

単結晶シリコンへき開面ナノギャップにおける
熱輸送の間隔依存性計測

霜降 真希

2024

目次

目次	i
第1章 序論	1
1.1 本研究の背景	1
1.1.1 ナノギャップ	1
1.1.2 ナノギャップ間熱輸送	2
1.2 本研究の目的	4
1.3 本論文の構成	5
参考文献	7
第2章 MEMSにより高精度間隔制御可能な単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイス	11
2.1 はじめに	11
2.2 単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイス	12
2.2.1 単結晶シリコンのへき開	12
2.2.2 へき開面ナノギャップデバイスの設計	14
2.2.3 真空中ナノギャップ創製用治具	19
2.3 実験	20
2.3.1 デバイス作製プロセス	20
2.3.2 ギャップ間隔制御実験	22
2.3.3 ギャップ間隔制御実験	23
2.4 結果と考察	24
2.4.1 デバイス作製	24
2.4.2 ギャップ創製実験	24
2.4.3 ギャップ間隔制御実験	27
2.4.4 pull-in の数値計算	28
2.5 まとめ	30
参考文献	32
第3章 Raman 分光法を用いたナノギャップ間熱輸送測定	35
3.1 はじめに	35
3.2 Raman 分光法による温度測定	36
3.3 単結晶シリコンの近接場放射の数値計算	36
3.4 熱輸送測定用ナノギャップデバイスと測定系	38

3.4.1	デバイス設計.....	38
3.4.2	真空チャンバー設計.....	43
3.4.3	熱輸送測定用治具設計.....	44
3.4.4	間隔制御と温度差形成の同時実現のための回路設計.....	46
3.5	実験.....	46
3.5.1	デバイス作製.....	46
3.5.2	ナノギャップ創製実験.....	48
3.5.3	ギャップ間隔制御.....	49
3.5.4	Raman 分光法によるギャップ間熱輸送測定.....	49
3.6	結果と考察.....	50
3.6.1	デバイス作製.....	50
3.6.2	ナノギャップ創製実験.....	51
3.6.3	ギャップ間隔制御.....	53
3.6.4	Raman 分光法によるギャップ間熱輸送測定.....	54
3.7	まとめ.....	57
	参考文献.....	59
第4章	サーモリフレクタンス法を用いたナノギャップ間熱輸送測定.....	61
4.1	はじめに.....	61
4.2	単結晶シリコンの TR 係数の数値計算.....	62
4.3	TR 測定系.....	65
4.3.1	TR 測定用光学系.....	65
4.3.2	TR 測定用真空チャンバー保持具設計.....	67
4.4	実験.....	68
4.4.1	大気中ナノギャップ創製.....	68
4.4.2	顕微 Raman 分光法による加熱温度校正.....	68
4.4.3	TR 法によるギャップ間熱輸送測定.....	68
4.5	結果および考察.....	69
4.5.1	大気中ナノギャップ創製.....	69
4.5.2	顕微 Raman 分光法による加熱温度校正.....	69
4.5.3	TR 法によるギャップ間熱輸送計測.....	70
4.5.4	シャトル変位に対応した反射率変化の原因.....	73
4.6	まとめ.....	78

参考文献.....	80
第5章 結論.....	83
付録A 温度依存性を考慮した単結晶シリコンの複素誘電率モデル.....	87
参考文献.....	92
付録B デバイスの支持梁の構造最適化手法の検討.....	93
付録C へき開の亀裂遷移に関する FEM 解析.....	95
付録D 応力依存性を考慮した単結晶シリコンの複素誘電率モデル.....	99
参考文献.....	101
本研究に関連する論文・発表.....	103
参考論文・発表.....	105
謝辞	107

第1章 序論

1.1 本研究の背景

1.1.1 ナノギャップ

2つの物体を対向させ、空隙がナノメートル間隔になるまで接近させると、電磁場の局在化や量子トンネリングによってバルク材料とは異なる現象が顕れる。^[1-6]この空隙構造はナノギャップと呼ばれ、その特徴的な量子力学的特性から、物理学、化学、生物学などにおいて学術的に重要であるだけでなく、バイオ・ケミカルセンサー、フォトニクス、エレクトロニクス、熱マネージメント、環境発電など応用分野も多岐にわたり、多くの注目を集めてきた。ナノギャップは構成する物質の幾何形状により大きく性質を変化させるため、(1)Sphere-Plate/Tip-Plate, (2)Sphere-Sphere/Tip-Tip, (3)Plate-Plateの3種類に大別される。

(1)Sphere-Plate / Tip-Plate ナノギャップはその高い対称性から作製が容易であるため歴史が長く、1966年には既に Young ら^[7]によって、数十 nm 程度まで物体表面に接近させた探針によりエミッション電流を測定することで、物体表面の形状を nm の分解能で評価できる可能性が実験的に示されている。1980年代に Binnig と Rohrer が走査型トンネル顕微鏡 (Scanning Tunneling Microscope: STM)^[8]や原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope: AFM)^[9]を開発すると、その有用性が広く認識され、特に表面科学において重要な役割を担ってきた。^[10-13]現在では、同じ走査型プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscope) である走査型磁気力顕微鏡 (Magnetic Force Microscopy: MFM)^[14]、走査型近接場光顕微鏡 (Scanning Near-field Optical Microscopy: SNOM)^[15]、表面電位顕微鏡 (Kelvin probe Force Microscopy: KPFM)^[16]などへ拡張され、物質表面の状態の分析へ広く応用されている。^[17-19]

(2)Sphere-Sphere/Tip-Tip ナノギャップは、形状に起因する大きな局在化効果が特徴であり、表面増強 Raman 分光法 (Surface-enhanced Raman Scattering: SERS)^[20-22]や真空トランジスタ^[23-25]、電子スイッチ^[26,27]などに応用できる。創製には高度なアライメント技術やリソグラフィ技術が要求されるが、ナノマイクロ加工技術の発展により、すでに多くの創製方法が提案されている。^[20-23,27-29]また、高スループットな方法も報告されており、一部は実用化の段階にある。^[30-32]

(3)Plate-Plate ナノギャップは(1)(2)と比べ対向部の面積が飛躍的に増加するため、大出力が必要となる熱マネージメントや熱環境発電へ応用が期待されている。一方で Plate-Plate ナノギャップを創製するためには、原子レベルで平滑で高い平面度を有する面を、ナノメートルオーダーの均一な間隔で制御・維持しながら対向させなければならないため、技術面でもコスト面でも大きな障壁があり、(1)(2)に比べて飛躍的に困難になる。創製のため様々な方法が提案されているが、特に数 μm^2 以上の大面積と 10 nm 以下の狭ギャップを両立する方法は、いずれも低スループットで再現性が低く、未だ

に有効な創製方法は確立されていない。[1-4,33,34]Plate-Plate ナノギャップを熱マネジメントや熱環境発電などへ応用するためには、ギャップ間における熱輸送特性のギャップ間隔依存性の実験的測定が要求されるが、測定報告は限られており、10 nm 以下の Plate-Plate ナノギャップの熱輸送特性については未だ未解明である。[3,35-44]

1.1.2 ナノギャップ間熱輸送

間隔 d の真空ギャップで隔てられた無限平行平板間（物質 1,2）では熱放射による熱輸送 Q_{1-2} が生じ、Planck の法則で与えられる黒体放射を最大として、物質の放射率 $0 < \varepsilon'_1, \varepsilon'_2 < 1$ を用いて式(1-1)で与えられる。

$$Q_{1-2} = \frac{\sigma(T_1^4 - T_2^4)}{\frac{1}{\varepsilon'_1} + \frac{1}{\varepsilon'_2} - 1} \quad (1-1)$$

ここで、 T_1 、 T_2 は物質の絶対温度である。この熱放射の式は d を頭わに含んでおらず、その大きさは d に依存しない。より原理的には、Rytov によって熱放射は揺動散逸定理と Maxwell 方程式から導かれた。[45]Rytov が導いた熱放射の式では、Planck の法則で特徴付けられる Wien の波長（室温では 1 μ m 程度）よりも d が小さい場合、 d が小さくなるにつれて熱放射強度は黒体放射限界を大きく超えて増加し、 d^{-2} へ漸近することを予想する。[3,45,46]このことは、物質表面では近接場光や Evanescent 光と呼ばれる、全反射するはずの波長の光が表面近傍ではにじみ出ており、 d が小さくなるとそれらがカップリングすることで熱輸送のチャンネルを増加させることに対応している。近接場において増強される熱放射は近接場熱放射と呼ばれる。

d が更に減少し、数 nm のオーダーになると、Rytov の式から逸脱しはじめ、フォノンのトンネル効果が顕現すると考えられている。この領域は電磁気的な熱放射から疑似的な熱伝導への遷移領域であり、 $d^{-6} \sim d^{-12}$ で熱輸送量が増加すると予想されている。[3,47]更に d が減少し、sub nm オーダーになると、物質表面の電子の波動関数の融合により、電子のトンネリングや結合による熱輸送が支配的になる。いくつかの第一原理計算では d^{-12} で熱輸送が増加すると予想している。[3]一方で、 d が格子定数オーダーまで小さくなると、熱輸送量の増加は緩やかになりバルク熱伝導の値へ漸近していくと予想され、最終的には遠方場放射の $10^7 \sim 10^9$ 倍程度の大きさとなる。[46]

このことは、 d を高々1 μ m 程度変化させることで熱抵抗を 7~9 桁連続的に変化させることが可能であるということの意味しており、大面積なナノギャップが、従来の材料の性能を遥かに凌駕した次世代の可変熱抵抗、熱整流ダイオードなどの熱制御素子として有望視される根拠となっている。更に、小型・高性能な熱環境発電素子などへ応用できる可能性があり、IoT において現在課題となっている電力供給問題の有力な解決策となりうる。

このユニークな熱物性のため、特に Plate-Plate ナノギャップの熱輸送は実験的検証のために多くの労力が費やされてきた。初めて実験的に遠方場放射を超えたギャップ間熱輸送が測定されたのは、1970年のことであり、Domoto ら^[48]により 10-15 K の銅平板を対向させた間隔 2 mm~10 μm のギャップ構造を用いて実施された。この程度の低温では、Wien の波長は 0.3 mm 程度となるため、サブ mm のギャップ間隔でも増強効果を観察できる。しかしながら測定されたギャップ間熱輸送は遠方場放射の約 4 倍で黒体放射よりは小さい。室温程度の温度では Wien の波長は 10 μm 程度であるため、黒体放射を超えたギャップ間熱輸送が実証されたのは 2000 年以降である。Hu ら^[49]は 2008 年に、直径 1.27cm の光学ガラス平板の間に直径 1 μm の Polystyrene 球をスペーサーとして挟み込んだ真空ギャップ間の熱輸送を測定し、高温側が 310-340K の範囲において黒体放射を 35%超えた熱放射を測定した。Ottens ら^[50]は 2011 年に、サファイアガラス平板間の真空ギャップの熱輸送を測定し、黒体放射を 25%超えた熱放射を測定した。ギャップ間隔が sub μm オーダーの正真正銘なナノギャップの熱輸送が測定できたのは 2010 年以降であり、ナノマイクロ加工技術を用いて達成された。Ito ら^[51]は 2015 年に 8.6 \times 19 mm^2 の面積を有する 2 枚の石英ガラス上にそれぞれ台形状ピラーをフォトリソグラフィとウェットエッチングにより作製し、圧力をかけて互いに重ね合わせることで 500 nm の真空ギャップを創製し、ギャップ間熱輸送を測定している。Lim ら^[52]は 2015 年に熔融シリカ平板間の金電極を犠牲層として除去し、ピラーのない完全なギャップを創製した。更に、間隔を 1000-400 nm の間で変化させ、熱放射が最大で黒体放射の 2.9 倍まで増幅されることを実証した。最近では、ナノポジションナーや圧電ステージを用いた方法が盛んに研究されており、Bai ら^[38]が 2016 年に 40 \times 40 μm^2 の対向面積を有する平行平板 (SiO₂-SiO₂, Au-Au, SiO₂-Au, Au-Si) のギャップ間隔をナノポジションナーにより正確に制御できるナノギャップを創製した。得られたギャップ間隔は 50 nm - 10 μm であり、最大で黒体放射の 10 倍の熱放射を測定した。Fiorino ら^[53]は、2018 年にナノポジションナーを用いて 20 μm 角のシリコン酸化膜を対向させ、25 nm のギャップ間隔で黒体放射の 700 倍の熱放射を測定した。Salihoglu ら^[54]は石英ガラス平板を傾斜ステージと圧電ステージを用いて正確に対向させ、7 nm のギャップ間において、遠方場熱放射の 18000 倍に増幅された熱放射を測定した。

現在、50 nm 以下のギャップ間隔で熱放射を測定している研究は僅かであり、その材料の殆どが SiO₂ に限られているため、未だ十分な検証ができていない。また、それらは全て、平板を高精度に対向させるため、ナノポジションナーや圧電ステージを用いた 5 軸以上の高度な位置合わせにより達成されており、^[38, 53-55]高品質なナノギャップを作製・維持するために高価で大規模な装置を要求する。この方法は、低スループットであり、従来の半導体デバイスや Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) などの製造プロセスと互換性がなく、実用性に乏しいという課題もある。そのため、製造プロセスと互換性があり、大量生産が可能で、位置合わせが“自発的”に達成される、大面積かつ間隔を 10 nm 以下で制御可能な Plate-Plate ナノギャップの創製方法と、そのギャップ間熱輸送計測方法が求められる。

1.2 本研究の目的

本研究では、大面積かつ間隔を 10 nm 以下で制御可能な Plate-Plate ナノギャップの創製方法を確立し、そのギャップ間熱輸送計測により、10 nm 以下の間隔を有する Plate-Plate ナノギャップ間の熱輸送のメカニズムを明らかにすることを目的とする。また、ナノギャップの創製方法は半導体デバイスや MEMS などの製造プロセスと互換性があり、大量生産が可能で、高度な位置合わせを要さないことが求められる。これを達成するため、(1)単結晶シリコンのへき開を応用してナノギャップを創製でき、更にギャップ間隔制御が可能な機構を一体化した MEMS デバイスと、(2)Raman 分光法、(3)Thermoreflectance (TR) 法を用いたギャップ間熱輸送計測を提案する。

(1) 単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイス

単結晶シリコンは安価で無欠陥なバルク結晶を得ることができ、へき開という性質によって原子レベルで平滑な面が対向した構造を容易に作製できるため、大面積平行平滑なナノギャップの創製へ応用できる。更に、MEMS や半導体デバイスとして利用されてきた歴史があり、微細加工技術が成熟しているため、創製したナノギャップを制御するためのセンサーやアクチュエーターを一体化させることができる。この方法は、半導体デバイスや MEMS などの製造プロセスと高い互換性があり、ウエハレベルで大量生産が可能で、制御機構もチップレベルで一体化されることから、従来の方法の課題を解決する有効なナノギャップ創製方法であると考えられる。そこで、数十 μm^2 の大面積平滑面を有する Plate-Plate 型ナノギャップを単結晶シリコンのへき開により創製し、間隔制御のため楕円型静電アクチュエーターや静電容量型変位センサーを一体化した MEMS デバイスの作製方法を確立し、その妥当性を評価する。

(2) Raman 分光法によるギャップ間熱輸送測定

ギャップ間熱輸送計測は非常に微小な熱の移動を測定する必要があるため、可能な限りギャップ間熱輸送に影響を与えない方法で測定する必要がある。Raman 分光法は物質の格子振動などの情報を光学的に得ることが可能であり、非侵襲非接触かつ高い空間分解能で温度測定が可能である。また、単結晶シリコンの温度測定にはよく用いられる方法であり、その性質も良く知られていることから有効なギャップ間熱輸送測定方法であると考えられる。Raman 分光法を用いて単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイスのギャップ間熱輸送測定を行い、ギャップ間熱輸送測定方法としての有効性を評価する。

(3) TR 法によるギャップ間熱輸送測定

TR 法は物質表面の反射率が温度により変化することを利用して温度を測定する方法である。非

侵襲非接触かつ高い空間分解能で光学的に温度測定できる。Raman 分光法とは異なり金属の温度測定できる利点がある。温度測定法の中で最も高い温度分解能を有している方法の一つであり、Raman 分光法以上に高精度・高感度なギャップ間熱輸送測定が可能であると考えられる。TR 法を用いて単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイスのギャップ間熱輸送測定を行い、ギャップ間熱輸送測定方法としての有効性を評価する。

1.3 本論文の構成

第1章では序論として本研究の背景及び目的について述べた。

第2章では、単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイスの作製とギャップ間隔制御を行った結果について報告する。単結晶シリコンの MEMS 構造内にへき開によりギャップが創製できる切欠きを導入した梁構造を作製し、単軸引張によるへき開面ナノギャップの創製と MEMS を用いた nm オーダーの分解能を有するギャップ間隔制御機構を統合したデバイスを設計した。デバイスは Silicon on Insulator (SOI) ウエハから微細加工技術を用いて作製し、へき開に必要な引張力を外部から機械的に精度良く印加可能な圧電アクチュエーターを有する小型の治具も開発した。これらを用いて、高真空が得られる SEM 内でへき開によるナノギャップ創製からギャップ間隔制御、ギャップ間隔測定まで一連の実験を行った。この結果から単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイスの有効性を評価する。また、本デバイスにより維持可能な最小ギャップ間隔についても理論計算と比較し、議論する。

第3章では、顕微 Raman 分光法を用いたナノギャップ間熱輸送計測について検討する。単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイスを改良し、ギャップの一端の加熱することでギャップ間に温度差を形成できるように再設計し、作製した。また、ギャップ間隔制御と温度差形成を同時に実現できる電気回路を設計し、作製した。真空中でナノギャップ間熱輸送計測を行うため、顕微 Raman 分光装置へ設置可能な真空チャンバーを設計・作製し、引張力印加のための治具も再設計により小型化し、真空チャンバーへ導入可能にした。改良したデバイスを真空チャンバー内へ導入し、顕微 Raman 分光法を用いてギャップ間隔制御とナノギャップ間熱輸送計測を実施した。この結果から顕微 Raman 分光法を用いたナノギャップ間熱輸送計測の有効性を評価する。

第4章では、TR 法を用いたナノギャップ間熱輸送計測について検討する。単結晶シリコンのサ TR 測定は殆ど例が無いため、単結晶シリコンのバンド間遷移や自由キャリアを考慮した複素誘電率モデルを提案し、単結晶シリコンの単位温度当たりの反射率変化を理論計算した。この結果を踏まえ

て、ドリフトやノイズを減少させた TR 法用光学系を構成した。真空中で測定を行うため、真空チャンバーも保持用の治具を光学系に合わせて設計・作製した。これらの系を用いて TR 法を用いたギャップ間隔制御とナノギャップ間熱輸送計測を実施した。この結果から TR 法を用いたナノギャップ間熱輸送計測の有効性を評価する。

第5章では、本研究で得られた成果と今後の展望について述べる。

付録として、単結晶シリコンの温度依存性を考慮した複素誘電率理論計算（付録 A）、デバイスの支持梁の構造最適化手法の検討（付録 B）、へき開の亀裂遷移に関する FEM 解析（付録 C）、単結晶シリコンの圧力依存性を考慮した複素誘電率理論計算（付録 D）について記載する。

参考文献

- [1] Y. Yang, C. Gu, and J. Li, "Sub-5 nm Metal Nanogaps: Physical Properties, Fabrication Methods, and Device Applications," *Small*, vol. 15, no. 5, p. e1804177, 2019, doi: 10.1002/sml.201804177.
- [2] S. Luo, B. H. Hoff, S. A. Maier, and J. C. de Mello, "Scalable Fabrication of Metallic Nanogaps at the Sub-10 nm Level," *Adv. Sci.*, vol. 8, no. 24, p. e2102756, 2021, doi: 10.1002/advs.202102756.
- [3] S. Xiong, H. Han, and S. Volz, "Heat transport through nanoscale gaps—A perspective," *J. Appl. Phys.*, vol. 128, no. 12, 2020, doi: 10.1063/5.0021205.
- [4] T. Li, W. Hu, and D. Zhu, "Nanogap electrodes," *Adv. Mater.*, vol. 22, no. 2, pp. 286-300, 2010, doi: 10.1002/adma.200900864.
- [5] Y. Xu *et al.*, "Light-Matter Interaction within Extreme Dimensions: From Nanomanufacturing to Applications," *Adv. Opt. Mater.*, vol. 6, no. 18, 2018, doi: 10.1002/adom.201800444.
- [6] J. J. Baumberg, J. Aizpurua, M. H. Mikkelsen, and D. R. Smith, "Extreme nanophotonics from ultrathin metallic gaps," *Nat. Mater.*, vol. 18, no. 7, pp. 668-678, 2019, doi: 10.1038/s41563-019-0290-y.
- [7] R. D. Young, "Field Emission Ultramicrometer," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 37, no. 3, pp. 275-278, 1966, doi: 10.1063/1.1720157.
- [8] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, "Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 49, no. 1, pp. 57-61, 1982, doi: 10.1103/PhysRevLett.49.57.
- [9] G. Binnig, C. F. Quate, and C. Gerber, "Atomic force microscope," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 56, no. 9, pp. 930-933, 1986, doi: 10.1103/PhysRevLett.56.930.
- [10] G. A. Somorjai, "Modern Surface Science and Surface Technologies: An Introduction," *Chem. Rev.*, vol. 96, no. 4, pp. 1223-1236, 1996, doi: 10.1021/cr950234e.
- [11] S. N. Magonov and M. H. Whangbo, "Interpreting STM and AFM Images," *Adv. Mater.*, vol. 6, no. 5, pp. 355-371, 2004, doi: 10.1002/adma.19940060504.
- [12] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, " 7×7 Reconstruction on Si(111) Resolved in Real Space," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 50, no. 2, pp. 120-123, 1983, doi: 10.1103/PhysRevLett.50.120.
- [13] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, "(111) facets as the origin of reconstructed Au(110) surfaces," *Surf. Sci. Lett.*, vol. 131, no. 1, pp. L379-L384, 1983, doi: 10.1016/0167-2584(83)90307-9.
- [14] Y. Martin and H. K. Wickramasinghe, "Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 50, no. 20, pp. 1455-1457, 1987, doi: 10.1063/1.97800.
- [15] A. Lewis, M. Isaacson, A. Harootunian, and A. Muray, "Development of a 500 Å spatial resolution light microscope," *Ultramicroscopy*, vol. 13, no. 3, pp. 227-231, 1984, doi: 10.1016/0304-3991(84)90201-8.
- [16] M. Nonnenmacher, M. P. O'Boyle, and H. K. Wickramasinghe, "Kelvin probe force microscopy," *Appl.*

- Phys. Lett.*, vol. 58, no. 25, pp. 2921-2923, 1991, doi: 10.1063/1.105227.
- [17] K. Bian, C. Gerber, A. J. Heinrich, D. J. Müller, S. Scheuring, and Y. Jiang, "Scanning probe microscopy," *Nat. Rev. Methods Primers*, vol. 1, no. 1, 2021, doi: 10.1038/s43586-021-00033-2.
- [18] R. J. Colton, D. R. Baselt, Y. F. Dufrene, J. B. Green, and G. U. Lee, "Scanning probe microscopy," *Curr. Opin. Chem. Biol.*, vol. 1, no. 3, pp. 370-7, 1997, doi: 10.1016/s1367-5931(97)80076-2.
- [19] M. A. Poggi, E. D. Gadsby, L. A. Bottomley, W. P. King, E. Oroudjev, and H. Hansma, "Scanning probe microscopy," *Anal. Chem.*, vol. 76, no. 12, pp. 3429-43, 2004, doi: 10.1021/ac0400818.
- [20] Z.-Y. Li, "Mesoscopic and Microscopic Strategies for Engineering Plasmon-Enhanced Raman Scattering," *Adv. Opt. Mater.*, vol. 6, no. 16, 2018, doi: 10.1002/adom.201701097.
- [21] Y. Q. Cao *et al.*, "Atomic-Layer-Deposition Assisted Formation of Wafer-Scale Double-Layer Metal Nanoparticles with Tunable Nanogap for Surface-Enhanced Raman Scattering," *Sci. Rep.*, vol. 7, no. 1, p. 5161, 2017, doi: 10.1038/s41598-017-05533-4.
- [22] Y. Zheng, L. Rosa, T. Thai, S. H. Ng, S. Juodkakis, and U. Bach, "Phase controlled SERS enhancement," *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, p. 744, 2019, doi: 10.1038/s41598-018-36491-0.
- [23] A. Cui, H. Dong, and W. Hu, "Nanogap Electrodes towards Solid State Single-Molecule Transistors," *Small*, vol. 11, no. 46, pp. 6115-41, 2015, doi: 10.1002/smll.201501283.
- [24] H. Im, X. J. Huang, B. Gu, and Y. K. Choi, "A dielectric-modulated field-effect transistor for biosensing," *Nat. Nanotech.*, vol. 2, no. 7, pp. 430-4, 2007, doi: 10.1038/nnano.2007.180.
- [25] H. Fu *et al.*, "Recent progress in single-molecule transistors: their designs, mechanisms and applications," *J. Mater. Chem. C*, vol. 10, no. 7, pp. 2375-2389, 2022, doi: 10.1039/d1tc04079k.
- [26] W. Zhang *et al.*, "Atomic switches of metallic point contacts by plasmonic heating," *Light Sci. Appl.*, vol. 8, p. 34, 2019, doi: 10.1038/s41377-019-0144-z.
- [27] E. Lortscher, J. W. Ciszek, J. Tour, and H. Riel, "Reversible and controllable switching of a single-molecule junction," *Small*, vol. 2, no. 8-9, pp. 973-7, 2006, doi: 10.1002/smll.200600101.
- [28] W. Li *et al.*, "A Review of Recent Applications of Ion Beam Techniques on Nanomaterial Surface Modification: Design of Nanostructures and Energy Harvesting," *Small*, vol. 15, no. 31, p. e1901820, 2019, doi: 10.1002/smll.201901820.
- [29] Y. Yasutake *et al.*, "Simultaneous fabrication of nanogap gold electrodes by electroless gold plating using a common medical liquid," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 91, no. 20, 2007, doi: 10.1063/1.2805035.
- [30] J. Semple *et al.*, "Large-area plastic nanogap electronics enabled by adhesion lithography," *npj Flex.*, vol. 2, no. 1, 2018, doi: 10.1038/s41528-018-0031-3.
- [31] V. Dubois, S. J. Bleiker, G. Stemme, and F. Niklaus, "Scalable Manufacturing of Nanogaps," *Adv. Mater.*,

- vol. 30, no. 46, p. e1801124, 2018, doi: 10.1002/adma.201801124.
- [32] J. Eklof-Osterberg, T. Gschneidner, B. Tebikachew, S. Lara-Avila, and K. Moth-Poulsen, "Parallel Fabrication of Self-Assembled Nanogaps for Molecular Electronic Devices," *Small*, vol. 14, no. 50, p. e1803471, 2018, doi: 10.1002/sml.201803471.
- [33] D. Bachmann, B. Schöberle, S. Kühne, Y. Leiner, and C. Hierold, "Fabrication and characterization of folded SU-8 suspensions for MEMS applications," *Sens. Actuator A Phys.*, vol. 130-131, pp. 379-386, 2006, doi: 10.1016/j.sna.2005.12.020.
- [34] W. Kim *et al.*, "Nanogap Engineering for Enhanced Transmission of Wire Grid Polarizers in Mid-Wavelength Infrared Region," *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, p. 4201, 2019, doi: 10.1038/s41598-019-40614-6.
- [35] A. I. Volokitin and B. N. J. Persson, "Near-field radiative heat transfer and noncontact friction," *Rev. Mod. Phys.*, vol. 79, no. 4, pp. 1291-1329, 2007, doi: 10.1103/RevModPhys.79.1291.
- [36] B. Song, A. Fiorino, E. Meyhofer, and P. Reddy, "Near-field radiative thermal transport: From theory to experiment," *AIP Adv.*, vol. 5, no. 5, 2015, doi: 10.1063/1.4919048.
- [37] R. St-Gelais, L. Zhu, S. Fan, and M. Lipson, "Near-field radiative heat transfer between parallel structures in the deep subwavelength regime," *Nat. Nanotech.*, vol. 11, no. 6, pp. 515-519, 2016, doi: 10.1038/nnano.2016.20.
- [38] B. Song, D. Thompson, A. Fiorino, Y. Ganjeh, P. Reddy, and E. Meyhofer, "Radiative heat conductances between dielectric and metallic parallel plates with nanoscale gaps," *Nat. Nanotech.*, vol. 11, no. 6, pp. 509-514, 2016, doi: 10.1038/nnano.2016.17.
- [39] G. Tang and J.-S. Wang, "Heat transfer statistics in extreme-near-field radiation," *Phys. Rev. B*, vol. 98, no. 12, 2018, doi: 10.1103/PhysRevB.98.125401.
- [40] S. A. Biehs, R. Messina, P. S. Venkataram, A. W. Rodriguez, J. C. Cuevas, and P. Ben-Abdallah, "Near-field radiative heat transfer in many-body systems," *Rev. Mod. Phys.*, vol. 93, no. 2, 2021, doi: 10.1103/RevModPhys.93.025009.
- [41] J. Song *et al.*, "Many-body near-field radiative heat transfer: methods, functionalities and applications," *Rep. Prog. Phys.*, 2021, doi: 10.1088/1361-6633/abe52b.
- [42] C. Lucchesi, R. Vaillon, and P. O. Chapuis, "Radiative heat transfer at the nanoscale: experimental trends and challenges," *Nanoscale Horiz.*, vol. 6, no. 3, pp. 201-208, 2021, doi: 10.1039/d0nh00609b.
- [43] M. Pascale, M. Giteau, and G. T. Papadakis, "Perspective on near-field radiative heat transfer," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 122, no. 10, 2023, doi: 10.1063/5.0142651.
- [44] J. C. Cuevas and F. J. García-Vidal, "Radiative Heat Transfer," *ACS Photonics*, vol. 5, no. 10, pp. 3896-3915, 2018, doi: 10.1021/acsp Photonics.8b01031.

- [45] C. J. Fu and Z. M. Zhang, "Nanoscale radiation heat transfer for silicon at different doping levels," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 49, no. 9-10, pp. 1703-1718, 2006, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2005.09.037.
- [46] V. Chiloyan, J. Garg, K. Esfarjani, and G. Chen, "Transition from near-field thermal radiation to phonon heat conduction at sub-nanometre gaps," *Nat. Commun.*, vol. 6, p. 6755, 2015, doi: 10.1038/ncomms7755.
- [47] Y. Guo, C. Adessi, M. Cobian, and S. Merabia, "Atomistic simulation of phonon heat transport across metallic vacuum nanogaps," *Phys. Rev. B*, vol. 106, no. 8, 2022, doi: 10.1103/PhysRevB.106.085403.
- [48] G. A. Domoto, R. F. Boehm, and C. L. Tien, "Experimental Investigation of Radiative Transfer Between Metallic Surfaces at Cryogenic Temperatures," *Journal of Heat Transfer*, vol. 92, no. 3, pp. 412-416, 1970, doi: 10.1115/1.3449677.
- [49] L. Hu, A. Narayanaswamy, X. Chen, and G. Chen, "Near-field thermal radiation between two closely spaced glass plates exceeding Planck's blackbody radiation law," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, no. 13, 2008, doi: 10.1063/1.2905286.
- [50] R. S. Ottens *et al.*, "Near-field radiative heat transfer between macroscopic planar surfaces," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 107, no. 1, p. 014301, 2011, doi: 10.1103/PhysRevLett.107.014301.
- [51] K. Ito, A. Miura, H. Iizuka, and H. Toshiyoshi, "Parallel-plate submicron gap formed by micromachined low-density pillars for near-field radiative heat transfer," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 106, no. 8, 2015, doi: 10.1063/1.4913692.
- [52] M. Lim, S. S. Lee, and B. J. Lee, "Near-field thermal radiation between doped silicon plates at nanoscale gaps," *Phys. Rev. B*, vol. 91, no. 19, 2015, doi: 10.1103/PhysRevB.91.195136.
- [53] A. Fiorino, D. Thompson, L. Zhu, B. Song, P. Reddy, and E. Meyhofer, "Giant Enhancement in Radiative Heat Transfer in Sub-30 nm Gaps of Plane Parallel Surfaces," *Nano Lett.*, vol. 18, no. 6, pp. 3711-3715, 2018, doi: 10.1021/acs.nanolett.8b00846.
- [54] H. Salihoglu *et al.*, "Near-Field Thermal Radiation between Two Plates with Sub-10 nm Vacuum Separation," *Nano Lett.*, vol. 20, no. 8, pp. 6091-6096, 2020, doi: 10.1021/acs.nanolett.0c02137.
- [55] L. Rincon-Garcia, D. Thompson, R. Mittapally, N. Agrait, E. Meyhofer, and P. Reddy, "Enhancement and Saturation of Near-Field Radiative Heat Transfer in Nanogaps between Metallic Surfaces," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 129, no. 14, p. 145901, 2022, doi: 10.1103/PhysRevLett.129.145901.

