

平成 21 年 4 月 1 日現在

研究種目：基盤研究 (B)

研究期間：2006 ～ 2008

課題番号：18360305

研究課題名 (和文) 3次元電子線トモグラフィによる亀裂先端転位群の立体構造解析

研究課題名 (英文) 3-D analyses for crack tip dislocations by using electron tomography

研究代表者

東田 賢二 (HIGASHIDA KENJI)

九州大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号：70156561

研究成果の概要：

近年金属材料分野への応用が始まった電子線トモグラフィ法は、主に吸収コントラストを用いた観察に限られてきたため、回折コントラストを用いて結像させる転位のトモグラフィ観察は難しい状況にあった。そのような中で本研究では、試料の回転軸と回折ベクトルを共に亀裂進展方向と平行になるよう制御し、連続傾斜像取得中に転位のコントラストを一定に保つことで、亀裂先端転位群のトモグラフィ観察を行い、亀裂先端転位の三次元構造を明らかにした。

交付額

(金額単位：円)

| | 直接経費 | 間接経費 | 合計 |
|--------|------------|-----------|------------|
| 2006年度 | 4,400,000 | 1,320,000 | 5,720,000 |
| 2007年度 | 4,300,000 | 1,290,000 | 5,590,000 |
| 2008年度 | 3,100,000 | 930,000 | 4,030,000 |
| 年度 | | | |
| 年度 | | | |
| 総計 | 11,800,000 | 3,540,000 | 15,340,000 |

研究分野：工学

科研費の分科・細目：金属物性

キーワード：クラック，電子線トモグラフィ，転位

1. 研究開始当初の背景

近年ウェハの大口径化や急速昇温法の普及により、その製造過程においてウェハの変形や破壊が生じるため、Si結晶の力学的性質に注目が集まっている。Si結晶では転位のパイエルス障壁が高く、常温で脆性的に破壊してしまうが、ある温度以上では、転位易動度が急激に増し、脆性-延性遷移 (BDT: brittle-to-ductile transition) が起

こる。このBDT挙動は、クラック先端近傍で発生・増殖した転位挙動に支配されるため、BDTのメカニズムを明らかにするためには、これら転位群の構造を詳細に把握することが重要である。一方、近年の透過電子顕微鏡法の進展の中で、3次元電子線トモグラフィの金属学分野への展開に注目が集まり、結晶性材料への応用が試みられている。

2. 研究の目的

本研究の目的は、クラック先端転位群の3次元電子線トモグラフィ観察を行い、亀裂先端転位群の三次元構造を明らかにすることである。

3. 研究の方法

板面(100)、厚さ 0.62mm の Si ウェハより 3.5×3.5mm のサイズの試験片を切り出し、マイクロビッカーズ硬度計を用いて、荷重 200g、保持時間 5 秒で圧痕を付した。圧痕の四方からは $\langle 110 \rangle$ 方向に沿ってクラックが導入された。次に、圧痕を付した試料を 850°C 15 分間加熱する事でクラックの先端部に転位を導入した。さらにこの試料をトライポットで研磨した後、クラック先端近傍を含む領域をイオンミリングで薄膜化した。なお、バックグランドの回折コントラストを低減するために、走査透過電子顕微鏡 (scanning transmission electron microscopy: STEM) 法を用いた。また回折ベクトル \mathbf{g} を常に 220 に一定に保ち連続傾斜像を撮影した。そして画像の位置調整を行った後にバックプロジェクション法により 3 次元再構成を得た。なお、観察には九州大学超高压電子顕微鏡室の TECNAI-F20 を用いた。また、回折コントラストを用いたトモグラフィ観察に適した高傾斜三軸試料 (high-angle triple-axis holder:HATA)ホルダーを用いた。

4. 研究成果

図 1 に -70° から 70° に傾斜させて撮影した走査透過電子顕微鏡 (STEM) 像の一部を示す (明視野)。回折ベクトルと回転軸は常に亀裂進展方向と平行な $[220]$ とした。亀裂先端から数本の転位が発生していることがわかる。電子線の入射方向が $[1\bar{1}2]$ と平行の時、亀裂が edge on になることから、亀裂面は、膜面との角度より $(1\bar{1}1)$ 面であることがわかる。こ

