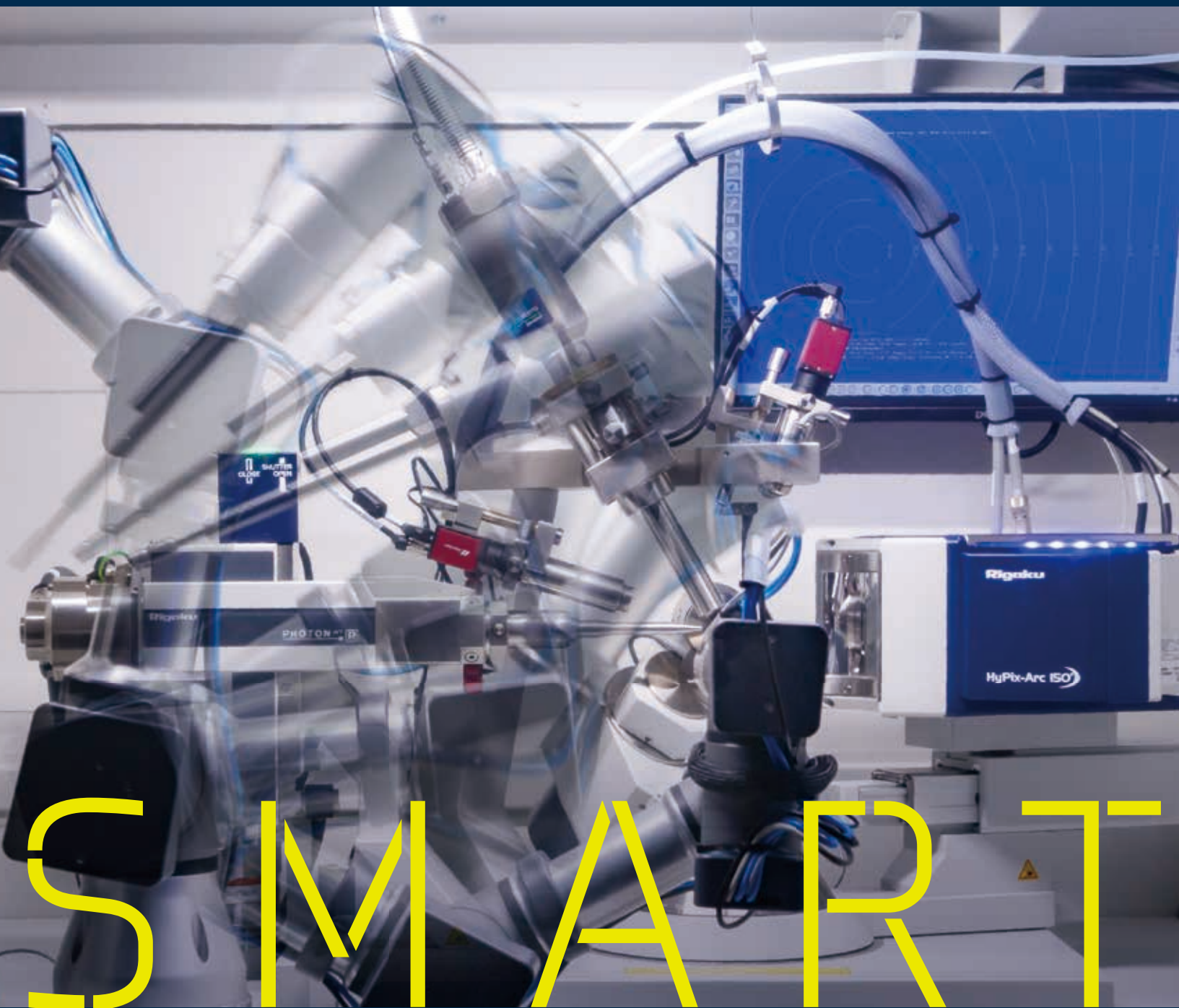


NIMS NOW 1

NATIONAL INSTITUTE FOR MATERIALS SCIENCE

2023
No. 1



研究の自動化はどこまで来たか

LAB.

SMART

研究の自動化はどこまで来たか

LAB.

研究現場に革新が起きている。

人の手がロボットへ、頭脳がAIへと置き換わる「スマートラボラトリ」によって
材料研究が急加速しているのだ。

激化する開発競争に対抗する探索スピードの獲得のみならず、

研究人口の減少に伴う後継者不足を解消し、

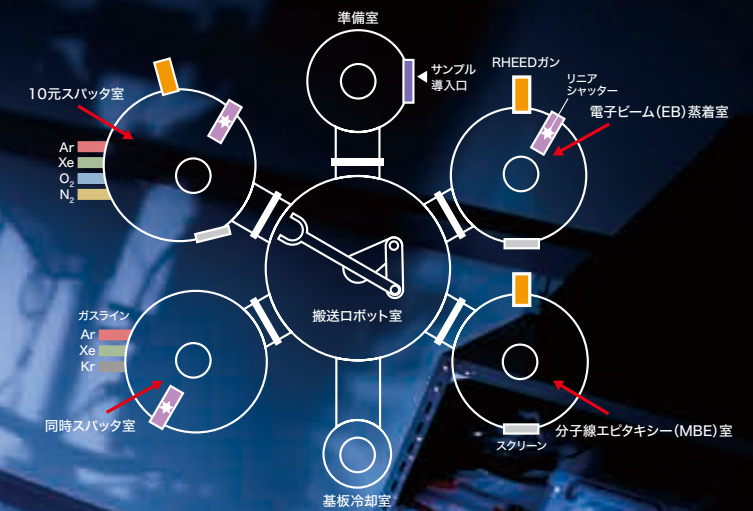
人の経験値やスキルによらないことで“研究の質”の安定化をもたらす。

様々な課題を解決へと導く「スマートラボラトリ」は

どのような戦略のもと、どこまで進んでいるのか。

スマートラボ化の最前線をひも解く。

磁性多層膜積層用全自動クラスター成膜装置



Episode1

複合化した成膜装置で 材料の性能を最大限引き出す

高天井のラボに据えられた人の背丈より大きな一群の装置。真空を引くポンプ音を響かせながら運転するそれは、「複数の成膜手法を自在に組み合わせて薄膜を積層できる装置」だと、開発を率いる葛西伸哉は言う。

核となるのは4つの成膜装置だ。2種類の「スパッタリング装置」に「電子線蒸着装置」、「分子線エビタキシー装置」。どれも、薄膜を作製する装置として材料開発の現場ではなじみ深いものだが、特筆すべきは、それらが中央に位置する搬送ロボット室を介してすべてつながっている点だ(上図)。「あらかじめ設定したプログラムに基づき、搬送ロボットが基板を各種材料の成長に適した成膜装置に自動搬送することで、複雑な多層膜構造を持つ薄膜の成長を全自動で行うことができます」と葛西。

装置を複合化した背景には、葛西らがターゲットとする次世代メモリの要、「磁気トンネル接合 (MTJ) 素子」ならではの事情がある。

様々な成膜手法を駆使し 広範な可能性を探求

MTJ 素子は、強磁性体の間に絶縁体(トンネル障壁材料)を挟んだサンドイッチ構造で、強磁性体の電子スピンの向きに応じて電気抵抗が変化する「トンネル磁気抵抗効果」を利用して“0・1”を記録する。ハードディスクの読み出し磁気ヘッドに搭載されているほか、電源を切っても書き込まれた情報が消えない不揮発性の「磁気抵抗メモリ (MRAM)」のメモリセルとして集積化され、情報の保持を担っている。

