

平成26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 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 名誉教授、松尾 保孝 准教授、 吉田 裕 特任助教、大西 広 技術職員、大多 亮 技術職員
研修期間	8月18日(月)～8月22日(金)
研修内容	従来、光学顕微鏡で観察できない太さナノオーダーの材料において電気抵抗測定が困難であった。しかし、今回行った電子線(EB)リソグラフィーを用いた金属ナノ加工によりマイクロオーダーの電極が作製でき、走査型電子顕微鏡(SEM)観察から太さナノオーダーの材料の電気抵抗測定が可能であることがわかった。集束イオンビーム加工装置(FIB)により断面切出を行い、走査型透過電子顕微鏡(STEM)により電極が材料に接続されていることが観測できた。収差補正透過型電子顕微鏡(CsTEM)により、実際に私が生成したグラフェンを観察したところ、マイクロオーダーの大きさ、グラフェンの積層状態がわかり、電気抵抗測定が可能であることがわかった。
研修の成果等	基板上に吸着した銀ナノワイヤーを擬似的な導電ナノ材料とし、EBリソグラフィーによる導電性測定用電極の作製に関する講習を受けた。あらかじめレジストレーションマークをつけておいたSi基板上に、今回模擬的に電極を作製する銀ナノワイヤーを塗布し、ナノワイヤーの両端位置をSEMにより測定した。その上からレジストを塗布しスピンコートにより均一に伸ばした。その後、レジストレーションマークに電子線を照射し、ナノワイヤー両端位置を割り出した。そして、電極パターンを電子線により描画し、現像液により電子線照射部のレジストを除去した。基板全体に金属(接着層Cr～nm、電極層Au～nm)を蒸着し、レジスト剥離液により電極以外の部分を除去した。その結果、約7μmの間隔を持つ電極が完成した。完成した電極と銀ワイヤーの接合部分においてFIBにより断面を切り出し、STEMにより観測した。その結果、シリコン、銀、クロム、金という元素マッピングが得られ、銀ナノワイヤー上に電極が隙間なく生成されていることが確認された。また、私が持参したCVD法で生成したグラフェンをTEM観察したところ、炭素六員環がはっきりと確認された。収差補正が入っており、画質が向上していることが確認できた。今まで、論文でグラフェンを見てきたが、原子一つ一つがはっきり観測できたのは初めてで感動した。機器自体は数億円ということで、これからの将来が楽しみになった。数十年後はピコテックの時代なのかなと感じた。また、グラフェンの大きさはマイクロオーダーであることから作製した電極を用いるとグラフェンの電気抵抗測定が可能であるので、ホウ素、窒素等をドーパしたグラフェンの電気抵抗測定を行い、電気伝導性の向上を目指したい。

平成26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 博士前期課程1年
研修テーマ	走査型プローブ顕微鏡の歴史と最先端計測手法まで －UHV環境下での原子像から液中計測まで－
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	平成26年7月14日～18日(5日間)
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・ 走査プローブ顕微鏡 (SPM) の歴史・基礎・原理に関するレクチャー ・ 走査型トンネル顕微鏡 (STM) の探針作製と超高真空下でのシリコン表面の原子像観察 ・ 原子間力顕微鏡 (AFM) のカンチレバー特性の評価、ナノ物性の評価、液中における高速 AFM 観察
研修の成果等	<p>はじめに、SPMの歴史・基礎・原理に関するレクチャーを受けた。STM・AFMの発明から改良の過程を学び、現在AFMで使われている光テコの技術が日本の特許であるということに驚いた。</p> <p>STMについて、まず実験で使用するタングステン探針の作製を行った。通常ビーカーを使用するのに対し、ここではコイル状に巻いた白金ワイヤーの中に水酸化ナトリウム水溶液を溜めてその中で電解研磨を行う方法や、切断された探針を泡(シェービングクリーム)で受け止める方法を学び、興味深かった。作製した探針を用いてSi(100)表面の観察を行い、またLEED像を得た。</p> <p>AFMについて、まずAFMのキーパーツがカンチレバーということを知り、カンチレバーの特性評価の手法をいくつか学んだ。一つ目はコンタクトモードによる光学感度係数の測定で、レーザー光を照射する場所が変わるだけで30nm/Vも感度に差が出る結果となり、カンチレバー先端付近にレーザー光を合わせるのが良いことがわかった。次に、ダイナミックモードについても感度係数の求め方を学んだ。セイダー法とサーマル法の2つを用いることで、非破壊で感度係数を求めた。測定使用したカンチレバーContDLCの光学感度係数は58nm/V、ばね定数は0.14N/m(セイダー法)と0.15N/m(サーマル法)と求められた。カンチレバーの探針形状評価の方法について、線幅標準サンプルを用いる方法とラフネスサンプルを用いる方法の2種類を学んだ。さらに、フォースカーブから弾性率測定を求める実験を行い、ヘルツ法で算出した値が3.7MPaで、JKR2点法で計算した値が3.9MPaとなり、サンプルの公称値に近い値であった。以前から興味があった高速AFMも2日間使用し、DNAとマイカの原子像の液中での観察を行った。数100nm四方の画像が1～2秒間隔で観察可能なことが印象に残った。</p>

平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	北海道大学大学院 総合化学院 総合化学専攻 博士後期課程1年
研修テーマ	自己組織化現象を利用したナノ構造の作製とイメージング
研修先	千歳科学技術大学
受入担当者	オラフ・カートハウス教授
研修期間	9月8日～9月11日
研修内容	自己組織化を利用したナノ構造材料の作製方法について基礎から応用まで習得するため、原料調製から自己組織化構造の作製までを行った。具体的にはディウエット現象を利用して有機物結晶の構造制御を行った。また、基板に構築した繊維状結晶構造を様々なイメージング法(走査型電子顕微鏡、蛍光顕微鏡、原子間力顕微鏡など)を用いて多角的解析を行った。
研修の成果等	<p>自己組織化を利用したナノ構造材料は、ピレンまたはアントラセンと TCNB (1,2,4,5-Tetracyanobenzene) の酢酸エチル溶液を用いて、研修先で作製された専用のローラー装置で作製した。有機物結晶の構造制御は、ローラー速度および溶液の濃度を調整することにより行った。作製したサンプルは蛍光顕微鏡 (Olympus BX-51) を用いて観察した。ローラー速度を 1 mm/min から 2.5 mm/min、5 mm/min へと加速するごとに、繊維状結晶はローラー方向への配向性を失い、多結晶の生成や繊維の湾曲などが見られた。溶液の濃度については、5.0 mM、2.5 mM、1.0 mM へと濃度を減少させると単位面積当たりの繊維数が減少していき、同時に繊維の湾曲が多く見られた。以上の検討により、低ローラー速度、高溶液濃度条件において、高度に配向された繊維状結晶が得られることが判明した。本研修では、ポリイミドコーティングした後ラビング処理を行ったガラス基板においても、結晶化挙動の観察を行った。ラビング処理を行った基板では、ラビング方向に繊維状結晶の高度な配向性が生まれていることが確認され、ラビング処理が結晶成長挙動に大きな影響を与えることが示唆された。</p> <p>ラビング処理により高度に配向させた繊維状結晶のサンプルは、走査型プローブ顕微鏡 (SPM : JSPM-5200) および走査型電子顕微鏡 (SEM : JSM-7800F) により、詳細に観察した。SPM 観察では、実際に装置の立ち上げ方からプローブの調整、観察までを実際に行った。SPM により繊維状結晶の表面形状や断面情報を得ることができた。SEM 観察においても、サンプルセットからカメラの調整、観察までを実際に行い、より鮮明な表面画像を得ることができた。また、カメラとサンプルの角度を調整することにより、繊維状結晶の断面画像も得ることができた。</p> <p>以上、本研修によりディウエット現象を利用したナノ構造体の作製および各種顕微鏡を用いた観察手法を学んだ。</p>

平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	東京工業大学 修士2年
研修テーマ	分子線エピタキシー法による試料作成とその評価
研修先	日本原子力研究開発機構 コヒーレント X線利用研究グループ
受入担当者	高橋 正光
研修期間	平成26年8月4日～平成26年8月8日
研修内容	分子線エピタキシー (MBE) 法による半導体ナノ構造の成長から構造・物性評価まで習得するため、MBE 装置を使用した製膜・光励起発光分光による物性評価を実習する。
研修の成果等	<p>1. 分子線エピタキシー (MBE) 法の原理とそれによる試料作製の流れを学んだ。</p> <p>分子線エピタキシー (MBE) 法とは、真空槽内で一定温度に制御された基板の上に、複数の分子線源から放出された材料分子を蒸着させ、結晶成長を行う手法のことである。この手法を用いて、ヒ化ガリウム (GaAs) 基板上に成長させたヒ化インジウム (InAs) 量子ドットの試料を作製した。この実験により、MBE 法の原理とそれによる試料作製の流れを学ぶことができた。また RHEED (反射高速電子線回折) パターンを観察することで、結晶成長過程における結晶表面の原子配列の変化を知ることができた。</p> <p>2. フォトルミネッセンスの実験を通じて、レーザーを用いた光学測定の基本を学んだ。</p> <p>フォトルミネッセンス (PL) 法とは試料に光を照射し、励起された電子が基底状態に遷移する際に発生する光を検出することで、試料のバンドギャップ、結晶性、不純物等の情報を得ることができる手法である。ここでは分子線エピタキシー法で作製した試料に関して、PL 測定を行った。この実験を通じてレーザーを用いた光学測定の基本を学ぶことができた。また測定を行うための冷却系、真空系装置の扱い方を習得した。さらに得られた結果を考察することで半導体 (バルク、量子ドット) の光励起キャリア応答の基本的特性を知ることができた。</p>

平成26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 基礎工学部 材料工学科 4年
研修テーマ	Ni 酸化反応の光電子分光観察
研修先	日本原子力研究開発機構
受入担当者	寺岡有殿
研修期間	2014年7月16日～2014年7月20日
研修内容	<p>研修は5日間あり、初日と二日目は講義を受けた。3日目から5日目からは光電子分光実験を行った。実験は Spring-8 のビームライン BL23SU に取り付けてある光電子分光装置を用いて行った。実験に用いた試料は純度 99.9% の Ni 箔試料である。光電子分光法を用いてこの試料の表面観察を行った。昇温実験も行った。表面観察は常温、200°C、400°C、600°C、800°C、1000°C で行った。</p> <p>そして、研修後に得られたデータをもとに解析を行い、Ni 箔試料の表面の化学結合状態の変化を解析した。</p>
研修の成果等	<p>Ni 箔試料の表面観察からは Ni、Fe、O、C のスペクトルが観察されたがそれらのスペクトルの形状は温度の上昇とともに変化していった。温度変化に伴い Ni 箔試料の表面は常温のピークは Ni_{met} と $\text{Ni}(\text{OH})_2$ と NiO と不明な化学結合状態 A から Ni_{met} と $\text{Ni}(\text{OH})_2$ と NiO から Ni_{met} と NiO から Ni_{met} と $\text{NiO}_{x/y}$ に化学結合状態は変化することが分かった。</p>

平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	名古屋大学 博士一年生
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(共同開催)
受入担当者	竹口 雅樹(物質・材料研究機構)、秋永 広幸(産業技術総合研究所)
研修期間	平成 26 年 9 月 1 日～9 月 5 日(5 日間)
研修内容	FIB (集束イオンビーム加工装置)を用いて、集積回路のサンプルを薄く加工してから、TEM (透過型電子顕微鏡)で観察しました。異なる組成で加工していた部分を分かった上に、STEM (Scanning Transmission Electron Microscope)観察することによって、EDS (エネルギー分散 X 線分光法)で組成を解析しました。集積回路のそれぞれ部分は EDS で解析した後に、どの元素でどの部分に入っているのが、すべて分かりました。
研修の成果等	<p>私は、この研修を受ける前に、ただの論文を読んでいた時に、FIB(集束イオンビーム加工装置)を用いて、ナノチャネルをエッチングする事を見ました。初日に、研修先の先生達は、FIB および TEM の基本の講座を開催していただいて、原理および応用例を教わられました。二日目および三日目に用意していただいた半導体集積回路を FIB でゲートを切り出し、丁寧に加工しました。TEMで観察するために、数 nmまで加工しないと光を通らないため、FIBを用いて集積回路のサンプルを60nmまで薄く加工しました。四日目および五日目、集積回路のサンプルを TEM で観察しました。TEM で観察する時に、違う組成によって異なるコントラストをつきますので、イメージを見る時に、異なる組成で作る部分は全部わかります。その後、異なる組成で加工した事が分かるだけではなく、どの元素はどの部分を加工したのが解析するために、分析しました。集積回路のサンプルは SETM で写真を取り、EDS (エネルギー分散 X 線分光法)でサンプルの組成を解析しました。EDS はエネルギー分散形 X 線分光器を使った X 線分光法であり、分析元素範囲は B～U となっています。全元素範囲の同時分析ができますので、分析時のプローブ電流が小さくて済むなどの特長もあります。集積回路のサンプルの組成はすべて解析しました。</p> <p>最後は、今回の貴重なチャンスがいただいた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の方々に、お礼を申し上げたいと思います。</p>

