

ガスレビュー

GAS REVIEW

工業ガスを通じて世界を射る <http://www.gasreview.co.jp>

カオス工業の
経営と展望

No.803

2014年11月1日号

月2回 / BIWEEKLY
1日・15日 発行

昭和57年4月16日
第三種郵便物認可



受賞会見の中村修二氏
(写真:共同通信)

14年ノーベル物理学賞受賞のLED製造プロセス開発の傍らには常に工業ガスの存在があった。

祝、ノーベル物理学賞
高純度アンモニアが切り拓いた
高輝度青色LED開発

特報 03

ガスで輝いた青色LED
ノーベル物理学賞、赤崎氏、天野氏、中村氏3氏ともガスと密接な関係に

市場動向 06

特殊材料ガス前線異常アリ
三弗化窒素、塩化水素、世界的供給タイト

小型窒素PSA 07

複雑に精緻を極める省エネ・コンパクト化技術

地域市場再発見・近畿 11

三本の矢では足らぬ近畿ガス市場

国内市場 20

公取委、エア・ウォーターへのエアセパガス
価格カルテル課徴金一部を取消す審決

新社長インタビュー 24

「AWグループとの相乗効果で成長してきたこの企業体を維持し、
揺らぐことない100年企業に」
エア・ウォーター防災 青田良一社長

技術レビュー 25

岩谷産業、炭酸カルシウムとフッ化水素ガスから
世界で初めて高純度人工蛍石合成技術確立

地域市場再発見・北海道 27

機材先行で回復感鮮明な北海道工業ガス関連市場

分析計 23

八洲貿易、ガスクロ代替に赤外線吸光ガス分析計提案

NEWS CATALOG

- 20 時事コラム アマダ、ファイバーレーザ加工機を日本国際工作機械見本市に出展 | アズビル、渦流量計でTBS防弾認定取得 | 大陽日酸、米国政府系研究機関にMOCVD納入 | サイサン、ベトナム大手LPガス企業の経営権取得 | 前川製作所、空気冷媒の冷凍システム「パスカルエア」、韓国舗冷蔵倉庫向けに納入
- 31 流通回路 農業資材EXPOに大陽日酸ガス&ウエルディング、イワタニアグリグリーンらが出展 | サーモス新製品発売 | 岩谷産業、カセットコンロ新製品発売 | 大陽日酸キッズ理科教室開催 | 高圧ガス保安大会、経済産業大臣、高圧ガス保安協会会長表彰受賞者

- 35 海外市場 リンデとダイムラー、独で水素ST13基新設 | エアプロダクツ、カリフォルニア水素ネットワークに装置とガス供給 | ブラックスエア、バルクガス値上げ | ラスガス、ヘリウムⅢプロジェクト入札公示
- 33 DATA 2014年第2四半期世界半導体製造装置出荷装置
- 38 最新工業ガス関連株式会社状況
- 44 ガスレビュー指標 関連機器編
- 36 社報 ダイヘン代表取締役会長、柳生勝氏お別れの会

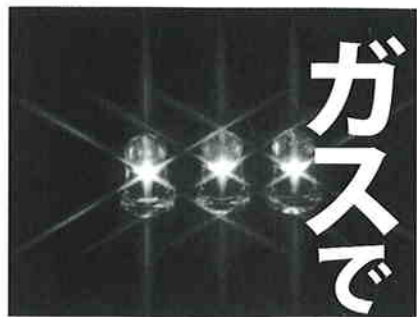
100年ミッション

これからの100年を見据え、
食料・健康・環境・IT・エネルギーのためにガスで未来を拓く。
それが私たちガスプロフェッショナルのミッションです



東京都品川区小山1-3-26 東洋Bldg. TEL.03-5788-8015 www.tn-sanso.co.jp





ガスで輝いた青色LED

ノーベル物理学賞、赤崎氏、天野氏、中村氏、3氏ともガスと密接な関係に

10月8日の朝のニュースで、今年のノーベル物理学賞に、赤崎勇名城大学終身教授、天野浩名古屋大学教授、中村修二カリフォルニア大学サンタバーバラ校教授の3氏が受賞したことを知った。中村氏は取材で何度かお会いしており、その方がノーベル賞を受賞したということにまずは驚いた。

取りあえず、9日の朝、「このたびはノーベル物理学賞受賞おめでとうございます。今回の受賞について高純度アンモニアなど材料ガスも貢献したというコメントをかわせて頂いてよろしいでしょうか」という旨のメールを送った。受賞直後であり世界各地からお祝いのメールが集中していることが予想されたので、正直返事が返ってくるのは難しいかなと思っていた。

