

Secondary Ion Mass Spectrometry

PHI TRIFT V *nanoTOF*TM

Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry

飛行時間型二次イオン質量分析装置



アルバック・ファイ株式会社

多様化する分析アプリケーションに対応した新設計TOF-SIMS

飛行時間型二次イオン質量分析装置

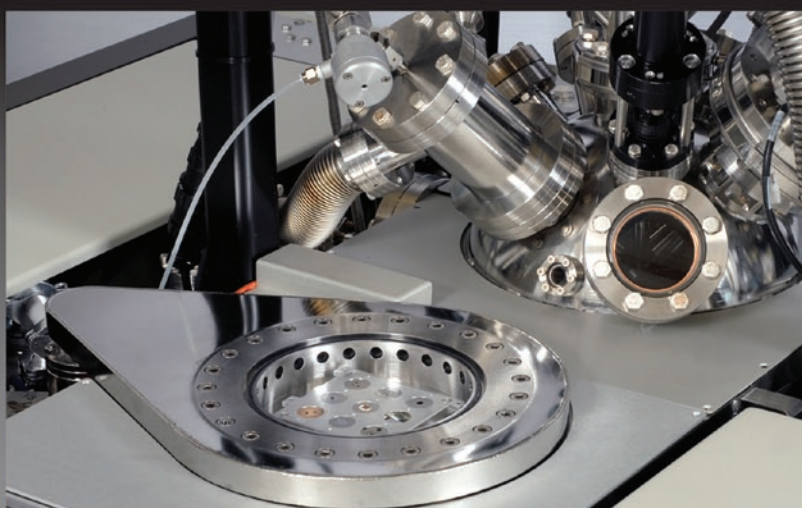
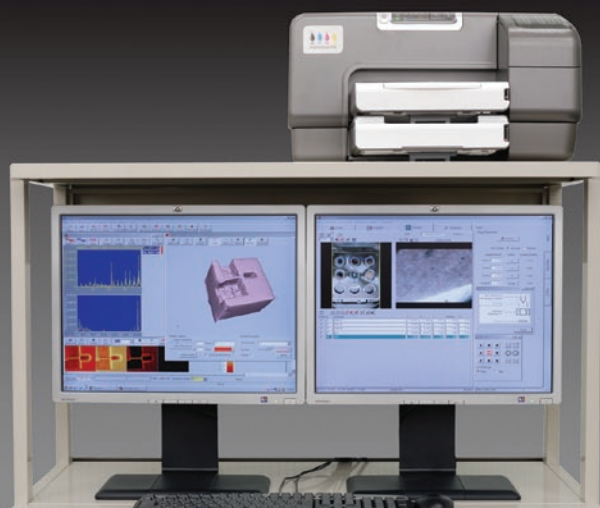
PHI TRIFT V *nanoTOF*™

飛行時間型二次イオン質量分析法 (TOF-SIMS: Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry) はパルス状一次イオンを試料に照射し、表面より放出された二次イオンの飛行時間からその質量 ($m/z < 100,000$) を測定し、試料表面の組成を分析する手法です。

TRIFT V nanoTOF はイオン透過特性に優れたトリプルフォーカス静電アナライザを継承し、光学系を全面的に改良することで空間分解能、分析感度を向上させました。

深い焦点深度を持つことにより複雑な形状を持つ試料も高感度で測定が可能です。

新たな試料搬送メカニズムと自動5軸ステージにより、大口径の試料や高さの異なる複数の試料においても操作性を損なうことなく分析が可能になりました。



PHI TRIFT V nanoTOF™ Key Features

1. 高輝度アナライザのパフォーマンスアップ
2. 最大4種類のイオン銃を同時搭載可能
3. 新設計自動5軸ステージ
4. デュアルビーム帯電中和機能
5. WinCadenceNソフトウェア

