

令和元年6月10日現在

機関番号：82626

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2017～2018

課題番号：17K18413

研究課題名（和文）微小観察下での温度負荷による潜傷先端の光散乱強度変化の実験的解明

研究課題名（英文）Experimental elucidation of changes in the light scattering intensity at latent flaw tips using temperature variation under microscopic observation

研究代表者

坂田 義太郎（Sakata, Yoshitaro）

国立研究開発法人産業技術総合研究所・エレクトロニクス・製造領域・主任研究員

研究者番号：70636406

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,400,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、潜傷形成に関する現象解明の基礎的検討として、応力誘起光散乱法により潜傷近傍の光散乱強度の変化を微視的な観察を行った。応力誘起光散乱法による検出原理の解明を行うとともに、潜傷近傍に生じる現象の解明することで、残留応力並びに潜傷の大きさの予測に挑戦した。その結果、光散乱強度変化はガラス基板内部に形成された亀裂上ではなく、屈折率の境界で生じていることが確認された。また、潜傷の大きさと光散乱強度変化の相関関係を評価した結果、潜傷のサイズが大きくなるにつれて、光散乱強度の変化量も大きくなることが確認され、光散乱強度変化の大きさから潜傷の大きさが推定可能であることが示唆された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究を実施したことにより、潜傷を微視的に観察することが可能となったため、初めて開発手法の潜傷検出原理を解明することができた。また、開発手法により、潜傷の大きさについても推定可能であることが示唆されたことから、潜傷検出技術としての有用性も明らかにすることができた。本研究成果を実用化することができれば、製品製造プロセスを高度化することに貢献することができ、品質向上の観点から産業競争力の向上にも貢献できていると考えている。

研究成果の概要（英文）：In this study, as a basic study of the elucidation of the phenomenon of the latent flaws formation, microscopic observation of changes in light scattering intensity in the vicinity of the latent flaws was performed by the stress-induced light scattering method. By elucidating the principle of latent flaw detection by the stress-induced light scattering method and elucidating the phenomena that occur in the vicinity of the latent flaw. As the results, it was confirmed that the light scattering intensity change occurred not at the crack but at the boundary of the refractive index. Further, as the results of evaluating the correlation between the size of latent flaw and the change in the light scattering intensity, it was confirmed that the amount of change in the light scattering intensity also increases as the size of the latent flaw increase. It was suggested that the size of the latent flaw can be estimated from the change in light scattering intensity.

研究分野：光応用計測

キーワード：光散乱 応力誘起光散乱法 温度変化 潜傷 マイクロクラック

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

ガラス材料は、太陽光発電などの省エネルギー産業、自動車産業、建築産業、エレクトロニクス産業など様々な分野で必要な材料となっている。特に近年では、ICT 技術の発達に伴いスマートフォンやタブレット型 PC などの小型携帯端末の市場が急速に拡大している。小型携帯端末において、最も重量のある部材がガラス材料であることから、現在は薄型のガラス基板が製造されている。しかしながら、重要な製造工程の一つである研磨工程において、材料強度を向上させたガラス基板においても、潜傷(せんしょう)と呼ばれる表層に埋没したマイクロ・サブマイクロスケールの亀裂(クラック)が形成されることが問題となっており、製品歩留まり低下や品質低下を引き起こす原因として危惧されている。よって産業分野では、潜傷検出は製品歩留まりの向上に寄与し、産業競争力の向上にもつながることから潜傷検出技術の開発が強く求められている。

一方、潜傷形成に関する現象については、従来、不明な点も多い。それらの解決のため、学術的観点からの研究開発、つまり、製造プロセスの高度化や潜傷が発生しない材料を開発するために『潜傷』について、材料力学・精密加工学の観点から詳細に検出・評価する必要がある。

2. 研究の目的

薄型ガラス基板表層に存在し、破壊の起点や品質低下の原因である潜傷を検出するため、曲げ応力と光散乱で構成した応力誘起光散乱法(従来方法)を開発した。潜傷は、半導体・ガラス業界が数十年に渡り検出困難であったが、本技術により現場要求の検出率：80%を達成した。一方で、実際の製品製造で求められるところは、潜傷が発生しない製造プロセスや材料である。しかし、潜傷形成に関する現象が従来不明であり、まだ解決に至っていない。

本研究では、基礎的検討として、応力誘起光散乱法により潜傷近傍の光散乱強度の変化を微視的に観察することで、潜傷近傍に生じる現象の解明により残留応力並びに潜傷のサイズ予測に挑戦し、最終的には加工方法の検討など現場へのフィードバックを目指すことを目的とした。

3. 研究の方法

本研究の目的である、潜傷サイズの予測や潜傷形成時の残留応力評価への挑戦に向けた基礎的検討を実施するためには、潜傷近傍の光散乱強度変化を微視的に観察・評価することが必要である。そのためには、従来方法では曲げ応力を用いる方法であることから、微小観察下での実験実施は困難となる。そこで、本研究課題を達成するために、具体的に、2つのステップによる課題解決を行った。

