東北大学ナノテク融合技術支援センター

Center for Integrated NanoTechnology Support



秋の気配が一日ごとに深まる今日この頃ですが、お元気でお過ごしでしょうか。ここに東北大学ナノテク融合技術支援センターニュー スレター第3号をお届けいたします。

東北の地に残された震災のつめ跡はあまりにも深いものですが、一方でこの間、さまざまな方面の皆様から決して諦めないことの大 切さを教えられてまいりました。また、全国各地からのボランティアの方々の活動を初め、世界から送られてくる励ましのお言葉は我々 が一人でないことを力強く実感させてくれるとともに、現場にいる者としてはかりしれない勇気を与え続けてくれています。この場をお借 りして厚くお礼を申し上げる次第です。

1960年代初頭の米国においてケネディ大統領は次の言葉を残してくれました。 "Ask not what your country can do for you, ask what you can do for your country." 国家が何をしてくれるかと問うなかれ、我々自身が今できることを考えようではないか、という 若いリーダーの強い意志は、混乱した時代を乗り切るために必要なことは、現場における一人一人の判断と行動力であることを現代で も教えてくれているような気がいたします。

私どもセンター教職員一同も、ナノテクに関わる技術とノウハウを通して、東北地区のものづくり産業、そして高専・大学等の教育研 究機関のみなさまに向けて、きめ細やかで持続力のあるご支援を続けていく所存です。どうか皆様の忌憚のないご批判、そしてご指 導ご鞭撻のほど、よろしくお願い申し上げます。 (センター長 今野豊彦)

震災復旧情報

東北大学は3月11日の震災により大きな被害を受けましたが、現在は概ね復旧致しました。 各分野の復旧状態は下記のようです。

ナノ計測・分析分野

使用可能 400kV高分解能電子 顕微鏡(JEM-4000EX)、300kV電 界 放 射 型 透 過 電 子 顕 微 鏡 (JEM-3000F)、300kV 高分解能 電子顕微鏡 (JEM-3010)、デュアル ビーム型集束イオンビーム加工装 置 (FEI-Quanta3D)、イオンミリ ング装置 (lonMill-1010)、超高分

解能電界放出型走査電子顕微鏡 (SU8000\S5500)

調整中超高圧超高分解能透過 _____ 電子顕微鏡(JEM-ARM-1250)、 サブオングストローム分解能分析電 子顕微鏡 (FEI-Titan80-300)

超微細加工分野

使用可能 フォトレジスト用スピンナ・ スプレーコータ、蒸着装置、スパッタ成 膜装置、シリコンウェットエッチング装置、 XeF2エッチング装置、両面マスクアライ ナ、酸化・拡散炉、酸化膜・窒化膜 CVD装置、RIE装置、ウェハボンダ

調整中シリコン深堀エッチング装置 (DRIE装置)⇒コインランドリで使用可能

分子・物質合成分野

使用可能 核磁気共鳴装置 調整中 質量分析装置、4軸X線 構造解析装置

強磁場分野

使用可能一般機器は正常に稼働 調整中 ハイブリッド磁石

2013年3月までに全面的な修理・更 新を実施中



試作コインランドリの装置紹介(超微細加工研究分野)

平成22年度から開始した試作コインランドリでは、MEMS、半導体の試作開発を支援しています。主に4インチおよび6インチのウェハ加工に対応した設備で、必要な装置を必要なときに時間単位でお使いいただけます。デバイスの試作はもちろん、微細パターンの形成、成膜、エッチングなどの加工プロセスのみも行っていただけます。設計、開発、評価、装置操作指導、技術相談などスタッフが最大限支援します。

現在、下記の装置が利用可能です。

フォトリソグラフィ:両面/片面アライナ、スピンコータ、スプレー現像機 他

成膜:酸化拡散炉、LPCVD、PECVD、スパッタ、イオン注入装置、めっき装置 他

エッチング: Si 深掘装置、RIE装置、ECR エッチング装置、アッシング装置、サンドブラスト 他

パッケージング:ウェハ接合装置、ワイヤボンダ、ダイサ、研磨装置 他

観察、測定:電子顕微鏡、マイクロX線CT、膜厚測定装置、段差計、拡がり抵抗測定装置、ウェハプローバ 他

修理に時間を要していたイオン注入装置も最近使用可能となりました。 $P \ge B$ を注入できます。g線ステッパも間もなく使用可能となります。また、最大で直径 300mm のサンプルが導入できる電子顕微鏡 (EDX 付属) や、試料内部を非破壊で 3次元観察できる X線 CT も最近導入しました。

