

サファイア高温隔膜真空計の センサ素子・パッケージ開発

Development of the Sensor Chip and Package for a High-Temperature Sapphire Capacitance Diaphragm Gauge

株式会社 山武

関根 正志
Masashi Sekine

株式会社 山武

石原 卓也
Takuya Ishihara

株式会社 山武

差波 信雄
Nobuo Sashinami

株式会社 山武

谷 武夫
Takeo Tani

キーワード

サファイア, 隔膜真空計, 静電容量式, 圧力センサ, 高耐食性, 高耐熱性, オイルフリー

腐食性雰囲気や高温という厳しい環境下でも直接使用できる圧力センサを実現するために、センサ素子の材料自体の見直しから着手しサファイアを選定、独自に培ったサファイア MEMS (Microelectromechanical Systems) 技術を活かし工業用単結晶静電容量式圧力センサ素子を開発した。またセンサ素子の特性を維持したまま耐食性・耐熱性・高气密性といった要求を満足した独自のパッケージ技術の確立により高温隔膜真空計の受圧部の開発・実用化に成功したので報告する。

In order to develop a pressure sensor that can be used directly in harsh environments such as corrosive atmospheres or high temperatures, we reexamined sensor chip materials and selected sapphire as the most suitable one, and then developed an industrial single-crystal-based capacitance pressure sensor chip, on the basis of our independently developed sapphire MEMS (microelectromechanical systems) technology. We also established a unique packaging technology that realizes high corrosion resistance, high heat resistance, and high airtightness without affecting the characteristics of the sensing elements. We then developed the pressure receiving part for a diaphragm vacuum gauge for high temperature applications and put the technology into practical use, on the basis of that technology. This paper describes the research and development process mentioned above.

1. はじめに

計測環境の厳しい現場では、高耐食性・高耐熱性で、かつ測定対象に直接使用できる高精度な圧力センサに対する要望が潜在していた。

従来、工業用途として一般的にはシリコンを基材とした圧力センサが用いられてきた。シリコン自体は高耐食性材料ではないため被計測媒体からセンサを保護するために、その多くがダイアフラムを形成したオイル封入構造となっており、高温における計測が困難となる上にセンサ自体が大型化してしまうのは不可避であった。またオイル漏出を危惧し食品や医化学薬品分野、半導体製造分野などからも敬遠されがちであった⁽¹⁾。

このような問題を解決するため我々はセンサ素子の材料自体の見直しから着手し、単結晶工業用サファイア

を感圧部に採用したセンサ素子を開発した。サファイアはシリコンに比べて耐食性、耐熱性の点で極めて優れた材料であるため、従来測定困難であった厳しい環境においてセンサ素子部を直接露出して圧力計測することが可能となった。この特長を活かして、腐食性や高温が要求される半導体製造装置におけるガス圧力計測機器用として「サファイア高温隔膜真空計」の受圧部を開発した。開発した圧力レンジは 0 - 100.00 Pa abs ~ 0 - 133.32 kPa abs である。

センサ自己加熱機能、検出回路や圧力計測技術の詳細は本稿と同時に azbil Technical Review に掲載される参考文献(2)を参照されたい。

| | | サファイア (Al ₂ O ₃ 単結晶) | シリコン (Si単結晶) | 石英ガラス (SiO ₂) | セラミックス | | |
|-------|---------------|-----------------------------------------------|------------------------------|------------------------------|--------------------------------|---------------------------|--------------------------------|
| | | | | | Al ₂ O ₃ | SiC | Si ₃ N ₄ |
| 耐熱性 | 大気中上限可使温度(°C) | 1950 | ~400 | 1200 | 1400-1750 | 1600 | 1200 |
| 耐食性 | 耐酸性 | ◎ | △ | △ | ○ | ○ | ○ |
| | 耐アルカリ性 | ◎ | × | △ | ○ | △ | △ |
| 機械的特性 | ヤング率(GPa) | 470 | 170 | 74 | 300-410 | 300-460 | 200-320 |
| | ビッカース硬度(GPa) | 23 | 11-12 | 7.5 | 15-23 | 20-24 | 12-18 |
| | 曲げ強度(室温)(MPa) | 690 | 530 | 40-70 | 250-740 | 500-930 | 600-1100 |
| 電気的特性 | 比抵抗(室温)(Ω・m) | 10 ¹⁴ | 2.3×10 ³ (半導体) | 10 ¹⁶ | 10 ¹⁴ | 10 ⁻² (半導体) | 10 ¹¹ |

