

令和 6 年 6 月 4 日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2021～2023

課題番号：21H01776

研究課題名（和文）零熱膨張ガラスの熱弾性散逸機構の解明とそのデバイス応用

研究課題名（英文）Energy Dissipation Mechanism in Zero Thermal Expansion Glass and Its Device Applications

研究代表者

塚本 貴城（Tsukamoto, Takashiro）

東北大学・工学研究科・准教授

研究者番号：70646413

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）：MEMS振動子の高性能化を目指し、振動のQ値を増大させることを目的とし、高性能化が期待できる零熱膨張ガラスのエネルギー散逸について研究する。振動のQ値は、アンカーロス、熱弾性損失、SFD、弾性損失などによって影響される。特に、熱弾性損失は熱膨張率の小さい材料であるZEROガラスを用いることで小さくできる可能性があるが、これまで誰も実証していなかった。また、この材料の弾性損失に関しては未だ不明な点が多い。本研究では、零熱膨張ガラスのマイクロスケール加工技術を開発し、その振動特性から、支配的なエネルギー散逸メカニズムを明らかにする。

研究成果の学術的意義や社会的意義

第1に、これまでだれも報告していない、零熱膨張ガラスのMEMS応用のための作製プロセス技術を開発した。シリコンとの陽極接合が可能であることやその条件は報告例が無い。また、反応性イオンエッチングによるマイクロメートルオーダーの微細加工技術についても、報告例がなく、今後のデバイス応用のための大きな知見が得られた。

第2に、開発した微細加工技術を用いてMEMS振動子を作製し、その振動特性から、支配的なエネルギー散逸機構を明らかにした。その結果、ZEROガラスは、熱弾性損失を無視できるほど小さくでき、弾性損失がエネルギー損失を支配することが明らかとなった。

研究成果の概要（英文）：This study aims to enhance the performance of MEMS oscillators by increasing their Q-factor, focusing on investigating the energy dissipation of zero thermal expansion glass, which holds promise for high performance. The Q-factor of oscillations is influenced by factors such as anchor losses, thermal elastic losses, SFD, and elastic losses. Particularly, thermal elastic losses could potentially be minimized by employing materials with low thermal expansion coefficients, such as ZERO glass, although this has not been previously demonstrated. Moreover, much remains unknown regarding the elastic losses of this material. In this research, we develop micro-scale fabrication techniques for zero thermal expansion glass and elucidate the dominant energy dissipation mechanism through its vibration characteristics.

研究分野：MEMS

キーワード：MEMS 振動子 零熱膨張ガラス

## 様式 C-19、F-19-1、Z-19（共通）

### 1. 研究開始当初の背景

MEMS(Microelectromechanical Systems)技術を使った振動子は、タイミングレゾネータ、振動型ジャイロスコープ、微小な質量変化の検出用センサなど、様々な用途で使われている。タイミングレゾネータはすでに水晶振動子の置き換えとして広く使われているし、MEMSのジャイロスコープもスマートフォン、自動車、ゲーム機などに大量に使われている。今後、これらのデバイスの性能を向上させるためには、使っている振動子の性能を高める必要がある。特に、振動のQ値は、熱機械ノイズやジャイロスコープの感度に直接影響を及ぼすため、低ノイズ、高感度を実現させるためには、振動子のQ値を高めることが必須である。

振動のQ値は、エネルギー散逸と強い関係があり、エネルギー散逸を最小化することがQ値の向上につながる。エネルギー散逸のメカニズムとしては、振動子周囲の気体による粘性損失、支持部を伝って外部へ振動エネルギーが漏れる支持損失、材料の粘弾性によって生じる弾性損失、材料内部に生じる熱流による熱弾性損失が主なものである。気体によるエネルギー損失は、真空パッケージングにより無視できるレベルまで低減させることが可能であり、実際に広く利用されている。支持損失については、対称な振動モードを用いて、支持部を対称形状にすることで、無視できるレベルまで低減させることが可能である。一方、弾性損失や熱弾性損失については材料物性で決定されるため、一般に不可避である。そのため、注意深く設計されて作られた振動子のQ値は、弾性損失や熱弾性損失で上限が規定されることが多い。つまり、高性能の振動子を実現させるためには、材料損失と熱弾性損失がともに小さい材料を探す必要がある。また、当該材料を振動子として実現させるためには、材料を正確に微細加工するための作製プロセスが重要である。

