様　式　Ｃ－１９、Ｆ－１９、Ｚ－１９　（共通）

科学研究費助成事業　　研究成果報告書

平成　２８　年　　５　月　２３　日現在

機関番号：　１２１０２
研究種目：　基盤研究(C)（一般）
研究期間：　2013～2015
課題番号：　２５４２０１９５

研究課題名（和文）モード局在化と自励振動を利用したマイクロカンチレバープローブによる超精密質量計測

研究課題名（英文）Ultrasensitive mass sensing by utilization of mode-localization in self-excited coupled microcantilevers

研究代表者

藪野　浩司（yabuno, hiroshi）

筑波大学・システム情報系・教授

研究者番号：６０２４１７９１

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費）　　4,000,000円

研究成果の概要（和文）：微小質量計測のための新しい方法を提案した。微小質量計測は振動子に測定対象を乗せて、それによる固有振動数変化から測定するのが一般的であるが、二つの連成した振動子の一方に測定質量を乗せて、それらの振幅比から質量を同定する方が高精度であることが知られるようになった。本研究では、生体試料観察に向けて、この手法を高粘性したでも利用できるような新しいレゾネータの発振法を提案し、その有効性を実験により検証した。

研究成果の概要（英文）：In this research, a novel measurement method for small mass is established. In the general sing, the mass is attached to the oscillator and from the shift of the natural frequency, the mass is estimated. Recently, much more accuracy sensing is proposed by coupled cantilevers. In this study, by using such coupled cantilevers, a novel excitation method for the cantilevers. Hence, we propose a method by which the coupled oscillators is self-excited under the velocity feedback. The resonance can be produced even in large viscosity environments for the measurement of biological samples.

研究分野：　機械力学

キーワード：　振動　センサー　質量計測　マイクロカンチレバー

１．研究開始当初の背景

微小質量計測は、匂い計測、環境中の微小粒状物質の検出、化学反応状態の検出、酵素・微生物・抗体の分子識別など、環境から医療分野にいたるまで幅広い分野で利用され、さらなる計測精度の向上（原子レベル：ナノグラムのオーダの計測精度）が期待されている。

微小質量計測法の研究は内外において近年盛んに行われているが（例えば、Chuan-Yu Shao, Yusuke Kawai, Masayoshi Esashi, and Takahito Ono, Electrostatically switchable microprobe for mass-analysis scanning force microscopy, IEEJ Transactions on Sensors and Micromachines, 130 (2010) 59-60）、強制振動を利用した方法（周波数応答曲線のピークを与える加振周波数からマイクロカンチレバーの固有振動数を同定する方法）で、精度向上が限界にきている。また、Q値が低くなる高粘性環境下では原理的に従来法の利用は不可能である。

このような状況に対して、測定環境を選ばず、より高精度な固有振動数の同定を可能にし、ナノグラムオーダの質量検出が可能な質量計の開発が望まれている。

２．研究の目的

ナノグラムオーダーの質量検出を可能にする質量センサーの開発を目的とする。微少質量検出にはマイクロカンチレバーが広く用いられ、粒子の吸着による固有振動数変化の測定精度が直接、質量計測の精度に反映される。

本研究の目的は、測定環境の粘性の大きさに左右されず、従来法に比べて高精度の質量測定を実現することであり、著者らが AFM による、生体試料の非接触計測に向けて提案した van der Pol 型自励発振マイクロカンチレバーの原理をさらに発展させて、以下のことを実現する。

（１） マイクロカンチレバーの振動数揺らぎの 1/1000Hz 以下への低減法の提案

（２） Q値が定まらない高粘性環境下でのカンチレバーの固有振動数の同定法の提案

（３）固有振動数計測に比べて格段に感度の向上が図れる固有モード計測による方法のさらなる検討

（４）高粘性環境下でのナノグラム精度の質量測定システムの開発

３．研究の方法

本研究では、従来の強制加振による固有振動数同定法に代わり、van der Pol 型自励発振を用いた固有振動数同定手法を提案し、測定環境の粘性の影響を受けずかつ高精度な質量測定を可能にする。研究の方法は以下のとおりである。

