

氏名	あら かわ もと たか 荒 川 元 孝
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)電気・通信工学専攻
学位論文題目	直線集束ビーム超音波顕微鏡の校正法に関する研究
指導教官	東北大学教授 櫛引 淳一
論文審査委員	主査 東北大学教授 櫛引 淳一 東北大学教授 中村 僖良 東北大学教授 坪内 和夫 東北大学教授 山中 一司 東北大学助教授 松本 泰

## 論 文 内 容 要 旨

### 第1章 緒論

現在、産業の基盤となるエレクトロニクス産業はますますその重要度を増し、より高性能な電子デバイスの開発が急がれている。デバイスの性能は、基板として用いる材料自体の特性、品質、およびデバイス作製時のプロセスなどに依存する。このため、材料を評価、あるいはプロセスを制御する技術が重要となる。電子デバイスの高性能化、微細化に伴い、より高精度かつ微小な領域の評価が可能な技術が求められており、可視光線、X線、電子線、赤外線などを用いた装置の改良、ならびに新しい評価技術の開発が望まれている。

直線集束ビーム(Line-Focus-Beam: LFB)超音波顕微鏡は、水/試料境界に励振される漏洩弾性表面波(Leaky Surface Acoustic Wave: LSAW)の伝搬特性(位相速度、伝搬減衰)を高精度に測定することができる。これまで、弾性表面波デバイスや光エレクトロニクスデバイス用の材料基板の評価に用いられ、その有用性が示されてきた。精度に関しては、一固定点の測定においては $\pm 0.0015\%$ 以内、 $180\text{ mm} \times 180\text{ mm}$ の二次元走査の測定においては $\pm 0.005\%$ 以内という非常に高い相対精度が達成されている。一方、用いるシステム、特に超音波デバイスや動作超音波周波数が異なると、測定値が%オーダーで異なる場合がある。このことは、LSAW伝搬特性の絶対値が必要となるときに特に問題となる。LSAW伝搬特性の絶対値を得るために、LFB超音波顕微鏡システムの校正法が提案されている。標準試料に非圧電体を用いたときの校正の概念を図1に示す。この校正法は弾性定数、密度を自ら測定した試料を標準試料とし、それらの値および水の物理定数を用いて計算されるLSAW伝搬特性を基準として、LFB超音波顕微鏡システムによる測定値を校正するものである。この校正法においては、標準試料の弾性定数、密度を高精度に測定することが不可欠である。このためには、バルク音響特性の測定誤差要因について詳細に検討する必要がある。本研究はLFB超音波顕微

鏡の校正法を確立すること、特に高精度な標準試料を作成することを目的として行ったものである。

## 第2章 バルク音響特性の測定原理および方法

本章では、弾性定数を決定するために必要となるバルク波音速と密度の測定原理および方法について詳述した。はじめに、RFパーストパルスを用いた音速・減衰の測定原理、測定システム、および測定方法について述べた。次に、アルキメデスの原理に基づいた密度測定法の原理および方法について述べた。

## 第3章 バルク音響特性の測定誤差要因に関する検討

本章では、バルク音響特性の測定誤差要因に関して詳細に検討を行った。

はじめに、複合超音波伝送線路モデルにおいてバルク超音波パルスを用いて固体試料の音速、減衰を測定する際の回折の影響について検討を行った。試料として等方性固体である合成石英ガラスを取り上げて、VHF帯において回折による振幅・位相変化を抽出した。また、その数値計算を行い、実験値と計算値を比較したところ良く一致しており、VHF帯における回折の影響を実験的に明らかにした。減衰測定においては、回折損失を数値計算し補正することにより、真の減衰の周波数依存性が求められることを示した。また、音速測定における回折の影響について検討を行った。複素型測定においては数値計算により回折の影響を補正することにより各周波数で真の音速が求められることを示した。一般に、音速測定には振幅型測定が良く用いられるが、この場合の回折の影響の補正法を提案し、音速の真値が求められることを示した。