これまでの1年半の間に約30社の企業の方々に 利用頂いています。圧力センサ、フォトダイオード などのデバイス試作のほか、Si、GaAs、ガラス、 PZTの微細加工の支援実績があります。皆様の ご利用をお待ちしております。(戸津健太郎)

▶試作コインランドリHP:

http://www.mu-sic.tohoku.ac.jp/coin



イエロールーム

イオン注入装置



マルチフェロ物質の誘電応答評価(強磁場研究分野)

近年、磁気と誘電をあわせもつマルチフェロ物質に関心が高まっています。その理由は、高速動作や省エネが期待できる事、 電場で制御できる磁気物質であることです。もともと誘電は電荷の偏りによるもので、物質内の電荷の不均一な分布をどのように作り出すのかが問題となります。これらの物質の評価には磁場中の誘電率測定の要望が近年高くなっています。強磁場センターでは、このようなユーザーの希望に応えるために、複素誘電率測定装置を最近開発して提供しています。測定方法としては、粉末焼結試料に対応できるようにキャパシタンスセルを用い、高精度の交流ブリッジで50-20000Hzの誘電率と損失が測定可能です。



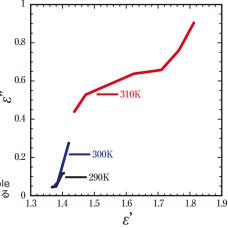
図1 誘電率自動測定装置。高精度のブリッジを 利用して周波数と温度変化の自動測定が可 能です。

図1は、室温付近で誘電率の温度変化を自動測定できる装置の写真です。左側の恒温バスに試料セルを設置し、245 K程度まで誘電率の周波数と温度依存性を自動測定可能です。それより低温では、冷凍機を用いて3 Kまでの測定も可能になっており、同じセルが装着可能です。図2には、ある混合原子価物質の誘電応答の

温度変化を示します。いわゆる cole-coleプロットにおいて、明瞭な変化が観測されています。ここから誘電分極の消失温度やその周波数特性など貴重な情報が得られます。

最近では光照射実験も可能になって おり関連物質の開発への貢献が期待されています。(野尻浩之)

図 2 誘電応答の周波数依存性を示す cole-cole プロット。パターンが温度で顕著に変化する のがわかります。



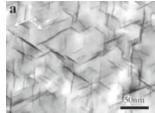


超軽量マグネシウム合金の析出物の微細組織と構造解析(ナノ計測・分析研究分野

現代社会では限りある資源の利用と共にエネルギー消費の削減と環境への影響の大幅な低減が求められています。特に自動車や航空機等といった輸送産業では、天然資源やエネルギー消費が大きく燃焼ガスによる環境への影響も大きい事から、燃料消費の削減(高燃費化)が急務となっています。マグネシウムは、比重がアルミニウムの3分の2と実用金属構造材料として最も軽く、自動車や航空機の構造材料として利用する事により、本体重量を大幅に削減する事が出来るため、高燃費化と共に環境に影響を与える燃焼ガスの削減が期待出来ます。金属資源としても極めて豊富であり、リサイクリング性も高いため、アルミニウム合金に代わる次世代超軽量合金として非常に注目が高まっています。中でも高温特性に優れる希土類元素添加マグネシウム合金は、自動車の外装だけでなく高温となる動力部等への利用も考えられる事から、現在精力的に研究開発がすすめられています。この合金系の機械的強度は析出物の分散状態や形状に敏感に影響をうけることから今回我々は、高分解能透過型電子顕微鏡(HRTEM)観察と高角円環状暗視野検出器走査透過型電子顕微鏡(HAADF-STEM)法を組み合わせ、その析出過程の解明と析出物の構造解析を行いました。図(a)はMg-0.99at%Sm合金の組織のTEM像であり、最大硬さを示す条件において薄いレンズ状の析出物が母相の3つの等価な方向に成長している様子を明瞭に示しています。図(b)は析出物のHAADF-STEM像を示しており、析出物のSm原子の配列が明るい輝点配列として得られています。HREM観察や電子回折パターンの詳細な解析と併せ、この析出物がSmの六角形配列で出来る基本構造(Mg5RE)にSmのジグザグ配列が混在するMg5+xREの組成を取る非整合

