

JAERI-Tech  
2000-058



JP0050870



レーザートモグラフィー装置による  
光学素子の微少欠陥密度測定

2000年11月

福山 裕康・杉山 優

日本原子力研究所  
Japan Atomic Energy Research Institute

本レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。  
入手の問合わせは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村）あて、お申し越しください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

This report is issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 〒319-1195, Japan.

---

©Japan Atomic Energy Research Institute, 2000

編集兼発行 日本原子力研究所

レーザートモグラフィー装置による光学素子の微少欠陥密度測定

日本原子力研究所関西研究所光量子科学研究センター

福山 裕康・杉山 僚

(2000年9月27日受理)

超高ピーク出力 CPA レーザー用の大型結晶を開発するためには、結晶育成中に生じる内部の微少欠陥量を測定・評価し、より高品質の結晶育成を行う技術開発が不可欠である。そこで、微少欠陥を非破壊で検知できるレーザートモグラフィー法の開発を行なった。光学特性が異なるサンプルにおいて、欠陥部から生じる微弱な散乱信号を精度良く測定するためには、カメラノイズの除去、サンプルの光吸収、散乱信号の規格化および二値化演算手法を考慮した測定手法の最適化が必要であった。このために、無色透明な光学サンプルとしてガラス、YAG および sapphire 結晶を、またプローブ光の吸収がある Ti:sapphire 結晶について欠陥測定を行なった。その結果、ガラス、YAG、sapphire、Ti:sapphire 結晶の欠陥密度は、各々 $2 \times 10^{10}$ 、 $5 \times 10^7$ 、 $1 \times 10^8$ 、 $1 \times 10^{10}$  個/ $\text{cm}^3$  となった。また、Ti:sapphire 結晶について欠陥密度のドープ濃度依存性を測定した結果、濃度の増加とともに欠陥密度も増加する傾向を示すことがわかった。更に、育成方法の違いによる欠陥密度を評価したところ、HEM 法によって育成された結晶の欠陥密度は  $6.4 \times 10^8$  個/ $\text{cm}^3$  と他の方法に比べて 1 枠以上小さい結果を得た。

## Density Measurements of Micro Defects Inside Optical Materials Using a Laser Tomography Method

Hiroyasu FUKUYAMA and Akira SUGIYAMA

Advanced Photon Research Center  
Kansai Research Establishment  
Japan Atomic Energy Research Institute  
Kizu-cho, Souraku-gun, Kyoto

(Received September 27, 2000)

In developments of high quality and large laser crystals suitable for ultra high peak power CPA (Chirped Pulse Amplification) laser systems, non-destructive method is absolutely essential to detect micro defects occurred in the crystal growth. A laser tomography method was devised and applied to measure micro defect density in different types of optical materials such as silicate glass, YAG crystal, sapphire crystals, and Ti:sapphire laser crystals. To ensure accurate measurement of scattering signals generated from micro defects by a probe laser, several data handling techniques were used: (1) background noise reduction in a CCD camera; (2) data correction taking into account of optical absorption of samples; (3) normalization of scattering signal; (4) a signal enhancement based on a binary-bit-pattern operational method. As a result, the accurate densities of micro defects were measured in four different samples:  $2 \times 10^{10}/\text{cm}^3$  for a silicate glass;  $5 \times 10^7/\text{cm}^3$  for a YAG;  $1 \times 10^8/\text{cm}^3$  for a sapphire;  $1 \times 10^{10}/\text{cm}^3$  for Ti:sapphire crystals. We also measured the defect densities in Ti:sapphire with different doped concentrations. The results showed that measured defect densities increased in proportion to the doped concentration. In successive measurements of the defect in Ti:sapphire crystals produced by several types of crystal growth methods, a crystal grown by HEM (Heat Exchange Method) had the smallest defect density of  $6.4 \times 10^8/\text{cm}^3$ , over one order magnitude smaller than those in any other crystals.

**Keywords:** Laser Tomography, Optical Material, Scattering Signal, Defect Density, Growth Method

## 目 次

1.はじめに .....	1
2.微少欠陥測定装置 .....	2
2.1 装置構成 .....	2
2.2 データ処理の手法 .....	3
2.3 測定手順 .....	6
3.測定 .....	8
3.1 粒径および欠陥密度 .....	8
3.2 ガラス .....	10
3.3 YAG 結晶 .....	10
3.4 サファイア結晶 .....	11
3.5 チタンサファイア結晶 .....	11
3.5.1 チタンドープ濃度の違い .....	12
3.5.2 結晶育成方法の違い .....	12
4.まとめ .....	13
参考文献 .....	14

## Contents

1. Introduction .....	1
2. Laser Tomography System .....	2
2.1 Apparatus of the System .....	2
2.2 Data Handling Method .....	3
2.3 Procedure for Micro Defects Measurements .....	6
3. Experiments .....	8
3.1 Scattering Images Detected from Standard-sized Particles .....	8
3.2 Silicate Glass .....	10
3.3 YAG Crystal .....	10
3.4 Sapphire Crystal .....	11
3.5 Ti:sapphire Crystals .....	11
3.5.1 Variation of Scattering Images Due to Different Doped Concentrations .....	12
3.5.2 Variation of Scattering Images Due to Different Crystal Growth Methods ...	12
4. Conclusion .....	13
References .....	14

## 1. はじめに

現在、光量子科学研究所では極短パルスレーザーの開発を行っており、これまでに、0.1ペタ（ペタ： $10^{15}$ ）ワットのレーザー発振に成功している<sup>1)</sup>。さらにこれをペタワット級に高出力化するためには、励起用レーザーに長さ25cm以上のNd:YAG結晶が、また直径8cm以上のチタンサファイア結晶が各々必須となるが、このような従来にない大型の光学的品質が優れた結晶を現存技術で作ることは不可能である。レーザー結晶は、大型になるに連れて光学的品質が低下する。従来法によるNd:YAG結晶の育成では、結晶両端のドープ濃度が約2倍になるだけでなく、結晶内部に欠陥が生じやすくレーザー結晶としてもはや使用出来ない。また、チタンサファイア結晶では、光学的品質を向上させるためにチタンイオンの価数制御が必要となるが、このための還元処理が大型化につれて作用しにくくなるために、結晶中央部の品質が低下してしまう。現在我々は、これらの問題を解消するために異なる2つの方法によって結晶の育成開発を行っている<sup>2)~4)</sup>。この開発のなかで、育成後の結晶の光学特性を評価しつつ、得られたデータと育成中の育成履歴、すなわち、るっぽ温度、結晶育成部温度勾配、結晶回転数などの諸パラメーターを相互比較することは、理想的な大型結晶を育成する上で大変重要である。光透過率、蛍光強度、上準位寿命、レーザー発振特性に代表される光学特性については、分光器や励起用レーザーを使って測定することが可能である。これに対して、光損失に密接な結晶内部の欠陥状態の把握は、従来X線偏光解析法が用いられてきた。この場合には、計測用にあらかじめ薄板のサンプルを作成して測定するため、実際に使用する光学素子内部の欠陥を評価することができない。そこで我々は、シリコンウエハー評価用の3次元計測が可能なレーザートモグラフィー装置<sup>5)~7)</sup>を用いて光学素子内部の微少欠陥の測定技術開発を行っている。

本報告では、装置構成、測定手法及び測定手順について述べると共に、実測データやデータ分析法についてガラス、YAG結晶、サファイア結晶及びチタンサファイア結晶を例に、異なるタイプの光学素子を用いた測定結果について述べる。この中でチタンサファイア結晶の微少欠陥密度はチタンのドープ濃度、結晶育成方法によって大きく異なる結果を得たので、併せて報告する。

## 2. 微少欠陥測定装置

当装置は、光源及び測定用光学装置からなる光学ユニット並びに CCD カメラで計測した画像データを解析するためのデータ解析ユニットから構成される(図 1)。光散乱トモグラフィーは、結晶内にプローブレーザー光を入射させて、欠陥部分で生じる散乱光あるいは蛍光を、この入射光軸と直交する方向で検知し解析する装置である(図 2)。サンプル内部の任意の位置で三次元計測を行うために、サンプルは X, Y, Z 方向に移動可能な微動ステージに配置されている。以下に各ユニットの構成を示す。

### 2.1. 装置構成

#### <光学ユニット>

プローブレーザー	: Nd:YAG CW レーザー第 2 高調波
レーザー出力	: 90mW
レーザービーム径	: 約 $10 \mu\text{m}$ ( $\times 20$ 対物レンズ使用)
サンプルステージ	: XYZ ステージ
ステージ分解能	: $0.1 \mu\text{m}$ /ステップ
光学顕微鏡レンズ倍率	: $\times 2.5$ 、 $\times 5$ 、 $\times 10$ 、 $\times 20$ 、 $\times 50$
測定可能な最小欠陥サイズ	: $8.0$ 、 $4.0$ 、 $2.0$ 、 $1.0$ 、 $0.4 \mu\text{m}$
ND フィルター透過率	: 切換式 ND フィルター (100%, 50%, 20%, 10%) 固定式 ND フィルター (50%, 25%, 10%, 5%, 2.5%, 1%, 0.5%, 0.25%, 0.1%)
散乱光測定用フィルター	: LL (レーザーライン) フィルター 最大透過率 80.3% ; 531nm 透過率 0% の波長域 ; $\lambda < 505\text{nm}$ 及び $555\text{nm} < \lambda$
蛍光測定用フィルター	: NT (ノッチ) フィルター 透過率 0% の波長域 ; $525\text{nm} \leq \lambda \leq 538\text{nm}$ 透過率約 75% の波長域 ; $\lambda < 525\text{nm}$ 及び $538\text{nm} < \lambda$

## &lt;イメージ解析ユニット&gt;

CPU	: DELL Optiplex XM5133
インターフェース	: Serial I/O 2port、GP-IB 1port
計算機インターフェース	: GP-IB、RS232C
CRTモニター	: 1024 × 768pixel
グラフィックモニター	: 12"白黒タイプ
ビデオプリンター	: 精工舎 VP-1500 II
OS	: MSDOS-6.2/V
メモリ	: 画像メモリ ; 512×512×16bit×4画面 グラフィックメモリ ; 512×512×1bit×2画面
画像データ形式	: 512×512、8ビット、tiff形式

## 2.2. データ処理の手法

光学ユニット内の ND フィルターや偏光素子によってレーザー光強度及び偏光状態をサンプルに最適になるように調節したプローブレーザー光を、倍率 20 倍の対物レンズでビームウエスト約  $10 \mu\text{m}$  に絞った後に、サンプルに直入射させる(図 1)。プローブ光通過領域から発光した散乱光あるいは蛍光を  $90^\circ$ 上方に設置した光学顕微鏡を通して CCD カメラで検知する。表 1 に、レンズ倍率毎の観察視野の大きさを示す。図 2 に示すモニター上の観察視野全ての画像信号を構築するためには、まずレーザー光とサンプルの相対位置を X 方向にずらして、レーザー光の通過部分で生じた散乱・蛍光信号  $I_k(x, y)$  を測定する。測定フレームは図 3 に示すようにスリット幅(X 方向の偏移ステップ幅)で切り取られた範囲(斜線の部分)である。このスリット幅は各レンズ倍率に応じて異なり、表 1 に示すように  $10 \mu\text{m}$  のビームウエストよりも大きくなるため、X 軸方向に 1 ピクセル毎スリット幅を移動させることで 50 倍の倍率において  $0.4 \mu\text{m}$  每のデータを取得する。1 フレーム内の測定データは 8 ビットのデータとしてメモリ(1)に保存される。次のフレームについて測定を行う前に、メモリ(1)のデータをメモリ(2)に移し、測定後のデータを新たにメモリ(1)に保存する。メモリ(2)は、各フレームで得られたデータの逐次加算に用いる。 $I(1, y)$  から  $I(512, y)$  の

各部の積算データ数が同一になるように、観察視野両縁部からスリット幅分ずらした位置のデータ（各 9 ピクセル）についても測定を行う。このデータを基に次のステップでは信号強度の補正を行う。第 1 は、CCD カメラのノイズ除去である。信号強度がカメラのバックグラウンド BG よりも小さい場合を考慮して、オフセット値  $B_0$  により ( $B_0 + (\text{信号強度} - \text{BG}) \times \text{積算回数}$ ) を新たに補正強度とする。第 2 はサンプルの吸収によるプローブ光強度低下を考慮するための信号強度の補正である。図 4 に示すように入射光強度が低下すると、測定される各部の信号強度も減少してしまう。そのために、プローブ光強度の変化に対応して次のように信号強度を補正する。

