

21世紀の固体紫外光源の実現・応用展開に道

# 世界トップレベルの高性能深紫外線発光 ダイオード ( L E D ) の作製に成功

紫外線 L E D の応用技術開発を加速



国立大学法人東京農工大学  
株式会社トクヤマ

## 概要

**概要：** 国立大学法人東京農工大学 応用化学部門の瀨瀬明伯教授、熊谷義直准教授の研究グループは、株式会社トクヤマと共同で、世界トップレベルの出力特性を有す「**深紫外線LED**」の作製に成功した。トクヤマは本年中にユーザー評価を開始し、2015年度までの事業化を目指す。

**現状：** 現在、医療、浄水、食品分野における**殺菌**には**水銀ランプ**が大量に使用されているが、消費電力が大きく、有毒物質である水銀を多く含むことから**高環境負荷**なデバイスである。本年、国際的な水銀規制新条約が採択予定であり、**水銀フリー**が世界の潮流となりつつある。そのため**小型で高効率な省エネ代替光源**として深紫外線LEDの開発が国内外で活発になっている。

**研究体制：** 高性能な深紫外線LED開発では、キーマテリアルである**窒化アルミニウム (AlN)** **高品質単結晶基板の開発**と**深紫外線LED構造の作製**という二つの大きな課題があった。これらの課題解決のため、東京農工大学、株式会社トクヤマ、米国ノースカロライナ州立大学Sitar教授らの研究グループ、米国HexaTech社の四者で**日米産学連携開発チーム**を作り、それぞれの有する技術的な強みを深紫外線LEDの実現に活かした。

**コア技術：** 東京農工大学の研究グループは、**独自のハイドライド気相成長(HVPE)法**で超高純度のAIN結晶を高速成長可能にする手法を確立し、農工大TLO株式会社を通じ**日米で基本特許を成立**させた。ノースカロライナ州立大学、HexaTech社は、深紫外光が透過しないものの、低欠陥密度のAINを成長可能な**昇華法**で種結晶を作製する技術を確立した。

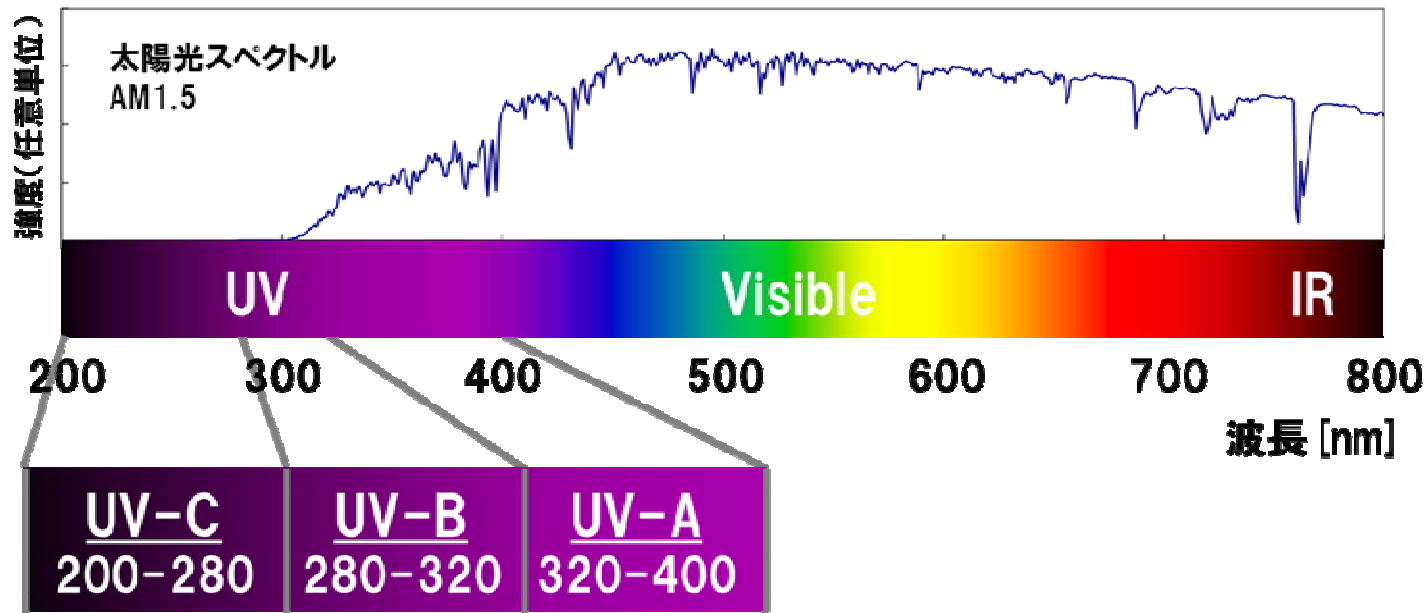
今回、昇華法で作製したAIN種結晶上にHVPE法で高速成長したAINより、**高い深紫外線透過率と低欠陥密度が両立したAIN基板を世界で初めて実現**した。トクヤマはHVPE法のライセンスを受け、本手法を量産技術として確立するとともに**同基板上に殺菌用途に最適な260 nm帯(UV-C)紫外線LEDを作製し、世界トップレベルの出力特性を確認**した。

**今後の展開：** 東京農工大学では今後、生命機能科学部門の田中剛准教授、生物制御科学部門の有江力教授らを加え、殺ウイルス、植物育成制御分野など様々な分野で**クリーン、長寿命、小型、低消費エネルギーな深紫外線LEDの特徴を活かした新市場を創出を検討**する。

