



地方独立行政法人

岩手県工業技術センター

IWATE INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE

高温用積層型圧力センサ 素子の試作と評価

技術シーズ創生研究事業 発展ステージ（令和2年度）

担 当：機能材料技術部

○上席専門研究員 遠藤治之

電子情報システム部

専門研究員 二瓶貴之

令和3年7月15日 岩手県工業技術センター 成果発表会

1. 背景

1-1 高温用圧力センサのニーズ

燃焼圧(筒内圧)センサ

シリンダ内圧波形

10%~20%燃費向上

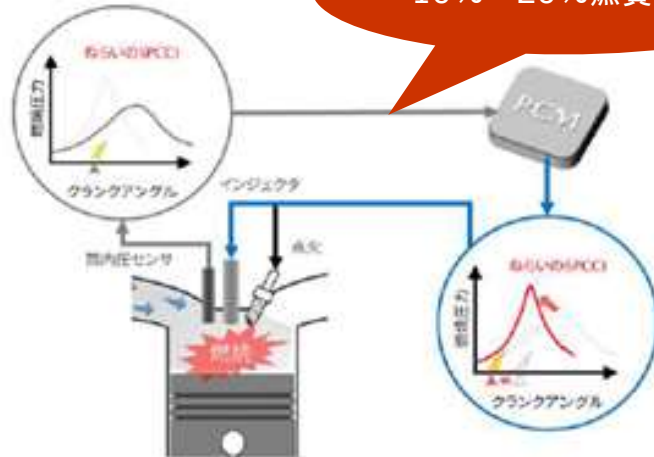


図1 マツダSKYACTIVE-Xの紹介記事より

<https://motor-fan.jp/tech/photo/10010035/20190611174404000000/>

<https://driver-box.yaesu-net.co.jp/new-article/24769/>

- シリンダ内圧をリアルタイムで測定可能な高耐熱高速圧力センサ
- 2019年マツダが世界で初めて火花点火制御圧縮着火(SPCCI)エンジンを実用化
- SPCCI実現のためのキーパーツの一つとして燃焼圧センサが採用

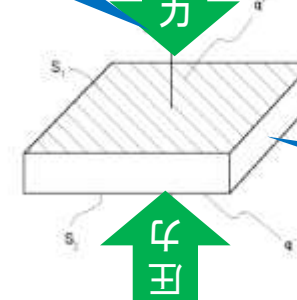
1-2 圧電型圧力センサの動作原理と特長

動作原理

圧力が印加

圧力

表裏の電極に電圧が発生



圧電素子

特許NO. 5256423

図2 圧電素子の動作原理

特長

- ・高速応答(マイクロ秒オーダー)
- ・高耐熱性(～400℃)

1-3 圧電素子材料の比較

表1 主な圧電素子材料

	ZnO (酸化亜鉛)	水晶	ランガサイト ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$)系
圧電定数 d_{33} (pC/N)	10	2	4 ~ 6
長所	高感度	結晶が安定	高抵抗
短所	抵抗率が低い	低感度	組成比が複雑

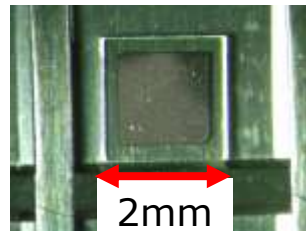


図3 ZnO圧力センサ素子
(特許NO. 5256423)



図4 キスラー社
水晶 (SiO_2)
キスラー社HPより



図5 シチズンファイン
デバイス社
ランガタイト
($\text{La}_3\text{Ta}_{0.5}\text{Ga}_{5.5}\text{SiO}_{14}$)

