

修士論文

# Ru と RuO<sub>2</sub> のナノ摩擦現象の TEM 観測

TEM observation of nanoscale friction of Ru and RuO<sub>2</sub>

指導教員 藤田 博之 教授  
東京大学 生産技術研究所  
マイクロメカトロニクス国際研究センター

東京大学大学院  
工学系研究科 電気系工学専攻  
37-126447  
赤尾 拓朗  
2014年2月6日提出

# 目次

## 第1章 序論

- 1 マルチプローブアレイデバイス . . . . 1
- 2 マルチプローブアレイデバイス実現に必要なこと . . . . 3
- 3 MEMS を用いたアプローチ . . . . 3
- 4 本研究の目的・意義 . . . . 4
- 5 本論文の構成 . . . . 5

## 第2章 MEMS-in-TEM

- 1 はじめに . . . . 7
- 2 MEMS-in-TEM の実験系 . . . . 7
- 3 MEMS 対向探針の駆動原理 . . . . 9
- 4 MEMS デバイスの作製 . . . . 11
- 5 Ru のスパッタリングと RuO<sub>2</sub> の RIE . . . . 13
  - － 5.1 Ru の成膜 . . . . 13
  - － 5.2 RuO<sub>2</sub> の成膜 . . . . 15
- 6 まとめ . . . . 16

## 第3章 Ru の摺動実験

- 1 はじめに . . . . 17
- 2 Ru 探針の観察手順 . . . . 17
- 3 Ru の摺動実験 . . . . 18
  - － Ru の堆積の確認 . . . . 18
  - － Ru の摺動実験 . . . . 20
- 4 Ru の摺動実験の結果 . . . . 22
  - － Ru の摺動の摩擦力の計算方法 . . . . 22
  - － Ru の摩擦力 . . . . 24
- 5 Ru 接触部分の電気特性 . . . . 25
  - － 電気特性の計測方法 . . . . 25
  - － 電気特性の計測結果 . . . . 26
- 6 まとめ . . . . 31

## 第4章 RuO<sub>2</sub> の摺動実験

- 1 はじめに . . . . 32

2	RuO <sub>2</sub> 探針の観察	・・・ 32
3	RuO <sub>2</sub> の摺動実験	・・・ 32
	– RuO <sub>2</sub> の堆積の確認	・・・ 32
	– RuO <sub>2</sub> の摺動実験	・・・ 33
4	RuO <sub>2</sub> の摺動実験の結果	・・・ 35
5	RuO <sub>2</sub> の押し込み摺動実験	・・・ 37
6	RuO <sub>2</sub> 接触部分の電気特性	・・・ 40
7	まとめ	・・・ 42
<b>第 5 章 結論</b>		
1	まとめ	・・・ 43
参考文献		・・・ 45
本研究に関する発表		・・・ 46
謝辞		・・・ 47

## 第1章 序論

### 1.1 マルチプローブアレイデバイス

将来のユビキタス社会を作り上げていくのには、情報処理技術の高度化が必要不可欠である。その中で半導体回路の微細化や高密度データ記録技術はその核となる技術の1つである。しかしながら、現在、それらの技術的限界が示唆されている。[1] この打開策の1つとして、ナノスケールの微細先端を有するプローブをアレイ化した、マルチプローブアレイデバイスが盛んに研究されている。(図 1.1)

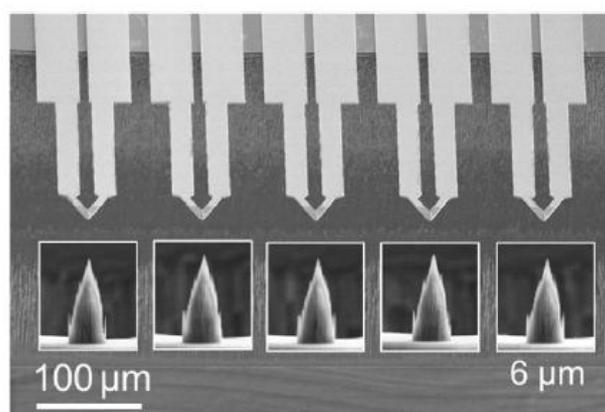


図 1.1 An SEM image of the heated AFM cantilever array with UNCD tips [2]

このデバイスでは基板表面に、各プローブ先端を接触させながら動かし、その摺動接点から微小電流を印加することで、光学リソグラフィを凌駕する微小パターンの描画を行うプローブリソグラフィ、あるいは、超高密度に情報を記録・再生したりすることが可能となるプローブメモリが可能になると考えられている。[2,3] プローブリソグラフィについては、既存の半導体露光装置や EB 装置に比べて、非常に低価格でかつ同等以上の微小な線幅で描画をできることが期待されている。[4,5] また、プローブメモリについては、特に強誘電体記録方式について盛んに研究がなされており、強誘電体記録方式を用いることで、記録密度  $1\text{Tbit}/\text{inch}^2$  での記録再生に成功したことが記録されている。[3]

ここでまず、マルチプローブアレイデバイスの歴史に触れておく。マルチプローブアレイデバイスは、Minne、Quate らが 1996 年に 2 本のプローブの並列描写を実現したことから始まった。[6] 彼らのグループは翌々年の 1998 年に、 $1\text{cm}$  四方の正方形の中に、50 本のプローブでの並列描写を成功させた。(図 1.2)[7] この事が現在のマルチプローブアレイデバイスの礎となっている。更に、角嶋、藤田らの考案した、MEMS 技術を用いた、マルチプローブアレイデバイスを一括で作製するプロセスによって、マルチプローブアレイデバ

イスの研究は更に進んでいった。[8] 現在では、20本の並列描写を実現する描画装置が住友精密工業（株）から商品化されており、NanoInk社からは55000本に及ぶマルチプローブアレイでの並列 Dip Pen Nanolithography についても報告されている。[9]

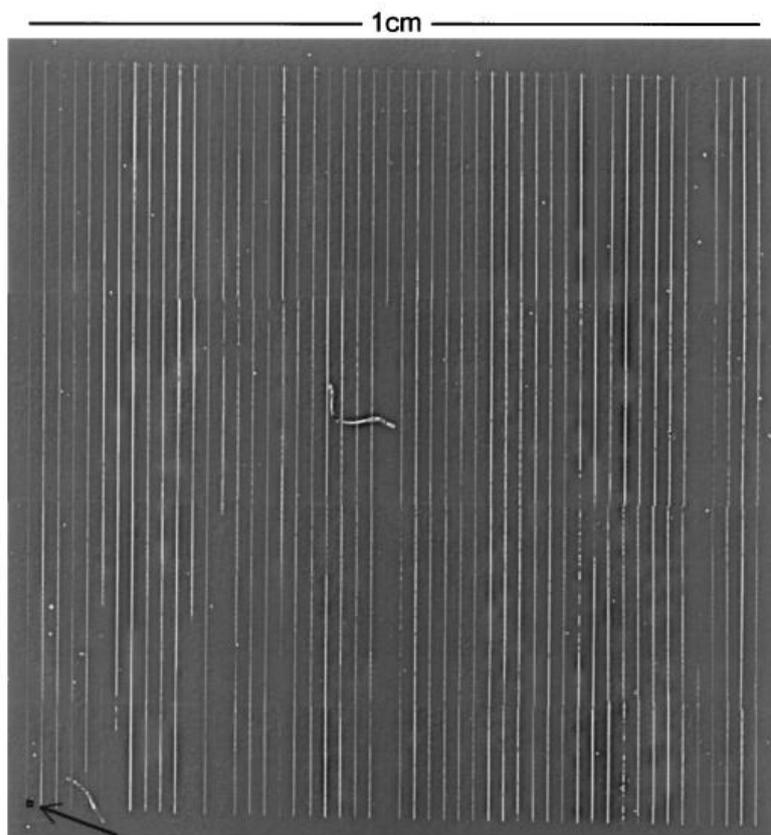


図 1.2 AFM lithography over 1 cm<sup>2</sup>

上記の技術の実用化のためには、描画パターンや記録ビットの均一性を保証するために、個々のプローブ先端における電氣的接触抵抗を安定にすることや、デバイスの長寿命化のためにプローブ先端の耐摩耗性の向上、更には、高精度なプローブ先端の位置決めのために摩擦力を安定に保つことが必要となる。

すなわち、マルチプローブアレイデバイスの実用化に向けては、プローブ先端の電氣的接触抵抗・耐摩耗性・摩擦力という3つの要因のナノレベルでの解明が必要となってくる。

## 1.2 マルチプローブアレイデバイス実現への提案

プローブ先端の電氣的接触抵抗・耐摩耗性・摩擦力という 3 つの要因を全て改善させようと考えた時、プローブ先端と基板の材料が重要になる。まず、プローブ先端においては電気を通しかつ、耐摩耗性のよい材料が良いとされる。耐摩耗性の高さは一概には言えないが材料の硬度が非常に重要である。先行研究において、プローブ先端には Ru、Rh という硬度の高い材料を堆積させ、耐摩耗性の向上を行おうと考えた。また、基板につかう材料においても耐摩耗性が高く、電気を通す材料が必要とされる。このため、硬度の高い金属でできた基板を用いた場合は、摩擦が大きく、摩耗も激しかった。一方、酸化物を使うと摩擦が小さく摩耗も少ない特性が得られたが、酸化物は一般に電気を通さないため導電性が確保できなかった。しかし特殊な例として RuO<sub>2</sub> や ITO は、酸化物でありながら電気を通すことで知られている。先行研究において、RuO<sub>2</sub> と ITO のそれぞれの基板に対して、先端に Ru あるいは Rh を堆積した針を摺動させた研究を行った結果、ITO の場合は摩耗粉が多く出てしまい、それがプローブ先端に付着し電気特性などに影響がでた。しかしながら、RuO<sub>2</sub> では ITO に比較して、摩耗粉がでなかった。先行研究においてはプローブの先端に Ru、基板に RuO<sub>2</sub> を用いることにより、電氣的接触抵抗・耐摩耗性・摩擦力という 3 つの要因を全て改善させようという提案がなされた。実際に Ru と RuO<sub>2</sub> で実験はされていない。[10] この提案の実現性を確認するためには、ナノスケールの Ru あるいは RuO<sub>2</sub> 探針同士を接触させ摺り合せながら、その接触部分をナノレベルで観測することで、微視的なレベルからの耐摩耗性や摩擦の効果、あるいは電氣的効果を実証する必要がある。

## 1.3 MEMS-in-TEM を用いたアプローチ

上記のように、マルチプローブアレイデバイスの実現にむけ、ナノスケールで何が起きているのかを解明するアプローチの方法の 1 つとして、本研究室で確立してきた、透過型電子顕微鏡 (TEM : Transmission Electron Microscope) に MEMS (Micro Electro Mechanical System) を組み込み、ナノ接合の機械電気物性測定と形状の「その場」観測を可能にする、MEMS-in-TEM がある。[11][12][13]

まず、MEMS 技術とは、半導体微細加工技術を用いて微小な機械を作成する技術の事である。MEMS の特徴を以下にいくつか列挙する。

- ・ 半導体デバイスを製造するために培われたリソグラフィ等の技術を応用することにより、サブマイクロメートルレベルの 3 次元可動構造が作成可能である。ここで、組み立て作業を必要とせず機械構造を作成できる特徴がある。

- ・ デバイス自体が非常に小さいため、シリコンなどの基板上に一括しての大量生産に向いている。そのため、デバイスを安価に作成することが可能となる。
- ・ MEMS デバイスは様々な場面への応用がなされている。[14]
  - －RF-MEMS 高周波の信号を電気信号に変え、それにより機械的振動をする MEMS  
例 携帯電話に応用されている
  - －光 MEMS ミラーなどを用いて、光信号を制御する MEMS  
例 可変光減衰器、光スイッチなど光通信用に使われている
  - －センサ MEMS 変位、速度、加速度などの物理量を信号として検出する MEMS  
例 自動車のエアバック、タイヤの空気圧モニタ

この MEMS-in-TEM という手法については説明する。MEMS-in-TEM とは、MEMS を TEM の内部で動作させることで、その MEMS の動作の様子を TEM で観察することが可能になる。対向探針アクチュエータを作りこんだ MEMS を TEM 内で動作させることで、ナノレベルの材料の接触、あるいはこすり合せを実現することができる。今回の研究へのアプローチには、MEMS-in-TEM が非常に適している。その理由として、MEMS を用いることによりサブナノメートルオーダーの精度での動作が実現できるため、マルチプローブアレイデバイスと基板間のサブナノメートルオーダーのこすり合せが実現できる。さらに、その場観測と言う、こすり合せた環境そのものを保った状態のまま、その様子を動画で観測できるため、リアルタイムでの Ru、RuO<sub>2</sub> の変形が観測できるのも利点として挙げられる。また、実際のマルチプローブアレイデバイスでは、プローブと基板間の接触は数ナノ～数十ナノメートルである。今回の手法ではそのレベルのコンタクトを実現できるため、本手法は実際のマルチプローブアレイデバイスの使用される状況と似た状況で実験ができるところが利点である。

#### 1.4 本研究の目的・意義

本研究ではナノスケールの Ru 探針同士、RuO<sub>2</sub> 探針同士を接触させ摺り合せながら、その接触部分をナノレベルで観測することで、微視的なレベルから Ru と RuO<sub>2</sub> の摩擦の効果あるいは電氣的接触の効果の解明を目標とした。そのために、Ru と RuO<sub>2</sub> を針先端に堆積させた MEMS デバイスを製作し、MEMS-in-TEM 実験系において、摺動実験と電氣的接触を測定する実験を行う。今回の実験で Ru と RuO<sub>2</sub> の摩擦力や電氣的接触を明らかにする

ことを目指すが、これによりマルチプローブアレイデバイスの実現に重要な基礎的知見を与えられる。また、MEMS-in-TEM の実験系を用いることで、より実際の状況に近い実験状況を再現できるため、今回の研究で得た知見はマルチプローブアレイデバイスの実現、更にはそれを利用した大容量記憶デバイス等への発展のための重要な意義をもつと考えられる。

## 1.5 本論文の構成

本論文の構成について説明する。

### 第 1 章 序論

第 1 章では、序論として、マルチプローブアレイデバイスについて説明し、その必要性について触れ、その後、本研究の研究背景について述べていく。そして、マルチプローブアレイデバイスの実用化に向けて、プローブ先端の電氣的接触抵抗・摩擦力という要因のナノレベルでの解明について、MEMS-in-TEM という手法を用いることを提案し、本研究の目的と意義について説明する。

### 第 2 章 MEMS-in-TEM

第 2 章では、本研究に用いた実験系、MEMS-in-TEM について述べる。その後、本研究に使用する MEMS デバイスの作成プロセスについて説明する。

### 第 3 章 Ru の摺動実験

第 3 章では、Ru を堆積させた MEMS デバイスを TEM 内に挿入し、Ru 同士を接触させ、摺動実験を行った TEM 像を示し、そこで生じた摩擦力を算出する。また、Ru を接触させた際の電氣的特性の測定を試みたことにも触れる。

## 第 4 章 RuO<sub>2</sub> の摺動実験

第 4 章では、RuO<sub>2</sub> を堆積させた MEMS デバイスを STEM 内に挿入し、RuO<sub>2</sub> 同士を接触させ、摺動実験を行ったことについて述べる。さらに RuO<sub>2</sub> 片を押しつけ、その状態でも摺動実験を行ったことについても述べる。これにより垂直抗力を計測することができ、更に摩擦係数も見積もることができた。また、RuO<sub>2</sub> を接触させた際の電気的特性の測定を試みたことにも触れる。

## 第 5 章 結論

第 5 章では、本研究のまとめを述べる。

## 第2章 MEMS-in-TEM

### 2.1 はじめに

本章では、ナノスケールの物理現象を観察するために用いた、MEMS-in-TEM という実験系について述べ、その後、本研究に用いた MEMS デバイスの作製について述べる。

