

令和 4 年 6 月 14 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19H02045

研究課題名(和文)量子センシングによる微小キャビティの超高気密封止接合技術の研究

研究課題名(英文) Research about ultra-high hermetic seal bonding for microcavity by quantum sensing

研究代表者

倉島 優一 (Yuichi, Kurashima)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・エレクトロニクス・製造領域・研究グループ長

研究者番号：70408730

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)：封止後の脱ガスによる圧力変動が極力小さい気密封止接合技術を開発し、量子干渉効果に基づくCPT(コヒーレント・ポピュレーション・トラッピング)共鳴現象によりCsガスセルのキャビティ内部の圧力を評価した。その結果、Csを高気密で封止可能であることが分かった。共鳴周波数の変動要因については、圧力変動(衝突シフト圧力依存)よりも、温度変動(衝突シフト温度依存)によるものが支配的である。このため高精度な恒温槽にキャビティを入れて測定することにより、さらに高精度なキャビティ中の圧力変動を評価可能であると考えられる。

研究成果の学術的意義や社会的意義

キャビティの内部圧力を一定に担保できる気密封止接合技術及び量子干渉効果に基づくCPT共鳴現象を元にした封止性の評価は新原理や高性能なマイクロデバイスを実現する上で社会的意義があるだけでなく、封止接合のミクロのメカニズム解明や気密性の評価手法の追求は学術的意義があり、最終的には気体分子レベルでの気密性の評価につながると考えている。

研究成果の概要(英文)：We developed a hermetic sealing technique that minimizes pressure change due to degassing after encapsulation, and evaluated a pressure inside the cavity of a Cs gas cell by the CPT (coherent population trapping) resonance phenomenon based on quantum interference effects. As a result, it was found that Cs can be hermetically sealed at a high level. Although the CPT resonance frequency changed slightly, it was considered to be dominated by a collision shift temperature dependence rather than a collision shift pressure dependence. Therefore, it is important that the hermetic sealed cavity was measured in a high-precision thermostatic chamber for measurement of inside pressure more precisely.

研究分野：気密封止接合

キーワード：MEMS 気密封止 接合 量子干渉 脱ガス

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

現在多くの MEMS(Micro Electronic Mechanical Systems)等のマイクロデバイスは、微小機械構造物の保護やデバイスパフォーマンスを最大限に発揮するため気密封止が重要な技術課題となっている。マイクロデバイスの気密性を非破壊で高精度に評価できる方法として、He リーク試験があり、 $10^{-11} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$  程度までのリーク量を検出することが可能である。しかし、この評価方法では微小キャビティ内部の圧力そのものを評価することは出来ない。近年、微小キャビティの内部圧力を、ピラニーゲージや熱電対と同じ原理で計測する小型マイクロ真空計や小型カンチレバーのダンピング特性から計測する試みがされているが、こうしたセンサーの実装プロセスは非常に複雑である。

### 2. 研究の目的

封止後の脱ガスなどによる圧力変動が極力小さい気密封止接合技術を開発し、量子干渉効果に基づく CPT (コヒーレント・ポピュレーション・トラッピング) 共鳴現象によりキャビティ内部の圧力及び圧力変動を評価する。

### 3. 研究の方法

本研究は、1・2 年目は主に“封止後の圧力変動が極力小さい気密封止接合技術の開発”を行い、最終年度には 2 年目までに開発してきた技術を用いてサファイアの Cs ガスセルを試作して、“量子干渉効果に基づく CPT 共鳴現象によりキャビティ (ガスセル) 内部の圧力の評価”を行った。このことから、本報告ではサファイアの Cs ガスセル製造とキャビティ内の圧力の評価について主に報告する。

CPT 共鳴現象により気密封止接合したキャビティ内部の圧力を評価するための、キャビティ封止構造体)材料として透明でガス透過性の低い単結晶サファイアを用いた。単結晶サファイアは 23mm 角で厚さ 2mm のセル基板に 2mm の貫通穴を 2 箇所開け、その両側を 24mm 角で厚さ 0.25mm の封止基板を用いて気密封止接合をした。2 つの貫通穴は気密封止接合後に Cs の蒸気が移動できる様にセル基板の 2 つの穴の間を橋渡しするような浅い溝構造とした。サファイア基板は原子レベルで表面を平滑に研磨したのを用い、接合部には図 1 のような膜厚及び膜構成の Au/Pt/Ti 層をそれぞれイオンスパッタ成膜して接合材とした。Au/Pt/Ti 層を接合層とすることで Pt が Ti の拡散バリア層となり接合前に 200 まで脱ガス処理した後でも気密封止接合が可能である。さらに、Au/Pt/Ti 層をキャビティ内壁に成膜し気密封止後、脱ガス温度 200 よりも高い温度でアニール処理を施すことで熱拡散した Ti 原子が Pt 層を貫通し封止内壁表面に析出し残留ガスを吸着可能であるため、残留ガスを大幅に減らすことができる。これにより Au/Pt/Ti 層は封止のための接合層とガス吸収のためのゲッター層を兼ねることができる。

