



3D-SEMによる材料の表面形状評価

Surface Texture Analysis of Material Surfaces by 3D-SEM

野呂寿人

Hisato Noro

濱田悦男

Etsuo Hamada

JFEスチール(株) スチール研究所
分析・物性研究部 主任研究員

同上

1 はじめに

材料の摺動性や塗装後外観などの表面特性は、材料表面の3次元的な凹凸形態(以下、表面テクスチャー)に左右される。表面テクスチャーの評価には様々な評価技術が利用されているが、その中でも利用頻度の高い触針式の表面形状測定装置の場合、触針による試料表面のダメージの問題や触針の先端曲率に起因する $1\mu\text{m}$ 以下の形状評価が難しいといった課題がある。また、光学式の表面形状測定装置には反射光を検出できない傾斜角の大きな部分の情報が欠落する問題や $1\mu\text{m}$ 以下の形状評価が難しいといった制約がある。原子オーダーの分解能を有する原子間力顕微鏡(AFM: Atomic Force Microscope)にも測定領域と追従できる凹凸の範囲が狭いという課題がある。一方、材料の表面観察に多用されている走査電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope)には、高さの定量評価が難しいという課題がある。SEM像を 180° 回転させたら像の凹凸が反転して見えた経験をお持ちの読者も多いと思うが、これなどはSEMによる高さ評価が難しいことを端的に示す例と言える。

筆者らは、このような従来技術の課題を背景として、狙った視野を高精度で非破壊的に測定できる、三次元走査電子顕微鏡(3D-SEM)に注目し、これを用いて鋼板の種々の表面特性を支配する表面テクスチャーの解明に取り組んでいる。本解説ではSEMをファインダーとして測定領域を選択することができ、数十倍から数万倍までの広い倍率範囲で利用することのできる3D-SEMの魅力と利用上の留意点について述べる。

2 三次元測定の原理

SEMを用いた表面形状の三次元測定法には大きく分けて二つの方法がある¹⁾。一つはステレオペアを用いたステレオ

観察法で、もう一つは複数検出器を利用した傾斜角測定法である。ステレオ観察法は、人間が左右の目で捉えた像の視差から物体の高さを感じるのと同じように、試料表面を二つの異なる視線方向から撮影し、これらの視差から三次元形状を測定する方法である。この方法には試料表面が滑らかな場合にステレオペア上で対応点を探すのが難しいなどの課題がある。複数検出器を利用する方法には二次電子を利用する方法と反射電子(後方散乱電子)を利用する方法とがあるが、いずれも複数検出器の信号強度から試料面の傾斜角を求めて三次元測定をおこなう点は同じである。

ここで、筆者らが使用している3D-SEMの測定原理についてももう少し詳しく述べる^{2,3)}。図1にエリオニクス社製3D-SEM ERA-8800FEの外観を示す。本解説に示す一連のデータはこの装置を用いて測定した。通常のSEMに1本しか設置されていない二次電子検出器が、電子銃の光軸周りに試料を見込むように4本対称的に配置されているのがハードウェア上の大きな特徴である。3D-SEMの測定原理は、電子



図1 エリオニクス製3D-SEM ERA-8800FEの外観
矢印は4本の二次電子検出器のうちの前方の2本

ビーム照射位置から放出される二次電子の強度分布と密接に関連している。図2は二次電子の放出強度分布の特徴を表わしたものであるが、この図からわかるように、電子ビーム照射位置での電子ビームと試料面法線のなす角度を α で表わすと、試料面法線と θ の角度をなす方向に放出される二次電子の量は $\cos\theta$ に比例し、 $\cos\alpha$ に逆比例する^{1,4)}。この関係はLambertの余弦則と呼ばれており、 α が75°程度まで近似的に成り立つことが知られている。さて、図に示すように照射点の左右に対称に検出器を配置すると、放出される強度分布の左半分は左側の検出器Aに、右半分は右側の検出器Bに捉えられ、信号強度の偏差A-Bは、符号も含めて、照射点での傾斜角 α と一定の関係を持つ¹⁻³⁾。紙面に垂直な方向に検出器をもう一対配置すれば、それらの信号強度の偏差とその方向の傾斜角についても同様の関係が成り立つ。したがって、電子ビームを走査しながら信号強度の偏差から照射点での傾斜角を算出して高さ情報を逐次繋ぎ合わせてゆけば、試料の表面形状を算出することができる。

