

1.はじめに

私は 1962 年工業高校機械科を卒業して日立製作所中央研究所に入社、途中社内の学校(日立茨城工業専門学校)で教育を受け、その後日立製作所那珂工場(現日立ハイテク那珂事業所)、日立サイエンスシステムズ(現在は日立ハイテクに合併)に勤め 2003 年に定年退職しました。定年退職後 5 年間は技術契約で会社勤めを続け 2008 年 9 月に完全フリーとなりました。定年退職時に「自分の四十年史 1962-2003」(1)を纏めて製本しました。技術契約時代のすべての報告書は「2003～2007 年報告書集」(2)と「2007～2008 年報告書集」(3)に纏めました。技術契約時代の報告書集が 2 つに分かれているのは、日立サイエンスシステムズが日立ハイテクと合併し、契約先が変わったためです。

上記(1)は経歴や論文、報告書、賞状、写真などを列挙しただけで、仕事の考えや背景などは書いてありません。また(2)(3)は報告書のみです。そこで今回(2016 年)は、私の仕事の取り組みや結果について時系列に記します。会社の機密事項に触れることも少し書きましたが、古い話なので、これは時効になっていると思いますし、誰かの役に立つ内容でもありません。ただ「私のスポーツ歴」(4)を纏めているときに、仕事の事についても書き残しておきたくなり、ここに纏めた次第です。



図 1-1 「自分の四十年史 1962-2003」



図 1-2 「2003～2007 年報告書集」



図 1-3 「2007～2008 年報告書集」

2. 入社直後

2.1 入社直後の状況

私が日立中研に入社したとき所長は星合正治(東大名誉教授)、配属先(4 部)の部長は只野文哉(工学博士)、配属課(42 研)の課長は森戸望(理学博士)、係長は岡本潤一(東大卒)さんでした。

42 研では質量分析計(Mass Spectrometer :MS :日本語でマス) が研究テーマでした。以後私は MS に関連した仕事を中心に会社生活を送ることになります。日立における MS 開発の経過は「日立製作所 中央研究所史 1」(5) や「日立分析装置の歩み」(6) に記されています。私が入社したころ MS の分析対象は、従来の同位体分析、石油分析などから有機物(の構造決定)へと変わる時期でした。



1962 年 3 月 23 日 日立製作所中央研究所 入所式

研究室には単収束扇形磁場型質量分析計、Mattauch-Herzog 型質量分析計、トロコイド型質量分析計などがあり、それぞれ先輩（津山斉、大村一郎、三谷英介、零石賢一、田島芳男、黒田正夫、佐野菊夫氏他）が分担して研究を進めていました。私はここでトロコイド型 MS の操作の経験を積むこと(実習)から始めました。

また、この時期は学習の毎日でした。日立製作所には、入社から定年退職まで、教育システムが確立していました。このシステムでは、全社レベル、事業所レベル、職場レベル、また職位によっても、分野によってもあらゆる教育の機会がありました。このような教育システムの元、私は、定形教育では、高校卒の実習員が受ける基礎教育(終了後全社の試験に合格すると日立工業専門学校(日工専)に入学できる)を受けました。職場教育における、MS の勉強では教科書(7)を購入して勉強会(当時輪講といって順番に本を読み合う方式)に参加、難しいイオン光学などは輪講ではなく先輩(三谷英介さん)から講義を受けました。イオン光学は当時の私の数学力では、さっぱり理解できませんでした。また、当時は MS に関する日本語の教科書が少なかったため、英語の論文の読み合わせ(輪講)が多くありましたが、この場合は専門知識と英語の読解力の両方で、苦劳しました。苦劳したというよりほとんど理解できないままでした。4 部(電子顕微鏡、質量分析計など)内の機械系担当者のみを対象に機担会という輪講も開かれていました。機担会は部長の只野さんの意向で開催され、小笹さんが取りまとめ役でした。

一方技能面ではガラス細工の練習を、時間があれば、行いました。当時 MS の試料導入系はガラスで出来ており、イオン源を洗浄する時には、これを取り外す必要がありました。また各職場には暗室があり、ここで写真の現像の仕方などを学びました。当時、

Mattauch-Herzog 型質量分析計(固体分析用)ではイオン検出に原子核乾板が用いられており(収斂点が直線のため)、これの現像に、また、その他の MS でも高速記録や多段記録には光学式ガルバノメーター(記録は感光紙)が用いられており、これらの現像のために暗室は必需でした。また、部屋の隅にはガチャガチャ回す機械式計算機がありましたが、これにはあまり触れませんでした。

2.2 イオン源の設計

このような状況下で最初に仕事をした記憶はイオン源の設計です。設計と言っても、この時は、製図と言った方が正確です。職場の上長(津山斉さん)の指示で、図面化しました。当時製品化されていた T-2 型イオン源を前に置いて、この部品の外形は大きくとか、この形状は四角にとか、指示を受けながら図面化しました。目的はイオン源の組み立て性の改良でした。この作業は小さなものですが、私にとっては MS 開発の出発点でした。以後の開発においてイオン源は私の主要な職務の一つとなりました。

このイオン源の製作を那珂工場にお願いするため、上長だった岡本潤一さんに連れられて、水戸駅から那珂工場に初めて行きました(いわゆる初出張)。私はこの時、機械加工精度の知識はなく、必要以上に高い精度を要求しましたが、工場の設計者はこれを受け止めてくれる度量がありました。



中研 42 研にて



中研(42 研)メンバー(1965 年)

その後、記録(1)によると「永久磁石内臓同軸イオン源」という題の研究報告が出ています。これは私にとって人生最初の研究報告になりました。この報告に関して重要なことはその内容ではなく報告書の書き方を、当時職場の先輩である三谷英介さんから、徹底的に指導されたことです。社内には「研究報告書類の書き方」という資料がありそれに沿って私なりに原稿を書いたのですが何回も何回も指摘を受けて訂正し元のままの文章はほとんど残らない状態でした。途中で何回も反発しましたが三谷さんの指導は厳しく研究報告を書くことがこんなに嫌なことかと感じました。

しかしながらその時以来、この時の教えによって、私は文章を書くことが苦痛に感じなくなりました。それから会社生活を終わるまで、いや今でも、文章にまとめることは楽し

い作業となっています。三谷さんからはこの時の文章作成の指導だけでなくイオン光学その他についても指導をうけました。私にとって彼は最大の師匠です。

2.3 直接試料導入装置(DI)

また、この時代の記録(1)には、直接試料導入装置(DI)の開発があります。この装置は、粉末試料を真空外からイオン化室横に挿入する手段(真空バルブ、試料挿入機構、試料ホルダ等)と、イオン化室の近くに設けられた気化手段(ヒーター)から構成されます。私はこの装置を設計し、実験(試験)しました。

2.4 比率直読装置

さらに文献(1)には「質量分析計比率直読装置の開発」という報告書が記録されています。同位体比の測定は、この時期地球化学の分野でも使われていました。この時の要求は同位体比を 0.01‰(パーミル:10⁻⁵)という高い精度で測定することでした。この精度を得るために、考えられた方法が比率直読装置(Null Method)でした。これの動作の骨子は次の通りです。標準試料(同位体比既知)を流した状態でダブルコレクタ(同位体比を測定する 2 つのイオンを同時に検出)からの 2 つの出力を相殺し零(Null)になるようにディケイド抵抗器を調整して零点を記録した状態で、次に測定試料に切り替えた場合の零点のずれから試料の同位体比を測定するものです。

この開発のポイントはバックグラウンドと試料切り替え時のミキシングを無くすことでした。バックグラウンド対策として、グリースを用いたガラスコックが使えないこと、切り替えは瞬時にしかもミキシングが無いという条件から、インジュウムカットバルブをソレノイドで動かすシステムを開発して対応しました。この開発は私にとって初めてのシステム開発でした。当初は、参考論文(英語)を苦労して読み、研究所内の試作部門(ガラス加工)の協力も得て、システムを纏めました。また高精度(5桁)のディケイド抵抗などは、私に仕事の指示をする前に、上長が手配してありました。この開発が終わった時、私は、開発に対して自信のようなものを感じることが出来ました。

2.5 極微マスその他

極微マスについては「中央研究所史 1」(5)にも記されていないので、研究は実施したが、製品化はしなかったと思われます。極微マスとは MS の分析部を超高真空(10⁻⁹torr)にし、排気系と分析部を金属バルブで遮断した状態(static)で極微量の試料(気体)が入った容器(ガラス瓶)を割って、その成分を分析するものです。試料ガスが排気されないので極微量のガスでも分析出来るという理屈です。装置是那珂工場で試作したものと思われます。この研究は津山斉さんの担当で、私はその部下でした。当時未だ普及していなかったターボモレキュラーポンプ(TMP)と金属ボールバルブ、金属ガスケット等で構成された MS の分析部を水素バーナーでベーキングしては、冷却し、真空度を測る毎日でした。バーナーで焼け

ない部分にはベーキングヒータが何か所も巻かれていて、加熱時は全系同時に焼くので、猛烈な暑さになります。さらに当時の TMP(ドイツ製)は近くの人話しも聞こえないくらい大きな騒音を発していたため、作業環境は最悪でした。TMP は大きな音がする分(振動も大きい)壊れることも多く、当時私の幼稚な英文で修理のやり取りをしたことが思い出されます。この時の経験は後に、超高真空機器(IMA,FIB etc)を開発する場合に、非常に役立ちました。

3.中研分室時代(1)

私は 1966 年から茨城県勝田市(現ひたちなか市)にある日立製作所那珂工場(現日立ハイテク)内に設けられた、日立中研那珂分室に転属となりました。転属の目的は、有機化合物の構造解析用大型 MS の開発でした。この目的のため、国からの補助金を活用して工場、研究所一体となって開発をするためでした。中研からは岡本潤一さん津山斉さん三谷英介さんと私が参加した記憶があります。

