

NEWS LETTER

Vol.07



東北大学ナノテク融合技術支援センター ニュースレター

November, 2014

CENTER FOR INTEGRATED NANOTECHNOLOGY SUPPORT



TOHOKU
UNIVERSITY



原子分子材料科学高等研究機構 (WPI)



センター長挨拶

21世紀における日本技術の課題は創造性にあると言われてから、すでに15年の月日が経過しました。戦後、廃墟の中から日本の社会が復興した過程においては、勤勉な国民性と戦前・戦中の理工系高等教育を受けた技術者の水準の高さ、占領中になされた品質管理運動の爆発的展開、経営陣の熱意と的確な行政指導などが有機的に結びつき、大きな役目を果たしたといわれています。

また、オイルショックを機に苦境に陥った重厚長大と呼ばれる企業が困難を乗り越えた陰には、市場からの極めて困難な要求や開発中の突発事故などに対して真摯に問題解決をはかった現場の技術力にありました。それは地道な小さな改良の積み上げでしたが、結果として力強い発展の原動力となりました。

このような歴史は、昨今耳にすることの多いイノベーションとは一昼夜にしてなされるものではなく、技術に携わる者の長い経験や注意深い観察力と無縁では決してないことを物語っています。

私もナノテク融合技術支援センターも発足してから7年以上経ちましたが、この間に産業界・学界・行政のみならず様々な励ましのお言葉を頂戴してまいりました。ここに厚く御礼申し上げます。

当初は異分野連携が謳い文句の一つだったのですが、最近では微細加工、分子・物質合成、構造解析の研究者が一つの屋根の下で議論を交わすことも日常的となり、またユーザーのみならずにおかれましても、分野の垣根などそもそも存在しないかのようなご利用形態が増え、私も学ぶことがとても多い今日この頃です。

今後ともいっそうのご指導ご鞭撻をお願いいたします。

ナノテクノロジープラットフォーム

ナノテクノロジープラットフォームの参画機関 (全25機関)



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
<https://nanonet.go.jp/>

新規導入装置と支援成果の紹介〈分子・物質合成分野〉

有機太陽電池、有機トランジスタ、有機EL等に代表される有機エレクトロニクスは、軽量性やフレキシブル性など従来の無機材料ベースの半導体にはない様々な特性を有しています。また、有機物の溶液をインクとした印刷技術によるデバイス作製法が研究されており、これにより高速かつ安価な作製法の開発が期待されます。

本分子・物質合成プラットフォームでは、このような社会のニーズに合わせて、有機半導体研究の支援に力を入れています。特に最近、蒸着チャンバー付三連式グローブボックスを導入し、一連のデバイス作成と特性評価を一括して不活性ガス下で行えるようになりました。

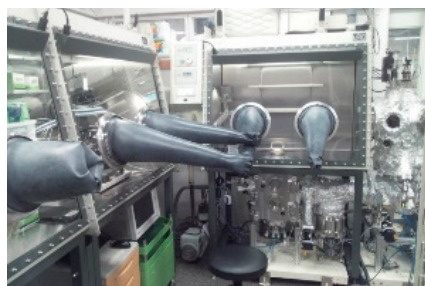
また、光励起型のキャリア移動度測定や、高出力XRDによるデバイス作製条件の迅速な最適化、熱分析装置による熱的安定性評価、絶対PL量子収率測定による発光効率評価、大気中光電子分光による伝導帯準位の評価も可能になりました。

特に本プラットフォームでは、有機化合物の受託合成も行っていますので、こちらと組み合わせることにより市販品のみならず様々なデザインした独自の化合物の機能性評価も可能になります。

また、これら装置類は上記半導体研究以外の目的でももちろん使用可能です。本支援プログラムを大いに役立てていただければと思います。(浅尾直樹)



合成装置群



蒸着チャンバー付GB

支援成果例(核磁気共鳴装置利用)

