

2005年12月24日

装置管理：理学部応用化学科中井研究室（内5782）

レーザーアブレーション LA 装置 UP-213 Universal Platform

操作マニュアル

はじめに

レーザーアブレーション（LA）システムを ICP-MS と組み合わせて使用すると、様々な固体サンプルを直接分析することができます。

- 時間とコストのかかるサンプルの前処理作業を軽減。
- 分解の困難な合金類の分析。
- 空間分解能（スポットサイズ）の制御が容易な UV レーザーは、ICP-MS と組み合わせて使用するレーザーアブレーションシステムに広く使用されています。含有物の分析用に単一スポットのアブレーションを行ったり、バルク分析用にラスター処理を行ったり、また、深さ方向の分析を実行したりすることができます。

レーザーアブレーションにより発生する信号の性質は、ICP-MS による分析を成功させる上で克服すべき課題がいくつかあります。レーザーがサンプルの表面で照射されると、粒子、蒸気、融解物から成る細かい乾燥物が発生します。また、サンプル中に含有される液体や気体などが分析される時、信号が大幅に、しかも急激に変化することがあります。さらに、測定成分の濃度が、主成分レベル（%）から微小成分レベル（ppb）まで変化することもよくあります。

New Wave UP 213 (NewWave Research)

UP213 は、第 2 世代の高性能 Nd:YAG 深紫外（213nm）レーザーアブレーションシステムで、フラットなクレータと高い吸収効率により、材質の透明/不透明を問わず、分析可能です。紫外（213nm）波長は、均一な粒子生成を実現します。これにより、エアロゾルの移動効率が向上するため、感度が向上し、プラズマでの析出も低減します。UP213 は、ソリッドステートレーザーの使いやすさと、紫外波長による優れたサンプリング効率を組み合わせ、半導体および地質学、生体、環境関連のサンプルの固体直接分析を行います。レーザーアブレーションソフトウェアが、レーザーに関する全てのパラメータ、サンプル表面のモニター、ステージ位置、ガス流量をコントロールします。最新のレーザーアブレーション技術を搭載した Universal Platform シリーズは、最新式のレーザーアブレーションシステムです。完全にフレキシブルな設計を採用しているため、ソフトウェアがリリースされ次第、最新の UP シリーズの機能にアップグレード可能です。さらに、高い信頼性と簡単なメンテナンスを実現しています。

注意事項

- LA 制御装置
 - ※ 内部の冷却水がこぼれるので振動を与えたり傾けたりしないこと
 - ※ 裏側の電源スイッチには触れないこと
- LA 装置
 - ※ CCD カメラ, xy ステージ部分に振動・衝撃を与えないこと
 - ※ 試料セルは逆さにするとチャンバーが落下するので特に注意すること！！
傷ついたら元に戻りません
- ICP-MS 装置
 - ※ 測定前後に溶液でチューニングを行い, 測定値に異常がないか確認すること

ICP-MS 装置との接続

- ① 溶液でチューニングを行い, 自分の測定試料に高濃度で含まれている元素のカウントを記録しておく
- ② プラズマ OFF, Ar ガスのバルブを閉じ, 試料導入部のハッチを開け, 完全に上まで上げる
- ③ 装置 → 装置操作 → メンテナンス → サンプル導入系メンテナンス

必要ならば, スキマーコーンとサンプリングコーンを交換する

- 1) トーチ位置メンテナンスでトーチを移動させる
(ハッチが上がりきっていない場合, エラーウィンドウが出る)
 - 2) トーチが移動し終わったら, スキマーコーンとサンプリングコーンを LA 用に交換する
 - 3) トーチ位置初期化で元に戻す
-
- ④ ネブライザーを LA 装置付属のものと付け替える
 - ⑤ LA 装置付属のガスラインを ICP-MS 装置に接続する
 - ⑥ ラインチューブをはさまないようにハッチを閉める
 - ⑦ Ar ガス, He ガスのバルブを開く
 - ⑧ 出力の Ar ガスバルブ開, OP ガスバルブ開をチェックし, メイクアップガス 1.00 L/min, オブションガス 100.00 % と入力する
 - ⑨ 測定までに 5 分程度放置し, 装置内をクリーニングする
 - ⑩ ICP-MS Chem Station を終了し, コンフィグレーションを起動する
 - ⑪ ペリポンプなしを選択する
 - ⑫ コンフィグレーションを終了し, ICP-MS Chem Station を起動する

