

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 6月 4日現在

機関番号：33919

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2009～2011

課題番号：21760086

研究課題名（和文）EBSD法による3次元ナノ空間ひずみ場スキャンニング技術の開発と歪シリコンへの応用

研究課題名（英文）Development of Three Dimensional Strain Field Scanning Technique with Nano-Scale Special Resolution by EBSD Method and Application to Strain Silicon Semiconductor

研究代表者

来海 博央（KIMACHI HIROHISA）

名城大学・理工学部・教授

研究者番号：30324453

研究成果の概要（和文）：本研究では、EBSD法を用いたナノ空間分解能での2次元ならびに3次元ひずみスキャンニング技術として弾性ならびに塑性ひずみ評価を行った。前者では、SEM内4点曲げ試験機を製作し、Siへ1000 μ mのひずみを負荷した際の菊池パターンの変幅変化を捉え、ひずみ評価の可能性を示した。後者では結晶方位データを用いた塑性ひずみ評価を検討し、塑性ひずみに対して線形的に変化するGRODが有効であった。最後に、シリアルセクションニングとEBSD評価による3次元的な塑性ひずみ評価技術で3次元的な結晶方位回転が観察された。

研究成果の概要（英文）：In this study, evaluation of elastic and plastic strains by 2D and 3D strain mapping techniques by EBSD method was conducted. In the former, SEM in-situ 4 point bending test machine was manufactured, and band width variation in Kikuchi pattern of Si under 1000 μ m was measured. In the latter, the relationships between OIM parameters and plastic strain were discussed, the GROD parameter was most effective for plastic strain evaluation. And the last, 3 dimensional plastic strain mapping was conducted by serial-sectioning/EBSD method and crystallographic orientation rotation in 3 dimensional was observed.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,500,000	750,000	3,250,000
2010年度	400,000	120,000	520,000
2011年度	200,000	60,000	260,000
年度			
年度			
総計	3,100,000	930,000	4,030,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：EBSD法・ひずみ測定・ナノ空間分解能・菊池パターン・弾性変形・塑性変形

1. 研究開始当初の背景

近年、高速・低消費電力の次世代トランジスタの開発や太陽電池薄膜等、ナノレベルで構造制御された材料開発が行われ、その開発競争は激化している。歪シリコンはその代表例で、

格子ひずみを適切な位置・方向・大きさで導入する事でキャリア移動度を変える手法で、半導体の高速化、省電力化を実現する新しい技術である。一方で、デザインルールに基づくデバイスの高速化はリーク電流の増大で既に限界を

迎えており、速度を決定するひずみ量の把握が必要不可欠となっている。さらに、次世代半導体技術を支える微細LSIにおけるエレクトロ/ストレスマイグレーションによる損傷評価も必要不可欠である。このため、原子分解能に近い数nmから数10nm高空間分解能でひずみ(応力)場を定量的に2次元、さらには3次元マッピングできる技術の確立が急務である。局所的なひずみ(応力)の評価技術に関する検討は国内外で数多くなされておられ、1) X線・放射光、2) EBSD法による塑性ひずみ評価、3) カソードルミネッセンス分光法、4) 顕微ラマン分光法、5) 近接場光学法、6) 透過型電子顕微鏡(TEM)法が挙げられる。1)は測定領域が10 μ mオーダーである。2)は局所的な結晶方位回転とマクロな引張試験の塑性ひずみを対応させた評価であるが、最適なパラメータは見出せていない。3)では測定対象が発光性物質あるいは発光性(Cr)イオンを導入する必要がある上、平均応力評価である。4、5)は半導体への応用が最も多い手法であるが、測定値は数100nm領域のひずみ・応力不変量である上、半導体において重要なシリコン等の単純な結晶構造におけるひずみ成分の測定には限界がある。以上の様に、幾つか挙げられるひずみ(応力)測定技術では決定的な手法にはなり得ていない。

