

機関番号：13901  
 研究種目：若手研究(B)  
 研究期間：2009～2010  
 課題番号：21760193  
 研究課題名(和文) テレスコピング・カーボンナノチューブを用いたナノアクチュエータに関する研究  
 研究課題名(英文) Telescoping Carbon Nanotube For Nano-actuator

研究代表者：  
 中島 正博 (Nakajima Masahiro)  
 名古屋大学・工学研究科・助教  
 研究者番号：80377837

研究成果の概要(和文)：現在，ボトムアップ的に作製された自己組織化・超分子によるナノ構造物とトップダウン的に作製された微細加工技術によるナノ構造物を一体化することで新たなナノデバイス(Nano Electro Mechanical System, NEMS)の創製が期待されている。

本研究では，透過型電子顕微鏡内においてナノマニピュレーションシステムに加熱現象により物理・化学反応を有効利用することで微細加工・組立技術を実現した新規ナノアセンブリシステムを構築する。本システムにより，透過型電子顕微鏡下でのその場操作により，任意の箇所が多層カーボンナノチューブの外層の一部を除去加工したテレスコピング・カーボンナノチューブを作製した。これにより，この内層コアを駆動させた新しいリニア・ナノアクチュエータの可能性を検証するための基礎研究を行った。

研究成果の概要(英文)：Recently, the Nano Electro Mechanical System (NEMS) are created with the nano-structures, which are fabricated by bottom-up (self-assembly, super-molecule, etc.) and top-down (photo-lithography etc.) techniques.

In this research, the nano-assembly system was realized by ultra-fine fabrication and assembly using heating effects inside Transmission Electron Microscope (TEM). The telescoping carbon nanotube, which is fabricated by peeling off its outer layer, was fabricated by in-situ nanomanipulation inside TEM. The purpose of this research is investigation of the possibility for the future linear nano-actuator with inner core of telescoping carbon nanotube.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,200,000	660,000	2,860,000
2010年度	1,300,000	390,000	1,690,000
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：マイクロ・ナノシステム工学

科研費の分科・細目：機械工学・知能機械学・機械システム

キーワード：カーボンナノチューブ，テレスコピング構造，ナノマニピュレーション，透過型電子顕微鏡，ナノアクチュエータ

#### 1. 研究開始当初の背景

現在，ボトムアップ的に作製された自己組織化・超分子によるナノ構造物とトップダウン的に作製された微細加工技術によるナノ構造物を一体化することで新たなナノデバイス(Nano Electro Mechanical System, NEMS)の創製が期待されている。ナノ構造物

の単一操作を実現したナノマニピュレーション技術により，これらのその場計測・加工・組み立てが可能となるため，新規ナノデバイスのラピッド・プロトタイピング環境として重要である。さらなるナノデバイスの高機能化，多機能化を実現するためには，ナノマニピュレーション技術に対してナノ物理

