

## コンビナトリアル新材料開発システム

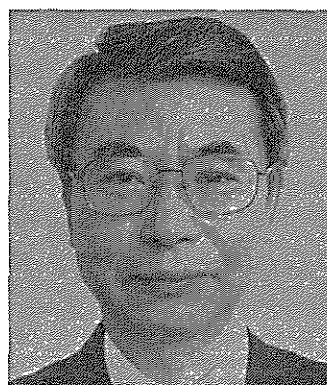
研究者：鯉 沼 秀 臣 東京工業大学 応用セラミックス研究所所長

開発企業：東 堤 秀 明 株式会社パスカル 代表取締役

(推薦者：外 村 彰 株式会社日立製作所 フェロー)



鯉 沼 秀 臣 氏



東 堤 秀 明 氏

### 1. 技術の背景

従来、高温酸化物や半導体を含む無機材料の合成や開発は、分子線エピタキシー等の原理で、元素組成を変化させ、試行錯誤的に長時間をかけて作成し、評価するプロセスをとってきた。この方法では、新規材料の発見は偶然によるところが多く、また、時間もかかり非効率的であった。

現在、新規物質・材料の開発に関する国際競争が激化しており、短期間に、無機材料等の組成や合成条件を系統立てて変化させた材料ライブラリを作成し、効率よく評価したい、また合成過程では材料作成プロセスを着実に進めたい、そして目的とする特性を有する物質・材料に速やかにたどりつきたいという強い要望があり、そのための技術ならびに装置が強く望まれていた。

## 2. 技術の概要

本新技術は、分子線エピタキシー原理（図2）を用いた無機材料の薄膜合成において、材料の組成や合成方法を系統的に変化させた、最大250サンプルに及ぶ多数の試料を、基板上に単分子層毎に順次堆積させ、効率よく物質・材料を合成するものである。

材料合成装置は真空容器内に、移動式の基板・原料（ターゲット）・マスクプレートを複数個配置し、エキシマレーザーもしくは高調波Nd-YAGレーザーを用いて、基板上の所定の位置に単分子層毎にスパッタ堆積させるものである。本装置は、「原料」、「基板」、「マスクパターン」、「温度」、「圧力」、「気相部からの堆積速度」等の多種類のパラメータを総合的にコンピュータ制御して、材料ライブラリを短時間で作成することができる。（図1、図2、図3）

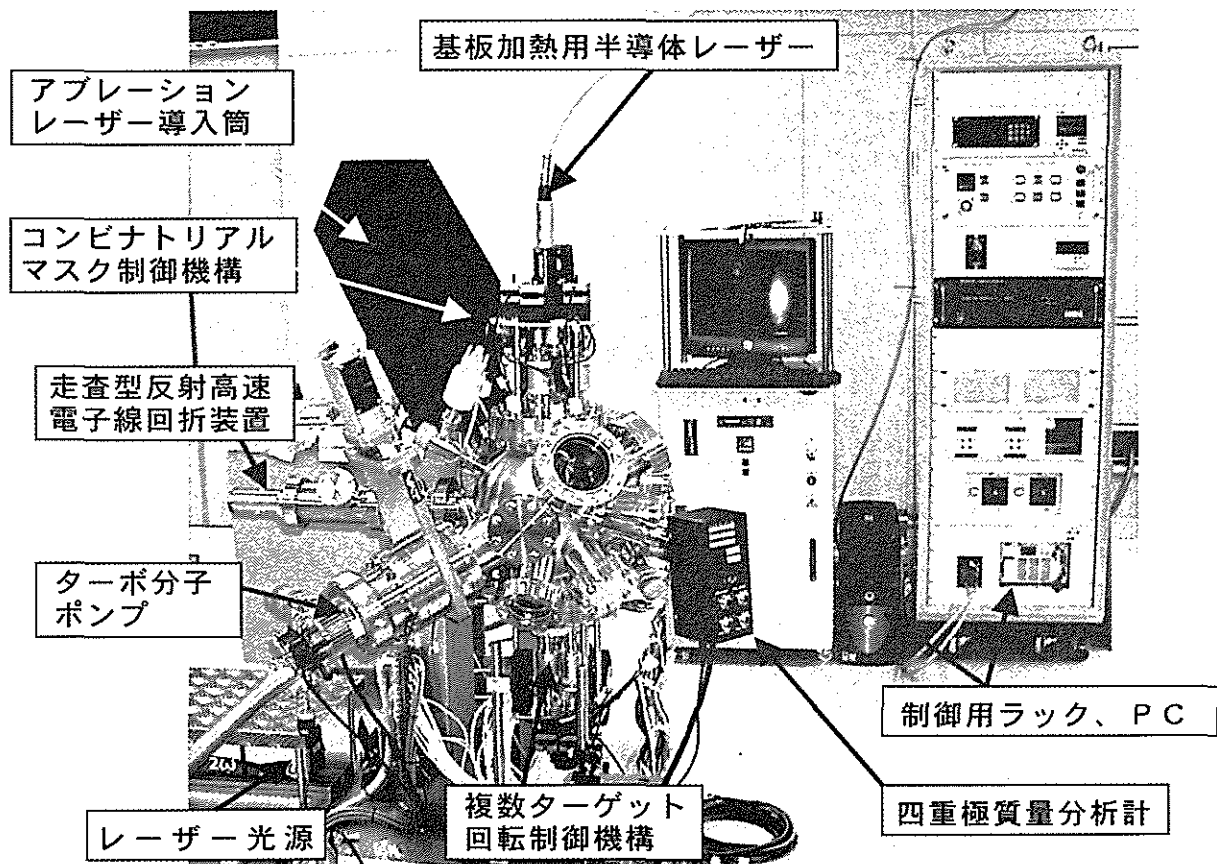


図1 コンビナトリアル材料合成装置の例（モバイルコンビPLD）

基板裏面から加熱用レーザーを照射して、面内を均一加熱でき、また照射位置を調整することにより、温度傾斜法で、面内で300℃以上の温度勾配をつけることも可能である。これらの工夫により、堆積温度の最適化を図り、また、熱力学的に準安定な物質の合成も可能とした。