**詳細：** 本技術の詳細は、英文誌Applied Physics Express Vol. 5 (2012) 055504、同Vol. 5 (2012) 122101に掲載されている。

# 現状解説

## 紫外線(UV)とは？

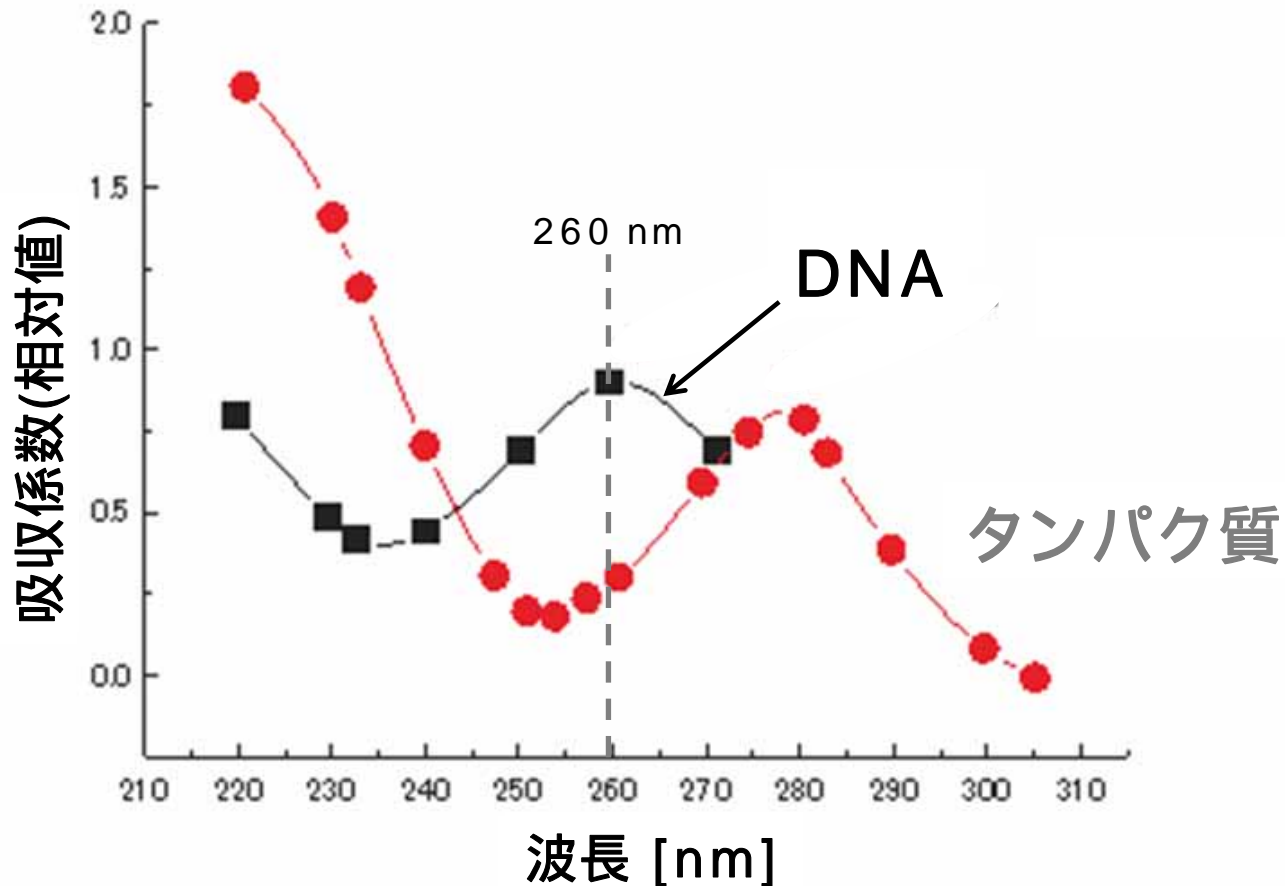


深紫外線：波長およそ350 nm以下の光

UV-A：地表に到達する紫外線の99%を占める。タンパク質を変性（日焼け）させる

UV-C：太陽光スペクトルに含まれない光で核酸(DNA, RNA)を破壊、すなわち強い殺菌作用を有する紫外線

# UV-C帯深紫外光の利用



DNAの光吸収のピークは260 nm付近

260 nm帯発光デバイスは殺菌、殺ウイルスに利用可

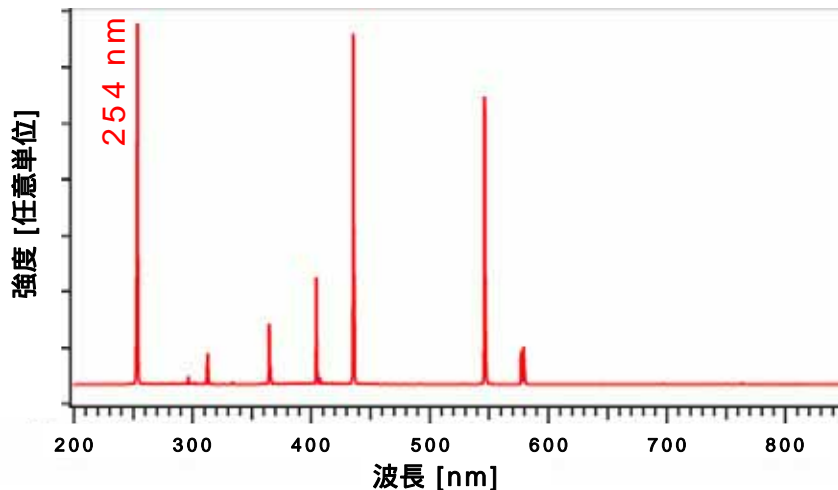
# 既存の深紫外光源(低圧水銀ランプ)の特徴

低圧水銀ランプは、照明の一種。石英ガラス管内の水銀蒸気中のアーク放電により発生する光放射を利用した光源

- 高環境負荷物質である**水銀を含む**
- **寿命が短い**
- アーク放電を利用するため、高電圧が必要（**装置が大型**）
- **始動に時間がかかる**
- **波長選択が自由にできない**

