

機関番号：82108
 研究種目：若手研究(B)
 研究期間：2009～2010
 課題番号：21760267
 研究課題名(和文) 高温動作・高感度ダイヤモンドマイクロマシン応力センサーの開発
 研究課題名(英文) Development of high-temperature and high-sensitivity diamond MEMS strain sensor
 研究代表者
 廖 梅勇 (LIAO MEIYONG)
 独立行政法人物質・材料研究機構・センサ材料センター・主任研究員
 研究者番号：70528950

研究成果の概要(和文)：本研究は、p型ダイヤモンドを基本とした金属—圧電体—絶縁体—半導体電界効果トランジスタ(MPIS-FET)圧力センサー構造を提案する。平成21-22年度の期間で、様々な絶縁体薄膜(Al_2O_3 , CaF_2)を用いた、ダイヤモンド基板上に圧電体Pb($Zr_{0.52}, Ti_{0.48}$) O_3 (PZT)薄膜の成長を実現させた。絶縁体薄膜とPZT結晶成長方向、残留分極電荷の関係を明らかにする。一方、単結晶ダイヤモンドのマイクロ・ナノ可動構造体カンチレバーおよびブリッジの作製に成功した。また、各成膜の構造およびMPISキャパシタの電気特性の評価、MPIS-FET圧力センサーのデバイス構造最適化を行った。

研究成果の概要(英文)：In this Project, we proposed a novel device concept such as metal-piezoelectric-insulator-semiconductor field-effect transistor (MPIS)-FET for pressure sensors by using p-type diamond. During the period from 2009-2010, we developed various insulators such as Al_2O_3 and CaF_2 for the integration of $Pb(Zr_{0.52}, Ti_{0.48})O_3$ (PZT) on diamond. We studied the effect of insulator on the crystallographic orientation, the remanent polarization of the PZT films. On the other hand, we developed the method for the fabrication of suspended structures of single crystal diamond. Finally, we evaluated the electric properties of the MPIS capacitor and the FET pressure sensor structures.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,300,000	690,000	2,990,000
2010年度	1,200,000	360,000	1,560,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：電気電子工学・電子デバイス・電子機器

キーワード：物理センサー、マイクロマシン、

1. 研究開始当初の背景

近年、高温などの過酷な環境において安定して動作する圧力センサーが求められている。既存の金属を用いた圧力センサーやシリコンを用いたマイクロ電気機械システム(MEMS)センサーは、感度が悪い、温度に対して特性が

大きく変化する、更に電力消費量が大きくなるなどの欠点がある。

2. 研究の目的

ダイヤモンドは、ワイドバンドギャップであり、高熱伝導率、更には熱的・機械的・化学的にも安定であるため、これらの欠点を克服

服できる材料であると考えられる。そのため、p型ダイヤモンドを基本とした金属-圧電体-絶縁体-半導体電界効果トランジスタ(MPIS-FET)圧力センサー構造を提案する。

3. 研究の方法

金属-圧電体-絶縁体-半導体電界効果トランジスタ(MPIS-FET)圧力センサーの構造は、図1の模式図であらわさる。

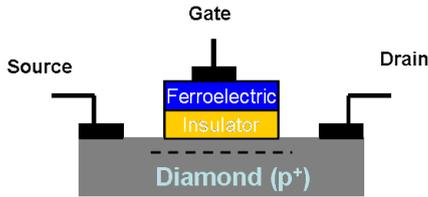


図1. MPIS-トランジスタの概念図

高感度・高温圧力センサーの作成には、単結晶ダイヤモンド上に強誘電性特性をもつ圧電体薄膜の成長および単結晶ダイヤモンド内に可動構造体の作製を開発した。

絶縁体 Al_2O_3 、 $SrTiO_3$ 、 CaF_2 及び PZT 薄膜は高周波マグネトロンスパッタリング法によって作製された。スパッタリングターゲットは化合物状態の $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ (99.9%) を用いた。ターゲットカソードに Ar ガスを供給し 13.56 MHz の高周波を印加することによりプラズマ放電させ、スパッタリングを行った。スパッタリング中の圧力は 1 Pa であった。絶縁体薄膜を 5-25 nm 堆積後に、PZT 薄膜を 0.5 μm 堆積させた。PZT 薄膜をペロブスカイト相とするために、試料に 650 °C で3分間のアニールを施した。

PZT 薄膜の面内横方向における残留分極電荷を測定するために、PZT 表面に電極間隔 10 μm のくし型構造からなる炭化タングステン(WC)電極をフォトリソグラフィ法により作製し、WC-PZT-WC からなる横型ダイオードを作成した。WC 電極幅および電極間隔は、ともに 10 μm である。