平成26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 4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 嘉信先生
研修期間	8月18日～20日
研修内容	デバイスを2種類作製し、構造評価をした。1種類はDNA伸張用マイクロ流路デバイスであり、もう1種類は細胞観察評価マイクロチャンバーデバイスであった。DNA伸張用マイクロ流路デバイスでは、2種類の異なるDNA溶液をシリンジで流し、伸張したDNAを共焦点レーザー顕微鏡で観察した。また、電気泳動するDNAも観察した。細胞観察用評価用マイクロチャンバーデバイスでは、チャンバー内にHela細胞を導入し、細胞評価を行った。
研修の成果等	<p>-研修の成果-</p> <p>デバイスは想定したサイズのものを作製できたが、若干の誤差が生じた。これは、スピコートによっての溶液の広がりや現像の際に生じたのではないかと考えられる。</p> <p>DNAの伸張評価では、2種類の異なるDNAの長さや動きを観察することに成功した。</p> <p>細胞評価では、デバイス内に細胞を導入した。しかし、冷凍保存から起こしてあまり期間があいてなかったため、細胞増殖が思うように進んでおらず、細胞数が少なかったために、導入効率が減少した。</p> <p>-研修に関する感想-</p> <p>私の研究テーマとは分野が異なるため、新しいことばかりで興味深くありました。また、他大学で実験を行うことも私の研究室にない機器を使用できるという事でとても感激いたしました。DNAを扱うことがないので、DNAを伸ばしたものや、DNAを電気泳動観察した際が1番感激いたしました。</p> <p>加えて、研修先の研究室の学生の方々の実験に取り組まれる姿勢を拝見し、私自身の研究に対する姿勢は足りないと感じ、研究に対する刺激を受けました。受け入れてくださった名古屋大学の馬場先生、加地先生、安井先生、研究室の学生の方々、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感謝の思いでいっぱいです。また、このような機会がありましたら、参加させていただきたいと思います。</p>

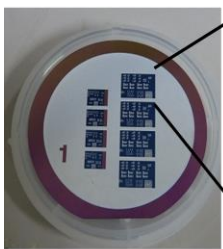
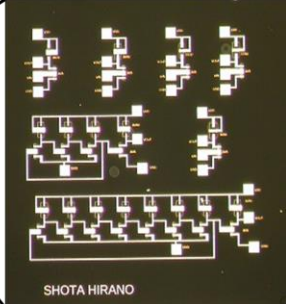
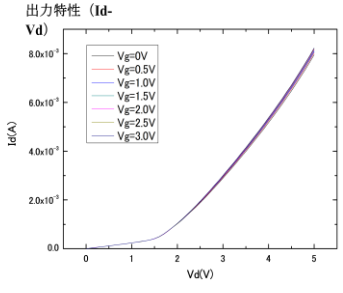
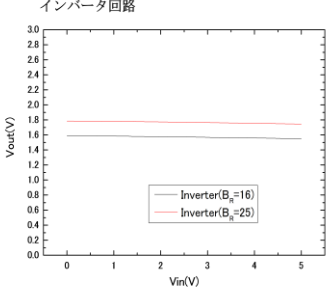
平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	大阪府立大学工学研究科マテリアル工学科・D1
研修テーマ	No.12 初心者のための TEM 基本操作
研修先	東京大学 工学系研究科 総合研究機構
受入担当者	保志 一
研修期間	2014年8月4日～2014年8月8日
研修内容	透過型電子顕微鏡 (TEM) の基本的原理、構造 TEM 試料作製方法 電圧軸や光軸の調整方法、非点補正方法 フォーカスの合わせ方 明視野、暗視野による観察方法 電子線回折図形の作り方
研修の成果等	<p>私は本研修で透過型電子顕微鏡 (TEM) の原理について理解し、さらに基本的な使い方を身に付けることができました。研修前半では TEM の構造、基本原理を学びました。具体的には TEM による回折コントラストの原因 (等傾角干渉縞、等厚干渉縞、積層欠陥)、レンズ系の仕組み (収束レンズ、対物レンズ、第 1, 2, 3 中間レンズ、投影レンズ) を詳しく知ることができました。また結像系の調整の仕方として Z 軸調整 (Image Wobbler X,Y で Z 軸を調節し像が動かないようにする)、非点補正 (アモルファスのサンプルでフレネルフリッジが均等に分布するようにする。フーリエ変換した像が真円になるようにする) の方法を勉強しました。試料作製では今回、ミセルをネガティブ染色法で染色し、それをマイクログリッドに滴下する方法で TEM 試料を作成しました。</p> <p>研修後半では実際に TEM を使い、以下の操作法を身に付けました。フォーカス調整方法 (フレネルフリッジが消失するように OBJ FOCUS を調整)、電圧軸調整 (HT wobbler を ON にして Bright Tilt の DEF つまみで像が動かないようにする。)、集束レンズ軸調整 (Spot Size 1 では Gun Alignment の Sift で蛍光板の中心にビームを移動させ、Spot Size 4,(5)では Bright Tilt の Sift で中心に移動させる。この操作を Spot Size を変えてもビーム位置が変わらなくなるまで行う。)、集束レンズの非点補正 (フィラメントに流れる電流を下げ、フィラメント像を出す。Gun Alignment の DEF つまみでフィラメント像が対象になるようにする。また COND STIG モードでフィラメント像が一番きれいに見えるようにする。) CCD カメラの使い方、明視野像と暗視野像の観察 (PLA で 000 を蛍光板の中心に合わせる。 DARK Tilt モードで見たい指数を DEF つまみで中心に移動させ、対物絞りをその中心 (指数) と合うように入れて像を観察する)、電子線回折図形の観測など。</p>

平成26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 岩瀬研究室 4年
研修テーマ	MEMS 技術を用いたマイクロ流路の作製
研修先	京都大学ナノテクノロジーハブ拠点
受入担当者	松嶋 朝明 (京都大学), 鈴木 孝明 (香川大学)
研修期間	2014/9/10~9/12
研修内容	<p>マイクロ加工技術を応用して、液体の混合・反応などの化学反応を実現するマイクロ流路を作製する。マイクロ流路ではレイノルズ数が小さく層流となり液体は混ざりにくい。研修においては、液体の流れを乱す台形の障害物を置いた流路を設計し、レーザー描画装置・マスクアライナ・ドライエッチング装置などの微細加工装置を用いて作製した。また、実際に液体を流して混合の様子をデジタルマイクロスコープで観察した。</p>
研修の成果等	<p>作成した流路に青色と赤色の液体を流したが、流路の下流でも混ざることにはなかった。このことからマイクロ流路内は層流であり、なかなか混ざらないことが分った。また、障害物を置くなどしてもマイクロ流路内で乱流を発生させることは難しく、さらに障害物の形状を工夫しないと気泡が流路内に残ってしまうことが判明した。</p> <p>しかし、流路内で2液を混合させることには失敗したが、流路の作成自体には成功している。よって PDMS を用いたマイクロ流路作成の技術を学ぶことができた。また、作成過程において使用した、レーザー描画装置・マスクアライナ・ドライエッチング装置などの使用方法はもちろん、ベイクのタイミグや時間・スピンドーターの回転数の設定・薬品の扱い方など細かいノウハウを学ぶことができた。</p> <p>また、早稲田大学と京都大学の実験設備やルールなどの違いや、同じ所を体験できた。早稲田と同じ装置もあれば、京都大学にしかない装置(レーザー描画装置など)もあった。また、クリーンルーム内への持ち込みのルールや、備品の利用方法なども違いがあり参考になった。</p>

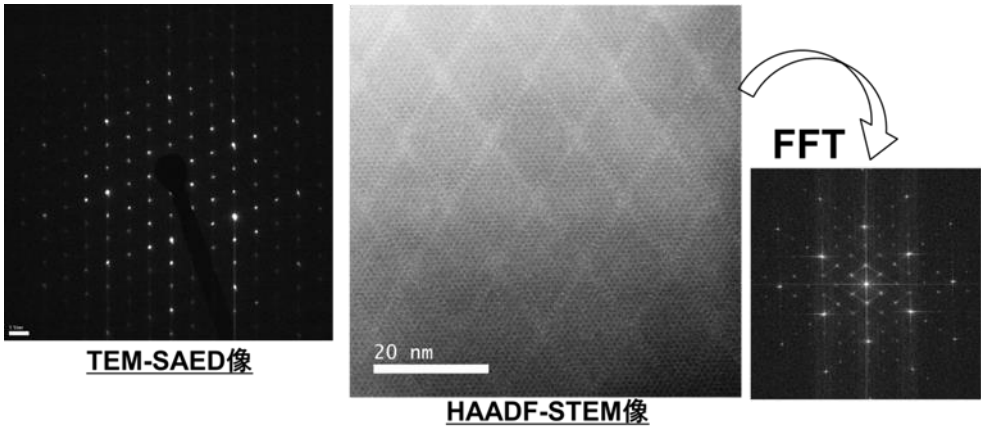
平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	兵庫県立大学大学院 工学研究科 M1
研修テーマ	Si MOS 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	2014年8月4日(月)～9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。作製回路は、時間短縮のため CMOS ではなく、AI 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>自分で設計・作製したトランジスタを作製することが出来た。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;">   </div> <p style="text-align: center;">自分で設計・作製した回路</p> <p>作製した MOS トランジスタの電気特性</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">   </div> <p>結果として、自分が設計した MOS トランジスタ、インバータ回路の電気特性を得ることは出来なかった。設計の段階でコンタクトホールを小さくしてしまったため、イオン注入をやり直した際の欠陥が原因であると考えられる。</p>

平成26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	北九州市立大学 修士1年
研修テーマ	カーボンナノチューブの可溶化とナノ構造解析
研修先	九州大学 分子・物質合成プラットフォーム
受入担当者	中嶋 直敏
研修期間	7月16～18日
研修内容	<p>選択的可溶化法を用い、CNTの可溶化を行った。現在までにポリフルオレンコポリマー(PFO)及び、2つのピリジンが付いたPFO-BPyについての可溶化が報告されているため、PFOに付くピリジンの数によって可溶化挙動がどのように異なるかフォトルミネッセンスマップ(PL)、可視近赤外光吸収(UV-vis-NIR)、Ramanなどの測定を用い検討を行った。</p>
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none"> ・実験手順 バイアルに(7,5)リッチのSWNT 1mg、トルエン 3mL、ポリマーを3mg加え1h超音波処理を施した。その後、10000gで1h遠心分離した後、上澄み液を採取しUV-vis-NIR、PL、Ramanを用いて測定した。 ・実験結果 <u>UV-vis-NIR 及び PL</u> PFO及びPFO-BPyではこれまでに報告されたとおりに、PFOでは(7.5)のカイラリティを有するSWNTが、PFO-BPyでは(6.5)のカイラリティを有するSWNTが選択的に可溶化された。しかしPFOに1つピリジンが付いたPFO-Pyにおいて半導体性SWNTは一切可溶化せず、PFO-TPyにおいては主に(11.3)(10.5)(8.7)のカイラリティを有するSWNTを可溶化することが分かった。またUV-vis-NIRでもPLと同様の結果が得られた。 <u>Raman</u> Ramanスペクトルの測定ではCNTは金属と半導体に分かれているためその金属と半導体の分離能を確認するために行った。PFO及びPFO-BPyではこれまでに報告されたとおりに半導体性のSWNTのみに分離していたのに対し、PFO-TPyにおいては金属性SWNT由来のピークも確認された。 以上の測定を踏まえ、明確なメカニズムは現段階で判明していないが、CNTの可溶化の基礎の習得や新たな発見に携えたことは貴重な体験だった。

