

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	名城大学大学院 理工学研究科 機械工学専攻 修士課程2年
研修テーマ	FIB および TEM を用いた基礎的微小構造解析
研修先	東北大学 金属材料研究所／先端電子顕微鏡センター
受入担当者	今野 豊彦 (教授), 西嶋 雅彦 (特任准教授), 嶋田 雄介 (助教), 兒玉 裕美子 (産学連携研究員), 竹中 佳生 (助手)
研修期間	2019年7月23日(火)～7月26日(金)
研修内容	7/23(火) 9:30～17:30 【担当者: 今野様, 西嶋様, 竹中様】 電子顕微鏡の基礎と組織解析概論の講義, Al合金のSEM/STEM観察実習 7/24(水) 9:30～17:20 【担当者: 今野様, 竹中様】 CおよびAl合金のTEM観察実習(軸合わせ, 明視野・暗視野の切替等) 7/25(木) 9:30～16:20 【担当者: 西嶋様, 兒玉様】 FIBによるSiのTEM試料作製実習(試料の切り出しと薄片化) 7/26(金) 9:30～16:00 【担当者: 今野様, 西嶋様, 嶋田様, 竹中様】 収差補正型電子顕微鏡(Titan)の見学, SiおよびAl合金のSTEM観察見学 簡単な操作実習(Focus合わせ), 研修のまとめと観察データの解釈
研修の成果等	<p>本研修では, 電子顕微鏡の基礎講習を受講するとともに, 集束イオンビーム装置(FIB: Focused Ion Beam)および透過電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)等を用いたナノ構造材料の基礎的な微小構造解析手法の一連の流れを実践的に理解した。以下に本研修で得られた主な成果等を示す。</p> <p>1.FIBによるTEM試料作製</p> <p>TEM試料作製には, Fig. 1に示すデュアルビーム装置(FIB/SEM, Thermo Fisher Scientific (FEI-Company)製Versa 3D DualBeam)を用い, シリコン(Si)を縦横7μm四方, 厚さ100nmまで加工した。本研修では, 試料の切り出しとデポ付け～試料の薄片化までの一連の流れを, 担当者の技術指導のもと実習させて頂いた。Fig. 2は実際の作業環境であり, 以下に具体的な実習内容を示す。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>Fig. 1 デュアルビーム装置 (FIB/SEM)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>Fig. 2 装置周辺の作業環境</p> </div> </div>

研修の成果等

はじめに、試料台に Si および銅 (Cu) デポを固定し装置に投入後、Focus およびユーセントリック等を調整した。その後、イオンビームでの損傷防止のため、試料にカーボン (C) 保護膜を積層させ、ビーム電流 (100pA~1nA) を3段階に分けて TEM 用試料周辺の加工 (粗掘り, 中掘り, 精掘り) を行った。Fig. 3 に積層した C 保護膜の SEM 像, Fig. 4 に試料周辺の加工後の SEM 像を示す。

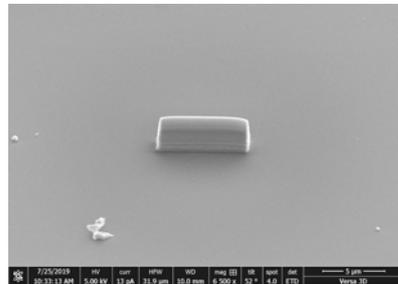


Fig. 3 積層したカーボン保護膜

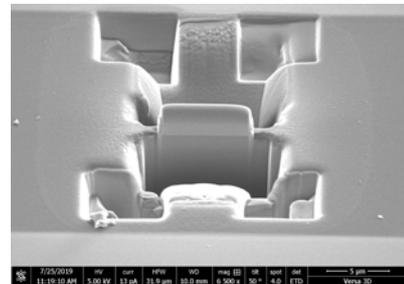


Fig. 4 試料周辺の加工後

試料周辺の加工後、試料をビーム加工 (J cut) した。Fig. 5 に J cut 後の SIM 像を示す。その後、装置内部のハリと試料をプラチナ (Pt) デポで固定し、TEM 用試料と母材の接続部をビーム加工により切り離した。さらに、試料をピックアップし、Cu デポに固定した。Fig. 6 にピックアップ時の SIM 像を示す。

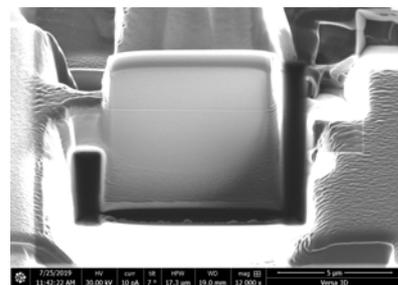


Fig. 5 切り離し前の TEM 試料

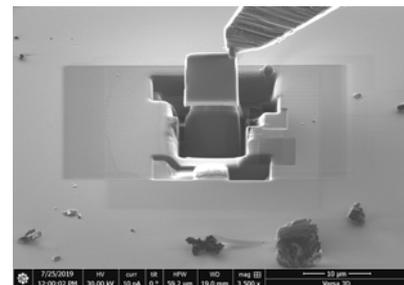


Fig. 6 TEM 試料のピックアップ

Fig. 7 に Cu デポ固定時 (試料薄片化前) の SIM 像を示す。厚さ 1.5 μ m の試料に対し、試料を適宜傾斜させ、厚さ 100nm まで試料の薄片化を行った。また、試料損傷の抑制のため、ビーム加工は電流値、電圧値をそれぞれ 16pA~300pA, 5kV~30kV とし 3 段階に分けて行った。Fig. 8 に試料薄片化後の SIM 像を示す。

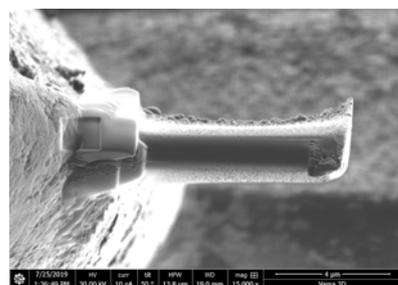


Fig. 7 薄片化前の TEM 試料 (上面図)

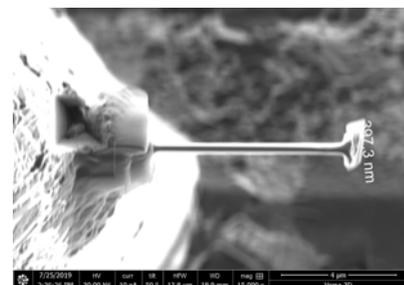


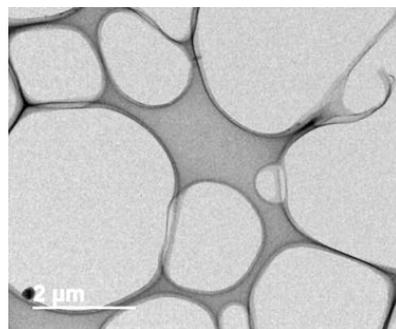
Fig. 8 薄片化後の TEM 試料 (上面図)

2. SEM/TEM および STEM によるナノ構造材料の微細構造解析

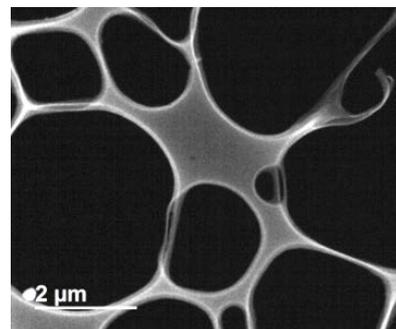
微細構造解析には、Fig. 9 に示す透過電子顕微鏡 (TEM, 日本電子 (JEOL) 製 JEM-2000EXII, 200kV, LaB6) および走査電子顕微鏡 (SEM, 日立ハイテクノロジーズ製 SU-8000), 収差補正型走査透過電子顕微鏡 (STEM, Thermo Fisher Scientific (FEI-Company) 製 Titan 60-300) を用い、カーボン (C), 8000 系アルミ (Al) 合金, シリコン (Si) の SEM/TEM 像および STEM 像の観察を行った。本研修では、SEM/TEM/STEM の基礎講習を通して、電子線の結像原理や明視野像および暗視野像等についての知見を得られた。また、各電子顕微鏡での観察の様子を見学し、軸合わせや明視野・暗視野の切替および電子回折パターンの撮影等を操作体験することで基本的な操作方法を習得した。Fig. 10 に 10000 倍で観察した C の TEM 像, Fig. 11 に 50000 倍で観察した 8000 系 Al 合金の TEM 像を示す。それぞれ (a) が明視野像, (b) が暗視野像である。明視野像は透過波を結像に用いるため、試料全体または真空領域が明るく観察された。一方で、暗視野像は特定の回折波を選択するため、真空領域が暗くなり試料内の回折条件を満足した領域のみが明るく観察された。



Fig. 9 透過電子顕微鏡

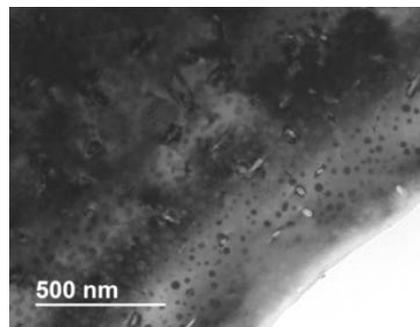


(a) 明視野像

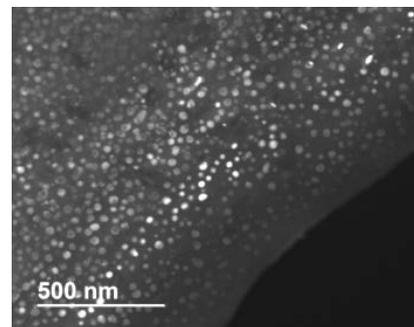


(b) 暗視野像

Fig. 10 カーボン (C) の TEM 観察



(a) 明視野像

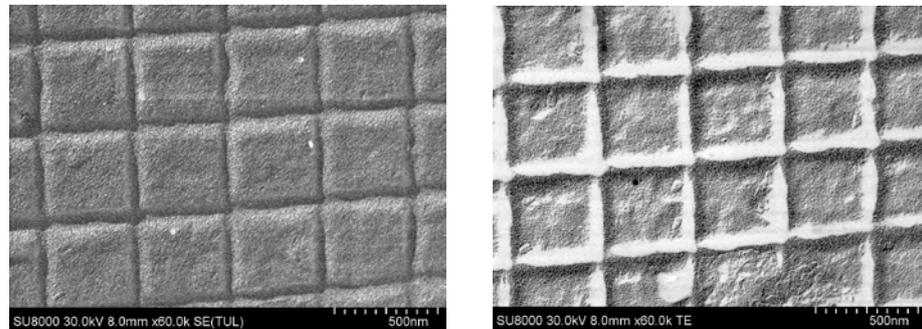


(b) 暗視野像

Fig. 11 アルミ (Al) 合金の TEM 観察

研修の成果等

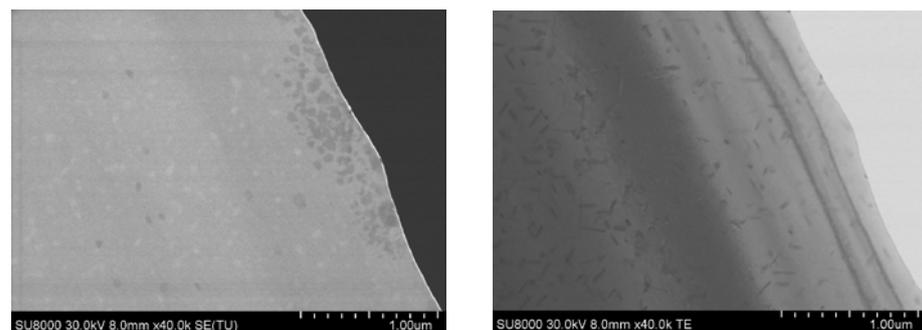
Fig. 12 に 60000 倍で観察した TEM グリッドの観察の様子, Fig. 13 に 40000 倍で観察した 8000 系 Al 合金の SEM/STEM 像を示す. それぞれ (a) が SE 像 (二次電子像), (b) が TE 像 (透過電子像) での観察結果である. SE モードでは, 3 種類の検出器 (Top, Upper, Lower) を用いており, 試料最表面の形状が高分解能で鮮明に観察された. 一方で, TE モードでは, 試料を透過した電子を用いるため, 試料の内部構造がより明瞭に観察された.



(a) SE 像 (TUL)

(b) TE 像

Fig. 12 TEM グリッドの観察



(a) SE 像 (TU)

(b) TE 像

Fig. 13 アルミ (Al) 合金の観察

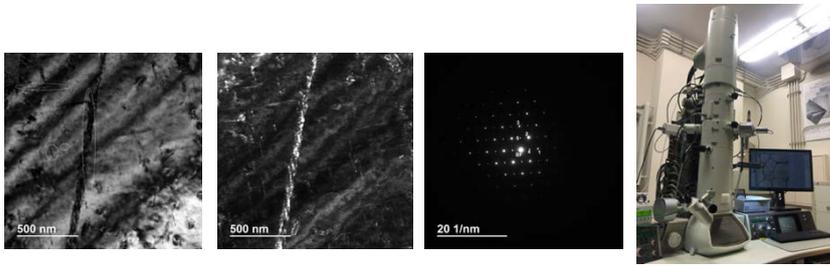
3. 研修で学んだこと・今後の展望

本研修では, FIB および TEM 等を用いた, ナノ構造材料の微細構造解析の一連の流れを学ぶとともに, 第一線の研究者の技術指導を直接受講させて頂いた. 今後は, 習得した各装置の基礎理論と技術について, 私が現在取り組んでいる 5000 系 Al 合金のナノ結晶組織の観察に応用したい.

4. 謝辞

本研修プログラムへの参加において, 文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業の関係者の皆様にご協力を頂きました. また本研修を通して, 東北大学 金属材料研究所/先端電子顕微鏡センターの今野豊彦教授, 西嶋雅彦特任准教授, 嶋田雄介助教, 兒玉裕美子様, 竹中佳生様のご支援を頂きました. さらに SEM/TEM/STEM 観察実習では, 長迫実様, 伊藤俊様, 早坂祐一郎様のご協力を頂きました. ここに記して厚く御礼申し上げます.

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	佐賀大学 農学研究科 修士課程2年
研修テーマ	FIB および TEM を用いた基礎的微小構造解析
研修先	東北大学
受入担当者	今野 豊彦、嶋田 雄介
研修期間	7/23~7/26
研修内容	<p>1日目：基礎講義、STEM 実習</p> <p>2日目：TEM 実習</p> <p>3日目：FIB 実習</p> <p>4日目：STEM 見学、データの解釈</p>
研修の成果等	<p>当研修プログラムを通じて、様々な装置に触れる事ができ、それぞれの装置の特性について詳しく学ぶ事ができた。今回の研修で、TEM, STEM, そして FIB を実習する事により、これらの装置の基礎並びに操作技術を習得した。</p> <p>Fig 1 は、Al 合金の TEM によって得られた図となる。今回の研修では、透過電子顕微鏡の原理に焦点をあて、その仕組みに関する理解を深める事ができた。TEM は、レンズの存在により回析パターンと像が得られる。さらに、着目する1種類の結晶からの回析波のみを用いて結像することにより、異なった結晶を分けて観察する事ができる。これまで触れた事のない TEM に触れる事ができ、貴重な体験をした。</p> <p>今回の研修の1番の収穫は、電子線の幾何光学を含む透過電子顕微鏡の基礎を学ぶ事ができた事だ。この事は、最先端装置に触れる機会を与えてくれた当研修プログラムに参加することによって得られたものであり、研修に際しまして、ご指導いただいた東北大学今野研究室の皆様には深く御礼申し上げます。</p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>Fig1 研修で観察した TEM 像 左から明視野、暗視野、回析パターン、装置</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	大阪府立大学大学院 工学研究科 電子物理工学分野 電子・数物系専攻 M1
研修テーマ	走査型ヘリウムイオン顕微鏡(SHM)によるナノスケール表面観察およびナノ加工技術の基礎
研修先	物質・材料研究機構(NIMS)
受入担当者	大西 桂子様, 永野 聖子様
研修期間	7月17日(水)～7月19日(金)
研修内容	<p><u>1.SHM についての講義</u> 走査型ヘリウムイオン顕微鏡(SHM)の概要、基本原理や特徴、応用例について講義を受けた。</p> <p><u>2.基本操作研修</u> Au 微粒子を用いてナノスケールで二次電子(SE)像と後方散乱イオン(BSI)像をイメージングした。また、ヤモリの足の裏を用いて中和電子銃による絶縁体観察を行った。</p> <p><u>3.持ち込み試料の観察</u> 大阪府立大学にて作製した試料(SiO₂ 基板上に積層させた ZnS ナノ粒子及び ZnSe ナノ粒子)を観察した。</p> <p><u>4.応用操作研修</u> Al 箔に各画像パターンをナノスケールでプリントした。また、Pt 前駆体ガスを導入することでナノスケールで Pt を堆積させた。</p>

研修の成果等

1.SHIM についての講義

本研修で使用する SHIM についての概要、理論などをわかりやすく説明していただいた。特徴、応用例などの知識を得ることができた。

2.基本操作研修

Au 微粒子のイメージング(図 1)では、粒子径 100 nm 程度の Au 微粒子の SE 像を取得することができた。

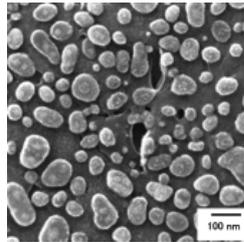


図 1 SHIM による Au 微粒子の SE 像

絶縁体材料の観察では、電子線による中和を行うことで、試料のチャージアップを防ぎ、ナノスケール観察に成功した。有機系材料であるスポンジの SE 像(図 2)、バイオ系材料であるヤモリの足の SE 像(図 3)、モルフォ蝶の羽の SE 像(図 4)を取得できた。

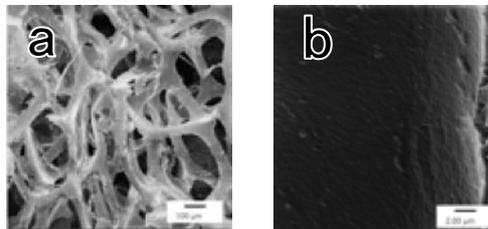


図 2 SHIM によるスポンジの SE 像(a : 低倍率, b : 高倍率)

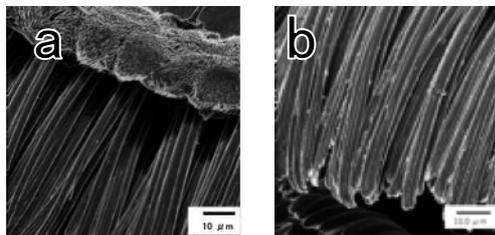


図 3 SHIM によるヤモリの足の SE 像(a : 低倍率, b : 高倍率)

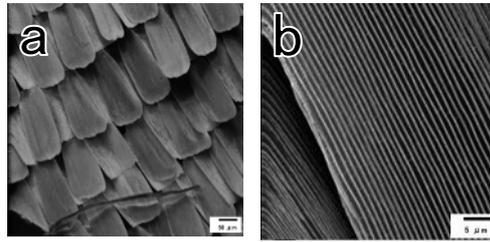


図4 SHIMによるモルフォ蝶の羽のSE像(a：低倍率, b：高倍率)

3.持ち込み試料の観察

SiO₂ 基板の上に積層させた ZnS ナノ粒子(粒径Φ2.5 nm)及び ZnSe ナノ粒子(粒径Φ3.0 nm)の観察を試みた。基板の上に何らかの試料は確認(図5)できたものの明確なナノ粒子を確認するまでには至らなかった。

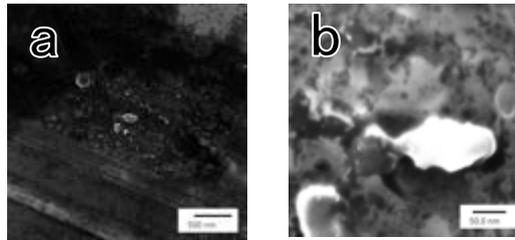


図5 SiO₂ 基板の上に積層させた ZnS ナノ粒子(粒径Φ2.5 nm)及び ZnSe ナノ粒子(粒径Φ3.0 nm)のSE像(a：低倍率, b：高倍率)

4.応用操作研修

図6中の右上に示す挿入図(図6：大阪府立大学のロゴ)の白地に従って He⁺ビームを走査、Al箔に照射した。これにより、各画像パターンをナノスケールでプリントしたSE像(図6)を取得できた。ただしAl箔のドリフトにより一部が潰れてしまった。

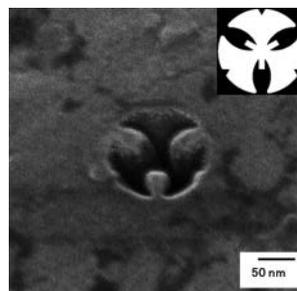


図6 SHIMにより大阪府立大学のロゴの画像または文字をナノスケールでプリントしたAl箔のSE像

また、He イオンビームを走査させながら Pt 前駆体ガスを導入した。SE を利用することにより Al 箔上にナノスケールで Pt を堆積 (図 7) させることができた。

