

直流パルスGD-MSによる薄板試料中の微量成分の直接分析

城南支所 山田健太郎

1. これまでにない**薄板のppmレベルでの不純物分析**
2. 前処理なしでの**多元素一斉分析** (測定15 min)
3. 異種金属合板、極薄めっき、表面改質層にも対応

目的

直流パルス方式のグロー放電質量分析法(GD-MS)は、検出感度を落とさずにスパッタ速度を1/10程に小さくできるようになるため、薄板等のppmレベルの微量元素の定量への応用が期待されています。本研究では、実際にアルミニウムおよびチタンについて分析値と認証値との関連付けを行い、微量成分の定量について検討を行いました。

内容

直流パルス電源ユニットを装備したサーモフィッシャーサイエンティフィック社製ELEMENT GD二重収束型質量分析装置を用いました。感度が最大となる最適条件を調べ、アルミニウムおよびチタンの認証標準物質を用いて、相対感度係数(RSF)、各元素の分析値のかたよりおよび相対標準偏差(RSD)の評価を行いました。得られた試験条件およびRSF値を用いて、0.1 mm程度のアルミニウム合金およびチタンの薄板や、異種金属合板(クラッド材)の表皮材(0.01~0.1 mm)中の微量元素の分析も行うことができるようになりました。

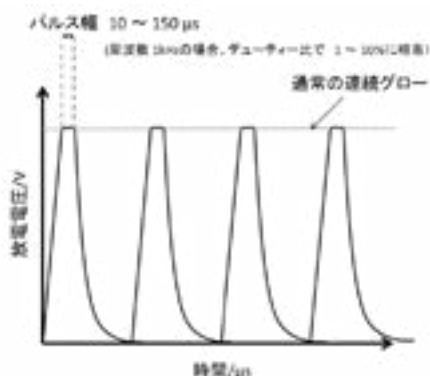


図1. 直流パルスグロー放電における電圧-時間の関係

表1. アルミニウム合金クラッド材の直流パルスGD-MS法による分析値 (6063基材:0.9 mm、1100表皮材:0.1 mm)

元素	6063 (%) 基材	6063 RSD (%)	1100 (%) 基材	1100 RSD (%)	total (%)	ICP
Mg	0.44	1.8	0.0023	2.3	0.40	0.45
Si	0.41	2.6	0.1	1.0	0.38	0.36
Ti	0.012	9.3	0.016	2.3	0.012	0.011
V	0.0068	4.3	0.0094	2.2	0.0068	0.0090
Cr	0.0064	2.7	0.0075	1.4	0.0066	0.0066
Fe	0.16	2.8	0.6	1.8	0.20	0.21
Cu	0.0002	13.5	0.13	1.6	0.013	0.016
Zn	0.00176	0.9	0.0018	1.6	0.0018	0.0017
Zr	0.0006	7.3	0.0014	4.8	0.00068	0.00076
Pb	0.002	14.6	0.0067	2.7	0.0019	0.00153

} AES
} MS

新規性・優位性

薄板・薄膜中の微量元素(ppmレベルから%レベルまで)を固体直接・多元素一斉分析が可能。試料加熱も抑えられるので低融点金属の分析も可能です(Sn、In、Ga等)。

産業への展開・提案

医療用・航空機用先端材料製品の高純度金属薄板・クラッド材や、表面改質層、めっき中のppmレベルの微量成分の迅速分析