

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 7 日現在

機関番号：12608

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K17453

研究課題名(和文) 結晶構造を制御した金合金めっきによるナノG検出法の開拓

研究課題名(英文) Development of Nano-G Detection Method using Electroplated Au-Alloy with Controlled Crystal Structure

研究代表者

山根 大輔 (Yamane, Daisuke)

東京工業大学・科学技術創成研究院・助教

研究者番号：70634096

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：試作したAu合金デバイスのノイズ評価値は30nG/ Hz以下であり、目標性能(慣性分解能0.1 μ G以下)を達成した。また、デバイスの長期振動特性評価の結果、一般的に金属疲労が生じる100万回以上の振動を印加後でも機械故障がなかった。温度特性評価を実施した結果、-50～100の温度変化後でも機械故障は見られなかった。さらに、試作デバイスと市販容量検出回路を組み合わせることで加速度センサモジュールを開発し、身体の加速度計測デモを実施した。機械強度の観点では、目標性能(降伏強度1GPa)を超えるAu合金材料の開発に成功した。以上より、ナノG検出へ向けたAu合金加速度検出デバイスの実現見通しを得た。

研究成果の概要(英文)：Noise of the developed Au-alloy MEMS accelerometer was experimentally evaluated to be below 30 nG/ Hz, and therefore we achieved the target resolution of below 0.1 μ G. Long-term vibration test results showed the device functioned even after 10 vibration cycles that would usually cause fatigue in metal materials. Temperature test results exhibited the device survived after temperature change from -50 to 100. Furthermore, we developed a sensing module with the fabricated MEMS device and demonstrated acceleration sensing on human body. In terms of mechanical strength of Au-alloy, we successfully developed an Au-alloy material with the yield strength of above the target value (1 GPa). In conclusion, the developed Au-alloy device has a promising potential to detect nano-G.

研究分野：総合理工

キーワード：ナノG 加速度 MEMS ナノマイクロセンサ 金 金合金 結晶 金めっき

1. 研究開始当初の背景

(1) 小型の加速度センサやジャイロセンサで物体の“動き”を検知する慣性センシングは、MEMS (Microelectromechanical Systems) 技術の発展により、様々な電子機器で実現されている。そして今後、ヒトやモノのあらゆる“動き”現象の計測・解析・理解のため、小型慣性センサの高分解能化が必要である。

(2) IEEE (米国電気電子学会) 主催の慣性センサ国際会議 International Symposium on Inertial Sensors and Systems が 2014 年より発足するなど、慣性計測の研究開発競争が、特に小型・高分解能慣性センサ開発の観点より、世界的に再燃しており、日本でも新たな研究拠点の形成が急務である。特に、電子回路と集積化可能な小型慣性センサでは、 $1 \mu\text{G}$ ($1 \times 10^{-6} \text{ G}$) 以下 (G : 地上の重力加速度) 検出の実用技術はなく、 1 nG ($1 \times 10^{-9} \text{ G}$) 以下検出では先行研究もない。

(3) 例えば、加速度センサの検出加速度分解能は錘 (可動電極) の質量で決まるため、従来の Si-MEMS 技術で作製した小型加速度センサの大幅な分解能向上は困難である。したがって、Si 以外の材料やそのプロセス技術も視野に入れた検討が必要である。

2. 研究の目的

本研究「結晶構造を制御した金合金めっきによるナノ G 検出法の開拓」の目的は、金合金組成とナノ結晶構造の制御により、ナノ G 領域を計測可能な超小型・超高分解能加速度検出デバイスの実現に向けた基盤技術開拓することである。

3. 研究の方法

研究代表者はこれまでの研究により、金がシリコンよりも高密度な材料である点に着目し、CMOS (Complementary Metal-Oxide Semiconductor) 後工程の電解金めっきを用いて Au 錘を作製し、MEMS 加速度センサの小型化・高分解能化の見通しを得ている。

