

掲示板

## 表面分析研究会 第46回研究会における ToF-SIMS WG 活動

梶原 靖子,\* ToF-SIMS WG  
三菱ガス化学(株) MGC 分析センター  
〒125-8601 東京都葛飾区新宿 6-1-1  
\*yasuko-kajiwara@mgc.co.jp

ToF-SIMS ワーキンググループ (ToF-SIMS WG) は表面分析研究会第46回研究会の2日目(2月19日)に次の活動を実施した。

### (1) これまでの活動内容のおさらい

コニカミノルタの伊藤が、これまでの活動の進捗状況について説明した。

旭硝子の小林が考案した“内部添加法を用いた ToF-SIMS の質量軸校正法”を昨年10月に開催された ISO 総会にて成蹊大学の青柳が提案した。現在、ISO13084 改訂時に Annex B として加えることを検討しており、表面科学分析技術国際標準化委員会のイオンビーム WG にて、Revision 案を3月中旬に旭硝子の小林が提出する予定である。

### (2) ToF-SIMS の定量に関する論文の紹介

ToF-SIMS の定量に向けた活動を開始するに先立ち、旭硝子の郎が ToF-SIMS の定量に関する論文を3報紹介した。次に、各論文の概要について記す。

#### 1. Static SIMS Study of Miscible Blends of Polystyrene and Poly(vinyl methyl ether) [1]

Polystyrene (PS) と poly(vinyl methyl ether) (PVME) からなる相溶性高分子混合物の表面組成を Static SIMS (SSIMS) にて定量した。定量には、PVME 由来のピーク (85 D と 101 D) と PS 由来のピーク (91 D) との強度比 ( $I_{85}/I_{91}$ ,  $I_{101}/I_{91}$ ) を指標とした。その結果、PS の分子量が小さいほど表面偏析する PVME の割合は小さく、XPS の定量結果と整合性がとれていることが確認された。しかし、WG で有機物系試料の定量を行う際は、XPS の定量結果の信憑性を評価することが難しいのではという意見があった。

#### 2. Quantitative ToF-SIMS analysis of monomers, oxidation and trace elements in EPDM gels [2]

Ethylene-propylene-diene monomer terpolymers (EPDMs) の生産において発生する封入物 (gel) を ToF-SIMS にて定量的に評価するための基礎検討を行った。Polyethylene (PE), polypropylene (PP), ethylene-propylene copolymers (EPs), EPDMs の標準試料をベースに、加熱酸化させた試料、微量金属を混合した試料を作製し、EPDM gel における ethylene や ethylidene-norbornene (ENB), 酸化物、微量金属元素の  $C_2H_3^+$  に対するイオン強度比を調べた。そして、得られた検量線や元素相対感度係数を擬似的な未知試料および実試料の評価に用いた。検討の結果、クライオミクロトームで表面だしをした試料としていない試料とで検量線が大きくずれることが分かった。この理由として、ガラスナイフにより CC 結合の弱い部分が切断され、PP のモノマー、ダイアド、トライアドといった末端鎖の割合が多くなるためだと考察されている。

#### 3. Reduction of Matrix Effects in Polystyrene/Poly(methylene methacrylate) Blends by Metal-Assisted Secondary Ion Mass Spectrometry [3]

Polystyrene (PS) と poly(methylene methacrylate) (PMMA) からなる非相溶性高分子混合物の表面組成を Ag 蒸着による metal-assisted SIMS (MetA-SIMS) にて定量的に評価した。その結果、MetA-SIMS は二次イオン効率を上げるだけでなく、通常の ToF-SIMS に比べて定量性が向上することが分かった。なお、Delcorte らの研究によると[4]、定量性が向上するのは、平均分子量 3000~4000 Da 以下の高分子では高分子鎖が Ag クラスター上で拡散するためだと考えられており、それ以上の平均分子量をも

つ高分子ではこの効果は低いとされている。

上記内容を表面分析研究会第46回研究会の2日目の午前のセッションにてコニカミノルタの伊藤が報告した。

#### **ToF-SIMS WG 討議参加者 (敬称略)**

伊藤博人 (コニカミノルタ), 郎雨生 (旭硝子),  
梶原靖子 (三菱ガス化学), 眞田則明 (アルバック・ファイ), 野中秀彦 (産業技術総合研究所)

#### **参考文献**

- [1] Q. S. Bhatia, and M. C. Burrell, *Surf. Interface Anal.*, **15**, 388 (1990).
- [2] A. A. Galuska, *Surf. Interface Anal.*, **31**, 177 (2001).
- [3] N. Becker, and T. Wirtz, *Anal. Chem.*, **84**, 5920 (2012).
- [4] A. Delcorte, N. Médard, and P. Bertrand, *Anal. Chem.*, **74**, 4955 (2002).