

ナノテクノロジー研究所のアクティビティレポート 2011

新田 紀子* 王 大鵬 川原村 敏幸 李 朝陽 古田 守^a
八田 章光^b 平尾 孝

(受領日：2012年4月24日)

高知工科大学 ナノテクノロジー研究所
^a環境理工学群 ^bシステム工学群
〒782-8502 高知県香美市土佐山田町宮ノ口185

*E-mail: nitta.noriko@kochi-tech.ac.jp

要約：ナノテクノロジー研究所は2011年4月に高知工科大学に設立された新しい研究所である。ナノ材料の合成方法、物性評価、およびデバイス応用を通じ、高知工科大学でのナノテクノロジー研究を先導するとともに、高知県と我が国の産業振興に貢献することを目的としている。2011年度の構成員は専任教員5名、学生3名である。加えてナノ材料作製・分析装置の学内外の共用によって、多くの学群教員、学生がナノテクノロジー研究所との共同で研究を行っている。研究施設としてクラス10,000のクリーンルーム、電子顕微鏡（TEM, SEM）を保有している。設立から1年が経過したナノテクノロジー研究所の2011年度アクティビティについて報告する。

1. はじめに

ナノテクノロジー研究所は、ナノ材料の合成方法の開発、物性評価、およびデバイス応用を通じ、高知工科大学におけるナノテクノロジー研究を先導するとともに、高知県と我が国の産業振興に貢献することを目的とし、2011年4月にナノデバイス研究所とナノ創製センターの統合によって設立された。

ナノテクノロジー研究所は、その目的を達成するため次の研究・教育活動を行っている。

- (1) ナノ構造材料のデバイス応用に関する研究開発
- (2) カーボンナノチューブの合成、物性の評価と制御に関する研究開発
- (3) ナノ材料分析装置の学内外の共用
- (4) ナノテクノロジーの関わる専門科目講義の開講
- (5) その他ナノテクノロジー研究所の目的達成のために必要な事項

2011年度の構成員は八田章光所長（システム工学群兼任）をはじめ、専任教員5名（教授1名、准教授1名、講師1名、助教1名、技術顧問1名）、学生3名（SSP）である（図1）。加えてナノ材料分析装置の学内外の共用によって、多くの学群教員、学生がナノテクノロジー研究所との共同で研究を行っている。

専任教員の研究テーマとして、デバイス技術（古田守教授、現：環境理工学群兼任）、酸化亜鉛ナノ構

造制御技術（李准教授）、半導体材料のエネルギービーム照射効果（新田講師）、大気圧薄膜成長技術開発（川原村助教、現：講師）が挙げられる。共同研究および分析装置の共用によりナノ材料関連のテーマで、システム工学群、蝶野教授、眞田教授、辻准教授、古田寛准教授、環境理工学群、谷脇教授、小廣教授、西脇教授、古沢教授、百田准教授、堀井准教授、王鵬宇助教、春田助教、平尾助教に研究に参画していただいている。

設立から1年が経過したナノテクノロジー研究所の2011年度アクティビティについて報告する。



図1 集合写真（2012年4月2日撮影）

2. 研究施設

2.1 クリーンルーム（C棟154）

共用研究施設であるクリーンルームは高知県地域結集型研究事業開始に伴い平成15年から本格的に整備された施設で、企業の液晶製造クリーンルーム（クラス10,000 -0.5 μm 以上の粒子数が10,000個以下/1

ft³) に準じたクリーン度を有する面積約300 m²の研究施設である (図2)。

クリーンルーム内には各種薄膜を形成する成膜装置 (図3)、微細パターン形成のフォトリソグラフィ装置群 (図4)、薄膜の微細加工を行うエッチング装置群に大別される装置が設置されており、薄膜形成から機能デバイス実証まで一貫した研究が可能であることが本施設の特徴の一つになっている。



図2 クリーンルーム全景



図3 製膜装置

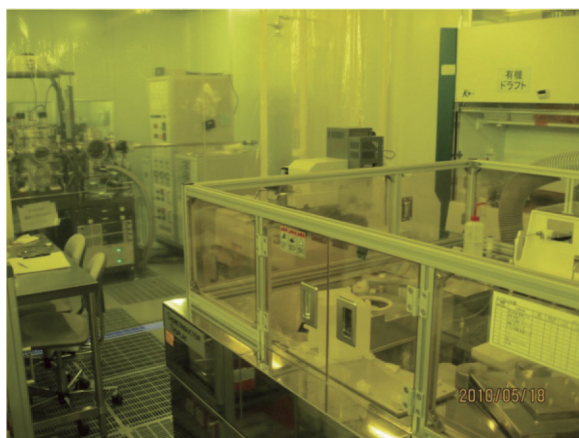


図4 フォトリソグラフィ装置

学生は本研究施設にて、材料研究にとどまることなく、自ら研究している新材料の機能性を実証でき、基礎から応用分野までの幅広い見識を得ることができる。また、近年、企業においても材料が持つ機能

