

3D-SEM による鋼板表面 3 次元形状解析技術

Surface Texture Analysis of Steel Sheets by 3D-SEM

野呂 寿人 NORO Hisato JFE スチール スチール研究所 分析・物性研究部 主任研究員(副部長)・Ph.D.
木村 幸雄 KIMURA Yukio JFE スチール スチール研究所 圧延・加工プロセス研究部 主任研究員(課長)
柳 和久 YANAGI Kazuhisa 長岡技術科学大学 工学部 教授・工博

要旨

微小領域の表面テクスチャーの非破壊評価が可能な三次元走査電子顕微鏡の課題である低倍率測定時の像ゆがみを効果的に除去するための回帰処理について検討した。この像ゆがみを定量的に評価し、振幅伝達特性と処理時間の観点から最も効果的な処理として二次曲面回帰とスプラインハイパスフィルターを組み合わせた複合回帰処理を提案した。この複合回帰処理を利用して溶融亜鉛めっき鋼板の表面テクスチャーを定量化し、表面のディンプル密度を二次元と三次元の表面性状パラメータの形で抽出して摩擦係数との相関を調査した。触針式表面粗さ計で測定した二次元パラメータよりも三次元パラメータの方が良好な相関が得られると結論した。

Abstract:

Effective regression methods to remove image distortions at low magnifications of three-dimensional (3D) scanning electron microscopy, which can offer high resolution and non-destructive examination of surface topographies, have been studied. The distortions are quantitatively evaluated and from the viewpoints of the amplitude transmission characteristics and the processing time, parabolic regression followed by Spline high-pass filtering is proposed as the most effective method. The surface textures of hot-dip galvanized steel sheets have been quantified by this method, and their dimple densities estimated in terms of 2D and 3D surface texture parameters are compared with their friction coefficients. It is concluded that the 3D parameter shows a better correlation than the 2D parameter measured by conventional stylus profilometry.

1. 緒言

鋼板の摺動性や塗装後鮮映性などの表面特性は、鋼板表面の三次元的な凹凸形態（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さまざまな評価技術が利用されているが、たとえば、走査電子顕微鏡では高さの定量評価が難しく、触針式の表面粗さ計には触針による試料表面のダメージや $1\mu\text{m}$ 以下の形状評価が難しいという課題がある。著者らは、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。SEMを用いた三次元測定法には、複数枚の画像を撮影した上で高さ情報を算出するステレオ法などの方法もあるが、本報告では測定信号から直接三次元形状を再構築できる、4検出器を備えた走査電子顕微鏡を3D-SEMと呼ぶ¹⁾。

3D-SEMは、触針式や光学式の粗さ測定器では評価でき

ない微小領域の表面テクスチャーを評価できるという優れた特長を有している。その一方、低倍率では測定データに電子ビーム走査に由来する放物面状のゆがみを生じ、そのままでは像解釈に堪えないという課題を合わせ持っている。

本報告では、まず、このような低倍率測定時の像ゆがみの実態とその対策技術としての回帰処理について述べる。その上で、回帰処理を応用して種々の溶融亜鉛めっき鋼板（GI: galvanized iron sheet）の表面テクスチャーを定量化し、その三次元的な特徴である表面のディンプルの密度と摺動性との関わりについて報告する。

GIの表面テクスチャーの特徴を定量的に評価するためには、評価パラメータの選択も重要である。表面テクスチャーの特徴は、従来、触針式表面粗さ計で測定した算術平均粗さRaやPPI（peak per inch）などの二次元（2D）パラメータで表現されてきた。しかし、線分上の粗さプロファイルから求めた2Dパラメータで、本来三次元的な表面テクスチャーの特徴の全容を捉えることには原理的な無理がある。そこで、GIの表面テクスチャー解析には従来の2Dパラメータに加え、3Dパラメータ²⁾も用いた。

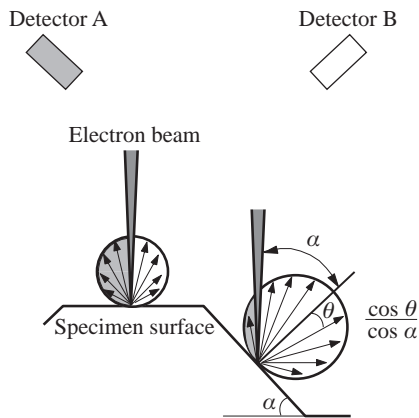


Fig. 1 Principle of three-dimensional measurement (3D-SEM measures declinations at irradiated points by electron beam.)

