

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 名城大学大学院 理工学研究科機械工学専攻 修士課程1年 |
| 研修テーマ | FIBによる電顕観察試料作製とTEMによる観察・分析 |
| 研修先 | 東北大学金属材料研究所 東北大学先端電子顕微鏡センター |
| 受入担当者 | 今野 豊彦, 西嶋 雅彦, 嶋田 雄介 |
| 研修期間 | 平成29年8月1日～8月4日 |
| 研修内容 | 8/1 (火) TEM基礎講義, FIB装置によるTEM試料作製実習 8/2 (水) FIB装置によるTEM試料作製実習 8/3 (木) TEMによるチタン合金試料の観察・分析実習 8/4 (金) TEMによるチタン合金試料の観察・分析実習 |
| 研修の成果等 | <p>本研修ではTEM講義およびFIB/TEM実習を通して、TEMの結像原理とFIBによるTEM試料作製方法やTEM観察・分析法についての知見を得ることができた。</p> <p>FIB実習では、持参したチタン合金試験片を用い、切り出しから薄片化までのTEM試料作製の一連の工程の実習を行い、TEM試料作製方法を習得した。また、目的であった表面近傍の組織観察に必要な試料表面の保護方法や試料への損傷を抑えるための適切なビーム強度設定の仕方等を学び、今後のTEM試料作製に役立つ知識を得ることができた。Fig. 1には作製したTEM試料のSEM像を示す。</p> <p>TEM実習では、試料ホルダーへの試料の取り付けから観察（明視野像、暗視野像、電子回折パターン）及び走査透過電子顕微鏡（STEM）モードでの元素分析（EDS, EELS）までの一連の操作実習を行い、TEMの基礎操作方法を習得した。同実習では、Fig. 2に示すように表面近傍に柱状の組織と微細組織が観察され、この部分に対しSTEMによる元素分析を行った。Fig. 3に示した分析視野のSTEM像とEDSマッピング像からTi合金試料の表面に酸素、中間層に窒素が濃化している事が明瞭に確認された。</p> |

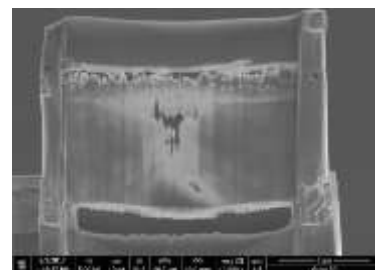


Fig. 1 作製したTEM試料

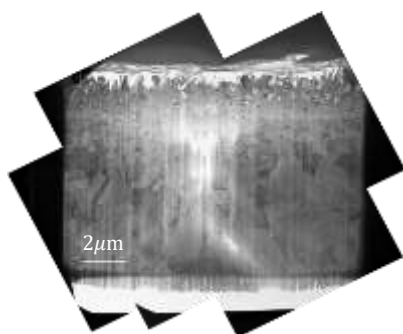


Fig. 2 作製した試料の明視野像

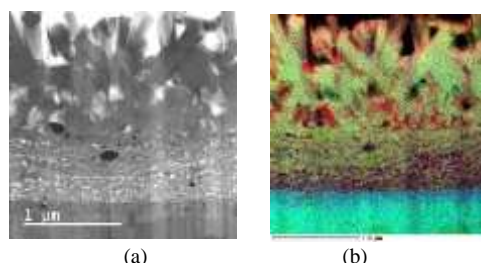


Fig. 3 元素分析結果 (a) STEM像 (明視野像), (b) EDSマッピング像 (Ti (緑), O (赤), N (青) 重ね合わせ)

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|---|
| 所属・学年 | 徳島大学大学院 先端技術科学教育部 修士1年 |
| 研修テーマ | FIBによる電顕試料作製とTEMによる観察・分析 |
| 研修先 | 東北大学金属材料研究所, 東北大学先端電子顕微鏡センター, 東北大学ナノテク融合技術支援センター |
| 受入担当者 | 今野豊彦様, 西嶋雅彦様, 嶋田雄介様 |
| 研修期間 | 8/1(火)~8/4(金) |
| 研修内容 | 8/1(火) TEM 講義 8/2(水) FIB 実習 8/3(木) 午前 FIB 実習(前日分合わせ試料3つ作製), 午後 TEM 実習 8/4(金) TEM 実習 |
| 研修の成果等 | <p>今野教授による TEM の講義では電子顕微鏡の原理から材料の基礎について包括した講義をいただき貴重な知識を得ることができた。</p> <p>FIB 実習では, リデポの除去方法, 薄片化の手順などについて, 今後活かせる知識と経験を得た。FIB 操作, 試料作製に関して, 学外で話を聞く機会がないため, 研修中に先生方からの話を聞くことができたのは大変重要だった。</p> <p>FIB 実習で使用した試料は, プログラム参加者から提供していただいた Ti 合金系(金属)のものであり, ダイヤモンド(絶縁体)しか加工したことがなかった私にとって, 他の材料に触れられる貴重な機会となった。加工時間や加工電流などの違いを実感することができたことがその例である。</p> <p>TEM 実習では, 普段は技術職員が基本操作を行い, 学生は写真撮影を行うのみだったので, 実習を通じ技術職員が行っていた操作がどういうものだったのか理解することができると共に良い経験となった。研修以外の時間はプログラム参加者とともに食事や休憩の時間などで, 学業や私生活の話を通し, 交流を深めることができた。</p> <p>研修後の成果発表会では他の研修プログラム参加者の発表を聞くことで, スライド作り, ポスターのまとめ方など, 自分には足りない発表技術を吸収することができた。</p> <p>研修, 成果発表全体を通して, 今後活かせる技術だけでなく, 多くの参加者との人脈を形成することができたので非常に有意義な時間を過ごすことができた。</p> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|---|
| 所属・学年 | 大阪市立大学 修士一年生 |
| 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29年8月29日～8月31日 |
| 研修内容 | <ul style="list-style-type: none"> ・表面科学に関する講義 ・走査型トンネル顕微鏡 (STM) の原理や真空装置についての講義 ・STM 探針の作製 ・Si(111)、Au(111) 表面の清浄化 ・Si(111)、Au(111) 表面の STM 観察 |
| 研修の成果等 | <p>私は専攻研究として、半導体ナノ粒子の作製とその光学特性に関する研究を行っている。今回の研修で、普段は触れる機会の少ない表面科学の知見を得る事が出来、非常に有意義であったと感じている。</p> <p>具体的には、STM 装置の原理、STM 測定に使用する探針の作製方法とその評価方法、STM 測定を行うサンプルに求められる条件、STM 測定結果に対する考察について学んだ。</p> <p>図1は今回測定を行った Si(111)表面の STM 像を示している。原子一つ一つを区別出来るほど高分解能での測定を行う事に成功した。</p> <p>今回の研修で、STM を実際に扱いながら、ホスト研究者である鷺坂先生に丁寧にご指導頂いたので、STM について深く理解する事が出来た。現在私は、半導体ナノ粒子の作製とその光学特性に関する研究を行っているが、今回研修で学んだ STM に関する知見を活かして、自分の研究の幅を広げていきたいと考えている。</p> <p>また今回、私が作製している半導体ナノ粒子のサンプルを測定する相談もたくさんさせていただいた。表面科学の観点からサンプルに要求される条件などについてのご意見を頂く事が出来て、非常に貴重な経験となった。研修期間中、自身で持ち込んだ半導体ナノ粒子のサンプルで AFM を測定していただき、その結果についてご意見を頂く事が出来た事も非常に良かった。</p> |

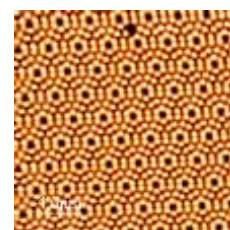


図1、Si(111)面の STM 像

平成29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 博士後期課程2年 |
| 研修テーマ | 時間分解分光 |
| 研修先 | 産業技術総合研究所 分析標準研究部門 |
| 受入担当者 | 松崎 弘幸 様 |
| 研修期間 | 2017年8月1日(火)~8月3日(木) |
| 研修内容 | <p>本プログラムでは、産総研の公開装置であるレーザー時間分解発光測定および過渡吸収分光測定装置を用いて実験を行い、時間分解分光測定技術の一部を習得すること目的とし、以下の研修を行った。</p> <p>1日目：時間分解発光測定と過渡吸収分光測定の概要の説明 ナノ秒蛍光寿命測定の実習</p> <p>2日目：ピコ秒発光寿命測定の実習</p> <p>3日目：フェムト秒過渡吸収分光測定の実習</p> |
| 研修の成果等 | <p>本研修では、研修者が大学院での研究で用いているπ共役系オリゴマー(BP2T)の真空蒸着膜(膜厚：200 nm)を測定試料とした。</p> <p>ナノ秒可視-近赤外蛍光寿命計測装置を用いて取得した、波長 550 nm における発光強度の時間変化から、発光成分の時定数は 1.1 ns と見積もられ、この発光寿命のオーダーから蛍光が観測されたことが分かった。</p> <p>また、より高い時間分解能で測定可能なピコ秒蛍光寿命計測装置を用いて取得したストリーク像から、BP2T 薄膜の 0-1, 0-2 の振動を伴ったπ-π^*遷移に対応すると考えられる発光ピークが観測され、得られた発光時間プロファイルは、ナノ秒蛍光寿命測定と同程度の蛍光寿命を得た。</p> <p>さらに、ピコ秒可視-近赤外過渡吸収分光測定では、検出波長 700 nm における過渡吸収信号(ΔAbs)の時間変化は速い発光成分の時定数は、2 ps 程度、遅延発光成分の時定数は 117 ps 程度であることが分かった。</p> <p>以上のことから、レーザー時間分解発光測定および過渡吸収分光測定によるデータを取得できたこととともに、自身の研究分野と少し異なる研究者との交流により、視野を広げることができ、有意義な研修でした。今後は、この分子量末端に置換基を導入した材料や単結晶試料での測定を行い、置換基や結晶性が励起状態に及ぼす影響や、高密度励起下での誘導放出における励起・緩和状態について議論したいと考えている。最後に、本研修でお世話になりました、産業技術総合研究所分析計測標準部門の松崎様、岡林様、ならびに物質・材料研究機構ナノテクノロジープラットフォームセンターの奥村様、文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム関係者の皆様に厚く御礼申し上げます。</p> |

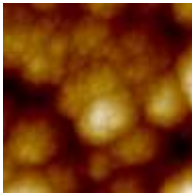

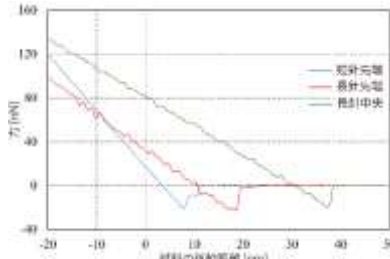
平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 徳島大学大学院先端技術科学教育部システム創生工学専攻光システムコース M1 |
| 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（産業技術総合研究所/微細構造解析 PF） |
| 研修期間 | 2017年 8月1日～8月3日 |
| 研修内容 | <p>8/1 ナノ秒時間分解蛍光測定の説明及び実習</p> <p>8/2 ピコ秒時間分解発光測定の説明及び実習 ナノ秒過渡吸収分光測定の説明及び実習</p> <p>8/3 フェムト秒過渡吸収分光測定の説明及び実習</p> |
| 研修の成果等 | <p>1 日目には持ち込み試料として四種類の有機薄膜太陽電池(1.活性層:電解重合ポリチオフェン、2.活性層:P3HT、3.活性層:P3HT 光劣化後、4.活性層:P3HT 熱劣化後)を用いてナノ秒時間分解蛍光測定を行い、蛍光寿命を求めた。測定の結果、どの太陽電池も短い蛍光寿命となり電荷分離が起こっていることが分かった。</p> <p>また、活性層:P3HTの方が活性層:電解重合ポリチオフェンより蛍光寿命が短いことが分かり、劣化させる前よりも光や熱で劣化させた方が蛍光寿命が長くなることも分かった。</p> <p>2 日目にはピコ秒時間分解発光測定とナノ秒過渡吸収分光測定を同じ試料を用いて行った。ピコ秒時間分解発光測定を行ったところ、持ち込んだ太陽電池の発光寿命があまりにも短かったため正確なデータが得られなかった。また、ナノ秒過渡吸収分光測定は装置の不具合のため測定ができず翌日に持ち越された。</p> <p>3 日目にはフェムト秒過渡吸収分光測定は大学にも同じ装置があるので測定は行わず、ナノ秒過渡吸収分光測定の装置の修復を待ったが、結局時間内に装置が直らず測定を行えなかった。</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、今後の実験を行う上で非常に有意義な知識を得ることができた。一つ残念なこととして、ナノ秒過渡吸収分光測定が出来なかったことである。また、機会があれば測定を行いたいと思う。そして得られた成果を活かし、自分の研究内容をより深いものにしていきたいと思う。</p> |

平成29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 | 京都工芸繊維大学大学院 工芸科学研究科 機能物質化学専攻 M2 |
| 研修テーマ | 低速陽電子ビームによる欠陥評価法 |
| 研修先 | 国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター 分析計測標準研究部門 X線・陽電子計測研究グループ |
| 受入担当者 | オローク・ブライアン 様 |
| 研修期間 | 8月8日～10日 |
| 研修内容 | 陽電子とは何か、陽電子の性質、陽電子の発生方法、陽電子を用いた欠陥評価の原理、陽電子を低速化する技術、陽電子をビーム化する技術、陽電子ビームをパルス化する技術、これからの課題、などについて講義を受けた。実習として、簡易型欠陥評価用陽電子寿命測定装置で試料の欠陥を評価した。また、電子銃、加速器、パルス化装置、ターゲット金属などから成る、電子加速器ベース陽電子発生装置を見学し、陽電子の発生方法・輸送方法について説明を受け、質疑した。 |
| 研修の成果等 | <p>陽電子という馴染みの無かった素粒子の存在を知り、その性質を学ぶことができた。陽電子はピコ秒～ナノ秒オーダーの寿命しかなく、人間の時間感覚ではとらえることができない短時間のスケールでしか存在できないが、それを実際に発生させ、寿命を測定している光景を目の当たりにして、技術の高さと共に工夫の大事さを再認識した。陽電子を多量に集めて良質なビームにすることは困難であるが、装置を構成する領域1つ1つの秀逸な役割によって、見事にビーム化を可能にしていた。陽電子を用いて材料中の空孔欠陥を評価するこの手法も、陽電子の性質をうまく利用して成り立っている。この分析法は、まだそれほど社会に浸透しておらず、私の研究領域ではまったくと言っていいほど用いられていない。そのため、他の研究者が知らない斬新な分析法を学ぶことが出来たと言える。このアプローチを自身の研究に導入することで、興味深いデータが得られると期待できる。また、自分と違った学問領域をその道の専門家から学べたことは、研究における自身の視野を広げることができた。</p> <p>受け入れ研究機関は国立の研究所であり、指導者担当者の全員が研究領域の最先端にいる研究者の方々であった。その人たちと直接話して感じたことは、研究に対する姿勢や物事の理解度の高さである。誰もが、非常に論理的で包括的な説明をしてくださった。研修テーマの内容を理解することが今回の1つの目的であったが、それだけではなく、プロの研究者と実際に会話をして考え方や研究者としての姿勢を学べたことは、今後の私の研究者人生において非常に良い影響を与えると考えている。</p> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 佐賀大学大学院 工学系研究科 システム創成科学専攻 博士後期課程2年 |
| 研修テーマ | 走査型プローブ顕微鏡(SPM)の原理と実環境ナノ物性計測 |
| 研修先 | 産業技術総合研究所 |
| 受入担当者 | 井藤 浩志, 七里 元春, 青山 保之, 本田 暁紀 |
| 研修期間 | 平成29年7月31日～8月4日(5日間) |
| 研修内容 | <p>【前半：AFMの動作原理，基本技術の習得】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・AFMの歴史や動作原理についての講義 ・カンチレバーの長さやレーザー照射位置による感度係数評価 ・カンチレバーのバネ定数の測定方法や各手法の特徴の評価 <p>【後半：持参サンプルの測定】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・DFMを用いて，標準サンプル(PA01)の測定および探針形状評価 ・DFMを用いて，持参サンプル(CrAlN膜)の断面，表面計測 |
| 研修の成果等 | <p>【カンチレバーの感度係数の評価】</p> <p>フォースカーブの傾きから感度係数を評価し，長さやレーザー照射位置で生じる感度係数の違いを理解した。</p> <p>【カンチレバーのバネ定数の算出】</p> <p>Dimensional法，標準カンチレバー法，サーマル法，Sader法の4つの手法によるバネ定数算出方法を学んだ。また，手法による違いを理解した。</p> <p>【DFMによる探針形状評価】</p> <p>DFMの仕組みを理解し，標準試料(PA01)を測定することにより，カンチレバーの短針形状の評価を実施した。針がダブルチップになる失敗も起こったが，失敗を経験することで，より深く原理を理解することができた。</p> <p>【DFMによる持参サンプル測定】</p> <p>持参サンプル(CrAlN膜)をDFMにより測定し，断面および表面形状を観察することができた。観察結果から，クラスターや微結晶化を確認することができ，ナノレベル領域での知見を得ることができた。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>図2.CrAlN膜表面観察</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図3.CrAlN膜断面観察</p> </div> </div> <div style="text-align: right; margin-top: 10px;">  <p>図1.各条件でのフォースカーブ</p> </div> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| 所属・学年 | 大阪市立大学大学院工学研究科電子情報系専攻 D1 | | | | | | | | |
|----------------------|---|------|-----------|--------------|--------|----------------------|--------------|-----------|------|
| 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/微細構造解析 PF | | | | | | | | |
| 受入担当者 | 井藤 浩志 | | | | | | | | |
| 研修期間 | 2017年7月31日～8月4日 | | | | | | | | |
| 研修内容 | <ul style="list-style-type: none"> ・走査型プローブ顕微鏡(SPM)の動作原理の理解【座学】 ・SPM像の取得に必要な基本的な物性の計測手法の理解と実践 <ul style="list-style-type: none"> ーレーザー反射光の検出感度測定(フォースカーブ測定) ーばね定数測定(Reference法/Sader法/Thermal法/Dimensional法) ・ダイナミックフォースモード(DFM)像の取得と針の形状の評価 ・ケルビンプローブフォース顕微鏡(KPFM)による表面電位の測定 <p>【その他】 大学での研究内容の紹介</p> | | | | | | | | |
| 研修の成果等 | <p>得られた成果として、①SPM法の基本的原理を十分に理解、②SPMの動作原理を意識した装置の使い方を会得、③データの基本的な見方を会得、出来たことを取り上げる。実験成果は図1～図3に纏めた。図1は、基本的物性の中でもハイライトである、異なる手法によるばね定数の測定結果であり、図2は、標準試料であるPA01試料のDFM像、図3はKPFMを用いて測定した、半導体素子の1つであるS-RAM試料の表面形状と電位計測の結果である。ばね定数の測定では、各理論に関して、真空か大気かなど、どういう仮定で構成されているかに注意を払うことで、実験結果を丁寧に解釈することを行った。特に勉強になった点として、針の評価において気をつける点が多く、また、今日のSPM技術が針の評価を基盤として成り立っている、ということ挙げたい。これらの実験結果は、担当の井藤先生及び、研修先の研究員の方にご指導頂きながら取得することができた。本研修内容は、今後、自身が博士課程の研究や、次の進路先で研究を行う上で貴重な体験となった。今回の研修で学べた内容を自分自身の研究テーマに活かしていきたい。</p> <table border="1" data-bbox="890 1122 1388 1256"> <thead> <tr> <th>測定方法</th> <th>ばね定数[N/m]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>①Reference測定</td> <td>2.0043</td> </tr> <tr> <td>②Dimensional法③Sader法</td> <td>1.468 / 3.32</td> </tr> <tr> <td>④Thermal法</td> <td>1.47</td> </tr> </tbody> </table> <p>図1. 異なる手法によるばね定数の測定結果</p> <p>図2. PA01試料のDFM像</p> <p>図3. KPFMによる測定結果(左)表面形状(右)表面電位像</p> | 測定方法 | ばね定数[N/m] | ①Reference測定 | 2.0043 | ②Dimensional法③Sader法 | 1.468 / 3.32 | ④Thermal法 | 1.47 |
| 測定方法 | ばね定数[N/m] | | | | | | | | |
| ①Reference測定 | 2.0043 | | | | | | | | |
| ②Dimensional法③Sader法 | 1.468 / 3.32 | | | | | | | | |
| ④Thermal法 | 1.47 | | | | | | | | |