(1) 温度変化負荷機構を備えた潜傷の微小領域観察型顕微鏡システムの構築

薄型ガラス基板に温度負荷を与える機構を備えた、微小領域観察下における光散乱計測システムの構築を行った。具体的には、薄型ガラス基板に対して、複数のペルチェ素子を使用することにより基板内部に温度変化を与える機構を構築し、温度変化により発生する光散乱強度の変化を微小領域の光散乱を観察可能とするため、顕微鏡システムを構築した。

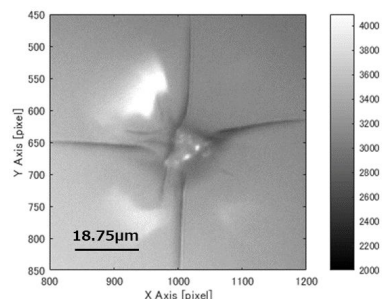
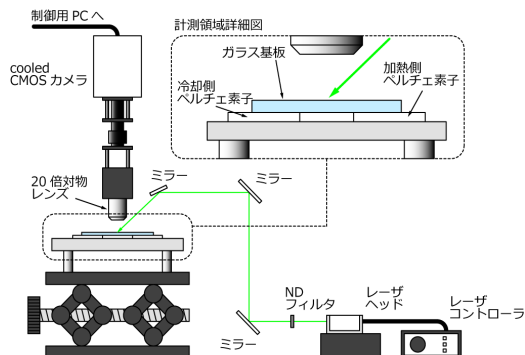
(2) 潜傷の大きさ・光散乱強度変化の評価

異なる大きさの潜傷を有した薄型ガラス基板を準備し、温度変化に伴う光散乱強度変化の計測結果と潜傷の大きさとの相関性を評価することにより、潜傷近傍の応力集中の変化の大きさについて評価を行った。

4. 研究成果

(1) 温度変化負荷機構を備えた潜傷の微小領域観察型顕微鏡システムの構築

微小領域下での観察を実現するため、温度変化負荷機構を備えた潜傷の微小領域観察型顕微鏡システムを構築することに成功し、従来方法では解決困難であったガラス基板の機械的変形に伴う被写界深度のずれを解決した。また、本システムは $300 \times 300 \mu\text{m}$ 角の微小領域が観察可能であることも確認された(図1)。



本システムを用いて、ガラス基板表層に存在する潜傷近傍(図 2)の光散乱強度変化について微視的に観察した。なお、潜傷はビッカース硬さ試験機によって形成している。

まず、図 2 から、白色光を入射した明視野観察画像では、潜傷形成に伴う残留応力が発生し、潜傷周辺に屈折率の分布が生じていることが観察された。また、ガラス基板内部に形成された幅数 μm 程度の亀裂も観察された。

図 3(a)に白色光とレーザ光を同時に照射した際の潜傷の微視観察画像を示す。図 3(a)より、図 2 の明視野像にて観察された屈折率分布において、その境界に強い光散乱が生じていることが確認された。また、ガラス基板内部に形成された幅数 μm 程度の亀裂上においても反射に伴う光散乱が生じていることも併せて確認された。

この潜傷の存在するガラス基板において、本システムにより温度負荷を与え、光散乱強度変化を観察した。その結果を図 3(b)(c)に示す。図 3(b)では、ペルチェ素子に電流を流すことにより、ガラス基板全体に温度が付加され、温度変化が発生していることが確認できる。このときの潜傷近傍の光散乱強度変化分布を図 3(c)に示す。その結果、光散乱強度変化はガラス基板内部に形成された亀裂上ではなく、屈折率の境界で発生していることが確認された。以上の結果より、潜傷近傍の屈折率が異なる境界近傍に光散乱が発生し、温度負荷することにより屈折率の境界近傍の光散乱強度変化が発生することが確認された。

(2) 潜傷の大きさ・光散乱強度変化の評価

潜傷の大きさと光散乱強度変化の相関関係について評価するためには潜傷の大きさが異なる必要があることから、ビッカース硬さ試験機の荷重を変化させて形成した潜傷が存在するガラス基板を複数枚準備し、実験に利用した(図 4)。図 4 から、ビッカース硬さ試験機の荷重を変化させることにより、形成される潜傷の大きさが異なることが確認できる。これらの潜傷に対して、その大きさと温度変化に伴う光散乱強度変化について相関関係を調査した。

実験の結果を図 5 に示す。その結果、潜傷のサイズが大きくなるにつれて、光散乱強度の変化量も大きくなることが確認された。再現性の確認のため、同一サンプルを複数回計測・評価したところ、上記結果の傾向が確認された。

