

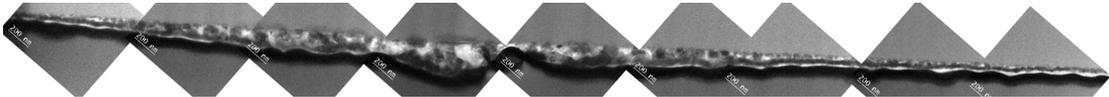
平成28年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	神戸大学大学院海事科学研究科海事科学専攻海事マネジメント科学領域 海事環境管理研究室修士課程2年
研修テーマ	STMによる表面原子構造の観察および解析
研修先	北海道大学
受入担当者	アグス スパギョ様
研修期間	平成28年8月22日～24日
研修内容	講義：STMの紹介 タンゲステン探針作製 探針評価（SEM観察） シリコン（111）基板の洗浄 探針およびシリコン基板のホルダーへのマウント 探針およびシリコン基板を超高真空システムに導入 シリコン基板のクリーニング 探針のクリーニング シリコンのSTM観察 シリコンのLEED観察 データ解析
研修の成果等	<p>自分の研究分野以外の内容を一から学習することで研究の視野が広がった。目に見えないナノの世界を可視化する、表面原子構造の観察は、全くの未知の体験であったが、自分の現在の研究テーマである、播磨灘の底泥を、粉碎してプレート状へと加工すれば、応用できると感じた。</p> <p>今回、観察のみではなく探針の作成、評価、クリーニング等、実験開始の準備から行ったが、一つ一つの作業がとても細かく、丁寧さを要するものであり、研究においてはどんな分野でも等しく、結果のみが大切なのではなく、そう結論付けるための過程が大切なのだと改めて感じさせられた。</p> <p>また、成果発表会にて他の参加者の発表を聞くことで、自分の今回の発表には研修前時点の課題設定が弱く、パワーポイント作成にも改善が必要であると感じた。今後は、図や画像を効果的に使い、より具体的に理解してもらえる資料作りを目指したい。</p> <p>積極的に知識を吸収するべく、様々な人と意見交換することで自分自身の成長に繋がり、新しい人間関係も築くことができ、非常に良い経験となった。</p>

平成28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	弘前大学大学院 理工学専攻 理工学研究科 電子情報工学コース 2年
研修テーマ	STMによる表面原子構造の観察および解析
研修先	北海道大学
受入担当者	アグス・スパギョ
研修期間	2016/8/22～2016/8/24
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 講義：STMの紹介</li> <li>・ W探針作製探針評価（SEM観察）</li> <li>・ Si（111）基板の洗浄探針およびSi基板のホルダーへのマウント</li> <li>・ 探針およびSi基板を超高真空システムに導入</li> <li>・ Si基板のクリーニング</li> <li>・ 探針のクリーニング</li> <li>・ SiのSTM観察</li> <li>・ SiのLEED観察データ解析</li> </ul>
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ STM観察を通して、評価技術の基礎知識を習得することができた。</li> <li>・ 探針作製や試料のマウント等の作業から微細加工分野の繊細さを実感できた。</li> <li>・ STMによるSi表面原子構造の観察やLEED観察、I-V特性の確認から、色々な視点から物事を考えることが大切であると実感できた。</li> <li>・ 高真空状態の形成や装置内での試料や探針の移動、試料や探針のクリーニング工程等から、結果を得るためには多くの工程を踏むことを実感できた。</li> <li>→正確な結果を得るためには、一つ一つの工程を正確にこなすことが重要であると感じた。また、物事を進める上でその原理を考えながら進めることが重要であると実感した。これら、物事を進める上での正確性や原理を考えることの大切さを来年度から請け負う仕事に活かしていきたい。</li>   <li>・ 研修最終日には、北海道大学・北キャンパスを見学できた。</li> <li>→普段目にすることが出来ない微細加工分野における実験装置等を多く見学することが出来た。文献上のイメージが実物を見ることで、より濃い理解へと繋がられた。</li>   <li>・ 研修全体を通して、自分が所属する研究室内だけでは得ることができない、貴重な経験を得ることができた。</li> </ul>

平成28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

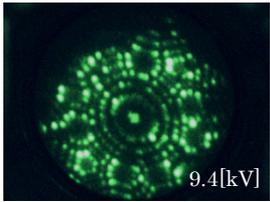
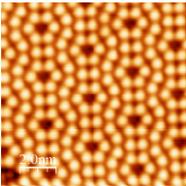
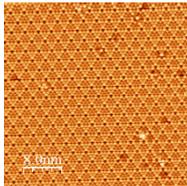
所属・学年	長岡技術科学大学 大学院 物質材料工学専攻 修士1年
研修テーマ	FIBによる電顕観察試料作製とSEM/TEMによる観察・分析
研修先	東北大学
受入担当者	今野 豊彦、西嶋 雅彦、嶋田 雄介
研修期間	平成28年8月29日～9月2日
研修内容	<p>8/29 (月) 電子顕微鏡についての基礎講義、試料台への観察試料固定作業</p> <p>8/30 (火) FIB装置による電子顕微鏡観察試料作製の実習</p> <p>8/31 (水) FIB装置による電子顕微鏡観察試料作製の実習</p> <p>9/1 (木) TEMによるジュラルミン試料の断面観察、電子線回折パターン解析、EDSによる元素分析の実習</p> <p>9/2 (金) TEMによるCoフェライト試料の断面観察の実習</p>
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ FIB装置の装置原理と操作方法を習得した。</li> <li>・ 電気を通しにくい物質を観察する際のチャージアップ防止のために行われる銀ペーストおよび白金蒸着処理などについて学んだ。</li> <li>・ 電子顕微鏡での観察用に試料を切り出して薄片化する工程における、数段階の手順を理解した。</li> <li>・ TEMの装置原理と操作方法を習得した。</li> <li>・ FIBにより作製したCoフェライト試料の断面像を観察し、試料膜厚が観察位置によって大きく異なっていることが確認できた。</li> <li>・ 以下に断面の観察像を示す。</li> </ul>
	
<p>図1 Coフェライト試料の断面TEM像</p>	

平成28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 機械創造システム工学コース 1年
研修テーマ	FIBによる電顕観察試料作製とSEM/TEMによる観察・分析
研修先	東北大学
受入担当者	今野豊彦, 西嶋雅彦, 嶋田雄介
研修期間	8月29日~9月2日
研修内容	集束イオンビーム加工装置(FIB)および透過型電子顕微鏡(TEM)の基礎を座学によって学んだ。その後、実際にジュラルミンをFIBにより加工し、TEMで観察することで操作の基礎を学んだ。
研修の成果等	FIB, TEMの基礎を座学および操作することで学ぶことができた。 今回の研修は、FIBでジュラルミンを微細加工し、その試料をTEM観察した時に確認したジュラルミン中の析出物を解析することを目的とした。解析は電子線回折パターンおよびEDSによる元素分析によって行った。析出物は電子線回折パターンにより単結晶であることが判明した。またEDSの元素マッピングによりMnとSiが存在していることが分かった。今回の研修は5日間と予定されていたが、運悪く仙台に台風が直撃する時と研修時期が重なってしまい、実質4日間しか作業することができなかったため、析出物の同定を最後まで行うことができなかった。

平成28年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	奈良先端科学技術大学院大学・物質創成科学研究科・D2
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	物性・材料研究機構
受入担当者	鷺坂恵介
研修期間	2016.8.24～2016.8.26
研修内容	<p>タングステン探針作製および Si(111)・Si(100)清浄化</p> <p>Si(111)・Si(100)表面の STM</p> <p>STM 講義(量子力学・固体物理・STM の原理・構造など)</p> <p>Fe/Si(100)表面の作製と STM 観察</p> <p>ポスター作成の手順</p> <p>エレクトロボンバードメントでチップの処理</p>
研修の成果等	<p>直径 0.4 mm のタングステンワイヤを使い、水酸化ナトリウムで腐食させ、光学顕微鏡でシャープなチップが作製できた。次に電解イオン顕微鏡で、電解蒸発により、チップ先端の構造を観察した。</p> <p>78 K で Si(111)7×7 超周期構造を走査型トンネル顕微鏡で観察した。</p> <p>78 K で Si(100)-c(4×2)超周期構造を走査型トンネル顕微鏡で観察した。</p> <p>電子ビームで鉄を蒸着させ、ポストアニール後、鉄シリサイドのアイランドができた。期待した鉄シリサイド膜と違う原因は、蒸着装着と基板の位置関係がずれてしまい、蒸着できた鉄の量が少なすぎたために、膜が出来なかった。</p> <p>量子力学・固体物理・STM の原理・構造・真空技術についての講義を受けた。講義中、ピエゾ素子の実物が示されながら、走査型トンネル顕微鏡のコントロールについてのことを勉強した。</p> <p>ポスターの作成の手順が分かった。</p> <p>エレクトロボンバードメントでチップ先端を処理する際に、チップの位置調整と温度管理を説明してもらった。</p>

所属・学年	宮崎大学工学部電子物理工学科 B3
研修テーマ	No.3 「走査型トンネル顕微鏡による原子分解能」
研修先	物質・材料研究機構
受入担当者	鷺坂 恵介
研修期間	平成28年8月24日～8月26日
研修内容	<p>超高真空低温 STM を用いて物質表面の観察を通して、最新の研究設備にふれるとともに、基礎的な表面科学の学習、実験技術の向上を目指した。主な研修内容と日程については以下に示す。</p> <p>一日目 探針の作製, Si(111)清浄化 真空についての講義</p> <p>二日目 FIM による探針の観察 STM による Si(111)表面の観察 量子力学、固体物理、STM の原理などの講義</p> <p>三日目 Fe/Si(100)の作製 STM による Si(100), Fe/Si(100)の観察</p>
研修の成果等	<p>(第一日目)</p> <p>STM に用いる探針をタングステンのワイヤをエッチングすることで作製した。図1は本実験で作製された探針の先端を光学顕微鏡で拡大した写真である。実際に探針先端が鋭く尖っていることが分かる</p>  <p>図1 本実験で作製した探針</p> <p>(第二日目)</p> <p>研修会メンバーの作った探針のうち、もっとも良くできたものを FIM で観察し、図2に示す表面原子像を得ることができた。中心に原子が存在し、その周りを円上に多くの原子が並んでいることから原子レベルで先端の尖った探針を作製できたことが分かった。</p>  <p>図2 FIM による探針の原子像</p> <p>次に STM を用いて Si(111)の表面を観察した。表面原子が再配列すると結晶内部の原子配列(ダイヤモンド構造)とは異なった構造をもつことがわかった。以下 Si(111)の STM 像を示す。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>図 3.1 Si(111) <math>V = +1.0V, I = 20pA, T = 78K</math></p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図 3.2 Si(111) <math>V = -1.6V, I = 0.1nA, T = 78K</math></p> </div> </div>

(第三日目)

STM を用いて Si(100)の観察を行った。測定する際の条件を 200K 以下にすることで、熱振動を抑制し Si(100)4×2 構造(図 4)を観察することができた。

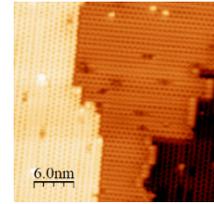


図 4 Si(100)

$V = +0.6V, I = 0.1nA, T = 78K$

次に STM を用いて Fe/Si(100)の観察を行ったが、鉄シリサイド膜を確認することが出来なかった。原因としては、蒸着装置と基板の位置関係がずれてしまい、蒸着できた鉄の量が少なすぎたために、膜ができなかったと考えられる。

所属・学年	筑波大学大学院 数理物質科学研究科 物性・分子工学専攻
研修テーマ	極端紫外光光電子分光 (EUPS) により最表面原子層の電子状態を見る - 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	平成28年8月29日から平成28年8月31日
研修内容	極端紫外光光電子分光 (EUPS) の測定原理、使用方法の講義を受けたのち、実際に持ち込んだ試料を用いて測定を行った。私は、ペロブスカイト太陽電池の光活性層に使われている $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ を n 型シリコンウェハー上に製膜したものを試料とした。この試料の二次電子測定および光電子測定を行った。測定後はエクセルを用いてデータの処理を行い、真空準位および価電子帯準位を求めた。
研修の成果等	<p>図1に二次電子測定の結果を示す。フェルミ準位から真空準位までのエネルギー(仕事関数)は、室温(R.T.)では~4.7 eVであったが、80°Cでは高エネルギー側へのシフトが見られた。300°Cでは基板上から <math>\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3</math> が蒸発し、Si ウェハーが露出していたことから、Si 基板を測定したと考えられる。また、室温から80°Cへと変化させた場合、ピーク強度が減少していた。これは試料表面の不純物量の減少を表しており、アニールにより <math>\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3</math> 層表面の不純物を減少させ、膜の質の向上が可能であることが分かった。</p> <p>図2に、室温と80°Cでアニールしたサンプルの、光電子測定の結果を示す。室温と80°Cでは価電子帯の立ち上がりはほぼ同様な位置に存在していた。また、立ち上がり位置は、運動エネルギー: ~25 eV 付近であり、二次電子測定および光電子測定の結果から、価電子帯準位(真空準位から価電子帯上端までのエネルギー差:イオン化エネルギー)は、<math>4.7 + \alpha</math> (<math>\alpha \sim 0.5</math> eV)と計算できた。</p>

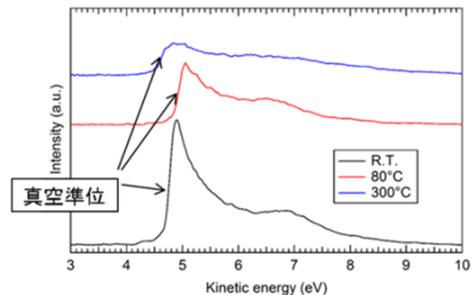


図1 二次電子測定結果

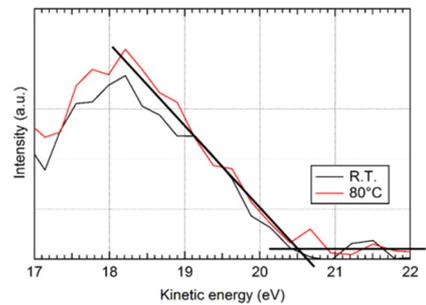


図2 光電子測定結果

平成28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	創価大学工学研究科 環境共生工学専攻 粉体工学研究室 M2
研修テーマ	極端紫外光光電子分光 (EUPS) による $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ の最表面原子の電子状態の観察
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 様
研修期間	平成28年8月29日～8月31日
研修内容	自身の研究で用いられている粒径 $100\ \mu\text{m}$ の $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粒子の最表面原子層における電子状態を観察する内容である。
研修の成果等	$\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ では、 $\text{Al}2\text{p}$ のピークが観察されるはずであったが、今回測定した粒径 $100\ \mu\text{m}$ $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ では観察することが不可能であった。考えられる原因は、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ そのものが常温でも高温でも帯電しやすい性質があるため、帯電した電子由来の二次電子がほとんど検出され、 $\text{Al}2\text{p}$ のピークが被ってしまったため、結果としてノイズのみが検出されるものになった。

平成28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	日本大学大学院工学研究科生命応用化学専攻 光エネルギー変換研究室・M2
研修テーマ	極端紫外光光電子分光(EUPS)により最表面原子層の電子状態を見る—原理と測定実習—
研修先	産業技術総合研究所/微細構造解析 PF
受入担当者	松林 信行、富江敏尚
研修期間	2016年8月29日～2016年8月31日
研修内容	<p>極端紫外光光電子分光(EUPS)について原理から測定、分析まで習得するため、EUPS 装置を使用した測定実習を行ない、データ処理法を習得する。</p> <p>8月29日(月): 最表面原子層の電子状態を見る EUPS の原理 安全教育および EUPS の原理、測定の際の注意事項を学んだ。その後、測定試料準備および測定を行なった。</p> <p>8月30日(火): EUPS の測定と解析 EUPS の分析方法 (TOF から Energy spectrum への変換法) を学んだ。その後、試料を測定した。</p> <p>8月31日(水): 解析とまとめ 測定したデータの Energy spectrum への変換をし、その結果についてディスカッションを行なった。</p>
研修の成果等	<p>極端紫外光光電子分光 (EUPS) の装置の原理や、測定の原理、データの解析方法を習得することができた。</p> <p>極端紫外光光電子分光 (EUPS) によりメチレンブルー付着酸化チタンナノ微粒子膜を実際に測定し、得られたデータを解析したことで、酸化チタン上の表面の状態の情報が得られた (Ti や O、C に由来する信号)。自分の研究で使用している試料を測定に使用できたため、測定原理や実験結果を理解しやすかった。また、メチレンブルーが付着している酸化チタンナノ微粒子膜の物性データを得ることができたため、現在、私が研究しているメチレンブルー付着酸化チタンナノ微粒子膜でのバイポクロミズムのメカニズムの解明に活用できると考えられる。</p> <p>3日間という短い期間のなかで、今までに行なったことのない実験や、解析方法を学ぶにあたり、不安が多くあったが、丁寧でわかりやすく、講義や測定のサポートを行なって頂いた。このことにより、極端紫外光光電子分光についての知識を深めることができた。また、グループ研修であったこともあり、他の分野の研究内容についての知識を得ることができ、議論できたことは有益な経験になった。</p>

## 平成28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

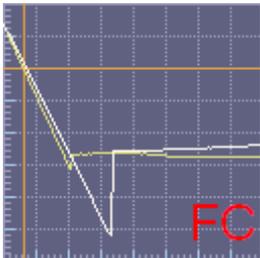
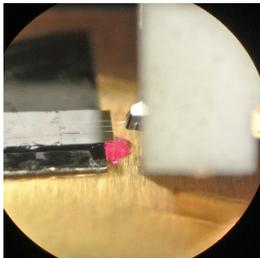
所属・学年	千歳科学技術大学大学院光科学研究科光科学専攻 博士前期課程1年
研修テーマ	時間分解分光
研修先	産業技術総合研究所
受入担当者	松崎 弘幸
研修期間	2016年8月2日~8月4日
研修内容	<p>8月2日の午前は「時間分解分光」に関する説明と施設見学をして、午後に「ナノ秒時間分解蛍光測定」の説明をうけて、実際に装置を用いて実習を行った。</p> <p>8月3日は「ナノ秒過渡吸収分光測定」と「ピコ秒蛍光寿命測定」の説明をうけて、実際に装置を用いて実習を行った。</p> <p>8月4日は「フェムト秒過渡吸収分光測定」の説明をうけて、実際に装置を用いて実習を行った。</p>
研修の成果等	<p>研修では、まず第三世代有機 EL 材料で熱活性型遅延蛍光(TADF)材料である4CzIPN を測定試料として用いた。4CzIPN について、「ナノ秒時間分解蛍光測定」を用いて蛍光寿命を評価した。410 nm の励起光を用いて測定を行ったところ、蛍光寿命は 13 ns 程度であった。「ナノ秒過渡吸収分光測定」では、測定試料の過渡吸収信号を測定した。355 nm の励起光と 700 nm から 1200 nm までの検出光を用いて測定を行ったところ、主に 860 nm において 10 ns 程度の時定数で過渡吸収信号が減少していることが確認出来た。ストリークカメラを用いた「ピコ秒蛍光寿命測定」では、測定試料の蛍光スペクトルの時間変化を評価した。400 nm の励起光で測定を行ったところ、560 nm 付近に発光ピークが観測され、発光寿命は 11 ns 程度であることが分かった。TADF 材料を題材に、以上の時間分解分光装置を用いて試料の光励起状態のダイナミクスを評価できることを学んだ。</p> <p>「フェムト秒過渡吸収分光測定」では、電子供与性の有機固体単結晶上に電子授容性分子を積層させた試料について、その界面での電子移動過程を含めた光励起状態ダイナミクスを評価した。ペンタセンの単結晶固体表面上にフラーレンを積層させた試料 A と、単結晶固体表面上に一度同じ分子を積層させた後フラーレンを積層させた試料 B を測定試料として用いた。680 nm の励起光と 800 nm の検出光を用いて測定を行ったところ、試料 B は試料 A に比べて過渡吸収信号の減衰が速くなった。同じ分子を積層させた事で、フラーレンとの間の界面の面積が増え、電荷分離が起こりやすくなった分、三重項励起子の減衰が促進されたことによるものと推測される。このような手法で、次世代有機系太陽電池の光電変換過程を計測評価できることを学んだ。</p>

