

氏名	おおつか さとし 大塚 智史		
授与学位	博士(工学)		
学位授与年月日	平成12年3月23日		
学位授与の根拠法規	学位規則第4条第1項		
研究科, 専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 量子エネルギー工学専攻		
学位論文題目	希ガスイオン照射を用いたセラミックス材料の表面微細加工に関する基礎的研究		
指導教官	東北大学教授 阿部 勝憲		
論文審査委員	主査 東北大学教授 阿部 勝憲 東北大学教授 長谷川 雅幸 東北大学教授 加藤 康司 東北大学助教授 長谷川 晃		

論文内容要旨

第1章 序論

ガスイオン、特に固体中に固溶しない希ガスイオンを照射すると固体表面に微細な隆起や剥離が生じる。この表面形状変化現象はこれまで主に核融合炉第一壁において生じる表面損傷現象として研究されてきているが、隆起や剥離をおこす領域を微細に制御することにより、表面微細加工に利用することが可能であると考えられる。これらの現象はその機構から材料を選ばず適用できると考えられることから、表面微細加工に応用した場合にはセラミックスなどの難加工性材料や半導体材料などの加工が行えると考えられる。

セラミックスの中でも炭化ケイ素(SiC)とダイヤモンドは優れた機械的・電気的特性を有していることから、工業的に将来さらに利用されることが期待されている。しかしながら、これらの材料はセラミックスの中でも特に難加工性であることから、従来手法では微細加工を行うことが困難であることがその課題の一つとなっており、従来にない新しい微細加工法の開発が期待されている。

本研究では、希ガスイオン照射とマスクングを組み合わせる方法による表面微細加工の可能性を明らかにするために、炭化ケイ素(SiC)とダイヤモンドを対象材料として、(1)表面形状制御とその精度に及ぼす照射パラメータの影響を検討すること、および(2)表面変形の機構を検討することを、目的とする。

第2章 実験方法

試料として(111)面配向性の β -SiC多結晶とダイヤモンド単結晶を用いた。ダイヤモンドにおいては結晶方位依存性を検討するために、(100)面と(111)面に照射を行った。照射領域の形状を微細に制御するために、 $25\ \mu\text{m}$ から $100\ \mu\text{m}$ 大きさのます目をもつ金属製のマイクロメッシュをマスクとして試料表面に固定した後、照射を行った。

エネルギーが $1.5\sim 3.1\text{MeV}$ のHeイオンの照射を東北大学工学研究科高速中性子実験室のダイナミトロン加速器を用いて行った。より低エネルギービームを得るためにエネルギーデグレーダとして銅箔を用いて照射エネルギーを減速させるという方法を用いた。照射温度の測定は赤外線放射温度計を用いて行い、いずれの照射条件においても試料温度は $300\sim 400\text{K}$ とした。

照射エネルギーとフルエンスはそれぞれ注入深さと注入量に対応し、表面形状制御を支配する重要なパラメータであることから、照射エネルギーを 140keV から 1.9MeV 、フルエンスを 1.5×10^{20} から $2.3\times 10^{22}\ \text{ions/m}^2$ の間で変化させた。また、注入するイオンの質量の効果を明らかにするために、日本原子力研究所のイオン照射施設(TIARA)の 400kV イオン注入装置を用いて、SiC試料への各種希ガスイオン照射を行った。照射イオンとしては He^+ 、 Ne^+ 、 Ar^+ および Kr^+ を用いた。

照射後の試料の表面形状変化を明らかにするため、光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた表面観察

を行い、走査型プローブ顕微鏡(SPM)とレーザー顕微鏡を用いて断面形状プロファイルの定量評価を行った。SPMとレーザー顕微鏡の測定精度は各々40nmおよび数nm以下である。また、表面隆起の機構を明らかにするため、透過型電子顕微鏡(TEM)と光学顕微鏡を用いて断面方向から照射による微細構造変化を調べた。さらに、希ガスイオン照射による表面微細加工の精度を検討するために、加工の横方向と高さ方向の精度、加工面の粗さ、加工速度といったパラメータについて評価した。

第3章 結果

3-1 イオンビームによる炭化ケイ素(SiC)の表面形状制御

図1はHe⁺イオン照射後のSiC表面の光学顕微鏡観察結果である。SiC表面にマスクパターンが転写され微細な隆起の規則配列が形成されている。レーザー顕微鏡を用いて隆起部の断面形状プロファイルを測定したところ、隆起形状はプリスタリングによるものと異なり隆起端部で高く中央部で低い特殊な形状であることがわかった。これらの結果は、これまで表面損傷として研究されてきた希ガスイオン照射による表面形状変化現象を制御して、従来にない表面微細加工を行うことが可能であることを示したもので重要な結果である。

表面形状制御に及ぼす照射パラメータ(エネルギー、フルエンス、イオン種)の影響を検討した。図2は各希ガスイオン照射による隆起高さのフルエンス依存性である。フルエンスを調整することにより隆起高さを制御できること、イオン質量が大きいほど低いフルエンスで高い隆起が得られることがわかった。

