

令和 6 年 6 月 13 日現在

機関番号：82626

研究種目：若手研究

研究期間：2022～2023

課題番号：22K14163

研究課題名（和文）オールダイヤモンド冷却構造のための微細加工法および最適構造の探索

研究課題名（英文）Developing microfabrication methods and optimal structures for diamond-based cooling structures

研究代表者

松前 貴司（Matsumae, Takashi）

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

研究者番号：10807431

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,600,000円

研究成果の概要（和文）：ダイヤモンドの微細加工のため、Ni金型への固溶を用いたエッチング技術を開発した。本研究ではナノインプリント用のNi微細金型をダイヤモンド基板に高温プレスし、5-50マイクロメートル幅・2マイクロメートル深さのフィン構造が得られた。また冷却によりNi/ダイヤモンド間にグラファイト層が析出し、その後再加熱することでグラファイト層が剥離した。これによりNi金型を剥離し再使用できると期待できる。一方ボロン濃度 $2E16/cm^3$ ・厚さ1マイクロメートルの導電層を持つダイヤモンド基板を用いて50Hzの交流磁場の軽減を試みたが有意な磁場遮蔽効果は見られず、導電性や膜厚の向上が必要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

ダイヤモンドは固体物質中最大の熱伝導率をはじめとして、電気・化学・機械的に特異な物性を持っている。そのため既存デバイスと複合化する高機能冷却構造や、パワー・量子・センシング・耐放射線など次世代デバイス応用が期待されている。これらデバイスの製造にはフィンなどの微細構造をダイヤモンド表面に加工する必要があるが、ダイヤモンドは非常に高い硬度をもち機械加工が困難で、また化学的にも安定でエッチングが難しい。今回Ni/ダイヤモンド間の高温での固溶現象が明らかになり、また簡易なダイヤモンドの微細加工が開発されたことで、ダイヤモンドを用いた冷却構造や次世代デバイスへの貢献が見込める。

研究成果の概要（英文）：Ni has a higher solubility limit for carbon and is less likely to form carbides. In this study, we demonstrated that micro-patterns can be fabricated by pressing a Ni mold for nano-imprinting onto a diamond substrate at high temperatures. This process enables fin structures with a width of 0.005-0.050 mm and a depth of 0.002 mm on the diamond substrate. Then, a graphite layer was generated at the Ni/diamond interface after cooling to room temperature. This layer can be exfoliated by heating to 1000 °C because of thermal stress. This can contribute to the repeatable use of the expensive Ni micro molds. In addition, a diamond substrate having a 0.001-mm-thick boron-doped conductive layer at a concentration of  $2E16/cm^3$  was used to reduce a 50 Hz AC magnetic field. However, there is no significant difference between diamond substrates with and without the boron-doped layer. The sufficient reduction may require an increase in boron concentration and film thickness.

研究分野：微細加工

キーワード：微細加工 ダイヤモンド ニッケル ナノインプリント

## 1. 研究開始当初の背景

半導体デバイスの微細化・高性能化によりパワー密度が急増しており、多くのデバイスにて自己発熱が今後の高性能化を妨げると予想されている。このため固体中最大の熱伝導率をもつダイヤモンドを用いた冷却構造への期待が高まっている。特に窒化ガリウムの次世代通信用デバイスで、ダイヤモンドを絶縁基板として使用する図1左の構造が熱心に研究されている。絶縁基板がセラミックなど従来材料からダイヤモンドに置き換わることでデバイスの熱を効果的に散逸でき、絶縁基板よりも外部ヒートシンクの熱抵抗の方が支配的になる可能性も指摘されている。

