

機関番号：14501
 研究種目：基盤研究(B)
 研究期間：2008～2010
 課題番号：20360060
 研究課題名（和文）MEMS 機能デバイスを利用したセンサ用ナノ量子細線のマルチフィジックス特性評価
 研究課題名（英文）Evaluation of mechanical & electrical properties of Nanowires Used for Nano Mechanical Sensors Using Functional MEMS Device
 研究代表者
 磯野 吉正 (ISONO YOSHITADA)
 神戸大学・大学院工学研究科・教授
 研究者番号：20257819

研究成果の概要（和文）：本研究では、ナノデバイス開発に必須となるナノ材料単体でのナノメカニクス特性を高精度に評価するため、ナノ材料評価専用 MEMS デバイスと SEM 内ナノプローブマニピュレータを新開発し、代表的なナノ材料であるカーボンナノチューブ (CNT) 単体の力学特性の解明を試みた。MEMS デバイスには、世界初となる変位拡大機構を有する静電容量センサを搭載し、変位分解能 0.93nm を実現した。本デバイスは、ナノプローブマニピュレータに搭載した上で FE-SEM 内に設置され、CNT 固定後に引張試験が実施可能となる。平均直径 51 nm、長さ 17 μm の多層 CNT のナノ引張試験で得られた応力-ひずみ関係から、CNT は先ず外層が破断して、引き続き内層が破断することが明らかとなった。また、ヤング率は約 600GPa を示し、これまでに報告とほぼ同程度の値を示した。

研究成果の概要（英文）：This research developed the *in situ* scanning electron microscopy (SEM) nanomaterial testing system to reveal mechanical & electrical properties of carbon nanotubes (CNTs) for developing novel nano mechanical sensors. The *in situ* SEM testing system is constituted of Electrostatically Actuated Nano Tensile testing devices (*EANATs*) and the nano probe manipulation system. The *EANATs* can measure uniaxial tensile elongation of nanomaterials by the capacitance sensor integrated into the layer motion amplification system on the *EANATs*. The sensing resolution was 0.93 nm. The 51 nm-diametric multiwalled CNT prepared by the thermal CVD were tested on the *EANATs*. The stress-strain relation obtained in the test clarified the fracture mechanism of the CNT. In the fracture process of the CNT, a couple of outer shells of CNT have broken at the first step and the other inside core of the CNT followed the outer shells to failure. The Young's modulus of the CNT was about 600 GPa, which was roughly the same as previously reported values.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008 年度	9,300,000	2,790,000	12,090,000
2009 年度	3,600,000	1,080,000	4,680,000
2010 年度	2,200,000	660,000	2,860,000
年度			
年度			
総計	15,100,000	4,530,000	19,630,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学、機械材料・材料力学

キーワード：マイクロ材料力学、ナノメカニクス、マルチフィジックス、MEMS

1. 研究開始当初の背景
 ナノ材料を構成要素に含んだナノデバイス
- は、ナノ材料単独のスケール効果や特異な物性を積極的に利用しようとするものが多い。

このため、ナノ材料単体の物理特性がナノデバイス全体の機能や信頼性に及ぼす影響が、マイクロ材料のそれに比べて大きい。したがって、ナノデバイスの長期信頼性の保証を確保するには、材料単独でのナノメカニクス（特性・機能）を実験的・定量的に解明するとともに、得られたナノ材料の特性に基づいた信頼性の高いデバイス設計が必要とされている。

2. 研究の目的

- (1) MEMS 技術により超微小アクチュエータ、ナノ変位計測システム、ナノ材料単体が1つのチップ上に集積した「ナノ材料専用特性評価デバイス」を開発し、ナノ材料単体での高精度ナノ材料特性評価を実施する。
- (2) ナノ材料を自在に捕獲、移動、任意の場所に固定することができる電子顕微鏡（SEM）内ナノプローブマニピュレータを新開発し、ナノ材料評価支援技術を確立する。
- (3) ナノ機械量センサへの利用が最も期待されているカーボンナノチューブ（CNT）の、単体でのナノメカニクス特性を解明する。