<https://motor-fan.jp/tech/10010035>

1-4 課題

- ZnO素子抵抗値が高温時(300°C)に低下⇒圧力測定精度を低下。
素子抵抗の高抵抗化が必要となった。

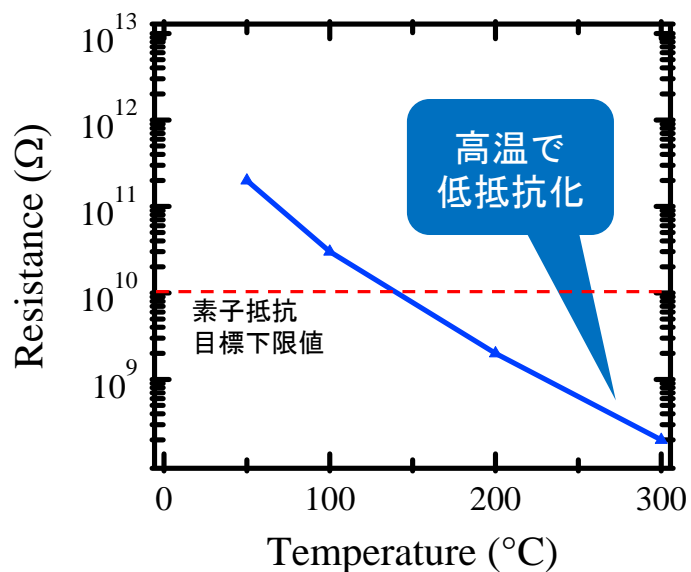


図6 素子抵抗の温度依存性例
(チップサイズ□2.0mm×0.5mm)

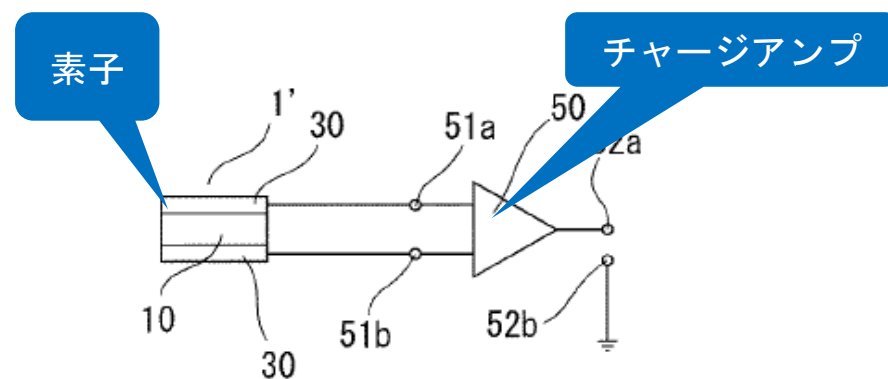


図7 圧電素子と増幅回路

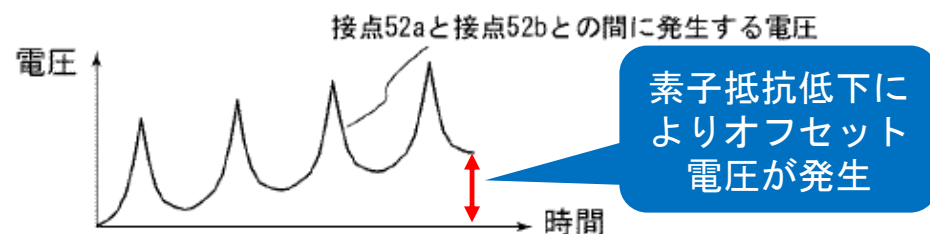


図8 出力電圧のドリフト

1-5 本研究の特長

 $Mg_xZn_{1-x}O$ 薄膜/ ZnO 積層型圧電素子

- 六方晶系 $Mg_xZn_{1-x}O$ は高抵抗体として機能するだけでなく圧電体としても動作。
- Mg と Zn のモル比(x)を変えてワイドバンドギャップ化
 $ZnO(3.37eV) < Mg_xZn_{1-x}O < MgO(7.8 eV)$
⇒高抵抗率と圧電性を両立させる

