

掲示板

TOF-SIMS ワーキンググループ活動報告

大友晋哉,* TOF-SIMS ワーキンググループ

*古河電気工業(株)横浜研究所, 〒220-0073, 横浜市西区岡野 2-4-3

*ootomo.shinya@furukawa.co.jp

(2010年9月1日受理)

産業界では、実用表面分析のツールとして飛行時間型2次イオン質量分析法 (TOF-SIMS) の利用が急速に広がっていることから、2007年6月に軽井沢で開催された第30回表面分析研究会において「TOF-SIMSワーキンググループ (WG)」が発足した。その活動は、「表面化学種の同定解析」に重要となる400-600 amu付近に観測されるピークの質量値に焦点をあてている[1]。質量確度と精度が低ければ、正確なイオン構造にたどりつく確率は低くなり、表面化学種の同定は成功しないためである。

RRT-07 まず、1回目のラウンドロビンテスト (RRT-07) では、CD-R の色素と光安定剤のTinuvin 770を参加10 機関独自の測定条件と質量較正で計測された質量の報告値を比較した結果、質量値のばらつきが200 ppm を超える場合があり、現状より向上させるための工夫が必要であることが確認された[2]。

RRT-08 さらに、2008年にPET ボトルとインクジェットプリンター用シアンインクを試料として、参加8 機関で2 回目のラウンドロビンテスト (RRT-08) を実施した結果、報告値のばらつきは、RRT-07の約半分となった[3]。これは、WGでの議論を通じナレッジが共有できた成果と考えられた[4]。

RRT-09 3 回目のラウンドロビンテスト (RRT-09) は、2 回のラウンドロビンテストによって獲得したナレッジの評価をすることとした。RRT-09では、試料として薬剤 (アスタキサンチン) を選定し、これまでのラウンドロビンテストで報告値の精度が継続的に高い2機関の条件にできる限り揃えて

実施した。具体的には質量較正に用いるピークの組み合わせを統一するおよびラスター面積と積算時間を固定することにした。第34回表面分析研究会 (京都) では、参加11機関から提出された質量値のばらつきについて報告した。今回初めて質量較正に用いるピークの組み合わせを機関間で統一したが、RRT-08 と同程度であり改善されなかった。このことから、質量較正ピークの選定以外にも、ばらつきを発生させる要因はあると考えられた[5]。

以上の状況を踏まえて、第35回表面分析研究会 (軽井沢) のナイトセッションでは、質量較正ピークの選定以外の要因について洗い出しを行い、質量確度と精度向上へ向けての議論を行った。議論された主な内容は、

- ・サンプルを溶媒で溶かす作業方法の機関差
- ・質量値の読み取りの個人差と解析ソフトによる依存性
- ・各機関での繰り返し精度の評価
- ・各機関で使用した機種や1 次イオン種の違いの影響
- ・積算時間を固定したことによる影響
- ・低質量側の質量校正ピークや高質量側の分子イオン種ピークの強度

など多岐にわたった。さらに、次回のラウンドロビンテスト (RRT-10) の実施内容についても議論した。以下に議論の内容の一部を簡単に紹介する。

今回の RRT-09 のポイントは、質量較正に用いるピークの組み合わせを統一したこととラスター面積と積算時間を固定したことである。前者に関して、正極性の場合では、(i)CH₃, C₂H₃, C₃H₅ と (ii)C, CH, CH₂, C₄H₃, C₄H₅ の2種類の組み合わせを

比較した。Au⁺ユーザーとしては、(i)の組み合わせは十分な強度のピークが揃っているが、(ii)の組み合わせには低強度のピークが含まれており、質量校正の精度が悪くなる可能性がある。これに対してBi₃⁺ユーザーからは、(i)の組み合わせでは強度が強すぎ飽和してしまい、(ii)の組み合わせの方が適度な強度であるとの意見が出された。よって、使用している機種や1次イオン種に適した質量校正ピークを選定する必要があり、その基準としてピーク強度という視点も重要であることが伺える。

後者のラスタ面積と積算時間を固定したことに関しては、高質量側でのピーク強度に影響があった。まず、RRT-07とRRT-08で報告された結果を分子イオン種のピーク強度という視点で、あらためてデータ整理しなおしてみると、単原子(Ga, In, Au)イオンユーザーの低強度グループと3量体(Au₃, Bi₃)イオンユーザーの高強度グループに、はっきりと分類されることがわかった。一方、RRT-09で積算時間を200sに固定したところ、Au₃量体ユーザーが積算時間の短縮に伴い、低強度グループへ移動してしまった。以上のことから、積算時間を固定することはあまり好ましくなく、イオンドーズ量あるいは目安の一定強度を超えたところまで積算するなど、それぞれの機種や1次イオン種に適した積算時間を設定することが重要であることが示唆される。

今回のナイトセッションでは、ピーク強度と質量校正の精度や質量値の読み取りのばらつきなどとの直接の因果関係を掴むところまでは至らなかったが、幾つかの要因を洗い出すことはできたのではないかと考えている。引き続き、RRT-09のデータ解析を行ない、RRT-10へ向けての準備を進めていく予定である。

2010年6月21日ナイトセッション参加者(敬称略)
阿部芳巳(三菱化学科学技術研究センター), 石田洋一(TDK), 伊藤博人(コニカミノルタテクノロジーセンター), 猪又宏之(日本板硝子テクノロジー), 井原理恵(TDK), 大友晋哉(古河電気工業), 小林拓(住ベリサーチ), 菅井健二(帝人), 徳高平蔵(SOM ジャパン), 安福秀幸(リコー), 山内康生(矢崎総業)。

参考文献

- [1] 阿部芳巳, TOF-SIMS WG, *J. Surf. Anal.* **15**, 91 (2008).
- [2] 阿部芳巳, TOF-SIMS WG, *J. Surf. Anal.* **16**, A-43 (2009).
- [3] 伊藤博人, TOF-SIMS WG, *J. Surf. Anal.* **16**, A-106 (2010).
- [4] 阿部芳巳, TOF-SIMS WG, *J. Surf. Anal.* **16**, A-107 (2010).
- [5] 阿部芳巳, TOF-SIMS WG, *J. Surf. Anal.* **17**, A-43 (2010).