### 2.2 MEMS-in-TEM の実験系

MEMS と TEM を組み合わせた実験系(MEMS-in-TEM) の概略図を図 2.1 に示す。TEM について、図 2.1 の TEM の内部構造を模式的にあらわした図を用いて説明する。TEM 内は高真空度に保たれている。TEM では、まず電子を試料に向かって照射する。その電子を電磁レンズによって収束し、試料に電子が照射される。その後、試料を透過した電子を再び電磁レンズによって結像し、その画像を CCD カメラを用いて観測する。TEM の特徴としては非常に高分解能であること、リアルタイムに観測ができること、試料の表面のみでなく内部構造を知ることができることなどがあげられる。

今回の実験で使用した超高真空型の TEM (HF-2000UHV, 日立製作所) (図 2.2) は加速電圧 200 kV の電界電子放出型 TEM で、格子分解能、粒子分解能はそれぞれ 0.10 nm, 0.24 nm である。試料室の到達真空度は  $10^{-8}$  Pa である。

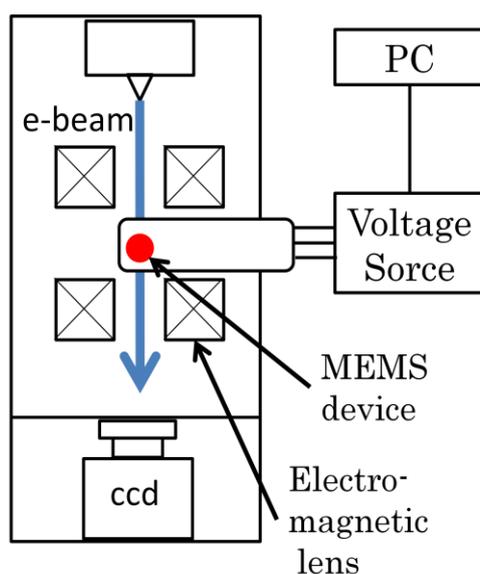


図 2.1 MEMS-in-TEM の実験系概略図

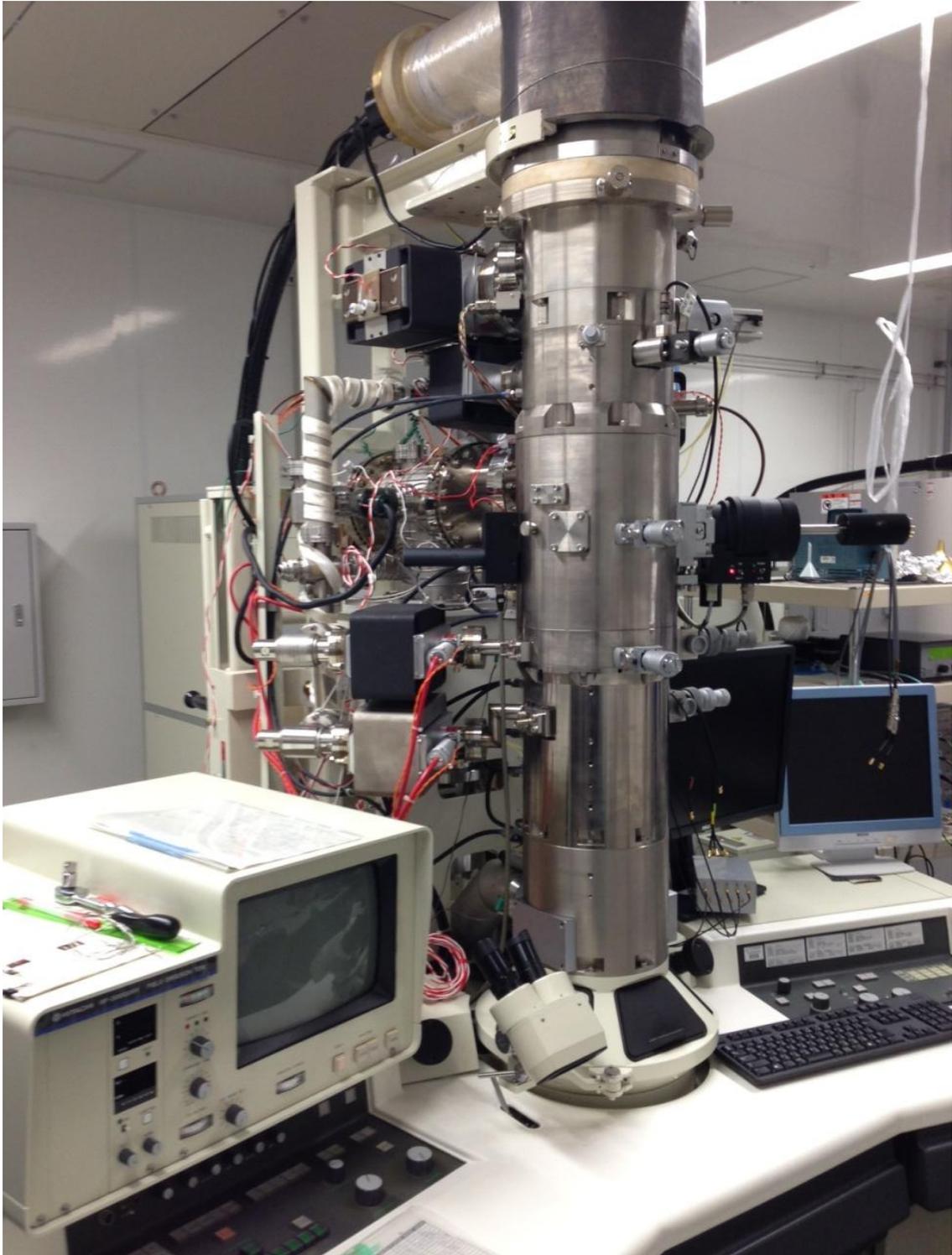


図 2.2 超高真空 TEM の全体像(HF-2000UHV, 日立製作所)

また、今回実験で使用した TEM の TEM ホルダには特徴的な部分がある。それは、MEMS に電圧を印加するためのフィードスルーが付いていることである。このフィードスルーを通して MEMS に電圧を加えて TEM 内で駆動させることができる。図 2.3 に TEM ホルダの全体像と先端部分の拡大図を示す。

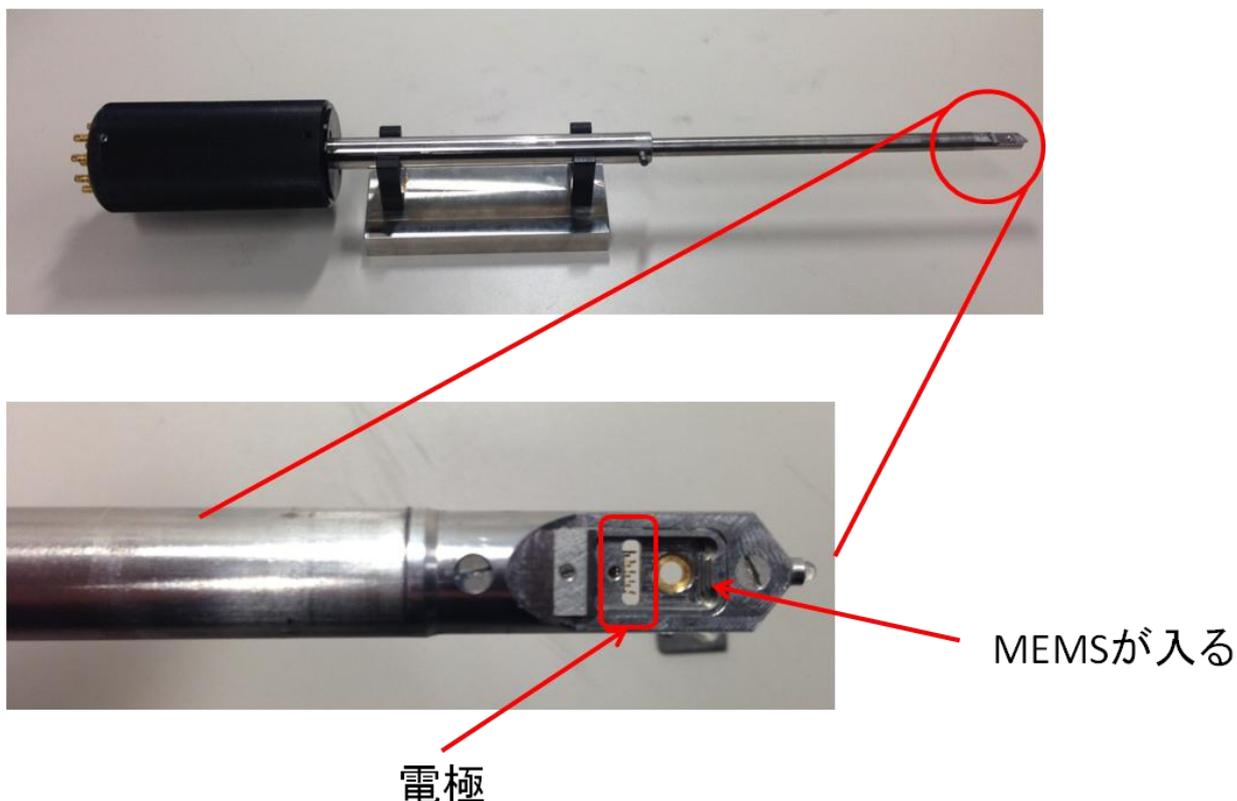


図 2.3 TME ホルダの全体写真(写真上)と TEM ホルダ先端部の拡大写真(写真下)

### 2.3 MEMS 対向探針の駆動原理

本研究で用いる MEMS デバイスの動作原理を説明する。図 2.4 は MEMS デバイスの概略図を表している。MEMS デバイスは 5 つの電極を持っており、それぞれの電極は集積化した静電アクチュエータを通して電圧を印加できる。可動電極 1 と 4 は対向プローブを持ち、電極 2 と 3 と 5 は固定電極となっている。アクチュエータを通して電極 1 と 2 に電圧を印加すると、静電引力によりプローブ先端が接触する方向(x 方向)に駆動する(図 2.5(a))。電極 3 と 4、電極 4 と 5 に電圧を印加すると、プローブはせん断方向(y 方向)に駆動する(図 2.5(b))。この二種類の駆動により、プローブ先端を接触させ擦り合わせることができる。

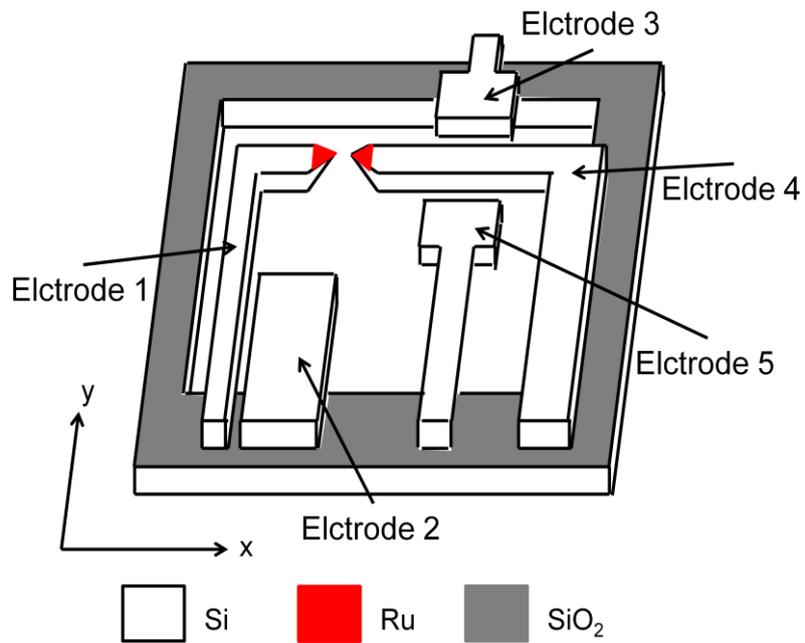


図 2.4 MEMS デバイスの概略図

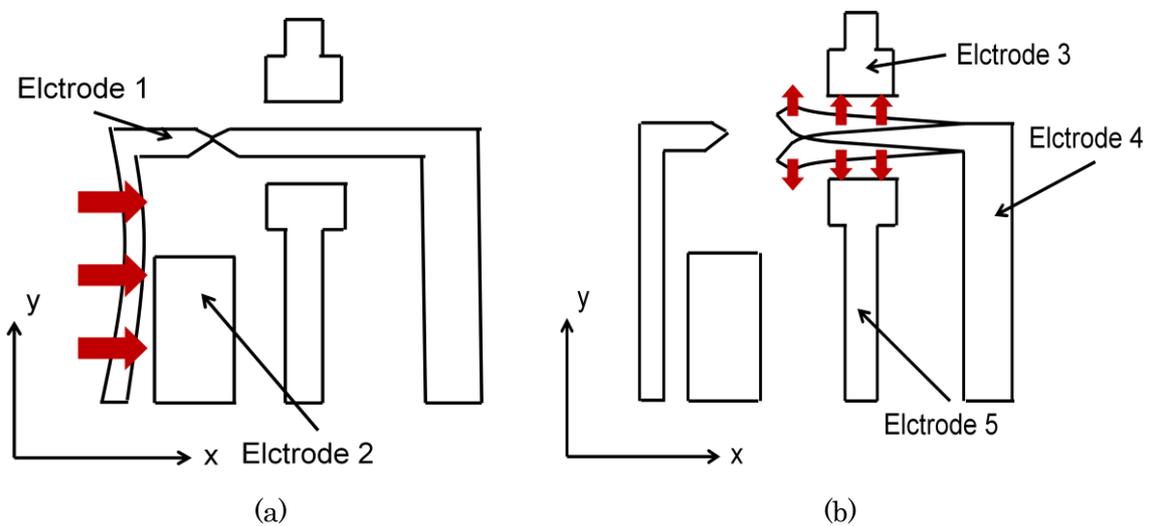


図 2.5 MEMS デバイスの動作の概略図

## 2.4 MEMS デバイスの作製

今回作製した MEMS デバイスのプロセスを説明する。このデバイスは Silicon-on-Insulator ウェハ(活性層:85  $\mu\text{m}$ , 埋め込み酸化膜: 2  $\mu\text{m}$ , 基板 Si:520  $\mu\text{m}$ )を用いて、以下に説明する 4 つの工程で作製した。

(i)両面に Al を 100 nm 蒸着し、フォトリソグラフィにて表面と裏面に Al をパターニングする(図 2.6(a, b))。

(ii)裏面のバルク Si に深堀反応性イオンエッチング(Dep Reactive Ion Etching, Deep-RIE)を施した後、援衝フッ酸で SiO<sub>2</sub> をエッチングする(図 2.6 (c))。

(iii)表面の Deep-RIE を行った後、Al エッチング液で表面の Al を除去する(図 2.6 (d))。

(iv)収束イオンビーム(Focused Ion Beam, FIB)装置の Ga イオンビームを用いて、Si のブリッジ構造を数十 nm の精度で削り対向プローブを作製する(図 2.6 (e))。