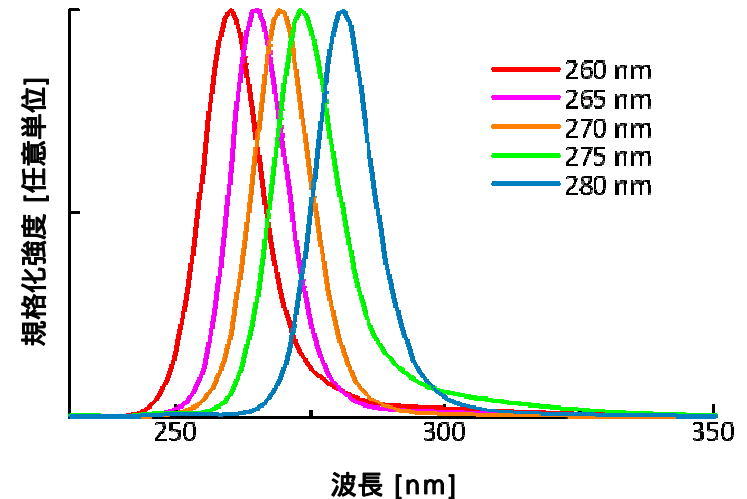
## 低圧水銀ランプ

水銀の輝線のみ利用可



## LED

発光波長を設計可能

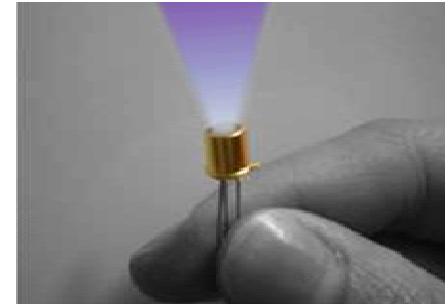


# 低圧水銀ランプから深紫外線LEDへの置き換えの利点

## 低圧水銀ランプ

## 深紫外LED

サイズ: > 10 cm → ~ 1 cm **小型軽量・耐衝撃**



動作電圧: < 200 V → < 10 V **低電圧駆動**

電池動作: 不可 → 可能 **交流電源不要**

応答速度: > 1 sec → < 1 msec **高速応答**

寿命: ~ 1000時間 → ~ 10000時間 **長寿命**

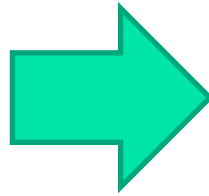
発光波長: 水銀の輝線 → 自由に設計可 **波長選択性**

環境負荷物質: 水銀使用 → 水銀フリー **低環境負荷**

その他: → **小型化による新市場開拓**

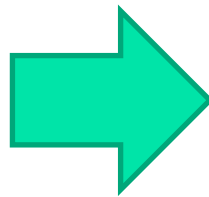
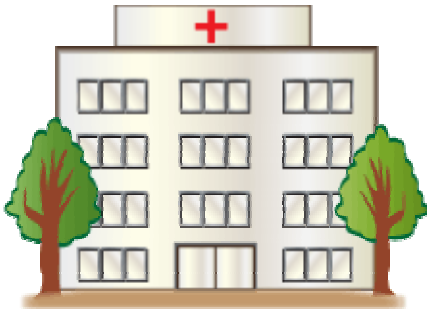
# AIN系深紫外線LEDの広範囲な産業応用