第2章

MEMS により高精度間隔制御可能な

単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイス

2.1 はじめに

Plate-Plate ナノギャップは有効面積を確保しやすいため、特に熱分野への応用では重要となる。しかしながら、原子レベルで平滑で高い平面度を有する面を、ナノメートルオーダーの均一な間隔で制御・維持しながら対向させなければならないため、Plate-Plate ナノギャップを実験的に創製するのは技術面でもコスト面でも大きな障壁がある。Fig. 2-1 に今まで報告された平行平板型 Plate-Plate ナノギャップの主な先行研究についてそのギャップ間隔と有効面積の関係を示す。[1-22]

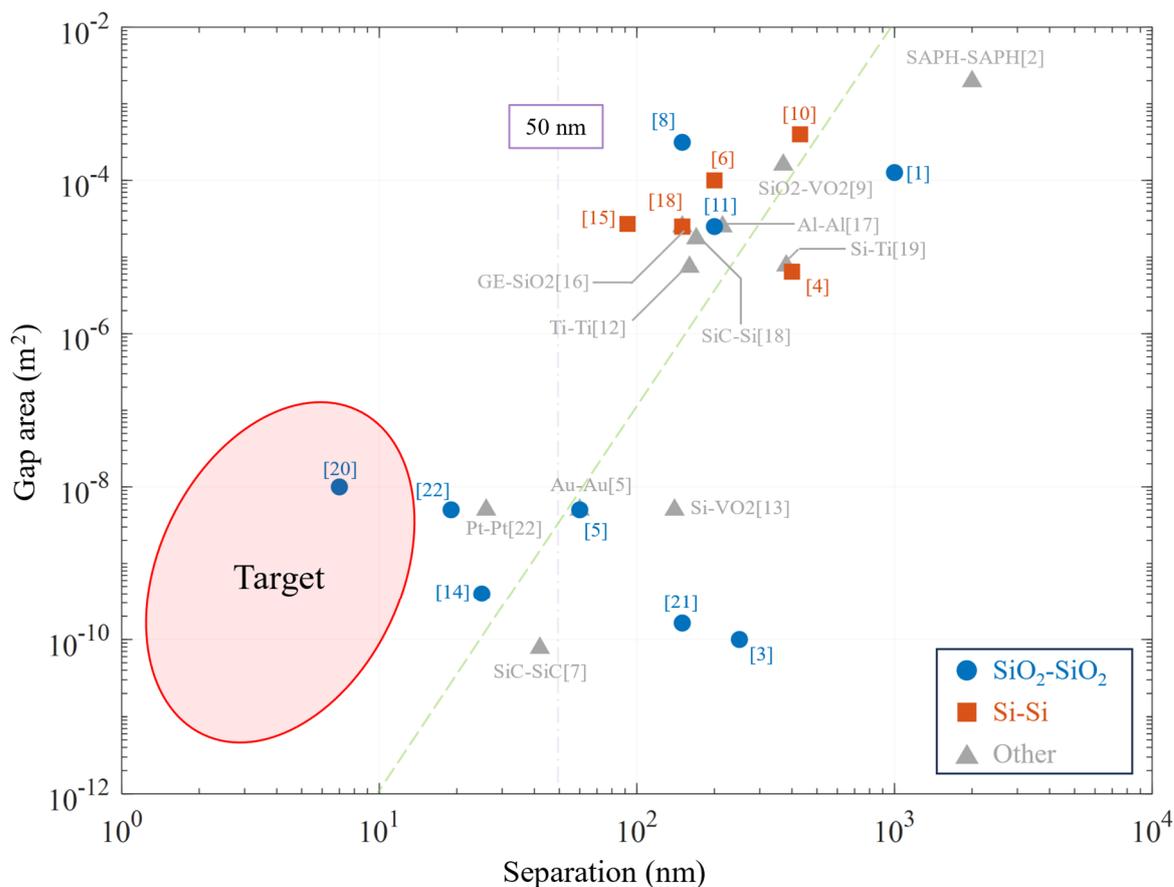


Fig. 2-1 Relationship between the separation and gap area of reported parallel plate nanogaps. [1-22]

Fig. 2-1 はギャップ間隔が減少するにつれて実現されている対向面積が縮小していることを示しており、ギャップ間隔と面積には Trade-off の関係がある。また、ギャップ間隔が 50 nm 以下のナノギャップは殆どなく、報告された材料も限られている。ナノギャップの平面度や平行度が低く完全な Plate-Plate ナノギャップとは見なせない St-Gelais ら^[7]の研究を除けば、間隔 50 nm 以下のナノギャップは全て、研磨や表面洗浄を用いて平滑にした面をナノポジショナーや圧電ステージを用いた 5 軸以上の高度な位置合わせにより対向させて達成されている。^[14,20,22]この方法は高い平行度を有するギャップを得ることができ、様々な材料に適応可能という利点があるが、低スループットであり、従来の半導体デバイスや MEMS などの製造プロセスと互換性がなく実用性に乏しい。また、研磨や表面洗浄から位置合わせまで一連の工程を高清浄度環境下で実施しなければならず、高品質なナノギャップを作製・維持するためにも高価で大規模な装置が必要である。^[14,20,22]したがって、それらの製造プロセスと互換性があり、大量生産が可能で、高度な位置合わせを必要としない、大面積かつ間隔を 10 nm 以下で制御可能な Plate-Plate ナノギャップの創製方法の確立が要求される。

本章では、半導体デバイスや MEMS などの製造プロセスと互換性が高く、大量生産が可能で、高度な位置合わせを要さない、大面積かつ間隔を 10 nm 以下で制御可能な Plate-Plate ナノギャップの創製方法の確立を目的とする。そのため、単結晶シリコンの単軸引張によるへき開を応用して 25 μm^2 以上の大面積で平行平滑なギャップが創製可能であり、更に MEMS により nm オーダーの分解能を有するギャップ間隔制御機構を一体化させたデバイスを提案する。^[23]提案するデバイスの有効性を実証するため、所望の性能を有するデバイスの設計を行い、デバイス層厚み 5 μm 、犠牲層酸化膜層厚み 2 μm 、支持基板層 400 μm の SOI ウエハーからナノマイクロ加工技術を用いてデバイスを作製する。更に、高真空環境で高空間分解能観察が可能な SEM 試料室で動作可能で、高精度に単軸引張力をデバイスへ機械的に印加可能な圧電アクチュエーターを搭載する治具を開発する。これらのデバイスと治具を用いて、へき開によるギャップ創製から間隔制御までの実験を走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) の真空試料室内で連続的に行い、ギャップ間隔制御性能の評価を行う。より高解像度に観察が可能な電界放出型走査電子顕微鏡 (Field Emission SEM: FE-SEM) を用いて創製されたギャップを観察し、へき開によるナノギャップ創製の妥当性を確認する。

2.2 単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイス

2.2.1 単結晶シリコンのへき開

単結晶シリコンはダイヤモンド結晶構造を有する脆性材料であり、主要結晶面のうち、(110)面と(111)面でへき開が生じる。破壊に要するエネルギーは(110)面では 1.73 J/m²、(111)面では 1.44 J/m²程度であると報告されており、(111)面の方が小さな応力で破壊する。^[24]半導体産業における重要物質で

あることから、高純度で無欠陥なバルク結晶を得るための精製方法が確立されており、 $\langle 111 \rangle$ 方向の純粋な引張力下で生じた(111)へき開面は $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ の大面積でも原子レベルで平滑面となることが報告されている。^[25]また、室温でも塑性変形を殆ど伴わない理想的な脆性を有するため、へき開により創製された対向面は自動的に互いに相補的幾何形状となる。したがって、平面度や平滑性が高いギャップ構造が自発的に得られ、単結晶シリコンのへき開は大面積 **Plate-Plate** ナノギャップ創製に高いポテンシャルを有していると考えられる。

破壊は一般に原子スケールの結合切断がマイクロ・ミリスケールに渡って連鎖的に生ずるマルチスケール動的現象であり、理論的解析は極めて困難である。一方で、単結晶シリコンは先述した特性から、破壊現象が最も良く調べられた材料の一つであり、へき開の亀裂伝播に関するメカニズムも実験的方法に加え、古典的分子動力学や古典的方法と量子的方法をハイブリッドに組み合わせた **Quantum Mechanics/Molecular Mechanics (QM/MD)** なども用いて詳しく調べられた。これにより、破壊の亀裂進展速度がへき開面の平滑さに対して大きな影響を及ぼすことが分かっている。^[26-29]主要へき開面のうち、(110)面の亀裂伝播は 30 m/s 程度の低速においても(111)面へ遷移するが、^[30](111)面の亀裂伝播は 2000 m/s 程度の高速域でも安定であることが示されており、^[31]このことは平滑な破壊面を得る上で、(111)結晶面のへき開が優れていることを意味する。

また、Irwin の破壊理論^[32]から、破壊の亀裂進展は次のエネルギー平衡関係により定性的に記述できる。

$$G = 2\gamma + G_p + G_{etc} \quad (2-1)$$

ここで、 G は亀裂進展による弾性エネルギーのエネルギー解放率、 γ は破壊により生成される破面の表面エネルギー、 G_p は塑性変形によるエネルギー散逸、 G_{etc} はその他のエネルギー散逸であり、亀裂近傍の原子の運動エネルギー増加による亀裂進展速度の増加などを含む。亀裂先端近傍では原子スケールの切り欠きが存在し、応力集中により大きな応力場が発生するため、 $G \gg 2\gamma$ である。塑性材料の場合、塑性変形によるエネルギー散逸 G_p が大きく、亀裂近傍の原子の運動エネルギー増加は緩やかであり、破壊は低速、あるいは断続的に進む。一方で、脆性破壊では $G_p \approx 0$ であるため、亀裂進展に伴って解放された弾性エネルギーの多くが亀裂近傍の原子の運動エネルギー増加 G_{etc} に使用され、亀裂進展速度の急激な増大を引き起こす。応力場は結晶を有限の速度で伝播するため、亀裂進展速度には上限があり、それを超えて、解放された弾性エネルギーが供給され続けると、別の結晶面の破壊を誘発し不安定化する。

以上の理由から、単結晶シリコンのへき開により大面積な平滑対向面を得るためには、(111)面のへき開を用いること、そして亀裂進展速度の増大を抑制するため、破壊の起点となる切欠きを鋭くすることで破壊時のエネルギー解放率を小さくすることが有効であると考えられる。

2.2.2 へき開面ナノギャップデバイスの設計

2.1 で述べたようにナノギャップの特性を評価するためには大面積平行平滑なナノギャップの創製だけでなく、ギャップ間隔を nm オーダーの分解能で制御する必要がある。単結晶シリコンは MEMS でよく用いられる材料であり、加工技術も確立していることから、MEMS を用いた間隔制御が有効であると考えられる。そこで、単結晶シリコンの MEMS 構造内にへき開によりギャップが創製できる切欠きを導入した梁構造を作製し、単軸引張によるへき開面ナノギャップの創製と MEMS を用いた nm オーダーの分解能を有するギャップ間隔制御機構を統合したデバイスを設計した。

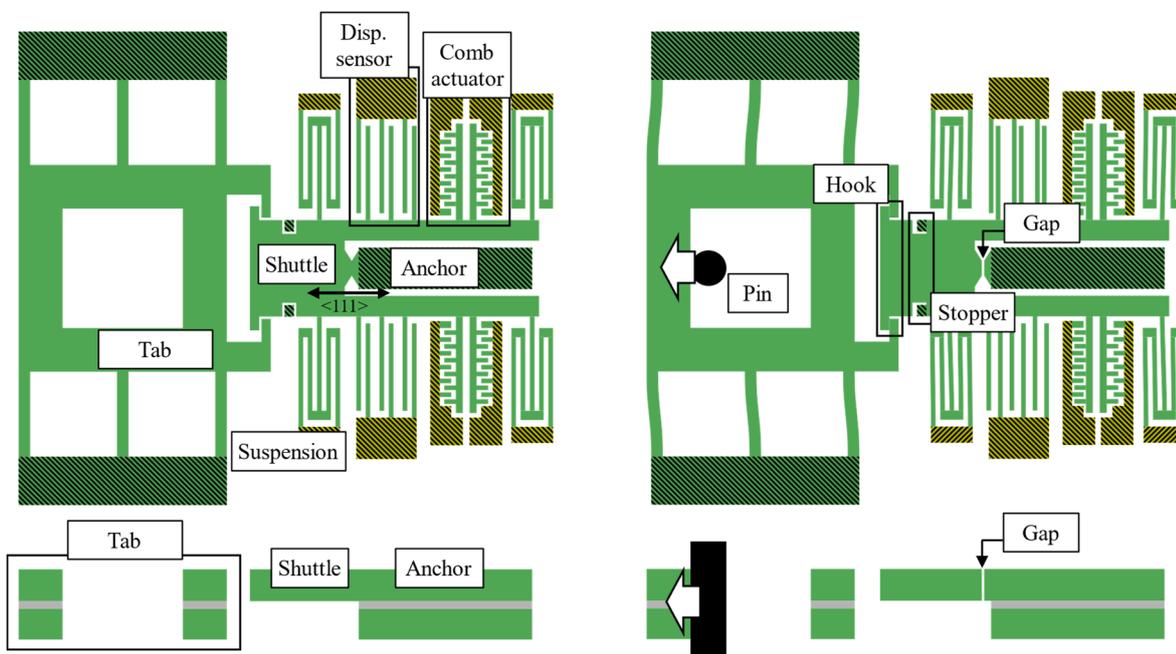


Fig. 2-2 Schematic image of nanogap device.

Fig. 2-2 のデバイスは、Silicon on Insulator (SOI)ウエハから作製され、長軸が単結晶シリコンの $\langle 111 \rangle$ 結晶方向に沿った音叉形状のシャトル、その両側の平行平板型静電容量センサーと楕歯型静電アクチュエーター、シャトル中央部の固定されたアンカー、引張力印加のためのタブからなる。タブ以外の構造はデバイス層のパターニングにより作製され、タブは $\langle 111 \rangle$ 方向への純粋な引張力をシャトルへ伝達するため、デバイス層、酸化膜層、ハンドル層を貫通させて作製する。音叉形状のシャトルは4組の支持梁により吊架された可動構造となっており、初期状態では切欠きを介してアンカーと一体化している。タブの穴へピンを挿入し、 $\langle 111 \rangle$ 方向へ変位させるとタブとシャトルの間のフック構造を介して単軸引張力がシャトルへ伝達され、シャトルとアンカーの間の切欠きでへき開し、ギャップが創製される。このとき、シャトルは切欠き部の荷重解放に伴い大変位が生ずるが、ストッパー

により変位量を制限することで、静電容量センサーや静電アクチュエーターが破損することを防止する。アンカーから切り離されたシャトルは可動となり、静電アクチュエーターにより<111>方向へ変位させることができる。このときの変位量は静電容量センサーを用いて測定する。

デバイスに要求される仕様を述べる。

- (1) ナノギャップの面積は $25 \mu\text{m}^2$ 以上である。
- (2) シャトルとストッパーの間隔は静電容量センサーのギャップよりも小さい。
- (3) アクチュエーターの印加電圧は最大 100 V とし、シャトルはすべての可動範囲（ギャップ接触からストッパー接触まで）で変位できる。
- (4) 静電容量センサーによりシャトルの変位量が 1 nm の分解能で測定できる。

以上を満たすように支持梁、櫛歯型静電アクチュエーター、静電容量型変位センサーを設計した。

(a) ギャップ創製用切欠き

切欠きとその周辺のエッチングホールのデザインがへき開面の平滑性に大きな影響を与える。平滑なへき開面を得るためには、以下が要求される。

(1) 切欠きやエッチングホールは左右上下対称構造であること。上下非対称な構造の場合、亀裂進展時に応力分布に偏向が生ずるため(111)面以外の方向へ亀裂が遷移する。左右非対称な構造の場合、純粋な引張でなくモーメントが発生し亀裂が遷移する。

(2) 切欠きは左右で曲率に差があること。左右の切欠きの曲率が同じ場合、左右両側から同時に亀裂が進展し、へき開面にステップ構造が生ずる。

(1), (2)を両立するため、切欠きの曲率を除いて切欠きやエッチングホールの形状や配置は上下左右対称構造とした。切欠きの曲率については、左側の切欠きはデザイン時に曲率半径 500 nm のフィレットを予め作製し、右側の切欠きにはフィレットを作製しないことにより、左右で異なる曲率となるよう設計した。切欠きとその周辺部のデザインを Fig. 2-3 に示す。

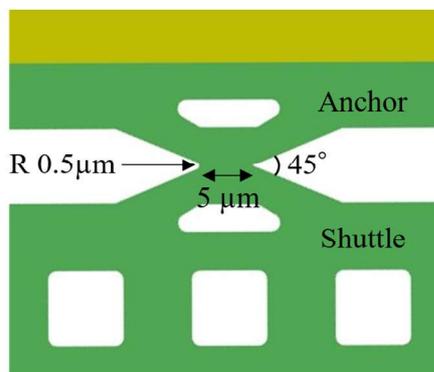


Fig. 2-3 Design of notch for cleavage.

(b) 支持梁

支持梁は Fig. 2-4 に示すような **Folded-flexure** 梁を採用した。この構造は単純な両持ち梁に比べて y 軸方向の変位に対して高い線形性を有する。

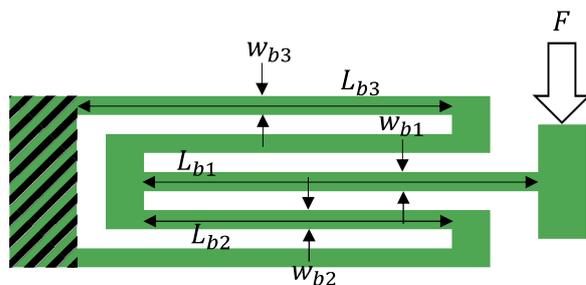


Fig. 2-4 Schematic image of folded-flexure suspension.

支持梁 1 組の y 軸方向のばね定数はデバイス層の厚み h_{dev} を用いて次のように与えられる。

$$k_b = \frac{2k_{b1}k_{b2}k_{b3}}{k_{b1}k_{b2} + 2k_{b2}k_{b3} + k_{b3}k_{b1}} \tag{2-2}$$

$$k_{bi} = \frac{E \cdot h_{dev} \cdot w_{bi}^3}{L_{bi}^3}, (i = 1, 2, 3) \tag{2-3}$$

ここで、 E_{Si} は単結晶シリコンの Young 率である。詳細な寸法を Table 2-1 に示す。

Table 2-1 Dimension of suspension.

w_{b1}	2 μm	w_{b2}	2 μm	w_{b3}	6 μm
L_{b1}	120 μm	L_{b2}	80 μm	L_{b3}	110 μm
k_b	15.1 N/m				

(c) 楕歯型静電アクチュエーター

楕歯型静電アクチュエーターのデザインを Fig. 2-5 に示す。

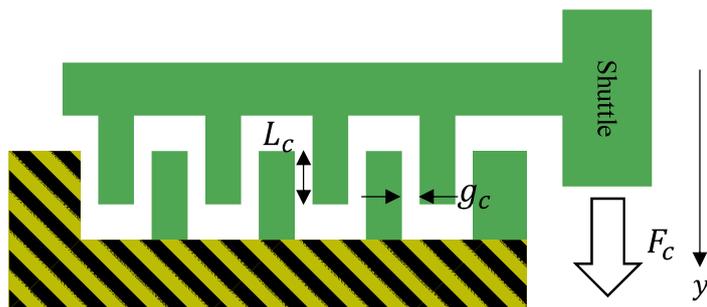


Fig. 2-5 Schematic image of comb electrostatic actuator.

y 軸方向の変位量 y , 真空誘電率 ϵ_0 , 櫛歯のギャップ数 n_c , 印加電圧 V_{Act} を用いて櫛歯の静電容量 C_c と静電エネルギー U_c は次のように表せる.

$$C_c = \epsilon_0 \frac{n_c h_{dev} (L_c + y)}{g_c} \quad (2-4)$$

$$U_c = \frac{1}{2} C_c V_{Act}^2 \quad (2-5)$$

発生する静電力は静電エネルギーを y で微分すれば得られる.

$$F_c = \frac{\partial}{\partial y} U_c = \frac{\epsilon_0 n_c h_{dev}}{2 g_c} V_{Act}^2 \quad (2-6)$$

したがって, 櫛歯型静電アクチュエーターによる静電力は変位量 y には影響せず印加電圧 V_{Act} のみに依存する. 詳細な寸法を Table 2-2 に示す.

Table 2-2 Dimension of comb actuator.

	For gap widening	For gap narrowing
L_c	7 μm	7 μm
g_c	1.8 μm	1.8 μm
n_c	312	208

(d) 静電容量型変位センサー

静電容量型変位センサーのデザインを Fig. 2-6 に示す.

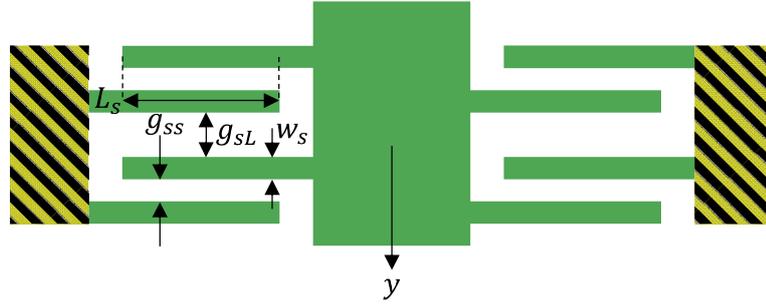


Fig. 2-6 Schematic image of capacitive displacement sensor

この静電容量型変位センサーはノイズの影響を軽減するため、左右で上下逆向きの構造を有しており、左右の櫛歯の差動容量変化を測定することでシャトルの変位量を測定する。大小のギャップの数をそれぞれ n_{sL} , n_{ss} , シャトルの変位を y とすると、左右の櫛歯の静電容量はそれぞれ次式で与えられる。

$$C_L = \varepsilon_0 L_s h_{dev} \left(\frac{n_{ss}}{g_{ss} - y} + \frac{n_{sL}}{g_{sL} + y} \right) y \quad (2-7)$$

$$C_R = \varepsilon_0 L_s h_{dev} \left(\frac{n_{ss}}{g_{ss} + y} + \frac{n_{sL}}{g_{sL} - y} \right) y \quad (2-8)$$

したがって、変位により生じる左右の櫛歯の差動容量変化は、次式で与えられる。

$$\Delta C = 2\varepsilon_0 L_s h_{dev} \left(\frac{n_{ss}}{g_{ss}^2 - y^2} - \frac{n_{sL}}{g_{sL}^2 - y^2} \right) y \quad (2-9)$$

特に $y \ll g_{ss}, g_{sL}$ が成り立つ場合、

$$\Delta C \approx 2\varepsilon_0 L_s h_{dev} \left(\frac{n_{ss}}{g_{ss}^2} - \frac{n_{sL}}{g_{sL}^2} \right) y \quad (2-10)$$

と近似でき、変位量 y が小さい場合には差動容量変化はシャトルの変位量と比例関係にある。式(2-10)から明らかなように、変位センサーの感度は櫛歯のギャップ g_{ss} によって支配され、小さいほど感度が向上する。しかしながら、作製プロセスの制約上、ストッパーのギャップは $1.5 \mu\text{m}$ が限界であるため、 g_{ss} はそれよりも大きなギャップに制限される。これらを踏まえ、 g_{ss} は $1.7 \mu\text{m}$ に設定し、変位検出の感度が 0.1 fF/nm となるように他の寸法を決定した。詳細な寸法を Table 2-3 に示す。差動容量変化は静電容量デジタル・コンバータ IC (Analog Devices, AD7745) を用いて測定され、固定側に対してシャトルには振幅 V_{ex} の矩形励起信号が印加される。

Table 2-3 Dimension of displacement sensor.

n_{ss}	17	n_{sL}	16
g_{ss}	1.7 μm	g_{sL}	6 μm
L_s	260 μm	V_{ex}	5.0 V

静電アクチュエーターの印加電圧 V_{Act} とシャトルの変位 y の関係は力の釣り合い式から求められる。

$$F_c + F_b + F_s = 0 \quad (2-11)$$

$$F_b = -4k_b y \quad (2-12)$$

$$F_c = \frac{\epsilon_0 n_c h_{dev}}{2 g_c} V_{Act}^2 \quad (2-13)$$

$$F_s = \frac{V_{ex}^2}{4} \epsilon_0 L_s H \left(\frac{n_{ss}}{(g_{ss} - y)^2} - \frac{n_{sL}}{(g_{sL} + y)^2} - \frac{n_{ss}}{(g_{ss} + y)^2} + \frac{n_{sL}}{(g_{sL} - y)^2} \right) \quad (2-14)$$

なお、ギャップ間隔 g はシャトルの初期位置で決まる定数 y_0 を用いて、

$$y = g + y_0 \quad (2-15)$$

で与えられる。

2.2.3 真空中ナノギャップ創製用治具

平滑なへき開面を得るためには、高精度で<111>方向に沿った単軸引張力をデバイスへ印加する必要がある。また、単結晶シリコンは大気中で速やかに数 nm の自然酸化膜が生じるため、真空中で自然酸化膜を発生させずにへき開を実施することが望ましい。そこで小型で走査電子顕微鏡 (SEM) の真空試料室へ導入でき、デバイスのタブへ挿入したピンを圧電アクチュエーターにより機械的に駆動可能なナノギャップ創製用治具を開発した。開発した治具を Fig. 2-7 に示す。この治具は基台、XY ステージ、圧電アクチュエーター、ピン、デバイスと PCB 基板を設置する Z ステージから構成される。基台と XY ステージ、XY ステージと圧電アクチュエーター、圧電アクチュエーターとピンはそれぞれ固定されており、XY ステージの手動送りねじによって圧電アクチュエーターを XY 方向へ移動させ、顕微鏡観察下でピンの位置を調整する。デバイスはアルミチップへ接着して Z ステージへ固定し、送りシャフトによりベースに固定された4本のガイドシャフトに沿って Z 方向に昇降させ、ピンをタブへ挿入する。ピン挿入後、Z ステージはボルトにより基台と締結し位置を固定する。

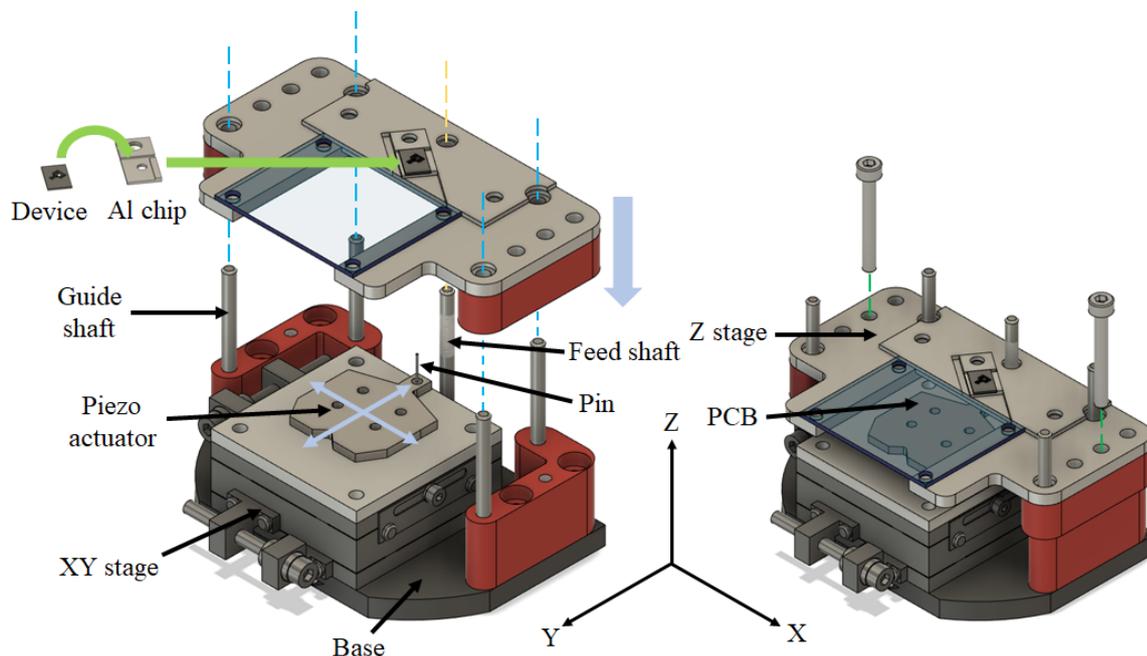


Fig. 2-7 Schematic image of the jig for applying single-axis tensile force to the device mechanically.

2.3 実験

2.3.1 デバイス作製プロセス

デバイスは活性層面方位(110), オリフラ方位(110)の4inch SOI ウエハーを用いて作製した。ウエハーの詳細な仕様を Table 2-4 に示す。

Table 2-4 Specification of SOI wafer

Type / dopant of device layer	P (N type)
Thickness of device layer [μm]	5 ± 0.5
Resistivity of device layer [Ωcm]	0.001-0.02
Thickness of boxed oxide layer [μm]	2 ± 0.2
Thickness of handle layer [μm]	400 ± 10

デバイス作製プロセスの概要を Fig. 2-8 に示す。

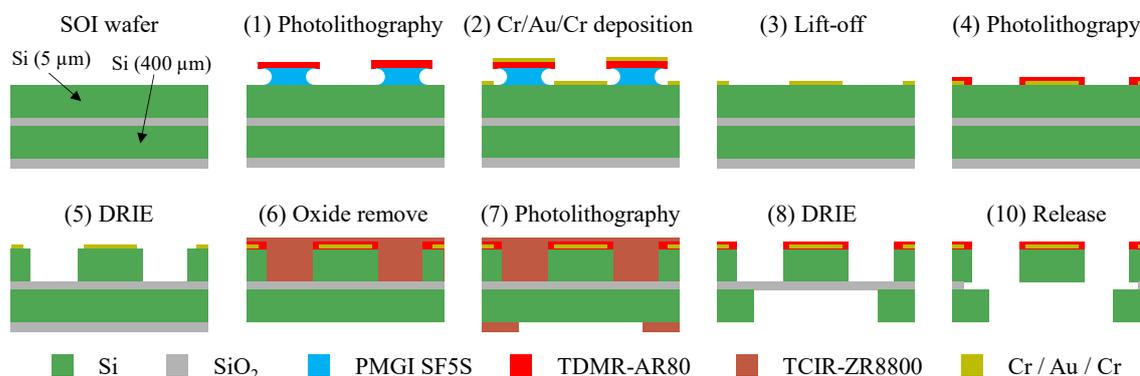


Fig. 2-8 Fabrication process flow of nanogap device

(1) 電極パターンフォトリソグラフィ

ウエハーをピラニア溶液（硫酸 98% 3 : 30%過酸化水素水 1）により洗浄し、脱水バークした。Hexamethyldisilazane (HMDS)を厚膜フォトレジスト用スピンコーティング装置（SUSS Microtec, DELTA80 T3/VP SPEC-KU）により塗布した。リフトオフ犠牲層用レジスト（東京応化, PMGI SF5S）をマニュアルスピンコートにより塗布し、バーク後にポジ型フォトレジスト（東京応化, TDMR AR80）をレジスト塗布装置（カナメックス, KRC-150CBU）により塗布した。電極パターン用レティクルを用いて i 線ステッパー（ニコン, NSR-2205i11D）により露光し、レジスト現像装置により現像した。

(2) 電子線蒸着

電子線蒸着装置（キャノンアネルバ, EB1200）を用いて Cr20 nm, Au200 nm, Cr20 nm をウエハー上に蒸着した。

(3) リフトオフ

70°Cに加熱したレジスト剥離液（東京応化, ST-120）中で揺動し、リフトオフした。

(4) デバイス層パターンフォトリソグラフィ

ウエハーをピラニア溶液（硫酸 98% 3 : 30%過酸化水素水 1）により洗浄し、脱水バークした。Hexamethyldisilazane (HMDS)を厚膜フォトレジスト用スピンコーティング装置により塗布した。ポジ型フォトレジスト TDMR AR80 をレジスト塗布装置により塗布した。電極パターン用レティクルを用いて i 線ステッパーにより露光し、レジスト現像装置により現像した。

(5) 深掘りドライエッチング (DRIE)

深掘りドライエッチング装置（samco, RIE-800iPB-KU）を用いて、ボッシュプロセスのノッチフリーレシピを 140 サイクル行い、活性層を 5 μm エッチングした。レジスト剥離液 ST-120 によりレジストを除去した。

(6) 裏面保護酸化膜層除去

ウエハーの表面をフォトリソレジスト（東京応化，TCIR-ZR8800）により保護し，2 μm の裏面酸化膜層を 11%バッファードフッ酸（ステラケミファ，LAL1000）により除去した．

(7) 裏面フォトリソグラフィ

脱水ベークし，裏面にポジ型レジスト（東京応化，TCIR-ZR8800）をマニュアルスピンコートにより塗布した．裏面パターン用マスクを用いて両面露光装置（SUSS Microtec，MA6 BSA SPEK-KU3）により露光し，レジスト現像装置により現像した．

(8) 裏面 DRIE

深掘りドライエッチング装置を用いて，ボッシュプロセスを 130 サイクル行い，ハンドル層を 400 μm エッチングした．IPA，ピラニア溶液でレジスト除去した．

(9) レーザーダイシング

レーザーダイシング装置（東京精密，Mahoh Dicer ML200）を用いてウエハーをダイシングし，チップへ分割した．

(10) リリース

シリコン酸化膜犠牲層エッチング装置（住友精密，MLT-SLE-Ox）を用いて犠牲層をエッチングし可動部をリリースした．

2.3.2 ギャップ間隔制御実験

デバイスをアロンアルファ EXTRA（東亜合成）を用いてアルミチップへ接着し，十分に乾燥させた．Z ステージ上へ固定し，デバイスと PCB 基板をワイヤーボンディングにより配線した．顕微鏡観察下で XY ステージを用いてピンの位置を調節し，送りシャフトを用いて Z ステージを降下させピンをタブへ挿入したのち，Z ステージを基台へボルトを用いて固定した．(Fig. 2-9) SEM 試料室へ導入し，真空にした後，SEM によりデバイスを観察した．圧電アクチュエーターによりピンを変位させ，シャトルとアンカー間の切欠きでへき開させた．創製されたギャップを SEM により観察した．

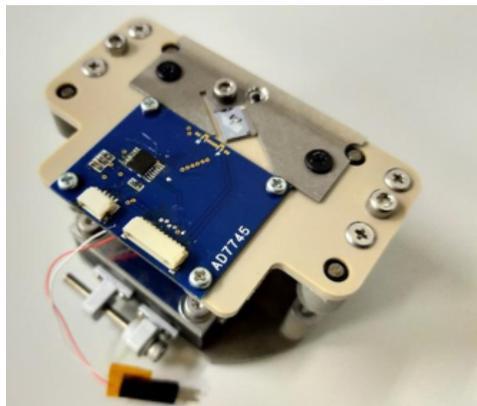


Fig. 2-9 Photograph of the jig with integrated device.

2.3.3 ギャップ間隔制御実験

SEM の電子線の出力を切り, Fig. 2-10 に示す測定回路を用いて静電アクチュエーターの電圧 V_{Act} を変化させながら静電容量変化 ΔC を測定した.

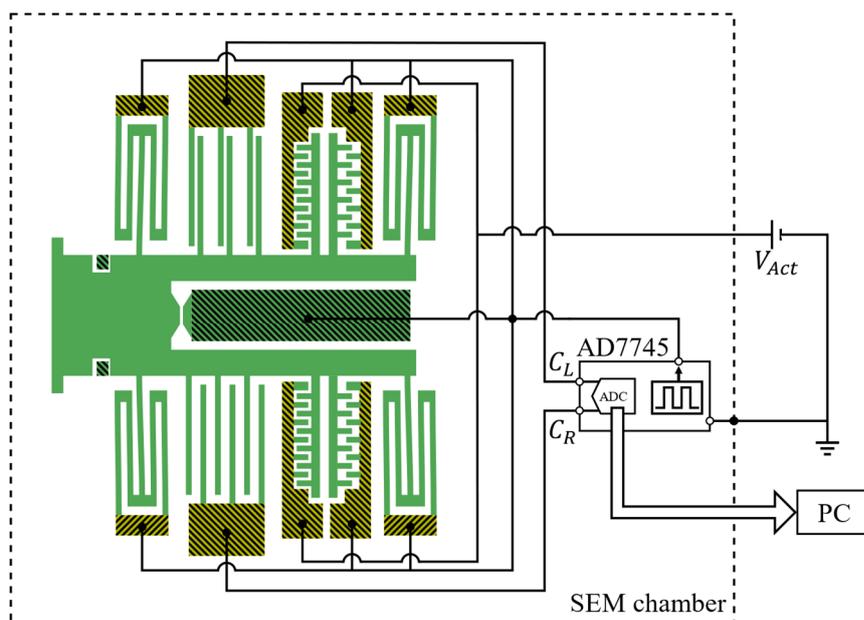


Fig. 2-10 Electric circuit for controlling the separation of nanogap.

2.4 結果と考察

2.4.1 デバイス作製

作製したデバイスの顕微鏡像を Fig. 2-11 に示す。電極が剥離し波打っているが、この剥離はリリースプロセスによるものと考えられ、処理時間が長くなるにつれて剥離が進行することが確認された。（付録）この原因として、デバイス層と Cr/Au/Cr 電極間のシリコン自然酸化膜層がリリースプロセスで除去されたためであると考えられる。大面積なパターンでは剥離により波打ちが見られ、細線電極パターンについても剥離によるズレや破損が多く見られた。ギャップ間隔制御実験には細線電極パターンが剥離せず残存しているデバイスを選別して行った。

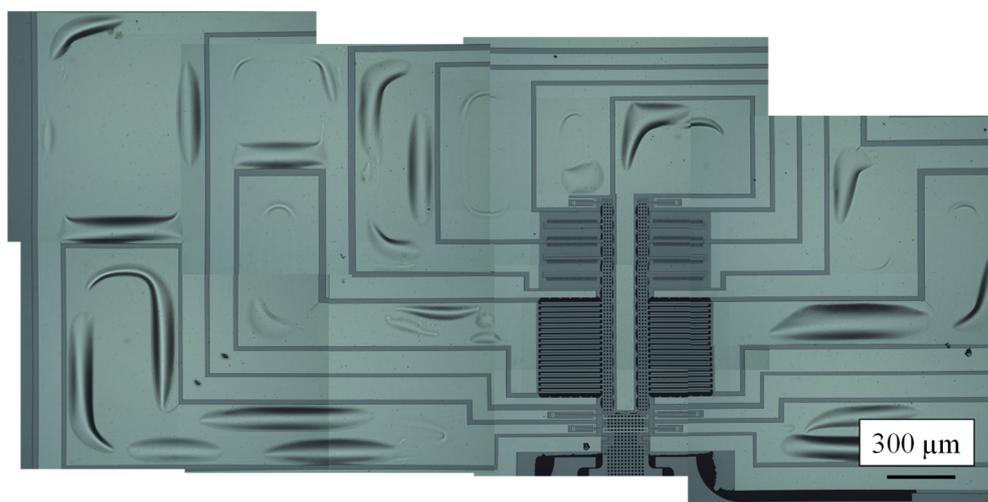


Fig. 2-11 Microscope image of a fabricated device.

