

平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「高真空から大気圧までの広帯域真空計の開発」

## 研究開発成果等報告書

平成22年 3月

委託者 関東経済産業局

委託先 株式会社 テムテック研究所

## 目 次

### 第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-2 研究体制

1-3 成果概要

1-4 当該研究開発の連絡窓口

### 第2章 本論

・

最終章 全体総括（1・2年度目は省略可）

## 「高真空から大気圧までの広帯域真空計の開発」に関する研究開発概要

### 第1章 研究開発の概要

本研究開発の目的は、高真空から大気圧までの広帯域真空計を開発するために新素材であるサファイアを真空センサーデバイス及び真空計として製品化への基礎工程を確立する事にある。その為に、サファイアを薄板ダイヤフラムに加工し真空検出センサー用デバイスとして完成させる事が最も重要である。特に、コランダム構造の剛性の高いサファイアをエッチングし、二枚の薄板を相互に固着する方法等の高度な加工技術を研究開発し、加工プロセスの国産化と独自性重視の研究を行った。その研究開発成果を基に、国産初のサファイア真空センサーの製品化への道程をさらなる目標とするため、今回開発された純国産化サファイアダイヤフラムを用いた高真空から大気圧までの広帯域真空計製品化の為に基礎研究を行った。

#### 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

本研究開発の目的は、情報家電に於ける液晶パネル・半導体デバイス等薄膜形成等の製造装置に用いられる真空計について、歩留まり改善等の生産性向上、低価格、長寿命化等の生産コスト低減、高機能化、高性能化、耐食性の向上等生産設備の最適化に対応する高度化された真空計の開発を目的とする。この目的を達成する為、真空計測センサーの検出素材を金属センサーからサファイアセンサーに変更し高精度な真空計及び大気から高真空まで計測出来る真空計の開発を行う。

これら圧力計測において、ダイヤフラム薄板の圧力による歪を検出する方法を用いた場合には、このサファイア薄板は、圧力測定に最も適した素材であると言える。

サファイアはダイヤモンドに次ぐ硬度と安定性を持ったの六方晶体の鉱物で、赤色コランダムルビーと呼ばれ、高価な宝石である事は良く知られている。現代では、サファイアは人工的に作られ、特に近年はその物理的、化学的安定性が優れている事からLEDの架台や半導体レーザー等の電子回路部品に応用されている。一般的には、割れにくい、傷が付きにくい、光学的透明性に優れている等、工業材料として注目されている。

このサファイアは引張強度、圧縮強度、ヤング率が高く優れた機械的特性と耐薬品性を有し熱線膨張係率の低さは金属ダイヤフラムよりもはるかに優れた耐温度特性を有している。

このサファイアの優れた特性をダイヤフラムに応用する事により、大気圧から真空圧までの広い計測範囲の測定を可能にし、優れた直線性と温度ドリフトを抑制する性能を引き出す事が出来る。

しかし、このサファイア素材は、硬度が高く単結晶体であることから機械加工が難しく、特に彫り込み（エッチング）、接合、電極の取り出しは困難であった。

しかるに、我々は、この有望でかつ加工技術の困難な素材を産業用素材として活用する為にMEMS技術と半導体成膜技術を利用し生産性・量産性技術確立の可能性のあることに注目しその発端として真空圧計測用サファイアセンサーを研究開発する方針を立てた。

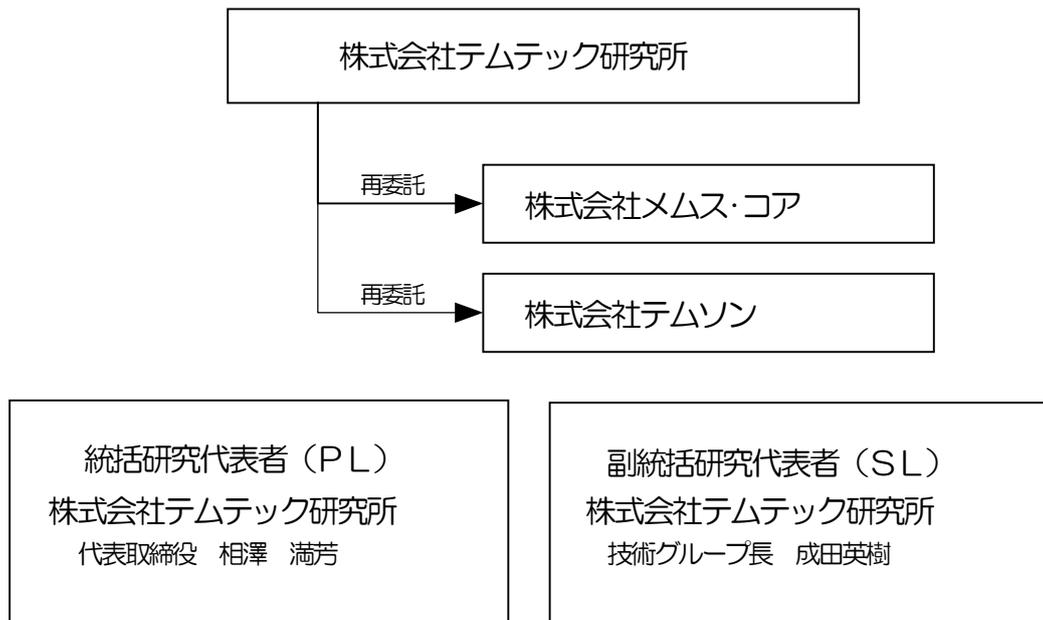
研究目標として、このサファイアセンサーダイのMEMS加工技術の確立とサファイアセンサー国産化の目途を立て、5Torr以下の高真空から1000Torrの大気圧以上までの絶対圧計測を一台の真空計でカバーできる広帯域真空計を開発することを目標とした。

