

表面弾性波フィルターを用いた面接触形  
氷温域温度センサに関する研究

平成14年9月

山本英樹

# 学位論文の概要及び要旨

0 °C 以下で物が凍るまでの温度を利用した氷温技術において、貯蔵および加工対象となる試料の種類は、果物など温度変動が少ない固体、果汁などの液体、花卉や生体膜など膜状の試料など多岐にわたっている。これらの試料は、材質や形状などにより冷却速度や温度分布などが異なっている。このため、氷温技術において、保存、加工対象物の平均温度測定および温度管理は重要な要素の一つであり、試料の特性に合った温度センサの使用が求められている。

これまで氷温域の温度センサとして、熱電対やサーミスタなど一般的な温度センサが用いられてきた。しかし、これらの温度センサは、比較的狭い面積を測定する点測定形の温度センサであり、試料の平均温度や温度分布を測定する場合は複数の温度センサが必要となり、温度測定システムの構築が困難になる。試料の平均温度を数少ない温度センサで簡単、正確に測定するためには、広い面積の平均温度を測定する面接触形温度センサが必要となる。

本研究は、表面弾性波 (Surface Acoustic Wave : SAW) フィルターの構造を利用した氷温域の面接触形温度センサの提案および基礎特性の検証を行うことを目的として行った。まず、SAW を励起、伝搬、検出する圧電体 2 層構造基板の検討を行い、次に、電気信号を SAW に変換するための電極 (Inter-Digital Transducer : IDT) を作製するための微細加工技術について検討し、IDT 作製に関わる装置を提案した。さらに、圧電体 2 層構造基板の SAW フィルター構造の周波数特性および温度特性を測定し、氷温域の温度センサとしての基礎特性の検証を行った。

第 1 章は、序論であり研究の背景、目的および推進方法について述べた。

第 2 章では、SAW フィルター構造の温度センサの高周波化と低損失化を行うための圧電体 2 層構造の圧電性基板として、圧電性結晶のニオブ酸リチウム ( $\text{LiNbO}_3$ ) 単結晶基板上に、圧電性の酸化亜鉛 ( $\text{ZnO}$ ) 薄膜を堆積させた  $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  基板を検討し、RF スパッタリング装置を用いて  $c$  軸配向の  $\text{ZnO}$  薄膜を得るため、 $\text{LiNbO}_3$  基板の結晶方位、スパッタ中の基板温度および雰囲気ガス中の酸素分圧比などの条件について検討した。

第 3 章では、圧電体 2 層構造基板の上に Al 蒸着膜とフォトリソグラフィ技術を用いて IDT を作成し、SAW フィルターを構成するための基礎技術について検討し、レーザービーム描画装置の問題点を解決した線幅可変レーザービーム描画装置の提案、試作を行った。また、水晶振動子法の問題点を解決した温度補正を用いた水晶振動子実時間膜厚モニタ装置を用いて蒸着膜の膜厚制御を行った。

第 4 章では、圧電体 2 層構造基板の上に作製した SAW フィルターの周波数特性の測定を測定した。この結果、 $z$ -cut  $\text{LiNbO}_3$  結晶上に  $\text{ZnO}$  薄膜を堆積させ、ポストアニール処理で配向性を

向上させることにより, SAW の伝搬速度が高速になり, 伝搬損失の値が向上することがわかり, SAW フィルターの高周波化と低損失化が可能であることを確認した.

第 5 章では, SAW フィルター構造の面接触型温度センサの中心周波数の温度依存性を測定し, 氷温域の温度センサとして基礎特性を検討した. この結果, IDT 間距離 1.1 mm 幅 14 mm の伝搬面積を持つ SAW フィルターの通過帯域の中心の周波数は, 氷温域を含む  $-20^{\circ}\text{C}$  から  $+20^{\circ}\text{C}$  までの温度に対し直線的に変化することがわかり, 最大測定誤差  $0.8^{\circ}\text{C}$  の面接触形氷温域温度センサとして利用できることが確認できた.

第 6 章は, 結論であり, 本研究の成果を総括した.

# 目次

第1章 序論	1
1.1 氷温技術の研究動向	1
1.2 氷温域の温度測定に関する問題点	3
1.3 面測定形温度センサの種類と問題点	4
1.4 表面弾性波フィルターの構造と特徴	8
1.5 表面弾性波フィルター面接触形温度センサの問題点	10
1.6 本研究論文の目的と構成	12
参考文献	14
第2章 ZnO/LiNbO <sub>3</sub> 圧電体基板の作製	17
2.1 緒言	17
2.2 LiNbO <sub>3</sub> 基板方位の決定	18
2.2.1 はじめに	18
2.2.2 実験方法	18
2.2.3 結果と検討	20
2.2.4 まとめ	23
2.3 ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> の成膜条件	25
2.3.1 はじめに	25
2.3.2 実験方法	25
2.3.3 結果と検討	26
2.3.4 まとめ	29
2.4 <i>c</i> 軸配向 ZnO 薄膜の膜厚依存性	30
2.4.1 はじめに	30
2.4.2 実験方法	30
2.4.3 結果と検討	31
2.4.4 まとめ	35
2.5 結言	37

参考文献	37
<b>第3章 IDT (Inter-Digital Transducer) の作製</b>	<b>39</b>
3.1 緒言	39
3.2 フトリゾグラフィー技術による IDT の作製	40
3.2.1 はじめに	40
3.2.2 実験方法	40
3.2.3 結果と検討	42
3.2.4 まとめ	43
3.3 線幅可変レーザービーム描画装置	43
3.3.1 はじめに	43
3.3.2 装置の構成	44
3.3.3 実験方法	47
3.3.4 結果および検討	48
3.3.5 まとめ	50
3.4 水晶振動子実時間膜厚モニタ装置	51
3.4.1 はじめに	51
3.4.2 水晶振動子の温度補正方法	51
3.4.3 装置の構成および実験方法	53
3.4.4 結果および検討	55
3.4.5 まとめ	56
3.5 結言	56
参考文献	57
<b>第4章 SAW フィルターの電気的特性の測定</b>	<b>59</b>
4.1 緒言	59
4.2 IDT/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの周波数特性	59
4.2.1 はじめに	59
4.2.2 デルタ関数モデル	59
4.2.3 実験方法	62
4.2.4 結果と検討	62
4.2.5 まとめ	64
4.3 IDT/ZnO/LiNbO <sub>3</sub> 構造 SAW フィルター周波数特性	66

4.3.1	はじめに . . . . .	66
4.3.2	実験方法 . . . . .	66
4.3.3	結果と検討 . . . . .	66
4.3.4	まとめ . . . . .	73
4.4	結言 . . . . .	73
	参考文献 . . . . .	74
<b>第5章 SAW フィルターの温度特性</b>		
	(氷温域温度センサへの応用)	<b>75</b>
5.1	緒言 . . . . .	75
5.2	SAW フィルター構造による温度測定方法 . . . . .	75
5.2.1	はじめに . . . . .	75
5.2.2	SAW フィルター中心周波数の温度変化 . . . . .	76
5.2.3	デルタ関数モデルによる SAW フィルターの温度依存性 . . . . .	77
5.2.4	まとめ . . . . .	80
5.3	IDT/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの温度特性 . . . . .	80
5.3.1	はじめに . . . . .	80
5.3.2	実験方法 . . . . .	80
5.3.3	結果と検討 . . . . .	81
5.3.4	まとめ . . . . .	83
5.4	IDT/ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの温度特性 . . . . .	84
5.4.1	はじめに . . . . .	84
5.4.2	実験方法 . . . . .	84
5.4.3	結果と検討 . . . . .	85
5.4.4	まとめ . . . . .	92
5.5	結言 . . . . .	93
	参考文献 . . . . .	94
<b>第6章 結論</b>		<b>95</b>
謝辞		98
研究業績		99



# 目次

1.1	冷却にともなう品温の変化 <sup>(2)</sup> . . . . .	2
1.2	氷温技術の分類 . . . . .	3
1.3	面測定形温度センサ . . . . .	5
1.4	表面弾性波フィルターの構造と周波数特性 . . . . .	9
2.1	RF スパッタリング装置の構成図 . . . . .	19
2.2	各基板上に成膜した ZnO 薄膜の電子顕微鏡写真 . . . . .	21
2.3	ガラスおよび <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 基板上に成膜した ZnO 薄膜断面の電子顕微鏡写真 . . . . .	22
2.4	<i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 基板上に成膜した ZnO 薄膜の AFM 像 . . . . .	22
2.5	各基板上に成膜した ZnO 薄膜の XRD パターン . . . . .	24
2.6	<i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 基板上に成膜した ZnO 薄膜の O <sub>2</sub> ガス比依存性 . . . . .	27
2.7	<i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 基板上に成膜した ZnO 薄膜の基板温度依存性 . . . . .	28
2.8	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> の基板温度および O <sub>2</sub> ガス比依存性 . . . . .	29
2.9	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> の AFM 像 (基板温度 室温, 成膜時間 40 分) . . . . .	32
2.10	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> の AFM 像 (基板温度 室温, 成膜時間 60 分) . . . . .	32
2.11	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> の AFM 像 (基板温度 室温, 成膜時間 80 分) . . . . .	32
2.12	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 断面の AFM 像 (基板温度 室温, 成膜時間 60 分) . . . . .	33
2.13	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> (基板温度 室温, 成膜時間 60 分) の XRD パターン . . . . .	33
2.14	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> の膜厚依存性 . . . . .	34
2.15	ZnO(002) の回折強度および半値幅の膜厚依存性 . . . . .	34
2.16	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> のポストアニール処理温度依存性 . . . . .	36
3.1	縮小露光系 . . . . .	41
3.2	フォトマスクの設計パターン . . . . .	41
3.3	IDT マスクパターン . . . . .	43
3.4	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 基板上に作製した IDT パターン . . . . .	43
3.5	レーザービーム描画装置の構成 . . . . .	45

3.6	IDT パターン描画方法	47
3.7	線像の描画結果	49
3.8	二次元パターン描画結果	49
3.9	フォトマスク作製結果	50
3.10	水晶振動子の周波数温度変化特性 (基準温度 60 °C)	54
3.11	蒸着装置内の水晶振動子周波数温度変化特性	54
3.12	蒸着装置内の水晶振動子の温度変化	54
3.13	近似による誤差	54
3.14	水晶振動子実時間膜厚モニタ装置の構成	55
3.15	Ti 薄膜の膜厚制御結果	56
4.1	デルタ関数モデルにおける SAW フィルターの構造	63
4.2	IDT/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性計算結果	65
4.3	IDT/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性測定結果	65
4.4	IDT/ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> の SAW フィルター	67
4.5	IDT/ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性測定結果	68
4.6	IDT/ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性測定結果 ( $f = 24.5$ MHz 近傍)	69
4.7	IDT/ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性測定結果 (ポストアニール処理後)	71
4.8	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 断面の AFM 像 (基板温度 室温, 成膜時間 60 分)	72
4.9	ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> (基板温度 室温, 成膜時間 60 分) の XRD パターン	72
5.1	IDT/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルター温度特性の計算結果	78
5.2	基板温度と中心周波数の変化量の関係	79
5.3	IDT/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの広帯域周波数特性の温度依存性	82
5.4	IDT/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの狭帯域周波数特性の温度依存性	82
5.5	IDT/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの中心周波数温度依存性	83
5.6	IDT/ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの周波数温度依存性	86
5.7	IDT/ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの中心周波数の温度依存性	87
5.8	ポストアニール処理後の IDT/ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの周波数温度依存性 (20 MHz ~ 30 MHz)	89

5.9	ポストアニール処理後の IDT/ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの周波数温度依存性 (40 MHz ~ 50 MHz) . . . . .	89
5.10	ポストアニール処理後の IDT/ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 構造 SAW フィルターのピーク周波数の温度依存性 . . . . .	90

# 表目次

2.1	成膜条件 . . . . .	19
2.2	各基板の ZnO(002) の回折強度, 回折角および半値幅 . . . . .	24
2.3	ZnO/z-cut LiNbO <sub>3</sub> 成膜条件 . . . . .	25
2.4	各ガス比における ZnO(002) の回折強度, 回折角および半値幅 . . . . .	27
2.5	各基板温度における ZnO(002) の回折強度, 回折角および半値幅 . . . . .	28
2.6	膜厚を変化させた ZnO/z-cut LiNbO <sub>3</sub> 成膜条件 . . . . .	30
2.7	ポストアニール処理温度依存性 ( ZnO(002) の回折強度, 回折角および半値幅) . . . . .	36
3.1	IDT パターンの設計値 . . . . .	41
3.2	試作したレーザービーム描画装置の性能 . . . . .	45
3.3	実験値より求めた諸定数 . . . . .	54
4.1	z-cut LiNbO <sub>3</sub> 基板上 IDT パターンの測定値 . . . . .	63
5.1	IDT/z-cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの値 . . . . .	77
5.2	IDT/z-cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルター温度特性の計算値 . . . . .	78
5.3	IDT/ZnO/z-cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの温度特性 . . . . .	87
5.4	ポストアニール処理後の IDT/ZnO/z-cut LiNbO <sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの温度特性 . . . . .	90



# 第1章 序論

## 1.1 氷温技術の研究動向

一般に、生の食品や生体膜などの生体の貯蔵中には、物理的変化、化学的変化、微生物による変化などによる品質低下が知られており、それらの変化を遅らせるため、低温貯蔵法が広く用いられている。特に、化学的変化や微生物による変化は、温度が大きな要因となっており、より低温で保存することが望ましい。しかし、 $0^{\circ}\text{C}$  以上（プラス温度）の冷蔵貯蔵では温度が比較的高いため、細胞の活動が活発になり貯蔵期間が短期間に限られてしまう。また、一般的な冷凍貯蔵（ $-18^{\circ}\text{C}$  以下）では、細胞が凍結するため、細胞の損傷が起こる。さらに、喫食や使用の際に解凍が必要なことなど問題が多い<sup>(1)</sup>。

これに対し、山根氏ら<sup>(2)</sup>は、保存対象物を  $0^{\circ}\text{C}$  以下で凍結する温度（氷結点）の直前の温度すなわち氷温で保存する氷温貯蔵を提案した。一般に、食品などを冷却していくと、その品温の冷却曲線は、図 1.1<sup>(2)</sup> のようになる。品温は、ある温度まで降下していくが、破壊点の温度に達すると、潜熱を放出し氷結点まで上昇し、その後凍結を始める。 $0^{\circ}\text{C}$  以下で氷結点までの温度を氷温域（狭義の氷温）とよび、 $0^{\circ}\text{C}$  以下破壊点までの温度を超氷温域（広義の氷温）と呼ぶ。通常、図 1.1 の反応は急速に進行するため、超氷温領域を得ることは困難であるが、反応速度の調節や精密な温度測定などにより、氷結点以下でも未凍結の状態を得ることができる。この氷温貯蔵では、冷蔵より低温であるので細胞の活動が抑えられ、また冷凍とは異なり、細胞が凍結しない温度であるため細胞破壊が起こりづらくなり、細胞が生きた状態で長期間の貯蔵が可能となる。そこで、氷温が最も良い貯蔵温度帯とされ、食品や生体などの貯蔵への利用が拡大している<sup>(1)(2)</sup>。

氷温貯蔵技術は、氷温貯蔵、ICF (Ice Coating Film) 貯蔵、氷温 CA (Controlled Atmosphere) 貯蔵、超氷温貯蔵に分類される。氷温貯蔵は、細胞の氷結点より僅かに高い温度すなわち狭義の氷温域で貯蔵する方法であり、冷蔵（ $+5^{\circ}\text{C}$ ）と比較して 2 ～ 3 倍の期間の貯蔵が可能である。ICF 貯蔵は、乾燥による萎凋、低温障害、部分凍結などの防止し、長期間の貯蔵を行う方法である。野菜などを氷結点より少し低い温度帯に冷却した後、あらかじめ  $0^{\circ}\text{C}$  近くまで冷却した水を噴霧して表面を平均 5 mm 程度の厚さの水で覆う前処理をし、その後、野菜などを氷温領域で貯蔵する方法である。氷温 CA 貯蔵は、野菜や果物の呼吸を抑制し貯蔵物の消耗を防ぐ方法と氷温貯蔵を併用した貯蔵法である。果物または野菜を予冷した後、ガス不透過性の袋に入

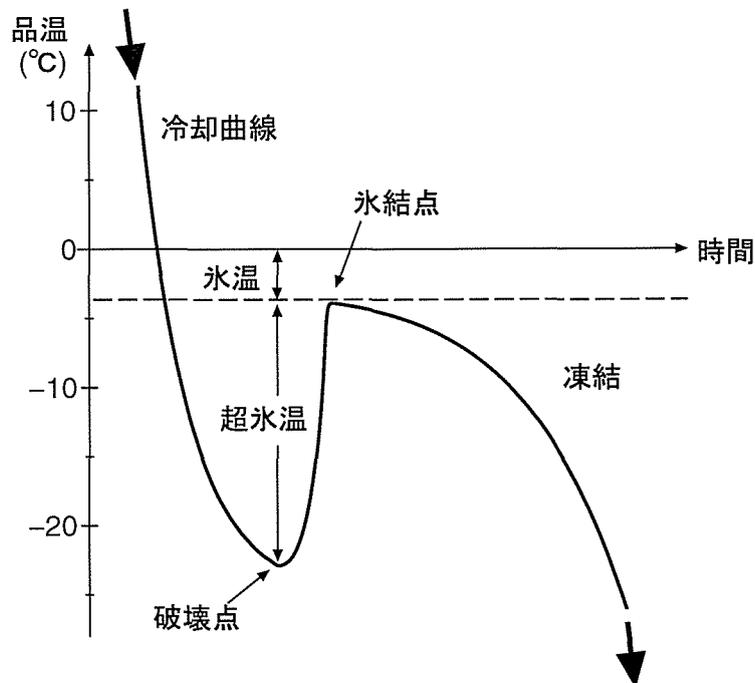


図 1.1: 冷却にともなう品温の変化<sup>(2)</sup>

れ, 炭酸ガス 2 ~ 20 % と酸素 1 ~ 30 % の組成気体を封入し, 氷温領域で貯蔵する. この方法は, 軟化や追熱の早い果物や野菜に最適な貯蔵法である. 超氷温貯蔵は, 図 1.1 の過冷却状態を利用し, 氷結点より低温でかつ細胞が凍結しない温度 (広義の氷温) で貯蔵する方法であり, 狭義の氷温領域を用いる氷温貯蔵より低温で貯蔵できることから, 長期間の保存が可能となる技術として期待され研究が進められている<sup>(1)</sup>.

さらに, 氷温加工技術すなわち氷温域を利用した食品などの加工技術として, 氷温熟成, 氷温発酵, 氷温乾燥処理, 氷温濃縮加工などがある. 氷温熟成は, 0 °C 以下の氷温域で保存し, 細菌の発生や腐敗を抑制しながら熟成 (自己消化) させ旨味を向上させる技術であり, 魚などの生鮮食品の加工などに利用されている<sup>(3)~(5)</sup>. 氷温発酵は, 0 °C 以下の氷温域で鮮度を保持したまま, 酵母や乳酸菌の発酵を進め, 旨味を向上させる技術である. また, 氷温乾燥は, 生体乾燥を主目的とした技術であり, この 0 °C 以下の氷温域で乾燥処理を行うことにより, 甘み, 旨みを呈する糖類, アミノ酸類の含量の増加といった化学成分の変化による味覚の向上効果が確認されている<sup>(6)</sup>. 氷温濃縮加工は, 食品を未凍結状態のまま, 生細胞を死滅させないで濃縮を行う処理であり, 果実などの成分を保持したまま果汁などを濃縮するのに適した技術である<sup>(7)</sup>. 以上氷温技術についてまとめたものを図 1.2 に示す.

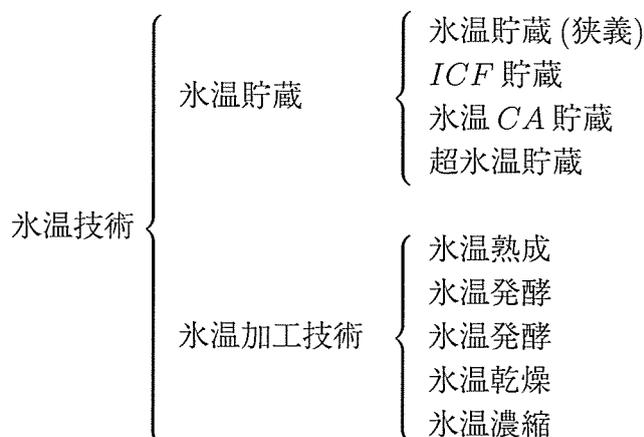


図 1.2: 氷温技術の分類

## 1.2 氷温域の温度測定に関する問題点

これらの氷温技術において貯蔵および加工対象となる試料の種類は、果物、肉、鮮魚、野菜など比較的体積が大きく温度変動が少ない固体<sup>(3)~(5)</sup>、果汁などの液体<sup>(7)</sup>、花卉や生体膜など厚さに対し面積が非常に広く温度変化が激しい膜状の試料<sup>(8)</sup>など多岐にわたっている。これらの試料は、種類や収穫された時期により試料内部の化学物質の濃度が異なり、破壊点や氷結点の温度が変化する。また、試料の材質や形状などにより冷却速度や温度分布などが異なっている。このため、氷温技術において、保存、加工対象物の平均温度測定および温度管理は重要な要素の一つであり、試料の特性に合った温度センサの使用が求められている。

現在、氷温技術において主に用いられている温度領域(狭義の氷温域)は、貯蔵、加工対象となる試料により異なるが、およそ  $-5^{\circ}\text{C}$  から  $0^{\circ}\text{C}$  である。これに、現在研究されている超氷温域(広義の氷温域)および常温からの冷却を含めると、温度センサにより温度測定が必要とされる温度領域は、およそ  $-20^{\circ}\text{C}$  から  $+20^{\circ}\text{C}$  となる。これらの氷温域において試料温度をできるだけ低い温度に保つためには、温度測定の精度は、 $0.5^{\circ}\text{C}$  程度が要求される。また、超氷温域が得られる図 1.1 の反応は急速に進むため、超氷温域の温度を測定する温度センサは、熱容量が小さく、応答速度が速いことが求められる。さらに、氷温貯蔵技術において試料の貯蔵期間は数日から数ヶ月以上であり、長期間にわたり安定した測定が可能な信頼性が要求される。

これらの温度センサが設置される氷温庫内は、 $0^{\circ}\text{C}$  以下であり、試料およびセンサ表面への水分の結露、凍結が考えられる。また、氷温技術では、試料の氷結点を下げるため、氷点降下剤としてアルコール、食塩、糖、ソルビノールなど化学薬品を添加する場合もある。したがって、氷温域の温度センサでは、これらの物理的変化や化学薬品に対し安定した温度測定が出来る必要がある。また、温度センサは試料への接触や試料内部への挿入が繰り返し行われるため、温度センサ

表面への摩擦や応力に対し信頼性が求められる。

これまで上記の条件を満足する温度センサとして、熱電対やサーミスタなど一般的な温度センサが用いられてきた。これらの温度センサは、比較的狭い面積を測定する点測定形の温度センサ（点接触形温度センサ）である。このため、試料の平均温度や温度分布を測定する場合は複数の温度センサが必要となり、温度測定システムの構築が困難になる<sup>(9)</sup>。

特に、花卉や生体膜など膜状の試料では、強度が弱いため、点接触形温度センサの取り付けが困難であった。また、これらの膜状の試料は急速に温度が変化しやすく、試料内に温度のばらつきが生じる傾向が強い。これらの平均温度の測定には、多数の点接触形温度センサが必要で、温度測定システムが複雑になるなどの問題があり、膜状の試料の平均温度の測定は困難であった。試料の平均温度を数少ない温度センサで簡単、正確に測定するためには、広い面積の平均温度を測定する面測定形温度センサが必要となる。

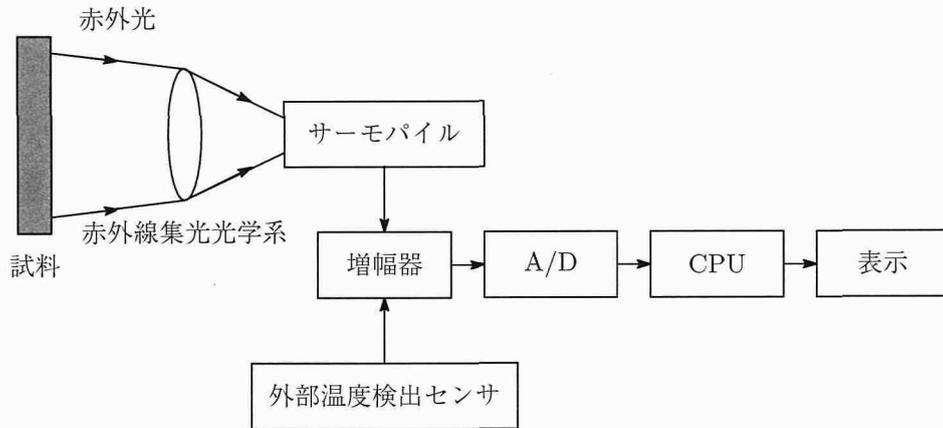
以下に氷温域における面測定形温度センサに要求される機能をまとめる。

1. 温度測定領域が  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  から  $+20\text{ }^{\circ}\text{C}$  以上であること。
2. 温度測定の誤差の値が、 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  以下であること。
3. 熱容量が小さく、応答速度が速いこと。
4. 長期間にわたり安定した測定が可能であること。
5. センサ表面への結露など物理的変化に対し安定していること。
6. 氷点降下剤として使用される化学薬品に対し耐薬品性があること。
7. 試料の接触や摩擦などに対し、高い信頼性が得られること。
8. 単純なシステムで試料と同程度の面積の平均温度が測定可能であること。

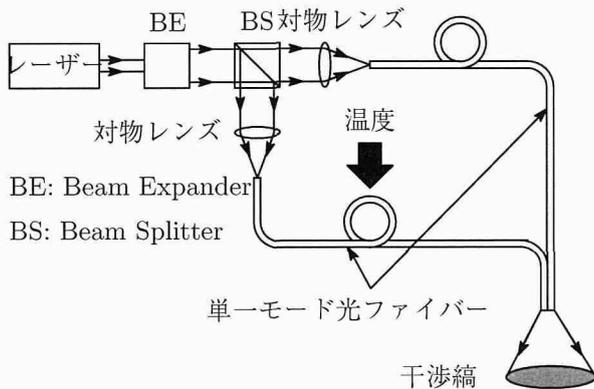
### 1.3 面測定形温度センサの種類と問題点

面測定形温度センサには、対象試料に非接触で試料表面の平均温度を測定する非接触形温度センサと広い面積で試料に接することのできる面接触形温度センサなどがある。

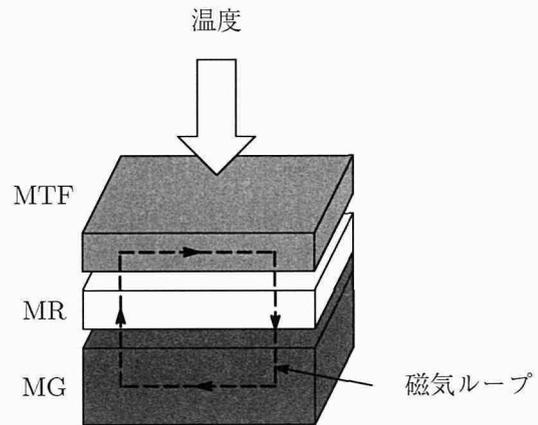
非接触形温度センサには、対象物質から放射される赤外線を光学的に集光し、赤外線の量をサーモパイルにより電気信号に変換することによって、物体の表面温度を測定する放射温度計がある。図 1.3 (a) に放射温度計の構成例を示す。このタイプの温度センサは、試料への取付けが不要であり、試料に影響を及ぼさない点で優れているが、正確な測定のためには試料表面の赤外線放射率の補正が前提とされる。また、水蒸気が多い環境中では水蒸気の温度も同時に測定するため誤差の要因となる。さらに、一般的なガラスは放射温度計が利用する赤外線を透過しないため、氷温庫外からの温度測定には、赤外線を透過させるための窓や光ファイバーなどの設置が必



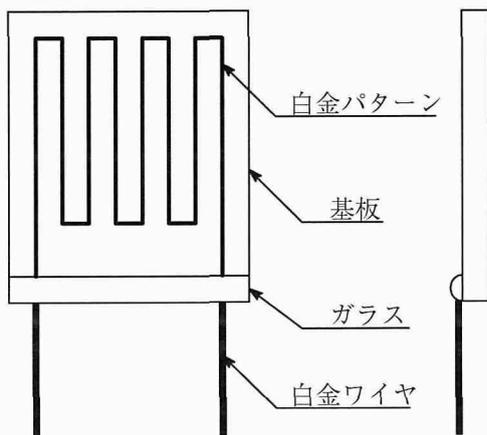
(a) 非接触形温度センサ (放射温度計) の構成例



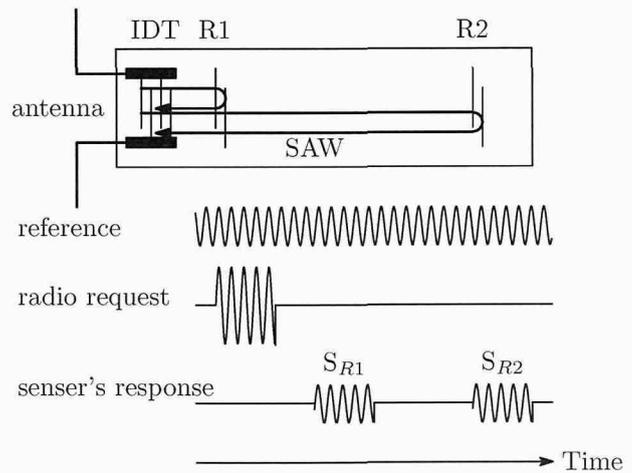
(b) 光ファイバー温度センサの構成例<sup>(10)</sup>



(c) 感温フェライト温度センサの構成例<sup>(11)</sup>



(d) 金属薄膜温度センサの構成例<sup>(12)</sup>



(e) SAW 温度センサの構成例<sup>(13)</sup>

図 1.3: 面測定形温度センサ

要である。また、氷温庫内での測定では、赤外線を集光する光学系に結露が生じやすく、その対策が必要である。

次に、面接触形の温度センサとしては、光ファイバーの熱膨張、収縮による光路長の変化を利用した光ファイバー温度センサ<sup>(10)</sup>、磁性材料の磁気特性の温度依存性を利用した薄膜感温フェライト温度センサ<sup>(11)</sup>、金属の抵抗率の温度依存性を利用した金属薄膜温度センサ<sup>(10)(12)</sup>、表面弾性波 ( Surface Acoustic Wave : SAW ) の伝搬速度の温度依存性を利用した表面弾性波温度センサ<sup>(13)</sup> などがある。

光ファイバー温度センサは、単一モードの光ファイバー 2 本を温度測定用、参照用として干渉計の光路に組み込んだ変形マッハ – ツェンダー干渉計であり、温度測定用の光ファイバーに温度を加えると光路長が変化し、ヤング干渉縞が移動することを用いている。図 1.3 (b) に光ファイバー温度センサの構成例を示す。この温度センサは非常に温度分解能が高く、応答特性が優れているが、参照用光ファイバーを必要とすることから、その温度保持に対策が必要である。また、干渉光学系は一般に振動に弱く、定期的な光軸調整が必要となることが多いので、長期間の測定には向いていない。

薄膜感温フェライト温度センサは、酸化鉄 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )、酸化マンガン ( $\text{MnO}$ )、酸化亜鉛 ( $\text{ZnO}$ ) などの金属酸化物を混合、焼成したバルク状感温フェライトを RF (Radio Frequency) スパッタした後、アニール処理を施して感温性磁性薄膜の磁気特性の温度依存性を利用した温度センサである。図 1.3 (c) に感温フェライト温度センサの構成例を示す。その構成は、感温性磁性薄膜 (Magnetic Thin Film : MTF) の下に磁気抵抗素子 MR と永久磁石 MG を配置し、MTF – MR – MG – MR – MTF の磁気ループを構成したものであり、代謝物の酵素反応による温度上昇を検出するセンサとして提案されている<sup>(11)</sup>。ここで、MTF の温度が変化すると磁気特性が変わる。この変化は磁気ループ内の磁束を変化させるため、温度変化は MR の抵抗値の変化として読み出すことができる。この温度センサは、主に代謝物の酵素反応による発熱を検出するためのセンサとして研究されているため、 $10^{-1} \sim 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}$  オーダーの温度変化を測定可能であり、高感度の温度測定が可能である。また、MTF 上で酵素反応を起こすことを考慮されているため、液中での測定や化学反応に対する基板の耐性も考慮されている。さらに、試料との接触面積を決定する MTF の面積は RF スパッタリング法を用いていることから比較的任意に設定することができる。しかし、MTF の下に MR および MG を配置し磁気ループを構成する必要があるため、薄型化、軽量化が困難である。このため、温度センサの熱容量が比較的大きく、応答速度が遅いなどの問題点がある。

金属薄膜温度センサは、基板上に連続体の細かい高純度の金属パターンを形成し、その抵抗値の変化を測定するものである<sup>(10)(12)</sup>。図 1.3 (d) に金属薄膜温度センサの構成例を示す。高純度の

金属の  $T$  °C の抵抗率  $\rho$  は,

$$\rho = \rho_0 (1 + \alpha T + \beta T^2), \quad (1.1)$$

で表される. ここで,  $\rho_0$  は 0 °C における抵抗率,  $\alpha$  および  $\beta$  は金属の種類によって決まる定数である<sup>(10)</sup>. 抵抗温度計として最も広く利用されている金属は白金 (Pt) である. 白金の温度係数は,  $\alpha \simeq 0.3975 \times 10^{-2}$ ,  $\beta \simeq 0.59 \times 10^{-6}$  であり, 比較的大きな温度係数と直線性を持っている. また, 抵抗値や金属パターンの形状の設計自由度が高く, 試料にあわせた任意の形状の温度センサが作製可能であり, 通常の半導体製造プロセスが利用できることから大量生産が可能であるなどの特徴を持つ. しかし, この白金薄膜温度センサは, 基板上に連続体の細い白金パターンを形成し, その抵抗値の変化を測定するものであり, 試料を直接パターンへ接触させた場合, パターンの断線が考えられ, 長期間の繰り返しの使用に対してその信頼性に問題がある. また, 0 °C 以下の氷温域で使用する場合, センサ表面に結露による水分付着や結露した水分の凍結など表面状態の変化による抵抗値の変化などの問題があり, 測定精度に大きく影響すると考えられる.

表面弾性波温度センサ (SAW 温度センサ) は SAW の伝搬速度の温度依存性を利用したものであり, 圧電体基板上に SAW を送信および受信するための 1 組の「くし形電極」 (Inter-Digital Transducer : IDT) と伝搬した SAW を反射させるための金属ストライプ (tag) を数本配置した SAW 遅延線の構造を利用したものである<sup>(13)</sup>. IDT は, 極性が異なる電極指が交互に一定の間隔 (周期  $\lambda_0$ ) で数~数十組並べられた構造のものである. 図 1.3 (e) に SAW 温度センサの構成例を示す. この IDT に高周波信号のパルスを入力すると, 基板の圧電作用により各電極指間に機械的な歪が生じる. この機械的な歪が SAW として基板表面を伝搬し, tag に達すると SAW の一部が反射し, IDT 側に戻っていく. 反射した SAW が IDT に達すると, 再び圧電作用により機械的な歪が電圧に変換され電気信号として検出できる. SAW の伝搬速度  $V_P$  は, 数 km/s 程度であり, 電気信号に比べると遅いため入力信号と出力信号の間には時間差が生じる. また, 多くの圧電体基板には伝搬速度  $V_P$  の温度依存性があるので, 温度が変化すると, 入力信号と出力信号の間の時間差は変化する. 図 1.3 (e) の tag R1 と tag R2 の距離は一定であるため, tag R1 からの反射信号  $S_{R1}$  と tag R2 からの反射信号  $S_{R2}$  の時間差の変化を測定すると, 圧電体基板の温度変化がわかる. この SAW 遅延線の構造を利用した温度センサは, 1997 年に Pohl 氏らにより提案され, ブレーキディスク (60 ~ 600 °C) の温度センサへの応用が検討されている<sup>(13)</sup>. しかし, 一般に SAW デバイスで使用されているレイリー波 (Rayleigh Wave) は<sup>(14)(15)</sup>, SAW 伝搬面に液体を負荷すると液体中に縦波を放出し減衰するので, 温度センサ表面に結露による水分が存在すると, 信号の振幅が減少する. このため, 圧電体基板上を伝搬する SAW のエネルギーの一部しか利用しない遅延線形 SAW 温度センサでは, 反射信号の強度が弱くなり, ノイズによる誤差が増大することが考えられる. また, この遅延線形 SAW 温度センサでは, 信号の遅

れ時間の変化を直接測定しているため, SAW の伝搬距離によって遅延時間の変化特性が異なり, SAW 伝搬距離が異なる素子ごとに校正が必要である. さらに, 圧電体基板上を伝搬する SAW の伝搬速度は材質と結晶方位により固有の値を持つ. その温度依存性は数十 ppm/°C 程度であり, 前述の白金薄膜温度センサと比較すると 2 桁小さい<sup>(10)(14)</sup>. このため, 遅延線の構造を用いた温度センサは, 温度変化が小さい氷温域においては, 温度の測定精度を向上させることが困難である.

しかし, SAW の伝搬速度の温度依存性を利用することにより, 以下のような利点がある.

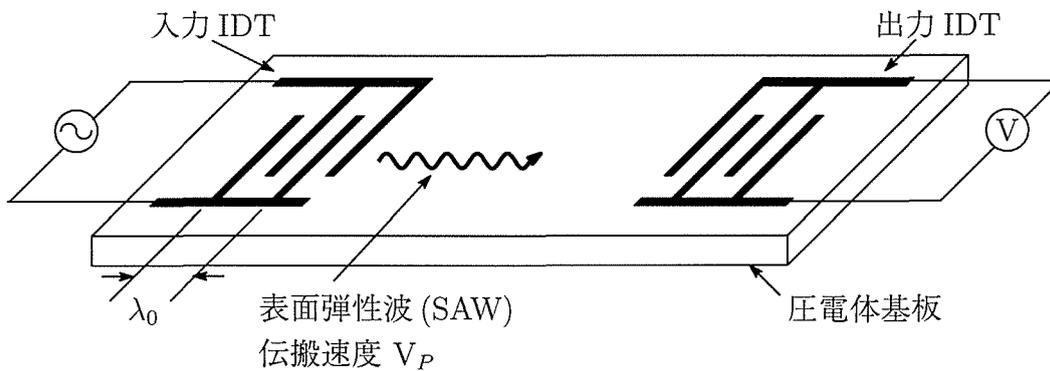
1. SAW 伝搬面の大きさを比較的自由に設計できるため, IDT を試料に接触させる必要がなく, 信頼性に優れている.
2. 耐薬品性に優れている.
3. 材料が安価である.
4. 通常の半導体製造プロセスが利用できることから大量生産が可能である.
5. SAW は弾性体の表面を伝搬する波であり, エネルギーが波長オーダーの範囲に集中しているために, 媒質表面の温度変化に対し強く影響を受けやすい特徴があり, 基板の熱容量に影響されにくく, 応答特性に優れている.
6. 測定用信号に高周波を用いているため無線化が容易であり, 温度測定システムの単純化が可能である.

したがって, SAW の伝搬速度の温度による変化を精度良く測定することができれば, 氷温域の温度センサとして有効であると考えられる.

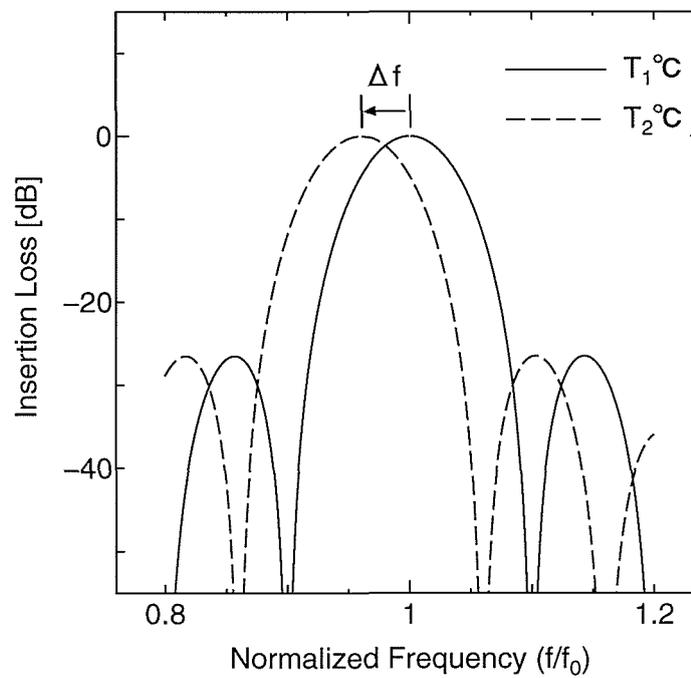
## 1.4 表面弾性波フィルターの構造と特徴

遅延線形 SAW 温度センサでは, 多くの利点があり, 氷温域における面接触形温度センサとして有効であると考えられるが, 受信信号の強度が比較的小さい点および 氷温域において温度測定精度の向上が困難な点が問題であった.