サンプルの吸収係数  $\alpha$ 、入射面でのプローブレーザー光強度  $I_{in}$ 、入射面での補正係数  $B_1$ 、観察位置終端部でのプローブレーザー光強度  $I_{out}$ 、観察位置終端部での補正係数  $B_2$ 、観察部長さ  $\ell$  として以下のように変数  $B(y)$  を定義する。

$$\begin{aligned} I_{out} &= I_{in} \times \exp(-\alpha \ell) \\ \frac{I(y)}{B(y)} &= \frac{I_{in}}{B_1} = \frac{I_{out}}{B_2} = \text{const.} \\ \therefore B(y) &= B_1 \times \exp\{\ln(B_2/B_1)/512 \times y\} \quad (y = 1, 2, \dots, 512) \end{aligned}$$

ここで、信号強度  $I(x, y)$  は  $B(y)$  を用いて

$$\therefore I(x, y) = \frac{B_0 + \sum_{k=513-x}^{k+n-1} I_k(x, y)}{B(y)}$$

で示される。観察領域すべての信号強度  $I(x, y)$  は、8 ビットのデータとしてファイルに保存される。

トモグラフィー装置は欠陥部から生じる散乱光の絶対値を測定する装置ではなく、散乱光を発生させる散乱体の空間分布及び密度を計測するための装置である。欠陥の正確な位置を求めるためには各点からのデータの違いを強調し、特に近接したデータを区別する必要がある。そこで、上記の 2 つの補正により処理された新たな信号強度  $I(x, y)$  をもとに欠陥の正確な位置を求めるための処理法が更に必要となる。

図 5 は、Y 方向にプローブ光の空間形状及び強度が均一とみなすことができる単位幅（設定幅 10 ピクセル）のフレーム毎に行う信号強度の規格化を図示したものである。プローブ光を対物レンズで絞っているため、測定領域の中央と入射面、あるいは観察位置終端部ではビーム径が異なる。また、測定領域内の強度計算を一度に全部を行うとメモリの不足やパソコンの計算処理能力の限界を超えるといった問題が生じるため、単位幅毎に計算を行う必要がある。

この規格化において重要なことは二つある。第一はカメラノイズ信号を欠陥としてカウントしないように平均散乱光強度の計測範囲を設定することである。表 2 は、無サンプル時の信号強度を計測したものである。サンプルによるプローブ光の吸収がないので  $B_1$  及び  $B_2$  は同一の値に設定している。この状態でノイズを信号としてカウントしないためには、度数が 0 になる必要がある。そのためには、強度の下限値を 15、 $B(y)$  を常に 3 以上に設定しなければならない。サンプルに吸収がある場合には、常に  $B_1 > B_2$  となり、この時には  $B_2$  を 3 以上に設定する必要がある。平均散乱光強度が高い場合には、隣り合った欠陥を 1 つの欠陥として認識してしまうので、図 6 に示されるように強度が 70 以上になると欠陥密度は減少してしまう。そのために、平均散乱光強度  $I_{ave}$  が 15~70 となるように入射光強度を調整することが重要である。

第二は隣り合った欠陥を区別するために平均散乱光強度に、しきい値を設定することである。図 7-(a) は規格化後に二値化処理する場合のしきい値と欠陥密度の関係を示している。ガラスの場合には欠陥の形状は比較的均一であり、かつ一様に分布している。したがって、図から二値化処理によって得られる欠陥密度として最も確からしい値は、150 近傍の極大値と考えられる。

これに対して、サファイア結晶のようにガラスに比べて欠陥の数が少ない場合には、入射光強度を最大にしても平均散乱光強度が下限値“15”よりも低くなるので、規格化は行わない。図 7-(b) は平均散乱光強度が最も高くなるように変数  $B_1$  及び  $B_2$  を 3 に設定して測定した結果である。図中、しきい値が 10~20 までの範囲はカメラノイズの影響により欠陥密度が高くなっている。規格化を行わない場合には、この範囲を除いて極大値を示す平均散乱光強度 25 をしきい値に設定した。上記で示した規格化処理の有無による二値化処理過程を図 8 に示す。

二値化処理工程の後、欠陥密度を算出するために二値化したデータとレンズ倍率 50 倍での体積 ( $204 \mu\text{m} \times 189 \mu\text{m} \times 5.6 \mu\text{m}$ ) から欠陥密度を算出する。ここで、欠陥サイズと信号強度は比例するため、欠陥サイズが極端に大きいものを含む場合は欠陥密度の計算に誤差を生じる。図 9 は単位幅内に大きい欠陥が 2 個存在する場合と均一な欠陥が存在する場合の規格化処理による計算誤差の違いを示している。大きい欠陥による大きな信号強度と微小欠陥による信号強度から上側の部分では、信号強度に 2 つの極大値をもつ。この場合、しきい値”150”で二値化処理を行うと、微小欠陥は認識されずに大きい欠陥のみが認識されてしまい、正確な欠陥密度を計算できない。これを補正するためには、入射光強度や補正係数 ( $B_1, B_2$ ) を変更し、平均散乱光強度を下限値”15”近傍に下げて測定を行う。この際に ND フィルターで調整ができない場合には、カメラ感度を低くし、それでも不十分なときにはプローブレーザー光の吸収を考慮して、吸収補正係数 ( $B_1, B_2$ ) を最小値(3, 3)に近づける。

このように、種々の光学材料の欠陥密度や欠陥分布を正確に測定するためには、平均散乱光強度の規格化及び二値化処理法に適した光学系などの測定環境をサンプルに応じて各々整えることが重要である。

### 2.3 測定手順

測定において一番重要なことはプローブレーザー光をスリット幅内に入るように設定することである。これは計算領域がスリット幅内でのみで行われるために、少しでも外れると正確な測定が出来ない。表 3, 4 のハッチングを施した部分が設定項目であり、表中の測定パラメータ及び動作パラメータを以下に記す。

S-X	: サンプルステージの X 方向
S-Y	: サンプルステージの Y 方向
S-Z	: サンプルステージの Z 方向
C-Z	: カメラの Z 方向
Magnification	: レンズ倍率 (Opt1: ×5, Opt2: ×2.5)
ND filter	: ニュートラル デンシティ フィルター

Display Screen : 画像メモリ (Live:カメラ画像、1:計測画像、  
 　　2:画像処理のためのメモリ用画像、3:二値化後の欠陥分布、  
 　　4:白色光による画像)

Bit Select : 画面上の強度補正

Profile : 任意の点での強度値

Cursol : サンプル表面位置及びプローブレーザーのガイドラインの色

OFFSET OF IMAGE :  $B_0$  (=10)

B1	: 入射面 ( $Y=0$ ) での補正係数 ( $B_1$ )
B2	: 観察位置終端部 ( $Y=512$ ) での補正係数 ( $B_2$ )
F-X	: レーザーを絞る対物レンズの X 方向 (リモートコントローラ)
F-Y	: レーザーを絞る対物レンズの Y 方向 (リモートコントローラ)
CONTRAST	: CCD カメラのコントラスト (カメラコントローラ)
BRIGHTNESS	: CCD カメラの明暗 (カメラコントローラ)
LL フィルター	: 散乱光による欠陥像測定用フィルター
NT フィルター	: 結晶成長縞内の不純物から発生する蛍光測定用フィルター

以下に測定手順を示し、( )内に調整箇所を記す。

- ①サンプルをステージにセットして観察視野に入るように移動する。  
 　　(S-X,S-Y,S-Z)
- ②光学顕微鏡レンズ倍率を測定する倍率に変更する。(対物レンズ)
- ③プローブレーザー光がサンプル表面をパスするようにステージを移動させて、測定原点を設定する。(S-X,S-Y,S-Z)
- ④白色光を用いてカメラのフォーカス位置をサンプルの表面に合わせる。  
 　　(C-Z)
- ⑤測定を行う領域に各軸のアドレスを設定する。(S-X,S-Y,S-Z)
- ⑥図 10 の計算式から Z ステージを所定の位置に移動させた後に、カメラフォーカスを調整する。(C-Z)
- ⑦プローブ光のビームウェスト及び位置をスリット幅内に入るように調整する。(F-X,F-Y)

- ⑧モニター画面で透過光の中央部が一番細くなるようにカメラフォーカスを再度微調整する。(C-Z)
- ⑨ND フィルター又は偏光板の角度を変更し強度調整を行う。(切換式 ND フィルター、固定式 ND フィルター、偏光板)
- ⑩カメラ感度及び吸収補正係数を設定する。  
(CONTRAST, BRIGHTNESS,  $B_0$ ,  $B_1$ ,  $B_2$ )
- ⑪光学顕微鏡に LL フィルター又は NT フィルターを入れる。(LL, NT)
- ⑫測定を開始する。
- ⑬他の領域を測定する場合は観察位置を変更し、これに伴い C-Z を再設定して測定を開始する (⑤～⑫)。

### 3. 測定

各結晶の測定条件を図 11 に示す。図中の S-Y 及び S-Z は、各々サンプル表面から観察視野までの距離、測定深さを示す。各サンプル別の測定パラメータ（入射光強度、 $B_1$ ,  $B_2$ ）及び得られた欠陥密度を表 5, 6 に示す。欠陥密度の測定にはレンズ倍率×50 の対物レンズを使用した。

#### 3.1 粒径および欠陥密度

本装置の検出限界は解析領域 ( $512 \times 472$  画素 = 241,664) すべてに  $0.4 \mu\text{m}$  の最小欠陥 ( $3 \times 3$  画素 = 9) が存在した場合、欠陥数は 26851 個であり、体積 ( $204 \mu\text{m} \times 189 \mu\text{m} \times 5.6 \mu\text{m}$ ) から最大欠陥密度は  $1.2 \times 10^{12}$  個/ $\text{cm}^3$  となる。また、解析領域内に欠陥が 1 個存在する時の最小欠陥密度は  $4.6 \times 10^6$  個/ $\text{cm}^3$  である。そこで、装置の測定分解能及び計測によって得られる欠陥サイズを評価するために、粒径が既知のポリエチレン製標準球形粒子を用いて測定を行った。標準粒子 (MORITEX 社製) の直径は各々  $0.4 \mu\text{m}$ 、 $1 \mu\text{m}$ 、 $5 \mu\text{m}$  で、( $\chi$ ,  $\sigma$ ) = 1.5% の粒径分布をもち、純水中に分散している。計測時に問題となる粒子の自由度をなくすために、水鉢の中に標準粒子を一定量注入し過剰な水分を蒸発させた後、攪拌して測定用サンプルを製作した。水鉢と標準粒子の割合は粒径  $0.4 \mu\text{m}$  時で 10:1、粒径  $1 \mu\text{m}$ 、 $5 \mu\text{m}$  で 3:1 とし、測定用サンプル中の標準粒子密度はそれぞ

れ  $2.90 \times 10^{10}$ 、 $5.76 \times 10^9$ 、 $5.13 \times 10^7$  個/ $\text{cm}^3$  に設定した。粒径  $0.4 \mu\text{m}$  の標準粒子は装置の分解能を確認するために用いた。粒径  $1 \mu\text{m}$  と  $5 \mu\text{m}$  のサンプルを用いて、散乱画像から得られるサイズと標準粒子の粒径及び画像情報から算出された粒子密度と標準粒子濃度の設定値をそれぞれ比較した。図 12 に粒径毎の散乱画像を示す。また、表 7 に標準粒子の粒径及び欠陥密度の設定値と CCD カメラで検知した散乱画像及び演算処理で求められた実測値を示す。顕微鏡対物レンズの焦点深度は倍率 50 倍において  $1.1 \mu\text{m}$  であり、プローブレーザー光のビームウェストが  $10 \mu\text{m}$  であることから、粒子直径  $0.4 \mu\text{m}$ 、 $1 \mu\text{m}$  のサンプルを計測した場合には、信号強度は球直徑部からの最も大きな散乱によると考えられる。図 12(a)は水飴の攪拌による気泡を測定した結果である。図 12(b)から、最小分解能  $0.4 \mu\text{m}$  粒径が十分に検出できていることがわかる。しかし、実測された粒子密度は設定値よりも小さい結果となった。これは、標準粒子の不均一分散によると考えられる。画像からも明らかに散乱光の強弱が局部化していることがわかる。従って、最小分解能程度の粒径サイズでは隣り合った粒子を認識できず、1つとして計算してしまう結果、設定値に比べ実測値が極端に小さく見積もられてしまったと考えられる。図 12(c)では、逆に設定値よりも実測値のほうが大きい結果となった。これも画像から、標準粒子の不均一分散が生じていることが明らかであるが、(b)よりも影響は小さい。粒径が  $1 \mu\text{m}$  と 2 倍になっていることで、隣り合う粒子を比較的認識できていること、水飴中の気泡が設定値と同じオーダーで存在していることにより生じた差であると考えられる。これらに対して図 12(d)では、設定値よりも実測値が極度に大きくなっている。この原因は、気泡によると思われる。(d)の画像内に存在する標準粒子数は、14 個である。この粒子数と測定部体積 ( $2.16 \times 10^{-7} \text{cm}^3 = 204 \mu\text{m} \times 189 \mu\text{m} \times 5.6 \mu\text{m}$ ) から  $6.4 \times 10^7$  個/ $\text{cm}^3$  となり、この値は設定値とほぼ等しい。