1-2 研究体制

(研究組織・管理体制・研究者氏名・協力者)

(1) 研究組織及び管理体制

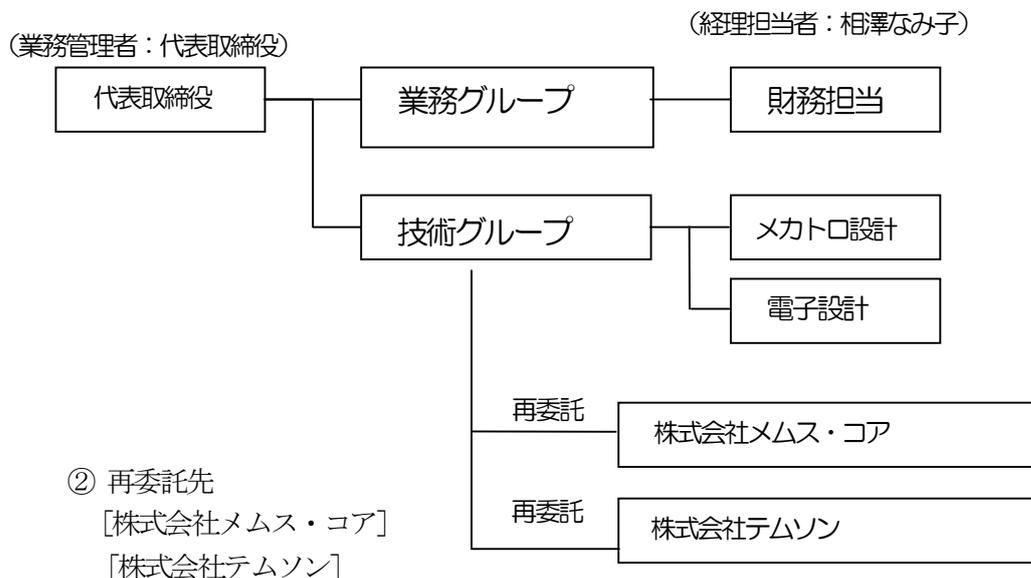
1) 研究組織 (全体)



2) 管理体制

① 事業管理者

[株式会社テムテック研究所]



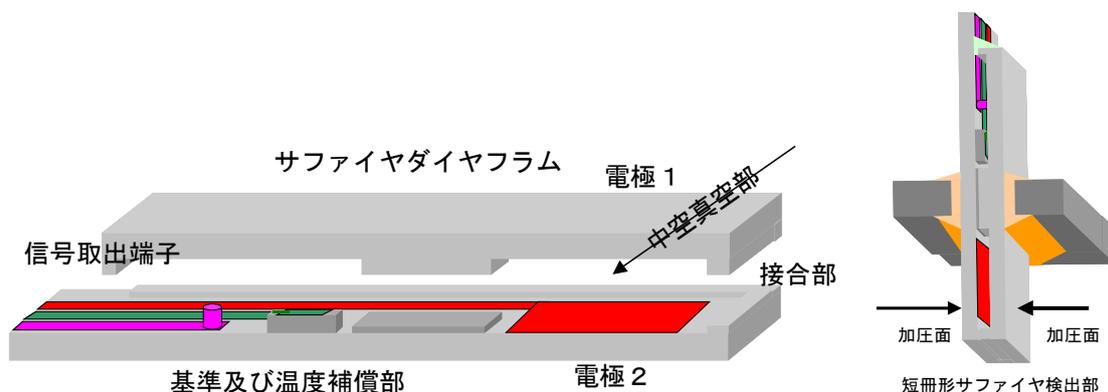
② 再委託先

[株式会社メムス・コア]

[株式会社テムソン]

## 1-3 成果概要

### (1) サファイアセンサーダイの構造図



### (2) 研究開発成果

本研究開発の目的は、高真空から大気圧までの広帯域真空計を開発し、商品として市場に参入することである。その目的を達成する為、新素材であるサファイアを薄板ダイヤフラムとして加工技術を確立し、真空検出センサーとして完成させる。特に今回の研究開発では、二枚の薄板を相互に固着する、サファイアのエッチング等の高度なMEMS加工基礎技術を米国より導入すると同時に、国産独自の加工プロセスの研究を行った。その成果により、国産化サファイアセンサーのMEMSプロセスを独自に確立し、国産化サファイア真空センサーの試作を成功させた。試作された純国産化サファイア真空センサーを独特の方式で真空計として構築をし、サファイアダイヤフラムを用いた広帯域真空測定用の真空センサーの試作を完成させた。以下そのプロセスの概要を説明する。

今回研究開発した真空圧測定用のサファイアセンサーダイは、2枚のサファイアウエハを用いて、それぞれ、Shallow (S側) Deep (D側) と名称しS側 D側にエッチング電極 配線蒸着 S側、D側との導通接点 過圧保護バンプをMEMS加工をした。