3 3D-SEMの特徴

電気亜鉛めっき鋼板の表面を3D-SEMで三次元測定した例を図3に示す。以降のデータも含め、測定時の加速電圧は5kV、照射電流はpAオーダーとした。図3aは高さ分布をグレースケールで等高線表示したもので、図3bは三次元形状を左方照明による陰影で表示したものである。特に後者ではhcp型の結晶構造を有するZn結晶の基底面(001面)が積層するようにZn結晶が成長している様子がよく捉えられている。図3aではZn結晶全体の1 μm 程度の起伏にグレースケールを合わせているため、積層構造の詳細を識別できなくなっているが、図3bでは大きなZn結晶のテラスの上に高さ

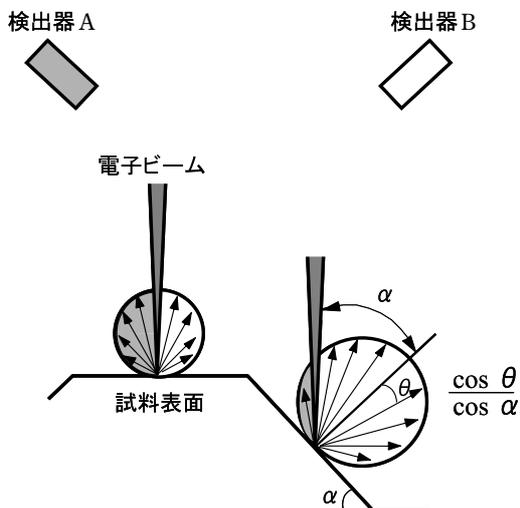


図2 Lambertの余弦則と3D-SEMの測定原理

数nmの積層構造が存在することを示すステップエッジの配列まで捉えられている。この例からわかるように、3D-SEMは、SEM像を見ながら測定領域を決められる利便性とAFMに迫る深さ方向分解能とを兼ね備えた三次元測定ツールと捉えることができる。

3D-SEMの4本の二次電子検出器の信号は、異なる情報を持った二次電子像を表示する目的でも利用できる。図4は飲料缶に用いられるSnめっき鋼板の表面を3D-SEMで観察