表 1. サファイアと他材料の材料特性の比較⁽¹⁾

2. サファイアの特性

Al₂O₃ (酸化アルミニウム) は γ -Al₂O₃ など多くの多形が知られているが、いずれも 1,000°C 以上の高温では最も安定な結晶構造の α -Al₂O₃ となる。耐食性セラミックスとして知られているアルミナセラミックスは α -Al₂O₃ の焼結体である。 α -Al₂O₃ の単結晶は、天然にも存在し、宝石として良く知られている。酸化鉄、酸化チタン、酸化ニッケルなどの不純物が含まれると青色や黄色を呈し“ブルーサファイア”、“イエローサファイア”などと呼ばれている。酸化クロムが不純物として含まれると赤色を呈し“ルビー”と呼ばれている。

添加物を含まない α -Al₂O₃ の単結晶は無色透明であり、“ホワイトサファイア”または単に“サファイア”と呼ばれ、人工的に製造され工業材料として広く使用されている。本稿で記載しているサファイアは、このホワイトサファイアのことである。

表 1 にサファイアと他の材料特性の比較を示す。サファイアはシリコンだけでなく他の耐食耐熱性セラミックスと比較しても、耐食性、耐熱性に優れた材料である。耐食性の点では、サファイアが単結晶であることも貢献している。例えばアルミナセラミックスは、主材料はサファイアと同じ Al₂O₃ であるが、粒界などに存在する Al₂O₃ 以外の焼結助剤などの成分が耐食性の制限になり、サファイアよりも耐食性が劣る。

また、サファイアは機械的強度も優れている。金属ダイアフラムを用いた圧力センサの受圧部では繰り返しの変形が強いられ、金属に見られる塑性変形が起ると精度の悪化を招く。サファイアは、シリコンと同様の完全弾性体であり、弾性特性を示す脆性的な破壊は 900°C 程度の高温度域まで優先するのでこのような問題は発生しない。以上のように、腐食性や高温雰囲気中で直接圧力計測ができるセンサ素子材料としてサファイアは極めて優れた材料であるといえる⁽¹⁾。

3. センサ素子

隔膜真空計のセンサ素子構造と製作技術の概略を紹介する。センサ素子の製作プロセスと製作技術詳細は、参考文献 (3) を参照されたい。

3.1 センサ素子構造

サファイア圧力センサ素子は図 1 に示すよう圧力を受けて撓む薄板 (ダイアフラム) 及びコンデンサを形成するための窪み (キャビティ) をもつ台座部からなりそれぞれに形成された電極によって 2 つのキャパシタが構成されている。1 つはダイアフラムの中央に配置され印加圧力の大きさに応じて静電容量値が変化する感圧キャパシタ、もう 1 つはダイアフラムの端付近に配置された参照キャパシタである。感圧キャパシタの持つ静電容量を C_x、参照キャパシタの持つ静電容量を C_r とする。この 2 つのコンデンサは面積を調整して容量値が等しくなるよう設計してあり、ダイアフラムが圧力を受けると理想的には外側の参照キャパシタ (C_r) はほぼ変化せず、中央の感圧キャパシタ (C_x) のみが増加する。センサ出力は C_x 自体ではなく、C_x-C_r または (C_x-C_r)/C_x として与えられる。この C_x-C_r の差分を出力とすることにより基材の熱による膨張や外部からの電氣的ノイズの影響をキャンセルすることができる。