平成29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 | 山形大学大学院 博士課程前期1年 |
| 研修テーマ | No.11「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 | 平成29年7月31日～8月4日 |
| 研修内容 | TEM について基礎から応用まで習得するため、JEM-1400・JEM-2100F を使用した TEM 操作実習を行い、TEM 操作・観察の技術を習得する。一日目：TEM からどんなデータが得られるのか解説、TEM の原理と構造、試料作製法、ネガティブ染色。二日目：作製した試料で TEM 撮影。三日目：照射系軸合わせ、結像系軸合わせ。四日目：結晶方位調整、制限視野電子回折。制限視野電子回折法、ナノビーム電子回折法、明暗視野像法、高分解能像法。五日目：基本操作、応用操作、各自持ち寄ったサンプルを用いて TEM 画像の撮影。 |
| 研修の成果等 | <p>学生研修一日目では、TEM の原理と構造について座学を行った後、JEM1400 を用いて、倍率や明るさ、撮影方法など TEM の操作の基本的な実習を行った。</p> <p>二日目では、マイクログリッドのタイプや親水化処理について座学した後、TEM の試料作製として、酢酸ガドリニウム、酢酸ウランを染料として用い、picsome のネガティブ染色を行った。その後、JEM1400 にて操作実習として同サンプルの TEM 画像の撮影を行った。これにより、アンダーフォーカス、オーバーフォーカスなどの焦点による画像の変化や染色による TEM 撮影の理解を深めた。</p> <p>三日目では、照射系・結像系といった TEM の装置に関する座学を行った後、カーボングラファイトをサンプルとし、軸合わせの操作として、電圧軸補正・非点補正の結像系の軸合わせ等を行った。このとき、TEM 装置として JEM-2100F を用い、電圧軸調整、非点補正を行い、倍率 40 万倍で TEM 画像の撮影を行った。これにより、高分解の TEM の操作技術を実習した。また、JEM1400 にてフィラメント像の調整を行うことで照射系の軸合わせを学ぶに至った。</p> <p>四日目では、シリコンや、塩化ナトリウム上の銀に金をエピタキシャル成長させた試料を用いて、電子回折像を得るとともに、同サンプルにて明視野像・暗視野像の撮影し、電子回折像と明暗視野像による解析法を実習した。</p> <p>五日目では、持ち寄った半導体ナノ結晶であるオレイン酸キャップされた PbS 量子ドットを JEM-1400、JEM-2100F で観察し、5 万倍、10 万倍、40 万倍で TEM 画像を得た。それにより、合成した PbS 量子ドットが凝集しておらず、ナノ結晶として存在していることを確認した。</p> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|---|
| 所属・学年 | 神奈川工科大学 応用バイオ科学部 応用バイオ化学科 ・ 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（東京都文京区弥生二丁目 11 番 16 号） |
| 受入担当者 | 保志 一 |
| 研修期間 | 平成 29 年 7 月 31 日～平成 29 年 8 月 4 日 |
| 研修内容 | <p>1 日目 装置見学、原理・構造の学習、基本操作実習</p> <p>2 日目 試料作製～観察</p> <p>3 日目 軸合わせ、非点補正</p> <p>4 日目 結晶方位調整、制限視野電子回析、ナノビーム電子回析</p> <p>5 日目 各自試料の観察</p> |
| 研修の成果等 | <p>TEM によってどのような情報が得られるかを、原理、構造と共に学んだ。また、目的別の試料作製法についても学び、今回の実習ではナノカプセルを酢酸ウラニル、三酢酸ガドリニウムの 2 種によりネガティブ染色し、染色剤による観え方の違いを確認した。原理、構造について講義を受けたのちに、JEM-1400 を使用して一連の基本操作（試料交換～データ取得）の実習を行った。基本操作を繰り返し行うことで操作を覚え、さらに原理を深く理解するために実習の中で説明を受けながら、照射系、結像系の軸合わせ、非点補正を行った。また、JEM-2100F を使用した高分解能法による観察を行った。応用としてシリコンの構造観察を通して結晶方位の調整や、カーボングラファイトの観察を通して電子回析を行った。最終日には復習として、粉体物質や金属など異なる物質の観察を通し、試料別の観察法の選択や、注意点について学んだ。</p> <p>これまでは、外部に観察画像を依頼していたが、初めて自分の操作で試料を観察することができ、良い刺激になった。今回学んだ技術により、自身の試料を今後も観察できるよう、復習し、スキルをさらに確実なものにしていきたい。また、試料作製の際のバッファーや染色剤の条件についても検討できるよう、試料であるタンパク質の性質についてもさらに理解を深めていきたい。</p> |

平成29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・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 |
| 受入担当者 | 保志 一 |
| 研修期間 | 7/31(月)～8/4(金) |
| 研修内容 | <p>1 日目：TEM で得られる情報，簡単な原理と構造，試料の出し入れの方法，観察している範囲の画像の取得方法</p> <p>2 日目：試料の出し入れの仕方・画像取得方法の復習，TEM で観察する試料の作製，作成した試料の観察・画像の取得</p> <p>3 日目：制限視野電子回折法，電圧軸補正，非点補正，結晶方位の合わせ方</p> <p>4 日目：制限視野電子回折法・非点補正・結晶方位の復習，高分解能法，明視野像・暗視野像法</p> <p>5 日目：自分の試料を作成・観察および分析</p> |
| 研修の成果等 | <p>私の研究テーマは新規金属水素化物を合成することです。目標としていた水素化物ができたかどうかを評価する方法として放射光 X 線回折を利用しています。この評価方法と相補的な情報が得られる TEM に興味があり、この研修に参加しました。</p> <p>研修の初日から TEM で得られる情報にはどのようなものがあるか、原理や構造はどうなっているかなど、座学を通して学ぶことができました。これにより、入射電子と試料間の相互作用によって得られる信号の違いのため、さまざまな解析が行えることが分かりました。特に、制限視野電子回折法によって電子回折を得る範囲を限定することができる点は、私が合成したものに未知物質が存在するかどうか評価する方法として有用であることが分かり、今後利用していきたいと考えました。</p> <p>研修時間の多くは実際に自分の手で TEM を操作する時間でした。TEM を操作する方法は、想像していたよりも複雑でしたが、5 日間の研修を通して、何度も繰り返し練習をしたことによって基本的な操作方法を習得することができました。</p> <p>最終日には、自分で持ち込んだ試料を観察する機会がありました。しかし、試料の量が少なかったこと、試料が厚かったことから TEM で観察することが困難でした。今回の失敗から、「試料を多く作ること。」「試料の厚さを薄くすること。」に気をつけていきたいと考えました。そして、合成した試料の測定に TEM を利用していきたいと思えます。</p> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 大阪市立大学大学院工学研究科 D1 |
| 研修テーマ | 電子顕微鏡の基礎講習と実技講習 |
| 研修先 | 名古屋大学超高压電子顕微鏡施設 |
| 受入担当者 | 山本 剛久 |
| 研修期間 | 平成29年8月8日～8月10日 |
| 研修内容 | 内容は、透過型電子顕微鏡の構造や利用原理、応用例に関する基礎講習と、実際に試料を用いて顕微鏡の操作方法を学ぶ実技講習から構成された。特に、電子顕微鏡の仕組みについては詳しく解説され、分解能が色収差（波長）・球面収差・回折収差によって決まること、顕微鏡は照射系レンズ・拡大系レンズ・対物系から成ることを学んだ。実技講習では学生の持ち込みサンプルを JEM-2100F や JEM-ARM 200F で観察した。STEM モードや回折モード、EDS 測定の方法を学び、軸・フォーカスの調整方法を重点的に習得した。 |
| 研修の成果等 | 自身の研究テーマは「高濃度勾配を有する Ni-Cu 合金薄膜の電気めっき法を用いた作製」で、電気めっきした合金がもつ微細構造に興味があった。合金内部の結晶粒や転位、濃度勾配を観察するためには、どうしても透過型電子顕微鏡を用いた観察技術が必要であった。そのような目的意識のもと、得られた研修成果のひとつは、まず、転位の観察方法である。金属結晶内に存在する転位を観察するためには、適切な方位へ観察方向を調節しなければならないことが分かった。FCC 金属の転位線は (111) 上に存在するが、この場合 $[\bar{1}\bar{1}0]$ を入射方位に合わせると等価な (111) 上のほとんどの転位を観察できる。方位の調節方法はディフラクションモードで菊池線を観察しながら、試料を傾斜させ晶帯軸を合わせればよい。二つ目は TEM 像の解釈についてである。像の解釈方法は、検出器の選び方で大きく異なる。例えば、LAADF-STEM モードは、検出角度範囲を低角に設定しており、試料中の歪場に起因する散漫散乱の影響が現れるため、淡い白いコントラストで結像される。実際に、自身の試料を観察するとそのようなコントラストが見られたことから、内部にひずみが多く含まれていることが示唆された。またこのことは、試料結晶に湾曲があると現れるベンドコンターと呼ばれる縞模様とも関連があると考えられる。このように、TEM によってひずみの存在をも確認することができた。成果の三つ目は EDX 解析の方法である。STEM モードで非弾性散乱電子を捉えることで、元素分析が可能となる。このような手法も研修で正しく理解することができた。これら TEM 観察は、試料を適切に作製して初めて行うことができる。良い観察のためには、まず良い試料作りを心がける必要があることを教訓として得られたことも、研修成果のひとつである。 |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 神奈川工科大学大学院 工学研究科 応用化学・バイオサイエンス専攻 博士前期課程1年 |
| 研修テーマ | 電子顕微鏡の基礎講習と実技講習 |
| 研修先 | 名古屋大学 |
| 受入担当者 | 山本 剛久先生 |
| 研修期間 | 平成29年8月8日～平成29年8月10日 |
| 研修内容 | <p>本研修は、講義を通して、基礎的な知識を得て、また、電子顕微鏡を実際に使用して、電子顕微鏡の操作、基礎技術を習得することを目的とした。</p> <p>8月8日：Siを電子顕微鏡（JEM-2100F/HK）にて観察。結晶方位の合わせ方と転位観察、STEM-EDS 元素分析を実施。</p> <p>8月9日：電子顕微鏡の分析方法についての講義、収差補正電子顕微鏡（JEM-ARM 200F）で酸化亜鉛や銅メッキ加工サンプルを用いた、超高分解能TEM-STEM 観察、STEM-EELS 分析。生物試料のネガティブ染色を実施。</p> <p>8月10日：参加者のサンプルの観察</p> |
| 研修の成果等 | <p>普段、シャペロニンと言うタンパク質の反応機構の解明を目指し、研究をしている。実験は、生化学的な分析から考えることが多いが、電子顕微鏡を用いることで、実際に可視化することができる。自分のサンプルを観察できるようになりたいと思い、本研修に参加した。</p> <p>TEMの基礎を座学と実践から学ぶことができた。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・Siを観察し、結晶方位の合わせ方と転位観察を行うことができた。 ・EDS分析では、元素の分布パターンや割合を観察できた。 ・ARMでは、ナノ粒子を観察し、微細な構造を見ることができた。 ・生物試料を用いて、ネガティブ染色を行い、電顕画像を得ることができた。 <p>施設見学では、センター内の様々な顕微鏡を見させて頂いた。超高圧電子顕微鏡は、そのスケールの大きさに圧倒された。普段目にするのことができないものを見ることができ、自分の視野の広がりを感じた。</p> <p>TEMを今まで使用したことが無かったが、密度が濃い研修のお陰で、今後、TEMを使用する時に繋がる有意義な機会になった。</p> |

平成29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博士後期課程1年 |
| 研修テーマ | 透過電子顕微鏡法による材料微細構造解析 |
| 研修先 | 大阪大学 |
| 受入担当者 | 保田 英洋 |
| 研修期間 | 8月2日-8月4日(3日間) |
| 研修内容 | <p>透過電子顕微鏡 (TEM) に関して大別して「理論の学習」と「実技」の2種類の研修を行った。理論では半日にわたって講義を受けることで、TEMの原理から画像の解釈の仕方まで幅広い知識を得た。実技にあたる後半の2日間では、観察する試料の調製に始まり、実際のTEM観察や構造の解析に至るまで、さまざまな技術を身につけた。なお、本研修では、私の研究で使用している触媒を試料にして実技を行った。</p> |
| 研修の成果等 | <p>TEMに関して全くの素人であった私が3日間の研修を通して、基本的な知識観察技術を身につけることができた。また、自身の触媒のTEM観察を行ったことで、以下に示す学術的知見を得ることができた。</p> <p>私の所属する研究グループにより、結晶性のアルミノシリケートであるゼオライトの中でも、MFI型の結晶構造を有するZSM-5ゼオライトにCoを担持したCo/ZSM-5がメタンによるベンゼンのメチル化反応に触媒活性を示すことがわかっている。また、Coの担持量を変化させた場合、3.3 wt% (ZSM-5中のSi/Al = 11.5の場合)で最も高活性になり、9.9 wt%では活性が低下することもわかっており、今回は主にこの2種類の触媒についてTEM観察を行った。3.3wt%のCo/ZSM-5のTEM像では、担体であるNH₄-ZSM-5の像と同じ形状の像しか見えず、Co種の粒子はほぼ確認できなかった(極一部分には凝集体が存在していたが、これはTEM観察用の試料調製時に、触媒をエタノール溶液中に分散させたことが影響している可能性がある)。しかし、その部分の元素分析を行ったところ、Coが検出されたため、Coが担体に担持されていることに加え、担体上での分散度が非常に高いことが示唆された。一方、9.9 wt%のTEM像では、担体上にCoの凝集体と思われる粒子が見られた他、ZSM-5とは異なるロッド状の大きな粒子も見られた。ロッド状の粒子は、構造解析と元素分析を行うことで、fcc型のCoOということもわかった。以上、活性な3.3 wt%ではCo種が分散しており、不活性な9.9 wt%ではCo種が凝集していたことから、MFI型ゼオライトに担持された分散度の高いCo種がメタンによるベンゼンのメチル化反応に対する活性種であると考えられる。</p> |

平成29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・博士後期課程1年 |
| 研修テーマ | 表面光電子分光 |
| 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28日～8月1日 |
| 研修内容 | <p>兵庫県の播磨科学公園都市にある世界最高性能の放射光を生み出すことができる大型放射光施設 SPring-8 の BL23SU にて、放射光軟X線を用いる放射光光電子分光分析装置を使用した材料表面の化学状態分析法の基礎を習得した。</p> <p>講義のなかでは、表面の化学を学び、材料表面を知ることの必要性・技術進歩の展望を学び、また実験室規模の XPS と比較し、SPring-8 の放射光分光分析装置の利点を学んだ。現場では、43 時間マシンタイムの中で、実際のユーザーさんの分析を見学させて頂きながら、その原理や操作方法を習得し、実際に Si 半導体標準試料分析の操作を行った。</p> |
| 研修の成果等 | <p>現場におけるマシンタイムの中で、様々な条件下で Si 単結晶標準試料の表面分析を行わせていただいた。その中から、①～④の4つの測定条件下における O 1s および Si 2p のピーク比較グラフを記載する。</p> <p>①標準試料ブランク $h\nu = 680\text{eV}$ = 表面汚れ (CO₂) 由来のピーク ②フラッシング (1000°C, 10 秒) = O 1s ピーク消滅、汚れの除去 ③O₂ ガス流入 = O 1s ピーク再出現、酸化反応が起こったことを意味する ④角度変更 (テイクオフ 20°) = より表面上層の化学結合状態を観察</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>O 1s</p> </div> <div style="text-align: center;"> <p>Si 2p</p> </div> </div> <p>放射光を用いることにより、X線発生装置から得られる光に比べ10億倍の明るさが得られる。その結果、本装置は高感度（高分解能）、高輝度（高精度の情報取得）における表面分析が可能となり、さらに超高真空下で、エネルギー可変、角度可変、O₂ ガス等を流入した際のリアルタイムの試料表面の原子の化学情報が取得できた。今後の更なる材料・ナノテクノロジー分野の発展には、「表面状態・表面の化学」を知ることが鍵となっており、本装置の技術進歩に期待したい。</p> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|---|
| 所属・学年 | 東京理科大学 理学部第一部 応用物理学科 4年 |
| 研修テーマ | 表面光電子分光 |
| 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 | 2017年7月29日～8月1日 |
| 研修内容 | <p>表面光電子分光の基礎を習得することを目的として、以下の内容の研修を行った。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・表面化学、光電子分光についての講義 ・Spring-8 構内および実験装置類の見学 ・外部研究機関から来た研究グループの光電子分光測定の見学 ・Si 結晶(111)試料を用いた光電子分光の測定実習 ・得られた測定データの考察、まとめの講義 |
| 研修の成果等 | <p>測定実習の前に座学で表面化学の講義を受けた。物質の表面や界面が、様々な研究分野やその応用技術において重要な機能を生み出す舞台となることを学んだ。表面の状態について詳しく調べることの重要性を知ることで、表面光電子分光の役割や有用性、また、放射光を用いる利点などを明確にすることができた。</p> <p>今回の実習では、Spring-8 の軟 X 線放射光(ビームライン: BL23SU)を用いた表面光電子分光により、Si 単結晶(111)表面の電子状態を測定した。熱処理の前と後でそれぞれ測定を行い、酸化状態の違いによってスペクトルにどのような変化が起きるのか(ケミカルシフト)、また、表面敏感測定により、特に表面近傍の部分を選択的に調べられることなどを確認した。また、リアルタイム測定によって酸化とともにスペクトルが徐々に変化していく様子なども観察できた。</p> <p>実習を通して、測定技術、データの見方や解析によって得られる情報など、光電子分光についての一般的な知識や技術を学ぶことができた。また、試料として用いた Si(111)表面の酸化過程に関する知識も深めることができた。</p> <p>最後に、単に知識や技術だけでなく、Si(111)表面を調べる意義や背景について学ぶことで、知りたいという要求から理学が始まり、測定技術が育てられていくことに気づかされた。そういった見方を純粹に面白いと感じ、また一つ、科学を楽しむための新たな視点が得られたということも、今回の研修を通して得られた成果の一つである。</p> |

平成29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 | 秋田大学理工学部 4年 |
| 研修テーマ | 高温高圧法による新規物質合成 |
| 研修先 | 量子科学研究機構 |
| 受入担当者 | 齋藤寛之 |
| 研修期間 | 9/11~9/15 |
| 研修内容 研修の成果等 | <p>高温・高圧下での、金属水素化実験を通して、高温高圧実験および XRD による試料評価の基礎を学ぶことを目的として実習を行った。</p> <p>使用した装置</p> <p>1)キュービック型マルチアンビルプレス装置</p> <p>油圧ピストンで発生した高荷重を3方向からキュービックセルに印加し、キュービックセル中心の試料位置に超高圧を発生する。この装置により実現可能な圧力は 9 GPa である。実習ではキュービックセルの中のカプセル部品・ヒータディスクの研磨、試料封入およびセルの組み立てを行った。実際に Al₂Cu, Ta+Fe₂, Ta+Cr, Mo+Mn の4種類の物質に対して加圧を行い、金属水素化実験を行った。使用した装置および加圧後のセルの写真・セルの概要を図1に示す。</p> <div data-bbox="405 1131 1332 1489" data-label="Image"> </div> <p>図1. 使用した装置及び加圧後のセル写真・セルの概要</p> <p>2)微小部 x 線回折装置</p> <p>この装置は試料の表面積が小さくても x 線回折を検出できる。装置の主要部の写真、試料ステージの写および CCD カメラの試料画像を図2に示す。</p> |



図 2. 装置の主要部の写真, 試料ステージの写および CCD カメラの試料画像

3)発生ガス分析装置

加圧した試料の微小部 x 線回折のデータを取った後の試料を, 加熱し脱水素を行った. 加熱により試料に入っていた水素が放出される。放出された水素を質量分析装置により検出した。また, 精密な天秤により加熱中の試料の重さを測定する (図 3)。