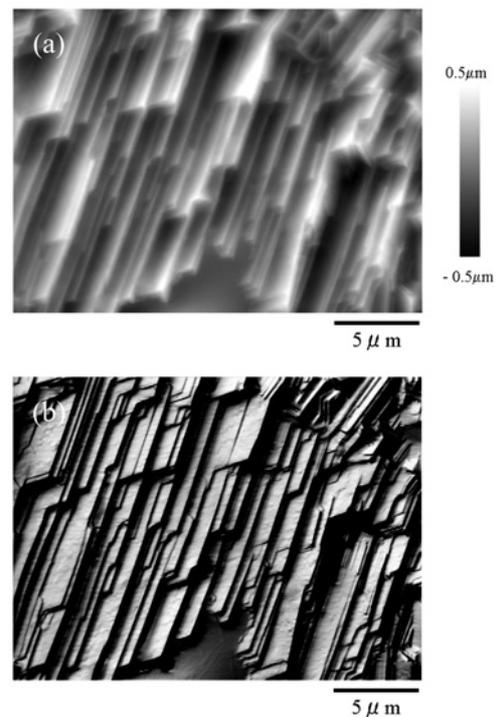


図3 電気亜鉛めっき鋼板表面の3D-SEM像

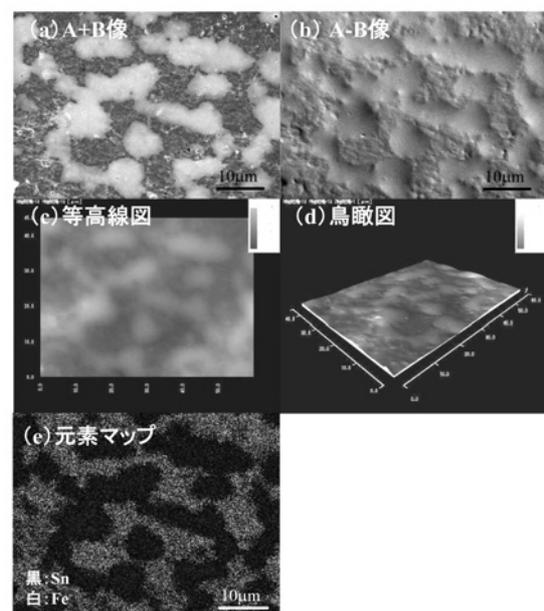


図4 Snめっき鋼板の3D-SEM像

した例である。図4aは4検出器の和信号で観察した例(A+B像)、図4bは左右の検出器をペアとして図4aと同一視野をこれらの差信号で観察した例(A-B像)である。図4aではSnが地鉄よりも明るく捉えられているが、このようにA+B像は、二次電子の放出量の違いを利用して組成の違いを検出するのに利用できる。一方、図4bにはSnめっき鋼板表面の起伏が左方照明での陰影として捉えられている。このようにA-B像は、定性的な凹凸を判断するのに利用できる。図4c、4dはSnめっき鋼板表面の三次元形状を等高線図(図4c)と鳥瞰図(図4d)で表示した例である。この他、筆者らの装置にはエネルギー分散型X線検出器が付設されているため、これらと同一視野での定性分析や元素マッピング(図4e)も可能である。

3D-SEMのもう一つの特徴は、JISやISOで規定された粗さ測定に必要な数十倍から、微視的なキャラクタリゼーションに有効な数万倍までの測定に対応できる測定レンジの広さである。図5は触針用の粗さ標準片を3D-SEMで測定した例であるが、このようにマクロな形状も測定できることは目視外観が重要視される実用材料の世界では大変重要である。図6は、自動車の車体などに用いられる溶融亜鉛めっき鋼板の表面に種々の表面テクスチャーを付与した試料の観察例であるが、鋼板表面の摺動性や外観などの表面特性はこのような表面テクスチャーの違いによって変化することが知られている⁵⁾。

4 3D-SEM測定時の留意点

先に述べた通り、3D-SEMでは数十倍から三次元測定が可能であるが、低倍率で測定する場合、測定データに電子ビーム走査に由来するアーティファクト(偽の情報)が重畳するという課題がある。原理の説明では二次電子の放出点が

4本の検出器の対称軸、すなわち、電子銃の光軸上にあることを暗黙の前提としてきたが、SEMでは偏向コイルで電子ビームを“首振り走査”させる方式を採用しているため、低倍率測定では走査領域の周辺部分が光軸から外れる。その結果、仮にその部分が水平だったとしてもそこから放出される二次電子は直近の検出器に多く取り込まれ、4本の検出器の信号強度に偏差が生じる^{6,7)}。3D-SEMではこの偏差が傾斜として認識されるため、低倍率での測定データには放物面に近いゆがみが生じる。それ故、低倍率で測定する場合、生データにこのゆがみを取り除く処理を施す必要がある。

このゆがみが各測定倍率に対して一義的に決まっているものならば、単にその分を生データから差し引けば済む筈だが、実際にはそれほど単純ではない。二次電子を捕集する際の電界に影響する、試料ホルダー内での測定領域の位置、試料面の平均傾斜の違いなどによって、ゆがみの中心や形状は微妙に変化する。そのため、この低倍率補正は、ユーザーの判断に任されているのが現状である。具体的な補正法としては回帰処理(一種のフィルタ処理)^{8,9)}が有効で、そのための最低限のソフトは装置に組み込まれている。したがって、ソフトの使い方を誤らなければ定性的な判断を誤るほどの支障は生じないが、定量的な取り扱いが必要な場合には処理方法や処理条件の影響を理解しておくことが望ましい。

