

## 論文の内容の要旨

論文題目     マイクロ・ナノメカニカル構造の機械的特性評価に関する研究

氏名     野中 啓一郎

微小な電気要素と機械要素を一つの基板上に組み込んだマイクロ・ナノ電気機械システム (MEMS/NEMS) への注目が高まっている。しかし、マイクロ・ナノメカニカル構造の機械的特性は、バルク材とは異なる特性を示すことが報告されており、その特性を明らかにするための有効な評価手法が求められている。本研究では、マイクロ・ナノメカニカル構造の機械的特性評価手法の確立とその特性の解明を念頭に、熱雑音によって励起される機械振動（熱励起機械振動）の振動特性にもとづく機械的特性評価手法の構築と、走査電子顕微鏡 (SEM) による振動測定手法の確立を目指す。

具体的な材料特性として、特に MEMS/NEMS に重要なヤング率、密度、 $Q$  値を評価対象とする。これらの特性が、理論的に構造体の熱励起機械振動に対する振幅と共振曲線（共振周波数、 $Q$  値）から推定できることを示すとともに、マイクロ・ナノメカニカル構造における熱励起機械振動の振幅と共振曲線を簡便かつ効率的に測定できる手法として、SEM による振動測定手法を提案する。提案した機械的特性評価手法の妥当性と有用性を確認するために、集束イオンビーム化学気相成長法 (FIB-CVD) によって作製したナノメカニカル構造の機械的特性を提案した手法により評価した結果、従来の評価方法と同等の結果を得ることができた。さらに、FIB-CVD で作製した構造体の成長特性にもとづく不均質性を考慮することにより、詳細な構造解析結果と機械的特性を解明するための指針を得た。

以下に、具体的な検討内容を記す。

### (1) 機械的特性評価手法の基本原理

マイクロ・ナノメカニカル構造に対して連続体モデルを適用すると、梁構造のばね定数はヤング率と形状によって記述することができ、共振周波数はヤング率、密度と形状によって記述することができる。一方、熱励起機械振動の振幅は構造体のばね定数によって記述できる。したがって、構造体の熱励起機械振動において、振幅と共振曲線を測定することにより、ヤング率、密度、 $Q$  値の評価が可能となる。

マイクロ・ナノメカニカル構造の熱励起機械振動に対する振幅は pm から nm オーダーであり、共振周波数は kHz から GHz オーダーに達する。本研究では、サブ nm 程度の振幅と MHz オーダーの共振周波数を有する構造体の振動測定を目標とし、サブ nm の分解能を持つ SEM による振動測定手法を提案する。振動測定の主な目的は機械的特性評価であり、SEM を用いる最大の利

点は、定量的な振幅測定と共振曲線の測定だけでなく、構造の観察、形状の測定、容易なアライメントなど、構造体の機械的特性評価に要求される操作が一つの装置で実現できることである。

定量的な振幅評価を実現するために、振動している構造体の SEM 像におけるグレイ値プロファイルを利用した。このプロファイルを振動していない構造体のグレイ値プロファイル  $I_0(y)$  と平均確率振幅とのたたみ込み積分によってモデル化すると、 $I_0(y)$  を求めることにより振幅が評価できる。従来の研究では、 $I_0(y)$  を振動の影響が小さい固定端近傍のプロファイルで代用していた。しかし、この方法では振幅評価箇所と固定端近傍で梁の大きさが異なる場合には適用できないといった問題点がある。ナノメカニカル構造では、構造体の寸法誤差が振幅のオーダーと同程度であることが予想され、高精度な振幅測定を実現するためには  $I_0(y)$  を固定端近傍のプロファイルで代用する手法は適用できない。本研究では、 $I_0(y)$  を電子顕微鏡の像形成原理にもとづいたモデル化をおこない、構造体の大きさを反映したグレイ値プロファイルを使用することによって、上記の問題点を解決する。

## (2) カーボンナノピラーの機械的特性評価

提案した機械的特性評価手法を適用するために、FIB-CVD によりナノメカニカル構造を作製した。FIB-CVD は三次元ナノ構造体を選択的に作製できる手法であり、NEMS 作製技術の一つとして期待されている。しかし、作製条件による機械的特性の変化が指摘されており、所望のデバイスを作製するためには機械的特性の解明が必要不可欠である。

測定試料として、FIB-CVD の成長時間のみを変えることにより、成長高さの異なるカーボンナノピラーを作製した。作製したピラーの成長高さは  $1.6\text{--}34.5\ \mu\text{m}$  であり、根元における直径は成長高さによらず  $110\ \text{nm}$  程度であった。

振幅評価に使用したピラー先端の SEM 像とグレイ値プロファイルを図 1 に示す。SEM 像の撮影は室温下においておこなった。高さ  $21.7\ \mu\text{m}$  のピラー先端画像に着目すると、高さに垂直な方向のエッジに比べて高さ方向のエッジは大きくぼけていることがわかる。このことから、エッジのぼけはフォーカスの影響ではなく、振動によるものであると判断できる。一方、 $1.6\ \mu\text{m}$  のピラー先端画像では、高さ方向のエッジでもほとんどぼけていない。ピラーが短くなるとばね定数が大きくなり、振幅が小さくなることから、振動の影響が画像にほとんど現れていないと考えられる。エッジにおけるグレイ値プロファイルの傾きを比較すると、 $21.7\ \mu\text{m}$  のピラーは傾きが小さく、 $1.6\ \mu\text{m}$  のピラーは傾きが大きい。この傾きはエッジのぼけ具合、すなわち振幅に対応しており、振幅の定量的な評価に応用できる。これらの結果から、SEM による熱励起機械振動の観察が可能であることが示された。