中村氏から「ご指摘の通りです。なるべくそのようにコメントします。有難うございました。」と返事が返ってきた。若干意味が通っていない気がするが、ガスに対する深い認識を感じた。そしてかつてと同じように垣根を作らず飄々と応じる態度にいささかの変化もない。

中村氏とはやはり一本のメールのやり取りが切っ掛けである。2003年6月、ちょうどいづゆる「青色LED訴訟」の渦中にあり、時の人とあっていざいざである。ガストロンで「ガスが生み出した世界的発明・発見」をテーマに特集を企画、是非とも中村氏を取り上げなければならぬと考えた。その時には青色LEDが量産化され高純度アンモニアとTMG（トリメチルガリウム）需要も急成長していた。しかし、日亜化学を退社し、サンタバーバラ校教授に就いていたのでこれといった伝手もなく連絡方法を

考えあぐねていた。そうするとサンタバーバラ校のHPに中村氏のメールアドレスを発見、藁をもすがる思いで「工業ガス専門誌の記者、林と申します。中村教授が発明した高輝度青色LEDでのガス利用について取材をお願いします。アメリカにも行きます」という旨のメールを送った。

面識もないものから突然のメールであり無視されても仕方のないところだが「7月には帰国するのでX日（失念した）であれば時間がとれます。ホテルのロビーで会いましょう」と返事があった。申し込みに何を詮索することなく快諾した、その対応に返って身が引き締まった。

とはいえ少しでも中村氏の人となりを知りたくて取材前に2冊の著作と様々な記事に目を通した。読めば読むほど毀誉褒貶が大きく難しい人ではないかと胃が痛くなった。しかし、ホテルのロビーの喫

茶店でお会いした中村氏は明るく自由闊達で多弁で良く笑う。背が高く、声は高くよく通る。難しい技術も実に分かり易く話してくれる。

その中で「高純度アンモニアの高純度化が実現したことが大きな要因で高輝度青色LED開発に結びついた」と述べ、その他のTMGや水素、窒素などの関係が画期的なツールMOCVD法開発に結びついたとガス及びガスコントロール技術の重要性を指摘したのである。

そしてその成功には若き日のガスとの深い関わりがあったのである。

高純度アンモニアが切り拓いた

中村氏は恩を忘れないひとでもある。2003年のインタビューで工業ガスとの最初の出会について訊くと「大学院時代に液体窒素を冷却用に使った時ですね。徳島酸素工業（現四国太陽日酸）の榎津（孝俊）さんとはじめて知り合いました。榎津さんには日亜化学の時もガスで大変お世話になったんですよ」と言葉を添えた。この時点で二十年以上前のことだが「本当にお世話になった」と繰り返した。

入社して5年間は石英管の酸水素溶接との格闘であった。ガリウム・リン（GaP）の化合物半導体材料の開発を命じられた。高価な製造装置は限られた予算の中では買えない。反応炉の中で結晶を作成するが反応炉は石英管を酸水素溶接によって自前で作らなければならなかった。「石英は1500℃の高熱でなければ溶接できず猛烈に熱く、しかも石英管にヒビやクラックがあれば爆発事故に結びつく危険性が高く、実際頻発に起きました。」

何度も危険な目にあつたが3年でガリウム・リンの製品化に成功、続いてガリウム・ヒ素のバルク結晶開発をやはり3年間で製品化した。そこでも酸水素溶接はついて回ってきた。「朝から晩まで気を抜けない作業を続けなければならなりませんでしたが、それでも爆発の理由を探ることで物性を知り結晶生成過程を知りえた経験は大きかったですね」とする。

ちなみに記憶もよい。この時どれくらいガスを使いましたかと訊くと「月平均すると47ℓボンベで水素が10本程度、酸素が2〜3本です」とすぐ答えが返ってきた。続いて赤外LEDや赤色LED

ED開発である。液相エピタキシャル成長法による薄膜形成で溶接作業からは解放された。ガスは水素と窒素をキャリアガスで使った。これも4年で製品化した。特殊材料ガスとの接点は入社十年、当時の日亜化学の小川信夫社長に直訴して青色LED開発に取り組んでからである。「この段階で高品質な結晶膜を量産化するにはMOCVD法しかない」と決めていました。「このMOCVD技術を自らにするためにアメリカのフロリダ州立大学に一年間の短期留学をしている。ガリウム・ヒ素（GaAs）の成長実験をしてアルシンやホスフィンなどの毒性の高いガスやTMGを初めて使った。「この経験から毒性の高いガスは危険性が高く取り扱いが難しい。除害装置など安全対策に負担がかかり難しいと判断しました。」

このアメリカ留学でもMOCVD装置を自分で組み立てなければならなかった。3台あるはずのMOCVDの2台は他の教授が使い、残る1台はバラバラに分解されていたからである。「組み立てるのに9ヶ月かかりました。ここで十年間培った配管や溶接技術が役立つのは皮肉な話です。」

窒化ガリウムを選択したのは何時なのか。「アメリカではMOCVD技術を習得して日本に一時帰国する直前の89年3月です。」当時の青色LEDの世界の常識は、「セレン化亜鉛（ジंकセレン）であった。ガリウム・ヒ素という最適な基板があり、滑らかな均一な結晶膜が成長できるためである。窒化ガリウムは完全に傍流であった。「だからこそ選びました。中小企業が後発で同じ手法で勝てるはずがないからです。幸いセレン化亜鉛の高輝度青色LEDは出来ていません。常識を疑い論文も無視して窒化ガリウムを結晶薄膜、製造技術はMOCVD法、基板はサファイア、ガスはアンモニア、TMGと青色LED開発に向け迷いはなくなりました。」

89年4月から研究開発は始まった。ところが実験では当初は結晶に何も問題が発生しないのである時点から急速に悪化するのである。「装置に問題があるのかと何度も改造したが解決できません。原因を色々探る中で漸くアンモニアに行き着きました。新しいガスを使うと問題が生じないのにボンベにガスが残量1／

高輝度青色発光ダイオードは日本の高純度アンモニアによって可能となった



高輝度青色発光ダイオードは日本の高純度アンモニアによって可能となった
材料物性工学部教授 工学博士 中村 修二氏

ガストロン18 (2003年) 掲載インタビュー

無毒性窒化ガリウムで新しいデバイスへ



カリフォルニア大学サンタバーバラ校 工学博士 中村 修二氏

ガストロン26 (2007年) 掲載インタビュー

スパナ高精度追従式 自動バルブ脱着機 DVW1510 【対象容器】溶接、シームレス容器 (径80~380mm 高さ200~1870mm) ■高精度スパナ追従…アルミ、ステンレス容器でも無理なくねじ込み、高精度のトルク管理ができる ■スパナ原点復帰ボタンを押すだけでスパナが定方向に戻る ■クランプ径調整部は強力なロッド2本で保持、使い続けてもガタが出ない ■省電力…最小の0.75kWを実現 ■ピットレス…ピット工事費と工事期間を抑え、移設も容易	ピットレス非水槽式 自動耐圧試験・乾燥装置 【対象容器】シームレス容器 55L~3.4L(バルブ:V2) その他の容器は手動で耐圧試験が可能 ■ピットレス型で、工事費抑制、工事期間短縮 ■ステンレス鋼製コンベア 長期使用で錆びない ■容器サイズを検知し、注水・乾燥時間を自動設定 ■タッチパネルで制御条件を変更、状態確認 ■手前側開放のため、メンテナンスが容易 ■充填データ、マーキング機対応
---	--

株式会社 7D-M
本社〒577-0066 大阪府東大阪市高井田本通4-7-8 TEL.06-6783-2102 FAX.06-6789-7022
関東〒345-0033 埼玉県北葛飾郡杉戸町佐左門734 TEL.0480-36-5556 FAX.0480-36-5557

3以下程度になると結晶成膜に悪影響がでる。結局、アンモニア中の水分が使っていく間に濃縮され、アンモニア中の不純物として一緒に反応炉に送り込んでしまう。また、ガスの品質のバラつきも目立ちました。早速、ガスサプライヤーにこれは高純度ガスではないと文句を言って対応してもらいました。」

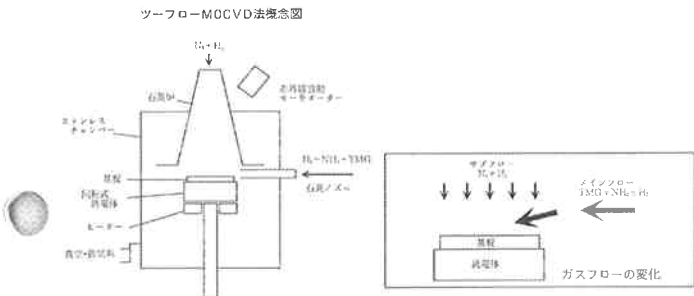
それから問題は生じなくなつた。「安定した高純度アンモニアが供給され、精製装置も設置し万全にしました。これが高輝度青色LED開発に結びつきました。」

