

Title	電界放射型電子銃を用いたカソードルミネッセンス走査型電子顕微鏡の開発
Author(s)	松尾, 浩
Citation	大阪大学, 1999, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/41440">https://hdl.handle.net/11094/41440</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈/a〉</a> をご参照ください。

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

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

Osaka University

氏名	まつおひろし 松尾浩
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第14609号
学位授与年月日	平成11年3月25日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科応用物理学専攻
学位論文名	電界放射型電子銃を用いたカソードルミネッセンス走査型電子顕微鏡の開発
論文審査委員	(主査) 教授 志水 隆一  (副査) 教授 中島 信一 教授 石井 博昭 教授 樹下 行三 教授 一岡 芳樹

### 論文内容の要旨

本論文では、局所領域の電子状態の解明を目的として、電界放射型電子銃を用いた高感度ならびに高空間分解能カソードルミネッセンス走査型電子顕微鏡 (FE-CLSEM) の開発を行っている。また、開発した装置により人工合成ダイヤモンドや窒化ガリウム結晶のカソードルミネッセンス観察を行い、開発した FE-CLSEM が結晶のキャラクタリゼーションに有用であることを示している。

第1章では、本研究の背景となるカソードルミネッセンスの原理とその物性評価への応用について述べ、本研究の目的、意義について述べている。

第2章では、CL 検出装置として要求される機能及び性能について述べ、本研究で開発した集光光学系、信号処理部、試料冷却機構などについて述べている。また蛍光物質を試料に用いて装置の動作確認実験を行い CLSEM としての基本的な性能が得られていることを確認している。しかし、気相合成ダイヤモンドを試料として用いた実験の結果は、ダイヤモンドのキャラクタリゼーションを行うには未だ十分な検出感度が得られていないことを示唆している。

第3章では、前章で明らかとなった問題点を克服すべく行った装置の改良について述べている。まず光電子増倍管冷却装置を導入し、フォトンカウンティングシステムを試作することで S/N 比の改善を行い、冷却効率の向上のため試料冷却機構を全面的に改造することにより、85K までの冷却を実現している。さらに冷却による試料の振動を十分に抑えることに成功し、高倍率での観察が可能となっている。

第4章では、近年、新しい材料として期待される人工合成ダイヤモンドの現状について述べ、ダイヤモンドの結晶性の指標となる自由励起子が TO フォノンを伴い正孔と再結合する際の発光、すなわち  $FE_{TO}$  発光を確認するための実験を行っている。ホモエピタキシャル高圧合成ダイヤモンド、高圧合成高純度 IIa ダイヤモンド単結晶試料について 85~87K から室温までの温度領域で系統的な CL スペクトルの観測を行った結果、冷却時の高純度 IIa ダイヤモンドのみから  $FE_{TO}$  発光を確認し、開発した FE-CLSEM が物性評価に有用であることを示している。また、現在開発中のプラズマ中のダイヤモンド成長過程を直接観察することができる新しい SEM 装置について述べている。

第5章では、近年、特に注目を集めている物質である GaN に着目し、開発した装置の物性評価への応用としてキャリア濃度の異なる 3 種類の GaN 試料について CL 測定を行い、得られた知見から、その物性に関する考察を行っている。

第6章では、本研究の総括を行い、今後の展望について述べている。

## 論文審査の結果の要旨

カソードルミネッセンス走査型電子顕微鏡 (CL-SEM) は結晶評価技術として非破壊で、またフォトルミネッセンスと比較して、より微小な領域における結晶欠陥や不純物の混在などの情報が得られるという特徴から、有力な物性評価手段となっている。CLの強度は一般に微弱であるため、これまでは大電流が得られる熱電子放出型電子銃を搭載した電子顕微鏡が用いられてきたが、熱電子放出型電子銃それ自体の発光が試料からの信号に混入するために十分なS/Nを確保するには至っていない。

本研究は、局所領域の電子状態の解明のため、高感度ならびに高空間分解能 CL 計測の実現を目指し、極めて微小な電子プローブが実現でき、かつ無発光の電界放射型電子銃を搭載したカソードルミネッセンス走査型電子顕微鏡の開発を行ったもので、その主な研究成果を要約すると以下の通りである。

- (1) 提案した FE-CLSEM を実現するため、集光光学系、信号検出系、試料冷却機構の試作を行い、蛍光物質、気相合成ダイヤモンドなどの観察からカソードルミネッセンス検出装置としての基本的な性能が得られることを示している。
- (2) 信号検出にフォトンカウンティング法を適用することにより検出感度の改善を行っている。またガス冷却方式を採用した試料冷却機構は十分な冷却能力を持ち、試料の振動、ドリフトなどを十分に抑制しているため、高倍率での観察が可能となっている。
- (3) 試作装置を用いて各種の人工合成ダイヤモンドの CL 観察を行い、試料を85Kまで冷却することで、1 nA 以下の微少なプローブ電流量においてもダイヤモンドの自由励起子発光の観測に成功し、試作装置がダイヤモンドの物性評価へ応用できることを実証している。
- (4) キャリア濃度が異なる GaN 試料について CL 測定を行い、局所領域の物性評価が可能であることを指摘し、さらに収束イオンビームを用いて試料を薄片化することにより高い空間分解能での解析が実現できることを提案している。

以上のように、本論文では電界放射型電子銃を用いたカソードルミネッセンス走査型電子顕微鏡を開発し、人工合成ダイヤモンド、窒化ガリウム等を用いた検証実験によりその物性評価装置としての有用性を実証しており、その成果は応用物理学、特に結晶工学の発展に寄与するところが大きい。よって、本論文は博士論文として価値あるものと認める。