

掲示板

## TOF-SIMS WG アドホックミーティング議事録

伊藤 博人\*, TOF-SIMS WG

コニカミノルタ (株) 開発統括本部 A&S センター 分析技術室

〒191-8511 東京都日野市さくら町1 番地

\*hiroto.ito1@konicaminolta.com

ToF-SIMS ワーキンググループ (ToF-SIMS WG) では 2015 年 3 月 11 日, コニカミノルタ(株)浜松町サイト会議室において 5 回目となるアドホックミーティングを開催した.以下はその議事録である.

### 1. 内部標準添加法に関するラウンドロビンテスト

ToF-SIMS WG では, 分子イオンの質量確度向上を目的に新規質量軸較正法の検討を行っている[1]. 今回のアドホックミーティングではまず旭硝子の小林氏からこれまでの活動の概要が報告された. 続いて現在検討している内部標準添加法について, 追加で測定を実施した機関を加えた結果についての報告が行われた.全 8 機関で測定が行われ, ターゲットとなる Ti770 の分子関連イオンピークの相対質量確度はいずれの機関でも改善される傾向にあったが, 一部ばらつくことが確認された. これらの結果については①信号強度の影響を確認する, ②一次イオンのドーズ量を調査する, ③ターゲットとなるピークの形状を調査する, こととなった.また, 当初からまとめている各ラウンドロビンテストにおける相対質量確度のばらつきの変遷を更新することとした.

### 2. 内部標準添加法の適用例

これまで新たな質量軸較正法を検討してきたが, ターゲットとしては紫外線吸収剤である Ti770 を用いてきた.この較正法をいくつかの材料に適用した例が旭硝子の小林氏から報告された.シリコンウエハ,  $C_{22}H_{48}N^+$ ,  $C_{38}H_{80}N^+$ , C14TMA, ポリカーボネート, PTFE についての適用例が紹介された.

### 3. ISO のトレース

TOF-SIMS の質量軸較正に関しては既に ISO 規格が成立しており[2], 今回この規格のトレースを実施した.旭化成の岩瀬氏より提供されたポリカーボネート膜について 2 機関でトレースを行った結果, 一次イオンとして  $Bi_3^{++}$ を用いた場合はトレース可

能なことが分かったが,  $Ga^+$ を一次イオンとした場合, 指定されたフラグメントピークの強度が十分でなく, 規格の手順を適用するのが困難な場合がありそうなことが分かった.今後, 希望者を募り測定機関を増やし, 適用結果を SASJ 内に発信することとした.

### 4. 負イオン測定における質量較正の検討

これまで TOF-SIMS WG では分子イオンの質量確度向上を目的に検討を行ってきたが, 主に正イオンに関わる検討を行ってきた. TOF-SIMS 測定では負イオン測定からも有用な情報を得ることが可能であり, 質量確度向上を検討する価値があると考えられる.これまで用いてきた Ti770 について, 正イオンでの検討と同様に内部標準添加法を適用する検討が旭硝子の小林氏から報告された. 負イオン測定の場合, 内部標準としてスルホン酸基を有する化合物を用いたが, そのままでは良好な添加が困難であり, 正イオンの検討で用いた 4 級アンモニウム塩を併用することにより添加が可能となったが, 内部標準を用いて質量較正を実施した場合, 低質量側の相対質量確度は正の値を示したことが報告された. この原因として, 一次イオンに正イオンを用いることによる帯電の影響, ピーク形状のゆがみなどが挙げられ, 帯電中和を行った場合の挙動確認, 同一試料での正負測定, ターゲット試料のみでの測定などを継続してゆくことが提案された.

### 5. ToF-SIMS WG 討議参加者 (敬称略)

小林大介 (旭硝子), 伊藤博人 (コニカミノルタ), 青柳里果 (成蹊大学), 草間一徳 (日鉄住金テクノ), 梶原靖子 (三菱ガス化学), 横山有太 (成蹊大学), 平井綾子 (キヤノン), 今澤貴史 (三菱電機), 川島知子 (パナソニック), 岩井秀夫 (NIMS)

## 6. 参考文献

- [1] 6th International Symposium on Practical Surface Analysis ABSTRACTS p.18 (2013).
- [2] International Standard ISO 13084: *Surface chemical analysis -- Secondary-ion mass spectrometry -- Calibration of the mass scale for a time-of-flight secondary-ion mass spectrometer* (International Organization for standardization, Geneva, 2011).