下記のプロセスブロック図に基づいて説明すると、

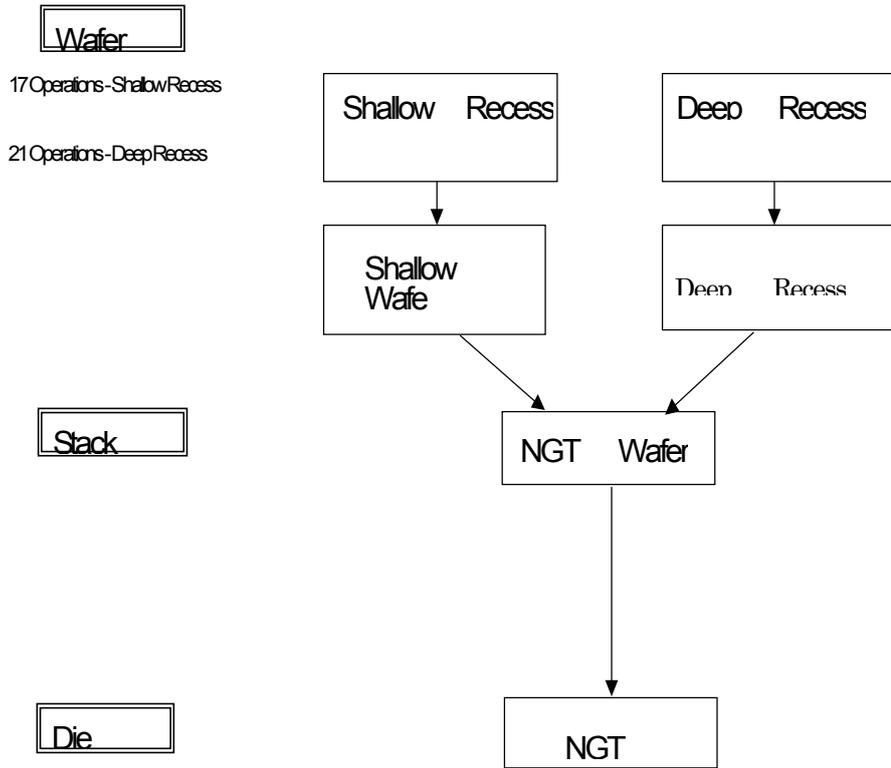
- 1 ウエハ加工 研磨洗浄、エッチングを行なうプロセス。
- 2 スタック加工 電極 配線蒸着 導通接点の積層 バンプの形成を行なう
- 3 ダイ加工 S側 D側の接合 真空封入 ダイシングのプロセス。

全工程 31工程～35工程のMEMSプロセスで構成される。

ブロック図で示されるNGTはサファイアセンサーの開発プロジェクトによって名称された New Generation Technology (次世代技術)のニックネームである。

(次ページ ブロック図参照)

## Basic Product Flow



今回の研究開発にて用いられた主なプロセスの装置は下表の通りである。

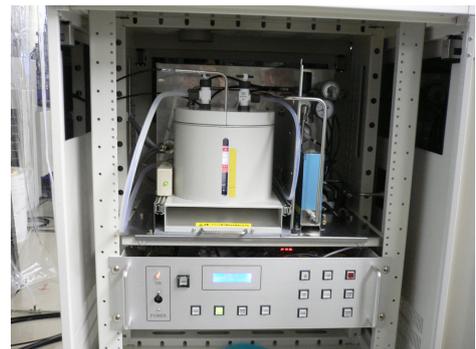
サファイア加工プロセスにおける主な装置	
Description	用途
Megasonic cleaner 超音波洗浄装置	Wafer, Stack
Silicon Dioxide TEOS LPCVD	Wafer
サファイアエッチング装置/ペーパーライザーfurnace	Wafer
プロジェクションphoto aligner	Wafer
Resist 塗布及び取出し dispenser/developer	Wafer
膜厚計	Wafer, Stack, Die
ブローバー	Wafer, Stack, Die
光学式顕微鏡	Wafer, Stack, Die
Tantalum/Tungsten スパッタリング装置	Wafer
Tungsten プラズマエッチャー	Wafer
ダイシング装置	Wafer, Stack
高速除害装置	Wafer, Stack
接合ライナー治具	Stack
高温真空炉	Stack
ガラス 封止装置	Stack
Hot plate	Stack
Preglaze oven	Stack
真空保持装置	Stack
W/Au スパッター装置	Stack
Electrical test system	Die
UV tape exposing system	Wafer, Die
Cr/Ni/Au スパッター装置	Die
薬液化学反応槽: Pirahna, SC1, Nanostrip (sulfuric acid resist strip), buffered hydrofluoric acid, aluminum etchant, tungsten etchant	Wafer

研究開発の為に新たに設置した機器は下記の通りである。

研究開発の為に新たに設置した開発装置一覧表 (写真参照)

サファイアエッチング装置/ペーパーライザー
サファイア接合装置
ガラス接合装置
Electrical test system
1:精密容量計(Cハイレスタ)
2:プログラブル圧カコントローラ

サファイアエッチング装置

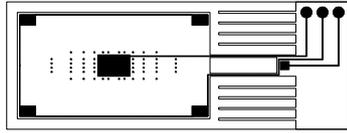


プロジェクションアライナー

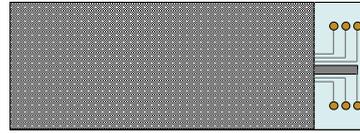


### (3) 完成されたサファイアダイヤモンドフラムについて

短冊型サファイアダイヤモンドフラムを高真空測定用として製作し、大気圧まで耐圧可能な広帯域サファイアダイヤモンドフラムとして真空計に組込む。



新しく国産化によって作られたセンサー



米国製センサー

#### ① 既存製との比較検討

1. 外形。ダイヤモンドフラム部
2. リファレンス電極の位置
3. タンタルドットバンプ（過圧によるサファイア同士のくっつき防止）
4. ボンディングパッドの位置
5. メタライズ帯。スパッタからイオンプレーティング。
6. 3“ウエハから4”ウエハ用に変更、インチからミリ単位に変更
7. 温度センサーの省略  
現状の米国製はバラツキが大きく、温度特性も不安定であったため
8. リファレンス電極の位置を影響の受けない位置に変更