2.4.2 ギャップ創製実験

デバイスを治具へ装着し、SEM 試料室へ導入し観察した。結果を Fig. 2-12 に示す。構造のパターン精度は良好であり、細線電極パターンのズレや破損も生じていないため、ギャップ間隔制御への影響はないと考えられる。次に、圧電アクチュエーター電圧を印加しピンを変位させてへき開を行った結果を Fig. 2-13 に示す。更に、一連の測定後にギャップを電界放出型走査電子顕微鏡（FE-SEM）にて上面（Fig. 2-14）と側面（Fig. 2-15）を観察した。なお、FE-SEM では静電アクチュエーターや圧電アクチュエーターが使用できないため、ギャップは閉じた状態となっている。

ギャップの横幅は $6.1 \mu\text{m}$ であり、ギャップ面積は $30.5 \mu\text{m}^2$ と推定される。亀裂は切欠きの方向だけでなく厚み方向にも直線的であり、ギャップは隙間無く完全に閉じていることを確認できる。観察時の FE-SEM の分解能は 1 nm 程度であるが、有意な凹凸が確認できないため、へき開面の表面粗さは 1 nm 以下であると推察される。このことは平滑なギャップが得られたことを示唆しており、へき

開による平行平板型ナノギャップ作製方法の有効性を示している。

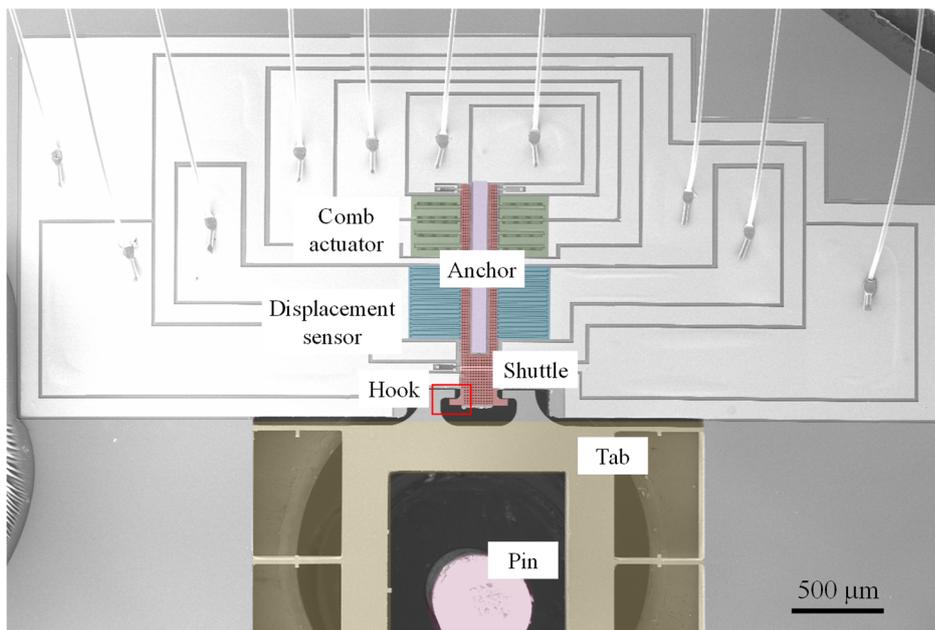


Fig. 2-12 SEM image of device.^[23]

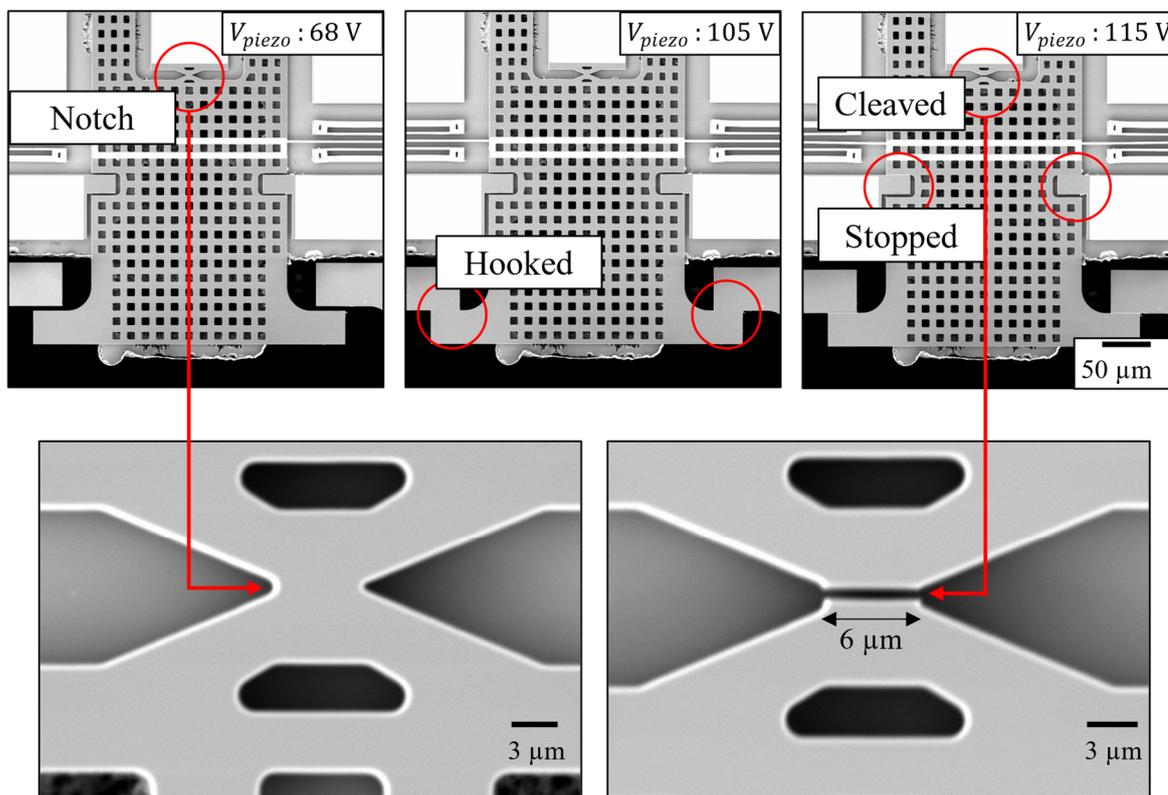


Fig. 2-13 SEM image of device before/after fabricating gap.^[23]

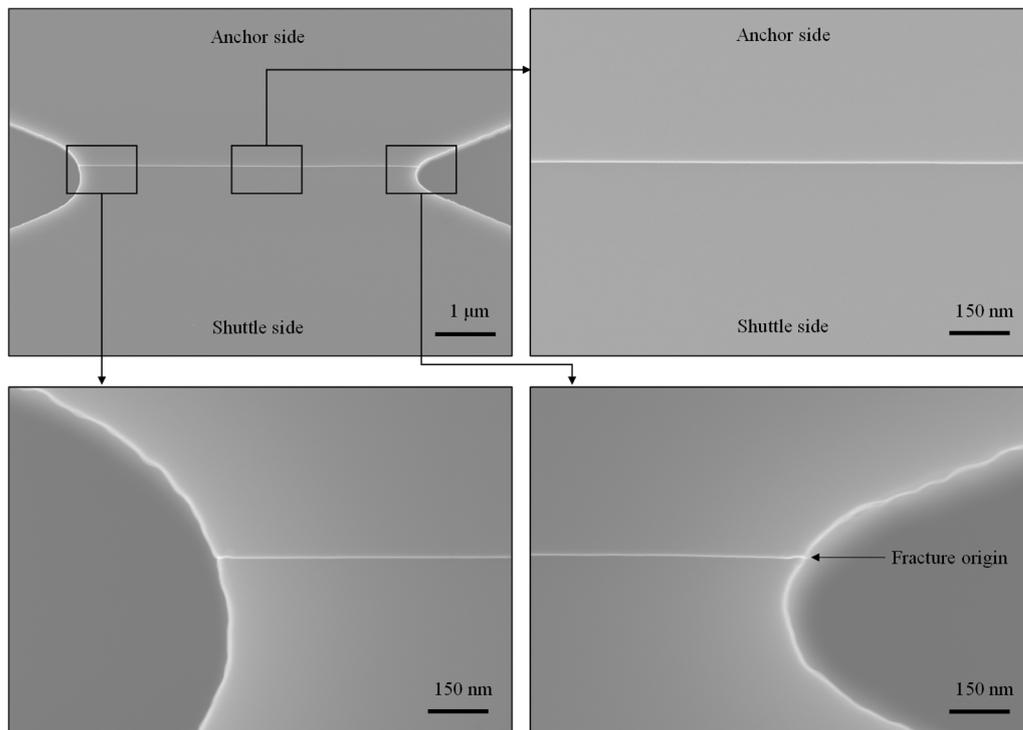


Fig. 2-14 FE-SEM image of gap.^[23]

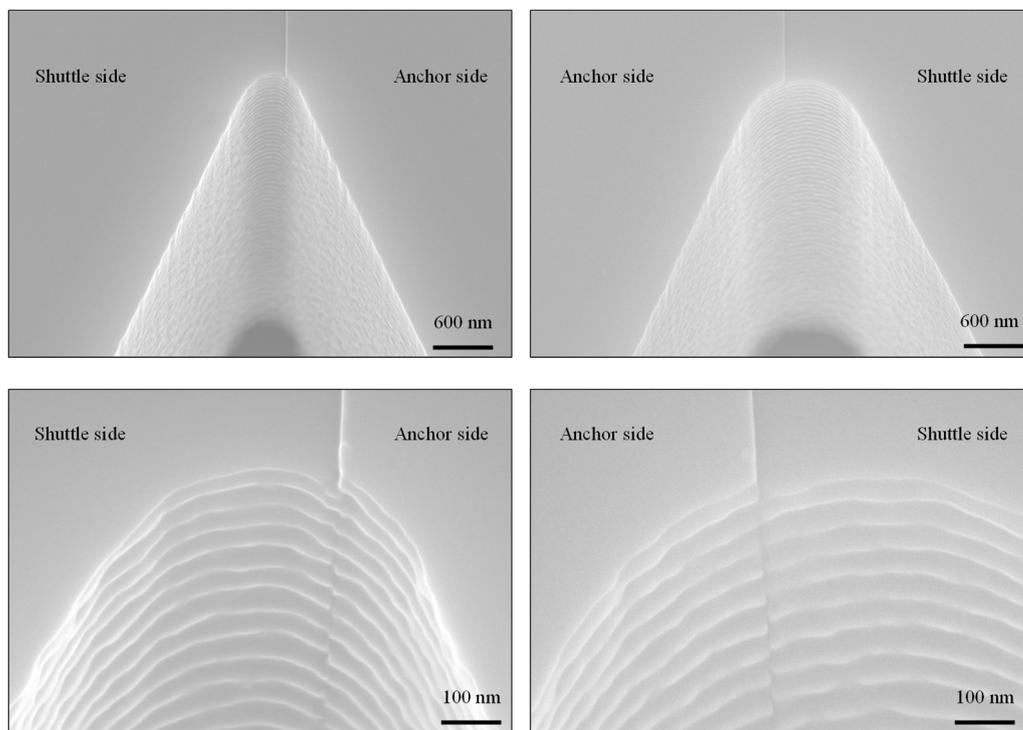


Fig. 2-15 FE-SEM image of gap observed from left and right side.^[23]

2.4.3 ギャップ間隔制御実験

Fig. 2-10 の回路を用いて静電アクチュエーターの印加電圧を 74V から 10V まで段階的に減少させ、静電容量型変位センサーによりシャトルの変位量を測定した。結果を Fig. 2-16(a) に示す。

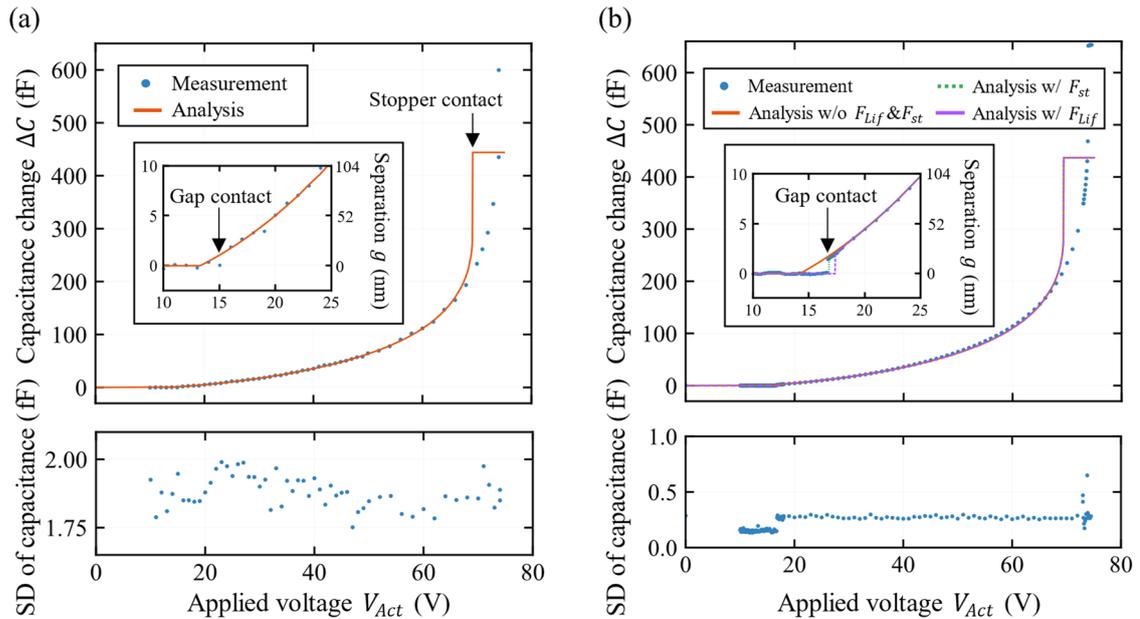


Fig. 2-16 Relationship between capacitance change (top) / standard deviation of capacitance change (bottom) and applied voltage on comb actuator. (a) Measurement result in SEM. (b) Measurement result in atmosphere.

実線は式(2-11)を用いて数値計算した結果であり、測定結果とよく一致している。ギャップが 100 nm 以下の範囲において、差動容量変化とギャップ間隔は比例関係にあり、比例定数は 0.104 fF/nm であった。測定結果は 10~15V と 70V 以上の印加電圧において計算結果からの逸脱が見られたが、前者は後述するギャップ間引力による pull-in, 後者はストッパーと接触する前に変位センサーの櫛歯の一部が接触し始めたことが原因であると考えられる。差動静電容量の標準偏差 (SD) は 1.8~2.0fF であり、精度が十分ではなかったため、ギャップ間隔が小さい領域における挙動を詳細に観察できなかった。測定誤差の原因については、SEM 観察におけるチャージアップを防ぐため静電容量測定の接地電位と SEM の接地電位を共有しており、SEM の接地ノイズが測定回路へ流入したためと考えられる。

そこで、大気中へ取り出し SEM と電気的に分離した状態で同様の実験を行った。実験結果を Fig. 2-16(b) に示す。実線は式(2-11)を用いて数値計算した結果であり測定結果と良く一致している。間隔が 100 nm より小さい領域では、真空中と同様に 0.104 fF/nm の比例定数が得られた。静電容量測定の

SD は約 0.3 fF であり、 ± 3 nm の変位測定誤差に相当し、SEM 内測定に比べて大幅にノイズが軽減された。間隔制御の分解能は印加電圧の分解能に依存し 0.1 V であり、小さなギャップ間隔において 1 nm の変位に相当する。このことは静電アクチュエーターと静電容量型変位センサーを組み合わせた方法が nm オーダーの制御分解能を有しており、ナノギャップ間隔制御に有効であることを示している。pull-in は 16.7 ± 0.1 V で明瞭に観察され、最小のギャップ間隔は 14 ± 3 nm であった。

真空中、大気中両方で見られた pull-in は式(2-11)を用いた数値計算では再現できず、ギャップ間に引力が存在することを示唆している。この原因としてギャップ間の静電力と Lifshitz 力が挙げられる。2.4.4 ではこれらの力を数値計算し、pull-in との関係性を明らかにするため測定結果と比較を行う。

2.4.4 pull-in の数値計算

本項ではナノギャップの pull-in について議論する。ギャップ間には静電力 F_s^g や Lifshitz 力 F_L^g などの引力が働くことが知られている。これらの引力はギャップ間隔が小さくなるにつれて多項式的に増加するため、ギャップ間隔が十数 nm 程度まで小さくなると無視できなくなる。これらの引力を考慮したシャトルの力の釣り合い式は次式で与えられる。

$$F_{sh} = F_b + F_c + F_s + F_s^g + F_L^g = 0 \quad (2-16)$$

$$F_b = -4k_b(g + y_0) \quad (2-17)$$

$$F_c = \frac{\varepsilon_0 n_c h_{dev}}{2} \frac{V_{Act}^2}{g_c} \quad (2-18)$$

$$F_s = \frac{V_{ex}^2}{4} \varepsilon_0 L_s h_{dev} \left(\frac{n_{ss}}{(g_{ss} - g - y_0)^2} - \frac{n_{sl}}{(g_{sl} + g + y_0)^2} - \frac{n_{ss}}{(g_{ss} + g + y_0)^2} + \frac{n_{sl}}{(g_{sl} - g - y_0)^2} \right) \quad (2-19)$$

$F_{sh}(g_0) = 0$ のとき、 $g = g_0$ の近傍で $F_{sh}(g_0 - \varepsilon) > 0$ 、 $F_{sh}(g_0 + \varepsilon) < 0$ が成り立つ場合、安定平衡点となる。 F_s^g や F_L^g が単調な関数で表せるとすると、 F_{sh} は $g = 0$ の近くで極大値 F_{sh}^+ をとり、安定平衡点 g_0 が存在するためにはこの極大値が 0 以上となる必要がある。 F_{sh}^+ は、 V_{Act} が十分に大きい場合には 0 よりも大きい値となるが、 V_{Act} が減少するにつれて減少し、やがて 0 以下になる。すなわち、安定平衡点は消滅し、pull-in が生じる。したがって、最小のギャップ間隔 g_{min} は F_{sh} が極大値となる g と一致する。 g_{min} は次式を解くことで得られる。

$$\left. \frac{\partial F_{sh}}{\partial g} \right|_{g=g_{min}} = -4k_y + \left. \frac{\partial F_s^g}{\partial g} \right|_{g=g_{min}} + \left. \frac{\partial F_L^g}{\partial g} \right|_{g=g_{min}} = 0 \quad (2-20)$$

ただし、 g が十分に小さい場合に F_s は無視できることを利用した。以下では簡単のため、静電力のみ、または Lifshitz 力のみを考慮した場合に分けて数値計算を行う。

(1) 静電力

物質表面には電気ノイズ、接触電位、摩擦帯電により局所的な帯電が生じる。^[33] ナノギャップ間

の静電力はギャップの面積 A_g とギャップ間電位差 V_g を用いて式(2-21)で与えられる。

$$F_s^g = -\frac{\varepsilon_0 A_g}{g^2} V_g \quad (2-21)$$

式(2-20)は陽に解けて、次式が得られる。

$$g_{min} = \sqrt[3]{\frac{2\varepsilon_0 A_g V_g^2}{4k_b}} \quad (2-22)$$

(b)の点線は静電力を考慮した場合の計算結果を示している。実験結果と一致させるには、200 mV という大きな電位差が必要である。シャトルとアンカーは同電位になるように低インピーダンスで電氣的に接続されているため、電気ノイズによる影響は小さいと考えられる。接触電位はシャトルとアンカー両方が単結晶シリコンであるため無視でき、摩擦帯電も数時間ギャップが離れた状態で維持されていたことから影響は小さいと考えられる。したがって静電力が pull-in の支配的要因であるとは考えにくい。

(2) Lifshitz 力

Casimir は、真空中において間隔 g で隔てられた絶対零度の導体平行平板間の力を次のように予測した。^[34]

$$F_c^g = -\frac{\hbar c \pi^2 A_g}{240 g^4} \quad (2-23)$$

ここで \hbar , c はそれぞれ換算プランク定数, 光速である。この力は Casimir 力と呼ばれ, ギャップの内外における光学零点振動モードの不均衡に起因する。Lifshitz は, この力の起源が van der Waals 力の1つである London 力と同じであることを証明し, 有限温度・誘電体の場合へ拡張した。^[35]これは Lifshitz 力と呼ばれ, 次式で与えられる。^[36]

$$F_L^g = F_c^g \frac{120}{\pi^4} \sum_m \int_0^\infty dK K^3 \int_0^K \frac{d\Omega}{K} f(r_m^2, K, x) \quad (2-24)$$

$$f(r_m^2, K, x) = \frac{r_m^2 (1 - e^{-2x})^2 e^{-2K}}{(1 - r_m^2 e^{-2x})^2 - r_m^2 (1 - e^{-2x})^2 e^{-2K}} \quad (2-25)$$

$$r_p = \frac{\sqrt{K^2 + \Omega^2 (\varepsilon(\omega) - 1)} - \varepsilon K}{\sqrt{K^2 + \Omega^2 (\varepsilon(\omega) - 1)} + \varepsilon K} \quad (2-26)$$

$$r_s = \frac{\sqrt{K^2 + \Omega^2 (\varepsilon(\omega) - 1)} - K}{\sqrt{K^2 + \Omega^2 (\varepsilon(\omega) - 1)} + K} \quad (2-27)$$

$$\omega = i\xi \quad (2-28)$$

$$\Omega = \frac{\xi g}{c} \quad (2-29)$$

$$x = \frac{w}{g} \sqrt{K^2 + \Omega^2(\varepsilon(\omega) - 1)} \quad (2-30)$$

$\varepsilon(\omega)$, w はそれぞれ平板の誘電率と厚みである。単結晶シリコンについては, Duraffourg と Andreucci により平板が十分に厚くドーピング濃度が 10^{18} cm^{-3} である場合の Lifshitz 力が数値計算されており, ^[36]次の簡単な式によって良く近似できる。 ^[23]

$$F_L^g = \frac{0.33g}{g + 25.3 \times 10^{-9}} F_c^g \quad (2-31)$$

ギャップ g が 25.3 nm よりも十分に小さい場合, 式は次のように近似できる。

$$F_L^g = -\frac{0.33}{25.3 \times 10^{-9}} \frac{\hbar c \pi^2 A_g}{240g^3} \quad (2-32)$$

したがって, 式(2-20)は陽に解ける。

$$g_{min} = \sqrt[4]{\frac{0.33}{25.3 \times 10^{-9}} \frac{\hbar c \pi^2 A_g}{80 \cdot 4k_b}} \quad (2-33)$$

図(b)の破線は, Lifshitz 力を考慮した数値計算の結果を示している。理論計算では, pull-in が生じる間隔は 17 nm であり, 実験結果と数 nm 異なる。これは計算に温度依存性が考慮されていないためと考えられる。

以上の考察から, pull-in は Lifshitz 力によるものである可能性が高いことが分かった。Lifshitz 力は自由空間における光学的振動モードに起因した電磁放射圧であるため, 本質的に取り除くことができない。したがって, ギャップをより小さな間隔で維持するためには他の要因により対策するしかない。式(2-33)から, ギャップ面積 A_g が一定の場合, g_{min} は $\sqrt[4]{k_b}$ に反比例して減少する。すなわち, 支持梁の剛性 k_b を増加させることが最小ギャップ間隔を小さくするためには有効である。例えば, 半分のギャップ間隔 (7 nm) を達成するには, 支持梁の剛性を 16 倍にする必要がある。

2.5 まとめ

本章では, 大面積な平行平板型ナノギャップを作製し, そのギャップ間隔を nm オーダーの分解能で制御するための技術として, MEMS に組み込まれた単結晶シリコン梁を単軸引張によりへき開しナノギャップを創製し, 櫛歯型静電アクチュエーターと静電容量型変位センサーによりギャップ間隔を制御する方法を提案した。有効性を検証するため, ナノギャップ創製と間隔制御のための機構を有する MEMS デバイスを設計し, SOI ウエハーから微細加工技術を用いて作製した。また, SEM の試

料室内へ導入でき、圧電アクチュエーターによりへき開のための引張力をデバイスへ機械的に印加可能な小型の真空中ナノギャップ創製用治具を開発した。作製したデバイス・治具を用いて、へき開によるギャップ創製から間隔制御までの実験を SEM の真空試料室内で連続的に行い、 $30.5 \mu\text{m}^2$ の大面積平滑面を有するナノギャップの創製に成功した。作製したナノギャップの表面粗さは FE-SEM 観察により 1 nm 以下と推定され、単結晶シリコンのへき開により平滑平面を有するナノギャップが創製可能であることを実証した。更に、ギャップ間隔を 14 nm から $1.5 \mu\text{m}$ の範囲で制御することに成功した。ギャップ間隔 14 nm で pull-in を観測し、ギャップ間の静電力と Lifshitz 力を考慮した数値計算により、pull-in が Lifshitz 力によるものである可能性が高いことを明らかにした。また、pull-in が生じる最小間隔 g_{min} と支持梁のばね定数 k_b の間に $g_{min} \propto 1/\sqrt[4]{k_b}$ の関係があることを理論的に導出し、最小間隔を設計段階で予測できる可能性を示した。間隔制御の分解能は、間隔が 100 nm 以下の領域では、 1 nm と見積もられ十分な分解能を有していた。

参考文献

- [1] L. Hu, A. Narayanaswamy, X. Chen, and G. Chen, "Near-field thermal radiation between two closely spaced glass plates exceeding Planck's blackbody radiation law," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, no. 13, 2008, doi: 10.1063/1.2905286.
- [2] R. S. Ottens *et al.*, "Near-field radiative heat transfer between macroscopic planar surfaces," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 107, no. 1, p. 014301, 2011, doi: 10.1103/PhysRevLett.107.014301.
- [3] R. St-Gelais, B. Guha, L. Zhu, S. Fan, and M. Lipson, "Demonstration of strong near-field radiative heat transfer between integrated nanostructures," *Nano Lett.*, vol. 14, no. 12, pp. 6971-5, 2014, doi: 10.1021/nl503236k.
- [4] M. Lim, S. S. Lee, and B. J. Lee, "Near-field thermal radiation between doped silicon plates at nanoscale gaps," *Phys. Rev. B*, vol. 91, no. 19, 2015, doi: 10.1103/PhysRevB.91.195136.
- [5] B. Song, D. Thompson, A. Fiorino, Y. Ganjeh, P. Reddy, and E. Meyhofer, "Radiative heat conductances between dielectric and metallic parallel plates with nanoscale gaps," *Nat. Nanotech.*, vol. 11, no. 6, pp. 509-514, 2016, doi: 10.1038/nnano.2016.17.
- [6] J. I. Watjen, B. Zhao, and Z. M. Zhang, "Near-field radiative heat transfer between doped-Si parallel plates separated by a spacing down to 200 nm," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 109, no. 20, 2016, doi: 10.1063/1.4967384.
- [7] R. St-Gelais, L. Zhu, S. Fan, and M. Lipson, "Near-field radiative heat transfer between parallel structures in the deep subwavelength regime," *Nat. Nanotech.*, vol. 11, no. 6, pp. 515-519, 2016, doi: 10.1038/nnano.2016.20.
- [8] S. Lang *et al.*, "Dynamic measurement of near-field radiative heat transfer," *Sci. Rep.*, vol. 7, no. 1, p. 13916, 2017, doi: 10.1038/s41598-017-14242-x.
- [9] K. Ito, K. Nishikawa, A. Miura, H. Toshiyoshi, and H. Iizuka, "Dynamic Modulation of Radiative Heat Transfer beyond the Blackbody Limit," *Nano Lett.*, vol. 17, no. 7, pp. 4347-4353, 2017, doi: 10.1021/acs.nanolett.7b01422.
- [10] J. Yang *et al.*, "Observing of the super-Planckian near-field thermal radiation between graphene sheets," *Nat. Commun.*, vol. 9, no. 1, p. 4033, 2018, doi: 10.1038/s41467-018-06163-8.
- [11] M. Ghashami, H. Geng, T. Kim, N. Iacopino, S. K. Cho, and K. Park, "Precision Measurement of Phonon-Polaritonic Near-Field Energy Transfer between Macroscale Planar Structures Under Large Thermal Gradients," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 120, no. 17, p. 175901, 2018, doi: 10.1103/PhysRevLett.120.175901.
- [12] M. Lim, J. Song, S. S. Lee, and B. J. Lee, "Tailoring near-field thermal radiation between metallo-dielectric multilayers using coupled surface plasmon polaritons," *Nat. Commun.*, vol. 9, no. 1, p. 4302, 2018, doi: 10.1038/s41467-018-06795-w.

- [13] A. Fiorino *et al.*, "A Thermal Diode Based on Nanoscale Thermal Radiation," *ACS Nano*, vol. 12, no. 6, pp. 5774-5779, 2018, doi: 10.1021/acsnano.8b01645.
- [14] A. Fiorino, D. Thompson, L. Zhu, B. Song, P. Reddy, and E. Meyhofer, "Giant Enhancement in Radiative Heat Transfer in Sub-30 nm Gaps of Plane Parallel Surfaces," *Nano Lett.*, vol. 18, no. 6, pp. 3711-3715, 2018, doi: 10.1021/acs.nanolett.8b00846.
- [15] J. DeSutter, L. Tang, and M. Francoeur, "A near-field radiative heat transfer device," *Nat. Nanotech.*, vol. 14, no. 8, pp. 751-755, 2019, doi: 10.1038/s41565-019-0483-1.
- [16] K. Shi *et al.*, "Colossal Enhancement of Near-Field Thermal Radiation Across Hundreds of Nanometers between Millimeter-Scale Plates through Surface Plasmon and Phonon Polaritons Coupling," *Nano Lett.*, vol. 19, no. 11, pp. 8082-8088, 2019, doi: 10.1021/acs.nanolett.9b03269.
- [17] P. Sabbaghi *et al.*, "Super-Planckian radiative heat transfer between macroscale metallic surfaces due to near-field and thin-film effects," *J. Appl. Phys.*, vol. 128, no. 2, 2020, doi: 10.1063/5.0008259.
- [18] L. Tang, J. DeSutter, and M. Francoeur, "Near-Field Radiative Heat Transfer between Dissimilar Materials Mediated by Coupled Surface Phonon- and Plasmon-Polaritons," *ACS Photonics*, vol. 7, no. 5, pp. 1304-1311, 2020, doi: 10.1021/acsp Photonics.0c00404.
- [19] M. Lim, J. Song, S. S. Lee, J. Lee, and B. J. Lee, "Surface-Plasmon-Enhanced Near-Field Radiative Heat Transfer between Planar Surfaces with a Thin-Film Plasmonic Coupler," *Phys. Rev. Appl.*, vol. 14, no. 1, 2020, doi: 10.1103/PhysRevApplied.14.014070.
- [20] H. Salihoglu *et al.*, "Near-Field Thermal Radiation between Two Plates with Sub-10 nm Vacuum Separation," *Nano Lett.*, vol. 20, no. 8, pp. 6091-6096, 2020, doi: 10.1021/acs.nanolett.0c02137.
- [21] K. Ito, A. Miura, H. Iizuka, and H. Toshiyoshi, "Parallel-plate submicron gap formed by micromachined low-density pillars for near-field radiative heat transfer," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 106, no. 8, 2015, doi: 10.1063/1.4913692.
- [22] L. Rincon-Garcia, D. Thompson, R. Mittapally, N. Agrait, E. Meyhofer, and P. Reddy, "Enhancement and Saturation of Near-Field Radiative Heat Transfer in Nanogaps between Metallic Surfaces," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 129, no. 14, p. 145901, 2022, doi: 10.1103/PhysRevLett.129.145901.
- [23] M. Shimofuri, A. Banerjee, J. Hirofumi, Y. Hirai, and T. Tsuchiya, "Nanometer Order Separation Control of Large Working Area Nanogap Created by Cleavage of Single-Crystal Silicon Along {111} Planes Using a MEMS Device," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 32, no. 1, pp. 67-73, 2023, doi: 10.1109/jmems.2022.3213999.
- [24] R. Pérez and P. Gumbsch, "Directional Anisotropy in the Cleavage Fracture of Silicon," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 84, no. 23, pp. 5347-5350, 2000, doi: 10.1103/physrevlett.84.5347.

- [25] A. Uesugi, Y. Hirai, K. Sugano, T. Tsuchiya, and O. Tabata, "Effect of crystallographic orientation on tensile fractures of (100) and (110) silicon microstructures fabricated from silicon - on - insulator wafers," *Micro Nano Lett.*, vol. 10, no. 12, pp. 678-682, 2015, doi: 10.1049/mnl.2015.0334.
- [26] L. Zhao, D. Bardel, A. Maynadier, and D. Nelias, "Crack initiation behavior in single crystalline silicon," *Scr. Mater.*, vol. 130, pp. 83-86, 2017, doi: 10.1016/j.scriptamat.2016.11.015.
- [27] L. Zhao, D. Bardel, A. Maynadier, and D. Nelias, "Velocity correlated crack front and surface marks in single crystalline silicon," *Nat. Commun.*, vol. 9, no. 1, p. 1298, 2018, doi: 10.1038/s41467-018-03642-w.
- [28] J. A. Hauch, D. Holland, M. P. Marder, and H. L. Swinney, "Dynamic Fracture in Single Crystal Silicon," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 82, no. 19, pp. 3823-3826, 1999, doi: 10.1103/PhysRevLett.82.3823.
- [29] T. Mizuguchi, K.-i. Ikeda, F. Yoshida, H. Nakashima, and H. Abe, "Evaluation of Crystal Orientation Dependence of Surface Energy in Silicon," *Journal of the Japan Institute of Metals*, vol. 68, no. 2, pp. 86-89, 2004, doi: 10.2320/jinstmet.68.86.
- [30] D. Sherman, "Velocity dependent crack deflection in single crystal silicon," *Scr. Mater.*, vol. 49, no. 6, pp. 551-555, 2003, doi: 10.1016/s1359-6462(03)00354-3.
- [31] J. R. Kermode *et al.*, "Low-speed fracture instabilities in a brittle crystal," *Nature*, vol. 455, no. 7217, pp. 1224-1227, 2008, doi: 10.1038/nature07297.
- [32] G. R. Irwin, "Analysis of Stresses and Strains Near the End of a Crack Traversing a Plate," *J. Appl. Mech.*, vol. 24, no. 3, pp. 361-364, 1957, doi: 10.1115/1.4011547.
- [33] W. M. v. Spengen, R. Puers, and I. D. Wolf, "A physical model to predict stiction in MEMS," *J. Micromech. Microeng.*, vol. 12, no. 5, pp. 702-713, 2002, doi: 10.1088/0960-1317/12/5/329.
- [34] H. B. G. Casimir, "On the attraction between two perfectly conducting plates," in *Proceedings of the Koninklijke Nederlandse Akademie van Wetenschappen*, May 1948, vol. 51, pp. 793-795.
- [35] E. M. Lifshitz, "The Theory of Molecular Attractive Forces between Solids," (in English), *Sov. phys. JETP*, vol. 2, no. 1, pp. 73-83, 1956, doi: 10.1016/B978-0-08-036364-6.50031-4.
- [36] L. Duraffourg and P. Andreucci, "Casimir force between doped silicon slabs," *Phys. Lett. A*, vol. 359, no. 5, pp. 406-411, 2006, doi: 10.1016/j.physleta.2006.06.083.

