULSI のための歪み Ge チャネルの形成と物性評価」（研究代表者：中島 寛、H21～23年度）の研究を継続して実施する。歪み Ge チャネルの形成、High-k/Ge ゲートスタックの形成、高濃度ソース・ドレインの形成、低抵抗コンタクトの形成、の研究を実施する。更に、それらを総合した Ge-MOSFET を試作し、Ge デバイスの高性能化を目指す。
- ③ H21年度に採択された JSPS 科学研究費補助金 特別研究員奨励費「局所酸化濃縮による歪み Ge-On-Insulator 基板の形成」（研究代表者：中島 寛、受け入れ研究員：楊 海貴、H21～23年度）の研究を継続して実施する。薄膜 SiGe 層の局所領域を熱酸化して歪み Ge 層を形成し、歪みと移動度との関係を明らかにする。
- ④ H23年度に採択された科学研究費補助金 若手研究（B）「Ge 結晶への局所歪み技術の開発とデバイス応用」（研究代表者：王 冬、H23～24年度）の研究を新たに開始する。H22年度に完成した Ge-MOSFET の試作プロセスを更に高度化する。その方法として、Ge 結晶に歪みを賦与して移動度向上を図る。そのための最適な歪み技術を探求する。

5.2.2 先端機能材料領域（桑野 範之 教授）

① 目的

合金、セラミックス、半導体材料などの機能特性の発現と効率向上には微構造制御が共通のキーテクノロジーである。本領域においては、主に光・電子・磁性に関わる次世代機能材料を対象として研究を行う。具体的には、透過型電子顕微鏡（TEM）、走査型電子顕微鏡（SEM）、およびそれらに付随した解析技法（EDS、CBED、EELS、EBSD など）を駆使して、結晶の成長過程、微細組織形成機構、欠陥発生原因を解明する。それらの結果を材料設計や製造プロセスにフィードバックさせることにより、新規機能材料の開発を図る。また、TEM および SEM 解析技術の開発・発展にも力を入れるとともに、デバイス開発・研究の現場における解析技術の浸透およびステップアップを図る活動を推進する。

② プロジェクト研究（概要については後述）

- (a) III-V 族半導体薄膜結晶の成長機構と欠陥構造の制御
- (b) 電子材料・エネルギー機能材料
- (c) 微構造の定量的解析法の確立とナノテクへの応用

③ 外部資金導入実績（平成22年度）

<科学研究費>

- ・挑戦的萌芽研究（課題番号：21651054）
研究代表者：桑野 範之
課 題 名：「回折現象を取り入れた SEM 像コントラストの定量化とナノ構造解析への挑戦」
研 究 期 間：平成21～23年度
- ・基盤研究(B)（分担）（課題番号：20360141）
研究代表者：只友 一行（山口大学）
課 題 名：「 r 面サファイア基板への無極性 a 面 GaN の結晶成長と高効率緑色 LED への応用」
研 究 期 間：平成20～22年度
- ・基盤研究(B)（分担）（課題番号：21360342）
研究代表者：板倉 賢（九州大学）
課 題 名：「超顕微法による NdFeB 磁石材料の最適粒界構造の探索と制御」
研 究 期 間：平成21～23年度

④ 研究業績（平成22年度）

- (a) 論文発表等：計6件
 - ・原 著 論 文：5 件
 - ・そ の 他：1 件
- (b) 学 会 発 表：計19件

- 国内学会：15件
- 国際学会：4件
- (c) 特許等：
 - 国内特許出願数：0件
- (d) 論文リスト（平成21年度発表の10件以内）
 - Microscopic studies of metal-induced lateral crystallization in SiGe
Masaru Itakura, Shunji Masumori, Noriyuki Kuwano, Hiroshi Kanno, Taizoh Sadoh and Masanobu Miyao
Applied Physics Letters 96 (2010), 182101.1-3
 - Formation mechanism of Al-depleted bands in MOVPE-AlGaIn layer on GaN template with trenches
Noriyuki Kuwano, Tetsuya Ezaki, Takuya Kurogi, Hideto Miyake and Kazumasa Hiramatsu
Phys. Stat. Sol., C7 (No. 7-8) (2010), 2036-2039.
 - Variations in contrast of scanning electron microscope images for microstructure analysis of Si-based semiconductor materials
Masaru Itakura, Noriyuki Kuwano, Kaoru Sato and Shigeaki Tachibana
J. Electron Microscopy 59 (supplement) (2010), S165-S173.
 - Scanning electron microscope observation of dislocations in semiconductor and metal materials
Noriyuki Kuwano, Masaru Itakura, Yoshiyuki Nagatomo and Shigeaki Tachibana
J. Electron Microscopy 59 (supplement) (2010), S175-S181.
 - Effects of Post-Plating Reflow on Changes in Crystal Grain Size of Sn-2 mass%Bi Alloy Plating with Thermal Cycling Treatment
Noriyuki Kuwano, Atsushi Jinnouchi, Sadanori Horikami, Naruyoshi Hirokado and Harini Sosiati
Materials Transactions, JIM, 51 (2010), 1741-1746.

⑤ 学会活動等実績（平成22年度）

- 日本顕微鏡学会九州支部長
- 日本顕微鏡学会研究部会（SEMの物理学）世話人
- 応用物理学会欧文誌“JJAP”編集委員
- Journal of Electron Microscopy（Oxford University Press）編集委員
- 日本金属学会九州支部監事
- 日本学術振興会第162委員会（ワイドギャップ半導体）委員
- 日本学術振興会第172委員会（合金状態図）委員
- ISPlasma論文委員
- 日本顕微鏡学会第67回学術講演会プログラム委員長
- 国際マイクロビーム解析連合会議プログラム委員

⑥ 研究員等受け入れ実績（平成22年度）

なし

⑦ 代表的プロジェクト研究内容

(a) 「III-V 族半導体薄膜結晶の成長機構と欠陥構造の制御」

- 高品位 AlN テンプレート上に成長させた AlGaN 薄膜の低転位密度化

研究体制：先端機能材料領域、三重大学工学部

研究経過：GaN を中心とした青色発光ダイオードおよびレーザダイオードについては既に実用段階に入っている。これに対して、照明用光源として要望が大きい短波長発光・発振を目指した AlGaN 系については、良質薄膜結晶成長および内部発光効率向上の段階で研究ステージはやや停滞している。AlGaN 系では GaN 系には無い新たな問題が含まれていることに原因がある。本研究では AlGaN 系薄膜を採り上げ、良質薄膜成長技術の確立を目指す。