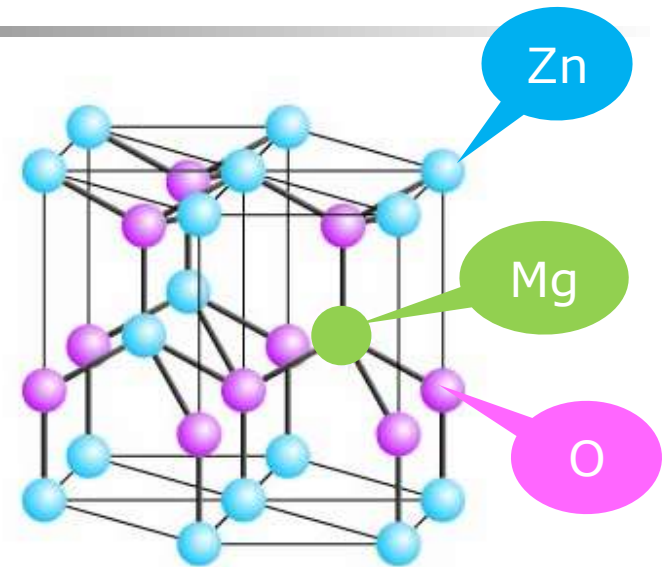
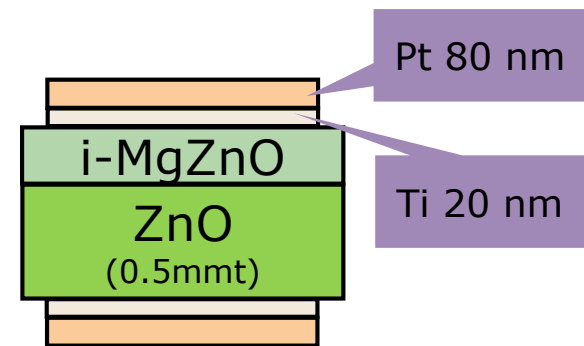
図9 $Mg_xZn_{1-x}O$ の結晶構造

図10 積層素子の断面図

- ZnO 単結晶基板へ高抵抗 $Mg_xZn_{1-x}O$ 薄膜を積層することで高温での抵抗値低下を抑制し、圧電特性を発現させることを目指す。

2. 実験

2-1 分子線エピタキシー法による $Mg_xZn_{1-x}O$ 薄膜の成膜

ユニバーサルシステムズ製 UMB-200

O、Nプラズマソース:SVT社製

RF電力:300 W、ディフレクタDC 200V

O₂流量:1.5 sccm

Zn原料:6N、Mg原料:4N、O₂ガス:6N

MBE成膜条件

Zn Kセル温度:310°C、

Mg Kセル温度:373°C

膜厚:0.5 μm (成膜時間210分間)

