

NEWS LETTER

Vol.08



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, 2015
CENTER FOR INTEGRATED NANOTECHNOLOGY SUPPORT



TOHOKU
UNIVERSITY



センター長挨拶

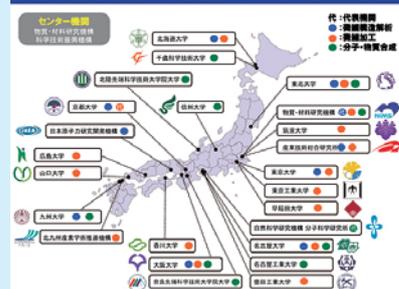
19世紀の日本が西欧的な工業社会をめざして歩んだ道は決して平坦なものではありませんでした。鉄鋼業を例にとると、大島高任(たかとう)が築いた日本最初の高炉を取り壊した後に、政府工部省がイギリスの技術指導により釜石に設置した大型高炉は1880年の火入れ後、僅か2年で通風不足に端を発する廃炉に追い込まれています。高品質のコークスの代わりに木炭を用いた操業をトップダウンで計画した当時の政府の技術的洞察力の欠如が露呈した結果でした。この状況を救ったのは民間の田中製鉄所であり、ドイツ留学から帰国した帝国大学の野呂景義を中心とするグループでした。ここでの経験が官営八幡製鉄所に向けた伏線となるわけですが、同時にこの経験は、産業革命後のイギリスが有する恵まれた環境から切り離された唐突な新鋭設備の導入は機能しないこと、すなわち技術は周辺社会経済とリンクしなければならないという教訓を後世の技術者に残してくれました。

私どもナノテク融合技術支援センターは東北に位置する門戸開放型の共用設備運用組織です。微細加工、分子・物質合成、構造解析の三分野が一体となって産業界・学界の研究開発者の方々に少しでもよいサービスを提供することが第一の任務と考えています。また地方行政の方々とも協働して地域の発展に貢献できればこれに優る幸せはありません。

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
<http://nanonet.mext.go.jp/>

“あるものを あるがままに” 観るために〈微細構造解析分野〉

CINTSは文部科学省ナノテクノロジー・プラットフォーム事業に実施機関として参画しており、全国から毎日のように新たな観察・分析依頼が寄せられています。皆様の支援を頂きナノテクノロジー活用の裾野が広がっていることを実感しています。寄せられる構造解析依頼は実に多種多様で、材料研究のみならず生物さらには芸術分野にまで及んでいます。それらは電子顕微鏡での観察手法が確立していないケースが多く、私たちは未だ誰も見たことのない極微世界での試行錯誤を繰り返しています。今回はそのような新しい手法の実例をご紹介します。私たち支援スタッフが日々向かっている業務の様子を垣間見ていただければ幸いです。

この試料はTi基板の上に、厚さ0.5 μ m（髪の毛の太さの約1/100）のPt酸化物が薄膜状に堆積しています。このPt酸化物薄膜は優れた触媒性能を持ち、その性能の要因を明らかにするため断面の微細構造を観察することが本支援課題の要旨です。

まず最初に走査型電子顕微鏡（SEM）による試料状況の予備観察=『見立て』を行いました。SEM観察から、酸化物は表面積が極めて大きい多孔質、もしくは微粒子が集合して薄膜を形成しているとの予想を立てました。極めて薄く脆く、ピンセットどころか綿の毛先で触れただけで崩れてしまう構造と形状を完全に保ったままの試料を作製するためには、まず作成プロセスを考案する必要があります。例えば、砂

