

令和元年6月21日現在

機関番号：13901

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16H04300

研究課題名(和文)集積化MEMSを用いた超ハイスループット材料評価技術

研究課題名(英文)Ultra high-throughput evaluation technology for materials using integrated MEMS

研究代表者

秦 誠一 (Hata, Seiichi)

名古屋大学・工学研究科・教授

研究者番号：50293056

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,400,000円

研究成果の概要(和文)：本研究の目的は、MEMS技術とコンビナトリアル技術を応用・融合した新しい超ハイスループット評価技術を開拓し、新エネルギー、省エネルギーや耐環境材料、医療技術、細胞観察などグリーン/ライフ・イノベーションにつながる新材料の効率的・迅速な創成に資することである。具体的には、数ミリ角、厚さ数十マイクロメートルオーダの多種多数個の薄膜サンプルを、MEMS技術を応用し同時または別個に加振すると共に、その振動状態をセンシングすることで、各種物性を超ハイスループット評価することができる集積化MEMS薄膜ライブラリを製作した。これを用いて磁歪材料など新材料の超ハイスループット評価が可能であることを実証した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究の目的は、MEMS技術とコンビナトリアル技術を応用・融合した新しい超ハイスループット評価技術を開拓し、新エネルギー、省エネルギーや耐環境材料、医療技術、細胞観察などグリーン/ライフ・イノベーションにつながる新材料の効率的・迅速な創成に資することである。具体的には、微小なサンプルを一つの基板に集積して製作し、それを基板または外部に設けたセンサで評価することで、これまで逐次行われていた材料開発を、高処理能力(ハイスループット)評価する技術を開発した。本研究では、その具体例として磁歪材料などをハイスループット評価できる技術を開発、実証した。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this research is to develop a new ultra-high throughput evaluation technology that combines and integrated MEMS technology and combinatorial technology. The technology contributes to the efficient and prompt creation of new materials that lead to green / life innovation such as new energy, energy saving and environment resistant materials, medical technology and cell observation. In this research, various thin film samples of several millimeters square and several tens of micrometers thick were excited simultaneously or separately by applying MEMS technology. By sensing the vibration state, we fabricated an integrated MEMS thin film library that can evaluate various physical properties with extremely high throughput. We demonstrated that it is possible to evaluate super high throughput of new materials contributing to innovation such as high performance magnetostrictive material for ultra-compact torque sensor.

研究分野：機械工学

キーワード：ナノマイクロメカトロニクス MEMS コンビナトリアル技術 材料創成

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

1. 研究開始当初の背景

新材料は、従来技術を覆すインパクトを持ち、グリーン／ライフ・イノベーションの一翼を担う。膨大な労力と時間を必要とする材料開発は、少子高齢化により労働人口が急減している日本では、従来の労働集約的な研究開発では困難となりつつある。申請者は、新材料創成の徹底的な効率化、そのものが競争力であることを強く認識し、本研究の提案に至った。

効率的な新材料の開発手段の一つとして、コンビナトリアル技術が挙げられる。コンビナトリアル技術は、多数のサンプルを基板上などの限定された空間に集積し、そのサンプル群（ライブラリ）を、ハイスループット評価することを特長とする。

本申請者は、機械系研究者ならではの実用的視点と、材料系、電気系など異分野の研究者の協力を得て、2004年以降、以下のコンビナトリアル技術の研究を行っている。

- ・コンビナトリアルアークプラズマ法によるアモルファル合金の組成傾斜膜の実現（図1）
- ・薄膜状サンプルをマトリクス状に1,089個集積した薄膜ライブラリの実現（図2）
- ・放射率変化を使用し世界で初めて結晶化開始温度のハイスループット測定に成功（図3）

これらの研究を進める中で、サンプルの集積製作を要諦とする薄膜ライブラリと、異種の微小部品を集積するMEMSのコンセプトに共通性、親和性を見出し、MEMS技術とコンビナトリアル技術の「融合」により、ブレークスルー技術として労働集約的な従来の材料開発法に比べ100倍以上の超ハイスループット評価技術を着想した。