2. 3D-SEMの測定原理と低倍率測定時の課題

実験について述べる前に、3D-SEMの測定原理と低倍率測定時の像ゆがみの由来について簡単に説明する。3D-SEMでは電子銃の光軸周りに4本の二次電子検出器が対称的に配置されている。電子ビームの照射点から放出される二次電子は、照射点での面法線に対称な強度分布を持つため¹⁾、Fig. 1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、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つ配置すれば、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、試料の表面テクスチャーを算出することができる。

低倍率測定時に像にゆがみが生じるのは以下の理由による。先に述べた測定原理では、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前提としている。電子ビームの走査領域が光軸上の点とみなせる高倍率測定の場合、この前提は十分に成り立つ。一方、低倍率測定では走査領域の周辺部分が光軸から外れるため、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⁴⁾。すでに述べたとおり、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ゆがみが生じることになる。

3. 実験方法

実験には、(株)エリオニクス製3D-SEM ERA-8800FEを用いた。表面テクスチャーの測定は、加速電圧5kV、照

射電流数 pA の条件で行った。また、すべての試料には、組成による二次電子イールドの違いが測定結果に影響することのないよう、Auを数10nm程度スパッタコートしてから表面テクスチャーの測定に供した。

電子ビーム走査に由来する測定データのゆがみは、それ自身の凹凸をほぼ無視できる鏡面研磨したシリコンウエハーの三次元データの最高点と最低点の落差（以下、最大誤差と略称）で評価した。

このような測定データのゆがみは、不要な長波長成分の一種とみなせるため、ある種の回帰処理によって除去可能と予想される⁵⁾。ここで言う回帰処理とは、表面テクスチャーの特徴よりも長波長の参照面（うねりや形状偏差の成分を表す滑らかな曲面）を算出して、測定データからこれを差し引く処理のことである。実験では、ゆがみ除去効果が期待される幾つかの回帰処理を種々の倍率で測定したデータに適用し、各回帰処理後のデータに残った最大誤差を比較することによって最も効果的な回帰処理を見極めた。実際的回帰処理には、長岡技術科学大学の柳研究室が開発した三次元表面形状解析プログラム『SUMMIT』を用いた。

このようにして見極めた最適な回帰処理の効果を検証するため、Ra既知の触針用粗さ標準片（(株)東京精密製標準片E-MC-S24B）をゆがみが最も顕著になる最低倍率（40倍）で測定し、回帰処理した上でそのRaを評価した。

応用事例として示したGIには通常の調質圧延法とブラスト処理によって表面テクスチャーを制御したラボ材を用いた。3Dパラメータの計算には前述のSUMMITを使用した。摺動性は、試料の表面に幅10mm、摺動方向長さ3mmのビード工具を13kgf/mm²（130MPa）の面圧で押し付けながら、試料を100cm/minの速度で摺動させる平板摺動試験で測定した摩擦係数で評価した。なお、平板摺動試験は予めGIの測定面に洗浄油（スギムラ化学工業(株)製プレトンR352L）を塗布しておこなった。

4. 結果および考察

4.1 低倍率測定時の像ゆがみの実態と各回帰処理のゆがみ除去効果⁶⁾

不要な長波長成分の除去に利用できる、二次曲面回帰、ガウシアンフィルター、回帰型ガウシアンフィルター（0次、2次）、スプラインフィルター⁷⁾の5種類の回帰処理とそれらの特徴をまとめてTable 1に示す⁵⁾。フィルターはすべてハイパスフィルターとして使用する場合を想定した。振幅伝達特性の点では2次の回帰型ガウシアンフィルターが最も優れているが、この処理には他の回帰処理の数倍～数10倍の処理時間を要するため、現時点で実用的とはいえない（256×256データの場合、 x, y 独立な処理で近似させて処理時間を約1/300に短縮しても500MHzのPCで数秒～1分程度を要する）。処理時間と除去効果の balan