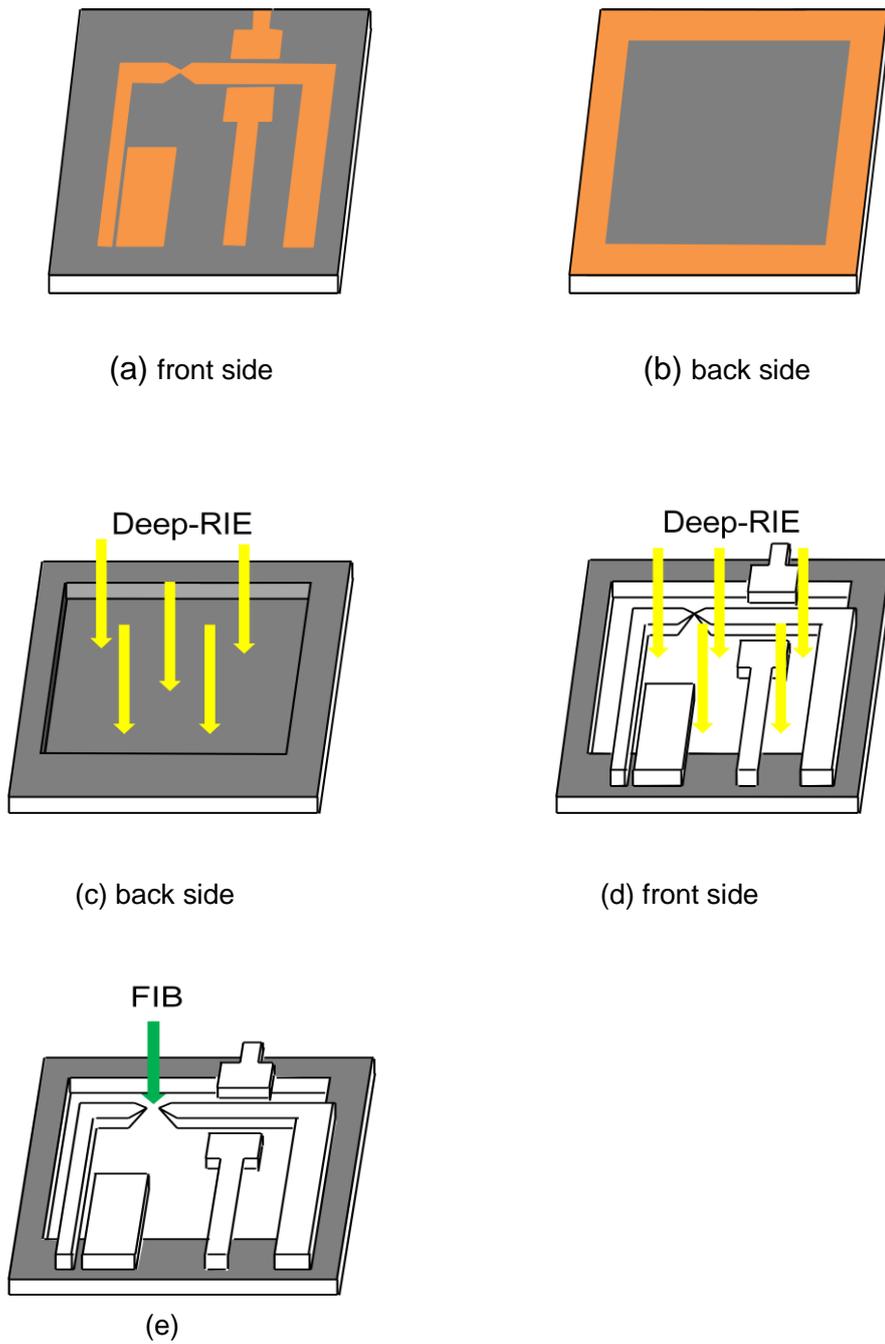


图 2.6 Process flow of the MEMS device: (a, b) Al patterning by wet etching after photolithography on front side and back side. (c) Deep-RIE Si etching on back side and removal of SiO<sub>2</sub> from back side by buffered hydrofluoric acid. (d) Front side Deep-RIE Si etching and removal of Al. (e) Fabricating opposing tips by focused Ga ion beam.

実際に出来上がったデバイスの SEM 画像と FIB で探針を削った様子とを図 2.7 に示す。

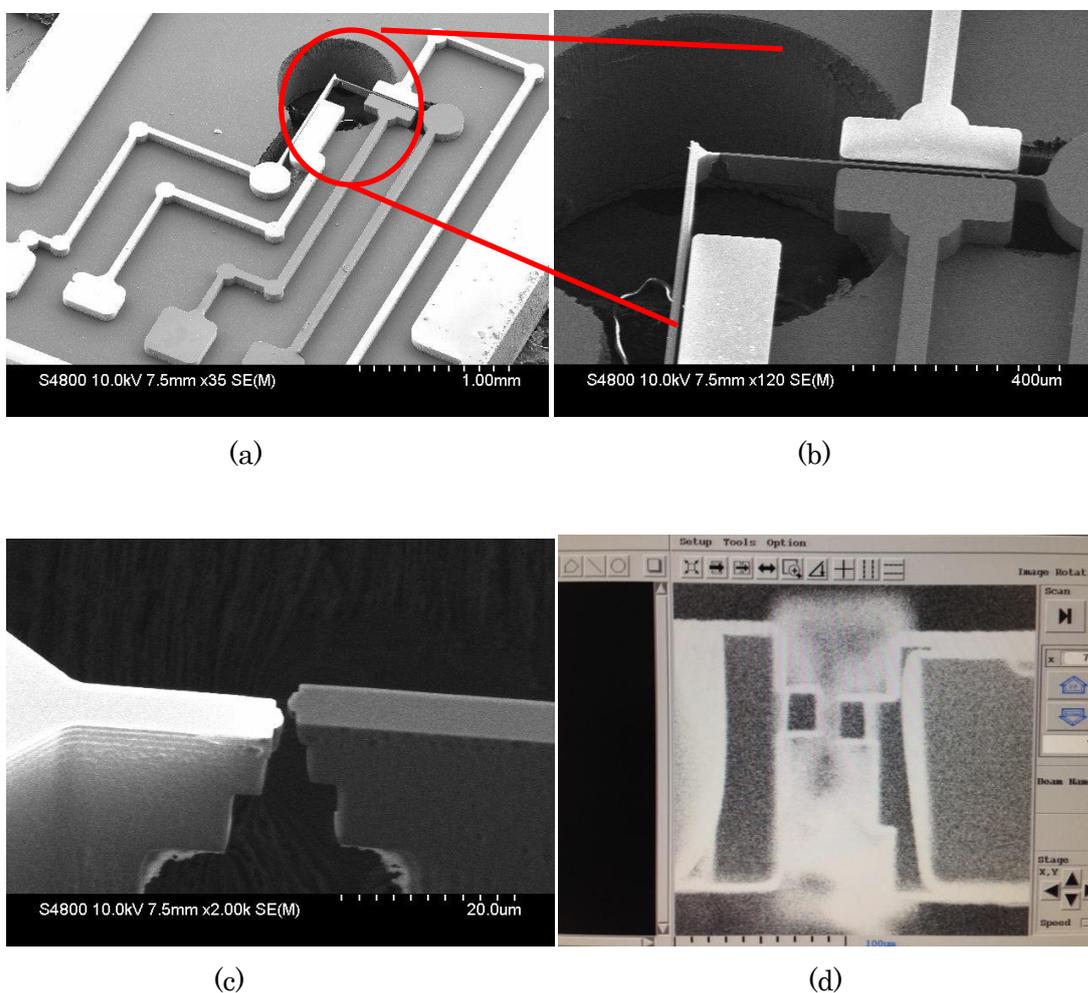


図 2.7 実際のデバイスの画像： (a) 実際のデバイスの SEM 全体像 (b) (a)の SEM 像の赤丸の部分の拡大図 (c) (b)の SEM 像の対向探針の拡大図 (d) FIB で対向探針を作製した時の様子。

## 2.5 Ru のスパッタリングと RuO<sub>2</sub> の RIE

### 2.5.1 Ru の成膜

図 2.8 に示すようなスパッタリング(E-200S、ANELVA)を使い、作製した MEMS デバイスの先端に、Ru を堆積させた。スパッタリング成膜について説明する。スパッタリング成膜とは、まず、低気圧気体中で放電を起こし、放電プラズマ中のイオンを加速させる。次

に加速したイオンがターゲットとなる金属(今回は Ru)に衝突して、ターゲットから金属原子あるいは粒子を叩き出す。この飛び出した粒子が、反対側にある基板に付着し成膜が行われる。

今回 Ru の成膜にスパッタリングを用いたのには理由がある。今回作製したデバイスの針の先端に Ru を堆積させる場合、探針の側壁に堆積する必要がある。スパッタリング装置の成膜時は、およそ真空度は  $10^{-1}$  Pa 程度とあまり高い真空度ではない。そのため、プラズマ中のイオンによってはじき出された金属原子あるいは粒子たちは、装置内の気体分子に衝突しその向きを変える。真空度があまり高くないため、この工程が何度も発生し金属粒子の方向が変化する。その結果、探針の側壁にも Ru が堆積することができるのである。その様子を表した概略図を図 2.9 に示す。

今回の実験ではデバイスに直径  $300\ \mu\text{m}$  のシャドーマスクを用いることにより、デバイスの針先端にのみ Ru が堆積するようにスパッタリング成膜を行った。また、この時の成膜条件は 40W の電圧でプラズマを発生させ、 $0.5\text{Pa}$  の真空度で 30 分間成膜した。この条件で成膜を行うと針の側面にはおよそ  $30\sim 50\text{nm}$  の Ru が堆積し、針の上面には  $200\text{nm}$  の Ru が堆積する。



図 2.8 Ru を成膜するために用いたスパッタリング装置(E-200S、ANELVA)

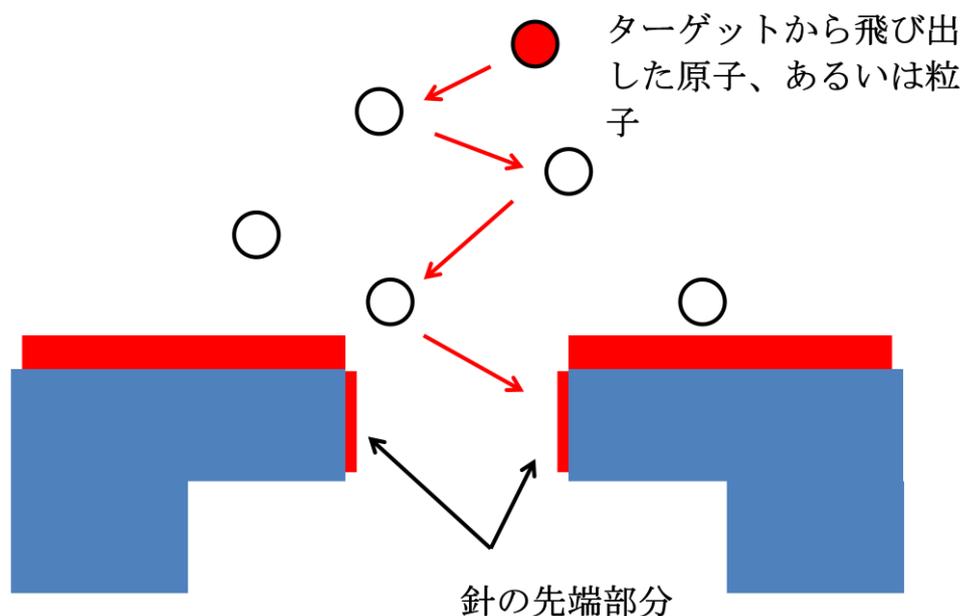


図 2.9 スパッタリングの概念図

## 2.5.2 RuO<sub>2</sub>の成膜

次に RuO<sub>2</sub>の成膜について説明する。今回 RuO<sub>2</sub>を成膜するにあたり、RIE(Reactive Ion Etching)を用いた。一般に RIE とはドライエッチングの一つであり、反応性のエッチングガスやイオンでエッチングをする方法である。ドライエッチングは、真空容器内でプラズマ（放電）を発生させ、その内部で生成したイオンやラジカルを利用してターゲットを加工する。

今回はまず、2.5.1で説明した Ru のスパッタリングを行い、その後 RIE を用い Ru の表面のプラズマ酸化を行い、RuO<sub>2</sub>を成膜した。成膜の条件は、O<sub>2</sub>の流量を 20sccm、パワーを 100W で 12 分間行った。今回の条件で成膜を行うと 10 秒で 2.7nm、60 秒で 7.0nm の酸化膜を作ることができる。実験において RuO<sub>2</sub> の摺動実験を行った際、酸化膜が薄いと Ru が出てきてしまうため、十分な厚さを確保するためにプラズマ酸化処理を 12 分間行い、最低でも 7.0nm の厚さを確保した。実際に使った RIE の装置図を図 2.10 に示す。



図 2.10 RuO<sub>2</sub>の成膜に使用した RIE (右：全体像 左：ターゲットを中に入れた様子)

## 2.6 まとめ

TEMの中で動作するMEMS対向探針の作成プロセスについて説明し、実際に作製した。また、対向探針を作るためにFIB加工を行った。出来上がったMEMSデバイスの針の先端にRuを堆積するためにスパッタリングを用い、それを説明した。RuO<sub>2</sub>を堆積するためにRIEを用い、それを説明した。

## 第3章 Ruの摺動実験

### 3.1 はじめに

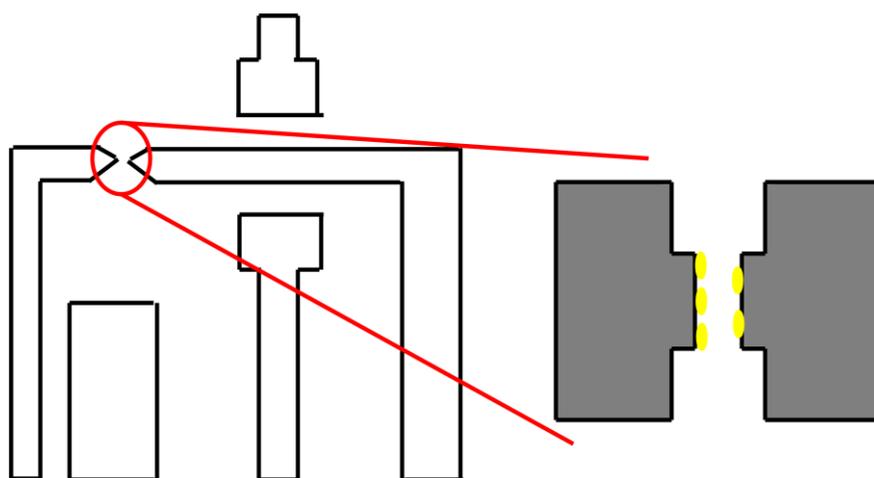
この章では、Ruの摺動実験について説明し、その後、Ruの接触部分の電気的特性について実験を試みたことについて述べる。まず、はじめに、TEM内にRuを堆積させたMEMSデバイスを挿入した。3.2で述べる実験の手順に従い、Ru同士を接近、接触させこすり合わせることで、摺動実験を行い、その様子を観測し動画で撮影した。観測結果から摩擦力を求めることに成功した。その後、接触点での電気的特性を測定するための実験も試みた。

### 3.2 Ru探針の観察手順

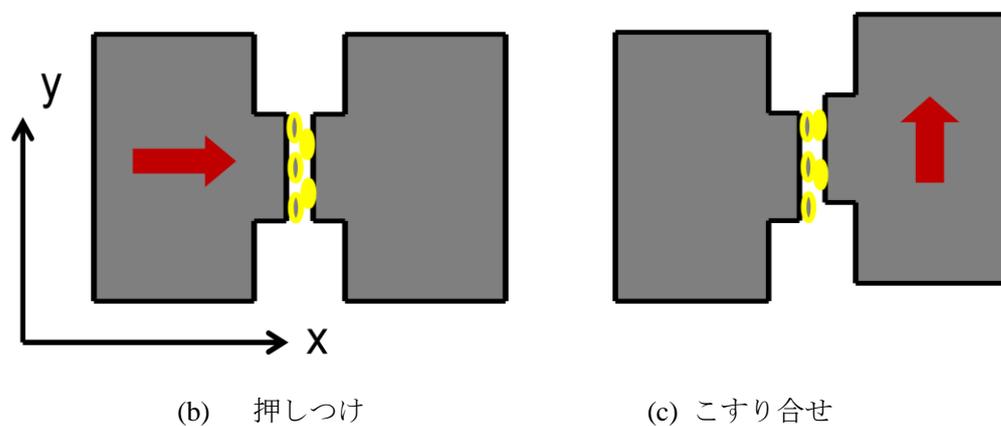
本研究で行った実験手順を図3.1の概略図を用いながら説明する。

- ・ Ruを先端に堆積した対向探針を静電駆動しながらTEMで観測する(図3.1(a))
- ・ x方向駆動によりRuの堆積した針の先端を反対側のRuの堆積した針に押しつける(図3.1(b))。
- ・ y方向駆動をおこないRu表面をこすり合わせる(図3.1(c))。

