

超高品質因子を持つダイヤモンドカンチレバーとそのセンサチップの開発に成功

～高信頼性・超高感度なダイヤモンド製マイクロマシンセンサの実現に向けて前進～

配布日時：平成30年10月30日14時

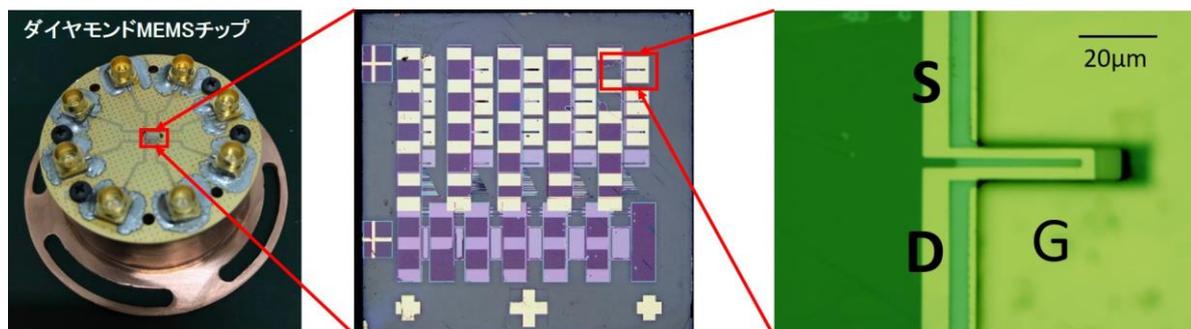
国立研究開発法人物質・材料研究機構

概要

1. NIMSは、室温で世界最高レベルの高品質因子（Q値）*¹を持つダイヤモンドカンチレバーおよび世界初の電気信号による駆動と、センシングを一体化した単結晶ダイヤモンドMEMS*²センサチップの開発に成功しました。本成果は、既存のシリコン製MEMSの感度や信頼性を大幅に向上させるダイヤモンドMEMSという新しい分野を開く成果として期待されます。

2. 微小な梁の一端が固定されたカンチレバーと、電子回路を1つの基板上に集積化したMEMSセンサは、ガスセンサや質量分析装置、走査型顕微鏡プローブなどに使われています。今後、防災や医療などの分野で応用が見込まれており、感度や信頼性のさらなる向上が求められています。ダイヤモンドは、弾性定数、機械的硬度等が物質中で最高値を有する材料であり、高信頼性、高感度なMEMSセンサの実現が期待できますが、その硬度から3次元での微細加工が困難でした。本研究グループは、イオンビームを用いた加工技術「スマートカット*³」を開発し、2010年に単結晶ダイヤモンドのカンチレバー作製に成功しました。しかし、表面の欠陥などが原因で感度は既存のシリコン製のカンチレバーと同等程度でした。

3. 今回、ダイヤモンド表面を原子スケールでエッチングする技術を新たに開発し、スマートカットで加工した単結晶ダイヤモンドのカンチレバー表面の結晶欠陥を取り除くことで、感度を表す品質の指標「Q値」で世界最高レベルの100万以上の値を持つダイヤモンドカンチレバーの開発に成功しました。さらに、カンチレバーを振動させる回路と、振動をセンシングする電子回路を同時にカンチレバー上に集積化する新たなMEMSデバイスコンセプトを提案し、世界で初めて電気信号で駆動する単結晶ダイヤモンドMEMSチップの実証実験に成功しました。開発した単結晶ダイヤモンドMEMSチップを実際に駆動させたところ、高感度、低い動作電圧、高温動作（600℃）などの非常に高い性能を示しました。



図：開発したダイヤモンドMEMSチップ全体と、ダイヤモンドカンチレバーの顕微鏡写真

4. 今後、本研究成果をもとにダイヤモンド製のMEMSチップ実用化に向けた基盤技術を確立することで、単分子の質量の違いを検知できるような超高感度で、高速・小型かつ信頼性の高いセンサなどへの展開が期待できます。