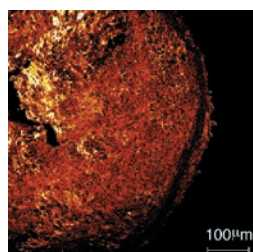
Feature 1

高輝度アナライザのパフォーマンスアップ

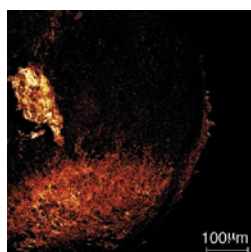
従来より高い評価を得ているトリプルフォーカス静電アナライザ (TRIFT型アナライザ) は広いエネルギーバンドパスと大きな測定立体角による高質量分解能と高検出感度のTOF-SIMS測定を実現します。TRIFT V nanoTOFでは、新設計インプットレンズと後段加速機構 (標準: 20kVまで対応) の大幅な改良により、広質量範囲にわたり高感度分析を実現しました。また深い焦点深度を持つ特徴はそのままに引き継がれていますので、複雑な形状を持つ試料において特に有効で、形状による影響が少ないイメージ測定が可能です。

エネルギーバンドパスの比較

広いエネルギーバンドパスで測定したイメージデータ (左) は、狭いパス (右) に比べて明瞭に試料形状が観察されています。



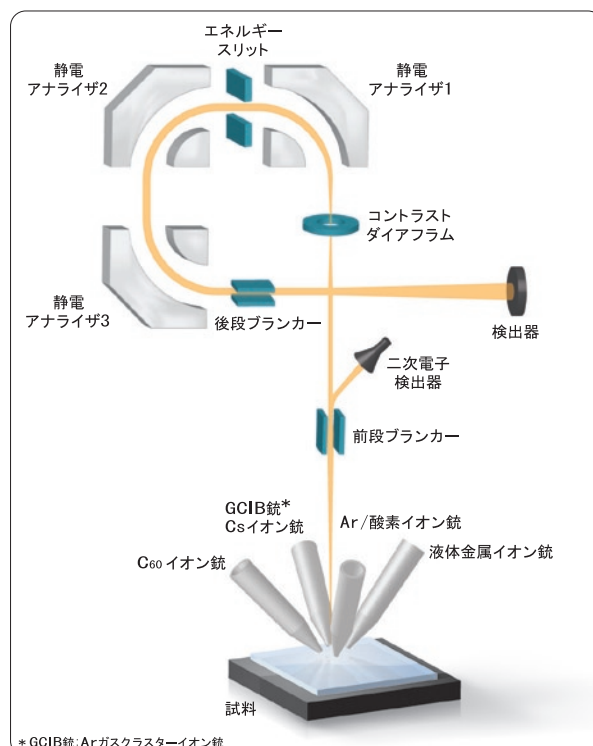
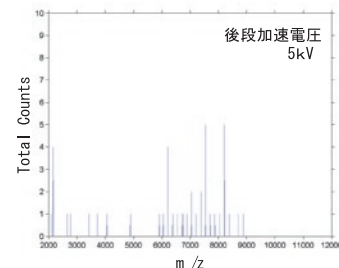
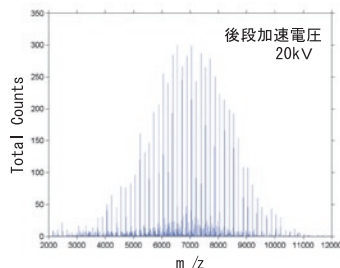
広いエネルギーバンドパス



狭いエネルギーバンドパス

後段加速エネルギー

後段加速電圧が高いスペクトルデータ (左) は、低いデータに比べて高い質量数 ($m/z > 4000$) の質量ピークが明瞭に測定されています。

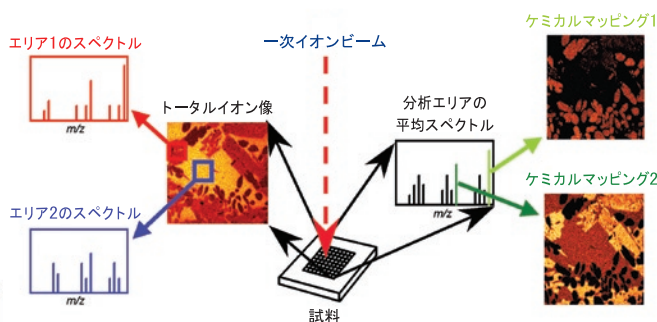
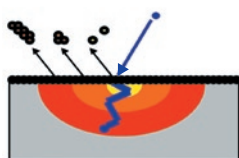