開発の大きな目標は有機物の構造解析をするために、①分析できる質量数を大きくする、②分解能(R)を大きくすることです。この目標のために装置の基本形態は二重集束型(一次のエネルギー収差を 0 にする)とし電場($r_e=500\text{mm}$)と磁場($r_m=400\text{mm}$)の回転半径は従来の 2 倍以上と大きなものでした。岡本さんがプロジェクトリーダー、津山さんが全体設計を、三谷さんがイオン光学系を含めた基本設計を私は主にイオン源の高耐圧化を担当しました。実際の図面化、制作、組み立ては工場側で行ったので、私たちにとっては比較的余裕のある期間でした。この間の記憶に残っていることは、岡本さんの車(トヨタクラウン)で茨城の名所等を巡ったことです。当時自家用車を持っている人は上流階級の方であり、このために、車で工場に入るときなどは警備員さんが敬礼して通してくれました。

プロジェクトでは RMH-1 型という高分解能($R=50,000$)の装置を完成させました。この装置の製品版として RMH-2 型が工場が開発され、当時の最先端研究者に届けられました。



中研分室(家族でバーベキュー)

4. 日立茨城工業専門学校(日工専:茨専)

4.1 本科生

中研分室で RMH の開発に参加していた時、木村博一分室長から、日工専を受験するように言われました。日工専とは 2 章に記したように、高卒実習員教育終了後に希望者が受ける、入学選抜試験に合格した者が進める社内の学校です。実は、私は入社直後実習員教育に反抗して皆が受ける試験を受けませんでした。その後、在職のまま、大学受験を試みましたが、勤務及び野球をやりながら合格する実力はありませんでした。今度は、短期間に受験勉強をするためにアパートを借りてそこで勉強し、なんとか合格しました。

1968 年 1 月から 1 年 3 か月の間、茨専で勉強しました。これまで、仕事でイオンの軌道計算をしたり、英語の論文を読んで研究をしたりしてきたこともあって物理や数学などの重要性は認識していたので、ほとんどの授業内容は興味深く、真剣に受けることが出来ました。物理や数学は何に役立つかが分かったうえで、学ぶことが非常に大事であることを実感しました。本科時の講義内容はすべてノートに記述し、帰寮後整理する余裕がありました。後にこれらの内容はすべて、製本し残してあります(図 4-1～図 4-4)。この本を見ると、茨専では専門科目以外にも、経済、歴史、倫理学などの科目も教えてもらったことがわかります。



図 4-1 茨専ノート 1



図 4-2 茨専ノート 2



図 4-3 茨専ノート 3



図 4-4 茨専ノート 4

4.2 研究科生(東北大学 選鉦製錬研究所)

茨専の 1 年 3 か月は、勉強、運動、自治会活動、夜の勉強等、本当に密度の濃い期間でした。これらのすべてにおいて真剣に取り組んだ結果研究生に選ばれて、1969 年 4 月から更に一年間大学で勉強する機会が与えられました。当時東京の大学では学園紛争が盛んな時期だったため、これを避けて東北大学に受託研究員の資格で派遣されました。研究テーマはイオンマイクロアナライザー(IMA)の定量分析に関する研究でした。IMA については 7 章(7.1)に記しました。

東北大学(選鉦製錬研究所)に国内初の IMA が納入されるのですが、この時は納期の関係で、試作機(中研開発のイオン鏡筒に那珂工場で分析部(MS)を取り付けたもの)が仮納入されました。私の研究テーマは定量分析でしたが、装置の安定性や分析試料の表面状態(真空度)等本質的問題が多く、定量分析には程遠い状態でした。IMA の定量分析は未知の分野であること、大学では指導教授指導技官などは大学紛争対策会議などで多くの時間を費やすのが実情だったため、研究テーマの進展はわずかでした。

したがってこの間、私は IMA 実機の勉強(解体、洗浄、組み立て、実験)をすること。4

畳半のアパートで、荷電粒子と固体相互作用の本(8)(茨専から補助金を受けて購入)を読んだことが成果と言えます。この時期最大の印象はアポロ 11 号が月面着陸した映像をアパートの小型 TV で見たことです。



東北大学選鉱製錬研究所にて

5. 第 2 期国分寺時代

茨専を卒業した後国分寺の中研に戻り、ここでは IMA の研究グループ（田村一二三 リーダ）に入りました。この時 IMA の初期開発は終わり(工場移管済),研究テーマはホローカソード(HC)イオン源と一次イオン分離でした。このうち一次イオン分離は近藤敏郎さんが担当でしたが、私は一次イオン分離装置の本体であるウィーンフィルタの機械設計を担当しました。HC イオン源は私の担当となりました。HC イオン源の開発の前に現在の酸化物を塗布した Pt(白金)陰極をもつデュオプラズマトロン型イオン源(DPT)の組み立て実習から開始しました。この技術は東北大学で経験していたので、それ程問題無く、既存の部品を使って組み立てられました。

イオン源を試作した時これを汎用の MS のイオン源の上部に取り付ければ固体分析に使えるのではないかと気づき、試作、実験した結果、金属のスペクトルが容易に得られました。近藤敏郎さんはこの装置をイオンマイクロアナライザー のマイクロを除去してイオンアナライザーと呼んでいました。イオンアナライザーは製品化しませんでした。このときの経験が後の m-SIMS の開発時に役立ちました。

5.1 ホローカソードイオン源(HC)

HC-DPT については、米国の競合メーカーが使っているということ以外情報はありませんでした。まず真空容器内にホローカソード(パイプ状の陰極)と陽極板を対向させ、この間の距離(放電距離),真空室内の圧力(Ar ガス),印加電圧をパラメータに放電開始を試みました。このとき初めて、放電現象における放電抵抗(安定抵抗)の重要性を知るとともに、放電特性のデータを蓄積しました。また、放電室をガラスで作成して、放電モードを記録(写真)し放電特性との関係を確認しました。

6.中研分室時代(2)

1971 年春から再び那珂工場内の中研分室に転属となりました。今回は研究所と工場の関係をより強化するため、常設の中研分室になっていました。人員は MS 関係者より電子顕微鏡(EM)関係者が多くなりました。このため、私は多くの那珂工場電頭設計者とも知り合いになりました。自動分析関係の方も参加していました。分室長は TEM 分解能の世界記録を持っていた弧田孜さんでした。

私は今回再び MS のグループに戻り、津山さんと共に分室に来ました。中研分室には、速報を書く文化があり、当時まだワープロの無い時代だったので速報を専門に清書する担当者もいました。実験後直ちに速報(手書き)を書いて清書を頼み、速報が数件完成して、その内容によって研究報告に纏め、さらに内容によって社外投稿に進むというシステムでした。

この期間は私にとって最も集中して仕事が出来、しかも 3 つの分野の異なる内容のオリジナル論文を投稿することが出来た充実した期間でした。学会活動でも従来の質量分析学会に加えて、応用物理学会、真空協会、表面科学会 米国質量分析学会などに入会させて頂きました。



中研分室 OB 会

6.1 MS の高分解能化

MS(扇型磁場型)の分解能を調整するときは、イオン源の位置(物点の位置)、磁場(分析計、光学系ではレンズに相当)の位置、コレクタスリット(像点)の位置を MS のピークを記録しながら調整します。この場合イオン源スリット(物点)は円(点)ではなく矩形であるため、結像も矩形をしています。この結像を矩形のコレクタスリットを横切らせ通過した信号でピークを記録します。当時この操作は熟練者でないと素早くできませんでした。

この問題を解決するため、結像部に写真乾板を配置し像の形を記録する仕掛け(装置)を設計し、記録させました。入社当初の、原子核乾板を扱った経験をもとに、真空系内で多段の露光が出来るように、工夫しました。

実験の結果物点は矩形ですが像点は湾曲していることがわかりました。また、像点の上下の幅は中央より広く、形状も乱れていることがわかりました。後に検証した結果湾曲は収差(高次)であること、像の上下の乱れは分析管の上下の表面と接触や反射により生じることがわかりました。この対策として、湾曲コレクタスリット、コレクタ縦スリット(可変)などを導入して分解能を向上させることができました。

質量分析計の高次の収差計算が明らかになるにつれて、上記した湾曲は六重極レンズ(Hexapole Lens)で補正できることがわかり、このレンズ系と上記像点記録装置を組み合わせで湾曲の変化を調べました。Hexapole による像の湾曲補正を直接観察(計測)した例は、これまでになかったため、この結果は学会誌に投稿しました(9)。

6.2 化学電離イオン源

MS の応用は生化学分野に広がってきたところで、よりソフトなイオン化が求められるようになっていました。生化学分野の化合物は、従来の電子衝撃イオン化の際、壊れやすくその分子イオンが検出できないものが多くありました。これに対して、1966 年にアメリカで発表された Munson の論文(化学イオン化法)では、従来ほとんど検出できない、アルコール類の分子イオンが見事に検出されており、研究者の注目を集めるようになっていました。

このイオン源開発の仕事が私のところに回ってきました。Munson の論文の結果を忠実に実現できるように、イオン源、ガス導入系、排気系、などを設計、制作し組み立てて、データをとりました。この結果放電などの困難を克服し Munson と同様のスペクトルがとれるようになりました。早速国内の最良の大先生が結果をチェックするため、来訪するなどして、その場で直ちに製品化の要求をうけました。これらの結果は国内では初めてのものであるため、学会誌に投稿しました(10)。

6.3 ホローカソードイオン源(酸素イオン源)

中央研究所で IMA の高性能化のプロジェクト(半導体開発用検査装置の性能向上)が発足し、中研那珂分室で MS グループに在籍していた私は再び IMA の仕事に戻りました。但し所属は今までと変わらず中研分室のままでした。