MTJ 素子は、ナノメートルオーダーの薄膜が幾重にも重なった構造だ。トンネル障壁材料はわずか3～4原子層だが、それを挟む強磁性体まで含めると、素子全体で約60層にもなる。この素子の性能を最大限引き出すためには、各層の新規材料の探索だけでなく、ヘテロ接合の最適化、すなわち「異なる材料同士を高品質に積層する」という難題をクリアしなければな



合成の手順をコントロール PC で指示し、上部のディスプレイでは成膜中の様子をモニタリング。「装置による自動化は実験効率化の一方で、製造プロセスのブラックボックス化につながります。そのため現時点では、製造プロセスの進捗具合を確認するための観察装置も搭載しています」（葛西）

らない。結晶の向きや界面の平坦さなど、ヘテロ接合において重要な要素はいくつもあり、その品質を高めるためには最適な成膜手法の選択が欠かせない。

ただし、実用化を見据えたとき、最終的には「スパッタ法」による成長プロセス確立を求める声は大きい。スパッタ法は大面積・低コストでの成膜が可能で、産業界における成膜手法の主軸でもある。「とはいえ、新材料のポテンシャルを迅速に検証す

るという観点からは、様々な成膜手法による探索が不可欠です」と葛西。

「現在、MTJ 素子のトンネル障壁材料として利用されている MgO は、下地層によってはスパッタ法では全く特性が出ないにも関わらず、電子線蒸着法では著しい特性を発現することもあります。基礎研究の段階では、あらゆる成膜手法を駆使した広範な可能性の探求が不可欠なのです」

20年来の装置をスマートに

成膜装置を複合化し、材料の性能を最大限引き出す。実はこの戦略に NIMS は長年取り組んできた。別室に、今回開発した装置の前身というべきオリジナル装置がある。もともとは一台のスパッタ装置だったが、多様な材料・プロセスに対応するため、何度も増設を繰り返してきた。結果として、全長 8 メートルにわたる試料の搬送路を中心として各種成膜装置が左右に配置された巨大な装置となっている（左写真）。搬送路の内部には試料を乗せるトロックが備え付けられており、装置の外側から手作業でトロックを操作して、次の成膜装置へと移動させる仕組みだ。これにより、清浄な界面を汚すことなく、複数の成膜手法によるヘテロ接合成長が可能となっている。

「この複合化によって、多くの新規材料の発見や成長プロセスに対する知見が得られてきました。一方で、一枚の試料を作製するためには、数時間毎に熱処理や成膜装置間の試料搬送を手動で行わなければならないなど、研究者にとって非常に負担の大きい作業でした」と葛西は振り返る。

これを可能な限り自動化をしようというのが葛西らの狙いというわけだ。今回導入し

た装置は、オリジナルの装置で蓄積してきた知見をもとに、基板とターゲットとの距離、ガス種、成膜温度など、想定されうる種々のプロセスをプログラム上で制御可能な設計とした。加えて、新たな機能を簡単に追加できるよう、制御プログラムには拡張性を持たせている。実際に、電子線回折やプラズマの発光エネルギー評価などの分析機器を次々と組み込んできた。

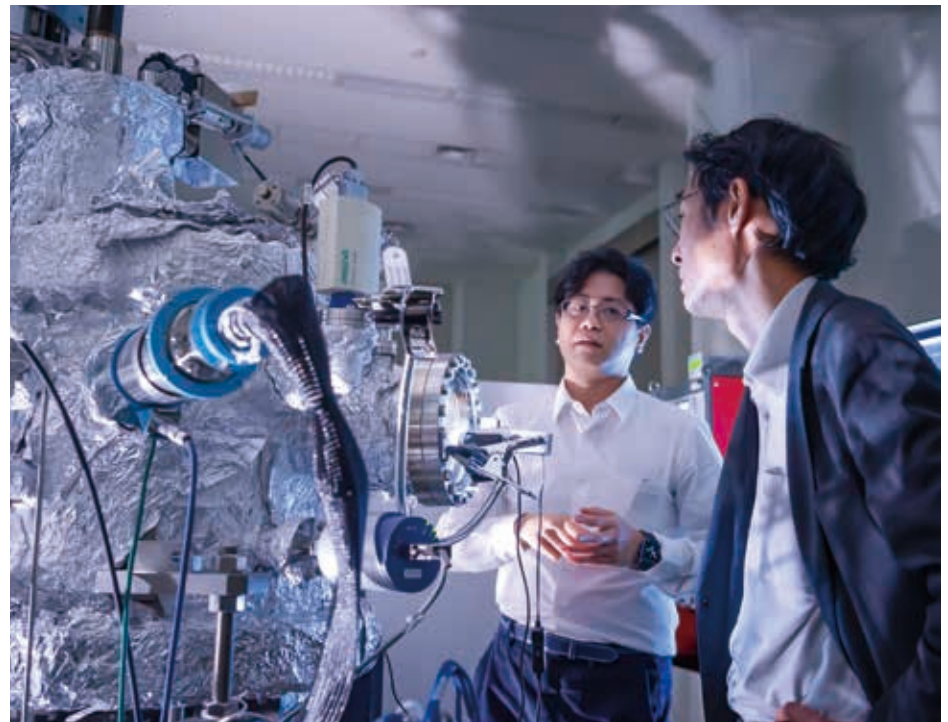
「本装置の導入によって、スマートラボの目的である、作業の効率化、高速化が大きく進展しました。試料の作製速度は従来の 4 倍程度まで向上しただけでなく、基板上に組成が連続的に変化した薄膜を一度に作製できるコンビナトリアル的な手法を組み合わせることで、一枚の試料から多くの条件を検証することができます」と葛西。次世代メモリへの道を拓く強力なツールと共に、新たな一歩を踏みだした。

究極の夢は 全プロセスの完全自動化

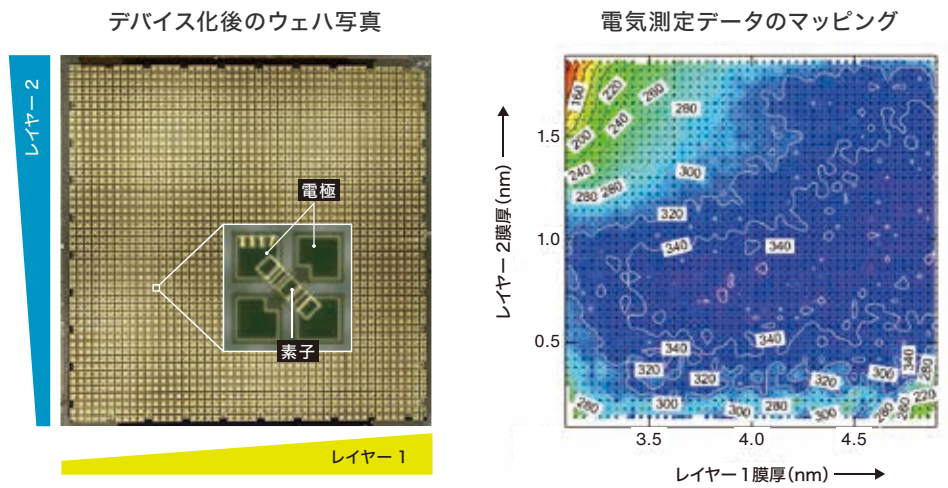
装置を導入して約2年、現在はスパッタ法による強磁性体の成膜過程において、膜厚をそれぞれ連続的に変化した 2 層を重ねる「2 次元傾斜膜厚成長手法」を取り入れることにより、積層構造の最適化を行っている。併せて、デバイスレベルでの評価を高速化するため、成膜後に電極などの加工を施した基板上数百個の微細素子に対し、自動で電気抵抗測定を行うことができる計測システムを構築し、膜厚の異なる各点の磁気抵抗比（TMR 比、MTJ 素子の性能評価において最も重要な指標）をマッピング（図）。一つの成果として、強磁性体に CoFeB を用いた MTJ 素子においては、短期間のうちに世界最高値に肉薄する TMR 比を達成。さらなる記録更新に挑んでいる最中だ。

