

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年6月5日現在

機関番号：11201

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560436

研究課題名（和文）

画像原子磁力計のための MEMS サブミリセルの作製と評価

研究課題名（英文）

Production and evaluation of the MEMS submillimeters cell for imaging atomic magnetometers

研究代表者

大坊 真洋（DAIBO MASAHIRO）

岩手大学・工学部・准教授

研究者番号：20344616

研究成果の概要（和文）：

アルカリ金属原子に円偏光のレーザー光を照射し、外部から磁場を加えると電子が歳差運動する。この光ポンピング原子磁力計は、偏光の変化として磁場を超高感度に検出することができる。従来の磁力計はガラスによる真空デバイスなので、小型化できなかった。我々はマスクを通してのカリウムの蒸着、ガラス搬送、シリコンとガラスの陽極接合を真空中で行う装置を開発し、穴径 700 μm 、深さ 500 μm のセルアレイ（5×5 個）を製作した。

研究成果の概要（英文）：

When a circularly-polarized laser beam and magnetic field are applied to an alkali metal atom, the electron performs precession. This optical pumping atomic magnetometer can detect a magnetic field in very high sensitivity as a change of the polarization. Because the conventional magnetometer was a vacuum device with the blown glass, it was unsuitable for miniaturization. We developed the apparatus which performed vapor deposition of potassium through a mask, glass conveyance, the anodic bonding the silicon and the glass in vacuum. We finally produced 5 x 5 cell array whose hole diameter is 700 μm and 500 μm in depth.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,000,000	600,000	2,600,000
2010年度	1,100,000	330,000	1,430,000
2011年度	500,000	150,000	650,000
総計	3,600,000	1,080,000	4,680,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：電気電子工学・計測工学

キーワード：計測システム、センシングデバイス

1. 研究開始当初の背景

今後直面することが確実な超高齢社会に向けて生体磁場計測による疾患の早期発見、また持続的省資源社会における構造体インフラの非破壊検査において、磁気センサーの果たすべき役割はますます大きくなっている。特に、地磁気という大きな磁場が存在す

る地上で、高感度で安定な磁気測定ができるシステムが必要とされている。

これまで、微弱磁場計測は SQUID（超伝導量子干渉素子）の独壇場であった。しかし、2003年にプリンストン大学の Romalis らが原子磁力計で 1 fT 以下の磁気感度を実現したのを契機に、原子磁力計が注目されている。

現在は、核磁気共鳴、脳磁計測などの応用研究も始まっており SQUID に代わる磁気センサーとして研究が活発化してきている。様々な用途に合った磁場検出システムを構築する段階になってきた。

元来、磁場は対象物に接触しなくても、少し離れたところから計測することができるので、危険性や汚染防止のために接触できない対象物や、表面が絶縁体でカバーされて電気的なアクセスができないものでも内部の電気的狀態を計測することができ、非常に重要な計測手段である。原子磁力計を使えば、超伝導デバイスでは必須であった極低温環境が不要になり、小型軽量化、低コストに好適である。さらに原子由来の正確な絶対値計測が可能になり、静電破壊、温度サイクル、高湿度環境にも強い高い信頼性を有するシステムが実現できる。

我々は工業的・産業的に現実的な簡易磁気シールド環境下で大型のセルを使用して 300fT の感度を実現してきた。次のステップとしてやるべきことは、ガスセルをどこまで小さくできるか？ 画像計測するために、どのようにして微小ガスセルのアレイを作製できるか？を実験的に確かめることである。化学的に反応性の極めて高いアルカリ金属を微量なセルに封入する方法を確立し、微弱磁場の画像計測を実現する基本デバイスを開発する。

2. 研究の目的

(1) 小型セルの作製方法の確立

① 容積 1000 mm³以下のミリメートルからセンチメートルサイズのセルの製作

② 容積 500×500×500 μm³、MEMS 技術を利用した超小型セルの作製方法

- ・ ディープ RIE のマスクング
- ・ シリコンの基板貫通 RIE エッチング
- ・ エッチストップの方法

(2) MEMS 超小型セルへのアルカリ金属の封入装置の開発

- ・ 金属カリウムのソース源の実現方法
- ・ 反応性の高いアルカリ金属のセルへの移送方法
- ・ セルの中央部のみにアルカリ金属を付着させる方法
- ・ ガラスをシリコン表面に接触させる方法
- ・ シリコンとガラスのアノードック・ボンディング