本研究では、これまでの研究成果を踏まえ、Au 合金の錘についてナノ結晶制御による高強度化と高密度化を行い、Brownian ノイズの更なる低減と機械的信頼性の向上を図る。さらに、Au 合金を用いた静電容量型の加速度検出デバイスを開発し、超小型・超高分解能加速度検出デバイスについて原理検証を行う。加速度検出デバイスの目標性能は、慣性分解能 $0.1 \mu\text{G}$ 以下 (大気封止時)、降伏強度 1 GPa 以上である。

4. 研究成果

(1) Au/Au 合金加速度検出デバイス開発: 【H27 年度】

加速度分解能 $0.1 \mu\text{G}$ 以下 (大気封止時) のデバイスについて、電解金めっきを用いて作

製することを検討した。当初、錘にも Au 合金を利用することで高密度化を予定していたが、検討結果より、Au 単体でも錘を積層化することで Brownian ノイズの大幅な低減が見込めることが分かった。したがって、H27 年度は Au 積層錘構造の設計・試作・評価を実施した。試作した Au 錘の加速度検出デバイス (図 1) について、Brownian ノイズ評価値は $30 \text{ nG}/\sqrt{\text{Hz}}$ (大気封止時) 以下に到達しており、帯域 10 Hz 以下において慣性分解能 $0.1 \mu\text{G}$ 以下の実現見通しを得た。

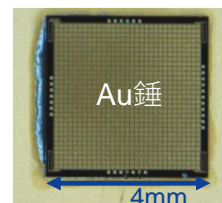


図 1 試作した Au 錘加速度検出デバイス[1]

【H28 年度】

さらなる Brownian ノイズ低減を目指し、錘質量を増加した Au 積層錘を設計・試作した。また、デバイス機械強度に関連する設計パラメータのモデル化を実施し、高感度加速度センサの新たな設計環境 (図 2) も構築した。従来では解析困難な機械的信頼性について新たに設計環境を構築したことは、当初予想していない新たな研究進展である。

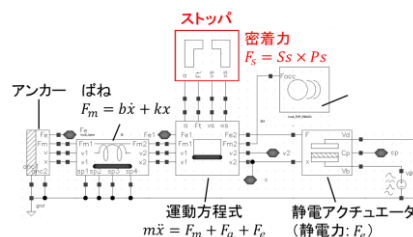


図 2 積層メタル密着力評価用の統合設計モデル[2]

【H29 年度】

試作 Au 加速度検出デバイスの長期振動特性評価を行い、一般的に金属疲労が生じる 10^6 回以上の振動を印加後でも機械故障は見られなかった。また、温度特性評価の結果、 $-50 \text{ }^\circ\text{C}$ ~ $100 \text{ }^\circ\text{C}$ の温度変化後でも機械故障は見られなかった。さらに、市販 LSI と組み合わせモジュール化し、身体の加速度計測デモを実施した。これにより、Au 積層錘の加速度センサ実現へ向けて、信頼性の面でも実現見通しを得た。

(2) ナノ結晶化による Au/Au 合金構造体の機械強度向上:

【H27 年度】

電解金めっきで作製した Au 積層構造の角柱サンプル、および、パルス電解金めっきで作

製した Au 角柱サンプルについて降伏強度を実験的に評価し、両者とも純金の公称値より約 3~4 倍も高い降伏強度が得られ、機械強度向上の見通しを得た。

【H28 年度】

めっき Au-Cu 合金サンプルを試作・評価した結果、降伏強度は純金の公称値より約 5 倍も高く、従来のめっき Au 構造体よりも高い降伏強度が得られた。さらに、MEMS 基本構造となる微小カンチレバーを Au-Cu 合金を用いて試作し、Au-Cu 合金の MEMS 応用へ向けた基礎検討を実施した。また、電解めっき法（パルス、超臨界）を用いたナノ結晶 Au の高強度化、Au 構造体の形状安定性評価、温度・疲労特性評価などにも着手した。

【H29 年度】

降伏強度 1GPa を超える Au 合金材料の開発に成功した。これは金属材料の世界最高値である。本 Au/Au 合金構造体は、MEMS 材料に広く利用されている Si に匹敵する機械強度を有する。さらに、MEMS 作製プロセスへの適用検討、形状安定性評価、長期繰返し振動による疲労特性評価、そして温特評価を Au/Au 合金カンチレバーを用いて実施した。その結果、Au/Au 合金材料の MEMS デバイス応用の見通しを得た。

