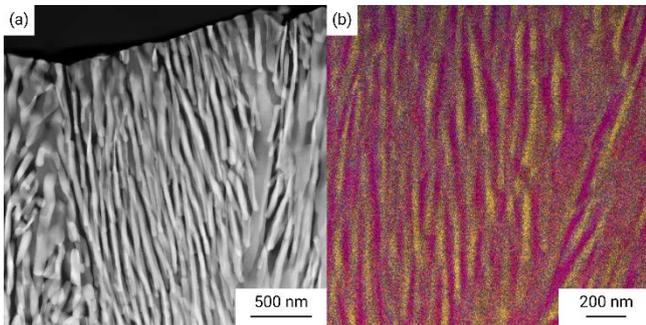


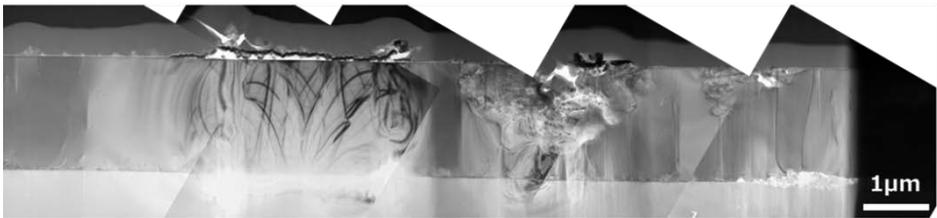
平成30年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	埼玉大学 理学部基礎化学科 中林・吉川研究室 学部4年
研修テーマ	走査型プローブ顕微鏡による表面原子構造の観察・解析
研修先	北海道大学
受入担当者	柴山環樹教授, 松尾保孝教授 アグス・スバギョ特任教授
研修期間	8月6日～8月8日
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・ SPM に関する講義 ・ 直流電解研磨法による W 探針の作製 ・ W 探針の形状評価(SEM) ・ 探針のクリーニング ・ Si(111)表面のクリーニング ・ Si(111)表面の観察 ・ HOPG 表面の観察 ・ Au(111)表面の観察 ・ データ解析
研修の成果等	<p>・ SPM に関する講義や、実際に STM を用いた表面観察を行うことによって、普段研究で用いている AFM の動作原理について一層の理解を得ることができた。</p> <p>・ 普段は液中観察を行っているが、研修中に行った真空中での観察では試料表面のクリーニング方法が全く異なっており、測定環境によって様々なクリーニング方法があることを学べた。</p> <p>・ 自ら作製した W 探針の先端を SEM で観察することで探針の最先端の形状が SPM のイメージングにおいて非常に重要であるということが理解できた。</p> <p>・ STM は AFM と同様にユーザーの装置に対する知識や慣れが大事だということが分かった。</p> <p>外部の研究室に単身で出張するという普段ではなかなかできない体験を通して、研究室にこもっているだけでは決して得られない新たな価値観や知識を得ることができた。また他分野の研究者の方や学生と交流することによって自分の興味の幅を広げることができた。</p>

平成30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 博士課程前期 (修士課程) 1年
研修テーマ	FIBによる電顕観察試料作製とTEMによる観察・分析の研修
研修先	東北大学
受入担当者	今野様 (教授), 西嶋様 (准教授), 兒玉様 (研究員), 竹中様 (助手)
研修期間	2018 8/20-8/23
研修内容	<p>8/20 集合, および自己紹介を行ったのち, FIB-SEMの原理解説および操作方法についてご指導いただき, 実際に薄膜試料作製を行った.</p> <p>8/21-8/22 FIB-SEMでの薄膜化を続けて行った.</p> <p>8/23 TEMによる微細組織観察およびSTEM, EDXによる元素分析および元素マッピングを行った.</p>
研修の成果等	<p>Figure 1 に合成した $\text{HfO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 複合膜 (以下, 複合膜) の TEM および STEM-EDX マッピング像をそれぞれ示す. TEM による観察により, 研修者が MOCVD 法にて合成した複合膜は柱状晶の内部に樹枝状晶が同時発達している特異的なナノ構造を呈していた (Fig. 1 (a)). また, STEM-EDX マッピング像により, 複合膜における柱状晶および樹枝状晶からはそれぞれ Al-K 線および Hf-M 線が検出されたことから, 柱状晶は Al_2O_3, 樹枝状晶は HfO_2 であると考察された (Fig. 1 (b)).</p> <p>当研修プログラムを通じて, FIB-SEM および TEM 観察方法を学ぶと同時に SEM では観察不可能なナノスケールレベルの観察, 像を取得することができた. また他大学の研究者と密接に関わる機会を得ることができ, 研究に関するディスカッションをすることができたため, 単なる研修プログラムにとどまらない成果を得ることができた. 今後は, TEM による観察について理解を深めるとともに, 気相からの共晶成長の学理構築を行う.</p> <p>研修に際しまして, ご指導いただきました受け入れ担当者の皆様に深く御礼申し上げます.</p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>Fig. 1 (a) STEM and (b) STEM-EDX mapping image of $\text{HfO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ nanocomposite films by laser chemical vapor deposition. Red and yellow indicate Al-K and Hf-M respectively.</p>

平成30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	徳島大学大学院先端技術科学教育部博士前期過程1年										
研修テーマ	No.2 「FIBによる電顕観察試料作製とTEMによる観察・分析の研修」										
研修先	東北大学										
受入担当者	今野 豊彦,西嶋 雅彦										
研修期間	8/20～8/23(4日間)										
研修内容	<table style="width:100%; border:none;"> <tr> <td style="width:50%; text-align:center;">午前</td> <td style="width:50%; text-align:center;">午後</td> </tr> <tr> <td>1日目</td> <td>集合、見学、FIB-TEM 試料作成等 13:00 集合</td> </tr> <tr> <td>2日目 FIB-TEM 試料作成</td> <td>FIB-TEM 試料作成</td> </tr> <tr> <td>3日目 FIB-TEM 試料作成</td> <td>FIB-TEM 試料作成</td> </tr> <tr> <td>4日目 FIB-TEM 試料作成</td> <td>TEM 実験、データ整理、まとめ 17:00 終了</td> </tr> </table>	午前	午後	1日目	集合、見学、FIB-TEM 試料作成等 13:00 集合	2日目 FIB-TEM 試料作成	FIB-TEM 試料作成	3日目 FIB-TEM 試料作成	FIB-TEM 試料作成	4日目 FIB-TEM 試料作成	TEM 実験、データ整理、まとめ 17:00 終了
午前	午後										
1日目	集合、見学、FIB-TEM 試料作成等 13:00 集合										
2日目 FIB-TEM 試料作成	FIB-TEM 試料作成										
3日目 FIB-TEM 試料作成	FIB-TEM 試料作成										
4日目 FIB-TEM 試料作成	TEM 実験、データ整理、まとめ 17:00 終了										
研修の成果等	<p>今回の研修では、FIBによるTEM観察用薄膜試料作製とTEM観察を実習、実体験することで、FIB,TEMの操作技術と共にノウハウを学ぶことが出来ました。また、今回私が研究している新規材料の観察のため、実験試料を持ち込んで試料作成とTEMによる観察を行った所、非常に興味深い観察結果が得られ、研究の成果も持ち帰ることが出来ました。FIBとTEM実験のブラックボックスをなくすという期待を満足した事に加えて、同世代の研究生や先輩であるホスト研究者の方々とも交流を行う事ができ、深い知識や様々な考えに触れたことも良い経験となりました。</p> <div style="text-align:center;">  </div> <p style="text-align:center;">研修で観察したTEM像(BF)</p>										

平成30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	東京理科大学大学院工学研究科工業化学専攻修士1年
研修テーマ	FIBによる試料作製とTEMによる観察・分析
研修先	物質・材料研究機構
受入担当者	竹口雅樹
研修期間	2018年7月30日～8月3日
研修内容	<p>一日目：電子顕微鏡に関する講義、FIB実習①（職員の方の操作の見学）</p> <p>二日目：FIB実習②（職員の方の説明とともに、TEM試料薄片を完成させた）</p> <p>三日目：FIB実習③（参加者が主体になって、TEM試料薄片を完成させた）</p> <p>四日目：TEM実習①（回折パターンを観察、表面の微細構造を観察）</p> <p>五日目：TEM実習②（今回作製した試料を用いてSTEM観察、EDSによる元素マッピング）、職員の方と研修の振り返りとディスカッション</p>
研修の成果等	<p>私を含め参加者全員、FIBの取り扱い経験がなかったが、職員の方の手厚いサポートにより、最終的に参加者が主体になって試料を完成させることができた。特に、一日目や二日目に操作の流れやそれぞれの加工の意味について説明しながら教えていただいたため、よく理解できた。加工の中では、仕上げ加工というTEM観察のために試料をなるべく薄くする操作がとても難しかった。削りすぎると試料がなくなってしまうという説明を受けたため、慎重に行っていたが、それゆえにやや厚い試料となってしまった。TEM観察では、まず三日目に作製した試料を観察したが、試料が厚かったため、回折パターンやアモルファス・多結晶・単結晶の観察が困難であり、別の試料を用いて、観察を行った。このとき、良いTEMデータを得るには、加工が重要であることを肌で感じた。また、SEMと比較すると調整が難しく、また倍率を上げる際、明るさも調節する必要がある、慣れるまで大変であった。最終日は三日目に作製した試料を用いて、EDSによる元素マッピングを行った。マッピングにより、微細部位の材料を特定することができた。半導体の構成材料についての知識を持ち合わせていなかったため、研修後に文献等で調べ、理解を深めた。</p> <p>普段、研究室の中では決まったメンバーや先生と共に過ごしているが、今回、様々な分野の学生や職員の方と交流しながら研修を行うことで、視野が広がった。</p>

平成30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	兵庫県立大学 理学部 物質科学科 B4
研修テーマ	No.3「FIBによる試料作製とTEMによる観察・分析の研修」
研修先	物質・材料研究機構
受入担当者	竹口 雅樹 様
研修期間	平成30年7月30日～8月3日
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・ FIB装置 (NB5000) を用いて、集積回路から試料を切り出し TEM 観察用に調製した。 ・ TEM (JEM-2100F) を用いて、上記の試料について様々な観察・分析 (透過電子像、電子回折像、HAADF 像、LAADF 像の観察、STEM-EDS による元素マッピング) を行った。
研修の成果等	<p>私がこれまで触れたことのない FIB および TEM についての基礎的な知識を座学と実習を通じて学ぶことができた。</p> <p>FIB 装置については実際に自分たちが装置を操作して加工を行うことで、加工に相応の時間を要することや、TEM 観察を行えるまでの厚さに薄膜化することの大変さを実感することができた。</p> <p>TEM についても、指導をしていただきながら自分たちが操作して観察・分析を行った。TEM に馴染みのない私にとっては単に高倍率の像を得られるというだけでも新鮮だったが、HAADF・LAADF といった手法での観察や STEM-EDS による元素マッピングを行えることを学べたことはとても有意義な経験だったと思う。</p> <p>今後自身の研究を進める上で FIB や TEM を必要としたときには、今回の経験を活かしたい。</p> <p>また、成果発表会にてスライドを使った口頭発表やポスター発表を行ったことも、これまで私が行ったことのないことで貴重な経験だった。ほかの学生の発表やポスターを見て自分の至らない点を見つけることができたので、今後の学会発表などの際により良いプレゼンテーションを行うための糧としたい。</p>

平成30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	鳥取大学大学院 工学研究科 化学・生物応用工学専攻 応用化学講座 博士後期課程 1年
研修テーマ	走査型ヘリウムイオン顕微鏡 (SHIM) 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18日(水)~20日(金)
研修内容	<p>1. SHIM についての講義</p> <p>NIMS の藤田 大介様から SHIM の概要, 基本理論から利用成果, 応用例について講義を受けた.</p> <p>2. 基礎操作研修</p> <p>Au 微粒子と, W-Al 合金の樹状結晶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>3. 応用操作研修</p> <p>Al 箔に各画像パターンをナノスケールでプリントした. また同様の手法で Pt 前駆体のガスを導入しながらナノスケールで Pt を堆積させた.</p> <p>4. 持ち込み試料の観察</p> <p>鳥取大学にて合成した試料 (試料①: ナノポーラス WO₃ 皮膜 (NPW) 基板の上に, 凝集した Ca₂FeCoO₅ (CFCO) 微粒子を堆積, 試料②: NPW 基板の上に粒子径数 nm の CFCO 前駆体を堆積, 基板上で CFCO を合成) を観察した.</p>

研修の成果
等

1. SHIM についての講義

今回の研修で使用する SHIM の概要・理論を大変わかりやすく説明していただき、利用成果や応用例まで知識を得ることができた。

2. 基礎操作研修

Au 微粒子のイメージング (図 1) では、粒子径 100 nm 程度の Au 微粒子上に粒子径 10 nm 程度の Au 超微粒子を SE 像として取得できた。

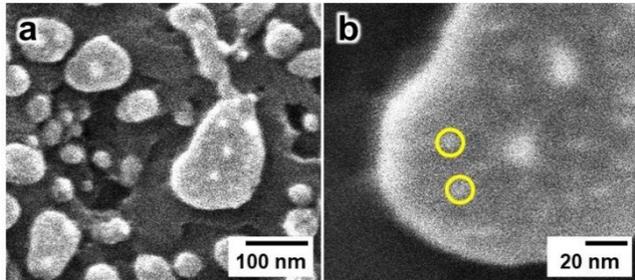


図 1 SHIM による Au 微粒子の SE 像 (a: 低倍率, b: 高倍率).

W-Al 合金の樹状結晶のイメージング (図 2) では、上と同様に、凸部分がより明るく示されているように、表面形状の違いを大きく反映したコントラストの SE 像を取得できた (図 2a). 一方で、W を多く含む部分がより明るく示されている化学組成の違いを大きく反映したコントラストの BSI 像を先程の SE 像と同時に取得できた (図 2b).

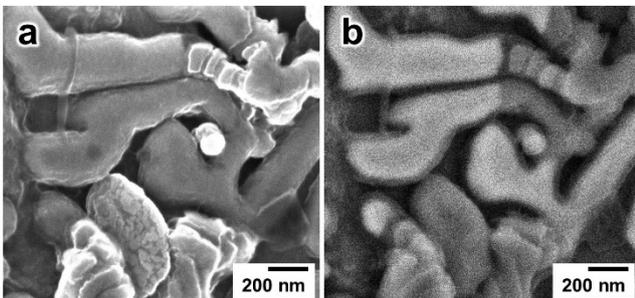


図 2 SHIM による W-Al 合金の樹状結晶における SE 像 (a) と BSI 像 (b).

続いてヤモリの足の裏のイメージングでは、観察試料が絶縁体であるため上記のように SE 像を所得できなかった。一方で、試料に

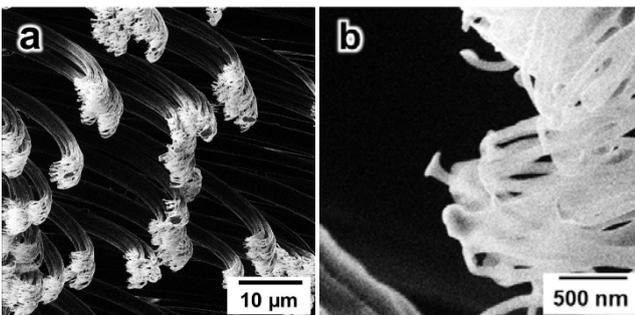


図 3 中和電子銃を併用した SHIM によるヤモリの足の裏の SE 像 (a: 低倍率, b: 高倍率).

He⁺ ビームと中和電子線を交互に照射することでのみ、図 3 のような SE 像を取得できた。

3. 応用操作研修

図 4 中の右上に示す各挿入図 (図 4a: NIMS, b: 鳥取大学のシンボルマーク, c: Katalab, 片田研究室) 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 4) をそれぞれ所得できた。ただし Al 箔のドリフトにより一部が潰れてしまった。

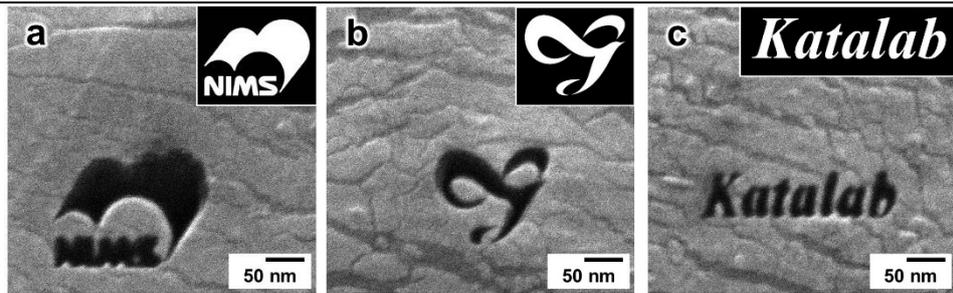


図4 SHIMによりNIMS (a), 鳥取大学のシンボルマーク (b), Katalab (片田研究室, c) の画像または文字をナノスケールでプリントしたAl箔のSE像.

また同様に, 星形 (図 5a) または鳥取大学のシンボルマーク (図 5b) に従って He^+ 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 を堆積させることができた.

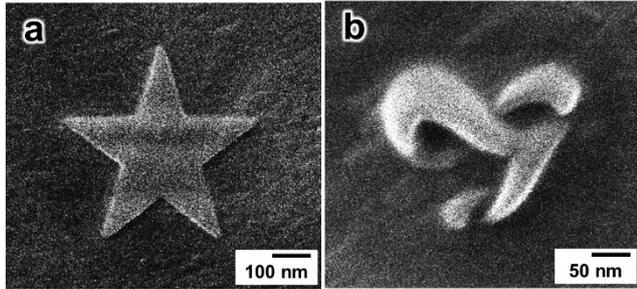


図5 Al 箔上に Pt を星形 (a) または鳥取大学のシンボルマーク (b) に堆積させた試料の SE 像.

4. 持ち込み試料の観察

試料① (図 6) では予想通り, NPW 基板の上に CFCO 微粒子の凝集体を観測した. さらにこの表面に 10 nm 程度の凹凸を一部観測できた.

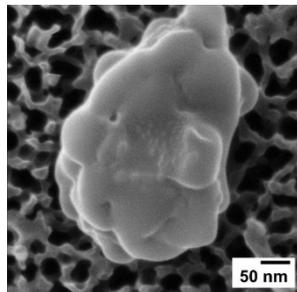


図6 NPW 基板の上に凝集した CFCO 微粒子を堆積させた試料の SE 像.

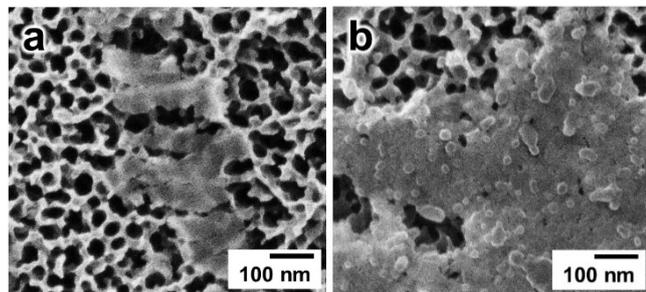


図7 NPW 基板の上に CFCO 前駆体を 2 V (a), または 8 V (b) 印加で堆積させた試料の表面 SE 像.

試料② (図 7) でも予想通り, NPW の細孔の一部を膜状生成物が塞いでいる部分を観測した. この試料の合成では, CFCO 前駆体分散液中で NPW に電圧を印加して電気泳動により細孔内へ担持している. 2 V 印加の試料 (図 7a) よりも印加電圧を 8 V と大きくすることでも上記の膜状生成物を観測した (図 7b). さらに, その上に粒子径が数十 nm の粒子状生成物も観測でき, CFCO の量が増大していた. また 8 V を印加した試料の断面観察を行ったが, NPW の細孔内を詳細に観察することはできず, 細孔内に担持されたような CFCO は観察できなかった (図 8).

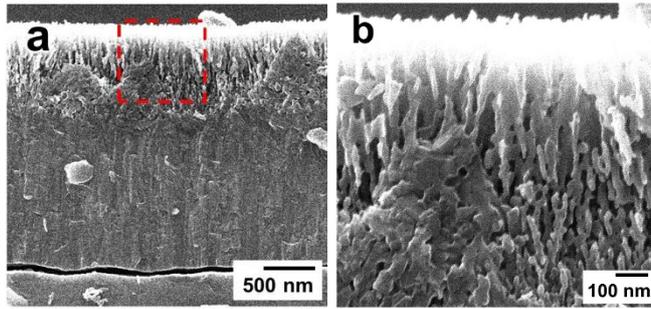


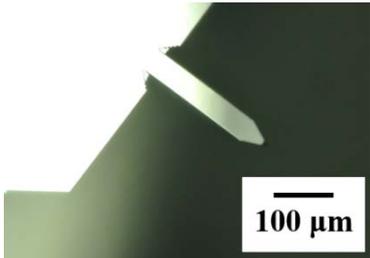
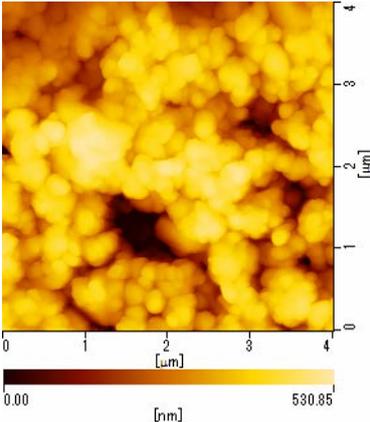
図8 NPW 基板の上に CFCO 前駆体を 8 V 印加で堆積させた試料の断面 (a) および細孔内の SE 像 (b). b は a 中の赤い破線内を拡大した.

上述した SHIM による試料①と②の観察結果は総じて鳥取大学の SEM によるものと同様であった. また試料② (8 V, 表面観察) で, 化学組成の違いを反映する BSI 像のイメージングを試みたが生成物が少量であるためか, これを取得することはできなかった.