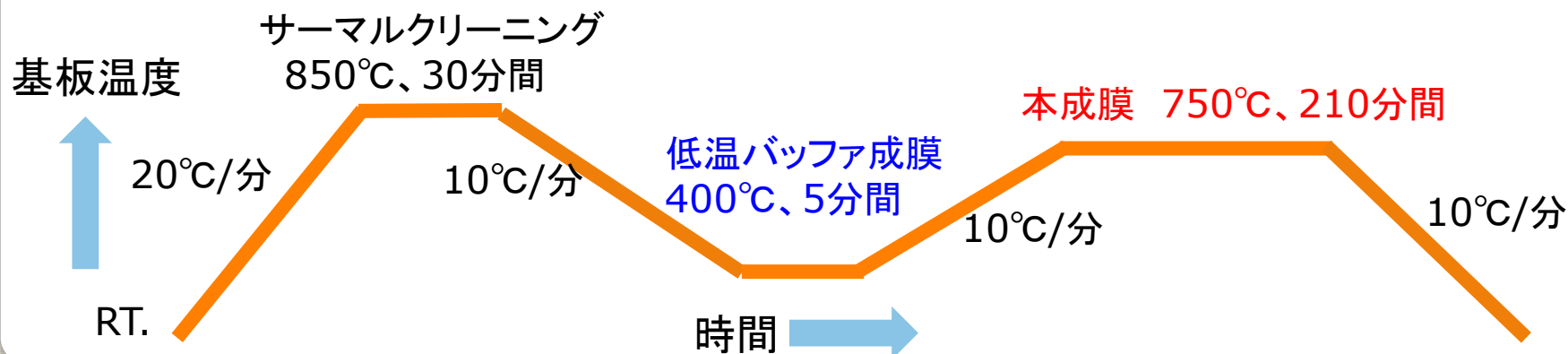
ZnO基板:基板サイズ:10 mm×10 mm×0.532 mm

c-ZnO基板

$\rho=3 \times 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ 、東京電波製



図11 MBE装置の外観



透過・反射率の分光特性

JASCO V-550

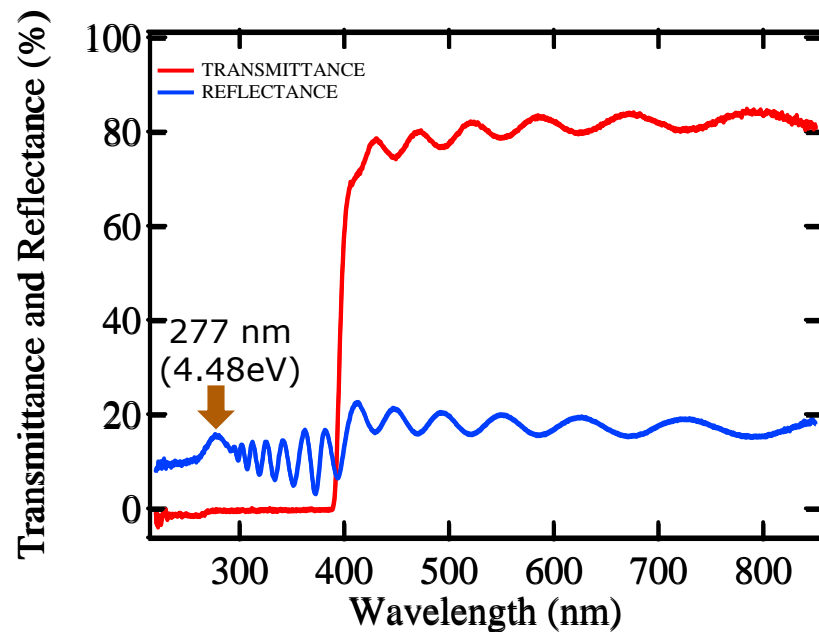


図12 透過反射スペクトル

- 励起子からの反射ピーク $\lambda_{ex} = 277 \text{ nm}$ (4.48 eV)。
- $\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$ $x = 0.55$
 $x = (E_{ex} - 3.304) / 2.145$ 。

Tampo *et al.* Appl. Phys. Lett. **91**, 261907 (2007)