## 環境分野



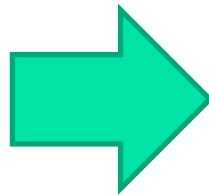
殺菌（安心安全な環境）  
環境負荷物質の無害化分解  
分析装置

## 医療関係



殺菌（安心安全な環境）  
器具類殺菌（感染防止）

## 農業・工業関係



殺菌（安全な空気・水）  
脱農薬環境  
育成制御



# AIN系深紫外線LEDの省エネ効果

## 省エネ効果試算

### 【水銀ランプ】

消費電力 500 W

運転時間 8 h/日                      年間 2920 h

→ 消費電力量：1460 kWh

### 【深紫外線LED】

消費電力 50 W

運転時間 4 h/日                      年間 1460 h

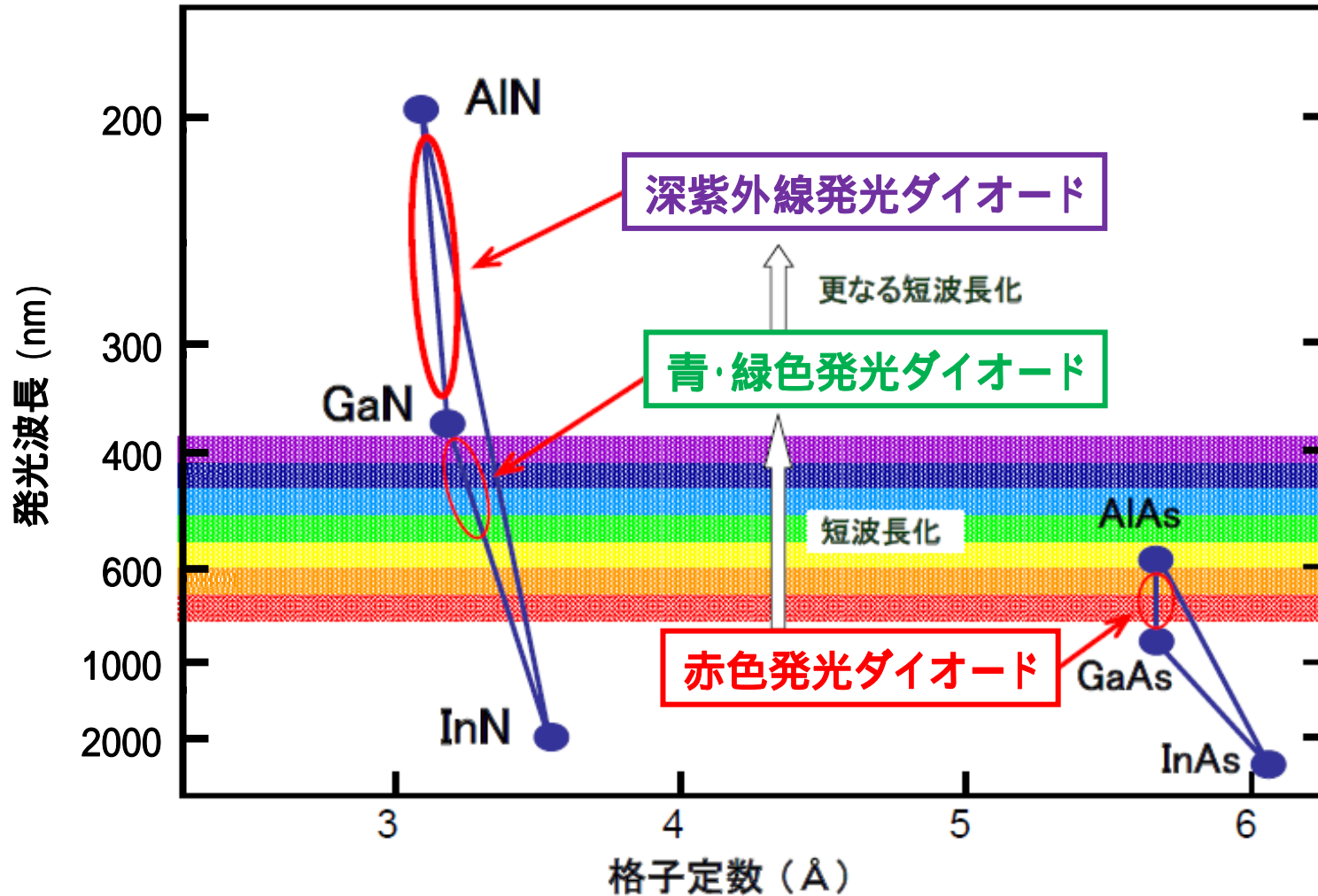
→ 消費電力量：73 kWh

(水銀ランプの20分の1)

省エネルギー量： 1387 kWh/台 (原油換算130 L/台)

