

令和元年6月17日現在

機関番号：13101

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2016～2018

課題番号：16H03840

研究課題名（和文）しなやかさ・タフさ・機能性を有する機能性メタルベースMEMSのスマート生産技術

研究課題名（英文）Smart production technologies for flexible, tough and functional MEMS using functional metal materials

研究代表者

安部 隆（Abe, Takashi）

新潟大学・自然科学系・教授

研究者番号：00333857

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 14,700,000円

研究成果の概要（和文）：本プロジェクトの目的は、MEMS分野の多様性と新たな可能性につながる機能性金属材料ベースMEMSのスマートな生産プロセス（エッチング、接合、堆積）の開発をすることである。熱シミュレーションを用いて設計した熱アシスト型反応性イオンエッチング装置を実機化するとともに、タフMEMS作製のための工程全体の開発と評価を実施し、各種機能性金属（チタン、チタン合金、タンタル、ニオブ、モリブデン）に適したプロセス条件を見出した。実際に、センサ・デバイスの作製も実施し課題と解決法の検証も実施した。金属の微細加工学分野における新たな一歩となるタフMEMS分野のための基盤的な生産技術の確立に向けた成果を得た。

研究成果の学術的意義や社会的意義

センサ・マイクロマシン技術が、自動車、携帯機器などに使われるセンサ・デバイスとして数多く使われるようになり、人の動き、環境をモニタリングし、携帯端末の表示情報、自動車、生活環境の制御など生活を便利にするために使われています。産業分野でも、工場やロボットの自動化に大きく貢献しています。申請研究は、これらのセンサ・デバイスの耐久性を格段に向上させ、一度設置したら壊れない頑丈で信頼性の高いセンサ技術とその生産技術の基盤を完成させるための研究です。本技術の実現は、センサ・デバイスのメンテナンスにかかる費用や労力の削減と、耐久性が要求される新たな用途へのセンサ・デバイスの利用拡大につながります。

研究成果の概要（英文）：In this project, we developed the smart production technologies (etching, bonding, deposition) for flexible, tough and functional MEMS using functional metal materials. We developed and evaluated an overall fabrication process using a specially designed thermally assisted reactive ion etching (TRIE) apparatus developed for etching hard-etch materials. The TRIE was designed based on a thermal simulation. We found out the process parameters suitable for the functional metals (Ti, Ti alloy, Ta, Nb, Mo).

This study will open a new era of metal micromachining and the applications for tough MEMS.

研究分野：センサ・マイクロマシン

キーワード：センサ・デバイス 耐久性 機能性金属 生産技術 微細加工

1. 研究開始当初の背景

機械工学分野では、加工損傷や変質が素材の強度へ影響を及ぼし、理論強度を得られない場合が多く、加工学、工業材料および材料力学を基礎とする総合工学的な視点が重要である。申請研究は、既存の加工学が対象としてきた切削加工などで加工したマクロサイズに対して、MEMS 機械部品に対応するメゾサイズ (1-100 μm) の機能性金属からなる部品について、加工技術、タフさの観点での耐久性評価までを体系的に研究する点が特色である。既に、機能性金属の加工技術に関しては、自己加熱式ステージを利用した熱アシスト型反応性イオンエッチング (TRIE) 法を考案し、参考論文 1 は、当該誌の注目論文にも選定され、その独創性とインパクトが認められている。未来においては、シリコン MEMS が唯一の解とは限らないので、機能性金属を素材とする MEMS が未来センサ・デバイスに多様性を導く点も重要である。

例として、タフさがセンサ・デバイスに要求される未来の一場面を見ていくと、マイクロ外科治療が発展し、その器具のサイズはメゾサイズに向かいつつある。上記器具において、生体適合性、靱性やしなやかさ等の機械特性に優れたチタン合金を選択できることは重要である。また、シリコン製モールドの耐久性改善は未解決である。チタニウムを用いれば、ロール・ツー・ロールでの機能性材料の印刷などの耐薬品性、耐熱性が要求されても十分な耐久性を実現できる。

