

令和元年6月14日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2015～2018

課題番号：15H03999

研究課題名(和文) 極限環境用ダイヤモンドナノマシンロジック回路基盤技術の構築

研究課題名(英文) Diamond NEMS logic for extrem environments

研究代表者

廖梅勇(Liao, Meiyong Liao)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・機能性材料研究拠点・主幹研究員

研究者番号：70528950

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,900,000円

研究成果の概要(和文)：極限環境、例えば原子力発電所、自動車、航空宇宙における燃焼制御のための推進システムなどでは、電気信号に安全、迅速に反応及び制御するため、熱的に安定な耐放射線性論理回路が必要である。従来の半導体デバイスは、熱リーク電流の問題があり、オン/オフ比または高温で出力が低減する。ナノマシンスイッチは、オン - オフの動作が物理的空気/真空ギャップとの静電作動によって制御され、高温でもほぼゼロ漏れ電流をもつデバイスであり、無限オン/オフ比をもつ。本研究では、単結晶ダイヤモンド新概念を利用し、従来のスイッチの問題点を克服するため、極限環境でも動作されるダイヤモンドナノマシンロジック回路を目指す。

研究成果の学術的意義や社会的意義

半導体集積回路の集積率に伴う構造の微細化によって、回路のリーク電流は大きく、消費電力は高くなってしまいう問題がある。ダイヤモンドナノマシンスイッチは、既存の半導体デバイスと比べて、耐高温や耐放射線性特性を持つため、高温下においてもリーク電流は無視できるほど小さく、極限環境下でも低消費電力動作が可能である。そのため、本研究成果は、省エネルギー・高信頼性を有す集積回路として期待できる。

研究成果の概要(英文)：In extreme environments, such as high temperature or strong radiation in nuclear power plants, automobiles, and propulsion systems for combustion control in aerospace, etc., thermally stable and radiation hard electrical logic circuits is in demand to safely respond and control the electrical signals quickly. Conventional semiconductor devices suffer from thermal leakage current, reduced power handling, and low on / off ratio at high temperatures. Nanomachine switches, in which the on-off operation is controlled by electrostatic actuation with a physical air / vacuum gap, have nearly zero leakage current even at high temperatures and an infinite on / off ratio. In this research, we aim to develop diamond nanomachine logic circuits that can be operated in extreme environments in order to overcome the problems of the conventional switches by utilizing single crystal diamond MEMS technology.

研究分野：半導体工学

キーワード：ダイヤモンド ナノマシン

1. 研究開始当初の背景

ナノマシンスイッチは、既存の半導体デバイスと比べて、ゼロリーク電流があり、未来省エネルギー化論理回路を可能とするデバイスである。従来のシリコンMEMSは、半導体電気伝導を利用しているため、エネルギー損失が大きい、品質因子が低い（～1000）、機械的、電氣的、化学的および熱的な安定性が悪いという欠点を有して、信頼性および耐久性に劣り、スイッチング速度が遅い等の欠点があった。ダイヤモンドは5.5 eVの広いバンドギャップを有し、弾性定数、機械的硬度、熱伝導率、絶縁性など物質中で最高値を有する材料であり、既存の材料をはるかに凌ぐ通常環境から極限環境まで高機能・高信頼性ナノマシンスイッチの実現が期待できる。ダイヤモンドMEMS/NEMSにとって、微細加工技術とデバイスコンセプトのイノベーションは最も重要な課題である。従来の多結晶ダイヤモンドを用いたMEMSデバイスの報告もあるが、機械性能、安定性及び再現性はあまり良くないのが現状である。従って、高信頼性・高性能なMEMS/NEMSを実現するために、「単結晶」ダイヤモンドを用いた可動構造体の作製技術を開発し、独創的なデバイスコンセプトに基づいて研究開発をすることが重要である。一方、MEMSを幅広に応用するためには高Q値（品質係数）機械共振子の作製は材料学的課題あります。Q値は機械共振子の最も基本的な性能指数であり、材料の結晶品質、表面状態及びNEMSデバイスの最終的な特性、例えば、センサの感度、スイッチの作動電圧などを決定する。

2. 研究の目的

本研究では、(1)既存の材料をはるかに凌ぐ室温で50万以上超高品質因子を持つ単結晶ダイヤモンド機械共振子の開発及び(2)全単結晶ダイヤモンド新概念を利用し、従来のスイッチの問題点を克服するため、極限環境でも動作されるダイヤモンドナノマシンロジック回路を目指し、