GaN 系薄膜では基板上に低温で堆積させたバッファ層を挟んで成長させる手法（2 段成長法）や、成長途中でマスク組織を形成したり成長表面を改質することによって転位の合体・消滅を促進させる手法（選択成長法）を用いることによって、転位密度を 10^6cm^{-2} 以下に減少させることができた。ところが、AlGaN 系では SiO_2 を主とするマスク材との化学的反応性が高まることや結晶の機械的硬度が高くなるために転位が湾曲しにくくなる、また、薄膜の横方向成長の傾向が低下するなどのため、GaN では顕著であった貫通転位の消滅機構が効果的に働かないという問題がある。本研究ではまず、転位密度が低い高品位 AlN テンプレートを基板として用いて種々の組成の AlGaN 薄膜を成長させ、貫通転位の挙動を解析した。その結果、Al 組成が 30-40 at% の AlGaN 層で残留する転位数が極大を示すことが明らかになった。言い換えると、たとえ無転位の AlN テンプレートを用いても良質の AlGaN 層は得られないことを示唆している。

Al 組成が 30-40 at% で含有転位密度が最大となるのは、この組成を境にして高 Al 組成側は 2 次元成長モードが、低 Al 組成側では 3 次元成長モードが優先となることが大きな原因であることがわかった。現在、成長温度および原料ガス組成の細かな調整によって良質の AlGaN 層を成長させる技法の提案をしている。

- 半極性 InGa_{0.5}N/GaN における微細組織制御

研究体制：先端機能材料領域、山口大学工学部

研究経過：GaN を中心とした発光ダイオード(LED)およびレーザダイオード(LD)では、良質結晶薄膜を得るために通常は *c*-軸方向に成長させている。しかし、GaN などの III 族窒化物結晶の多くはウルツ鉱型結晶構造をなし、*c*-軸方向に大きな圧電性をもっているため、*c*-軸に沿って電流を流すデバイスでは *c*-軸方向に圧電効果によりバンド構造に歪が生じて、バンド端発光長のレッドシフトや幅拡がり、発光効率の低下などの影響(QCSE: 量子閉じ込め Stark 効果)が出ることが知られている。この圧電性はウルツ鉱型結晶構造が対称中心を有していないこと、(すなわち結晶極性)に由来するので、Stark 効果を回避するために極性がない方向に成長させることが考えられ

ている。本研究ではサファイア基板表面を加工して c -面を切り出し、 c -面成長をさせることにより転位発生を抑えながら、薄膜面は半極性方向になるように成長させる技術確立しようとするものである。

まず、InGaN 成長に用いる GaN/sapphire テンプレートを作製した。 r -面 ($\bar{1}102$) サファイア基板表面に周期的な溝構造を加工し、その上に GaN を成長させた。その際、一方の溝側面は (0001) 面に近くなるように加工した。その結果、GaN は (0001) 面に近い側面から優先的に成長し、断面が倒立三角形をなす島状（実際は横に寝た三角長柱状）結晶となり、ついには隣接の溝部分から成長してきた島結晶と合体して、($\bar{1}1\bar{2}2$) 面に近い一様な平面をもつ GaN 膜となる。これをテンプレートとして InGaN 薄膜を成長させた。これを透過電子顕微鏡 (TEM) で微細構造を評価・解析してみると、InGaN 層内部には GaN テンプレート中の欠陥が受け継がれているもののほかに、GaN 層には見られない複雑な欠陥組織が形成されていることが見出された。これらの欠陥を分類すると、

- ① GaN の成長開始時期から sapphire 基板と界面近傍から伸展する転位：(0001) 面上を進んできて、InGaN 層にまで貫通する。
 - ② InGaN/GaN 界面上に発達する界面転位：2 本ずつが対をなすことが多い。
 - ③ 界面転位とほぼ平行ではあるが、界面から離れて伸展する転位
 - ④ (0001) 面上にありながら ($\bar{1}100$) 面に沿って配列する転位：その結果、InGaN は ($\bar{1}100$) 板結晶の集合となる。
 - ⑤ (0001) 面上の積層欠陥：($\bar{1}100$) 板状晶側面で留まり部分転位を伴っている。
- 現在、これらの欠陥組織の形成機構を解明している。

(b) 「電子材料・エネルギー機能材料」

- ・すずメッキ上に発生するウイスキーの抑制技術の確立

研究体制：先端機能材料領域、九州大学超高压電子顕微鏡室

研究経過：昨年度までは、(社)電子情報技術産業協会内に組織された『錫ウイスキー抑制技術研究委員会』（座長：菅沼大阪大学教授）に参加し、いくつかのめっき・電装関係の企業と大学（大阪大学、九州大学、東京大学、東海大学、横浜国立大学）とが協力しながら、錫ウイスキーの発生機構の解明を目指した研究を進めてきた。今年度からは、残された問題点を解決すべく研究を継続した。具体的には走査電子顕微鏡 (SEM) 内でのウイスキー発生「その場観察」を進め、とくに発生初期の微細組織変化に注目をおいた。その結果、錫結晶粒は加圧によって一旦小さくなるが、再結晶により結晶粒径は増大する。しかしながら、継続的（あるいは繰り返しの）加圧により応力が蓄積し始め、圧力が小さいところへと錫原子の流れが始まり、錫ウイスキーが発生する。したがって、ウイスキーの発生には結晶粒界はほとんど必要なく、単結晶粒の一部が隆起するようにしてウイスキーが発芽する。SEM による表面観察では、粒界が滑った発生したかのような様相をみせ、これまでは結晶粒そのものが下からせりあがると信じられていたが、実はそうではないことが、SEM その場観察および TEM 観察で初めてわかった。錫ウイスキー根元の特徴的な Y 字型結晶粒界は、加圧による変形のために導入された転位が集合して徐々に形成されることも明らかになった。

これらの成果は、錫ウィスカーの形成初期過程をこれまでの定説を根本から覆すものであり、今回の新モデルによって、これまで謎とされてきた現象の多くを解決に導けるものと期待できる。本研究結果はウィスカー発生を抑制する技術の指針となる。