実際の実験では接触する部分を探すとき、x方向駆動で反対側の探針のRuにぎりぎり近づける。その後にy方向駆動を行い、接触するかを確認する。接触しなかった場合0.1Vずつx方向駆動の電圧を上昇させ、その後再びなお、y方向駆動を行い、接触するかを確認する。この工程を何度も行い接触箇所を探していく。なお今回の実験において、TEMチャンバ内の真空度は $7.4 \times 10^{-8}$  Paであった。



(a) 摺動実験開始の初期状態



(b) 押しつけ

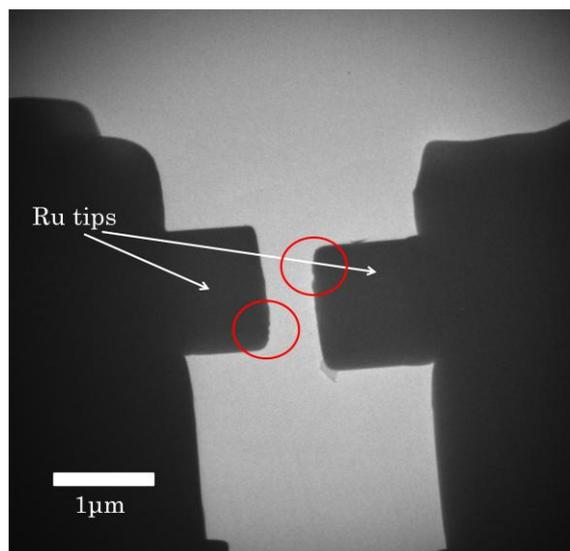
(c) こすり合せ

図 3.1 摺動実験の概略図

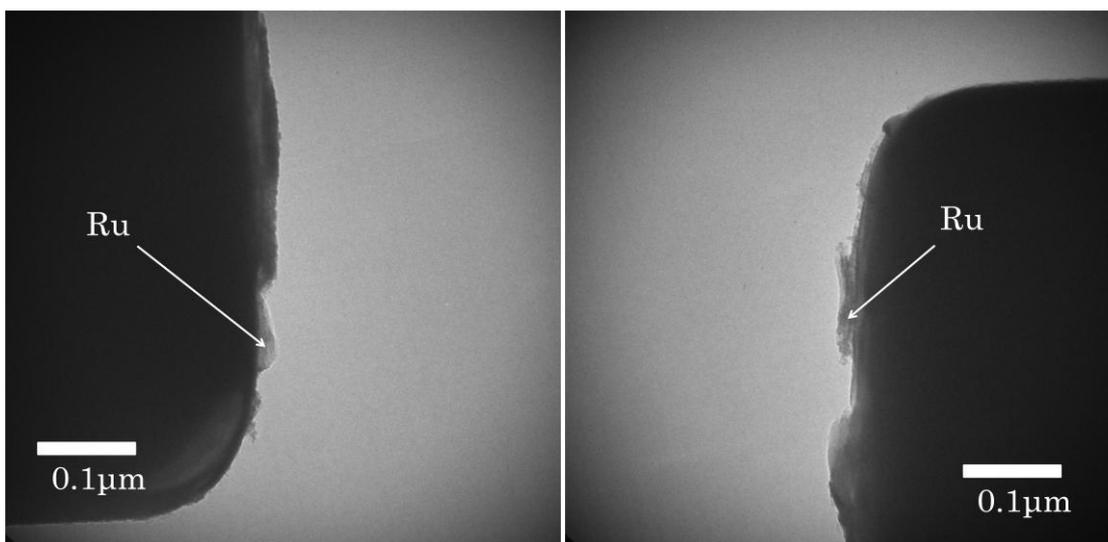
### 3.3 Ru の摺動実験

#### 3.3.1 Ru の堆積の確認

実際に実験で使用した Ru の堆積した MEMS デバイスの針の先端の TEM 画像と、その針の先端に堆積した Ru の TEM 画像を図 3.2 に示す。



(a) 針の先端全体のTEM画像



(b) 左の針の拡大図

(c) 右の針の拡大図

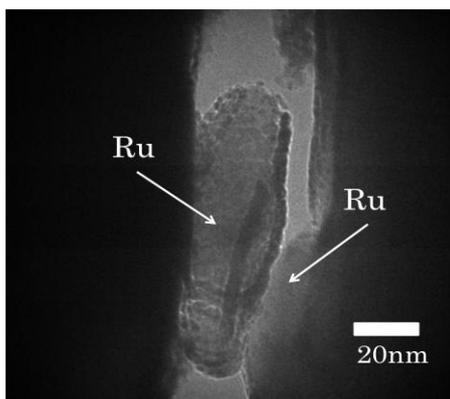
図3.2 Ruの堆積した針先端のTEM図

図3.2(b)、(c)はそれぞれ、図3.2(a)の赤い丸で囲まれた部分の拡大写真である。

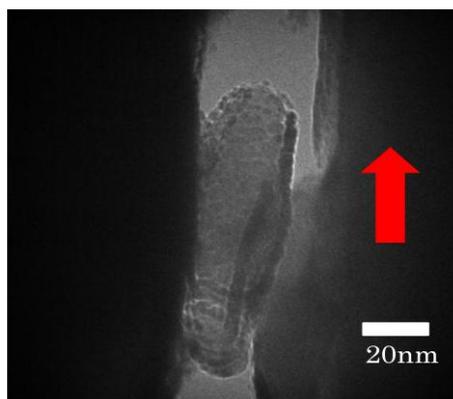
針の先端にRuがきちんと堆積していることが確認できた。Ruは針の全端におよそ20～40nm堆積していた。

### 3.3.2 Ru の摺動実験認

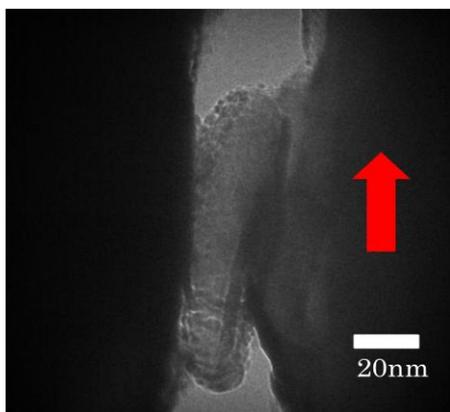
針先端部にRuが堆積していることが確認できたので、3.1で説明した実験手順に従い、Ruの摺動断実験を行った。駆動電圧は1秒当たり0.14Vの上昇率で徐々に増加させた。この時の、針の速度は、3nm/sである。この条件のもと、Ruの摺動実験のリアルタイムでの動画撮影に成功した。図3.3にRuの摺動の様子を示す。



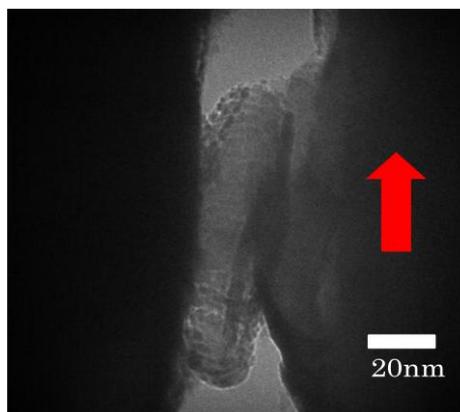
(a)



(b)



(c)



(d)

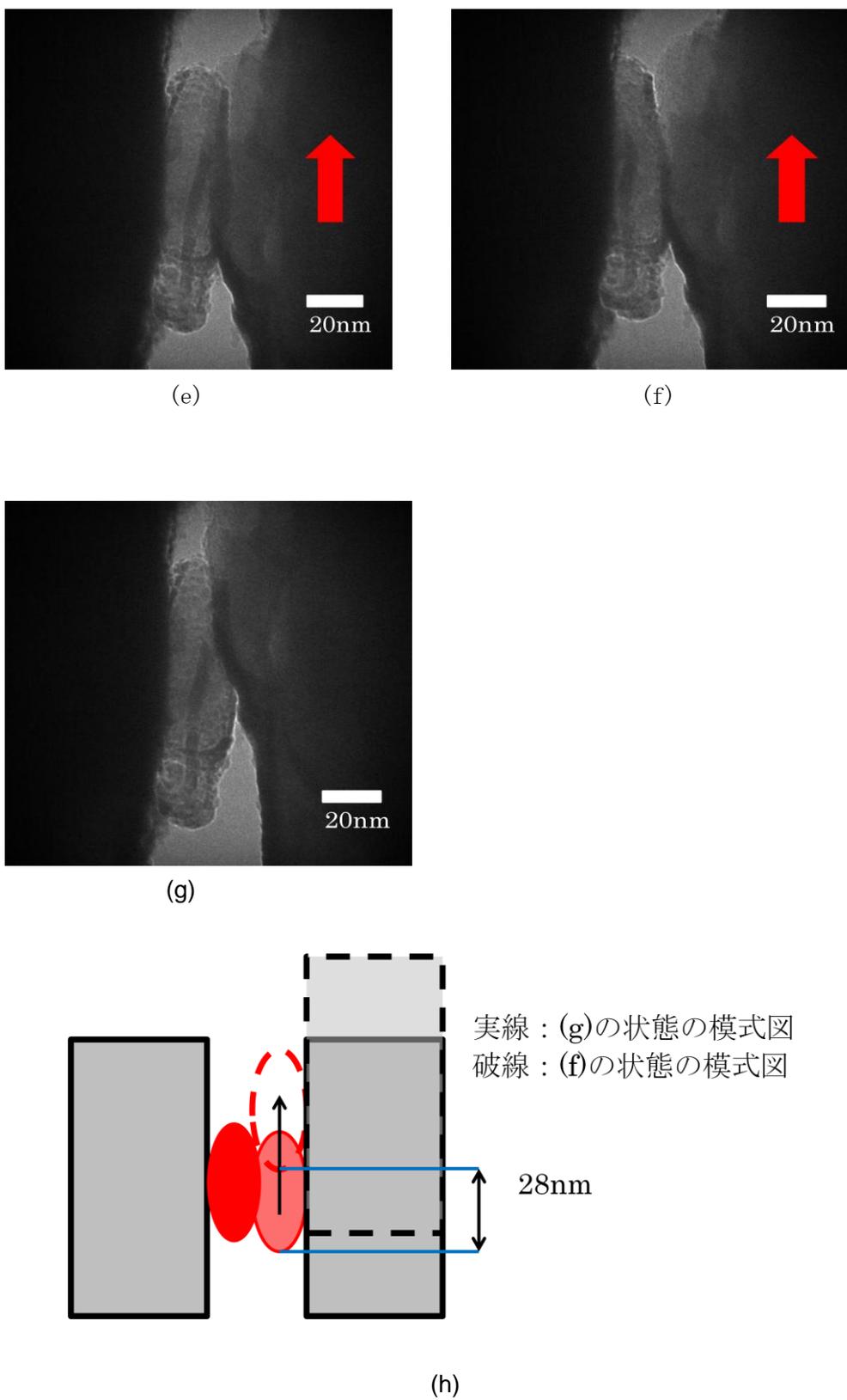


図3.3 Ruの摺動の様子のTEM画像と(f)、(g)の状態の模式図

図3.3で示したTEM画像をそれぞれ説明していく。

今回の実験では左側の針を固定し、右側の針を図3.3の赤矢印の方向に駆動させた。

図3.3(a)：電圧印加前の初期状態である。矢印で示してあるRu片が確認できる。

図3.3(b)：電圧を印加し始め、右側の針が上昇し始める。この時点ではまだ、Ruの針先同士は接触していない。

図3.3(c)：駆動していた針の動きが止まる。この瞬間に両針のRu片が接触し、摩擦力が働いたためと考えられる。

図3.3(d)：、一度静止した針がスリップしながら再び駆動しだす。

図3.3(e,f)：図の(e)~(f)にかけては、図中央部に位置するRu片の変形が観測できた。

図3.3(f)：接触したRuが破断する直前の様子である。

図3.3(g)：破断直後の様子であり、図3.3(f)と比較すると、模式図(h)に表したように、駆動側の針に堆積していたRu片が破断によって28nm移動していることがわかる。

### 3.4 Ru の摺動実験の結果

#### 3.4.1 Ru の摺動の摩擦力の計算方法

今回の実験の目的でもある、ナノレベルでの摩擦の効果を解析するためには、摩擦力を計測する必要がある。そのために、今回は Ru の摩擦力を計測した。

まず、計測方法について図 3,4 の概略図とともに説明をする。

計測方法は、まず、TEM で撮影した動画から Ru が接触しているときと、接触していないときの駆動電圧対変位特性を比較し、その変位差 $\Delta d$ を解析する。図 3.4 の概略図には Ru が接触しているとき(青色)と、接触していないとき(赤色)の可動電極の動きが表されている。また右のグラフその可動電極の移動距離と電圧の関係を模式的に表したものである。図 3.4 の概略図からわかるように、探針に同じ電圧を印加したとしても、接触時と非接触時では非接触時のほうが摩擦力が生じるため変位が小さくなる。その変位差を動画解析ソフト Motion analyzer(キーエンス)を用いて解析する。解析によって求められた変位差にせん断方向の可動電極の剛性ばね定数 $k$ をかけることにより、摩擦力を求めることができる。

$$F = k \cdot \Delta x \quad (1)$$

$$k = \frac{Ebh^3}{4l^3} \quad (2)$$

ここで  $E$  は Si のヤング率、 $b$  は針の幅、 $h$  は針の高さ、 $l$  は針の長さである。今回の実験では  $k$  は  $9.56[\text{N/m}]$  である。[15]

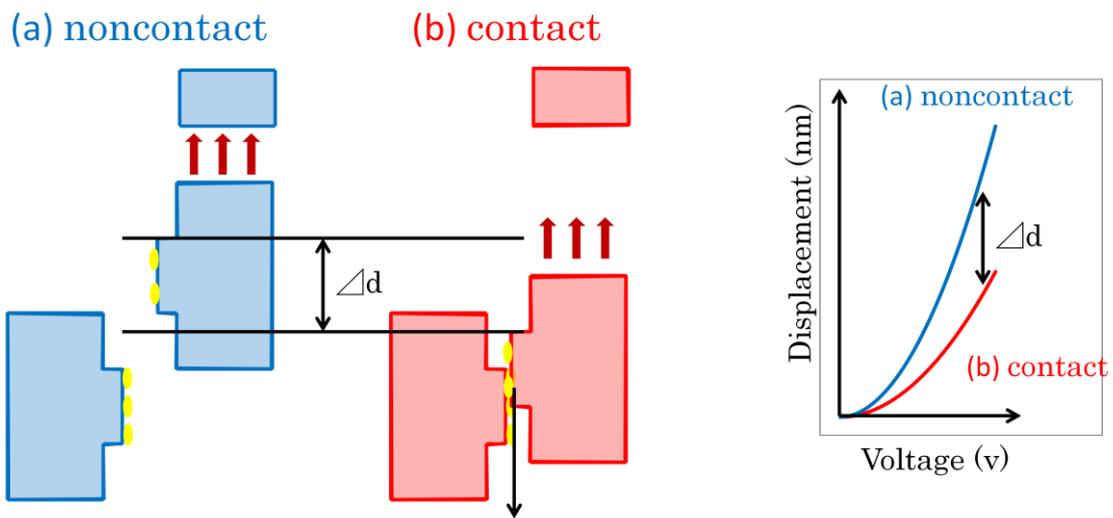


図 3.4 摩擦力の計測方法の概略図

一般に針の移動距離は電圧の 2 乗に比例する。今回は  $109\text{V}$  の電圧を印加し実験を行った。その時の針の移動距離は数  $10\sim$  数  $100\text{nm}$  と変位全体に比べ非常に小さいため、 $R_u$  が接触していないときは電圧と針の移動距離が線形であると近似できる。その近似のもとに、 $R_u$  の非接触時の針の移動距離を見積もった。