平成26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 博士後期課程1年
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/微細構造解析 PF
受入担当者	倉田 博基
研修期間	8月6～8日
研修内容	透過型電子顕微鏡(TEM)と電子エネルギー損失分光(EELS)に関する初歩的な講義と実習を通じて、分析電子顕微鏡の技術の取得を行いました。一日目は研修先の方々との顔合わせを行い、その後は持参した試料に関してディスカッションをすることで、自分の研究内容に合わせた研修内容へと調整をして頂きました。講義と実習では基本的な TEM の原理から操作までを教えて頂きました。二日目では持参した試料の TEM 観察からの STEM による実習をしていただき、三日目では EELS による元素分析を行いました。
研修の成果等	<p>研修の三日間は、その日に行う実習内容に関する講義を実習の前にして頂いたこともあり、電子顕微鏡についての基本的な原理から装置の操作まで、とてもわかりやすく学ぶことが出来ました。その結果、これまで難しい印象があり利用をためらっていた電子顕微鏡に対しての見方も変わり、今では楽しさも相まって大学内の使用可能な装置に積極的に取り組むようになっていきます。また、この研修中に得られた成果としては、今回自分が持参した試料に関して、これまでの発表論文では報告されていなかった新たな発見も見出すことが出来ました。その結果、この研修で得られた成果を発表した際にはポスター賞を受賞する機会にも恵まれました。大学にいても、数日間にわたり専門の方々に一から教えて頂ける機会というのは貴重なことなので、今回この研修プログラムにおいて得られたことはとても価値のあることだったと感じております。</p> <p>得られた成果の一部を以下に示します。(ムラタイトセラミックスの超格子反射)</p> <div style="text-align: center;">  <p>The figure displays three images related to the analysis of layered structures. On the left is a TEM-SAED pattern showing a regular array of diffraction spots. In the center is a HAADF-STEM image showing a layered structure with a 20 nm scale bar. On the right is the FFT (Fast Fourier Transform) of the HAADF-STEM image, showing a regular array of spots. An arrow labeled 'FFT' points from the HAADF-STEM image to the FFT pattern.</p> </div>

平成26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	愛媛大学大学院 理工学研究科 電子情報工学専攻 博士前期課程 1年
研修テーマ	分子線エピタキシー法による試料作製とその評価
研修先	日本原子力研究開発機構
受入担当者	高橋 正光
研修期間	平成26年8月25日～平成26年8月29日
研修内容	<p>分子線エピタキシー(MBE)装置に取り付けられた窒素プラズマ発生装置の流量と入力電力の条件を変更して窒素プラズマの観察を行った。MBE装置の成長室の大気開放、また大気圧から超高真空に至るまでの操作を行った。SiC基板の劈開及び化学エッチングによる表面加工を行った。反射高速電子線回折(RHEED)による回折像の観察を行い、基板成長温度及びGaセル温度を決定した。MBE法によるSiC基板上におけるGaNの成長を行った。</p>
研修の成果等	<p>窒素流量を0.2sccmから1.0sccm、入力電力を50Wから500Wまで変更した結果、窒素流量に依存せず入力電力300W以上で窒素プラズマの発光が確認された。さらに窒素流量0.8sccm以上の時、入力電力50W以上で窒素プラズマの発光が確認された。これは窒素分子が非常に少ない場合電離回数も少なくなるので窒素プラズマが発生しないと考えられる。</p> <p>MBE装置の成長室の大気開放では成長室を窒素ガスで満たした後、大気開放を行った。また成長室の大気開放から真空引き及びヘリウムリークテストによるリークの確認、その後ベーキングを行いながら真空引きを行い、MBE装置の操作技術を習得した。</p> <p>基板の加工では、精密手動スクライバーを用いてSiC基板の劈開及びフッ酸による化学エッチングを行い、試料作製の加工手順を体験した。</p> <p>RHEEDによる回折像の観察では、Gaセルシャッターを開閉したときRHEEDのスポット強度が元に戻るまでの時間(以下、リカバリー時間)の測定を行った。基板成長温度を固定してGaセル温度を変更した結果、Gaセル温度が低い方がリカバリー時間は短くなった。Gaセル温度が低いほどGa流入量は下がり、基板表面に積層されるGaが少なくなっていると考えられる。また、Gaセル温度を固定して基板成長温度を変更した結果、基板成長温度が高い方がリカバリー時間は短くなった。基板成長温度が高いほど基板表面に積層されたGaがより早く脱離していると考えられる。</p> <p>リカバリー時間が約20秒になる基板成長温度800℃、Gaセル温度920℃にしてGaNの成長を行った。試料の評価は研修期間内では行えなかったため後日行う。</p>

平成26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	東京工業大学大学院 総合理工学研究科 物質電子化学専攻 修士1年
研修テーマ	新しい光学顕微鏡でナノ物質の励起状態を探る
研修先	分子科学研究所 岡本研究室
受入担当者	岡本 裕巳先生
研修期間	8月4日~8月7日
研修内容	簡単な化学合成法を用いた純金結晶のナノロッド(幅 20~40 nm, 長さ数百 nm)の作製を通し、化学合成の基本的な技能や機器の取り扱い方を学ぶ。さらに近接場顕微鏡を用いて作製した金ナノロッドの励起状態を観察し、プラズモンの波動関数が見えることを体験する。これを通して、ナノ構造体の中で発生している物理現象についての理解を深める。
研修の成果等	<p>実験は8月5日と8月6日の2日間行いました。1日目には、簡単な化学合成を用いて、純金結晶でできたナノサイズのロッド(金ナノロッド)を作製し、それを電子顕微鏡で観察した他、吸収スペクトル測定を行い、ナノロッドが示す光学特性を観測することができました。ここでは実験器具の取り扱い方や簡単な合成のノウハウ、ナノロッドが示す光学特性の起源などを学ぶことができました。私は普段、薬品を取り扱う事はほとんど無く、合成に関しては全くの初心者であったため、特にこの合成の段階では何度かの細かな失敗を重ねてしまいました。しかし最終的には目的物の作製に成功することができ、非常に良い経験になったと感じています。2日目には、近接場光学顕微鏡を用いて1日目に作製した金ナノロッドの観察を行いました。まず、プラズモンの波動関数を見るために、その条件を満たす金ナノロッドを探すことから始めました。残念ながら今回は時間が限られていたこともあり、自分で作製した金ナノロッドでプラズモンの波動関数を観測することはできませんでした。しかし電子線リソグラフィーを用いて作製して頂いたサンプルでは金ナノロッドにおけるプラズモンの波動関数を見ることができ、ナノ構造におけるプラズモンの挙動がどのように見えるのかを体験することができました。また実際に自分の目で見ることで、その物理現象に対する理解も深めることができました。</p> <p>2日間を通して、普段では体験することのできない研究を行うことで、今まで知らなかった新たな知識やノウハウを得ることができ、とても良い経験になりました。今回のこの経験は、今後の自分の研究生活にも大いに役立つと感じています。</p>

平成26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	福井大学工学部機械工学科3年
研修テーマ	高温高压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	9月8日～9月12日
研修内容	<p>高温高压合成実験と合成試料の分析を実習した。まず高温高压合成実験に用いるセルパーツの一部を作製し、立方体のセルの中に内部水素源や合成する金属(Al_2Cu)を入れてセルを組み立てた。その後、組み立てたセルを用いてマルチアンビルプレスによって高温高压環境下でのAl_2Cuの水素化を行った。決められた圧力・温度条件の下、合成を行った後は微小部X線回折装置を使って解析し得られたデータと既知の情報を照合して水素化ができていないことを確認できた。高压実験を行う前にAl_2CuについてX線回折測定を行い、データの処理方法の基礎を理解した。また、TG-MASS を使用して高温環境下に合成試料を置き、水素の放出を観察した。以上よりセルパーツの作製から高温高压実験、水素化の確認までのプロセスを実習し、金属水素化合物の高温高压合成に対する理解を深めた。</p>
研修の成果等	<p>研修までは高压研究のことは全く想像もつかなかった。しかし研修を終えて自分たちが生活する常温常圧の環境では生まれない新しい物質を作ることが燃料自動車の水素貯蔵方法という観点で、私たちのインフラに関わる注目すべき研究であるということが理解できた。今回はAl_2Cuの水素化を行い、微小部X線回折装置による解析でAl_2CuHに合成ができていないことが確認できた。さらにTG-MASSの分析で試料から水素の放出と質量減少が確認できた。質量減少は分子構造的に1%であるが、今回は0.9%で誤差の範囲内であった。したがって水素化を確認でき、実験は成功したといえる。しかしこれは既に合成に成功している物質であるため、実験結果が分かっている状態である。まだ水素化ができるか分からない材料の場合、上記と同じ手法では高温高压条件によって水素化の成功が左右されるためあまりにも非効率的である。そこでSPring-8の大きなエネルギーを持つ放射光を利用したその場観察を行う。これにより高温高压状態にしながその材料特性を解析することなく知ることができるという。この研究自体は新しい水素貯蔵方法の確立までは至らない。しかし有益性の高い金属水素化合物の合成に成功した場合、より低い圧力での合成は可能か、合成プロセスの新しい方法の検討など実用化するための新しい研究の出発点になりうる。今回のような実践的な実験はまだ学部3年生では経験したことがなかったのでとても刺激的だった。この研修で学んだことは卒業研究など今後の学生生活で活かすことができると感じた。ならびに最先端の研究を理解することができ、研究の楽しさというものも感じることもできた。研究者の方々とも交流することができて、これからの学生生活のモチベーション向上に繋がったと思う。</p>

平成26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・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	2014年8月4日(月)～9日(土)
研修内容	N型MOS (Metal-Oxide-Semiconductor) トランジスタをベースとしたICの作製実習を通じて、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) 1NMOS Inverterを基本とするRing Oscillator, Static Random Access Memoryなど。最小加工寸法も、時間短縮のため3ミクロンとする。
研修の成果等	<p>[参加目的]</p> <p>私の研究室では酸化物半導体を使用した薄膜トランジスタ(TFT)を研究している。この酸化物TFTは主に液晶ディスプレイや有機発光ディスプレイの駆動素子として使用されているが、集積回路としての応用はあまり行われていない。そのため、酸化物TFTの小規模集積回路作製を達成するために、既存のシリコンMOSFETの作製手法と知識、回路作製法を学ぶことを目的とした。</p> <p>[研修成果]</p> <p>今回の研修ではマスク設計から学ぶことができ、非常に貴重な経験を得ることができた。マスク作製方法から実験手法の解説および体験、さらに電気特性評価と今回の研修によってSi-MOSFET(電界効果トランジスタ)の技術を幅広く知り、知見を得ることができた。研修中に実験の失敗が生じたが、その失敗の原因や改善策を学ぶことができ、決められた作製工程をマニュアル通りに学ぶよりも非常に貴重な体験を得た。</p> <p>作製したMOSFETにおいては、高い電気特性を得られなかったものの、電界効果移動度は酸化物TFTに比べてやく20倍の結果を示した。この結果は単結晶シリコンが酸化物半導体よりも非常に優れた電気特性を持つ事を示している。作製したInverter回路についても特性を測定することができ、さらにシミュレーションによって本来の特性を解析することができた。今回得た知見を参考にして、今後より深い議論を自身の研究で展開していきたい。</p>

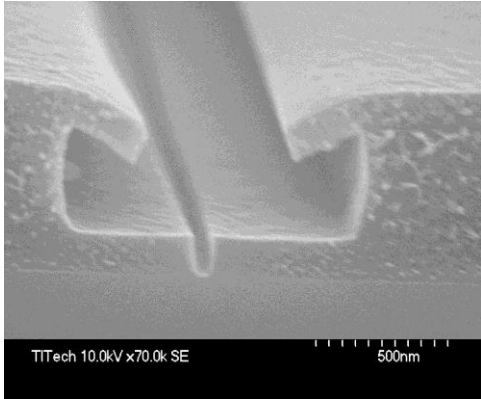
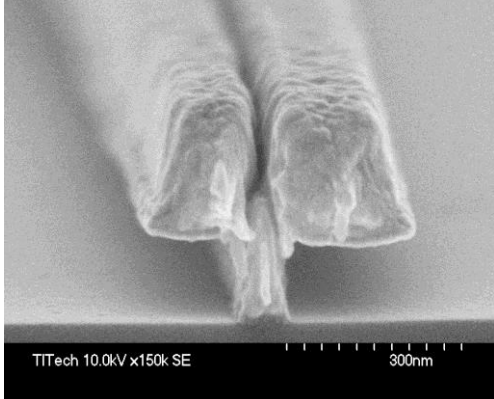
平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	国立鶴岡工業高等専門学校 機械工学科 第5学年
研修テーマ	Si メンブレン構造体の制作
研修先	東北大学 西澤潤一記念研究センター
受入担当者	戸津健太郎 准教授
研修期間	2014年7月28日～8月1日
研修内容	マスクパターンの作成から、ウェハの熱酸化処理、パターニング、エッチング (KOH ウェットエッチング及び DeepRIE)、ガラスと Si ウェハの陽極接合までの全工程を通して行い、メンブレン構造体を制作する。
研修の成果等	<p>マスクパターンの制作の方法を覚えることができた。</p> <p>熱酸化の工程や、ボロン拡散の工程について学ぶことができた。</p> <p>エッチングの手法について、ウェットとドライの両方について学ぶことが出来た。</p> <p>KOH ウェットエッチングにおいて、5枚の Si ウェハの酸化膜が全て消失しエッチング工程をやり遂げることが出来なかった。また DeepRIE によるドライエッチング工程においてもウェハが1枚割れてしまい、結果陽極結合できたのは DeepRIE によるエッチングを行ったウェハ2枚のみとなってしまった。</p> <p>今回はウェットエッチングを用いたメンブレン構造体の製作は行うことが出来なかった。資料のデータのみではなく、自分で使用する装置のデータを取りながら実験を行うことが大切なのだとわかった。</p>