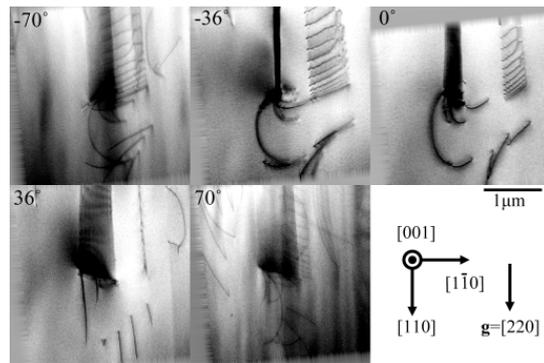


図 1 亀裂先端転位の連続傾斜像

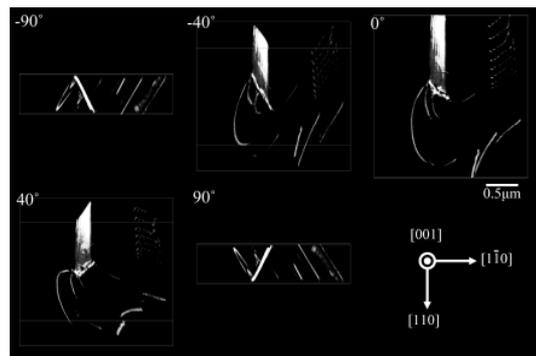


図 2 亀裂先端転位の再構成像

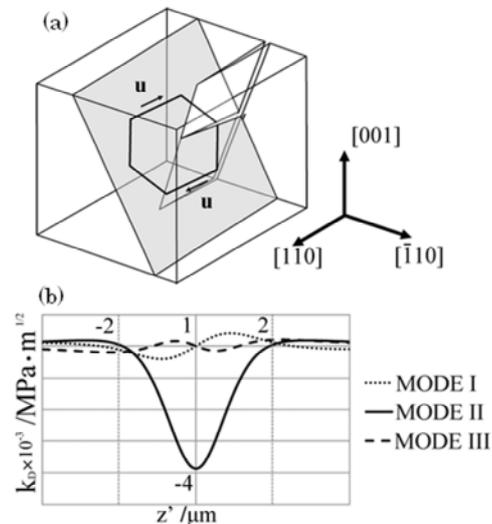


図 3 (a) 亀裂先端転位のモデル図 (b) 転位による局部応力拡大計数

の連続傾斜像から再構成した転位の三次元像を図 2 に得示す。この図は、 $[1\bar{1}0]$ 方向を軸に回転させたものであるが、転位線方向と膜面(001)面との角度から、これらの転位が $(1\bar{1}1)$ 面上に載っていることがわかる。

これら転位が亀裂先端の応力集中緩和にどのような影響を与えるか検討するため、実験で得られた転位構造・バーガースベクトルを用いて転位による局部応力拡大計数の計算を行った。

図3(a)に計算に用いた転位モデルを示す。このモデルでは、転位線が $\langle 110 \rangle$ 方向に沿う半径 $1 \mu\text{m}$ の転位ループを $(\bar{1}11)$ 面状においた。なお、転位ループの中心が亀裂先端になるようにした。また、転位線ベクトル \mathbf{u} の方向は図中に示している。これら転位の発生により遮蔽された亀裂モードを調べるために、転位による局部応力拡大計数 k_{ID} ($i=I, II, III$) を計算した。なお、計算には Gao らによって示された手法を用いた。図3(b)に亀裂面に沿って計算した k_D (I, II, III) の結果を示す。図より、 k_{ID} および k_{IID} は亀裂面に沿ってほとんどゼロであるが、 k_{IID} に関しては亀裂前縁の中心 ($z' = 0$) のところで約 $5 \times 10^{-3} \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となっており、発生した転位は主に mode II の応力集中を緩和しているタイプであることが明らかとなった。このことは、今回観察された亀裂は mode II タイプであることを示している。

図4に電子線の入射方向 $[001]$ 、 $g=220$ の条件で撮影したクラック先端近傍の転位群のSTEM像を示す。また Fig.2 には試料を 36° 傾斜させて得られた ADF-STEM 像を示す。回折コントラストを用いた転位のトモグラフィ観察において、試料回転時における回折条件からのずれが問題になるが、ここでも同様に g が試料回転中、常に 220 に保たれるよう留意した。図3, 4にこれら一連の連続傾斜像から再構成した転位の3次元再構成像の一部を示す。この再構成像から転位が載っているり面を決定し、また転位の消滅条件から、転位のバーガースベクトルを決定し各転位の性格付けを行った。その結果観察され