(3) 温度計測・加熱の光化

セルを小型化するとビームに相互作用する原子数が減少するので感度は低下する。同じ感度を維持するには、セル温度を上昇させなければならない。セル温度を上昇させるには、支持体との接触断面積を小さくして、伝導による熱損失も最小限にとどめなければならない。従来は、高温にするために外部ヒ

ーターからの熱風により加熱 (250°C) しているが、この方法では小型化には向いておらず、高温にするのは困難である。他の方法としては、セル表面に ITO 膜を付着させ、ジュール加熱する方法も行われているが、加熱中は磁場が発生するので、信号を測定できない。リード線を伝わる熱損失や、金属材料がセル近傍に存在することによる渦電流発生の問題もあり、好ましくない。

そこで本研究では、半導体レーザーによる加熱を行う。この方法を使えば、温風を閉じ込めるエンクロージャが不要となり、風による振動も皆無で、金属の接触もないため、理想的な加熱方法となる。

また温度計測を現在は熱電対で行っているが、セル近傍に磁場を乱す金属が存在することになり、また接触熱損失によるセル温度の不均一性が懸念されるので、赤外線放射を原理とした非接触温度計測を行う。これにより完全な光化を達成する。

ミリメートルクラスの小型セルで原子磁力計を作成した報告は、国内では全くない。また、アルカリ金属は反応性が高く、大気中での加工ができない材料である。これを MEMS 技術により小型化する取り組みは原子磁力計ではまだほとんど報告がなく、多画素アレイを作成しようとする試みは世界的にも例がなく新規性が高い。安定に微小セルを作製するプロセスを構築することは工学的には極めて重要であり、産業化、低コスト化、普及にむけての基盤技術となる。

この技術が確立されれば、心臓疾患の早期発見・スクリーニングやインフラ構造体の安全運用に耐えうる高感度磁気画像センサーとなるので、医療分野や産業界へ貢献可能であり、意義は深い。

3. 研究の方法

(1) 小型セルの作製方法の確立

① ミリメートルクラスのガラスセル (ミリセル) の作製

金型による型押しにより作成可能なミリメートル程度の大きさのガラスセルを作製する。

② MEMS 技術を利用した超小型セルの作製方法

ICP-RIE 装置による単結晶シリコン基板のエッチング条件出しを行う。厚さ 300-500μm の単結晶シリコンウェハを貫通し、壁面ができるだけ平滑となる条件を探る。

RIE のマスクには粘度の高い KMPR-1010 を使用し膜厚を 10 μm 程度にする。

エッチストップには熱酸化 SiO₂ 膜を使用する。

(2) MEMS 超小型セルへのアルカリ金属の封入装置の開発

(2-1) 金属カリウムのソース源には、①金属カ

リウムアンブルから直接的に蒸着する方法、②オイル中保存の金属カリウムブロックをグローブボックス中でキシレンにより洗浄して蒸着する方法、③BaN₆とKClを300°C程度の温度で還元反応させて、金属カリウム原子を生成する方法、④真空中のアジ化カリウムKN₃に紫外線を照射して分解する方法、⑤アルカリ金属ディスペンサにより蒸着をする各方法を試みる。

(2-2) アノードックボンディングをするためのチャンパー内に、加圧電極、バッファガス調圧機構、蒸着ガンを組み込む。さらにチャンパー内で張り合わせる2枚の基板を重ね合わせるマニピュレータ機能も実装する。

(2-3) アノードックボンディングの最適条件

アルカリ金属の融点は低いため、400°C程度の基板温度を必要とする通常のアノードックボンディングでは、アルカリ金属が蒸発してしまう。電圧、印加時間、基板温度の各パラメータの最適条件を探る。

(3) 温度計測・加熱の光化

LD アレイからバンドルファイバで取り出した20Wクラスの近赤外線によりセルの一部を構成しているシリコンを加熱する。温度は遠赤外線モニターングし、レーザーパワーをPID制御によりフィードバックする。