基材が等方的で内部応力がゼロならば、周辺を固定した半径 a の円板が均等圧 p を受けた時の微小撓み量 w は中心からの距離 r の関数として下記のような一般式が与えられている。

$$w(r) = \frac{p}{64D} (a^2 - r^2)^2 \tag{1}$$

ここで D は曲げこわさで、基材の厚さを h、ヤング率を E、ポアソン比を ν としたとき、

$$D = \frac{Eh^3}{12(1-\nu^2)} \tag{2}$$

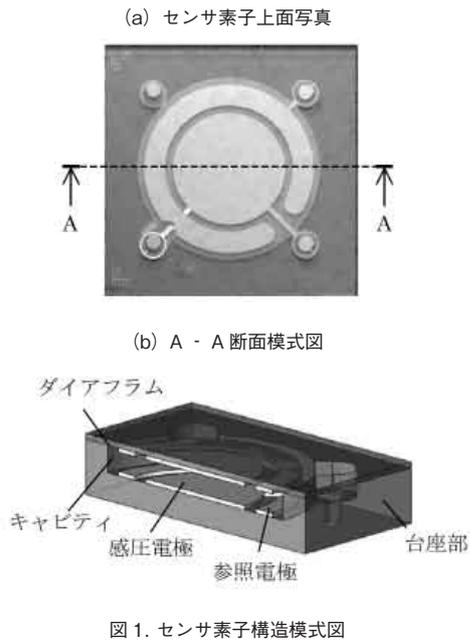


図1. センサ素子構造模式図

と表される。圧力が印加されたときのキャビティとダイアフラム間の距離はこの $w(r)$ を圧力が印加されていないときのキャビティ深さ d_0 から差し引くことにより得ることができる。したがって感圧キャパシタ C_x (半径 r_0) 及び参照キャパシタ C_r (内半径 r_1 、外半径 r_2) は半径方向の積分を用いて以下のように表される。

$$C_x = 2\pi \int_0^{r_2} \frac{\epsilon_0 r dr}{d_0 - w(r)} \quad (3)$$

$$C_r = 2\pi \int_{r_1}^{r_2} \frac{\epsilon_0 r dr}{d_0 - w(r)} \quad (4)$$

ここで ϵ_0 は真空の誘電率である⁽⁴⁾。

3.2 センサ素子製作技術

サファイアが耐食性に優れた高強度材料であるということは、裏を返せば極めて加工し難い材料であるといえる。サファイアはMEMSデバイスにおける各種製作技術の蓄積が少なく、図1の構造を実現するために様々な製作技術を独自に開発する必要があった。

ダイアフラムと台座部の接合は、接合界面にろう材やガラスなどの異種材料を介さない直接接合にて実施した。界面に異種材料が存在すると、耐食性や耐熱性に悪影響を及ぼしサファイアの特長を損なってしまい、また被接合体と接合材料との熱膨張率の違いによる熱応力が発生するなどのセンサ特性悪化の原因にもなる。

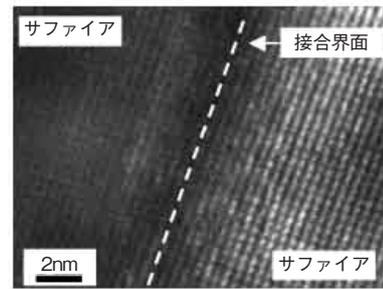


図2. サファイア直接接合部の断面TEM像

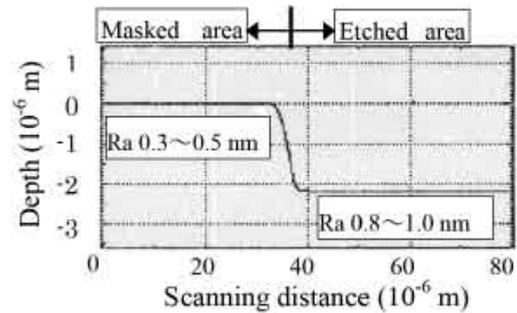


図3. キャビティ測定結果

図2に直接接合の断面観察結果の例を示す。断面TEM(Transmission Electron Microscope)像からサファイア同士が原子レベルで接合されている事がわかる。