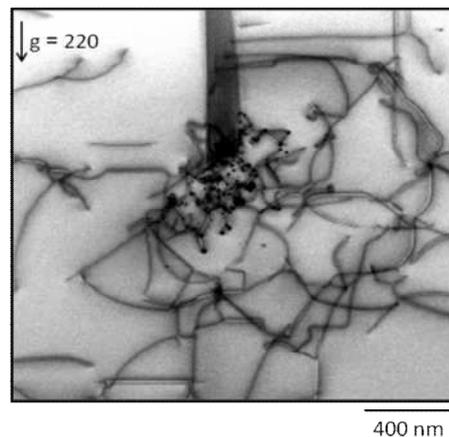


図4 クラック先端転位群のSTEM像

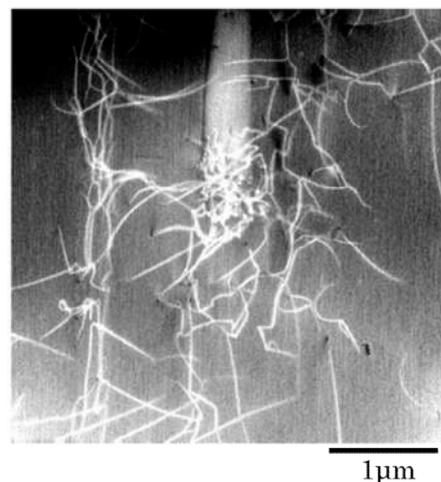


図5 ADF-STEM 像(傾斜角度 36°)

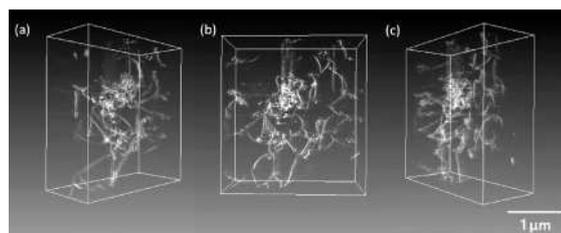


図6 3次元再構成像
(a) 回転軸 $[110]$ -45° , (b) 0° , (c) 45°

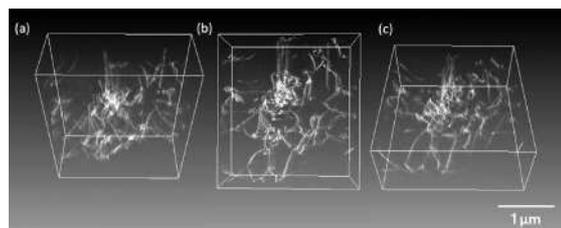


Fig.4 3次元再構成像
(a) 回転軸 $[1\bar{1}0]$ -45° , (b) 0° , (c) 45°

た転位は主にすべり面($\bar{1}1\bar{1}$), ($1\bar{1}\bar{1}$)上に載っているバーガースベクトルがそれぞれ $\mathbf{b}=a/2 [\bar{1}01]$, $a/2 [101]$ である転位であることがわかった. このように, 3次元観察を行う事で2次元観察では解析困難な複雑な転位タングルも解析することが可能となった. さらには, このような転位群の生成・増殖過程の解析は, Si 単結晶におけるBDTの支配メカニズム解明に重要な役割を果たす.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 8 件)

“Orientation dependence of fracture toughness measured by indentation methods and its relation to surface energy in single crystal silicon”
M. Tanaka, K. Higashida, H. Nakashima, H. Takagi and M. Fujiwara
Int. J. Fracture, 139 (2006), 683-394.

“Si 結晶中のき裂先端転位とその内部応力場の赤外光弾性法による可視化”
東田賢二, 田中將己, 星野由美
材料開発のための顕微鏡法と応用写真集, 日本金属学会編, (2006) 186.

“Crack Tip dislocations Observed by High-Voltage Electron-Microscopy in Single Crystal Silicon”
K. Higashida and M. Tanaka
Proceedings of 16th International Microscopy Congress, Ed. by H. Ichinose and T. Sasaki, Publication committee of IMC16 (2006) 110.