一方で、現時点では、どの材料をどんな成膜条件で積層するかといった成膜プロセスの設計は人手で行っており、依然として人が担う役割は大きい。

「今後、成膜した素子の評価や製造プロセスのデータを蓄積し、装置自ら、新材料の提案から製造プロセスの最適化まで行っ



葛西と共に装置開発を行う介川裕章主幹研究員(左)。「介川は磁性体薄膜の成膜技術において世界屈指のスペシャリストです。そのノウハウを装置に落とし込みたいと日々議論を重ねています」（葛西）

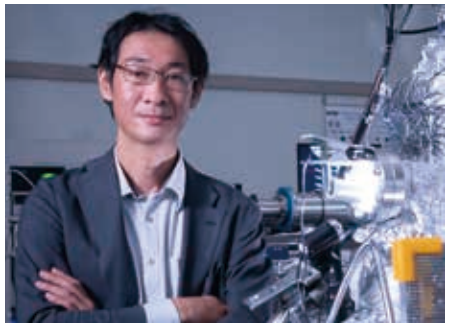


図「2 次元傾斜膜厚成長手法」を取り入れて成膜した多層薄膜
膜厚を連続的に変化した 2 層（レイヤー 1・2）を組み込んだ多層薄膜を成膜後、デバイス加工を施し微細素子を作製（左）。自動プローブ測定装置を用いて電気測定を行い、磁気抵抗比（TMR 比）をマッピングした（右）。レイヤー 1 とレイヤー 2 の厚さ依存性が可視化されている。

てくれるシステムを構築したい」と語る葛西。実際に、評価データのデータベース化や解析モデルの構築にも着手しているという。

さらに「究極の夢は、測定まで含めて全プロセスを自動で行うことができるようにすること。引き続き改良を重ねたい」と意欲を語る。スマート化により急加速する探索から、次世代メモリ用 MTJ 素子の萌芽が生まれる日を待ちたい。

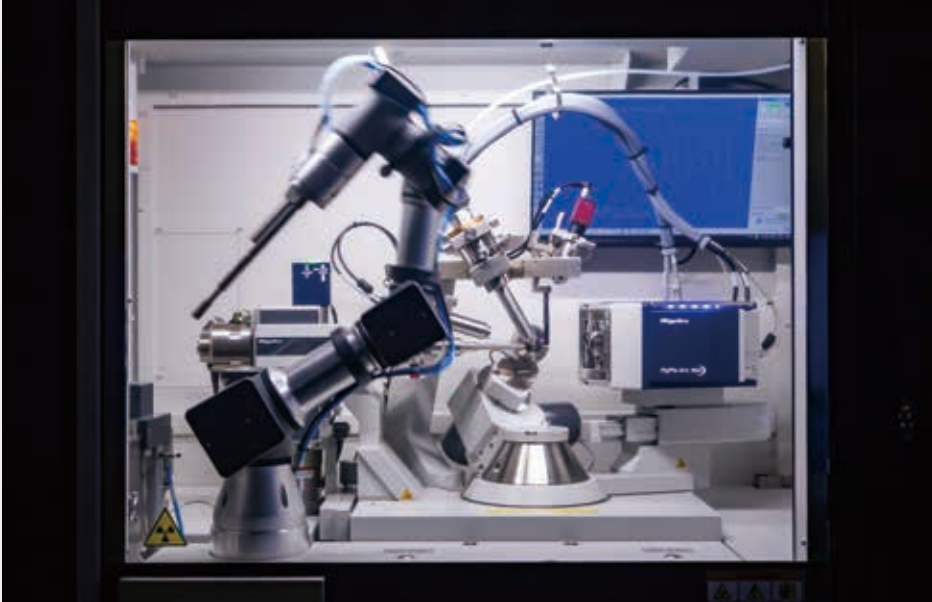
（文・山田久美）



葛西 伸哉
Shinya Kasai
磁性・スピントロニクス材料研究拠点
スピン物性グループ グループリーダー



単粒子をセットする「ガラスキャピラリー」。とがった先端に単粒子を接着させる。
直径約7cmのディスクに16本のキャピラリーが並ぶ。



Step3

有望な単粒子は、新物質であるかどうか調べるため、まずは「X線回折 (XRD) 装置」で格子定数を求める。

XRD装置の試料ホルダー (左) と測定中の様子 (右)。試料ホルダーには一度に48本のガラスキャピラリーがセットできる。測定がはじまると、ロボットアームがホルダーから1本ずつピックアップし、試料ステージへと運ぶ。ステージには磁石がついており、ねじによる固定が不要に。単粒子にX線の照準を合わせる作業から測定、新物質かどうかの診断まで自動で繰り返していく。新物質の可能性が見出された場合には、より詳細な解析 (Step4) へと進む。

ひと粒の蛍光体に まだ見ぬ煌きを求めて

いまや明かりのスタンダードとなったLED。その立役者に、NIMS 生まれの「サイアロン蛍光体」*がある。白色LEDに赤み成分が不足し自然な光には程遠かったころ、いち早く赤色をつくり出したサイアロンは、照明器具や液晶バックライトのLEDに組み込まれ、瞬く間に世界中に普及していった。しかし、「まだ開発の余地は大きい」とNIMSで蛍光体の開発を率いる武田隆史は言う。

「8Kテレビの色再現域の拡大に向け、より鮮やかな緑色が求められています。また、LED照明より高輝度化可能なレーザー照明用の蛍光体開発も課題です」

新しい蛍光体を見出す確率を上げるため、武田らが考案した手法に「単粒子診断法」がある。これは、粉末状態で生成される蛍光体からひと粒 (単粒子) をピックアップし、結晶構造や元素組成などの解析により新物質かどうか診断する手法のこと。かつては大きな粒子しか解析できなかったところ、装置の開発・改良が進み、より微細な粒子の解析が可能になった。ひと粒でも新しい蛍光体が見つければ、そこから大量合成法の検討という次の展開が拓ける。現在、武田らはこの手法にデータ科学を取り入れた探索サイクルを確立 (P.7 右下図)。新しい蛍光体を30個以上見出して

きた。

とはいえ、単粒子はわずか10ミクロン程度。それを大量に焼き上がる粉末から選り分け、一つ一つ解析しようというのだから並大抵のことではない。有望なものを選別するにも解析するにも、人手では高い集中を要し、ここに“匠”を必要としてきたのである。