で出来たケーキを崩さずに切り分けることができるでしょうか？・・・これが最初の超えるべきハードルとなりました。

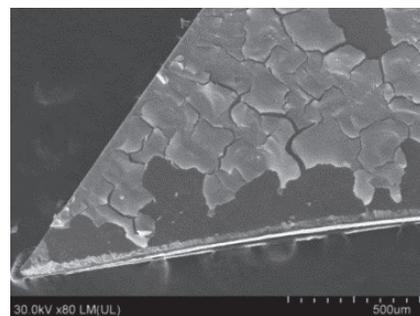


図1) SEM像: 三角形のテーブル状に見えるのはTi基板。その上にPt酸化物薄膜が破れた膜状に堆積している。

実施手順

エポキシ樹脂包埋
マルトー 新ペトロポキシ154:熱重合120°C

樹脂断面作成
ロースピードカッターにて樹脂を切断

断面からFIB加工
断面に対して鉛直方向にFIBで試料を作成

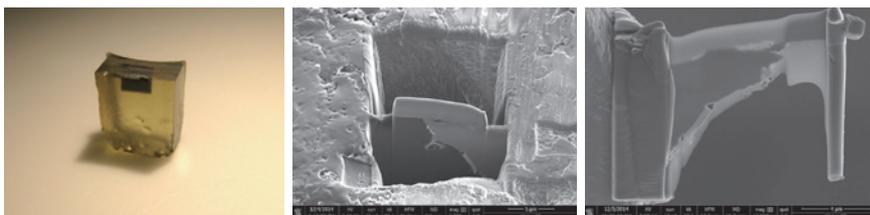


図2) 樹脂包埋とFIB試料加工: エポキシ樹脂に包埋処理。FIB加工装置でTEM観察試料を作製。

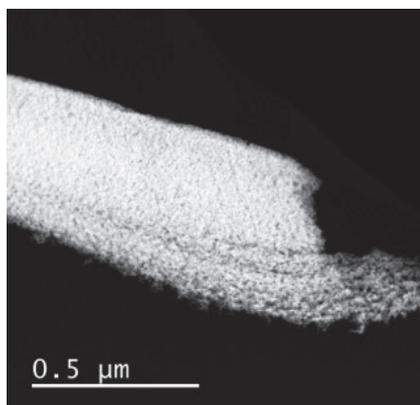
解決策として2013年度に実施した支援課題のなかで木綿繊維の断面を観察した経験をヒントに、樹脂包埋を試行しました。包埋した樹脂を切断して断面からFIB加工を行うことによりPt酸化物薄膜の形状を保持した観察試料を作製することができました。高倍率での観察を要求される材料分野においても、樹脂包埋法は十分に有効で

あることが確認できました。また、硬さの大きく違う部位が混在する試料などへの応用も可能であると考えられ、今後において幅広い分野での活用が期待できます。

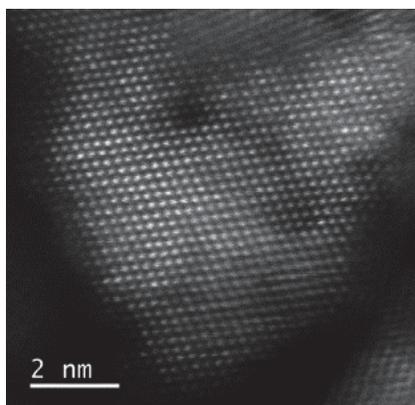
電子顕微鏡は1931年(E.Ruska)の発明以来、生物から金属材料まで、幅広い分野で数えきれない研究成果に貢献してきました。研究者の要求に応えるため顕微鏡

装置や分析装置は日進月歩の進歩を遂げてきています。その一方、観察対象をそのままの状態・・・“あるものを あるがままに”観ることは極めて困難です。そのため顕微鏡装置自体の進歩に加えて、試料作製法においても日々新しい手法が考案されています。私たちもまた『観たい』というニーズに応えるため、新たな発見に向けてともに歩んでいきたいと考えています。皆様のご利用をお待ちしています。

(早坂浩二)



断面形状の観察: STEM HAADF 15万倍



高分解能観察: STEM HAADF 2千万倍

図3) 透過電子顕微鏡による観察: 断面形状および局所の高分解能観察像。優れた触媒性能を持つPt酸化物薄膜の微細構造が初めて明らかになった。(※本課題は2014年度ナノテクノロジープラットフォーム採択課題である)



図4) 課題支援に用いた装置

【写真左】

試料加工装置: Dual FIB/SEM
FEI-Company Versa3D

【写真右】

観察装置: Double Cs-Corrected
TEM/STEM JEM-ARM200F

MEMS 試作実習講座〈微細加工分野〉

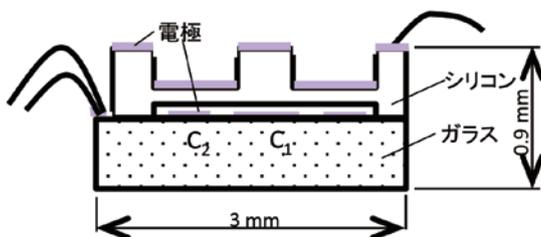
毎年、仙台市主催でMEMSデバイスの試作実習を行っています。本年は2月から3月にかけて毎週木曜日に行い、地域の企業から6名の技術者が参加しました。本年は1kgf程度までの力を測定できる大きさ3mm程度のマイクロフォースセンサの試作評価を行いました。シリコンとガラスを接合した構造で、ガラス側に形成されたAl薄膜電極パターンと、ハイドロブ（低抵抗）シリコンの間（間隔20 μ m程度）にコンデンサが形成されています。力がシリコン側の突起に加わると、厚さ20 μ m程度のシリコンのメンブレンが変形し、ガラスとの間の距離