LA 装置立ち上げ

- ① 制御パソコンを立ち上げ, MEO Laser Ablation を起動する

- ② EMISSION ランプが点灯していることを確認する
- ③ 試料セルがしっかりとセットされ、INTERROCK ランプが消えていることを確認する
(セットされていない場合、エラーウィンドウが出る)
- ④ **POSITION** → **Yes** → **Center** → **Move to** で座標をセンター合わせする
- ⑤ **Purge** で試料チャンバー内およびガスライン内を 5 分程度クリーニングする

LA-ICP-MS 測定

- ① **プラズマ ON**
- ② 標準試料（各自で用意）を試料セルに入れ、装置にセットする
- ③ **Purge** → **Online** でセル内を He ガスで満たす
- ④ 試料に焦点を合わせ、アブレーションモードは **Raster** で、なるべく広範囲にアブレーションパスを描く
(チューニング中にサンプリングが終了してしまわないように)
- ⑤ 描いたアブレーションパスを選択し、**Property** でレーザー条件を設定する
(必要ならば **Pre-Ablation** も選択する)
- ⑥ **チューニング** → **測定パラメータ** → **測定パラメータの変更** で、測定対象質量数を入力する
(NIST612 の場合、11 (B), 138 (Ba), 208 (Pb) を入力)
- ⑦ **Ran Scan** で **Ablation** が **Online** (必要ならば **Pre-Ablation** も) であることを確認し、**Enable Laser During Scans** をチェックして **Ran** でレーザー照射を開始する
- ⑧ 5~10 秒後、ICP-MS 装置内に試料が入ってからチューニング **スタート**
- ⑨ チューニングレポートを作成したら、**abort** でレーザー照射を中止し、試料をセルから取り出す

- ⑩ 実試料を試料セルに入れ、装置にセットする
- ⑪ **Purge** → **Online** でセル内を He ガスで満たす
試料に焦点を合わせ、適当なアブレーションモードを選択する
- ⑫ 描いたアブレーションパスを選択し、**Property** でレーザー条件を設定する
(必要ならば **Pre-Ablation** も選択する)
- ⑬ **データ採取** で溶液と同様に設定してファイルを作成する
- ⑭ **Ran Scan** で **Ablation** が **Online** (必要ならば **Pre-Ablation** も) であることを確認し、**Enable Laser During Scans** をチェックして **Ran** でレーザー照射を開始する
- ⑮ 5~10 秒後、ICP-MS 装置内に試料が入ってから測定開始する
- ⑯ 測定終了したら、**abort** でレーザー照射を中止し、試料をセルから取り出す

以上を繰り返してデータ採取する

測定後

- ① プラズマ OFF, Ar ガス, He ガスのバルブを閉じ, 試料導入部の温度が下がるまで放置する
※ プラズマ OFF 後しばらくは非常に高温なので火傷に注意
- ② 試料導入部のハッチを開け, 完全に上まで上げる
- ③ 装置 → 装置操作 → メンテナンス → サンプル導入系メンテナンス

必要ならば, スキマーコーンとサンプリングコーンを交換する

- 1) トーチ位置メンテナンスでトーチを移動させる
(ハッチが上がりきっていない場合, エラーウィンドウが出る)
 - 2) トーチが移動し終わったら, スキマーコーンとサンプリングコーンを通常の溶液用に交換する
 - 3) トーチ位置初期化で元に戻す
-
- ④ ネブライザーを通常の溶液用と付け替え, LA 装置付属のガスラインを取り外してハッチを閉める
 - ⑤ Arガスのバルブを開け, 出力の設定を元に戻す
 - ⑥ ICP-MS Chem Stationを終了し, コンフィグレーションを起動してペリポンプの設定を元に戻す
 - ⑦ コンフィグレーションを終了し, ICP-MS Chem Stationを起動する
 - ⑧ 溶液でチューニングを行い, 自分の測定試料に高濃度で含まれている元素のカウントをチェックして, 測定前後で変化がないことを確認する。一般的に LA 測定ではサンプリングコーンやスキマーコーンなどに汚れがつきやすいので, 注意する。