X線光電子分光法(XPS)による組成分析

KRATOS AXIS Nova

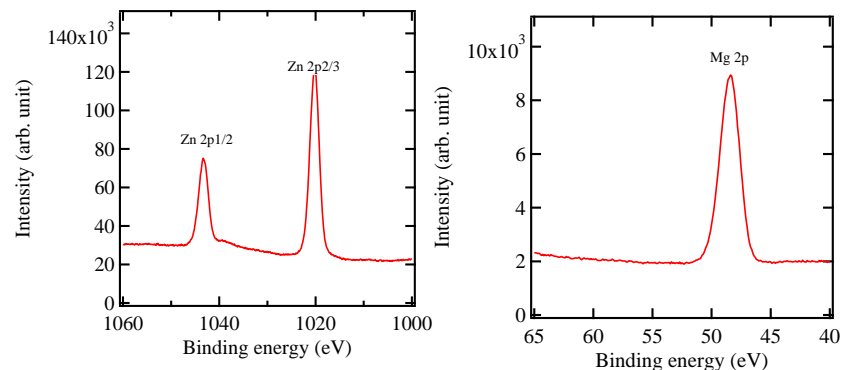


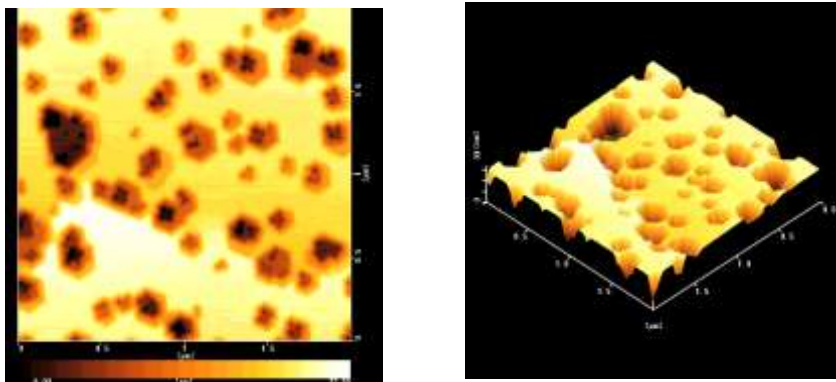
図13 XPSによるナローキャン結果

- 相対感度因子法による半定量
 マトリックス補正無 $\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$ $x = 0.72$
 マトリックス補正有 $\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$ $x = 0.6$ 。

X線光電子分光 日本表面科学会編、丸善出版、p121

原子間力顕微鏡像

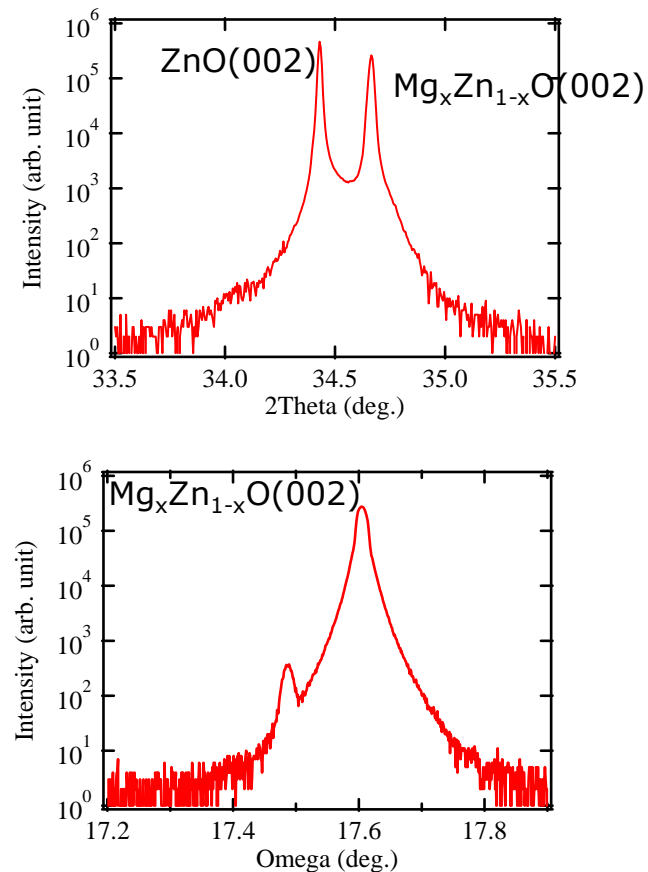
SII SPA-500

図14 MgZnO薄膜のAFM像 (□2 μ mエリア)

- 六角形のピットが観察されるが、二乗平均粗さRms=0.6nmと非常に平坦な膜。
- XRD結果より六方晶であることを確認。XRC測定における $Mg_xZn_{1-x}O(002)$ FWHM=64arcsec、良好な結晶性。

高分解能X線回折

Bruker Discover D8(ACC-2, Crystal 3B)