### 2. 研究の目的

材料に歪が生じると、圧縮部には発熱、膨張部には吸熱が生じる。この効果によって、材料内部に温度勾配が誘起され、熱流が生じる。熱流は不可逆過程であるため、熱流が生じるとエントロピーが生成し、エネルギーが散逸する。よって、機械振動のエネルギーが最終的には熱系において消費されるため、エネルギー散逸が生じる。機械振動系と熱系の結合係数は熱膨張率である。よって、低熱膨張率の材料を使うことで、高Q値を実現できる。実際、熱膨張率が低い石英ガラスを使った振動子が提案されており、高いQ値を実現可能であることが実証されている。

ほとんどの材料は正の熱膨張率を持っているが、いくつかの材料については、零の熱膨張率が報告されている。ここでは、入手性や加工性の観点から、結晶化ガラスを候補とする。結晶化ガラスは、負の熱膨張率を持つ結晶相と、正の熱膨張率をもつ残余ガラス相からなっており、これら正負の熱膨張率が打ち消すことで、零熱膨張率を実現している。申請者の知りうる限りにおいて、このような零熱膨張材料を使ったMEMS振動子の報告例はなく、実現できれば世界初の試みとなる。また、結晶化ガラスの弾性損失についても、知りうる限りにおいて、報告例は無く初の報告となる。

### 3. 研究の方法

微細加工技術を用いて結晶化ガラスを加工した例はこれまでにない。そこで、研究を始めるにあたって、まずは加工技術を開発する必要がある。具体的には、最終的な基板となるシリコンへの接合プロセスの開発、研削・研磨によるマイクロメートルレベルの厚さ制御、プラズマエッチングによ

る微細加工プロセスの開発である。

接合については、ナトリウムイオンを含むため、陽極接合ができる可能性がある。しかしながら、これまでに報告例がないため、温度や電圧等の条件はゼロから明らかにする必要がある。熱膨張率がゼロであるため、基板であるシリコンとの熱膨張差により、接合後反りが生じるおそれがある。MEMS振動子として使用するためには、数 $\mu\text{m}$ ～数 $10\mu\text{m}$ の厚さが必要であるが、基板が反っていると厚さの制御が困難である。そこで、この反りの影響を低減させるプロセスを開発する。

熱膨張ガラスを加工するためには、フッ素系のプラズマを用いた反応性イオンエッチングが最も実現可能性が高い。しかしながら、形状を定義するためのエッチングマスクについては、どのようなものが最適かわからないため、これを明らかにする。

さらに、将来的に半球状振動子などにも応用できるようにするため、高温による変形プロセスについても検討する。

開発するプロセスを用いてMEMS振動子を作製し、Q値の測定結果からエネルギー散逸量を求める。ゼロ熱膨張ガラスだけでなく、石英ガラス、硼珪酸ガラス、シリコンでも同じ形状の振動子を作製し、それぞれのQ値を比較することで、エネルギー散逸のメカニズムを調べる。これらの結果を総合することで、ゼロ熱膨張ガラスのエネルギー散逸機構を明らかにする。

#### 4. 研究成果

シリコンとゼロ熱膨張ガラスを合わせて、 $200\sim 400^{\circ}\text{C}$ で、 $200\sim 400\text{ V}$ の電圧を印加することで接合を試みた。様々な電圧と温度の組み合わせを探索し、接合可能な条件を明らかにした[1]。また、熱応力による接合後の基板の反りは、研磨時の支持基板への貼り付け条件を工夫することで解決できることがわかった。以上より、ゼロ熱膨張ガラスのマイクロメートルレベルの構造層をシリコン基板上に作製することが可能となった。振動子作製のためのエッチングは、フッ素系のガス(SF<sub>6</sub>)を使った反応性イオンエッチングにより行った。石英ガラスとは異なり、ゼロ熱膨張ガラスには様々な添加元素が入っているため、SF<sub>6</sub>のみでは残渣が表面に残留する。そのため、SF<sub>6</sub>に加え