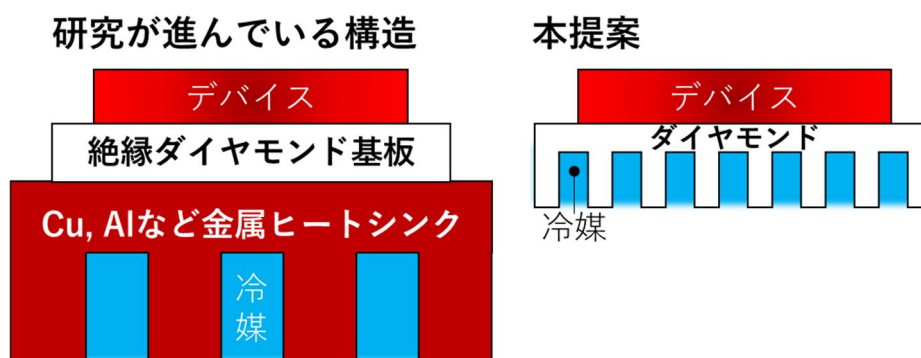


図1 (左) 研究が進んでいるダイヤモンド基板を用いたデバイス冷却構造。  
(右) 本研究の目標であるダイヤモンドのみからなる次世代冷却構造。

ここで図1右のようにダイヤモンド基板にフィン構造を作製し、絶縁基板とヒートシンクを兼ねる系として活用できれば、半導体デバイスの冷却効率化とモジュールの小型軽量化が進む。しかしながら機械的硬度が高く化学的にも安定なダイヤモンドにフィン構造を作製するのは高コストとなる。また絶縁性ダイヤモンドのみからなる冷却構造では、デバイスから発生する交流磁場を遮蔽できず、外部機器への悪影響が懸念される。

## 2. 研究の目的

本研究の目的はダイヤモンドが絶縁基板とヒートシンクを兼ねる次世代冷却構造を目標として、微細フィンの加工技術とデバイス磁場の遮蔽についての基礎検討を行った。

ダイヤモンドのエッチング(腐食等により表面を削る加工法)としてニッケル(Ni)への固溶が注目されている。Niは炭素の固溶限が高く、また炭化物を作りにくい。そのため高温下でNiとダイヤモンドを接触させることで、炭素がNiに溶解エッチングできると報告されている。またNiは鍍金のしやすさなどでナノインプリントといった微細パターンニング用の金型として利用されている。この微細金型をダイヤモンドに加熱加圧することで、Ni金型が接触したダイヤモンドがエッチングされて微細構造を簡易に作製できる可能性がある。本研究ではNi微細金型を用いたダイヤモンドの加工について調査した。

また絶縁ダイヤモンドは交流磁場が透過するが、ボロンをドーブした導電層にて遮蔽出来る可能性がある。本研究では導電層をもつダイヤモンド基板で交流磁場が減衰するかを確かめる。

### 3. 研究の方法

本研究ではまず Ni 板とダイヤモンド基板を 600-1150 にて加圧し、エッチング現象について解析した。固溶した炭素は冷却後にグラファイトとして析出し、Ni とダイヤモンド間にもグラファイト層ができる。その Ni/グラファイト/ダイヤモンド界面を再加熱することで、熱膨張係数差に起因する応力によりグラファイト層から剥離が見込める。これによりダイヤモンドから Ni 金型を剥離後、グラファイト層を酸化処理により除去し、エッチングされた量を接触式段差計によって評価した。

また得られた成果をもとに、図 2 のようにナノインプリント用 Ni 金型を用いた微細加工を試みた。この金型では 1-50  $\mu\text{m}$  幅のラインアンドスペース(凹:凸幅比は 1:1)などが作製されており、Si 上での微細構造のインプリントのための製品である。これを用いて図 2 の高温加圧によるエッチング、冷却によるグラファイト界面の析出、再加熱による金型剥離を実証した。