ダイヤモンドのカンチレバーを作製するために、イオン注入されたダイヤモンド基板により成長されたダイヤモンド層は、フォトリソグラフィでパターンニングさせる。このパターンによって、ダイヤモンド層上に炭化タングステン/金属(WC/Au)マスクを形成された。マスクとして用いた WC/Au 膜を利用して、ダイヤモンドをドライエッチングさせることを行った。ドライエッチングのために、酸素とアルゴン混ガスプラズマを用いて反応イオンエッチングプロセスを利用させる。最後に、そのようなダイヤモンドを酸溶液で化学

のエッチングされている。

4. 研究成果

(1) 単結晶ダイヤモンド上に圧電体 PZT 薄膜の堆積

平成 21 年度では、様々な絶縁体薄膜 (Al_2O_3 , CaF_2) を用いた、ダイヤモンド基板上に圧電体 Pb ($Zr_{0.52}, Ti_{0.48}$) O_3 (PZT) 薄膜の成長を実現させた。絶縁体薄膜と PZT 結晶成長方向、残留分極電荷の関係を明らかにする。また、各成膜の構造および MPIS キャパシタの電気特性の評価、MPIS-FET 圧力センサーのデバイス構造最適化を行った。

図2に Ib型ダイヤモンド(100)単結晶/ CaF_2 /PZT 薄膜の X 線回折パターンを示す。回折線の指数はペロブスカイト相に対応しており、作製した PZT 薄膜は強誘電相であるペロブスカイト単相であることがわかる。

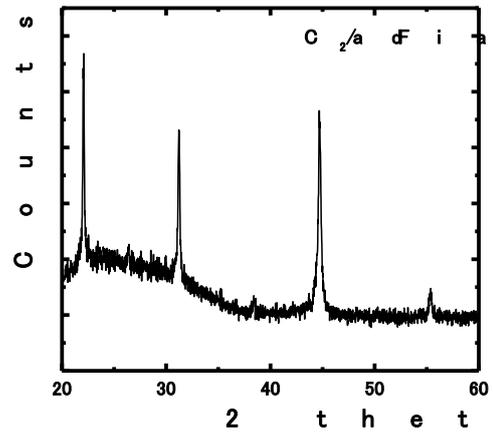


図2 に Ib型ダイヤモンド(100)単結晶/ CaF_2 /PZT 薄膜の X 線回折パターンを示す。

図3に Ib型ダイヤモンド(100)単結晶/ CaF_2 /PZT 薄膜に WC のくし形電極構造を作製した横型ダイオードに対して測定された面内分極電荷の印加電界依存性を示す。曲線1は印加電界 ± 50 kV/cm、曲線2は ± 60 kV/cm、曲線3は ± 100 kV/cm の範囲で測定した曲線をそれぞれ示す。曲線2および3より、印加電界 0 kV/cm の分極電荷で定義される残留分極電荷は、68 $\mu C/cm^2$ であり、抗電界は 33 kV/cm である。これらの値は強誘電性薄膜のとして十分な値を示しており、Ib型ダイヤモンド(100)単結晶/ Al_2O_3 / $SrTiO_3$ /PZT 薄膜に較べて抗電界はほぼ同じであるが、残留分極電荷は2倍大きいことがわかる。

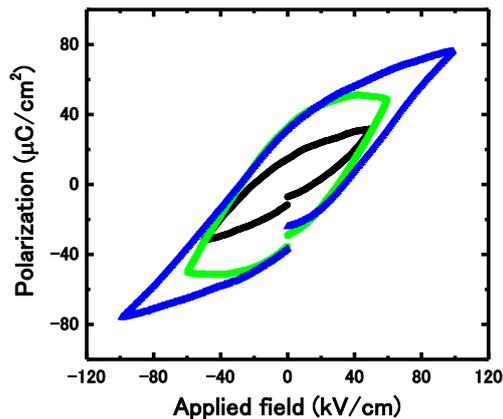


図3 I b 型ダイヤモンド(100)単結晶/CaF₂/PZT薄膜にWCのくし形電極構造を作製した横型ダイオードに対して測定された面内分極電荷の印加電界依存性。

(2) 単結晶ダイヤモンドカンチレバーおよびブリッジの作製

平成22年度では、単結晶ダイヤモンドのナノ可動構造体カンチレバーおよびブリッジの作製に成功するとともに、全単結晶ダイヤモンドのナノマシンスイッチの開発に世界で初めて成功した。

図4に、単結晶ダイヤモンドの可動構造体[(a)カンチレバーおよび(b)ブリッジ]、および(c)3端子ナノマシンスイッチの走査型電子顕微鏡写真を示す。図の基板側には、エアギャップ(300nmの空隙)構造が形成されていることが確認できる。スイッチの動作原理は、ソースドレイン間電圧を印加して、ソースゲート間にプルイン電圧⁵⁾以上の電圧を印加すると、ゲート-カンチレバー可動構造体にエアギャップを介して静電気引力が働き、カンチレバー端がドレインに接触することによって、電流のオン/オフ操作を行うことである。