(c)「微構造の定量的解析法の確立とナノテクへの応用」

- ナノマテリアル開発のための超顕微解析支援

研究体制：先端機能材料領域、九州大学超高压電子顕微鏡室、九州大学大学院総合理工学研究院

研究経過：本研究は、文部科学省先端研究施設共用イノベーション創出事業「ナノテクノロジー・ネットワーク」の1つである「九州地区ナノテクノロジーネットワーク（超顕微解析支援）」の一環として行っている。本プロジェクトは、九州大学超高压電子顕微鏡室および関連する施設が、企業および他大学の研究者・技術者に対して透過型電子顕微鏡を主とする実験設備の利用、実験実施の協力、実験技術および解析技術の援助を行うことにより、研究開発の発展を促進・支援するものである。本領域では、産学連携センターに設置した「集束イオンビーム装置（FIB）-マイクロサンプリング装置（日立製作所㈱：FB-2000K）」を使用して、これまでは極めて困難であった透過型電子顕微鏡用サンプルについても、本領域で確立した作製手法（低ダメージ・ピンポイント法）により多くの材料・テーマについて問題解決に寄与した。また、および「低加速走査型電子顕微鏡（Carl Zeiss; Ultra 55）」により、これまでのSEMとはまったく異なる情報を得ることができるようになったので、「九州地区ナノテクノロジーネットワーク（超顕微解析支援）」を通じ、多くの他大学、企業から寄せられてきた技術協力要請に応じ、問題を解決した。さらに、平成18年度より本格的に開始した「超電顕フォーラム」による技術研修会に対しても、九州大学超高压電子顕微鏡室とともに貢献した。

- SEM の物理学

研究体制：先端機能材料領域、九州大学大学院総合理工学研究院、日本顕微鏡学会 JFE スチール研究所、エスアイアイ・テクノロジーズ

研究経過：本研究課題は、日本顕微鏡学会「SEM の物理学」研究部会として遂行する。これまで後方散乱電子によるチャネリングコントラストを応用して、材料内の転位を直接観察できる条件の確定に務めた。今年度は、二次電子を有効に使った解析手法の開拓にあたった。用いた SEM（Ultra55、Carl Zeiss）には、チャンバー内（SE2）と対物レンズコラム内（InLens）との2箇所二次電子検出器を備えている。試料として成長途中で大気中に取り出した GaN 試料を用いた。その結果、大気中に取り出したときの結晶外形対応するコントラストが InLens 検出器でのみ得られることを見出した。これはおそらく、大気中の酸素が表面に吸着し、それから余分の電子が供給されたためと思われる。すなわち、ドーパントコントラストの一種であろう。これらの成果は低温でのマイクロ CL 測定結果などと重ね合わせることによって、さらに新たなことを知ることができるようになるものと期待される。

⑧ 今後の研究計画

(a) III-V 族半導体薄膜結晶の成長機構と欠陥構造の制御

短波長発振 LED/LD デバイス用材料としての AlGa_N 薄膜成長技術の確立を目指して、転位挙動、成長プロセス解明の観点から研究を推進する。具体的には、これまでの研究を継続させ、高品位 AlN テンプレートを用いた AlGa_N 薄膜成長、Ga_N/sapphire テンプレートを用いた半極性面 InGa_N 薄膜成長、窒化物結晶内での転位の移動と形態形成について研究を進める。とくに、AlGa_N/AlN では懸案である 20~30 mol%AlN の AlGa_N 薄膜の良質化について、これまでの研究成果を基にして新しい薄膜成長条件を提案する。

(b) 電子材料・エネルギー機能材料

引き続き、錫ウイスキーに関する研究開発を推進する。とくに、ウイスキー発生初期での結晶粒状態のおよび歪分布を電子線後方散乱回折 (EBSD) を用いた詳細な研究を行い、結晶粒形の変化の解明を図る。

(c) 微構造の定量的解析法の確立とナノテクへの応用

引き続き、文部科学省先端研究施設共用イノベーション創出事業「ナノテクノロジー・ネットワーク」・「九州地区ナノテクノロジーネットワーク（超顕微解析支援）」に参画する。

九州大学超高压電子顕微鏡室には設置させている収差補正装置付の原子分解能 STEM に広角 X 線検出器が新たに装着されたので、これを用いて Ga_N 系材料での結晶極性分布を測定する新たな技法の確立を目指す。

「SEM の物理学」研究部会においては、二次電子像によるドーパントコントラストを新たに注目した解析技術の開拓をめざす。

5.2.3 環境・新エネルギー領域（三浦 則雄 教授）

① 目的

本領域においては、産学連携プロジェクトチームを組織することにより、「環境・エネルギー産業」に関する技術シーズの創出、およびそれに基づく新産業創生を行うことを目的としている。具体的には、環境保全、環境計測、環境浄化、さらに新エネルギー開発、省エネルギー技術などに関連した高性能で実用性の高い最先端デバイス、装置、プロセスの設計・開発、および従来にない新規な機能性材料の探索・創製といった「エナコロジー社会」の実現に貢献できる先端的、創造的プロジェクト研究を企画、推進している。

② プロジェクト研究（概要については後述）

- (a) 固体電気化学式環境ガスセンサに関する研究
- (b) 圧力スイング吸着法用新規複合酸化物系酸素吸着剤の研究
- (c) 環境モニタリング用固体素子型ガスセンサの研究
- (d) 水素社会の実現を支援する高性能ガスセンサの開発

③ 外部資金導入実績（平成22年度）

<プロジェクト>

- 文部科学省

研究領域：グローバル COE プログラム

研究課題名：「新炭素資源学—石炭エコイノベーション」

研究代表者：永島 英夫（九州大学）

研究組織：九州大学（総合理工学研究院、先導物質化学研究所、産学連携センター、応用力学研究所、工学研究院、経済学研究院）福岡女子大学

研究期間：平成20～24年度

- 文部科学省

研究領域：特別教育研究経費

研究課題名：「東アジア環境問題プロジェクト研究の推進」、分担

研究組織：九州大学（41グループ）

研究期間：平成21～23年度

- NEDO

研究領域：省エネルギー革新技术開発事業

研究課題名：「無機系酸素吸着剤を利用した高効率酸素製造装置の開発の事前研究」

研究代表者：泉 順（吸着技術工業）

研究組織：吸着技術工業、九州大学（産学連携センター）

研究期間：平成22年度

- 文部科学省

研究領域：特別経費事業

研究課題名：「産学官地域連携による水素社会実証研究」

研究組織：九州大学（45グループ）

研究期間：平成22年度

<科学研究費>

- ・基盤研究（B）（課題番号：22350095）

研究代表者：三浦 則雄

課題名：「高度な固体電気化学式ガスセンサ構築のための反応界面の設計・制御」

研究期間：平成22～24年度

- ・特別研究員奨励費（課題番号：22・00353）

研究代表者：三浦 則雄

課題名：「ガスセンシング材料用としての機能性マイクロ／ナノ構造を有する金属酸化物の調製」

研究期間：平成22～24年度

<民間との共同研究>

- ・研究題目：「省電力型ガスセンサ素子の研究」

民間機関：北陸電気工業(株)

