

Title	フェムト秒レーザー駆動衝撃波によるシリコンの構造変化と高圧構造残存に関する研究
Author(s)	辻野, 雅之
Citation	大阪大学, 2012, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/59186
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"〉 大阪大学の博士論文について 〈/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	辻野雅之
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第25516号
学位授与年月日	平成24年3月22日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科マテリアル生産科学専攻
学位論文名	フェムト秒レーザー駆動衝撃波によるシリコンの構造変化と高圧構造残存に関する研究
論文審査委員	(主査) 教授 廣瀬 明夫 (副査) 教授 平田 好則 教授 伊東 一良 准教授 佐野 智一

論文内容の要旨

本論文では材料開発におけるパラメータとして圧力に着目し、汎用的なテーブルトップの装置で低圧から高圧までの圧力を容易に達成することが可能であるフェムト秒レーザー駆動衝撃波が、新たな材料創製手法として発展することを目指して研究を行った。これまでに明らかにされていないフェムト秒レーザー駆動衝撃波による圧力負荷によって物質に起こる構造変化について調べた。得られた知見の詳細は下記の通りである。

従来から用いられている圧縮法であるダイヤモンドアンビルセルによる準静的圧縮および火薬銃による衝撃圧縮により、シリコンの高圧下での基礎的な挙動として格子欠陥や結晶構造変化について明らかにした。フェムト秒レーザー駆動衝撃波を負荷したシリコンの構造変化を調べることににより、従来法と比較して高密度の転位が導入されることや、衝撃波負荷部の硬度が母材に比べて最大で6.4倍上昇していることなどを明らかにした。マイクロX線を用いたX線回折測定の結果から、シリコンの準安定相がサブミクロンサイズで、小傾角粒界などを持たない微細粒として母相のDiamond構造に囲まれて単独で存在していることが明らかとなった。これまでに常圧下に残存したことの無い高圧構造の生成をX線回折法や透過電子顕微鏡を用いて確認した。残存した高圧構造も準安定相と同じく微細粒として存在していることが明らかとなった。得られた実験結果と過去の知見をもとに、フェムト秒レーザー駆動衝撃波によるシリコン高圧構造の残存過程に関する考察を行った。衝撃温度計算の結果から、残存が確認された高圧構造が衝撃圧縮下で生成することが確認され、実験結果の妥当性が示された。提案した残存モデルは以下の通りである。高圧構造周辺の母相Diamond構造内に存在する高密度の転位によって、Diamond構造の変形が阻害されることにより、高圧構造が準安定相に相転移する際の体積膨張が阻害され、微細粒として

存在するシリコンの高圧構造の残存が達成された。実験での硬さ測定の結果からこの残存モデルの妥当性を確認した。フェムト秒レーザーおよびそれによって駆動される衝撃波による時間的および空間的な結晶構造変化についても提案を行った。

以上の成果により、物質科学の発展、および圧力をパラメータとした新たな材料創製手法として、フェムト秒レーザー駆動衝撃波の材料科学への応用が期待できる。

論文審査の結果の要旨

本論文では、材料開発において圧力をパラメータとし、汎用的なテーブルトップの装置で低圧から高圧までの圧力を容易に達成することが可能であるフェムト秒レーザー駆動衝撃波が、新たな材料創製手法として発展することを目指している。そのために、これまでに明らかにされていないフェムト秒レーザー駆動衝撃波による圧力負荷によって物質内に誘起される構造変化について調べている。その結果、フェムト秒レーザー駆動衝撃波を負荷したシリコン内部に、高密度転位の導入とそれに伴う硬化現象、微細粒準安定相の生成、これまで常圧下で存在しなかった高圧構造の残存が起こることを明らかにしている。得られた知見の詳細は下記の通りである。

① 準静的圧縮および従来衝撃圧縮後の結晶構造変化

ダイヤモンドアンビルセルを用いた準静的圧縮負荷実験では、弾塑性転移圧力以上相転移圧力未満の場合、格子欠陥および結晶粒の微細化は確認されず結晶構造に顕著な変化は見られない。高圧構造が安定となる圧力領域の場合、ダイヤモンド構造結晶粒の微細化と準安定相であるBC8構造の存在を確認している。火薬銃による衝撃回収実験において、弾塑性転移圧力以上相転移圧力未満の場合多結晶化は起こらず、相転移圧力以上の場合ダイヤモンド構造結晶粒の微細化と、準安定相であるBC8構造とSi-IX構造の存在を確認している。

② 母相ダイヤモンド構造の変化

X線回折測定の結果、衝撃波の影響を強く受けている領域で、残留歪みが最大となっていることが確認されている。また、その領域の結晶子サイズは20 nm程度であることが示されている。2次元検出器で得られたダイヤモンド構造の回折パターンはリング状であり、フェムト秒レーザー駆動衝撃波によって結晶構造の多結晶化が起こることが明らかとなっている。透過電子顕微鏡による照射部断面観察の結果から、フェムト秒レーザー駆動衝撃波を負荷したシリコンは、従来の衝撃圧縮法よりも多くの割合で多結晶化していることが確認されている。また、ダイヤモンド構造は一つの結晶粒が数ミクロン程度の大きさで存在している。従来法と比較して高密度の転位が導入されていることが確認されている。また、ナノインデンテーションを用いてフェムト秒レーザー駆動衝撃影響領域の硬さ測定を行ったところ、母材硬度の6.4倍まで硬化していることを確認している。

③ 準安定相Si-VIII構造の生成と分布の評価

マイクロX線を用いたX線回折測定の結果から、準安定相であるSi-VIII構造はサブミクロンサイズの結晶粒として存在していることが明らかとなっている。その回折ピーク幅から結晶粒サイズを求めたところ、結晶粒サイズは243 nmであると算出されている。透過マイクロX線回折法でマッピングを行った結果、サブミクロンサイズのSi-VIII構造は小傾角粒界などを持たない単独の結晶粒で形成されていると考えられている。

④ 高圧構造の常圧下における残存とそのプロセスに関する考察

これまで常圧下には存在していない高圧構造の生成をX線回折法や透過電子顕微鏡を用いて確認している。その結果、高圧構造も準安定相と同様に微細粒として存在していることが明らかとなっている。一連の実験結果と過去の知見をもとに、フェムト秒レーザー駆動衝撃波によるシリコン高圧構造の残存に関する考察を行っている。衝撃温度計算の結果から、実験結果の妥当性を確認している。そして以下に示す残存モデルを提案している。高圧構造周辺のダイヤモンド構造内に存在する高密度の転位によって、ダイヤモンド構造の変形が阻害されることにより、高圧構造が準安定相に相転移する際の体積膨張が阻害され、微細粒として存在するシリコンの高圧構造が残存する。硬さ測定の結果から、この残存モデルの妥当性が確認されている。

以上のように、本論文はフェムト秒レーザー駆動衝撃波を材料の新たな創製手法としての発展を目指し、それによって誘起されるシリコン結晶構造変化を明らかにし、フェムト秒レーザー駆動衝撃波特有の硬化現象および結晶粒微細化、高圧構造の残存およびそのプロセスの提案を行ったもので、学問的に価値が高い。また、本研究によりフェムト秒レーザー駆動衝撃波の材料科学への応用が期待され、更なる工学的な発展も期待できる。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。