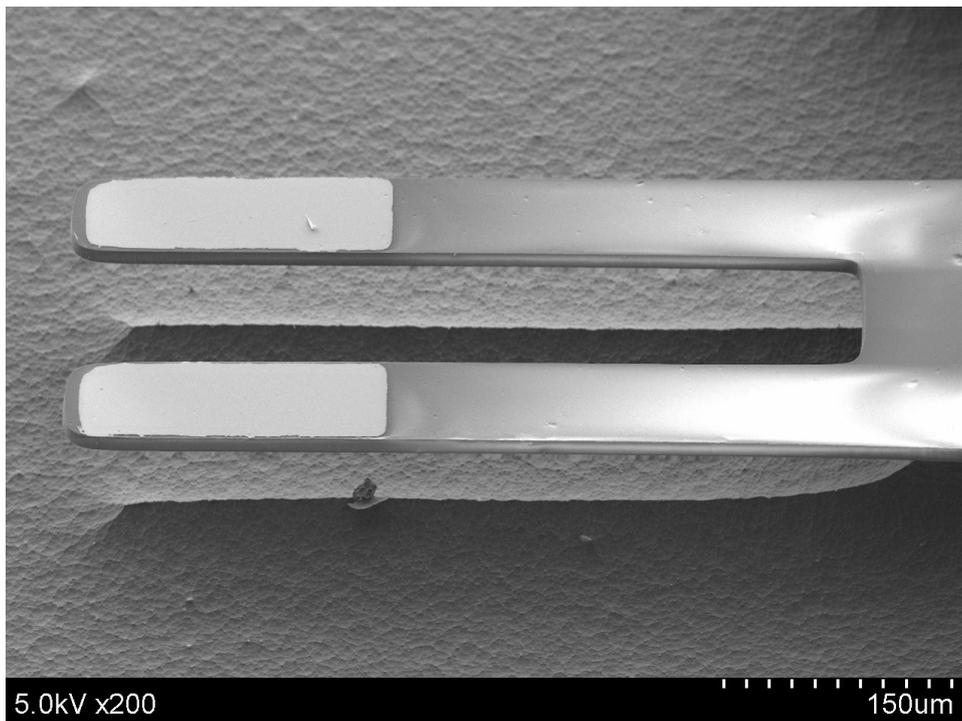


図 1: 零熱膨張ガラスのMEMS 振動子

て微量のXeをまぜることで、残渣を物理的に除去しながらエッチングを行った[2].このようなエッチングガスのもとでは、フォトレジストはエッチングマスクとしては使用できない.そのため、めっきを用いてエッチングマスクを作製することとした.図1に電子顕微鏡写真の一例を示す.片持梁状になっているのが、微細加工されたゼロ熱膨張ガラスである.先端の白く見える部分は、レーザードップラー反射のための薄膜鏡である.写真から明らかなように、マイクロメートル制度でゼロ熱膨張ガラス構造を作製できている.これは、現時点では他に報告例がなく、この材料をMEMSに応用するにあたって、極めて重要な成果である.

以上のような平面形状の振動子に加え、近年では、半球状振動子のような3次元構造のデバイスに注目が集まっている.そこで、ゼロ熱膨張ガラス3次元加工するために必要な、熱軟化加工プロセス条件を明らかにした.予め微細構造を作ったシリコンに対して、ゼロ熱膨張ガラスを真空中接合することで、シリコンとガラスの間に真空を封じる.研削・研磨プロセスにより厚さを調整したあと、高温処理するとガラス軟化し、真空と大気の圧力差によりガラスが変形する.各プロセスの条件を調整することで、半球状の振動子を作製するためのプロセスウインドウが存在することが明らかとなった[3].図2に熱加工後のゼロガラス構造を示す.

片持梁振動子は、ゼロ熱膨張ガラス以外にも、石英ガラス、硼珪酸ガラス、シリコンで同等のものを作製した.これらすべてについて、最低モードの共振時の振動のQ値を測定した.図3に測定結果を示す.一般的に熱弾性損失は共振周波数によって変動する.これは、伝熱の時定数と動作周波数の関係によって生じる.図3を見ると、硼珪酸ガラス(Tempax)とゼロ熱膨張ガラスのQ値は動作周波数によらず一定である.これは、これらの材料では、熱弾性損失よりも弾性損失が大きいことを意味している.弾性損失による材料固有のQ値は1000 200程度であることがわかった.また、Tempaxとゼロ熱膨張ガラスで有意な差が見られないこともわかった.一方、石英ガラスでは周波数が高くなるほどQ値が低下しており、これは、支持部からのエネルギーの逃げ(支持損失)によるものと考えられる.シリコンの場合は、逆に、周波数とともにQ値が増加している.これは、わずかに残留していた気体によるエネルギー散逸の結果であると思われる.以上より、ゼロ熱膨張ガラスでは、熱弾性損失は理屈の上では零になるはずであるが、実際には弾性損失によってQ値の上限が支配されることがわかった.

本研究を通して、MEMS分野にとって新しい材料である、零熱膨張ガラスの振動エネルギー散逸のメカニズム、および、その大きさが明らかになった.また、零熱膨張ガラスを用いたMEMSはデ



図 2: 零熱膨張ガラスで作った3次元振動子

バイスの作製プロセスを確立し,この材料を用いたデバイス開発の道を切り拓くことができた.これらは,今後,この材料を用いた研究をさらに飛躍させる布石となるものであり,世界初,かつ,極めて重要な知見が得られた.