<引用文献>

- [1] D. Yamane, T. Konishi, H. Toshiyoshi, K. Masu, and K. Machida, "A MEMS Inertia Sensor with Brownian Noise of Below 50 nG/Hz^{1/2} by Multi-Layer Metal Technology," in Proc. IEEE Inertial Sensors 2016, USA, Feb. 23-25, 2016, Late News, pp. 148-149.
- [2] D. Yamane, T. Konishi, T. Safu, H. Toshiyoshi, M. Sone, K. Masu and K. Machida, "Evaluation and Modeling of Adhesion Layer in Shock-Protection Structure for MEMS Accelerometer," Microelectronics Reliability, vol. 66, Nov. 2016, pp. 78-84.

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)

〔雑誌論文〕 (計 18 件)

- [1] (査読有) H.-C. Tang, K. Hashigata, T.-F. M. Chang, C.-Y. Chen, T. Nagoshi, T. Konishi, D. Yamane, K. Machida, K. Masu, M. Sone, "Sample size effect on micro-mechanical properties of gold electroplated with dense carbon dioxide," Elsevier Surface and Coatings Technology. (Accepted. Feb., 2018)
DOI:https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.02.041.
- [2] (査読有) M. Takayasu, I. Tsuji, H. Ito, D. Yamane, S. Dosho, T. Konishi, N. Ishihara, K. Machida, and K. Masu, "Microgravity Generation Using Tilting Board for Resolution Evaluation of MEMS Accelerometer," Sensors

and Materials. (Accepted. Jan., 2018)

- [3] (査読有) H.-C. Tang, C.-Y. Chen, T.-F. M. Chang, T. Nagoshi, D. Yamane, T. Konishi, K. Machida, K. Masu, M. Sone, "Au-Cu Alloys Prepared by Pulse Electrodeposition toward Applications as Movable Micro-Components in Electronic Devices," Journal of The Electrochemical Society, vol. 165, 2018, pp.D58-D63.
DOI: 10.1149/2.0441802jes
- [4] (査読有) M. Takayasu, S. Dosho, H. Ito, D. Yamane, T. Konishi, K. Machida, N. Ishihara, and K. Masu, "A 0.18- μ m CMOS Time-Domain Capacitive -Sensor Interface for Sub-1mG MEMS Accelerometers," IEICE Electronics Express (ELEX), vol. 15, no. 2, 2018, pp.20171227.
DOI:https://doi.org/10.1587/elex.15.20171227
- [5] (査読有) M. Teranishi, C.-Y. Chen, T.-F. M. Chang, T. Konishi, K. Machida, H. Toshiyoshi, D. Yamane, K. Masu, and M. Sone, "Enhancement in Structure Stability of Gold Micro-Cantilever by Constraints at the Fixed-End for Applications as Movable Structures of MEMS," Microelectronics Engineering, vol. 187-188, 2018, pp.105-109. DOI: https://doi.org/10.1016/j.mee.2017.11.015
- [6] (査読有) M. Yoshiba, C.-Y. Chen, T.-F. M. Chang, T. Nagoshi, D. Yamane, K. Machida, K. Masu, M. Sone, "Deformation behavior of electroplated gold composed of nano-columnar grains embedded in micro-columnar textures," Materials Letters, Vol. 202, Sep. 2017, pp. 82-85. DOI:https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.05.066
- [7] (査読有) K. Asano, H.-C. Tang, T. Nagoshi, T.-F. M. Chang, C.-Y. Chen, D. Yamane, K. Machida, K. Masu, and M. Sone, "Micro-Bending Testing of Electrodeposited Gold for Applications as Movable Components in MEMS Devices," Microelectronics Engineering, vol. 180, Aug. 2017, pp.15-19. DOI: https://doi.org/10.1016/j.mee.2017.05.044
- [8] (査読有) S. Yanagida, T.-F. M. Chang, C.-Y. Chen, T. Nagoshi, D. Yamane, K. Machida, K. Masu and M. Sone, "Tensile Tests of Micro-Specimens Made of Electroplated Gold," Microelectronics Engineering, vol. 174, April 2017, pp. 6-10. DOI: https://doi.org/10.1016/j.mee.2016.12.004
- [9] (査読有) H.-C. Tang, C.-Y. Chen, M. Yoshiba, T. Nagoshi, T.-F. M. Chang, D. Yamane, K. Machida, K. Masu and M. Sone, "High-Strength Electroplated Au-Cu Alloys as Micro-components in MEMS Devices," Journal of The Electrochemical Society, vol. 164, issue 4, Feb. 2017, pp. D244-D247.
- [10] (査読有) D. Yamane, T. Konishi, T. Safu, H. Toshiyoshi, M. Sone, K. Masu and K. Machida, "Evaluation and Modeling of Adhesion Layer in Shock-Protection Structure for MEMS