(4) ミリセル、MEMSセルの評価

温度、バッファ圧力、レーザー強度、信号周波数、偏光などをパラメータとして最適動作条件の評価を行う。

4. 研究成果

(1) 小型セルの作製方法の確立

① ミリセルの作製

高温金型による型押しガラスセル(容積9×8×9 mm³、ミリセル)を作製した。このサイズでは3 kHzで1 pTの感度が再現性よく得られている。なお、楕円偏光を使う方法改良したためシングルビーム化が可能になり、光学平面は2面で良くなったため、研磨ガラスの張り合わせセルでも低コストに使用可能となった。

② MEMS技術を利用した超小型セルの作製方法

作成フローを図1に示す。ICP-RIE装置による単結晶シリコン基板のエッチング条件を調べ、厚さ500 μmの単結晶シリコンウェハーを貫通し、直径700 μmの25個のキャビティを作製できた。同様にメタルマスクもシリコンをRIE加工することによって作製した。

体積を増大させるために穴径を1600 μmに拡大したセル(4x4個穴)も作成した。

(2) MEMS超小型セルへのアルカリ金属の封入装置の開発

真空中でカリウムをMEMSセルに一括導入・封止する装置(図2)を製作した。

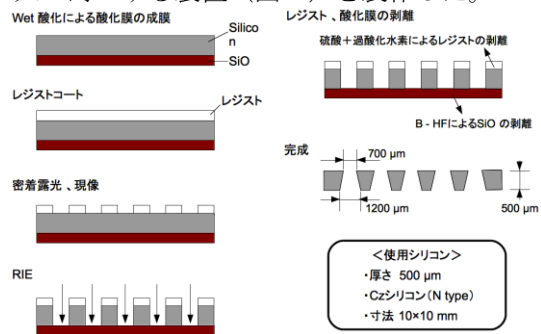


図1 MEMSセルの作成フロー

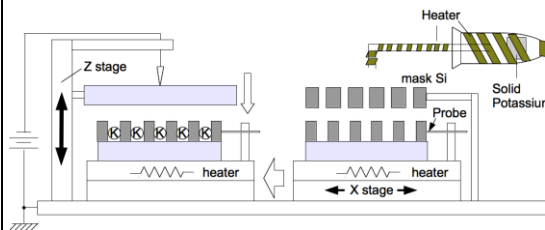


図2 カリウム導入・封止装置

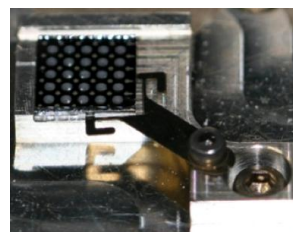


図3 側壁へのコンタクトプローブ

この装置には次のような機能を有している。

①メタルマスクと、カリウムが入るキャビティを、50 μmの精度で位置合わせする。アフォーカル系レンズでメタルマスクの穴を通して見えるセルの位置を合わせることができる。

②金属カリウムを熔融蒸発または還元蒸発させて、ノズルからガラスマスクを通してキャビティ内に蒸着させる蒸着ガンを備えている。

③バッファガスを導入し、圧力を調整できる。

④カリウムをセルキャビティ底部に蒸着後、アノードックボンディング部へコンピュータ制御で正確に移動させる。

⑤パイレックスガラスをシリコン基板に重ね合わせ、アノードおよびカソード電極を2層基板試料にコンピュータ制御で接触させ、再現性のある圧力を加える。

⑥シリコンを2枚のガラスで挟みこむように封止するために、2枚目のガラスのボンディングの時にはシリコンの側壁から電極の

コンタクトをとれるように薄い電極を備えている (図3)

