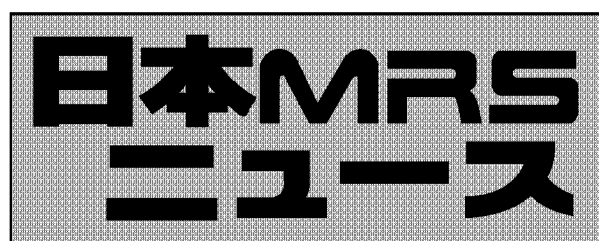


タテからヨコへ

For the Interdisciplinary Materials Research



Vol.19 No.2 May 2007

MRS-J  
The Materials Research Society of Japan

発行 ©日本 MRS 事務局

〒105-0001 東京都港区虎ノ門 2-5-5

桜ビル 9 階 社団法人未踏科学技術協会内

Tel: 03-3503-4681; Fax: 03-3597-0535

<http://www.mrs-j.org/>

[mrs-j@sntt.or.jp](mailto:mrs-j@sntt.or.jp)

||||||| やあこんにちは |||||

## ナノ粒子を経由しないナノマテリアルの作製

東京工業大学・応用セラミックス研究所 教授 吉村 昌弘



吉村 昌弘 (よしみら まさひろ) 氏  
東京工業大学応用セラミックス研究所  
教授

[http://www.msl.titech.ac.jp/  
~yoshimura/](http://www.msl.titech.ac.jp/~yoshimura/)

[yoshimura@msl.titech.ac.jp](mailto:yoshimura@msl.titech.ac.jp)

現在、ナノテクノロジーやナノマテリアルが重要であることは論を待たない。しかしながらこれらのナノ構造体やナノ組織体を作製するのにナノ粒子（固体）を経由する必要性は必ずしも大きくない。ナノ粒子はナノ粒子そのものとしての用途や応用が可能な触媒、蛍光体、色材、顔料、分散剤、ナノドット、メモリー、研磨材、あるいは複合材には重要であるが、緻密な焼結体や薄膜、厚膜を得るのに、いったん、粉体やナノ粒子などの固体を作ってからそれを成形し、焼成するプロセスは必ずしも最適とはいえない。特に半導体やセラミックスのように硬く、脆くかつ高融点の物質では、ナノ粒子の持つ表面エネルギーだけでは緻密化に不十分である。端的な例を挙げれば、ダイヤモンド膜やパターンあるいはバルク体をナノ粒子から作ることはほとんど不可能であり、ナノ粒子よりもはるかにエネルギー状態の高い気体、ラジカルあるいは原子を前駆体とする気相プロセスで初めて作製できるのである。他のセラミックス材料 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaTiO}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{LiCoO}_2$  など) でも気体 (分子、原子、イオン) を前駆体に用いて膜やバルク体を作製することはできるが、この場合に途中でナノ粒子を経由する必然性は高くない。すなわち、分子、原子あるいはイオンなどの気体種と固体との大きなエネルギー差を直接利用すればよいのであって、途中でナノ粒子 (表面エネルギーが大きい固体) で止める必要性はほとんどない。むしろナノ粒子を作ってしまうとその大きな表面エネルギーのため凝集や汚染が起こりやすく、その後の分散や配列・成形に余計なエネルギーやプロセスをかけなければならなくなる。

溶液からセラミックス材料を作る場合 (液相プロセス) では、溶液種は気体種よりもはるかに低いエネルギー状態にあることに注意しなければならない。すなわち溶液から直接にセラミックスの薄膜、厚膜を作ることは気体からよりもはるかに困難であり、多くの場合は粒子 (粉体) を析出させてから再び焼成 (焼結) して固化、固定化するか、バインダーで固定化する手法を用いている。溶液法の場合は、さらに難しい条件がある。それはすべての元素種を溶解する適当な溶媒がないということであり、水溶液であれば溶解しうる元素種は限定される。すなわち pH 調整や錯体化により多種の元素種を溶解させることも、それらを同時に析出させることも容易ではない。この事実が生物が体内で析出させる無機物質 (バイオミネラル) の種類が非晶質  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ( $\text{FeOOH}$ ,  $\text{FeS}_2$ )、 $\text{CaCO}_3$ 、カルシウムリン酸塩、アルカリ土類硫酸塩などに限定される主な理由であると考えられる。バイオプロセスでは決して粉体を経由せず、成形や焼成も行わず、ましてや気体種からの析出などは起こらず、すべて溶液からの直接析出である。したがって、このときに利用できるエネルギー差 (駆動力) は極めて小さく、表面エネルギーに基づくテンプレートや自己集積、自己配列などに限定される。これもバイオミネラルの種類のみならず、大きさや形態にも制限がある理由であり、溶液プロセスの困難さを物語っている。

気相法、特に真空やクリーンルームを用いる材料作製法が前述のように物質の合成法、および材料の作製法として優れていることと共に大きなエネルギーと資源を消費することが認識されるようになり、溶液法への期待が高まってきた。

セラミックス材料においても、最近、溶液から膜 (2D) やパターンあるいは、立体 (3D) を任意に作り出そうという要求が高まり、Direct Write Printing や Free Form Formation などというテクノロジーが注目されている (例: J. A. Lewis et al., "Direct Ink Writing of Three Dimensional Ceramic Structure, *J. Amer. Ceram. Soc.*, **89** [12], 3599-3609 (2006))。

### 目次

- 01 やあこんにちは  
・ナノ粒子を経由しないナノマテリアルの作製 吉村 昌弘

- 03 トピックス  
・マイクロ/ナノワイヤー熱電変換素子の開発 長谷川靖洋

- 05 研究所紹介  
・金沢工業大学高度材料科学研究開発センター 草野 英二

- 07 ご案内  
・総会開催案内  
・18 回シンポジウムチェア募集

- 08 To the Overseas Members of MRS-J

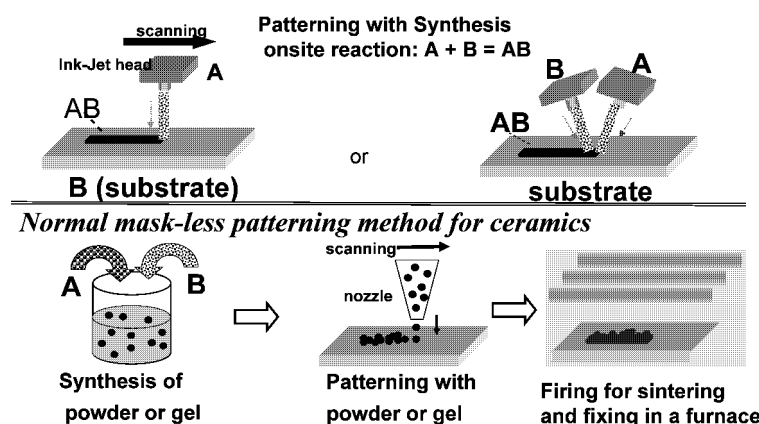
**Direct Patterning method for ceramics (single-step without firing)**

Fig. 1 Comparison of “direct patterning” with “normal mask-less patterning” method for ceramics. Normal patterning methods require firing for the consolidation and fixing of powders or their precursors like gels, sols, etc.

