

● TOF-SIMS による広領域マッピング

TN288

Wide Area Mapping by Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry (TOF-SIMS)

[概要]

試料表面にパルス化した一次イオン (Ga^+ , Au^+ , Bi^+ , Bi_3^+ , etc.) を照射すると、表面に存在した物質はその構造を一部維持したままイオン化し、二次イオンとして表面から放出されます。この二次イオンを一定電圧で加速した際に“質量数の違いによって飛行速度が異なる”という現象を利用してマスペクトルを取得する分析手法を、飛行時間型二次イオン質量分析法 (TOF-SIMS) といいます。TOF-SIMS ではマスペクトルと同時にイメージデータ (マッピング) も取得でき、元素や置換基だけでなく化学構造に由来する分子イオンやフラグメントイオンの分布も確認することができます。元素や主鎖、置換基情報だけでは区別が難しい化合物の分布確認に威力を発揮します。

微小領域の測定は分析エリア内で一次イオンビームを走査することによりデータを取得しますが、広領域の測定ではステージを移動することによりデータを取得します ($1 \text{ mm}^2 \sim 50 \text{ mm}^2$)。定性は局所分析でも可能ですが、分析対象の形状や汚染の分布などの可視化には広領域測定が有効です。

当社は TOF-SIMS を用いて、微小領域から広領域まで、成分の定性から可視化まで幅広い分析に対応しております。本稿では、プリンターの印字測定とガラスに転写された樹脂添加剤の事例を紹介します。

Keywords : インク、コート、均一性、保護フィルム、剥離剤

[事例]

① プリンターによる印字部分の成分分布

Fig. 1 は “TOF-SIMS” と印字した $8 \times 8 \text{ mm}^2$ の広領域エリアのマッピング結果です。紙由来のイオン ($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$, $\text{C}_5\text{H}_5\text{O}_3^-$) とトナー成分由来のイオン (Si^+ , Ti^+ , C_7H_7^+) について示しています。印字箇所では紙由来のイオンの検出は弱く (暗い)、トナー成分由来のイオンの検出が強い (明るい) ことが分かります。また二次イオンの検出深さ (TOF-SIMS 情報深さ) が約 1 nm と非常に浅いため、トナー粒子の外添剤や表面処理剤 (シリカ) 成分が検出されています。

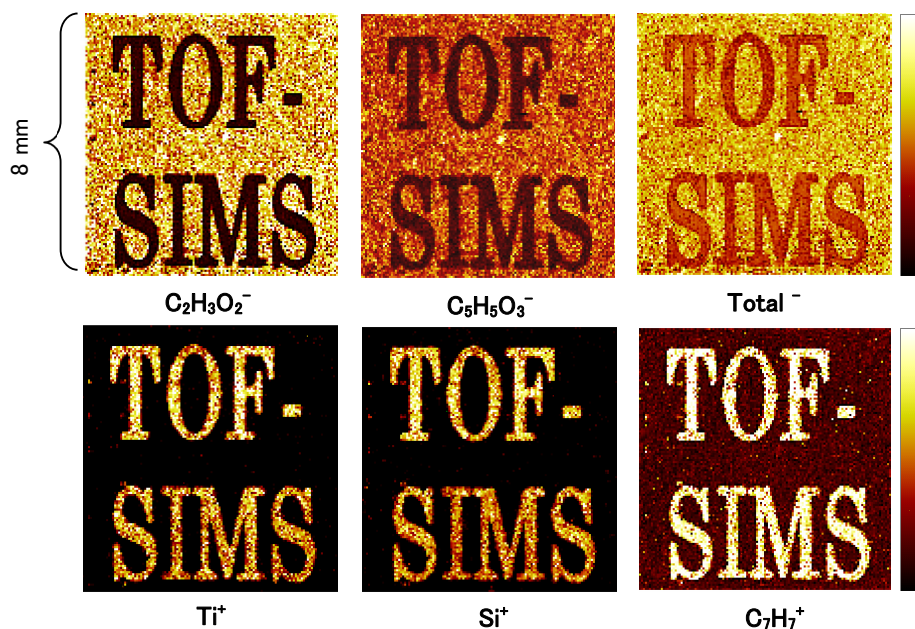


Fig. 1 Secondary ion images of a paper with the print, “TOF-SIMS”