SAW を利用した素子のうち, 移動体通信機器などの帯域通過フィルターとして用いられている SAW フィルターでは, SAW 遅延線形素子に比べ多くの SAW エネルギーが利用可能である<sup>(16)~(19)</sup>. SAW フィルターの構造を図 1.4 (a) に示す. この素子は, 圧電体基板上に入力用, 出力用にそれぞれ IDT を作成した構造である. 入力 IDT に電気信号を印加すると, 基板の圧電作用により電気エネルギーが機械的な歪に変換され SAW として圧電体基板表面を伝搬し, 出力 IDT に到達する. 出力 IDT に到達した機械的な歪は, 圧電作用により再び電気エネルギー変換



(a) 表面弾性波フィルターの構造



(b) 表面弾性波フィルターの周波数特性

図 1.4: 表面弾性波フィルターの構造と周波数特性

される。このため、SAW 遅延線形素子のように、反射用金属ストライプにより SAW の一部を IDT 側へ反射させる必要がなく、受信用 IDT に到達した SAW のエネルギーの多くを電気信号に変換させることができ、SAW 遅延線形素子に比べ受信信号の強度が大きくなるという特徴がある。

また、SAW フィルターの周波数特性は、図 1.4 (b) のような帯域通過フィルターの特性を示し、その中心周波数  $f_0$  は、

$$f_0 = \frac{V_P}{\lambda_0}, \quad (1.2)$$

で表される<sup>(14)(16)</sup>。ここで、 $V_P$  は SAW の伝搬速度であり、 $\lambda_0$  は IDT の電極周期である。したがって、SAW 伝搬媒質の圧電体基板の温度が  $\Delta T = T_2 - T_1$  だけ変化し、SAW の伝搬速度が  $V_P \cdot (1 + \alpha \Delta T)$  ( $\alpha$ : 伝搬速度の温度係数) に変化すると、式 (1.2) より、伝搬速度の変化に比例して SAW フィルターの中心周波数が変化するので<sup>(17)(20)</sup>、SAW の伝搬媒質である圧電体基板表面の温度の変化を中心周波数の変化として検出できる。このため、SAW の伝搬距離を変えた場合でも、基板によりその変化特性は一定であり、校正の必要がない。また、SAW フィルターでは、電極の周期  $\lambda_0$  を小さくすることおよび高調波を用いることにより中心周波数  $f_0$  の変化量を大きくすることが可能であり、容易に温度測定の精度を向上することが出来る。さらに、周波数を用いることにより、デジタルによる測定が可能であり、コンピュータによる数値処理がしやすく、高速、高精度の測定が期待できる。SAW フィルターの構造は、くし状の電極を対向させた IDT を SAW の励起、検出部分に構成するだけであり、SAW 伝搬面の大部分には微細パターンがなく、試料の接触による断線の可能性が少なく、また、くし状の電極のうち数本が切断された場合でも、SAW の励起、検出は可能であり、高い信頼性が期待できる。

## 1.5 表面弾性波フィルター面接触形温度センサの問題点

前節で述べた SAW フィルターの構造を用い、氷温域の面接触形温度センサとして利用するためには、まず、基板として以下の条件を満たす必要がある。

1. 伝搬速度の温度係数  $\alpha$  が大きいこと。
2. SAW の伝搬速度  $V_P$  が大きいこと。
3. 受信信号の強度が大きいこと。

上記の条件 1 および 2 は、伝搬速度の温度による変化量

$$\Delta V_P = \alpha V_P \Delta T, \quad (1.3)$$

を大きくし、温度測定の精度を向上させるために求められている。また、条件 3 は以下の理由で求められている。面接触形温度センサでは、試料の面積と同程度の大きさの測定面積が必要である。SAW フィルター構造を用いた面接触形温度センサでは、測定面積は IDT の電極指の長さおよび入力・出力 IDT の間の距離  $d$  により決定される。測定面積を大きくするため IDT 間距離  $d$  を長くすると、基板の伝搬損失などにより SAW が減衰し、出力 IDT で受信する信号強度が小さくなる。受信信号強度が小さくなると、ノイズなどの影響により温度測定誤差が大きくなる。このノイズなどによる測定誤差を小さくするため、出力 IDT で受信する信号強度を大きくする必要がある。受信信号強度を大きくするためには、基板固有の伝搬損失が小さく、電気エネルギーと機械エネルギーの変換効率（電気機械結合係数: electromechanical coupling coefficient:  $K^2$ ）が大きい圧電体基板が求められる。

一般の SAW フィルター用圧電体基板には、ニオブ酸リチウム結晶 ( $\text{LiNbO}_3$ ) や酸化亜鉛薄膜 ( $\text{ZnO}$ ) などが用いられている。 $\text{LiNbO}_3$  圧電体単結晶は、伝搬速度の温度係数  $\alpha$  が比較的大きく、伝搬損失が小さいことから、上記の条件 1 および 3 の条件を満たしている。しかし、条件 2 の伝搬速度  $V_p$  は、約 3,800 m/s 程度で比較的遅く、伝搬速度  $V_p$  の高速化が必要である。一方、 $\text{ZnO}$  圧電体薄膜では、「圧電体薄膜/誘電体結晶基板」の層状構造が伝搬速度  $V_p$  を高速化するための方法として研究されている<sup>(16)~(18)(21)~(23)</sup>。この層状基板では、SAW の波長  $\lambda_0$  と圧電体薄膜の膜厚  $\delta$  により伝搬速度  $V_p$  が変化し、波長に対する膜厚の比  $\delta/\lambda_0$  が小さいほど伝搬速度が大きくなる。しかし、 $\delta/\lambda_0$  が小さくなると、電気機械結合係数  $K^2$  が小さくなるため、上記の条件 2 および 3 を同時に満たすことは困難である。したがって、 $\text{LiNbO}_3$  単結晶や  $\text{ZnO}$  薄膜単体では、氷温域の面接触形温度センサとしての基板条件を全て満たすことが出来ないため、新たな基板が求められる。

次に、圧電体基板上に作製する IDT については、以下の条件がある。

1. 電極周期  $\lambda_0$  が小さいこと。
2. 大型の IDT が作製可能なこと。
3. IDT に使用する電極用金属の膜厚が一定で薄いこと。

上記の条件 1 は測定精度を向上させるためであり、条件 2 は、試料の面積と同程度の範囲に SAW を伝搬させるためである。このことから、電極周期  $\lambda_0$  が小さく、電極交差長と電極間距離が長い大型の IDT が必要となる。条件 3 は、IDT に使用される金属の質量効果や SAW の反射などにより SAW フィルターの周波数特性が変化するため、この影響を軽減し、素子による特性のばらつきを小さくするため、膜厚が一定で薄いものが必要となる。

大型の IDT の作製には、勿論、半導体の製造プロセスが利用可能であるが<sup>(17)(21)</sup>、試料の大きさや形状が多岐にわたる氷温域の温度センサでは、フォトマスクの作製に多くの時間と費用がかかるため、試作や少量生産の場合には不向きである。これに対し、フォトマスクを使用せず、フォトレジストを塗布した基板に直接、微細パターンを描く装置として、電子ビーム描画装置<sup>(24)</sup> およびレーザービーム描画装置<sup>(25)(26)</sup> がある。電子ビーム描画装置によるパターンの描画は、高速、高精度であるが、真空装置を必要とするため比較的高価である。また、描画範囲も比較的狭いため、大型の IDT の作製には向いていない。これに対し、レーザービーム描画装置は大気中で直接大型の微細パターンが描画可能であり、装置も比較的安価で容易に構成できることから、大型の IDT の作製に適していると考えられる。しかし、レーザー光の焦点を基板上に合わせるものが困難であることと電子ビーム描画装置に比べ描画速度が遅いことが問題となっている。

次に、IDT は通常アルミニウム (Al) などの電極用金属薄膜を圧電体基板上に真空蒸着した後、エッチングやリフトオフにより作製されるが<sup>(17)(21)</sup>、電極用金属の膜厚により SAW フィルターの周波数特性が変化するので<sup>(14)</sup>、素子による特性のばらつきを小さくするため、膜厚が一定で薄いものが必要となる。真空蒸着において膜厚をモニタする方法として、一般に、水晶振動子の共振周波数の変化を利用した水晶振動子法が用いられている<sup>(27)(28)</sup>。しかし、この方法は、水晶振動子の温度変化が大きい場合、共振周波数の温度依存性により誤差が発生する<sup>(29)~(31)</sup>。このため、高精度の膜厚測定には、水晶振動子を水冷する方法<sup>(29)</sup>などが用いられている。しかし、これらの方法では、真空槽内に水晶振動子の信号を取り出すための配線と冷却用の配管が必要であり、測定システムが複雑となる問題点がある。

## 1.6 本研究論文の目的と構成

本研究は、遅延線形 SAW 温度センサの問題点を解決するため、SAW フィルターの構造を利用した氷温域の面接触形温度センサを提案し、その基礎特性の検証を行うことを目的とする。

まず、SAW を励起、伝搬、検出する圧電体基板の条件を満足させる基板として、圧電体結晶上に圧電体薄膜を堆積させた圧電体 2 層構造の基板を作製し、圧電体薄膜の成膜条件の確立を行う。次に、IDT の作製条件を満足させるため、線幅可変レーザービーム描画装置および温度補正を用いた水晶振動子実時間膜厚モニタ装置を提案する。さらに、圧電体 2 層構造の基板の SAW 伝搬速度および信号の伝搬効率を測定するために、SAW フィルター構造の面接触型温度センサの周波数特性の測定を行う。最後に、SAW フィルター構造の面接触型温度センサの中心周波数の温度特性を測定し、氷温域の温度センサとしての基礎特性の検証を行う。

本論文は、本章も含めて 6 章からなる。

第2章では, SAW フィルター構造の温度センサの高周波化と低損失化を行うための圧電体2層構造の圧電体基板として, 圧電体結晶の  $\text{LiNbO}_3$  単結晶基板上に, 圧電体の  $\text{ZnO}$  薄膜を堆積させた  $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  基板を検討する.  $\text{LiNbO}_3$  単結晶は, 電気機械結合定数  $K^2$  が大きく, 伝搬損失が小さいという特徴があり, さらに, SAW の伝搬速度の温度依存性が負特性であり, 比較的大きい. また,  $\text{ZnO}$  薄膜は  $c$  軸配向膜が比較的容易に作製でき,  $\text{LiNbO}_3$  単結晶と同じく SAW の伝搬速度の温度依存性が負特性であることから, この組み合わせを検討する.  $\text{ZnO}$  薄膜の作成には, RF スパッタリング装置を用いる. まず, 強い  $c$  軸配向の  $\text{ZnO}$  薄膜を得るため,  $\text{LiNbO}_3$  基板の結晶方位を検討し, 次に, スパッタ中の基板温度および雰囲気ガス中の酸素分圧などの条件について検討した結果を述べる.

第3章では,  $\text{LiNbO}_3$  基板上および  $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  基板上に Al 蒸着膜とフォトリソグラフィ技術を用いて入力用, 出力用の2組の IDT を作成し, SAW フィルターを構成するための基礎技術について検討する. まず, 通常フォトリソグラフィ技術を用いて, IDT/ $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルター構造の温度センサを作成し, 問題点について検討を行う. 次に, レーザービーム描画装置の問題点を解決した線幅可変レーザービーム描画装置の提案, 試作を行い, 水晶振動子法の問題点を解決した温度補正を用いた水晶振動子実時間膜厚モニタ装置の試作を行った結果について述べる.

第4章では, SAW の伝搬速度が既知である  $\text{LiNbO}_3$  単結晶上に IDT を作製した IDT/ $\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルターと SAW の伝搬速度が未知の  $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  基板上に IDT を作製した IDT/ $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルターの周波数特性の測定, 比較を行い,  $\text{ZnO}$  薄膜が SAW 伝搬速度および信号伝搬効率に及ぼす影響を明らかにする. まず, IDT/ $\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルターと  $\text{ZnO}$  膜厚の異なる IDT/ $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルターの周波数特性の比較を行い,  $\text{ZnO}$  薄膜が SAW に及ぼす影響を明らかにする. 次に,  $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  をポストアニール処理した基板上に IDT/ $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルターを構成し,  $\text{ZnO}$  薄膜の配向性の違いが周波数特性, SAW 伝搬速度および信号伝搬効率に及ぼす影響を検討した結果について述べる.

第5章では, SAW フィルター構造の面接触型温度センサの中心周波数の温度依存性を測定し, 氷温域の温度センサとして基礎特性を検討する. まず, IDT/ $\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルターと  $\text{ZnO}$  膜厚の異なる IDT/ $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルターの中心周波数  $f_0$  の温度依存性の測定を行い,  $\text{ZnO}$  薄膜が SAW の伝搬速度  $V_p$  の温度依存性に及ぼす影響を検討する. また,  $\text{ZnO}$  膜厚, 結晶性の異なる IDT/ $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルターの温度依存性を比較し,  $0^\circ\text{C}$  付近の氷温域の温度センサとして最適な基板の検討を行う.

第6章では, 第2章から第5章で得られた結果を総括し, 本研究の結論を述べる.

## 参考文献

- (1) 武田 宏治, 長谷川 秀翁, 松添 創一, 田村 敏行, 滝沢 貴久男, 福島 清司: マグロの過冷却貯蔵, 氷温科学, **No.2**, pp. 12 – 16, 1999.
- (2) 山根 昭美: 氷温貯蔵の科学, 農山漁村文化協会, 1996.
- (3) 綾木 義和, 柏木 幸治, 福間 康文, 山根 昭彦: 氷温技術によるシルバーフィッシュの高品質化に関する研究 (第1報), 氷温科学, **No.2**, pp. 1 – 5, 1999.
- (4) 福間 康文, 三島 睦夫, 山根 昭彦, 山根 昭美: 氷温処理による鮮魚 (マアジ) の高品質化, 氷温科学, **No.1**, pp. 9 – 14, 1998.
- (5) 福間 康文, 綾木 義和, 三島 睦夫, 山根 昭彦, 山根 昭美: 氷温処理による鮮魚 (マアジ) の高品質化 (第2報), 氷温科学, **No.2**, pp. 6 – 11, 1999.
- (6) 福間 康文, 東 健一郎, 三島 睦夫, 山根 昭彦: 小麦粉ドウの氷温乾燥処理における物理的特性について, 平成13年度 氷温学会大会 講演論文集, pp. 23, 2001.
- (7) 伴 琢也, 釘島 美穂子, 安川 香苗, 三島 睦夫, 山根 俊宏: 氷温濃縮加工工程におけるブルーベリー果実由来アントシアニンの動向, 平成13年度 氷温学会大会 講演論文集, pp. 23, 2001.
- (8) 井庭 香織, 井上 貴央: ラット角膜の低温保存に関する組織学的検討, 氷温科学, **No.2**, pp. 30 – 34, 1999.
- (9) 吉田 光毅, 斉藤 正文, 山本 史哉: ユリ球根の氷温貯蔵における温度精度と球根発芽との関係, 氷温科学, **No.2**, pp. 44 – 52, 1999.
- (10) 清野 次郎, 近藤 昭治: センサ工学入門, 森北出版, 1988.
- (11) 柿崎 和毅, 伊藤 清隆, 谷地 善光, 徳田 春男, 千葉 茂樹, 長田 洋, 関 享士郎: 磁性薄膜による代謝物センサの構築と基礎特性, 計測自動制御学会東北支部第187回研究会, **187-16**, 2000.
- (12) 三橋 雅彦: サブミリサイズ白金薄膜測温素子の熱応答特性, 神奈川県産業技術総合研究所研究報告, **No. 3**, 1997.
- (13) A. Pohl, F. Seifert: Wirelessly interrogable surface acoustic wave sensors for vehicular applications, *IEEE Trans. Instrum. meas.*, **46**, pp. 1031 – 1038, 1997.

- (14) 電子情報通信学会編: 弾性表面波工学, コロナ社, 1983.
- (15) 富川 義朗: 超音波エレクトロニクス振動論, 朝倉書店, 1998.
- (16) 政家 公夫: 移動体通信用弾性表面波フィルター, 応用物理, **67**, pp. 700 – 704, 1998.
- (17) H. Nakahata, K. Higaki, A. Hachigo, S. Shikata: High frequency surface acoustic wave filter using ZnO/diamond/Si structure, *Jap. J. Appl. Phys.*, **33**, pp. 324 – 328, 1994.
- (18) J. Koike, H. Tanaka, H. Ikei: Quasi-microwave band longitudinally coupled surface acoustic wave resonator filters using ZnO/sapphire substrate, *Jap. J. Appl. Phys.*, **34**, pp. 2678 – 2682, 1985.
- (19) H. Odagawa, J. A. Qureshi, T. Meguro, K. Yamanouchi: 10 GHz range low-loss ladder type surface acoustic wave filter, *Jap. J. Appl. Phys.*, **37**, pp. 2927 – 2928, 1998.
- (20) M. Kadota: Surface acoustic wave characteristics of a ZnO/quartz substrate structure having a large electromechanical coupling factor and a small temperature coefficient, *Jap. J. Appl. Phys.*, **36**, pp. 3076 – 3080, 1997.
- (21) H. Nakahata, H. Kitabayashi, T. Uemura, A. Hachigo, K. Higaji, S. Fujii, Y. Seki, K. Yoshida, S. Shikata: Study on surface acoustic wave characteristics of SiO<sub>2</sub>/interdigital-transducer/ZnO/diamond structure and fabrication of 2.5 GHz narrow band filter, *Jap. J. Appl. Phys.*, **37**, pp. 2918 – 2922, 1998.
- (22) T. Misuyu, S. Ono, K. Wasa: Structures and SAW properties of rf-sputtered single-crystal films of ZnO on sapphire, *J. Appl. Phys.*, **51**, pp. 2464 – 2470, 1980.
- (23) M-S. Wu, A. Azuma, T. Shiosaki, A. Kawabata: Low-loss epitaxial ZnO optical waveguides on sapphire by rf magnetron sputtering, *J. Appl. Phys.*, **62**, pp. 2482 – 2484, 1987.
- (24) T. Shiono, K. Setsune, O. Yamazaki, K. Wasa: Rectangular-apertured micro-Fresnel lens arrays fabricated by electron-beam lithography, *Appl. Opt.*, **26**, pp. 587 – 591, 1987.
- (25) M. Haruna, S. Yoshida, H. Toda, H. Nishihara: Laser-beam writing system for optical integrated circuits, *Appl. Opt.*, **26**, pp. 4587 – 4592, 1987.
- (26) M. Haruna, T. Kato, K. Yasuda, H. Nishihara: Laser-beam periodic-dot writing for fabrication of Ti:LiNbO<sub>3</sub> waveguide wavelength filters, *Appl. Opt.*, **33**, pp. 2317 – 2322, 1994.

- 
- (27) C-S. Lu, O. Lewis: Investigation of film-thickness determination by oscillating quartz resonators with large mass load, *J. Appl. Phys.*, **43**, pp. 4385 – 4390, 1972.
- (28) E. Benes: Improved quartz crystal microbalance technique, *J. Appl. Phys.*, **56**, pp. 608 – 626, 1984.
- (29) H. Matsuzawa, K. Kamiryo, T. Kano: A new crystal mounting method for thin-film thickness monitor, *Jap. J. Appl. Phys.*, **14**, pp. 341 – 344, 1975.
- (30) G. Kremer, L. A. Moraga: High-precision low-cost quartz-crystal thin-film monitor with temperature control, *Rev. Sci. Instrum.*, **56**, pp. 1467 – 1468, 1985.
- (31) W. A. Porter, S. W. Anderson: The effect of temperature on the accuracy of crystal oscillator thickness monitors, *J. Vac. Sci. Technol.*, **9**, pp. 1472 – 1474, 1972.

## 第2章 ZnO/LiNbO<sub>3</sub> 圧電体基板の作製

### 2.1 緒言

SAW フィルターの構造を用い、氷温域の面接触形温度センサとして利用するためには、まず、基板として、伝搬速度の温度係数が大きいこと、SAW の伝搬速度が大きいこと、受信信号強度が大きいことなどが求められる。

LiNbO<sub>3</sub> 単結晶は、伝搬損失が小さく、SAW の伝搬速度の温度係数が負特性で直線性が良く、その値は水晶などに比べ大きい。また、電気機械結合係数が圧電体結晶の中では比較的大きいことから受信信号強度も大きく、温度センサ用基板に適していると考えられる。しかし、その伝搬速度は、SAW が伝搬する結晶方位により若干異なるが、LiNbO<sub>3</sub> 単結晶で約 3,800 m/s 程度であり、比較的小さい。これらの圧電体単結晶基板に対し、誘電体単結晶上に ZnO 圧電体薄膜を堆積させた「圧電体薄膜/誘電体結晶基板」などの層状構造の基板では、レイリー波の高次モードの波を用い伝搬速度の高速化の研究がおこなわれている<sup>(1)</sup>。また、LiNbO<sub>3</sub> や LiTaO<sub>3</sub> 圧電体結晶上に、ZnO 圧電体薄膜を形成した「圧電体薄膜/圧電体結晶基板」の 2 層構造の基板では、圧電体結晶単体よりも電気機械結合定数  $K^2$  が大きくなるので<sup>(2)</sup>、圧電体 2 層構造の基板作製のための研究が行われている<sup>(2)~(5)</sup>。

本研究では、SAW フィルター構造の温度センサの SAW の伝搬速度の高速化と SAW の励起、検出の高効率化を目的として、圧電体結晶の LiNbO<sub>3</sub> 単結晶基板上に、圧電体の ZnO 薄膜を堆積させた圧電体 2 層構造の ZnO/LiNbO<sub>3</sub> 基板を検討する。LiNbO<sub>3</sub> 単結晶は、LiTaO<sub>3</sub> 単結晶に比べ伝搬速度が速いため、基板用結晶として選択した。また、ZnO 薄膜は *c* 軸配向膜が比較的容易に作製でき、LiNbO<sub>3</sub> 単結晶と同じく SAW の伝搬速度の温度依存性が負特性であることから、薄膜用材料として選択した。

本章では、まず、強い *c* 軸配向の ZnO 薄膜を得るため、LiNbO<sub>3</sub> 基板の結晶方位を検討する。次に、スパッタリング中の基板温度および雰囲気ガス中の酸素分圧比などの条件について検討を行う。最後に、SAW フィルター構造面接触形温度センサ用に成膜時間を変化させ、膜厚の異なる ZnO/LiNbO<sub>3</sub> 基板を作製し、結晶性、表面形状の比較検討を行う。

## 2.2 LiNbO<sub>3</sub> 基板方位の決定

### 2.2.1 はじめに

$c$  軸配向の ZnO 薄膜は透明な圧電体であり、音響光学機器や SAW デバイスとして用いられている<sup>(2)(6)</sup>。この、ZnO 薄膜はガラスなどの非晶質基板を用いても、 $c$  軸配向膜が比較的容易に作製でき、LiNbO<sub>3</sub> 単結晶と同じく SAW の伝搬速度の温度係数が負特性であることから、薄膜用材料として選択した。

一般に、ZnO 薄膜を作製する方法としては、RF スパッタリング法<sup>(7)~(9)</sup>、CVD 法<sup>(10)</sup>、ECR-assisted MBE 法<sup>(2)</sup>などが用いられているが、SAW フィルター構造を利用した面接触形氷温域温度センサとしてこの基板を使用する場合、試料の面積に合わせた大型の基板が必要となる。RF スパッタリング法は、比較的大きい面積での成膜が可能であり、成膜速度も比較的速いことから<sup>(9)</sup> ZnO 薄膜作製の方法として RF スパッタリング法を選択した。

本節では、SAW フィルター素子で一般的に使用されている  $x$  軸カット、 $y$  軸カット、 $z$  軸カットおよび 128° 回転  $y$  軸カットの LiNbO<sub>3</sub> 結晶基板上およびガラス基板上に RF スパッタリング法を用いて ZnO 薄膜を成膜し、最も強い  $c$  軸配向膜が得られる結晶方位の検討を行った。

### 2.2.2 実験方法

薄膜作成には、RF スパッタリング装置 (島津製作所 HSR-521A) を用いた。装置の概略を図 2.1 に示す。この装置はチャンバー下部に直径 100 mm  $\phi$  のターゲットカソードを設置しており、RF (13.56 MHz) による成膜が可能である。基板は、チャンバー上部に設置されている円盤状のホルダーに取り付けた。基板温度の制御には、セラミックヒータを用い、ZnO 薄膜成膜時の基板温度 (以下  $T_S$  と略す) を 300 °C とした。ターゲットには ZnO 焼結体 (純度 99.99 %) を用い、アルゴンガス (Ar) と酸素ガス (O<sub>2</sub>) の混合ガス雰囲気中で成膜を行った。Ar と O<sub>2</sub> ガスの全流量は 10 SCCM (standard cc par minute) で一定とし、その比は Ar ガス 80 %, O<sub>2</sub> ガス 20 % とした。基板には、 $x$  軸カット LiNbO<sub>3</sub> 基板 (以下  $x$ -cut LiNbO<sub>3</sub> と略す)、 $y$  軸カット LiNbO<sub>3</sub> 基板 (以下  $y$ -cut LiNbO<sub>3</sub> と略す)、128° 回転  $y$  軸カット LiNbO<sub>3</sub> 基板 (以下 128° rot  $y$ -cut LiNbO<sub>3</sub> と略す)、 $z$  軸カット LiNbO<sub>3</sub> 基板 (以下  $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> と略す) およびガラス基板を用いた。

スパッタ時には、まず、真空槽内を  $6.7 \times 10^{-5}$  Pa 以下に排気した後、Ar ガスおよび O<sub>2</sub> ガスを導入し、メインバルブを絞って槽内の圧力を  $9.3 \times 10^{-1}$  Pa にした。次に、基板加熱用ヒータに電流を流し基板温度  $T_S$  を 300 °C の所定の値にした後、RF 電力 100 W で、20 分間の成膜を行った<sup>(11)~(14)</sup>。成膜後は、基板加熱用ヒータの電流を切り、雰囲気ガス中で冷却をした後、基板を取り出し、大気中で保存した。薄膜作製の条件を表 2.1 に示す。

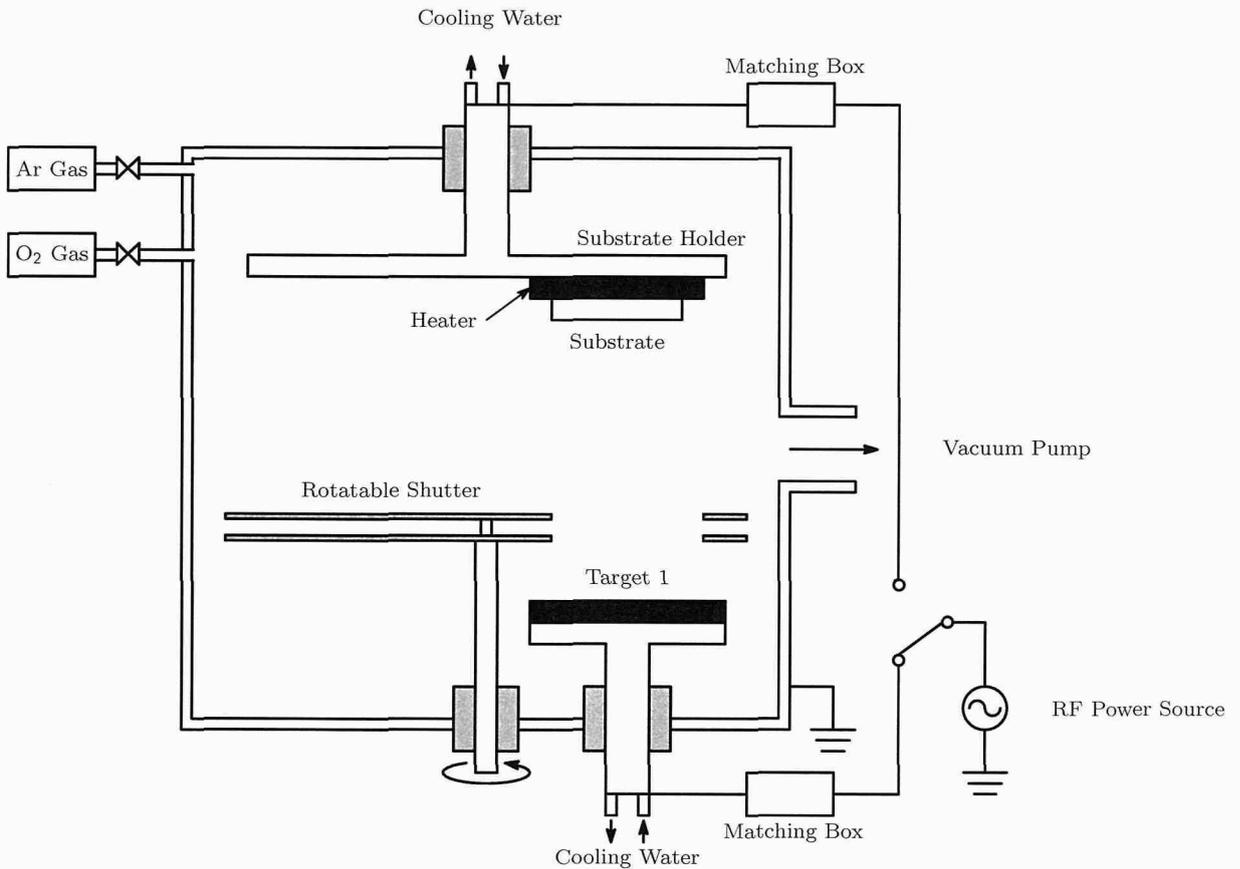


図 2.1: RF スパッタリング装置の構成図

表 2.1: 成膜条件

Ultimate Low Pressure	$6.7 \times 10^{-5}$ Pa
Sputtering Pressure	$9.3 \times 10^{-1}$ Pa
Sputtering Time	20 min.
RF Power	100 W
Target	ZnO (99.99%)
Substrate	Glass, <i>x</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> , <i>y</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 128° rot <i>y</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> , <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub>
Substrate Temperature ( $T_S$ )	300 °C
Sputtering gas	Ar+O <sub>2</sub>
Gas flow rate	10 SCCM (Ar+O <sub>2</sub> )
O <sub>2</sub> Gas flow rate	2 SCCM (20 %)

成膜した ZnO 薄膜の配向性は X 線回折装置 (XRD, X-ray diffraction) により測定し, 膜表面の形状観察は電子顕微鏡 (SEM, scanning electron microscope) および原子間力顕微鏡 (AFM, atomic force microscope) により行った.

### 2.2.3 結果と検討

各基板上に成膜した ZnO 薄膜表面の SEM 写真を図 2.2, ガラスおよび *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上の ZnO 薄膜の断面写真を図 2.3 に示す. また, 図 2.4 に *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上の ZnO 薄膜表面の AFM 像と膜厚測定結果を示す<sup>(11)~(14)</sup>. *y*-cut LiNbO<sub>3</sub> 上に成膜した ZnO 薄膜 (図 2.2 (c)) では, 粒径は大きく表面が非常に粗く, ガラス上に成膜した ZnO 薄膜 (図 2.2 (a)) と 128° rot *y*-cut LiNbO<sub>3</sub> 上に成膜した ZnO 薄膜 (図 2.2 (d)) でも比較的表面が粗いことが確認できた. 一方, *x*-cut LiNbO<sub>3</sub> 上に成膜した ZnO 薄膜 (図 2.2 (b)) は, 粒径が小さく, 比較的表面が平坦であることがわかった. また, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 上に成膜した ZnO 薄膜 (図 2.2 (e)) は, 粒径が非常に小さく SEM 写真では確認できなかったが, 図 2.4 (a) の AFM による表面測定結果より, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上の ZnO 薄膜の平均粒径は, 約 184 nm であり, 非常に小さく高密度の膜になっていることが確認できた.

図 2.3 の ZnO 薄膜断面の SEM 写真より, 膜厚はほぼ一定であり, 基板による膜厚の変化は確認できなかった. また, ガラス基板上の ZnO では柱状の構造が確認できたのに対し, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上の ZnO 薄膜では密度が高く, その構造は確認できなかった. 膜厚は, 図 2.4 (b) の膜厚測定結果より, 約 200 nm であり, 堆積速度は約 10 nm/min. であることが確認できた.

次に, 各基板上に作製した ZnO 薄膜の XRD パターンを図 2.5 に示す. また, 34° 付近に現れる ZnO(002) の X 線回折強度, 回折角 ( $2\theta$ ) および半値幅 (FWHM, full width half maximum) の値を表 2.2 に示す<sup>(13)(14)</sup>. この結果, *y*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上の ZnO 薄膜では ZnO に起因する回折ピークはほとんど確認できず, FWHM も最も大きい値であった. また, ガラス基板および 128° rot *y*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上の ZnO 薄膜でも比較的弱いピークしか確認できなかった. さらに, *x*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上の ZnO 薄膜では, 比較的強いピークが観測されたが, FWHM の値はガラス基板および 128° rot *y*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上の ZnO 薄膜の値と同等である.

これらの結果は, 図 2.2 で示した ZnO 薄膜の表面の粗さおよび粒径の大きさにほぼ一致している. 薄膜が微結晶で構成されているとき, X 線回折強度は非常に弱いことから, ガラス, *y*-cut LiNbO<sub>3</sub>, 128° rot *y*-cut LiNbO<sub>3</sub> および *x*-cut LiNbO<sub>3</sub> の各基板上的 ZnO 薄膜は微結晶で構成されており, 強い *c* 軸配向膜となっていないと考えられる.

一方, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上的 ZnO 薄膜では, 表面が滑らかであり,  $2\theta = 34.15^\circ$  に ZnO(002) に起因する非常に強いピークが観測された. また, FWHM の値も  $0.34^\circ$  と最も小さく, その他



(a) glass

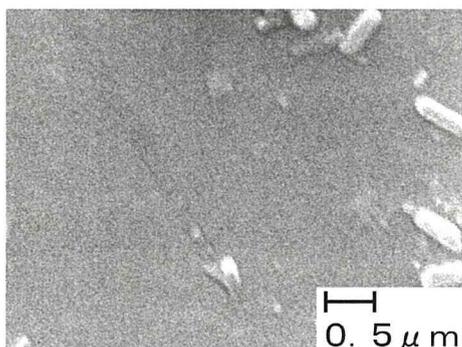
(b) *x*-cut LiNbO<sub>3</sub>(c) *y*-cut LiNbO<sub>3</sub>(d) 128° rot *y*-cut LiNbO<sub>3</sub>(e) *z*-cut LiNbO<sub>3</sub>

図 2.2: 各基板上に成膜した ZnO 薄膜の電子顕微鏡写真

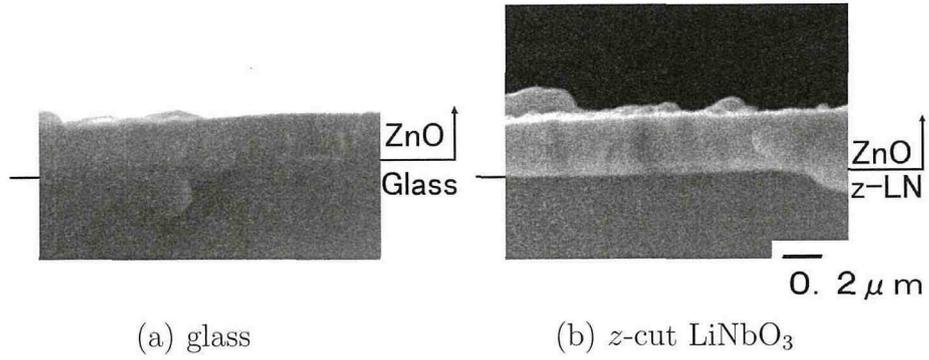


図 2.3: ガラスおよび  $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に成膜した ZnO 薄膜断面の電子顕微鏡写真

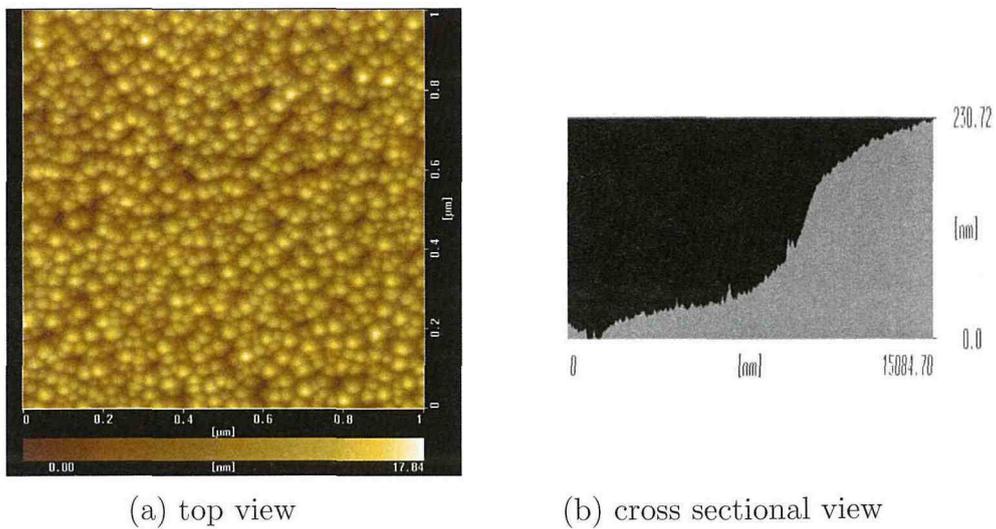


図 2.4:  $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に成膜した ZnO 薄膜の AFM 像

に ZnO に起因するピークが観測されなかった. この *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上的 ZnO 薄膜の (002) の面間隔 *d* は, 回折角  $2\theta$  を用いて, 次の Bragg の法則

$$\lambda = 2d \sin \theta, \quad (2.1)$$

により計算できる<sup>(7)</sup>. ここで,  $\lambda$  は入射 X 線の波長 (CuK <sub>$\alpha$ 1</sub> 線:  $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ ), *d* は格子面の間隔,  $\theta$  は (002) の回折角である. ZnO 薄膜の (002) の回折角  $2\theta$  は,  $34.15^\circ$  であることから, *c* 軸の格子定数は,  $5.25 \text{ \AA}$  であり, 正常なバルクの格子定数 ( $a = b = 3.25 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.207 \text{ \AA}$ ) より僅かに伸びていることがわかる. この面間隔の伸びは, 小林氏<sup>(7)</sup>らの実験結果 (ZnO/ガラス, 膜厚 700 nm) とほぼ一致していることから, 膜厚による影響と考えられる. また, この *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上的 ZnO 薄膜の回折強度および FWHM の測定結果は, ESR-assisted MBE 法で *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板に ZnO 薄膜を成膜した Kang 氏ら<sup>(2)</sup> および RF スパッタリング法を用いて,  $550^\circ\text{C}$  で *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板に ZnO 薄膜を成膜した Matsubara 氏<sup>(3)</sup>らの結果に極めて近い値である. *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板に *c* 軸配向の ZnO を成膜する場合, 格子のミスマッチは, 約 9% で他の基板よりも小さいことから<sup>(2)(3)</sup>, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板に成膜する ZnO 薄膜は, 他の基板に比べ *c* 軸配向膜となりやすいと考えられる. 以上より, 結晶方位の異なる LiNbO<sub>3</sub> 基板へ同一条件で成膜を行ったとき, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上的 ZnO 薄膜が最も強い *c* 軸配向膜となっていると考えられる.

#### 2.2.4 まとめ

RF スパッタリング装置を用いて, ガラス, *y*-cut LiNbO<sub>3</sub>,  $128^\circ$  rot *y*-cut LiNbO<sub>3</sub>, *x*-cut LiNbO<sub>3</sub> および *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> の 5 種類の基板に ZnO 薄膜を成膜し, 薄膜の表面, 膜厚および配向性を確認した.

ZnO 薄膜の堆積速度は, 約  $10 \text{ nm/min}$ . であり, 基板による堆積速度の依存性は認められなかった. *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板に成膜した ZnO 薄膜は, 表面が最も滑らかであり, 粒径も小さいことが SEM および AFM による測定より確認できた. また, XRD パターンより, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上的 ZnO 薄膜は, 回折角  $2\theta = 34.15^\circ$  に ZnO(002) の強く鋭い回折ピークが観測され, 本実験条件中で最も強い *c* 軸配向膜となっていることが確認できた. その他の基板では, XRD パターンで  $2\theta = 34.2^\circ$  付近に回折ピークが観察されたものの, 回折強度が弱く, FWHM の値も大きいことから, 強い配向膜になっていないことが確認できた.

したがって, 本実験では, RF スパッタリング法を用い, Ar (80%) + O<sub>2</sub> (20%) の混合ガス雰囲気中, 基板温度  $T_S = 300^\circ\text{C}$ , 成膜速度  $10 \text{ nm/min}$  の成膜条件で, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板に成膜することで, 強い *c* 軸配向の ZnO 薄膜が得られることが確認できた.