3. 研究の方法

(1) 【MEMS 技術によるナノ材料専用特性評価デバイスの開発・試作】

MEMS 技術を用いて、「ナノ材料専用特性評価デバイス」を開発する。同デバイスは、ナノ材料に単軸負荷を作用させるための静電アクチュエータ、ナノ材料を固定するための熱型アクチュエータ、および引張伸び測定用のための静電容量変位センサを、一つのチップ上に組み込んだ構造とする。とくに、変位センサは、機械的に変位を増幅させることができる変位増幅用片持ち梁と、円弧状櫛歯構造を組み合わせた構造とし、サブ nm 変位検出分解能を実現する。本デバイスは、SOI ウエハを用いたバルクマイクロマシニングによって作製する。

(2) 【3 軸ナノステージ機構の開発・試作】

「ナノ材料専用特性評価デバイス」上の所望の位置に CNT を設置するため、SEM 内で CNT を捕獲、操作、およびデバイス上へ固定させることができる「SEM 内ナノプローブマニピュレータ」を設計・開発する。CNT の捕獲、操作には、少なくとも 2 機の超小型の 3 軸ナノステージが必要となる。本研究では、ステージ変位分解能 100nm 以下、走査範囲 5～10mm の 3 軸ステージの開発を目指す。

(3) 【デバイス性能評価と CNT マニピュレーション実験】

「ナノ材料専用特性評価デバイス」を用いて静電および熱アクチュエータ駆動試験を実施するとともに、および容量センサによる変位検出試験を行う。なお、変位検出においては、新たにチャージアンプを試作して容量セ

ンサに組み込むことで、変位を電圧変化として検出する予定である。

一方、FE-SEM 内 3 軸ナノステージを用いて CNT の捕獲実験を実施する。本研究では、FE-SEM の電子ビーム付近の有機系コンタミナントを利用して CNT の捕獲とデバイス上への固定を行うとともに、同ビーム照射による CNT 切断技術を構築する。

(4) 【CNT 単体でのナノメカニクス特性評価】

最終的に、デバイスの所望の位置に CNT を固定し、デバイス内静電アクチュエータによって単軸荷重を付与することで、CNT 引張試験を実施する。

4. 研究成果

(1) 【MEMS 技術によるナノ材料専用特性評価デバイスの開発・試作】

マイクロプロセス技術を用いて、ナノ材料引張駆動用の櫛歯型静電マイクロアクチュエータ、CNT 固定時のデバイスクランプ用熱アクチュエータ、および引張変位検出用静電容量センサを含んだ、「ナノ材料専用特性評価デバイス」の設計・試作に成功した。プロセスでは、35 μm 活性層、2 μm 犠牲層、および 400 μm 基板層を有する SOI ウエハを用いて、Si バルクマイクロマシニング技術で作製した。静電アクチュエータには、高アスペクトな櫛歯構造が必要となることから、深堀反応性イオンエッチング加工技術を採用している。完成した「ナノ材料専用特性評価デバイス」の SEM 画像を図 1 に示す。同図より、静電アクチュエータ、熱アクチュエータ、および静電容量センサの各部が高精度に形成されていることが確認できる。

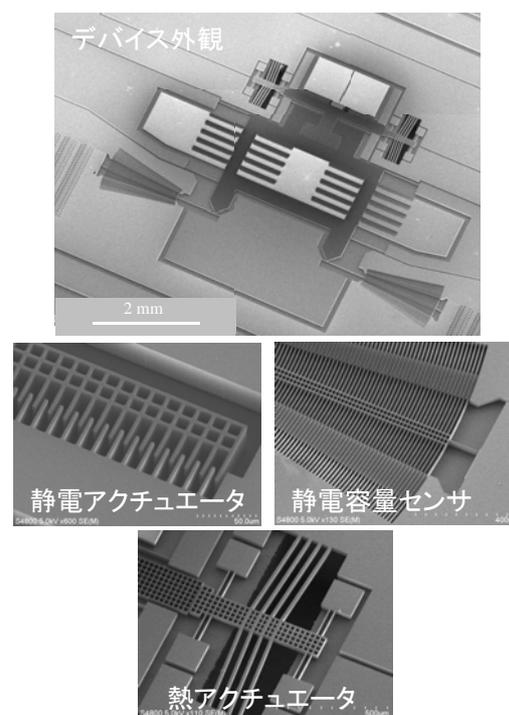


図1 ナノ材料専用特性評価デバイス外観

本デバイスでは、片持ち梁による機械的変位増幅機構と円弧状櫛歯構造とが組み合わされた新規な静電容量センサ構造を提案しており、一般に普及している平行平板型容量センサに比べて、設計上約30倍の変位分解能を得ることが可能となった。