図15 2 θ / ω 及びロッキングカーブ (XRC) 測定結果

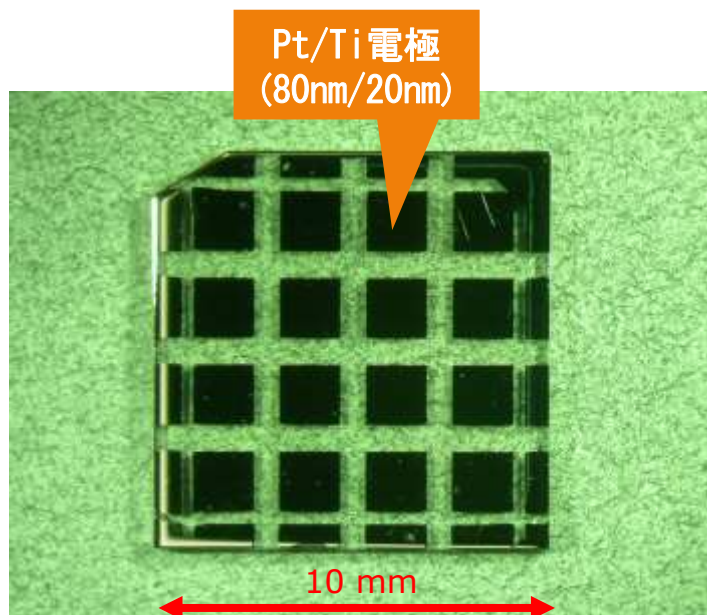
2-2 $\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}/\text{ZnO}$ 圧電素子の作製