以上の結果より、潜傷の大きさと光散乱強度変化量には相関関係があることが明らかとなり、光散乱強度の変化量から潜傷の大きさが推定可能であることが示唆された。

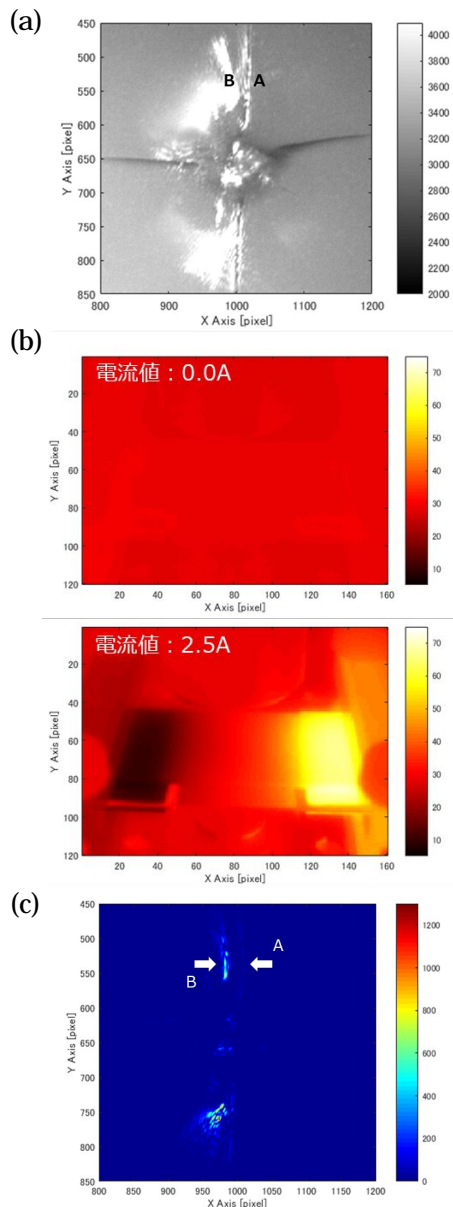


図 3 温度変化に伴う光散乱強度変化；(a)明視野画像、(b)電流印可に伴うガラス基板の温度変化、(c)潜傷の光散乱強度変化

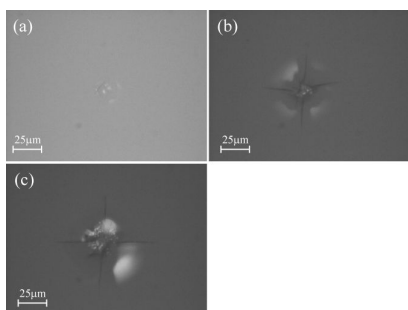


図 4 潜傷の光学顕微鏡明視野画像；(a)No.1(荷重小)、(b)No.2(荷重中)、(c)No.3(荷重大)

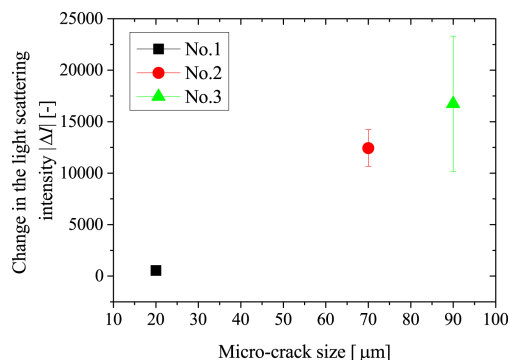


図 5 潜傷の大きさと光散乱強度変化の相関関係

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計1件)

Yoshitaro Sakata, Nao Terasaki, “Development of separation inspection technique for microcracks and particles using non-contact stress induced light scattering method”, Proceedings of SPIE 10925, 査読あり, 2019, pp.1092519-1-1092519-7
DOI: 10.1117/12.2508375

〔学会発表〕(計2件)

Yoshitaro Sakata, Nao Terasaki, “Development of separation inspection technique for microcracks and particles using non-contact stress induced light scattering method”, Photonics West 2019, 2019/02/06, San Francisco, USA

Yoshitaro Sakata, Nao Terasaki, Kazuhiro Nonaka, “Non-contact inspection technique for a micro-crack under surface of glass substrate using temperature variation”, 19th International conference on Electronics Materials and Packaging EMAP2017, 2017/09/27, Shimane, Japan

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

出願状況(計0件)

取得状況(計0件)

6 . 研究組織

(1)研究代表者

研究代表者氏名：坂田 義太郎

ローマ字氏名：(SAKATA, Yoshitaro)

所属研究機関名：国立研究開発法人産業技術総合研究所

部局名：エレクトロニクス・製造領域

職名：主任研究員

研究者番号(8桁): 70636406

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、研究者個人に帰属されます。