平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	神奈川大学大学院 M2
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 微細加工 PF
受入担当者	谷口 正輝、法澤 公寛
研修期間	平成26年7月28日(月)～平成26年7月31日(木)
研修内容	マスクレス露光技術を用いてフォトマスクを作製した。ガラスに対して、フォトレジストをスピコートし、LED 描画装置でパターンを描画したあと、金属を蒸着し、フォトマスクを作製した。また、作製したフォトマスクをもちいて、シリコン基板上に金属電極のパターンを作製した。
研修の成果等	<p>ガラスに対して、フォトレジストをスピコートしLED 描画（ピーエムティー社製 PLS-1010)により、目的としたレジストパターンを得ることが出来た。</p> <p>スパッタ蒸着（キャノンアネルバ社製 EB1100) により Cr を蒸着した。残念ながらきれいなフォトマスクを得ることはできなかった。作製したフォトマスクを用いて電極パターンを作製した。フォトマスクと同様の電極パターンを得ることが出来た。</p> <p>本研修において実際にフォトマスクを作製して、フォトリソグラフィに用いられる装置に触れ、その技術の津いて学ぶことが出来たことは今後の研究にも非常に為になると思います。自分の研究のバックグラウンドとしての知識を得ることが出来、良い経験になりました。</p>

平成26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 工学部 電気電子工学科 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	河田眞太郎
研修期間	9月3日から9月6日
研修内容	最初に J01 というチップファイルの作成を行った。次に宮本先生からナノ電子ビーム露光特論の講義を受け、電子ビーム露光とはどのようなものか学んだ。次に実際に電子ビーム露光機-JBX6300SJ-を使い実習を行った。研修は三相レジストを用いての T ゲートの作成で各種のマニュアルアライメントを行い SEM での断面観察を行った。
研修の成果等	<p>今回の電子ビームリソグラフィの研修プログラムを受けて、最初のナノ電子ビーム露光特論の講義ではレジストの種類、特性や電子ビーム露光では前方散乱や後方散乱でパターンが広がってしまうなどの電子ビーム露光での基礎知識を学ぶ事が出来た。実際に電子ビーム露光機-JBX6300SJ-を使った実習では露光プログラムの組み方を理解し、三相レジストを用いての T ゲートの作成、SEM での観察を行った。その際に各種のマニュアルアライメントを行い、レンズの直交する軸の焦点距離が違う現象の非点収差の補正や電子顕微鏡像で揺れて見える現象のウォブリングの補正などの操作方法を学んだ。</p> <p>今回の研修プログラム通して電子ビームリソグラフィの基礎的な部分を学ぶ事が出来、T ゲートの作成を行う事が出来た。</p>
	 

平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	名古屋工業大学大学院 博士後期課程 1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	丹司 敬義 教授（名古屋大学／微細構造解析 PF）
研修期間	2014年8月5日(火)～7日(木)
研修内容	<ul style="list-style-type: none"> ・8月5日 TEM 講義, 施設見学 （講義内容：電子顕微鏡概論, TEM 結像理論, 回折コントラストの基礎, など 見学施設：反応科学超高压走査透過電子顕微鏡『JEM-1000K RS』, 高電圧用 収差補正開発試験装置 『EM-10000BU』など） ・8月6日 TEM 実習 （実習内容：高分解能透過型電子顕微鏡システム『JEM-2100』を使用して、結 晶性シリコンや研究サンプルの TEM 観察） ・8月7日 質疑応答, まとめ
研修の成果等	<p>近年, 高性能・新機能を持った材料の開発が求められており, ナノマテリアルに注目が集まっている. ナノマテリアル, 比表面積が大きくなることに起因する活性度や反応性の増大や, 電気・磁気・光学・機械特性といったあらゆる特性や性質が大きく変化することが知られている. また, ナノマテリアルの微細構造を規則的に制御することによって, 特性・機能性の飛躍的な向上を期待することができる.</p> <p>ナノマテリアルの微細構造を観察に走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope; SEM)や透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope; TEM)が用いられる. これらの電子顕微鏡には一長一短あるが, ナノスケールの微細構造の観察や結晶情報を得たい場合は, 電子線の波長が短い TEM がしばしば使用される.</p> <p>今回, 名古屋大学にて「電子顕微鏡の基礎と応用（初心者向け）」という研修テーマで研修に参加した. TEM に関する基礎原理・知識を講義形式で, TEM の操作方法に関しては実際の装置を使用して実技形式でそれぞれ学習した.</p> <p>実技では, 自身の研究テーマで扱っている層状複水酸化物であるベーマイト(Boehmite)の観察・分析を行った. Fig. 1(a)にナノベーマイト(NPs BM), (b)に有機物をインターカレートしたベーマイト(ODBM)の SEM 像を示す. SEM 像より NPs BM は一次粒子径が 100 ~ 200 nm ほどの微細な粒子であることがわかる. ODBM は約 1 μm の二次凝集を形成していることがわかるが, 一次粒子の大きさ, 形状を観察することができなかった. Fig. 2 に NPs BM と ODBM の粉末 X 線回折パターンを示す. 粉末 X 線回折パターンより, NPs BM はベーマイト単相であり, JCPDS カードに記載されているベーマイト(PDF21-1307)の回折パターンとよく一致していた. 一方, ODBM は 020 面が低角にピークシフトしていることから有機物がベーマイト層にインターカレートして層間を広げていることがわかる. この層間の広がり様子を確認するべく, 『JEM-2100』(日本電子製)を使用して TEM 観察を行った.</p> <p>Fig. 3, 4 に NPs BM と ODBM の TEM 像, 電子線スポット回折像をそれぞれ示し</p>

た. Fig. 3(a)の NPs BM の TEM 像より, 一次粒子の長径が 100 ~ 200 nm で平板の粒子形状であることが観察された. このような粒子形状を SEM では確認できなかったため, ナノサイズの粒子の形状を確認するのに TEM が有用であることをわかった. Fig. 3(b)より平板方向に積層している層の厚みを測定して解析した結果を Fig. 3(d)に示す. Fig. 3(d)の分析結果より, 一層あたりの厚みが 0.635 nm と算出された. ここで, JCPDS カードに記載されているベーマイト(PDF21-1307)の積層(b 軸)方向の格子定数は 12.22700 Å である. この値はベーマイトを構成する八面体シート 2 層分の値であるため, 1 層あたりの値は $6.11350 \text{ \AA} = 0.611350 \text{ nm}$ と算出でき, TEM から得られる層厚の情報と近い値となっている. Fig. 3(c) に NPs BM の電子線スポット回折像を示す. 回折パターンが得られていることから, 結晶性のある粒子であることがわかった.

Fig. 4(a), (b)に ODBM の TEM 像を示した. NPs BM のような平板状粒子でなく, 薄いシートのような形のものが集まっている様子が観察された. NPs BM と同様に層間の厚みの確認を試みたが, 観察することはできなかった. Fig. 4(c) 電子線スポット回折像を示した. 結晶性を示す回折パターンが得られなかった. 粉末 X 線回折パターンでは弱いながらも結晶性が確認されたことから, 試料をマイクログリッドに乗せて乾燥し真空中に入れたことで構造水が抜けてしまった, もしくは TEM 観察時の電子線照射によって結晶が壊れてしまったものと推測される.

今回の研修において, 講義で TEM の基礎原理・知識を学習した. また, 実技研修では, 実際に TEM を操作して実サンプルを用いて像観察・電子線スポット回折を行い, どのような情報が TEM から得られるのかを学ぶことができた. これまでわからなかった情報を非常に多く引き出すことができたので, 今後も TEM を利用して研究を進めていきたいと考えている.

本研修において, ナノテクノロジープラットフォーム学生研修を採択してくださいました独立行政法人 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方々に深く感謝申し上げます. 研修期間中, 多くのご支援とご指導を賜りました名古屋大学, TEM の実技研修をご指導賜りましたエコトピア科学研究所 超高压電子顕微鏡施設の荒井重勇准教授ならびに同施設でご支援賜りました方々に深く感謝申し上げます. また, 研修をご紹介いただいた名古屋工業大学 増田教授に深く感謝申し上げます.

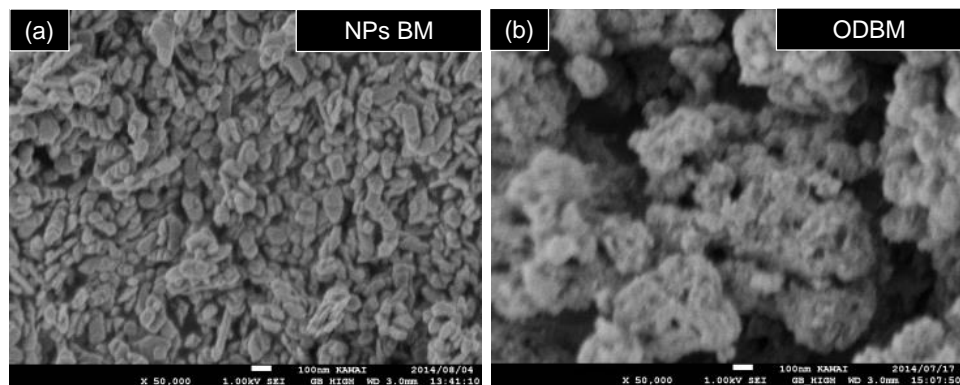


Fig. 1 ベーマイト粒子の SEM 像, (a) NPs BM, (b) ODBM.

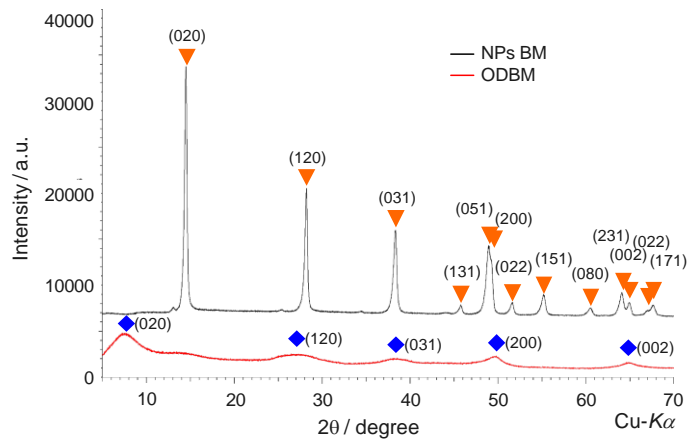


Fig. 2 NPs BM, ODBM の粉末 X 線回折パターン.

