

# 荷電粒子線とナノ操作を利用した極限反応場での 非平衡ナノ構造の形成と物性計測

葛巻 徹\*<sup>1</sup>

## Creation and Characterization of Non-Equilibrium Nanostructured Materials Using Charged Particle Beam Irradiation and Nanoprobe Manipulation

by

Toru KUZUMAKI\*<sup>1</sup>

### Abstract

Recently, development of nanoscale materials such as carbon nanotubes is increasingly being carried out. In the development of nano-materials, characterization of mechanical or electrical properties is important as well as nano-structural observations. For characterization of nano-materials, new materials testing systems are required to replace conventional testing systems. An aim of this study is the development of a nano-materials testing system to use in a transmission electron microscope. In this study, we focused on the development of the force detection system fixed on the testing system. The results of tensile tests of aluminum foils showed tensile strengths of 80 to 120 MPa and Young's modulus of 20 to 40 GPa. The results demonstrated that the testing system functions as a tensile testing machine.

**Keywords:** Nano-materials testing system, TEM, FIB, Carbon nanotube

### 1. はじめに

近年の微細加工技術はデバイス構造を極限まで集積化することを狙い、情報技術分野のみならず医療分野へもその適用範囲を広げている<sup>1)</sup>。しかしながら、素材そのものやデバイスが原子の数で表現できるほどにまで微小化してくるとそこで我々は新たな課題に直面する。ナノスケール領域での材料評価がそれである。本研究では、ナノスケールの各種材料の構造と物性との関係の評価するため、透過型電子顕微鏡(TEM)や集束イオンビーム加工観察装置(FIB)で利用可能な多目的材料試験用試料ホルダーの開発に取り組んでいる<sup>2-4)</sup>。これにより、従来、微細組織の観察・加工が主な役割であったTEMやFIBを微細組織観察及び加工が可能な万能型材料試験機として機能させることが可能となる。今回は、試料ホルダー本体及び引張・圧縮試験時の荷重検出に重要な応力検出機構の作製と試験機としての性能評価実験について報告する。

### 2. 実験の概要

#### 2.1 試料ホルダーの作製

本試料ホルダーは、本学所有のTEM(HF-2200, 日立製作所製)およびFIB(FB-2000A, 日立製作所製)で使用するこ

とを想定し設計、製作した。本ホルダーは固定ステージとモーター及び圧電素子駆動による移動ステージで構成され、両ステージ間は電気的に絶縁されている。移動ステージ側に歪みゲージを貼り付けた板バネを装着し、試料に負荷を与えた時に生じる板バネのたわみを電気信号として検出し、荷重計測を行う。本ホルダーでは荷重計測の



Fig. 1 Multi-functional materials testing specimen holder.

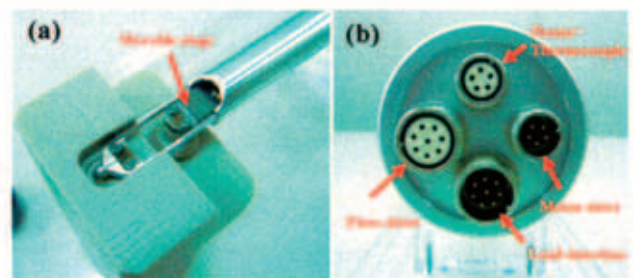


Fig. 2 Holder tip (a) and various terminals (b).

\*1 工学部材料科学科専任講師

他、両ステージ間に電位差を与えることによる試料の電気的特性の評価及び抵抗加熱による試料の加熱(約1273K)も可能である。Fig. 1 に本試料ホルダーの外観写真を示す。Fig. 2 にホルダー先端部と各種端子部を示す。

## 2.2 荷重検出部の作製

荷重検出部の作製において最も重要な点は、板バネの作製である。一般的なバネ材料数種類について検討したが、本試験装置の使用環境がTEMやFIB等の高真空中であることから、材料としてガスの放出が少ないこと、引張強さ及び耐摩耗性に優れること、さらに、加工性、コストなどを考慮してリン青銅を選択した。板バネの厚さの設定は荷重検出機構の性能及び移動ステージの剛性に関わる重要な項目である。本研究では両者のバランスを考慮して、板厚0.3mmと設定した。板バネの両面に歪みゲージを合計4枚貼り付け、板バネに生じるたわみを電気信号として検出し、歪みゲージセンサー(KYOWA PCD-300B)を介してデジタルデータとして記録する方式を構築した。

