

掲示板

## 第38回表面分析研究会 TOF-SIMS ワーキンググループ 議事録

大友 晋哉<sup>1,\*</sup> 伊藤 博人<sup>2</sup>, TOF-SIMS ワーキンググループ

<sup>1</sup> 古河電気工業(株)横浜研究所, 〒220-0073, 横浜市西区岡野2-4-3

<sup>2</sup> コニカミノルタテクノロジーセンター(株)開発推進センター, 〒191-8511, 東京都日野市さくら町一番地

\*ootomo.shinya@furukawa.co.jp

(2012年5月22日受理)

TOF-SIMSワーキンググループ (WG) は、「表面化学種の同定解析」に重要となる $m/z$  400-600付近に観測されるピークの質量値に焦点をあて、質量スペクトルの質量軸校正について議論している。これまでに、質量軸校正に関するラウンドロビンテストを4回 (RRT-07, RRT-08, RRT-09, RRT-10) 実施している。

2012年2月10日(金)に開催された第38回表面分析研究会におけるTOF-SIMSワーキンググループ (WG) 活動の概要を以下に示す。

### 質量軸校正に関する4回目のラウンドロビンテスト (RRT-10) 進捗報告

質量軸校正に関する活動は、まもなく5年を迎えようとしている。この間、ISO 13084 (SIMS-ToF-SIMSにおける質量軸校正)が制定された。そこでRRT-10は、ISO13084に準拠したデータ解析することも必要であることが確認された。

RRT-10 Tinuvin 770の質量スペクトルのデータ解析の進捗報告がなされた。RRT-09の結果を踏まえて実施した対策は、おおむね期待通りの改善が見られており、まず基本的なサンプリングの機関差や質量値の読み取りの個人差が解消された。また今回初めて各機関内での繰り返し( $n=4$ ) 精度を評価したが、期間内でのばらつきは小さいことがわかった。各機関で使用した機種や1次イオン種の違いの影響を最も与えてしまった積算時間の固定という測定条件を廃したことにより、ほとんどの機関で適切なピーク強度を有する質量スペクトルが得られた。しかし、機関間での質量値の

ばらつきを大幅に改善することはできなかった。どうしても十分なピーク強度が得られない機関があることやピーク形状まで言及していないため、機関によって質量分解能を含めたピーク形状にばらつきがあるなどの要因が挙げられる。質量校正ピークの適切な選択で質量値のばらつきを改善させるのは、現状が限界なのではという意見も出された。

ばらつきをより小さくするためには、ISO 13084にも記載されているように、ターゲットとなるイオン種の質量数の半分程度のピークを質量校正ピークに用いるなど何らかの対策が必要となる。例えば、正極性質量スペクトルの場合、RRT-10 Tinuvin 770の $m/z$  481の質量ピークについて議論しているが、Tinuvin 770には低質量側に特徴的なフラグメントイオンピークとして、 $m/z$  140の質量ピークが存在する。この $m/z$  140の質量ピークをデータ解析に活用する案が出された。まずは、 $m/z$  140と $m/z$  481の両方の質量ピークについて、ばらつきを議論することにより質量軸校正の線形性を確認することができる。一方で、 $m/z$  140ピークを質量校正ピークとして用いたときに、 $m/z$  481ピークのばらつきが改善されるか否かの議論を加えることが確認された。

### 第2回アドホックミーティング開催報告

2012年1月16日(月)に開催された第2回アドホックミーティングについての開催報告がなされた。アドホックミーティングには、研究会にあまり参加されない方が集まる傾向があるため、2011年度

実用表面分析講演会 (PSA-11)でポスター発表したRRT-09の結果報告とRRT-10の進捗報告および次の新規テーマについての議論を行った。現在のアドホックミーティングは、ラウンドロビントテストに関する議論を中心としているが、より魅力的なミーティングにするために、今後は内容の充実を図っていく予定である。例えば、昨年9月にイタリアで開催された第18回SIMS国際会議 (SIMS-XVIII) のサテライト行事として“SIMS International School”が開催されたが、その講義内容をアドホックミーティング内で紹介しようとする計画を立てている。

### 新規テーマに関して

現在の活動テーマである質量軸校正に関しては、RRT-10で最後とすることが確認された。新たなテーマとしては、表面化学種の定量分析という期待の大きい案件は挙げられているが、容易に取り扱えて共通性の高いテーマではないため、他のテーマのリストアップも含めて、引き続き検討することとなった。

### **2012年2月10日 TOF-SIMS WG 参加者 (敬称略)**

青柳里果 (島根大学), 岩井秀夫 (NIMS), 伊藤博人 (コニカミノルタテクノロジーセンター), 大友晋哉 (古河電気工業), 菅井健二(帝人)の5名.