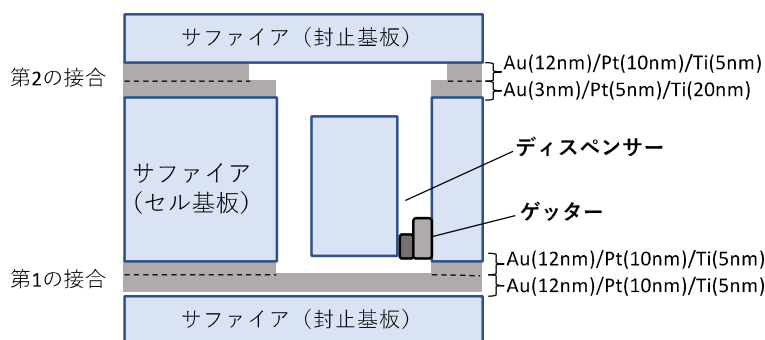


図1 キャビティの断面図

第1の接合：セル基板及び封止基板表面の Au に対して Ar プラズマによる表面活性化処理を行った後に大気雰囲気中でピンセットにより接合面を加圧して表面活性化常温接合をした。

第2の接合：第1の接合で作製した基板及び封止基板 (図1の上側) に成膜されている Au に対して Ar プラズマによる表面活性化処理を行った。真空加熱チャンバー内にこの両方の基板を入れて  $10^{-6} \text{ Pa}$  まで真空排気し 200 で 10 分間脱ガス処理をした。その後、Ne バッファガスをチャンバー内に導入して、サンプルの温度を 80 程度まで冷却した後に Ne バッファガス雰囲気中で 2000N の荷重で 10 分間気密封止接合をした。気密封止接合後キャビティを 450 まで加熱処理をしてゲッター及び接合材下地 Ti の活性化を 1 時間行った。キャビティ内に気密封止されている Cs ディスペンサーにレーザーを照射して Cs 蒸気を放出させた後にガスセルの温度 63 で CPT 共鳴測定を行った。

#### 4. 研究成果

図2は接合前の接合面のAFM像である。表面粗さは0.6nm rmsと研磨後表面粗さ0.2nm rmsと比較すると表面粗さは悪化するものの接合可能なレベルで表面粗さが維持されている。図3は試作したキャビティの表面(図1の上部)及び裏面(図1の下部)の写真である。長方形に色が変わっている部分があるが、どちらの面からも中央部(穴の開けた箇所)は光を通す必要があるため、封止基板側に接合材を成膜しない部分を設けているためである。エッジ周辺部はサファイア基板の研磨の際にダレが生じているため接合出来ていない部分があるものの、リークパスにつながるようなパーティクル欠陥などは見られず全体的に気密封止接合が出来ているように見える。

図4はCPT共鳴測定結果である。9192715130HzにCsの共鳴が観測され、このCs共鳴周波数からキャビティ中のガス圧を求めると18.524 kPaであることが分かった。7日後に同様にCPT共鳴を測定したところキャビティ中の圧力は18.513 kPaであった。このことより本接合技術によりCsを高気密で封止可能であることが分かった。共鳴周波数の変動要因については、圧力変動(衝突シフト圧力依存)よりも、温度変動(衝突シフト温度依存)によるものが支配的である。このため高精度な恒温槽にキャビティを入れて測定することにより、さらに高精度なキャビティ中の圧力変動を評価可能であると考えられる。

