

「先進的統合センシング技術」

平成 18 年度採択研究代表者

山中 一司

(東北大学未来科学技術共同研究センター 教授)

「多種類の危険・有害ガスに対する携帯型高感度ガスセンサシステム」

1. 研究実施の概要

環境計測やセキュリティの分野では、非常に多種類の危険・有害ガスを検知する必要がある。多種類のガスを識別して検知するには、多数のセンサが必要であるが、100を超えるセンサアレイは実現が困難であり、小数のセンサで多くの種類のガスを検知する必要がある。

このような測定は分析装置の分野では既に行われており、カラムの内壁に塗った液体への溶解度の差で、ガスの通過時間に差を生じさせ、異なるガスを時間的に分離するガスクロマトグラフィは、多種類のガスを1個のセンサで検知できる。環境分析やセキュリティ分野では、現場にガスクロを持ち込んで測定することが発生源の特定に有効なため、可搬型ガスクロが開発されている。しかし、カラムなどの部品が大きさが制約になり、ポケットに収納できる携帯型ガスクロは開発されていない。最近では MEMS 技術により圧縮器、カラム、検出器などを作製するガスクロも研究されているが、まだ実用化には至っていない。

一方本研究グループは、新しい波動現象である球(ボール)の弾性表面波(SAW)の自然なコリメートビームを発見し、これに基づいてボール SAW センサを提案した。ボール SAW センサでは、SAW が球の大円に沿って細い平行ビームを自然に形成し、100 周以上も繰り返し周回するため、高周回数の波を選択的に検出してその遅延時間と振幅を測定すると、SAW の音速と減衰の変化を極めて高い精度で測定できる。この特長を活かして、燃料電池の安全性と効率運転に必要な水素ガスセンサを開発した結果、従来の SAW による水素ガスセンサの 100 倍の高感度化と、50 倍以上の高速化を達成できた。

このような状況のもとで、本研究ではガスクロにボール SAW センサを導入することによって、これまで利用されていない SAW とガス分子の相互作用に基づく新しい計測法を実現し、さらにアレイを構成することにより、多種類のガスを識別して検知できるセンサの開発を目的とする。

具体的研究課題は以下の通りである。

- [1] SAW 伝搬性能の向上
- [2] ガス分離系とガスクロシステムの開発
- [3] 超高精度小型回路モジュールおよび低損失結晶球の開発
- [4] ボール SAW 素子の高度化

[5] ボール SAW ガスクロシステムの評価

2. 研究実施内容

[1] SAW 伝搬性能の向上

ボール SAW センサの高感度化に必要な SAW 伝搬性能の一層の向上のため、結晶球を 2 本の真空吸引マニピュレータで受け渡して Z 軸を高精度に決定し、マニピュレータの回転により XY 方位を変化させて、すだれ状電極の接近制御により SAW を発生し、多重周回した後に検出する方位制御装置を整備した。

[2] ガス分離系とガスクロシステムの開発

ボール SAW ガスクロ設計のための基礎資料を得るため、キャピラリーカラム及び充填カラムと熱伝導検出器 (TCD) を備えた卓上型のガスクロマトグラフを導入して、カラムを出たガスをボール SAW センサと TCD とで並列に検出するシステムを構築した。さらに、キャリアガスの種類、流量、カラムの充填材や液相の種類、ボール SAW センサのパッケージ法、周波数、感応膜の被覆率などを変化させてボール SAW センサと TCD 検出器の特性を比較した。

Pd-Ni 感応膜を用いるボール SAW センサにおける極性分子の感応膜への影響を評価するために、1mm 水晶ボール SAW センサ (150MHz) による水蒸気 (W) と 4 種類のアルコール (methanol : M, ethanol : E, i-propanol : i-P, n-propanol : n-P) への振幅応答を計測した。Pd-Ni 膜を持つセンサでは遅延時間および振幅応答が得られ、Pd-Ni 膜を持たないセンサでは振幅応答のみが得られた。この振幅応答が SAW の漏洩減衰により起こると考え、