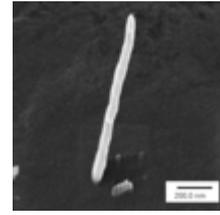


図 7 Al 箔上に Pt を棒状に堆積させた試料の SE 像

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東北大学 工学部 化学・バイオ工学科 学部3年
研修テーマ	走査型トンネル顕微鏡による原子分解能観察
研修先	NIMS
受入担当者	鷺坂恵介
研修期間	8/28-8/30
研修内容	<p>1日目：STM・真空の講義, STM 探針の作製, 超高真空の創製</p> <p>2日目：探針先端の原子分解能観察, Au(111)表面の STM 観察, シリコンの清浄表面の作製</p> <p>3日目：Si(111)-7x7 表面の STM 観察</p>
研修の成果等	<p>今回の研修により、普段研究で触れることのない機器を用いることができ、STM の操作方法、基本原理について学ぶことができた。また、受講者数が一人であったこともあり、非常に密な時間を過ごすことができ、電子状態、結晶表面の理解が深まった。</p> <p>また、報告会では他の研修についての発表を聞き、学ぶだけでなく、様々な参加者と交流し情報を共有することができ、非常に有意義な時間となった。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	早稲田大学 先進理工学研究科 先進理工学専攻 一貫制博士4年
研修テーマ	走査型プローブ顕微鏡 (SPM) の原理と実環境ナノ物性計測
研修先	産業技術総合研究所
受入担当者	井藤浩志先生
研修期間	2019年7月29日~2019年8月2日
研修内容	<p>1. SPM の基本事項の習得・・・SPM の歴史や測定原理、測定モード、フィードバック制御等についての講義を受講した。</p> <p>2. 持ち込み試料のナノ物性計測・・・水酸化ニッケルナノシートの形状観察 (AFM) 及び表面電位測定 (KPFM) を行った。</p>
研修の成果等	<p>1. 水酸化ニッケルナノシートの形状観察</p> <p>装置は Veeco 社の DIMENSION ICON を使用した。タッピングモードでの測定では試料として、ナノシートの水分散液をスピコートしたシリコン基板を準備し、プローブとして Si 製の OMCL-AC160TS を用いた。コンタクトモードでの測定では、試料としてナノシートの水分散液をスピコートしたキシュグラフナイト基板を準備し、プローブとして Si に PtIr がコートされた Bruker SCM-PIT を用いた。いずれのモードで測定した場合も、厚さ 1.5 nm 程度の六角板状のシート状粒子が明瞭に観察された。両者の違いとして、コンタクトモードで測定した際はノイズが少なく、より鮮明な像が得られた。以上より、基板の違いはあるものの、今回のナノシートの形状観察にはコンタクトモードでの測定が適していることがわかった。</p> <p>2. 水酸化ニッケルナノシートの表面電位測定</p> <p>装置は Veeco 社の DIMENSION ICON を使用した。プローブとして Si に PtIr がコートされた Bruker SCM-PIT を用い、1.と同様のシリコン基板に対し、KPFM 測定を行った。その結果、シート状粒子の外形に対応した表面電位の変化を検出し、シート状粒子のあるところでは-300~500 mV 程度探針に対して仕事関数が小さくなっていた。絶対値の解釈は容易ではないが、この結果はナノシートが正に帯電しているということを意味している。これは、分散液に対し測定したゼータ電位の値と整合する。以上より、ナノシート一枚単位での表面電位マッピングに成功した。</p> <p>本研修では様々な測定モード・基板・プローブを用いた測定法やパラメータ調整のノウハウ、装置構成等を学ぶことができ、分析技術の幅を大きく広げることができました。快く受け入れ、ご指導いただいた井藤浩志先生及びスタッフの皆様に感謝申し上げます。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	学部 4 年
研修テーマ	走査型プローブ顕微鏡(SPM)の原理と実環境ナノ物性計測
研修先	産業技術総合研究所
受入担当者	井藤 浩志 様
研修期間	7/29 ~ 8/2 (5 日間)
研修内容	<p>(1) 産業技術総合研究所についての説明、見学 産業技術総合研究所について講義を受け、施設の見学を行った。</p> <p>(2) SPM の原理についての講義 SPM の歴史や測定原理、カンチレバーの特性などについて学んだ。</p> <p>(3) 持ち込み試料の測定 微生物細胞外放出物(EPS)で修飾したコロイダルプローブとシリコン基板間の原子間力測定。</p>
研修の成果等	<p>(1) 産業技術総合研究所についての説明、見学 まず初めに研究を行う上での安全教育を受け、基本事項の確認を行った。また、他の研修グループと合同で施設見学を行い、産業技術総合研究所についての理解を深めた。</p> <p>(2) SPM の原理についての講義 実験を行う前に SPM の歴史や測定原理、測定モードの種類などについての講義を受け、SPM の基礎知識を身に着けた。そして、測定を行う前に技術スタッフの方から実際の測定機器を用いて測定の方法についてご指導して頂いた。</p> <p>(3) 持ち込み試料の測定 今回の研修では、微生物が放出した代謝生成物(EPS)がコロイドに与える影響を解明するために、カンチレバーの先端にコロイドが付いたコロイダルプローブとシリコン基板を EPS で修飾し、それらの原子間力を測定した。また、微生物の種類によって EPS の影響が異なるかどうかを解明するために性質の異なる 3 種類の微生物から回収した EPS を用いた。測定には日立ハイテクサイエンス社製の環境制御型 SPM : E-sweep を用いて実験を行い、測定は実際の環境場に近づけるために電解質溶液中で、コロイダルプローブとシリコン基板を接触させる contact モードで測定した。</p>

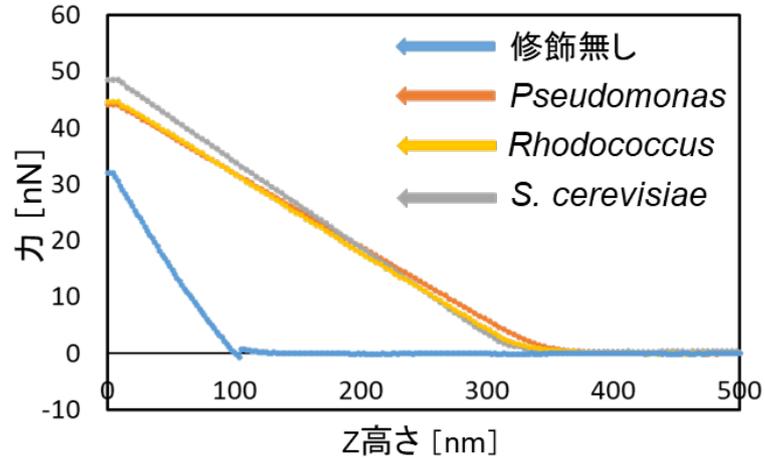


図 1. コロイダルプローブとシリコン基板間のフォースカーブ(アプローチ)

測定結果から、EPS 修飾無しのフォースカーブより各 EPS で修飾したフォースカーブの方が、傾きが小さくなっていることがわかる(図 1)。傾きが大きいほど試料は硬いということであるため、コロイダルプローブとシリコン基板は EPS によって修飾されていたとわかる。

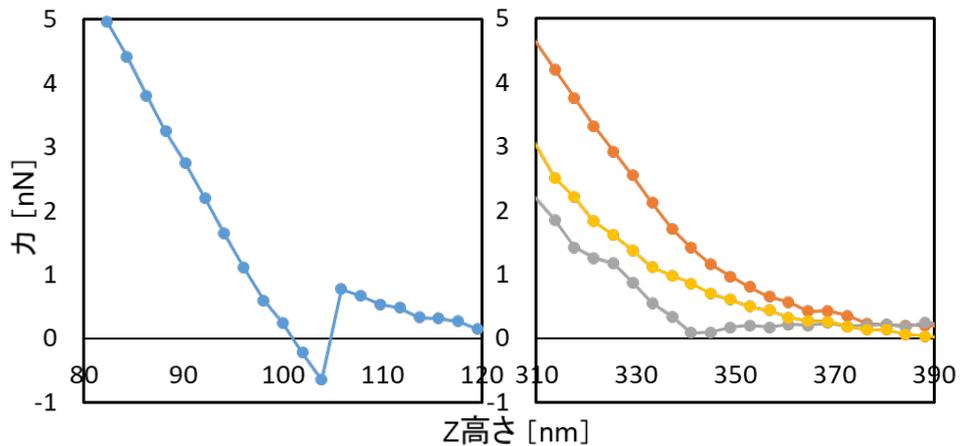


図 2. 図 1 のフォースカーブの立ち上がりの拡大図

EPS 修飾無しのフォースカーブでは、コロイダルプローブとシリコン基板を近づけていくと、コロイドと基板の疎水性相互作用によってジャンプインが生じていることがわかる(図 2 左)。一方で、各 EPS で修飾したフォースカーブではジャンプインが生じていない(図 2 右)。これは EPS が吸着したことによって生じた静電反発によるものであり、これにより疎水性相互作用を打ち消したと考えられる。つまり、EPS にはコロイドの凝集抑制効果があると考えられる。

(4) まとめ

本研修を通じて SPM の基本的な知識と技術を習得できた。また、今後の研究をしていく上での重要なアドバイスも得られた。将来的にはナノテクノロジープラットフォームの施設を有効的に活用し、自分の研究の質を向上させていきたい。

最後になりましたが、このような貴重な機会を与えて下さいました文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業の関係者の皆様、5 日間にわたりご指導頂いた産業技術総合研究所のナノ顕微計測研究グループの皆様に厚く御礼申し上げます。

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	奈良先端科学技術大学院大学先端科学技術研究科物質創成科学専攻修士1年
研修テーマ	最表面原子層を観測でき、仕事関数・電子親和力・バンド曲がり进行评估する極端紫外光光電子分光 (EUPS) –原理と測定実習–
研修先	国立研究開発法人産業技術総合研究所
受入担当者	松林信行 富江敏尚
研修期間	2019年7月29日--31日
研修内容	電子の脱出深さが0.5nm程度のEUV光(4.86nm)を用いることで最表面原子層の電子状態(仕事関数やバンド曲がり)を分析できるEUPSを用いた光電子分光法の原理及び測定方法の習得を目的として研修を行った。研修中には測定原理や解析手法についての講義を行ったのちに実際に持参したペロブスカイト太陽電池に用いる2種類のTiO ₂ 薄膜(mesoporousとcompact-layer)、パイライト(FeS ₂)のサンプルを用いて測定を行った。測定では光電子測定から界面を形成する元素の表面偏析の評価を行い、また二次電子測定を用いてサンプルの真空準位及び電荷捕獲中心密度の評価を行った。
研修の成果等	<p>①</p> <p>産総研では、二次電子スペクトル波形から電子のエネルギー緩和速度を評価する画期的な分析法を開発している。そこで、各種試料の電子のエネルギー緩和速度評価を行った。</p> <p>産総研開発の分析法は、電子が真空外に脱出する際に、試料に垂直方向には電子親和力分だけ速度が減少し、試料表面に平行な速度成分は変化しないので、電子が屈折拡散する。エネルギーが小さい電子ほど屈折の影響が大きいので、二次電子スペクトルのカットオフ近傍の波形が変形を受ける、という原理に基づく。カットオフ近傍の波形から、過渡的電子親和力が得られ、それは電子のエネルギー緩和速度を反映する。</p> <div style="text-align: center;"> <p>二次電子スペクトル理論波形 by Tomie</p> $90 \cdot (x-2.55) / ((x-2.55) + 0.7)^3$ <p>真空準位 エネルギー緩和速度を反映</p> <p>過渡的電子親和力</p> </div> <p>1. Mesoporousはエネルギー緩和が遅い => 欠陥が多い</p>
図 1. 2 種類の TiO ₂ 薄膜(mesoporous と compact-layer)のそれぞれの	

二次電子スペクトル波形の式

図 1 から、compact-layer-TiO₂ に比べ、mesoporous -TiO₂ の波形の方が鋭いことがわかる。過渡的電子親和力が小さいほど電子の緩和時間が遅く、屈折の影響が小さくなり、より鋭いカットオフ近傍波形になる。つまり、mesoporous -TiO₂ の方がエネルギー緩和が遅く、最表面の欠陥が多いことがわかる。

②

EUPS は、レーザープラズマを励起光源とする光電子分光法であるが、パルス幅が 3ns と短いために、広いエネルギー領域の電子スペクトルが 1 ショットで得られ、特に二次電子スペクトルの観測に大きな威力を発揮する。また、超高輝度光源であるため、ピーク電流が極めて大きく、サブミクロン厚さの極薄試料の電圧降下も測定可能である。二次電子スペクトルは低エネルギーに鋭いカットオフがあり、カットオフ位置の信号強度依存から、試料の抵抗が評価できる。そこで、試料の二次電子スペクトルの励起強度依存から、試料中の電荷捕獲中心密度の評価を行った。励起強度依存は、弱励起から徐々に強度を大きくし、最大強度の測定後に、再度、最弱強度から二回目の強度走査を行った。

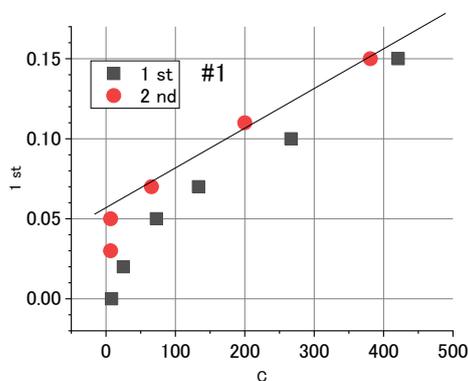


図 2. Mesoporous-TiO₂ のピーク電流 (A) vs shift (eV)

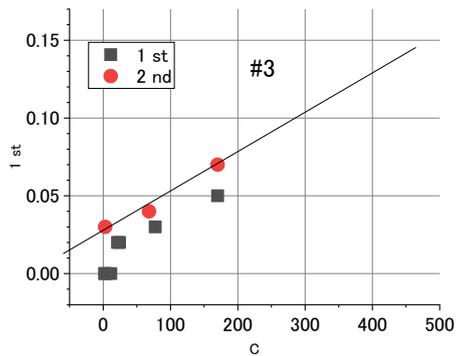


図 3. Compact-TiO₂ のピーク電流 (A) vs shift (eV)

図 2 と図 3 を比較すると、一回目と二回目で電流が流れたときのエネルギー差が Compact-TiO₂ の方が小さいことがわかる。つまり、Compact-TiO₂ の方がトラップセンターが少ないと推測される。

③

表面感度を活かした分析として光電子スペクトルで表面元素の偏析状態の解析ができる。

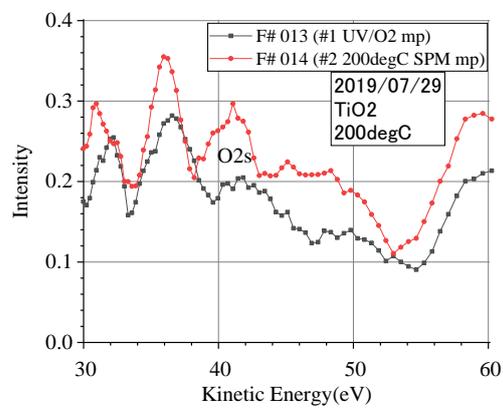


図 4. Mesoporous-TiO₂ の光電子スペクトル

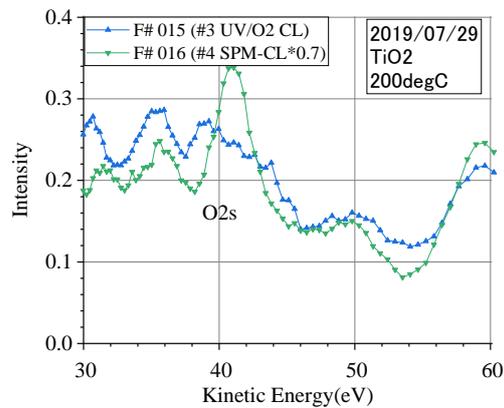


図 5. Compact-TiO₂ の光電子スペクトル

図 4 と図 5 を比較すると、O₂s 近傍の構造が異なることがわかるが、数値化できないので違いは評価しにくい。もっと多くのデータが必要と思われる。

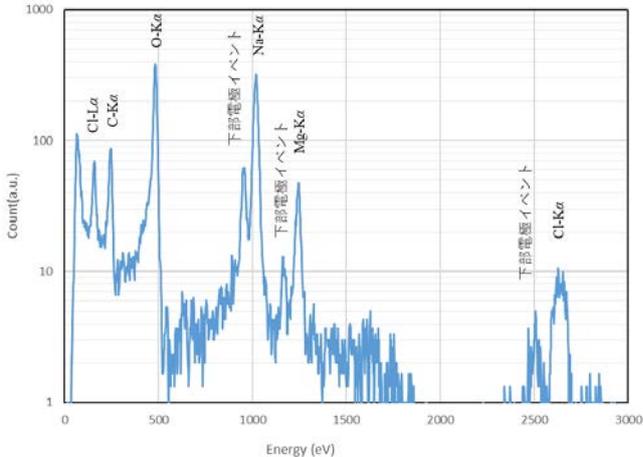
○今後の目標

当研究室では作製したペロブスカイト太陽電池の変換効率の評価を I-V 測定から評価している。今後はそれだけでなく、抵抗に寄与する電荷捕獲中心密度を、EUPS を用いたエネルギー緩和速度の評価から調べ、より優れた電子輸送層の模索を行い、高い変換効率をもつペロブスカイト太陽電池を作製していきたい。

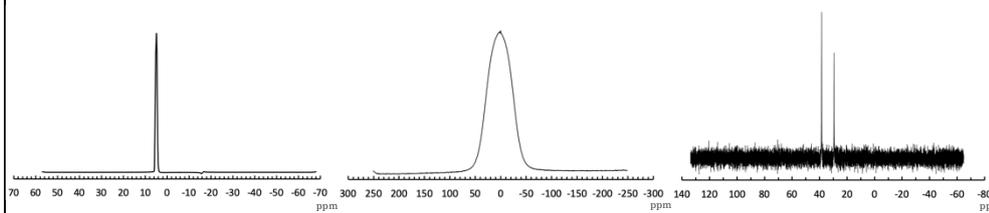
令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	日本大学生産工学部応用分子化学科 B4
研修テーマ	超伝導検出器による軟 X 線分光測定の基本講習 超伝導 X 線検出器付き走査型電子顕微鏡での材料分析実習
研修先	国立研究開発法人産業技術総合研究所
受入担当者	藤井 剛
研修期間	3 日間
研修内容	超伝導蛍光 X 線検出器付走査型電子顕微鏡 (SC-SEM) 及び超伝導検出器の原理についての勉強を行い、SC-SEM を利用した実習を行った。
研修の成果等	<p>今回 SEM についての原理を学び、超伝導蛍光 X 線検出器の原理について学んだ。この原理から今回利用する SC-SEM について理解することができ、どのように利用するのかどのように解析することが出来るのか理解することが出来た。</p> <p>今回の実習について食塩と砂糖の測定を行い比較した。まず、食塩については NaCl だけでなく $MgCO_3$ が含まれていることがこの分析から見られた。また、砂糖については炭素と酸素のみを検出することが出来た。</p> <p>SC-SEM について水素などを検出することは不可能であるが、細孔内にある物質まで測定することが可能であることを知り、今後自分の研究している多孔質物質についてこの分析機器を利用し分析を行いたいと考えた。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東京大学・修士課程 2 年
研修テーマ	超伝導検出器による軟 X 線領域の蛍光 X 線 XAFS 測定の基礎
研修先	産業技術総合研究所
受入担当者	志岐 成友
研修期間	7 月 29 日午前 9 時より 7 月 31 日午後 5 時
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・ SC-SEM の講義と実習 ・ 産業技術研究所の分析機器の見学 ・ 高エネルギー加速器研究機構の見学
研修の成果等	<p>XAFS と蛍光 X 線分析の基本原理の理解を目指し、超伝導 X 線検出器付き走査型電子顕微鏡 (SEM-EDX) を用いて食塩および粉砂糖の組成分析を行った。</p> <p>この分析手法では軟 X 線領域のエネルギー分解能が高く、基礎講習を通して下図のような軽元素のピークを観測した。また超伝導検出器の運用にヘリウムを用いた 0.3K 程度の温度維持が必要であること、検出器に磁界を印加するために SEM 内部の試料近傍に検出器を設置できないといった特徴を理解することができた。</p> <p>研修成果として、国内では産業技術総合研究所のみ有する装置の操作技術を習得することができた。今後の研究活動の推進に活用したい。</p>
	 <p style="text-align: center;">図 食塩の X 線スペクトル</p>