図16 電極形成後の基板の外観

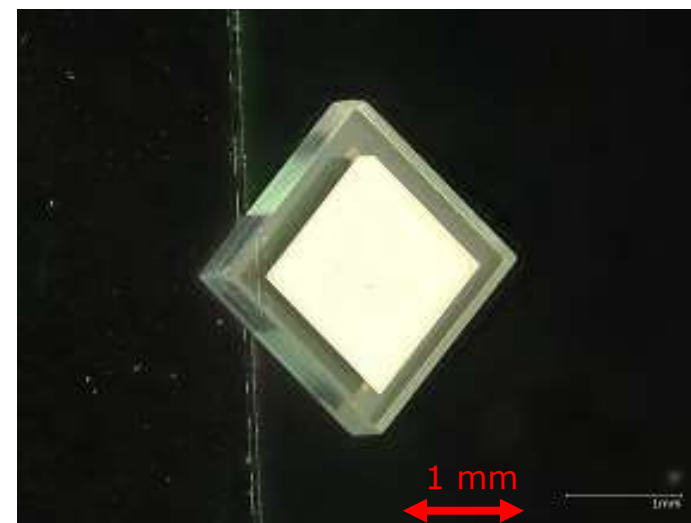


図17 ダイシング後のチップ拡大写真

- フトリソグラフィによりPt/Ti電極を基板両面へリフトオフ法により形成。
- ダイシング時のチップング抑制のためガラス基板を接着してダイシング。

3. 実験結果と特性評価

3-1 素子抵抗・圧電特性評価装置

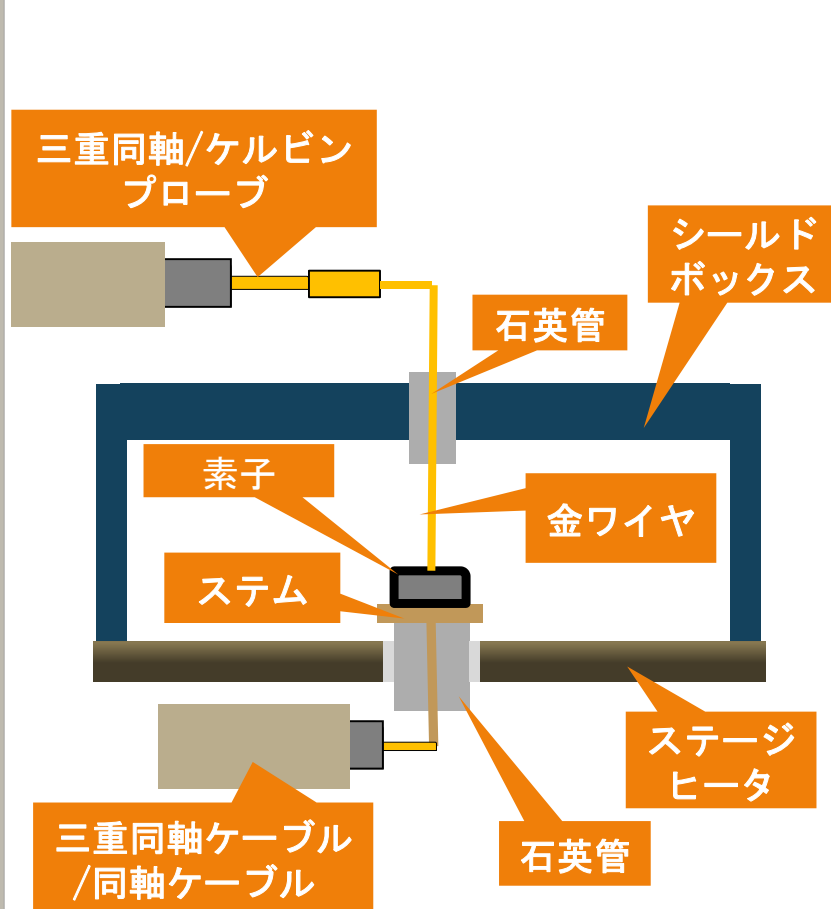


図18 高温特性評価治具の概念図

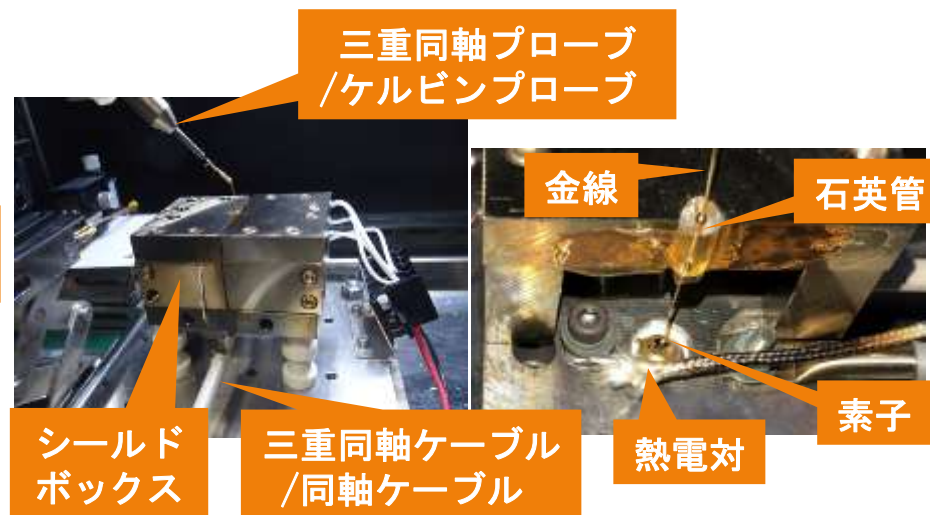


図19 作製した高温特性評価用治具の外観



図20 抵抗測定用半導体
特性評価システム



図21 共振反共振特性測定用
インピーダンスアナライザ

3-2 素子抵抗値の温度特性

測定治具の絶縁抵抗

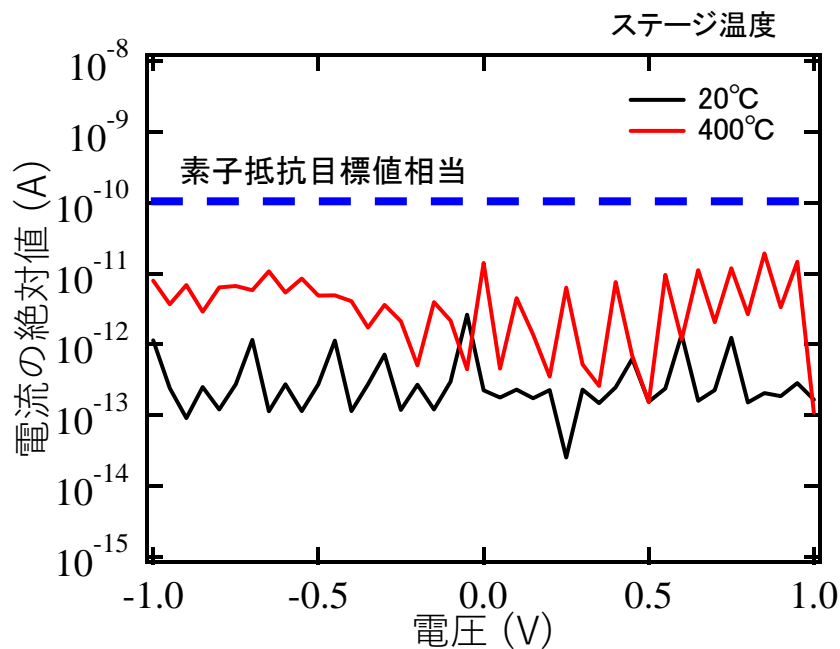


図22 測定治具絶縁特性の温度依存性