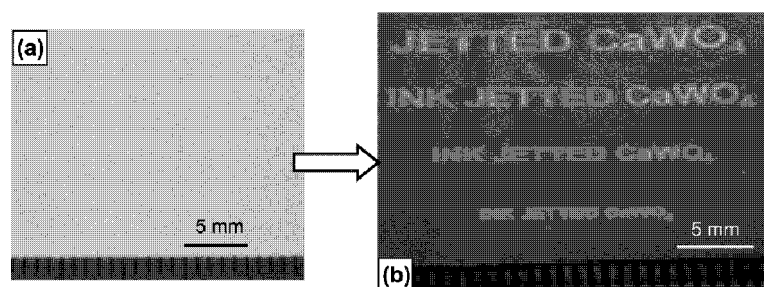


Fig. 2 Photographs of letters patterned by  $\text{CaWO}_4$  on a paper substrate (a) under normal light conditions and (b) that exposed to UV radiation at room temperature showing a blue luminescence.

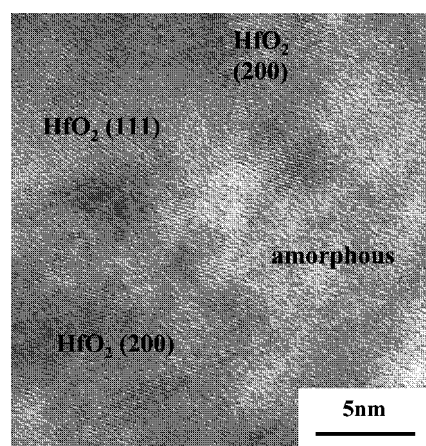


Fig. 3 High-resolution TEM Image of  $\text{HfO}_2$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{GdAlO}_3$  (sample annealed at 1273 K for 6 hr).

筆者は粉体（ナノ粒子でも）を経由するセラミックスプロセスのみならず、粉体を経由しないマテリアルプロセスの可能性と重要性を世に問いたいと思う。我々のホームページ (<http://www.msl.titech.ac.jp/~yoshimura/>) と参考文献 (M. Yoshimura, Powder-Less Processing for Nano-Structured Bulk Ceramics: Realization of Direct Fabrication from Solutions and/or Melts, *J. Ceram. Soc. Japan*, **114** [11] 888-895 (2006)) をご一読のうえ、皆様の反響（質問、反論）を是非お聞かせ下さい。

これらの方法では、粒子を液体中に分散させたインクやスラリーを用い、基材上に吹き付けあるいは吐出して堆積するので、液体が蒸発すれば粒子がそのまま固化、固定化されるデコレーションケーキや、近年のインクジェット印刷のようなソフトな物質系においては問題が少ない。絵画や塗装に用いられてきた絵具やペンキも、顔料や塗料という粒子をテレピン油やラッカーに分散させて基材上に描き、油やポリマーが樹脂化して顔料や塗料を固定化している。これらの技術は描画や印刷の基本となっており、数千年の歴史を有している。墨汁による書やゼロックスコピーも炭素粒子をポリマーで固定している。しかしこれでは粒子同士が接合あるいは結合していないので、粒子の結合でバルクあるいは膜としての特性を利用しようとするセラミックス、半導体、導体では、後に焼成あるいは焼結という粒子接合や粉体結合の処理を行わなければならない。すなわち、粒子や粉体を配列・堆積した後に熱処理を必要とする点で、これらの描画・印刷法は粉体プロセスの一種と言うべきであろう。これに対して、我々がかねてから提唱してきたソフトプロセスやソフト溶液プロセスでは、生物からの生体鉱物の形成と同様に、できるだけ粉体を経由しないで必要な形状、位置、大きさを有するセラミックスや半導体を溶液中または溶液から直接に作製することを目的としており、より難しいが挑戦する意義が大きいと考えられる。

このためには、①溶液中での合成反応や、②基材と溶液との界面反応、③界面での熱、電気、光、電磁波等による励起などを駆迫する必要がある、それぞれの材料に対して使用できる手法とプロセスを選択しなければならない。このソフト（溶液）プロセスを研究し

て十年余りになるが、やっと溶液からの  $\text{CaWO}_4$ 、 $\text{SrMoO}_4$ 、 $\text{CdS}$ 、 $\text{PbS}$ 、 $\text{LiCoO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{BaTiO}_3$ 、各種フェライト、Carbon などの膜や直接パターンニングができるようになった。Fig. 1 は、インクジェット反応法による化合物 AB の直接パターンニング法であり、基板上で成分 A と成分 B を反応させて AB とするならば、従来のインクジェット印刷法（直接描画）のように AB 粒子を焼結あるいは基板に接着する熱処理が必要ない。Fig. 2 は、このように室温で作製した  $\text{CaWO}_4$  のパターンである。紫外光を当てると蛍光を発する。「粉体を経由しなければ後処理としての高温、焼成は不要である」ということは実現できたが、それらのプロセスや生成物の特性はまだ初歩的な段階にある。このように難しいが実現すれば意義が大きいテーマに挑戦する同志を募っている。

我々は最近、融解プロセスによるセラミックスの直接作製にも挑戦している。Fig. 3 は、融解鋳造した  $\text{HfO}_2$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{GdAlO}_3$  共晶融体をアニールして得たハフニア系ナノコンポジットである。バルク体の作製には融解法が最適であるが、セラミックスではガラスとガラスセラミックスを除いて粉体の焼結による固相法がいまだに主流である。この理由は必ずしも明らかではないが、教科書や成書に「セラミックスは融点が高いので、融解法よりも低温で成形できる粉体の焼結法の方が容易である」という誤った記述にも一因があると考えられる。