Table 1 Prospective regression methods and their characteristics

Regression method	Flexibility of reference surface	Whole field analysis	Processing time	End effect
Parabolic regression	(worse)	possible	short	advantageous
Gaussian filtering	base	impossible	short	NA
Gaussian regression filtering of 0th order	base	possible	short	disadvantageous
Gaussian regression filtering of 2nd order	best	possible	very long	advantageous
Spline filtering	almost best	possible	short	somewhat disadvantageous

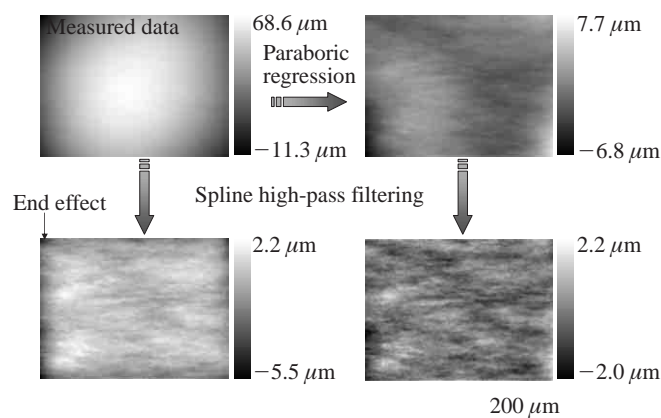


Fig. 2 Topographic data measured from mirror polished silicon wafer and processed by the regression methods shown

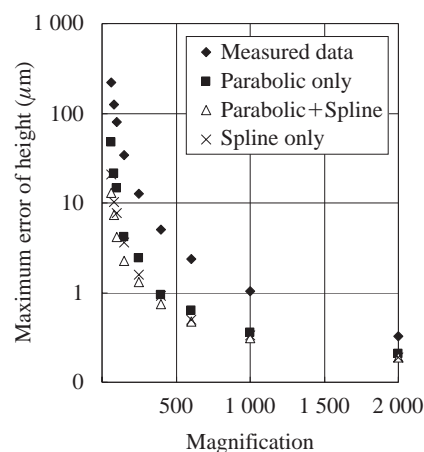


Fig. 3 Maximum errors due to image distortions as a function of magnifications

スの点ではスプラインフィルターが特に優れている。3D-SEMのゆがみは放物面に比較的近いいため、二次曲面回帰にも除去効果が期待される。

鏡面研磨したシリコンウエハーを測定した生データ、それらを二次曲面回帰とスプラインフィルターでそれぞれ独立に処理したデータ、この2つの回帰処理を組み合わせで処理したデータを Fig. 2 に示す。グレースケールの上下限は平均面に対する三次元形状データの最高点と最低点の高さを表している。スプラインフィルターのカットオフ波長(振幅透過率が50%の波長)は x 方向の測定長の1/2とした。スプラインフィルターは、二次曲面回帰よりも効果的にゆがみを低減しているが、処理後のデータの端部に「エンドイフェクト」と呼ばれるアーティファクトを生じている。一方、二次曲面回帰とスプラインフィルターをこの順に組み合わせた複合回帰処理は、エンドイフェクトを生じておらず、3者の中で最も効果的にゆがみを低減している。

各倍率で測定したゆがみの程度を最大誤差で表した結果を Fig. 3 に示す。図から、測定データの最大誤差は、80倍、300倍、1000倍、3400倍未満の測定倍率で、それぞれ、 $100\mu\text{m}$ 、 $10\mu\text{m}$ 、 $1\mu\text{m}$ 、 $0.1\mu\text{m}$ 以上で、高倍率になるほど急速に減少していることが分かる。また、複合回帰処理は300倍までの低倍率で最大誤差を生データの1/10以下に低減しており、500倍以上ではスプラインフィルター

だけでも最大誤差を同程度まで低減している。

4.2 複合回帰処理の効果の検証⁶⁾

複合回帰処理の効果を検証するため、2種類の触針用Ra標準片(Ra: $0.40\mu\text{m}$ 仕様, Ra: $3.17\mu\text{m}$ 仕様)を3D-SEMの最低倍率の40倍で測定し、得られた生データに同処理を適用した上でRaを評価した。この倍率では測定データに最も大きなゆがみが生じる一方、3mmの測定長を確保できるため、触針式表面粗さ計が準拠するJIS B 0601に規定された粗さ処理条件、すなわち、「カットオフ波長 $800\mu\text{m}$ でのガウシアンフィルター処理とカットオフ波長の数倍の評価長さ」をそのまま適用することができる。なお、触針式表面粗さ計が二次元のプロファイル測定を基本にしているため、Ra評価時は、3D-SEMでもこれに合わせて2次元のプロファイル測定とした。