首振り走査に由来するゆがみによって生データに生じる誤差の程度は、理想的なフラット面を測定することによって評価できる¹⁰⁾。この目的で鏡面研磨したシリコンウエハを測定した結果を図7に示す。縦軸には、高さ測定した場合に生じる誤差の最大値として、高さ方向の最大値と最小値の差をプロットした。この値が高倍率でもゼロに収束しないのは、鏡面研磨したシリコンウエハにも若干の凹凸が残っているためだと思われる。このように倍率が高くなるにつれて生デー

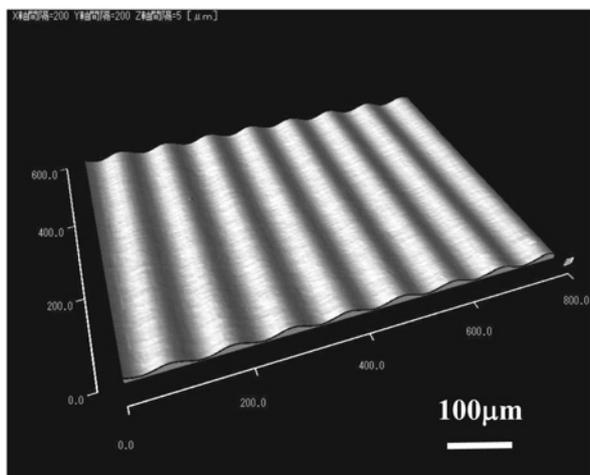


図5 触針用Ra標準片の3D-SEM像(鳥瞰図)

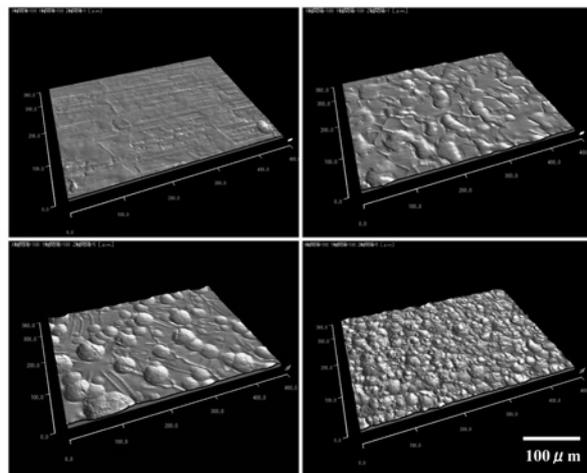


図6 種々の表面テクスチャーを付与した溶融亜鉛めっき鋼板表面の3D-SEM像(鳥瞰図)

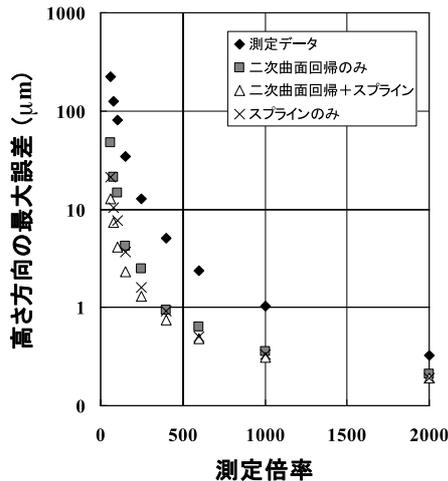


図7 回帰処理前後で比較した高さ方向の最大誤差

に生じる最大誤差は急激に減少するが、数100倍までの低倍率では、その値が数10～数100 μm にも達している。このことからわかるように、このような低倍率ではゆがみ由来の誤差を極力抑制するような補正が必要不可欠である。