- ・研究題目：「圧力スイング吸着法用高性能酸素吸着剤の研究」

民間機関：吸着技術工業(株)

- ・研究題目：「ケミカルセンシングデバイスの応用研究」

民間機関：(株)オムロン

<奨学寄付金>

- ・受入数：0件（平成22年度）

④ 研究業績（平成22年度）

(a) 論文発表等：計25件

- ・原著論文：11件
- ・著書、総説：3件
- ・国際会議プロシーディング等：11件

(b) 学会発表：計34件

- ・国内学会：21件
- ・国際学会：13件

(c) 特許等：

- ・国内特許出願数：0件
- ・公開特許公報：2件
- ・特許登録：0件

(d) 論文リスト（平成22年度発表の10件以内）

- ・ Highly Sensitive and Selective Stabilized Zirconia-based Mixed-potential-type Propene Sensor Using NiO/Au Composite Sensing-electrode
P. Elumalai, V. V. Plashnitsa, Y. Fujio, N. Miura
Sensors and Actuators B, **144** (1), 215-219 (2010).
- ・ Impedancemetric Zirconia-based Sensor Attached with Laminated-oxide

Sensing-electrode Aiming at Highly Sensitive and Selective Detection of Propene in Atmospheric Air

R. Wama, V. V. Plashnitsa, P. Elumalai, M. Utiyama, N. Miura

Solid State Ionics, **181** (5-7), 359-363 (2010).

- Sensing Characteristics of Mixed-potential-type Zirconia-based Sensor Attached with NiO-based Sensing Electrode Prepared by Ball-milling

Y. Fujio, V. V. Plashnitsa, N. Miura

Journal of the Ceramic Society of Japan, **118** (3), 197-201 (2010).

- Prevention of Nonspecific Adsorption onto a Poly (Dimethylsiloxane) Microchannel in a Microsensor Chip by Using a Self-assembled Monolayer

T. Kawaguchi, H. Iwasaka, K. Matsumoto, K. Toko, N. Miura

J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS, **9** (1), 013012-013016 (2010).

- Potentiometric YSZ-based Sensor Using NiO Sensing Electrode Aiming at Detection of Volatile Organic Compounds (VOCs) in Air Environment

T. Sato, V. V. Plashnitsa, M. Utiyama, N. Miura

Electrochemistry Communications, **12** (4), 524-526 (2010).

- Electrochemically Synthesized Nanocrystalline Spinel Thin Film for High Performance Supercapacitor

V. Gupta, S. Gupta, N. Miura

Journal of Power Sources, **195**, 3757-3760 (2010).

- Highly Sensitive Detection of TNT Using a Poly(amidoamine) Dendron-based SPR Immunosensor

Y. Mizuta, T. Onodera, P. Singh, K. Matsumoto, N. Miura, K. Toko

Sensors and Materials, **22** (4), 193-200 (2010).

- Mechanochemical Approach for Fabrication of a Nano-structured NiO-sensing Electrode Used in a Zirconia-based NO₂ Sensor

V. V. Plashnitsa, V. Gupta, N. Miura

Electrochimica Acta, **55** (23), 6941-6945 (2010).

- Reversible Change in Crystal Structure of Ba(or Sr)FeO_{3-δ} Associated with Oxygen Sorption/Desorption by Pressure Variation

T. Masunaga, J. Izumi, N. Miura

Journal of the Ceramic Society of Japan, **118** (10), 952-954 (2010).

- Development of Solid-state Electrochemical Gas Sensors Aiming at on-board Diagnosis and Environmental Monitoring

N. Miura

G-COE Program Kyushu University, Novel Carbon Resource Sciences Newsletter, **2**, 10-16 (2010).

⑤ 学会活動等実績（平成22年度）

- 電気化学会 副会長、理事

- 電気化学会化学センサ研究会 事務局
- 電気化学会化学センサ研究会 幹事役員
- 電気化学会九州支部 幹事役員
- The Electrochemical Society、Sensor Division 執行委員
- 化学センサ国際会議（IMCS）国際運営委員会 委員
- 東アジア化学センサ会議（EACCS）国際運営委員会 委員
- 固体イオニクス学会 役員
- 国際学術専門誌 “IONICS”、Coeditor

⑥ 研究員等受入れ実績（平成22年度）

- 氏名(国籍)：Vladimir V. PLASHNITSA（ロシア）
受入れ身分：学術研究員（特任助教）
研究テーマ：「高性能固体電気化学式ガスセンサの研究」
受入れ期間：平成22年4月～平成23年1月
- 氏名(国籍)：Michael BREEDON（オーストラリア）
受入れ身分：学振外国人特別研究員
研究テーマ：「ガスセンシング材料用としての機能性マイクロ／ナノ構造を有する金属酸化物の調製」
受入れ期間：平成22年11月～平成23年3月
- 氏名(国籍)：Sri Ayu ANGGRAINI（インドネシア）
受入れ身分：訪問研究員
研究テーマ：「機能性材料およびデバイスに関する研究」
受入れ期間：平成22年4月～平成23年3月
- 氏名(国籍)：Serge ZHUIYKOV（オーストラリア）
受入れ身分：訪問教授
研究テーマ：「高性能ケミカルセンシングデバイスに関する研究」
受入れ期間：平成22年10月～平成22年11月
- 氏名(国籍)：今村 徹治（日本）
受入れ身分：共同研究員
研究テーマ：「省電力型ガスセンサ素子の研究」
受入れ期間：平成22年4月～平成23年3月
- 氏名(国籍)：王 鴻香（日本）
受入れ身分：共同研究員
研究テーマ：「圧力スイング吸着法用高性能酸素吸着剤の研究」
受入れ期間：平成22年4月～平成23年3月

