

三 谷 智 明 氏

(Tomoaki MITANI)

慶応義塾大学理工学部中央試験所

1966 年 1 月広島県に生れる。1990 年 3 月横浜国立大学卒業。同年 4 月学校法人慶應義塾に職員として就職。同年 6 月より理工学部中央試験所に配属され、同所において透過型電子顕微鏡、走査電子顕微鏡、赤外分光光度計の測定等に従事。その後、電子スピン共鳴装置、ラマン分光装置、二次イオン質量分析装置を含め数多くの分析装置の測定・保守等を担務し、大学の研究に貢献している。この幅広い機器分析の経験を基に、走査電子顕微鏡の試料前処理法として、高周波グロー放電技術を用いたアルゴンイオンエッチング法を開発した。この成果は現在、堺場製作所より顕微鏡用迅速試料作成装置 (TENSEC) として製品化されている。趣味はテニス。



【業 績】

グロー放電を用いる走査電子顕微鏡用迅速試料前処理装置の開発

三谷智明君は 1990 年 4 月に慶応義塾大学理工学部の中央試験所に配属以来、透過型電子顕微鏡、走査電子顕微鏡、赤外分光光度計、電子スピン共鳴装置、ラマン分光装置、二次イオン質量分析装置等、多くの分析装置の測定・保守等を担務し大学の研究に貢献する傍ら、この幅広い機器分析の経験を基に、走査電子顕微鏡用の試料前処理法として、高周波グロー放電技術を用いたアルゴンイオンエッチング法を開発し、実用化に成功した。以下に同君の主な業績について説明する。

1. 試料にダメージを与えないで試料表面の汚染層を除く方法の開発

LSI の微細化の動向と共にそれに付随した部材の微細化が進み、これらの部材の評価に走査電子顕微鏡観察が必須のものとなった。特に近年は、高輝度のフィールドエミッション電子銃搭載の機種が普及が進み、低加速高分解能の観察により極表面のナノレベルの凹凸や組成に関するイメージングが可能となっている。しかし、加速電圧 1 kV の観察で得られる情報が数原子層であるにもかかわらず、通常そのまま観察したこの試料の極表面層は、カーボンや酸素ほか多くのもので覆われている。試料の本当の表面を見るためには、試料にダメージを与えないようにして表面の汚染物や不要な膜を取り除くことが必要である。この方法として三谷君は高周波グロー放電技術に注目した。同君は複数の機器分析法に精通していたことから、表面分析装置である高周波グロー放電発光分光分析装置の測定結果に着目をした。この装置で測定した「銅基板上にカーボン、窒素、硫黄が官能基で立っている試料に対する分子レベルの深さ方向分析のプロファイリングデータ」は、わずかに 0.07 秒の短時間で上から順に窒素、カーボン、硫黄と元素ごとにプロファイルが順序よく減衰し、きれいなグラフが得られていた。このデータは二次イオン質量分析装置によるプロファイルデータでは得られないもので、高いエッチングレートでありながらイオン照射によるノックオン等試料の構造を乱す振舞いが極めて小さく、試料ダメージは走査電子顕微鏡での観察に影響を与えないと推定できた。そこで、実際に単結晶材料であるシリコンウェハーと多結晶材料であるステンレス鋼をどちらも 5 秒間高周波グロー放電でエッチングし観察を行った。シリコンウェハーでは、表面の汚れと酸化膜だけがエッチングされ、より平滑できれいな試料表面を確認することができた。一方、多結晶材料であるステンレス鋼では、グレインが浮き出て、欠陥