5. 本研究は、NIMS 機能性材料研究拠点の廖梅勇主幹研究員、呉海華NIMS研修生、寺地徳之主席研究員らと、国際ナノアーキテクトニクス研究拠点 (MANA) の桑立斐独立研究者、技術開発・共用部門の小出康夫部門長、東北大学 戸田雅也准教授によって行われました。この研究の一部は、科研費補助金(基盤B JP15H03999)、TIA 連携プログラム探索推進事業「かけはし」の支援を受けて得られたものです。本研究成果は、Physical Review Materials 誌 (現地時間2018年9月28日公開, Editors' Suggestionに選出) と、Advanced Materials Technologies オンライン版 (現地時間2018年10月29日公開) にてそれぞれ公開されました。

研究の背景

マイクロ・ナノマシン(Micro/Nano-electromechanical systems, MEMS/NEMS)とは、「微小な電気機械システム」という英語の略称であり、MEMS/NEMSは、機械要素部品、センサ、アクチュエータ、電子回路を一つの基板上に微細加工技術によって集積したデバイスを指します。半導体プロセスのバッチ製造工程で作ることができるので、低価格化や小型化、機能の集積化が進みやすくなります。特にMEMS センサは、他のセンサと比較して、様々な機能、小型軽量、省スペース、省電力、高速、高精度、大量生産性を持つ利点があり、自動車、情報通信、携帯・モバイル、防災・セキュリティ、医療・ヘルスケア、ロボット等の広い分野での応用ができます。Society 5.0においてキーデバイスに位置づけられており、我が国の製造業の国際競争力を確保するために、キーテクノロジーの一つとなるMEMS の製造技術を一層高度化する必要があります。

従来のシリコンMEMSは、半導体電気伝導を利用しているため、エネルギー損失が大きい、品質因子が低い(～1000)、機械的、電氣的、化学的および熱的な安定性が悪い、センサの感度と分解能が低い、という欠点を有しています。ダイヤモンドは5.5 eVの広いバンドギャップを有し、物質中で最高の機械性能、最大の熱伝導率・耐熱性等の優れた物性を持つため、究極のMEMS材料として注目され、既存の材料をはるかに凌ぐ通常環境から極限環境まで広く利用が期待されています。

ダイヤモンドMEMS/NEMSにとって、微細加工技術とデバイスコンセプトのイノベーションは最も重要な課題です。従来の技術では、シリコン等の半導体基板上にパターニングされた酸化物薄膜(例えばSiO₂)を犠牲層として堆積させ、その犠牲層上に多結晶ダイヤモンドあるいはダイヤモンド状カーボンを選択成長させた後、犠牲層をエッチング除去することによって、機械共振子*4を作製しています。多結晶ダイヤモンドを用いたMEMSデバイスの報告もありますが、機械性能、安定性および再現性はあまり良くないのが現状です。従って、高信頼性・高性能なMEMS/NEMSを実現するために、「単結晶」ダイヤモンドを用いた可動構造体の作製技術を開発し、独創的なデバイスコンセプトに基づいて研究開発をすることが重要です。

一般に、MEMSを幅広く応用するためには以下の二つの重要な材料学的課題があります。(1) 高Q値機械共振子の作製、及び(2) 電子回路駆動性とその機械共振子の集積化が不可欠です。Q値は機械共振子の最も基本的な性能指数であり、材料の結晶品質、表面状態及びMEMSデバイスの最終的な特性、例えば、センサの感度、スイッチの作動電圧などを決定するため、Q値の評価は重要です。一方、ほとんどMEMSの応用には、機械的共振子信号を外部電子回路によって制御、処理するために、電氣的インターフェースが必要です。しかしながら、ダイヤモンドは、化学薬品に対し不溶不融であり加工が難しく、単結晶ダイヤモンドの機械共振子の作製が難しく、高Q値(高感度MEMSセンサ応用にはQ>10000が必要)化は更に難しい課題でした。また、異種基板上的高品質単結晶ダイヤモンドの成長は極めて困難であること、並びに低いエネルギー散逸と高い導電性を同時に持つ高品質ダイヤモンドの成長が不可能であることから、電気信号で駆動させる単結晶ダイヤモンド MEMSは実現されていませでした。