2. 研究の目的

本研究は、次世代半導体技術への応用を目標に、原子分解能に近い数nmから数10nmの高空間分解能でひずみ(応力)場を、定量的にかつ2次元、さらには3次元マッピングできる技術の確立を目的に実施する。現在、普及している走査電子顕微鏡で結晶方位解析が可能である後方散乱電子線回折(EBSD)法に着目し、菊池パターンに含まれる格子面間隔、晶帯軸といった結晶構造に関するパラメータ、ならびに多結晶体で得られる結晶方位データに基づくひずみ同定を試みる。特に、近年の走査電子顕微鏡技術の高度化により高エネルギーで高空間分解能を有するため、数ナノ空間分解能での測定が可能であり、結晶構造の単純な場合にも適用できる。

そこで、数nm空間分解能での格子情報を測定できるEBSD法を用いて、第一に結晶方位を同定する菊池パターンを利用した弾性ひずみ評価を、第二に結晶方位データに基

づく塑性ひずみ評価を2次元ならびに3次元で評価を行うことを目的としている。

3. 研究の方法

(1) 弾性ひずみ評価方法

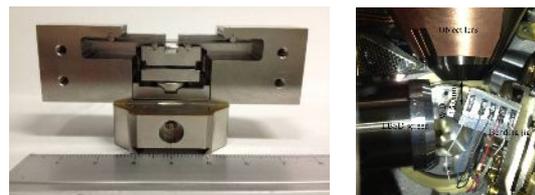
① 供試材および試験片 供試材には、直径が50.0mm、厚みが350 μ mの(001)シリコンウェハを用いた。4点曲げ試験片は、試験片長手方向が[100]となるように短冊状に切り出し作成した。また切断面を研磨した。

② EBSD その場観察用4点曲げ治具 Siの格子ひずみよって生じる菊池パターンの変化から弾性ひずみを評価するため、既知のひずみを作用させた状態でEBSD測定する必要がある。そこで、EBSD その場観察が可能な高真空SEM内4点曲げ治具を製作した(図1)。この治具は、10⁻⁴Paの高真空中で使用でき、EBSDスクリーンならびに対物レンズに干渉しない様に設計されている。外スパンはL=36mm、内スパンがl=10mmで、負荷方法はねじ式で最大50Nまで測定可能である。弾性ひずみは、[100]方向に最大1000 μ stを負荷した。

③ 菊池パターンによるひずみ測定 実験には日本電子製サーマル電界放出形走査電子顕微鏡(JEOL:JSM-7000FS)に取り付けた結晶方位解析装置(Tex SEM Laboratory:OIM4.6)を用いた。実験では、0、1000 μ stのひずみを付与した状態でEBSD測定を行った。

(2) 塑性ひずみ評価方法

① 供試材および引張試験片 供試材は純鉄とし、試験片形状はJIS Z2201 14B号試験片の相似形とした。試験片表面を耐水研磨紙で粗研磨し、3 μ mダイヤモンドのバフ研磨で仕上げた。その後、600 $^{\circ}$ Cで1時間の真空焼鈍により加工ひずみを除去した。このと



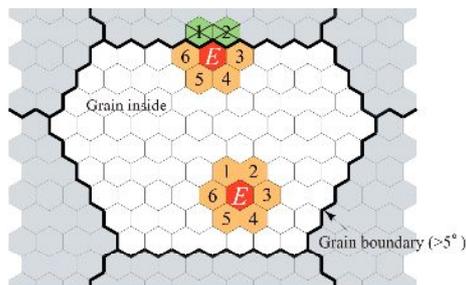
(a) 4点曲げ治具 (b) SEM内の様子
図1 EBSD その場観察用4点曲げ治具

きの平均結晶粒径は $334\ \mu\text{m}$, ヤング率 $E=194\text{GPa}$, ポアソン比 $\nu=0.218$, 降伏応力 $\sigma_Y=81\text{MPa}$, 引張強さ $\sigma_B=207\text{MPa}$ であった。

② 塑性ひずみの導入 試験片への塑性ひずみの導入には, 引張圧縮試験機 (島津製作所製 AG-100kNE) を用いた。塑性ひずみは, $\varepsilon_1=108.0\ \mu\text{st}$ (塑性初期), $\varepsilon_2=193.3\times 10^3\ \mu\text{st}$ (塑性初期と引張強さの中間付近), $\varepsilon_3=382.2\times 10^3\ \mu\text{st}$ (引張強さ), $\varepsilon_4=545.2\times 10^3\ \mu\text{st}$ (破断) の4段階とした。