平成30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	北見工業大学大学院マテリアル工学専攻 1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	物質・材料研究機構
受入担当者	鷺坂恵介
研修期間	8/29～8/31
研修内容	走査型トンネル顕微鏡(STM)の原理説明及び、STMを用いたSi(111)、Au(111)の原子分解能観察
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none"> ・ 走査型トンネル顕微鏡(STM)の基礎原理や、STMの運用に必要不可欠な真空についての知識を得ることができた。 ・ 実際にSTMの測定に用いる探針の作成から、電界イオン顕微鏡(FIM)を用いた探針の確認及びエッチングを行い、原子分解能を表す針を作ることができた。 ・ 試料導入から、チャンバー内での清浄試料作製方法を行った。 ・ STMを用いてSi(111)やAu(111)の原子分解能観察を行い、それぞれに特有な表面構造や原子配列、格子欠陥などを確認することができた。

平成30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 物質・化学系専攻 応用化学分野 無機化学研究グループ 博士後期課程 2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, 本田 暁紀 様, 七里 元晴 様, 平本 寛子 様, 石田 康二 様
研修期間	平成30年8月20日～24日 (5日間)
研修内容	<p>(1) 基礎事項の習得および実習 SPMの歴史・測定原理, カンチレバーの特性についての講義・実習</p> <p>(2) 持ち込み試料の測定 全固体ナトリウム用共焼結電極の形状測定及び電位分布測定(KFM)</p> <p>(3) 高速AFM測定 レジストの現像過程のその場観察</p>
研修の成果等	<p>(1) 基礎事項の習得および実習 カンチレバーのばね定数を Q 値と形状 (図1参照)、共振周波数から Sader 法を用いて算出した。カンチレバーに当てるレーザーの位置を変えて感度を比較した。</p>  <p>図1 カンチレバーの顕微鏡像.</p> <p>(2) 持ち込み試料の測定</p>  <p>図2 NASICON – Na_3BO_3 – NaCrO_2 共焼結正極の形状像。</p> <p>全固体ナトリウム用共焼結電極の形状測定および KFM 測定を、リアル表面プローブ顕微鏡(ANCF007, ANCF008) を利用して行った。形状測定より、ナノサイズの粒が液相焼結により、ネック成長および合体していることがわかった (図2)。</p> <p>KFM 測定を行う前に試料を平滑にするため、イオンリングによる加工を行った。NASICON 電解質 – Na_3BO_3 焼結助剤 – NaCrO_2 正極からなる充電前の共焼結正極では、一部で電位が高い部分があることがわかった (図3)。</p>

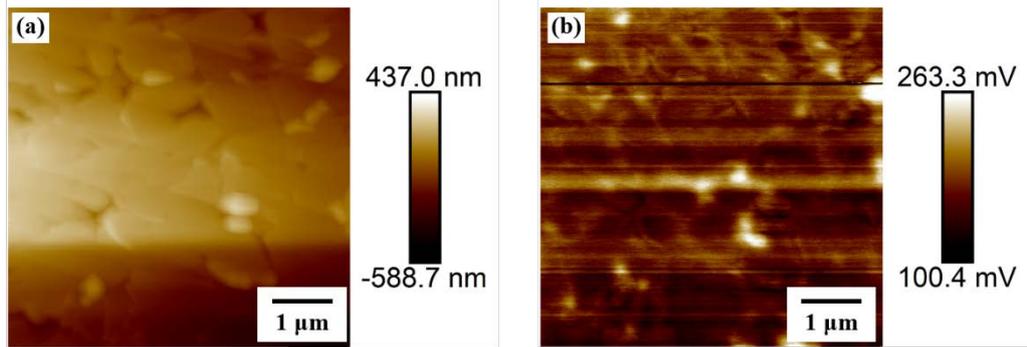


図3 充電前の NASICON- Na_3BO_3 - NaCrO_2 共焼結正極の(a)形状像と(b)KFM 像.

一方充電後では、全体的に均一な電位分布が得られた (図 4)。今後、充電前後の違いについて、考察を深めていく予定である。

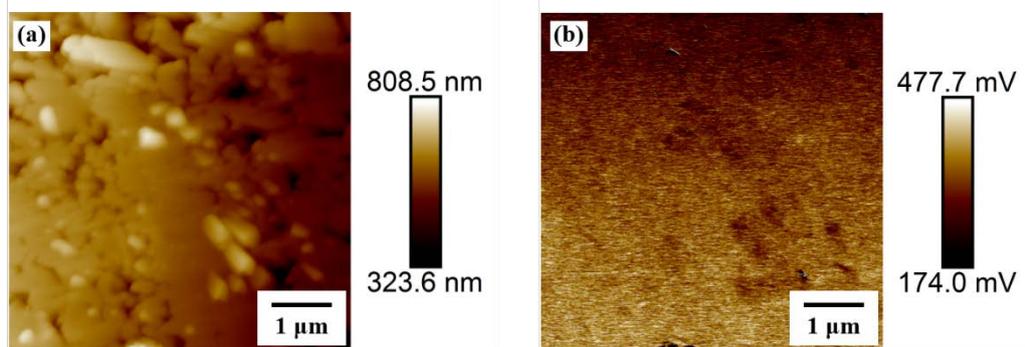


図4 充電後の NASICON- Na_3BO_3 - NaCrO_2 共焼結正極の(a)形状像と(b)KFM 像.

NaCrO_2 の代わりに $\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$ を用いた共焼結電極では、 NaCrO_2 と比較して粒の大きさが異なる様子が観察できた。

(3) 高速 AFM 測定

高速 AFM 測定により、レジストが現像される様子を、現像液中でその場観察した (図 5)。

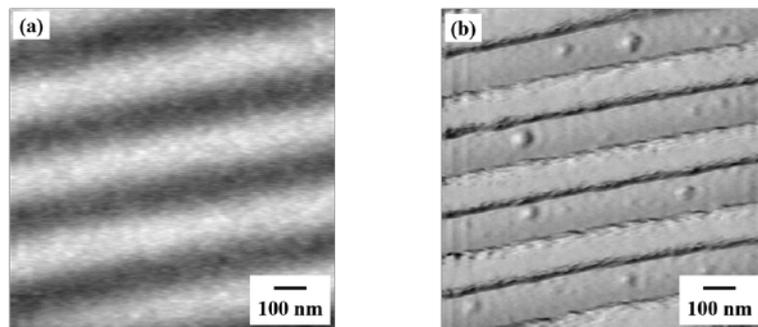


図5 (a)現像液灌流前と(b)灌流 172 秒後でのレジストのその場 AFM 像.

平成30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	大阪工業大学大学院 工学研究科 半導体エレクトロニクス研究系 次世代デバイスプロセス研究室 博士前期課程1年生
研修テーマ	No6. 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	国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計測標準総合センター 分析計測標準研究部門 ナノ顕微計測研究グループ
受入担当者	井藤浩志 主任研究員
研修期間	2018年8月20日から8月24日
研修内容	SPMの原理に関する講習を受けた後、SII製E-SweepとVeecoのDimension ICONを用いた実習を受け、カンチレバーのフォースカーブ測定を行いカンチレバーや探針の性質を学んだ。翌日からは持ち込んだサンプルの表面形状測定および断面形状測定の手順をご教授いただき、何度も測定実習を繰り返すことで装置を技術スタッフ立ち会いのもとで操作できるようになった。表面形状については私が研究しているミストCVD法で作製した試料のうち成膜温度420℃と470℃のものを用意してその表面構造の違いを明らかにした。断面については薄膜の厚みの薄さゆえにカンチレバーを最適な位置に配置するのに時間を要したが、スタッフの皆様と試行錯誤を重ね、基板部分と薄膜部分と思われる部分のそれぞれのSPM画像を得ることができた。研修期間中に産総研内のナノテクプラットフォーム事業用共用設備を見学する機会を設定していただき、微細解析部門の共用設備を詳しく学んだ。研修の最終日には高速AFMでレジストが現像液中で剥離していく様子を観察し、さまざまな種類のSPM測定への理解を深めることができた。5日間の研修を通して研究員および一緒に研修に参加した学生と測定に関することをはじめ様々な相談と議論ができた。

<p>研修の成果等</p>	<p>私が持ち込んだ試料はミストCVD法でC面サファイア基板上に成長させた酸化ガリウムの薄膜であり、まずDimension ICONを用いて表面の形状測定を行った。epsilon-Ga₂O₃およびalpha-Ga₂O₃それぞれの表面状態を5 μmから100nm四方までの範囲で観察した。同様にE-Sweepを用いても表面を観察した。E-sweepでの測定では本田暁紀氏(特別研究員)と石田康二氏(テクニカルスタッフ：以下TS)から装置の原理から画像の補正方法まで詳細な指導を受け、その後両SPM装置で断面の形状測定を行い測定範囲を変更しながら、基板部分と薄膜部分をそれぞれ観察した。研修に参加する前の段階でミストCVD法による成膜において温度が低い方の420℃の場合はepsilon-Ga₂O₃が形成され、高い方の470℃の場合はalpha-Ga₂O₃が成長することがXRD(X線回折法)による結晶解析で明らかであったが、この度の研修で薄膜の表面を観察した結果、成膜温度420℃ではボコボコとした半球状の凹凸が表面に広がった形状をしており、470℃では六角柱状の結晶粒が密集している様子が確認された。特にVeecoのDimension ICONを用いた測定では表面形状が細部まで明瞭に撮影できており、alpha-Ga₂O₃では半球状の凹凸それぞれの表面にさらに微細な結晶が成長していることが確認され、またepsilon-Ga₂O₃では六角柱の辺がシャープに撮影できた。一方で断面の形状測定では表面ギリギリの部分に膜がついており、カンチレバー先の探針が走査中に基板の端から落ちることが多く、測定は長時間を要した。結果的に試料断面部分のうち、基板部分と薄膜と考えられる部分の形状を確認できた。試料の断面を作る際はイオンリング装置で断面を平坦化したのち、金属製の固定具に張り付けて断面観察を行った。得られたSPM画像を補正する方法については平本寛子氏(TS)にGwyddionをご紹介いただいたことでdimension ICONのファイルを開くことができ、画像編集も生データの状況に応じて適宜行うことができた。口頭発表やポスター発表ではGwyddionを使って編集した画像を使用することができた。</p> <p>研修の最終日には七里元晴氏(TS)から説明を受けながら高速AFMでレジストの現像課程をリアルタイムで観察した。レジストを塗布して露光した基板に現像液を流しながら表面の形状図を得た。画像1枚の撮影時間は約2秒であり、得た画像を逐次更新し早送り再生することで現像課程を動画で観察できた。</p> <p>これらの成果は私が所属する大学院にあるSPMを用いては得られないものばかりで貴重なデータを得ることができた。またSEM(走査型電子顕微鏡)ではとらえられない表面の結晶粒の詳細な形状や高低差などに関するデータが得られたことも今後の研究に大いに役に立つといえる。研修全体を指揮された井藤浩志先生(主任研究員)をはじめとする研究室の方々に厚く御礼申し上げます。</p>
---------------	---

平成30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	東京大学大学院総合文化研究科広域科学専攻修士2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	2018年7月17-19日
研修内容	<p>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薄膜のサンプルを用いて測定を行った。</p> <p>測定では光電子測定からペロブスカイトの界面を形成する原子の同定を行い、また二次電子測定を用いてペロブスカイトの仕事関数及び電荷捕獲中心などの評価を行った。</p>
研修の成果等	<p>測定は 5 種類のペロブスカイトに対して行った。内殻電子の結合エネルギーからペロブスカイトの界面を形成する原子の同定を行ったところ、すべてのサンプルで鉛のピークが確認されたがハロゲンのピーク強度やピーク比は同一の組成にも関わらずサンプルによって異なる結果が得られた。</p> <p>次に二次電子のカットオフ端からペロブスカイトの仕事関数や電荷捕獲中心について評価を行った。測定の結果サンプルにより、異なる真空準位 (仕事関数) が得られ、カットオフ端の鋭さも試料により異なった。また励起光強度と二次電子のカットオフ端のシフトからペロブスカイト内に存在すると考えられる電荷捕獲中心について評価を行った。励起光強度依存性はペロブスカイトの組成や成膜条件により異なる特性を示した。さらにこの特性はペロブスカイト太陽電池の電流電圧特性でしばしば観察されるヒステリシス (電圧走査方向によって電流電圧特性が異なる現象) と相関があるのではないかという結果が得られた。現在ヒステリシスの原因には様々な報告がされているが中でもペロブスカイト中及び界面に存在する粒界・欠陥はヒステリシスに大きな影響を及ぼすと考えられている。今回の結果はその仮説を裏付ける新たな可能性を示しており今後の研究への大きな足がかりとなった。</p>

平成30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 博士2年
研修テーマ	超伝導検出器による軟 X 線分光測定の基礎講習 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	平成30年8月6日から平成30年8月9日まで(4日間)
研修内容	<ol style="list-style-type: none"> 産総研内にある主なナノテクノロジープラットフォーム登録機器の見学 産総研の各研究ユニットの紹介 超伝導検出器による軟 X 線分光測定の基礎講習 超伝導検出器の組成分析の原理のレクチャー 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 持参した Ni 基超合金の試料を用いて、実際に SEM 観察および EDS 測定を実施。その後、EDS により得られてエネルギースペクトルの解析を行った。
研修の成果等	<ol style="list-style-type: none"> 超伝導検出器による軟 X 線分光測定の基礎講習 以下3点について理解した。 <ol style="list-style-type: none"> EDS, WDS およびオージェ電子分光など元素分析全般についての基礎的事項 EDS の検出器による分析性能の違い 超電導検出器の元素分析原理 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 超伝導 X 線検出器による EDS 分析の現状について以下の点を学んだ。 <ol style="list-style-type: none"> 軟 X 線領域のエネルギー分解能が高いため、B および C を含む軽元素のピークが明瞭に観察できる。 超電導を利用するため 0.3K の冷凍装置を必要とすること、検出器に磁界をかけるため、SEM 内部の試料近傍に検出器を設置できないこと、以上2点により EDS 装置が大掛かりとなり、設置コストが高い。 Ni 基超合金の EDS 測定 C および B 元素の分配領域の特定 本合金において、これまで TEM-EDS および EMPA で析出相について相同定のために元素分析を行ったところ、軽元素である C および B は検出できなかった。しかし、エネルギー分解能が優れた超電導検出器を用いることで、C および B のピークが明瞭に認められ、析出相に C および B が分配していることがわかった。

平成30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	福島大学大学院 修士1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測定の基本
研修先	産業技術研究所/微細構造解析PF
受入担当者	志岐成友 先生
研修期間	2018/08/15~2018/08/16
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ➤ SC-SEMの講義と実習 パール組成分析(測定と同定) ➤ SC-XAFSについての講義 ➤ KEKの見学 ➤ 産業技術研究所の分析機器の見学
研修の成果等	<p>◎SC-SEMでの実習</p> <p>SC-SEMを用いて実習を行った。SC-SEMとは、SEMにエネルギー分散超伝導検出器を搭載した装置である。SEMで試料表面を観察しながら、その表面の任意の場所で発生する軽元素のK線や重い元素のL、MのX線を測定し、元素分析を行う仕組みになっている。</p> <p>今回はSi基板上にCVDにより製膜したものを、電子線の加速電圧を1,3,5kVと変化させ、測定した。次の図1に5kVで測定したSiNのX線スペクトルを示す。図1より、Si,N,C,Oの各の各ピークが確認できた。また、1,3kVでもほぼ同様の結果が得られた。</p> <div style="text-align: center;"> </div> <p>図1. 5kVで測定したSiNのX線スペクトル</p> <ul style="list-style-type: none"> ・淡水パールの組成分析(測定と同定) <p>淡水パールの表面をSEMで観察し、SC-SEMで元素分析を行った。図2に淡水パールのSEM像を示す。図2より、パールの表面はある一点を中心に広がる、層状構造をしていることが分かった。次に、図3に10kVで測定した淡水パールのX線スペクトルを示す。図3より、C,N,O,Na,Si,Caの各ピークが確認できた。また、5,10kVで測定したが、5kVでは一部のピークしか</p>

現れなかった。

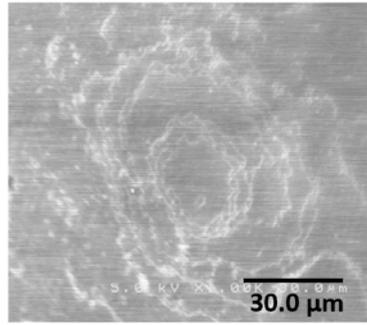


図 2. 淡水パール SEM 像

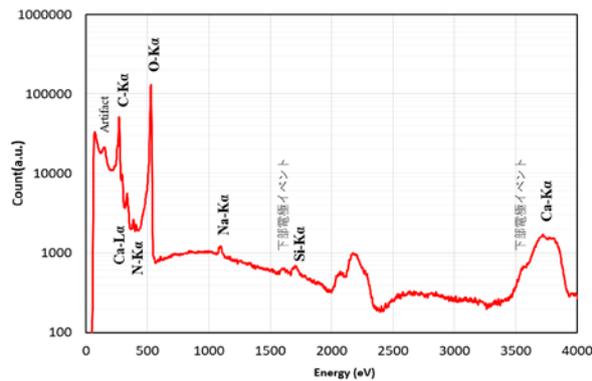


図 3. 10 kV で測定した淡水パールの X 線スペクトル

◎SC-XAFS について

SC-XAFS とは、エネルギー分散型超伝導検出器を搭載した XAFS である。試料に含まれる元素の L,M 線の X 線吸収微細構造測定によって、特定の微量元素の原子スケール構造解析を行うことができる。酸化物や磁性体などの原子配置や電子状態を評価できる。KEK に行き、実際に装置を見学した。

その他、KEK の見学や産業技術研究所の分析機器の見学をした。

◎まとめ

SC-SEM を用いた実習を通して、普段馴染みのない、超伝導検出器について学ぶことができた。また、手動の作業を通して、装置の仕組みについてより深く知ることができた。

当初の目的であった、普段触れることのない機器を使うことは達成できた。今後も幅広く機器を扱い、研究を進めて行きたい。

所属・学年	名古屋工業大学 工学部 学部3年
研修テーマ	時間分解分光
研修先	産業技術総合研究所
受入担当者	細貝拓也
研修期間	2018年8月20日～22日
研修内容	<p>Fig.1 に示す化合物 (1) はベンゾフェノンのフェニル基間にカルボニル基を追加したベンジル(Benzil)構造に、最近、希薄溶液・固体状態で青色蛍光を示す含フッ素トラン構造を連結したπ共役有機分子である。本課題では、化合物 1 の Benzil 構造に起因する燐光特性と含フッ素トラン構造における蛍光特性に着目して、その定常または過渡発光特性の評価を行った。</p> <div style="text-align: center;"> </div> <p>Fig.1 含フッ素ベンジル誘導体 (1) の分子構造</p> <p>定常発光スペクトルは Perkin Elmer 社製の LS-50B、また過渡発光プロファイルは時間相関単一光子計測法に基づくナノ秒可視・近赤外蛍光寿命測定装置を用いて計測した。後者では、波長 342 nm の半導体レーザーを励起光源とし、測定試料からの発光光子数(発光強度)を励起パルス光照射後の時間の関数として測定することで、時間分解発光曲線を取得した。また、10 ピコから 5 ナノ秒までの発光スペクトルの時間変化の測定には、「ピコ秒可視蛍光寿命計測装置」(励起波長：400 nm) を用いた。</p> <p>利用装置：ナノ秒可視・近赤外蛍光寿命計測装置、ピコ秒可視蛍光寿命計測装置 (VITA)</p>

研修の成果等

定常発光スペクトルにおいて、化合物1のトルエン溶液調製後には506, 566 nmを中心波長とした発光帯が見られた。後者の発光帯は窒素バブリング後に急増し、一方、酸素バブリング後に減少した。そこで、波長566 nmにおける過渡発光プロファイルを測定したところ、マイクロ秒(μs)に渡る長寿命発光成分が観測された。それぞれのデータを減衰指数関数でフィッティング解析をしたところ、減衰時定数は酸素バブリング後で0.18 μs 、溶液調製直後で0.86 μs 、窒素バブリング後で23.1 μs であった。発光過程に励起三重項過程が関与している場合、溶液内の酸素分子との反応によって消光することがよく知られている。このことから、566 nmの波長帯は励起三重項由来のりん光であることが示唆される。

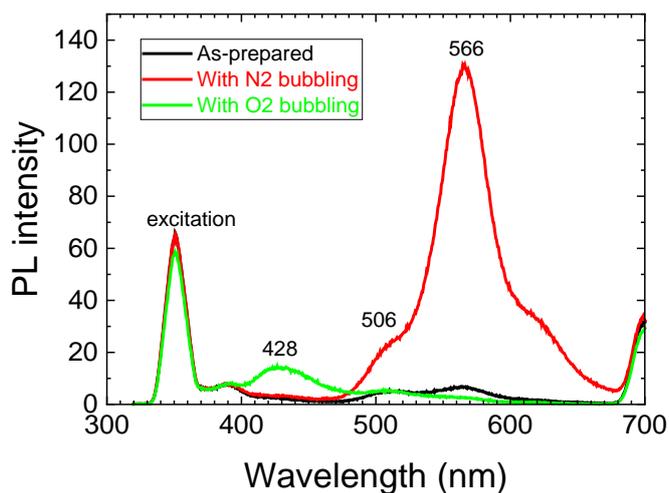


Fig.2 化合物1のトルエン溶液中における発光スペクトル:励起波長350 nm

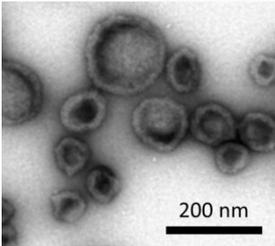
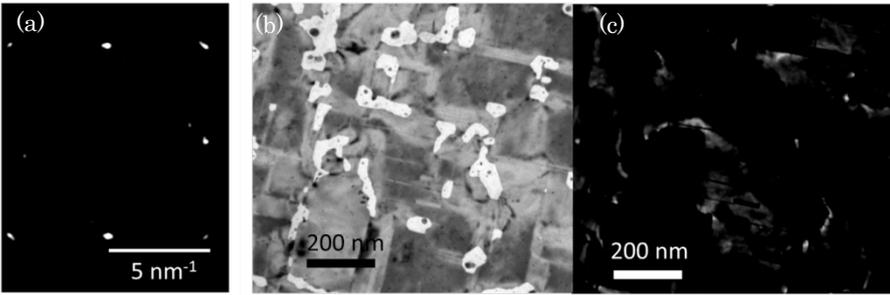
平成30年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東京工業大学・修士2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
受入担当者	林 繁信
研修期間	7/17-7/19 (3日間)
研修内容	固体 NMR の基礎知識に関する座学講義と実際の標準測定試料を用いた高分解能固体 NMR 測定の実習を行った。
研修の成果等	<p>1) 固体 NMR の基礎に関する知識 NMR 装置の基本設計、NMR シグナルから何の情報を得られるか、固体 NMR と液体(液系)NMR との違い、固体 NMR シグナルを高分解能化させる技術と理論背景について学んだ。</p> <p>2) 実際の試料を用いた高分解能固体 NMR 測定 1)で学んだ基礎知識を踏まえて、実際に NMR 測定の標準試料としている物質の NMR 測定実習と固体高分解能化させた NMR 測定を行った。 測定試料には、H₂O(液体)とアダマンタン(adamantane, 固体)を用いた。 H₂O 試料の ¹H;NMR 測定を通して、測定装置のプロブヘッドの取り付けと試料導入方法、測定データの解析と解釈を体験した。 続いて、アダマンタン試料の ¹H,¹³C;NMR 測定の中で、マジックアングルスピニングによる固体 NMR の高分解能化と得られたシグナルの解釈について講義の内容と関連させて学んだ。</p>