IMA 高性能化プロジェクトのテーマは Si 中の不純物の検出感度の向上で、この目的を達成するために、イオン光学系の改良(立体集束化)等多くのサブテーマが設定されました。この中の一つが「酸素ホローカソードイオン源の開発」でした。

このころは研究開発の仕方を大分習得していたので、実験計画に従って、想定される部品を設計制作、調達、機器センターから装置を借りたりして装置をそろえました。もっとも難航したのはカソード材料の選択でした。カソードが高温になるため、カソードの材質に W を用いていましたが、酸素ガスを導入して放電を開始すると、短時間のうちに、イオン源内は黄色い粉で充満してしまいました。W カソードがすべて酸化タングステンに変化していました。それ以来高温で酸化されにくい材料を見つけるのに苦労しました。ニクロ

ム、ニッケル、ステンレス鋼、Pt、酸化物(セラミック)等を試した結果ニクロムやステンレス鋼が使えることがわかりました。電気コンロ(大気中)でニクロム線を使っていることにもっと早く気が付くべきでした。後に製品化した時は、メンテナンス(カソードの汚れやスパッターの程度)や一次イオンの純度なども問題となり、場合によっては Pt が使われることもありました。

カソードの形状、材質 放電抵抗値と放電電圧 放電電流などの関係を求め、次に問題となったのはカソードの冷却でした。HC-DPT は高電圧のカソード部が大気中に露出していることもあり、水冷等循環冷却が難しいので、パワー素子の冷却に用いられている冷媒の自然対流方式などを試みましたが、最終的にはパワー素子に用いられている冷却フィンと空冷の組合せになりました。

ビームの質を評価するエミッタンスの計測方法に新手法を考え、これを用いて実測しました。この方法は新規で研究会などの場で、評価を受けました。以上の内容についても学会誌にオリジナル論文として投稿しました(11)。

中研で取りまとめた IMA の高性能化プロジェクトは目的を達成し、年末には社長技術賞を頂きましたが、私は目的達成に最も貢献したと思われる、酸素イオン源を開発しましたが、受賞者の枠には入りませんでした。当時の土井 4 部長は私に、君が良い仕事をしたことは十分わかっているし評価をしているが今回枠があって受賞者枠に含まれないことを理解してほしい、と言ってくれました。私はこの言葉を今でも鮮明に記憶しています。おそらく、私が現役時代に上長からかけていただいた言葉の中で最も嬉しかったものでした。

7. 那珂工場時代

中研分室である程度実績を残せたので、自己申告で工場転勤を希望しました。当時第 4 部長だった土井さんは、中研にもっと良い仕事(多分半導体関連)があると言いましたが、私は研究成果を製品に生かしたいと言ったら、「そうか」といって認めてくれました。那珂工場では MS 関連、IMA 関連、FIB 関連、設計部門管理、などを担当しましたが、これらの担当は複雑に何回も入れ替わって担当したため、以下本章の記述は時系列的ではなく、担当項目別に記します。

7.1 IMA 開発

中研分室でホローカソードイオン源の開発を行いましたので、工場転勤(IMA 責任者は柴田淳さん)後、最初にこのイオン源の製品化を行いました。イオン源を IMA-2 型イオンマイクロアナライザーに取り付け、酸素イオンビームでイオン化(スパッターリング)出来る装置の出荷を達成しました。酸素イオンを用いることによって、二次イオン生成功率(イールド)は高くなり、この点で他社(ARL)と同等になりました。工場の設計部門では、新製品の開発を行うわけですが、その多くの場合、顧客要求(特別注文)や事故、クレーム処理です。これらの中に、試料微動装置のステップモーター化、新型 IMA 質量分析部の設計制

作(中研より受注)、一次イオン分離装置のクレーム対策、 B^{11+} 付近に現れるゴーストピーク対策、高速中性粒子と信号イオンの分離装置、ホローカソードイオン源の輝度向上などを行った記録があります(1)。

これらの中で、一次イオン分離装置(ウィーンフィルタ:WF)の問題は解決までに多くの時間を要しました。この問題の本質は DPT から出射するイオンの中に高速中性粒子があり、この粒子は当然 WF では分離できないことによる問題でした。これ以後、軸傾斜システム、偏向磁場型一次イオン分離装置などが導入されました。

また特注として半導体向け IMA-FIB、顧客が開発した金属分析ソフトを組み込んだ IMA 等も私が担当のときに出荷した記憶があります。特に IMA-FIB は両機能とも半導体開発現場からの要求があったため期待して納めましたが、FIB の機能を IMA に追加したものであり、加工性能、観察性能とも、FIB 装置(専用機)に比べると不十分な結果となりました。

IMA の競合他社には四重極型質量分析計(QMS を用いた SIMS(Secondary Ion Mass Spectrometer : IMA と同じ))を販売しているところがありました。この低価格製品に対抗できる製品として、M-52(那珂工場の小型 MS)に一次イオン光学系を装着した簡易型 IMA の試作を行い評価しました。性能的にはまずまずの成果が得られましたが、最大の制約事項である原価目標は達成されなかったため、製品化まで進みませんでした。

7.1.1 液体金属イオン源(LMIS または EHD イオン源)

私が 2 回目の IMA 担当になった時に LMIS は特注済で部品は完成し出荷試験の状況でしたが、問題点が非常に多くありました。すなわちイオン放出(起動)が難しい。起動時に Ga が落下することがある。起動しても安定したイオン放出が続かない。このような状況でなかなか出荷できない状態でした。移管元(研究所)の意見も参考に努力しましたが製品として検査合格することはできませんでした。私は試作機のチップをあきらめて市場に出ているあらゆる情報を元にできる限り多くのチップを購入し評価しました。このうち最初に評価したチップ(F 社)は電圧を印加すると直ちに起動し放出イオン電流も安定していました。このチップを採用することにより出荷の責任を果たすことが出来ました。何がこれほど性能の差として現れるのか調査を続けるうちに、このチップに関する論文(手元に残っていない)に到達しました。この論文を調査した結果、問題は開発の出発点(FE チップ)に起因していることが判りました。FE の場合、チップ先端は極力鋭角にして電界強度を高め物点径を小さくしますが、LMIS の場合は 60 度でこれに塗布されている液体金属の先端が電界が印加されたときのみ鋭角になります。チップの線径も FE の場合は極力細くしますが、LMIS の場合はある程度太くして液体金属を保持する必要があります。さらにチップ(W)と Ga は濡れ性(面張力大)が悪いので W 表面に多くの溝(引き抜き溝)を付けて、その溝に Ga の流れ(キャピラリー)を構成し、電界による引く力とキャピラリーの抵抗がバランス良くなるように構築されていました。

以上の経験は後の FIB の開発にも役立つ大きな成果となりました。

7.1.2 深さ方向分析(ディプスプロファイル)

深さ方向分析は IMA の開発において最後まで続けた項目の一つです。ディプスプロファイルの精度向上のために、エレクトリックアパーチャー法(EA 法),制限視野法(FL 法)など、その他の方法を駆使して、Si 中の P³¹ で $\sim 10^{14}$ atoms/cm³ 程度まで得られていました。これらの成果を国際 SIMS 学会で田村さんと発表した思い出があります。モントレーでの学会では、メーカ代表として VIP の接待も行いました。



SIMSVII(モントレー)



SIMSVII 日立 IMA ユーザー接待

ところが競合他社のデータを見ると、これより更に良いデータが発表されていました。

制限視野法の開発に当たっては、その静電レンズ系の軌道を計算表示する手法を研究所に依頼(日研小瀬さん)しこのデータをもとに設計するなどして開発したので自信はありました。それでも他社のデータに及ばない部分があったのはスパッターリングの本質的現象である粒子-固体相互作用(ダイナミック)を解析し補正していない(ソフトウェア)ことによると思います(中研 三谷さんはこの問題について検討を進めていた)。

7.1.3 IMA-3000

前記した深さ方向分析や超高真空技術その他の開発を統合して開発した装置が IMA-3000 です。この装置については解説記事(13)が残っていますのでこれを以下、そのまま、示します。この装置は私が開発リーダーとして、これまでに開発した技術を総動員して纏めたものですが、事情により、最後のモデルとなりました。IMA の開発終了については別項目に記します。

解 説

IMA-3000形日立イオンマイクロアナライザ

HITACHI Model IMA-3000 Ion Micro Analyzer

広瀬 博* 若本 寛* 有馬 義雄*
飛田一政** 間田 博* 田村一二三***

(平成2年10月18日受理)

1. はじめに

イオンマイクロアナライザ(以下、IMAと略称する。)は、すべての元素が分析可能で、しかも感度が高いこと、微小部の分析ができることなどの特長を持っている。しかし、例えば半導体プロセスでの不良解析の分野で要求される最高感度はさらに高く、現装置のそれとの間に差があるのが現状である。特に深さ方向分析の感度向上(軽元素、質量干渉のある元素)と、より微小部でかつ絶縁物の高感度分析などが期待されている。

今回上記期待にこたえるべく日立IMA-3000形イオンマイクロアナライザを開発したので、その概要と特長などについて解説する。

2. IMA-3000の概要

IMA-3000の外観を図1に示す。この装置は本体、電源部、ディスプレイユニット、制御処理ユニットなどから構成されている。図2は本体イオン光学系を示し、この部分はトリプルイオン源、カラム系、制限視野レンズ系、質量分析部、トータルイオンモニタ(TIM)などから構成されており、イオン源部を除く全系統は超高真空対応になっている。この装置の特長は下記のとおりである。

- (1) ホローカソードイオン源、Csイオン源、サイドエントリー-LMIS(Gaイオン源)の3種のイオン源が真空を破らずに切替可能(トリプルイオン源)
- (2) 超高真空排気システムの採用による分析精度の向上
- (3) 制限視野法などの採用による高分解能深さ方向分析の精度向上
- (4) TIMによる極表面、界面などでの実質層のリアルタイム補正と分析条件の設定・分析中の監視

