

Title	Fabrication, Manipulation and Nanoindentation of Advanced Materials and Nanostructures
Author(s)	藤金, 正樹
Citation	大阪大学, 2007, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/48518">https://hdl.handle.net/11094/48518</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>〉</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	藤 金 正 樹
博士の専攻分野の名称	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	第 2 1 2 2 4 号
学 位 授 与 年 月 日	平成 19 年 3 月 23 日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第 4 条第 1 項該当 工学研究科原子力工学専攻
学 位 論 文 名	Fabrication, Manipulation and Nanoindentation of Advanced Materials and Nanostructures (先端材料やナノ構造材料の創生方法と操作方法の確立及びそれらの特定評価)
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 山 中 伸 介  (副査) 教 授 山 口 彰 教 授 山 本 孝 夫 助 教 授 宇 埜 正 美 助 教 授 下 田 吉 之

#### 論 文 内 容 の 要 旨

ナノテクノロジー・材料分野の発展は科学技術全般を支える主要課題であり、昨今では最も盛んに研究開発がなされている分野の一つである。本論文は真のナノテクノロジー (True Nano) として定義される革新的ナノ計測・加工技術を確立するため、新規材料の創生方法、それらの制御方法、及びそれらの特性評価方法を提案するものである。本論文は以下の五章により構成され、特に重要なナノインデンテーションから得られた一連の成果は第三章と第四章に渡って記された。

第一章は序論であり、本研究の背景並びに目的が述べられた。特にナノテクノロジー・材料分野におけるナノインデンテーションの現状とその位置付けが明確にされた。

第二章では、各種バルク材料及びナノ構造材料の創生方法と、それらの各種物理的特性が明らかにされた。特に革新的材料技術として、 $W_{18}O_{49}$  ナノウィスカーを世界で最も低温かつ広域に合成する方法や、直径 100 nm のナノボールを世界で最も広い面積に並べる方法が確立された。

第三章では、過去に例のない単結晶ダイヤモンドを用いた圧子先端曲率の計算方法等が提案され、それらに立脚した世界最高水準のナノインデンテーション試験が確立された。各種単結晶バルク材料への押し込み硬さ試験の結果、 $Al_2O_3$  からは現在広く用いられている解析方法の不完全さが、 $GaN$  からは LED の効率向上に密接した転位密度の新規 *in-situ* 測定技術が、 $GaAs$  からは変位破断 (pop-in) の起源として新たに相変態がそれぞれ提唱された。

第四章では、薄膜材料やナノ構造材料へのナノインデンテーションを行ない、粘弾性薄膜の評価方法、圧子形状による基板効果や表面粗さの影響を除去する方法、二次元に配列したナノボールへの押し込み試験方法、群生しているナノウィスカーからナノロッド 1 本のみを抽出し測定する方法等、他に例を見ない独創的な新規技術が構築された。特に  $W_{18}O_{49}$  ナノウィスカーへの測定では自己組織臨界 (SOC) 過程が確認され、直径 100 nm ナノボールへの実測データからはモデルの構築により基板への二重押し込み現象や順次押し込み現象などが実証された。さらには AFM カンチレバーを用いた押し込み速度制御型サブナノインデンテーションの技術が構築された。

第五章は結論であり、本研究で得られた主な成果が要約され次世代のイノベーション創出を加速させる指針が提言された。

## 論文審査の結果の要旨

本論文において議論される3つの主題、つまり「創生方法」・「制御方法」を確立する過程及び「特性評価」を行なう過程から、材料物理化学、特にナノテクノロジーサイエンスにおける新たな見識が与えられる。本論文によって示される新たな指針は日増しに盛んになるナノテクノロジー分野の技術開発を1歩先へ(1桁下へ)進めるものであり、以下に要約する本論文の成果による世界への影響は計り知れない。

「創生」の主題では、カーボンナノチューブ、準安定  $ZrO_{2-x}$  ナノ粒子、各種金属ナノ粒子、 $W_{18}O_{49}$  ナノウィスカーの創生方法を確立している。特に  $W_{18}O_{49}$  ナノウィスカーは世界で最も低温かつ広域における合成に成功しておりエレクトロクロミック等の分野で工業的応用が期待される。

「制御」の主題では、直径 100 nm の  $SiO_2$  ナノボールを世界で最も広い面積に最密充填構造で、二次元に積層数を制御しながら配列させる技術を確認している。さらにナノインデンターのダイヤモンド圧子を X-Y 方向に操作させる事により、群生しているナノウィスカーからナノロッド1本のみを抽出する技術をも確認している。

「特性評価」の主題では主に、単結晶ダイヤモンドを応用して精密に較正されたナノインデンターの圧子を用いて、単結晶バルク材料、薄膜材料、そしてナノ構造材料の機械的特性を評価している。単結晶バルク材料の評価結果においては、 $Al_2O_3$  からは現在広く用いられている解析方法の不完全さが、 $GaN$  からは LED の効率向上に密接した転位密度の新規 *in-situ* 測定技術が、 $GaAs$  からは塑性変形の起源として新たに相変態がそれぞれ提唱されている。薄膜材料やナノ構造材料の評価結果においては、*low-k* 薄膜からは粘弾性薄膜の理想的な評価方法、 $Cr-N$  薄膜からは基板効果や表面粗さの影響を除去する方法、 $SiO_2$  ナノボールからは二重押し込み現象や順次押し込み現象の評価方法がそれぞれ考案され、 $W_{18}O_{49}$  ナノウィスカーからは自己組織化臨界過程が確認されている。

最後に本論文では AFM を用いたサブナノインデンテーション技術を構築している。この技術はナノ構造材料に対する nN 領域でのインデンテーションを可能とするものであり、世界に先駆けて剛体への AFM インデンテーションを報告するものである。

以上のように本論文は、構造自体は可視化されているがその物性は未解明な部分が多いナノ構造材料の、真の物理特性を予測し具現化する過程を実証するものである。サブナノ領域における原子の準静的挙動を解明するその方法論は正に、現実の実験による  $\mu m$  から  $nm$  へ向かってのアプローチと、計算機シミュレーションによる  $\text{\AA}$  から  $nm$  へ向かってのアプローチの、両手法の架け橋となる極めて貴重な知見である。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。