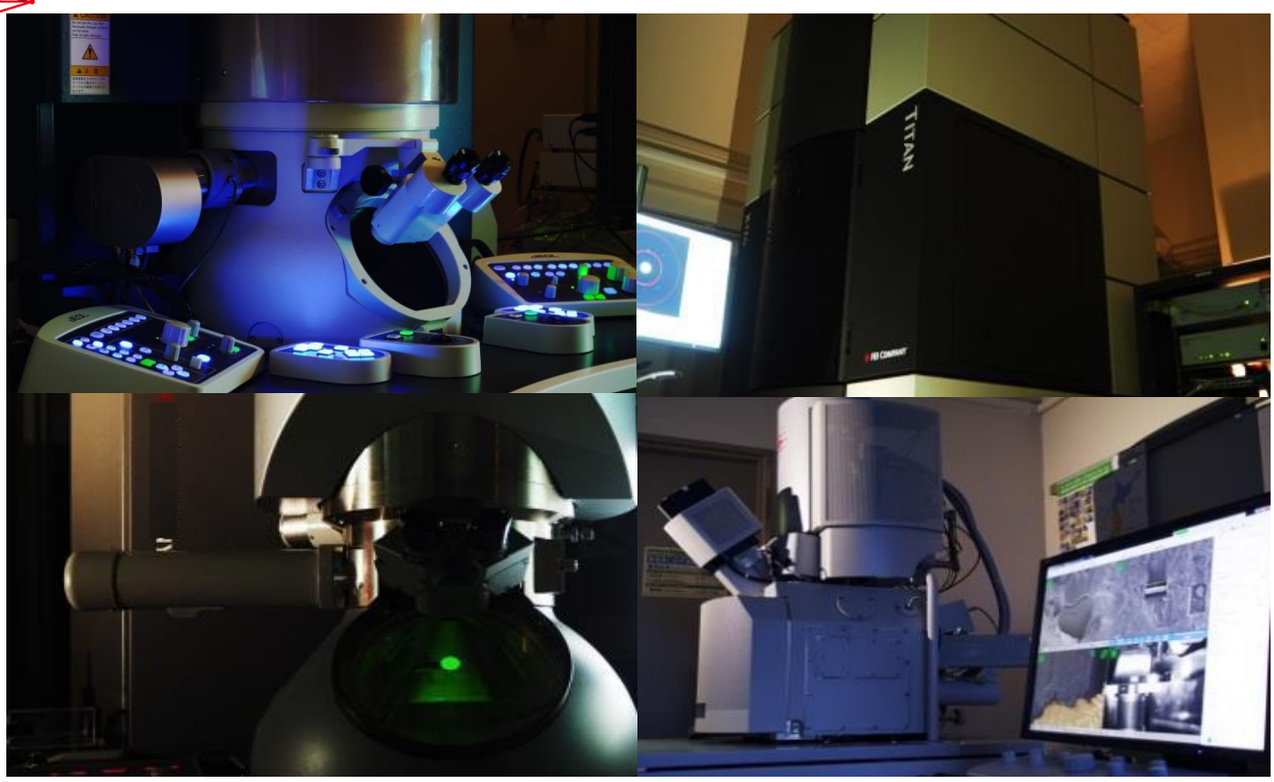
東北大学ナノテク融合技術支援センター
CENTER FOR INTEGRATED NANOTECHNOLOGY SUPPORT

# NEWS LETTER Vol.11

発行／2019年2月1日　発行元／東北大学ナノテク融合技術支援センター　〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1　http://cints-tohoku.jp/

## 「ナノテク関連装置類の共用化」と高度な「知識・技術」を提供します。




## センター長挨拶

138億年前に起こったとされるビッグバン。すべての始まりがこの瞬間にあるとすれば、エネルギーだけに満たされた宙で粒子の形成が始まったのが、その数秒後。そして、100億光年の彼方の向こうに向けて現在も膨張する宇宙の中に、原子ができ始めたのはそれから一万年も経った後でした。宇宙が冷えていくに従ってそれまでバラバラだった陽子や中性子や電子がいくつかの異なった道筋をたどって安定な姿に変え、我々の身体をも構成してくれている様々な元素が造られたのです。

この壮大なロマンの中にも科学の規則は存在します。元素のもつ性質がその重さに対して周期性を持っていることを人々が知ったのは18世紀後半のこと。カードゲーム好きのロシアの化学者メンデレーフは、当時知られている元素をその化学的性質によって並べているうちに、一定の周期があること、そして、その周期を完結するためにはカードが足りないことに気がついたのです。ミッシングカードとは当時、未知だった元素に他なりません。