* GCIB銃: Arガスクラスターイオン銃

TRIFT V nanoTOFの模式図

TOF-SIMSの特徴

TOF-SIMSは、固体表面に 10^{12} atoms/cm²以下の密度でイオンをパルス状に照射し、放出される原子・分子二次イオンの質量を飛行時間から計測し、種々の有機材料から半導体中の微量不純物の検出など、非常に広い範囲の材料に応用できる高感度表面分析法です。一次イオンのフラックスが小さいため、試料に対しては非破壊的であり、高い質量分解能を有しているため、近接した質量の二次イオンを分離した分析ができます。また、一次イオンビームはサブミクロン径まで集束させることができ、高空間分解能でイメージングが可能です。測定したイメージデータの各ピクセルは質量スペクトルを内包しており、取得イメージの特定部位の詳細な解析、さらには、特定質量ピークに着目したケミカルマッピングの描画もできます。



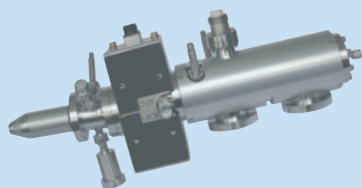
様々なデータ処理が可能なスペクトル内包イメージングの例

Feature 2

最大4種類のイオン銃を同時搭載可能

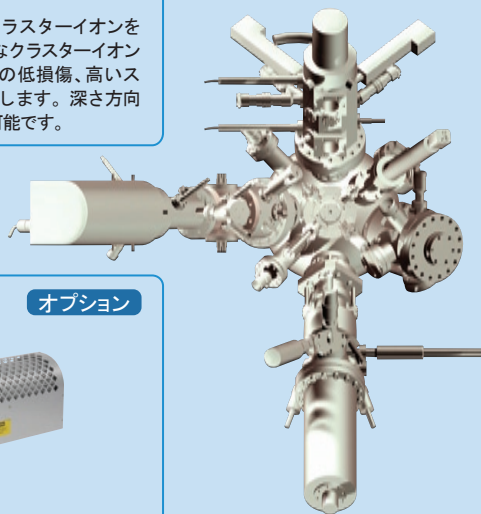
TRIFT V nanoTOFは、アプリケーションに合わせて最適なイオン銃を選択でき、多彩なイオン銃の搭載が可能です。

B Arガスクラスターイオン銃 オプション



約1,000~4,000個(中心値)のアルゴンガスクラスターイオンを照射可能なスパッタ専用イオン銃です。巨大なクラスターイオンをスパッタリング源に用いることで、有機物の低損傷、高いスパッタリング収率ならびに深さ分解能が実現します。深さ方向分析における高質量分子イオンの直接観察が可能です。

A 液体金属イオン銃 (標準装備)



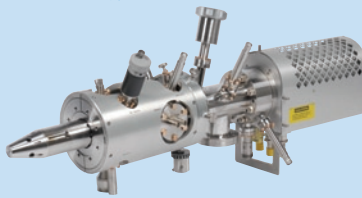
F 低速Arイオン銃(標準装備)

E Ar/酸素イオン銃 オプション



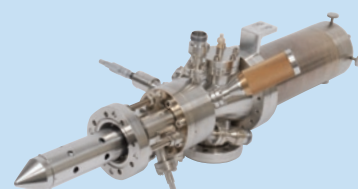
アルゴンまたは酸素ガスイオンを照射可能なスパッタ専用イオン銃です。フローティング構造により、低加速イオン(~10 eV)から高加速イオン(~5 keV)の照射が可能です。