(2) 【3軸ナノステージ機構の開発・試作】

ナノプローブマニピュレータに搭載する3軸ナノステージ機構の開発・試作を行った。ナノステージの微動には、PZT素子本来の微小変位を利用する機構を用いた。具体的には、3軸ナノステージ機構のPZT素子上に永久磁石を設置し、PZT素子に電圧をゆっくり印加させると、磁石上部の移動ステージがPZT素子の変形量と同じだけ移動する機構を採用した。すなわち、PZTの変形がそのままステージの移動量となる。これにより、目標地点へのナノレベルでの位置決めが可能となった。なお、PZT素子には最大±150Vの電圧が印加でき、約±800nmの変位を得ることができた。また、変位分解能は約0.1nmである。

一方、粗動駆動には、PZT素子の急速変形を利用したステップ運動を用いた。送りの当初は、微動送りと同様にPZT素子にゆっくり電圧を印加してステージを移動させるが、その後、PZT素子から急速に電圧を減少させると、慣性力により移動ステージはその場に留まり、PZT素子のみが初期状態に戻る。これを繰り返すことで、±2.5mmのステージ移動変位を実現した。

図2に、開発した3軸ナノステージを搭載したナノプローブマニピュレータの外観写真を示す。同装置を用いて、リニア制御駆動におけるヒステリシス特性、リニア制御駆動におけるクリープ特性、パルス制御駆動における1パルス変位特性、パルス制御駆動連続駆動における移動速度性能について詳細に性能評価を行い、開発したステージがCNTの捕獲、移動、固定作業に十分適用可能であることを明らかにしている。

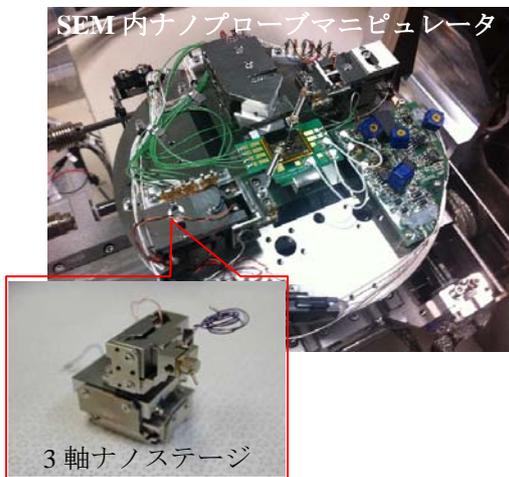


図2 ナノプローブマニピュレータの外観 (3) 【デバイス性能評価とCNTマニピュレーション実験】

① 静電アクチュエータ性能評価

静電アクチュエータへの電圧印加に伴うセンサ部片持ち梁自由端の変位をCCDカメラ搭載実体顕微鏡によって計測し、静電アクチュエータ性能を評価した。図3に印加電圧と梁自由端変位との関係を示す。大気中および真空中での実験結果を併記するとともに、理論計算値も併せて示す。大気中および真空中での実験結果は、印加電圧の二乗に比例した変位が発生しており、静電アクチュエータの設計理論に合致している。しかしながら、実験値と理論値との間には約6%の誤差が生じた。この原因は、深堀ドライエッチング時に、櫛歯構造壁面にテーパやスキヤロップスが形成され、設計寸法と実際に加工された寸法との間に誤差が生じたためと考えられる。

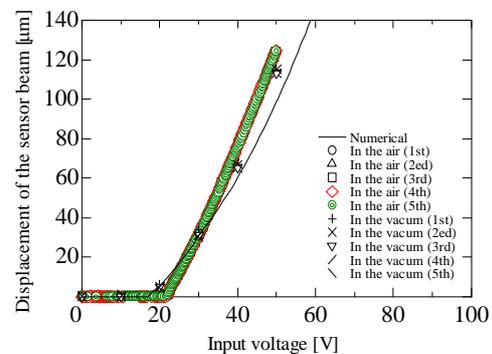


図3 印加電圧とセンサ梁自由端変位(増幅されたアクチュエータ変位)との関係

② 熱アクチュエータ性能評価

CCDカメラ搭載実体顕微鏡と画像解析システムを用いて、熱アクチュエータの印加電圧と変位の関係を調べた。図4に印加電圧と熱アクチュエータ変位との関係を示す。また、熱アクチュエータによる変位発生前と変位発生後のデバイスクランプ部の画像を、図5に示す。理論上、熱型アクチュエータ変位は印加電圧の二乗に比例するが、図4の実験値においても放物線形状していることが確認できる。しかしながら、実験値は計算値より小さい値を示した。これは、熱アクチュエータの発生力が理論値より小さかったことに起因すると考えられる。すなわち、熱アクチュエータの駆動を担う電流が、当初設計で予測していたそれより小さくなり、ジュール熱の発生が抑制されたためと考えられる。