トピックス

マイクロ/ナノワイヤー熱電変換素子の開発

埼玉大学大学院理工学研究科環境システム工学系専攻 准教授 長谷川 靖洋

1. はじめに

熱電変換素子は、熱（温度差）-電気間が直接変換可能な素子であり、発電についてはゼーベック素子（図-1）、冷却についてはペルチェ素子などと呼ばれている。熱電変換素子の性能は、熱電パラメータと呼ばれるゼーベック係数  $\alpha$  (V/K)、抵抗率  $\rho$  ( $\Omega \cdot \text{m}$ )、熱伝導率  $\kappa$  (W/m $\cdot$ K) の3つの物性値を使った性能指数、 $Z = \alpha^2 / (\rho \kappa) (\text{K}^{-1})$  で表すことができ、絶対温度  $T$  (K) をかけた無次元性能指数  $ZT$  を用いて、熱電変換素子の性能や変換効率が見積もられている<sup>1)</sup>。

1993年に米国の Hicks, Dresselhaus らが<sup>2)</sup>、熱電変換素子の構造を変える、すなわち超格子、ナノワイヤーなど材料の低次元

化を導入することによって、状態密度の変化に伴うゼーベック係数の上昇、フェルミ準位、バンド構造の変化による抵抗率の減少、フォノン散乱の促進による熱伝導率の低下が期待でき、その結果、無次元性能指数  $ZT$  を現状の  $ZT \sim 1$  から  $ZT \sim 5$  程度までに大幅に引き上げることができるという理論的な結論を導いている。2000年に入り、2次元系材料である超格子薄膜を用いて Venkatasubramanian<sup>3)</sup>, Harman<sup>4)</sup>, Ohta ら<sup>5)</sup> によって、 $ZT > 2$  という実験結果が報告されており、熱電変換材料の低次元化は  $ZT$  を大幅に向上させることのできる有用な方法であると認識されている。

2次元系材料については、実験的な成功を収めている一方、ナノワイヤーなど1次元系材料についての作製の報告はあるものの、大きな  $ZT$  が実験で得られた報告は残念ながらまだない。

2. マイクロワイヤー素子の開発

ナノワイヤー素子の研究に取り組む前段階として、熱電変換の基本材料の一つである Bi を用いて、1~100  $\mu\text{m}$  のワイヤー直径を持った多結晶 Bi 製のマイクロワイヤー素子の開発を行っている（図-2）<sup>6,7)</sup>。マイクロワイヤー素子は、あらかじめ無数の穴が空いたテンプレートと呼ばれる入れ物を用意しておき、そこに液化した Bi を圧入する方法を採用している（図-3）。石英管中にガラス製のテンプレート（実際にはガラスキャピラリープレートを使っている）と高純度の Bi 原材料を入れ、テンプレート内の

空気が十分に抜ける程度までに真空中に保ちつつ（ $\sim 10^{-5}$  Pa）、Bi が十分に融解する温度まで昇温する（約 370 $^{\circ}\text{C}$ ）。その後、Ar などのガスを導入し、圧力を上げる（数十 MPa）。この段階で、完全にガラステンプレート中に Bi が圧入されるまで高温高圧下を維持する。温度を下げ Bi を固化させ、石英管中のガラステンプレートを取り出す。この状態では余分な Bi が付いているため、研磨によって形を整形し、マイクロワイヤー素子の完成となる。この素子の電気