③ 後方散乱電子線回折 (EBSD) 法による塑性ひずみ測定 EBSD 測定には, 3(1)①と同じ電子顕微鏡と結晶方位解析装置を用いた。測定対象は, 前項の4段階と無負荷の試験片を加えた5種類とした。

④ 結晶方位 (OIM) データマップ 塑性ひずみ評価には EBSD 法により得られる結晶方位 (OIM) データを用い, ここでは, 代表的な逆極点図方位 (IPF) マップ, KAM, GROD



(a) KAM の定義



(b) GROD の定義

図2 結晶方位 (OIM) データの定義

の3種類について説明する。

IPF マップは, 結晶方位が逆極点図の標準ステレオ三角形のカラーキーで表示されたものである。

KAM (図2(a)) は, 評価ピクセル (点E) と隣接する6つのピクセル間の方位差の平均値で, ミスオリエンテーションを示す。

$$KAM = \left(\sum_{i=1}^6 \alpha_{i,E} \right) / 6 \quad (1)$$

ここで, $\alpha_{i,E}$ は評価点と隣接点との方位差で, 方位差が 5° 以上の場合は, 結晶粒外として計算対象外とした。

GROD (図2(b)) は, 結晶粒内の最小KAM値からの方位差を示す。

$$GROD = \alpha_{E,KAM_{min}} = \phi_E - \phi_{KAM_{min}} \quad (2)$$

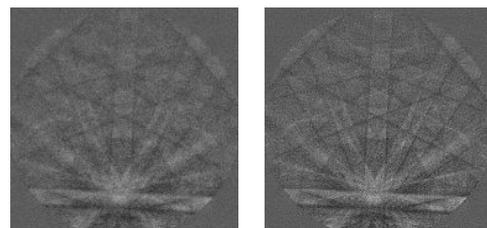
⑤ シリアルセクションング/EBSD 法による3次元ひずみ分布評価 深さ方向にシリアルセクションングを行い, その後 EBSD 測定を行った。この工程を数回繰返すことで得られる連続断面の OIM データを用いて3次元ひずみ分布評価を行った。OIM データの3次元化には Apple Macintosh 用プログラム DeltaViewer を使用した。EBSD 測定は4層行い, そのときの観察面間隔は平均 $150\ \mu\text{m}$ とした。

4. 研究成果

(1) 弾性ひずみ評価

① バンド幅の検出のための画像処理

EBSD 法では図3(a)に示す菊池パターンが得られる。菊池パターンによる測定ひずみの精度を上げる為, EBSD スクリーンの位置を, $z=0$ から $z=30\text{mm}$ と変化させ, バンド幅を拡大した。さらに, 菊池パターンのバンドを強調するため, エッジの再鋭化, 二次元高速フーリエ変換 (FFT) を実施して低周波数ノイズを除去後, 逆フーリエ変換 (IFFT) を行った。その後, 輝度変化を読み込むことで, バ



(a) 画像処理前 (b) 画像処理後
図3 菊池パターンの画像処理

バンド幅 B を決定した。図 3 に画像処理前後の菊池パターンを示す。画像を比較すると、画像(b)は、元画像(a)よりバンド端が明瞭になり、幾重にもバンドが重なっている様子が伺える。本画像処理により十分にバンド幅を決定する事が可能であることが分かった。

② バンド幅検出によるひずみの評価 Si の 4 点曲げでは、 $[100]$ 方向に曲げ応力が作用するように引張ひずみが付与される。従って、 (100) の格子面間隔の変化は他の面よりも大きくなるため、 (100) のバンド幅 $B_{(100)}$ を測定した。一方、負荷方向と直交する (011) のバンド幅 $B_{(011)}$ についても測定した。図 4 は、負荷ひずみに対する (100) ならびに (011) のバンド幅の変化量を示す。EBSD スクリーンの位置は $z=30\text{mm}$ の場合である。負荷ひずみの方向と一致する (100) のバンド幅は負荷ひずみの増加に伴い、増加する傾向が得られた。一方負荷ひずみの方向と平行方向の (011) のバンド幅は減少する傾向を示した。これは引張ひずみに対するポアソン収縮によるもので、実際の挙動と同様の傾向を示した。しかしながら、格子面方向のひずみ量とバンド幅変化量から計算されるひずみを比較すると、 $\varepsilon = \Delta d/d \neq \Delta B/B$ となり、一致はしなかった。これは、今回対象としたバンド幅が直接的に格子面間隔を表すものであるものの、ひずみに対する感度が低いと考えられる。従って、ひずみ Si ディバイスで用いられるような GPa レベルの応力が導入された場合のひずみに対しては十分な精度で測定できる可能性を有しているが、今回の様なひずみが低い場合には今後検討が必要である。