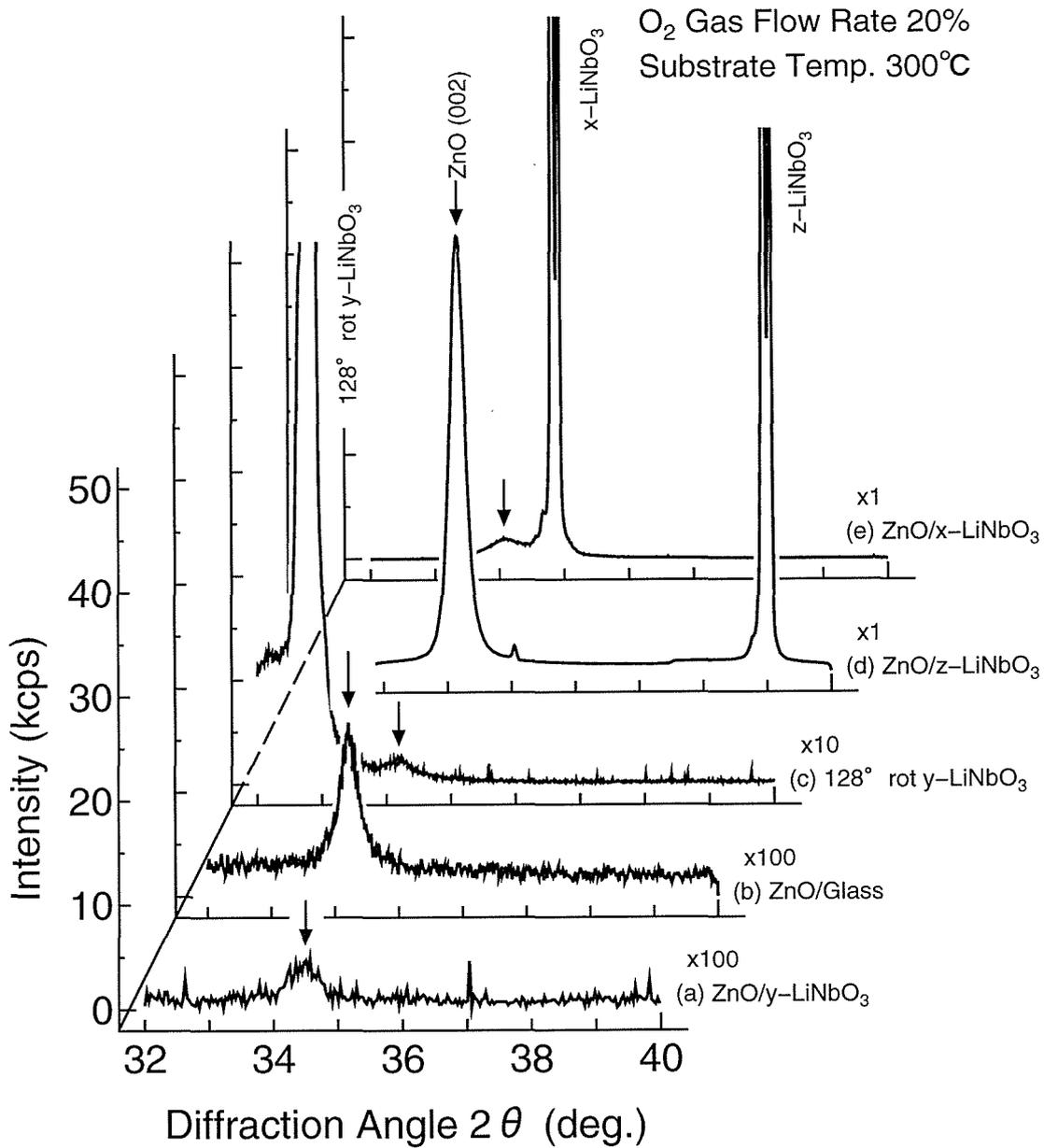


図 2.5: 各基板の上に成膜した ZnO 薄膜の XRD パターン

表 2.2: 各基板の ZnO(002) の回折強度, 回折角および半値幅

Substrate	Intensity (cps)	$2\theta$ (deg.)	FWHM (deg.)
ZnO/Glass	117	34.22	0.50
ZnO/ <i>y</i> -cut LiNbO <sub>3</sub>	32	34.46	0.68
ZnO/128° rot <i>y</i> -cut LiNbO <sub>3</sub>	136	34.18	0.54
ZnO/ <i>x</i> -cut LiNbO <sub>3</sub>	947	34.06	0.54
ZnO/ <i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub>	38,370	34.15	0.34

## 2.3 ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> の成膜条件

### 2.3.1 はじめに

スパッタリング法により *c* 軸配向の ZnO 薄膜を成膜する場合, その配向性に及ぼす成膜条件には, 反応ガスの混合比<sup>(7)(8)</sup>, 基板温度<sup>(7)(9)</sup> などがあることが報告されている.

本節では, 最も良い配向性が得られた *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板を用い, Ar と O<sub>2</sub> のガス混合比および成膜時の基板温度を変化させ, これらの成膜条件が ZnO 薄膜の *c* 軸配向性に及ぼす影響の測定を行い, *c* 軸配向の ZnO 薄膜を成膜する場合の最適条件を検討した.

### 2.3.2 実験方法

成膜には, 前節 (図 2.1) で示した RF スパッタリング装置を用いた. 基板には, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> を用い, ZnO 薄膜成膜時の基板温度  $T_S$  を室温 (以下 R.T. と略す) から 430 °C まで変化させた. また, 成膜は Ar + O<sub>2</sub> 混合ガス雰囲気中で行い, O<sub>2</sub> ガスの流量比 (O<sub>2</sub>/Ar+O<sub>2</sub>) は 0 % から 55 % まで変化させた.

スパッタ時には, まず, 真空槽内を  $6.7 \times 10^{-5}$  Pa 以下に排気した後, Ar および O<sub>2</sub> ガスを導入し, メインバルブを絞って槽内の圧力を  $9.3 \times 10^{-1}$  Pa にした. 次に, 基板加熱用ヒータに電流を流し基板温度  $T_S$  を R.T. から 430 °C までの所定の値にした後, RF 電力 100 W で, 20 分間の成膜を行った<sup>(13)~(17)</sup>. 成膜後は, 基板加熱用ヒータの電流を切り, 雰囲気ガス中で冷却をした後, 基板を取り出し, 大気中で保存した. 薄膜作製の条件を表 2.3 に示す.

表 2.3: ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 成膜条件

Ultimate Low Pressure	$6.7 \times 10^{-5}$ Pa
Sputtering Pressure	$9.3 \times 10^{-1}$ Pa
Sputtering Time	20 min.
RF Power	100 W
Target	ZnO (99.99%)
Substrate	<i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub>
Substrate Temperature ( $T_S$ )	R.T. ~ 430 °C
Sputtering gas	Ar+O <sub>2</sub>
O <sub>2</sub> Gas flow rate	0 % ~ 55 %

### 2.3.3 結果と検討

まず、スパッタ中の O<sub>2</sub> ガス混合比が配向性に及ぼす影響を確認するため、O<sub>2</sub> ガス流量比を変化させて成膜した ZnO 薄膜の XRD パターンを図 2.6 に示す<sup>(13)~(15)(17)</sup>. ここでは、基板温度  $T_S = 300\text{ }^\circ\text{C}$  で一定とし、O<sub>2</sub> ガス流量比のみを変化させた. ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> では、約  $34.2^\circ$  に ZnO(002) による回折ピーク、 $38.9^\circ$  に *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板 (LiNbO<sub>3</sub>(006)) による回折ピークが得られた. 図 2.6 の結果は、 $38.9^\circ$  の LiNbO<sub>3</sub>(006) の回折ピークの最大強度で規格化した. 表 2.4 に ZnO(002) の回折強度、回折角  $2\theta$ 、半値幅 FWHM を示す. ZnO(002) のピーク強度は、O<sub>2</sub> ガス流量比により変化し、0 % から 20 % までは O<sub>2</sub> ガス流量比の増加とともにピーク強度が増加し、FWHM が減少する. その後、O<sub>2</sub> ガス流量比が増加するとピーク強度は減少し、FWHM は増加することがわかった.

この結果は、O<sub>2</sub> ガス濃度をパラメータとして Si 基板上に ZnO 薄膜をスパッタリング法を用いて成膜した Aita 氏ら<sup>(8)</sup> の結果 (O<sub>2</sub> ガス流量比 0 から 100 % まで測定し、25 % で最大) とほぼ一致しているが、O<sub>2</sub> ガス流量比を 0 から 50 % の間で詳細に測定した結果、20 % で極大となることが確認できた. また、ZnO 薄膜の (002) の回折角  $2\theta$  は、O<sub>2</sub> ガス流量比 0 % で大きく、その他の条件では、ほぼ一定であった. 金属 Zn を用いた反応性 RF スパッタリングの実験<sup>(7)</sup> では、O<sub>2</sub> が不足すると、金属 Zn の回折ピークが  $39^\circ$  付近に観測され、ZnO(002) の回折強度が小さくなり、回折角  $2\theta$  が大きくなる結果が得られている. 本実験では、 $39^\circ$  付近には LiNbO<sub>3</sub>(006) の回折ピークがあるため、金属 Zn の明確な回折ピークは観測されていないが、O<sub>2</sub> ガス流量比 0 % において、O<sub>2</sub> が不足し、僅かに亜鉛 (Zn) が過剰な膜となったと考えられる.

次に、基板温度  $T_S$  が配向性に及ぼす影響を確認するため、O<sub>2</sub> ガス流量を 20 % で一定とし、基板温度  $T_S$  のみを変化させて成膜した ZnO 薄膜の XRD パターンを図 2.7 に示す. また、各基板温度の ZnO(002) の回折強度、回折角  $2\theta$ 、半値幅 FWHM を表 2.5 に示す. 図 2.7 の結果は、図 2.6 と同様に  $38.9^\circ$  の LiNbO<sub>3</sub>(006) の回折ピークの最大強度で規格化した. ZnO(002) のピーク強度は、基板温度  $T_S$  により変化し、 $T_S = \text{R.T.}$  ( $27\text{ }^\circ\text{C}$ ) から  $330\text{ }^\circ\text{C}$  までは、基板温度  $T_S$  の上昇とともに増加し、 $T_S = 330\text{ }^\circ\text{C}$  において LiNbO<sub>3</sub>(006) ピーク強度の 0.64 倍の強度が得られた. さらに基板温度  $T_S$  を上昇させると、ZnO(002) のピークは減少し、 $T_S = 430\text{ }^\circ\text{C}$  においては、0.28 倍程度となった. この結果より、 $T_S = 330\text{ }^\circ\text{C}$  近傍で ZnO(002) のピーク強度変化が最も大きく、ZnO 薄膜の *c* 軸配向性は基板温度に依存することが確認できた.

この傾向は、SiO<sub>2</sub>/Si 基板上に O<sub>2</sub> ガス比 20 % および 50 % でスパッタリング法を用いて成膜し、基板温度依存性を測定した Takada 氏<sup>(9)</sup> の結果 ( $300\text{ }^\circ\text{C}$  で最大) とほぼ一致しているが、本実験の結果では、 $330\text{ }^\circ\text{C}$  で最大値が得られた. また、ZnO 薄膜の (002) の回折角  $2\theta$  は、R.T. と  $270\text{ }^\circ\text{C}$  で大きく、その他の条件では、ほぼ一定であった. これは、基板温度が低温の状態では、

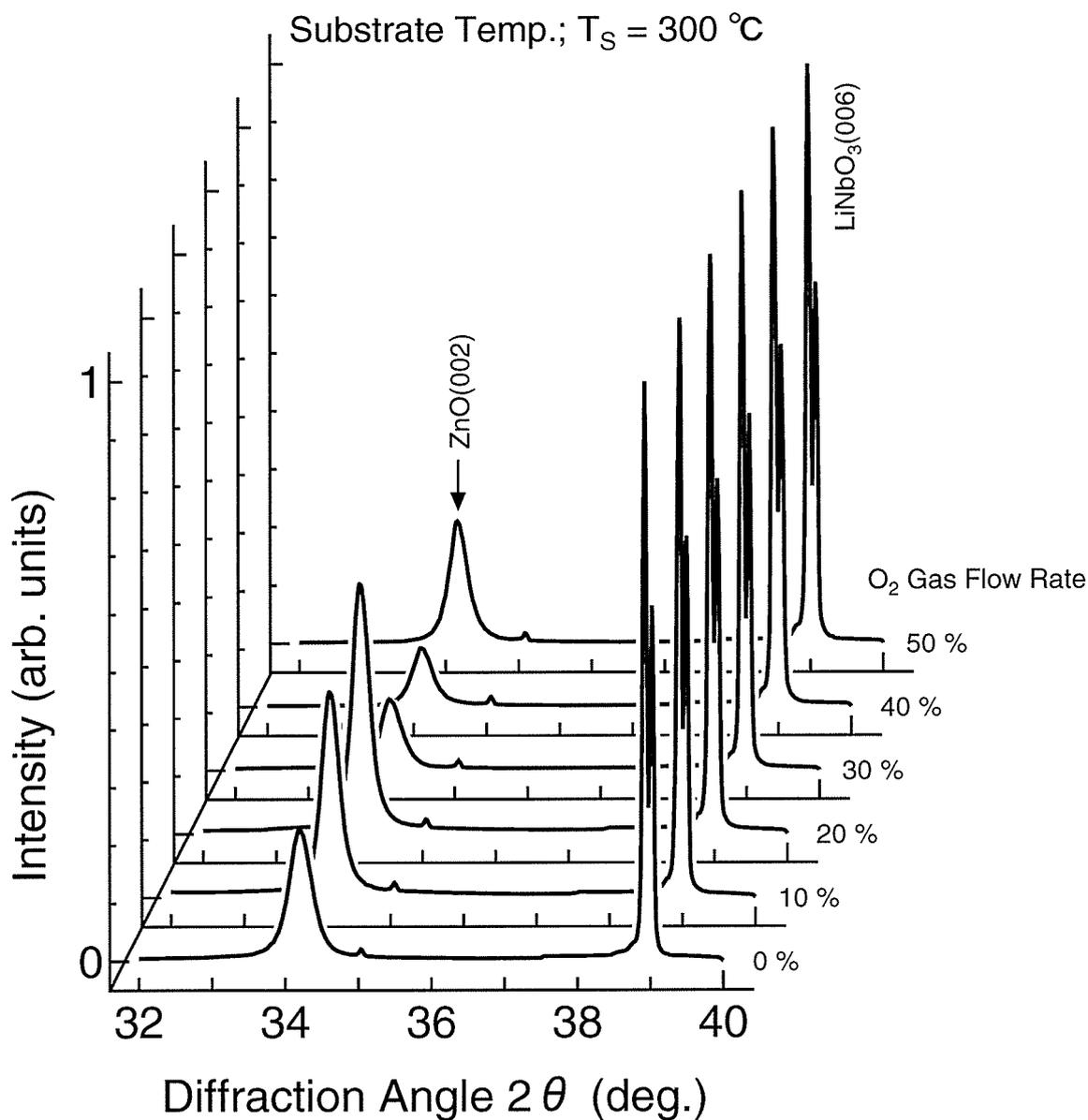


図 2.6: z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板の上に成膜した ZnO 薄膜の O<sub>2</sub> ガス比依存性

表 2.4: 各ガス比における ZnO(002) の回折強度, 回折角および半値幅

O <sub>2</sub> Gas Flow Rate (%)	Intensity (a. u.)	$2\theta$ (deg.)	FWHM (deg.)
0	0.203	34.22	0.436
10	0.325	34.15	0.347
20	0.398	34.15	0.335
30	0.108	34.13	0.397
40	0.088	34.13	0.389
50	0.185	34.15	0.370

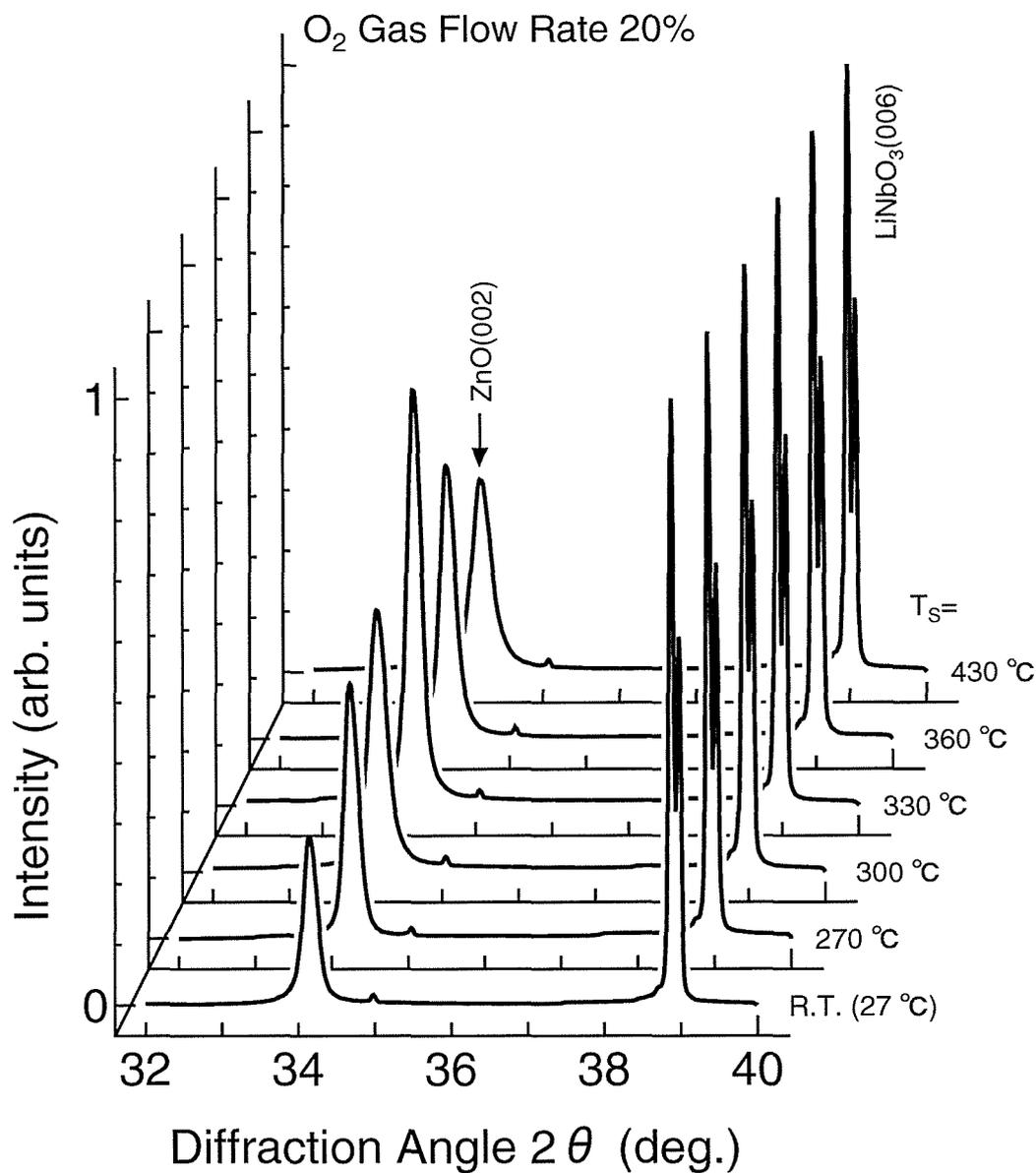


図 2.7: *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板の上に成膜した ZnO 薄膜の基板温度依存性

表 2.5: 各基板温度における ZnO(002) の回折強度, 回折角および半値幅

Substrate Temperature (°C)	Intensity (a. u.)	2θ (deg.)	FWHM (deg.)
R.T.	0.255	34.23	0.255
270	0.396	34.29	0.257
300	0.398	34.15	0.335
330	0.638	34.19	0.259
360	0.419	34.18	0.279
430	0.279	34.17	0.342

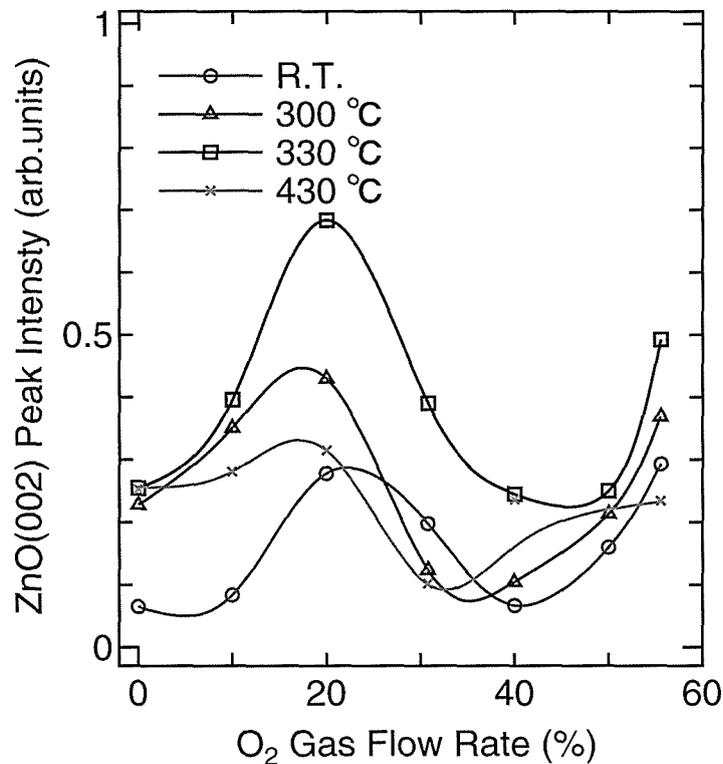


図 2.8: ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> の基板温度および O<sub>2</sub> ガス比依存性

基板に到達した ZnO 粒子の基板上での移動度が小さいため、粒子の再配置が進まなかったためと考えられる。

図 2.8 に各基板温度  $T_S$  における O<sub>2</sub> ガス流量比に対する ZnO(002) のピーク強度の関係を示す<sup>(13)~(17)</sup>。この結果、全ての基板温度  $T_S$  において、O<sub>2</sub> ガス流量比 20 % 近傍で極大値が得られることが確認できた。また、今回の実験条件中では、 $T_S = 330$  °C、O<sub>2</sub> ガス流量比 20 % で最も強い ZnO(002) のピークが得られることが確認できた。

### 2.3.4 まとめ

RF スパッタリング装置を用いて、z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に ZnO 薄膜を作成し、O<sub>2</sub> ガス流量比および成膜時の基板温度依存性を測定した。ZnO 薄膜の  $c$  軸配向性は成膜時の雰囲気ガス中の O<sub>2</sub> ガス流量比と基板温度  $T_S$  に依存することが確認できた。雰囲気ガス中の O<sub>2</sub> ガス流量比の依存性の測定では、全ての成膜時の基板温度  $T_S$  において、O<sub>2</sub> ガス流量比 20 % 近傍で極大値が得られることが確認できた。また、成膜時の基板温度  $T_S$  依存性の測定では、全ての O<sub>2</sub> ガス流量比において 330 °C が最大であることが確認できた。この結果、最も配向性の良い膜は、基板温度 330 °C、O<sub>2</sub> ガス流量比が 20 % で得られることがわかった。

## 2.4 c 軸配向 ZnO 薄膜の膜厚依存性

### 2.4.1 はじめに

2.3 節で SAW フィルター構造を利用した面接触形氷温域温度センサ用基板として圧電体結晶上に圧電体薄膜を堆積させた 2 層構造の ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板の成膜条件の最適化を膜厚が一定 ( $\delta = 200$  nm) の条件下で行った。一方, SAW フィルター用の 2 層構造圧電体基板は, 伝搬する SAW の波長 ( $\lambda_0$ ) に対する膜厚 ( $\delta$ ) が変化すると, 伝搬速度  $V_P$  および電気機械結合定数  $K^2$  が変化することが知られている<sup>(1)(4)</sup>。

このことから, ZnO 膜厚が変化したときの配向性の違いを明らかにする必要がある。本節では, 成膜時間を変えて ZnO 薄膜の成膜を行い, 膜厚を変化させた時の ZnO 薄膜の配向性への影響を調べた。また, 成膜後の ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> についてポストアニール処理による配向性の変化についても調べた。

### 2.4.2 実験方法

ZnO 薄膜の成膜には, 2.2 節で示した RF スパッタリング装置を用いた。また, 基板には, z-cut LiNbO<sub>3</sub> を用い, ZnO 薄膜成膜時の基板温度  $T_S$  は R.T. または 330 °C とし, O<sub>2</sub> ガスの流量比を 20 % とした。

スパッタ時には, まず, 真空槽内を  $6.7 \times 10^{-5}$  Pa 以下に排気した後, Ar ガス (80 %) および O<sub>2</sub> ガス (20 %) を導入し, メインバルブを絞って槽内の圧力を  $9.3 \times 10^{-1}$  Pa にした。次に, 基板加熱用ヒータに電流を流し基板温度  $T_S$  を設定した後, RF 電力 100 W で, 20 から 80 分間の成膜を行った。成膜後は, 基板加熱用ヒータの電流を切り, 雰囲気ガス中で冷却をした後, 基板を取り出し, 大気中で保存した。薄膜作製の条件を表 2.6 に示す。

表 2.6: 膜厚を変化させた ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 成膜条件

Ultimate Low Pressure	$6.7 \times 10^{-5}$ Pa
Sputtering Pressure	$9.3 \times 10^{-1}$ Pa
Sputtering Time	20 ~ 80 min.
RF Power	100 W
Target	ZnO (99.99%)
Substrate	z-cut LiNbO <sub>3</sub>
Substrate Temperature ( $T_S$ )	330 °C, R.T.
Sputtering gas	Ar+O <sub>2</sub>
O <sub>2</sub> Gas flow rate	20 %

また、ポストアニール処理は、真空中および Ar ガス雰囲気中でポストアニール温度 (以下  $T_a$  と略す) 約 380 °C から 730 °C までの温度でそれぞれ 1 時間行った。

### 2.4.3 結果と検討

図 2.9 ~ 2.11 に成膜時の基板温度  $T_S$  を室温 (R.T.) とし、成膜時間を 40 分から 80 分の間で変化させた基板の表面および断面の測定結果を示す。ZnO 薄膜の平均粒径は、成膜時間が 40 分で 95 nm, 60 分で 80 nm, 80 分で 67 nm であり、60 分以上で小さくなり、表面も滑らかになることが確認できた。また、断面像より膜厚はそれぞれ、約 400 nm, 600 nm および 800 nm であり、成膜時間に比例して増加していた。ZnO 薄膜断面の構造を確認すると、成膜時間 40 分の膜では、密度が低く柱状の構造が確認できたのに対し、成膜時間 60 分以上の膜では、劈開面が層状になっていることが確認できた。図 2.12 (a) に成膜時間 60 分の ZnO 薄膜断面の拡大図を示す。

また、成膜時間 60 分の ZnO 薄膜を真空中で 500 °C, 1 時間ポストアニール処理した。図 2.12 に成膜後 (a) およびポストアニール処理後 (b) の ZnO 薄膜の断面測定結果を示す。断面像より、劈開面が成膜後は層状の構造になっていたのに対し、ポストアニール処理後の膜は均一な膜になっていることが確認できた。また、XRD パターンを図 2.13 に示す。成膜後の ZnO 薄膜では、 $2\theta = 38.9^\circ$  付近に  $\text{LiNbO}_3(006)$  の回折ピークが観測され、 $2\theta = 34.27^\circ$  に  $\text{LiNbO}_3(006)$  に対する相対強度 0.03 倍の弱い  $\text{ZnO}(002)$  の回折ピークが観測された。これは、図 2.12 (a) の結果から、膜が層状構造になっているため配向性が弱くなったためと考えられる。一方、ポストアニール処理後の膜では、 $2\theta = 34.40^\circ$  に相対強度 0.20 倍の  $\text{ZnO}(002)$  の回折ピークが観測された。相対強度が大きくなっていることから、配向性が向上したと考えられる。また、回折角  $2\theta$  の値から薄膜内の応力が緩和されていることもわかる。したがって、ポストアニール処理によって層状の構造が改善され、配向性が向上したと考えられる。

次に、2.3 節で決定した最適条件 ( $\text{O}_2$  ガス流量比 20 %,  $T_S = 330^\circ\text{C}$ ) で成膜時間を 20 分から 80 分まで変化させて成膜した。図 2.14 に成膜した ZnO 薄膜の XRD パターンを示す<sup>(18)</sup>。約  $34.2^\circ$  に  $\text{ZnO}(002)$  による回折ピーク、 $2\theta = 38.9^\circ$  に  $\text{LiNbO}_3(006)$  による回折ピークが得られた。図 2.14 の結果は、 $2\theta = 38.9^\circ$  の  $\text{LiNbO}_3(006)$  の回折ピークの最大値で規格化した。成膜時の基板温度  $T_S$  が 330 °C の条件では、基板温度  $T_S$  が R.T. の条件とは異なり、成膜後に強い c 軸配向性を示すことがわかった。また、膜厚が厚くなると、 $\text{ZnO}(002)$  の回折強度が大きくなり、成膜時間が 20 分の膜では、相対強度が 0.54 倍であったのに対し、成膜時間が 80 分の膜では、相対強度が 1.34 倍まで上昇していた。膜厚と  $\text{LiNbO}_3(006)$  回折強度に対する  $\text{ZnO}(002)$  回折強度の相対値および半値幅の関係を図 2.15 に示す。これらの結果より、成膜時間の増加に伴い、 $\text{ZnO}(002)$  回折強度の上昇および半値半幅の減少が確認でき、成膜時間 60 分以上で良好な

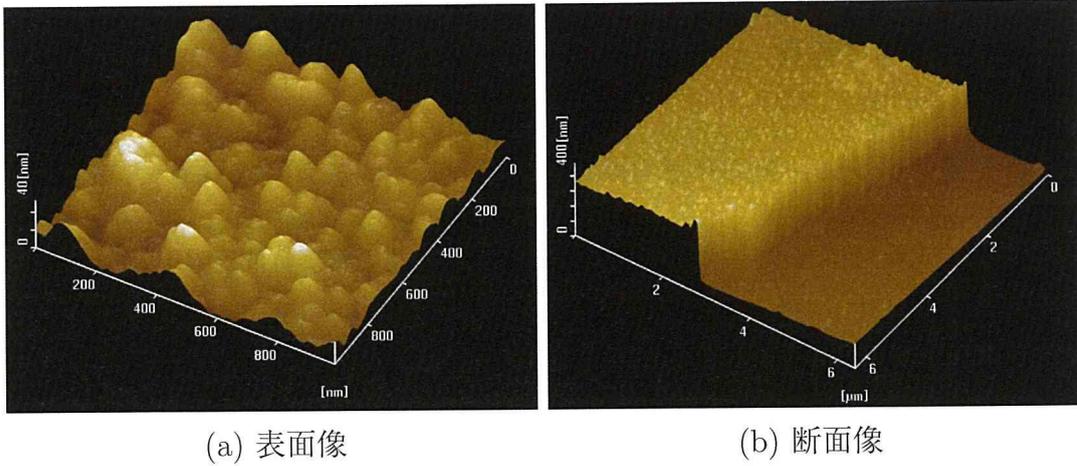


図 2.9: ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> の AFM 像 (基板温度 室温, 成膜時間 40 分)

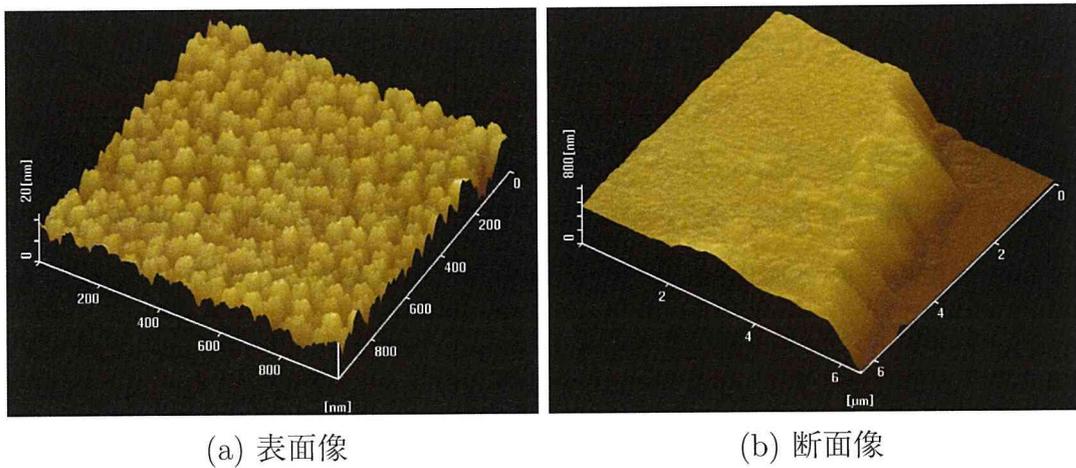


図 2.10: ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> の AFM 像 (基板温度 室温, 成膜時間 60 分)

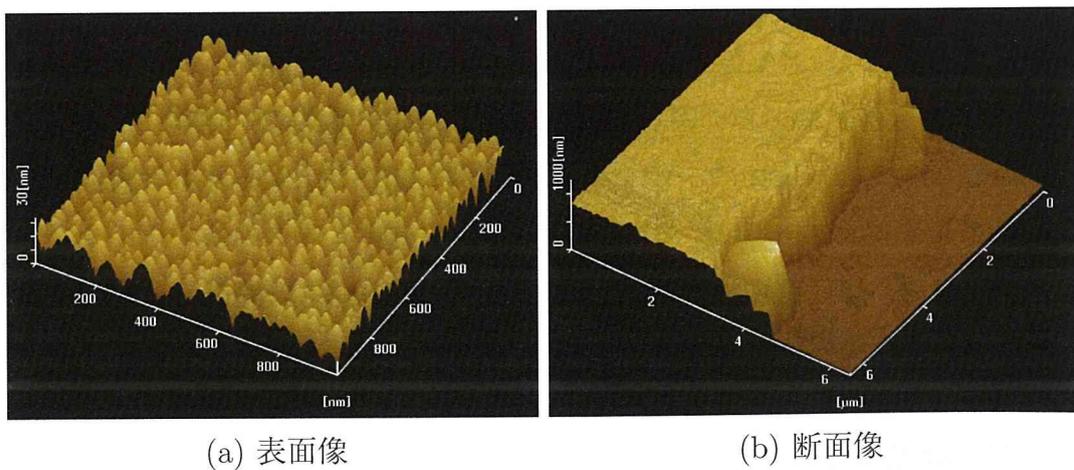
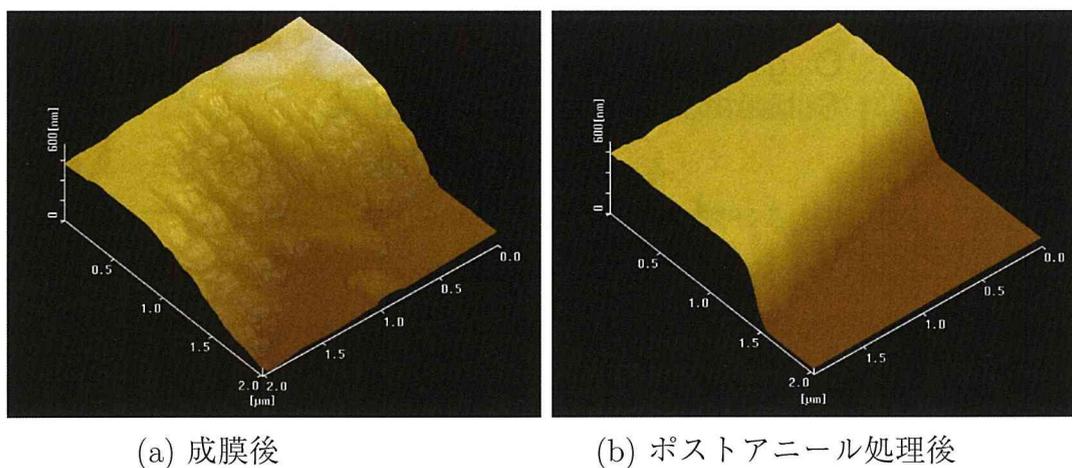
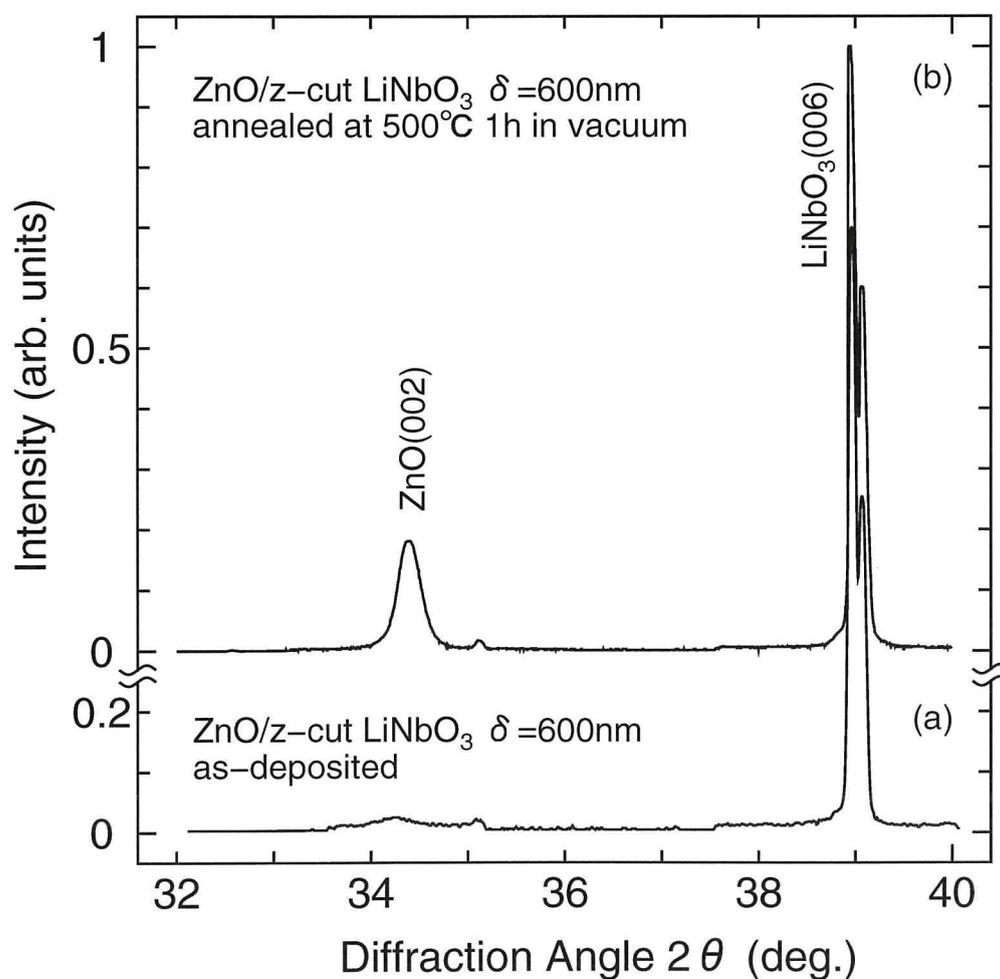


図 2.11: ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> の AFM 像 (基板温度 室温, 成膜時間 80 分)

図 2.12: ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 断面の AFM 像 (基板温度 室温, 成膜時間 60 分)図 2.13: ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> (基板温度 室温, 成膜時間 60 分) の XRD パターン

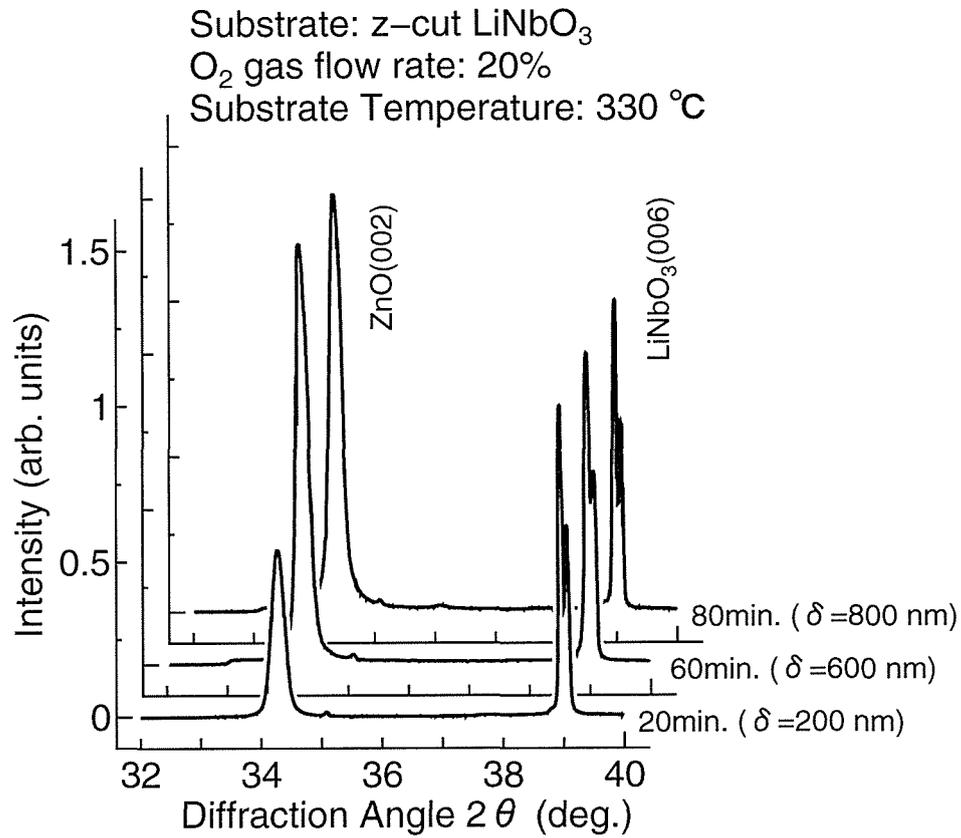


図 2.14: ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> の膜厚依存性

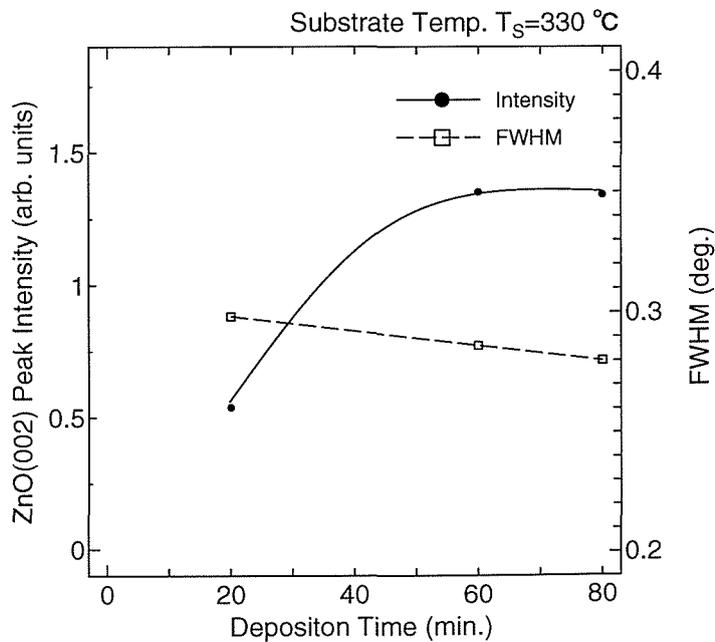


図 2.15: ZnO(002) の回折強度および半値幅の膜厚依存性

*c* 軸配向の ZnO 薄膜が得られることがわかった。このことから、膜厚が厚くなると、成膜時の基板温度依存性が大きくなると考えられる。これは、2.3 節で考察した様に、温度が高くなると基板上での ZnO 粒子の移動度が大きくなることによって配向性が改善されたためであり、ZnO 薄膜の膜厚が厚くなるとその影響が顕著になるためと考えられる。