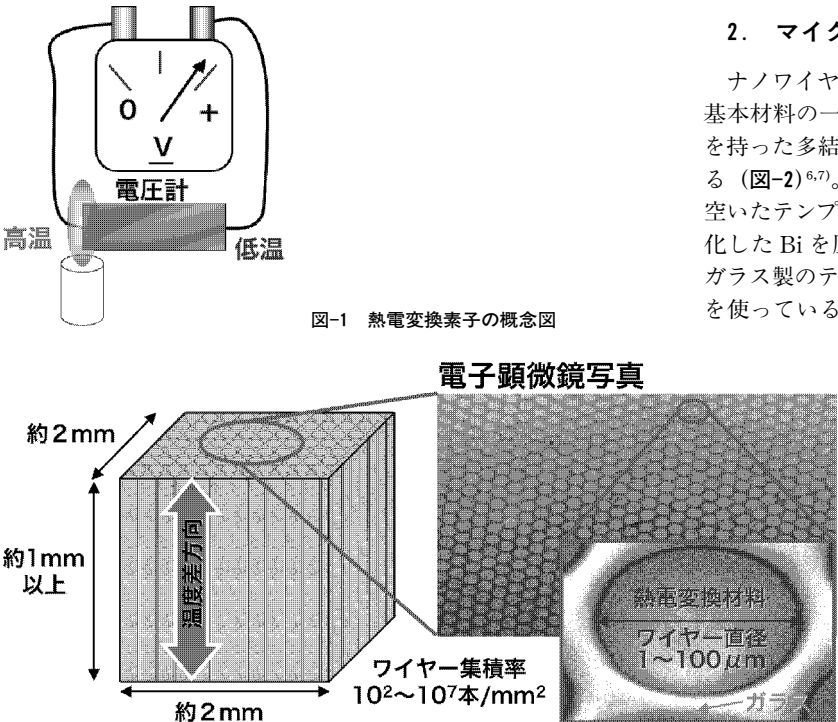


図-1 熱電変換素子の概念図

図-2 マイクロワイヤー素子の概念図

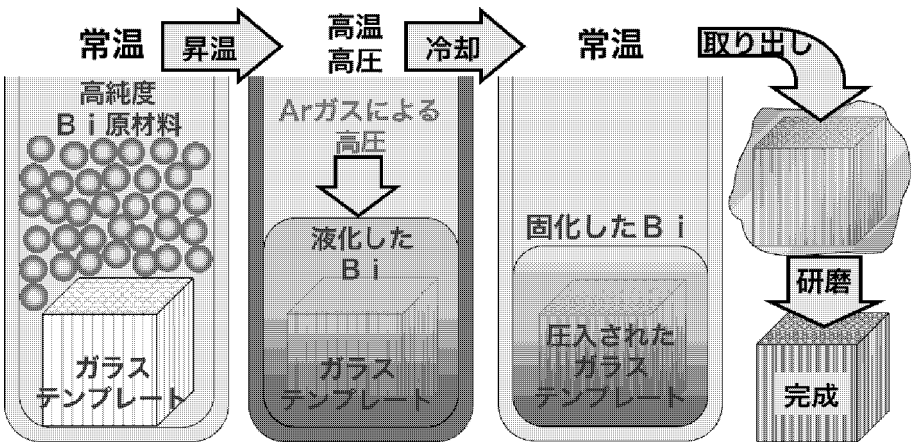


図-3 マイクロワイヤー素子の作製方法

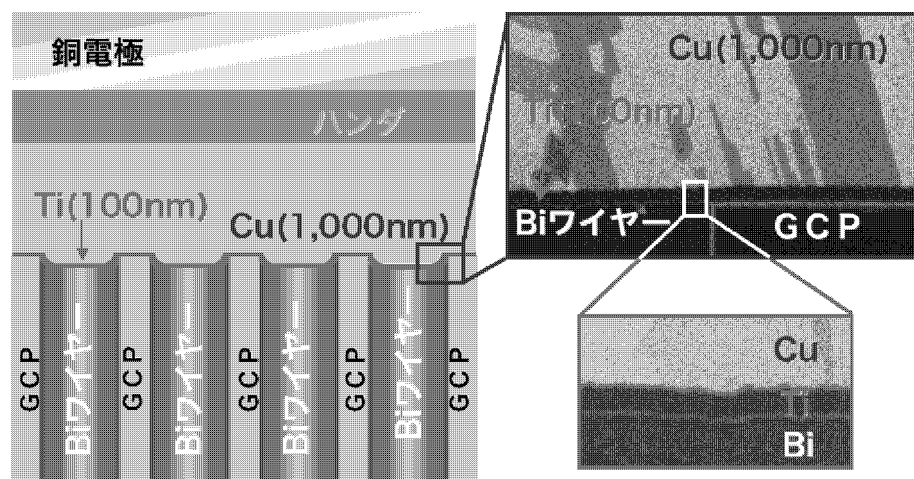


図-4 マイクロワイヤー素子端部の電極層

特性を明らかにするためには、電極接合を行い従来どおりの熱電物性測定を行う必要がある。室温での素子抵抗は  $1\text{ m}\Omega$  程度と非常に小さく、図-2にあるすべてのワイヤー端部に良好な電気接続を行う必要があり、これを誤ると、測定された抵抗率が予想されるものと比較して一桁以上も大きくなる場合があり、正しい特性の評価を行うことは非常に困難である。このためイオンプレーティング法を用いた Ti/Cu 電極二重層を形成することによって(図-4)、素子の抵抗が  $1\text{ m}\Omega$  以下と非常に低いにもかかわらず、接触抵抗を無視できる電極技術を開発し<sup>8)</sup>、抵抗率の測定に成功しておりその特性を明らかにしている<sup>9)</sup>。

### 3. ナノワイヤー素子の開発に向けて

マイクロワイヤー素子の領域においては、市販のガラスキャピラリープレートをテンプレートとして用いることができたが、ワイヤー径がナノメートルサイズになると、もはや使用できない。ナノワイヤー素子として一般的に用いられているのは、アルミニウムの陽極酸化を用いたアルミナテンプレートである(図-5)。この手法は、数 nm 程度の径が得られる利点がある一方、表面処理技術の一つであるため、熱電変換素子として使用するにあたり長さ方向に  $200\text{ }\mu\text{m}$  以下しか得られないという問題もある。

このような背景を受けて、現在我々はナノワイヤー素子作製のための石英ガラス製のテンプレートの作製を行っている(図-6)。開発を進めているテンプレートの一つは径の直径が約  $100\text{ nm}$ 、長さは数 mm と比較的取り扱いが簡便であり、テンプレート作製の最適化を行っているところである。よいテンプレートの準備ができれば、図-3と同様な方法でナノワイヤー素子の作製も可能であるため、今後このテンプレートを用いて、Bi を圧入することによってナノワイヤー素子を作製し、熱電パラメータの測定を行っていく。

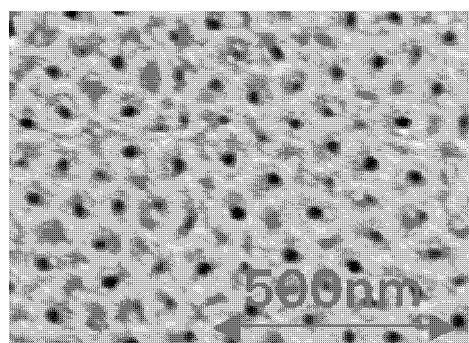


図-5 アルミニウム陽極酸化によるナノホール(アルミナテンプレート)

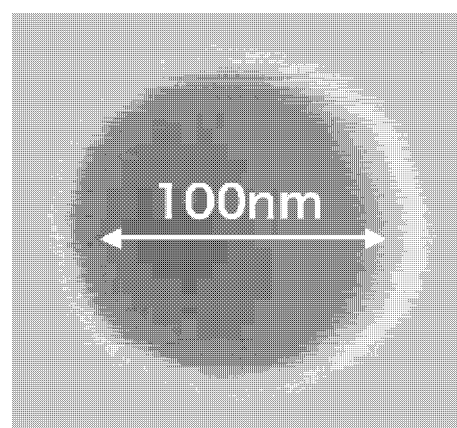


図-6 開発を進めている石英ガラス製テンプレート

### 4. まとめと今後の展開

マイクロワイヤー素子開発成果を軸にして、我々の研究ターゲットはナノワイヤー素子の開発に向かっている。従来法であるアルミナテンプレートを用いたときの問題点を明らかにして、それを解決する石英ガラス製テンプレートの開発の最適化を行う段階に入ってきている。2次元系で得られている高い無次元性能指数  $ZT$  を1次元系ナノワイヤー素子で得られるかはいまだ不透明なところであるが、実験の結果を将来報告する予定である。

#### 参考文献

- 1) 日本セラミックス協会日本熱電学会編、熱電変換材料、日本工業新聞社 (2005)
- 2) L. D. Hicks, M. S. Dresselhaus, *Phys. Rev. B*, Vol. 47, 12727 (1993)
- 3) R. Venkatasubramanian et al., *Nature*, Vol. 413, 597 (2001)
- 4) T. C. Harman et al., *Science*, Vol. 297, 2229 (2002)
- 5) H. Ohta et al., *Nature Mater.* Online, Jan., 21 (2007)
- 6) Y. Hasegawa, Y. Ishikawa et al., *Appl. Phys. Lett.*, **85**, 917 (2004)
- 7) Y. Hasegawa, H. Nakano et al., *J. Appl. Phys.*, **101**, 033704 (2007)
- 8) Y. Hasegawa, Y. Ishikawa, H. Shirai, H. Morita, A. Kurokouchi, K. Wada, T. Komine and H. Nakamura, *Rev. Sci. Instrum.*, **76**, 113902 (2005)
- 9) H. Iwasaki, H. Morita, et al., *Proc. 25th Int. Conf. on Thermoelectrics*, pp. 220-223 (2006)

