

掲示板

第3回 SASJ 若手研究会 議事録

20代, 30代を中心とした SASJ 若手研究会

日時: 2016年9月29日(木) 13:30~17:30

場所: 旭硝子株式会社 本社 M13 会議室 (東京)

参加者: 梶原 靖子 (三菱ガス化学), 松尾 美那 (日産化学工業), 亀田 博之 (デンカ), 原田 善之 (法政大学), 松本 凌 (物質材料研究機構), 田中 勇作 (ユニカミノルタ), 石川 丈晴 (トヤマ), 松村 純宏 (HGST), 西田 真輔 (古河電気工業), 坂本 堯則 (JX 金属), 石川 遼太郎 (浜松ホトニクス), 水澤 岳 (富士通クオリティラボ), 郎 雨生 (旭硝子), 田中 彰博 (東京都市大学), 勝見 百合 (YKK), 山内 康生 (矢崎総業), 奥村 洋史 (三菱マテリアル) (17名, 順不同, 敬称略)

記録: 石川 (丈), 水澤

1. 自己紹介

- ・各自自己紹介 (名前, 所属, 利用する分析装置) を行った。

2. 話題提供

2-1. 「SIMS を用いた GFRP 中のオリゴマー成分の分布分析」(梶原)

(要旨)

ポリカーボネート (PC) + ガラスファイバー (GF) (ガラス繊維強化プラスチック: GFRP) に PC のオリゴマーを添加すると, GF の表面への露出を防ぎ, 成形品の外観が向上することが分かっている。この理由として, オリゴマーが表面および PC と GF との界面に偏析しているためだと考えられているが, 実際にどのように分布しているかは分かっていなかった。GCIB を用いた TOF-SIMS の深さ方向分析で, オリゴマーが表面に偏析していないことは確認できているので, 今回は, PC と GF との界面といった局所領域におけるオリゴマーの分布を SIMS で調べた。まず, TOF-SIMS で分析を行い, 主成分分析 (PCA) でスペクトルイメージデータを解析したところ, 第3主成分 (PC3) の得点結果にオリゴマーの分布を示唆する結果が得られた。しかし, ピクセル分解能が不十分だったため, PC と GF との界面におけるオリゴマーの偏析の有無を確認できなかった。そこで次に, オリゴマーの一部を重水素でラベリングし, より空間分解能の高い NanoSIMS で重水素の分布を調べた。しかし, ラインスキャン分析での重水素の信号強度は検出限界以下だったため, PC と

GF との界面におけるオリゴマーの分布状態を明らかにすることはできなかった。原因として, 重水素の添加量が少ない, NanoSIMS の感度が足りない, 一次イオンビームによる PC へのダメージが大きく, 1 スキャン分しか解析できなかったことが挙げられる。

結論: オリゴマーが PC と GF との界面に偏析しているかを確認できなかった。

- ・ラベリングは重水素よりも ^{13}C の方がいいのでは。
⇒ ^{13}C でラベリングされたビスフェノール A (PC の原料) は販売されていない。(梶原)
- ・TOF-SIMS で測定した際に, 測定条件とかピーク強度をそろえる必要はないか?
⇒ 条件はそろえている。ULVAC-PHI の装置は安定したデータが出る気がする (梶原)
- ・PCA の結果, PC3 のマッピングの結果から成分の多い, 少ないが言えるのか?
⇒ 言える。(梶原)
- ・PCA の解析は装置付属のソフトを利用したのか?
⇒ マトラボを使った。解析のためにデータ形式を変更する必要がある。(梶原)

2-2. 「動的 Shirley 法による XPS バックグラウンドの自動推定」(松本)

(要旨)

XPS は化学結合状態や膜厚の解析に有用であるが, 人によって分析結果が変わるという欠点があ

る。原因の一つとしてバックグラウンド (BKG) の推定が挙げられる。そのため、動的 Shirley 法による BKG の自動推定プログラムを作成して解析者に依存するバラツキの排除を試みた。これは定量分析に対する自信や DB 構築の客観性にもつながる。COMPRO にも搭載。通常の Shirley 法と異なるのは BKG もピークの一部とみなして計算に入れている点。そのため、端点で必ずしも強度がゼロにはならない。また、ピークを自動で検出してフィッティングまで行う。

(束縛条件の指定まではできず、物理的に意味のあるフィッティングではない)

結論：S/N が悪いデータや端点の取り方によるバラつきは抑えられた。

・通常の Shirley 法で設定した任意性の高いバックグラウンドにより、定量差はどの程度生じると考えているか。

⇒数%程度。小さなピークがある場合には消えてしまう。(松本)

・比較例で出てきた EDX はバックグラウンドが自動化されているのか。

⇒ほぼされている。

・計算の繰り返し回数は何回か。

⇒カイ二乗値が収束するまで。通常はイタレーション3回でカイ二乗値が1/10程度まで下がる。(松本)

⇒30回以上で16桁目くらいが発散していくので注意。(田中(彰))

・端点をずらした時のバラツキの大きさを比較するところで、端点がロスピークの領域を含むため、通常の Shirley 法ではばらつきが大きく見える。(松本)

3. 失敗事例の共有

失敗内容、原因/対策、考察/コメントを記入した失敗事例シートを、参加者が事前提出。シートに基づいて失敗事例の共有と簡単な改善策の提案を行った。より根本対策が必要と考えられた事例について、別途時間を取り、対策の深耕化を行った。

3-1. 事例の共有、簡単な解決策の提案

失敗事例は参加者各自で最大2件、計25件が提出された。時間短縮のため、運営側提出の7件(事例1-1~4-2)を省略し、下記18件(事例5-1~14-2)の議論を行った。