平成28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

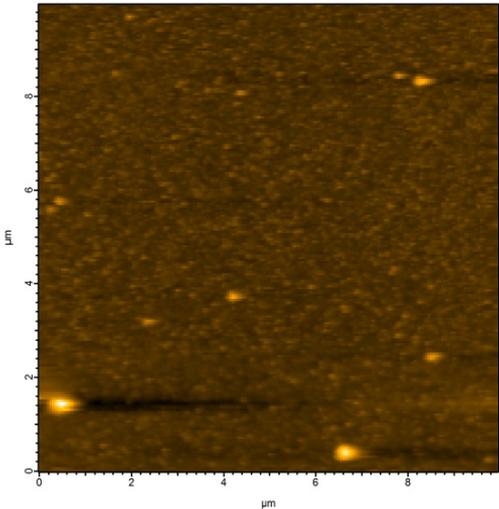
所属・学年	徳島大学 工学部 光応用工学科 4年
研修テーマ	時間分解分光
研修先	国立研究開発法人 産業技術総合研究所
受入担当者	松崎 弘幸 (産業技術総合研究所/微細構造解析 PF)
研修期間	8月2日(火)~8月4日(木)
研修内容	<p>本研修では、産総研の先端的な公開装置群を使った実習を通して時間分解分光技術の基礎的概念や装置の操作方法を身につけることを目的としている。</p> <p>1日目 ナノ秒時間分解蛍光測定の説明 実習：有機発光材料(溶液) + 持込試料(MoS<sub>2</sub>)</p> <p>2日目 ピコ秒蛍光寿命測定、ナノ秒過渡吸収分光測定の説明 実習：有機発光材料(溶液) + 持込試料(MoS<sub>2</sub>)</p> <p>3日目 フェムト秒過渡吸収分光測定の説明 実習：Si単結晶, 有機単結晶試料 (ペンタセン+C<sub>60</sub>)</p>
研修の成果等	<p>1日目では、熱活性型遅延蛍光材料 4CzIPN と持ち込み試料として卒業研究に使う MoS<sub>2</sub> を使ってナノ秒時間分解蛍光測定を行った。測定の結果、4CzIPN と MoS<sub>2</sub> の蛍光寿命を測定することができ、持ち込み試料の MoS<sub>2</sub> は発光が非常に弱く、その蛍光寿命もかなり短いことが分かった。</p> <p>2日目では、1日目と同じサンプルでナノ秒過渡吸収分光測定とピコ秒蛍光寿命測定を行った。ピコ秒蛍光寿命測定では、4CzIPN と MoS<sub>2</sub> の発光スペクトルと発光寿命を測定した。また、1日目で測定した蛍光寿命と 2日目に測定した蛍光寿命を比較することでデータの整合性を確認することができた。そして、ナノ秒過渡吸収分光測定では、励起した分子がどのような過程を通過して基底状態へと緩和して行くかを観察することができた。4CzIPN では逆項間交差による起こる遅延蛍光の様子を、MoS<sub>2</sub> では一時的に透過光が増えるブリーチングと呼ばれる現象を観察することができた。</p> <p>3日目では、固体のサンプルを使ってフェムト秒過渡吸収分光測定を行った。半導体内部で起こるキャリアの生成と緩和の様子を観察することが出来た。</p> <p>この研修を通して、時間分解分光の考え方や測定中に注意すべき点など、今後の卒業研究を行う上で非常に有意義な成果を得ることができた。得られた成果を今後の研究に活かすことで、卒業研究の内容をより充実したものにできると考えている。</p>

## 平成28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	上智大学理工学部物質生命理工学科 B4
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	松崎 弘幸
研修期間	2016年8月2日～8月4日
研修内容	<p>8/2 午前：安全教育、時間分解分光についてのイントロダクション 午後：施設説明/ 見学、ナノ秒時間分解蛍光測定の説明 実習：有機発光材料(溶液) +持ち込み試料</p> <p>8/3 ナノ秒過渡吸収分光測定、ピコ秒蛍光寿命測定の説明 実習：有機発光材料(溶液) +持ち込み試料</p> <p>8/4 フェムト秒過渡吸収分光測定の説明 実習：Si単結晶、有機単結晶試料（ペンタセン+C<sub>60</sub>）</p>
研修の成果等	<p>近年、発光層が有機化合物から構成される発光ダイオード (Organic Light-emitting Diode, OLED) は、次世代ディスプレイや LED 照明として注目されており、盛んに研究されている。本研修では、まず OLED に用いられる有機分子材料について、蛍光寿命計測装置及び過渡吸収分光測定装置を用いて評価した。</p> <p>ナノ秒から数百ナノ秒領域での過渡吸収スペクトルの時間変化の測定には、「ナノ秒可視・近赤外過渡吸収分光装置」を用いた。</p> <p>ナノ秒領域での発光強度の時間変化の測定には、時間相関単一光子計数法に基づく「ナノ秒可視-近赤外蛍光寿命計測装置」を用いた。</p> <p>数10ピコ秒から100ナノ秒領域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」を用いた。</p> <p>また、100フェムト秒から2ナノ秒まで過渡吸収測定が可能な、「フェムト秒可視・近赤外過渡吸収分光装置」を用いて、Si単結晶や有機単結晶試料（ペンタセン+C<sub>60</sub>）について、光励起状態ダイナミクスの評価を行った。</p> <p>今回の研修で、レーザーを用いた測定器の仕様を正しく理解して測定を行うことができ、この先の自分の研究につながる有意義な研修となった。今後この経験をもとに、自身の大学の時間分解分光装置で測定を行い、評価していきたいと考える。</p>

所属・学年	東京大学・博士後期課程一年
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、七里 元晴、青山 保之
研修期間	平成28年7月25日～29日
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 前半：基本事項の習得・実習 原子間力顕微鏡（AFM）の歴史・動作原理について講義を受けた後、AFMのキーデバイスであるカンチレバーの感度係数、Q値、共振周波数を測定により算出する実習を行った。</li> <li>● 後半：持ち込み試料の測定 高速AFMを用いた菌の観察、AFMを用いた無機固体酸化物試料の表面形状測定、KFMを用いた無機固体酸化物試料の表面電位測定及びインピーダンス測定を行った。</li> </ul>
研修の成果等	<p>前半の講義・実習では、カンチレバーの特性とその変位検出原理を理解することができた。Force Curveの傾きから感度係数を求め、カンチレバーオンカンチレバー法を用いて、使用するカンチレバーのばね定数を算出し、更にQカーブから共振周波数及びQ値の算出を行った。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>Fig. 1 測定した Force Curve</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>Fig. 2 カンチオンカンチレバー法の様子</p> </div> </div> <p>後半は持ち込み試料の測定を行った。具体的には、プロトン伝導性固体酸化物のペレットの表面形状測定や表面電位測定、インピーダンス測定を行った。形状測定と電位測定の結果から、試料の粒内と粒界に起因すると思われる電位の違いを観測することができた。今後、試料の表面をより観察に適した状態に改善することで、試料の組成の違いに起因する表面電位差を測定できる可能性が示唆された。</p>

平成28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

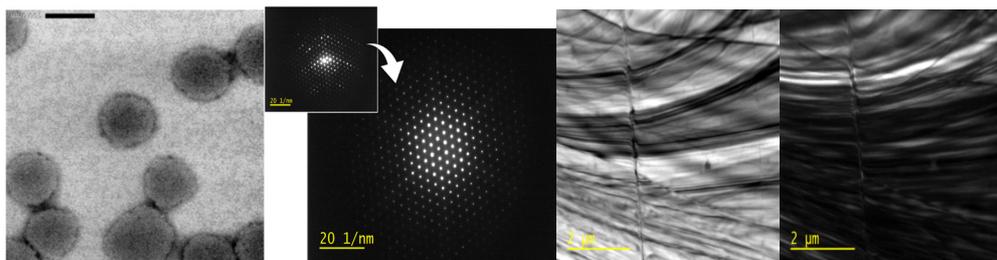
所属・学年	北海道大学 情報科学研究科 生命人間情報科学専攻 修士課程二年
研修テーマ	走査型プローブ顕微鏡 (SPM) の原理と実環境ナノ物性計測
研修先	産業技術総合研究所
受入担当者	井藤 浩志
研修期間	平成28年7月25日～7月29日 (5日間)
研修内容	<p>研修前半ではSPMの歴史・測定原理、及び構成を主とした講義を受講するとともに、その基本操作技術の取得を目的とした実習を行った。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・光てこ方式によるカンチレバーの変位検出の原理</li> <li>・カンチレバーのばね定数の計測</li> <li>・熱雑音を利用したカンチレバーの共振周波数・Q値測定</li> <li>・孔状試料を利用したカンチレバー先端形状の解析</li> </ul> <p>研修後半では、前半で得た知識・基本技術の総括として、高速SPMを用いた生理食塩水中の生きたバクテリア細胞のイメージングを試みた。</p>
研修の成果等	<p>研修を通してSPMの基本原理・操作技術を学ぶことができた。特に基本的な装置から最先端の装置まで使用する機会があったことで、測定原理と現在実際に使用されている装置の仕組みを繋げて理解することが容易であった。</p> <p>後半では細胞の液中観察を試みた。試料形状を詳細にイメージングすることはできなかったが、「細胞の基板への固定方法」がSPMに限らず一般的な技術課題となっていることを身を持って理解することができた。また今回、専門家の方からは生細胞測定に関する御助言を頂くことができたため、今後はこれを活かして自分の研究を進めていきたい。</p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>高速SPM像。 バクテリア細胞はマイカ基板にコラーゲンを塗布し、その上から滴下した。</p>

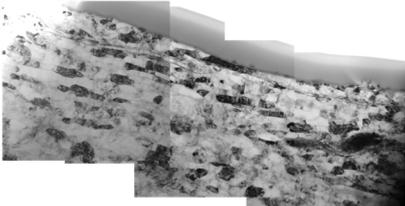
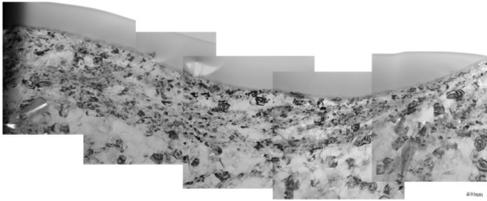
平成28年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	北海道大学大学院総合化学院 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 微細構造解析プラットフォーム
受入担当者	保志 一 先生
研修期間	8/1～8/5
研修内容	<p>～座学～</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ TEM でどんなデータが得られるか</li> <li>・ 基礎的な TEM の原理と構造</li> <li>・ 試料作成について</li> <li>・ 軸合わせについて</li> <li>・ 電子回折法について</li> </ul> <p>～実習～</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ ネガティブ染色による試料作成体験と TEM 観察</li> <li>・ 軸合わせ（照射系、結像系）</li> <li>・ 結晶方位調整と制限視野電子回折</li> <li>・ 明暗視野像法</li> <li>・ 高分解能像法</li> </ul>
研修の成果等	<p>北海道大学の研究室にて"高分子合成"の研究をしており、今後 TEM による高分子材料の微細構造観察を行いたいと考えている。しかし、TEM に関する専門的知識が非常に乏しいため、本プログラムにて基礎の部分から確実に習得したいという思いで参加した。成果としては、座学・実習を交互に行うととても分かり易い研修の基、TEM の原理および観察のための装置の基礎的操作について十分に学ぶことができた。また、電子回折法や明暗視野像法など自らの研究では通常用いない手法に触れることもでき、このような機会でないと思えない知識が身についた。このような異分野の知見が蓄積されることで、自らの研究の幅が広がる可能性も大いにあり得るため、5 日間全体を通して非常に有意義な研修であった。また、講師の保志先生はもともと高分子を扱った研究をしており現在も高分子材料の観察を行っているため、自分の研究に関する疑問点または研究室メンバーより預かってきた質問等を議論することもでき、当初の目的は達成できたと考えられる。</p> <p>TEM 観察において要となる試料作成について今回はあまり実習がなかったため、今後は日本電子主催のワークショップなどに積極的に参加することで実用的な知識・技術を身につけていきたいと考えている。日本電子出身の保志先生と出会ったことで新たな人脈を築くことができたのも、一つの大きな成果と言える。</p>

平成28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	神奈川大学工学部物質生命化学科4年
研修テーマ	初心者のための TEM 基本操作
研修先	東京大学微細構造解析プラットフォーム
受入担当者	保志 一
研修期間	平成28年8月1日～5日
研修内容	TEM について仕組みや理論を基礎から学び装置 JEM-1400、JEM-2100F を用いて TEM 操作実習を行った。試料の作成から制限視野電子回析法、暗視野法、高分解解像法など応用も学んだ。
研修の成果等	<p>1 日目は TEM の具体的な情報と原理を学んだ。自分は高分解濃度の撮影しか行ったことしかなく、試料ごとの様々な作成法や応用についても新たな知見として得られた。</p> <p>2 日目には実際に操作実習を行い JEM-1400 を使用し試料の交換から観察までを行った。ポリマー由来のナノカプセル材料に染色剤を用いることにより、カプセルの内部構造を観察することができた。</p> <p>3 日目は暗視野法を学んだ。モリブデナイトを用いその結晶性について観察した。結晶性のサンプルにおいて、層や厚さの違いを回折スポットを変えることによりコントラストを観察することができた。</p> <p>4 日目は制限視野電子回析を学びシリコン表面の電子回析像を結晶軸合わせにより得られた。</p> <p>5 日目は今までの復習を行いこの研修で学んだ技術の定着と自分が持参したサンプルも観察させていただいた。</p> <p>この研修を通して基礎的な TEM の操作技術と理論を学ぶことができた。特に電子回析図形では試料の格子構造が確認できるため、電池材料の研究に活かせられると考えている。今後は学校にある TEM、NIMS を積極的に活用して技術の定着を目指していきたい。</p>



所属・学年	名城大学大学院 理工学研究科 機械システム工学専攻 修士2年
研修テーマ	透過型電子顕微鏡法による材料微細構造解析
研修先	大阪大学
受入担当者	保田英洋教授
研修期間	2016年9月7日～2016年9月9日
研修内容	<p>本研修では、透過型電子顕微鏡法についての基本から応用までを習得することを目的としている。そのため、講義および透過型電子顕微鏡を用いた操作実習を行う。主な実習内容は以下のとおりである。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・高分解能電子顕微鏡法（講義）</li> <li>・透過型電子顕微鏡法の基礎的事項（講義）</li> <li>・持ち込み試料（A5052 アルミニウム合金）の明視野像観察</li> <li>・持ち込み試料（A5052 アルミニウム合金）のEDSによる成分分析</li> </ul>
研修の成果等	<p>本研修での透過型電子顕微鏡の原理・基礎講習により、明視野、暗視野像の原理や高分解能像についての知見を得ることができた。実技講習では持ち込んだアルミ合金の観察を行った。実際に透過型電子顕微鏡を操作している様子を見学し、自分で操作することで基本的な操作方法を習得することができた。観察に用いたアルミ合金の表面には微粒子衝突処理が施されており、処理により表面近傍に形成された組織を明視野像および暗視野像により観察した。研修の結果から、表面の結晶粒はナノオーダーにまで微細化されていた。表面には母材が折りたたまれた組織とそれ以外の組織が形成されており、Fig.1とFig.2に示すように折りたたまれた組織の結晶粒はそれ以外と比較して非常に微細化されていた。加えて同箇所に対してEDSによる成分分析を行ったところ、折りたたまれた組織からはFeの成分が強く検出された。これは微粒子衝突処理の投射材として用いたSUS304が、衝突した投射材が母材と共に巻き込まれたと考えられる。</p> <p>これらの結果から、微粒子衝突処理によるアルミ合金の更なる高強度化の可能性を見込むことができた。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>Fig.1 平滑部の明視野像</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>Fig.2 折りたたみ部の明視野像</p> </div> </div>

平成28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	九州大学理学部化学科4年
研修テーマ	表面光電子分光実験
研修先	日本原子力研究開発機構
受入担当者	吉越 章隆
研修期間	7月10日～15日(6日間)
研修内容	<p>本研修は、放射光軟 X 線を用いて材料表面の内殻光電子分光スペクトルを測定し、表面の化学状態解析の習得をするものである。</p> <p>研修は、下記の日程にて行われた。</p> <p>1日目 安全講習</p> <p>2日目 表面化学、放射光、光電子分光に関わる講義、クリーンルーム内での測定用シリコンウェハの清浄、測定装置へシリコンウェハの設置</p> <p>3日目 放射光、光電子分光に関わる講義、大型放射光施設見学、光電子分光データの解析講習</p> <p>4日目 表面化学に関わる講義、光電子分光実験の見学</p> <p>5日目 光電子分光実験の見学、光電子分光データの解析</p> <p>6日目 光電子分光実験の見学、まとめ、実習に関する質疑</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"> <li>● 講義による表面化学、放射光、光電子分光に関わる知識の習得</li> <li>● 放射光軟 X 線を用いた材料表面の内殻光電子分光スペクトルの測定方法の習得</li> <li>● 内殻光電子分光スペクトルの解析方法の習得</li> </ul> <p>講義により光電子分光の原理など基礎的な知識を習得できた。また、放射光や表面化学についての基礎的な知識に加えて、表面化学の関わる分野や歴史、表面化学の測定に関わる機器(AFM, STM など)についての知識も習得できた。</p> <p>測定実験は SPring-8 の実験ホールに設置されている BL23SU 表面化学実験ステーションにて行った。測定前の前準備にて、クリーンルーム内でのシリコンウェハの清浄や測定装置へのシリコンウェハの導入、degas などの操作も経験することができた。</p> <p>Fig.1~3 にシリコンウェハ表面の酸化皮膜の除去前後における Survey、O1s、Si2p の光電子分光スペクトルをそれぞれ示す。光電子分光測定は入射光エネルギーを 690 eV に設定して行った。また、酸化皮膜はシリコンウェハを 1000℃ 以上に昇温して除去した。これらの測定により、酸化皮膜除去操作後に実際に酸化被膜が無くなっていることが確認できた。このような表面状態の変化を測定する方法を習得することができた。</p>

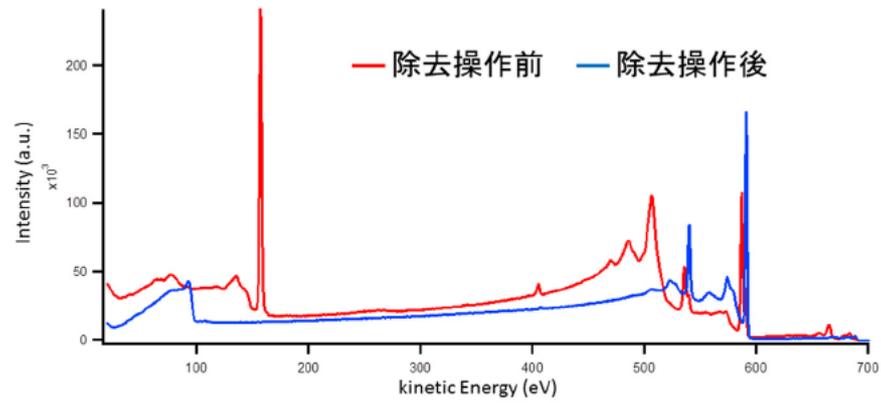


Fig.1 光電子分光スペクトル

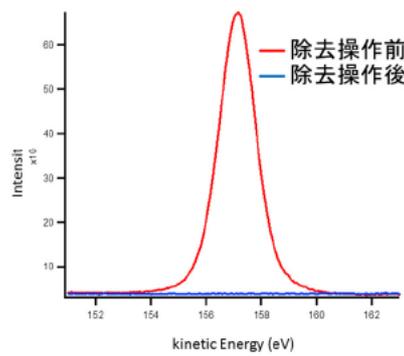


Fig.2 O1s スペクトル

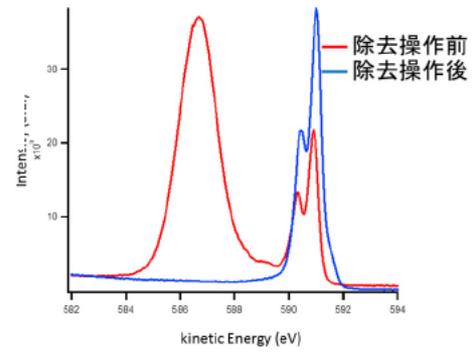


Fig.3 Si2p スペクトル

また、Fig.4 に示すような、光電子分光スペクトルへのカーブフィッティングなどの解析の方法も習得することができ、表面の電子状態について詳細に議論ができるようになった。

今回の研修を通して、日本の第一線で活躍されている研究者、技術者と交流することができ、研究へ関わる姿勢や今後の進路選択の際に参考になる知識など、実験の技術以外にも、知見を広げることができた。

本学生研修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、御指導賜りました、日本原子力研究開発機構 吉越章隆様、並びに研究グループの皆様に心より感謝申し上げます。

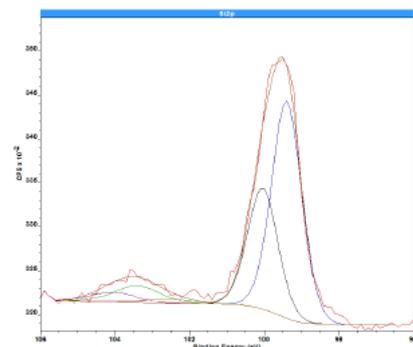
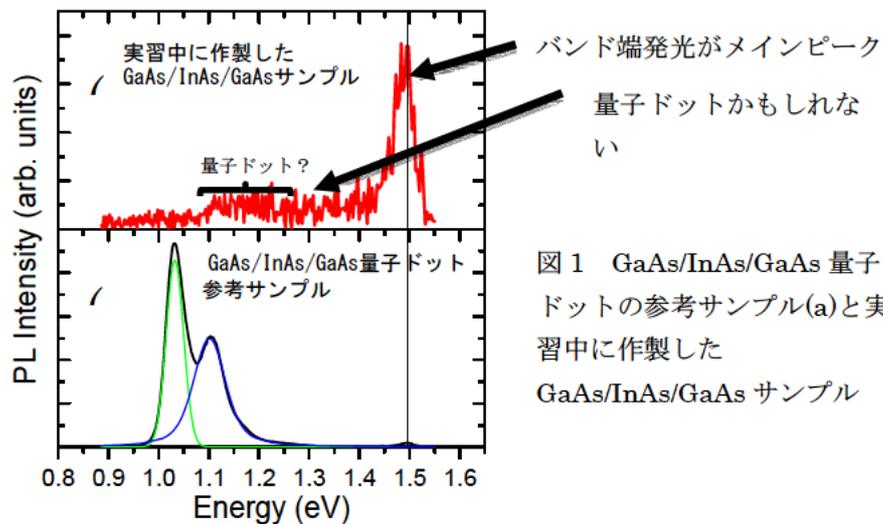
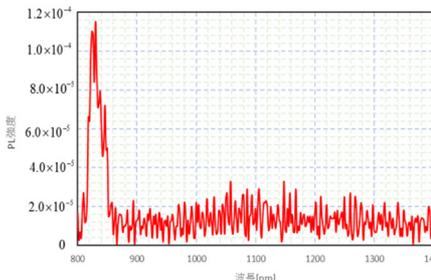
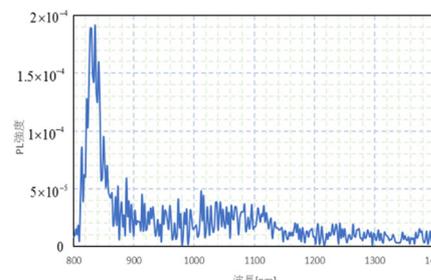


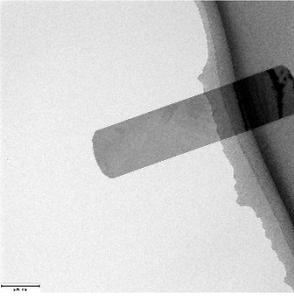
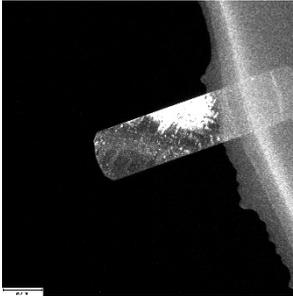
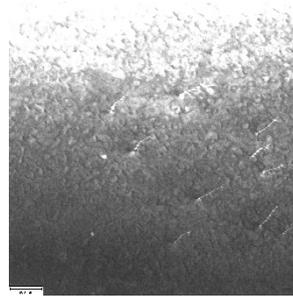
Fig.4 光電子分光スペクトルのカーブフィッティング

所属・学年	京都工芸繊維大学 大学院 M2
研修テーマ	3d 遷移金属添加 III 族窒化物の作製と物性研究
研修先	量子科学技術研究開発機構
受入担当者	高橋 正光
研修期間	2016年8月22日～26日
研修内容	<p>本研修では、半導体の結晶成長に使われている手法の一つである分子線エピタキシー (MBE) 法による試料作成法とその評価法の習得を行った。主な研修内容は、GaAs/In<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>As/GaAs 量子井戸構造や GaAs/In<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>As 量子ドットを MBE 法により作製し、その結晶成長プロセスの理解と習得を行った。また、作製した試料はフォトルミネッセンス (PL) 測定により評価を行った。</p> <p>1日目 ガイダンス 試料準備                  2・3日目 MBE による結晶成長                  4日目 PL 測定による作製試料の評価                  5日目 データの解析・考察</p>
研修の成果等	<p>図1に、我々が研修中に作製した GaAs/In<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>As/GaAs 量子井戸(a)とリファレンス用 (量子井戸ができていることがわかっている) GaAs/InAs/GaAs 量子ドット(b)の PL スペクトルを示す。(b)では 1.10eV と 1.03eV に InAs 量子ドットによる発光が観測された。また、1.5eV にも GaAs のバンド端発光が観測された。これは、(b)の試料が質の良い量子ドットを作製していることを示唆している。(a)では GaAs のバンド端発光と思われる 1.5eV 付近にメインピークをもち、1.1~1.2eV 付近にもブロードな構造があるように見えますがこれが量子ドットかどうかは不明。</p> <p>もし量子ドットなら(b)の参考のサンプルよりも Ga 組成が大きくとバンドギャップが大きくなった量子ドットといえるかもしれない。</p>



所属・学年	名城大学 理工学部 材料機能工学科 学部3年
研修テーマ	分子線エピタキシー法による試料作製とその評価
研修先	量子科学技術研究開発機構
受入担当者	高橋正光
研修期間	8月22日から8月26日
研修内容	分子線エピタキシー法(MBE)を用いて、量子井戸構造(GaAs/In <sub>0.1</sub> Ga <sub>0.9</sub> As/GaAs)と量子ドット構造(GaAs/InAs/GaAs)を作製した。さらに、フォトルミネッセンス(PL)測定を行うことで、作製した試料の評価を行った。これらの試料作製から評価までを行うことで、半導体ナノ構造の成長から構造・物性評価までを習得した。
研修の成果等	<p>①量子井戸構造と量子ドット構造の評価</p> <p>今回の実験では、図1のような結果が得られた。どちらもPL強度が小さく成長がうまくいったとは言えないが、量子ドット構造の方はわずかに強度があることを示しているため、わずかではあるが成長したといえる。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>図5 量子井戸構造のPL強度</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図6 量子ドット構造のPL強度</p> </div> </div> <p style="text-align: center;"><b>図1 PL測定による2つの構造の評価の結果</b></p> <p>②研修の感想</p> <p>研究をまだ始めていない学部3年で、SPring-8で実験を出来たことはとてもよい経験になりました。何も分からない状況で試料の製作、評価そして発表という一連の流れを体験できることで、今後の研究をしていくイメージがより鮮明になりました。また、今回の研修で多くの方々と関わることは、将来についてより考えているきっかけになりました。選択肢が広がり、改めて1年後、5年後、そして10年後何をしていきたいのか、どんな自分になっていたのか考えて、今まさに悩んでいます。今後も将来のことを考えながらも、多くのことに積極的にチャレンジしていきます。そして、今回の研修のようにチャレンジしていく上でたくさんの人たちと出会います。こうした中で出会った人たちとの関わりを大切にしていきたいと思います。</p> <p>最後に、お忙しい中、何もわかっていない状況の中で、MBEやPL測定などの実験や研究について教えて下さった高橋先生と佐々木先生に心より感謝申し上げます。</p>

平成28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所属 4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	平成28年8月1日～8月5日(5日間)
研修内容	<p>透過電子顕微鏡を使いこなすために必要な基礎知識と操作方法、電子回折の基礎知識と解析方法を習得することを目的とした研修である。</p> <p>研修は主に透過電子顕微鏡の知識を学ぶ講義と実際に透過電子顕微鏡を操作する実習から構成された。</p> <p>実習においては、200 keVの加速電圧の透過電子顕微鏡を用い、MoO<sub>3</sub>、Si、Al、ZnOを試料として観察した。</p>
研修の成果等	<p>講義を通して、光学顕微鏡と電子顕微鏡の違い、走査電子顕微鏡と透過電子顕微鏡の違い、レンズや絞りの役割、レンズによる収差など透過電子顕微鏡に関する基礎的な知識と、電子回折の基礎知識と解析方法を学べた。</p> <p>実習では、指示を受けながら実際に透過電子顕微鏡を操作することで、立ち上げから観察までに必要な手順を学べた。</p> <p>試料の観察においては、拡大像を得るほかに、絞りをいれて透過波のみで結像させる明視野像、回折波のみで結像させる暗視野像、ウィークビーム法による格子欠陥の観察、菊池線を追跡しながら試料を傾斜させることによる結晶方位の決定などをおこなった。これらによって高倍率、高分解能の拡大像を得る方法、回折コントラストのつけ方、電子回折パターンを得る方法などを学ぶことができた。</p> <p>普段の研究では、拡大像を走査電子顕微鏡、回折パターンをX線回折装置で別々に測定をしている。透過電子顕微鏡では一度の観察で拡大像と回折パターンを同時に得られ、また拡大像から回折パターンを得る部分を選択できることは特に印象に残った。</p>
	<div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-end;"> <div style="text-align: center;">  <p>図. 1 MoO<sub>3</sub>(明視野像)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図. 2 MoO<sub>3</sub>(暗視野像)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図. 3 Al(格子欠陥)</p> </div> </div>

平成28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	富山高等専門学校専攻科エコデザイン工学専攻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	平成28年8月1日～8月5日
研修内容	<p>透過型電子顕微鏡を使いこなすために必要な装置についての基礎知識と操作方法、電子回折の基礎と解析法について研修を受けた。</p> <p>1日目. 電子顕微鏡の原理について(講義)                  2日目. 電子顕微鏡の操作原理(講義)、電顕の軸合わせ(実習)                  3日目. 電顕の軸合わせ(実習)、回折スポットの指数付け(講義)                  4日目. 電子回折について(講義)、欠陥観察と結晶方位の変更(実習)                  5日目. 持ち込み試料の観察(実習)</p>
研修の成果等	<p>今回の研修では透過型電子顕微鏡を使いこなすために必要な装置についての基礎知識と操作方法、電子回折の基礎と解析法について学んだ。</p> <p>講義では、それぞれのレンズ、絞りの役割などのTEMの原理、試料に要求される条件や試料の加工方法、光軸の調整や非点補正など正しく像を得るために必要なTEMの操作、及びTEMで得られる情報またそれについての解析方法などについて学んだ。TEMを用いた実習では酸化モリブデンの単結晶の観察を通して、TEMの立ち上げから観察までに必要な基本的な操作を学んだ。高倍率で試料を観察できる明視野像、試料の構造の評価を行える暗視野像及び電子線回折パターンを得るための操作を学んだ。また、シリコンやアルミニウムを試料として、菊池線を辿っての結晶方位の変更、ウィークビーム法を用いた格子欠陥の観察などを行い、TEM観察における基本的な手法を学んだ。今後は自分の研究分野でTEMを用いた観察が行えるようにするため、生物試料の染色法などの試料加工法について学んでいきたいと感じた。</p>

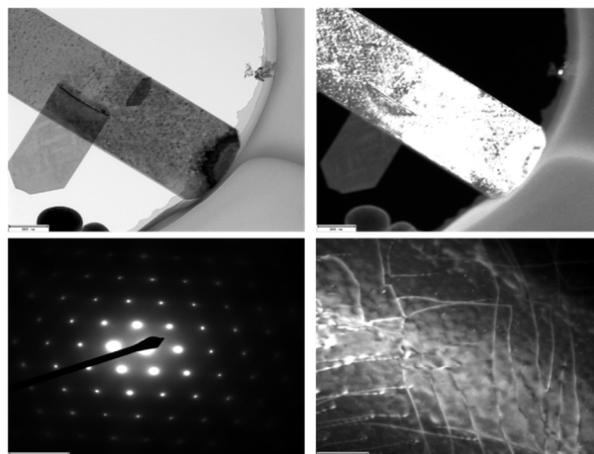
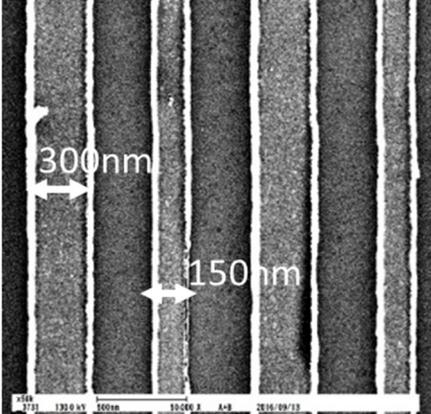
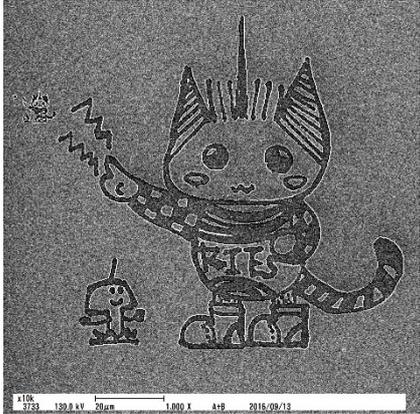
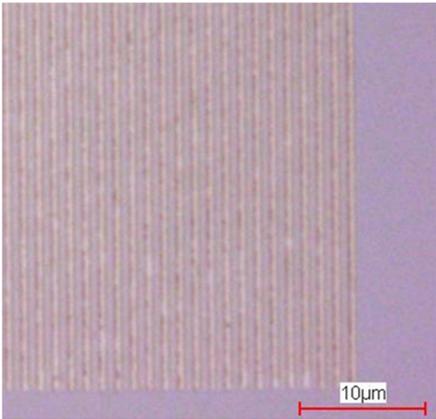
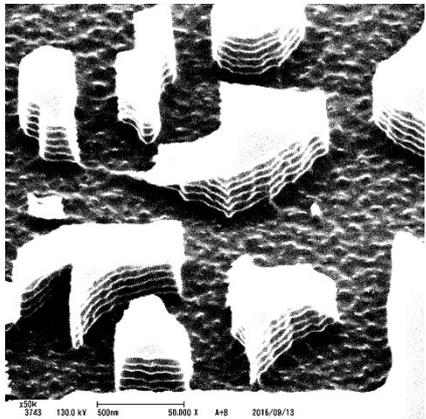


図1 研修で撮影したTEM像

所属・学年	徳島大学 先端技術科学教育部 システム創成工学専攻
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	松尾保孝
研修期間	9月12日～15日
研修内容	電子ビームリソグラフィーによる微細構造の作製 スパッタ・ALD・エッチング装置を用いた薄膜堆積・掘削 FIBを用いた微細加工 走査型透過電子顕微鏡を用いた試料観察・評価
研修の成果等	電子ビームリソグラフィーによる微細構造の作製 スパッタ・ALD・エッチング装置を用いた薄膜堆積・掘削  <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>図1 ライン&amp;スペース SEM 像</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図2 イラスト SEM 像</p> </div> </div> <p>電子ビーム描画装置(エリオニクス ELS-F130HM)を用い、Si 基板上に ALD により <math>Al_2O_3</math> を 15nm 成膜したサンプルに図1のような露光幅 150nm と 300nm のライン&amp;スペース微細構造を作製した。また図2のように Si 基板上にイラストの微細構造を作製した。ライン&amp;スペースの微細構造にはスパッタ装置を用い、Cr、Ti、Au をそれぞれ 30nm、15nm、30nm 成膜をおこなった。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 20px;"> <div style="text-align: center;">  <p>図3 リフトオフ後光顕像</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図4 ボッシュプロセス観察像</p> </div> </div>

ライン&スペースのサンプルのレジストを剥離することにより、図3のようなCr、Ti、Auの構造の作製をおこなった。イラストのサンプルでは、レジストをマスクとしてボッシュプロセスを用い、エッチングをおこなった。ボッシュプロセスとは、削るためのエッチングガスと、側壁を保護するための保護ガスを交互に流すことで垂直に掘る技術である。図4から、段差がボッシュプロセスのために層になっていることがわかる。

微細加工・成膜・掘削の一連の工程を経験し、半導体作製プロセスを習得した。

#### FIBによる試料の薄膜化

図5のようにリソグラフィーなどにより作製した試料をTEM観察できるように、FIBを用いて約100nm程度の膜厚まで微細加工をおこなった。

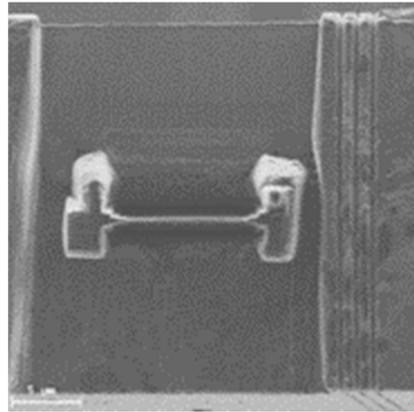


図5 FIB加工サンプル

リソグラフィーの全自動で行う微細加工とは異なり、FIBでは目視で試料の状態を確認しながら微細加工を行うので、手作業で微細加工を行う難しさ、楽しさを知れた。

#### 走査型電子顕微鏡(STEM)を用いた試料観察

FIBにより作製した試料をSTEMを用い観察をおこなった。今回の研修で観察する像は、試料表面から跳ね返ってくる二次電子を観察し、試料の表面形状を観察するSE像。前方散乱した電子を観察し、高コントラストな試料の透過像を得ることができるZC像。試料を透過した電子を見ることで得られる、TE像。また、試料を構成するそれぞれの原子から出る特性X線を観察し、元素マッピングをおこなう、EDS像。これら4つを観察し評価を行った。

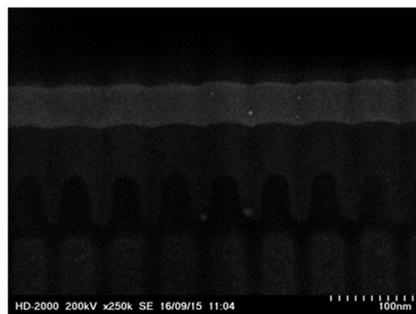


図6 SE像

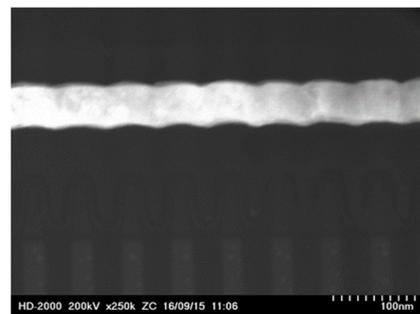


図7 ZC像

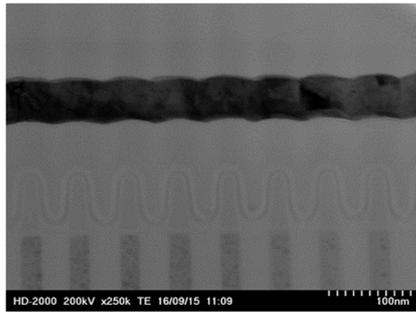


図 8 TE 像

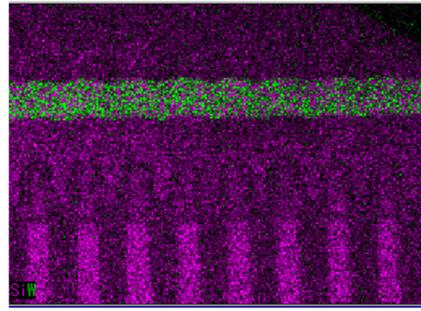
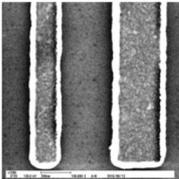
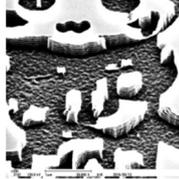
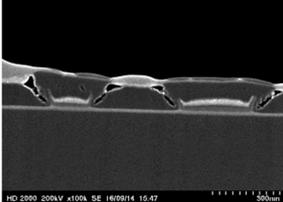
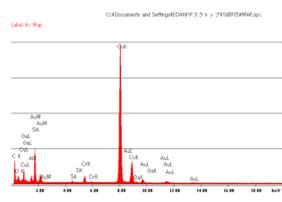
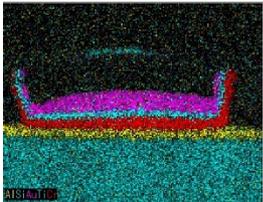
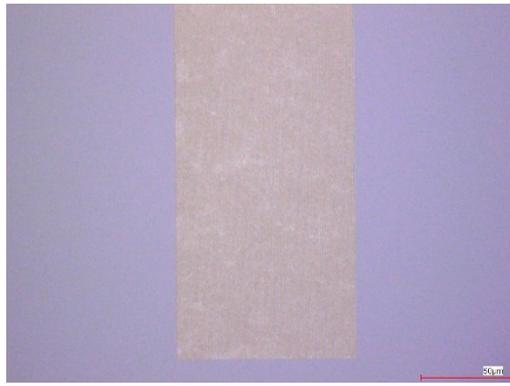


図 9EDS 像

図 6～9 の観察像から作製した試料の評価をおこなった。図 6 の SE 像では表面のコントラストが悪く、試料の観察が上手く行えなかった。図 7 の ZC 像では、原子番号が大きいほど、高コントラストな試料透過像が得られることより、W が白く見えているものだと考える。また、図 8 の TE 像より、試料の内部構造を観察した。ZC 像とは逆に原子番号が大きい部分で電子線が散乱され、黒く観察されることが分かる。図 9 の EDS 像では、元素マッピングを行い、試料の組成に、W、Si が存在することを確認した。また、これまでに得た像と一致していることも確認できた。

所属・学年	東北大学工学部機械知能航空工学科 B4
研修テーマ	微細加工による金属ナノ構造体作製と 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, 大塚俊明, 松尾保孝
研修期間	9月12日～9月15日
研修内容	<p>1. 微細加工 (1日目, 2日目)</p> <p>シリコンウェハ上に Al, Cr, Ti, Au を積層させた構造物の作製を通し, リソグラフィ, スパッタリング成膜, エッチングといった微細加工の手順を学んだ.</p> <p>2. 構造解析 (3日目, 4日目)</p> <p>作製した積層構造物を集束イオンビーム装置 (FIB) により 100 nm 以下まで薄膜化し, 断面を走査型透過電子顕微鏡 (STEM) により顕微鏡観察とエネルギー分散型 X 線分析 (EDS) により設計通りに作製されているか評価した.</p>
研修の成果等	<p>1. 微細加工</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">    </div> <p>横幅が 150, 300 nm の長方形を 400 nm ごとに並べたライン&amp;スペースと猫のナノ構造体を作製し, SEM により観察した. 猫構造については試料を斜めに設置したところ, 断面に縞模様が見られ, 積層構造である事が確認できた.</p> <p>2. 構造解析</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">    </div> <p>作製したライン&amp;スペース構造体を FIB で薄膜化し, 断面を STEM の 4 種の機能 (SE モード, ZC モード, TE モード, EDS 分析) を利用し設計を評価した. 各顕微鏡モードで全体構造を観察し, 画像から判断し難い Ti の積層や装置台により付着する他の元素を, スペクトルと EDS による元素マッピングにより確認した. 積層構造の間にある隙間は, FIB の前に行ったカーボン蒸着において装置の真空度が低かった事が要因として考えられる.</p>

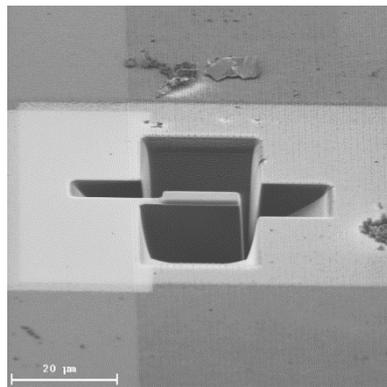
所属・学年	東京高等専門学校 機械情報システム専攻2年
研修テーマ	細加工による金属ナノ構造作製と FIB・TEM による構造解析
研修先	北海道大学
受入担当者	松尾 保孝先生
研修期間	9月12日～9月15日
研修内容	<p>電子線描画装置とスパッタ装置を用いた金属ナノ構造作製実習</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Si 基板の洗浄 アセトンとメタノールで Si 基板を超音波洗浄</li> <li>➤ AID 装置による Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜の堆積原子層堆積装置 (ピコサン SUNAL-R) Al ガスと H<sub>2</sub>O を順番に吹きつけて、酸化させることで Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を Si 基板上へ一層ずつ堆積する。157 サイクル繰り返すことで 15nm の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜を堆積する。</li> <li>➤ 電子線描画装置による描画 (エリオニクス ELS-F130HM)、 設計をおこなった nm オーダー線パターンを電子線描画装置によって、描画をおこなった。</li> </ul> <div style="text-align: center;">  </div> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ ヘリコンスパッタ装置でのスパッタ 現像をおこなってパターンを作成する。 作成した形状条へとヘリコンスパッタ装置で以下の原子を順に堆積していく。 ・Cr 膜厚 30nm ・Ti 膜厚 15nm ・Au 膜厚 30nm</li> <li>➤ リフトオフ リムーバーを使用してレジスト材の層を除去することで、ヘリコンスパッタ層だけを残す。</li> </ul>



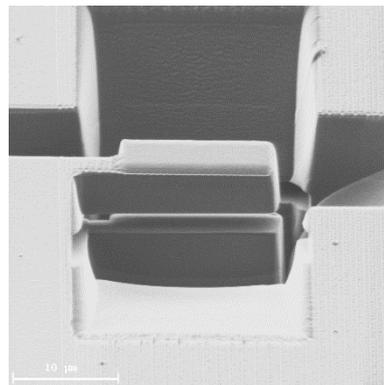
➤ FIB 試料加工

利用する装置：集束イオンビーム加工装置 (FB-2100)

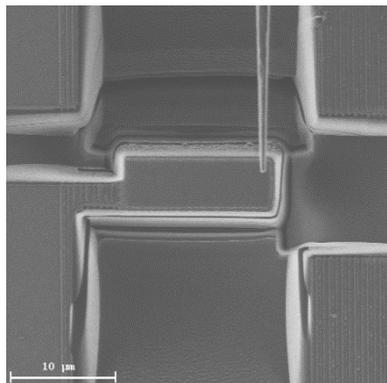
Ga イオンビームを照射することで堆積させた原子層と Si 基板を削り加工を行なう。ビームを絞るほど加工範囲は狭くなり、切削速度は速くなっていく。周りを大きく削った後、断面も角度をつけて削ることで片持ち梁のように加工する。その後、プローブを試料につけて切り離して、別の試料台に置き換える。その後、厚さが 100nm になるまで薄く削る。



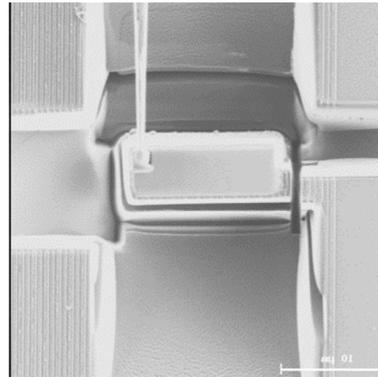
試料周りの除去



試料下部の除去



プローブの取り付け

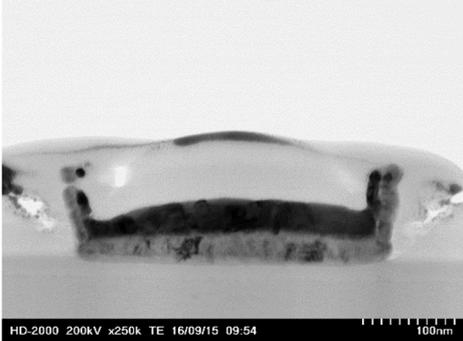


試料の取出し

➤ STEM による構造観察実習

走査型透過電子顕微鏡 (HD-2000)

薄くなるまで加工した試料を SEM と STEM で観察をおこなった。Si 基板層、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  層、そしてヘリコンスパッタによって堆積した Cr 層 Ti 層 Au 層などの堆積層の観察ができた。

	
<p>研修の成果等</p>	<p>一通りの研修を終えて、nm スケールの微細加工プロセスと様々な観察・分析方法を体験することができた。微細加工プロセスでは、電子描画のほかスパッタやリフトオフなど普段の自身の研究では使用していない技術にたくさん触れることができたので良かった。また、技術指導員さんにレジスト塗布や現像などリソグラフィプロセスに欠かせない作業の際のコツなどを教えて頂き、自身の研究に向けて非常にいい情報を得ることができた。</p> <p>また、作製した試料の観察・分析では SEM・STEM 観察のほか EDS 分析を体験することができた。自身の研究でも SEM は使用してきたがコントラストを出して観察できていなかった。今回の研修では、観察の際のコツを教えたので自身で SEM を使用する際は気をつけて使用しようと思う。また、STEM での観察の前に FIB で試料を切り出す作業もおこなった。STEM での観察では、試料を 100nm までの薄さにする FIB で加工する必要がある。観察した像が綺麗に映るかは、FIB での加工のできが大きな割合を占めている。この作業の際も、SEM 機能での観察をしながらの加工であり、如何に早く精度良く加工できるかが非常に重要であった。</p> <p>EDS 分析は、堆積した原子層の特性をよく理解していないとどの原子かの見極めが難しく、原子の特性情報をしっかりと理解する必要性を改めて体感することができた。各観察方法・分析方法での試料の観察をおこない、それぞれの方法の特徴と用途も実際に使用しながら理解できたので非常に勉強になった。</p> <p>本研修で学んだことを上手く自身の研究、そして所属研究室のメンバーへとフィードバックをおこなうことで更なる研究の進捗を生み出せるように頑張りたいと思う。また、以前から興味があった分析分野への興味が研修を通して広がったので、自分の今後の進路の指標としても非常にプラスになった。</p>

## 平成28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 D1
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	NIMS・AIST
受入担当者	竹口雅樹(NIMS)、飯竹昌則、多田哲也(AIST)
研修期間	9月5日～9日
研修内容	初日に FIB および TEM についての原理と応用事例など、基礎知識に関する講義をして頂いた。その後 AIST のクリーンルーム内の FIB 装置を使用するための安全講習をして頂き、また施設利用についての紹介もして頂いた。2日目からは実際にクリーンルームに入り、3日目も同様に FIB 装置を操作し、一人一サンプル行き渡るように試料加工を行った。4-5日目は NIMS において TEM の操作を行った。TEM による観察を行いながら、解析に関する議論を行った。5日目の午後には研修全体としての成果をブラッシュアップし、発表する内容を検討した。
研修の成果等	<p>研修に参加した目的は 1)FIBによる試料加工技術の習得および 2)FIB-TEMを通した薄膜材料の解析への取り組み方を学ぶことであったが、これらはおおむね達成できたと思われる。FIBの研修では飯竹様から装置の使い方及び薄膜加工の際の注意点など1から10まで丁寧に教えて頂き、薄膜加工を行う際どのような視点でビームの強度や入射角度、2次イオン像における倍率を調整するかを学んだ。またこちらの素朴な疑問に関しても全て返答して頂き、研修での理解度を高めることができた。</p> <p>次に TEM の研修では自分が普段行っている構造解析法に加え、組成分析法や高分解能像の取得など含め、解析技術を習得することができた。これは研究室での研究に大いに役立つものである。また像の解釈について、指導員の方々と有意義な議論をしながら実験を行うことができたため、どのような試料に対してどのような着眼点から解析を行うかを学ぶことができた。</p> <p>成果報告会では、他の研修プログラムに参加した学生の発表を聞くことで、今回自分が操作しなかった各装置に対する原理や応用について勉強できた。自分は無機材料の構造解析を行っているが、物質の電子状態の解析や描画を用いた微細加工、さらには生体材料の様態変化など、様々な異分野の知識を蓄えることができた。ポスター発表では研修で担当ではなかった先生方とも議論ができ、一層理解を深めることができた。そして異分野の研究を行っている他の学生との「横のつながり」ができ、非常に良い刺激を得ることができたため、今後はこの経験を生かして、自分の研究を見つめなおし、改善していくことで良い成果を出して生きたいと思う。</p>

平成28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 修士課程2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、産業技術総合研究所
受入担当者	竹口 雅樹 (NIMS)、多田 哲也、飯竹 昌則 (AIST)
研修期間	平成28年9月5日～9月9日
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> <li>・透過型電子顕微鏡(TEM)と集束イオンビーム(FIB)の基礎原理についての講習</li> <li>・FIBを用いて、MOS-FET試料をTEM観察可能な薄膜に加工</li> <li>・HR TEMおよびSTEMを用いて、MOS-FET試料の観察と元素分析</li> </ul>
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none"> <li>・TEMとFIBの基礎的原理と利用目的について理解することができた。</li> <li>・FIBを用いて、実際に薄膜試料の作製を行い、加工方法と器機の使い方を習得した。</li> <li>・HR TEMおよびSTEMを用いて、実際に試料の観察を行い、高倍率での組織観察と元素分析の手法について習得した。</li> <li>・実習全体を通して、試料作製の精度であったり、解析の限界値など実際に機器に触れなければ感じ取れない部分を身を持って学ぶことができた。</li> </ul>

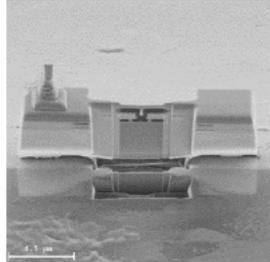
## 平成28年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東京大学理学部化学科3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、産業技術総合研究所（共同開催）
受入担当者	竹口雅樹(物質・材料研究機構)、多田 哲也 飯竹 昌則(産業技術総合研究所)
研修期間	平成28年度9月5日~9月9日
研修内容	FIB(集束イオンビーム装置)を用いて、マイクロサンプリング法により集積回路Nチャンネル型MOS-FET(チャンネル長1275Å)からゲート・ドレイン・ソース部分の周辺をエッチング加工し、TEM観察用断面試料を作った。更に、TEM(透過型電子顕微鏡)で観察し、STEM(Scanning Transmission Electron Microscope)像からEDS(エネルギー分散X線分光法)によって組成を解析し元素マッピングを行った。また、ベースSi部分とN型ドープ領域のSi部分の結晶面の格子像を、HRTEM法を用いて観察し比較した。
研修の成果等	<p>FIBによる微細加工では、両断面からの切削により80nmほどの薄膜断面試料(図1)を作製することができた。また、TEMによる観察では、低倍率の全体像、明視野像、STEM像、高分解能像等について観察を行い、STEM像から元素マッピングによって組成を解析した。更にHRTEM法を用いて結晶面を観察した。</p> <p>Nチャンネル型MOS-FETは、ゲートに電圧がかかるとコンデンサの原理によって静電誘導が起こり、ベースSiとN型ドープ領域との間に電流が流れるという機構なので、局所的なN型ドープがMOS-FETの動作特性を決定すると言える。したがって全体の組成から特にPのドープ領域に着眼して解析を進めた。</p> <p>まず、低倍率の全体像からゲート・ドレイン・ソース部分を拡大し、明視野像(図2)でのチャンネル長を計測すると1030Åであった。これは、ゲート部分周辺の作製工程での「側面絶縁膜」の形成により、完成時のチャンネル長が1275Åより少し短くなったためと考えられる。次に、全体STEM像(図3)から全体部分の元素マッピングによって構造解析を行った結果、Niシリサイドの下部分にN型ドープ領域が存在すると考えられた(図4)。Moの高い検出も見られたが、TEM観察時に試料をのせているMoメッシュが原因だと考えられる。SiへのN型ドープとしてPの存在が示唆されたが、ドープ量が微量であるため分解能限界以下の検出数値であった。PとMoの特性X線に対する検出信号は非常に類似しているため、互いにノイズとしての影響が大きいと考えられる。更に、Pドープ領域付近と考えられる位置から32点の元素ドットマッピングを行った結果、Pのドープ量はTEMの検出限界以下であり、Moのノイズのためドットマッピングで分析されたPの元素割合もPのドープ量とすることはできなかった。Pの検出のためにはPtやCuのメッシュの使用が必要だと考えられる。しかし、高分解能像(図5)では組成の異なる領域がコントラストの違いとして認識できた。また、HRTEM法による結晶面観察の結果、ベースSi(図6)とN型ドープ領域Si(図7)の境界部分を拡大すると、N型ドープ領域と考えられる部分で結晶格子の歪みを確認することができた。Si中へ原子サイズの異なるPがドープされたことにより、ひずみが黒いコントラストとして生じていると考えられる。更に、両者の格子像の結晶面を比較した。格子像に見える格子面およびその指数は(0,0,1)、(-1,1,1)、(1,-1,1)である。ベースSi部分ではSiが規則正しく配列しているのに</p>

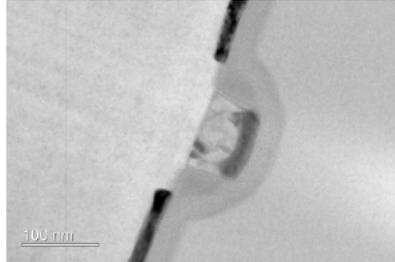
対し、P ドープ領域は単結晶 Si の配列とは異なる像が見られた。したがって N チャンネル型ドープ領域では歪みによって、完全結晶とは異なる結像条件で結像する可能性があると考えられるが、正確な解析は更なるシミュレーション等が必要である。

このように、研修では N チャンネル型 MOS-FET (チャンネル長 1275 Å) を FIB で加工し、薄膜断面試料を作製した。TEM による解析の結果、画像観察や元素マッピングからは、P がチャンネル部分にドープされたことが顕著には示されなかったが、結晶面の歪み等から P のドープを示唆できることが分かった。

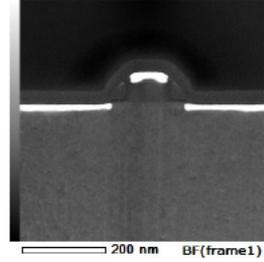
(図 1)



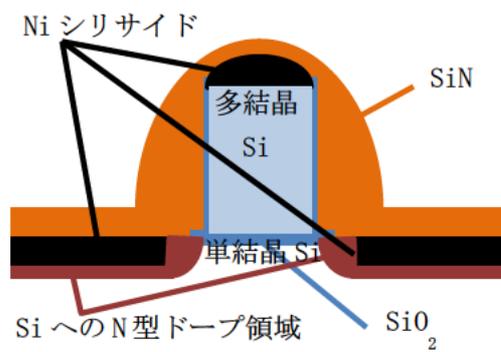
(図 2)



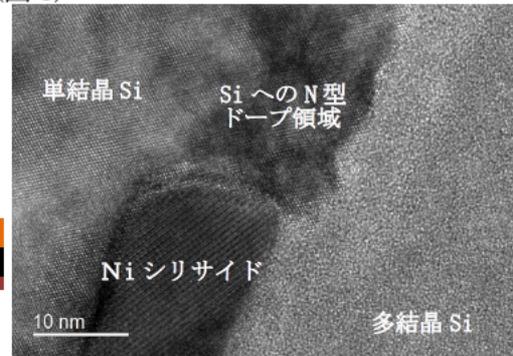
(図 3)



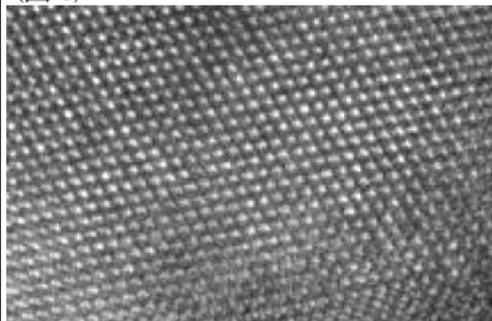
(図 4)



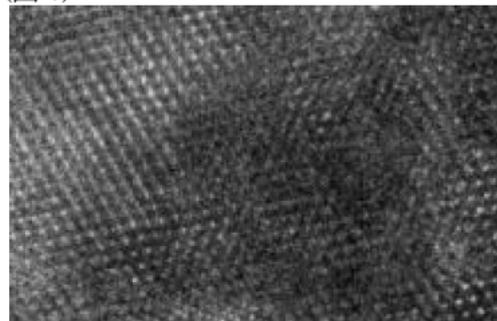
(図 5)



(図 6)



(図 7)



平成28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 工学府 機能発現工学専攻 博士課程前期2年
研修テーマ	半導体デバイスの電極、金属・半導体のオーム性電極形成
研修先	東北大学 西澤潤一記念研究センター
受入担当者	鈴木 裕輝夫 助教授
研修期間	2016年8月22日～2016年8月26日
研修内容	<p>本研修では、基本的な半導体形成プロセスを学びつつ、金属のオーミックコンタクトの作製と評価方法の習得に取り組んだ。評価方法には、金属と半導体のコンタクト抵抗を高精度で測定評価可能な線形伝送線モデルに基づくTLM(Transmission Line Model)法を用いた。</p> <p>また、応用として電極を形成するメタル材料の検討を行い、① N型シリコンに対してオーミックコンタクトが形成可能な仕事関数 4.05 eV 以下の金属を用いることで、熱処理無しで TLM を作製可能かどうかの調査、② 最先端 60 nm で用いられているシリサイド NiSi を用いた TLM の作製と評価を行った。</p>
研修の成果等	<p>研修は5日間にわたり、初めの4日間で基板上の電極形成プロセスを学び、最後の1日で電極評価を行った。以下、詳細を記す。</p> <p>電極の作製はフォトリソグラフィ(1回目)、インプラント、RIE エッチング、RTA 熱処理、メタルスパッタ、フォトリソグラフィ(2回目)、メタルエッチング、レジスト剥離、シンタリングの手順で、およそ20種類もの装置を利用して行った。メタル材料の検討では、①条件には Hf/AlSi : 200 nm/500 nm (インプラント・RTA エッチング・シンタリング無し)②条件には NiSi/Ni : 10 nm/300 nm(インプラント・RTA エッチング無し)を用いた。</p> <p>結果として、②条件下では TLM が得られ、固有抵抗率 <math>R_c = 4.11 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2</math> を算出したものの(Fig.2)、①条件下では TLM を得ることが出来なかった。この事象を考察すると、①で用いた Hf が電極形成工程中で酸化してしまい、オーミックコンタクトを形成しなかったことが推測できる。したがって、別の仕事関数 4.05 eV 以下の金属を用いることで、熱処理無しで TLM を作製可能かどうかの検討が必要であると考える。</p> <p>本研修を通し、基本的な半導体形成プロセス及び電極の評価方法を学んだ。この経験を活かし、自身の今後の研究推進に役立てたい。</p>

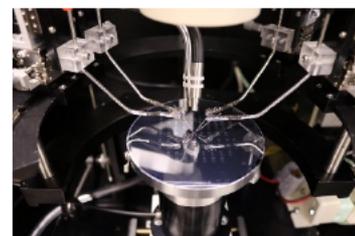


Fig.1 形成した電極評価風景

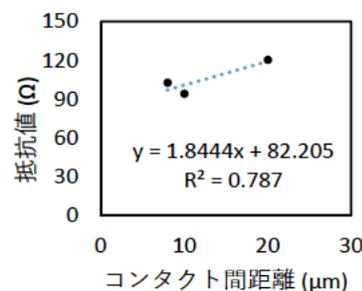


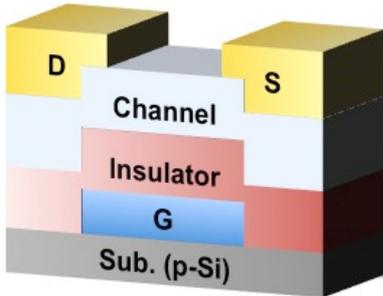
Fig.2 NiSi/Ni の TLM

平成28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 学士4年
研修テーマ	No.20「半導体デバイスの電極，金属・半導体のオーム性電極形成」
研修先	東北大学
受入担当者	鈴木 裕輝夫
研修期間	平成28年8月22日～8月26日（5日間）
研修内容	MEMS，半導体デバイス，あらゆる電子デバイスに電流を流すために利用されるショットキーバリアは、技術的に特性制御が難しく、電子デバイス開発の度に多大な開発労力を要している。金属と半導体のオーム性電極の形成は重要な要素技術である。金属と半導体のコンタクト抵抗を高精度で測定評価可能な線形伝送線モデルに基づく TLM 法を用いて、印加電圧の極性によらない理想的な線形特性を示すオーム性電極（オーミックコンタクト）の作製や評価方法を習得することを目的とする。
研修の成果等	<p>以下の3つの方法を用いて研修を行う。</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 濃度の違う高濃度の拡散層を形成し、トンネル効果を利用した疑似オーミックコンタクト TLM を作製し評価する。</li> <li>2. N型シリコンに対してオーミックコンタクトが形成可能な仕事関数 4.05eV 以下の金属を用いて TLM を熱処理無しで作製し評価する。</li> <li>3. 最先端 60nm で用いられているシリサイド NiSi を用いた TLM を作製し評価する。</li> </ol> <p>2つめの基板、仕事関数 4.05eV 以下の金属を用いて TLM を熱処理なしで作製したものが、オーミックコンタクトを示さず、ショットキーコンタクトになった。原因の考察については現時点では行えていないので、今後先生方と行っていきたい。</p>

## 平成28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 4年
研修テーマ	グラフェンを用いたマイクロデバイスの作製技術
研修先	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	津谷 大樹
研修期間	2016年8月29日～9月2日
研修内容	本研修では劈開、リソグラフィ及びエッチングプロセスなどの微細加工技術の基礎・装置操作等を行い、グラフェンデバイスを作製した。その後、作製したデバイスの電気伝導特性評価を行った。
研修の成果等	<p>1. グラフェンデバイスの作製</p> <p>スコッチテープを用いてキッシュグラファイトを繰り返し劈開し、グラフェンを得た。これを基板である Si ウエハに転写した。次に原子層堆積装置によって <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math> 保護膜を形成した。その後基板表面に LOR5A と AZ5214E という二種類のレジストを塗布し、マスクレス露光、現像、Ti・Au 蒸着、リフトオフという手順でコンタクト電極を作製した。基板表面に ZPN1150 というレジストを塗布し、マスクレス露光、現像により短冊状のエッチングマスクをグラフェン上に作製した。<math>\text{O}_2</math> プラズマを照射してエッチングマスクに覆われていない部分のグラフェンを除去するドライエッチングを行うことでグラフェンの形状を加工した。また、コンタクト電極と同様の手段によりトップゲート電極を作製した。以上のプロセスにより、グラフェンデバイスが完成される。</p> <p>2. グラフェンデバイスの電気伝導特性評価</p> <p>作製したデバイスに印加するゲート電圧を変化させ、ドレイン電流とドレイン電圧の関係を測定した。得られたグラフよりグラフェンに電極が設置でき、作製したデバイスが正常に機能したとデバイスにおけるゲート依存性が確認できた。またバックゲートから電圧をかける場合、トップゲートの場合の 50 倍のゲート電圧をかけなければ電気伝導特性が現れないことも分かった。</p> <p>3. 感想</p> <p>本研修を通して微細加工技術を扱う感覚が分かった。自身の卒業研究ではマイクロサイズの試料を扱っている。今回学んだことを高圧物性観察に活かし、精密な研究を行いたいと思う。</p>

所属・学年	大阪工業大学 工学研究科 電気電子工学専攻 博士前期課程 1年																				
研修テーマ	酸化物トランジスタの作製・評価																				
研修先	産業技術総合研究所 ナノプロセッシング施設																				
受入担当者	多田 哲也, 有本 宏																				
研修期間	2016年 8月1日(月) ~ 8月5日(金)																				
研修内容	酸化物半導体である酸化チタン( $\text{TiO}_x$ )を用いた薄膜トランジスタ(TFT)の作製と評価を目的とし, エッチングや真空装置等を用いた薄膜形成プロセス技術の取得, また作製した $\text{TiO}_x$ -TFT の電気的特性からデバイス評価を行なった. 作製プロセスには原子層堆積(ALD)装置や電子線(EB)蒸着装置を用い, デバイス評価には, X線回折(XRD)装置や走査型電子顕微鏡(SEM), 半導体パラメータアナライザーを用いた. デバイス構造はボトムゲート型 TFT, ゲート電極には Ti/Au/Al, チャンネル層には $\text{TiO}_x$ , ゲート絶縁膜には $\text{Al}_2\text{O}_3$ , ソース・ドレイン電極には Al/Au を用いた. 以下に詳細な成果等を示す.																				
研修の成果等	<p><b>【研修背景】</b> 私は現在「溶液法を用いた酸化亜鉛系薄膜トランジスタの作製と評価」に取り組んでおり, 自身の研究のステップアップ, また研究者・技術者としての技術向上を目指して今回の研修プログラムに参加を希望した.</p> <p><b>【研修成果】</b> Fig. 1 に今回作製した <math>\text{TiO}_x</math>-TFT の試料構造と成膜条件を示す. 使用基板は自然酸化膜(<math>\text{SiO}_2</math>)付きの p-Si 基板を用いて実習を行なった. 始めに, 有機洗浄を行なった p-Si 基板上にレジストを塗布し, マスクレス露光装置を用いてパターンニングを行った後, EB 装置を用いてゲート電極(Ti/Au/Al)を蒸着した. 次に, ALD 装置を用いてゲート絶縁膜(<math>\text{Al}_2\text{O}_3</math>), チャンネル層(<math>\text{TiO}_x</math>)を連続して成膜を行なった. 試料のパターンニングに関しては, 反応性イオンエッチング(RIE)装置を用い加工を行なった.</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-start;"> <div style="text-align: center;">  <p>(a)</p> </div> <div style="text-align: center;"> <table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>Materials</th> <th>Deposition</th> <th>Thickness [nm]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>S/D</td> <td>Al/Au</td> <td>EB</td> <td>20/150</td> </tr> <tr> <td>Channel</td> <td><math>\text{TiO}_2</math></td> <td>ALD</td> <td>20</td> </tr> <tr> <td>Insulator</td> <td><math>\text{Al}_2\text{O}_3</math></td> <td>ALD</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>Gate</td> <td>Ti/Au/Al</td> <td>EB</td> <td>5/20/20</td> </tr> </tbody> </table> <p>(b)</p> </div> </div> <p>Fig. 1. (a) Structure of the <math>\text{TiO}_x</math>-TFT, (b) Condition of the <math>\text{TiO}_x</math>-TFT</p> <p>ゲート絶縁膜, チャンネル層のアイソレーションを行なった後, フォトリソグラフィでパターンニングを行い, EB 蒸着装置でソース・ドレイン電極(Al/Au)を蒸着した. また, チャンネル層のみを成膜した別のサンプルを作製し, XRD 装置を用いてチャンネル薄膜の X 線回折角度から結晶性を確認したところ, 25 度付近で(101)面のピークが確認できたため結晶構造はアナターゼ型と判断できた. 作製した試料の電気的特性を向上させるために真空熱処理炉を用いてアニーリングを行い, 熱処理条件は <math>450^\circ\text{C}</math>, 5 min とした. 作製した <math>\text{TiO}_x</math>-TFT の特性を Fig. 2 を示す. 測定デバイスの素子長は, ゲート長 <math>L_G = 2 \mu\text{m}</math>, ゲート幅 <math>W_G = 100 \mu\text{m}</math> の試料を用いた. 出力</p>		Materials	Deposition	Thickness [nm]	S/D	Al/Au	EB	20/150	Channel	$\text{TiO}_2$	ALD	20	Insulator	$\text{Al}_2\text{O}_3$	ALD	10	Gate	Ti/Au/Al	EB	5/20/20
	Materials	Deposition	Thickness [nm]																		
S/D	Al/Au	EB	20/150																		
Channel	$\text{TiO}_2$	ALD	20																		
Insulator	$\text{Al}_2\text{O}_3$	ALD	10																		
Gate	Ti/Au/Al	EB	5/20/20																		

特性の各測定条件としては、ドレイン電圧  $V_{DS}$  は 0~5 V, ゲート電圧  $V_G$  は 0~7 V, 測定ステップは 1 V で行なった. また伝達特性に関しては、ドレイン電圧  $V_{DS} = 5$  V を固定電圧とし、ゲート電圧  $V_G$  は 0~7 V で変化させ測定を行なった. 測定したデバイスの評価としては、伝達コンダクタンス  $g_m = 510 \mu\text{ S/mm}$ , On/Off 比は  $1.12 \times 10^7$ , サブスレッシュホールドスイング  $S.S. = 0.622$  V/dec. が得られた. また、作製したデバイスのゲート長に対する伝達コンダクタンスの依存性も確認でき、トランジスタとしての信頼性に関する評価も行うことができた.

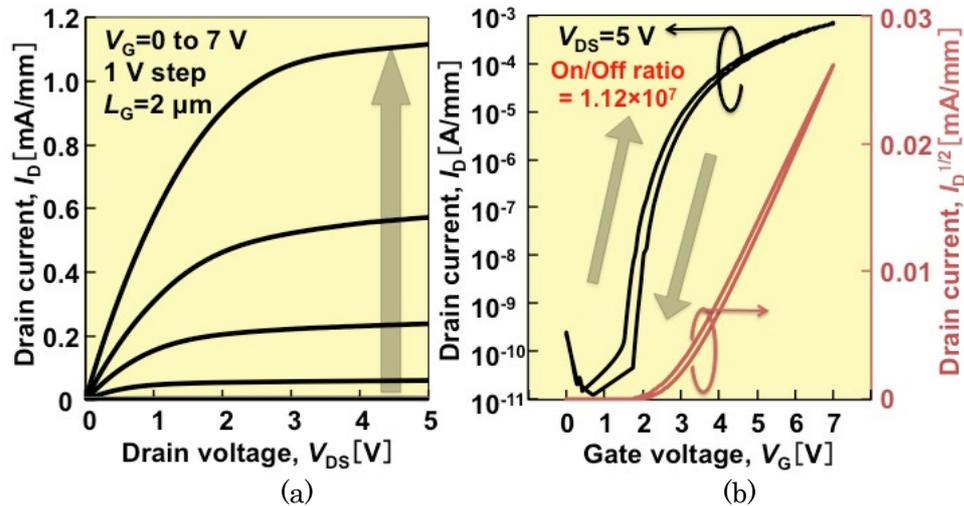


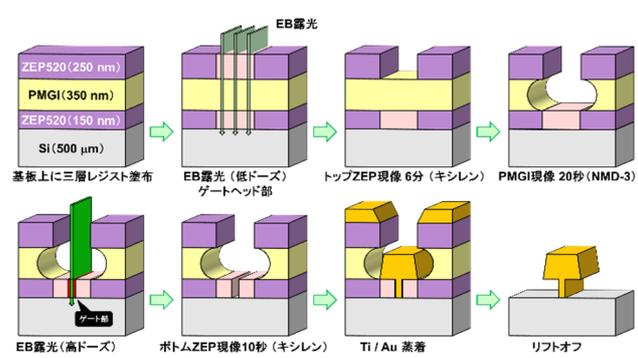
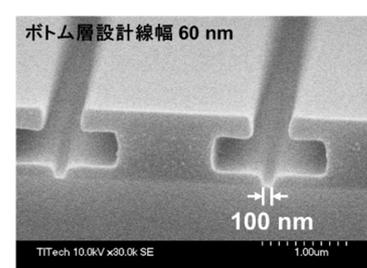
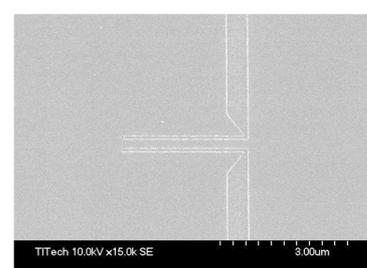
Fig. 2. (a) Output characteristics and (b) Transfer characteristics of the  $\text{TiO}_x$ -TFT

#### 【研修を終えて】

学生研修プログラムに参加することで、自身の研究に対するモチベーション、微細加工や MEMS 技術に関する知識を得る事ができた。また、研修実施機関としてお世話になった産業技術総合研究所では最先端の微細加工技術を保有しており、実際にその技術を体験することで最先端技術の取得を行うことができた。私自身、技術者・研究者としての経験を深める事ができ、満足な研修プログラムを実施することができた。

## 平成28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	甲南大学理工学部機能分子化学科固体構造化学研究室4年
研修テーマ	酸化物トランジスタの製作・評価
研修先	産業技術総合研究所
受入担当者	多田 哲也
研修期間	8月1日~8月5日
研修内容	<p>茨城県つくば市にある産業技術総合研究所で <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math> や <math>\text{TiO}_2</math> などを用いた酸化物トランジスタを製作・評価を五日間行いました。</p> <p>一日目は施設の紹介や設備を利用する際の注意事項を受け、製作するトランジスタの設計を行いました。二日目から四日目はクリーンルームでの製作と評価を行い、五日目はデータ整理と結果の発表を行いました</p>
研修の成果等	<p>初めてのトランジスタ製作だったので最初の方ではこの作業がどういった意味があるのかよく分からなかったり、最終的に測定する際に何をするのかも想像できなかったのが不安になりながら作業を行っていました。ですが、技術スタッフの方が作業の合間の空き時間に他愛の無い話やアドバイスをしてくれたおかげで問題なく工程を進めていくことができました。</p> <p>同じ研修を受けた参加者は元々トランジスタについて研究していて、今回の研修で使用したマスクレス装置などは製作時間を大幅に短縮してくれていると教えてくれました。</p> <p>研修で製作したトランジスタの電気的性質を測定したところ、トランジスタとしての性質はあったのですが、電流の流れる量があまり良くなかったことが分かりました。原因としては導体を綺麗にするエッチング工程が上手くいってなかったのではと考えました。</p> <p>五日間の研修期間でしたが新しい知識を得ながら慣れない作業を行っていたのであっという間に終わったと感じました。これからの研究に使うかもしれない設備を見たり、話しを聞くことができ充実した研修でした。</p>

所属・学年	大阪工業大学 大学院 工学研究科 電気電子工学専攻 ・ 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
研修期間	平成28年7月27日～7月29日 (3日間)
研修内容	微細パターン形成の強力なツールである電子線リソグラフィについてその基礎を修得する。電子線露光についての講義(電子線リソグラフィの特徴や使用するレジストの説明、また研修の内容)、パターンファイル形成、レジスト塗布、位置合わせを含んだ露光、走査型電子顕微鏡(SEM)による観察・評価等を行った。
研修の成果等	<p>まず最初に、ナノ電子ビーム露光特論という講義を受け電子線露光の基礎を習得した。次に、実習として微細なパターンの形成が可能かつ解像性とそれに見合う高い重ね精度を有する電子ビーム露光装置(JBX6300SJ; JEOL)を用いて露光を行った。Tゲートの作製プロセスは図1として以下に示す。</p>  <p>図1. Tゲート作製プロセス</p> <p>図1に示したTゲート作製プロセスのボトム層現像までの工程を研修では行い、その試料を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察を行った。その結果を図2に示す。またTゲートパターン以外にもJ01、JDF、SDFといった露光プログラムから自身が希望するパターンを作成し、OAP加工済みのガラス基板上とSi基板上の二種類に露光を行った。希望パターン作製後の試料をSEMで観察した結果を図3に示す。</p>   <p>図2. Tゲート蒸着前SEM像</p> <p>図3. 希望パターン現像後SEM像</p> <p>図3から微細な100 nmのパターンの部分にレジストの残渣が確認されるため、5秒ほど現像時間を追加する必要があると考える。</p> <p>研修を通して、電子ビームリソグラフィやレジストの特徴、描画パターンに関する</p>

	るプログラムの作成方法を習得した。また自身の研究に生かすことが出来るレジストの攪拌に関することや、100 nm のパターンを作製するために必要な露光量など助言をいただいた。
--	--

所属・学年	群馬大学 理工学部 機械知能システム理工学科 4年 鈴木孝明研究室
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、河田眞太郎 研究員
研修期間	平成28年7月27日から平成28年7月29日 (3日間)
研修内容	<p>電子ビームリソグラフィの露光と現像工程の実習、及び、SEMによる断面観察を行った。具体的には、Tゲートと言われるトランジスタ部品の作製工程の一部を行い、三層レジストを塗布した状態での重ね露光を体験した。また、所属研究室のロゴ(任意のパターン)の作製も行った。</p> <p>Tゲート作製においてはゲート脚部のドーズ量と露光線幅をそれぞれ変化させた複数のパターンを作製し、変化させたパラメータと作製された線幅の関係を断面観察により確認した。現像時間は7秒であり、目標とする最小線幅は60nmであった。</p>
研修の成果等	<p>実習で作製したレジスト現像後のTゲートの断面図を図1に、研究室ロゴを図2に示す。Tゲートではゲート脚部の線幅がトランジスタの性能を決める重要な要素であり、可能な限り細いほうが望ましい。研修ではゲート脚部について最小線幅100nmのパターンを作製することが出来た。このときの露光条件はドーズ量300<math>\mu\text{C}/\text{cm}^2</math>、露光線幅20nmであった。また、その他のパターンの観察から、ドーズ量と露光線幅が大きくなるとパターンが膨張し、逆にドーズ量と露光線幅がともに小さい場合はパターンの現像が不完全となる様子が確認出来た。しかしながら、目標線幅60nmに対して、実習で作製した最小線幅は100nmに膨張した。この原因については、現像時間を秒単位で正確にコントロールが難しく過現像になった可能性が高いと考えている。100nm以下の微細なパターンの作製では特に露光・現像条件を正確にコントロールする必要があると感じた。</p> <p>今回の研修では、電子線露光によってパターンが形成される仕組みから電子線描画装置の描画原理などの基礎知識と、描画装置とSEMの操作方法やパターンプログラムの作成方法などの基礎技能を学び、電子ビームリソグラフィによるナノサイズの加工について理解を深めることが出来た。</p> <p>現在、私はフォトリソグラフィ技術を用いた研究を行っているため、電子ビームリソグラフィについて学ぶ機会はほとんどなく、今回の研修は非常に貴重な経験になった。また、重ね露光はレジストの特徴を効果的に用いた手法であり、今後の自身の研究においても加工法の選択肢を広げる可能性を感じた。</p>

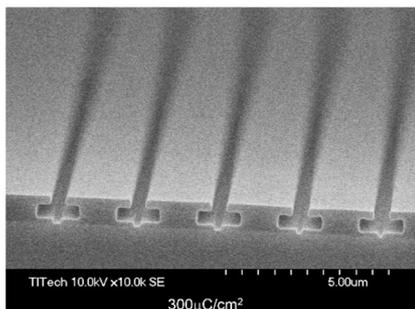


図1 Tゲート(レジスト現像後)

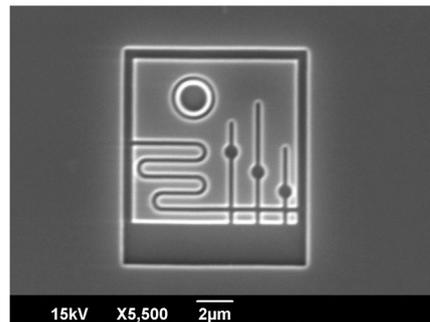


図2 研究室ロゴ

## 平成28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	鳥取大学電気電子工学科マイクロデバイス工学研究室4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（微細加工PF）
受入担当者	松嶋 朝明先生
研修期間	8月24日～8月26日
研修内容	<p>MEMS技術を用いたマイクロ流路の作製ということで、フォトリソグラフィを用いてマイクロ流体デバイスの基本的な作製プロセスを体験させていただいた。今回作製したのは2流体混合マイクロミキサーで、作製プロセスの体験がメインで、それに加えて2色のインクを混合させるための流路途中の障害物の設計を行った。初日にCADソフトで流路の設計をして、2日目と3日目でフォトマスク、レジスト原盤、流路を完成させて評価まで行うというながれだった。</p>
研修の成果等	<p>まず、マイクロ流体デバイス作製について、作製途中では担当の先生方が常についてくださって、機器の操作はもちろん、その他原理やわからないことなどをすぐに聞ける体制で丁寧に指導してくださったので、設計通りのデバイスを完成させることができた。</p> <p>何よりマイクロ流体デバイスの作製プロセスを一貫して体験することができたので非常にわかりやすく、理解を深めることができた。</p> <p>次に、流体の混合について、自分はプログラム参加の前に障害物部分を設計し大学で流体シミュレーションを行ってから臨んだが、デバイスの正確な寸法などは完全に把握していなかったため、流速や粘度の差などもあり、層流から乱流を発生させることができず、2色のインクを混合させることはできなかった。マイクロ流体デバイス中では、慣性力に比べて粘性力の影響が大きく、低レイノルズ数の層流になり、そのため乱流発生が難しい。乱流発生のためには、流体デバイスの3次元的设计も含めたデバイス設計の工夫が必要であると考えた。</p>

平成28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	東京工業高等専門学校機械工学科 5年精密微細加工研究室
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
受入担当者	松嶋 朝明
研修期間	8月24日～8月26日
研修内容	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. マイクロ流路の設計</li> <li>2. フォトマスクの作製</li> <li>3. フォトレジスト原盤作製</li> <li>4. PDMS を用いた流路作製</li> <li>5. 卓上 SEM および表面段差計を用いたフォトレジスト原盤の形状観察</li> <li>6. 作製したマイクロ流路の観察</li> </ol>
研修の成果等	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 研修内容に関しての説明を受け、L-Edit を用いてマイクロ流路の設計を行った。</li> <li>2. あらかじめクロムを塗布した後レジスト材で覆ったガラス基板にレーザー描画装置を用いて流路部分のレジストを露光し、Cr エッチングを行った後、レジストを剥離させてマスクを完成させた。</li> <li>3. まずガラス基板をピラニア洗浄した後ベークをし、露光をしやすいするために Al 蒸着を行った。Al 蒸着したガラス基板をベークし、OAP(HMDS)の塗布、レジスト材の塗布、ソフトベークを行い、両面マスクアライナで露光を行う。基板をベークし、PM シンナーで現像、IPA リンスをした後ブローで乾燥させて完成した。</li> <li>4. まず完成させたレジスト原盤に離型剤を塗布し、PDMS を剥がしやすくする。レジスト原盤が入った容器に作成した PDMS 混合液を流し込み、真空デシケータで脱泡した後、ベークした。PDMS をレジスト原盤から剥離し、チューブを通すための穴をあけ、PDMS と新しいガラス基板をドライエッチング装置でアッシングし、ベークすることでガラス基板と PDMS を固定した。</li> <li>5. レジスト原盤を簡易 SEM と表面段差計で観察及び計測を行った。</li> <li>6. テフロンチューブとシリコンチューブを PDMS に取付けた。排出側にシリンジポンプに接続し、実験を開始した。実験は排出側から 40mm/s の速度でインクを引いてデジタルマイクロスコープでインクの混合を確認した。</li> </ol> <p>残念ながら今回はインクが混合しなかったが、障害物が左右で違っていると一部分でインクが混合していたので、障害物の改良が可能だということが分かった。両面マスクアライナや卓上 SEM などの初めて使用する装置や、レーザー描画装置や電子線描画装置などの初めてみる装置などがあり今後の研究に幅をつくる事ができた。</p> <p>また、マスクの製作や PDMS を使用した実験は初めてだったので、今後の実験方法としてとても参考になった。</p>

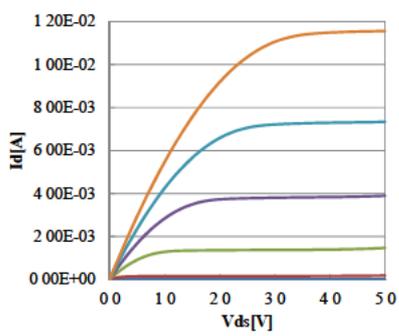
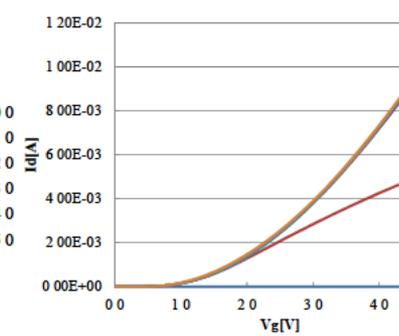
平成28年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

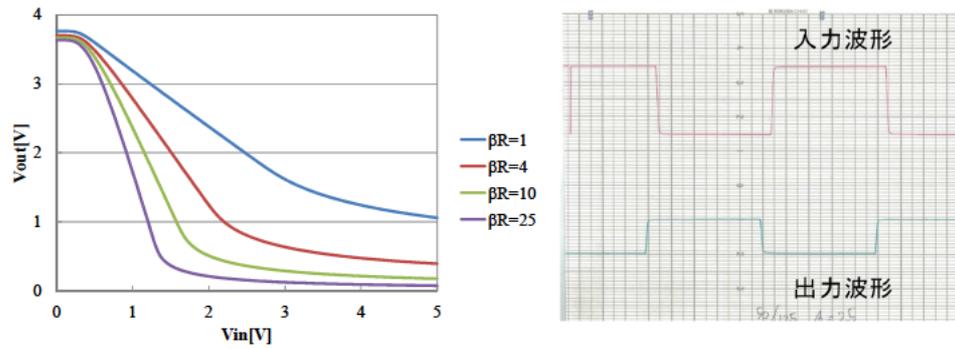
所属・学年	静岡大学 ナノビジョン工学専攻 博士課程1年
研修テーマ	SiMOS トランジスタ・IC 作成実習
研修先	広島大学ナノデバイス・バイオ融合科学研究所
受入担当者	横山 新 教授、田部井 哲夫 准教授、他研究員3名
研修期間	8/1～6 (6日間)
研修内容	<p>NMOS トランジスタをベースとした IC の試作実習を通じて、プロセス基礎技術とトランジスタ回路の基本技術全体を学ぶ。プロセス基礎技術はイオン注入、酸化、リソグラフィー、エッチングなど。IC は各自で回路を設計し、測定も各自で行う。</p> <p>ナノテクからの学生に加えて社会人の方も参加しているため、他の研修に比べて大所帯と思われる (今回は12人)</p>
研修の成果等	<p>IC 設計：NMOS トランジスタの構造を学び、その構造に従って製造時に必要なマスクデータを自分で設計した。設計にはトランジスタの構造以外にも、製造装置による制限 (最小加工寸法、図形間スペース) を考慮する必要がある、製造プロセスを念頭に置きながら行う必要がある。</p> <p>IC 製造：NMOS トランジスタと配線層1層だけだが、イオン注入や酸化膜～アルミのエッチングなど一通りの製造プロセスを体験できた。勉強不足で、使用した装置全てを理解するには至らなかったため、次の機会があるなら各装置の原理をきちんと学んでから参加したい。</p> <p>途中でのやり直しが難しい中、先生方のご尽力により無事製造でき、評価にも十分な時間が取れた。製造中は忍耐が必要なため、失敗しないように最後までやり通すには徹底した下準備とプロセスの理解が重要だと感じた。作業間の空き時間が短いものが多く、クリーンルーム内での作業ということもあり中々外に出て休憩ともいかず、スケジュールにある待ち時間よりも拘束時間が長くなる。体力が必要。</p> <p>IC 評価：無事にトランジスタが動作したので、応用回路もほぼ動作した。フィードバックのかかるリングオシレータは、トランジスタの特性に大きく依存するので動作させるのは難しいようだ。回路の静的な特性を測る場合、全員で講義を受けるし測定器が充実しているため、測定器の使い方を理解すれば測れる。動的な特性を測る場合、測り方が回路にも依存するので、事前にどうやって測るか計画を立てておかないと時間がなくなる。</p> <p>応用回路はロジック回路でもアナログ回路でもきちんと動作したので、達成感がある。</p>

平成28年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	名古屋大学大学院 修士2年
研修テーマ	SiMOS トランジスタ・IC 作成実習
研修先	広島大学
受入担当者	横山新（教授）
研修期間	2016年8月1日~8月6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>自分で描画したトランジスタ回路を3日間かけて実際に作製した。作製にあたって、リソグラフィやイオン注入などの装置を見学し、また自分自身でプロセスの一部を行った。</p> <p>作製したトランジスタについて、プローバを用いて特性評価を行った。その結果、自分が作製した回路通りの特性を示すことを確認した。また、パラメータを振ったいくつかのトランジスタ回路の特性比較を行った。</p> <p>今回の研修を通して、教科書の図解でしか見られなかったトランジスタ作製のプロセスフローについて、自分の目で見て学ぶことができ、興味をさらに深めることができた。</p> <p>特性評価から数日間かけて作製したトランジスタ回路が実際に動作したことの喜びを得た。また、パラメータを振って特性比較を行うことで、トランジスタ回路の動作原理や特性に対するさらに深い理解を得ることができた。</p>

所属・学年	芝浦工業大学 材料工学専攻 修士課程2年
研修テーマ	SiMOS 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、研究員3名
研修期間	2016年8月1日～8月6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。作製する回路は、時間短縮のため CMOS ではなく、E(エンハスメント型)-NMOS インバータを基本とするリングオシレータ、SRAM など。最小加工寸法も、時間短縮のためマスクレス露光を用いた3ミクロンとする。
研修の成果等	<p>本研修の参加動機としては、日々の研究において、コーティング方法やコーティングした材料の評価を中心として研究をおこなっているが、デバイスの設計や開発はいままで行った経験がなく、そのようなことを是非学びさせていただきたく志望させていただいた。研修の1日目はソフトを用いて各自、回路の設計をおこなった。私は NMOS トランジスタにおけるゲート長さ及びゲート幅において、長さや幅の異なるトランジスタを設計した。2日目から5日目まではクリーンルーム内にてトランジスタが出来ていく工程をみて学んだ。作製までの工程は非常に多く、また汚染度が作製するデバイスの特性に影響を及ぼすということで、徹底された処理がおこなわれていた。トランジスタの出力特性の評価では理論値に近い値を示し、また基板バイアス効果による影響も確認した。今回学んだ設計に基づくデバイスの作製及び評価の過程はいままでコーティングの研究を中心としておこなっていた自分には、とても刺激的な内容であり、来年からものづくりの会社で働く自分にとってはとても大きいキャリアとなった。</p>
	<p><b>Fig. 1 作製した NMOS トランジスタの出力特性</b>  (左) <math>I_{ds}</math>-<math>V_{ds}</math> (<math>V_g</math>:一定) (右)基板バイアス効果の検証</p>

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 博士前期課程1年
研修テーマ	SiMOS 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, 他 研究員3名
研修期間	2016年8月1日～6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, 作製する回路は, 時間短縮のため CMOSではなく, E(エンハスメント型)-NMOS インバータを基本とするリングオシレータ, SRAM など. 最小加工寸法も, 時間短縮のためマスクレス露光を用いた $3\mu\text{m}$ とする.
研修の成果等	<p>この度の実習では, トランジスタ単体及び NMOS インバータを製作し, それぞれの特性評価を行った.</p> <p>まず, トランジスタ単体の特性評価では, ゲート幅を固定し, ゲート長を変化させた場合の <math>I_d</math>-<math>V_{ds}</math> 特性及び <math>I_d</math>-<math>V_g</math> 特性を測定し, 基板バイアス効果の検証を行った. ゲート幅 <math>100\mu\text{m}</math>, ゲート長 <math>5\mu\text{m}</math> のときの <math>I_d</math>-<math>V_{ds}</math> 特性及び <math>I_d</math>-<math>V_g</math> 特性を図1 (a), (b) に示す.</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>(a) <math>I_d</math>-<math>V_{ds}</math> 特性</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>(b) <math>I_d</math>-<math>V_g</math> 特性</p> </div> </div> <p style="text-align: center;">図1 トランジスタ単体の特性評価</p> <p>本実験を通して, (1) ゲート電圧が大きいほど, ドレイン電流が流れやすい, (2) ゲート長が長いほど, ドレイン電流が流れにくい, (3) 基板バイアス電圧が大きいほど, 閾値電圧 <math>V_{th}</math> が大きくなるということを確認した.</p> <p>また, NMOS インバータの特性評価では, その特性を表す <math>\beta_R</math> 値 (ドライバ MOS の <math>W/L</math> と負荷 MOS の <math>W/L</math> の比) を変化させた場合の入出力電圧の比較及び, 入出力波形の観察を行った. NMOS インバータの <math>\beta_R</math> 値-入出力電圧の関係を表すグラフ及び, ペンレコーダを用いて計測した入力波形に対する出力波形の様子を示した図を図2 (a), (b) に示す.</p>

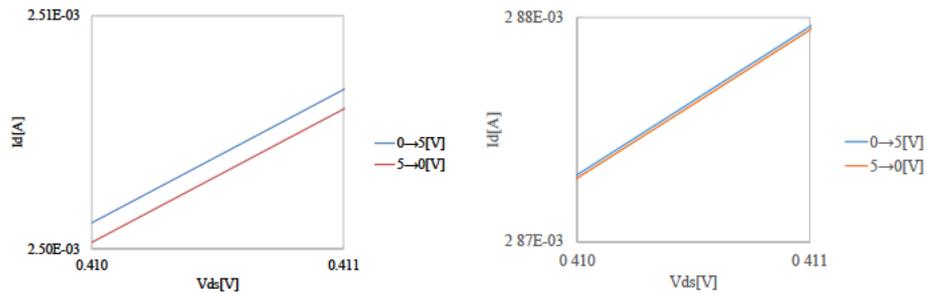


(a) NMOS インバータの  $\beta_R$  特性 (b) 入出力波形の観察

図2 NMOS インバータの特性評価実験

この実験から、 $\beta_R$  値が大きいほど、電圧値の入出力が逆転し、目的の特性が得られることを確認した。

さらに、本実習では、トランジスタの性能を向上させるプロセス工程を学び、実際にその影響調査を行った。具体的には、トランジスタ製作プロセスにおけるアルミ電極形成後のアニール処理 PMA である。PMA の目的は、アルミ結晶成長によるエレクトロマイグレーションの防止と、水素を用いることによるゲート酸化膜中及び  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  界面のトラップを減少させることである。Vds 値の範囲を 0.410~0.411[V]と限定した場合の、 $I_d$ -Vds 特性を図3 (a), (b) に示す。



(a) PMA 処理なしの  $I_d$ -Vds 特性 (b) PMA 処理ありの  $I_d$ -Vds 特性

図3 PMA 処理の有無による  $I_d$ -Vds 特性の比較

図3より、PMA 処理ありの場合の方が、往路 (0~5[V]) と復路 (5~0[V]) の電流値の差が小さいことがわかる。ゆえに、PMA 処理により、トランジスタの性能向上とヒステリシスの影響低減が可能であることを確認することができた。

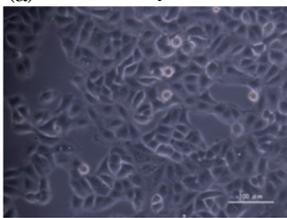
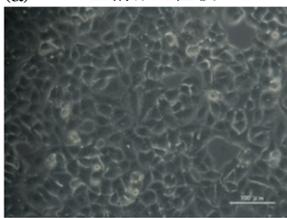
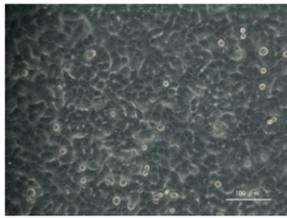
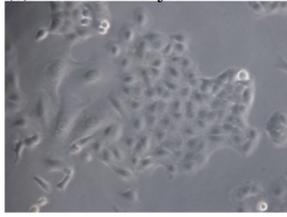
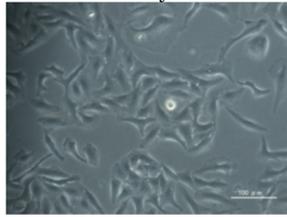
本実習を通して、NMOS トランジスタの動作原理や設計方法を学ぶことができた。そして、自分で設計した回路が、教科書の通りの特性を示すことを確認し、原理から特性までを一貫して理解することができた。また、自身の研究活動では使うことのない装置や、各プロセスに用いる装置が研究機関ごとに異なっていることなどを知り、知見を広げることができた。今後は、新たに知ったプロセス技術やノウハウを活かして、自身の研究に反映させていきたい。

平成28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	東京医科歯科大学大学院 医歯学総合研究科 医歯理工学専攻 修士1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	Dr. Olaf Karthaus
研修期間	2016/8/22~25
研修内容	<p>自己組織化現象の1つである、<b>Dewetting</b> 現象を用いて規則性構造を持つ機能性材料を作製した。そして、各顕微鏡の原理や特徴を生かして作製材料の表面観察を行った。研修内容は以下の通りである。</p> <p>1日目：自己組織化現象についての講義，機能性材料の作製</p> <p>2日目：走査型電子顕微鏡（<b>FE-SEM</b>）についての講義，実習</p> <p>3日目：原子間力顕微鏡（<b>AFM</b>）についての講義，実習</p> <p>4日目：実習の総括</p>
研修の成果等	<p>本研修で用いた <b>Dewetting</b> 現象とは高分子の溶媒が蒸発した後に溶質が基板上に規則性を持つミクロンサイズ構造として残る現象である。</p> <p>試料はポリスチレンをクロロホルムに溶解させて、基板として親水性の雲母基盤を用いて、その基板上に数滴ほど滴下し、蒸発させることで作製した。作製試料を様々なイメージング手法の特徴を講義や実際に装置を操作することで学んだ。作成試料は超高分解能解析ができる <b>FE-SEM</b> を用いて行い、基板上にドロップレット状の規則性ナノ構造を観察することが出来た。さらに <b>FE-SEM</b> に付属しているエネルギー分散型X線分析（<b>EDX</b>）にて特性X線を検出し、表面元素分析を行い、基板上のドロップレットはポリスチレンであることが確認出来た。表面粗さ解析は <b>AFM</b> にて行い、ドロップレット間の粒子半径と三次元の高低差が等しいことより規則性ナノ構造を持って配列していることが観察された。</p> <p>本研修では、様々なイメージング手法の原理のみならず、操作や分解能等を実際に体感することができ、今後の研究の視野の幅を広げることが出来た。また、研修先の先生や学生との交流を通じて、今後の研究へのモチベーションや視野も高めることが出来た。研究発表会では、他分野の知識やネットワークも広げることが出来た。</p> <p>最後に、研修を受け入れてくださった千歳科学技術大学の方々、また学生研修プログラムを開催していただいたナノテクノロジープラットフォーム事業の方々には心より厚く御礼申し上げます。</p>

平成28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 化学・生物化学科 B4
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
研修期間	2016年8月22日～8月25日
研修内容	<p>講義では、自己組織化現象の基礎やこの現象を利用し作製したメソスコピック構造の応用について学習した。</p> <p>また、雲母表面を基板として用いて、試料としてポリスチレンを滴下し蒸発させ、メソスコピック構造のサンプルを作製した。その構造を電子顕微鏡や蛍光顕微鏡、原子間力顕微鏡を用いて解析を行った。これら顕微鏡の操作を習得した。解析結果により、これらのイメージング法それぞれのメリットとデメリットを考えた。</p>
研修の成果等	<p>◎ 蛍光顕微鏡による作製サンプルの構造観察の結果より <b>Fingering</b> 現象やポリスチレンのドロプレット配列を確認できた。</p> <p>◎ SEMによるナノ構造解析・エネルギー分散系分析装置による元素分析の結果より、基板として用いた雲母の元素 (Si, Al, O) とポリスチレンの元素 (C) をそれぞれ確認でき、エレクトロンボルトに対する元素カウンットのグラフが得られた。</p> <p>◎ AFMによるナノ構造解析より、メソスコピック構造の断面情報 (高さや直径等) や3D画像が得られた。その結果より、滴下し、エバポレーションして作製した構造なので、サイズが異なるドロプレットができたことがわかった。また、断面情報より、それらドロプレットの直径と高さは比例関係にあることを確認できた。</p> <p>したがって、自己組織化現象によるこのナノ構造を、SEM、AFMを用いてイメージングして、得られた結果より、ポリスチレンのナノ構造であることを確認できた。また、本研修で使用した装置、(蛍光顕微鏡・電子顕微鏡・原子間力顕微鏡)それぞれの特性を習得できた。この <b>Dewetting</b> 現象を利用したナノ構造の応用として考えられるのは、マイクロレンズやトランジスター、バイオメディカルセンサーなどであると知った。</p>

所属・学年	北見工業大学 大学院 修士課程 2年
研修テーマ	細胞実験基礎講習
研修先	物質・材料研究機構／分子・物質合成 PF
受入担当者	箕輪 貴司、服部 晋也
研修期間	平成28年8月26日～平成28年9月2日 (6日間)
研修内容	<p><b>【目的】</b> 細胞培養を用いた刺激応答実験を体験し、細胞培養、遺伝子解析、細胞イメージングに関する基礎的な技術を身に付けることを目的とした。</p> <p><b>【研修内容】</b> 密に配列している上皮細胞が、周囲との結合にしばられず運動能を有する間葉細胞に変化するメカニズムを上皮-間葉転換 (EMT) という。また EMT 発現には、サイトカインの存在が重要である。この一連のメカニズムにより、ガンの浸潤・転移が引き起こされることが知られている。 そこで本研修では、白血球の一種であるマクロファージ (RAW) からサイトカインの産出を促進させるために SiO<sub>2</sub> ナノ粒子で刺激を加え、産出されたサイトカインを上皮細胞のヒト肺ガン細胞 (A549) に添加することで引き起こされる EMT を観察した。</p>
研修の成果等	<p>用いた細胞は、</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ A549</li> <li>・ RAW のみの上清を添加した A549 (A549-RAW)</li> <li>・ RAW に SiO<sub>2</sub> ナノ粒子により刺激を与え、その上清を添加した A549 (A549-刺激後 RAW)</li> </ul> <p>の3種類である。</p> <p><b>【形態観察】</b> A549、A549-RAW、A549-刺激後 RAW における形態観察を位相差顕微鏡により行った。Fig. 1 に A549 における (a) 1day 及び (b) 4 days、Fig. 2 に A549-RAW における (a) 上清添加直後及び (b) 4 days、Fig. 3 に A549-刺激後 RAW における (a) 上清添加直後及び (b) 4 days の顕微鏡画像を示す。 Fig. 1～3 を比較すると、A549 は形態に変化はないが、A549-RAW は少し紡錘状となり、A549-刺激後 RAW に関しては完全に紡錘状に変化し、この2種類において EMT による形態変化が観察された。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>(a) 1 day</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>(a) 上清添加直後</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>(a) 上清添加直後</p>  </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="text-align: center;"> <p>(b) 4 days</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>(b) 4 days</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>(b) 4 days</p>  </div> </div> <p>Fig. 1 A549 における顕微鏡画像 (a) 1 day 及び (b) 4 day</p> <p>Fig. 2 A549-RAW における顕微鏡画像 (a) 上清添加直後及び (b) 4 days</p> <p>Fig. 3 A549-刺激後 RAW における顕微鏡画像 (a) 上清添加直後及び (b) 4 days</p>

### 【遺伝子解析】

形態観察で A549-刺激後 RAW の EMT が観察されたため、RT-PCR 生成物のアガロースゲル電気泳動解析及びリアルタイム PCR を用いた遺伝子解析により EMT を検証した。解析する対象として、上皮細胞の接着面に高発現する E-Cadherin (E-Cad)、間葉系に発現する N-Cadherin (N-Cad) 及び間葉系特有の細胞骨格タンパク質である Vimentin (Vim) を選択した。

Fig. 4 に、A549-刺激後 RAW (1 week) 及び A549 control (1 week) におけるアガロースゲル電気泳動の結果を示す。Fig. 4 より、A549-刺激後 RAW における E-Cad のバンドが control よりも下に濃く出ている。これは、PCR をする際に溶液を入れ忘れてしまい DNA の増幅がうまく行われず、E-Cad のプライマーのみが出てきてしまった可能性が考えられる。

N-Cad においては、A549-刺激後 RAW では 100 bp にバンドが発現し、control より濃く出ているため、N-Cad が多く発現していることが考えられる。Vim は、A549-刺激後 RAW 及び control においてバンドがおおよそ 300 bp の同位置にあり、発現量が同程度であるように見られた。

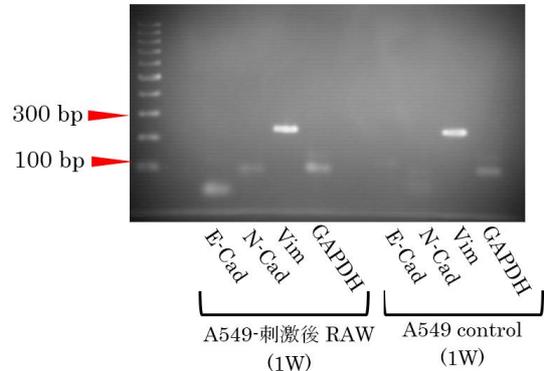


Fig. 4 A549-刺激後 RAW (1 week) 及び A549 (1 week) におけるアガロースゲル電気泳動結果

Fig. 5 (a), (b) 及び (c) に、A549-刺激後 RAW (1 week) 及び A549 control (1 week) におけるリアルタイム PCR により E-Cad、N-Cad、Vim の発現量を定量した結果を示す。E-Cad は、A549-刺激後 RAW は control よりも E-Cad 量が減少した。N-Cad においては、A549-刺激後 RAW が control よりも明らかに増加した。Vim に関しては、A549-刺激後 RAW が control よりも減少した結果となった。

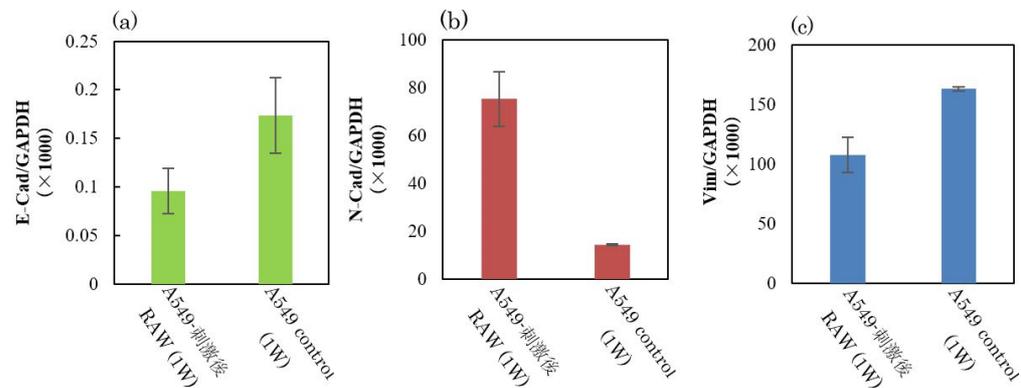


Fig. 5 A549-刺激後 RAW (1 week) 及び A549 (1 week) におけるリアルタイム PCR 結果 (a) E-Cad、(b) N-Cad 及び (c) Vim

以上、アガロースゲル電気泳動及びリアルタイム PCR の結果より、E-Cad の減少、N-Cad の増加が認められた事から、遺伝子的に A549-刺激後 RAW における EMT が確認された。Vim は減少することが予測されたが、今回の結果ではむしろ control での発現量の方が多かった。

### 【蛍光染色】

A549 control (9 days)及び A549-刺激後 RAW (9 days) における蛍光染色の結果を Fig. 6 に示す。青色の丸は核を示し、緑色が E-Cad を示している。

A549 control は、E-Cad が細胞膜のところに発現しているが、A549-刺激後 RAW では、細胞膜のところではなく細胞全体に広がり、色も薄くなっている。このことから E-Cad が減少していることが考えられ、リアルタイム PCR の結果とも同様となり、細胞間の接着機能の低下が示唆される。また核に関しては、A549-刺激後 RAW の方が大きく見えることから、細胞が形態変化していることが考えられる。以上 2 点の結果は、形態観察の結果とも一致する。

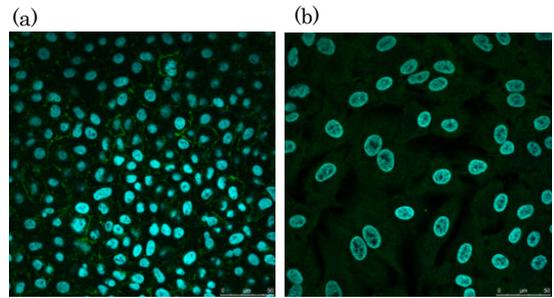


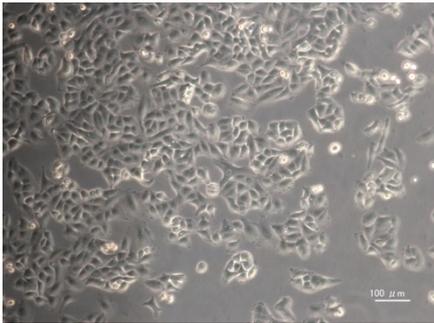
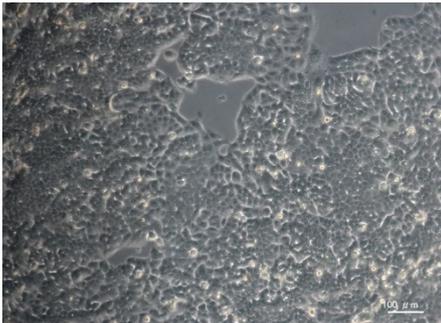
Fig. 6 (a) A549 control (9 days) 及び  
(b) A549-刺激後 RAW(9 days)  
における蛍光染色の結果

### 【感想】

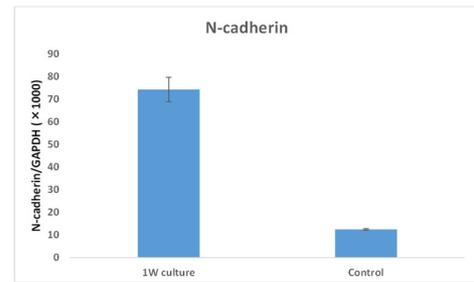
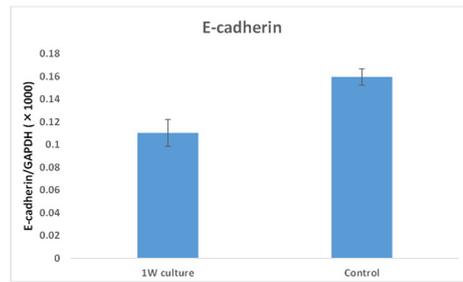
研修を通して、実際に細胞実験を体験することで、培養から遺伝子解析までの細胞実験の一通りの流れや技術を学ぶことができた。また、生化学に対する興味がさらに沸いたので、今後深く学び知識をつけていきたい。

また、今回国立の研究機構で実験ができ、実験室の規模の大きさや機器の多さ、研究者の方々との交流できたことなど普段とは違う環境を体験できたことは私にとって大きな刺激となった。

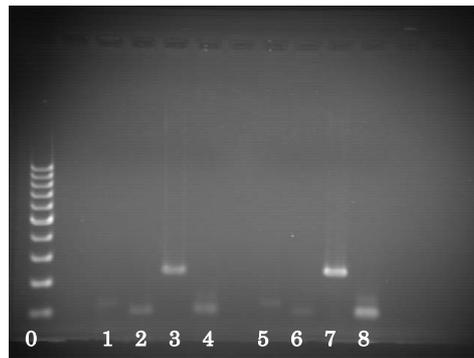
この貴重な経験を活かし、残りの大学院生活や春からの業務に役立てたい。

所属・学年	八戸工業高等専門学校 物質工学科 4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	箕輪 貴司
研修期間	8月26日～9月2日
研修内容	<p>本研修では培養細胞を用いた刺激応答実験を通し、細胞培養、遺伝子解析、細胞イメージングに関する基礎的な技術を身につけることを目的とする。主な研修内容は以下の通りである。</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 無菌操作練習及び細胞培養</li> <li>2. 細胞を用いたアッセイ</li> <li>3. 遺伝子解析（電気泳動、リアルタイム PCR）</li> <li>4. 抗体を用いた免疫染色</li> </ol>
研修の成果等	<p>研修では刺激誘導因子 <math>\text{SiO}_2</math> を加えることにより RAW 細胞が産生する炎症性サイトカインを用いて A549 の上皮-間葉転換（EMT）の誘導を行った。また、EMT を誘導したものと control について形態観察を毎日行った。</p> <p>[ A549 (control) ]</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>1day</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>4day</p> </div> </div> <p>[ A549 (RAW+<math>\text{SiO}_2</math> 培養上清添加) ]</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>添加直後</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>3day</p> </div> </div> <p>controlでは形態変化は起こらず、EMTを誘導したものは球形から紡錘形へと形態変化が見られた。</p> <p>また、遺伝子解析として行った電気泳動とリアルタイム PCR では、EMT を誘導した A549 では control と比較して E-cadherin の発現が減少し、N-cadherin の発現が増加していることが確認できた。</p>

