ECP 画像解析による微小領域結晶歪 測定方法の開発

吉 富 康 成^{*1} 太 田 国 照^{*2}
原 勢 二 郎^{*3} 菅 洋 三^{*3}

1. はじめに

金属材料等の加工，再結晶，集合組織，疲労，破壊等の研究において歪解析は重要である．更に，半導体材料の分野では，近年の LSI の高集積化，高性能化に伴い，ウェーハ内の不純物を歪（格子欠陥）の周囲に集めるゲッターリング技術が必要となり，歪解析の重要性が増してきた．これらの歪解析には，硬度，X 線の回折線の幅広がり測定，X 線トポグラフ観察，電子顕微鏡による転位等格子欠陥の直接観察が一般に行われているが，いずれも微小領域（ $<10\ \mu\text{m}\phi$ ）の歪を精度よく効率的に解析するには，不十分である．一方，結晶質材料に歪が加わると Electron Channelling Pattern (ECP)⁽¹⁾ が不鮮明となる現象を利用し，特定の擬菊池線のコントラストをパラメーターとして，歪を測定する研究が行われてきた⁽²⁾．この現象の機構に関して，転位等格子欠陥の周りの弾性的な結晶面の湾曲のために電子線が影響を受け，ECP が不鮮明となるという説明がなされている⁽³⁾．この ECP は，試料の $3\ \mu\text{m}\phi$ 程度の微小領域で測定できるが⁽⁴⁾，擬菊池線の種類が結晶方位によって異なるため，従来の方法⁽²⁾は任意の結晶方位に適用不可能であり，かつ，1つの擬菊池線に着目しても，そのコントラストが ECP 像の位置（入射電子ビームの走査角度）で異なるため，コントラスト測定が容易でない⁽³⁾．

そこで，著者らは，すべての結晶方位に対して微小領域の歪を精度良く測定するため，ECP の画像解析によって，結晶歪を測定する方法を開発した．

2. ECP 画像解析による結晶歪測定方法⁽⁵⁾

図 1 に解析の概要のフローチャートを示す．まず，ECP を SEM から画像解析機に平均加算入力する．これにより白色雑音が除去される．次に，平滑化，濃淡レベルの規格化，選択的局所平均化，2 次元微分，微分画像の強

図 1 ECP の鮮明度解析のフローチャート．

調，平滑化の順で濃淡画像処理を行い，擬菊池線が強調された画像を得る．次いで，固定しきい値法により二値化を行う．これにより，鮮明な擬菊池線を含む領域が抽出される．引き続き，二値画像処理を行う．まず，孤立点除去を行い，鮮明な擬菊池線を含まない面積の小さい領域を除去する．次に，図形の膨張→収縮を行い，Bragg 反射条件を満たす入射角度の前後で形成される鮮明な擬菊池線を挟む 2 つの領域を合体させ，鮮明な擬菊池線を内部に含む領域を形成させる．次いで，濃淡レベルの平滑化→二値化により図形の平滑化を行う．これにより，鮮明な擬菊池線を含む領域の形状が線状に近づく．次に，細線化→図形の膨張により，一定幅の線で構成された画像とし，その各線を鮮明な擬菊池線と判定する．しかる後，以下の式で定義した ECP の鮮明度 (S) を測定する．

$$S = \sum L_i \times W / A \quad (\%) \quad (1)$$

ここで， L_i : ECP 画面内の鮮明な擬菊池線の各長さ， W : ECP 画面内の鮮明な擬菊池線の幅（定数）， A : ECP 画面の面積（定数）である．ECP の鮮明度 (S) は ECP 画面内の鮮明な擬菊池線の総長の定数倍であり，ECP 中の鮮明な擬菊池線の割合を示す量である．

図 2 に，Fe-3.25%Si 合金の (110)[001] 方位単結晶サンプルの ECP と ECP の鮮明な部分（擬菊池線）を示す．鮮明な擬菊池線の総長の定数倍が各サンプルの ECP の鮮明度であり，歪を加えるとこの ECP の鮮明度が低下する．

