

研究種目：基盤研究（A）

研究期間：2007～ 2009

課題番号：19206016

研究課題名（和文）ナノ構造の創製とその機能化に関する研究

研究課題名（英文）Nanostructure creation and its functionalization

研究代表者

石原 直（ISHIHSRA SUNAO）

東京大学・大学院工学系研究科・教授

研究者番号：00422329

研究成果の概要（和文）：21世紀の先端ハードウェア技術（先端ものづくり）の根幹を支えるナノテクノロジーは、ナノ構造が発現する新たな物性を利用して新しい“もの”を創造することが重要なポイントである。本研究では、ナノテク時代の機械工学「ナノメカニクス」を開拓することを目標に、三次元ナノメカニカル構造としてナノ振動子を取り上げ、振動子の設計法、三次元ナノ構造作製技術の開発、機械振動測定法の開発と共振特性の解明、およびそのセンシングデバイスへの応用などナノ振動子の創製とその機能化のための基盤技術の構築を進めた。

研究成果の概要（英文）：Due to their small scales, nanomechanical structures have great potential in realizing innovative mechanical devices and machines utilizing new properties and functions. Towards pioneering mechanical engineering research field named “Nanomechanics”, fundamental investigations into fabrication, measurement and characterization technologies to evaluate the dynamic properties of nanomechanical resonators and their applications to resonator-based sensing devices were conducted.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	13,700,000	4,110,000	17,810,000
2008年度	10,900,000	3,270,000	14,170,000
2009年度	8,800,000	2,640,000	11,440,000
年度			
年度			
総計	33,400,000	10,020,000	43,420,000

研究分野：機械工学

科研費の分科・細目：生産工学・加工学・ナノ・マイクロ加工，NEMS

キーワード：ナノメカニクス，三次元ナノ構造，ナノ振動子，センシングデバイス，ナノ加工，ナノ計測，機械振動共振特性，電子ビーム・イオンビーム加工

## 1. 研究開始当初の背景

(1) あらゆる産業を支えるデバイスや材料はその構造の微細化により機能や性能を高めてきた。デバイス要素が数～数十ナノメートルの寸法領域に突入し、ナノ構造がナノ寸法故に発現する新たな物性をデバイスに応用しようという研究が電子工学や材料工学の分野で活発化している。一方、機械工学では微小機械として Microelectromechanical Systems (MEMS) の応用が拓がりを見せているが、その動作原理は未だバルク材料の弾性制御に留まっている。そこで、ナノ構造特有の機械的性質を扱う新しい機械工学として、極微細化した三次元ナノ構造の機械的特性を活かした Nanoelectromechanical Systems (NEMS) と呼ぶべき新しい研究分野が展望できる。

(2) NEMSは、機械要素をナノスケールまで小型化した機械システムであり、極微細化により現われる新しい物性を利用して従来にはない革新的機能・性能を実現する可能性を有する。素子の構成要素の寸法は、100 nmから数 nmであり、それらの優れた物理的性質を用いることにより、MEMSでは到達が難しかった超高感度・超高速の力検出、熱伝導の制御、微小エネルギーの検出、機械的運動における量子力学的効果などの新しい機能が出現する。実際ナノサイエンス研究の分野において、超高真空中や極低温という極限環境で、極微小な力・変位・加速度、単一原子・分子の質量・電荷・磁気などの物理量を測定する「極限センシング」の研究が進んでいる。本提案は工学の立場から、これら極限環境の極限センシング手法を現実的な機械工学分野の研究開発に脱皮させようと着想したものである。

## 2. 研究の目的

本研究は、ナノテク時代の先端機械工学「ナノメカニクス」の開拓を目標に、種々の素材を用いて三次元ナノ構造を構想・設計・製作し、その機械的性質において発現する新たな機械的特性を測定・解明し、これを機能化することで新しいセンシングデバイスへの応用を目指す。

## 3. 研究の方法

ナノメカニカル構造としてナノ振動子を設計し、作製し、測定・評価し、その機械特性を機能化することでセンシングデバイスへの応用を図る。

- (1) 三次元ナノメカニカル構造としてカンチレバー、ビーム、メンブレンなどの高機能ナノ振動子を構想し、設計する。
- (2) 半導体微細加工や荷電ビーム応用技術などを駆使して微細三次元ナノメカニカル構造の作製技術を開発する。
- (3) 微小寸法のナノ振動子の機械振動特性の測定手法を開発する。(測定対象が通常の光ビームスポット径より小さいので光計測が使い難いため。)
- (4) ナノ振動子の共振特性の解明と特性制御法(高共振周波数化、高Q値化)を研究する。
- (5) これらの技術を総合化してナノ振動子のセンシングデバイス応用を検討する。