以下、これらの特長について順次記す。

2.1 トリプルイオン源

トリプルイオン源の配置は図2のとおりである。ホローカソードイオン源とCsイオン源は中心軸に対して、それぞれ20度傾斜した位置に配置されており、その切替は磁場の極性切替によって行われる。この磁場は偏向半径0.2m、偏向角20度で、入射面が平行であるため質量分散作用はあるが、収束作用はない。このため、イオンの収束は静電レンズにより行われ、分離アパーチャ上に収束される。磁場



図1 IMA-3000形日立イオンマイクロアナライザ



図2 IMA-3000 イオン光学系

への入射角の調整は偏向電極によって行うことができる。サイドエントリー-LMISは分離アパーチャ下部のイオン光学軸と直角方向から挿入する方式(サイドエントリー方式)で配置されており、ハンドルを回転してGaエミッタを抜き差しすることにより切り換えられる。このLMISは光学系が真

* 株式会社 日立製作所 研究所
** 日立製作所株式会社
*** 日立計測エンジニアリング株式会社 工場

線配置であり、偏肉収差がないこと、常運転時Gaエミッタを用いていることなどにより、収束性がよく、安定に動作することが特長である。

2.2 超高真空排気システム

IMA-3000の真空排気システムを図3に示す。真空ポンプはガスが流入するイオン源部はターボモレキュラーポンプ(TMP1・TMP2)と2段の差動排気。ガスが流入しないMS部はイオンポンプ(IP2・IP3)、試料室はこの中間でTMP(TMP4)とノーブルポンプ(NP)を用いている。試料室のTMPはタンデムTMP(TTMP)を使用し、超高真空に対応している。真空シールは、イオン源-カラム系はバイトンロッキング。その他の部分はすべてメタルガスケットを用いており、ベアリングが可能である。特に、試料室はランプによるインナーベアリングが可能である。試料室内部の部品は、超高真空対応試料移動装置をはじめすべて高温脱ガス後組み立て並着されている。この結果、試料室で 2×10^{-9} Pa以下の圧力を保証している。

2.3 高分解能深さ方向分析の精度向上

本稿では高分解能深さ方向分析の問題点とIMA-3000での対策について記す。高分解能深さ方向分析の模式図を図4に示す。試料はSi中にPが打ち込まれたものを仮定する。この試料に一次イオンビームをX, Yに走査しながら照射すると掘られた穴の断面は底面と側面が現れ、底面は濃度が低く、側面の表層部にP濃度の非常に高い部分が現れる。試料からスパッタされた二次イオンを質量分析計でスペクトルを記録するとm/z31には ^{31}P 、 ^{31}SiH 、 $^{33}\text{SiH}_2$ 、 $^{35}\text{SiH}_3$ が現れ、これらのイオンを分離するための分解能はそれぞれ

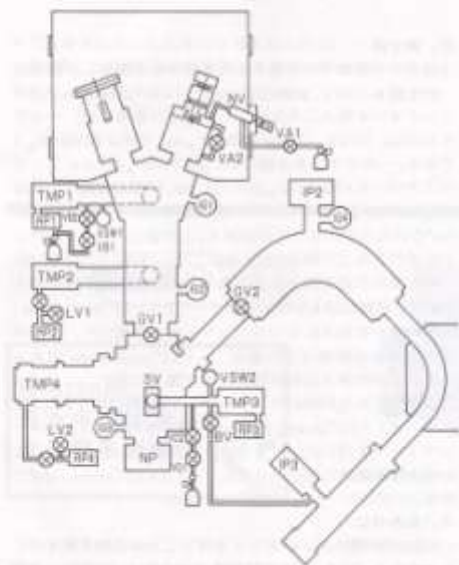


図3 真空排気システム

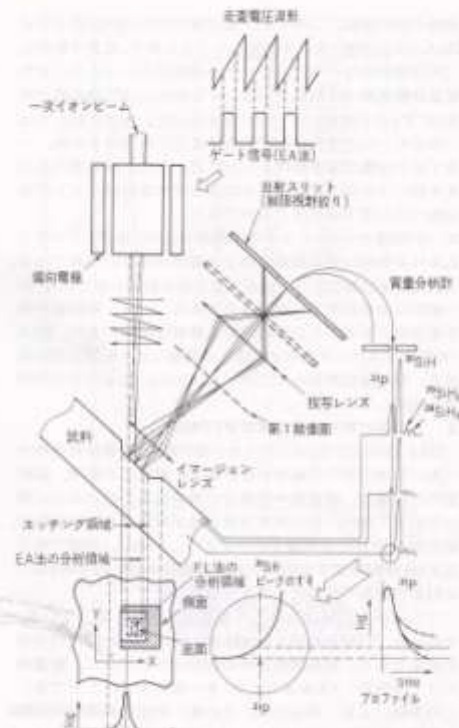


図4 高分解能深さ方向分析

4,000、2,960、3,800である。このスペクトルは図5に示したように表層部では ^{31}P が高く、しだいに ^{31}P はなくなるが、水素付加Siイオンは残る。この場合、 ^{31}P のピークの高さを縦軸に、横軸に時間(深さ)を記録したのが高分解能深さ方向プロファイルとなり、 ^{31}P のピーク値がより高く、ある時間経過後の値が小さいほど分析感度は高いと言える。実際の測定値は下記条件で制限されており、この制限をどう克服するかが問題である。

- (1) 側面部の濃度の高い部分から ^{31}P が検出される。(エッジ効果)
- (2) 質量分解能不足のため ^{31}SiH が検出される。
- (3) 表層の ^{31}P が一次イオンによって打ち込まれたり、スパッタ後、落下や再付着した ^{31}P が検出される。
- (4) エッジ効果を除去するためにIMA-3000ではエレクトリックアパーチャ法(EA法)と制限視野法(PL法)を用いている¹⁾。この理由は、EA法だけでは、一次イオンビームの散乱などによる大きな背景からのバックグラウンドにより、エッジ効果が除去しきれないためである。
- (2) の問題を解決するためには、質量分解能をよくなることと、水素付加イオン自体を減少させる方法が考えられる。IMA-3000では、前者に対しては、制限視野法によるY方

向物点偏の規制。二次イオン加速電圧の1.5倍化(従来形式 IMA-3との比較)などを実施したことにより、質量分析計の二次収差が少なくなり、ピークの切れがよくなった。また、質量分離過程での散乱を少なくするために、MS部の真空度を 10^{-7} Pa台と従来より一けた向上させた。後者に対しては一次イオンに水素化合物が混入すること避けるため、一次イオン分離装置を標準としたこと、また、試料室の真空度を約一けた向上させたことによって水素付加イオンの量は約一けた低下させることができた。

(3) の問題のうち、ノックオン効果により、表層のPが打ち込まれる作用は現状装置設計上は避けられない現象である。この現象を計算によって補正する方法も試みられている²⁾が一般的には使われていないようである。一方、再付着や落下を少なくすることは装置設計上重要な問題であり、IMA-3000ではスパッタ面のすぐ近くに電極などを配置しない構造と、荷電場空間からの二次イオン引出しによってこの問題を解決している。

2. 4 トータルイオンモニタ(TIM)

IMA-3000のTIMは二次イオン像の観察、制限視野条件や一次、二次イオンの融合合わせの確認、測定中の監視、試料面の凹凸補正、極表面や界面での異常現象の補正などに用いられる。特に、上記異常現象の補正の精度を上げるため、補正用のTIM信号は図5に示すように、500 μ s周期で取り込まれ、特定イオンとの取り込み時間差は225 μ sであり、おおよそ同時取り込みとなるよう改良した。

このほか、TIMは次のような重要な機能を持っている。すなわち、TIMを用いて、出射スリットの像をCRTの中央に設定すると、制限視野条件の設定ばかりでなく、装置内のイオン軌道(一次および二次)を一定にすることができ、この方法により、深さ方向、その他の測定の再現性が大幅に改善された。

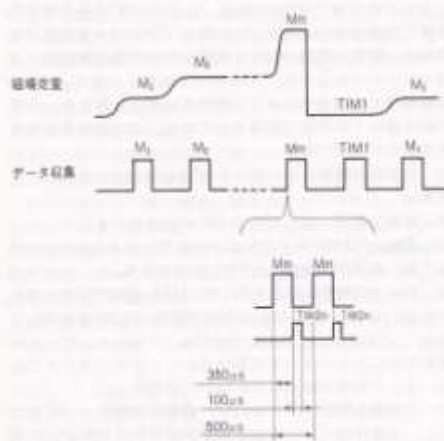


図5 MS、TIM信号のデータタイミング

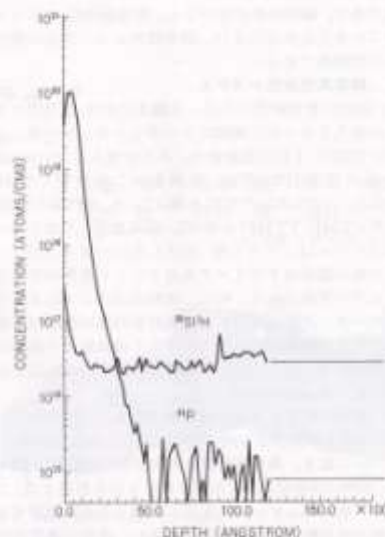


図6 Pをイオン注入したシリコンウェーハでのPの深さ方向濃度分布の測定例
〔一次イオン種: Ca^+ 、エネルギー: 17.5 keV〕
質量分解能: 4,000