また、本装置には、材料作成プロセスが着実に進んでいることを確認するために単分子層毎の堆積を測定する走査型の反射高速電子線回折装置(RHEED)が、付帯している。

本装置の登場により、無機材料合成速度が従来の10倍から1000倍程度と飛躍的に向上し、また確実化が図られたと評価されている。

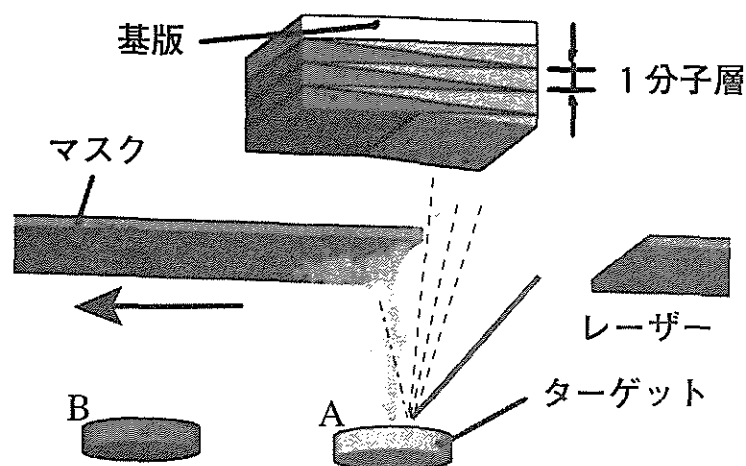


図2 コンビナトリアル・レーザーエピタキシー原理

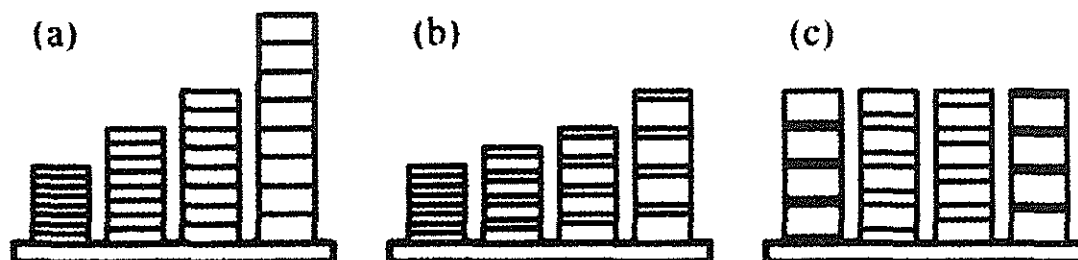


図3 材料合成のイメージ

### 3. 効果

本新技術は、1996年から2001年にかけてJSTの戦略的基礎研究（CREST）のテーマに採択され、その成果は1999年から2004年までの大学連携プログラム「コンビナトリアルマテリアル科学技術の研究開発」（COMET）に反映された。この研究開発で、国内の大学・研究機関・企業との多くの共同研究が組織され、研究裾野の拡大を促進した。

また、海外でもAPS, MRS, SPIE等の学会で、コンビナトリアル材料技術のシンポジウムの開催を通じて関心を集め、コンビナトリアル材料合成装置が、海外の著名な研究所にも納入されてきた。

現在も、本装置をベースにして、各種のオプション機器を組み込んだ装置が開発され、さらに材料開発の裾野を拡げている。

今までに本装置を用いた新規物質・材料の開発例としては、ZnOにおける紫外線レーザー発振、ZnO透明トランジスタ、CoドープTiO<sub>2</sub>透明磁石、三元系強誘電酸化物、非線形光学結晶（図4）、酸化物ベース発光体、電界効果型アモルファスSi-H太陽電池等、多数あり、更なる発展が期待される。

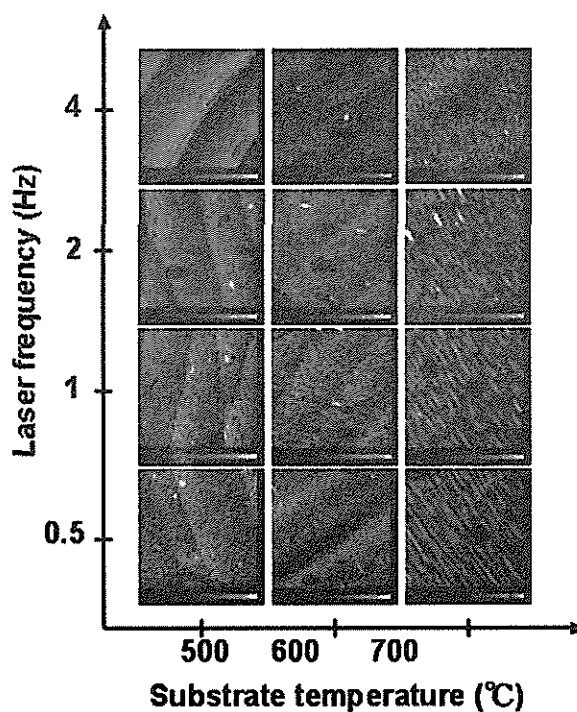


図4 新規材料合成の例（非線形光学希土類カルシウムオキシボレート（COB）系材料の開発で、GdCOB基板の上にGdYCOB薄膜を成長させた時の表面形状の変化。本材料はNd-YAGレーザーの3倍高調波を発生した）