## 4. 研究成果

### (1) ナノメカニカル構造作製技術

三次元ナノ構造の作製のため、集束イオンビーム堆積技術と半導体微細加工技術の高度化を進めた。加えて、ビームのレジストへの侵入深さの大きな差異を利用した電子ビーム・イオンビーム複合リソグラフィ技術を開発し、引張応力を内在したナノビーム振動子(図1(a))の作製技術を開発している。また、集束イオンビーム技術

で作製したDLC (Diamond Like Carbon) ナノ構造について、振動子設計のための内部構造の解析(実験とシミュレーション)と機械特性値解明、ナノ構造作製精度の向上技術、自己検知型振動子のためのDLCへのピエゾ抵抗効果の付与(図1(b))などの研究を進め、DLCによる自己検知型振動子実現の見通しを得た。

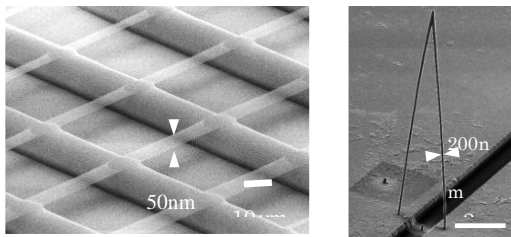


図1. 左: (a) 複合リソグラフィで作製したナノ振動子, 右: (b) ピエゾ抵抗効果検討用 DLC ナノ構造

### (2) EBによるナノ構造の振動特性の測定

FIB-CVDで作製したカーボンナノピラーを対象に、ナノ構造の振動測定と共振特性評価、およびその物性値評価の研究を進めた。直径約100nm、高さ数~数十 nm のカーボンピラーをサンプルに選び、熱機械振動そのものの振動測定を試みた。真空容器内のナノピラーにEBを照射し、ピラーの振動で変調された二次電子の検知信号を周波数解析することにより、ナノピラーの共振特性を測定する(図2)。本手法により、最高共振周波数で8MHz、振動振幅の検出分解能で3nm という測定性能を達成した。

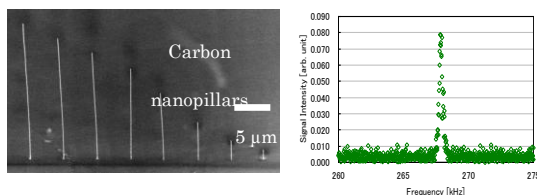


図2. カーボンナノピラー熱機械振動の電子ビーム測定

### (3) AFMによるナノ振動子共振特性の評価

微小振動測定技術として、AFMを用いて測定対象ナノ構造を加振しながら同時に振動振幅を検出する測定法を考案し、メンブレン振動子を使ってその高い測定性能を検証した。AFM

プローブに数百 mV 程度の交流電圧を印加して、対象サンプルとプローブ間に働くクーロン力でメンブレンを加振する。加振周波数を掃引しながらAFMをタッピングモードで動作させると、プローブ先端は振動の包絡線を検知することになる(図3)。極めて簡易なセットアップでAFM固有の縦方向、面方向のナノメートルの変位検出分解能を有効に活用できることを特徴としている。すなわち、加振周波数をスイープにより振動子の共振周波数特性をナノメートル分解能でMHzオーダーまで測定できるし、プローブを面方向にスイープすれば高い空間分解能を持って共振プロファイルを測定することも可能である。

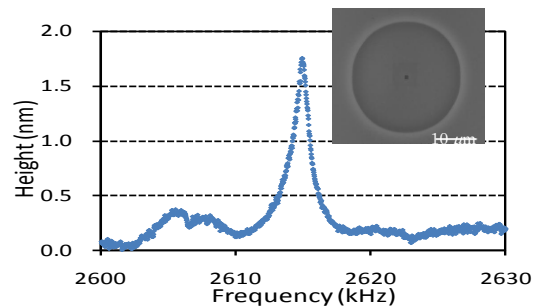


図3. AFM プローブによるメンブレン共振特性測定例

### (4) 歪印加によるナノ構造共振特性の制御

ビーム(両持ち梁)振動子を対象に歪エンジニアリングによる共振特性の制御を試みた。化合物半導体ヘテロ構造の結晶成長においてレイヤー間に格子不整合があると、成長膜内に内部応力を残留させる事が出来る。この結晶成長を利用して振動部に引張応力を内在させたビーム振動子を作製し、引張応力が共振特性に及ぼす影響を調べた。共振周波数とQ値について歪(内部応力)の印加ありなしのサンプルを比較した結果、共振周波数については理論的に予測される範囲の2.5~4倍程度の周波数向上が測定され、Q値については、100倍以上という飛躍的な共振性能改善が観測された(図4)。これらの結果は、引っ張り応力(歪)の与え方によりナノ振動子の共振特性を制御できることを示しており、今度のナノ振動子の設計・開発におい