が高速道路のジャンクションのように上に下にと各グレインを横断している様子をきれいに見ることができた。

2. 顕微鏡用試料迅速作成装置 (TENSEC) の実用化

三谷君はそこで商品化のために、走査電子顕微鏡用の試料前処理装置に適するエッチング手法としてマークス型高周波グロー放電ランプを選択した。このマークス型高周波グロー放電ランプで発生するアルゴンイオンは照射エネルギー 50 eV、電流密度が 100 mA/cm² なので、わずか数秒のイオン照射で試料表面を損傷することなく汚染層、不要な膜を取り除き、ダメージのない本当の表面を見ることが可能である。このランプは、円筒形のアノード対面に試料を置き、試料後方より高周波をかける構造になっており、DC タイプのものと比較して試料への制約が比較的柔軟であり、プラズマの安定性が高いことが特徴である。このランプを搭載した発光分光分析装置は既に堺場製作所より市販され、分子薄膜の深さ方向プロファイルデータの測定で多くの実績がある。そこで、商品化のために、この高周波グロー放電技術を用いて走査電子顕微鏡試料前処理への応用を試みた。金属、半導体、セラミックス等多数の実用材料で検証実験と評価を行った結果、いずれも数秒程度のイオン照射で顕微鏡観察に理想的な試料表面を出すことができ、実際の研究でも要望の高い断面試料の観察も問題なく適応することが判明した。これらの評価結果を基に昨年、この方式の前処理装置が堺場製作所より商品化された。名称は、同君の「試料前処理を 10 秒で」という熱意が反映されて、顕微鏡用試料迅速作成装置 (TENSEC) と命名されたそうである。実際、開発された装置のデザインと使いやすさは、堺場製作所開発スタッフとデザイン担当の技術の結集によるものである。研究機関や工場において設置環境に柔軟に対応できるキャッシュディスプレイを思わせる外観、試料を置いたらボタン一つで高周波部がセットされ、ソフトウェア操作はタッチパネルでメニューを数点タッチするだけでユーザーにやさしいデザインとなっている。本手法が、走査電子顕微鏡のみならず光学顕微鏡、原子間力顕微鏡等各種顕微鏡、電子線マイクロアナライザー、オージェ電子分光装置等表面分析系装置にも適用されることが期待される。

以上、三谷智明君の関する業績は、走査電子顕微鏡での観察分析の精度を向上するものであり、我が国の分析機器開発の発展に貢献するとともに、表面科学や分析化学の発展に寄与したものである。

〔日本電子株式会社 小島建治〕

山下大輔 氏

(Daisuke YAMASHITA)
(理研計器株式会社研究部研究二課)



1977 年 5 月岡山県瀬戸内市牛窓町に生まれる。2002 年 3 月早稲田大学大学院理工学理工学研究科博士前期課程を修了。同年 4 月理研計器株式会社に入社。2003～2004 年にかけて、早稲田大学宇田応之教授（現名誉教授）の考案したポータブル X 線装置試作機用の動作・解析ソフトウェアの開発と装置の性能評価に従事した。2005 年には鶴林寺（兵庫県加古川市）、圓教寺（兵庫県姫路市）ならびにエジプトで、宇田応之教授の現場測定に同行した。装置の性能向上に努め、2006 年に製品化を実現した。X 線装置に関する業務のほか、大気中光電子分光装置の研究開発、分子軌道計算を用いたスペクトル解析にも従事している。趣味は散歩、ソフトテニス。

【業績】

ポータブル X 線回折・蛍光 X 線分析装置の開発と考古学への応用

山下大輔君は 2002 年に理研計器に入社後、ポータブル X 線回折・蛍光 X 線分析装置 (portable X-ray diffractometer equipped with XRF;XRDF) の開発に従事してきた。XRDF は、現場で、非破壊で、かつ対象試料の形状を問わず、同一測定点の XRD (X 線回折) と XRF (蛍光 X 線) の測定を可能にする世界初の装置であり、考古学をはじめ多くの分野において多年望まれてきたものである。以下に同君の主な業績を説明する。

1. 装置の開発

XRD, XRF は、金属、半導体などの材料分析をはじめ、鉱物調査、地質調査、公害調査、品質管理など極めて広い分野で用いられている。特に、考古学調査、土壌や汚泥の調査、科学捜査等においては迅速な現場測定が望まれており、そのため現場使用可能で誰でも簡単に用いることのできるポータブル型装置の開発が強く求められていた。しかし従来は、上記のような現場使用可能なポータブル型の装置は XRF のみであり、XRD 測定のためには測定対象物を分析装置のある場所まで運んでいかなければならなかった。産業用製品等であれば、切断などの処理が可能な場合もあるが、貴重な文化財等に損傷を与えることは許されないため、この点が分析的な考古学調査を困難にしていたところである。また、土壌・汚泥の調査や科学捜査においても、対象物の変質、劣化などを避けるため、現場での迅速かつ精度の高い分析法が長年にわたり望まれていた。