一方、図5において、ジュール熱の発生が小さかったにもかかわらず、デバイスをクランプ固定するのに十分なアクチュエータ変位が生じたことが確認できる。このことから、作製した熱アクチュエータは、当初の目的を

果たす機能を十分有しているものと結論付けられる。

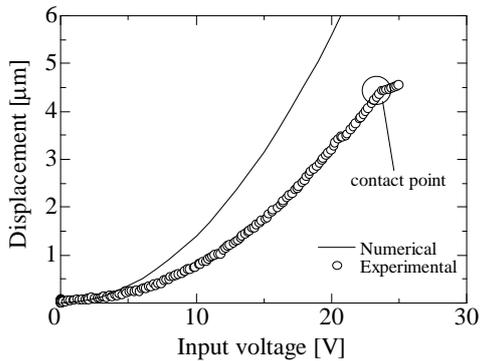


図4 印加電圧の増加に伴う熱アクチュエータ変位の変化

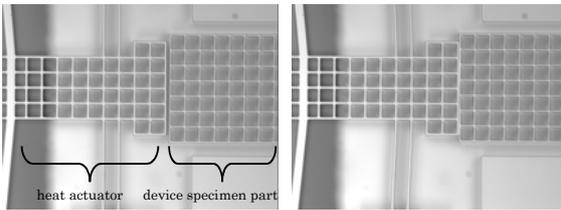


図5 駆動前後の熱アクチュエータ

③ 静電容量センサ性能評価

本研究で開発した静電容量センサとチャージアンプの模式図を図6に示す。新開発した静電容量センサは、センサ片持ち梁が静電アクチュエータによって押し込まれると、櫛歯状対抗電極の重なり面積が変化して、静電容量変化が発生する構造となっている。本センサにチャージアンプを接続した後、静電アクチュエータを変位させたとき、同アンプから出力される電圧の変化を図7に示す。同図から、センサの静電容量変化による電圧出力値とアクチュエータ変位とは、ほぼ線形関係にあることが確認できる。このとき、傾きは $0.655\text{V}/\mu\text{m}$ となった。一方、静電容量センサの検出分解能は、使用した 14bit の A/D 変換器との関係から 0.93nm であった。得られた線形性および検出分解能は、これまでにナノ材料特性評価に用いられてきたセンサ性能を大きく上回り、本研究においても、CNT 単体の引張試験における伸び検出に十分利用可能であるといえる。

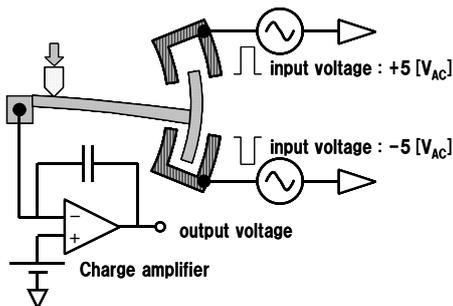


図6 チャージアンプ接続後の静電容量センサ模式図

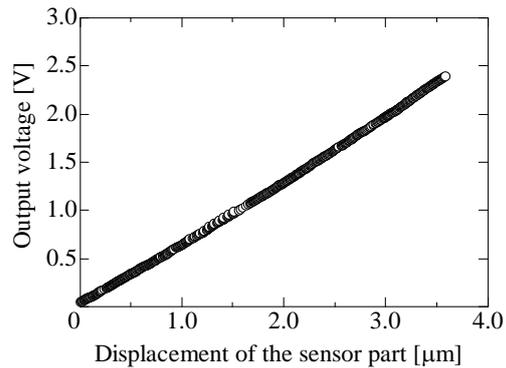


図7 アンプ出力電圧の変化とアクチュエータ変位との関係

④ CNT マニピュレーション実験

プローブによる CNT 単体の捕獲には SEM 内でのコンタミネーションの堆積現象を利用した。コンタミネーションとは、試料周辺の真空チャンバー内に残っているガス分子や試料から発生するガス分子が電子ビームにより分解堆積し、試料基板上で重合、架橋して基板表面に固着する現象である。