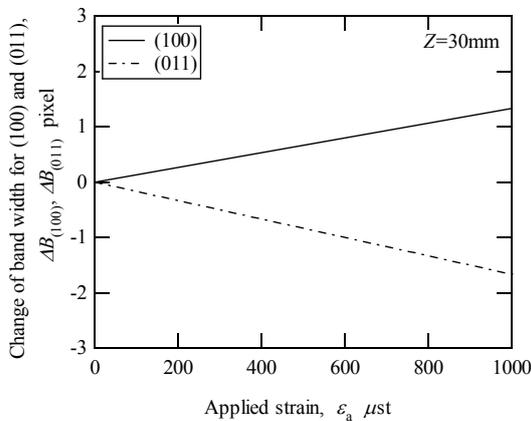


図 4 弾性ひずみとバンド幅の変化量の関係

(2) 塑性ひずみ評価

① 塑性ひずみに伴う OIM データ 図 5 に無負荷から破断 (ε_4) までの IPF マップを示す。(a)の無負荷では結晶粒ごとに単色となっており、粒内の結晶方位が同一であることが分かる。しかしながら、塑性初期 (b) を越えると結晶粒内にグラデーションが現れた。これは、塑性変形に伴う結晶方位回転を示している。また (d) の引張強さや (e) の破断までひずみを負荷すると、結晶粒内にすべり線のような模様や交差したすべり線が観察された。