電極を格納するキャビティの製作はドライエッチングにて形成している。エッチング領域の面が荒れていると局所的な電極間ギャップのばらつきや、電極のパターニング不良の原因となる。図3にキャビティ形成後測定結果を示す。表面の粗さはRa 1 nm 以下を達成しており、これにより高精度に設計値どおりの静電容量値を得る事ができる⁽⁵⁾。

4. センサパッケージ

4.1 概要

図4に隔膜真空計のパッケージング構造の断面模式図を示す。隔膜真空計は圧力レンジが0 Pa - 100.00 Paレンジのように非常に微小なものもあり、パッケージングによるセンサ素子への応力等の影響を極力低減させる必要がある。また半導体プロセスで用いられるエッチングガスやクリーニングガスに耐えうる部材選定・接合方法の確立が必要である。接ガス部にはサファイアと、金属の中では耐食性・耐熱性に優れたNi基合金を使用している。本構造を実現するために、接合界面に介在物を使用しない2種類の接合の開発を行った。

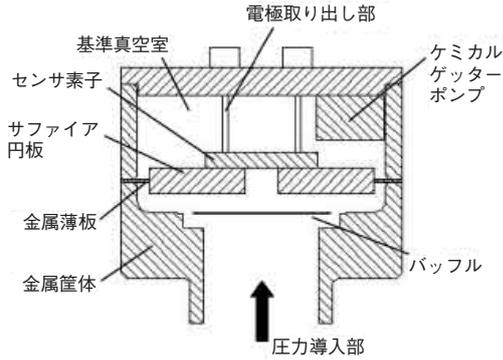


図4. センサパッケージ断面模式図

隔膜真空計は絶対圧計であり、リファレンス圧力を高真空に長期間保つ必要があるが、これを維持するための気密性の高い接合方法の確立と、外部からのリークやリファレンス室壁面からの放出ガス・透過ガスなどの排気が必要となる。排気にはケミカルゲッターポンプを採用している。独自に開発した真空封止技術とケミカルゲッターポンプ活性化により基準真空室は高真空に保持されている。

また、圧力導入部から固形物のセンサ素子への直接の衝突を避けるためバップルを設けている。

4.2 接合

(1) センサ素子パッケージングにおいて外部からの機械的・熱的ストレスの軽減のためセンサ素子は直接金属に接合せず、同材料であるサファイアの円板に接合される。接合方法は耐食性で劣るガラス・ろう材などの介在物を使用しない手法で実施した。図5にサファイア円板／センサ素子の接合部断面観察結果を示す。このFE-SEM(Field Emission-Scanning Electron Microscope)像からは明瞭な接合界面は判別できない。図6にTEM像を示すが、原子レベルにおいても良好な接合状態が確認された⁽⁶⁾。

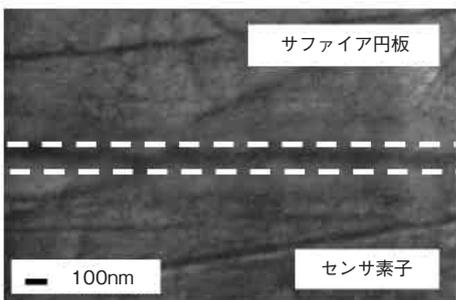


図5. サファイア円板 / センサ素子接合部の断面 FE-SEM 像

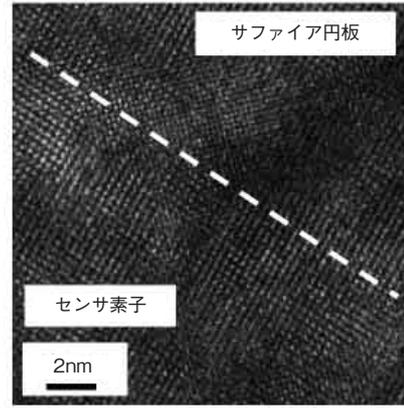


図6. サファイア円板 / センサ素子接合部の断面 TEM 像

(2) センサパッケージ筐体は金属で構成されているためサファイアと金属の接合は必須である。センサ素子への機械的・熱的ストレスを低減させるために、サファイア円板は十分に薄い金属薄板にいったん接合され、金属薄板はその端部を金属筒体と固定される。サファイア円板と金属薄板の接合は耐食性・耐熱性が要求されるので、介在物を使用しない接合を開発し適用した。図7, 8に接合部断面観察結果を示す。SEM像ではサファイアと金属の組成の違いを反映した界面が明瞭に観察されるが、TEMにてより拡大してみると原子レベルでの接合を確認することができる。