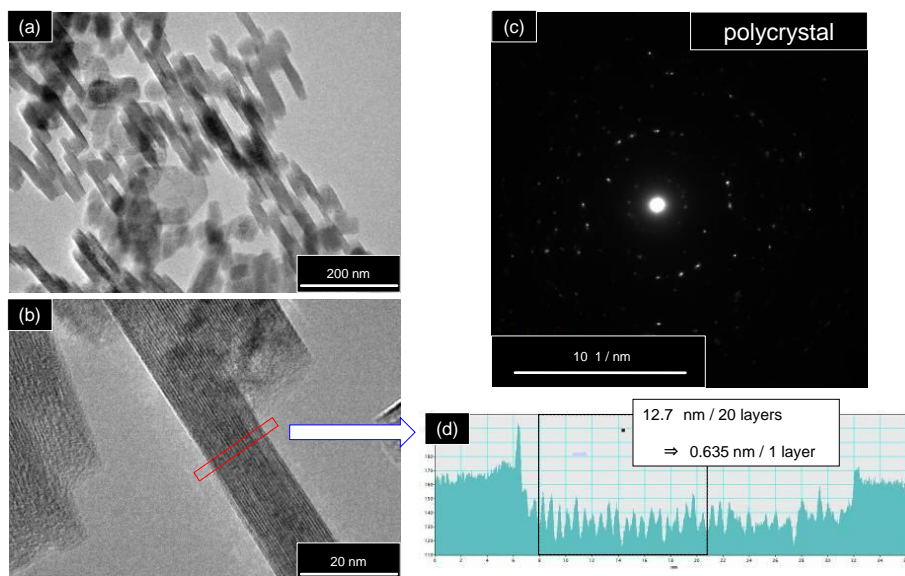


Fig. 3 NPs BM の TEM 観察結果 (a), (b) TEM 像, (c) 電子線スポット回折像, (d) (b) の TEM 像から層間隔の解析.

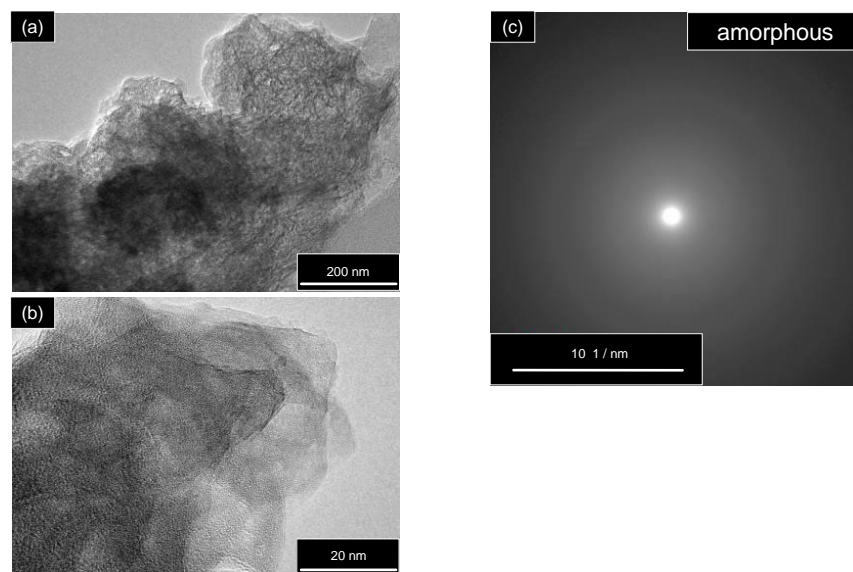


Fig. 4 ODBM の TEM 観察結果, (a), (b) TEM 像, (c) 電子線スポット回折像.

平成26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・博士1年
研修テーマ	FIB-SEM ダブルビーム装置を用いた TEM 試料作製実習
研修先	物質・材料研究機構
受入担当者	津谷 大樹
研修期間	8月18日～8月22日
研修内容	<p>本研修内容では、TEM 試料作製の重要技術である FIB-SEM 装置の基礎知識を学び装置の操作技術を習得することを目的としている。以下に主な研修内容を示す。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. FIB-SEM 装置の基本理解および装置オペレーションの基本操作 2. FIB-SEM 装置による TEM 試料作製(フラッシュメモリー) 3. TEM 装置による作製した試料の極微細な構造解析
研修の成果等	<p>本研修の成果は、FIB-SEM 装置の基礎知識を学び装置オペレーションを習得できたことである。また、作製した試料を TEM 装置により形態観察することで、TEM 装置の基礎知識を学び装置の操作技術も習得することができた。以下に詳細を示す。最初は、FIB-SEM 装置の仕組みや利用例を学び、<u>FIB-SEM 装置の基本原理の理解</u>をした。実習では、TEM 試料作製のための基本操作を学び<u>スパッタエッチ、イオンビームアシストデポジション(デポ)およびスロープ加工</u>について技術習得した。特に、スロープ加工では Cu ワイヤー上に掘り出しを行い、断面観察を SIM 像および SEM 像で行った。これらの像から、<u>SIM 像と SEM 像でコントラストに差があることが確認できた</u>。SIM 像は SEM 像よりも組成コントラストが強く、結晶方位を明確に観察することができた。これは、主に入射イオンエネルギーの深さが関係しており、SIM 像は SEM 像よりも入射イオンが浅いため、極表面層の観察に適していることが要因であることを理解した。</p> <p>つぎに、上記の方法を用いて TEM 試料の作製を行った、まず、目的試料であるフラッシュメモリーの表面にスパッタエッチおよびスロープ加工により掘り出しを行い、ピックアップ用探針と試料をデポにより接合させ、TEM 観察のためにメッシュへ移動させた(Fig.1 (a)参照)。その後、メッシュと試料をデポによって接合させる。このとき、<u>アングルを調整しながらメッシュと試料がぴったりと合うように注意しながら、ピックアップ用探針を操作する(Fig.1 (b)参照)</u>。そして、ピックアップ用探針と試料をスパッタエッチにより切断した。続いて、スタツパエッチによる試料の薄片化を行った。このとき、<u>薄片化に伴い試料が曲がってしまうことがあるため、アングル等を調整しながら注意して行う(Fig.1 (c)参照)</u>。得られた試料を SEM 像で観察したが、極微細な構造を解析するまでには至らなかった。そこで、得られた試料を TEM 装置にて観察した。この結果から、<u>SEM 観察では確認できなかった極微細な内部構造(数 nm の膜構造)を確認することができた (Fig.2 (a)参照)</u>。また、元素分析を用いることで、この膜構</p>

造は窒素および酸素を含んでおり、窒化ケイ素およびシリカによって形成されていることが示唆された(Fig.2(b)-(d)参照).

本研修を通じて、学んだ加工技術を研究に応用することで今まで解析に至らなかった極微細な内部構造を明確にすることができ、触媒設計の指針を得られることに期待できる.

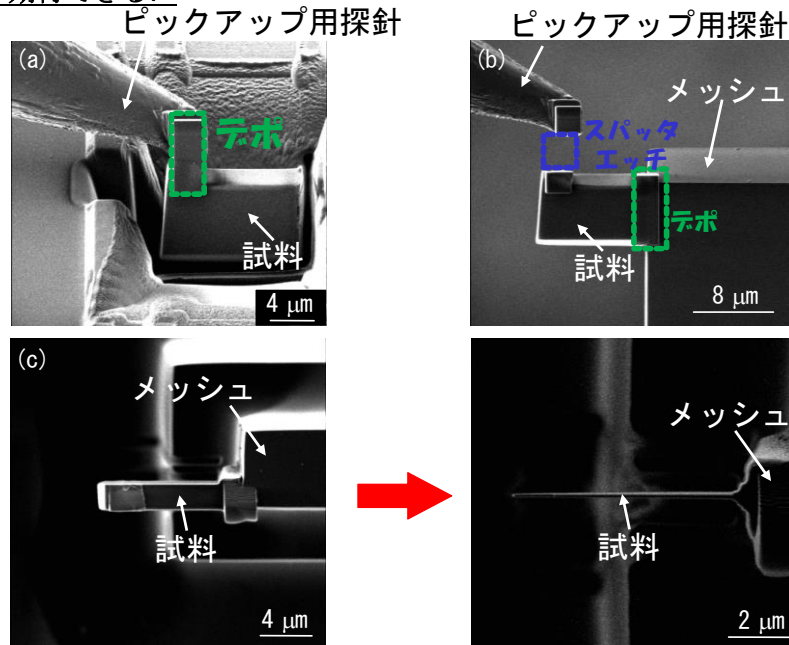


Fig.1 FIB-SEM 装置による TEM 試料作製

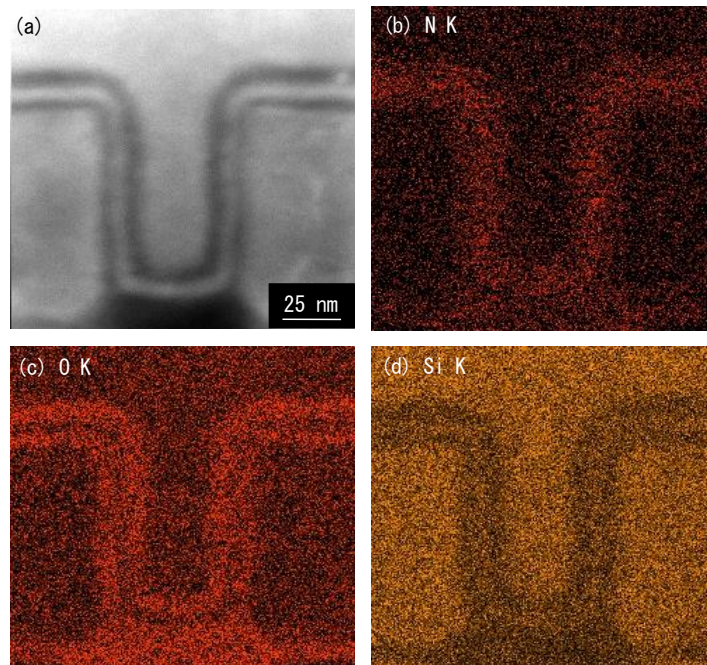


Fig.2 作製した試料の TEM 像

平成26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	北九州市立大学大学院 国際環境工学研究科 修士1年
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 理学研究科
受入担当者	権 垠相
研修期間	平成26年8月27日～8月29日 (3日間)
研修内容	<p>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、以下の日程で、各種大型分析装置を使用した有機物の構造解析の実習を行った。</p> <p>【1日目 午前】 未知試料の分子量と組成式を質量分析法 (MS) により測定した。</p> <p>【1日目 午後】 核磁気共鳴 (NMR) 測定法により分子骨格構造を確認した。</p> <p>【2日目】 X線による結晶構造の解析を行い、化合物の3次元構造を確認した。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・単結晶作製法について(講義) ・X線回折の基礎(講義) ・結晶構造解析の概要(講義) ・測定と解析の実習 <p>【3日目】 成果報告会のためのポスターを作成しながら総括した。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ポスターの作成と発表の練習
研修の成果等	<p>MSでは、ある未知試料の分子量や組成式を知りたいときに行う手法であるということを実習を通じて学ぶことが出来た。</p> <p>次に、NMRにより分子構造の解析をした。この方法は、NMRスペクトルから分子構造を導く解析手法であり、主に有機化合物に含まれる水素と炭素に関する構造情報を詳しく調べることが出来る。</p> <p>今回の研修でNMRの物理的理論を理解することは難しかったが、Fig. 1. 有機物の構造解析のプロセスのNMRの部分のような手順で¹Hや¹³C核の測定を行い、各種分析法により得られるスペクトルが示す情報を解析することにより、試料の分子構造を知ることが出来た。</p> <p>最後にX線構造解析では、単結晶にX線を照射して得られる回折像を解析することで結晶内の電子の分布を明らかにし、分子内の原子が相互にどのような位置関係にあるかを解明して、結晶状態における分子の3次元構造を決定することができた。</p>

以上のように、本研修では有機物の構造解析について、その基礎的な知識を習得することができたと考える。

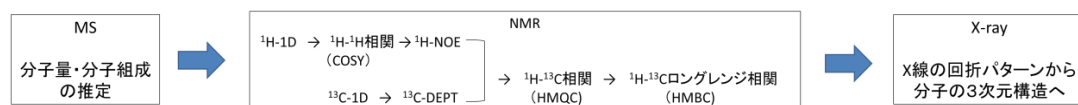


Fig. 1. 有機物の構造解析のプロセス

平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	学校法人 トヨタ学園 豊田工業大学 学部4年
研修テーマ	走査型ヘリウムイオン顕微鏡および原子間力顕微鏡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 (NIMS)
受入担当者	大西 桂子 殿
研修期間	平成26年8月18日～8月22日 (5日間)
研修内容	<p>走査型ヘリウムイオン顕微鏡(SHIM)と原子間力顕微鏡(AFM)の基礎を学び、走査を習得する。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ SHIM および AFM の基礎講義 ・ SHIM による観察実習 ・ SHIM による加工実習 (探針先端への白金ピラー作製) ・ SHIM で加工した AFM 探針を用いた AFM 観察実習 ・ AFM 像の解析実習 ・ まとめ
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none"> ・ SHIM および AFM の基礎講義について SHIM は、操作方法は SEM と同様である。特徴として、高分解能・焦点深度が深い・物質コントラスト・導電性コーティングなしで絶縁体観察が可能である。AFM は、探針と試料の原子間に働く力を検出し画像を得る装置である。 ・ SHIM による観察実習について HOPG・ポーラスアルミナ・Cu グリッド・ポリエチレン・メラミンスポンジ・デンドライトを用いて SHIM の走査・観察方法を学びました。 ・ SHIM による加工実習 (探針先端への白金ピラー作製) について Nano World 社製のカンチレバー先端に約 360nm の白金ピラーを作製しました。 ・ SHIM で加工した AFM 探針を用いた AFM 観察実習について SHIM を用いて先端に白金ピラーを作製したカンチレバーを用いて、Shimadzu 社製 AFM で画像取得を行いました。試料はポーラスアルミナ・AFM 用のグレーティングを用いました。 ・ AFM 像の解析実習について 解析ソフトを用いて、取得した AFM 像の解析・補正を行い正確な AFM 像を確認しました。