次に、接着層における位相変化の影響について検討を行った。補正においては接着層の音響パラメータが必要となるため、本研究において接着剤として用いるサロールの音速・密度をVHF帯において測定した。次に、接着層における位相変化の補正方法について実験的に検討を行った。VHF帯において音響特性の測定を行うことから、補正の際には接着層の減衰を考慮した。縦波に対してサロールを用いてロッドと試料を接着し音速を測定した結果、複素型、振幅型ともカプラを水としたときの測定値と一致し、補正法の妥当性を示した。また、横波音速の測定を行った結果、複素型と振幅型が互いに一致する結果が得られた。

さらに、音速測定における試料の平行度、試料の面方位、速度分散の影響について数値計算により検討を行った。

また、密度測定における誤差要因について、水の密度、空気の密度、重量という観点からまとめ、その精度について検討を行った。

本章における検討結果は、高精度な標準試料を作成する上で非常に重要である。

## 第4章 バルク波音速を高精度に測定するための条件に関する検討

本章では、複合音響伝送線路モデルにおいてバルク超音波パルスを用いて固体試料の音速を高精度に測定するためのシステムに関する実験的な条件について検討を行った。複素型測定により振幅・位相のパルス幅依存性を調べ、測定において十分なパルス幅を確保する必要があることを指摘した。また、そのための音響デバイスおよび試料の条件を示した。さらに、音速測定におけるパルス幅の影響を実験的に検討し、十分な

パルス幅、IFバンド幅を設定する必要性を示した。また、測定波形の解析条件について検討を行った。

本章における検討により、バルク波音速測定における条件ならびに手順が確立したといえる。

## 第5章 直線集束ビーム超音波顕微鏡用標準試料のバルク音響特性

本章では、LFB超音波顕微鏡用の標準試料を作成した。はじめに、等方性固体と非圧電立方晶単結晶に対する弾性定数の決定方法について検討を行った。特に、非圧電立方晶単結晶に対しては、弾性定数を精度良く決定するバルク波音速の組み合わせを明らかにした。次に、等方性固体である3種類の合成石英ガラス、非圧電立方晶単結晶であるGadolinium Gallium Garnet (GGG)、Si、Geを取り上げて、弾性定数を決定した。任意の室温下に設置されているLFB超音波顕微鏡を校正するために、室温付近において音速、密度の温度依存性を測定し、弾性定数の温度依存性も求めた。一例として、GGGに対する弾性定数、密度の測定結果を表1に示す。かっこ内の数値は測定誤差を示す。

## 第6章 標準試料を用いた直線集束ビーム超音波顕微鏡の校正

本章では、第5章で作成した標準試料を用いてLFB超音波顕微鏡システムの校正を行った。はじめに、LFB超音波顕微鏡によるLSAW伝搬特性の測定原理、およびLSAW伝搬特性の理論解析法について示した。次に、LSAW伝搬特性の測定における超音波デバイス、動作超音波周波数の影響を検討するために、集束方向の電極幅 (No. 1: 1.73 mm、No. 2: 1.50 mm) のみが異なる2つの200 MHz帯のLFB超音波デバイスを用いて、LFB超音波顕微鏡システムによりGGG標準試料に対してLSAW伝搬特性を100-300 MHzの範囲で測定した。(111)- $\bar{1}\bar{1}2$  GGGに対する結果を図2に実線で示す。点線は表1に示すGGGの弾性定数、密度、および水の物理定数より計算したLSAW伝搬特性の理論値であり、分散はないと仮定できる。半無限固体とみなせるGGG試料に対して測定したLSAW伝搬特性には見かけ上の周波数依存性が観測されている。これは主に超音波デバイスの周波数特性によるものであり、各周波数において校正する必要があることを明らかにした。また、校正された後の絶対精度は、LSAW速度においては $\pm 0.02\%$ 以内、規格化伝搬減衰においては $\pm 0.2\%$ 以内であることを示した。また、測定試料に対して標準試料が用意できないときの校正の精度を議論するために、GGG、SiO<sub>2</sub>、Si、Ge標準試料を互いに校正することにより検討を行った。この結果、評価したい試料に対して標準試料が用意できない場合には、LSAW伝搬特性に近い試料を標準試料として校正すべきということを明らかにした。