第3章

Raman 分光法を用いた ナノギャップ間熱輸送測定

3.1 はじめに

Plate-Plate ナノギャップを熱マネジメントや熱環境発電などへ応用するためには、ギャップ間における熱輸送特性のギャップ間隔依存性の実験的測定が必要である。しかしながら、間隔 10 nm 以下の Plate-Plate ナノギャップのギャップ間熱輸送測定は殆ど報告がない。特に、単結晶シリコンに限れば、半導体分野において汎用性が高く最も重要な材料であるにも関わらず、そのような狭間隔 Plate-Plate ナノギャップ間熱輸送測定は未だ実現できておらず、10 nm 以下の間隔における Plate-Plate ナノギャップ間熱輸送のメカニズムは未解明である。したがって、間隔 10 nm 以下の単結晶シリコン Plate-Plate ナノギャップ間のギャップ間熱輸送とその間隔依存性の実験的測定が求められる。

本章では、間隔 10 nm 以下の単結晶シリコン Plate-Plate ナノギャップ間のギャップ間熱輸送とその間隔依存性の計測を行い、ナノギャップ間熱輸送のメカニズムの解明に資することを目的とする。そのためには、

- (1) 単結晶シリコンの Plate-Plate ナノギャップ間隔を高分解能・高精度で変化させ、測定することが可能であること、
- (2) ギャップ間へ温度差を形成可能、すなわちギャップの一端を加熱することができること、
- (3) ギャップ両側の温度を高分解能・高精度で測定できること、
- (4) 真空環境下で実施できること、

が同時に必要となる。そこで、(1)(2)を実現するため、(1)静電アクチュエーターと静電容量型変位センサーを用いたギャップ間隔制御機構に加えて、(2)単結晶シリコン自体を加熱抵抗体として利用したシャトルのジュール加熱を同時にできる単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイスを提案する。また、(3)の実現のため、非侵襲、非接触、高空間分解能を有する光学的温度測定が可能な顕微 Raman 分光法を用いたシャトルの温度測定^[1]、および、(4)の実現のため、デバイスを導入可能で光学測定可能なガラス窓を有する真空チャンバーを提案する。

提案方法の実現のため、まず、温度依存性や不純物濃度を考慮した単結晶シリコンの複素誘電率モデルを用いて、単結晶シリコンの近接場放射の数値計算を行う。この結果を指針としてデバイスの仕様を決定し、(1)(2)の機能を有し、顕微 Raman 分光装置により有意な温度変化を測定可能なデバイス

を設計し、SOI ウエハーから微細加工技術を用いて作製する。更に、デバイスを真空下で動作させ、顕微 Raman 分光法により測定が可能な真空チャンバーとそれに導入可能な小型へき開用引張り印加治具を設計・作製する。加えて、ギャップ間隔検出のために必要な静電容量検出へ影響を与えずにシヤトルを加熱可能な電気回路の開発も行う。これらを用いて単結晶シリコンへき開面ナノギャップ間の熱輸送計測を実施し、提案した方法の妥当性を評価する。

3.2 Raman 分光法による温度測定

Raman 散乱は、物質に光を入射したとき、一部が物質と相互作用することで非弾性的に散乱され、波長が変化する現象である。入射光の周波数が ν_0 であるとき、周波数が増加する($\nu_0 + \nu_R$)散乱を anti-Stokes 散乱、減少する($\nu_0 - \nu_R$)散乱を Stokes 散乱と呼び、振動モードや電子状態の励起、緩和に対応する。また、 ν_R は Raman シフトと呼ばれ、励起・緩和に必要なエネルギーと対応している。したがって、物質の格子振動や電子のエネルギー状態と密接な関係があり、Raman シフトの大きさや変化を測定することによって、物質の種類や機械的・熱的・電気的な状態・性質などの同定に用いることができる。

単結晶シリコンは O_h 結晶点群に属し、Raman 活性振動モードは A_{1g} 、 E_g 、 F_{2g} であるが、 F_{2g} 振動モードのみが測定でき、対応する Raman シフトは 520 cm^{-1} 程度である。光学フォノンの非調和性のため F_{2g} モードは温度依存性を有することが知られており、Stokes / anti-Stokes 強度比、半値幅、シグナルピーク位置などの変化を測定することで、温度変化を推定できる。本研究では、 F_{2g} モードの Raman スペクトルのピーク位置が 1 K の温度上昇に対して -0.02 cm^{-1} 変化することを利用して温度測定を行う。^[2-4]使用する Raman 分光装置は HORIBA Jobin Yvon 社製 LabRAM HR-800 であり、温度分解能は主に分光器の性能により決定される。ネオンの安定輝線を校正線として用いた予備実験から、温度分解能は 0.5 K であり、精度は $\pm 1.5\text{ K}$ と測定された。

3.3 単結晶シリコンの近接場放射の数値計算

デバイスの仕様を決定するためには単結晶シリコンのギャップ間熱輸送を見積もる必要がある。ここでは、近接場放射が支配的であり、その傾向が数 nm 程度まで続くと仮定して、単結晶シリコンのギャップ間熱輸送を見積もる。近接場増強を考慮した熱放射は、式(1-2)~(1-7)で与えられる。^[5,6]

$$Q_{1-2}(T_1, T_2) = \frac{1}{\pi^2} \int_0^\infty d\omega \int_0^\infty d\beta Z_{12}(\beta) \beta [\theta(\omega, T_1) - \theta(\omega, T_2)] \quad (3-1)$$

ここで、添え字 0 は真空ギャップを意味する。 $\theta(\omega, T)$ は周波数 ω 、絶対温度 T の Planck 振動子のエネルギーであり、式(3-2)で与えられる。

$$\theta(\omega, T) = \frac{\hbar\omega}{\exp(\hbar\omega/k_B T) - 1} \quad (3-2)$$

$Z_{12}(\beta)$ は交換関数と呼ばれ,

$$Z_{12}(\beta) = \frac{4\text{Re}(\gamma_1)\text{Re}(\gamma_2)|\gamma_0^2 e^{2i\gamma_0 d}|}{|(\gamma_0 + \gamma_1)(\gamma_0 + \gamma_2)(1 - r_{01}^s r_{02}^s e^{i2\gamma_0 d})|^2} + \frac{4\text{Re}(\varepsilon_1 \gamma_1^*)\text{Re}(\varepsilon_2 \gamma_2^*)|\gamma_0^2 e^{2i\gamma_0 d}|}{|(\varepsilon_1 \gamma_0 + \gamma_1)(\varepsilon_2 \gamma_0 + \gamma_2)(1 - r_{01}^p r_{02}^p e^{i2\gamma_0 d})|^2} \quad (3-3)$$

で与えられる。 \hbar は Dirac 定数, k_B は Boltzmann 定数, c は光速, ε は比複素誘電率である。また, γ は振動数 ω の光の波数 $k_0 = \frac{\omega}{c}$, $k_i = \sqrt{\varepsilon_i \omega / c}$ を用いて,

$$\gamma_i = \sqrt{(k_i^2 - \beta^2)} \quad (3-4)$$

で表せる。 r は Fresnel 定数であり,

$$r_{0i}^s = \frac{\gamma_0 - \gamma_i}{\gamma_0 + \gamma_i} \quad (3-5)$$

$$r_{0i}^p = \frac{\varepsilon_i \gamma_0 - \gamma_i}{\varepsilon_i \gamma_0 + \gamma_i} \quad (3-6)$$

ただし, 添え字 s, p は S 偏光, P 偏光を意味する。

これらを数値計算するためにはギャップ間熱放射は温度依存性が考慮された材料の複素誘電率 $\varepsilon_{1,2}$ が必要となる。また, 単結晶シリコンの場合, 複素誘電率は不純物濃度にも依存する。そこで, 温度・不純物濃度依存性を考慮した複素誘電率モデル ε_{Si} を用いる。詳細な計算方法は付録 A に示す。この単結晶シリコンの複素誘電率 ε_{Si} の理論モデルはバンド間遷移, バンド端電子-フォノン相互作用, 自由キャリアを考慮しており, 近紫外線 (200 nm) から遠赤外線 (1 mm) までの波長域, 300–500 K の温度域, n 型・p 型の準真性領域 (10^{13} cm^{-3}) から準縮退領域 (10^{19} cm^{-3}) までの不純物濃度範囲において, 過去に報告された測定結果と矛盾することなく, ε_{Si} を適切に計算できる。ただし, 熱放射は 300–1000 K の温度域においては赤外領域が支配的となるため, 式の積分は波長 1–100 μm の範囲で行った。^[5,6]

不純物濃度 10^{15} , 10^{17} , 10^{18} cm^{-3} の n・p 型シリコンについての $Q_{1-2}(T_1: 500 \text{ K}, T_2: 300 \text{ K})$ の数値計算の結果を Fig. 3-1 に示す。

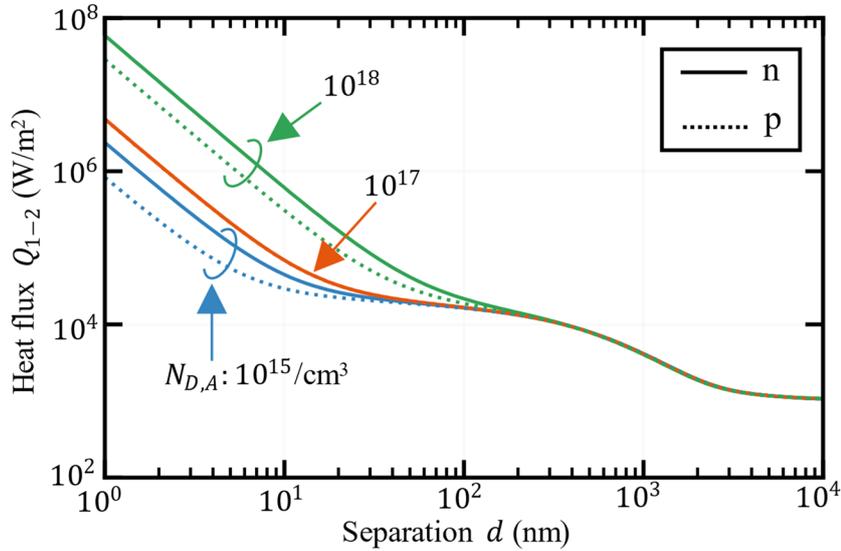


Fig. 3-1 Calculated radiation heat transfer between 300-500K doped silicon (n/p type and concentration of 10^{15} , 10^{17} , 10^{18} cm^{-3}) parallel plates as a function of separation.

これによりギャップ間近接場放射 Q_g は p 型不純物濃度 10^{18} cm^{-3} ，ギャップ間隔が 5 nm，ギャップ面積が $25 \mu\text{m}^2$ である場合， $Q_g \approx 3.3 \times 10^{-5} \text{ W}$ であると見積もれる．シャトルのギャップ以外からの熱散逸経路の正味の熱抵抗 R^* ，加熱熱量 Q_H が一定である場合， Q_g とシャトルの温度低下 ΔT_S の関係は次のように表せる．

$$Q_H = \frac{(T_S - \Delta T_S) - T_0}{R_b^*} + Q_g, \quad \therefore \Delta T_S = R_b^* \cdot Q_g \quad (3-7)$$

ただし，アンカーや熱散逸経路の基部の温度を T_0 ，シャトルの加熱時の基準温度を $T_S = Q_H R + T_0$ とした．したがって， Q_g と ΔT_S は比例し，比例定数は R^* と一致する．顕微 Raman 分光装置の温度分解能は 0.5 K であるため，ギャップ間の熱輸送測定を行うためには， R^* は $1.5 \times 10^4 \text{ K/W}$ 以上であることが要求される．

3.4 熱輸送測定用ナノギャップデバイスと測定系

3.4.1 デバイス設計

2 章では Lifshitz 力により，最小のギャップ間隔が制限され，最小ギャップ間隔と支持梁のばね定数には次の関係が存在することを示した．

$$g_{min} = \sqrt[4]{\frac{0.33 \hbar c \pi^2 A_g}{25.3 \times 10^{-9} \cdot 80 \cdot 4 k_b}} \quad (3-8)$$

したがって，最小 $14 \pm 3 \text{ nm}$ であったギャップ間隔を 10 nm 以下の間隔でナノギャップを維持するた

めには支持梁のばね定数を 10 倍以上に増加させる必要があると考えられる。これらを踏まえて Fig. 3-2 の熱輸送測定用ナノギャップデバイスを設計した。

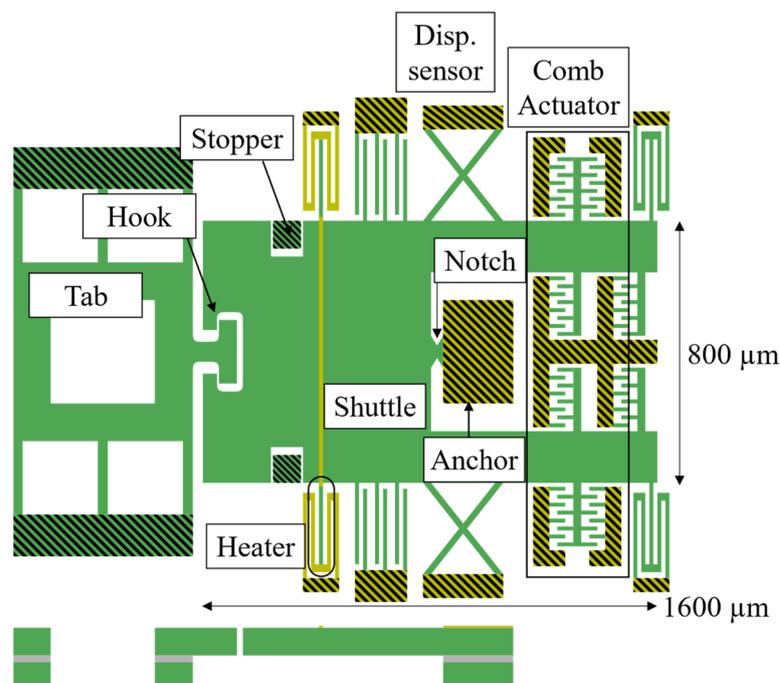


Fig. 3-2 Schematic image of nanogap device.

デバイスの基本的な構造は 2.2.2 と同様である。変更点として、音叉形状のシャトルを吊架する支持梁は 4 組の *Folded-flexure* 型支持梁だけでなく、剛性が高い 2 組の X 型支持梁を追加した。また、2 組の *Folded-flexure* は上部に電極が成膜してあり、シリコンが露出した部分を抵抗体としてシャトルをジュール加熱できる。

デバイスに要求される仕様を述べる。

- (1) ナノギャップの面積は $25 \mu\text{m}^2$ 以上である。
- (2) シャトルとストッパーの間隔は静電容量センサーのギャップよりも小さい。
- (3) 支持梁の正味の熱抵抗は $1.5 \times 10^4 \text{ K/W}$ 以上、ばね定数は 150 N/m 以上である。
- (4) アクチュエーターの印加電圧は最大 200 V とし、シャトルはすべての可動範囲（ギャップ接触からストッパー接触まで）で変位できる。
- (5) 静電容量センサーによりシャトルの変位量が 1 nm の分解能で測定できる。

以上を満たすように支持梁、楯歯型静電アクチュエーター、静電容量型変位センサーを設計した。

(a) X型支持梁の設計

支持梁は熱輸送測定において最も重要な役割を担い、維持可能な最小ギャップ間隔とギャップ間熱輸送測定の感度の両方を決定する。しかしながら、単純な両持ち梁を考えた場合、ばね定数 k_b と熱抵抗 R_b は単結晶シリコンの熱抵抗率 k_{Si} を用いて、

$$k_b = \frac{E_{Si} \cdot h_{dev} \cdot w_b^3}{L_b^3} \tag{3-9}$$

$$R_b = \frac{k_{Si} \cdot L_b}{h_{dev} \cdot w_b} \tag{3-10}$$

で表せるため、 k_b と R_b の間には明らかに、

$$k_b R_b^3 = \frac{E_{Si} \cdot k_{Si}^3}{h_{dev}^2} = \text{const.} \tag{3-11}$$

がなりたち、Trade-offの関係にあることが分かる。したがって、両持ち梁型の支持梁やそれに準じた形状である Folded-flexure 型の支持梁では仕様の実現は困難である。そこで、X形状の梁を検討した。この形状は梁の曲げだけではなく、軸方向の引張力による復元力も生じるため、熱抵抗を下げることなく飛躍的にばね定数を増加させることができる。採用した X型支持梁のデザインを Fig. 3-3 に示す。ばね定数と 2.2.2 のデバイスからの増加率、熱抵抗を Table 3-1 に示す。非線形性は 1.5 μm の変位では 1%以下であり無視できる。

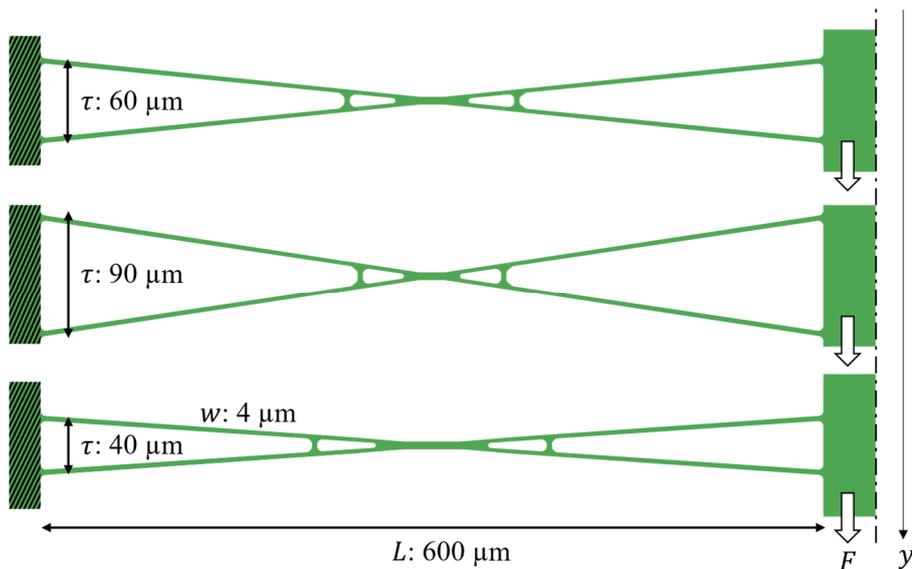


Fig. 3-3 Schematic image of X-shaped suspension of design A, B, C.

Table 3-1 Spring constant & thermal resistance of X-shaped suspensions A, B, C.

	k_b (N/m)	Scale factor	R_b (10^5 K/W)
A	125.4 ± 0.1	8.3	1.1
B	63.4 ± 0.1	4.2	1.1
C	251.0 ± 0.1	16.6	1.1

(b) Folded-flexure 型支持梁

Folded-flexure 型支持梁は特にデザインに変更はない. 詳細な寸法を Table 3-2 に示す.

Table 3-2 Dimension of suspension.

w_{b1} (μm)	3	w_{b2} (μm)	3	w_{b3} (μm)	3
L_{b1} (μm)	120	L_{b2} (μm)	100	L_{b3} (μm)	120
k_b (N/m)	8.3	R_b (K/W)	1.0×10^5		

(c) 櫛歯型静電アクチュエーターの設計

支持梁のばね定数増加により, シャトルの変位量を維持するためには静電アクチュエーターの駆動力を増加させる必要がある. これには印加電圧範囲を増加させることが有効であるが, 電源や配線の仕様により, 200 V 以上の電圧を印加することができない. したがって, 印加電圧範囲だけでなく, アクチュエーターの櫛歯の数や基数を増加させることで, 十分な駆動力を確保した. デザインを Fig. 3-4 に示す. 印加電圧の増加により, 幹梁の反りが発生する可能性があったため, 幹梁 L_{st} を短くするためシャトルの外側だけでなく内側にも静電アクチュエーターを配置した.

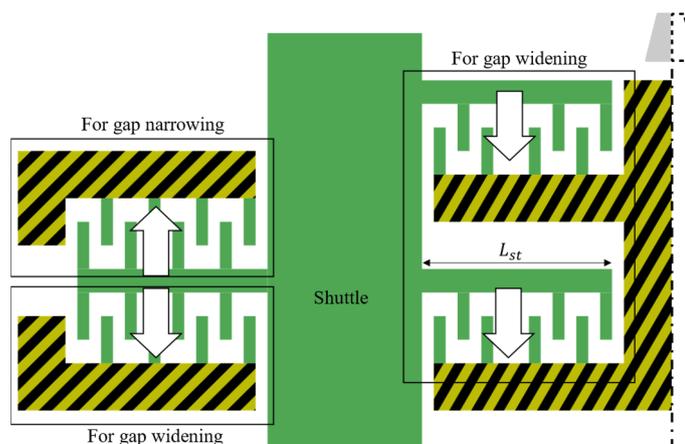


Fig. 3-4 Schematic image of comb actuators.

詳細な寸法を Table 3-3 に示す.

Table 3-3 Dimension of comb actuator.

	For gap widening	For gap narrowing
L_c	3 μm	3 μm
g_c	1.5 μm	1.5 μm
n_c	1152	288

(d) 静電容量型変位センサー

寸法以外に変更はない. 設計上の感度は 0.16 fF/nm となった. 詳細な寸法を Table 3-4 に示す.

Table 3-4 Dimension of displacement sensor.

n_{SS}	17	n_{SL}	16
g_{SS}	1.7 μm	g_{SL}	6 μm
L_S	260 μm	V_{ex}	5.0 V

(e) マス構造

エッチングホールがある場所では Raman 分光法による温度測定の際, シャトルを変位させるとケラレが発生する可能性が懸念される. そこで, Fig. 3-5 のようにシャトルの中央部分にエッチングホールがない構造をデザインした. この構造は, ハンドル層の一部をシャトルの一部として可動にすることにより, エッチングホールがない大面積領域を確保している.

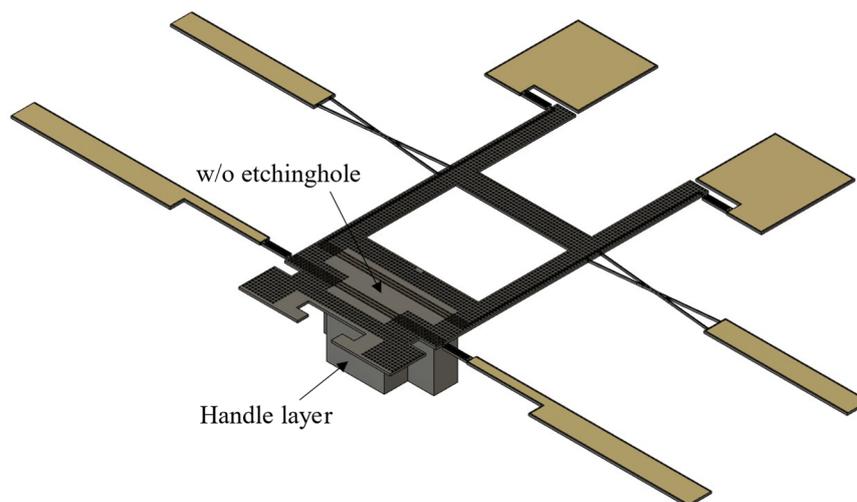


Fig. 3-5 Schematic image of mass structure.

全ての支持梁を考慮した正味のばね定数と熱抵抗値を有限要素法 (FEM) により求めた結果を Table 3-5 に示す.

Table 3-5 Net spring constant and thermal resistance of device design A, B, C.

	A	B	C
k_b^* (N/m)	283	160	535
R_b^* (K/W)	2.0×10^4	2.0×10^4	2.0×10^4

3.4.2 真空チャンバー設計

顕微 Raman 分光装置の試料台へ固定できる真空チャンバーのデザインを Fig. 3-6 に示す. チャンバーとカバーは O リングによって封止する. 対物レンズの作動距離(WD)は 7.6 mm であるため, デバイス表面から真空チャンバーのカバー上面の距離はそれ以下であることが要求される. 真空チャンバー内部との配線は高真空用 D-sub 25 ピン ハーメチックコネクタ (DD-25PLM13, Daitron) を介して行い, ガラス窓には厚み 0.5 mm の反射防止コート付きサファイアガラス (Edmund Optics) を用いた.

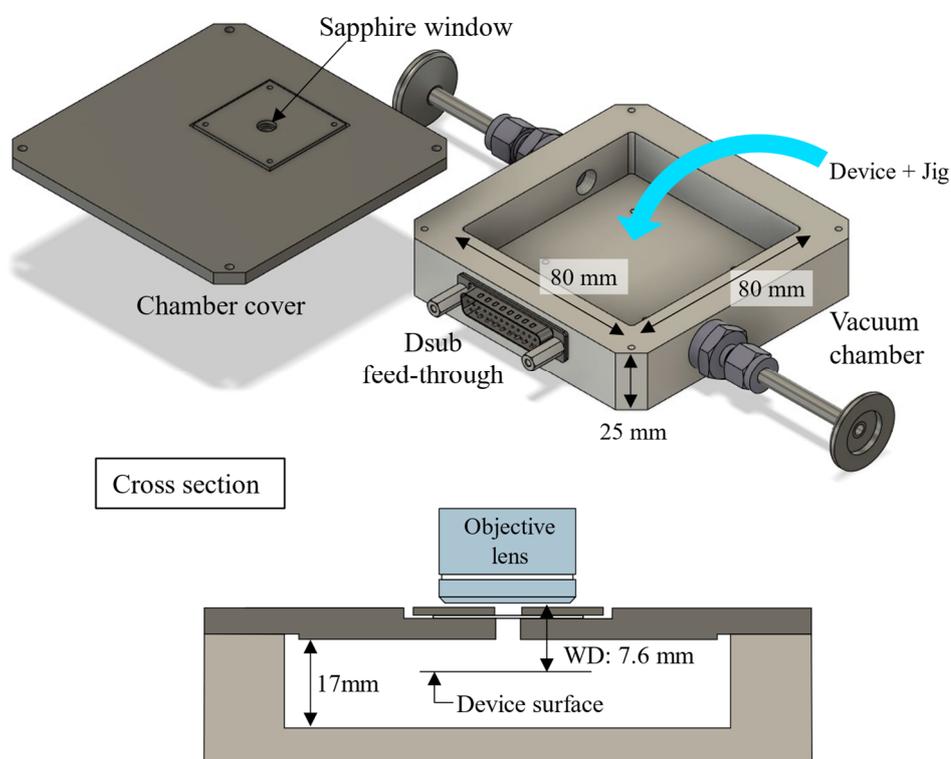


Fig. 3-6 Schematic image of vacuum chamber.

3.4.3 熱輸送測定用治具設計

2章で用いた治具は幅 80 mm, 奥行き 50 mm, 高さ 45 mm であるため, Fig. 3-6 の真空チャンバーへ導入可能にするためには, 大幅に小型化する必要がある. 治具に必要なとされる機能は以下の通りである.

- (1) ピンをデバイスのタブへ位置合わせし, 挿入可能.
- (2) 圧電アクチュエーターにより引張力をデバイスへ印加可能.
- (3) デバイスと PCB を配線可能.

このうち, 機能(1)は真空チャンバー導入後に必要ない機能であるため, 機能(1)を有する治具 (アライナー) と機能(2)(3)を有する治具 (ナノギャップ創製用治具) に分割し, 真空チャンバーにはナノギャップ創製用治具のみを導入することで小型化を図った. Fig. 3-7 はアライナーとナノギャップ創製用治具のデザインと真空チャンバー導入までの概要である.

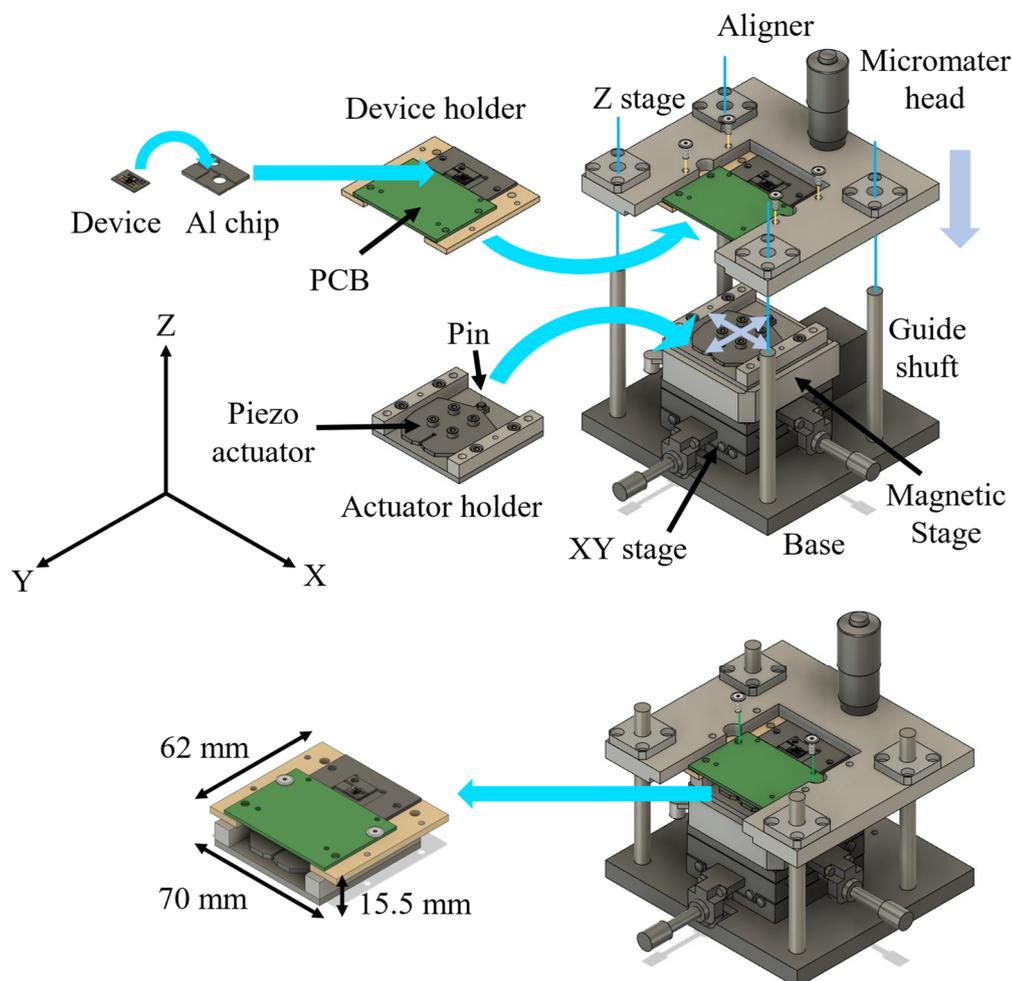


Fig. 3-7 Schematic image of jig for nanogap device and aligner.

アライナーはXY ステージ、磁気ステージ、ガイドシャフトからなる基台と、マイクロメーターヘッドを有するZ ステージで構成される。ナノギャップ創製用治具はデバイスとPCBを固定するデバイスホルダーと、圧電アクチュエーターが固定された磁性を有するSUS430製アクチュエーターホルダーで構成される。

デバイスをナノギャップ創製用治具へ装着は次のように行う。まず、デバイスをアルミチップへ接着し、デバイスホルダーへ固定する。デバイスホルダーをアライナーのZステージへ、アクチュエーターホルダーをアライナーの基台の磁性ステージ上へ固定する。顕微鏡観察下でXYステージによりピンとタブの位置合わせし、Zステージをマイクロメーターヘッドにより基台のガイドシャフトに沿って降下させ、ピンをタブへ挿入する。ピン挿入後、デバイスホルダーとアクチュエーターホルダーをボルトで締結する。デバイスホルダーとZステージ、アクチュエーターホルダーと磁性ステージの固定をそれぞれ解除し、デバイスが装着されたナノギャップ創製用治具を取り出す。デバイス装着後

のナノギャップ創製用治具は幅 70 mm，奥行き 62 mm，高さ 15.5 mm となり，真空チャンバーへ導入可能であり，対物レンズの作動距離の条件も満たす。

3.4.4 間隔制御と温度差形成の同時実現のための回路設計

シャトルの変位は変位センサーの静電容量変化を検出することで測定しているが，静電容量変化検出にはシャトルへ静電容量デジタル・コンバータ IC (AD7745) から出力される矩形励起電圧 V_{ex} を印加する必要がある。一方で，Folded-flexure 型支持梁のシリコンが露出した部分を抵抗体としてシャトルをジュール加熱するためには，支持梁の両側にはシャトルに対して正負にオフセットされた電圧 $V_{ex} \pm V_h/2$ を印加する必要がある。そこで，Fig. 3-8 の電気回路を構成した。

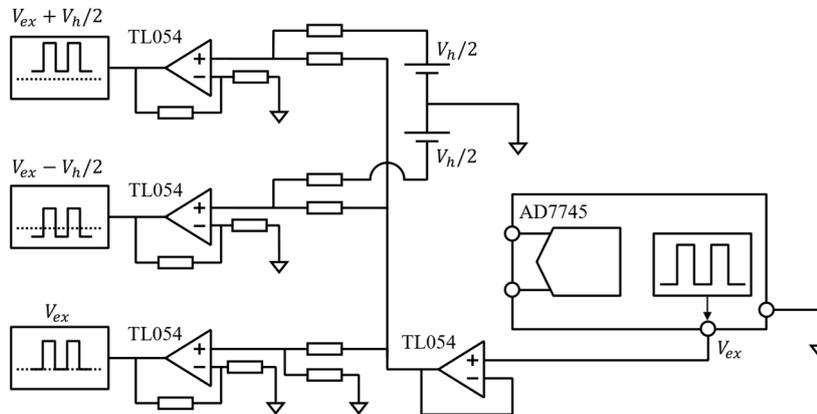


Fig. 3-8 Electric circuit for sensing capacitance change and heating shuttle simultaneously.

この電気回路ではオペアンプ (TL054, Texas Instruments) を用いた非反転加算回路により， V_{ex} に正負電圧 $\pm V_h/2$ を合成することで，加熱電圧 $V_{ex} \pm V_h/2$ を得る。オペアンプによる加算回路では数百 ns の位相遅れが生ずるため，シャトルへ印加する電圧についても同様の非反転加算回路を適用することによって位相を遅れさせ，位相のズレを軽減させる。また，真空中で振動が励起されることを防止するため，静電アクチュエーターへ印加する電圧も同様にオペアンプ (OPA462, Texas Instruments) による非反転加算回路により V_{ex} を重畳させた。

3.5 実験

3.5.1 デバイス作製

デバイスは活性層面方位(110)，オリフラ方位(111)の 4inch SOI ウエハーを用いて作製した。ウエハーの詳細な仕様を Table 3-6 に示す。

Table 3-6 Specification of SOI wafer

Type / dopant of device layer	B (P type)
Thickness of device layer [μm]	5 ± 0.5
Resistivity of device layer [Ωcm]	0.001-0.02
Thickness of boxed oxide layer [μm]	2 ± 0.2
Thickness of handle layer [μm]	400 ± 10

デバイス作製プロセスの概要を Fig. 3-9 に示す. 2.4.1 で報告した電極の剥離を防止するため, 金属蒸着の直前にフッ酸を用いてデバイス層表面の酸化膜を除去するプロセスを追加した.

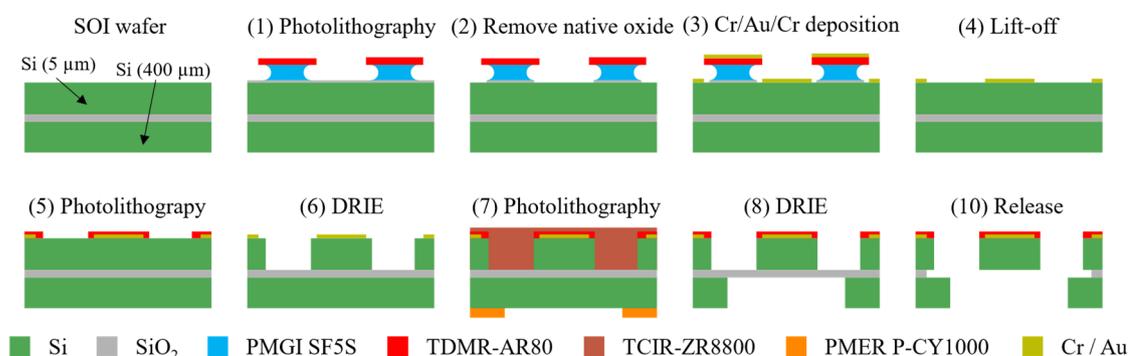


Fig. 3-9 Fabrication process flow of nanogap device.

(1) 電極パターンフォトリソグラフィ

ウエハーをピラニア溶液 (硫酸 98% 3 : 30%過酸化水素水 1) により洗浄し, 脱水バークした. Hexamethyldisilazane (HMDS)を厚膜フォトレジスト用スピコーティング装置 (SUSS Microtec, DELTA80 T3/VP SPEC-KU) により塗布した. リフトオフ犠牲層用レジスト (東京応化, PMGI SF5S) をマニュアルスピコートにより塗布し, バーク後にポジ型フォトレジスト (東京応化, TDMR AR80) をレジスト塗布装置 (カナメックス, KRC-150CBU) により塗布した. 電極パターン用レティクルを用いて i 線ステッパー (ニコン, NSR-2205i11D) により露光し, レジスト現像装置により現像した.

(2) 蒸着面洗浄

11%バッファードフッ酸 (ステラケミファ, LAL1000) を用いてデバイス層表面の酸化膜を除去した.

(3) 電子線蒸着

電子線蒸着装置 (キャノンアネルバ, EB1200) を用いて Cr 5 nm, Au 100 nm をウエハー上に蒸着した.

(4) リフトオフ

剥離/リフトオフ装置 (KLO-200SV1, カナメックス) を用いて, リフトオフした.

(5) デバイス層パターンフォトリソグラフィ

ウエハーをピラニア溶液 (硫酸 98% 3 : 30%過酸化水素水 1) により洗浄し, 脱水ベークした. Hexamethyldisilazane (HMDS)を厚膜フォトレジスト用スピコーティング装置により塗布した. ポジ型フォトレジスト TDMR AR80 をレジスト塗布装置により塗布した. 電極パターン用レティクルを用いて i 線ステッパーにより露光し, レジスト現像装置により現像した.

(6) 深掘りドライエッチング (DRIE)

深掘りドライエッチング装置 (samco, RIE-800iPB-KU) を用いて, ボッシュプロセスのノッチフリーレシピを 140 サイクル行い, 活性層を 5 μm エッチングした. レジスト剥離液 ST-120 によりレジストを除去した.

(7) 裏面フォトリソグラフィ

脱水ベークし, 表面フォトレジスト (東京応化, TCIR-ZR8800), 裏面にポジ型レジスト (東京応化, PMER P-CY1000) をマニュアルスピコートにより塗布した. 裏面パターン用マスクを用いて両面露光装置 (SUSS Microtec, MA6 BSA SPEK-KU/3) により露光し, レジスト現像装置により現像した.