3-2 イオンビームによるダイヤモンドの表面形状制御

He⁺イオン照射によるダイヤモンドの表面形状制御の可能性を検討し、ダイヤモンド表面にも表面隆起により微細なマスクパターンを転写できることを明らかにした。その隆起形状はSiCにおけるものと異なり、隆起の端部で低く中央部で高いドーム状のものであり、レンズ型バブルの形成を前駆過程とするプリスタリングによるものであると考えられる。これらの結果は、希ガスイオン照射を行うことによりセラミックスの中でも特に難加工性の材料であるダイヤモンドの表面に、微細なドーム状の隆起を作るという特殊な表面微細加工を行えることを示しており、重要な結果である。

3-3 表面微細加工としての表面形状制御の精度

希ガスイオン照射による表面形状制御の高さ方向と横方向の精度の照射パラメータ依存性をSiCについて検討した。その結果、フルエンスを低くするとマスクの損傷が減少し、照射エネルギーと注入イオンの質量を大きくすると隆起端部の傾斜領域の幅が減少して加工精度は向上すること、および傾斜領域の幅から考えるとサブミクロン幅の超精密加工を行うことが可能であることを示した。また、隆起高さとのフルエンス依存性を検討し、フルエンスを調整することにより隆起高さをnmオーダーで高精度に制御できること(図2, 3)、いずれのイオン種を用いた場合でもフルエンスが 1×10^{21} ions/m²以下では面粗さが非照射面と同じままに保たれることを明らかにした。加工時間のイオン質量依存性について検討し、イオン質量を大きくすることにより加工時間を短縮でき、例えばHe⁺イオンを用いた場合には500秒かかる30nmの隆起加工を、Kr⁺イオンを用いることにより5秒に短縮できることを明らかにした。

以上の検討から、フルエンスと照射エネルギーを低くし、質量数の大きなイオン種を選択することで高精度、高効率の加工が行え、横方向にサブミクロン、高さ方向にナノオーダーで表面形状を制御する精密加工が可能であると考えられる。

第4章 考察

4-1 表面隆起部の微細構造とマイクロ組織について

SiCにおいて生じた表面隆起領域の断面微細構造観察を行い以下のことを明らかにした。低フルエンスの場合(2.3×10^{20} ions/m²)には、損傷ピーク近傍の層で非晶質化による密度低下に対応してスエリングにより表面が隆起する。フルエンスが中程度(2.3×10^{21} ions/m²)になると、非晶質層が表面方向に成長してスエリングを起こす層が厚くなることにより、隆起量が増加する。フルエンスがさらに高くなると(2.3×10^{22} ions/m²)、表面から

飛程近傍までの全域で非晶質化が生じ、飛程領域には高濃度に微細なHeバブルが形成され、スエリングがおこり隆起が生じる。以上の検討より、SiCでは非晶質化やHeバブルの形成によるスエリングにより隆起が生じており、フルエンスを調節することで表面に結晶質層を残したまま表面を隆起させたり、表面から飛程領域近傍まで非晶質化させることが可能であると考えられる。

4-2 希ガスイオン照射による表面隆起量の照射パラメータ依存性と隆起近傍の応力分布について

非晶質SiCと結晶質SiCはその特性が異なるので、隆起領域の結晶質層と非晶質層の厚さの検討は重要である。そこで、弾き出し損傷の深さ方向分布を固体中のイオン輸送計算コード(TRIM)により数値計算し、断面TEM観察結果と比較することにより隆起高さと同相状態の照射パラメータ依存性を検討し、隆起高さと同相質層および非晶質層の厚さをフルエンスと照射エネルギーを調整することにより、制御できることを明らかにした。

本研究で観察された表面隆起領域には表面変形に対応する高い応力場が形成されていることが予測されるため有限要素法による応力分布の評価を試み、弾塑性変形解析により隆起近傍に形成されていると考えられる応力場を推測した。

第5章 結論

本研究の背景から結果・考察までを要約してまとめるとともに、総括して結論とした。

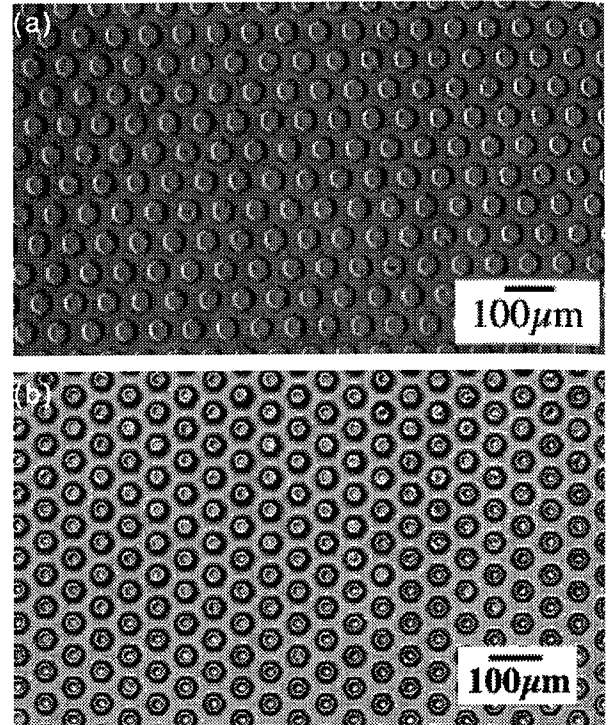


図1 1.9MeV He⁺イオン照射後のSiC表面の光学顕微鏡写真。フルエンスは(a)2.3x10²¹ ions/m², (b)2.3x10²² ions/m²。