- ② サファイアエッチ面を片面だけで済ませることが可能。片面の厚さや掘り込み量を変えるだけでレンジ変更が容易になる事を想定した設計を考えた。
- ③ リファレンス、センシングキャパシタの深さ（距離）が同じなため設計が容易であった。
- ④ 高温型真空計用としてリファレンスとセンシング電極が同じ場所にあるため影響が少ない。
- ⑤ ストッパーバンプを付ける  
高真空を精度よく測るためにはダイヤモンドフラムをうすくし、ギャップを狭めたりする必要がある。  
その際に大気圧下では、電極が固着してしまうのでストッパーバンプを配置して過圧に対処した。
- ⑥ 機器組込みを配慮し、信号取り出しボンディングと組立を考慮した設計である。
- ⑦ メタライズ帯  
イオンプレーティング法で、1回の成膜で最大100ヶまで可能であり、回転させながら移動するジグを用いることにより角のエッジ部分にまでほぼ均一な蒸着が可能になる。

1 - 4 当該研究開発の連絡窓口

株式会社 テムテック研究所 (担当: 相澤 満芳 成田 英樹)  
連絡先 TEL 03-3534-5320  
FAX 03-3534-5322  
E-Mail [Gblaizawa@aol.com](mailto:Gblaizawa@aol.com)  
[narita@tem-tech.co.jp](mailto:narita@tem-tech.co.jp)

株式会社 メムス・コア (担当: 柳沢 寛)  
連絡先 TEL 022-777-8717  
FAX 022-777-8718  
E-Mail [yanazawa@mems-core.com](mailto:yanazawa@mems-core.com)

株式会社 テムソン (担当: 相澤 十兵衛)  
連絡先 TEL 03-6825-1350  
FAX 03-3761-3234  
E-Mail [jubee@temson.jp](mailto:jubee@temson.jp)

## 第2章 本論

### (1) サファイア加工プロセス

#### サファイアウエハの購入

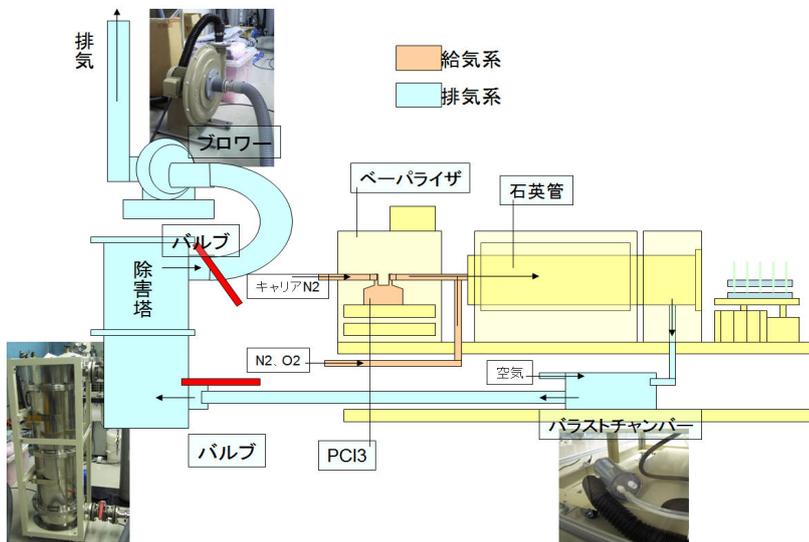
サファイアウエハ仕様 KYOCERA

Characteristic	Requirement
Material	Single Crystal Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Surface Orientation	Rplane (1102) ±2 Degrees
Thickness at Center	0.356±0.0127mm
Flatness	0.025mmMax Class1 per Table 1 SEMI M3-1296
Back Surface Finish	32 microfinish
Front Surface Finish	Suitable for epitaxial growth of silicon
Area contamination onpolished side	None
Edge on both sides	Chamfer or radius
Diameter	4" × 0.014 Thick

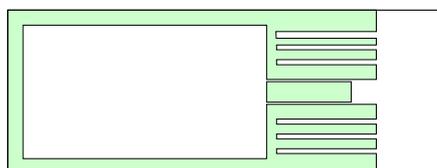
#### サファイアウエハのエッチング工程

サファイアエッチングについて

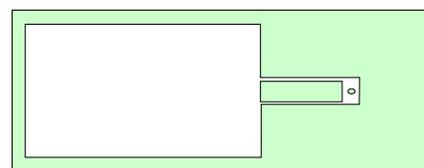
今回の研究開発のサファイアセンサーダイを作成する工程の重要研究課題の一つである。サファイアウエハにSiO<sub>2</sub>膜でレジストされていない部分すなわち、基準真空室および圧力検出の為のエッチングチャンバーを作る為彫り込みを行なう。このエッチング（掘り込み）装置は、新たに設計した拡散炉とベーパーライザーによって行かない、エッチングレートの条件だしを行なった。



S側

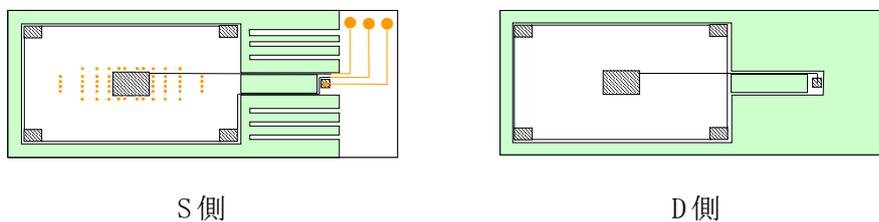


D側

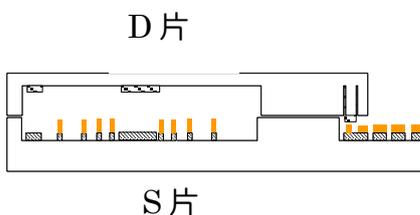


サファイアウエハの接合技術を研究開発する。

① 電極配線 バンプを露出したサファイアセンサーダイの各片は下図の通りである。

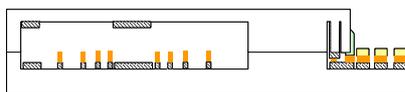


② サファイアフュージョンボンディング (サファイア接合工程)  
 サファイアウエハを精密洗浄し、接合治具により D, S 片を接合する。  
 サファイアウエハ全面を上下に接合する重要研究開発工程である。