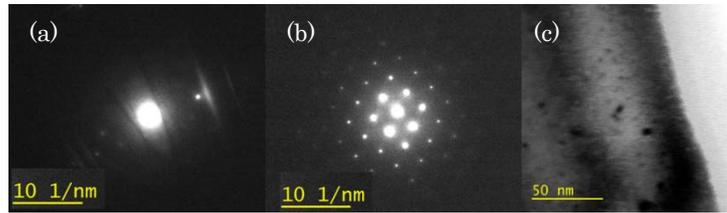
平成30年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東北大学大学院 工学研究科 知能デバイス材料学専攻
研修テーマ	低速陽電子ビームによる欠陥評価法
研修先	産業技術総合研究所
受入担当者	オローク・ブライアン
研修期間	平成30年 7月17日～7月19日
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・低速陽電子ビームについてのイントロ ・施設見学 ・低速陽電子ビームの発生法、計測法、応用についての講義 ・陽電子寿命データの解析法の講義と実習
研修の成果等	<p>低速陽電子ビームの基礎から、発生法や利用法について広く知識を得ることが出来た。加えて実際に低速陽電子ビームを用いた実験を行い理解を深めた。実験を行った材料は、純アルミニウム（1円玉）とSUS304（ステンレス箔）であり、それぞれ異なった結果が得られた。最後に、本研修の内容や本実験結果をポスター発表することで、分野を越えて様々なバックグラウンドを持つ研究者の方々に、低速陽電子ビームの有用性について知って頂くことができた。下に本研修で得られた実験結果と、発表に用いたポスターを示す。</p> <div data-bbox="438 1254 925 1657" data-label="Figure"> </div> <p>図. SUS304の陽電子寿命スペクトル スペクトルの解析により転位とナノボイドが上記材料中に存在することが示唆された。</p> <div data-bbox="957 1254 1372 1814" data-label="Image"> </div> <p>図. 発表ポスター</p>

平成30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	東京大学大学院 工学系研究科 物理工学専攻 博士後期課程1年
研修テーマ	初心者のための TEM 基本操作
研修先	東京大学
受入担当者	保志 一
研修期間	7/30-8/3
研修内容	透過型電子顕微鏡の原理の理解と、基礎から応用操作までの習得を目的とし、JEM-1400/JEM-2100F を用いて操作・観察の実習を行った。 PCI 型ベシクル”ピクソーム(PICsome)”を用いて試料交換から TEM 像取得までの操作、照射系及び結像系の軸合わせなどの基本操作を習得した後、より発展的な内容として Au 及び Si のエピタキシャル薄膜を用いて、結晶方位調整と制限視野電子回折、暗視野観察法、高分解能測定による格子像の観察を行った。また、実習の最後には STEM/EDS を用いた組成分析も行った。
研修の成果等	<p>酢酸ウランを用いた negative 染色を PICsome に施し、JEM-1400 を用いて観察を行った(図 1)。普段扱わない有機材料の試料作製と観察は新鮮で興味深かった。観察場所によっては染色がうまくできていない箇所や、試料が劣化している箇所が散見され、試料作製・観察箇所の選定の重要さを実感した。</p>  <p>図 1 PICsome の TEM 像</p> <p>次に NaCl(001)上にエピタキシャル成長した Au 単結晶を用いて制限視野電子回折を行った。図 2(a)のように明瞭な 4 回対称を示す(200)点の回折像が得られた。回折点間の距離の逆数から求めた d 値は~0.4nm と Au の格子定数 0.408nm とほぼ一致した。200 点のみを透過させた暗視野像の撮影も行い、明視野像(図 2(b))と暗視野像(図 2(c))の違いを確認した。</p>  <p>図 2(a) Au の(001)配向膜の電子回折像 (b) Au(001)面の明視野像 (c)暗視野像</p>

後半の実習では JEM-2100F を用いて結晶方位調整と高分解能観察を行った。Si の 110 面と入射電子線が垂直になるように方位の調整を行った。試料投入時に図 3(a)のようになっていた回折像をキクチ線の交わる箇所が中心にくるように方位を調整した(図 3(b))。方位調整の後高分解能観察を行ったが(図 3(c))、ノイズ



の影響か明瞭な格子像の観察には至らなかった。

図 3(a) Si(110)面の電子回折像(試料投入時)

(b) 結晶方位調整後の回折像 (c)高分解能観察

最後に $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Al}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ 積層膜の STEM 観察と EDS マッピングを行った。STEM 像からは各層の境界が明瞭に観察された。EDS マッピング結果からは Al, Si, O の分布が明瞭に観察された。マッピング結果から $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Al}$ 界面での拡散が観察され、界面観察における EDS マッピングの有用性を実感した。

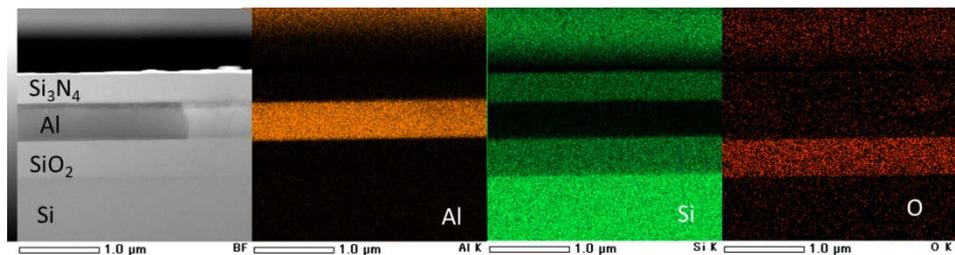


図 4 積層膜の STEM 像と EDS マッピング結果

本研修を通じて TEM の基本的な知識と操作の習得ができた。今後は TEM 試料作製法なども学び、将来的には東大や NIMS のナノテクノロジープラットフォームの設備を積極的に活用し、技術の定着を図りたい。

最後にこのような貴重なプログラムへの参加の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東京大学総合研究機構の保志一様に厚く御礼申し上げます。

平成30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	山口大学大学院創成科学研究科 修士1年
研修テーマ	初心者のための TEM 基本操作
研修先	東京大学
受入担当者	保志 一
研修期間	7/30-8/3
研修内容	本研修では 5 日間にわたって TEM(透過型電子顕微鏡)の原理・構造などについての講義, TEM 試料の作製および実際の装置(JEM-1400, JEM-2100F)を使用した実習を行った。実習では試料交換からデータ取得(TEM 像の撮影)といった基本操作から, 照射系および結像系の軸合わせや明暗視野像の観察など応用的な操作を行った。さらに最終日は STEM(走査型透過電子顕微鏡)により, 観察試料の成分分析を行い, 実習を終えた。得られたデータは研修後にすべて配布された。
研修の成果等	<p>実習を行う前に, TEM の原理・構造, 得られる情報など基礎知識を学んだ。その後, 実際の TEM 装置を見学し, 機器の説明を受けた。実習ではまず試料作製を行い, TEM 観察を行った。試料にはピクソーム(高分子材料)を用いた。これにはネガティブ染色することで TEM 像コントラストの増感を施した。次に Au の多結晶を用いて明暗視野像の観察を行った。暗視野像の観察により粒子径や結晶方位が分かる。最終日には STEM により Si 試料の成分分析により EDS マッピングを行った。得られた TEM 像および EDS マッピングデータは研修後に配布され, 成果発表会での口頭発表スライドおよびポスターセッションにて使用した。また試料観察とは別に, 照射系および結像系軸合わせを行った。軸合わせがされていない場合, 電子ビームの移動や像の焦点が一定でない, また像の非点補正が十分にできないなどの障害が生じ, 精度良い TEM 観察を行うことができない。ただし軸合わせは通常 TEM 装置の専門の人が行う作業であり, 学生が行うことはないようである。つまり装置の不具合が起きたときに迅速に対応するための判断材料として知っておけばよい。本研修では自身の試料を持ちこんだが, 観察には至らなかった。TEM で観察する試料はカーボングリッドに担持させなければならない。私が持ち込んだ試料はガラス上に析出させた金属酸化物薄膜であり, 薄膜を剥離させるためには通常 FIB(収束イオンビーム)による加工を施さなければならない。それを考慮に入れていなかった。今回持ち込み試料の TEM 観察には至らなかったが, 本学(山口大学)にも TEM 装置および FIB 装置があるので, 得られた成果に基づいて TEM 観察を行えるようになることを目標とする。</p>

平成30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	名城大学理工学研究科機械工学専攻 修士2年																			
研修テーマ	初心者のための TEM 基本操作																			
研修先	東京大学																			
受入担当者	保志一																			
研修期間	2018年 7/30～8/3																			
研修内容	<p>本研修では TEM の基礎から応用までの操作実習を行い TEM の観察の技術について習得することを目的とした。Table1 に実習の主な実習内容を示す。</p> <p>Table1 Time table.</p> <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th>月日</th> <th>実施内容</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="3">7月30日</td> <td>装置見学</td> </tr> <tr> <td>TEM 操作のための簡単なTEMの原理と構造</td> </tr> <tr> <td>試料作製法</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">7月31日</td> <td>基本操作(試料交換～データ取得(撮影))</td> </tr> <tr> <td>照射系軸合わせ,結像系軸合わせ</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">8月1日</td> <td>軸合わせ</td> </tr> <tr> <td>結晶方位調整, 制限視野電子回折</td> </tr> <tr> <td rowspan="3">8月2日</td> <td>制限視野電子回折法、ナノビーム電子回折法</td> </tr> <tr> <td>明暗視野像法</td> </tr> <tr> <td>高分解能像法</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">8月3日</td> <td>基本操作</td> </tr> <tr> <td>成分分析</td> </tr> </tbody> </table>	月日	実施内容	7月30日	装置見学	TEM 操作のための簡単なTEMの原理と構造	試料作製法	7月31日	基本操作(試料交換～データ取得(撮影))	照射系軸合わせ,結像系軸合わせ	8月1日	軸合わせ	結晶方位調整, 制限視野電子回折	8月2日	制限視野電子回折法、ナノビーム電子回折法	明暗視野像法	高分解能像法	8月3日	基本操作	成分分析
月日	実施内容																			
7月30日	装置見学																			
	TEM 操作のための簡単なTEMの原理と構造																			
	試料作製法																			
7月31日	基本操作(試料交換～データ取得(撮影))																			
	照射系軸合わせ,結像系軸合わせ																			
8月1日	軸合わせ																			
	結晶方位調整, 制限視野電子回折																			
8月2日	制限視野電子回折法、ナノビーム電子回折法																			
	明暗視野像法																			
	高分解能像法																			
8月3日	基本操作																			
	成分分析																			

研修の成果等

本研修で透過型電子顕微鏡の原理，操作の講習を受けることで，5つの試料に対して TEM 観察を行い TEM で扱える機能や原理，操作方法を実践的に理解することができた．以下に得られた主な結果を示す．

1. PICSOME

Fig.1 に PICSOME を TEM 観察した様子を示す．ここでは試料の作成から試料交換，軸合わせなどを行い TEM 観察の基本的な手順を学んだ．

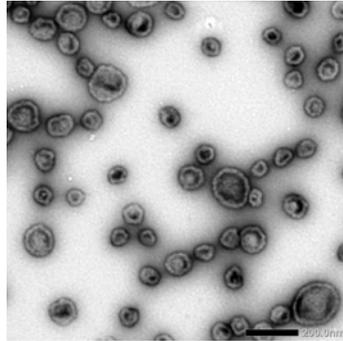


Fig. 1 TEM image of PICSOME.

2. Au

Fig.2 に Au の単結晶を観察した様子を示す．電子回折像からは面心立法の回折パターンが得られ，暗視野像では結晶の成長過程での欠陥もしくは不純物が観察されたと考えられる．制限視野観察と電子回折像の取得，明暗視野像法の原理と操作を学んだ．

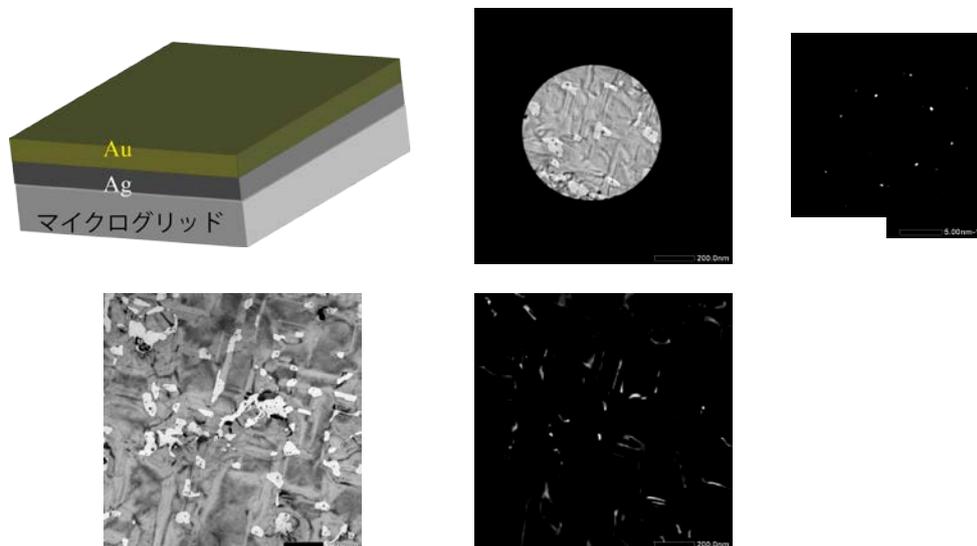


Fig. 2 TEM image of Au.

3.Si

Fig.3に単結晶 Si の TEM 観察の様子を示す. 等厚縞を観察することができ, (a)の位置でのナノビーム電子回折を観察した.

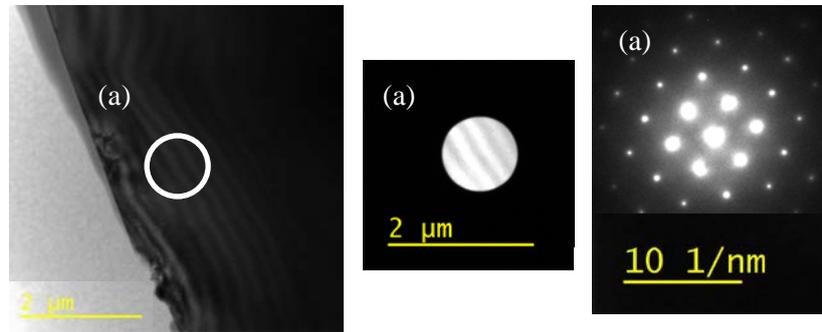


Fig. 3 TEM image of Si.

4. Carbon graphite

Fig.4に Carbondgraphite を高分解能観察した様子を示す.

格子像では, 格子面間隔が 0.41nm であった carbongraphite の層構造の原子間距離 0.3364nm であるが, より高倍で観察することで値は一致してくると思われる.

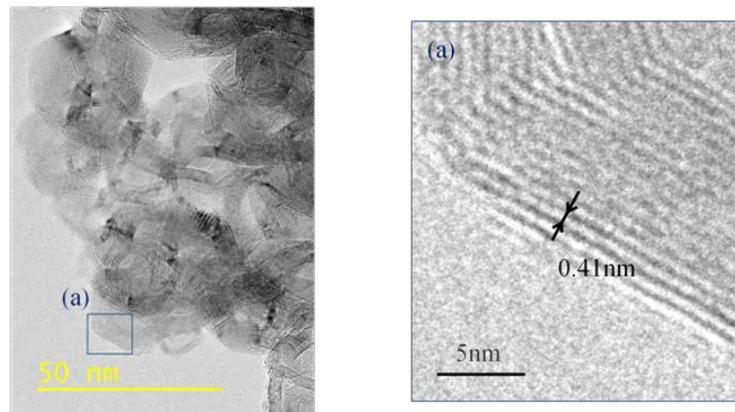


Fig. 4 TEM image of Carbon graphite.

5.積層 Si

Si 基板に積層試料に対して EDS 分析を行った結果を Fig. 5 に示す.

(d)は Si 基板である. (c)では酸素とケイ素のピークが強く検出されることから酸化ケイ素が形成されていることが考えられる. (b)は Al 層である. (a)では Si の層であるが, 窒素の成分が検出されていることから窒化ケイ素が形成されている可能性がある.

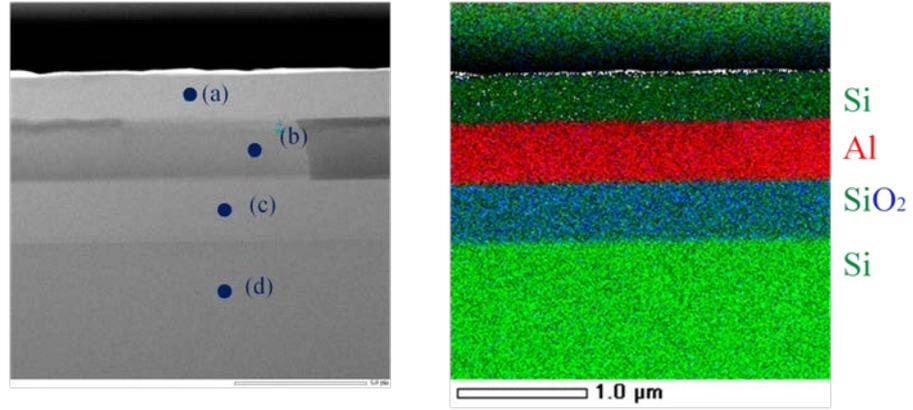


Fig. 5 TEM and EDS mapping images for cross section of lamination Si.

平成30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	徳島大学先端技術科学教育部 知的力学システム工学専攻・修士課程1年
研修テーマ	電子顕微鏡の基礎講習と実技講習
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
研修期間	2018/9/3~2018/9/5
研修内容	<p>透過電子顕微鏡と集束イオンビーム加工装置に関する基礎知識を講義形式で学んだ後に, 透過電子顕微鏡を実際に操作した. 具体的には, TEM における高倍率像や STEM 像の取得を行った. 更に, 試料を同定する手法として, SADP や EDS を取得し, 透過電子顕微鏡の基礎操作を学んだ.</p> <p><研修日程></p> <p>9/3 TEM・FIB の基礎講習と基本操作の習得</p> <p>9/4 台風直撃による研修中止</p> <p>9/5 SADP や EDS といった試料を同定するための TEM 操作方法の習得</p>
研修の成果等	<p>山本先生や(株)日立ハイテクサイエンス中谷様, 荒井先生による FIB, TEM の基礎講義及び TEM を実際に操作することによって TEM の基本的原理や操作方法を学ぶことができた.</p> <p>今回の研修では, 粉砕法により作製した TEM 試料(AIN,SiN,GaN 混合試料)を観察し, 最終的には混合試料の同定を行うことを目的とした.</p> <p>我々の大学では普段技術職員が TEM 操作を行っているため, 実際に何をどのような目的で操作しているのかが分からなかった. しかし, TEM 実習を通して, 技術職員が行っていた操作がどのようなものだったのかを理解することができたと共に良い経験が得られた.</p> <p>研修時間以外には他の学生研修プログラム参加者とともに食事や休憩の時間などで, 様々な分野の研究や私生活の話を通して, 交流を深めることができた.</p> <p>今回の研修は3日間と予定されていたが, 運悪く台風が直撃する時と研修時期が重なってしまい, 実質2日間しか作業することができなかったため本来の予定プログラムをこなすことは出来なかった. だが, 研修を通して様々な知識を得ることができたと共に成果報告会等で他分野の学生と交流することができ, 大変良い経験を得ることが出来た.</p>

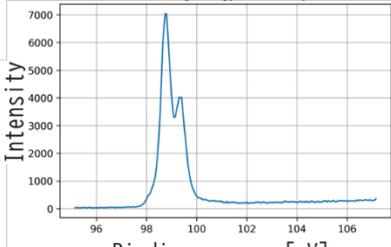
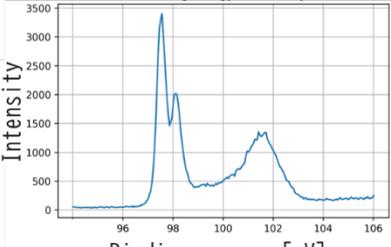
平成30年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	琉球大学 農学部 亜熱帯生物資源科学科
研修テーマ	FIB 試料作製技術の習得（講義と実技）から TEM 観察まで
研修先	名古屋大学/微細構造解析 PF
受入担当者	山本 剛久先生
研修期間	2018年 9/3~9/5
研修内容	<p>本研修では、FIB、TEM についての講義と実習を行った。FIB-SEM については講義と見学を行った。初日の 9/3 には、ホストの山本剛久先生による、基本的な電子顕微鏡理論についての講義が行われた。その後、日立の技術車の方による、FIB-SEM の講習が行われ、実際に実機を用いて観察の様子を見学した後、超高圧電子顕微鏡施設の見学を行った。9/4 は台風が直撃し安全の為休校となった。9/5 は、荒井重勇先生による TEM と FIB についての講義が行われた。その後、施設の技術職員の方の指導により FIB によるシリコン単結晶の試料作成(薄片化)を行った。作成した試料は新井先生の指導により TEM で観察し、本研修を修了した。</p>
研修の成果等	<p>本研修参加に当たって、大目的と具体的な目標を以下のように設定した。</p> <p>大目的：「生物学とは異なる分野に触れる事でより広い視点を得る。」</p> <p>具体的な目標：「生物試料観察の際のノウハウを習得する。」</p> <p>本研修の具体的な成果として次の事が挙げられる。①TEM・FIB・FIB-SEM についての理論を学んだ。②具体的な機器操作の技術を習得した。③理論がどのように実際の観察に影響するのか、知識を紐付けて理解できた。特に、③において、実際の操作を原理を理解しながら行えたことは、最先端の観察技術の限界を識るという点で非常に有意義であり、一般的な座学とは一線を画した本講習ならではの成果だと言える。</p> <p>また、本研修の具体的な目標であった、「生物試料の TEM 観察の際のノウハウを習得する。」事については、(1)知識の習得は達成出来たが(2)技術の習得は達成出来なかった。(1)が達成出来た事は、生物試料作成の際の様々な問題点を世話役の先生が、実例を挙げて丁寧に解説して下さった事に寄るところが大きい。(2)が達成出来なかった物理的な原因は、生物試料作成の機材と予算が琉球大学に無かった為、事前に試料を用意出来なかった事・研修受け入れ先に生物試料作成の為の施設と人材が無かった事の 2 点が挙げられる。実際の生物試料の観察は出来なかったが、生物試料作成の問題点と解決策を具体的に知る事が出来た為、目標は概ね達成出来たと考えられる。</p> <p>大目的に関しては、達成出来たと考えられる。研修内容と併せて、名古屋大学微細構造 PF の様々な共同研究成果を学べた事、技術職員の方の話を聞いた事によって、今までにない視点を得る事出来た。また、成果発表会では学生だけでなく、企業、主催者など全く新しい視点からの意見を聞く事ができた。これらの事は普段の学校生活では得られない、大きな成果と考えられ、今後の研究成果に活かせると考えられる。</p>