3. 研究の方法

ダイヤモンド機械共振子は、イオンビーム注入アシストリフトオフ法で作製した。まず単結晶ダイヤモンド基板に高エネルギーイオン（カーボン、180keV、ドーズ量 10^{16}cm^{-2} ）を注入することによって、最表面より深さ方向にて特定領域のダイヤモンドをアモルファスカーボンに相変態させ犠牲層を形成する。その後、マイクロ波プラズマ気相成長法によってダイヤモンド薄膜

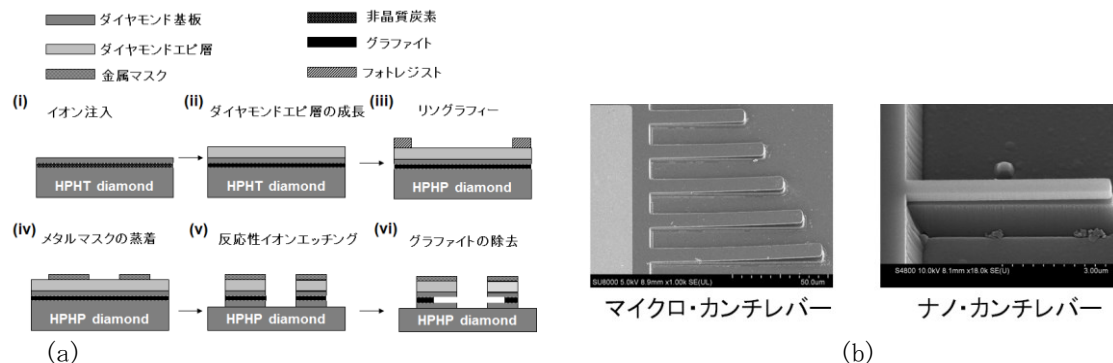


図1. (a) 単結晶ダイヤモンドMEMS/NEMS共振子の作製 (b) 単結晶ダイヤモンドカンチレバーの走査型電子顕微鏡写真

を成長させる。このダイヤモンド薄膜の成長とともに、アモルファスカーボンはグラファイト犠牲層へと変化する。このグラファイト犠牲層は0.2 μm程度である。そして最後にフォトリソグラフィおよび電子ビームリソグラフィプロセスを用いて、グラファイト犠牲層を溶液エッチング除去し、MEMS/NEMS機械共振子（なカンチレバー、ブリッジ）を作製することが出来る。またダイヤモンド薄膜を成膜後、超高真空チャンバ中にて、900°Cで3時間アニールした。作製方法についての概略と全単結晶ダイヤモンドMEMS/NEMS共振子を図1に示す。

ナノマシンスイッチデバイスを作るために、マイクロ波プラズマ気相成長法によってボロンをドーパ（濃度 $>10^{18}\text{cm}^{-3}$ ）した導電性を持つダイヤモンド薄膜を成長させる。グラファイト犠牲層をエッチング除去することによって、3端子トランジスタ構造からなる横方向ゲート電界によるスイッチ操作方式のナノマシンスイッチデバイスを作製した。

4. 研究成果

4.1 高品質係数ダイヤモンド機械共振子

品質係数(Q値)は機械共振子の最も基本的な性能指数であり、材料の結晶品質、表面状態及びMEMSデバイスの最終的な特性、例えば、センサの感度、スイッチの作動電圧などを決定するため、Q値の評価は重要である。Q値は振動において、1周期の間に系に蓄えられるエネルギーを、系から散逸するエネルギーで割ったものであり、通常、 $Q = f_0 / \Delta f$ (f_0 : 共振ピークでの共振周波数、 Δf : 共振ピークの半値幅)から決定することができる。よって本研究では、Q値は、レー

