

## 審査の結果の要旨

氏名 佐々木 宏和

本論文は透過型電子顕微鏡(TEM)に関するものである。TEMには様々な手法があり、主な手法だけでも、明視野像、暗視野像、weak-beam法、高分解能像、EDX分析、EELS分析、電子線ホログラフィー、ローレンツ顕微鏡などがあげられる。これらの手法を用いて、材料科学のみならず、実用材料・デバイスの解析にも有用に使われている。解析技術と進歩と、解析の対象となる材料やデバイスの進歩は相補関係にあり、何れも日進月歩で進化している。そのため、高度化する解析技術を用いて、如何に対象材料を分析するかは、重要な研究テーマの一つとなりうる。本論文では、超電導材料と化合物半導体を対象として、TEMを用いた解析技術法の研究を行った。また、これらの基礎技術としてのFIBを用いたTEM試料作製法の研究も行った。本論文は6章よりなる。

第1章は序論であり、電子線ホログラフィーの半導体応用の歴史について概説し、本研究の歴史的な位置づけについて述べている。また、超電導線材にTEMが必要な背景について述べ、本研究の役割、位置づけ、必要性について示した。

第2章では、FIBを用いたTEM試料作製手法の研究を行っている。FIB法における最大の問題は、薄片化した試料に形成されるFIBダメージ層である。FIBでは、数10kVに加速されたGaイオンビームを用いて、試料を薄片化する。この際、Gaイオンが試料に打ち込まれ、試料表面がダメージを受ける。化合物半導体やセラミックス材料の一部では、このFIBダメージ層の影響でTEM像の質は著しく低くなる。本研究では、FIB加工の後にArミリングを行うFIB-Arミリング法を用いた。このFIB-Arミリング法の実現のため、1~3 $\mu$ mの薄い金属薄膜の上にTEM試料を固定する方法を考案した。さらに、高分解能像が観察可能なTEM試料を作製するために、FIBで楔形に加工し、薄片化する手法を開発した。本手法では、数時間でTEM試料が作製でき、材料・デバイス開発が急がれる今日の状況で、極めて有効な手法であると考えられる。

第3章では、化合物半導体についての電子線ホログラフィー観察の手法とそのためのTEM試料作製方法についての研究を行った。本研究まで、電子線ホログラフィーを用いた半導体の観察事例は全てがSi半導体に関するものであり、化合物半導体についてのpn接合の観察事例は皆無であった。しかし、GaAsや

InP などの化合物半導体は電子デバイスのみならず、光通信などに用いられるレーザーダイオードや発光ダイオードの材料にもなる。これらのデバイスは p 型領域と n 型領域が 2 次元的な構造を有し、この構造がデバイス特性・信頼性を左右する。従って、半導体中のキャリア分布の 2 次元解析が必要不可欠となる。本研究では、最初に劈開試料を用いた GaAs の pn 接合の観察を行い、明瞭に pn 接合を観察できることを示した。また、FIB で試料作製した場合の研究では、GaAs 半導体において電気的不活性層の存在が示唆された。また、電気的不活性層が存在していたとしても、Ar イオンビームにより FIB ダメージ層を除去することが、観察する上で優位であることを示した。この手法により、GaAs の pn 接合を明瞭に観察することに成功した。

第 4 章では、位相シフト電子線ホログラフィーを用いた化合物半導体のキャリア分布観察を行った。精度や分解能の点から考えると、再生手法として、位相シフト法が有利であることを示した。特に化合物半導体においては、位相シフト法が有利であることを示し、位相シフト法の原理について詳しく記載した。GaAs の標準試料の観察を行ったところ、pn 接合のみならず、n 型半導体中において、ドーパント濃度が異なる 2 つの領域を明瞭に区別することができた。これは、表面空乏層の影響により、低濃度領域が空乏化していることに起因していることをシミュレーションにより示し、結果の定量的な解釈を行った。これらの研究は、化合物半導体を用いたデバイスを電子線ホログラフィーで観察する上での重要な基礎研究となる。

第 5 章は超電導に関する TEM を用いた研究である。長尺の超電導線材の  $I_c$  測定結果から、MO 顕微鏡と FIB 法を用いて欠陥箇所を特定する手法の研究を行った。ここでは、MO 顕微鏡で超電導長尺線材のマクロ的な欠陥部位を特定し、その部位を FIB で加工し、SIM 及び TEM で観察する手法を開発した。この手順で観察することにより、数 100 $\mu\text{m}$  級の長尺線材中のマクロ的な欠陥部を抽出して数 nm オーダーの微細な構造を調べることが可能となった。また、MOCVD 法で成長させた YBCO 膜について、断面 TEM 観察及び平面 TEM 観察を行い、臨界電流密度の低下原因として a 軸配向結晶などの要因を明らかにした。

第 6 章は総括である。

要するに、本論文は電子線ホログラフィーなどの TEM を化合物半導体デバイスや超電導材料に実用的に応用するために必要な基礎研究である。これまでになかった観察・計測手法を研究開発するとともに、計測結果の物理的な意味を明らかにした。

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。