が小さくなります。その結果、中心部分のコンデンサの容量 C_1 が大きくなり、この変化を測定することで、加わった力を知ることができます。

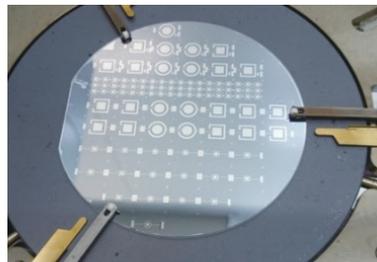
大きさ4インチのシリコンウェハを用い、DeepRIEによってセンサ構造体を形成し、その表面にAlのスパッタリングによって電極形成を行いました。ガラス側は、大きさ4インチのテンパックスガラスウェハを用い、Alのスパッタリングおよびウェットエッチングにより電極パターンを作製しました。シリコンウェハとガラスウェハを陽極接合により接合し、ダイシングによってデバイスを分

離し、ワイヤボンディングで配線をして完成です。センサは自作の評価基板に実装し、フォースゲージを押し付けて力をかけ、評価を行いました。6名それぞれがウェハの加工を行い、デバイスを完成させ、評価を行うことができました。

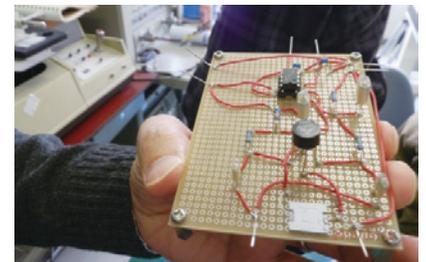
MEMSは標準化が困難で分業が難しく、一人の技術者が作製プロセスの最初から最後まで担うことが求められています。今回の試作実習のように、すべてのプロセスを一貫して経験できる場が実践力のある技術者の育成のために重要と考えます。（戸津健太郎）



容量形マイクロフォースセンサの構造



シリコン-ガラスの接合



完成したセンサと評価基板

コラーゲンを原料とした環状ジペプチドの構造解析〈分子・物質合成分野〉

環状ジペプチドは、抗腫瘍活性や抗菌活性など、多様な生理活性を有することが知られています。中でも Cycloglycylproline は、抗健忘症効果や神経保護作用などの報告があり、医薬品・健康食品への応用が期待されます。Cycloglycylprolineの原料としては、Glycine-Proline配列を多く含むコラーゲンの活用が目まぐるしくなっています。本研究では、ゼライス株式会社¹⁾が製造した、コラーゲンから得られたCycloglycylprolineの構造解析について検討を行いました。

各種NMRの測定は超高感度JNM-EC800分光計を用いて行い（図1）、質量分析はフーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴質量分析計（磁場強度：9.4テスラ、イオン化法：ESI）を利用しました。その結果、コラーゲンを酵素で分解して得られた生成物の¹H NMRスペクトル（図2）から、高対称の環状ペプチドが生成していることが分かりました。また、生成物の精密質量測定から、その組成式は $C_7H_{10}N_2O_2$ であることが分かりま

した（図3）。これらの結果から、本製法によって得られた生成物はCycloglycylprolineであることが示唆され、最終的に各種スペクトルを標準品と比較することにより同定することができました。今後、本検討で得られた環状ジペプチドの生体反応について、in vitro, in vivoで評価を行うなど実用化を見据えた研究開発が加速することが期待されます。（浅尾直樹）