図7には、生データに加えて、二次曲面回帰、スプラインハイパスフィルタ処理^{*1}、二次曲面回帰後更にスプラインハイパスフィルタ処理する複合回帰処理、の三種類の回帰処理の結果も示した。なお、スプラインフィルタ処理のカットオフ波長(フィルタの振幅透過率が50%になる波長)は、3D-SEMの長手方向の測定長の1/2に設定した。三種類の回帰処理を比較した場合、特に低倍率で複合回帰処理の補正効果が大きいことが伺えるが、これは次のような理由に拠る。首振り走査に由来するゆがみの形状は厳密には放物面でないため、二次曲面回帰だけでは補正に限界がある。一方、スプラインフィルタ処理は、短時間処理が可能で、なおかつ、振幅伝達特性(必要な短波長域を残して不要な長波長域を減衰させる特性)に優れているため、ゆがみの微妙な変化にも追従する柔軟性を有している。但し、スプラインフィルタ処理では、測定データの端部に境界条件として直線をあてはめるため、数100倍までの低倍率ではデータ端部で急激に増加するゆがみを補正しきれない。このデータ端部でのゆがみへの追従性という点では二次曲面回帰の方が優れている。それ故、低倍率では通常、この両者のメリットを活かした複合回帰処理で補正するのが最も効果的である。なお、現時点では処理時間に難があるためにルーチンでの使用は難しいが、振幅伝達特性(図8)⁸⁾とデータ端部での柔軟性に優れた二次の回帰型ガウシアンフィルタ処理¹²⁾^{*2}を行えば、複合回帰処理よりも補正の効果は更に向上すると予想される。

低倍率補正としてフィルタ処理を行う際には、カットオフ

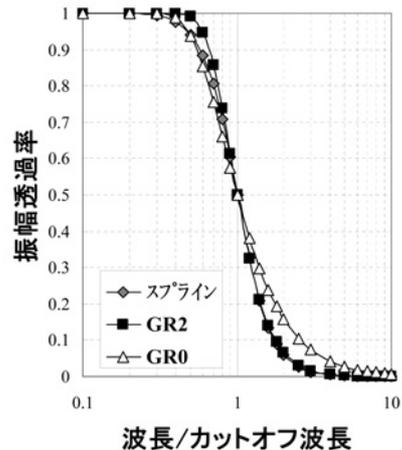


図8 各種フィルタの振幅透過特性
GR2は二次の、GR0は零次の回帰型ガウシアンフィルタ

波長の設定に十分留意する必要がある。詳細は文献¹⁰⁾に委ねるが、スプラインハイパスフィルタ処理をおこなう場合、カットオフ波長の30%を上回る波長にはフィルタ処理の影響が現れる。従って、注目形状の大きさがこの波長域にかかるようなら、測定倍率やカットオフ波長を変更するなどしてこれを回避しないと処理後の注目形状にアーティファクトを生じる危険性がある。

5 回帰処理を利用した注目情報の分離

前章で述べた回帰処理は、測定データから目的とする形状情報を抽出する目的で利用することもできる⁹⁾。図9aは、測定倍率1,000倍で測定した電気亜鉛めっき鋼板の三次元形状を左方照明の陰影で表示したものであるが、このような試料の表面は、図3に示した電気亜鉛めっき特有のステップ状の凹凸に、下地鋼板の表面形状を反映したそれよりもマクロな凹凸が重畳した形状になっている。そのため、例えば、このような表面形状を三次元的に測定しただけでは、電気亜鉛めっきの析出形態の特徴を表面テクスチャーパラメータを使って定量的に把握しようと思っても、下地鋼板の凹凸の影響を強く受けて、結果は大きくばらついてしまう。このような場合には、回帰処理によってこれらを分離してから定量化するのが効果的である¹³⁾。

一般に、三次元形状は種々の波形の重ね合わせで表現できるが、先の例の場合、下地鋼板の形状は総じて長波長成分から、電気亜鉛めっきの形状は総じて短波長成分から構成されていると予想できる。したがって、これらを区分する波長をカットオフ波長として振幅伝達特性に優れたフィルタで処理