(8) 裏面 DRIE

深掘りドライエッチング装置を用いて, ボッシュプロセスを 160 サイクル行い, ハンドル層を 400 μm エッチングした. IPA, アセトン, ピラニア溶液でレジスト除去した.

(9) レーザーダイシング

レーザーダイシング装置 (東京精密, Mahoh Dicer ML200) を用いてウエハーをダイシングし, チップへ分割した.

(10) リリース

シリコン酸化膜犠牲層エッチング装置 (住友精密, MLT-SLE-Ox) を用いて犠牲層をエッチングし可動部をリリースした.

3.5.2 ナノギャップ創製実験

デバイスをアロンアルファ EXTRA を用いてアルミチップへ接着し, 十分に乾燥させた. デバイスホルダーへ固定し, 更に Z ステージ上へ固定した. アクチュエーターホルダーをアライナーの磁性ステージへ固定した. 顕微鏡観察下で XY ステージを用いてピンの位置を調節し, マイクロメーターヘッドを用いて Z ステージを降下させピンをタブへ挿入したのち, デバイスホルダーとアクチュエーターホルダーをボルトで締結した. 大気中で圧電アクチュエーターを動作させ, へき開によりギャップ

を創製した。創製したギャップを FE-SEM を用いて観察した。

3.5.3 ギャップ間隔制御

デバイスを装着したナノギャップ創製用治具を Fig. 3-6 の真空チャンバーへ導入し、真空引きした。Fig. 3-10 の測定回路を用いて非加熱 ($V_h = 0$)、ギャップ縮小用静電アクチュエーターの印加電圧 $V_{AN} = 0$ において、ギャップ拡大用静電アクチュエーターの電圧 V_{AW} を変化させながら静電容量変化 ΔC を測定した。

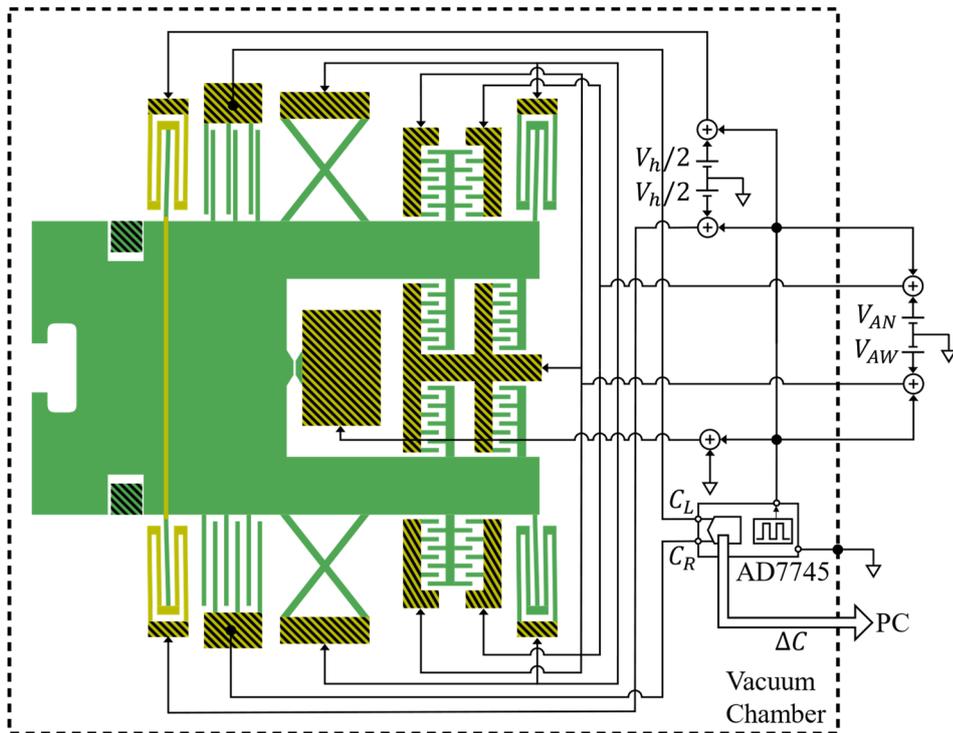


Fig. 3-10 Electrical circuits for measuring heat transfer between nanogap.

3.5.4 Raman 分光法によるギャップ間熱輸送測定

Fig. 3-10 の測定回路を用いて加熱状態 ($V_h \neq 0$)、ギャップ縮小用静電アクチュエーターの印加電圧 $V_{AN} = 60 \text{ V}$ において、ギャップ拡大用静電アクチュエーターの電圧 V_{AW} を変化させながら静電容量変化 ΔC を測定し、同時に顕微 Raman 分光装置によりシャトルの温度を測定した。

3.6 結果と考察

3.6.1 デバイス作製

Fig. 3-11 は作製したデバイスを顕微鏡で観察したものであり、電極の剥離は見られなかった。一方でデバイス層表面が黒く変色していた。この変色はリリースプロセス後にみられ、プロセス中にシリコン酸化膜犠牲層エッチング装置が不調となり、フッ化水素や触媒であるアルコールの流量を適切に制御できていなかったことが判明した。これによりエッチングレートが増加し、シリコン表面がダメージを受けたことが原因であると考えられる。

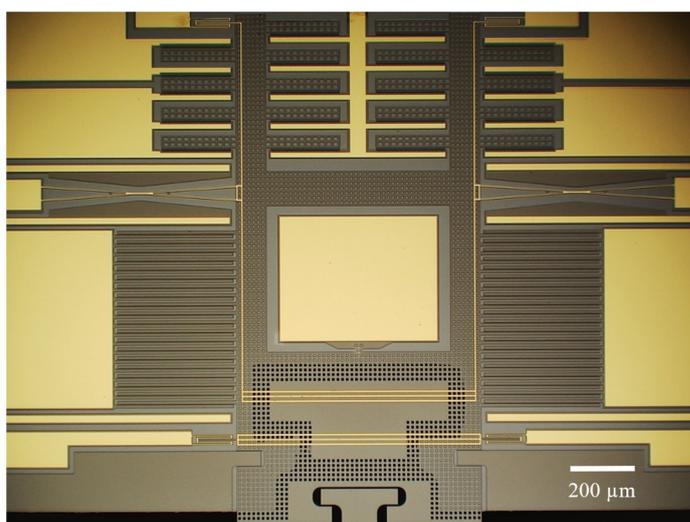


Fig. 3-11 Microscopic image of fabricated device.

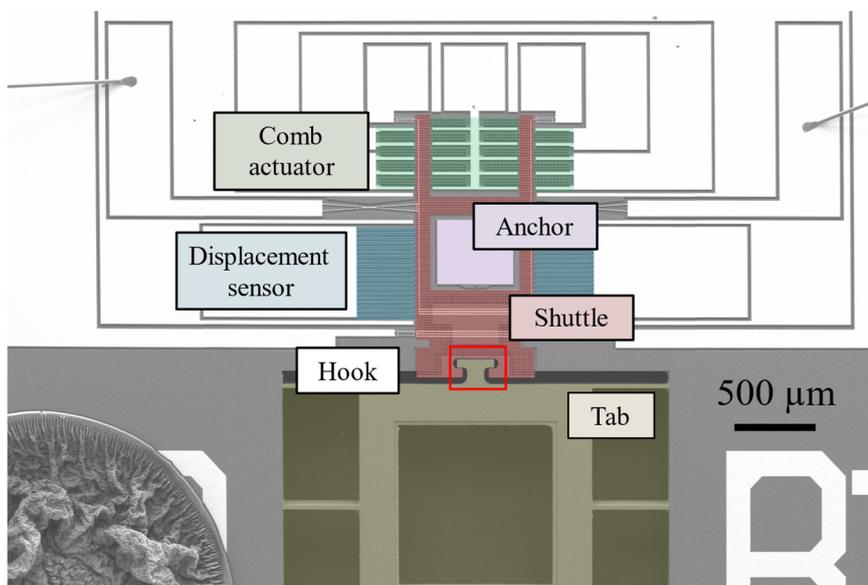


Fig. 3-12 SEM image of fabricated device.

3.6.2 ナノギャップ創製実験

デバイスをナノギャップ創製用治具へ装着し，大気中で圧電アクチュエーターを駆動させ，へき開させた．Fig. 3-13 はギャップが創製されたデバイスを FE-SEM で観察した結果である．亀裂は直線的ではなく，別の方向へ遷移が生じていた．同様の傾向は Fig. 3-14 に示すように別のデバイスでも見られた．

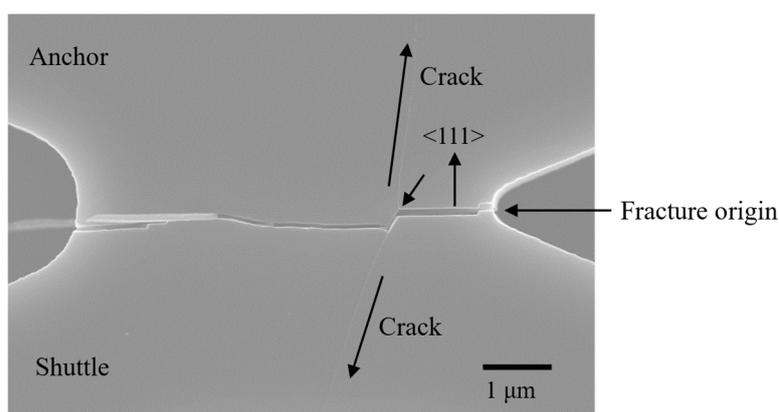


Fig. 3-13 FE-SEM images of the device after gap formation.

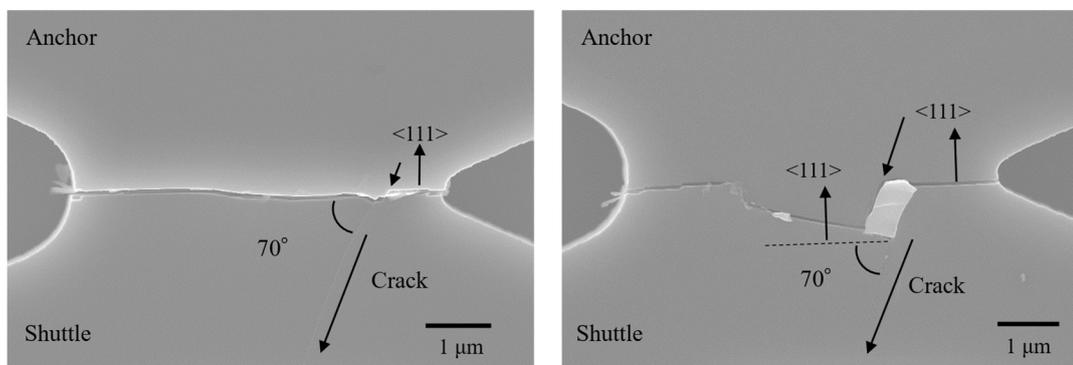


Fig. 3-14 FE-SEM images of the devices after gap formation.

この遷移は，設計時に切欠き付近のエッチングホールがずれ，上下非対称なデザインとなっていたことが原因であると考えられる．FEM 解析により，切欠きの曲率が大きな左側から破壊が進展すれば，遷移が生じない可能性が示唆された．（詳細は付録）そこで，集束イオンビーム（Focused Ion Beam: FIB）を用いて左側へ曲率の小さい切欠きを作製した．これにより一部のデバイスでは遷移は生じなくなり，直線状の亀裂となった．以後の測定は，大気中でへき開し，FE-SEM 観察により良好なギャップが得られたデバイス A（Fig. 3-15，支持梁デザイン A）とデバイス C（Fig. 3-16，支持梁デザイン C）を用いた．

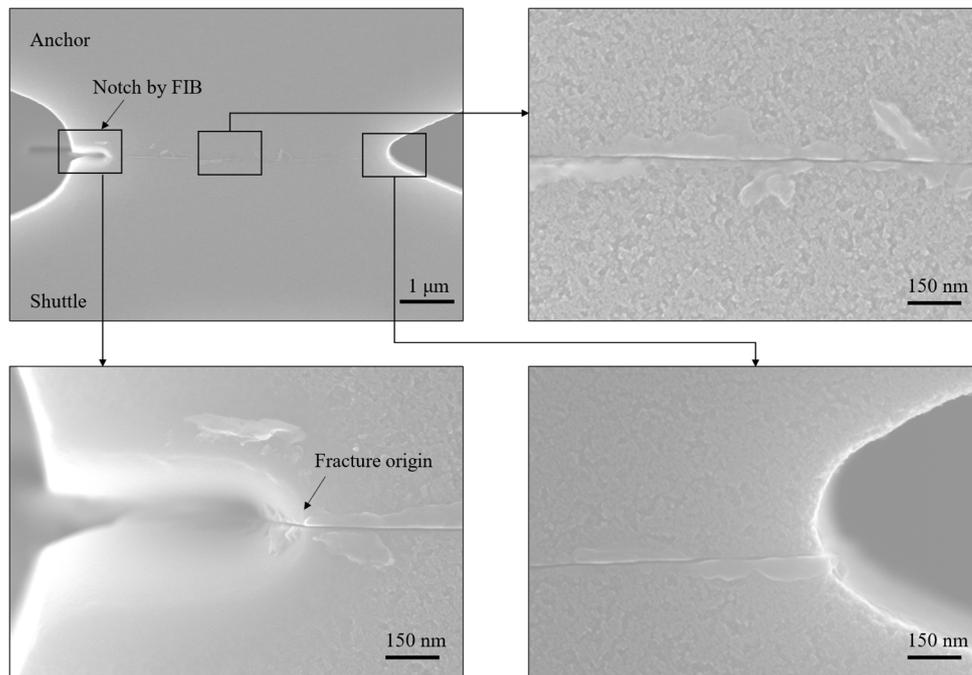


Fig. 3-15 FE-SEM image of fabricated gap of device A.

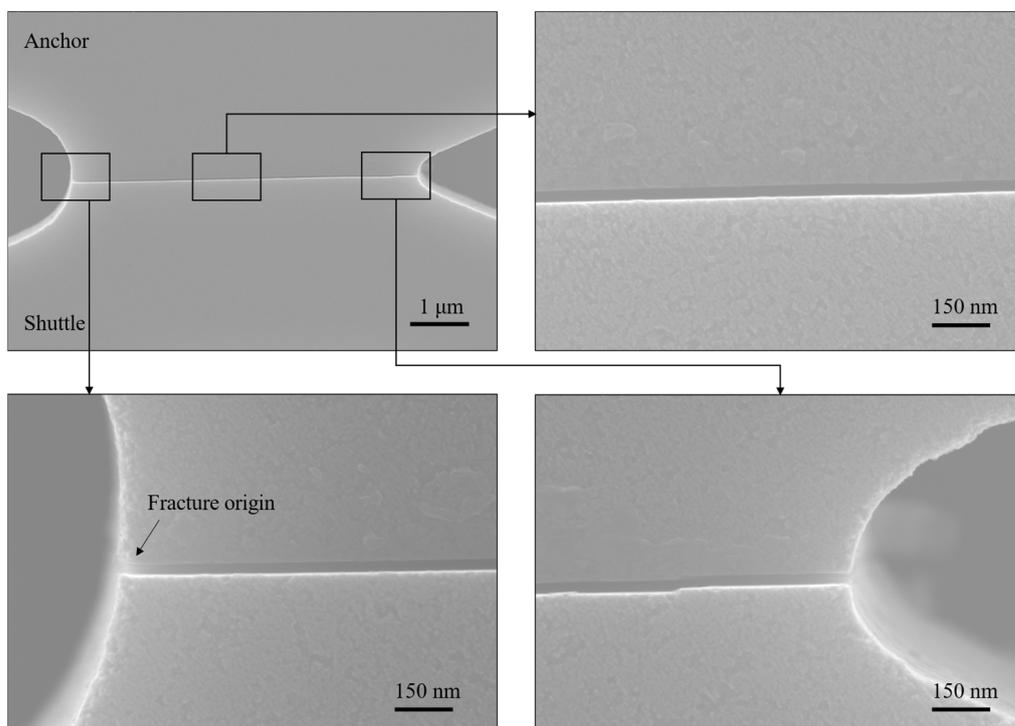


Fig. 3-16 FE-SEM image of fabricated gap of device C.

3.6.3 ギャップ間隔制御

デバイスを真空チャンバーへ導入し、真空引きした。圧力は 1 Pa で安定した。非加熱 ($V_h = 0$ V), ギャップ縮小用静電アクチュエーターの印加電圧 $V_{AN} = 0$ V において, ギャップ拡大用静電アクチュエーターの電圧 V_{AW} をデバイス A では 150-0V, デバイス C では 190-15V の範囲で段階的に減少させ, 静電容量変化 ΔC を測定した。

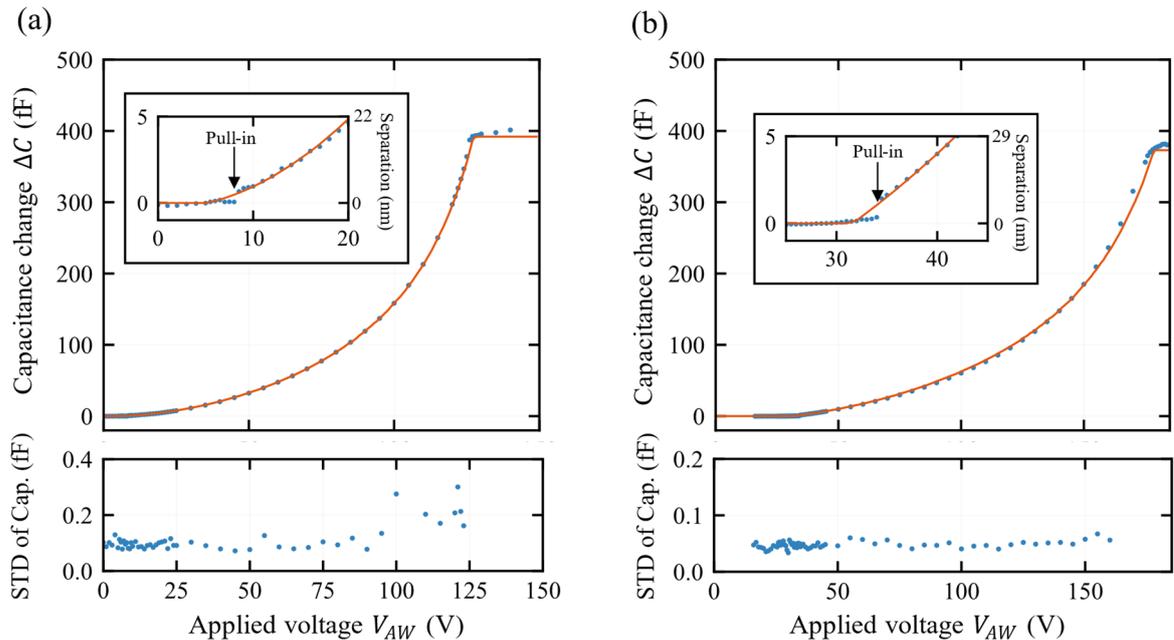


Fig. 3-17 Relationship between capacitance change (top) / standard deviation of capacitance change (bottom) and applied voltage on comb actuator. (a) Measurement result of device A. (b) Measurement result of device C.

Fig. 3-17 は静電アクチュエーターの印加電圧 V_{AW} と静電容量の関係と, 理論計算の結果である。デバイス A (Fig. 3-17(a)) では, 変位検出の感度は 0.177 fF/nm であった。pull-in 時の静電容量変化は 0.67 fF であり, 4 nm の間隔に相当する。静電容量変化の標準誤差はギャップが 100 nm 以下の領域で 0.10 fF であり, 0.6 nm の測定誤差に相当する。デバイス C (Fig. 3-17(b)) では, 変位検出の感度は 0.172 fF/nm であった。pull-in 時の静電容量変化は 1.2 fF であり, 7 nm の間隔に相当する。静電容量変化の標準誤差はギャップが 100 nm 以下の領域で 0.05 fF であり, 0.3 nm の測定誤差に相当する。

2章のデバイスのばね定数は 15.1 N/m であり, 最小ギャップ間隔が 14 ± 3 nm であったことから, 式(3-8)によりデバイス A (ばね定数 283 N/m), C (535 N/m) の最小ギャップ間隔はそれぞれ 6.7 ± 1.4 nm, 5.7 ± 1.2 nm であると予想される。デバイス C の最小ギャップ間隔はこの予想に十分近い。一方で, デバイス A の最小ギャップ間隔はデバイス C よりも大きくなると予想されるが, それよりも小

さい4 nm であった。これは、デバイス A のギャップが十分に平滑ではなく、ギャップが完全に閉じていないためであると推察される。デバイス C を基準に最小ギャップ間隔を求めると、8.2 nm と予想され、へき開面に 4 nm 程度の凹凸があった可能性がある。

3.6.4 Raman 分光法によるギャップ間熱輸送測定

ギャップ拡大用静電アクチュエーターの印加電圧 V_{AW} を 60 V に設定し、シャトルがアンカー・ストッパーと接触していない状態で加熱電極の両側に電圧 $V_h = 4$ V を印加した。ギャップ縮小用静電アクチュエーターの印加電圧 V_{AW} を 66 V に設定し、ギャップ拡大用静電アクチュエーターの電圧 V_{AW} をデバイス A では 140-10V, デバイス C では 185-15V の範囲で段階的に減少させ、静電容量変化 ΔC を測定した。同時に顕微 Raman 分光装置によりシャトルのマス中央の温度を測定した。真空チャンバー内の温度は AD7745 の内部温度計を用いて測定し、基準温度の校正に用いた。

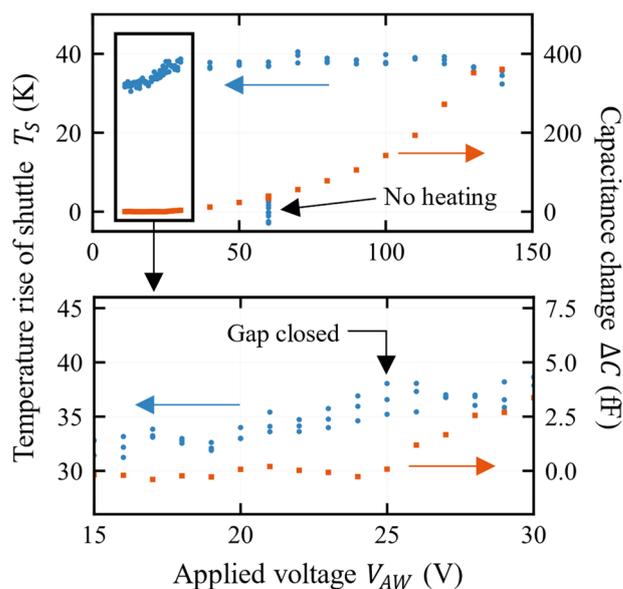


Fig. 3-18 Measured temperature rise of shuttle and capacitance changes as a function of applied voltage of comb actuator for gap widening of device A at heating voltage of 4.0 V.

Fig. 3-18 はデバイス A の静電アクチュエーターの印加電圧 V_{AW} に対するシャトル温度、及び静電容量の測定結果である。シャトルの温度上昇 T_s は 39 K であり、シャトルがアンカー・ストッパーと接触していないと考えられる印加電圧 $25 < V_{AW} < 120$ の範囲では、ほぼ一定で安定していることが分かる。 T_s は、静電容量からギャップが接触したと考えられる V_{AW} : 25 V から緩やかに減少しはじめ、最終的には 32 ± 0.4 K まで減少した。

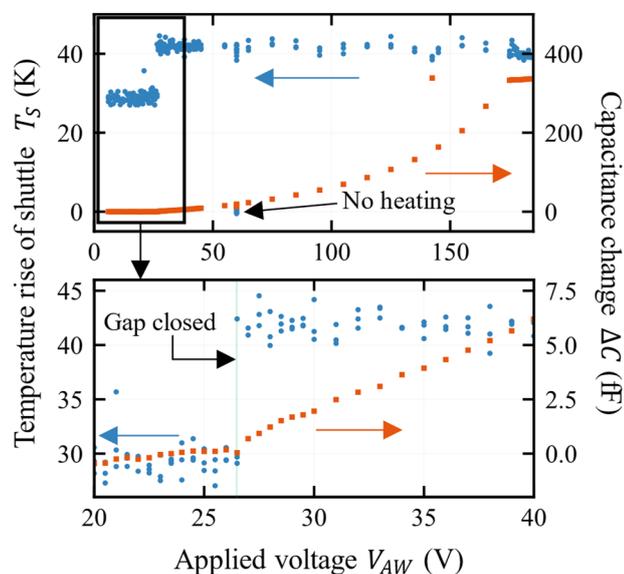


Fig. 3-19 Measured temperature rise of shuttle and capacitance changes as a function of applied voltage of comb actuator for gap widening of device C at heating voltage of 4.0 V.

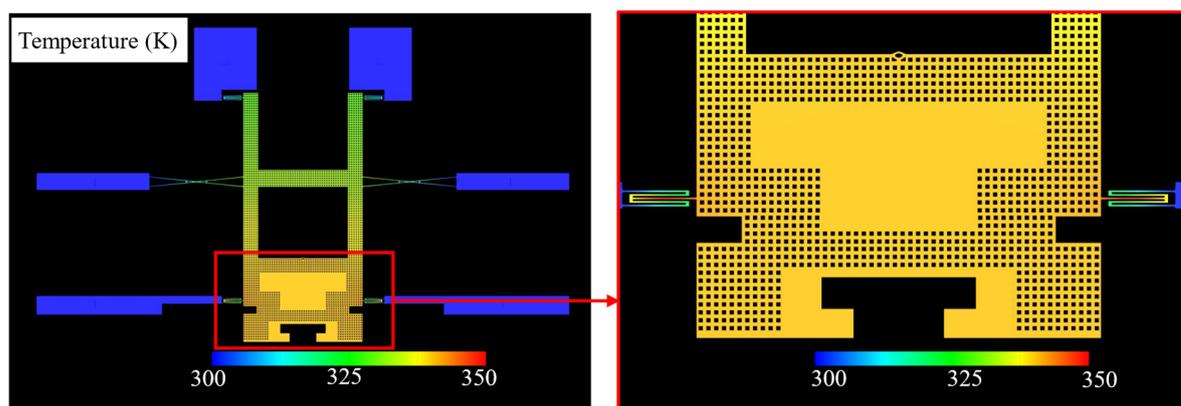


Fig. 3-20 Electrothermal analysis by FEM of device A.

Fig. 3-19 はデバイス C の静電アクチュエーターの印加電圧 V_{AW} に対するシャトル温度，及び静電容量の測定結果である．シャトルの温度上昇 T_S は 40 K であり，シャトルがアンカー・ストッパーと接触していないと考えられる印加電圧 $26.5 < V_{AW} < 175$ の範囲では，ほぼ一定で安定している． T_S は，静電容量からギャップが接触したと考えられる V_{AW} : 26.5 V で不連続に 29 K まで急落し， $V_{AW} < 26.5$ では再び安定し，ほぼ一定となった．

デバイス A のシャトルの温度変化とギャップ間熱輸送量の関係を FEM により計算した結果を Fig. 3-20 に示す．デバイス C についても同様の解析を実施したが，デバイス A との差は十分小さく測定誤差の範囲であった．シャトルの温度低下 ΔT_S とギャップ間熱輸送 Q_{gap} の関係は式(3-12)で表せる．

$$Q_{gap} = 6.0 \times 10^{-5} \Delta T_S \text{ (W)} \quad (3-12)$$

デバイス A, C 共にギャップが存在するときの熱輸送は測定誤差 1.5K 以下であると考えられ, これは今回測定されたギャップ間熱輸送が 9.0×10^{-5} W 以下であり, 単位面積当たりの熱流束は 3.0×10^6 W/m² 以下であったと計算できる. 一方で, 接触時の熱輸送はデバイス A では最大で 4.2×10^4 W, デバイス C では 6.6×10^4 W であり, 熱流束はそれぞれ 1.7×10^7 , 2.2×10^7 W/m² と計算される.

デバイス C の傾向は明らかにデバイス A と異なり, これは接触状態の違いによるものと考えられる. ギャップ接触後, V_{AW} が小さくなるにつれてギャップの接触応力は増加しており, デバイス A では, それに合わせて熱輸送量が増加していることから, この結果は Hertz の接触理論から予想される荒い面の接触熱伝導と類似性がある. このことは, 3.6.3 で予想されたようにへき開面に凹凸があり完全にギャップが接触していないという考察を強く裏付ける結果である.

デバイス C では接触時に不連続的な温度低下, すなわち熱コンダクタンスの急増が生じたが, ギャップの接触応力が増加しても熱コンダクタンスに大きな増加は見られていない. したがって, デバイス C では Hertz の接触理論の対象とする曲面と曲面の接触とは異なる接触, すなわち, 平面と平面の接触が生じていると考えることができる. このことはデバイス C のへき開面が平滑であることを強く示唆する結果である. 一方で, ギャップの pull-in まで有意な温度低下は見られず, ギャップが維持されている領域において有意なギャップ間熱輸送は測定できなかった.

そこで, デバイス C の加熱電圧を $V_h: 4.5$ V に増加させ, 再度同様の実験を行った. 結果を Fig. 3-21 に示す.

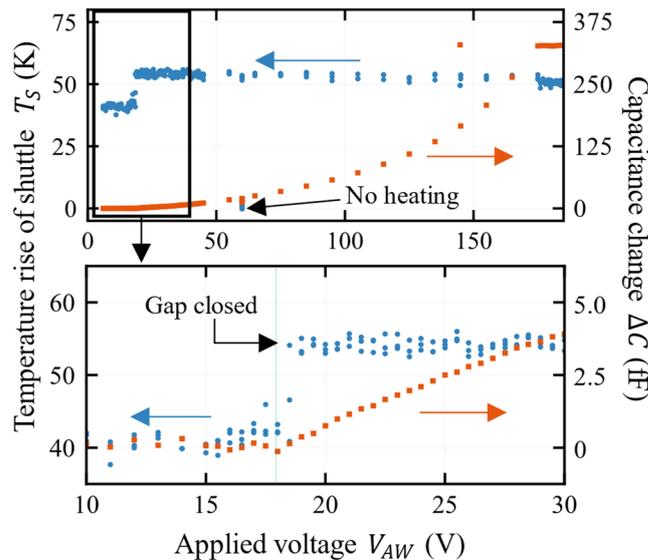


Fig. 3-21 Measured temperature rise of shuttle and capacitance changes as a function of applied voltage of comb actuator for gap widening of device C at heating voltage of 4.5 V.

$V_h = 4.0$ のときと異なり, pull-in による不連続な静電容量変化は生じておらず, ギャップが閉じたと考えられる V_{AW} : 18 V よりも大きい V_{AW} : 18.5 V の時点でシャトルの温度低下が見られている. pull-in が起こらず連続的な接触であることが予想され, この原因は支持梁が熱膨張により座屈し, シャトルが傾いたためであると考えられる. したがって, このデバイスは 50 K 以上の温度ではナノギャップの平行度を維持することができないことが分かる. V_{AW} : 19 V 以上では有意な温度変化が見られず, ギャップを維持したままギャップ間熱輸送を測定することはできなかった.

この実験により, ギャップ間隔制御とギャップ間温度差形成が提案したデバイス・電気回路を用いて同時実施でき, ギャップ間熱輸送測定において有効であることを実証した. 一方で, 有意なナノギャップ間熱輸送の測定のためには顕微 Raman 分光法は温度の測定精度・分解能が十分ではなく, より高精度・高分解能な温度測定方法を用いる必要があることが分かった.

3.7 まとめ

本章では, 間隔 10 nm 以下の単結晶シリコン Plate-Plate ナノギャップ間のギャップ間熱輸送とその間隔依存性の計測を行い, ナノギャップ間熱輸送のメカニズムの解明に資することを目的として, 単結晶シリコンのへき開によりギャップ創製, nm オーダー分解能を有するギャップ間隔制御, ギャップ間温度差形成が可能なナノギャップデバイスの開発と, 非接触・非侵襲で温度測定が可能な顕微 Raman 分光法を用いてギャップ一端の温度測定を行い, ギャップ間熱輸送を測定することを検討した.

複素誘電率理論モデルを用いて単結晶シリコンの近接場放射を数値計算し, 顕微 Raman 分光法によりギャップ間熱輸送測定が可能な単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイスの仕様を決定した. 仕様に基づいて, 単結晶シリコンのへき開によりギャップ創製, 櫛歯型静電アクチュエーターと静電容量型変位センサーを用いたギャップ間隔制御, シャトルのジュール熱加熱によるギャップ間温度差形成が可能なナノギャップデバイスを設計し, 微細加工技術を用いて SOI ウエハーから作製した. また, 真空中のデバイスを顕微 Raman 分光法により温度測定可能な真空チャンバー, 真空チャンバーへ導入可能なナノギャップ創製用治具, ピンをデバイスのタブへ位置合わせ・挿入可能なアライナーを設計・作製した. 更に, ギャップ間隔制御とギャップ間温度差形成を同時に実現できる電気回路を開発した.

作製したデバイス・治具を用いて, へき開によるギャップ創製を行い, 2 種類のデバイス A, C において平滑平面を有するギャップが得られたことを FE-SEM により確認した. これらのデバイスを真空チャンバーへ導入し, 非加熱状態でギャップの間隔制御を行った. デバイス A では, 変位検出感度 0.177 fF/nm, 検出標準誤差 0.10 fF であり, pull-in による変位量は 4 nm であった. デバイス C では, 変位検出感度 0.172 fF/nm, 検出標準誤差 0.05 fF であり, pull-in による変位量は 7 nm であった. デバ

イス C で測定された pull-in による変位量は、Lifshitz 力による pull-in の最小ギャップ間隔と支持梁のばね定数の関係から予想される最小ギャップ間隔と良く一致し、デバイス C では極めて平滑なギャップが得られたことが示唆された。一方で、デバイス A で予想される最小ギャップ間隔 8.2 nm は、測定された pull-in による変位量 4 nm よりも大きく、へき開面に 4 nm 程度の凹凸があった可能性がある。

シャトルを加熱電圧 V_h : 4.0 V でジュール熱加熱し、ギャップ間隔を制御しながら、同時に顕微 Raman 分光法によりシャトルの温度を測定した。デバイス A, C どちらもシャトルがアンカー・ストッパーと接触していないときには温度上昇がそれぞれ 39, 40 K で安定しており、提案したデバイス・電気回路によってギャップ間隔制御とギャップ間温度差形成の両立が可能であることを実証した。

デバイス A では、シャトルの温度 T_s はギャップが接触した時点から緩やかに減少しはじめ、 32 ± 0.4 K まで減少した。ギャップの接触応力が増加するにつれてシャトルの温度が減少していることから、へき開面に凹凸があり、ギャップの接触は、Hertz の接触であった可能性がある。デバイス C では接触時に熱コンダクタンスの急増が生じたが、ギャップの接触応力が増加しても熱コンダクタンスに大きな増加は見られず、ギャップの接触は平面と平面であり、へき開面が平滑であることが示唆された。デバイス A, C でギャップの pull-in まで有意な温度低下は見られず、ギャップが維持されている領域において有意なギャップ間熱輸送は測定できなかった。

デバイス C では、同様の実験を V_h : 4.5 V についても実施したが、pull-in が起こらず連続的な接触が生じた。この原因は支持梁が熱膨張により座屈し、シャトルが傾いたためであると考えられ、50 K 以上の温度差ではナノギャップの平行度を維持することができない可能性が示唆された。

今回の測定では顕微 Raman 分光法による温度測定精度が不十分であり、ギャップの平行度を維持したまま形成可能なギャップ間温度差も 40 K 程度と小さかったため、ギャップを維持したままギャップ間熱輸送を有意に測定することはできなかった。有意なナノギャップ間熱輸送の測定のためには、(1)より高精度・高分解能な温度測定方法と(2)支持梁の熱膨張による座屈を低減し、ギャップ間温度差を拡大することが必要となる。(1)の解決方法としては、紫外光を用いた単結晶シリコンの共鳴 Raman 効果を用いることが挙げられる。共鳴 Raman 効果では Raman 信号強度が大幅に増幅されるため、測定時間の短縮によって測定数を大幅に増加させることができるため、精度を向上できると考えられる。(2)の原因としては、Folded-flexure 型支持梁が座屈しやすい構造であることが挙げられるため、X 状梁へ変更することで改善が期待できる。また、ウエハーの厚みを増加させ厚み方向の剛性を向上させることも座屈の有効な解決策となり得る。これらの解決策によりギャップ間熱輸送を有意に測定することが期待される。

参考文献

- [1] 霜降 真希, 平井 義和, 土屋 智由, and 田. 修, "顕微ラマン分光を用いた単結晶シリコンへき開ナノギャップ間の温度差測定," *実験力学*, vol. 19, no. 1, pp. 13-18, 2019, doi: 10.11395/jjsem.19.13.
- [2] M. Balkanski, R. F. Wallis, and E. Haro, "Anharmonic effects in light scattering due to optical phonons in silicon," *Phys. Rev. B*, vol. 28, no. 4, pp. 1928-1934, 1983, doi: 10.1103/PhysRevB.28.1928.
- [3] T. R. Hart, R. L. Aggarwal, and B. Lax, "Temperature Dependence of Raman Scattering in Silicon," *Phys. Rev. B*, vol. 1, no. 2, pp. 638-642, 1970, doi: 10.1103/PhysRevB.1.638.
- [4] M. Gan and V. Tomar, "An in situ platform for the investigation of Raman shift in micro-scale silicon structures as a function of mechanical stress and temperature increase," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 85, no. 1, p. 013902, 2014, doi: 10.1063/1.4861201.
- [5] C. J. Fu and Z. M. Zhang, "Nanoscale radiation heat transfer for silicon at different doping levels," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 49, no. 9-10, pp. 1703-1718, 2006, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2005.09.037.
- [6] S. Basu, B. J. Lee, and Z. M. Zhang, "Near-Field Radiation Calculated With an Improved Dielectric Function Model for Doped Silicon," *Journal of Heat Transfer*, vol. 132, no. 2, 2010, doi: 10.1115/1.4000179.