～高磁場固体NMRによる
CaO-SiO₂-Al₂O₃-K₂Oガラス中の
Alの酸素配位数決定～

CaO-SiO₂-Al₂O₃-K₂O系 スラグ は、廃棄物熔融減用処理プロセスで生成する代表的な酸化物融体であり、その粘度はK₂O含有量とともに上昇することが報告されています。しかし、その詳細なメカニズムは不明でした。

本研究ではCaO-SiO₂-Al₂O₃-K₂O系スラグを急冷して得られるガラス試料を高分解能固体NMRを用いて測定し、構造と粘度との関係について検討しました。

²⁷Al核はスピン量子数(1)が5/2であるため、通常の磁場強度(7~12 T程度)下NMR測定を行った場合、核四極子相互作用によって信号は広幅化してしまいます。そのため、本研究ではJNM ECA 800 FT NMRスペクトロメーターを用いて18.8 Tの高磁場下で²⁷Al MAS NMRスペクトルを以下の条件で測定しました。

- ・装置名: JNM ECA 800 FT NMR
- ・磁場強度: 18.8 T
- ・測定核: ²⁷Al (スピン量子数=5/2)
- ・共鳴周波数: 208.63 MHz
- ・MAS rate: 20 kHz

右図に示すように、ガラス試料の²⁷Al MAS NMRスペクトルから、K₂O添加に伴い酸素五配位構造であるAlイオン(AIO₅)に由来する信号の面積比が小さくなっていることが分かりました。

すなわち、融体中構造欠陥であるAIO₅の量がK₂O添加とともに低下し、それが粘度上昇の原因であることが明らかになりました。さらに、K₂Oはスラグ中のアルミノシリケートアニオンの骨格構造を安定化する働きがあると考えられます。

〈助永壮平・柴田浩幸・権根相・浅尾直樹〉



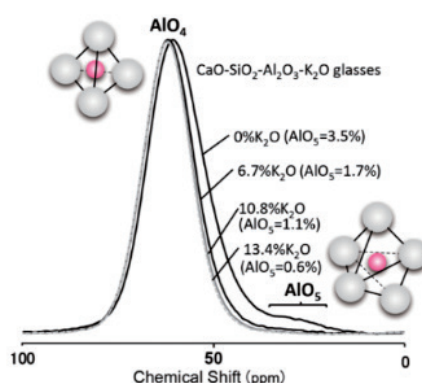
熱分析装置



大気中光電子分光装置



高出力全自動水平多目的X線回折装置

CaO-SiO₂-Al₂O₃-K₂O系スラグの
²⁷Al MAS NMRスペクトル (18.8T)

光励起キャリア移動度測定装置



800MHz 核磁気共鳴装置

構造解析の最前線と新鋭装置群のご紹介〈微細構造解析分野〉

昨今のデバイスの小型化や複合化に伴い、本センターで実施している研究開発テーマにも局所サンプリングやナノ領域における元素分析等、極めて高度な技術を含む内容が急激に増加しています。

このような背景からナノテクノロジープラットフォームでは新しい装置を導入し（H24補正予算）、ユーザーの皆様の多様なニーズにお応えできる体制を整えています。以下、最近稼働を開始した装置をご紹介します。

〈今野豊彦・早坂浩二・兒玉（下山）裕美子〉



図1. 新機種のFIB (Versa3D)。高分解能観察に適したTEM薄片試料を作製できます。

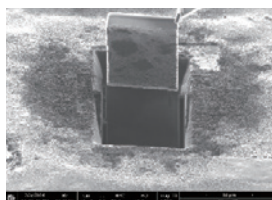


図2. FIBによる絵具からのTEM試料作製の様子。



図3. 原子分解能・分析電子顕微鏡

図5. EDS分析による元素マッピング（図4視野）。

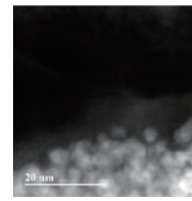
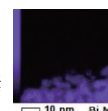


図4. FIBで作成した絵具試料（図2）のSTEM/HAADF像。



集束イオンビーム加工装置 (FEI Company Versa 3D、H24.12より共用開始)