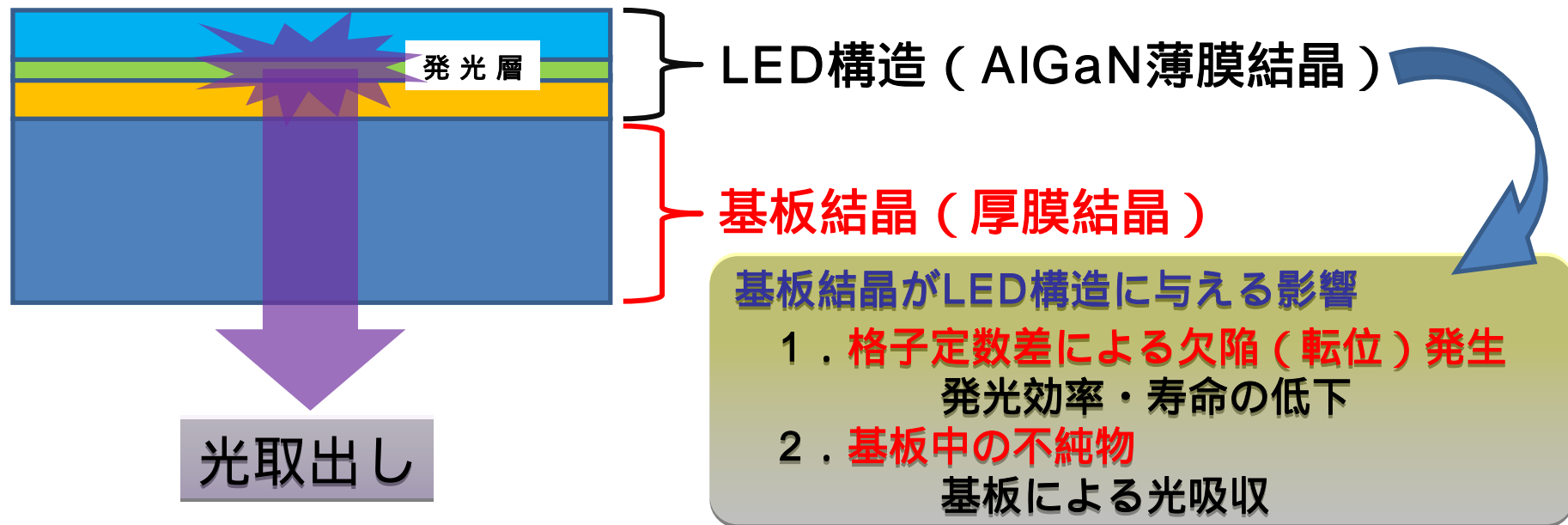
世界年間出荷数250万ユニットで原油換算約3億L/年

# 窒化アルミニウム(AIN)結晶の利用



$Al_xGa_{1-x}N$ 混晶は深紫外LED実現のキーマテリアル

# AlN系深紫外線LEDの作製（結晶成長）



## 各種基板上へのAlGaIn成長

基板結晶	格子定数差	転位発生	基板吸収
サファイア単結晶	<del>大</del>	多い	無し
AlN単結晶	昇華法AlN 小	少ない	<del>大</del>
	HVPE法AlN 小	少ない	無し

有望株

# 研究の経緯・体制

## HVPE法によるAIN結晶成長

原料をすべてガス（気相）で供給する結晶成長法。Al源に塩化物、N源にアンモニア（ハイドライド）を用いることからハイドライド気相成長（Hydride Vapor Phase Epitaxy：HVPE）法と呼ばれ、高純度結晶を成長可、結晶を高速成長可、という特徴を有する。

Alを含む結晶のHVPE成長は、AlCl<sub>3</sub>が石英製の炉を還元損傷することから実現不可能とされていた。

### ～ 東京農工大におけるAINのHVPE ～

2002年 化学平衡解析により、石英と反応しないAlCl<sub>3</sub>を選択的に生成するAIN結晶の原料分子制御HVPE法を確立し特許出願。

2006年 日本国特許（第3803788号）成立

2010年 米国特許（US 7,645,340）成立

原料部反応  $\text{Al(s)} + 3\text{HCl(g)} = \text{AlCl}_3\text{(g)} + 1.5\text{H}_2\text{(g)}$   
成長部反応  $\text{AlCl}_3\text{(g)} + \text{NH}_3\text{(g)} = \text{AlN(s)} + 3\text{HCl(g)}$   
によるAlN成長を実証

2003年～ 株式会社トクヤマとHVPE法による深紫外線LED作製  
用AlN単結晶基板開発の共同研究スタート

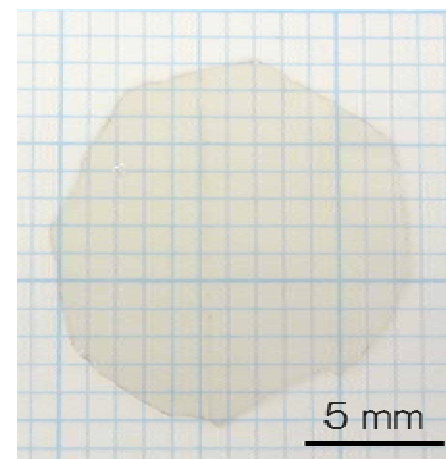


2007年 AlN基板作製に必須な高速（数10ミクロン毎時）  
成長を達成

2010年～ HVPE法により作製されるAIN基板の低転位密度化、  
深紫外線LED作製への利用をターゲットとし、  
東京農工大学、株式会社トクヤマ、ノースカロライナ  
州立大学、HexaTech社で共同研究スタート。

2011年 低転位密度 ( $< 10^3 \text{ cm}^{-2}$ ) 昇華法  
AIN基板上にHVPE成長したAIN  
厚膜を分離しAIN基板を作製。  
深紫外光透過性と低転位密度が両立  
した実用レベルのAIN基板開発に  
成功。深紫外線LED作製の基板とし  
て供給開始。

今回の成果



2012年 株式会社トクヤマにて、HVPE法  
AIN基板上に260 nm帯UV-C深  
紫外線LEDを作製。世界トップレ  
ベルの出力特性を確認。

今回の成果



# コア技術 1 : AlN単結晶基板の作製

成長手法	特徴	課題
昇華法	低転位密度 ( $<10^5 \text{ cm}^{-2}$ )	高不純物濃度, 低紫外線透過性
HVPE法	低不純物濃度, 高紫外線透過性	異種基板上成長時は転位発生

両成長手法の強みを融合



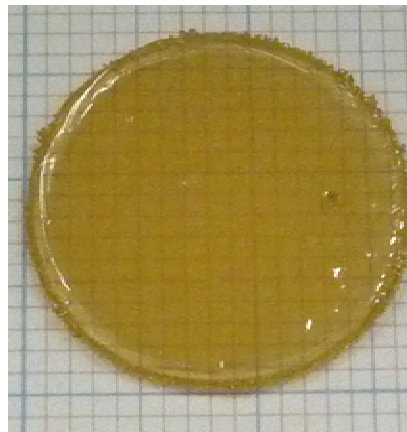
昇華法の低転位密度, HVPE法の高紫外透過性を併せ持つ  
AlN基板実現を目指す