図 3. 試料ステージおよび電気炉

試料合成および評価

実習では Al_2Cu , $\text{Ta}+\text{Fe}_2$, $\text{Ta}+\text{Cr}$, $\text{Mo}+\text{Mn}$ の 4 種類の試料に対し水素化実験を行ったが, ここでは Al_2Cu について報告する。

試料カプセルに Al_2Cu を封入後, 図 4 に示す圧力温度パターンで金属水素化実験を行った。

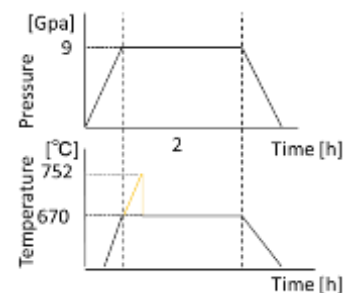


図 4. 圧力・温度パターン

その後, 発生ガス分析装置にて加熱し試料内部の水素を放出させ, ガス分析を行った。また, 試料の微小部 x 線回折を加圧前後, ガス分析後にとり, スペクトルを比較し水素化および構造変化を観察した。スペクトルを図 5 に示す。

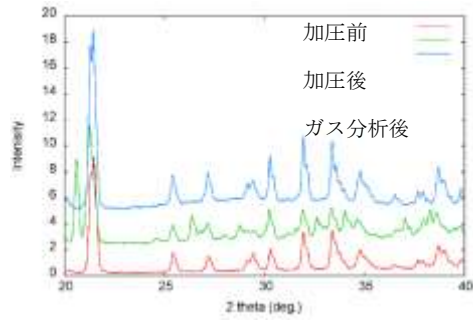



図 5. 微小部 X 線回折測定結果

図 5 より，加圧前とガス分析後のスペクトルは両者とも Al_2Cu の回折パターンであることから最終物質は出発物質である Al_2Cu に戻ったといえる．加圧後のスペクトルは Al_2CuH_x の回折パターンであることから，高温高压下で水素化し，水素化したままの物質を常圧下に回収できたといえる．

平成29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 | 慶應義塾大学理工学部物理学科3年 |
| 研修テーマ | 高温高压法による新規物質合成 |
| 研修先 | 量子ビーム科学研究部門 関西光科学研究所 放射光科学研究センター 高压・応力科学研究グループ |
| 受入担当者 | 齋藤 寛之 |
| 研修期間 | 平成29年9月11日 ~ 平成29年9月15日 |
| 研修内容 | <p>高压装置を使って最大9GPaまでの圧力を試料に加えて新規物質の合成を行いました。高压実験に必要なパーツの作製も実際に行いました。試料はAl_2Cuを使用しました。高压実験後は試料を微小部X線回折装置と熱天秤-質量分析装置を用いて評価しました。高压実験の試料をX線回折を使って分析すると水素化物ができていることが分かりました。試料を常圧で加熱すると水素の放出が検出できたので確かに水素化されていることがわかりました。</p> |
| 研修の成果等 | <p>私はまだ研究室配属されていません。研修にあたって研究とは実際にどのようなものか、興味のある物性の分野の中で物質合成の研究とはなにかを体験したいという目的がありました。その意味では実習を通して研究を具体的に行えたことは非常によい体験になりました。また、今回の実習では既知の物質だけでなく担当の先生も試したことのない試料の合成を行ったので学生実験にはない研究の高揚感を得られることができました。</p> <p>実習の内容からは試料の評価方法であったX線回折と質量分析の評価についての技術を身に付けられました。また、高压装置の使い方や高压実験のパーツ作成のスキルも身に付けられました。</p> <p>実習中はSpring8の見学も行われました。Spring8の放射光施設を使って実際にどのような実験が実施されているかについても体験できました。</p> <p>今後、私は物性物理の分野の研究をやっていきたいと考えています。物質合成の1つの方法として高温高压の物質合成法を応用させたいと考えています。</p> |

平成29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 自然科学研究科 分子科学専攻 修士2年 |
| 研修テーマ | 透過電子顕微鏡による微細構造解析法 |
| 研修先 | 九州大学 超顕微鏡解析研究センター |
| 受入担当者 | 松村 晶 |
| 研修期間 | 平成29年8月27日～9月1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の基本知識と操作法、電子回折の基礎と解析法を習得した。講義、実習(200 kVの透過電子顕微鏡を使用)、演習を行った。</p> <p>実習においては、透過電子顕微鏡を用い、酸化モリブデン(MoO_3)、アルミニウム(Al)を試料として観察した。</p> |
| 研修の成果等 | <p>講義では電子顕微鏡の原理や操作原理等について学んだ。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・光学顕微鏡と電子顕微鏡の違い ・走査電子顕微鏡(SEM)と透過電子顕微鏡(TEM)の違い ・透過電子顕微鏡の原理と構造、格部分の機能 ・物質による電子の散乱、回折 ・電子回折の基礎、透過電子顕微鏡のコントラストの成因、TEM像とSTEM像 ・持参したRbBr担持単層カーボンナノチューブの観察・XEDS分析 <p>実習でははじめにビーム確認、試料のセッティング、照射系の軸合わせ、対物絞りの挿入、試料高さの設定、結像系レンズの軸調整を行った。</p> <p>結晶構造を観察するためにMoO_3の単結晶を使用した。基本的な観察方法として明視野像(Fig.1)、暗視野像(Fig.2)、制限視野電子回折(Fig.3)というものがある。観察の際には回折パターンにおける透過波、または複数ある回折波のうちのひとつを選択した。前者では明視野像が得られ、後者では暗視野像が得られた。Fig.4と5にAlの転位を観察した結果を示す。Fig.4は111系統反射の2波励起における透過波による明視野像、Fig.5は111系統反射の3g励起における1gのウィークビーム法による暗視野像である。</p> <div style="text-align: center;">  <p>Fig.1 MoO_3(明視野像) Fig.2 MoO_3(暗視野像) Fig.3 MoO_3回折パターン Fig.4 Alの転位(明視野像) Fig.5 Alの転位(暗視野像)</p> </div> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|---|
| 所属・学年 | 広島大学理学部・B2 |
| 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 | 2017年8月28日～9月1日(5日間) |
| 研修内容 | <p>透過電子顕微鏡(TEM)の原理などの基礎知識に関して講義を受け、回折図形の解析に必要な計算の演習を行い、TEMの調整、TEMによる試料観察の実習を受けた。</p> <p>1日目: TEM原理(講義)、施設見学、TEM操作原理(講義) 2日目: TEM軸合わせ(実習)、MoO₃試料観察(実習) 3日目: Si試料観察(実習)、ミラー指数、結晶構造因子(演習) 4日目: 回折スポット、実像コントラスト(講義)、Al試料観察(実習) 5日目: 回折スポット(演習)、Al試料観察(実習)</p> |
| 研修の成果等 | <p>講義ではTEMの電子レンズの原理、収差と分解能の関係や軸調整の原理について学び、回折スポットを観察できる原理、拡大像のコントラストの原理やコントラストをつける手法について学んだ。演習では結晶面の指数付け、結晶方位の指数付けの練習を行い、多結晶の回折リング半径からカメラ定数の算出、単結晶回折スポットから入射方位の決定、回折スポットの指数付けを行った。実習ではTEM_[fig. 1]の電子レンズは電磁石であるため、試料観察の前に必要となる軸調整の手順などを学び、TEMを用いて酸化モリブデン(VI)、シリコン、アルミニウムの結晶を観察した。酸化モリブデン(VI)の結晶については対物絞りで回折波を除いて透過波のみで結像させて観察する明視野像と回折波のみで結像させて観察する暗視野像の観察を行った_[fig. 2]。シリコン、アルミニウムの結晶については明視野像を格子欠陥のコントラストをつけて観察しやすくする二波励起状態で観察し、暗視野像もシャープな格子欠陥像を得るためにウィークビーム法を用いて観察した_[fig. 3]。この研修を通じてTEMを用いた試料観察に必要な知識、技術を学ぶことができた。</p> |

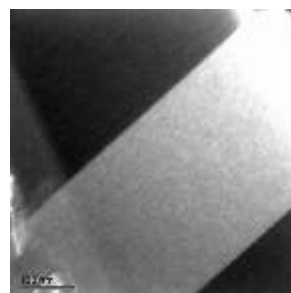
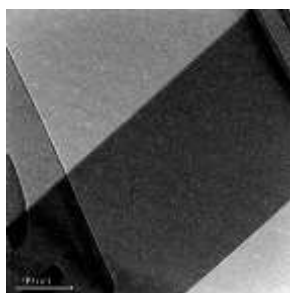


fig. 1 JEM-2000EX

fig. 2 MoO₃ 結晶 明視野像(左) 暗視野像(右)

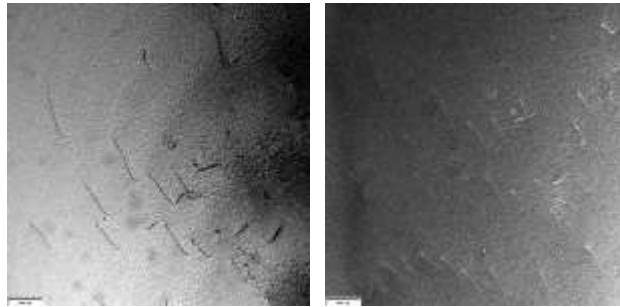
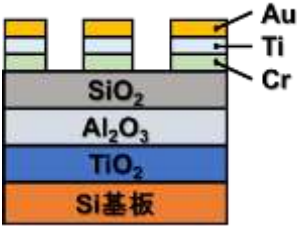


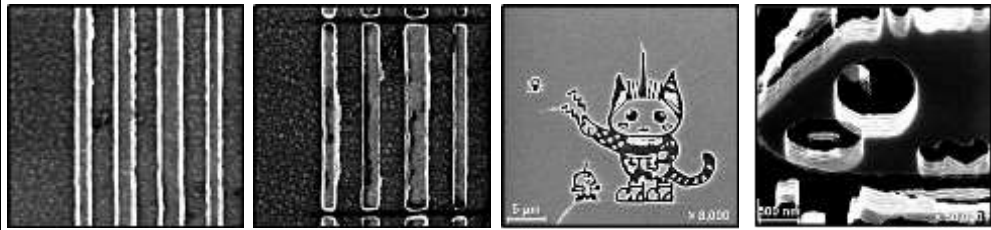
fig. 3 Al 結晶 二波励起による明視野像(左) ウィークビーム法による暗視野像(右)
(線状に見えるのが格子欠陥 (転位))

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|---|
| 所属・学年 | 北見工業大学大学院工学研究科マテリアル工学専攻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 | 北海道大学創生研究棟 |
| 受入担当者 | 笹木 敬司、柴山 環樹、松尾 保孝、アグス スパギョ |
| 研修期間 | 平成29年7月26日～8月2日 |
| 研修内容 | <p>試料作製</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ALDによる金属酸化膜の作製 ・EBリソグラフィによる微細パターンニング ・試料A：Sputteringによる金属 試料B：ICPエッチングによるエッチング <p>試料解析</p> <ul style="list-style-type: none"> ・FIB加工 ・STEM/EDXによる構造解析 |
| 研修の成果等 | <p>自身の研究に関わる部分もあり、今回の研修は非常に有益なものとなった。</p> <p>この研修を通して私が学んだことは、扱ったことのない装置を用い、試料作製から加工・解析まで一連の流れを知ることができたことである。私が今回扱った装置については座学で学んだことはあったが、実際に扱った経験はなく、今回の研修によって、座学で学んだ知識と研修によって得られた経験とを繋ぐことができた。また、本研修は約1週間と充実しており、かつ包括的な内容であるため、初心者であってもナノ構造作製と評価についての知見を得ることが可能であると感じた。</p> <p>お世話になった研究員の方々が装置の構成・原理から実験のノウハウまで細かい部分を説明してくださったため、非常に有益な知識を得ることができた。これらは決して座学では得られない知識であり、大学でこのような装置を扱うことのできない方々にとっては貴重な経験となると思う。</p> <p>今回の経験は、後の自身のキャリアを考えても非常に貴重な経験となったと感じており、私の現在の研究も金属ナノ構造を扱った発光材料についての研究を行っているので、今後も研修で得られた知見を活かして、さらに進めていきたいと思っている。</p> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| 所属・学年 | 大阪工業大学 工学研究科 電気電子・機械工学専攻 博士前期課程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 創成科学研究機構 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 受入担当者 | 笹木 敬司, 柴山 環樹, 松尾 保孝, アグス スパギョ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 研修期間 | 2017年7月26日(水)～8月2日(水) | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 研修内容 | <p>電子ビーム(EB)描画装置などの微細加工技術を実習および座学により基礎的なところから応用分野までを身に付けた。また、FIB で加工をしたのちに TEM 観察や STEM 観察, EDS 解析から元素分析を行い作製した試料の構造解析を行った。</p> <p>以下に簡単に研修日程と研修内容を示す。</p> <p>(1 日目) イントロダクション, 試料作製(ALD 成膜, EB 描画パターン作成)</p> <p>(2 日目) 試料作製(レジスト成膜, EB 描画, 現像, エッチング)</p> <p>(3 日目) 試料作製(スパッタ成膜, リフトオフ, SEM 観察)</p> <p>(4 日目) 作製した試料の FIB 加工と STEM 観察</p> <p>(5 日目) 作製した試料の STEM 観察および EDS 解析</p> <p>(6 日目) 持ち込み試料の STEM 観察および EDS 解析, 研修のまとめ</p> <p>また, 以下に研修の成果等を示す。</p> | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 研修の成果等 | <p>1 日目から 3 日目にかけて構造解析を行うための試料を作製した。基板処理を行った後, ALD 装置で TiO₂, Al₂O₃, SiO₂ の 3 層を成膜した。次に, レジストを成膜し事前に設計していた Line&Space の EB 描画パターンをもとに EB 描画をし現像後にヘリコンスパッタ装置で Cr, Ti, Au の 3 層を成膜した。図 1 に作製した試料の構造を示す。</p> <div style="display: flex; justify-content: center; align-items: center;">  <table border="1" style="margin-left: 20px;"> <thead> <tr> <th>Layer</th> <th>Method</th> <th>Thickness [nm]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Au</td> <td>Sputtering</td> <td>30</td> </tr> <tr> <td>Ti</td> <td>Sputtering</td> <td>15</td> </tr> <tr> <td>Cr</td> <td>Sputtering</td> <td>30</td> </tr> <tr> <td>SiO₂</td> <td>ALD</td> <td>30</td> </tr> <tr> <td>Al₂O₃</td> <td>ALD</td> <td>30</td> </tr> <tr> <td>TiO₂</td> <td>ALD</td> <td>30</td> </tr> </tbody> </table> </div> <p style="text-align: center;">図 1 試料構造。</p> <p>また, 上の試料とは別でボッシュプロセスによるパターン形成を行った試料を作製した。2 つの試料を作製し SEM 観察を行った結果を図 2 に示す。SEM 観察から Line&Space のパターンやボッシュプロセスにより形成された溝などを観察できた。Line&Space の試料に関して, 表面に見られる凹凸は ALD 法による TiO₂ 成膜時に成膜温度が高く結晶化が起こり生成された凹凸だと考えられる。</p> | Layer | Method | Thickness [nm] | Au | Sputtering | 30 | Ti | Sputtering | 15 | Cr | Sputtering | 30 | SiO ₂ | ALD | 30 | Al ₂ O ₃ | ALD | 30 | TiO ₂ | ALD | 30 |
| Layer | Method | Thickness [nm] | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Au | Sputtering | 30 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Ti | Sputtering | 15 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Cr | Sputtering | 30 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| SiO ₂ | ALD | 30 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Al ₂ O ₃ | ALD | 30 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| TiO ₂ | ALD | 30 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

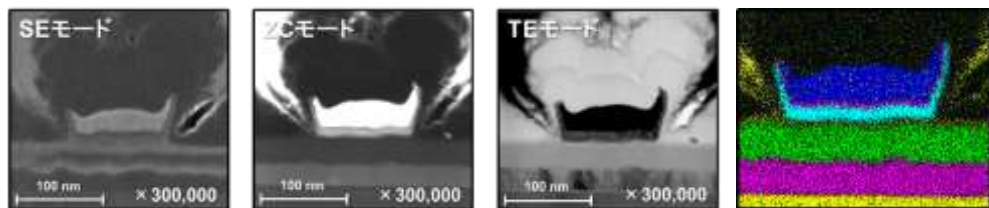


(a) Line&Space.

(b) ボッシュプロセス.

図 2 SEM 観察.

4 日目から 6 日目にかけて作製した Line&Space の試料の FIB 加工と STEM 観察による構造解析を行った。FIB 加工により試料を 100 nm 以下の薄膜に加工し STEM 観察を行った。STEM 観察では SE モード、ZC モード、TE モードの 3 種類の測定方法で観察を行い、EDS マッピングによる元素分析も行った。図 3 に STEM 観察の結果を示す。観察結果からスパッタ成膜されたものにエッジが形成されていた。これは Cr のみマグネトロンスパッタで成膜したためその際にバリが形成されたと考えられる。また、ALD で成膜された TiO_2 層が結晶化していることも分かった。



(a) SE モード

(c) ZC モード

(b) TE モード

(d) EDS マッピング

図 3 STEM 観察.

研修を通じて…

初めて学ぶ技術もあったが、自身の研究と重なっているところもありスムーズに理解することができ、微細加工技術や顕微鏡による分析手法およびナノテクノロジーを取り巻く技術・知識を学び良き経験をしました。

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 徳島大学大学院 光科学/光工学基礎研究室 |
| 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 (NIMS) |
| 受入担当者 | 竹口 雅樹 |
| 研修期間 | 9月11日～9月15日 |
| 研修内容 | デュアルビームのFIBについての指導を受け、実際に自ら装置を扱い、市販のGPUとして用いられている集積回路チップを加工し、TEM試料の作製を行った。次に透過型電子顕微鏡を用いた観察、分析手順の指導を受け、薄片をTEMによる観察、STEMによる観察を行い、HRTEMやSTEM-EDSなどといった高度な物質分析手法を実践した。 |
| 研修の成果等 | 集束イオンビーム加工装置(FIB)を用いて、集積回路チップを加工する上でTEM用薄片試料の作製には、プローブを用いた微小空間での移動やデポジションなどの高度な技術と細かい作製手順を実際に体験し、厚さ100nm以下の試料の作製に成功した。また透過型電子顕微鏡を用いた試料観察においては、結像系の軸合わせなど、難易度の高いTEMの操作を体験し実践した。電子回折により物質を分析する手法を用いて、試料における回折パターンを測定する手順を学び、分析時の留意点など学んだ。それからSTEMを用いた観察を行い、TEMとは違い暗視野像用の検出器により、重たい元素ほど明るく表されるZ-contrastが得られることから、TEMとSTEMの選択性について学んだ。次にEDSを行うことで、電子線が試料に当たると生じる特性X線を検出し対象試料の科学組成を分析する手法を行った。その結果として、集積回路チップの構成を調べ、主にトランジスタ部分と配線らしき銅部分に着目した。トランジスタの構成はCo、Poly-Si、Siとなり、銅ではSiO ₂ とCuが反応しないようにバリアメタルとしてTaが成膜されていることなど分かった。今回の実習では、経験したことのない分析手法など体験することができたことに加え、自らの知見を深められたことが一番の収穫であると感じた。 |




平成29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・博士後期課程1年 |
| 研修テーマ | シリコンウェハ真空封止接合技術と評価 |
| 研修先 | 東北大学 |
| 受入担当者 | 鈴木裕輝夫 |
| 研修期間 | 7/10 - 7/14 |
| 研修内容 | <p>シリコンウェハの真空封止と接合及びその評価。より具体的にはフォトリソグラフィによる微細パターンの形成やウェットエッチング、スパッタリング、反応性イオンエッチング、電解めっき成長、イオンミリングなどによる微細加工をした。これにより、高真空度での真空封止を行う既存技術の習得及び、従来よりも高い真空度を実現する新たな封止技術開発の試みを行った。また、実際に作製した微細構造の評価方法を学んだ。</p> |
| 研修の成果等 | <p>実際に加工を施した試料は途中の失敗もあり、最後の真空度評価まで行うことはできなかった。しかし、その過程において多様な微細加工技術に触れ、また、それらの実践的なノウハウを習得できた。真空度の評価手法についても座学や測定装置の実物を前にした解説によりその原理と使用方法を学べた。</p> <p>研修を行うにあたり単にマニュアル通りの作業をするのではなく、各工程の意味や必要性について詳細な解説を受けながら学生が各自で加工に取り組んだ。これにより研修後に学生が自身の研究をする際にも応用可能な微細加工の知識と技術を得られた。失敗した工程に関しても、失敗の原因や事前、事後の対策方法といった今後の研究にとって非常に有用なことを学べた。以上から、今回の研修では実際に装置に触れて微細加工を行わなければ得られない様々な、そして非常に有益な体験をすることができた。また、他大学の学生や教員、技術者との交流を通じて視野を広げる良い機会も得られた。</p> |