⑦ 代表的プロジェクト研究内容

(a) 「固体電気化学式環境ガスセンサに関する研究」

研究体制：KASTEC 環境・新エネルギー領域、総合理工学研究院、先導物質化学研究所、応用力学研究所、工学研究院、経済学研究院、福岡女子大学

研究経過：平成20年度から開始された文部科学省のグローバル COE プログラム、研究課題「新炭素資源学－石炭エコイノベーション」(研究代表者：九州大学 永島英夫教授、研究期間：5年間)というプロジェクトの事業推進担当者として主に環境ガスセンサに関する研究を進めて、本年度は以下のような成果を得た。なお、本プロジェクトは、平成22年度から採択された科学研究費補助金(基盤研究(B))「高度な固体電気化学式ガスセンサ構築のための反応界面の設計・制御」(研究代表者：九州大学 三浦則雄、研究期間：3年間)としても同時に推進した。特にここでは、混成電位や電解電流などを応答信号とする固体電気化学式ガスセンサにおける最適な検知極材料および組成の探索、反応界面の微細構造や微細組成の設計、および作動条件の最適化を目指すものであり、本年度は、排ガス用センサ及び VOC センサについて以下のような成果を得た。

種々の粒子径のナノ Au 粒子を検知極に用いた混成電位型ジルコニアセンサが、Au 粒子径や検知極材料のモルフォロジの違いによって、応答特性が大きく変化することを見出した。また、Au ナノ粒子を1 wt% 添加した ZnCr_2O_4 を検知極 (ZnCr_2O_4 (+Au)-SE) に用いた素子では、CO 及び炭化水素に対して高い感度を示した。そこで、本素子と炭化水素に対してのみ選択的な応答を示すことがわかっている ZnCr_2O_4 -SE を組み合わせた素子を作製して両極間の電位差を測定することで、 C_3H_8 に対する感度を相殺して CO に対して高感度かつ選択的な応答が得られることがわかった。

一方、NiO 検知極を用いた混成電位型 YSZ センサでは、他ガスの共存による影響をあまり受けずに、水蒸気存在下においても50 ppb という極低濃度のトルエンに対して比較的良好な感度と選択性を示すことを見出した。また、本素子はトルエン以外の他の VOC (*m*-キシレン、ベンゼン、エチルベンゼン、スチレン、ホルムアルデヒド) に対しても比較的高い感度を示した。本素子は市販の FID 全炭化水素分析計と比較しても良好な VOC 検知特性を示すことが分かった。また、さらなる低濃度 VOC の検知を目指し、検出原理を考慮して NiO 膜厚の変化によるガス検出特性の影響を評価したところ、NiO 膜厚を減少させることで、選択性はほとんど低下させずにトルエン感度を向上させることができた。

(b) 「圧力スイング吸着法用新規複合酸化物系酸素吸着剤の研究」

研究体制：KASTEC 環境・新エネルギー領域、吸着技術工業株式会社

研究経過：平成22年度に採択された NEDO「省エネルギー革新技術開発事業 先導研究(事前研究)」の「無機系酸素吸着剤を利用した高効率酸素製造装置の開発の事前研究」(研究代表者：吸着技術工業 泉 順、研究期間：1年間)の再委託研究のグループリーダとして新規酸素吸着剤の基礎研究を推進した。

省エネルギー、省資源の観点から、産業上の基幹物質の一つである酸素の安価な製造法の確立は極めて重要である。本研究は、無機多孔質体を酸素吸着剤に用いた革新的な PSA(圧力スイング吸着法)による高効率な酸素製造装置を開発することを最終目的としており、再委託先である九州大学では複合酸化物系新規酸素吸着剤に関して以下のような成果を得た。

まず、蒸発乾固法によって得られた Ba-Fe 系および Sr-Fe 系酸化物について粉末

X線回折によって室温における結晶構造を決定した。Ba-Fe系酸化物は六方晶ペロブスカイト型(JCPDS #23-1024)、Sr-Fe系酸化物は正方晶ペロブスカイト型(JCPDS #39-0954)の結晶構造を示すことを確認した。これら試料の表面状態を走査電子顕微鏡によって観察したところ、両試料ともに粒径が数 μm 程度の二次粒子が数多く存在し、その表面には数百nmのさらに細かな粒子が点在していた。また、 $\text{SrFeO}_{3-\delta}$ では数十 μm 程度の粒子が集まって一つの凝集体を形成していた。両試料の比表面積については、 $\text{BaFeO}_{3-\delta}$ が $0.18\text{ m}^2/\text{g}$ であるのに対して、 $\text{SrFeO}_{3-\delta}$ では $0.72\text{ m}^2/\text{g}$ とより大きいことが分かった。ペロブスカイト型酸化物においては、酸素は表面吸着されるのではなくバルク内部に収着されるため、その収着量は比表面積には依存しないが、酸素の収脱着速度には大きく影響していると考えられる。

両試料の酸素収着量を熱重量分析装置による重量変化から算出した。その結果、 $\text{BaFeO}_{3-\delta}$ の 300°C における可逆的酸素収着量は約 $6.78\text{ cm}^3/\text{g}$ を示し、 $\text{SrFeO}_{3-\delta}$ については約 $11.33\text{ cm}^3/\text{g}$ を示すことが分かった。 $\text{SrFeO}_{3-\delta}$ の酸素収着／脱着の速度は、 $\text{BaFeO}_{3-\delta}$ に比べてかなり大きかった。また、ヨードメトリの結果、 $\text{BaFeO}_{3-\delta}$ では酸素収着時の酸素含有量は2.60、脱着時の酸素含有量は2.48であったため、異なる酸素分圧での酸素含有量の差は0.12と求められた。一方、 $\text{SrFeO}_{3-\delta}$ では酸素収着時の酸素含有量は2.71、脱着時の酸素含有量は2.51を示したため、酸素含有量の差は0.20が得られた。これより、酸素脱着時では試料中に含まれるほとんどのFeは3価で存在するが、酸素収着時では4価のFeが一部で存在していると推測される。

最後に、小型PSA-酸素吸脱着特性評価装置を用いた空気分離試験では、 $\text{SrFeO}_{3-\delta}$ の場合に約50 vol.%程度の酸素富化空気を実際に得ることができたことから、PSA用新規酸素吸着剤として有望であることを確認した。

(c)「環境モニタリング用固体素子型ガスセンサの研究」

研究体制：KASTEC 環境・新エネルギー領域、国立環境研究所

研究経過：平成20年度まで国立環境研究所と協力して推進した「環境モニタリング用固体素子型ガスセンサ」についてのプロジェクトは終了したが、本年度も研究を引き継いで推進した。なお、本研究は、平成21年度から採択された文部科学省「特別教育研究経費」の「東アジア環境問題プロジェクト研究の推進」に伴って九州大学内に新たに設置された「東アジア環境研究機構」環境保全コンソーシアム内の大気汚染グループにおける「環境ガスセンサの研究」課題としても同時に推進した。