# HVPE法AlN単結晶基板の作製

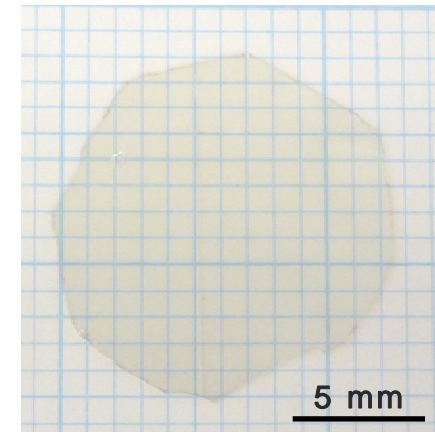
昇華法AlN基板



昇華法/HVPE法AlN基板



HVPE法AlN基板



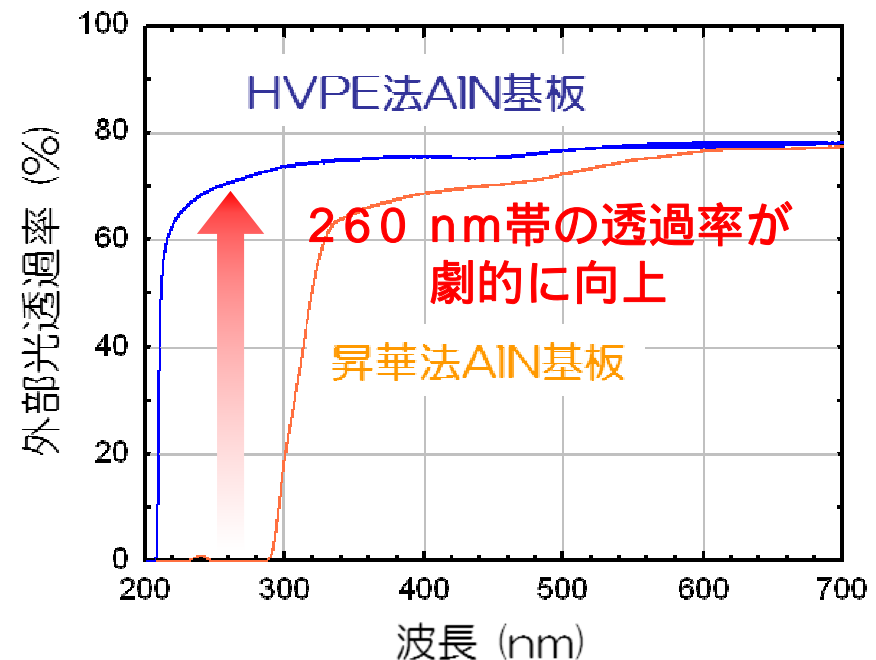
## 現状

基板サイズ： ~ 1インチ,  $t < 300 \mu\text{m}$

転位密度：  $< 10^6 \text{ cm}^{-2}$