複合回帰処理後のRaの評価結果を Table 2 に示す。仕様値より全体的にやや高めだが、 $0.1\mu\text{m}$ のオーダーまで有効数字とみなして良い結果が得られている。このことから、複合回帰処理は十分実用に耐えるレベルのゆがみ除去効果を有していると考えることができる。全体的に高め評価になっている理由は、ゆがみが完全には除去されていないためだと推定される。

Table 2 Calculated arithmetic mean deviations of roughness standards

Number of times	Specifications	
	0.40 μm	3.17 μm
1	0.42	3.23
2	0.43	3.30
3	0.43	3.29
Average	0.43	3.27

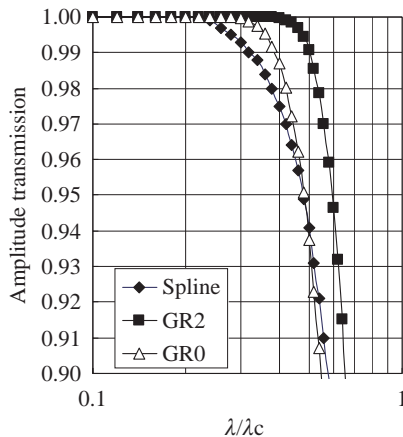


Fig. 4 Amplitude transmission characteristics of the filters under consideration (GR2 and GR0 mean Gaussian regression filters of the 2nd and 0th order, respectively)

4.3 フィルター処理を適用する際の留意点 (カットオフ波長の影響)⁶⁾

すでに述べた各種フィルターの振幅伝達特性の一部を拡大して Fig. 4 に示す。振幅透過率が99%以上の波長はフィルターの影響を無視できると考えることにすると、スプラインフィルターの場合、図から $\lambda \leq 0.3\lambda_c$ を満足する波長 λ (以下、この上限を限界波長と記す。) がこれに該当することが分かる。ここで λ_c はカットオフ波長を表す。別の言い方をすれば、 λ_c を測定長の1/2に設定する場合、この式からスプラインフィルターでは測定長の15% ($= 1/2 \times 0.3$) を下回る波長成分にフィルターの影響が現れないと考えてよいと結論できる。したがって、フィルター処理によるアーティファクトの導入を避けるためには、この関係を念頭において、測定段階で注目する形状のサイズが限界波長を超えることのないように測定倍率や視野を選ぶことが重要である。