平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	京都大学大学院エネルギー科学研究科エネルギー基礎科学専攻 修士1回生
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26年8月27日～8月29日
研修内容	<p>一日目：STM 原理の解説</p> <p>二日目：探針の作製</p> <p>三日目：STM による金表面とシリコン表面の観察</p>
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none"> ・ 走査型トンネル顕微鏡のより細かい原理、探針の作製方法、操作方法の理解を深めることができた ・ タングステンの探針作製の歩留まりが 4/6 本と良い結果が出た ・ 作製した探針で Au(111)と Si の表面を観察することに成功した ・ 今回得た経験を今後の研究活動に活かしていく予定である

平成26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

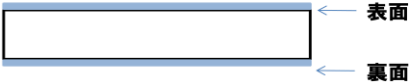




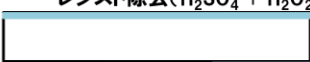




所属・学年	富山大学工学教育部物理学専攻
研修テーマ	透過電子顕微鏡法による材料微細構造解析
研修先	大阪大学
受入担当者	保田 英洋
研修期間	7/14 - 7/17
研修内容	<p>始めに、TEM に関する基本知識の講義を受けて、光学顕微鏡と電子顕微鏡の違いや、電子顕微鏡の技術などを学びました。そして、TEM の装置を実際に使い、測定の手順を学びました。次に、日立 H-800 型を用いて、標準試料の金やアルミ薄膜を実際に TEM で観測し、電子回折図形の方位合わせ、明視野像などを観察しました。そして、持参した Te ナノ粒子の試料を観察し評価しました。最後に、データの解析法として、カメラ長の導出や、アルミの電子回折図形での方位付けを、実際に計算を行い学習しました。</p>
研修の成果等	<p>初めて実験を行う電子顕微鏡の装置の構造から、回折像の見える原理まで講義で詳しく説明を受けることが出来て、電子顕微鏡の基本知識が理解出来ました。また、自分で実際に電子顕微鏡の装置を使い測定を行うことで、講義で学んだことを実際に体験できて、理解が深まりました。最終日には、電子回折図形の解析の方法を教えて頂き、様々な物理量を求めてデータを評価することが出来るようになりました。今回の研修において、我々の Te ナノ粒子の試料を測定させて頂く機会を頂き、Te ナノ粒子を観測することに成功しました。これから電子顕微鏡の実験を行っていく予定ですが、試料作製の方法から装置の使い方などの実験的なことから、電子顕微鏡の原理から解析の仕方など理論的なことの二つの観点から、今回の研修で教わる事が出来たので、最初の目的であった、ナノ粒子を直接観察できる電子顕微鏡の基本知識・操作方法を身につけたいという目標が達成でき、非常に実りある研修になりました。この研修で得られた経験を活かし、これからの研究に役立てたいと思っています。</p>

平成26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 工学研究科電子物質科学専攻 M1
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	友清芳二
研修期間	7月26日～8月1日
研修内容	<ul style="list-style-type: none">・ 講義 初日には超顕微解析研究センターの電子顕微鏡を見学した。講義の中では電子顕微鏡の基礎と透過電顕の原理を学んだ。実習の前に透過電顕の操作原理を学んだ。また、像のコントラストの付け方について(明視野、暗視野、制限視野絞り)の説明を受けた。得られた像について回折パターンの指数付けを行った。・ 実習 実習では TEM の始動から試料装着、観察法、照準系軸合わせまでの基礎的な操作を習得した。また試料の観察で回折像と明視野、暗視野を実際に得たほか、持参試料の TiO₂ 多孔質膜の観察を行った。
研修の成果等	<ul style="list-style-type: none">・ 講義と実習から 超顕微解析センターにある電子顕微鏡を見学し、最新の設備を自身の目で見ることができた。初歩的な講義からは電子顕微鏡と光学顕微鏡の違い、SEM と TEM の使い分けを学ぶことができた。操作原理の説明の後の実習では、各レンズの果たす役割を覚えることができ、回折像と拡大像の違いを明確に理解できた。また制限視野絞りや対物絞りを使った像のコントラストの利用法を習得した。演習では得られた像について回折パターンの指数付けを行い、解析法を学んだ。・ 個別試料観察から 酸化チタンアナターゼ結晶を用いた多孔質膜を試料として持参した。ディンプル加工した試料を研修先にて FIB 加工を行っていただくことができ、観察を行った。低倍率の明視野像、暗視野像から膜内部の構造が把握できた。明視野で最も暗くなっている部分と暗視野で明るくなる部分が一致し、結晶の形を保った部分とアモルファスに近くなっている部分があることが判明した。回折リングから主な成分であるアナターゼ結晶の他、ルチル結晶やブルッカイト結晶も含まれることが判明した。高倍率格子像では 25nm の粒子が確認できた。混合している 5nm 粒子については確認できておらず、この 5nm 微粒子が焼成によりアモルファスに近い形状になっているのではないかと予測した。

平成26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 博士前期課程1年次
研修テーマ	巨大磁気抵抗効果を利用した磁気センサの試作
研修先	名古屋大学
受入担当者	岩田 聡 教授
研修期間	平成26年7月28日～平成26年7月30日
研修内容	<p>7/28 プログラム概要説明、スピバルブ膜のスパッタ製膜</p> <p>7/29 VSMによる磁化曲線の測定、光リソグラフィによる微細加工</p> <p>7/30 微細配線、MR測定、磁気センサ回路に組み込んでセンサ試作</p>
研修の成果等	<p>1 微細加工技術</p> <p>(1) スパッタ成膜 多種の原子を nm オーダーで積層させる技術を身につけた。成膜状態に影響するパラメータを学習した。</p> <p>(2) 光リソグラフィ、ECR エッチング 光リソグラフィー、ECR エッチングの原理を理解し、実際の加工技術を身につけた。</p> <p>(3) 微細配線 ワイヤボンダを用いて微細配線を施すことで、その技術を身につけた。</p> <p>2 VSMによる磁化曲線測定 VSMの原理を理解した。実際の測定を通じて、GMR素子のMHループがどのように変化するのかを理解した。</p> <p>3 MR測定 MR測定の原理を理解した。今回の研修で作成したGMR素子のMR比は6.5～5.5%であり、明瞭なCu膜厚依存性と外部磁場応答を示した。</p> <p>4 磁気センサの試作 ブリッジ回路を用いたセンサを試作した。GMR素子に外部磁場を印加すると、それに対応した信号が得られた。</p> <p>5 全般、その他 GMRの原理、特性を実験事実から確認し、理解した。また、他大学の研究者と交流することで、自己の研究の参考となった。</p>

所属・学年	東京工芸大学 工学部 コンピュータ応用学科 4年
研修テーマ	Si メンブレン構造体の製作
研修先	東北大学 西澤潤一記念研究センター
受入担当者	戸津 健太郎 先生
研修期間	7/28(月) ~ 8/1(金) (5日間)
研修内容	<p>研修生がオリジナルでメンブレン構造体のマスクパターンを作成。酸化炉で酸化膜を形成する。Si 基板をボロン拡散させ P+層を形成し、エッチストップにより厚さ約 3[μm]のメンブレン構造体を形成する。Si 基板上にパターンニングした後、表面に ProTEK 塗布を施し KOH 容液でエッチングを行う。エッチング終了後は Pro TEK と酸化膜を除去し、ウェハとガラスを陽極接合する。</p> <p>詳しくは図 1 で示す</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="width: 45%;"> <h3 style="text-align: center;">Siメンブレンプロセス</h3> <p>7/28 熱酸化 t:1.5μm (1100$^{\circ}\text{C}$×300min)</p>  <p>7/29 レジスト塗布(OFPR800 200cp) 酸化膜エッチング(BHF)</p>  <p>7/29 レジスト除去($\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$)</p>  <p>7/29 ボロン拡散</p>  <p>7/30 レジスト塗布(OFPR800 200cp) パターンニング(MASK1)</p>  </div> <div style="width: 45%;"> <p>4inch N type t=300μm</p> <p>7/30 酸化膜エッチング (※ボロン拡散された酸化膜がウェットではエッチングされにくいいため、ドライエッチング) レジスト除去($\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$)</p>  <p>7/31 ProTEK 塗布</p>  <p>7/31,8/1 シリコン結晶異方性エッチング (KOH)</p>  <p>8/1 ProTEK除去、酸化膜エッチング(BHF)</p>  <p>8/1 シリコンーガラス 陽極接合</p>  </div> </div> <p style="text-align: center;">図 1. メンブレン構造体の形成プロセス</p>

研修の成果等

先に研修結果を記すと、KOH エッチングを開始して 9 時間後に一旦 SiO₂ 膜の状態を確認するために観察したところ膜がなくなっており失敗となった(図 2 で示す)。実験前の予測としては、ウェハの厚さ 300 μ m から、厚さ 3 μ m のメンブレン構造体を形成するには、シリコンの Etch rate が 21 μ m/h すると、約 14 時間要する。そして酸化膜では、エッチング前は膜厚 1.4 μ m を確認できており、Etch rate 80nm/h で 9 時間では 720nm がエッチングされるものと考えられ、酸化膜がなくなるにはまだ余裕があると考えていた。SiO₂ が異常にエッチングされてしまったが、エッチングを開始して 1 時間後あたりで一度、酸化膜の膜厚を測定し、状態を確認すべきであったが、Si ウェハを KOH 溶液にかけている一方でドライエッチングも体験させて頂いて並行作業となっていて、目が行き届かなかった。だが疑問に残るのは前回の研修プログラムでも同プロセスで研修を行なった先輩では成功して、今回はなぜ失敗したのかということである。そして、予測よりも早く腐食が起こったのか。

要因として、KOH エッチングを行う環境(濃度、温度、室温)に不備があった、または KOH エッチングまでのプロセス中に酸化膜の状態に変化が生じ、エッチングレートが大きくなってしまったことが挙げられる。今回は酸化膜の状態に問題があったと仮定する。ボロン拡散を長時間行ったことによって、熱酸化膜にボロンが拡散し、KOH によってエッチングレートが大きくなってしまったと考える。

7/29 のピラニア洗浄後では膜厚測定を行い確認できたが、7/30 の洗浄後では測定を怠って次プロセスへ行ってしまい確認していない。SiO₂ 膜に変化があったとするなら、ボロン拡散から ProTEK 塗布の間で、上記の推測からボロン拡散で間違いない。

今後の取り組み方として工程毎に膜厚測定を忘れないことを肝に銘ずる。

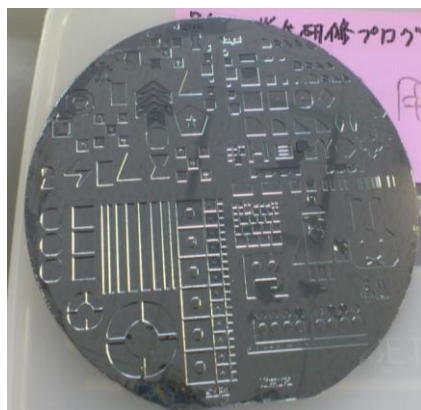


図 2.KOH エッチング後 SiO₂ 膜を失った Si ウェハ

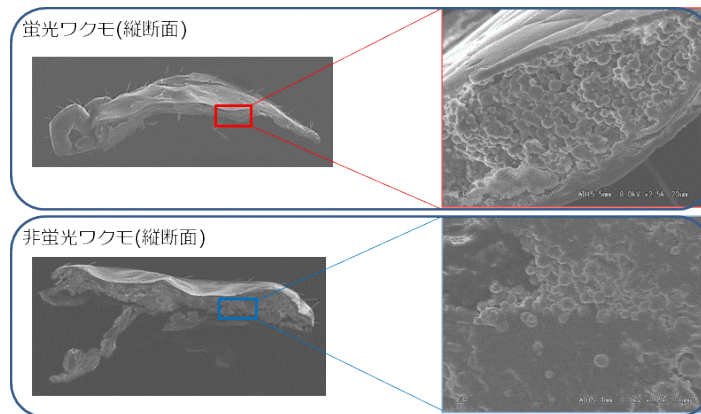
平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	埼玉大学 大学院理工学研究科 化学系専攻 博士前期課程 1年
研修テーマ	Ni 酸化反応の光電子分光観察
研修先	日本原子力研究開発機構 Spring-8
受入担当者	寺岡 有殿
研修期間	自 平成 26 年 8 月 26 日 ~ 至 平成 26 年 8 月 29 日
研修内容	<p>第 1,2 日目は Spring-8 の施設見学を行い、放射光装置の発展、放射光を利用した実験の概要を学んだ。第 3,4 日目は Ni(111)面の飽和酸化膜厚測定を目的として、O₂ 分子線と組み合わせ光電子分光(以下 XPS)の実習を行った。XPS により得られる光電子強度から Ni(111)の飽和酸化膜厚を求める為、飽和膜厚が既知(0.5ML)の Cu(001)、及び 1.9eV の並進運動エネルギーO₂ 分子線により酸化させた Ni(111)を対象として、Al-Kα線を X 線源として XPS 測定を行った。第 5 日目は XPS 解析方法を学んだ</p>
研修の成果等	<p>結果</p> <p>XPS 測定による O_{1s} ピークが見られなかった両試料の清浄表面に、酸化実験後 O_{1s} ピークが表れる事を確認した。O_{1s} ピークの高さは Ni(111)が、Cu(001)と比して約 6 倍大きかった。O_{1s} ピークの面積強度の比較、解析から Ni(111)の飽和酸化膜厚を算出すると 3.5ML が得られた。又、O₂ 分子線の並進運動エネルギー 0.4eV で酸化させた Ni(111)の飽和酸化膜厚も同様に求め、2.8ML が得られた。運動エネルギーの増加で約 1.3 倍に Ni(111)面上の酸素飽和吸着量が増加する事が確認された。</p> <p>感想</p> <p>実験の知識、測定技術の両面で貴重な経験をさせて頂いた。表面反応分析、又放射光についての研究背景及び実験設計の知識。X 線光電子分光や超高真空の技術、ノウハウを学んだ。今後自らの固液界面における電気化学反応の研究を進めていく為に、今回の真空系の固体界面での経験を活用していく。具体的には本埼玉大学内の XPS 機器を利用し、電極触媒粒子の深さ方向の組成分析を行う事を考えている。</p> <p>成果発表会ではナノテク関連の加工、測定の技術の発表から今後の測定に活かせる知識を得る事が出来た。又、高名な先生方の助言や様々な背景を持つ他の学生の方々との交流から研究に対する視野を広める事が出来た。今後ナノテクノロジープラットフォームでの設備利用等を含め、より広い分野、視点で自らの研究を行っていきたい。</p>

平成26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

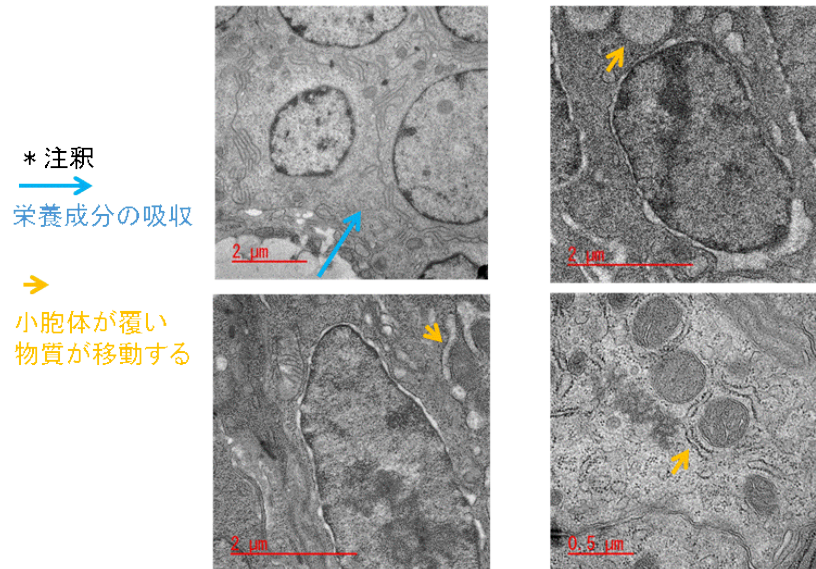
所属・学年	香川大学農学研究科 修士課程1年
研修テーマ	No.13 電子顕微鏡の基礎と応用（初心者向け）
研修先	名古屋大学
受入担当者	丹司 敬義
研修期間	2014年8月5日～7日
研修内容	電子顕微鏡について基礎から応用まで習得することを目的とした3日間のプログラムであった。1日目は名古屋大学学生と共に電子顕微鏡講習会にて講義を受けた。講義内容は、電子顕微鏡講習会・電子顕微鏡概論、反応科学超高压電子顕微鏡、TEM結像理論、S/TEMによる分析などであった。また超高压電子顕微鏡施設を見学した。2日目には高分解能電子顕微鏡（TEM（JEM-2100F））による実技を行い、技術を習得した。持参した鶏のTEM試料の観察も行った。最終日には、走査型電子顕微鏡（JSM-6610A）実技および参加者の研究テーマ等のディスカッションを行った。
研修の成果等	<p>香川県の養鶏産業は、特定地域に養鶏農家が密集する特徴を有し、自給率500%に迫る成長産業である。鶏に寄生する吸血ダニ（ワクモ）被害は、採卵鶏農家で顕在化して、薬剤を用いた駆除法が感染防止の抑止力であるが、薬剤耐性ワクモ出現により、薬を使わない防除法との併用も急務となっている。ワクモは、静電環境を好む特性を有しており、この特性を利用した集積装置の開発に従事してきた。捕獲できるワクモは、腹部に特定励起波長に反応する蛍光部により区分できる。（図-1参照）蛍光部のSEM観察では、液状物質の違いを捉えることができたが不明な点が多い。これら分泌物の超微細構造を知ることは、ワクモ駆除につながるかと考え、今回の学生研修プログラムに応募した。</p> <p>香川大学農学部には透過型電子顕微鏡（H7100）を保有している。また卓上電子顕微鏡 Miniscope®TM3030（JCM-6000, 日本電子）・走査型電子顕（S-4300SE/N, 日本ハイテック）を保有する。しかしながら、農学部の講義に電子顕微鏡の原理が理解できるような講義はなく、私はその操作方法や原理の理解が十分でなかった。透過型電子顕微鏡に関しては、数年にわたり誰も触れていない状態であった。今回の講義において電子顕微鏡の原理、TEMの仕組み菊池ラインについて学んだ。実際の電子ビームが放出される原理・仕組みを把握した後、透過型電子顕微鏡（JEM-2100F）を用いて実際に菊池ラインを見て電子顕微鏡に関する基礎知識をより深く理解することができた。透過型電子顕微鏡を用いて単結晶のシリコンを高倍率で観察し、実際に原子が規則的に配列している像をCCDカメラで撮影することが出来た。電子顕微鏡の仕組み・原理を名古屋大学学生と共に学ぶことができた。実際に名古屋大学の先生方による講義は私に予備知識のなさを痛感させ難しかった。しかし、TEM操作時の注意点、実サンプルを用いた像観察・電子線スポット回折を行い、どのような情報をTEMから得られるのかを学ぶこ</p>

とができたため、今後の研究を計画する上で大変有意義であった。
 香川大学から持参した TEM 用鶏試料を観察したところ、腸管上皮の形態変化を観察することができた。(図-2 参照) 腸管上皮の形態変化は、内腔側から基底膜方面へ向かう栄養成分の吸収形態として同定可能である。物質は細胞内の移動中に、水解小体により小さく分解され、体の中に栄養成分として取り込まれる。小分子の移動は、エンドサイトーシスという物質移動様式として研究が進められているが、大型分子の栄養吸収(物質移動)は十分に解析されていない。腸管組織内の分子移動を観察でき、ワクモにおいても栄養吸収のモデル動物になる可能性が示された。今回の経験を生かして、香川大学でも超微細構造の観察を通じた研究推進につなげたい。



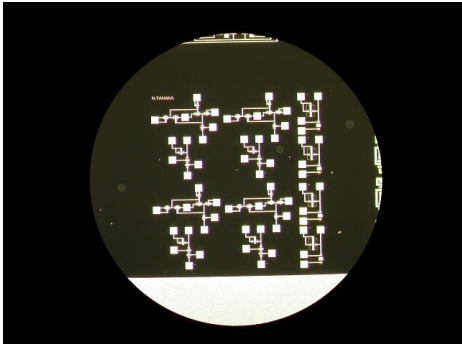
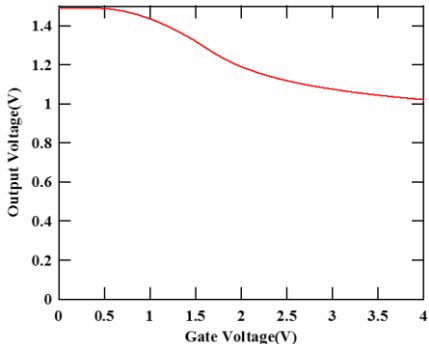
(図-1) ワクモ凍結乾燥後、スッパタ処理した標本

香川大学にて走査型電子顕微鏡 (S-4300 SE/N) を用いたワクモ観察像



(図-2) 学生研修にて透過型電子顕微鏡 (JEM-2100F) を用いた鶏回腸観察像

平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	関西大学大学院 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
受入担当者	横山 新 先生
研修期間	8/4～8/9
研修内容	<p>はじめに自分でトランジスタを用いた回路を設計した。</p> <p>大型のスーパークリーンルーム内で P 型の Si 基板上に NMOS で構成されたトランジスタの回路を作製した。フォトリソグラフィとスパッタを用いて回路を構成する電極を作製し、イオンインプラにより基板に B, BF₂ イオンを打ち込み N 領域を作製、また熱酸化によりゲート酸化膜を作製した。</p> <p>今回の研修ではインバータと NAND 回路、D ラッチ回路を作製した。その後、作製した回路の電気特性を測定し、評価した。</p>
研修の成果等	<p>以下の図のような回路を作製した。</p>  <p>作製した回路の電気特性を測定したところ、インバータと D ラッチ回路は設計上の問題などがあり、うまく測定できなかった。</p> <p>NAND 回路の電気特性は以下のものであった。</p>  <p>真値表での 1 から 0 へシフトさせたが完全な 0 の値はとらなかった。これはソース、ドレイン間のリークが原因であると考えられる。</p> <p>今回の研修では実際にトランジスタを作る工程を学ぶことができた。また、測定ではうまく動作しなかったが失敗から学ぶことは多く、単に成功するよりも多くのことが身に付いたと思います。</p>

平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	名古屋工業大学・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月4日～8月8日
研修内容	<p>初日：TEM に関する座学。装置構成や観察の原理、得られるデータなど TEM を操作するにあたり理解すべき基礎部分を学んだ。</p> <p>二日目：この日より、JEM-1400 を使用した TEM 操作実習が始まる。ネガタイプ染色法による観察試料の調製および試料の観察を行った。</p> <p>三日目：照射系、結像系の軸合わせ（非点補正など）。</p> <p>四日目：電子回折像および明暗視野像の観察。</p> <p>五日目：TEM 操作の復習と四日間の総まとめ。</p>
研修の成果等	<p>本研修は TEM の基本操作を学ぶことが目的であり、五日間の勉強で、試料を観察する上で要求されるテクニックを実践できたことが大きな成果の一つだと言える。また、操作とは関係ない部分、例えば試料の作製法、最新の観察技術、装置など TEM に関する多くの知見を得られた。</p> <p>そもそも私は、TEM について、操作は勿論、装置の原理といった基礎の部分から学びたいという思いをもって本研修に参加した。事前の知識が乏しい状態で研修が始まったが、ホスト研究者である保志様の懇切丁寧なご指導のもとで、TEM の理論について学び、操作、観察を行うことが出来た。研修の間、常にエキスパートの方が隣にいるということで、不明な点を積極的に聞ける環境が整っていた。そのおかげで研修を終える頃には、未熟な部分も多いが、観察原理を把握した上での操作が出来るようになった。このような成長も本研修での成果だと感じている。</p> <p>この場で学んできた技術を、今後大学で TEM を操作する際に役立てていきたい。</p>