LSAW伝搬特性の絶対値はシステム、とりわけ使用するLFB超音波デバイスや動作超音波周波数に依存するので、絶対値測定のためにはシステム校正が不可欠といえる。

## 第7章 結論

本研究で得られた成果は、LSAW伝搬特性の絶対値によるウェハ表面の評価、固体材料や薄膜材料の弾性定数の決定など、LSAW伝搬特性の絶対値を必要とする実際的なLFB超音波顕微鏡システムの応用を検討する上で有用になると考える。また、本研究において検討したバルク音響特性の誤差要因やバルク波音速を高

精度に測定するための条件は、固体試料の弾性関連物理定数の精密測定や、バルク音響特性によりデバイス用基板の作製プロセス評価を行う上で不可欠になると考える。また、これらは固体のみでなく液体や生体の音響特性を高精度に測定する場合にも共通に考慮すべき要因である。したがって、本研究の成果が反映されることにより、従来では測定が困難であったVHF・UHF帯における固体・液体・生体の音響特性の精密値が得られ、音波物性の議論を展開する場合などにおいて新たな知見が得られるものとする。

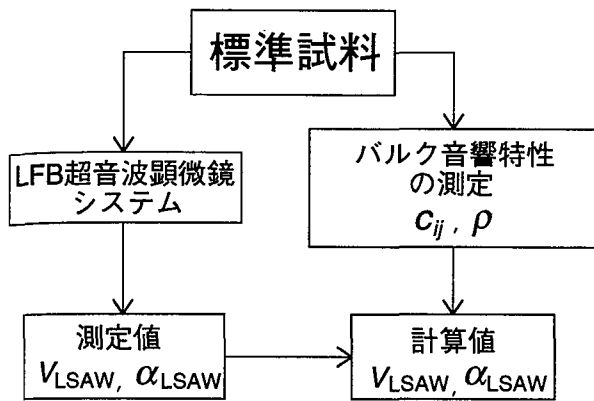


図1 直線集束ビーム超音波顕微鏡システムの校正の概念

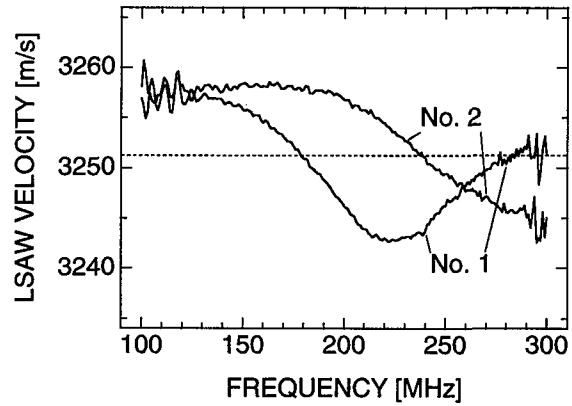
表1 23℃におけるGGGの弾性定数と密度

Elastic Constant	Measured ( $\times 10^{11}$ N/m <sup>2</sup> )	$\alpha_c$ ( $\times 10^{-4}/^\circ\text{C}$ )
$c_{11}$	2.8661 ( $\pm 0.0007$ )	-1.2
$c_{12}$	1.1588 ( $\pm 0.0014$ )	-1.3
$c_{44}$	0.9029 ( $\pm 0.0003$ )	-1.1
Density	Measured (kg/m <sup>3</sup> )	$\alpha_\rho$ ( $\times 10^{-5}/^\circ\text{C}$ )
$\rho$	7097.1 ( $\pm 0.4$ )	-1.9

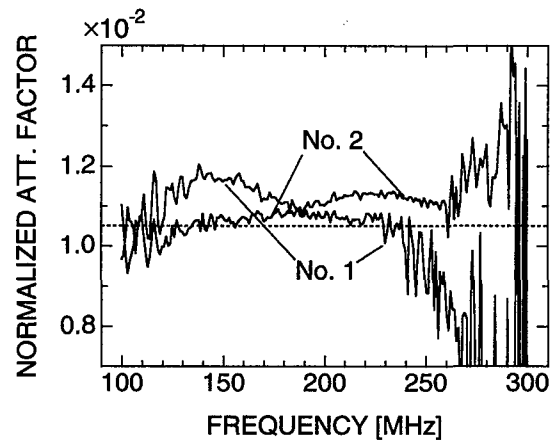
$$c(T\text{ }^\circ\text{C}) = c(23^\circ\text{C}) \times (1 + \alpha_c \Delta T) \text{ N/m}^2,$$