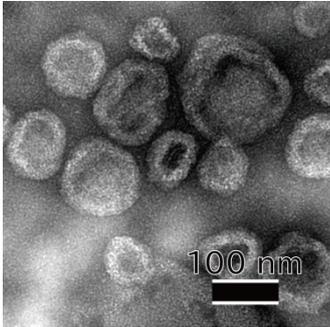
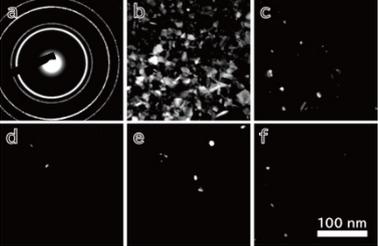
令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	広島大学大学院理学研究科化学専攻・博士課程前期二年
研修テーマ	固体 NMR 計測・解析技術
研修先	産業技術総合研究所つくばセンター
受入担当者	服部峰之 様、林繁信 様
研修期間	7月29日から7月31日
研修内容	講義では、固体 NMR の基本原理・理論をわかりやすく解説し、固体 NMR を用いることにより固体物質や材料についてどのような知見が得られるかを理解する。測定実習では、固体 NMR 装置を用いて固体試料から得られるシグナルを観測し、固体 NMR の基本原理・理論をより深く理解する。同時に、講義では触れることの無い実際の測定手順とその際に注意すべきことを理解する。測定実習では H ₂ O(溶液)とアダマンタン(固体)を用いて、 ¹ H NMR(H ₂ O、アダマンタン)と ¹³ C NMR(アダマンタン)を測定した。
研修の成果等	<p>固体の NMR では分子自身の運動が制限されることで、溶液状態ではキャンセルされていた種々の相互作用が残ってしまうため、結晶や分子が持つ配向の分布に応じた連続的なスペクトルになることを理解した。そのため高分解能測定のためには異方的な相互作用を人為的に消去する必要がある。今回は Magic Angle Spinning(MAS)法と ¹H decoupling 法を用いた高分解能 NMR 測定実習を行った。MAS 法とはケミカルシフトの異方性を消去できる静磁場との角度($\theta = 54.7$度)にサンプル管を傾けた状態で高速回転する手法である。¹H decoupling 法とは ¹H の共鳴周波数に対応する高周波を照射し ¹H の核スピンを高速回転させることで観測核との双極子相互作用および間接スピン-スピン結合を消去する手法である。これらの手法を用いた H₂O とアダマンタンの NMR 測定結果を以下に記す。図 1 にあるように、適切な方法を用いることで定量的なスペクトルを得られることが理解できた。このように、MAS や ¹H decoupling といった人為的な処理により高分解能なスペクトルが得られ、固体状態でも核スピン周りの情報を正確に得られることを理解した。</p>  <p>図 1 ¹H NMR と ¹³C NMR の測定結果 (左から H₂O(溶液)、アダマンタン(固体)の ¹H NMR およびアダマンタン(固体)の ¹³C NMR)</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東北大学 工学部 機械知能・航空工学科 4年
研修テーマ	固体 NMR 計測・解析技術
研修先	産業技術総合研究所つくばセンター中央第5事業所
受入担当者	服部 峰之、林 繁信
研修期間	7月29日 ～ 7月31日 (3日間)
研修内容	NMR の基本、核スピンの働く種々の相互作用、固体高分解能 NMR の技術について講義形式で学習した。実習として、水とアダマンタンを用いた ^1H 及び ^{13}C の計測・解析を行った。
研修の成果等	<p>NMR の計測方法の原理を、より詳細に学ぶことができた。固体 NMR を高分解能にするための技術とその原理についても深く学習することができた。</p> <p>実習では種々の技術のうちマジック角回転法と双極子デカップリング法を使用してアダマンタンの固体 NMR 計測・解析を行い、実際に高分解能になることを確認することができた。</p> <p>成果発表会での口頭発表、ポスター発表を通じて、幅広い分野の先生や学生とディスカッションする機会を得られた。発表を通じて固体 NMR に関する知識をさらに明確なものにすることができた。</p> <p>今後の研究において、主に微生物の構造体解析等に今回得た NMR に関する知識を応用させたい。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	大阪府立大学・B4												
研修テーマ	初心者のための TEM/ATEM 基本操作												
研修先	東京大学 / 微細構造解析 PF												
受入担当者	保志一												
研修期間	令和元年 07 月 29 日-同年 08 月 02 日												
研修内容	<p>研修スケジュールを表 1 に示した。電子顕微鏡を扱うにあたっての基礎知識として、結像原理や構造について講義を受けた。また、東京大学のナノテクプラットフォームで所有している他の電子顕微鏡の視察も行った。</p> <p>実機を使った実習では透過電子顕微鏡 JEM-1400 及び JEM-2100F を使用した。基本となる電圧軸の調整から非点収差補正をはじめ、暗視野像観察や STEM 像観察、EDS による元素分析まで TEM を使った分析としては非常に幅広く指導を受けることが出来た。</p>												
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>日付</th> <th>研修項目</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>07月29日</td> <td>TEMで得られる像(講義) 装置見学 TEMの原理と構造(講義)</td> </tr> <tr> <td>07月30日</td> <td>基本操作(試料交換から撮影まで) 照射系軸合せ 結像系軸合せ</td> </tr> <tr> <td>07月31日</td> <td>軸合せ(再) 結晶方位合せと制限視野電子回折 低倍像・高倍像</td> </tr> <tr> <td>08月01日</td> <td>明暗視野像法 高分解能像観察法 STEM像観察法</td> </tr> <tr> <td>08月02日</td> <td>STEM-EDS元素分析法</td> </tr> </tbody> </table>	日付	研修項目	07月29日	TEMで得られる像(講義) 装置見学 TEMの原理と構造(講義)	07月30日	基本操作(試料交換から撮影まで) 照射系軸合せ 結像系軸合せ	07月31日	軸合せ(再) 結晶方位合せと制限視野電子回折 低倍像・高倍像	08月01日	明暗視野像法 高分解能像観察法 STEM像観察法	08月02日	STEM-EDS元素分析法
日付	研修項目												
07月29日	TEMで得られる像(講義) 装置見学 TEMの原理と構造(講義)												
07月30日	基本操作(試料交換から撮影まで) 照射系軸合せ 結像系軸合せ												
07月31日	軸合せ(再) 結晶方位合せと制限視野電子回折 低倍像・高倍像												
08月01日	明暗視野像法 高分解能像観察法 STEM像観察法												
08月02日	STEM-EDS元素分析法												
研修の成果等	<p>試料作製法として酢酸ウラニルによる PICsome の電子染色を行った。この試料のほか、金の多結晶について JEM-1400 を使って観察を行った (図 1, 図 2)。</p> <p>自身の研究ではまず扱うことがない有機系の試料を観察するのは非常に興味深かった。金については暗視野像の観察も行った。自身の研究では普段、SEM-EBSD で間接的に得ている配向分布の情報を電子線の回折像として直接得られる暗視野像の観察は概念的には理解していたが、手を動かしてみることでより理解を深めることに役立った。</p> <p>制限視野電子回折、高分解能像観察及び STEM-EDS による元素分析では JEM-2100F を使用した。図 3 に Si 単結晶の観察像を示した。格子像を見ることができる。STEM-EDS による元素分析ではアルミニウム箔の分析を行った (図 4)。</p>	 <p>図 1 PICsome の BF-TEM 像</p>  <p>図 2 金多結晶の(a) 電子回折図形, (b) (111), (c) (200), (d) (220), (e) (222) 回折による暗視野像</p>											

本研修は TEM の初学者である私にとって基礎知識から操作、像の解釈までを学べる機会としてとても良い経験ができた。TEM について今後勉強していく上で、または TEM を使って研究を進めていくためだけでなく、論文を読んで内容を理解するという場面でも研修で学んだ成果が役に立っている。

現在は自身の金属材料で試料作製に取り組んでおり、TEM 及び STEM による観察を行っていきたい。

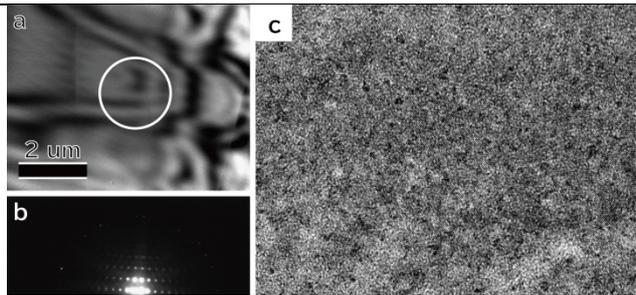


図 3 Si 単結晶の TEM 像

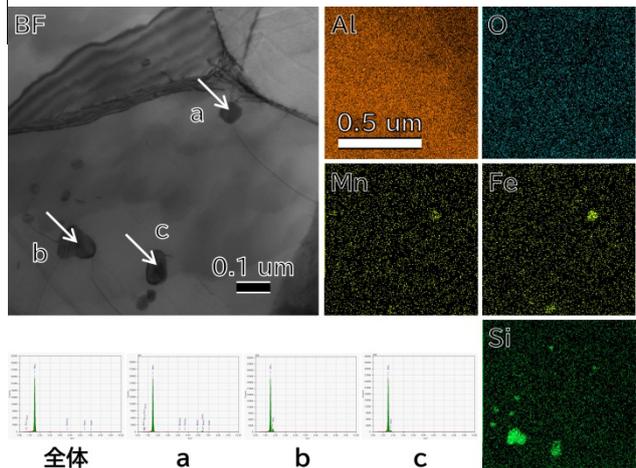


図 4 アルミニウム箔の EDS スペクトル及びマッピング

(ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム成果発表会) 研修テーマNo. 13 < 学1 >
初心者のためのTEM/STEM基本操作
 産直元 (大阪府立大学応用材料研究グループ)
 ホスト: 保志一 (東京大学先端物質科学研究所)

参加目的
 ナノ金属材料の高性能化に取組んでおり、作製した試料の組織観察及びひずみの評価にTEMを使用している。高い分解能が必要など、所属大学が所有する装置で測えない観察は共同研究者に依頼しているが、そのデータの取捨や解釈は理解しておく必要があった。

研修内容

※1: 研修スケジュール

日付	項目
07月29日	TEMで得られる様 (講義)
	装置紹介
	TEMの原理と構造 (講義)
	試料作製法
07月30日	基本操作 (試料交換から撮影まで)
	照射系組合せ
	駆動系組合せ
07月31日	軸合せ
	結晶方位合せと制限視野電子回折
	低倍像・高倍像
08月01日	明視野観察法
	高分解能観察法
	STEM観察法
08月02日	STEM-EDS元素分析法

使用装置: JEM-1400, JEM-2100F
 試料: Pt/Cu, グラファイト, 金単結晶, ケイ単結晶

図1: 使用した透過電子顕微鏡

図2: Pt/Cuの明視野像

図3: グラファイトの高分解能明視野像

図4: 金単結晶の(a) 電子回折図形, (b) (111), (c) (200), (d) (220), (e) (011), (f) (222)リングによる明視野像

図5: ある金属材料の明視野像及びEDSマッピング、スペクトル

図6: アルミニウム箔の明視野像及びEDSマッピング、スペクトル

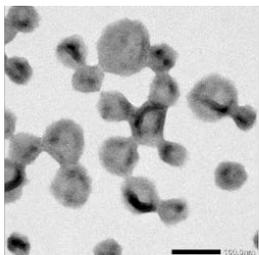
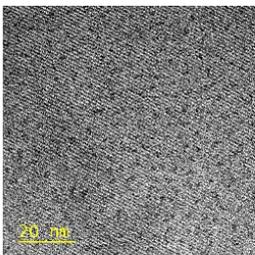
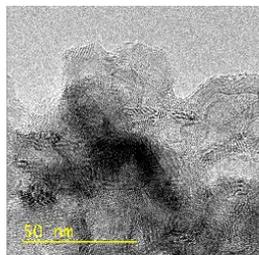
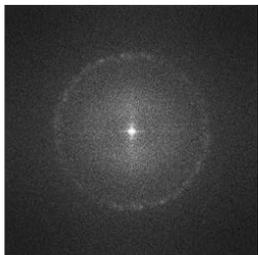
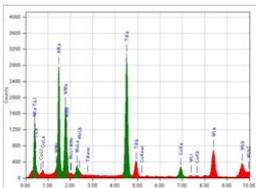
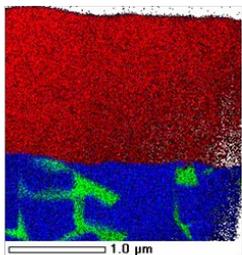
図7: ある金属材料の明視野像及びEDSマッピング、スペクトル

結合せや収差補正を適宜行いながら、TEMの基本である明視野像の観察から電子回折図形、明視野像及び格子像の観察を行うことができた。EDSにより微細領域の組成を測定することができた。

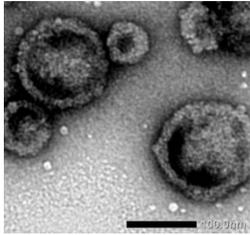
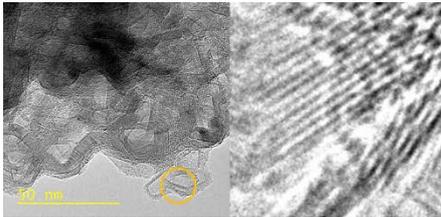
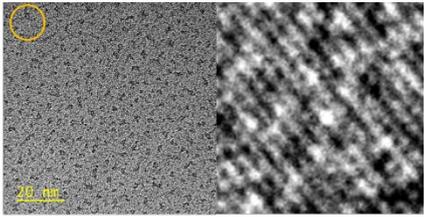
今後の目標
 自身の金属材料で試料を作製する: 電解析膜、イオン交換膜観察、STEM観察を行う。

図 5 成果発表会で使用したポスター

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	神奈川工科大学 応用バイオ科学部応用バイオ科学科 分子機能科学研究室・4年
研修テーマ	初心者のための TEM/AEM 基本操作
研修先	東京大学
受入担当者	保志 一
研修期間	7月29日～8月2日
研修内容	<p>1日目：TEM 操作のための簡単な原理と構造、試料作製法</p> <p>2日目：試料交換～画像データの取得、照射系軸合わせ・結像系軸合わせ</p> <p>3日目：結晶方位調整と制限視野電子回折法による観察、高分解能観察法による観察</p> <p>4日目：暗視野像法による観察、STEM 像観察法</p> <p>5日目：STEM-EDS による元素分析、マッピング</p>
研修の成果等	<p>高分子カプセルであるピクソームの試料作製からデータ取得、カーボライトやシリコンを用いた結晶方位調整や制限視野電子回折法による観察、明暗視野法や高分解能法などによる観察、アルミニウムや合金を用いて STEM-EDS による元素分析法、マッピングを行うことで TEM の原理、操作法、分析技術等を習得することができた。</p> <div style="display: flex; flex-wrap: wrap; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>ネガティブ染色によるPICsomeの観察</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>制限視野電子回折法によるシリコンの観察</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>高分解能観察法によるカーボライトの観察</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>高分解能観察法によるカーボライトの観察(FFT画像)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>STEM-EDSによる合金の元素分析(ピーク図)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>STEM-EDSによる合金のマッピング</p> </div> </div>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	早稲田大学先進理工学部応用化学科黒田・下嶋・和田研究室 4年
研修テーマ	No.13 「初心者のための TEM/AEM 基本操作」
研修先	東京大学
受入担当者	保志一
研修期間	2019年7月29日～8月2日
研修内容	TEM の基本的な構造や像観察の仕組みを理解し、実習を行うことで、基本的な TEM 操作(軸調整～観察)を学んだ。様々な試料を対象として、観察を行うことで、明視野観察・暗視野観察に加えて、回折パターンの観察法、STEM 観察法による EDS mapping 法について学んだ。
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none"> ・ TEM 装置の見学・酢酸ウラニル染色法による試料(PICsome)作製を実施した。 ・ JEM-1400 を用いた軸調整と試料(PICsome)観察を実施した。 →PICsome の平均粒径を算出した結果、89.0 nm となった。  <p>図 1 PICsome の TEM 像</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 高分解能 TEM(JEM2100F)による格子縞観察 <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>図 2 グラファイトの TEM 像 →面間隔 0.352 nm(実測値) 0.335 nm(理論値)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図 3 Si(112)面の TEM 像 →格子定数 0.599 nm(実測値) 0.543 nm(理論値)</p> </div> </div> <ul style="list-style-type: none"> ・ 明暗視野観察&制限視野電子回折像観察(Au 多結晶) (JEM-1400)

→リングパターンを帰属した結果、①(111)、②(200)、③(220)、④(311)となり、格子定数は0.406 nm(計算値)と算出された

(※0.408 nm(理論値))

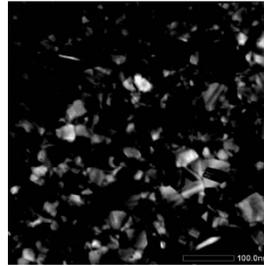


図4 暗視野像

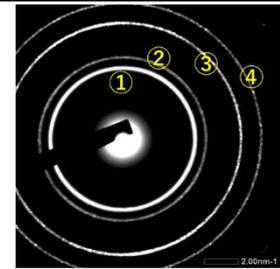


図5 制限視野回折像

・STEM 観察・EDS マッピング (JEM-2100F)