構造である事と共に従来よく理解されていなかった本合金系の時 効析出過程を明らかにする事が出来ました。

本 観 察 では、HRTEM観 察 に1.7Åの 分 解 能 を 持 つ JEM-4000EX (日本電子製)、HAADF-STEM観察には、数 Å サイズの電子線プローブによる極ナノ領域元素分析も行える、分析電子顕微鏡 JEM-3000F (日本電子製)を用いました。これらの装置を効果的に組み合わせる事により、希土類添加マグネシウム合金の時効析出挙動を明らかにする事が出来ました。(西嶋雅彦)





マグネシウム合金 Mg-0.99at% Sm の析出物の (a)TEM 像と (b) 高倍率 HAADF-STEM 像 (b) 矢印は Sm 原子の六角形配列、矢頭は Sm 原子のジグザグ配列を示す。

メソポーラスシリカ形成のためのアニオン性界面活性剤の合成(分子・物質合成研究分野)

メソポーラスシリカは、規則的に配列したメソ孔を持つ物質として1990年代はじめに初めて合成されました。メソポーラスシリカは、原子スケールではアモルファス性、メソスケールでは周期性を持つという通常の結晶では持ち合わせない構造特性を有しています。現在までに様々なメソポーラスシリカの合成法が考案されていますが、界面活性剤を鋳型とするゾルゲル法が最も一般的です。合成時に使用される界面活性剤が構造規定剤として働き、アモルファスシリカの骨格を形成します。多孔質構造をさらに精密に設計するためには、界面活性剤の構造とメソフェーズ形成の相関を明らかにすることが重要です。これまでに、アニオン性界面活性剤パーミリストイル・L・グルタミン酸(C14-L・GluA)を構造規定剤、パートリメトキシシリルイソプロピル・N、N、N・トリメチルアンモニウムクロリド(TMAPS)を共構造規定剤とするC14-L・GluA/TMAPS/NaOH/H2Oにシリカ源を加えた系において、成分比と形成されるメソフェーズの分布を調べた結果、有機/無機界面曲率およびメソ細孔間の静電相互作用により様々なメソフェーズが形成できることが報告されています(Gao、C.; Sakamoto、Y.; Terasaki, O.; Che, S. Chem. Eur. J. 2008, 14, 11423。)。

今回、分子・物質合成研究分野では、このメソポーラスシリカの研究のための支援を行い、界面活性剤となるN-ミリストイル-L-グルタミン酸 (C_{14} -L-GluA) およびその類縁体N-ラウロイル-L-グルタミン酸 (C_{14} -L-GluA) を大量合成しました (図1)。反応停止直後に粗生成物が取り扱い困難な高粘度ゲル状になるために、目的物を単離精製する過程が問題となりましたが、様々な検

討の末、蒸留水と石油エーテルで念入りに洗浄してからアセトン-ヘキサンで再結晶することでその問題を解決し、白色粉末状の生成物を高純度で得ることができました。核磁気共鳴装置(図2)を用いて構造の確認を行い、アニオン性界面活性剤の合成に成功しました。今後より精密な規則性を有する新たなメソポーラスシリカの合成が期待されます。(浅尾直樹)

図 2. 核磁気共鳴装置

01

NNIN夏期研修報告

米国、国立科学財団 (NSF) による14の大学の施 設間をネットワークで結んだNational Nanotechnology Infrastructure Network (NNIN) の夏期研究体 験プログラムに参加し、2010/6/5~2010/8/14の 期間ジョージア工科大学 (Georgia Institute of Technology、ジョージア州アトランタ)で研究を 行ってきました。

クリーンルームの管理には専属のスタッフがおり、 ユーザーがクリーンルームで装置を使用するためには、 各装置のTraining sessionに参加し、オンラインテ ストで合格し練習をしてスタッフによる Check-off を 通らなければなりません。各ユーザーがアカウントを 持っており、装置へのアクセス権等はコンピュータで 管理されています。