いずれの接合も隔膜真空計として必要な強度、耐食性、耐熱性、気密性を有していることを確認した。

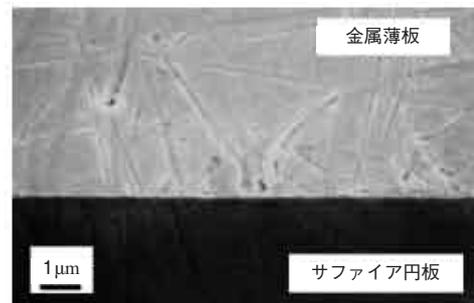


図7. 金属薄板 / サファイア円板の断面 FE-SEM 像

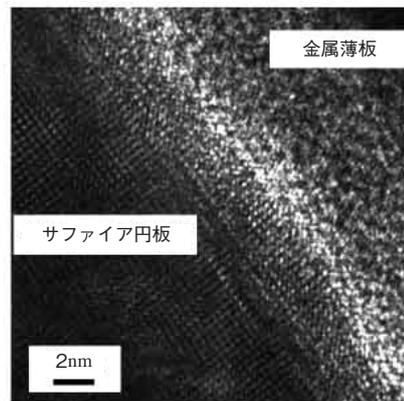


図8. 金属薄板 / サファイア円板の断面 TEM 像

5. 受圧部特性

開発した圧力レンジは、

0 Pa - 100.00 Pa ~ 0 Pa - 133.32 kPa である。

ここでは温度や機械的ストレスなどの悪影響を最も受けやすい最小レンジである 0 Pa - 100.00 Pa レンジの基本特性・信頼性特性の評価結果を示す。

5.1 基本特性

図 9 に 200 °C 自己加熱における圧力特性の計算値と実測値を示す。計算値は 3.1 に示した微小撓みモデルから計算した。実測値と計算値が良く合致していることから理論計算どおりの特性が得られている事が確認できる。

5.2 信頼性特性

図 10 に 200 °C 自己加熱における長期ゼロ点安定性の結果を示す。1000 時間後でも ± 0.1 % F.S. 以内であり極めて安定している事がわかる。

図 11, 12 に 200 °C 自己加熱における圧力サイクル試験におけるゼロ点変化量, スパン変化量の結果を示す。印加圧力は 0.1 Pa \leftrightarrow 350 Pa で 100 万回繰り返した。ゼロ点・スパン変化量ともに ± 0.5 % 以内に納まっており、これによりセンサ素子におけるサファイアダイアフラムの優れた弾性特性が検証できた。

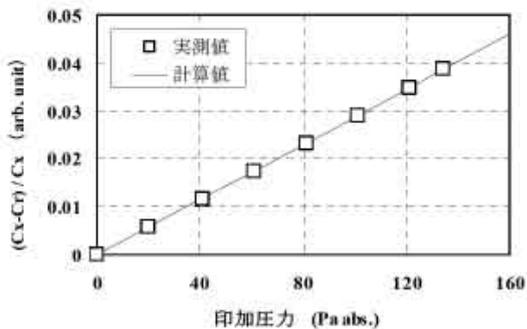


図 9. 200 °C におけるセンサ圧力特性

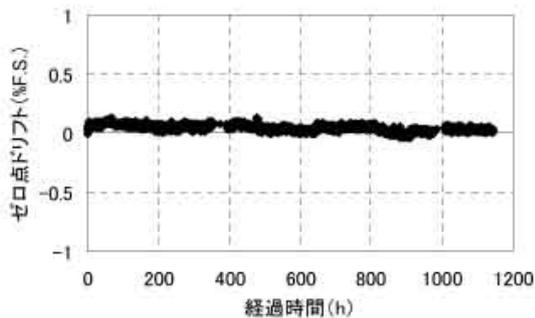


図 10. ゼロ点安定性 (200 °C)