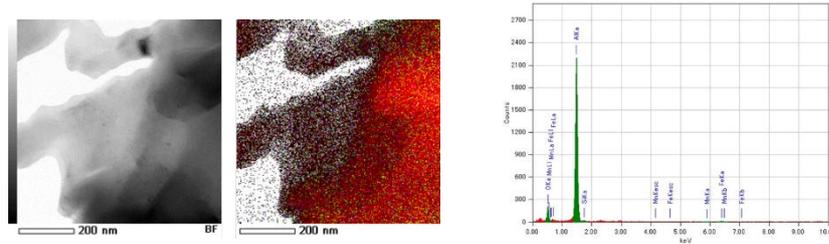


図6 アルミホイルのSTEM像とEDSマッピング像

※アルミニウムが部分的に酸化されている箇所や微量元素として Si, Fe, Mn の存在を確認

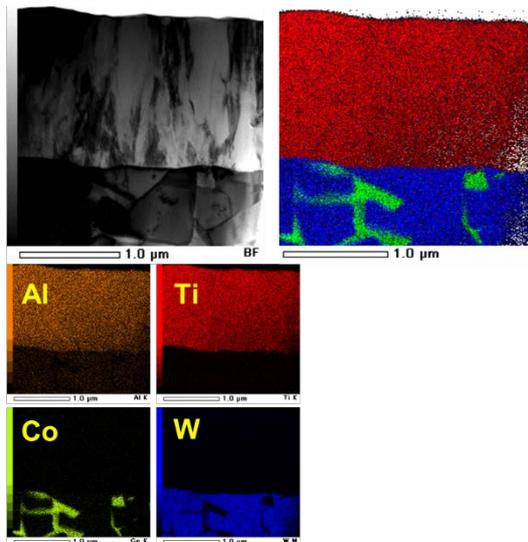


図7 金属基盤のSTEM像とEDSマッピング

※上部は Ti と Al の合金→様に混ざっている
下部は Co と W の合金→分離し、相溶性が低い

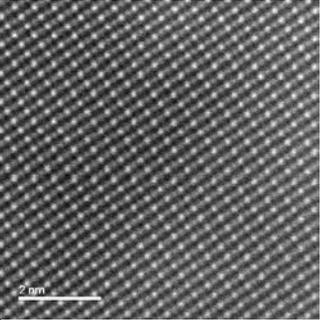
令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	関西大学大学院 総合理工学研究科
研修テーマ	走査透過電子顕微鏡 (STEM) の基礎技術の習得
研修先	名古屋大学
受入担当者	山本 剛久 先生 荒井重勇 先生 (名古屋大学/微細構造解析 PF)
研修期間	8/20～8/22 3日間
研修内容	名古屋大学の超高压電子顕微鏡センターに設置されている汎用的な電子顕微鏡から超高压電子顕微鏡など多種多様な電顕を見学した。電顕の基本原理の講義を受け、明視野像、電子線回折図形から得られる情報について学んだ。電顕を使用するまでの立ち上げ操作を行い、その際に特にサンプルホルダー取り扱い、使用グリットの選定など詳細なノウハウまで学んだ。白金コロイドを練習用のサンプルとして使用し、実際に明視野像、電子線回折図形を得た。
研修の成果等	<p>当研究室は有機化学を専門としており、TEM 観察に関する知識はほとんどなかった。そこで、電子顕微鏡の基礎的な原理から学び、TEM 観察から様々な情報が得られることを学び、有機合成に用いているナノ粒子触媒の観察に非常に有用であることが分かった。当研究室では触媒に金属ナノ粒子を用いた反応をいくつか報告しており、ナノ粒子を TEM で観察するため他大学へ分析を依頼していた。しかし、当研究室で実際に観察を行った経験者はおらず、サンプル調製がうまくいかず観察が困難であるケースが多かった。</p> <p>今回、実際に自分自身で試料を TEM で観察し、サンプルの濃度や分散性など今後のサンプル調製への考察が出来た。今回私が観察したサンプルは、ゲルベ反応の触媒として用いている反応後のルテニウムナノ粒子であった。反応前は直径 2nm ほどの粒子であり反応前後で粒径は大きく変化しないと予想していた。ところが実際に観察を行ってみると、ナノ粒子はグリット上に確認できなかった。そこでコンタミとして無視していた塊の解析を行った。EDS 分析からはルテニウムを確認できず成分としてバリウムを確認した。以後サンプル依頼分析の際は他の分析により溶液中成分元素量を確認する。</p> <p>今後の測定のため練習として施設で所有している市販の白金コロイドをお借りして測定を行った。微粒子サンプルをグリットから探す際のコツ、低倍率観察により平均粒径の算出、高倍率観察像から面指数、格子定数の算出を行った。また回折リングから算出した格子定数とほぼ一致していることを確認し解析ができるようになった。</p> <p>また、研修や成果発表会では他の参加者との交流もでき大変充実した研修であった。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	豊田工業大学大学院 修士1年
研修テーマ	走査電子顕微鏡 (STEM) の基礎技術の習得
研修先	名古屋大学
受入担当者	山本剛久教授
研修期間	2019年8月20日～2019年8月22日
研修内容	<p>本研修の目的は透過電子顕微鏡 (TEM) の使用方法を学ぶことであった。TEM についての基礎知識を講義にて学んでのち、TEM を用いた実習を行い、技術の習得し TEM に対する理解を深めた。</p> <p>研修日程</p> <p>1 日目：TEM の原理についての講義、TEM の操作法に関する実習</p> <p>2 日目：研修生による試料観察の実習</p> <p>3 日目：TEM による試料観察の実習、研修のまとめ</p>
研修の成果等	<p>本研修は、TEM の基礎技術の習得を目的としていた。まず、TEM の基礎知識についての原理や構造に関する講義を受けた。原理や構造を学ぶことで実際に測定を行うときにどのような調整を行うべきであるのか考えることが出来た。講義を受けた後、実際に TEM を用いて試料観察を行った。今回測定を行った試料は、持ち込み試料ではなく山本教授にお借りしたものだ。試料は、フラッシュ焼結体により作製された $ZrO_2 - 3\% Y_2O_3$ である。測定は、高・低倍率測定とエネルギー分散型 X 線分析を行い、粒子やポアの形状測定・格子定数の導出・元素分析を行った。単純な操作方法を学ぶのではなく、原理から理解し、測定・解析を行ったため、身になる研修だったと思う。</p> <p>私自身はナノ粒子の合成を行っている。TEM は今後取り入れていきたい測定手法だったが、身近で TEM を使える方が卒業してしまい、指導を受けることが困難な状況になった。そこで、この研修で TEM について学びたいと思い参加した。自分が何を見たいのか、それを見るにはどうすればいいのかと操作方法だけではなく原理等の知識を教えていただいた。今後も教えていただいたことを研究にいかしていくため、TEM を利用していこうと思う。この研修に参加させていただいたことに感謝している。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	九州大学院理学府化学専攻ナノ物性化学研究室修士1年
研修テーマ	STEM-EELSによる構造観察と化学分析
研修先	京都大学
受入担当者	倉田博基先生
研修期間	2019年7月30日~8月2日
研修内容	STEMの装置構成、LAADF・HAADFなどの基本的な原理を学んだ。また、EELSにおけるスペクトル取得の方法、シグナル処理の仕方、EELSスペクトルから得られる情報などを学んだ。さらに、HAADF-STEM像の取り方(結晶方位の合わせ方・収差補正など)を実際に操作しながら学んだ。
研修の成果等	<p>非干渉性散乱電子を像形成に用いる利点を理解することが出来た。また、表面プラズモンのマッピングをSTEM-EELSを用いて行うことで、得られた像から直接表面プラズモンの分散関係を求めることが出来るという事を学んだ。実習ではチタン酸ストロンチウムを観察した。</p>  <p>SrTiO₃{110}の HAADF-STEM 像 より明るい輝点が Sr で、やや暗い輝点が Ti</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東京大学 工学系研究科マテリアル工学専攻 修士2年
研修テーマ	STEM-EELS による構造観察と化学分析
研修先	京都大学
受入担当者	倉田 博基
研修期間	7/30 ~ 8/2
研修内容	<p>「STEM EELS による構造観察と化学分析」</p> <p>EELS を備えた STEM である ARM を用いて基本的な構造解析とまたその原理についての講義及び実習を行った。STEM についてはチタン酸ストロンチウムを用いて実習を行い、EDX、EELS については BN を用いて解析を行った。STEM については原子分解能でのサンプル観察の行い方またその原理について学んだ。EELS を用いた解析では半値幅を減らすための手法と結合状態に起因するエネルギーバンドの観察を行った。</p>
研修の成果等	<p>本研修中に自分の手で TEM,STEM を用いることができたのは非常に大きな経験となった。いまずぐに TEM や STEM を用いるということにはならないが、今後実験を進めていくうえで実験、解析手法の幅を広げることができると思う。また倉田先生や治田先生には実験機器の使い方だけでなく、自分の実験手法、観察手法についても相談に乗っていただき、その後の成果発表会でも異分野の学生やほかの分野の先生方からアドバイスをいただくことができた。ほかの分野の方々とディスカッションすることで、自分の中でよくできていない部分や考えが及んでいなかった部分を明確にすることができたため、今回の交流会は非常に自分にとって有意義だった。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東京工業大学 物質理工学院 修士1年
研修テーマ	透過型電子顕微鏡法による材料微細構造解析
研修先	大阪大学 超高压電子顕微鏡センター
受入担当者	保田 英洋 教授
研修期間	2019/9/4~2019/9/6
研修内容	<p>1日目：TEMに関する基礎原理、TEM実習</p> <p>2日目：HRTEM,STEMに関する基礎知識、HRTEMによる実習</p> <p>3日目：HRTEMによる実習、解析ソフトを用いた分析</p> <p>3日間を通して、TEMに関する基礎的な講義及び実習を行った。2日目以降はHRTEMによる実験試料4種の同定を目指して撮影を行った後、ReciPro、Photoshopを通した画像の解析を行い、実験試料の同定を行った。</p>
研修の成果等	<p>電子線の散乱やTEM装置の球面収差についてなどの非常に初歩の原理面の説明から実際のTEM装置、HRTEMやSTEMまで一連の講義していただき、基本的なTEM装置の構造および特性、それぞれのTEM装置の特徴やTEM観察を行う際の注意点について初歩的ではあるが理解することができた。</p> <p>実際のTEM装置を用いた実習では、初日に対物絞りの位置やフォーカスの合わせ方、ディフラクションの観察方法などの一連のTEM観察、装置の操作方法について学んだ。2日目は、4種類の実験試料をHRTEMによって観察、像の撮影を行った。HRTEMによる研修では、初日に比べてより高倍率での観察を行い、モアレの判別や二次元格子の見つけ方、また、試料観察が長時間続くことによる試料へのダメージ、像への影響を実際に体験することができた。</p> <p>最終日は前日のHRTEMによる撮影での反省を踏まえ、素早いTEM観察を心がけた。撮影後、用いた実験試料は事前にReciProで空間群などを入力し、面間隔や組み合わされる面の角度などの情報を収集した上で、Photoshopを用い、画像上で二次元格子の交差角や原子層数を計測、収集しておいた情報と比較して実験試料の同定を行った。しかし、実際に収集した情報と比較した際に、面間隔や交差角のずれなどがあり、全てを正確に同定することはできなかった。このことから、実際の試料観察においては計測上のミスなどを考慮することや、観察する試料の形状的、結晶的な特性なども理解して総合的に判断する必要があるということを知ることができた。</p> <p>総括すると、本研修を通してTEMを用いた材料観察の第一歩を踏み出すことができたと思う。</p>

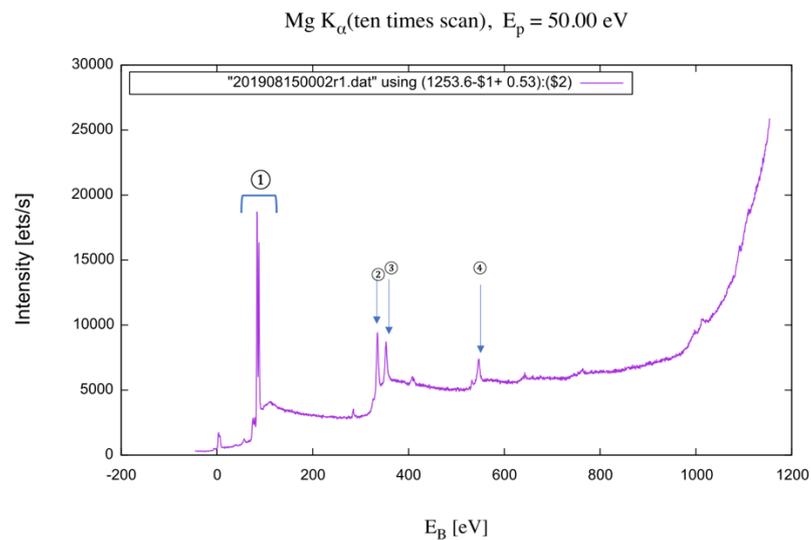
令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東京大学理学部物理学科 3 年
研修テーマ	超高真空実験技術と固体表面の X 線光電子分光分析実習
研修先	日本原子力研修開発機構
受入担当者	吉越章隆
研修期間	8/15~8/17
研修内容	<p>固体表面の光電子分光分析の基礎を習得するために、Spring-8 の日本原子力研究開発機構の軟 X 線専用ビームラインに常設・稼働の表面反応分析装置を用いて光電子分光実験を行った。内殻光電子分光スペクトル測定を中心に行い、固体表面の化学状態分析などの基礎の習得をした。</p> <p>また、実習を通して光電子分光の利点(表面選択性および対称物質の非破壊測定)・欠点(絶縁体の測定不可)について学んだ。</p> <p>【1 日目】 Al と Mg 板からの特性 X 線を用いて金板の光電子分光分析を行い、各軌道のスペクトルを計測し、同定した。また、Mg の特性 X 線を用いて、試料とアナライザーの角度を直角から 30° 変化させてスペクトルを計測した。</p> <p>【2 日目】 Mg 板からの特性 X 線を用いて Si 板の光電子分光分析を行い、試料に含まれる元素を同定した。また、Mg の特性 X 線を用いて、試料とアナライザーの角度を直角から 30° 変化させてスペクトルを計測した。</p> <p>【3 日目】 Al 板からの特性 X 線を用いて Si 板(試料)の光電子分光分析を行い、オージェ電子のエネルギースペクトルの位置が 2 日目で得られたスペクトル位置と変わらないことを確かめた。</p>

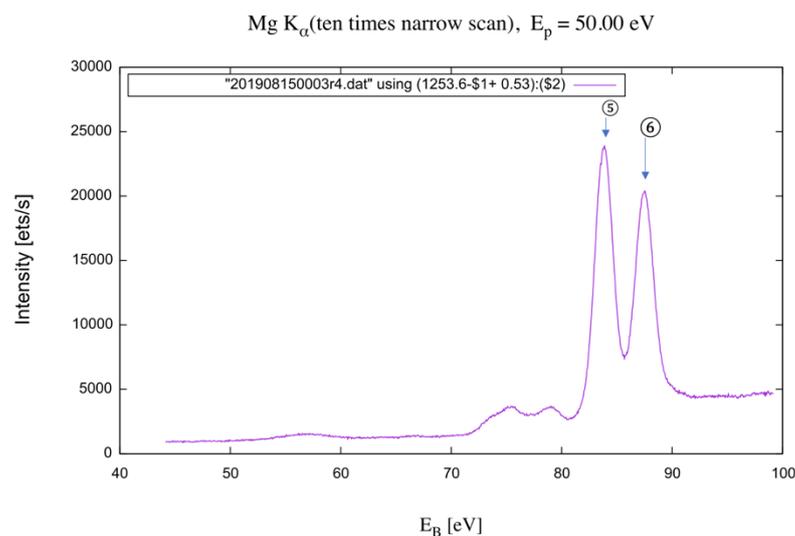
研修の成果
等

(1日目)

得られたスペクトルは、電子の運動エネルギー (E_k) に対して光電子の強度が測定される。 E_B , $h\nu$, E_k , ϕ をそれぞれ、結合エネルギー、励起光のエネルギー、補正項とすると $E_B = h\nu - E_k - \phi$ の関係があるので、Au の $4f_{7/2}$ 軌道の結合エネルギーを基準とすると、Mg の特性 X 線を用いた場合は、 $E_B = 1235.6 - E_k + 0.53$ (eV) となった。この式を使って、スペクトルの横軸を E_B で表記したものが図 1 である (描画には gnuplot を使った)。なお、図 1 中の①の部分拡大したものを図 2 に示す。図 1 および図 2 に示した②~⑥のピークのそれぞれが、Au の $4d_{5/2}$, $4d_{3/2}$, $4p_{3/2}$, $4f_{7/2}$, $4f_{5/2}$ の各軌道に由来することが分かった。



[図 1] 板状 Au 試料の Mg $K\alpha$ 線を使った XPS サーベイスpekトル。

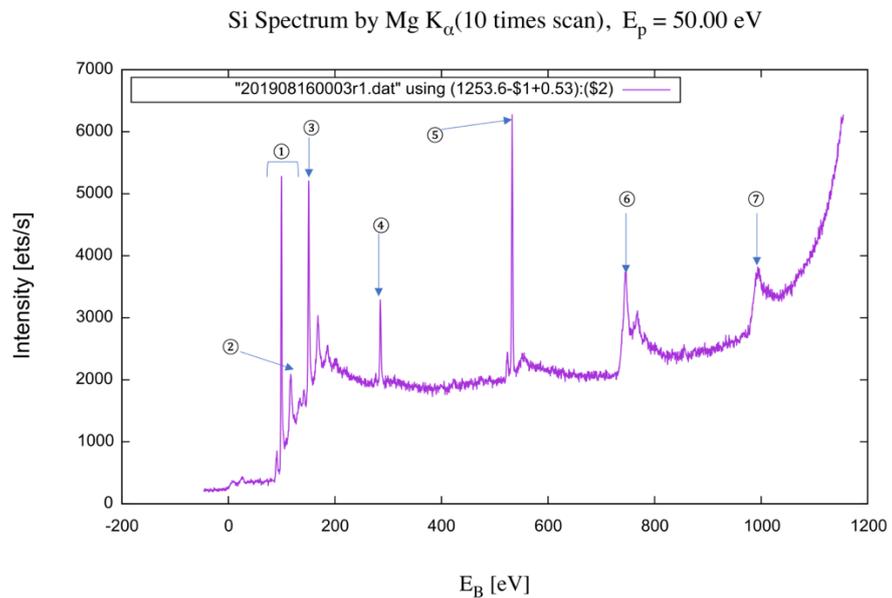


[図 2] 図 1 のピーク①近傍の拡大スペクトル。

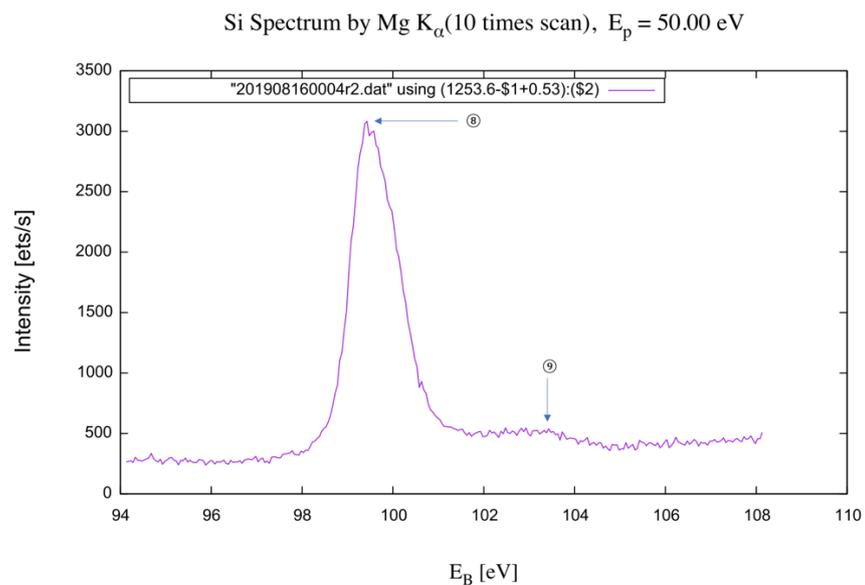
Al の特性 X 線を用いたスペクトルのデータに対して同様に補正項 ϕ を求めたところ、 $E_B = 1486.6 - E_k + 0.65$ (eV) となることが分かった。

(2日目, 3日目)

次に、試料を Si 基板に変えて Au と同様の XPS スペクトルの計測を試みた。得られた Si2p_{3/2} のピークエネルギー位置を基準として補正項 ϕ を求めると、 $E_B = 1253.6 - E_k + 0.53$ (eV) となった。図 3 に横軸を E_B とした XPS サーベイスpekトルを示す。図 3 のピーク①を拡大したものを図 4 に示す。図 3 と図 4 から、ピーク②から⑥は、それぞれ、②Si2p のプラズモンサテライト、③Si2s、④Cl_{1s}、⑤O_{1s}、⑥O の KLL オーজে電子、⑦C の KVV オーজে電子、⑧: Si2p、⑨ SiO₂ の化学状態を反映した Si2p のケミカルシフト成分と同定することができた。このように、測定した Si 基板には、酸素と炭素が含まれていることが分かった。



[図 3] Si 基板の Mg K α 線を使った XPS サーベイスpekトル



[図 4] 図 3 のピーク①近傍の拡大spekトル.