3. 測定例

シリコン中のリンの深さ方向濃度分布を測定した結果の一例を図6に示す。試料は50 kVで 1×10^{18} atoms/cm²だけリンイオンを注入したシリコンウェーハを用いた。一次イオンは Ca^+ 、13 kV、スポット径100 μ m、イオン電流0.3 μ Aである。一次イオン走査幅は350 μ m $\times$ 350 μ m、エレクトリックアップバーチャル幅は110 μ m $\times$ 110 μ m、制限視野縦横の幅は50 μ m $\times$ 200 μ mである。リンの検出限界として 10^{17} atoms/cm³台に入っていることがわかる。この値はバックグラウンドの差引きなどの補正(デュー加工)は一切行っていない。

軽元素の代表であるホウ素の深さ方向分布の測定例を図7に示す。試料は50 kVのエネルギーで 2.4×10^{18} atoms/cm²だけイオンを注入したシリコンウェーハを用いた。ホウ素の深さ方向検出限界はこの場合、 5×10^{16} atoms/cm³である。

カーボンの深さ方向分析の一例を図8に示す。ここでは、プロファイルと同時にリストも示した。試料は80 kVのエネルギーで 1×10^{18} atoms/cm²のカーボンを打ち込んだシリコンウェーハを用いた。一次イオンは同様に Ca^+ を用いた。この場合検出限界は同図のリストから 2.4×10^{17} atoms/cm³である。

4. おわりに

IMAで再現性のよいデータを得ることは経験を要することであるが、IMA-3000のTIM法はこの助けになることを確信している。また高安定LMSは、微小部の分析と観察に加

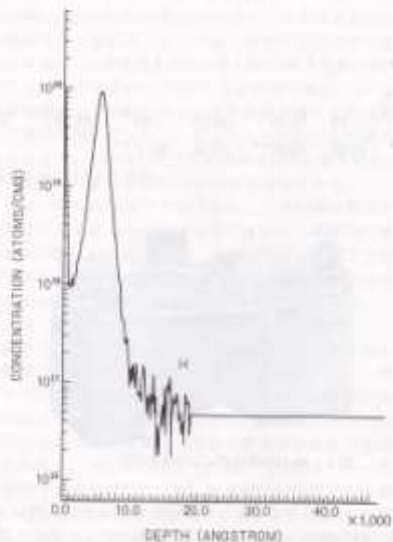


図7 水素をイオン注入したSiウェーハでのHの深さ方向分布測定例

一次イオン種: Ca , エネルギー: 17.5 keV, ビーム電流: 400 nA, ビーム径: 100 μm , 走査範囲: 350 $\mu\text{m} \times 350 \mu\text{m}$, 制限視野倍率: 200 $\mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$, エレクトリックアパーチャ径: 110 $\mu\text{m} \times 110 \mu\text{m}$

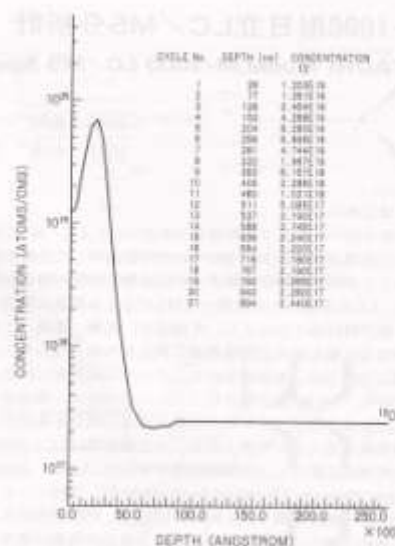


図8 Cイオン注入したSiウェーハでの深さ方向分布測定例

一次イオン種: Ca , エネルギー: 17.5 keV, ビーム電流: 300 nA, ビーム径: 200 μm , 走査範囲: 230 $\mu\text{m} \times 230 \mu\text{m}$, 制限視野倍率: 200 $\mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$, エレクトリックアパーチャ径: 73 $\mu\text{m} \times 73 \mu\text{m}$

えて、将来加工にも応用できると思われる。

最後に、このIMA-3000を用いて多くの研究成果が発表されることを期待する。

参考文献

- 1) 相村一二三, 池田義紀, 佐谷弘幸, 岡田 博, 岩本 寛, 広瀬 博, および志知広康: HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS, 22: 3073-3077(1990)
- 2) 三谷美介: 質量分析, 31 No. 4, 297-300(1985)

製品紹介

S-6180形 日立半導体測長用 走査電子顕微鏡を発売

半導体デバイスは、パターン寸法のサブ μm 化が進んでいます。微細化と並行して、ウェーハ寸法においては大口



径化が進行中であり、8インチの導入が活発化しつつあります。当社では既に、8インチウェーハ対応のULSI外観寸法評価装置として「S-7080形」を発売し、主として研究・開発ラインで使われてきました。

量産ラインにおいても8インチ対応として従来より好評を得ている「S-6100形」の基本機能をそのまま継承しつつ、今回、8インチ対応の「半導体測長用走査電子顕微鏡 S-6180形」を発売致しました。

＜特長＞

1. 8インチウェーハ対応
2. 8 nmの高分解能により64 MビットDRAMクラスのデバイスにも対応。
3. インライン評価のための「TVスキャン静止画像方式」「ミニマムドーズシステム」等を装備。
4. S-6100形の基本方式を継承したプログラム体系。 (古屋寿宏 記)

7.1.4 IMA 開発終了

私は IMA の開発に初期段階から参加させていただき、いろいろの開発を渡り歩いたのちに IMA 開発の終了時にはその開発グループの責任者でした。このため製品開発終了のいきさつについて記します。

既に前節までに記したように IMA は非常に多くの項目について多くの技術者研究者が開発を行ってその技術を結集して IMA-3000 を開発しました。この装置の性能は他社と比較しても遜色ないものと自負しておりますが、私の見解では、唯一深さ方向分析のダイナミックレンジに於いて負けていることがありました。深さ方向分析については、ハード的には考えられるすべての技術を取り入れたと考えていますが、唯一固体内におけるダイナミックなミキシング効果等については未対策でした。この問題はハード的に解決することはできないと判断したため、出力の補正ソフトを導入する必要がありました。

また、多くの開発を積み重ねたため装置は複雑になり、製造原価も積み重なってしまいました。これらを解決するために、次の新製品の開発を計画しましたがここで 2 つの問題点がありました。すなわち

- (1) ソフト開発グループのパワーが他の開発計画と競合して充当の見込みが立たない
- (2) ハード開発グループに対して FIB 開発の要請が強くなってきた
- (3) FIB の応用には本命の半導体開発ツールの他に TEM/SEM 試料の前処理も期待されていたので、二者択一(IMA か FIB)の場合は IMA を犠牲にせざるを得ない。

上記状況を考えて苦渋の決断をしました。

7.2 質量分析計(MS)開発

那珂工場では IMA 開発から MS 開発グループに移ったのは、M-80 形二重集束質量分析計の開発プロジェクト(田島英司 PL)のメンバーとして声を掛けられた時からでした。私はこのときもイオン源の設計担当でした。従来の基本形を大幅に変更して各種イオン化法をイオン化室(チャンバー)を交換することによって可能とする方式にしました(多機能イオン源の開発)。また直接試料導入装置(DI)部も大幅に改良しプローブを交換することで FD(FI)にも対応できるように改良しました。

また、本体イオン光学部には田谷俊陸さん設計(計算)による、立体二次二重集束系が取り入れられました。この装置の開発と前後して、各種ソフトイオン化の手法が開発され、さらに、不揮発性生体関連物質のイオン化法なども開発されたので、これらを取り入れた M-80A 型質量分析計を開発しました。M-80 は日経 10 大新製品賞を m-SIMS(M-80A)は IR-100 に選定され、RMU-6 シリーズ以来の MS グループの好調期でした。

これらの拡販のため海外(旧ソ連 モスクワ)の展示会などに行かせていただいた良い思い出もあります。ハワイの国際 MS 学会にも参加させて頂きました。

M-80 には、その後開発された LC インターフェイスを取り付けて M-08B を発売しました。M-2000 は私が開発責任者として取り組んだ装置で、これまでになかったオートチューン機能を搭載しました。この他に生体用大型質量分析計(M-4000)は、イオン光学系の設計(大阪大学松田久先生指導)を担当しました。松田先生提案の簡易型マスの開発も実施しましたが、設計制約である原価目標が達成できなかったため、私(開発リーダー)の提案で、製品化をあきらめました。私が関係した MS に関する開発はここまでです。



モスクワ科学機器展（展示 測定デモ）



国内 MS 学会(懇親会)

7.2.1 イオン化法(ソフトイオン化)と試料導入法

MS 開発の主要項目は①分解能②感度③マスレンジ④イオン化法と言えます。このうちイオン化法は分析試料に最適な方法が次々と開発されました。私が入社した時には、電子衝撃イオン化(EI:気体)、表面電離イオン化(SI:固体粉末)、スパークイオン化(固体)、などが使われていました。その後ソフトイオン化のスタートとして CI 法、CI/EI、FD 法、m-SIMS 法、API 法などが開発されました。私はこれらの方法のすべてにおいて製品化(設計)を担当しました。

CI 法の開発については 6.2 節に記しました。この製品化は望月康平さんが主に行いました。ソフトイオン化については神原さんの「質量分析用ソフトイオン化法から LC/MS へ」に解説があります(14)。

7.2.1.1 FD 法

FD 法に使うエミッターは中研で神原秀記さんが制作に成功していたので、その技術を導入しました。FD エミッターは 0.1mm 径の W ワイヤの径方向にカーボン(C)の樹枝状結晶を成長(C_6H_5CN 雰囲気中)させたものですが、これの制作時間が非常に長いことが問題でした。当初制作効率が非常に悪く、成長処理の途中で装置から出して顕微鏡で観察し、再び成長チャンバーに戻す作業の連続でした。ヒバの葉のような樹枝状の結晶が成長しますが、この模様が夢の中まで現れました。また制作過程で W ワイヤ を水素ガス中で還元する作業がありますが、誤操作でこのガスを爆発させてしまったこともありました。