#### 参考文献

- [1] 小代洗太, 内海太一, 塚本貴城, 田中秀治, 「零熱膨張率ガラスを用いたカンチレバー型振動子の作製」, 日本機械学会第13回マイクロ・ナノ工学シンポジウム予稿集, pp. 15P2-PN-42, 徳島, 11, 2022.
- [2] 小代洗太, 塚本貴城, 田中秀治, 「MEMS 振動子のための零熱膨張率ガラスの反応性イオンエッチング」, 日本機械学会2022年度年次大会予稿集, pp. J221-04, 富山, 9, 2022.
- [3] 内海太一, 小代洗太, 塚本貴城, 田中秀治, 「零熱膨張ガラスを用いたMEMS 半球振動子の作製」, 日本機械学会第13回マイクロ・ナノ工学シンポジウム予稿集, pp. 14P5-PN-35, 徳島, 11, 2022. JSME.

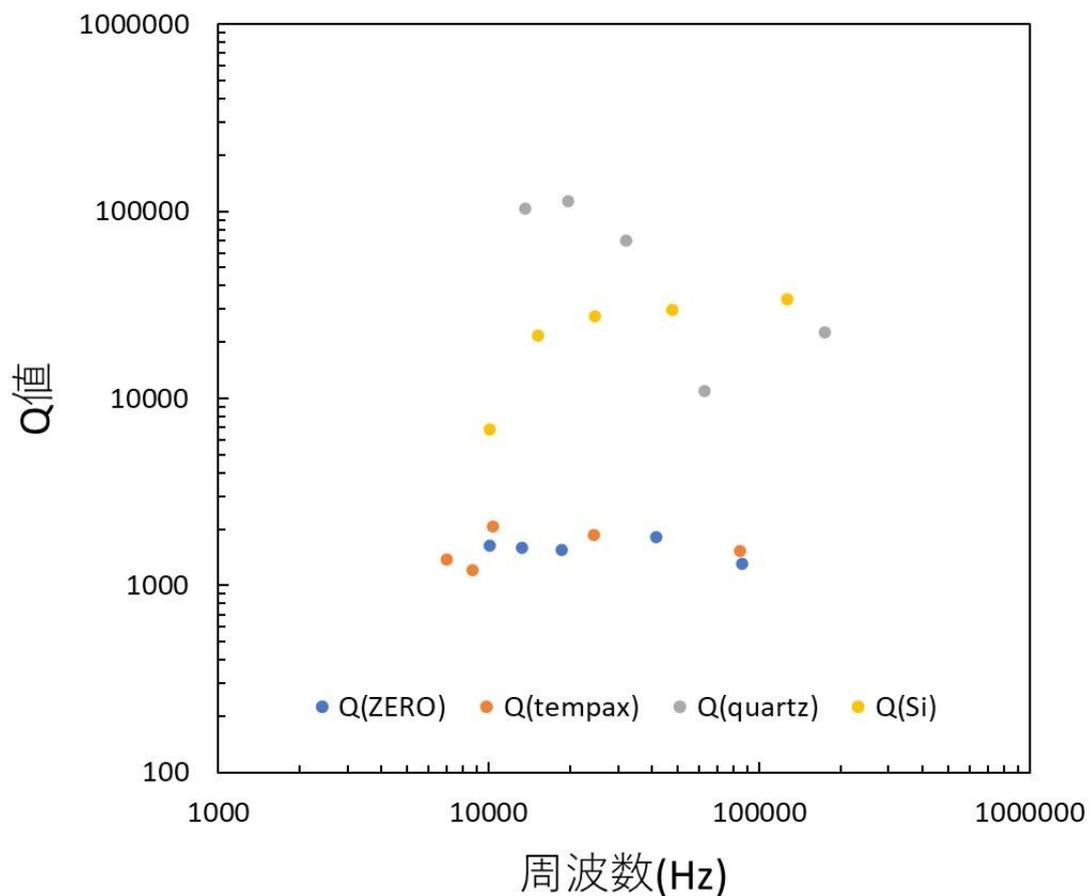


図 3: 様々な振動子の Q 値の測定結果

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 内海太一, 小代洸太, 塚本貴城, 田中秀治
2. 発表標題 零熱膨張ガラスを用いた MEMS 半球振動子の作製
3. 学会等名 日本機械学会第13回マイクロ・ナノ工学シンポジウム
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小代洸太, 内海太一, 塚本貴城, 田中秀治
2. 発表標題 零熱膨張率ガラスを用いたカンチレバー型振動子の作製
3. 学会等名 日本機械学会第13回マイクロ・ナノ工学シンポジウム
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小代洸太, 塚本貴城, 田中秀治
2. 発表標題 MEMS 振動子のための零熱膨張率ガラスの反応性イオンエッチング
3. 学会等名 日本機械学会2022年度年次大会予稿集
4. 発表年 2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------