連絡先：埼玉大学大学院理工学研究科環境システム工学系専攻  
長谷川靖洋 (hasegawa@mail.saitama-u.ac.jp)

〒338-8570 さいたま市桜区下大久保 255 Tel & Fax: 048-858-3757



## ■研究所紹介

## 金沢工業大学高度材料科学研究開発センター

## Advanced Materials Science Research &amp; Development Center

## 1. 研究所の沿革

金沢工業大学高度材料科学研究開発センターは、プロジェクト課題「バルク材料研究プロジェクト：多機能・高信頼性バルク複合材料の技術開発」と「薄膜材料研究プロジェクト：薄膜複合型多機能材料の作製技術開発と評価」が平成8年度文部科学省私立大学ハイテク・リサーチ・センター整備事業に採択されると同時に開設されました。平成9年3月に2階建ての研究棟が竣工し、平成9年4月より本格的に活動を開始いたしました。異なる分野の研究者の融合を目指し、学科を横断した組織として、複合材料、金属材料、あるいは薄膜材料などの研究を広く行ってきました。平成13年には、「環境調和材料」が新規にハイテク・リサーチ・センター整備事業に採択されると同時に、「感性機能材料」に関する研究テーマを平成8年から12年までのプロジェクトを継続する形として立ち上げました。建屋も増築されるとともに、研究員の数も増え、活発に活動してきました。

現在までに、金沢工業大学には9つの附置研究所が設置されておりますが、高度材料科学研究開発センターは常にその先頭に立って研究を推し進めてきたといえます。

平成18年4月には、高度材料科学研究開発センターの10年間にわたる活動の成果を基盤に「ものづくり研究所」を立ち上げ、同時に「ソフトマテリアルの創製と多機能デバイス化技術」「複合材料構造物のためのライフサイクル設計技術」「生体置換部品の最適化・オンリーワン製造加工技術」「システムづくりのためのデバイス技術・分析評価技術」がプロジェクトテーマとして私立大学オープン・リサーチ・センター整備事業に採択されました。「ものづくり研究所」は、高度材料科学研究開発センターとともに金沢工業大学の材料研究分野の中心となるとともに、地域の研究センターとしての役割も担っていく計画です。高度材料科学研究開発センターは基盤技術の開発、「ものづくり研究所」は産業界との連携を重視しながら、より川下に近い分野における研究開発という役割分担のもとでさらなる飛躍を目指しています。

## 2. 高度材料科学研究開発センターにおける研究テーマ

現在、高度材料科学研究開発センターにおいては、



写真-1 高度材料科学研究開発センターの外観

## 金沢工業大学高度材料科学研究開発センター 教授 草野英二

- (1) ソフトマテリアルの創製と多機能デバイス技術の開発
- (2) 複合材料構造物のためのライフサイクル設計技術
- (3) 体置換部品の最適化・オンリーワン加工技術
- (4) 資源循環型環境浄化材料システムの開発

というテーマを掲げて研究開発を行っています。以下に、それぞれのプロジェクトの内容を簡単に紹介していきます。

## (1) ソフトマテリアルの創製と多機能デバイス技術の開発

- (a) 低環境負荷型プラズマスパッタリング技術の開発と新機能薄膜材料の創製

有機ポリマーあるいは生体材料などのソフトマテリアルにおける「ものづくり」にプラズマスパッタリング技術を応用することにより、その高度化を図る。

- (b) プラズマ・イオン注入を応用したマルチファンクショナル材料の開発

「プラズマ評価・制御技術」と「プラズマを用いた三次元イオン注入による成膜・改質技術」を融合し、さらに多様な薄膜形成に対応するためのスパッタリング技術を加えた新しい成膜プロセスを開発する。

- (c) アクティブセンシングデバイス用機能材料の創製とデバイス化技術の開発

食品・環境・医療分野への応用が可能なアクティブセンシングデバイスの構築を目的に、センサ用多機能有機・無機材料の創製およびそのデバイス化技術の開発を行う。

## (2) 複合材料構造物のためのライフサイクル設計技術

- (a) 統合化疲労試験法による繊維強化プラスチック (FRP) 材料の内部に進展する損傷の評価

超音波探傷法、断面観察法、赤外線応力画像法を組み合わせ、統合化疲労試験と呼ばれる独自の損傷観察手法を確立し、FRP材料の内部損傷および疲労負荷下での損傷進展挙動の三次元化による解明を行う。

- (b) 加速試験法を基盤としたFRP材料の長期耐久性の評価

複合材料構造物の実際の使用環境下での長期耐久性を予測する耐久性加速試験法 (ATM) を構築し、予測精度および適用範囲を明確化する。具体的には、温度および水の複合環境下でのFRP材料の長期疲労強度を短期間の試験結果から予測する手法を構築する。

- (c) FRP材料の損傷許容・耐久性設計法の開発

衝撃損傷を与えたCFRP材料の圧縮強度や疲労強度試験を行い、損傷許容性および耐久性評価を行う。FRPの新しい破壊基準であるひずみ不変量破損則 (SIFT) と ATM の組み合わせである SIFT/ATM 法、さらには、要素破損法 (EFM) を組み合わせた SIFT/ATM/EFM 法を駆使して、FRP 構造物の損傷許容・耐久性設計法の新たな創出を目標に国際共同研究を行う。

## (3) 生体置換部品の最適化、オンリーワン加工技術

- (a) 複合高精度加工技術の開発

複雑形状部品の加工を実現するため、工具開発をベースに高速加工と高精度加工技術の開発を進め、工程集約型の加工技術の構



築を行う。

(b) 高付加価値を創出する加工(成形)技術の開発

樹脂自身が持つ化学的安定性と構造に傾斜機能を付加することにより、従来は実現できなかった清浄表面を有しながら内部ではより弾性的機能を付加した構造体を開発する。

(c) CAD/CAM/CAE 技術を駆使した加工(成形)の最適化技術開発

有限要素法などの数値シミュレーション技術を用いて加工(成形)過程の解析を進め、高精度・高付加価値加工を支える技術開発を推進する。

(4) 水資源循環型環境浄化材料システムの開発

(a) 水環境保全研究

片野鴨池とその近郊の重要箇所から採水を行い、水質分析を行うとともに、最適な水質調査法を確立する。有害イオン捕獲法も併せて確立する。

(b) 水環境保全材料開発研究

富栄養化源であるアンモニウムおよびリン酸イオンに対して、モデル化スケールでの水環境保全に最適なナノポア材料を確定し、水浄化用モデル化装置の材料設計を行う。水浄化装置の効果を材料科学的観点から検討する。