※ [] 内は [分析装置, 関係作業] を表す。

- ・事例 5-1. フィルム定量評価時の最表面汚れ [TOF-SIMS, 試料準備] (田中(勇))
- ・事例 6-1. 解析データの取り違い [TOF-SIMS, データ解析] (亀田)
- ・事例 6-2. チャンバー中で SEM ステージが衝突 [SEM, 測定] (亀田)
- ・事例 7-1. イオンビームの絞りすぎ [FIB-SIMS, 測定] (石川(丈))
- ・事例 7-2. ピンセットで試料を弾いてしまう [SIMS 全般, 試料準備] (石川(丈))
- ・事例 8-1. XAFS のエネルギー軸校正 [XAFS, データ解析] (西田)
- ・事例 8-2. Pd めっき表面の半定量値の算出 [XPS, 解析] (西田)
- ・事例 9-1. 液晶パネル解析で発生する不均一帯電 [TOF-SIMS, 測定] (松尾)
- ・事例 9-2. TOF-SIMS 測定における帯電 [TOF-SIMS, 測定] (松尾)
- ・事例 10-1. 測定ピークの選択 [XPS, データ解析] (石川(遼))
- ・事例 11-1. カミソリの油による試料汚染 [XPS, 試料準備] (水澤)
- ・事例 11-2. 装置パネルの磁化による測定不良 [XPS, 測定] (水澤)
- ・事例 12-1. パウダーサンプルの落下 [XPS, 試料準備] (原田)
- ・事例 12-2. ユーザ対応 [XPS・AES, その他] (原田)
- ・事例 13-1. 中和銃使用時にでる変なピーク [AES, 測定] (松村)
- ・事例 13-2. 試料の試料台への設置の失敗 [AES, 試料準備] (松村)
- ・事例 14-1. 電子走査間隔の不適切 [AES, 測定] (田中(彰))
- ・事例 14-2. イオン銃条件設定の不適切 [AES・XPS・SIMS 全般, 測定] (田中(彰))

3-2. 事例の深耕化

3-1 で共有した失敗事例について、「TOF-SIMS」「AES/XPS」の枠組みに分け、議論するテーマを各枠組みでそれぞれ1つ、多数決した。「なぜその失敗が起きたか」を科学的に表現し掘り下げることを指針として、根本的な対策を得るための課題を議論した。そのうえで SASJ 本体への話題提供

の可能性を探った。

・ 多数決結果：

(1) TOF-SIMS 枠： 事例 5-1 (次点の事例 9-1 は次回以降の若手会で議論)

(2) AES/XPS 枠： 事例 10-1 (内容が似た事例 8-2 の議論は、10-1 の議論に代えることとした)

(1) 事例 5-1 の深耕化

事例 5-1. フィルム定量評価時の最表面汚れ (田中 (勇))

(内容) フィルム表面の添加剤の TOF-SIMS 分析の際に、汚染と思われる物質からのフラグメントピークが大量に出現し、安定した定例評価ができなくなった。

(対策) 試料のチャンバー導入までの過程で汚れがついた可能性が高いため、試料の容器を更新し、綺麗なピンセットを使用したところ、汚染物質由来のピークは下がり、安定した測定が可能となった。

議論内容：

汚染物質の原因として、サンプルの固定方法やサンプルの清浄性について議論された。解決方法を模索するため、原因となった物質について、故意にサンプルが汚染された状態を作り出し、その経時変化等を SIMS で経時測定するなどの試験方法が提案された。

結論：

汚染状態はどのくらいの時間放置すると、どの程度サンプルが汚れるのか、という点は確認した方がよい。

今後のアクション：

- ・ まずは外部発表可能な事例内容か確認 → 田中 (勇)
- ・ 良ければ汚染の経時変化の確認を行う → 田中 (勇)

(2) 事例 10-1 の深耕化

事例 10-1. 測定ピークの選択 (石川 (遼))

(内容) シリカガラス表面の Si と O の比を XPS で測定。異なる測定者のデータを比較する際、測定ピークが測定者により Si2s と Si2p で分かれてしまい、比較不可なデータとなってしまった。

(対策) 測定者同士の情報のすり合わせの徹底。

(コメント) 異なる測定ピークでの比較が困難であることは理解している。しかし、Si 2s と Si 2p で光電子の脱出深さの差の影響は小さいと考えており、組成比の差 (小さいもので 3 at%程度) が予想以上だった。この程度の誤差は仕方がないのか。自分で感度係数を修正することにより、誤差を減らすことが可能なのか。

議論内容：

選択ピークにより相対感度係数の精度に優劣があることや、強度からの定量値の補正方法、用意したサンプルのそもそもの表面状態について議論された。材料毎に強度補正が有効かどうかを議論するため、現状の材料測定データの洗い出しなどが提案された。

結論：

「Si では 2p と 2s の補正が上手くできる」「他の元素ではできない」といった材料毎の結果を明らかにする方向性で動くのが良さそう。次回の議論内容は、Si 以外の元素のデータにおける定量値のズレを確認してから考える。

今後のアクション：

- ・ データを外部に出しても良いか確認。 → 石川 (遼)
- ・ 良ければ既存データをまとめ、他の元素の既存データではどのくらいズレるのかを確認。 → 石川 (遼)

3-3 その他の事例の深耕化

- ・ 3-2 の深耕化で取り扱わなかった事例についても、考察の部分を「～すれば良い、確かめられる」という形に書きなおしてみる。 → 参加者各自
- ・ 今後若手の会で掘り下げをお願いする可能性あり。

4. 今後の若手会活動について

- ・ 次回は 2017 年 1 月を予定。
- ・ 場所は未定。
- ・ 各自で会社の会議室等が使えるか (無料/有料についても) 確認し、奥村に報告願う。



以上.