平成29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 修士課程1年 |
| 研修テーマ | シリコンウェハ真空封止接合技術と評価 |
| 研修先 | 東北大学 |
| 受入担当者 | 鈴木裕輝夫 |
| 研修期間 | 平成29年7月10日～7月14日 |
| 研修内容 | <p>東北大学で「シリコンウェハ真空封止接合技術と評価」を行った。実際の研修内容として、Si基板及びSOI基板上に種々の微細加工技術を用いて、金属熱圧着接合とその封止真空度測定のための構造体を作製した。また、構造体を作成したSi基板とSOI基板をウェハレベル金属熱圧着接合した。デバイスの真空封止される領域にゲッターリング効果がある材料を製膜することでパッケージの真空度の違いを評価することを目的とした。</p> |
| 研修の成果等 | <p>第一の成果として、ナノテクノロジープラットフォームで多くの微細加工装置に触れることができたという点である。微細加工の種類として、Deep-RIE、スパッタ、フォトリソ、電解めっき、表面切削などを体験した。厚いレジストを製膜するために表面を疎水処理することや、厚いレジストを感光させるためにマルチ露光という露光方法で露光を行うなど細かな工夫点を経験できたことはよかった。</p> <p>第二の成果として、ウェハレベルの加工を体験できたということである。自分の研究では、基板を1cm四方程度の大きさにへき開して、その後の実験を行っている。しかし、企業で行われているのは大量生産を意識したウェハレベル加工であると思うので、そういった技術を体験できたことは、将来役に立つと思われる。</p> <p>第三の成果として、今後のための人材ネットワークを築くことができたということである。微細加工に関して専門知識を持つナノテクノロジープラットフォームの方に相談できるようになったというのは今後役に立つと思う。大学生の間だけではなく、企業に就職してもこの人材ネットワークはなくなるものだと思うので大事にしていきたい。</p> |

平成29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 | 福岡大学大学院 理学研究科 応用物理学専攻 博士課程前期1年 |
| 研修テーマ | シリコンウェハ真空封止接合技術と評価 |
| 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 |
| 研修期間 | 2017年7月10日(月)～2017年7月14日(金) |
| 研修内容 | <p>今回我々は、薄いダイヤフラムを持つ基板A(CAP)と、ゲッターリング効果を持つ金属を付けた基板Bを Au-Au 接合熱圧着方式にて真空封止接合する実験を行った。真空チャンバーに入れたサンプルのダイヤフラムの変位を計測、比較することでゲッターリング効果を持つ金属が MEMS 真空封止に及ぼす影響を調べることを目的とした。また、これらの素子を作製する段階で、フォトリソグラフィ、スパッタリング、メッキ、エッチングなどの微細加工技術を実習し、半導体製造の基礎知識を学ぶことを目的とした研修を行った。</p> |
| 研修の成果等 | <p>基板 A (CAP)</p> <p>SOI ウェハ上に、スパッタ法を用いて Ti / Pt / Au をそれぞれ 100 nm 成膜した。その後、DRIE で 400 μm エッチングを行うことで薄いダイヤフラムを持つ基板を作製した。</p> <p>基板 B</p> <p>① スパッタ法を用いて、Ti / Pt / Au を 100 nm 成膜した基板を 1 枚、Ti / Au を 100 nm 成膜した基板を 2 枚の計 3 枚を作製した。</p> <p>② Au バンプを作製する為、電気メッキによる Au 皮膜を(12 μm)堆積した。電気メッキ法は、電流量とメッキ時間及び面積の関係で決まることから、数μm～数十μm 程度の堆積が可能である。</p> <p>③ ①で 3 種類の基板を作製し、それぞれ構造条件を変えた。 画像 1</p> <p>④ サーフェスプレナーを用いて、ダイヤモンドバイトで表面平坦化を行った。これを行うことで、Au バンプの高さを均等になり、接合時の面内加重の均一性が向上する。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-start;"> <div style="text-align: center;"> <p>① Arイオンミリング (45度)</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>② Ti / Au</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>③ Ti剥離(DHF 2%)</p>  </div> </div> <p style="text-align: center;">画像 1</p> |

Au-Au 接合熱圧着方式

真空下で表面が汚染されることを防ぎながら基板温度を上げ、元素の相互拡散による接合を行う。これにより、材料的に溶離が困難な金属や、異種金属の接合が可能となる。

画像 2 は接合後の素子の断面図である。基板 A と B の接合境界部分がはっきりと確認できた。また、接合部にひび割れが生じているのを確認。



画像 2

実験結果

(結果)

接合直後は、ダイヤフラムの凹みを確認 (**画像 3**) できたが、12 時間放置すると凹みがほとんど消えてしまっていた (**画像 4**)。その為、マイケルソン干渉計付き白色光共焦点顕微鏡を利用して、表面形状を計測することが難しかった。

(原因)

- ① シリコンウェハの規格に問題。【ウェハ平坦度の 1 つである TTV (全体厚ムラ) の規格のシリコンウェハを使用していなかったため、作業行程中に】多少ではあるがウェハが曲がってしまった。
- ② ①の原因から、サーフェスプレナーで表面を平坦にすることが困難。その結果、接合時に接合部分にひび割れが生じ、空気のリークが起こりダイヤフラムの凹みが消えてしまった可能性が考えられる。



画像 3. 接合直後のダイヤフラムの凹み

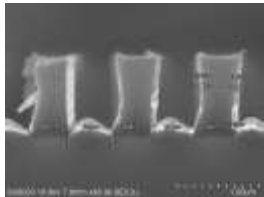

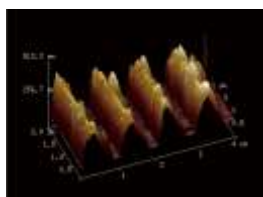


画像 4. 約 12 時間後のダイヤフラムの凹み

研修を終えて（感想）

この度は、東北大学の鈴木裕輝夫先生をはじめ、技術支援に携わってくださった先生方、そして一緒に研修を行った他大学の学生の皆さんに感謝申し上げます。本研修を通して、微細加工の最先端を学ぶことができたことは、私自身の研究において大きなプラスとなりました。特に、クリーンルームで素子作製を行う過程で、自分が知らない装置や手法を教えていただいた際には、「この装置を利用すれば、もっと細い線幅の素子が作製可能なのではないか？」など研究への応用を軸とした考えを常に意識しながら、研修を行うことができました。また、研究以外にも先生方や他大学の学生さんとの積極的な交流ができたことは、研究者同士の輪を広めることができたと同時に、現在の研究の更なるモチベーション向上繋がったと思います。

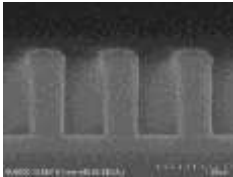
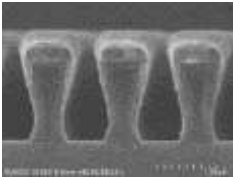
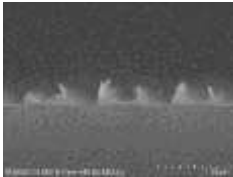
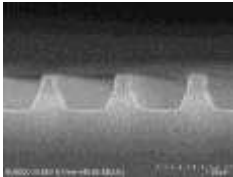
平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 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 | ナノ構造の作製・評価技術 |
| 研修先 | 物質・材料研究機構(NIMS)、筑波大学 |
| 受入担当者 | (NIMS) 津谷 大樹、(筑波大) 渡辺 英一郎 |
| 研修期間 | 2017/09/11~2017/09/14 |
| 研修内容 | ナノ構造の制作方法の中でも、近年利用されることの多いEB描画技術を習得する。また、ナノ構造の制作において基本となる薄膜形成やエッチングの技術を利用し、その特徴と用途について理解を深める。さらに、制作したナノ構造をSEM, SPM, FIBによって観察し形成した薄膜等の計測を行う。観察を通しナノ構造の評価方法を学び、装置ごとの利点・欠点、観察する際の注意点を理解する。これらの研修を経て、ナノ構造の制作技術及びその観察・評価技術を習得する。 |
| 研修の成果等 | <p>ナノ構造の一連の制作方法を学ぶことができた。その中で、レジスト塗布、パターンニング、成膜、エッチングの手法を学ぶことができた。成膜方法による基板へのつきまわりの良し悪し、エッチングガスによる基板の掘り込み深さについて学ぶことができた。そこから、制作したいものの形状によって使う装置を選ぶ方法を理解することができた。また、SEM, SPM, FIBによって制作物を観察することでそれぞれの装置の使い方、特徴、使う上での注意点を学ぶことが出来た。</p> <p>成果報告会では、研修生達の発表を聞くことが出来て発表の手法、コツを学ぶことが出来た。海外留学についての発表も聞くことができ、今後のモチベーション向上に繋がった。</p> <p>ナノ構造の製作技術、観察方法を学ぶことができ、一連のプロセスを経験できた事がとても良かった。今回学んだことを生かして、今後の研究に取り組んでいきたいと思う。</p> |
| | <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-end;"> <div style="text-align: center;">  <p>UHV スパッタによる 成膜後の SEM 断面図</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>UHV スパッタによる 成膜後の SIM 断面図</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>UHV スパッタによる 成膜後の SPM 3D 断面図</p> </div> </div> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 福井工業高等専門学校 専攻科 生産システム工学専攻 2年 |
| 研修テーマ | ナノ構造の作製, 評価技術 |
| 研修先 | 物質・材料研究機構 (NIMS)、筑波大学 |
| 受入担当者 | (NIMS) 津谷 大樹、(筑波大) 渡辺 英一郎 |
| 研修期間 | 2017年 9月 11日 ~ 9月 14日 |
| 研修内容 | <p>物質・材料研究機構のクリーンルーム内で SiO₂/Si 基板(表面は SiO₂)上にレジストを塗布した後、EB 描画装置を用いて微細パターンを描画した。その後、成膜条件の異なる 3 種類の条件で Au/Ti 薄膜を成膜した。また、パターニングした基板を 3 種類のガスでエッチングした試料も作製した。それぞれ異なる方法で作製したサンプル (成膜・エッチング) を筑波大学の SEM や AFM を使って観察した。FIB-SEM では、微細加工と観察の実習を行った。サンプルの作製は 20 [mm]×20 [mm]の基板 2 枚にそれぞれ 4 つのパターンを描画し、現像後は経過がわかるように基板を 4 つに分割してそれぞれの実験を行った。</p> |
| 研修の成果等 | <p>サンプル作製では、レジスト塗布から成膜とエッチングまでのプロセスを実習によって体験することが出来た。パターン作成は EB 描画装置を用いて行い、最先端の電子線リソグラフィを使ったサンプル作製を体験する事が出来た。</p> <p>その後筑波大学でサンプルの観察を行った際には、学生実験ではほぼ使わない装置(SEM、AFM、FIB など)による観察を経験することが出来た。この時の結果から、それぞれの成膜方法やエッチング方法の長所や欠点も知る事が出来た。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;">   </div> <p>図 1 EB 蒸着後の SEM 断面 図 2 UHV スパッタ後の SEM 断面</p> <p>成膜に関しては EB 蒸着と 2 種類のスパッタリング(全自動スパッタ装置, UHV スパッタ装置)で行ったが、膜厚が十分だったのが EB 蒸着のみであり、スパッタリングで成膜したサンプルはレジスト上や壁部分への堆積が多かった。この事からスパッタリングはターゲットと基板の位置関係や Ar イオンに弾き出された粒子が基板に向かう過程で Ar にぶつかって方向が変わる事が原因で設定膜厚にする事が困難であり、蒸着の場合は外部からガスを入れられないためパターンの成膜には向いているという考察ができ、エッチングに関しては Ar では SiO₂ を深く削ることは難しく、反応性イオンエッチングを用いたほうが深く削る事が出来る。といったような議論を観察結果から行う事ができた。</p> |

平成29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 | ナノ構造の作製・評価技術 |
| 研修先 | 物質・材料研究機構、筑波大学 |
| 受入担当者 | (NIMS)津谷 大樹、(筑波大)渡辺 英一郎 |
| 研修期間 | 9月11日～9月14日 |
| 研修内容 | <p>ナノ構造作製の強力なツールであるEB描画装置技術の習得や、薄膜形成、エッチング技術の習得、さらにFIB、SEM、AFMの装置操作方法の習得を通じて、ナノ構造の作製および評価・計測技術を身につけることを目的とする。</p> <p>1日目：講義、EB描画装置を用いたL/Sパターン形成 2日目：全自動スパッタ装置による成膜、CF₄ガスを用いたドライエッチング 3日目：SEMによる断面観察およびAFMによる形状測定 4日目：FIB装置による断面加工と高分解能観察</p> |
| 研修の成果等 | <p>EB描画後、成膜後、リフトオフ後、エッチング後、レジスト剥離後の各工程において断面SEM観察を行った。全自動スパッタで成膜した場合、レジスト側壁へも成膜されるため、基板上の膜厚は目標の1/10程度しか得られないことが分かった。CF₄によるドライエッチングでは、エッチングレートが25 nm/minであると算出され、妥当な結果が得られた。他の研修生は、12連電子銃型蒸着装置・超高真空スパッタ装置により成膜を行い、エッチングはCHF₃ガスとArガスで行った。それらの結果と比較してみたところ、成膜・リフトオフは12連電子銃型蒸着装置が目標通りのきれいな膜が形成されており、エッチングではCF₄ガスが最も反応性が高いことが分かった。観察・計測は、FIBやAFMでも実施しており、各々の装置の利点・欠点を比較することができた。</p> <p>ナノ構造の作製や評価・計測に用いる装置の操作技術を習得し、より深い知見を得ることができたことは一番大きな収穫であった。また、同じ工程であっても異なる装置・条件で実験して比較してみると、明確な違いが観察できたことは非常に興味深かった。今後の研究に大いに役立つ、有意義な研修となった。</p> <p>(以下、観察したSEM画像)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-end;"> <div style="text-align: center;">  <p>EB描画・現像後</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>成膜後</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>リフトオフ後</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>エッチング後</p> </div> </div> |

平成29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・学部3年 |
| 研修テーマ | 薄膜トランジスタの作製と評価 |
| 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 | 平成29年7月31日～8月4日 |
| 研修内容 | <p>薄膜トランジスタの作製</p> <ul style="list-style-type: none"> ・エッチング技術研修 ・マスクレス露光機を使った、フォトリソグラフィ ・原子堆積装置、真空蒸着装置による 各層の積層 ・各種測定機器を用いた、電気的特性、物理的精度等の測定 |
| 研修の成果等 | <p>10 インチの円形のウェハに、3パターンの自作ゲートパターンを含めた薄膜トランジスタを作製した。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・パターンが倒れずに、1μm オーダーの微細加工ができた。 ・ゲートパターンを CAD を用いて設計した。 ・CAD 設計に近い精度の高い加工ができた。1μm 以内の誤差。 ・事前試作のトランジスタよりも立ち上がりがよく、容量の大きなトランジスタを設計・作製できた。 ・工作機械の操作など微細加工における基礎技術を体験することができた。 |

平成29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 博士前期課程2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, 河田 眞太郎, 宇佐美 浩一 |
| 研修期間 | 平成29年8月23日～8月25日(3日間) |
| 研修内容 | <p>電子ビームリソグラフィの基礎について講義と実習を通して学んだ。講義では電子ビームリソグラフィの特徴, 電子線露光装置, 電子線レジスト, 描画方法, 転写プロセスなどについて学んだ。</p> <p>実習では, 電子ビームリソグラフィの手順と機器操作を学んだ。Si基板上にPtスパッタを用いて電子線アラインメント用のマークを作製し, このマークを利用し重ね露光を行った。その結果をSEM観察・評価した。また, 自作パターンをSi基板のレジストに描画し, これを観察した。</p> <p>最後に自身の研究内容について発表およびディスカッションを行った</p> |
| 研修の成果等 | <p>電子ビームリソグラフィに関する基礎的な知識や, その実際の手順・機器操作を習得した。</p> <p>重ね露光パターンの観察・評価を通してその仕組みや精度について理解を深めることができた。特に, 重ね露光時に, アラインメントマーク(チップマークおよびウエハマーク)が果たす役割とその露光精度に対する寄与について理解を深めた。</p> <p>パターンの自作を通して, 個々のチップパターンやそのウエハ上での位置をどのように記述し露光装置で描画するのかについて学ぶことができた。</p> <p>最後に行った自身の研究内容の発表およびディスカッションでは先生方からの確かな助言をいただき非常に参考になった。</p> <p>研修を通して, 最先端のナノテクノロジー設備・機器に触れて自身の見識を広げることができた。また, 研修先をはじめとした様々な分野の方々と交流することができた。</p> |

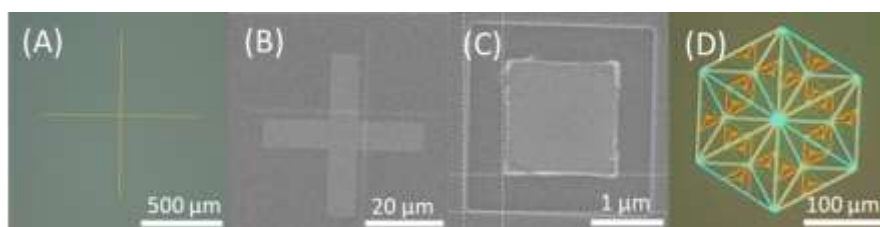
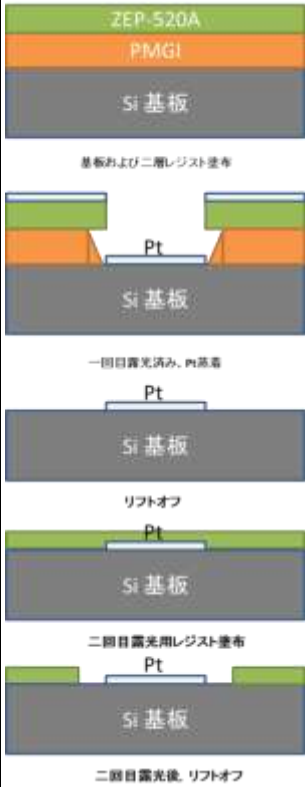



Fig. 1 (A)ウエハマーク光学顕微鏡画像, (B) チップマーク SEM 画像, (C) 重ね露光パターン SEM 画像, (D) 自作パターン光学顕微鏡画像



平成29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4年 量子界面物性研究室 |
| 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 |
| 研修期間 | 平成28年7月27日～7月29日 |
| 研修内容 | 電子ビームリソグラフィ工程における基本技術である重ね露光について学び実習を行いました。電子線露光についての講義、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・評価等を行う。 |
| 研修の成果等 | <p>初日の午前中では、宮本先生による講義が行われた。講義を通して、従来の露光方法と異なり、電子線リソグラフィは、マスクなしに直接パターンを形成できることが非常に画期的だと思った。また、レジストの選定が非常に重要であることがわかった。さらに、講義ではレジストの選定や、電子リソグラフィの製造現場での活躍や問題点について考えを深めることができた。</p> <p>一日目の午後より、重ね露光の実習が始まり、SEM像を使った像による偏向歪調整用メッシュマークの位置、信号強度等設定や非点・焦点合わせを体験した。露光する際、アライメントマークがうまくスキャンできるかどうかでパターンの出来が左右されることを学んだ。実際、SEM像から見ても、リフトオフがうまくできていないところは回避し、アライメントマーク露光を行った。最終日には、事前に自分で考えたパターンを露光した。</p>  <p>図1. 露光の流れ</p>  <p>図2. SEM像 (ラフスキャンの様子)</p> |