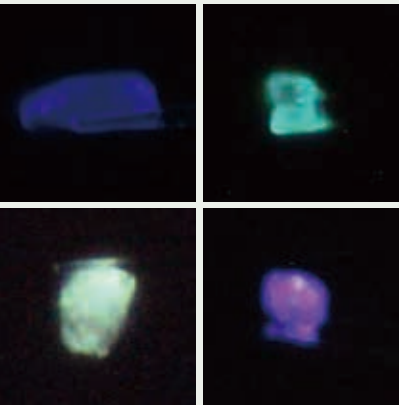
そこで武田らは、各工程の効率化に取り組んだ。従来、有望な単粒子は人が顕微鏡をのぞき発光色や結晶の大きさ、形を参考に選別していたが、代わりに自動で各粒子の発光特性を測定しランキングしてくれるシステムを導入 (Step2)。また、特に効率化に貢献してい

るのが、単粒子の簡易解析に用いる「X線回折 (XRD) 装置」だと言う (Step3)。

「従来は、先端に単粒子をつけたガラスキャピラリー (上写真) を手作業で試料ステージにねじで固定し、X線の照準を合わせて測定する作業を1本ずつ繰り返していました。代わりに導入したのが、キャピラリーの固定から測定まで全自動で行うことができる装置です。加えて、測定結果をもとに新物質かどうか診断するプログラムを構築したことで、探索のサイクルは格段にスピードアップしました」と武田。加速する蛍光体の探索サイクル。たゆまぬ挑戦のうちに、まだ見ぬ光を待ち望む。

GALLERY

単粒子診断法で発見した蛍光体



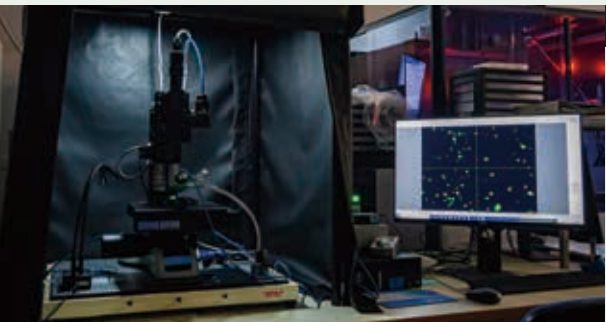
武田 隆史

Takashi Takeda
機能性材料研究拠点
蛍光体グループ グループリーダー



Step1

焼成した蛍光体の中には、発光が弱いものや発光しないものも。まずは「プレートリーダー」と呼ばれる装置を使って蛍光体粉末の発光スペクトルを測定し、大まかに選別する。



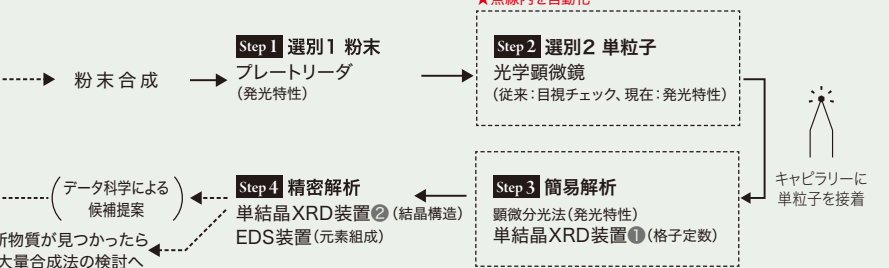
Step2

次はスライドガラスに粉末をのせ、紫外線ライトを当て有望な単粒子を選別する。新しく導入した顕微鏡は、画像認識により粒子に自動でフォーカスし、発光特性を測定してくれる。

「実は人間の目の精度はすばらしく、輝度など粒子の発光状態を瞬時に判断するのに長けています。ただし、能力には個人差がありますし、当然、疲れてくれば見落とすこともあります。その点、粒子一つ一つを総当たりでチェックしてくれるこの装置は大きな戦力です」 (武田)

図「単粒子診断法」の探索サイクル

* () 内は測定内容





電気化学セルを運ぶロボットアーム

NIMS NOW No.1 9

リチウム空気電池の電解液を自動探索する1号機の運用を始めて約4年。運用当初、結果が得られるたびにデータ科学者と議論し次の探索領域を決定していたが、現在は人工知能（AI）を導入して完全自動化。「探索結果をふまえ、AI自身が予測モデルをアップデートしながら探索を繰り返すまでに進化しました」と開発リーダーの松田翔一は語る。

着実に成果も上げている。2021年には、空気電池の寿命を2倍に延ばす電解液の組成を発見。バイズ最適化に代表される予測モデルをAIに導入し、1000万通りを超える候補から約3ヶ月で最適な組成を見出した。その間、試した電解液はなんと1万種以上。AIとロボット技術を両輪とした1号機ならではの成果と言える。

と同時に、ジレンマも生まれてきた。「1号機は有望な電解液を見つけれても“なぜ？”の部分を突き詰めるのは不得手でした。なぜ性能が高まるのか、セル内部で何が起きているのか。そうしたサイエンスを深めるには、より詳細な測定が必要でした」と松田。

また1号機の発表後、松田のもとに複数の企業から「こんな材料系の探索はできないか」と相談が相次いだという。「蓄電池以外にも、溶液と電極との間で起こる電気化学反応が性能のカギを握る製品や技術はいくつもあります。1号機は空気電池の電解液に特化した設計になっていて、そうした声に応えることができませ

んでした。それで2号機を立ち上げることにしたのです」

サイエンスを深める2号機

1号機で測定できるのが充放電の容量のみであるのに対し、2号機では複数の電気化学的な測定手法をプログラム制御で自在に組み合わせることが可能となり、各セルから多くの情報を得られるようになった。たとえば「インピーダンス測定」を行えば、正極・負極・電解液中、それぞれにおける反応速度を追うことができ、どの過程で生じた反応が特に性能を左右しているか推定するのに役立つ。

さらに、空気電池以外の電解液を扱える設計としたのも特徴だ。現在注力しているテーマに、水を電気分解して水素をつくる「水電解」用の電極材料がある。これまでは真水を分解する材料の探索が主流だったが、松田は実用化を見据え、海水を使い探索を行なっている。

「世界で真水を入手できる地域は限られ、研究と実用化との間にはギャップがありました。海水には塩化物イオンをはじめとした様々な成分が含まれ、電極の触媒作用に影響を及ぼすため、海水の質を考慮しつつ安定的に動く電極材料を探索しています。また、触媒作用を促進する添加剤など、様々に検討しなければならない現段階において、絨毯爆撃的に探索できる2号機が真価を発揮しています」と松田。

繊細なセルを個体差なく量産する3号機

研究と実用化とのギャップ。それは空気電池における課題でもある。

「1号機で有望な電解液を見つけても、製品にするには液を減らして電極を薄くし、反応時の電氣量を増やすなど、要求がさらにシビアになります。そこで、実用電池に近い状態で電解液の性能を評価しようと開発したのが3号機、ラミネートセルの自動製造装置です」

正極・負極・セパレータを重ね、電解液を注入し、ラミネートで封止する——そう聞くと空気電池の作製手順はシンプルで、市販の装置でも作製できそうなものだが、空気電池ならではの難しさがそれを阻む。正極の多孔質カーボンはもちろん、負極の金属リチウムは薄くてヨレやすい。それら繊細な材料を一息にズレなく重ねなければならぬ上、電解液もごくわずかな量を連続的かつ均一に滴下するなど、コツがいる。3号機には、これまでNIMSが培ってきたセル作製のノウハウがふんだんに生きている。