性の実証が実用化に向けた重要な研究テーマとなっており、企業で研究開発中の材料の機能実証といった最先端の共同研究も本研究所を活用して行われている。またNHK放送技術研究所との共同研究 (新たな撮像素子の研究) では、歩留まりや信頼性を考慮した最先端のデバイス研究を行っており、本研究施設のポテンシャルは企業や研究機関からも高い評価を得ている。

また学生にとっては、企業・研究機関・他大学の研究者との交流や共同研究を通じ多くのことを学ぶと同時に種々の刺激を受けており、研究を通じた教育にも大きな役割を果たしていると考えられる。

2.2 電子顕微鏡

ナノ棟 (図5) にはこれまでに、走査型電子顕微鏡 (SEM, 日本電子社製JSM-7401F, 図6) が設置されている。それに加えて2011年4月に透過型電子

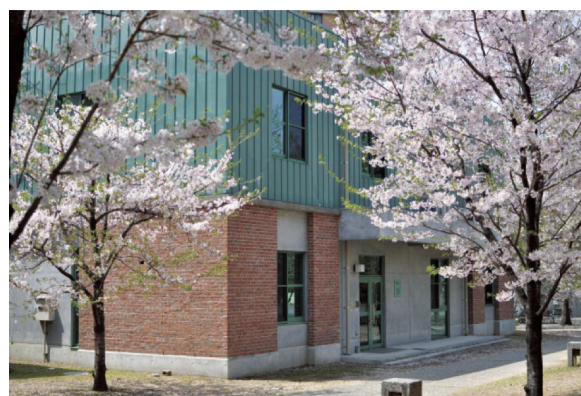


図5 ナノ棟外観

顕微鏡 (TEM, 日本電子社製 JEM-2100F, 図7) と集束イオンビーム (FIB) が新たに導入された。

走査型電子顕微鏡と透過型電子顕微鏡ともに 高輝度で高い干渉性、高い安定度の電子線が得られるフィールドエミッション電子銃 (FEG) を搭載し、ナノスケールオーダーの観察や分析が容易にできる。

走査型電子顕微鏡の性能は分解能: 1.0 nm (15 kV)、1.4 nm (1 kV)、加速電圧: 0.1 kV~30 kV、倍率: ×25~1,000,000である。チャンバー内で操作可能なマニピレータとエネルギー分散形X線分光器が搭載されている。

透過型電子顕微鏡の性能は点分解能: 0.19 nm、加速電圧: 200 kV、倍率: ×50~1,500,000である。透過像のみではなく、細く絞った電子ビームを試料上で走査させることで、透過電子による明視野像 (STEM-BF) と散乱電子による暗視野像 (STEM-DF) の撮影が可能である。3次元構造が

構築できるトモグラフィシステム、エネルギー分散型X線分光器が搭載されている。



図6 走査型電子顕微鏡 (JSM-7401F)



図7 透過型電子顕微鏡 (JEM-2100F)

3. ナノ材料作製・分析装置の学内外共同利用

クリーンルーム、走査型電子顕微鏡、透過型電子顕微鏡、集束イオンビームは学内で共用が行われている。昨年度は利用規定や予約システムの整備を行ってきた。また、それぞれの装置は維持費が非常に高額であるため、その一部を利用者が負担することとしている。2011年度は10月より走査型電子顕微鏡のみ、1,000円/1h (学内関係者) を負担いただいた。他の分析装置についても今後検討する。2011年度装置のべ使用人数、利用時間をそれぞれ、走査型電子顕微鏡：281人、1065時間、透過型電子顕微鏡：98人、515時間、集束イオンビーム：150人、815時間であった。学外利用に関しては、今後利用規定等

の整備をしていく予定である。

4. 外部への情報発信

2011年12月3日に高知工科大学C棟102において『高知工科大学ナノテク研シンポジウム2011』を開催した。開催目的はナノテクノロジー研究所が、学内外のナノ材料研究者の交流のきっかけとし、互いの研究分野を知ること、今後の研究協力の可能性を見だし、研究をさらに活性化することである。主催は高知工科大学ナノテクノロジー研究所、後援に応用物理学会中国・四国支部にご協力をいただいた。

