

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 28 年 6 月 6 日現在

機関番号：82626

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2014～2015

課題番号：26870901

研究課題名(和文)高分子樹脂を用いた圧電発電の高効率化

研究課題名(英文)Improvement of efficiency of piezoelectric energy harvesting using polymer resin

研究代表者

岩崎 渉 (Iwasaki, Wataru)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・製造技術研究部門・研究員

研究者番号：20712508

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では一般的な圧電体材料の一つである窒化アルミニウム(AIN)にスカンジウムを転換することで発電性能を向上させた新規の圧電体であるScAlNの加工方法について検討した。アルカリ性の混酸でウェットエッチング条件を確立した。低周波で振動可能な振動発電デバイスの構造を考慮し、表面にSiO<sub>2</sub>膜が形成されたSOI基板のデバイス層に設計したパターンのデバイスを作製した。圧電体にはScAlNを、圧電体の下部電極と上部電極にはCr/Au/Crをスパッタリングにより積層した。また、生体の活動で発生する振動を調査するために、人が運動した際の頭部の振動数を評価した。

研究成果の概要(英文)：We studied etching method of scandium aluminum nitride (ScAlN), which is one of novel piezoelectric material and has high power generation figure of merit by doping scandium to aluminum nitride. We succeeded to performing wet etching with mixed acid containing phosphoric acid, nitric acid, and acetic acid. Furthermore, we fabricated stacked and patterned films of ScAlN and bottom and top layer electrode. Each electrode consist of three layers (Cr/Au/Cr). Furthermore, we investigated the character of vibration at fingertip and head generated by human activity for example doing exercise.

研究分野：MEMS

キーワード：圧電体 振動 エネルギーハーベスト

### 1. 研究開始当初の背景

超高齢社会、生活習慣病の増加、医療費の増大に伴い、近年、ウェアラブルセンサ等を用いて日々の健康管理から無意識の内に病気を予防する予防医療が注目されている[1]。研究代表者らはこれまで、マイクロマシニング技術 (MEMS : Microelectromechanical Systems) をベースに非侵襲で血流量を測定できる血流計のウェアラブル化を行ってきた[2]。さらに、この様なウェアラブルセンサを複数組み合わせることによって様々な健康状態の診断を試みてきた。

このウェアラブルセンサによる健康状態の管理を実現するためにはデバイスの低消費電力化と共に、電源の高容量化が必要である。電源の高容量化は純粋にデバイスの大型化につながってしまうため、近年ではデバイスレベルでの発電が注目されている。

発電方法には、外力が加わると電気を発生する圧電体を用いた圧電発電が注目されている。圧電発電デバイスは小型化が容易であり、耐久性が高い点で優れている。図2に示すような片側が固定された薄い板 (片持ち梁) 上に圧電体を配置すると、片持ち梁が振動する際に圧電体に外力が加わる。これを利用し、振動を電気に変えることができる。しかし、これまでの圧電発電は衝撃や構造物の振動をターゲットとしたものばかりが研究されており、生体の低周波振動に対応した圧電発電に関する研究は少ない (図3)。なぜなら、振動を電力に変換する際には振動数が高い方が大きな発電量が得られ、数 Hz の振動では大きな発電量が見込めないからである。数 Hz での振動での発電を試みた研究もあるが、どれも  $10\mu\text{W}$  以下であった[3], [4]。

本研究では圧電体材料に一般的な PZT (チタン酸ジルコン酸鉛) や AlN ではなく、ScAlN (窒化スカンジウムアルミニウム) を用いる点も特徴的である。ScAlN は PZT や AlN と比べて約 5 倍の発電性能があることが報告されている[5]。この ScAlN は新規の圧電体であり、広く研究されていないが、ScAlN を用いることによって大幅な発電量の増加が期待できる。

### 2. 研究の目的

本研究では新規の圧電体である ScAlN の加工方法を確立し、生体の振動に適した低周波の振動で発電可能な電源の実現を目指した。また、生体の運動時の振動情報の調査も行った。

### 3. 研究の方法

#### (1) ScAlN 加工方法の検討

ScAlN をフォトリソグラフィにより加工するために ScAlN をエッチングできるがフォトリソマスクにダメージを与えないエッチング液を検討する必要がある。そこで、本実験ではリン酸、硝酸、酢酸の混酸を用いてウェットエッチングを試みた。リン酸を 50

