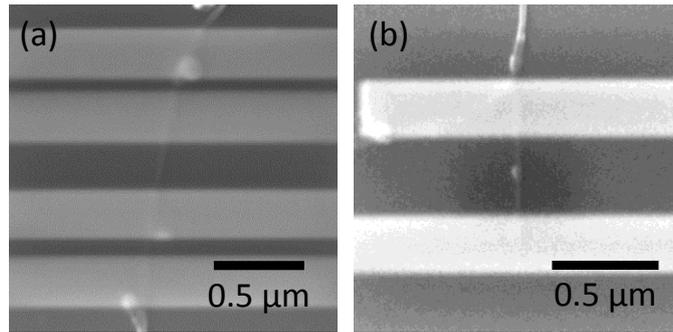


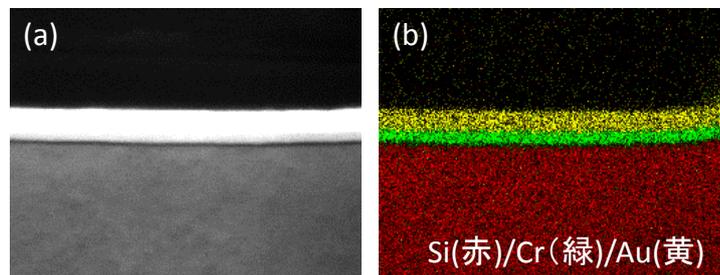
平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	信州大学大学院 理工学系研究科 電気電子工学専攻 修士2年
研修テーマ	微細加工による金属ナノ構造作製と FIB・TEM による構造解析
研修先	北海道大学
受入担当者	笹木 敬司 教授、大塚 俊明 名誉教授、松尾 保孝 准教授
研修期間	7月30日(木)~8月7日(金)
研修内容	<p>本研修では、「金属の微細加工から各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」を目的としている。主な研修内容を以下にまとめる。</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 電子ビーム (EB)描画装置を用いた銀ナノワイヤーへの電極作製</li> <li>2. 収束イオンビーム走査電子顕微鏡 (FIB-SEM)を用いた多層カーボンナノチューブ (CNT)への電極作製</li> <li>3. 収束イオンビーム加工観察装置 (FIB)を用いたシリコン (Si)の微細加工</li> <li>4. 走査透過電子顕微鏡 (STEM)を用いた金属の微細構造解析及び、エネルギー分散型 X 線分析 (EDX)を用いた元素分析</li> <li>5. 高分解能透過型電子顕微鏡 (HR-TEM)を用いた多層 CNT の微細構造観察</li> </ol>
研修の成果等	<p>本研修により、<u>EB 描画装置、FIB-SEM 及び FIB の基本的な運用法を習得し</u>、金属の微細加工技術の基礎を学んだ。また、<u>STEM や HR-TEM を用いてミクロン~ナノサイズの構造物を観察することで、STEM や HR-TEM の原理及び操作技術を習得</u>することができた。以下に詳細を示す。</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. EB 描画装置を用いて、<u>銀ナノワイヤーに対し幅 5 <math>\mu\text{m}</math> 程度の金電極を作製した (Fig. 1)</u>。EB 描画・現像・成膜・リフトオフ等の一連の流れを体験し、EB 描画を用いたトップダウンリソグラフィ技術を習得することができた。</li> </ol> <div data-bbox="536 1261 1270 1590" data-label="Image"> </div> <p style="text-align: center;"><b>Fig. 1 EB 描画装置を用いた銀ナノワイヤーへの電極作製</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>2. FIB-SEM 中 (SEM モード)でタングステン蒸着させ、<u>多層 CNT に対し 4 端子 (Fig. 2 (a))及び 2 端子 (Fig. 2 (b))の電極を作製した</u>。FIB-SEM の操作技術及び CNT 1 本に電極を作製する技術を習得した。</li> <li>3. エッチング及び成膜により加工された Si の表面観察を行うために、FIB を用いて <u>Si を薄膜化し STEM 用の試料を作製した</u>。</li> </ol>



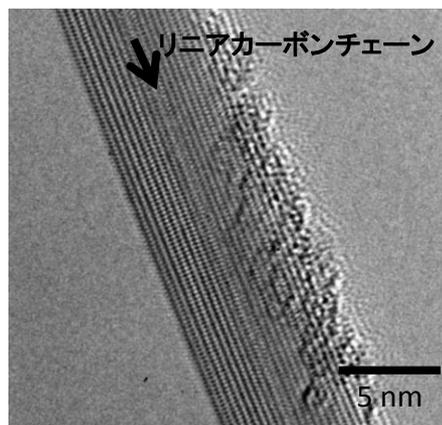
**Fig. 2 FIB-SEM を用いた CNT への電極作製 (a)4 端子 (b)2 端子**

4. 3.で薄膜化した Si に対し、STEM を用いて微細構造観察を行った。また、EDX を用いて構成元素を同定し、カラーマッピングにより分布を示すことができた (Fig. 3)。



**Fig. 3 STEM 観察像及び EDX による元素分析  
(a)STEM 像 (b)各元素におけるカラーマッピング**

5. 多層 CNT に対し、HR-TEM を用いて微細構造観察を行った。多層 CNT の中空構造に内包されているリニアカーボンチェーン (Linear Carbon Chain: LCC) を観察することができた (Fig. 4)。



**Fig. 4 高分解能 TEM を用いた LCC 内包多層 CNT の微細構造観察**

本研修により金属微細加工技術及び電子顕微鏡による分析技術を習得した。自分の研究に応用し、LCC 内包多層 CNT (Fig. 4) 1 本に対する電極作製及び電気伝導メカニズムの解析ができると考えており、現在まで困難とされてきた LCC の基礎物性評価及びデバイス特性評価において飛躍的な発展が見込まれる。

## 平成27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専攻 修士1年
研修テーマ	微細加工による金属ナノ構造作製と FIB・TEM による構造解析
研修先	北海道大学
受入担当者	笹木敬司教授、大塚俊明教授、松尾保孝准教授
研修期間	2015年7月30日～2015年8月7日
研修内容	<p>本研修では、微細加工分野と微細構造解析分野の二つの分野を研修テーマとしており、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基礎技術の習得を行った。微細加工分野では、EB 描画装置に内蔵されている SEM によって光学顕微鏡では観察が困難なナノワイヤーを観察し、ワイヤー端に EB リソグラフィ技術を用いて電極を取り付けた。微細構造解析分野では、FIB によって EDS 観察試料の作製、EDS による試料の元素分析、カーボンナノチューブに FIB を用いての電極取り付け、TEM によるカーボンナノチューブの観察を行った。</p>
研修の成果等	<p>自身の研究が微細加工よりの研究を行っているためここでは微細加工分野の成果について示す。まず微細加工分野の研修ではナノワイヤー端に電極を取り付けるため EB 描画装置のアライメント描画機能と金属ナノ構造作製技術であるリフトオフ法を用いた。EB 描画装置のアライメント機能を使用する際に基板とナノワイヤーの位置関係を調べるためのマークを作製する。作製するマークの中心座標を検出し、基板との位置関係を調べるため作製するマークに中心が検出しやすいような工夫がなされている。本機能を用いることによって光学顕微鏡で観察が困難なナノワイヤー端に設計値の数十 nm 単位の誤差で電極を取り付けることに成功した。また自身の研究テーマで作製している金属ナノ構造のパターンが良好に作製できない問題があったため研修中、実際に EB 描画装置を用いてパターンの描画を行い、リフトオフ法によって構造の作製を行った。これにより金属の膜厚、EB レジストの膜厚を工夫することによって構造が作製可能であることが分かった。次に微細構造解析分野では、各種電子顕微鏡を用いてナノ構造、成分の評価を行った。FIB を用いた微細加工のことは知っていたが実際に使用したことがなく先行研究にも FIB が用いられているため興味があった。本研修で観察試料の作製や電極の作製を実際に行うことによって自身の研究に対する理解が深まった。FIB で作製した試料を EDS によって元素分析を行ったことで自身の研究でも EDS を使用する機会があるのではないかと感じた。また普段使用する機会がない TEM を用いてカーボンナノチューブの観察などを行いより広い知識を得られた。本研修では自身の研究テーマのことはもちろん他分野のことまで幅広く知識を得られたと思う。</p>

平成27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 物質材料工学専攻 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	NIMS AIST
受入担当者	NIMS 竹口 雅樹、AIST 多田 哲也
研修期間	9月7日～9月11日
研修内容	<p>FIB（集束イオンビーム）を用いて、MOSFETのゲート部分を両支持の断面TEM観察用試料に加工し、TEM（電子透過型顕微鏡）で断面を観察した。</p> <p>EDS、EELSを用いて、組成分析を行った。</p>
研修の成果等	<p>FIB（集束イオンビーム：Focused Ion Beam）とTEM（透過型電子顕微鏡 Transmission Electron Microscope）の原理を学んだ。</p> <p>FIBの基本的な操作方法を二日間の実習を通して学んだ。また、実際に操作して断面TEM観察用試料を作製した。</p> <p>FIBで加工した試料をTEMを用いて観察した。基本的な操作方法を学び、実際に操作することで、原理や仕組みをより深く理解することができた。TEMでは、高分解能、明視野・暗視野での観察、EDS（エネルギー分散型X線分析：Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy）とEELS（電子エネルギー損失分光法：Electron Energy-Loss Spectroscopy）による分析を行い、ゲート部分の分析を詳しく行った。</p> <p>今回の研修にて、FIBとTEMを用いて可能なことがわかったため、今後自分の研究で有効に活用していきたい。</p> <p>また、研修で携わったNIMS、AIST、ナノプラの方々、他学生の方々との交流は、何物にも代えがたい大きな財産になった。</p> <p>大学に戻って、この経験を身の回りの人たちに広めていきたい。</p>

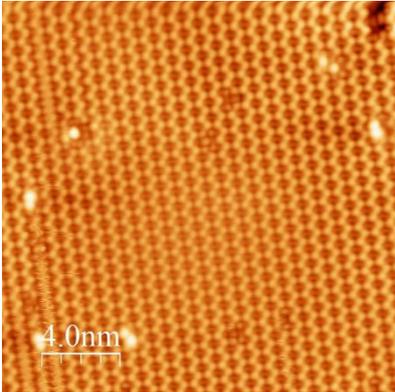
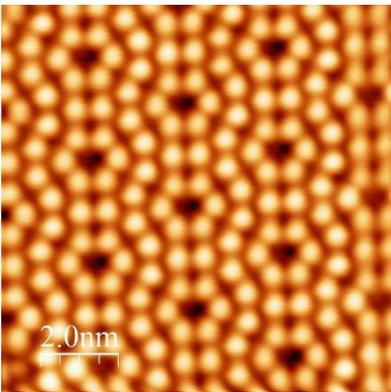
## 平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

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 博士前期課程 1年
研修テーマ	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, 産業技術総合研究所
受入担当者	竹口 雅樹 (物質・材料研究機構), 多田 哲也 (産業技術総合研究所)
研修期間	平成27年9月7日~11日
研修内容	集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)のマイクロサンプリング法によりSiの集積回路から断面試料を作製した。そして、透過電子顕微鏡(Transmission Electron Microscopy: TEM)で断面観察を行った。本研修で使用したTEMは電解放出型(Field Emission: FE)であった。また、TEMに付随している分析装置や様々な手法で構成元素を明らかにした。
研修の成果等	<p>サンプルはAIST-NPFに用意していただいた、Siのフロントエンドである。そのサンプルのpチャンネルトランジスタの部分から断面TEM試料を作製した。試料作製法はFIBのマイクロサンプリング法を採用した。使用したFIBは日立ハイテック製FB-2100(低加速電圧対応)である。私自身も普段からFIBのマイクロサンプリング法で断面TEM試料を作製しているが、私の手法では今後の研究を進めるうえで問題があった。具体的にはグリッドのピラーに試料を付けるため、試料が薄くできないこと、ピラーが邪魔になるため、ダメージ層除去のArイオンミリングができないことである。</p> <p>本研修で教えていただいた手法で断面TEM試料を作製するとそれらの問題点を克服できることが明らかとなった。また、ダメージ層の除去にArイオンミリングではなくFIB低加速電圧加工を提案していただき、研修の試料でも実践した。FIB低加速電圧加工はArイオンミリングよりも非常に手軽であるため、すぐにでも取り入れたい。</p> <p>そして、作製した断面TEM試料をFE-TEMで観察した。使用したTEMは日本電子製JEM-2100Fである。そして、特性X線分光法(Energy Dispersive Spectroscopy: EDS)及び電子線エネルギー損失分光法(Electron Energy Loss Spectroscopy: EELS)を用いてpチャンネルトランジスタの構成元素を明らかにした。本研修で使用したTEMは私が利用しているものと同機種である。私の大学では学生がTEMを操作することは許可されていないので、本研修で同機種のTEMを操作できたことは率直に嬉しく、非常に良い経験となった。</p> <p>今回、研修を受け入れてくださった、AIST-NPFとNIMS電顕ステーションの方々、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の方々には心より厚く御礼申し上げます。</p>