C Csイオン銃 オプション



Csイオンを照射可能なスパッタ専用イオン銃です。可変アパーチャーにより、スポット径とビーム電流の設定変更が容易にできます。Csによるイオン検出増感効果と結合イオンの検出、大電流イオンビームによる高速なスパッタリングが可能です。

D C₆₀イオン銃 オプション



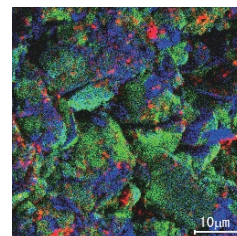
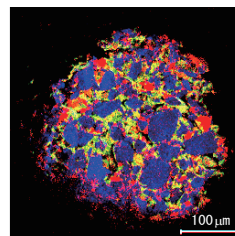
C₆₀イオンを照射可能なイオン銃です。パルス状に照射することでスペクトルの取得ができます。また、試料ダメージが少ないC₆₀スパッタリングが可能です。可変アパーチャーにより、スポット径とビーム電流の設定変更が容易にできます。

A B C D は隔離バルブにより、分析室の超高真空を維持したままソース部のメンテナンス作業が可能です。

高性能液体金属イオン銃による局所観察

液体金属イオン銃の高空間分解能と高感度質量分析能力を示す、薬剤断面を観察した例です。(左)は約300ミクロン角の薬剤断面全体、(右)は50ミクロン角のクローズアップを示しています。ミクロンレベルの有機物(質量数~400 m/z)のTOF-SIMSイメージが観察されています。

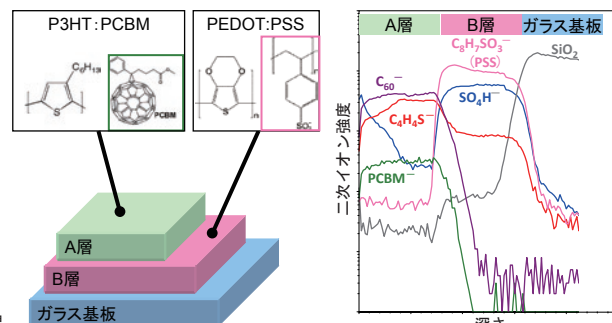
顆粒薬剤断面のTOF-SIMSイメージ
青: 賦形剤(ショ糖)
赤: 有効成分
緑: 結合剤(ヒドロキシプロピルセルロース)



新開発Arガスクラスターイオン銃による分子イオン深さ方向分析

オプション

アルゴンガスクラスターイオンを用いた有機太陽電池薄膜モデル試料の分析例です。A層においてフラレン誘導体であるPCBM分子の直接観察が可能であると同時に試料が持つ積層構造を特徴的な分子イオンにより明瞭に区別可能であることが分かります。

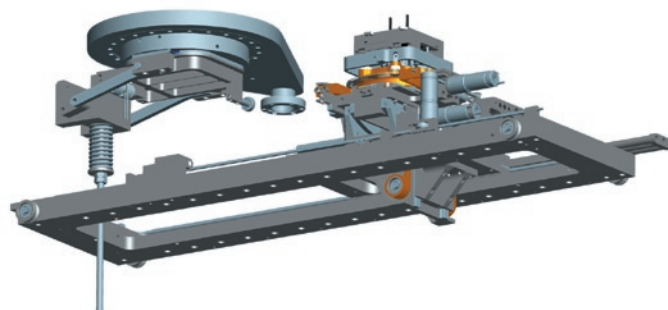


左図: 試料構造の模式図
右図: GCIB銃による深さ方向分析結果

Feature 3

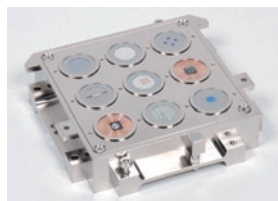
新設計自動5軸ステージ

TRIFT V nanoTOFでは、新設計のコンピュータ自動制御による5軸可動ステージ(X、Y、Z、回転、傾斜)を採用し、試料の分析室への導入から分析位置までの自動搬送および多点自動分析を可能としました。真空導入前に試料ホルダー全域を撮影したイメージにより、分析時に位置を容易に特定することができます。また、標準の導入機構で100mm角までの大型試料に対応可能です。