(c) 片野鴨池の水環境保全に資するエコシステムマネジメント

片野鴨池の水質分析データを解析し、その地域の全水域中で必要な水質計測地点を確定し、片野鴨池とその近郊の水域・水系マップを作成する。水浄化対策案に必要な資金の具体的試算をエコシステムマネジメントの観点から行う。

3. スパッタリングおよび薄膜物性に関する研究

高度材料科学研究開発センターでは、スパッタリングをキーワードに薄膜・表面に関わる多くの研究開発を行ってきました。今までに手がけたテーマの一部を表-1 に示します。主な研究の装置はスパッタリング装置を中心とする薄膜作製装置と薄膜物性の

表-1 草野研究室において今までに手がけられてきた研究テーマ

|                                                   |
|---------------------------------------------------|
| スパッタリングプロセスの解析                                    |
| ・反応性スパッタリングプロセスの解析                                |
| ・パルススパッタリングプロセスの解析                                |
| ・高イオンエネルギースパッタリング法における薄膜構造の制御                     |
| 薄膜の機械的物性                                          |
| ・薄膜の機械的物性のナノインデンテーション法によるエネルギー的解析                 |
| ・傾斜構造を用いた窒化物薄膜付着性の改善                              |
| ・多層構造薄膜における層構造の薄膜硬さへの影響                           |
| ・固体炭素源を用いた TiC 薄膜の形成                              |
| 表面処理                                              |
| ・大気圧プラズマによるポリマー表面の改質                              |
| ・表面凸構造を利用した超親水表面の形成                               |
| ・プラズマ処理によるプラスチックフィルム表面物性の改善                       |
| ナノカーボン                                            |
| ・スパッタリング-CVD 複合プロセスによるカーボンナノフレークの形成               |
| 透明導電膜                                             |
| ・ITO 薄膜における伝導機構の解析                                |
| ・SnO <sub>2</sub> :Nb, Sb 系透明導電膜の低抵抗率化            |
| ・タッチパネル用 SnO <sub>2</sub> :Nb 薄膜の開発               |
| 有機ポリマー薄膜                                          |
| ・PTFE 系薄膜のスパッタリング法による作製                           |
| ・ポリイミド系薄膜のスパッタリング法による作製                           |
| ・有機ポリマー反応性スパッタリング                                 |
| 光学薄膜                                              |
| ・スパッタリング-プラズマ加熱蒸着複合プロセスによる MgF <sub>2</sub> 薄膜の形成 |
| ・干渉薄膜による材料への意匠性付与                                 |



写真-2 超高真空対応カラーセル型スパッタリング装置

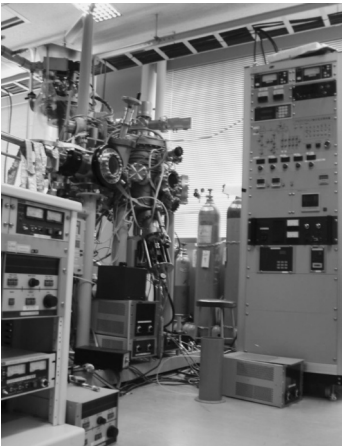


写真-3 プラズマプロセス複合スパッタリング装置およびプラズマプロセスモニタ

評価装置です(表-2)。学生数が多いこと、また、同時に実践を重視する、そして生き生きと活躍できる技術者を育成するという金沢工業大学の方針とあいまって、自ら手を動かし研究開発を行うことをモットーに多くの泥臭い研究開発を行っています。

研究室を立ち上げた当時は国内ではあまりスパッタリングを研究している研究室もなく、また、材料としても電子材料ではなく、機械材料あるいは汎用材料ともいえる範疇の材料を狙った研究を進め、独自性を出すことができたと思います。また、国内でスパッタリング技術に関する学会発表が少なかったこともあり、当研究室でも積極的に国際学会において学会発表を行ってきました。国際的にも認知された研究室であるとも自負しています。

表-2 草野研究室における真空関連の装置

|                                                       |
|-------------------------------------------------------|
| マルチカソードスパッタリング装置                                      |
| ・超高真空対応カラーセル型スパッタリング装置(アネルバ・SPC-350 UHV 改造型)          |
| ・プラズマプロセス複合(イオン化)スパッタリング装置(アルバック・MPS-300-HC 改造型)      |
| ・バッチ式複合材料作製用スパッタリング装置(アネルバ・L 332 S-FH)                |
| ・超高真空対応スパッタアップ型スパッタリング装置(ユニバーサルシステムズ・USP 630 T)       |
| バッチ式スパッタリング装置                                         |
| ・イオン化スパッタリング装置(アネルバ・L 250 改造型)                        |
| ・シングルカソード小型スパッタリング装置(アネルバ・特型)                         |
| プロセス解析装置                                              |
| ・エネルギー解析型質量分析装置(バルザース・PPM-421)                        |
| ・時間分解型ラングミュアープローブ(サイエンティフィックシステムズ・Smart Probe)        |
| ・マルチチャンネル分光器(オーシャン옵ティクス・USB 2000)                     |
| 薄膜物性評価装置                                              |
| ・走査型電子顕微鏡(日立・S 2380 N)                                |
| ・走査プローブ顕微鏡(エスアイアイナノテクノロジー・SPA400/SPI3800N)            |
| ・X 線回折装置(リガク・RINT Ultima <sup>+</sup> )               |
| ・X 線光電子分光装置(島津製作所・ESCA 3400)                          |
| ・紫外可視分光光度計(日立・U 3500)                                 |
| ・エリプソメーター(溝尻光学・DVA-FL 3 G)                            |
| ・フーリエ変換赤外分光光度計(堀場・FT-730)                             |
| ・超微小押し込み硬さ試験機(エリオニクス・ENT 1040)                        |
| ・スクラッチ試験機(レスカ・CSR 02)                                 |
| ・表面性測定装置(新東科学・TYPE 14 DR)                             |
| ・ホール効果測定装置(ヘリウム冷凍機クライオスタット付き)(東陽テクニカ・ResiTest 8300 型) |
| ・表面形状測定装置(アルバック・DEKTAK <sup>3</sup> )                 |
| ・システム工業顕微鏡(落射・透過兼用)(オリンパス・BX 51)                      |