平成29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 | 徳島大学工学部電気電子工学科・4年 |
| 研修テーマ | 半導体プロセス実習・講習会 |
| 研修先 | 豊田工業大学 |
| 受入担当者 | 佐々木実 |
| 研修期間 | 2017年9月14日（木）～2017年9月15日（金） |
| 研修内容 | <p>1日目：以下の講義の受講。</p> <p>講義1「MEMS センサと製作プロセス」</p> <p>講義2「省エネルギー社会を支える化合物半導体デバイス」</p> <p>2日目：</p> <p>装置見学、デバイスの作製、作製したデバイスの評価</p> |
| 研修の成果等 | <p>講義1-MEMS センサと製作プロセス</p> <p>MEMS とはなにか、MEMS の特徴、MEMS の種類や製作プロセス、活用されている場所について学ぶことができた。</p> <p>講義2-省エネルギー社会を支える化合物半導体デバイス</p> <p>化合物半導体について制作プロセスを中心として、こういったところで活用されているのか、どのような種類があるのかを学ぶことができた。</p> <p>半導体プロセス実習</p> <p>デバイス作製を行っている装置を実際に見学しつつこういった装置なのか説明していただいた。また、熱電対からなるサーモパイルの作製と、ホール効果の測定を行った。Bosch プロセス Si エッチング装置のような自大学にはない装置に触れる良い機会となった。</p> <p>実際に熱電対を作製でき、ホール効果測定による評価も行えたことが良かった。</p> |


平成29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 | 中央大学理工学部精密機械工学科 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 | 京都大学ナノテクノロジーハブ拠点 |
| 受入担当者 | 松嶋 朝明 |
| 研修期間 | 8月23日～8月25日 |
| 研修内容 | <ol style="list-style-type: none"> 1. フォトマスク作製 2. レジスト原盤作製 3. PDMS 成形 4. PDMS 加工 5. マイクロ流体デバイス組立 6. 混合状態の観察・評価 |
| 研修の成果等 | <p>1日目は講習会のスケジュール、MEMS 技術を用いたマイクロ流体デバイス作製についてした後、簡易 CAD ソフトを用いてマイクロ流路データをさくせいた。そのデータを基にフォトマスクを作製。</p> <p>2日目はレジストを用いてフォトリソグラフィーにより原盤にパターニングした。その後、PDMS を原盤に流し込み熱硬化して PDMS の流路を作製。</p> <p>3日目はレジスト原盤・PDMS 基板の出来上がりを卓上 SEM にて観察。その後、完成したデバイスに赤と青のインクを流し込み、混合状態を観察・評価した。</p> <p>図 1 は実際にインクを流した時の写真である。これらの図から分かるように、混合は全くされなかった。</p> <p>しかし、気泡が入ってしまった時にその瞬間だけ混ざるとい現象が起きる事が多々あった。</p> <p>このことから、何らかの外力等を加えれば混合が促進されと考えられる。また流路自体を工夫することによっても混合を促進できると考えられる。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">   </div> <p>図 1: マイクロ流体デバイスに赤と青のインクを流した際の写真</p> |

平成29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 | 九州大学工学部機械航空工学科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 朝明先生 |
| 研修期間 | 2017年8月23日、24日、25日 |
| 研修内容 | <ol style="list-style-type: none"> 1. L-Edit (CADソフト) を用いて各自が簡易なマイクロ流路データの作成 2. マイクロ流路データからフォトマスクの作製 3. SU-8によるフォトレジスト原盤作製 4. PDMS成形 5. フォトレジスト原盤の卓上SEMでの観察・測定 6. マイクロ流路組立 7. マイクロ流路に実際に2種類の液体を流し込み、2流体が二流層から管路途中で混ざり合うことの確認とその評価 |
| 研修の成果等 | <p>実験結果は、2流体を混ぜ合わせることはできなかった。その原因として、マイクロ流路内で層流を乱流に変える必要があるが、今回の試作では、マイクロ流路サイズ、流体の粘度、流体の速度、障害物の形状等のデバイス全般において条件が満たされていないことが考えられる。今回の実験では、注射器を用いて、流体を吸引することで、流体に流れを生じさせた。その際、注射器の中に、吸引された流体とともに気体が観察された。この気体は、マイクロ流路デバイスとチューブとの間の隙間から混入した空気であると考えられる。実際に、マイクロ流路内に観察された気泡により、2流体が混ぜ合わさったことも観察できた。この要因は、マイクロ流路の障害物は固定されているのに対し、気泡は流動性があるので、流体をかき回す作用があったということと、気泡が分裂したり、合わさったりすることで、流体を混ぜ合わせる作用が生じたということが考えられる。</p> <p>以上のことから、空気を流路内に取り込む穴を新たに設け、そこで流入する空気の量を調節できるような機構を作製できれば、2流体を混ぜ合わせるができるのではないかと考えた。確かに、空気が流路内にあると流れの効率が悪くなる。また、流路内の障害物を用いて、2流体を混合するという本来の趣旨とは異なる。しかし、障害物と気泡の関係の理解を深めることで、2流体を混ぜ合わせるといった目的は達成できると思われる。</p> |

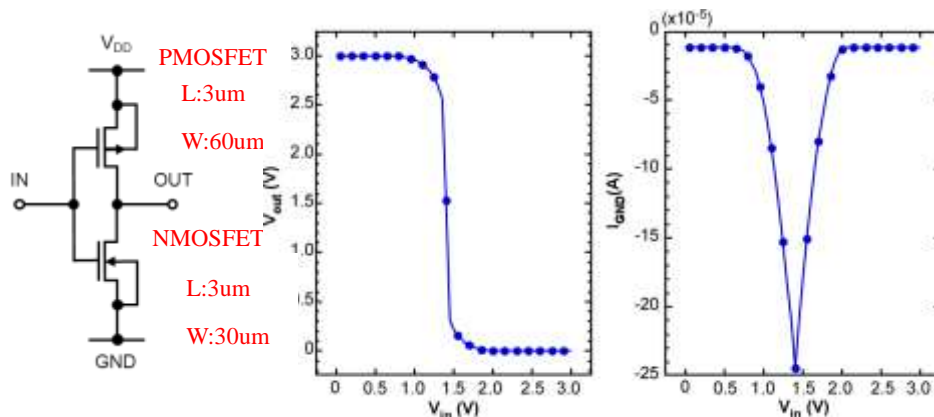
平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 岩手大学 理工学部 マテリアル工学科 中山研究室 4年 |
| 研修テーマ | マスクレス露光装置を用いたフォトリソグラフィの実習 |
| 研修先 | 香川大学 工学部 |
| 受入担当者 | 鈴木 勝順 先生 |
| 研修期間 | 2017/8/28 (月) ~30 (水) |
| 研修内容 | <p>フォトリソグラフィの基礎と安全の講習</p> <p>露光条件の最適化を調べるための必要な手順と注意点の確認</p> <p>Si ウェハに対するレジストの塗布</p> <p>Si ウェハに対する CAD 設計で作成したロゴの描写および現像</p> <p>ロゴの SEM 観察</p> <p>レジストの厚さの測定</p> |
| 研修の成果等 | <p>最適な露光量を決めるための条件設定から、より効率的な条件出しの探索や考え方について、先生から、事細かに説明をしていただきました。自身の研究分野以外の内容を学習することにより、高圧科学の研究に活かしていきたいです。また、香川大学工学部では岩手大学工学部とは全く違う視点から物事をとらえており、様々な考え方に触れることで、良い刺激となりました。</p> <p>成績発表会では、他大学の人と多数の意見交換を行うことができ、新たな人間関係を築くことができました。この研修に参加して非常に良い経験をすることができました。</p> <p>下の図は、最終的な成果として、最適条件下で Si ウェハに描写した岩手大学と香川大学の学章。描画エリアは縦 252 μm、横 464 μm。一番細かい線で、約 2 μm でした。</p>  |

平成29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 博士課程3年 |
| 研修テーマ | CMOS トランジスタ・IC 作製実習 |
| 研修先 | 広島大学 |
| 受入担当者 | 横山新, 田部井哲夫 |
| 研修期間 | 平成29年7月31日～8月5日 |
| 研修内容 | <ul style="list-style-type: none"> ・ CMOS トランジスタ回路の設計 ・ 設計した回路の作製 ・ 製造に関わる機器の説明を受ける ・ 作製した回路の測定 ・ 半導体プロセスに関する講義を受講 |
| 研修の成果等 | <p>・ 2mm 角の中に, CMOS トランジスタ, インバータ, NAND 回路, NOR 回路, リングオシレータを設計した. パラメータによる動作の比較をするため, トランジスタのゲート幅やゲート長を変えて, 複数の回路を設計した. 回路設計を行うことで, トランジスタの構造が理解できた.</p> <p>・ 実際に設計した回路の作成の様子を見学した. クリーンルーム内に入り, 回路が出来ていく様子を観察した. 普段の自分の研究では完成したものしか見たことがなかったため, どの様にデバイスが完成していくのかが明確になった.</p> <p>・ クリーンルーム内にある様々な機器の説明を受けた. 半導体製造に関わる機器を見たことはほとんどなかったため, それぞれの機能について学ぶ良い機会であった.</p> <p>・ 作製した回路の動作測定を行った. 各回路がトランジスタのゲート幅やゲート長によって特性が変わることを確認した. 特にリングオシレータは, 電源電圧の値とゲート幅によって発振周波数が変わることが確認できた. その理由として, 電流値によって出力キャパシタの充放電速度が変わっているためであると考察した.</p> |

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 名古屋大学工学研究科 博士前期課程2年 |
| 研修テーマ | CMOS トランジスタ・IC 作製実習 |
| 研修先 | 広島大学 |
| 受入担当者 | 横山 新 教授、田部井 哲夫 准教授 |
| 研修期間 | 7月31日～8月5日(6日間) |
| 研修内容 | NMOS、PMOS トランジスタを用いた CMOS 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>NMOS、PMOS トランジスタを組み合わせて、インバーターやリングオシレーターなどの CMOS 回路を設計した。各トランジスタのゲート長やゲート幅を変えた素子も用意し、ゲート長やゲート幅が特性に与える影響も評価できるようにした。設計をもとに、レジストにパターンを露光したり、イオン注入を行い、トランジスタを作製した。各装置の見学を通して、仕組みや制御のノウハウを教えていただいた。自分の目でプロセスを体系的に学ぶことができたのは、教科書では勉強できない貴重な経験になった。</p> <p>作製したトランジスタは、プローバーを用いて自身で評価を行った。各トランジスタは、設計通りトランジスタ特性を示した。さらに、複数のトランジスタを組み合わせたインバーター(Fig. 1)やリングオシレーターも設計通り動作した。数日かけて作製した回路が想定通り動作したことは、非常に印象的であり、貴重な体験だった。また、ゲート長やゲート幅が特性に与える影響も評価し、理論値と比較をすることで、トランジスタに関する知識を深めることができた。</p> |



(a)回路図 (b)入出力特性 (c)貫通電流の入力電圧依存性

Fig. 1 作製した CMOS インバーター

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 静岡大学大学院総合科学技術研究科工学専攻電子物質科学コース修士1年 |
| 研修テーマ | CMOS トランジスタ・IC 作製実習 |
| 研修先 | 広島大学ナノデバイス・バイオ融合科学研究所 |
| 受入担当者 | 横山 新、田部井哲夫 |
| 研修期間 | 2017/7/31(月) ~ 2017/8/5(土) |
| 研修内容 | 広島大学内スーパークリーンルームにてNMOS,PMOS トランジスタを用いたCMOSIC の試作実習を通じて、プロセス基礎技術とトランジスタ・回路の基礎技術全体を学んだ。作製実習の内容は設計、イオン注入、酸化、リソグラフィ、エッチング、Al スパッタなどであった。作製した回路は、CMOS インバータを基本とするリングオシレータなど。 |
| 研修の成果等 | 一週間という短い期間内にインバータとして正しく動作する CMOSIC の作製に成功し、成果発表会にてその結果を報告することが出来た。スーパークリーンルームにて実際にデバイスの作製を見学することでデバイスが完成するまでの流れをつかむことが出来た。自身の大学には無い装置や設備で作業することで今まで気がつかなかった新たな発見があり、今後の研究に役立つ有益な情報がたくさん得られた。作業の空き時間などの講義では基礎的な技術について講義していただき更なる知識の獲得につながったように感じた。また、細かい数分の空き時間でも積極的に質問することを心がけ、気になった部分は全部教えてもらうことが出来た。デバイスの作製についてだけでなく、作製を行うための設計も自分で行ったため、設計に関しても注意すべきことなどのノウハウを教えることができ、貴重な体験ができた。完成した後も測定結果から電気的特性の考察を通して、今まで大学の講義で習ってきた内容をさらに発展させて考えることができ、トランジスタ、回路について詳しく知ることができた。どれも実際に体験してみることで初めて知ることが出来ることばかりであり、今回の研修で得た知識はこれからの研究において非常にためになるものになった。 |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|---|
| 所属・学年 | 香川大学大学院 工学研究科 知能機械システム工学専攻・修士課程1年 |
| 研修テーマ | CMOS 集積回路要素技術実習 |
| 研修先 | 北九州産業学術推進機構 半導体・エレクトロニクスセンター |
| 受入担当者 | 上野 孝裕, 竹内 修三, 安藤 秀幸 |
| 研修期間 | 平成29年7月5日～7月7日 (3日間) |
| 研修内容 | <p>CMOS 集積回路要素技術実習を通して, CMOS 集積回路設計 (回路設計, レイアウト設計, シミュレーション実習) とプロセス技術 (アンモニア酸化, フォトリソグラフィ, エッチング, イオン注入) を学ぶ. 本実習では, 時間短縮のため, 事前に製作した CMOS 集積回路を使用し, 特性評価実験を行った. 研修内容は以下の通りである.</p> <p>7月5日: 安全講習, 施設案内, CMOS 集積回路の原理に関する講義</p> <p>7月6日: ウェハプロセスの技術実習</p> <p>7月7日: 回路設計, シミュレーション実習, 特性評価実験</p> |
| 研修の成果等 | <p>私は, 自分の研究活動で携わっている ISFET の感度向上を達成する為に, ISFET の基板となる MOSFET のノウハウ習得を目標に, 本研修を志望した.</p> <p>本研修では, CMOS 集積回路の回路設計から特性評価実習まで, 製作フローに重点を置いたプログラムとなっており, シミュレーションソフトやイオン注入を導入するといった, 高精度の MOSFET を製作する環境が整っていた.</p> <p>本研修のシミュレーション実習と特性評価実習で取得した nMOSFET の I_{ds}-V_{ds} 特性を図1(a), (b)に示す.</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div data-bbox="427 1211 866 1458"> <p>(a) シミュレーション実習</p> </div> <div data-bbox="922 1211 1337 1458"> <p>(b) 特性評価実習</p> </div> </div> <p style="text-align: center;">図1 nMOSFET I_{ds}-V_{ds} 特性</p> <p>双方を比較した結果, シミュレーション実習と特性評価実習の特性が一致しており, トランジスタとしての信頼性が確認できた. また, 学部生時代に製作した nMOSFET の I_{ds}-V_{ds} 特性にも目を通して頂き, アドバイスを頂いた.</p> <p>本研修を通して, CMOS 集積回路の原理や製作プロセスを学ぶことができた. 回路設計から, プロセス実習, 特性評価実習まで一連の工程を体感し, CMOS 集積回路及び MOSFET の理解を深めることとなった. また, 研究機関ごとにプロセス工程や使用装置などが異なることも学ぶ, 研究活動に対する視野が広がった. 今後は, 本研修で学んだノウハウと頂いたアドバイスを基に, 目標感度を示す ISFET の製作に取り組みたい.</p> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 豊田工業大学大学院 量子界面物性研究室 修士1年 |
| 研修テーマ | No. 34 「自己組織化現象を利用したナノ構造の作製とイメージング」 |
| 研修先 | 千歳科学技術大学 |
| 受入担当者 | オラフ カートハウス教授 |
| 研修期間 | 平成29年8月2日～8月4日 |
| 研修内容 | <p>自己組織化現象を用いた、散逸構造の固定化により、高分子によるナノ～マイクロメートルサイズの構造を作製し、光学顕微鏡、SEM、AFM を用いてイメージングし評価した。</p> <p>1)ハニカムフィルムの作製:溶媒の蒸発を用いて形成</p> <p>2)マイクロドームの作製:ディウエット現象を用いて形成</p> |
| 研修の成果等 | <p>1)ハニカムフィルムの作製</p> <p>高分子溶液を高湿度雰囲気中で溶媒を蒸発させる際、蒸発速度を変化させることでハニカム形状が変化することを確認した。また、溶液過多の場合、ハニカム配列、大きさの規則性が乱れることが確認できた。</p> <p>2)マイクロドームの作製</p> <p>高分子濃度およびディウエット速度をそれぞれ変えて試料を作製した。ドームの形状は、溶液の粘度が関係していると考えられる結果が得られた。微小かつ高密度の配列を得られる条件として低濃度高ディウエット速度に於いて得られることが確認できた。</p> <p>3)各種イメージング技術の習得</p> <p>光学顕微鏡を用いた測定に於いては、広視野を一度で観察することができるが、分解能や立体的観察ができない欠点がある。SEM 測定では、今回は内部から生じる二次電子では表面の微細な凹凸が確認できない為、反射電子を用いること、また試料を傾斜させることでより凹凸のコントラストをさらに明瞭化させる測定技術を得ることができた。AFM 測定においては、SEM よりもより定量的な凹凸の測定が可能である。しかし時間の関係からノイズを多く含んだデータを得ることしかできなかった。また、ハニカムフィルムにおいては、その形状から走査プローブによる測定が不適である可能性が得られた。</p> <p>4)まとめ</p> <p>今回は単純な実験手順でありながら、均一に配列したナノ構造体を容易に形成できる手順を学び、またイメージング技術を習得する事ができた。試料に応じて、適切なイメージング手法を選択する重要性を学習できた。また、測定にはその原理を理解し、その上で適切な処理を施す重要性も学習できた。</p> |

平成29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 バイオ環境化学科 4年 |
| 研修テーマ | 自己組織化現象を利用したナノ構造の作製とイメージング |
| 研修先 | 千歳科学技術大学 |
| 受入担当者 | Olaf Karthaus 教授 |
| 研修期間 | 平成29年8月2日～平成29年8月4日 (3日間) |
| 研修内容 | <p>○ハニカムフィルム(honeycomb films)の作製</p> <p>クロロホルムを溶媒としたポリマー溶液(ポリスチレンとポリイオン複合体の混合物)を、ガラス基板上に滴下し高湿度の空気をあてると、クロロホルムの蒸発に伴い溶液表面の温度が下がることで液滴が凝集し、その液滴が蒸発することでハニカム構造と呼ばれる構造を持つ組織を作製することができる。今回は様々な条件下でハニカム構造を作製し、実験条件の違いによる構造の違いを確かめた。</p> <p>○ディウエットイング(dewetting)を利用したマイクロドームの作製</p> <p>ディウエットイングを用いることで液体の散逸構造(エネルギーが散逸する中で発生する一定の構造)を固定化することができる。</p> <p>今回作製したポリマーマイクロドームは、高分子溶液のディウエットイングにより形成される構造であり、フォトニクス分野での応用が期待されている。</p> <p>本研修では、マイカ基板上にエタノールを溶媒とする溶質ポリスチレン溶液を、ローラーを用いて塗布することで、基板上に溶液をディウエットイングした。また、ローラーの速度と溶液の濃度を変えることにより、条件の違いによる構造の違いを確かめた。</p> <p>○イメージング</p> <p>上記の二種類のサンプルを光学顕微鏡、電界放出型走査電子顕微鏡(FE-SEM)、原子間力顕微鏡(AFM)を用いてイメージングを行い、操作方法及びイメージング方法の選択の仕方について学んだ。</p> |

研修の成果
等

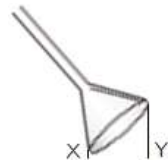
○ハニカムフィルム(honeycomb films)の作製

今回 9 種類のサンプルを作製し、その中の 4 つのサンプルをイメージングした。以下の表 1 にそれぞれの実験条件をまとめた。

表 1、各サンプルの実験条件

| サンプル No. | 高さ(cm) | 角度(°) | 備考 |
|----------|-------------|--------|-------|
| 1 | (3.0 , 7.0) | 30 | |
| 5 | (3.0 , 7.0) | 30 | 5 滴滴下 |
| 8 | (4.5 , 4.5) | 90 | |
| 9 | (0.0 , 6.8) | 15 | |