研究成果の内容

本研究グループは、2010年に単結晶ダイヤモンド基板上にダイヤモンド薄膜を成長させたダイヤモンド-オン-ダイヤモンド(全単結晶ダイヤモンド)を基本概念として、単結晶ダイヤモンド基板に高エネルギーイオンを注入することによって、局所的にダイヤモンドをグラファイトに相変態させた犠牲層(グラファイト犠牲層*5と呼ぶ)を形成した後、そのグラファイト犠牲層を溶液エッチング除去することによって、形状と寸法制御可能な可動構造体(一端が固定され他端が自由なカンチレバー、または両端を固定したブリッジ)を作製するプロセスを開発しました。しかし、イオン注入アシストリフトオフ法によって作製したダイヤモンドMEMS共振子はイオン注入による欠陥層が含まれ、Q値は1000程度と低い値でした。2014年、ダイヤモンド機械共振子のQ値を決めるエネルギー散逸機構も解明し、続いて2017年に、マイクロ波プラズマ気相成長法*6によってダイヤモンド薄膜の成長プロセスを改善して、Q値10000程度を持つダイヤモンドカン

チレバーを作製するプロセスを開発しました。

今回これら一連の研究成果を更に発展させ、スマートカットと原子スケールエッチング技術^{*7}を組み合わせることで、ダイヤモンドカンチレバーの結晶欠陥を取り除き、100万以上(110万)の超高Q値を持つダイヤモンド機械共振子の開発に成功しました。更に、革新的なユニバーサルオンチップセルフセンシング自励発振駆動のMEMSデバイスコンセプトを提案し、世界で初めて電気信号で駆動する単結晶ダイヤモンドMEMSチップを実証しました。開発された単結晶ダイヤモンドMEMSチップは、高感度、低い作動電圧、低いエネルギー散逸、高周波数および高温動作(600°C)の超高性能を示しました。

図1(a)(b)に、単結晶ダイヤモンドのカンチレバーの光学写真を示します。図1(c)は、共振周波数に対する変位、図1(d)はリングダウン法^{*8}により減衰時間に対する変位を評価した結果を示します。図1(c)により原子スケールエッチング処理後のカンチレバーの厚さを見積もった結果、0.25 nm/時間のエッチングレートが明らかとなりました。一方、図1(d)より見積もられるQ値は原子スケールエッチング処理後、室温で1,000,000以上であり、Q値が著しく改善していることが確認できます。図2にグラファイト犠牲層除去する前に、ダイヤモンド断面の走査型電子顕微鏡写真ダイヤモンドエピ層、グラファイト犠牲層(200nm)及びイオン注入層(100nm)を持つサンドイッチ構造が形成されていることが確認できます。これらの結果より、カンチレバー底部の欠陥層が大きいエネルギー損失を誘導し、Q値を低下させていることが明らかとなりました。本研究では、単結晶ダイヤモンドのみでカンチレバーを作製し、カンチレバー底部の欠陥層を除去することで、非常に高いQ値を持つダイヤモンド機械共振子の開発に成功しました。また本研究にて得られたQ値はこれまでに報告されてきたシリコン、シリコンカーバイド、III族窒化物、及び多結晶またはナノ結晶ダイヤモンドカンチレバーのQ値よりも遥かに高い値です。図3は、電気信号で駆動させる単結晶ダイヤモンドセルフセンシングMEMSチップと電気信号で駆動させる単結晶ダイヤモンドカンチレバーの共振電気信号を示します。

