

ESI 法によるグリセロールクラスターの SIMS 応用

SIMS Application of Glycerol Clusters by ESI Method

京大工¹, 京大院工² °河野 建太¹, 瀬木 利夫², 松尾 二郎²Faculty of Engineering, Kyoto Univ.¹, Graduate School of Engineering, Kyoto Univ.²°Kenta Kono¹, Toshio Seki², Jiro Matsuo²

1. はじめに

二次イオン質量分析法 (SIMS) は一次イオンを対象試料に照射して試料分子をイオン化し、放出された二次イオンを質量分析することで試料分子の同定を行う手法である。従来の単原子イオンを用いた SIMS では、試料分子の破壊や損傷の蓄積の問題があり、有機試料の分析には適さなかった。しかし、近年登場したクラスターイオンを用いた SIMS では、クラスター中の一原子当たりのエネルギーが数 eV と小さく試料をソフトにスパッタできるため、従来の単原子イオンを用いた SIMS より有機試料に対する二次イオン収率が大きく向上した。これにより、SIMS を用いた生体試料の高空間分解能イメージング実現への期待が高まっている。しかし、有機試料の分子量が大きくなるにつれて二次イオン収率が低くなる問題があるため、更なる二次イオン収率の向上が必要である。

我々はクラスター中の一原子当たりのエネルギーが同じであってもクラスターサイズが大きくなるほど試料表面の分子を多くスパッタできると考え、巨大で多価のクラスターを生成できるエレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法に着目した[1]。そして、ESI 法により生成したグリセロールクラスターを一次イオンとする SIMS 装置を開発した。

2. 実験

本実験では、ESI クラスターイオン源を AccuToF に結合した装置を使用した。また、一次ビームであるグリセロールクラスターについて飛行時間法 (ToF) によるクラスターサイズの測定もできるようにした。クラスターイオン源となるグリセロールは粘度が高いため、水を混合して粘度を下げた。また、1 mol/L の酢酸アンモニウムを混合して溶液の導電性を高めた。キャピラリーの先端内径は 50 μm で、溶液はシリンジポンプを用いて流量 1 $\mu\text{L}/\text{min}$ で送液した。ターゲット試料には、リン脂質の一種である DSPC ($\text{C}_{44}\text{H}_{88}\text{NO}_8$, 789.6u) を用いた。今回は、水の混合率を 15% から 50% までに変えて DSPC の SIMS 測定を行い、二次イオン収率の比較を行った。

3. 結果と考察

水混合率と DSPC の二次イオン収率の関係を Fig.1 に示す。ESI 法により生成したクラスターは 1 クラスターあたりの価数が正確に分からないため、1 価あたりの二次イオン収率で比較した。水混合率が 15% から 30% まで大きくなるにつれ二次イオン収率は大きくなるが、30% 以上ではあまり変化しないことがわかった。一方、ToF 測定をした結果、クラスターのサイズは水混合率が大きくなるほど小さくなることがわかった。クラスターのサイズが小さくなれば、クラスター中の一原子当たりのエネルギーが大きくなり、より多くの試料分子がスパッタされると考えられる。しかし、二次イオン収率がクラスターのサイズの縮小に応じて単調な増加を示さないことから、試料分子をスパッタしてイオン化する最適なクラスターのサイズがあると考えられる。発表当日には、グリセロールクラスターのサイズ分布やスパッタ率についても示す予定である。

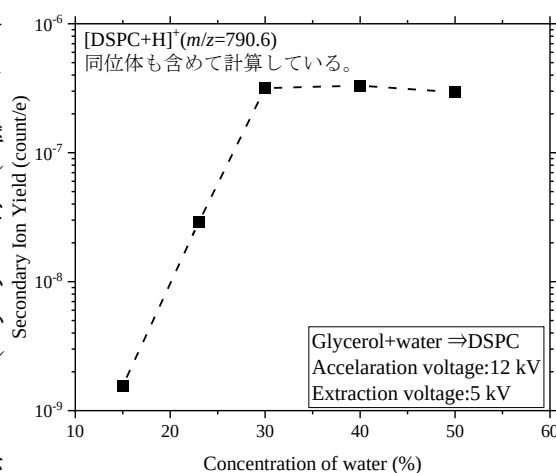


Fig.1 Secondary ion yield as a function of concentration of water

参考文献

[1] S. Ninomiya, et al: Journal of Surface Analysis 20 3(2014) 171-176