

タングステン針を用いたグリシンのアトムプローブ分析

Atom probe analysis of glycine molecules formed on tungsten tip

京大院工 ○羽路祐紀, 入場紀明, 西村知紗, 曾根 輔, 辻 博司, 後藤康仁

Kyoto Univ., ○Yuki Haneji, Noriaki Nyuba, Chikasa Nishimura,

Tasuku Sone, Hiroshi Tsuji, Yasuhito Gotoh

E-mail: haneji.yuki.53u@st.kyoto-u.ac.jp

【はじめに】アトムプローブトモグラフィー (APT) の技術発展により原子分解能の構造解析と質量分析の同時測定が可能となった。しかし APT 分析には試料の微細な加工が必須で、有機材料をその分子構造を壊すことなく針状に加工するのは困難である。炭素系材料を試料下地に用いたアミノ酸のアトムプローブ (AP) 分析[1, 2] では、炭素イオンなども同時に検出され、分析材料のイオン種との区別が難しく、新たな試料作製が望まれている。また様々なフラグメントイオンが同時生成されるため、イオン種同定には非導電性材料の電界蒸発機構の解明が不可欠である。そこでタングステン針状試料(W-tip)上に最も構造が単純なアミノ酸であるグリシンを蒸着し、グリシン層から引き出した電界蒸発イオンを AP 分析し、イオン種の同定を試みた。

【実験方法】グリシン(Gly: $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$)を曲率半径 10–15 nm の W-tip に真空蒸着した。AP 分析には当研究室で開発した飛行時間 (TOF) 質量分析装置[3]を用いた。試料に直流電圧印加し、引き出したイオンビームを静電偏向電界でパルス化することで Gly の電界蒸発イオンの TOF 測定を行った。

【実験結果】試料印加電圧 5.0 kV、12.0 kV における飛行時間スペクトルを図 1 に示す。低電界強度 (図 1(a))では質量電荷比 (m/Z) 75 の 1 価のグリシンモノマー($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}^+$)と同時に、 $m/Z=30-50$ のフラグメントイオンが観測された。一方、高電界強度 (図 1(b))では、大きなピーク(H_2O^+)と 3 つの Gly 由来のピークが観測され、検出イオンの質量電荷比 (29.6、

37.3、45.1) からイオン種はそれぞれ NH_2CH_2^+ 、 $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}^{++}$ 、 COOH^+ と同定される。

【考察】イオン種同定から高電界強度下では 2 価モノマーと 2 種のフラグメントが観測された。これらのフラグメントに関しては、ほぼ同量検出されていることから、Gly 分子中の最も結合力が弱い C-C 結合の開裂に起因すると考えられる。一方、低電界強度では 1 価モノマーが支配的に生成される。これらの結果から Gly の電界蒸発イオン種の電界強度依存性は明らかであり、Gly などの有機物の APT 分析において印加電圧レベルの制御によって電界蒸発イオン種を意図的に選定し、より詳細な構造分析が可能であると示唆される。

【参考文献】

- [1] O. Nishikawa *et al.*, Appl. Surf. Sci. **256** (2009) 1210–13
- [2] T. Kelly *et al.*, MRS Bulletin **34** (2009) 744-750
- [3] 羽路 他 2015 年秋季応物 14p-4E-16

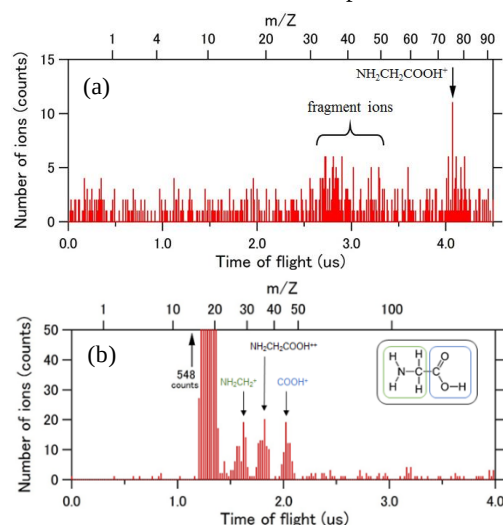


図 1. グリシン電界蒸発イオンの TOF スペクトル
(a): 5.0 kV, (b):12.0 kV 印加時