Accelerometer," *Microelectronics Reliability*, vol. 66, Nov. 2016, pp. 78-84.

- [11] (査読有) H.-C. Tang, C.-Y. Chen, T. Nagoshi, T.-F. M. Chang, D. Yamane, K. Machida, K. Masu and M. Sone, "Enhancement of Mechanical Strength in Au Films Electroplated with Supercritical Carbon Dioxide," *Electrochemistry Communications*, vol. 72, Nov. 2016, pp. 126-130.
- [12] (査読有) M. Yoshiba, C.-Y. Chen, T.-F. M. Chang, T. Nagoshi, D. Yamane, K. Machida, K. Masu and M. Sone, "Brittle Fracture of Electrodeposited Gold Observed by Micro-Compression," *Materials Transactions*, Vol. 57, No. 8, 2016, pp. 1257-1260.
- [13] (査読有) C.-Y. Chen, M. Yoshiba, T. Nagoshi, T.-F. M. Chang, D. Yamane, K. Machida, K. Masu and M. Sone, "Pulse Electroplating of Ultra-Fine Grained Au Films with High Compressive Strength," *Electrochemistry Communications*, Vol.67, 2016, pp. 51-54.
- [14] (査読有) D. Yamane, T. Konishi, H. Toshiyoshi, K. Masu and K. Machida, "A 1-mG MEMS Sensor," *ECS Transactions*, vol. 72, issue 3, 2016, pp. 7-14.
- [15] (査読有) M. Teranishi, T.-F. M. Chang, C.-Y. Chen, T. Konishi, K. Machida, H. Toshiyoshi, D. Yamane, K. Masu and M. Sone, "Structure Stability of High Aspect Ratio Ti/Au Two-Layer Cantilevers for Applications in MEMS Accelerometers," *Microelectronics Engineering*, vol. 159, 2016, pp.90-93.
- [16] (査読有) D. Yamane, T. Konishi, T. Matsushima, H. Toshiyoshi, K. Masu, and K. Machida, "A 0.1G-to-20G Integrated MEMS Inertial Sensor," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 54, no. 8, 2015, pp. 087202.1-087202.4.
DOI: 10.7567/JJAP.54.087202
- [17] (査読有) D. Yamane, T. Matsushima, T. Konishi, H. Toshiyoshi, K. Masu, and K. Machida, "A Dual-Axis MEMS Capacitive Inertial Sensor with High-Density Proof Mass," *Microsystem Technologies*, vol. 22, 2016, pp. 459-464.
DOI: 10.1007/s00542-015-2539-y
- [18] (査読有) D. Yamane, T. Konishi, H. Toshiyoshi, K. Masu, and K. Machida, "A Sub-1G MEMS Sensor," *ECS Transactions*, vol. 66, issue 5, 2015, pp.131-138.
DOI: 10.1149/06605.0131ecst

〔学会発表〕(計 149 件)

【国際学会 : 77 件】

H29 年度 34 件 (招待 4 件), H28 年度 24 件 (招待 5 件), H27 年度 19 件 (招待 4 件)