光化学スモッグや地球温暖化などの原因物質である炭化水素は、大気環境中においてそのトータル濃度の上限値(0.2-0.31 ppmC)以内が行政指針として定められている。現在、大気環境中の炭化水素モニタリングには、ガスクロマトグラフィ(GC-FID)やGC-MASSなどが主に使われているが、これらの装置は大型で高価であるため、小型で安価な環境モニタリング用炭化水素センサの開発が切望されている。本年度は、我々が提案しているppbレベルの C_3H_6 を選択的に検出可能なイットリア安定化ジルコニア(YSZ)チューブを用いた混成電位型センサについて、YSZロッドを用いることで小型センサ素子を作製し、実用化へ向けた本素子の様々なセンサ特性の検討を行った。

YSZ チューブを用いた素子の参照極は、管内側表面に形成した Pt 極を大気開放にして用いるため、素子構造の簡素化や小型化は難しい。一方、ロッド型素子では、両電極ともに被検ガスと接触させるため、構造がシンプルで小型化が可能であるが、そのためには Pt 極が種々のガスに対して不活性である必要がある。そこで、Pt を検知極としたチューブ型素子について、大気中に主に存在する低濃度ガスに対する応答を 450°C で調べたところ、いずれのガスに対しても不活性であることが確認できた。したがって、Pt 極はこの条件下においてロッド型素子の擬似参照極として使えることがわかった。そこで、 In_2O_3 系検知極と Pt 擬似参照極を用いてロッド型素子を作製し、小型ヒータに付加して主に 450°C の作動温度における検知特性を評価した。その結果、数十 ppb の極低濃度の C_3H_6 を高選択的に検知でき、チューブ型素子と比べても遜色はなかった。さらに、この小型素子と FID（全炭化水素分析計、FIA-51、HORIBA 製）を用いて、実際の大気環境中の炭化水素のモニタリングを連続して 8 時間行った。その結果、本センサと市販分析装置で得られたそれぞれの測定データは互いに良く対応しており、本小型炭化水素センサが実大気中でも良好に作動し得ることが確認できた。

(d) 「水素社会の実現を支援する高性能ガスセンサの開発」

研究体制：KASTEC 環境・新エネルギー領域

研究経過：本研究は、平成22年度から採択された文部科学省「特別経費事業」の「産学官地域連携による水素社会実証研究」（九州大学の45グループ参加、研究期間：6年間）における採択課題「水素社会の実現を支援する高性能固体電気化学式ガスセンサの開発」のグループリーダーとして研究を推進した。

水素社会の実証に当たっては、水素の製造、供給、使用の各工程における安全性の管理や環境への影響が重要である。例えば、水素を空気存在下で燃焼した場合には、窒素酸化物やアンモニアが生成して排出される可能性がある。また、現在、水素は主にメタン等の化石燃料の水蒸気改質や部分酸化により製造されているが、その製造・精製過程においては、製造された水素だけでなく炭化水素や一酸化炭素も系外へ漏洩する可能性がある。そのため、水素を中心とした種々のガスを迅速、高感度、高選択的にモニタリング可能なセンサの開発を目指して研究を進めており、本年度は水素センサに関して以下のような成果を得た。

イットリア安定化ジルコニア (YSZ) を用いた固体電気化学式ガスセンサについて、最適な検知極材料をまず選び出すために、5種類の金属酸化物を検知極として用いた素子について、水蒸気共存下において 100 ppm の H_2 、 CO 、 NO 、 NO_2 、 CH_4 および C_3H_6 に対する起電力応答を測定した。その結果、 SnO_2 検知極を用いた素子では、他の酸化物検知極の場合に比べて明らかに高い H_2 感度を示したため、 SnO_2 を H_2 検知における最適検知極材料とした。ただし、本検知極は機械的強度が十分ではなかったため改善を行った。 SnO_2 へ 10、30 および 50 wt.% の YSZ 粉末を加えた検知極をそれぞれ作製し、機械的強度とセンサ特性を評価した。その結果、いずれの検知極も良好な強度を有していたが、その中でも YSZ を 30 wt.% 加えた素子が、 H_2 に対して最も良好な感度と選択性を示したため、YSZ の最適添加量は 30 wt.% とした。

この (SnO₂ + 30 wt.% YSZ)-SE を用いた素子は H₂ に対して高い感度を示すが、C₃H₆ に対しても高い感度を示すことがわかった。そこで、C₃H₆ 感度を相殺するため、(SnO₂ + 30 wt.% YSZ)-SE と、C₃H₆ に対して良好な感度と選択性を示す (NiO + 50 mol% TiO₂)-SE とを組み合わせた素子を作製し、種々のガスに対する応答を評価した。その結果、本素子は、単独の検知極を用いた場合と比べて明らかに良好な H₂ 選択性を示し、しかも 100 ppm H₂ に対する 90% 応答/回復時間も 15 s と、H₂ 漏出検出用としては迅速な応答性を示すことがわかった。また、本素子の 20~800 ppm H₂ に対する感度と濃度の対数値とは良好な直線関係を示した。以上の結果より、(SnO₂ + 30 wt.% YSZ)-SE と (NiO + 50 mol% TiO₂)-SE とを組み合わせた YSZ 素子は、作動温度 600°C において迅速な応答/回復と良好な H₂ 選択性を示し、H₂ 濃度の定量的な検知が可能であることがわかった。

⑧ 今後の研究計画

- ①科学研究費（基盤研究(B)）「高度な固体電気化学式ガスセンサ構築のための反応界面の設計・制御」については、平成23年度も研究代表者として、固体電気化学式ガスセンサにおける最適材料および組成の探索、反応界面の微細構造や微細組成の設計、および作動条件の最適化を行うことにより、特異的センシング機能を発現させた自動車排ガス監視用及び大気環境モニタリング用の高度なガスセンサの構築を目指す予定である。
- ②文部科学省「グローバル COE プログラム」の「新炭素資源学：石炭エコイノベーション」については、平成23年度も炭素資源環境学の事業推進担当者として、主に自動車排ガスと大気汚染ガスの監視用高性能センサの開発や電気化学スーパーキャパシタ用電極材料の研究などを進める予定である。
- ③「東アジア環境研究機構」の環境保全コンソーシアム内における大気汚染グループの構成員として、今後も環境モニタリング用固体素子型ガスセンサの研究を推進する予定である。
- ④NEDO「省エネルギー革新技术開発事業 先導研究（事前研究）」の「無機系酸素吸着剤を利用した高効率酸素製造装置の開発の事前研究」は平成22年度の1年間で終了した。平成23年度は吸着技術工業株式会社などとの共同研究やより発展させたプロジェクト研究として、圧力スイング吸着法用の高性能新規酸素吸着剤および装置の実用化を目指して、研究を進める予定である。
- ⑤平成22年度に開始された文部科学省「特別経費事業」の「産学官地域連携による水素社会実証研究」の中の採択課題「水素社会の実現を支援する高性能固体電気化学式ガスセンサの開発」は、平成23年度も継続課題として採択されたため、引き続き、水素を中心とした種々のガスを迅速、高感度、高選択的にモニタリング可能なガスセンサの開発を目指して、研究を進める予定である。
- ⑥北陸電気工業株式会社との共同研究である「省電力型ガスセンサ素子の研究」については、平成23年度も引き続き高性能実用ガスセンサ素子開発のための検討を行う予定である。