図中の黒い四角で表された部分より、粒子からの散乱光の大きさは  $40 \times 40$  ピクセルとなる。この大きさは、粒径サイズの約 3 倍に相当する。顕微鏡対物レンズの焦点深度は  $1.1 \mu\text{m}$  と  $5 \mu\text{m}$  の粒径に対して小さいために、画像測定に誤差を含みやすいが、現在のところ散乱光の大きさが粒径の 3 倍になる理由が明らかでない。しかし、以上の測定結果から、当装置の最小分解能が  $0.4 \mu\text{m}$  以下

であること、 $1\mu\text{m}$  以上の粒径（欠陥）から得られる粒子（欠陥）密度は、実測値の 2 倍以内の範囲で確からしいことがわかった。なお、これ以降の欠陥サイズは、計測散乱像の  $1/3$  を用いる。

### 3.2 ガラス

測定サンプル : ガラス (ZG-9)

サンプルサイズ :  $10 \times 10 \times 40\text{mm}$

入射光強度 :  $45\text{mW}$  (ND:50%)

$B_0$  : 10

$B_1$  : 10

$B_2$  : 10

図 13 に計測データを示す。図(a)より欠陥サイズは  $0.2\mu\text{m} \sim 0.6\mu\text{m}$  と小さく、欠陥は均一に分散していることがわかる。解析領域内の欠陥密度は図(d)より  $2.04 \times 10^{10}$  個/ $\text{cm}^3$  である。また、X 軸方向の測定場所を変えて測定を行った結果、図 12 と同じような欠陥分布、欠陥密度値を得た。このことからガラスの内部欠陥の特徴は欠陥サイズが微小で均一に分布し、欠陥数が多いことが分かった。

### 3.3 YAG 結晶

測定サンプル : YAG( $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ )結晶

結晶サイズ :  $3 \times 3 \times 85\text{mm}$

結晶育成軸 : 測定面と平行な方向

入射光強度 :  $90\text{mW}$

$B_0$  : 10

$B_1$  : 3

$B_2$  : 3

図 14 に測定結果を示した。図(a)(b)は NT フィルターによる蛍光を測定したものである。(a)は右下に沿って成長縞が見え、(b)では左下に沿って成長縞が見えた。図(d)より欠陥サイズは  $1\mu\text{m} \sim 3\mu\text{m}$  と大きいが、欠陥密度は  $5.57 \times 10^7$

個/ $\text{cm}^3$  と非常に小さかった。測定領域を変更したが、欠陥の検知が難しく、図(c)右下欠陥のように結晶内的一部でのみ検知できた。

### 3.4 サファイア結晶

測定サンプル	: ノンドープサファイア結晶
結晶サイズ	: $10 \times 10 \times 6 \text{mm}$
結晶育成軸	: 測定面に対して $60.4^\circ$ の方向
入射光強度	: $90 \text{mW}$
$B_0$	: 10
$B_1$	: 3
$B_2$	: 3

図 15 に測定結果を示した。図(a)(b)は NT フィルターによる蛍光を測定したものであり、(a)は結晶育成軸である C 軸と垂直な方向に成長縞が見られる。蛍光は赤色であったことから、結晶育成中に遷移金属あるいは希土類元素が不純物として取り込まれたものと推測される。図(d)より欠陥サイズは  $0.6 \mu\text{m} \sim 2 \mu\text{m}$  と大きさに大小があるが、欠陥密度は  $9.28 \times 10^7$  個/ $\text{cm}^3$  と非常に小さい。測定領域を変更して測定した結果、欠陥密度は同等値が得られたが欠陥が見つからない場所もあり、局在化していた。

### 3.5 チタンサファイア結晶

a) 測定サンプル : チタンサファイア結晶 (ブリッジマン法)

結晶サイズ	: $5 \times 5 \times 4 \text{mm}$
結晶育成軸	: 測定面と平行な方向
$\alpha$ (511nm)	: $1.5, 3.0, 5.7 \text{cm}^{-1}$ (チタンドープ濃度: 0.07, 0.15, 0.3w%)

b) 測定サンプル : チタンサファイア結晶 (CZ 法)

結晶サイズ	: $10 \times 10 \times 6 \text{mm}$
結晶育成軸	: 測定面に対して $60.4^\circ$ の方向
$\alpha$ (514nm)	: $2.8 \text{cm}^{-1}$ (チタンドープ濃度: 0.15w%)

- c) 測定サンプル : チタンサファイア結晶 (HEM 法)  
 結晶サイズ :  $18 \times 10.5 \times 6\text{mm}$  (ブリュースター型)  
 結晶育成軸 : 測定面に対して  $29.6^\circ$  の方向  
 $\alpha$  ( $514\text{nm}$ ) :  $2.8\text{cm}^{-1}$  (チタンドープ濃度 : 0.15w%)

### 3.5.1 チタンドープ濃度の違い

チタンドープ濃度が異なった場合の欠陥分布の違いを調べるために、3種類のチタンサファイア結晶を用いた。図16に測定結果を示す。図中、(a), (c), (e)はレンズ倍率  $\times 2.5$  における低倍率測定画像であり、(b), (d), (f)はレンズ倍率  $\times 50$  において欠陥密度が最も高い部分の高倍率測定画像である。低倍率画像から、ドープ濃度が最も低い(a)の欠陥は上半分に分布し、中央部付近では欠陥は検知できない。これに対し、(c)の欠陥は結晶全体に均一に分散している。最も濃度の高い(e)では(a), (c)に比べて大きな欠陥が局所分布している。高倍率測定画像(b), (d)の欠陥サイズはそれぞれ  $0.1 \sim 1.6\mu\text{m}$ ,  $0.1 \sim 1.3\mu\text{m}$  で均一に分散し、(f)では  $0.1\mu\text{m} \sim 1\mu\text{m}$  であった。また、(a)の散乱画像が見られない部分について高倍率測定した場合には、欠陥が検知されなかった。これらの図から、ドープ濃度が高くなるほど  $1\mu\text{m}$  以下の微小欠陥が多くなる反面、 $1\mu\text{m}$  以上の欠陥が減少する傾向であることがわかった。また、表5からドープ濃度が高いほど欠陥密度が高くなる。ドープ濃度が高くなるにつれて次第に微小な欠陥が導入され、その結果、欠陥数は増えると考えられる。

### 3.5.2 結晶育成方法の違い

チタンサファイア結晶は数多くの会社が独自の技術をもって育成を行っている。そこで、育成方法の違いによる欠陥分布についてドープ濃度 0.15w% の結晶を用いて検証した。図17に測定結果を示し、設定条件及び欠陥密度を表7に示す ( $B_0=10$ )。図中、(b), (d), (f)から欠陥サイズはブリッジマン法では  $0.1 \sim 0.7\mu\text{m}$  と  $1.6 \sim 2\mu\text{m}$ 、CZ 法では  $0.1 \sim 0.7\mu\text{m}$  と  $2 \sim 2.7\mu\text{m}$ 、HEM 法では  $1\mu\text{m} \sim 2.6\mu\text{m}$  となった。HEM 法の結晶では  $1\mu\text{m}$  以下の微小欠陥は検知されず、また表6に示すように、他の育成法に比べて低い欠陥密度であった。また表7から、他

の2つの方法における欠陥密度は、ほぼ同じオーダーであることがわかった。

図17(c), (e)の欠陥の生じている方向は、結晶のC軸に対して直交した(1010)で示される。(1010)の格子定数  $1.375\text{ \AA}$  はn面の(1123)  $1.147\text{ \AA}$  に次いで2番目に小さい。結晶育成の詳細については定かではないが、一般的に言われているように格子定数の小さな方向に欠陥が生じやすいことを確認した。

#### 4. まとめ

レーザートモグラフィー装置による光学結晶内部の欠陥測定手法を確立した。測定において最も重要なことは、散乱光強度の計測範囲を考慮して各サンプルに応じたプローブレーザー光の入射光強度を設定することであった。構造が等方なガラスでは問題とならないが、異方性結晶の測定では入射光の偏光方向が散乱光強度を増減させるので、この点についても考慮しなければならない。また、欠陥密度が非常に小さなYAG結晶については、さらに高強度のプローブ光を用いて測定することが望ましいと考えられる。チタンサファイア結晶の測定においても、チタンのドープ濃度が高いほど欠陥サイズは小さくなり欠陥密度が高くなることから高いプローブ光強度が必要となる。また、チタンサファイア結晶の欠陥分布は育成法によって異なる結果を得たが、欠陥分布は結晶育成軸に垂直な方向に分布していることが分かった。結晶によっては、欠陥が局所的に生じていることから、当装置を用いて欠陥密度の低い部分を見つけ出してレーザー発振を行えば耐久性、かつ高出力に富んだ結晶として利用することが可能である。

本装置の欠陥算出法はしきい値による二値化処理法を用いているが、この他に隣り合った強度値と比較をしてピーク点を見つけて欠陥を算出する方法が考えられる。この場合に注意することはカメラ誤差と欠陥の区別法である。更に信号強度を16bit表示できれば計算誤差が少ない状態で測定することができる。今回の測定では、欠陥の位置測定から欠陥サイズおよび欠陥分布についての情報が得られたが、欠陥部分の元素については特定できない。今後、この問題を明らかにするために、X線分光など他の方法<sup>8)</sup>を用いた元素分析結果と比較検討を行う方針である。

### 参考文献

1. K. Yamakawa et al., IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron., 4, 385 (1998)
2. 杉山 僚他, JAERI-Tech 97-049 (1997)
3. A. Sugiyama et al., Appl. Opt. 37, 2407-2410 (1998)
4. 杉山 僚他、JAERI-conf 2000-006, 71-74 (2000)
5. 守矢一男, 「光学」14, 97 (1985)
6. 守矢一男, “応用物理” 55, 545 (1986)
7. 小川智哉, “応用物理” 65, 1158 (1986)
8. D. Briggs, M. P. Seah, 「表面分析 上巻」, 7-14(1990)

表1 各レンズ倍率による測定領域の範囲幅

レンズ倍率	観察視野 ( $\mu\text{m}$ )	1ピクセル 当たりの幅 ( $\mu\text{m}$ )	スリット幅		ビーム ウェスト (ピクセル)
			( $\mu\text{m}$ )	(ピクセル)	
2.5	4096	8.0	80	10	1.3
5	2048	4.0	40	10	2.5
10	1024	2.0	24	12	5
20	512	1.0	12	12	10
50	204	0.4	6.4	16	25

表2 無サンプルの測定領域内の信号強度分布

$B(y)$ $(B_1=B_2)$	度数：各強度範囲内に存在する信号の数						平均値
	強度(0~5)	強度(6~10)	強度(11~15)	強度(16~20)	強度(21~26)	総計	
1	94	42325	181510	16701	10	240640	14.14
2	7562	232647	431	0	0	240640	6.79
3	45829	194811	0	0	0	240640	5.67
5	211874	28766	0	0	0	240640	0.84
10	240640	0	0	0	0	240640	0.00

例	11	3	2	4	0	20	7.35
---	----	---	---	---	---	----	------

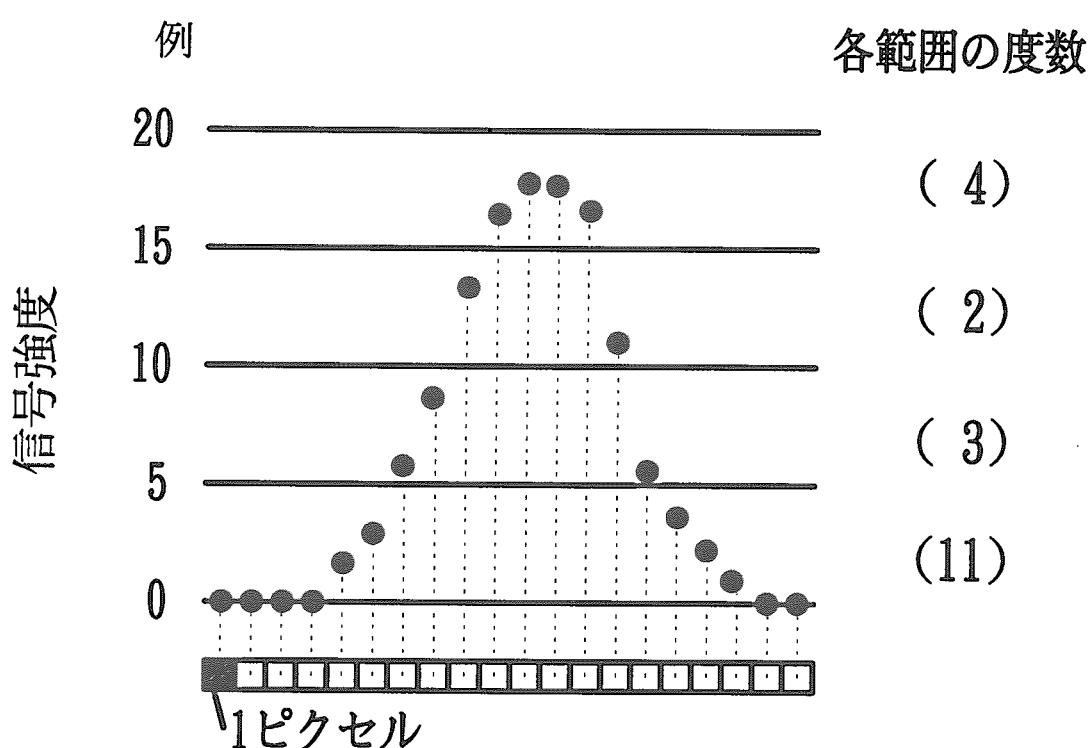


表3 モニタ画面の各パラメータ設定項目

表 4 測定前に変更する各パラメータ設定項目

** IMAGE PROCESSING PARAMETER SETTING JOB **		
1.	OVER & UNDER FLOW SW	= Y
2.	OFFSET OF IMAGE	= 10
3.	ENHANCE FACTOR B1, B2	= 3.00
4.	MAXVALUE OF IMAGE	= 255
5.	TV CAMERA CORRECTION	= 1 (0:ON, 1:OFF)
0.	EXIT	