（１）Van der Pol 型カンチレバーによる固有振動数同定精度の検討

（２）マクロスケールのカンチレバーに van der Pol 型の自励発振を発生させる実験装置を製作する

（３）応答周波数の振幅依存性を理論ならびに実験により検討し、非線形フィードバックによる振幅低減化が固有振動数推定精度に及ぼす影響を検討する

（４） 様々な粘性を持つ液体中でカンチレバーの自励発振を試み、固有振動数の同定精度と粘性との関係を実験的に明らかにする

（５）モード局在化現象を利用したマイクロカンチレバー質量計測装置の開発

４．研究成果

（１）微小加工技術を用いた連成レゾネータ（図１参照）の開発をおこなった。

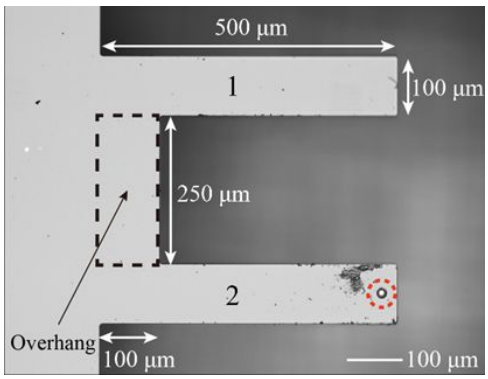


図１製作した連成マイクロカンチレバー

製作にはＭＥＭＳ技術の一つである深堀エッチングとディープＲＩＥ法を使った。このような連成レゾネータを用いて微小質量を測定する以下の様な方法を理論的に提案した。

（２）二つのカンチレバーの片側に測定質量を付加して、付加前後のモードの変化を測定する方法である。この方法は従来から知られているものであるが、実際にどのようにしてモードを実験的に測定するかがという点ではまだ決定的な手法が確立されていない。これまでの研究では、強制振動の共振点でのカンチレバーの振幅比からモードを計測していた。しかしながらこの方法は測定環境の減衰の影響で測定精度が悪化するため、本研究では自励振動を用いたモードの計測法を提案した。すなわち、カンチレバー１の変位をフィードバックしその積分値によりカンチレバーの変位（図１等価的な解析モデルを表す図２中のΔｘ）を与えることにより、自励発振させることに成功した。

（３）自励振動を利用する利点は、測定環境の粘性を完全に除去できるため、強制振動では不可能であった、質量の液中観察が可能なことである。すなわち、生体試料などの質量観察が実現できる。実際に図３および図４に示す測定装置を製作して質量計測を行った。

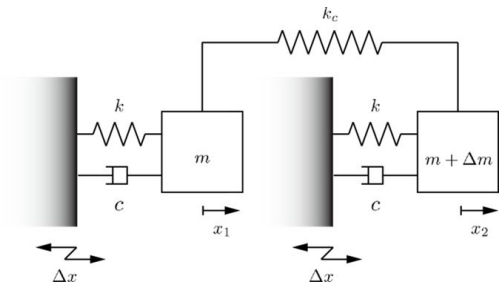


図２連成レゾネータの解析モデル
Δm：測定対象の質量、kc は連成剛性
c:環境中の等価粘性、Δx1、Δｘ２：カンチレバー1および２のたわみ、Δｘ：カンチレバー支持位置の加振変位

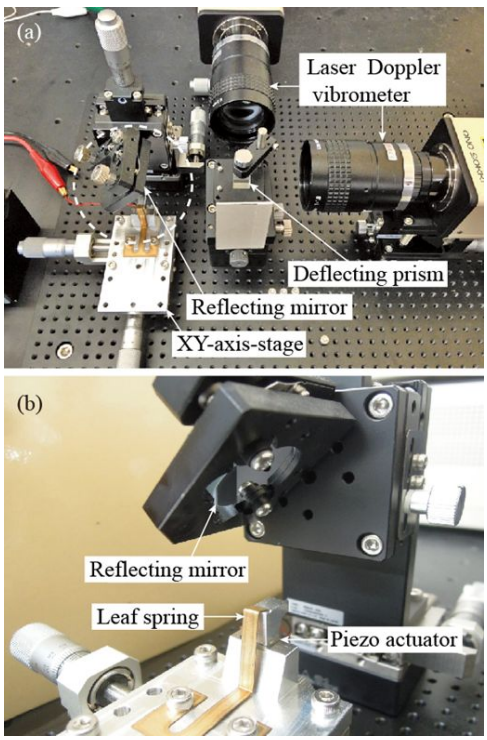


図３連成カンチレバープローブを用いた超微小質量計測装置

（４）質量計測結果を示す。既知質量のマイクロビーズを用いて、大気中で計測精度を測定した結果が図５である。横軸がノミナル値、縦軸が測定値である。マイクロビーズの質量はばらつきがあるため、エラーバーは横軸に水平に示されている。この結果から実験値の誤差は最大で 4.9%である。これまでの超微小質量測定では、このような定量的な計測は行われてらず、また計測には真空装置などの大掛かりな装置を必要としたが、本提案手法では必要がなく簡便な微小質量計測を実現できた。本実験は大気中で行われたが、提案手法の特徴に鑑みれば、そのまま液中での質量を測定に利用可能であり。同等の測定精度で、質量測定が実現できるものと考えられるが、実験的検証は今後の課題である。なお、実験ではカンチレバーの振幅成長を押さえるために、非線形フィードバック制御を行っている。