て有用な指針を与えるものと考えられる。

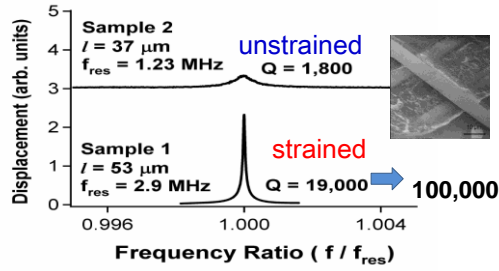


図4. 歪印加によるナノ振動子 Q 値の飛躍的改善

### (5)微小電荷検出

ナノメカニカル構造のセンシングデバイス応用として、ナノ振動子による高感度電荷検出に挑戦した。二つのビーム振動子を結合させて構成した連結微小共振器の共振状態における対称・反対称共振モードのアンバランスを利用して微小電荷を検知する。固有振動数を高精度にチューニングして振動特性をバランスさせた連結ビーム共振器(低周波モードのみが共振)に電荷が注入されると、バランスが崩れて高周波サイドに非対称モード共振ピークが出現する。これを検知することにより、常温大気中においても電荷検出(147個/√Hz)という超高感度検出を実現することができた(図5)。

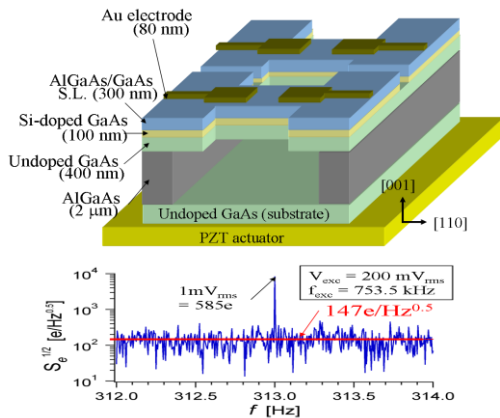


図5. 連結ビーム共振器による微小電荷検出

### (6)グラフェン振動子の作製と振動特性

原子サイズの究極ナノ振動子の実現をねらって、極めて特徴的な物性を有するグラフェンを用いたメンブレン振動子の作製と振動特性測定

を試みた。グラファイトより剥離法により作製した単層グラフェン(ラマン分光法で単層を確認)をSiO<sub>2</sub>膜に形成した微小孔上に張り付け、メンブレン振動子を構成した。そして、前出(3)のAFM共振特性測定法を適用してその共振特性を測定した。測定した共振周波数やQ値から従来報告されて値とほぼ合致するグラフェン物性値を求めることが出来た(図6)。

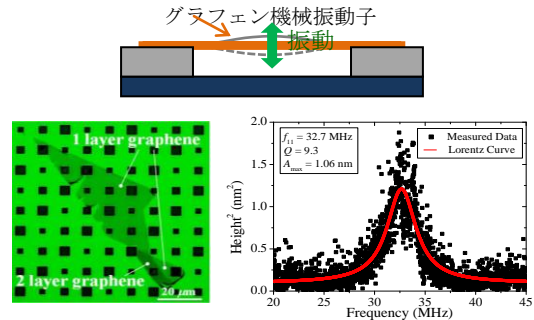


図6. 単層グラフェン振動子と共振特性

## 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 16 件, 全て査読あり)

- ① R. Kometani, S. Warisawa, S. Ishihara, Piezoresistive effect in the three-dimensional diamondlike carbon nanostructure fabricated by focused-ion-beam chemical vapor deposition, *J. Vac. Sci. Technol. B*, **28**, C6F38 (2010)
- ② S.Nishi, R.Kometani, S.Warisawa and S.Ishihara, Dynamic Characteristics Design System for 3D Nanostructure Fabricated by FIB-CVD, *J. Adv. Mech. Des. Sys. Man.*, **4**, 948 (2010)
- ③ H. Shimizu, J.-J. Delaunay, R. Kometani, S. Warisawa, S. Ishihara, Evaluation of Resonance Characteristics Change of Silicon Resonators Due to Surface Treatment, *Jpn. J. Appl. Phys.* **49** (2010) 06GN13-1-4
- ④ R. Kometani, S. Warisawa, S. Ishihara, The 3D nanostructure growth evaluations by the real-time current monitoring on focused-ion-beam chemical vapor deposition, *Micro-electronic Eng.*, **87** (2010) 1044-1048
- ⑤ H. Ashiba, S. Warisawa and S. Ishihara, Evaluating Method for Quality Factor of Nano-resonator by Electron Beam, *Jpn. J.*