\* PLEASE SELECT NO. 3

表5 チタンドープ濃度の違いによる測定データ

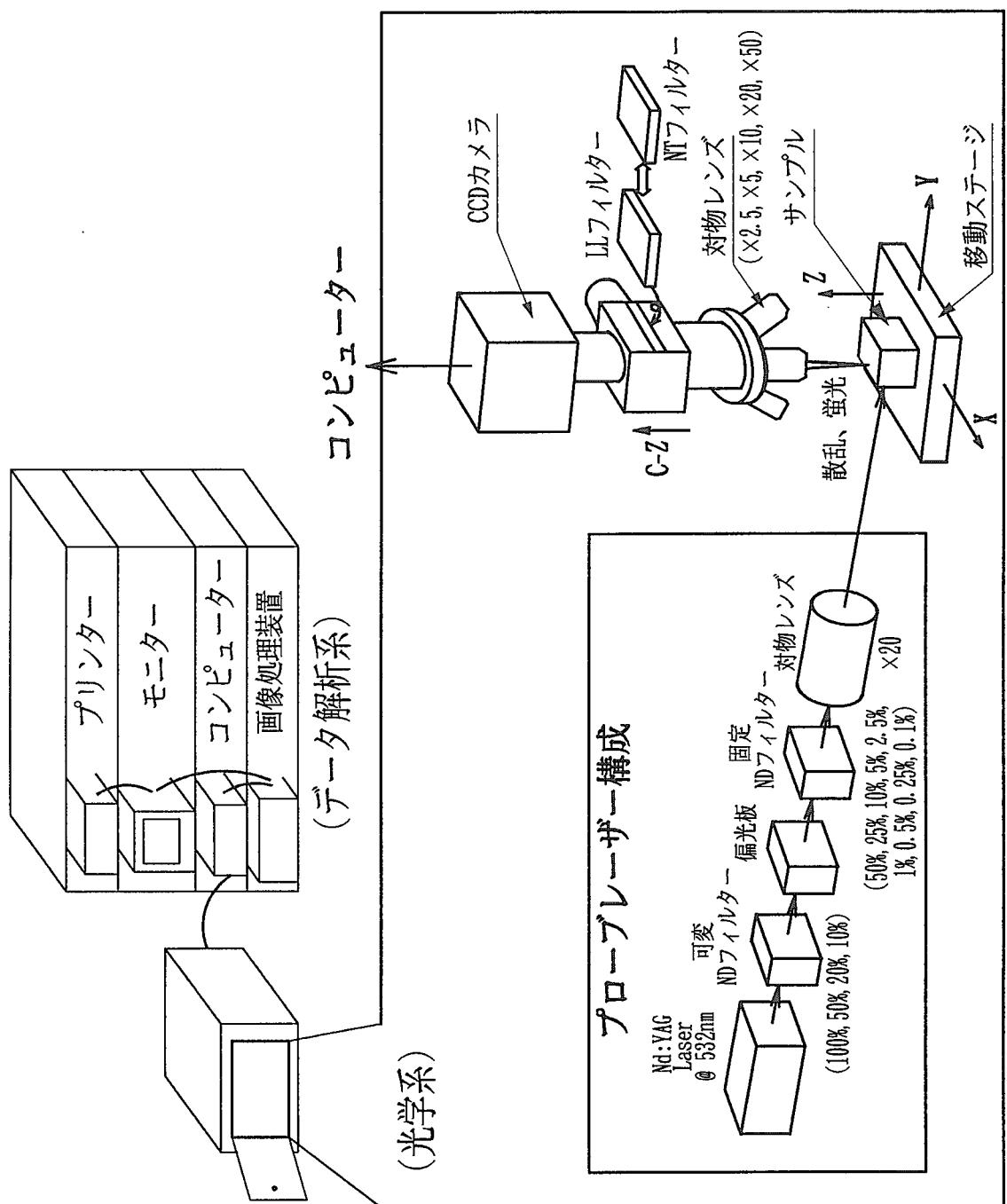
ドープ濃度 (w%)	吸収係数 (cm <sup>-1</sup> ) @511nm	入射光強度 (mW)	レンズ倍率 (×50) B1, B2	平均 散乱光強度	欠陥密度 (個/cm <sup>3</sup> )
0.07	1.5	1.8	9.42, 9.19	28.8	$3.24 \times 10^9$
0.15	3.0	4.5	8.87, 8.45	33.3	$9.33 \times 10^9$
0.3	5.7	45	7.96, 7.25	30.7	$1.13 \times 10^{10}$

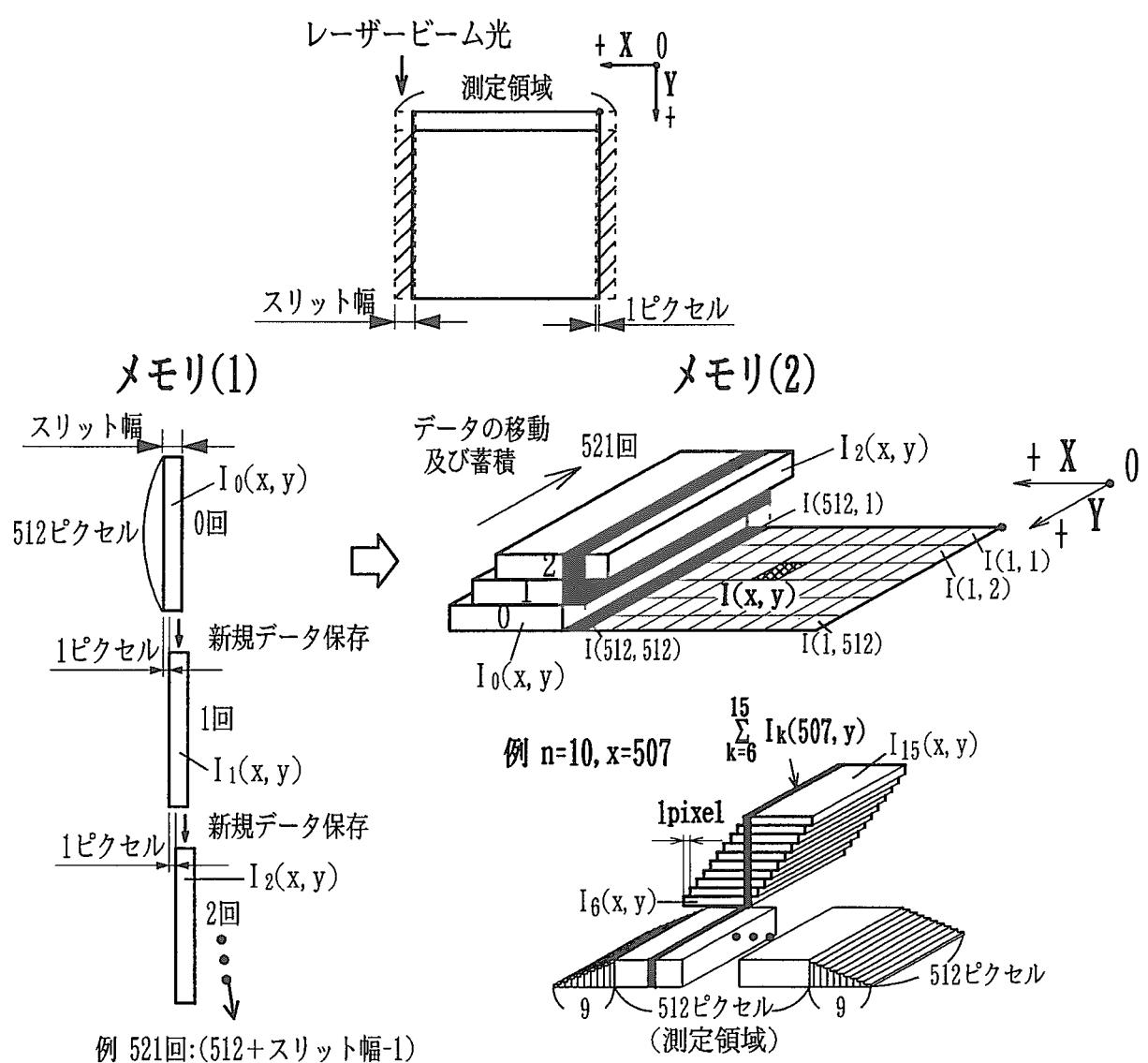
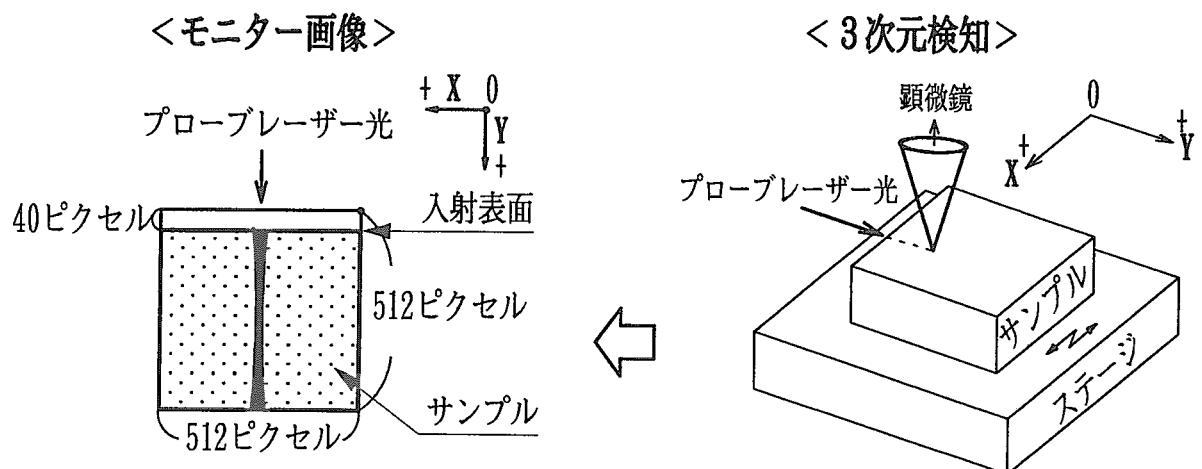
表6 各サンプルの設定条件及び測定データ

サンプル	入射光強度 (mW)	レンズ倍率		平均 散乱光強度	欠陥密度 (個/cm <sup>3</sup> )
		(×5) B1, B2	(×50) B1, B2		
ガラス	4.5	—	10.0, 10.0	35.8	$2.04 \times 10^{10}$
YAG	90	3.00, 3.00	3.00, 3.00	6.41	$5.57 \times 10^7$
サファイア	90	3.00, 3.00	3.00, 3.00	5.41	$9.28 \times 10^7$
チタンサファイア (ブリッジマン法)	90	10.0, 6.36	8.87, 8.45	33.3	$9.33 \times 10^9$
チタンサファイア (CZ法)	90	10.0, 5.89	8.69, 8.21	16.7	$8.68 \times 10^9$
チタンサファイア (HEM法)	0.45	10.0, 5.89	8.69, 8.21	15.2	$6.40 \times 10^8$

表7 設定値と実測値の違い

	標準粒子の径 ( $\mu\text{m}$ )		粒子密度 (個/ $\text{cm}^3$ )	
	粒径 (ピクセル数)	実測値 (ピクセル数)	設定値	実測値
水鉛	—	0.4~1.2 (1~3)	—	$1.01 \times 10^9$
0.4 $\mu\text{m}$ 径 標準粒子	0.4 (1)	0.4~1.2 (1~3)	$2.90 \times 10^{10}$	$9.56 \times 10^9$
1.0 $\mu\text{m}$ 径 標準粒子	1.0 (2.5)	0.4~2.4 (1~6)	$5.76 \times 10^9$	$8.33 \times 10^9$
5.0 $\mu\text{m}$ 径 標準粒子	5.0 (12.5)	0.4~16 (1~40)	$5.13 \times 10^7$	$1.09 \times 10^9$