【国内学会 : 72 件】

H29 年度 26 件 (招待 1 件), H28 年度 29 件 (招待 2 件), H27 年度 17 件

以下、国際学会の招待講演のみ記載

- [1] 【招待講演】 D. Yamane, T. Konishi, H. Toshiyoshi, K. Machida, K. Masu, "Sub-1mG Inertial Sensors by Multi-layer Metal Technology," in Proc. IUMRS International Conference in Asia (IUMRS-ICA) 2017, Taipei Nangang Exhibition Hall, Taipei, Taiwan, Nov. 5- 9, 2017, F5-05.
- [2] 【招待講演】 T.-F. M. Chang, H. Tang, C.-Y. Chen, T. Nagoshi, D. Yamane, T. Konishi, K. Machida, K. Masu, M. Sone, "Micro-Mechanical Property Enhancement of Metals Electroplated in Electrolyte Containing Supercritical CO₂," in Proc. IUMRS International Conference in Asia (IUMRS-ICA) 2017, Taipei Nangang Exhibition Hall, Taipei, Taiwan, Nov. 5- 9, 2017, E6-12.
- [3] 【招待講演】 M. Sone, H.-C. Tang, C.-Y. Chen, T.-F. M. Chang, T. Nagoshi, D. Yamane, T. Konishi, K. Machida, K. Masu, "Material Design of High Strength Electroplated Gold Alloy toward High-Sensitive MEMS Accelerometers," in Proc. IUMRS International Conference in Asia (IUMRS-ICA) 2017, Taipei Nangang Exhibition Hall, Taipei, Taiwan, Nov. 5- 9, 2017, F5-02.
- [4] 【招待講演】 D. Yamane, T. Konishi, H. Toshiyoshi, M. Sone, K. Machida, Y. Miyake, and K. Masu, "MEMS inertial sensors for biomedical applications," in Proc. 12th Annual IEEE Int. Conf. on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (IEEE NEMS 2017), UCLA Meyer & Renee Luskin Conference Center, Los Angeles, CA, USA, April 9-12, 2017.
- [5] 【招待講演】 C.-Y. Chen, M. Yoshiba, H.-C. Tang, T.-F. M. Chang, D. Yamane, K. Machida, K. Masu and M. Sone, "High Strength Au film Fabricated by Advanced Electrochemical Technique in Supercritical CO₂ Emulsified Electrolyte for MEMS Accelerometers," in Proc. 2nd Int. Conf. and Expo on Separation Techniques, Valencia, Spain, Sep. 26-28, 2016.
- [6] 【招待講演】 K. Masu, D. Yamane, K. Machida, M. Sone and Y. Miyake, "Development of High Sensitivity CMOS-MEMS Inertia Sensor and its Application to Early-Stage Diagnosis of Parkinson's Disease," in Proc. the 46th European Solid-State Device Research Conf. (ESSDERC), Lausanne, Switzerland, Sep. 12-15, 2016, pp.99-104.
- [7] 【招待講演】 C.-Y. Chen, T.-F. M. Chang, D. Yamane, K. Machida, K. Masu and M. Sone, "Enhanced mechanical property of metallic films with supercritical carbon dioxide for micro-electrical-mechanical system accelerometer," in Proc. The 15th Symposium on Development of Supercritical Fluid Technology and Application and The 2nd Int. Workshop on Supercritical Fluid Dyeing Technology, Kaohsiung, Taiwan, Sep. 8-10, 2016.