これが現在でも知られている元素の周期律表の原型です。はじめのうちは注目されなかったこの表も、ミッシングカードが現実に発見されることにより、元素は周期を有する、という宇宙が生んだ規則が確立したのでした。2019年はメンデレーフの発表から150年目にあたり、国際周期表年として世界中でこのことを祝う年となっています。このミッシングカードを埋めるようにして見出された元素には、現在、青色発光ダイオードに必須のガリウム、半導体なのに赤外線を透過するゲルマニウムなど、現代生活に欠かせないものが含まれています。

私どもナノテク融合技術支援センターでは10年以上の長きにわたり、透過電子顕微鏡などを用いて実用材料を構成する元素の配列を観ることはもちろん、髪の毛の太さの百分の一程度の精度で半導体を加工することによる様々なデバイスの創成、あるいは水との親和力の異なった分子の合成など、異なった分野でのナノテクノロジーを融合することを通して、社会の発展のお手伝いをしています。

このニュースレターを通してその一断面をご覧になっていただければ幸いです。（今野豊彦）

## 文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業

最先端の研究設備を有する全国の大学、研究機関が一体となって設備の共用体制を構築することにより、ナノテクノロジー研究の更なる発展に寄与することを目的として平成24年からスタートした文部科学省のプロジェクトです。

センター機関の物質･材料研究機構と科学技術振興機構を核として、全国25機関が「微細構造解析」、「微細加工」、「分子・物質合成」という三つのプラットフォームを構成することにより、先端的、効率的な支援を分野横断体制で行っています。

【ナノテクノロジープラットフォームHP】 http://nanonet.mext.go.jp/

# 微細構造解析分野

## 電顕グループ

## バイオミメティックブロック共重合体中のナノ粒子の構造解析

当センターの最新の超高分解能透過型電子顕微鏡を用いて新規材料の解析を行った例を紹介します。二枚貝の一種、イガイの接着タンパク質を模倣したカテコール官能基は、多様な材料への接着能、還元能を持ち現在非常に注目されています。東北大学材料科学高等研究所　藪教授等は、このカテコール官能基を含むポリマー(PVCa)とポリスチレン(PSt)から成るブロック共重合体PVCa-b-PStを用いて、異種ナノ粒子 ($Fe_3O_4$ とAg)のナノパターニングに成功しました。

本利用では超高分解能走査透過型電子顕微境(STEM)：図. 1を用いて、エネルギー分散型X線分析(EDX) により、異種ナノ粒子複合化PVCa-b-PSt薄膜の構造解析を行いました。図 2 (a)(b)にHAADF-STEM像、(c)～(g)に元素マッピングを示します。

$Fe_3O_4$ ナノ粒子（Fe：水色とO：紫）とAg ナノ粒子（Ag ： 赤）が$OsO_4$で染色されたPVCaドメイン（Os ： 黄色）に選択的に取り込まれている様子が明瞭に観察出来ています。

（西嶋雅彦）

※写真の電子顕微鏡は最新の球面収差補正装置（Cs corrector)を搭載し、超高分解能走査透過型電子顕微鏡モードによる原子分解能観察やナノ領域元素分析が出来ます。

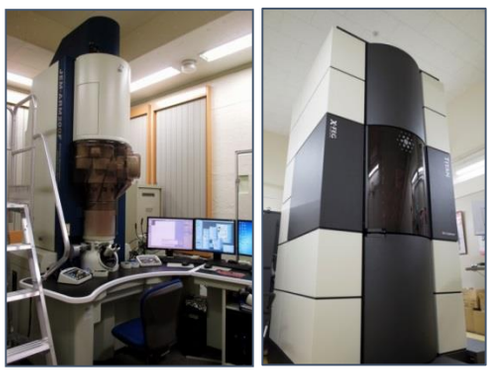


図.1.超高分解能収差補正型分析透過電子顕微鏡
（左）日本電子 JEM-ARM200F
（右）サーモフィッシャー( FEI ) Titan$^3$ G2 60-300