図 1 に示したカーボンナノピラーの熱励起機械振動の振幅と共振周波数を測定すると、振幅はサブ nm から数 nm であり、共振周波数は数百 kHz から数 MHz であった。振幅はグレイ値プロファイルによる振幅評価手法から決定した。共振周波数は、SEM の電子ビームをスポットモードに設定し、振幅が最大となるピラー先端のエッジ部にビームを照射するとき発生する二次電子信号をスペクトラムアナライザで解析することにより測定した。SEM (分解能:  $0.6\ \text{nm}$ ) によ

る熱励起機械振動の測定において、サブ nm の振幅と数 MHz の共振周波数を測定できることを明らかにした。

測定した振幅と共振周波数からヤング率と密度を推定すると、ヤング率は 51 から 78 GPa であり、密度は 2500 から 3500 kg/m<sup>3</sup> であった。これらの値は、従来の研究において、引張試験や曲げ試験などで評価したヤング率と密度と同等な値を示すことが確認できた。以上の検討により、熱励起機械振動特性にもとづく機械的特性評価手法とグレイ値プロファイルによる振幅評価手法の妥当性を示すことができた。

### (3) カーボンナノピラーの構造解析

FIB-CVD で作製したカーボンナノピラーのヤング率と密度は、成長高さによって変化することが(2)の結果より明らかとなった。この主な原因として、FIB のイオン源である Ga<sup>+</sup>が構造体の中に取り込まれることが考えられる。また、ピラーの高さ方向の成長速度は一定とならず、高さが高くなるにつれて成長速度は減少する。したがって、ピラーに取り込まれるガリウムの量が高さ方向に変化し、高さが高くなるにつれてガリウムの濃度が濃くなる。

高さ方向のガリウム濃度の変化は、FIB の電流値とピラーの成長速度によって表すことが可能である。この濃度変化をもとに、カーボンの密度を仮定すると高さ方向の密度変化を定量的に計算することができる。一方、ヤング率に関しては、ガリウムの体積分率によってモデル化できることが予想される。具体的なモデルについては、実験結果から予想すると、ガリウムの体積分率が増加するとヤング率が減少するモデルの適用が考えられる。

ヤング率、密度、形状が高さ方向に変化する場合、ばね定数や共振周波数は均質で一様な梁構造の関係式では正しく評価することができない。そのため、振動解析においても、高さ方向の不均質性を考慮した評価が必要となる。本研究では、レイリー・リッツ法を適用することにより、不均質非一様梁の振動解析をおこなった。

以上の検討により、カーボンナノピラーに含まれるカーボンのヤング率と密度の定量化を可能とした。このような複合材料においても、振動特性にもとづく機械的特性評価手法は有効であり、内部構造に由来するモデル化と組み合わせることにより、ナノメカニカル構造の機械的特性を解明するツールとして応用が期待される。

以上の検討結果を総合的に考察することにより、提案した機械的特性評価手法が、直径 100 nm 程度のカーボンナノピラーだけでなく、さらに小さなサイズの構造体や、カーボンナノチューブのように非常に高いヤング率を有する材料へ適用可能であるか否かについて議論するとともに、NEMS 応用の観点から、FIB-CVD とナノメカニカル要素としてのカーボンナノピラーの可能性について議論した。

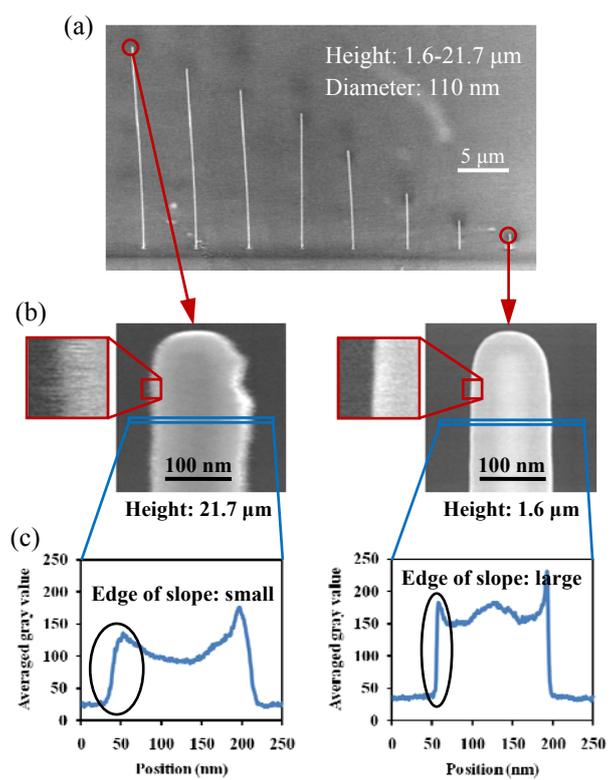


図 1 室温下における熱励起機械振動の観察. (a) FIB-CVD で作製したカーボンナノパイラーの SEM 像 (1500 倍). (b) カーボンナノパイラー先端の SEM 像 (150,000 倍) とエッジ近傍の拡大像. (c) パイラー先端の SEM 像におけるグレイ値プロファイル