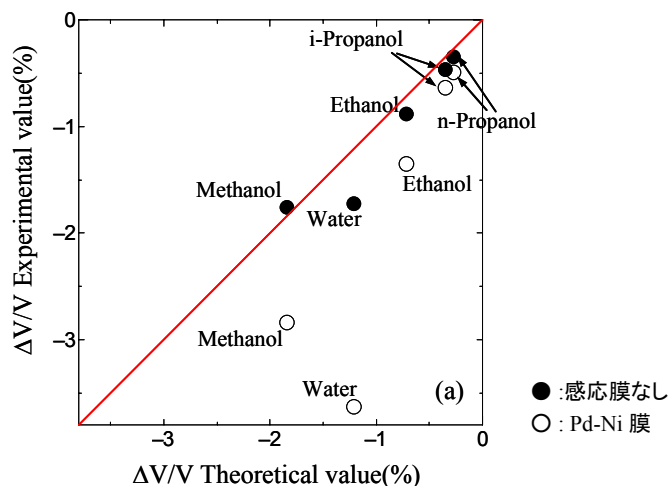


図 1 ボール SAW センサ振幅応答の実験と理論の比較

計測系をモデル化して振幅変化 ($\Delta V/V$) の理論式を導出した。図 1 は理論値と実験値の比較を示す。Pd-Ni 膜が無いと理論値と実験値はほぼ一致したが、Pd-Ni 膜があると実験値は計算値より大きい減少を示した。この結果から、極性分子の影響による振幅応答を漏洩減衰から分離することが可能になった。これは、携帯型ガスクロにおいてボール SAW センサの特長を効果的に用いるために有用な基礎資料となる。

次に、以上の知見に基づきガスを時間的に分離するためのシリコン製カラムの概念設計を行った。ここではボール SAW センサの特長を有効に用いることでカラムへの負担を軽減することを考慮した。また、シリコンの反応性イオンエッチングによる MEMS 加工法の予備的検討を行った。ボッシュプロセスを用い、エッチングレートを毎分 $2\mu\text{m}$ とした結果、シリコンウエハーにトレンチ構造を十分

な精度で加工できた。さらに、上記加工表面や、ボール SAW センサおよび感応膜の表面状態、さらにパッケージの状態を詳細に観察する目的で、レーザー顕微鏡を導入して観察評価する体制を整備した。

[3] 超高精度小型回路モジュールおよび低損失結晶球の開発

(1) 信号入力・処理方法の選択

信号入力方法について、400MHz 帯で分解能1Hz のシンセサイザー機能を持つ専用の信号発生用基板(400MHz シンセサイザー基板)を導入した(図2)。本基板を利用して、クアドラチャ検波方式による高速高精度の位相強度同時計測の準備がほぼ整った。

素子の温度依存性に対する補償技術として熱電対を使用する方法と、複数の素子を相互に補償素子として使用する方法の評価を開始した。複数素子を使用する方法では素子間の温度の違い等の課題が残るが精度が良く、回路モジュールを小型に出来る点から継続して開発すべき手法と判断した。

(2) LSI/モジュール仕様検討

次年度に開始する LSI/モジュール設計について、実際に 400MHz 対応のアナログ信号処理回路の動作検証によって LSI/モジュールの基礎的な仕様と必要な回路定数を詳細に決定した。さらに、小型化と高 SN 比を実現する為にはハイブリッド IC 化も有効であることが判り、ガスクロ用回路モジュール全体構想の中で回路方式の検討を開始した。

(3) 低損失結晶球の材料選定と加工方法の改良

結晶球の表面状態の影響を、ボール SAW センサに加工する前の結晶球材料の状態ですべて的に評価する方法に取り組んだ。直径1mmの水晶球について、作成方法の変更と共に、2水準の真球度での作成を行った。またタリロンド計測器を使用した真球度の超高精度計測を行い 3 次元的な歪みについて評価を行った。



さらに、SAW 伝搬への影響を実験的に測定 図2 試験用 400MHz シンセサイザー基板
するため、直径 1mm の結晶球表面にすだれ状
電極を接近することにより SAW を励起して、周回に伴う減衰から結晶球の品質を計測するシステム
を試作して動作を確認した。

[4] ボール SAW 素子の高度化

(1) 400MHz 露光装置設計

150MHz ボール SAW デバイスの高感度化をするため、水晶の Z シリンダー経路で駆動周波数 400MHz の弾性表面波を送受信できるボール SAW 素子を作製することを目的に 2 ミクロンのライ
ンアンドスペースを球面上で実現できる球面露光装置の設計を行った。露光方式はポイント・オ

ブ・アレイ方式のマスクレス露光とし、露光装置の心臓部には露光点の微細化ができる XGA DMD ならびにマイクロレンズを用いた5:1光学エンジンと、XGA 用高速データ生成ボード (DGB) を使い、回転ステージと回転軸を検出する光学式位置変位測定器より構成することとした。それぞれのハードウェアはサーバーと呼ばれるプログラムでそれぞれ独立に制御され、各サーバーは TCP/IP ネットワークで結合されたクライアントと呼ばれるインターフェースを持つ。XGA 化を行うことにより、光学スポットを従来と比べ 30%以上小さくでき、また、XGA 用高速データ生成ボードは、従来の半分のデータ分解能 (0.1 μ m) で十分な速度でデータを生成できるため、2ミクロンのラインアンドスペースの露光が可能であると見込まれる。

