

シリコン基板上に作製した配向性 AlN 薄膜の圧力応答性

大石康宣・野間弘昭・岸 和司・上野直広・秋山守人・蒲原敏浩

産業技術総合研究所実環境計測・診断研究ラボ, 841-0052 佐賀県鳥栖市宿町 807-1

Pressure Response of Aluminum Nitride Thin Film Prepared on Silicon Substrates

Yasunobu OOISHI, Hiroaki NOMA, Kazushi KISHI, Naohiro UENO,
Morito AKIYAMA and Toshihiro KAMOHARAOn-Site Sensing and Diagnosis Research Laboratory, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST),
807-1, Shuku-machi, Tosu-shi, Saga 841-0052

Highly c-axis-oriented aluminum nitride (AlN) thin film sensor elements were prepared on silicon single crystal by rf magnetron sputtering technique. The sensor characteristics were evaluated under pressures of 0.1 to 1.6 MPa and frequency of 0.1 to 100 Hz at room temperature. The deviation from the linearity of charges with pressures for the AlN sensor was within 1.49% of a full scale at 1.6 MPa, which indicates a good linearity between 0.1 and 1.6 MPa. The AlN sensor showed a good flat frequency characteristic between 1 and 100 Hz. It is confirmed that the AlN thin film has a good possibility as a pressure sensor.

[Received July 1, 2005; Accepted August 19, 2005]

Key-words : Pressure sensor, Thin film, Aluminum nitride, Piezoelectric

1. 緒 言

近年、炭酸ガス排出抑制の見地から、エンジンの更なる低燃費化が求められている。燃焼効率を落とさず低燃費化するためには、エンジン内での燃焼状態の制御が必要で、そのために無冷却下で400°C以上の高温で連続使用可能な圧力センサーが求められている。圧力センサーとして使用されている圧電材料にはチタン酸ジルコン酸鉛 (PZT) のような強誘電体が良く知られており、圧力センサーに適用する研究が行われている^{1),2)}。その大きな問題点はキュリー点以上 (PZTのキュリー点は300°C) では圧電特性が消滅し、事実上200°C以上の温度では使用できないことである。他にも機械的な応力の繰り返しや交流電場による圧電性の劣化、大応力に対する誘起電荷の飽和など、いくつかの制約がある。また、燃焼圧センサーとしては水晶を用いたものが市販されているが、使用温度が350°Cを超えると感度減少及び絶縁抵抗の低下により低域周波数特性の劣化が起り、573°Cで結晶変態を起こすためにおのずと高温での使用には限界がある。

一方、窒化アルミニウム (AlN) はウルツ鉱構造の結晶構造をもち、結晶に中心対称性が存在しないため、物質本来の特性として圧電性を備える。また、AlNにはキュリー点が存在せず、融点が2790°C³⁾であり、1200°Cでも圧電性は失われず⁴⁾、従来の圧電材料では到底使用できない高温中でも圧力センサーとして使用できる可能性がある。また、AlNは圧電定数 d_{33} 6.7 pm/V⁵⁾で、圧力センサーとして使用するのに十分な出力を得ることができる。更に、硬い物質 (ヤング率314 GPa)⁶⁾であるため、大きな応力に対しても圧電性の線形性を保持することができること、重金属等の有害な成分を含んでいないことなど、大きな利点があることから、高温高圧用圧力センサーとして有望である。ZhengらはAlN薄膜圧力センサーについて報告しているが⁷⁾、周波数特性については確認していない。Uenoらは高周波マグネトロンスパッタリング装置を用いてアルミニウムはく上に高配向性のAlN薄膜を作製し、圧力範囲が2–26 Paにおけるフレキシブル圧力センサー素子としての応用の可能性

を示したが⁸⁾、数MPaにおける圧力センサーとしての特性を評価するには至っていない。

そこで本研究では、高配向性AlN薄膜^{9)~11)}を用いて、常温における数MPa時の圧力に対する応答の直線性及び周波数特性を調べ、圧力センサーとしての基本特性を明らかにすることを目的として行った。

2. 実験方法

AlN薄膜は、17 mm角に切り出した面方位(100)の単結晶シリコン (厚み0.5 mm) 上に前報^{10),11)}と同様の方法で作製した。図1に作製したAlN薄膜のロックンクカーブを示す。ロックンクカーブの半価幅 (FWHM) は2.02°であり、高配向性であることが確認できた。得られたAlN薄膜の上に銅電極10 mm × 10 mm (厚さ200 nm) を真空蒸着で作製した。作製したAlN薄膜センサー素子の構造を図2に示す。AlN素子の表面と裏面に銅板 (Cu) 電極を形成して、加圧装置との絶縁性をとり、均一に圧力を加えるためにアルミナ板を使用した治具 (図3)

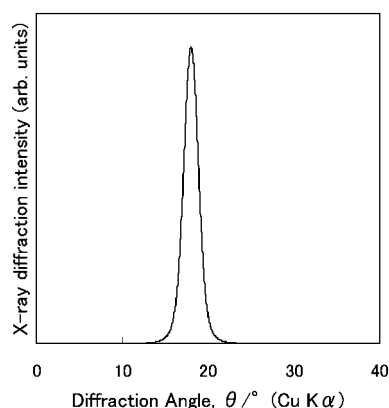


Fig. 1. X-ray rocking curve of AlN thin films prepared on Si (100).