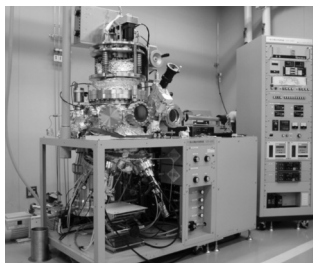


写真-4 超高真空対応スパッタアップ型スパッタリング装置



写真-5 X線光電子分光装置

現在やや活動が低迷していますが、今後さらなる発展を目指し、巻き返しを図りたいと考えております。

#### 4. おわりに

金沢工業大学高度材料科学研究開発センターは、材料をキーワードとして幅広く活動しているユニークな研究所です。今後、さらにアクティブな活動ができるようにしていく所存です。ご支援をよろしくお願いします。

連絡先：草野英二教授

〒924-0838 石川県白山市八東穂3-1

金沢工業大学高度材料科学研究開発センター/環境・建築学部化学系環境化学科 (バイオ・環境・ナノ薄膜表面化学融合領域研究室)

Tel: 076-274-9250 Fax: 076-274-9251

<http://www.kanazawa-it.ac.jp/ams/>

## ご 案 内

### 日本 MRS 会員各位

#### 第18回年次総会の開催

日本 MRS 会長 山本 寛 拝啓 時下ますますご清栄のこととお喜び申し上げます。日頃より日本 MRS の活動に関しまして、ご尽力賜り感謝申し上げます。

さて、早速ですが、日本 MRS 第18回年次総会を下記要領にて開催致します。つきましては、大変お手数ですが、ご出欠のご都合を別紙の出欠届にご記入のうえ、5月14日(月)午後3時迄に、事務局までにご返信下さいますようお願い申し上げます。

なお、ご欠席の場合は、委任状欄にもご記入のうえご返信下さいますよう、あわせてお願い申し上げます。 敬具

日時：平成19年5月14日(月) 16:00~17:00

場所：日本大学理工学部駿河台校舎1号館122会議室

- 議事：1. 第18事業年度 事業報告  
2. 第18事業年度 収支報告  
3. 第19事業年度 事業計画  
4. 第19事業年度 収支計画  
5. 第19事業年度 役員選任  
6. その他

### ■第18回日本 MRS 学術シンポジウムセッションテーマ及びチャタ募集

日本 MRS 会長 山本 寛 例年行われております日本 MRS 学術シンポジウムも、今回で18回を迎えます。本年度も、ほぼ例年どおりの日程と規模での開催を予定しております。

・開催予定日：

2007年12月7日(金)：国際シンポジウム

12月8日(土)：一般シンポジウム、国際シンポジウム

12月9日(日)：一般シンポジウム、国際シンポジウム

・開催会場(予定)：日本大学理工学部駿河台校舎1号館

〒101-8308 東京都千代田区神田駿河台1-8-14

つきましては、会員の皆様以下のセッションおよび関連事項について募集致しますので、よろしくお願い致します。

(1) セッション、およびセッションチャタ

(2) 第18回学術シンポジウムのサブタイトル案

(3) シンポジウム企画世話人・事務局候補

セッションを提案したい方は、セッション名、数名のセッションチャタ(代表チャタ1名、連絡チャタ1名を含む)、セッションのスコープ(日本語500字および英文200語以上)、予想される発表件数(口頭、ポスター)をつけてお申し込み下さい。

なお、①セッションチャタ構成が国際的である、②プレゼンテーションを英語で行う、の要件を満たすセッションは、「国際セッション」とみなし、学術シンポジウムの前後の日程のサテライトコンファランス等の便宜も図ることも組織委員会で検討しておりますので、該当する場合は、セッション申し込みの際に「国際セッション希望」と明記して下さい。

サブタイトル案につきましては、第1回の実行委員会にて議論に付します。また、企画世話人等については理事会で決定しますので積極的にご提案頂きたく存じます。

なお、これらの応募先および問い合わせは、前回の第17回学術シンポジウム事務局(mrsj2006@nims.go.jp)までお願いします。締め切りは5月10日までとさせていただきます。

(参考)

・第17回「イノベーションを切り拓く先端材料研究」

「ドメイン構造に由来する物性発現と新機能材料」/「分子性薄膜の作製・評価・応用—高度な配向制御、配向解析、および機能発現を目指して—」/「自己組織化材料とその機能Ⅷ」/「暮らしを豊かにする材料—環境・エネルギー・医療—」/「固体の反応性—ナノ領域での反応制御による新材料の創製とそれを支えるサイエンス

—」/「ナノスケール構造体の新展開—構造・機能・応用—」/「量子ビームによる埋もれた界面の解析」/「先端プラズマ技術が拓くナノマテリアルズフロンティア」/「ナノ構造精密制御と機能発現」/「先導的バイオインターフェイスの確立」/「イオンビームを利用した革新的材料」/「燃料電池用材料の新展開」/「ネットワークと溶媒が織りなすゲルのサイエンスとテクノロジー」/「生物系資源の最近の進歩」/「材料データベース」/「マテリアル・ダイレクト・ライティング技術の展開」/「マテリアルズ・フロンティア」

### ■新刊紹介

Transaction of the Materials Society of Japan (ISSN 1382-3469), Vol. 32, No. 1, March 2007

本号は第17回日本 MRS 学術シンポジウムの3セッションのプロシーディングスです。掲載論文は69報です。

A: Domain Structure Related Ferroic Properties and New Functional Materials

E: "Solid State Reaction" Basic Science and Chemistry for Advanced Materials by Reaction Control in Nanosize Region

G: Structural Analysis of Buried Interfaces using Quantum Beam Technologies—Wide Applications Ranging from Semiconductors to Soft Materials—

詳細問い合わせ先：〒152-8552 東京都目黒区大岡山2-12-1-S7-2

東京工業大学大学院理工学研究科鶴見・和田研究室

Tel: 03-5734-2517 Fax: 03-5734-2514

mrsjpub@cim.ceram.titech.ac.jp

### ■IUMRS 関係

◇ International Conference on Materials for Advanced Technologies (ICMAT) ICMAT 2007, July 1-6, 2007, Singapore