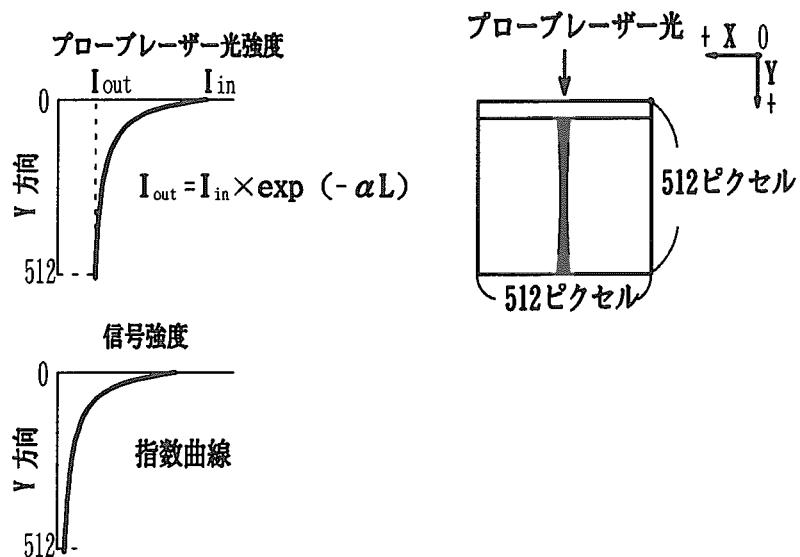


図4 プローブレーザー光強度と信号強度の関係

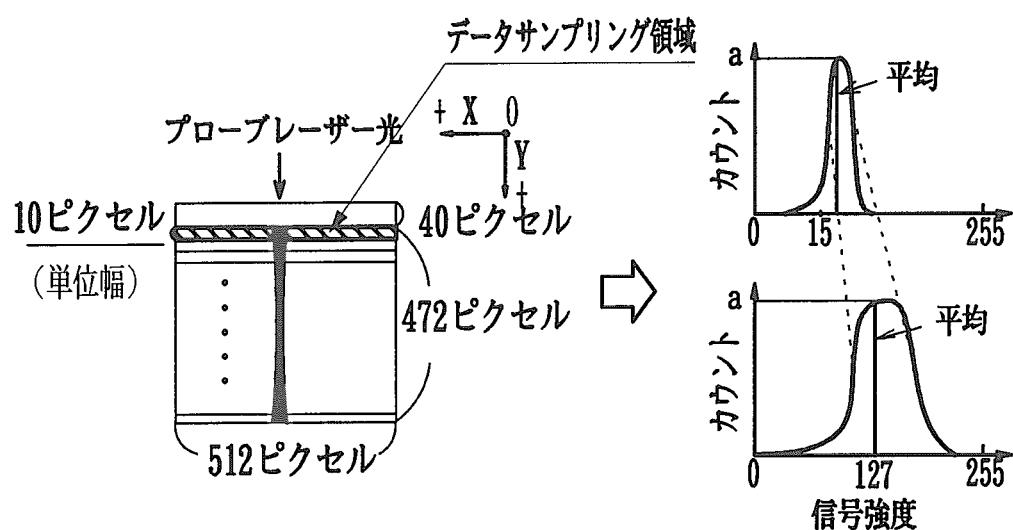


図5 単位幅と規格化によるデータの強調

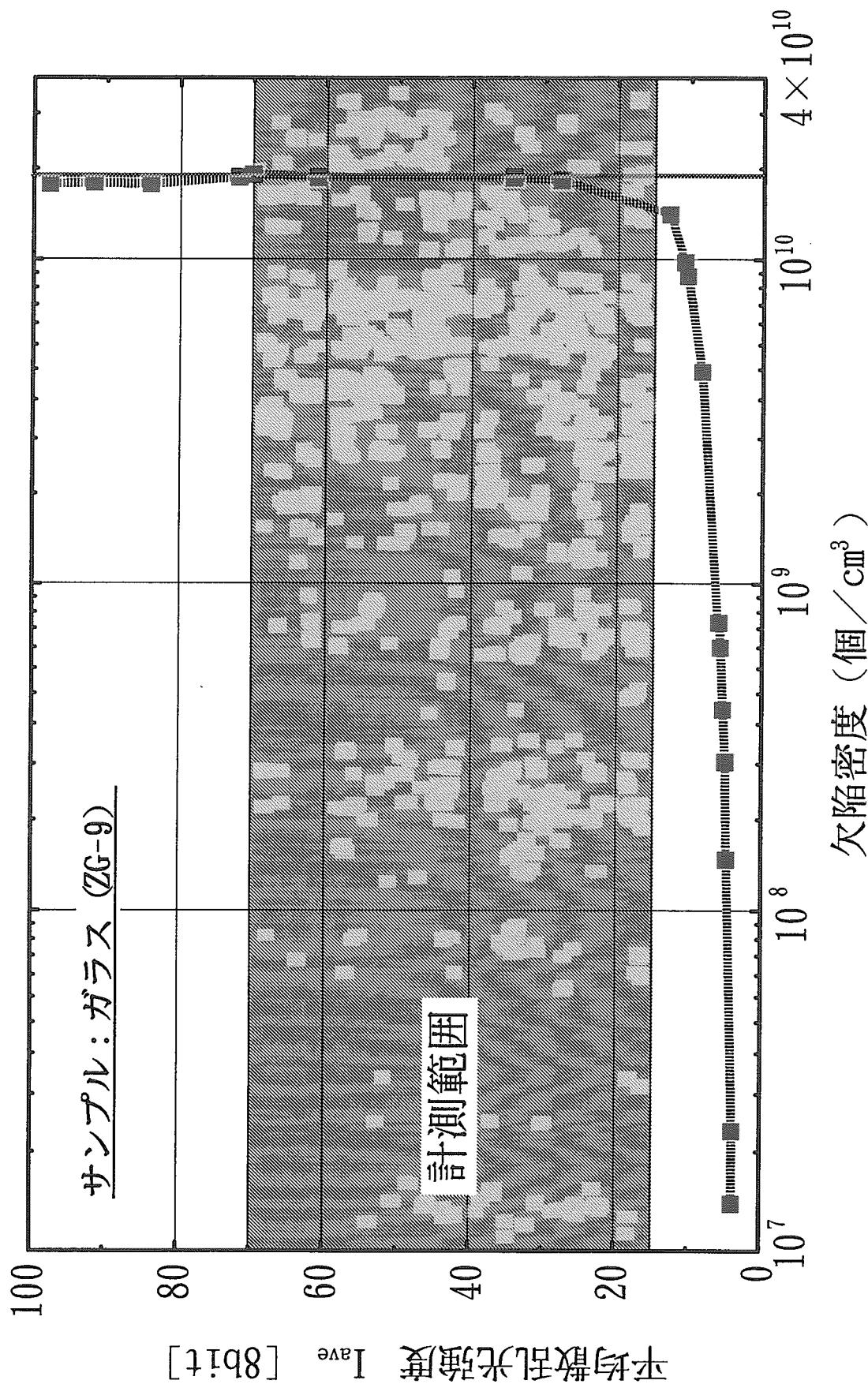


図 6 二値化後の欠陥密度と平均散乱光強度の関係

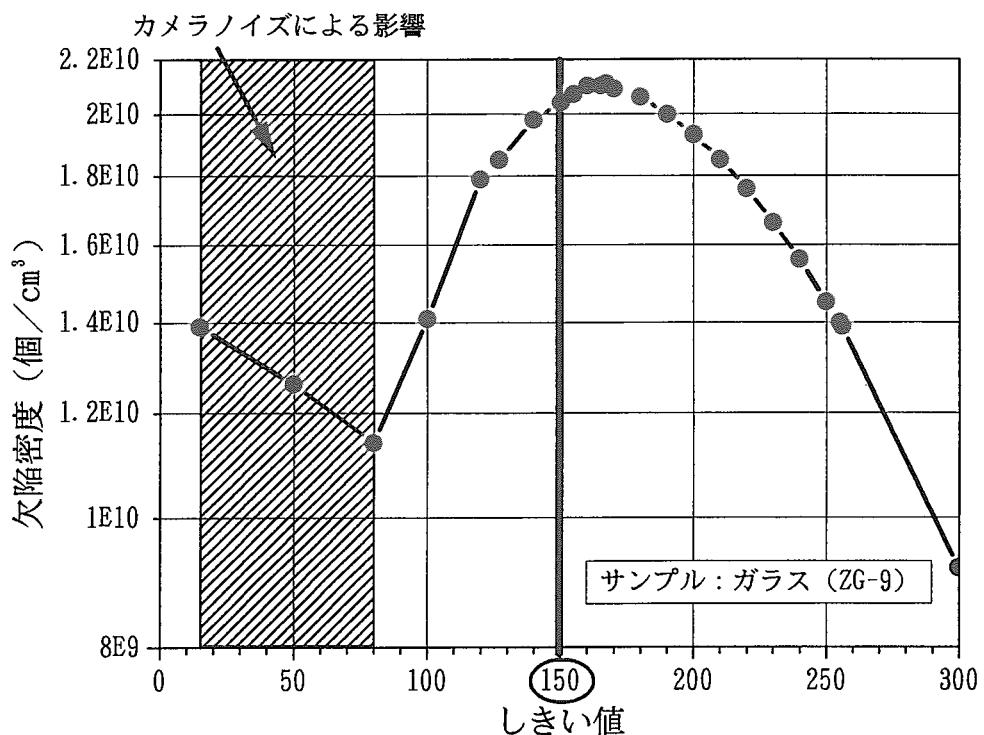


図 7-(a) 規格化ありの時の二値化処理によるしきい値と欠陥密度の関係

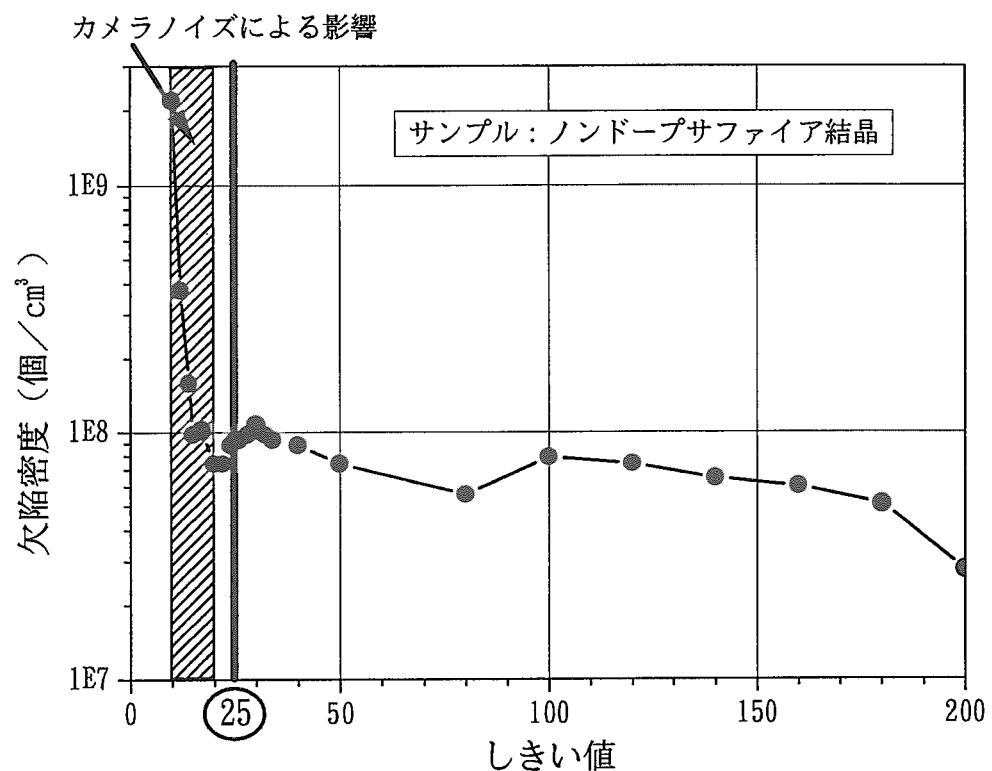


図 7-(b) 規格化なしの時の二値化処理によるしきい値と欠陥密度の関係

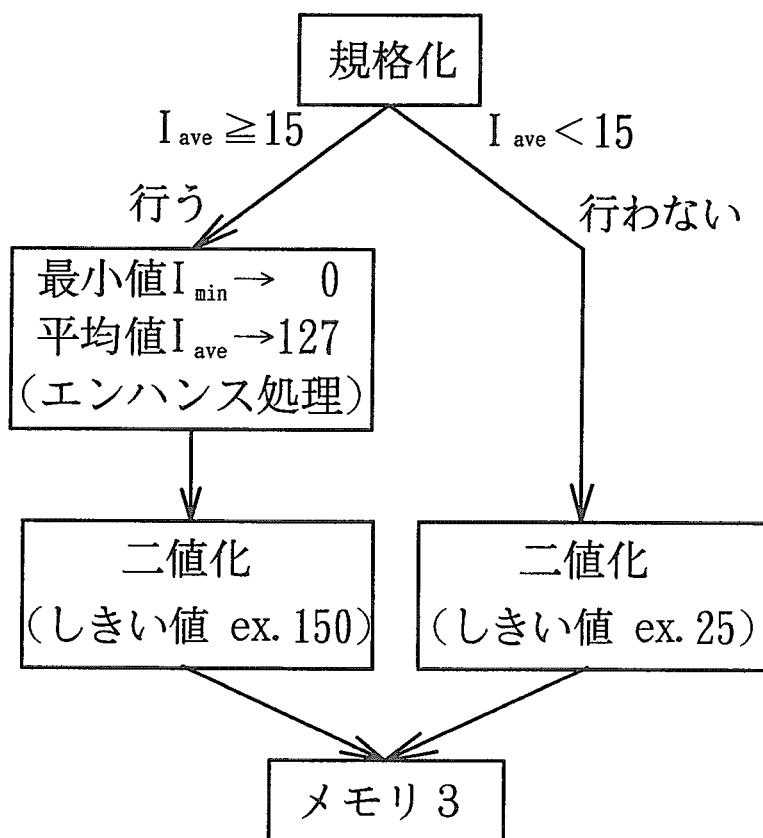


図8 二値化処理のフローチャート