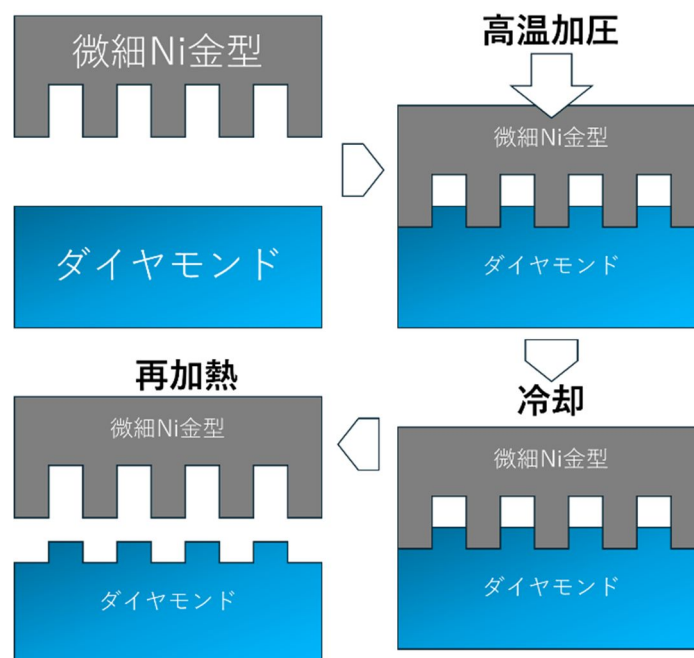


図 2 Ni 金型への固溶を用いたダイヤモンドの微細加工実験。

室温に戻した際に材料間に発生したグラファイト層を再加熱時の熱応力により剥離した。

また導電ダイヤモンド層による磁場遮蔽について、不純物としてボロンが  $2 \times 10^{16} / \text{cm}^3$  の濃度で添加された層が、表面に 1  $\mu\text{m}$  厚作製されたダイヤモンド基板を用いた。これに 50 Hz の交流磁場を透過させ、透過磁場の強度を測ることで減衰率の評価を試みた。

### 4. 研究成果

Ni 板とダイヤモンド基板の加熱加圧実験において、温度[ ]・加圧[MPa]・Ni 板厚[mm]を変化させエッチング深さ[ $\mu\text{m}$ ]を評価した。加工時間は 30 min で変化させなかった。温度について、600 以上で Ni とダイヤモンドが機械的にはがれなくなり、1000 以上にて析出するグラファイト層が肉眼でも黒く見えるようになった。図 3 左のように、加工深さは温度とともに上昇し、1000 付近で 2-5  $\mu\text{m}$  程度になった。これは 1000 以上で 0.1%程度の固溶が始まる Ni と C の状態図と整合している。

また加圧を強めた場合、図3右のように加工深さは微増であった。一方でNi板厚が増加した際、伴って加工深さも大きく増加した。これはNi中に固溶できる炭素の量は1000程度では1%未満であり、Niが薄ければ溶けることができる炭素の量が限られているためと考えられる。

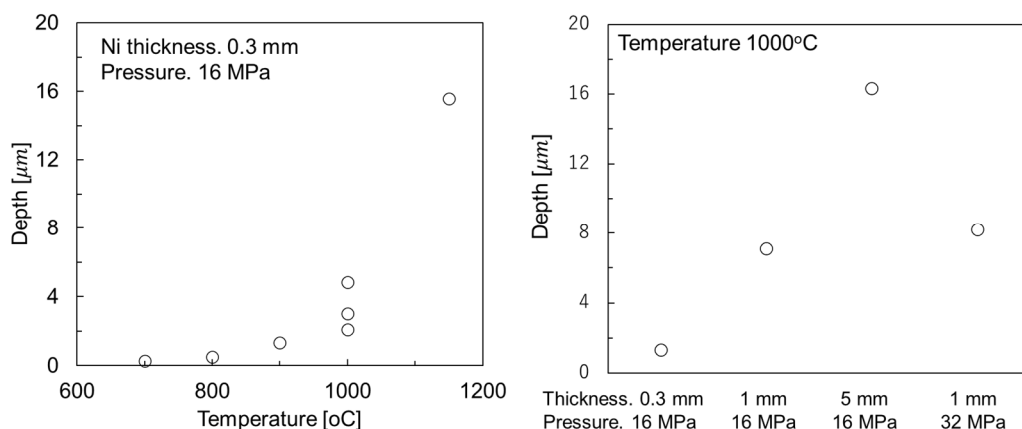


図3 (左) 温度と加工深さの関係。(右)加圧およびNi板厚と加工深さの関係。

またNi板でのエッチングで得られた知見をもとに、Ni金型を用いてダイヤモンド表面にフィン構造を加工した。図4に加工されたラインアンドスペース構造の光学顕微鏡像を示す。加工されていない箇所は鏡面であり反射光により明るく見え、またNi金型が接触してエッチングされた箇所は粗いため暗く見える。図4下より50・10 $\mu\text{m}$ 幅のラインアンドスペース構造は良好に作製されているが、5 $\mu\text{m}$ 幅の構造は1 $\mu\text{m}$ 幅ほど細くなっており、1 $\mu\text{m}$ 幅の場合は構造が見られなかった。段差系による高さ評価では2 $\mu\text{m}$ 程度の深さがエッチングされており、この際に1 $\mu\text{m}$ 幅程度サイドエッチングされていると考えられる。幅の寸法精度を向上するには温度や加工時間を制御して加工深さを抑制しなければならない可能性が高い。

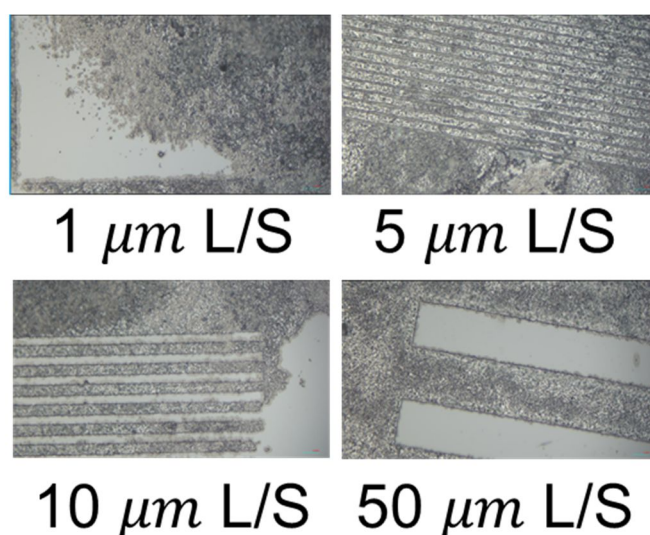


図4 1~50 $\mu\text{m}$ 幅のラインアンドスペースを持つNi金型を加熱・加圧したダイヤモンド表面。加工深さは2 $\mu\text{m}$ 程度であった。50・10 $\mu\text{m}$ 幅の構造は作製されているが、5 $\mu\text{m}$ 幅の構造は細くなっており、1 $\mu\text{m}$ 幅の場合は構造が見られなかった

また濃度  $2E16/cm^3$  の厚さ  $1 \mu m$  のボロンドープ層が成膜されたダイヤモンド基板に 50Hz の交流磁場を透過させ、テスラ/ガウスメートルを用いて磁束密度を計測した。透過磁場の値を絶縁ダイヤモンド基板と比較したが、有意な磁場の低減は見られなかった。磁場遮蔽効果を高めるには、低抵抗な導電層の作製・導電層の厚化・金属層の成膜などを検討する必要があると考えられる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 松前貴司、西森弘明、倉島優一、高木秀樹
2. 発表標題 Ni金型への固溶を用いたダイヤモンド基材の加工
3. 学会等名 2023年度精密工学会春季大会学術講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 松前貴司、西森弘明、倉島優一、高木秀樹
2. 発表標題 Niモールドへの固溶を用いたダイヤモンドのマイクロパターニング
3. 学会等名 2024年度精密工学会春季大会学術講演会
4. 発表年 2024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
---------------------------	-----------------------	----

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
---------	---------