吸収係数：  $< 10 \text{ cm}^{-1} @ 265 \text{ nm}$

**世界初の实用レベルAlN基板  
が実現！**

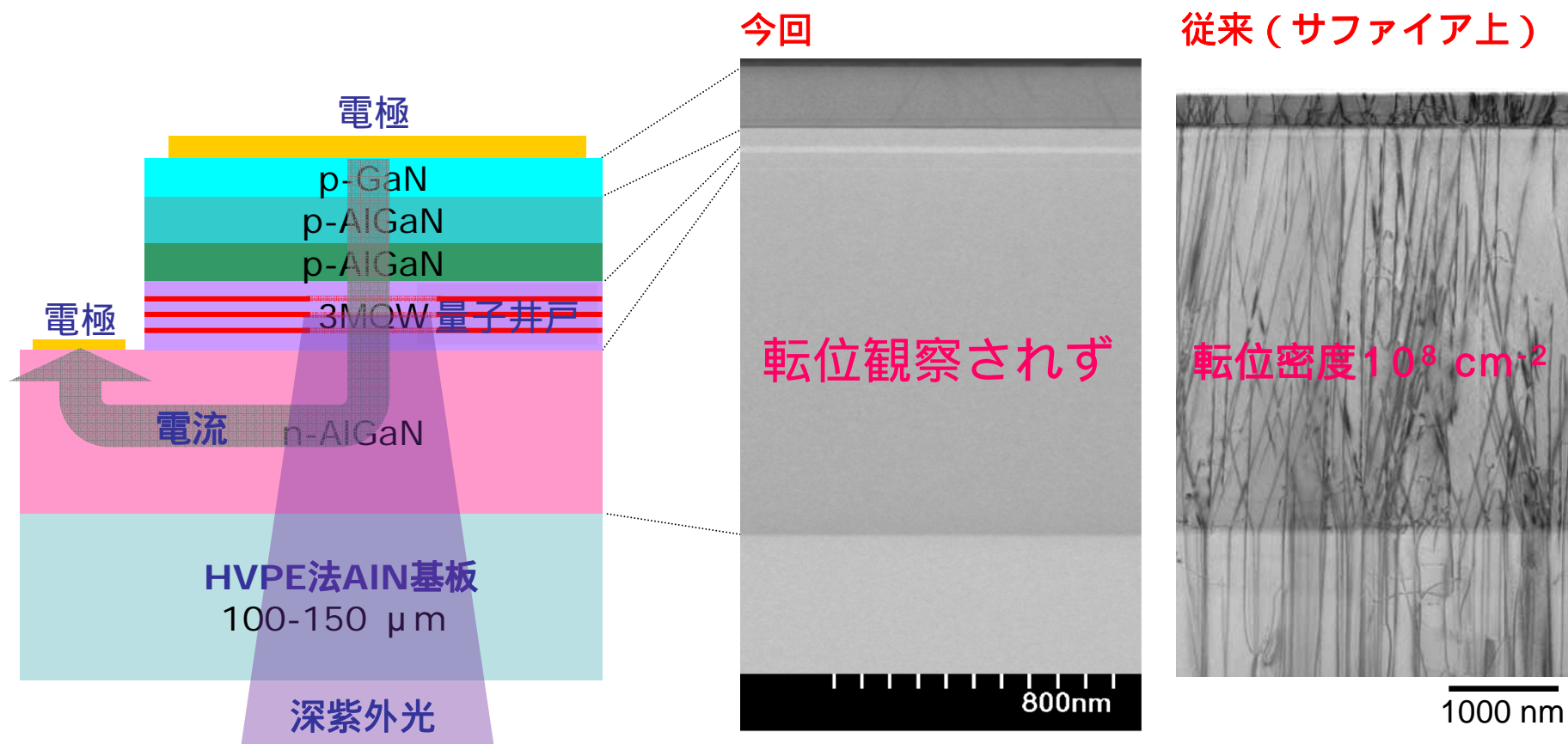


両面研磨114  $\mu\text{m}$ 厚基板の光透過率



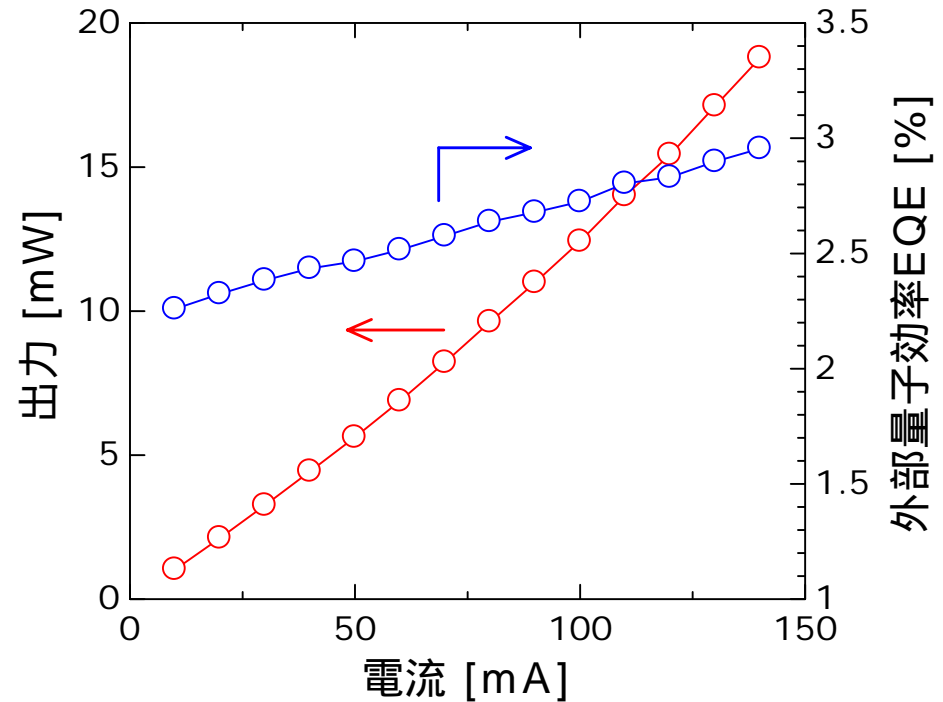
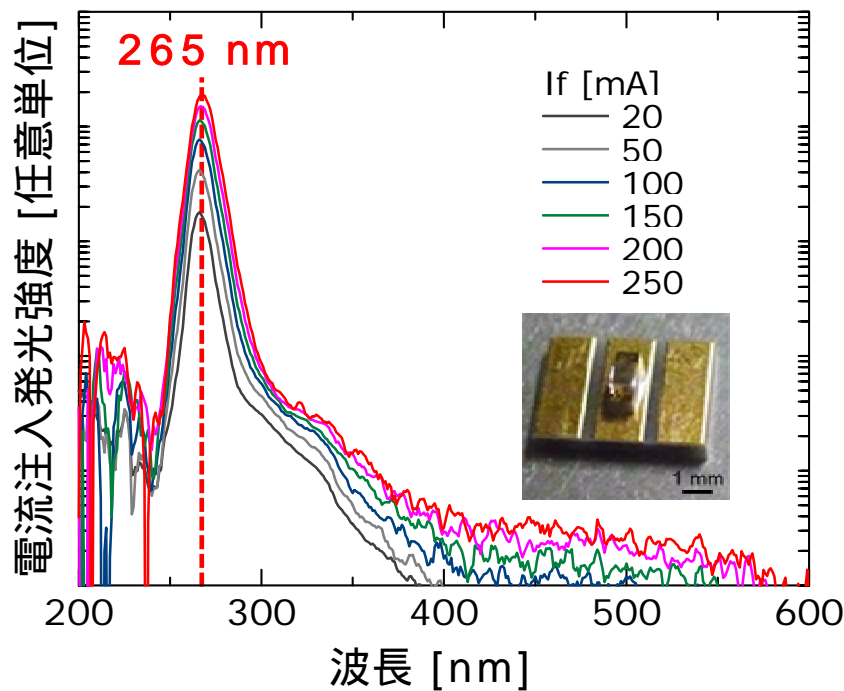
# コア技術 2 : 260 nm帯UV-C LEDの作製