～67%、硝酸を 7～12%、酢酸を 5～7% の濃度でエッチングの条件を検討した。

#### (2) デバイス作製

図1に示すような低周波で振動可能な振動発電デバイスの構造を考慮した振動デバイスの作製を試みた。図2に作製プロセスを示す。表面に SiO<sub>2</sub> 膜が形成された SOI 基板 (1) のデバイス層に Cr/Au/Cr の下部電極をその上に ScAlN を、更にその上に Cr/Au/Cr の上部電極をそれぞれスパッタリングにより堆積し (2)、リソグラフィとウェットエッチングによりそれぞれ最適な構造にパターンニングした (3)。リソグラフィのフォトレジストと現像液にはそれぞれ TMSR-8900LB と NMD-3 (それぞれ東京応化

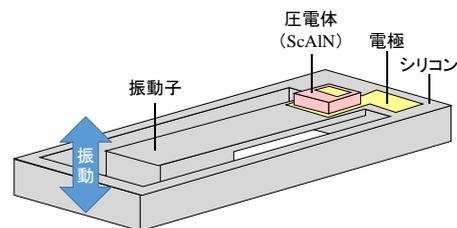


図1 振動発電デバイスの概要図

#### 1. SOIウエハ



#### 2. Cr/Au/Cr/ScAlN/Cr/Au/Cr スパッタリング



#### 3. Cr/Au/Cr/ScAlN/Cr/Au/Cr エッチング



#### 4. SiO<sub>2</sub> パターニング (スパッタリング、エッチング)



#### 5. Cr/Au/Cr パターニング (スパッタリング、リソグラフィ、エッチング)



#### 6. リソグラフィ、Deep RIE



図2 作製プロセス

工業)を用い、露光にはミカサ株式会社のMA-20を用いた。ScAlNのウェットエッチングには検討した条件を用い、金とクロムのウェットエッチングにはそれぞれAURUM(関東化学株式会社)とMPM-E350(株式会社DNPファインケミカル)を用いた。圧電体膜を積層した後はSiO<sub>2</sub>膜をスパッタリングし、絶縁層を積層し(4)、上部と下部の電極に配線するためのパッドをパターニングした(5)。最後に表面と裏面からの深堀加工によりデバイスを片持ち梁構造にした(6)。深堀加工にはエリオニクス株式会社のEIS-700を用い、SF<sub>6</sub>とC<sub>4</sub>F<sub>8</sub>を反応ガスとして用いたリアクティブイオンエッチングを行った。

### (3) 人の運動時の振動調査

ヒトの活動時の生体振動から発電を目指すため、実際にウェアラブルセンサを装着してランニングした時に得られる振動を調査した。実験には非侵襲で人の皮膚血流を測定することが可能な血流センサを用いて時速4kmで5分間歩行し、時速6~10kmで30分間ランニングした時の額の皮膚血流を測定した。血流センサは心拍に依存した流量変化に加えて、激しい振動によるノイズも測定するため、この振動のノイズの週は数を調べた。

## 4. 研究成果

### (1) ScAlN加工方法の検討

ScAlNのウェットエッチング条件とそのエッチングレートを表1に示す。すべての条件においてScAlNのウェットエッチングに成功した。また、リン酸、硝酸の濃度が高い方が、ScAlNのエッチング速度が高くなる傾向となった。このウェットエッチング中にレジストが剥離する現象は発生せず、ScAlNのウェットエッチング液として用いることが可能であることが分かった。この方法はレジストマスクでウェットエッチングが可能であるという点で有用であるが、一方でエッチング速度が遅いため、例えば1μmの厚みのScAlNをエッチングするために約2時間かかってしまうことになる。実用的な方法を考えた際により早くエッチングできる条件を検討する必要がある。

表1 エッチング条件とエッチング速度

	質量パーセント濃度(%)			エッチング速度 (nm/min)
	リン酸	硝酸	酢酸	
条件1	50	10	7	6.7
条件2	57	12	5	9.3
条件3	67	7	5	8.5

### (2) デバイス作製

作製したデバイスを図2に示す。SOI基板のデバイス層には設計した通りのパターンを作製に成功した。一方で、裏面の深さ500nmの深堀エッチングは途中でエッチングスト

