

FIB-TOF-SIMS主成分分析による広島東照宮本地堂漆塗りの解析

研究期間：令和3年度

研究目的

SIMS（二次イオン質量分析法）は半導体産業から地殻コアの同位体分析まで幅広く活用され、X線分析では困難なリチウムイオン電池正極材料中のリチウム（ ${}^{6,7}\text{Li}$ ）分布のマッピング手法として定着している。2019年度に内閣府地方大学地域産業創生交付金事業「ひろしまものづくりデジタルイノベーション創出プログラム」で導入された国内初のTOF-SIMS搭載PFIB-SEMを活用し、有機・無機材料の微小成分分布の可視化手法を開発するため、漆塗り表面の質量スペクトルイメージデータの主成分分析を試みた。

研究内容

試料は広島市指定の重要文化財広島東照宮本地堂の修復に際して採取されたもので、天然樹脂と粘土鉱物が混合された典型的な漆塗りであった。

ToFwerk製TOF-SIMS検出器を搭載したThermo Fisher Scientific製FEI Helios G4 PFIB CXeを使用し、漆塗り表面に鉛直方向から30kV/0.1nAのXeイオンを照射し、 $256 \times 221 \text{ pixel} \times 1,024 \text{ frames}$ のスペクトルイメージデータを測定した。

データサイズが約6GByteと膨大であるため、深さ方向のvoxelを積算しデータセットを二次元化、質量スペクトルも m/q を整数値化することでデータ量を圧縮し、リモートセンシングに用いられるMATLABのscriptsで主成分分析した。

研究成果

右図に主成分数を6成分と設定し、「hyperpca」関数から導出された主成分分析結果を示す。左から順に各成分の分布、成分のスペクトル及び検証用に単純な m/q の強度（元素）分布を掲載した。

スペクトルに成分の足し合わせのつじつま合わせのために生じたと考えられる負のピークは存在したものの、負の分布は見られなかった。また、主成分分析結果と m/q の分布に顕著な差異は無く、計算過程での偽分布の生成は無く、妥当な結果が得られたと考えられる。

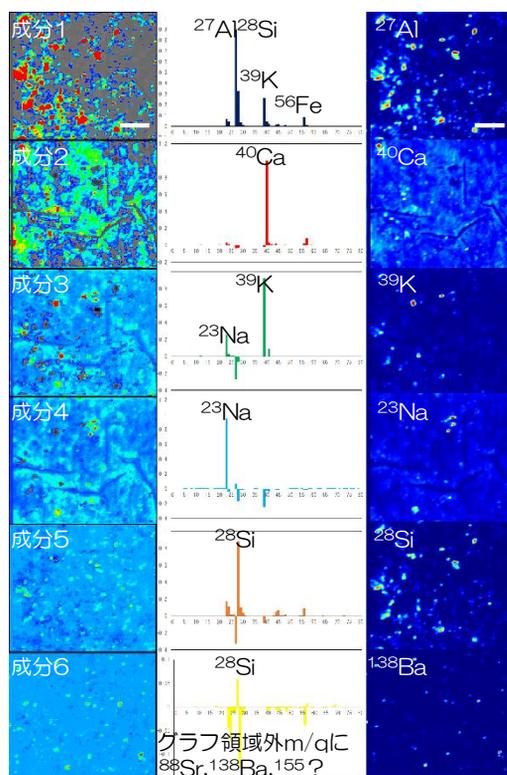
また、陰イオンの分布に漆の樹脂を反映したと推定される成分が見られた。



PFIB-SEM外観・試料取付



TOF-SIMS測定時の試料室



典型的な主成分分析結果と m/q 元素体分布