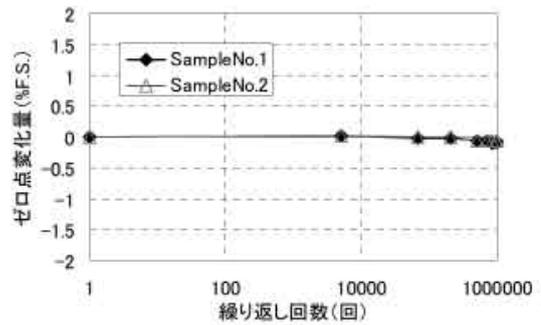


図 11. 圧力サイクル試験結果 (ゼロ点変化量)

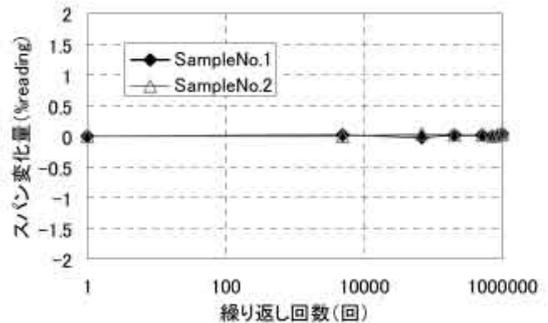


図 12. 圧力サイクル試験結果 (スパン変化量)

図 13, 14 に 200 °C 自己加熱における大気圧サイクル (約 100kPa) 試験におけるゼロ点変化量, スパン変化量の結果を示す。半導体製造プロセス等で真空計が使われる場合、繰り返されて印加される過大圧はチャンバ開放時の大気圧である。本試験の結果では測定レンジの約 1000 倍の過大圧印加 100 万回に対して、ゼロ点・スパン変化量ともに ± 0.5 % 以内に納まっている。

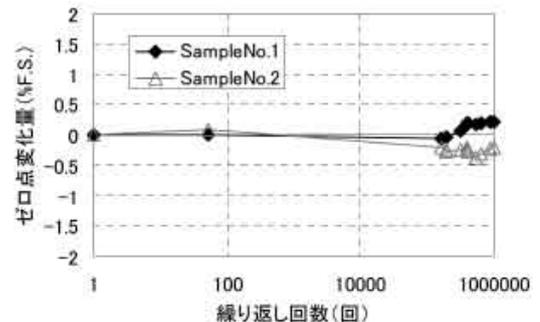


図 13. 大気圧サイクル試験結果 (ゼロ点変化量)

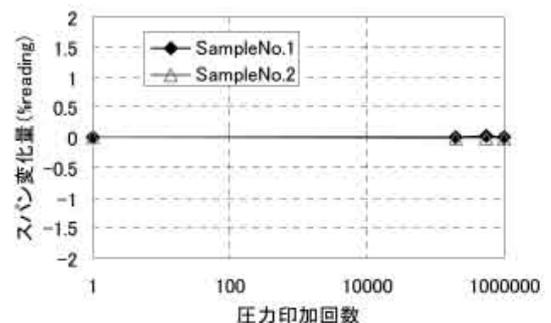


図 14. 大気圧サイクル試験結果 (スパン変化量)

図 15, 16 に 200℃ 自己加熱における過大圧サイクル (300kPa) 試験におけるゼロ点変化量, スパン変化量の結果を示す。印加圧力は 100Pa 以下⇔300kPa で, 各圧力の保持時間を 30 min とし, 250 回繰り返した。ゼロ点・スパン変化量ともに ± 0.5 % 以内に納まっており十分な耐性を持っていることが確認できた。

これらの結果より, サファイア材料の完全弾性特性を活かしたセンサ素子の優れた特性がパッケージされた状態でも実現できていることを示し, 本パッケージ構造の有効性が検証できた。

