

カーボンナノチューブプローブ及び電子線スプリッターの開発

早乙女 秀丸* 川上 辰男** 清水 哲夫***

1. はじめに

現在、カーボンナノチューブ（以下 CNT）は電子線を利用して基板に取り付けているが、完全に固定できないため導電性などが悪く、プローブなどに使用するためにはカーボン膜で接合部を補強する必要がある。この補強を行えるのは微小領域にカーボンを製膜できる集束イオンビーム加工観察装置（以下 FIB）だけであるが、次のような問題点がある。

- ・CNT へ長時間 FIB ビームを照射すると図 1 ②のように変形し塊になる。
- ・カーボンデポ時に噴射されるガスで仮付けした CNT が飛散する。

よって、導電性と強度を持たせた状態で CNT を曲げずに基板に固定するためには、CNT 固定方法の改善と FIB ビーム条件を検討する必要がある。

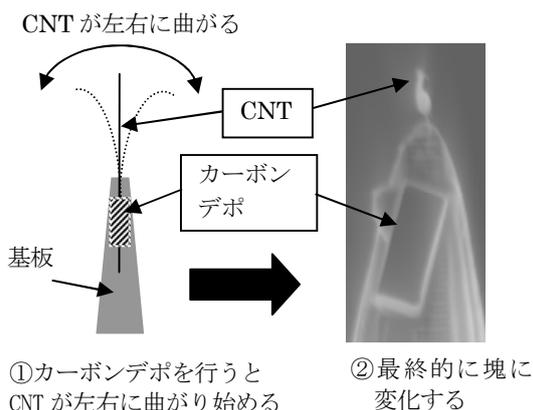


図 1 CNT が曲がる過程

2. 目的

本研究では、マイクロマニピュレータと FIB を使用した CNT 固定方法の条件出しを目的とし、超微細配線を測定可能にする CNT プローブと、微小領域の電場や磁場の变化などを観察可能にする電子線スプリッターの開発を行う。

3. 研究内容

3.1 実験サンプルの製作

FIBによる固定実験のためには、CNTを仮固定したサンプルが必要であり、マニピュレータを使用し下記の方法で作成した。

- ①CNTの塊からまっすぐに伸びた一本を探す。
- ②マニピュレータを使用し基板（タングステンプローブ）を近づける。
- ③CNTと基板が接している部分に電子線（EB）を当て仮付けする。
- ④基板を動かす、CNTを塊から引き抜く。

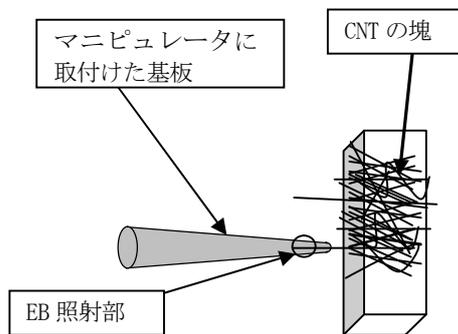


図 2 仮付け方法

3.2 FIBを使用したCNT固定方法の検討

CNT へのビーム影響を減らすため、カーボンデポ条件出しと FIB に搭載されている試料取出用プローブ（図 3）の活用について、検討した。

カーボンデポについては、必要最低限で済むように、最小製膜可能サイズの条件出しを行った。

試料取出用プローブについては、FIB ビームとデポ用ガスの影響を抑えるため方法に活用できるか検討した。



図 3 試料取出用プローブ

3.3 電子線スプリッターの検討

電子線スプリッターの性能を向上させるには、電子線を分割する部品の直径を小さくすることが重要である。ナノマニピュレーション法によって一本のCNTを金属電極間に架橋することは可能になっている。