(2) 高調波素子設計

ボール SAW センサにおいて音速と減衰の周波数依存性などの測定を 1 個の素子で行うため、基本波とその高調波を同時に送受信できる高調波素子を作製する。本年度はその設計のため、弾性表面波理論に基づきすだれ状電極の電荷密度などを考慮した数値計算と球上で多重周回する弾性表面波の挙動をシミュレーションした。

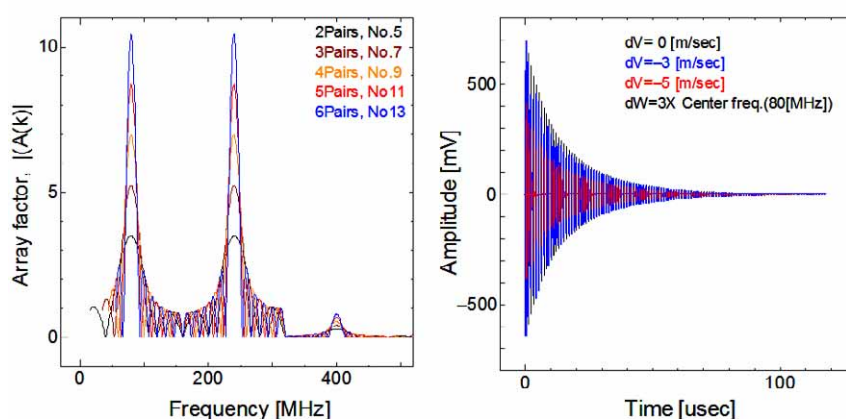


図 3 球状高調波弾性表面波素子のシミュレーション

図3は既存のラインアンドスペース5 μ mのデバイス製作ルールを基に設計した電極の本数に対し、周波数領域での高調波成分のエネルギー密度を示した計算結果である。図3の(1)を見ると、基本周波数は80MHzで高調波としてその3倍波と5倍波の励振が可能である。また電極の本数が増えれば、それに従い励振させるエネルギーも増加する。しかし球状素子ではパターン転写が可能な面積の制限などがあるので、試作可能な最適化した電極の設計が必要である。図3の(2)は直径1mm球状素子で弾性表面波が多重周回する際の波の挙動のシミュレーション結果で、各高調波信号成分間に伝搬速度の差がある場合、多重周回する弾性表面波が影響を受けつつ減衰する様子を示している。この計算結果を基に3次元球状素子設計CADツールであるABLEを用い、最適化した直径1mm球状高調波素子のパターン設計を行った。

3. 研究実施体制

(1)「東北大学」グループ

①研究分担グループ長:山中 一司(東北大学 教授)

②研究項目

- ・SAW 伝搬性能の向上
- ・ガス分離系とガスクロシステムの開発

(2)「凸版印刷」グループ

①研究分担グループ長:中曽 教尊(凸版印刷株式会社 課長)

②研究項目

- ・超高精度小型回路モジュールおよび低損失結晶球の開発

(3)「ボールセミコンダクター」グループ

①研究分担グループ長:竹田 宣生(ボールセミコンダクター株式会社 リーダー)

②研究項目

- ・ボール SAW 素子の高度化

(4)「山武」グループ

①研究分担グループ長:吹浦 健(株式会社山武 主任研究員)

②研究項目

- ・ボール SAW ガスクロシステムの評価

4. 研究成果の発表等

(1)論文発表(原著論文)

- S. Kai, K. Ote, T. Mihara, T. Ohgi, N. Nakaso, I. Satoh, T. Fukiura, H. Tanaka and K. Yamanaka, "Measurement of SAW on a quartz ball with proximate electrodes to improve waveforms of ball SAW device", Proc. Symp. Ultrason. Electron., 27, pp.99-100(2006).
- T. Abe, N. Iwata, T. Tsuji, T. Mihara, S. Akao, K. Noguchi, N. Nakaso, D. Y. Sim, Y. Ebi, T. Fukiura, H. Tanaka, K. Yamanaka, "Evaluation of response time in ball surface acoustic wave hydrogen sensor", Proc. Symp. Ultrason. Electron., 27, pp.101-102(2006).
- Naoya Iwata, Takuji Abe, Toshihiro Tsuji, Tsuyoshi Mihara, Shingo Akao, Kazushi Yamanaka, "Analysis of ball SAW sensor response to a wide variety of gases using gas chromatography " Proc. Symp. Ultrason. Electron., 27, pp.367-368(2006).

(2)特許出願

平成 18年度特許出願:1 件(CREST 研究期間累積件数:1 件)