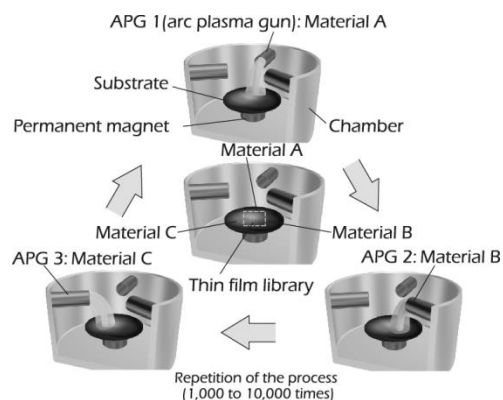


図1 コンビナトリアルアークプラズマ蒸着法

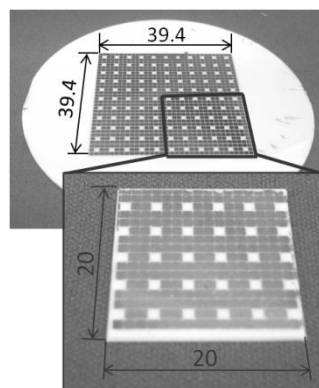


図2 薄膜ライブラリ

2. 研究の目的

本研究の目的は、MEMS技術とコンビナトリアル技術を応用・融合した新しい超ハイスループット評価技術を開拓し、新エネルギー、省エネルギーや耐環境材料、医療技術、細胞観察などグリーン／ライフ・イノベーションにつながる新材料の効率的・迅速な創成に資することである。本研究期間では、数ミリ角、厚さ数十マイクロメートルオーダの多種多数個の薄膜サンプルを、MEMS技術を応用し同時または別個に加振すると共に、その振動状態をセンシングすることで、各種物性を超ハイスループット評価することができる集積化MEMS薄膜ライブラリを製作する。これを用いて広角スキャナ用高弾性高疲労強度材料や、超小型トルクセンサ用高性能磁歪材料などイノベーションに資する新材料の超ハイスループット評価が可能であることを実証する。

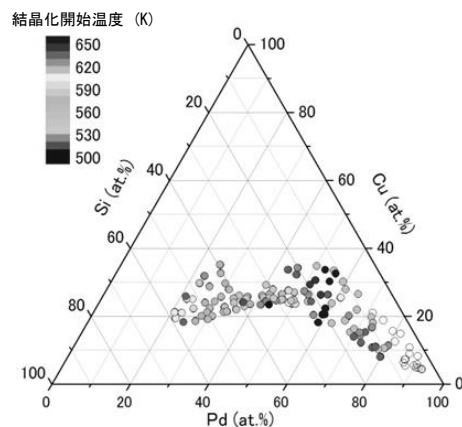


図3 コンビナトリアル結晶化開始温度プラズマ蒸着法測定結果

3. 研究の方法

本研究では、前記研究目的を達成するために、以下の項目について研究を進める。

- (1) 加振型集積化MEMS薄膜ライブラリの基礎検討
- (2) 加振型集積化MEMS薄膜ライブラリの応用
- (3) グリーン／ライフ・イノベーションに資する新材料の探索と実用化

MEMS技術とコンビナトリアル技術を融合し、従来にない超ハイスループット評価により新材料を効率的に探索できる可能性を示す。

4. 研究成果

本研究で提案する加振型集積化MEMS薄膜ライブラリの概略を図4に示す。サンプルは、評価する磁歪材料と比磁性材料が積層されたバイレイヤカンチレバー構造をしており、サンプル

ル近傍に磁化測定用のピックアップコイルとカンチレバーを加振，静電容量を測定するための電極がおかれている．本集積化MEMS薄膜ライブラリは図5に示すように，SOI ウェハ上に製作されたカンチレバー構造に，磁歪材料が成膜されたサンプル基板と，磁化測定用のピックアップコイル，加振用電極，配線を有する評価基板を接合することで製作される．接合には，低融点金属であるInを評価基板上の接合面に成膜し，サンプル基板と評価基板のアライメントを行った後に，圧力を印加し加熱することで，Inを溶融し接合する．

磁歪量の評価は，サンプルに外部磁場を印加した際のカンチレバーのたわみの変化を測定することで行う．外部磁場を印加することで，磁歪材料にはひずみが生じる．磁歪材料と非磁性材料の2層のひずみの差によりカンチレバーにたわみが生じる．生じるたわみを，サンプル表面と電極との静電容量の変化を測定することで算出し，磁歪量の評価を行う．

比透磁率の評価は，磁場中で，カンチレバーを加振した際のピックアップコイルに発生する電圧を測定することで行う．サンプル表面と加振用電極にカンチレバーの共振周波数の電圧を印加することで磁化したサンプルを加振する．磁化したサンプルが振動することで，ピックアップコイルに垂直な磁場成分が変化し，ピックアップコイルにはサンプルの磁化に比例した電圧が出力される．この電圧を測定することで，磁歪材料の磁化特性を評価し，比透磁率を算出する．

