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

第4号 December. 2011

TOHOKU UNIVERSITY

CINTS

WPI-AIMR 本館（片平キャンパス）

冬の厳しさが身にしみる季節となってまいりましたが、お元気でお過ごしでしょうか?私どもナノテク融合技術支援センターが発足してからまる5年の月日が経とうとしています。この間、大学等の教育機関や企業の皆さまから本センターの施設を学術・産業利用等の観点からご利用していただき、私どもも単に支援という言葉を越えた繋がりを通して多くのことを学んできたように思います。

当センターは東北大学産学連携推進本部の一組織として設置されており、昨今、耳にすることの多い「オープンイノベーション」拠点です。ハーバード大学のチェスブロウ教授らによって提唱されたこの概念は、新しい製品を研究・開発するために必要なリソースを一機関内だけではなく幅広く外部に求めることにより、単に開発の迅速化を促すだけではなく、新鮮な発想と科学に裏打ちされた要素技術との融合から生まれる相乗効果を積極的に追及していこうという考え方です。私どものナノテクセンターでも発足当時は想像できなかった異なった研究分野間や産学あるいは学学間の共同成果が生まれており、今後もこのオープンイノベーション拠点を東北地区における新しいメルティングポットの場として利用していただくように努力を続ける所存です。

「がんばろう東北!」、今後ともご指導、ご鞭撻のほど、よろしくお願いいたします。

（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（IonMill-1010）、超高分解能電界放出型走査電子顕微鏡（SU8000、S5500）

調整中 サブオングストローム分解能分析電子顕微鏡（FEI-Titan80-300）

使用不能 超高圧超高分解能透過電子顕微鏡（JEM-ARM-1250）

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、XeF_2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（800MHz、400MHz）

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

強磁場光分光装置の導入（強磁場研究分野）

光を用いた制御は、物質科学のキーワードの一つです。分子のキラリティの利用はもとより、これと原子変位を絡めた誘電性の発現、スピンキラリティを利用した量子計算などナノサイエンスの広い分野で用いられています。このような要求に応えるために、強磁場センターではSQUID装置への光励起オプションの開発と強磁場分光装置の導入を進めてきました。

図1は、SQUID装置に設置されたレーザー励起装置であり、改造した試料ロッドを用いる事で、簡便に光照射下における磁化測定が実施可能です。試料セルは微小試料のバックグランド補正やセンタリングが容易なように工夫されています。He-Neレーザーの他グリーンレーザーも利用可能であり、single mode fiberに対応できるように微細フォーカス光学系を備えています。現在、主に光照射下におけるスピン多重度変化や誘電性の発現などの研究に用いられています。

図2は、強磁場センターのハイブリッド磁石や超電導磁石と組み合わせて使用可能な分光器であり、可視域から近赤外までをカバーしています。この装置を用いる事で、強磁場下で反射や透過といった基本測定に加えて、MCDやカー効果が測定可能で有り、ラマン散乱等のオプションの開発も進めており、今後の利用の増大が見込まれています。　（野尻浩之）

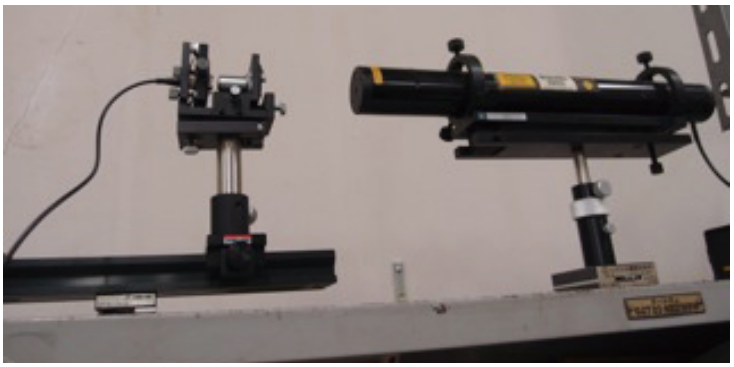
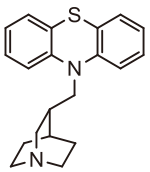


