

課題番号 : F-16-IT-0028
 利用形態 : 機器利用
 利用課題名(日本語) : 溶液プロセスで作製した試料の表面断面構造観察
 Program Title(English) : Surface and cross-sectional observation of solution-processed samples
 利用者名(日本語) : 田中優志¹⁾, 橋本莉奈¹⁾, 松戸亮¹⁾, 米元謙太郎¹⁾, 松下伸広²⁾
 Username(English) : Y. Tanaka¹⁾, R. Hashimoto¹⁾, R. Matsudo¹⁾, K. Yonemoto¹⁾, N. Matsushita²⁾
 所属名(日本語) : 1) 東京工業大学大学院総合理工学研究科, 2) 東京工業大学物質理工学院材料系
 Affiliation(English) : 1) Interdisciplinary Graduate School of Science and Engineering, Tokyo Institute of Technology, 2) Department of Materials Science and Engineering, School of Materials and Chemical Technology, Tokyo Institute of Technology

1. 概要(Summary)

当研究室では、低環境負荷および低エネルギー消費にてセラミックス材料の創成が可能となる溶液プロセスの開発とそれらのエネルギー/バイオ/エレクトロニクス応用への展開を進めている。本年度はスピンスプレー法によるフェライト膜のノイズ抑制体への応用、同プロセスにより作製した酸化亜鉛膜中における透明導電性特性の評価、水熱電気化学法にて形成した生体活性ナノ構造上への抗菌性酸化亜鉛の形成、フッ素ドーパ酸化スズ電極による生体分子の電気化学検出に関する研究を行った。これら様々な溶液プロセスで形成した試料の表面/断面構造を走査型電子顕微鏡にて観察した。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

走査型電子顕微鏡

【実験方法】

上記の SEM 装置を用いて、スピンスプレー法で作製した積層型フェライト膜や透明導電性酸化亜鉛膜についてはそれぞれの膜表面ならびに断面構造、生体活性ナノ構造上の酸化亜鉛ナノ粒子はその形状観察ならびに形成密度評価、フッ素ドーパ酸化スズ電極についてはその断面粗さの評価に用いた。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

スピンスプレー法によるフェライト膜は透磁率の虚数成分が GHz 帯域で大きいことから、薄型の伝導ノイズ抑制体としての応用が期待されている。今年度はその広帯域化を目的として共鳴周波数が異なるフェライト二層膜を作製した。Fig.1 にその断面 SEM 像を示すが綺麗に積層化できていることが確認できる。同じスピンスプレー法によ

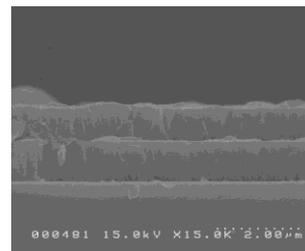


Fig.1 Cross-sectional SEM image of double-layered ferrite film.

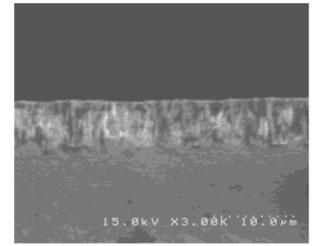


Fig.2 Cross-sectional SEM image of transparent conductive ZnO film.

って硝酸亜鉛溶液とクエン酸三ナトリウムを含んだアンモニア溶液を噴霧混合して透明導電性酸化亜鉛膜も作製した。その断面 SEM 像を Fig.2 に示す。1000nm/min と高速堆積しているにも拘わらず、透明で且つ抵抗率が $\sim 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ と導電性にも優れていた。

Fig.3 には、水熱電気化学処理により生体活性ナノメッシュ層を形成した Ti 基金属ガラス基板をクエン酸を含む硝酸亜鉛溶液中で 90°C 12 時間水熱処理後に 190°C 1 時間熱処理した試料の表面 SEM 像を示す。タンポポ状の酸化亜鉛が形成されていることがわかる。水熱時間が長くなると、より長い針状から構成されていた。

Fig.4 には市販のフッ素ドーパ酸化スズ(FTO)電極を容共区析出条件(7V 30min)で処理した表面 SEM 像を示す。ナノポーラス構造が形成されていることが分かる。表面積を大きくできていることからバイオセンサとしての使用時に感度の向上が期待できる。

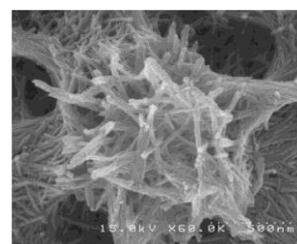


Fig.3 SEM image of dandelion like ZnO nanostructure on bioactive TNTZO layer.

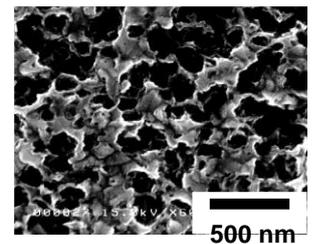


Fig.4 SEM image of porous FTO electrode surface modified by electrochemical treatment.