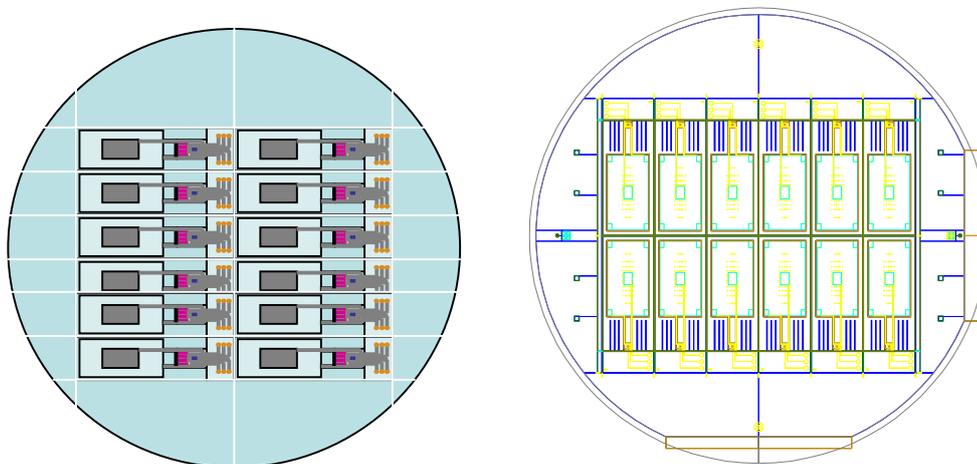
サファイアウエハ内のチャンバーを真空封止する工程 (ダイ加工)