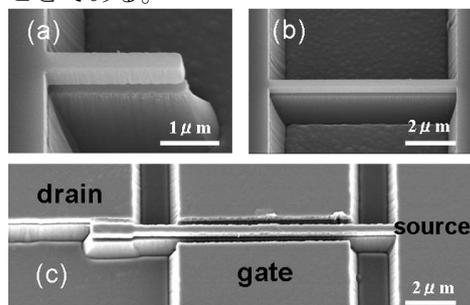


図4. 単結晶ダイヤモンドの可動構造体単結晶ダイヤモンドの(a)カンチレバー(b)ブリッジ、(c)3端子ナノマシンスイッチ

図5に、単結晶ダイヤモンドのカンチレバーを用いた3端子ナノマシンスイッチのドレ

イン電流とゲート電圧特性の電圧印加繰り返しに対するスイッチング特性を示す。プルイン電圧は70V、プルアウト電圧⁷⁾は60Vであり、走査回数に対しても安定していることがわかる。またリーク電流は1pA以下であり、優れた絶縁性を持っている。更に、消費電力は10pW以下であった。

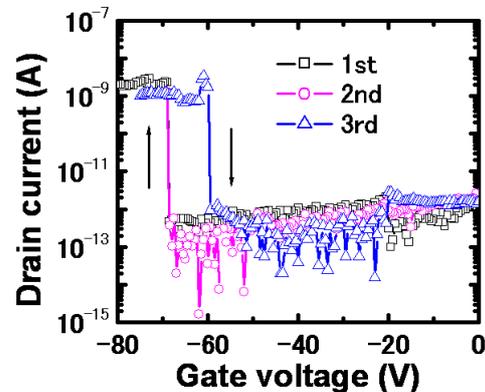


図5. 単結晶ダイヤモンドのカンチレバーを用いた3端子ナノマシンスイッチのドレイン電流とゲート電圧特性の電圧印加繰り返しに対するスイッチング特性。

ナノ/マイクロ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する。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。更に、ダイヤモンド・ナノマシンスイッチは、高温環境(250°C)で安定に動作することも実証した。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、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される。

本研究成果は、ダイヤモンドの新しい機能性分野ナノ/マイクロマシンの基盤技術を確立するとともに、化学、物理、および機械的センサへの展開を開拓することができる。

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9件)

1. M. Y. Liao, Y. Koide, “Carbon-based materials: growth, properties, MEMS/NEMS technologies, and MEM/NEM switches”, *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 36,66(2011) (Review paper). 査読有
2. M. Y. Liao, S. Hishita, E. Watanabe, S. Koizumi, Y. Koide, “Suspended diamond

nanowires for nanoelectromechanical switch”, *Advanced Material* 22,5393 (2010) (Highlighted by NPG Asia Materials research highlight | doi:10.1038/asiamat.2010.191, NOV. 29, 2010) 査読有

3. M. Y. Liao, K. Nakajima, M. Imura, Y. Koide, “Improved ferroelectric properties of Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48}) thin film on single crystal diamond using CaF₂ layer”, *Appl. Phys. Lett.* 96, 012910 (2010). 査読有
4. M. Y. Liao, X. Wang, T. Teraji, Y. Koizumi, Y. Koide, “Light intensity dependence of photocurrent gain in single crystal diamond photodetectors”, *Phys. Rev. B* 81,033304 (2010). 査読有
5. M. Y. Liao, Y. Gotoh, T. Tsuji, K. Nakajima, M. Imura, Y. Koide, “Piezoelectric Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.58})O₃ thin film on single crystal diamond: structural, electric, dielectric, and field effect transistor properties”. *J. Appl. Phys.* 107, 024101 (2010). 査読有
6. M. Y. Liao, C. Li, S. Hishita, Y. Koide, “Batch production of single crystal diamond cantilevers and bridges”, *J. Microeng. Mircoeng.* 20, 085002 (2010). 査読有
7. M. Y. Liao, “Current Progress of Pressure Sensors for Harsh Environments Based on Wide-Bandgap Semiconductors” *Recent Patents on Materials Science* 3,96 (2010). 査読有
8. G. C. Chen, M. Y. Liao, M. Imura, K. Nakajima, Y. Sugimoto, Y. Koide, “Fabrication and electrical properties of SrTiO₃/diamond junctions”, *Diamond Relat. Mater.* 19, 319 (2010). 査読有
9. M. Y. Liao, M. Imura, X. S. Fang, K. Nakajima, G.C. Chen, Y. Koide, “Integration of Pb (Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ on single crystal diamond as metal-insulator-ferroelectric-semiconductor capacitor”, *Appl. Phys. Lett.* 94, 242901 (2009). 査読有

