

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 8 月 31 日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2014

課題番号：25600085

研究課題名(和文) 表面光反射の対称性を利用した新規結晶方位解析法

研究課題名(英文) Development of crystal orientation analysis using symmetric property of light reflection

研究代表者

沓掛 健太郎 (Kutsukake, Kentaro)

東北大学・金属材料研究所・助教

研究者番号：00463795

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、申請者が独自に着想した結晶方位解析法について、理論の構築と解析方法の基礎固めを目的として研究を進めた。本方法は、結晶方位を反映した試料表面の光反射強度の対称性と変位を解析する方法であり、理想的には大面積の結晶方位分布を高速に得ることができる。本方法を実現するための装置を設計・導入し、検討を重ねることで、具体的な装置仕様およびこの方法のポテンシャルについての一定の知見を得た。

研究成果の概要(英文)：This study aimed to establish theory and system of a unique analysis method of crystal orientation. This method is based on an analysis of symmetry and variation property of light reflection from sample surface, which contains crystal orientation information of the surface. It is possible in principle to measure a crystal orientation image map of a large area in a short time. I designed and introduced an experiment system for this research. As a result of investigations, we obtained knowledge in specifications of the analysis system for the determination of crystal orientations and the potential of this method.

研究分野：結晶工学

キーワード：結晶方位解析 結晶工学 面方位 多結晶 大面積ウェーハ

1. 研究開始当初の背景

結晶方位解析は、結晶工学における極めて重要で基礎的な評価であり、科学・産業の発展への貢献は計り知れない。代表的な方法として、X線を用いる方法(X線回折、X線ラウエなど)、電子線を用いる方法(透過型電子顕微鏡&回折パターン、走査型電子顕微鏡&菊池線パターンなど)、光線を用いる方法(光像法など)が、試料や用途に合わせて利用されている。しかし、太陽電池用の多結晶シリコン基板のような十数 cm 角の面積試料においては、結晶方位の空間分布を得る方法はほとんど無い。申請者の知る限り唯一、Reimanらによって、試料表面模様の光学撮影による結晶粒認識とX線ラウエ法を組み合わせた方法(2AV4.15, EUPVSEC(2012))が提案されているが、測定時間や装置価格の点で課題がある。

このような背景のもと、申請者は独自に新しい結晶方位解析法を着想した。この方法は、エッチングなどで形成した結晶方位を反映した試料表面の凹凸を利用して、試料表面の光反射強度の対称性と変位を解析することで、三次元の結晶方位を得る方法である。この方法は、試料表面の凹凸と光を利用する点では、光像法と同じである。光像法では、試料表面に垂直入射させたレーザー光線の反射パターンを解析することで、レーザーを照射した点の結晶方位を得る。本方法では、試料表面上に面を光を当て、さらに反射光をカメラなどで2次元分布として検出することを特徴とする。このように本方法は光像法のアイデアを元にしつつも、独自に着想したものである。

本方法では、原理上、観察した試料表面各点の結晶方位を個別に取得することができる。したがって、カメラを用いて多点同時測定を行えば、カメラのピクセル分解能がそのまま空間分解能に対応し、高い空間分解能を得ることができる。さらに、従来法のようなマッピングの必要が無いため、非常に高速に空間分布測定が可能である。また、可視光を利用した方法であること、基本的な装置構成が光源、ステージ、カメラと単純であることから、測定環境や試料サイズの自由度が極めて大きいことも特徴である。

2. 研究の目的

上記の研究背景に基づき、本研究期間では、次の研究目的を設定した。

(1)本提案の方法を用いた結晶方位解析について、解析プロセスの理論を構築する。

(2)本解析法を実施するための装置を設計・導入し、実際の測定試料を用いた解析理論の検証と解析のための基礎データを蓄積する。

上記背景のように、本方法は測定環境や試料サイズの自由度が大きいことを特徴として持つが、本研究では太陽電池用の多結晶シリコン基板の評価へ応用することを念頭に、大気中で5cm角の平板試料を測定することを

目指した。また、結晶方位についての2次元空間分布を得るために本方法を適用する上では、取得画像の全てのピクセル情報をコンピュータで一度に解析するようなソフトウェアが必要である。しかし本研究では、そのようなソフトウェアのプログラムやアルゴリズムの作成などは研究対象外とし、ピックアップした点ごとの評価を行なった。

3. 研究の方法

本研究では、上記の目的達成のため、次の研究項目を設定した。

(1)本解析法を実施するための装置の設計と導入。

(2)導入した装置を利用した解析法の検討。研究計画として、(1)を平成25年度に、(2)を平成26年度にそれぞれ主に実施した。以下に各研究項目の詳細を述べる。

(1)本解析法は、既存の市販されている装置やそれらを組合せたものでは行なうことが難しいため、専用の装置を設計し、導入した。設計にあたっては、まず、完成装置の各構成部分を模擬した簡易装置を用いて、予備実験を行なった。この予備実験の結果に基づき、完成装置の大まかな仕様を求めた。例えば、ステージサイズ、光源と試料の距離、試料とカメラの距離などを求めた。次に、この仕様を満たすような具体的な本装置について、各構成部品を選定し、それらの接続や動作の検討を行い、装置全体を設計した。

設計した装置は、専門の装置作製企業にて組立て、東北大学に導入した。なお、この過程においては、装置作製企業の担当者と綿密な打合せを行ない、実動作上の問題点などを洗い出し、装置設計の修正や見直しを行なった。

(2)上記の研究項目(1)にて導入した専用の解析装置を用いて、本研究で提案した結晶方位解析法を検討した。検討項目としては、結晶方位を求めるための必要条件を明らかにした。導入した装置においてパラメータを系統的に変え、その変化に対して解析結果の可否を求めた。さらにこの検討においては、解析法自身についての検討以外に、装置の各構成機構の調整条件の抽出、装置動作上の問題解決、取得した画像処理上の問題解決も含まれる。これらは研究開始当初の研究計画にはほとんど含まれていなかった内容であるが、解析法の実用に向けて確かなものにするためには欠かせない要素であり、かつ本解析法のポテンシャルを見積もる上でも重要な要素であることが研究遂行中にわかったため、研究内容に含めた。

以上の2研究項目の検討を経て、最終的には本結晶解析方法のポテンシャルの見積および実用化への課題抽出を目指した。

4. 研究成果

本研究では、上記の研究方法に記載の2つ

の研究項目について、(1)を平成 25 年度に、(2)を平成 26 年度にそれぞれ主に実施した。以下では、それぞれの研究項目の成果を記す。

(1)本解析法を実施するための装置の設計と導入

まず、本方法を実施するための装置を様々な観点から検討し、具体的な装置設計を行なった。この検討は大きくは、照射光源と撮影装置に分かれる。照射光源には試料表面上で光強度の均一性が極めて高いこと、光の入射方向が一定（平行光）であることが要求される。この仕様を満たすための光源について、さまざまな検討を行い、十分な性能の光源を設計・構築した。撮影装置は、動作機構とそれに連動した撮影機構から構成される。本研究では、十分な撮影可能サイズ（5cm 角）を確保しつつ目的を達成するための動作が可能な装置を設計した。これらの装置設計の検討においては、現有の部品を利用したごく簡易的な装置を作製して予備実験を行ない、その結果を本装置の設計に反映させた。また、装置製作企業の設計担当者と綿密な打合せを行ない、装置設計に反映させた。特に、当初、申請者の装置構想には、装置の強度や装置動作の安定性といった観点が不足しており、設計担当者との打合せに基づいて、これらの点について大幅な修正を行なった。本研究で提案する方法は従来の方法とは全く異なるため、装置をゼロから設計した。そのため、従来装置の改造などでは当初から考慮されているであろう、装置の「部品強度」や「動作安定性」といった事項についても、検討する必要があった。このような当初の想定とは異なる検討が必要になることは様々な研究に共通する事項であり、また本研究においては装置作製上の強度や安定性に対する知見を得たことも成果であるにとらえ、ここに記して公開する。

以上の設計を元に、装置を製作し、平成 26 年度に東北大学に導入した。導入においては、装置使用法の習熟や使用する上での安全管理についても配慮した。

(2)導入した装置を利用した解析法の検討

導入した装置を実際を使用して検討を重ねることで、本研究で提案した結晶方位解析法における必要条件を取得することができた。本方法では測定時の装置動作によって、結晶方位を測定する点が装置座標に対して移動する。そのため、本方法では試料表面上に様な光を照射するが、移動した位置においても光強度が変わらないように、照射光源には高い均一性が要求される。また基本的に光は斜めに照射されるため、この高い均一性を満たすためには、照射光源には高い平行度が求められる。本研究では、これらの光均一性および光平行度について、本方法を行なう上での許容値に関する知見を得ることができた。また、これらの均一性や平行度を向上

するための装置構成や部品配置の検討を行ない、それらに関するノウハウを得ることができた。また、装置動作に起因した揺らぎの許容値を見出し、さらにそれを抑制するための検討を行なった。また実際の装置での検討を重ねる中で、これらの要求を実現するためには、設計当初の装置構成や装置構造では不十分であることもわかり、装置の改造・改良を重ね、必要条件を満たす装置とすることができた。

以上のように、本研究で独自に提案した結晶方位解析法について、本方法を行なうための専用装置を設計・導入し、同装置を用いて検討を行ない、この方法を行なう上での、具体的な装置仕様と諸条件、およびこの方法のポテンシャルについての一定の知見が得られた。

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 0 件)

〔学会発表〕(計 0 件)

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕
出願状況 (計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況 (計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1)研究代表者

沓掛 健太郎 (KENTARO KUTSUKAKE)
東北大学・金属材料研究所・助教
研究者番号：00463795

(2)研究分担者 ()

研究者番号：

(3)連携研究者 ()

研究者番号：