絶対圧測定のためにチャンバー内を真空封止する。  
 真空中でガラスフリット焼結のため新たに設計されたガラス封止装置を用いた。



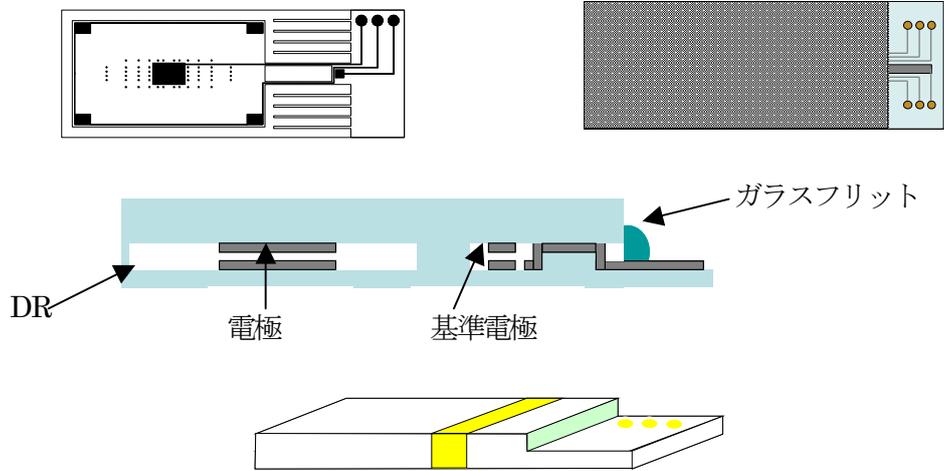
信号引出端子の成膜とサファイアの貼り合せウエハを切断する技術を研究する。

① 2枚の重ねウエハーを12個のチップとして取り出すためにダイシングをする。

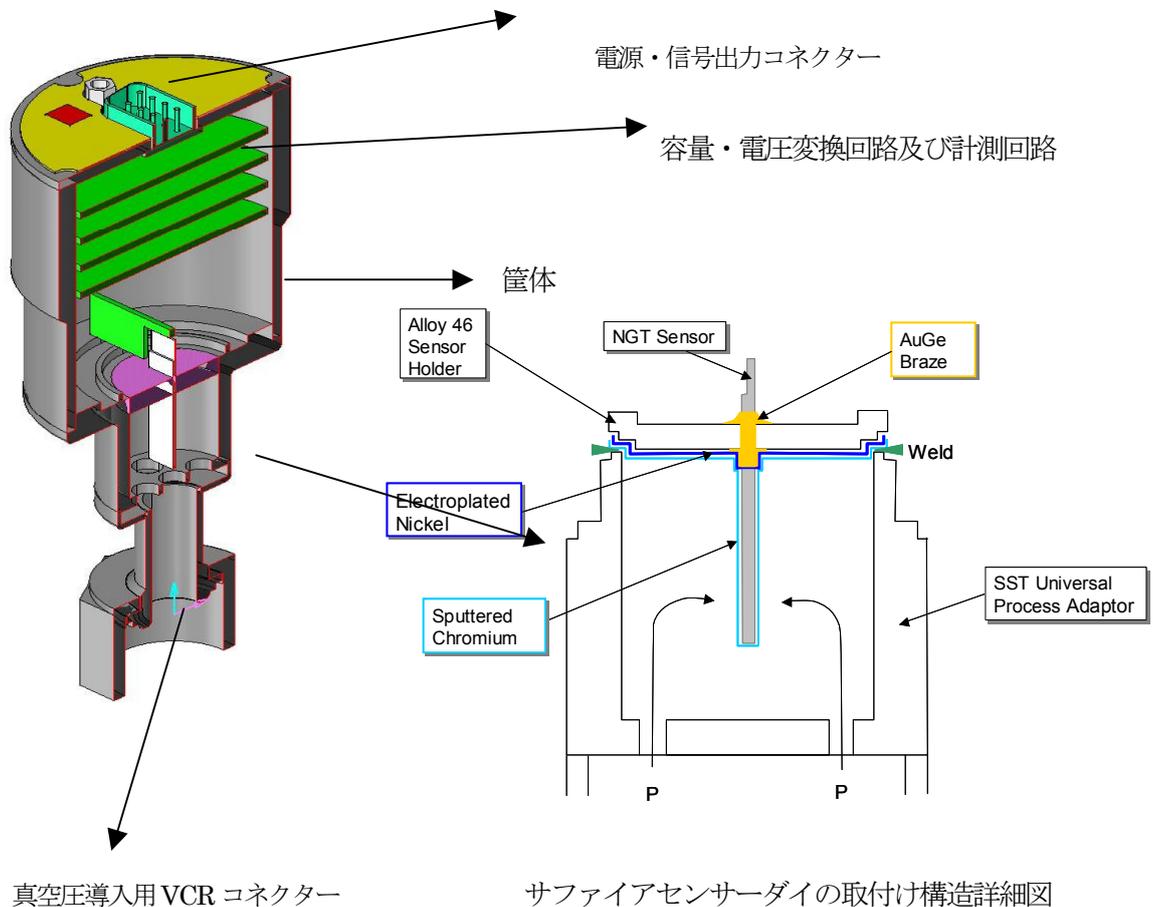


初の国産化真空センサーダイ

米国製センサーダイ



サファイア MEMS プロセスによって作られたサファイアセンサーダイを計測し真空計として必要な特性を満たしているかを検証し、組み込む為の機構部を用意した。さらに、真空計としての機能を発揮する為の電子回路、ソフトウェアを設計し動作の確認を行なう事を目標にした。下図にその構造を示す。

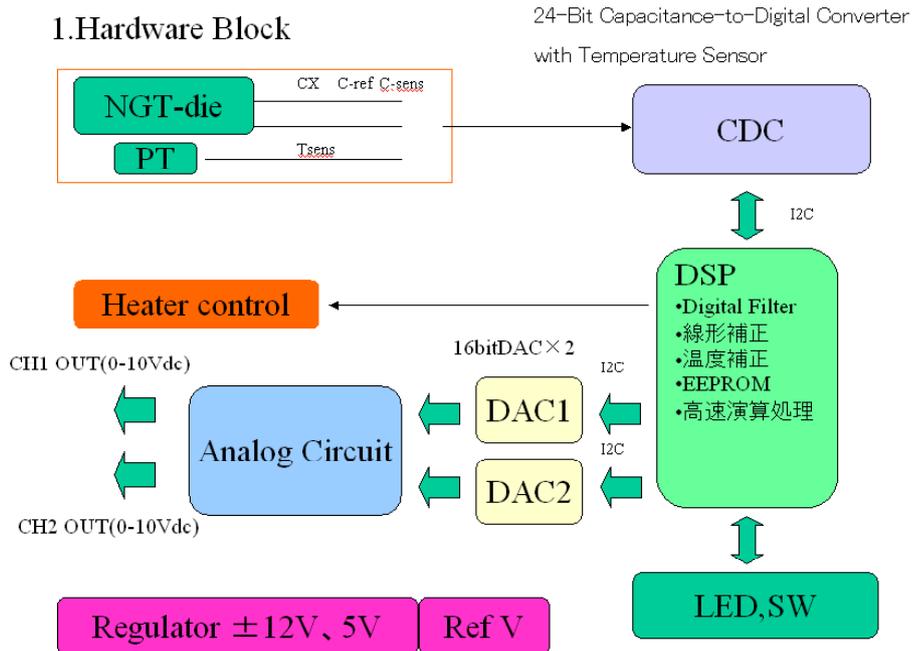


## (2) サファイア真空センサーを用いた真空計の試作研究

### ① 回路設計の目的と構想

静電容量を測定する CDC (キャパシターデジタルコンバーター) には AD7745 を使用。±4Pf を 24 ビットのダイナミックレンジで測定する。  
その後データを DSP にて演算して出力する。(または表示する。)

### ② 回路図面とブロックダイアグラム



上記ブロックダイアグラムについて説明する。

NGT-die は今回の試作サファイアセンサーである。

PT は白金抵抗体を利用した温度センサーを組み込み、温度変化によるドリフト発生誤差を防ぐ為の温度検出素子である。

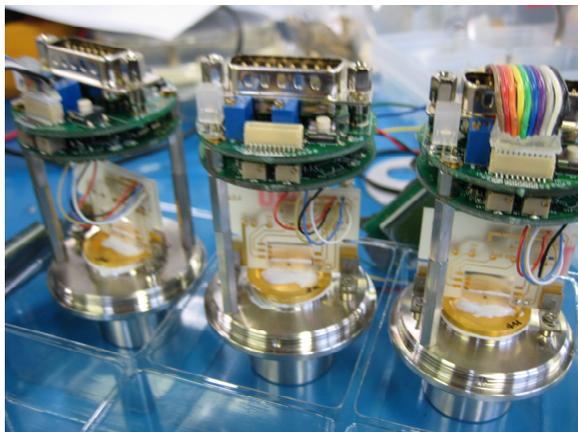
NGT で検出された真空/静電容量信号は、CDC (容量・電圧変換器) で静電容量値に等しいデジタル電気信号に変換される。