第4章

サーモリフレクタンス法を用いた ナノギャップ間熱輸送測定

4.1 はじめに

3章では Raman 分光法による温度測定を用いたナノギャップ間熱輸送測定を検討した。しかしながら、ギャップの pull-in 直前における温度変化の測定には sub K オーダーの温度分解能と精度が必要であり、顕微 Raman 分光法による温度測定では分解能・精度ともに十分でないことが分かった。顕微 Raman 分光法では、温度推定に用いたシリコンの F2g ピークシフトが温度変化に対して微小であり分光性能にも限界があることから、sub K オーダーの分解能で温度測定することは原理的に困難である。

より高い温度分解能を有する温度測定方法としてサーモリフレクタンス (TR) 法が挙げられる。TR 法は材料表面の反射率が温度により変化する特性を利用し、温度を推定する方法である。Raman 分光法と同様に光学的方法であり、非侵襲、非接触、高速、高空間分解能、高温度分解能、高精度な温度測定が可能であるため、ナノマイクロ材料の温度・熱物性測定に広く利用されている。^[1-7]最近では、金ナノワイヤーの温度マッピングなども報告されており、^[8]MEMS など微細な 3 次元構造を有する材料に関して高空間・温度分解能での温度マッピングも実現しつつあることから、^[9,10]ナノギャップ間熱輸送測定において高い適用可能性があると考えられる。一方で、TR 法の測定対象は、高反射率な金属材料を表面へ成膜し、測定中の揺らぎを低減するため牢固に固定された試料が多い。したがって、本研究で作製したデバイスのように非金属材料の浮動・可動構造を対象とした事例は僅少であり、TR 法による測定実現性を評価する必要がある。

本章では、TR 法による単結晶シリコンへき開面ナノギャップ間熱輸送計測を検討する。まず、TR 測定の光学系構築のため、バンド間遷移・バンド端-フォノン相互作用、自由キャリアの影響を考慮した誘電率モデルを用いて単結晶シリコンの TR 係数を理論計算した。更に、得られた TR 係数を参考に TR 光学測定系を構築し、3章で作製したナノギャップデバイス、治具、真空チャンバーを用いてシャトルを加熱しながらギャップ間隔変化させ、シャトルの温度を TR 法により測定した。測定結果を理論計算と比較することにより、単結晶シリコンへき開面ナノギャップ間熱輸送測定への TR 法の適用可能性を評価した。

4.2 単結晶シリコンの TR 係数の数値計算

物質の温度が変化すると、熱膨張による体積変化や電子状態密度の分布変化が生じる。体積変化はプラズマ周波数と電子エネルギーバンド構造を変化させ、電子状態密度の分布変化は遷移確率を変化させる。^[11]結果として、物質の複素誘電率は変化し、材料表面の反射率の変化として実験的に観測される。反射率と温度の関係はどの波長の光でも多くの材料で線形であることが知られており、TR 法ではこの関係を用いて反射率から温度を推定する。TR 法の原理上、測定する材料は次の特性が必要となる。

- ① 反射率が高い。
- ② 単位温度あたりの反射率変化 (TR 係数) が大きい。
- ③ TR 係数の温度依存性が小さい。

したがって、測定では条件①–③を満たす金やモリブデンなどの金属を反射膜として対象表面に成膜するのが一般的である。また、TR 係数は金やモリブデンでも $10^{-3} \sim 10^{-4}$ 程度と微小な変化であり、高精度・高分解能な測定には高い技術が必要であった。しかし、最近では光学素子や高感度光検出技術の発達に伴い、反射率や TR 係数が小さい非金属材料についても TR 法による温度・熱物性測定の報告が増加してきている。^[6,12,13]特に、単結晶シリコンは半導体デバイスや MEMS において広く利用されている材料であり、それらの温度分布や熱特性を評価する上で単結晶シリコンの TR 法による温度・熱物性測定は重要な役割を果たすと考えられる。しかしながら、単結晶シリコンの TR 係数についての実験的・理論的報告はほとんどないため、条件①–③を満たす光波長や温度域がよく分かっておらず、測定のためのプローブ光や光学素子の選定が困難であるという課題があった。そこで単結晶シリコンの複素誘電率の理論モデルを用いて TR 係数を数値計算する。

TEM00 モードのガウシアンビームとみなすことができるプローブ光が収差を無視できるレンズによって集光され、真空、あるいは空気中から材料表面に垂直に入射する場合を考える。ビームウエストの直径がレーザー波長より十分に大きく、近軸近似が適用できる場合、入射光は材料表面に垂直に入射する平面波光として近似できる。^[14]したがって、材料の複素誘電率が $\hat{\epsilon} = \epsilon_1 + i\epsilon_2$ で与えられるとき、観測される反射率 R は垂直入射のフレネルの式を用いて次のようにかける。

$$R = \frac{(n-1)^2 + \kappa^2}{(n+1)^2 + \kappa^2} \quad (4-1)$$

$$\epsilon_1 = n^2 - \kappa^2 \quad (4-2)$$

$$\epsilon_2 = 2n\kappa \quad (4-3)$$

ここで、 n 、 κ は材料の屈折率と消衰係数である。基準温度 T_0 から ΔT 温度が上昇すると、反射率は次式のように変化する。^[6]

$$\frac{\Delta R}{R} \approx \frac{4(n^2 - \kappa^2 - 1)\Delta n + 8n\kappa\Delta\kappa}{[(n-1)^2 + \kappa^2][(n+1)^2 + \kappa^2]} \quad (4-4)$$

Δn , $\Delta\kappa$ は温度上昇 ΔT による屈折率と消衰係数の変化を表す. TR 係数 C_{TR} はこの $\Delta T \rightarrow 0$ 極限であり,

$$C_{TR} = \frac{1}{R} \frac{\partial R}{\partial T} \quad (4-5)$$

で定義される. したがって, TR 係数は材料の温度依存性を考慮した複素誘電率 ϵ から計算できる.

バンド間遷移, バンド端-フォノン相互作用, 自由キャリアを考慮した単結晶シリコンの複素誘電率理論モデル ϵ_{Si} (付録) を用いて反射率と TR 係数を 200-800 nm の波長範囲と 300-500 K の温度範囲で計算した. [15]なお, 単結晶シリコンの不純物濃度による TR 係数への影響は全波長・温度で無視できるため, 低濃度の結果のみを示す.

Fig. 4-1(a)は 300, 350, 400, 450, 500 K の単結晶シリコンについて, 反射率と波長の関係を計算したものであり, 単結晶シリコンの反射率は 300-500K の範囲では傾向に大きな変化は無いことが分かる. 500 nm 以上の波長では反射率は単調に減少し, TR 法に使用する場合にはより短波長の方が有利である. 一方で, 500 nm 以下の波長では振動する挙動が確認でき, 280 nm で最大 70%程度の反射率となる. したがって, 紫外領域のレーザーを用いる場合は 280 nm 付近の波長が反射率の点では有利である.

Fig. 4-1(b) は 300, 350, 400, 450, 500 K の単結晶シリコンについて, TR 係数と波長の関係を計算したものであり, 緑色のプロットは Balzarotti と Grandolfo^[12]により 300 K で測定された結果である. TR 係数の計算結果は Balzarotti と Grandolfo により 300 K で測定された結果と比べ, 絶対値が異なる部分があるが, 傾向は良く一致しており, 測定のためのプローブ光波長や光学素子の選定の指針としては十分利用できることが分かる. 絶対値が異なる部分については, Balzarotti と Grandolfo らの測定では試料の表面粗さ, 表面酸化膜, 表面吸着層などの影響が原因であると考えられる. [16, 17]

Fig. 4-1(b)は, 曲線が縦に広がっている波長では TR 係数の温度依存性が高いことを示しており, 条件③を満たさないために TR 測定には適さない可能性があることが分かる. TR 係数の大きさに注目すると, 500 nm 以上の波長では TR 係数は単調に減少するため, 反射率と同様に波長が短い方が測定には有利であると考えられる. 一方で, 500 nm 以下の波長では TR 係数の挙動は複雑になり, 特に 240, 295, 330, 370, 400 nm 付近で大きな変化が生じていることが分かる. これは単結晶シリコンのバンド構造の臨界点によるものであることが Balzarotti と Grandolfo らにより指摘されている. [12]TR 係数は波長 365nm と 380nm 付近で絶対値が最大になるが, 温度依存性が著しく大きく, TR 係数の直線性が悪い. 300~500 K の範囲で TR 係数が大きく温度依存性が小さい波長は, 270 nm (TR 係数: $-1.15 \times 10^{-4} \pm 1\% K^{-1}$), 285 nm ($-1.2 \times 10^{-4} \pm 3\% K^{-1}$), 310 nm ($1.6 \times 10^{-4} \pm 6\% K^{-1}$), 435 nm ($1.5 \times 10^{-4} \pm 1\% K^{-1}$) である.

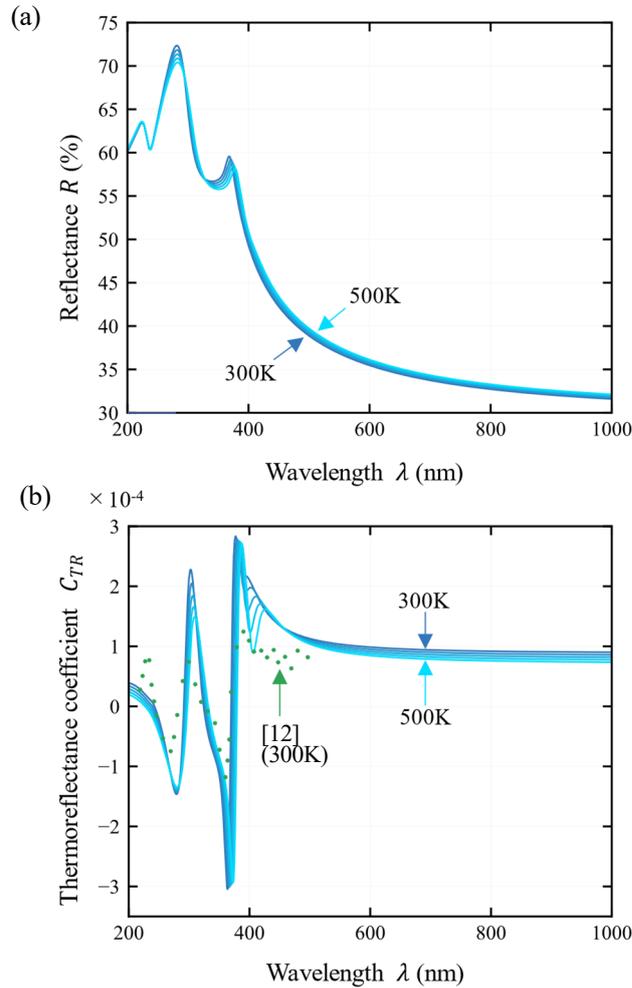


Fig. 4-1 Calculated (a) reflectance and (b) TR coefficient of intrinsic SCS at 300, 350, 400, 450, 500 K. The green circles are experimentally measured values from ref. 12 at 300 K.

次に代表的な波長として、266 (FHG-YAG), 308 (XeCl), 355 (THG-YAG), 365 (Hg: i-line), 405 (Hg: g-line), 436 (Hg: h-line), 488 (InGaN), 532 (SHG-YAG), 642 nm (AlGaInP) について 300-500 K の範囲で TR 係数を計算した結果を Fig. 4-2 に示す。

Fig. 4-1(b)では、波長が 365 nm のときは TR 係数自体は大きいですが、温度依存性が大きく、TR 測定には不適であると予想された。しかしながら、Fig. 4-2 では、325 K 付近で TR 係数は極値をとることが分かり、それを中心とした狭い温度域においては TR 係数は大きな絶対値と小さな温度依存性を両立するため、感度と精度を両立した測定が可能であることを示唆している。同様に、308, 405 nm も 300 K 付近で TR 係数は極大値をとり、大きな絶対値と小さな温度依存性を両立するため高感度・高精度なプローブ光として有効である。一方で、355 nm は TR 係数は大きいですが、全温度域で温度依存性が大きく TR 測定には適さない。266, 436, 488, 532, 642 nm では、TR 係数が大きく全温度域で温度依

存性も小さいため、特に測定対象の温度分布や変動が大きい場合に有効な波長となる。

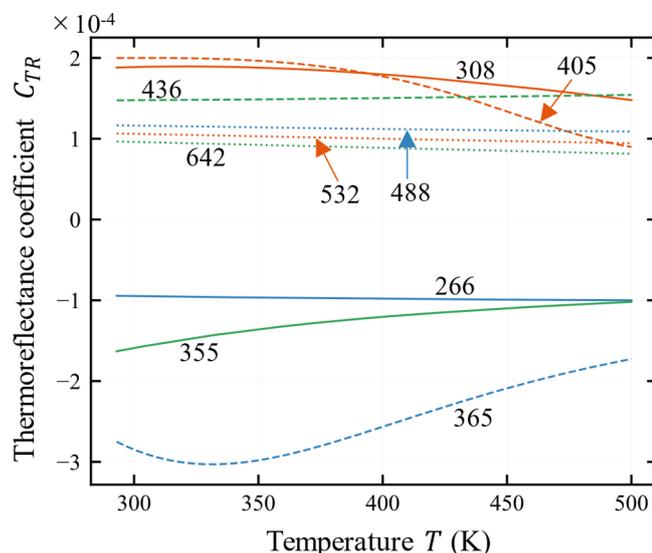


Fig. 4-2 Calculated TR coefficient of intrinsic SCS at 266, 308, 355, 405, 365, 436, 488, 532, 642 nm between 300–500 K.

4.3 TR 測定系

4.3.1 TR 測定用光学系

一般的な TR 法では、測定対象を変調加熱し位相検波することで光学素子の微小な位置変動による検出信号のドリフトやノイズを低減させている。しかし、作製したナノギャップデバイスでは高周波で周期加熱することが難しく、熱膨張によってシャトルが微小変位・振動しギャップ間隔が変動することも考えられるため、この方法は使用できない。したがって、ドリフトや電気ノイズが小さく高精度な測定を行うためには、光学素子の位置変動を限りなく低減した光学系を構成する必要がある。そこで、光学定盤へ光学素子を全てボルトで締結し、温調されたボックス内に設置することによって、測定中における光学素子の位置変動が最小限になるようにした。プローブ光は長波長の方が光学素子の位置変動による影響は小さくなる。したがって、4.2 項から TR 係数が大きく、温度依存性が小さいと予想され、長波長である 642 nm のレーザーを採用した。また、反射光強度変化を高感度・高精度で測定するため、受光器にはバランス型光検出器を用いた。構成した TR 測定用光学系の概要を Fig. 4-3 に示す。

この光学系では、ファンクションジェネレーターの変調信号により 642 nm のレーザーを強度変調して光ファイバーを介して出力し、コリメーターにより平行光にしたのち、ビームスプリッターで分岐させる。一方は ND フィルターにより減光させ、バランス型光検出器の受光器 1 へ入射させる。も

う一方は対物レンズによりデバイス表面へ集光させ、反射光をビームスプリッターにより直角に曲げ、バランス型光検出器の受光器2へ入射させる。バランス型光検出器により受光器1, 2の入射光強度の差動を電圧信号に変換し、ロックインアンプへ入力する。ファンクションジェネレータの変調信号を参照信号としてロックインアンプで入力信号を復調し、反射光強度変化として出力する。デバイスはLEDとCCDを用いて観察でき、測定時にはシャッターにより光学系を分離する。

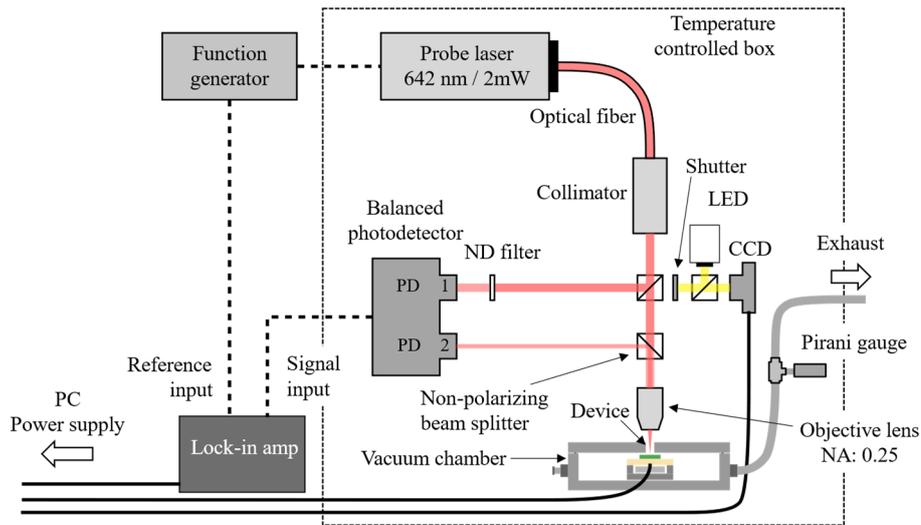


Fig. 4-3 Optical system for TR measurement of the nanogap device.

バランス型光検出器により高感度・高精度に反射率変化を測定できる原理は次の通りである。コリメーターから出力される入射光の強度を I_0 、ND フィルターの減光率を C_{ND} とする。デバイス表面の反射率が R_0 から ΔR 変化すると、受光器1表面の参照光強度 I_1 と受光器2表面の反射光強度 I_2 はそれぞれ以下の式で表せる。

$$I_1 = \frac{1}{2} C_{ND} I_0 \quad (4-6)$$

$$I_2 = \frac{1}{8} (R_0 + \Delta R) I_0 \quad (4-7)$$

ここで、初期状態において、

$$\frac{1}{2} C_{ND} I_0 = \frac{1}{8} R_0 I_0 \quad (4-8)$$

が成り立つように C_{ND} を調整すると、バランス型光検出器によって検出される差動光強度は、

$$I_2 - I_1 = \frac{1}{8} \Delta R I_0 \quad (4-9)$$

で与えられる。したがって、反射光強度変化 $\Delta R I_0$ のみを選択的に測定でき感度を高めることができる。反射率変化は、 C_{ND} を調整した際に受光器2の反射光を遮断して、 I_1 を測定することにより、

$$\frac{I_2 - I_1}{I_1} = \frac{(R_0 + \Delta R) - R_0}{R_0} = \frac{\Delta R}{R_0} \quad (4-10)$$

で計算できる。また、レーザー強度 I_0 が δI_0 変動した場合にも、

$$\frac{1}{2} C_{ND} (I_0 + \delta I_0) = \frac{1}{8} R_0 (I_0 + \delta I_0) \quad (4-11)$$

は依然として成り立っており、

$$I_2 - I_1 = \frac{1}{8} \Delta R (I_0 + \delta I_0) \quad (4-12)$$

が成り立つ。したがって、レーザー強度変動が ΔR へ与える影響は $\Delta R (\delta I_0 / I_0)$ であり、 δI_0 が I_0 に比べて小さい場合には ΔR の測定には殆ど影響を与えず、 $\Delta R / R$ を高精度に測定できる。

光学素子の詳細なスペックは付録に示す。

4.3.2 TR 測定用真空チャンバー保持具設計

Fig. 4-3 の光学系では対物レンズが水平に設置されており、デバイスを垂直に保持する必要がある。顕微 Raman 分光法の構成と同じにするため、Fig. 3-6 の真空チャンバーを垂直に保持可能な治具 (Fig. 4-4) を設計した。この治具は XY ステージと L 字金具から構成されており、XY ステージが固定された L 字金具を光学定盤へボルトで締結し、更に真空チャンバーを XY ステージに固定することで真空チャンバーを垂直に保持する。デバイスの位置は XY ステージにより調整し、その後クランプにより固定する。

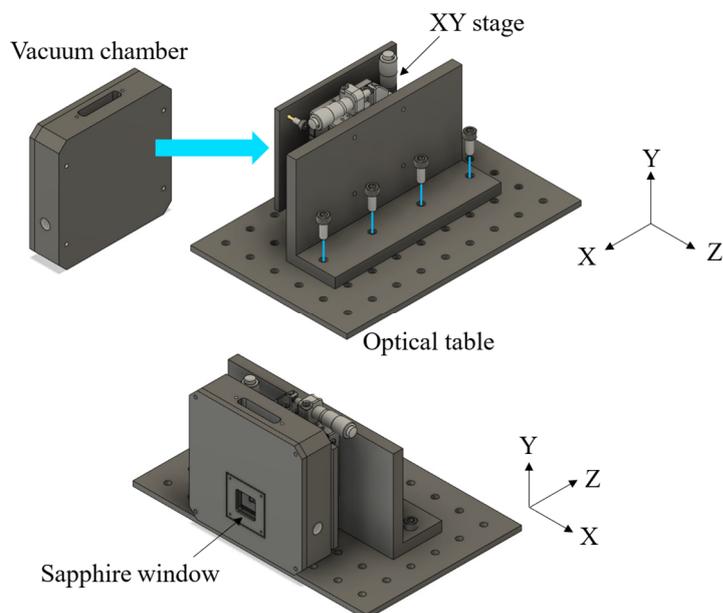


Fig. 4-4 Jig for holding vacuum chamber vertically.

4.4 実験

4.4.1 大気中ナノギャップ創製

作製したデバイスをナノギャップ創製用治具へ装着し、大気中で圧電アクチュエーターによりピンを変位させ、へき開させた。その後、デバイスを治具から一度取り外し、創製したギャップをFE-SEMにより観察した。

4.4.2 顕微 Raman 分光法による加熱温度校正

デバイスを再度ナノギャップ創製用治具へ装着し、ワイヤーボンディングによって配線したのち、図の真空チャンバーへ取り付け、真空引きした。静電アクチュエーターへ電圧を印加し、シャトルがアンカー・ストッパー両方と非接触な状態を維持しながら、シャトルを加熱し、加熱用電極の印加電圧とシャトルの温度変化の関係を顕微 Raman 分光法により校正した。

4.4.3 TR 法によるギャップ間熱輸送測定

真空チャンバーを顕微 Raman 分光装置から取り外し、TR 測定用光学系へ Fig. 4-4 の治具を用いて垂直に設置した。温度測定位置を CCD で観察し調整した。真空引き後、非加熱状態で静電アクチュエーターへ電圧を印加し、ギャップ間隔の変化を変位センサーにより測定し、同時に TR 測定も並行して行った。加熱用電極の印加電圧を増加させ、同様にギャップ間隔を制御しながら TR 測定を行った。

4.5 結果および考察

4.5.1 大気中ナノギャップ創製

創製したギャップのFE-SEM観察像を図に示す。デバイスの表面が酷く荒れており、亀裂も直線的ではない。しかしながら、ギャップは完全に閉じており、へき開面は平滑であると考えられるため、ギャップ間熱輸送測定への影響は小さいと考えられる。ギャップの横幅は $5.0\ \mu\text{m}$ と測定され、ギャップ面積は $25\ \mu\text{m}^2$ であった。

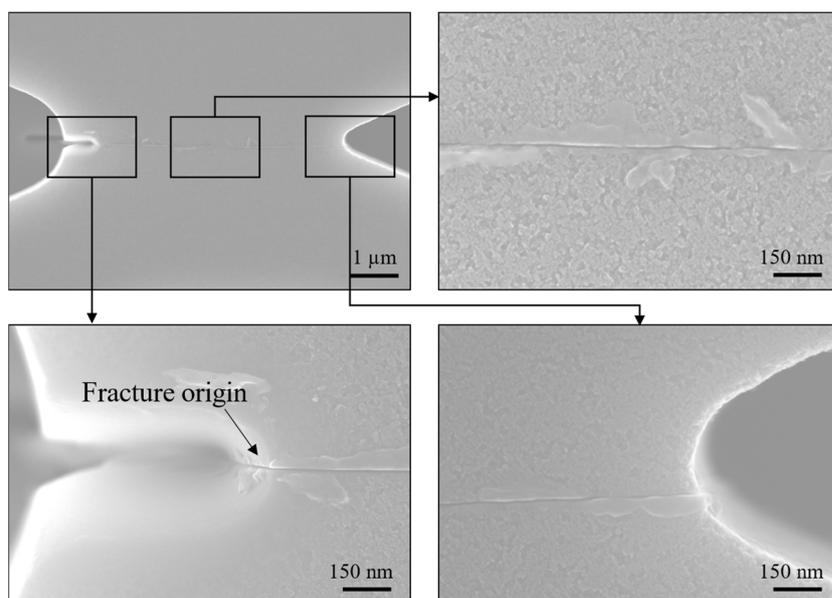


Fig. 4-5 FE-SEM image of fabricated nanogap.

4.5.2 顕微 Raman 分光法による加熱温度校正

4.5.1 のデバイスを用いて真空中で静電アクチュエーターへ電圧 $100\ \text{V}$ を印加し、シャトルがアンカー・ストッパーと接触していないことを確認した。非接触状態を維持したまま、加熱用電極の両側に $2.0\sim 6.5\ \text{V}$ の電圧を $0.5\ \text{V}$ 刻みで印加し、シャトルのマス中央部の温度変化を Raman 分光法により測定した。結果を Table 4-1 に示す。

Table 4-1 Temperature rise measured by Raman micro-spectroscopy against heater voltage.

Heater voltage (V)	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5	5.0	5.5
Temp. rise (K)	9.2 ± 0.4	14.6 ± 0.4	22.4 ± 1.0	31.7 ± 0.8	42.7 ± 1.6	54.5 ± 0.2	66.9 ± 0.7	81.2 ± 1.3

4.5.3 TR 法によるギャップ間熱輸送計測

TR 測定用光学系の焦点位置（デバイス表面）におけるスポット径はナイフエッジ法により測定され、 $5.8 \mu\text{m}$ であった。真空チャンバーを TR 測定用光学系へ Fig. 4-4 の治具を用いて垂直に設置し、CCD で観察し測定位置がマス中央部になるように位置調整した。真空にしたのち、ギャップ縮小用静電アクチュエーターへ 60 V 、ギャップ拡大用静電アクチュエーターへ 100 V の電圧を印加し、非加熱・静止状態で ND フィルターの減光率 C_{ND} を調整し、TR 測定を行った。

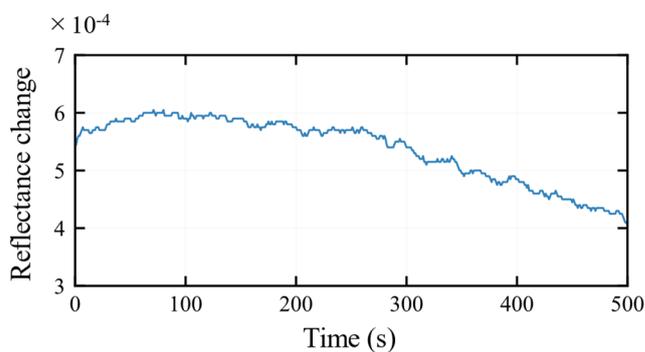


Fig. 4-6 Reflectance drift measurement of TR measurement system.

測定では、500 秒間で約 2×10^{-4} のドリフトが見られたが、その変化は緩やかであった。

次に、縮小用アクチュエーターの印加電圧は維持したまま、非加熱状態でギャップ拡大用静電アクチュエーターの印加電圧を 150 V から 15 V まで変化させ、ギャップ間隔を変位センサーにより測定した。同時に TR 測定も平行して行った。Fig. 4-7 は静電アクチュエーターの印加電圧と静電容量の関係と、理論計算の結果である。変位検出の感度は 0.18 fF/nm であり、最小ギャップ間隔は 10 nm であった。静電容量変化の標準誤差はギャップが 100 nm 以下の領域で 0.06 fF であり、 0.3 nm の測定誤差に相当する。

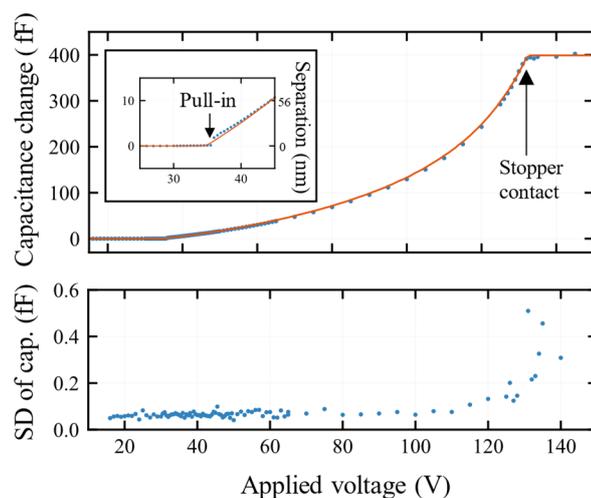


Fig. 4-7 Relationship between capacitance change (top) / standard deviation of capacitance change (bottom) and applied voltage on comb actuator. Blue circles are measured and red curve is analysis.

Fig. 4-8 は TR 測定と静電容量変化の時系列データであり、非加熱状態であるにもかかわらずシャトルの変位に対応して反射率が変化している。特にシャトルがアンカーと接触した時点に対応して 14×10^{-4} の大きな反射率変化がみられているため、この変化は光学系に起因するノイズやドリフトではない。この現象については加熱時の結果も踏まえて 4.5.4 で詳しく考察する。

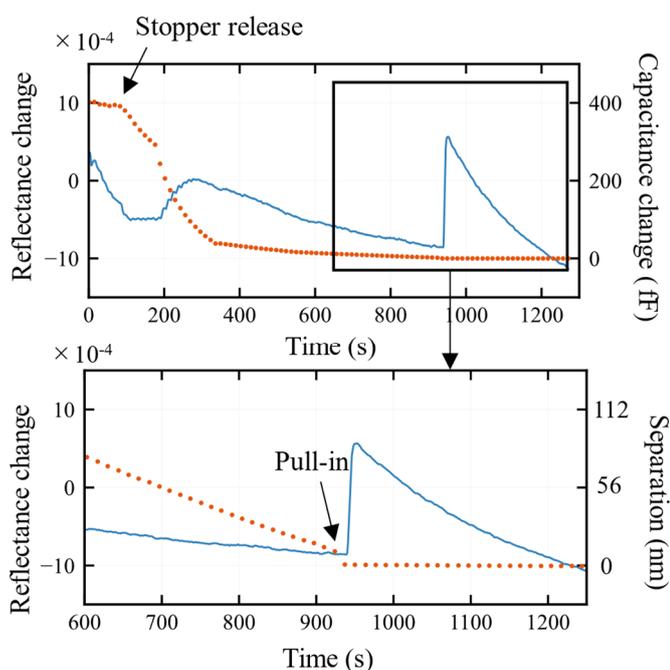


Fig. 4-8 Time series data of reflectance change and capacitance change without heating shuttle.

次に、加熱電圧を2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5 V印加して同様に測定を行った。加熱電圧により、受光器1,2のバランスが崩れたため、測定の始めにNDフィルターの減光率を調整し、受光器1,2のバランスを取った。

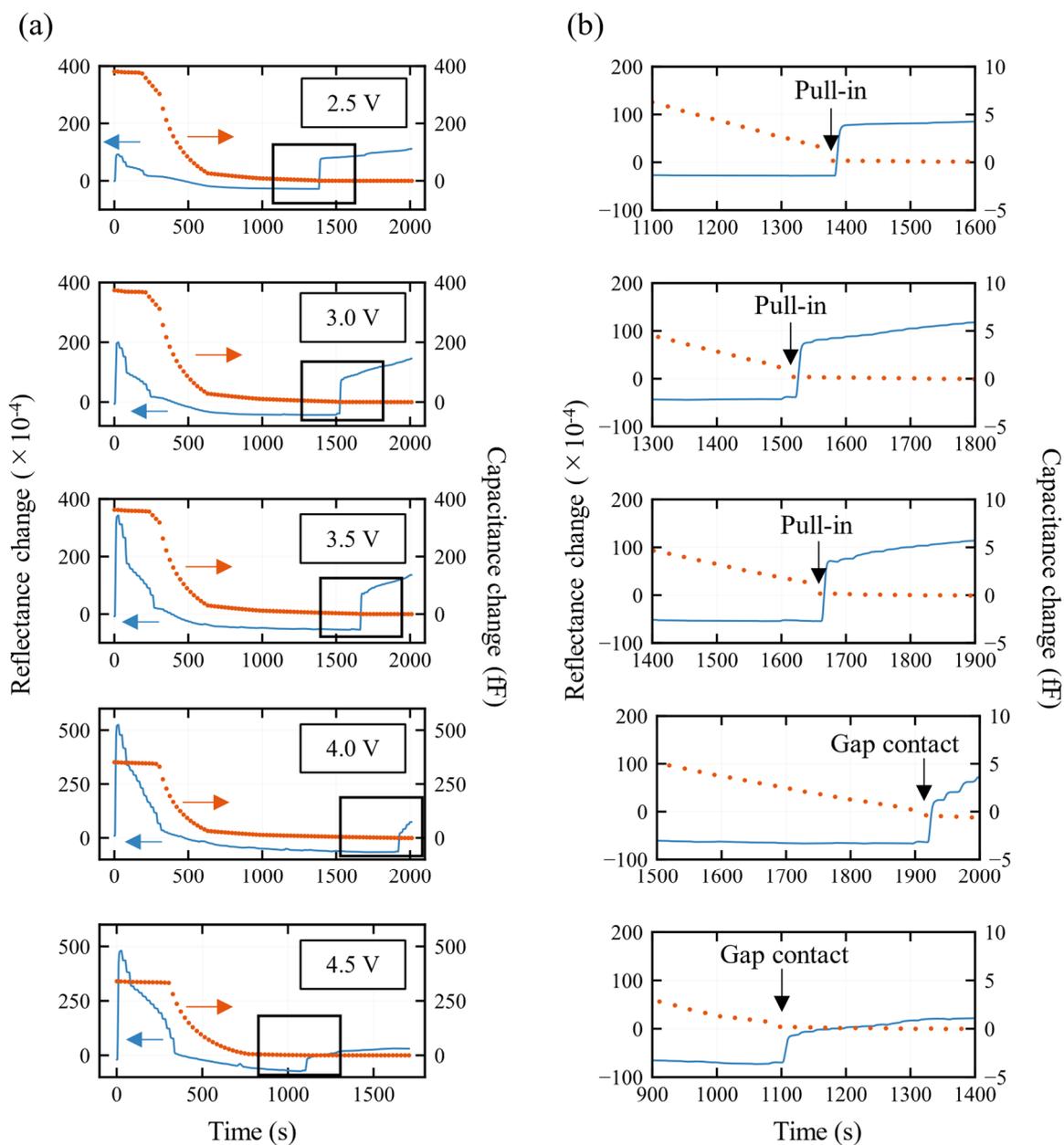


Fig. 4-9 (a) Time series data of TR measurement and capacitance change at the heating voltage of 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5 V. (b) Zoomed in before and after pull-in of gap.

