

氏名	橋本 陽一郎			
学位の種類	博士(工学)			
学位記番号	博甲第 10000 号			
学位授与年月日	令和 3年 3月 25日			
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当			
審査研究科	理工情報生命学術院			
学位論文題目	走査電子顕微鏡像のコントラストの改善と試料ダメージの抑制に関する研究			
主査	筑波大学 教授	博士(理学)	関口 隆史	
副査	筑波大学 教授	工学博士	伊藤 雅英	
副査	筑波大学 教授	博士(工学)	早田 康成	
副査	筑波大学 教授	博士(工学)	柳原 英人	
副査	筑波大学 准教授	博士(科学)	五十嵐 康彦	

論 文 の 要 旨

走査電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope, SEM)は、金属、半導体、高分子などの様々な材料の開発・品質管理において欠かせないナノ構造解析ツールとなっている。近年、電界放出型電子源を搭載したSEM(Field Emission SEM, FE-SEM)では、電子光学系や信号検出系の進化により、1keV以下の低照射エネルギー条件においてもサブnmオーダーの分解能で観察が可能となっている。また、現代のFE-SEMでは複数の信号検出器を用いて様々な情報を持った信号を選別して取得することが主流となっている。低照射エネルギー観察技術と信号選別技術を組み合わせることによって高度な構造解析が可能となってきているものの、SEMの材料解析ツールとしての課題は未だ多く存在する。本論文では、このなかで、①像コントラストの強調・理解と②試料ダメージの抑制に焦点を当て、これらの課題を検討している。

- ① 像コントラストの強調・理解では、信号選別を発展させてエネルギー・放出角度を制御した信号を取得することで像コントラストの強調を試みている。また、信号選別して得られたコントラストについては像形成メカニズムを議論している。
- ② 試料ダメージの抑制については、極低照射エネルギー観察技術によって改善してきているが、未だにダメージの抑制が困難な材料がある。そのなかで、電池のセパレータを選び、ドーズ量制御の手法を提案し、ダメージの抑制を検討している。

博士論文は全6章から構成されている。第1章では、走査電子顕微鏡の発展、走査電子顕微鏡を用いた材料解析、本研究の課題と目的を述べている。

第2章では、走査電子顕微鏡の基礎として、装置の基本構成、電子銃、電子光学系、信号検出系、電子と試料の相互作用、各種コントラストについて説明している。

第3章では、二次電子のエネルギー選別手法の開発と半導体ドーパント構造への適用に

ついて述べている。ドーパント構造の可視化に有効な電位コントラストを強調するために、二次電子のエネルギー選別法を提案し、バンドパスフィルタ手法を開発している。まず、バンドパスフィルタ検出系自体を評価し、その後実際に半導体ドーパント構造を観察し、コントラスト強調のための最適条件を検討している。また、半導体ドーパント構造の電位コントラスト形成メカニズムを議論している。

第4章では、反射電子信号のエネルギー・角度分布に着目し、軽元素の複合材料のSEM像とシミュレーションの結果を対比させて、組成コントラストを強調するのに適したエネルギー・角度分布を調べている。

第5章では、画像積算を応用した簡便なドーズ量制御法を開発し、高分子の多孔質構造の観察に適用した結果を述べている。本手法によって電子線照射によるダメージが入らない最大のドーズ量(許容ドーズ量)を求めることが可能となり、そのドーズ量までの情報のみを用いて画像を形成することにより、低ダメージ観察が実現できるまでとなっている。また、照射エネルギー条件が電子線ダメージにどのような影響を及ぼすのかを調査している。

第6章では、本研究で得られた成果の総括、今後の課題と展望が述べられている。

審 査 の 要 旨

〔批評〕

走査電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope, SEM)は、細く収束させた電子線をプローブとして試料の表面上を走査し、発生した二次電子(Secondary Electron, SE)や反射電子(Backscattered Electron, BSE)を信号として検出して試料の表面構造を観察する顕微鏡である。近年、ナノスケールでの材料観察の必要性から、SEMは飛躍的な発展を遂げてきたが、様々な電子検出器の開発や、インレンズSEMと呼ばれる特徴ある装置の構造。極低加速電圧の観察などで、得られた像の解釈が難しくなっている。本論文では、電子検出器のエネルギーや放出角度を弁別することで、SEM像中に含まれる物理情報を抽出する手法を開発している。二次電子のエネルギーをバンドパスフィルターで分けて像を取得することで、Si中のpn領域におけるコントラスト変化を定性的に説明し、また反射電子の検出角度を制限することで、カーボンナノチューブとポリマーの画像上での分離に成功している。さらに、正規化相関値を使って、電子照射損傷を数値化する方法を提案し、これによってリチウムイオン電池のセパレーターの劣化が開始するまでの電子ドーズ量を算出することに成功した。これより、極低加速における試料観察の指標を得ることが可能になり、SEM観察の信頼性向上に貢献している。

これらの理由から、本論文は博士論文として十分と判断された。

〔最終試験結果〕

令和3年2月10日、理工情報生命学術院学位論文審査委員会において審査委員の全員出席のもと、著者に論文について説明を求め、関連事項につき質疑応答を行った。その結果、審査委員全員によって、合格と判定された。

〔結論〕

上記の論文審査ならびに最終試験の結果に基づき、著者は博士(工学)の学位を受けるに十分な資格を有するものと認める。