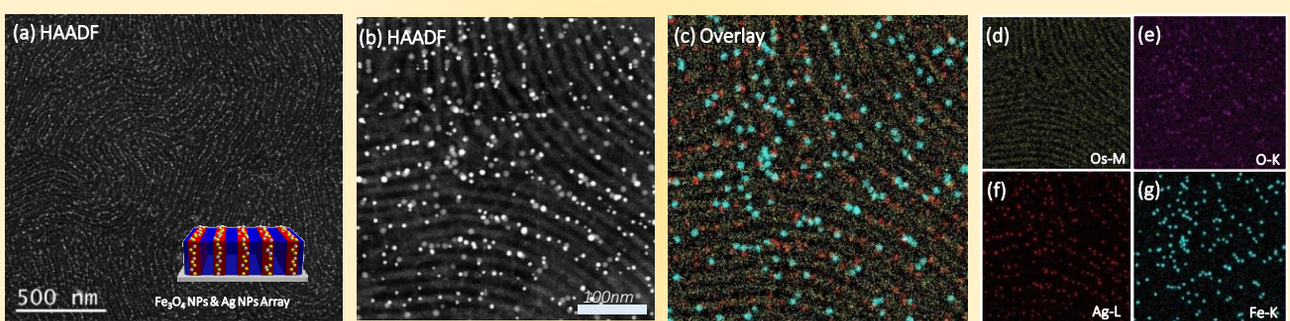



図. 2 $Fe_3O_4$ ナノ粒子/Agナノ粒子がパターニングされたブロック共重合体PVCa-b-PSt薄膜のSTEM-EDX 分析結果: (a) 組織のHAADF-STEM像、(b) 分析エリアのHAADF-STEM像、 (c) 元素（重畳）マップ (d) Os M線マップ, (e) O Kα線マップ,(f) Ag Lα線マップ (g) Fe Kα線マップ

## 分子・物質合成グループ

## 導電性高分子被覆繊維の熱・構造解析

当センターのX線構造解析装置と熱分析装置をもちいて新規有機材料の解析を行った例を紹介します。

この例では染色の技法でつくられる新しい導電性繊維「エーアイシルク」（図1）（エーアイシルク株式会社）について以下の知見を得ることを目的としました。

（1）導電性高分子の結晶性が高い方が導電性繊維の抵抗が低くなるのか、結晶性が低いほど抵抗が低くなるのか調査を行いました。

（2）熱により導電性高分子の結晶性がどのように変化するのか、また熱による反応速度への影響を調べるためにTG/DTA測定を行いました。

（1）X線構造解析｜導電性高分子の結晶性を調べるために、基材のみ、基材＋導電性高分子（処理前）、基材＋導電性高分子（処理後）の条件で作製した電極のX線回折を行いました。その結果得られたのが基材の結晶性ピークのみでした。基材＋導電性高分子（処理前）の電極においては小さい結晶性ピークがいくつか見られましたが、処理をすると全て消失してしまいました。処理により消失してしまうということは、基材に付着している導電性高分子ではなく不純物などが処理により洗い流されていると考えられます。電極の作製条件を変えてさらに分析を行いましたが、得られたのは基材の結晶性ピークのみでした。作製条件により導電性高分子の結晶性に影響を与える可能性は低く、いずれの条件においても同一の結晶性（非結晶）の導電性高分子が得られたと考えられます。

（2）TG-DTA｜重合反応により調整した導電性高分子の分解温度を測定しました。TG-DTAによると320 ℃付近（33分）と390 ℃付近（39分）の2段階で分解が起こっています。低温度側では重合が完全に完了していない低分子の分解、高温度側では高分子に分解が起きていると思われます。これにより導電性高分子の耐熱温度が約390℃だということがわかりました。（下谷秀和）