次に、ポストアニール処理による配向性の変化について調べるため、*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板に  $T_S = 330\text{ }^\circ\text{C}$ 、O<sub>2</sub> ガス流量比 20 % で 20 分間堆積した ZnO 薄膜を Ar ガス中でポストアニール温度  $T_a$  を 380 °C から 730 °C まで変化させて、各 1 時間ポストアニール処理した。ZnO(002) の相対強度および半値幅の変化を図 2.16 および表 2.7 に示す。ポストアニール温度  $T_a$  が上昇すると ZnO(002) のピーク強度が上昇し、 $T_a = 620\text{ }^\circ\text{C}$  で LiNbO<sub>3</sub>(006) と同等の大きさのピーク強度が得られた。また、FWHM の値は、ポストアニール温度  $T_a$  が上昇すると減少し、 $T_a = 620\text{ }^\circ\text{C}$  付近で極小になると考えられる。実際の測定においては、 $T_a = 620\text{ }^\circ\text{C}$  では FWHM の値は大きくなっているが、これは、 $T_a = 620\text{ }^\circ\text{C}$  における ZnO (002) のピーク形状が LiNbO<sub>3</sub>(006) と同様ダブルピークとなったためである。さらに、回折角  $2\theta$  の値をみると、成膜直後の膜では  $2\theta = 34.18^\circ$  であるのに対し、 $T_a = 380\text{ }^\circ\text{C}$  から  $T_a = 620\text{ }^\circ\text{C}$  までのアニール後の膜では、回折角が  $34.25^\circ$  付近の値となった。これは、ポストアニール処理によって膜内の応力が緩和されたためと考えられる。このことから、 $T_a = 620\text{ }^\circ\text{C}$  まででポストアニール処理することにより、結晶性が向上することが確認できた。一方、さらに温度を上げ  $T_a = 730\text{ }^\circ\text{C}$  とすると、ピーク強度は減少し FWHM の値は増加した。また、回折角の値も  $34.17^\circ$  まで変化していた。この時、ZnO 薄膜は僅かに黒色に変色していた。ZnO 薄膜成膜中に O<sub>2</sub> が不足すると、膜の色が黒色に変化することから<sup>(7)</sup>、この温度でのポストアニール処理により、膜中の酸素が放出され、ZnO 薄膜の構造が変化したと考えられる。この結果、Ar ガス雰囲気中で  $T_a = 620\text{ }^\circ\text{C}$  以下の温度でポストアニール処理することにより配向性が向上することが確認できた。

#### 2.4.4 まとめ

成膜時の基板温度  $T_S$  を R.T. および 330 °C、成膜時の雰囲気ガスを Ar (80 %) + O<sub>2</sub> (20 %) とし、成膜時間を 20 分から 80 分まで変え、膜厚の異なる ZnO 薄膜を成膜し、その表面、断面形状および配向性の差異を確認した。成膜速度は約 10 nm/min. であり、成膜時間を変えると膜厚はそれに比例して変化した。成膜時の基板温度  $T_S$  が R.T. の時には、ZnO 薄膜は層状に成長しており、弱い配向膜となっていた。一方、成膜時の基板温度  $T_S$  が 330 °C では、強い配向性を示し、成膜時間 60 分以上で良好な *c* 軸配向の ZnO 薄膜が得られることがわかった。また、成膜後の薄膜を Ar ガス雰囲気中、 $T_a = 620\text{ }^\circ\text{C}$  でポストアニール処理することにより配向性が向上することがわかった。

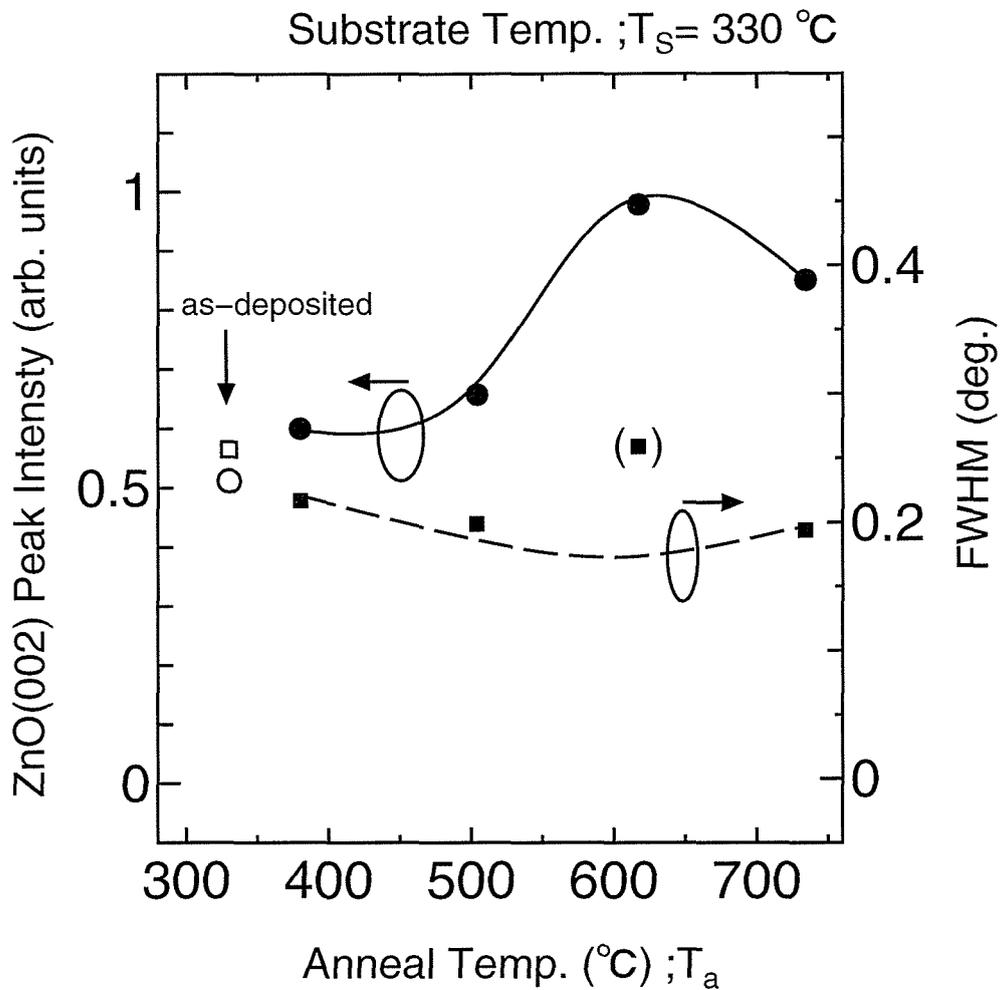


図 2.16: ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> のポストアニール処理温度依存性  
(■) 印のデータはダブルピークを形成したときの FWHM.

表 2.7: ポストアニール処理温度依存性 (ZnO(002) の回折強度, 回折角および半値幅)

Substrate Temperature ( $^\circ\text{C}$ )	Intensity (a. u.)	$2\theta(\text{deg.})$	FWHM (deg.)
as-deposited	0.512	34.18	0.257
380	0.600	34.30	0.217
500	0.657	34.23	0.199
620	0.978	34.26	0.259
730	0.850	34.17	0.194

## 2.5 結言

SAW フィルター構造の温度センサの SAW の伝搬速度の高速化と SAW の励起, 検出の高効率化を目的として, 圧電体結晶の  $\text{LiNbO}_3$  単結晶基板上に, 圧電体の  $\text{ZnO}$  薄膜を堆積させた圧電体 2 層構造の  $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  基板を得るため,  $\text{LiNbO}_3$  基板の結晶方位, 成膜条件を検討した.

この結果, RF スパッタリング法を用い,  $\text{Ar}$  (80 %) +  $\text{O}_2$  (20 %) の混合ガス雰囲気中, 基板温度  $T_S = 330$  °C, 成膜速度 10 nm/min の成膜条件で,  $z$ -cut  $\text{LiNbO}_3$  結晶上に成膜することにより, 強い  $c$  軸配向の  $\text{ZnO}$  薄膜が得られることを明らかにした. また, 成膜時間を長くすると, それに比例して膜厚が増加し, 成膜時間 60 分以上で良好な  $c$  軸配向の  $\text{ZnO}$  薄膜が得られることが確認できた. 室温で成膜した  $\text{ZnO}$  薄膜では, 膜の構造が層状になっていたが, ポストアニール処理することにより配向性が向上し, 膜の構造が均一な状態に変化することが確認できた.

## 参考文献

- (1) 政家 公夫: 移動体通信用弾性表面波フィルター, 応用物理, **67**, pp. 700–704, 1998.
- (2) H-B. Kang, K. Yoshida K. Nakamura: Growth of  $\text{ZnO}$  thin films on  $\text{LiNbO}_3$  substrate by electron cyclotron resonance-assisted molecular beam epitaxy, *Jap. J. Appl. Phys.*, **37**, pp. 5220 – 5223, 1998.
- (3) K. Matsubara, P. Fons, A. Yamada, M. Watanabe, S. Niki: Epitaxial growth of  $\text{ZnO}$  thin films on  $\text{LiNbO}_3$  substrates, *Thin Solid Films*, **347**, pp. 238 – 240, 1999.
- (4) K. Nakamura, T. Hanaoka: Propagation characteristics of surface acoustic waves in  $\text{ZnO}/\text{LiNbO}_3$  structures, *Jap. J. Appl. Phys.*, **32**, pp. 2333 – 2336, 1993.
- (5) K. Nakamura, T. Shioji, H-B, Kang:  $\text{ZnO}$  films growth on (01 $\bar{1}$ 2)  $\text{LiTaO}_3$  by electron cyclotron resonance-assisted molecular beam epitaxy and determination of its polarity, *Jap. J. Appl. Phys.*, **39**, pp. L534 – L536, 2000.
- (6) 中鉢 憲賢: 音響光学素子用超音波トランスジューサ, 応用物理, **42**, pp. 901 – 902, 1973.
- (7) 小林 浩志, 伊ヶ崎 康宏, 島岡 五郎: 反応性 RF スパッタリングによる  $\text{ZnO}$  薄膜の結晶構造に及ぼす酸素分圧の効果, 静岡大学電子工学研究所研究報告, **19**, pp. 47 – 53, 1985.
- (8) C. R. Aita, A. J. Purdes, R. J. Lad, P. D. Funkenbusch: The effect of  $\text{O}_2$  on reactively sputtered zinc oxide, *J. Appl. Phys.*, **51**, pp. 5533 – 5536, 1980.

- (9) S. Takada: Relation between optical property and crystallinity of ZnO thin films prepared by rf magnetron sputtering, *J. Appl. Phys.*, **73**, pp. 4739 – 4742, 1993.
- (10) T. Shiosaki, S. Ohnishi, A. Kawabata: Optical properties of single-crystalline ZnO film smoothly chemical-vapor deposited on intermediately sputtered thin ZnO film on sapphire, *J. Appl. Phys.*, **50**, pp. 3113 – 3117, 1979.
- (11) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: LiNbO<sub>3</sub> 基板上への ZnO スパッタ薄膜の形成, 第 39 回真空に関する連合講演会講演予稿集, pp. 59 – 60, 1998.
- (12) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: LiNbO<sub>3</sub> 基板上への ZnO スパッタ薄膜の形成, 真空, **42**, pp. 163 – 166, 1999.
- (13) H. Yamamoto, N. Saiga, K. Nishimori: ZnO thin films deposited on LiNbO<sub>3</sub> substrates by RF-sputtering, *J. Vac. Soc. Jap. (First Vacuum and Surface Sciences Conference of Asia and Australia, Final Program Abstracts)*, **42 Supplement**, pp. 125, 1999.
- (14) H. Yamamoto, N. Saiga, K. Nishimori: ZnO thin films deposited on various LiNbO<sub>3</sub> substrates by RF-sputtering, *Applied Surface Science*, **169–170**, pp. 517 – 520, 2001.
- (15) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: z カット LiNbO<sub>3</sub> 基板上への ZnO スパッタ薄膜の形成, 第 40 回真空に関する連合講演会講演予稿集, pp. 24 – 25, 1999.
- (16) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: ZnO/z-LiNbO<sub>3</sub> スパッタ薄膜成長の基板温度依存性, 電気・情報通信学会中国支部第 50 回連合大会講演論文集, pp. 469, 1999.
- (17) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: z カット LiNbO<sub>3</sub> 基板上への ZnO スパッタ薄膜の形成, 真空, **43**, pp. 193 – 196, 2000.
- (18) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: ZnO/LiNbO<sub>3</sub> スパッタ薄膜の SAW フィルター特性を利用した温度センサ, 電気・情報通信学会中国支部第 51 回連合大会講演論文集, pp. 319, 2000.

## 第3章 IDT (Inter-Digital Transducer) の作製

### 3.1 緒言

一般に, SAW フィルター構造の素子は, 圧電体基板上に「くし」状の金属電極が対向した「くし形電極」(Inter-Digital Transducer : IDT) を電気信号から SAW に変換する入力用, SAW を再び電気信号に変換する出力用として 2 組作製した構造である. 面接触形氷温域温度センサ用の IDT では, 感度向上のため電極周期  $\lambda_0$  が小さく, 試料の面積と同程度の範囲に SAW を伝搬させるため, 電極交差長と電極間距離が長い大型の形状が求められている. また, IDT に使用される金属の質量効果や SAW の反射などにより SAW フィルターの周波数特性が変化するため, この影響を軽減し, 素子による特性のばらつきを小さくするため, 膜厚が一定で薄いものが必要となる.

電極周期  $\lambda_0$  が小さく, 電極交差長と電極間距離が長い大型の IDT の作製には, 勿論, 半導体の製造プロセスが利用可能であるが<sup>(1)</sup>, 試料の大きさや形状が多岐にわたる氷温域の温度センサでは, フォトマスクの作製に多くの時間と費用がかかるため, 試作や少量生産の場合には不向きである. これに対し, フォトマスクを使用せず, フォトレジストを塗布した基板に直接, 微細パターンを描く装置として, レーザービーム描画装置<sup>(2)</sup>がある. レーザービーム描画装置は大気中で直接大型の微細パターンが描画可能であり, 装置も比較的安価で容易に構成できることから, 大型の IDT の作製に適していると考えられる. しかし, レーザー光の焦点を基板上に合わせることが困難であることと描画速度が遅いことが問題となっている.

次に, IDT は通常アルミニウム (Al) などの金属を圧電体基板上に真空蒸着した後, エッチングやリフトオフにより作製されるが<sup>(1)</sup>, 電極用金属の膜厚により SAW フィルターの周波数特性が変化するので<sup>(3)</sup>, 素子による特性のばらつきを小さくするため, 膜厚が一定で薄いものが必要となる. 真空蒸着において蒸着時の膜厚を実時間で測定する方法として, 一般に, 水晶振動子の共振周波数の変化を利用した水晶振動子法が用いられている<sup>(4)</sup>. しかし, この方法は, 水晶振動子の温度変化が大きい場合, 共振周波数の温度依存性により誤差が発生する. このため, 高精度の膜厚測定には, 水晶振動子を水冷する方法<sup>(4)</sup>などが用いられている. しかし, これらの方法では, 真空槽内に水晶振動子の信号を取り出すための配線と冷却用の配管が必要であり, 測定システムが複雑となる問題点がある.

本章では、ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に Al 蒸着膜とフォトリソグラフィー技術を用いて入力用、出力用の 2 組の IDT 電極を作成し、SAW フィルターを構成するための基礎技術について検討する。まず、フォトマスクを用いた通常のフォトリソグラフィー技術を用いて、IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター構造の温度センサを作成し、問題点について検討を行う。次に、レーザービーム描画装置の問題点を解決した線幅可変レーザービーム描画装置の提案、試作を行う。最後に、水晶振動子法の問題点を解決した温度補正を用いた水晶振動子実時間膜厚モニタ装置の試作を行った結果について述べる。

## 3.2 フォトリソグラフィー技術による IDT の作製

### 3.2.1 はじめに

一般の IC などのフォトリソグラフィー工程では、通常、作製するパターンの数倍の大きさのフォトマスクを作製し、光学系を利用した縮小投影露光方式により基板上にパターンを転写する<sup>(5)(6)</sup>。しかし、縮小投影露光装置は高価であり、また、SAW フィルター構造を利用した面接触形氷温域温度センサでは、電極交差長と電極間距離がそれぞれ数センチメートルの長さにおよぶこともあり、光学系の収差などに問題が生じることから、光学系が単純な密着露光法を選択し、IDT を作製した。密着露光法は、フォトレジストを塗布した基板上にフォトマスクを密着させた後、フォトマスク上より並行光を照射し、フォトマスクと同じ大きさ (等倍) のパターンを露光する方法である。

本節では、まず、光源とカメラレンズのみを用いた簡便な縮小露光系により大型 IDT のフォトマスクを作製し、問題点を検討した。次に、作製したフォトマスクを用いて密着露光法により ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に Al 蒸着膜の IDT を作製し、評価した。

### 3.2.2 実験方法

まず、ガラス基板上に以下の手順で Al 蒸着膜を用いてフォトマスクを作製した。図 3.1 に光源とカメラレンズを用いた簡易的な縮小露光系を示す。図 3.2 および表 3.1 に示す IDT パターンを作成するため、パターンの約 5 倍の原図を作製した。メタルハライド光源 (シグマ光器, IMH-160) と開口数 (Numerical aperture, NA) 0.34, 焦点距離  $f = 28$  mm のカメラレンズを用いて Al を蒸着し、フォトレジスト (Sipley, Microposit S1400-27, ポジ型) 1  $\mu\text{m}$  を塗布したガラス基板上にパターンを縮小露光した。露光時間は、基板表面の光量とフォトレジストの露光特性から約 2 時間とした。

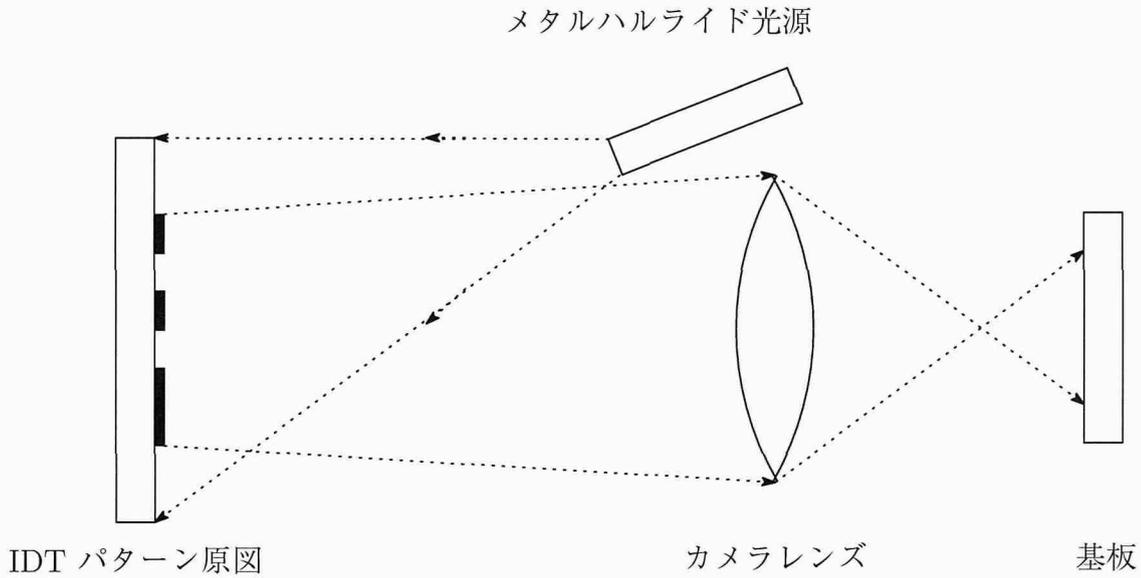


図 3.1: 縮小露光系

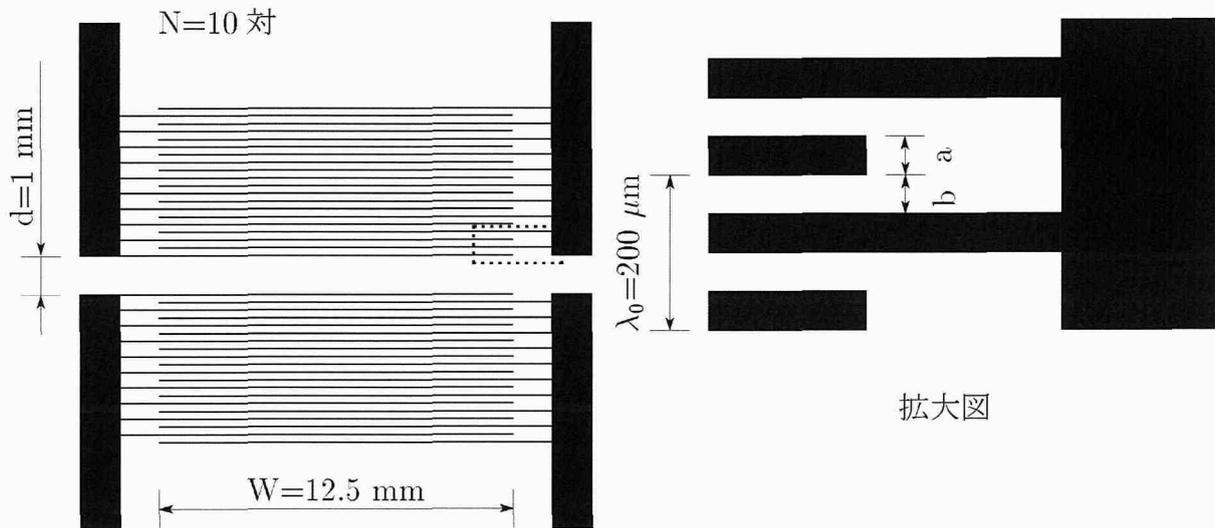


図 3.2: フォトマスクの設計パターン

表 3.1: IDT パターンの設計値

電極周期 ( $\lambda_0=2(a+b)$ )	200 $\mu\text{m}$
電極指幅 (a)	50 $\mu\text{m}$
電極指間隔 (b)	50 $\mu\text{m}$
電極交差長 (W)	12.5 mm
電極指対数 (N)	10 組
(電極指数) (N/2)	(20 本)
電極間距離 (d)	1 mm (5 周期)

その後、現像液 (Sipley, Microposit MF-319) にて現像およびエッチングを行い不要なフォトレジストおよび Al 蒸着膜を除去した。最後に、イオン交換水で表面を洗浄し、アルコールでフォトレジストを除去した。

次に、作製したフォトマスクを用いて密着露光法により ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に IDT を作製した。基板上に膜厚 50 nm の Al 薄膜を真空蒸着装置で形成した。Al 蒸着膜の膜厚は、本章 3.4 節で述べる水晶振動子実時間膜厚モニタ装置を用いて制御した。次に、Al 蒸着膜上に 1 μm のフォトレジスト (Sipley, Microposit S1400-27) を塗布し、乾燥させた後、フォトマスクを基板上に置き、メタルハライド光源 (シグマ光器, IMH-160) より光を照射し、密着露光した。露光時間は、基板表面の光量とフォトレジストの露光特性から約 7 分とした。その後、現像液 (Sipley, Microposit MF-319) にて現像およびエッチングを行い不要なフォトレジストおよび Al 蒸着膜を除去した。最後に、イオン交換水で表面を洗浄し、アルコールでフォトレジストを除去した。

### 3.2.3 結果と検討

図 3.3 に作製したマスクパターンを示す。マスクパターンの原図 (5 倍) では、電極指幅 (図 3.2 a) と電極指間隔 (図 3.2 b) の値は  $a = b = 50 \mu\text{m} \times 5 \text{倍} = 250 \mu\text{m}$  であったが、縮小露光したパターンでは、 $a = 45 \mu\text{m}$ ,  $b = 65 \mu\text{m}$  となっていた。また、電極周期  $\lambda_0$  の値は  $220 \mu\text{m}$  となっていた。電極周期  $\lambda_0$  が設計値の 1.1 倍となっていた原因は、原図からレンズまでの距離が不足したためであると考えられる。また、IDT の形状は図 3.2 拡大図のように矩形の図形を用いたが、作製したマスクパターンでは、そのエッジが明確でないことから、基板上に焦点が十分に合っていなかったと考えられる。そのため電極指の部分が露光し、電極指の幅 ( $a$ ) が狭くなったと考えられる。以上の結果より、光源とカメラレンズを用いた簡易的な縮小露光装置では、縮小率の設定や焦点合わせが難しく、電極周期  $\lambda_0$  の値が数  $10 \mu\text{m}$  の高周波用 IDT パターンを作製するためには高精度の露光装置が必要であると思われる。

次に、図 3.3 のマスクパターンを用い ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に密着露光法により IDT パターンを作製した結果を図 3.4 に示す。この結果では、露光時間が不足していたため、電極指の幅 ( $a$ ) がマスクパターンの電極指の幅より広がっていたが、電極周期や電極の長さはマスクパターンとほぼ同等であり、密着露光法で問題となる傷などによるパターンの断線やゴミなどによる電極指間の短絡などの問題もなく、良好な結果が得られた。

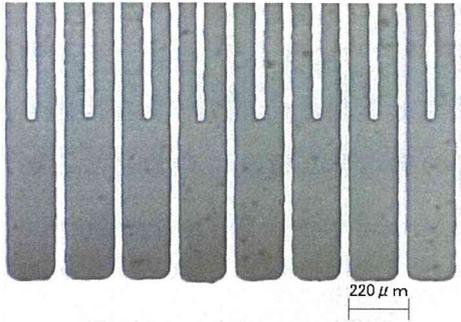
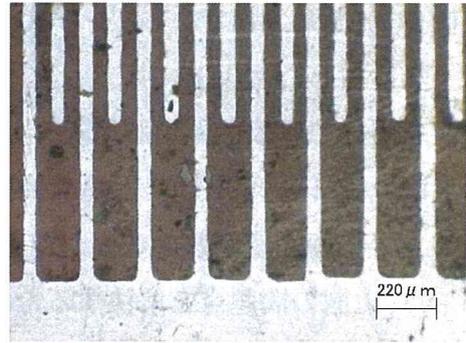


図 3.3: IDT マスクパターン

図 3.4: ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に作製した IDT パターン

### 3.2.4 まとめ

縮小露光法を用いて IDT パターンの Al フォトマスクをガラス基板上に作製した。また、密着露光法を用いて Al 蒸着膜の IDT を ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に作製した。

縮小露光法では、縮小率の調整や焦点合わせが困難であることが確認できた。また、露光量や露光時間の変動により電極指の幅が変化するため、詳細に条件を設定する必要があることがわかった。さらに、電極周期、電極指の幅を小さくするためには、光学系の縮小率を上げる必要があり、光源とレンズだけを用いた簡便な縮小露光系では困難であることが確認できた。このため、SAW フィルター構造を用いた氷温域温度センサの測定精度向上のため電極周期を小さくし、高周波化を行うためには、次節で述べるような、より高精度のパターニング装置が必要である。

一方、密着露光では、その精度は比較的高く、マスクパターンの形状をほぼ忠実に転写できることが確認できた。しかし、数多くの IDT を作製した場合、ゴミの付着によるパターンの変形や傷による断線などの問題があり、その対策が必要となることが確認できた。

## 3.3 線幅可変レーザービーム描画装置

### 3.3.1 はじめに

前節では、簡便な縮小露光系と密着露光法を用い Al 蒸着膜の IDT を ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に作製した。この結果、電極周期 200 μm 程度の IDT は作製可能であることが確認できたが、より電極周期の小さい IDT を作製するためには、より高精度のパターニング装置が必要であることがわかった。

高精度でかつ安価であり、さらに大面積のパターンが作製可能な装置として、レーザービーム

描画装置<sup>(2)</sup>が提案されている。レーザービーム描画装置は、レーザー光を対物レンズでフォトレジストを塗布した基板上に集光し、フォトレジストを感光させた後、コンピュータ制御の精密ステージを用いて基板を光軸と垂直な2次元方向に移動させて任意のパターンを描画する装置である。しかし、レーザービーム描画装置は、レーザー光の焦点を基板上に合わせる事が困難であることと描画速度が遅いことが問題となっている。

本節では、上記の問題点を解決するため、以下の特徴を持つ線幅可変レーザービーム描画装置を提案し、試作した結果について述べる。

1. レーザー光の伝送路に光ファイバーを用いる。このことにより、2波長共通の点光源を構成することができる。また、光源部と描画部が機械的に分離できる。
2. 基板を搭載した精密ステージの3次元移動のため、ステッピングモータを使用する。このことにより、ステージのランダムな移動が容易になる。
3. 自動的にステージ高さを焦点位置に調整できるオートフォーカス機能を付加する。
4. 球面収差を有するレンズの焦点より後方に像点を設定することにより線幅が可変できる。

### 3.3.2 装置の構成

図3.5に試作したレーザービーム描画装置の構成を示す<sup>(7)~(15)</sup>。描画用光源として、出力5mWのアルゴンイオン ( $\text{Ar}^+$ ) レーザー、焦点検出用光源として、ヘリウム-ネオン ( $\text{He-Ne}$ ) レーザーを並列に用いた。両方の光は、偏向方向を互いに垂直にして偏向ビームスプリッタ PBS (Polarizing beam splitter) により合成し、対物レンズ L1 (開口数  $\text{NA} = 0.25$ ) を介して、偏波面保存単一モード光ファイバー PF (Polarization-maintaining and absorption-reducing optical fiber, 藤倉電線 SM63-P) に絞り込まれる。光ファイバー PF を用いる利点は、

1. 光源部と描画部を機械的に分離できる。
2. 光路を直角に折り曲げたり、描画部光学系を落射形に構成しやすい。
3. 不要な迷光や散乱による書き込みを低減できる。
4. 別の光源から出た光が、全く同一の光源から放射できる。

などがある。しかし、光ファイバー PF からの出射光は、ガウス分布を持たず、光ファイバーの径と伝搬定数に依存したビームの広がりを示すため、基板上に対物レンズで集光されたレーザー光の強度分布がピンホールなどを用いた場合と異なる<sup>(7)~(9)</sup>。このため、レンズにより集光された焦点近傍のレーザー光の強度分布計算を行う必要がある。

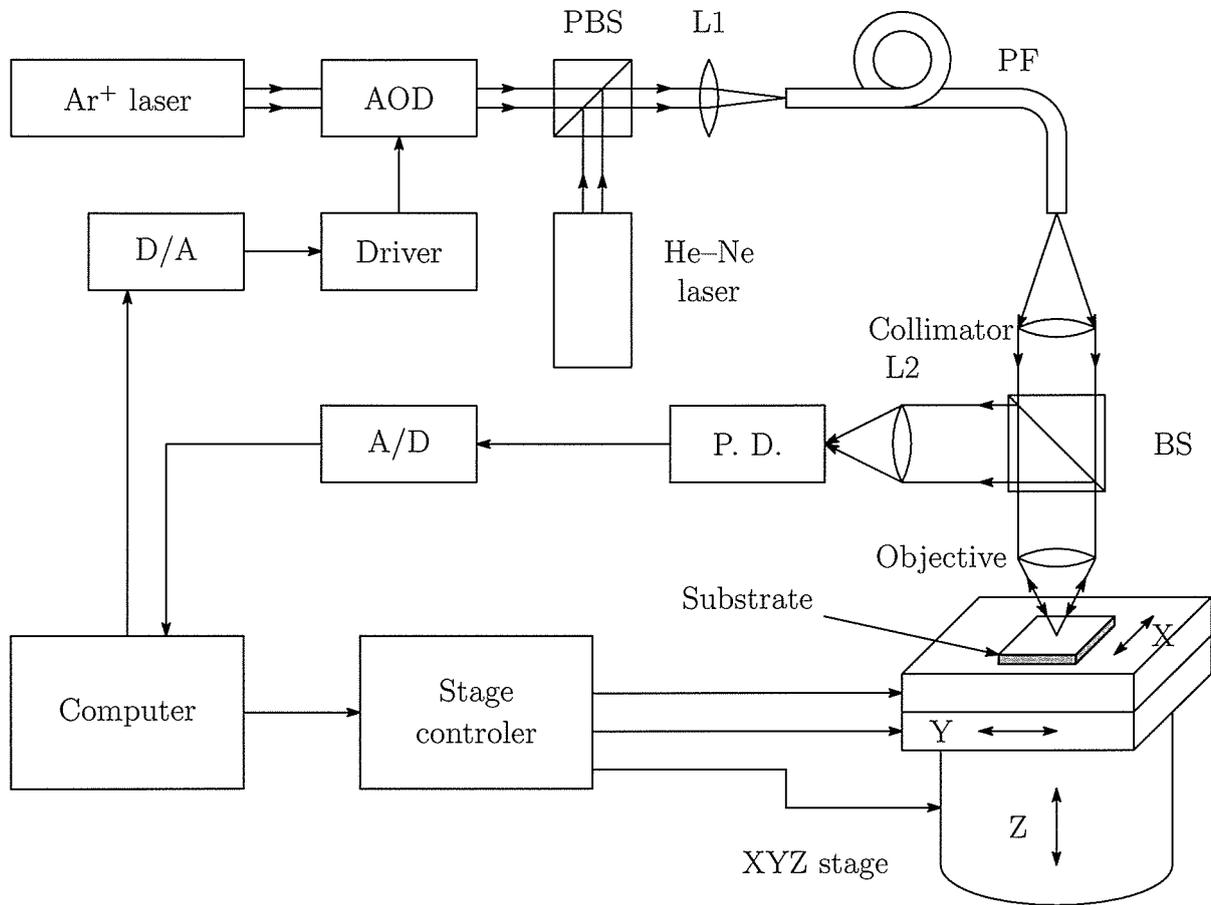


図 3.5: レーザービーム描画装置の構成

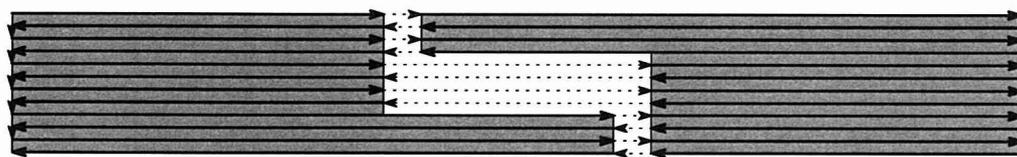
表 3.2: 試作したレーザービーム描画装置の性能

Writing light	Ar <sup>+</sup> laser ( $\lambda = 0.5145 \mu\text{m}$ )
Light for detecting a focal point	He - Ne laser ( $\lambda = 0.6328 \mu\text{m}$ )
Light modulation	Acousto-optic deflector (60 - 90 MHz)
Wave guide	PANDA fiber (core $4 \mu\text{m}$ )
X, Y, Z stage	minimum step $0.5 \mu\text{m}$ maximum speed 4mm/s
Drawed line-width	1 - $13.6 \mu\text{m}$
Maximum writing area	$<20 \times 20 \text{ mm}^2$

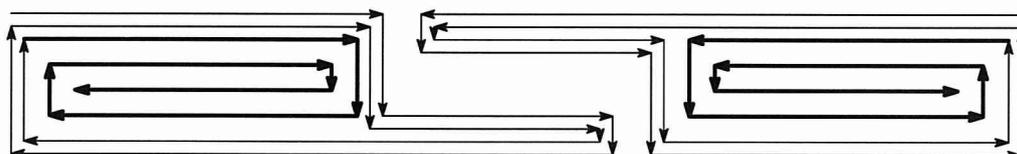
光ファイバー PF からの回折光は、コリメータレンズ (焦点距離  $f = 45 \text{ mm}$ ) で平行光に直された後、ビームスプリッタ BS (Beam splitter) を介してカバーガラスの収差を補正した顕微鏡用  $40\times$  対物レンズ (オリンパス, 焦点距離  $f = 4.29 \text{ mm}$ , 開口数  $\text{NA} = 0.75$ ) に導かれ、その焦点付近に設置された 3 次元移動のための精密ステージ (X,Y,Z 軸ステージ) 上のフォトレジストを塗布した基板上に集光し、フォトレジストを感光させる。精密ステージ (シグマ光機, MINI-60XY, MINI-60ZF) は、ステッピングモータにより各方向に  $0.5 \mu\text{m}$  ステップで最大速度  $4 \text{ mm/s}$  で移動し、マイクロコンピュータのデータに従ってパターンを描画する。書き込み光の消去は、超音波光偏向器 (AOD, Acousto-optic deflector, HOYA, A-200-488) を用いた。

焦点検出部は、集光用レンズ L2, ビームスプリッタ BS, 光検出器 P.D. (Photo detector) からなる系で、レンズの収差を調べるナイフエッジ法と同じ手法を用い、焦点を検出する。ナイフエッジ法とは、ナイフエッジの様な鋭い境界をもつ物体を焦点近傍で移動させると、ナイフエッジの移動量に対して、焦点では、ナイフエッジからの反射光または透過光の強度の変化が最も鋭くなることを利用した方法である<sup>(12)-(14)</sup>。本装置では、ナイフエッジとして、直接、Al 薄膜を蒸着した基板 (基板に蒸着が許されない場合は顕微鏡のカバーガラス) を用い、蒸着面を表にして収束ビームに垂直に置く。集光した光のスポットが全て Al 薄膜上にあるときには、光は全て反射して、対物レンズ、ビームスプリッタ BS を通り、レンズ L2 で集光され、光検出器 P.D. に到達する。その後、光検出器 P.D. で光強度を電気信号に変換し、A/D を介してコンピュータにデータを取り込む。基板が  $x$  方向に走査されると、アルミ膜からスポットが外れるにつれ、反射量が減少する。この光強度の変化をコンピュータに取り込み最大傾斜の値を計算して、Z 軸ステージを移動しながら同様の測定を繰り返し、最大傾斜の値が極大になる Z 軸ステージの位置を検出すれば、焦点位置が見出される。レンズに球面収差のみが顕著な場合、この位置は、最小錯乱円の位置であると思われ、光強度が最大の位置ではないことに注意する必要がある。

このシステムは、ファイバー支持台、光検出器 P.D., X,Y,Z 軸ステージが同じ定盤に組み立てられている他、特別な防振装置を用いていない。描画パターンの光強度調整は、コンピュータ (NEC, 9801RA, 32bit) の 12 ビットデータによる超音波偏光器 AOD の強度変調により行った。光ファイバー PF から X,Y,Z 軸ステージまでは、落射型に構成され、コリメータレンズと対物レンズの間は、両者の焦点距離の和よりも長い。X,Y,Z 軸ステージは、ステッピングモータ駆動で、 $0.5 \mu\text{m}$  ステップで各方向に稼動距離  $20 \text{ mm}$  動く。通常の DC モータ駆動のステージと比べると、連続的な高速移動の場合、ステージ駆動方向切替時においてステージの速度に変化が見られ、パターンに強度むらを引き起こしやすい。また、ステージの移動速度が DC モータと比べると遅い、などの欠点がある。一方、DC モータ駆動では、ラスタスキャンにより描画が行われるのに対し、ステッピングモータ駆動では、ベクタスキャンが容易に行えることから、描画時間を短



(a) ラスタスキャン・フォーカスモード



(b) ベクタスキャン・デフォーカスモード

図 3.6: IDT パターン描画方法

縮できる。また、ステッピングモータ駆動の場合、モータ駆動パルスとステージ位置の間にはほとんど誤差がなく、位置センサを必要としない。さらに、光軸方向に移動するステージを容易に追加でき、デフォーカスを用いた線幅可変機能が実現できるなどの特徴がある。

装置全体の性能を表 3.2 にまとめる。

### 3.3.3 実験方法

レンズ収差と焦点外れを用いた太線描画機能を確認するため線像を描画した。焦点検出系を用い、He - Ne レーザーで焦点の位置をみいだしておいてから、カバーガラスの板厚 (0.15 mm) および He - Ne レーザー光と Ar<sup>+</sup> レーザー光の間の焦点のずれを補正した後、軸方向に 2.5  $\mu\text{m}$  ステップで像面を移動しながら (焦点近傍では 1  $\mu\text{m}$  ステップ)、50  $\mu\text{m}/\text{s}$  のステージ速度で線像を描画した。基板には写真乾板 (AGFA-GEVART, HOLOTEST 10E75) を使用した。