先ずプローブ上に CNT 単体を捕獲し、同材料を強固に固定するには、多くのコンタミネーションが必要となる。本研究では、以下に示す条件の下で実験した。

- ・ 電子ビーム照射時のエミッション電流 (電子放出量) 値を増加する。
 - ・ 長時間、電子ビームを照射する。
- 試行錯誤的に最適固定条件を見いだした結果、電子ビーム加速電圧 5kV 、エミッション電流 $20\mu\text{A}$ の条件を得た。ここで、加速電圧は、プローブのチャージアップに起因した SEM 画像の不鮮明さを回避するため、通常の試料観察時のそれと同条件とした。なお、電子ビームを 20 万倍で 20 分照射している。CNT 捕獲時の SEM 画像を図8に示す。

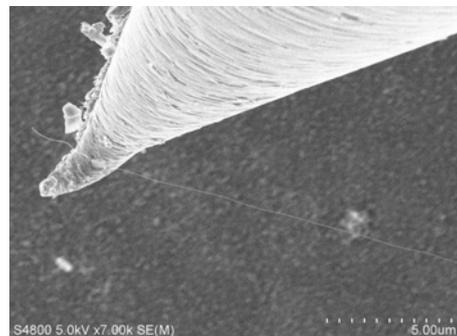


図8 プローブに捕獲されたCNTのSEM像

一方、プローブ上に CNT を捕獲固定した時点では、CNT の片側は基板上に未だ固定されている。このため、CNT を所望の位置に移

動かさせるには CNT の基板固定部を切断する必要がある。本研究では、電子ビームダメージによる切断方法を採用し、以下の条件で実験を行った。

- ・ 高倍率で長時間電子ビームを照射する。
- ・ エミッション電流を大きくする。

CNT の切断には、倍率 50 万倍(最高倍率)で 2~3 時間照射した。このとき、電子ビームの加速電圧およびエミッション電流値はそれぞれ 5kV, 10 μ A となった。CNT 切断時の SEM 画像を図 9 に示す。

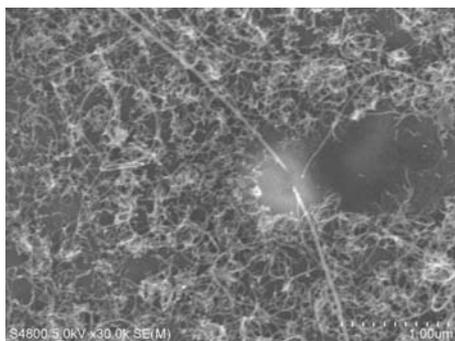


図 9 電子ビームで切断された CNT の SEM 像

(4) 【CNT 単体でのナノメカニクス特性評価】

本研究で新開発したナノ材料専用特性評価デバイス、および SEM 内ナノプローブマニピュレータシステムを用いて、多層 CNT 単体に対するナノ引張試験を実施し、同材料の機械的特性評価を試みた。

多層 CNT はアセチレンガスと水素ガスを用いた熱 CVD 法によって作製した。ここで、触媒金属には鉄ナノ粒子を内包したフェリチンナノ粒子を、基板にはシリコン酸化膜付きシリコン基板を用いた。基板上に形成された CNT をナノプローブで捕獲操作することで、ナノ材料専用特性評価 MEMS デバイス上に固定している。実験に用いた CNT は平均直径 51.3nm であり、基板上的 CNT 固定間長さ 17.1 μ m であった。固定後の CNT の SEM 像を図 10 に示す。