- Appl. Phys., **48** (2009) 06FG08-1-5
- ⑥ K. Nonaka, K. Tamaru, M. Nagase, H. Yamaguchi, S. Warisawa, and S. Ishihara: Evaluation of Thermal-mechanical Vibration Amplitude and Mechanical Properties for Carbon Nanopillars Using Scanning Electron Microscopy, Jpn. J. Appl. Phys., **48** (2009) 06FG076-1-5
- ⑦ K. Tamaru, K. Nonaka, M. Nagase, H. Yamaguchi, S. Warisawa, and S. Ishihara, Direct Actuation of GaAs Membrane with the Microprobe of Scanning Probe Microscopy, Jpn. J. Appl. Phys. **48** (2009) 06FG06-1-5
- ⑧ R. Kometani and S. Ishihara, Nanoelectromechanical device fabrications by 3-D nanotechnology using focused-ion beams, Sci. Technol. Adv. Mater. **10** (2009) 034501-1-7.
- ⑨ K. Nonaka, K. Tamaru, M. Nagase, H. Yamaguchi, S. Warisawa and S. Ishihara, Height dependence of Young's Modulus for Carbon Nanopillars Grown by Focused Ion Beam Induced Chemical Vapor Deposition, Jpn. J. Appl. Phys., **47**, 6 (2008) 5116–5119
- ⑩ H. Yamaguchi, K. Kato, Y. Nakai, K. Onomitsu, S. Warisawa and S. Ishihara, Improved resonance characteristics of GaAs beam resonators by epitaxially induced strain, App. Phys. Lett. **92**, 251913-1-3 (2008)

[学会発表] (計 61 件, 国際 28, 国内 33)

- ① T. Hatakeyama, R. Kometani, M. Nagase, S. Warisawa and S. Ishihara, Vibration Characteristics of Monolayer Graphene Resonator, The 54<sup>th</sup> Intn'l Conf. on Electron, Ion and Photon Beam Technology and Nanofabrication (EIPBN2010), Anchorage, Alaska, June 3 (2010)
- ② R. Kometani, K. Yusa, S. Warisawa, S. Ishihara, The piezoresistive effect in the 3-D diamond-like carbon nanostructure fabricated by focused-ion-beam chemical vapor deposition, The 54<sup>th</sup> Intn'l Conf. on Electron, Ion and Photon Beam Technology and Nanofabrication (EIPBN2010), Anchorage, Alaska, June 2 (2010)
- ③ H. Shimizu, J.-J. Delaunay, R. Kometani, S. Warisawa and S. Ishihara, Evaluation of Resonance Characteristics Change of Silicon Resonators due to Surface Treatment, 22nd Intn'l Microprocesses and Nanotechnology Conf. (MNC2009), Sapporo, Nov. 18 (2009)
- ④ S. Nishi, R. Kometani, S. Warisawa and S. Ishihara, Vibration Characteristics-Tunable Resonator Fabrication by Focused-Ion-Beam Chemical Vapor Deposition, the 22nd Intn'l Microprocesses and Nano-technology Conf. (MNC2009), Sapporo, Nov. 18 (2009)
- ⑤ N. Kitajima, H. Okamoto, T. Kamada, K. Onomitsu, S. Warisawa, S. Ishihara, and H. Yamaguchi, High-sensitive charge detection using anti-symmetric vibration in coupled micromechanical resonators, 22nd Intn'l Microprocesses & Nanotechnology Conf. (MNC2009), Sapporo, Nov. 18 (2009)
- ⑥ R. Kometani, S. Warisawa and S. Ishihara, Non Core-Shell Nanostructure Deposition on Focused-Ion-Beam Chemical Vapor Deposition, 22nd International Microprocesses and Nanotechnology Conf. (MNC2009), Sapporo, Nov. 19 (2009)
- ⑦ R. Kometani, S. Warisawa, S. Ishihara, The 3-D nanostructure growth evaluations by the real-time current monitoring on focused-ion-beam chemical vapor deposition, The 35th International Conference on Micro & Nano Engineering (MNE2009), Ghent, Belgium, Sept. 30, (2009)
- ⑧ R. Kometani, S. Warisawa, S. Ishihara, Evaluations of The Hopping Growth Characteristics on 3-D Nanostructure Fabrication Using Focused-Ion-Beam, The 53rd Intn'l Conf. on Electron, Ion and Photon Beam Technology and Nanofabrication (EIPBN2009), Marco Island, Florida, USA, May 25 (2009)
- ⑨ H. Ashiba, S. Warisawa, S. Ishihara, Evaluation Method for Quality Factor of Nano-resonator by Electron Beam, 21st Intn'l Microprocesses and Nanotechnology Conf. (MNC2008), Fukuoka, Nov. 27-30 (2008) 366.
- ⑩ K. Nonaka, K. Tamaru, M. Nagase, H. Yamaguchi, S. Warisawa, S. Ishihara, Evaluation of Thermal-mechanical Vibration Amplitude Using Scanning Electron Microscopy Images, 21st Intn'l Microprocesses and Nanotechnology Conf. (MNC2008), Fukuoka, Nov. 27-30 (2008) 364.