次に、実際のパターン描画性能と太線描画機能による描画時間の短縮を検討するため、写真乾板上に He - Ne レーザーを用いて交差電極周期 8  $\mu\text{m}$  (電極指幅 3  $\mu\text{m}$ , 電極間間隔 5  $\mu\text{m}$ ) の IDT パターンを図 3.6 (a) ラスタスキャン方式フォーカスモード, (b) ベクタスキャン方式フォーカスモードおよびデフォーカスモード兼用の 2 種類の方法で描画した。まず、通常のラスタスキャン方式フォーカスモードでは、X 軸ステージを 50  $\mu\text{m}/\text{s}$  の一定速度で走査し、レーザー光を AOD により ON/OFF させて描画した。次に、ベクタスキャン方式フォーカスモードおよびデフォーカスモード兼用では、ステージ速度 50  $\mu\text{m}/\text{s}$  で電極部分の輪郭をフォーカスモードで 2 回描画し、その後 Z 軸ステージをレンズから離れる方向に 10  $\mu\text{m}$  移動させ、デフォーカスモードで渦巻形に塗り潰した。

最後に、フォトレジスト (Sipley, Microposit S1400-27, ポジ型) 上に大形のパターンを描画し、リフトオフ法を用いて Al フォトマスクを作製した。描画パターンはマイクロ波用インダクタ (L) であり、電極幅は  $10\ \mu\text{m}$  とした。移動速度、デフォーカス量は前述の IDT パターンと同じである。光源には Ar<sup>+</sup> レーザーを用い、ガラス基板上に約  $1\ \mu\text{m}$  塗布したフォトレジスト (Sipley, Microposit S1400-27) 上にパターンを描画した。その後、基板を現像し、真空蒸着装置にて Al 薄膜を蒸着し、リフトオフ法でフォトマスクを作製した。

### 3.3.4 結果および検討

レンズ収差と焦点外れを用いた太線描画機能を確認するため線像を描画した。描画結果を図 3.7 に示す。像下の数値は焦点からの距離である。錯乱円の位置から浅い位置 (レンズに近い, - 方向) では、サイドローブによるリングングがみられ、深い領域 (レンズから遠い, + 方向) では見られない。この結果より、最小錯乱円の位置からレンズに遠い方向へ Z 軸ステージを移動させることにより太線が描画できることがわかる。合焦点位置における線像を詳細に観察すると、 $1\ \mu\text{m}$  周期の強度変調が見られる。これは、ステッピングモータ駆動のステージ速度に変調があるためであり、これを補正するためには、AOD により光ファイバーに入射する光に変調をかける必要がある。図 3.7 上側の写真は、焦点近傍の線像を最小ステップ ( $0.5\ \mu\text{m}$ ) 毎に描画したもので、この写真より、 $2.0\ \mu\text{m}$  と  $-1.0\ \mu\text{m}$  の位置で強度の極大値をとることと双峰特性をとることがわかった。また、写真のコントラストから  $2.0\ \mu\text{m}$  の方が強度が強いことがわかった。

次に、実際のパターン描画性能と太線描画機能による描画時間の短縮を検討するため、二次元パターンを描画した。結果を図 3.8 に示す。図 3.8 (a) の描画時間は 10 分であり、(b) の描画時間は 6 分であった。この様に、比較的小さな二次元パターンにおいても、走査方法と太線描画機能を用いることにより、約 4 分 (40%) の描画時間短縮ができることを確認した。この差は線幅に起因する走査数の減少によるものが大きいと考えられる。また、(a) では、ステージ移動速度の変化に起因する約  $5\ \mu\text{m}$  の縞模様が現れているが、(b) では強度分布のオーバーラップにより模様が消えていることも確認できた。

最後に、フォトレジスト上に大形のパターンを描画し、リフトオフ法を用いて Al フォトマスクを作製した。図 3.9 に描画結果およびフォトマスク作製結果を示す。パターン幅は  $10\ \mu\text{m}$ 、描画時間は約 22 分であった。図 3.9 (a) の描画パターンでは、描画方向を切り替えるとき、ステージが停止するため、露光時間が長くなり、パターン幅が長くなっている。これを補正するためには、AOD により光ファイバーに入射する光に変調をかける必要がある。また、パターン内の一部にフォトレジストが残留したと思われる薄い線が見られた。これは、一時的に Ar<sup>+</sup> レーザーの強度が低下したためと考えられる。長時間におよぶ大型パターンの描画では、当然、レーザー

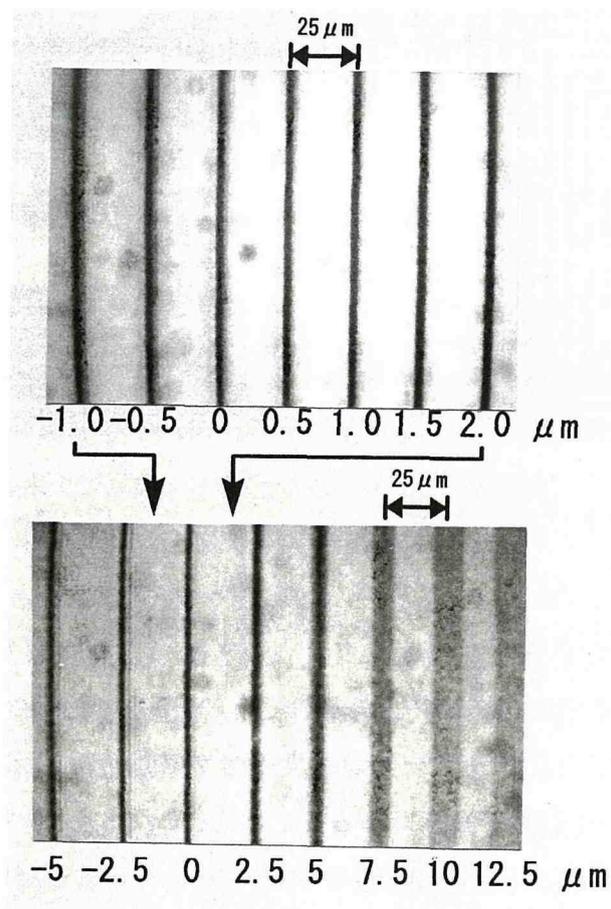


図 3.7: 線像の描画結果

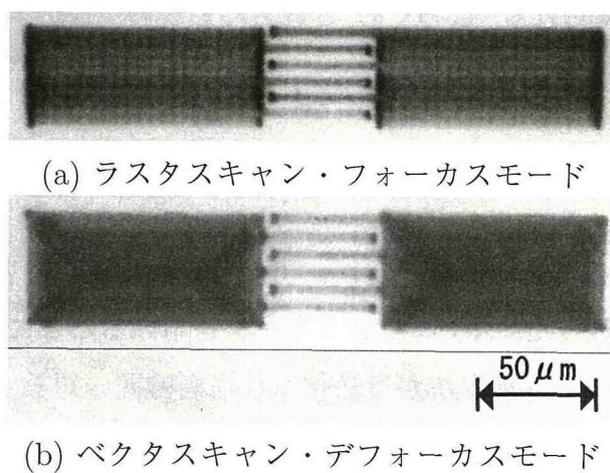
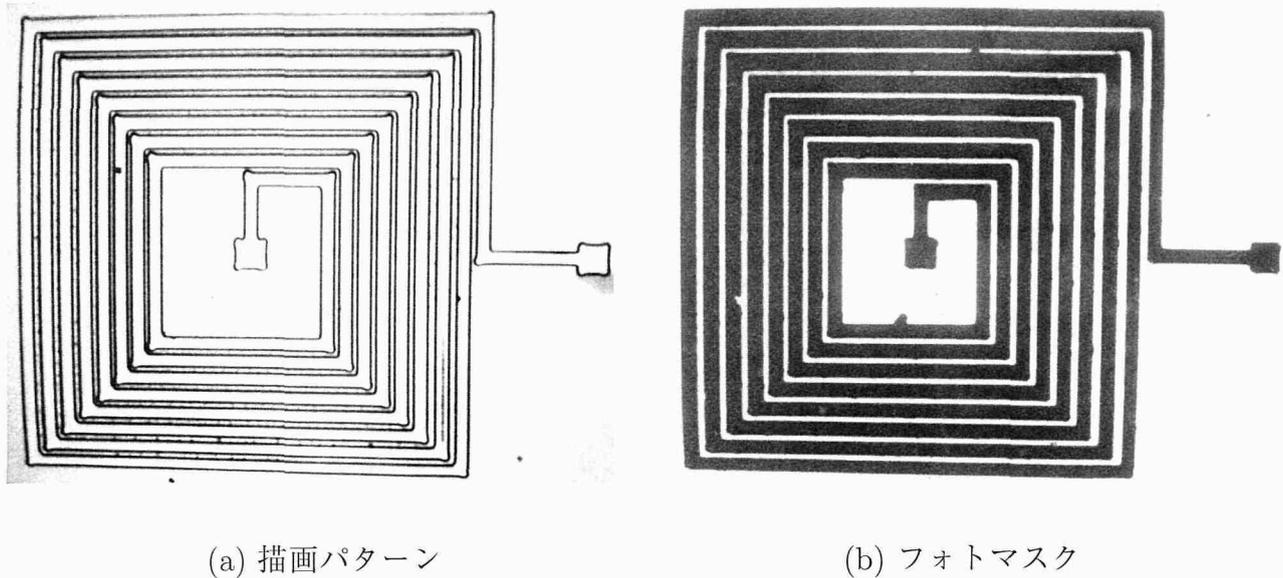


図 3.8: 二次元パターン描画結果



(a) 描画パターン

(b) フォトマスク

図 3.9: フォトマスク作製結果

光の強度変化が考えられるので、レーザー光の強度を一定にするためのシステムが必要であることを示している。本装置では、レーザー光の強度モニタは焦点検出系を用いれば容易に構築でき、さらに AOD により強度変調が可能であることから、これらを用いた光強度補正システムの構築が課題となる。また、図 3.9 (b) の Al 蒸着膜とリフトオフ法を用いたマスクパターンでは、概ね良好なパターンが作製できているが、一部に Al 薄膜の剥離やパターンの接触が確認できた。主に Al 薄膜の剥離は、基板と膜の間に汚れやゴミがあり膜の密着性が悪い場合に不要 Al 膜をリフトオフ法で除去する工程で発生する。このため、この現象は、フォトレジスト現像後の基板洗浄が十分ではないことを示唆している。パターンの接触は、除去した不要 Al 膜が再度パターン上に付着したものと考えられる。このため、これらの影響の少ないエッチング法によるフォトマスクの作製が求められる。

### 3.3.5 まとめ

レンズ収差と焦点外れを用いた線幅可変レーザービーム描画装置を試作し、パターンの描画とフォトマスクの作製を行った。ステッピングモータを用いることによりベクタスキャンが容易となり、ステージの走査、塗り潰し法が最適化され描画時間の短縮ができた。また、カバーガラスの収差を補正した対物レンズとデフォーカスを組み合わせることにより太線の描画が可能であり、これにより更に描画時間の短縮ができることを確認した。描画実験より、IDT パターン（電極周期  $8 \mu\text{m}$ 、電極幅  $3 \mu\text{m}$ ）が描画可能であることを確認した。また、蒸着膜を用い、フォトマスクが作製可能であることを確認した。

課題としては、描画パターン幅を一定にするため、ステージ移動速度に合わせたレーザー光の強度変調が必要であることがわかった。さらに、大型パターンの描画では、レーザー光の強度を一定にするためのシステムの構築が必要であることがわかった。

## 3.4 水晶振動子実時間膜厚モニタ装置

### 3.4.1 はじめに

IDT は通常アルミニウム (Al) などの金属を圧電体基板上に真空蒸着した後、エッチングやリフトオフにより作製されるが<sup>(1)</sup>、電極用金属の膜厚により SAW フィルターの周波数特性が変化する<sup>(2)</sup>ので<sup>(3)</sup>、素子による特性のばらつきを小さくするため、膜厚が一定で薄いものが必要となる。真空蒸着において蒸着時の膜厚を実時間で測定する方法として、一般に、水晶振動子の共振周波数の変化を利用した水晶振動子法が用いられている<sup>(4)</sup>。しかし、この方法は、水晶振動子の温度変化が大きい場合、共振周波数の温度依存性により誤差が発生する。

本節では、水晶振動子法の問題点を解決した温度補正を用いた水晶振動子実時間膜厚モニタ装置の提案を行い、試作を行った結果について述べる。

### 3.4.2 水晶振動子の温度補正方法

水晶振動子法は、水晶振動子板の表面に付着した膜の膜厚を共振周波数の変化として検出する方法である。いま、厚さ  $d_Q$ 、密度  $\rho_Q = 2.645 \text{ g/cm}^3$  の AT カット水晶振動子に膜厚  $d_E$ 、密度  $\rho_E$  の均一な膜を堆積させる場合について考える。この時、水晶振動子の共振周波数は、弾性定数と厚さ  $d_Q$  で決まる値  $f_Q$  から  $f_C$  に変化する。付着した質量による周波数の変動を  $\Delta f_M = f_C - f_Q$  とすると、堆積した膜厚は、

$$d_E = -\frac{N_Q \rho_Q \Delta f_M}{\rho_E f_Q^2}, \quad (3.1)$$

で求められる<sup>(16)</sup>。ここで、 $N_Q = 1.668 \times 10^5 \text{ Hz}\cdot\text{cm}$  は AT カット水晶の周波数定数である。しかし、真空蒸着の膜厚モニタ装置にこの方法を用いる場合、AT カット水晶振動子の共振周波数変化には温度変化による余分な周波数変化  $\Delta f_T$  が含まれるので、測定する共振周波数は、

$$f_C = f_Q + \Delta f_M + \Delta f_T, \quad (3.2)$$

のようになり、共振周波数の変化量 ( $\Delta f$ ) は、

$$\Delta f = \Delta f_M + \Delta f_T, \quad (3.3)$$

で与えられる。このため、蒸着中に測定した周波数の変化量 ( $\Delta f$ ) では正しい膜厚を求めることが出来ない。

この余分な周波数変化 ( $\Delta f_T$ ) を取り除くために、余分な周波数変化を計算により求め補正する方法を用いた<sup>(17)</sup>。補正值は、予め測定された温度変動による周波数シフトの値から導いた近似式により計算する。試作した装置では、共振周波数  $f_Q$  が 4.1927 MHz の AT カット水晶振動子を使用した。まず、補正式を求めるため、水晶振動子を恒温槽内に置き、温度を 2 °C から 150 °C まで変化させ、温度変動による周波数シフトの値を測定した。結果を図 3.10 に示す。この図は、近似式 (3.4) を適用するため、水晶振動子の温度による周波数変化が極小値となる点 (60 °C) を基準とし、温度による周波数の変化量のみを示したものである。

また、測定結果より、AT カット水晶振動子の温度による周波数変化の値は、

$$\begin{aligned} \Delta f(T) = & 7.0 \times 10^{-4} \cdot T^3 - 7.0 \times 10^{-2} \cdot T^2 \\ & + 3.4 \times 10^{-1} \cdot T + 82.5, \end{aligned} \quad (3.4)$$

で近似できる。ここで、 $\Delta f_T(T)$  は 60 °C を基準とした AT カット水晶の温度による周波数変化量で、 $T$  は温度である。

次に、真空中の AT カット水晶振動子の温度変化を検討する。簡単のため、半径  $l$  の水晶振動子の中央のみがフィラメントによって放射される熱量  $Q_0$  によって加熱される場合を考える。また、水晶振動子の端は一定温度  $T_0$  に保たれたホルダーに固定されているものとする。このため、加熱 (蒸着) 開始時 ( $t = 0$ ) は、水晶振動子の温度はホルダーの温度  $T_0$  と同じである。加熱が始まってから  $t$  秒後、半径が  $l$ 、ホルダー側を  $r = 0$ 、水晶の中央を  $r = l$  とした水晶振動子の  $r$  軸に沿った温度分布  $T(r, t)$  は、

$$\begin{aligned} T(r, t) = & T_0 + \frac{Q_0}{kA} (r - l) + \frac{8lQ_0}{\pi^2 kA} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \\ & \times \exp \left[ - \left( \frac{(2n+1)\pi a}{2l} \right)^2 t \right] \cdot \cos \frac{(2n+1)\pi}{2l} r, \end{aligned} \quad (3.5)$$

で与えられる。ここで、 $a^2 = k/c\rho_Q$ 、 $c$  は水晶振動子の比熱、 $k$  は熱容量、 $A$  は水晶振動子の断面積である。ここで、実時間で温度補正を行うため、水晶振動子の平均温度は  $r = l/2$  表されるとし、式 (3.5) は一次の項まで打ち切る。これより、水晶振動子の平均温度は、

$$T(l/2, t) \approx T_0 + \Delta T [1 - \exp(-t/\tau)], \quad (3.6)$$

で近似される。ここで、 $\Delta T$  は収束温度であり、

$$\Delta T = \frac{Q_0 l}{2kA},$$

で表される。また、 $\tau$  は時定数であり

$$\tau = 1 / \left( \frac{\pi a}{2l} \right)^2,$$

で表される。

実際の蒸着装置では、加熱開始時 ( $t = 0$ ) においてはフィラメントは電力を供給されていないため熱量  $Q_0$  を放射していない。このため、式 (3.6) の  $T_0$ ,  $\Delta T$  および  $\tau$  は実験値より最小二乗法により求めた。実験は蒸着装置内でタングステンフィラメントのみを加熱し、AT カット水晶振動子の共振周波数の時間変化を測定した。フィラメントへの供給電力は 53 W (図 3.11 (a)), 37 W (図 3.11 (b)), 27 W (図 3.11 (c)) とした。AT カット水晶振動子は、直径 ( $2 \times l$ ) 10 mm, 厚さ 0.3 mm のものを用いた。また、水晶振動子は中央に直径 8 mm の蒸着用の穴をあけた金属ケースで覆い、金属ケースには Al ブロックの放熱板を取り付けた。水晶振動子とフィラメントの距離は、120 mm とした。実験結果を図 3.11 に示す。また、図 3.11 の実験結果および式 (3.4) によって求めた水晶振動子の温度変化を図 3.12 に示す。この結果より、電力が 53 W のとき、式 (3.6) のホルダーの温度および水晶振動子の初期温度  $T_0$  は 30 °C であった。また、電力が 53 W のとき、 $\Delta T$  は 146.8 °C で  $\tau$  は 277.7 s であった。供給電力  $P_{in}$  とホルダー温度  $T_0$ , 収束温度  $\Delta T$ , 時定数  $\tau$  の関係を表 3.3 に示す。この値を用いて蒸着中の AT カット水晶の温度による周波数変化量の時間変化を近似した結果を図 3.11 の実線に示す。また、図 3.13 で示すように、近似による誤差は  $\pm 100$  Hz 以内であった。

### 3.4.3 装置の構成および実験方法

図 3.14 に水晶振動子法による膜厚モニタ装置の構成を示す<sup>(17)~(19)</sup>。この装置では、真空装置内と外部を接続する配線を避けるため、レーザーダイオードとマイクロレンズを用いて AT カット水晶振動子 ( $f_Q = 4.1927$  MHz) の共振周波数の変化量を外部に伝達している。薄膜が水晶振動子の表面に蒸着されたとき、その共振周波数は  $f_Q$  から  $f_C$  に変化する。この周波数の変化量  $\Delta f$  は、ベルジャー内で参照用水晶振動子の周波数  $f_S = 4.1927$  MHz とミキシングされ、低域通過フィルター回路によって取り出される。周波数の変化量  $\Delta f$  は、

$$\Delta f = |\Delta f_M + \Delta f_T|, \quad (3.7)$$

で与えられる。ここで、 $\Delta f_M < 0$  は蒸着膜による周波数の変化量であり、 $\Delta f_T$  は式 (3.4) および (3.6) によって計算される温度による周波数の変化量である。通常、蒸着中は  $|\Delta f_M| > \Delta f_T$  であるので、出力信号  $\Delta f$  は膜厚が増加すると増加し、水晶振動子の温度が上昇すると減少する。その後、 $\Delta f$  によって可視光レーザーダイオード (LD) (Sanyo, SDL-3039-011) を変調する<sup>(20)(21)</sup>。

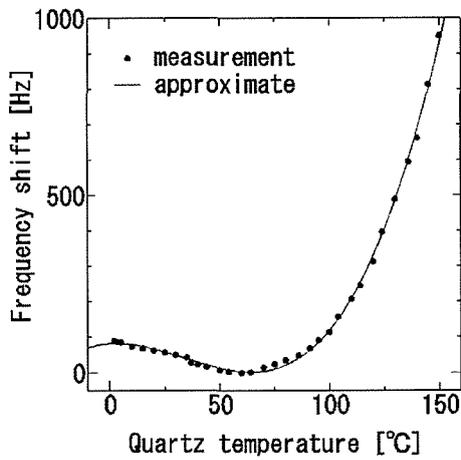


図 3.10: 水晶振動子の周波数温度変化特性 (基準温度 60 °C)

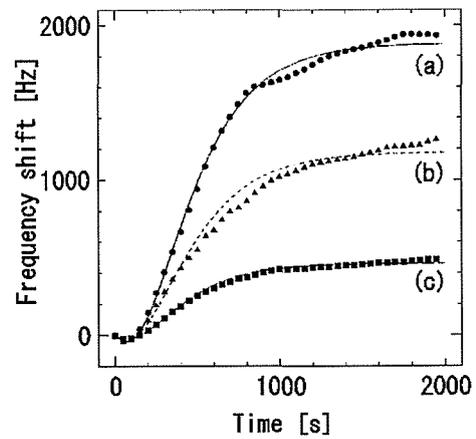


図 3.11: 蒸着装置内の水晶振動子周波数温度変化特性

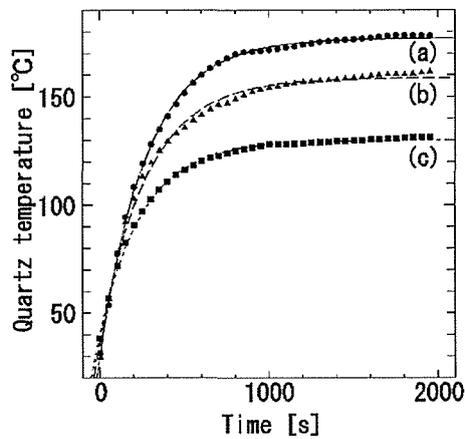


図 3.12: 蒸着装置内の水晶振動子の温度変化

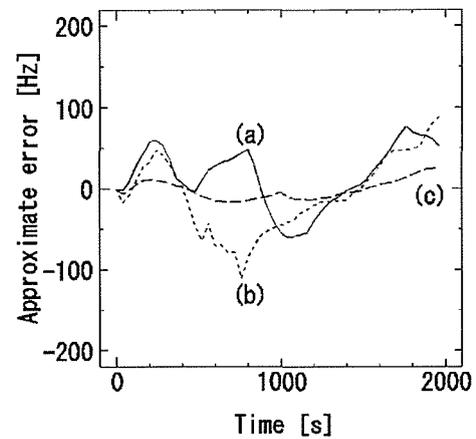


図 3.13: 近似による誤差

表 3.3: 実験値より求めた諸定数

Electric power $P_{in}$ (W)	Holder temperature $T_0$ (°C)	Change of temperature $\Delta T$ (°C)	Time constant $\tau$ (s)
27	40	89.5	257.4
37	37	121.6	280.8
53	30	146.8	277.7
192	45	193.1	268.9

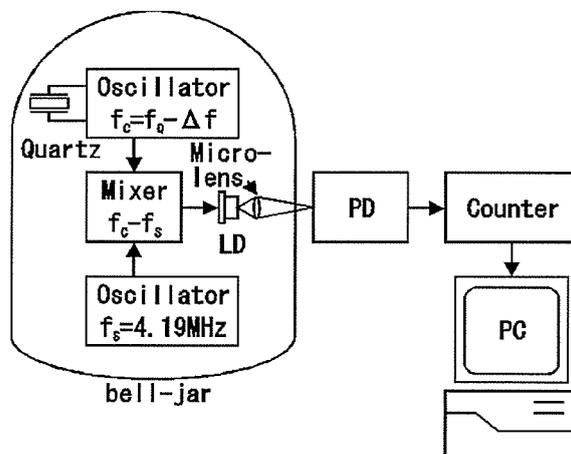


図 3.14: 水晶振動子実時間膜厚モニタ装置の構成

変調されたレーザー光は、マイクロレンズ (Asahi sheet glass LDSFA-002B) によりベルジャー外部の光検出器 (PD) の受光面に集光する。電源として、9 V の電池を並列に用いた。光検出器による信号受光後、周囲の光の変動によるノイズを除去するため、100 Hz 以下の信号を高域通過フィルターにより除去し、信号を増幅整形し、周波数  $\Delta f$  をカウンターにより測定し、コンピュータに取り込む。コンピュータ内では、式 (3.1), (3.4) および (3.6) を用い膜厚  $d_E$  を実時間で計算する。水晶振動子法による膜厚測定は基本周波数  $f_Q$  の 2% が限界とされているので<sup>(16)</sup>、本装置で測定可能な最大の質量密度は、 $2.11 \times 10^{-3} \text{ g/cm}^2$  である。また、装置のノイズや信号のドリフトから最小の質量密度が決まる。ノイズおよびドリフトを 2 時間測定した結果、信号の最大変化量は  $\pm 0.3 \text{ Hz}$  であった。しかし、本装置では温度補正の誤差が  $\pm 100 \text{ Hz}$  程度存在するので、検出可能な最小質量密度は、 $2.52 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^2$  となる。

#### 3.4.4 結果および検討

Ti を用いて膜厚を  $1000 \text{ \AA}$  に制御した結果を図 3.15 に示す。Ti は蒸発温度が高いため、電力の値を  $192 \text{ W}$  とした。この結果、式 (3.6) に用いる定数の値は、 $T_0 = 45 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\Delta T = 193.1 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\tau = 268.9 \text{ s}$  とした。Ti の蒸着では、フィラメントの温度が高いため、水晶振動子の温度が上昇し  $t = 80 \text{ s}$  以降、膜厚による周波数の増加よりも温度による周波数の減少の影響が大きくなっていった。この結果、蒸着終了時の周波数変化量は ( $\Delta f$ )  $898 \text{ Hz}$  となっていたが、補正後の値は  $1,809 \text{ Hz}$  であり、膜厚は  $1003 \text{ \AA}$  となっていた。水晶振動子が常温に戻ったと考えられる蒸着終了 2 時間後の周波数変化量は、 $1,775 \text{ Hz}$  ( $985 \text{ \AA}$ ) であり、誤差  $34 \text{ Hz}$  ( $+18 \text{ \AA}$ ) となり、誤差率 1.8% の高精度で膜厚が制御できることが確認できた。同様の実験を繰り返した結果、最大誤差は、 $-30 \text{ \AA}$  であり、誤差率は 3.0% 以下であることが確認できた。

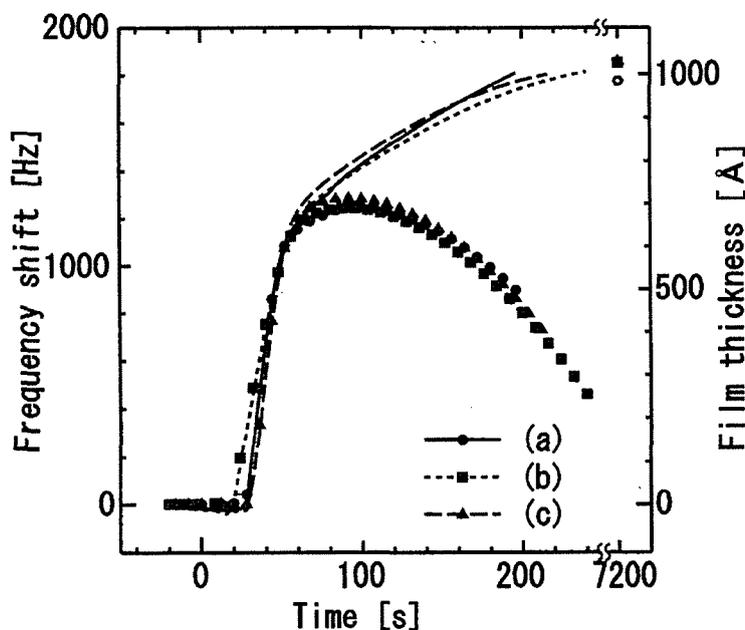


図 3.15: Ti 薄膜の膜厚制御結果

### 3.4.5 まとめ

温度補正を用いた水晶振動子実時間膜厚モニタ装置の提案を行い、試作を行った。数値計算による温度補正を用いることにより、測定周波数の最大誤差を  $\pm 100$  Hz 以下に抑制することができた。また、膜厚制御の実験では、膜厚の最大誤差は  $-30$  Å であり、誤差率 3.0 % であることが確認できた。さらに、真空装置内から外部への信号の伝送方法として、レーザーダイオードとマイクロレンズを用いた。これにより、どのような形式の真空蒸着装置でも簡単に実時間での膜厚測定が可能となることがわかった。

## 3.5 結言

SAW フィルター構造を用いた面接触形氷温域温度センサを作製するため、大型 IDT 作製のための基礎技術であるフォトリソグラフィー技術と蒸着膜の膜厚制御技術について検討した。

フォトリソグラフィー技術では、縮小露光法、密着露光法およびレーザービーム描画装置によりパターンを作製し評価した。その結果、密着露光法およびレーザービーム描画装置によるパターン描画で良好な結果が得られた。レーザービーム描画装置では、ベクタスキャン方式によるパターン描画と太線描画機能による塗り潰し方法を用いることにより描画時間が短縮出来ることがわかった。しかし、密着露光法に比べるとレーザービーム描画装置ではパターン作製に多く

の時間がかかるため、両者を組合せ、レーザービーム描画装置によるフォトマスク作製後、そのフォトマスクを用い密着露光法により基板上にパターンを形成する方法が作製時間および精度の点で最も良いと思われる。

また、蒸着膜の膜厚制御技術では、水晶振動子法を用いて蒸着中の膜厚を実時間でモニタする装置を試作した。膜厚モニタ装置は、どのような装置でも使用可能とするため、膜厚情報を含む信号をレーザー光で転送する方式とした。また、水晶振動子の温度補正のための特別な設備をなくすため、予め測定した水晶振動子の温度変化のデータを用い、数値計算により温度による誤差を補正する方法を提案した。これらの方法を採用した水晶振動子膜厚モニタ装置により膜厚を制御した結果、3.0%の誤差率で膜厚を制御できることがわかった。

## 参考文献

- (1) H. Nakahata, K. Higaki, A. Hachigo, S. Shikata: High frequency surface acoustic wave filter using ZnO/diamond/Si structure, *Jap. J. Appl. Phys.*, **33**, pp. 324 – 328, 1994.
- (2) M. Haruna, S. Yoshida, H. Toda, H. Nishihara: Laser-beam writing system for optical integrated circuits, *Appl. Opt.*, **26**, pp. 4587 – 4592, 1987.
- (3) 電子情報通信学会編: 弾性表面波工学, コロナ社, 1983.
- (4) H. Matsuzawa, K. Kamiryo, T. Kano: A new crystal mounting method for thin-film thickness monitor, *Jap. J. Appl. Phys.*, **14**, pp. 341 – 344, 1975.
- (5) 日本機学会編: 超精密加工技術, コロナ社, 1998.
- (6) 古川 静二郎, 浅野 種正: 超微細加工入門, オーム社, 1989.
- (7) 雑賀 憲昭, 山本 英樹: 線幅可変レーザービーム描画装置, 光学技術コンタクト, **32**, pp. 480 – 489, 1994.
- (8) 雑賀 憲昭, 山本 英樹: 相関を用いたレーザースポット集光分布の再生 (II), 第 40 回応用物理学関連連合講演会講演予稿集, 29p-B-4, pp. 1018, 1993.
- (9) N. Saiga, H. Yamamoto: Measurement of the focused profile of writing beam in laser-beam lithographic system by the aid of numerical restoration, 4th Conf. MOC/GRIN (Kanagawa), pp. 138 – 141, 1993.

- (10) 雑賀 憲昭, 山本 英樹: レーザ描画におけるレンズ収差と焦点外れを用いた塗り潰し法, 第 55 回応用物理学会学術講演会講演予稿集, 21p-D-1, pp. 835, 1994.
- (11) 山本 英樹, 雑賀 憲昭: レーザービーム描画装置への走査型レーザー顕微鏡的機能の付加, 第 44 回応用物理学関連連合講演会講演予稿集, 30p-ZP-17, pp. 929, 1997.
- (12) 山本 英樹, 雑賀 憲昭: レーザー光描画装置におけるナイフエッジ法を用いた自動焦点検出法, 第 18 回光学シンポジウム講演予稿集, pp. 9 – 10, 1993.
- (13) 山本 英樹, 雑賀 憲昭: 焦点検出系を備えたレーザー光描画装置, 第 41 回応用物理学関連連合講演会講演予稿集, 28a-B-3, pp. 837, 1994.
- (14) 山本 英樹, 雑賀 憲昭: 反射光の微分による自動焦点検出機能を備えたレーザー光描画装置の開発, 光学, **23**, pp. 310 – 314, 1994.
- (15) 山本 英樹, 雑賀 憲昭: レーザー光描画装置のデフォーカスを用いたパターン描画時間短縮法, 光学連合シンポジウム浜松 '94 講演予稿集, pp. 181 – 182, 1994.
- (16) C-S. Lu, O. Lewis: Investigation of film-thickness determination by oscillating quartz resonators with large mass load, *J. Appl. Phys.*, **43**, pp. 4385 – 4390, 1972.
- (17) H. Yamamoto, N. Saiga: Temperature-corrected quartz-crystal microbalance for real-time thickness monitoring in vacuum evaporation, *Jap. J. Appl. Phys.*, **35**, pp. 4833 – 4838, 1996.
- (18) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 宅野 慎二, 平尾 貴志: LD 及びマイクロレンズを用いた水晶振動子法による蒸着膜厚の実時間モニタ装置, 第 42 回応用物理学関連連合講演会講演予稿集, 28p-Z-4, pp. 883, 1995.
- (19) 山本 英樹, 雑賀 憲昭: LD 及びマイクロレンズを用いた水晶振動子法による蒸着膜厚の実時間モニタ装置 (II), 第 57 回応用物理学会学術講演会講演予稿集, 8a-B-6, pp. 782, 1996.
- (20) N. Saiga, H. Yamamoto: Temperature tuning of second-harmonic generation in  $\text{KNbO}_3$  excited by astigmatic beam radiating from a laser diode, 5th Conf. MOC '95 (Hiroshima), pp. 120 – 123, 1995.
- (21) 雑賀 憲昭, 山本 英樹: VSIS 半導体レーザーの導波光モードの解析, 第 57 回応用物理学会学術講演会講演予稿集, 7p-KH-5, pp. 924, 1996.

## 第4章 SAW フィルターの電気的特性の測定

### 4.1 緒言

SAW フィルター構造を用いた面接触形氷温域温度センサでは、温度測定の感度向上のため、通過帯域の中心周波数  $f_0$  の高周波数化が求められている。また、試料と同程度の面積の温度を測定するため、SAW 伝搬面の大面積化が必要である。第 2 章において伝搬速度  $V_p$  の高速化と受信信号強度の改善が期待できる ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 圧電体 2 層構造基板の作製条件を検討した。また、第 3 章において SAW 伝搬面を大きくするための大型 IDT の作製条件を検討した。

本章では、ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 圧電体 2 層構造基板上に IDT を作製した IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの測定を行い、電気的特性を明らかにする。まず、IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの測定を行い、SAW の発生を確認する。さらに、周波数特性より通過帯域の中心周波数の値を求め、デルタ関数モデルを用いた周波数特性の数値計算結果と比較する。次に、IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターと ZnO 膜厚および配向性の異なる IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの周波数特性の比較を行い、周波数特性、SAW 伝搬速度および信号伝搬の効率の差を比較した結果について述べる。

### 4.2 IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの周波数特性

#### 4.2.1 はじめに

前章までに、ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> の成膜条件、IDT パターンの作製条件について調べた。本節では、まず、IDT/LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの周波数特性をデルタ関数モデルを用いて計算する。次に、計算結果と実際の IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの測定結果との比較を行う。

#### 4.2.2 デルタ関数モデル

SAW フィルターは圧電体表面を伝搬する波動を利用する信号処理機能素子であり、圧電体表面に設置された 2 組の IDT からなり、電気機械フィルターを形成する。IDT は、平行する多数

のストリップ状電極からなる。

交互に対向する電極間に入力電圧が加えられるとその間に生ずる電極間に入力電圧が加えられるとその間に生ずる電界に対応して歪みが発生し, SAW が励起される. SAW は基板上を材質と結晶方位により決まる固有の伝搬速度  $V_P$  で基板表面に沿って伝搬する. このため, 周波数  $f$  の正弦波電圧を電極に印加した場合,  $T = 1/f$  の時間に  $l = V_P \times T$  の距離を進む. 電極は周期  $\lambda$  の周期構造をしているため, 時間  $T$  で進む距離  $l$  と電極周期  $\lambda$  が一致した場合, 繰り返し歪みが加算され SAW は最も強く励起される.

この波が受信用 IDT を通過するときには, 圧電効果により波に対応する電圧が電極に励起される. このため, SAW フィルターの伝達特性は帯域通過フィルター特性を示す.

その特性は主として, 電極の周期, 送受 IDT 間の距離, 電気機械結合係数, 伝搬速度により決定される. そこで形状, 構成, 物理定数が与えられれば, その伝達特性は決定され, 計算することができる.

SAW フィルターのデルタ関数モデルは両方向性の IDT を解析する上で, 予備的な情報が容易に得られる. 図 4.1 (a) のような両方向性 SAW フィルターを考える. 時間  $t$  において IDT に電極指ごとに極性が反転する電位が印加されている. このとき, 図 4.1 (b) に示すように圧電効果により歪みが発生する. 発生した歪みは, 速度  $V_P$  で基板表面を伝搬するので, 入力 IDT (SAW 励起用 IDT) の出力  $h_a(t)$  は, 時間領域で,  $x = 0$  において,

$$h_a(t) = \sum_{m=1}^M W_a \delta(t - x_m/V_P), \quad (4.1)$$

で与えられる<sup>(1)</sup>. ただし,  $W_a$  は入力電極の交差長である. また,  $x_m$  は  $x = 0$  から  $m$  番目の電極までの距離であり,

$$x_m = m \cdot p = \frac{m\lambda_0}{2} \quad (m \text{ は整数}), \quad (4.2)$$

と変形できる. ( $p = \lambda_0/2$ ; 電極の半周期の値) 電極周期  $\lambda_0$  は, 圧電基板上の表面波速度  $V_P$ , 中心周波数  $f_0$  を用い,

$$\lambda_0 = \frac{V_P}{f_0}, \quad (4.3)$$

で表される.

したがって, 入力 IDT の周波数特性は 図 4.1 (b) のインパルス信号のフーリエ変換,

$$H_a(\omega) = \sum_{m=1}^M W_a C_m \exp(-jkx_m), \quad (4.4)$$

で与えられる. ただし,  $M$  は入力 IDT の電極数であり,  $k$  は, 角周波数  $\omega$  と  $V_P$  を用い

$$k = \frac{\omega}{V_P}, \quad (4.5)$$

で表される値で,  $C_m$  は,

$$C_m = (-1)^{m+1}, \quad (4.6)$$

で表される.

一方, 出力 IDT の周波数特性は式 (4.4) と同じ形で,

$$H_b(\omega) = \sum_{n=1}^N W_b C_n \exp(-jkx_n), \quad (4.7)$$

となる. ただし,  $N$  は出力 IDT の電極数,

$$x_n = n \cdot p = n \frac{\lambda_0}{2} \quad (n \text{ は整数}), \quad (4.8)$$

であり,

$$C_n = (-1)^{n+1}, \quad (4.9)$$

である. また,  $W_b$  は出力 IDT の電極の交差長である.

フィルター全体としての周波数応答は伝搬路長の位相を考慮して,

$$H(\omega) = H_a(\omega)H_b(\omega) \exp(-jkd), \quad (4.10)$$

となる. ただし,  $d$  は入力 IDT と出力 IDT の間の距離である.

ここで, 入力 IDT と出力 IDT の中心周波数  $f_0$  は, 式 (4.3) で与えられるので, 両者の電極周期が同じ場合は, SAW フィルターの中心周波数は, 式 (4.3) と同じ値となり,

$$f_0 = \frac{V_P}{\lambda_0}, \quad (4.11)$$

で与えられる.

伝搬速度  $V_P$  は基板の材質と伝搬速度で決定される値であるため, 電極周期  $\lambda_0$  を決定すると, その中心周波数が決まることがわかる. また, 逆に周波数特性を精密に測定し中心周波数  $f_0$  を決定すると, IDT の形状によって電極周期  $\lambda_0$  は決まっているので, 伝搬速度が未知の基板上を伝搬する SAW の伝搬速度が決定できることが式 (4.11) よりわかる.