図 3.5 に TEM 動画の解析結果である電圧と針の移動距離のグラフを示す。また図 3.3 における TEM 写真との比較もできるよう、図 3.5 内に特徴的な部分の図の番号を記載しておく。

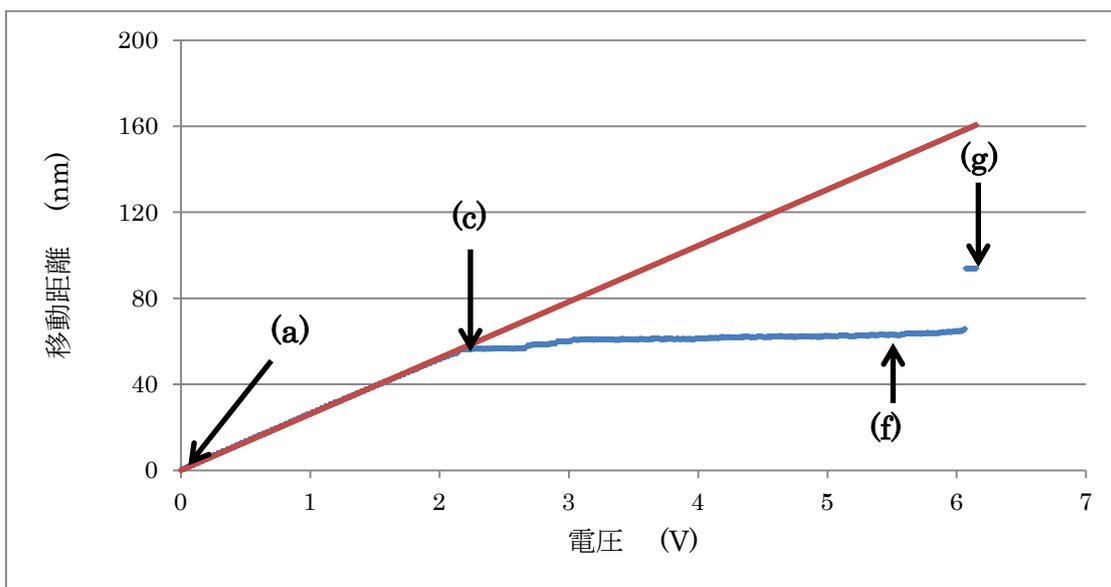


図 3.5 Ru の接触時と非接触時の電圧－移動距離グラフ(赤線：非接触時、青線：接触時)  
横軸は 109V のバイアス電圧に対しての増分で示してある

### 3.4.2 Ru の摩擦力

図 3.5 にのグラフよりせん断方向の変位差 $\Delta d$ を求めることができる。求められ変位差にばね定数  $k$  をかけることにより、Ru が接触した時の摩擦力を求めることができる。その結果を図 3.6 に示す。こちらにも、さきほどと同様に図 3.3 における TEM 写真との比較もできるよう、図 3.6 内に特徴的な部分の図の番号を記載しておく。

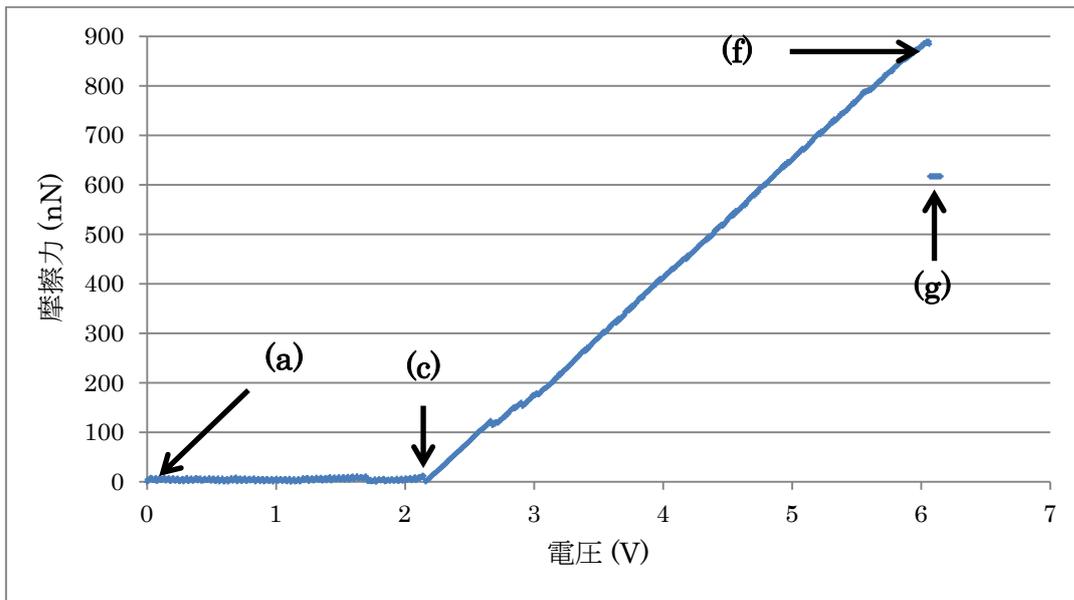


図 3.6 Ru の摩擦力－電圧特性図  
 (横軸は 109V のバイアス電圧に対しての増分で示してある)

図 3.6 より、破断直前の最も高い摩擦力がおよそ 900nN であったことが計算できた。また、図 3.5 において、破断直後のグラフが、Ru の非接触時のグラフに重ならないこともグラフから読み取れる。これは、破断直後も Ru が TEM 画像の視野からはずれた他の部分で接触していたためと考えられる。

### 3.5 Ru 接触部分の電気特性

#### 3.5.1 電気特性の計測方法

本研究で行った Ru 接触部分の電気特性の計測について説明する。

図 3.7 に今回行った電気特性の計測の概略図を示す。それをを用いながら実験の手順について説明する。

- ・ Ru を先端に堆積した対向探針を x 方向駆動と y 方向駆動を用いて接触させる。
- ・ Ru の接触を TEM で観察する。
- ・ 図 3.7 に示すように、探針の片方を GND に、もう一方を電圧源に接続する。
- ・ 探針間に電圧を印加し、電流を計測する。

なお、今回使用した探針は純粋な Si ではなく、不純物がドーピングされているため電流を流すことができる。

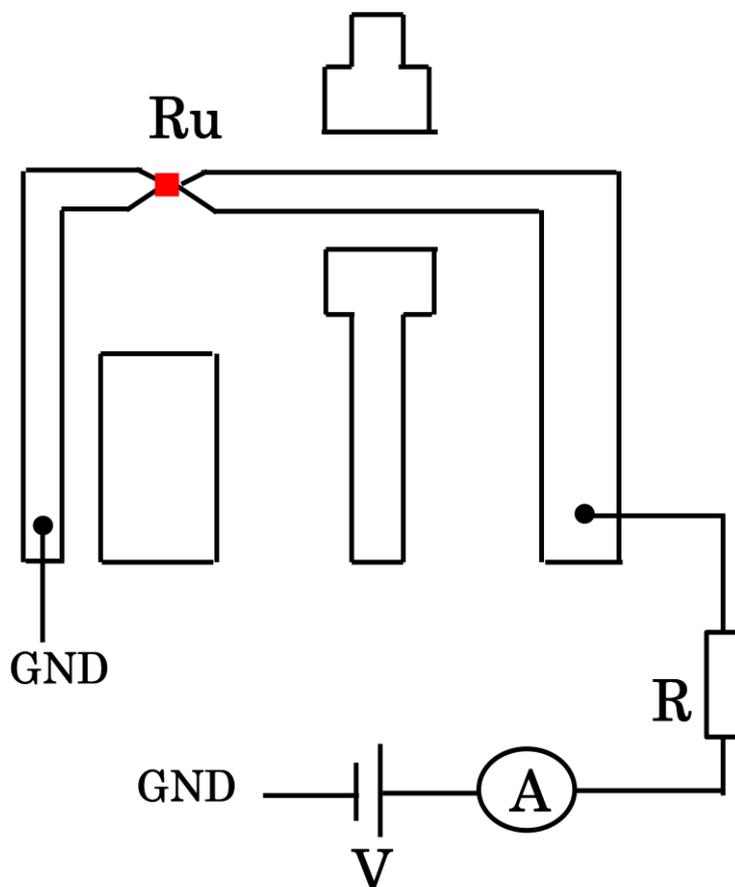


図 3.7 探針間の電気特性の計測の概略図

今回の場合、接触させる Ru と半導体の Si の仕事関数のいずれかが大きいかによって、整流性接触、またはオーム性接触となる。そのため、Ru そのものの電気特性が測定できるわけではなく、Si の半導体の特性も同様に含まれる。しかしながら、Si のドーピング条件や MEMS の形状など条件を同一に揃えて、先の手順で電気特性を計測するので、Ru と RuO<sub>2</sub> の場合を比較することで電気的特性の 1 つの知見を得られる事が期待される。

### 3.5.2 電気特性の計測結果

3.5.1 で説明した手順に従い、Ru の電気特性の計測を行った。実験は 2 回行い、1 度目の実験では 3.2 で摺動実験を行ったデバイスで行い、2 回目は Ru のスパッタリングの条件

を 30 分から 120 分に変更したもので行った、それぞれの実験結果を示していく。なお今回の電気特性の計測実験は TEM ではなく STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) で観測を行っている。

・ 1 度目の電気特性計測実験

実際に実験で使用した Ru の堆積した MEMS デバイスの針の先端の SEM 画像を図 3.8 に示す

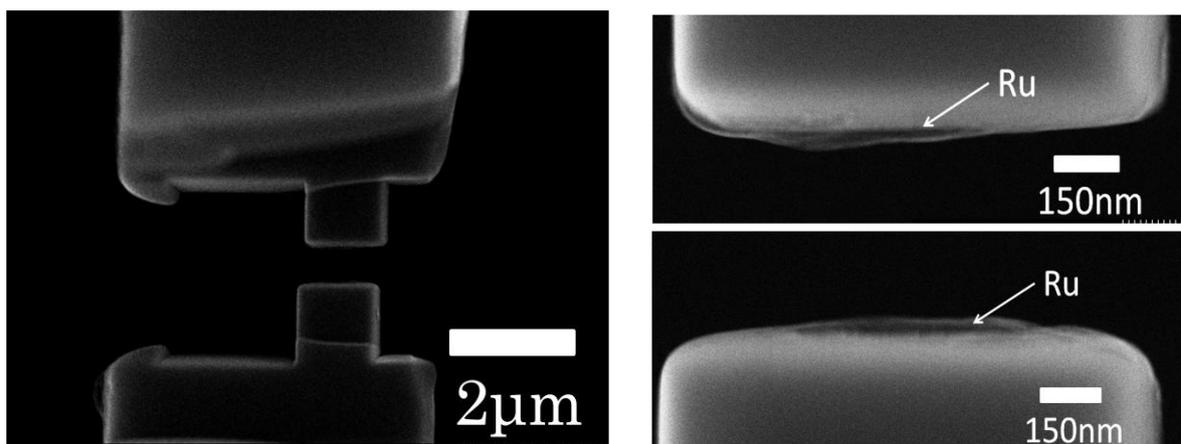
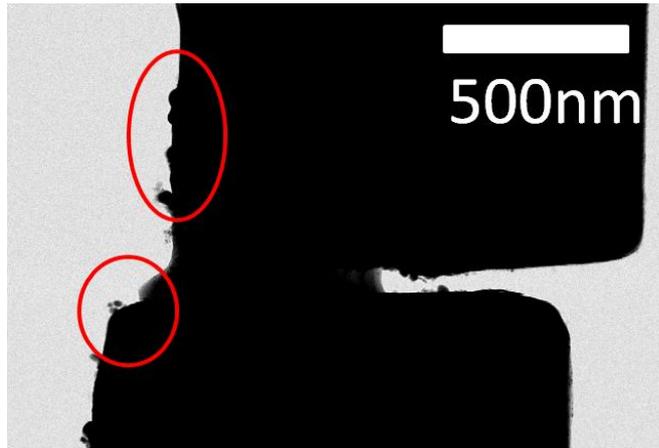
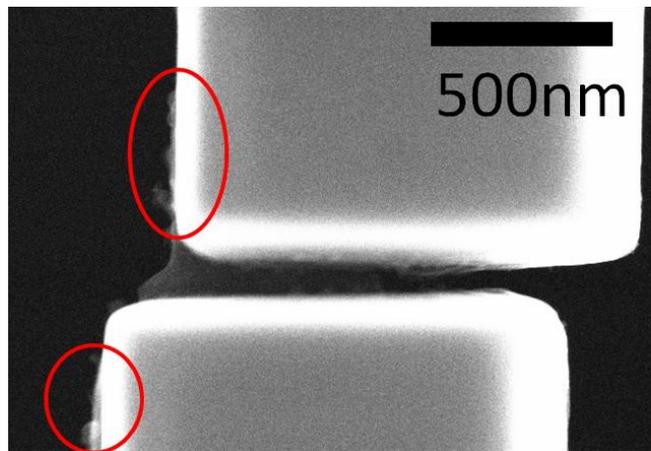


図 3.8 針の全体 SEM 像と先端部の拡大図

図 3.8 から、両探針に Ru が堆積していることがわかる。探針に Ru が堆積していることがわかったので、手順に従い Ru を接触させ探針間に電圧を印加した。電圧は 10mV から 5V まで印加した。しかしながら、電流値を計測することはできなかった。電流計測を終えた後の探針の全体 TEM 像と SEM 像を図 3.9 に示す。



(a)



(b)

図 3.9 電圧印加後の針先端の TEM 像(a)と SEM 像(b)

図 3.9 より、Ru が 1 つの大きな塊として、融着してしまったことがわかる。さらに図 3.9 から探針の周りに電圧印加前には観測できなかった塊が観測できた。くっついてしまった Ru 離そうと試みたが、探針の復元力だけでは Ru を引き離すことはできなかった。そのため、一度 STEM からデバイスを取り出し、探針部分を髪の毛でつつき、探針を動かし、サイド STEM で探針の様子を観測した。その SEM 像を図 3.10 に示す。

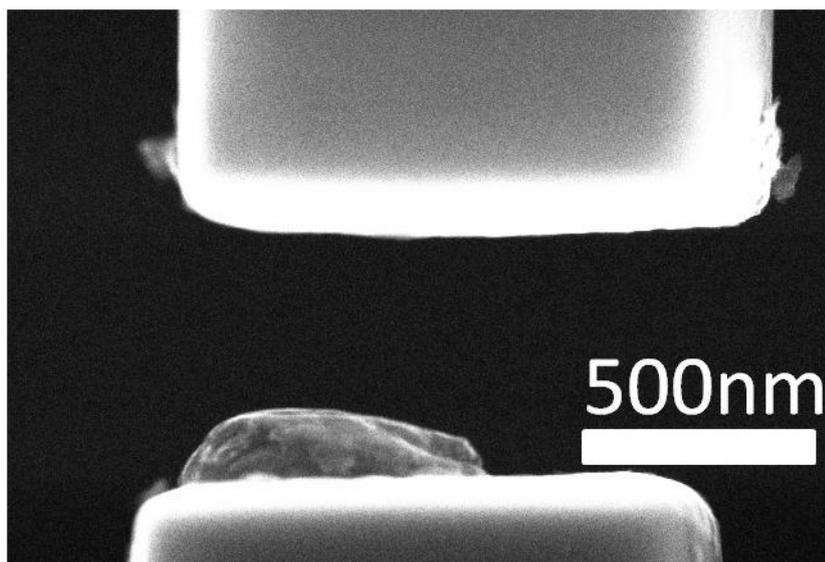


図 3.10 Ru を引き離した後の SEM 像

図 3.10 より、引き離すと Ru の 1 つの大きな塊となった状態が観測できた。これらの結果から推測するに、探針間に電圧を印加する際に、電圧を印加しないほうの探針がグラウンド接地との接続ができておらず、電圧を印加したときに放電が起きてしまったのではないかと考えられる。