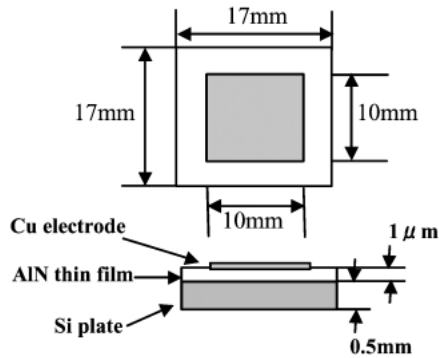


Fig. 2. Structure of AlN sensor element.

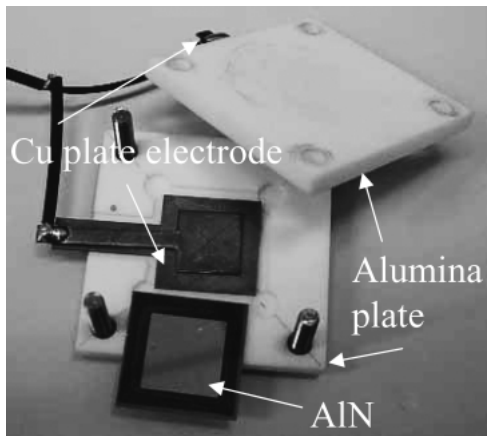


Fig. 3. AlN element and measuring tool (Cu electrode plates and alumina plates).

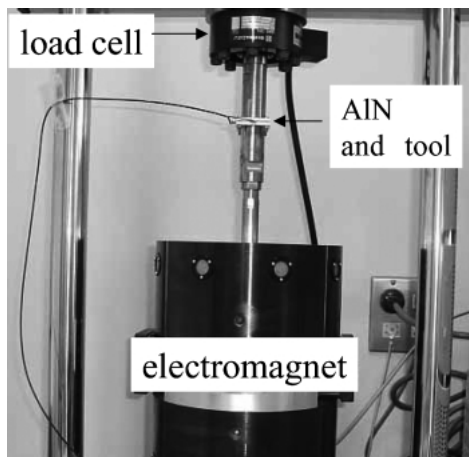


Fig. 4. Pressure measuring apparatus.

を用いた。また、圧力センサーの評価のために加圧装置として島津製作所製電磁力式微小試験機 (MMT-500NB-10, 最大負荷500 N, 最大周波数100 Hz) を用いた。加圧装置にセンサー治具を設置し測定している状況を図4に示した。センサーの発生電荷はチャージアンプ (NEC 三栄製, AG2101) で増幅し、電圧として記録した。計測はオフセット静圧3.0 MPa 下で、周波数0.1~100 Hz の正弦振動圧力を印加し、その振幅値が0.1

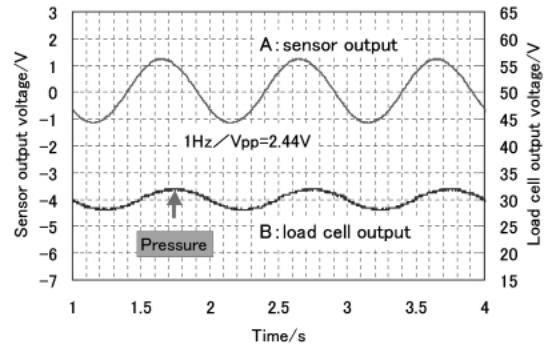
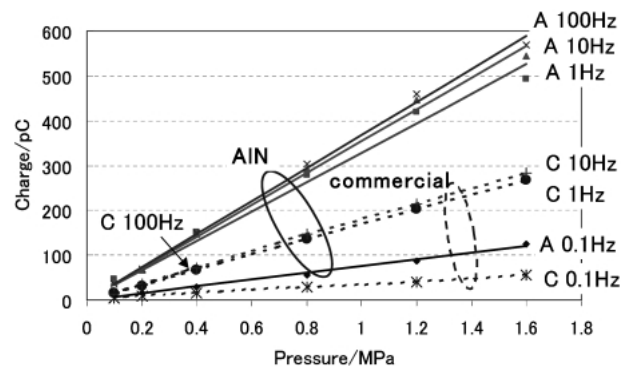
Fig. 5. AlN sensor output (A) and the load cell output (B) of the pressure measuring apparatus at the frequency of 1 Hz under the load-cell pressure of 3.0 ± 0.2 MPa.

Fig. 6. Variation of charges of AlN element sensor (A: full lines) and a commercial quartz element sensor (C: dotted lines) with pressures at the frequencies between 0.1 and 100 Hz.