以上の例からも、機能性メタルを MEMS の材料に利用した新しい分野タフ MEMS は、シリコン MEMS を超える新しい可能性を MEMS にもたらすと期待される。

2. 研究の目的

本研究の目的は、MEMS 分野の多様性と新たな可能性につながる機能性金属材料の加工装置、生産プロセス (エッチング、接合、堆積) 評価、デバイス作製などの総合的な技術開発に着手することである。従来のシリコン MEMS の生産技術に対応する機能性金属材料からなる MEMS の生産技術の開発と課題の抽出及びその解決法を見出す。さらに、耐久性を克服したセンサ・デバイスの試作を実施する。

3. 研究の方法

まず、第一段階として、対象の機能性メタル材料に対して、シミュレーションによる設計支援を用いて反応性イオンエッチング (RIE) プロセスを高速化できる RIE 用ステージと試験加工装置の実機化を進め、加工条件の最適化も実施する (主課題である生産技術の確立)。第二段階では、機械・電気特性の評価と耐久性評価を実施し、実センサ・デバイスの作製を通じて、プロセス工程 (エッチング、接合、堆積) 試験方法の妥当性、研究成果の応用展開の探索をおこなう。

図 1 に、RIE 装置による難加工材の加工特性を向上させる自己発熱式ステージの概略図を示す。本アイデアは、既存 RIE 装置のカソード上に、被加工材を固定するステージ部と、被加工材の真空断熱層上での支持と冷却部への伝熱抑制の働きを有する梁部からなる自己発熱式ステージを固定することで実現される。本ステージに高周波電力を供給すると、自己バイアスの印加と同時にヒータなしで自己発熱される。これにより、加工ガスであるフッ素系ガスと不揮発性の高い反応生成物を形成する機能性メタル (表 1 参照) の加工を促進できる。実際のステージの設計では、熱応力、昇温特性や温度分布に関わる形状の最適化を、有限要素法を用いて実施する必要がある。また、昇温特性および到達温度のシミュレーション

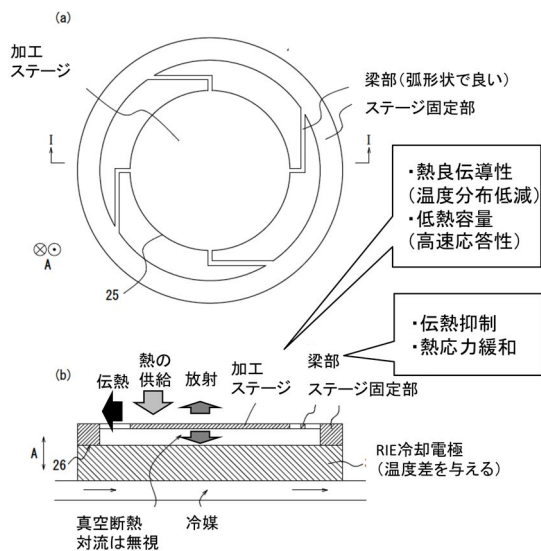


図 1 自己発熱ステージ形状とその働き

表 1 特殊金属の反応生成物の沸点の比較

材料	塩化物	融点 (°C)	沸点 (°C) (大気圧下)
Ti	TiCl ₄	-24	136
Mo	MoCl ₅	194	268
Ta	TaCl ₅	216	239
Nb	NbCl ₅	205	247

材料	フッ化物	融点 (°C)	沸点 (°C) (大気圧下)
Ti	TiF ₄	377	284 (sublime)
Mo	MoF ₅	67	213
Ta	TaF ₅	97	230
Nb	NbF ₅	80	234

結果と実機での評価を合わせて実施する必要がある。そこで、難加工材の高速加工に対応した高速排気特性を有する TRIE モデル装置の開発も行った。図 2 に本プロジェクトで実機化した TRIE 装置の写真を示す。