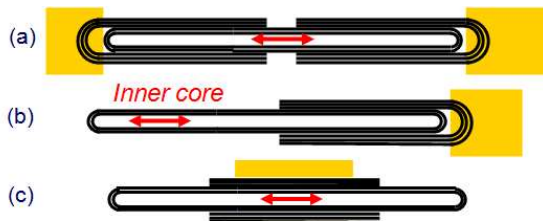


図1. テレスコピング・カーボンナノチューブ (a) 両端固定型, (b) 一端固定・一端開端型, (c) 両端開端型

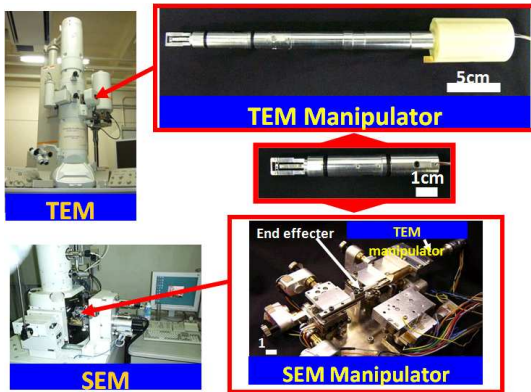


図2. ハイブリッド・ナノマニピュレーションシステム

学・ナノ材料学・ナノ化学からの知見を応用した高精度ナノ加工を実現したナノアセンブリシステムが求められる。

## 2. 研究の目的

本研究では、実時間観察可能な CCD カメラを備えた透過型電子顕微鏡下にナノマニピュレーションを組み込むことで、その場作製したテレスコピング・カーボンナノチューブの内層コアの駆動の様子を実時間で観察・評価することを目的とする。

このため、これまで構築してきた走査型電子顕微鏡下での多自由度・多プローブによる効率的な試料作製・試料位置決め環境と、作製した試料を透過型電子顕微鏡下に導入し原子レベルの高分解能により実時間環境下でその場計測・評価を実現したハイブリッド・ナノマニピュレーションシステムに、新たに加熱現象を利用することで、機械的な操作機構に加え、物理・化学的な反応を促進させ、テレスコピング・カーボンナノチューブを作製する。このテレスコピング・カーボンナノチューブの内層コアをナノマニピュレータにより駆動させ、再挿入時の挙動を透過型電子顕微鏡により実時間で高分解能観察する。また、テレスコピング・カーボンナノチューブの内層コアに導入された欠陥を加熱現象により修復する。

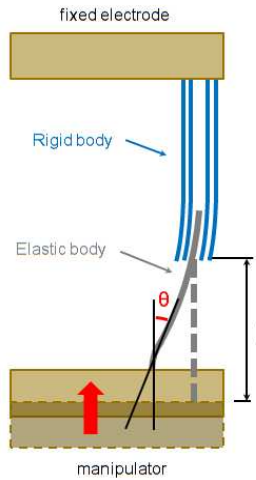


図5. 内層コアの再挿入

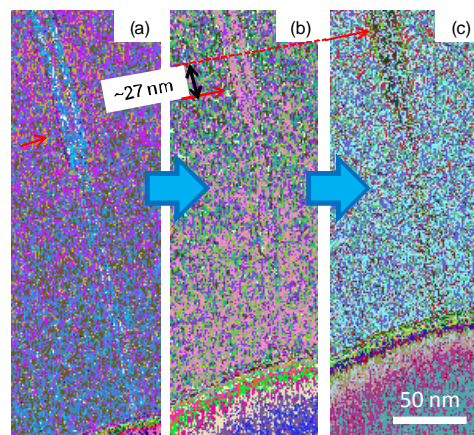


図6. 内層コアの再挿入実験結果

## 3. 研究の方法

テレスコピングナノチューブとは、図1に示すような多層カーボンナノチューブの外層の一部を除去加工して出来たナノ構造体である。カーボンナノチューブの層間距離は約 0.34 nm であることが知られているが、このように微細なナノ構造体を観察するためには、透過型電子顕微鏡が必要となる。

本研究では、これまで提案してきたハイブリッド・マニピュレーションシステムを基に、CCD カメラを備えた透過型電子顕微鏡用のナノマニピュレータを構築する。本マニピュレータは、走査型電子顕微鏡用ナノマニピュレータにも組み込むことができ、走査型電子顕微鏡内で効率的な試料作製・位置決めを行い、透過型電子顕微鏡内で実時間・高分解能での加工・計測・評価が実現される。

透過型電子顕微鏡用ナノマニピュレータにより、単一のカーボンナノチューブを操作し、加熱現象を利用することで、カーボンナノチューブを高精度に加工し、一端自由端型テレスコピング・カーボンナノチューブを作

製する。ナノマニピュレータを用いて、この内層コアを駆動させ、再挿入時における内層コアの挿入現象を透過型電子顕微鏡により高分解能計測・評価する。また、テレスコピング・カーボンナノチューブの内層に、ナノマニピュレータを用いて応力を印加し、結晶欠陥を導入し、加熱現象を利用することで、導入した欠陥を修復する。