若手研究者と学生による研究発表・ディスカッション(発表15分質疑5分)が活発に行われた。発表総件数は11件であった(ナノテクノロジー研究所4件、学外1件、学内6件)。2012年度も同様の時期に開催を予定している。

5. おわりに

ナノテクノロジー研究所が発足して1年が経過した。創成期である2011年度を終了し、今年度は発展期である。さらなる高知工科大学でのナノテクノロジー研究の発展を目指していく予定である。

ナノテクノロジー研究所を知っていただくには、ランチミーティングへの参加が一番である。2週間に1回、水曜日にC棟プレゼンテーションルームで開催されており、誰でも(教職員、学生)参加可能である。ぜひ多くの方に参加いただきたい。

最後にナノテクノロジー研究所に関する2011年度研究業績を以下に示す。査読論文24件、解説2件、特許6件、新聞報道2件、受賞4件である。今後も専任教員の論文数増加はもちろん、共著論文数が増えることを願いたい。

ナノテクノロジー研究所に関する2011年度研究業績

査読論文

- (1) M. Furuta, Y. Kamada, M. Kimura, S. Shimakawa, T. Kawaharamura, S. Wang, C. Li, S. Fujita, and T. Hirao, "Photocurrent and Persistent Photoconductivity in Zinc Oxide Thin-Film Transistors under Ultraviolet-Light Irradiation", *Jpn. J. Appl. Phys.*, **50** (2011) 110204.
- (2) S. Momota, J. Zhang, T. Toyonaga, H.

- Terauchi, K. Maeda, J. Taniguchi, T. Hirao, M. Furuta, and T. Kawaharamura, "Control of Swelling Height of Si Crystal by Irradiating Ar Beam", *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, **12** (2012) 552.
- (3) Y. Kamada, M. Furuta, T. Hiramatsu, T. Kawaharamura, D. Wang, S. Shimakawa, C. Li, S. Fujita, and T. Hirao, "Study on Oxygen Source and Its Effect on Film Properties of ZnO Deposited by Radio Frequency Magnetron Sputtering" *Applied Surface Science*, **258** (2011) 695.
- (4) M. Kimura, M. Furuta, Y. Kamada, T. Hiramatsu, T. Matsuda, H. Furuta, C. Li, S. Fujita, and T. Hirao, "Extraction of Trap Densities in ZnO Thin-film Transistors and Dependence on Oxygen Partial Pressures during Sputtering of ZnO Films", *IEEE Trans. Electron Devices*, **58** (2011) 3018.
- (5) M. Kimura, M. Furuta, Y. Kamada, T. Hiramatsu, T. Matsuda, H. Furuta, C. Li, S. Fujita, and T. Hirao, "ZnO Thin-film Transistors with SiNx/SiOx Stacked Gate Insulators: Trap Densities and N₂O Flow Rate Dependence", *Electrochem. Solid-State Lett.*, **14** (2011) H365.
- (6) D. Wang, T. Narusawa, T. Kawaharamura, M. Furuta, and C. Li, "Influence of Sputtering Pressure on Band Gap of Zn_{1-x}Mg_xO Thin Film Prepared by Radio Frequency Magnetron Sputtering" *Journal of Vacuum Science and Technology B*, **29** (2011) 051205.
- (7) M. Kimura, M. Furuta, Y. Kamada, T. Hiramatsu, T. Matsuda, H. Furuta, C. Li, S. Fujita, and T. Hirao, "Trap Densities in ZnO Thin-film Transistors with SiOx Gate Insulators by Several Deposition Conditions", *Electrochemical and Solid-State Letters*, **14** (2011) H365.
- (8) Y. Kamada, S. Fujita, M. Kimura, T. Hiramatsu, T. Matsuda, M. Furuta, and T. Hirao, "Effect of Chemical Stoichiometry of Channel Region on Bias Instability in ZnO Thin-film Transistors", *Applied Physics Letters*, **98** (2011) 103512.
- (9) Y. Kamada, S. Fujita, M. Kimura, T. Hiramatsu, T. Matsuda, M. Furuta, and T. Hirao, "Reduction of Photo-leakage Current in ZnO Thin-film Transistors with Dual-gate Structure", *IEEE Electron Device Letters*, **32** (2011) 509.
- (10) M. Furuta, Y. Kamada, T. Hiramatsu, C. Li, M. Kimura, S. Fujita, and T. Hirao, "Positive Bias Instability of Bottom-gate Zinc Oxide Thin-Film Transistors (ZnO TFTs) with a SiOx/SiNx Stacked Gate Insulator", *Jpn. J. Appl. Phys.*, **50** (2011) 03CB09.
- (11) T. Hiramatsu, M. Furuta, T. Matsuda, C. Li, and T. Hirao, "Behavior of Oxygen in Zinc Oxide Films Through Thermal Annealing and Its Effect on Sheet Resistance", *Applied Surface Science*, **257** (2011) 5480.
- (12) H. Seo, S. Aihara, T. Watabe, H. Ohtake, T. Sakai, M. Kubota, N. Egami, T. Hiramatsu, M. Furuta, and T. Hirao, "A 128×96 Pixel Stacked-type Color Image Sensor: Stack of Individual Blue-, Green-, and Red-sensitive Organic Photoconductive Films Integrated with a ZnO Thin-film Transistor Readout Circuit", *Jpn. J. Appl. Phys.*, **50** (2011) 024103.
- (13) D. Wang, Z. Li, T. Kawaharamura, M. Furuta, T. Narusawa, and C. Li, "Well-arrayed ZnO Nanostructures Formed by Multi-annealing Processes at Low Temperature", *Physica Status Solidi C*, **9** (2012) 194.
- (14) N. Nitta, Y. Aizawa, T. Hasegawa, and H. Yasuda, "Structural Changes Induced by Low-energy Electron Irradiation in GaSb", *Philosophical Magazine Letter*, **9** (2011) 676.
- (15) S. Morita, N. Nitta, and M. Taniwaki,