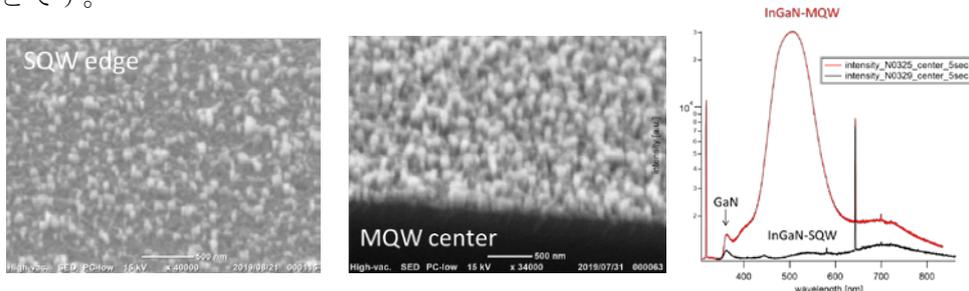
以上の実習を通じて、X線光電子分光による表面の元素分析の基礎の習得、およ

	<p>び X 線光電子分光の長所、短所の理解が深まった。</p>
--	----------------------------------

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	佐賀大学農学部生命機能科学科・B4
研修テーマ	超高真空実験技術と固体表面の X 線光電子分光分析実習
研修先	日本原子力研究開発機構
受入担当者	吉越章隆
研修期間	8/15~8/17 (3 日間)
研修内容	放射光の代わりに、X 線源として Mg K α 線、Al K α 線を用いて内殻光電子分光スペクトル測定を行い、固体表面の化学状態分析などの基礎を学んだ。特に X 線光電子分光を中心に学んだ。測定は Au と Si をターゲットとして行い、X 線源が異なるとき、パスエネルギーを変えたとき、角度を変えたとき、で比較を行った。
研修の成果等	<p>自分自身、X 線光電子分光について学ぶことが初めてだったので、基礎から勉強し、実際に操作しながら学ぶことができた。得られたスペクトルは、X 線源の違い、パスエネルギーの違い、角度の違い、試料の違いで分析し、元素同定を行った。</p> <p>X 線源を変えるということはエネルギーが変わるので、スペクトルが左右にシフトした。放射光だともっと柔軟にエネルギーを変化させることができる。パスエネルギーを 50eV と 10eV で測定した。パスエネルギーを小さくすると分解能が高くなりスペクトルでも綺麗に見えた。角度はアナライザーノーマルから take off 30° に変えて測定した。角度を変えることでターゲットの表面の化学状態をスペクトルで観察できた。試料は Au と Si を用いたが、Au は比較的綺麗なので酸素や炭素などの汚れが見えなかったが、スパッタリング加工なしの Si では酸化物などを表面に観察できた。</p> <p>物理や量子力学のバックグラウンドがない私にとっては、応用的な内容やディスカッションも多かったが、丁寧に説明していただいたおかげで、基本的なことは理解することができたと思う。</p> <p>レベルが高い人たちの中でこういう経験ができたことは自信にもなるし、他の人がどういう研究をしているのかということにも興味を持って、参加してすごく良かったと思う。</p> <p>これからは自分のサンプルを使って SPring-8 で X 線回折実験を行うので、今回学んだことを少しでも生かしたい。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	名城大学 理工学部 材料機能工学科 学部3年生
研修テーマ	分子線エピタキシー法による半導体ナノワイヤの作製および特性評価
研修先	Spring8
受入担当者	佐々木 拓生
研修期間	8月19日~8月23日
研修内容	<p>1日目：オリエンテーションおよび Spring8 見学、クリーンルームでの基盤洗浄および基盤の取り付け</p> <p>2日目：MBE 法による結晶成長で試料の作製</p> <p>3日目：SEM 観察による表面観察</p> <p>4日目：PL 測定による光学的特性の評価</p> <p>5日目：データ整理および成果の報告</p>
研修の成果等	<p>本研修の成果としては下記の図に示すように量子井戸の一本当たりの InGaN の発光強度を比較すると 20 周期の多重量子井戸構造の発光強度は単一量子井戸構造の 18.9 倍であり、InGaN ナノワイヤを用いることで少なくとも 20 周期まで井戸数を増やせば高い発光強度が得られることを示すことが出来たことです。</p>  <p>The figure consists of three parts. On the left is an SEM image of the 'SQW edge' with a 500 nm scale bar. In the middle is an SEM image of the 'MQW center' with a 500 nm scale bar. On the right is a PL intensity plot versus wavelength (nm) from 400 to 800 nm. The plot shows two curves: a red curve for 'intensity_N0325_center_5sec' (labeled 'InGaN-MQW') and a black curve for 'intensity_N0329_center_5sec' (labeled 'InGaN-SQW'). The red curve has a much higher peak intensity (around 10 units) compared to the black curve (around 1 unit). A small peak for 'GaN' is also visible at approximately 400 nm.</p> <p>また、本研修で私が得たことは MBE 装置を用いた結晶成長、SEM を用いた試料の表面観察、分光器による PL 測定を行うことで各装置の使用方法を知ることができたことや、研修先のホストの先生および他大学の生徒の皆様と会うことで価値観と知識の共有ができたことです。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	自然科学教育部 博士後期課程 1年
研修テーマ	透過電子顕微鏡法による材料微細構造解析
研修先	九州大学 超顕微解析研究センター / 微細構造解析 PF
受入担当者	松村 晶
研修期間	9月2日~9月6日
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・透過電子顕微鏡の基礎的な原理・構造・操作方法 ・透過電子顕微鏡の軸合わせと対物レンズの非点補正 ・MoO₃単結晶の明視野像、制限視野電子回折パターン、暗視野像の撮影 ・Au多結晶の制限視野回折パターン(Debye環)の撮影とカメラ長の決定 ・Siの菊池バンドを用いた結晶方位の同定と傾斜 ・Alの転位観察(2波励起条件およびウィークビーム法) ・回折スポットの指数付け ・持ち込み試料の観察
研修の成果等	<p>今回の研修は、基本的な講義を受けた後、講義内容に関する実習およびその解説・質疑応答を行う流れで行われた。初めに、講義形式で電子顕微鏡の原理・構造、操作方法などの基礎的な知識を得た。また、実習と並行して明視野像、確制限視野電子回折パターン、暗視野像、格子面や方位、指数付けなどについて学び、その後それらに関する演習を行うことで、より深く理解できた。実習では透過型電子顕微鏡を利用して、MoO₃、Au、Siの観察を行った。単結晶MoO₃の回折波の1つを対物絞りで選択して結像し、回折波から暗視野像が得られることと、選んだ回折波によって暗視野像が異なることを学んだ。また、多結晶Auは制限視野電子回折パターンにおいてDebye環が確認され、単結晶とは違う制限視野電子回折パターンを示した。単結晶は格子配列が結晶内のすべての領域で揃っているが、多結晶では微小結晶が多数あるので様々な方位の格子面が存在するため、上記のような違いが出ることを確認した。</p> <p>最後に、HAADF-STEMで持参した試料を観察した。暗視野像を高倍率で観察した上で、EDS-mappingを行うことで各元素の分布状態を確認し、その結果に対して御意見をいただいたことで今後の研究活動に必要な知見を得ることができた。丁寧な講義と実習で今後の研究活動に必要な透過電子顕微鏡に関する知識と技能を得ることができた。この研修で得た知識や技能を学内や学外で使用予定の透過電子顕微鏡の測定で活かすとともに、ナノテクノロジープラットフォーム事業を積極的に利用して学内では取得できない実験データの取得に努めたい。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東京工業大学 物質理工学院 材料系
研修テーマ	透過電子顕微鏡による微細構造解析法
研修先	九州大学超顕微解析研究センター
受入担当者	松村 晶 教授
研修期間	2019年9月2日～9月6日（5日間）
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・透過電子顕微鏡（TEM）の基礎・構造・操作原理 ・TEM（JEM-2100HC）での操作（照射系軸合わせ/結像系軸合わせ/非点補正） ・像観察（JEM-2100HC） *MoO₃の明視野像・暗視野像・制限視野電子回折図形 *Au多結晶のDebye環 *Siの菊池バンドを用いた結晶方位の同定と傾斜 ・電子回折の基礎（格子面/方位/結晶構造因子と消滅則/指数付け） ・像観察（JEM-1300NEFおよびJEM-2000EX） *Alの2波励起条件とウィークビーム法による転位観察
研修の成果等	<p>今回の研修では電子回折・結晶学を含めたTEMの基礎を学んで実践してTEMではどんな情報が得られるかを理解した。授業で学んだことをすぐにTEMで操作して像観察をすることでより深く結晶構造について学べた。</p> <p>TEMの基礎から学び、分解能が回折収差と球面収差によって制限されていることや原理・構造を知った。</p> <p>実習では図1に示すようにMoO₃単結晶の明視野像・暗視野像・電子回折図形の観察を行った。TEMの軸調整と非点補正など立ち上げから操作でき、操作でなにが起きているのかを解説していただきながら理解できた。明視野像・暗視野像は光線図と操作を対応して考えて、像のコントラストの違いを確認できた。得られた電子回折図形は$dR=L\lambda$の式から指数付けを行った。またAu多結晶のDebye環も観察し、指数付けを行った。菊池バンドや転位での観察法である2波励起条件とウィークビーム法は初めて知った知識だったので原理を理解することが難しかった。しかしSiで菊池バンドをスクリーン上で追いながら結晶方位の同定と傾斜を確認でき、結晶学は理論的に成り立っているのだと実感した。Alの転位は超高压電子顕微鏡（JEM-1300NEF）でも観察した。超高压電子顕微鏡の規模が建物3階分と大きく、見学だけでなく実際に操作して像を観察できたことがよかった。</p> <p>私の参加動機でもある有機薄膜太陽電池の断面TEM観察は、TEM観察前にFIB-SEMによる試料作製が必要だと技術相談にも応じていただいた。TEMで観察するには標準条件を決めることや文献から何が観察できそうかを考えて臨むことが重要だと思った。今後は研究でもTEMを用いて有機薄膜太陽電池の内部構造が観察できるように試行錯誤したい。</p>

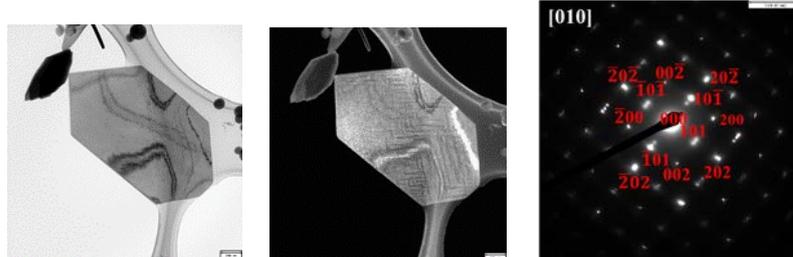


図 1 . MoO₃ 単結晶 (左から明視野像・暗視野像・制限視野電子回折図形)

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	一関工業高等専門学校物質化学工学科 4 年
研修テーマ	透過型電子顕微鏡による微細構造解析法
研修先	九州大学伊都キャンパス超顕微解析研究センター
受入担当者	松村晶教授
研修期間	2019/9/2～2019/9/6
研修内容	<p>講義: ①電子顕微鏡の基礎(TEM と SEM、電顕と光顕) ②透過型電子顕微鏡の原理・操作原理 ③電子回折の基礎 ④電顕像のコントラスト・解釈</p> <p>演習: 電子回折演習問題</p> <p>実習: ①ホルダーへの試料装着 ②TEM の基本操作 (始動、停止、準備等) ③照射系軸合わせ・結像系軸合わせ ④像観察(試料: 三酸化モリブデンの結晶) ⑤金多結晶 Debye 環の指数付けとカメラの決定 ⑥方位による電子回折パターンを観察・菊池線 ⑦金属アルミニウム中の転位観察</p>

研修の成果等

今回の研修で TEM の原理や仕組みから基本的な扱い方を学んだ。結果に示したような像の解釈について選択する回折波によって得られる暗視野像が異なることや電子回折パターンから結晶方位を求めることなどを学んだ。

実際に機器に触れ操作を行ったことで電子銃やレンズの動作原理、収差等について実例を見ながら学ぶことができた。また菊池バンドをたどっていくことで目的とする結晶方位にたどり着くことができ、結晶方位についての知識が深まった。

試料の取り付け、各部位の軸合わせ、非点補正の手順を実際に操作して学び、習得した。また、三酸化モリブデンの結晶の明視野、暗視野、電子回折画像の撮影手順を学んだ

金属 Al の転位の撮影法や転位とは何かなども学ぶことができた。

実際に三酸化モリブデンの結晶を観察した。下に明視野像 (図 2.1) 電子回折パターン (図 2.2)、暗視野像 1 (図 2.3)、暗視野像 2 (図 2.4) を示した。

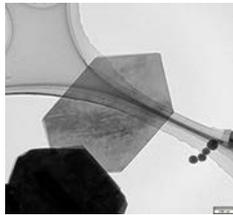


図 2.1 明視野像

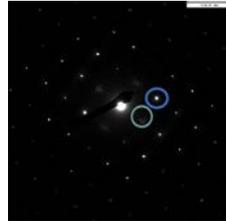


図 2.2 電子回折

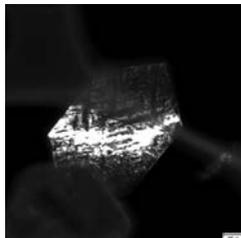


図 2.3 暗視野像 1 (青)

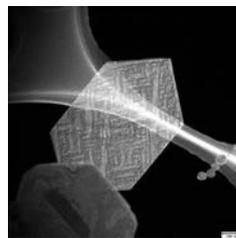
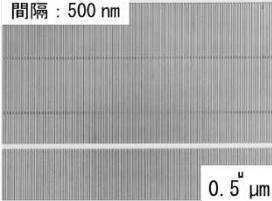
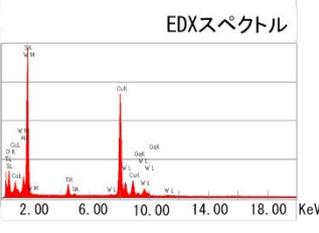
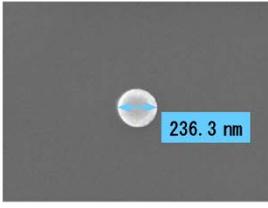
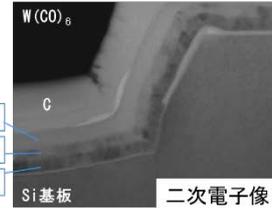
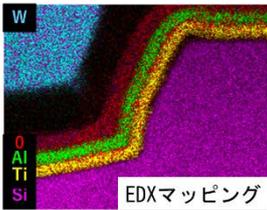


図 2.4 暗視野像 2 (黄)

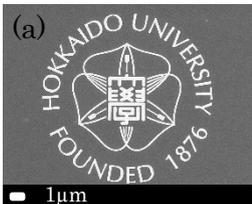
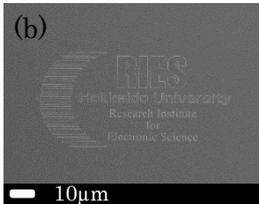
※使用装置

図 2.1～図 2.4 : 日本電子株式会社/HC 補助電子顕微鏡/2100HC

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	茨城大学 工学部 生体分子機能工学科・4年
研修テーマ	微細加工による金属ナノ構造作製と FIB・TEM による構造解析
研修先	北海道大学
受入担当者	笹木 敬司、柴山 環樹、松尾 保孝、小田島 聡
研修期間	2019年7月25日～8月1日
研修内容	<p>1,金属ナノ構造作製</p> <p>Si 基板に電子線リソグラフィを用いてパターンを描画し成膜またはエッチングをすることでパターンを作製し、ALDにより数種類の原子層を堆積させた。</p> <p>2,構造解析</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ FIB 加工の原理、基礎の学習 試料厚さを 100 nm 以下に加工する方法の見学 ・ FIB 加工後の試料の観察実習（走査透過型電子顕微鏡を用いる） ・ レーザー顕微鏡、走査型電子顕微鏡を用いての観察実習
研修の成果等	<p>北海道大学の校章、円柱の正方格子、Line&Space パターンを作製した。どのパターンも細かい部分まで、加工ができていた。走査型電子顕微鏡を用いた観察では、円柱1つの直径の測定が可能であることを学んだ。微細加工後に Si 基板を加工し Line&Space の断面を観察、解析した。Ti や Al の原子層がはっきりみられ、軽元素である O も見られた。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-start;"> <div style="text-align: center;">  <p>10 μm</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>間隔：500 nm 0.5 μm</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>EDXスペクトル 2.00 6.00 10.00 14.00 18.00 KeV</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-start; margin-top: 10px;"> <div style="text-align: center;">  <p>236.3 nm</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>W(CO)₆ C SiO₂ Al₂O₃ TiO₂ Si基板 二次電子像</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>W O Al Ti Si EDXマッピング</p> </div> </div> <p>本研修では、普段の研究で使用している電子顕微鏡の実習があり、基礎から学ぶことができ大変勉強になった。また普段使っていない、STEM 像や EDX 分析の結果を得ることができ、貴重な機会であったと感じた。普段扱っていない微細加工に関しても興味を持つことができた。微細加工装置やクリーンルームを使用することで、最先端の技術を体感することができた。また、北海道大学の職員、技術員のサポートにより、自身の知識、技術の定着を図ることができた。この経験を今後の研究の視野拡大や後学に繋げたい。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東京工業大学物質理工学院材料系材料コース修士2年
研修テーマ	微細加工による金属ナノ構造作製と FIB・TEM による構造解析
研修先	北海道大学
受入担当者	笹木敬司教授、松尾保考教授、柴山環樹教授、小田島聡特任助教
研修期間	7月25日～8月1日
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・ナノ構造作製、STEM、TEM、FIB、SEM に関する講義 ・ポジ型リフトオフ、ポジ型ドライエッチング、ネガ型ドライエッチングによるナノ構造作製 ・SEM、レーザー顕微鏡による観察 ・STEM による観察 ・EDS 分析 ・データ解析
研修の成果等	<p>・ナノ構造作製に関する講義や、実際にナノ構造を作製し、その試料を様々な機器を用いて観察することによって、ナノ構造作製の方法やそれぞれの作製方法によってできる試料の特徴を理解することができた。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>(a)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>(b)</p> </div> </div> <p style="text-align: center;">Fig.1 (a)ポジ型リフトオフ(b)ネガ型ドライエッチングによる ナノ構造の SEM 画像</p> <ul style="list-style-type: none"> ・STEM、TEM、FIB、SEM に関する講義や、実際にそれぞれの機器を操作し、そこからデータを得ることによって、STEM、TEM、FIB、SEM の原理、操作方法を学ぶことができた。 <p>当初の目的であるナノ構造の制御方法の習得、TEM の使用方法、試料作製方法、自身の研究試料への応用方法を学ぶことができ、さらに外部の大学を訪問するという貴重な機会を得ることができました。また、自身の研究室内で取り扱っている SEM も北海道大学の SEM とメーカーが異なるため、使用方法に若干の違いがあり、戸惑いましたが、受入担当の方が丁寧に教えてくださり、勉強になりました。</p> <p>研修に際しまして、ご指導いただきました受入担当の皆様には深くお礼申し上げます。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	徳島大学工学部理工学科電気電子システムコース・4年
研修テーマ	MEMS フォースセンサの試作～センサの試作から IoT 応用まで～
研修先	東北大学西澤潤一記念センター
受入担当者	戸津健太郎
研修期間	2019/08/19~2019/08/23
研修内容	MEMS フォースセンサを試作して実装したのち、Wi-Fi を経由してフォースセンサの動作確認ができるよう環境をセッティングする。研修期間中の4~5日間はほとんどセンサの試作に充て、フォトリソグラフィやイオン注入、スパッタリング等、微細加工のフルプロセスを行う。最終日に、試作したフォースセンサをボンディングで実装、はんだづけで回路を作製する。最後に、スマホアプリの Blynk や Wi-Fi モジュールを搭載したボードを用いて通信環境をセッティングする。
研修の成果等	<p>研修期間を通して、高感度なフォースセンサを試作することができた。Blynk アプリでは、フォースセンサを指で押すと針が触れるゲージをつくり、圧力の変化量を読み取ることができた。実際に作製した、フォースセンサを搭載した IoT モジュールを図 1 に示す。研修先の人との出会いにより、技術だけでなく研究者としての心構えや試行錯誤をする姿勢など、モノづくりをするための基礎を習得した。</p>  <p>図 1 作製した IoT モジュール</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	横浜国立大学 修士2年
研修テーマ	MEMS フォースセンサ ~センサの試作から IoT 応用まで~
研修先	東北大学西澤潤一記念研究センター
受入担当者	戸津 健太郎
研修期間	令和元年8月19日 ~ 8月23日
研修内容	<p>ピエゾ抵抗型 MEMS フォースセンサの製作および評価を行った。最初に4インチのシリコンウェハを使用して微細加工技術を学んだ。具体的には、フォトリソグラフィ、イオン注入、アニリング、CVD、エッチング、DEEP-RIEなどを行った。そして、製作したフォースセンサをプリント基板に貼り付け、Wi-Fi モジュールを介し、フォースセンサに力を加えた際の測定値をスマートフォン上で可視化できるように試みた。</p>
研修の成果等	<p>本研修で得られたことは3つあります。</p> <p>1つ目は、自分の手を動かして微細加工プロセス技術の仕組みを学べたことです。半導体分野は大学での専攻と異なるため、授業で原理を勉強したことはありましたが、実際に手を動かして現象を確認する作業は初めての経験であり、新鮮な気持ちで学ばせて頂きました。しかし工程通りに従って製作を行い完成したとしても真に学習したとは言えないと思いますので、原理を理解してなぜその工程を行う必要があるのかを考えるように心掛けました。</p> <p>2つ目は、実験が上手くいかなかった=失敗ではないということです。今回フォースセンサの製作にあたって多くの工程がありましたが、手順通りに行っているにもかかわらず上手くいかないことが何度もありました。しかし立ち止まって原因および解決方法を考えたことで、より一層理解が深まったように感じました。最終的には研究員の方々から多くの指導を受けて、フォースセンサの完成までたどり着きました。</p> <p>3つ目は、西澤潤一記念研究センターでの人々との出会いであります。本センターは研究設備が非常に充実していて、学内の人だけでなく企業の人々も施設を利用するために訪れていました。また本研修を一緒に受けた学生および他大学の先生方との出会いもあり、半導体分野で活躍されている方々とお話させていただいたことは大変刺激になりました。</p> <p>最後に、担当の戸津先生、森山先生、辺見先生ならびにナノテクノロジープラットフォームセンターの方々には本研修を通して貴重な経験をさせていただいたことに心より感謝申し上げます。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東京理科大学工学部先端科学科 学部3年
研修テーマ	グラフェンマイクロデバイスの作製
研修先	国立研究開発法人 物質・材料研究機構 微細加工プラットフォーム
受入担当者	渡辺英一郎先生 津谷大樹先生
研修期間	9/3~9/6
研修内容	<p>今回の研修ではグラフェン FET デバイスの作製を通して、微細構造デバイスの作製で利用される微細加工装置やプロセス技術を体験し、実験装置の扱い方やプロセスノウハウを学んだ。</p> <p>実際に高速マスクレス露光装置、ドライエッチング装置、成膜装置などを自ら操作してグラフェンデバイスを作製し、室温プローブシステムによる電流電圧特性の評価まで、一連のプロセスを行った</p>
研修の成果等	<p>(研修のプロセスと観察結果)</p> <ul style="list-style-type: none"> ■機械的剥離法により、表面のシリコン酸化膜の膜厚 90nm と 300nm のシリコン基板(以降 90nm 基板、300nm 基板で区別する)にそれぞれにグラフェンを転写した。光学顕微鏡で得ることができたグラフェン転写後の 300nm 基板のグラフェンの画像を図 1 に示す。 ■基板にレジストを塗布し、高速マスクレス露光装置で加工したいグラフェンのパターンを露光し、現像を行った。多目的ドライエッチング装置を使用してレジストで保護されていないグラフェンを酸素プラズマによりエッチングしてグラフェンを加工した。光学顕微鏡で得ることができたエッチング後にレジストを剥離した 300nm 基板上のグラフェンの画像を図 2 に示す。 ■基板に 2 層レジストを塗布し、高速マスクレス露光装置で電極パターンを露光した。電極パターン部分のレジストを取り除くために現像を行い、12 連電子銃型蒸着装置で Ti50nmAu200nm の 2 層の金属膜を成膜して、残っているレジストを取り除くりフトオフをすることでコンタクト電極が作製できた。光学顕微鏡で得ることができた電極作成後の 300nm 基板のグラフェンの画像を図 3 に示す。 ■ウェハ RTA を使用して、基板の表面にアニールを行った。室温プローブシステムを使い、作製したグラフェンデバイスの電流電圧特性を調べた。今回、300nm 基板に作製したデバイスでは、図 4 に示すようにゲート電圧(V_g)を変化させることで、ソースドレイン電流(I_{sd})とソースドレイン電圧(V_{sd})の関係を変化させることができた。