なお、表 1 内の高さ及び角度とは、以下に示した通り高湿度の空気をあてる装置から基板までの高さ及びその装置の角度のことである。



(X, Y)として高さを表した。

まず、光学顕微鏡でイメージングした結果を Fig. 1~4 に示す。

Fig.1 より sample 1 では、ハニカムの直径および配列の規則性が一定なハニカム構造を作製できた。

Sample 1 と比較すると、sample 5 はハニカムの直径が小さく、配列の規則性もあまりないことが分かる。

Sample 8、9 に関しては sample 1 と比較するとハニカムの直径がやや小さく、配列はやや規則的であることが分かった。加えて、ところどころに Fig.5 のような構造を持っているのが見られた。

これらをさらに高倍率で観察するため、SEM で観察を行った。



Fig.1 sample 1



Fig.2 sample 5



Fig.3 sample 8



Fig.4 sample 9

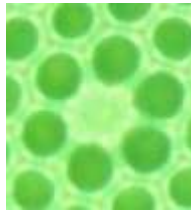


Fig.5 sample 8、9に見られた構造

得られた SEM 画像を Fig.6~9 に示した。

Sample 1 が最も規則的な配列を持ち、ハニカムの大きさもそろっていることが分かる。

Sample 9 も規則的な配列であるが、sample 1 に比べ、ハニカムの直径が小さい。

Sample 5、8 は配列が不規則で、直径も揃っていないことが分かった。

このような違いが生じる理由として高湿度の空気の速度や角度の違い、それによる溶液の蒸発の速さの違いが考えられる。

Sample 1 と sample 8 の実験条件を比較すると、sample 8 の方が高湿度の空気を出す装置からの距離が遠い。

そのために、クロロホルムの蒸発条件が異なったため、液滴の成長が不規則になり、規則的なハニカム構造が作製出来なかったと考えられる。

また、sample 1 と 9 の実験条件を比較すると、sample 9 の方が高湿度の空気を出す装置からガラス基板までの距離が近くなっている。

そのために液滴が押しつぶされハニカム構造がうまくできなかった、もしくは凝集した液滴が成長しきる前に液滴が蒸発するためハニカムが小さくなっていることが考えられる。

また、sample 1 と sample 5 より、ポリマー溶液の量も規則正しい構造を持つハニカム構造を作るうえで、重要な要因であると考えられる。

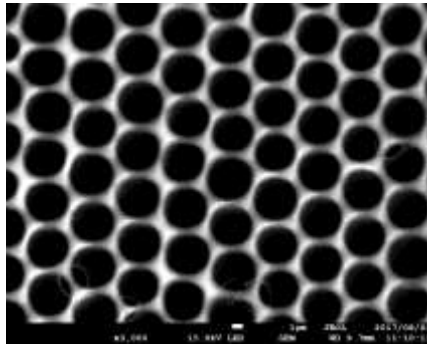


Fig.6 sample 1 の SEM 画像

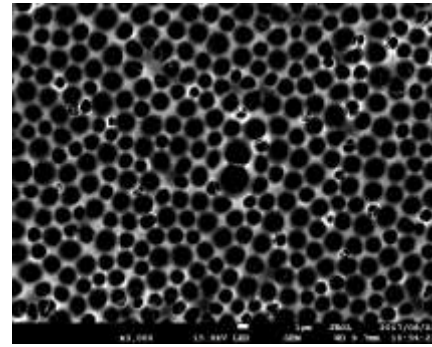


Fig.7 sample 5 の SEM 画像

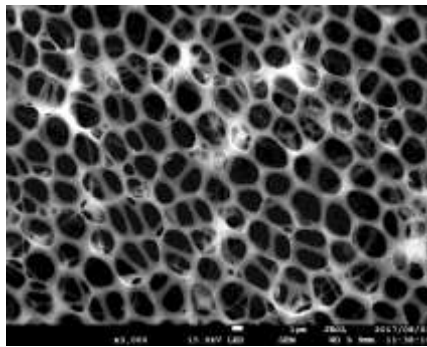


Fig.8 sample 8 の SEM 画像

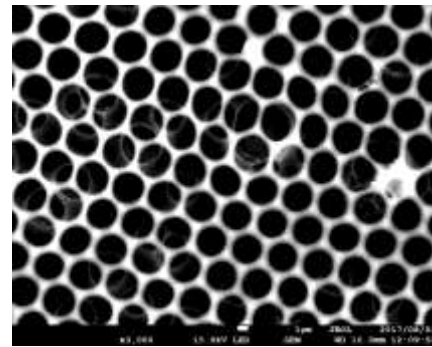


Fig.9 sample 9 の SEM 画像

次に、得られた AFM の結果を Fig.10 に示した。

結果よりハニカム構造の穴の深さは 250 nm、穴の直径は $0.34 \mu\text{m}$ であることが分かった。しかし、ところどころ不鮮明な領域がある。

これはハニカム構造の穴をスキヤニングする際に、プローブの動きが不規則になることが原因であると考えられる。そのため、ハニカム構造のイメージングに AFM は不適切であることが考えられる。

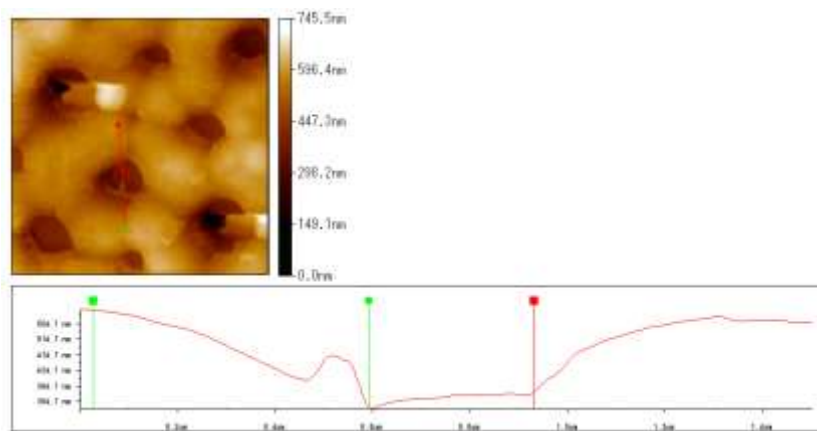


Fig.10 sample 1 の AFM 結果

○ディウェッティング(dewetting)を利用したマイクロドームの作製
今回 6 種類のサンプルを作製し、その中の 4 つのサンプルをイメージングした。以下の表 2 にそれぞれの実験条件をまとめた。

表 2、各サンプルの実験条件

| | 溶液濃度(%) | ローラーの速度(mm/min) |
|----------|---------|-----------------|
| Sample 1 | 0.1 | 1 |
| Sample 2 | 0.1 | 10 |
| Sample 3 | 0.02 | 10 |
| Sample 5 | 0.02 | 20 |

まず光学顕微鏡でマイクロドームを観察した結果を Fig.11~14 に示した。
Sample 1 と sample 2 を比較すると、sample 1 のマイクロドームの方が大きく、繋がっているような構造をもっていることが分かった。
次に、sample 3 と 5 を比較すると、sample 5 のマイクロドームの方が小さく、かつ密度が高くなっていることが分かった。
また、sample 2 と sample 3 を比較すると、sample 2 のマイクロドームの方が大きいことが分かる。
このような違いが生じるのは、溶液を塗布する際のローラーの速度、作製する環境の湿度、溶液の濃度が重要な要因であると考えられる。
溶液の濃度が高いと粘性が上がるため、マイクロドームが大きくなり、ローラーの速度が速いとマイクロドームが小さくなるため、配列の密度が高くなると考えられる。
これらをさらに高倍率で確かめるため SEM で観察をした。



Fig.11 sample 1



Fig.12 sample 2



Fig.13 sample 3



Fig.14 sample 5

Sample 2 と sample 5 の SEM 画像を Fig.15、16 に示した。

SEM で観察することにより、光学顕微鏡で観察されたよりも立体的に観察することができた。

Sample2 の結果からは、規則的な配列と大きさを持つマイクロドームが観察できた。

また、sample 5 を用いてドームの表面観察を行うと、凹凸があるのが確認できた。この凹凸の原因として溶媒が蒸発する際に生じたマイグレーションや、スパッタによるサンプルへのダメージが考えられる。

続いて AFM による観察を行った。

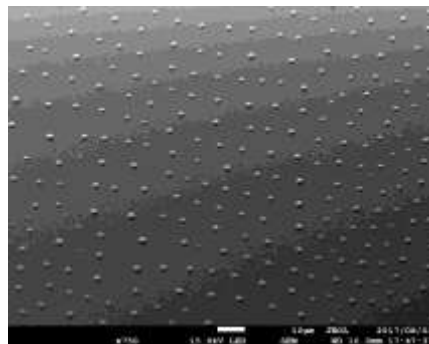


Fig.15 sample 2 の SEM 画像(750 倍)

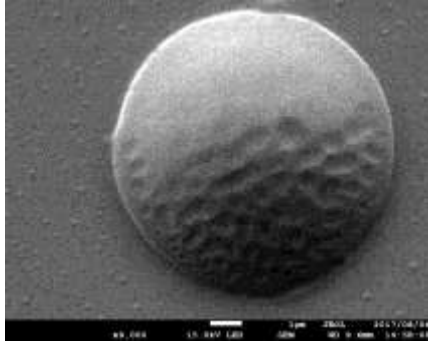


Fig.16 sample 5 の SEM 画像(9000 倍)

得られた AFM の結果を Fig.17 に示した。

結果より、高さが 200nm で直径が 2 μm であることが分かった。

しかし、ノイズが多く発生してしまった。この理由として、接触したことによる試料の付着が考えられる。

また、マイクロドームの右側にある黒色の領域は、データに flatten 処理を施すことで改善できると考えられる。

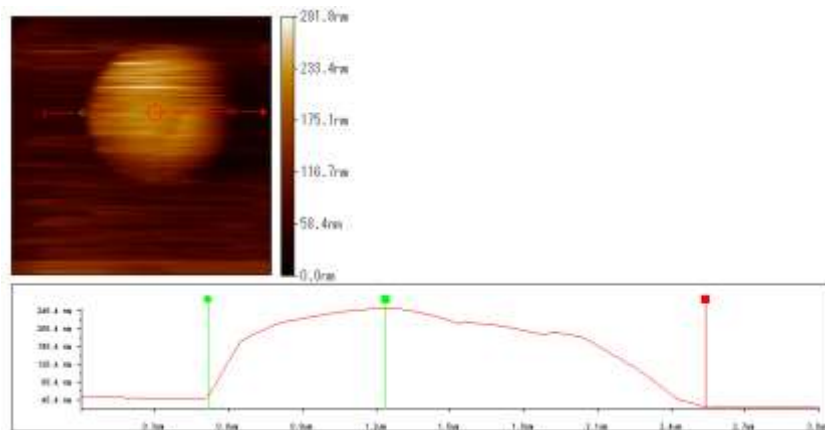


Fig.17 AFM 画像

○感想

本プログラムに参加し、自己組織化現象やイメージングの方法、その選択方法などを学ぶことが出来ました。使ったことのない装置をたくさん扱えたこともとても貴重な経験でした。

また、他大学の施設の利用や他大学との方々との交流、東京で行われた成果発表会への参加などがとても良い刺激になったと思います。

この貴重な経験を今後の研究に生かしたいと思います。

平成29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 | 鶴岡工業高等専門学校 物質工学科 4年生 |
| 研修テーマ | 機器分析による有機物の構造解析 |
| 研修先 | 東北大学大学院理学研究科 巨大分子解析研究センター |
| 受入担当者 | 権 垠相 |
| 研修期間 | 8月23日(水)～8月25日(金) |
| 研修内容 | <p>有機物であると既知の未知試料について、質量分析、核磁気共鳴分析、X線結晶構造解析を行うことで構造の解析を行う。</p> <p>8/23:施設の見学、研修内容の説明、分子モデルの設計、質量分析</p> <p>8/24:核磁気共鳴分析</p> <p>8/25:X線結晶構造解析、研究室の見学、ポスター作成</p> |
| 研修の成果等 | <p>3日間という短い期間ではありましたが、毎日非常に内容の濃い体験をさせていただいたと思います。元々座学では習っていた内容でしたが、実際に触れ、学ぶことができ本当に良い経験ができたと思います。自分の知識とやっていることがつながっていくことが面白かったですし、実際に触ってみることで直接自分の力にできたように思います。ポスター作成において、研修中に終わらせきれなかったことや、気になったことを時間をかけて考えることができました。これから、しっかりと実力をつけ、のばしていきたいと考えている分野でしたので、とても勉強になりました。また、これからの進路についても相談する機会となりました。悩んでいたことや、知りたかったことなどたくさん聞いて嬉しかったです。成果報告会では、たくさんの方の研究内容を知ることができましたし、そして研究内容に活かすためのスキルをのばしたいという私とは少し異なる参加動機の方がたくさんいて、新鮮でした。自分の研究内容において更にスキルアップしたいという姿勢を持つ方々に触れることができ、目指したい、と感じ、自分の勉強への意欲が高まりました。成果報告会においてもたくさんの方と話す機会があり、どんなことを研究しているのかや、相談もできて私にとって非常に刺激的な一日でした。</p> <p>初めて、この学生研修プログラムに参加させていただいて、得た物がとても大きかったように思います。参加してよかったです。</p> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|---|
| 所属・学年 | 北見工業大学大学院 博士前期課程1年 |
| 研修テーマ | 細胞実験基礎講習 |
| 研修先 | 物質・材料研究機構 |
| 受入担当者 | 服部晋也、箕輪貴司 |
| 研修期間 | 平成29年8月28日～平成29年9月1日 |
| 研修内容 | <p>○細胞の培養 ヒト肺胞基底上皮腺癌細胞である A549 及びマウスのマクロファージ由来の RAW264.7 細胞の培養を通して、細胞実験における基礎手順を学ぶ。</p> <p>○A549 細胞刺激用材料の採取 培養中の RAW264.7 細胞に SiO₂ 微粒子を加え、細胞に負荷を与えることで、RAW264.7 細胞から培養液中に放出された各種サイトカインを得る。得られるサイトカインには、トランスフォーミング増殖因子 (TGF) も含まれている可能性がある。このサイトカインは、上皮細胞がより活発な運動性を有する間葉細胞に変化する上皮-間葉移行に関与する。</p> <p>○上皮・間葉移行の観察 得られたサイトカインを含むと思われる培養上清液を用いて、培養中の A549 に上清液を添加し、細胞に刺激が加わることで、A549 が上皮-間葉移行を起こす様子を位相差顕微鏡を用いて観察する。</p> <p>○遺伝子解析 上皮・間葉移行で生じる遺伝子発現の変化をアガロースゲル電気泳動解析及びリアルタイム PCR の遺伝子解析法により確認する。</p> <p>○蛍光染色 目的タンパク質を蛍光染色し、共焦点顕微鏡を用いて目的タンパク質の様子を観察する。</p> |
| 研修の成果等 | <p>○細胞の培養 A549 及び RAW264.7 細胞の凍結細胞融解、播種したのち、培養及び継代をした。Fig.1 に起こした A549 細胞の位相差顕微鏡画像を示す。起こした細胞を培養すると正常な増殖が観察された。</p> <div data-bbox="719 1664 979 1834" data-label="Image"> </div> <p>Fig.1 起こした A549</p> <p>○A549 細胞刺激用材料の採取 エタノールを用いて殺菌した SiO₂ 微粒子 6mg をコンフルエント状態まで培養した RAW264.7 細胞に加え、20 時間培養することで、RAW264.7 細胞から</p> |

のサイトカイン放出を促進させた。この培養上清液を回収し、フィルター滅菌した。尚、コントロールとして、SiO₂ 微粒子を加えずに培養した RAW264.7 細胞の培養上清も同様にフィルター滅菌・回収した。

○上皮・間葉移行の観察

SiO₂ 微粒子を添加した RAW264.7 細胞から得られた培養上清液を培養中の A549 の培地とし、培養を継続した。

また、上記のサイトカインで刺激を与えた A549 (刺激-A549) のほか、SiO₂ 微粒子を添加せずに 20 時間培養した RAW267.4 細胞から採取した培養上清液で培養した A549 (刺激なし-A549)、RAW264.7 細胞の最適培地であるイーグル最小必須培地 (MEM) で培養した A549 (MEM-A549)、A549 にとっての最適培地であるダルベッコ改変イーグル培地 (DMEM) で培養した A549 (DMEM-A549) を作成した。培養は 4 日間行い、継時的な細胞の変化を比較した。Fig.2 に刺激-A549、Fig.3 に刺激なし-A549、Fig.4 に MEM-A549、Fig.5 に DMEM-A549 の各培養日数における細胞の位相差顕微鏡画像を示す。

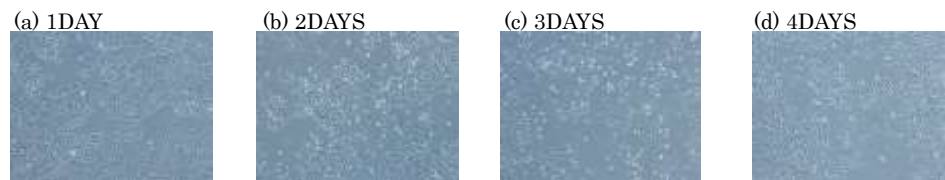


Fig.2 刺激-A549

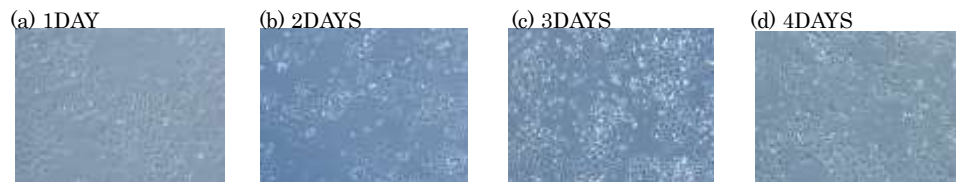


Fig.3 刺激なし-A549

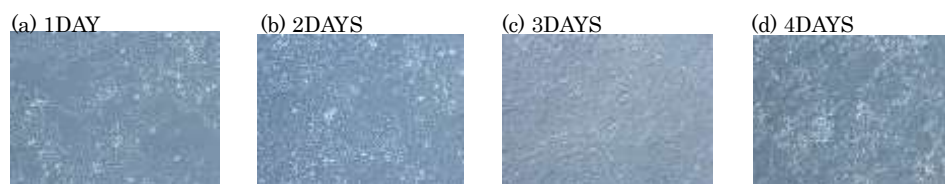


Fig.4 MEM-A549

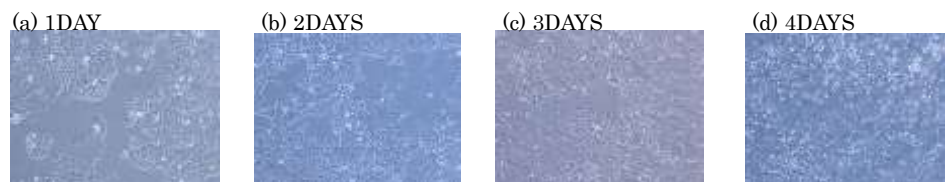


Fig.5 DMEM-A549

Fig.2 より、刺激-A549 では増殖が盛んではなく、細胞同士が密ではなく間隔があることが分かる。細胞の形態は、円形から細長い形に変化し、培養 4 日目にはほぼすべての細胞が紡錘状に変化しているのが分かり、RAW264.7 細胞

から培養液中に放出された各種サイトカインを含むと思われる培地で培養した A549 細胞では上皮-間葉移行様の形態変化が起こることが確認できた。

また、Fig.3 の刺激なし-A549 においても、培養するにつれて細胞が紡錘状に変化しているのが分かるが、刺激-A549 と比べ上皮-間葉移行様の形状変化を起こした細胞は少なかった。刺激なし-A549 で上皮-間葉移行が起こった理由については、今回の実験でははっきりとはわからず、より詳しい検討が必要であるが、栄養不足等により、細胞にストレスが加わったことも原因の一つであると考えられる。

Fig.4 及び Fig.5 より、新鮮な MEM、DMEM で培養させた MEM-A549、DMEM-A549 は、細胞の増殖が盛んなため密になっており、細胞の形は円形のままであり、上皮-間葉移行は起こってないことが示唆される。

