

## 審査の結果の要旨

氏名 メノン ヴィヴェーク アナンド

本論文は、**Multifunctional MEMS Devices for *in situ* TEM Liquid-Phase Experimentation** (液相TEMによるその場実験用多機能MEMS素子)と題し、液中での電気化学反応を透過型電子顕微鏡で可視化観測するためのツールをMEMS技術を用いて製作し、実際にオリゴマーや多孔性ゼオライト、金属ナノ粒子等が係わる反応を観測した結果を述べたものであり、液相の透過型電子顕微鏡観察に関する背景技術と、電位制御・熱制御・流体制御可能な液体セルの設計、製作、観察結果の報告、および結論に関して、全5章の英文で構成されている。

第1章は **Introduction** であり、透過型電子顕微鏡を用いた液中観察の背景技術について述べている。とくに、厚さ数十ナノメートルのシリコン系薄膜を2枚平行に重ね合わせた隙間に液体を充填することにより、観測対象の液体を真空中で蒸発させずに透過電子によって可視化観測する環境TEM技術に関して解説しており、液中での化学反応を制御する電位・電流制御や温度制御、混合・攪拌などの流体制御を併用する必要性について述べるとともに、本研究全体の構成を説明している。

第2章は **Basic Design and Device Development** であり、透過型電子顕微鏡用の標準的な試料ホルダに収容できる液体セルの実現方法として、MEMSプロセスにより電極やマイクロチャンバを加工したシリコンチップ2片を貼り合わせて製作する方法と、シリコンチップ1片内に外部の真空には曝されない閉鎖系のマイクロ流体チャンネルを形成し、そこに電気制御・温度制御・流体制御などを行う電極を集積化する手法について述べている。

第3章は **MEMS-Based Sample Interaction** であり、第2章で述べたTEM用液体サンプルホルダ内の電極を用いることで、電気化学反応を外部からの電圧・電流印加によって制御する具体的な手法や、ヒーター状に加工した電極を用いて液体セル内で局所的に温度制御する手法、さらに、液体セル内部のマイクロ流路の一部を疎水性処理することにより、透過型電子顕微鏡観察時に異種の液

体を混合開始する手法について述べるとともに、実際に製作した液体セルを透過型電子顕微鏡に挿入して、実際にその場観察・その場制御可能であることを実証している。

第4章は **Scientific Demonstrations and Applications** であり、本研究で構築した透過型電子顕微鏡用の液体セルを用いて、**calixarene** 等のオリゴマーで化学修飾した銀ナノ粒子を観察しつつ、そこに酵素を含んだ別の液体を混合することで、銀ナノ粒子が凝縮する様子を可視化観察した結果を報告している。また、多孔性ゼオライトを液中に攪拌し、その透過画像を観察することにより、空孔におけるイオン交換反応を間接的に観測した例を報告している。さらに、液体セル内のマイクロヒータを用いて特定のDNAシーケンスを合成し、それをテンプレートにして金ナノ粒子を規則的に配列した結果を報告するとともに、これを新たな凝集制御技術として提案している。

第5章は **Summary, Perspectives, and Conclusions** であり、本論文で示した研究成果を総括し、今後の展望について述べている。

以上これを要するに、本研究は電位制御、温度制御、液体操作が可能なマイクロ流体チップ型の透過型電子顕微鏡用液体セルをMEMS技術により製作し、液相での化学反応をその場で制御・観察する新たな手法を提示するとともに、実際に銀ナノ粒子の凝集反応や、多孔性結晶のイオン交換反応、DNAをテンプレートにした金ナノ粒子結合反応、等の *in situ* 観察を実証したものであり、極小領域計測に係わる電気電子工学分野に貢献するところが少なくない。

よって本論文は博士（工学）の学位請求論文として合格と認められる。