しかし、克服しなければならない重要な要素技術は、電極材料とCNTとの接点の機械的強度の向上および良好な電気的接点の作製である。

4. 研究結果と考察

4.1 CNT の仮付けサンプル

固定実験に向け、図 4 のようなサンプルを 4 つ作成した。

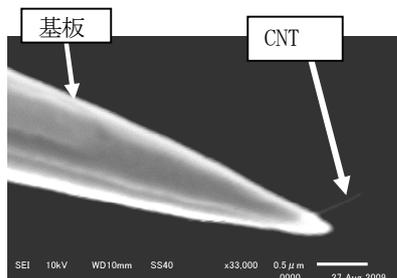


図 4 仮付けサンプル

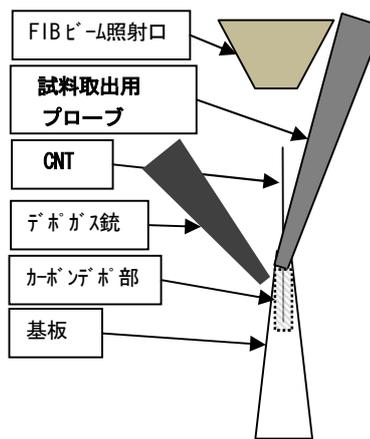


図 5 固定方法

4.2 カーボンデポの条件出し

カーボンデポの条件出し結果が表 1 である。③までのサイズについては寸法通り製膜が行えたが、④⑤ではうまく製膜できなかつた。このことから、最小の条件は③と④の間にあると考えられ、これらの中間サイズである⑥ (0.5×0.2μm) で実験を行った。その結果、寸法通りの良好な膜ができ、よって今回の実験では⑥の条件で行うことにした。

表 1 カーボンデポ条件

| | 使用 ビーム | 面積 (μm) | 時間 (min) | 結果 |
|---|-----------|------------|-------------|--|
| ① | 40-0-40 | 2.0×0.6 | 2 | 良好 |
| ② | 40-0-5 | 1.0×0.5 | 2 | 良好 |
| ③ | 40-0-5 | 0.5×0.5 | 2 | 良好 |
| ④ | 40-0-5 | 0.2×0.2 | 1 | 膜の縁が 少し崩れた |
| ⑤ | 40-0-5 | 0.1×0.1 | 1 | 0.15×0.15μm と指定サイズ より大きくな った。 |
| ⑥ | 40-0-5 | 0.5×0.2 | 2 | 良好 |

※使用ビームの説明：

XX-Y-ZZ【XX:加速電圧, Y:Mode (0:観察,
1:加工), ZZ:アパーチャー径】

4.3 試料取出用プローブの活用について

FIB ビームによる CNT の変形とデポ用ガスによる飛散を抑えるために、図 5 のように試料取出用プローブを活用した対策を行うことにした。

具体的には、CNT を試料取出用プローブで軽く押え、デポを行った際 CNT が飛ばないようにしている。また CNT が試料取出用プローブの陰に入るように配置しており、FIB ビームが CNT になるべく当たらないようにしている。

4.4 FIB を使用した CNT 固定実験

4.2 の結果をもとに、カーボンデポは 40-0-5 のビームで 0.5×0.2μm のサイズとした。デポ時間については、導電性確保の観点からカーボン膜の厚みを増すため、3分にした。また、4.3 の検討結果から図 5 の配置で固定を行った。

表 2 は実験の結果を示す。主な失敗の原因は、②は CNT の押し付け力の不足、③は CNT を試料取出用プローブで位置関係の不備のためうまく固定できなかつた。

そこで④では、押し付け力を強化するため CNT と試料取出用プローブが接触した後、少し押し込んだ。また CNT と試料取出用プローブが完全に重なるように仮付けサンプルを回転させた。その結果、図 7 のように CNT が曲がりつつも固定できた。

表 2 固定実験の結果

| | デポ条件 | | | 結果 |
|---|-----------|------------|-------------|------------------------|
| | 使用 ビーム | 面積 (μm) | 時間 (min) | |
| ① | - | - | - | FIB に入れた時点で CNT がなかつた。 |
| ② | 40-0-5 | 0.5×0.2 | 3 | カーボンデポで CNT が飛んだ。 |
| ③ | 40-0-5 | 0.5×0.2 | 3 | CNT が塊になつた。 |
| ④ | 40-0-5 | 0.5×0.2 | 3 | 曲がっているものの固定に成功。 |