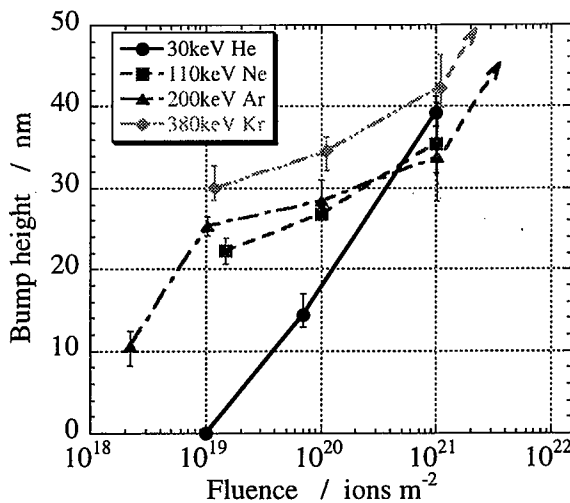


図2 種々の希ガスイオン照射後のSiC表面における隆起高さのフルエンス依存性

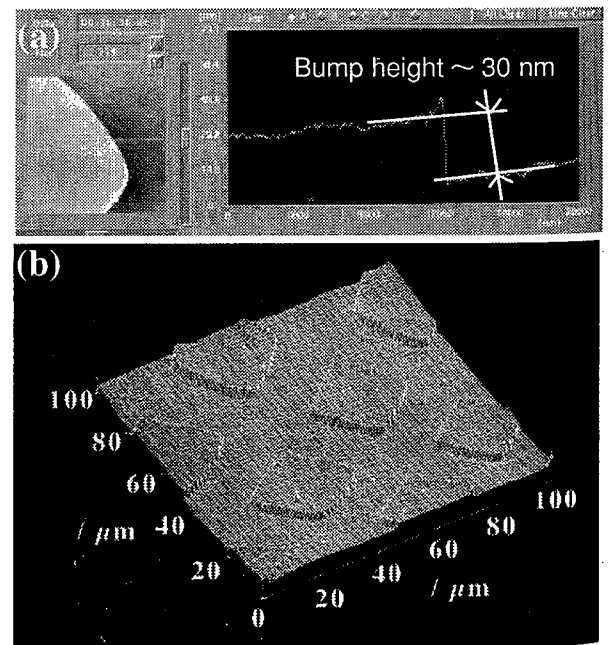


図3 370keV Kr⁺イオンを1.1x10²¹ ions/m²まで照射したSiC表面の走査型プローブ顕微鏡(SPM)による観察結果, (a)断面形状プロファイル, (b)三次元SPM像

審査結果の要旨

希ガスイオン照射により生じる表面形状変化現象はこれまで核融合炉第一壁などで生じる表面損傷現象として研究されてきた。しかしながら照射領域と照射量を制御することにより表面微細加工に応用することが可能であると考えられるが、これまでにそのような研究は行われていない。著者は希ガスイオン照射とマスクングを用いて、難加工性材料の炭化ケイ素(SiC)とダイヤモンドの表面形状制御に関して検討し、希ガスイオン照射を用いた表面微細加工の可能性、およびその精度と機構を明らかにした。本論文はこれらの成果をまとめたもので全編5章よりなる。

第1章では、希ガスイオン照射による表面形状変化の機構と現象について概観して、その表面微細加工への応用の可能性に言及し、本研究の目的を述べている。

第2章では、表面形状制御を行うための希ガスイオン照射実験と使用した炭化ケイ素(SiC)試料およびダイヤモンド試料の詳細について述べ、さらに表面形状制御の機構を検討するための照射領域の観察および変形量の測定方法について記述している。

第3章では、希ガスイオン照射による表面形状制御の可能性と精度について検討し、マスクングを用いて照射領域の隆起の形状を制御することにより表面微細加工が可能であること、照射パラメータを適切に選択することにより横方向にサブミクロン、高さ方向にnmオーダーで形状を制御して加工を行う精密加工が可能であることを明らかにしている。

第4章では、表面隆起領域の微細構造の検討から表面隆起の機構について考察し、隆起は非晶質とガスバブル形成によるスエリングであることを明らかにしている。また、有限要素法を用いて隆起領域周辺に形成されている応力場について推測している。

第5章は結論である。

以上要するに本論文は、これまで表面損傷として認識されてきた希ガスイオン照射による表面形状変化現象を利用して、従来にない表面隆起配列を実現し表面微細加工に応用できることを示すとともにその機構を明らかにして、粒子ビームの高度利用に関して重要な知見を得ており、量子エネルギー工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。