3号機は2021年4月から本格運転をスタートし、個体差のないセル作製により実用化への道を支援している。「目標はあくまで実用化」と語る松田。その傍らで休みなく運転を続ける装置から、そう遠くない将来、エネルギー問題を打破する新材料が生まれるに違いない。



松田 翔一

Shoichi Matsuda
エネルギー・環境材料研究拠点
固体電池材料グループ 主任研究員



永田 賢二

Kenji Nagata
MaDIS DPFC
材料データ解析グループ
主任研究員

古谷 佳之

Yoshiyuki Furuya
構造材料研究拠点
疲労特性グループ グループリーダー

澤田 浩太

Kota Sawada
構造材料研究拠点
構造材料試験プラットフォーム
プラットフォーム長

「開始当初、金属材料の門外漢であったAI構築を担う遠藤さんに破断面を見極める力が身に付き、期せずして“匠”が育った」と3人。実際、判断根拠の可視化により“匠”の視点を追体験できるこの診断AIは、教育現場においても極めて有用なツールとなるはずだ。

“AIの目”で事故原因や金属寿命を見極める！

手がかりは、断面に宿る。金属の破断による事故が起きたとき、その破断面に現れるミクロな模様は事故原因を物語る。金属の寿命を知る上でも断面の観察が役立つ。火力発電所の蒸気配管のような高温・高圧下では「クリープ」と呼ばれる変形が顕著に進むが、配管点検時の微細組織観察から寿命予測が可能だ。ただし、その読み解きは熟練した“匠”の成せる業で、いま後継者問題に直面している。

そうした危機感を背景に『「匠の目」プロジェクト』が始動した。NIMSが請け負う事故調査で数多くの案件を解決に導いてきた古谷佳之の“目”を「事故調査用AI」に、20年以上にわたりクリープ破壊を追い続ける澤田浩太の“目”を「寿命予測用AI」に受け継ぐ、AI開発プロジェクトだ。機械学習モデルの構築は、電気通信大学の庄野逸教授のもと遠藤瑛泰氏（D3）が担当。ここに、いわば各分野の“通訳”として、機械学習を専門にデータ駆動型の材料開発を支援するNIMSの永

田賢二が加わり、まずは汎用性の高い炭素鋼とステンレス鋼を対象に開発をスタートした。

「最初に断面の見極め方をAIに教え込んでいくのが難関でした」と永田。事故調査において、金属の破断面に現れる模様には「ディンプル」をはじめ主要なパターン（破壊モード）がいくつかあるが、古谷いわく「一見、ディンプルのようでも、材料の組成や電子顕微鏡の測定条件によって表出のしかたが異なるケースもあり、一概には言えないのです」。澤田も「金属の寿命予測では、析出物の大きさや分布などが診断のポイントになります（図1）。そこから金属がさらされていた温度（曝露温度）が推定でき、寿命が導けるのです。ただ、断面の見極めは過去に見てきた様々なケースを考慮し総合的に行っており、定量的な説明は困難でした」と振り返る。

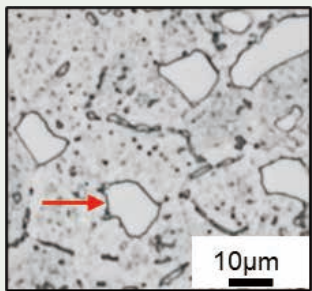
そこで、遠藤氏らAI開発チームは、“匠”が印付けした画像を元に何を手掛かりと感じているか探るなど、地道にケーススタディを重

ねた上で、画像の質感を数値化する画像処理手法の一つ「テクスチャ解析」などを用いて、機械学習での予測の指標となる数値「特徴量」を取捨選択。予測精度を高めていった。

AIによる診断手順にも工夫を凝らした。事故調査用AIに採用したのが、破断面の画像を狭い範囲（パッチ）に区分けし、それぞれ破壊モードを判定後、それらが画像全体に占める割合から診断を下す方法だ（図2）。その正答率は100%近くに達した。

一方、寿命予測用のAIは「プラスマイナス10℃の範囲で、ステンレス鋼の曝露温度を推定できるようになりました」と澤田。曝露温度が推定できれば、計算等で推定した応力を考え合わせることで寿命が予測できる。

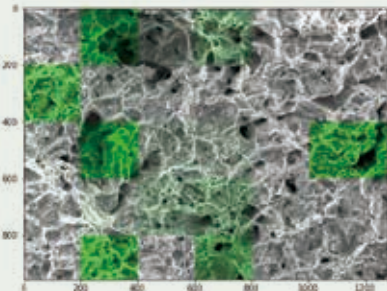
これら診断AIは、調べたい画像とその測定条件などを入力するだけで診断結果の出力が可能で、今後、製品化と適用材料の拡大を目指す。“匠”の後継者、あるいはセカンドオペニオンとして、診断AIが活躍する日は近い。



ステンレス鋼断面の微細組織

図1
「寿命診断用AI」における
特徴量の抽出例

断面観察から、析出物(矢印)のサイズ、輪郭の長さ、隣の析出物までの距離、円形度といった情報を抽出し、機械学習の計算式に数値で落とし込んでいった。



破断面に現れたパターン

図2
「事故調査用AI」における診断手順

電子顕微鏡で取得した破断面画像を200×200ピクセルのパッチに区分けし、「ディンプル」である場合の確率をそれぞれ判定（低確率であるほど濃い緑色で表示）。次に、画像全体の統計から破断の原因を診断する。上図の場合は高い確率でディンプルと診断された。