平成30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応用化学専攻・博士後期課程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
研修期間	平成30年7月31日から8月3日(4日間)
研修内容	走査型透過電子顕微鏡(STEM)に電子エネルギー損失分光(EELS)を組み合わせた分析電子顕微鏡に関する講義と実習を行い、構造観察と分析技法の基礎の習得を目指した。特に、分析技法としてはEELSに力点を置き、モノクロメータを搭載した電子顕微鏡を用いた実習を通じて、高エネルギー分解能EELSの特徴や状態分析についても研修を行った。また、自身の持ち込み試料を用いたSTEM-EELS観察の実習も行った。
研修の成果等	<p>初日から3日間は分析電子顕微鏡に関する講義と実習を行った。講義では、電子顕微鏡の歴史からSTEM-EELSの基礎を学び、実習ではJEM-ARM200Fを使用し、SrTiO₃を測定試料として用いた。今回の実習により、STEM測定に必須となるロンチグラムの調整、EELS測定に重要となる検出器の取り扱いに関して、実際の操作を見学しつつ学ぶことができ、Sr、Tiの原子像を観察することができた。さらにモノクロメータを用いたり、エネルギー分散値を変化させたりすることで、より高分解能の測定が可能となることを体験できた。</p> <p>最終日は自身の持ち込んだ試料のSTEM-EELS測定を行った。具体的には、結晶性の3次元多孔体であるゼオライトに銅ナノ粒子が含まれているサンプルの電子顕微鏡観察を行った。これまでの知見で、銅ナノ粒子がゼオライトの空間内に含まれていることはわかっていたものの、銅ナノ粒子の価数や粒径などの詳細は不明であった。今回のHAADF-STEM測定より、3nm程度の銅ナノ粒子を観測し、その領域のEELSスペクトルを測定すると金属銅(0価)由来と考えられるスペクトルを確認できた。今後、ゼオライト骨格と銅ナノ粒子がどのような配置で存在しているのか高分解能TEM/STEM観察により明らかにしていきたいと考えており、ナノテクノロジープラットフォームの装置利用を検討している。本学生研修プログラムへの参加の機会を与您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各位、ならびにSTEM-EELS測定にご指導賜りました京都大学の倉田先生、治田先生に深く感謝申し上げます。</p>

平成30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

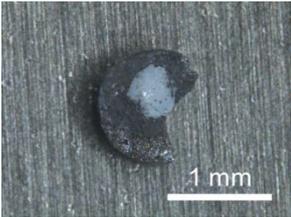
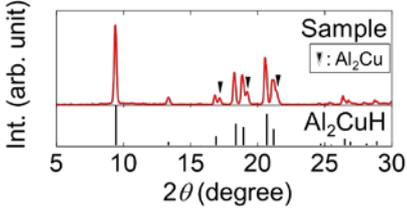
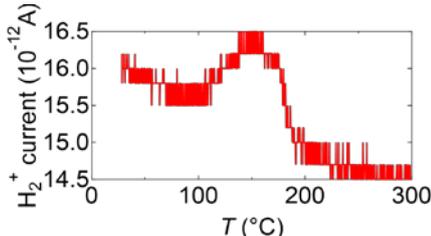
所属・学年	東海大学 工学部 航空宇宙学科 航空宇宙学専攻 4年
研修テーマ	固体表面の光電子分光分析実習
研修先	Spring-8
受入担当者	吉越章隆
研修期間	7/25~7/28
研修内容	表面科学の基礎を学び、固体材料(Si:シリコン)を Spring-8 の放射光を用いて X線光電子分光(XPS)を行う。そして、XPS で得られる光電子の結合エネルギーのスペクトル強度から Si の酸化前後を比較し分析する。また、実験に用いる真空機器や手順を理解する。
研修の成果等	<p>研修成果は主に以下の3つをあげることができる。</p> <ul style="list-style-type: none"> ① 表面科学の基礎学習 ② X線光電子分光(XPS)の分析 ③ 実験手順や実験装置(真空機器)の理解 <p>今回は、Si(シリコン)に焦点を当て、その酸化前後で放射光をあてること発生する光電子の結合エネルギーのスペクトルを比較し分析を行った。結果から、放射光を利用することで、高分解能で分析できることが分かった。結果の一例を以下の図に示す。下記の図のように Si 酸化後、100~102[eV]の間でスペクトルが新たにたつことがわかる。放射光を利用することによって、98~100[eV]の間でみられるスペクトルには、2つのピーク値をもつスペクトルが見られる。これは、Si の $2p_{1/3}$ と $2p_{2/3}$ の軌道から飛び出した電子のスペクトルである。これは、放射光を用いることによって高分解で観測することができる。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;"> <p>酸化前</p>  <p>Binding energy vs Intensity</p> </div> <div style="font-size: 2em;">→</div> <div style="text-align: center;"> <p>酸化後</p>  <p>Binding energy vs Intensity</p> </div> </div>

平成30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

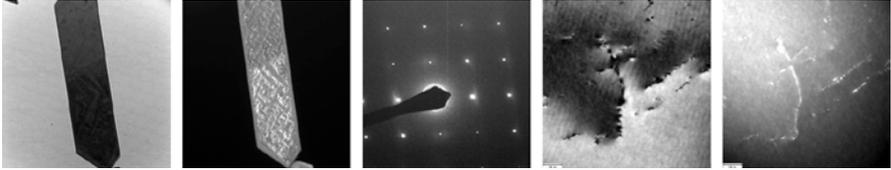
所属・学年	岩手大学 工学部 マテリアル工学科 四年
研修テーマ	高温高圧法による新規物質合成
研修先	量子ビーム科学研究部門 関西光科学研究所 放射光科学研究センター 高圧・応力科学研究グループ
受入担当者	齋藤 寛之
研修期間	平成30年8月27日 ～ 平成30年8月31日
研修内容	<p>新規金属水素化物の高温高圧合成に関する知識、技術の習得を目的として実習に参加しました。</p> <p>既に水素化することが調べられている Al_2Cu 合金の粉末と新規水素化物の合成が期待される $\text{Al}+\text{Mn}$ (15 : 11) 粉末、$\text{Al}_{15}\text{Mn}_{11}$ 合金 (800 度熱処理) の粉末を出発物質としました。高圧発生には、キュービック型マルチアンビルプレス装置を用いました。実験に必要なグラファイトヒータ、および窒化ホウ素のカプセルの成型加工を行い、それらを使って高圧セルを組み上げました。出発物質を9万気圧580～750℃、2～16時間で水素化し、常温常圧下に回収された試料のX線回折測定、熱天秤-質量分析装置による水素放出プロファイル測定を行いました。Al_2Cu 合金の水素化反応を確認することができました。一方、新規水素化物を合成することはできませんでした。今回の結果をもとに、さらに条件を精査して物質探索を進めるとのことでした。</p>

<p>研修の成果等</p>	<p>Al₂Cu 合金について水素化前後の X 線回折結果を比較したところ、全く別な構造となっていることが分かりました。また水素化後の試料を加熱したところ水素の放出が観察されました。以上の結果より、Al₂Cu の金属水素化物が生成したと判断しました。この実験を通じて、水素化物の高温高压合成の一連の手順を理解しました。</p> <p>次に新規水素化物の実現をめざして Al+Mn(15:11) 粉末を水素化したところ H_{3.5}Mn が生成していることが分かりました。データベースに掲載されている格子定数より 0.02Å 程度大きい値が得られました。その原因は 1. 実験装置の精度の影響、2. 水素濃度がデータベースの水素化物よりも増加した。3. Mn と Al との固溶体が生成したことと考えました。今回の実験では残念ながら新規水素化物の生成を示す結果は得られませんでした。</p>
---------------	---

平成30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物理学専攻 修士課程1年
研修テーマ	高温高压法による新規物質合成
研修先	量子科学技術研究開発機構
受入担当者	齋藤 寛之
研修期間	平成30年8月27日~8月31日
研修内容	本研修では高温高压合成法を用いた合金の水素化に取り組んだ。高压発生装置にはキュービック型マルチアンビルプレス装置を使用した。最初に高温高压水素化実験の手順を学ぶために、水素化することが知られている Al_2Cu 合金の水素化を行った。次に新規水素化物の作製を目的として $\text{Al}_{15}\text{Mn}_{11}$ 合金の水素化も行った。作製試料の結晶構造評価には微小部 X 線回折装置を利用した。また、熱重量・熱質量分析装置を利用し、 Al_2Cu 水素化物の加熱時における水素放出検出を行った。
研修の成果等	<p>作製した Al_2Cu 合金水素化物が左下の写真である。</p>   <p>微小部 X 線回折装置から得られた、Al_2Cu 水素化物の X 線回折パターン（右上）から Al_2CuH が生成していることを確認した。格子定数を比較すると、Al_2Cu に対して水素が侵入することにより格子体積が 8.4%膨張していることが分かった。</p> <p>Al_2Cu 水素化物の試料加熱時に質量分析装置において検出される水素分子イオン電流値をプロットしたものを右に示す。100° C から水素放出が起こることが分かった。</p>  <p>$\text{Al}_{15}\text{Mn}_{11}$ 合金の水素化実験では、今回試した条件において既知 Al-Mn 系水素化物の生成することが分かった。</p> <p>本研修では、高温高压合成実験の手法について一通り学ぶことができた。私が普段薄膜の研究をしていて、関わるのがあまりないバルク実験の研究者の方々と話をすることができたのも貴重な経験になった。</p>

平成30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	北海道大学 大学院総合化学院 博士1年
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	2018.9.3-2018.9.7
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・ TEM の基礎的な原理・構造の説明 ・ TEM の軸合わせ ・ MoO₃ の明視野像，暗視野像，電子回折パターンの撮影 ・ 電子回折の基礎知識の説明 ・ Si の菊池線を用いた結晶方位の変更 ・ Al のウィークビーム法を用いた格子欠陥の観察 ・ 回折スポットの指数付け
研修の成果等	<p>今回の研修を通して，TEM の基礎原理・構造を理解し，基本操作を習得した．自分の研究テーマでは，SEM や TEM を利用する機会がほとんどない．そのため研修を通して，TEM によってどのような情報が得られるか，理解できた点が最大の収穫であった．以下に具体的に学んだこと，取得した TEM 画像を示す(図 1)．</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ TEM の基本構造を理解した．電子銃やレンズの動作原理や，像の分解能に大きく影響する収差について，実例を絡めながら学べた． ・ 汎用 TEM の JEM-2000EX(日本電子)を用いた実習を行った．試料のセッティングから，各部位の軸合わせ，非点補正の手順を実際に操作して学んだ．その後，MoO₃ の明視野，暗視野，電子回折画像の撮影手順を学んだ． ・ 電子回折の基礎原理を理解した．また，菊池線を辿って Si の結晶方位を変えていく手順を学んだ．得られた回折パターンから，スポットの指数付けを行う計算方法も学んだ． ・ 汎用 TEM の JEM-2100HC(日本電子)を用いて，ウィークビーム法で Al の格子欠陥（転位）の観察を行い，その手順を学んだ．  <p>図1 TEM で撮影した MoO₃ 結晶の明視野像，暗視野像，電子回折パターンおよび Al の転位像</p>

平成30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	茨城大学大学院 理工学研究科 量子線科学専攻 1年次
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
研修期間	2018年9月3日(月)～9月7日(金)
研修内容	<p>① 電子顕微鏡を利用するときに必要な装置の原理や基本的な知識の会得</p> <ul style="list-style-type: none"> ・電子線による物質構造の解析、電磁石レンズによる電子線の収束や結像 ・像のコントラスト：明視野像、暗視野像 ・電子回折 ・演習：格子面、方位、結晶構造因子と消滅則、指数付け <p>② 透過型電子顕微鏡実習 (JEM-2000EX)</p> <p>③ 透過型走査電子顕微鏡による持参した試料の観察 (JEM-ARM200F)</p>
研修の成果等	<p>座学による学習では、電子顕微鏡の原理や操作方法などの基礎的な知識を研修のはじめに学んだ。実習と並行して像のコントラスト(明視野像と暗視野像、歪みコントラスト)や電子回折について学び、格子面や方位、指数付けなどを演習形式で学習した。</p> <p>実習では透過型電子顕微鏡(TEM)を利用して、研修先でご用意いただいた酸化モリブデン試料(MoO_3)の観察を行った。図1で示した通り、MoO_3試料の明視野像と暗視野像、電子回折を得る手法を学んだ。</p> <p>最後に、高角度散乱環状暗視野走査透過型電子顕微鏡(HAADF-STEM)で持参した試料を観察した。明視野像と暗視野像を高倍率で観察し、EDSによる元素マッピングを行って観察試料の組成も確認した。</p> <p>実際に自分で電子顕微鏡を操作することができたので、滅多に体験できないような貴重で内容の濃い5日間であった。この研修で得た知識や刺激になったことを自分の研究に落とし込めるようにしていきたいので、今後も精進していきたい。</p>

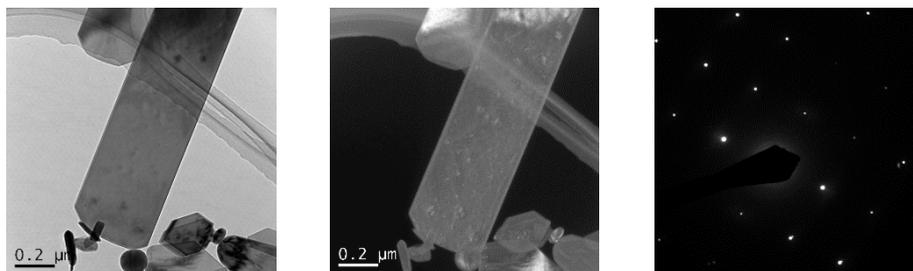
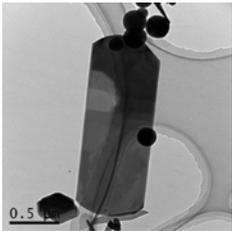
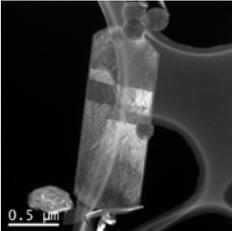
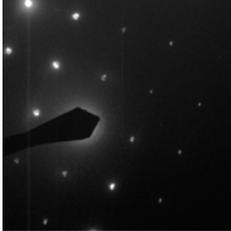


図1 MoO_3 試料(左から明視野像、暗視野像、電子回折図形)

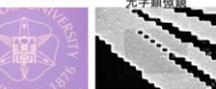
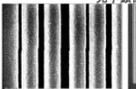
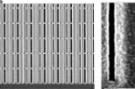
平成30年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	関西大学大学院 化学生命工学専攻 触媒有機化学研究室・修士一年
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)
受入担当者	松村 晶
研修期間	9/3~9/7 (5日間)
研修内容	九州大学の伊都キャンパス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、外観や内部構造を理解した。SEMやSTEMを含む電顕の基本原理の講義を受け、明視野像、暗視野像、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、その際に特に注意する点など詳細なノウハウまで学んだ。酸化モリブデンを練習用のサンプルとして使用し、実際に明視野像、暗視野像、電子線回折図形を得た。最後に、持参したサンプルを観察し、TEM像、STEM像および元素マッピングを得た。
研修の成果等	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、有機合成に用いる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生徒はいなかったため、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。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、ヒドロシリル化反応の触媒として用いている反応後の鉄-白金混合ナノ粒子であった。実際に観察を行ってみたところ、白金ナノ粒子が粒径を保ちながら凝集している様子が観察された。しかし、鉄の存在がまったく確認できなかった。これは、鉄が別の場所で巨大な凝集を起こしているためだと考えた。そこで、コンタミとしてスルーしていた μm オーダーの凝集物の解析を行った。元素マッピングを行ったところ、コンタミの正体はシリコンの凝集物であった。しかし、この凝集物が鉄と白金を含んでいることが分かった。鉄と白金が接触し、相互作用を起こしているように見られたところはこの部分のみであった。本反応では基質兼溶媒としてトリエトキシシランを用いている。実験結果から、トリエトキシシランは目的生成物を得るためだけでなく新たな触媒種を合成するための働きを兼ね備えている可能性が示唆された。

平成30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	久留米工業高等専門学校専攻科物質工学専攻2年
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	2018年9月3日～2018年9月7日
研修内容	<p>1日目 透過電子顕微鏡の概要・原理・操作方法について、施設見学</p> <p>2日目 透過電子顕微鏡の操作の実践（試料の取り付けと軸調整など）</p> <p>3日目 MoO_3 単結晶の明視野像と暗視野像の撮影，電子回折の説明 演習（結晶格子）</p> <p>4日目 Si 単結晶の菊池パターン・Al の転位の観察 演習（回折スポットの指数付け）</p> <p>5日目 持ち込みサンプルの観察</p>
研修の成果等	<p>透過電子顕微鏡 (TEM) は規模が非常に大きく、ナノの世界を観察するための設備の大きさに驚いたことが印象に残っている。普段触れることができない TEM について 1 から学習することで、TEM の各部位の役割と内部で起きている物理現象について十分に理解することができた。</p> <p>実習では TEM の立ち上げと軸調整、非点補正等について体験させていただいて、複雑な操作ではあったが丁寧なご指導もあり、TEM の仕組みと各操作の意味、注意点などを十分に理解することができた。Fig.1~3 に MoO_3 単結晶の明視野像と暗視野像の観察結果と回折パターンについてそれぞれ示した。この試料の観察において、透過波のみで結像される明視野像と回折波のみで結像される暗視野像では観察される像が異なることを、実際に目で見て確認することができた。講義で二波励起やウィークビーム法の理論を理解したうえで観察したところ、実際に転位が確認でき、結晶構造の面白さに気付くことができた。また、Si 単結晶の観察も行い、厚みのある部分に対して電子線を照射し、チルトを変化させていくことで、菊池線の変化の様子を認識することができた。講義で教えていただいたように菊池線をたどることで、目的とする結晶方位に達することができ、結晶構造の奥の深さを感じることもできた。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>Fig.1 MoO_3 (明視野像)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>Fig.2 MoO_3 (暗視野像)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>Fig.3 MoO_3 (回折パターン)</p> </div> </div>

平成30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	東海大学・大学院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 啓司、松尾 保孝、柴山 環樹、アグス スパギョ
研修期間	7/26-8/2 (5 日間)
研修内容	<p>半導体リソグラフィ・成膜・エッチングなどの半導体成膜工程と、微細加工で FIB・TEM の操作法を学ぶ。余裕があった場合、持参サンプルの観察を行う。</p> <p><実験工程></p> <p>EB 描画デザイン作製→レジスト塗布→電子線描画矢印→現像→(A)蒸着→スパッタ→リフトオフ→(B)ドライエッチング→洗浄→(A・B)光学顕微鏡観察→(C)ドライエッチング→洗浄→原子堆積装置→FIB 加工→EDS→STEM 観察</p> <p><持参サンプル></p> <p>STEM→TEM</p>
研修の成果等	<p><光学顕微鏡・SEM 結果・考察></p> <p>A：細線は約 100 nm であり、曲線部も断絶せずに描画・現像された。B：B-1 はドライエッチング後、細線が破綻。B-2 はドライエッチング後問題なく成膜され、約 100 nm 幅で形状を維持した。全長約 700 nm のキャラクターは破綻。C は柱無しは形状が歪み、柱ありは歪まず直線を示した。また、C はドライエッチング時に残るはずのレジストが喪失した。</p> <p>A より、幅 200 nm 程の描画が可能であることが確認できた。B-1 より、デザインの破綻は基板上の傷や、塗布したレジスト量が少なく描画不良を起こしたためだと考えられる。B-2 の約 700 nm デザインの破綻は、電子線の分解能を超えたデザイン幅のため、電子線が振れた影響であると考えられた。C の柱ありが歪まない理由は、洗浄後の乾燥差があまりないためだと考えられた。また、柱なしが直線上にゆがんでいることから、電子線描画時のつなぎによって歪んだと考えられる。今研修では、以上のような半導体成膜工程への考察や、FIB・TEM を使用した観察など半導体作製工程を一通り学ぶことができた。また、TEM や FIB は在籍大学でオペレーター資格を取る際、実際に使用した経験があるため修得に役立った。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>現像後</p>  <p>(A)</p> </div> <div style="text-align: center;"> <p>スパッタ後</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>リフトオフ後</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>光学顕微鏡</p>  </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="text-align: center;"> <p>ドライエッチング後</p>  <p>(B)-1</p> </div> <div style="text-align: center;"> <p>(B)-2</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>光学顕微鏡</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>光学顕微鏡</p>  </div> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 10px;"> <p>(C)</p>     </div> <p style="text-align: center;">図 各薄膜の顕微鏡・SEM 観察結果</p>