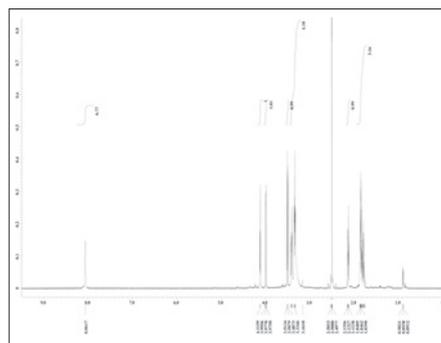


図2. コラーゲン分解物の¹H NMRスペクトル



図1. 800 MHz強磁場核磁気共鳴装置

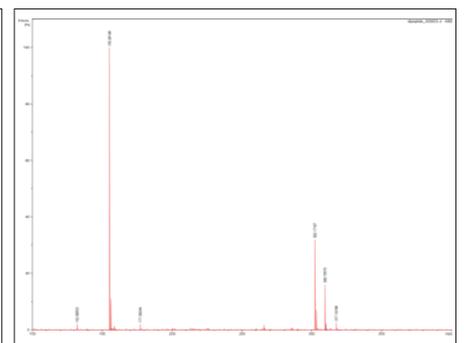


図3. コラーゲン分解物の質量スペクトル

1) ゼライス株式会社：<http://www.jellice.com/>

01 TOPICS

文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム平成26年度技術支援賞を受賞しました。

平成27年1月30日に東京ビッグサイトで開催された第13回ナノテクノロジー総合シンポジウム JAPAN NANO 2015において、CINTSスタッフの森山雅昭助手（マイクロシステム融合研究開発センター）が全国で唯一、文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム平成26年度技術支援賞を受賞しました。

本賞は、秀でた技術を有し、本事業への多大な貢献が認められた実施担当者に対して授与されるものです。本年度に創設され森山助手が初めての受賞者となりました。受賞の対象となった技術は、MEMSなどの微小デバイスの製作に欠かすことのできない、「シリコン深掘りエッチング（Deep RIE）における超精密形状制御」であり、この3年間で学内外の600件以上の利用を支援しています。

多くの皆様にご利用いただいた成果でもあり、感謝申し上げます。今後も皆様に喜んでもらえるよう、森山助手をはじめスタッフ一同取り組みますので、どうぞよろしくお願いたします。



(左) 技術支援賞を受賞した森山雅昭助手
 (中) シリコン深掘りエッチング (Deep RIE) 加工の例
 (右) 副賞のナノテクの匠バッジ



【問い合わせ先】

- 事業に関すること
 東北大学ナノテク融合技術支援センター
 電話 022-217-6037
 E-mail : cintsoffice@rpip.tohoku.ac.jp
- 技術に関すること
 東北大学マイクロシステム融合研究開発センター
 電話 022-229-4113
 http://www.mu-sic.tohoku.ac.jp



02 TOPICS

ナノテクノロジープラットフォーム
 東北大学・産業技術総合研究所合同セミナー
 in仙台開催を開催します。ぜひご参加ください。

日時：平成27年12月18日（金）
 9時30分～16時30分
 会場：トラストシティカンファレンス・仙台 ROOM 2+3
 宮城県仙台市青葉区一番町 1-9-1 仙台トラストタワー5階
 参加費：無料
 申込先：東北大学ナノテク融合技術支援センター
 詳細はHPにてご確認ください。

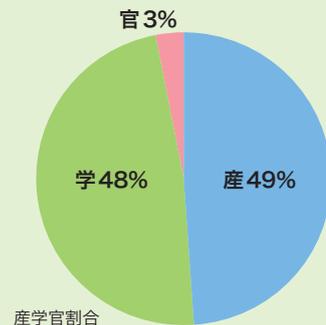
イベント・セミナー・会議報告

- 微細加工プラットフォーム技術支援者交流会
 (2015.06.18-19 東北大学 西澤潤一記念研究センター)
- 【CINTS共催】人材育成のためのMEMS集中コース
 in豊橋 (MEMS集中講義2016) (2015.08.5-7 豊橋技術科学大学)
- 高周波誘導結合プラズマ (ICP) 発光分析と超高磁場
 (800MHz)・高分解能NMR分光分析セミナー
 (2015.08.21 東北大学 金属材料研究所)
- 東北大学マイクロシステム融合研究開発センター
 (μSIC)シンポジウム (2015.11.26 仙台サンプラザ)
- 11th Fraunhofer Symposium in Sendai
 (2015.11.27 仙台サンプラザ)
- 東北大学イノベーションフェアin仙台 (2015.12.09 仙台国際センター)

平成26年度センター実績

平成26年度における総支援件数は241件（微細加工分野166件、分子・物質合成分野30件、微細構造解析分野45件）でした。

分野	技術相談	技術代行	技術補助	機器利用	共同研究
微細構造解析	6	22	0	10	7
分子・物質合成	0	20	1	5	4
微細加工	0	0	0	166	0
合計	6	42	1	181	11



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 産学連携機構
 TEL.022-217-6037 ● FAX.022-217-6047
 Eメール ● cintsoffice@rpip.tohoku.ac.jp
 URL ● http://cints-tohoku.jp/

利用方法や技術に関するご相談は、
 お気軽にどうぞ。

東北大学ナノテク融合技術支援センターのマスコット「ナノテクん」です。五角形はセンター・微細加工・分子合成・構造解析・ユーザーの連携を象徴しています。



ナノテク融合技術支援センター
 キャラクター「ナノテクん」