平成26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	首都大学東京大学院理工学研究科物理学専攻 M2
研修テーマ	身の回りの社会基盤材料を顕微鏡で観てみよう
研修先	東北大学 金属材料研究所
受入担当者	今野 豊彦
研修期間	7/22 - 7/25
研修内容	<p>集束イオンビーム(FIB)を用いた微細加工、および作成した試料のSEMとTEMによる観察、解析を行った。FIB加工はGaイオンビームを用いた微細加工法で、この加工法で$\text{LaNb}_2\text{Al}_{20}$の単結晶表面から幅$20\mu\text{m}$×深さ$13\mu\text{m}$×厚さ$0.1\mu\text{m}$の試料を削りだした(図1)。この試料を用いて$\text{LaNb}_2\text{Al}_{20}$の単結晶表面をTEMで観察し、電子線回折パターン、およびEDSによる組成分析を行った。</p> <p>また、FIB加工と比較してより試料作成が簡易である粉砕法を用いたTEM観察、及びSEMによる試料観察も実習した。</p>
研修の成果等	<p>FIB加工した$\text{LaNb}_2\text{Al}_{20}$の試料表面をTEM観察し、EDSによる組成分析と電子線回折パターンの解析から、結晶の表面に約100nmの酸化層、及びLa酸化物が付着していることを明らかにした(図2)。これらの表面状態は、$\text{LaNb}_2\text{Al}_{20}$のバルクの物性には影響を与えないと考えられる。しかし、(1)試料合成の過程で原材料に含まれる微量なLa酸化物を排除するように$\text{LaNb}_2\text{Al}_{20}$が結晶化していると考えられること、(2)$\text{RT}_2\text{Al}_{20}$化合物群($R$:希土類元素、$Tr$:遷移金属元素)で初めて試料表面の酸化層の厚さを定量的に評価したことは、今後の$\text{RT}_2\text{Al}_{20}$化合物群の試料合成、および物性測定に役立つ結果である。</p> <p>また本研修では、$\text{LaNb}_2\text{Al}_{20}$の観察に並行して、X線構造解析で試料同定済みの$\text{Sm}_x\text{La}_{1-x}\text{Ta}_2\text{Al}_{20}$と未同定のCe-Rh-Ga三元系化合物の観察を行った。EDSの結果は、$\text{Sm}_x\text{La}_{1-x}\text{Ta}_2\text{Al}_{20}$の比較的組成比の多いTa:Alの比はよく再現される結果を得た。また、Ce-Rh-Ga化合物についてもCe:Rhの比が約2:1であるという結果を得た。こうした電子顕微鏡とEDSの利用は新規物質同定のひとつの有効な手法であり、今後も活用していくことができると考えている。</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-start;"> <div style="text-align: center;">  <p>図1 $\text{LaNb}_2\text{Al}_{20}$のFIB加工</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>図2 $\text{LaNb}_2\text{Al}_{20}$単結晶の表面のTEM像</p> </div> </div>

平成26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	鳥取大学工学部電気電子工学科マイクロデバイス工学研究室 学部4年
研修テーマ	Si メンブレン構造体の作製
研修先	東北大学
受入担当者	戸津 健太郎 先生
研修期間	平成26年7月28日-平成26年8月1日
研修内容	<p>厚さ $3\mu\text{m}$ の Si メンブレンの作製を目標とし、熱酸化膜 SiO_2 をマスクとして KOH 溶液による結晶異方性エッチングを行った。</p> <p>具体的なプロセス内容を以下に示します。</p> <ol style="list-style-type: none">1 日目：ガイドダンス、マスクパターン作成、マスク設計、熱酸化処理 (SiO_2 成膜)2 日目：レジスト塗布、片面熱酸化膜エッチング、レジスト除去、ボロン拡散3 日目：BSG 膜エッチング、フォトリソ、熱酸化膜 RIE4 日目：Pro TEK 塗布、結晶異方性エッチング、ボッシュプロセス5 日目：陽極接合
研修の成果等	<p>(研修成果)</p> <p>マスクとしていた熱酸化膜 SiO_2 のエッチングが想定していたよりも進行しており、$3\mu\text{m}$ のメンブレン構造体は作製できなかった。しかし、SEM 画像では結晶方向にエッチング速度が依存するという結晶異方性エッチングの性質をみる事ができた。実際に、SEM 画像において分度器を用いて計測すると、(100) 面に対して 55° の角度で V 字形にエッチングされていたので、エッチング後の Si ウエハは加工部分が(111)面が露わになっていたと確認できた。</p> <p>ボロン拡散をしていないウエハに関してはボッシュプロセスによって、深掘りエッチングを行った後、真空中で行う陽極接合法でガラス基板との接合も行った。これに関しては大気中におけるメンブレンの変形も確認できた。</p> <p>(まとめ)</p> <p>文献でしか学ぶ機会がなかった MEMS の代表的な製作プロセスを実際に体験できたことで MEMS 製作技術に対する理解が深まったことも収穫であるが、メンブレン構造体の製作という目標のもとで、マスクの形状設計といった段階から一貫した工程を踏んで、一つのモノを作るという過程をすべて現場で経験できた本研修は常に充実感があり、非常に自身にとって有意義な研修であったと感じている。</p>

平成26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	群馬工業高等専門学校 電子メディア工学科 5 学年
氏名	大野 綜一郎
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	2014 年 8 月 4 日(月)～9 日(土)
研修内容	<p>NMOS トランジスタをベースとした IC 試作実習を通じてプロセスとトランジスタ・回路の基本技術全体を学んだ。イオン注入、酸化、リソグラフィ、エッチングなどのプロセスの基本技術を学んだ。作製した回路は、アルミゲート、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 などである。最小加工寸法は $5\mu\text{m}$ であり、リソグラフィにはマスクレス露光装置を用いた。</p>
研修の成果等	<p>テキストで学んだトランジスタの仕組みや製作方法を、実際にトランジスタを作製することによって改めて学ぶことができた。その中でも、テキストの学習では理解が曖昧だったシリコンウェハに注入する不純物の制御方法を、トランジスタの製作を通じてはつきりと理解できた点について、大きな成果を得ることができた。また、トランジスタの設計から製作、測定までを一通り行うという貴重な体験をすることで、携帯電話やパソコンなどの電子機器に用いられている半導体の加工技術について関心を深めることができた。</p> <p>トランジスタの製作に関して、製作したトランジスタを測定したところ、予想していたトランジスタの特性が出ず、トランジスタが正しく製作できていないことがわかった。測定を行うまでは、トランジスタが正しく動作することに疑いを持っていなかったが、この結果から、トランジスタの製作は自分が思っていたよりも難しいことが分かった。不良解析の結果、イオン注入領域がアモルファスのまま高速に酸化され、ソース/ドレインが正しく形成されていないことが分かった。試料を再生しイオン注入からやり直した結果、テキストに近い特性が得られた。</p> <p>この研修において、普段は見ることのできない国内最大規模のクリーンルームや電子線描画装置などの、トップレベルの研究に用いられる最先端の設備を見学することができた。</p> <p>研修に参加した他の参加者やサポートの広島大学の学生スタッフの方たちとコミュニケーションをとることで、大学や大学院での生活や研究について知ることができた。研修に参加するまでは、大学院への進学を考えてはいたものの大学院についての情報がなかなか得られず、大学院に進学することに不安を感じていたが、大学院での生活について知ることができたことで、大学院進学への意欲が向上した。</p>

平成26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 先端融合工学専攻 博士前期課程2年
研修テーマ	透過電子顕微鏡による微細構造解析法
研修先	九州大学 超顕微解析研究センター
受入担当者	友清 芳二
研修期間	平成26年7月28日～8月1日(5日間)
研修内容	<p>透過電子顕微鏡を使いこなすために必要な装置の基礎知識と操作方法、電子回折の基礎と解析法を習得するために、講義・実習・演習を行った。講義では、基本原理や操作原理、電子回折の基礎などの講義を受けた。実習では、透過電子顕微鏡の軸合わせなどの基本操作や試料観察を行った。演習では、電子回折スポットの指数づけなどを行った。また、試料観察では、航空機のタービン材料や発電用高効率ガスタービン材料への応用が期待されている Ni-Al-Ti 合金の内部組織観察を行い、規則⇔不規則相変態に伴う内部微細組織の評価を行った。</p>
研修の成果等	<p>講義・実習・演習を通して、透過電子顕微鏡の基本的な原理や操作方法を学ぶことができた。特に、明視野像と暗視野像の観察方法について学ぶことができた。また、Ni-Al-Ti 合金の内部組織観察では、規則相粒子が基本反射の明視野像では識別困難であったが、規則反射の暗視野像を用いることにより、析出粒子の形状、寸法、配列の情報が得られた。具体的には、Ni-Al-Ti 合金には A1 型不規則相中に 2 種類の L1₂ 型規則相粒子が観察された。</p> <p>一辺の長さが 100 nm 程度の大きな板状粒子：板状粒子の一辺は{100}面に平行であった。一辺の長さあるいは厚さは揃っていた。粒子は<100>方向に一直列に配列していた。</p> <p>粒径 10~20 nm 程度の微細な顆粒状粒子：粒子の大きさが比較的揃っていた。粒子は<100>方向に配列していた。</p> <p>これらの粒子は、オストワルド成長過程において、弾性的相互作用により<100>方向に配列したと考えられる。</p> <p>[001]方向から観察した高分解能像から、A1 型不規則相と L1₂ 型規則相の原子配列が識別できた。A1 型不規則相では、(002)格子面間隔である 0.18 nm、L1₂ 型規則相では、その 2 倍周期である 0.36 nm の周期が識別できた。また、FFT 図形では、A1 型不規則相と L1₂ 型規則相を反映するスポットが再現されていた。</p>

平成26年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	甲南大学大学院自然科学研究科修士課程1年
研修テーマ	粉末および単結晶のX線構造解析とX線光電子分光
研修先	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
受入担当者	沖津 康平 府川 和弘
研修期間	7/29～8/1
研修内容	粉末化合物のX線構造解析 単結晶を用いたX線構造解析 X線光電子分光
研修の成果等	粉末を用いた化合物のX線構造解析ができるようになった。未知試料の構造解析を行った。 単結晶構造解析ができる。シチジンを用いた構造解析を行った。 X線光電子分光をもちいて物体の表面の構造解析、組成を調べることに成功した。

平成26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	九州大学大学院総合理工学府量子プロセス理工学専攻 岡田研究室 M1
研修テーマ	固体 NMR
研修先	産業技術総合研究所 計測フロンティア研究部門 精密結晶構造解析グループ
受入担当者	林 繁信 (招聘研究員)
研修期間	7/22~24
研修内容	<p>座学を中心として、固体 NMR の原理理解およびデータ解析を行うために必要な知識の習得を目標とした講義を受講した。また、講義を踏まえた実習によって、機器の扱い方や構造、サンプルの測定まで行い、最終的にデータ解析まで行い、測定を完了させた。</p>
研修の成果等	<p>講義では、固体 NMR 解析からどのようなデータが得られるのかを理解することで、溶液 NMR との違いを学び、固体 NMR 解析を使用する意義を理解した。また、固体 NMR 解析の原理を理解することで、自研究で扱っている溶媒に不溶性有機化合物のサンプルでも解析できることが分かり、今後の解析方法の1つとしての選択肢が増えた。</p> <p>実習では、講義で習得した知識を実際に応用する絶好の機会となり、実際に実験操作を行い、解析を行うことで、種々の機器の役割や扱い方の理解がより促進された。</p> <p>しかし、多くの情報が集積されたブロードなピークから自分の欲しいデータを抽出する手間と難解さから、短期間で習得することは非常に難しく、実用段階まで理解を深めるには至れなかった。</p> <p>ただ、私は今回の研修を、固体 NMR を学ぶ上のイントロダクションとして位置づけていたので、次回から固体 NMR を扱える機会があれば、スムーズに理解が進むきっかけとすることが出来たと考えた。</p> <p>最後に、研修全体を通じて、この研修を共に受けた学生と研究の話や、今後の学生生活の送り方等について意見交換を行うことで、自分の研究意欲を刺激し、研究へのモチベーションが上がるとともに、視野を広げることができ、非常に有意義な研修にできたと考えた。</p>