平成27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・博士後期課程2年
研修テーマ	走査型ヘリウムイオン顕微鏡 (SHIM) および原子間力顕微鏡 (AFM) によるナノスケール表面観察およびナノ加工の基礎
研修先	物質・材料研究機構
受入担当者	大西 桂子
研修期間	2015年8月31日～2015年9月4日
研修内容	<p>8/31 (月) SHIM の基礎講義、SHIM による観察の実習 → HOPG の観察</p> <p>9/1 (火) SHIM による観察の実習 → SE 像および RBI 像観察(多孔質アルミナ)、絶縁体観察</p> <p>9/2 (水) SHIM による加工の実習 → AFM 探針先端への白金ピラー作製</p> <p>9/3 (木) AFM の基礎講義、AFM 観察の実習 → 探針取り付け、レーザー合わせ、観察</p> <p>9/4 (金) AFM 像の解析の実習、まとめ</p>
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ SHIM の装置原理および操作方法を習得した。 <ol style="list-style-type: none"> <li>① 多孔質アルミナ、HOPG、ヤモリの足の裏の SE 像および RBI 像を観察した。</li> <li>② 絶縁体の観察では、試料表面に帯電したプラスの電荷を中和するために Flood gun でマイナスの電荷を試料表面に照射することで観察に成功した。</li> <li>③ 白金(Pt)ガスを使用して、AFM のカンチレバーの探針に約 200nm のピラーを堆積させた。</li> </ol> </li> <li>・ AFM の装置原理および操作方法を習得した。 <ol style="list-style-type: none"> <li>① テストパターン(AS100P-D)を測定し、幅 1.4um、高さ 100nm のパターンであるという結果を得た。</li> <li>② 多孔質アルミナの試料を測定した。</li> </ol> </li> </ul>

平成27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	鈴鹿工業高等専門学校 専攻科 電子機械工学専攻 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	平成27年8月26日～8月28日(3日間)
研修内容	<p>研修の概要は、走査型トンネル顕微鏡(STM)の動作原理の学習と観察実習を行い、原子分解能表面観察技術を習得することです。</p> <p>日程としてはこのように行われました。</p> <p>一日目 実験室紹介、研修講義、タングステン探針作製</p> <p>二日目 タングステン探針の先端観察、研修講義 Si(100)表面のSTM観察、Si(111)表面の清浄化 持ち込み試料をAFM観察</p> <p>三日目 Si(111)表面のSTM観察</p> <p>一日目に研究室の設備について紹介をしていただきました。そして、STMの原理やそれに関連する基礎知識について講義をしていただきました。次にSTM観察をする際に必要な探針を作製しました。二日目には、その探針がきちんとできているか確認しました。その探針を使ってSi(100)表面を観察しました。</p> <p>つぎにSi(111)清浄表面7×7DAS構造を見るために熱処理による清浄を行いました。各工程のあいまに、講義と自分が持ち込んだ試料の観察を行いました。三日目は清浄したSi(111)表面をSTMで観察しました。</p>
研修の成果等	<p>●研修成果</p> <p>研修ではSi(100)とSi(111)表面の原子分解能観察に成功しました。また、自分の持ち込み試料を、自分が所属している学校にはない装置で観察することができ、データをとることができました。</p> <p>この下の画像がSTMで観察した際に取れた画像です。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>図1. Si(100)表面</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図2. Si(111)表面</p> </div> </div>

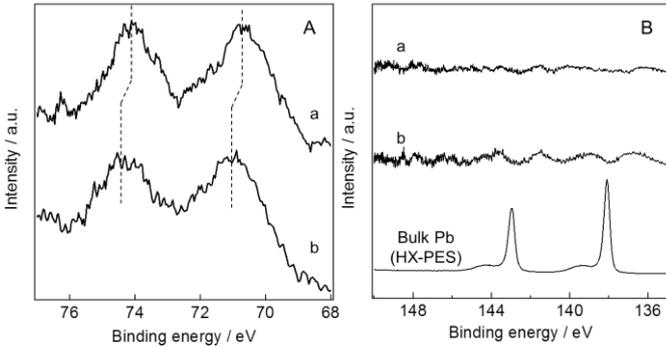
●研修の感想

今回研修に応募したことで自分の研究テーマについてさらに理解が深まったと思います。自分も Si 表面の観察をおこなっています。実験装置や観察するものなどは違うのですが観察する際の真空度、温度、表面の清浄などの実験手順や条件について教わり大変為になりました。研修発表会では他の参加者との交流もできました。また、学会などに行ったことのない自分にとって、外部の人に口頭発表やポスター発表を行うのは初めてでいい経験になったと思います。この経験を自分の学会発表に生かしていきたいと思います。

平成27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	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	2015年8月4日~8月6日
研修内容	<p>1日目: 溶液、粉末サンプルに対してナノ秒時間分解蛍光寿命測定を行った。</p> <p>2日目: 溶液サンプルに対するナノ秒過渡吸収測定を行った。</p> <p>3日目: 粉末サンプルに対するナノ秒過渡吸収測定を行った。</p>
研修の成果等	<p>ある有機固体では、光を照射することで、一つの一重項励起子が分裂して二つの三重項励起子が得られることが知られている。これを有機太陽電池に応用することで光電効率の向上が期待されている。</p> <p>今回の研修では、時間分解分光で有機固体の励起子の生成、緩和過程を観察することを目的とした。一日目は測定に使うサンプルの調製を終えた後、まずナノ秒レーザを用いてサンプルのナノ秒時間分解蛍光寿命の測定を行い、二日目と三日目はナノ秒可視・近赤外過渡吸収分光装置を使って溶液、粉末サンプルの過渡吸収測定を行った。また、この実験で使うサンプルは光照射による励起子の分裂が期待されているフェニルペロピレンを使用した。</p> <p>ナノ秒時間分解蛍光寿命の測定の結果から、溶液サンプルの蛍光寿命は10nS、粉末サンプルの寿命は2成分となり、1~5ns程度と分かった。ナノ秒可視・近赤外過渡吸収分光測定の結果、溶液サンプルでは最低励起一重項状態から三重項状態に項間交差している様子が観測され、粉末サンプルでは三重項励起子の生成量が小さく、励起子の分裂は起こっていないことが明らかとなった。</p> <p>今回の研修で、レーザを使った過渡吸収測定の仕様を正しく理解し、測定を行うことができ、卒業研究やその先の研究につながる非常に有意義な研修となった。</p> <p>また、今後は、まず今回のサンプルが励起子の分裂を起こさなかったのは結晶構造に原因があると考えられるので、異なる結晶構造のサンプルを作製し、今度はフェムト秒可視-近赤外過渡吸収分光装置を使って測定、評価をしていきたいと考えている。</p>

平成27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	神奈川県立大学大学院工学研究科応用化学専攻 博士前期課程1年
研修テーマ	EUPSによるカーボン担持白金触媒の測定と解析
研修先	産業技術総合研究所ナノエレクトロニクス研究部門
受入担当者	松林 信行
研修期間	7月13日~7月15日
研修内容	<p>固体触媒における電子状態の解析は触媒現象を議論するうえで非常に重要なファクターである。電子状態を評価するうえでX線光電子分光法(XPS)が代表的な手法の一つであるが、材料の内部にわたり情報が入ってきてしまうため、触媒が反応において最も寄与している触媒最表面の情報だけを評価するのは困難である。</p> <p>EUPSは、T. Tomieが1992年に原理を考察し、20年にわたって要素技術、システム化技術、利用技術の開発を行ってきた物性が評価できる光電子分光法である。EUPSは成分元素最表面のみの電子状態を捉えることができ、触媒反応を考察するうえで非常に有意義な知見となる。本研修では当研究室で取り扱っており、電極触媒として非常に優れているPtとPbの金属間化合物(PtPb)をEUPSサンプルとして取り上げ、金属間化合物の最表面の電子状態の評価を行った。</p> <p>測定するサンプルはPtとPbの金属間化合物(PtPb)をカーボンブラック(CB)上ナノ粒子の形状で分散させたPtPb/CB及び標準サンプルとしてPt/CB、Pt板を使用した。測定する軌道はPt4f、Pb4f、C1s、O1sとし200℃昇温させた場合についても測定を行った。</p>
研修の成果等	 <p>Figure 1. EUPS profile in the (A) Pt4f and (B) Pb4f region for carbon supported (a) Pt and (b) ordered intermetallic PtPb nano-particles.</p> <p>Figure 1に当該材料PtPb/CB、Pt/CBにおけるEUPSのPt4f及びPb4f軌道の測定結果を示す。Pt/CBにおけるPt4f<sub>7/2</sub>軌道に関するピークは70.70 eV(vs. Binding energy)から観察されているのに対し、金属間化合物PtPbは70.99 eVに観察されており高エネルギー側へ0.29 eVの化学シフトを観察することに成功した。このシフトはPtにPbを添加し金属間化合物を形成したことによって、Ptの電子状態が修飾されていることに起因しており、触媒最表面においても影響を及ぼしていると考えられる。またPtPb/CBにおけるPtPbナノ粒子はPtとPbが1:1で構築されており、硬X線光電子分光(HX-PES)分析を</p>

行った場合では Pb のピークも観察され(Figure 1B)、定量分析結果においても Pt と Pb の組成比はおおむね 1 : 1 であった。しかし、EUPS 測定を行ったところ、PtPb/CB における Pb のピークは全く観察されなかった(Figure 1B-b)。これらの結果は表面近傍において Pb は全く存在していないことから、触媒最表面が Pt で形成されており、Pt が Pb と金属間化合物を形成した場合、Pt 原子が表面偏析している可能性を強く示している。

三日間の研修につきましては、松林 信行先生、富江 敏尚先生、石塚 知明先生には多大なるご指導、ご助力を頂きましたこと、心より感謝申し上げます。

## 平成27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／金属材料研究所 博士後期課程1年
研修テーマ	超伝導検出器による軟X線分光測定の基本講習
研修先	産業技術総合研究所
受入担当者	志岐 成友、松林 信行
研修期間	平成27年8月3日～8月5日
研修内容	超伝導検出器を用いた蛍光収量軟X線分光の技術を習得するため、講義、実習及び施設見学を行った。研修1日目は、X線吸収分光法の基礎及び超伝導検出器の原理と特徴に関する講義を受講した。2日目は、実験室線源を利用した軟X線分光装置を用いて、超伝導検出器による測定実習を行った。さらに、KEK PFにて、ビームライン及び放射光実験用の測定装置の見学を行った。3日目は、データ解析の実習及び研修全体の総括を行った。
研修の成果等	<p>私は、大学院で軟X線吸収分光、磁気円二色性測定を行ってきた。これまでは、X線の検出法として全電子収量法を用いていたが、今回蛍光収量法による分光測定の研修プログラムがあることを知り、対象物質、エネルギーによる測定法の使い分けを可能にするため、本研修に参加した。</p> <p>研修では、実習に先立ち、X線吸収分光法及び超伝導検出器に関する講義を受けた。分光法の講義では、これまで理解が曖昧になっていた事項を再確認することができた。検出器の講義では、各種の検出器の特徴、超伝導検出器の動作原理、測定例等を知ることができた。</p> <p>分光測定実習は、X線を炭素電極とAlターゲット間に電圧を印加することで発生させ、300 mKに冷却した超伝導検出器で測定した。検出器には直流ジョセフソン効果を抑制するために磁場を印加し、I-V特性の確認を行った。X線測定は約8分間にわたって積算を行った。実習と併せて、測定装置の内部構造、検出器波形からエネルギーに相当する波高を評価する方法の概要を教えていただいた。実習後は、検出器波形の見方、波高スペクトルのエネルギーキャリブレーション方法、分解能の評価方法について指導を受けながら解析を行った。</p> <p>本研修は、超伝導検出器による蛍光収量X線測定に関して、専門家の先生方から直接指導を頂きながら実習ができ、測定方法を習得することが出来た。実際に操作してみなければわからないことも多数あったため、この研修プログラムで貴重な体験が出来たと感じている。</p> <p>今後自分の研究を進める際には、本研修で学んだ蛍光収量法による測定にも取り組みたい。また、今回の研修でナノテクノロジープラットフォームによる支援を知ることが出来たため、これを機会に試行的利用に申請するなどして活用させて頂きたい。</p>