~1.6 MPa の範囲で行った。常温における AlN 素子との比較として市販の圧力センサー (PCB PIEZOTRONICS 製, Model 218C : 圧電素子は水晶) を用いた。

3. 結果と考察

加圧装置で周波数 1 Hz の正弦振動 ± 0.2 MPa を加えた場合のセンサー出力を図5に示す。センサーの出力波形には外部ノイズ、及び波形の歪もほとんど認められず、高調波成分は -40 dB 以下に抑えることができた。一定周波数で印加圧力の振動振幅を変えた時の AlN 素子と市販品センサーの発生電荷の振幅変化を図6に示す。最小自乗法により求めた直線性からのずれは 1.6 MPa でのフルスケールに対して、AlN が 1.49% 以下であり、市販品は 0.77% 以下であった。AlN では素子状態での測定にもかかわらず、市販品に近い良好な直線性が得られた。AlN 薄膜センサーについて、Zheng らも 0.05~1.15 MPa までの直線性を確認しているが⁷⁾、著者らのオフセット静圧 3.0 MPa 下での動圧測定 (正弦波) と違い、準静圧での測定であり、周波数特性については確認していない。

また、印加圧力の正弦振動振幅 0.4 MPa におけるセンサーの周波数応答を図7に示す。ここで、ゲインは 1 Hz での出力値で規格化している。高周波数域 (3~100 Hz) ではゲイン特性はほぼフラットであり、位相のズレも小さいことが分かった。低周波数域 (0.1~0.5 Hz) ではゲインが急激に減少し、位相のズレも大きくなった。帯域周波数 (-3 dB 以上) は AlN が 0.3 Hz 以上で、市販品が 0.25 Hz 以上である。AlN 素子は市販品と

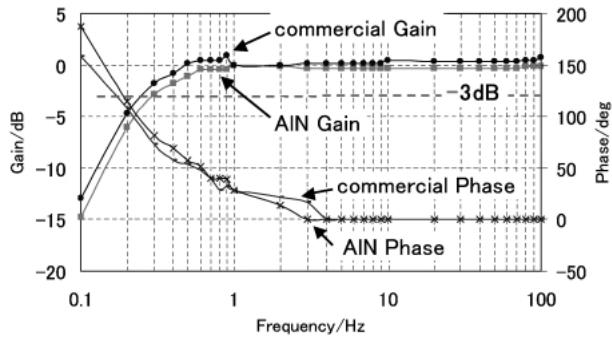


Fig. 7. Frequency response of gains and phases of AlN element sensor and a commercial quartz element sensor under the loaded pressure of 3.0 ± 0.2 MPa.

特性が近似し、更にこれ以外の圧力 (0.1~1.6 MPa) でもほぼ同様な結果が得られていることから、AlN 薄膜素子センサーが圧力センサーとしての可能性があることが分かった。

4. 結 言

単結晶シリコン上に作製した AlN 薄膜を用いた圧力センサー素子の直線性、周波数特性 (0.1~100 Hz) を調べた。直線性からのずれは 1.6 MPa でのフルスケールに対して、AlN が 1.49% 以下であった。また、帯域周波数 (-3 dB 以上) は AlN が 0.3 Hz 以上であった。AlN 薄膜を用いた素子では 0.1~1.6 MPa の圧力下で良好な直線性が得られ、周波数特性も良好で

あることから、圧力センサーとしての可能性があることが分かった。更に、AlN 薄膜の耐熱性から考えて、高温圧力センサーとしても十分可能性があると考えられる。

References

- 1) Zakar, E., Polcawich, R., Dubey, M., Piekarski, B., McLane, G., Conrad, J., Piekarz, R., Wickenden, D., Champion, J., D'Amico, W., Hollis, M. S. L., McMullen, K. and Porter, D., *Integrated Ferroelectrics*, Vol. 41, pp. 1781-1788 (2001).
- 2) Nagata, K. and Harashima, E., *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol. 35, pp. 5008-5011 (1996).
- 3) Someno, Y. and Hirai, T., *Materials Japan*, Vol. 30, pp. 913-922 (1991) [in Japanese].
- 4) Turner, R. C., Fuierer, P. A., Newnham, R. E. and Shrout, T. R., *Applied Acoustics*, Vol. 41, pp. 299-324 (1994).
- 5) Guy, I. L., Muensit, S. and Goldys, E. M., *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 75, pp. 4133-4135 (1999).
- 6) Komeya, K., *Ceramics Japan*, Vol. 20, pp. 506-512 (1985) [in Japanese].
- 7) Zheng, L., Ramalingam, S., Shi, T. and Peterson, R. L., *J. Vac. Sci. Technol. A*, Vol. 11, pp. 2437-2446 (1993).
- 8) Ueno, N., Akiyama, M., Ikeda, K. and Tateyama, H., *Society of Instrument and Control Engineers*, Vol. 38, pp. 427-432 (2002) [in Japanese].
- 9) Akiyama, M., *Engineering Materials*, Vol. 51, pp. 86-87 (2003).
- 10) Akiyama, M., Ueno, N., Nonaka, K., Tateyama, H. and Takahashi, S., Preprints of Annual Meeting of The Ceramic Society of Japan, Hachioji (2003) pp. 131-131 [in Japanese].
- 11) Kamohara, T., Akiyama, M., Ueno, N., Nonaka, K. and Tateyama, H., *J. Cryst. Growth*, Vol. 275, pp. 383-388 (2005).