○遺伝子解析

形態観察を行った 4 種類の A549 の遺伝子解析をすることで、形態だけでなく遺伝子にも変化があるのかを調べた。遺伝子は、上皮細胞系の細胞間の接着に関与するタンパク質である E-Cadherin (E-Cad)、同じく細胞接着に関与するタンパク質である N-Cadherin (N-Cad)、間葉系細胞に特有な細胞骨格タンパク質である Vimentin (Vim) の 3 種類を解析した。GAPDH をコントロールとした。Fig.6 に各培地において 7 日間培養した A549 のアガロースゲル電気泳動の結果を示す。

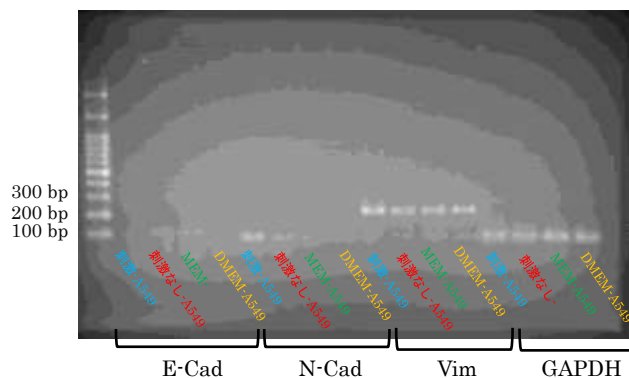


Fig.6 7 日間培養した各培地における A549 のアガロースゲル電気泳動結果

Fig.6 より、E-Cad 遺伝子について各培地の A549 を見てみると、刺激-A549 のバンドが他の 3 種類に比べて薄いことが分かる。また、N-Cad 及び Vim 遺伝子については、刺激-A549 のみのバンドが少し濃くなっていることが分かる。このことより、刺激-A549 は E-Cad 遺伝子が減り、N-Cad 及び Vim 遺伝子が増加していることが考えられる。この現象は、一般的に言われている上皮-間葉転換を生じた細胞の遺伝子変化と類似しており、今回の実験系で肉眼的に認められた細胞の形態変化も、上皮-間葉移行が起こった結果の現象であることが示唆される。

さらに、QPCR を用いて E-Cad、N-Cad、Vim の発現量を定量した。Fig.7 に 7 日間培養した各培地における A549 の QPCR の結果を示す。

Fig.7 より、電気泳動と同様、刺激-A549 では、E-Cad が減り、N-Cad 及び Vim が増加していることが分かる。したがって、刺激-A549 では上皮-間葉移行が起こっていることをより強く支持する結果が得られた。

また、刺激なし-A549、MEM-A549、DMEM-A549 における N-Cad 及び Vim 遺伝子量には大きな違いがみられなかった。E-Cad についても刺激-A549 以外の 3 種類は同等な値になると予想していたが、MEM-A549 のみ値が高くなった。これは PCR をする際の溶液準備の段階で cDNA を過剰に入れてしまい、増幅される量も多くなり値が大きくなってしまった可能性も考えられるが、詳細は不明であった。

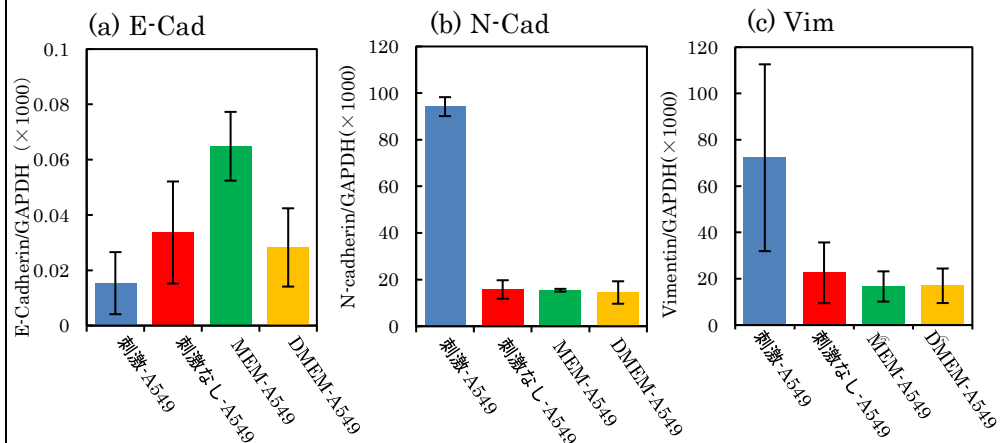


Fig.7 7日間培養した各培地における A549 の QPCR 結果

○蛍光染色

各培地で 7 日間培養した A549 細胞の E-Cad および F-actin を蛍光染色し、共焦点顕微鏡で観察した。Fig.8 に E-Cad を蛍光染色したに刺激-A549 及び DMEM-A549 の画像を示す。加えて、Fig.9 に F-actin の蛍光染色を行った刺激-A549 及び DMEM-A549 の画像を示す。青色で核、緑色で E-Cad、赤色で F-actin を染色している。

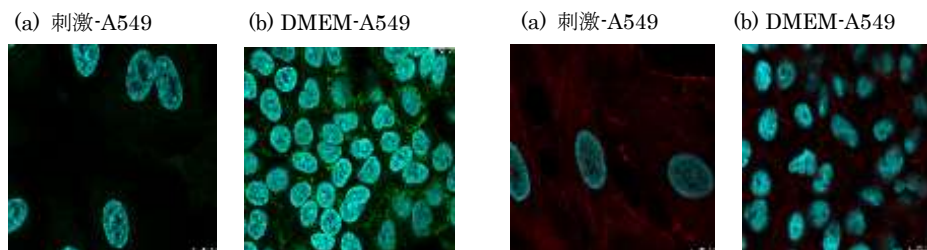


Fig.8 各培地における E-Cad の蛍光染色

Fig.9 各培地における F-actin の蛍光染色

Fig.8 及び Fig.9 より、刺激-A549 では緑色部分が薄く、E-Cad が少ないことが分かり、赤色が濃く、F-actin が多いことが分かる。したがって、上皮細胞から細胞間接着が弱く、より活発な運動性を持つ間葉系細胞になっていることが示唆される。

○まとめ

刺激 A549 において、紡錘状への細胞の形態変化が観察でき、E-Cad が減少したことで、上皮系の細胞接着が低下していることが分かる。

また、N-Cad、Vim の増加、F-actin の増加から、間葉系細胞様のタンパク質発現、運動性の活発化がみられた。

したがって、SiO₂ 微粒子を RAW 細胞へ添加し、培養することで、RAW 細胞からのサイトカイン放出が促進され、サイトカインの含まれた上清を得ることができた。そして、得られたサイトカイン入りの上清で A549 を培養した刺激 A549 は上皮-間葉移行を起こすことが確認できた。

○感想

今回研修に参加させて頂いたことで、細胞の基礎的な扱い方、実験の組み立て方などを学ぶことができました。また、細胞培養や観察、遺伝子解析、蛍光染色などの実験を通して、日ごろは使わない分析・解析機器及び薬品を取り扱うことができ、大変貴重な経験をさせて頂きました。

そして、実験以外でも国立の研究機構の環境に触れ、研究者の方々のお話を聞いたことで良い刺激を受け、この先の就職活動の参考にもなりました。

今後はこの研修で得た知識や経験を活かし、大学での生活・実験を行っていきたいと思います。

平成29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 | 日本大学大学院理工学研究科物質応用化学専攻・博士前期課程1年 |
| 研修テーマ | 細胞実験基礎講習 |
| 研修先 | 物質・材料研究機構 |
| 受入担当者 | 箕輪 貴司、服部 晋也 |
| 研修期間 | 平成29年8月28日~平成29年9月1日(5日間) |
| 研修内容 | <p>【研修概要】</p> <p>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つけること。</p> <p>【諸言】</p> <p>上皮間葉転換(EMT)とは、上皮細胞が移動能を持つ間葉細胞に転換する変化であり、様々な発生の過程において重要な役割を果たし、腫瘍細胞の転移などでも起こるとされている。EMTはいくつかの転写因子により誘導され、TGF-β(transforming growth factor-β)などのサイトカインや細胞増殖因子は、これらの転写因子の発現を増加させ EMT を誘導する。</p> <p>EMT が進行する過程で、細胞には細胞間接着や細胞骨格などに変化が生じる。代表的な例として、上皮細胞の細胞間接着タンパク質である E-カドヘリンが減少し、N-カドヘリンの発現増加が見られるようになる。また、細胞極性が失われてアクチンストレスファイバーが活発に形成され、細胞はより高い移動能を獲得する様になる。さらに、細胞骨格を形成する中間径フィラメントが上皮細胞型であるサイトケラチンから間葉系型であるビメンチンへと変化することなどが知られている。</p> <p>【目的】</p> <p>本研修では、単球性白血病由来細胞株マウスマクロファージ細胞(RAW264.7)を SiO₂微粒子で刺激をすることでサイトカインを培養液中に放出させ、この培養上清を用いてヒト肺基底上皮腺癌細胞(A549 細胞)に EMT を起こし、細胞形態および遺伝子発現変化を観察することを目的とした。</p> |

研修の成果等

【用いた細胞】

- ・ A549 細胞：ヒト肺基底上皮腺癌細胞。



図1 A549細胞(解凍後3時間)

- ・ RAW264.7 細胞：単球性白血病由来細胞株マウスマクロファージ細胞。

【培養条件】

- ① SiO₂刺激あり、RAW 細胞培養上清で培養した A549 細胞。
- ② SiO₂刺激なし、RAW 細胞培養上清で培養した A549 細胞。
- ③ 正常 RAW 細胞の培地、MEM 培地で培養した A549 細胞。
- ④ 正常 A549 細胞の培地、DMEM 培地で培養した A549 細胞。

上記の4条件でそれぞれ A549 細胞を培養した。

【細胞形態観察】

位相差顕微鏡により観察した4条件ごとの細胞形態変化の結果を図2に示す。

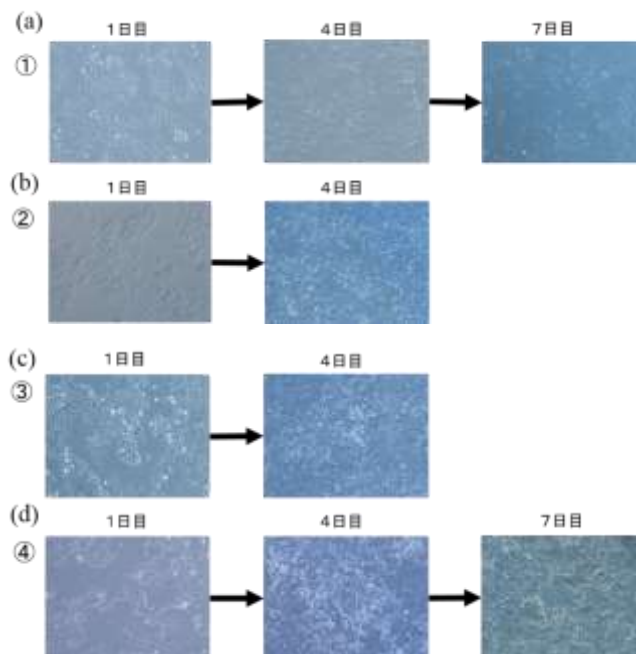


図2 細胞形態観察画像

(a) 培養条件①における1日目～7日目の A549 細胞、(b) 培養条件②における1日目と4日目の A549 細胞、(c) 培養条件③における1日目と4日目の A549 細胞、(d) 培養条件④における1日目～7日目の A549 細胞。

①と④の条件における7日目のA549細胞を比較すると、④の条件においてはコンフルエントな状態であるが、①の条件においては細胞数が減少し、細胞の形が紡錘状に変化していることが確認出来た。

【PCRによる遺伝子発現解析】

E-カドヘリンは、Ca依存性の接着分子で細胞間のホモフィリックな結合を制御し、癌化および転移能の獲得に伴い、その機能が低下する。N-カドヘリンは、神経細胞が放射状突起に接着するために必要であり、神経細胞移動に重要な役割を果たすタンパク質である。ビメンチンは細胞骨格として細胞の形態維持を担う主要な構造タンパク質である。

EMTにおけるE-カドヘリン、N-カドヘリン、ビメンチンの遺伝子発現の変化を観察するため、各条件の細胞からRNAを回収し、逆転写PCRにより合成したcDNAを用いて、PCR産物のアガロースゲル電気泳動およびリアルタイムPCRによる定量的な解析を行った。アガロースゲル電気泳動の結果を図3に示し、リアルタイムPCRの結果を図4に示す。

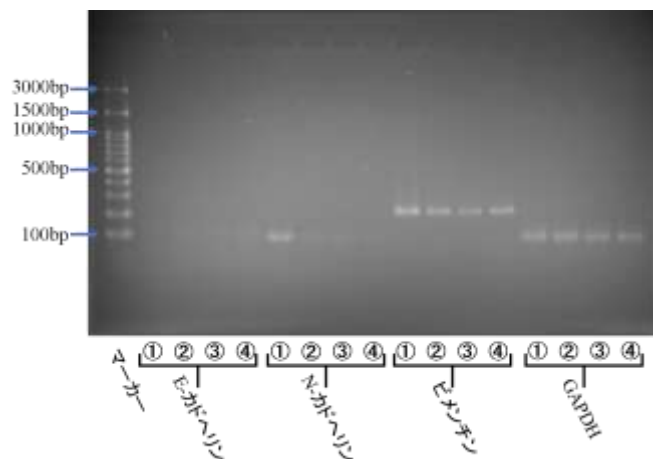


図3 アガロースゲル電気泳動結果

図3の結果より、E-カドヘリンのバンドは薄く比較することが出来なかったが、N-カドヘリンおよびビメンチンの①の条件においてバンドが濃くなっていることを確認することが出来た。

図4の結果より、4条件を比較するとE-カドヘリン量は①の条件において一番少なく、N-カドヘリンおよびビメンチンの量は①の条件において一番多いことが確認出来た。

以上の遺伝子発現解析の結果において、EMTを起こした細胞ではE-カドヘリンが減少し、N-カドヘリンおよびビメンチンが増加する結果が得られた。これらことからEMTによるE-カドヘリンからN-カドヘリンへの切り替えおよびビメンチンから構成される間葉系細胞型への変化が起こったことが示唆された。

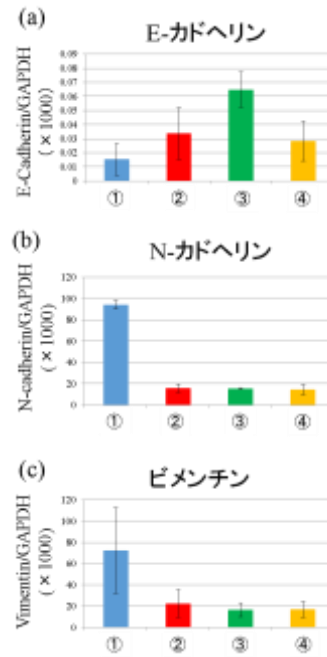


図4 リアルタイム PCR 結果

(a) E-カドヘリン発現量、(b) N-カドヘリン発現量、(c) ビメンチン発現量。

【細胞染色による遺伝子発現解析】

ファロイジンは、タマゴテングタケの毒成分として単離された 7 つのアミノ酸からなるペプチドであり、F-アクチンに対して高い結合力を示し、アクチン染色は、生細胞および固定細胞における細胞骨格の構造と機能をみるために使用される手法である。

EMT における細胞の変化を、形態学的にも確認するため、E-カドヘリン染色およびファロイジン-アクチン染色を行い、共焦点顕微鏡により培養条件における遺伝子発現の比較を行った。共焦点顕微鏡の結果を図 5 に示す。

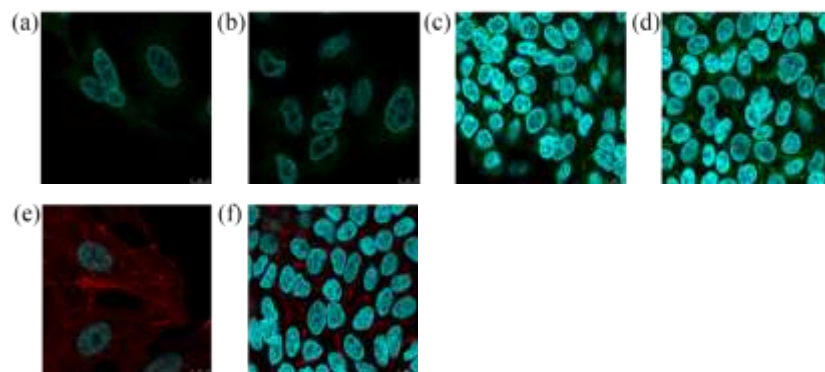


図5 E-カドヘリン染色およびファロイジン-アクチン染色の細胞

(a~d) E-カドヘリン染色結果、(e,f) ファロイジン-アクチン染色結果。(a,e) 培養条件①、(b) 培養条件②、(c) 培養条件③、(d,f) 培養条件④。青色：核、緑色：E-カドヘリン、赤色：アクチンストレスファイバー。

図 5 において、培養条件①と②では E-カドヘリンが細胞膜ではなく、細胞全体に発現しており、培養条件③、④と比較して E-カドヘリン量の減少およびストレスファイバー形成の亢進が確認できた。これらの結果と遺伝子発現解析結果を合わせて考えると、今回の研修において EMT の誘導を起こすことが出来たと考えられる。

基礎的な技術を再確認することができ、細胞培養や実験操作において気を付けるべきところや効率の良い操作の進め方を学ぶことが出来た。大学にはない装置など研修機関の施設を利用することで新たな知識を身につけることが出来た。

今回の研修において学んだことを今後の研究に活かしていきたい。

平成29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 総合理工学研究科 理学専攻 物理学コース 修士課程一年 |
| 研修テーマ | 分子科学研究所夏の体験入学「分子動力学シミュレーションを学び体験する」 |
| 研修先 | 自然科学研究機構 分子科学研究所 |
| 受入担当者 | 横山 利彦 (ホスト: 奥村 久士) |
| 研修期間 | 平成29年8月7日～8月10日 (4日間) |
| 研修内容 | <p>1日目: 分子研の全体紹介、オリエンテーション</p> <p>2日目: 統計力学・解析力学の復習、分子動力学シミュレーション理論習得</p> <p>3日目: シミュレーション体験</p> <p>4日目: 全体発表会</p> |
| 研修の成果等 | <p>研究以外で得られた成果:</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 分子科学研究所夏の体験入学、及びナノテク学生研修に参加し、研究報告や様々な情報共有を通してアグレッシブな多くの学生仲間が得られた。彼等から受けたモチベーション、得られた人材ネットワークは今後の私の研究やその先の人生の支えになると感じている ● (分子研夏の体験入学にて) 研修先である奥村研究室の雰囲気や研究環境、及び分子研の研究設備を知り、最先端の研究現場を把握できた ● (ナノテク成果発表会にて) 電子顕微鏡や加速器実験など、私が今まで関わりのなかった研究分野の知識を得られたことで、知識の視野を広げることができた <p>研究で得られた成果:</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 解析力学、統計力学の復習により理解の修正をすることができた ● それまでの自身の研究(粒子法を用いた流体シミュレーション)と分子動力学シミュレーションの相違点・類似点の整理ができた ● シミュレーションをした後、出力された結果の考察や評価、パラメーターの変更などの一連の流れにある難しさや楽しさを感じる事ができた |