平成30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	徳島大学工学部光応用工学科・B4
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、松尾保孝、柴山環樹、アグス・スパギョ
研修期間	7/26~8/2
研修内容	電子ビーム描画装置を用いた金属ナノ構造作製と、作製した構造についての FIB・電子顕微鏡(STEM 等)を用いたナノ構造評価についての基礎的な実験を行うこと、またそれらを適用した先端研究内容についての講義学習を併せて行うことにより、微細加工から各種電子顕微鏡による分析手法までの一連の基礎技術の習得を行う。
研修の成果等	<p>微細加工プロセスとして、EB を用いたパターンニング、RIE を用いたドライエッチング(ボッシュプロセスを含む)、ALD による Al₂O₃、TiO₂、SiO₂ 薄膜の成膜、スパッタによる成膜を研修いただき、それぞれの手法及び各プロセス実行時の技術的ポイントを抑えることができた。また、観察・測定プロセスとして、EB を用いた SEM 観察と FIB で切り出したサンプルを STEM で観察し、EDS マッピングし、構造の構成元素を確認するまでの一連の流れを経験し、学習することができた。実験結果としても、目標としていた構造を確認することができ、実験は成功したということができると思う。</p> <p>今回の研修内容は、自身の研究とも関連性が高く、今後も使っていく技術ばかりであったので、勉強になることが非常に多かった。今まで学内でやっていた実験プロセスがスタンダードなもので、当たり前であると思っていたが、基板洗浄のやり方ひとつを取っても、研修先とは違ったやり方をされていて驚いた。普段、当たり前のように行っているプロセスが、実は当たり前ではないかもしれないと常に考え、原理を根本から知り、見つめ直すことで、学内の設備を考慮した上での、最適な実験手法を確立していきたい。</p> <p>また、研修全体を通して、自身の所属する大学にはない、高性能な装置や施設(クリーンルームなど)が多くあり、最先端の微細加工・測定技術を身をもって体感することができた。</p> <p>期間中は毎日楽しく研修することができ、同時に自身の専門知識・技術の定着も図ることができた。本研修での成果を今後の研究活動に生かしていきたい。</p>

平成30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 M2
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	8月6日(月)～10日(金)
研修内容	<ol style="list-style-type: none"> 1. MEMS フォースセンサの作製方法と原理を学ぶ。 2. MEMS 作製技術を学ぶ。 3. MEMS フォースセンサを作製する。 4. フォースセンサの信号処理回路を作製する。 5. MEMS フォースセンサの特性を評価する。 6. WiFi モジュール等を用いて IoT 応用する。。
研修の成果等	<p>私は piezoresistive MEMS フォースセンサの動作原理と MEMS の作製方法を学び、センサを作製してデータを測定しました。MEMS フォースセンサは、東北大学西澤センターのクリーンルームで 4 インチウェハプロセスを用いて作製しました。フォトリソグラフィ、酸化、拡散、エッチング（ウェット・ドライ）、薄膜堆積（金属、絶縁物など）とほかの MEMS プロセス技術を使用しました。技術者の指導と助けを借りて、我々は小型のセンサを作りました。設計パラメータが異なる MEMS フォースセンサ 120 個を作製しました。その後、センサの入出力特性を把握するため、電気試験をしました。信号処理するための回路基板を完成させ、センサと基板をアルミワイヤーで接続することにより、センサの出力信号を得ることができました。また、MEMS フォースセンサのテストプラットフォームの設計しました。フォースゲージ、DC 電源、オシロスコープとモバイルプラットフォームを使用しました。WiFi モジュールを介して携帯電話に信号値を送信、表示することにより、IoT 応用のデモを実現しました。</p>

平成30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	千葉大学工学部ナノサイエンス学科3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 西澤記念センター
受入担当者	戸津 健太郎 先生
研修期間	8月6日～8月10日
研修内容	<p>最初にピエゾ抵抗形 MEMS フォースセンサの試作を行った。まず4インチのシリコンウェハに Boron のイオンを注入。p 型層を作成し、その上に TEOS-PECVD にて SiO₂ 層を製膜した。次に Al をスパッタすることで p 型層とのコンタクトをとり、最後に試作したセンサをワイヤボンディングでプリント基板に実装した。</p> <p>市販のフォースゲージを用いてセンサの圧力・電圧特性を測定し、無線モジュールを介しスマートフォンで測定値をモニタリングするシステムを作った。</p>
研修の成果等	<p>本研修の成果には主に3つのものがあったと感じている。</p> <p>一つ目はやはり座学では学ぶことのできない実践的な知識やスキルの習得だろう。実験装置にはそれぞれ「やってはいけない」ことや「こうした方が上手く行く」ノウハウが多数あり、その理由を理解する時に装置の仕組みや原理などを自然に学び、吸収することができる。このような経験は実際に自分の手を動かしてでないと得ることは出来なく、貴重な体験だったとかがえている。</p> <p>二つ目には研究者としての研究への向き合い方、その姿勢を学べたことが挙げられる。私が行った東北大学の西澤記念センターには戸津准教授のほか沢山の学術研究員の方がいらっしゃり、その両方の視点を垣間見ることができた。私はこれから大学院に進み、引き続き研究をしていきたいと考えているが、その後のキャリアパスについても具体的なイメージを広げるきっかけとなった。</p> <p>三つめは、おなじく本プログラムを受けた学生の友達についてである。やはりこのようなプログラムに自分で志願しただけあって、学ぶことに非常に積極的でありそこに大きな熱意を感じた。研究のことなど話せば話すほど自分も鼓舞されるような気持ちになったのが非常に有意義であったと感じた。</p> <p>最後に、このような貴重なプログラムに参加させていただき大切な学びを得ることができたのも、担当の戸津先生ならびにナノテクノロジープラットフォームの方々のおかげだと思っております。心より感謝申し上げます、レポートの結びといたします。</p>

平成30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	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
受入担当者	戸津 健太郎
研修期間	平成30年8月6日~8月10日 (5日間)
研修内容	<p>ピエゾ抵抗形の MEMS フォースセンサの試作を通して、微細加工プロセスの基礎を学んだ。更に試作したセンサをプリント基板に実装し、無線モジュール、インターネットを介してスマートフォンで測定値をモニタリングできるようにした。微細加工プロセスとしてはフォトリソグラフィ、イオン注入、CVD、ウェットエッチング、Deep-RIE、ワイヤボンディングを行った。</p>
研修の成果等	<p>この度の実習では、フォースセンサの製作を一から行い、更にその評価まで行った。実際に実習で製作したフォースセンサを図1に示す。製作にあたって工夫した点としては、イオン注入時の条件を自分で決定し、ピエゾ抵抗の製作を行った。また、製作したセンサにフォースゲージを用いて荷重を加え、その時の出力電圧を読み取ることで評価を行った。図2に評価実験の結果を示す。荷重と出力電圧との間に線形性が見られ、フォースセンサとして正常に動作していることが確認できた。</p> <p>本研修では、フォースセンサの製作を通して、私の研究で取り組んでいる pn 接合ダイオードの製作において未導入であったイオン注入について新たな知見を広げることができ、イオン注入後のイオン活性化やオーミック接触確保のための熱処理に関しても学ぶことができた。更に、フォースセンサを製作することで一通りの微細加工プロセスを体験でき、自分が今まで行ってきたプロセスに関してもより理解を深めることができた。</p> <p>今後の取り組みとしては、本実習で行ったイオン注入や熱処理の工程を活かすことで、pn 接合ダイオードの性能向上に繋げていきたい。</p>

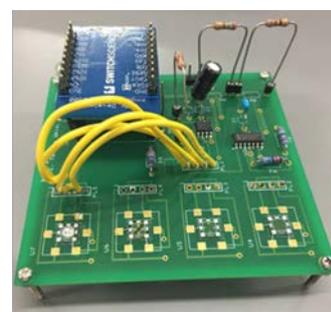


図1 製作したフォースセンサ

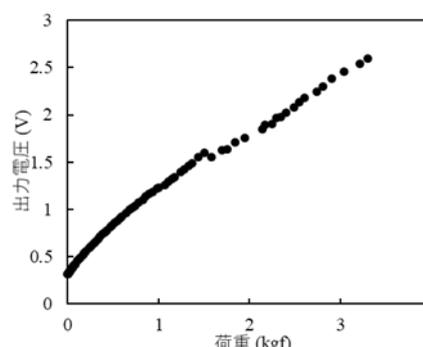
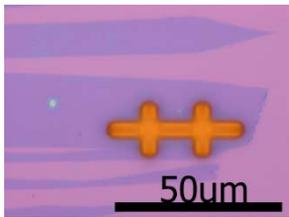
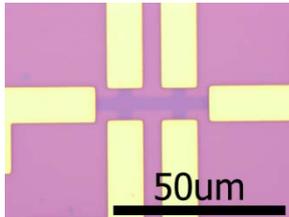
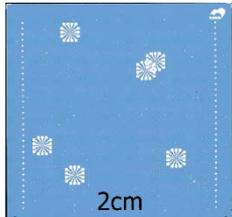
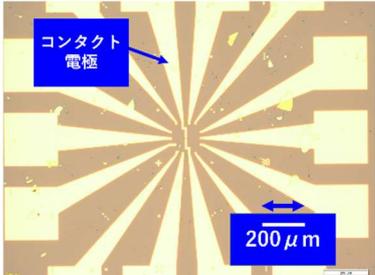
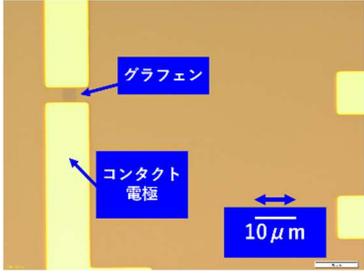


図2 荷重と出力電圧の関係

平成30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	東京農工大学院 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10日～13日
研修内容	グラフェンマイクロデバイスの作製。スコッチテープを用いたグラフェンの劈開と Si/SiO ₂ 基板への転写。グラフェンをエッチングにより加工し、グラフェンに電極の作製。電気特性の測定。
研修の成果等	<p>グラフェンマイクロデバイスを作製し、電気特性の測定をした。</p> <p>スコッチテープを用いたグラフェンの劈開と転写を行った。光学顕微鏡を用いて、Si/SiO₂ 基板の単層から3層程度のグラフェンを探し座標を記録した。高速マスクレス露光装置の操作について学習し、実際に操作し、記録した座標位置に露光を行いマスクを形成した。多目的ドライエッチング装置を用いて O₂ エッチングを行いグラフェンをマスクの形状に加工した。高速マスクレス露光装置、12 連電子銃型蒸着装置を用い 2 層レジストを用いたリフトオフ法で Ni/Au 電極を作製した。</p> <p>作製したグラフェンマイクロデバイスにゲート電圧を -50~50V 程度で変化させて印加し、ソース-ドレイン間の I-V 特性を測定した。ゲート電圧の変化に伴って、I-V 直線の傾きが変化しグラフェンデバイスの動作を確認した。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>エッチング直前</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>電極作製後</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>基板全体像</p> </div> </div> <p>研修を通して</p> <p>新しい環境で実験・研究をすることはないため、新鮮でよい経験となった。指導教官以外の研究者に直接指導を頂いて実験できることはないため、貴重な経験となり、今後に活かされると思う。細かいところだが、2層レジストを用いたリフトオフなど、自分の研究室では得られず、今後の研究にも活かすノウハウを得られた。普段触れることがない実験装置に触れられて、実際に操作し実験ができ、貴重な経験となり、また面白かった。</p>

平成30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

氏名	亀崎 広明
所属・学年	東海大学 機械工学専攻 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	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, 津谷 大樹
研修期間	9月10日～9月13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成を行い、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・装置操作などを習得した。</p> <p>剥離法によるグラフェン転写及びCAD作成、ドライエッチングによるグラフェン加工、グラフェンへのコンタクト電極作成とマニュアルプローバを用いたグラフェン素子の電気特性評価を各日で行った。</p>
研修の成果等	<p>機械的剥離法を行いグラフェンを加工し、コンタクト電極を作成しマニュアルプローバを使いグラフェンデバイスを作成した。普段マイクロデバイスを作成することはないので良い経験が出来たと考えている。グラフェンデバイスの作製を通じて微細加工について知ることが出来た。微小なグラフェンを顕微鏡で探し、レジスト、コート、リンスなどを薬品を用いて様々な微細加工が行えるのだと実感した。</p> <p>これまでフォトリソグラフィという言葉聞くことはあったがリソグラフィを行うことは初めてだった。パターンによりネガ型やポジ型といった方法を使い分けることを理解することが出来た。そしてマスクレス露光装置により作成したCADパターンで手早く露光が行えたことに驚いた。クイックポジ感光基板のように、露光場所を決めるためのパターンを作成しておく必要があるのかと考えていたので装置を知ることが出来た。</p> <p>微細な電極の場合どのように試験するのか知らなかったが、マニュアルプローバといった装置があることを知ることができた。</p> <p>最先端のグラフェンデバイスの作製方法や装置の使い方を知ることができた。半導体プロセスやマイクロデバイスは私の研究分野ではないが、知見を広げることができた。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;">   </div> <p style="text-align: center;">作製したグラフェンデバイスの外観(倍率5倍, 100倍)</p>

平成30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	立命館大学理工学研究科機械システム専攻マイクロ機械コース・修士1回
研修テーマ	酸化物トランジスタ製作
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	大塚 照久、有本 宏、多田 哲也
研修期間	2018年7月30日(月)～2018年8月3日(金)
研修内容	<p>『トランジスタ製作を通して大学で学んだ半導体デバイス物理、及び半導体プロセス技術を実体験する』</p> <p>今回は事前に薄膜酸化物トランジスタのゲート電極パターン設計を行った。試作では真空蒸着装置、原子層堆積装置などによる成膜、マスクレス露光装置によるフォトリソグラフィを行い、異なる3種類のゲート絶縁膜のデバイスを作製した。また設計したパターンのFET単一素子と連結したリング発振器の電気特性評価までを行い一連の半導体デバイス作製工程を理解した。希望により各要素技術の体験を組みこんだ微細加工寄りのプログラムとしつつ、電子線描画による微細構造形成や素子のナノプローバによる測定も行った。</p>
研修の成果等	<p>[参加目的]</p> <p>私の所属する大学での研究グループでは微細加工を用いたRF-MEMSアンテナを研究している。しかし性能や歩留まりを大きく左右する製作プロセスは自研究室で引き継がれた基準によるという問題があった。そのため、客観的視点から一連のプロセスを学ぶ必要を感じ、今回自分の研究に必要な製作プロセスと知識、および普段専門的に扱ってはいないが興味があった回路設計の知識を学ぶことを目的とし当プログラムへの参加を志望した。</p> <p>[研修成果]</p> <p>電界効果トランジスタ(FET)はソース・ドレイン・ゲート3つの電極を持ちゲート電圧VGによりソースドレイン電流をコントロールできるデバイスである。今回のFETの電極パターンは事前課題として製作可能な精度を考慮し最小寸法を2μmとしつつ、高い利得係数を得られることを目指し設計を行った。利得係数βは以下の式で表される。</p> $\beta: \text{利得係数 } \beta = \frac{W}{L} \mu_n C_{ox}$ <p style="text-align: right;">C_{ox} 単位面積あたりのゲート酸化膜容量 μ_n: 電子の実行移動度</p> <p>次に作成したFETを2つのうち一方をゲート電圧でコントロール可能な負荷抵抗として並べたn-MOSインバータを形成し、それらをワイヤボンディングによるフィードバックと出力バッファを含み19個連結したリングオシレータ回路を作成した。</p> <p>プロセス実施後、まずデバイスの確認を行い、単一トランジスタ特性評価を行った。FETはID-VD特性からドレイン電流のゲート電圧依存性が示され</p>

た。これにより作成したデバイスは FET として機能していることが述べられた。また設計で変化させたパラメタであるゲート幅の拡幅に応じてドレイン電流の増加を確認することができた。しかし今回ゲート長を $2\mu\text{m}$ と固定してしまったためゲート長依存性を調査することはできなかった。

SET については作成手順において電子線描画技術を用いた単電子トランジスタ (SET) を模したパターン形成も行ったが、パターン形成に失敗しパターンが切れてしまった。

次にリングオシレータの特性評価を行った。測定開始時の時点で 14 kHz での発振を確認した。これによりリングオシレータは機能を満たしたと考えた。その際の立ち上がり時間は $7.3\mu\text{s}$ 、立ち下がり時間は $15.4\mu\text{s}$ であった。

[むすび]

以上の研修内容を受けて私は目的であったプロセスの知識と経験を得られたことに限らずトランジスタ回路の基礎知識、設計の基礎知識を得ることができた。今回得た知見を基に今後の自身の研究を深めていきたい。

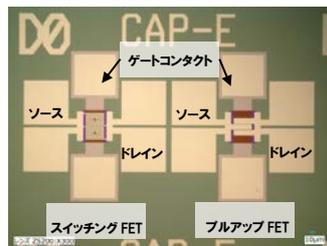


図 1 : 単トランジスタ評価 TEG

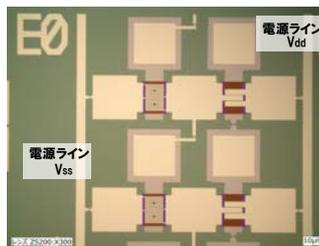


図 2 : n-MOS インバータ回路

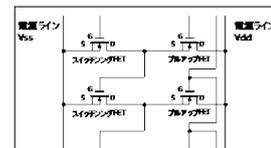


図 3 : n-MOS インバータ回路図

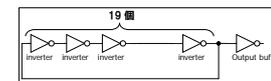


図 4 : リングオシレータ回路

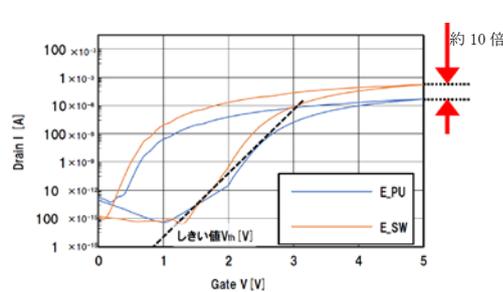


図 5 : ID-VG ゲート幅依存性

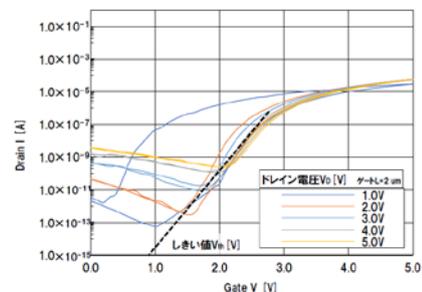


図 6 : ID-VG ゲート電圧依存性

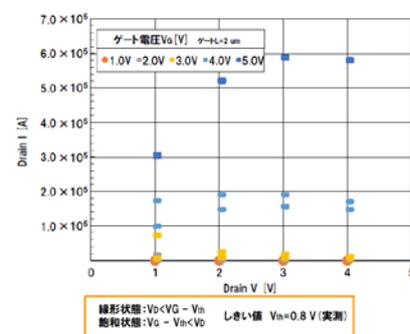


図 7 : ID-VD ドレイン電圧依存性

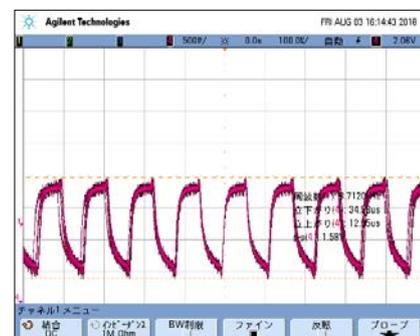


図 8 : オシレータの発振波形

所属・学年	北海道大学大学院工学院 材料科学専攻 修士課程1年
研修テーマ	電子ビームリソグラフィ
研修先	東京工業大学
受入担当者	宮本 恭幸 教授、河田 眞太郎 研究員
研修期間	2018年8月1日(水)～3日(金)
研修内容	高い解像性を持つ微細構造作製技術である電子ビームリソグラフィの基礎を学ぶため、露光機のキャリブレーション、三層レジストを用いた重ね露光を体験した。さらに、オリジナルパターンの作製・露光を行った。それぞれの試料破断面を走査型電子顕微鏡(SEM)により観察し、評価を行った。
研修の成果等	<p>高速トランジスタの部品である T ゲートの作製プロセスを図 1 に示す。本研修においては、実習時間の都合上図 1d ボトム層の現像までを実施した。2 度の重ね露光を行うさい、中心位置にずれが生じないように、アライメントマークと呼ばれる十字模様を基板上に事前に形成し、位置合わせに利用した。作製した T ゲートの型の破断面 SEM 像を図 1 に示す。2 回目の露光において、露光量を $200 \sim 500 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ に変化させたことに対応して、ボトム層の線幅が変化している様子が観察される。</p> <p>次に、オリジナルパターンの露光を行った。作製した描画プログラムの模式図を図 3a に示す。直径 20 および 50 nm の円形を、(x 軸方向 10 個)×(y 軸方向 10 個) ハニカム状に配列したパターンを作製し、繰り返し配列した。露光・現像後の試料表面の SEM 像を図 3b に示す。描画した 100 個の円がすべて 1 つにまとまり、四角形を形成している様子が観察される。これは、電子ビームの近接効果によるものと予想され、目標通りの描画を達成するためには、レジスト厚や露光量を精密に調整する必要があることが分かった。</p>

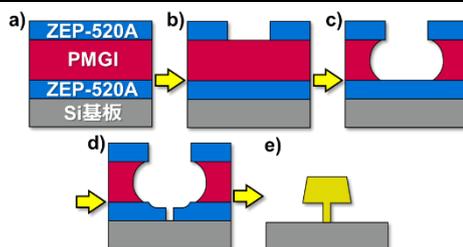


図 1. T ゲート作製プロセス模式図

a) 3 層レジスト塗布後、b) EB 露光 1 回目・トップ層現像後、c) 中間層現像後、d) EB 露光 2 回目・ボトム層現像後、e) Au 蒸着・リフトオフ後。

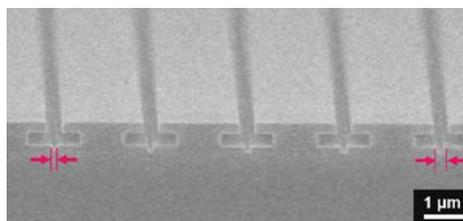


図 2. T ゲートの「型」の破断面 SEM 像
矢印はボトム層の線幅を示す。

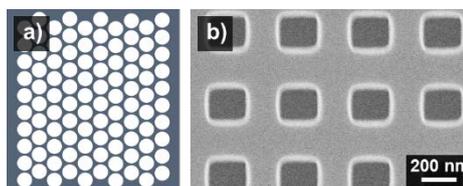
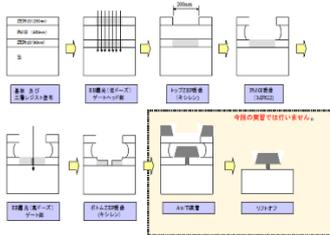
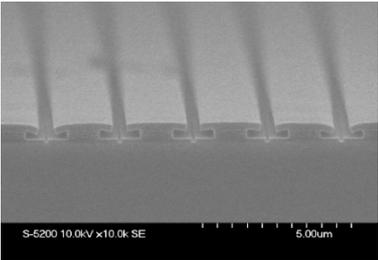
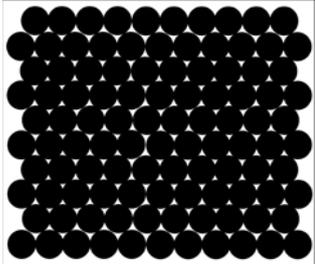
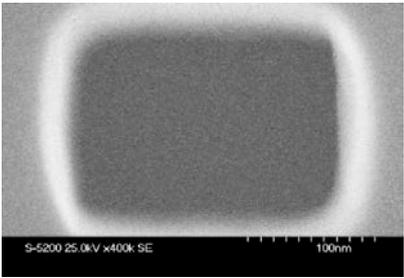