Fig. 4-9 は加熱電圧が 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5 V のときの反射率変化と差動静電容量変化の時系列データである。加熱時においても、シャトルがストッパーから離れた時点とアンカーと接触した時点に対応して大きな反射率変化がみられた。反射率変化の大きさはそれぞれの加熱電圧において、106, 114, 125, 88, 58×10^{-4} であり、非加熱時に比べて 4~9 倍に増加している。ギャップの pull-in 前後に注目すると、pull-in 時の反射率は増加しており、これはシャトルの温度が上昇していることに対応するが、シャトルの温度はアンカーと接触すると低下するはずである。したがって、これらの結果はシャトルの温度を反映したものではないと考えられ、ギャップ間熱輸送を構成した光学系により測定することはできなかった。この要因として以下の 3 点が考えられる。

- (1) デバイスの表面粗さによる反射率変化
- (2) 単結晶シリコンの応力による反射率変化
- (3) シャトルの傾きによる反射光のケラレ

4.5.4 では、それぞれの要因について詳細に検討し、シャトルの変位に対応して反射率が変化した原因を考察する。

4.5.4 シャトル変位に対応した反射率変化の原因

- (1) デバイスの表面粗さによる反射率変化

Fig. 4-5 の FE-SEM 観察像から、デバイス層表面は荒れていることが分かり、シャトルの場所によって反射率が異なる可能性がある。シャトルが変位すると温度測定位置が変化することから、反射率がシャトル変位に対応して変化していくことにも整合性がある。しかしながら、pull-in 時に生じる変位は 10 nm 程度であると考えられるため、pull-in 時に大きな反射率変化が測定されたことについては説明できない。

- (2) 単結晶シリコンの応力による反射率変化

単結晶シリコンは温度だけでなく応力によっても反射率が変化することが知られており、シャトルの応力による反射率変化を反映したものである可能性がある。シャトルがストッパー・アンカーと接触しているときはシャトルへ圧縮応力が生じると考えられ、ストッパー・アンカーと接触していると考えられる領域でともに反射率が増加する方向に変化していることにも整合性がとれている。しかしながら、単結晶シリコンの応力による反射率変化に関する報告は波長が限られているため、定量的な議論は困難である。一方で、単結晶シリコンの複素誘電率と引張応力の関係については、Chong ら^[18]によって SOI 試料の曲げ試験を用いて測定されているため、TR 係数の数値計算と同様の方法を用いて反射率と応力の関係を数値計算することができる。

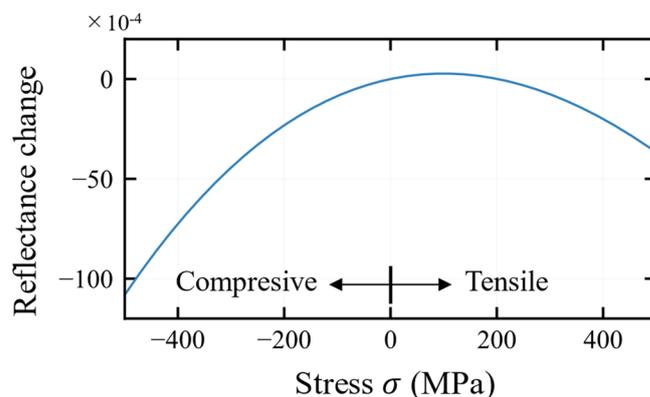


Fig. 4-10 Calculated reflectance variation of single crystal silicon as a function of internal stress.

Fig. 4-10 は、Chong らによる応力依存性を考慮した誘電率モデル（付録 D）を用いて、642 nm の波長における反射率と応力の関係を数値計算した結果である。なお、圧縮の場合（応力が負）は各パラメータを直線補間し求めた。結果から、測定された反射率の変化を応力により説明するには、数 100 MPa の応力変化が発生していなければならないことが分かる。また、圧縮応力が増加するとき、反射率変化は負となるため、測定された結果とは変化の向きが異なる。したがって、反射率変化はシャトルの応力変化では説明できない。

(3) シャトルの傾きによる反射光のケラレ

Fig. 4-3 の光学系では、デバイスで反射された光はバランス型光検出器の受光器 2 へ入射するが受光器の直径は 8 mm と小さく、デバイス表面から受光器までの光路長は 40 cm であるため、シャトルの傾きが少し変化するだけでも受光器へ入射する光量に変化する可能性がある。したがって、受光器表面の反射光強度とシャトルの傾きの関係について計算し、影響を評価する。デバイス表面で反射した光は対物レンズにより平行光へ変換され、このビーム径はコリメーターの出力ビーム径と一致すると考えられる。したがって、受光器表面におけるビーム径 w_0 は、素子のスペックから 3.4 mm である。次に、Fig. 4-11 に示すように反射光の中心が初期状態で受光器の中心から d_0 偏心しており、シャトルの傾きの変化により更に d 半径方向へ移動することを考える。

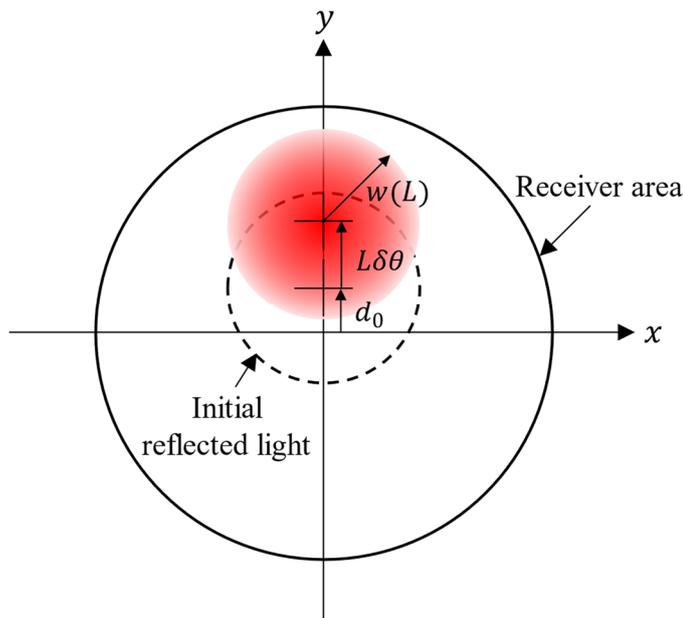


Fig. 4-11 Schematic image of initial deflection of reflected light incident on the receiver and reflected light displacement due to the tilt of the shuttle.

d はシャトルの傾き変化 $\delta\theta$ が十分に小さい場合、次のように表せる.

$$d = L \tan \delta\theta \approx L\delta\theta \quad (4-13)$$

ここで、 L はデバイス表面から受光器までの光路長である. 受光器の中心を原点として、反射光の強度分布は、

$$I(x, y; z = L) = \frac{|E(x, y, z)|^2}{2\eta} \quad (4-14)$$

$$E(x, y; z = L) = E_0 \exp\left(-\frac{x^2 + (y - d - d_0)^2}{w_0}\right) \quad (4-15)$$

で表せる. 受光器で測定される反射光強度は、(4-14)を受光器表面全体 S で積分することにより得られる.

$$R = \iint_S I(x, y; z = L) dx dy \quad (4-16)$$

d_0 が 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 mm の場合について、シャトルの傾きによる反射光強度変化を計算した結果を Fig. 4-12 に示す. 計算から、反射光の偏心 d_0 によってはシャトルの傾きの変化が 0.1° 程度であったとしても反射率が 100×10^{-4} のオーダーで変化しうることが分かる. 光軸合わせは目視で行っており、反射光の偏心 d_0 が $1 \sim 2$ mm になっていた可能性は十分に有り得る. したがって、測定された反射率変化はシャトルの傾きの変化により受光器でケラレが発生したた

めである可能性が高い。非加熱時と加熱時で反射率変化が4~9倍異なっているが、これはNDフィルターを調整した際にビームスプリッターや真空チャンバーに接触し、初期の反射光の偏心が変化したためであると考えられる。受光器におけるケラレを改善するためには、反射光をレンズにより受光器表面に集光させる方法やデバイス表面から受光器までの光路長を短くする方法が有効である。

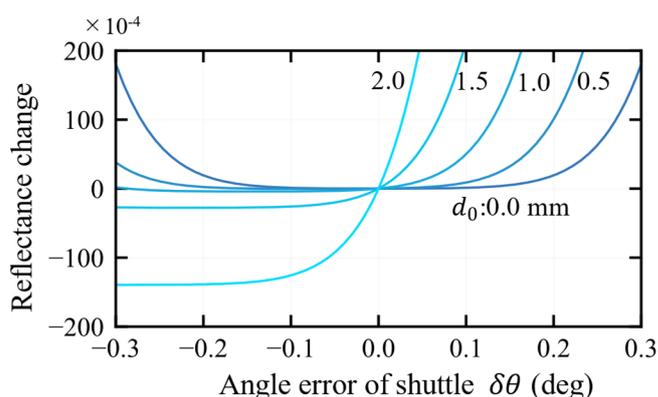


Fig. 4-12 Calculated reflectance variation as a function of angular error of shuttle.

以上の考察から、測定されたシャトルの変位に対応した反射率変化は、シャトルの傾きによる反射光のケラレが原因である可能性が高い。この結果は、初期状態でアンカーのへき開面に対してFig. 4-13のようにシャトルが傾いていることを示唆しており、本研究で作製されたナノギャップの平行度について重要な知見を含んでいる。

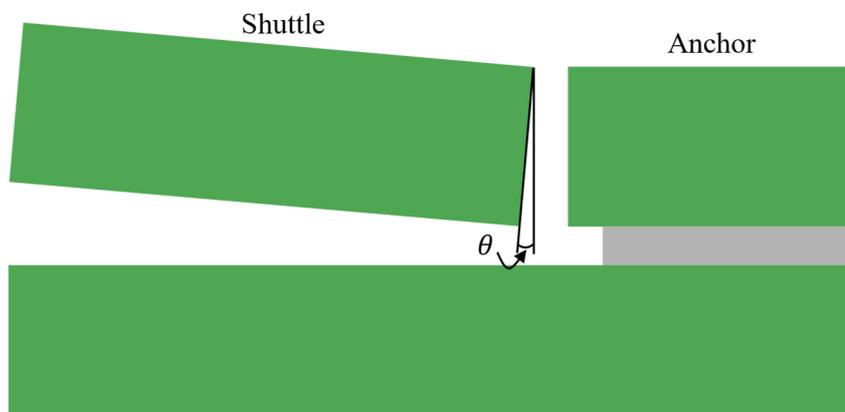


Fig. 4-13 Tilt of shuttle relative to anchor.

仮にシャトルがアンカーのへき開面に対して0.1°傾いていた場合、構造の厚みが5 μm であることか

ら、ギャップ間隔には 8.7 nm の不均一性が存在することになり、間隔 10 nm 以下のナノギャップを作製する上でこの不均一性は致命的である。ナノギャップの平行度を評価するため、より定量的にシャトルの傾きを測定する必要がある。本実験の光学系では反射率変化が温度よりもシャトルの傾きに対してより敏感であったことから、ケラレを意図的に発生させるような光学系を構成することにより、へき開面ナノギャップの平行度を高感度に測定できる可能性がある。ナノギャップの平行度測定はナノギャップの品質を評価する上で重要であり、シャトルの傾きとケラレの関係をより定量的に評価するための実験が必要である。

ナノギャップの平行度を改善するため、シャトルの傾きを補正する機構としては、楕歯型静電アクチュエーターを用いた傾き補正が有効であると考えられる。この機構は Fig. 2-5 に示した静電アクチュエーターと全く同じ構造である。

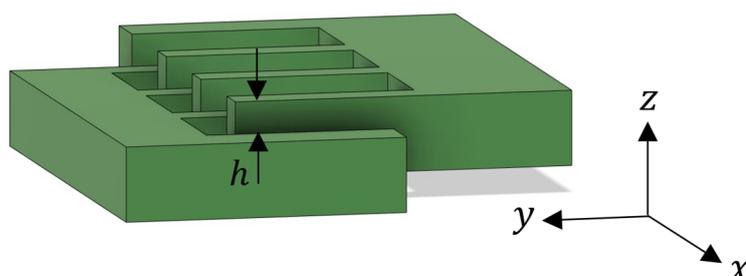


Fig. 4-14 Displaced comb teeth in z direction.

Fig. 4-14 のように可動側の楕歯が固定側の楕歯に対して z 軸正の向きへ h 変位したときを考えると、ギャップの数 n_c 、ギャップの大きさ g_c 、楕歯の重なり L_c を用いて、静電容量 C_c と静電エネルギー U_c は次式で与えられる。

$$C_c = \epsilon_0 \frac{n_c(h_{dev} - h)L_c}{g_c} \quad (4-17)$$

$$U_c = \frac{1}{2} C_c V_{Act}^2 \quad (4-18)$$

発生する静電力は静電エネルギーを h で微分すれば得られる。

$$F_{c,z} = \frac{\partial}{\partial h} U_c = -\frac{\epsilon_0 n_c L_c}{2 g_c} V_{Act}^2 \quad (4-19)$$

変位が逆方向に発生した場合も同様に導け、 $F_{c,z}$ は変位 h に対して復元力として働く。(4-19) から、この復元力は(2-6)の h_{dev} を L_c と書き換え符号を変えたものであり、 h_{dev} と L_c が同程度の大きさであることから、y 軸方向の静電力と同程度の大きさを有することが分かる。したがって、可動側の楕歯を変

位がない位置へ保持する効果がある。本研究において y 軸方向の駆動力として用いた静電アクチュエーターも同様の復元力が副次的に生じていると考えられるため、ギャップ間隔制御用の静電アクチュエーターをギャップを挟んで逆側（タブ側）にも配置することにより、シャトルの傾きを補正可能であると考えられる。

4.6 まとめ

本章では、単結晶へき開面ナノギャップの pull-in 直前におけるギャップ間熱輸送を有意に測定することを目標として、Raman 分光法よりも高い温度分解能を有する TR 法を用いてシャトルの温度測定を行い、ギャップ間熱輸送を測定することを検討した。

TR 係数の大きさやその温度依存性について報告例が殆ど無い材料である単結晶シリコンの温度を TR 法により測定するため、バンド間遷移、バンド端-フォノン相互作用、自由キャリアを考慮した単結晶シリコンの複素誘電率理論モデルを用いて TR 係数を 200-800 nm の波長範囲と 300-500 K の温度範囲で数値計算した。単結晶シリコンの TR 測定において、反射率や TR 係数が大きく、TR 係数の温度依存性が小さいプローブ光として 266, 436, 488, 532, 642 nm の波長が有効であることを示した。

ギャップ間隔の変動を防止するため、シャトルを変調加熱せずに高精度・高分解能な TR 測定が可能な光学系を構成した。光学素子の位置変動が最小化されるように、光学素子は全て光学定盤へボルトで固定し、プローブ光は光学素子の位置変動に対して影響が小さい長波長な 642 nm レーザーを用いた。更に、反射光と同程度に強度調整された参照光を基準として、バランス型検出器により反射光を差動検出することで、反射光の変化のみを高精度・高感度で測定可能にした。また、構成した光学系を用いて、TR 法により真空中試料の温度測定を行うため、真空チャンバーを垂直に保持可能な治具を設計・作製した。

ギャップを創製した単結晶へき開面ナノギャップデバイスを真空チャンバーへ設置し、シャトルの加熱とギャップ間隔制御、TR 法によるシャトルの温度測定を同時に実施した。シャトルが非加熱状態であってもギャップ間隔を変化させることで反射率が緩やかに変化し、pull-in 時には 14 °C の温度上昇に相当する急激な反射率変化を測定した。同様の結果はシャトルを 9-55 °C 加熱時にも生じ、pull-in 時にはシャトルの温度は低下すると考えられるにも関わらず、58-125 °C の温度上昇に相当する反射率変化が測定された。この結果はシャトルの温度変化を反映したものではないと考えられる。したがって、提案した光学系を用いた TR 測定で、ギャップ間熱輸送を有意に測定することはできなかった。

シャトルの変位に対応して反射率変化が測定された要因として、(1)デバイスの表面粗さによる反射率変化、(2)単結晶シリコンの応力による反射率変化、(3)シャトルの傾きによる反射光のケラレの影響を考察した。(1)は pull-in 時の大きな反射率変化を説明することができず、(2)は単結晶シリコンの反

射率の応力依存性を数値計算することにより、影響は小さいと考えられた。(3)は光路長や受光面積を考慮した数値計算により、シャトルの傾きの変化が 0.1° 程度でも実験結果を説明できることが示され、シャトルの傾きによる反射光のケラレが原因である可能性が高いことが分かった。ケラレの影響を軽減し、ギャップ間熱輸送を有意に測定するためには、反射光を受光器へ入射させる際にレンズで集光しスポット径を小さくすることが有効であると考えられる。また、この結果は創製したナノギャップが完全に平行ではないことを示唆している。解決策としては、楕歯型静電アクチュエーターの配置を変更し、厚み方向の変位補正効果を傾き補正に用いることが有効であると考えられる。これらの解決策によりギャップの平行度を維持したまま、TR法によりギャップ間熱輸送を有意に測定することが期待される。

参考文献

- [1] D. G. Cahill *et al.*, "Nanoscale thermal transport. II. 2003–2012," *Appl. Phys. Rev.*, vol. 1, no. 1, 2014, doi: 10.1063/1.4832615.
- [2] J. Zhu, D. Tang, W. Wang, J. Liu, K. W. Holub, and R. Yang, "Ultrafast thermoreflectance techniques for measuring thermal conductivity and interface thermal conductance of thin films," *J. Appl. Phys.*, vol. 108, no. 9, 2010, doi: 10.1063/1.3504213.
- [3] A. J. Schmidt, R. Cheaito, and M. Chiesa, "Characterization of thin metal films via frequency-domain thermoreflectance," *J. Appl. Phys.*, vol. 107, no. 2, 2010, doi: 10.1063/1.3289907.
- [4] M. S. B. Hoque *et al.*, "High In-Plane Thermal Conductivity of Aluminum Nitride Thin Films," *ACS Nano*, vol. 15, no. 6, pp. 9588-9599, 2021, doi: 10.1021/acsnano.0c09915.
- [5] M. S. B. Hoque *et al.*, "Thermal conductivity measurements of sub-surface buried substrates by steady-state thermoreflectance," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 92, no. 6, p. 064906, 2021, doi: 10.1063/5.0049531.
- [6] D. Pierścińska, "Thermoreflectance spectroscopy—Analysis of thermal processes in semiconductor lasers," *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 51, no. 1, p. 013001, 2018, doi: 10.1088/1361-6463/aa9812.
- [7] C. Yuan, R. Hanus, and S. Graham, "A review of thermoreflectance techniques for characterizing wide bandgap semiconductors' thermal properties and devices' temperatures," *J. Appl. Phys.*, vol. 132, no. 22, 2022, doi: 10.1063/5.0122200.
- [8] K. Ridier *et al.*, "Unprecedented switching endurance affords for high-resolution surface temperature mapping using a spin-crossover film," *Nat. Commun.*, vol. 11, no. 1, p. 3611, 2020, doi: 10.1038/s41467-020-17362-7.
- [9] K. Maize, A. Ziabari, W. D. French, P. Lindorfer, B. Oconnell, and A. Shakouri, "Thermoreflectance CCD Imaging of Self-Heating in Power MOSFET Arrays," *IEEE Trans. Electron Devices*, vol. 61, no. 9, pp. 3047-3053, 2014, doi: 10.1109/ted.2014.2332466.
- [10] M. Farzaneh *et al.*, "CCD-based thermoreflectance microscopy: principles and applications," *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 42, no. 14, 2009, doi: 10.1088/0022-3727/42/14/143001.
- [11] R. Rosei and D. W. Lynch, "Thermomodulation Spectra of Al, Au, and Cu," *Phys. Rev. B*, vol. 5, no. 10, pp. 3883-3894, 1972, doi: 10.1103/PhysRevB.5.3883.
- [12] A. Balzarotti and M. Grandolfo, "Thermoreflectance spectrum of silicon," *Solid State Commun.*, vol. 6, no. 11, pp. 815-820, 1968, doi: 10.1016/0038-1098(68)90127-0.
- [13] S. Miyake, T. Kato, H. Taguchi, and T. Namazu, "Thermoreflectance-based in-depth stress distribution measurement technique for single-crystal silicon structures," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 55, no. 6S1, 2016, doi: 10.7567/jjap.55.06gp08.

- [14] P. Vaveliuk, B. Ruiz, and A. Lencina, "Limits of the paraxial approximation in laser beams," *Opt. Lett.*, vol. 32, no. 8, pp. 927-9, 2007, doi: 10.1364/ol.32.000927.
- [15] M. Shimofuri, T. Murakami, S. Miyake, A. Banerjee, J. Hirotsu, and T. Tsuchiya, "Numerical calculation of thermorefectance coefficient of c-Si for wavelengths of 200–800 nm and temperatures of 300–500 K," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 62, no. 11, 2023, doi: 10.35848/1347-4065/ad07f8.
- [16] Z.-T. Jiang, T. Yamaguchi, M. Aoyama, and T. Hayashi, "Possibility of Simultaneous Monitoring of Temperature and Surface Layer Thickness of Si Substrate by In Situ Spectroscopic Ellipsometry," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 37, no. Part 1, No. 2, pp. 479-483, 1998, doi: 10.1143/jjap.37.479.
- [17] G. E. Jellison, Jr., S. P. Withrow, J. W. McCamy, J. D. Budai, D. Lubben, and M. J. Godbole, "Optical functions of ion-implanted, laser-annealed heavily doped silicon," *Phys. Rev. B*, vol. 52, no. 20, pp. 14607-14614, 1995, doi: 10.1103/physrevb.52.14607.
- [18] Z. Chong, M. Weisheit, M. Hecker, and E. Zschech, "A fully stress-parametrized model for the dielectric function of silicon-on-insulator layers," *Semicond. Sci. Technol.*, vol. 24, no. 4, 2009, doi: 10.1088/0268-1242/24/4/045013.

第5章 結論

本研究では、従来の半導体製造プロセスと互換性があり、大量生産が可能で、高度な位置合わせが不要な、大面積かつ間隔を 10 nm 以下で制御可能な Plate-Plate ナノギャップの創製方法を確立し、そのギャップ間熱輸送計測により、10 nm 以下の間隔を有する Plate-Plate ナノギャップ間の熱輸送のメカニズムを明らかにすることを目的とした。達成のため、(1)単結晶シリコンのへき開を応用してナノギャップを創製でき、更にギャップ間隔制御が可能な機構を一体化した MEMS デバイスと、(2)Raman 分光法、(3)Thermoreflectance (TR) 法を用いたギャップ間熱輸送計測を提案し、その実現可能性を検証した。

第 2 章では、大面積な Plate-Plate ナノギャップを作製し、そのギャップ間隔を nm オーダーの分解能で制御するための技術として、MEMS に組み込まれた単結晶シリコン梁を単軸引張によりへき開しギャップを創製し、楯歯型静電アクチュエーターと静電容量型変位センサーによりギャップ間隔を制御する方法を提案した。有効性を検証するため、ナノギャップ創製と間隔制御のための機構を有する MEMS デバイスを設計し、SOI ウエハーから微細加工技術を用いて作製した。また、SEM の試料室内へ導入でき、圧電アクチュエーターによりへき開のための引張力をデバイスへ機械的に印加可能な小型の真空中ナノギャップ創製用治具を開発した。作製したデバイス・治具を用いて、へき開によるギャップ創製から間隔制御までの実験を SEM の真空試料室内で連続的に行い、 $30.5 \mu\text{m}^2$ の大面積平滑面を有するナノギャップの創製に成功し、有効な創製方法であることを示した。更に、ギャップ間隔を 14 nm から $1.5 \mu\text{m}$ の範囲において分解能 1 nm で制御することに成功し、ナノギャップの間隔制御に有効であることを示した。ギャップ間隔 14 nm で pull-in を観測し、Lifshitz 力によるものである可能性が高いことを明らかにした。

第 3 章では、間隔 10 nm 以下の単結晶シリコン Plate-Plate ナノギャップ間のギャップ間熱輸送とその間隔依存性の計測を行い、ナノギャップ間熱輸送のメカニズムの解明に資することを目的として、単結晶シリコンのへき開によりギャップ創製、nm オーダー分解能を有するギャップ間隔制御、ギャップ間温度差形成が可能なナノギャップデバイスの開発と、非接触・非侵襲で温度測定が可能な顕微 Raman 分光法を用いてギャップ一端の温度測定を行い、ギャップ間熱輸送を測定することを検討した。単結晶シリコンの近接場放射の数値計算に基づいて、へき開によるギャップ創製、ギャップ間隔制御、ジュール熱加熱によるギャップ間温度差形成が可能なナノギャップデバイスを、微細加工技術を用いて作製した。真空中のデバイスを顕微 Raman 分光法により温度測定可能な真空チャンバー、

真空チャンバーへ導入可能なナノギャップ創製用治具、ピンをデバイスのタブへ位置合わせ・挿入可能なライナーを開発した。2種類のデバイス A, C において平滑平面を有するギャップが得られ、真空中、非加熱状態でギャップの間隔制御を行った。デバイス A では、変位検出感度 0.177 fF/nm, 検出標準誤差 0.10 fF であり, pull-in による変位量は 4 nm であった。デバイス C では、変位検出感度 0.172 fF/nm, 検出標準誤差 0.05 fF であり, pull-in による変位量は 7 nm であった。デバイス C では極めて平滑なギャップが得られたことが示唆されたが、デバイス A ではへき開面に 4 nm 程度の凹凸があった可能性がある。

シャトルをジュール熱加熱し、ギャップ間隔を制御しながら、同時に顕微 Raman 分光法によりシャトルの温度を測定し、提案したデバイス・電気回路によってギャップ間隔制御とギャップ間温度差形成の両立が可能であることを実証した。デバイス A では、ギャップの接触応力が増加するにつれてシャトルの温度が減少していることから、へき開面に凹凸があり、ギャップの接触は、Hertz の接触であった可能性が示唆された。デバイス C では接触時に熱コンダクタンスの急増が生じたが、ギャップの接触応力が増加しても熱コンダクタンスに大きな増加は見られず、へき開面が平滑であることが示唆された。デバイス A, C でギャップの pull-in まで有意な温度低下は見られず、ギャップが維持されている領域において有意なギャップ間熱輸送は測定できなかった。デバイス C では、50 K 加熱した際にこの原因は支持梁が熱膨張により座屈し、シャトルが傾きナノギャップの平行度を維持することができない可能性が示唆された。したがって、ギャップを維持したままギャップ間熱輸送を測定することはできなかった。有意なナノギャップ間熱輸送の測定のためには、より高精度・高分解能な温度測定方法を用いる必要があると考えられる。

第4章では、単結晶へき開面ナノギャップの pull-in 直前におけるギャップ間熱輸送を有意に測定することを目標として、Raman 分光法よりも高い温度分解能を有する TR 法を用いてシャトルの温度測定を行い、ギャップ間熱輸送を測定することを検討した。単結晶シリコンの複素誘電率理論モデルを用いた TR 係数の数値計算に基づき、シャトルを変調加熱せずに高精度・高分解能な TR 測定が可能な光学系を構成した。また、構成した光学系を用いて、TR 法により真空中試料の温度測定を行うため、真空チャンバーを垂直に保持可能な治具を設計・作製した。

ギャップを創製した単結晶へき開面ナノギャップデバイスを真空チャンバーへ導入し、シャトルの加熱とギャップ間隔制御、TR 法によるシャトルの温度測定を同時に実施した。シャトルが非加熱状態であってもギャップ間隔を変化させることで反射率が緩やかに変化し、pull-in 時には 14 °C の温度上昇に相当する急激な反射率変化を測定した。同様の結果はシャトルを 9–55 °C 加熱時にも生じ、pull-in 時にはシャトルの温度は低下すると考えられるにも関わらず、58–125 °C の温度上昇に相当する反射率変化が測定された。この結果はシャトルの温度変化を反映したものではないと考えられ、提案し

た光学系を用いた TR 測定により、ギャップ間熱輸送を有意に測定することはできなかった。シャトルの傾きによる反射光のケラレを改善することで、ギャップ間熱輸送を有意に測定可能になると考えられる。

本論文で示した単結晶シリコンへき開面ナノギャップデバイスは大面積かつ間隔を 10 nm 以下で制御可能な Plate-Plate ナノギャップの創製方法として有効であることが示された。ナノギャップの平行度や表面粗さの測定により、ナノギャップの品質の定量的な分析を行い、更なる妥当性の評価を行うことが今後の展望である。一方で、ギャップ間熱輸送計測のための温度測定は極めて高い精度と分解能が要求されることが分かり、顕微 Raman 分光法や TR 法の改善や、測温抵抗体やサーミスタなど新たな温度測定方法の検討により、より高精度・高分解能なギャップ間熱輸送の測定が期待される。

付録 A

温度依存性を考慮した

単結晶シリコンの複素誘電率モデル

バンド間遷移, 自由キャリアを考慮した単結晶シリコンの複素誘電率 $\hat{\epsilon}_{Si}$ は光の波長 ω を用いて次のように与えられる.

$$\hat{\epsilon}_{Si}(\nu) = \hat{\epsilon}_{Si,IB}(\nu) + \hat{\epsilon}_{Si,FC}(\nu)$$

(1) バンド間遷移

単結晶シリコンの複素誘電率に対するバンド間遷移の寄与については, エネルギーバンド構造を考慮した Model Dielectric Function (MDF) モデルが提案されている. ^[1]MDF モデルのパラメータのうち, 直接遷移に関連するパラメータの温度依存性は, Jiang らにより p 型アクセプター濃度 10^{15} cm^{-3} の単結晶シリコンを用いて 293~803K の温度範囲, 250~700nm の波長範囲で測定されており次式で表される. ^[2]

$$\hat{\epsilon}_{Si,IB}^{\text{direct}}(\nu) = \sum_{i=1}^6 \hat{\epsilon}_i(\nu)$$

$$\hat{\epsilon}_1(E) = -\frac{B_1 \ln(1 - X_1^2)}{X_1^2}$$

$$\hat{\epsilon}_2(E) = \frac{B_{1X}}{E_1 - E - i\Gamma_1}$$

$$\hat{\epsilon}_3(E) = -\frac{F \ln \frac{1 - \chi_{cl}^2}{1 - \chi_{2m}^2}}{\chi_{2m}^2}$$

$$\hat{\epsilon}_4(E) = \frac{C_4 E_2^2}{E_2^2 - E^2 + i\gamma_4 E E_2}$$

$$\hat{\epsilon}_5(E) = \frac{C_5 E_0'^2}{E_0'^2 - E^2 + i\gamma_5 E E_0'}$$

$$\hat{\epsilon}_6(E) = \frac{C_6 E_1'^2}{E_1'^2 - E^2 + i\gamma_6 E E_1'}$$

$$X_1 = \frac{E + i\Gamma_1}{E_1}$$

$$\chi_{2m} = \frac{E + i\Gamma_2}{E_2}$$

$$\chi_{cl} = \frac{E + i\Gamma_2}{E_1}$$

ただし、 E はエネルギーであり、プランク定数 h を用いて、 $E = h\nu$ が成り立つ。Jiang らによって測定されたパラメーターの温度依存性は、次のように線形近似できる。^[2]

$$E_1 = -4.2 \times 10^{-4}T + 3.49$$

$$B_1 = 6.05 \times 10^{-4}T + 6.13$$

$$\Gamma_1 = 0.076$$

$$B_{1x} = -1.17 \times 10^{-3}T + 1.69$$

$$E_2 = -3.2 \times 10^{-4}T + 4.3$$

$$\Gamma_2 = -4.0 \times 10^{-5}T + 0.105$$

$$F = -4.3 \times 10^{-3}T + 5.25$$

$$C_4 = 2.9 \times 10^{-3}T + 1.44$$

$$\gamma_4 = 1.4 \times 10^{-4}T + 0.0492$$

$$E'_0 = -8.5 \times 10^{-4}T + 3.49$$

$$C_5 = 2.45 \times 10^{-4}T + 0.0194$$

$$\gamma_5 = 2.32 \times 10^{-5}T + 0.0755$$

$$E'_1 = 5.33$$

$$C_6 = 0.164$$

$$\gamma_6 = 0.077$$

単結晶シリコンは間接半導体であるため、500 nm 以上の波長ではバンド端-フォノン相互作用による吸収を考慮する必要がある。バンド端の電子とフォノンの相互作用のモデルは、式で与えられ、^[3]Timans らによって温度依存性が測定されている。^[4]

$$\alpha_{\text{Si,IB}}^{\text{indirect}}(E, T) = \sum_{i=1}^4 \left[\frac{F_i(E - E_g(T) + k_B \theta_i)}{\exp(\theta_i/T) - 1} + \frac{F_i(E - E_g(T) - k_B \theta_i)}{1 - \exp(-\theta_i/T)} \right]$$

$$F_1(x) = \begin{cases} 0.504\sqrt{x} + 392(x - 0.0055)^2 & (0.0055 \leq x) \\ 0.504\sqrt{x} & (0 < x < 0.0055) \\ 0 & (x \leq 0) \end{cases}$$

$$F_2(x) = \begin{cases} 18.08\sqrt{x} + 5760(x - 0.0055)^2 & (0.0055 \leq x) \\ 18.08\sqrt{x} & (0 < x < 0.0055) \\ 0 & (x \leq 0) \end{cases}$$

$$F_3(x) = \begin{cases} 536x^2 & (0 \leq x) \\ 0 & (x < 0) \end{cases}$$

$$F_4(x) = \begin{cases} 988x^2 & (0 \leq x) \\ 0 & (x < 0) \end{cases}$$

$$E_g(T) = 1.155 - 4.73 \times 10^{-4} \frac{T^2}{635 + T}$$

$$\theta_{1-4} = 212, 670, 1050, 1420$$

α は吸収係数, k_B はボルツマン定数である. バンド端-フォノン相互作用が屈折率に与える影響は小さく無視できる. [3]したがって, MDF モデルを補正するには, 両モデルの吸収係数を 500 nm 付近で滑らかに接続すればよい.

$$\alpha_{\text{IB}}(\lambda) = w(\lambda)\alpha_{\text{IB}}^{\text{direct}}(\lambda) + (1 - w(\lambda))\alpha_{\text{IB}}^{\text{indirect}}(\lambda)$$

$$w(\lambda) = \frac{1}{1 + \exp\left(a \frac{\lambda_0 - \lambda}{\lambda_w}\right)}$$

$\lambda = c/v$ であり, 本研究では λ_0 , λ_w , a をそれぞれ 500 nm, 200 nm, 4.6 に設定した.

単結晶シリコンの不純物濃度はバンド遷移へ影響を与えることが報告されているが, [5-7]高濃度でない ($N_D, N_A \approx 10^{17} \text{ cm}^{-3}$) 場合には無視できると報告されている. [8]したがって, 不純物濃度がバンド遷移へ与える影響については考慮しない.