平成27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	筑波大学大学院 博士前期課程1年
研修テーマ	結晶構造解析および表面分析
研修先	東京大学/微細構造解析 PF
受入担当者	沖津 康平、府川 和弘
研修期間	8/5~8/7
研修内容	<p>1日目 粉末結晶構造解析                  2日目 単結晶構造解析 / 光電子分光分析                  3日目 光電子分光分析</p> <p>いずれの装置においても、原理・試料の作製方法・測定方法・解析方法に関する講義をしていただいた。初日は未知試料の同定、2~3日目はスクロースの単結晶 X 線回折解析、XPS による Au 板、Si 基板、PET 等の試料の解析を行った。</p>
研修の成果等	<p>1日目                  粉末 X 線回折では、入浴剤・鹿沼土等の未知試料の測定を行った。図1にある粉末の X 線回折の結果を示す。ピークサーチを行った結果、<math>\text{MoO}_3</math> と <math>\text{CeO}_2</math> の混合粉末であることが判明した。</p> <p>2日目                  スクロースの単結晶 X 線回折を行った。分子式から、格子定数、空間群といった情報を得ることができた。</p> <p>3日目                  Au 板、Cu 板、Si 基板、PET、アスファルトの元素分析を XPS を用いて行った。PET の分析では、ベンゼン、エステル結合、<math>\text{C}=\text{O}</math> を示す 3 つの <math>\text{C}1\text{s}</math> ピークが観測された。また、Ar スパッタを用いて試料の深さ方向に対しても分析を行った。Si 基板の分析結果を図2に示す。試料の深さ方向に対して Si のピーク強度は変化していないが、深い位置において <math>\text{O}1\text{s}</math> のピーク強度が減少していることから、表面が Si 酸化膜で覆われた Si 基板であることが示された。</p>

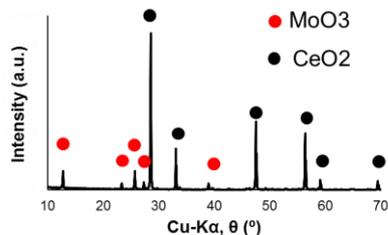


図1 混合粉末の X 線回折パターン

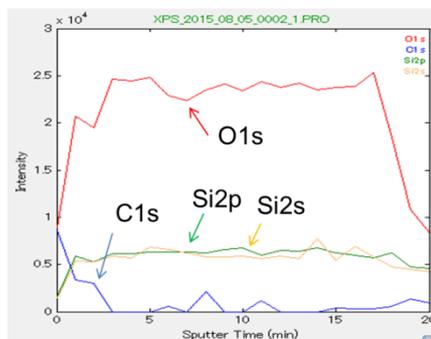


図2 Si 基板の深さ方向分析

平成27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	近畿大学大学院 生物理工学研究科 生体システム工学専攻 修士課程2年
研修テーマ	結晶構造解析および表面分析
研修先	東京大学大学院 工学研究科 総合研究機構
受入担当者	沖津 康平教授、 府川 和弘教授
研修期間	2015年8月5日~2015年8月7日
研修内容	<p>粉末結晶および単結晶を用いた結晶構造解析と光電子分光分析について基礎から応用まで習得するため、リガク SmartLab (粉末結晶構造解析装置)、リガク VariMax Dual (単結晶構造解析装置)、アルバックファイ PHI5000 VersaProbe (光電子分光分析装置) を用いた実習を行いました。</p>
研修の成果等	<p>私は、今回の学生研修プログラムにおいて、一日目に X 線回折法(XRD)を用いた結晶構造解析及び様々な混合物が混ざる材料に含まれる元素解析を行いました。二日目に X 線光電子分光法(XPS)を用いた物質表面の分析及び X 線を用いた低分子結晶構造解析を行いました。今回の研修では、今後の研究に関する新たな刺激を与えられただけでなく、様々な人と交流することで私自身新たな経験をさせて頂けたと感じております。三日間という短い期間では御座いましたが非常に有意義な時間が過ごせました。</p> <p>今後は学生研修プログラムを通じて培った技術を活かして残り少ない研究時間の中で、よりたくさんの一種類でも多くの実験条件で試料を作製し、測定するには今回お世話になった東京大学 工学系研究科 総合研究機構 ナノ工学研究センターの装置を是非お借りしたいと考えております。</p>

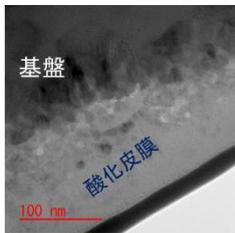
平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	立命館大学 理工学研究科 M1
研修テーマ	初心者のための TEM 基本操作
研修先	東京大学微細加工プラットホーム
受入担当者	保志 一
研修期間	8/3~8/7(5日間)
研修内容	<p>1日目：TEMの基礎（講義） TEMで得られる情報、TEMの構造</p> <p>2日目：基本操作の実習 電子線の発生、照射軸合わせ、試料交換</p> <p>3日目：制限視野電子回折と暗視野法</p> <p>4日目：高分解能像法、EDS</p> <p>5日目：操作実習まとめ</p>
研修の成果等	<p>本研修は、TEMの原理を基礎から学びそして実践形式でTEMの操作を学ぶといった形式で行いました。特に、基礎学習で操作のイメージを持ち、その後実践を行うことで操作技術の習得が行いやすかったです。保志先生の親切なご指導を経て、TEMの基礎操作の習得ができました。研修では、TEM試料の作製等についてのアドバイスもしていただきました。私がTEMで見たかった半導体試料も用意していただき、とても充実していました。さらに、今回の研修ではTEMの基礎を学ぶことでしたが、講義で出てきたEDSについても取り上げていただきました。私が扱っている混晶半導体結晶の試料の元素分析評価にとっても有効手段であることがわかりました。このEDSの装置は自身の大学にもあるので元素分析についても行っていきたいと考えています。</p> <p>意見交換会では、同世代の方々と交流ができて視野が広がりました。今回研修で学んだことを大学に持ち帰り、今回の研修で得たことを自身の研究に活かしていきます。今後研究を行っていく中で何か困ったことがあれば、またこのナノテクノロジープラットフォームで知り合った方々にアドバイスを頂きたいなと思っています。</p>

平成27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・M1
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	8/3～8/7
研修内容	<p>東京大学にて 8/3～7 まで TEM の基本的な操作について学びました。1 日目は TEM の原理などの座学を行いさらに実際に研修で観察する試料の作成を行いました。2 日目には JEM-1400 と JEM-2100 という TEM を実際に用いて前日作成した試料の観察を行い基本操作を学んでいきました。3 日目には制限視野法や高分解能像の取得方法を学びました。さらに 4 日目には明視野法、暗視野法といった TEM でよく使用される観察法を学び 5 日目には今まで学んだことを総括したまとめを行いました。</p>
研修の成果等	<p>この研修が終わった後、実際に自分の研究テーマである作成した試料を用いて先輩に同行してもらいながらではありますが TEM を行いました。研修を行った甲斐があり基本的な操作部分ではほとんどつまづくことがなくスムーズに行うことができました。さらに高分解能像や自らの望んだ方位からの電子回折像を取得することができこの研修の成果をさらに実感することができました。今後ももっと訓練が必要ではありますが TEM の利用者としての大きな一歩を踏み出すことができたと思います。</p> <p>さらに今まで物性を主に測定していた自分にとって少し理解が難しかった研究室の TEM 測定班の成果発表も今まで以上に理解できるようになり自分なりに疑問点も持ち質問することや自分のテーマと関連させて考えることが出来るようになりました。</p>

平成27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 工学部 マテリアル工学科 4年
研修テーマ	電子顕微鏡の基礎と応用（初心者向け）
研修先	名古屋大学
受入担当者	山本 剛久 先生
研修期間	8/10～8/12
研修内容	8/10 TEM 講義 8/11 TEM 講習会 8/12 TEM 講習会
研修の成果等	<p>・私の研究は、NiTi 合金を熱処理することで、生体内に入れた時に、Ni 溶出を抑えるというものです。NiTi 合金は現在、医療用材料として用いられていますが、生体内に入れた時に、Ni イオン溶出による細胞毒性及びアレルギー反応が懸念されています。この Ni 溶出を抑制するために、熱処理を用いて合金表面に Ni を含まない TiO<sub>2</sub> 層を形成することが試みられてきました。しかし、熱処理によって TiO<sub>2</sub> 層は形成できるものの、最表面部位に濃化 Ni 層が残存してしまうことがわかっています。そこで私は、今回の学生研修で学ぶ TEM(Transmission Electron Microscope)を用いて、試料断面を観察することで、酸化皮膜の最表面の Ni 濃化層を調べることを試みております。また、今回の研修を通して、TEM の原理、及び装置の扱い方、データの解析の仕方など、今後の研究に活かしていきたいという思いから、この研修テーマに参加させて頂きました。</p> <p>・実験内容は、10mm×2.9mm、厚さ0.25mmのNiTi円板を450℃で5h 熱処理した試料を、FIB加工を施し、TEM(JEM-2100F/MK)で観察しました。</p> <p>・研究の成果は、断面を観察したところ、酸化膜の厚さは、約 200nm であることが分かりました。</p>  <p>図 1:試料断面の TEM 像</p> <p>・EDS マッピングを行った結果、酸化皮膜は主に、TiO<sub>2</sub> であること、また、皮膜最表面及び、約 100nm 付近に Ni が存在することが分かりました。</p>

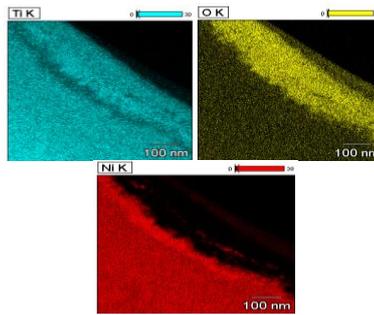


図 2:EDS マッピング

•EDS ラインプロファイルを行った結果、皮膜最表面から約 100nm の所に Ni の存在が確認されました。

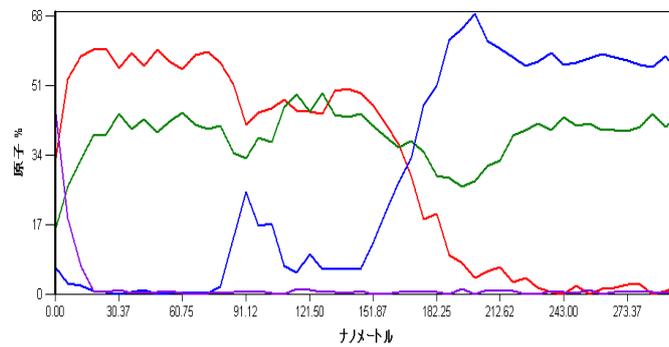
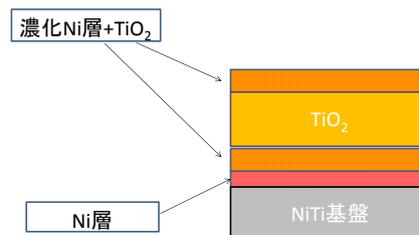


図 3:EDS ラインプロファイル

•以上の結果から、XPS では得ることのできなかつた皮膜中の Ni を見る事ができました。新たな酸化皮膜のイメージ像を考察すると、以下の図のようになると考察いたします。



平成27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・修士1回生
研修テーマ	分析電子顕微鏡による構造解析と化学分析
研修先	京都大学
受入担当者	倉田 博基
研修期間	2015.8.4-7
研修内容	講義・・・電子顕微鏡の基礎、電子回折、STEM、EELS 実習・・・FIB(JEM-9310FIB)、TEM(2200FC)、STEM-EELS(ARM200F)
研修の成果等	<p>持参した試料、InGaNのIn組成揺らぎを評価するためにTEM、STEMによる測定を行った。</p> <p>STEM像からInGaN層の存在を確認することができ、InGaN層内でのInの分布が一定であることが確かめられ、組成の揺らぎがないことが確かめられる。</p> <p>EDSの線分析結果からInの組成が約11%であることが判明した。</p> <p>HAADF、EDS結果からGaN/InGaN/GaN界面において組成が急峻に変化していないことが確認できた。</p>

