

掲示板

ToF-SIMS WG アドホックミーティング議事録

ToF-SIMS ワーキンググループ

日 時：2015年9月30日（水） 13:00 ~ 17:00

場 所：コニカミノルタ（株）本社第8応接室

参加者：岩井（物質・材料研究機構），青柳（成蹊大学），草間（日鉄住金テクノロジー），伊藤（コニカミノルタ），飯田（アルバック・ファイ），小林（旭硝子），郎（旭硝子），小泉（スリーエムジャパン）（敬称略）

記 録：小泉

議事

1. 1. SIMS-20 の前に開催された ISO TC201(SC6)総会で提出した改定案について(青柳)

Working Group 4 において内部添加法による精密質量軸校正について Annex B を加えることを提案した。基本的には好意的な反応が得られた。

主なコメントを以下にまとめる。

「添加によるマトリックス効果などの影響はないのか？」

→ 影響はある。そのため、同定したいピーク強度が減少したり、消失したりする。添加によりターゲットピークがどうなるか確認してから用いるべきである。

「内部添加法は深さ方向分析に応用できるか？」

→ 応用できない。添加剤をサンプルに練りこむか、もしくはスパッタしては添加するという作業を繰り返す必要があり、現実的ではない。

「ターゲットと似た添加剤を用いるべきではないか？」

→ 未知の試料を同定することを目的としているため、現実的には難しい。

今後の展開

実用性を加味すると、校正の精度を 2 ppm 以内に抑えたいが、現状では難しい。今後は Annex への追記に主眼を置き、ISO 委員会の関係者に理解してもらえるようなデータ取りを行う。採択された段階で一度クローズしてもよい。(小林)

Gilmore 氏 (NPL) からオービトラップ+MS/MS の新装置を用いれば校正精度 2 ppm 以内が可能になるだろうと非公式コメントをもらった。(青柳)

また、結果の公開を条件に、試料を送れば新装置で測定してくれるという非公式コメントももらった。(小林)
C18 アミンやシロキサン、Tinuvin など公知のものを測定してもらおうのが良いのでは？(青柳)

アルバック・ファイ社製の MS/MS が搭載された TOF-SIMS 装置では強度が弱いピークはどこまで測定可能か？(青柳)

→10,000 counts のピーク強度があれば、MS² スペクトルが得られる。(飯田)

2. SIMS-20 の発表報告 (小林, 伊藤)

内部添加法による精密軸校正の測定結果を報告した。試料表面に添加剤を塗布するという手法ではあるが、否定的なコメントはなかった。

主なコメントを以下にまとめる.

「バイオ系のサンプルには使えるか?」(Moon 氏)

→ 試したことがないため, 分からない.

「添加剤の最適な濃度はどのくらいか?」(Moon 氏)

→ 濃度については検討したことがないため, 正確には分からないが, おそらく濃い分には問題ないと思われる.

Round Robin Test のまとめ.

第 4 回 WG からピーク強度が大事になった, 第 7 回では 200 ppm くらいであったが, 第 10 回 WG で強度の縛りを設け, 第 13 回 WG において内部添加法を導入することにより, 偏差が 0 に近づいた. このまとめの中の結果について大友さんから以下のコメントをもらった.

「校正精度と校正条件の図が並行移動しているように見える. つまり, 校正条件ごとに見ると, 装置の校正精度の傾向が同じで, 精度の良い装置はどの校正条件でも良い精度で, 精度の悪い装置はどの校正条件でも悪い精度である」

3. TOF-SIMS の定量性について(飯田)

第 46 回研究会@福島で議論した内容の報告.

ピーク強度の絶対値を議論するのは難しいので, 「ピーク強度の対比はどこまで議論できるのか?」を考えるのがよいのでは?

議論の進め方として

- ① 膜が悪いのか, 装置が悪いのかはたまた腕が悪いのか切り分けるためにも, まずは単層のベタ膜が良い.
- ② 有機物 A/Si, 有機物 B/Si の膜厚を変化させたものを作ってもらい. どのくらい薄くなると基板効果が発現するのかを検証する.
- ③ 基板を変える(Si と Au など)ことで基板の効果を検証する.

コメントと議論

• どのようなサンプルが良いかについて

JRIA に頼めばある有機物の上に別の有機物を, 被覆率を変えて薄膜作製することが可能. JRIA の予算のため 11 月までに作り始めたいので, 有機膜のマスクをどういふものを作ったらよいかを決めませんか? (青柳)
→今回はマスクの作製は依頼せず, ポリカーボネートの厚み変えた Sample 作成を高野さんに依頼する. 可能な限り薄いところから 10 nm 刻みで 50 nm くらいまで. (青柳)

ピーク強度の飽和の問題も考慮する必要あり. ベタ膜ではエッジ効果もある(岩井)

実用的な定量性の議論をするには混ぜ物が良いのでは? Irganox が論文など実績あるので良い. (小林)

Irganox1010 と Irganox1098 の混合膜に関するデータはある. Irganox は汚染や劣化があるので, ポリカーボネートやポリスチレンが良いのでは? SAM 膜で混合比を変えることができるとよいが, JRIA では難しい. (青柳)

ポリスチレンのスピコート薄膜は作製が難しい. 全く基板にのらない(草間)

• サンプルの膜厚とマトリックス効果や基板効果に関する議論

膜厚に対して基板の影響を調べた論文あり(F. M. Green et al., Surf. Interface Anal. 2010, 42, 129-138) (青柳)

薄い膜の定量をしてほしいという依頼が多いので, どこまで薄いサンプルまで定量できるかが知りたい. (小林)

30 kV の Bi⁺ primary ion はどのくらい深いところまではいるのか?

→10 kV Bi⁺で 8.5 nm, 15 kV Bi³⁺で 1.8 nm

基板の違いでピーク強度が変化するのは表面電位の違いが関係している。(岩井)

・今回の結論「どうい手順で行えば定量分析ができるか示せばよい。」

- ① 基板効果が出ない厚みを確認して、ピーク強度と被覆率の線形性を確保する.
- ② 2種類有機物混ぜて濃度とピーク強度の相対比を比較する.
- ③ 絶対定量できるか？

以上.