新たな集束イオンビーム加工装置（FIB）が導入され、既存の機種と合わせて2台体制となり、1～2週間以内に予約を入れられるようになりました（1台の時は平均1カ月待ち）。新機種のVersa3Dは電界放射型のSEMを搭載、高真空・低真空モード併用仕様で、ナノレベルの観察と非導電性試料や無蒸着試料のSEM観察も可能となりました。

さらにチャージ中和モード機能（FIB加工中に電子線照射する）により、非導電性試料も無蒸着のまま加工可能、またイオンビームの低加速電圧クリーニングにより、高分解能観察に適した高品質TEM薄片試料の作製が可能となりました。

最近ではセラミックス、磁性材料、絵具、微生物まで多岐にわたり、また形状も1μm以下の粒子や繊維状試料からのTEM薄片試料作製の依頼を受けています。

収差補正型透過電子顕微鏡 (JEOL ARM200F、H25.7より共用開始)

2014年7月からナノテクノロジープラットフォームを通じて一般に共用しています。世界最高水準の性能を誇る、ダブルCsコレクターを備えた原子分解能・分析電子顕微鏡です。STEM/TEM2段に球面収差補正装置を備えており、原子分解能での観察に加えてSTEM・EDSおよびEELS分析など近年ニーズの高まっている実験の要求にも応えられます。

操作はすべてコンピュータの画面上で行い、高度な補正装置の補助を受けながら安全に実験を進行できます。フルフループな操作性と汎用性の高さもまた、最新の装置ならではの魅力です。

今迄の汎用TEMでは見えなかった世界を手軽に見ることができます。ナノプラットフォームを通じて、皆様のご利用をお待ちしております。

新規導入装置の紹介〈微細加工分野〉

毎月600件以上ご利用いただいでいて、スタッフ一同、感謝しております。

今回は、文部科学省補正予算により平成25年度末に新たに導入された装置をご紹介します。ぜひご利用ください！

【レーザ描画装置】 Heidelberg Instruments DWL2000CE

フォトマスク（Cr、エマルジョン）の作製のほか、基板上に直描することも可能です。

高速描画が可能で、エマルジョンマスクであれば、4インチの範囲の描画は約10分で終了します。波長405nm、最大9インチ角まで対応します。最小描画線幅は、Crマスクや直描の場合で0.7μm、エマルジョンマスクの場合で5μmです。

【TEOS PECVD 装置】 住友精密工業 MPX-CVD

液体原料であるTEOS（テトラエトキシラン）をプラズマで分解し、基板上にSiO₂を成膜する装置です。

カバレッジのよい成膜が可能であること、応力のコントロールができることが特徴です。装置を改良しており、従来のPECVD装置と同様にSiNも成膜できます。最大8インチまで対応します。

【イオンミリング装置】 エヌ・エス/伯東 20IBE-C

TiやPtなど化学的なエッチングでは微細加工が困難な膜をArイオンを用いてエッチングします。一度に処理できるウェハ枚数は、

4インチウェハは最大6枚まで、6インチウェハは最大3枚まで、8インチウェハは1枚までです。

【自動搬送スパッタ装置】 芝浦メカトロニクス i-Miller CFS-4EP-LL

基板ステージはφ220mmまで対応しています。ステージの温度は室温～300℃です。

本体には3インチターゲットを4つ装着できます。ロードロックチャンバおよび自動搬送機構が付いていて、最大10枚まで自動成膜が可能です。

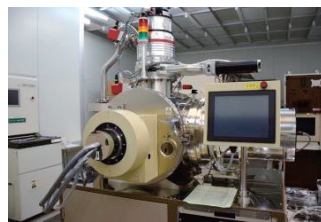
〈戸津健太郎〉



レーザ描画装置



TEOS PECVD 装置



イオンミリング装置



自動搬送スパッタ装置

01
TOPICS**国際ナノ・マイクロアプリケーションコンテスト
(iCAN'14 Sendai)開催しました。
～MEMS×玉虫塗オリジナル記念楯を授与～**

MEMSセンサなどの微小部品を用いたアプリケーションのアイデアを競う国際コンテスト「第5回国際ナノ・マイクロアプリケーションコンテスト (iCAN'14)」を、7月19日から21日に東北大学を会場として開催しました。