今後の展開

本研究では、既存のMEMSの欠点を克服して、NIMSで初めて開発に成功したダイヤモンドMEMS技術を核として、品質因子100万以上の世界トップ性能を持つダイヤモンド機械共振子と電気信号駆動の単結晶ダイヤモンドMEMSチップを世界で初めて実証しました。本研究成果に基づいて、集積化高感度・高信頼性・高空間分解能の圧倒的利点を持つ多機能(磁気、温度、振動、加速度等)集積化MEMSセンサの創製と応用展開が期待できます。今後、従来のMEMSに比べ、センサ感度、信頼性、寿命、速度など機能を大幅に向上させることが期待されます。またダイヤモンドは、吸着分子種、圧力、振動、加速度、温度および電磁力に対して敏感に応答するため、物理や化学やバイオなど様々なセンサへの展開を期待することができます。

用語解説

1) 品質因子Q

Q値は振動において、1周期の間に系に蓄えられるエネルギーを、系から散逸するエネルギーで割ったものであり、通常、 $Q = f_0 / \Delta f$ (f_0 : 共振ピークでの共振周波数、 Δf : 共振ピークの半値幅)から決定することができる。Q値は、レーザードップラー法により共振周波数或いはリングダウン法を測定することで評価する。Q値は共振ピークの尖鋭度を示す共振子の性能指標の一つで、Q値が大きいほど振動が安定します。超高Q値は100,000超の値を指す。

2) マイクロ・ナノマシン技術

マイクロマシン(MEMSとも呼ぶ[microelectromechanical system: MEMS])は、機械要素部品、センサー・アクチュエータ、電子回路を一つの半導体基板、ガラス基板、有機材料などの上に集積化したデバイスを指す。主要部分は立体形状や可動構造を形成するための犠牲層エッチングプロセスを含む。マイクロマシン

よりも小さな機械的構造を作製できるようになり、ナノマシン（NEMSとも呼ぶ[nanoelectromechanical system: NEMS]）の実現が可能となった。

3) スマートカット

スマートカット技術は、イオン注入法により半導体単結晶ウェハーに1つの原子を数百ナノ或いはミクロンの深さに高濃度に導入し、さらに熱処理によりウェハー結晶の結合を切断して、単結晶ウェハーの全表面をミクロン寸法の厚みで剥がす微細加工技術である。

4) 機械共振子

機械共振子は、固有の周波数で機械的に発振する電子部品である。

5) グラファイト犠牲層

ダイヤモンドは、高エネルギーイオンを注入することによって、熱力学的安定相であるグラファイト（カーボン）に相変態する。グラファイトは、溶液エッチングにより除去することができるため、グラファイトに相変態させた領域は、後工程において除去することができる。このためグラファイト犠牲層と呼んでいる。

6) マイクロ波プラズマ気相成長

マイクロ波（2.45GHz）を、導波路を通して照射することによって、原料ガスをプラズマ状態にするプラズマ気相成長法である。これによって原料ガスの原子や分子は励起され、化学的に活性となる。様々な物質の薄膜を成長させる方法の一つである。

7) 原子スケールエッチング技術

基板表面から化学反応を利用して、基板材料を原子レベルの極薄層でエッチングする技術である。

8) リングダウン法

外部作動がオフに切り換えられた後の振動振幅と時間減衰の依存性を測定する。リングダウン法によって、Q値は $Q=2\pi f_0\tau$ から計算する。 f_0 は機械共振子の共振周波数、 τ は共振子の減衰時定数である。