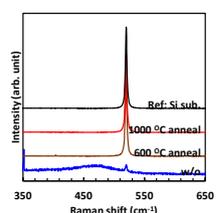
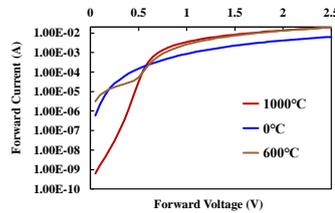
図 3. オリジナルパターン露光

a) 作製した露光プログラム模式図、b) 露光後・現像後の表面 SEM 像。

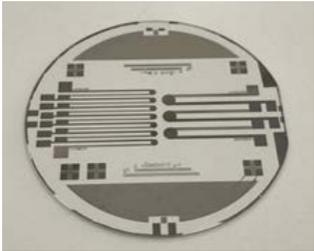
平成30年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東北大学 理学研究科 物理学専攻 ナノ固体物理研究室 M1
研修テーマ	電子ビームリソグラフィ
研修先	東京工業大学
受入担当者	宮本 恭幸 先生
研修期間	8/1～8/3 (三日間)
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ● 電子ビームリソグラフィの動作原理と露光機”JBX6300SJ”の説明 ● 露光プログラムの作成実習 ● 露光機を用いた描画実習 (キャリブレーション等も含めて) ● 露光後試料の現像 ● 現像後の試料の SEM 観察
研修の成果等	<p>露光機”JBX6300SJ”を用いた描画実習では T ゲート作製リソグラフィプロセス (図 1) とオリジナルのプロセスを描画した。T ゲートプロセスの SEM 画を図 2 に示す。T ゲートプロセスにおいてはボトム線幅を 40-80nm に変えながら、それぞれの線幅に対してドーズ量を 5 段階で変えたものを描画した。図 2 は同じ線幅でドーズ量を変化させたものであるが、より右の構造ほどボトム線幅が広がっていることがわかり、それはドーズ量の増加と一致している。オリジナルプロセスは 20nm、50nm の中実円を集積する (図 3) プロセスである。ただし、SEM で確認したところ、構造は実現されていなかった (図 4)。理由としては電子の近接効果の影響やレジスト現像時の欠損が理由として考えられる。円の間隔を広げる等で、似た構造を実現できた可能性がある。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>図 1. T ゲートプロセス工程</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図 2. T ゲートプロセス SEM 画</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 20px;"> <div style="text-align: center;">  <p>図 3. オリジナルプロセスの構造</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図 4. オリジナルプロセス SEM 画</p> </div> </div>

平成30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	半導体集積回路製作プロセス技術の基礎実習
研修先	名古屋大学
受入担当者	中塚 理
研修期間	8/6 ~ 8/10
研修内容	半導体集積回路製作プロセス技術の基礎実習を通し、半導体デバイス製作に用いられる基礎プロセスに関する知見を得るとともに、プロセス技術（イオン注入、熱処理、エッチング、蒸着、フォトリソグラフィ）を学ぶ。特に、自らの研究に未導入であるインプラ技術をメインターゲットとし、製作した試料（pn接合ダイオード）の特性評価を行い、自らの研究への導入を検討する。
研修の成果等	<p>研修を通して、pn接合ダイオードの基礎知識・製作プロセス技術等の理解を深めた。本実習では、インプラ技術を取り入れたpn接合ダイオードの製作を行った。SRIMイオン注入シミュレーションにより条件出し工程を行った後、半導体製造プロセス設備（イオン注入装置、急速加熱処理装置、Al蒸着機等）を利用し試料の製作を行った。</p> <p>また、イオン注入によりアモルファス状態になった結晶構造を回復するために行う活性化熱処理の温度条件ごとに試料の物性を評価した。Fig.1にラマン分光法によるSiの結晶性評価の結果を示す。熱処理無しのSiのみピーク幅・位置が異なり、熱処理無しのSiはアモルファス状態であることがわかる。また、Fig.2に熱処理後のI-V特性評価の結果を示す。順バイアス時は1000°Cの熱処理後がより理想特性を示し、逆バイアス時は1000°Cの熱処理後が最も電流が小さいことから高温の熱処理により結晶構造の欠陥が減少したことがわかる。以上のことから、イオン注入によって生じる分子構造の欠陥が物性と大きく関わっており、その欠陥を回復する熱処理の温度条件が重要であることを確認できた。今後は、自らの研究にインプラ技術・熱処理を導入し、理想的なpn接合ダイオードの製作を目指す。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>Fig.1 ラマン分光法による Siの結晶性評価の結果</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>Fig.2 熱処理後のI-V特性評価の結果</p> </div> </div>

平成30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 電子・情報システム工学専攻・2年
研修テーマ	半導体プロセス実習・講習会
研修先	豊田工業大学
受入担当者	佐々木 実 教授
研修期間	2018（平成30）年9月13日～14日（2日間）
研修内容	<p><半導体プロセス実習></p> <p>クリーンルーム内において，熱拡散炉や真空蒸着装置等の見学，レジスト塗布，露光，ウェットエッチング等の体験，分光エリプソメータや干渉膜厚計等の操作を実施．またこれらの工程で作製されたサーモパイル（熱電対）のホール効果測定についても実施．</p> <p><講義></p> <p>佐々木 実教授の「MEMS センサと製作プロセス -車載や生物関係センサ-」（1日目），岩田 直高教授の「省エネルギー社会を支える化合物半導体デバイス」（2日目）を聴講．</p>
研修の成果等	<p><研修の成果></p> <p>半導体プロセス実習ではいくつかの工程を自身でおこなったことで，デバイス作製の原理やプロセス，そしてクリーンルームの環境や人的な要因による作製の難しさについて知ることができた．この実習で作製したサーモパイル（図1参照）は複数の熱電対を直列にして構成されている．サーモパイルの特徴としては熱起電力が大きくなり非常に高感度であることが挙げられる．このため入射赤外線強度など，温度差発生の原因を調査する場合に用いられることが多い（このとき基準接点補償は設けない）．作製したサーモパイルはCr-Al熱電対であり，室温では$19\mu\text{V/K}$とされているが，特性測定により$17.425\mu\text{V/K}$と$\pm 10\%$以内であったことから精度は問題ないといえる．</p> <p>MEMS センサについての講義では，一般に物体の有無に対して電圧のオン・オフで出力するのが一般的なセンサであるが，静電容量や物性法則として出力を変化させる能動型センサとその内訳について詳しく知ることができた．MEMS センサはその名の通り小型であるため製造は困難であるが，幅広い用途が想定されるためこれから更に発展する分野であると考えられる．また化合物半導体デバイスについての講義では，あらゆるものに内蔵されてきている半導体の省エネルギー化をテーマに，GaAs系化合物半導体の構造改良とGaNの開発について聴講することができた．Siと比較したときのGaNは出力が約</p> <div style="text-align: right;">  <p>図1 作製したサーモパイル</p> </div>

760倍、SW損失が約1/140倍であることから、豊田工業大学では産官学連携により開発が進められていることがわかった。これらの普及によって同じバッテリー容量でも長時間の機器の使用が可能となるという例が示された。

<感想>

産業で大量に生産されているデバイスはオートメーション化が進み人間の手が不要となっているが、実際にクリーンルームで装置を使用してデバイス作製をおこなうことができ貴重な経験となった。またこれまで詳しく知らなかったMEMSセンサについても興味をもつことができた。

この度、学生研修プログラムにおいて受け入れて頂いた豊田工業大学の佐々木実教授をはじめ、ご指導・ご教示頂いた先生、職員の皆様、そして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。

平成30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	群馬大学理工学部機械知能システム理工学科 鈴木孝明研究室 学部4年
研修テーマ	半導体プロセス実習・講演会
研修先	豊田工業大学
受入担当者	佐々木 実
研修期間	2018年9月13日~9月14日
研修内容	<p>クリーンルーム内体験実習をとおして、半導体プロセスの理解を深める。</p> <p>1日目 実習：サーモパイル(熱電対デバイス)の作製と評価、酸化・拡散による不純物導入とシート抵抗値の計測、薄膜加工装置の概要の説明。 講義：「MEMS センサと作製プロセス-車載・人検知センサ-」(佐々木 実 先生)</p> <p>2日目 講義：「省エネルギー社会を支える化合物半導体デバイス」(岩田 直高 先生)</p>
研修の成果等	<p>【研修で得られた成果】</p> <p>サーモパイル作製実習と講義を通して、熱電対デバイスは温度センサ以外にも加速度センサや、フローセンサ、赤外線センサなど、様々な MEMS センサに使用されていることが分かった。加速度、流れ場、赤外線の照射などによって生じる温度差を利用して他の測定対象を測ることも可能であり、工夫することによって単一原理からでも様々な応用が考えられることが分かった。また、今回実習で使用したスパッタ装置や蒸着装置は普段使用しているものよりも大型であったが、基本原理は変わらず、大面積化・高速化・歩留まり向上などの装置側の工夫があることが分かった。これより、普段使用している小型設備でも工夫することにより、歩留まりを向上させることができるということが分かった。これらの得られた成果を、今後の研究にいかしていきたい。</p> <p>【研修を行った感想】</p> <p>他大学の学生や企業の方と一緒に実習する機会は貴重な体験となった。また、自動車メーカーやセンサメーカー、部品メーカー、高専などの学校の先生など、MEMS 分野の広がりを感じた。今回の研修で異なる研究施設を訪れることにより、半導体プロセスの各工程(リソグラフィ、薄膜加工など)において、普段行っている方法以外にもたくさんの選択肢があるということが分かった。今回の学生研修プログラムを通して得ることができた経験をいかして、普段の方法に固執することなく、常に情報収集・交流をし、必要に応じて共用設備をお借りしながら、多角的に研究を進めていきたい。</p>

平成30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	城西大学 薬学部 薬粧品動態制御学講座 大学院 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 吉田キャンパス
受入担当者	松嶋 朝明
研修期間	2018年8月22日～24日(3日間)
研修内容	<p>マイクロ流路は、すでに医療・化学・環境・食品・測定分野など幅広く活用されており本研修では、各自がデザインしたマイクロ流路をレーザー直接描画装置等を用いて作製(PDMS/ガラス基板)し、2種類の液体を流して混合状態を観察・評価を行った。</p> <p>1日目:①安全講習②マイクロ流体デバイスに関する概要説明③実習の説明④マイクロ流路の設計とパターンデータの作成、レーザー描画装置を用いたフォトマスク作製</p> <p>2日目:①マスクアライナーを用いたレジスト原盤(鋳型:SU-8)作製、②PDMS 調合・成形/PDMS によるマイクロ流路プレート作製</p> <p>3日目:マイクロ流路の加工・組立・評価の後、まとめ</p>
研修の成果等	<p>研修の成果は主に次の3点である。</p> <ul style="list-style-type: none"> ●2液を安定・効率的に混合するため、マイクロ流路中の障害物の形状・配置を決める上で、混合時に生じる圧力や流体の粘性、層流から乱流に変える構成等が重要 ●デザインしたマイクロ流路は完全に2液の混合はできなかったものの設置した障害物によって一部が混合できたことを確認 ●本研修にて、MEMS 技術を用いたマイクロ流路の作製を経験し、アイデア次第で様々な分野に応用が可能となる MEMS 基礎技術を習得 <p>・マイクロ流路の作成(Fig. 1)は、ネガレジストを塗布した Si 基板にフォトマスクのパターンを露光(A)、露光後現像(B)を行い紫外線照射部のみ残るレジストパターンを作成した。Silpot 184 の主剤と硬化剤を質量比 10:1 で混合した PDMS をレジストモールドに流し込み、減圧処理した後硬化させた(C)、Si 基盤から慎重に PDMS を剥離後、ガラス基板と PDMS をドライエッチング装置を用いてアッシングし接着(D)。</p> <p>The diagram illustrates the four-step process of microfluidic channel fabrication. Step A shows a Si substrate with a negative resist (SU-8 3050) and a photomask being exposed to UV light. Step B shows the development process where the unexposed resist is removed. Step C shows the casting of a PDMS solution into the resist mold, followed by curing. Step D shows the final assembly where the PDMS-coated Si substrate is bonded to a glass substrate.</p> <p>Legend for Fig. 1: Negative Resist (SU-8 3050) is represented by a light blue square, Si by a black square, PDMS by a grey square, and Glass by a blue square.</p>

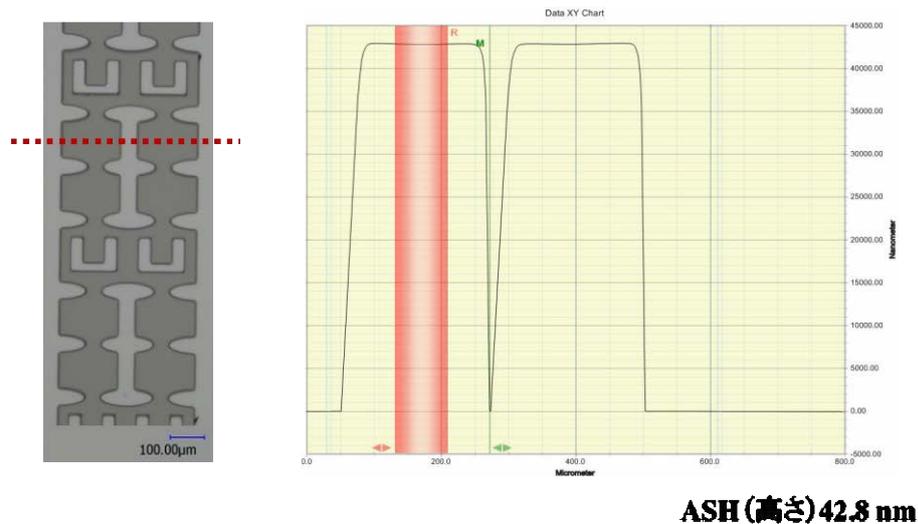


Fig. 2 フォトレジ原盤観察(マイクروسコープ(左)および表面段差計(右))

・マイクروسコープを用いたフォトレジ原盤の観察 (Fig.2) では、複雑な障害物箇所も欠けることなくできていることを確認した。寸法についても当初作成した設計と比較して大きな違いは無かった。

表面段差計を用いたレジスト厚測定では、設計通りの高さを確認できた。

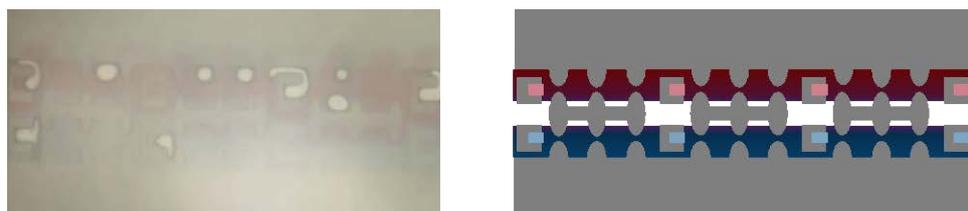


Fig. 3 マイクロ流路顕微鏡観察(左) 模式図(右)

Figure 3 に、作成したマイクロ流路に希釈した 2 色(赤、青)のインクを流した際の、顕微鏡観察画像を示す。PMDS を挟んだ観察であったため、明瞭な流路の観察画像撮影できなかったため、上右図に観察できた流路模式図を示す。双方の図より、2 色のインクが、流路に存在する障害物によってのみ混合することは確認できなかったものの、流路中央部では部分的に 2 液混合されていることが確認された。

【参考文献】

- ・「はじめての MEMS」 江刺正喜(東北大学) 森北出版
- ・「MEMS のはなし」 前田龍太郎編(産業技術研究所) 日刊工業出版
- ・K. Ken-ichiro, K. Yoshiki, H. Yoshikazu, I. Shinji, S. Junko, O. Atsuko, T. Toshiyuki, C. Yong, T. Osamu, 2017, RSC Advances 7 (58), Royal Society of Chem, 36777-86.
- ・ K. Yoshiki, H. Yoshikazu, K. Ken-ichiro, T. Toshiyuki, T. Osamu, 2016, IEEJ Transactions on Sensors and Micromachines 136 (6), 229-236.

平成30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	お茶の水女子大学理学部生物学科3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
受入担当者	松嶋 朝明
研修期間	8月22日～8月26日
研修内容	<ol style="list-style-type: none"> 1. マイクロ流路 CAD data 作成 2. フォトマスク作製 3. レジスト原盤作製 4. PDMSを用いたマイクロ流路形成 5. 卓上SEM及び表面段差計を用いたレジスト原盤の観察・測定 6. マイクロ流路組み立て・観察
研修の成果等	<ol style="list-style-type: none"> 1. 背景・目的 マイクロ流路デバイスとは、MEMS技術などの微細加工技術を利用した微小流路や反応容器で構成されたデバイスを指す。その中でもT字路型の経路は汎用的に使用されている。また、流体力学において液体の流れは乱流と層流に大きく分類され、マイクロ流路下においては、レイノルズ数(流体の特性を示す無次元数)は小さく、層流になりやすい。2色の液体を異なるT字路の端から流した場合、2色の液体はT字路の中心で混ざらず、2層に流れ、その接触面での拡散を基にしか混合しない。今回は2色の溶液が混合するために乱流が生じるような障害物を各自流路中にデザインし、2色の液体が混合することを目的とした。 2. 方法・手順 <ol style="list-style-type: none"> 2.1 マイクロ流路 CAD data 作成 初めにCADソフトを用いてマイクロ流路デバイスの設計を行った。作成した設計図の一部をFig. 1に示す。狙いとしては、コの字構造の流路を作成することにより乱流の可能性が高くなるという助言を受けて、中流から下流部分には太さが変化する流路を作成し、2色の溶液の混合を目指した。 2.2 フォトマスク作製 レーザー描画装置(h線レーザー光)を用いて、フォトマスクブランクスにCAD dataに基づいた描画を行った。その後Crウエットエッチング、レジスト剥離を行ってフォトマスクを作製した。 2.3 レジスト原盤作成 シリコン基板をピラニア液(硫酸・過酸化水素水混合液)で洗浄し、加熱乾燥した。シリコン基板にHMDSを塗布し、その後レジスト(SU-8)を塗布し、ソフ

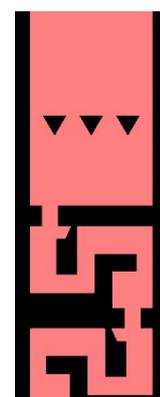


Fig. 1 設計図

トベークを行った。次に両面マスクアライナーにより、作成したフォトマスクを用いて、流路パターンの露光を行った。シリコン基板を加熱し、PM シンナーにより現像、IPA リンス、N₂ドライを行った。最後に、シリコン基板を加熱し、自然冷却を行い、レジスト原盤を作製した。

2.4 PDMS 成形

アルミニウム箔で PDMS を流し込む容器を作り、離型剤(HMDS)の塗布を行った。その後、アルミニウム箔容器にレジスト原盤をセットし、PDMS を流し込んだ。PDMS を真空乾燥器に入れ、脱泡、加熱を行った。その後、ドライエッチング装置を用いてガラス基板と型から外した PDMS とにプラズマアッシングを行い、両者を接合し、加熱して固定した。また、レジスト原盤をマイクロスコップと表面段差計をもちいて観察・測定を行った。

2.5 マイクロ流路観察・組み立て

テフロンチューブをシリコンチューブに通し、PDMS プレートに差し込んだ。T 字の OUTLET 部のチューブをシリンジポンプに接続し、T 字の左右 INLET 部のシリコンチューブの先端をインクに差し込んだ。シリンジポンプを引き、デジタルマイクロスコップで 2 色のインクが流れる様子を観察した。

3. 結果

レジスト原盤をマイクロスコップにて観察した (Fig. 2)。マイクロ流路に液体を流した様子を Fig. 3 に示す。Fig. 2 より、設計図通りのレジスト原盤ができたことを確認した。Fig. 3 より、2 色の液体はマイクロ流路を通過後、2 層状態を維持したままだったが、コの字の箇所では 2 色が混合する箇所を確認できた。

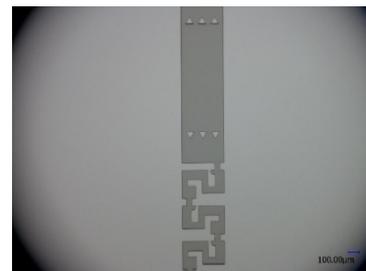


Fig. 2 レジスト原盤

4. 考察・感想

液体が分岐する地点(三角形)やコの字型の部分では紫色が観察されたことや、他の実習者が作製したマイクロ流路の観察から、乱流を起こさせることと同時に 2 色の液体が重なるような設計にすることが有効だと考えられる。本実習ではマイクロな世界での液体の振る舞い方が違う点を踏まえて、より効果的な工夫をする必要があったと考える。また、マイクロ流路デバイスはバイオの分野でも利用されており、本研修は、実験に応用できる色々な材料について知るきっかけにもなった。