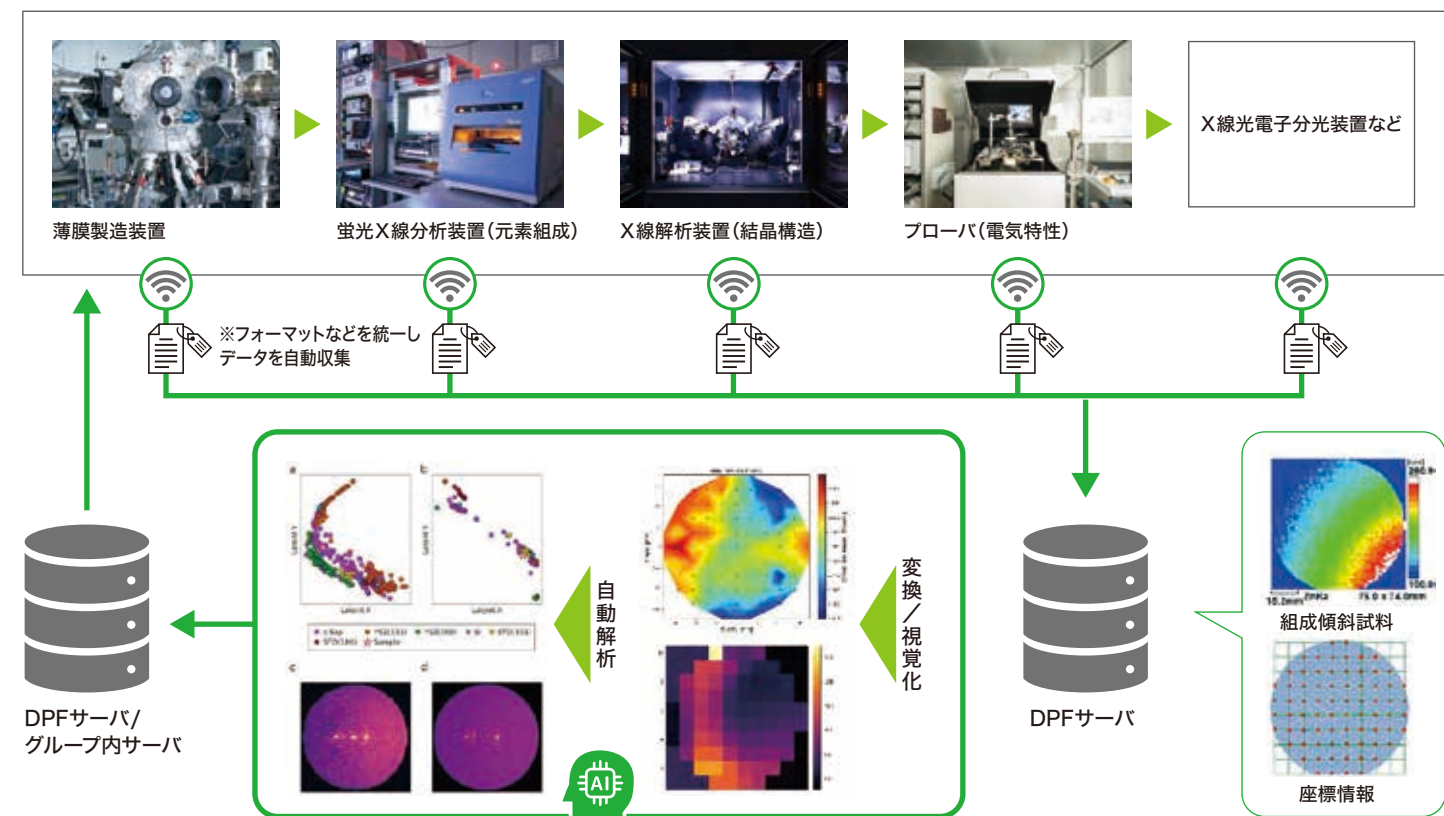


図1 薄膜のコンビナトリアル合成にAIを融合した材料探索サイクルのイメージ

Episode3

コンビナトリアル合成とAIの融合で電子デバイス用材料の探索をスマートに

広大な探索領域から新材料をいち早く見つけ出すため NIMS が力を注ぐ、実験の自動化。新規電解液の探索では、合成から評価まで一連の作業を代行するロボットを導入。さらに探索領域の選定に人工知能（AI）を取り入れ、人を介さない全自動探索を実現している（P.8 参照）。

一方で「求められる特性が多様化している電子デバイス用材料の探索においては、また違った形の効率化が最適と考え、探索サイクルの確立を目指しています」。そう語るのは、電子デバイス用の無機薄膜材料、中でも次世代移動通信システム（ポスト5G・6G）用の誘電体を積極的に探索している長田貴弘だ。

「ポスト5G・6G用としては、高温・高周波にも耐える無機薄膜材料を見つけ出した

い一方で、無機薄膜材料は様々な機能を持つため、多角的な測定を行うことで他の用途で使える新材料が見つかる可能性が高まります。もともと、私たちは探索の効率化を図るため、『コンビナトリアル合成』により薄膜を高速かつ大量に合成し、複数の測定装置を駆使して特性を調べ上げてきました。私たちは今回、基本的な探索の流れはそのままに、これまで測定装置ごとに分散していたデータをどう一元管理するか、それをAIでどのように解析させるか、といった課題と向き合うことで材料開発に要する時間をさらに短縮させようと、統合型材料開発・情報基盤部門（MaDIS）と連携して探索サイクルの確立に取り組んでいます（P.13 図1）」と長田は語る。

各種装置からデータを自動収集しAIによる自動解析へ

MaDISとの連携で目指したのは、コンビナトリアル合成とAIとの融合だ。コンビナトリアル合成とは、1枚の基板上に元素組成が少しずつ異なる薄膜を一度に作製できる手法のこと（P.13 図2）。高速かつ系統的な検討に役立つ。たとえば3インチの基板上に成膜した場合、1枚につき400点ほどの薄膜試料が形成できる。この各点で物性を測定するにあたっては、基板に自動で針を落とし連続測定してくれるプローバを導入するなど、高速化を進めてきた。

しかし、それらデータをAIで解析する際に、個々の装置の中に大量のデータが

点在していたのでは効率化は望めない。そこで、MaDISでデータ利活用の基盤整備を進める吉川英樹らと連携し、データ収集の自動化を推し進めてきた。

「NIMSでは、MaDISが運用する材料データプラットフォーム（DPF）が中心となり、日々研究現場の実験装置などから大量のデータを自動的に収集し、データベースに蓄積するシステム『Research Data Express（RDE）』を開発しています。装置ごとにバラバラな出力データのフォーマットや用語を統一した上で、実験条件や装置の種類などを記録したメタデータと共にDPFのサーバに蓄積するのです。このRDEを我々の研究室に導入するべく、まずは装置から出力される生データをどのように整えるべきか、一台一台DPFの開発メンバーと綿密にすり合わせていきました。その甲斐あって、薄膜の元素組成や結晶構造、誘電率や電気抵抗などの基本的な物性を、各測定装置に付帯したPCからDPFサーバ上のデータベースに保存するまでの自動化は完了しています」

RDEによる測定データの一元管理は、研究者の作業効率を大きく向上させたという。というのも、RDEにはデータの視覚化（グラフや画像への変換）を行うシステムが備わっており、これまで測定装置固有のソフトウェアで時間をかけて行ってきた視覚化を即座に行うことが可能になった。また、データ収集時には基板の座標情報も送ら