- [8] 【招待講演】 M. Sone, T.-F. M. Chang, C.-Y. Chen, D. Yamane, K. Machida and K. Masu, "Electrodeposited Gold for Next Generation MEMS Accelerometer Toward Medical Applications," in Proc. Integrative Biology-2016, Berlin, Germany, July 18-20, 2016.
- [9] 【招待講演】 D. Yamane, T. Konishi, H. Toshiyoshi, K. Masu and K. Machida, "A 1-mG MEMS Sensor," in Proc. 229th ECS Meeting, San Diego, CA, USA, May 29 - June 3, 2016, MA2016-01(22):1147.
- [10] 【招待講演】 D. Yamane, K. Masu, and K. Machida, "A Sub-1G MEMS Inertial Sensor," in Proc. International Symposium for Advanced Materials Research (ISAMR 2015), Sun Moon Lake, Taiwan, Aug. 16-20, 2015, ID20.
- [11] 【招待講演】 D. Yamane, T. Konishi, K. Machida, and K. Masu, "Nano-G metrology system and its biomedical applications by CMOS-MEMS technology," in Proc. 3rd International Conference on Integrative Biology, Melia Valencia, Valencia, Spain, Aug. 4-6, 2015, pp. 87.
- [12] 【招待講演】 D. Yamane, T. Konishi, H. Toshiyoshi, K. Masu, and K. Machida, "A Sub-1G MEMS Sensor," in Proc. the 227th ECS Meeting, the Hilton Chicago, Chicago, Illinois, USA, May 24-28, 2015, pp. 1332.
- [13] 【招待講演】 K. Machida, T. Konishi, D. Yamane, H. Toshiyoshi, and K. Masu, "CMOS -MEMS -New Frontier of Multilevel Interconnect Technology-," in Proc. 2015 International Conference on Electronics Packaging and iMAPS All Asia Conference (ICEP-IAAC 2015), Kyoto Terrsa, Kyoto, Japan, April 14-17, 2015, pp. 201.

〔図書〕 (計 1 件)

- [1] T.-F. M. Chang, C.-Y. Chen, H.-C. Tang, M. Yoshida, T. Nagoshi, D. Yamane, K. Machida, K. Masu, M. Sone, "Fabrication and Characterization of High Strength Electrodeposited Gold toward High-Sensitive MEMS Inertial Sensors," Advances in Microelectronics Reviews, Vol. 1, pp. 93-106 (534 Pages) December 25 2017, IFSA Publishing, S.L. (Barcelona, Spain).

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 4 件)

名称：微細素子およびその製造方法
 発明者：小西 敏文, 佐布 晃昭, 町田 克之, 曾根 正人, Chang Tso-Fu Mark, Chen Chun-Yi, 山根 大輔, 益 一哉,
 権利者：同上
 種類：特許
 番号：特願 2017-055730
 出願年月日：平成 29 年 3 月 22 日

国内外の別：国内

名称：微細素子とその製造方法
 発明者：小西 敏文, 佐布 晃昭, 町田 克之, 山根 大輔, 益 一哉,
 権利者：同上
 種類：特許
 番号：特願 2017-055732
 出願年月日：平成 29 年 3 月 22 日
 国内外の別：国内

名称：微細素子およびその製造方法
 発明者：小西 敏文, 佐布 晃昭, 町田 克之, 益 一哉, 伊藤 浩之, 山根 大輔
 権利者：同上
 種類：特許
 番号：特願 2015-256285
 出願年月日：平成 27 年 12 月 28 日
 国内外の別：国内

名称：半導体素子の構造解析装置および解析プログラム
 発明者：小西 敏文, 佐布 晃昭, 町田 克之, 益 一哉, 山根 大輔
 権利者：同上
 種類：特許
 番号：特願 2015-186382
 出願年月日：平成 27 年 9 月 24 日
 国内外の別：国内

〔その他〕
 ホームページ等
http://masu-www.pi.titech.ac.jp/member_files/daisuke_yamane/daisuke_yamane.html

6. 研究組織

(1) 研究代表者

山根 大輔 (YAMANE, Daisuke)
 東京工業大学・科学技術創成研究院・助教
 研究者番号：70634096

(2) 研究分担者

該当なし。

(3) 連携研究者

益 一哉 (MASU, Kazuya)
 東京工業大学・科学技術創成研究院・教授
 研究者番号：20157192

町田 克之 (MACHIDA, Katsuyuki)
 東京工業大学・科学技術創成研究院・特任教授
 研究者番号：90597676

曾根 正人 (SONE, Masato)
 東京工業大学・科学技術創成研究院・教授
 研究者番号：30323752

(4) 研究協力者

該当なし。