5.2.4 フォトニックシステム領域（服部 励治 教授）

① 目的

本領域では日本のフラットパネルディスプレイ（FPD）産業の更なる発展のために、新規 FPD の研究・開発に取り組んでいる。現在、具体的に取り組んでいる FPD は「電子ペーパー」と「有機 EL ディスプレイ」であるが、この他にも無線電力伝送技術やタッチパネル技術などのディスプレイ周辺技術を含め、産業界では挑戦できない全く新しいテーマに積極的に取り組んでいる。また、大面積でフレキシブルなディスプレイを作る時に重要な技術となる有機エレクトロニクスの研究も行っている。我々が行っていることは、有望な有機材料をピックアップし、それらをパネル作製まで持っていくための素子／プロセス／回路の開発である。我々は材料・装置メーカーと共に、ディスプレイ産業にこれから参入しようとする初期段階から共同研究を行う。

② プロジェクト研究（概要については後述）

- (a) 有機 EL ディスプレイ研究・開発
- (b) 電子ペーパー研究・開発
- (c) フレキシブルディスプレイ研究・開発

③ 外部資金導入実績（平成22年度）

<プロジェクト研究>

- 内閣府
調査領域：最先端研究開発支援プログラム（先端研究助成基金）
研究課題：「最先端有機光エレクトロニクス研究拠点」
調査代表者：安達 千波矢（九州大学）
研究組織：九州大学5グループ、国内10大学、企業6社
研究期間：平成21～25年度
- 経済産業省
調査領域：平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業
研究課題：「共鳴方式電界結合型無線電力伝送用組込みソフトプラットフォームの開発」
調査代表者：石西 洋（ネットワーク応用技術研究所）
研究組織：ネットワーク応用技術研究所、九州大学
研究期間：平成22～24年度

<民間との共同研究>

- 研究題目：「有機発光デバイスに関する研究」
民間機関：株式会社産学連携機構九州
- その他：3件

<奨学寄付金>

- 受入数：1件（平成22年度）

④ 研究業績（平成22年度）

- (a) 論文発表等：計14件
 - 原 著 論 文：8 件
 - 著書、総説：4 件
 - 国際会議プロシーディング等：2 件
- (b) 学 会 発 表：計17件
 - 国 内 学 会：13件
 - 国 際 学 会：4 件
- (c) 特 許 等：計1 件
 - 国内特許出願数：1 件
- (d) 論文リスト（平成22年度発表の10件以内）
 - Thin and Light Weight Flexible Electronic Paper Display using QR-LPDTM Technology
R. Hattori, R. Sakurai, N. Nihei, and Y. Masuda
IMID/IDMC/ASIA DISPLAY 2010 Digest of Technical Papers, pp. 133-134 (October, 2010)
 - Direct Printed Electrodes of Transparent Conductive Polymers for Flexible Electronic Papers
Masayuki Nishii, Yoshinori Iwabuchi, Hidefumi Kotsubo, Ryo Sakurai, Yoshitomo Masuda, Reiji Hattori
Proceeding of Society for Information Display, pp. 814-817 (May, 2010)
 - OLED における注入および空間電荷制限に対する J-V 理論式の考察
古庄啓太郎・服部励治・李 相根
信学技報、vol. 110, no. 404, EID2010-38, pp. 103-106、2011年1月.
 - 有機 EL ディスプレイのマルチライン駆動
古賀宗典、服部励治
信学技報、vol. 110, no. 404, EID2010-39, pp. 107-110、2011年1月.
 - 単層構造マルチタッチ容量方式タッチパネルの開発
慶 奎元、弓削勝忠、弓指洋平、服部励治
信学技報、vol. 110, no. 404, EID2010-40, pp. 111-114、2011年1月
 - 電子ペーパーディスプレイへの無線給電システム開発
弓指洋平、服部励治
信学技報、vol. 110, no. 404, EID2010-41, pp. 125-127、2011年1月
 - どこでもプリンター ～電子ペーパーへの無線電力伝送システム～
平川 剛、服部励治、石西 洋、渡邊明彦、弓指洋平、井上創造
信学技報、vol. 110, no. 123, EID2010-1, pp. 1-4、2010年7月
 - フレキシブル電子ペーパー開発 ～印刷法を用いた透明電極形成～
西井雅之、岩淵芳典、小坪秀史、桜井 良、増田善友、服部励治
信学技報、vol. 110, no. 146, EID2010-16, pp. 25-27、2010年7月
電子ペーパーネットワークシステム実現のための通信プロトコル設計

平川 剛、石西 洋、井上創造、服部励治

マルチメディア、分散、協調とモバイル (DICOMO2010) シンポジウム ダイジェスト pp.1699-1704 (2010年7月)

⑤ 学会活動等実績 (平成22年度)

- IDW (国際ディスプレイワークショップ) プログラム委員長委員
- 電子情報通信学会会員、電子ディスプレイ研究専門委員会 副委員長
- SID (情報ディスプレイ学会) 会員、プログラム委員
- 有機 EL 討論会会員、運営委員、事務局担当委員
- 応用物理学会会員
- IMID 2010 (10th International Meeting on Information Display) プログラム委員
- AM-FPD 10 (The 18th International Workshop on Active-Matrix Flat Panel Displays and Devices) プログラム委員
- A-SSCC (The IEEE Asian Solid-State Circuits Conference) プログラム委員

⑥ 研究員等受け入れ実績 (平成22年度)