れ、どの装置から書き出されたデータであっても統一したスケールや向きで視覚化されるため、基板上的各点について複数の物性を見比べるのも容易だ。

「たとえば、結晶の質に優れ、かつ誘電率の高い領域を見つけたいと思ったら、結晶化の良し悪しを視覚化した画像データと誘電率の分布を示す画像データを重ね合

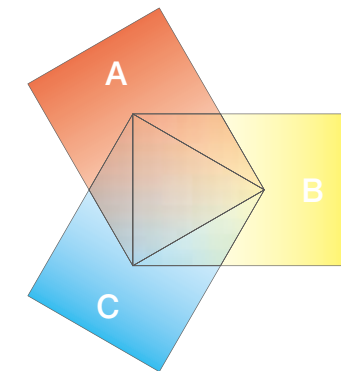
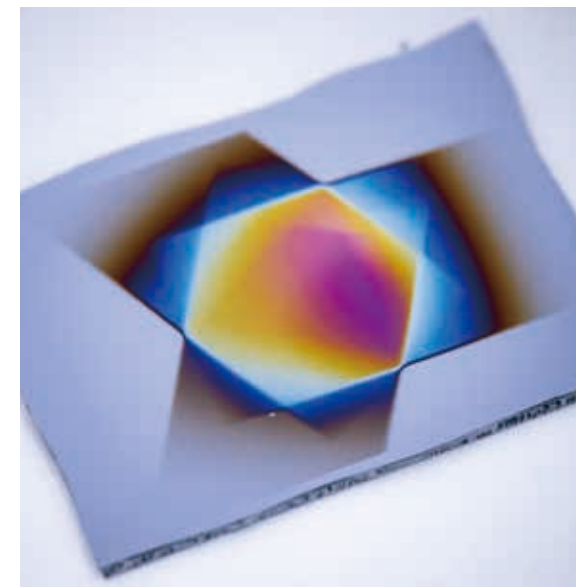
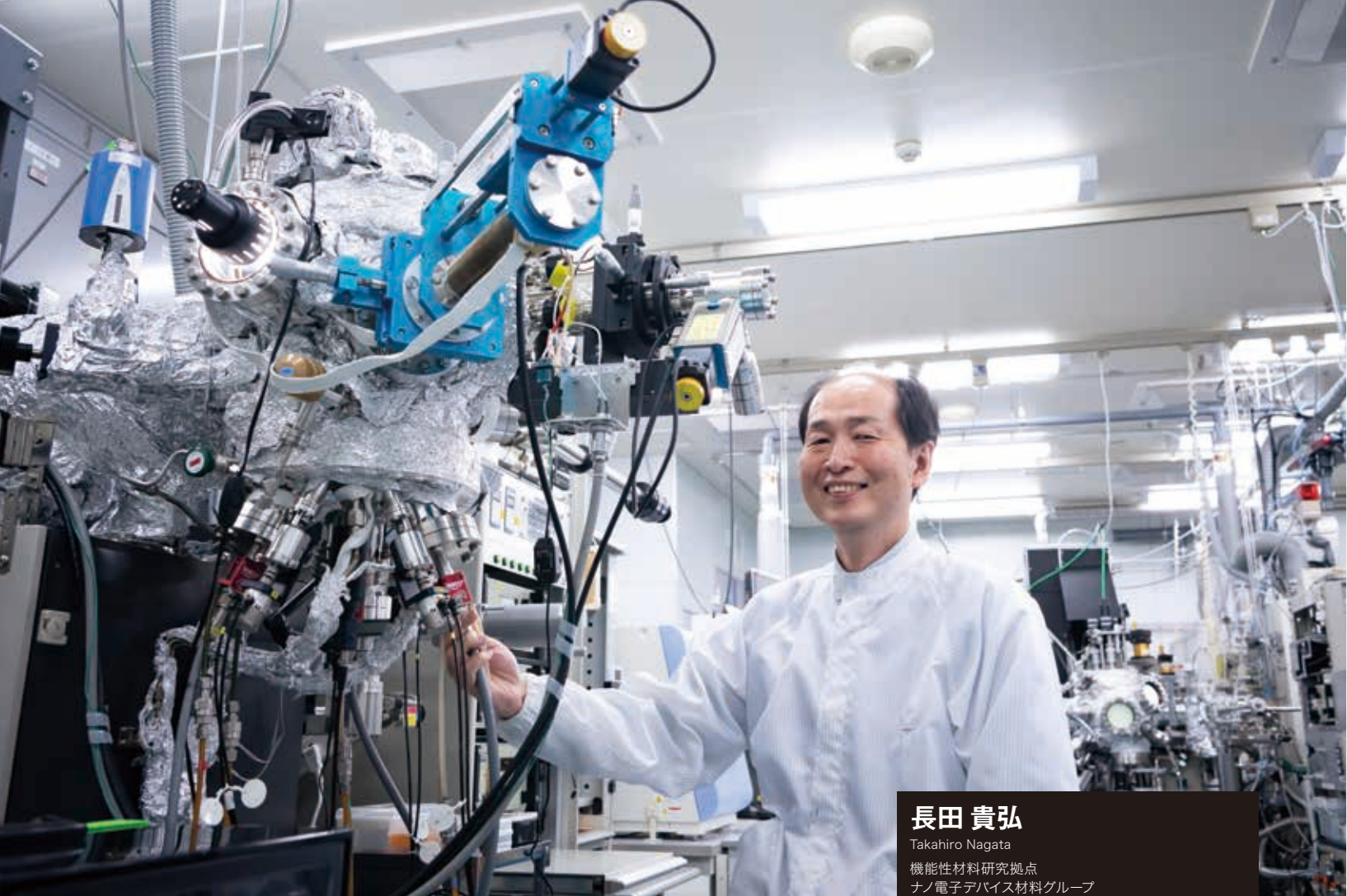


図2 パルスレーザー・デポジション（PLD）法で成膜したサンプル
基板上に、3元素（A・B・C）を結晶化させたもの。3元素を基板上に蒸着する際、少しずつマスクをずらし、それぞれ0～100%まで勾配をつけて付着させていくことで、組成に変化をつけた薄膜を1枚の基板上につくることができる（組成傾斜試料）。



長田 貴弘
Takahiro Nagata
機能性材料研究拠点
ナノ電子デバイス材料グループ
グループリーダー

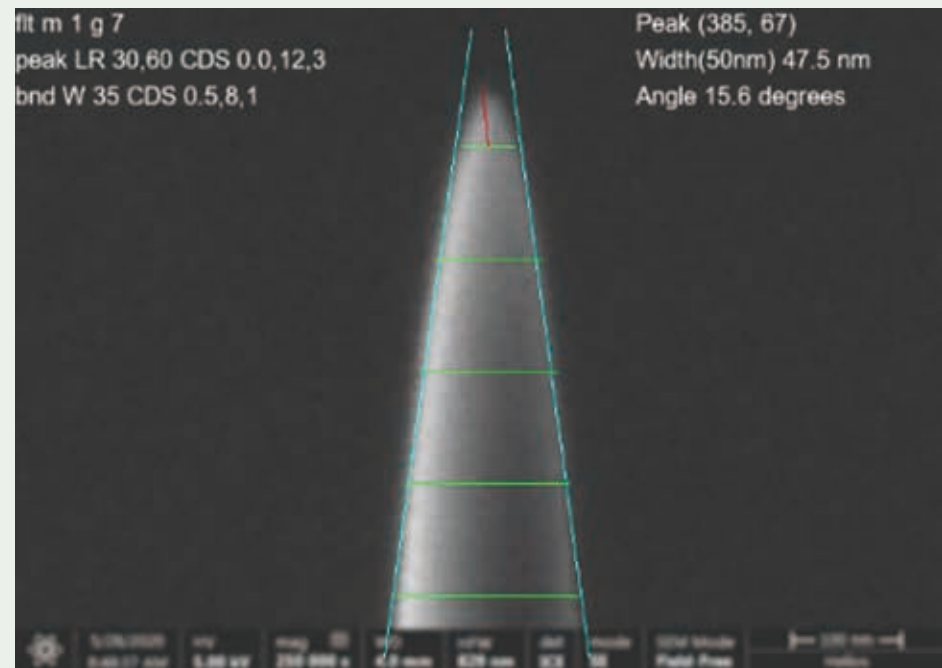
わせることで、その領域を特定できます。ただ、そうした解析作業は基本的に人手で、多くの時間を費やしているのも事実です。今後は、そうしたデータの解析作業にAIの画像認識技術を取り入れ、さらなる効率化を狙います。現在、二つの物性の相関をグラフ化し優れた特性を持つ領域を自動で見つけ出す、といった解析までAIで実行できるよう、技術開発を進めているところです」と長田。