（５）本研究のインパクトについて：上述のように、自励振動を利用したことによって測定環境の粘性を完全に補償できる点と連成カンチレバーを利用したモード変化を利用したことにより、固有周波数からの測定に比べて格段に定量的に微小質量測定が可能になる点が、提案手法の大きな特徴であり、その成果はアメリカ物理協会（ＡＩＰ）から最先端質量計測法に関するニュースとして全世界に向けて発信された。

ニュースのＵＲＬ
https://publishing.aip.org/publishing/journal-highlights/measuring-mass-molecules-nano-scale

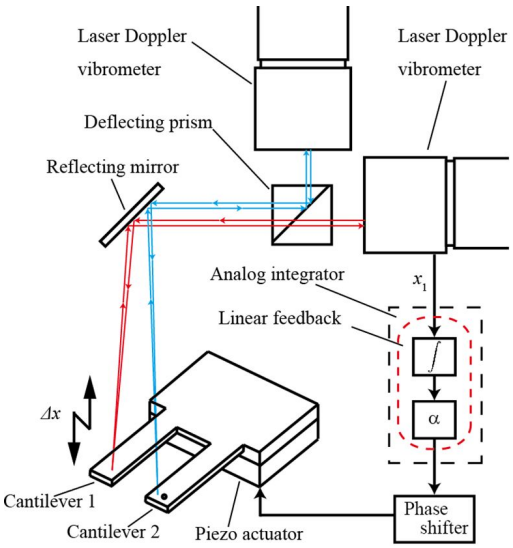


図４光学計と制御ブロックダイアグラム

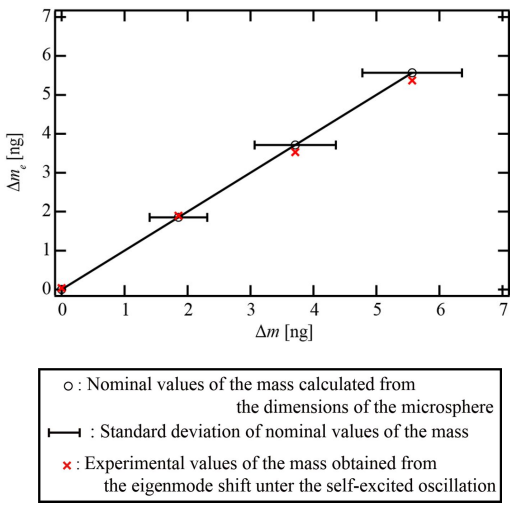


図５微小質量測定結果

５．主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計４件）すべて査読あり

①Endo, D., Yabuno, H., Higashino, K., Yamamoto, Y., and Matsumoto, S, Self-excited Coupled-microcantilevers for mass sensing, Applied Physics Letters, 106, 2015, 223105-1-4, DOI: 10.1063/1.4921082.

②Higashino, K., Yabuno, H., Aono, K., and Yamamoto, Y., and Kuroda, M., Self-excited vibrational cantilever-type viscometer driven by piezo-actuator, Journal of Vibration and Acoustics, 137, 2015, 061009-1-6, DOI: 10.1115/1.4030975.

③Yabuno, H., Higashino, K., Kuroda, M., and Yamamoto, Y, Self-excited vibrational viscometer for high-viscosity sensing, Journal of Applied Physics, 116, 2014, 124305-1-6, DOI: 10.1063/1.4896487.

④Yabuno, H., Seo, Y., and Kuroda, M., Self-excited coupled cantilevers for mass sensing in viscous measurement environment, Applied Physics Letters, 103, 2013, 063104-1-5, DOI:10.1063/1.4817979.

〔学会発表〕（計１件）

①Endo, D., Yabuno, H., Higashino, K., Yamamoto, Y., and Matsumoto, S, Utilization of self-excited oscillation in coupled cantilevers for mass sensing, ASME IDETC Conference, August 2-5, 2015, Boston USA.

６．研究組織

(1)研究代表者

藪野　浩司（YABUNO,Hiroshi）
筑波大学・システム情報系・教授
研究者番号：６０２４１７９１