ザードプラー法により共振周波数を測定することで評価した⁵⁾。

イオン注入アシストリフトオフ法によって作製したダイヤモンドMEMS共振子はイオン注入による欠陥層が含まれ、共振ピークは広く、Q値は1,000程度と低かった(図2(a))。そこでQ値を向上するために、我々は二つの方法を提案した。⁶⁾一つ目の方法は、イオン注入によって誘起された欠陥層の上部に厚い高結晶品質ダイヤモンドエピ層を成長させ、欠陥層の影響を低減させる方法である(図2(b))。図2(c)に示すように、0.33 μm と厚膜のダイヤモンドエピ層を堆積させることで、Q値は6,000まで改善した。図2(d)は、カンチレバーの厚さに対するQ値の依存性を示したものであり、ダイヤモンドエピ層の厚さが増加すると、Q因子が向上していることが確認できる。エピ層の厚さが1.81 μm の時、Q値は15,000に到達した。今後は、ダイヤモンドエピ層の厚さの最適化し、更なる高Q値を達成する予定である。二つ目の方法は、イオン注入によって誘起された欠陥を完全に除去する方法である。本手法を用いることで、ダイヤモンドエピ層のみで構成された機械共振子を作製できる。ダイヤモンドカンチレバー共振子の底部の欠陥層を除去するために、酸素雰囲気中でアニール処理をした。NEMSカンチレバーが表面効果に敏感であるので、まず0.340 μm の厚さのNEMSカンチレバーを試作評価した。

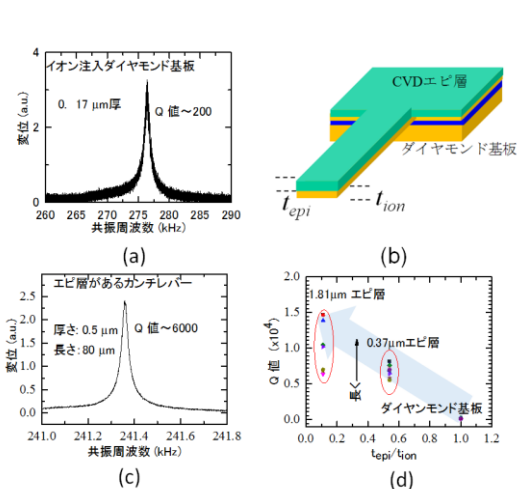


図2. (a) イオン注入ダイヤモンド基板カンチレバーの共振ピーク (b) 欠陥ある基板層とエピ層を含むカンチレバー (c) ダイヤモンド層があるカンチレバーの共振ピーク (d) Q値のエピ層厚依存性

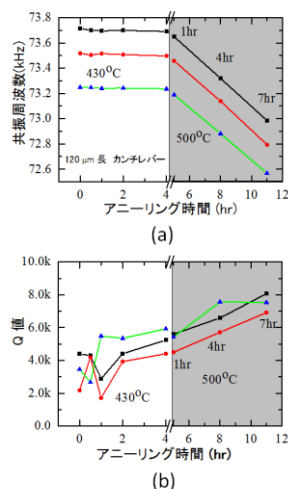


図3. (a) ダイヤモンド共振子の共振周波数に対するアニールの影響 (b) アニール温度及び時間に対するQ値の依存性. 3つの同じ寸法があるカンチレバーが示されている。

図3にアニール処理に対する共振周波数およびQ値の依存性を示す。図では同じ構造の試料を3つ測定した結果である。アニール処理は最初、430 $^{\circ}\text{C}$ で行い、その後、500 $^{\circ}\text{C}$ にて行った。図3(a)、3(b)より、430 $^{\circ}\text{C}$ においては、共振周波数およびQ値共に大きな変化は見られず、500 $^{\circ}\text{C}$ にてアニール処理をすることで、共振周波数は低下し、Q値は改善したことが確認できる。また試料間の特性も非常に類似しており、再現性が高いことが明らかとなった。また共振周波数の変化とカンチレバーの厚さを評価することで、ダイヤモンドのエッチング速度を評価した。その結果、500 $^{\circ}\text{C}$ アニール処理においてはダイヤモンドのエッチング速度は約0.5nm/hrであることがわかった。⁷⁾

これらの結果を基に、同様の手法にて厚さ1.6 μm のダイヤモンドカンチレバーを作製した。アニール処理は、酸素雰囲気中で500 $^{\circ}\text{C}$ 、380時間行った。図4(a)は、共振周波数に対する変位、図4(b)はリングダウン法により減衰時間に対する変位を評価した結果を示す。図4(a)よりアニール処理後のカンチレバーの厚さを見積もった結果、約1.44 μm 減少していることが明らかとなった。一方、図4(b)より見積もられるQ値は410,000以上であり、Q値が著しく改善していることが確認できた。これらの結果より、カンチレバー底部の欠陥層が大きいエネルギー損失を誘導し、Q値を低下させていることが明らかとなった。よって本研究では、単結晶ダイヤモンドのみでカンチレバーを作製し、カンチレバー底部の欠陥層を除去することで、非常に高いQ値を得ることに成功

