

## フェムト秒 LA-ICPTOFMS による微小試料の分析

○林 英男<sup>\*1)</sup>、清水 綾<sup>\*2)</sup>

## 1. はじめに

工業製品や食品等に混入した微小異物の分析は、異物の発生・混入の経路特定による再発防止に活用されている。微小異物の元素組成の分析には一般的に、エネルギー分散型蛍光エックス線分析装置 (XRF-EDX) や分析機能を有する走査電子顕微鏡 (SEM-EDX) などが用いられるが、検出感度が十分でないこと、リチウムやベリリウムなどの軽元素の検出が困難であることが問題になっている。そこで本研究では、フェムト秒レーザーアブレーション (LA) 装置を試料導入に用いた飛行時間型誘導結合プラズマ質量分析装置 (ICPTOFMS) を微小試料の分析に適用し、微小なガラス試料や金属試料に含まれる元素の高感度検出を試みた。

## 2. 実験方法

フェムト秒 LA 装置 (NWR-FEMTO、ESI 製) の試料セルに微小固体試料を入れ、試料表面にレーザー光 (波長 263 nm、パルス幅 約 180 fs、パルス周期 250 Hz) を照射した。レーザー光照射によって生じた試料微粒子は、ヘリウムガスにより ICPTOFMS 装置 (GBC OptiMass 9500、Scientific 製) に搬送し、質量スペクトルを測定した。

## 3. 結果・考察

6 種類のガラス標準物質 (NIST SRM 610, 612, 614, 620, 621, 1411) を用いて、本装置によるガラス組成分析能を評価した。その結果、ガラスに含まれる ppm レベルのリチウムやホウ素、鉛などの検出が可能であることが判明した。そこで、微小ガラス試料 (数百  $\mu\text{m}$  角) の分析に本分析法を応用した (図 1)。図 1 の上段に示したグラフより、試料 A と試料 B は共にナトリウムとケイ素を主成分としたソーダ石灰ガラスであることが判明した。なお、アルゴンのピークはイオン化源である ICP に起因する。さらに、質量電荷比 5~

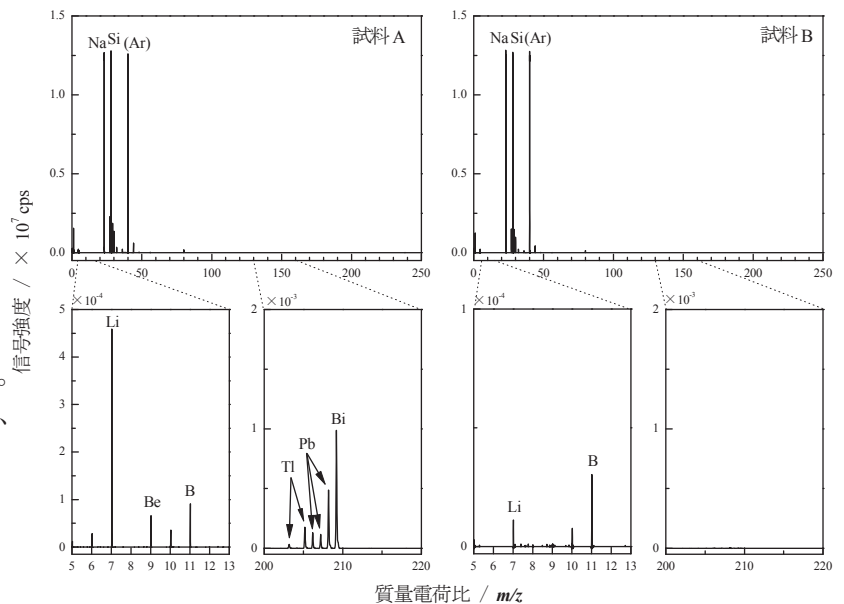


図 1. 2 種の微小ガラス試料の測定結果

13 および 200~220 を拡大したグラフを図 1 の下段に示す。リチウム、ベリリウム、鉛などの不純物元素の信号強度は、試料 B に比べて試料 A の方が明らかに大きく、試料 A に含まれる不純物量が多いことを示している。以上の結果より、試料 A と試料 B は共にソーダ石灰ガラスであるが、不純物の濃度が一致しないため、異なるガラスに由来する破片であると推測できた。また、金属試料として微小な鉄鋼試料を測定し、低合金鋼やステンレス鋼の分析が可能であった。

本分析法は、微小異物に含まれる微量元素の分析が可能であるため、XRF-EDX や SEM-EDX に代わる新たな異物分析方法として活用可能であることが示された。

\*1)高度分析開発セクター、\*2)材料技術グループ