

TOF-SIMSのご紹介

はじめに

飛行時間型二次イオン質量分析 (TOF-SIMS: Time-Of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry) はパルス状のイオンビーム (一次イオン) を試料表面に照射し、試料から発生する二次粒子中のイオン化した物質 (二次イオン、フラグメントイオン) を飛行させ、検出器到達までの飛行時間差により質量分離を行う手法です。本稿では、TOF-SIMS (写真1は装置外観) および分析事例についてご紹介します。

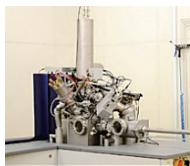


写真1 装置外観

装置

[原理]

図1に二次イオンの発生機構を示します。高真空中で、定電流のパルス状一次イオン (Bi_1^+ や Bi_3^+) を試料表面に照射すると、試料の極表面からその組成に由来する二次イオン (単原子イオンや分子イオン) が発生します。

図2に質量分離のメカニズムを示します。二次イオンが検出器に到達するまでの時間が質量によって異なることを利用し、二次イオンの飛行時間を計測することによって質量分離します。正・負イオンは一度に両方を検出できないため、片極ずつ検出します。

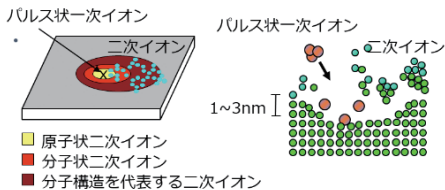


図1 二次イオンの発生機構

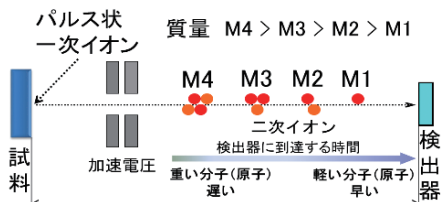


図2 質量分離のメカニズム

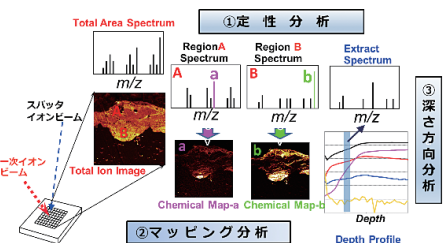


図3 分析項目の模式図

[特徴と適用分野]

本装置の特徴は次の通りです。
 ・極最表面 (1nm ~ 3nm) の情報
 ・高感度 (ppm オーダー)
 ・高い空間分解能 (最小ビーム径: 0.1 μm φ)
 ・フラグメントイオンから化学構造の情報
 ・絶縁物の測定が容易
 ・全元素測定可能 (m/z (質量電荷比) : 0-10000まで)
 ・高い質量分解能 (同質量数のイオンの分離評価が可能)
 これらの特徴から本装置は材料表面の化学構造解析や不良解析、微量元素の分布調査や多層膜材料の深さ方向解析に用いられます。

[分析項目]

主な分析項目は次の①~③です。
 分析項目の模式図を図3に示します。
 ①定性分析: マススペクトルから定性分析が可能です。
 ②マッピング分析: 指定した質量数の分布像が観察でき、像中の任意位置でマススペクトルを抽出できます。
 ③深さ方向分析: スパッタイオン銃を併用し、深さ方向の測定ができます。任意深さでマススペクトルを抽出できます。

分析事例

(1) 鋼材中の微量ホウ素 (B) の分析

20ppm ホウ素 (B) 添加鋼のB分布像を図4に示します。結晶粒界に沿ったBの存在が確認され、高倍の観察では、結晶粒内に点状の析出物としても存在している様相が認められます。このように他の物理分析手法では検出が困難な微量添加元素の分布の可視化が可能です。

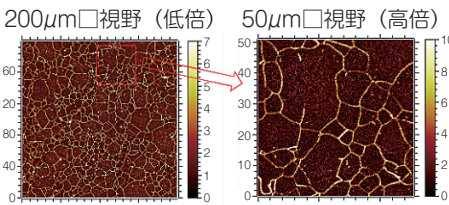


図4 ホウ素 (B) の分布像

(2) シランカップリング処理したアルミニウム板表面の分析

エポキシ系シランカップリング剤を反応させたアルミニウム板表面の分析で得られた正イオンのマススペクトルを図5に示します。m/z (質量電荷比) : 103および104にシランカップリング剤由来のフラグメントイオン (青字) を検知し、m/z:103および105にはアルミニウム (Al) とシランカップリング剤が結合したフラグメントイオン (赤字) が検出されました。このことからAlとシランカップリング剤は、シラノール基を介して結合し

ていることが推測されます。このように化学構造や反応解析に有効です。

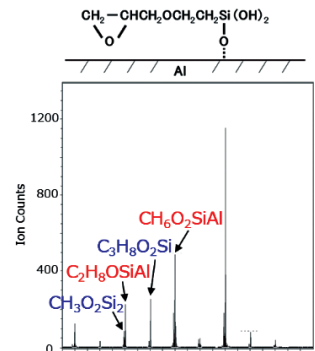


図5 シランカップリング処理したAl材の正イオンマススペクトル

(3) 塗装鋼板のSAICAS切削断面の分析

SAICASを用いて塗膜を20倍に伸長した斜め切削断面を作製しました (写真2は光学顕微鏡像)。塗膜/亜鉛メッキ界面近傍における塗膜の主要成分 (検出されたフラグメントイオンから化学構造を推定) のマッピング分析を行い、分布像を図6に示します。これにより、上層トップコートはポリエステル、その下にプライマーとしてエポキシとクロム酸ストロンチウム、またプライマーと亜鉛メッキとの界面にはクロメート皮膜の存在が確認できます。このように、多層薄膜試料の定性と分布解析に有効です。

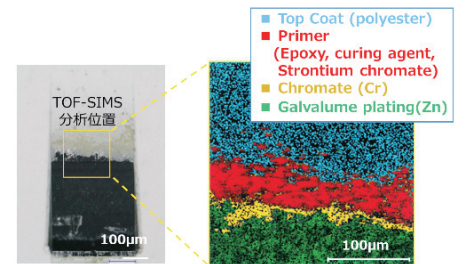


写真2 斜め切削後の光学顕微鏡

図6 各層主要二次イオンの重ね合わせ

おわりに

当社所有のTOF-SIMSは、様々な材料の表面解析や微量成分の分析に活用することができます。皆様のご利用をお待ちしております。

お問い合わせ先

尼崎事業所
 解析技術部 物理解析室
 納谷修平、田中肇
 TEL : 06-6489-5777 FAX : 06-6489-5958
 tanaka.hajime.e3r@nstec.nipponsteel.com