Fig. 3 作成したマイクロ流路

平成30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	北陸先端科学技術大学院大学・M1(修士1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
受入担当者	大村英治
研修期間	2018年8月22日～24日まで(3日間)
研修内容	<p>この研修は、MEMS技術を利用してマイクロ流路を作製し、2種のインクを用いて、作製したマイクロ流路の中で混ざる様子を観測する研修だった。研修は3日間かけて行われた。</p> <p>初日の8/22は、インクを流したときに、2種のインクが混ざるように設計し、CADとレーザー描画装置を用いて、設計データを基にしてフォトマスクを作製した。</p> <p>二日目の8/23はフォトリソグラフィを利用して原盤を製作し、PDMSの調合と成形作業を実行して、マイクロ流路を作製した。</p> <p>最後の8/24は作成したマイクロ流路に2種のインクを流してインクが混ざる様子を観測した。</p> <p>これらの研究の目的は、MEMS技術の原理や関連する機器の使用法を理解する事、そして自分のアイデアを用いて実験を行う事である。</p>
研修の成果等	<p>この研修で私は、全長20mm、幅200～300μm、高さ400～410μmのマイクロ流路を製作することに成功し、インクを流す実験に通じて、インクの混ざる様子を確認することができた。</p> <p>また、この混合の原因としては、設計された障害物の狭い隙間をインクが通過する際に、一時的に流速が速くなり、レイノルズ数(Re)と言う数が2000以上になって、層流が乱流に変化したことを知った。</p> <p>そのほかにも、この研修を通じて、自分の学校にない機械の使用と少し異なる製作方法を学んだ中で、幅広い知識と今の研究の改善の方向などを知ることができ、様々な事を学ぶ事ができた。</p> <p><図.1></p>  <p>図.1 異なる色のインクが混合される様子</p>

平成30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	2nd Master degree student, IBB, Tokyo Medical and Dental University
研修テーマ	CMOS Transistor Circuit Fabrication Workshop
研修先	Hiroshima University
受入担当者	Prof. Shin Yokoyama
研修期間	20-25 August 2018
研修内容	<p>The CMOS transistor nano-chip circuit was fabricated at Research Institute for Nanodevice & Biosystems, Hiroshima University on 20-25 August 2018. There were six days for CMOS fabrication experiment including 1 day of circuit designing, 3 days of CMOS nano-chip fabrication processes and 2 days of the device characteristic testing. We learned the principle of CMOS circuit designing, fabrication and device characterization by both of lecture and practical. Moreover, there was the interesting experiment about lithography process done in the third day that led to principle understanding. Finally, we regarded that CMOS Nanodevice is the one of robust ways applying for biomedical instrument.</p>
研修の成果等	<p>In this CMOS workshop, CMOS nano-chip was designed the circuit and fabricated in super cleaning room. Before CMOS nano-chip fabrication process, circuit model and schematics diagram were designed using the LayoutEditor program. After that, the characteristic of device was measured using semiconductor analyzer machine. The characteristic of p-type, n-type MOSFETs and CMOS inverter were inspected. Finally, we could obtain the result data of IV characteristics graph in order to compare with theory term. The results showed that the characteristic graph result of Nano-chip was similar to the theory term. Following that, the CMOS Nano-chip fabrication was successful. Moreover, we could calculate the saturation region in each different step of gate potential that is necessary to consider when operate the circuit. All of the processes were successful with the professor and staffs supporting. Finally, this work was supported by the Research Institute for Nanodevice & Bio system, Hiroshima University. I would like to thank Prof. Yokoyama, Tabei and all of institute's staffs who related to this workshop. Furthermore, I would like to thank my laboratory, Bioelectronics, Institute of biomaterials and bioelectronics, Tokyo medical and Dental University and Center for Nanotechnology Platform, NIMS which were my supporter.</p>

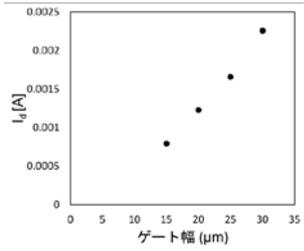
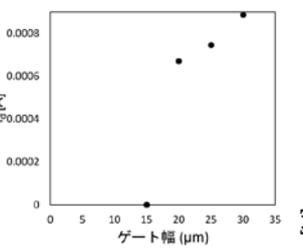
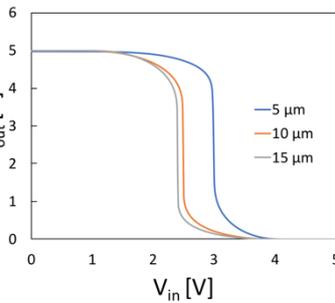
平成30年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	静岡大学大学院学生 D3
研修テーマ	How to make CMOS transistor circuits
研修先	Research Institute of Nanodevice and Bio Systems, Hiroshima University
受入担当者	Tetsuo Tabei and Shin Yokoyama
研修期間	August 20 th , 2018 to August 25 th , 2018 [Six (6) days]
研修内容	The CMOS training at RNBS, Hiroshima University was a great learning experience. We were able to learn several semiconductor CMOS fabrication techniques in a state-of-the-art clean room facility. The processes that I was able to learn included the design and fabrication of CMOS circuits with computer aided design and ion implantation, oxidation, diffusion, lithography, chemical vapour deposition, metallization, dry etching and others.
研修の成果等	Computer aided design techniques helped me design different Silicon devices. Through careful execution of the different fabrication techniques, we were able to achieve Si NMOS and PMOS transistors, CMOS inverters, ring oscillators and co-doped PN tunnel diodes. All the designed devices and circuits showed a good agreement with the design, through optical microscopy measurements. Electrical characterization of these devices and circuits were conducted to confirm successful fabrication. The IV characteristics of the NMOS and PMOS transistors, CMOS inverters and ring oscillators showed a good agreement with classical IV characteristics. This substantiated and confirmed a successful fabrication. IV characterization of PN diodes was seen to be interesting, showing the formation of a so-called 'backward diode'. This enabled the estimation of the achieved doping concentration (close to the metal-insulator transition in Si).

平成30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/微細加工 PF
受入担当者	横山 新、田部井 哲夫
研修期間	平成30年8月20日～平成30年8月25日
研修内容	CMOS fabrication training was very beneficial and useful. It helped me gain insights on my capabilities. All the facilities were perfect. This program provided us platform to learn, fabricate and experience many advanced technologies. The overall experience was wonderful and worth sharing.
研修の成果等	<p>I designed three 3-stage ring oscillators with different channel length for the comparison purpose. Also, I designed an inverter, nmos and pmos transistors with the help of software named 'layout editor'.</p> <p>After fabricating them in the super clean room of Hiroshima University we measured the electrical properties of the devices.</p> <p>All the devices showed proper characteristics.</p>

平成30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	東京大学院 バイオエンジニアリング 修士2年生
研修テーマ	CMOS トランジスタ・IC 作製実習
研修先	広島大学 ナノデバイス・バイオ融合科学研究所
受入担当者	横山 新 (教授)、 田部井 哲夫 (准教授)
研修期間	8月19日～8月25日
研修内容	NMOS トランジスタをベースとしたICの試作実習を通じて、プロセス基礎技術とトランジスタ・回路の基本技術全体を学ぶ。イオン注入、酸化、リソグラフィ、エッチングなど基本技術を学ぶ。
研修の成果等	<p>本研修ではスーパークリーンルームでの半導体作製工程全般について実習することができた。半導体はNMOS, PMOS, CMOS インバータを作製し、チャンネル幅およびチャンネル長を変えることによってトランジスタ単体の特性評価ができた。</p> <p>特性評価は、NMOS/PMOS においてはゲート電圧 V_{gate} およびドレイン電圧 V_d を固定してゲート長・ドレイン電流 I_d の関係(a)、ゲート幅・ドレイン電流 I_d の関係(b)を観察し、CMOS においてはゲート幅を固定して電源電圧 $V_{dd} = 5V$ におけるゲート長・閾値電圧との関係(c)を調べた。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>(a) NMOS 特性評価</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>(b) PMOS 特性評価</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>(c) CMOS 特性評価</p> </div> </div> <p>結果として NMOS, PMOS においては I_d はゲート幅とは比例関係、ゲート長とは反比例関係にあることがわかり、CMOS インバータにおいては閾値電圧はゲート長が長ければ長くなるほど小さい値を示していることがわかった。しかし、データの量が少ないため本当に閾値電圧が続けて小さくなるのか、もしくは値が減り続けて止まる臨界点があるのかは調べることができなくて残念だと思った。</p> <p>成果としては本研修で得られたデータ以外にも実際装置を使ってみてみにつけたこと、またスーパークリーンルームというなかなか普段は経験できない場所での行動綱領などを学ぶことができて非常に有益だと思った。</p>

平成30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	東京農工大学 工学部 久保研究室 学部4年
研修テーマ	真空技術に関する基礎講義と実習
研修先	山口大学 工学部
受入担当者	栗巢 普揮
研修期間	9月10日(月)~9月11日(火)
研修内容	はじめに、真空の基礎知識を学ぶために講義を受講した。講義では、圧力による真空の定義や各圧力領域におけるコンダクタンスなどの基礎的な内容について学習した。また、真空ポンプや真空計の機構を座学で学び、実際に実験室の装置を操作した。その後のリークテスト実習では、自分で分解・組立を行った真空装置に対して、リークディテクタなどを用いてリークテストを行った。最後に、講義で学んだ内容を題材とした演習問題を解いて、真空技術の理解を深めた。
研修の成果等	<p>私は研究のデバイス作製を行う際に真空装置を使うが、真空についての知識を全く有していなかった。今回の研修で真空講座を受講したことで、日々使用している真空装置内での分子の挙動を理解することができた。今回学んだ知識は、日々のデバイス作製の過程に応用することができる。例えば、高品質の薄膜を作製するには、蒸着材料の圧力を高くして不純物の圧力を小さくする必要がある。講義では材料の入射頻度や材料の物性値を用いて、材料の蒸着時圧力を求める方法を教わった。これにより、不純物の占める圧力の割合が小さくなるように各パラメータを調整することが可能となったため、高品質な薄膜を作製できる。</p> <p>リークテスト実習では、専用の機械であるリークディテクタを使用する方法のほかに、アルコールを滴下する方法を学んだ。この方法は私の研究室でも利用可能で、簡単にリーク位置を検知することができる。実習では実験器具の取り扱いに関しても学ぶことが多かった。アルミホイルの表裏の使い分けや真空装置の手入れに適したワイパ、ネジを締める正しい方法など研究者として知っておくべき基礎的な内容を教わることができた。</p> <p>今回の研修は私と先生との1対1での研修だった。それ故に先生とのコミュニケーションがとりやすく、私の研究に関するアドバイスを頂いたことや、研究に則した内容の演習問題を準備して頂いたこともあり、非常に有意義な研修期間であった。この研修で得た知識・経験を活かして、今後の研究で成果を發揮していきたい。</p>

平成30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	筑波大学数理物質科学研究科、物性分子工学専攻 M2
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	安藤 秀幸
研修期間	7/4～7/6 (3日間)
研修内容	<p>集積回路 (IC) の製造は、パーティクル (微小なゴミ) 及び温湿度管理された特殊な環境であるクリーンルームで行われる。本研修では、IC 製造プロセスの一つである CMOS 集積回路の製造技術を主体に、クリーンルーム内の微細加工設備を使い要素技術 (設計、製造、組立、評価等) を実習形式で体験することで、CMOS 集積回路製造プロセスへの理解を深める。</p> <p>1 日目: 集積回路製造技術講義、シミュレーション、レイアウト設計 (FET、CMOS インバータ)</p> <p>2 日目: 安全教育、薄膜形成 (熱酸化、スパッタ)、リソグラフィ、エッチング、イオン注入</p> <p>3 日目: 組立 (ダイシング、ワイヤーボンド)、電気特性評価、分析実習</p>
研修の成果等	<p>私幼い頃から物作りが大好きで、普段の趣味はダンボールとかを使って人形軍団の紙武器を作ります。年齢の増加につれて、日本のハイテクレベルにとっても感心しました。</p> <p>本研究に通じて、自分は半導体技術が強い日本で、教科書でしか見えない半導体製造技術を設計から製造評価まで実際に操作して、CMOS 電気回路の理解を深くなりました。具体的な内容は以下になります。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 設計部分: 回路設計 (S-Edit を利用)、レイアウト設計 (L-Edit を利用) 2. 微細加工プロセス部分: 洗浄技術 (ウェット洗浄)、薄膜形成技術 (熱酸化、PVD (スパッタ))、リソグラフィ技術 (フォトリソグラフィ)、エッチング技術 (ウェットエッチング)、不純物導入技術 (イオン注入)、多層配線技術、熱処理技術 3. 組立・評価部分: ダイシング工程、ワイヤーボンド、電気特性評価

平成30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	城西大学大学院 薬学研究科 博士課程3年 (D3)
研修テーマ	自己組織化現象を利用したナノ構造の作製とイメージング
研修先	千歳科学技術大学
受入担当者	オラフカートハウス 教授
研修期間	2018.7.31~2018.8.3
研修内容	<p>ディウエットティング過程を利用した高分子の自己組織化構造（ドーム状の均一なドロップレット）を作製し、光学顕微鏡、電界放出型走査電子顕微鏡、原子間力顕微鏡を用いてその構造を観察しました。揮発溶媒にポリスチレン (PS) を溶解させた溶液を、マイカ基板上に滴下し、ローラーが一定速度で回転することで液滴を均一に伸展させる自己組織化構造作成装置を用いて、ディウエットティング過程を再現性良く起こさせ、自己組織化構造を作製しました。基板に滴下する PS 濃度、揮発溶媒（クロロホルム、トルエン、4-メチル-2-ペンタン）の違い、ローラーの回転速度の変化がディウエットティング過程に及ぼす影響を調査しました。また、自己組織化後にアセトンを滴下した際のドームの形状変化を観察しました。</p>
研修の成果等	<p>ディウエットティング過程やその過程で起こるスリップスティック現象、マラゴニ対流など、今まで知らなかった現象について学ぶことができました。均一な自己組織化構造を作製でき、各観察手法を体験できました。溶質濃度が低いとドームの大きさは小さくなり、ローラー速度が速いとドーム間距離が短くなり、かつ、ドームの大きさが小さくなりました。異なる溶媒でも、PS の自己組織化構造が形成され、自己組織化構造作製後に、アセトンを噴霧することで、ドームの形状が変化しました。原子間力顕微鏡を用いて、ドームの高さおよび直径を計測し、アセトン処理により、接触角が 26.1° から 96.1° に変化したことも調べることができました。</p> <p>本研修に参加したことで、各顕微鏡の観察手法を体験できました。自身の研究における自己組織化現象と本研修で行った自己組織化現象は、現象としては異なるものであり、直接的に両者を関連付けることはできませんでした。しかし、数日に渡る研修や発表会での交流を通じ、他学生の研究内容や本研修への参加動機、科学や将来に対する考えを知り、普段関わることのない学部の方々と意見を交わすことができました。その結果、自分の研究分野だけにとどまらず、異分野の研究について学ぶことができ、また、自分自身の視野や研究の幅、人材ネットワークを広げることができ、以前持てなかった視座を得ることができたと感じています。自身の欠点として、自分の価値観や信念に固執しすぎてしまうところがあり、そのことが原因で、研究においても人との関わりにおいても妨げとなっていると感じていましたが、本研修で得られた経験が、それらにいい変化を与えてくれていることを現在実感しています。</p> <p>今後、そこで学んだ観察手法を自身の研究に生かすとともに、基礎研究者、臨床研究者、薬剤師など様々な立場から物事を見れるような人、そして医学、理学、農学、工学といったバックグラウンドを持つ方々のそれぞれの立場や思いを尊重できる人になり、基礎研究と臨床研究の橋渡しができるような存在になりたいと思っています。</p>

平成30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 理学府 化学専攻・修士二年
研修テーマ	自己組織化現象を利用したナノ構造の作製とイメージング
研修先	千歳科学技術大学
受入担当者	Olaf Karthaus 先生
研修期間	2018年7月31日~8月3日
研修内容	<p>Dewetting 現象を利用して、マイカ基板上に高分子の自己組織化構造を作製した。この Dewetting 現象とは、液体を薄膜状に薄く伸ばした時に、安定化する過程で液滴が生じる現象を指し、この現象を利用することで液滴中の高分子は規則的に形成され、配列する。この構造に対し、光学顕微鏡、FE-SEM、AFMを用い、観察を行なった。</p> <p>1日目：自己組織化現象についての講義、機能性材料の構造作製実習 2日目：電子顕微鏡についての講義、測定ガイダンス、実習 3日目：原子間力顕微鏡についての講義、測定ガイダンス、実習 4日目：実習まとめ、ディスカッション</p>
研修の成果等	<p>Dewetting 現象には、ポリスチレン(MW: 250,000)を有機溶媒に溶解させた溶液を用いた。この溶液をマイカ基板に数滴滴下し、ローラーを用いて薄膜化し、自己組織化構造を得た。</p> <p>この時、自己組織化現象について、第一に、<u>有機溶媒にはトルエン、クロロホルム、メチルイソブチルケトンを用い「高分子溶液の溶媒の影響」</u>を調べた。その結果、溶媒の揮発速度とマイカ基板への親和性の違いにより自己組織化構造は異なることがわかった。</p> <p>第二に、<u>ローラー速度を変化させることで蒸発速度を調整することにより、「自己組織化速度の影響」</u>を調べた。ローラー速度に依存して配列が変化し、ローラーが速いほどランダムな配列となる様子が観察できた。</p> <p>第三に、<u>クロロホルムに溶解した高分子溶液について10倍希釈することにより、「高分子溶液の濃度の影響」</u>を調べた。濃度が薄い溶液を用いると、より小さい構造が出来ることがわかった。</p> <p>さらに、<u>高分子粒子にアセトン蒸気を吹きかけ、吹きかける前後での形状変化を観察した</u>。高分子粒子はアセトンにより膨潤し、アセトンの気化で収縮するため、粒子の形状が変化する。AFMによる高分子粒子の高さ計測によると、アセトンを吹きかけると、ぬれ性が26.2度から96.1度に大きく変化することがわかった。</p> <p>これらの研修を通じて、観察の目的に応じた測定を臨機応変に行なう経験を積むことができた。また、実際に手を動かして操作を行うことで、自己組織化に関する知識をさらに得ることができた。</p> <p>最後に、学生研修を行ってくださった Olaf Karthaus 先生、多大なるサポー</p>

	<p>トをしてくださった千歳科学技術大学の皆様、また、学生研修プログラムを開催して下さりましたナノテクノロジープラットフォーム事業の皆様にご心より感謝申し上げます。</p>
--	--

平成30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

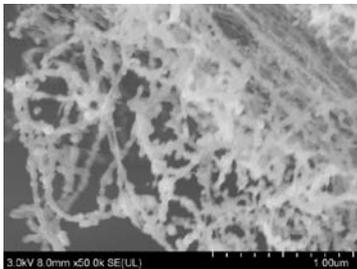
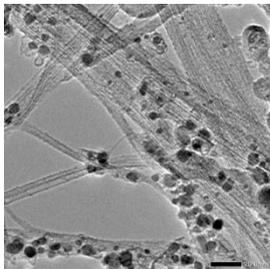
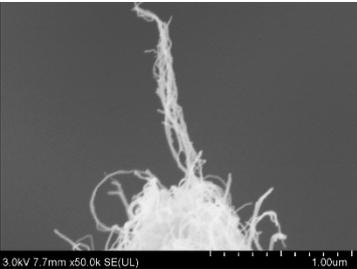
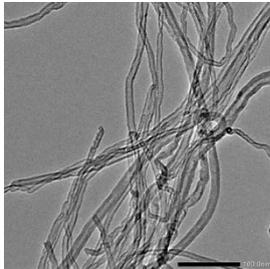
所属・学年	千歳科学技術大学大学院 光科学研究科 Karthaus 研究室 修士1年
研修テーマ	細胞実験基礎講習
研修先	物質・材料研究機構
受入担当者	服部晋也、箕輪貴司
研修期間	8月27日～8月31日
研修内容	<p>A549（ヒト肺胞基底上皮腺癌細胞）および RAW264.7（マウスマクロファージ）の培養を通して、細胞培養の基本（播種→培養→継代→培養→凍結保存）を学んだ。また、RAW264.7 にシリカ粒子を添加し産生する炎症性サイトカインによる A549 の上皮間葉転換（EMT）が生じる過程を観察した。</p> <p>A549 において EMT が起こっているかを、EMT に関連するタンパク質をコードする DNA を PCR 法で増幅し、電気泳動によってその DNA 量を比べ確認した。また、免疫染色により EMT に関連するタンパク質を直接染色し、蛍光顕微鏡で観察した。これらを通して、遺伝子解析および細胞染色の基本についても学んだ。</p>
研修の成果等	<p>A549 および RAW264.7 での細胞培養の実践を通して、細胞培養の基本操作を学んだ。また、細胞実験においては完全に決まった実験系があるわけではなく、各研究機関、研究室または個人でそれぞれの流儀のようなものがあると知り、実際の細胞実験の場を肌で感じる事ができた。</p> <p>細胞実験では、培養時に雑菌や人の細胞が培養液に入らないよう気を付けたり、電気泳動の際にごく少量の DNA サンプルをピペットで取り扱うなど繊細な作業が多く、自身が現在行っている実験との差を感じた。それとともに、これからも研究に携わっていく者として細かなことからしっかりとみていくことが研究に不可欠であることを再認識した。</p> <p>PCR 法や電気泳動など遺伝子解析において、書籍などでの事前学習で原理やある程度の操作は理解していたが、実際に行ってみることでより理解を深める事ができた。その一方で、事前学習をしていたからこそ実験がスムーズに進んだところもあった。だからこそ、研究の世界において実際に行うことと事前に知識を入れておくことの相互作用が重要であると感じた。</p> <p>今回の研修を通して、以前より興味があった細胞実験及び遺伝子解析の基本を学び、実践できたのはもちろんのこと、実際に研究者の方に指導していただいたことで、研究への姿勢や考え方などを改める事ができた。自身の研究テーマとは異分野の内容ではあったが、これからの研究に大きく生かすことのできる経験をする事ができた。</p>