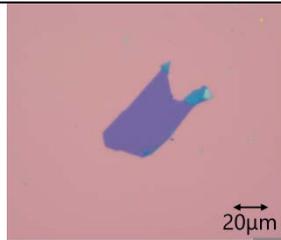


図1 基板に転写されたグラフェン

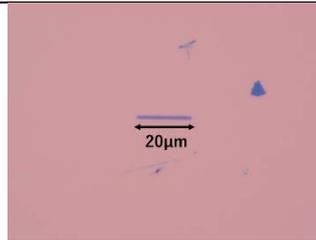


図2 エッチング直後のグラフェン

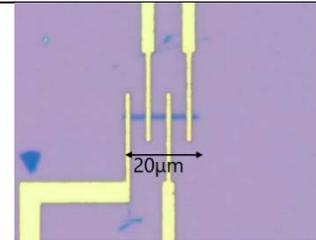


図3 作製された電極とグラフェン

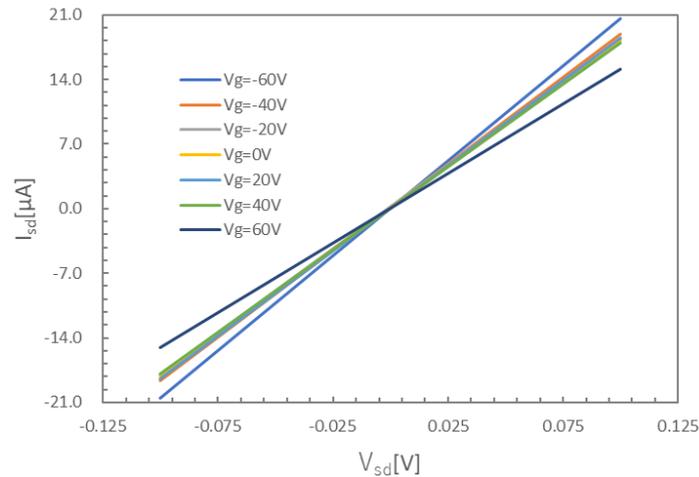


図4 作製した素子の電流電圧特性

(研修の成果)

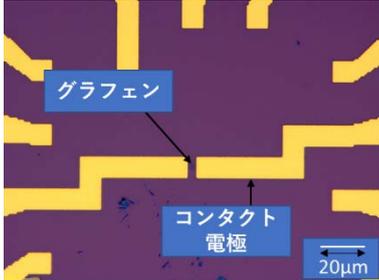
私は、微細加工技術とそれらの技術で作られる微細加工デバイスについて興味を持っていたが、微細加工技術や微細構造デバイス作製を体験できる機会がなかった。しかし、この研修に参加することで今までは文献で見ることしかできなかったフォトリソグラフィーやエッチングについて実際に触れることができた。

また、実際にデバイス作製に用いることで、文献を読むだけでは理解できなかった二層レジストやリストオフなどの技術についても理解を深めることができた。それだけではなく、私は高速マスクレス露光装置を扱う技術を磨くことができた。具体的には私は加工したいパターンの CAD のデータを変換ソフトにより加工に利用できる形式に変換し、高速マスクレス装置を利用して加工したいパターンをレジストに露光できるようになった。

そして微細加工技術以外では、光学顕微鏡で単層、複層グラフェンについて観察することでグラフェンがシート状物質であることを知識として知っているだけでなく、実際に確かめることができた。

この研修を通じてさらに微細加工プロセスと作製されるデバイスに興味を持った。今回得た貴重な経験を、配属される研究室での研究に活用できるように微細構造技術や微細構造デバイスについてより深く学んでいきたい。

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東北大学大学院理学研究科修士1年
研修テーマ	グラフェンマイクロデバイスの作製
研修先	物質・材料研究機構(NIMS)
受入担当者	渡辺英一郎 先生、津谷大樹 先生
研修期間	9月3日～9月6日
研修内容	<p>機械的剥離法による単層・多層グラフェンを用いた素子作製を行い、リソグラフィプロセスや成膜プロセス、エッチングプロセスなど微細加工技術の基礎・装置操作等の習得を行った。</p> <p>剥離法を用いて Si/SiO₂ 基板上にグラフェンを転写し、光学顕微鏡を用いてグラフェンの観察を都度行いながら、マスクレス露光装置を用いた後、ドライエッチングによりグラフェン加工を行い、再度マスクレス露光装置を用いてグラフェンへのコンタクト電極作製を行った。その後、マニュアルプローバを用いて、グラフェン素子の電気特性評価を行った。</p>
研修の成果等	<p>グラフェンマイクロデバイスを作製する過程で、以下の機器を扱い、その扱い方を習得する事が出来た。</p> <ol style="list-style-type: none"> ① 高速マスクレス露光装置 ② 12連電子銃型蒸着装置 ③ 多目的ドライエッチング装置 ④ 室温プローバシステム <p>デバイス作製過程で基板上のグラフェン及び電極パターンを光学顕微鏡で観察する事により、どのように微細加工技術を用いてデバイスが作られているのかについて詳しく知る事が出来た。また、エッチングプロセスについて原理を踏まえて実際に手を動かす事によりデバイス作製過程に対する理解が深まった。</p> <p>室温プローバシステムを用いて、作製したグラフェンデバイスの電流電圧特性を測定する事により、グラフェンの電子輸送特性を学ぶ事が出来た。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">   </div> <p>(左図：エッチングプロセスによって加工したグラフェン 右図：作製したグラフェンマイクロデバイス)</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	京都大学 総合生存学館 1年						
研修テーマ	電子線ビームリソグラフィ						
研修先	東京工業大学/微細加工 PF						
受入担当者	宮本恭幸（東京工業大学/微細加工 PF）						
研修期間	7月22日～24日						
研修内容	<p>微細パターン形成の強力なツールである電子ビームリソグラフィについてその基礎に触れた。</p> <p>研修では以下の日程の通り進行し、電子ビームリソグラフィについての講義・露光パターン/露光ファイル作成及び露光実習・近接効果（電子線露光で問題となる露光パターンを变形させる効果）について基礎的な講義を受け、それらに関連した実践（実習内容は下記記述）をすることで、電子ビームリソグラフィの理解を深めた。</p> <table border="1"> <tr> <td>1日目</td> <td>1)電子ビーム露光について（講義） 2)露光装置操作及び露光、レジスト塗布・現像等プロセス説明</td> </tr> <tr> <td>2日目</td> <td>1)重ね露光実習（アライメント露光実習）。露光パターン SEM 観察 2) 露光パターン（露光ファイル）作成・露光。近接効果評価露光</td> </tr> <tr> <td>3日目</td> <td>1) 露光パターンの SEM 観察及び計測 2) まとめ</td> </tr> </table> <p>電子線露光実習は Jeol6300 電子線露光装置を使用し、「位置合わせ露光（重ね露光）」や「近接効果評価露光」の露光項目を行った。（露光結果は SEM（走査型電子顕微鏡）観察により評価する。）</p> <p>実習では、近接効果評価露光及びその計測を通し、近接効果を理解し、その補正方法について議論した。</p> <p>T ゲート作製リソグラフィプロセス</p>	1日目	1)電子ビーム露光について（講義） 2)露光装置操作及び露光、レジスト塗布・現像等プロセス説明	2日目	1)重ね露光実習（アライメント露光実習）。露光パターン SEM 観察 2) 露光パターン（露光ファイル）作成・露光。近接効果評価露光	3日目	1) 露光パターンの SEM 観察及び計測 2) まとめ
1日目	1)電子ビーム露光について（講義） 2)露光装置操作及び露光、レジスト塗布・現像等プロセス説明						
2日目	1)重ね露光実習（アライメント露光実習）。露光パターン SEM 観察 2) 露光パターン（露光ファイル）作成・露光。近接効果評価露光						
3日目	1) 露光パターンの SEM 観察及び計測 2) まとめ						

研修の成果等

高速トランジスタでのTゲート作製に用いられる露光、リソグラフィ工程を、露光機JBX6300SJを用いて描画実習を行った。

<露光実習>

事前に作成したパターンコマンドの露光プログラムを作成し、描画した結果は[図1]の通りである。



図1: 露光: 配列コマンド (左)

露光: 基本パターン

<近接効果>

電子リソグラフィ描画は、解像度が高い、パターン形状が良い点など、露光ツールとしては良い特徴を有している[図2]が、利用の際に貼課題がある。その一つが、以下で示す近接効果である。[図3]

電子線レジストが塗布された半導体ウェハ等の基板に電子線描画又は電子線露光を行うと、以下のように露光線幅等が設計値から外れる場合がある。

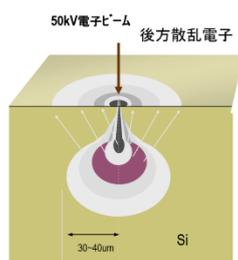


図 2-i: 近接効果概念図

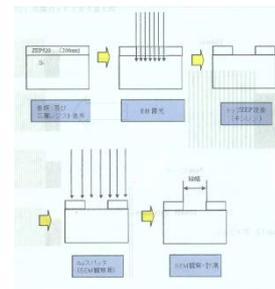
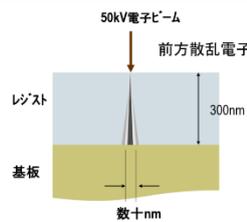


図 2-ii: リソグラフィプロセス

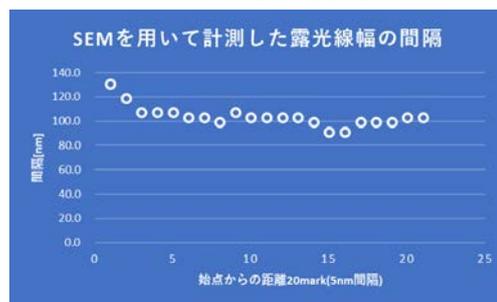


図 3-i: 近接効果による線幅変化/実測

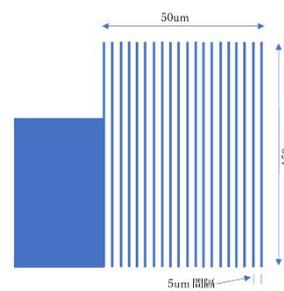


図 3-ii: パターン間隔

観測した線幅(Distance[nm])の平均からどのくらいずれたかをプロットした際に、低ピッチの領域(横軸 Mark 1-3)では、等間隔にならず、精度が下がってしまう現象が見られた。よって、近接した露光を行うと近接効果によりパターンの線幅等が設計値から外れた。この近接効果の主な要因は、感光基板に入射した電子線の後方散乱であると考えられる。

従って、近接効果の補正方法として、ゴースト法の可能性を議論した。

ゴースト法: 基板の露光量を、基板全面で実質的に等しくする手法で、後方散乱による露光量が均一化される。

ゴースト法の限界: 複雑なパターンである場合には、正確な反転パターンを描画又は露光することが困難である。

<重ね合わせ露光>

1 度目露光を行う際に、十字のアライメントマーク（ウェアマーク・チップマーク）を設置し[図 4]、2 度目露光を行う時の位置合わせに利用した [図 5]

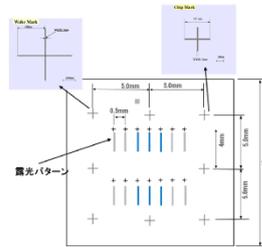


図 4:アライメントマーク

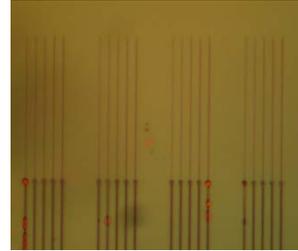
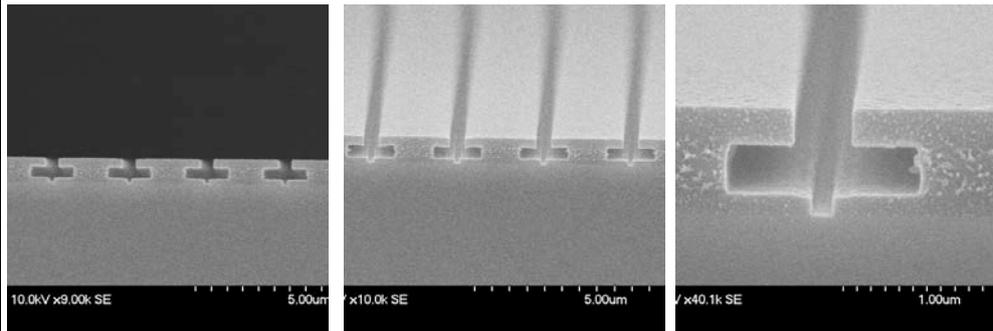


図 5:位置合わせ露光の結果

<SEM（走査型電子顕微鏡）観察>

上述の重ね露光の精度を目視するために、重ね露光を行った箇所の断面を走査型電子顕微鏡で観察した。（左）側面図（中）露光パターン（右）単体拡大図



研修を通して、電子ビームリソグラフィーを行う際に、レジストの種類とその特性や前方散乱や後方散乱などの基本知識と、SEM 観察に対する理解を深めることができた。また、これらの実習を今後の自身の研究に活かすアドバイスなどをいただいた。

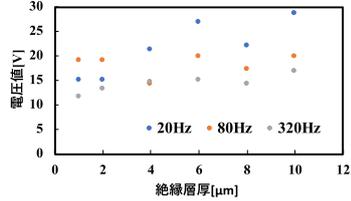
令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	京都大学大学院理学研究科 博士後期課程 2年
研修テーマ	MEMS 技術を用いたマイクロ流路の作製
研修先	京都大学ナノテクノロジーハブ拠点微細加工プラットフォーム
受入担当者	松嶋 朝明、大村 英治
研修期間	8/21～8/23
研修内容	<p>本研修では、フォトリソグラフィを利用したマイクロ流路の製作を行った。作製した流路は 2 つの液体を混合するための流路である。まず、幅約 400μm 程度の T 字型の流路の合流地点で障害物を設け、混合効率を上げるようなデザインを考えて設計図を作製した。これを元に、流路を作製するための型となるフォトマスクを作製した。続いて、フォトマスクを元に流路の素材である PDMS を成型するための原盤を作製した。この原盤を用いて PDMS を設計図通りに成型した。完成した流路にシリンジポンプを用いて二種類の色の異なるインクを流して混合の程度を評価した。</p>
研修の成果等	<p>本研修では、T 字型流路の途中を幅 100μm で液体が蛇行して流れるような流路を作製した。流路幅を細くすることで拡散によって液体が混合しやすくなることを狙ったデザインにした。また、蛇行時に層流が崩れるのを期待してこのようなデザインを考えた。デザイン通りの流路を作製することはできたが、実際に混合の程度を評価すると二種類の液体は界面より外側ではあまり混ざらないという結果が得られた。低流速かつ流路幅が小さいため流れる液体は層流になっており、混ざりにくかったのだと考えられる。</p> <p>また、本研修は自身の研究でマイクロ流路加工を行うために必要な知識を得ることを目的として参加した。自身の研究においても、今回の研修で作製したような T 字型の混合用流路が必要であり、今回の実習は自分の研究を進めるうえで大変参考になった。研修で作製した流路は溝の深さが 50μm 程度で、この深さは溝を作るための原盤の凸部分の高さによって決まる。スタッフの方々に伺ったところ、この高さは通常の作成方法では 100μm 程度が上限であり、研究に必要な流路の深さは 500~700μm 程度を考えているので作製時に工夫が必要である。これについては、成果報告会に参加した際に微細加工をされている他大学の研究者の方からアドバイスをいただいて、原盤の凸部分をより高くする方法を教えていただいた。今後はナノハブ拠点のスタッフの方と相談し、そのような加工ができるかを相談させていただきながら自分の研究を進めていく予定である。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	香川大学大学院工学研究科 M1
研修テーマ	マスクレスフォトリソグラフィによるフォトマスク作製
研修先	大阪大学
受入担当者	柏倉 美紀, 前川 芳美, 法澤 公寛
研修期間	7/10～7/12 (3日間)
研修内容	LED 描画システムやマスクアライナーを使い, フォトリソグラフィについての基礎を習得する. 作製したフォトマスクを用いてリフトオフプロセスを体験する。
研修の成果等	<p>私は自分の研究でリフトオフプロセスに失敗し続けており、リフトオフに関する知識や技術を習得し自分の研究に応用することを目的として学生研修に参加を希望した。</p> <p>受け入れ先となる大阪大学産業科学研究所の先生方からリフトオフを行う際は「成膜するメタルに対して塗布するフォトレジストは3倍以上の膜厚とすること」、「フォトレジストは剥離しやすいものを選定すること」、「エッチングの際はゆっくり時間をかけて行うこと」を学んだ。実際に自分の研究でも教えていただいたことに基づいてフォトレジストを変更し、リフトオフを行ったところ成功に至った。これは今回の研修に参加することで得られた紛れもない成果であった。</p> <p>また、東京大学行われた成果報告会では参加した学生の方々と貴重な意見の交換ができた。例えばフォトリソグラフィでパターニングを行うのではなく、高分子の反応を用いてマスクを形成し、10 nm 程度のパターニングが可能となりつつあるという報告では今までは知らなかった新たな知見が得られた。</p> <p>また、ナノポアによるイオン電流の違いから物質を判断する研究を行っている方には詳しく制御の方法やデバイスの外形を教えていただき、どのように研究を推進すればよいかのアドバイス等も教えていただいた。</p> <p>これらの意見や体験は自分にとって貴重な成果であると言える。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	大阪工業大学 工学部 応用化学科 学部 4年
研修テーマ	静電吸着力による触感提デバイスの製作と評価
研修先	香川大学
受入担当者	下川 房男 中田智恵美
研修期間	9/3～9/5 (3日間)
研修内容	<p>9/3 研修概要・全体スケジュールの説明 静電アクチュエータの原理とその応用に関する座学 安全講習の実施 触感提デバイスの製作(ガラス洗浄)</p> <p>9/4 マイクロファブリケーション技術に関する座学 触感提デバイス製作(絶縁膜の堆積～フォトリソによるパターン形成)</p> <p>9/5 製作した触感提デバイスの特性評価 特性評価のまとめと研修全体の総括</p>
研修の成果等	<p>本研修では、静電アクチュエータを応用した触感提示デバイスの原理とそのデバイスを製作するためのマイクロファブリケーション技術について学んだ。</p> <p>具体的には、スタッフのサポートを受け、スライドガラスの洗浄からスパッタリング装置を用いて電極基板表面への絶縁膜の形成を行い、触感提示デバイスを製作した。また、スパッタしたそれぞれの膜厚を DekTak 装置で測定し、所望の厚みが堆積できているかを確認した。その後、マスクアイライナー装置を用いて、リソグラフィーにより電極パターン形成を行った(製作したデバイスの電極パターン形成あり/なし、Fig.1)。</p> <p>製作したパターンなしの触感提示デバイスを用いて評価を行い、データをまとめた。特性評価は、電極に印加する電圧値をマイコンで制御し、PC ディスプレイでの操作を介して静電刺激の周波数を任意に選択できるという条件のもと、評価者が摩擦感を知覚した最低電圧値をそれぞれ記録した。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>Fig.1 製作したデバイス 左：電極パターン有 右：電極パターン無</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>Fig.2 各絶縁層膜厚によるデバイス評価の結果</p> </div> </div> <p>特性評価実験から、今回製作した静電触覚ディスプレイにおいて摩擦感知覚と絶縁層膜厚との間には強い相関は見られなかった(Fig.2)。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	大島商船高等専門学校 専攻科 1年
研修テーマ	CMOS トランジスタ・IC 作成実習
研修先	広島大学
受入担当者	黒木 伸一郎 教授, 山田 真司 先生
研修期間	8月19日 ~ 8月24日
研修内容	<p>1日目</p> <ul style="list-style-type: none"> ・デバイス・レイアウト設計 <p>2~4日目</p> <ul style="list-style-type: none"> ・施設, 設備見学 ・トランジスタ作製工程見学 ・レジスト塗布実習 <p>5~6日目</p> <ul style="list-style-type: none"> ・半導体パラメータ・アナライザを用いた電気的特性の測定
研修の成果等	<p>CMOS トランジスタに関する基礎的な知識・構造・作成工程・電気的特性について知識を得ることができた。私が所属する高専には微細加工のための施設・設備や教育システムがなく、実習全てが新鮮で新たな発見であった。</p> <p>本研修では、NAND 回路を 5 個組み合わせた半加算器 (図 1) の設計を行った。デバイス・レイアウト設計を図 2 に示す。半加算器は、2 入力 A・B の値に応じてその和 (S) と桁上がり (C) を計算する 1 ビットのデジタル回路である。その入力と出力の関係を表に示す。</p> <p>また、作製したトランジスタの電気的特性を、半導体パラメータ・アナライザを用いて測定した。5~6 日目の研修では、半加算器の 2 入力 A・B の内、入力 B を 0V または 5V に固定した状態で、入力 A を 0~5[V] の範囲で変化させた時の出力 S 及び出力 C を測定した。各出力について得られた値を図 3, 図 4 に図示する。</p>