図 2 本プロジェクトで開発した TRIE モデル装置

次に、機能性金属として、チタン、チタン合金、ニオブ、タンタル、モリブデンのウェハを用意し、開発した TRIE の加工特性を触針粗さ計、走査電子顕微鏡を用いて調べた。

以上の装置と加工プロセスの最適化を実施後に、チタンおよびチタン合金製微小試験片を作製し、本プロジェクトで購入した小型卓上試験機 (EZ-SX、島津製作所) を用いて、強度試験を実施し、加工後に機械特性の劣化がないかを調べた。

最後に、タフなセンサ・デバイスの例となる圧力センサ、耐久性に優れたモールドの試作を行い、実際のセンサ・デバイスの試作プロセスで発生する課題をあらかじめ調べた。圧力センサの開発では、接合相手のガラス材料、表面粗さなどの検討を行い、圧力変化時のセンサの変形について ANSYS を用いたシミュレーションと試作を実施し、マイクロモールドの試作では、表面粗さを改善するプロセスを開発し、表面改質によるぬれ、実際のポリマーの転写を実施した。

4. 研究成果

(1) シミュレーションによる設計支援を用いた試験加工装置と加工条件の最適化

図 3 に三次元的に設計した従来型 RIE 装置を熱アシスト型反応性イオンエッチング (TRIE) 装置にアップグレードさせるステージの概略図を示す。ここで、いきなり実機を作製し設置すると真空中でアルミステージが溶解するなどのトラブルが発生する可能性がある。熱分布の均一性、時定数、熱応力への耐性をあらかじめ判断するために、熱シミュレーションを実施した。熱力学平衡からステージ温度は以下の式で与えられる。

$$Q_{in} = Q_{conduction} + Q_{radiation} + Q_{evaporation} \dots \dots \dots (1)$$

$$Q_{in} = k \frac{T_f - T_b}{L} + \varepsilon \sigma (T_f^4 - T_s^4) + ER(\Delta p) \Delta H^\circ + Q_{kin} \dots \dots \dots (2)$$

ここで、 Q_{in} 、 $Q_{conduction}$ 、 $Q_{radiation}$ 、 $Q_{evaporation}$ は、各々、投入熱流速、伝熱流量、放射熱量、蒸発熱量を示している。 k (W/mK) は、アルミニウム合金の熱伝導率、 T_f 、 T_b 、 T_s は、ステージ表面、裏面、表面周囲の温度 (K)、 L (m) は T_f と T_b の間の厚さ、 ε は放射率、 $\sigma = 5.7 \times 10^{-8}$ (W/m² K⁴) はステファン・ボルツマン定数、 ER (mol/m²s) は加工速度、 Δp は基板材料の蒸気圧と真空系における分圧との差、 ΔH° (J/mol) は 1 気圧におけるモルエンタルピー、 Q_{kin} (W/m²) は運動エネルギーにおける熱流束である。

投入熱流速 Q_{in} はイオン加速電圧、電流密度の測定が困難であるため以下の式で近似した。

$$Q_{in} \approx a \frac{P}{A} \dots \dots \dots (3)$$

ここで、 a は装置定数、 P (W) は投入電力、 A (m²) はステージ面積である。

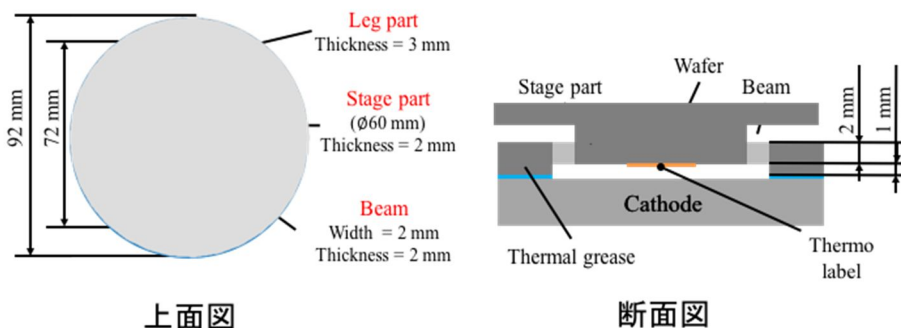


図 3 自己加熱式ステージの上面図および断面図 (三次元形状の場合)