試料ホルダー

標準でバックマウントホルダーとフロントマウントホルダーの2種類をご用意しています。また、特別仕様のホルダー設計も可能です。バックマウントホルダーでは25mm径×9個の試料をホルダー裏側から固定することで、簡便に試料高さを揃えることができます。フロントマウントホルダーは、写真のように大きな試料の固定に便利です。



バックマウントホルダー

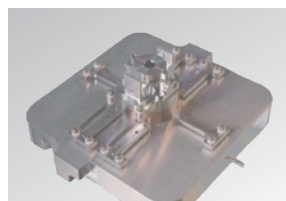


フロントマウントホルダー

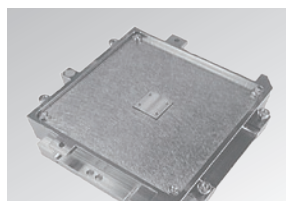
試料冷却・加熱機構

オプション

液体窒素による試料冷却及び、ヒーターによる試料加熱が可能なオプションです。ステージに内蔵の温度センサーにより、試料の導入から分析中まで常時、温度モニター・温度制御が可能です。冷却試料ホルダーでは、-150℃から+200℃まで、高温加熱試料ホルダーでは、室温から+600℃までの温度制御が可能です。



冷却試料ホルダー



高温加熱試料ホルダー

トランスファーベッセル

オプション

大気雰囲気反応しやすい試料を装置に導入するためのオプションです。グローブボックス中で取り付けした試料を雰囲気を変えずに装置に導入でき、分析後、大気に触れることなくグローブボックスに戻すこともできます。

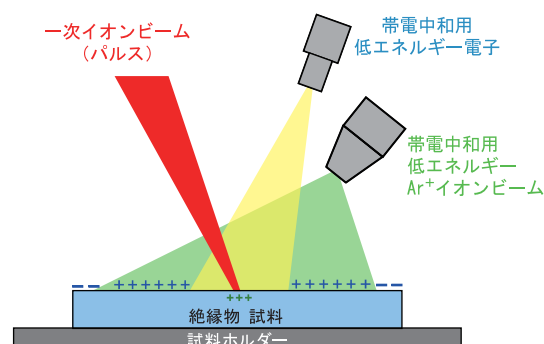


トランスファーベッセルによる試料搬送

Feature 4

デュアルビーム帯電中和機構

SIMS測定は一次イオンビームを照射するため、絶縁物試料では試料表面が正電位に帯電します。この帯電現象を緩和するために低エネルギー電子を照射して表面電位を中和する手法が用いられています。しかし、試料表面が静電気などにより、負電位に帯電していると、低エネルギー電子が試料に到達できず十分に中和できない場合があります。TRIFT V nanoTOFでは低エネルギーAr⁺イオンを同時に照射する(特許※)ことにより、負電位はイオン、正電位は電子、それぞれが中和を行います。絶縁性の高い試料においても、より安定した測定が可能となりました。



帯電中和の概念図

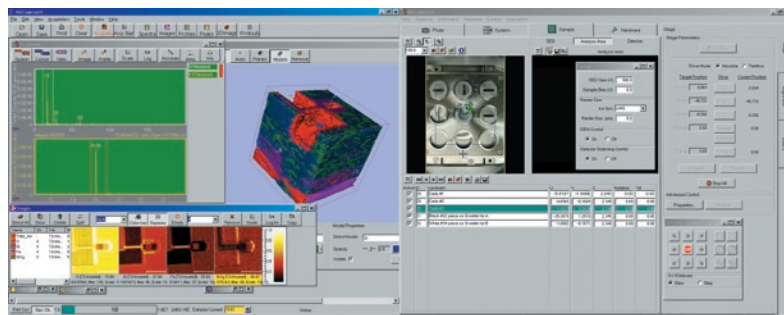
※ JP Patent P3616714 US Patent 5,990,476 EP Patent 0848247B1