#### 4. 研究成果

##### (1) ハイブリッド・ナノマニピュレーションシステム

CCD カメラを備えた透過型電子顕微鏡用として、新たな透過型電子顕微鏡用ナノマニピュレータを構築し、これまで構築した走査型・透過型電子顕微鏡用のハイブリッド型ナノマニピュレーションシステムを改良した(図2)。本システムでは、受動駆動試料ステージ上に試料を設置することで、透過型電子顕微鏡用ナノマニピュレータの作業範囲内に試料を位置決めすることが出来る。これにより、透過型電子顕微鏡内での試料を実時間・高分解能観察環境下で、その場加工・計測・評価が可能となる。

走査型電子顕微鏡内で、多層カーボンナノチューブ (Multi-walled Carbon Nanotube: MWNT) をバルク中から単一のカーボンナノチューブをピックアップするために、集束イオンビーム加工により作製したタングステンプロブ上に電子線誘起蒸着法 EBID (Electron Beam Induced Deposition) 法により固定することで行った。その後、多層カーボンナノチューブを固定したプロブと対向電極との距離を透過型電子顕微鏡用ナノマニピュレータの作動範囲内に受動駆動試料ステージを用いてセッティングすることで、透過型電子顕微鏡内でのナノマニピュレーションを行った。

##### (2) 電流印加による局所加熱を利用したテレスコピング・カーボンナノチューブの作製

内層コアの再挿入実験を行うためには、多層カーボンナノチューブをピーリング加工し、内層コアの露出したテレスコピングナノチューブを作製する必要がある。このために、接触抵抗を利用して、多層カーボンナノチューブの局所を加熱し、外層をピーリングする手法を用いた。

実験の手順を図3に示す。まず、透過型電子顕微鏡用ナノマニピュレータによって可動電極と固定電極に固定した多層カーボンナノチューブとを接触させる。その後、電圧を印加し、多層カーボンナノチューブに電流を流し、可動電極付近の外層シェルを除去加工する。

図4に透過型電子顕微鏡内で、ピーリング

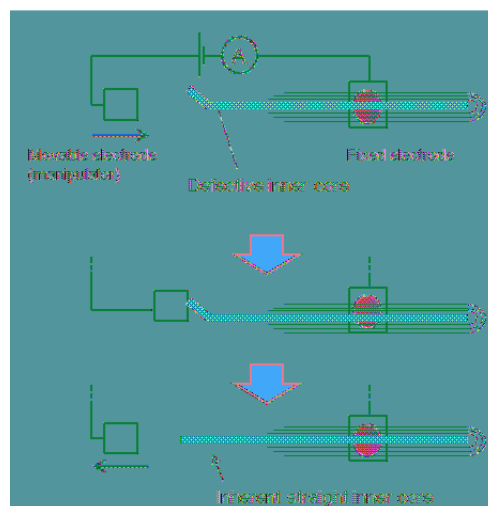


図7. 局所加熱によるテレスコピング・カーボンナノチューブの欠陥修復実験

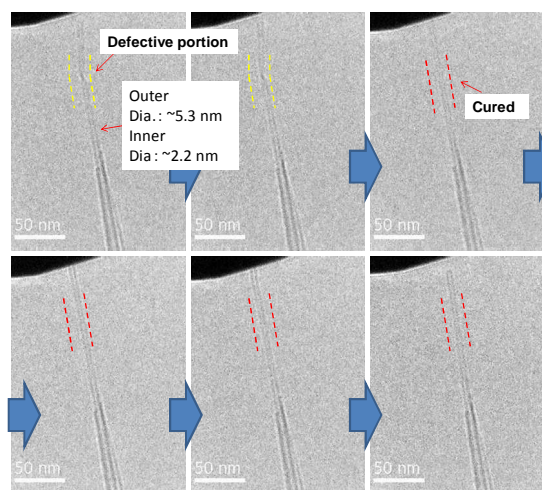


図8. 局所加熱によるテレスコピング・カーボンナノチューブの欠陥修復実験結果

加工した前後の多層カーボンナノチューブの実験結果を示す。図4(a)の状態から約2Vを印加することで、図4(b)に示すように先端付近が切断され、図1(b)のような片端開口のテレスコピング・カーボンナノチューブを作製することができた。