デジタル化された信号は、DSP (デジタル信号演算処理装置) で線形補正・温度補正等の信号処理を行い静電容量信号をより高精度真空圧として演算し出力する。

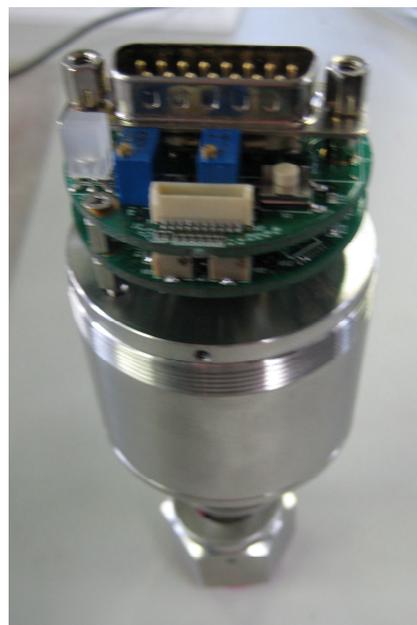
出力されたデジタル信号は DAC (デジタル/アナログ変換処理) でデジタルをアナログ信号に変換される。変換されたアナログ信号は、測定器として計測可能な信号レベルとノイズ除去をされた上で、真空圧/電圧として出力される。

試作品設計図は上記の通りである。回路基板を組み込むと同時にデータを収集する為に上部に液晶デジタル表示部及びデジタル信号出力を取り出せるようになった評価用試作である。

組み込んだ状態の構造写真を示す。



静電容量の測定のために、理想は入力部すべてを真空にしたほうが安定した湿度などの影響を受けないと考える。精度良くセンサーの静電容量を測定を測定する為には回路の浮遊容量・空間電荷の影響・電磁界の影響・湿度・温度の影響を考慮しなければならない。



電子回路を組み込み、測定用信号出力を配線した真空計

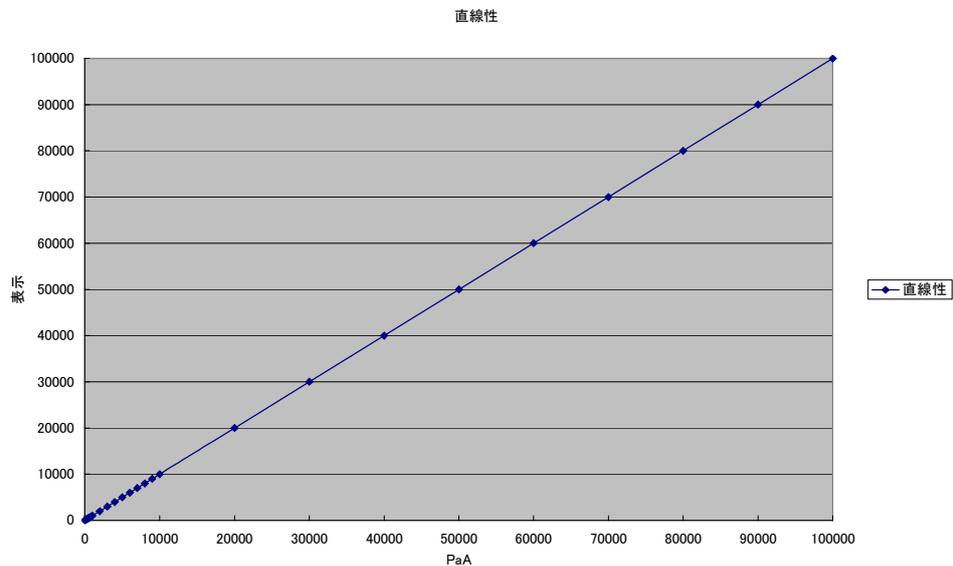
### (3) 試作真空センサーの性能実測試験

最後に、真空センサーを組立て測定台にて計測を行う。  
まず、大気圧と真空ポンプを回し基準真空計と比較して測定した。

#### 計測結果の考察

今回の研究開発で作られたサファイアセンサーダイは、(株) テムソンの基準真空計を基に測定された。個数は3個である。それぞれ同様な特性が得られたので一例の結果を下図に示す。

真空圧力は0Pa～100,000Pa（約100KPaで大気圧）まで真空圧を測定した。特に、高真空領域では1000Paすなわち1KPaまで100Pa毎測定した。その結果、0.01%Fs以内に直線性は維持され驚異的な直線性と大気圧まで大きな大気圧の影響を受けることなくサファイアの剛性が保持出来ており、過圧防止で取付けたバンプまで、ダイヤフラムの歪は大きくないと考えられた。今後は、さらにダイヤフラムの厚みを薄くして高真空領域までも測定可能であるとの確信を得た。センサーダイの特性測定は、直線性ばかりでなく、温度ドリフト、再現性、長期安定性等製品化に向けて幾つかの検証項目があるので引続き次年度の製品化に向けた研究開発を継続する必要がある。