⑦セラミックヒーターと温度を測定する熱電対から構成され基板を設定温度に加熱することができる。

⑧最大 3 kV の高電圧を印加し、アノードティックボンディングを行う。

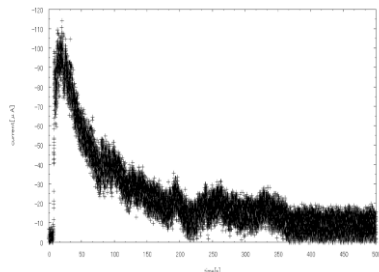


図4 アノードティックボンディングの電流変化 基板温度 250°C、印加電圧 3 kV

次に MEMS 技術によるマイクロメートルサイズのセルを作製するため不可欠なアノードティックボンディング条件を調べた。シリコンとパイレックスガラスが対象である。シリコンは RCA1, RCA2 の洗浄を順に行った。パイレックスガラスはアセトンの超音波洗浄を行った。

基板温度 300°C、3 kV の場合はピークで 700 μ A 程度の電流が流れ 90 秒程度でボンディングが完了した。250°C、2.5 kV の場合は、ピークで 50 μ A 程度の電流が流れ、500 秒程度で完了まで要する。

一方、カリウムをセル内に蒸着後のアノードティックボンディングは様相が全く異なる。カリウムの融点は、63°C と低温であるため、アノードティックボンディングの時の高温により蒸発が懸念された。そこで、できるだけ低温でボンディングがなされるように、室温から 3 kV を印加しながら基板温度を上昇させた。この場合、170°C 以上で反応電流が急増し接合隙間の干渉縞により、接合していることが観察された。しかしさらに温度が上昇すると電流が振動的に増減し、250°C 以上では電流値はピークよりも下がった値で飽和した。ボンディング電極から遠い場所では最終的に接合しなかった。これはシリコンとガラスの熱膨張係数の違いにより、一時的な接合と剥離を繰り返しているためと考えられる。そこで、250°C に温度を上昇させてから、高電圧を印加する実験を行った。図4にその時のアノードティックボンディングの電流変化を示す。この場合は温度が一定なので、電流はほぼ単調に減少している。

シリコンのチップは 10 x 10 mm で切り出しているため、周辺部にハンドリングや洗浄による損傷があることと、アノードティックボ

ンディングの針電極をチップ中央部に 1 本だけ立てているため、チップ全面 (25 個セル) での均一な接合は難しいが、少なくとも中央部では封止された。界面にナイフエッジを入れることによる剥離実験でも、界面から剥離されることはなく、母材が割れた。

さらにアルカリ金属存在下での AD の不安定性を調べるために、融点が 28°C と低い Cs でも同様の封止実験を行った。K では接合したが、Cs では全く接合しなかった。金属状態でのアルカリ金属蒸気が Si 表面に付着することにより、AD が阻害されていると考えられる。蒸着後のアノードティックボンディングは K には適用できたが、本質的に界面の不安定要素を含んでおり、全てのアルカリ金属に適用できるとは言えない。

図5に上記一連のプロセスにより作成した MEMS セルの外観を示す。25 個のセルはバッチ処理で一括して作成しており、従来の手作業で一つ一つ製作する方法とは本質的に異なる。また、体積も最小であり、アレイ状に製作した報告はこれまでにない。

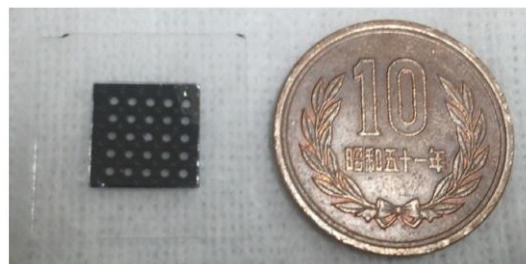


図5 MEMS セルの外観。5 × 5 個の穴が空いた Si チップがパイレックスガラスにより上下から封止されている。

(3) 光加熱・計測による全光化

セルの加熱には、まず 15 W 程度の LD アレイからバンドルファイバーで導光し、SiC プレートに光吸収させて昇温させた。SiC プレートとガラスセルは耐熱性のコーキング剤で熱接触させた。全体をアラミド繊維で吊るすことにより固定による熱損失が最小限になるようにした。温度は赤外線放射をモニタリングし、加熱用の LD アレイに PID 制御によりフィードバックして安定化させた。これにより加熱、测温、ポンピング、偏光計測を全て光で行うことができるシステムを構築した。