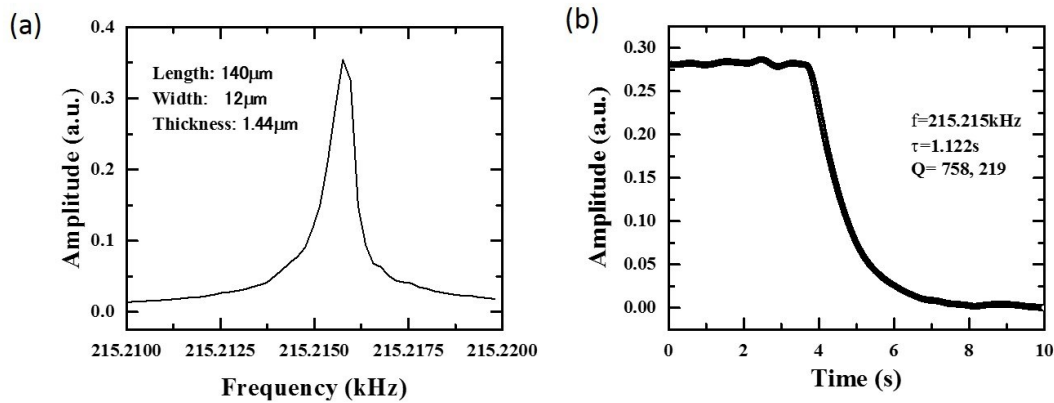


図 4. (a) 500°C で酸素雰囲気中 380 時間アニーリング後ダイヤモンドカンチレバーの共振ピーク (b) リングダウン法により測定した Q 値。リングダウン法によって、Q 値は $Q=2\pi f_0 \tau$ から計算した。τ は減衰時定数である。

した。また本研究にて得られた Q 値はこれまでに報告されてきた多結晶またはナノ結晶ダイヤモンドカンチレバーの Q 値よりも遥かに高い値であった。⁸⁻¹⁰⁾

4.2 単結晶ダイヤモンド NEMS スイッチ

以下では、半導体トランジスタの構造に類似するソース、ドレインおよびゲートを含む 3 端子ダイヤモンド NEMS スイッチを紹介する。MEMS/NEMS スイッチは従来の半導体スイッチデバイスと比べてゼロリーク電流とすることができ、消費電力の損失が低く、Beyond CMOS を実現する技術である。特に、高周波に対してもオフ時に高い絶縁性を確保できるものとして、無線通信領域で注目されている。ダイヤモンド MEMS/NEMS スイッチは、シリコン等他の半導体に特有な MEMS スイッチの接触面の固着、摩擦、摩耗、高駆動電圧、低耐電力性の問題が克服できる。

図 5 にスイッチ動作の原理の概略図を示す。図 5 (a) は、オフ状態 (非導通状態) を示している。オフ状態からソース・ゲート間にプルイン電圧 (V_p) 以上の電圧を印加すると、ゲート・カンチレバー間にエアギャップを介して静電気引力が働き、カンチレバー一端がドレインに接触する。この状態がオン状態 (導通状態) であり、図 5 (b) に示される。このようにゲート電圧によって、ソース・ドレイン間電流のオン/オフ操作を行うことができる。

図 6 (a)、(b) に 3 端子ナノマシンスイッチの走査型電子顕微鏡と光学顕微鏡写真を示す。オン状態でカンチレバーがそり上がり、ドレインと接触して導通が確保された様子が明確に分かる。図 6 (c)、(d) にスイッチング特性を示す。開発した 3 端子ナノマシンスイッチのプルイン電圧 (V_p) は 70 V、プルアウト電圧は 60 V であり、走査回数に対しても安定に動作していることがわかる。またリーク電流は 1 pA 以下であり、優れた絶縁性を持ち、消費電力は 10 pW 以下であった。図 6 (d) に見られるようにオフ時の急峻な電流変化から、固着現象は見られない (または極めて小さい) 事が実証された。この動作特性は 10^5 回を超えるスイッチング操作に対しても安定であった。