- ⑪ K. Tamaru, K. Nonaka, M. Nagase, H. Yamaguchi, S. Warisawa, S. Ishihara, Direct Actuation of GaAs Membrane Using Microprobe of SPM, 21<sup>st</sup> Microprocesses and Nanotechnology Conf. (MNC2008), Fukuoka, Nov. 27-30 (2008) 362.
- ⑫ K. Kato, K. Onomitsu, S. Warisawa, S. Ishihara, H. Yamaguchi, Drastic Improvement in mechanical properties of micromechanical resonators using a strain-engineered heterostructure, 15<sup>th</sup> International Conference on Molecular Beam Epitaxy (MBE2008), August 3-8, 2008, at the University of British Columbia, Vancouver, Canada
- ⑬ K. Nonaka, K. Tamaru, M. Nagase, H. Yamaguchi, S. Warisawa and S. Ishihara: Control of Young's Modulus for Carbon Nanopillars Grown by Focused Ion Beam Induced Chemical Vapor Deposition, 20<sup>th</sup> Intn'l Microprocesses and Nanotechnology Conf. (MNC2007), Kyoto, Nov. 6-8 (2007)

〔産業財産権〕特許出願

○出願状況 (計 4 件)

名称: 薄膜振動子およびその製造方法  
 発明者: 永瀬雅夫, 山口浩司, 石原直, 割澤伸一, 田丸耕二郎  
 権利者: 東京大学, 日本電信電話(株)  
 種類: 特許  
 番号: 特願 2009-078589  
 出願年月日: 2009/3/27  
 国内外の別: 国内

名称: 微小機械共振器ならびに微小機械検出素子  
 発明者: 石原直, 割澤伸一, 加藤慶一, 山口浩司, 小野満恒二  
 権利者: 東京大学, 日本電信電話(株)  
 種類: 特許  
 番号: 特願 2008-70933  
 出願年月日: 2009/3/19  
 国内外の別: 国内

名称: 微小構造体の作製方法  
 発明者: 米谷玲皇, 石原直, 割澤伸一, 遊佐幸樹, 山口浩司, 永瀬雅夫, 岡本創  
 権利者: 東京大学, 日本電信電話(株)  
 種類: 特許

番号: 特願 2010-122423

出願年月日: 2010/5/28

国内外の別: 国内

名称: 微小構造体の製造方法

発明者: 米谷玲皇, 石原直, 割澤伸一, 黒田耕平, 山口浩司, 永瀬雅夫, 岡本創

権利者: 東京大学, 日本電信電話(株)

種類: 特許

番号: 特願 2010-141690

出願年月日: 2010/6/22

国内外の別: 国内

○取得状況(計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等

URL: <http://www.nanome.t.u-tokyo.ac.jp>

## 5. 研究組織

### (1)研究代表者

石原 直 (ISHIHARA SUNAO)  
 東京大学・大学院工学系研究科・教授  
 研究者番号: 00422329

### (2)研究分担者

山口 浩司 (YAMAGUCHI HIROSHI)  
 日本電信電話株式会社・NTT物性科学基礎研究所・研究部長  
 研究者番号: 60374071

### (3)研究分担者

割澤 伸一 (WARISAWA SHIN-ICHI)  
 東京大学・大学院工学系研究科・准教授  
 研究者番号: 20262321

### (4)研究分担者

ドロネー・ジャン・ジャック  
 (DELAUNEY JEAN-JACQUES)  
 東京大学・大学院工学系研究科・准教授  
 研究者番号: 80376516

### (5)研究分担者

米谷 玲皇 (KOMETANI REO)  
 東京大学・大学院工学系研究科・助教  
 研究者番号: 90466780