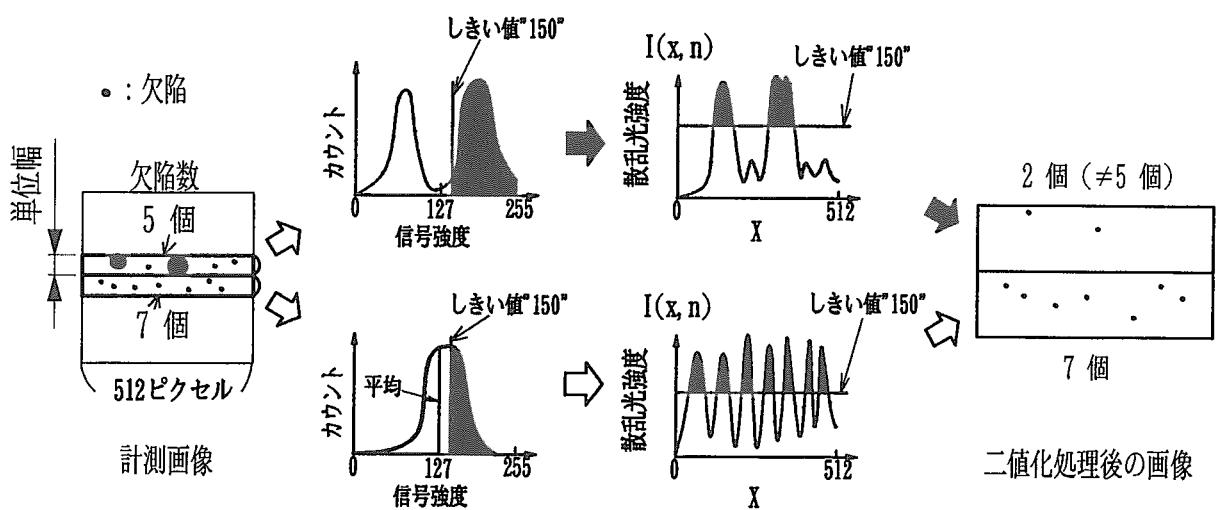
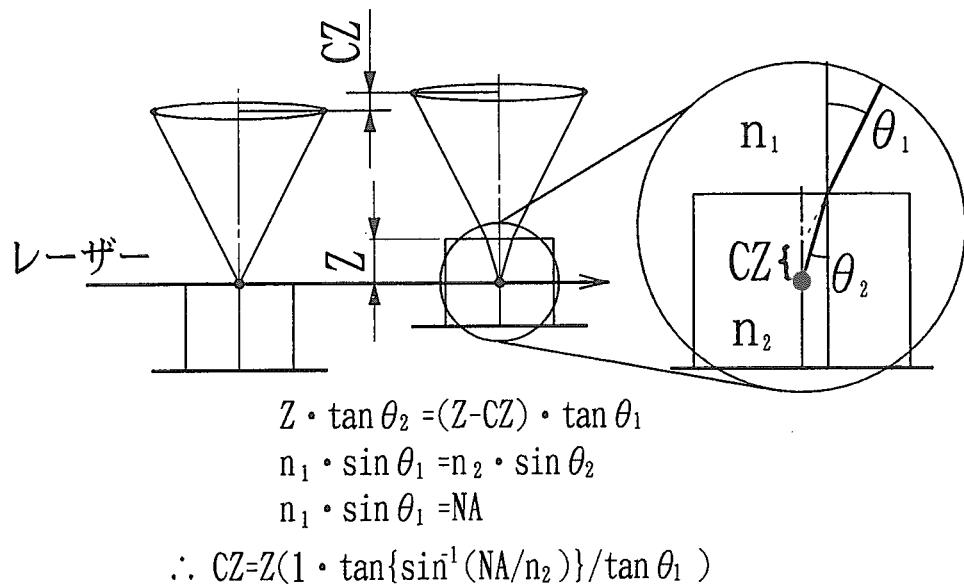


図9 欠陥サイズが大きい場合の規格化処理による計測誤差



例 対物レンズ； ×50 (NA=0.5, θ=29.991deg)

サンプル	n	Z	C-Z
ガラス	1.6	500	215
YAG	1.82	500	252
サファイア	1.76	500	243

(at 532nm)

図10 サンプルの深さとカメラ焦点との関係

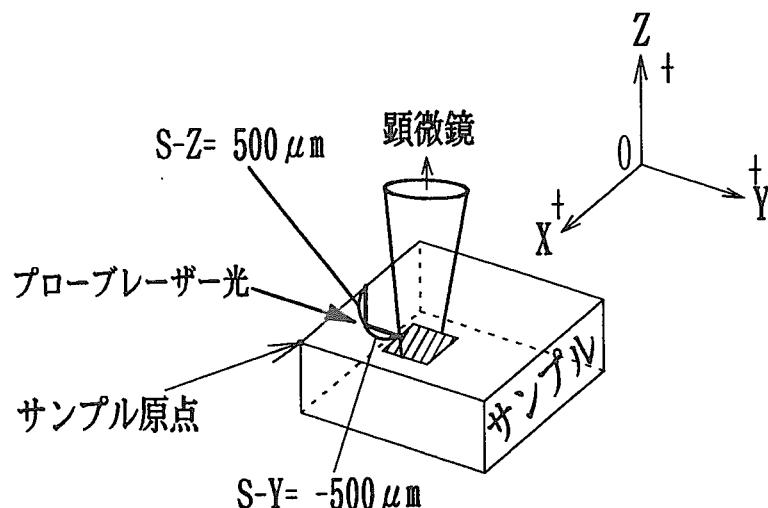


図11 サンプルの測定位置

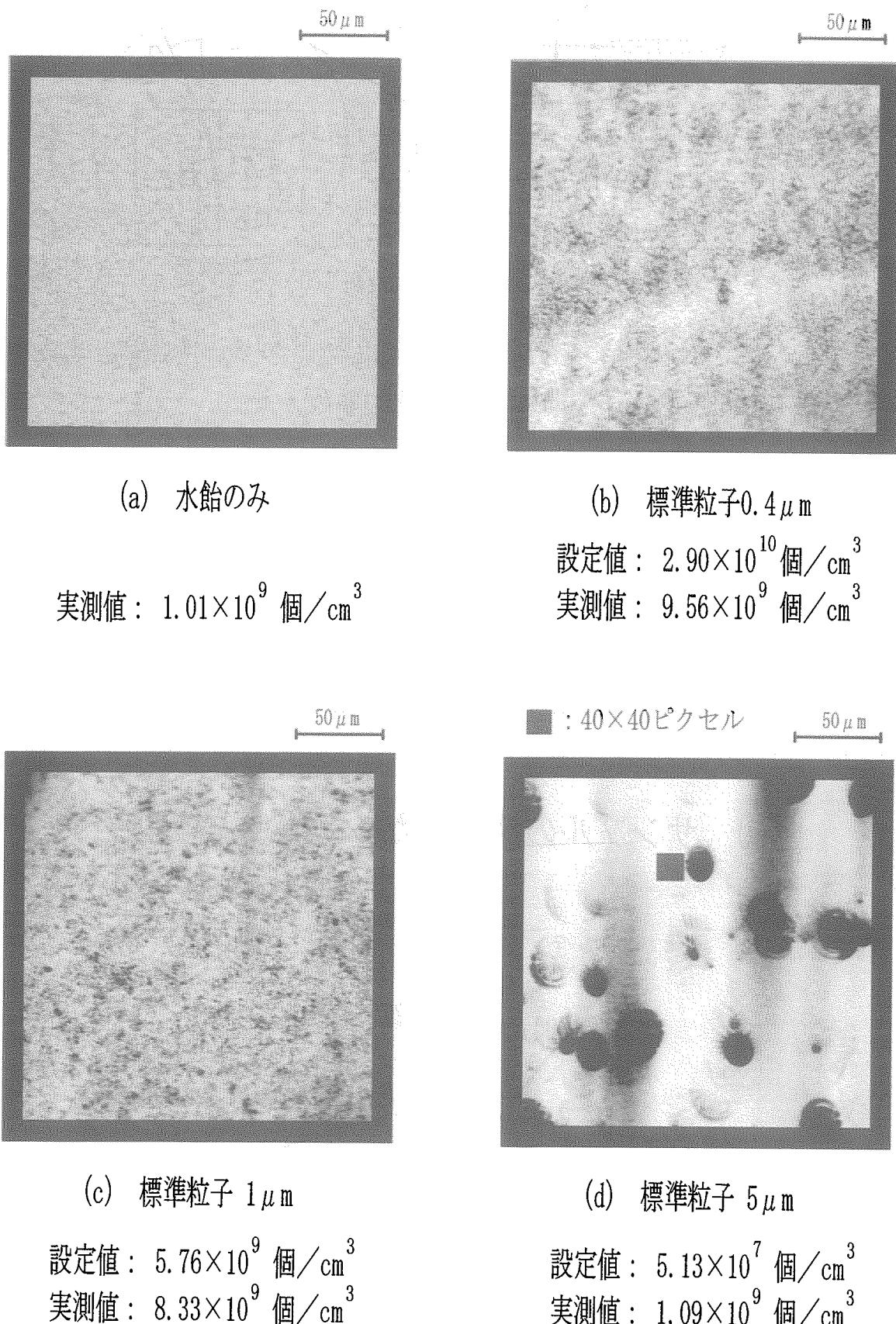
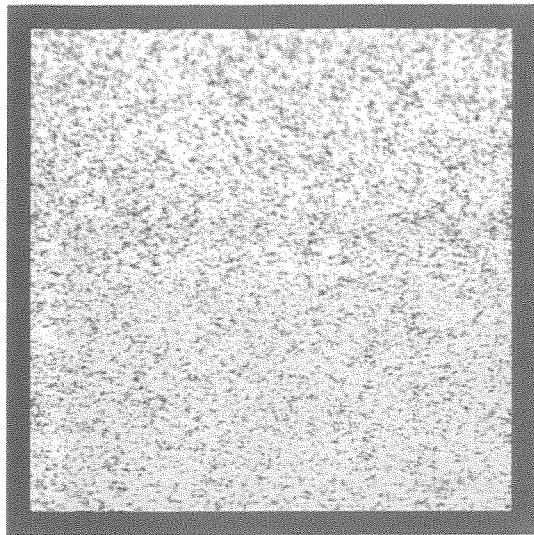
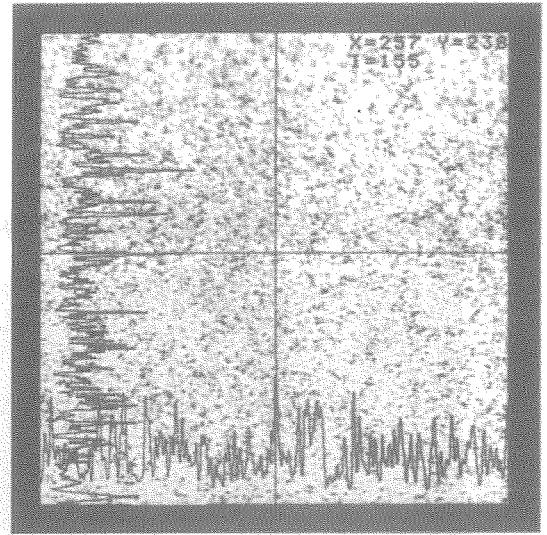