“Crack tip dislocations and its shielding effect”
M. Tanaka, Y. Hoshino, A. Hartmaier, K. Higashida,
Mater. Sci. Forum 561-565 (2007) 1833-1836

“高傾斜3軸試料ホルダーを用いた Si 単結晶中の転位の3D観察”
波多聰, 宮崎裕也, 田中將己, 東田賢二
まてりあ 46 (2007) 785

“材料の破壊靱性に対する微視的アプローチ” 東田賢二, 田中將己,
組成と加工, 49(2008)19-23

“Three-dimensional observation of dislocations by electron tomography in a silicon crystal”
M. Tanaka, M. Honda, M. Mitsuhashi, S. Hata, K. Kaneko and K. Higashida
Mater. Trans. 49 (2008) 1953-1956.

“Crack Tip Dislocations Revealed by Electron Tomography in Silicon Single Crystal”
M. Tanaka, K. Higashida, K. Kaneko, S. Hata and M. Mitsuhashi
Scripta Materialia, 59 (2008) 901-904.

[学会発表] (計 10 件)
“Crack tip dislocations and their configuration revealed by electron tomography in silicon single crystal” M. Tanaka, K. Higashida
Eighth International Conference on Fundamentals of Fracture, Jan. 6 2008: Guangzhou, China.

電子線トモグラフィーによる亀裂先端転位の三次元構造解析, 田中將己, 金子賢治, 東田賢二, 光原昌寿, 波多聰,
日本金属学会142回春期大会, 武蔵野工大,
2008年3月28日.

超高压電顕法による亀裂先端転位構造の解析,
東田賢二, 田中將己
日本顕微鏡学会第 64 回学術講演会, 国立国際会館, 2008 年 5 月 22 日.

亀裂先端転位の三次元構造観察,
田中將己, 本田雅幹, 光原昌寿, 金子賢治,
波多聰, 東田賢二
日本顕微鏡学会第 64 回学術講演会, 国立国際会館, 2008 年 5 月 23 日.

Si単結晶におけるクラック先端転位群の電子線トモグラフィ解析,

本田雅幹, 田中將己, 光原昌寿, 波多聰,

金子賢治, 東田賢二

平成 20 年度日本金属学会九州支部・日本鉄鋼協会九州支部合同学術講演大会, 九州大学, 2008 年 6 月 7 日.

亀裂先端転位群の 3 次元電子線トモグラフィ

ィ解析, 本田雅幹, 定松直, 田中將己, 金子

賢治, 東田賢二, 光原昌寿, 波多聰

日本金属学会 143 秋期大会, 熊本大学, 2008 年 9 月 23 日.

“Three-dimensional analyses of crack tip dislocations observed by electron tomography”

M. Tanaka, M. Honda, M. Mitsuhashi, S. Hata,

K. Kaneko, K. Higashida

The 9th Asia-Pacific Microscopy Conference (APMC9), Nov. 6, 2008: Jeju, Korea.

“3-D observations by combining scanning transmission electron microscopy and computed tomography”, K. Higashida, M.

Tanaka, M. Mitsuhashi, K. Kaneko, S. Hata
4th International Symposium on Designing, Processing and Properties of Advanced Engineering Materials (ISAEM-2008), Nov. 19, 2008: Nagoya, Japan.

“Crack tip dislocations observed by TEM in single crystal silicon”, M. Tanaka, K.

Higashida

4th International Symposium on Designing, Processing and Properties of Advanced Engineering Materials (ISAEM-2008), Nov. 22, 2008: Nagoya, Japan.

亀裂先端転位群の電子線トモグラフィ観察,

本田雅幹, 定松直, 田中將己, 金子賢治,

東田賢二, 光原昌寿, 波多聰

第 50 回日本顕微鏡学会九州支部学術講演会, 久留米大学, 2008 年 12 月 6 日

6. 研究組織

(1) 研究代表者

東田 賢二 (HIGASHIDA KENJI)

九州大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号: 70156561

(2) 研究分担者

金子 賢二 (KANEKO KENJI)

九州大学・大学院工学研究院・准教授

研究者番号: 30336002

(3) 連携研究者

野口 博司 (NOGUCHI HIROSHI)

九州大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号: 80164680

森川 龍哉 (MORIKAWA TATSUYA)

九州大学・大学院工学研究院・助教

研究者番号: 00274506

荒牧 正俊 (ARAMAKI MASATOSHI)

九州大学・大学院工学研究院・助教

研究者番号: 50175973