・合成石英製絶縁管や耐熱性三重同軸ケーブルを使用することで、400°Cにおいても $10^{11}\Omega$ 台の絶縁抵抗を示す。

素子抵抗の温度特性測定結果

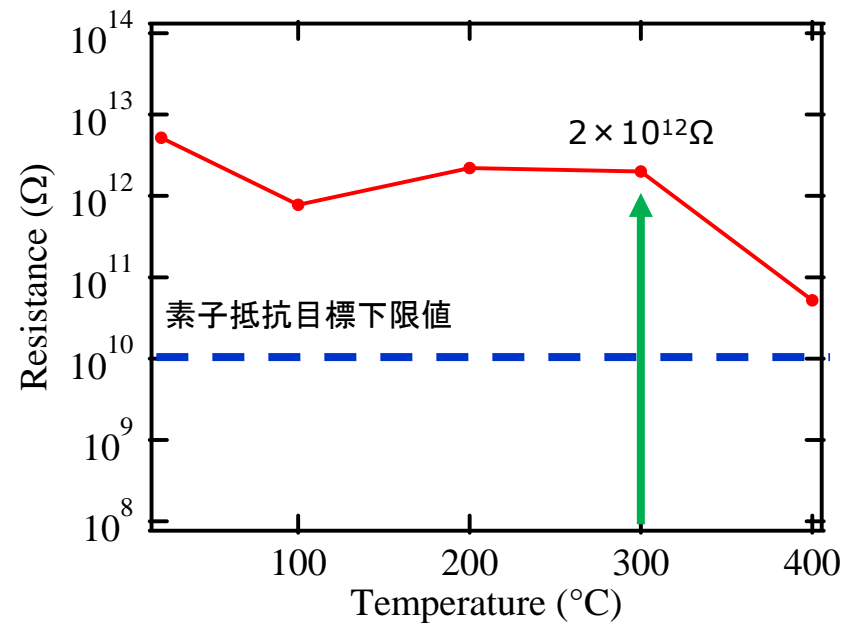


図23 MBE成膜素子の抵抗温度依存性

・素子抵抗値は目標とする $10^{10}\Omega$ 以上@300°Cをクリア。

4. まとめ

- $\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$ 薄膜の積層により素子抵抗の高抵抗化が可能であることを実証した。
- 共振反共振法により高温での圧電素子動作を確認した。

5. 今後の予定

- 圧力印加による圧力センサ動作の確認。
- 固体素子材料国際会議 2021 International Conference on SOLID STATE DEVICES AND MATERIALS (ssdm 2021)採択発表2021年9月7日（オンライン）。