試作サファイア真空計での直線性性能グラフ

下図及び表は、真空から大気圧まで真空圧を変化させた時のグラフ及び測定実測値である。特に、高真空領域での精度は、想像以上に良い結果が得られた。

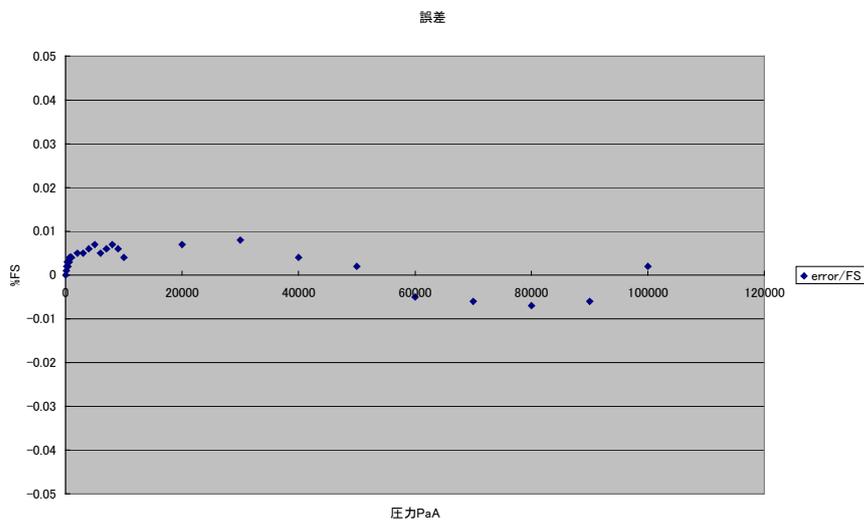
実測測定データ

PaA		error	PaA	error
0	0	0	0	0
100	101	1	100	0.001
200	202	2	200	0.002
300	303	3	300	0.003
400	402	2	400	0.002
500	503	3	500	0.003
600	603	3	600	0.003
700	704	4	700	0.004
800	804	4	800	0.004
900	904	4	900	0.004
1000	1004	4	1000	0.004
2000	2005	5	2000	0.005
3000	3005	5	3000	0.005
4000	4006	6	4000	0.006
5000	5007	7	5000	0.007
6000	6005	5	6000	0.005
7000	7006	6	7000	0.006
8000	8007	7	8000	0.007
9000	9006	6	9000	0.006
10000	10004	4	10000	0.004
20000	20007	7	20000	0.007
30000	30008	8	30000	0.008
40000	40004	4	40000	0.004
50000	50002	2	50000	0.002
60000	59995	-5	60000	-0.005
70000	69994	-6	70000	-0.006
80000	79993	-7	80000	-0.007
90000	89994	-6	90000	-0.006
100000	100002	2	100000	0.002



圧力発生器及び真空ポンプを使用した測定風景

実測測定データの基準真空計との測定誤差を表したグラフ



#### (4) 真空計としてのまとめ

初めての国産サファイアセンサーを使用して真空計として測定した結果は、予想以上の成果を得られた。今回の研究開発の主体がセンサーとしてサファイアを作り上げる製造技術の確立であったが、実際に試作されたサファイアセンサーダイは即実用レベルに持っていけるセンサーである事が確認された。

- (5) 真空計測器に仕上げる為の今後の研究開発
- 1 完成されたサファイアセンサーダイの性能特性
  - 2 実圧力（真空圧）を加圧しセンサーの挙動観測
  - 3 サファイアセンサーダイを金属架台に接合する技術検討
  - 4 電子回路の設計及び試験基板製作
  - 5 感度補正、直線補正の組込みソフトの開発
  - 6 全体の計測及び動作確認
  - 7 筐体・機構設計

サファイア MEMS 加工プロセスを系統的に実施している企業は無く、我々独自に加工プロセス用の装置を開発し東北大学の江刺教授、産総研 真空標準研究室の秋道先生、平田先生、(株)東京エレクトロン 岩崎氏を始め技術者の方々の助言を頂いた。近年、LED の架台にサファイアが多用されているように新素材として脚光を浴びているサファイアではあるが、その加工技術は未だ確立されていないのが現状である。今回のサファイア MEMS 加工技術の開発は、これら産業界に大きなインパクトを与えると確信している。

#### 今後の課題

今回の研究開発の目標であるサファイアの MMEMS 加工の重要課題、エッチング、接合上下電気コンタクト 切断についてのプロセス開発及び条件だしの目途を付ける事が出来た。次年度には、製品化に向けた安定したプロセスを確立し、歩留りの上昇と工程途中の検査治具、検査方法及び検査基準の作成を行なう。今回の試作においては 10Torr から大気圧までの計測が可能であることが判明したが、高真空から大気圧までの広帯域真空計を製品化するため、さらなる高真空高真空計測技術と高真空での精度保持する為のサファイアダイヤフラム設計を行なう事が重要である。

さらに、近年の半導体製造プロセスの微細化及びスループットの向上のために 200℃ 以上の高温環境でのプロセスが必要であり、高温環境に耐えられる真空計が望まれている。そのために、耐高温真空計の開発も同時に進める必要がある。

サファイアセンサーダイは耐熱性に強く、これからの半導体製造装置製造者ら川下業からの要望に満足出来る素材であるので開発速度を速めなければならない。

以上

#### <参考文献>

- |                                   |            |                              |
|-----------------------------------|------------|------------------------------|
| 1. セラミックスの接着と接合技術                 | 速水諒三監修     | シーエムシ出版 2002 年               |
| 2. 機能性フィラーの開発技術                   | 村上謙吉 他     | シーエムシ出版 1990 年               |
| 3. 接着の本                           | 三刀基郷       | 日刊工業新聞社 2009 年               |
| 4. シリコン単結晶のヤング率                   | 池原         | 産総研                          |
| 5. Diode Capacitive Accelerometer | Y. shoji 他 | Toransducers' 95 Eurosensors |
| 6. 単結晶サファイア                       | 京セラ株式会社    | 京セラ(株) 2009 年                |
| 7. 真空便覧                           | 電子ジャーナル    | 電子ジャーナル社 2009 年版             |