3. 結晶方位の取扱い方法⁽⁶⁾⁽⁷⁾

圧延，再結晶時のように歪変化と同時に結晶方位の変化が生じる場合は，出現する擬菊池線の種類や配置が変わ

* 新日本製鉄株式会社中央研究本部

1) 第三技術研究所電磁鋼研究センター研究員 2) エレクトロニクス研究所半導体材料研究センター研究員 3) 第三技術研究所電磁鋼研究センター主任研究員

Development of a Method for Local Strain Measurement Using ECP Image Analysis; Y. Yoshitomi, K. Ohta, J. Harase, Y. Suga (Nippon Steel Corporation)

1991年1月31日受理

図2 ECPとECPの鮮明部(画像解析後)(Fe-3.25%Si合金)。

る。この場合に2.の方法を適用するには、測定試料ごとに測定試料と同一または類似方位の標準試料を準備して、ECPの鮮明度の相対値(測定試料の値/標準試料の値)を歪のパラメーターに用いることになり、適用において制限がつく。そこで、2.の方法を発展させ、任意の結晶方位に適用できる方法を開発したので、以下に説明する。

まず、2.の方法で作製した鮮明な擬菊池線の画像と1次の擬菊池線の線画像の論理積をとり、鮮明な1次の擬菊池線の画像を得る。次に、以下の式で定義した1次の擬菊池線の鮮明度($S1$)、1次の擬菊池線の理想的鮮明度($S1_0$)を測定する。そして、1次の擬菊池線の相対的鮮明度($S1^*$)を計算し、任意の結晶方位に対して歪のパラメーターとして用いる。

$$S1 = \sum L1_i \times W/A \quad (\%) \quad (2)$$

$$S1_0 = \sum L1_{0i} \times W/A \quad (\%) \quad (3)$$

$$S1^* = S1/S1_0 = \sum L1_i / \sum L1_{0i} \quad (4)$$

ここで、 $L1_i$: ECP画面内の鮮明な1次の擬菊池線の各長さ、 $L1_{0i}$: ECP画面内の1次の擬菊池線の各長さであり、 W, A は式(1)で用いた量である。また、鮮明度測定対象のECP領域を円内とした。これにより、ND軸回りの回転に対して同一の測定結果が得られる。他方、 $S1_0$ の直接測定は不可能なので、ベクトル法による集合組織の3次

元解析⁽⁸⁾で用いられるステレオ三角形の36個の全Boxでの $S1_0$ の平均値を測定試料の $S1_0$ の近似値とし、36Boxでの $S1_0$ の値の最小値と最大値の範囲を測定試料の $S1_0$ の誤差範囲とする。例えば、Fe-3.25%Si合金の場合、この誤差範囲は $\pm 20\%$ であった。

4. 本法の特長と適用範囲⁽⁵⁾⁻⁽⁷⁾

(1) 本法は、Fe, Si等結晶質材料の歪測定に、一般に利用できる。歪のパラメーターであるECPの鮮明度および1次の擬菊池線の相対的鮮明度は転位や積層欠陥等格子欠陥の増加に伴い単調減少する量であり、検量線を用いて格子欠陥密度に換算できる。また、本法は、硬度やX線の幅広がりより微小歪に対する感度が高い。

(2) 本法は、蓄積歪の結晶方位依存性、回復、再結晶での歪解放、結晶の粒内、粒界近傍での歪の不均一性等の解析に有効である。本法は、例えば、Fe-3.25%Si合金に対しSEM-ECPの加速電圧35kVで測定した場合、冷間圧延の圧下率で15%以下の歪の測定に有効である。なお、解析には、SEM: JSM-840、画像解析機: TOSPIX-IIを用いており、1枚のECPの歪解析に3分要する。

5. 適 用 例

(1) Siウェーハ中の転位⁽⁹⁾、積層欠陥

Siウェーハの裏面にYAGレーザーを照射し、裏面近傍に転位を導入した。この試料のレーザー照射面から20 μ mまでの深さ領域で、ECPの鮮明度の顕著な低下がみられ、これは転位密度の増加と対応していた(図3, 4)。