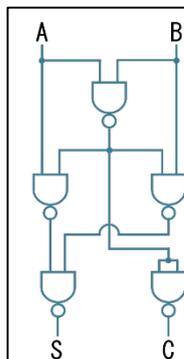


図1. 論理回路設計

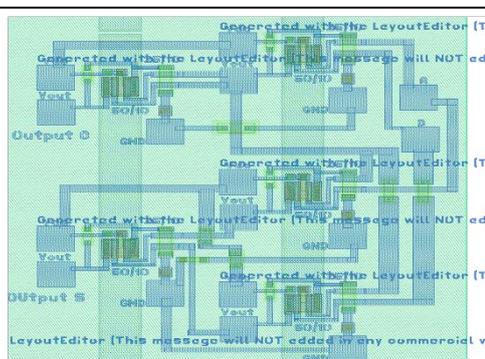


図2. デバイス・レイアウト

A	B	S	C
0	0	0	0
0	1	1	0
1	0	1	0
1	1	0	1

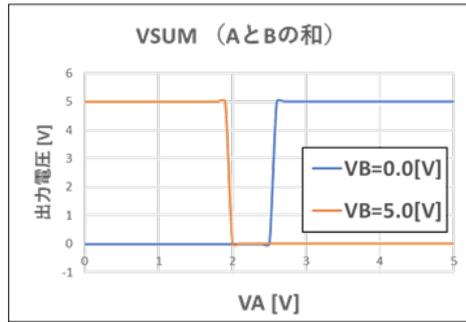


図3. 出力 SUM

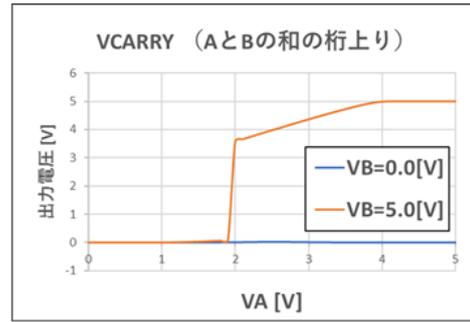


図4. 出力CARRY

図 3 より、 $VB=0.0[V]$ の場合では $VA=0.0[V]$ の時に Low、 $5.0[V]$ の時に High が得られ、 $VB=5.0[V]$ の場合では $VA=0.0[V]$ の時に High、 $5.0[V]$ の時に Low が得られた。図 4 では、 $VB=0.0[V]$ の場合では VA の値に関わらず常に出力は Low であり、 $VB=5.0[V]$ の場合では $VA=0.0[V]$ の時に Low、 $5.0[V]$ の時に High が得られた。これらの結果は、表に示す期待される出力と同様の出力が得られていることを示しており、半加算器が正常に動作していることを確認することができた。

最後に、6 日間ご指導を頂いた広島大学 ナノデバイス・バイオ融合科学研究所の皆様、本学生研修プログラムを主催して頂いた文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業の皆様に心よりの感謝を申し上げます。

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	静岡大学大学院総合科学技術研究科工学専攻・修士1年
研修テーマ	CMOS トランジスタ・IC 作製実習
研修先	広島大学
受入担当者	黒木 伸一郎・山田 真司
研修期間	令和元年8月19日(月)～8月24日(土)
研修内容	During this one week training, I learnt the design, fabrication and measurement of various CMOS circuits.
研修の成果等	<p>Results, achievements:</p> <p>Successfully designed and fabricated CMOS inverter and CMOS NAND.</p> <p>The gate length and channel width of the fabricated CMOS inverters was 25nm and 50nm respectively.</p> <p>The gate length and channel width of the fabricated CMOS NAND was 30 nm and 60 nm respectively.</p> <p>The ID VD transfer characteristics of the Pmos and Nmos circuits inside the cmos inverter were measured and were observed to be as expected.</p> <p>The Vin Vout characteristics of the CMOS NAND and CMOS inverter also showed step like behaviour as expected.</p>

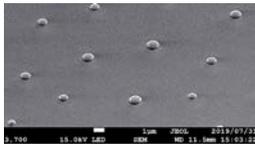
令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	大阪大学 理学研究科化学専攻 博士課程 2年
研修テーマ	CMOS 集積回路要素技術実習
研修先	公益財団法人北九州産業学術推進機構
受入担当者	上野孝裕、安藤秀幸、竹内修三
研修期間	8/21-8/23
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・集積回路(IC)の回路シミュレーションとレイアウト設計を CAD SW を用いて実施した。 ・クリーンルーム内装置・設備の説明を受けた。 ・デバイスアナライザを用いて、デバイス(テストサンプル)の電気特性を評価した。
研修の成果等	<p>・機器故障のため、クリーンルームで予定していた作業が出来ず、研修全体での作業達成率は 50%ほどであった。このため、当初期待していた技術ノウハウ(特にイオン注入)の獲得が不十分となった。しかし、受入担当者、研修参加者が微細加工を普段から行っている方々だったので、それぞれの技術ノウハウを話し合え、今後連絡を取り合える関係性を築けた。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	香川大学大学院 工学研究科 知能機械システム工学専攻・修士課程1年
研修テーマ	CMOS 集積回路要素技術実習
研修先	北九州産業学術推進機構 共同研究開発センター
受入担当者	上野 孝裕, 竹内 修三, 安藤 秀幸
研修期間	2019年8月21日～2019年8月23日(3日)
研修内容	<p>CMOS 集積回路要素技術実習を通して, CMOS 集積回路設計(回路設計, レイアウト設計, シミュレーション実習)とプロセス技術, 装置の構造・原理を学ぶ. なお, クリーンルームの機器に使用しているコンプレッサーが故障していたため, 本実習では, 事前に製作していただいていた CMOS 集積回路を使用し, 特性評価実験を行った. 研修内容は以下の通りである.</p> <p>8月21日: 施設案内, CMOS 集積回路の原理説明, シミュレーション実習 8月22日: 回路設計, クリーンルーム内装置・設備の説明・解説 8月23日: 組立工程, 特性評価実験</p>
研修の成果等	<p>私は自身の研究で取り組んでいる電気伝導率センサが目標値に及ばなかったため, センサの設計, 製作, 特性評価方法の一連を他の機関で学ぶためにナノテクノロジー学生研修プログラムに参加した.</p> <p>研究では用いていないシミュレーション実習や, 他大学の学生との意見交換などを通して, 普段の研究室生活では得ることができない刺激を得ることができたので, 今後の研究の進め方に活かしていきたいと思った.</p> <p>本研修のシミュレーション実習と特性評価実習で取得した nMOSFET の I_{ds}-V_{ds} 特性を図 1(a), (b)に示す.</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div data-bbox="414 1321 861 1579"> </div> <div data-bbox="909 1321 1340 1579"> </div> </div> <p style="text-align: center;">(a) シミュレーション実習 (b) 特性評価実習</p> <p style="text-align: center;">図 1 nMOSFET I_{ds}-V_{ds} 特性</p> <p>双方を比較した結果, シミュレーション実習と特性評価実習の特性が一致しており, トランジスタとしての信頼性が確認できた. この結果を踏まえて, 今後は, 自身のデバイスでも解析シミュレーションを導入し, 今回学んだプロセスフローの妥当性を再度検証するとともに, 目標の電気伝導率センサを製作したい. また, 成果発表会でも多くのテーマの研修を見ることで, 多くの選択肢を持つことができた.</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

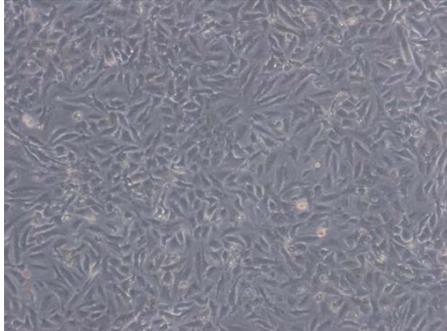
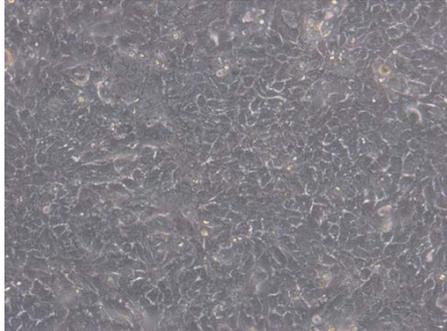
所属・学年	横浜国立大学大学院 環境情報学府 博士課程前期 2年
研修テーマ	自己組織化現象を利用した高分子メゾスコピック構造の作成とイメージング
研修先	千歳科学技術大学
受入担当者	Karthaus 教授
研修期間	2019年7月29日～2019年8月1日 (4日間)
研修内容	<p>Dewetting 現象で生じた微細構造を AFM および SEM で観察した。</p> <p>1日目：自己組織化現象の一つである Dewetting 現象の講義 観察試料の作成 (有機溶媒に PS を溶かし, mica に塗布)</p> <p>2日目：AFM を用いて形状計測</p> <p>3日目：SEM を用いて表面構造観察</p> <p>4日目：3日目の続きと研修のまとめ</p>  <p>SEM 撮影画像</p>
研修の成果等	<p>技術的な面では、体験を通じて、光学顕微鏡、AFM、SEM の特徴と使用法や注意点を細部まで知れ、自身の研究への使用を検討する際に争点になる部分が見えてきた。機械工学専門の自分としては普段馴染みがない AFM や SEM の測定原理も興味深かった。例えば AFM の AC モードは 3 次元形状の計測に振動を利用して、固有振動数付近でカンチレバーを強制振動させ、その振幅を一定に保つためのステージの移動量から形状を計算する点が面白かった。</p> <p>知識面では、以前から興味があった自己組織化現象の一種である Dewetting 現象について知れた。ポイントは、基板 (固体) と溶液 (液体)、外気 (気体) の界面で生じる点である。簡単に説明すると、まず、有機溶媒の蒸発に伴う温度差によるベナール対流に起因して溶液内に溶質 (PS) の濃度勾配が生じる。溶質濃度が高いほど表面張力が高くなり、その高い部分に凝集する (フィンガリング現象)。これと蒸発の起こる界面の移動に伴う振動現象 (スティックスリップ現象) が重なることで規則的な配列で Droplet が形成される。実は Dewetting は工学的には薄膜作成時に問題となる、本来抑制すべき現象である。Karthaus 先生は、それが散逸構造で液滴が規則的に配列することに着目し、微細加工へ応用する可能性を見出して研究を進めていた。研修内で一つの試料を複数の機器を使い多角的に観察することで多数の情報を得ることができるのを体感したが、研究内容に関しても多角的にとらえることが重要だと感じた。</p> <p>担当教員の方や他大学他専攻の学生と交流ができ、テーマに関する事以外でも良い刺激を得て自身の視野を広げることができた。最後になるが、お世話になったすべての方々に感謝申し上げます。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

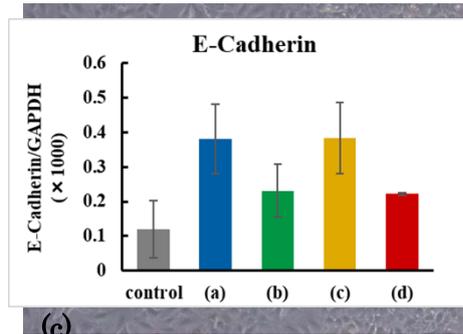
所属・学年	岩手大学 理工学部 物理材料理工学科 数理物理コース
研修テーマ	自己組織化現象を利用した高分子メゾスコピック構造の作成とイメージング
研修先	千歳科学技術大学
受入担当者	Olaf Karthaus 教授
研修期間	2019年7/29 ~ 8/1
研修内容	自己組織化現象の一種、Dewetting 現象を利用し、ドット状やハニカム状のメゾスコピック構造を作製する。そして、その表面形状を光学顕微鏡と原子間力顕微鏡 (AFM)、電解放出型電子顕微鏡 (FE-SEM)、エネルギー分散型 X 線分光法 (EDX) を用いて観察する。試料作製は、ポリスチレン (PS) 溶液をマイカ基板上に滴下し、ローラーで均一に伸ばして溶媒を蒸発させる。溶媒として、沸点の違うクロロホルム、酢酸エチル、トルエン、メチルエチルケトン (濃度はそれぞれ 10mg/ml 程度) を用いた。
研修の成果等	<p>Dewetting 現象について学ぶことができた。具体的に次のように説明される。平滑性に富む基板上に溶液をたらしたとき、溶液界面の後退とともにフィンガリング不安定性が線状に発達することで、ストライプパターンができる。フィンガリング不安定性とは、高粘性流体が空気のような低粘性流体に押し込まれ、2つの流体界面が平坦である場合、不安定になり、波状に境界面が移動する性質のことである。また、そのストライプパターンの中で、高分子が基板からはじかれる現象が Dewetting である。</p> <p>光学顕微鏡の観察では、PS のドットの粒径がミクロンサイズであり、詳細に観察することはできなかつた。しかし、PS のドット間の距離はおおよそ観察することができ、酢酸エチルが最も密に配列していることがわかった。</p> <p>AFM での観察において、局所的に PS のドットの形状を知ることができた。クロロホルムとメチルエチルケトンのアスペクト比はそれぞれ 0.158 と 0.155 であり、酢酸エチル (アスペクト比 : 0.094) に比べて厚く作成されていることがわかる。</p> <p>FE-SEM での観察では、光学顕微鏡に比べて高分解能で観察できるため、ドットの粒径とより詳細なドット間距離を導くことができた。PS の平均粒形サイズは酢酸エチル (0.571 μm) < クロロホルム (2.787 μm) < メチルエチルケトン (3.653 μm) < トルエン (3.964 μm) のように大きくなった。また、PS の平均ドット間距離は酢酸エチル (2.694 μm) < クロロホルム (10.84 μm) < トルエン (11.29 μm) < ケトン (19.71 μm) のように離れていた。</p> <p>EDX によるマッピング分析で、できたドットが PS であることが確認できた。</p> <p>今回の研修では、滴下した PS 溶液を伸ばす速度は変えず、異なる溶媒を用いて沸点を変え、PS のドット形成に与える影響を考えたが、沸点と粒形サイズ、</p>

	<p>ドット間距離との間に大きな相関は見られなかった。このことは Dewetting 現象が沸点以外の要素、基板との相互作用や大気の状態などに依存しているためであると考えられる。</p>
--	--

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	佐賀大学 工学系研究科 循環物質化学専攻 修士2年
研修テーマ	細胞実験基礎講習
研修先	物質・材料研究機構 ナノテクノロジー融合ステーション
受入担当者	服部晋也、箕輪貴司
研修期間	8/26～8/30
研修内容	<p>上皮間葉転換 (Epithelial-to-Mesenchymal Transition: EMT) とは、胎児の発生期や創傷治癒の過程で観察される現象であり、上皮細胞が高い運動能を有する間葉系細胞へと形質転換する現象のことである。EMT は TNF-α などの炎症性サイトカインが上皮細胞へ作用することで誘発されると考えられている。</p> <p>本研修では SiO₂ ナノ粒子を用いてマクロファージ (RAW264.7) を刺激しサイトカインを放出させ、そのサイトカインを含む培地を用いてヒト肺胞基底上皮腺癌細胞 (A549) を培養することで、EMT が誘導されるか検証することを目的とした。検証方法として、上皮細胞に高発現している E-cadherin や間葉系細胞に特有の N-cadherin 及び Vimentin を標的に遺伝子解析を行った。E-cadherin については抗体を用いた免疫染色も行い、発現状況を確認した。</p>
研修の成果等	<p>培地条件</p> <p>a RAW264.7 を培養中の MEM 培地に SiO₂ ナノ粒子を添加し、20 時間経過後の培養上清液</p> <p>b MEM 培地に SiO₂ ナノ粒子を添加し、20 時間後の培養上清液</p> <p>c RAW264.7 を 20 時間培養した MEM 培地の培養上清液</p> <p>d MEM 培地</p> <p>上記の条件に則り作製した培地を用いて、A549 を 7 日間培養した後の細胞形態を位相差顕微鏡にて観察した (Fig. 1)。その結果、a 及び c において間葉系細胞の特徴を示す細胞が多く観察できた。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-start;"> <div style="text-align: center;"> <p>(a)</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>(b)</p>  </div> </div>

Real time PCR



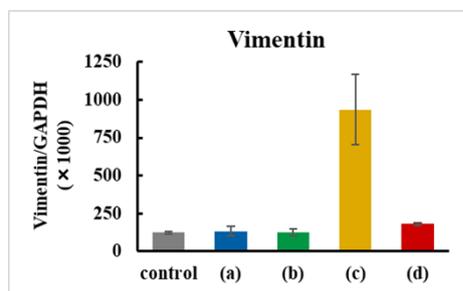
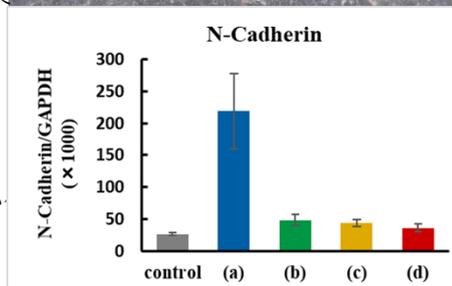
(c)

(d)

Fig. 2 各培地条件 (a)~(d) に従い作製した培地中で7日間培養した A549 のリアルタイム PCR 測定結果



Fig. 1 各培地条件 (a)~(d) に従い A549 の観察結果



リアルタイム PCR により E-Cadherin、N-Cadherin 及び Vimentin の発現量を定量した (Fig. 2)。また DMEM 培地中で培養した A549 を control とした。測定の結果、まず E-cadherin についてはプライマーに問題があり、正確な測定が出来なかったため有益な結果を得ることが出来なかった。次に N-cadherin については、a のみ発現量が著しく高かったことから、SiO₂ ナノ粒子でマクロファージを刺激しサイトカインを放出させた MEM 培地中において、A549 は予想通り EMT を引き起こすと考えられる。また c のみ Vimentin の発現量が明瞭に高かった。このことから、c においても、EMT が引き起こされている可能性が示唆された。a においても Vimentin の発現量が高くなることが予想されたが、他の条件と変わらない程度の発現であった。

免疫染色

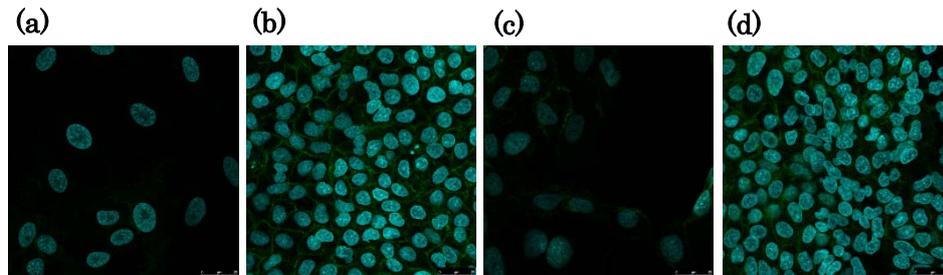


Fig. 3 各培地条件 (a)~(d) に従い作製した培地中で 7 日間培養した A549 の蛍光染色観察結果

E-Cadherin を標的に免疫染色を行った (Fig. 3)。結果、a では E-Cadherin の蛍光がほとんど観測されず核も散在しており、上皮細胞の特徴が完全に失われていた。また c も同様の結果が得られたが、若干 E-Cadherin の存在が確認でき、核が密集しているところが見受けられた。b 及び d は同様に核が密集しており、その周辺に E-Cadherin が核を取り囲むように発現している様子が観察された。これは上皮細胞の典型的な特徴を示していた。

考察

まず培地条件 b 及び d において EMT が引き起こされなかったことから、EMT を惹起させる為にはマクロファージによるサイトカインの産生が必須であることがわかった。次に Fig. 2 の培地条件 a において N-Cadherin が高発現していたことから、SiO₂ ナノ粒子でマクロファージを刺激しサイトカインを放出させた MEM 培地中で A549 を培養すると EMT を引き起こすことが示唆され、免疫染色ではこの事実を裏付けるような観察結果が得られた。しかし培地条件 c で培養した A549 でも間葉系細胞の特徴を示す細胞が見受けられた。これは培地の回収に用いたマクロファージがオーバーコンフルエントの状態にあり、ナノ粒子刺激を与える前からサイトカインを放出していたのではないかと思われる。

本実験結果より EMT を引き起こすにはサイトカインが必須であり、ナノ粒子添加はサイトカイン産生を増強し、間接的に EMT を促進させることを見出した。今後はマクロファージの状態にも注意を払い培養時間を変更することで、転換に要する時間や、形態変化中の細胞の状態など、EMT に関するさらなる知見が得られると期待できる。

