

固液界面分析に向けた Ambient SIMS 法の開発

Development of Ambient SIMS for Analysis of Solid-Liquid Interface

京大院工¹, 京大メディアセンター², ◦(M2)石井健太¹, 瀬木利夫¹, 青木学聡², 松尾二郎¹

Graduate School of Engineering, Kyoto Univ.¹, ACCMS, Kyoto Univ.²

◦Kenta Ishii¹, Toshio Seki¹, Takaaki Aoki², Jiro Matsuo¹

E-mail:ishii.kenta.82x@st.kyoto-u.ac.jp

固液界面は、電極反応、触媒反応などさまざまな物理および化学反応が起こる領域である。しかし、固液界面の分子構造情報を得る有効な評価手法は確立されておらず、正確な界面情報を取得できる新しい評価手法が期待されている。二次イオン質量分析法(SIMS)は感度の高さや原理上すべての質量を分析可能であるという特徴をもつ[1]。しかし、SIMSは一次プローブに keV 領域のエネルギーをもつイオンを使用するため、高真空下での測定が前提となり、液体試料・揮発性試料の測定は困難であった。そこで、我々のグループでは一次プローブに大気圧下でも高い透過率がある MeV 領域のエネルギーをもつ高速重イオンを用いた MeV-SIMS の研究開発を行ってきた。また、水を含む試料の場合には、水の蒸発を抑えるために試料室内を高い湿度で保つ必要があり、固液界面分析の実現には Ambient かつ湿潤環境下での測定が必要条件となる。

これまでの研究では入射側ノズルに内径:100 μm 、引出側ノズルに内径:100 μm の精密ノズルを導入することで、ビーム入射側と分析側の真空度の悪化を抑制し、大気圧下での固体、液体試料の測定に成功してきた[2]。さらに、二次イオンの引出効率増加のために引出ノズルは内径 140 μm のパイプ型に改良した。また、湿潤環境下にて多く検出されてしまう試料以外のピークは試料室内を $1 \times 10^5 \text{Pa}$ から $4 \times 10^4 \text{Pa}$ に減圧することで試料由来のピーク強度を保ったまま、低減できることが分かっている。

本研究で使用した装置概略図を図 1 に示す。試料室内の圧力と湿度は乾燥 He ガスと水をバブリングさせた湿潤 He ガスを用いて制御した。この装置を用いて、 $4 \times 10^4 \text{Pa}$ 、湿度 100%にて SIMS 測定した安息香酸水溶液のマススペクトルを図 2 に示す。30 分以上蒸発を抑制し、安定した状態で測定することに成功した。水の蒸発後には、分子イオン $[\text{M}+\text{H}]^+(m/z=123.1)$ は蒸発前の 2 倍の強度に、逆に $[\text{2H}_2\text{O}+\text{H}]^+(m/z=37.1)$ などの水の多量体イオンは 1/2 倍以下の強度に減少した。これは、分子イオンは主に固面由来、水の多量体イオンは主に液面由来であるからと考えられる。

参考文献

[1] A. Benninghoven, Surf. Science, 299/300, 246-260 (1994)

[2] M.Kusakari, M.Fujii, T.Seki, T.Aoki, J.Matsuo, J.Vac.Sci.Technol.B, 34, 03H111 (2016)

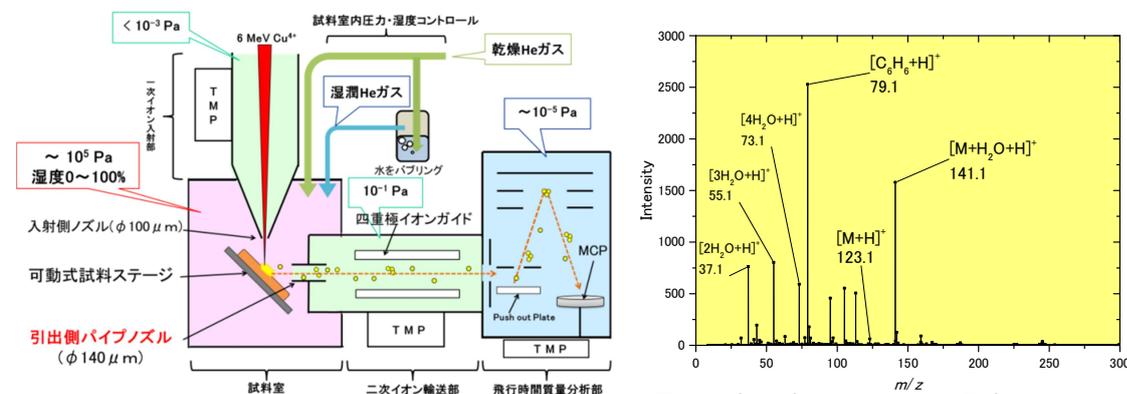


図 1: 実験装置概略図

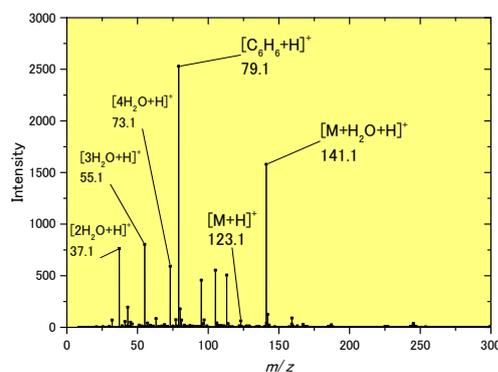


図 2: 真空度 $4 \times 10^4 \text{Pa}$ 、湿度 100%における安息香酸水溶液のマススペクトル