図 6 には無負荷から破断 (ε_4) までの KAM マップを示す。(a)の無負荷や(b)の塑性初期の KAM マップはほとんど変化しなかった。こ

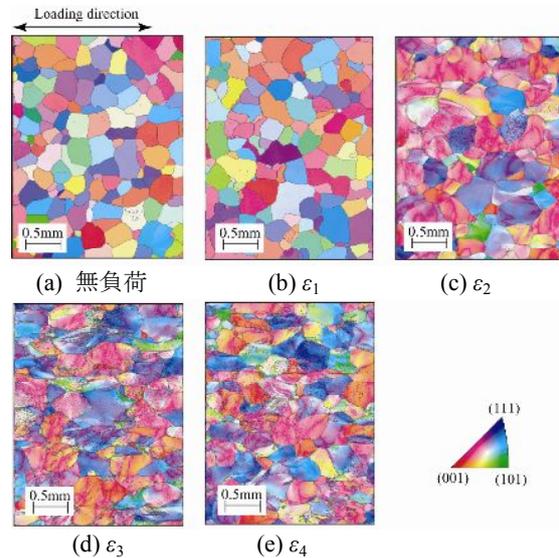


図 5 塑性ひずみに対する逆極点図方位マップの変化

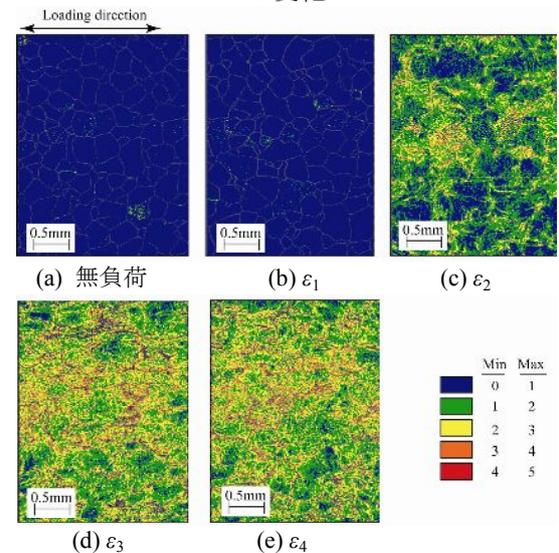


図 6 塑性ひずみに対する KAM マップの変化

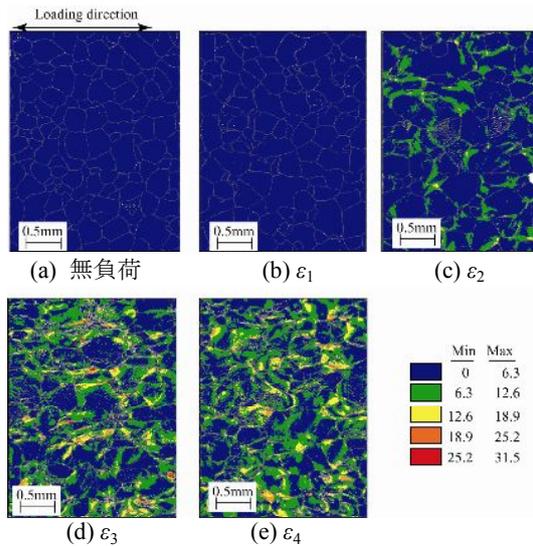


図7 塑性ひずみに対する GROD マップの変化

の段階では、結晶方位が変わるほどの結晶方位回転が生じていないことが分かる。逆に言うと、このレベルの塑性ひずみについては評価が難しいことが伺える。しかしながら、(c)の塑性初期を越えてからは、顕著な結晶方位回転が観察された。その KAM 値は主に結晶粒界に沿って高くなる傾向を示した。(d)の引張強さ以降は大きな変化は見られなかった。

図7に無負荷から破断(ε₄)までの GROD マップを示す。図6の KAM の場合と同様に、(b)の塑性初期までは大きな変化は見られなかった。しかしながら、塑性初期を越えた(c)からは荷重に伴い結晶が回転し、結晶粒内の方位差が増加した。このことは、塑性変形の発達を捉えていることを示している。また、GROD マップでは、結晶内での方位差の変化

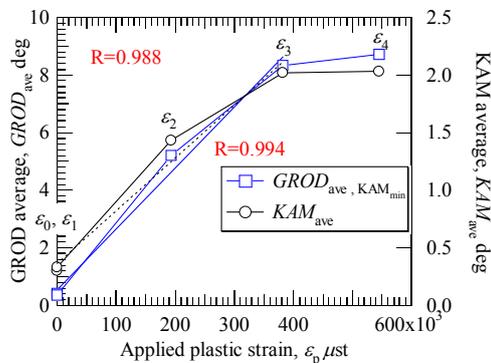


図8 塑性ひずみに対する平均 KAM 値ならびに GROD 値の変化

を示しており、結晶粒内における結晶方位回転の発達の様子が伺える。このことは、粒内の塑性ひずみ分布に対応することが推察される。

② 塑性ひずみに伴う OIM パラメータの変化 図8に、塑性ひずみに対する結晶方位パラメータの変化を示す。図には KAM と GROD の平均値の変化を示している。両者とも、塑性ひずみに対しては引張強さ(ε₃)まで単調に増加した。各 OIM パラメータと塑性ひずみの関係は線形関係を示した。しかしながら、KAM と GROD の変化を比較すると、GROD の方がより線形性が高く(R=0.994)、ひずみ評価に適していると考えられる。GROD 値の算出は、最小 KAM 値のピクセルに対するミスオリエンテーションを示している。最小 KAM 値である結晶方位が塑性変形をしていない結晶方位を示すと考えると、その結晶方位からの方位変化量はひずみとほぼ等価なパラメータとなる。これに対して、KAM 値は空間内のひずみ変化量に対応するため、必ずしも線形関係にならない。以上により塑性ひずみを表す OIM パラメータとして、GROD の方が適していると考えられる。一方、引張強さ(ε₃)から破断(ε₄)までは、先の関係より小さくなった。これは、引張強さ以降、ネッキングなどの局所変形が進むため、平行部が均一に変形した際の塑性