平成29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三年 |
| 研修テーマ | 分子化学研究所 夏の体験入学 「フロンティア軌道理論と量子化学計算」 |
| 研修先 | 分子化学研究所 |
| 受入担当者 | 横山利彦 江原正博 |
| 研修期間 | 2017年8月7日～2017年8月10日 |
| 研修内容 | フロンティア軌道理論、量子化学計算の基礎、Gaussianプログラムの使い方について学び、それを踏まえてDiels-Alder反応について量子化学計算を行い、計算結果から反応性や選択性について議論し、実際の実験結果やフロンティア軌道理論から予測される結果と比較した。 |
| 研修の成果等 | <p>Diels-Alder 反応の反応性と選択性について量子化学計算の見地から検討した。</p> <p>Diels-Alder 反応は、無置換のエチレンとブタジエンでは加熱しないと反応が起こらないが、エチレン側に電子吸引基を導入すると反応性が上がり、常温で反応するようになる。これはフロンティア軌道理論に基づくエチレン側の LUMO のエネルギー準位が下がり、共役ジエンの HOMO との相互作用が強くなり、反応性が高くなるからだと考えられる。Diels-Alder 反応に用いるアルケンを無水マレイン酸にする場合と無置換のエチレンにする場合の二つの場合について量子化学計算 (B3LYP/6 - 31G*) を行ったところ、無水マレイン酸の場合は無置換の場合よりエネルギー障壁が 4.7 kcal / mol 小さく、実験結果やフロンティア軌道理論と整合的な結果が得られた。</p> <p>軌道係数に偏りのある分子では、フロンティア軌道理論に基づけば軌道係数の大きい部分同士が結合する配向が有利であり、それは実験と合致している。これについて量子化学計算 (B3LYP/6 - 31G*) を行ったところ、反応のエネルギー障壁は軌道係数の大きい部分同士が結合する場合の方が低く、実験やフロンティア軌道理論と整合的な結果が得られた。</p> |

平成29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

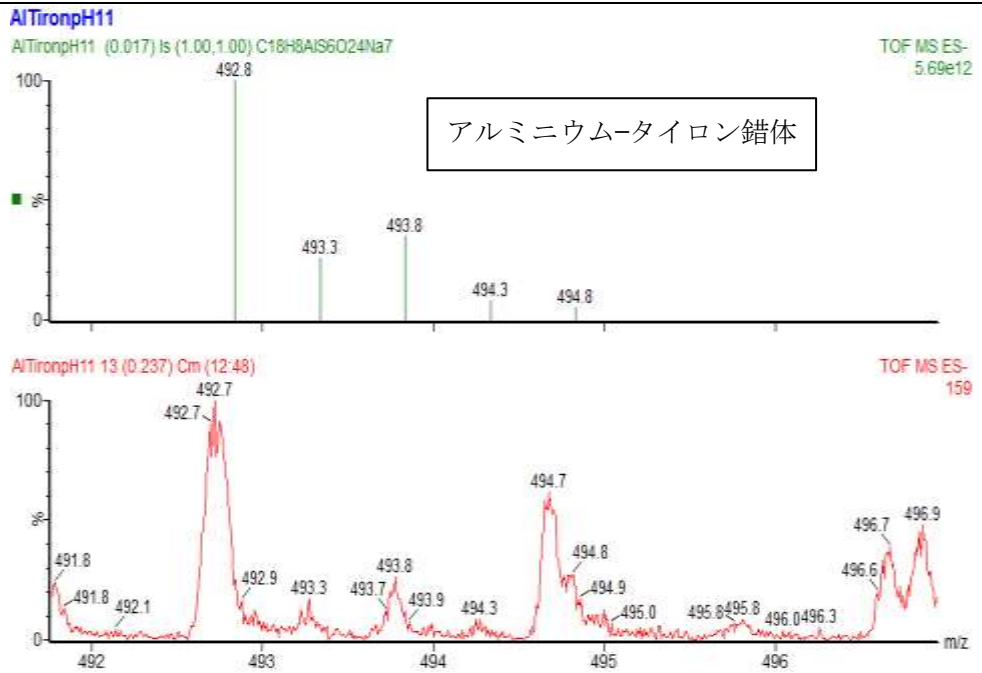
| | |
|--------|--|
| 所属・学年 | 九州工業大学工学府先端機能システム学専攻・M1 |
| 研修テーマ | ナノバイオデバイスによる分子・細胞計測の基礎 |
| 研修先 | 名古屋大学 |
| 受入担当者 | 馬場 嘉信 教授 |
| 研修期間 | 平成29年7月24～26日 |
| 研修内容 | <p>①マイクロチャンバーアレイによる単一細胞観察</p> <p>②マイクロ流路を用いたDNAコーミング</p> <p>③マイクロ流路を用いたDNA電気泳動の観察</p> |
| 研修の成果等 | <p>①に関して、マイクロチャンバーアレイを作製し、そこへ予め染色されたがん細胞が顕微鏡観察から封入している様子を確認できた。</p> <p>②に関して、コーミングに用いるチップは希望通り作製することはできたが実際のDNAコーミングに関しては、観察することができなかった。</p> <p>その理由として二つ考えられる。</p> <p>一つ目は、DNAの染色がされておらず、コーミングされているにも関わらず、染色体の発光を顕微鏡で捉えるができなかったためである。</p> <p>二つ目は、DNAが入った溶液を流す速度が大きすぎた。そのためコーミングよりも先に、この溶液が流れてしまったためである。</p> <p>③に関して、DNAが電気泳動をしている様子を観察できなかった。</p> <p>この理由としては、そもそもこれを観察するための装置が上手く機能しなかったことが原因と考えられる。</p> |

平成29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 | 東京高専 機械情報システム工学専攻 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 馬場研究室 |
| 受入担当者 | 馬場嘉信 教授 |
| 研修期間 | 7/24-7/26 |
| 研修内容 | <p>今回の研修では、名古屋大学の馬場研究室にて、</p> <p>(A)ジグザグパターンと流路の PDMS チップを張り合わせた DNA コーミング用ナノデバイスによる DNA コーミング実験及びその観察。</p> <p>(B) DNA は負の電荷を持つため電界に置くことで泳動する。この様子を観察する DNA 電気泳動の観察実験。</p> <p>(C)ナノバイオデバイスによる単一細胞のアレイ化封入実験及びその観察の3実習を行った。</p> |
| 研修の成果等 | <p>[1日目]</p> <p>研修初日には、実験に用いるマイクロデバイスとなる PDMS チップの制作を行った。自分たちが制作した PDMS チップは、(a)DNA コーミング用ジグザグパターンチップ、(b)単一最奥観察用チャンバーアレイチップ、(c)流路チップの3つである。</p> <p>[2日目]</p> <p>前述した実験(A)及び(B)を行った。実験(A)の結果、伸長した DNA を観察することは出来なかった。これは、PDMS チップを貼り合わせた際の密着が足りず、溶液がリークしていたため、溶液がうまく吸引されず、DNA がジグザグパターンの構造体に引っかからなかったことが原因であると考えられる。次に実験(B)の結果、顕微鏡の故障により DNA の電気泳動は観察出来なかった。</p> <p>[3日目]</p> <p>実験(C)を行った。実験の結果、単一細胞のアレイ化に成功したことを確認した。しかし、チャンバーへの単一細胞の封入率は中央部ほど高く 8、9 割程度で、全体の封入率としては 6 割ほどであり、チャンバーアレイ周辺に細胞が散らばっていた。このことから、さらに封入率を上げるためには、チャンバーアレイに合わせた穴を設けた PDMS チップを張り合わせたナノデバイスを用いることで達成されると考えられる。</p> <p>[総括]</p> <p>本実習から、大学院のレベルの高さと、そこに所属している学生たちの現在の自分とは比べ物にならない研究に対する姿勢、意欲、能力の高さを実感した。</p> |

平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

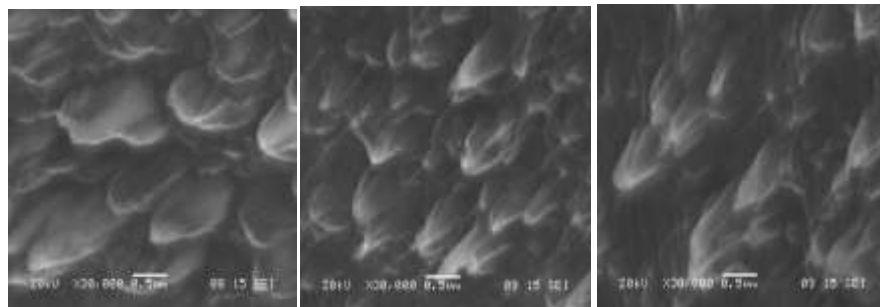
| | |
|--------|---|
| 所属・学年 | 東京理科大学 理工学部 電気電子情報工学科 3年 |
| 研修テーマ | 分子・物質合成と評価 |
| 研修先 | 名古屋工業大学 |
| 受入担当者 | 種村 眞幸 江龍 修 壬生 攻 小澤 智宏 日原 岳彦 |
| 研修期間 | 8/21-8/22 |
| 研修内容 | <p>① 生体分子の合成と構造解析についての講義と実習</p> <p>② ナノカーボンの合成についての講義と実習</p> |
| 研修の成果等 | <p>① 生体分子の合成と構造解析についての講習と実習</p> <p>生体分子の基本構造にある骨格を有するタイロンを用いて、鉄のタイロン錯体とアルミニウムのタイロン錯体を合成した。それらの発色の違いは紫外可視吸収スペクトルにより確認した。その後、質量分析装置を用いて ESI 法で得られるスペクトルを解析した。やや不純物が混合しているが目的化合物のシミュレーションと一致したことから、タイロンが3つ結合した錯体の生成を確認した</p> <p>The figure displays two mass spectra for the Fe-Tyrosine complex. The top plot is a simulated spectrum for FeTyronpH11, showing a base peak at m/z 507.3 and other peaks at 506.3, 507.8, 508.3, 508.8, and 509.3. The bottom plot is an experimental ESI-TOF mass spectrum for FeTyronpH11, showing a base peak at m/z 507.3 and other peaks at 506.9, 507.0, 507.8, 508.0, 508.3, 508.8, 509.3, and 509.7. A box labeled '鉄-タイロン錯体' is placed over the top plot.</p> |



② ナノカーボンの合成についての講習と実習

特型表面ナノ形成装置を用いて、真空中で Nafion 膜上にアルゴンイオンビームを照射し、照射された方向にカーボンナノファイバーが合成された。この方法にとり、室温でカーボンナノファイバーの合成が可能となった。

形成されたファイバーを走査電子顕微鏡で観測し、金属壁に遠いほどナノファイバーがたくさん合成されることを観察できた。




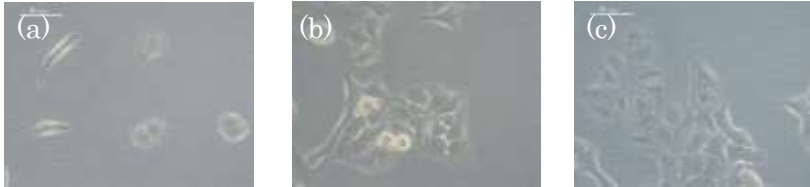
平成29年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

| | |
|--------|---|
| 所属・学年 | 信州大学工学部・4年 |
| 研修テーマ | 有機太陽電池の作製と仕事関数/イオン化ポテンシャル測定 |
| 研修先 | 奈良先端科学技術大学院大学 物質創成科学研究科 |
| 受入担当者 | 中村 雅一 |
| 研修期間 | 平成29年7月25日～27日 |
| 研修内容 | <p>講義：有機の太陽電池の概要説明</p> <p>P3HT,PCBM の秤量</p> <p>グローブボックス内でクロロベンゼンと混ぜ、攪拌</p> <p>基盤をUV オゾン処理した後スピコート</p> <p>蒸着により電極を付ける</p> <p>J-V 測定、紫外-可視吸収スペクトル測定</p> <p>講義：光吸収分光及び光収量分光</p> <p>AC-3 による仕事関数及びイオン化ポテンシャル測定</p> |
| 研修の成果等 | <ul style="list-style-type: none"> ・講義や太陽電池の製作を通して有機の太陽電池の発電原理や材料の特性を学ぶことができた。有機の太陽電池はグローブボックス内での作業や、アルミホイルで光を遮断し保管するなどとても繊細なものなのだと感じた。 ・太陽電池の様々な測定を通して有機の薄膜太陽電池のバンド構造やPCBM、P3HTの特性が分かった。 ・研修期間中、たくさんの装置を見ることができ、有機の太陽電池を製作するにもたくさんの装置と過程を要するのだと感じた。 <p>研修、成果発表会全体を通して</p> <p>自分の研究室ではできないことを一から勉強し体験することで視野が広がり、今後、自分の研究を行う上で良い刺激になった。</p> <p>無機の太陽電池を製作している自分からしたら考えられないことが有機の太陽電池では起こっていて、とても薄くて軽く製作できるところに魅力を感じた。自分の研究テーマにも応用できればより良いものができるのではという可能性を感じた。成果発表会を通して自分のやりたかった研究をしていた人との意見交換ができた。</p> |

平成29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 4年 |
| 研修テーマ | 有機太陽電池の作製と仕事関数/イオン化ポテンシャル測定 |
| 研修先 | 奈良先端科学技術大学院大学 物質創成科学研究科 |
| 受入担当者 | 中村 雅一 |
| 研修期間 | 2017年7月25日(火)～2017年7月27日(木) |
| 研修内容 | <p>有機薄膜太陽電池の作製を行い、作製した太陽電池の特性と、用いた有機半導体材料のイオン化ポテンシャルを測定すること。また、研修に沿って実験の操作やその他手順について、理解と知識を深める。</p> <p>7月25日(火) 正孔輸送層を P3HT, 電子輸送層を PCBM とする有機薄膜太陽電池の作製及び、紫外-可視吸収スペクトル測定</p> <p>7月26日(水) 光電子分光、光電子収量分光、大気中電子分光の概論講義</p> <p>7月27日(木) AC-3による P3HT, PCBM のイオン化ポテンシャルの測定</p> |
| 研修の成果等 | <p>・有機薄膜太陽電池では正孔輸送層と電子輸送層の界面で電子の授受が行われる。しかし、二つの層をただ重ねた状態では界面の面積が限られ、光電変換の効率が悪くなる。これについて二層を混合することで改善されるという報告がされている。そこで今回は、正孔を輸送する P3HT, 電子を輸送する PCBM を混合した有機薄膜太陽電池を作製した。作製したデバイスを熱アニール処理したものとしていないものの二つに分けて性能を評価した。以下に紫外-可視吸収スペクトルと $J-V$ 測定による、アニール処理したデバイスの物性、イオン化ポテンシャルの測定結果を示す。Fig1 に示す通り、アニール処理したデバイスが未処理のデバイスよりも光の吸引特性が向上するという結果が得られた。また、アニール処理したデバイスのエネルギー変換効率は 1.56% となり、電池としての性能を確認できた。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>(a)</p> </div> <div style="text-align: center;"> <p>(b)</p> </div> </div> <p>Fig1. (a)アニール処理による吸収スペクトルの変化,(b)アニール処理による $J-V$ 特性の変化</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;"> <p>Fig2. P3HT, PCBM のイオン化ポテンシャル</p> </div> <div style="text-align: center;"> <p>Fig2に示すのはデバイスの光電子収量分光器 (PYS)による、イオン化ポテンシャルの測定結果を図で表したものである。</p> </div> </div> |

平成29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化学系専攻基礎化学コース M1 |
| 研修テーマ | 動物細胞の電子顕微鏡観察 |
| 研修先 | 物質・材料研究機構 |
| 受入担当者 | 森田 浩美, 箕輪 貴司, 鴻田 一絵 |
| 研修期間 | 平成29年8月28日～9月1日(5日間) |
| 研修内容 | <p>本研修では、培養細胞を透過型電子顕微鏡で観察できる試料に調整する工程を学ぶとともに、細胞培養の基礎、光学顕微鏡を用いた細胞観察について実習を行った。</p> <p>【研修内容】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・細胞培養，細胞の光学顕微鏡観察 ・蛍光観察 ・TEM 観察試料作製および TEM 観察 ・SEM 観察 |
| 研修の成果等 | <p>今回の研修は A549 の細胞を用いて行った。</p> <p>【細胞培養】</p> <p>凍結保存してある細胞(P0)の解凍を行ったり，継代(P4)を行ったりした。その後，3 日間にわたって，光学顕微鏡で細胞観察を行った (Fig.1, Fig.2)。細胞分裂している様子が観察された。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">  </div> <p style="text-align: center;">Fig.1 P0 の細胞観察 : (a)1 日目, (b)2 日目, (c)3 日目</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">  </div> <p style="text-align: center;">Fig.2 P4 の細胞観察 : (a)1 日目, (b)2 日目, (c)3 日目</p> <p>【蛍光観察】</p> <p>細胞の核を DAPI(青)，アクチンを蛍光ファロイジン(緑)で染色し，蛍光顕微鏡及び共焦点顕微鏡で観察することで，細胞核とアクチンの分布を確認できた (Fig.3,4)。蛍光顕微鏡と共焦点顕微鏡の使用法やそれぞれの長所や短所についても理解できた。</p> |

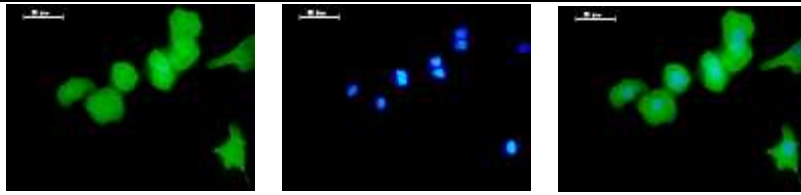


Fig.3 蛍光顕微鏡で観察した蛍光染色の結果

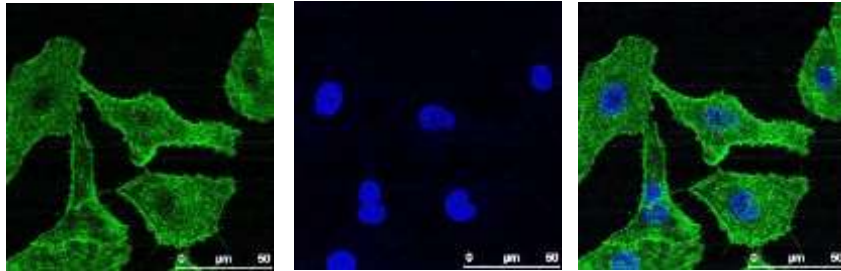


Fig.4 共焦点顕微鏡で観察した蛍光染色の結果

【SEM 観察】

低真空の SEM を用いることで、細胞表面に金属コートせず、SEM 像を取得した (Fig.5)。固定細胞については細胞の表面を観察することができたが、生細胞については細胞が破裂してしまい、PBS 中の成分が析出してしまった可能性がある。SEM の原理や仕組み、低真空 SEM の利点などを深く理解することができた。

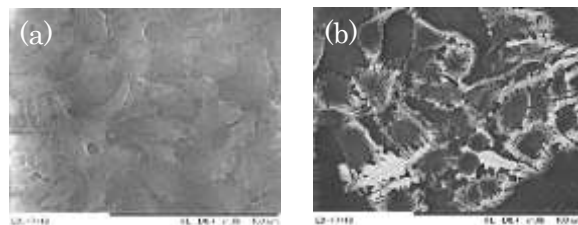


Fig.5 細胞の SEM 像 : (a)固定細胞, (b)生細胞

【TEM 観察】

細胞の TEM 観察用試料を作製し、TEM 観察した (Fig.6)。試料作製の詳しい手順やウルトラマイクロームの使い方、TEM の原理などを学ぶことができた。TEM 観察を行うことで、細胞の内部を観察できた。

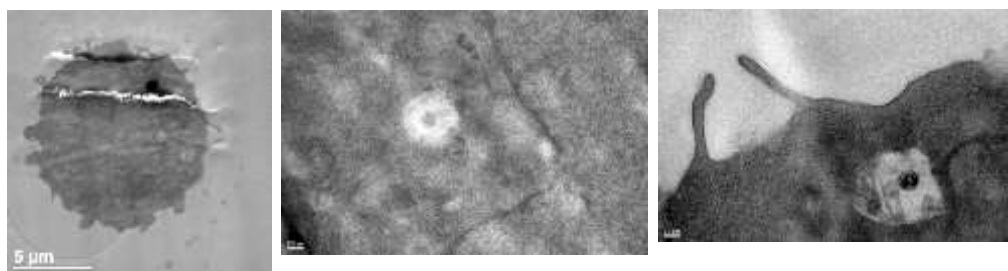


Fig.6 細胞の TEM 像

【感想】

研修を通して、細胞培養や、細胞を観察する上で用いられる様々な手法を体験し、知識や技術を学ぶことができた。この研修で得られたものを自分の研究に活かしていきたい。

また、他の大学の方々や研究者の方々と交流でき、これからの研究や考え方についても視野を広めることができた。