(2) 自由キャリア

自由キャリアが単結晶シリコンの複素誘電率に対する寄与は Drude モデルを用いて次式で与えられる. [3]

$$\hat{\epsilon}_{\text{Si,FC}}(\omega) = -\frac{e^2}{\epsilon_0} \left(\frac{N_e}{m_e^*} \frac{1}{\omega + \frac{i\omega}{\tau_e}} + \frac{N_h}{m_h^*} \frac{1}{\omega + \frac{i\omega}{\tau_h}} \right)$$

ここで、 e は電気素量、 $N_{e,h}$ は電子と正孔の濃度、 $m_{e,h}^*$ は電子と正孔の有効質量、 $\tau_{e,h}$ は電子と正孔の緩和時間である。 $\tau_{e,h}$ の温度依存性は次のように与えられる。^[3]

$$\frac{1}{\tau_{e,h}} = \frac{1}{\tau_{e,h-l}} + \frac{1}{\tau_{e,h-d}} \quad (18)$$

$$\tau_e^0 = \frac{195}{1 + \left(\frac{N_D}{1.3 \times 10^{17} [\text{cm}^{-3}]} \right)^{0.91}} + 14.1$$

$$\tau_h^0 = \frac{94}{1 + \left(\frac{N_A}{1.9 \times 10^{17} [\text{cm}^{-3}]} \right)^{0.76}} + 10$$

$$\tau_{e-l}^0 = 2.23 \times 10^2$$

$$\tau_{h-l}^0 = 1.06 \times 10^2$$

$$\frac{\tau_{e-d}}{\tau_{e-d}^0} = \frac{\tau_{h-d}}{\tau_{h-d}^0} = \left(\frac{T}{300} \right)^{1.5}$$

$$\tau_{e-l} = \tau_{e-l}^0 \left(\frac{T}{300} \right)^{-3.8}$$

$$\tau_{h-l} = \tau_{h-l}^0 \left(\frac{T}{300} \right)^{-3.6}$$

ここで、 $N_{D,A}$ はドープメントとアクセプターの濃度である。

$N_{e,h}$ は電気的中性条件、不純物イオン化、質量作用の法則を用いて次のように与えられる。^[9,10]

$$N_e + N_A^- = N_h + N_D^+$$

$$N_D^+ = \frac{N_D}{1 + 2 \exp[(E_F - E_D)/k_B T]}$$

$$N_A^- = \frac{N_D}{1 + 4 \exp[(E_A - E_F)/k_B T]}$$

$$N_e = N_C \exp\left(-\frac{E_C - E_F}{k_B T}\right)$$

$$N_h = N_V \exp\left(-\frac{E_V - E_F}{k_B T}\right)$$

$$N_e N_h = N_C N_V \exp\left(-\frac{E_g}{k_B T}\right)$$

ここで、 $E_{D,A}$ はドープメントとアクセプターのエネルギー準位、 $E_{C,V}$ は伝導帯底と価電帯頂のエネルギー準位である。不純物イオン化は次のように近似できる。

$$n = \frac{1}{2} \left(N_D + \sqrt{N_D^2 + 4n_i^2} \right) \quad (\text{n-type})$$

$$p = \frac{1}{2} \left(N_A + \sqrt{N_A^2 + 4n_i^2} \right) \quad (\text{p-type})$$

提案した複素誘電関数モデルを用いて計算した単結晶シリコンの屈折率 n と消衰係数 κ を以下に示す。

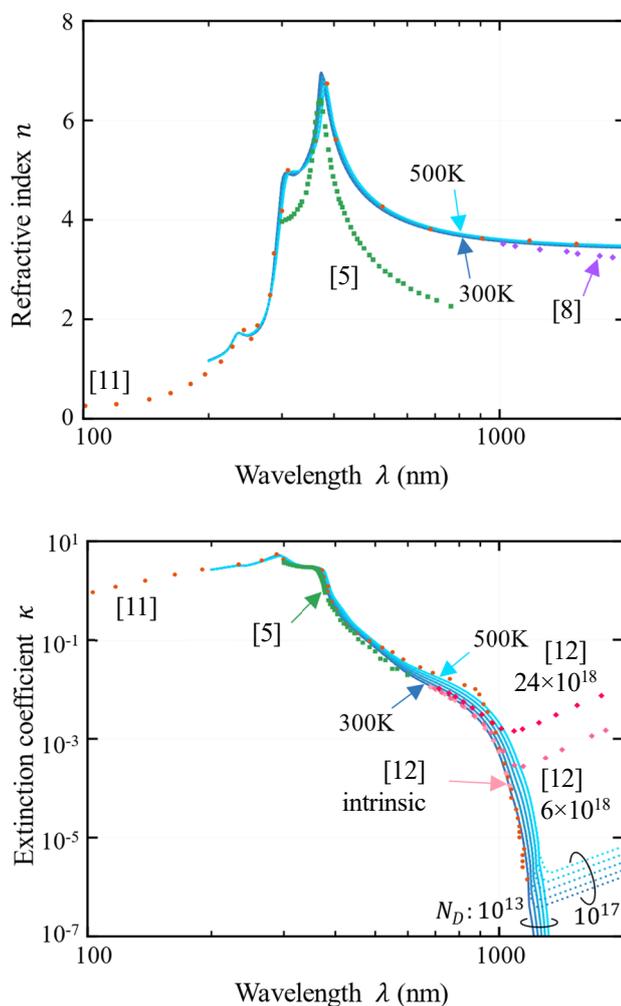


Fig. A-1 Refractive index and extinction coefficient of SCS. The blue solid and dashed curves are respectively the calculated results for intrinsic and doped ($N_D: 10^{13}, 10^{17} \text{ cm}^{-3}$) SCS at 300, 350, 400, 450, and 500 K. Green squares, red circles, purple diamonds, and red diamonds are experimentally measured values from Refs. 5 ($N_D: 9 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$), 8 ($N_D: 1 \times 10^{20}$), 11 (intrinsic), and 12 (intrinsic, $N_D: 6 \times 10^{18}, 24 \times 10^{18}$), respectively.^[5, 8, 11, 12]

計算結果は測定データと良く一致しており、このモデルが単結晶シリコンの光学特性を評価する上で有効であることがわかる。

参考文献

- [1] S. Adachi, "Model dielectric constants of Si and Ge," *Phys. Rev. B*, vol. 38, no. 18, pp. 12966-12976, 1988, doi: 10.1103/physrevb.38.12966.
- [2] Z.-T. Jiang, T. Yamaguchi, M. Aoyama, and T. Hayashi, "Possibility of Simultaneous Monitoring of Temperature and Surface Layer Thickness of Si Substrate by In Situ Spectroscopic Ellipsometry," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 37, no. Part 1, No. 2, pp. 479-483, 1998, doi: 10.1143/jjap.37.479.
- [3] C. J. Fu and Z. M. Zhang, "Nanoscale radiation heat transfer for silicon at different doping levels," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 49, no. 9-10, pp. 1703-1718, 2006, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2005.09.037.
- [4] P. J. Timans, "Emissivity of silicon at elevated temperatures," *J. Appl. Phys.*, vol. 74, no. 10, pp. 6353-6364, 1993, doi: 10.1063/1.355159.
- [5] G. E. Jellison, "Optical functions of silicon determined by two-channel polarization modulation ellipsometry," *Opt. Mater.*, vol. 1, no. 1, pp. 41-47, 1992, doi: 10.1016/0925-3467(92)90015-f.
- [6] G. E. Jellison, M. F. Chisholm, and S. M. Gorbatkin, "Optical functions of chemical vapor deposited thin-film silicon determined by spectroscopic ellipsometry," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, no. 25, pp. 3348-3350, 1993, doi: 10.1063/1.109067.
- [7] G. E. Jellison, Jr., S. P. Withrow, J. W. McCamy, J. D. Budai, D. Lubben, and M. J. Godbole, "Optical functions of ion-implanted, laser-annealed heavily doped silicon," *Phys. Rev. B*, vol. 52, no. 20, pp. 14607-14614, 1995, doi: 10.1103/physrevb.52.14607.
- [8] M. Basta and Z. T. Kuźnicki, "Dielectric functions and optical parameters of heavily doped and/or highly excited Si:P," *Opt. Appl.*, vol. 42, no. 4, pp. 713-724, 2012, doi: 10.5277/oa120403.
- [9] S. M. Sze and K. K. Ng, *Physics of Semiconductor Devices*, 3rd ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2006.
- [10] K. Seeger, *Semiconductor Physics*, 9th ed. (Advanced Texts in Physics). Heidelberg: Springer Berlin, 2004.
- [11] E. D. Palik, *Handbook of Optical Constants of Solids*. Academic Press, 1985.
- [12] P. E. Schmid, "Optical absorption in heavily doped silicon," *Phys. Rev. B*, vol. 23, no. 10, pp. 5531-5536, 1981, doi: 10.1103/PhysRevB.23.5531.

付録 B

デバイスの支持梁の構造最適化手法の検討

熱抵抗と y 軸方向のばね定数両方が高い支持梁の設計を行うため、トポロジー構造最適化による設計を検討する。トポロジー構造最適化は構造物の位相（密度）を設計変数として最適化する方法であり、自由度の高い最適化を自動で実施できる。一般にトポロジー構造最適化では構造の軽さと強度を両立するように最適化を行うことが多く、利用できる多くのアルゴリズム・プログラムもそれを念頭に置いたものである。ここでは構造の重量と熱コンダクタンスに相関関係があることを示し、従来の構造の軽さと強度を両立するアルゴリズムをそのまま熱抵抗とばね定数を両立する支持梁設計へ流用する。

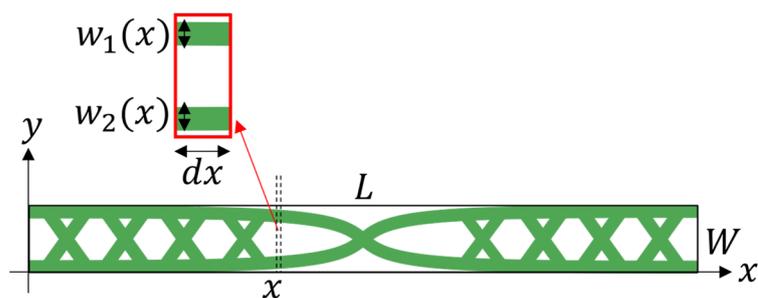


Fig. B-1 Schematic diagram of suspension structure.

Fig. B-1 のように横 L 、縦 W の領域があり、その左右端を両端とする支持梁を考える。 L が W に比べて十分に大きい場合、位置 x における微小な構造の熱コンダクタンスはそれぞれの構造の幅 $w_n(x)$ を足し合わせた正味の幅 $w(x) = \sum w_n(x)$ に比例する。したがって、支持梁全体の熱コンダクタンス K_{susp} は次のように近似できる。

$$K_{susp} = k_{Si} h_{dev} \int_{x=0}^{x=L} w(x) dx$$

一方で、この支持梁の質量 M_{susp} は次のように表せる。

$$M_{susp} = \rho_{Si} h_{dev} \int_{x=0}^{x=L} w(x) dx$$

ただし、 k_{Si} 、 ρ_{Si} は単結晶シリコンの熱伝導率と密度である。したがって、支持梁の熱コンダクタンスと質量は比例関係にあるため、支持梁の質量が小さくなるように最適化を行えば、支持梁の熱コン

ダクタンスが小さく、すなわち、熱抵抗が大きくなるように最適化されることとなる。

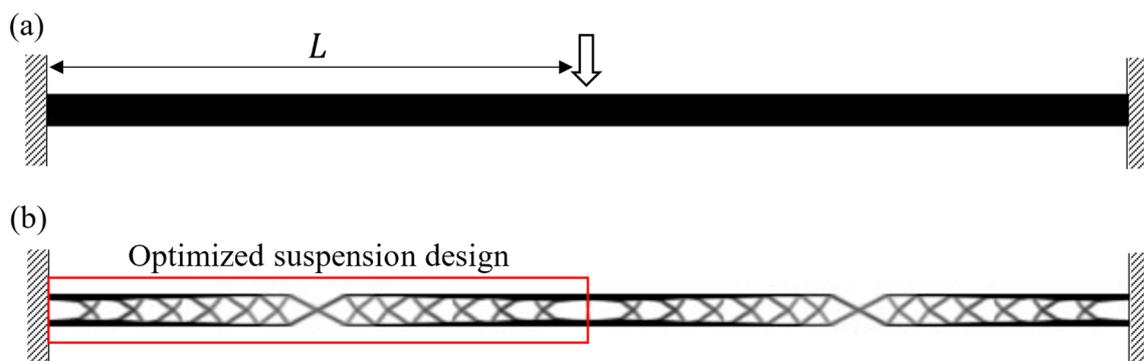


Fig. B-2 Topology optimization of a pair of suspensions. (a) Initial state and boundary conditions. (b) Optimized suspensions design.

ここでは Fig. B-2(a)のように両側を固定部とし、中央に荷重が印加させるような初期構造に対してトポロジー構造最適化を行った。最適化には“topy” (<https://github.com/williamhunter/topy>)を用いた。最適化結果 Fig. B-2(b)を踏まえ、次の3つのデザインを作成し、FEMによりそのばね定数と熱抵抗を計算した結果を Fig. B-3 に示す。

	Design	Spring constant (N/m)	Thermal resistance (K/W)
A		213	5.1×10^4
B		263	4.6×10^4
C		192	5.0×10^4

250 μm

Fig. B-3 Calculated spring constant and thermal resistance of designed suspensions

これらの支持梁は Folded-flexure 梁に比べると飛躍的にばね定数と熱抵抗が向上するものの、3章で提案した X 状梁に比べると熱抵抗が小さい。したがって、トポロジー構造最適化によって得られた支持梁構造は採用しなかった。

付録 C

へき開の亀裂遷移に関する FEM 解析

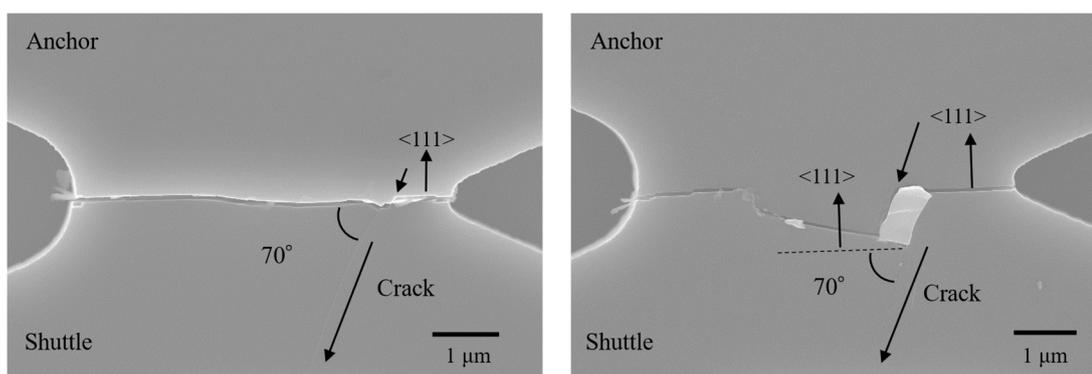


Fig. C-1 FE-SEM image of devices with crack transition.

Fig. C-1 に示すように、3.6.2 で示された亀裂遷移は殆どのデバイスにおいて、右側の切欠きから 1.0~1.5 μm 程度の位置から始まっており、遷移の方向も $\langle 111 \rangle$ 方向に対して 70° 程度の傾きで共通している。したがって、この遷移は偶発的ではなく、単結晶シリコンの結晶方位に依存したものであると考えられる。デバイス作製に使用した SOI ウエハーのデバイス層は面方位(110)、OF (Orientation Flat) 方位(111)であるため、Fig. C-2 に示す 2 種類の方角が考えられる。

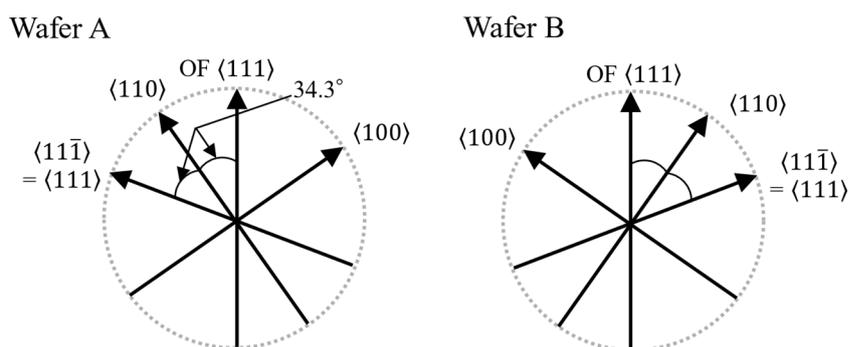


Fig. C-2 Two possible crystal orientations of wafers with plane orientation (110) and OF (111)

このうち、Fig. C-1 の亀裂遷移方向とへき開面が一致するのは Wafer A であり、 $\langle 111 \rangle$ 方向から $\langle 11\bar{1} \rangle$ 方向へ亀裂遷移が生じたものであると考えられる。マスクデザインは設計段階で誤って Fig. C-3 の

ようにエッチングホールがシャトル側へ 500 nm ずれたことが分かっており、これにより引張力印加時の切欠き周辺の応力分布が上下非対称となったことが予想される。

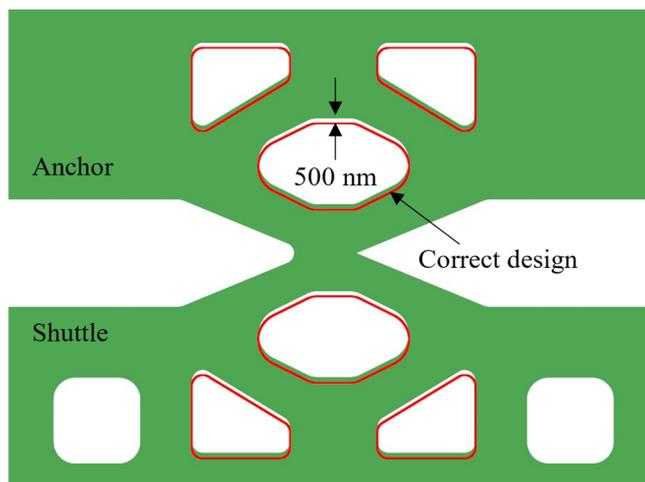


Fig. C-3 Design error of etching holes near notches.

そこで、右側へ長さ 1.5 μm 、先端曲率半径 100 nm の亀裂を導入したモデルを作製し、引張力を印加した際の応力分布を FEM 解析により求めた。

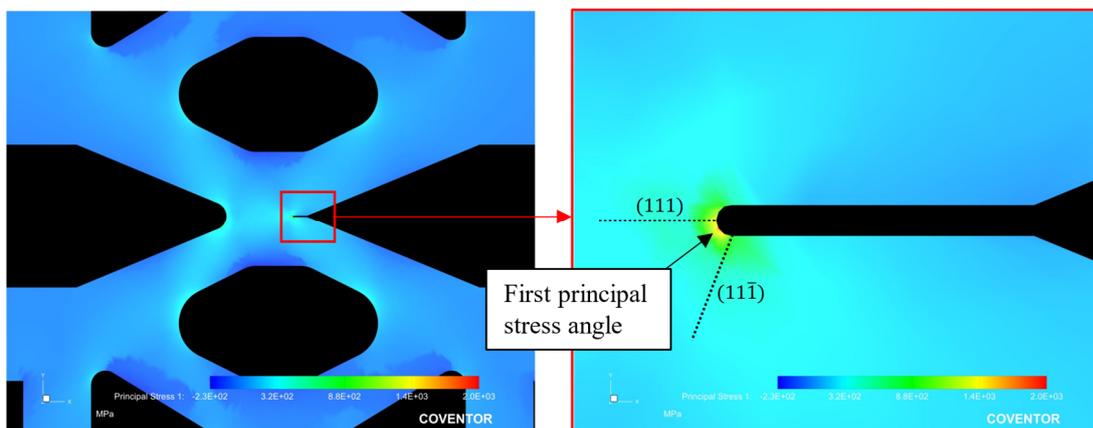


Fig. C-4 FEM analysis of principal stress distribution when crack propagates from right side.

Fig. C-4 は FEM で最大主応力を計算した結果であり、亀裂先端における最大主応力方向は (111) と $\langle 11\bar{1} \rangle$ の間となっていることが分かる。したがって、右から亀裂が進展した場合、最大主応力方向が $\langle 11\bar{1} \rangle$ 方向へ偏向していき、 $\langle 11\bar{1} \rangle$ 方向へ亀裂が遷移する可能性があることが分かる。

この遷移を抑制する方法として、左側から亀裂を進展させるように、右側よりも鋭い切欠きを導入することが挙げられる。

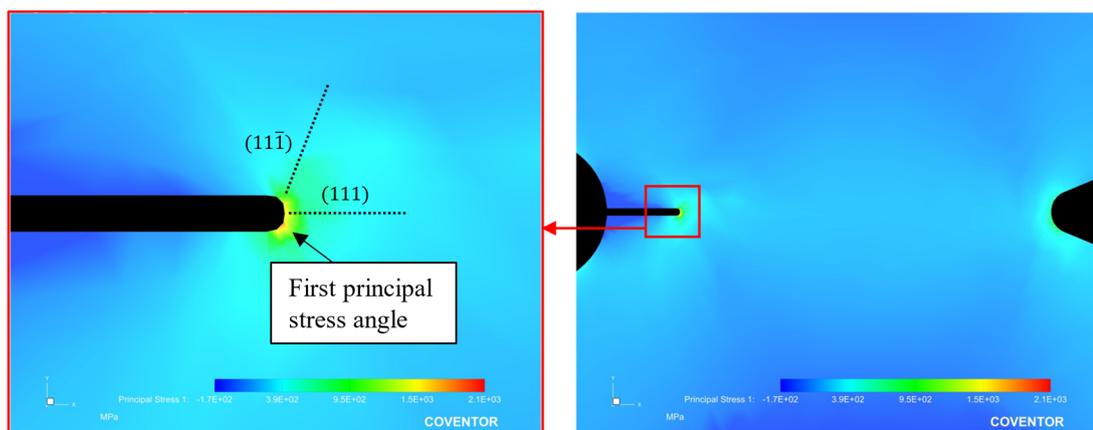


Fig. C-5 FEM analysis of principal stress distribution when crack propagates from left side.

Fig. C-5 は左側に長さ $1.5 \mu\text{m}$ 、先端曲率半径 100 nm の亀裂を導入し、同様に FEM 解析した結果であり、最大主応力の偏向は $\langle 11\bar{1} \rangle$ 方向とは逆になっており、 $\langle 11\bar{1} \rangle$ 方向への亀裂遷移は抑制されると予想される。実際に FIB により左側へ鋭い切欠きを導入することにより、 $\langle 11\bar{1} \rangle$ 方向への亀裂遷移は改善された。(Fig. 3-15, Fig. 4-5)

付録 D

応力依存性を考慮した

単結晶シリコンの複素誘電率モデル

Chong らは SOI 試料表面の単結晶シリコンについて、200 MPa までの引張応力と複素誘電関数の虚部の関係を可視光領域で測定し、Tauc-Lorentz モデルでフィッティングすることにより応力依存性を考慮した複素誘電関数モデルを次のように提案した。^[1]

$$\varepsilon_2(E) = \sum_{i=1}^4 \frac{A_i E_{0,i} C_i (E - E_{g,i})^2 \Theta(E - E_{g,i})}{(E^2 - E_{0,i}^2)^2 + C_i^2 E^2} \frac{\Theta(E - E_{g,i})}{E}$$

$$A_i = A_i^m \sigma_G + A_i^b$$

$$C_i = C_i^m \sigma_G + C_i^b$$

$$E_{0,i} = E_{0,i}^m \sigma_G + E_{0,i}^b$$

$$E_{g,i} = E_{g,i}^m \sigma_G + E_{g,i}^b$$

ここで、 Θ は Heaviside 階段関数であり、引数が 0 以上の場合 1、0 以下の場合 0 となる。 $A_i^{m,b}$ 、 $C_i^{m,b}$ 、 $E_{0,i}^{m,b}$ 、 $E_{g,i}^{m,b}$ は、Table. D-1 で与えられる。

Table. D-1 Parameters of Tauc-Lorentz model of Si

i	A_i^b (eV)	C_i^b (eV)	$E_{0,i}^b$ (eV)	$E_{g,i}^b$ (eV)
1	338.30	3.395	0.2362	2.937
2	33.32	4.247	0.5177	1.077
3	155.60	5.058	1.2645	4.041
4	79.80	3.744	0.6396	2.296
i	A_i^m (eV/GPa)	C_i^m (meV/GPa)	$E_{0,i}^m$ (meV/GPa)	$E_{g,i}^m$ (meV/GPa)
1	-39.33	-12.59	-10.03	-8.26
2	8.65	-14.26	74.57	146.83
3	111.29	-111.84	-204.59	426.53
4	-11.27	-61.98	-57.61	-28.63

ε_1 は Kramers-Kronig 変換により求めることができる。

$$\varepsilon_1(E) = \varepsilon_1(\infty) + \frac{2}{\pi} P \int_{E_g}^{\infty} \frac{\xi \varepsilon_2(\xi)}{\xi^2 - E^2} d\xi$$

P は Cauchy の主値積分を表す。Tauc-Lorentz モデルの場合、この積分は次のように解くことができる。^[2,3]総和部分について、 i に対応する ε_2 の項を $\varepsilon_{2,i}$ と表記すると、

$$\begin{aligned} \frac{2}{\pi} P \int_{E_g}^{\infty} \frac{\xi \varepsilon_{2,i}(\xi)}{\xi^2 - E^2} d\xi &= \frac{1}{2} \frac{A C}{\pi \zeta^4} \frac{a_{ln}}{\alpha E_{0,i}} \ln \left[\frac{(E_{0,i}^2 + E_{g,i}^2 + \alpha E_{g,i})}{(E_{0,i}^2 + E_{g,i}^2 - \alpha E_{g,i})} \right] \\ &- \frac{A}{\pi \zeta^4} \frac{a_{atan}}{E_{0,i}} \left[\pi - \operatorname{atan} \left(\frac{\alpha + 2E_{g,i}}{C_i} \right) + \operatorname{atan} \left(\frac{\alpha - 2E_{g,i}}{C_i} \right) \right] \\ &+ 2 \frac{A E_{0,i} C_i}{\pi \zeta^4} \left\{ E_{g,i} (E^2 - \gamma^2) \left[\pi + 2 \operatorname{atan} \left(\frac{\gamma^2 - E_{g,i}}{\alpha C_i} \right) \right] \right\} \\ &- 2 \frac{A E_{0,i} C_i}{\pi \zeta^4} \frac{E^2 + E_{g,i}^2}{E} \ln \left(\frac{|E - E_{g,i}|}{E + E_{g,i}} \right) + 2 \frac{A E_{0,i} C_i}{\pi \zeta^4} E_{g,i} \ln \left[\frac{|E - E_{g,i}| (E + E_{g,i})}{\sqrt{(E_{0,i}^2 - E_{g,i}^2)^2 + E_{g,i}^2 C_i^2}} \right] \\ a_{ln} &= (E_{g,i}^2 - E_{0,i}^2) E^2 + E_{g,i}^2 C_i^2 - E_{0,i}^2 (E_{0,i}^2 + 3E_{g,i}^2) \\ a_{atan} &= (E^2 - E_{0,i}^2) (E_{0,i}^2 + E_{g,i}^2) + E_{g,i}^2 C_i^2 \\ \zeta^4 &= (E^2 - \gamma^2)^2 + \frac{\alpha^2 C_i^2}{4} \\ \alpha &= \sqrt{4E_{0,i}^2 - C_i^2} \\ \gamma &= \sqrt{E_{0,i}^2 - \frac{C_i^2}{2}} \end{aligned}$$

MDF モデルと同様に、このモデルは直接遷移のみを考慮しているが、間接遷移による影響は付録 A と同じ方法で補正できる。数値計算した単結晶シリコンの屈折率と消衰係数を Fig. D-1 に示す。

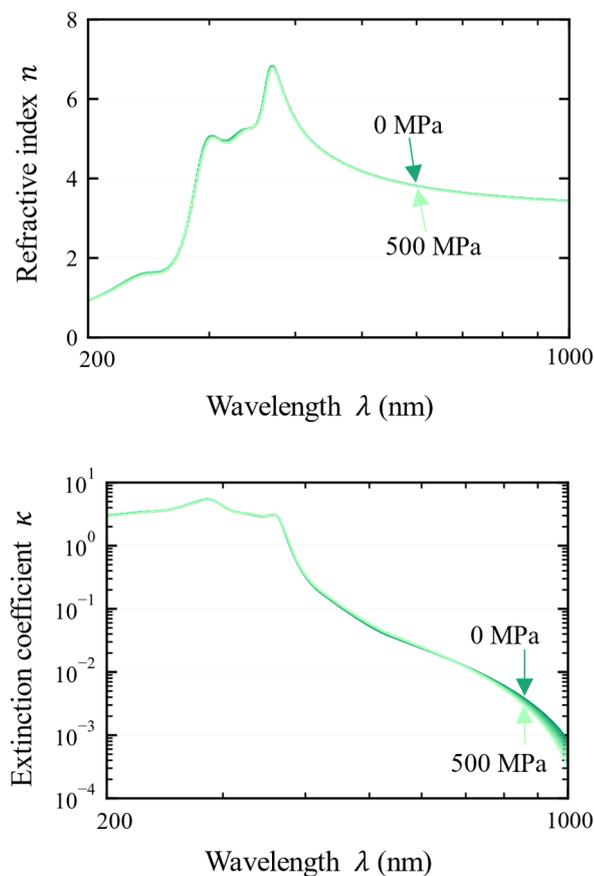


Fig. D-1 Refractive index and extinction coefficient of SCS calculated by using Tauc-Lorentz considering stress dependence.

参考文献

- [1] Z. Chong, M. Weisheit, M. Hecker, and E. Zschech, "A fully stress-parametrized model for the dielectric function of silicon-on-insulator layers," *Semicond. Sci. Technol.*, vol. 24, no. 4, 2009, doi: 10.1088/0268-1242/24/4/045013.
- [2] G. E. Jellison and F. A. Modine, "Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 69, no. 3, pp. 371-373, 1996, doi: 10.1063/1.118064.
- [3] G. E. Jellison and F. A. Modine, "Erratum: "Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region" [Appl. Phys. Lett. 69, 371 (1996)]," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 69, no. 14, pp. 2137-2137, 1996, doi: 10.1063/1.118155.

本研究に関連する論文・発表

【論文】

1. 霜降真希, 平井義和, 土屋智由, 田畑修, “顕微ラマン分光を用いた単結晶シリコンへき開ナノギャップ間の温度差測定”, *実験力学*, vol. 19, no. 1, 2019, p.p. 13-18.
2. Masaki Shimofuri, Amit Banerjee, Jun Hirotsu, Yoshikazu Hirai, and Toshiyuki Tsuchiya, “Nanometer Order Separation Control of Large Working Area Nanogap Created by Cleavage of Single-Crystal Silicon Along 111 Planes Using a MEMS Device”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 32, no. 1, 2023, p.p. 67-73.
3. Masaki Shimofuri, Taichi Murakami, Shugo Miyake, Amit Banerjee, Jun Hirotsu, and Toshiyuki Tsuchiya, “Numerical calculation of thermoreflectance coefficient of c-Si for wavelengths of 200–800 nm and temperatures of 300–500 K”, *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 62, no. 11, 2023, 112006

【学会】

1. 霜降真希, 森保彰, 平井義和, 土屋智由, 田畑修, “顕微ラマン分光を用いたへき開面ナノギャップの温度差測定”, 日本機械学会 2018年度年次大会, 2018.
2. Masaki Shimofuri, Yoshikazu Hirai, Toshiyuki Tsuchiya, and Osamu Tabata, “Non-Contact Temperature Difference Measurement of Cleavage Plane Nanogap Electrodes with Large Surface Area”, Materials Research Society 2018 Fall Meeting, 2018.
3. 霜降真希, 平井義和, 土屋智由, 田畑修, “単結晶シリコンへき開面ナノギャップ間の近接場放射熱伝達の測定”, 応用物理学会 第80回秋季学術講演会, 2019.
4. Masaki Shimofuri, Yoshikazu Hirai, Toshiyuki Tsuchiya, and Osamu Tabata, “Temperature Difference Measurement Across MemS Based Nanogap Created by Cleavage of Silicon for Thermionic Generation”, *Transducers 2019*, 2019.
5. 霜降真希, 平井義和, 土屋智由, 田畑修, “ナノギャップ間熱輸送特性評価のための間隔制御 MEMS デバイス”, 日本機械学会第10回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2019.
6. Masaki Shimofuri, Yoshikazu Hirai, Toshiyuki Tsuchiya, and Osamu Tabata, “Measurement of Near-field Radiative Heat Transfer between Nanogap with Single Crystal Silicon Cleavage Planes”, *Optofluidics and Electrokinetics in Micro and Nanoscale Devices 2019*, 2019.
7. 霜降真希, 平井義和, 土屋智由, “単結晶シリコン(111)へき開面ナノギャップ間の熱輸送特性評価”, 応用物理学会 第81回秋季学術講演会, 2020.

8. 霜降真希, 平井義和, 土屋智由, “静電駆動 MEMS デバイスを用いた単結晶シリコンへき開面ナノギャップの熱輸送間隔依存性計測”, 日本機械学会 2020 年度年次大会, 2020.
9. 霜降真希, 平井義和, 土屋智由, “MEMS を用いた単結晶シリコンへき開面ナノギャップ”, 集積化 MEMS 技術研究会 第 11 回集積化 MEMS ワークショップ, 2021.
10. Masaki Shimofuri, Yoshikazu Hirai, Amit Banerjee, and Toshiyuki Tsuchiya, “SOI-MEMS device for fabrication and physical properties measurement of single-crystal silicon nanogap with (111) cleavage plane surfaces”, International Microprocesses and Nanotechnology Conference 2021, 2021.
11. 霜降真希, 平井義和, 土屋智由, “カシミール-リフシツ力が支配する単結晶シリコンナノギャップの最小空隙”, 応用物理学会 第 68 回春季学術講演会, 2021.
12. 霜降真希, 吉村光葵, 文和彦, 平井義和, Amit Banerjee, 土屋智由, “単結晶シリコンへき開面ナノギャップ間の熱電界電子トンネリング計測”, 日本機械学会 2021 年度年次大会, 2021.
13. Masaki Shimofuri, Yoshikazu Hirai, Amit Banerjee, Toshiyuki Tsuchiya, “Observation of Pull-In by Casimir Force in MEMS-Controlled Nanogap Fabricated by Silicon Cleavage”, International Conference on Micro Electro Mechanical Systems 2022, 2022.

【受賞】

1. 霜降真希, 森保彰, 平井義和, 土屋智由, 田畑修, “顕微ラマン分光を用いたへき開面ナノギャップの温度差測定”, 日本機械学会 2018 年度年次大会, マイクロ・ナノ工学部門 優秀講演論文表彰受賞, 2018
2. 霜降真希, 平井義和, 土屋智由, “MEMS を用いた単結晶シリコンへき開面ナノギャップ”, 集積化 MEMS 技術研究会 第 11 回集積化 MEMS ワークショップ, 優秀ポスター賞, 2021
3. 霜降真希, 吉村光葵, 文和彦, 平井義和, Amit Banerjee, 土屋智由, “単結晶シリコンへき開面ナノギャップ間の熱電界電子トンネリング計測”, 日本機械学会 2021 年度年次大会, 若手優秀講演表彰, 2021

参考論文・発表

【論文】

1. Akura Yuki, Masaki Shimofuri, Amit Banerjee, Jun Hirotsu, and Toshiyuki Tsuchiya, "Gap distance dependence on field emission at the nanogap between silicon cleavage surfaces", *Journal of Vacuum Science & Technology B*, vol. 41, no. 2, 2023, 022805.

【学会】

1. 文 和彦, 霜降 真希, Amit Banerjee, 平井 義和, 土屋 智由, 田畑 修, "SEM 中ギャップ間隔制御, 電流計測のためのへき開創製ナノギャップデバイス", 日本機械学会 2019 年度年次大会, 2019.
2. 吉村 光葵, 文 和彦, 霜降 真希, 平井 義和, 土屋 智由, "単結晶シリコンのへき開破壊を用いた真空ナノギャップ間の熱電子放出測定用デバイス設計", 日本機械学会 2020 年度年次大会, 2020.
3. 文 和彦, 霜降 真希, 平井 義和, 土屋 智由, "単結晶シリコンの真空中へき開によるナノギャップ創成とその清浄破断面間の電界電子放出測定", 日本機械学会 2020 年度年次大会, 2020.
4. 安倉 裕樹, 霜降 真希, Amit Banerjee, 廣谷潤, 土屋 智由, "半導体へき開面ナノギャップにおける電界電子放出特性のギャップ間隔依存性の数値計算による評価", 日本機械学会 2022 年度年次大会, 2022.

【受賞】

1. 安倉 裕樹, 霜降 真希, Amit Banerjee, 廣谷潤, 土屋 智由, "半導体へき開面ナノギャップにおける電界電子放出特性のギャップ間隔依存性の数値計算による評価", 日本機械学会 2022 年度年次大会, マイクロ・ナノ工学部門 若手優秀講演表彰受賞, 2022.

謝辞

本研究を進めるにあたり、平素から温かいご指導、ご鞭撻を賜りました京都大学工学研究科マイクロエンジニアリング専攻ナノ・マイクロシステム工学研究室、土屋智由教授、廣谷潤准教授、平井義和講師、Amit Banerjee 講師に心より感謝を申し上げます。特に土屋教授には多大な時間を割いて頂くとともに、多くの貴重なご助言を頂きました。この場を借りて厚く御礼申し上げます。

デバイスの作製には文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業（京都大学微細加工プラットフォーム）の支援を受けて実施致しました。大変厚いサポートをして頂いた岸村眞治様、瀬戸弘之様、佐藤政司様を始めとする京都大学ナノテクノロジーバフ拠点の職員の方々に厚く御礼申し上げます。また、試料の FESEM 観察をして頂いた京都大学工学研究科機械系顕微教室の石川航佑技官に深く感謝いたします。

ナノギャップ創製用治具は文和彦様に設計頂き、実験では多大なご助力を頂きました。また、波多野直也様、佐藤佑樹様を始めとする京都大学機械工作室の職員の方々には治具や真空チャンバーの設計に関するご助言を多く頂き、加工も快く引き受けて頂きました。厚く御礼申し上げます。

神戸市立工業高等専門学校の上野修吾教授にはサーモリフレクタンズ法について多くのご助言を頂き、実験に際して多大なご助力を頂きました。同校村上大志様はサーモリフレクタンズ法の光学系構築して頂き、測定や結果の解釈など多くのご助力を頂きました。厚く御礼申し上げます。

本研究は一般財団法人森記念製造技術研究財団より奨学金及び研究費の助成を賜り実施しました。ここに記して感謝の意を示します。

最後になりますが、京都大学土屋研究室の学生や研究員の皆様には平素より研究に関する多くの議論や助言を頂きました。また、研究費申請や出張費申請などの折には、事務員の相馬綾様に多くのサポートを頂きました。厚く御礼申し上げます。

2024 年 2 月 霜降真希