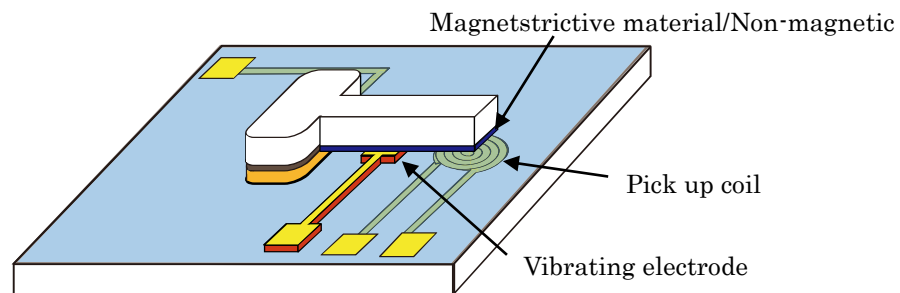


図4 加振型集積化MEMS薄膜ライブラリの概略図

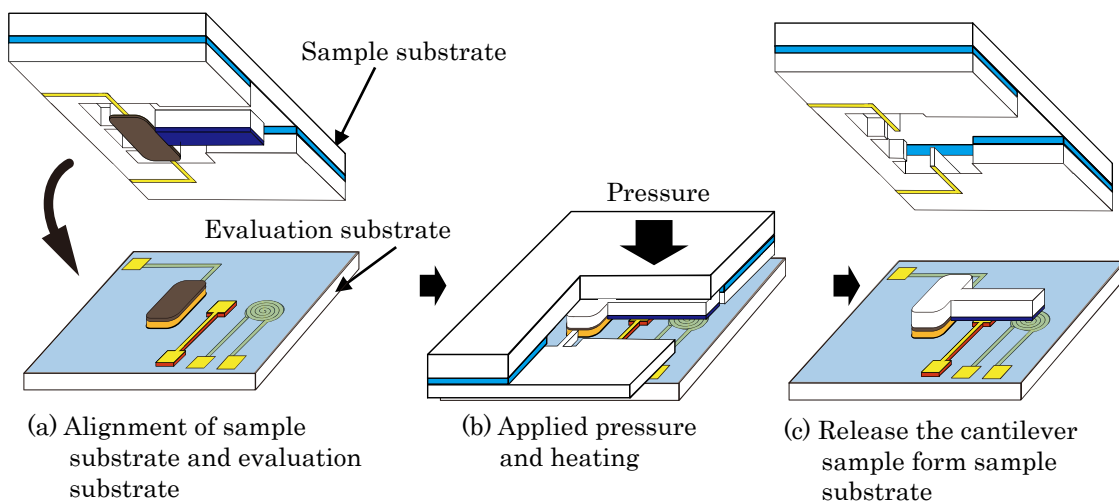


図5 集積化MEMS薄膜ライブラリ作製プロセス

比透磁率は，カンチレバーの共振周波数の測定を行い，磁場中でカンチレバーを共振周波数で加振することで測定した磁化曲線から算出する．共振周波数の測定は，図6に示す測定系を用いた．周波数特性分析器(エヌエフ回路設計ブロック(株)：Frequency Response Analyzer 5087)を用いて，サンプルに80 Vppの周波数のスイープ信号を入力し，カンチレバーの振幅の周波数応答を測定した．カンチレバーの振幅の測定には顕微鏡型レーザードップラー振動計(グラフィテック(株)：AT3500/AT0041)を用いて，カンチレバー先端の振動を測定した．入力する電圧には45VのDCバイアスをかけ，カンチレバーが入力電圧と同じ周波数で振動するようにした．図7に示したサンプルの周波数特性を測定した結果を図8に示す．共振周波数は6.6 kHzであり，理論値の9 kHzよりも低い結果となった．これは，理論値を導出した際に用いた磁歪材料のヤング率が実際のサンプルと異なることや，MEMSデバイス製作時のサンプル接合において，十分に接合されておらず，一部浮いている状態になっていることが原因と考えられる．