同君は、早稲田大学宇田応之教授（現名誉教授）の考案された XRDF 試作機をベースに、装置の作製、動作・解析ソフトウェアの開発、分析機器としての性能評価等を行って、XRDF の開発と実用化に取り組んできた。平行して、現場測定に同行しながら、現場測定において必要とされる動作機構、ソフトウェアの機能の検討と評価を行い、2006 年に XRDF の製品化に成功した。

開発した XRDF はポータブル型で、測定対象物の“その場分析”を可能にするものである。また、XRD, XRF の 2 種類の分析を同一測定点で行うことができるので、互いに補い合う二つの異なる測定法によるデータから確度の高い分析結果を迅速に得ることができる。さらに、測定対象の大きさ、形状に制限がほとんどないため、測定対象が大型、異形であってもそのまま測定できるという特徴も併せ有する。

装置の機構は、扇形の金属板に X 線管と検出器を取り付けたシンプルなものである。X 線管には小型・軽量かつ特別な冷却システムを必要としない空冷タイプのものが採用されている。検出器も X 線管同様、小型・軽量かつ特別な冷却システムを必要としない半導体検出器が採用されており、検出された

信号は回路部に組み込まれているマルチチャンネルアナライザーにて処理される。

X 線管と検出器は、ステッピングモーターによって動作し、X 線の入射方向と試料面とのなす角を θ とすると、市販の XRD 用ゴニオメーターと同様に $\theta-2\theta$ の関係で動かすことができることはもちろん、 0° から 60° の範囲内のどの角度にも 0.002° 刻みに X 線管と検出器を固定することもできるので、深さ方向の XRF 分析を行うことも可能である。さらに、エネルギー分散法による XRD の測定も可能となっている²⁾。

なお測定は、XRF で 100 秒程度、XRD で 1200 秒程度、エネルギー分散法による XRD で 500 秒程度、で完了する。

2. 考古学への応用

XRDF は、非破壊、非接触、ポータブル型で、測定対象物が大型とか異形でも測定できるという特長から、サンプル採取が困難で移動が制限されている貴重な文化財等の研究に用いられ、大きな成果を上げている。

聖徳太子ゆかりの寺として知られる刀田山鶴林寺に所蔵されている聖観音立像は、白鳳文化の傑作として国内外でその美しさが認められているが、現在、所々に金色の部分が見られるものの、ほぼ全面が黒っぽい色をしている。XRDF を用いた調査により、表面の黒色の原因物質を特定するとともに、黒色の層の下には一部を除いて金が残っており、うまく掃除すればこの観音像は金色に戻ることが明らかになった³⁾。さらに、ほとんどの場所で見つかった金は 18 K であり、鍍金ではないので、「銅像には鍍金」という表現はこの観音像には当てはまらないことも確かめられた³⁾⁴⁾。

また XRDF は、2006 年 6 月および 2007 年 2 月にエジプトのカイロ博物館に持ち込まれ、早稲田大学の宇田応之名誉教授グループによるツタンカーメンの黄金のマスクの分析に用いられた。マスクの科学的な分析は世界初であり、これまでの常識を覆す結果がいくつも得られた。これらの調査は、装置を持ち運ぶことができる XRDF だからこそ可能となったものである。

以上、山下大輔君の開発した XRDF は、オンサイトかつ非破壊・非接触で目的試料の同一測定点での XRD 分析と XRF 分析を可能にする世界初の画期的な分析装置であり、その応用は考古学をはじめ環境分野や科学捜査等幅広い展開が考えられ、我が国の分析技術・分析機器開発に対する貢献は極めて大なるものといえよう。我が国で開発された先端分析機器として今後の発展を期待したい。

〔峠住化分析センター 美濃部正夫〕

文 献

- 1) Nucl. Instr. Meth. Phys. Res., **B239**, 77 ('05). 2) Nucl. Instr. Meth. Phys. Res., **B226**, 75 ('04).
- 3) 金属, **76**, No. 7, 87 ('06).
- 4) 金属, **76**, No. 6, 98 ('06).