平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	大阪大学工学研究科・博士前期課程2年
研修テーマ	透過電子顕微鏡法による材料微細構造解析
研修先	大阪大学,超高压電子顕微鏡センター
受入担当者	保田 英洋
研修期間	7/13~15
研修内容	<p>7/13</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・講習：透過型電子顕微鏡の原理と基礎</li> <li>・講習：HRTEMの原理と基礎</li> </ul> <p>7/14</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・透過型電子顕微鏡による試料観察方法の指導および実際の観察</li> </ul> <p>7/15</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・測定データ解析方法指導および測定データ解析</li> </ul>
研修の成果等	<p>透過型電子顕微鏡(TEM)の原理と基礎の講習を受けることにより、TEMの原理や、試料観察でどのような情報が得られるかなどの知見を得ることができた。加えて、実際に自分でTEMによる試料観察を行うことでTEMの基礎的な操作方法を習得できた。</p> <p>今回の研修においては私の研究テーマ(高压液中レーザーアブレーションによる酸化亜鉛ナノ粒子合成およびその酸素センサ応用)に関わる試料を用いて観察を行った結果、私が作製したZnO/Znナノ粒子に周囲にアモルファス状粒子と思われる物質が析出していることがわかった。今回の研修の結果より、作製した酸化亜鉛粒子の酸素応答性の違いがこのアモルファス状粒子に起因する可能性が高いこと、また、酸素応答性の向上のための今後の方針としてアモルファス状粒子を析出させない条件で酸化亜鉛ナノ粒子を作成する、もしくはそのような粒子合成プロセスを開発するといった方針が得られた。</p> <p>また、保田先生や坂田様、山崎先生からナノ粒子の測定手法に関するご助言や知見、今回の研修において観察した酸化亜鉛ナノ粒子に関する知見等を得られた。</p> <p>以上、今回の研修によって得られた成果を、今後の研究に活かしていこうと考えている。</p>

平成27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	旭川工業高等専門学校 機械システム工学科 4年
研修テーマ	高温高压合成を利用した新規物質合成
研修先	日本原子力研究開発機構
受入担当者	齋藤 寛之
研修期間	2015/8/17～2015/08/21
研修内容	<p>高温高压合成に関する技術を習得するために、組成の異なる二種類のアルミニウム合金を出発物質として、高温高压下での水素化実験を行った。まず高压実験用セルパーツの製作を行い、その後実際に高温高压合成を行った。試料を室温で約9万気圧まで加圧した後、室温から9分かき900℃まで加熱し、高温高压水素流体中に試料を3時間保持して水素化を試みた。その後、試料を室温まで冷却し、常圧まで減圧した。常温常圧下に回収された試料について、粉末X線回折法による分析と水素放出の検出(TG-MASS測定)を行った。</p>
研修の成果等	<p>研修テーマの成果</p> <p>粉末X線回折法による分析と水素放出の検出(TG-MASS測定)よりこれまで報告されていない新しい水素化物の合成に成功していることが分かった。</p> <p>研修全体としての成果</p> <p>高温高压合成についてさらなる理解を求め、二度目の受講をした。</p> <p>前回と比べ、より実践的な研究を体験することで、論理的思考力やその考えを裏付ける実験の手法を学ぶことができた。特に高温高压合成と水素化物に関する講演をして頂き、これまでの知識の復習と材料物性についての知識を深めることができた。これにより、高専で学んできた機械工学と今回の研修で学んだ材料物性、無機材料に関する知識で複合的な視野を得ることができた。</p> <p>今後の卒業研究の遂行や、進路の選択に生かして行きたい。</p> <p>また、兵庫県立大学の学生との交流もでき、大学での研究や就職についてなどの話を沢山聞くことができ、今後の進路を考える上でとても参考になった。</p>

## 平成27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 理工学系研究科 電気電子工学専攻 2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 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27年8月31日～9月4日
研修内容	透過電子顕微鏡を使いこなすために必要な装置の基礎知識と操作法、電子回折の基礎と解析法を習得する。講義、実習（200kVの透過電子顕微鏡を使用）、演習を行う。
研修の成果等	<p>講義では光学顕微鏡と電子顕微鏡の違いやレンズの収差と像分解能など、TEM(透過電子顕微鏡)の原理と基本構造及びTEMの基本操作の原理について学んだ。演習では格子面及び方位の表し方、カメラ定数の測定、回折スポットの指数付などについて学んだ。そして、それらを踏まえた上でTEMによる実習を行った。具体的にはMoO<sub>3</sub>の試料観察とNiTiAl合金の規則反射の観察である。MoO<sub>3</sub>の試料観察ではTEMの基本的な観察手法を学ぶために明視野像、暗視野像、制限視野回折図形の観察を行った。NiTiAl合金の試料観察ではNiTiAl合金の制限視野回折像に見られる規則反射の様子が高分解能像においても観察でき、規則領域と不規則領域の原子配列の識別が出来ることを学んだ。これらの実習を通して、TEMの基本原理及び操作方法について深く学ぶことが出来た。また、5日間の実習を通して研究者の方の研究に取り組む姿勢（学生との違い）について学ぶことが出来た。</p>

## 平成27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	岡山大学工学部電気通信系学科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
研修期間	8/31~9/4
研修内容	<p>初心者を対象に、透過電子顕微鏡を使いこなすために必要な装置の基礎知識と操作法、電子回折の基礎と解析法を習得する。講義、実習、演習を行う。</p> <p>1日目：講義、見学 2日目：講義、実習 3日目：実習、演習 4日目：講義、演習 5日目：実習</p>
研修の成果等	<p>講義では光学顕微鏡と電子顕微鏡の違いや透過電子顕微鏡と走査電子顕微鏡の違いなどの基本的なところから、透過電子顕微鏡の原理やその操作原理、像のコントラストや電子回折について学んだ。TEMは研修以前に先輩に操作指示をもらいながら操作したことがあったが、原理についてはほとんど理解していなかったので今回の講義で学ぶことができよかった。また演習では格子面や方位の表し方、結晶構造因子、回折スポットの指数付等の計算を行った。初めての内容で難しかったが今後役に立つことだと感じた。</p> <p>実習ではJEM-2100HCKMを用いて立ち上げからサンプル観察を行った。講義で学習した原理を一つ一つ考えながら操作を行うように心がけ、研修後に一人で使えるように臨んだ。軸調整や非点補正には十分気を付ける必要があると感じた。観察では酸化モリブデンを使い対物絞りをを用いて明視野像や暗視野像の撮影、アルミニウムの菊池線の移動を行った。明視野像や暗視野像の撮影方法は今後の研究に応用する予定である。菊池線についてはX軸Y軸の移動に慣れが必要で練習を重ねていきたい。</p> <p>今回の実習を通じ透過電子顕微鏡について理解を深めることができ、また一人で扱うことができるようになりよい経験ができた。他大学の学生とも交流するよい機会でもあった。</p>

平成27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 基幹理工学部 機械科学・航空学科 学部3年
研修テーマ	MEMS フォースセンサの試作
研修先	東北大学 マイクロシステム融合研究開発センター
受入担当者	戸津 健太郎 先生
研修期間	2015/8/31-2015/9/4
研修内容	容量検出型の MEMS フォースセンサの試作を通して、フォトリソグラフィ、シリコン Deep RIE、スパッタリング、陽極接合、ダイシングなどの微細加工技術を習得するとともに、それらの技術の原理や特徴などについても理解を深める。また完成したセンサの性能試験を行い、容量検出型のセンサの動作原理や特徴について学習する。
研修の成果等	<p>上記の通り多くの微細加工技術を体験することができた。実際の製作はセンターのスタッフの方々に装置の扱い方を教わりながら以下の流れで行った。始めに Si 基板の表裏にそれぞれ厚さ 3,9[<math>\mu\text{m}</math>]のレジストを塗布し、フォトリソグラフィによってパターンニングした。その後 Deep RIE でそれぞれ深さ 20,300[<math>\mu\text{m}</math>]の溝を掘った。次にスパッタリングで Si 基板とガラス基板にアルミの薄膜を形成した。ガラス基板の加工では Si 基板の時と同様に厚さ 1.5[<math>\mu\text{m}</math>]のレジストをパターンニングし、酸によるウェットエッチングでアルミ配線を形成した。それぞれの基板の加工が終了した後に二枚の基板を陽極接合で貼り合わせ、最後にダイシングを行った。</p> <p>センサが完成した後はセンサに荷重をかけて動作の確認試験を行った。荷重はセンサの中央部にフォースゲージを押し当てることによって 0[kgf]から 1[kgf]まで印加し、0.05[kgf]ごとに可変電極部と固定電極部の電気容量を測定した。試験の結果、可変電極の電気容量のみが大きく変化し固定電極の電気容量はほとんど変化していないことがわかり、力センサとして使用できることが確認できた。また今回の試作ではダイヤフラムの形状が丸いものと四角いものの二種類のセンサを作製したが、可変部の電気容量の変動範囲が丸いもので 9.5-40[pF]、四角いもので 8.7-6.9[pF]となりダイヤフラムの形状によって感度に違いがあることが確認された。これは同じ力に対するダイヤフラムの変位量が形状によって異なるためであると学んだ。</p> <p>自分はまだ学部 3 年生であり本格的な研究を行うのはこれから先のことになるが、MEMS にかかわる研究をしたいと思っている自分にとって今回の研修は多くの技術を学べる貴重な体験となった。</p>

平成27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 総合理工学研究科 材料物理学専攻 博士2年
研修テーマ	グラフェンを用いたナノ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、渡辺 英一郎
研修期間	2015年8月24日-28日
研修内容	<p>単層・多層グラフェンを用いた素子作製を行い、リソグラフィプロセスや成膜プロセス、エッチングプロセスなど、微細加工技術の基礎・装置操作等を実施した。主な内容は以下の通り。</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. グラフェンの転写基板の作製（バックゲート電極作製・アドレスパターン作製）</li> <li>2. スコッチテープ剥離法によるグラフェンの作製と転写</li> <li>3. マスクレス露光及びドライエッチングによるグラフェンの形状加工</li> <li>4. マスクレス露光及びドライエッチングによるグラフェンへのコンタクト電極作製</li> <li>5. グラフェンデバイスの電気特性評価（プローブ測定法によるゲート電圧特性）</li> </ol>
研修の成果等	<p><b>【現在の私の研究および参加の動機】</b></p> <p>グラフェンは、高いキャリア移動度をもち、シリコンに代わる電子材料として注目されている。現在、私は液滴を用いたグラフェンの作製を行っている。この方法では、単層および数層のグラフェンが得られ、さらに <b>folding</b> した（折り畳まれた）形状のグラフェンが多数作製されることが分かった。この方法で得られるグラフェンでデバイスを作製することを検討しており、その技術を学ぶため本研修に参加した。</p> <p><b>【研修内容】</b></p> <p><u>1. グラフェンの転写基板の作製（バックゲート電極作製・アドレスパターン作製）</u></p> <p>6インチのSiウエハの裏面にバックゲートを作製した。まず、基板表面にPMMA（レジスト）を塗布し保護した後に、裏面の酸化膜をドライエッチングにより除去した。その裏面に、Ti膜10nm、Au膜100nmをスパッタしてバックゲート電極を作製した。Ti膜は、SiウエハとAu膜の密着性を上げるために作製している。次に、最初に塗布したPMMAを除去し、酸素アッシングを行い基板表面の清浄化を行った。その基板表面にマスクレス露光およびリフトオフによって、アドレスパターンを作製した（図1）。最後に、そのウエハを20mm×20mmの基板へ切り分けた。</p> <div data-bbox="1098 1460 1390 1682" data-label="Image"> <p>The image shows a yellowish substrate with several small, dark, circular patterns arranged in a grid. An arrow points to one of these patterns, which is labeled 'アドレスマーク' (Address Mark). In the bottom left corner, there is a scale bar labeled '200 μm'.</p> </div> <p>図1. 作製したアドレス基板</p> <p><u>2. スコッチテープ剥離法によるグラフェンの作製と転写</u></p> <p>キッシュグラファイトの一片をスコッチテープの上のせ、繰り返し劈開した。そのテープを1.で作製した基板に押し付けることにより、基板上にグラフェンを転写した。この基板を光学顕微鏡で観察し13コのグラフェンが発見されたが、その層数を明らかにするため、ラマン分光により観察した。Gピークの高さと2Dピークの幅から層数の決定を行った。これにより、光学顕微鏡でのコントラストと層数の関</p>

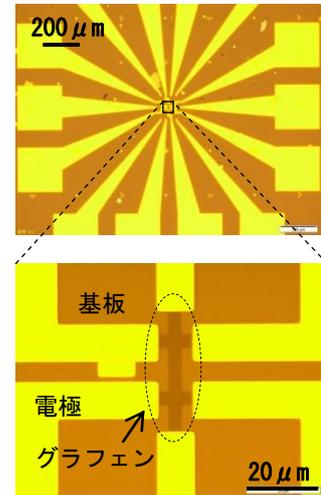
係を決定することが出来た。

### 3. マスクレス露光及びドライエッチングによるグラフェンの形状加工

マスクレス露光およびドライエッチングにより、基板上的グラフェンを任意の形状に加工した。作製した形状は、2端子測定用、4端子測定用、ホールバーの3種類。

### 4. マスクレス露光及びドライエッチングによるグラフェンへのコンタクト電極作製

形状を加工したグラフェンに電極を作製した。マスクレス露光によりパターンニングした箇所に、Auを蒸着させて電極とした。ここまでのプロセスにより、グラフェンデバイスが完成される(図2)。