$$\rho(T\text{ }^\circ\text{C}) = \rho(23^\circ\text{C}) \times (1 + \alpha_\rho \Delta T) \text{ kg/m}^3,$$

$$\Delta T = T - 23\text{ }^\circ\text{C}.$$



(a) LSAW速度



(b) 規格化伝搬減衰

図2 (111)-[112] GGGに対するLSAW伝搬特性の周波数依存性  
実線：測定値、点線：計算値

## 論文審査結果の要旨

直線集束ビーム (LFB) 超音波顕微鏡は、くさび状に集束した超音波ビームによって水/試料境界面上に漏洩弾性表面波 (LSAW) を一方向に励振させ、その伝搬特性 (音速・減衰) を定量計測することができる、新しい材料評価技術として注目されている。本計測法は非常に高い測定分解能を有する一方、測定値に関しては使用するシステム、集束超音波デバイスや超音波周波数に依存して変化することが知られている。この見かけ上の変化は絶対測定値を求める必要がある場合には重大な問題となり、応用が制限される。著者はこの問題を解決するため、標準試料を用いた LFB システムの絶対校正法の確立を目指して研究を行った。本論文はその成果をまとめたもので、全編 7 章よりなる。

第 1 章は緒論であり、本研究の背景と目的を述べ、標準試料を用いた LFB システムの校正法の概念を説明している。この校正法は、音響特性 (弾性定数・密度) を自ら測定した固体材料を標準試料と定義し、標準試料と水の音響特性を用いて理論計算により得られた LSAW 伝搬特性を基準として、LFB システムによる測定値を校正するものである。

第 2 章では、標準試料の音響特性測定の原理と測定システムについて詳述している。バルク平面波音響デバイス、音響カプラ、および標準試料からなる複合音響伝送線路モデルにおいて、高周波 (RF) トーン・バースト・パルス信号に対して位相計測法、あるいはダブルパルス干渉法を用いてバルク超音波の音速を精密に測定する実験手順が示されている。

第 3 章では、バルク音響特性の測定誤差要因 (超音波の回折、試料の平行度、異方性試料の面方位、異媒質間の接着層、速度分散など) に関して詳細な検討を行っている。とりわけ、試料として合成石英ガラスを取り上げた複合音響伝送線路において、VHF 帯における超音波の回折の影響による振幅・位相変化を実験的に抽出し、理論計算による誤差補正法を開発し、有効数字 6 桁の音速測定を可能にしている。これらの成果は高く評価される。

第 4 章では、複合音響伝送線路においてバルク RF 超音波パルスにより固体試料の音速を高精度に測定するための条件 (超音波パルス幅、受信 IF 帯域幅、水音響カプラのギャップ長等) について詳細に検討を行い、その最適条件を明らかにしている。

第 5 章では、LFB 超音波顕微鏡システムを校正するための標準試料を作製している。標準試料用材料としては Si、Ge、GGG (Gadolinium Gallium Garnet)、及び合成石英ガラスを取上げ、各試料に対し第 3 章、第 4 章の結果に基づき標準試料のバルク音響特性を高精度に決定している。

第 6 章では、第 5 章において作製した標準試料を用いて LFB 超音波顕微鏡システムの校正を行っている。その結果、LSAW 伝搬特性の絶対値はシステム、とりわけ使用する LFB 超音波デバイスや動作超音波周波数に依存するが、提案した校正法を適用することによって、高い絶対精度が得られることを立証している。また、標準試料用材料の選択基準などを明らかにしている。これらは重要な成果である。

第 7 章は結論である。

以上要するに本論文は、LFB 超音波顕微鏡システムの校正法の確立を目指した研究であり、校正に用いる高精度の標準試料を作製するために必要な音響特性測定法を開発するとともに、システムの絶対精度を飛躍的に向上させたもので、超音波計測学、材料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。