Feature 5

WinCadenceNソフトウェア

TOF-SIMS測定・データ処理統合環境パッケージの操作性を大幅に向上しました。デュアルスクリーンによる操作画面には常時アクセス可能なハードウェアコントロールスクリーンを配置し、装置の動作パラメータ変更とデータ処理環境を共存させました。

多彩な機能を維持しつつ、多くの図を視覚的に配置することにより、操作の簡略化を実現しました。また、ハードウェアの診断と稼働記録機能をソフトウェア、エレクトロニクス両面から大幅に強化しました。



WinCadenceNソフトウェアの画面例

サポートソフトウェア

オプション

- WinCadenceNソフトウェアでは、外部ソフトウェアの追加により、さらに高度なデータ処理が可能です。Static SIMS LibraryをWinCadenceNに組み込むことで、1,900を超えるリファレンスを用いたシームレスなライブラリ検索ができます。

リモートサポート

オプション

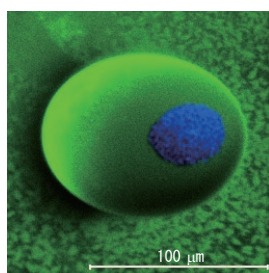
お客様の装置と当社サポートコンピュータをセキュアな回線にて接続を行い、装置に不具合が起きた場合の遠隔診断・調整作業を迅速に行います。

アプリケーションデータ

Application ポリマー球上の汚染分析

ポリスチレン基板上的のポリスチレン球の汚染分析を行った例です。球のサイズは100ミクロンです。緑色はポリスチレン、青色は汚染（シロキサン）由来の成分を表しています。

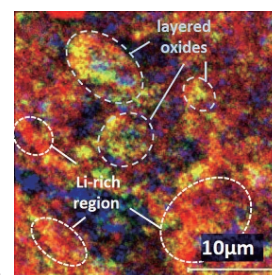
TRIFTでは基板及び100ミクロンの球を同時にイメージング可能で、凹凸のある絶縁物試料の汚染の様子が明瞭に捉えられる好例です。



ポリスチレン球のTOF-SIMSイメージ
青：シロキサン
緑：ポリスチレン

Application リチウムイオン二次電池

リチウムイオン二次電池の高機能化は、重要な課題となっています。TRIFTは凹凸のある試料の化学マッピングを高感度で測定可能です。固体 Li_2MnO_3 正極材料の高空間分解能TOF-SIMSイメージで濃化成分の分布を示しています。

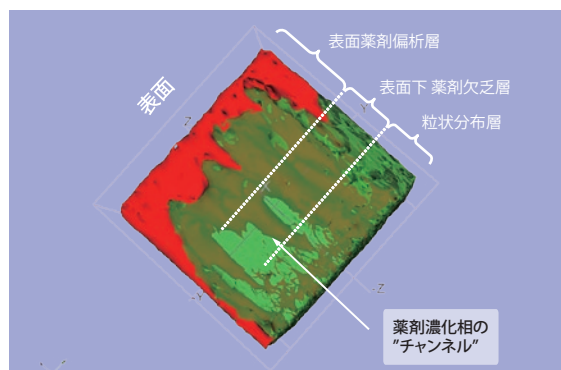


赤：リチウム
緑：マンガン酸化物
青：CF系バインダー

データ提供：東京理科大学

Application ステントの三次元イメージ

狭心症や心筋梗塞などの治療に用いられるステントに薬剤を徐放させる機能を持たせた薬剤溶出性ステントが注目されています。TOF-SIMS分析による深さ方向データを三次元イメージ化することにより薬剤ラパマイシン（赤）の多い領域がポリマーPLGA（緑）表層に分布していることが分かります。三次元表示機能により薬剤の分布を自由な角度で捉えることができます。



