

# 12 マイクロマシーニングによる高温用センサの開発

山本 晃，縄稚典生，筒本隆博

Development of a sensor for using high temperature with micromachining process

YAMAMOTO Akira, NAWACHI Norio and TSUTSUMOTO Takahiro

Piezoresistive effect of Si was widely used for pressure and acceleration sensors. But Si based sensors can not use at over 1200 °C, because of its diffusion resistor cause leak current between under layer. Diamond is one of the wide band gap semiconductor, it can be used at high temperature over 1200 °C. A prototype pressure sensor and vibration sensor using boron doped diamond resistor was fabricated by Si micromachining technique.

キーワード：ダイヤモンド，ピエゾ抵抗効果，シリコン，マイクロマシーニング

## 1 緒言

シリコンマイクロマシーニング技術により高性能で安価な半導体圧力センサ，加速度・振動センサが実現し，自動車用をはじめとして幅広い産業分野で用いられている。しかし半導体圧力センサ等に用いられるシリコンの拡散抵抗は1200 °Cを超える高温では基板とのアイソレーションの悪化により，実用的には使用できないという問題があった。近年，自動車用エンジンの効率的制御やガスタービンなどの効率化のために，より高温での燃焼制御の必要性が高まっている。そこで今回，高温でも使用できる気相合成ダイヤモンドを用いた歪みゲージ<sup>1)-6)</sup>を試作し，シリコンのマイクロマシーニング技術と組み合わせることにより圧力，振動センサの基本技術の開発を行ったので報告する。

## 2 実験方法

### 2.1 ピエゾ抵抗効果の確認

ダイヤモンドのピエゾ抵抗効果を確認するために，シリコン基板（20 mm×20 mm×0.2 mm）上にピエゾ抵抗を試作した。基板にダイヤモンドパウダーを用いて傷つけ処理し，ノンドーパダイヤモンドの合成を行った。その後，選択成長用マスクとしてSiO<sub>2</sub>をスパッタリング，パターンニングした後，ホウ酸をメタノール，アセトンに溶解した溶液を用いてボロンを導入しながらダイヤモンドの合成を行った。合成条件を表1に示す。ボロンドープダイヤモンドを合成後，オーミックコンタクトを形成するためTi及びAuを成膜し，電極のパターンニングを行った。製作したテストチップを図1

に示す。

このチップを用いてダイヤモンドのピエゾ抵抗効果を測定した。測定系を図2に示す。

表1.1 ノンドーパダイヤモンドの合成条件

基板温度	900
フィラメント温度	2500
フィラメント - 基板距離	5 mm
反応ガス	H <sub>2</sub> -CH <sub>4</sub> 混合ガス
ガス濃度(CH <sub>4</sub> )	5 vol %
ガス流量	300 SCCM
ガス圧力	30 Torr
合成時間	60分

表1.2 ボロンドープダイヤモンドの合成条件

基板温度	900
フィラメント温度	2500
フィラメント - 基板距離	5 mm
反応ガス	H <sub>2</sub> -メタノール、アセトン混合ガス
ガス濃度(CH <sub>4</sub> )	5 vol %
ガス流量	357 SCCM
ガス圧力	30 Torr
合成時間	60分

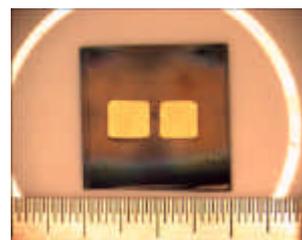


図1 試作したピエゾ抵抗効果確認チップ

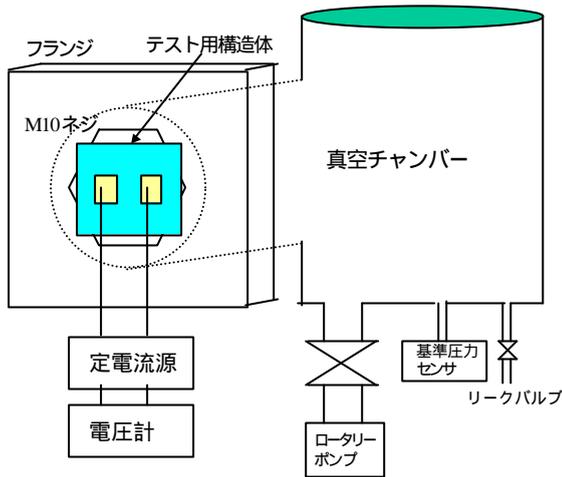


図2 ピエゾ抵抗効果の測定系

真空チャンバーのフランジにM10ねじに貫通穴を設けた治具を接続し、ゴムシートを介してテスト用のチップを接続した。ダイヤモンドの抵抗体を定電流源により駆動し、リークさせながら真空度に対応する出力電圧の変化を測定した。

## 2.2 センシング構造体の設計と試作プロセス検討

圧力センサ及び振動センサの試作に向けて、センサとして必要なシリコン構造体の設計と試作プロセスの検討を行った。

### 2.2.1 圧力センサ用構造体

圧力センサ用構造体の概要を図3に示す。

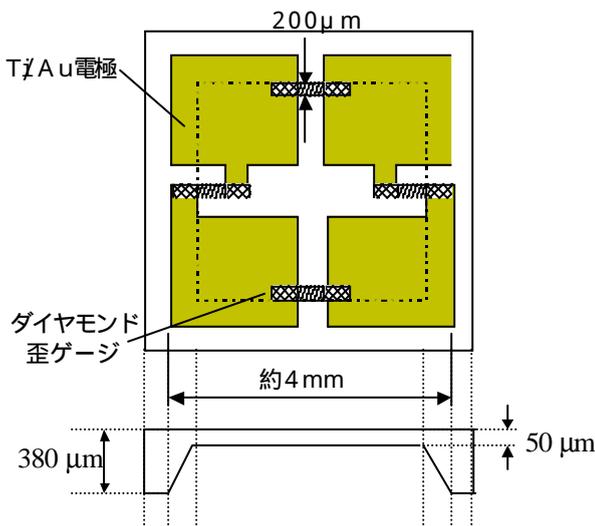


図3 圧力センサの構造

ポロンドープダイヤモンドを歪みゲージとしてフルブリッジを構成しており、裏面に異方性エッチングで形成したダイヤフラムが印加圧力に応じて変形する。

### 2.2.2 振動センサ用構造体

次に振動センサ用構造体の概要を図4に示す。

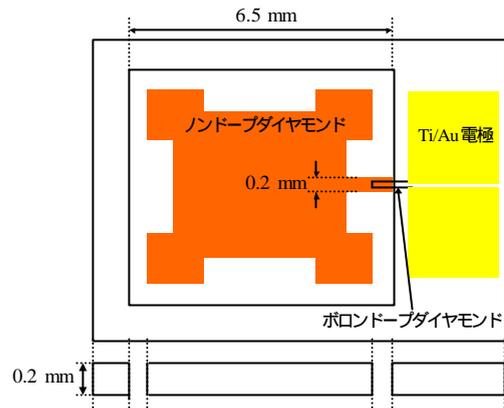


図4 振動センサ用構造体の概要

片持ちばり構造とし、振動により中央のおもりが変位するとはりの端部に形成したダイヤモンドの歪みゲージの抵抗が変化する。表及び裏面からシリコンの異方性エッチングによりおもりの周辺部を除去加工する。

### 2.2.3 プロセス検討

圧力、振動センサ用構造体に共通する基本プロセスとしてダイヤモンドのエッチング及び選択成長プロセス並びにシリコンのウエット及びドライエッチングプロセスの検討を行った。

#### 2.2.3.1 ダイヤモンドのエッチング

ダイヤモンドの歪みゲージを形成する技術の一つとして、酸素プラズマを用いたRIE（リアクティブイオンエッチング）による除去加工を検討した。

#### 2.2.3.2 ダイヤモンドの選択成長

ダイヤモンドは傷つけ処理部若しくは下地のダイヤモンドをSiO<sub>2</sub>や高融点金属でマスクすることにより、選択的に成長させることが可能である。マスク材としてSiO<sub>2</sub>, Ni, Crのスパッタリング膜を用いて選択成長プロセスを検討した。

#### 2.2.3.3 シリコンのウエットエッチング

ダイヤフラムや片持ちばりを形成するために、TMAHやKOHを用いた異方性エッチングを検討した。マスクとしては通常用いられるSiO<sub>2</sub>のほかにTi/Au, DLC, ダイヤモンドを用いた。

#### 2.2.3.4 シリコンのドライエッチング

現在、シリコンの複雑な構造物を製作するために広く用いられているのが、Deep RIEに代表されるドライエッチング技術である。シリコンダイヤフラムの形成及び振動センサ用片もちばりの試作をICP-RIE装置により行った。

## 3 実験結果

### 3.1 ピエゾ抵抗効果の確認

試作したピエゾ抵抗確認用チップによる測定結果を

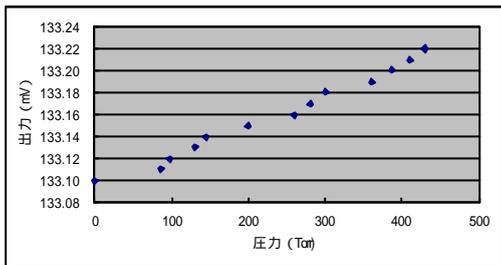


図5 ピエゾ抵抗効果確認用チップの特性

図5に示す。

真空状態から大気圧にむけて圧力を上昇させると、それに対応してダイヤモンドの歪みゲージの抵抗が増加していくのがわかる。この特性から推定したゲージファクターは約20であり、通常の金属歪みゲージのゲージファクター2を大きく上回る結果を得た。

### 3.2 センシング構造体の設計と試作プロセス検討

#### 3.2.1 圧力センサ用構造体の試作

試作した圧力センサ用構造体の外観を図6に示す。

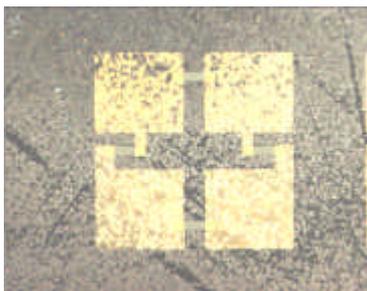


図6 試作した圧力センサ用構造体

今回の試作では表面の絶縁のために残したSiO<sub>2</sub>の層にめくれが発生したため、表面が荒れている。高温で還元雰囲気になる状態でダイヤモンドを合成するため、SiO<sub>2</sub>が還元され、こうした現象が生じたものと考えられる。

#### 3.2.2 振動センサ用構造体の試作

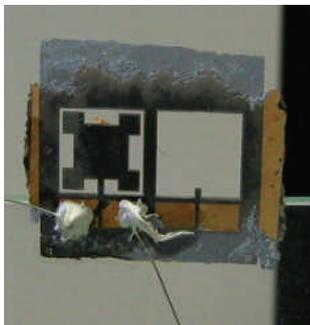


図7 試作した振動センサ用構造体

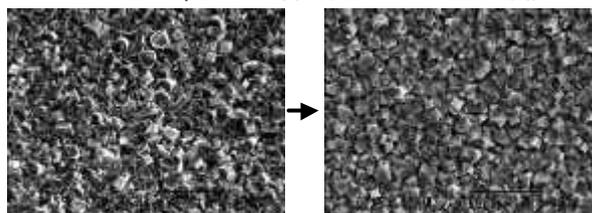
当初、振動センサについては、表側はノンドーパダイヤモンドをマスクに、裏側はTi/Auをマスクにウエ

ットエッチングで片持ちばりの周辺を抜くことを検討したが、裏面のTi/Auがエッチャントに対して十分な耐性を持たなかったことから最終的にICP-RIE装置によりドライエッチングにより構造体を製作した。

### 3.2.3 プロセス検討

#### 3.2.3.1 ダイヤモンドのエッチング

酸素プラズマを用いたRIEによりダイヤモンドのエッチングを試みたが、0.5 μmエッチングが進行した状態で表面が黒色化し、エッチングが停止した。そのため京都大学のICP-RIE装置によりエッチングを行ったところ、基板バイアスを印加するとダイヤモンドがエッチングされ、完全に除去されることが確認できた。



CH<sub>4</sub>5% 900 60分合成 O<sub>2</sub> RIE 0.05Torr 200W 60分  
図8 ダイヤモンドのエッチング結果

#### 3.2.3.2 ダイヤモンドの選択成長

当初、スパッタリングにより形成したSiO<sub>2</sub>膜を用いてダイヤモンドの選択成長を検討した。しかし膜質が悪く、多くのポーラスが発生し、しばしば全面にダイヤモンドが成長する現象がみられた。そこで当所のスパッタリング装置で対応可能なNi及びCrを用いてダイヤモンドの選択成長を検討した。その結果、Niは触媒金属として用いられるように表面に炭素を析出し、マスク材としては不相当であったが、Crは良好な選択成長を実現できた。

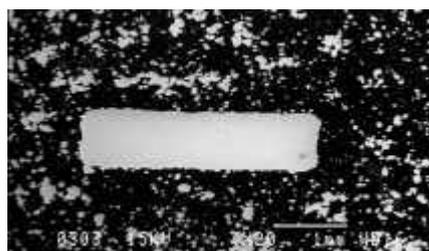


図9 SiO<sub>2</sub>による選択成長部(白)

#### 3.2.3.3 シリコンのウエットエッチング

当初、熱酸化による酸化膜が形成されたシリコン基板を用いてダイヤモンド等のウエットエッチングを行った。しかしTMAHでエッチングしたところ50 μm進行した時点で酸化膜の剥離が発生した。そこでマスク材としてTi/Auを用いて実験を行ったが2時間のエッチングで膜の剥離が発生した。またDLC(ダイヤモンドライクカーボン)をマスクとして用いたエッチングテストも行ったが、20 μmを超えると膜の表面に欠陥

が発生した。このように各種のマスク材を用いてダイヤモンド形成を試みたが、いずれの膜もエッチャントに対する耐性が十分でなかったため、本試作ではウエットエッチングは用いないこととした。



図10 SiO<sub>2</sub>マスクによるエッチング結果

#### 3.2.3.4 シリコンのドライエッチング

アルミをマスク材として京都大学のICP-RIE装置により、ダイヤモンドのエッチングを行った。その結果、ほぼ等方性に深さ330 μmのダイヤモンドが形成された。また振動センサについては当所のICP-RIE装置によりエッチングを行い、図7に示されたように200 μmのシリコン基板を貫通させて片もちばり構造を実現できた。

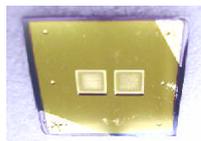


図11 ドライエッチングされたダイヤモンド

## 4 結 言

高温用の圧力、振動センサを開発するための第1段階としてダイヤモンドのピエゾ抵抗効果の確認、圧力・振動センサ用構造体の設計、センサ試作プロセスの

検討及び試作を行った。

- (1) 歪みゲージとして金属を超える約20のゲージファクターを実現した。
- (2) 圧力センサとして使用できるフルブリッジタイプのダイヤモンド構造体を設計・試作した。
- (3) 振動センサとして使用できる片もちばりタイプの構造体を設計・試作した。
- (4) センサの試作に必要なダイヤモンドの選択成長プロセス、シリコンのドライエッチング技術を確立した。

本研究の遂行に当たりまして京都大学小寺教授、神野助教授にご指導並びにドライエッチングを行って頂きました。深く感謝いたします。なお本研究は中小企業庁の中小企業技術開発産学官連携促進事業により実施した。

## 文 献

- 1) M.Asalam, I.Taher, and A. Masood, Appl. Phys. Lett. 60 (1992) 2923.
- 2) Davidson, D.R.Wur, W.P.Kang, et al., Diamond and related Materials, 5 (1996) 86.
- 3) S. Sahli, D.M. Aslam, Sens. Actuators A71 (1998) 193.
- 4) M. Deguchi, N. Hase, M. Kitabatake, et al., Diamond and related Materials, 6 (1997) 367.
- 5) M. Aslam, I.Taher, Transducers 1993 (1993) 718.
- 6) M. Adamschik, R. Muller, P. Gluche, et al., Diamond and related Materials, 10 (2001) 1670.