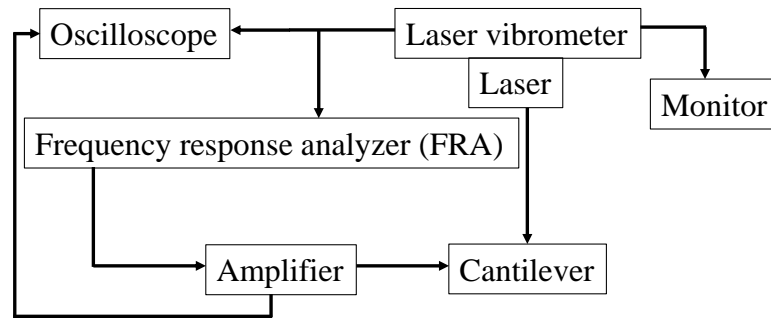


図6 カンチレバーの共振周波数の測定系

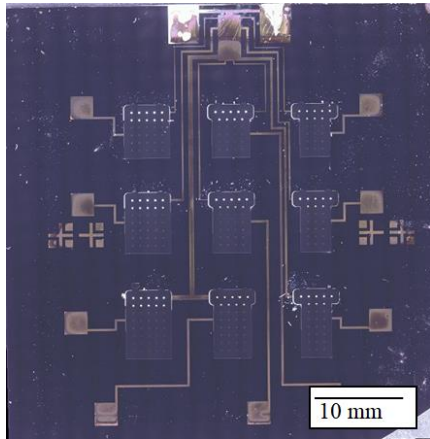


図7 加振型集積化MEMS 薄膜ライブラリ

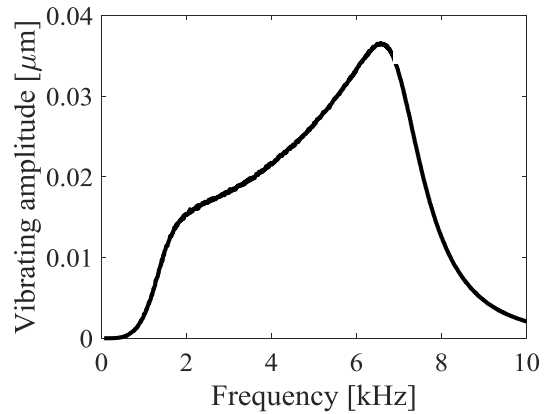


図8 カンチレバーの共振周波数

共振周波数を測定したサンプルにおいて、磁化測定を行う。磁化測定の測定系を図9に示す。ヘルムホルツコイルを用いて外部磁場を印加し、カンチレバーには 120 Vpp の電圧を入力し、ピックアップコイルから出力される電圧をロックインアンプ(エヌエフ回路設計ブロック(株): LI5650)を用いて測定する。入力する電圧は、DC バイアスをかけずに行った。バイアスをかけないことで、カンチレバーは入力電圧の2倍の周波数で振動するため、ピックアップコイルから出力される電圧をバンドパスフィルターに通すことで、入力電圧から混入するノイズ除去を行うことが可能となる。

磁化測定を行った結果を図10に示す。印加磁場は、ヘルムホルツコイルに0.5 A 刻みで最大2 A の電流を印加することで行った。ピックアップコイルの出力電圧は、印加磁場の増加に伴い増加する傾向にあり、印加電流の増加に伴い出力電圧が飽和している傾向がみられる。これは振動試料型磁力計を用いた従来手法により測定した磁性材料が示す磁化曲線の形状と似た形状をしており、本測定系を用いて磁性材料の磁化計測が可能であることを示している。

同様に、本サンプルに外部磁化を印加し、サンプル表面と電極間の静電容量変化を測定することで、磁歪量の測定を試みた。図11に示すように光てこ法を用いた従来手法と同様の傾向を示し、MEMS 薄膜ライブラリによる磁歪量の測定の可能性を示すことができた。