世界10の国・地域から23の学生チームが参加して競い合った結果、郡山北工業高校（福島）とDarmstadt工科大学（ドイツ）が第1位に輝きました。また、本学においてMEMS微細加工技術により図柄を彫り込んだシリコンウェハ表面に、宮城県の伝統工芸品にも指定されている有限会社東北工芸製作所の玉虫塗を施して記念楯とし、参加各チームに授与しました。

MEMS微細加工技術と玉虫塗のコラボレーションにより、色の塗りのみで微細な濃淡を表現することができたものです。

MEMS微細加工×
玉虫塗コラボレーション
による記念楯



世界10の国・地域から集まった、iCAN参加者

02
TOPICS**高磁場NMRセミナー
「800MHz NMRの特徴とその応用」を
開催しました。**

2014年6月13日にナノテク融合技術支援センター主催で高磁場NMRセミナー「800 MHz NMRの特徴とその応用」を開催しました。当日は22名の方にご参加いただき、各担当者から装置の特徴や最近の材料科学への応用などについて紹介を致しました。

外部講師のJEOL RESONANCE社の江口恵二氏と西山裕介氏の講演では、JMN-ECA800 FT NMRシステムの紹介、溶液NMRの応用（DOSY法、多核種NMR、マイクロプローブ）、試料管外径1 mmのMASシステムの特徴、最近の高磁場と高速回転（80 kHz MAS）プローブを用いた固体NMRの材料科学への応用などについて説明があり、講演後は参加者との活発な意見交換がなされました。

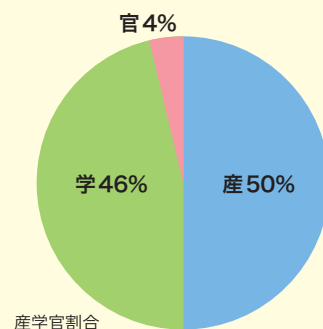
**イベント・セミナー・会議報告**

- KCみやぎ連絡会にてセンターの紹介（2014.05.29 宮城県庁）
- 高磁場NMRセミナー（2014.06.13 東北大学）
- ナノテク融合技術支援センター微細構造解析分野見学会（2014.07.11 東北大学）
- 福島県ハイクプラザ（福島県微細加工技術研究会）平成26年度第1回研究会（2014.07.18 福島県ハイクプラザ）
- ナノテクノロジープラットフォーム運営統括会議（2014.07.31 文部科学省）
- ナノテク融合技術支援センター3分野見学会（2014.10.07 東北大学）

平成25年度センター実績

分野	共同研究	機器利用	技術代行	技術補助	技術相談
微細加工	0	133	0	0	4
分子・物質合成	1	1	19	1	1
微細構造解析	1	7	18	1	3
合計	2	141	37	2	8

平成25年度における総支援件数は190件（微細加工分野137件、分子・物質合成分野23件、微細構造解析分野30件）でした。

**編集後記**

ニュースレター Vol.07をお届けいたします。本号は、本センターの三つの支援分野それぞれで、最近新たに導入した装置の紹介を中心とした構成になっています。

いずれも最新型の装置ですので、これら装置を用いた最先端の支援活動により、ナノテクノロジー研究の飛躍的発展が期待されます。ご関心のある方はまずはお問い合わせください。

本ニュースレターでは、これからも皆様の研究に役立つ情報をお届けしてまいります。最後になりましたが、お忙しい中、本号記事をご執筆いただきました先生方、編集に携われた関係各位に厚くお礼申し上げます。

〈浅尾直樹〉

**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丁目1-1 産学連携推進本部3F

TEL.022-217-6037 ● FAX.022-217-6047

Eメール ● cintsoffice@rip.hokudai.ac.jp

URL ● <http://cints-tohoku.jp/>

ナノテク融合技術支援センター
キャラクター「ナノテクくん」