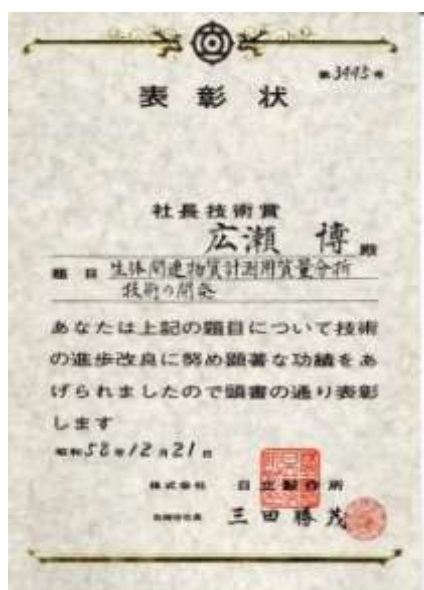
この制作時間を短縮する方法としてシリコン(Si)エミッターが大阪大学で開発されたので、このエミッターも製品化実験を行い作成できるようになりました。Si エミッターは W ワイヤ 上に Amorphous Silicon Whisker(ASW)を成長させるのですが、この場合もモノシランガス(SiH_4)を排気させるとき、RP から炎を出してしまった失敗の記憶があります。FD 法は難揮発性物質のイオン化用に開発され、市場で使われましたが、その後 m-SIMS など、その他のソフトイオン化法が実用化されたことにより、使われなくなりました。

7.2.1.2 m-SIMS

高速中性粒子をグリセリンに溶かした試料に照射すると難揮発性の生体高分子がイオン化できるという情報があり、中研神原さんは直ちに実験を開始します。私は過去に IMA 関連でイオンアナライザーなるものを試作した経験があったため、その経験を生かして、このイオン源を試作し、1 台を神原さんの研究用に、もう 1 台は工場で神原さんの結果を追試(確認)する体制で進めました。私たちは中性粒子ではなくイオンを使用し、難揮発性の生体試料が上手く測定できることを実証し神原さんはこれを m-SIMS と命名し発表しました。これまで測定できなかった難揮発性で不安定(Labile)な物質が見事に測定できました。微生物化学研究所から宿題として預かった VitamineB16 も神原さんが難なく成功(測定)させ、本物であることが認知されました。このスペクトルは日立の MS 広告にも使われました。さらに、難しい試料を測定するために、一次イオンを Ar から Xe に変更したり、グリセリンの代りになる添加物を試みる等しながら次々とデーターを重ね、神原さんを中心に学会や研究会に発表しました。また日立独自のデーター集を何回も発行した記憶があります。この m-SIMS 技術は IR-100 に選定され、また社内では社長技術賞(中研提案)を受賞しました。これに関連した記事は神原さんの「質量分析用ソフトイオン化法から LC/MS へ」(14)に解説があります。



IR100 受賞記念品
(神原さんから頂く)



社長技術賞(中研提案)

m-SIMS 法を用いてさらに大きな分子量の試料のスペクトルを得るためには、更なる大型質量分析計が必要でした。この目的のため中研では大型生体試料分析用質量分析計の研究予算が認可されました。私はこの質量分析計の設計を担当しました。大きな質量の分子を測定するためには、マスレンジが大きいだけでなく、感度も最適にする必要があり、この

7.2.1.3 API 法

API-MS 法は中研神原さんが考案したもので(14)当初は極微量ガス分析装置として注目されました。種々の事情により製品化(API-QMS)は那珂工場ではなく、半導体設備関連の工場で行われ、半導体製造ラインの大気中不純物の分析等(モニタ)に使われました。この製品化の担当は神原グループの三井さんでした。国内の計量研究所からの紹介で中国から API-Sector-MS の特注が(那珂工場に)入り、私は三井さんに教えてもらいながらシステム取り纏めを行って輸出したことがありました。

那珂工場で本格的に API を取り入れたのは、その後の LC/MS のイオン化(インターフェイス)のときでした。LC/MS についても私は神原さんの研究に工場側としてモノづくりを担当すると同時に、同じものを工場に設置して並行実験をする形で進めました。LC-MS すなわち LC(液体)から MS(気体)にする方法は、当初超音波振動子による気化(日研の宮城さんの先行研究あり)を用いて、その気体を API 法でイオン化する方法を試みましたが、寿命の点等で問題がありました。その後、神原研究室のメンバーになった坂入さんが中心となって加熱パイプで霧化し API に導く方式を試したところ、うまくいくことが分かったので、私は直ちに製品試作をしました。M-80 シリーズ MS のオプションとして LC-API インターフェイスを発表したところ、国内の大学から第 1 号の受注があり、私はその据え付けまで行いました。

LC-MS は未だ開発途上であったため、国内の大学から共同研究の申し入れがあり、私は工場側の窓口となって、研究室に LC-API-Sector-MS の据え付けと実験の手伝いをしました。このときは排気系(API 中間圧力部)の放電対策に苦慮した記憶があります。当初放電に耐える長さの絶縁物配管(クリスタルホース)を設置しましたが、条件により火花が走ります。いろいろ実験した結果、最終的には放電抑制器(20 段メッシュ電極)とクリスタルホースに電圧を分割することで放電を防止しました。

大学と共同研究を進めている途中で、私は管理担当になり、私の LC-API の開発はここで終了となりました。

7.2.1.4 Hyphenated instrument (二つの装置を組み合わせた装置)

私が関係した Hyphenated instrument(HI)は GC-MS,LC-MS,MS-MS,などです。GC,LC,等、MS 以外の分野の知識は、直接専門家(鴈野さん等)にお伺いすることもありましたが、そのほかに常設の勉強会組織を作り、知識の習得を図りました。この勉強会は、各メンバーの自宅を巡回して行ったり、温泉などの施設等で行いました。



MS グループ 勉強会(GC,LC,イオン光学等)

(1)GC-MS

GC-MS の GC は当初 MS 専用のものが開発されていましたがその後自社の GC を装着したものが発売されました。当初はゴーレイカラムが使われており、日立のそれが好評だったため、この場合、インターフェース(ジェットセパレーター)の性能が主問題でした。カラムがキャピラリーになると、他社のものが MS 用には良いとの指摘を受けて、他社の GC を装着(オプション)することもありました(直接導入のためインターフェースは不要)。

GC-MS の GC は MS の前処理装置(MS は混合物の分離機能がない)として位置づけられていますが、MS を GC の検出器(MS の検出感度が高い)とした装置の開発も提案されましたが、私の現役時代には実現しませんでした。

(2)LC-MS

LC-MS の開発については API の項に記した通りですが、この時の LC は日立製が好評であったため、最初から社内のもので使いました。しかしながら、その性能等について、私はほとんど理解していないので(鴈野さんの講義は受けましたが)、ノータッチでした。

(3)MS-MS

MS-MS は最初の MS で分離機能を行い、次の場(電場)でスペクトルを記録し分子量や分子構造を決定するためのものです。私が現役時代の MS-MS は Sector タイプ(E,B,E)であり、とても大がかりでコストも高いので、特注で出荷しましたが普及はしませんでした(B,E でも可能であるが分解能が低い)。これとほとんど同じ機能を持つものにリンクドスキャンがありました。こちらは単独の MS で場(電場と磁場)を特別な関係(B/E,B²/E 一定)して走査する方法で、MS の制御が CPU 化された以後は、多く市場に出たと思います。

(4)その他の HI

その他の HI として ICP-MS の検討も行いましたが、私は MS 開発者として、ICP 関係者の相談に乗った程度で、自分では試作も行いませんでした。GC-MS の場合も ICP-MS の場合も、分析側の人は真空系の設計に関する疑問が多いようでした。私の担当していた時

代 MS はセクター型(大型、原価高)が主流であり、MS を GC,LC,ICP などの検出器とすることは不都合でした。MS を検出器と考える、ICP-MS 等はその後、QMS や 3DQMS に連結され発売されました。

その他の HI 的製品としては TLC-MS, TLC-m-SIMS などの特殊装置の要求もあり、これに対処した記憶があります。私どもの顧客(中川有造さん)は特殊な TLCS(thin-layer chromatography stick)を考案しこれを MS の直接導入部で Scanning させたり、分離後のステックを切断して m-SIMS で測定する方法などを考案しました。TLCS を切断しないで移動させながら m-SIMS で測定する方法(Scanning m-SIMS)も試作しました。

そのほかにもインビーム(IB)-EI,IB-CI 等新しい分析方法が次々と発表され、その都度メーカーに試作の打診が届き、これに対応する大変な時代でした。



MS 学会にて VIP と懇談



質量分析学会にて

7.3 FIB (Focused Ion Beam instrument)

FIB の開発状況は日立電子顕微鏡の半世紀の中で「集束イオンビーム装置の開発」という題で報告してありますので、ここではそれをそのまま掲示することとします(図 7.3.1)。

開発の取り纏めは私が行いましたが、全体の仕様は石谷さん制御系の取り纏めは大西さん、電源部取り纏めは岩本さん、ソフトウェアの取り纏めは服部さん、ハードの設計は有馬さんで推進しました。プロジェクトの後半には小型装置の開発も並行して行い、これの

取り纏めは小池英巳さんが行いました。私は全体取り纏めの他にイオン源部の設計を担当しました。このとき、エミッターはIMAのときの経験からF社のものを採用しました。他社の技術を核心部分に使うことは将来これによって足をすくわれる可能性があるので、開発途中で自社開発をスタートさせました。