(4) MEMS セルの評価

MEMS セルの後方にピンホールを置き、特定のセルを透過した光の吸収スペクトルを、レーザー波長を掃引して計測した。図6に吸収スペクトルの結果を示す。室温時には封入されたカリウムの蒸気が少ないために吸収は現れないが、高温にしたセルには D1 波長

に対応した 770.12 nm 付近に吸収が現れている。数週間の時間を置いた後でも吸収がある。

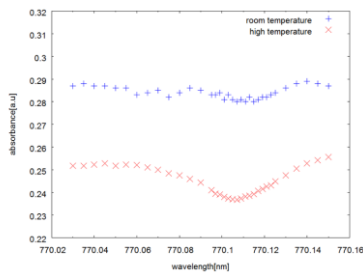


図6 MEMSセルの吸収スペクトル。

り、カリウムの封止はできていることが確認できた。

このような微小なセルの場合は、従来のようにプローブ光とポンプ光を独立に直交して導入することは極めて困難である。そこで我々は楕円偏光のシングルビームで測定する方法を開発した。楕円率と波長を最適化することにより、ポンピングとプロービングを同時に実現した。体積が 1,000 mm³ のセルを使用して、3 kHz で 300 fT の磁気信号を検出できた。

MEMS セルでは、カリウムの封止は確認できたが有効な磁気感度は得られていない。この原因として、RIEの時に側壁に残っているハロゲンの問題があり、現在はそれを除去するプロセスを実施している。また、バッファガスを導入すると、通常よりも高い電圧でのアノードックボンディングのため、異常放電が起こり、バッファガスの適正な導入も容易ではない。これらのことから、セル内でのカリウムの直接還元により、金属カリウムとバッファガスを同時封入する方法を検討中である。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表] (計10件)

① 太田越寿継、大坊真洋、楕円偏光原子磁力計の楕円率依存性、平成 24 年度東北地区若手研究者研究発表会、2012.3.9、仙台高等専門学校 (宮城県)

② 野崎孝弘、加賀谷祐輔、千葉寿、大坊真洋、両面アノードックボンディングによるアレイ型マイクロセルの開発、計測自動制御学会東北支部第 264 回研究集会、2011.3.11、東北文化学園大学 (宮城県)

③ 加賀谷祐輔、野崎孝弘、大坊真洋、MEMS 加工シリコンセルによる原子磁力計の研究、応用物理学会東北支部第 65 回学術講演会講演予稿集、2010.11.26、東北大学 (宮城県)

④ 佐々木 勝平、太田越寿継、大坊真洋、全光制御型原子磁力計による非接触半導体検査、第 71 回応用物理学会学術講演会、2010.9.14、長崎大学 (長崎県)

⑤ 野崎孝弘、加賀谷祐輔、大坊真洋、MEMS によるマイクロ原子磁力計セルの開発、平成 22 年度電気関係学会東北支部連合大会、2010.8.27、八戸工業大学 (青森県)

⑥ 佐々木勝平、太田越寿継、大坊真洋、原子磁力計による非接触半導体検査、平成 22 年度電気関係学会東北支部連合大会、2010.8.26、八戸工業大学 (青森県)

⑦ 太田越寿継、佐々木勝平、大坊真洋、カリウム光ポンピング原子磁力計のための偏光度検出システムの開発、平成 22 年度電気関係学会東北支部連合大会、2010.8.26、八戸工業大学 (青森県)

⑧ 佐々木勝平、大坊真洋、全光型原子磁力計、第 70 回応用物理学会学術講演会予稿集、9p-A-1、2009.9.9、富山大学 (富山県)

⑨ 佐々木勝平、大坊真洋、レーザー加熱により温度制御された原子磁力計、計測自動制御学会東北支部 45 周年記念学術講演会、2009.9.7、岩手大学 (岩手県)

⑩ 佐々木勝平、大坊真洋、全光制御原子磁力計の構築と磁場感度評価、平成 21 年度電気関係学会東北支部連合大会、2009.8.20、東北文化学園大学 (宮城県)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

大坊 真洋 (DAIBO MASAHIRO)

岩手大学・工学部・准教授

研究者番号：20344616