〔学会発表〕 (計 11 件)

1. M. Y. Liao “Low-power consumption nanoelectromechanical switch based on single-crystal diamond nanowires”, The 7th IUPAC International Symposium on Novel Materials and Their Synthesis, October 16-21, 2011, Shanghai, China.
2. M. Y. Liao, S. Hishita, Y. Koide, The 16th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, Transducer 2011, Jun 6-9, 2011, Beijing, China.
3. M. Y. Liao, M. Imura, Y. Koide, “マイクロマシン応力センサに向けた単結晶ダイヤモンド上の P Z T 薄膜成長 / The integration of PZT thin film on single crystal diamond for MEMS pressure sensor”, 日本

第 24 回ダイヤモンドシンポジウム, Oct.17-19, 2010, 東京工業大学.

4. M. Y. Liao, 井村将隆, 小出康夫 “フッ化カルシウム緩衝層を用いた単結晶ダイヤモンド上 P Z T 薄膜” 2010 年秋季 第 71 回 応用物理学会学術講演会, Oct. 14-17, 2010, 長崎大学.
5. M. Y. Liao, J. Alvarez, Y. Koide, M. Imura, J. P. Klepder “Deep-ultraviolet detector using submicron thick diamond epi-layer: principle, device design, and application” The International Conference on Nanophotonics 2010, May 30-June 3, 2010, Tsukuba, Japan.
6. M. Y. Liao, M. Imura, K. Nakajima, Y. Koide, Y. Gotoh, H. Tsuji “Integration of piezoelectric Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ on single crystal diamond for MEMS pressure sensor” The 4th International Conference on New Diamond and Nano Carbon, May 16-2, 2010, Suzhou, China.
7. M. Y. Liao, X. Wang, T. Teraji, S. Koizumi, Y. Koide “Photocurrent gain in intrinsic diamond detectors with non-Ohmic contacts” The 4th International Conference on New Diamond and Nano Carbon, May 16-2, 2010, Suzhou, China.
8. M. Y. Liao, 中島清美, 井村将隆, 小出康夫 “単結晶ダイヤモンド上の強誘電体 P Z T 薄膜の堆積” 2010 年春季 第 57 回 応用物理学関係連合講演会, Mar. 17-20, 2010, 東海大学, 神奈川
9. M. Y. Liao, 井村将隆, 小出康夫 “ダイヤモンド / P Z T 接合を用いた金属 - 強誘電体 - 絶縁体 - 半導体キャパシタの作製及びデバイス特性” 2010 年春季 第 57 回 応用物理学関係連合講演会, Mar. 17-20, 2010, 東海大学, 神奈川.
10. M. Y. Liao, J. Alvarez, M. Imura, Y. Koide, “Engineering the photoresponse properties of diamond deep-ultraviolet detectors”, The 5th IUPAC International Symposium on Novel Materials and Their Synthesis, October 18-22, 2009, Shanghai, China .
11. M. Y. Liao, S. Hishita, S. Koizumi, Y. Koide, The 5th International Conference on New Diamond and Nano Carbon, May 16-20, 2011, Matsue, Japan.

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 4 件)

1. 名称: 単結晶ダイヤモンド・エアギャップ構造体及びその作製方法
発明者: リャオメイヨン/小出康夫/菱田俊一
権利者: 独立行政法人物質・材料研究機構
種類: 特願

出願年月日：2011年2月18日
出願番号：PCT/JP2011/053538
国内外の別：国外

(3)連携研究者
なし

2.

名称：電子機械スイッチ及びその製造方法
発明者：リャオメイヨン/小出康夫/菱田俊一
権利者:独立行政法人物質・材料研究機構
種類：特願
出願年月日：2010年7月21日
番号：特願 2010-163606
国内外の別：国内

3.

名称：単結晶ダイヤモンド・エアギャップ構造体及びその作製方法
発明者：リャオメイヨン/小出康夫/菱田俊一
権利者:独立行政法人物質・材料研究機構
種類：特願
出願年月日：2010年2月22日
番号：特願 2010-035602
国内外の別：国内

4.

名称:単結晶ダイヤモンド上にPZT薄膜を形成する方法、PZT薄膜が形成された単結晶ダイヤモンド、及びPZT薄膜が形成された単結晶ダイヤモンドを使用したキャパシタ
発明者：リャオメイヨン/小出康夫
権利者:独立行政法人物質・材料研究機構
種類：特願
出願年月日：2009年11月24日
番号：特願 2009-265854
国内外の別：国内

[その他]

ホームページ等

http://samurai.nims.go.jp/Meiyong_LIAO-e.html

6.研究組織

(1)研究代表者

廖梅勇 (LIAO MEIYONG)

独立行政法人物質・材料研究機構・センサ

材料センター・主任研究員

研究者番号：70528950

(2)研究分担者

なし