また、Siウェーハの裏面にSi粒子を照射後、酸化雰囲気中の熱処理により、裏面近傍に積層欠陥を生成させた。この試料のECPの鮮明度は、積層欠陥密度の増加に伴い低下した(図5)。

(2) Fe-3.25%Si合金の蓄積歪の結晶方位依存性⁽⁶⁾

Fe-3.25%Si合金単結晶に冷間圧延で歪を加えた。(110)[001]方位単結晶の場合には、1次の擬菊池線の相対的鮮明度は、微小の歪を加えただけで急激に減少したが、

図3 レーザー照射で導入された転位の観察(Siウェーハ)。

図4 ECPの鮮明度にあぼすレーザー照射で導入された転位の影響(Si ウェーハ).

図5 ECPの鮮明度にあぼす積層欠陥の影響(Si ウェーハ).

(100)[011]方位単結晶の場合には、歪を加えることによる1次の擬菊池線の相対的鮮明度の減少は緩慢であった(図6). この結果は、蓄積歪が初期方位に依存することに対応している.

(3) Fe-3.25%Si 合金の再結晶⁽⁷⁾

Fe-3.25%Si 合金の多結晶冷延板(圧下率88%)を加熱し、昇温過程での再結晶率、1次の擬菊池線の相対的鮮明度の変化を測定した. 再結晶の進行に伴い1次の擬菊池線の相対的鮮明度は急激に増加した(図7).

上記の例に加え、方向性電磁鋼板の磁区制御材の歪解析⁽¹⁰⁾, Fe-3.25%Si 合金に冷間圧延または引張りで加えた歪の解析⁽⁵⁾⁻⁽⁷⁾, Fe 基合金(普通鋼, ステンレス鋼)のスキュー率の推定等にも本法を適用している.

6. む す び

本法は、1987年に、新日本製鉄でFeを対象に実用化され、1990年にSi ウェーハ用の改良を完了した. 引き続き、Electro Back Scattering Pattern (EBSP)⁽¹¹⁾への本解析法の適用を進め、Si ウェーハ用として、1991~1992年にかけてニッテツ電子で実用化していく. このEBSPは、0.2 μmφ程度の極微小領域で測定可能である⁽¹²⁾. 最後に、本開発において有益な御指導を頂きました元横浜国立大学教授(現新日本製鉄)長嶋晋一博士に感謝致します.

図6 1次の擬菊池線の相対的鮮明度にあぼす加工歪の影響(Fe-3.25%Si 合金).

図7 再結晶の進行に伴う1次の擬菊池線の相対的鮮明度の変化(Fe-3.25%Si 合金).

7. 特 許

特開平 1-182726.

米国特許 4990779.

文 献

- (1) D. G. Coates: Phil. Mag., **16**(1967), 1179.
- (2) 例えば, R. Stickler, C. W. Hughes and G. R. Booker: in SEM/1971, Proceedings of the 4th Annual SEM Symposium (ed. O. Johari), IITRI, Chicago, Illinois, (1971), 473.
- (3) D. L. Davidson: Int. Metals Reviews, **29**(1984), 75.
- (4) S. Nakagawa: JEOL NEWS 24E-1, **7**(1986), 7.
- (5) 吉富康成, 太田国照, 菅 洋三, 中山 正, 高橋延幸: 日本金属学会誌, **55**(1991), 22.
- (6) 吉富康成, 太田国照, 原勢二郎, 菅 洋三: 材料, 投稿中.
- (7) Y. Yoshitomi, K. Ohta, J. Harase and Y. Suga: Textures and Microstructures, to be published.
- (8) D. Ruer and R. Baro: J. Appl. Cryst., **10**(1977), 458.
- (9) 太田国照, 吉富康成: 第51回日本応用物理学会学術講演会講演予稿集, (1990), 316.
- (10) K. Nishiwaki and Y. Yoshitomi: Proceedings of 8th Annual Conference on Property and Applications of Magnetic Materials, Illinois Institute of Technology, (1989).
- (11) J. A. Venables and C. J. Harland: Phil. Mag., **27**(1973), 1193.
- (12) 原勢二郎, 清水 亮, D. J. Dingley, 新井善博: 日本金属学会講演概要集, (1987), 502.