#### ・ 2 度目の電気特性計測実験

実験に使用した Ru のスパッタリング条件は 40W の電圧でプラズマを発生させ、0.5Pa の真空度で 120 分間成膜したものである。Ru の堆積した探針の先端の SEM 画像を図 3.11 に示す。

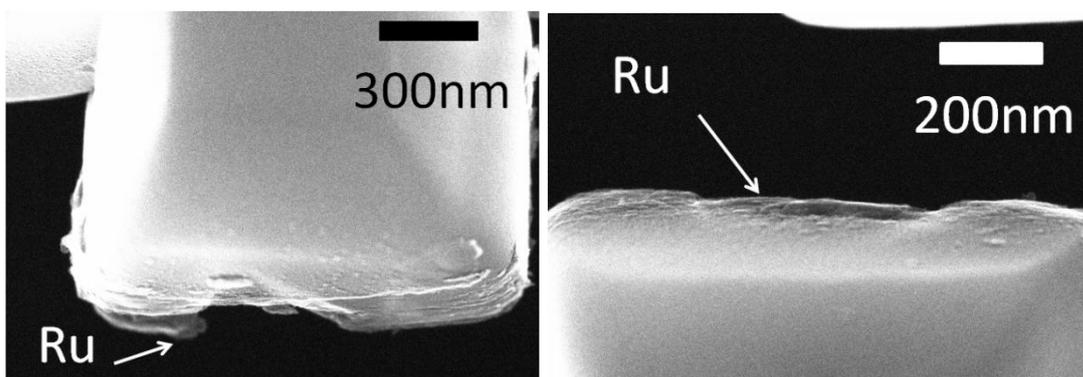


図 3.11 探針の SEM 画像（左：接触方向に駆動可能な探針 右；せん断方向に駆動可能な探針）

図 3.11 は探針先端を真上からでなく傾けて観察している。図 3.11 から Ru が堆積していることが確認できる。しかしながら、Ru のスパッタリング時間を 120 分に増やして堆積させたが、30 分のスパッタリングの堆積の厚さと大きな違いはみられなかった。スパッタリングの時間と堆積の厚さはおおよそ線形になる結果が参考文献[16]から得られているので、Ru の堆積の厚さが足りないという状態になっていた。

次に 3.51 に示した手順に従い、Ru の接触を試みた。しかし、その時に図 3.12 に示すような状態に突然なってしまった。

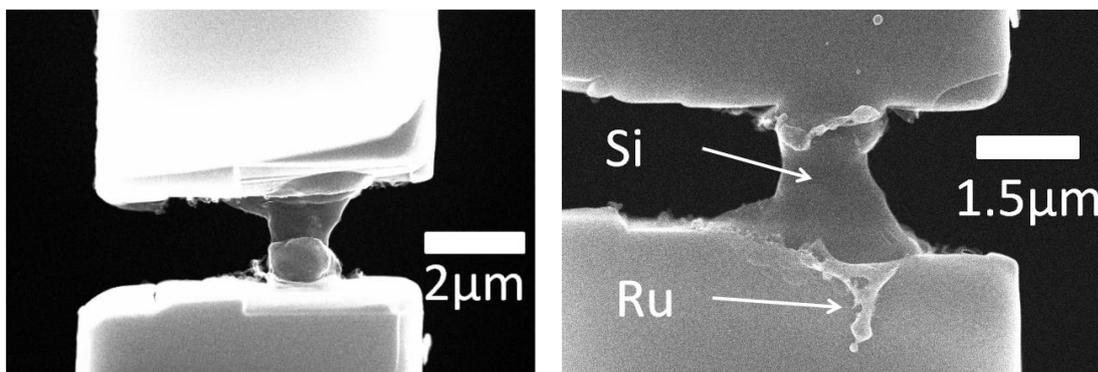


図 3.12 Ru 探針を接触方向に近づけているときに起きた現象の SEM 像(左：探針の全体像 右：拡大図)

探針を近づけようと電圧を 70V~80V に上昇させたとき、突然図 3.12 に示すような状態になった。この時に、電流値を測定する前なので両探針はグラウンドに接地された状態になっていたはずであるが、何らかの漏えいパスを通じて探針間に電圧が加わったと推定できる。

結果的に、Ru の接触部分の電気特性の計測を試みたが 2 回とも失敗してしまい、電流特性は計測できなかった。

### 3.6 まとめ

Ru を探針先端に堆積させた MEMS デバイスを用いて、Ru を接触させ、摺動実験を行った。その様子を動画で撮影することに成功した。動画を解析することで摩擦力を計算することができ、最大で 900nN の摩擦力がかかったことを算出した。次に Ru の接触部分の電気特性の計測を 2 度試みた。しかしながら、電流値を計測することはできなかった。

## 第 4 章 RuO<sub>2</sub> の摺動実験

### 4.1 はじめに

この章では、RuO<sub>2</sub> の摺動実験について説明し、その後、Ru の接触部分の電気的特性について実験を行ったことについて述べる。まず、はじめに、STEM 内に RuO<sub>2</sub> を堆積させた MEMS デバイスを挿入した。3.2 で述べた実験の手順に従い、RuO<sub>2</sub> 同士を接近、接触させ、こすり合わせることで、摺動実験を行い、その様子を観測し動画で撮影した。観測結果から摩擦力と押しこみ力を求めることに成功した。その後、接触点での電気的特性の計測を行った。

### 4.2 RuO<sub>2</sub> 探針の観察

本研究で行った実験手順を説明する。

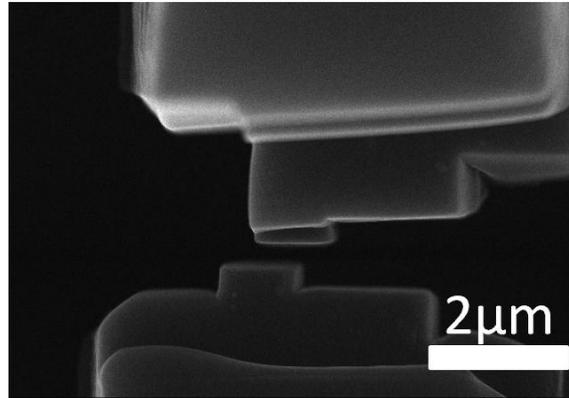
- ・ RuO<sub>2</sub> を先端に堆積した対向探針を静電駆動しながら STEM で観測する。
- ・ x 方向駆動により RuO<sub>2</sub> の堆積した針の先端を反対側の RuO<sub>2</sub> の堆積した探針に押しつける。
- ・ y 方向駆動をおこない RuO<sub>2</sub> 表面をこすり合わせる

第 3 章でも説明したが、実際の実験では接触する部分を探すとき、x 方向駆動で反対側の探針の RuO<sub>2</sub> にぎりぎり近づけ、その後に y 方向駆動を行い、接触するかを確認する。接触しなかった場合 0.1V ずつ x 方向駆動の電圧を上昇させ、その後再び、y 方向駆動を行い、接触するかを確認する。この工程を何度も行い接触個所を探していく。なお、STEM チャンバ内の真空度は  $2.61 \times 10^{-5}$  Pa であった。

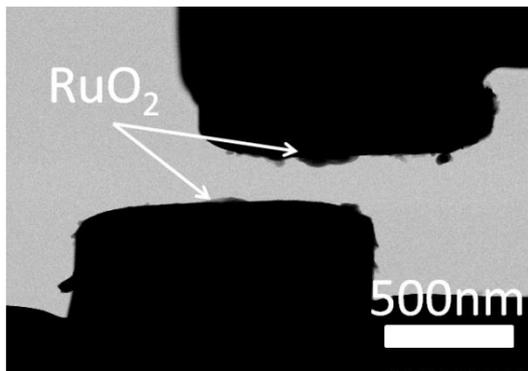
### 4.3 RuO<sub>2</sub> の摺動実験

#### 4.3.1 RuO<sub>2</sub> の堆積の確認

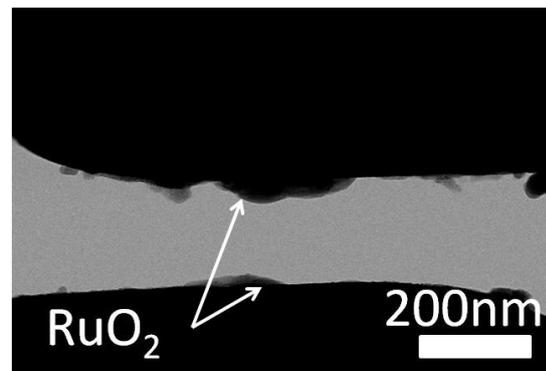
実際に実験で使用した RuO<sub>2</sub> の堆積した MEMS デバイスの針の先端の SEM 画像と TEM 画像を図 4.1 に示す。



(a) 探針の全体のSEM画像



(b) 探針の拡大図 (倍率60k)



(c) 探針の拡大図(倍率130k)

図 4.1  $\text{RuO}_2$  が堆積した探針先端の SEM と TEM 画像

探針の先端に  $\text{RuO}_2$  がきちんと堆積していることが確認できた。

#### 4.3.2 $\text{RuO}_2$ の摺動実験

針先端部に  $\text{RuO}_2$  が堆積していることが確認できたので、4.1 で説明した実験手順に従い、 $\text{RuO}_2$  の摺動実験を行った。駆動電圧は 1 秒当たり 0.5V の上昇率で徐々に増加させた。この時の、探針の速度は、4nm/s である。この条件のもと、 $\text{RuO}_2$  の摺動実験のリアルタイムでの動画撮影に成功した。図 4.2 に  $\text{RuO}_2$  の摺動の様子を示す。

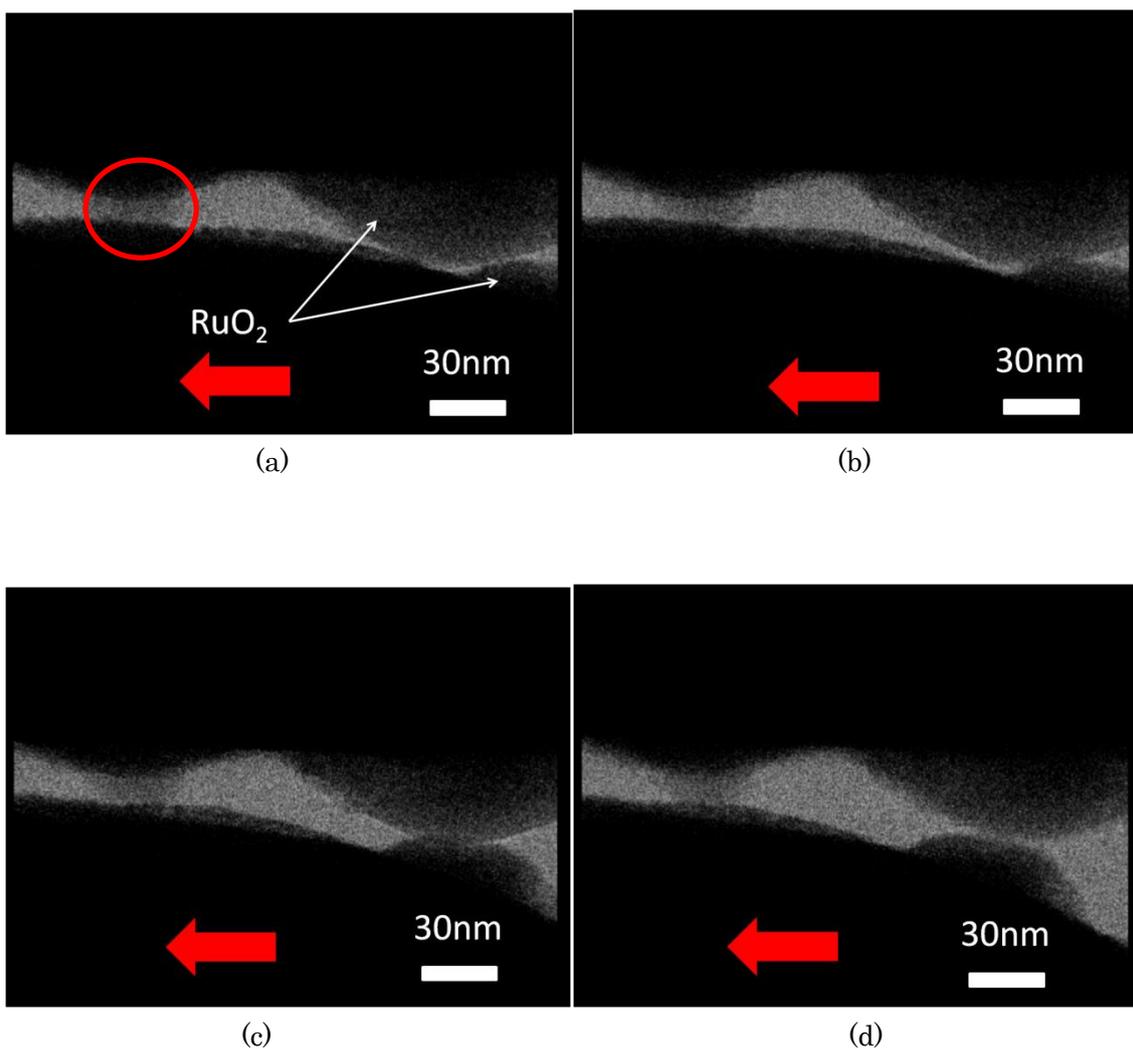


図 4.2 RuO<sub>2</sub> の摺動の様子 TEM 画像

図 4.2 で示した TEM 画像をそれぞれ説明していく。

今回の実験では上側の探針を固定し、下側の探針を図 4.2 の赤矢印の方向に駆動させた。

図 4.2(a) : 電圧印加前の初期状態である。矢印で示してある RuO<sub>2</sub> 片が確認できる。今回はこの RuO<sub>2</sub> 片を接触させていく。

図 4.2(b) : 電圧を印加し始め、下側の探針が矢印の方向へ移動しはじめる。この時点ではまだ、RuO<sub>2</sub> は接触していない。

図 4.2(c) : 駆動していた針の動きが止まる。この瞬間に上下の RuO<sub>2</sub> 片が接触し、摩擦力が働いたためと考えられる。

図 4.2(d) : 一度静止した  $\text{RuO}_2$  が、電圧を印加され続け、破断した様子である。

今回の接触実験では、図 3.3(a)の赤丸で囲んだ部分も接触しているように見ることができ  
る。この部分で接触が起きているかどうかを確認するため、接触実験前と後に赤丸部分の  
 $\text{RuO}_2$  片を撮影し、先端部分の変形を見ることで接触しているかの確認を行った。図 4.3 に  
その TEM 画像を示す。

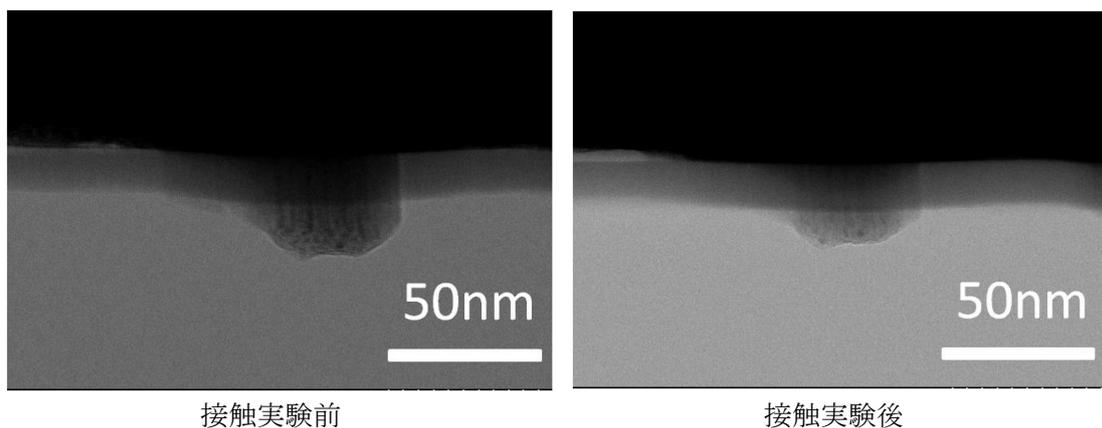


図 4.3 図 4.2(a)の赤丸部分の  $\text{RuO}_2$  片の TEM 画像

図 4.3 の両方の TEM 画像を見比べると、 $\text{RuO}_2$  片の変形はほとんど確認できない。よっ  
て今回の実験では、この部分は接触していないとみなすことができる。