◇ The 3rd IMS International Conference on Applications of Traditional and High Performance Materials in Harsh Environments, January, 23-24, 2008, the United Arab Emirates, <http://www.aus.edu/engr/ims/>

◇ MRS International Materials Research Conference, Chongqing, China June 9-12, 2008 (Co-sponsored by C-MRS), Paul C. W. Chu, President, Hong Kong University of Science and Technology, Clear Water Bay, Hong Kong, E-mail: [wmchung@ust.hk](mailto:wmchung@ust.hk)



## To the Overseas Members of MRS-J

### ■ Direct Fabrication of Shaped Nano-Materials without Passing through Nano-particles .....p. 1

*Prof. Dr. Masahiro YOSHIMURA, Materials and Structures Laboratory, Tokyo Institute of Technology*

In the ceramic and semiconductor materials, nano-particles have been expected to be important precursors to fabricate their nano-structured materials. I would like to state that Nano-particles (0 D solid) have not always necessary, or sometimes even inappropriate as their precursors to fabricate shaped 1 D, 2 D, or 3 D Nano-materials.

When nano-particles can be fabricated from highly energetic species like gasses, vapors, molecules, clusters, atoms, and ions as the precursors, their driving forces between such high energetic species and the nano-particles (=nano-sized solids) can be used also for the consolidation; shape formation and shape fixing of materials. It seems to have less necessity to stop the reaction at the stage to synthesize the compound in nano-sized particles. Once nano-particles would be fabricated only their surface energies can be usable for the following processes. Surface energies are not enough to consolidate the particles into the shaped materials therefore post-firing at a high temperature is essential in those powder/particle processings even using nano-particles with 5-100 nm in size. In the solution processings, the species in solutions have much less energies than those in gasses, thus it is more difficult to form shaped solid materials directly from solution species. Solution processes, therefore, would be generally used for the synthesis of compounds in powder/particle (0 D solid). However, we can fabricate those shaped (1 D, 2 D, and 3 D) nano-structured materials directly from solution(s) when we can use the driving force to synthesize the compound AB from the precursor solution(s) containing A and/or B. When we can activate the reaction  $A+B=AB$  at the local point and/or can move the point, we can fabricate shaped, patterned and/or integrated nano-structured materials directly in/from the solution(s) without any post-firing. Those direct fabrication of shaped materials has been called as "Soft (Solution) Processing," has been developed in our group.

### ■ Development of Bismuth Nano to Microwire Thermoelectric Elements .....p. 3

*Assoc. Prof. Dr. Yasuhiro HASEGAWA, Saitama University, Graduate School of Science and Engineering*

Polycrystalline bismuth microwire thermoelectric elements having 1 to 100  $\mu\text{m}$  diameters and 1 mm length have been developed. To eliminate contact resistance between all wire edges and electrode of the microwire array element, Ti/Cu thin film layers were deposited by ion plating technique. Thermoelectric properties such as Seebeck coefficient, resistivity and thermal conductivity were successfully estimated. As a next step, we plan to fabricate bismuth nanowire thermoelectric element (1 D structure) with quartz glass template to improve the performance with quantum effect.

### ■ Advanced Materials Science Research and Development Center, Kanazawa Institute of Technology .....p. 5

*Prof. Dr. Eiji KUSANO, Kanazawa Institute of Technology*

Advanced Materials Science Research Center was established in 1996 as the research center of materials science at Kanazawa Institute of Technology. Since its inception in 1996, the AMSRC was supported by "High-Tech Research Center" Project for Private Universities: matching fund subsidy from MEXT (Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology) for 10 years. By bringing together researchers on bulk materials and thin films from the fields of mechanical engineering, electrical engineering, materials science, and applied physics, the center has performed world-class multidisciplinary researches. In this report, the activities of AMSRC are reviewed.

### ■ Call for the Session Themes of the MRS-J Symposium 2007 .....p. 8

Proposals of the session themes and chairs for the 18<sup>th</sup> Symposium to be held in December 7-9, 2007 at the site of Nihon University's Ochanomizu Campus are solicited. Deadline of the proposals is May 10, 2007. Further informations will be obtained: <http://www.mrs-j.org/>

### ■ Doyama Symposium

The 17th IKETANI International Conference on "Dreams, Creation and Realization of Materials Saving the Humankind" will be held at the University of Tokyo, Tokyo, Japan from September 5 through 8, 2007. This Conference is also planned in commemoration of the 80th birthday of Prof. Emeritus of the University of Tokyo, Dr. Masao Doyama and will be supported by the Iketani Science and Technology Foundation. Further information: <http://www.iketani2007.jks.ynu.ac.jp>

編後 桜吹雪の入学式のニュースが流れる中、本年度第2号を発行することができました。御多忙中にもかかわらず早くご執筆をお引き受け頂いた先生方に深く御礼申し上げます。私の勤める研究所は旧陸軍の土地だったこともあり、沢山の桜が植えられています。入所した頃はこのシーズン、所内で宴会をしているグループをよく見かけましたが、最近見ないことに気がきました。平日明るいうちは止めてくれと管理部門から言われたという話を聞きましたが、そのような余裕のある研究室が減ったのも一因としてありそうです。(小林)

©日本MRS 〒105-0001 東京都港区虎ノ門2-5-5 桜ビル9F 社団法人未踏科学技術協会内

Tel: 03-3503-4681; Fax: 03-3597-0535; E-mail: mrs-j@sntt.or.jp

2007年度日本MRSニュース編集委員会 第19巻2号 2007年5月10日発行

委員長: 中川茂樹 (東京工業大学理工学研究科、nakagawa@pe.titech.ac.jp)

委員: 寺田教男 (鹿児島大学大学院理工学研究科)、小椋理子 (湘北短期大学情報メディア学科)、川又由雄 (芝浦メカトロニクス)、富田雅人 (コーニング研究所)、岩田展幸 (日本大学理工学部電子情報工学科)、Manuel Brito (産業技術総合研究所)、小林知洋 (理化学研究所)、伊藤 浩 (東京工業高等専門学校)

顧問: 山本 寛 (日本大学理工学部)、大山昌憲 (サンバック)、岸本直樹 ((独)物質・材料研究機構)

編集: 清水正秀 (東京CTB)

出版: 株式会社社内田老鶴園/印刷: 三美印刷株式会社