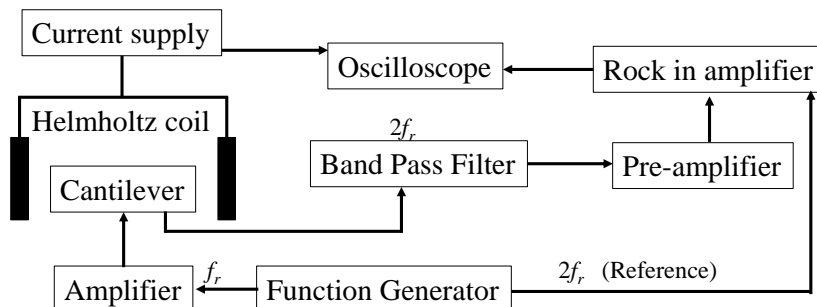
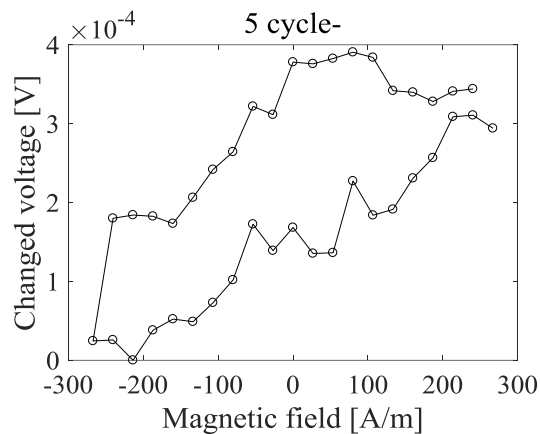
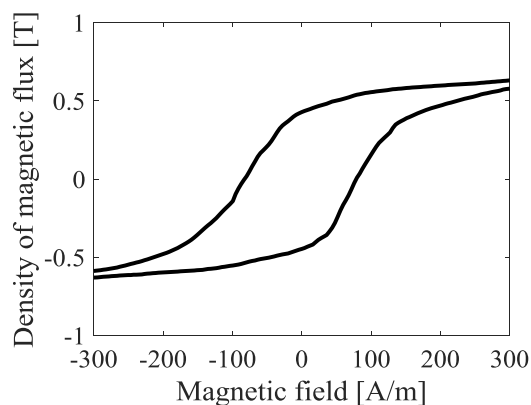


図9 磁化測定の測定系

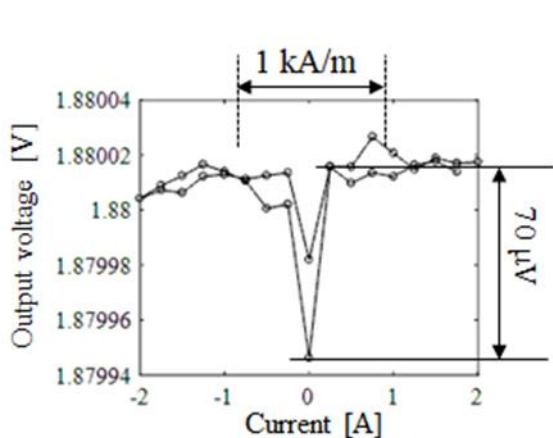


(a)

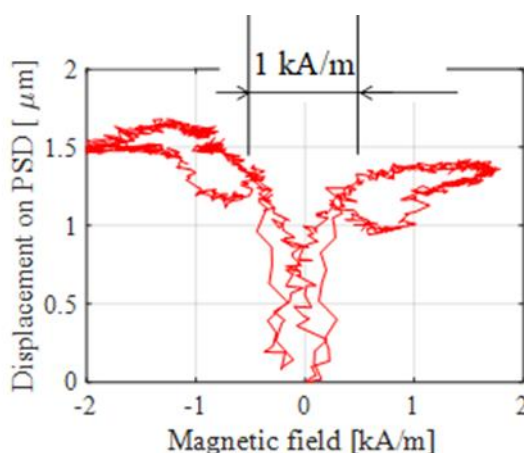


(b)

図 10 磁化測定結果 (a)集積化MEMSライブラリ, (b)従来手法



(a)



(b)

図 11 磁歪測定結果 (a)集積化MEMSライブラリ, (b)従来手法

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計2件)

- 1) Yusuke Yoshii, Junpei Sakurai, Mizue Mizoshiri, Seiichi Hata, Fabrication of a Novel Nanoporous Film via Chemical Dealloying of a Cu-Cr Alloy for Sensing Moisture in Oil, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 査読有り, 28(2), 279 – 289, 2019
- 2) Yusuke Yoshii, Yuuki Fukagawa, Mizue Mizoshiri, Junpei Sakurai, Seiichi Hata, Fabrication of a Cr Nanoporous Thin Film via Sputter Deposition and Investigation of Its Applicability as a Water-oil Separation Electrode in a MEMS Moisture Sensor, *IEEJ Transactions on Sensors and Micromachines*, 査読有り, 137, 15-22, 2017

〔学会発表〕(計16件)