図1．SQUID用光励起装置

図2．強磁場用分光装置

3-ヒドロキシメチルキヌクリジンの改良合成法の確立（分子・物質合成研究分野）



1

メキタジン（1）は抗ヒスタミン、抗アレルギー剤として古くから使用されており現在は処方薬としてばかりでなく一般用医薬品としても販売されています。メキタジンはキヌクリジン骨格を有しており、中間体である3-ヒドロキシメチルキヌクリジン（6）の製造コストを削減することがメキタジン自体のコスト低減に直結します。これまでに、工業的に入手可能なキヌクリジンを出発原料としてシアノヒドリンを経由する方法やキヌクリジン骨格に二重結合を含む中間体を経由する方法などが開発され実用化されています。しかし、それらの方法は7～8工程要し総収率が非常に低いことや、原薬製造の最終工程でパラジウム触媒による接触水素化反応が必要となり製品の管理が煩雑になるなどの問題がありました。近年、トリメチルスルホキソニウムヨージド(TMSOI)を用い、エポキシドを経由する方法が報告されています(*Org. Prep. Proc. Int.* 1999, **31**, 319)。但し，TMSOIは毒性が強く高価であるという難点があります。そこで本支援ではTMSOIに比べ安価で供給安定している臭素誘導体、トリメチルスルホキソニウムブロミド(TMSOB)を使用する6の合成法を検討しました。

キヌクリジン塩酸塩（2）を出発物質とし、TMSOIを用いる場合と同条件下でTMSOBによるエポキシ化を行ったところ、首尾よく4へと誘導化できました。しかし、続く加水分解が文献記載手順では殆ど進行せず、かつ副生成物が生じてしまうことが問題となりました。検討の結果、反応温度と時間を最適化し、また反応途中で適宜水を加えることで副生成物の生成を抑えたうえで5、次いで6へと誘導することができました。更なる誘導により1の安価な合成が期待されます。（浅尾直樹）

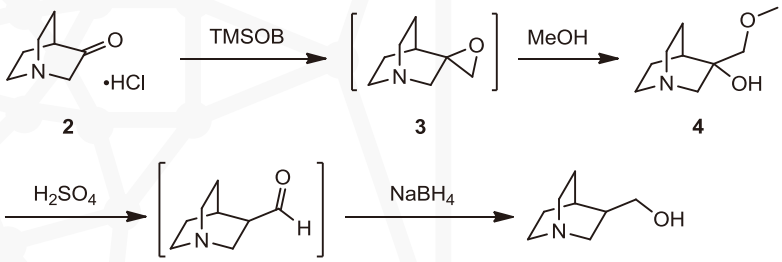


図1
3-ヒドロキシメチルキヌクリジンの合成

MEMS・半導体開発を支援する試作コインランドリの利用状況（超微細加工研究分野）

試作コインランドリではユーザが順調に増えています。主な装置の利用件数でみると11月は約180件となり震災前の2月と比べると2倍以上です。そのうち約半分が企業のユーザです。毎月約20社の企業が利用しており、これまでに利用された企業は50社を超えます。10月からは新たに森山雅昭助手が支援スタッフとして加わりました。企業出身で、この3年間は江刺研究室にて受託研究員としてMEMSの開発を行っていました。さらに多くの方々に使っていただき皆様に喜んでいただけるように、今後もスタッフ全員で取り組んでいきます。

試作支援例として一つ紹介したいと思います。9月13日付の新聞「フジサンケイビジネスアイ」にも掲載されましたが、福島県伊達市のイー・エム・シー半導体の方が試作コインランドリの装置を利用されて光センサを開発されています。人から反射して返ってくる光の位置を検出するもので、トイレで使うことを想定しています。水洗を効率よく行うことができるそうです。同社のユーザからは、「必要とされる半導体の加工装置のすべてを自社で導入することは難しい。試作コインランドリでは豊富な設備を好きな時に借りて自ら試作できること、操作を通じて知識も身に付けられることが魅力」と大変嬉しいお話をいただいています。

震災で故障していた装置のうち、フォトマスク作製に用いるパターンジェネレータが使えるようになりました。7インチ角の大きさまでのエマルジョンマスクおよびクロムマスクの作製が可能です。皆様のご利用をお待ちしております。（戸津健太郎）