なし

⑦ 代表的プロジェクト研究内容

(a) 有機 EL ディスプレイ研究・開発

研究体制：九州大学5グループ、国内10大学、企業6社

研究経過：本プロジェクトでは、次世代の有機 EL デバイスを実現するため新規発光デバイスの創出を掲げて第3世代の有機 EL デバイスを中核とする有機半導体デバイスの研究開発に取り組み、有機 EL デバイスを中心とした有機半導体デバイスにおいて我が国が世界を先導する科学技術を確立し、その産業化の進展や知的財産の確保に貢献することを目的とする。本領域の教授は、このプロジェクトの中で有機 EL デバイスの応用化技術の開発 (有機半導体インテグレーションラボ) というサブテーマの研究責任者を務める。このサブテーマでは、他のサブテーマで得られた高機能有機半導体材料や先進作製プロセスの研究成果を、的確に応用・実用化へと導くために、社会のニーズにマッチし、生産性を十分に考慮したデバイス・プロセスの開発を行うことを目的とする。いわば、本サブテーマは全体の出口研究と言う位置づけとなる。

(b) 電子ペーパー研究・開発

研究体制：ネットワーク応用技術研究所、九州大学、九州工業大学

研究経過：電子ペーパーは、Amazon の Kindle 端末など電子ブック等の表示デバイスとして市場の拡大が見込まれている。しかし、電子ペーパーの本来の紙に近い特性を活かした用途、アプリサービスのためには、部品点数の削減、特に電池不要の端末とすることが求められている。現状の端末は、大電力を使う汎用通信とサービスのために、各種デバイスと電池を内蔵しており、薄く、軽く曲げられるという電子ペーパーの特徴を活かしきれておらず、PC や PDA との差別化が出せない状況にある。

電子ペーパー端末へのデータ転送を目的とする通信は下り中心であるため、上り（電子ペーパーから）と下り（電子ペーパーへ）で使用する周波数を変え、出力を変えることにより、通信の省電力化が期待できる。また、電子ペーパーの表示データは閲覧を目的としており、厳密で複雑なエラー訂正処理を省略できる可能性がある。

以上の特徴を活かした電子ペーパー応用に向けた通信プロトコルを開発し、ハード処理を行うことにより省電力化、非接触電力転送による電池レスを実現した。本研究開発では、上記の通信プロトコルを開発し、LSI 化を目標とする IP の開発を行った。

本研究開発の成果により、真の電子ペーパーデバイスの普及が期待でき、紙資源の節約と CO₂ 削減につながる。また、電子ペーパーを用いた新しいサービス（どこでもプリント）の実現が可能となり、新規市場確保が期待できる。

(c) フレキシブルディスプレイ研究・開発

研究体制：九州大学、企業数社

研究経過：ディスプレイをフレキシブルにしようと言う研究が、近年、急速に活発化している。この動きの発端は、米国において戦場で使うディスプレイを丸めて携帯するためや、戦闘機コックピットで割れやすいガラス基板を使うのを避けるためなどの軍事応用が目的であった。しかし、今や研究の目的は一般人が使うディスプレイをフレキシブルにしようとするところになっている。ディスプレイ関係の学会ではフレキシブル化研究の発表が多くなり、最先端技術と見なされ注目されている。

しかし、日本では企業の研究者や大学の研究者から、フレキシブルディスプレイの必要性を根本的に問う声がよく聞かれる。確かに、携帯ディスプレイが丸められるからと言って利便性が飛躍的に増すとは思えないし、現状の大型フルカラーパネルがフレキシブルになる必要があるのか疑問である。盲目的にディスプレイのフレキシブル化研究が新しい技術であり、この技術の全てが将来必要とされ则认为することは非常に危険である。

ここで、本プロジェクトではディスプレイのフレキシブル研究の本質が何なのかを考え、フレキシブルディスプレイ産業が実際に成立する条件、または、その時必要な技術に対し詳細な調査を実施した。そして、この調査を基に九州地域で活動する企業、または、地方経済戦略への提言を行った。

⑧ 今後の研究計画

(a) 有機 EL ディスプレイ研究・開発

有機 EL ディスプレイ、電子ペーパーなどの応用出口として有望視される有機エレクトロニクスデバイスを作製する環境をクリーンルーム内に整備し、デモンストレーションできる小型デバイスを作製する。同時にプラスチックやステンレスなどのフレキシブル基板上へ低温でかつ高スループットが得られる有機デバイス作製プロセスの開発を行い、ロール・トゥー・ロール (R2R) 作製への移行できる基礎技術を開発する予定である。

(b) 新型容量方式タッチパネルシステムの研究・開発

コスト競争力を持ち、薄型／軽量でフレキシブルパネルにも対応できるタッチパネルモジュールを開発する。研究開発するタッチパネルは寄生容量キャンセリング法の採用により、液晶パネルの共通電極－タッチパネルのITO電極間の距離を短くすることができ、従来、距離を保つために必要であったガラス基板を排除できる。これにより、タッチパネルモジュールはフィルム化でき、他のフィルムと多機能化することにより高い競争力を持つオンセル型フィルムとして開発可能となる。また、マルチタッチパネルでは、従来ITO電極層が2層必要であったのを1層にできプロセス／部材コストに圧倒的な優位性を生み出す。

(c) 電子ペーパー向け無線電力伝送システムの開発

電子ペーパーは、紙に近いということから、動画像を表示させるためのディスプレイとしてではなく、新聞や書籍などの文章や静止画像を表示させるディスプレイとしての応用が見込まれる。電子ペーパーはそのポータビリティの高さから、ユビキタス・ネットワークのディスプレイとして非常に適していると言える。

我々はさらに電子ペーパーの市場や応用シーンを広めるために電子ペーパーネットワークと言う観念で開発に取り組んでいる。これは、情報端末に載せるハード・ソフトは最小限に抑え、紙の様なデバイスの実現しようと言うものである。つまり、情報端末にはディスプレイと通信機能だけを残し、電源、メモリー、CPU、ハードディスクなどハードを取り去ることにデバイスの薄型／軽量化を達成するのである。既に電子ペーパー技術ではフレキシブル基板を使って作製が可能となっており、紙の様な形状の実現は可能である。また、電子ペーパーは電源を切っても表示が残るメモリー性を有していて極めて低い消費電力性を有している。問題は通信に係る電力であり、これを太陽電池や無線電力送信で供給できれば端末からバッテリーを排除でき、薄膜／軽量化が達成できる。

我々はこの電子ペーパーにおけるバッテリーレス化を達成するために、それに適した無線電力伝送システムを開発する。