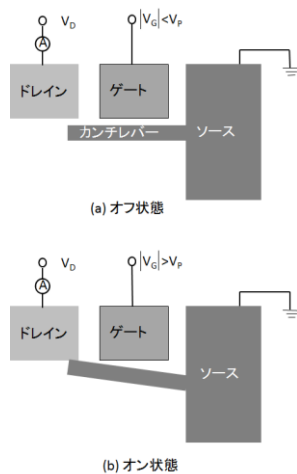


図 5. 単結晶ダイヤモンド 3 端子ナノマシンスイッチの動作原理を示す概略図。

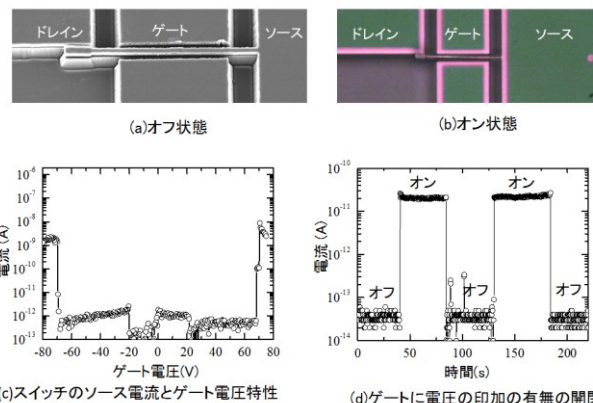


図 6. 全単結晶ダイヤモンド 3 端子ナノマシンスイッチの走査型電子顕微鏡、光学顕微鏡写真。

4.3. まとめ

以上まとめると、本研究では、イオン注入アシストリフトオフ方法を利用して、単結晶ダイヤモンドMEMS/NEMSに関する微細加工技術を開発し、500, 000以上の高いQ値を有する単結晶ダイヤモンド機械共振子とナノマシンスイッチの作製に成功した。マイクロ/ナノマシンで問題となる表面固着はほとんど観測されず、高い再現性および高い信頼性を実現した。これは、ダイヤモンドの材料の特徴を反映しているものと考えられる。ダイヤモンドカンチレバー可動構造体のヤング率の測定値は1100GPaであり、将来的には、高感度センサ、高信頼性プローブ、ギガヘルツレベルの高速スイッチ操作を実現することが期待できる。本研究成果は、ダイヤモンドの新しい機能性分野MEMS/NEMSの基盤技術を確立するとともに、ダイヤモンドMEMS/NEMSを化学、物理、および機械的センサへの応用展開を開拓することもできる。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 18 件)

- ① Meiyong Liao et al. Energy - Efficient etal-Insulator-Metal - Semiconductor Field - Effect Transistors Based on 2D Carrier Gases. Adv. Electron. Mater. 、査読有、(2019) 1800832-1-1800832-8
- ② Meiyong Liao et al. Ultrahigh Performance On-Chip Single Crystal Diamond NEMS/MEMS with Electrically Tailored Self-Sensing Enhancing Actuation. Adv. Mater. Technol. 、査読有、4 [2] (2019) 1800325
- ③ Ioana Voiculescu, Meiyong Liao, Rüdiger Berger, Takahito Ono, Marjan Zakerin, Masaya Toda. Pico-thermogravimetric material properties analysis using diamondcantilever beam. Sensors and Actuators A. 、査読有、271 (2018) 356-363
- ④ Yuanzhao Wu, Yiwei Liu, Youlin Zhou, Qikui Man, Chao Hu, 廖梅勇, Waqas Asghar, Fali Li, Zhe Yu, Jie Shang, Gang Liu, Runwei Li. A skin-inspired tactile sensor for smart prosthetics. Science Robotics、査読有、3 (2018) eaat0429-1-eaat0429-8
- ⑤ Haihui Wu, Yasuo Koide, Masaya Toda, Meiyong Liao. Reducing intrinsic energy dissipation in diamond-on-diamond mechanical resonators toward one million quality factor. Phys. Rev. Mater.、査読有、2 [9] (2018) 090601
- ⑥ Kongping Wu, Meiyong Liao, Yasuo Koide. A density functional study of the effect of hydrogen on electronic properties and band discontinuity at anatase TiO₂/diamond interface. J. Appl. Phys.、査読有、123 [16] (2018) 161599
- ⑦ 廖梅勇, 井村 将隆, サン リウエン, 寺地 徳之, 小泉 聡, 小出 康夫. 単結晶ダイヤモンドMEMSデバイスの研究. NEW DIAMOND. 、査読有、34 [1] (2018) 12-16
- ⑧ Haihua Wu, Yasuo Koide, Meiyong Liao. Reducing energy dissipation and surface effect of diamond nanoelectromechanical resonators by annealing in oxygen ambient. Carbon、査読有、124 (2017) 281-287
- ⑨ Meiyong Liao, Masaya Toda, Liwen Sang, Yasuo Koide. Improvement of the quality factor of single crystal diamond mechanical resonators. Jap. J. Appl. Phys.、査読有、56 (2017) 024101