次に、サーモラベルを用いて温度と昇温特性の実測値との比較を実施した。その結果、温度分布は 4 以内で、昇温特性は実測値と一致し、ステージの温度は 15 分で 350 まで到達し、難加工材料の RIE に必要な温度まで昇温が可能であることが分かった (学会発表 9 参照)。また、

熱応力は 76 MPa で、アルミニウム合金(A5052)の降伏応力 195 MPa に対して十分な耐久性を有している。

最後に、各種金属の加工を実施し、1.5 倍から 5 倍の大幅な加工速度向上を実現した。図 4 に加工速度の改善結果、図 5 に実際に加工した各種金属の加工断面図を示す。最上段は、開発したステージを使用しない場合の結果で、下段は、ステージを使用した場合でビーム数(到達温度が異なる)ステージ形状(三次元)の異なる場合の結果を示す。シミュレーションの支援により設計した自己発熱式ステージで、RIE を用いた機能性金属の微細加工特性が大幅に改善された。

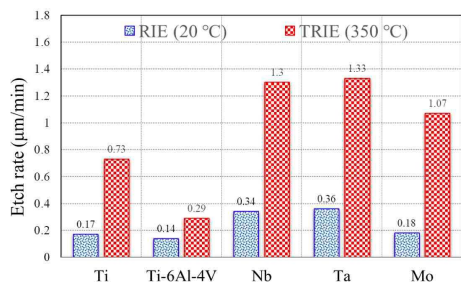


図 4 各種金属の加工速度の改善結果の比較

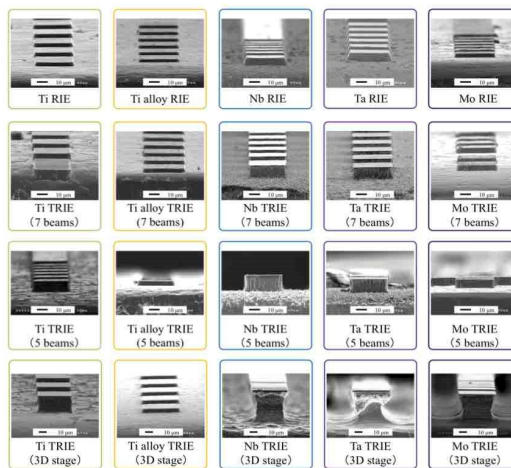


図 5 各種機能性金属の加工断面の SEM 画像の比較 (括弧付きは自己発熱式ステージを用いた結果、最上段が通常の RIE の結果)

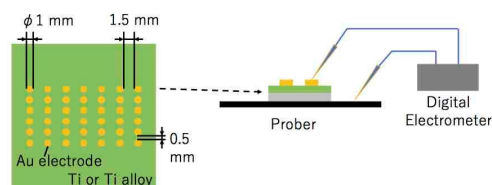
(2) タフセンサ・デバイスのための強度試験、プロセス技術の開発

本プロジェクトの前半で開発した TRIE 装置を用いて試験片(幅 100 μm)を試作し、引っ張り試験を実施した。機械特性が要求されるセンサ・デバイスの素材候補のチタンおよびチタン合金について実施し、バルク材とほぼ同等の破壊靱性を有していた。本加工法では、100 μm を超える構造体の機械特性に加工による影響は見られないことが分かった(学会発表 2 参照)

センサ・デバイスの生産工程では、エッチング、接合および堆積工程が基本工程である。前述のようにエッチングについては、基盤技術の開発に成功した。残りの接合および堆積工程についても検討を実施した。接合技術は、シリコン MEMS で多用される陽極接合を選択した。

