

審査の結果の要旨

論文提出者氏名 高梨 和也

本論文は、近年の科学技術産業の多くの分野で現実に使用されている、様々な表面形状、複雑な組成分布、微細な内部構造を持つ微小実用材料について、いかなる分析対象領域についても、有機・無機を問わず二次元、三次元での元素分布分析、内部構造解析を迅速に遂行できる新しい三次元元素分布分析法の確立をまとめたものである。三次元分析法はそもそも、製品の故障解析、評価、及び新製品の開発を目的としたプロセス解析に威力を発揮するが、従来の三次元分析法では、対象試料として表面が平滑、内部の組成が均一等いくつかの条件を満たすものに限られるため、形状、組成、構造が複雑な実用材料試料への適用は困難であった。しかし、本論文で新たに提案する手法では、ガリウム収束イオンビーム (Ga-FIB) の”shave-off”走査を用いた断面加工法と二次元元素マッピングを組み合わせることで、こうした制限にとらわれることなく、微小実用材料に対する実質的な三次元分析を実現することができた。本研究では、新規手法の開発とともに三次元分析を実現する装置を完成させ、現実に使用されている微小実用材料の三次元分析に適用し、各分野において、新製品の開発につながる未知の情報を取得した。さらにそれらの結果から、更なる本手法の試料に対する広域化を検討した。

第1章では、三次元分析法の意義と有用性をまとめ、産業界における新規三次元分析法に対する要求とその実現のための課題を明らかにし、本研究の目的が明確に述べられている。更に本手法で用いる断面加工法や各種分析手法の特徴と近年の発展についてまとめてある。

第2章では、考案した新規三次元分析法の概念と、三次元分析を実現するための装置の開発について述べられている。本手法における二次元マッピング手法として、有機高分子試料の測定を目的とした、飛行時間型二次イオン質量分析法 (ToF-SIMS) の適用を実行し、飛行時間型質量分析器 (ToF-MS) の設定、導入を実現した。感度向上を目的とした試料台の改良、装置稼働率の向上を目的とした試料搬送系の新規製作を行い、本手法による三次元分析を実現するイオン・電子マルチビーム三次元分析装置を完成させた。

第3章では、三次元分析法の主要目的の一つである、電子デバイスの故障解析、評価、プロセス解析へ、本手法を適用した結果が述べられている。IC上のボンディングワイヤー接合部では、接合面の小型化と面内における部分的な酸化状態が接合不良の要因であることを、本手法の適用により初めて視覚的に明らかにし、ワイヤーボンディング接合法の問題点を明確に特定した。故障解析、評価、プロセス解析を目的とする新規三次元分析法として、本手法を開発した意義を明確に示した。

第4章では、新製品開発を目的とした、原料段階での元素分布分析に本手法を適用した結果が述べられている。ニッケル水素電池の特性向上を目的として、その正極材料粒子内部における、コバルト添加剤の高導電性化合物生成に寄与する微量元素の挙動と分布状態を初めて明らかにした。具体的にはコバルト被服水酸化ニッケル粒子はアルカリ処理中にナトリウムの浸透を受け、ニッケル粒子内部の表層領域に高導電性コバルト化合物を生成することを発見した。さらにこの化合物は母材であるニッケルと混在状態にあることを示した。本章ではプロセス解析による新製品開発を目的とした、原料段階における微量元素の分布状態を明らかにした点で、本手法を開発した意義を示した。

第5章では、新素材の開発を目的とした、既存製品の生成プロセス解析・評価に本手法を適用した結果が述べられている。ポリエステルを原料とする繊維内部の三次元構造、元素分布状態を初めて明らかにした。具体的にはポリエステル繊維内部に、メルトスピニング法による繊維形状付加による

と考えられる、大きさ約 $1\mu\text{m}$ の微細な空隙の存在を明らかにした。さらに、こうした空隙に対しても高分子材料特有の現象であるレジブリードが起こることを見出した。本章では高分子材料のプロセス解析を実現し、新素材開発につながる知見を得た点で、有機高分子材料の三次元分析法としての本手法の意義を明確に示した。

第 6 章では、本手法の適用可能範囲の広域化を目的とした、反応性ガスを用いた断面加工法の検討が述べられている。塩素ガス支援の断面加工法を本手法へ適用することで、試料の選択性が向上することが考察された。具体的には、塩素ガス支援による Ga-FIB の”Shave-off”走査により、ガスなし条件下より高速に、且つより平坦な断面が得られることを確認した。

以上、要約したように、本研究では、様々な表面形状、複雑な組成分布、微細な内部構造を持つ微小実用材料について、いかなる分析対象領域についても、有機・無機を問わず二次元、三次元での元素分布分析、内部構造解析を迅速に遂行できる新しい三次元元素分布分析法を開発した。各微小実用材料に対する実質的な三次元分析を実現したことで本新規手法の価値を明確にし、更なる応用として試料の選択性を検討したことより、従来の三次元分析法の限界を突き破る新しい三次元分析法としての意義を提示している。

以上のことから、本論文は博士（工学）の学位にふさわしい内容を持つものと判断した。