#### 4.4 $\text{RuO}_2$ の摺動実験の結果

3.4.1 で示した摩擦力の求め方に従い、 $\text{RuO}_2$  の摩擦力を計測した。図 4.4 に TEM 動画  
の解析結果である電圧と探針の移動距離のグラフを示す。また図 4.2 における TEM 写真と  
の比較もできるよう、図 4.4 内に特徴的な部分の図の番号を記載しておく。

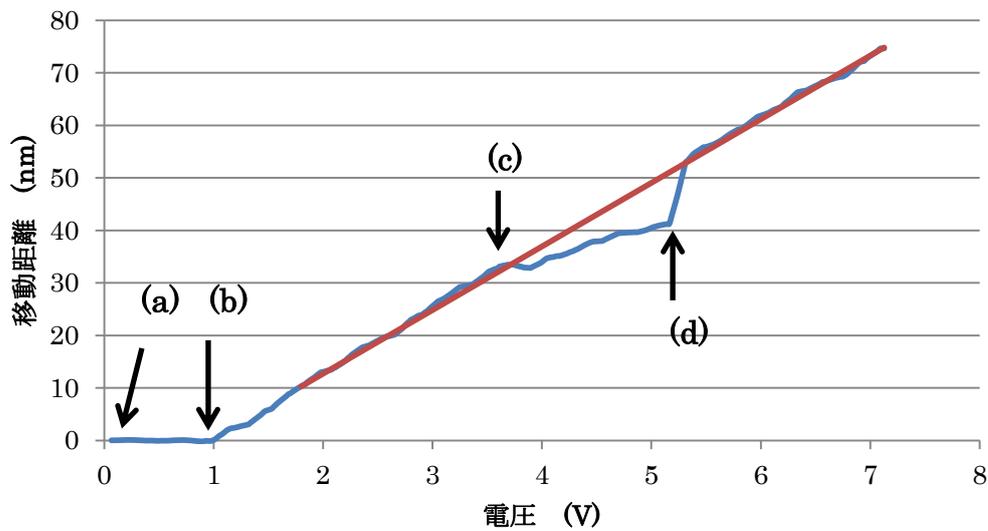


図 4.4 RuO<sub>2</sub> の接触時と非接触時の電圧－移動距離グラフ(赤線：非接触時、青線：接触時)  
(横軸は 109V のバイアス電圧に対する増分で示してある)

図 4.4 にのグラフよりせん断方向の変位差 $\Delta d$ を求めることができる。求められた変位差にばね定数  $k$  をかけることにより、Ru が接触した時の摩擦力を求めることができる。その結果を図 4.5 に示す。こちらにも、さきほどと同様に図 4.2 における TEM 写真との比較もできるよう、図 4.5 内に特徴的な部分の図の番号を記載しておく。

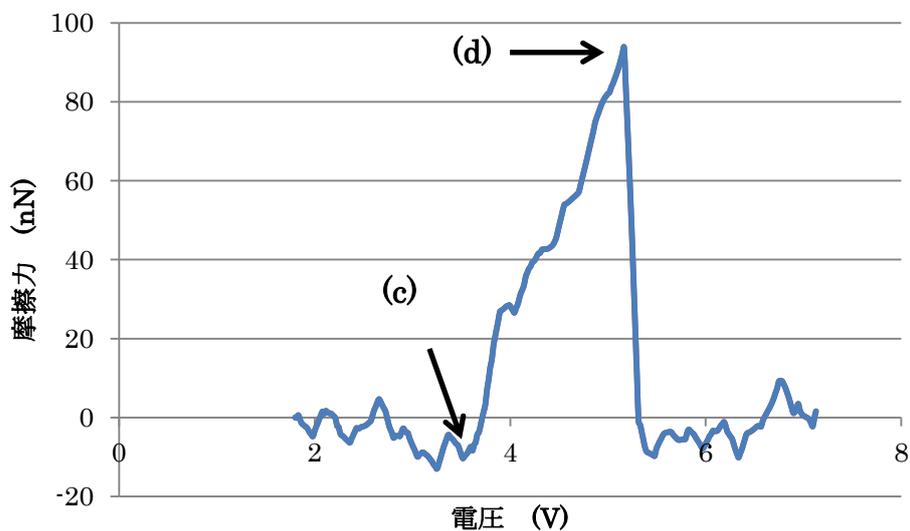


図 4.5 RuO<sub>2</sub> の摩擦力－電圧特性図  
(横軸は 109V のバイアス電圧に対する増分で示してある)

図 4.5 より、破断直前の最も高い摩擦力がおおよそ 90nN であったことが計算できた。また、図 4.4 から、破断によってスリップした距離は 10nm であることも読み取れる。

#### 4.5 RuO<sub>2</sub> の押し込み摺動実験

先ほどの実験で RuO<sub>2</sub> の接触を確認し、摺動実験を行えた。今度は更に RuO<sub>2</sub> を押し込んだ状態での摺動実験を行った。押し込みを行うことで垂直抗力を求めることができる。そのため、摩擦力だけでなく摩擦係数も求めることができるようになる。図 4.6 に RuO<sub>2</sub> の押し込みの様子 TEM 像を示す。

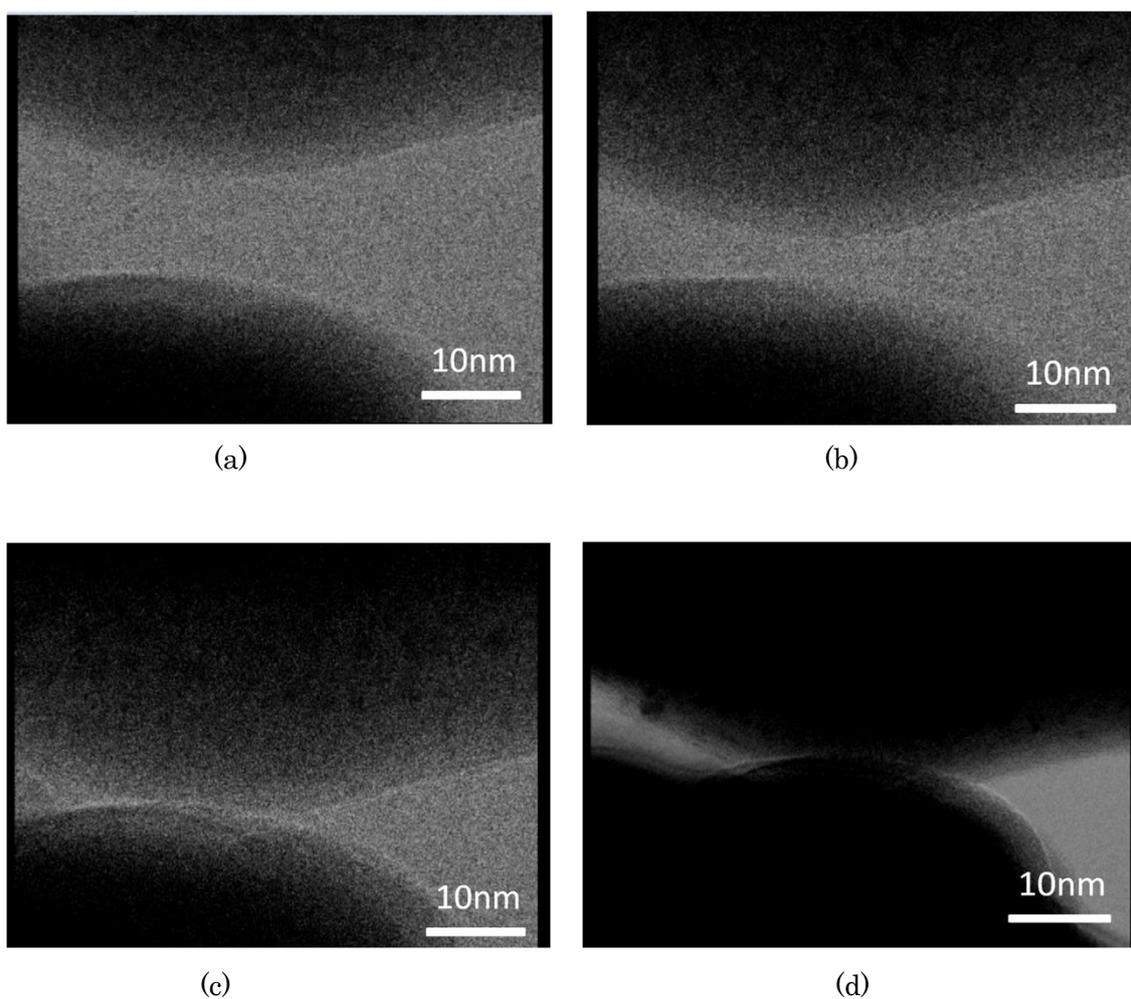


図 4.6 RuO<sub>2</sub> の押し込みの様子 TEM 像

図 4.6 で示した TEM 画像をそれぞれ説明していく。

今回は図 4.6 の TEM 画像の下側の探針を固定し、上側の探針を下向きに動かし、押し込みを行った。電圧は 58V~63V までの 5V を 1 秒間に 0.1V ずつ電圧を増加させて印加していった。探針の速度は 4nm/s である。

図 4.6(a) : 電圧印加前の初期状態である。

図 4.6(b) : 電圧を印加し始め、上側の針が下降し始める。

図 4.6(c) : 駆動していた探針の動きが止まる。この瞬間に接触したと考えられる。

図 4.6(d) : 図 4.6(d)の状態から更に電圧を印加し、最終的に電圧を 63V まで印加した状態。

3.4.1 で示した摩擦力の求め方と同様の方法を用いて、押しつけた力を見積もる。図 4.7 に TEM 動画の解析結果である電圧と探針の移動距離のグラフを示す。

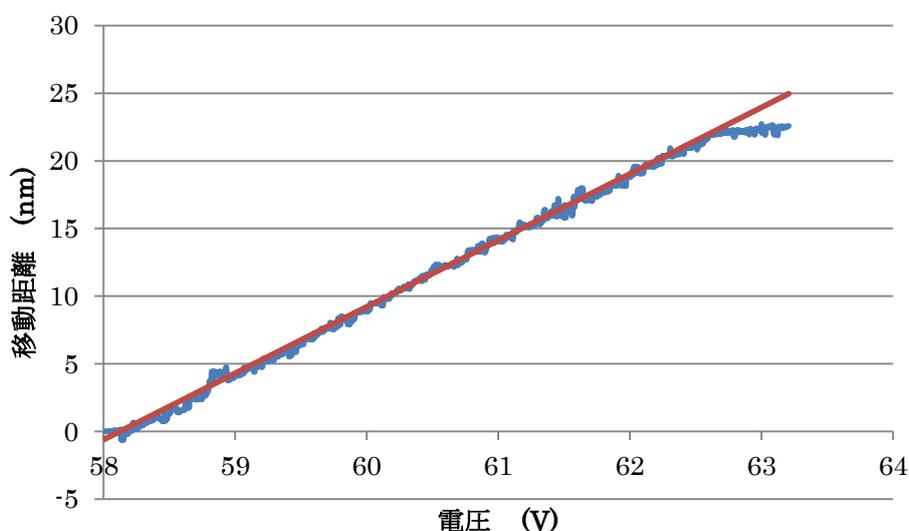


図 4.7 押しつけた力を見積もるための RuO<sub>2</sub> の接触時と非接触時の電圧－移動距離グラフ(赤線：非接触時、青線：接触時)

今回の実験では最大で 63V の電圧を印加した。その時の変位差をグラフから読み取ると 2.5nm であることがわかる。式(1)、(2)式を用いて押し込みに要した力を算出すると押しつけた探針の剛性ばね定数は 31.8N/m なので、79.5nN の力で押し込んだことが分かる。

次にこの押しつけた状態から、下側の探針を横方向に動かすことで、摺動実験を行う。その様子を、図 4.8 の TEM 像に示す。

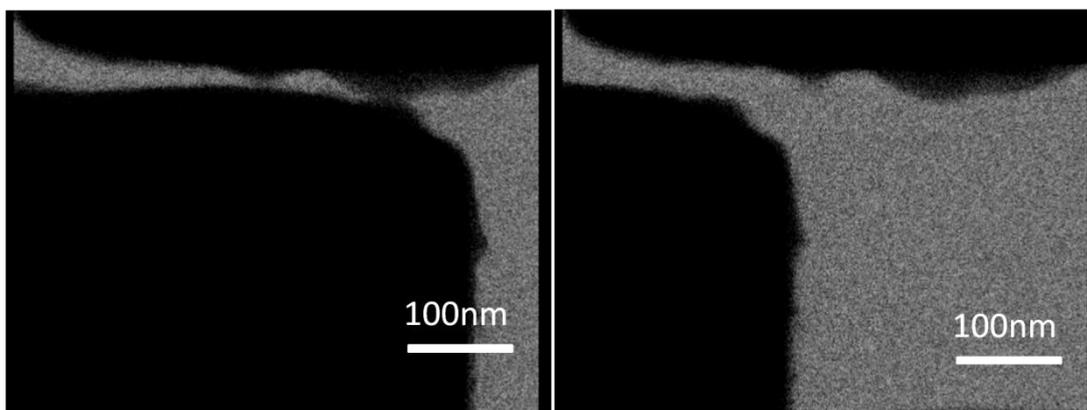


図 4.6 RuO<sub>2</sub> の押し込みをした状態での破断実験の TEM 像 (左:押し込みをした状態で電圧を印加している 右:接触が離れた直後)

3.4.1 で示した摩擦力の求め方をもとに、押し込みを行った状態での摩擦力の計測を行った。まず、図 4.7 に TEM 動画の解析結果である電圧と針の移動距離のグラフを示す。

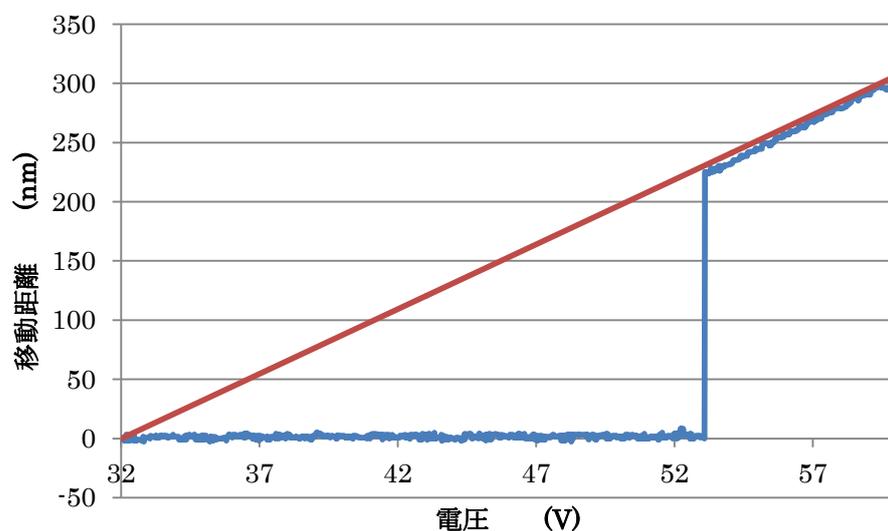


図 4.7 RuO<sub>2</sub> 押し込みを行った場合の探針の移動距離と電圧のグラフ(赤線:非接触時、青線:接触時)