このデルタ関数モデルでは, SAW が電極下を伝搬するとき, 電極と SAW は相互に影響を与えないとしている. しかし, 実際は圧電の反作用のため, SAW のエネルギーの一部が電極に戻り, インピーダンスが不整合の部分で反射して再度電極に戻り, 再び SAW を励振させるなどの影響もあるので, 厳密な周波数特性はこのモデルでは得ることができない. また, 図 4.1 のような両方向性 IDT では, IDT の両側に SAW を伝搬するため, 励起した SAW の半分は損失となるが, このモデルでは, この影響や電気機械結合係数, 伝搬損失を考慮していないため, 挿入損失の値が大きく異なる.

しかし、SAW の伝搬速度  $V_P$ 、入出力 IDT の電極長  $W_a$ ,  $W_b$ 、入出力 IDT の電極指の本数  $M$ ,  $N$ 、電極周期  $\lambda_0$ 、電極間距離  $d$  を与えるだけで比較的簡単に周波数特性の概略が計算でき、さらに式 (4.11) より容易に中心周波数および伝搬速度を求めることができるので、ここでは、このモデルを用いた。

### 4.2.3 実験方法

実験は、まず、デルタ関数モデルの式 (4.4) および式 (4.10) を用い、IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの挿入損失  $|H(\omega)|$  の周波数特性を計算した後、実際に作製した SAW フィルターの測定を行い、その特性を比較した。

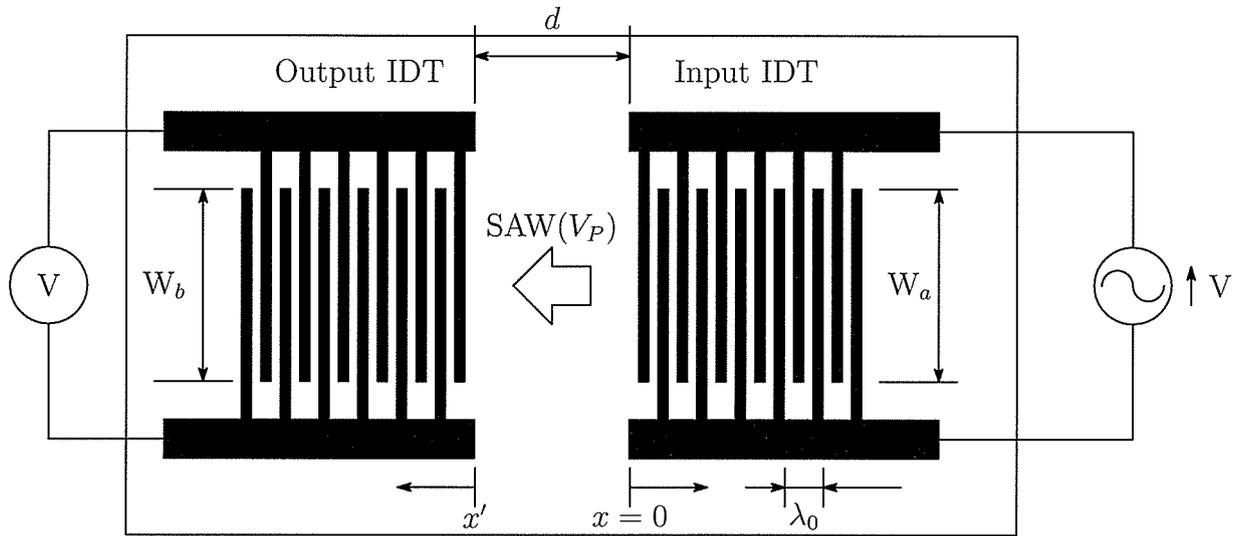
周波数特性の計算には、前章 (3.2) で作製した SAW フィルターの入出力 IDT の各パラメータの値、電極交差長  $W_a = W_b = 14$  mm、入出力 IDT の電極指の本数  $M = N = 20$  本、電極周期  $\lambda_0 = 220$   $\mu\text{m}$ 、電極間距離  $d = 1.1$  mm を使用した。また、SAW 伝搬速度  $V_P$  には、3,800 m/s を使用した<sup>(2)</sup>。SAW フィルターの各値を表 4.1 に示す。

また、SAW フィルター素子の測定では、まず、SAW の発生を目視により確認した。SAW の振幅は非常に小さいため、通常目視による測定は出来ないが、基板表面の SAW 伝搬部分に液滴をのせ、比較的振幅の大きい SAW を伝搬させると、SAW のエネルギーが液滴中に放射され、液滴を振動させる<sup>(3)</sup>。今回の目視実験では、液滴にアルコールを用い、10 MHz から 30 MHz までの信号を連続的に変化させながらアルコール表面状態の変化を確認した。

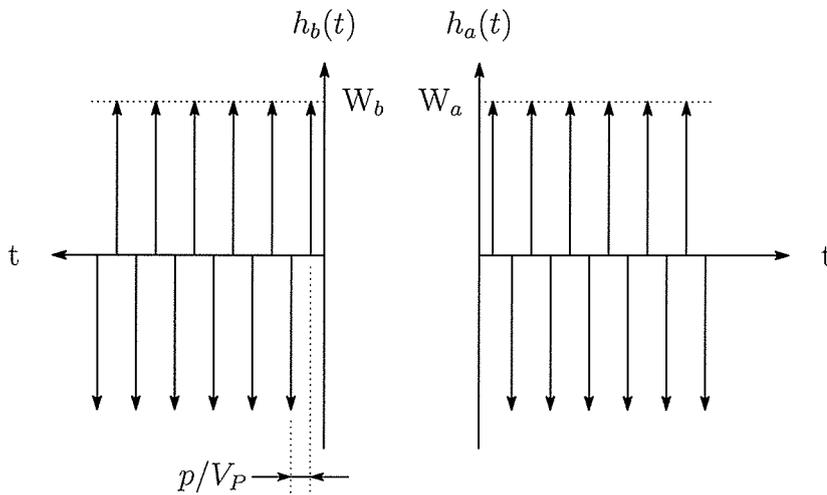
次に、周波数特性の測定を RF ネットワークアナライザ (Agilent technologies, 8712ES) を用いておこなった。SAW フィルターの入力側 IDT に RF ネットワークアナライザのポート 1、出力側 IDT にポート 2 を直接接続し、周波数を 10 MHz から 30 MHz まで変化させて挿入損失  $S_{21}$  の周波数特性を測定した。なお、RF ネットワークアナライザの端子のインピーダンスと SAW フィルターの IDT 入出力端子のインピーダンスは異なっているが、インピーダンス整合を取らない状態で測定した<sup>(4)~(6)</sup>。また、次章で述べる温度依存性の測定と条件を同じにするため、温度制御用ペルチェ素子上に SAW フィルターを配置して測定した<sup>(7)</sup>。

### 4.2.4 結果と検討

まず、図 4.2 に式 (4.4) を用い、入力 IDT の周波数特性を計算した結果 (図 4.2 ( $|H_a(\omega)|$ )) および式 (4.10) を用いフィルター全体の周波数特性を計算した結果 (図 4.2 ( $|H_a(\omega) \cdot H_b(\omega)|$ )) を示す。この結果より、IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの周波数特性は、周波数  $f = 17.27$  MHz (図 4.2 (I)) において、挿入損失が零となり、その周波数を中心に左右対称の



(a) 両方向性 SAW フィルターの構造



(b) デルタ関数表示

図 4.1: デルタ関数モデルにおける SAW フィルターの構造

表 4.1: z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上 IDT パターンの測定値

入出力 IDT	
電極周期 ( $\lambda_0$ )	220 $\mu\text{m}$
電極交差長 ( $W_a = W_b$ )	14.0 mm
電極指数 ( $M = N$ )	20 本
伝搬距離 ( $d$ )	1.1 mm
z-cut LiNbO <sub>3</sub> 基板	$x$ 伝搬
伝搬速度 $V_P$	3,800 m/s

形の帯域通過特性を示すことがわかる。このことから、中心周波数  $f_0$  は、 $V_P/\lambda_0 = 17.27$  MHz であることがわかる。また、出力 IDT より出力される信号の強度が半分になる通過帯域幅は、1.0 MHz であることがわかった。

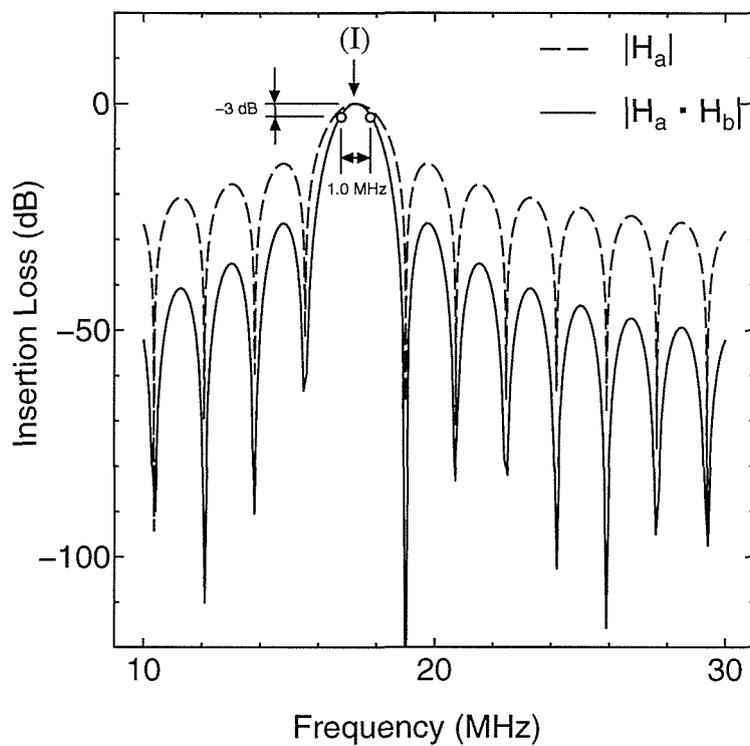
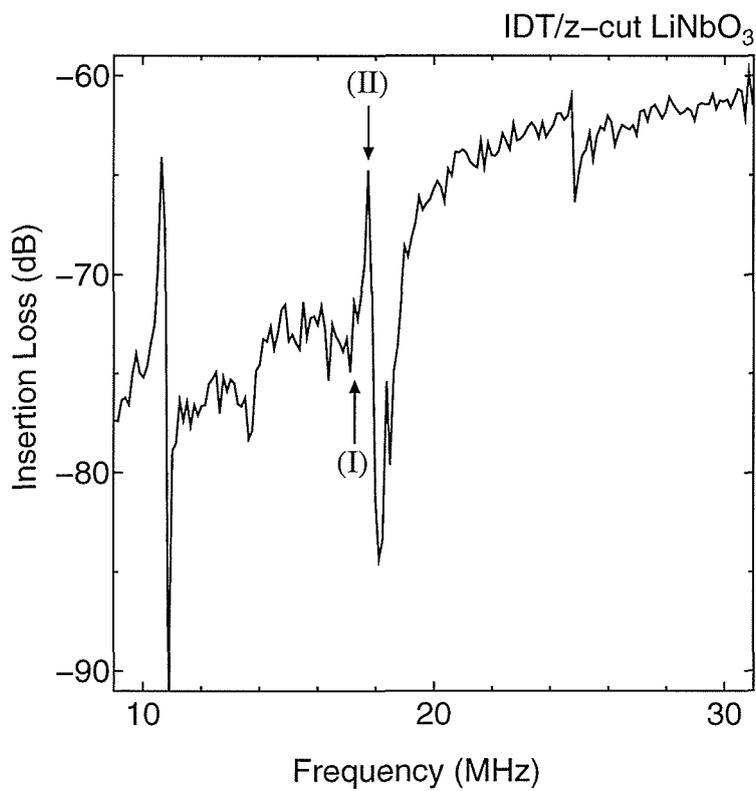
目視による SAW の励振確認では、周波数  $f = 17$  MHz から 18 MHz の範囲でアルコール表面のゆれが確認でき、SAW がこの周波数付近で強く発生していることが確認できた。

次に、図 4.3 に  $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上の SAW フィルターの周波数特性の測定結果を示す<sup>(4)~(7)</sup>。図 4.3 (I) にデルタ関数モデルより求めた通過帯域の中心周波数  $f_0 = 17.27$  MHz を示す。この結果では、周波数  $f = 17.7$  MHz (図 4.3 (II) ) に約  $-65$  dB の SAW による弱いピークが観測されたが、帯域幅が狭く、損失も非常に大きかった。中心周波数が約 0.5 MHz 高周波側にシフトし、帯域幅がデルタ関数モデルの計算結果と比べ狭い理由は、IDT 電極の静電容量や SAW の電極間の多重反射による共振の影響が重なったためであると考えられる。また、前述したようにデルタ関数モデルの計算では、電気機械結合係数や伝搬損失が考慮されていないので、計算結果では、中心周波数  $f_0$  において、挿入損失が零となっているが、実際の SAW フィルターでは、通常、電気機械結合係数や伝搬損失の影響により  $-10$  dB から  $-20$  dB 程度の損失がある。この値は伝搬距離  $d$  などによってその値が変わると考えられる。目視による SAW の励振確認実験の結果では、強度は不明であるものの、SAW が励振していたことから、今回作製した SAW フィルターは、通常の SAW フィルターと比較して伝搬距離  $d$  が長いこと挿入損失が大きくなったものと考えられる。

#### 4.2.5 まとめ

デルタ関数モデルにより IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> SAW フィルターの周波数特性を計算した。また、試作した IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> SAW フィルターの SAW の励振を目視により確認し、周波数特性を RF ネットワークアナライザを用いて測定し、デルタ関数モデルの計算結果と比較した。

試作した IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> SAW フィルターは、SAW の励振は確認できたが、通過帯域の周波数特性は帯域が非常に狭く損失が大きいことが確認できた。また、電極の多重反射などの影響により中心周波数はデルタ関数モデルの計算値より 0.5 MHz 程度高周波側にシフトしているが、中心周波数  $f_0$  は伝搬速度  $V_P$  と電極周期  $\lambda_0$  の値より求めることが出来ることがわかった。

図 4.2: IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性計算結果図 4.3: IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性測定結果

## 4.3 IDT/ZnO/LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルター周波数特性

### 4.3.1 はじめに

前節では, IDT/LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターのデルタ関数モデルと実際の測定値を比較し, 伝搬損失は大きく異なるものの, 中心周波数は伝搬速度と電極周期の値より求めることが出来ることを確認した.

本節では, IDT/LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターと ZnO 膜厚および *c* 軸配向性の異なる IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの周波数特性の比較を行い, ZnO 薄膜の膜厚および配向性が周波数特性へ及ぼす影響を調べる. また, 通過帯域の中心周波数の値より, ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上的 SAW 伝搬速度を計算し, 挿入損失および通過帯域幅の比較から最適な ZnO 薄膜の膜厚の検討する.

### 4.3.2 実験方法

SAW フィルターには, IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター (ZnO 薄膜の膜厚  $\delta = 0$  nm,  $\delta = 0$  と略す) と ZnO 膜厚  $\delta$  が 400 nm, 600 nm, 800 nm の IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターを用いた (それぞれ,  $\delta = 400$ ,  $\delta = 600$ ,  $\delta = 800$  と略す).

ZnO 薄膜は, RF スパッタリング装置を用いて基板温度 室温 (R.T.) で 40 分から 80 分間成膜した. 成膜後, RF スパッタリング装置より取り出した状態の基板の上に前節 (表 4.1) と同様の形状の IDT を作製し, SAW フィルターとした<sup>(7)</sup>. また, 成膜後, RF スパッタリング装置より取り出した基板を真空中で 500 °C, 1 時間のポストアニール処理を行った基板の上に同様の IDT を作製した. なお,  $\delta = 0$  の基板 (*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> のみ) は表面を洗浄した後, IDT を取り付けた.

SAW の伝搬方向は, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板を基準とし, *x* 方向に伝搬させた. 図 4.4 に作製した SAW フィルターの構造を示す.

周波数特性の測定には, 前節と同様 RF ネットワークアナライザを用い, 温度制御用ペルチェ素子上でそれぞれの基板の挿入損失  $S_{21}$  を測定した<sup>(4)~(6)</sup>.

### 4.3.3 結果と検討

#### (1) 成膜後の ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターの周波数特性

図 4.5 に, 膜厚  $\delta = 0$  (a), 400 (b), 600 (c), 800 (d) の成膜後の ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板の上に作成した SAW フィルターの挿入損失の周波数特性を示す<sup>(4)~(7)</sup>.

IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> ( $\delta = 0$ ) の SAW フィルターでは, 約 3.6 MHz (図 4.5 (a), (I) の周波数),

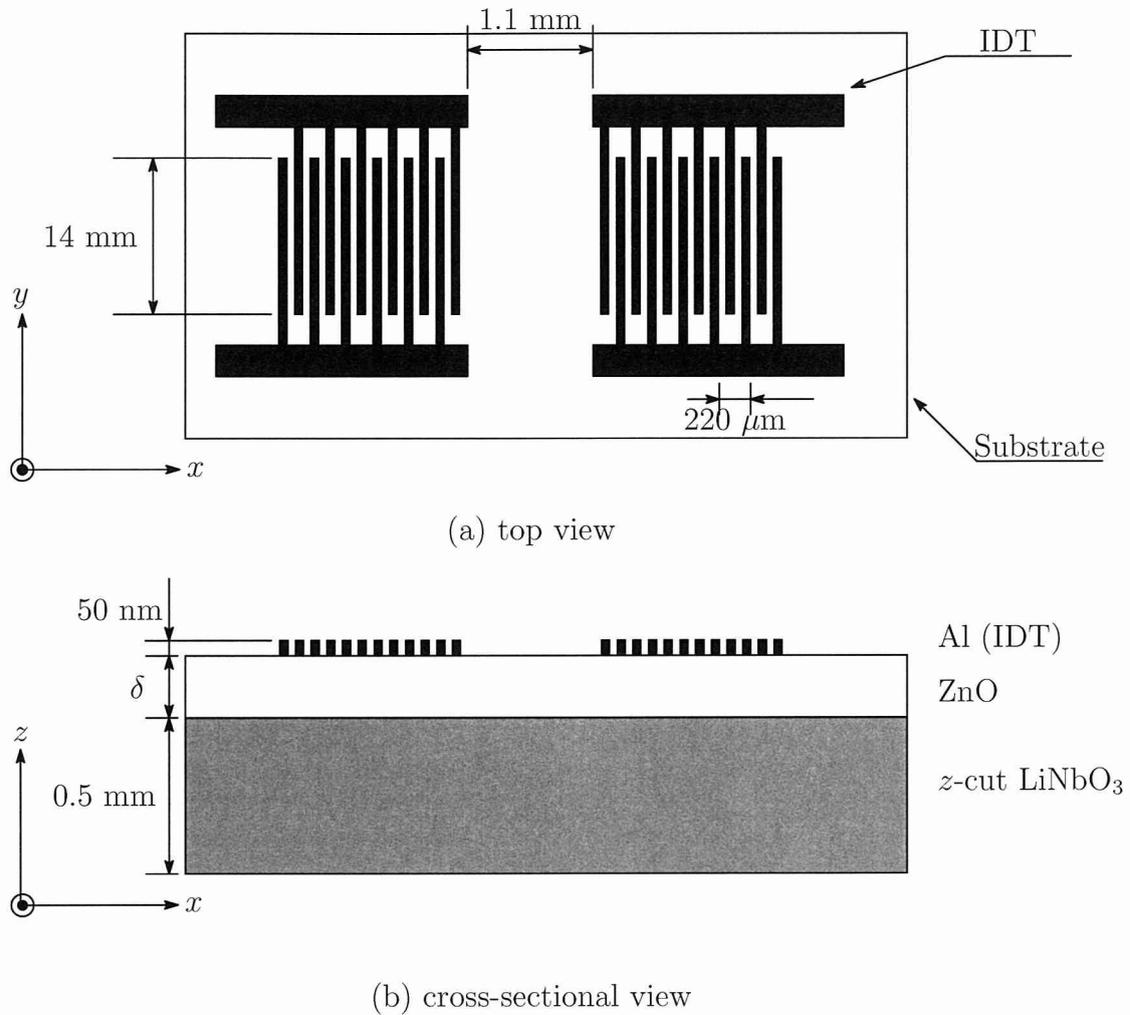
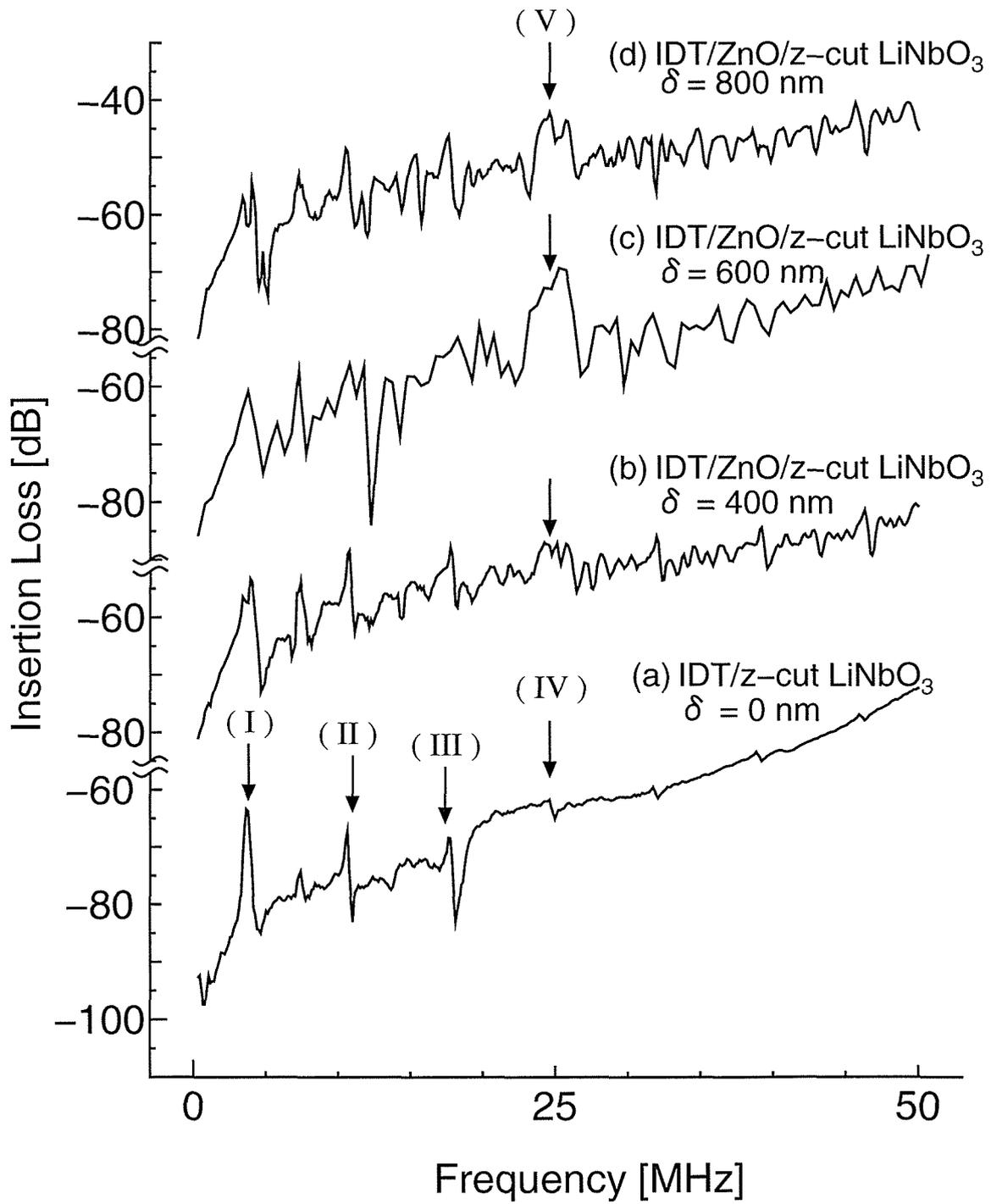


図 4.4: IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> の SAW フィルター

10.6 MHz (図 4.5 (a), (II)), 17.7 MHz (図 4.5 (a), (III)) および 24.6 MHz (図 4.5 (a), (IV)) にピークが観測された. このピークは帯域の非常に狭い通過帯域と考えられる. 図 4.5 (b) から (d) の成膜後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターの周波数特性では, IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> の SAW フィルターで観測された 図 4.5 (I) から (III) の周波数のピークの外に, 約 24.5 MHz (図 4.5 (b) – (d), (V)) に新たに, 帯域幅の広い通過帯域が確認できた. 図 4.6 に (V) ( $f = 24.5$  MHz) 近傍の周波数特性を示す.  $f = 24.5$  MHz 付近の周波数特性を詳細に測定した結果, (V) の通過帯域の中心周波数は 24.47 MHz であった.

図 4.5 (V) の周波数 ( $f_0 = 24.47$  MHz) の通過帯域は,  $\delta = 0$  の SAW フィルターで観測された  $f = 24.6$  MHz (IV) のピークの周波数に比較的近いが, 図 4.6 の通過帯域の形状を詳細に見ると, *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> に起因すると思われる図 4.5 (IV) のピークは, 通過帯域内にも観測されているため, この通過帯域は別の要因によって発生したものと考えられる. また, 通過帯域の挿入損失の値を膜厚ごとに比較すると,  $\delta = 0$  では存在せず,  $\delta = 400$  では, 挿入損失は  $-47$  dB であり,

図 4.5: IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性測定結果

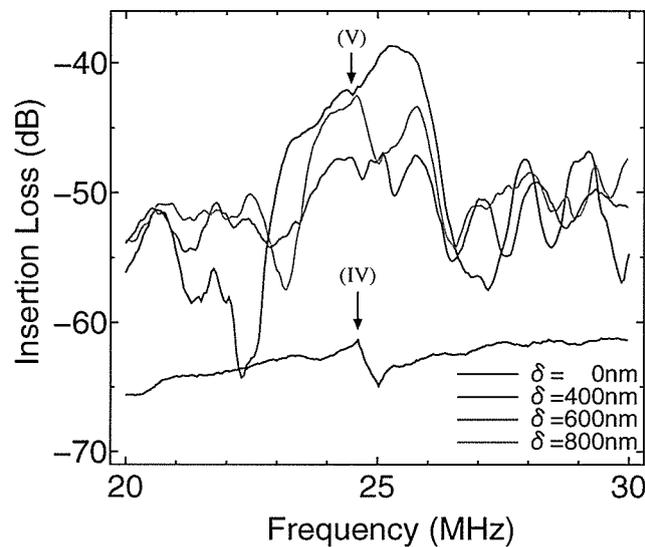


図 4.6: IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性測定結果 ( $f = 24.5$  MHz 近傍)

$\delta = 600$  および  $\delta = 800$  では、挿入損失はそれぞれ  $-42$  dB,  $-43$  dB であることが確認できた。 $f = 24.47$  MHz (V) の通過帯域について、ZnO 薄膜の膜厚が  $\delta = 0$  から  $\delta = 600$  までは、挿入損失が小さくなっているため、出力 IDT 側に伝達される信号強度は、ZnO の膜厚の増加とともに増加し、 $\delta = 600$  以上ではあまり変化しない。この結果より、膜厚 600 nm 以上の ZnO 薄膜を *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に堆積させることにより、信号強度の伝達特性が向上することがわかった。

また、この通過帯域は、 $\delta = 0$  の SAW フィルターでは観測されなかった点および ZnO の膜厚が増加すると伝達される信号強度が増加する点より、*c* 軸配向の ZnO 薄膜を *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 結晶上に成膜した影響と考えられ、ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板では *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板とは異なる伝搬速度を持つ SAW が発生していると推測される。中心周波数  $f_0 = 24.47$  MHz であることから、式 (4.11) よりこの SAW の伝搬速度を求めると、伝搬速度  $V_P$  は、約 5,400 m/s と見積もられた。この値は、*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上的 SAW 伝搬速度の 1.4 倍であり、ZnO 薄膜を膜厚 600 nm 以上堆積させることにより、SAW の信号伝達強度および伝搬速度が大幅に向上することが確認できた。

## (2) ポストアニール処理後の ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターの周波数特性

図 4.7 に、膜厚  $\delta = 0$  (a), 400 (b), 600 (c), 800 (d) のポストアニール処理後の ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に作成した SAW フィルターの挿入損失の周波数特性を示す。

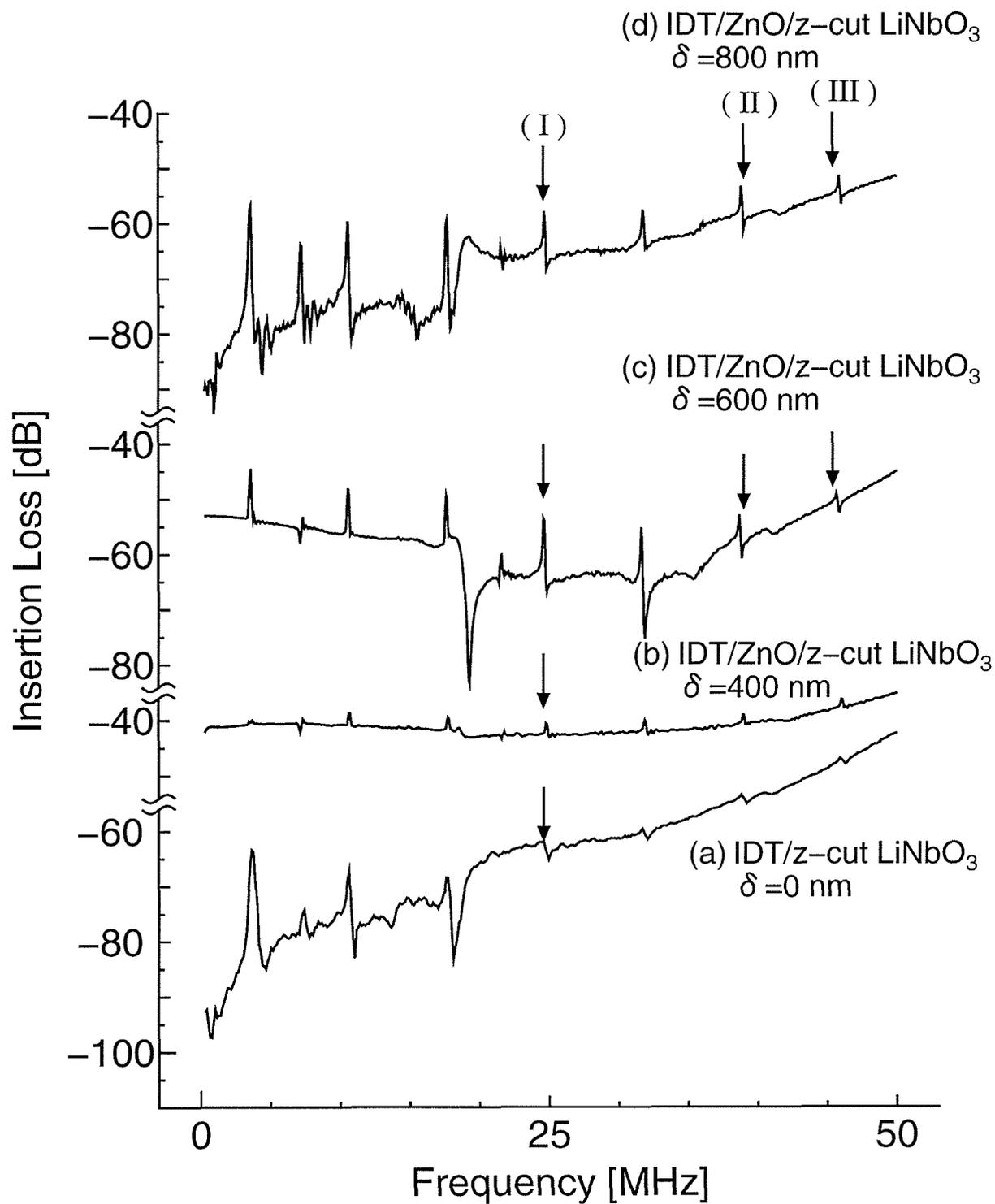
ポストアニール処理後の IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは、図 4.5 (V) で観測された ZnO 薄膜に起因すると思われる広帯域の通過帯域は観測できなかった。しかし、

$f = 24.6$  MHz (図 4.5 (a), (IV) および図 4.7 (a) - (d), (I)) の  $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> に起因すると思われるピークが観測され、膜厚 600 nm 以上の ZnO 薄膜において、挿入損失の改善が確認できた。また、 $f = 38.6$  MHz (図 4.7 (II)) および  $f = 45.6$  MHz (図 4.7 (III)) の周波数において、SAW の高調波成分によるピークが確認された。このピークは、 $\delta = 0$  の IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでも僅かに観測されたが、膜厚 600 nm 以上のポストアニール処理した ZnO 薄膜上の SAW では、挿入損失が改善され明確なピークとなっている。この  $f = 24.6$  MHz, 38.6 MHz および 45.6 MHz のピークの挿入損失の変化は、ZnO 薄膜の影響により、SAW の励起効率が向上し、出力 IDT に到達する SAW のエネルギーが増加したためと考えられる。以上の結果より、膜厚 600 nm 以上の ZnO 薄膜を堆積させた IDT/ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターにおいて、成膜後の ZnO 薄膜とポストアニール処理後の ZnO 薄膜では、どちらも挿入損失の改善がみられたが、通過帯域の周波数および帯域幅が異なっていることがわかった。

ここで、成膜後の ZnO 薄膜とポストアニール処理後の ZnO 薄膜の周波数特性の違いの原因を検討する。真空中でのポストアニール処理することにより、ZnO 薄膜の配向性は向上し、構造は変化する。第 2 章 2.4 節でその結果を示しているが、ここで再度、その結果を図 4.8 および図 4.9 に示す。断面像より、劈開面が成膜後は層状の構造になっていたのに対し、ポストアニール処理後の膜は均一な膜になっていることが確認できた。また、XRD パターンより、ポストアニール処理後の ZnO 薄膜は ZnO (002) の相対強度が大きくなっていることから、配向性が向上したと考えられ、回折角の値から薄膜内の応力が緩和されていることもわかる。したがって、ポストアニール処理によって ZnO 薄膜の構造が変化していると考えられる。

成膜後の ZnO 薄膜では、膜の構造が層状になっていることから、ZnO 薄膜と  $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 結晶の結合が比較的弱く、それぞれが独立した状態で SAW を励起、伝搬していると考えられる。このため、ZnO 薄膜に起因する通過帯域 (図 4.5 (V)) が、 $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 結晶上の SAW フィルター特性に付加された形で観測されたと考えられる。一方、ポストアニール処理後の ZnO 薄膜では、膜の構造が均一に変化していることから、ZnO 薄膜と  $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 結晶が強く結合した状態で SAW を励起、伝搬したのと考えられ、その周波数特性は IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> とあまり変わらず、ZnO 薄膜の影響により、通過帯域および高調波の信号強度のみが増加した形になっている。

成膜後の ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に SAW フィルターを構成することにより、基板上を伝搬する SAW の速度を向上させることができ、測定周波数を高周波化することができる。また、この通過帯域の挿入損失は、ZnO の膜厚に対して依存性があり、膜厚 600 nm 以上で挿入損失が改善されることがわかった。ポストアニール処理後の IDT/ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは、新たな通過帯域の生成は観測されなかったが、膜厚 600 nm 以上で ZnO 薄膜

図 4.7: IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性測定結果 (ポストアニール処理後)

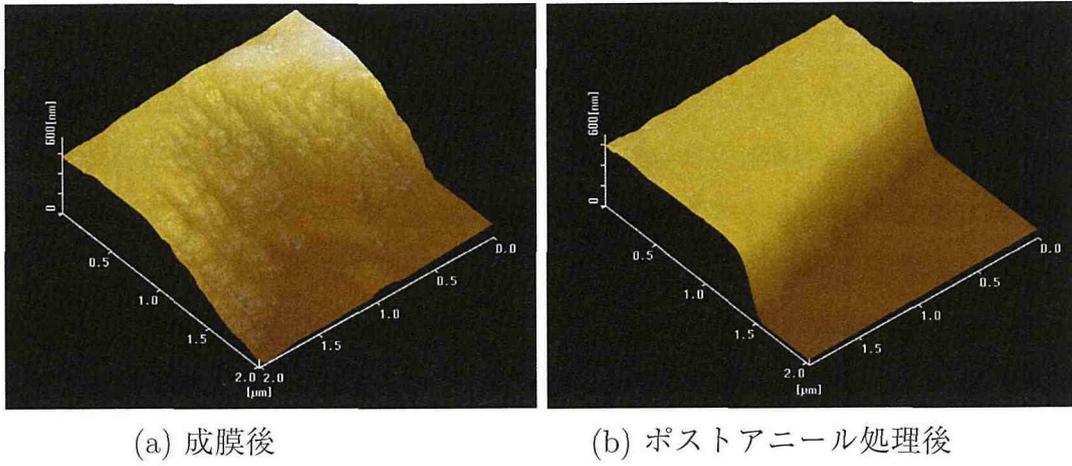


図 4.8: ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 断面の AFM 像 (基板温度 室温, 成膜時間 60 分)

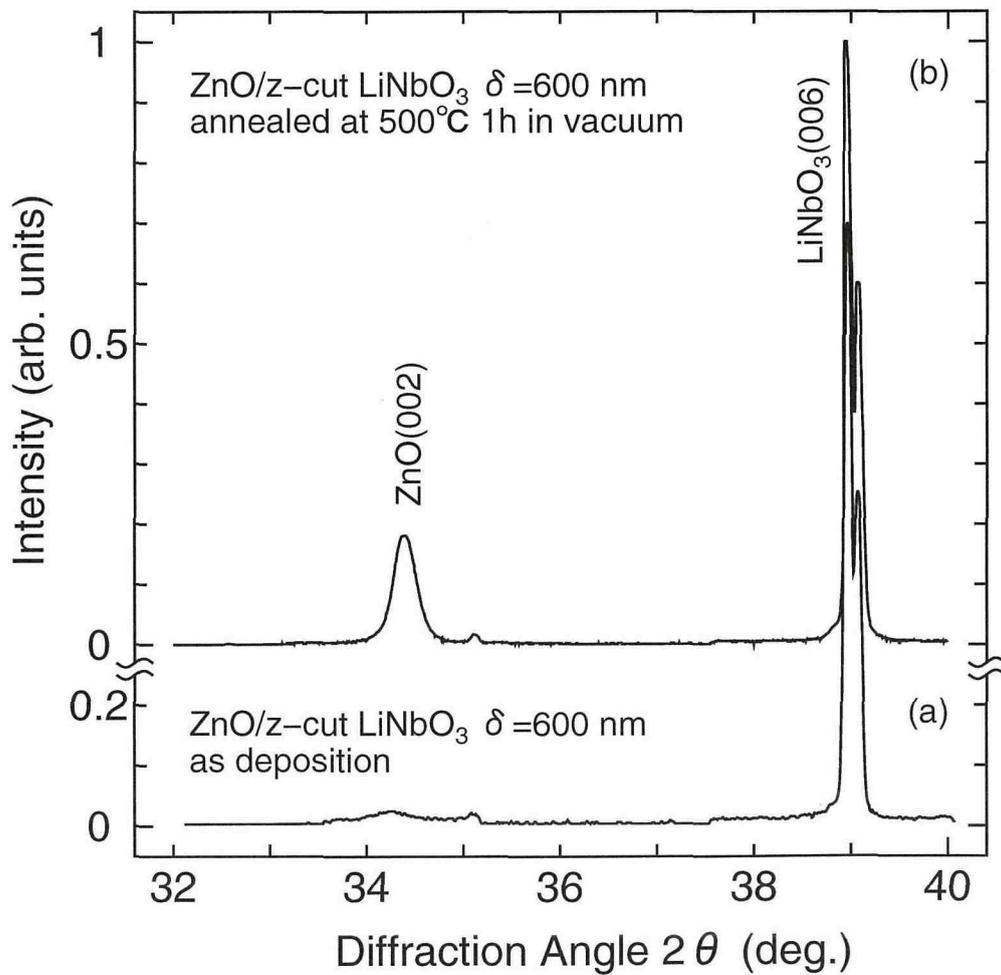


図 4.9: ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> (基板温度 室温, 成膜時間 60 分) の XRD パターン

による SAW 励起効率の向上の影響により周波数  $f = 38.6$  MHz および  $45.6$  MHz の高調波のピークの挿入損失の改善が確認でき、測定周波数の高周波化が可能であることがわかった。したがって、膜厚  $600$  nm 以上の成膜後およびポストアニール処理後の ZnO 薄膜では、どちらの基板でも SAW の測定周波数の高周波化と挿入損失の改善により温度測定の精度向上が期待できる。

#### 4.3.4 まとめ

IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> および IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターを測定し、膜厚  $600$  nm 以上の成膜後の ZnO 薄膜上の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは、新たに、中心周波数  $f_0 = 24.47$  MHz の通過帯域が明確に形成されることが確認出来た。この中心周波数の値より、SAW の伝搬速度は  $5,400$  m/s と見積もられた。このことから、ZnO 薄膜を z-cut LiNbO<sub>3</sub> 上に堆積させることにより、基板上を伝搬する SAW の速度を向上させることができ、測定周波数を高くすることができる。また、この通過帯域の挿入損失は、ZnO の膜厚に対して依存性があり、膜厚増加とともに挿入損失が改善されることが確認できた。

また、真空中でポストアニール処理を行った ZnO 薄膜上の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは、新たな通過帯域の生成は観測されなかったが、膜厚  $600$  nm 以上で ZnO 薄膜による SAW 励起効率の向上の影響により周波数  $f = 38.6$  MHz および  $45.6$  MHz の高調波のピークの挿入損失の改善が確認できた。

## 4.4 結言

IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターと ZnO 膜厚の異なる IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの周波数特性の測定を行い、ZnO 薄膜が周波数特性、SAW 伝搬速度および挿入損失に及ぼす影響を検討した。

IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは、目視により SAW の励振および伝搬を確認し、RF ネットワークアナライザを用いて挿入損失の周波数特性を測定した。z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板では、伝搬速度  $3,800$  m/s の SAW によるものと考えられる帯域幅が非常に狭い通過帯域とその高調波によると思われるピークが観測された。

ZnO を成膜した ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 圧電性基板上に IDT を作製した、IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは、IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターで観測されたピークに加え、明らかに異なる周波数に帯域幅の広い通過帯域が観測された。この新たに発生した通過帯域の中心周波数の値と作製した IDT の電極周期の値より、成膜後の ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板では、伝搬速度が  $5,400$  m/s の SAW が励振、伝搬し、併せて伝搬速度  $3,800$  m/s の SAW も励

振, 伝搬することがわかった. また, 伝搬速度 5,400 m/s の SAW による通過帯域の挿入損失の値は ZnO 薄膜の膜厚に依存し, ZnO 薄膜の膜厚が 600 nm 以上のとき, 明確な通過帯域を形成することがわかった.