図1．震災後の修理が終了して利用可能となったパターンジェネレータ装置本体

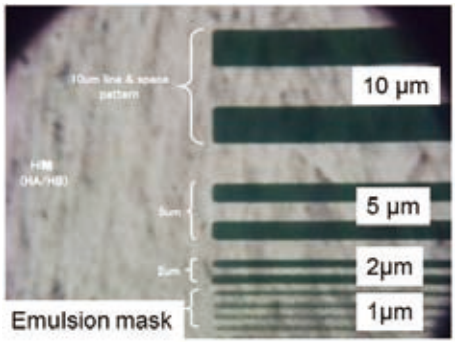


図2．エマルジョンマスクの作製例

カーボンシェルを持つ木質炭素化物の微細構造（ナノ計測・分析研究分野）

地球温暖化の進行と石油枯渇の懸念からバイオマスの利活用指向が高まっています。北見工業大学の鈴木勉教授らは木質系バイオマス(木材)を用いたエネルギーとマテリアルへの同時変換法として900℃ニッケル、鉄触媒炭化法を開発しました。このプロセスによって水素リッチなガス、軽質化したタールとともに高い導電性と優れた高分子液相吸着能を持つ結晶性（グラファイト化）でメソ孔に富む二元機能炭素が効率良く生成します（図1）。触媒金属と非晶部を除去した結晶部はグラファイト積層で覆われたカーボンナノシェルが多数連結して構成され（図2a,b）、これら微細構造が二元機能炭素の性能に大きく影響すると予想されています。炭素の高・新機能化のための手掛かりを得るため、微細構造の観察およびカーボンシェルの生成メカニズムの解明を目指しています。

走査型電子顕微鏡-エネルギー分散型X線（SEM-EDS）観察から触媒金属がカーボンシェル内にとどまっている様子（図3）、さらにSEMの透過モード（STEM）観察によってこれまで非晶部分と推定していた領域も、その大部分がいろいろな形状、積層数を持つカーボンシェルで構成されていることが分かり（図4）、結晶部に相当するカーボンシェルが想定以上に大量に存在することを示しました。ナノ計測・分析研究分野の装置を効果的に組み合わせた技術支援によって、今まで不明だった炭素結晶部全体の微細構造と結晶化過程の輪郭が見えてきました。（兒玉裕美子）

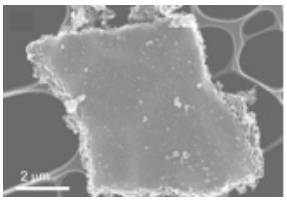


図1．900℃ニッケル炭のSEM像

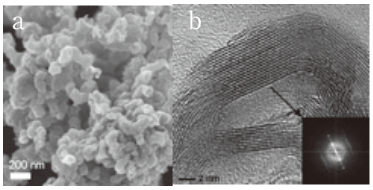


図2．非晶部が除去された900℃ニッケル酸洗浄酸化炭の(a)SEM像と(b)高分解能TEM像

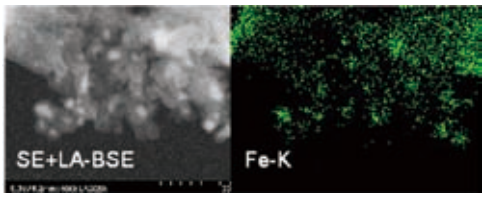


図3．900℃鉄酸洗浄酸化炭中の残留Fe粒子のSEM-EDS像（照射電圧 15 kV.）

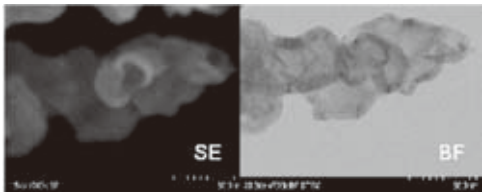


図4．900℃鉄酸洗浄酸化炭のSTEM像　SEは2次電子像、BFは明視野像

TOPICS

東北大学ナノテク融合技術支援センター

TOPICS 01 高磁場NMRセミナー：第1回“800MHz NMRの材料科学への応用” 第2回“800MHz NMRの特徴と応用” を開催しました

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）の一般利用が本格的に始まり、それに伴い片平キャンパスと青葉山キャンパスでセミナーを開催し、本装置の特徴や最近の材料科学への応用についての紹介を行いました。

本装置の特徴は、高磁場による高感度化に加えて、高速回転プローブの開発により高分解能化と高感度化を達成している点にあります。殊に、固体試料測定が微量の試料で可能になったことが特筆されます。最小試料有効体積は1mm径のMAS※（80kHz）試料管を用いると0.8μlであり、この最新の高速回転試料管の一般利用は本学が世界で初めてとなります。試料の高速回転により信号の先鋭化が得られ、分解能の向上と高感度測定を可能としています。