私はDr. Ayazi研究室で'Vibration Energy Harvester'の研究のために、マスクの設計、デバイ スの製作、テストを行いました。使用予定の装置のア クセス権をすべて得るまでに約一ヶ月、マスクの発注 から到着まで約二週間を要し、プロセスはあまり難し いものではありませんでしたが、デバイスの完成は8 月に入ってからになってしまいました。

約二ヶ月の研修期間ではギリギリのスケジュールで したが、最後に研修内容をNNIN夏季研究体験プロ グラムに参加した学生たちによる成果発表会で発表す ることができました。(江刺・田中(秀)研究室 博士 後期課程2年 中野芳宏)

高磁場NMRセミナー お知らせ "800MHz NMRの 材料科学への応用"

今秋より、800MHz NMR (東北大学大学院理学研究科巨大分 子解析センター) の一般利用が始まります。本装置は溶液試料の 高分解能解析に加えて、固体試料についての著しい進歩がありま す。同セミナーでは本装置の特徴、および最近の材料科学への応 用について紹介します。本装置の利用受付はナノテク融合技術支 援センターにて行います。

日 時:2011年10月17日(月)午後

所:東北大学

材料·物性総合研究棟 一階 大会議室(片平キャンパス)

参加費:無料

問い合わせ:ナノテク融合技術支援センター

cintsoffice@rpip.tohoku.ac.jp

TEL: 022-217-6037 (担当:手老、齋藤)



02

催し物・会議報告

催し物

■MEMS集中講義in京都

(2011.8.9-11、立命館大学、京都大学)



- ●第1回超微細加工機能別グループ会議 (2011.6.16-17、広島大学)
- ●第1回ナノテク融合技術支援センター実務者会議(2011.8.3、東北大学)
- ●第1回ナノネット機能別グループ

(分子・物質合成領域および 強磁場領域)合同会議

(2011.8.4、九州大学東京オフィス)

●第1回ナノ計測・分析グループ連絡協議会 (2011.8.25-26、九州大学)



事務局だより

お盆が明け、CINTS事務局がある片平キャンパスでは、夏を盛りとばかりに声を競っていたアブラゼミの合唱を聞く機会も少なくなっ てきました。暑さも一段落といったところでしょうか。

私は7月から事務局の担当となりました。ご挨拶代わりにこの場をお借りして、以前所属していた宮城県と東北大学との連携につい て、少し紹介させていただきます。

宮城県と東北大学とは、産学官連携の一端を担う組織として、さまざまな分野で連携を深めてきました。なかでも、近年、お互い に力を入れているのが経済分野での連携です。その取り組みの一つとして「MEMSパークコンソーシアム」が設立され、地域全体でも のづくりの競争力を高めていく試みを行っているほか、高度電子機械や自動車関連産業等の企業集積にも、協力して取り組んでいます。 また、クリーンエネルギーやスマートグリッド等の環境分野での取り組み、「東北先進医療研究開発連携拠点」等の医療分野での取り 組みなど、連携内容は多岐にわたります。

そして、これらのどの分野にも、ナノテクノロジーは数多く用いられており、今後もさらなる活用が期待されているところです。産学 官が連携してその研究成果を発信し、実用化につなげていくことが東北全体の復興につながると信じ、私も事務局の一員として、今後、 少しでもお役に立てるように努めていく所存です。 (高橋直之)





桔梗 (仙台市野草園)

次世代産業の基盤技術にナノテクが不可欠で あることから、イノベーション創出に向けたナノテ クノロジーの最先端施設の整備と共用化に、世界 各国の政府が力を入れていることが最近の調査 で実感されました。わが国は、今年、東日本大震 災で研究施設に甚大な被害を受け、また電力事 情の逼迫などで研究活動にも著しい影響を受けて いますが、ナノネットによる全国ネットワークによ り、"できるところが引き受ける"態勢ができて心 強い限りです。この大震災と原子力発電所の事 故の教訓が、次への発展に結び付けられると確信 しています。本ニュースレターの研究紹介にあり ますように、東北大学の研究活動は着実に復旧し ています。 (手老省三)



東北大学 ナノテク融合技術支援センタ・

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3階

TEL: 022-217-6037 FAX: 022-217-6047 E メール: cintsoffice@rpip.tohoku.ac.jp

URL: http://cints-tohoku.jp