- “Nano-cell Fabrication on InSb Utilizing Point Defects Behavior Induced by Focused Ion Beam”, *Surface & Coatings Technology*, **206** (2011) 792.
- (16) T. J. Dan, T. Kawaharamura, N. Nitta, T. Hirao, T. Yoshiie, and M. Taniwaki, “Photoluminescence, Morphology, and Structure of Hydrothermal ZnO Implanted at Room Temperature with 60 keV Sn ions”, *J. Appl. Phys.*, **109** (2011) 123516.
- (17) T. Kawaharamura and T. Hirao, “Development and Research on the Mechanism of Novel Mist Etching Method for Oxide Thin Films”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **51** (2012) 036503.
- (18) T. Kawaharamura, G. T. Dang, and M. Furuta, “Successful Growth of Conductive Highly-crystalline Sn-doped α -Ga₂O₃ Thin Films by Fine Channel Mist Chemical Vapor Deposition”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, Accepted, (2011) .
- (19) T. Kawaharamura, H. Orita, T. Shirahata, A. Yoshida, S. Fujita, and T. Hirao, “Influence of Annealing under Reducing Ambient on Properties of ZnO Thin Films Prepared by Mist CVD”, *Physica Status Solidi C*, **9** (2011) 190.
- (20) S. Shimakawa, Y. Kamada, T. Kawaharamura, C. Li, S. Fujita, T. Hirao, and M. Furuta, “Photo-leakage Current of TFTs with ZnO Channels Formed at Various Oxygen Partial Pressures under Visible Light Irradiation”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **51** (2012) 03CB04.
- (21) G. T. Dang, H. Kanbe, T. Kawaharamura, and M. Taniwaki, “Pulsed Laser Excitation Power Dependence of Photoluminescence Peak Energies in Bulk ZnO”, *J. Appl. Phys.*, **110** (2011) 083508.
- (22) T. Harigai, H. Koji, H. Furuta, and A. Hatta, “Formation of Nanofibers on the Surface of Diamond-Like Carbon Films by RF Oxygen Plasma Etching”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **50** (2011) 08JF12.
- (23) P. Wang and K. Kobiro, “Ultimately Simple One-pot Synthesis of Spherical Mesoporous TiO₂ Nanoparticles in Supercritical Methanol”, *Chem. Lett.*, **41** (2012) 264.
- (24) J. Zhang, S. Momota, T. Toyonaga, H. Terauchi, F. Imanishi, and J. Taniguchi, “Swelling and Annealing Phenomena of Si Crystal Irradiated by Ar and C Ion Beams”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. (2011) in press.

解説

- (1) 王 大鵬, 川原村敏幸, 李 朝陽, 平尾 孝, “ガラス基板上へのパターン化に成功した酸化亜鉛 (ZnO) 薄膜蛍光体へスパッタリングによる薄膜成長、ウェットエッチング、熱処理を経て～”, *映情学技報*, **35** (2011) 1.
- (2) 川原村敏幸, 平尾 孝, 藤田静雄, 吉田章男, 織田容征, 白幡孝洋, 畑野 良, 森 一晴, “ミストを利用した薄膜成長技術および加工技術の開発”, *コンバーテック*, **39** (2011) 111.

