

論文題名『誘導結合プラズマ質量分析法による固体直接定量分析のための新しいレーザーアブレーションシステムの開発』

「分析化学」第 55 巻第 4 号, 229-236 ページ

著 者 名：石田智治・秋吉孝則*・坂下明子**・城代哲史・藤本京子・千野 淳（JFE スチール, *日本鉄鋼連盟標準化センター, **JFE テクノリサーチ）

2006 年「分析化学」論文賞として、上記の論文が選定されましたので、お知らせいたします。

【選定理由】ならびに「論文概要」

本論文は、誘導結合プラズマ質量分析装置 (ICP-MS) を用いた金属材料中 $\mu\text{g/g}$ (ppm) 以下の極微量成分の高感度な直接分析を目的として、新たなレーザー気化システム (LA) を開発し、このシステムにより生成される微粒子を ICP-MS に導入することで固体試料直接分析を可能としたものである。LA と ICP-MS を組み合わせた LA-ICP-MS は、試料の溶液化が不要な極微量元素の分析法としての有効性が以前より証明されていたが、定量分析法として利用するためには二つの問題があり、実用的に使用できる水準には至っていなかった。一点は LA により生成した微粒子と母材試料とで化学成分が異なる選択蒸発の問題であり、もう一点は従来の LA で生成できる微粒子の絶対量が少ないことに加え、生成量の変動が大きいという問題である。著者らは、まず選択蒸発の問題に対し、レーザーのスポットを二次元にスキャンさせ、面状に隙間なくレーザー照射を行えば選択蒸発の問題を回避できることを理論的に考察した。この考察に基づき、50 kHz のパルス周波数において最大 10 W の平均出力で発振できる Q スイッチタイプの Nd:YVO₄ レーザーと、このレーザーを試料表面の適切な大きさの領域に対して隙間なくビームの集光スポットを操作させるための位置制御機能の高い 2 枚のガルバノミラーを基本構成とする LA を開発した。このシステムで、レーザーの集光面積を 50 μm^2 とし、0.6 W の平均

出力で 1 mm 四方以上の領域に対してレーザー照射を隙間無く行った場合に生成する微粒子の組成は、別途試料から採取した切り粉の化学分析結果とほぼ一致することを Cu 基合金やステンレス鋼で実証した。また、この条件で鉄鋼試料にレーザーを照射し生成微粒子を ICP-MS に導入した場合に検出される鉄のイオン強度は、500 $\mu\text{g/mL}$ の鉄鋼溶解試料を噴霧法で導入した場合とほぼ同等のレベルであり、イオン強度のばらつきも相対標準偏差で 2.4% と、溶液法とほぼ同等の安定性が得られることを実証した。更に鉄鋼認証標準物質を用いて、開発した LA-ICP-MS の定量性を評価した。その結果、多くの元素について数 ppm～数百 ppm の広い範囲において分析結果と認証値がよく一致し、繰り返し精度も 100 ppm を超える領域では相対標準偏差でおおむね 1% 程度、シングル ppm オーダーの低濃度領域でも 2～3% と、精度・正確さとも良好な結果が得られた。また、微量分析のニーズが大きい B, As, Sb, Pb などの元素についても 5 ppm 以下の極微量域まで相対標準偏差 3% が維持できる結果が得られた。検出下限も多くの元素について数十 ppb 以下であった。本法は、新しい LA システムとして *J. Anal. At. Spectrom.*, **21**, 1432 (2006) の Review で早速に報告されており、今後固体試料を扱う工業分析分野での発展が期待される。

委員会で慎重に審議・検討し、上記の理由により、本論文を 2006 年「分析化学」論文賞受賞論文に値するものと認め、選定した。

〔「分析化学」論文賞選考委員会〕