断面透過電子顕微鏡像



HVPE法AlN基板上へ低転位密度( $< 10^6 \text{ cm}^{-2}$ )LED構造作製

# 東京農工大学，トクヤマのUV-C LEDの特性



If [mA]	出力 [mW]	外部量子効率 [%]
80	10	2.5
150	20	3.0

**世界トップレベルの出力特性を実現！！**

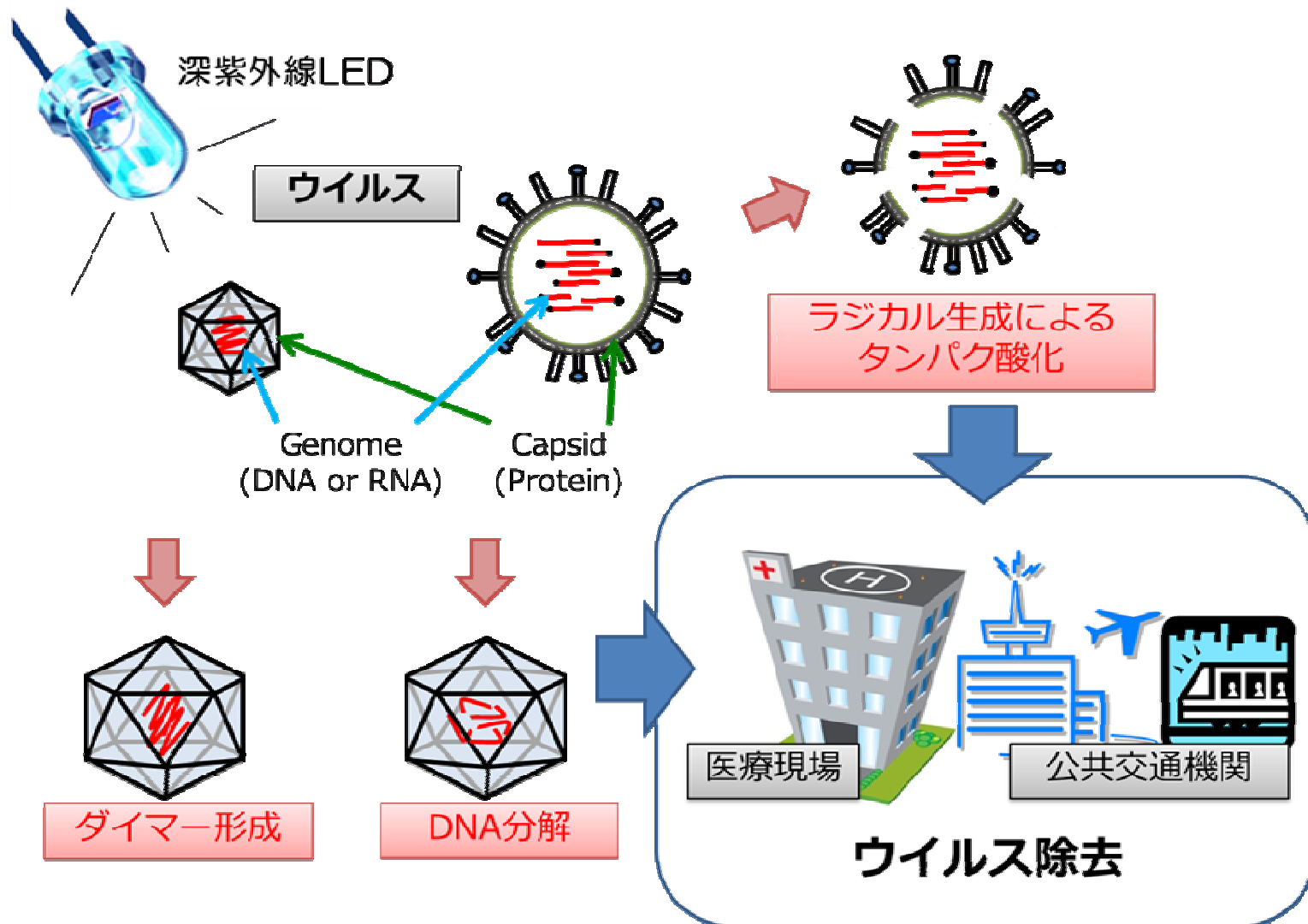
# UV-C LEDの特性比較

メーカー	基板	欠陥密度 基板透過率	素子性能 (255-275nm)	技術評価
東京農工大 トクヤマ	HVPE法 AlN	$< 10^6 \text{ cm}^{-2}$ $> 70\%$	EQE 3.5% 寿命 $> 5000 \text{ h}$	低欠陥密度 素子寿命改善 高透過率 ( $< 10 \text{ cm}^{-1}$ ) 効率低下抑制
国内A社	昇華法 AlN	$< 10^6 \text{ cm}^{-2}$ $< 40\%$	EQE 1 ~ 6.5% 寿命 $> 10000 \text{ h}$ (@ 100 mA)	低欠陥密度 素子寿命改善 × 低透過率 ( $> 35 \text{ cm}^{-1}$ ) 吸収による効率低下 1基板薄膜化 (20 $\mu\text{m}$ ) で吸収抑制 2光取出し構造による効率向上
国内B社 国内C社 国内D社 国内E社 海外F社 海外G社	サファイア	$> 10^8 \text{ cm}^{-2}$ $> 70\%$	EQE $< 4\%$ 寿命 $< 3000 \text{ h}$ (@ 20 mA) 海外F社製品 EQE 0.5%	× 高欠陥密度 素子寿命低下 光取出し構造による効率向上

今後の素子性能向上の伸び代が大きい!

# 今後の展開 1

## 260 nm帯深紫外光照射による殺ウイルス機構の解明と応用



## 今後の展開 2

### 「光」ストレスの植物育成への利用研究

- **植物の生理・生態制御**  
生産効率の向上、新規栽培・育種技術
- **変異誘導**  
果実などの品質、付加価値の増強
- **病害虫抵抗性の付与・養液など育成環境管理**  
防除効果の安定・効率化、化学農薬の低減
- **植物健康管理システムへの利用**  
UV照射・画像解析による病害虫診断