図 4.7 のグラフより、押しつけを行った際のせん断方向の変位差 $\Delta d$ を求めることができる。求められ変位差にばね定数  $k$  をかけることにより、 $\text{RuO}_2$  押し込みを行った場合の摩擦力を求めることができる。その結果を図 4.8 に示す。

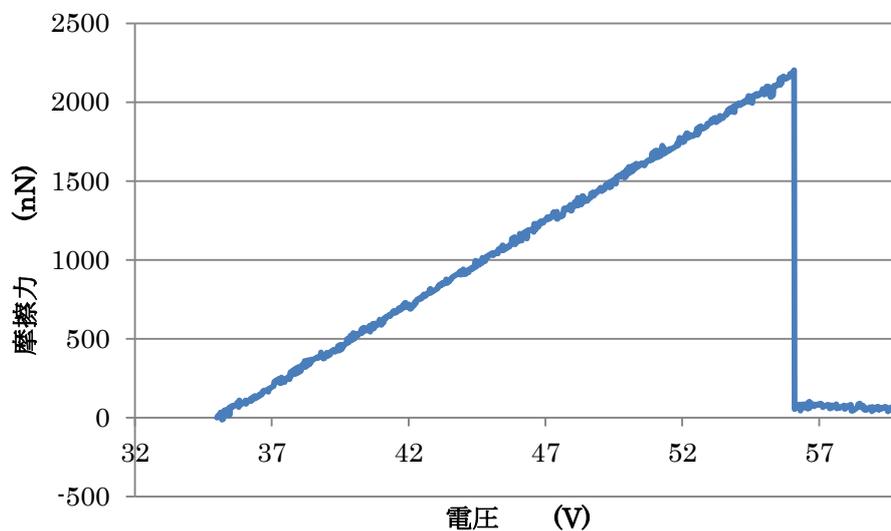


図 4.8 押し込みを行った際の  $\text{RuO}_2$  の摩擦力－電圧特性図

図 4.8 より、79.5nN で  $\text{RuO}_2$  片を押し込み、その状態から摺動実験を行うと、摩擦力は押し込みを行っていないときよりも上がり、最大で 2200nN の摩擦力がかかることが計測できた。

#### 4.6 $\text{RuO}_2$ 接触部分の電気特性

3.5.1 で説明した手順に従い、 $\text{RuO}_2$  の電気特性の計測を行った。電気特性の計測を行うために  $\text{RuO}_2$  を接触させた TEM 画像を図 4.9 に示す。

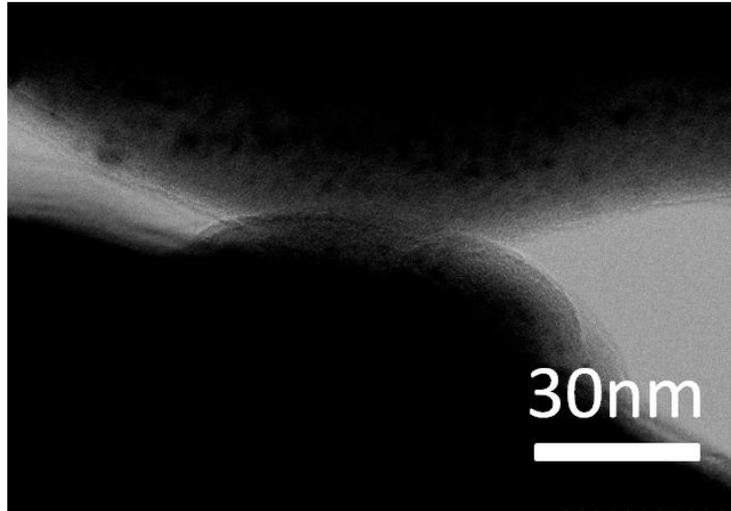


図 4.9 電流計測を行う時の RuO<sub>2</sub> の接触部分の TEM 画像

RuO<sub>2</sub> の電流計測は RuO<sub>2</sub> を接触させている探針間に 1 秒間に 0.04V の割合で 0V から 0.8V まで電圧を印加した。その時の電圧－電流特性図を図 4.10 に示す。

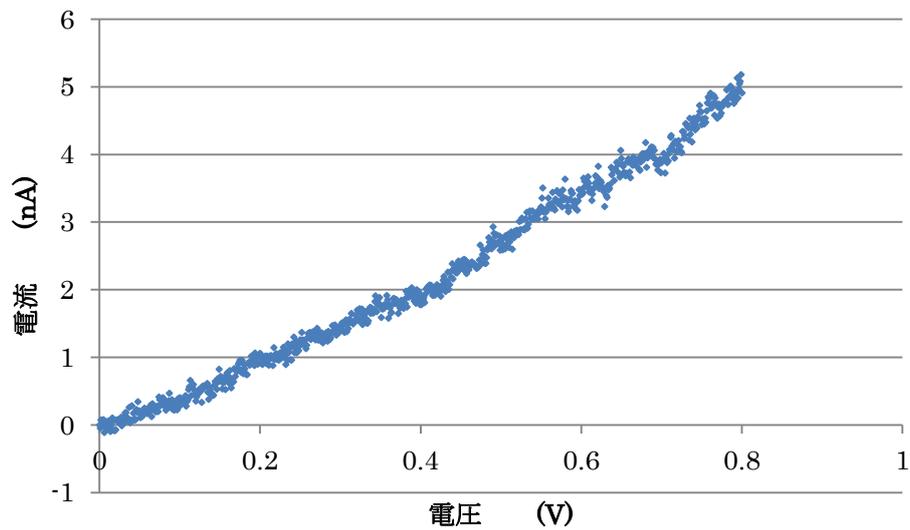


図 4.10 RuO<sub>2</sub> の電圧－電流特性図

図 4.10 から、まず電流計測に成功したことがわかる。さらに電圧－電流特性は非線形で

はなく線形性があるようにグラフからは読み取れる。

#### 4.7 まとめ

$\text{RuO}_2$  を探針先端に堆積させた MEMS デバイスを用いて、 $\text{RuO}_2$  を接触させ、摺動実験を行った。その様子を動画で撮影することに成功した。さらに、 $\text{RuO}_2$  片を押し込みながら摺動実験も行った。押し込みを行うことで、垂直抗力を計測することができ、その垂直抗力は  $79.5\text{nN}$  であった。次に  $\text{RuO}_2$  の接触部分の電気特性の計測を行った。 $\text{Ru}$  の電流計測の時は失敗してしまったが  $\text{RuO}_2$  では、計測に成功した。実際に測定したところ  $\text{RuO}_2$  の抵抗値は  $200\text{M}\Omega$  であり、面積導電率は  $1.6 \times 10^3 \Omega/\text{cm}^2$  であった。文献値と比較すると、 $2.0 \times 10^2 \Omega/\text{cm}^2$  であった。[17]

## 第5章 結論

### 5.1 まとめ

本論文ではマルチプローブアレイデバイスの実現のために必要なナノスケールの摩擦、あるいは電氣的接触を MEMS-in-TEM という技術を用いてアプローチを行った。特にマルチプローブアレイデバイスの実現のために期待されている Ru と RuO<sub>2</sub> のナノスケールでの摺動実験と電氣的特性を計測することを行った。以下に各章のまとめを述べていく。

#### 第1章

マルチプローブアレイデバイスについて述べ、その必要性について述べた。マルチプローブアレイデバイスの実現のための問題点として、ナノスケールでの摩擦、電氣的接触についての効果の解明が必要であるため、本研究ではその効果の解明を目標とした。この効果の解明のため位 MEMS デバイスと TEM を組み合わせた MEMS-in-TEM という技術を用いて研究を行うことを提案した。

#### 第2章

第2章では、MEMS-in-TEM という技術を説明しながら、MEMS と TEM についても説明を行った。また今回研究で用いる MEMS デバイスの作製方法、Ru の堆積方法と RuO<sub>2</sub> を作製するための RIE を用いた酸素プラズマ処理についても述べた。今回は Ru を 30~40nm の堆積を目指し、RuO<sub>2</sub> は 10nm 以上の酸化膜を目指して作製した。

#### 第3章

Ru を探針の先端に堆積させた MEMS デバイスを用いて、Ru の摺動実験を行った。この章で摺動実験の結果から摩擦力を求める方法についても説明を行い、実際に Ru の摩擦力を求めることができた。求めた摩擦力は 900nN であった。

また、MEMS デバイスを用いて Ru の接触点における電氣的特性を計測する方法についても述べ、実際に Ru の電氣的特性を計測した。しかしながら計測することはできなかった。

#### 第4章

RuO<sub>2</sub> を探針の先端に堆積させた MEMS デバイスを用いて、RuO<sub>2</sub> の摺動実験を行った。摺動実験の結果から摩擦力を求めることができた。計測した摩擦力は 90nN であった。第3章で述べた電氣的特性を計測する手法を用いて RuO<sub>2</sub> の電氣的特性を計測することもでき

た。実際に測定したところ  $\text{RuO}_2$  の抵抗値は  $200\text{M}\Omega$  であり、面積導電率は  $1.6 \times 10^3 \Omega/\text{cm}^2$  であった。文献値と比較すると、 $2.0 \times 10^2 \Omega/\text{cm}^2$  であった。

## 参考文献

- [1] NEDO, 電子情報技術ロードマップ 2009 ストレージ・メモリ分野, 2009.
- [2] Hoe Joon Kim, Nicolaie Moldovan, Jonathan R Felts, Suhas Somnath, Zhenting Dai, Tevis D B Jacobs, Robert W Carpick, John A Carlisle and William P King, “Ultrananocrystalline diamond tip integrated onto a heated atomic force microscope cantilever” *Nanotechnology* 23 (2012) 495302 (9pp).
- [3] 尾上篤, “強誘電体への超高密度情報記録,” *Pioneer R&D*, vol. 13, no. 2, pp45-51, 2004
- [4] T. Inoue, J. Taniguchi, and T. Ochi, “Improving the lifespan of the cantilever during electron assisted AFM lithography” *Microelectronic Engineering* vol. 98, pp. 288-292, 2012
- [5] J. R. Haaheim, E. R. Tevaarwerk, J. Fragalab, R. Shile, “Dip Pen Nanolithography: A Maturing Technology for High-Throughput Flexible Nanopatterning “ in *Proceedings of the Nano Science and Technology Institute*, 2007
- [6] S. C. Minne, S. R. Manalis, A. Atalar, and C. F. Quate, “Independent parallel lithography using the atomic force microscope” *Journal of Vacuum Science & Technology B*, vol. 14, no. 4, pp. 2356-2461, 1996
- [7] S. C. Minne, J. D. Adams, G. Yaralioglu, S. R. Manalis, A. Atalar et al, “Centimeter scale atomic force microscope imaging and lithography” *Applied Physics Letters*, vol. 73, no. 12, p. 1742, 1998
- [8] Kuniyuki KAKUSHIMA, Toshiyuki WATANABE, Kouji SHIMAMOTO, Takushi GOUDA, Manabu ATAKA, Hidenori MIMURA, Yoshimasa ISONO, Gen HASHIGUCHI, Yutaka MIHARA and Hiroyuki FUJITA, “Atomic Force Microscope Cantilever Array for Parallel Lithography of Quantum Devices” *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 43, no. 6B, pp. 4041-4044, Jin. 2004
- [9] Khalid Salaita, Yuhuang Wang, Joseph Fragala, Rafael A. Vega, Chang Liu, and Chad A. Mirkin, “Massively Parallel Dip - Pen Nanolithography with 55000-Pen Two-Dimensional Arrays” *Angewandte Chemie*, vol. 118, pp. 7378-7381, 2006
- [10] 富澤泰, “マルチプローブアレイデバイスの実用化に向けたプローブ先端ナノトライボロジー現象に関する研究” 東京大学博士論文, 2013.
- [11] 石田忠, “MEMS 針端の形状変化と TEM その場観察と電気・機械特性の同時測定” 東京大学博士論文, 2007.
- [12] T. Ishida, K. Kakushima, M. Mita, and H. Fujita “MEMS 対向探針による金ナノコンタクト接近-衝突-引張-破断実験の HRTEM 観察と電流測定” *IEEJ Trans. SM*, Vol.126, No9

p504-509 (2006)

- [13] Tadashi Ishida, Kuniyuki Kakushima, Makoto Mita and Hiroyuki Fujita, “TEM observation of tensile deformation of silicon nanowire between micromachined sharp opposing tips”, IEEE of the 18th Annual International Conference, pp. 879, (2005).
- [14] 池上尚克, “Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) の最新技術動向” 沖テクニカルレビュー, vol. 70, no. 4, 2003
- [15] 佐藤隆明, “固体潤滑の機構解明を目指すナノせん断破壊の実時間 TEM 観測,” 東京大学博士論文, 2012
- [16] 仲島祐樹, “金対シリコン異種 MEMS 針端の接触による金原子移動の実時間観測,” 東京大学修士論文, 2007
- [17] D. B. ROGERS, R. D. SHANNON, A. W. SLEIGHT, AND J. L. GILLSON, “Crystal Chemistry of Metal Dioxides with Rutile-Related Structures” Inorganic chemistry, vol. 8, no. 4, pp. 831-849, 1969

## 本研究に関する発表

赤尾 拓朗\*, 鍋屋 信介, 佐藤 隆昭, 藤田 博之「Ru のナノ摩擦現象の TEM 観測」  
電気学会全国大会 マイクロマシン・センサシステム部門 (2014)  
2014年3月18日～20日 愛媛大学 城北キャンパス

## 謝辞

本論文は、東京大学大学院生産技術研究所藤田博之教授のご指導のもと行われました。藤田先生には研究の事だけでなく、私の将来の事、そのために何が必要かなど、私自身が社会に出ていくために必要なことを、研究を通じてご指導いただきました。本当に至らないことが多かった私ですが、最後まで親身になって接し、指導していただいたことを心から感謝しています。

藤田研究室の安宅学助教授からは、クリーンルームでの装置の使い方等を丁寧に教えて頂きました。

博士研究員の久米村百子氏には、 $\text{RuO}_2$  を作製する際に使う RIE の使い方を教えて頂きました。おかげでスムーズに実験を行うことができました。

研究員の Laurent Jalabert 氏には、TEM 部屋でのルールや片づけ方等を教えて頂きました。また、研究で行き詰っているときに質問をした際、丁寧に教えて頂きました。ありがとうございます。

研究員の佐藤隆昭氏には、私の研究に必要な MEMS 作製プロセス、FIB の使い方、TEM の使い方、スパッタミニの使い方と、多岐にわたって教えて頂きました。また、研究以外にも研究を乗り切るための体力作りとして筋力トレーニングなどにもお誘いいただき、非常に楽しい研究生生活を送ることができました。本当にありがとうございます。

技術専門職員の高山由貴氏には、STEM の実験と一緒にやっていただきました。ありがとうございます。また、特別推進ミーティングでは、右も左もわからない私に、いろいろとアドバイスをくださり、ありがとうございました。

博士課程の鍋屋信介氏には、1年の輪講、2年の輪講、修士論文と、いつも遅くまで実験と一緒に行っていただき、資料づくり等に関する的確なアドバイスをいただきました。ありがとうございます。

修士課程の Jisu LEE 氏と江柏村氏には、同じ学年と言うこともあり、非常に仲良くしていただきました。研究の事だけでなく、学校の講義などの連絡事項なども3人で情報を共有することができ、非常に有意義に修士課程の生活を送ることができました。個人的ではありますが、Jiss 氏と江氏と本郷キャンパスから研究室までの帰り道を一緒に帰ってくるのが、いつも非常に楽しかったです。ありがとうございます。

藤田研究室の秘書の牧野氏には、研究室の生活を助けて頂きました。本当にお世話になりました。

最後に、私をさせてくださった、藤田教授をはじめとする藤田研究室の皆様本当に感謝いたします。