京都大学	博士(工学)	氏名	霜 降 真 希
論文題目	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		

## (論文内容の要旨)

本論文は、熱制御素子等への応用が期待される大面積平行平板ナノギャップの高スループットな創製方法の確立とそのギャップ間熱輸送メカニズムの解明を目的として、単結晶シリコンのへき開を応用したナノギャップ創製とそのギャップ間隔の制御機構を一体化した微小電気機械システム(MEMS)デバイスの開発と、Raman 分光法とサーモリフレクタンス (TR) 法を用いたギャップ間温度差測定を実施することによって、MEMS デバイスによる高スループットなナノギャップ創製、その間隔制御の実証と、ナノギャップ間熱輸送の間隔依存性の実験的評価、考察を行ったものであり、5章からなっている。

第1章は序論であり、本研究の背景となるナノギャップ間熱輸送の実験的測定手法について概説し、本論文の主題である大面積平行平板ナノギャップの高スループットな創製、制御方法とそのギャップ間熱輸送メカニズムの解明の現状と課題を示し、目的について述べている。

第2章は「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」と題して、まず、単結晶シリコンの単軸引張によるへき開を応用し、25 μm²以上の大面積で平行平滑なギャップが創製可能で、かつ 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し、Silicon on Insulator (SOI)ウエハー (デバイス層厚み 5 μm、面方位(110)) を材料とした製造方 法を示した。更に、へき開に必要な単軸引張力を外部から機械的に精度良く印加する ため圧電アクチュエーターを有する小型の治具を設計し、その動作について示した。 作製したデバイスと治具を用いて、走査電子顕微鏡(SEM)試料室の高真空環境下で へき開によるナノギャップ創製からギャップ間隔測定および nm オーダーの間隔制御 を行う一連の実験を実施した。へき開により、30.5 μm<sup>2</sup>の大面積平滑面を有するナノ ギャップを創製し、その間隔を静電アクチュエーターにより 14 nm から 1.5 μm の範囲 で変化させ、静電容量型変位センサーによって測定した。創製したナノギャップを電 界放出型走査電子顕微鏡(FE-SEM)により観察した。表面粗さは 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、および間隔制御は 1 nm の高い分解能を有しており、MEMS によってギャップ間 隔を高精度に制御可能であることをそれぞれ実証した。また、ギャップ間隔 14 nm に おいて pull-in を観測し、これがギャップ間に作用する Lifshitz 力によって起こること を明らかにした。更に、維持可能なギャップの最小間隔とデバイス支持梁のばね定数 の間の関係を理論的に考察し、より狭い 10 nm 以下のナノギャップの創製可能性につ いて議論している。

第3章は「Raman 分光法を用いたナノギャップ間熱輸送測定」と題して、前章において提案したデバイスにギャップ間温度差形成機構を追加し、顕微 Raman 分光法によりギャップ間熱輸送測定が可能なナノギャップデバイスの動作原理と作製方法について示した。更に、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、デバイスと治具の位置合わせが可能なアライナーの設計や動作方法を示した。製作したこれらのデバイス・治具を用いて、へき開によってナノギャップを創製し、非加熱状態においてギャップの間隔制御を実施した。得られたナノギャップの最小ギャップ間隔は 7 nm であり、前章で考察した Lifshitz 力による pull-in が生じる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ていることを確認した。更に、ギャップ間に 40 K の温度差を印加し、ギャップ間隔制御を実施しながら、顕微 Raman 分光法によりギャップ間温度差の変化を測定した。ギャップ間隔を変化させてもギャップ間温度差は有意に変化せず、ギャップ間熱輸送は最小ギャップ間隔においても  $3.0\times10^6$  W/m² 以下と極めて小さいことを明らかにし、本デバイスがナノギャップ間の熱輸送間隔依存性測定に高いポテンシャルを有していることを示した。

