



Title	低速陽電子ビームを用いた欠陥評価技術の高度化および材料評価への応用
Author(s)	前川, 雅樹
Citation	大阪大学, 2013, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/27540
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

氏 名	まえ かわ まさ き 前 川 雅 樹
博士の専攻分野の名称	博 士（工学）
学 位 記 番 号	第 2 5 7 6 2 号
学 位 授 与 年 月 日	平 成 25 年 3 月 25 日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第4条第2項該当
学 位 論 文 名	低速陽電子ビームを用いた欠陥評価技術の高度化および材料評価への応用
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 西嶋 茂宏 (副査) 教 授 吉田 陽一 産業科学研究所教授 磯山 悟朗 准教授 菅田 義英 講 師 秋山 庸子

論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、空孔型欠陥評価技術の高度化を目指して、陽電子消滅法を行うビーム装置の高度化と解析コードの開発を行い、炭化ケイ素の酸化膜/半導体界面欠陥の解析およびステンレス鋼応力腐食割れ劣化解析へ応用することを目的とした。

第1章「序章」では、本研究の背景として陽電子消滅法の特徴を概観するとともに、陽電子ビーム技術高度化の必要性と方向性を述べた。また論文の目的及び構成について述べた。

第2章「陽電子消滅法による欠陥評価技術」では、陽電子消滅法の基本的原理について述べた後、陽電子を任意の深さに打ち込むための低速陽電子ビームエネルギー制御技術、次に陽電子消滅寿命計測を実現するためのパルス化技術、最後に空間分解能を向上させるための陽電子マイクロビーム技術の開発について述べた。パルス陽電子ビームの開発においては、従来必要不可欠であると考えられていた共振空洞を用いず、より低い周波数で動作するコンパクトな独自のパルス化システムを開発した。陽電子マイクロビーム装置の開発においては、従来の市販線源にないほど小型で、かつ同程度の強度を持った小型線源を独自開発した。さらに極低温に冷凍することで高効率な固体ネオン減速材を使用可能し、ビーム強度を追求した。その上で電極形状を最適化することで高輝度な陽電子ビームを発生させ、最小ビーム径 $1.9\mu\text{m}$ のマイクロビーム形成に成功し、空孔型欠陥の空間分布が得られる陽電子顕微鏡システムを構築した。このようなビーム装置開発に加え、第一原理的な手法で陽電子状態を計算するコード開発もあわせて行った。以上の技術開発により、低速陽電子ビームを用いた電子運動量分布および

陽電子消滅寿命の両側面からの物性評価を可能とするとともに、理論計算と実験を比較することで、従来の実験データ解析だけでは行えなかった欠陥の原子構造にまで踏み込んだ詳細な情報を得ることが可能となった。

第3章「陽電子ビームを用いた材料評価」では、開発した手法を材料評価へ応用した結果について述べた。「炭化ケイ素/熱酸化膜界面の評価」では、炭化ケイ素/熱酸化膜界面に存在する界面欠陥の評価に陽電子消滅法を適用した結果、酸素原子の孤立電子対を伴う空孔型欠陥を検出し、これが界面準位の有力な起源であることを提案した。陽電子ビーム法を用いることで、他の物性評価手法ではこれまで不明であった酸素原子の影響を初めて観測することが可能となった。「ステンレス鋼の応力腐食割れ亀裂の評価」では、応力腐食割れを起こしたステンレス鋼の亀裂近傍最先端においても空孔濃度が上昇することを見出し、さらにそれが単空孔程度の大きさであることを初めて示した。陽電子マイクロビームを用いることで、このような微小な欠陥を直接検出することに成功した。さらに空孔導入要因として物理的、化学的に多様な要因が提案されている中で、亀裂先端での応力集中によるひずみがもたらした局所的な塑性変形が主要な原因であることを突き止めた。

第4章「まとめと展望」では、上記の内容を総括し、本論文の結論を述べた。

論文審査の結果の要旨

陽電子消滅法は、従来の材料評価手法では直接的に得ることが難しい空孔型欠陥に関する知見を得ることが出来る手法として知られており、広範囲に利用されている。陽電子消滅測定技術の高度化は、材料開発における未解決問題解決の糸口をとなり得る有用な情報をもたらすであろう。本論文は、まず欠陥評価技術の高度化を目指した陽電子ビーム装置開発の結果について述べている。「陽電子消滅法による欠陥評価技術」では、パルス陽電子ビーム装置の開発に着手し、従来のパルス化装置では用いられない円筒電極型構造の独創的なビームパルス化装置の開発に成功している。さらに同時計数ドップラー幅広がり測定法と第1原理数値計算を用いた格子欠陥の詳細な構造解析法の確立にも成功している。従来、単独で行われることの多かったこれらの計測と解析を同時に複合して行うことで陽電子消滅法での欠陥評価の精度を飛躍的に高めることができたことは、その波及範囲の広さを考慮すると注目すべき成果である。陽電子マイクロビーム装置の開発では、従来よりも格段に高輝度な陽電子を発生できる小型線源を独自に開発する事に成功し、最小ビーム径として世界最高レベルの $1.9\mu\text{m}$ を達成している。これにより空孔型欠陥の空間分布がマイクロメートルオーダーで得られるようになったことは特筆すべき成果である。

開発した計測法は、工学的に重要な二つのテーマへ展開されている。「炭化ケイ素/熱酸化膜界面の評価」では、次世代電子デバイス材料として期待されている炭化ケイ素について、素子作成上大きな問題となっている炭化ケイ素/熱酸化膜界面に存在する界面欠陥の評価に陽電子ビーム装置群を利用している。その結果、炭化ケイ素/熱酸化膜界面には酸素原子の孤立電子対を伴う空孔型欠陥が存在することを見出し、素子の高速動作を妨げる電子準位の由来の一因であるという重要な結果を導き出している。このような空孔に関する知見は他の測定手法では得がたいため、効果的な処理方法を探究するデバイスプロセスの研究者に有用であるばかりでなく、炭化ケイ素表面酸化過程の基礎研究などへの発展も期待できる。「ステンレス鋼の応力腐食割れ亀裂の評価」では、原子力材料分野で注目を集め続ける応力腐食割れのメカニズム解明に向けて、陽電子マイクロビームを用いて亀裂近辺の劣化解析を行っている。その結果、応力腐食割れを起こしたステンレス鋼の亀裂近傍最先端の応力集中部位でのみ単空孔程度の大きさの空孔濃度が上昇すること、空孔導入要因として応力集中によるひずみがもたらした塑性変形が主要な原因であることを突き止めている。これは空孔型欠陥が応力腐食割れ亀裂進展に関与していることを示唆する初めての結果であり、亀裂先端の空孔型欠陥を検出できる貴重な方法として、劣化機構解明研究の進展、高耐食性材料の開発などにつながるものである。

以上のように、本論文は陽電子消滅法の高度化について大きな功績を有しており、解決が望まれている実材料へ応用したところ陽電子消滅法でしか得ることの出来ない空孔型欠陥の観点からの極めて興味深い結果を得ることが出来ている。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。