当日は、秋田県、神奈川県、茨城県など遠方からの参加者もあり、総計70名近い方に参加いただきました。セミナー終了後に測定相談会を開き、具体的な試料について、支援者　とJEOL RESONANCE（株）の技術者が対応しました。

※MAS：マジック角回転

お知らせ

東北大学災害復興・地域再生重点研究事業構想・復興産学連携推進プロジェクトにおける地域復興支援産学連携事業

東北大学は所有機器を被災企業等へ開放する地域の復興支援事業を行っており、本センターもこの事業に協力していますので、お気軽にご相談ください。

ナノネット被災地域研究機関への研究支援事業

文部科学省「先端研究施設共用イノベーション創出事業ナノテクノロジーネットワークプログラム（通称：ナノネット事業）」は、被災地域のナノネット機関の施設や装置に支障があれば、利用者のために全国のナノネット機関を紹介するシステムを準備しています。該当される方には、本センターに相談されるか、ナノネットホームページの「クイックアクセス」にご連絡ください。

https://nanonet.nims.go.jp/modules/quickaccess/

迅速な対応に努めています。

TOPICS 02 催し物・セミナー・会議報告

津波を生き抜いたバラ（仙台市農業園芸センター）

催し物予定

- **nano tech 2012**（2012年2月15—17日　東京ビッグサイト）
- **東北大学イノベーションフェア**（2012年3月15日　東京国際フォーラム）

セミナー報告

- **高磁場NMRセミナー －800MHz NMRの材料科学への応用－**（2011年10月17日　東北大学）
- **高磁場NMRセミナー －800MHz NMRの特徴と応用－**（2011年11月24日　東北大学）

会議報告

- **ナノネット成果報告会**（2011年11月8日　東京工業大学）
- **ナノネット総会**（2011年11月9日　東京工業大学）

事務局だより

特許庁公表の統計によれば、ナノテクノロジー・材料分野の国内特許の登録件数（特許公報発行件数）は、2001年の4,973件から2009年の12,667件へと大きく増加しています。CINTSが提供する最先端の共用設備を利用することにより、新規な発明が創出されることも多々あることでしょう。CINTSの「利用細則」第16条（知的財産権）には、「本事業利用の結果生じた知的財産権の帰属、取扱い等については、当該発明等の発生事態を勘案して、別途協議して決定するものとする。」とあります。本学では、発明に貢献した者が属する機関が職務発明としてその発明を承継すべき、と考えています。従いまして、別途協議により、企業様や本学以外の研究教育機関が単独でなした発明は、単独で特許出願をしていただくことになり、また、本学との共同研究での成果は、従来の共同研究と同様に、両者に発明者がいれば共同出願させていただくことになるでしょう。発明の取扱いについて更にご要望がある場合には、利用者様のご意向に沿って検討させていただきたいと考えます。なお、せっかくの研究成果が特許出願前に公知・公用等になると発明の新規性が失われて特許を取得できなくなりますので、知的財産が発生する可能性のある課題では「秘密保持契約」を交わすとよいでしょう。利用者のニーズに応え、より適切な知財管理ができるよう、東北大学知的財産部からもこの事業をできる限り支援したいと思っております。

（東北大学知的財産部長　塩谷克彦）

編集後記

震災・津波と原子力発電所の事故で、歴史に刻まれるであろう2011年がまもなく暮れようとしています。あらためて犠牲者に深くお悔やみ申し上げます。復興までに何年もかかる地域もあり、また東北大学の中でも復旧に追われている研究室もあります。

今回のあまりにも大きな犠牲から科学の限界を思い知らされましたが、ナノテクノロジーは、エネルギー問題、防災技術、環境やライフサイエンスなどにおいて、今突きつけられている課題の全てに渡っての基盤技術であり、たゆまない革新が期待されています。来年の飛躍的な発展を期待しています。どうぞ、皆様良い年をお迎えください。

（手老省三）

津波を生き抜いたバラ（仙台市農業園芸センター）

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３階
TEL: 022-217-6037　FAX: 022-217-6047
Eメール：cintsoffice@rpip.tohoku.ac.jp
URL: http://cints-tohoku.jp