赤：薬剤（抗生物質）
緑：PLGA
（ポリ乳酸グリコール酸共重合フィルム）

設置要項（標準構成:液体金属イオン銃のみ搭載の場合）

●レイアウト

①装置本体重量 : 950 kg

②電気系本体重量 : 500 kg

③コンピュータ用テーブル

・搬入間口 : 幅 最小122 cm、高さ205 cm

・推奨床面積 : 500 cm × 350 cm

・設置床耐荷重 : 700 kg/m²

●ユーティリティ

・電力 : 200-230 V 交流・単相 50 A 50/60 Hz

・接地 : D種

・圧縮空気 : 最小580 kPa

・乾燥窒素 : 最大18 kPa

・Arガス : 純度99.9995 %以上

●環境条件

・静磁場 : 100 μT(1 G) 以下

・磁場変動 : 0.3 μT(3 mG) 以下

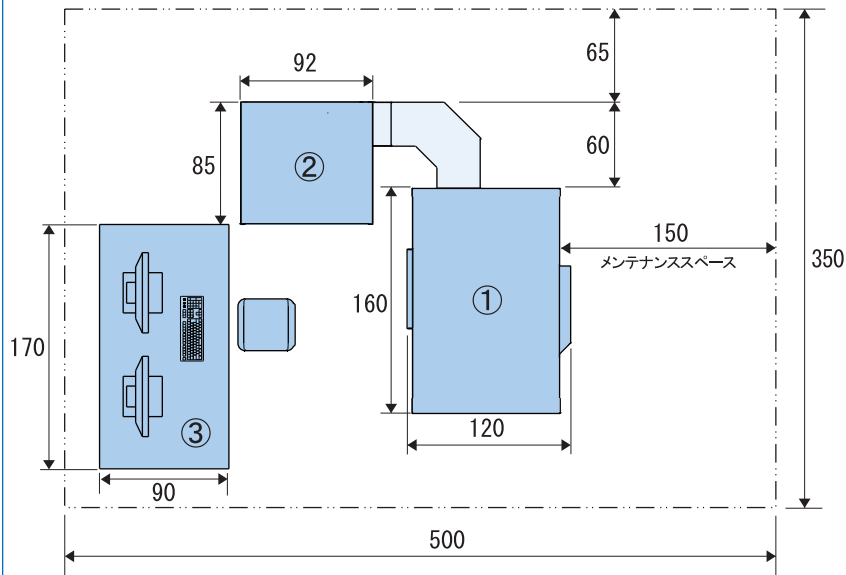
・振動 : 速度6.35 μm/sec. 以下(1~100 Hz)

・温度 : 20 ± 3 °C

・湿度 : 70 %以下(ただし、結露しないこと)

PHI TRIFT V nanoTOF™の平面図

単位:cm



性 能

●無機材料での質量分解能 : 11,500 m/Δm以上

●有機材料での質量分解能 : PET (m/z 104) にて10,000 m/Δm以上

●最小ビーム径 : 80 nm(空間分解能優先モード)、0.6 μm(質量分解能優先モード)

●到達真空度 : 1.2 × 10⁻⁷ Pa以下

◎オプション : Arガスクラスタイオン銃、C60イオン銃、Csイオン銃、Ar/酸素スパッタイオン銃、試料冷却・加熱機構、試料高温加熱機構、トランスファーベッセル、酸素リーク機構

外観および仕様は予告なく変更することがあります。

アルバック・ファイ株式会社

アルバック・ファイ株式会社

〒253-8522 神奈川県茅ヶ崎市円蔵370番地

TEL 0467-85-4220 FAX 0467-85-4411

www.ulvac-phi.com

Physical Electronics USA

Physical Electronics USA, Inc.

18725 Lake Drive East, Chanhassen MN55317 U.S.A.

TEL +1-952-828-6200 FAX +1-952-828-6176

www.phi.com