集束イオンビーム装置の開発



1994年7月FIB-2000形出荷式

広瀬 博

1992年3月、日立最初の集束イオンビーム装置(FIB)製品開発は認可され、このプロジェクトリーダーをやらせて頂く幸運に恵まれました。これまで質量分析計開発、設計管理、イオンマイクロアナライザ開発を経験し、現在又管理を担当しております。FIB開発では、開発に着手するまでの思い出が多いので、ここでは、開発に至るまでの様子を中心に記すことにします。FIBは過去2回の開発チャンスがありました。最初は1985~'86年(デセ)からLSI配線修正装置の開発要請がありました。しかしながら(珂)はこれを受ける力がなくお断りせざるを得ませんでした。このため(デセ)は苦勞して開発相手を探し最終的にMicron社(以下M社)、(生研)と共同開発の形で目的を達成し高い評価を受けました。この時M社と日立は「日立が3年半の間FIBビジネスに参入しない」という内容の覚書を交わさざるを得ませんでした。その後我々に対するFIB開発の要請は急速に高まって来ましたが、この覚書が開発除外要因の一つとなりました。

1989年11月に斉藤部長から急遽(デセ)に設置されているM社FIBの見学を命じられ、小生と中泉さんで見学に行きました。その目的はM社から申し込まれていた共同開発の提案に対する判断材料を得る為でした。そこで我々が見た装置は昼夜自動加工が出来るほど完成度が高いもので小生は大きな衝撃を受けました。丁度開発力不足に苦慮していた折りだけに共同開発に前向きの出張報告を書きました。後で考えたときこの時の衝撃力がFIB開発の原動力になったような気がします。その後小生は電磁グループの一員として光装設部に移籍となりました。このため約半年の間FIBの調査などは服部さんと菰田大先輩の二人で進めました。半年後に小生はIMAグループごと電装設計に戻してもらいました。IMAとMSでは戦略の違いがあり比較的容易に異動出来ました。M社との共同開発はM社の技術幹部が(珂)を訪問して技術討論をするまで進展していました。彼らの目標スペックの高さ、目標原価の低さ、営業部門とマーケティング

ング力の強さに驚きました。一方共同開発の契約は、本来最初にあるべきですが、この場合技術討議の後進いで進めました。神田さんが原案をつくっては本社経由でM社に出しました。最終的にM社は日本市場に固執したため、共同開発は棚上げとなりました。われわれはここで独自開発を決断せざるを得ませんでした。

独自開発は当時のIMAグループの力では到底及ばないため(中研)の全面的指導で開発する必要がありました。このためIMAの新規開発を凍結してFIB開発に取り組むこととしましたが「開発凍結」は、これまでIMAの開発に全力を傾けてきた方々に「相済みない」気持ちで一杯で、IMA開発関係者の顔が何度も浮かんでくるほど大きな決断でした。年明けただちに有馬さんを(中研)に派遣して(中研)のカラム系の図面と実物を確かめて(別)の図面にしました。研究所から優秀な人材も欲しいと思いきなり前から打診もしておりました。運良くこの年の2月の異動で石谷さん大西さんの二人が(計)に転勤となりました。この時点で初めてFIBの製品化は出来ると確信しました。その後イオンカラムを先発作製し、S-7000形SEM試料室の上に乗せ、大西さんが転勤時移管した制御部を用いて加工出来る装置を試作しました。石谷さんが実験や加工をどんどん進めました。当時最先端64MDRAMのホール部(0.3ミクロン)が空洞の底面を平坦に保ったまま断面加工が出来ました。市販のどの装置でも加工できないと(デセ)から絶賛されました。また当時最先端技術であったTEM試料加工でも素晴らしい加工が出来ました。これより先の一番最初にTEMの試料を加工をした時の思い出があります。FIB加工後テクノの上野さんにTEM像を撮影してもらい引伸ばしを日立市の写真店に出しました。写真の仕上がりが週末、入手は月曜日との回答でしたが、小生は待ちきれず往復タクシーで取りに行きました。後で出張料の監査があり、この件を追求められました

が、あの時の興奮は自分だけの秘密にしておきたかったため、必要があったからだと思ってしまう。当時管理主任だった故藤原さんに申し訳ないことをしたと思います。この時の機能試作が製品試作の大きな自信となったことは申すまでもありません。ところが開発計画はなかなか出来ませんでした。後発で市場に参入して、しかもシェアを急速に立ち上げるシナリオを作るのに約半年かかりました。大型か小型かSEM付か否か特長を何にするか等について社内外半導体事業所を訪問して意見を聞きました。ようやく計画書を出しましたが次の試練が待っていました。最初は売上高が1億円程度では不足で10億円/月は目標にしたいとの指示でした。法外な数値とは思いましたが、当時本社勤務だった野村さんとその可能性の調査に回りました。半導体量産ラインではガリウム汚染の問題がありFIBの適用は無理でした。LCDの欠陥救済はレーザーで十分とのことでした。磁気ヘッド加工などのマイクロファブの話もありましたがまだまだ先のことで、結局FIBの応用は不良解析が主であることに変わりはなく、量産機としての展開はありませんでした。社内のデバイス部会にFIB小委員会があり、そこでは随分貴重な意見と激励をいただきました。日立総合力の大きさを改めて実感しました。売上高の問題は幹部にも理解して頂きましたが、次の問題がソフト開発体制でした。UNIX経験者を含めて開発組織、環境が不十分との指摘をいただき、この対策に何日も費やしました。しかしこの点ではやや不十分のままスタートせざるを得ませんでした。最終的に開発認可をいただいたのが冒頭に記した1992年3月で(デセ)の機械を見学してから実に2年4ヶ月後のことでした。この様にFIBの開発着手までは大変大きく遠回りをしました。しかしながら、今思うと、遠回りした総ての事が皆必要で通らなければならなかった過程であったように感じるのが不思議です。

7.4 管理担当

私は前後2回管理担当(管理課長)を任命されました。最初はLC-MSの開発過程で、大学との共同研究を進めていた時でした。管理担当を2年(4期)担当した後、IMAの開発のため、IMAの責任者として再び開発担当となりました。IMAの問題を処理し、その後取り組んだFIBの開発も終了した時、再び管理課長に任命され、その後は日立サイエンスに転勤になるまで担当しました。

会社の設計部はプロフィットセンターとなっており、各設計部は個別の会社と同様の機能を持っていました。このため管理担当は、予算、決算、人員、労務、安全衛生、環境、

その他法制 など部の窓口となり、部内では製品担当の主任技師を始め、全員に号令する役目であり、ずいぶん偉くなったような錯覚に陥りました。

最初の管理課長時代は管理と生産設計部門を管掌しており、その権限は巨大でした。これは前任者の木村力さんの実力でそのようになっていました。このため当時推進していたTEMの中国との合作も引継しましたが、これは私の力の及ばない部分で、窓口はTEMの担当者をお願いしました。生産設計部門も、設計者は開発から生産すべての実務を掌握している必要があると考え、次の職制改正時に提案して生産設計部門は開発部門に戻しました。

管理担当の大きな仕事として、月次業績、安全衛生、交通安全 法令改正などの事項を部内に徹底することがあり、これは毎週朝礼時にパワーポイントを用いて行いました。不

景気で受注売り上げが少ないときは、原価低減活動だけでなく、部門の人員対策まで担当になります。自部門で負担できない人員を営業等外部に派遣した場合など、派遣先に慰問に出かける等、小会社の社長がやるようなことまで経験しました。一方景気が良く予算を大幅達成したとき等は皆が尊敬してくるので鼻高々でした。

2回目の管理担当時代は、CD-SEM,FE-SEM等世界トップシェア製品が多数育っており、これらを中心に、業績は絶好調でした。また、悲しい出来事として管理係主任を死亡により失うということがありました。

管理部門の仕事をやらせていただいたおかげで、会社のことが真に理解でき、本当に良かったと思っています。



那珂工場（管理担当）



CDSEM を中心に高業績

7.5 営業支援活動

私が営業部門の方と一緒に顧客を訪問する目的は①特別の御要求やニーズをお聞きする場合 ②開発した新製品新技術を顧客(営業)に説明する場合がほとんどでした。私の場合、②のケースが多かったのですが、この時営業の方は、新製品のポイントを聞き分けて、次第に製造元を呼ばないで、営業活動を拡大していきます。商談が進展している場合は、デモ結果の説明なども含まれることがありました。この場合、特に優秀な営業マンは、デモ内容が十分でない場合も含めて、あらゆる顧客の要求(期待)ポイントを理解して商談を有利に進めます。私はこれらの活動を通して、商売における営業技術の重要(重大)性を勉強しました。

管理担当時代には予算会議と称して全国(営業所)を回り、当部の新製品開発、発売計画を説明する機会も得ました。その他、学会、研究会、展示会 などの活動にも多く参加しました。

8. 日立製作所退職後(日立サイエンスシステムズ)

定年退職2年前に日立製作所から日立サイエンスシステムズ(現在は日立ハイテクと合併)の電子装置部に転属となりました。ここでは小型 SEM(Hi-SEM)や SEM 周辺装置、那珂工場の電子装置(TEM,FE-SEM、EB)の一部の設計、生産、大学などからの共同研究の窓口の役割等を果たしていました。社長の齋藤尚武さん(前職場でも私の上長)は、外部の力を使って、新規事業を積極的に取り込む方針で、私の時代にもいくつかの共同研究プロジェクトがありました。共同研究はそれぞれのリーダー(主に藤井和博さん)が責任を持って進めていたので、私の運営にはそれほど負担を感じませんでした。



共同研究(SEM 関連)



共同研究(半導体関連)

汎用 SEM の中国生産も前部長(泉榮一さん)から引き継ぎ、何回も中国に出張しました。また、新規開発についても、工場時代に何度か経験しているのでそれ程負担は感じませんでした。私の担当時代に2つの大きな開発をスタートさせました。

Hi-SEM の新モデルの開発(リーダー伊東祐博さん)について従来の排気ポンプ(DP)をTMP に変えるなど、当時としては思い切った方針で進めました。開発体制は Hi-SEM グループ内で対応できました。



技師懇談会(HS)