陽極接合では、ガラス材として、チタンと熱膨張係数が近いソーダガラスを使用した。接合条件は、400 度の温度で 500V の電圧を印加した。市販の厚さ 100 μm のチタン箔を、そのまま使用した場合は接合後にすぐに剥離した。表面粗さ(50 nm 以上)が原因と考え、10 nm 以下となるように表面仕上げをしたが、やはり剥離が発生した。その原因はうねりにあると考え、平坦度も改善した 10 nm 以下の表面粗さとなるチタンウェハを用意し接合したところ接合に成功した。チタンとの接合は、成否について正反対の結果を示す論文が発表されているが、うねり、表面粗さの両方で接合の成否の境界値が存在することを見出した。

最後に、センサの配線等で必要となる絶縁膜の堆積工程を検討した。酸化チタン膜は絶縁膜として不十分なので、チタン、酸化チタン膜と熱膨張係数が近いアルミナのスパインコート膜を使用した。絶縁膜として十分な絶縁耐性を有する薄膜を得た。ただし、チタンの母材によっては、アルミナ膜が凝集し、絶縁がうまくいかない場合があることが分かった(基板 1)。その原因は、チタン箔の圧延工程における処理で結晶粒サイズが大きく変化したことが原因と考えられる。工程を含め



基板		基板1	基板2	基板3
		純Ti Ra 10 nm	純Ti Ra 50 nm	T-3Al-2.5V Ra 10 nm
膜1	5回 1層	31/42	-	26/42
膜2	3回 2層	6/42	-	4/42
膜3	2回 3層	42/42	0/42	4/42

図 6 チタン上アルミナ絶縁膜の評価

て母材を選定した場合や合金を用いた場合は再現性よく絶縁させることができた。なお、絶縁不良が発生する場合もあるが、実験環境のクリーン度がもたらすもので本質的な課題ではない。

以上に述べたように、しなやかで、タフで、機能性を有する機能性金属ベース MEMS に必要な基盤となる生産技術の開発に成功した。

現在、開発したスマート生産技術を用いて、センサ・デバイスの開発を実施している。図 7 に示すチタン製のタフ圧力センサ、フレキシブルなチタン合金製マイクロモールド、微小な凹凸形状を有する外科手術メスなどの試作に着手できるようになった（学会発表 3、4）。

本プロジェクトで、タフ MEMS 分野の発展に向けた生産技術の基盤研究を行うことができた。

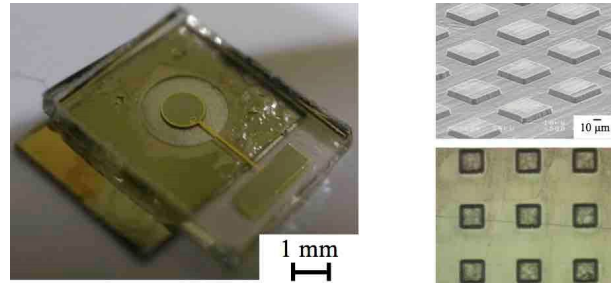


図 7 チタン製圧力センサ(左)とチタン合金製モールドと転写後のポリカーボネート(右)

参考文献

[1] S. Yamada, Y. Minami, M. Sohgawa, and T. Abe , Thermal reactive ion etching technique involving use of self-heated cathode , REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS , Vol.86 , 2015.

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 6 件)

桐生祐弥、韓剛、今井純一、寒川雅之、安部隆、チタンを反応性イオンエッチングで高速加工するための自己加熱式ステージの開発、電気学会論文誌 E、査読有、2019 (掲載決定)

Yuki Murata, Gang Han, Daiki Ohkawa, Junichi Imai, Masayuki Sohgawa, Takashi Abe, Development of Self-Heated Stage Suitable for Thermal Assist Reactive Ion Etching of the Functional Metals , Electronics and Communications in Japan , 査読有 , Vol.101 , pp.96-102 , 2018.

Gang Han, Yuki Murata, Yuto Minami, Masayuki Sohgawa, Takashi Abe , Thermal Reactive Ion Etching of Minor Metals with SF₆ Plasma , Sensors and Materials , 査読有 , Vol.29, pp.217-223, 2017.