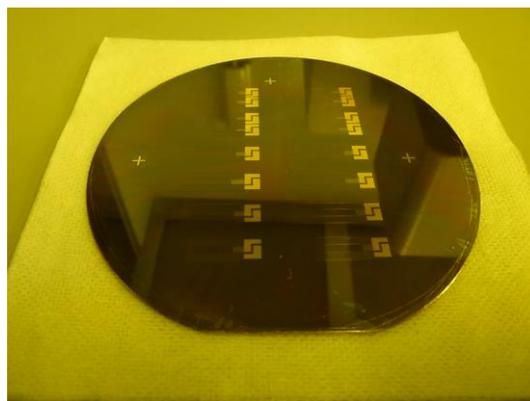


図3 SOI基板上に作製したデバイス

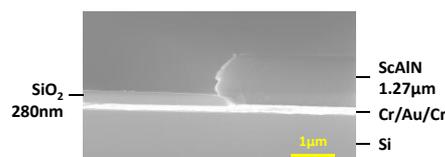


図4 積層したScAlNの断面SEM像

ップが起きたため貫通させることができなかった。次に、積層した圧電体膜の断面のSEM像を図3に示す。SOI基板のSi面の上にCr/Au/Cr層が形成されている。その上の右半分にScAlNを積層し、左半分にSiO<sub>2</sub>をきれいに積層できていることがわかる。しかし、本研究では裏面の深堀加工に失敗し、デバイスを作製することができず、振動時の発電性能評価をまで行えなかったため、今後は深堀加工のできる環境で裏面の貫通エッチングを行い、作製したデバイスの発電性能評価を行う。

### (3) 人の運動時の振動調査

時速10kmでランニングした時に測定した信号をウェーブレット変換した結果を図4に示す。縦軸はセンサにより得られた信号の周波数を示している。グラフ中の8~38分間のランニング中は2つの強い周波数成分が得られている。1つは心拍に依存した波で、もう一つは振動の成分である。この結果より、運動中は3Hz弱の振動で運動していることがわかる。時速6~10kmでランニングしている時の振動数は、速度により異なったが、2~3Hzの中で安定していた。さらに激しい運動をしたときにも5Hz以上の振動が発生するこ

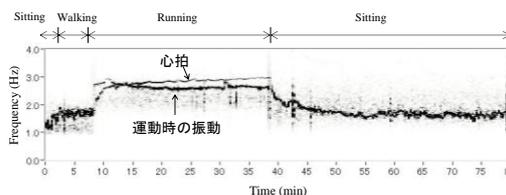


図5 運動時の皮膚血流の周波数成分の時間変化。(運動時の生体の振動情報を含む)

とは考えづらい。またランニング前の時速4kmでの歩行時には1.5Hz程度の振動周期が得られた。一方で、ランニング終了後の静止時には心拍の成分しか得られず、振動による強い成分は得られなかった。これらのことから生体に用いる振動発電デバイスは1.5～3Hz程度の振動で共振するように設計することが重要であると考えられる。

参考文献：

- [1] 酒造正樹ら、平成21年電気学会全国大会、2009.
- [2] W. Iwasaki *et al.*, *IEEJ Trans. Electrical and Electronic Eng.*, 5, 2010.
- [3] A. Marin, *J. Appl. Phys.*, 44, 2011.
- [4] H. Lo *et al.*, *J. Micromech. Microeng.*, 18, 2008.
- [5] M. Akiyama *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, 102, 2013

## 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)

### 【究業績目録】

〔雑誌論文〕(計2件)

- ①W. Iwasaki, H. Nogami, S. Takeuchi, M. Furue, E. Higurashi, R. Sawada, "Detection of Site-Specific Blood Flow Variation in Humans during Running by a Wearable Laser Doppler Flowmeter," *Sensors*, 15, 25507-25519, 2015
- ②W. Iwasaki, R. R. Sathuluri, Osamu Niwa, Masaya Miyazaki, "Influence of Contact Force on Electrochemical Responses of Redox Species Flowing in Nitrocellulose Membrane at Micropyramid Array Electrode," *Analytical Sciences*, Vol. 31, pp.729-732, 2015.

〔学会発表〕(計1件)

- ①W. Iwasaki, M. Ryu, R. Sathuluri, R. Kurita, O. Niwa, M. Miyazaki, "Fabrication micropyramid structures by maskless grayscale lithography," The 6<sup>th</sup> Japan-China-Korea Joint Conference on MEMS/NEMS 2015, Xi'an, China, Sep. 2015.

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

○出願状況(計0件)

## 6. 研究組織

### (1)研究代表者

岩崎 渉 (IWASAKI, Wataru)

産業技術総合研究所・製造技術研究部門・  
研究員

研究者番号：20712508