[ リアルタイム PCR ]

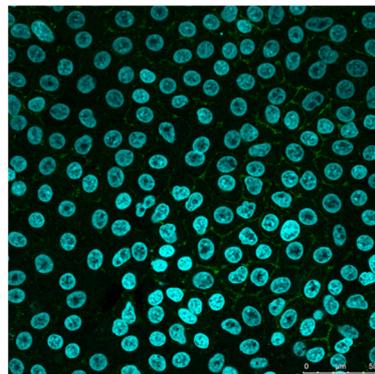


[ 電気泳動 ]

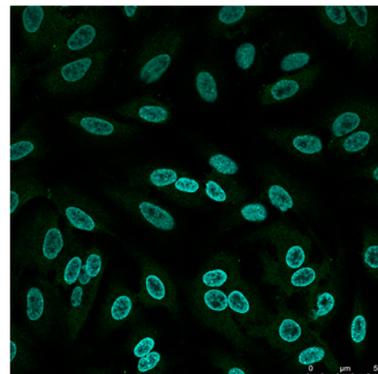


- 0 : 分子量マーカー
  - 1 : E-cadherin
  - 2 : N-cadherin
  - 3 : Vimentin
  - 4 : GAPDH
  - 5 : E-cadherin
  - 6 : N-cadherin
  - 7 : Vimentin
  - 8 : GAPDH
- } EMT誘導 A549
- } control

そして、細胞イメージングとして行った E-cadherin 抗体を用いた免疫染色では、control では細胞接着面に E-cadherin が見られるのに対し EMT を誘導した細胞では見られず、上皮細胞の細胞間接着分子としての本来の役割を E-cadherin が果たしていないことが確認できた。



control



EMT 誘導 A549

以上の結果より、EMT の誘導に成功した。

研修では、細胞実験に関する技術・知識を学ぶことが出来た。  
 また、他大学や NIMS の方々との交流、最先端の装置を使つての実験はとても良い刺激となり、今後進路を選択するうえでも参考となる経験であった。  
 今回得た技術を今後の研究に活かしていくと共に、本学生研修プログラムについて他の学生にも広めていきたい。

平成28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 修士2年
研修テーマ	新奇ナノカーボンの合成と評価
研修先	信州大学 カーボン科学研究所
受入担当者	橋本佳男教授
研修期間	8/22~8/26
研修内容	<p>MBE 蒸着基板の STM(Scanning probe microscope)観察                  マイクロ波プラズマ装置を用いたダイヤモンドの成長                  カーボンナノチューブの作製と高純度化                  ラマン分光法による各種試料の観察                  水熱合成実験                  圧密抵抗測定                  各種試料の XPS(X-ray photoelectron spectroscopy)測定</p>
研修の成果等	<p>今回の研修期間中において、炭素材料としてはカーボンナノチューブ(CNT)とカーボンナノダイヤ(CND)の作製を行った。CNT はエタノール: 1 mol、フェロセン: 0.001 mol、チオフェン: 0.001 mol の混合溶液を炉において 1523 K, 15 min 加熱を行い作製した。CND は H<sub>2</sub>流量: 200 sccm、CH<sub>4</sub>流量: 7 sccm マイクロ波: 1300 W の条件でマイクロ波プラズマ装置を用いて作製を行った。いずれの試料も SEM(Scanning electron microscope)とラマン分光法を用いて測定・解析を行った。</p> <p>この結果、CNT は繊維状の構造が SEM 像から得られ、ラマンスペクトルからは、炭素材料に特有の G バンド、結晶性の度合いを示す D バンド、CNT 特有のピークである RBM(Radial breathing mode)が得られた。G/D 比から結晶性は良好であり、RBM は CNT の直径方向の振動モードに起因したピークであることから CNT の直径は 1.3 nm であることが明らかになった。</p> <p>CND に関しては、1330 cm<sup>-1</sup>付近にダイヤモンドのピークが確認できたが、不純物が多く、ピークは小さかった。XPS でも確認したところ、炭素のピークは確認することができた。この結果は CND 作製時のマイクロ波プラズマ装置の出力が 1300 W では不十分であったためと考えられる。</p> <p>以上のように炭素材料の作製とその測定に関しての知識を学習した。</p>

平成28年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	豊田工業大学 工学部 先端工学基礎学科 学部4年
研修テーマ	新奇ナノカーボンの合成と評価
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	8/22～8/26
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ MBE で薄く製膜した触媒層が熱履歴または加熱反応空間を経ることによって形状がどう変わっていくかを STM で観察する。</li> <li>・ マイクロ波プラズマ装置を用いて 1000℃程度減圧空間でダイヤモンドが合成できることを体験する。</li> <li>・ CVD 法にて CNT を試作する。</li> </ul> <p>いずれにおいても SEM、XPS、Raman などを用いて試作物の観察と物性・特性評価を行う。</p>
研修の成果等	<p>フェロセンを触媒とし、エタノールを炭素源とした CNT の作製を CV 法で行った。繊維が集まった綿のようになっていることに驚いた。回収された CNT を SEM や Raman で観察し、CNT が繊維状であることと単層の CNT であることが確認できた。試料を作ることはできなかったが、高温に加熱して純度を高める技術や装置があることもわかった。</p> <p>また、プラズマを用いてダイヤモンド膜を Si ウエハ上に作成し、SEM、XPS や Raman で評価をした。試料が基板を完全に覆っていなかったことや、ピークが小さかったことから、質のいい試料を作るのには適切な条件が必要だと実感した。</p> <p>その他の評価法も STM や水熱反応、圧電抵抗も体験することができた。</p> <p>実験の他にも、一緒に研修をした他大学の学生と話をすることができ、大学の様子や、SPM などの研究についても今まで知らなかった評価方法のことや視点を教えてもらった。研修先の先生や研究員の方々と会話をする機会も多くとってもらえて、貴重な話や、研究に対するアドバイスや、姿勢についても聞くことができた。</p> <p>普段の大学生活では得られないような体験をすることができた。これからの研究や、その先の考え方についても、視野が広がったと思う。他大学や研究機関で装置に触れて実際に研究を行う機会は自分から動くことで、学生が思っているよりも多く用意されていると感じた。積極的にチャンスを生かしてほしいと思った。</p>

平成28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 M2
研修テーマ	タンパク質で生物時計を作ってみよう
研修先	分子科学研究所 夏の体験入学
受入担当者	秋山修志先生(協奏分子システム研究センター)
研修期間	8月8日(月)～11日(木・祝) (3泊4日)
研修内容	<p><b>【体験プログラム】 Kai タンパク質時計を作る</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ Kai タンパク質反応溶液の調製</li> <li>・ オートサンプラーを利用した KaiC リン酸化反応のリズム計測</li> <li>・ KaiC の結晶化と構造の観察</li> </ul> <p>本体験学習では、タンパク質による化学反応として概日リズムを実現した歴史的な実験を再現する。KaiC に KaiA と KaiB を加えて自律振動系を再構成し、自動分注装置(オートサンプラー)を用いて KaiC のリン酸化状態が概日変化する様子を観察する。また、タンパク質の原子レベルでの立体構造を解明するための強力な手法である X 線結晶構造解析に向けた、タンパク質の結晶化実験を行う。</p>
研修の成果等	<p>①KaiC リン酸化反応のリズム計測</p> <p>野生型：24-27h 周期 S48T 変異型：39h 周期 F470Y 変異型：15h 周期</p> <p>試験管内でも自律的に 24 時間周期を刻むことが確認(再現)できた。 一方で、1 残基変異により概日リズムが大きく変化することも分かった。</p> <p>②KaiC の結晶化</p> <p>KaiC の結晶化の条件検討を行い、結晶化に成功した。</p>

## 平成28年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	京都大学大学院 生命科学研究科・修士2年
研修テーマ	ナノバイオデバイスによる分子・細胞計測の基礎
研修先	名古屋大学
受入担当者	馬場 嘉信
研修期間	平成28年7月27日～7月29日（3日間）
研修内容	<p>1日目：バイオデバイス作り 感光性モールドを用い、今後の観察用バイオデバイスを2種類作製した。クリーンルーム内でモールドの塗布から露光に至る一連の操作を体験した。</p> <p>2日目：DNA伸長実験 作製したデバイスにゲルを添加し、DNAが電気泳動される様子やDNAがデバイス内で伸長した様子の顕微鏡観察を試みた。</p> <p>3日目：細胞封入実験 デバイス内に封入された細胞の蛍光観察を行った。</p>
研修の成果等	<p>1日目：バイオデバイス作り 最初に、これから作るデバイスの特徴やその目的等を確認してからクリーンルームで作業を始めたため、各工程の理解が早まった。デバイス作製は初めてだったため、慣れない操作もあったが2種類のデバイスを作製することができた。ただし、デバイスの性能を確認すると、デバイス幅や深さにはばらつきがあった。完成度の高いデバイスを作るには、スピンドーターの回転速度や時間、露光の条件など各工程の検討が重要であると学んだ。</p> <p>2日目：DNA伸長実験 作製したデバイスを用いてのDNA電気泳動ならびにDNA伸長の観察実験を行った。マイクロ流路内にアガロースゲルを流し込むことは非常に難しかった。デバイスが小さくゲルが即座に固まってしまった。蛍光染色されたDNAをデバイスの片側に入れ、電圧を印加することで電気泳動を行った。その様子を顕微鏡で観察しようとしたが、デバイス状態が悪かったためか観察できなかった。また、PDMS構造体に引っかかったDNAの伸長状態も観察したところ、数本のDNA伸長が見られた。</p> <p>3日目：細胞封入実験 単一細胞解析に用いられるマイクロチャンバーデバイス内に細胞を封入し、単一細胞の観察を行った。クリーンベンチでの細胞操作は初めてであり緊張したが、多くの細胞が封入された様子が確認され、この実験系の便利さを体感できた。細胞ごとの蛍光強度を測定し、ヒストグラムを作成することで細胞ごとのばらつきや分布の特徴も学ぶことができた。</p>

## 平成28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	上智大学理工学部物質生命理工学科 4年
研修テーマ	ナノデバイスによる分子・細胞計測の基礎
研修先	名古屋大学大学院
受入担当者	馬場嘉信教授
研修期間	7月27日～29日
研修内容	本研修では、デバイス作製とDNA伸長と電気泳動、細胞封入実験の3つの実験を行った。デバイス作製では、デバイスの型とデバイスの作製を行った。DNA伸長では、デバイスに蛍光染色したDNA溶液を吸引し、超解像顕微鏡でDNA伸長の様子を観察した。DNA電気泳動では、レーザー誘導蛍光検出システム上で電気泳動の様子を観察した。細胞封入実験では、すでに用意されたマイクロチャンバーデバイスにPBSを浸透させ、子宮頸がん由来細胞株HeLa細胞の懸濁液を調整した後、遠心分離機によって細胞をデバイス封入し、共焦点顕微鏡の観察を行った。
研修の成果等	<p>デバイス作製では、流路デバイスとDNA伸長用デバイスの2種類を完成させた。しかし、流路デバイスはシャーレ2枚分作製していたが、1枚は切り出しの過程で失敗したため、流路デバイスとDNA伸長用デバイス各々1枚が得られた。</p> <p>DNA伸長では、数本のDNA伸長が確認されたが、本来であればより多くのDNA伸長が見られる予定であったため、良い結果が得られなかった。また、DNA電気泳動では、DNAが流れている様子を観察することができなかった。これらの原因は作製したデバイスに起因するものではないかと考えられる。デバイスの型を作成時に、シラン化(樹脂を架橋する操作)を行うとき、必要条件であった真空引きが行われていなかったため、シラン化を失敗したのではないかと考えられる。そのため、デバイスの型に必要な強度と疎水化の獲得に失敗したのではないかと考えられる。そのため、それを基に作成したデバイスが実験に適した構造ではなかったため、DNA伸長と電気泳動に影響が出たと思われる。</p> <p>細胞封入実験では、細胞の捕獲を確認できた。蛍光強度をヒストグラムによって統計処理を行ったところ、<math>4 \times 10^4</math> a.u. あたりが最も多く、次に <math>26 \times 10^4</math> a.u. あたりが多い傾向が得られた。蛍光染色は核酸を標的にしたものを行うため、蛍光強度によってHeLa細胞の特徴が得られたのではないかとと思われる。</p> <p>研修を通して、最後の意見交換会でより多くの異分野方々と接触できたことは、とても良い刺激となった。今後研究の励みとなった。</p>

平成28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	福岡大学 薬学部 薬学科 5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	平成28年8月1日～8月5日
研修内容	<p>8月1日：カーボンナノファイバーの室温合成についての講義と実習</p> <p>8月2日：分子合成マイクロラボの作成についての講義と実習</p> <p>8月3日：メスバウアー分光法についての講義と実習</p> <p>8月4日：生体分子の合成と構造解析についての講義と実習</p> <p>8月5日：気相合成法によるナノ粒子の合成についての講義と実習</p>
研修の成果等	<p>8月1日 真空中でのイオンビーム照射により Nafion 膜上に CNF を合成した。 SEM 観察により、Nafion 膜上の CNF を観察した。</p> <p>8月2日 シリコンを研磨し、超平滑面を形成した。市販のシリコンに比べ原子レベルでの平坦化によって、電子デバイスの小型化・高性能化に貢献できるようになった。</p> <p>8月3日 鉄の磁性体をメスバウアー分光法により解析を行い、原子価、結晶の対称性、磁性などの情報を得ることが可能となった。</p> <p>8月4日 トリス(エチレンジアミン)Cu(II)、ビス(エチレンジアミン)Cu(II)を合成し、ESI法で得られるスペクトルを解析することで、構造の推定が可能となった。</p> <p>8月5日 気相合成法により Ni-Zn-Pt の複合ナノ粒子を合成し、カーボンペーパー上に蒸着させた。これを用いた固体高分子形燃料電池(PEFC)を作成し、I-P 特性を測定することで、カソードにおける Pt 使用量の低減に貢献することが分かった。</p>

## 平成28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	Okayama University, PhD (3 <sup>rd</sup> year)
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	Kyushu University
受入担当者	中嶋 直敏
研修期間	2016.7.20~2016.7.22
研修内容	カーボンナノチューブ (CNT) の可溶化と構造解析について、基礎から応用まで習得するため、実際に数種の CNT に対して、数種の可溶化剤を用いて可溶化を行い、得られた CNT 溶液の解析技術を習得する。
研修の成果等	<p>Carbon nanotubes (CNTs) have unique electrical, mechanical, thermal and optical properties and hence many promising applications. However, individual dissolution of CNTs in solvents is difficult. Therefore, strategic approaches toward the solubilization of CNTs are important for practical applications.</p> <p>This study describes about the solubility of single-walled carbon nanotubes (SWCNTs) in six different kinds of beverage solvents, they are oolong tea, black tea, green tea, coffee, oolong tea with fiber and energy drink. About 0.5 mg of the swcnts was added to an aqueous solution 5 ml of each beverage, and then sonicated with an ultrasonic cleaner for 40 min followed by centrifugation at 10000 g.</p> <p>The analyses of sonicated swcnt in different solvents were done by using Raman spectroscopy, UV-visible and photoluminescence spectroscopy. According to the characterized data, oolong tea is the best solvent for solubilization of swcnt. The black tea, green tea and coffee is a good solubilizer and oolong tea with fiber and energy drink could not solubilize swcnt. Polyphenols are suggested to play important role for the solubilization of swcnts. The negligible damage was found at the dispersed swcnt and more importantly, they show chirality selective solubilization and enrich metallic swcnts</p> <p>Beverage solutions are cheap, safe and easy to handle and should be most environmental-friendly CNTs solubilizers.</p>

## 平成28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	埼玉大学大学院理工学研究科 基礎化学コース 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
受入担当者	中嶋 直敏
研修期間	平成28年7月20日～22日
研修内容	<p>カーボンナノチューブ (CNT) は高い電気・熱伝導性および機械特性などの優れた物性を持ち様々な応用が期待される。その応用のためにはバンドル化したCNTの可溶化および分散化が必要である。本研修では、身近な飲料を溶解剤として用いたCNTの可溶化方法と、分光学的手法を用いたCNTの構造解析技術の習得を行った。分光学的手法として紫外可視近赤外分光法、フォトルミネッセンス法、ラマン分光法を今回は使用した。また、CNTの可溶化のために必要な溶解剤の分子構造についての考察も行った。</p>
研修の成果等	<p>市販の緑茶・ウーロン茶・食物繊維入りウーロン茶・コーヒー・エナジードリンクを溶解剤として用いた。単層のCNTを各溶解剤にそれぞれ加え、その後40分間の超音波洗浄及び20分間の遠心分離(13000 rpm)を行った。</p> <p>構造解析としてまず紫外可視近赤外分光測定 (JASCO, spectrophotometer, V-670 使用) を行った。緑茶・ウーロン茶・食物繊維入りウーロン茶・コーヒーを用いたサンプルには半導体に特有の1150 nm付近のピークが見られたことから、この4種の溶解剤へのCNTの溶解が確認できた。続いて、緑茶・ウーロン茶・コーヒーを溶解剤として用いたサンプルに対してフォトルミネッセンス測定 (HORIBA JOBIN YVON, NanoLog-3 使用) を行った。測定結果から各サンプルに溶解しているCNTのカイラル指数を特定することができた。カイラル指数とCNTの電気伝導性の関係から、溶解していたCNTが金属性ではなく半導体性であることも確認できた。最後に、ここで用いた3サンプルに穴径0.2 μmのろ紙を用いてフィルターをかけることで得られた固体のCNTに対してラマン分光測定 (Kaiser Optical Systems, RAMAN RXN Systems 使用、励起波長750 nm) を行った。CNTに特有な1590 cm<sup>-1</sup>付近のピークの分裂が確認でき、1550 cm<sup>-1</sup>付近のバンドが存在しないことから溶解していたCNTが半導体性であることがラマン測定からも確認できた。今回用いた溶解剤に含まれる物質の中ではCNTとの親和性の高い多数の芳香環や水との親和性の高いヒドロキシ基の両方を持つポリフェノールがCNTの可溶化に寄与していると考えられる。</p> <p>以上から、本研修を通してCNTに関する基礎知識とそれが持つ課題解決のためのアプローチを習得することができた。</p>

所属・学年	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 中嶋研究室
受入担当者	中嶋 直敏
研修期間	平成28年7月20日～7月22日
研修内容	様々な溶媒を使用し、単層カーボンナノチューブを分散させ、選択性や分散度合の違いなどをIRやラマン分光測定装置などを使い測定した。
研修の成果等	<p>今回、カーボンナノチューブを溶解させる溶媒として、日本茶、ウーロン茶、コーヒー、エナジードリンクを使用した。測定はIR測定、ラマン分光測定、PL測定を行った。結果としては、食物繊維が入った場合、分散にはマイナスの結果が見られた。さらに、カフェインの作用でないことがエナジードリンクの分散度からわかる。これらのことから、カーボンナノチューブの分散にはカテキン類が有効であることが分かった。</p> 