また, 真空中で温度  $T_a = 500$  °C, 1 時間のポストアニール処理を行った ZnO 薄膜上に作製した IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは, 伝搬速度 5,400 m/s の SAW に起因する通過帯域が観測できず, 伝搬速度 3800 m/s の SAW に起因するピークのみが観測されることがわかった. このピークの挿入損失の値は, ZnO 薄膜の膜厚に比例し, 膜厚の増加とともに挿入損失の値が小さくなり, SAW の励起効率が改善されることがわかった. 膜厚 600 nm 以上で ZnO 薄膜による SAW 励起効率の向上の影響により高調波のピークの挿入損失の明確な改善が確認できた.

## 参考文献

- (1) 朴 奎七, 加川 幸雄, 土屋 隆生: 遺伝的アルゴリズム (GA) による表面弾性波フィルタの最適設計, シミュレーション, **18**, pp. 6 – 11, 1999.
- (2) 政家 公夫: 移動体通信用弾性表面波フィルター, 応用物理, **67**, pp. 700–704, 1998.
- (3) 長友 晋介, 松井 義和, 塩川 祥子: SAW 励振による微小液滴の非線形振動の研究, 電子情報通信学会技術研究報告, **US 2000 – 68**, pp. 7 – 12, 2000.
- (4) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: ZnO/LiNbO<sub>3</sub> の表面弾性波フィルター温度特性, 真空, **44**, pp. 322 – 325, 2001.
- (5) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: ZnO/z-LiNbO<sub>3</sub> スパッタ薄膜の SAW フィルター特性を利用した温度センサ, 電気・情報通信学会中国支部第 51 回連合大会講演会論文集, pp. 319, 2000.
- (6) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: ZnO/LiNbO<sub>3</sub> の表面弾性波フィルター温度特性, 第 41 回真空に関する連合講演会講演予稿集, pp. 347 – 348, 2000.
- (7) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: ZnO スパッタ薄膜表面弾性波フィルターを用いた氷温センサ, 電気・情報通信学会中国支部第 52 回連合大会講演会論文集, pp. 223, 2001.

## 第5章 SAW フィルターの温度特性 (氷温域温度センサへの応用)

### 5.1 緒言

0 °C 以下で物体が凍結する直前の温度領域を利用した氷温技術において、物体の温度測定は重要な要素である。これまで、氷温域における温度測定には、熱電対のような点接触形の温度センサが多用されてきた。このため、対象物の平均温度や温度分布を測定するためには、多くの温度センサを必要とする<sup>(1)</sup>。また、花卉や生態膜のようなその厚さに対し表面積が非常に広く、強度が弱い試料に対しては多くのセンサを接触させることが困難であった。物体の平均温度を数少ないセンサで簡単かつ正確に測定するためには、面接触形の温度センサが求められている。

これまでに、様々なタイプの面接触形温度センサが提案されているが、氷温域における温度センサとして SAW を用いた温度センサが最も多くの利点があり有効であると思われる。SAW を用いた面接触形の温度センサは、Pohl 氏らにより遅延線形 SAW 温度センサが提案されているが<sup>(2)</sup>、圧電性基板表面を伝搬する SAW のエネルギーの一部しか使用しない点および SAW の伝搬時間を直接測定している点が問題であり、温度測定の精度向上が困難であった。

本章では、上記の問題点を解決するため SAW フィルター構造を利用した氷温域の温度センサを提案し、IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの中心周波数の温度依存性の測定を行い、氷温域の温度センサとして基礎特性を検討する。まず、IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターと IDT/ZnO/LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの中心周波数  $f_0$  の温度依存性の測定を行い、ZnO が SAW の伝搬速度  $V_p$  の温度依存性に及ぼす影響を検討する。また、ZnO 膜厚、結晶性の異なる IDT/ZnO/LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの温度依存性を比較し、0 °C 付近の氷温域の温度センサとして最適な膜厚の検討を行う。

### 5.2 SAW フィルター構造による温度測定方法

#### 5.2.1 はじめに

SAW を用いた面接触形温度センサとして、遅延線形 SAW 温度センサが提案されているが<sup>(2)</sup>、これは、SAW 伝搬速度が温度により変化する現象を受信信号時間の変化として測定するもので

あり、温度測定の精度向上が困難であった。また、受信信号が比較的弱く、ノイズによる誤差の影響も大きい。そこで、受信信号の強度が比較的大きく、通過帯域の周波数の変化として温度が測定できる SAW フィルターの構造を用いて氷温域の面接触形温度センサを検討した。

本節では、まず、SAW の伝搬面の温度変化により伝搬速度が温変化することを用いて、SAW フィルター構造により SAW 伝搬面の温度変化が測定できることを示す。次に、試作した IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの諸定数を用いて周波数特性の温度変化を計算し、その温度変化を周波数特性より測定する方法について述べる。

### 5.2.2 SAW フィルター中心周波数の温度変化

前章 4.2 節「デルタ関数モデル」を用いると、SAW フィルターの周波数特性は、

$$H(\omega) = H_a(\omega)H_b(\omega) \exp(-jkd), \quad (5.1)$$

で表され、また、入力用・出力用の IDT の電極周期が  $\lambda_0$  で等しい場合には、その中心周波数は、

$$f_0 = \frac{V_P}{\lambda_0}, \quad (5.2)$$

で表される。ここで、 $\lambda_0$  は IDT の電極周期である。また、 $V_P$  は SAW の伝搬速度であり、SAW が伝搬する圧電性基板の材質と結晶方位により決定される弾性定数、圧電定数、誘電率、密度により求まる固有の値である。

一般に弾性定数、圧電定数、誘電率を構成する各要素 ( $c_{ij}$ ,  $e_{ij}$ ,  $\epsilon_{ij}^S/\epsilon_0$ ) の温度依存性は、

$$X = X_{25^\circ\text{C}} [1 + a_1\Delta T + a_2\Delta T^2], \quad (5.3)$$

で与えられる。ここで、 $X_{25^\circ\text{C}}$  は温度 25 °C のときの各パラメータの値であり、 $a_1$ ,  $a_2$  は温度係数 ( $a_1$ :  $\times 10^{-4}/^\circ\text{C}$ ), ( $a_2$ :  $\times 10^{-7}/(^\circ\text{C})^2$ ) である。ほとんどの圧電性基板では  $a_1$ ,  $a_2$  の温度係数が存在するので、SAW の伝搬速度  $V_P$  は温度によって変化する。

SAW 伝搬速度の温度係数を  $\alpha$  (ppm/°C) とし、SAW フィルターを構成する基板の伝搬面の温度が基準温度から  $\Delta T$  だけ変化したとすると、温度 ( $T + \Delta T$ ) のときの伝搬速度  $V'_P$  は

$$V'_P = V_P + \Delta V_P = V_P + \alpha \cdot V_P \cdot \Delta T, \quad (5.4)$$

となる。ここで、 $V_P$  は基準温度における伝搬速度である。次に、伝搬速度  $V_P$  が温度変化により  $\Delta V_P = \alpha \cdot V_P \cdot \Delta T$  だけ変化する、温度 ( $T + \Delta T$ ) のときの SAW フィルターの中心周波数  $f'_0$  は、式 (5.2) で与えられるので、

$$\begin{aligned} f'_0 &= \frac{V_P + \Delta V_P}{\lambda_0}, \\ &= \frac{V_P + \alpha \cdot V_P \cdot \Delta T}{\lambda_0}, \end{aligned} \quad (5.5)$$

で与えられる。ここで、 $f_0 = V_P/\lambda_0$  は基準温度における中心周波数の値である。式 (5.6) より、中心周波数  $f_0$  の温度による変化量  $\Delta f_0 = f'_0 - f_0$  は、

$$\Delta f_0 = \frac{\Delta V_P}{\lambda_0} = \frac{\alpha \cdot V_P \cdot \Delta T}{\lambda_0}, \quad (5.6)$$

で与えられ、中心周波数の温度による変化量  $\Delta f_0$  は基板の SAW 伝搬面の温度変化  $\Delta T$  に比例することがわかり、 $\Delta f_0$  を測定することにより、基準温度からの温度変化量を計算できる。

### 5.2.3 デルタ関数モデルによる SAW フィルターの温度依存性

SAW フィルターの周波数特性の温度依存性を検討する。周波数特性の計算にはデルタ関数モデルの式 (5.1) を用いた。また、各パラメータには 3 章 3.2 節で試作した IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの値を用いた。表 5.1 に各パラメータの値を示す。なお、*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> の *x* 軸方向に伝搬するレイリー波 (SAW) の伝搬速度  $V_P$  は、約 3,800 m/s であり、温度係数は、 $-77$  ppm/°C である。基準温度は 0 °C とし、 $-25$  °C から  $+25$  °C まで基板温度を変更した場合を考えた。計算する周波数は 14 MHz から 20 MHz の間とした。周波数特性の計算結果を図 5.1 (a) に示す。

計算結果より、温度  $-25$  °C では伝搬速度  $V_P$  が 3807.315 m/s ( $\Delta V_P = 7.315$  m/s)、中心周波数が 17.3060 MHz ( $\Delta f = 33.3$  kHz) であった。また、温度  $+25$  °C では伝搬速度  $V_P$  が 3792.685 m/s ( $\Delta V_P = -7.315$  m/s)、中心周波数が 17.2394 MHz ( $\Delta f = -33.3$  kHz) であった。この結果から、IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは、基準温度 (0 °C) より温度が下がると、伝搬速度は速くなり、中心周波数は高周波側にシフトする。また、温度が上昇すると、伝搬速度は遅くなり、中心周波数は低周波側にシフトすることがわかる。

しかし、このように比較的通過帯域幅の広い SAW フィルターの特性では、中心周波数付近の挿入損失の値にあまり差がないため、周波数特性の波形より直接中心周波数の値を検出することは

表 5.1: IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの値

入出力 IDT	
電極周期 ( $\lambda_0$ )	220 $\mu\text{m}$
電極交差長 ( $W_a = W_b$ )	14.0 mm
電極指数 ( $M = N$ )	20 本
伝搬距離 (d)	1.1 mm
<i>z</i> -cut LiNbO <sub>3</sub> 基板	<i>x</i> 伝搬
伝搬速度 $V_P$	3,800 m/s
温度係数	$-77$ ppm/°C

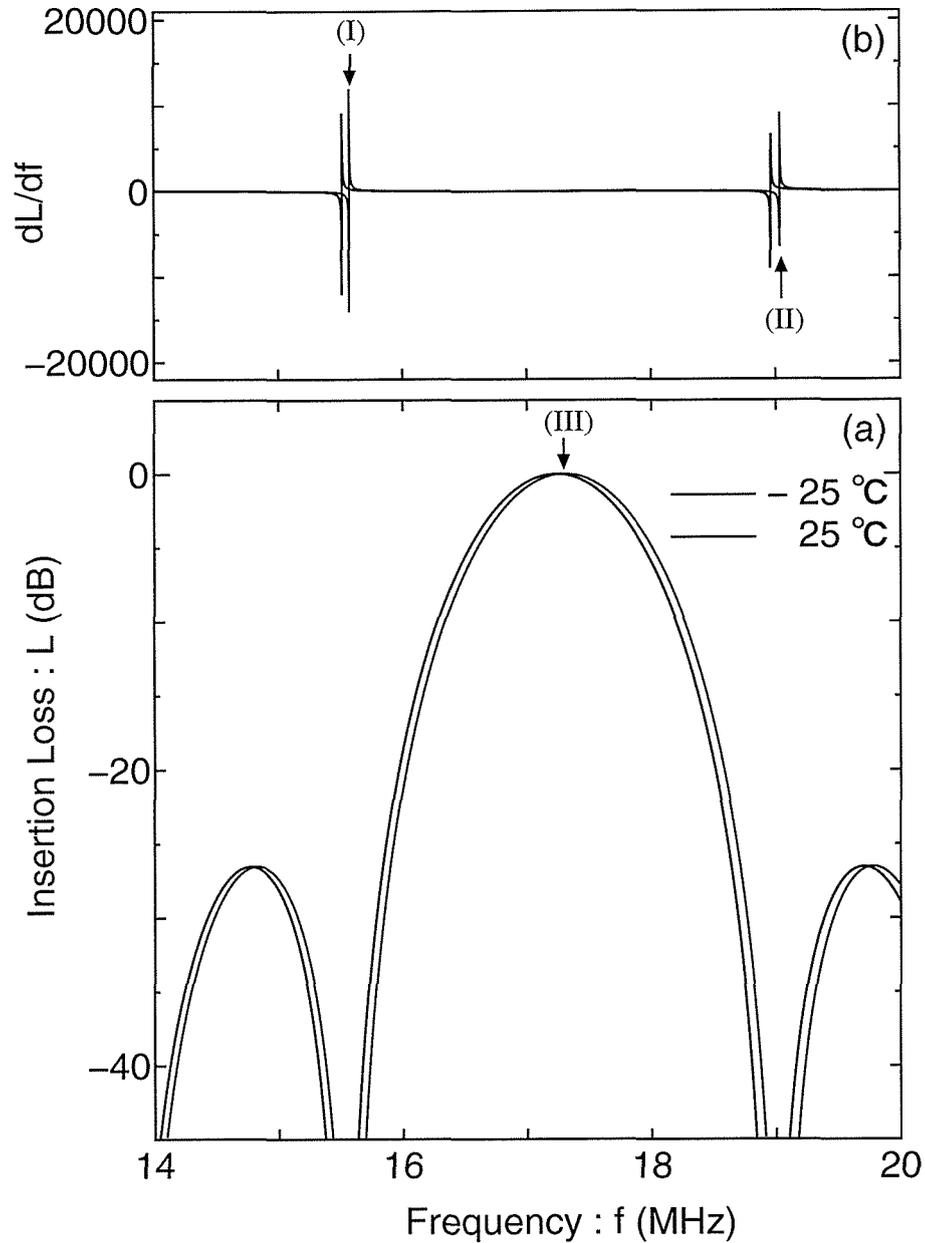


図 5.1: IDT/ $z$ -cut  $\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルター温度特性の計算結果

表 5.2: IDT/ $z$ -cut  $\text{LiNbO}_3$  構造の SAW フィルター温度特性の計算値

温度 ( $^\circ\text{C}$ )	伝搬速度 (m/s)	$dL/df$ 極大値 (I) (MHz)	$dL/df$ 極小値 (II) (MHz)	中心周波数 (III) (MHz)	中心周波数 $f_0 = V_P/\lambda$ (MHz)
25	3792.685	15.5175	18.9625	17.2400	17.2394
0	3800.000	15.5475	18.9975	17.2725	17.2727
-25	3807.315	15.5775	19.0375	17.3075	17.3060

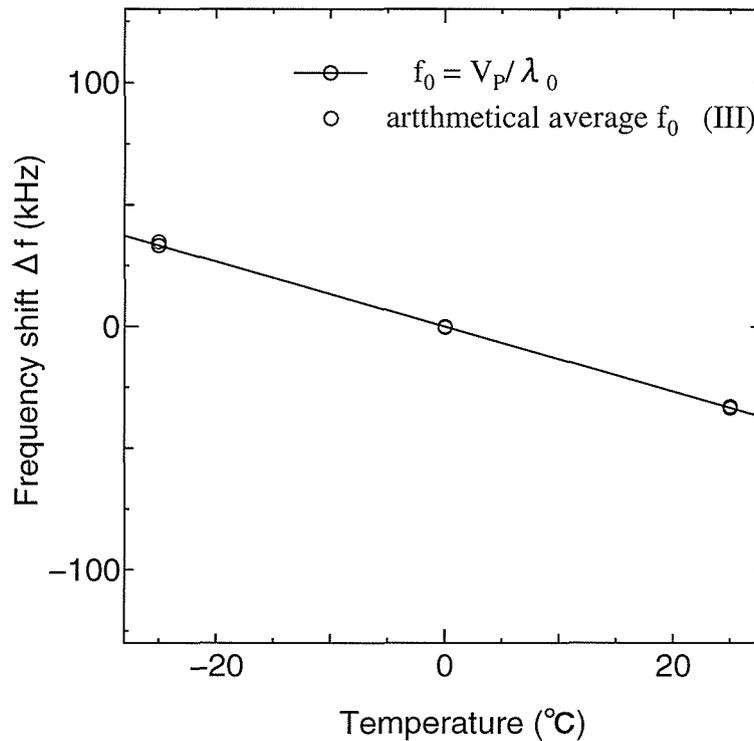


図 5.2: 基板温度と中心周波数の変化量の関係

困難である。そこで、図 5.1 (b) のように、挿入損失 ( $L$ ) の周波数 ( $f$ ) に対する変化量 ( $dL/df$ ) を計算し、その変化量が極大となる周波数 (図 5.1 (b) (I)) および極小となる周波数 (図 5.1 (b) (II)) を求め、極大および極小の周波数の相加平均値を中心周波数 (図 5.1 (a) (III)) とする方法を検討した。表 5.2 に極大値の周波数 (I)、極小値の周波数 (II) および相加平均より求めた中心周波数 (III) と伝搬速度  $V_P$  より求めた中心周波数  $f_0$  の比較を示す。

図 5.2 に基板温度と中心周波数の変化量の関係を示す。デルタ関数モデルのようにノイズによる波形の歪みが発生しない場合は、相加平均により求めた (III) の周波数と式 5.2 により求めた  $f_0$  の周波数の間の誤差は、最大 1.5 kHz (周波数の変化量に対する誤差率 4.5 %) であり、十分な精度で中心周波数を検出できることが確認できた。また、中心周波数の変化は式 (5.6) より  $-1.33 \text{ kHz}/^\circ\text{C}$  の傾きを持ち、直線的に変化することがわかり、

$$\Delta T = \frac{\lambda_0}{\alpha \cdot V_P} \cdot \Delta f_0, \quad (5.7)$$

により、中心周波数の変化量より基板温度の基準温度からの変化量を求めることが出来ることがわかった。なお、基準温度を  $0^\circ\text{C}$  としたときは、温度の変化量 ( $\Delta T$ ) を基板温度  $T$  として取り扱うことが出来る。

#### 5.2.4 まとめ

SAW の伝搬面の温度変化による伝搬速度の変化に比例し, SAW フィルターの通過帯域の中心の周波数がシフトすることを示した. また, 試作した IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの諸定数を用いて周波数特性の温度変化を計算し, 挿入損失の周波数に対する変化の割合を計算し, その極大値および極小値の周波数より中心周波数を求めることができ, この値より温度を測定できることを確認した.

### 5.3 IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの温度特性

#### 5.3.1 はじめに

本節では, IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの周波数特性の温度依存性を測定し, 前節で検討した温度測定方法の確認を行う. また, 温度依存性の測定結果より IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの問題点について検討する.

#### 5.3.2 実験方法

試料には,  $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に作製した SAW フィルターを用いた. 基板上的 IDT は, 第3章 3.2 節で作製した, フォトマスクを用いて作製した. 作製した IDT の各パラメータの値は, 前節の表 5.1 で示したものと同一値である.

IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの周波数特性の測定は RF ネットワークアナライザ (Agilent technologies, 8712ES) を用いておこなった. SAW フィルターの入力側 IDT に RF ネットワークアナライザのポート 1, 出力側 IDT にポート 2 を直接接続し, 周波数を 0.3 MHz から 50 MHz まで変化させて広い周波数範囲の挿入損失  $S_{21}$  の周波数特性を測定した. また, 次節の IDT/ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの温度特性と比較するため, 20 MHz から 30 MHz までの挿入損失を測定し, 24.8 MHz のピークについて温度依存性を測定した. RF ネットワークアナライザの端子のインピーダンスと SAW フィルターの IDT 入出力端子のインピーダンスは異なっているが, インピーダンス整合を取らない状態で測定した. SAW フィルターの基板温度は, ペルチェ素子により制御し,  $-27^{\circ}\text{C}$  から  $+25^{\circ}\text{C}$  まで基板温度を上昇させる方向で制御した<sup>(3)~(7)</sup>.

### 5.3.3 結果と検討

図 5.3 に IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの 0.3 MHz から 50 MHz の  $-20.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $-0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $20.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  における挿入損失の周波数特性を示す<sup>(3)(4)</sup>. また, 図 5.4 に 20 MHz から 30 MHz までの周波数特性の温度依存性を示す<sup>(5)~(7)</sup>.

図 5.3 (I) に伝搬速度  $V_P = 3,800\text{ m/s}$  の SAW によると思われる狭い通過帯域が観測された.  $-0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$  において, その中心周波数は, 約  $17.47\text{ MHz}$  であり, 挿入損失は  $-64.7\text{ dB}$  であった. また,  $-20.1\text{ }^{\circ}\text{C}$  において, 図 5.3 (II) および 図 5.4 (II) の周波数にピークが観測された. これは, 温度の上昇と共に小さくなり, 約  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  で無くなった. 周波数, 約  $24.8\text{ MHz}$  (図 5.3 (III) および 図 5.4 (III)) に通過帯域が観測された. この周波数以上でも, ほぼ等間隔に弱い通過帯域が観測されていることから, (I) の高調波によるものと考えられる.

全体の周波数特性の温度依存性を見ると (図 5.3), 温度が上昇するのに従って, 僅かに周波数特性全体が低周波側に移動することがわかった. また, その移動量は, 低周波数側では比較的少なく, 高周波数側では多くなっていた.

次に, 20 MHz から 30 MHz の狭帯域の周波数温度特性 (図 5.4) より (III) のピークの変化を検討する.  $-20.0\text{ }^{\circ}\text{C}$  において, (III) のピークの周波数は,  $24.85\text{ MHz}$  であり, 挿入損失は  $-60.9\text{ dB}$  であった. 基板温度が  $-0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$  に上昇すると, 周波数は  $24.78\text{ MHz}$ , 挿入損失は  $-59.6\text{ dB}$  となり,  $20.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  では, 周波数は  $24.71\text{ MHz}$ , 挿入損失は  $-59.1\text{ dB}$  となった. (III) のピークの挿入損失の温度による変化は, (II) のピークに起因するものと考えられる. 広帯域の周波数特性では, (II) のピークは約  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  で消滅したと述べたが, その影響は  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  以上の温度に及んでいることから, (II) のピークは SAW フィルター表面への結露による水分の付着とその結露によるものと推測される.

(III) のピークは, 帯域が狭く, その最大値が明確に読み取ることが出来るため, RF ネットワークアナライザの出力値より  $24.7\text{ MHz}$  付近の極大値を読み取り, その値を中心周波数として温度依存性を調べた. 図 5.5 に IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの (III) のピークの中心周波数温度依存性を示す. 各温度における中心周波数  $f_0$  の変化量  $\Delta f$  は,  $-0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$  における中心周波数  $f_0$  を基準として求めた.

中心周波数の値は温度が上昇するとほぼ直線的に低周波数側に変化することから, SAW フィルターの構造を利用した温度センサが可能であることがわかった. 図 5.5 の中心周波数の変化率は, 近似直線の傾きの値より  $-3.56\text{ kHz}/^{\circ}\text{C}$  であり, 温度係数  $\alpha$  は,  $-144\text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$  と算出された. また, 近似直線との最大誤差は  $7.39\text{ kHz}$  であった. このことから, IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの温度検出精度は最大誤差  $2.1\text{ }^{\circ}\text{C}$  であることがわかった. 信号強度が小さかった低温側に誤差の多くが集中していることから, 受信 IDT 側で検出する信号強度が小さ

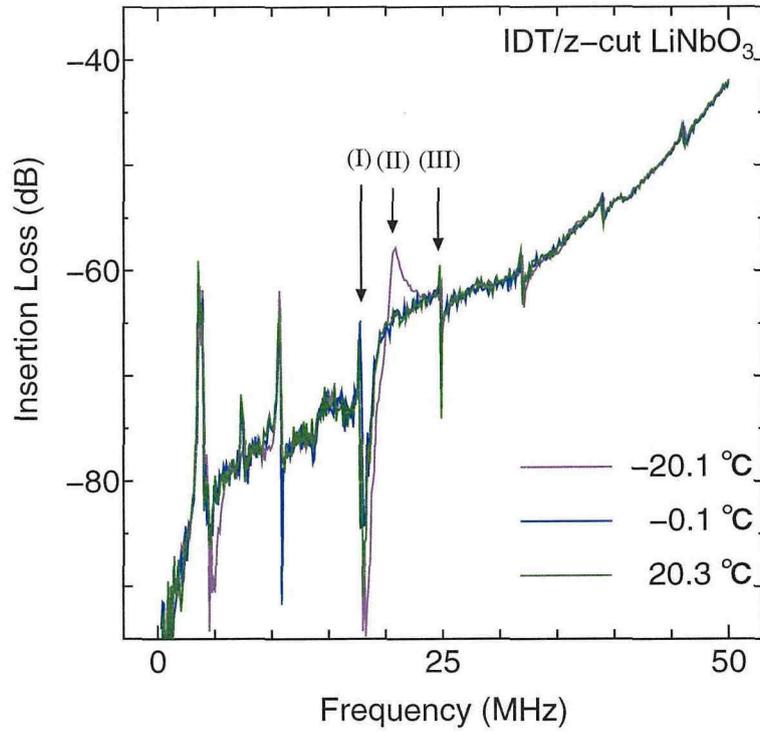


図 5.3: IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの広帯域周波数特性の温度依存性

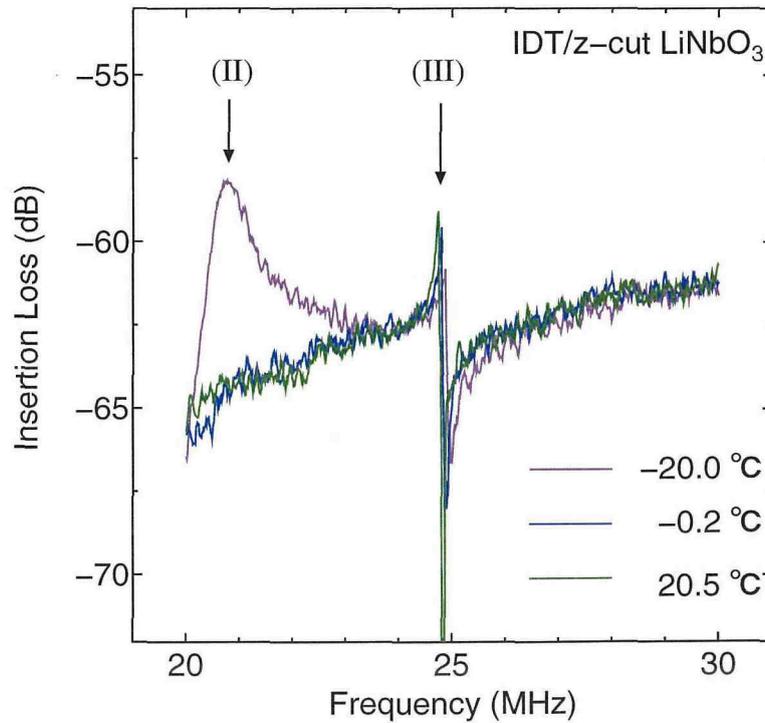


図 5.4: IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの狭帯域周波数特性の温度依存性

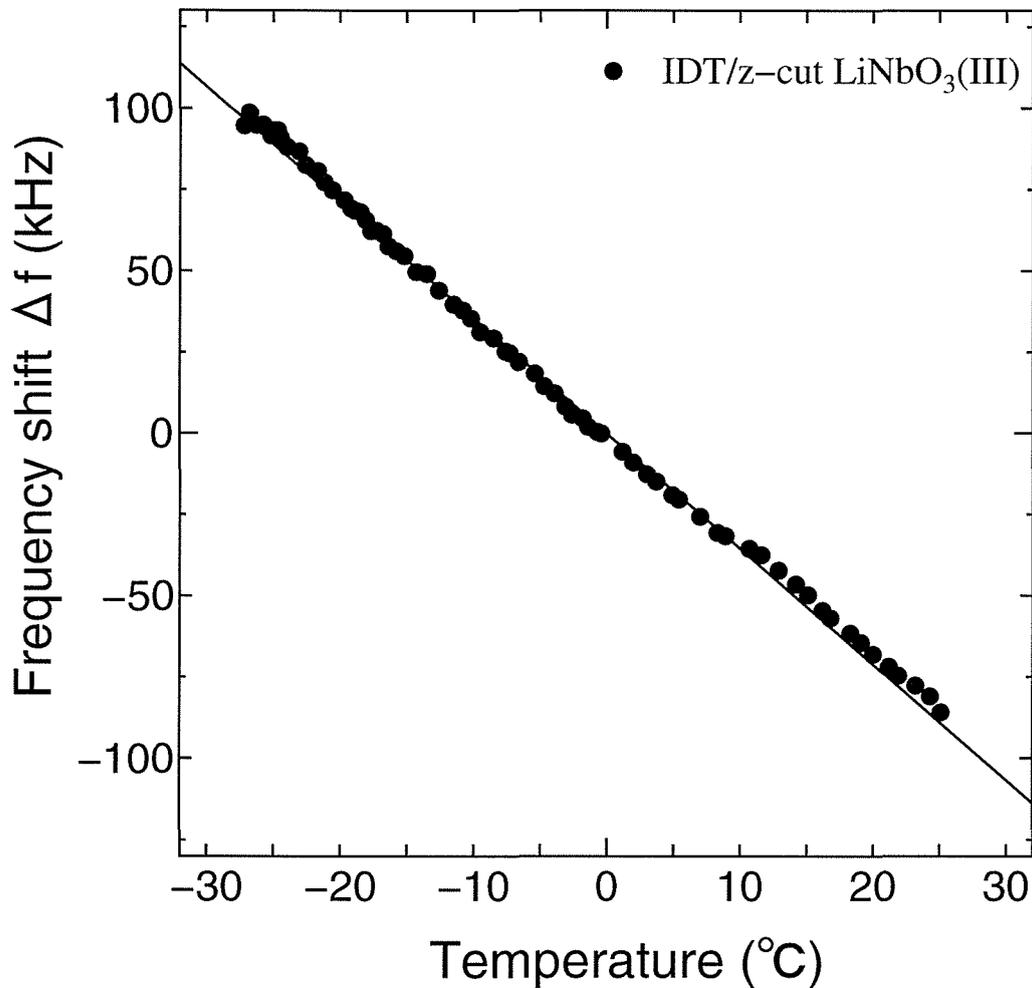


図 5.5: IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの中心周波数温度依存性

いためノイズによる影響があると考えられる。

試作した IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの氷温域における温度測定精度は目標値には及ばないものの比較的良い値を示していた。その誤差の多くは、受信側 IDT に伝達する信号強度の不足によるノイズが原因と考えられる。従って、SAW の伝搬距離を広げると、さらに誤差が増加するものと考えられるので、受信側 IDT に伝達する信号強度を大きくするための圧電体 2 層構造基板が必要となる。

#### 5.3.4 まとめ

IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの周波数特性の温度依存性を測定した。中心周波数のピークの挿入損失は -60 dB 程度であり比較的信号強度が小さかったが、温度による周波数シフトがほぼ直線的に変化することを確認した。中心周波数の変化率は  $-3.57 \text{ kHz}/^\circ\text{C}$  で

あり, 最大誤差 2.1 °C で温度測定が可能であることがわかった. また, IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの誤差の多くは, 受信側 IDT に伝達する信号強度の不足によるノイズが原因であると考えられるので, 測定精度を向上させるためには受信側 IDT に伝達する信号強度を大きくする必要があることがわかった.

## 5.4 IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの温度特性

### 5.4.1 はじめに

前節において, IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターを用い, 面接触形温度センサの動作を確認した. IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは, 受信 IDT における信号強度が弱いことため検出精度が不十分であった.

本節では, 伝達される信号強度が大きい ZnO 膜厚 600 nm 以上の IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターを用い, 周波数特性の温度変化を測定し, ZnO 薄膜が中心周波数の周波数温度依存性に及ぼす影響を確認する. また, ポストアニール処理した ZnO 薄膜上の SAW フィルターの高調波を用い, 測定周波数を高くした場合の温度測定精度向上の可能性を検討する.

### 5.4.2 実験方法

試料には, RF スパッタリング装置を用い, 基板温度 R.T., 雰囲気ガス Ar (80%) + O<sub>2</sub> (20%) で成膜後の ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターおよび成膜後, 真空中で 500 °C, 1 時間のポストアニール処理した後の ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターを用いた. それぞれの SAW フィルターの ZnO 薄膜の膜厚  $\delta$  は 600 nm および 800 nm とした. 基板上的 IDT は, 第 3 章 3.2 節で作製した, フォトマスクを用いて作製した. 作製した IDT の各パラメータの値は, 本章 5.2 節 表 5.1 に示した値と同じである.

IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの周波数特性の測定は RF ネットワークアナライザ (Agilent technologies, 8712ES) を用いておこなった. SAW フィルターの入力側 IDT に RF ネットワークアナライザのポート 1, 出力側 IDT にポート 2 を直接接続し, 周波数を 20 MHz から 30 MHz まで変化させて広い周波数範囲の挿入損失  $S_{21}$  の周波数特性を測定した. また, ポストアニール処理後の ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターでは, 高調波を用い, 周波数の異なる通過帯域の温度依存性を測定するため, 40 MHz から 50 MHz までの挿入損失を測定した. RF ネットワークアナライザの端子のインピーダンスと SAW フィルターの IDT 入出力端子のインピーダンスは異なっているが, インピーダンス整合を取らない状態で測定した.

SAW フィルターの基板温度は、ペルチェ素子により制御し、 $-27^{\circ}\text{C}$  から  $+25^{\circ}\text{C}$  まで基板温度を上昇させる方向で制御した<sup>(3)-(7)</sup>.

### 5.4.3 結果と検討

#### (1) 成膜後の ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターの温度特性

図 5.6 (a) に膜厚  $\delta$  が 600 nm ( $\delta = 600$ ) の成膜後の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの 20 MHz から 30 MHz の  $-20.0^{\circ}\text{C}$ ,  $-0.2^{\circ}\text{C}$ ,  $20.5^{\circ}\text{C}$  における挿入損失の周波数特性を示す. また, 比較のため, IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルター ( $\delta = 0$ ) の周波数特性を併せて示す.

図 5.6 (a) の成膜後の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターは, 24.5 MHz (図 5.6 (a), (III)) 付近で  $-42$  dB の挿入損失を持つ帯域通過フィルター特性を示すことがわかり, 温度の上昇と共に低周波数側にシフトすることが確認できた. 成膜後の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの通過帯域は比較的広いため, 波形より直接, 中心周波数  $f_0$  を検出することが困難であった. このため, 本章 5.2 節で検討した, 挿入損失の周波数に対する変化量を微分 ( $dL/df$ ) により求め, その極大, 極小値より中心周波数を検出する方法を用いた. 基板温度が  $-0.2^{\circ}\text{C}$  の時の変化量 ( $dL/df$ ) を図 5.6 (b) に示す. 変化量 ( $dL/df$ ) の値より, 変化量が極大および極小となる周波数  $f_1$ ,  $f_2$  は, それぞれ  $f_1 = 22.71$  MHz (図 5.6 (b), (I)),  $f_2 = 26.23$  MHz (図 5.6 (b), (II)) であった. この周波数の値より, 相加平均  $f_0 = (f_1 + f_2)/2$  を求め, 中心周波数を  $f_0 = 24.47$  MHz と計算した.

基板の基板温度を  $-20.0^{\circ}\text{C}$  へ変化させたとき, 中心周波数  $f_0$  が高周波数側へシフトすることが確認できた. また, 21 MHz 付近の波形が僅かに変化することがわかった. これは, IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター特性でも  $-20.0^{\circ}\text{C}$  で変化していることより, z-cut LiNbO<sub>3</sub> 単結晶基板の影響により僅かに歪みが発生したものと考えられる. 一方, 基板温度を  $20.5^{\circ}\text{C}$  へ変化させたとき, SAW フィルターの周波数特性は, 中心周波数  $f_0$  が低周波数側へシフトすることが確認できた.

成膜後の ZnO 膜厚  $\delta$  が 800 nm ( $\delta = 800$ ) の SAW フィルターにおいても同様の周波数特性とその温度依存性が確認できた. この SAW フィルターの場合は,  $-0.1^{\circ}\text{C}$  において中心周波数は 24.71 MHz で, 挿入損失は  $-43$  dB であった.

図 5.7 に  $\delta = 0$  IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター (図 5.6 (IV)),  $\delta = 600$  (図 5.6 (III)) および  $\delta = 800$  の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの中心周波数  $f_0$  の温度依存性を示す. 各温度における中心周波数  $f_0$  は, 上記の微分法を用いて求め,  $-0.1^{\circ}\text{C}$  における中心周波数  $f_0$  の値を基準とし, 中心周波数の変化量  $\Delta f$  を求めた.

