

# ナノ組織損傷評価研究会活動報告書

## 1. 代表者、副代表者

代表者 氏名(所属): 三浦 英生(東北大学)

副代表者 氏名(所属): 庄子 哲雄(東北大学)

## 2. 研究会開催記録

- ・ 第1回, 平成19年 2月26日, SPring-8普及棟会議室  
(2006B公募研究成果の報告と議論, 結晶欠陥, 不純物とバンド構造の変化の相関性)
- ・ 第2回, 平成19年10月29日, SPring-8利用研究施設306室  
(2007A公募研究成果の報告と議論, 固相界面近傍における原子拡散挙動支配因子)
- ・ 第3回, 平成20年 1月18日, 東北大学流体科学研究所2号館大会議室  
(2007B公募研究成果の報告と議論, 光電子分光分析と電子物性評価の相関性)

## 3. 2カ年計画の遂行状況および目的の達成状況

本研究会では, マイクロデバイスから大型機器構造物を含む機械システムの破壊メカニズムや強度発現機構のナノレベルでの解明を通して未来機械産業の基盤を構築すると共に, 社会の安全と信頼性向上へ貢献することを目的とし, 様々な構造材料の1)性能発現メカニズムと, 2)破壊あるいは損傷の初期過程をナノスケールで分析し, 各材料の性能向上あるいは劣化の支配因子を解明するとともに, その制御方法を開発することを目指しています. ナノ領域における本質的な物理化学事象を単に従来の連続体の力学を基盤とした機械工学的な視点で捉えるのではなく, 原子の結合状態の変化とそれを引き起こす電磁気的あるいは化学的相互作用の視点を加えて量子力学的に整理することで, 従来からその対応に苦慮してきた個体ばらつきあるいは時空間分布の発現メカニズムを解明し, その制御方法を確立することを目指しています. この約2年間の活動で, 原子力容器用ステンレス鋼や次世代半導体用高誘電率薄膜における材料, 構造の製造プロセスにおける材質(性能, 信頼性)ゆらぎ因子の解明研究やガスタービン用耐熱コーティング皮膜と耐熱合金あるいは燃料電池用電極材料において実使用環境における材質劣化メカニズムの解明研究が大きく進展したものと考えています. これらの研究成果は, 確実に次世代安全・安心社会インフラ用高信頼・高性能材料, 構造の開発に貢献できるものです. 研究成果は, 従来の工学研究手法では困難であった物理化学現象の発現メカニズムを, 放射光を活用して初めて明らかにできたもので, 改めて放射光活用研究の意義を認識することができました. これまでの研究成果を踏まえ, さらなる分析技術の高度化に挑戦していきたいと考えています.

具体的には, まず高温, 高圧, 雰囲気制御(酸化, 還元, 腐食, 流体, ガス)過酷環境下における材料劣化過程のIn-situ観察技術の開発があります. 特に力学的負荷と環境制御を両立させる試料ホルダーの開発に挑戦したいと考えています. 高濃度ガスや高圧水などを透過させながら信号品質を損なわない計測システムの開発が最重要課題と考えています. また, 材質のナノ, アトミックスケール空間分布解析(空間分解能: 数100  $\mu\text{m}$  数10~数100 nm)技術, すなわち測定ビーム径の微細化技術も重要な開発課題です. これにより分析の対象もバルク多結晶から結晶粒界, 界面/表面近傍の極微領域に拡大され, 組成や結晶欠陥分布(ゆらぎ)と様々な物理化学的性質の相関性解明研究が加速できるものと期待しています. コンピュータトモグラフィー技術を活用した不純物や析出物のナノスケールでの可視化も可能になるはずで, き裂の初生過程の観察が実現できるものと期待しています. また, 化学反応の本質解明という視点では, 計測の時間分解能の向上も必須課題です. パルス波のパルス幅縮小とビーム強度の向上により化学反応のIn-situ観察, や経時変化分析が可能になるはずで, 科学技術基本政策でも重要な研究課題と位置づけられている, 安全で安心な社会基盤を構築するために本研究会活動をさらに活性化させ, 材料機能発現機構と製造, 使用環境下劣化機構の科学的合理性を持った本質解明を目指し, 放射光を応用した, 過酷環境下でのナノスケール時空間分解In-situ分析の確立を推進していきたいと考えています.