[学会発表] (計 24 件)

- ① 廖梅勇等. Electrical readout of diamond MEMS resonators. 2019年 第66回応用物理学会春季学術講演会. 2019
- ② 廖梅勇. 超高品質因子を持つダイヤモンドカンチレバーおよび センシング機能を一体化した単結晶ダイヤモンドMEMS センサチップ. ナノ茶論第10回セミナー. 2019
- ③ 廖梅勇等 Ultrahigh Quality factor diamond MEMS resonator. The 6th French Japanese workshop on diamond power devices. 2019
- ④ 廖梅勇. Semiconductor diamond electronics, photonics and electro mechanics . 2018 Asia Conference on Nanoscience and Nanotechnology. 2018
- ⑤ 廖梅勇等. 超高品質因子を持つ単結晶ダイヤモンドMEMS 共振子. 第79回応用物理学会秋季学術講演会. 2018
- ⑥ Meiyong Liao 等. Single crystal diamond MEMS: Concpet, Fabrication, and Applications. International Conference on Expanding Frontiers of Carbon MEMS. 2018
- ⑦ 廖梅勇等, 超高品質因子を持つ単結晶ダイヤモンドMEMS 振動子. 第31回ダイヤモンドシンポジウム. 2017

- ⑧ Meiyong Liao 等, Reducing energy dissipation and surface effect of diamond nanoelectromechanical resonators by annealing in oxygen ambient. EMRS 2017 Fall meeting. 2017
- ⑨ Meiyong Liao 等, Surface effect and improvement of the quality factor of single crystal diamond NEMS resonators . 28th International Conference on Diamond and Carbon Materials. 2017
- ⑩ 廖梅勇等, The Effect of Annealing in Oxygen Ambient on the Single Crystal Diamond Mechanical Resonators. 第64回応用物理学会春季学術講演会. 2017
- ⑪ Meiyong Liao. Diamond: a unique semiconductor for electronics and MEMS/NEMS devices. 12th IUPAC International Conference on Novel Materials. 2016
- ⑫ Meiyong Liao 等, Single Crystal Diamond Micromechanical and Nanomechanical Resonators. The 10th International Conference on New Diamond and Nano Carbon. 2016

[図書] (計 2 件)

- ① Meiyong Liao, Bo Shen, Zhanguo Wang, Ultra-Wide bandgap Semiconductor Materials, Elsevier Publisher, 2019
- ② Meiyong Liao, Yasuo Koide, Liwen Sang, Chapter 4 , Diamond MEMS and NEMS resonator, in Novel Aspects of Diamond (Nianjun Yang Ed.), Springer Publisher 2019

[産業財産権]

○出願状況 (計 3 件)

名称: 電子素子、温度センサー、磁気センサー、振動センサーおよび加速度センサー

発明者: リャオメイヨン/小出 康夫

権利者: 国立研究開発法人物質・材料研究機構

種類: 特許

番号: 2018-200133

出願年: 2018

国内外の別: 国内

名称: ダイヤモンド構造体、ダイヤモンド・カンチレバー、およびダイヤモンド構造体の製造方法

発明者: リャオメイヨン/小出康夫/サンリウエン

権利者: 国立研究開発法人物質・材料研究機構

種類: 特許

番号: 2018-022665

出願年: 2018

国内外の別: 国内

6. 研究組織

(1) 研究分担者

研究分担者氏名: 戸田 雅也

ローマ字氏名: Toda Masaya

所属研究機関名: 東北大学

部局名: 工学研究科

職名: 准教授

研究者番号 (8 桁): 40509890

研究分担者

研究分担者氏名: 小出 康夫

ローマ字氏名: Koide Yasuo

所属研究機関名: 国立研究開発法人物質・材料研究機構

部局名: 技術開発・共用部門

職名: 部門長

研究者番号 (8 桁): 70195650

※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。