特許

- (1) 李 朝陽, 川原村敏幸, 平尾 孝, “パターン形成された薄膜蛍光体及びその製造方法”, 特願 2011-007387, 2011.01.17.
- (2) 川原村敏幸, “ドーパントを添加した結晶性の高い導電性 α 型酸化ガリウム薄膜およびその生成方法”, 特願2011-164748, 2011.07.27
- (3) 白幡孝洋, 織田容征, 吉田章男, 平尾 孝, 川原村敏幸, “酸化マグネシウム (MgO) 絶縁膜の成膜方法、酸化マグネシウム絶縁膜および酸化マグネシウム絶縁膜の成膜装置”, 2011.01.17.
- (4) 舟橋正彦, 鎌田 徹, 西脇永敏, “基材担持触媒および基材担持触媒の製造方法”, 特願 2012-063156, 2012.3.21.
- (5) 西脇永敏, “ガラス担持触媒”, 特願2012-010499, 2012.01.20.
- (6) 舟橋正彦, 西脇永敏, “樹脂担持触媒および樹脂担持触媒の製造方法”, 特願2011-193647, 2011.09.06.

新聞報道

- (1) 王 鵬宇, 小廣和哉, 日経工業新聞, 2012.02.06
- (2) 王 鵬宇, 小廣和哉, 日刊工業新聞, 2012.02.15

受賞

- (1) 瀬尾北斗, 相原 聡, 難波正和, 渡部俊久, 大竹 浩, 久保田節, 江上典文, 平松孝浩, 松田時宜, 古田 守, 新田浩士, 平尾 孝, “有機光導電膜とZnO TFT回路の積層構造を用いた有機撮像デバイスの原理実証実験”, 映像情報メディア学会 第51回 丹羽高柳賞 (論文賞) .
- (2) 八田章光, “ダイヤモンド関連材料のプラズマプロセス制御の研究, “Control of Plasma Processing for Diamond and Related Materials”, 日本学術振興会プラズマ材料化学第153委員会, プラズマ材料科学賞奨励部門賞, 2011.07.19.
- (3) 川原村敏幸, 王 大鵬, 鄧 太江, 古田 守, “ミ

ストCVD法によるIGZO TFTの作製”, 第8回 薄膜材料デバイス研究会 ベストペーパーアワード, 2011.11.05.

- (4) G. T. Dang, T. Kawaharamura, N. Nitta, T. Hirao, T. Yoshiie, and M. Taniwaki, “Characterization of Hydrothermal Bulk ZnO Implanted at Room Temperature with 60 keV Sn⁺ Ions”, 11th International Workshop on Plasma-based Ion Implantation and Deposition - PBII&D 2011, Student Paper Award, 2011.09.01.

謝 辞

ナノテクノロジー研究所の創設以来、多大なるご尽力をいただいている木村良研究本部長にこの場を借りて感謝申し上げます。多大なるご支援をいただいている研究支援部尾上晃弘部長、種田眞由理氏 (現：環境理工学群)、西山右貴子氏に感謝申し上げます。

Institute for Nanotechnology Activity Report 2011

Noriko Nitta*, Dapeng Wang, Toshiyuki Kawaharamura, Chaoyang Li,
Mamoru Furuta^a, Akimitsu Hatta^b, Takashi Hirao

(Received: April 24th, 2012)

Institute for Nanotechnology, ^aSchool of Environmental Science and Engineering,
^bSchool of Systems Engineering, Kochi University of Technology
185 Miyanokuchi, Tosayamada, Kami, Kochi 782-8502

*E-mail: nitta.noriko@kochi-tech.ac.jp

Abstract: The Institute for Nanotechnology was established in 2011 April for research of nanotechnology. The research aimed at developing nanotechnology in KUT and, contributing to industrial development in Kochi prefecture and Japan. The number of researchers in the Institute for Nanotechnology is five teachers, and three students. Additionally, many faculty teachers and students join in the cooperative nanotechnology research. The research facilities of the Institute are class 10,000 cleanroom, TEM (Transmission Electron Microscope) , and SEM (Scanning Electron Microscope) . A year after the Institute for Nanotechnology establishment, we report on the activity in 2011. The research achievements were 24 papers, 2 tutorial papers, 6 patents, 2 newspaper reports, and 4 awards.