## 4. 研究会活動により得られた成果

### (1) 国際産学連携共同研究

「エネルギー安全科学国際連携融合研究」(米国マサチューセッツ工科大学, 米国原子力規制

委員会,インドバーバ原子力研究所及びインド工科大学,フィンランドヘルシンキ工科大学,米国カリフォルニア工科大学)や「環境助長割れ長期信頼性研究」(日本企業8社,米国電力中央研究所,フランス電力公社,スウェーデン原子力監視庁)など世界規模の産官学共同研究契約を締結し国際共同研究を開始した。

(2) 国内産学連携共同研究

「格子欠陥と結晶ひずみの相互作用に基づくトランジスタ性能ゆらぎと信頼性解析技術に関する研究」((株)半導体理工学研究センター)を開始した

## 5. 研究論文発表リスト

- L. Zhanpeng, T. Shoji, Y. Takeda, Y. Ito, A. Kai, and S. Yamazaki, “Transient and steady state crack growth kinetics for stress corrosion cracking of a cold worked 316L stainless steel in oxygenated pure water at different temperatures,” Corrosion Science, Vol. 50(2), (2008), pp.561-575.
- M. Rai, K. Amezawa, Y. Uchimoto, Y. Tomii, T. Kawada and J. Mizusaki, “Electronic and Local Structures of  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{CoO}_3$  Studied by X-Ray Absorption Spectroscopy,” 210th Electrochemical Society Meeting, No.A1-#12 (2007).
- K. Suzuki, Y. Ito, and H. Miura: “Influence of Oxygen Composition and Carbon Impurity on Electronic Reliability of  $\text{HfO}_2$ ,” IEEE Simulation of Semiconductor Processes and Devices, vol. 12, (2007) pp. 165-168.
- Y. Ichikawa, S. Barradas, F. Borit, V. Guipont, M. Jeandin, M. Nivard, L. Berthe, K. Ogawa and T. Shoji, “Evaluation of Adhesive Strength of Thermal-Sprayed Hydroxyapatite Coatings Using the LASer Shock Adhesion Test (LASAT),” Materials Transactions, Vol. 48(4), (2007), pp. 793-798.
- H. Miura, K. Suzuki, S. Samukawa, T. Ikoma, Y. Ito, H. Yoshikawa, S. Ueda, Y. Yamashita, and K. Kobayashi, “Degradation of Reliability of High-k Gate Dielectrics Caused by Point Defects and Residual Stress,” IEEE International Reliability Physics Symposium, (2008), pp. 713-714.

## 6. その他

(1) 国際学会の基調・招待講演

- T. Shoji, “Dynamics of Water/Oxide/Metal Interfaces and Mechanisms of Environmentally Assisted Trend,” Research for Aging Management of Light Water Reactors and Its Future Trend, Fukui, Japan, October, (2007).
- T. Kawada, “Determination and Optimization of Reaction Sites of High Temperature Electrodes,” International Conference on Electroceramics, Arusha, Tanzania, (2007).
- S. Samukawa, “Novel Neutral Beam Etching Process for Future Nano-Scale Devices,” 20th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, Kyoto, (2007).
- H. Miura, “Fracture Prediction of Materials and Structures Based on Non-destructive Evaluation of Stress-Strain Fields at Surface of Structures and Change of Micro and Nano Texture of Materials,” The 2<sup>nd</sup> Int. Conf. on Advanced Non-Destructive Evaluation and Tests, Busan, Korea (2007.10).
- H. Miura, “Quantum Chemical Molecular Dynamics Analysis for Functional Design of Nano-Scale Electronic Materials,” The 9<sup>th</sup> ASME/Pacific Rim Technical Conference and Exhibition on Integration and Packaging of MEMS, NEMS and Electronic Systems, Vancouver, Canada, (2007.7).
- H. Miura, “Stress-Induced Anisotropic Diffusion of Component Atoms in Ni-base Superalloy during Creep,” 1<sup>st</sup> World Congress MicroNanoReliability 2007, The Europe Center for Micro- and Nanoreliability, Berlin, Germany (2007.9.3).

(2) 解説記事等

- 三浦, 庄子, ナノ組織損傷評価研究会の活動状況と今後の展望, Spring-8 利用者情報, Vol. 13(1), (2008), pp. 56-62.
- 三浦, ナノ組織損傷評価研究と今後の放射光活用高度化計画, 第11回 Spring-8 シンポジウム, (2007), pp.149-156.
- 三浦, 鈴木, 寒川, 吉川, 上田, 山下, 小林, 次世代ナノスケール半導体用材料物性の点欠陥依存性分析, ナノテクノロジー放射光利用研究の最前線 2007, (2008), pp. 25-28.
- 三浦, トランジスタ用絶縁膜の格子欠陥とひずみの相互作用に基づくナノ領域損傷機構の検討, 平成18年度第2回ナノテクワークショップ, (2006), pp.94-100.