*1 スプラインフィルタ¹¹⁾を用いた、長波長成分を除去する処理

*2 ガウシアンフィルタ基礎とし、局所的な回帰の概念を用いて端部の評価も可能にしたフィルタ処理

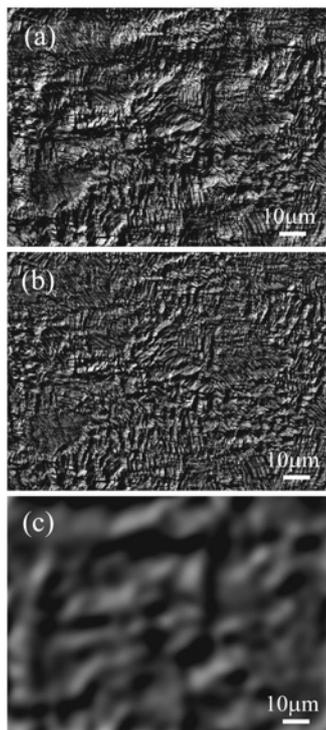


図9 2次の回帰型ガウシアンフィルタで大雑把に分離した電気亜鉛めっきと下地鋼板の三次元形状（左方照明による陰影表示）

することにより、両者を形式的に分離することができる。図9bと図9cは、 $10\ \mu\text{m}$ をカットオフ波長として2次の回帰型ガウシアンフィルタを用いて分離した電気亜鉛めっきの形状と下地鋼板の形状である。このような分離処理を行えば、目的とする表面テクスチャーの特徴を精度良く定量化することができる。但し、このような処理に基づいて抽出した形状データは、目的とする表面テクスチャーの特徴を強く反映したものにはなるものの、そのものずばりではない点に留意する必要がある。例えば、図9cは下地鋼板の表面形状の特徴は反映しているが、実際の下地鋼板の形状に含まれる $10\ \mu\text{m}$ 以下の短波長成分を無視して構成しているために、実物には認められる筈のシャープさが失われている。また、このようなフィルタ処理はカットオフ波長の影響を強く受けるため、設定を誤ると意味の無いデータを生み出す点にも留意する必要がある。

6 おわりに

使い勝手に優れ、AFMに迫る分解能を備えた三次元測定ツールである3D-SEMの測定原理、応用事例と使用に際しての留意点について述べた。3D-SEMは、他の表面形状測

定機器に比べるとまだまだマイナーな存在という印象が強い。本解説が少しでも3D-SEMの有用性の理解に繋がれば幸いである。

謝辞

三次元表面形状解析ソフトSUMMITを御提供頂き、回帰処理に関しても御指導下さいました長岡技術科学大学工学部機械系の柳和久教授、3D-SEMの測定原理に関して議論下さいました株式会社エリオニクスの田口佳男氏、株式会社電子光学研究所顧問の大野輝昭氏、データ測定で御尽力頂きましたJFEテクノロジー株式会社の高瀬香織さんにこの場を借りて厚く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 走査電子顕微鏡, 日本電子顕微鏡学会関東支部編, 共立出版, (2000), 115.
- 2) T. Suganuma : J. Electron Microsc., 34 (1985), 4, 328.
- 3) 田口佳男 : トライボロジスト, 35 (1990) 11, 814.
- 4) J. L. H. Jonker : Philips Res. Rep., 12 (1957), 249.
- 5) 野呂寿人, 植野雅康, 木村幸雄, 曾谷保博 : CAMP-ISIJ, 18 (2005), 1508.
- 6) (株)電子光学研究所顧問(現, (株)テスネックス工房)の大野輝昭氏とのprivate communication.
- 7) W. Drzazga, J. Paluszynski and W. Slowko : Meas. Sci. Technol., 17 (2006), 28.
- 8) 加藤雅広, 原精一郎, 柳和久 : 精密工学会誌, 67 (2001) 8, 1281.
- 9) J. Raja, B. Muralikrishnan and Shengyu Fu : Precision Engineering, 26 (2002), 222.
- 10) H. Noro and K. Yanagi : Inst. Phys. Conf. Ser. No 179 Section 5, (2003), 207.
- 11) M. Krystek : Measurement, 18 (1996) 1, 9.
- 12) S. Brinkmann, H. Bodschnwinna and H. W. Lemke : In Proceedings of the 8th International Conference on Metrology and Properties of Engineering Surfaces, in Association with IMEKO. University of Huddersfield, UK, (2000)
- 13) 濱田悦男, 野呂寿人, 妹川透, 杉本芳春, 黒田光太郎 : 鉄と鋼, 90 (2004), 244.

(2006年6月29日受付)