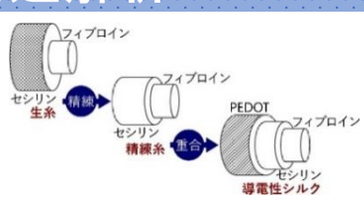



図1. エーアイシルクの構造（エーアイシルク株式会社）

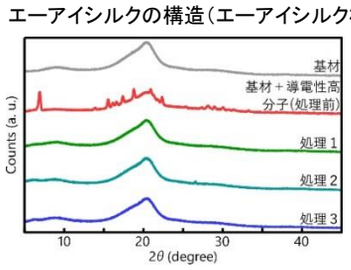



図2. 基材及び基材＋導電性高分子の2θ/θ測定の回折パターン

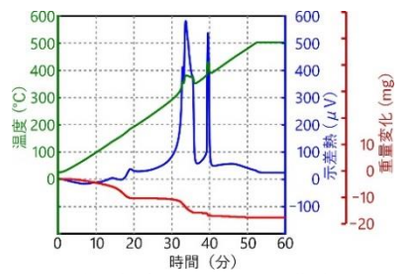


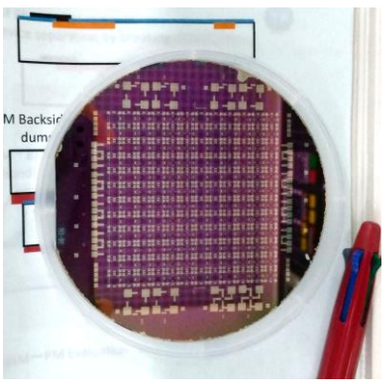

図3. 導電性高分子のTG-DTA曲線

# 微細加工分野

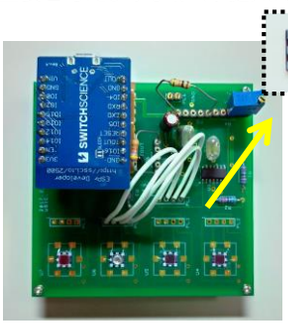
## ▶▶ 試作実習の紹介①

## MEMSフォースセンサの試作とIoT応用

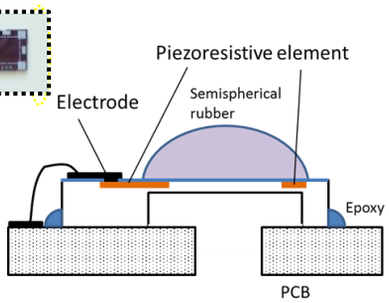
2018年ナノテクプラットフォーム学生研修にて、ピエゾ抵抗形フォースセンサの試作、実装、プログラミング、WiFi、インターネットを介した測定値取得を5日間のコースを実施しました。時間が限られていたため、センサは必要最小限の構造（フォトマスク5枚）としました。初めてMEMSに取り組む3名の学生さん達でしたが、それぞれが意欲的に取り組んで、無事、センサを動作させ、さらにスマホで力の測定値を確認できました。すべてのMEMSプロセス、さらに実装やプログラミングまでを一貫して経験できる場が実践力のある技術者の育成のために重要と考えます。（戸津健太郎）



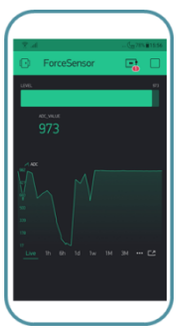
試作した4インチウェハと切り出したセンサチップ



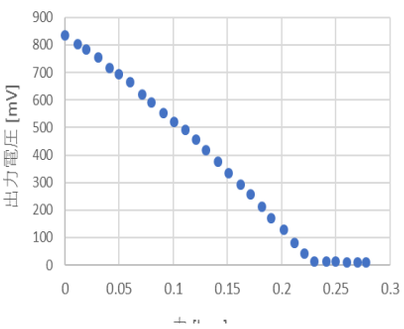
プリント基板への実装




フォースセンサの断面図




WiFi、インターネットを介して
スマホで測定値を表示



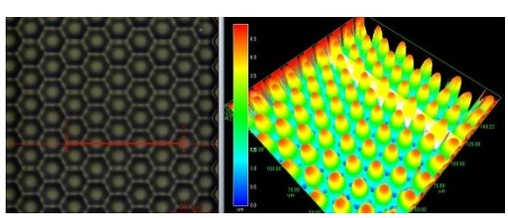

荷重に対するセンサ出力

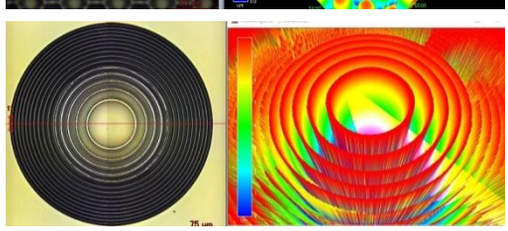
## ▶▶ 試作実習の紹介②

## グレイスケールリソグラフィ　セミナー・ワークショップ

需要が増加しているグレイスケールリソグラフィについて、レーザ描画装置、レジスト材料、シミュレーションなどに関するセミナー（半日）、および実際にクリーンルーム内でグレイスケール露光を行うワークショップ（1日）をハイデルベルグ・インストルメンツ(株)と共同で開催しました。30名以上が参加したワークショップでは、高精度なレーザ描画装置であるDWL2000を用いてグレイスケール露光を行いました。露光、現像後のレジスト形状と、設計した形状の誤差を小さくするための補正方法を実習した後、マイクロレンズアレイ、フレネルレンズのパターンを実際に作製しました。このようなグレイスケールに関する実践的なワークショップの開催は初めてでしたが、参加者の皆さんからは勘所がつかめたと大変好評でした。（戸津健太郎）

30人を超える参加者が2グループに分かれて進めた
グレイスケールリソグラフィワークショップの様子





試作したマイクロレンズアレイ(上)とフレネルレンズ(下)の
白色共焦点顕微鏡像(Optelics Hybrid, Lasertec)