- 1) 一色 隆司, 上嶋 祥平, 岡 智絵美, 櫻井 淳平, 林 育菁, 秦 誠一, 薄膜金属を用いたマイクロダイアフラムの作製, 日本機械学会 2018 年度年次大会, 2018
- 2) Yuki Nakagawa, Kyohei Yamada, Mizue Mizoshiri, Chiemi Oka, Junpei Sakurai, Seiichi Hata, Basic research on micro processing characteristics of reverse lift-off process, 29th 2018 International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science (国際学会), 2018
- 3) Ryuji Ishiki, Chiemi Oka, Junpei Sakurai, Yu-Ching Lin, Seiichi Hata, Internal stress control of diaphragm structure made of the thin film metallic glasses, The 5th Asian Symposium on Material and Processing 2018 (国際学会), 2018
- 4) Kyohei Yamada, Yuki Nakagawa, Chiemi Oka, Junpei Sakurai, Seiichi Hata,

- Processing characteristics of reverse lift-off process, The 2nd Taiwan-Japan Joint Symposium in Taiwan (国際学会), 2018
- 5) 前谷卓哉, 本川侑季, 小林義典, 櫻井 淳平, 溝尻 瑞枝, 秦 誠一, 磁性材料の磁化特性に関するハイスループット評価, iJSME2017, 2017
 - 6) Yusuke Yoshii, Junpei Sakurai, Mizue Mizoshiri, Seiichi Hata, COMBINATORIAL SEARCH OF A CU-CR COMPOSITION CONDITION AND FABRICATION OF A NEW NANOPOROUS FILM BY DEALLOYING OF CU-CR, 2017 MRS Fall Meeting (国際学会), 2017
 - 7) Yusuke Yoshii, Junpei Sakurai, Mizue Mizoshiri, Seiichi Hata, FABRICATION OF A NOVEL NANOPOROUS FILM BY CHEMICAL DEALLOYING OF CU-CR AND ITS APPLICATION FOR A SENSOR, IEEE MEMS2018 (国際学会), 2017
 - 8) 小林義典, 本川侑季, 前谷卓也, 溝尻瑞枝, 櫻井淳平, 秦 誠一, 磁歪材料ハイスループット評価用 MEMS 集積化ライブラリ製作(評価基板におけるめっき膜厚の均一化), 日本機械学会東海支部第67期総会・講演会, 2018
 - 9) 橋本英明, 前谷卓也, 溝尻瑞枝, 櫻井淳平, 秦 誠一, 集積化 MEMS デバイスを用いた磁歪材料のハイスループット評価(測定系の自動化と高精度化の検討), 日本機械学会東海支部第67期総会・講演会, 2018
 - 10) 前谷 卓哉, 本川 侑季, 溝尻 瑞枝, 秦 誠一, 櫻井 淳平, SOI-MEMS デバイスを用いた磁気特性のコンビナトリアル評価, 日本機械学会2017年度年次大会, 2017
 - 11) 本川 侑季, 前谷 卓哉, 溝尻 瑞枝, 秦 誠一, 櫻井 淳平, 磁歪材料のコンビナトリアル探索用 SOI-MEMS デバイス製作, 日本機械学会2017年度年次大会, 2017
 - 12) 前谷卓哉, 本川侑季, 櫻井淳平, 溝尻瑞枝, 秦 誠一, SOI 基板を用いたコンビナトリアル探索用カンチレバーデバイス製作, 第2回日本機械学会イノベーション講演会, 2016
 - 13) 安部修平, 前谷卓哉, 溝尻瑞枝, 櫻井淳平, 秦 誠一, 薄膜金属ガラスを用いたマイクロ構造体の内部応力制御, 日本機械学会 2016 年度年次大会, 2016
 - 14) 秦 誠一, 溝尻瑞枝, 櫻井淳平, 新奇金属系マイクロマシン・センサ材料とその微細加工, 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(招待講演), 2016
 - 15) 秦 誠一, 溝尻瑞枝, リアルメカトロニクスを目指す マルチマテリアル・マルチスケール3D造形技術, 第65回高分子討論会(招待講演), 2016
 - 16) 秦 誠一, 逆リフトオフプロセスの加工特性とマイクロミラーデバイスへの応用, 日本機械学会 2016 年度年次大会(招待講演), 2016

〔図書〕(計1件)

秦 誠一, 櫻井淳平(分担), アクチュエータの新材料, 駆動制御, 最新応用技術, 情報技術協会, 2017

〔産業財産権〕

なし

〔その他〕

ホームページ等

名古屋大学大学院工学研究科マイクロ・ナノ機械理工学専攻マイクロ・ナノプロセス工学研究グループ <http://mnm.mae.nagoya-u.ac.jp/jp/>

6. 研究組織

(1) 研究分担者

なし

(2) 研究協力者

なし

※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。