4. その他・特記事項 (Others)

(論文) 修士論文

- (1) 田中優志: 溶液プロセスによるソフトフェライト膜の作製と伝導ノイズ抑制効果の広帯域化、東京工業大学総合理工学研究科物質電子化学専攻修士論文、平成 28 年 2 月 9 日
- (2) 橋本 莉奈: ッ素ドーパ酸化スズ電極のナノ構造制御と高選択性生体分子検出、東京工業大学総合理工学研究科物質電子化学専攻修士論文、平成 28 年 2 月 9 日
- (3) 松戸 亮: Ti 基金属ガラス表面に形成したナノ構造セラミックスの生体活性と抗菌性、東京工業大学総合理工学研究科物質電子化学専攻修士論文、平成 28 年 2 月 9 日
- (4) 米元謙太郎: 溶液作製した透明酸化亜鉛薄膜への紫外線照射による導電性向上と n 型半導体としての応用、東京工業大学総合理工学研究科物質電子化学専攻修士論文、平成 28 年 2 月 9 日
- (5) 若山健一: 液液界面を利用したフェライトナノシートの作製東京工業大学総合理工学研究科物質電子化学専攻修士論文、平成 28 年 2 月 9 日

(発表)

- (1) 松戸亮、高橋慧、生駒俊之、松下伸広: 6 大学研究所連携プロジェクト 学際・国際的高度人材育成ライフインベションマテリアル創製共同研究プロジェクト公開討論会平成 28 年 7 月 8 日
- (2) 若山健一、亀井雄樹、岸哲生、矢野哲司、松下伸広: 電気学会マグネティックス研究会、平成 28 年 8 月 18-19 日
- (3) 橋本莉奈、北村房男、片柳雄大、生駒俊之、李冠廷、呂世源、岸哲生、矢野哲司、松下伸広: 無機材料合同研究会、平成 28 年 9 月 2 日
- (4) 米元謙太郎、岸哲生、矢野哲司、松下伸広: 無機材料合同研究会、平成 28 年 9 月 2 日
- (5) 田中優志、岸哲夫、矢野哲司、松下伸広: 無機材料合同研究会、平成 28 年 9 月 2 日
- (6) 若山健一、亀井雄樹、岸哲生、矢野哲司、松下伸広: 無機材料合同研究会、平成 28 年 9 月 2 日
- (7) 松戸亮、岸哲生、生駒俊之、矢野哲司、松下伸広: 無機材料合同研究会、平成 28 年 9 月 2 日
- (8) 米元謙太郎、岸哲生、矢野哲司、松下伸広: 日本セラミックス協会第 29 回秋季シンポジウム、平成 28 年 9 月 7-9 日

- (9) 松戸亮、生駒俊之、謝国強、新家光雄、岸哲生、矢野哲司、松下伸広: 日本セラミックス協会第 29 回秋季シンポジウム、平成 28 年 9 月 7-9 日
- (10) 橋本莉奈、北村房男、片柳雄大、生駒俊之、李冠廷、呂世源、岸哲生、矢野哲司、松下伸広: 日本セラミックス協会第 29 回秋季シンポジウム、平成 28 年 9 月 7-9 日
- (11) R.Matsudo, T.Kishi, T.Ikoma, T.Tetsuji and N. Matsushita: The 1st International Symposium on Creation of Life Innovation Materials for Interdisciplinary and International Researcher Development、2017 年 10 月 17-18 日
- (12) 若山健一、亀井雄樹、岸哲生、矢野哲司、松下伸広: 粉末冶金協会平成 28 年度秋季大会、平成 28 年 11 月 9-11 日
- (13) 橋本莉奈、北村房男、片柳雄大、生駒俊之、岸哲生、矢野哲司、松下伸広: 第 26 回日本 MRS 年次大会、平成 28 年 12 月 20 日

(受賞)

- (1) 米元謙太郎: 「溶液作製した透明 ZnO 薄膜の紫外線照射による低抵抗化と応用」、日本セラミックス協会第 29 回秋季シンポジウム優秀賞、2016 年 9 月
- (2) 橋本莉奈: 「バイオセンサ応用に向けたフッ素ドーパ酸化スズ (FTO) 電極の電気化学特性評価」、日本セラミックス協会第 29 回秋季シンポジウム優秀賞、2016 年 9 月
- (3) 松戸 亮: 「生体活性ナノ構造セラミックス層上への抗菌用酸化亜鉛ナノ粒子の形成」第 15 回無機材料合同研究会最優秀賞

(謝辞)

当研究室の今年度の修士 2 年の学生全てが東工大ナノテクノロジー・プラットフォーム(微細加工プラットフォーム)にて FE-SEM 装置による観察を行いました。彼らが修士論文をまとめる上で不可欠な画像を多数得ることができました。大変お世話になりました。

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

「なし。」

6. 関連特許 (Patent)

「なし。」