本件に関するお問合せ先

（研究内容に関すること）

国立研究開発法人物質・材料研究機構

機能性材料研究拠点 ワイドバンドギャップ半導体グループ

主幹研究員

廖 梅勇（りょう めいよん）

Tel : (029) 860-4508（直通）

Fax : (029) 851-4005

Email : Meiyong.Liao@nims.go.jp

（報道・広報に関すること）

国立研究開発法人物質・材料研究機構

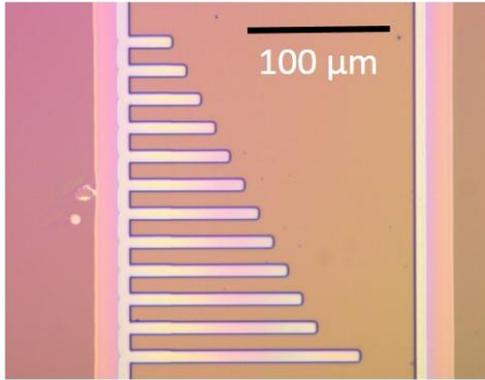
経営企画部門 広報室

TEL : 029-859-2026

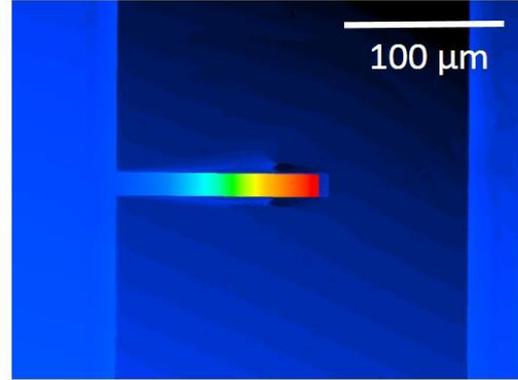
FAX : 029-859-2017

E-Mail: pressrelease@ml.nims.go.jp

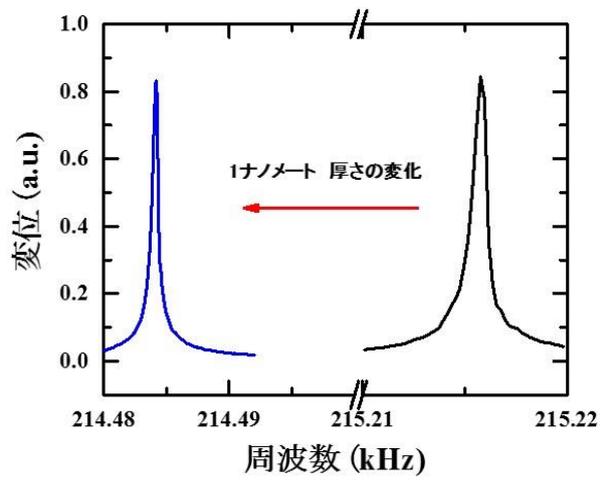
(a)



(b)



(c)



(d)