### 5. グラフェンデバイスの電気特性評価

(プローブ測定法によるゲート電圧特性の観測)

作製したグラフェンデバイスについて、抵抗値のゲート電圧特性を観測した(図3)。その結果、0V付近では、抵抗値がピークとなり、その点でフェルミ面がディラック点と一致することを示唆した。また、ゲート電圧を負から正へ変化させると、フェルミ面が動くことにより、負バイアスではp型、正バイアスではn型を示すというグラフェンの特徴である両極性を確認した。さらに、2つの測定条件を3つの組み合わせ、(大気・室温)(真空・室温)(真空・200℃)で同様の観測を行った(図4)。その結果より、高温かつ高真空であるほど抵抗値のピークであるディラック点が0Vに近づくことが観測され、これは不純物が除去されたためであると考えられた。

図2. 作製したグラフェンデバイス

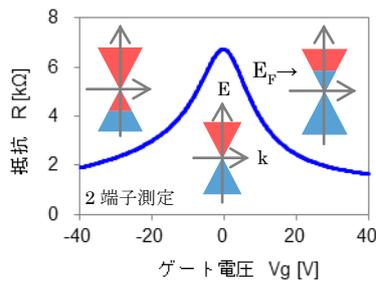


図3. 抵抗値のゲート電圧特性

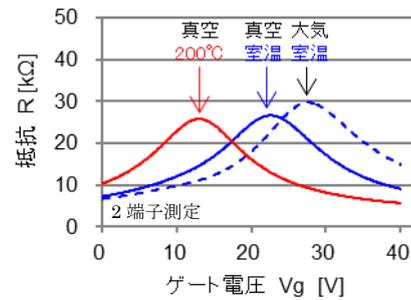


図4. ゲート電圧特性の環境変化依存性

### 【今後の展開】

本研修を通じ、グラフェンの加工形状や電極を任意に作製できることを学び、その技術を習得することが出来た。自身が作製している folding グラフェンに対して、デバイス作製に取り掛かりたいと思う。デバイス作製とともに、ゲート電圧特性の評価から得た不純物の影響についても、その電子状態を STM および STS 等で測定し、原子分解の空間分布を観測することにより詳細な理解に繋げていきたい。このような情報は、今後グラフェンを、大気中・室温で使用可能なデバイスとしていく上で、シリコンに代わる電子材料の実現化に向けて、欠かせないものと考えている。

平成27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	群馬大学大学院 理工学府 博士前期課程1年
研修テーマ	マイクロ流路作製
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3日～6日
研修内容	<p>リソグラフィ技術を用いたPDMS(ジメチルポリシロキサン)製マイクロ流路の設計、作製に関する実習を産総研ナノプロセンシング施設にて実施した。</p> <p>技術職員の方々のご指導の元、デバイスの設計を行った後、クリーンルーム内の装置を利用して、2種類のPDMS製マイクロ流路デバイスを作製した。</p> <p>持ち込んだサンプル(純水に分散させたポリスチレン製マイクロビーズ)を作製したデバイスに流入させた時の様子を、光学顕微鏡によって観察、評価を行った。</p>
研修の成果等	<p>現在、自身の研究では生体受精卵の微小質量変化検出センサについての研究を行っている。生体受精卵は直径100<math>\mu\text{m}</math>程度、センサのサイズ自体も小さいため、使用者が手作業でセンサ上に搭載する事は難しい。そこで、簡便に受精卵を輸送、センサ上への搭載を目的としたマイクロ流路の作製を行った。</p> <p>次に実習内容について述べる。全体の流れを図1に示す。作製物の打ち合わせ後、CADによる描画パターンを設計を行った。その後、フォトリソグラフィプロセスによって流路形状の凸型を形成した。型にPDMSを塗布、硬化、剥離してベース接合、マイクロ流路を作製した。デバイスの外観図を図2に示す。</p> <p>その後、擬似的な受精卵として、実物とほぼ同じ寸法のマイクロビーズを流入させた評価から、擬似受精卵を輸送する際の最適な流路幅について検証した。また、先端開口型のマイクロ流路を作成、センサ上へのビーズの搭載を試行し、解決すべき課題が求められた。</p> <p>今回の研修により、リソグラフィ技術によるPDMS製マイクロ流路作製の一連のプロセスを経験出来た。また今回は職員の方々のご厚意により、こちらの要望するデバイスを作製させていただき、非常に多くの知見が得られた。</p>

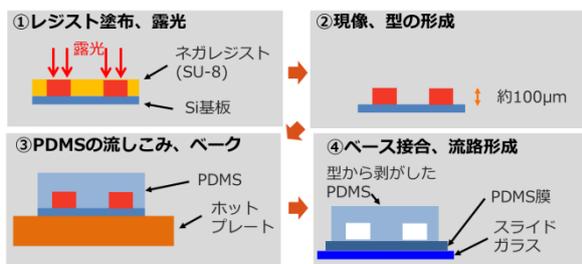


図1 マイクロ流路作製プロセスの概要



図2 マイクロ流路外観図

## 平成27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	富山大学工学部電気電子システム工学科4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27年7月29日～平成27年7月31日（3日間）
研修内容	<p>微細パターン形成の強力なツールである電子線リソグラフィについてその基礎の修得を目的とし、電子線露光についての講義や三層レジスト重ね描画によるT型ゲートの作製を通じて、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・評価等の研修を行った。</p>
研修の成果等	<p>高集積化のための微細なパターンを描ける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を用いてリソグラフィ工程を正確に重ね合わせていく重ね露光を行った。重ね露光を行うためには、先に露光したパターンに位置を合わせて第一層、第二層のパターンを正確に重ねる必要があり、そのためにアライメントマークを用いた。</p> <p>また、レジスト塗布については三層レジスト技術を用いた。三層レジスト技術とはレジストの感度差、現像条件による感度差を利用して所望の構造を形成する技術である。今回はトップ層、ボトム層ともにZEPを用いて現像条件を変えることによってトップ層を高感度現像、ボトム層を低感度現像した。トップ層露光後、基板を取り出して現像し、中間層の溶解を行ってから再度露光機に装着し、再アライメントを行った。その後、Auを蒸着しリフトオフを行うことでT型ゲート電極が得られた。</p> <p>T型ゲート電極以外にもJ01、JDF、SDFといった露光プログラムを作成し、そのプログラムをもとに描画を行うことによって300nm間隔のL/Sのパターンを作製することができた。</p> <p>研修を通して、電子線リソグラフィやレジストの特徴、電子ビーム露光装置を操作するためのプログラムの作成方法を学ぶことができた。また、電子線露光によるレジスト層のパターニングやリフトオフなどの技術を用いてナノスケールの微細なパターンを自ら作製できるようになった。</p>

## 平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	慶應義塾大学大学院理工学研究科・後期博士課程1年
研修テーマ	MEMSプロセスを用いたマイクロ温度センサの試作
研修先	名古屋大学
受入担当者	秦誠一, 櫻井淳平, 溝尻瑞枝
研修期間	8月19日～21日
研修内容	<p>マイクロ温度センサの作製を目標に下記内容の研修を行った.</p> <ul style="list-style-type: none"><li>・ フォトリソグラフィ</li><li>・ リフト・オフプロセス</li><li>・ Cuのスパッタリング</li><li>・ Cu<sub>2</sub>Oの反応性スパッタリング</li><li>・ Cuのエッチング</li><li>・ 作製したデバイスの抵抗測定実験</li></ul>
研修の成果等	<p>今回、作製を目指したマイクロ温度センサは50 μm × 100 μmの大きさのCu<sub>2</sub>Oを測温部とし、その両脇にCuの電極部を接続した構造を持つ。この温度センサはCu<sub>2</sub>Oの抵抗変化を測定することで温度を特定する。研修では温度センサの構造を下記のように試作した。</p> <p>方法としては、反応性スパッタリングとリフト・オフプロセスを組み合わせるものだ。まず、ガラス基板上にフォトリソグラフィによってレジストに測温部の大きさの窓を開けた。次に、Cuスパッタリング中の雰囲気中にO<sub>2</sub>を注入することでCu<sub>2</sub>Oの反応性スパッタリングを行った。そして、レジストをリフト・オフすることで測温部のCu<sub>2</sub>O部を形成した。その後は、フォトリソグラフィで形成した測温部の位置に合わせてレジストに電極部に相当する窓を開け、Cuスパッタリングを行った。最後に、リフト・オフを行うことで電極部が形成され、構造が完成した。なお、CuのクロムエッチャントによるエッチングとNaOHとNaClO<sub>2</sub>の混合水溶液によるCuの酸化処理を組み合わせる方法でも同様に構造作製を行ったが、マスクの白黒を取り違えてしまい構造の作製に失敗した。</p> <p>作製したデバイスは測定系を組むことで性能を評価した。電極部に銀ペーストで白金線を取り付け、それをワニクリップで噛ませて測定器に繋ぐことで温度と抵抗値の関係の測定を行った。デバイスは予想された良好な特性を示した。</p> <p>今回の研修では、私が普段取り扱うことのなかった金属材料のリフト・オフやスパッタリング、エッチングといった新たなプロセス技術を多く学ぶことが出来た。また、簡単なデバイス作製に於いても多くの工程を踏む必要と大変さを知ると同時に構造が完成する喜びを味わうことが出来た。</p>

## 平成27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	防衛大学校理工学研究科 後期課程2年
研修テーマ	MEMS 技術を用いたマイクロ流路の作製
研修先	京都大学ナノテクノロジーハブ拠点
受入担当者	松嶋 朝明
研修期間	平成27年7月1日～7月3日
研修内容	<ol style="list-style-type: none"><li>1. CAD ソフトを用いた T 字型マイクロ流路パターン設計</li><li>2. レーザー描画装置を用いたフォトマスクの作製</li><li>3. フォトリソグラフィーを用いた厚膜レジスト上へのマイクロ流路パターン作製（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評価：赤色と青色のインクを流し込み流路途中で混合するかどうかを確認</li></ol>
研修の成果等	<ol style="list-style-type: none"><li>1. 参加目的 アモルファス窒化炭素(a-CN<sub>x</sub>)薄膜を用いた光駆動マイクロポンプ作製に向けて必要となるマイクロ流路作製に関する知識、技術を修得すること。</li><li>2. 研修成果 本研修ではマイクロ流路の設計～作製～評価という一連の工程について体験し、研修のほとんどをクリーンルーム内において実施した。これによりデバイス作製に関する基礎的知見が得られたとともに、a-CN<sub>x</sub> 薄膜とマイクロ流路の一体型デバイスのイメージを掴むことができた。具体的には、作製工程の中でマイクロ流路の孔を覆うように a-CN<sub>x</sub> 薄膜を直接成膜できれば比較的容易に実現できる可能性を見出した。今後は本研修での経験を生かして a-CN<sub>x</sub> 薄膜およびマイクロ流路の最適な形状および寸法を検討しデバイスを試作しようと考えている。また、研修全般を通して、各工程における最適条件を見出すことの困難さを知りデバイス作製は一朝一夕にはできないことを学んだ。さらに、最先端の MEMS 技術を用いた微細加工技術の精密性および有用性を知り、クリーンルーム内で実施することの重要性を学ぶことでさらに関心を深めることができた。今回作製したマイクロ流路の評価では2流体の混合は達成できなかったが、マイクロ流路の研究分野においては2流体の混合は難易度が高く、いろいろな要素を分析・検討する必要があることが分かった。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各位、ならびに、マイクロ流路作製に御指導賜りました京都大学ナノテクノロジーハブ拠点 松嶋朝明様、大村英治 様、小野邦彦 様に深く感謝申し上げます。</li></ol>