第4章は「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」と題し、 顕微 Raman 分光法と比して高い測定精度を有する TR 法によりナノギャップ間熱輸送 を測定することを検討した。まず、単結晶シリコンの TR 係数についてバンド間遷移、 バンド端 - フォノン相互作用、自由キャリアを考慮した誘電率理論モデルを用いて数 値計算し、測定光の波長は 642 nm が適していることを示した。更に、シャトル(デバ イスの可動部)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の構成 を示した。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用いて、真空 中でギャップ間温度差形成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。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℃の温度上昇に相当する急激な反射率変化を測定した。 同様の結果はギャップ間に9℃から55℃の温度差を印加した時にも生じ、pull-inによ って温度差は小さくなると予想されるが、計測では 58℃から 125℃に相当する温度差 の増大に相当する反射率変化が観察された。予期しない pull-in 時の温度差増大を示す 反射率変化の要因として、(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)反射光のケラレの影響を挙げ、数値計算により考察し、 TR 法によるナノギャップ間熱輸送測定実現のための課題について議論している。

第5章は結論であり、本論文で得られた成果について要約し、将来の展望を提示している。

霜降真希

## (論文審査の結果の要旨)

本論文では、熱制御素子等への応用が期待される大面積平行平板ナノギャップの高スループットな創製方法の確立とそのギャップ間熱輸送メカニズムの解明を目的として、単結晶シリコンのへき開を応用したナノギャップ創製とそのギャップ間隔の制御機構を一体化した微小電気機械システム(MEMS)デバイスの開発と、Raman分光法とサーモリフレクタンス(TR)法を用いたギャップ間温度差測定を実施することによって、MEMS デバイスによる高スループットなナノギャップ創製、制御の実証と、ナノギャップ間熱輸送間隔依存性の測定を行った成果についてまとめたものであり、得られた主な成果は次のとおりである。

まず、(110)方位の単結晶シリコンから微細加工技術を用いて作製した MEMS デバイスを用いて、真空中で 30.5  $\mu$ m² の大面積平滑面を有するナノギャップを(111)面のへき開により創製し、ギャップ間隔を 14 nm から 1.5  $\mu$ m の範囲において分解能 1 nm、精度 3 nm で制御し、平滑大面積ギャップを創製可能であること、nm オーダーの高精度・高分解能で間隔を制御可能であることを示した。また、最小ギャップ間隔が Lifshitz 力により制限されることを明らかにし、より狭間隔の実現のためにはデバイスの剛性向上が有効であることを示した。

次に、本デバイスを用いてギャップ間隔を制御しながら、40~K以上のギャップ間温度差を形成し、Raman 分光法や TR 法による温度差測定を同時に実施することで、ギャップ間熱輸送は  $10~nm\sim1~\mu m$  のギャップ間隔において  $3.0\times10^6~W/m^2$ 以下であるが、ギャップ接触時には  $10^7~W/m^2$ 以上まで急激に増加することを測定し、ナノギャップ間の熱輸送間隔依存性測定に高いポテンシャルを有していることを実証した。更に、ギャップ間熱輸送がギャップ接触後に接触力を増加させても変化しないことを確認し、ギャップの接触は凹凸のある Hertz の接触ではなく極めて平滑な平面同士の接触であり、へき開面が高い平滑性を有することを実験的に明らかにした。

以上、本論文は平行平板ナノギャップの高スループットな創製方法の確立とギャップ間熱輸送メカニズムの解明という課題に対して、ナノギャップ創製と間隔制御機構を一体化した MEMS デバイスと Raman 分光法と TR 法を用いた熱輸送間隔依存性測定方法を提案し、MEMS デバイスが高スループットで大面積ナノギャップを創製でき、高分解能で間隔制御可能であること、Raman 分光法や TR 法によるギャップ間温度差測定がギャップ間隔制御と同時に実施可能であることを実証したものであり、ナノギャップの工学利用や熱輸送間隔依存性測定の実現に向けて、学術上、実際上寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士(工学)の学位論文として価値あるものと認める。また、令和6年2月20日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行って、申請者が博士後期課程学位取得基準を満たしていることを確認し、合格と認めた。