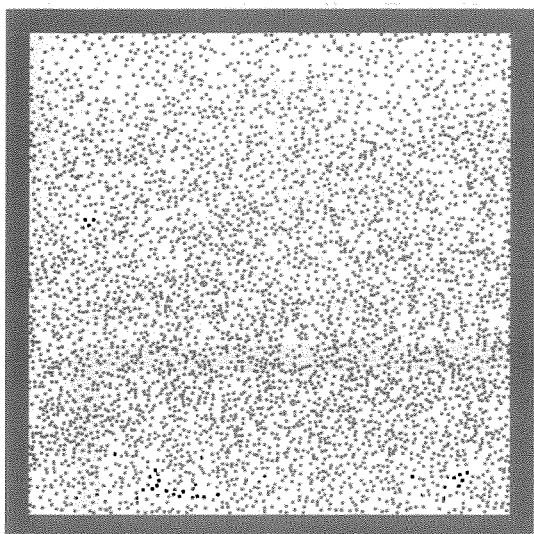
図12 標準粒子の測定データ



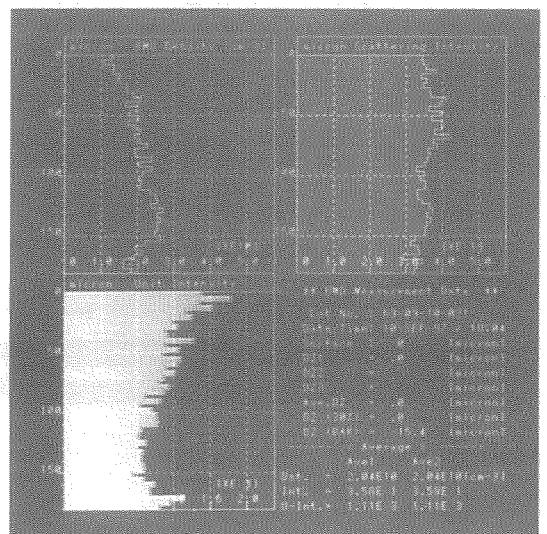
(a) 信号強度分布図



(b) 計測点での信号強度



(c) 縮体後の欠陥位置分布



(d) 単位幅毎の欠陥密度  
および平均散乱光強度

図13 ガラス (ZG-9) の測定データ

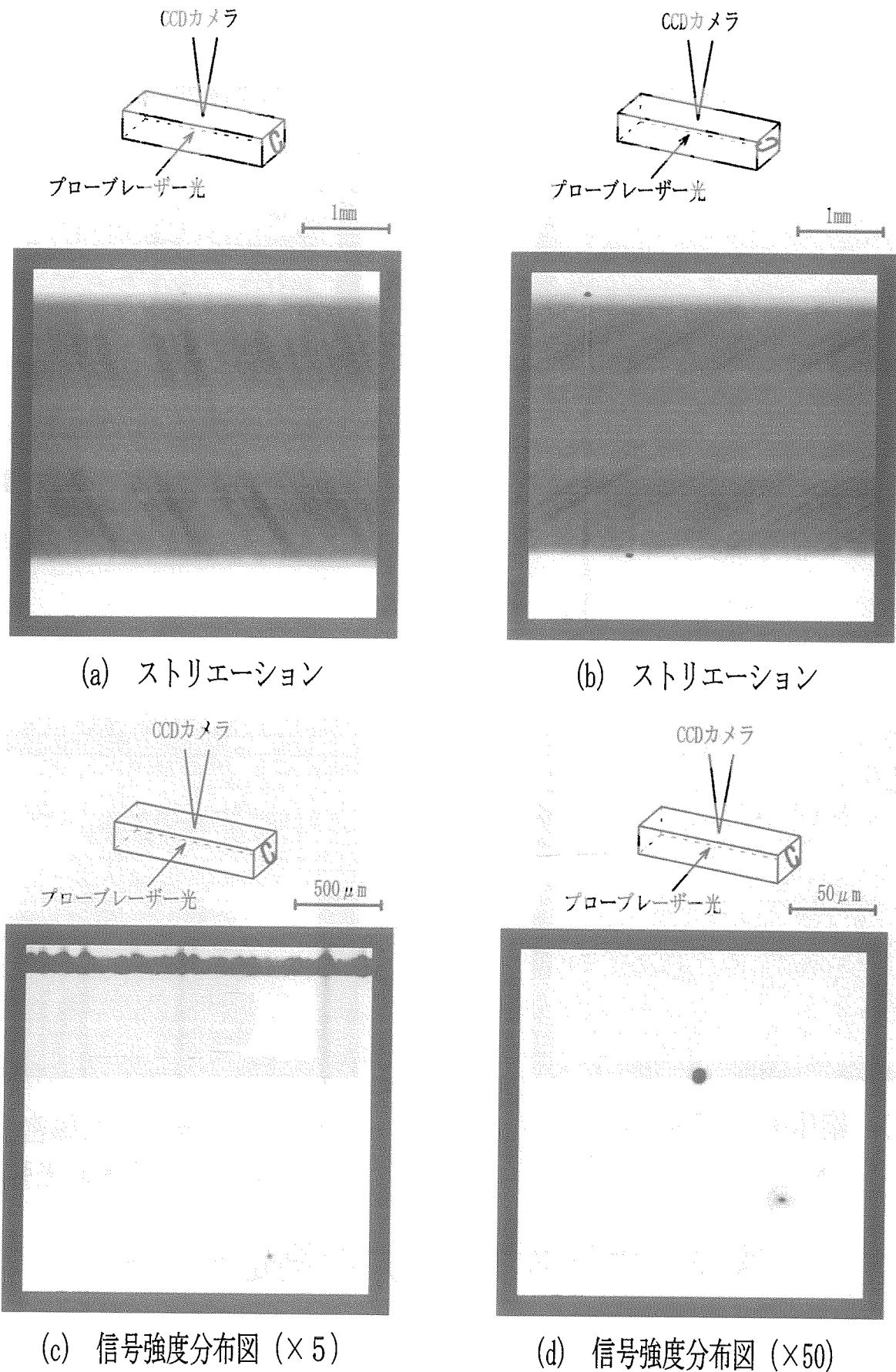


図14 YAG結晶の測定データ

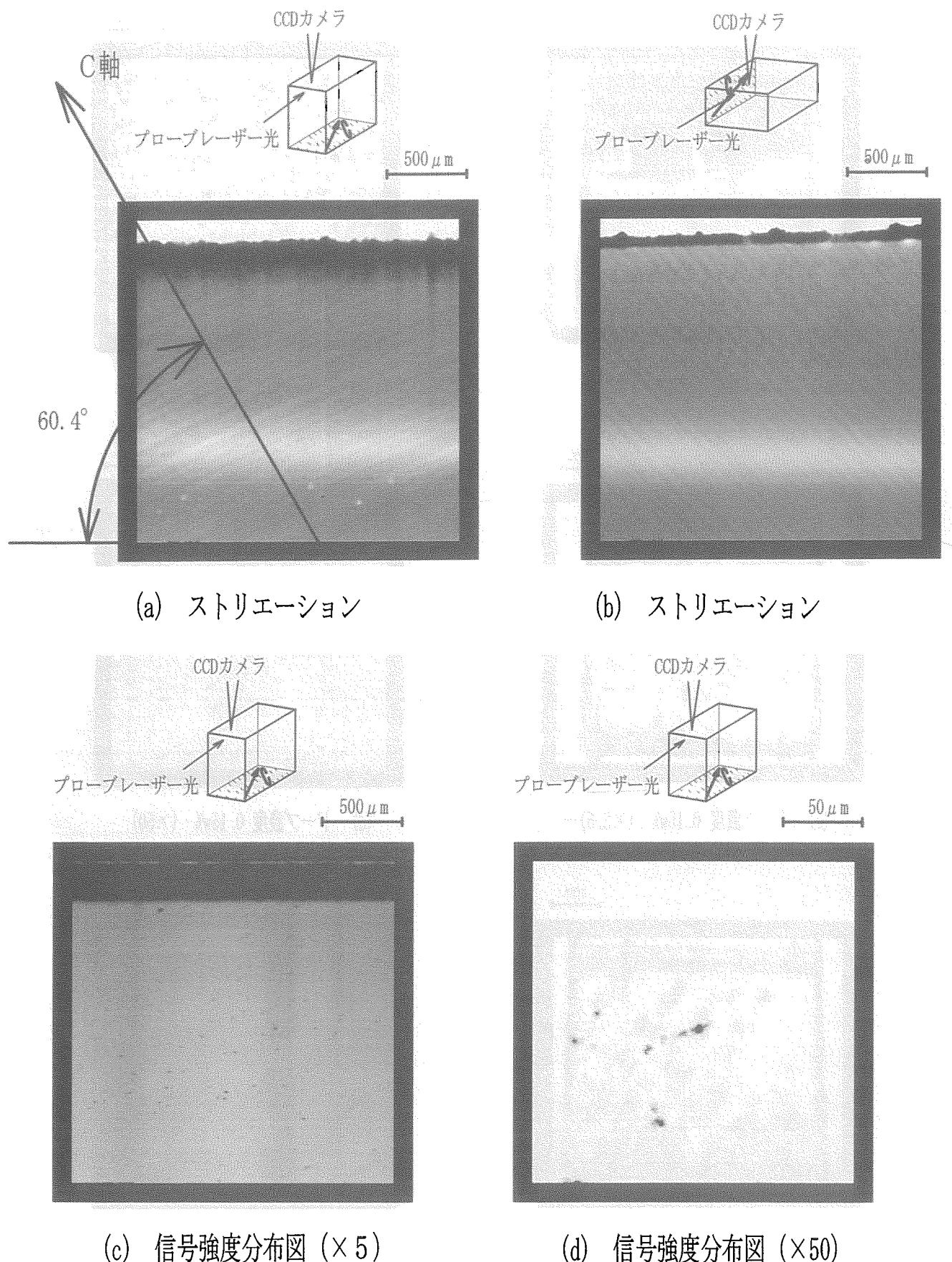


図15 サファイア結晶の測定データ

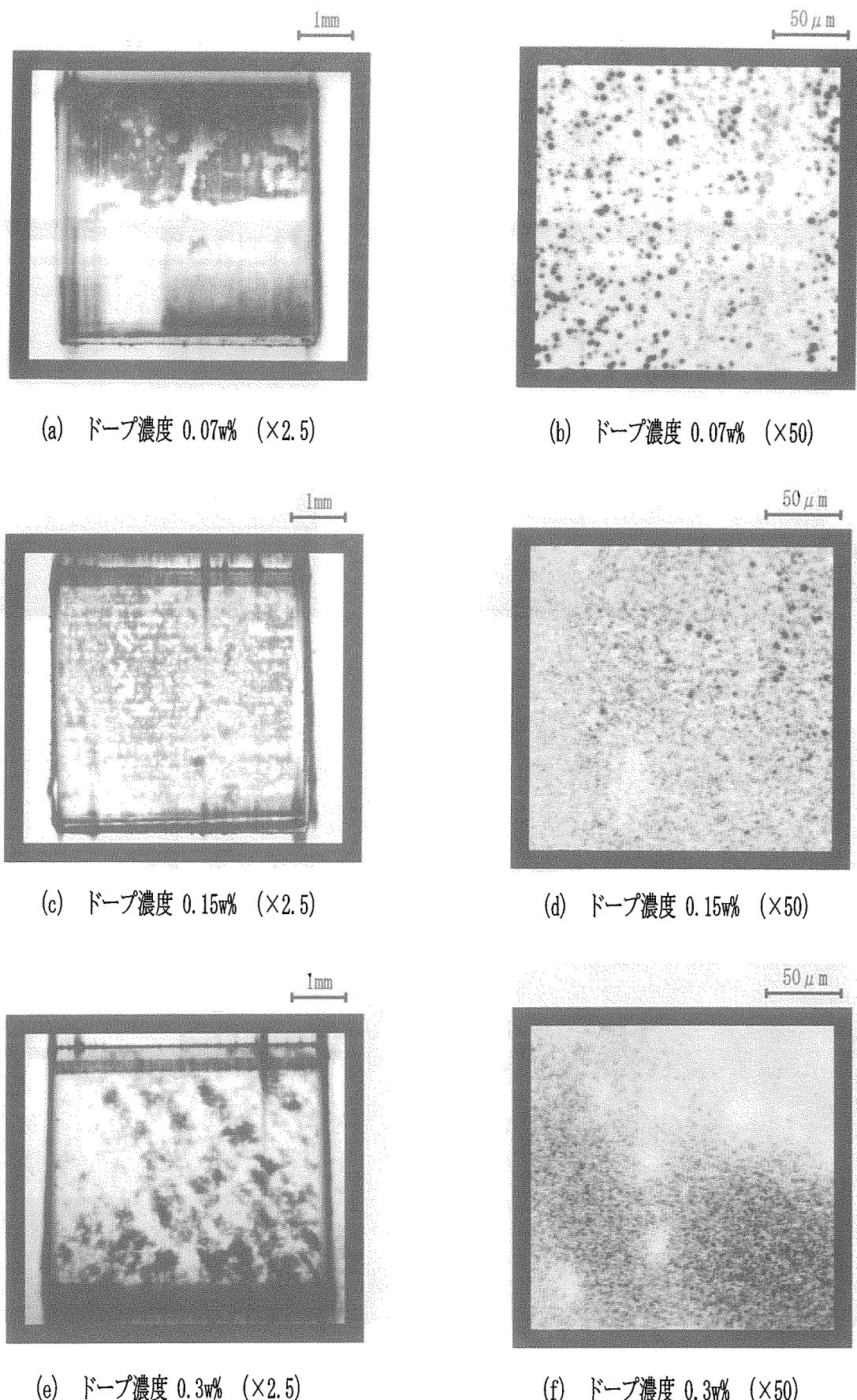


図16 ドープ濃度の異なる信号強度分布図

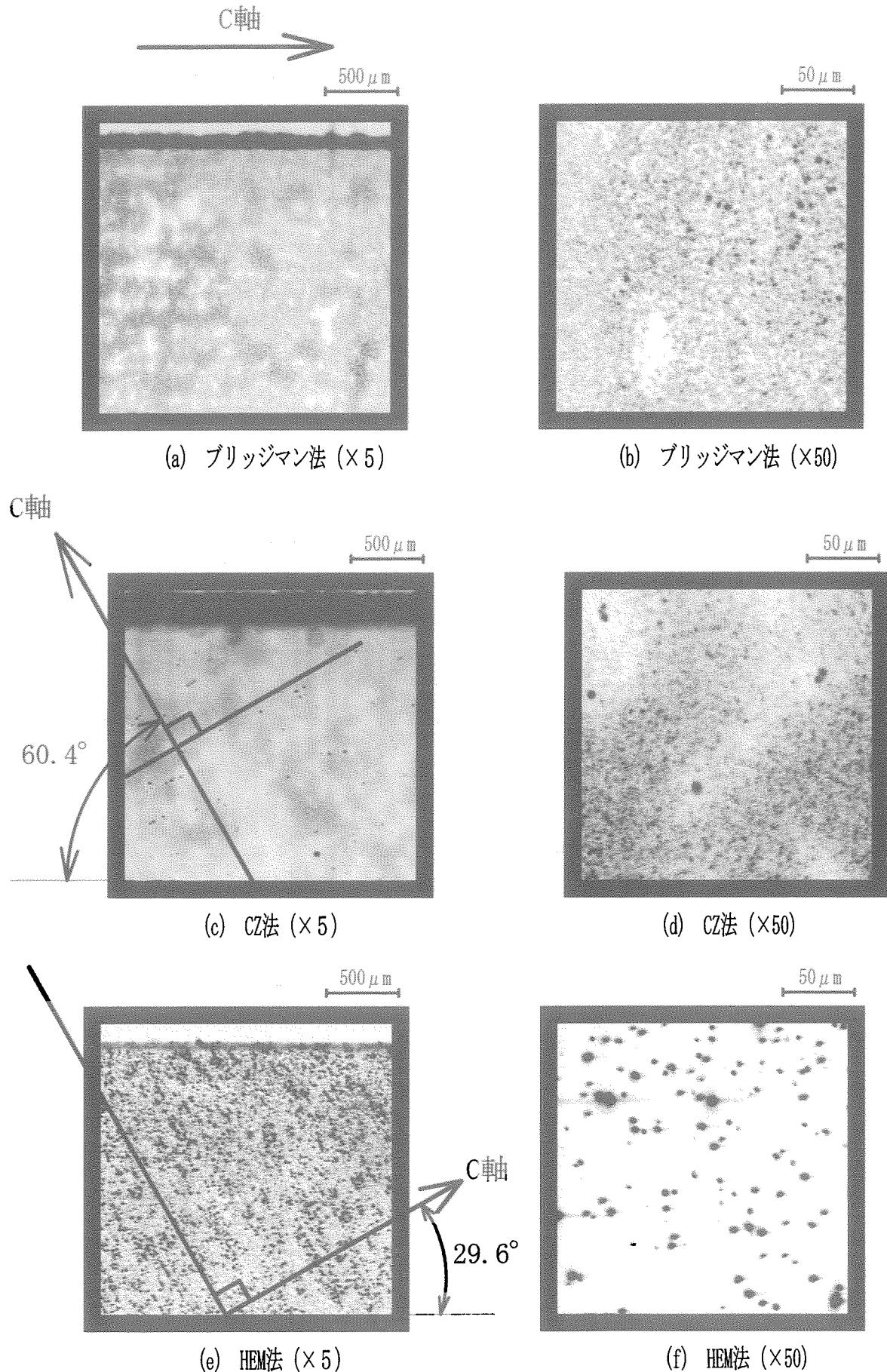


図17 育成法の異なるチタンサファイア結晶の信号強度分布図

This is a blank page.

# 国際単位系(SI)と換算表

表1 SI基本単位および補助単位

量	名称	記号
長さ	メートル	m
質量	キログラム	kg
時間	秒	s
電流	アンペア	A
熱力学温度	ケルビン	K
物質量	モル	mol
光度	カンデラ	cd
平面角	ラジアン	rad
立体角	ステラジアン	sr

表3 固有の名称をもつSI組立単位

量	名称	記号	他のSI単位による表現
周波数	ヘルツ	Hz	s <sup>-1</sup>
力	ニュートン	N	m·kg/s <sup>2</sup>
圧力、応力	パスカル	Pa	N/m <sup>2</sup>
エネルギー、仕事、熱量	ジュール	J	N·m
功率、放射束	ワット	W	J/s
電気量、電荷	クーロン	C	A·s
電位、電圧、起電力	ボルト	V	W/A
静電容量	ファラード	F	C/V
電気抵抗	オーム	Ω	V/A
コンダクタンス	ジーメンス	S	A/V
磁束密度	ウェーバ	Wb	V·s
インダクタンス	テスラ	T	Wb/m <sup>2</sup>
セルシウス温度	ヘンリイ	H	Wb/A
光束度	セルシウス度	°C	
光束度	ルーメン	lm	cd·sr
照度	ルクス	lx	lm/m <sup>2</sup>
放射能	ベクレル	Bq	s <sup>-1</sup>
吸収線量	グレイ	Gy	J/kg
線量当量	シーベルト	Sv	J/kg

表2 SIと併用される単位

名称	記号
分、時、日	min, h, d
度、分、秒	°, ', "
リットル	l, L
トントン	t
電子ボルト	eV
原子質量単位	u

$$1 \text{ eV} = 1.60218 \times 10^{-19} \text{ J}$$

$$1 \text{ u} = 1.66054 \times 10^{-27} \text{ kg}$$

表4 SIと共に暫定的に維持される単位

名称	記号
オングストローム	Å
ペーソン	b
ペール	bar
ガル	Gal
キュリー	Ci
レンゲン	R
ラード	rad
レム	rem

$$1 \text{ Å} = 0.1 \text{ nm} = 10^{-10} \text{ m}$$

$$1 \text{ b} = 100 \text{ fm}^2 = 10^{-28} \text{ m}^2$$

$$1 \text{ bar} = 0.1 \text{ MPa} = 10^5 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ Gal} = 1 \text{ cm/s}^2 = 10^{-2} \text{ m/s}^2$$

$$1 \text{ Ci} = 3.7 \times 10^{10} \text{ Bq}$$

$$1 \text{ R} = 2.58 \times 10^{-4} \text{ C/kg}$$

$$1 \text{ rad} = 1 \text{ cGy} = 10^{-2} \text{ Gy}$$

$$1 \text{ rem} = 1 \text{ cSv} = 10^{-2} \text{ Sv}$$

表5 SI接頭語

倍数	接頭語	記号
10 <sup>18</sup>	エクサ	E
10 <sup>15</sup>	ペタ	P
10 <sup>12</sup>	テラ	T
10 <sup>9</sup>	ギガ	G
10 <sup>6</sup>	メガ	M
10 <sup>3</sup>	キロ	k
10 <sup>2</sup>	ヘクト	h
10 <sup>1</sup>	デカ	da
10 <sup>-1</sup>	デシ	d
10 <sup>-2</sup>	センチ	c
10 <sup>-3</sup>	ミリ	m
10 <sup>-6</sup>	マイクロ	μ
10 <sup>-9</sup>	ナノ	n
10 <sup>-12</sup>	ピコ	p
10 <sup>-15</sup>	フェムト	f
10 <sup>-18</sup>	アト	a

(注)