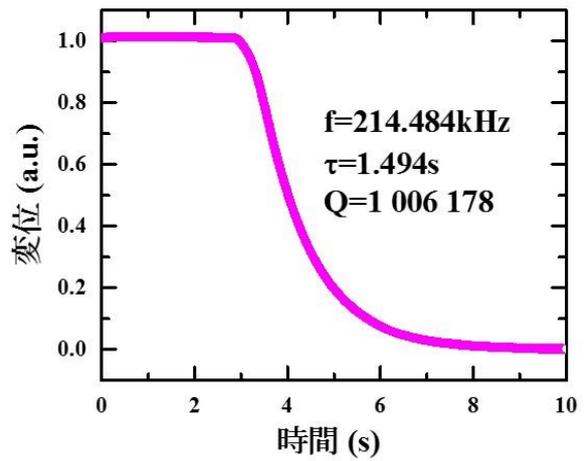


図1. (a) (b)単結晶ダイヤモンドカンチレバーの光学顕微鏡写真。(c) 単結晶ダイヤモンドカンチレバーの共振性能。(d) リングダウン曲線。

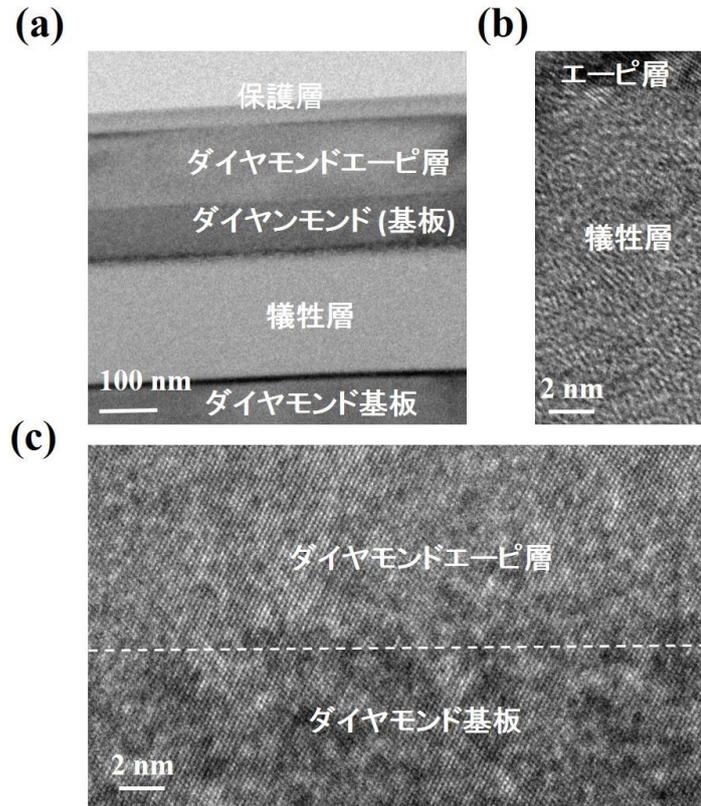


図2. (a) グラファイト犠牲層除去する前に、ダイヤモンド断面の透過型電子顕微鏡写真. (b) ダイヤモンドエーピ層、グラファイト犠牲層 (200nm) 及びイオン注入層(100nm)を持つサンドイッチ構造が形成されている. (c) ダイヤモンドカンチレバーの単結晶特徴を示す。

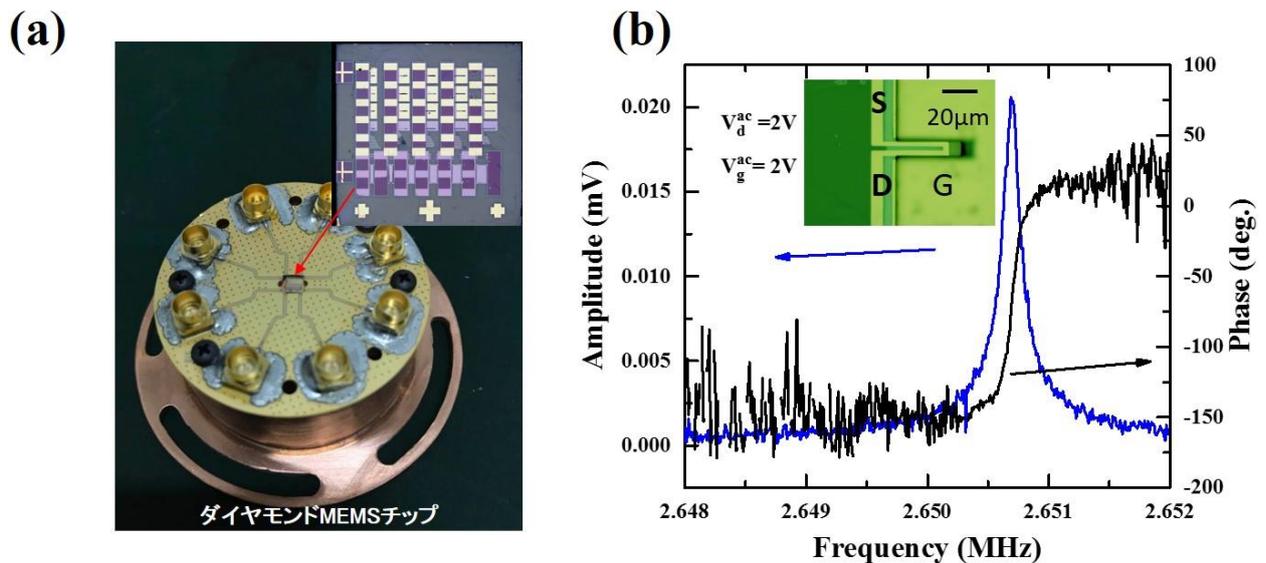


図3. (a) 電気信号で駆動させる単結晶ダイヤモンドセルフセンシング MEMS チップ (b) 電気信号で駆動させる単結晶ダイヤモンドカンチレバーの共振の電気信号。