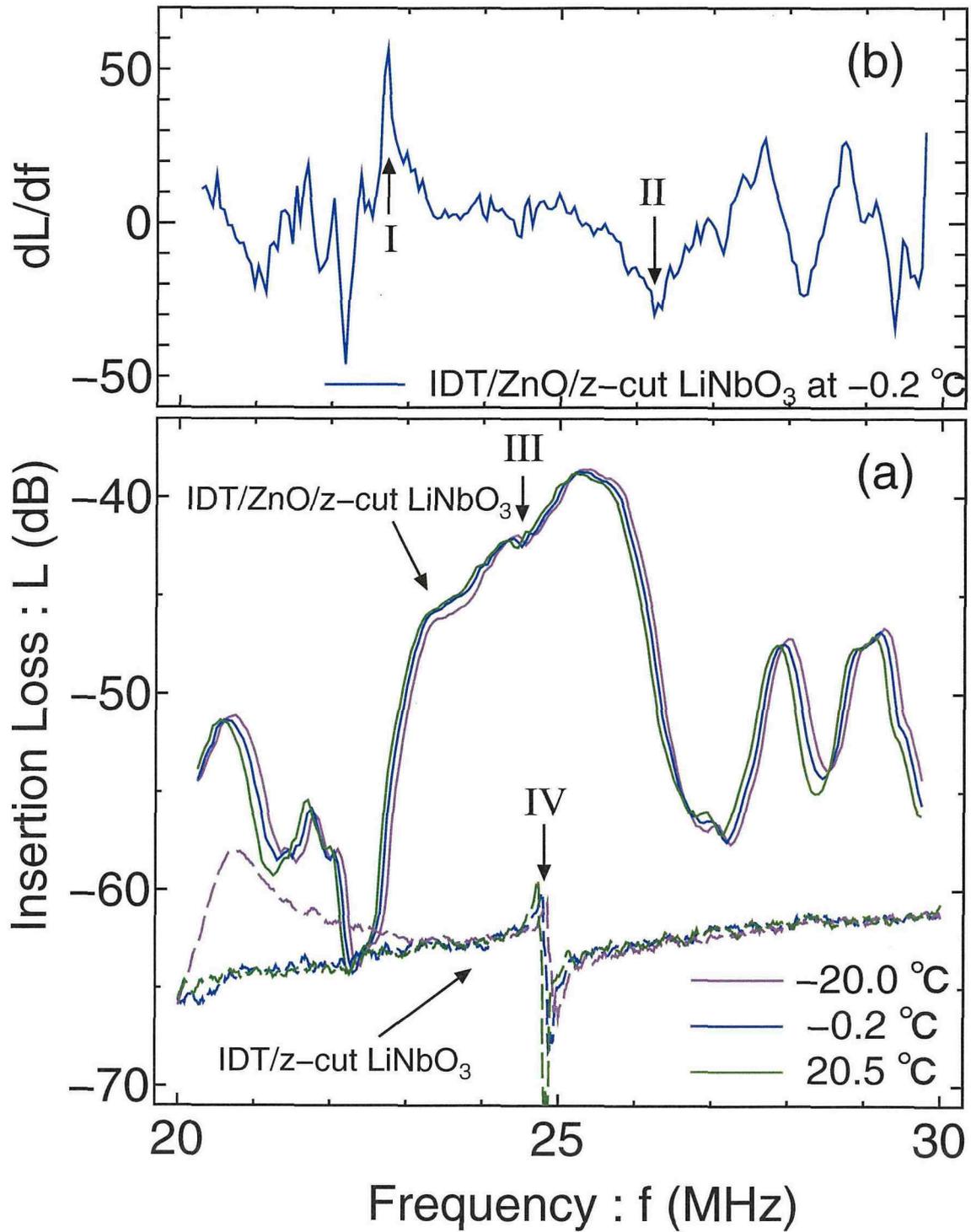


図 5.6: IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの周波数温度依存性

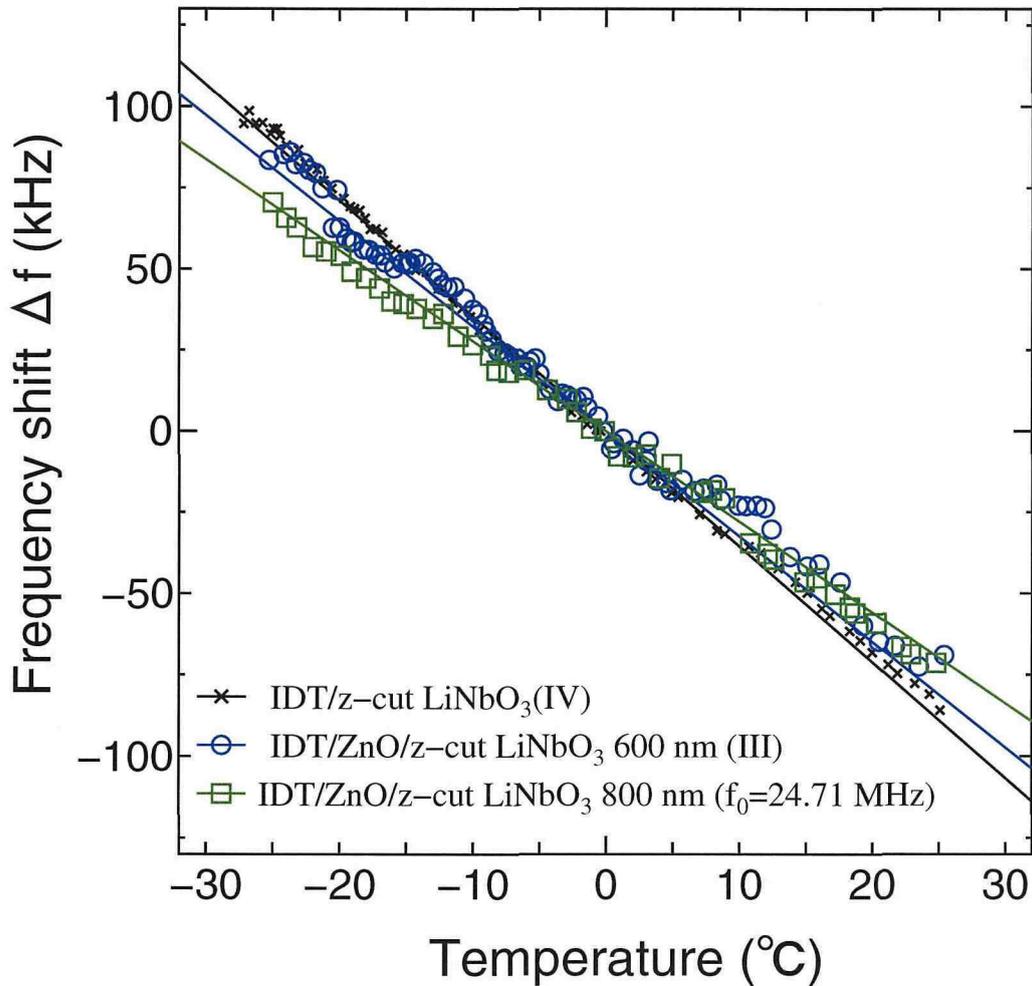


図 5.7: IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの中心周波数の温度依存性

表 5.3: IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの温度特性

ZnO 膜厚 $\delta$ (nm)	測定周波数 (0 °C) (MHz)	挿入損失 (0 °C) (dB)	周波数変化率 (kHz/°C)
0	24.78	-59.6	-3.56
600	24.47	-42.0	-3.24
800	24.71	-43.0	-2.79

ZnO 膜厚 $\delta$ (nm)	温度係数 (ppm/°C)	周波数最大誤差 (kHz)	温度測定最大誤差 (°C)
0	-144	7.39	2.1
600	-132	18.61	5.7
800	-113	-5.27	-1.9

$\delta = 600$  の成膜後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターの中心周波数 (図 5.7 (III)) の変化率は、近似直線の傾きの値より  $-3.24 \text{ kHz}/^\circ\text{C}$ 、温度係数  $\alpha$  は、 $-132 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$  であり、 $\delta = 800$  の SAW フィルターでは、変化率は  $-2.79 \text{ kHz}/^\circ\text{C}$ 、温度係数  $\alpha$  は、 $-113 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$  であった。なお、 $\delta = 0$  のピークの周波数の変化率は、 $-3.56 \text{ kHz}/^\circ\text{C}$  であり、温度係数  $\alpha$  は、 $-144 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$  であったので、ZnO 薄膜の膜厚  $\delta$  が厚くなると、中心周波数の変化率が減少することがわかる。これは、ZnO の温度係数が  $-30 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$  であることから、膜厚が厚くなると ZnO 自体の温度係数に近づくためと考えられる。

次に、成膜後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターの温度センサとしての精度を検討する。 $\delta = 600$  の SAW フィルターにおける近似直線との最大誤差は  $18.61 \text{ kHz}$  であった。また、 $\delta = 800$  の SAW フィルターでは、最大誤差は  $-5.27 \text{ kHz}$  であった。このことから、 $\delta = 600$  および  $\delta = 800$  の SAW フィルターの温度検出の最大誤差はそれぞれ、 $5.7^\circ\text{C}$  および  $-1.9^\circ\text{C}$  であった。これらの値は、検出目標値  $\pm 0.5^\circ\text{C}$  に対し非常に大きな値であり、 $\delta = 600$  の時は IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター ( $\delta = 0$ ) の最大誤差  $2.1^\circ\text{C}$  よりも大きな値となっていた。この原因は、図 5.6 (b) の挿入損失の微分波形 ( $dL/df$ ) よりわかるように、極大 (I) および極小 (II) となる周波数の近傍でノイズの影響を排除できず、正確な中心周波数の値が算出できなかったためと考えられる。

## (2) ポストアニール処理後の ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターの温度特性

図 5.8 に膜厚  $\delta$  が  $600 \text{ nm}$  ( $\delta = 600$ ) の ポストアニール処理後の IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの  $20 \text{ MHz}$  から  $30 \text{ MHz}$  の  $-19.9^\circ\text{C}$ 、 $-0.1^\circ\text{C}$ 、 $20.0^\circ\text{C}$  における挿入損失の周波数特性を示す。

ポストアニール処理後の IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの挿入損失の周波数特性は、IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターと同様、図 5.8 (I) の周波数に鋭いピークが測定された。このピークは非常に鋭いため、測定波形より直接、挿入損失が極大となる周波数を読み取ることができ、温度の上昇と共に低周波数側にシフトすることが確認できた。このピークの周波数および挿入損失の値は、基板温度  $-0.1^\circ\text{C}$  において  $24.62 \text{ MHz}$  および  $-41 \text{ dB}$  であった。

基板の基板温度を  $-19.9^\circ\text{C}$  へ変化させたとき、挿入損失が極大となる周波数が  $f_0$  が  $24.70 \text{ MHz}$  となり高周波数側へシフトすることが確認できた。また、挿入損失の値は、 $-42 \text{ dB}$  となり、出力 IDT に到達する信号強度が減少することがわかった。一方、基板温度を  $20.0^\circ\text{C}$  へ変化させたとき、SAW フィルターの周波数特性は、中心周波数  $f_0$  が  $24.55 \text{ MHz}$  となり、低周波数側へシフトし、挿入損失が  $-40 \text{ dB}$  となることが確認できた。

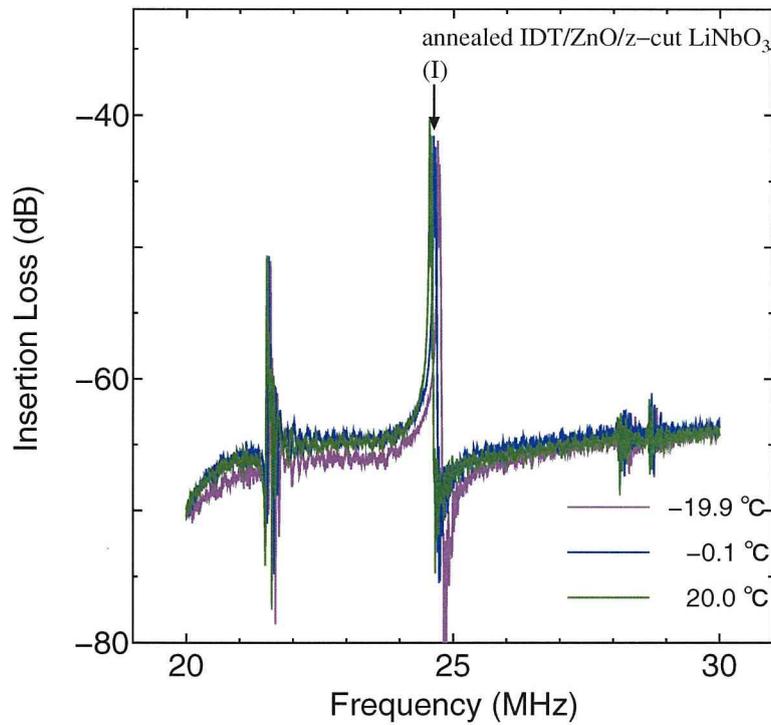


図 5.8: ポストアニール処理後の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの周波数温度依存性 (20 MHz ~ 30 MHz)

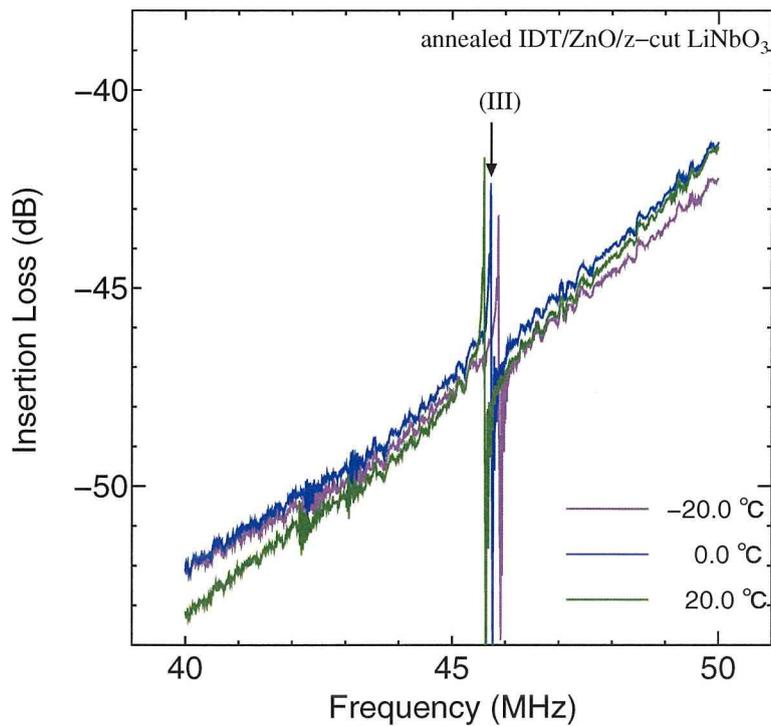


図 5.9: ポストアニール処理後の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターの周波数温度依存性 (40 MHz ~ 50 MHz)

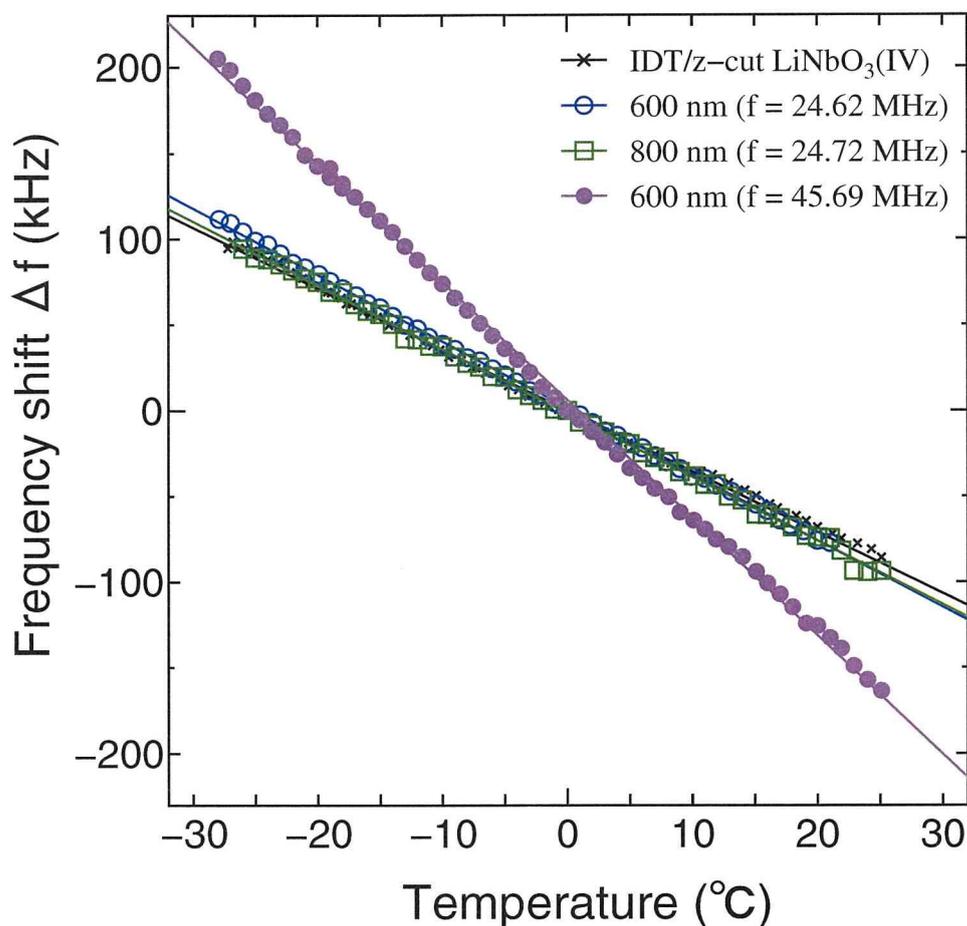


図 5.10: ポストアニール処理後の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 SAW フィルターのピーク周波数の温度依存性

表 5.4: ポストアニール処理後の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの温度特性

ZnO 膜厚 $\delta$ (nm)	測定周波数 (0 °C) (MHz)	挿入損失 (0 °C) (dB)	周波数変化率 (kHz/°C)
0	24.78	-59.6	-3.56
600	24.62	-41.0	-3.88
600	45.69	-42.0	-6.88
800	24.72	-39.0	-3.73

ZnO 膜厚 $\delta$ (nm)	温度係数 (ppm/°C)	周波数最大誤差 (kHz)	温度測定最大誤差 (°C)
0	-144	7.39	2.1
600	-158	3.12	0.8
600	-151	6.76	1.0
800	-151	-6.81	-1.8

ZnO 膜厚  $\delta$  が 800 nm ( $\delta = 800$ ) のポストアニール処理後の SAW フィルターにおいても同様の周波数特性とその温度依存性が確認できた。この SAW フィルターの場合は、0 °C において中心周波数は 24.72 MHz で、挿入損失は -39 dB であった。

次に、図 5.8 (I) のピークの約 2 倍の周波数にある高調波 (第 4 章 4.3 節, 図 4.7 (III)) を用い、測定周波数を上げた場合の中心周波数の温度依存性を調べた。図 5.9 に  $\delta = 600$  のポストアニール処理後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターの挿入損失の周波数温度依存性を示す。測定周波数は、40 MHz から 50 MHz までとし、基板温度は、-20.0 °C, 0 °C, 20.0 °C である。

このピークの周波数および挿入損失の値は、基板温度 0 °C において 45.69 MHz および -42 dB であった。基板の基板温度を -20.0 °C へ変化させたとき、挿入損失が極大となる周波数が  $f_0$  が 45.83 MHz となり、挿入損失の値は、-43 dB となることがわかった。一方、基板温度を 20.0 °C へ変化させたとき、SAW フィルターの周波数特性は、中心周波数  $f_0$  が 45.57 MHz となり、低周波数側へシフトし、挿入損失が -41.5 dB となることが確認できた。

図 5.10 に IDT/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルター (図 5.6 (IV)) および  $\delta = 600$  および  $\delta = 800$  のポストアニール処理後の IDT/ZnO/z-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターのピーク周波数の温度依存性を示す。

膜厚  $\delta = 600$  nm のポストアニール処理後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターのピーク周波数  $f = 24.62$  MHz (-0.1 °C) の変化率は、-3.88 kHz/°C、温度係数  $\alpha$  は、-158 ppm/°C であり、 $\delta = 800$  の SAW フィルターのピーク周波数  $f = 24.72$  MHz (0 °C) の変化率は -3.73 kHz/°C、温度係数  $\alpha$  は、-151 ppm/°C であった。また、 $\delta = 600$  の SAW フィルターのピーク周波数  $f = 45.69$  MHz (0 °C) の変化率は -6.88 kHz/°C、温度係数  $\alpha$  は、-151 ppm/°C であった。なお、 $\delta = 0$  のピークの周波数の変化率は、-3.56 kHz/°C であり、温度係数  $\alpha$  は、-144 ppm/°C であった。成膜後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターの通過帯域の中心周波数の変化率は ZnO 薄膜の膜厚が増加すると減少していたが、ポストアニール処理した ZnO 薄膜では、ZnO の影響によりピーク周波数の変化率および温度係数が大きくなる。これは、ZnO 薄膜の配向性および構造の違いによるものと思われる。成膜後の ZnO 薄膜は、 $c$  軸配向性が弱く、層状の構造をしていた。このため、 $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 基板に対する密着性が低いと思われるので、ZnO 自体の温度依存性を示しやすい傾向があると考えられる。一方、ポストアニール処理後の ZnO 薄膜は、強い  $c$  軸配向を示しており、構造が均一で密度も高くなっていた。このため、 $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 基板で励起、伝搬する SAW の影響を強く受けるため、挿入損失の周波数特性で現れるピーク周波数は  $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 基板とほぼ同じ周波数になり、ピーク周波数の温度依存性も比較的近い値になると考えられる。

次に、ポストアニール処理後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターの氷温域温度センサとしての

精度を検討する。  $\delta = 600$  の SAW フィルターのピーク  $f = 24.62$  MHz ( $-0.1$  °C) における近似直線との最大誤差は 3.12 kHz であった。したがって、このピークを用いた時の温度検出精度は最大誤差  $0.8$  °C であった。また、 $\delta = 800$  の SAW フィルターのピーク  $f = 24.72$  MHz ( $0$  °C) では、最大誤差は  $-6.81$  kHz であり、温度検出精度は最大誤差  $-1.8$  °C であった。温度測定に  $f = 45.69$  MHz ( $0$  °C) の高い周波数を用いた場合は、周波数の最大誤差 6.76 kHz であったので、温度測定における最大誤差は、 $1.0$  °C であった。

IDT/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造 と ポストアニール処理後の IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの  $f = 24.6$  MHz 付近のピークを用いたときの温度測定誤差の値を比較すると、挿入損失の値により温度測定誤差が異なることがわかり、出力 IDT に到達する SAW の信号強度が大きいほど温度測定誤差が小さくなることがわかる。

一方、周波数の異なる  $f = 45.69$  MHz ( $0$  °C) を用いた場合は、周波数の誤差は比較的大きな値であった。 $f = 45.69$  MHz ( $0$  °C) のピークでは、減衰域の挿入損失の値 (減衰量) に傾きがあり、この傾きが温度により変化したことが誤差を大きくした原因として考えられる (図 5.9)。しかし、ピークの変化率が大きくなったため温度測定誤差は小さな値となることがわかった。このことから、測定周波数を高周波数化することにより、温度測定精度が向上できることがわかる。

以上の結果より、ZnO 膜厚 600 nm 以上の ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> の圧電体 2 層構造の基板を用いることで、受信 IDT に到達する信号強度が大きくなり、ノイズによる影響を軽減でき、測定精度の向上が可能であることが確認できた。また、圧電体 2 層構造の基板を用いることで高調波の挿入損失も改善ができ、高調波を用いた測定が可能となり、さらに温度測定精度改善の可能性があることがわかった。

#### 5.4.4 まとめ

膜厚  $\delta = 600$  nm および 800 nm の成膜後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターおよび同様の膜厚のポストアニール処理後 ZnO 薄膜上の SAW フィルターの挿入損失周波数特性の温度依存性を測定した。成膜後 IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは、周波数 24.5 MHz 付近に現れる広い通過帯域の中心周波数の温度による変化率を求め、ポストアニール処理後の IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは、24.7 MHz 付近に現れる帯域の狭いピークおよび高調波 45.6 MHz の帯域の狭いピークの挿入損失極大値を示す周波数の温度による変化率を求めた。また、それぞれの SAW フィルターについて氷温域における温度センサとして、温度検出精度の検討を行った。

成膜後 IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの通過帯域の中心周波数の温度による変化率は、約 3.0 kHz/°C であり、膜厚の増加に従い変化率が減少することを確認した。一

方, ポストアニール処理後の IDT/ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは, 変化率は約 3.7 kHz/°C であり, 膜厚の影響はほとんど見られなかった. 変化率の値および変化率の膜厚依存性の違いは ZnO 薄膜の配向性と構造の違いによるものと考えられる.

温度検出精度は, 成膜後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターでは, 中心周波数の検出誤差が大きくなったに対し, ポストアニール処理後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターでは, 受信 IDT に到達する信号強度が大きくなり, また通過帯域の幅が狭くなることからピークの極大値の変動が検出しやすく, 良好な結果が得られた. また, ポストアニール処理後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターでは, 高調波ピークの挿入損失が改善されるため, 高周波での測定が可能となり, ピーク周波数の変化率を大幅に増加させることができ, 温度測定精度の向上が期待できることがわかった.

## 5.5 結言

SAW の伝搬面の温度変化により伝搬速度の変化がおこることを利用し, SAW フィルターの構造によって温度が測定できることを示した. また, ZnO 薄膜の膜厚および配向性の異なる SAW フィルターを測定し, ZnO 薄膜の周波数温度依存性に対する影響を検討した.

*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 圧電基板上および ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 2 層構造圧電基板上に作製した SAW フィルターの通過帯域の中心周波数の変化は, すべて直線性を示しており, 温度センサとして使用できることが確認できた. 成膜後の ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターでは, 中心周波数の変化率は膜厚に依存し, ZnO 薄膜の膜厚が増加すると変化率は減少することが確認できた. 一方, 真空中で 500 °C, 1 時間のポストアニール処理した ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターでは, 中心周波数の変化率は増加したが, 膜厚依存性は認められなかった. この違いは, ZnO 薄膜の配向性および構造の違いに起因するものと考えられる. また, 高調波を用いることにより高い周波数での測定が可能となり, ピーク周波数の変化率を大幅に増加させることができ, 温度測定精度の向上が期待できることがわかった.

通過帯域の帯域幅の異なる SAW フィルターの周波数温度特性の比較により, 通過帯域の帯域幅により温度測定の誤差が変化することが確認でき, 帯域幅が狭く中心周波数が容易に検出可能な通過帯域の形状を持つ SAW フィルターが望ましいことがわかった. また, 通過帯域幅が狭く挿入損失が異なる SAW フィルターの周波数温度特性の比較により, 挿入損失の値により温度測定の誤差が変化することを確認し, 挿入損失の値を小さくするため, ポストアニール処理を行った ZnO 膜厚 600 nm 以上の ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板が挿入損失の改善と測定誤差の減少に有効であることが確認できた. さらに, ポストアニール処理後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターでは, 高調波ピークの挿入損失が改善されるため, 高周波での測定が可能となり, ピーク周波数

の変化率を大幅に増加させることができ、温度測定精度の向上が期待できることがわかった。

## 参考文献

- (1) 吉田 光毅, 斉藤 正文, 山本 史哉: ユリ球根の氷温貯蔵における温度精度と球根発芽との関係, *氷温科学*, **No.2**, pp. 44 – 52, 1999.
- (2) A. Pohl, F. Seifert: Wirelessly interrogable surface acoustic wave sensors for vehicular applications, *IEEE Trans. Instrum. meas.*, **46**, pp. 1031 – 1038, 1997.
- (3) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: ZnO/z-LiNbO<sub>3</sub> スパッタ薄膜の SAW フィルター特性を利用した温度センサ, *電気・情報通信学会中国支部第 51 回連合大会講演論文集*, pp. 319, 2000.
- (4) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: ZnO/LiNbO<sub>3</sub> の SAW フィルター温度特性, 第 41 回真空に関する連合講演会講演予稿集, pp. 347 – 348, 2000.
- (5) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: 表面弾性波を用いた氷温センサの開発, 平成 13 年度 氷温学会大会 (第 5 回) 資料, pp. 24, 2001.
- (6) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: ZnO スパッタ薄膜表面弾性波フィルターを用いた氷温センサ, *電気・情報通信学会中国支部第 52 回連合大会講演論文集*, pp. 223, 2001.
- (7) H. Yamamoto, N. Saiga, K. Nishimori: Temperature sensor around 0 °C using surface acoustic wave filter on ZnO/LiNbO<sub>3</sub>, *T. IEE. Japan*, **122-E**, pp. 285 – 286, 2002,
- (8) 電子情報通信学会編: 弾性表面波工学, コロナ社, 1983.

## 第6章 結論

本研究は、SAW フィルターの構造を利用した氷温域の面接触形温度センサを提案し、その基礎特性の検証を行うことを目的とした。

まず、SAW を励起、伝搬、検出する圧電体基板の条件を満足させるための圧電性基板として、圧電体 2 層構造の ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板を作製し、RF スパッタリング方による ZnO 圧電体薄膜の成膜条件の決定を行った。次に、試料の面積に対応した大型の IDT の作製するため、線幅可変レーザービーム描画装置および温度補正を用いた水晶振動子実時間膜厚モニタ装置を試作した。さらに、ZnO/*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 基板上に SAW フィルターを構成し、電気的特性および温度依存性を明らかにし、この構造の SAW フィルターが面接触形氷温域温度センサとして使用可能であることを示した。

本章では、本研究で得られた成果を総括する。

### (1) ZnO/LiNbO<sub>3</sub> 基板の成膜条件について

SAW フィルター構造の温度センサの高周波化と低損失化を行うための圧電体 2 層構造の圧電性基板として、ZnO/LiNbO<sub>3</sub> 基板を検討した。強い *c* 軸配向膜を得るために、RF スパッタリング装置を用いて、ガラス、*y*-cut LiNbO<sub>3</sub>、128° rot *y*-cut LiNbO<sub>3</sub>、*x*-cut LiNbO<sub>3</sub> および *z*-cut LiNbO<sub>3</sub> の 5 種類の基板上に ZnO 薄膜を成膜し、薄膜の表面、膜厚および配向性を確認した。

RF スパッタリング法を用い、Ar (80 %) + O<sub>2</sub> (20 %) の混合ガス雰囲気中、基板温度  $T_S = 330\text{ }^\circ\text{C}$ 、成膜速度 10 nm/min の成膜条件で、*z*-cut LiNbO<sub>3</sub> 結晶上に成膜することにより、最も強い *c* 軸配向の ZnO 薄膜が得られることを明らかにした。また、成膜時間を長くすると、それに比例して膜厚が増加し、成膜時間 60 分以上で良好な *c* 軸配向の ZnO 薄膜が得られることが確認できた。さらに、室温で成膜後の ZnO 薄膜では、膜の構造が層状になっていたが、ポストアニール処理することにより配向性が向上し、膜の構造が均一な状態に変化することが確認できた。

### (2) 線幅可変レーザービーム描画装置について

SAW フィルター構造を用いた面接触形氷温域温度センサを作製するため、大型 IDT 作製のための基礎技術であるフォトリソグラフィ技術について検討し、線幅可変レーザービーム描画

装置の試作および評価を行った。

縮小露光法, 密着露光法およびレーザービーム描画装置によりパターンを作製し評価した。その結果, 密着露光法およびレーザービーム描画装置によるパターン描画で良好な結果が得られた。レーザービーム描画装置では, ステッピングモータ駆動精密ステージを用いたベクタスキャン方式によるパターン描画方法を提案し, さらに収差を有するレンズを用い, デフォーカスによる線幅可変機能を実現した。ベクタスキャン方式と線幅可変機能を用いた塗り潰し方法により, 描画時間が短縮出来ることを明らかにした。

### (3) 蒸着膜厚のモニタ制御装置について

特性にばらつきのない SAW フィルター構造を用いた面接触形氷温域温度センサを作製するため, 蒸着膜の膜厚制御技術について検討した。

水晶振動子法を用いて蒸着中の膜厚を実時間でモニタする装置を試作した。膜厚モニタ装置は, どのような装置でも使用可能とするため, 膜厚情報を含む信号をレーザー光で転送する方式とした。また, 水晶振動子の温度補正のための特別な設備をなくすため, 予め測定した水晶振動子の温度変化のデータを用い, 数値計算により温度による誤差を補正する方法を提案した。これらの方を採用した水晶振動子膜厚モニタ装置により膜厚を制御した結果, 3.0 % の誤差率で膜厚を制御できることを示した。

### (4) SAW フィルターの電気的特性について

IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターと ZnO 膜厚の異なる IDT/ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターの周波数特性の測定を行い, ZnO 薄膜が周波数特性, SAW 伝搬速度および挿入損失に及ぼす影響を検討した。

ZnO を成膜後の ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 圧電性基板上に IDT を作製した, IDT/ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは, IDT/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターで観測されたピークに加え, 明らかに異なる周波数に帯域幅の広い通過帯域が観測された。成膜後の ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 基板では, 伝搬速度が 5,400 m/s の SAW が励振, 伝搬し, 併せて伝搬速度 3,800 m/s の SAW も励振, 伝搬することを確認した。また, 伝搬速度 5,400 m/s の SAW による通過帯域の挿入損失の値は ZnO 薄膜の膜厚に依存し, ZnO 薄膜の膜厚が 600 nm 以上のとき, 明確な通過帯域を形成することを明らかにした。

また, 真空中で 500 °C, 1 時間のポストアニール処理を行った ZnO 薄膜上の IDT/ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターでは, 伝搬速度 5,400 m/s の SAW に起因する通過帯域が観測できず, 伝搬速度 3800 m/s の SAW に起因するピークのみが観測されるこ

とがわかった。これは、ZnO 薄膜の配向性と膜の構造の違いによるものと思われる。このピークの挿入損失の値は、ZnO 薄膜の膜厚に比例し、ZnO 膜厚の増加とともに SAW の励起効率が改善され、膜厚 600 nm 以上で高調波ピークの挿入損失の明確な改善が確認できた。この高調波ピークを用いることで温度センサとしての SAW フィルターの高周波化が期待できることを述べた。

#### (5) SAW フィルターの温度依存性について

SAW の伝搬面の温度変化により伝搬速度の変化がおこることを利用し、SAW フィルターの構造によって温度が測定できることを示した。また、ZnO 薄膜の膜厚および配向性の異なる SAW フィルターを測定し、ZnO 薄膜の周波数温度依存性に対する影響を検討した。

$z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 圧電基板上および ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 2 層構造圧電基板上に作製した SAW フィルターの通過帯域の中心周波数の変化は、すべて直線性を示しており、温度センサとして使用できることが確認できた。成膜後の ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターでは、中心周波数の変化率は膜厚に依存し、ZnO 薄膜の膜厚が増加すると変化率は減少することが確認できた。一方、真空中で 500 °C、1 時間のポストアニール処理した ZnO 薄膜上に作製した SAW フィルターでは、中心周波数の変化率は増加したが、膜厚依存性は認められなかった。この違いは、ZnO 薄膜の配向性および構造の違いに起因するものと考えられる。

通過帯域の帯域幅の異なる SAW フィルターの周波数温度特性の比較により、通過帯域の帯域幅により温度測定の誤差が変化することが確認でき、帯域幅が狭く中心周波数が容易に検出可能な通過帯域の形状を持つ SAW フィルターが望ましいことがわかった。また、通過帯域幅が狭く挿入損失が異なる SAW フィルターの周波数温度特性の比較により、挿入損失の値により温度測定の誤差が変化することを確認し、挿入損失の値を小さくするため、ポストアニール処理を行った ZnO 膜厚 600 nm 以上の ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 基板が挿入損失の改善と測定誤差の減少に有効であることが確認できた。

本研究の結果より、膜厚 600 nm 以上の ZnO 薄膜を真空中で 500 °C、1 時間ポストアニール処理した ZnO 薄膜上に構成した IDT/ZnO/ $z$ -cut LiNbO<sub>3</sub> 構造の SAW フィルターは、氷温域の面接触形温度センサとして使用可能であることが確認できた。本研究に用いた SAW フィルターの SAW 伝搬面の大きさは IDT 間距離 1.1 mm、幅 14 mm であり、測定周波数は 24.6 MHz または 45.7 MHz 近傍である。この条件での温度測定の最大誤差は 0.8 °C であった。さらに、ポストアニール処理後の ZnO 薄膜上の SAW フィルターでは、高調波ピークの挿入損失が改善されるため、高周波での測定が可能となり、ピーク周波数の変化率を大幅に増加させることができ、温度測定精度の向上が期待できることがわかった。

# 謝辞

本論文は、鳥取大学大学院工学研究科博士後期課程において行った研究の成果を中心に、現在までの研究成果をまとめたものである。

本研究を遂行するにあたり、多くの方々からご指導やご助言、ご協力を頂きました。

特に、鳥取大学工学部電気電子工学科の西守克己教授には、研究テーマを与えていただいたほか、研究に対する姿勢や手法など、ここでは列記できないほど多岐にわたる部分で多くのことをご教示いただきました。また、終始、懇切丁寧なご指導およびご助言をいただきました。心より感謝し、厚く御礼申し上げます。

米子工業高等専門学校電子制御工学科の雑賀憲昭教授には、米子工業高等専門学校に勤務した当初から、数々のご指導やご助言を頂き、現在の研究活動の基礎をご教示いただきました。また、実験を遂行する上で多くのご協力をいただきました。ここに深く感謝の意を表し、厚く御礼申し上げます。

本論文をまとめるにあたり有意義な議論と丁寧な御指導を頂きました鳥取大学工学部電気電子工学科の安東孝止教授および応用数理工学科の逢坂 豪教授に深く感謝いたします。

実験を遂行する上で、米子工業高等専門学校物質工学科の小田耕平教授ならびに鳥取県産業技術センター応用技術部生産技術科の玉井博康氏には多大なるご協力を頂きました。ここに感謝の意を表します。

社団法人氷温協会の山根俊弘理事長ならびに株式会社氷温研究所の山根昭彦代表取締役には、氷温技術について適切な御助言を頂きました。深く感謝いたします。

鳥取大学大学院工学研究科博士後期課程情報生産工学専攻に入学し研究を行うにあたり、鳥取大学工学部電気電子工学科の教職員の皆様にご協力を頂き、多くのご助言や励ましの言葉をいただいたことに深く感謝いたします。

さらに、本研究活動に対し、ご理解をいただきました米子工業高等専門学校 鈴木 充校長をはじめ、教職員の方々に心よりお礼申し上げます。また、この研究期間中、米子工業高等専門学校電子制御工学科の諸先生方には、特別の配慮を賜りました。厚く御礼申し上げます。

最後に、本研究活動に対して理解を示し、支えとなってくれた家族に心から感謝します。

# 研究業績

## 学術論文

- 1) 山本 英樹, 雑賀 憲昭 : ”反射光の微分による自動焦点検出機能を備えたレーザー光描画装置の開発”, *光学*, **23** (1994) p. 310 – 314.
- 2) 山本 英樹, 雑賀 憲昭 : ”線幅可変レーザービーム描画装置”, *光学技術コンタクト*, **32** (1994) p. 480 – 489.
- 3) H. Yamamoto, N. Saiga : ”Temperature-corrected quartz-crystal microbalance for real-time thickness monitoring in vacuum evaporation”, *Jap. J. Appl. Phys.*, **35** (1996) p. 4833 – 4838.
- 4) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己 : ”LiNbO<sub>3</sub> 基板上への ZnO 薄膜の形成”, *真空*, **42** (1999) p. 163 – 166.
- 5) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己 : ”z カット LiNbO<sub>3</sub> 基板上への ZnO 薄膜の形成”, *真空*, **43** (2000) p. 193 – 169.
- 6) H. Yamamoto, N. Saiga and K. Nishimori : ”ZnO thin films deposited on various LiNbO<sub>3</sub> substrates by RF-sputtering”, *Applied Surface Science*, **169-170** (2001) p. 517 – 520.
- 7) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己 : ”ZnO/LiNbO<sub>3</sub> の表面弾性波フィルター温度特性”, *真空*, **44** (2001) p. 322 – 325.
- 8) H. Yamamoto, N. Saiga and K. Nishimori : ”Temperature sensor around 0 °C using surface acoustic wave filter on ZnO/LiNbO<sub>3</sub>”, *T. IEE. Japan*, **122-E** (2002) p. 285 – 286.
- 9) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己 : ”表面弾性波を用いた氷温センサの開発”, *氷温科学*, **5** (2002) p. 26 – 32.

## 学術講演 (シンポジウム)

- 1) 山本 英樹, 雑賀 憲昭 : ”レーザー光描画装置におけるナイフエッジ法を用いた自動焦点検出法”, 第 18 回 光学シンポジウム講演予稿集 (1993) p. 9 – 10.

- 2) 山本 英樹, 雑賀 憲昭 : "レーザー光描画装置のデフォーカスを用いたパターン描画時間短縮法", 光学連合シンポジウム浜松 '94 講演予稿集 (1994) p. 181 - 182.
- 3) N. Saiga and H. Yamamoto : "Measurement of the focused profile of writing beam in laser-beam lithographic system by the aid of numerical restoration", The fourth microoptics conference (1994) p. 138 - 141.
- 4) N. Saiga and H. Yamamoto : "Temperature tuning of second-harmonic generation in  $\text{KNbO}_3$  excited by astigmatic beam radiating from a laser diode", The fifth microoptics conference (1995) p. 120 - 123.
- 5) H. Yamamoto, N. Saiga and K. Nishimori : "ZnO thin films deposited on  $\text{LiNbO}_3$  substrates by RF-sputtering", *J. Vac. Soc. Jpn.* (First Vacuum and Surface Sciences Conference of Asia and Australia, Final Program Abstracts), **42 Supplement** (1999) p. 125

#### 学術講演 (口頭発表)

- 1) 雑賀 憲昭, 山本 英樹 : "相関を用いたレーザースポット集光分布の再生 (II)", 第 40 回応用物理学関連連合講演会講演予稿集 (1993) p. 1018.
- 2) 山本 英樹, 雑賀 憲昭 : "焦点検出系を備えたレーザー光描画装置", 第 41 回応用物理学関連連合講演会講演予稿集 (1994) p. 837.
- 3) 雑賀 憲昭, 山本 英樹 : "レーザ描画におけるレンズ収差と焦点外れを用いた塗り潰し法", 第 55 回応用物理学会学術講演会講演予稿集 (1994) p. 835.
- 4) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 宅野 慎二, 平尾 貴志 : "LD 及びマイクロレンズを用いた水晶振動子法による蒸着膜厚の実時間モニタ装置", 第 42 回応用物理学関連連合講演会講演予稿集 (1995) p. 883.
- 5) 雑賀 憲昭, 山本 英樹 : "VSIS 半導体レーザーの導波光モードの解析", 第 57 回応用物理学会学術講演会講演予稿集 (1996) p. 924.
- 6) 山本 英樹, 雑賀 憲昭 : "LD 及びマイクロレンズを用いた水晶振動子法による蒸着膜厚の実時間モニタ装置 (II)", 第 57 回応用物理学会学術講演会講演予稿集 (1996) p. 782.
- 7) 山本 英樹, 大久保 慎司, 大垣 忍, 雑賀 憲昭 : "レーザービーム描画装置への走査型レーザー顕微鏡的機能の付加", 第 44 回応用物理学関連連合講演会講演予稿集 (1997) p. 929.

- 8) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: "LiNbO<sub>3</sub> 基板上への ZnO スパッタ薄膜の形成", 第 39 回真空に関する連合講演会講演予稿集 (1998) p. 59– 60.
- 9) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: "ZnO/z-LiNbO<sub>3</sub> スパッタ薄膜成長の基板温度依存性", 電気・情報通信学会中国支部第 50 回連合大会講演論文集 (1999) p. 469.
- 10) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: "z カット LiNbO<sub>3</sub> 基板上への ZnO スパッタ薄膜の形成", 第 40 回真空に関する連合講演会講演予稿集 (1999) p. 24 – 25.
- 11) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: "ZnO/z-LiNbO<sub>3</sub> スパッタ薄膜の SAW フィルター特性を利用した温度センサ", 電気・情報通信学会中国支部第 51 回連合大会講演論文集 (2000) p. 319.
- 12) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: "ZnO/LiNbO<sub>3</sub> の SAW フィルター温度特性", 第 41 回真空に関する連合講演会講演予稿集 (2000) p. 347 – 348.
- 13) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: "表面弾性波を用いた氷温センサの開発", 平成 13 年度氷温学会大会 (第 5 回) 資料 (2001) p. 24.
- 14) 山本 英樹, 雑賀 憲昭, 西守 克己: "ZnO スパッタ薄膜表面弾性波フィルターを用いた氷温センサ", 電気・情報通信学会中国支部第 52 回連合大会講演論文集 (2001) p. 223.
- 15) 雑賀 憲昭, 山本 英樹: "コルピッツ発振による RF スパッタ ZnO 薄膜の電圧性検討 (II)", 第 49 回応用物理学関連連合講演会講演予稿集 (2002) p. 202.

**END**