② ガラスに転写された樹脂添加剤の分布確認

樹脂材料には一般的に劣化抑制を目的とした安定剤、強化剤、帯電防止剤等が添加されています。これら化合物は樹脂自体の性能向上に不可欠ですが、一方で表面偏析や転写が原因となるシミや密着性不良等の問題を生じることがあります。添加剤の同定や定量については各種分析手法（LC-MS、GC-MS 等）がありますが、分析対象領域が微小な場合やバルクではなく試料最表面のみの情報を得る必要がある場合は TOF-SIMS が有効で、さらに 2 次元分布を確認する必要がある場合は表面マッピングが有効になります。

Fig. 2 は、波打った緩衝材に接触させて保管したガラスの、 $35 \times 35 \text{ mm}^2$ の広領域エリアのマッピング結果です。ガラス由来のイオンと添加剤由来のイオンについて示しています。添加剤が帯状に分布していることが確認され、これは緩衝材の波間隔と一致していました。また、無機リン酸塩とは異なる箇所には有機系リン酸加工安定剤が存在することも明らかとなりました。このことは、波打った緩衝材との接触具合が転写成分の違いに反映されたものと示唆されます。

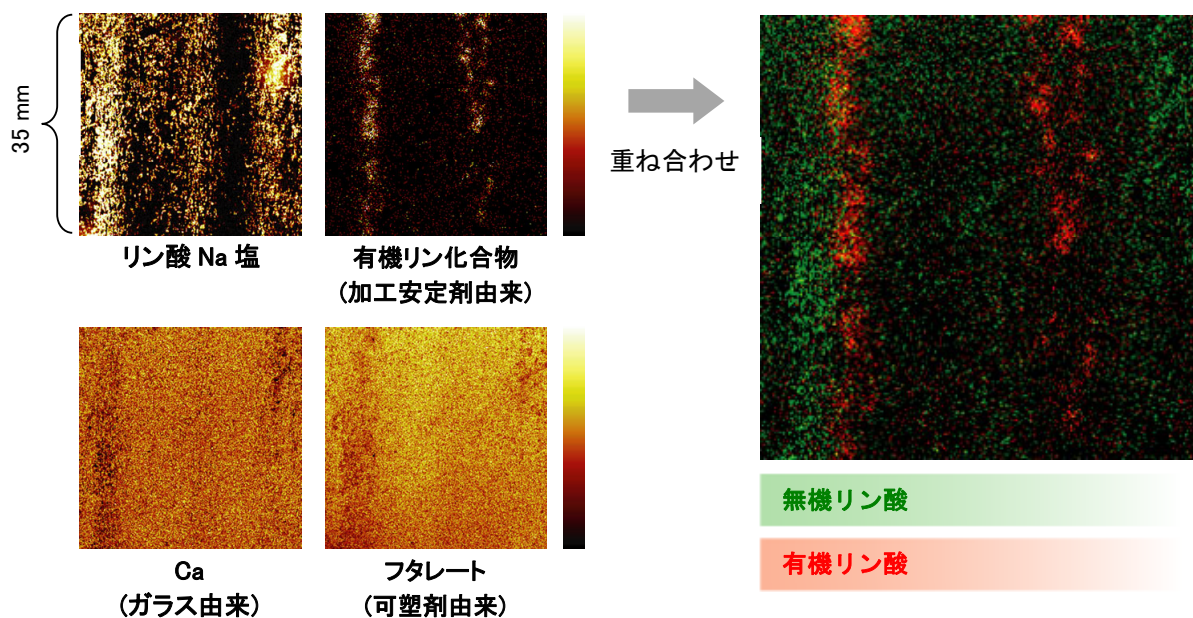


Fig. 2 Secondary ion images of glass with additives transferred from contacting plastics