

令和 5 年 6 月 22 日現在

機関番号：82401

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2021～2022

課題番号：21K18899

研究課題名（和文）単結晶超薄片を用いた有機極性材料の機能開拓

研究課題名（英文）Exploration of Organic Polar materials with Ultra-thin crystalline films

研究代表者

宮島 大吾（Miyajima, Daigo）

国立研究開発法人理化学研究所・創発物性科学研究センター・ユニットリーダー

研究者番号：60707826

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 5,000,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では有機の単結晶をウルトラマイクロトームにより切り出し超薄片を作成する技術の開発を行った。

単結晶を切り出す際の条件の最適化だけでなく、単結晶を埋め込むためのレジンも検討した所、より硬いレジンの方が結晶形状を損なうことなく切り出せるという結論になった。一方、無機材料などより硬い材料を試した所、切り出せるものの、結晶切片は細かく砕けてしまうことが多かった。この結果より、本技術はまだまだ適用範囲は限られるものの、有機材料に限定すれば、ある程度正確に切り出せるという結論に至った。今後はこの切り出した切片を用い、材料物性を評価していくことで、本技術の有用性を広く評価していくことが目標である。

研究成果の学術的意義や社会的意義

単結晶材料は分子の配列が一義的に決まり、構造-物性相関を議論するのに最適である。しかしながら結晶サイズの制御は難しく、結晶の種類によってはEFT素子などを作成し評価することが困難なことも多い。有機材料は一般にキャリア密度が小さく、キャリアをドーピングしないと電気を流しにくい。化学的なドーピングも行えるが、単結晶構造そのものが変化し、全く異なる材料の物性を評価することになる。分子配列を損なうことなく、簡便に電子物性を評価するためにも結晶構造を保ったまま超薄片にすることが望まれていた。本研究はそのような技術を提供するものである。

研究成果の概要（英文）：In this study, we developed a technique to cut organic single crystals into ultra-thin sections using an ultramicrotome. We not only optimized the conditions for cutting out single crystals, but also examined the resin used to embed the single crystals, and concluded that a harder resin is better. On the other hand, when we tried harder materials such as inorganic materials, sliced sections were often broken into small pieces. From these results, it was concluded that this technology, although still limited in its range of application, can be used to cut organic materials with a certain degree of accuracy. We plan to widely evaluate various materials using our technique and evaluate their physical properties.

研究分野：材料化学

キーワード：単結晶 切片 ミクロトーム

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

単結晶材料は分子の配列が一義的に決まり、構造-物性相関を議論するのに最適である。結晶材料の物性を評価するために、時には非常に薄い結晶を、更に構造異方性を評価するには様々な面で結晶を切り出せることが望ましい。しかしながら結晶サイズの制御は難しく、また結晶の対称性等によって結晶の外形も一義的に決まってしまうことが多い。分子配列を損なうこと無く、簡便にあらゆる面で結晶を切り出せる技術が望まれていた。

### 2. 研究の目的

上述のように単結晶材料の分子配列を損なうことなく、あらゆる面を自在に出せる技術の確率が求められている。大きな結晶加工方法としてレーザー加工が知られている。この手法だと、結晶を2次元に切り出すことが可能である。ただし、基本的に結晶を焼き切るため、レーザーを当てた付近では結晶にダメージを受け、結晶の厚さを減らすこともできない。結晶成長時に特定の面の成長を促進・阻害し、結晶成長を制御する試みもあるが、やはり特定の材料の特定の面にしか聞かないため、ユニバーサルな手法とは言い難い。

そこでは我々は結晶へのダメージを最小限にし、さらにあらゆる結晶に適用できるような手法が開発できないか考えた。特に、結晶物性を評価する上で、ある程度サイズが必要だが、厚すぎると適用できない評価方法も多い。そこで我々は単結晶を任意の面で切り出し、超薄片を作成することを目標とし、マイクロトームに注目した。マイクロトームはナイフで物理的に結晶を削り出す手法である。特にウルトラマイクロトームは厚さが10 nm前後の超薄片を切り出すことが可能で、バイオ系では細胞などを切り出し透過型電子顕微鏡等での観察が多数行われている。今回、その手法を結晶材料に適用し、超薄片が作成に挑戦する。

### 3. 研究の方法

結晶を切り出すにあたり、ウルトラマイクロトームでよく使われている手法に則り、結晶を樹脂で閉じ込めた。結晶を樹脂に閉じ込めることで、マイクロトーム・ウルトラマイクロトームで作業しやすいサイズにすることができる。

### 4. 研究成果

樹脂の種類は多数あり何種類か試したが、硬めの樹脂のほうが結晶を切り出した際に結晶へのダメージが少ないようだ。また樹脂の硬化条件も最適化し、なるべく固くなる条件を用いた。ウルトラマイクロトームで切削して作成される超薄片は10 nm前後まで薄くすることができ、切り出された薄片は自立薄膜でないため、水面に一度浮かべ回収する必要がある。そのため、ナイフを水に接触させるがその接触角がサンプルに大きな影響を与えることがわかり、サンプルごとに最適化する必要がある。結晶片は必ず一度水面に浮かぶため、水にセンシティブな材料等には適用できない。

最適化を続けると様々な結晶を超薄片に切り出せることが明らかとなった。一方、無機材料などはどうしても砕けてしまい、ある程度適用限界があるのかもしれない。得られた結晶薄片をTEMで電子回折を調べたところ、ちゃんと結晶の対称性が維持されているのを確認できた。一方、AFMで切断面を確認すると、1-2 nmのつぶつぶが観察されるサンプルがあり、表面に影響を与えている可能性がある。この辺りは更に条件を精査する必要がある。

今後は得られた超薄片を様々な手法で評価していく予定である。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計0件

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------