

近年、電子デバイスや構造用セラミックスなどではナノメートルオーダーの領域の応力測定が必要とされているが、測定手法が開発されていないことが研究開発の障害になっている。本論文は、セラミックスの中で工業的に用途の多い Al_2O_3 の微小領域応力測定に近接場光学を利用した高空間分解能応力測定法の開発法を確立することを目的としたものであり、「近接場光学を用いた高空間分解能応力測定法の開発」と題し、全8章よりなる。

第1章は序論であり、既存のセラミックスの応力測定法の適用の限界を示すとともに、光の回折限界に左右されない近接場光を利用した蛍光分光法を用いることにより、高空間分解能の応力測定が有力な手法になりうる可能性を明らかにしている。従来の蛍光を用いた Al_2O_3 の応力測定に用いられている結像系と近接場光学系の違いを示し、近接場光学手法を応力測定に適用するための検討すべき課題を整理し、本研究の目的を明確にしている。

第2章では、近接場光学顕微鏡を用いて多結晶 Al_2O_3 の蛍光測定時の、蛍光強度と測定条件との関係を明らかにし、この関係から空間分解能を定量的に評価している。まず、近接場プローブの先端と Al_2O_3 試料の位置関係が、蛍光強度に及ぼす影響を調べ、近接場測定条件下では蛍光強度が、近接場光と試料の相互作用を考慮した双極子間相互作用モデルと一致することを明らかにした。多結晶 Al_2O_3 の試料の表面に部分的にAuを蒸着した試料を用いて面内方向の蛍光強度の変化を測定し、測定領域が近接場プローブの開口径に比例することを明らかにし、最小でおよそ150 nmの空間分解能での応力測定が可能であることを実験的に示している。

第3章では、蛍光の検出深さ領域を求めるために、試料厚さが蛍光強度に及ぼす影響を詳細に調べている。単結晶 Al_2O_3 試料をくさび形に加工した試料を用い、プローブ先端の励起電場方向を変えて蛍光測定を行った結果、試料厚さの減少に伴い、蛍光の強度も減少することを明らかにした。くさび先端部では、プローブの励起電場が表面に垂直な時に、急激な蛍光強度の増加が生じ、表面に平行な時には、この現象は認められなかったことから、反電界の発生に起因する近接場光の特有の現象が生じることを見出した。この現象を無視できる領域で、深さ方向の測定領域を検討した結果、測定領域は近接場プローブの開口径程度の大きさであることを明らかにしている。

第4章では、近接場光照射下で蛍光スペクトル形状の変化に及ぼす Al_2O_3 中のCr濃度の影響を調べた。近接場光照射時の蛍光の強度は、Cr濃度及び測定面の結晶方位によって変化することを明らかにした。また、蛍光スペクトルに現れる二つの代表的なピーク強度のCr濃度依存性を詳細に調べ、ピークの強度比を用いて、 Al_2O_3 の結晶方位面の評価ができる可能性があることを示した。また、蛍光ピークの波数の変化量から応力を算出する際、Cr濃度0.1 mass%の変動が15 MPaの応力値の誤差に対応することを明らかにしている。

第5章では、第4章で示唆した結晶方位同定法の可能性を詳細に検討するため、近接場光の電場と Al_2O_3 の結晶方位との関係が、蛍光スペクトル形状の変化に及ぼす影響を詳細に調べた。単結晶 Al_2O_3 の異なる結晶方位面を測定面として近接場光照射下で蛍光測定を行った。この結果、蛍光スペクトルは Al_2O_3 の[0001]方向と励起電場方向との角度に強く依存することが明らかになった。さらに、結晶方位と蛍光スペクトルとの関係は、従来の結像系で得られている関係とほぼ等しいことを明らかにした。これらの結果から、偏光により電

場を変えて照射を行う際に、得られる二つのピークの強度比の値を用いて、 Al_2O_3 の[0001]方位を決定できることを示した。さらに、この方法を用いることにより、任意の結晶方位の Al_2O_3 の応力測定と結晶方位の同定が可能となり、応力成分を分離して求めることができることを提案している。

第6章では、単結晶 Al_2O_3 にガラスを接合し熱応力を利用することによって、有限要素法と応力弛緩法により求められた応力と、蛍光のピーク波数の変化量の関係を明らかにした。応力が250 MPaから0 MPaの圧縮応力の範囲ではピーク波数の変化量と応力の関係は、結像系で得られている関係と一致していることを示し、近接場光を用いた応力測定の際、結像系で求められている応力と蛍光ピークの波数の変化量との関係を利用できることを明らかにした。

第7章では、第2章から第6章で得られた知見を基に、近接場光を用いた応力測定法の Al_2O_3 材料への応用について検討した。 Al_2O_3 多結晶表面のピーク波数の変化量の分布は、結晶粒界の形状を反映した分布となることが明らかになった。ピーク波数の変化量から応力を求め300 MPa程度の圧縮応力が働いていることを実験的に証明した。また、 Al_2O_3 とガラスの接合体にクラックを導入し、応力の特異性を示す部分を含む微小領域で、近接場光を用いた蛍光測定を行った結果、およそ $25\ \mu\text{m}^2$ の領域で700 MPa以上の応力の変動があることを明らかにした。これらの結果から、近接場光を用いた応力測定法の有効性が示された。

第8章では本論文で得られた結果を総括している。

以上のように、本論文では近接場光学を用いた、高空間分解能の Al_2O_3 内部応力測定法を確立し、この手法の有効性を実証したものであり、材料工学に寄与することが大である。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。