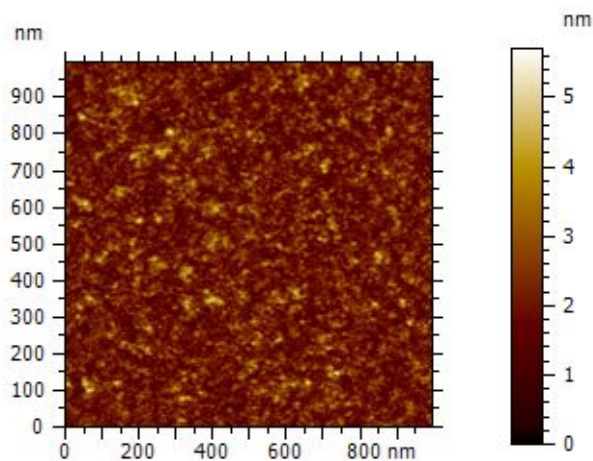


図2 接合前の接合面のAFM像



図3 気密封止したキャビティ

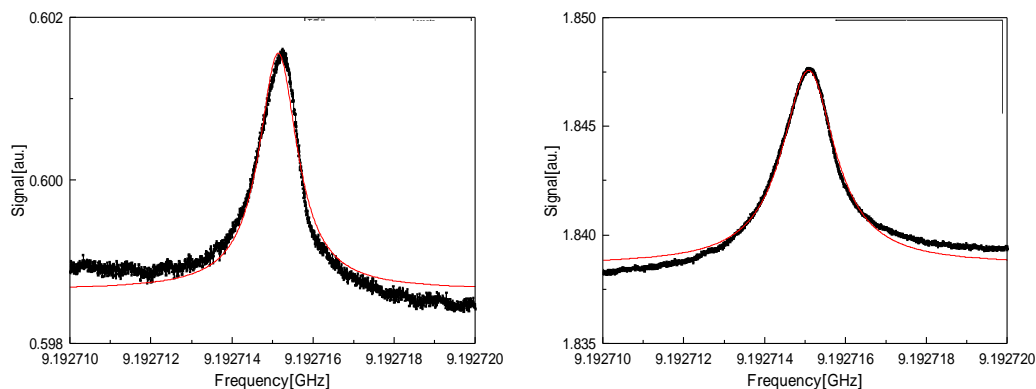


図4 CPT共鳴スペクトル

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Kurashima Yuichi, Matsumae Takashi, Higurashi Eiji, Yanagimachi Sinya, Kusui Takaaki, Watanabe Mitsuhiro, Takagi Hideki	4. 巻 238
2. 論文標題 Application of thin Au/Ti double-layered films as both low-temperature bonding layer and residual gas gettering material for MEMS encapsulation	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Microelectronic Engineering	6. 最初と最後の頁 111513 ~ 111513
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.mee.2021.111513	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Matsumae Takashi, Kariya Shingo, Kurashima Yuichi, Takagi Hideki, Hayase Masanori, Higurashi Eiji	4. 巻 98
2. 論文標題 Gas Absorption in Package Using Au/Pt/Ti Bonding Layer	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 ECS Transactions	6. 最初と最後の頁 211 ~ 215
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1149/09804.0211ecst	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Kariya Shingo, Matsumae Takashi, Kurashima Yuichi, Takagi Hideki, Hayase Masanori, Higurashi Eiji	4. 巻 8
2. 論文標題 Bonding formation and gas absorption using Au/Pt/Ti layers for vacuum packaging	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Microsystems & Nanoengineering	6. 最初と最後の頁 2
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41378-021-00339-x	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計4件（うち招待講演 0件/うち国際学会 1件）

1. 発表者名 狩谷 真悟, 松前 貴司, 倉島 優一, 高木 秀樹, 早瀬 仁則, 日暮 栄治
2. 発表標題 キャビティ内部にて残留ガスを吸収させたTi/Pt/Au封止接合膜の構造観察
3. 学会等名 2020年度精密工学会秋季大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 倉島 優一、楠井 貴晶、松前 貴司、日暮 栄治、高木 秀樹、渡邊満洋
2. 発表標題 Au/Ti薄膜の低温接合及びゲッター材への適応性評価
3. 学会等名 精密工学会春季大会講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 狩谷真悟、松前貴司、倉島優一、日暮栄治、早瀬仁則、高木秀樹
2. 発表標題 脱ガス処理後の真空 封止と内部残留ガス ゲッターリングが可能 な MEMS 封止用金属接合膜の開発
3. 学会等名 精密工学会春季大会講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Y. Kurashima, T. Matsumae, E. Higurashi, S. Yanagimachi, H. Takagi, Sudiarmanto, E. Kondoh
2. 発表標題 Au/Ti double-layered films for bonding and residual gas gettering in MEMS encapsulation
3. 学会等名 45th International Conference Micro and Nano Engineering (国際学会)
4. 発表年 2019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
研究 分担者	松前 貴司  (Matsumae Takashi)  (10807431)	国立研究開発法人産業技術総合研究所・エレクトロニクス・ 製造領域・主任研究員   (82626)	

6. 研究組織（つづき）

	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
研究分担者	柳町 真也  (Yanagimachi Shinya)  (70358216)	国立研究開発法人産業技術総合研究所・計量標準総合センター・上級研究員    (82626)	

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