4.4 溶融亜鉛めっき鋼板の 表面テクスチャー解析への応用

調質圧延法とブラスト処理によって表面テクスチャーを制御した各種のGIを3D-SEMで測定し、複数回帰処理によって試料本来の表面テクスチャーを求めた例を鳥瞰図の

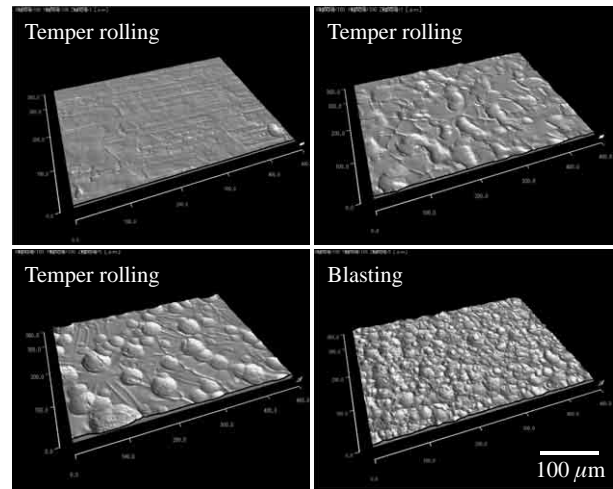


Fig. 5 Various surface textures of hot-dip galvanized steel sheets

形で Fig. 5 に示す⁸⁾。

テクスチャー制御したGI表面のディンプル密度を、通常の触針式表面粗さ計で測定した2Dプロファイルから求めたPPIと、3D-SEMで測定した3Dプロファイルから求めた窪みの個数密度(以下、Sdvと記す*)の2とおりの方法で評価し、摩擦係数との対応を比較した結果を Fig. 6 に示す。なお、PPI算出時のカウントレベルは標準的な $\pm 0.635 \mu\text{m}$ とし、Sdvは負荷面積比80%の切断面での窪みの個数から算出した。PPIとSdvのいずれの場合にも高ディンプル密度側で摩擦係数が単調に減少する傾向が読み取れるが、3DパラメータのSdvの方がより明瞭な相関を示している。このような相関は、ディンプルが潤滑油を保持することに起因する流体潤滑効果を反映していると考えられる。押し付け面圧が低い場合には、同様の相関に加えて、3Dパラメータである中核部の流体保持指標Sciと摩擦係数にも緩やかな相関が認められることがわかっている⁸⁾。

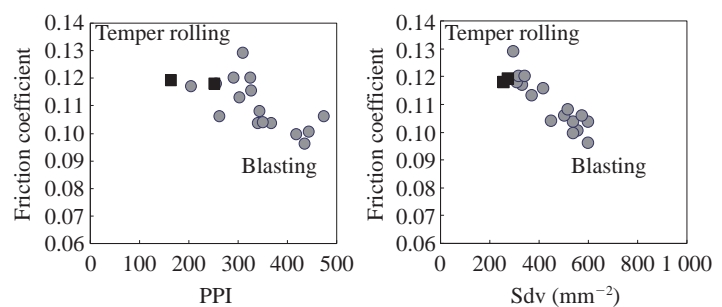


Fig. 6 Friction coefficients of hot-dip galvanized steel sheets as a function of their PPI and Sdv (Both two-dimensional PPI and three-dimensional Sdv reflect dimple densities of their surfaces.)

* 標準的な3Dパラメータとして、頂点の個数密度にはSds (density of summits) という表記が割り当てられている。一方、負の頂点に当たる窪みの個数密度には特定の表記がないため、本報告では density of valleys の意味で Sdv と記す。

5. 結言

微小領域の表面テクスチャーの非破壊評価が可能な3D-SEMの課題である低倍率測定時の放物面状の像ゆがみの実態とその対策技術としての回帰処理について報告した。また、この処理を応用して定量化したGIの表面テクスチャーからディンプルの密度を3Dパラメータの形で抽出し、摩擦係数との相関について検討した。

- (1) 電子線走査に由来する放物面状の像ゆがみの除去には二次曲面回帰の後にスプラインフィルター処理する複合回帰処理が最も効果的である。
- (2) スプラインフィルター処理する場合、カットオフ波長の30%を超える大きさの注目形状が含まれないように倍率や視野を選択しないと処理後のデータにアーティファクトを生じる危険がある。
- (3) GI表面のディンプル密度を反映する3Dパラメータと摩擦係数には、PPIと摩擦係数よりも明瞭な相関が認められる。

参考文献

- 1) 日本電子顕微鏡学会関東支部編. 走査電子顕微鏡. 共立出版, 2000,

p. 115-116.

- 2) Stout, K. J. 編. Development of Methods for the Characterisation of Roughness in Three Dimension. Penton Press, chapter 12, 2000.
- 3) Suganuma, T. J. Electron Microsc. vol. 34, no. 4, 1985, p. 328-337.
- 4) Drzazga, W.; Paluszynski, J.; Slowko, W. Meas. Sci. Technol. vol. 17, 2006, p. 28-31.
- 5) 加藤雅広, 原精一郎, 柳和久. 精密工学会誌. vol. 67, no. 8, 2001, p. 1281-1283.
- 6) Noro, H.; Yanagi, K. Inst. Phys. Conf. Ser. no.179, section 5, 2003, p. 207-210.
- 7) Krystek, M. Measurement. vol. 18, no. 1, 1996, p. 9-15.
- 8) 野呂寿人, 植野雅康, 木村幸雄, 曾谷保博. CAMP-ISIJ. vol. 18, 2005, p. 1508.



野呂 寿人



木村 幸雄



柳 和久