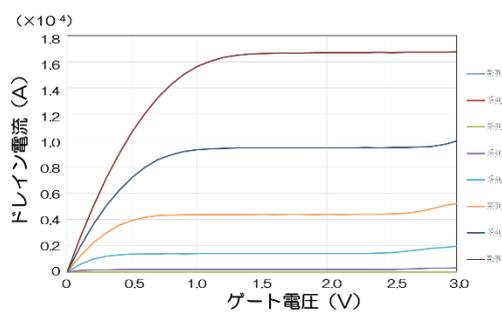
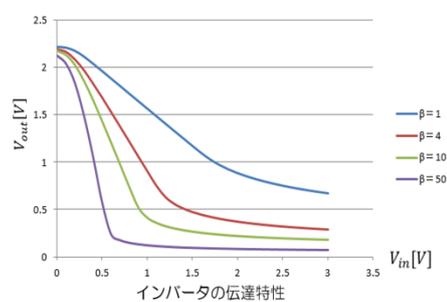
平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	兵庫県立大学理学部物質科学科 4年生
研修テーマ	マスクレスフォトリソグラフィによるフォトマスク作製
研修先	大阪大学ナノテクノロジー設備供用拠点
受入担当者	谷口正輝、柏倉美紀
研修期間	7月13日(月)～7月15日(水)
研修内容	<p>マスクレス露光技術によるフォトマスクの作製を行った。ガラス基板にフォトレジストを塗布し、CADで設計したフォトマスク図をLED描画装置でパターン描画した。また作製したフォトマスクを使用して、マスクアライナー実習も行った。</p>
研修の成果等	<p>ガラス基板上にフォトレジストをスピンコーターで塗布した。そしてLED描画装置(ピーエムティー社製 PLS-1010)により、CADで設計したパターンを直接基板上のフォトレジストに描画した。現像・リンスを行ったのち、スパッタ装置(キャノンアネルバ EB1100)でCrスパッタを行い、リフトオフをしてきれいなフォトマスクが完成した。</p> <p>次にこのフォトマスクを使用してマスクアライナー実習を行った。まず、熱酸化膜付きのSiウエハの上にレジスト塗布を行い、マスクアライナー(ミカサ株式会社 MA-10)と、作製したフォトマスクを使って密着露光を行った。そして現像・リンスを行い、光学顕微鏡で観察し、この光学顕微鏡写真をもとに作製したサンプルを評価した。</p> <p>フォトリソグラフィは初めて経験であり、わからないことも多かったです。実習を行っていくうちに、徐々に理解を深める事ができました。実際に装置に触れて、手を動かしていくことにより、本を読むだけではいまいちピンとこなかったところもわかるようになりました。また担当者の方々に、資料などにより親切に色々と教えて頂けたので、自分自身とてもためになり、楽しい研修期間となりました。</p>

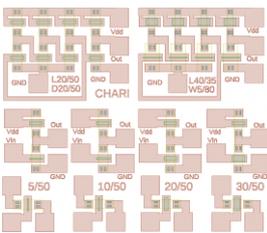
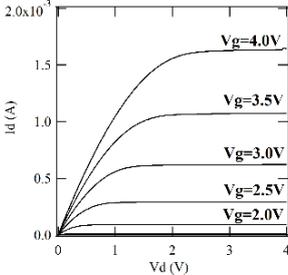
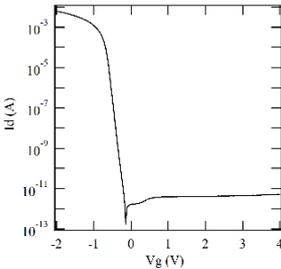
平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	大阪大学 大学院工学研究科 精密科学・応用物理学専攻 M1
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
研修期間	2015年8月3日(月)～8日(土) 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。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、Al ゲート、E(エンハンスメント型)-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。</p>
研修の成果等	<p>本実習の目的は、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ことである。1日目は作製する回路を各々で設計、2日目から5日目まではデバイス作製を見学しながら、デバイス作製技術に関する講義の受講をした。最後に、5日目・6日目で完成したチップの測定・評価を行った。</p> <p>私が設計した回路はNAND回路で、ゲートの構造で決まる定数を、負荷トランジスタと入力トランジスタに対して比をとった<math>\beta R</math>というパラメータを1, 2を2つ, 4, 16の5種類をふったNAND回路5つと、単体トランジスタを1つ設計した。結果としては、<math>\beta R=2, 16</math>の2つが下図のようにNAND回路の特性を示した。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div data-bbox="384 1384 694 1608"> <p>図.1 出力特性</p> </div> <div data-bbox="699 1384 1008 1608"> <p>図.2 NAND 回路図</p> </div> </div> <p style="text-align: right;"><math>\beta R = \beta_d / \beta_n = (W_d L_n) / (W_n L_d)</math></p> <p>本実習で得られた成果は、自分で設計・試作したNAND回路の動作を確認したことと、デバイス作製でのトラブルシューティングである。本実習では、酸化後には必ず酸化膜厚の測定を、パターニングの際には顕微鏡観察を、さらに随時簡単な電気特性を測定することで、まずトラブルにいち早く気づくことが出来た。トラブルを解決するために考えられる案を全て列挙し、プロセスを改善するというアプローチや姿勢を学習し、自分の研究の進め方に活かしたいと思った。</p>

平成27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	大島商船電子機械工学科 5年
研修テーマ	SiMOS トランジスタ・IC 製作実習
研修先	広島大学
受入担当者	横山新教授
研修期間	6日間
研修内容	NMOS トランジスタをベースとした IC の製作実習を通して、プロセス基礎技術、トランジスタ・回路の基礎技術全体を学ぶ。実際にクリーンルームに入ってイオン注入、酸化リソグラフィ、エッチングなど IC 製作を通して IC の基礎技術を学び、製作を体験する。NOR とインバータ回路を設計し、その製作した回路の出力特性や伝達特性について測定、評価を行う。
研修の成果等	<p>今回の実習のスケジュールは1日目に作製したい回路の設計を行い、2日目から5日目までは IC 作製を行った。最後に、5日目・6日目で完成したチップの測定・評価を行った。</p> <p>今回私が作成した IC はインバータと NOR 回路であるが、NOR 回路については表面に傷があり測定することができなかつたため、インバータのみ評価・測定を行った。右図が作製したトランジスタの出力特性で、左図が作製したインバータの伝達特性である。また、インバータについては、負荷トランジスタと入力トランジスタに対して比をとった <math>\beta</math> 値を <math>\beta=1,4,20,50</math> のものを測定した。グラフより <math>\beta</math> 値が大きい程、急峻な伝達特性が得られることが分かる。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">   </div> <p>本研修で得られた成果は、トランジスタの製作実習を通して IC 設計や、クリーンルーム、評価測定に至るまで様々な体験をすることができ、ものづくりの大変さや奥深さを知ることができた。そして大学院生や、企業の方々と交流することができ、学校生活では得られない貴重な経験ができ、今後の進路を考えるうえでも貴重な体験をすることができた。また、具体的な電子ビーム描画装置の使用法、酸化温度やイオン注入で打ち込む元素などについて知ることができ、今後の卒業研究を行う上で重要なデータを得ることができた。</p>

平成27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	琉球大学大学院理工学研究科・博士後期課程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
受入担当者	横山 新 教授
研修期間	2015年8月2日～9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、リソグラフィー、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、Al ゲート、E(エンハンスメント型)-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	<div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-start;"> <div style="text-align: center;">  <p>(a) 作製した回路のレイアウト</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>(b) Vd-Id 測定結果</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>(c) Vg-Id 測定結果</p> </div> </div> <p>単体トランジスタ、インバータと3ステップ・リングオシレータ回路を自分で設計し、作成後の測定を行った。トランジスタ特性およびインバータの特性は得られたが、オシレータは起動しなかった。高い<math>\beta_R</math>値を持つ回路の設計が必要だと考えられる。</p> <p>このプログラムでは他の研究者・技術者と一緒に、最先端の研究施設を用いて、研修することができました。それを通して受ける指導、研究の新たな知識と様々な研究者・技術者との交流がこれからの自分の研究活動だけでなく、自分の後輩にも役に立つよう活かしたい。</p> <p>本研修を通してトラブル発生時どう対応すれば、その課題を解決し、最終的に良い結果を出せるのか、そして、実験結果には様々な考察ができ、その考察が次の研究に繋がることを改めて学んだ。今後は、本学生研修プログラムについてほかの学生にも知らせ、是非参加させる。</p>

## 平成27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	鈴鹿工業高等専門学校 電気電子工学科・5年
研修テーマ	COMS 集積回路要素技術実習
研修先	北九州学術産業学術推進機構
受入担当者	上野孝裕、安藤秀幸、竹内修三
研修期間	9月14日～9月16日
研修内容	<p>CMOS 集積回路の設計、作成、評価をすることである。IC 作成のプロセスは回路の設計、IC チップの作成、評価をして正常に動作することを確認し、最後にボンディングをして完成である。この一連の流れが研修内容である。</p> <p>イントロダクションとして、クリーンルームの必要性についての講義と、IC 作成プロセスの講義をしていただいた。</p> <p>回路設計はコンピュータを用いて COMS の電氣的特性のシミュレーションをした。その後、IC 作成のルールであるデザインルールに従ったレイアウトの設計をした。</p> <p>IC チップの作成はクリーンルームで行った。ドラフターを用いてシリコンウェーハの洗浄を行った。それが終わると、縦型電気炉を使って、下敷き酸化膜の形成を行った。膜厚測定器で酸化膜の測定も行った。コータディベロッパで、フォトレジストを回転塗布し、ステップで回路のパターニングをした。次はコータディベロッパを使って、現像をした。ドライエッチング装置を使って、下敷き酸化膜を除去した。研修の都合もあり、イオン注入は別日に、ダミーのウェーハを用いて行った。各工程で、装置の操作方法や原理を教えていただいた。また、その工程で、シリコンウェーハにどのような変化をもたらされたのかを説明していただいた。他にも、工程は同じでも別の方法で同じ変化をもたらすことができるのかも教えていただいた。その際に、各方法でのメリットとデメリットも教えていただいた。</p> <p>評価は研修の都合上、すでに完成していた IC の評価をした。この評価特性が、シミュレーションで行った特性と同じになることを確認した。</p> <p>最後に、ボンディング工程も体験した。チップとパッケージの接続をする工程である。</p>
研修の成果等	<p>IC 作成の一連の流れを研修させていただいたので、簡単な IC の作成ができるようになった。その流れとして、回路図作成ソフト S-Edit、レイアウト作成ソフト L-Edit の習得、研修中に使用した縦型電気炉、コータディベロッパ、ステップ、ドライエッチング装置、膜厚測定器、ダイボンダー、ワイヤーボンダーの操作方法、原理、構造を理解した。シリコンウェーハの洗浄、下敷き酸化膜の形成、リソグラフィ、イオン注入、エッチング、膜厚の測定、ボンディング、それぞれの工程を理解し、また、同じ工程でも、方法が違うやりかた、その原理と、メリットとデメリットを理解した。</p> <p>感想</p> <p>IC 作成プロセスは先輩の発表や卒研での考察で多少は知っていた。研修を受けた後、感じたことは、私自身ある程度の知識はあるのだと自負していましたが、それが、いかに浅く、そんな知識では通用しないと思った。</p>

今回の研修では、作成する IC の特性のシミュレーションをおこない、レイアウトの設計をした。コンピュータによるシミュレーションは鈴鹿高専で行っていたので、復習になり理解が深まった。レイアウト設計は CAD での物理的設計と、電気工事等の電気配線設計しかやったことがなく、IC のレイアウト作成は初めてだった。そこで、デザインルールという言葉を知った。デザインルールとは IC 作成にあたって、各層間の距離を規定値以上空けないといけないルールのことで、どこに使われているかというフォトマスクを作る際に、コンピュータでレイアウト設計をして、デザインルールに合致していることを確認するときに用いた。フォトマスクは一度作ると何回でも使えるので、失敗してしまうと面倒なことになる。鈴鹿高専ではそのようなルールは習わなかった。なので、とても良い勉強になった。シミュレーションと設計が終わると、次は IC チップの作成である。作成はクリーンルームとイエロールームで行いました。エアシャワーを抜けると、目に見える埃が一切ない部屋でした。携帯電話等の画面フィルムを貼るのに最適な部屋だと思いました。IC にゴミが入らないように、品質にこだわっているのが伝わってきた。この学研都市ひびきのでクリーンルームのランクでいうとちょうど真ん中のクラスである。なので、企業の IC 作成の品質のこだわりに感銘を受けた。クリーンルーム内は様々なガスボンベ、排気ダクト、緊急用シャワー、エマージェンシーボタンがあり、安全には配慮していて、緊急時にも配慮してあった。研修において、鈴鹿高専では太陽電池を作ったことがあり、その時に使った機械より高性能な機械を見て、操作し、構造を教えていただいた。知恵、知識が一層深まり、そして、私自身の技術が向上したと感じた。

鈴鹿高専にも半導体を作成機器がある。しかし、そこではクリーンルームもなければ、真空度も低く、機器が少ないので、高度な IC を作ることはできない。鈴鹿高専でやってきたことはある程度の精密さがあるのだと思った。しかし、学研都市で研修を受けると、鈴鹿高専での IC 作成はゴミが入り、ピンセットなどによる金属汚染があることがわかった。これではコーナーモデル内の IC が得られず、狙い通りに作成できないということがわかった。現に、先輩方の卒研の発表において、ほとんどの人は誤差が大きいと言った人が多かった。