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	佐賀大学大学院 先進健康科学研究科 M1
研修テーマ	細胞実験基礎講習
研修先	物質・材料機構
受入担当者	服部 晋也、箕輪 貴司
研修期間	8/26～8/30 (5日間)
研修内容	<p>上皮間葉移行 (EMT) は胚発生・器官形成、炎症・創傷治癒、腫瘍細胞の転移時に見られる上皮細胞の間葉系細胞への形質転換であり、炎症性サイトカインや TGF によって惹起される。本研修ではシリカ微粒子 SiO₂ で刺激したマクロファージ RAW264.7 の培養上清を、ヒト肺胞基底上皮腺癌細胞 A549 に添加し、EMT を誘導した。EMT によって生じる変化を解析するため、細胞形態の観察や上皮系マーカー及び間葉系マーカーについて遺伝子発現の解析を行った。</p>
研修の成果等	<p>クリーンベンチ内の作業や細胞培養操作を通して、細胞実験を行う上での基本的な技術を身に付けることができた。初めての実験操作も多かったが、実習に入る前に内容を丁寧に説明して頂き、原理やその操作と意味をよく理解しながら実験を進めることができた。</p> <p>顕微鏡観察では位相差顕微鏡と共焦点顕微鏡を使用した。位相差顕微鏡は細胞を無染色で観察することができ、EMT を起こした細胞が伸展している様子が確認できた。さらに、核染色と上皮系マーカー E-cadherin の抗体染色を行い、共焦点顕微鏡にて観察を行った。EMT を起こした細胞において、核の散在や E-cadherin の減少が鮮明に確認できた。</p> <p>遺伝子発現解析では、RNA 抽出、逆転写、リアルタイム PCR と一連の流れを行った。EMT を起こした細胞において、間葉系マーカー N-cadherin の著しい上昇が確認できた。</p> <p>実際に期待する結果にならなかったものもあったが、その原因について考察し、より理解を深めることができた。</p> <p>本研修で、より正確な細胞操作を習得し、自身の課題も見出すことができた。また、初めて経験する実験も多く、新たな知識や技術を得ることができた。そして実験だけでなく、研究機関の見学や研究者や他大学の方々との交流はとても貴重な経験であり、良い刺激をもらえた。今回得られた成果を活かし、今後より良い研究生活を送れるように努めたい。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	神戸大学 B3
研修テーマ	分子研夏の体験入学 2019
研修先	分子科学研究所・飯野グループ
受入担当者	飯野亮太
研修期間	2019年8月6日～8月9日
研修内容	<p>飯野グループで、分子モーターと呼ばれるたんぱく質の一分子観察を行った。分子モーターは、化学反応によってある一方向に進む挙動を示すためこのように呼ばれている。具体的には、キチンと呼ばれる甲殻類の殻の中に多く含まれる多糖類を分解する「キチナーゼ」という分子モーター、また、生体内での物質輸送において重要な役割を果たす「キネシン」と呼ばれる分子モーターを観察した。</p>
研修の成果等	<p>キネシンの一分子観察においては、チューブリンというキネシンが歩く足場となるたんぱく質を調整した。チューブリンを固着したスライドガラスの上にキネシンをたらし、顕微鏡によってキネシンがチューブリンの上を進む様子を観察することができた（正確には、キネシンに金ナノ粒子をマーカーとして結合させ金ナノ粒子が散乱する光を観察した。）。</p> <p>また、スライドガラス上に散らした結晶化キチン上にキチナーゼをたらし、同様の手法で金ナノ粒子を結合させたキチナーゼが結晶化キチンを分解しながら進む様子を観察することができた。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	慶應義塾大学薬学部薬学科 学部5年
研修テーマ	ナノバイオデバイスによる分子・細胞計測の基礎技術習得
研修先	名古屋大学
受入担当者	馬場 嘉信
研修期間	8/19～8/23
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・ネガ型フォトレジスト・PDMS 等を使用してナノバイオデバイスを作成した。その際プラズマ処理による表面親水性の改善を図り、最終的にデバイスの流路に細胞を流し込み蛍光顕微鏡で観察した。 ・凍結細胞を起こし、細胞に量子ドット(QDs)を導入させた後、細胞固定・核/アクチン染色を行い、共焦点顕微鏡と超解像顕微鏡を用いて単一細胞イメージングを行った。
研修の成果等	<p>8月19日(1日目) ナノバイオデバイスの作成 シリコン基板上にフォトレジストをコーティングし、マスクアライナでフォトマスクの微細パターンを転写し現像した。その後トリクロロシランでコーティングし、PDMSを流し込んだ。</p> <p>8月20日(2日目) 凍結細胞を起こして培養 DMEM/F-12+FBS20%+Penicillin1%培地に融解したASCを加えてセルカウント後10000cells持ち込みで培養した。</p> <p>8月21日(3日目) プラズマ処理によるPDMS表面の親水化処理 作成したデバイスの表面にプラズマ処理を施し表面の均一化や汚れの除去、親水化を試みた後、接触角計を用いて未処理群と処理群の接触角を測定し、親水性が改善していることを確認した。</p> <p>8月22日(4日目) 量子ドット(QDs)を細胞内に挿入 QDs・R8(オクタアルギニン)混合溶液を作成して細胞導入できる状態にした後、2日目に培養した細胞に混合してインキュベートした。</p> <p>8月23日(5日目) 細胞イメージング QDs導入細胞をPFAで固定後、アクチンと核を染色し共焦点顕微鏡・超解像顕微鏡でイメージングを行った。</p> <p>[総括] 今回のプログラムでは、ナノデバイス作成方法・基本的な細胞の扱い方・細胞染色方法・QDsの導入方法について知ることができたほか、単一細胞イメージングを体験することができた。 ナノデバイスの作成の手順としてはそれほど難しくなかったが随所に繊細な</p>

作業も存在し、デバイスの細胞流入率等はこの作業の正確さでも左右されるの
だろうと感じた。

基本的な細胞の扱いや染色方法について学ぶことで、今後 *in vitro* の実験を行
う上での基盤を得ることができた。特に QDs の扱いを学ぶことができたのは
大きく、QDs は励起光に対してほとんど退色せず、自家蛍光との発光寿命が異
なることから時間差測定をすることで自家蛍光の影響を低減させることもで
きるという特徴を持つので、QDs を用いた *in vivo* イメージングについても興
味が出た。

このように、ナノスケールの材料・デバイスをバイオに応用する手法やその展
望について、この研修を通して学ぶことができた。そのため自分の今後の実験
やそれに付随する考え方が広がったと言える。

又、異分野の研究をされている方や自分と同じ菌の研究をされている方まで幅
広く交流することができ、とても良い刺激になった。

今回得た経験はとても貴重であり、この経験を今後生かして今後の研究を頑張
りたいと感じた。

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東北大学大学院理学研究科化学専攻 博士前期課程 2年
研修テーマ	ナノ粒子の合成とその STEM 観察
研修先	奈良先端科学技術大学院大学
受入担当者	中嶋 琢也・宮家 和宏
研修期間	令和元年 8月21日～8月23日
研修内容	ナノ粒子について講義を通じて学んだ後、実際に金属・半導体ナノ粒子を合成する。続いて、走査透過電子顕微鏡 (STEM) について講義を通じて学んだ後、実際に STEM を用いて合成したナノ粒子の形態を観察する。
研修の成果等	<p>今回の研修では、一日目に α-硫化水銀のナノ粒子の合成を行った。このナノ粒子は、ナノ粒子の形成の際にキラル配位子が共存すると片方のキラリティをもつナノ粒子を選択的に合成することができ、実際に D 体のキラル配位子を混合することでキラルナノ粒子の合成を体験することができた。</p> <p>二日目は主に TEM や STEM の基本原理や収差についての講義を受け、研修で使う STEM について理解することができた。特に収差に関しては、普段使っている光学顕微鏡ではあまり気にならない程度であるが、ナノスケールを観察する STEM では収差をどれだけ正確に補正するかが鍵となっていることを知り、感銘を受けた。</p> <p>二日目の後半と三日目にかけて、STEM を使って本研修で自分が合成したナノ粒子を観察した。合成反応初期と反応終了後のナノ粒子それぞれを観察し、実際にナノ粒子が成長したことやどの粒子も同じくらいの大きさになっていることが分かった。また、反応終了後のナノ粒子を観察した際、ナノ粒子の内部に水銀原子が規則正しく並んでおり、結晶を構成していることが確認できた。今回は時間の都合上、ナノ粒子のキラリティの発現は確認できなかったが、実際にキラリティが発現したデータを見せてもらうことはできた。</p> <p>最後に、今回の研修で得た金属ナノ粒子や STEM の知識を活かし、自分が行っている有機合成反応や反応開発につなげていきたいと思った。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	鳥取大学 農学部 生命環境農学科 農芸化学3年
研修テーマ	ナノ粒子の合成とその STEM 観察
研修先	奈良先端科学技術大学院大学
受入担当者	中嶋 琢也、宮家 和宏
研修期間	2019年8月21日~8月23日
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・講義 (ナノ粒子) ・実験 (ナノ粒子作製(キラルα-硫化水銀ナノ結晶),吸収スペクトル測定, STEM 用検体作製) ・講義 (STEM を中心とした電子顕微鏡の原理) ・見学 (SEM,TEM 装置) ・実習 (STEM 基本操作,合成したナノ粒子の STEM 観察) <p><u>研修目的</u> ナノ粒子の基礎知識の習得 電子顕微鏡の原理の理解と STEM の基本操作の理解</p>
研修の成果等	<p>ナノ粒子の形成過程を見るべく、反応途中の試料(黒色溶液)と反応が終了した試料(橙色溶液)の吸収スペクトルを測った。それぞれの吸収スペクトルの結果から、反応途中の試料にはノンキラルβ-HgS ナノ結晶とキラルα-HgS ナノ結晶が共存していることがわかった。また、反応終了後の試料はスペクトルの特徴から目的物であるキラルα-HgS ナノ結晶を合成できたことがわかった。</p> <p>ナノ結晶が合成できたかどうかを STEM 観察により更に詳しく見た。</p> <p>反応終了後の試料の HAADF STEM 像では、単一結晶性のα-HgS ナノ結晶が観察された。以上の吸収スペクトルと STEM での観察結果から、ナノ結晶は合成でき、その形成過程を STEM で観察することができた。</p> <p>成果発表会において、口頭発表やポスター発表を行い、他の学生との交流等、研究室に配属する前の貴重な経験となった。</p> <p><u>感想</u></p> <p>高校で自身が行っていた研究で電子顕微鏡の像のデータを使っていたが、実操作をした事がなかった為、本研修で原理から操作まで経験できて良かった。</p> <p>また、本研修で作製したナノ粒子の合成操作は単純であったが、ナノ粒子にも様々なものがあるのだと講義を通して理解でき、異分野であるナノテクノロジーに対する興味が更に深まって良かった。</p> <p>本研修でお世話になった先生方、職員の皆様、ホスト研究室の皆様、ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラムに携わるすべての皆様に感謝申し上げます。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	名古屋大学大学院 理学研究科 修士前期課程一年
研修テーマ	RF スパッタ装置による透明導電膜(ITO 膜)の成膜とその評価
研修先	大阪大学ナノテクノロジー設備供用拠点分子・物質合成プラットフォーム
受入担当者	北島 彰
研修期間	2019年8月6日～2019年8月9日
研修内容	RF スパッタ装置に酸素がすのフローレートを変えて成膜を行い、それぞれのフローレートで成膜したものに対して四端子抵抗値測定や紫外可視分光光度計、触針式膜厚計、走査型プローブ顕微鏡、薄膜X線回折測定器を使って多面的に成膜の評価を行い、どのように違いが出るのかを確かめた。
研修の成果等	酸素流量を増加させて成膜を行うことで、薄膜中の酸素欠損が減少し抵抗値が大幅に大きくなることが分かった。酸素を入れないで成膜すると ITO の組成の中の酸素原子が欠けてしまうことでインジウムやスズが余剰電子を持つことになって電流が流れやすくなっていたが、酸素を流入させながらスパッタを行うことで酸素欠損が減少し余剰電子が少なくなることで電流が流れにくくなったからだ。今回のプログラムの研修を通して、様々な方法で成膜の評価を行なったが、評価方法だけでなくなぜ成膜条件によって異なった結果が出るのかをしっかりと考えることができた。さらに紫外可視分光光度計での透過率の変化を評価した際に、どのサンプルも可視光域に透過率のピークが高いことが分かったが、それ以下の波長域ではサンプルによって透過率にばらつきがあることが発見された。私の研究課題において見たい波長が 178nm と低波長であるので注目すべき点であり、その原因の解明にはさらに他の評価や実験も必要とわかり今後の課題となってくる。今回の学生研修プログラムでは様々な評価方法を学ぶだけでなく成膜される仕組みなどを詳しく学ぶことができるとても有意義な研修であった。これからの研究活動においてこの研修での経験をしっかりと役立てていきたい。

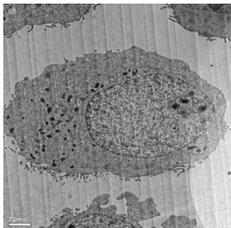
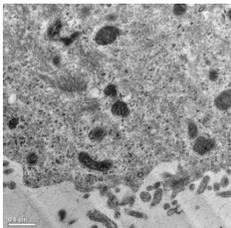
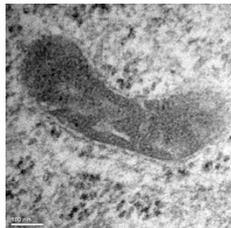
令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	大分大学大学院工学研究科 M1
研修テーマ	RF スパッタ装置による透明導電膜(ITO 膜)の成膜とその評価
研修先	大阪大学ナノテクノロジー設備拠点分子・物質合成プラットフォーム
受入担当者	北島彰先生
研修期間	2019/8/06~2019/8/09
研修内容	<p>In₂O₃:SnO₂=90:10(wt%)ターゲット(豊島製作所：純度 4N)を使い、Ar(+O₂)フロー条件下で ITO 膜の最適成膜条件を求める。</p> <p>さらに、走査型プローブ顕微鏡・X 線回折測定による薄膜評価方法の基礎を学ぶ。</p>
研修の成果等	<p>高周波スパッタ装置で石英ガラス基板と N 型 Si 基板に酸素流量比を変化させて ITO 薄膜をスパッタしたところ、酸素流量比が高くなるにつれシート抵抗は大きくなり、表面形状はスパッタした粒子の粒が細かくなることがわかった。透過率に関しては多少波長のズレがあったものの条件 1~5 は可視光波長の範囲で成膜できた。</p> <p>私の研究している抵抗変化型メモリ(ReRAM)は高抵抗であり、さらに成膜後の表面が滑らかであることが望ましいので、今回の研修を活かしスパッタする際に今後は酸素流量比も考慮し、さらに今回膜厚やシート抵抗、表面形状についての膜の評価方法も学ぶことができたので、ReRAM デバイスを作成した際には一つの評価指標としてこれらの評価を行いたい。</p> <p>研修中に講義も行っていただき、ITO 薄膜のことだけでなく、薄膜成長の際に基板上で原子が拡散したり結晶格子への原子の取り込みが生じたりすることや、薄膜結晶成長の制御には成膜スピード、温度、溶けた後の結合などが重要なポイントであることも学ぶことができた。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

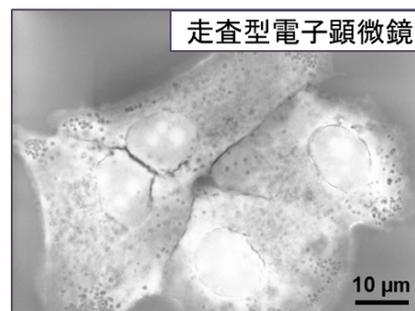
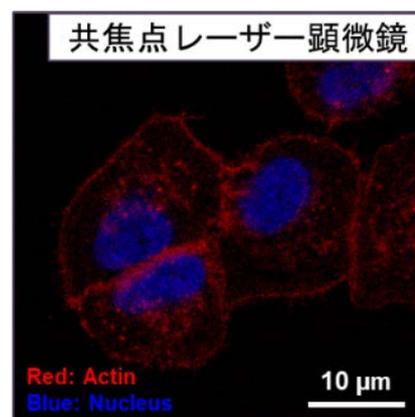
所属・学年	早稲田大学 創造理工学部 総合機械工学科 4年
研修テーマ	ナノカーボンの可溶化と分光分析およびナノ構造解析の実習
研修先	九州大学
受入担当者	後藤 雅宏、利光 史行
研修期間	8/5~8/7 (3日間)
研修内容	<p>カーボンナノチューブとグラフェンの可溶化と構造解析の基礎を習得する。種々の可溶化剤を用いて分散したナノカーボン溶液について、紫外可視近赤外吸収分光、顕微ラマン分光、そして近赤外蛍光分析装置などのスペクトル測定法から、ナノ構造とスペクトルの相関を観測する。また、走査型電子顕微鏡、走査型プローブ顕微鏡による構造観測と、計算化学によるシミュレーションを併用し、ナノカーボンの構造解析技術を習得する。</p>
研修の成果等	<p>単層カーボンナノチューブ(SWCNT)は、π共役炭素の特徴的な一次元構造と、巻き方により様々な電子状態の違いを示す構造異性体群を有する炭素同位体である。しかし、特定の構造異性体（本研修では半導体性を有する構造異性体）を抽出するのが難しいため、SWCNTを可溶化することで抽出した。まず、SWCNTとフラビンをトルエンと共に混合し、超音波処理を行うとフラビンが表面に付着したSWCNTが得られた。つづいて、遠心分離を行うと金属性のSWCNTが沈殿し、半導体性のSWCNTが上澄みとして得られるという特性を生かして、半導体性のSWCNTを分離した。</p> <p>さらに、得られたSWCNTが半導体性のSWCNTであることを確かめるために各種分析を行った。紫外可視近赤外分光測定装置による分析では、半導体性のSWCNTで見られる1000[nm]付近のピークが観測されたことから半導体性のSWCNTの分離が確認された。高速レーザーラマン顕微鏡による分析では、SWCNTに含まれる炭素原子の平面内運動に由来するGバンドが観測されたことからSWCNTが試料内に含まれていることが確認された。そして、原子間力顕微鏡を用いた分析では、SWCNTが1本ずつ分かれており、表面に付着したフラビンも除去されている様子が観測された。これらの分析から、半導体性のSWCNTは正しく分離されたといえる。</p> <p>以上の研修を通して、SWCNTをはじめとしたナノ材料に関する知識が大変深まった。また、自身の研究はナノ材料をはじめとした高分子をナノスケールで計測する手法の研究なのだが、普段とは全く違う視点からナノスケールの現象やその分析について学ぶことができることができ、大変有意義で今後につながる研修にすることができた。</p>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	大阪市立大学大学院 医学研究科 博士課程 1年
研修テーマ	動物細胞の電子顕微鏡観察実習
研修先	物質・材料研究機構 千現地区
受入担当者	鴻田 一絵、森田 浩美、箕輪 貴司
研修期間	8/26～8/30
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・細胞培養の基礎 ・光学顕微鏡および電子顕微鏡の座学 ・共焦点レーザ蛍光顕微鏡自習 ・簡易走査型電子顕微鏡実習 ・透過型電子顕微鏡実習
研修の成果等	<p>実習では、ヒト肺胞基底上皮腺癌細胞である A549 細胞とマウス頭蓋冠由来繊維芽細胞である MC3T3-E1 株を用いた。</p> <p>共焦点レーザ蛍光顕微鏡を用いた実習では、A549 細胞および MC3T3 細胞をファロイジンおよび DAPI で染色し観察を行った。両細胞ともアクチン(ファロイジン)と核(DAPI)で染色することができた。鮮明な図が得られた。</p> <p>走査型電子顕微鏡を用いた実習では、両細胞を TI ブルー染色キットにて染色し観察した。A549 細胞は、細胞表面を綺麗に観察できたが、MC3T3 細胞は観察できなかった。原因として染色に失敗した可能性が考えられる。</p> <p>透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた実習は、A549 細胞のみを用いて行った。実習では、A549 細胞を化学固定、脱水した後にエポキシ樹脂に包埋した。作成した樹脂からウルトラミクロトームを用い厚さ 100 nm 以下の切片を作成した。その後、切片を EM ステイナーで染色し乾燥後観察した。TEM 用試料作成は非常に煩雑で技術が必要であり難しかった。しかしながら、A549 細胞を 4 千倍~12 万倍の倍率で観察することに成功した(図 1-3)。さらにミトコンドリアなどの細胞小器官の観察にも成功した(図 3)。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>図 1</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図 2</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図 3</p> </div> </div>

令和元年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	帝京大学大学院 薬学研究科 博士課程 1年
研修テーマ	No.43 動物細胞の電子顕微鏡観察実習
研修先	国立研究開発法人 物質・材料研究機構 (NIMS)
受入担当者	鴻田 一絵、森田 浩美、箕輪 貴司
研修期間	8月26日(月)～8月30日(金)
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・細胞の培養および継代 ・共焦点レーザー顕微鏡による免疫染色した細胞の観察 ・卓上走査型電子顕微鏡による細胞表面の観察 ・透過型電子顕微鏡による細胞内構造の観察
研修の成果等	<p>様々な顕微鏡を用いて、培養した A549 (ヒト肺腺がん細胞) の観察実習を行った。ファロイジンおよび DAPI で免疫染色を行い、共焦点レーザー顕微鏡 (TCS SP5) で観察した。その結果、アクチン繊維と核を観察することができた。</p> <p>また、TI ブルーによる染色後、卓上走査型電子顕微鏡 (Miniscope TM3000) で A549 を観察した。その結果、細胞表面の凸凹を観察することができた。</p> <p>さらに、透過型電子顕微鏡 (JEM-2100) で細胞内の観察も行った。まず、2.5%グルタルアルデヒドおよび 2%パラホルムアルデヒドで A549 を前固定し、1%四酸化オスミウムで後固定を行った。その後、細胞を寒天で固め、エタノールで脱水した。脱水した細胞をプロピレンオキサイドで置換し、エポキシ樹脂 (spurr) で置換した。シリコンモールドに包埋後、70°Cで樹脂を硬化し樹脂ブロックを作製した。この樹脂ブロックをウルトラマイクロトームでトリミングし、70 nm 厚の超薄切片を作製した。作成した切片は支持膜付きグリッドにマウントし、EM ステイナーおよび鉛染色液で二重染色した。電子染色を行った切片を電子顕微鏡で観</p>



察した。その結果、細胞内の構造をナノオーダーで観察することに成功した。A549の細胞質と核が観察でき、さらに拡大してみると細胞内小器官の一つであるミトコンドリアが観察できた。

本研修を通じて、共焦点レーザー顕微鏡、走査型電子顕微鏡、透過型電子顕微鏡の基本的な扱い方や、観察するための細胞処理方法についての技術を習得することができた。今後は本研修で身に着けた技術を生かし、自分で調製した粒子の構造を透過型電子顕微鏡で観察したいと考えている。