製造プロセスの効率化にも着手

長田らはAIを用いた製造プロセスの効率化にも取り組んでいる。これまで成膜には、「パルスレーザー・デポジション（PLD）法」と「スパッタ法」という2つの手法を用途に応じて使い分けてきた。PLD法は、大面積化は困難な一方、薄膜を精密に作製できることから基礎研究における材料探索に有用だ。スパッタ法は、PLD法よりも薄膜組成とその分布の精密な制御は難しいが、大面積化が可能

なことから産業界の製造プロセスの主軸となっている。両技術のギャップを埋めることは基礎研究から応用研究への効率化につながる。この課題に対して、長田は現在、AIを用いて結晶構造と電子物性との関係を視覚化し、それに基づいて、まずPLD法を使って優れた特性を示す結晶構造を見出し、次にスパッタ法で同じ結晶構造を効率的に再現するという、応用を見据えた手法の開発を推し進めている。さらに、「今後、光学特性をはじめ、他の物性と結晶構造の関係を可視化したり、それをもとに複数の物性と結晶構造との相関を解析したりと、いくつもの物性データをAIで複合的に解析していくことができるようになれば、広大な探索領域から新材料を見出すヒントが得やすくなります。新材料のヒントが得られたら、AIで最適な成膜環境を自動で導き、いち早く実用化へつなげることも可能になるでしょう。そのために、AIの精度を向上させるべく“教師データ”となる多様なデータの収集に注

力していきます」AIの活用範囲拡大で進むスマート化。長田は、データ収集の仕組みを構築したことで、自身の材料探索以外にもメリットを感じているという。「データをRDEに蓄積することで、他分野の研究者にも各種計測データを利用してもらえるようになります。たとえば、私はある薄膜材料の電気特性を知りたくて計測したけれども、研究者によっては光学特性や機械特性を知りたいという人もいます。我々の計測データが材料開発全体に貢献できればうれしいですね」（文・山田久美）



3次元アトムプローブ用の試料をFIB-SEMで削り出している様子（SEM像）。開発したプログラムでは、試料先端の曲率半径やテーパ角（先端に向かって傾斜する2線の広がり度合い）を自動認識し、削り具合を調整していく。

針状から薄膜状まで—— 超微細な試料の作製を自動化！

加工精度が解析結果の正確性を左右する、観察用試料の作製技術。代表的な微細加工装置「FIB-SEM」では、走査型電子顕微鏡（SEM）での観察のもと、集束イオンビーム（FIB）を用いて材料やデバイスを目的の試料形状に削り出すことが可能だが、そこには経験と技術に裏打ちされた“匠の技”を要する。材料やデバイス中の微量元素の分布を3次元的に描き出すことができる解析手法「3次元アトムプローブ（3DAP）*」の専門家、大久保忠勝はこう語る。「3DAP測定には、先端を直径約100ナノメートル以下まで研ぎ澄ました針状の試料を用います。解析目的に応じた確な領域から適切な形状の針を再現性よく作製する技術が必須ですが、そのためには卓越したスキルを持つ経験豊かなエンジニアの存在が不可欠でした」そうした中、プログラムによる自動制御が可能なFIB-SEM装置が商用化されたのを受け、大久保らはすぐさま3DAP用の試料作製の自動化に着手した。3DAP試料作製の“匠”、埋橋淳とともにプログラムの構想・構築を進め、FIB-SEMが画像認識により試料の加工に必要な情報を自動抽出し削り具合を自動で調整するよう、プログラムを記述していった。2022年3月、ついに自動化が実現した。サポート材に材料を貼り付けた上で、削り出

しの先端位置をプログラムで指定しさえすれば、FIB-SEMが数秒毎にSEM像をチェックしながら目的の形まで自動で削り進めていく。規格化された個体差のない試料作製技術の確立は解析精度の向上につながるほか、体系的なデータ収集にも向く。さらに現在、「透過型電子顕微鏡（TEM）」用の極薄試料作製の自動化にも取り組んでいるという。大久保は「まだプログラムの試作段階

ではありますが、すでに最先端TEM観察に足る精度の試料が得られている」と手ごたえを見せる。“匠の技”のさらなる継承に期待したい。

*3次元アトムプローブ（3DAP）…針状試料の先端に電圧パルス（またはレーザーパルス）をかけたとき最表面から蒸発するイオンを検出器でキャッチ。各イオンが検出器に到達するまでの時間と検出位置をもとに、3次元的に原子をマッピング。鉄鋼材料、磁性材料、超合金、半導体から絶縁体など多岐に渡る産業用途の材料やデバイスに適用可能。



大久保 忠勝
Tadakatsu Ohkubo
磁性・スピントロニクス材料研究拠点
副拠点長

埋橋 淳
Jun Uzuhashi
磁性・スピントロニクス材料研究拠点
主任エンジニア



参加登録は
こちらから

24th GREEN Symposium

第24回 GREENシンポジウム

世界を先導する熱電発電・熱制御技術

開催日: 2023年3月1日(水) [9:30-17:35]

場 所: 物質・材料研究機構 並木地区 WPI-MANA棟 1階 Auditorium

内 容: 基調講演(2件)、招待講演(5件)、NIMS研究者による講演(6件)、ポスターセッション

参加方法: 事前登録制、上記QRコードよりお申し込みください。(参加費無料)



基調講演



小原 春彦 氏

産業技術総合研究所 執行役員 エネルギー・環境領域 領域長

「カーボンニュートラルと熱電」



大瀧 倫卓 氏

九州大学大学院 総合理工学研究院 教授/日本熱電学会 会長

「熱電研究の現在と未来」

招待講演



渡邊 孝信 氏

早稲田大学理工学術院 基幹理工学部 教授

「マイクロ熱電発電デバイス」



八木 貴志 氏

産業技術総合研究所 材料構造・物性研究グループ グループ長

「最先端熱物性計測」



村瀬 隆浩 氏

株式会社KELK 取締役 熱電発電事業部 部長

「熱電発電の事業化」



木下 裕介 氏

東京大学大学院 工学系研究科 精密工学専攻 准教授

「熱電普及ロードマップとLCA」



小川 博之 氏

宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究所 教授

「衛星システムにおける熱制御技術」

NIMS成果講演



森 孝雄

MANA

「新規高性能熱電デバイス」



桜庭 裕弥

磁性・スピントロニクス材料研究拠点

「超低熱抵抗熱流センサ」



内田 健一

磁性・スピントロニクス材料研究拠点

「スピнкаロリトロニクス」



岩崎 悠真

MaDIS

「インフォマティクス」



高際 良樹

エネルギー・環境材料研究拠点

「FASTモジュール」



篠原 嘉一

エネルギー・環境材料研究拠点

「Fe-Si系材料の実装化」

NIMS エネルギー 検索 🔍



NIMS NOW vol.23 No.1 通巻198号 2023年2月発行

国立研究開発法人 物質・材料研究機構

〒305-0047 茨城県つくば市千現1-2-1 TEL 029-859-2026 FAX 029-859-2017 E-mail inquiry@nims.go.jp Web www.nims.go.jp

定期購読のお申し込みは、上記FAX、またはE-mailにて承っております。 禁無断転載 © 2023 All rights reserved by the National Institute for Materials Science

表紙: 単結晶X線回折装置 (P.7参照) 撮影: 石川典人 デザイン: Barbazio株式会社

R270

古紙配合率 70% 再生紙を
使用しています



植物油インキを使用しています

ISSN 2436-3502