この研修を通して得られたものはとても大きいと感じた。この研修ですら、基本と言われる IC の深さに感心し、IC に対する興味が一層増幅した。

私は電力、エネルギーに関することに興味があり、それに沿った大学のプログラムを選んだ。IC よりもエネルギーだということしか頭になかった。物事は半端な知識より、経験だということを改めて感じた。経験にも半端な経験ではなく、しっかりとした経験が必要だと思った。なので、経験に勝るものはないことをより深く思うようになった。就職する前だからこそできるものなので、学生のうちに、こういった機械があればまた参加してみたいと思った。

貴重な体験をさせていただいたナノテクノロジープラットフォームには感謝を言いたいです。また、お世話になれることを願います。

平成27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 化学生命工学部 化学・物質工学科 マテリアル科学コース 2回生
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
研修期間	9月8日～9月11日
研修内容	<p>自己組織化現象を利用したメゾスコピック構造（サブマイクロンのドット、ライン、多孔質構造）の作成方法について基礎から応用まで習得するため、原料調整から自己組織化構造の作製までを行った。また、基板に構築したメゾスコピック構造を様々なイメージング法（蛍光顕微鏡、原子間力顕微鏡、走査型電子顕微鏡）を用いて多角的解析を行った。</p>
研修の成果等	<p>研修ではまず、ピレンと1,2,4,5-テトラシアノベンゼンを溶解させた。そして、その溶液をガラス基板の上にローラー装置を用いてディウエッティングして、蛍光性繊維状結晶の作製と結晶構造の制御を行った。その結果、作製された蛍光性繊維状結晶はローラー速度が小さいほど1本が長くなり、結晶の網目が細かくなった。一方、溶液の濃度を2倍にしてみると繊維はより太くなり単結晶として出てきている部分が多くなった。そして、蛍光性もより強く表れた。</p> <p>次に、走査型電子顕微鏡（SEM）で繊維状結晶を観察してみると、表面は非常になめらかであり、太さは約700～800nmであった。また、ディウエッティングによって見られる「フィンガーの跡」と呼ばれている構造は、1つ当たり4～7μm程の大きさであった。</p> <p>最後に、原子間力顕微鏡（AFM）で観察してみると、繊維状結晶の断面の構造などを調べることができた。断面は半円形になっていて、半円の高さは約120～200nmであった。</p> <p>以上の研修より、自己組織化現象を利用するとナノ構造は簡単に、かつ多様に変化させて作ることができると分かった。また、SEMやAFMの分解能や解像度を実際に体感することができ、観察手法を学ぶことができた。</p>

## 平成27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 理工学研究科 物理・情報科学専攻 M1
研修テーマ	機器分析による有機化合物の構造解析
研修先	東北大学 巨大分子解析研究センター
受入担当者	権 垠相
研修期間	2015年9月1日～9月3日
研修内容	機器分析を用いた有機化合物の構造解析について基礎的な知識を習得するため、各種大型分析装置を利用した質量分析・核磁気共鳴分析・X線構造解析の実習を行った。
研修の成果等	<p>1日目は solarix9.4T で未知試料の質量分析を行った。未知試料の分子をイオン化し、質量電化比 (m/z) に応じて検出した。測定にはイオンサイクロトロン分析計を使い、イオン化法 ESI と MALDI を用いた。未知試料は有機化合物という前提で、実測値と同位体比をもとに候補を絞り込んだ。イオンの精密質量数から、未知試料の組成式は <math>C_{12}H_{22}O_{11}</math> であることが判明した。</p> <p>2日目は AVANCEIII700 と ECA-700 で未知試料の核磁気共鳴 (NMR) 分光分析を行った。未知試料を構成する <math>^1H</math> と <math>^{13}C</math> 核の核磁気共鳴を観測し、分子構造に関する情報を得た。試料を重水で溶かしたサンプルを用いて溶液 NMR を測定した。<math>^1H</math>-<math>^{13}C</math> と <math>^1H</math>-<math>^1H</math> の2次元相関スペクトルからわかる各原子の繋がり方を考慮して、未知試料を糖 (スクロース) と決定した。</p> <p>3日目は未知試料の単結晶を実体偏光顕微鏡下でサンプリングし、単結晶 X線結晶構造解析装置 XtaLABmini を用いて X線回折像を測定した。測定したデータを構造解析用ソフトウェアにより解析し、未知試料の結晶構造と3次元分子構造を決定した。</p>

## 平成27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・生物応用専攻
研修テーマ	生体高分子の基礎
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25日から8月29日
研修内容	生物学的手法でタンパク質の合成を行った。方法は DNA 分子の酵素的増幅と組み換えタンパク質の細胞内合成を行い、合成したタンパク質を蛍光観察し、ウエスタンブロッティングと CBB 染色を行った。トランスフェクションしたプラスミドは pAc-GFP1-N1(緑色蛍光タンパク質)とその GFP との融合タンパク質として、pAc-GFP1-IFITM5 を用いた。
研修の成果等	<p>今回、PCR を用いた酵素的増幅と細胞内タンパク質合成を行った。細胞に遺伝子を導入するトランスフェクションにはリポフェクションを使用した。細胞は MC3T3-E1 というマウスの骨芽様細胞を用いた。</p> <p>初めに、二種類のプラスミドを様々な希釈条件で PCR を用いた酵素的増幅を行い、電気泳動後、蛍光観察を行った。結果、希釈条件でも pAc-GFP1-N1 の蛍光が観察できた。しかし、pAc-GFP1-IFITM5 の蛍光はほぼ観察できなかった。</p> <p>続いて、マウスの骨芽様細胞の固定、染色を行い、今回用いる細胞を共焦点レーザー顕微鏡にて観察を行い、写真や立体画像を得た。</p> <p>次に実際にタンパク質の細胞内合成を行い、蛍光観察したところ、緑色蛍光タンパク質を含む pAc-GFP1-N1 の合成は蛍光が確認できたため、目的のタンパク質を合成できたことが確認できた。また、融合タンパク質である pAc-GFP1-N1-IFITM5 では少量ではあるが、蛍光が観察できたが、前者ほどの多くの蛍光は確認できなかった。ウエスタンブロッティングで合成されたタンパク質の大きさを確認したところ、予想通り pAc-GFP1-N1 の蛍光と推定されるものを確認できた。また、融合タンパク質も微量であるが、同様に確認ができた。CBB 染色も行き、タンパク質の分離し、どのくらいの分子量を持つタンパク質が存在しているか確認した。</p> <p>結果、pAc-GFP1-N1 はマウスの骨芽様細胞である MC3T3-E1 に導入を行い分子の細胞内合成を行うことできたが、融合タンパク質である pAc-GFP1-N1-IFITM5 はあまり合成ができなかった。</p>

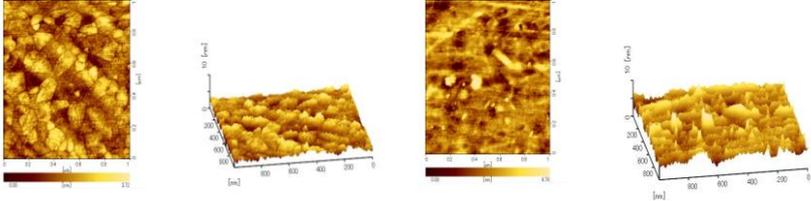
平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	香川大学大学院 工学研究科 修士1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27年8月3日～8月5日（3日間）
研修内容	<p>1日目は微細加工技術を用いてナノバイオデバイスの作製を行った。ナノバイオデバイスは2種類作製し、それぞれのデザインの意図、機能を理解した。また微細加工技術の基礎技術を習得した。</p> <p>2日目は作製したナノバイオデバイスの内、マイクロチャンバーデバイスを使用して、蛍光染色処理を行った細胞の観察を行い、バイオイメージングの基礎技術を習得した。</p> <p>3日目は作製したナノバイオデバイスの内、マイクロチャンネルデバイスを使用してDNAの伸長実験とゲル中での泳動実験を行い、バイオイメージングの為の基礎技術を習得した。</p>
研修の成果等	<p>1日目</p> <p>作製したデバイスの形状計測を行い評価した。計測にはレーザー顕微鏡を用いた。計測を行ったところ、設計値との誤差範囲でありデバイスは作製できていると判断した。設計値により近づける為には、それぞれの作製工程（レジストの塗布、UV露光、現像）の条件を見直す必要がある。</p> <p>2日目</p> <p>蛍光染色処理した細胞がデバイス上に配列できているか、共焦点顕微鏡を用いて観察した。暗視野観察を行ったところ、デバイス上に配列されている細胞を確認した。評価としてチャンバーにトラップされている細胞数を数え、チャンバーにトラップされている割合をトラップ率として算出したところ、トラップ率は80%以上であった。</p> <p>3日目</p> <p>DNAの伸長実験ではデバイスのインレットから蛍光染色したDNA懸濁液を導入し、アウトレットからシリンジで引くことでDNAの伸長を行った。共焦点顕微鏡で暗視野観察したところ、伸長されたDNAを確認した。評価として伸長されたDNA長を計測した結果、50ミクロン程度であった。これは使用したT4DNAの自然長程度であり、DNAが千切れることなく伸長できていることがわかった。</p> <p>DNAのゲル中での泳動実験では電気泳動法により液中を移動するDNAがDNA長によって網状の構造体をすり抜けたり、引っかかったりする挙動を観察した。短いDNAは網状構造体をすり抜け、長いDNAは網状構造体に引っかかる様子を観察することでサイズ分離の原理、基礎技術を学んだ。</p>

平成27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 化学生命工学部 化学・物質工学科 3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	増田 秀樹、種村 眞幸、江龍 修、壬生 攻、小澤 智宏、 日原 岳彦
研修期間	平成27年 8月24日～8月28日
研修内容	<p>8/24 カーボンナノファイバー(CNF)の室温合成についての講義と実習</p> <p>8/25 分子合成用マイクロラボの作成についての講義と実習</p> <p>8/26 生体分子の合成と構造解析についての講義と実習</p> <p>8/27 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> <p>8/28 メスバウアー分光法についての講義と実習</p>
研修の成果等	<p>8/24 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。 この手法により室温下でも CNF の合成が可能となった。 SEM 観察により、Nafion®膜上、及び AFM 探針上の CNF を観察した。</p> <p>8/25 シリコンウエハー裏面を研磨し、超平滑面を形成した。 市販のウエハーに比べ、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>8/26 [Cu(MPPA)](ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> を合成し、CT による濃青色の発色を確認した。 合成した錯体を FT-IR、UV-vis、単結晶 X 線解析により解析し、化合物を同定した。生体分子をモデルとした触媒分子を合成することが出来た。</p> <p>8/27 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 MEA を作成し、I-P 特性を測定した。以上により、カソードにおける Pt 使用量の低減に貢献することが出来た。</p> <p>8/28 電車の切符裏面の磁性体をメスバウアー分光法により解析を行い、文献値との比較によりこれを BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> と同定した。メスバウアー分光法により原子価、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>

平成27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 光科学研究科 光科学専攻 M1															
研修テーマ	パルスレーザーMBE法およびRFスパッタ法による薄膜形成および評価															
研修先	大阪大学															
受入担当者	田中 秀和、北島 彰、樋口 宏二															
研修期間	8/3～8/6															
研修内容	<p>パルスレーザーMBE(PLD)法とRFスパッタ法で石英基板上にITOを成膜した。これら2種類の成膜法でそれぞれの成膜時のチャンバー内の酸素量の調整を行い、作成した膜の物性を測定した。</p> <p>物性測定は表面粗さ測定、膜厚からの成膜レートの算出、抵抗率測定、透過率測定の4種類の測定を行い、それぞれの結果からITO薄膜の評価を行った。</p> <p>使用装置                  パルスレーザーMBE(PLD)装置：誠南工業株式会社 PLO-020R                  ICP-RFスパッタ装置：株式会社ULVAC MB02-5002</p>															
研修の成果等	<p>4種類の測定結果をそれぞれ以下に示す。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・表面粗さ測定</li> </ul> <p>走査型プローブ顕微鏡のDFMモードで成膜した薄膜表面の形状、表面粗さについて測定を行った。結果を図1および表に示す。</p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>図1 走査型プローブ顕微鏡のDFM像(左 PLD 右 RFスパッタ)</p> <p>表 DFM測定による膜表面の評価の結果 (Ra：表面粗さ、RMS：自乗平均面粗さ)</p> <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th>成膜方法</th> <th>Ra (nm)</th> <th>RMS (nm)</th> <th>最大高低差 (nm)</th> <th>平均粒子径 (nm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>PLD</td> <td>4.88E-01</td> <td>6.30E-01</td> <td>6.72E+00</td> <td>3.54E+01</td> </tr> <tr> <td>RFスパッタ</td> <td>1.45E+00</td> <td>2.01E+00</td> <td>2.39E+01</td> <td>4.84E+01</td> </tr> </tbody> </table> <p>図1よりPLD法の方がRFスパッタ法より平滑に成膜されていることが観察された。これは表よりRa、RMS、最大高低差のいずれもRFスパッタ法よりPLD法の方が小さいことからわかる。</p>	成膜方法	Ra (nm)	RMS (nm)	最大高低差 (nm)	平均粒子径 (nm)	PLD	4.88E-01	6.30E-01	6.72E+00	3.54E+01	RFスパッタ	1.45E+00	2.01E+00	2.39E+01	4.84E+01
成膜方法	Ra (nm)	RMS (nm)	最大高低差 (nm)	平均粒子径 (nm)												
PLD	4.88E-01	6.30E-01	6.72E+00	3.54E+01												
RFスパッタ	1.45E+00	2.01E+00	2.39E+01	4.84E+01												

・膜厚測定と成膜レートの算出

接触式膜厚測定器で膜厚を測定し、その膜厚の値と成膜時間から酸素量と成膜レートの関係を調べた。結果を図2に示す。

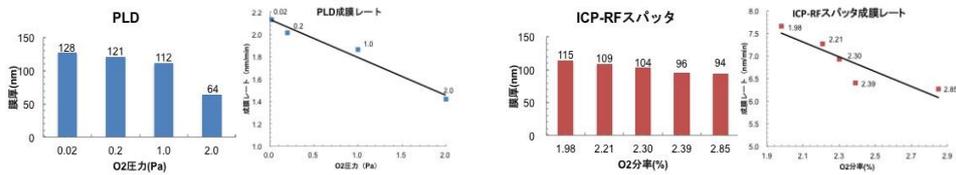


図2 膜厚測定と算出した成膜レート(左 PLD 右 スパッタ)

以上の結果から、成膜レートに基づき薄膜が 100 nm 程度になるよう PLD 法では 60 分 (酸素圧力 2.0 Pa のみ成膜時間計算のため成膜時間 45 分)、RF スパッタ法では 15 分の成膜を行った。また、図2の結果から酸素量を増やすことで成膜レートが遅くなることがわかった。

・抵抗値測定

PLD 法および RF スパッタ法で作成した膜に対し、直流 4 探針法による表面抵抗測定を行った。結果を図3に示す。

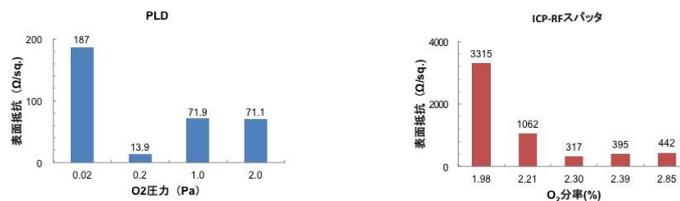


図3 直流4探針法によるITO薄膜の表面抵抗値(左 PLD法 右 RF スパッタ法)

PLD法での最小の表面抵抗値はO<sub>2</sub>圧力が0.2 Paのときに13.9 Ω/s.q.、RFスパッタ法での最小の表面抵抗値はO<sub>2</sub>分率が2.3%(O<sub>2</sub>分圧0.007 Pa)のときに317 Ω/s.q.となった。PLD法での最小の表面抵抗値はRFスパッタ法のおよそ1/23であった。この理由として、表よりRFスパッタ法ではPLD法よりも成膜時の平均粒子径が大きくなる傾向があるが、平均粒子径が大きくなることで粒界面の接触面積が小さくなるため、表面抵抗が大きくなったことが考えられる。また、薄膜内の酸素欠損や成膜内のSnのドーパ量によるキャリアが発生の影響が考えられる。

・透過率測定

成膜したITO薄膜の透過率を紫外可視分光光度計による測定を行った。また、膜厚測定の結果から、PLD成膜のO<sub>2</sub>圧力2.0 Paのサンプルの膜厚が100 nm未満であるため、測定サンプルから除いた。図4に紫外可視分光測定の結果を示す。

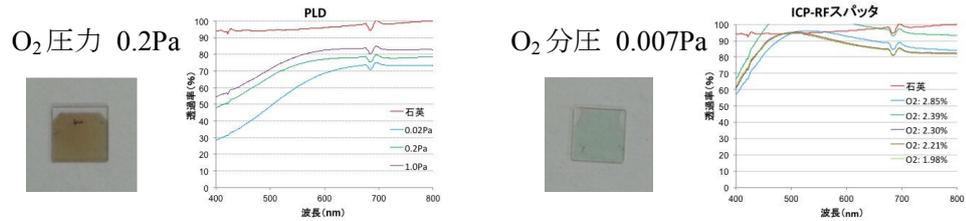


図4 紫外可視分光光度計による透過率測定  
(左 PLD法 右 RFスパッタ法)

図4より特にPLD法により作成された膜で可視光の範囲において透過率が低下し、成膜された薄膜において色が観察された。これはITO薄膜の酸素欠損によるキャリアの発生や発生したキャリアによる光吸収などが示唆される。以上のことから、ガス量の増加、膜厚を薄くすることで低抵抗かつ透過度を向上することができると考えられる。以上が本プログラムにて得られた結果である。

## 平成27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	金沢大学大学院 自然科学研究科 物質化学専攻 1年
研修テーマ	リポソームの作成とクライオ TEM の観察
研修先	奈良先端科学技術大学院大学
受入担当者	安原主馬先生
研修期間	8月25日～27日
研修内容	<p>リン脂質である POPC を用いたベシクルを作成し、クライオ TEM を用いて観察を行った。観察したリポソームはマルチラメラベシクル (MLV) とフィルターを用いてサイズを 100nm に制御したユニラメラベシクル (ULV) の 2 種類のサンプルを使用した。また、観察方法として溶液を急速冷凍して観察するクライオ TEM 法の他に、リントングステン酸を用いて染色したサンプルも観察することで、どのような違いが生まれるかを比較検討した。</p>
研修の成果等	<p>POPC の MLV および ULV をそれぞれ観察することができた。クライオ TEM 法で観察したサンプルは、急速冷凍しているために溶液中とほとんど同じ環境下で観察することができたと考えられる。一方で、染色剤を用いて観察を行ったサンプルは、ベシクルであることは確認することができたが、溶液中に存在する状態とは異なり縮んだ状態になっていることが確認できた。</p> <p>これらの結果から、それぞれの観察法により観察に向き不向きがあることが実感できた。中でも、クライオ TEM 法による観察はこれまで不可能であった溶液中に含まれるサンプルが非破壊かつ簡便な方法で高解像な像が得られるという点でも非常に有用であると感じた。また、溶液状態に近い環境下のまま観察することができるため、溶液の温度や試料の濃度による変化も可視化することが可能であると考えられる。</p> <p>また、今回の研修では、自分で実際に試料作製および観察をさせていただいたため、原理のみならず使用方法についても実際に学ぶことができたという点でも非常に貴重な時間であったと感じた。最先端の技術を学び、自分の研究に還元することができるのではないかと考えることにより、これまでとは違った新しい考え方の基盤となりうるのではないかと感じた。</p>

平成27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	東京大学大学院農学生命科学研究科応用動物科学専攻博士後期課程1年
研修テーマ	リポソームの作成とクライオ TEM による観察
研修先	奈良先端科学技術大学院物質創成科学研究科
受入担当者	安原主馬
研修期間	平成27年8月25日～8月27日(3日間)
研修内容	リポソームの作成、光学法による粒径分布観察、クライオ TEM による観察について講義と実習を行い、リポソームの作成技術およびクライオ TEM 観察技術を習得する。
研修の成果等	<p><b>【第1日目】</b></p> <p>クライオ TEM の基礎と観察事例についての講義を受講し、既存の電子顕微鏡による観察手法と比べ、クライオ TEM を利用した観察手法のメリットについて理解した。また、物質創成科学研究科に設置されているナノテクノロジープラットフォーム装置の見学を行った。</p> <p>安原先生を始めバイオミメティック研究室の室員の方々の指導のもと、リポソームの作成実習を行い、リポソームを作成した。さらに作成したリポソームを光学法による粒径分布を測定した。</p> <p><b>【第2日目】</b></p> <p>急速凍結法を用いて作成したリポソームのクライオ TEM 観察用のサンプル作成、また観察の比較対象としてネガティブ染色による観察用のサンプルを作成した。その後、技術職員の藤田咲子氏の指導の下、作成したサンプルのクライオ TEM 観察及びネガティブ染色法による透過型電子顕微鏡観察を行った。ネガティブ染色法による観察に比べ、クライオ TEM を用いた観察手法の方がリポソームの球形と膜構造をより明瞭に観察できることを理解した。</p> <p><b>【第3日目】</b></p> <p>2日目に引き続き、クライオ TEM による観察を行った。</p>

## 平成27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 修士2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	7月29日～7月31日
研修内容	SuperGrowth法、アーク放電法等によって合成されたカーボンナノチューブ(CNT)をフラビン誘導体の可溶化剤を用いて可溶化を行った。さらにCNTを可溶化させた溶液の分散状態を解析するために、可視近赤外光吸収(UV-vis-NIR)、Ramanスペクトル、原子間力顕微鏡(AFM)を用いて解析を行った。
研修の成果等	<p>様々な合成方法で作製されたCNTの可溶化は、フラビン誘導体の可溶化剤を用いて行い、スペクトル等により解析した。</p> <p>分散させたCNTの濃度や分散性、半導体性・金属性(カイラリティ)を調べるためにUV-vis-NIRを用いて解析を行った。吸光度を比較した結果、アーク放電法により作製されたCNTが最も可溶化し、次いで直径1.5 nm、1.0 nmのCNTが可溶化した。さらに、直径1.0 nmのCNTにおいて、ピークが1つ1つ分離していることが確認された。一方、金属性CNTの吸収波長が可溶化剤であるフラビン誘導体の吸収ピークが重なっているため、カイラリティの評価を行うことができなかった。</p> <p>分散させたCNTの欠陥を調べるためにRamanスペクトルを用いて解析を行った。G/D比より欠陥の少ないCNT分散溶液が得られたことが分かった。</p> <p>本研修では、フラビン誘導体を用いたCNTの分散および評価を行ったが、CNTのカイラリティまで解析することができなかった。しかし、CNTという私にとって未知の領域に実際に実験・測定・ディスカッションを通して理解を深めることができ、とても良い経験になった。今後、自分の研究へも活かしたい。</p>

## 平成27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	近畿大学 M1
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27年8月3日～8月7日 (5日間)
研修内容	走査プローブ顕微鏡 (SPM) の歴史・発展の過程を理解する。また、SPM の原理を理解して、実環境 (真空中、溶液中等) でのナノ材料の形状、ナノ物性測定の基本技術を習得する。
研修の成果等	この研修を終えて研究課題であった水中での AFM 観察ができるようになりました。また、tip の種類の選択方法やどのような原理で AFM 測定ができるのかを知ることができ、現在の研究につながっています。また、AFM を最近研究で使い始めたばかりのためわからないことや疑問などが多々ありましたが、井藤先生を始め全てのことを丁寧に教えてもらえました。自分で作製したサンプルを持って行っての AFM 測定ができたのはイメージがつかみやすく本当によかったです。

平成27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	金沢工業大学芦野研究室 B4
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、新妻 潤一
研修期間	平成27年8月3日～8月7日
研修内容	走査プローブ顕微鏡 (SPM) の歴史・発展の過程を理解する。また、SPM の原理を理解して、実環境 (真空中、溶液中等) でのナノ材料の形状、ナノ物性測定の基本技術を習得する。
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none"> <li>● SPM に関する基礎知識の習得 SPM の歴史、STM の基本原理 (トンネル電流を如何に検出し画像化するのか等)、また、AFM の基本原理 (カンチレバーの構造や働き等) について等、SPM を利用する上で最低限必要な知識を学習した。</li> <li>● STM 探針の作製 タングステンワイヤを KOH 水溶液で電界研磨し、STM 用探針を作製した。</li> <li>● AFM の使用方法の学習 <ul style="list-style-type: none"> <li>➢ カンチレバーの性質 (光学感度定数、ばね定数) の測定 基板にカンチレバーを押し付けた際の、カンチレバーの撓みと検出された信号からカンチレバーの性質を測定した。</li> <li>➢ PSL 溶液の観察 基板上に PSL 溶液を滴下・乾燥させて作製した試料の AFM での観察方法、分析ソフトを用いた試料の評価方法を学習した。</li> <li>➢ DNA の観察 高速 AFM の装置の準備方法、また、高速 AFM を用いた DNA の液中観察方法を学習した。</li> <li>➢ CNT の観察 基板上に成長させた CNT を AFM で観察し、CNT の分散度合い、直径等の評価を行った。</li> </ul> </li> </ul>