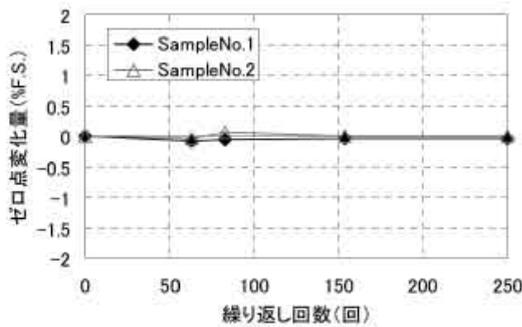


図 15. 300 kPa サイクル試験結果 (ゼロ点変化量)

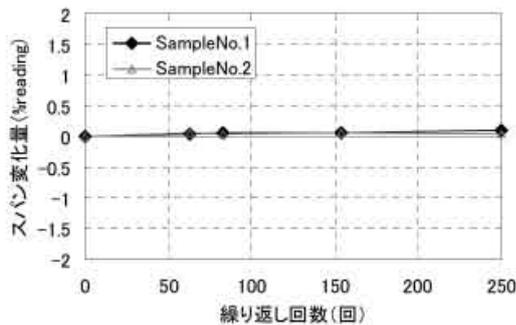


図 16. 300 kPa サイクル試験結果 (スパン変化量)

6. おわりに

サファイア加工技術やパッケージング技術開発を行うことにより, 高耐食性, 高耐熱性, 高再現性, 高精度である主に半導体製造装置分野向けの高温度型隔膜真空計受圧部を実用化することに成功した。

半導体製造装置分野以外においても, 300kPa のすぐれた繰り返し圧力特性を活かし, 医薬品製造機器等に広く採用され始めている。このように医薬, 食品, ファインケミカルといった分野への応用も今後期待される。

現在, 市場ニーズにもとづき, より高い自己加熱温度やより低圧力のレンジ等を開発中である。今後も開発中の機種の実用化を目指すとともに, サファイアの特長を活かした圧力センサ以外の各種センサにも幅広く応用していきたい。

7. 謝辞

サファイア加工技術における基礎的な技術開発においてご協力及びご指導いただいた東海大学の安永教授, 堀澤専任教授, またパッケージにおける基礎的な技術開発においてご協力及びご指導いただいた東海大学の有賀教授, 湘南工科大学の藤津教授 (現: 東京工業大学), Lawrence Berkeley 国立研究所 Tomsia 教授並びに Saiz 博士 (現: Imperial College London) に感謝の意を表す。

<参考文献>

- (1) 木村: MEMS マテリアルの最新技術 監修 江刺正喜, シーエムシー出版, pp.44-51 (2007)
- (2) 吉川, 原田, 市原, 長田, 山口: サファイア高温隔膜真空計の開発, azbil Technical Review (2011), pp.34-41, 株式会社 山武
- (3) 添田: サファイアを用いた高耐食性静電容量式圧力センサ, Savemation Review (2001), Vol.19, No.2, pp.36-43, 株式会社 山武
- (4) 石原, 長田: 高温型サファイア隔膜真空計の開発, 第 23 回センシングフォーラム (2006), pp.130-135
- (5) M. Soeda, T. Kataoka, Y. Ishikura, S. Kimura, Y. Yoshikawa, M. Nagata, Sapphire-Based Capacitive Pressure Sensor for High Temperature and Harsh Environments Application, Proceedings of the IEEE Sensors 2002 Conference, pp.950-953 (2002)
- (6) T. Ishihara, M. Sekine, Y. Ishikura, S. Kimura, H. Harada, M. Nagata and T. Masuda, Sapphire-based Capacitance Diaphragm Gauge For High Temperature Applications, Transducers '05 Digest of Technical Papers volume 1, pp.503-506 (2005)

<著者所属>

| | |
|-------|-----------------|
| 関根 正志 | 技術開発本部 商品開発部 |
| 差波 信雄 | 技術開発本部 商品開発部 |
| 石原 卓也 | 技術開発本部 商品開発部 |
| 谷 武夫 | 技術開発本部 商品開発部 |