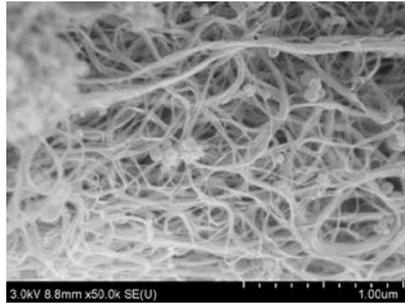
平成30年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	筑波大学人間総合科学研究科体育学専攻1年
研修テーマ	細胞培養基礎講習
研修先	物質・材料研究機構
受入担当者	箕輪・服部
研修期間	8/27~8/31
研修内容	<p>上皮細胞が間葉系細胞に変化する可逆的な変化を上皮間葉転換(EMT)という。EMTは癌や炎症などの際に見られる現象であり、各種サイトカインが関与する。EMTが起こる際、上皮細胞に生じる変化の特徴としては、E-cadherinの減少、N-cadherinの増加、Vimentinの発現およびActin-filamentの増加があげられる。この現象を培養細胞で観察するため、シリカナノ粒子を培養中のRAW細胞(マクロファージ)に添加することで炎症を惹起し、培養液上清にサイトカインを放出させた。この培養液上清を用いてA549(上皮細胞)にEMTが誘導されるかを、光学顕微鏡による細胞の形態観察、PCR、QPCRによるEMT誘導時の遺伝子発現の変化、免疫染色によるEMT誘導時のタンパク発現の変化を調べた。</p>
研修の成果等	<p>まず、光学顕微鏡を用い形態観察をしたところ、シリカナノ粒子添加RAW細胞培養液上清を用いて培養することでEMTの誘導を試みたA549では、細胞形態が丸から縦長になるなどの変化が生じており、その結果、培養容器に対する細胞の接着面積が増加し、細胞が大きくなったように見えた。次に、細胞からRNAを抽出し、逆転写によりcDNAを得て、PCRにより増幅した後、アガロースゲルを用いて電気泳動をすることにより、EMT誘導後の遺伝子発現の変化を確認した。EMT誘導後に変化する遺伝子として、E-cadherin、N-cadherin、Vimentinという3つの遺伝子発現の変化を調べた。電気泳動の結果から、EMTを誘導したA549ではN-cadherin発現が認められたが、E-cadherin、VimentinはEMT誘導の有り無しに関わらず、発現していることが分かった。N-cadherinはEMT誘導後の間葉系細胞で増加すると予想されたので、予想通りの結果であったが、E-cadherinはEMT誘導後の間葉系細胞では減少し、VimentinはEMT誘導後の間葉系細胞のみで発現していることが予想されたので、E-cadherin、Vimentinに関しては、予想と異なる結果であった。これらの結果を定量的に検証するためにQPCRによる遺伝子発現の定量解析を行った。定量解析においても、E-cadherin、Vimentinは予想とは異なる結果となったが、N-cadherinは予想通り、EMT誘導時に遺伝子発現の増加が認められるという結果になった。また、免疫染色によってE-cadherinタンパク、F-actinタンパクの発現を調べた結果からは、EMTを誘導したA549において、E-cadherinタンパクの減少、F-actinタンパクの細胞周縁部から細胞内全体への局在の変化、また細胞の接着面積が大きくなったことによる細胞密度の減少が生じている事がわかった。以上の結果より、シリカ添加マクロファージ培養上清に含まれると考えていたサイトカインは、上皮細胞にEMTを引き起こすことが</p>

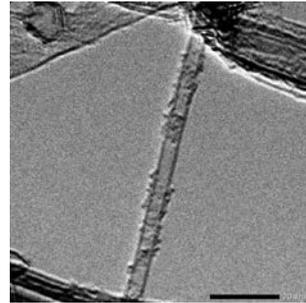
	<p>示唆された。私は、今までに細胞培養の実験を行った経験はあったが、改めて基礎的なことを学べただけでなく、QPCR や免疫染色などの新しい手法について学ぶことができ、とても貴重な機会となった。</p>
--	--

平成30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

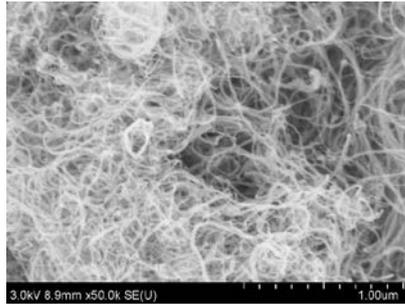
所属・学年	徳島大学 先端科学技術教育部 光システム工学コース M1
研修テーマ	ナノカーボンと複合材（コンポジット）の合成
研修先	信州大学 カーボン科学研究所
受入担当者	橋本 佳男
研修期間	8/28~8/31 4日間
研修内容	<p>一日目：CVD法を用いたカーボンナノチューブ(CNT)の作製。 CNTの作製法の講義</p> <p>二日目：CNTのFE-SEM,TEM観察。 高温下(2500℃)でのCNTへの熱処理実験</p> <p>三日目：熱処理前、熱処理後のCNTのラマンスペクトル観察。 熱処理後CNTのFE-SEM,TEM観察。 MPCVD法を用いたダイヤモンド合成実験。</p> <p>四日目：作製したダイヤモンドのラマンスペクトル、FE-SEM観察。 施設見学</p>
研修の成果等	<p>CVD法によりシングルカーボンナノチューブ(SWCNT)および、ダブルカーボンナノチューブ(DWCNT)を作製することができた。熱処理前、熱処理後(HT)のFE-SEM像、TEM像を載せる。なお、結晶構造を比較するために、マルチカーボンナノチューブ(MWCNT)のサンプルを用い、同様の観察を行った。</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> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>(c)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>(d)</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p>(a):SWCNT,DWCNTのSEM像 (b):SWCNT,DWCNTのTEM像 (c):MWCNTのSEM像 (d):MWCNTのTEM像</p> </div>



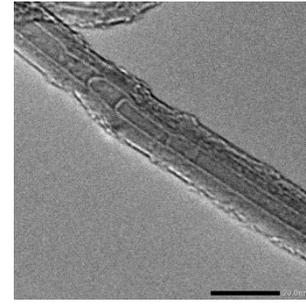
(a)



(b)



(c)



(d)

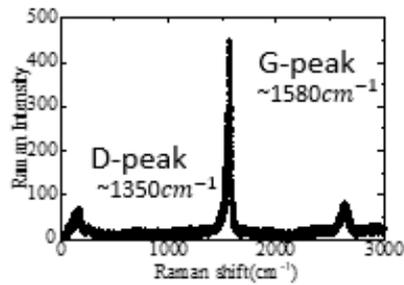
(a):HT-SWCNT の SEM 像

(b):HT-SWCNT の TEM 像

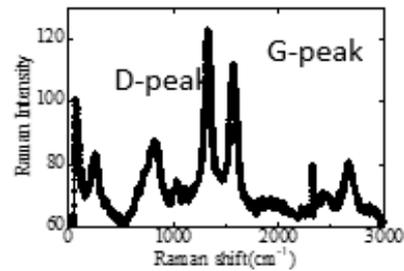
(c):HT-MWCNT の SEM 像

(d):HT-MWCNT の TEM 像

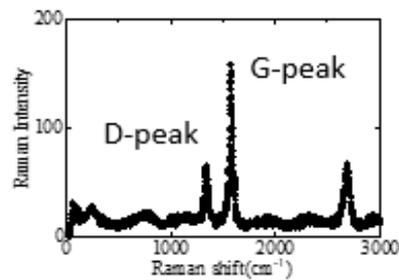
また、それぞれの CNT のラマンスペクトルから結晶性を確認した。以下にそれぞれのラマンスペクトルを示す。 I_G/I_D = 結晶性とした時の値を示す。



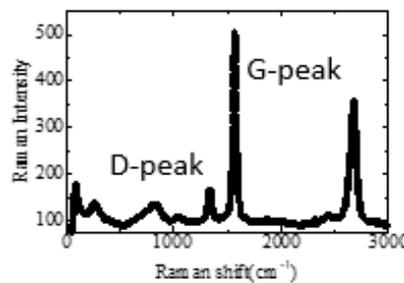
SWCNT $I_G/I_D = 24$



MWCNT $I_G/I_D = 0.9$



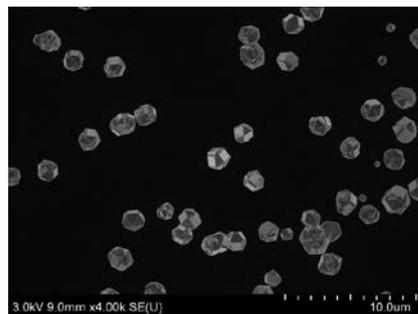
HT-SWCNT $I_G/I_D = 2.4$



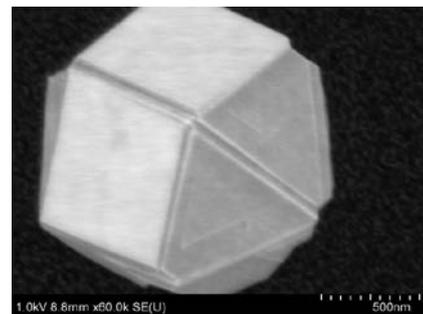
HT-MWCNT $I_G/I_D = 3$

SWCNT は熱処理前と熱処理後で結晶性(G-peak/D-peak 比)に違いができることが確認できた。これは、単層のために熱処理により層が熱に耐えられず、破壊されたことが考えられる。逆に DVCNT の場合、熱処理前の方が結晶性が悪いが熱処理後は結晶性が良くなっている。これは高温で熱するとエネルギー的に安定な結晶性の高い状態に変化したことがわかる。

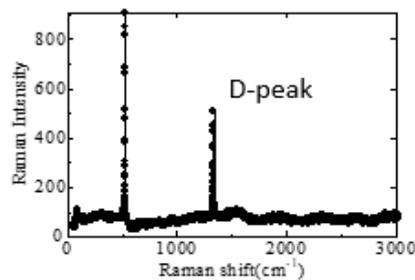
次に、ダイヤモンド合成の結果を示す。



(a)



(b)



(a),(b): MPCVD 法を用いて作製したダイヤモンドの SEM 像

MPCVD によりダイヤモンドができているかどうかはラマンスペクトルを確認することで確認できた。

今回の研修を通して、自分の研究分野以外にも目を向けることができた。今まで、装置の原理や条件に関して曖昧な理解しかできていなかったのだと再認識できた。また、社会に出て、エンジニアとして活躍していく上での心構えを実体験を通して聞かせていただいたことで、自分が成し遂げたいことを真剣に考えるようになった。今回本プログラムに参加できて本当に良かったと思う。

平成30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	山梨英和大学人間文化学部人間文化学科3年
研修テーマ	夏の体験入学 フロンティア軌道理論と量子化学計算
研修先	分子科学研究所
受入担当者	横山利彦教授 江原正博教授
研修期間	平成30年8月21日・平成30年8月23日
研修内容	<p>研修1日目にはこの研修テーマの内容であるポルフィリンの励起状態についてのイントロダクションを受けた。それからエチレン分子の分子軌道を可視化プログラムを使って表示させることに取り組んだ。</p> <p>研修2日目にはポルフィリン類縁化合物の電子状態に関する研究を実施した。ポルフィン、テトラザポルフィン、フタロシアニンの光吸収スペクトルを計算し、電子励起状態と分子軌道の構造との相関を調べた。</p> <p>研修3日目には研修テーマのプレゼンテーション資料を作成した。</p>
研修の成果等	<p>この研修を通して学習することで研究の視野が広がったと感じている。</p> <p>この研究で行ったポルフィリン類化合物の励起状態を調べることを通して量子化学計算と解析方法を習得した。以下の通りである。</p> <p>研修1日目にはエチレン分子の分子軌道を可視化プログラムに可視化させる作業を複数回行い、可視化させるための技術の定着を図った。</p> <p>研修2日目にはポルフィリン類縁化合物の電子状態の違いについて検討した。ポルフィン、テトラザポルフィン、フタロシアニンの光吸収スペクトルを計算し、分子軌道の構造や分子軌道エネルギーを検討することにより電子状態の違いを調べた。その結果、ポルフィリン類縁化合物のQ-bandの励起状態は、Goutermanの4軌道モデルで表現できることが分かり、ポルフィン、テトラザポルフィン、フタロシアニンの励起状態の違いは、HOMOとnext-HOMOのエネルギー間隔で説明できることが分かった。ポルフィンでは、HOMOとnext-HOMOがほぼ縮退するに対して、テトラザポルフィンやフタロシアニンではHOMOとnext-HOMOのエネルギー間隔が広がる。このことが要因となり、テトラザポルフィンやフタロシアニンではQ-bandの吸収強度が大きくなることが分かった。</p> <p>研修3日目の研修テーマのプレゼンテーション資料を作成では計算結果をまとめた。数値の持つ意味、定性的理解をわかりやすく反映させるという点で資料作成の難しさを感じた。</p> <p>成果発表会のポスター発表では様々な有識者の方々と話す時間、機会を持つことができた。この体験を通して専門用語を正確に説明することの重要性を感じた。</p>

平成30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	福井県立大学大学院 生物資源学研究科 博士前期課程2年
研修テーマ	ナノデバイスによる分子・細胞計測の基礎技術取得
研修先	名古屋大学
受入担当者	馬場嘉信
研修期間	8/27~9/1
研修内容	<p>デバイスの作製やその表面加工などナノバイオデバイスの作製技術についての実習を行った。</p> <p>また細胞に量子ドット(QDs)を導入させる等の細胞培養操作を行った。作製したデバイスの流路に細胞を流し込み顕微鏡で観察した。</p> <p>その際、共焦点顕微鏡と超解像顕微鏡を使い、細胞核、細胞質、そして量子ドットの単一細胞イメージングを行った。</p>
研修の成果等	<p>8月27日(1日目) ナノバイオデバイスの作製 シリコン基板にフォトレジストを塗布し、デバイスのパターンを作製した。その後表面加工をし、PDMS(ジメチルポリシロキサン)を用いて細胞を入れるデバイスを作製した。</p> <p>8月28日(2日目) QDs-R8溶液の作製とデバイスの接触角(濡れ性)の確認 QDs培地とR8(オクタアルギニン)培地を混ぜ合わせ、QDs-R8培地を作製した。その後肺癌細胞であるA549を培養し、QDs含有細胞を作製した。接触角とは固体表面に対する液体の親和性を示す指標である。通常PDMSは疎水性であり細胞の培養液を流した際に流路に入らないために、プラズマ処理加工によりデバイスを親和性にする事を試みた。処理後、接触角は小さくなっておりPDMSを親和性に加工できたことが確認できた。</p> <p>8月29日(3日目) デバイス内に作製した細胞を流入、確認 作製したデバイスの流路にQDs含有細胞を流し込み、流路内に細胞が入っているかどうかを蛍光位相差顕微鏡により確認した。結果、プラズマ処理を行ったデバイスはより多くの細胞が入っている事が確認できたが、予想より細胞が流入していなかったため操作等の原因が考えられた。</p> <p>8月30日(4日目) 共焦点顕微鏡による細胞イメージング 蛍光イメージングするために細胞を染色した。共焦点顕微鏡によりQDsを含む細胞の単一細胞イメージングを行った。</p> <p>8月31日(5日目) 超解像顕微鏡による細胞イメージング 染色したQDsを含む細胞を観察し、超解像顕微鏡により鮮明なイメージング画像を得た。</p>

【総括】

今回のプログラムでは、ナノデバイス作製と単一細胞イメージング実験を体験することができた。デバイスの作製など一つ一つの操作は難しいものではなかったが、デバイスに細胞を流入した際、予想より細胞が入らなかったため、細胞実験の操作の難しさを感じた。

細胞の観察実験では 2 種類の顕微鏡を用いた。それらの顕微鏡はどちらも鮮明な単一細胞画像を得る事ができた。

プログラムに参加したことで、自信が学んでみたかった別のイメージング手法や細胞の培養方法を体験できただけでなく、ナノデバイス作製という新しい分野についても学ぶ事ができた。

また、他の研究をしている学生の方との交流を通じてよい刺激を得る事ができ、自身の研究に対する意欲も湧いた。

このような研修プログラムに参加できた事に感謝しながら今後も研究活動に勤しんでいきたい。

平成30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 4年
研修テーマ	分子・物質合成と機能評価
研修先	名古屋工業大学
受入担当者	日原岳彦
研修期間	(前半)8月9-10日 (後半)8月22-24日
研修内容	<p>分子・物質合成と機能評価に関する以下の5テーマについて、基礎から応用まで習得するため講義と実習を行い、技術を取得する。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 気相合成法によるナノ粒子の合成と燃料電池触媒性能の評価 2. 分子合成用マイクロラボの作製 3. ナノカーボン材料の合成 4. 生体分子の合成と構造解析 5. メスバウアー分光法による磁性体または錯体の分析
研修の成果等	<p>SEM、TEM といった無機特有の評価装置だけでなく、名古屋工業大学独自の中規模カーボンナノファイバー室温合成装置といった珍しい装置を用いて貴重な合成を体験させてもらった。無機化学の分野に明るくないが、一つ一つの講義で原理・応用を詳しく説明されたことで新しい知識を得ることができた。</p> <p>また教授とも実験の事だけでなく、研究に対する姿勢や進路のことにも学ぶことは多かった。</p>

平成30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	信州大学大学院・修士1年
研修テーマ	分子・物質合成と評価
研修先	名古屋工業大学
受入担当者	日原 岳彦、種村 眞幸、江龍 修、壬生 攻、小澤 智宏
研修期間	5日間
研修内容	<p>①気相合成法によるナノ粒子の合成と燃料電池触媒性能の評価</p> <p>②分子合成用マイクロラボの作製</p> <p>③ナノカーボン材料の合成</p> <p>④生体分子の合成と構造解析</p> <p>⑤メスbauer分光法による磁性体または錯体の分析</p>
研修の成果等	<p>①Pd-Cu 複合ナノ粒子の合成を行い、SEM、TEM によるナノ粒子の表面構造および結晶面の観察を行った。また、複合ナノ粒子を触媒として用いたMEAを作製し、電流を掃引したときの電力を測定し燃料電池用触媒評価を行った。以上の実習によって量子サイズ効果、表面効果への理解を深めた。</p> <p>②シリコンウェハーの研磨による平坦加工実習を行い被削材と砥粒の化学反応による平坦化の原理を学んだ。</p> <p>③カーボンナノファイバー(CNF)を室温下で合成し、SEM により観察した。これより室温下でのナノ炭素材料の合成や、構造解析への理解を深めた。</p> <p>④[Cu(gly)₂]・H₂O をシス体とトランス体に分離し、シス体の吸収スペクトル測定およびESI-MS 測定を行うことで測定原理や方法を学んだ。</p> <p>⑤JR 切符の磁気記録部分のメスbauer分光測定を行い、メスbauer分光法の原理、測定方法、データ処理を学んだ。</p>

平成30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	神奈川県立工科大学 工学研究科 応用化学・バイオサイエンス専攻 修士1年
研修テーマ	カーボンナノチューブの可溶化とナノ構造解析
研修先	九州大学 伊都キャンパス
受入担当者	藤ヶ谷 剛彦、利光 史行
研修期間	2018年8月6日～2018年8月8日
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・フラビンによる単層カーボンナノチューブの可溶化 ・紫外可視近赤外分光測定装置による半導体性カーボンナノチューブの検出 ・近赤外蛍光分光装置によるカイラリティ分析 ・原子間力顕微鏡によるカーボンナノチューブの観察 ・超高分解能走査電子顕微鏡によるカーボンナノチューブの観察 ・ゼータ電位測定器の測定方法について
研修の成果等	<p>単層カーボンナノチューブ(SWNT)をフラビン、トルエンとともに超音波処理を行うと、フラビンが表面に付加した SWNT が溶液中に可溶化された。さらに遠心分離を行うと半導体性の SWNT のみ上清から得られるという特性を生かし、金属性の SWNT と半導体性の SWNT の分離を行った。</p> <p>この上清を紫外可視近赤外分光測定装置(JASCO, V-670)により、金属性の SWNT および不純物を取り除けているかを確認した。金属性の SWNT で見られる 600 nm 付近のピークが減少していたことより、SWNT の分離ができたと考えられる。次に、近赤外蛍光分光装置 (HORIBA JOBIN YVON, NanoLog-3)によるフォトルミネッセンス測定を行い、得られた SWNT のカイラリティ帰属を行った。結果から、得られた試料は異なるカイラリティが多い SWNT であることが分かった。次に、超高分解能走査電子顕微鏡(日立ハイテクノロジー, SU9000)および原子間力顕微鏡(アジレントテクノロジー, PicoPlus5500)による SWNT の観察を行った。超高分解能走査電子顕微鏡では、可溶化前の SWNT の観察を行い、バンドル化した SWNT の様子を見ることができた。また、原子間力顕微鏡では可溶化後の SWNT を観察した。フラビンが表面に付加している場合と、ジクロロメタンによりフラビンを除去した場合の比較を行った。フラビンが付加している状態では、直径が約 3 nm の SWNT を観察することができた。フラビンの除去後では、約 1.5 nm の SWNT を確認することができ、フラビンが付加している場合と付加していない場合の直径の差をナノレベルの観察することができた。一方で、フラビン除去後では凝集してしまった SWNT も観察された。</p> <p>以上より、本研修では SWNT に関する知識、分析機器の使用法、解析方法について学習することができた。また、自身の研究で使用したいと考えているゼータ電位測定器(大塚電子株式会社, ELSZ-2)の測定方法に関してもご教授を受けることができました。</p>

平成30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	岡山大学大学院 自然科学研究科 D1
研修テーマ	動物細胞における電子顕微鏡観察実習
研修先	NIMS 千現地区
受入担当者	箕輪 貴司
研修期間	8月27日(月)～8月31日(金)
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・共焦点レーザー顕微鏡実習 ・SEM 観察実習 ・TEM 観察実習
研修の成果等	<p>培養した A549 動物細胞と MC3T3 動物細胞を用いて、まず光学顕微鏡で観察した。光学顕微鏡は自身の研究室でいつも扱っているので使い方は問題なかった。しかしながら普段用いている HeLa 細胞は細胞の高さがあまりないためピントを合わせることは難しくない。一方今回用いた A549 細胞では細胞に高さがあるため、ピントが合わせづらかった。</p> <p>実習では最初に共焦点レーザー顕微鏡 (CLSM) を取り扱った。CLSM では細胞の核と細胞膜をそれぞれ異なる蛍光で染色した。CLSM は各部分で切り取った画像を再構成するため A549 のような高さのある細胞でもピントがあった画像を得ることができた。核と細胞の縁も分かりやすく、明瞭な画像が得られた。</p> <p>次に走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察実習をおこなった。SEM では電子を当てて表面の凹凸を見るため染色はしない。今回は細胞を観察するため、低真空 SEM を用いた。この SEM で撮影した画像は光学顕微鏡を高分解能にした様子をしており、陰影が明瞭であったため細胞の表面構造を捉えやすかった。</p> <p>最後に透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察実習をおこなった。TEM は高真空であるため、生物試料の作製はとても大変であった。TEM は光学顕微鏡を逆さにしたような構造をしているため、原理を把握しやすかった。今回は A549 細胞のみを観察したが、結果として構造全体をうまく捉えられた画像は得られず、核を観察することもできなかった。この理由として、染色した試料を乾かす際の真空状態が不十分であったと考えられる。再度おこなう際には染色過程に留意して改善に努めたい。</p>