Takeshi Hitobo, Masahiro Shiroki, Hirofumi Nabesawa, Toyohisa Asaji, Takashi Abe , Development of Titanium Micro Mold Manufacturing Technology for the Microfluidic Chip by Plasma Etching , Journal of the Vacuum Society of Japan , 査読有 , Vol.60 , pp.145-147 , 2017.

村田祐貴、韓剛、大川太基、今井純一、寒川雅之、安部隆、機能性メタルの熱アシスト型反応性イオンエッチングに対応した自己加熱式ステージの開発、電気学会論文誌 E、査読有、137、pp.262-266、2017.

T.Kohno, M.Mihara, A.Tanabe, T.Abe, M.Okuyama, M.Sohgawa, “Deposition and Characterization of Al₂O₃ and BiFeO₃ Thin Films on Titanium Substrates for Tough MEMS Devices”, IEEE Transactions on Sensors and Micromachines, 査読有 , Vol.137, pp.46-47, 2017.

〔学会発表〕(計 12 件)

安部隆、MEMS 用機能性材料のドライエッチング技術の開発、日本学術振興会 第 150 委員会 第 155 回研究会、2019 年 1 月。

吉田将希、韓 剛、寒川雅之、安部隆、タフ MEMS のためのチタン合金製微小試験片の力学的特性評価、第 9 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム、2018 年 10 月。

近藤正之、吉田将希、桐生祐弥、韓 剛、寒川雅之、安部隆、熱アシスト式反応性イオンエッチング法によるチタン合金製微小メスの作製と評価、第 9 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム、2018 年 10 月。

劉若愚、韓 剛、人母岳、寒川雅之、安部隆、熱アシスト反応性イオンエッチングを用いた Ti/Ti 合金製マイクロモールドの開発、第 35 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム、2018 年 10 月。

桐生祐弥、韓 剛、今井純一、寒川雅之、安部隆、チタンを反応性イオンエッチングで高速

加工するための自己加熱式ステージの開発、第 35 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム、2018 年 10 月.

Gang Han, Yuka Kiryu, Daiki Ohkawa, Junichi Imai, Masayuki Sohgawa, Takashi Abe, Thermally Assisted Reactive-Ion Etching Technique Using Detachable Self-Heated Stage, The 9th Asia-Pacific Conference of Transducers and Micro-Nano Technology (APCOT 2018), 2018, Hongkong, China.

韓 剛、村田祐貴、大川太基、今井純一、寒川雅之、安部隆、3D 自己加熱ステージを用いたマイナーメタルの深掘り反応性イオンエッチング技術の開発、第 34 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム、2017 年 11 月.

大川太基、韓 剛、人母岳、寒川雅之、安部隆、広島国際会議場、卓上型熱アシスト式反応性イオンエッチングシステムの開発、第 8 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム、2017 年 11 月.

Gang Han, Yuki Murata, Daiki Ohkawa, Masayuki Sohgawa, Takashi Abe, DEEP REACTIVE ION ETCHING TECHNIQUE INVOLVING USE OF 3D SELF-HEATED CATHODE, The 19th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (Transducers2017), 2017, Kaohsiung, Taiwan.

Gang Han, Yuki Murata, Daiki Okawa, Masayuki Sohgawa, Takashi Abe, Development of self-heated cathode for thermally assisted reactive ion etching of minor metals, International Symposium on Micro-Nano Science and Technology 2016, 2016, Tokyo, Japan.

大川太基、村田祐貴、韓 剛、今井純一、寒川雅之、安部隆、機能性メタル加工のための熱アシスト型反応性イオンエッチング技術の開発、2016 年度精密工学会北陸信越支部学術講演会、2016 年 10 月.

村田祐貴、韓 剛、大川太基、今井純一、寒川雅之、安部隆、機能性メタルの熱反応性イオンエッチングに対応した自己加熱式ステージの開発、第 33 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム、2016 年 10 月.

6 . 研究組織

(2)研究協力者

研究協力者氏名：寒川 雅之

ローマ字氏名： Soh

gawa Masayuki

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。