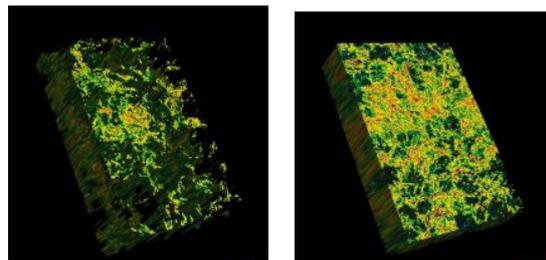


図9 KAM マップの三次元再構築図

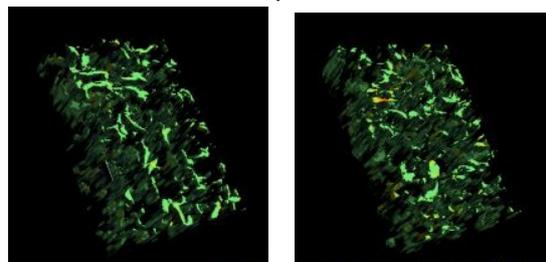


図10 GROD マップの三次元再構築図

ひずみと対応せず、ゲージ幅範囲の OIM パラメータの平均値と対応するものと考えられる。逆に、測定された OIM パラメータは、測定領域の塑性ひずみを表しているものと考えられる。

③ シリアルセクションング/EBSD 法による 3 次元ひずみ評価 図 9 に KAM マップの 3 次元再構築図を示す。KAM マップについては KAM 値が最も低い領域である青い部分を除いて表示した。(a)の ε_2 では、表面で塑性変形が存在するとともに奥行方向にも発達している様子が観察できた。特に、1 層目から 2 層目にかけて KAM の変化が如実に現れた。一方、1 層目に KAM 値の分布が観察されなかったところでも、2、3 層目において高い KAM 値の領域が確認されており、内部の局所変化が捉えられていた。奥行方向の KAM 値の変化から、らせん転位などを評価できる可能性がある。一方、(b)には引張強さ(ε_3)における KAM の 3 次元分布図を示す。高い KAM 値の領域が広範囲に発達しているが、低い領域では奥行方向にも低い傾向を示した。

次に GROD マップの 3 次元再構築図を図 10 に示す。GROD は、前節において塑性ひずみとの対応関係が最も良かったパラメータである。試験片奥行方向の GROD の変化を捉えるため、最も小さい GROD 値の領域は除いて表示した。GROD マップでは、GROD 値が高い領域が 1 層目から 3 層目と連続的に変化していることが観察できる。GROD 値は結晶粒内の変化を顕著に表すことから、3 次元な塑性変形が発達している様子が分かる。(b)には引張強さ(ε_3)における GROD 3 次元分布図を示す。(a)に比べて、GROD 値が高い結晶が多く観察され、さらにその高い領域が奥行方向への発達している様子が観察された。

以上から、塑性ひずみと関連のある GROD ならびに KAM マップを奥行方向に 3 次元再構築することで、奥行方向のミスオリエンテーションの変化が観察でき、塑性変形の 3 次元な発達が捉えられることから、ひずみ評価への可能性を示せた。また、一結晶粒を抽出することで、結晶粒内のひずみ変化も捉えることが可能であることが分かった。しかし本実験では、約 100~200 μm 間隔でシリアルセクションングを行ったため、面内の測定間

隔よりも大きくなり、結晶方位変化が面内より奥行き方向の方が大きく変化する問題があった。今後は、より細かくシリアルセクションングを行うことで、奥行方向のミスオリエンテーションの変化や分布を具に捉えることで、3 次元的なひずみ分布評価ができると考えられる。

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)

[学会発表] (計 2 件)

- ①阿知和秀希・伊藤盛生・藤山一成・來海博央、引張負荷による塑性ひずみの EBSD 評価、日本材料学会東海支部第 5 回学術講演会、2011 年 3 月 7 日、愛知・名城大学名駅サテライト
- ②伊藤盛生・阿知和秀希・浅岡幸靖・來海博央、引張負荷により生じる塑性ひずみの EBSD 評価、日本材料学会東海支部第 5 回学術講演会、2012 年 3 月 5 日、愛知・名城大学名駅サテライト

6. 研究組織

(1) 研究代表者

來海 博央 (KIMACHI HIROHISA)
名城大学・理工学部・教授
研究者番号：30324453

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし