

# 「仙台市放射光施設活用事例創出事業（トライアルユース事業）」 成果報告書詳細

## 1 課題名

放射光を用いた平板状光学・電子デバイス用材料の鏡面加工における破碎層の観察

## 2 測定にあたっての体制（社外委託先を含め記載）

役割：X線CT測定

受託者：アヒコファインテック株式会社

責任者：代表取締役 安彦 宗一郎

担当者：品質技術課 統括課長 田中 大祐

役割：X線CT測定データ解析 共同研究

東北大学多元物質科学研究所 准教授 矢代 航

## 3 背景と測定目的

### ○背景

次世代5G 通信デバイス用途として需要増が期待されている平板状光学・電子デバイス用材料(ガラスや水晶及びニオブ酸リチウム等)は鏡面化や薄板化などの品質要求が厳しくなっており、そのための精密研磨加工技術の高度化及びその技術を用いた量産化は必要不可欠です。

弊社における平板状光学・電子デバイス用材料の鏡面加工は平板状ワーク群を両面ラッピング装置へ適切に配置し、遊離砥粒(例:アルミナやシリコンカーバイド等)を用いて鋳物製の定盤で平板状のワークを両面から挟み回転させながら物理的に削っていきます。削られた平板状ワークの表面下部には深さ数十ミクロン程度に伸展した損傷領域(破碎層)が存在すると考えられています。この破碎層は基材の構造や遊離砥粒の種類及び加工条件等で変化すると考えられており、その状態を可視化し解析することができれば次工程の酸化セリウムやコロイダルシリカ等の遊離砥粒を用いた物理・化学的研磨加工において破碎層のない鏡面及び薄板化した光学・電子デバイス用材料を実現することができるために極めて重要な技術となります。

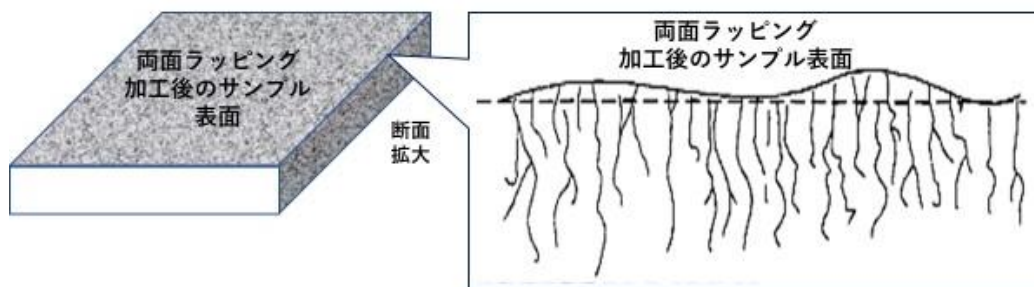


図1 両面ラッピング加工後のサンプル表面下部の損傷領域(破碎層)のイメージ

### ○目的

本提案では SPring-8<sup>1)</sup>によるシンクロトロン放射光(X線ラミノグラフィーやX線CT等)を用いて破碎層を可視化し解析する技術を確立することで最終的に破碎層のない鏡面及び薄板化した光学・電子デバイス用材料の品質要求に対応することを目的とします。

#### 4 測定方法（測定手法、測定セットアップ、使用ビームラインなど）

##### ○測定サンプル

測定サンプルは図 2 に示すように鋳物製の定盤で平板状のワークを両面から挟み回転させながら遊離砥粒（例：アルミナやシリコンカーバイド等）を用いることで物理的に削っていくラッピング装置を用いて作製されます。作製後のサンプルは測定用サンプルとしてさらに直径 0.1mm～0.5mm 程度に切断加工されます。

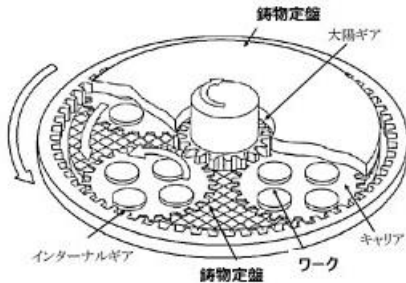


図 2 両面ラッピング装置<sup>1)</sup>

##### ○測定手法

加工されたサンプルの表面下部の破碎層は SPring-8 によるシンクロトン放射 X 線計算機断層撮影法 (computer tomography: CT) により観察されます。<sup>1)</sup>

##### ○測定セットアップ（使用ビームライン：BL20XU, BL47XU）

BL20XU による投影型マイクロ CT のセットアップは図 3 に示すように Spring-8 で発生された放射光がスリットを通過して光学ハッチに設置された 2 結晶のモノクロメータで 15KeV のエネルギーに単色化され単色 X 線として回転ステージ上に固定された試料へ照射されます。試料に照射された単色 X 線は検出器のシンチレータにより可視光に変換され、CCD イメージセンサを搭載するデジタルカメラで撮影することで照射 X 線及び試料の吸収画像（レントゲン像）を得ることができます。<sup>2)</sup>

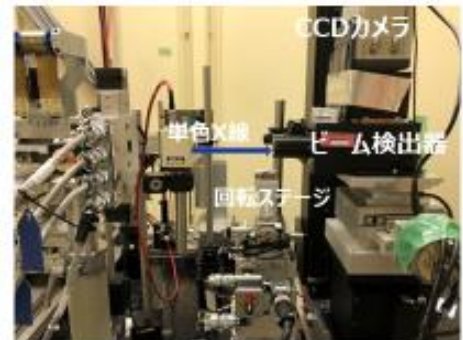
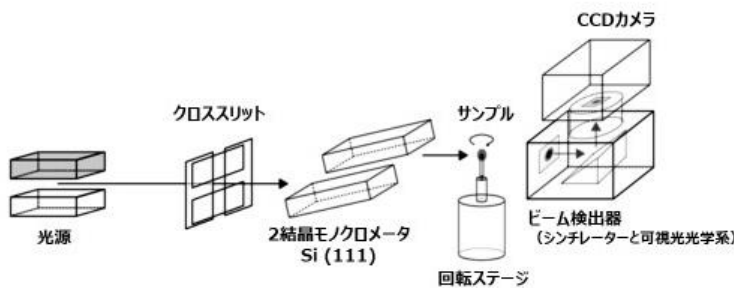


図 3 BL20XU による投影型マイクロ CT のセットアップ（JASRI 上相様より提供）

BL20XU の投影型マイクロ CT における空間分解能は検出器の解像度で限界が決められています。この限界を超えて数十 nm レベルの高い空間分解能を可能とする手法が BL47XU による結像型マイクロ CT です。そのセットアップは図 4 に示すように Spring-8 で発生された放射光が BL20XU と同様の 15KeV のエネルギーを有する単色 X 線として等間隔透過型回折格子を組み合わせたコンデンサー光学系 (sector zone plate) を通過し、試料に照射された透過 X 線像を Fresnel zone plate (FZP) で拡大結像する手法です。<sup>2)</sup>この方法により視野約 50  $\mu\text{m}$  にて 150nm 程度の空間分解能が得られおります。

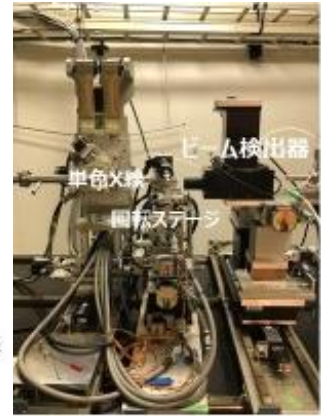
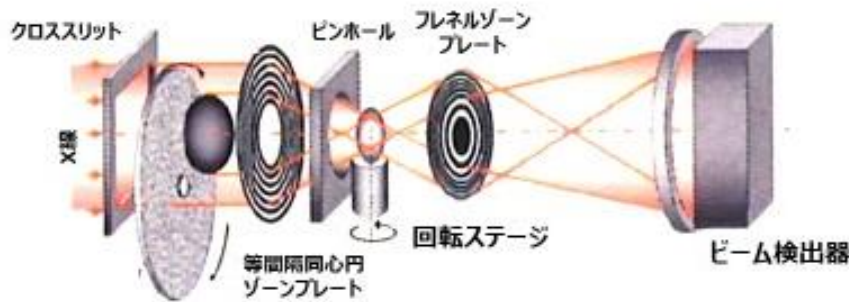


図 4 BL47XU による結合型マイクロ CT のセットアップ (JASRI 八木様より提供)

以上で示された測定方法によるマイクロX線 CT の実験では、試料を  $0 \sim 180^\circ$  回転させながら照射 X 線及び試料の吸収画像(レントゲン像)が 1000~2000 枚程度得られます。これらをマルチコアプロセッサやグラフィック処理用の GPU を用いることで断層画像(スライス画像)に変換(再構成処理)し、それらを重ね合わせることで三次元画像データを得ることができます。

5 結果および考察 (代表的なグラフや図を用いて分かりやすく説明すること)

○測定及び考察結果

ラッピング装置により加工されたサンプルを BL20XU の投影型マイクロ CT に供して撮影された再構成スライス画像を図 5 に示します。約 0.215mm の厚み方向におけるサンプル全体の断層スライス画像を得ることができました。さらにサンプルの表面下部の破碎層の確認を行うべく表面付近を観察した結果、遊離砥粒で削られたサンプル表面の加工痕跡は確認できましたが、表面下部の破碎層を明確に捉えることができませんでした。このことは他の加工されたサンプルにおいても同様の傾向でした。

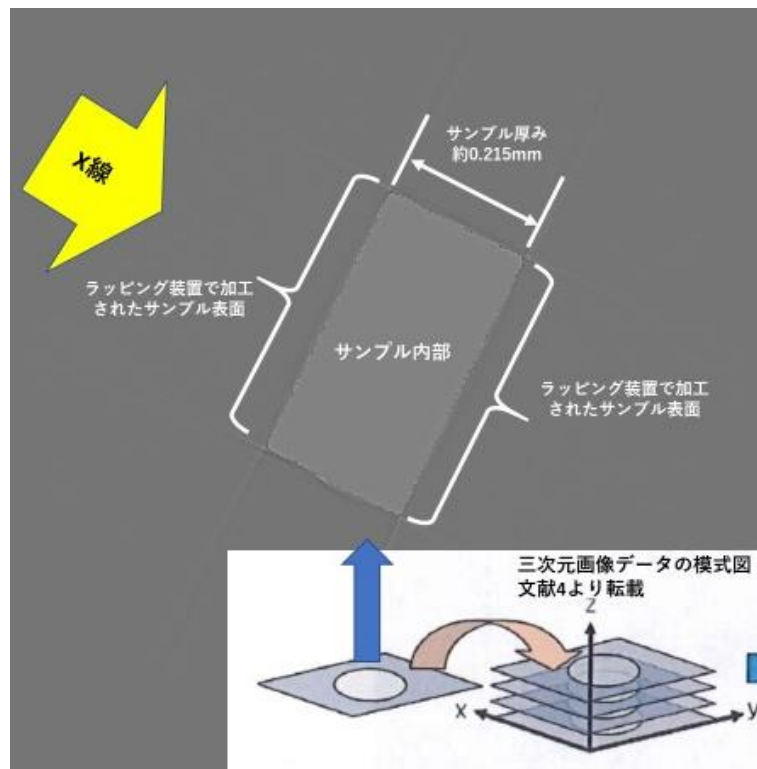


図 5 BL20XU による投影型マイクロ CT に供して撮影されたサンプルの再構成スライス画像

次に視野が BL20XU と比較して、直径約  $50\ \mu\text{m}$  と狭くなるが代わりに空間分解能が高い BL47XU による結合型マイクロ CT で撮影されたサンプルの再構成スライス画像群を図 6 に示します。本図は撮影されたスライス画像群(1029 枚程度)から無作為に 3 箇所を選択していますが、いずれの画像においても遊離砥粒で削られたサンプル表面の加工痕跡に加えて表面下部に長さ  $10\ \mu\text{m}$  程度に伸展するクラック群を 2 次的に明確に可視化することができました。また、これまで考えられていた表面下部のクラック伸展の模式図と比較してその伸展挙動が明確に異なることがわかりました。この挙動についてはダイヤモンド圧子をガラス等へ押し込んだ際に生じるクラックの伸展挙動等と類似していることから、文献調査等でサポートすることにより更なる理解が進むと考えられます。

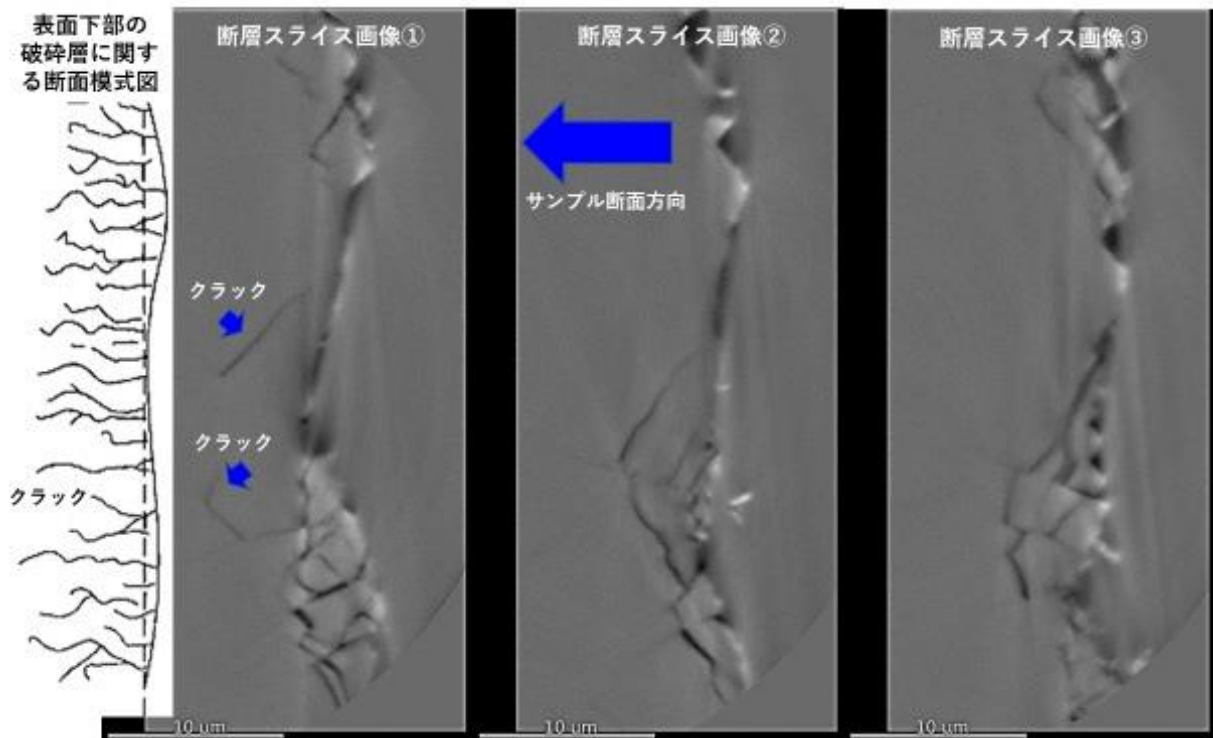


図 6 ラッピング装置で加工されたサンプル表面下部の断面模式図と BL47XU による結合型マイクロ CT に供して撮影されたサンプルの再構成スライス画像

図 7 に BL47XU による結合型マイクロ CT を用いて撮影されたサンプルの再構成されたスライス画像群を用いてマルチコアプロセッサやグラフィック処理用の GPU を用いて重ね合わせた 3 次元画像を示します。とりわけクラック層に注目して画像処理解析を実行することにより、遊離砥粒で削られたサンプル表面下部のクラック群の伸展を 3 次的に可視化することができました。またクラックの伸展に関しては 3 次元画像を図のように傾けていくことにより模式図で示されたようなクラックが表面直下に単純に伸展している挙動とは異なり、複雑なクラックの編み目挙動を形成していることが明確になりました。このような挙動の更なる解析についてはサンプルの構造や加工条件及び遊離砥粒等を変化させたサンプル群を本手法へ供し、解析することで最終的に破碎層のない鏡面及び薄板化した光学・電子デバイス用材料の実現が可能になると考えております。

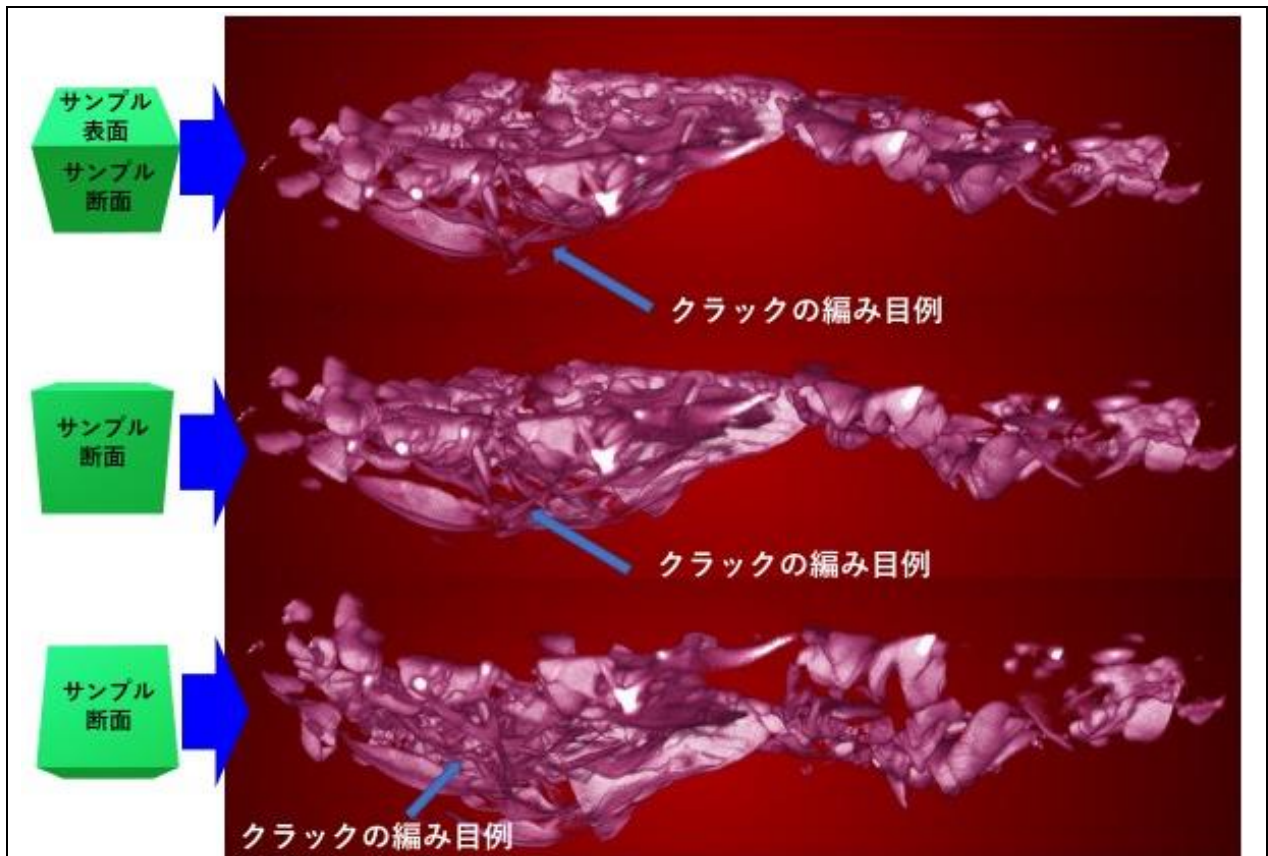


図 7 BL47XU による結合型マイクロ CT に供して撮影されたサンプルの再構成スライス画像を重ね合わせた3次元画像(東北大学 多元物質科学研究所 亀沢氏及び矢代氏より指導)

○まとめ

LAP 装置を用いて遊離砥粒で物理的に削られたサンプル表面下部の様子を 150nm 程度の空間分解能を有する BL47XU による結合型マイクロ CT へ供した結果、遊離砥粒で削られたサンプル表面の加工痕跡に加えて表面下部に長さ 10  $\mu\text{m}$  程度に伸展するクラック群を断層的に捉えて可視化することができました。また、それらをマルチコアプロセッサやグラフィック処理用の GPU を用いて重ね合わせるとことにより 3 次元的に可視化することができました。最終的に可視化された破碎層の観察により、これまで考えられていた表面下部のクラック伸展の模式図と比較してその伸展挙動が明確に異なることがわかりました。

○謝辞

本実験は仙台市放射光施設活用事例創出事業(トライアルユース事業)により、Spring-8 JASRI スタッフ(上相真之氏, 竹内晃久氏, 上杉健太郎氏, 八木直人氏)並びに東北大学 多元物質科学研究所 亀沢知夏氏, 矢代航氏の画像解析の指導によります。ここに感謝申し上げます。

6 今後の課題

本トライアルユース事業により得られた結果より、LAP 装置を用いて遊離砥粒で物理的に削られたサンプル表面下部の破碎層を可視化するために必要なマイクロX線 CT という観察手法及び得られた断層画像を解析する方法を得ることができました。今後は東北大学で建設が始まった次世代放射光施設を積極的に活用させていただき構造の異なるサンプル群を準備し、鏡面加工条件を変化させた場合における表面下部の損傷領域(破碎層)の可視化及びその解析を実施し、それらのデータを蓄積することにより、破碎層のない鏡面及び薄板化した難易度の高い様々な光学・電子デバイス用材料の加工を実現できると考えております。

7 参考文献

- 1) 戸田裕之：X線 CT 産業・理工学でのトモグラフィー実践活用 共立出版
- 2) Journal of the Japan Society for Abrasive Technology Vol.56 No.7 2012 463-464
- 3) J. Vac. Soc. Vol. 54, No.1, 2011
- 4) 小林正和, 戸田裕之, 上杉健太郎, 竹内晃久, 鈴木芳生：材料科学分野における最近の X 線トモグラフィーの進歩, 軽金属, 64 (2014) 510-517