

# むきざい、NOW



科学技術庁  
無機材質研究所

JULY 2000 No.182

[特集]

## コンビナトリアル材料科学技術

### CONTENTS

#### 特集 コンビナトリアル材料科学技術

- 1 先導プログラム：COMET  
無機材研・東工大連携によるコンビナトリアル材料科学研究
- 2 東工大におけるコンビ研究
- 3 酸化物とSiの直接接合をめざして
- 4 セラミックス合成のコンビナトリアル化
- 5 アメリカ合衆国におけるコンビ研究
- 6 中学生のための「体験学習」感想文紹介
- 7 ニュース
- 7 編集後記

# 先導プログラム：Comet 無機材研・東工大連携 によるコンビナトリアル材料科学研究

—世界をリードするモノ作りの技術革命—



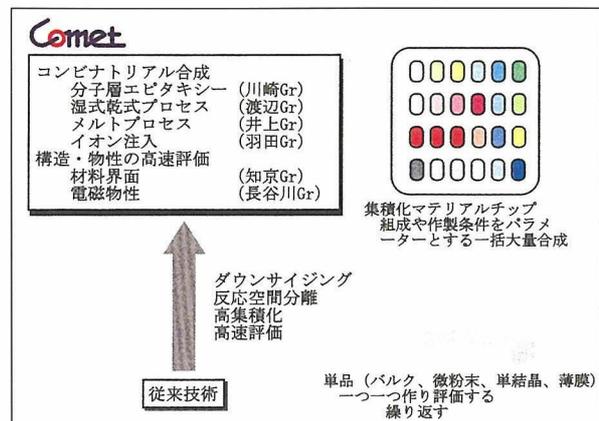
東京工業大学教授  
客員研究官 鯉沼秀臣

一つ一つ作っては評価するという作業を繰り返し、長年の経験と勘に物をいわせて望みの構造・物性を作る、伝統的なモノ作り技術を一新しようとする新しい波が押し寄せてきている。時間（スピード）とIT（情報技術）を組み込んだコンビナトリアルケミストリーに基づく材料開発の集積化への動きです。Comet (COmbinatorial Materials Ekploration and Tecnology) はこの先頭に立って、広範な固体材料に適用できる種々の革新技术を世界に先駆けて提案・開発し、物質の新たな機能を組織的に探索します。

たとえば、常温超伝導体を探索する最も根拠のない、しかし有力な方法は現在最高のTcを有する5成分系より、更に元素数を増やした酸化物をいろいろな条件で作ってみることにありそうです。超伝導体に限らず現代の機能材料開発は、多成分、ナノ構造、表面・界面・欠陥の制御など、高度の構造、反応因子を最適化する操作を要求し、従来の方法では余りにも多くの時間とコストがかかるレベルに到達してきています。

コンビナトリアルケミストリーは近年医薬品の組織的探索用に開発された研究手法ですが、成分や開発要素が多様な新物質・機能の研究に応用することで、その開発スピードを飛躍的に加速できる特長を有しています。新材料の発見、新デバイスの発明は科学技術・産業の飛躍的発展の原点ですが、要求される構造や機能の高度化とともに作製パラメータの増大と複雑化を伴う点で医薬品の開発と共通する性格を有しています。しかし、固体材料開発を目指すコンビナトリアル探索の具体的方法は、溶液系をベースとした医薬品のそれとは大きく異なり、独自の新手法を考案し、開発しなければなりません。

基本的なコンセプトは、薄膜プロセス等による反応領域の微小化、空間分離、集積化と、それをサポートする計算機による材料、プロセスの設計及び集積化された多数のマテリアルチップの高速評価システムの構築です。Cometでこの全ての領域をカバーすることは無理にしても、国際的なプライオリティを確保する上で特に重要と考えられる材料、プロセス、評価に6つの研究グループを組織し、新材料探索やデバイス開発の効率を10~10,000倍以上に高めることを目標にしています。多成分のセラミックスを中心とし、ガラスや半導体、金属にいたる種々の材料とプロセスについて、一回の反応で組成や作製パラメータを系統的に振ったマテリアルチップを作製し、高速に評価する科学的系統的なシステムの開発を開始して興味深い成果が出始めています(本号2~4ページ参照)。図に示すコンビナトリアル過程は、電子デバイスにおける真空管、個別半導体素子からICへの進歩に相当し、材料開発を劇的に高速化し世界をリードする研究を展開するカギを握っているのです。



# 東工大におけるコンビ研究



東京工業大学助教授  
客員研究官 長谷川哲也

## 新機能酸化物のハイスループット合成・評価

原子層を一つ一つ積み上げていく薄膜合成技術にコンビナトリアルの考えを応用し、新しい機能を示しそうな材料を、絨毯爆撃的に作り出します。また同時に、その特性を高速に評価する技術も開発し、従来とは比べものにならないスピードで材料の探索を進めます。

酸化物は、有用な機能・特性の宝庫です。例えば銅酸化物は高温超伝導を示し、エネルギー問題解決の切り札と期待されておりますし、巨大磁気抵抗を示すマンガン酸化物は、次世代の磁気記憶への応用が盛んに研究されています。しかし、これらの材料は何種類もの元素を含んでおり、有用な機能は、ある特定の元素を限られた組成で組み合わせる時にしか現れません。また、優れた特性はより複雑な化合物で現れる傾向にあり、それを発掘するのはますます難しくなっています。

新しい機能性材料を探索しようとした場合、元素の組み合わせや組成の違う物質をひとつひとつ丹念に作り、それを逐一評価するというのが従来のスタイルでした。私たちは各プロセスにかかる時間と労力を軽減し、探索のスピードを飛躍的に向上させるため、新たな薄膜材料の作製方法を開発しました。図1(上)のように、強力なレーザーで材料を気化させて基板に薄膜を堆積させますが、コンピューター制御で気化させる材料を選びつつ、気化量を精密にコントロールします。その結果、10mmほどの長さの間で組成が連続的に変化している薄膜ができあがります。たった1枚の薄膜でも、組成の異なる化合物が10,000個ほども並んでいることに相当します。

次なる問題は評価です。例えば、この薄膜の磁気特性を評価するには、非常に高感度で小型の磁気センサが必要です。私たちは、超伝導体を使ったスクイドと呼ばれる特殊なセンサを用い、これを

材料の表面上に渡って精密に走査させることにより、ミクロンレベルの磁性を評価できる装置を導入しました。一例として、この装置により評価した(La,Sr)MnO<sub>3</sub>薄膜の磁気モーメントの大きさを示します。ある特定のSr/La比率でのみ、強い磁性が出現していることがわかります。このような材料探索を旧来のやり方で行うと数カ月はかかりますが、ここで開発した新しい手法を用いれば、合成・評価の全プロセスを含めても、2、3日で終了します。この結果からも、コンビナトリアルの技術がいかに強力かが明らかだと思えます。

ただし、ここで述べた成果は、ほんのデモンストレーションの一つに過ぎません。私達は、コンビナトリアルの考え方を様々な要素技術に取り入れ、環境、エレクトロニクス、通信など、幅広い分野のニーズに応えるべく、新材料の探索を推し進めています。

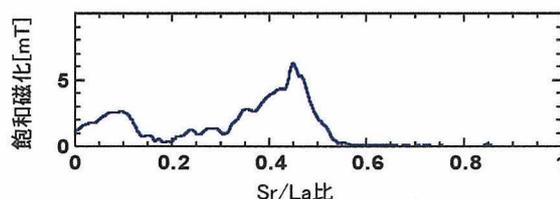
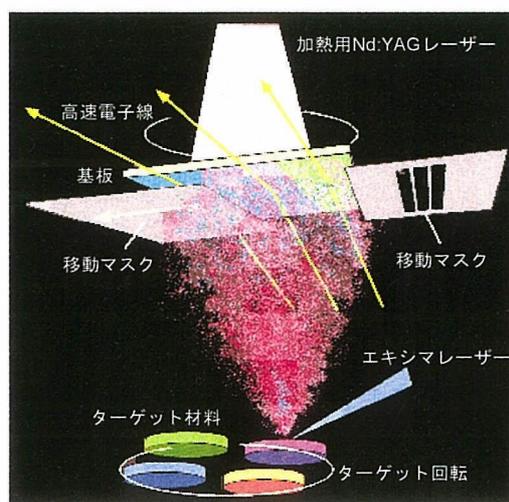


図1 コンビナトリアル薄膜合成システム(上)とマンガン酸化物薄膜で観測した磁気モーメント(下)

# 酸化物とSiの直接接合をめざして



金属材料研究所・無機材質研究所  
知京豊裕

相性の悪い2つの材料の仲をとりにつ仲介役を探す。

次世代の大規模集積回路に必要な酸化物/Si界面構造を開発します。

機能性酸化物とSiを直接接合することで新規デバイスの要素技術の開発をめざします。

コンビナトリアル手法を使い短期間で効率的な材料開発、構造開発を行います。

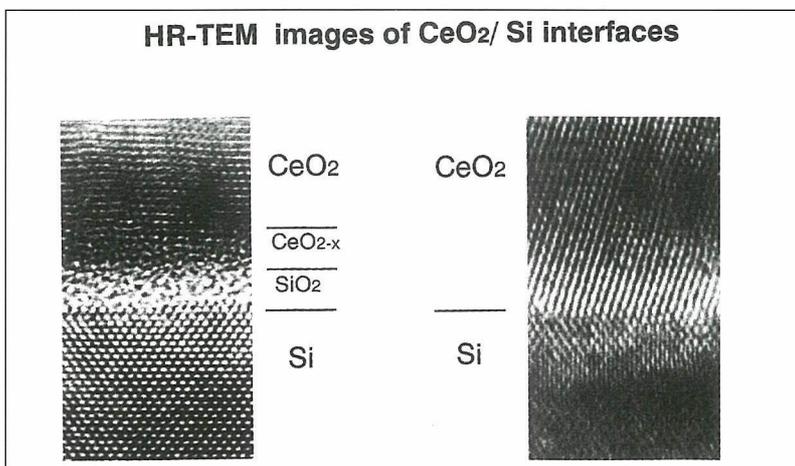
現在のエレクトロニクス社会は集積回路技術によって成り立っています。しかし、集積回路の規模が大きくなり加工寸法が小さくなるにつれてこれまで使われてきた材料や構造の限界に近づきつつあります。このために新しい材料の開発や新規デバイス構造の提案が必要になっています。このような要請にこたえるために、コンビナトリアル手法を用いて機能性酸化物をSi上に直接接合させ、将来の電子デバイスが抱える問題の解決を提案しています。

コンビナトリアル手法は基板上をいくつものピクセルに分け、それぞれの場所に組成や成長条件を系統的に変化させ、目的の材料や作成条件を効率的に見つける方法です。この目的のためにコンビナトリアル酸化膜成長装置を開発します。装置には固定マスクと移動マスク、それに温度を場所

により変えることができる機能があり、組成や成長温度を変えた試料を一度に作製することができます。コンビナトリアル材料研究では、一度に多くの試料が作製できることからその評価方法も重要です。このために集束イオンビームと微細な針（マイクロチップ）を用いて試料表面の好きな場所から試料を切り出し、観測したい場所の断面構造を数時間以内に透過型電子顕微鏡で観察できるシステムを用います。また、光学的な測定をつかって酸化物の誘電率や光学的バンドギャップを簡単に計測する装置の開発もめざしています。

一般に酸化物とSiを接合させると界面に酸化膜や反応層が形成されることが知られています。このような構造があると目的とする電子デバイスの動作が期待できません。ところがSi表面を原子1個分の厚さのヒ素で覆うと表面が安定化し反応性の少ない表面ができます。この上に酸化物を成長させることで直接酸化物とSiを接合させることができました。

これからはいろんな元素やいろんな組成の薄膜をSi上に敷き、目的とする酸化物をSi上に接合するために有効な界面構造を見つけ出していきます。



左側：Si上に酸化物CeO<sub>2</sub>を成長させた界面  
明るいSiO<sub>2</sub>と反応した領域が観測される。

右側：ヒ素で表面を覆ったSi上にCeO<sub>2</sub>を成長させた界面  
直接CeO<sub>2</sub>とSiとが接合されている様子が観測される。

高分解能電子顕微鏡によるCeO<sub>2</sub>/Si 界面の観察

# セラミックス合成の コンビナトリアル化

—機能材料の探索と最適化—



第8研究グループ  
総合研究官 渡辺 遵

湿式・乾式法などセラミックスの主要な合成手法にコンビナトリアル化学の概念を導入し、セラミックスの探索や機能の最適化を高速・高効率に行えるシステムを構築し装置開発を行います。それによりLi二次電池用新機能電極活物質、波長変換ガラス及び酸化亜鉛蛍光材など機能性材料の開発を目指します。

本プロジェクトには、所内のソフト化学、ガラス及びイオン注入系の3チームが参加し、それぞれの合成手法のコンビナトリアル化とその応用研究を行っています。以下に研究概要とこれまでの主要な成果を紹介します。

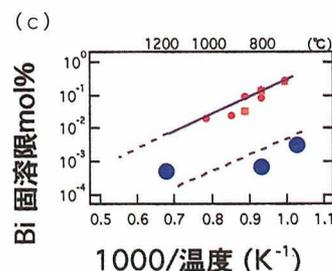
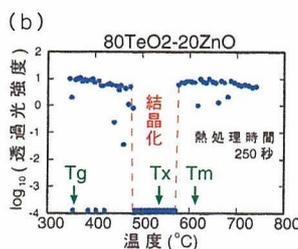
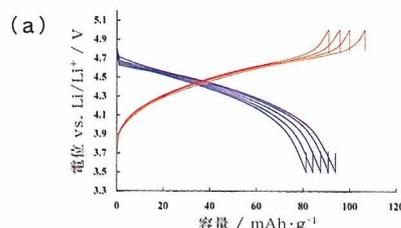
セラミックスの基本的合成手法である湿式・乾式法にコンビナトリアルの概念を導入し、数成分の反応系で原料秤量から反応物の作成までを自動化し、1日で100個程度の試料群を処理できるシステムの開発を目指します。これまでに、原料秤量から反応基板への試料盛りつけまでの自動化を完了し、現在、熱処理から生成物の同定に至る工程を開発中です。また、当該システムを活用し、携帯情報機器類の電源として開発が急務な高容量Li二次電池用部材の効果的な開発に繋がります。これまでに、層状構造正極材料として4.5Vを安定して発現できる候補物質の発見などの成果(図a)を上げました。今後、コンビナトリアル手法を活用して、元素置換などによりこの系列等の最適化を図っていく計画です。

ガラス研究については、コンビナトリアル化によりガラスの高速合成法や物性評価法について研究しています。これまでに、世界に先駆けガラスバッチ調合装置を開発し、従来の十分の一以下の時間で原料調合を可能としました。現在は、原料溶解にガラス化自動判定法を組み合わせた装置の

開発を進めています。物性評価法では、温度勾配型ガラス試料ライブラリ作製装置を世界に先駆けて開発しました。現在は、温度勾配下で系統的に熱処理された試料ライブラリを光学的に検査し熱的安定性を高速に評価する方法を開発中です(図b)。

イオン注入法は、微量元素の組成を精密に制御したり、高エネルギーイオンビームと結晶格子との相互作用により多量の格子欠陥を導入したり、反応を促進したりできる特徴を有します。この方法にコンビナトリアル手法を採り入れ、セラミックスにおける微量元素の固溶限界の評価を検討しています。これまでに、電子セラミックス分野では重要な役割を演じている酸化亜鉛中のビスマスイオンの固溶限界について、従来の報告値より数桁低いこと(図c)などを明らかにしました。

我々は、セラミックスの基本的合成手法のコンビナトリアル化により、研究現場や生産現場における新物質や新材料の開発速度を飛躍的に高め、かつ人的省力化に抜本的な変革をもたらせるものと期待しています。



図：(a) 4.5V級充放電曲線、(b) 透過光検査結果例、(c) ZnO中のBiの固溶限界

## アメリカ合衆国における コンビ研究



メリーランド大学 材料及び原子核工学科  
助教授 竹内一郎

コンビナトリアルケミストリーの材料科学への応用は、6年程前にローレンスバークレー国立研究所で始まった研究ですが、今では各分野で、企業、大学などいろいろな研究機関において、積極的に取り入れられつつあります。

有機材料からエレクトロニクス of 各種機能薄膜材料まで、様々な応用が挙げられますが、中でも現在最も盛んな研究は新触媒材料の探索です。GE、Exxon、DuPont など大手メーカーを始め、次々と現れるベンチャー企業も競って主に固体触媒のコンビサーチを行っています。触媒の次に多いのはポリマー、そして機能電子材料の探索と続きます。この傾向はそれぞれの分野において、特性が改善された新材料への期待とそれらがマーケットに与えるインパクトの大きさと比例していると言えます。

コンビ研究の急速な広まりは、各分野の学会に参加すると良くわかります。American Physical Society では1998年のMarch Meeting に始まり、毎年のようにコンビ研究のセッションが開かれています。他にもMaterials Research SocietyやAmerican Chemical Society のミーティングなどでも、コンビのシンポジウムが恒例となりつつあります。しかし、これらのミーティングで気が付くことは、聴講者の数は多いものの、招待講演以外の実際の発表件数が意外に少ないことです。この理由としては、コンビ材料研究の分野がまだ初期の段階にあり、各研究機関でまだ実験の立ち上げを行っている過程にあることが一つ挙げられます。また、企業ではコンビ研究の内容を学会で発表することが禁じられている会社が少なくありません。確かにビジネスの面から見ると、コンビ法で見つかった新材料を公開しないのは当然であり、実験方法についての限られた情報にしか触れない発表が少

なくありません。この背景にはIP (Intellectual Property、知的財産)、つまり特許の問題があります。会社によっては、特許申請の対象として、発見した材料及び組成だけに限らず、実験装置を含めてコンビ探索の実験メソッドロジー (方法論) そのものまでも押さえる例が出てきています。現時点では、こうしたIP問題のこれからの研究環境への影響はまだ不透明で、不安な心境を露にする企業の研究者も少なくありません。

しかし、また一方では協力してコンビ研究を進めていく試みもあります。米政府Department of Commerceの国立研究所であるNational Institute of Standards and Technology (NIST) では、いろいろな方向からコンビ材料科学に力を入れ始めています。既にNISTでは、Advanced Technology Programを通して、産業界のコンビ研究のサポートを開始しており、昨年は触媒とポリマーをターゲットとした研究プログラムが選ばれました (予算は5年で約2千3百万ドル)。また今年5月には初めてNIST主催でコンビナトリアル材料科学ワークショップが開かれ、企業、大学、国立研究所から、多くの研究者が参加しました。そこでは、各分野において、これから、研究はどう進めていくべきか、いわゆる「コンビ研究のロードマップ」について掘り下げた議論がなされました。また、Department of Commerce以外にも、National Science Foundation やDepartment of Defense などの政府機関も、コンビ法に興味を示しており、的を絞った材料系を狙ったコンビ研究にグラントを出し始めています。

アメリカでのコンビ材料研究は着実に成長している分野であり、新規材料の発掘だけではなく、今後新たな材料評価装置なども生み出す可能性のある技術領域として大いに期待されています。

# 中学生のための「体験学習」 感想文紹介

## 広報委員会

理科に対する興味を育むための「体験学習」が、つくば市内の中学生42名を対象として広報委員会により主催されました。参加した中学生のみなさんから寄せられた感想の一部をここに紹介いたします。(感想文は、一部割愛しています)

ダイヤモンドは特別なものだと思っていたが、もとは黒鉛と同じ原子からできていて、考えてみるとちょっと組み方を変えればともろくなるしすごく固くなる。とても不思議だと思った。もし他の物質も原子を組みかえることができれば、ダイヤモンドよりも固い物質を作ることができるのではないかと。(吾妻中学校 榎本 瞬さん)

私は特に「活性炭の実験」がおもしろく、色水が、活性炭を通すと色が落ちているのを見てとてもビックリしました。今までに活性炭という言葉は聞いたことがあったけれど、どういうふうに使われているか分かりませんでした。でもこの実験をやって、活性炭がどんな事に使われているのか。その力を見る事ができました。

(常総学院中学校 古川敦子さん)

ダイヤが一番固いものということは知っていましたが、初めてさわってみて、どんなに固いかというのが分かりました。ただ、ガラスに傷をつけて、ちょっと力を入れただけで割れてしまったので、やってみたときはびっくりしました。だけど、こんなにたくさんガラスを割ったのは初めてなので、気持ちがよかったです。

(常総学院中学校 横田裕之さん)

ダイヤモンドを燃やす実験があると学校の先生から聞き、とてもびっくりした。炭も、ダイヤも炭素からできているとは、分かっていたが、ダイヤ

のような超高級な物を燃やすなんてと思い、是非参加してみたいと思った。

(茗溪学園 菊池美香さん)

無機材質研究所に来た時、何をやるのかなとワクワクしていました。最初のダイヤモンド結晶の模型作成では、ダイヤモンドの結晶と黒鉛の形のちがいがわかりました。この形のちがいできれいな色になると真っ黒になるのが、わかれてしまうのが、不思議だと思いました。

(常総学院中学校 白倉 誠子さん)

僕はダイヤモンドというと高く貴重なものかと思っていたのに、人の力で作ることができ、鉄ヤスリやガラス切りと意外と身近な物につかわれていました。あと同じ炭素からできる活性炭もいろいろな物に使われていました。ダイヤモンドと活性炭は、性質は違うけれど同じ炭素からできているなんて思っていませんでした。この学習で炭素に関する事がいろいろと分かったと思います。

(常総学院中学校 横山翔司さん)

セラミックスをガラスの表面に押しつけて傷をつけてガラスがきれいとは思わなかった。すごいびっくりしました。活性炭はいろんな所に利用されているんだなあと思いました。においをすいとののは知っていたけど水をきれいにするのは知らなかった。(常総学院中学校 山崎紗緒里さん)

ダイヤモンドを燃やす実験で世界一硬いと聞いていたけど簡単にくれたので本当に硬いのかと思いました。機械を見学したとき、すごくお金と時間をかけているのに、世界で1番でかい人工ダイヤモンドが2mmほどだと聞いたとき、ダイヤモンドを作るのが大変というのを知りました。

(常総学院中学校 江藤亮輔さん)

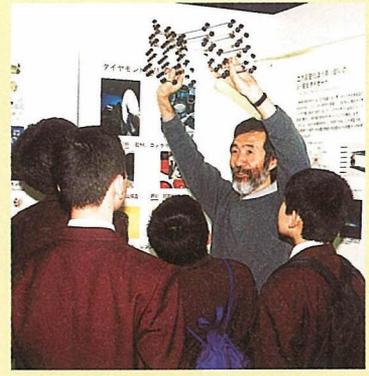
**ニュース**

**■ 科学技術週間（一般公開・特別公開）を開催**

平成12年科学技術週間（4月17日～23日）に、「無機材質研究所一般公開」及び「無機材質研究所特別公開」を開催した。

一般公開については、4月20日（木）に行われ、超高分解能超高圧電子顕微鏡など7施設を公開した。残念ながら当日は悪天候のため、来場者は84名（うち青少年11名）と例年に比べ少なかった。

特別公開については4月22日（土）に行われ、つくば市内に通う中学生44名を対象に「炭素－驚異の材料」をテーマにした3つの体験実験等を行った。



**■ 表彰**

**注目発明選定（平成12年4月17日）**

超高压カステーション	主任研究官	谷口 尚
第1研究グループ	総合研究官	池上 隆康
第4研究グループ	研究員	斉藤 紀子

**創意工夫功労者表彰（平成12年4月17日）**

研究支援室	精密分析技術係主任	竹之内 智
-------	-----------	-------

**研究功績者表彰（平成12年4月18日）**

特別研究官		山岡 信夫
-------	--	-------

**新技術開発財団市村学術賞貢献賞（平成12年4月28日）**

第10研究グループ	総合研究官	田中 順三
第10研究グループ	研究員	菊池 正紀

**紫綬褒章（平成12年4月29日）**

特別研究官		中沢 弘基
-------	--	-------

**アメリカセラミックス学会フェロー（平成12年5月2日）**

第3研究グループ	総合研究官	三友 護
----------	-------	------

**業績表彰（平成12年5月19日）**

第6研究グループ	総合研究官	関田 正實
超高压カステーション	主任研究官	関根 利守
第12研究グループ	研究員	森 孝雄
研究支援室	精密分析技術係長	矢島 祥行

**日本セラミックス協会学術賞（平成12年5月19日）**

第1研究グループ	総合研究官	池上 隆康
----------	-------	-------

**■ 行事**

**サイエンスキャンプ2000**

期間 平成12年7月31日（月）～8月2日（水）  
 場所 無機材質研究所  
 参加者 高校生及び高等専門学生を対象に10名  
 問い合わせ先 サイエンスキャンプ2000事務局（TEL 03-3212-2454）

**編集後記**

先日教育テレビで、青色半導体レーザダイオードを開発した中村修二氏のインタビューを見ましたが、若い頃の職人仕事のような地道な経験が今回の開発の成功に繋がっていて、大手メーカーは今でも追従できていない、という意味の発言に感動を覚えました。今回のコンビナトリアル材料科学技術は、一見それとは対極にあるような印象を受けるかも知れませんが、無機材料のようなコンビ的手法が未開発な分野に分け入って行くには、この手法を適用する対象をしばらく込む過程までは経験がものを言います。「タイプライターの前に猿を座らせて無限時間待つと、シェークスピアが打ち出される」のとは訳が違います。新たな方法論がどのように確立されていくのか、その一端を本特集号を通して触れて頂ければ幸いです。（コンビナトリアル材料科学技術特集号担当 轟 眞市）

**むきざいNOW** 発行日 平成12年7月1日 第182号  
 編集・発行 科学技術庁 無機材質研究所

〒305-0044  
 茨城県つくば市並木1丁目1番 TEL.0298-51-3363  
 FAX.0298-55-2142  
 ホームページ <http://www.nirim.go.jp/>

**NIRIM**  
 National Institute for Research in Inorganic Materials