## 2.3 荷重校正

0.01~1 Nの重りを用いて荷重検出機構の実荷重校正を行った。0.01~1 Nの荷重校正用の重りは電子天秤を使用して小数点以下5桁で調整した。荷重校正時の計測はデータ取り込み周波数5kHzで計測した。

## 2.3 引張試験

本研究で作製したホルダーの引張試験機としての機能を確認するため、アルミニウム(Al, 純度99.5%, 厚さ約10  $\mu$ m)の箔状試料を標準試料として用いた。JIS規格K-7113型1号試験片に準拠した形状の試験片を作製した。引張速度は10  $\mu$ m/secとし室温で引張試験を行った。

## 3. 結果及び考察

荷重校正で得られた歪みと荷重との関係をFig. 3に示す。最小二乗法による近似線は $Y=1.4X$ であった。このデータを基に、0.01 Nより微少な荷重は外挿して求めた。本ホルダーにAl試料を取り付け、引張試験を行った。Fig. 4(a), (b)に引張試験前後のホルダー先端部の写真を示す。Al試料は適正な位置で破断していることが確認できる。Fig. 5に応力-歪み線図の一例を示した。引張強度は約80~120 MPa, ヤング率は約20~40 GPaの値を得た。ヤング率は文献値と比較して小さい値を示したが、本ホルダーが試験機として機能していることが確認できた。本実験

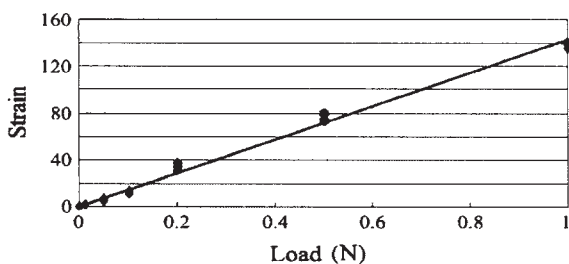


Fig. 3 Load-strain diagram

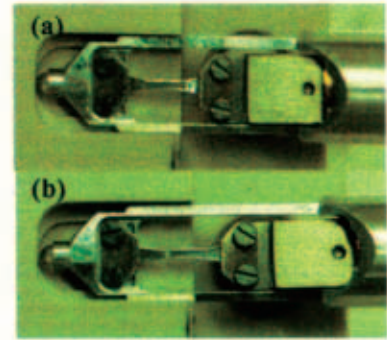


Fig. 4 Aluminum specimen before (a) and after (b) tensile test

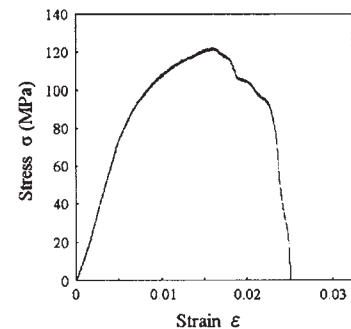


Fig. 5 Stress-strain diagram of aluminum

から、微小サイズ試料の機械的性質の評価は、試料のサイズ効果や欠陥の影響、また、試料の取り付けに十分注意する必要があることが示唆された。今後は応力検出部の改良やTEM・FIB内で材料試験を実施するためのナノ材料計測システムの最適化へと研究展開する予定である。

## 謝辞

本研究の一部は、2008年度学部等研究教育補助金、学校法人東海大学 総合研究機構 研究奨励補助金及び科学研究補助金(課題番号 21560755)の援助を得て行われた。心より謝意を表す。

## 参考文献

- 1) 飯島澄男, 遠藤守信「ナノカーボンハンドブック」エヌティーエス (平成19年)
- 2) T. Kuzumaki, H. Sawada, H. Ichinose, Y. Horiiike, T. Kizuka: Selective processing of individual carbon nanotubes using dual nanomanipulator installed in transmission electron microscope, *Appl. Phys. Lett.* **79**(2001)4580
- 3) T. Kuzumaki, Y. Mitsuda: Nanoscale mechanics of carbon nanotube evaluated by nanoprobe manipulation in transmission electron microscope, *Jpn. J. Appl. Phys.* **45**(2006)346
- 4) T. Kuzumaki, Y. Mitsuda: Characterization of carbon nanotubes by nanoprobe manipulation in transmission electron microscope, *Diam. and Relat. Mater.* **17**(2008)615