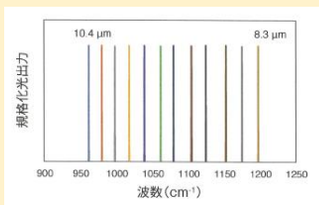
# T O P I C S

## TOPICS 01 【微細加工分野】 波長掃引パルス量子カスケードレーザが製品化されました。

浜松ホトニクス株式会社によって開発された中赤外レーザ光の波長を掃引する量子カスケードレーザモジュールが2018年12月に販売開始されました。持ち運び可能なサイズの分析機器に組み込むことにより、作業現場で瞬時にフーリエ変換赤外分光光度計（FT-IR）と同等の分析ができ、農産物の糖度測定や血中グルコース測定、プラスチックやフィルムの分析、プラントなどの構造物に用いられているゴムなどの劣化検査ができるようになります。MEMS部分（回転振動型回折格子）の開発についてはCINTSの微細加工分野が支援させて頂きました。

また、この成果はナノテクノロジープラットフォーム事業の平成30年度「秀でた利用成果」最優秀賞にも選ばれ、nano tech 2019開催期間中の1月30日に表彰されました。

波長掃引パルス量子カスケードレーザ




波長掃引の例

## TOPICS 02 【微細構造解析分野・電顕グループ】 顕微鏡体験教室を開催しました。

2018年11月10日金属材料研究所にて、毎年恒例の顕微鏡体験教室を開催しました。最先端の光学顕微鏡や電子顕微鏡がうつし出す美しいミクロの世界に、子供から大人まで全員が引き込まれていました。顕微鏡の仕組みをわかりやすく説明するセミナーや獣医学博士による「ミクロのふしぎ大発見」セミナーも好評で、来年も参加したいというご意見をたくさん頂きました。ご参加頂いた皆様ありがとうございました。

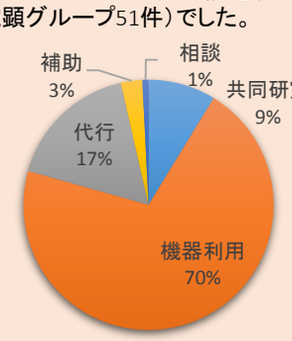
## TOPICS 03 【微細構造解析分野・合成グループ】 800MHz NMR分光分析・ICP発光分析＆総合技術部の研究支援紹介セミナーを開催しました。

2018年7月13日、東北大学大学院理学研究科巨大分子解析研究センターに保有する800 MHz NMRシステムとICP発光分析装置に関するセミナーを開催しました。日本電子と島津製作所から講師をお招きし、NMRとICPの分析法の特徴や最近の材料科学への応用などについてお話し頂きました。当日は、58名の方がご参加頂き、意見交換も活発に行なわれ、好評のうちに幕を閉じました。

## 平成29年度センター実績

平成29年度における総支援件数は252件（微細加工182件、微細構造解析分子合成グループ19件、微細構造解析電顕グループ51件）でした。

| 分野 | 大企業 | 中小企業 | 大学 | 公的機関 | その他 | 合計 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 微細加工 | 68 | 39 | 64 | 7 | 4 | 182 |
| 分子合成 | 1 | 4 | 13 | 1 | 0 | 19 |
| 構造解析 | 12 | 4 | 31 | 4 | 0 | 51 |
| 合計 | 81 | 47 | 108 | 12 | 4 | 252 |




## イベント報告

平成 29年
- 6/16 第21回マイクロシステム融合研究会
- 7/13 800MHz NMR分光分析・ICP発光分析＆総合技術部の研究支援紹介セミナー
- 7/27-28 第87回東北大学金属材料研究所夏期講習会
- 7/31 MEMS集中講義
- 10/7-8 片平まつり
- 10/20 第22回マイクロシステム融合研究会
- 10/20 ナノテクノロジープラットフォーム平成29年度総会
- 11/11　顕微鏡体験教室

平成 30年
- 2/16 nano tech2018におけるグレイスケールリソグラフィに関する講演
- 2/23 第23回マイクロシステム融合研究会

利用方法や技術相談はお気軽にどうぞ

CINTSのマスコットキャラクター「ナノテくん」の五角形はセンター・3分野・ユーザーの連携を象徴しています。

東北大学
ナノテク融合技術支援センター
CENTER FOR INTEGRATED NANOTECHNOLOGY SUPPORT
〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1
TEL●022-215-2492　FAX●022-215-3267
e-mail●cintsoffice@rpip.tohoku.ac.jp
URL●http://cints-tohoku.jp/