中国共同開発(KYKY)

超小型 SEM の開発が営業部門からあった時には、前記 Hi-SEM の開発と重なってしまったので、開発の時期を遅らせようとしたが、齋藤社長と営業部門の約束ということで並行開発を進めました。開発体制として計画段階からの取り纏め者(富澤淳一郎さん)以外には用意できなかったもので、自部門の他製品グループからシフトを行うとともに、電子顕微鏡の大先輩の勝田禎治さんに技術指導をお願いしました。また、デザインは、デザイン研究所に依頼しました。

この両機種の開発とも、私の仕事は、最初の体制と基本方針を決めた程度でしたが、両開発製品とも、素晴らしい製品として纏められました。

9 定年退職後

9.1 技術指導契約

日立サイエンスシステムズを定年退職した後、技術指導契約で働く機会を得ました。この間は主に(1)シミュレーション、(2)cross section polisher(CP)の開発、(3)若手育成でその内容はすべて参考文献(2)(3)に纏めてあります。

シミュレーションに使用したソフトは(1)SIMION(2)ANSYS ED (3)ELF/MAGIC を用いてこれまでに扱ってきた製品(SEM,MS,の軌道、荷電粒子源、レンズ、偏向器など)の軌道を計算し、軌道から製品設計をする試みを提案しました。SIMION については社内でシミュレーション講座(2)も開きました。

CP の開発は私が現役時代に、イオン源を多く扱ってきたこともあり、この開発は自分で実験設備の設計から実験製品設計図の作成まで行いました。組図を簡易 CAD で仕上げると、このデータを用いて(直ちに)武藤さんが 3DCAD で部品図を作成して制作手配をしてくれました。私は入社以来経験してきた実験解析技術などを再びここで、実行することが出来ました。しかも、OB のため会社の雑用もなく、さらに新規に修得したシミュレーション技術も相まって、開発はうまくいったと思っています。特に CP のイオン源(ペニング型)はシミュレーションによって、イオンが電極に衝突しにくい構造にしたことで、クリーニングの間隔を長くすることが出来ました。CP は試料をスパッターして加工するものですが、スパッターは IMA や FIB の基本原理(現象)であり、これのシミュレーションソフト(SRIM®)の活用などについても、経験が役立ちました。

(3)の若手教育は技術指導契約の後半になって、契約内容を明記するためのものであり、特別に教材を作成して行うのではなく日常の業務でわからないこと疑問点などを受付けて、この回答を報告書(2)(3)に纏めたり、事故解析をしたり、または若手の報告書自体をチェックすることなどが中心でした。

9.2 サンデー毎日

2008 年 9 月に完全フリーになって以来、テニス中心に生活してきましたが、ある日 NNS(なかネットワークシステム)コーディネーター養成講座の案内を目にし、これを受講しました。この結果 NNS 認定コーディネーターに登録されましたが、一度もその仕事をしたことはありません。同時に受講した者の中で最高齢だったため、遠慮した面もありました。そんな中でも、約 1 年後に、NNS から紹介を受けて、茨城県県庁外郭団体でコーディネーター的仕事をするべく、書類を提出し面接も済ませましたが、丁度その晩に、妻が脳溢血で病院に運ばれました。NNS と面接先の方に事情を説明し、仕事は取りやめとしました。神様が外で働くのは止めなさいと言っているような気がしました。しかしながら、私はこれによって、料理、洗濯、ごみ出しなどの家事の仕事をする事となりました。特に料理は創作性があって、農作業と同様に楽しいものです。また自分で食事を作る(現在は妻の回復により、夕食は週 2 日)または用意することになったため、その後始めた炭水化物制限食はなんの問題もなく開始できました。

その後は茨城県シニアテニス連盟の事務局長の仕事を引き受けたため、他の仕事に興味を示す暇も無くなりました。

完全退職後に何回か岡本会という名前の集まりに参加しました。これは日立中央研究所の MS グループの会(纏め役三谷さん)ですが、岡本さんが亡くなったので終わりにしました。那珂工場時代の会として、那珂 4 人会(齋藤尚武さん、中泉泰さん、羽崎榮市さん(纏め役)、と小生)とマスおじんの会(MS 関係者 OB の集まり、纏め役中川勝博さん)があり、これは現在も続けています。



NNS コーディネーター
養成講座終了証



岡本会(2008 年)



マスおじんの会(2016)

10 荷電粒子光学

私は入社直後から定年退職後の技術指導契約終了時まで常に荷電粒子光学と付き合ってきました。このため、荷電粒子光学の章は最後に配置しました。

まず最初は単収束セクター磁場(理想場:単収束磁場のみの集束)でしたが、これは幾何光学で

求められます。すなわち直線の方程式、直線と直線の交点の座標と角度、磁場内の円軌道、等高等学校の数学の知識で解けるのですが、式を展開する過程でテーラー展開と一次近似が出てきます。私はこの時点でこの知識がなかったので、これが最初の難関でした。

つぎは二重集束ですが、セクター電場(理想場)で集束させたのち再びセクター磁場で集束させるので二重集束と言いますが、軌道を計算するのは幾何光学で解けます。この場合電場で生じる速度収差を磁場でちょうど帳消しにするように配置します(1)。

以上の光学系では、電磁界の偏向方向(X-Y 面)と直角方向すなわち Z 方向の集束性は考慮してありません。Z 方向の集束力は磁場では傾斜磁場または斜め入射または端縁場(張出磁場)などによって、電場ではトロイダル電場(湾曲電界)等によって得られます。これらの計算は大阪大学の松田研究室を中心にして解析されました。日立からは田谷さんが国内留学の形で松田研から技術導入(CPU プログラムを含む)をしました。当時の計算は命令をカードに打ち込み、計算機室に持ち込んで、計算結果を待つというものでした。これらの方法で立体集束 MS を備えた IMA や M-80 形 MS が開発されました。その後松田研では任意形状の電磁場の組合せとマルチポール場も組み合わせた光学系(3 次収差)を確立(プログラム名 TRIO:FORTRAN)し、その後パソコンの計算プログラムまで発表しました。私はこのプログラムを直ちに PC に入力し、松田先生の御指導を受けながら使えるようにしました。M-2000, IMA-3000, M-4000 などはずべてこれを用いて設計しました。また、元の論文の式は解くのが難解でしたが、長い時間をかけて何とか理解し、報告書(1)に纏めました。

MS の光学系は軸に対して非対称ですが、IMA や SEM などのカラム系の光学系は軸対称系で、これらの集束系の軌道計算も自己の学習として機会あるごとに計算を試みました。軌道を計算する場合、まず場の運動方程式を作る必要がありますが、これを導くためにポテンシャルを求める必要があります。この場合の教科書として大阪大学の裏先生の本がありましたが、これも初めから手計算して確認しました。ポテンシャルをべき級数展開して、ラプラスの方程式や対称条件を満たすように丹念に計算すると求められました(3)。

定年退職してから技術指導契約のときになって、SIMION というプログラムを入手し、これによって、今まで計算により求めた場について軌道を確認することが出来ました。特に磁界中で荷電粒子が回転する様子は式からだけでは理解しにくく荷電粒子光学系の学習の集大成として役立ちました(2)(3)。

11. おわりに

入社から 54 年、完全離職から 13 年経過した今(2016 年)自分の仕事について記してみました。幸いこの間に会った人は皆良い方で、私を指導してくれました。特に自分を評価して使ってくれた人には好印象で、そうでない人は好印象でない人もおりましたが、それは人間の感情として当然とも考えられます。なお、本文は昔のことを思い出しながら記したものであり、事実との違いや名前などの誤記がありました場合には、ご容赦くださるようお願いします。

私は現在、厚生年金に加え企業年金の受給により、何不自由ない生活を続けています。日立製作所は本当に良い会社でした。この会社で働けたことを感謝しております。ありがとうございました。



退職時に頂いたバッジ(タイピンに装着)

2016 年 9 月 29 改定

参考文献

- (1) 廣瀬; 自分の四十年史 1962-2003(非公開)
- (2) 廣瀬; 2003～2007 報告書集(契約先に報告済 製本版は非公開)
- (3) 廣瀬; 2007～2008 報告書集(契約先に報告済 製本版は非公開)
- (4) 廣瀬; 私のスポーツ歴(<http://h-hirose.com> に公開)
- (5) 日立製作所 中央研究所史 1
- (6) 日立分析装置のあゆみ、: 株式会社日立製作所 計測器グループ, p90-97
- (7) 荒木俊: 質量分析法, 化学同人, 1960 年 10 月 1 日発行
- (8) DR.MANFRED KAMINSKY: ATOMIC AND IONIC IMPACT PHENOMENA ON METAL SURFACES, SPRINGER-VERLAG, 1965
- (9) 廣瀬博、田谷俊陸、津山斉、三谷英介: 質量分析計における静電六重極レンズの効果、真空, Vol.17, No.6, 1974, 181-185p
- (10) 廣瀬博, 津山斉、奥平定之、伊藤倫康、: 質量分析計用化学電離イオン源、質量分析 vol.21, No.2, June 1973, 127-139p
- (11) 廣瀬博、中村一光、柴田淳、田村一二三: IMA 用ホローカソードイオン源、質量分析 Vol.23, No.3 1975, 195-208p
- (12) 廣瀬博: 集束イオンビーム装置の開発、日立電子顕微鏡の半世紀、株式会社 日立製作所 計測器事業部 (平成 9 年 11 月)
- (13) 廣瀬博、岩本博、有馬義雄、飛田一政、問田博、田村一二三: IMA-3000 形日立イオンマイクロアナライザ、解説、HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT NEWS '91 VOL.34 NO.1 20-23P
- (14) 神原秀記: 質量分析用ソフトイオン化法から LC/MS へ、日立分析装置のあゆみ、株式会社日立製作所 計測器グループ, 2001 年 3 月