- 表1～5は「国際単位系」第5版、国際度量衡局1985年刊行による。ただし、1の値はCODATAの1986年版によった。
- 表4には海里、ノット、アール、ペールも含まれているが日常の単位なので省略した。
- barは、JISでは流体の圧力を表す場合に限り表2のカテゴリーに分類される。
- EC閣僚理事会指令ではbar、barndi「血圧の単位」mmHgを表2のカテゴリーに入れている。

## 換算表

力	N(=10 <sup>5</sup> dyn)	kgf	lbf
	1	0.101972	0.224809
9.80665		1	2.20462
4.44822		0.453592	1

$$\text{粘度 } 1 \text{ Pa}\cdot\text{s} (\text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2) = 10 \text{ P(ボアズ)} (\text{g}/(\text{cm}\cdot\text{s}))$$

$$\text{動粘度 } 1 \text{ m}^2/\text{s} = 10^4 \text{ St(ストークス)} (\text{cm}^2/\text{s})$$

圧	MPa(=10 bar)	kgf/cm <sup>2</sup>	atm	mmHg(Torr)	lbf/in <sup>2</sup> (psi)
	1	10.1972	9.86923	7.50062 × 10 <sup>3</sup>	145.038
力	0.0980665	1	0.967841	735.559	14.2233
	0.101325	1.03323	1	760	14.6959
	1.33322 × 10 <sup>-4</sup>	1.35951 × 10 <sup>-3</sup>	1.31579 × 10 <sup>-3</sup>	1	1.93368 × 10 <sup>-2</sup>
	6.89476 × 10 <sup>-3</sup>	7.03070 × 10 <sup>-2</sup>	6.80460 × 10 <sup>-2</sup>	51.7149	1

エネルギー・仕事・熱量	J(=10 <sup>7</sup> erg)	kgf·m	kW·h	cal(計量法)	Btu	ft · lbf	eV
	1	0.101972	2.77778 × 10 <sup>-7</sup>	0.238889	9.47813 × 10 <sup>-4</sup>	0.737562	6.24150 × 10 <sup>18</sup>
9.80665		1	2.72407 × 10 <sup>-6</sup>	2.34270	9.29487 × 10 <sup>-3</sup>	7.23301	6.12082 × 10 <sup>19</sup>
3.6 × 10 <sup>6</sup>	3.67098 × 10 <sup>5</sup>		1	8.59999 × 10 <sup>5</sup>	3412.13	2.65522 × 10 <sup>6</sup>	2.24694 × 10 <sup>25</sup>
4.18605	0.426858	1.16279 × 10 <sup>-6</sup>		1	3.96759 × 10 <sup>-3</sup>	3.08747	2.61272 × 10 <sup>19</sup>
1055.06	107.586	2.93072 × 10 <sup>-4</sup>		252.042	1	778.172	6.58515 × 10 <sup>21</sup>
1.35582	0.138255	3.76616 × 10 <sup>-7</sup>		0.323890	1.28506 × 10 <sup>-3</sup>	1	8.46233 × 10 <sup>18</sup>
1.60218 × 10 <sup>-19</sup>	1.63377 × 10 <sup>-20</sup>	4.45050 × 10 <sup>-26</sup>	3.82743 × 10 <sup>-20</sup>	1.51857 × 10 <sup>-22</sup>	1.18171 × 10 <sup>-19</sup>	1	

$$1 \text{ cal} = 4.18605 \text{ J (計量法)}$$

$$= 4.184 \text{ J (熱化学)}$$

$$= 4.1855 \text{ J (15 °C)}$$

$$= 4.1868 \text{ J (国際蒸気)}$$

$$仕事率 1 \text{ PS (仏馬力)}$$

$$= 75 \text{ kgf} \cdot \text{m/s}$$

$$= 735.499 \text{ W}$$

放射能	Bq	Ci	吸収線量	Gy	rad	照射線量	C/kg	R
	1	2.70270 × 10 <sup>-11</sup>		1	100		1	3876
3.7 × 10 <sup>10</sup>		1		0.01	1		2.58 × 10 <sup>-4</sup>	1

線量当量	Sv	rem
	1	100
	0.01	1

(86年12月26日現在)