外層シェルの除去は段階的に行われる。初めは多層カーボンナノチューブに付着している堆積物が除去され、次に外層が幾層か除去される。その後、先端付近が切断される。これは、ジュール熱による温度上昇によって多層カーボンナノチューブを構成する炭素原子の酸化反応が生じ、結合が解除されるためである。また、可動電極付近が除去されるのは可動電極と多層カーボンナノチューブは弱い接触状態であるため、可動電極付近の電気抵抗が高いためである。

##### (3) 内層コアの再挿入実験

加工したテレスコピング・カーボンナノチ

ューブの内層コアをナノマニピュレータにより駆動させ、引き出した後に再挿入を行った。実験の模式図を図5に示す。

内層コアの再挿入実験の実験結果を図6に示す。矢印は外層シェル内の内層コアの先端位置を示している。まず、接着された内層コアを約150 nm引き出した(図6(a))。このとき内層コアは滑らかに引き出された。その後内層コアを再挿入させようと押し込んだが滑らかに挿入されず、たわみが生じた。その後も押し続けたところ、図6(b)のように、たわみが大きくなった後、図6(c)のように内層コアが瞬間的に約27 nm再挿入された。この再挿入は、CCDの映像取得間隔(約100 ms)より短い時間で行われ、引出しのときのような滑らかな動きとは異なっていた。この結果は、従来までの内層コアの再挿入現象の報告と異なる新しい現象であった。

(4) 電流印加による局所加熱を利用したテレスコピング・カーボンナノチューブの欠陥修復実験

作製したテレスコピング・カーボンナノチューブの内層コアに、ナノマニピュレータを用いて応力を加え、曲げ変形を加えて機械的に結晶欠陥を導入する。そして、この内層コアに電流印加することで加熱させ、欠陥修復を行う実験を行った。実験手順の模式図を図7に示す。

内層コアの欠陥修復実験の結果を図8に示す。透過型電子顕微鏡下において、欠陥により曲げ変形を有していたテレスコピングナノチューブの内層コアが、電流を印加することで、結晶欠陥が修復され、曲げ変形が修復され、真っ直ぐな状態に修復されることが分かった。

今後は、この欠陥修復の有効性を機械的(摩擦特性など)・電氣的(導電性など)な特性から評価・検証していく方針である。

## 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)

[学会発表] (計3件)

- ① Yasuhito Ode, Masahiro Nakajima, Zhan Yang, Yahachi Saito, Toshio Fukuda, "In-situ TEM Investigation of Stepping Motion of Telescoping Carbon Nanotube", 2010 IEEE/SICE International Symposium on System Integration (SII 2010), 2010/12/21, Kawauchi Hagi Hall, Tohoku University
- ② 尾出康人, 中島正博, 楊湛(名大), 齋藤弥八, 福田敏男, "テレスコピングナノチューブの内層コアのステッピングモ

ーション", 第11回 計測自動制御学会システムインテグレーション部門講演会(SI 2010), 2010年12月25日, 東北大学 川内キャンパス

- ③ Masahiro Nakajima, Yasuhito Ode, Yahachi Saito, and Toshio Fukuda, "Quick Repairing of Defects inside Telescoping Multi-walled Carbon Nanotubes using Contact Resistance", 11th IEEE International Conference on Nanotechnology (IEEE-Nano 2011), Accepted, August 15-18, 2011, Portland, USA

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

中島 正博 (NAKAJIMA MASAHIRO)  
名古屋大学・大学院工学研究科・助教  
研究者番号: 80377837

### (2) 研究分担者 なし

### (3) 連携研究者 なし