

## 審査の結果の要旨

氏名 岩並 賢

本論文では 3 次元 (3D) 二次イオン質量分析 (SIMS) に対して雰囲気制御した SIMS 分析が有効であることを検討し、差動排気機構を採用した任意のガス雰囲気中で分析が可能な SIMS 装置を構築すると共に、3D 分析において問題となる大型試料と含水試料に対する反応性ガス雰囲気での高速加工と、水蒸気雰囲気での試料保護に関する検討を行ったものである。

第 1 章では、近年の有機、無機、生物試料の分析に求められる SIMS 分析への期待についてまとめ、本研究の雰囲気制御を用いた SIMS 分析の有効性について述べた。さらに近年の SIMS 分析の動向を示し、本研究の目的および意義についてまとめている。

第 2 章では雰囲気制御型 SIMS 装置における各構成機器の仕様、制御系について、それから真空排気系の特徴について述べた。雰囲気制御型 SIMS は、分析チャンバー内へ任意の種類を任意の圧力で導入して、温度を制御することによって、3D SIMS 分析における加工速度の増大と試料の保護が可能という大きな特徴を有する。また、装置は分析チャンバー内の雰囲気を制御した状態で、任意の走査速度、走査点数のマイクロビーム制御をすることで、精密な FIB 加工および SIMS マッピングを行える。このような概念のため、従来の SIMS 装置に対して、それぞれの要素技術が複雑に構成されているので、新しくシステムの設計、製作を行なっている。

第 3 章では反応性ガス雰囲気での FIB の高速加工について検討した。微小領域の 3D 元素分析は、FIB 加工に時間がかかるために、IC のボンディング部分といった、100  $\mu\text{m}$  以上の試料を分析する場合 100 時間以上要する。この際、ビームのドリフトなどの問題から、加工の高速化が望まれる。試料のサイズ大型化が進んでおり、シリコンウェハーが体積的に 9 倍で、ディスプレイ用薄膜トランジスタが 2 倍になっている。現状と同等の分析を行う必要があるが、上記ドリフトの問題から、10 倍以上の分析時間が必要となる。そのため、FIB 加工の高速化が重要であり、従来の 10 倍の速度が必要となる。

本研究では、ハロゲン系の反応性ガスによって、試料表面に揮発性の物質を生成させ、イオンビームによるエッチングを促進させる反応性ガス支援高速微細加工に注目した。この手法により、 $\text{Cl}_2$  ガス雰囲気での Al に対して反応性

ガス支援イオンビームエッチング (CAIBE) を行い、エッチングの速度は 10 倍以上まで増大することを示した。また SIMS により、表面の脱離種を追跡しエッチングのプロセスを検討した。材料に適した反応性ガスの選択が行われれば、高精細な加工が可能という FIB 特有の性質が活かされ、半導体分野での開発、生産工程のプロセスにおいて有望な分析方法となると期待される。

第 4 章では、含水生物試料を急速凍結し、凍結状態を維持したままガリウム収束イオンビームを用いて微小領域分析を行うことによって“ありのままの状態”の含水生物試料の 3D 微小部分分析法について検証した。ありのままの状態を維持するために、真空チャンバー内に水蒸気を導入し、試料表面に氷の保護膜を保持する。さらに氷の保護膜を付けた状態で FIB 加工を行った *Hymenochirus boettgeri* 赤血球の分析を行い、FIB によって削り出された断面の外側と内側において、 $K^+$ と  $Na^+$ の分布に違いが確認された。細胞内外の能動輸送のため、生きた細胞は  $K/Na$  の濃度比が細胞外に比べ、細胞内の方が高い状態であり、本結果の  $K^+$ と  $Na^+$ の分布からありのままの状態を維持して分析が可能であると考えられる。凍結固定での SIMS 分析で通常用いられる約  $-100^{\circ}C$  での蒸気圧である  $1 \times 10^{-3} Pa$  で SIMS 分析が可能であることを示した。以上より FIB による断面加工と SIMS 分析を組み合わせた 3D 分析は有用であると期待できる。

以上、要約したように、本研究では、雰囲気制御型 SIMS 分析が、今後も増え続けるであろう多種多様な試料に対して、試料のありのままの状態を保った 3D SIMS 分析を行う上で有効な手法であることを明確にした。また、装置を試作し、実際に元素分布像を取得することでも独自の工夫を重ねて研究を行ったことを評価できる。従来の SIMS では、その表面敏感さゆえにガス雰囲気での分析を避ける傾向があった。本研究はそのような SIMS 分析の中であえてガスを供給した挑戦的な内容であり、この手法はサブミクロン領域の分析手法のひとつとして有望であり、この成果は今後幅広い分野で生かされると期待される

よって本論文は博士 (工学) の学位請求論文として合格と認められる。