アンモニアだけでなく窒素、水素、TMGも高純度ガスが求められたが、やはりアンモニアが問題であつたのである。

研究者、技術者が報われる環境を（中村氏）

高輝度青色LEDの発明には高純度アンモニアとそしてツーフローMOCVD法が重要であつた。「実験と装置の改造を繰り返す中で90年10月にツーフローMOCVDを作りました。極めて高品質な膜が形成されるのです。そして93年11月に1カンデラの高輝度青色LEDの発明に繋がりました。」

しかし、従来のMOCVDはガスを一方方向から流して層流にしないといふ膜ができないうという常識があつた。ここでも水平と垂直の両方向からガスを投入するという常識破りの技術を思い着いたのである。「ガスを横から流しても反応装置内のサファイア基板は約1千°Cの高温で熱対流が生じガスが舞上がり蒸着しません。そこでアンモニアとTMGと水素をメインフローに横から、窒素と水素を上からサブフローとして強く吹き付けることで層流を造り出し均等にガスが供給でき、高品質結晶薄膜成長が可能になりました。」



つまり高輝度青色LEDはガスによってつくられたといつて間違いないのである。そして2000年に入り、高輝度青色LEDはまず日本の日亜化学と豊田合成の2社が量産を開始する。世界をリードした。しかしながら、2007年7月にインタビューしたときに「青色LEDの製造は台湾に抜かれますよ」との予測は当たつてしまふ。今や中国、台湾が最大の青色LED供給拠点となつた。照明用、玩具用など安価な用途で量産したのである。日本は高純度品に拘つたばかりに後塵を拝している。

ガス市場も大きく変わった。日本だけで見ても99年アンモニアは119t、TMGは300kgが13年には2919t、2000kgまで拡大している。但し、世界マーケットではアンモニアは中国1万t、台湾7千t、韓国6千tと市場規模では第4位に転落している。しかしながら、住友精化や昭和電工は台湾、韓国、中国など東アジアに進出、高純度アンモニア精製供給を行い、高品質を武器に実績をつけている。ガスメーカーの方がしぶといのである。

中村氏の直言は続く。これ

も2007年の発言だが、「日本が欧米に伍して知的創造を競うのは無理でしょう。知的創造や基礎研究するひとは煙たがられる。欧米とはそこが大きく違います。知的創造は重んじられ研究者は尊敬されず。日本人は科学者は清く貧しく美しくなければならぬ」という一種信仰があるよう

です。アメリカでは一流の科学者はベンチャー企業を何社も創業し、利益を上げるのが当然です。また、日本、韓国、台湾は本質的な性格は似ていると思います。欧米で開発された技術を元に量産製品にする。いわばコピーが早いか遅いか現在の差でしかない。そうなれば経営者の判断の早さが大きく左右します。この面では台湾、中国が上です。」日本のモノづくりについては「モノづくりが大事と云っていますが日本は研究者、技術者が全く報われていません。投資家やパチンコ経営者が儲けているのは不健全です。それが変わるようには思えない」ともつと辛口である。ノーベル賞受賞の際にもつと過激な発言をしていたが、まだ、アンガーと表現していいのは中村氏なりの愛情かも知れない。

世界初の窒化ガリウム青色LEDを作った大陽日酸製MOCVD

赤崎氏を頂点に名古屋大学、名古屋工業大学、名城大学は窒化ガリウム化合物半導体研究開発の世界的なメッカである。バックにはトヨタそしてそのグループがある。

この3大学には大陽日酸が製造したMOCVD装置が設置されている。89年名古屋大学で赤崎氏が教授、天野氏が助手として共同で高品質の窒化ガリウム結晶を成長させ、青色LEDを世界で初めて光らせた。窒化ガリウムにマグネシウムを混合する方法は中村氏もとり入れている。

成功に導いた大きな要因のひとつが大陽日酸のMOCVD装置であつたことは間違いない。また日本に高純度のアンモニアや水素、窒素、TMGが存在したことも重要である。大学は入札制度のため特定のメーカーやサプライヤーではないがやはり貢献度は高い。今回の青色LEDによるノーベル物理学賞は、結果的に赤崎、天野、中村の3氏による三位一体が生み出したものであり、ガスそしてMOCVD、ガス供給設備も三位一体で支えたといえるだろう。