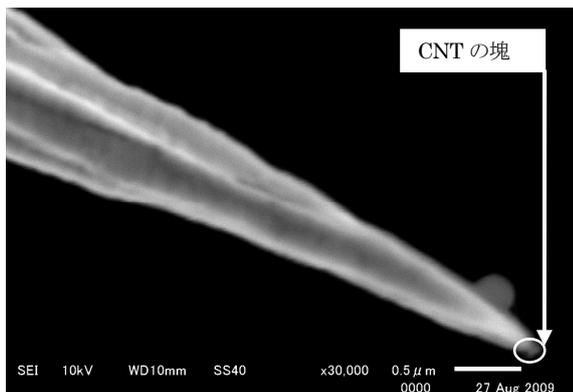


図 6 失敗例 (表 2③)

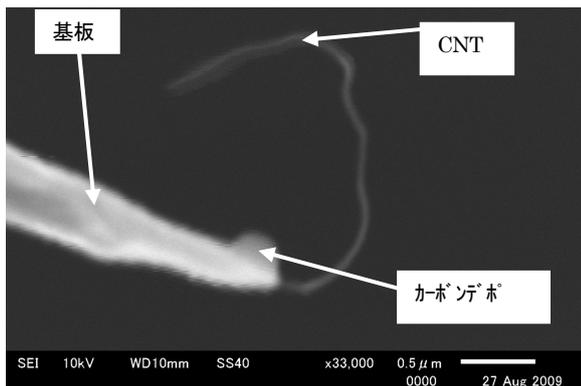


図 7 成功例 (表 2④)

4.5 電子線スプリッターの製作について

マイクロメータの空隙をもつ金属電極間に CNT を架橋することには成功した。また電極と CNT との接合部分を FIB によりに固定することができた (図 8)。固定した試料について移動等 (センターから産総研) を行い衝撃を与えたが、CNT が外れたり、消失していることはなかった。電気的接点については、個体差が大きく今後もその向上について検討していく必要がある。

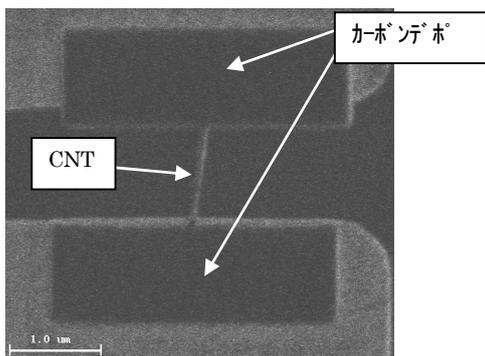


図 8 CNT 架線結果

※ 図 8 のデポ条件 : 40-0-20 で $1 \times 3 \mu\text{m}$ の範囲に 3 分間

5. まとめ

5.1 CNT プローブについて

FIB に搭載されている試料取出用プローブでカーボンデポを行わない CNT の先端部分を隠しつつ、CNT を軽く押し付けることで片持ち状態での固定に成功した。しかし、CNT を真っ直ぐに付けることはできておらず、また詳細な加工条件までを突き詰めることはできなかった。特に、安定的に CNT を固定するためには、CNT の押しつけ力や CNT と試料取出用プローブの位置関係などの条件を調べていく必要がある。

また、プローブとして使用するためには電気的な特性や強度を測定して行く必要があり、まだ実用化には課題が多いと思われる。

5.2 電子線スプリッター

CNT をマイクロメータの空隙をもつ金属電極間に架橋し、CNT 接合部分にカーボンデポを行い固定することに成功した。しかし、電気的接点については個体差が大きく、デポサイズや膜厚を検討する必要がある。また、今回は FIB を用いて基板を準備するまでにはいたらなかった事から、基板などの加工について検討していく必要がある。

6. 今後の課題

今後の課題として、CNT の安全性にも目を向けていく必要があると思われる。現在各地で CNT の安全性について研究が行われているが、その中には健康被害をおよぼす可能性があるという報告がある。

まだ、危険であるという判定がされたわけではないが、最悪な事態も注意して研究を行う必要があると思われる。また、製品化を行う上でも CNT が飛散しない方法などを検討して行く必要がある。