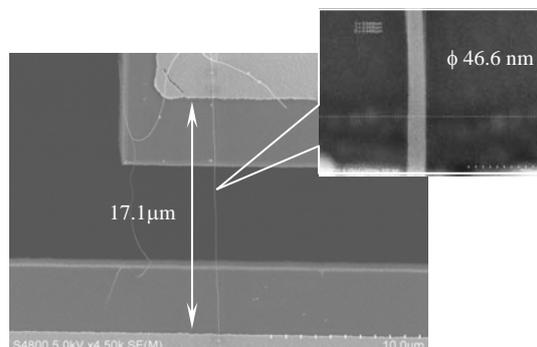


図 10 MEMS デバイス上の CNT の SEM 像

ナノ材料専用特性評価デバイスの静電アクチュエータに電圧を印加して、引張試験を

実施した。得られた応力-ひずみ線図を図 11 に示す。同図より、負荷開始からひずみ 0.5%まで応力はひずみに比例して増大し、その後 0.5%-0.8%の範囲では応力増分が見られなかった。さらに、0.8%以降で再び応力がひずみに比例して増大し、約 1.0%で破断に至った。また、CNT のヤング率は平均 598GPa となり、これまでに報告されている多層 CNT のそれとほぼ同等の値を示した。一方、破断後の CNT の SEM 像を図 12 に示す。同図より、明確な CNT 外層部の破断と、内層部の破断が認められる。このことから、応力-ひずみ線図で認められた、ひずみ 0.5%-0.8%の範囲での応力一定領域は、CNT の外層がまず破断して、見かけ上応力増加が一旦停止したことを意味していると考えられる。その後、内層部に引張荷重が作用したことにより、応力増加が再び生じ、最終的に内層部が完全に破断したと予想される。このような多層 CNT の外層破断はこれまでも報告されていたが、CNT 単体での応力応答として、直接的に高精度に観察されたものは、世界初と言っても過言ではない。

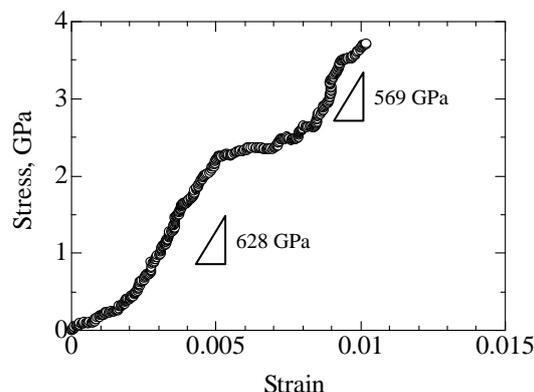


図 11 多層 CNT の応力-ひずみ線図

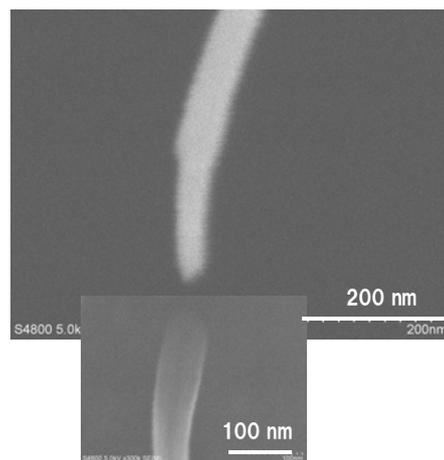


図 12 破断後の多層 CNT の SEM 像

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 1 件)

- ① Mario Kiuchi, Shinji Matsui, Yoshitada Isono, “Piezoresistance Effect of FIB Deposited Carbon Nanowires under Severe Strain”, Journal of Micromechanics and Microengineering, Institute of Physics, Vol.18, No.6, 2008, 065011(10pp), 査読有り

〔学会発表〕（計3件）

- ①Hyun-Jin Oh, Itsuo Hanasaki, Yoshitada Isono, Seung-Woo Han and Hak-Joo Lee, “Strain Rate Dependence of Mechanical Properties for Sub 100 nm-thick Au Film Using Electrostatically Actuated Nano Tensile Testing Device”, The 24th IEEE Int. Conf. on MEMS (MEMS 2011), 2011.1.25, Cancun, MEXICO

- ② Yoshitada Isono, “Experimental Nanomechanics for FIB-CVD Carbon Nanowires Using MEMS Devices”, The 5th International Symposium on Nanoscale Mechatronics & Manufacturing, 2010.8.20 Gyeonggi-do, Korea

- ③ 呉銜珍、磯野吉正、“MEMS機能デバイスによるナノ厚金薄膜の力学特性評価に関する研究”、日本機械学会関西支部第85期定時総会講演会、2010.3.16、神戸大学

〔図書〕（計0件）

6. 研究組織

(1) 研究代表者

磯野 吉正 (ISONO YOSHITADA)
神戸大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号：20257819

(2) 研究分担者

なし ()

研究者番号：

(3) 連携研究者

なし ()

研究者番号：