

審査の結果の要旨

氏名 齋藤 智浩

セラミックスでは、粒界や表面といった特異点の微細構造がマクロな材料特性に大きく影響することが知られている。これまでも粒界や表面に関する研究が盛んに行われ、様々な現象を明らかにしているが、それらの影響すべてを解明してはいない。本論文では、サファイア双結晶やサファイア/YSZ 双結晶を用いた界面構造解析と界面近傍の格子ひずみの計測を行い、この関係を明らかにした。さらに、サファイア表面を種々の条件で研磨し、内部に導入される欠陥と格子ひずみの関係を解析した。これから結晶異方性の影響や研磨条件による損傷状態を明らかにし、研磨メカニズムを推察した。本論文はこれらの詳細を記述した以下の6章から構成されている。

第1章は序論であり、本論文で対象としたサファイアの結晶構造、粒界の幾何学的分類や対応粒界の幾何学的特徴、研削・研磨加工の原理、主な実験方法である透過型電子顕微鏡法、収束電子線回折法、また、本研究の位置づけ、目的について述べている。

第2章では、サファイア双結晶を用いた対称傾角粒界の構造解析と格子ひずみの測定結果を述べている。観察した粒界は、[0001]軸を回転軸とした $2 = 2.0^\circ$ の小傾角粒界、 $2 = 21.8^\circ$ の $\Sigma 21$ 粒界、 $2 = 38.2^\circ$ の $\Sigma 7$ 粒界、R面を接合面とした $R\Sigma 7$ 粒界である。小傾角粒界では、粒界面に部分転位が配列する構造をとり、格子ひずみは粒界極近傍に同在している。一方、[0001]軸回転の Σ 粒界2種は、粒界に構造ユニットを形成することで安定構造を有しており、この構造ユニットの非対称性や原子密度が粒界の格子ひずみに大きく影響することを明らかにした。また、高い対称性を有する $R\Sigma 7$ 粒界では、粒界格子ひずみも小さいことを明らかにした。一連の結果から、粒界原子構造とこれに起因する粒界格子ひずみの関係を明らかにした。

第3章では、ヘテロ界面としてサファイア/YSZ バイクリスタルを作製し、界面の原子構造と格子ひずみを解析した結果を述べている。この系のミスフィットパラメータが大きいこと、およびTEM観察の結果から、この界面は非整合界面であると推定している。さらに界面の原子構造解析のため、界面原子モデルの像計算を行い、実際の観察像と比較してこれを決定した。一方、像計算だけでは説明できないコントラストが確認されたが、これは界面近傍で生じた原子位置の微小な変位に起因するものと推定している。この現象は、両材料の熱膨張係数やヤング率等の物性差に起因する界面ひずみによるものと推察した。

第4章では、サファイアの c 面および a 面を $1\mu\text{m}$ のダイヤモンド砥粒により同一条件で研磨し、内部に導入された欠陥および格子ひずみを詳細に比較した結果について述べている。解析の結果、 c 面研磨の場合にはバーガースベクトル $b = 10\bar{1}0$ を有する転位がランダムに導入され、転位は表面近傍に高密度に分布していた。一方、 a 面研磨の場合には、 $b = 1/3 11\bar{2}0$ を有する転位が直線的に配列し、小傾角粒界を形成していた。また、研磨面により格子ひずみ分布も大きく変化することを明らかにした。これら一連の結果から、内部に導入される欠陥や格子ひずみ分布が、結晶異方性を反映することを明らかにした。さらにこれらの特徴から、表面近傍での高密度転位領域の形成が、研磨速度に深く関係すると推

定している。

第5章では、サファイア *c* 面をサファイアウエハの研磨条件と同様の工程で加工し、各工程から抜き出した試料を系統的に解析した結果を述べている。加工条件は、#500 ダイヤモンド砥石による研削、粒径 8 μm および 1 μm のダイヤモンド砥粒による研磨、コロイダルシリカによるメカノケミカル研磨である。その結果、研削試料では、 $b=10\bar{1}0$ を有する転位と双晶欠陥が導入されていた。また、2種の研磨試料でも同様の転位が導入されており、砥粒径が小さいほど表面近傍の転位は高密度であった。一方、メカノケミカル研磨は転位が導入されず、表面に化学反応相を有していた。最大転位導入深さと格子ひずみ分布の関係は、研削と研磨では異なることがわかった。また、メカノケミカル研磨の場合は、化学反応相による格子ひずみを生じていた。これらは材料除去メカニズムの違いによるものと推察された。一連の結果から、高密度転位による微結晶層が材料除去に影響すると推察し、表面極近傍の転位が高密度であるほど研磨速度が向上すると示唆している。

第6章は、総括である。

要するに、本論文は、セラミックスの材料特性に大きく影響する粒界・界面および研磨表面に生じる現象を、原子レベルで詳細に解析すると共に、それによって生じる格子ひずみとの関係を解析したものである。これにより、粒界原子構造に起因する粒界ひずみ分布を明らかにし、また、研磨における結晶異方性の影響や研磨条件による内部損傷状態も明らかにしている。さらに、この結果から研磨メカニズムに言及しており、研磨加工の効率化・最適化を示唆した研究成果である。

よって本論文は博士（工学）の学位請求論文として合格と認められる。