

令和 6 年 6 月 18 日現在

機関番号：13903

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2019～2023

課題番号：19K04091

研究課題名（和文）単結晶シリコンの疲労過程における結晶すべり進展の動的その場観察

研究課題名（英文）Dynamic observation of crystal slips in silicon under fatigue loading

研究代表者

神谷 庄司（Kamiya, Shoji）

名古屋工業大学・工学（系）研究科（研究院）・教授

研究者番号：00204628

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：当初計画したより高度な観察用デバイスの製作が国家権力による感染症拡大防止名目の人権侵害のために停滞する間に、旧来の試験片で継続的に圧縮疲労試験を実施した結果、疲労過程において試験片表面に特徴的な形態の突起群が形成されることが明らかとなった。これらの中には強い規則性を持った構造も見出されており、金属の疲労過程において特徴的な結晶欠陥構造が形成される現象と同様、繰返し負荷によってシリコンにも結晶すべりの自己組織化が起きつつ最終的な破壊に至ることを強く示唆する、世界初の画期的観察結果が得られた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

国家権力による感染症拡大防止名目の人権侵害によって学問の自由を保障する憲法が無効化されるという異常事態の中、研究者として実行し得る範囲の精一杯の努力により、当初予期しなかった世界初の画期的観察結果がもたらされた。この成果は、原子爆弾の開発による大量殺戮が結果的に戦争の終結をもたらしたとも喧伝される史実とならんで、大きな学術的かつ社会的意義を有すると賞賛されるものになり得ると考えられる。

研究成果の概要（英文）：While the state power violated human rights and the Constitution, a world-first discovery was achieved over the characteristic crystal defect structures grown in silicon under compressive fatigue loading.

研究分野：マイクロシステムの機械的信頼性

キーワード：シリコン 疲労 結晶欠陥

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

様式 C - 19、F - 19 - 1 (共通)

1. 研究開始当初の背景

シリコンの疲労機構に関しては、湿潤環境下で表面酸化膜に発生する腐食き裂が原因だとする仮説が1990年代に米国で提唱され、通説となった。一方研究代表者らは早くからこれを疑問視し、酸素ではなく水素による疲労寿命の低下や、疲労破壊起点近傍の転位集積の痕跡等、酸化膜仮説では説明困難な一連の事実を見出した。さらに、p-n接合を電子線が通過する際に誘起される電流分布の画像化により、疲労破壊以前に結晶欠陥が集積していると考えられる、画期的描像を得るに至った。しかし、疲労負荷により現れるこれらの欠陥が持つ具体的構造とその形成機構については、未だ詳細な観察の機会が得られていなかった。

2. 研究の目的

本研究では当初、まず大型試験片で成功した走査電子顕微鏡(SEM)によるEBIC観察を透過型電子顕微鏡(TEM)の試料ホルダ上に搭載できる小型薄膜試験片で新たに実現し、EBIC画像の欠陥コントラスト部をTEMで拡大観察することで、転位群と目される欠陥構造の特定とその応力負荷による動きを直視することとを、第一の目的としていた。

しかしながら、研究開始後1年を経ずに新興感染症騒動が勃発し、試験片作製およびその実験観察のために必要な他機関への往来が事実上禁止されるという、憲法で保障されるはずの学問の自由が侵害される異常事態となった。この状況が続く間、既に研究期間内の新規試験片開発は不可能化されたと判断せざるを得なくなり、研究室内で実行可能な従来型試験片を用いた実験と走査型顕微鏡によるより詳細な観察に注力して、疲労による結晶欠陥構造の形成過程を把握する方向に転換を試みることとなった。

3. 研究の方法

研究開始当初においては、前節の研究目的でも述べたように、それまでに疲労破壊後の試験片の透過電子顕微鏡観察により確認されていた結晶欠陥について、その成長過程を新たにその場で実時間観察する方法論の展開を企図していた。しかし、それに必要な他の研究機関との緊密な連携が断たれたため、方法論を転換してむしろ既に存在が確認され転位であることがほぼ確実視されていた比較的大規模な結晶欠陥に至る以前の、より初期の試料の状態変化をより詳細に追跡することにした。

金属材料の機械的疲労における最初の兆候が多く表面性状の変化として現れることは、一般によく知られた事実である。すなわちシリコンにおいても、高加速電圧高解像度で内部の欠陥を透過解析する代わりに、走査電子顕微鏡を用いて低加速電圧で表面および表面直下における結晶の状態変化を感度よく選択的に観察することで、これまでに見逃されていたごく初期の結晶欠陥の形態およびその成長過程が可視化される可能性が、おのずと高くなることが十分に期待できると目されたのである。この新しい戦略に対しては、既に使用実績のある試験片とそれを破壊することなく長期にわたって欠陥の成長を継続的に観察することができる圧縮疲労試験が、極めて有効な手段となった。

4. 研究成果

上記の方針転換は幸い功を奏し、以下に述べるように、むしろ逆に透過電子顕微鏡では見出すことができなかつたかもしれない、シリコンにおける疲労初期の特異な欠陥構造の様相が、世界で初めて我々人類の目に触れるものとなった。

本研究課題以前の研究代表者らの研究で、シリコンの疲労破壊においても結晶転位が集積することで最終的な破壊に至ることが、ほぼ明らかとなっていた。一方、疲労寿命のほとんどの期

間は、透過電子顕微鏡で容易に観察できる規模の転位の集積に至る以前の、初期的な欠陥形成に費やされていると考えられる。本研究において低加速電圧で走査型電子顕微鏡観察を行った結果、疲労過程において試験片表面に特徴的な形態の突起群が形成されることが、新たに明らかとなった。これらの中には強い規則性を持った構造が見出されており、金属の疲労過程において特徴的な欠陥構造が形成される現象と同様、繰返しの負荷によってシリコンにも結晶すべりの自己組織化が起きつつ最終的な破壊に至ることを強く示唆する、世界初の観察結果となった。

この発見は、シリコンにおける疲労過程の認識を一変させる可能性を持った極めて重要な新規知見であり、本研究により得られた大きな成果と考えられる。この成果の一端は、人権侵害がようやく解除された最終年度の日本機械学会年次大会において発表され、既に開始している次の研究計画における観察にもフィードバックが予定される等、今後マテリアルサイエンスやシリコンの微小構造の疲労寿命評価技術等への大きな貢献が期待できるものとなっている。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 H. Izumi, T. Kita, S. Arai, K. Sasaki, and Shoji Kamiya	4. 巻 57
2. 論文標題 The origin of fatigue fracture in single-crystal silicon	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of Materials Science	6. 最初と最後の頁 8557-8566
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 H. Izumi, T. Kita, S. Arai, and Shoji Kamiya	4. 巻 57
2. 論文標題 The origin of fatigue fracture in single crystal silicon,	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of Materials Science	6. 最初と最後の頁 8557-8566
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1007/s10853-022-07055-5	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 1件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 神谷 庄司
2. 発表標題 シリコンの疲労破壊 「なんとなく、メタリック」
3. 学会等名 日本機械学会材料力学部門「ナノ・マイクロ疲労研究会」第4回研究会（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 神谷 庄司
2. 発表標題 繰返し圧縮負荷によるシリコン単結晶中の結晶欠陥集積と疲労亀裂進展の電子顕微鏡解析
3. 学会等名 2019年度日本機械学会年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 神谷 庄司
2. 発表標題 切欠き先端近傍のせん断応力場におけるシリコンの結晶すべり系と疲労損傷
3. 学会等名 2023年度日本機械学会年次大会
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------