

## フェムト秒 LA-ICPTOFMS を活用した微小試料分析事例

○林 英男<sup>\*1)</sup>1. 背景

工業製品や食品など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。一般的に微小異物の元素組成分析には、エネルギー分散型蛍光エックス線分析装置（ED-XRF）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、検出感度が低いこと、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となっている。

これらの問題を解決するため、都産技研では、フェムト秒 LA-ICPTOFMS を微小試料の分析に適用し、微小ガラス試料や金属試料に含まれる元素の高感度検出を可能としたので、その活用事例を紹介する。

2. 測定方法

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（OptiMass 9500、GBC Scientific 製）に搬送し、質量スペクトルを測定した。装置概略を図 1 に示す。

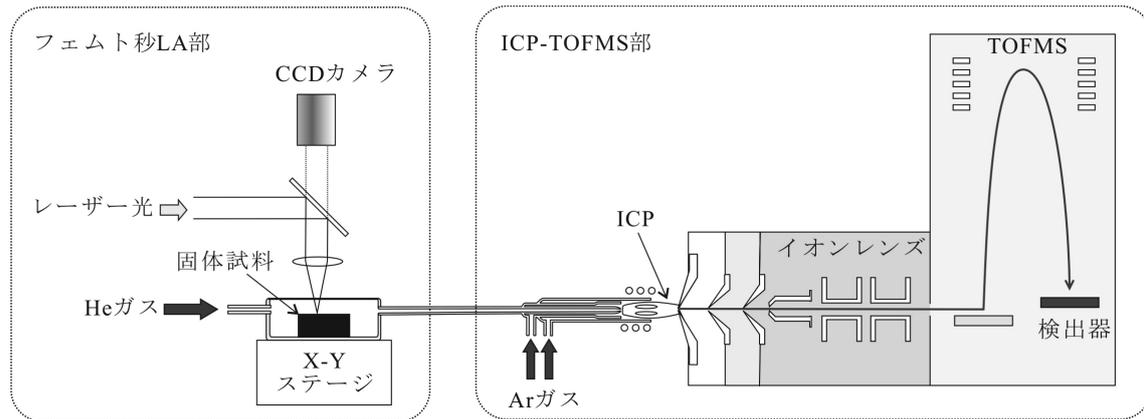


図 1. 装置概略図

3. 測定事例

本分析法をガラスの破片に適用した事例を紹介する。まず、従来の分析手法である ED-XRF 及び SEM-EDX を用いてガラス破片を分析した。その結果、ケイ素、ナトリウム、アルミニウムを含むガラスであるとの分析結果が得られた。一方、本分析手法を用いて同じガラス破片を測定したところ、ケイ素を主成分とし、ホウ素、ナトリウム及びアルミニウムを含むガラスであることが判明した。さらに、ガラス標準試料を用いて作成した検量線から、各元素の濃度を求めた結果（ $B_2O_3$  : 13.2 %、 $Na_2O$  : 3.85 %、 $Al_2O_3$  : 1.95 %）、ガラス破片は、ホウケイ酸ガラスであることが分かった。

4. 今後の展開

フェムト秒 LA-ICPTOFMS を用いれば、従来の分析法では見落としていた軽元素についても分析することが可能である。今後は、本分析法を活用した依頼試験に加えて、共同研究などの研究開発分野への支援も期待される。

\*1)高度分析開発セクター

H23.4～H25.3【基盤研究】フェムト秒 LA-ICPTOFMS による微小試料定量法の開発と応用  
 H24.6～H25.3【共同研究】鋼鉄材中の貴金属・レアメタルの存在量推計と混入経路の評価