

レーザーアブレーション / ICP 発光分析法による銅合金中の微量 Cd, Pb, Cr 分析

材料技術グループ 金属系材料チーム 南 秀明, 門野純一郎
材料技術グループ 菊内 康正

要 旨

材料分析において、前処理を必要としない固体試料直接分析法が求められている。そこで、レーザーアブレーションにより発生した微粒子を ICP 発光分析装置に直接導入する分析法について、銅合金試料を用いてレーザーアブレーション条件の検討を行った。その結果、レーザーアブレーション条件（照射径 150 μm 、走査速度: 50 $\mu\text{m/s}$ 、レーザー出力: 50% : 2.3mJ、パルス周期: 20Hz、アブレーションパターン: 矩形ライン）において、分析面積: 1mm 角、分析深さ: 0.5 μm で 0.01% レベルの Cd, Pb, Cr の定量ができることが分かった。また、その他の微量成分 Fe, Ni, Sn の分析も可能であった。今後は、今回の検討した結果明らかになった微小面積、浅い分析深さや導電性などの試料形態を問わない利点を生かし、各種表面処理品やセラミックスなどの検討を進める。

1. 緒言

誘導結合プラズマ発光分析法 (ICP-AES) は、高感度で分析精度が高く、ダイナミックレンジが広く、多元素同時迅速分析が可能であるなどの特長を持っている¹⁾。ところが、水溶液試料を対象とするため、金属材料、非鉄金属材料や酸化物などの固体試料を分析する場合、酸分解などの前処理が必要である。特にセラミックスなどの難溶解性試料は、その前処理操作は煩雑でかつ長時間を要していた。

そのため、分析の省力化、迅速化の観点からスパークアブレーション法^{2)~4)}による固体試料の直接分析法について検討してきた。その中で、融点の大きく異なる銅 / 亜鉛合金試料分析に関する検討を行った結果、スパーク条件を調整することで選択蒸発もなく主成分から微量成分まで幅広い濃度範囲で分析できることが分かった³⁾。また、試料形態として導電性を必要とするスパークアブレーション法の欠点を改善する目的で炭素と混合した成形体を用いて検討した結果、ジルコニアなどの導電性の無い粉末試料も、アブレーション試料とすることができ、0.01% 程度の不純物の分析が可能であった⁴⁾。しかしガラスなどの非導電性バルク試料やメッキ被膜などの複合材料、小さい機械部品の分析は困難であった。

そこで、数 mm 程度の微小試料の固体試料を直接分析できる可能性を有しているレーザーアブレーション / ICP 発光分析法について、銅合金試料を用いて検討を行った。銅合金試料は、電子機器等のコネクタなどに用

いられており、数年前から RoHS 指令対応品が求められ、Cd, Pb などの環境規制物質濃度が規制値以下である確認が必要である。さらに、2011 年の RoHS 指令の改定に伴い、これまで対象外であったカテゴリ -11 (その他の電気・電子機器) が加わり、カテゴリ 8 (医療用機器)、9 (監視・制御機器) も順次適用されてくるなど、Cd, Pb などの有害物質の微量分析の必要性は高まると考えられる。

本法は、レーザー光を固体表面に照射し、試料を微粒子化して、Ar ガス流路を通じて直接 ICP 発光分析装置のプラズマへ導入する手法である。そこで、銅合金試料に対して、通常の水溶液試料と同様に、発生した微粒子が安定的にプラズマ内へ導入できるアブレーション条件（照射径、走査速度、レーザー出力、ライン間隔、照射パターン、照射フォーカス）について検討を行った。また、得られた条件を用いて、銅合金標準試料を用いて微量 Cd, Pb, Cr 分析の可能性について検討した。その結果について報告する。

2. 実験

2.1 装置構成

装置構成は、サーモフィッシャーサイエンティフィック製 iCAP6500Duo に、CETAC 製レーザーアブレーション (LSX-213, G2) をテフロンコーティングしたタイゴンチューブで接続した。図 1 にレーザーアブレーションシステムの概略図を示す。アブレーション痕の表面の

SEM 観察は、走査電子顕微鏡（日本電子製 JSM-5900LV）を用いて行った。

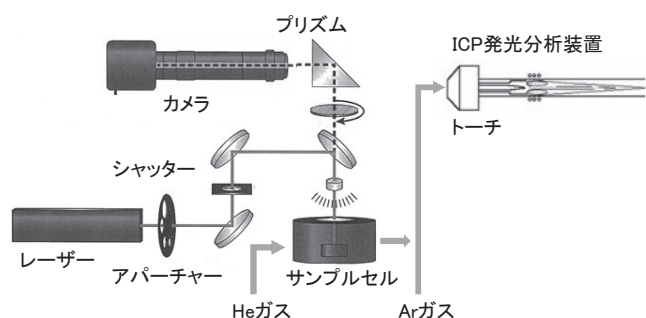


図1 レーザーアブレーションシステム

2.2 試料

標準試料として、住友金属テクノロジー製の蛍光 X 線用管理試料（有害元素分析用）：銅合金「GBR1, GBR4, GBR5, GBR6」, BNF metals technology centre 製 Brass「No.34」, BNF metals technology centre 製 ADMIRALTY & NAVAL BASS[C42.23], NBS (National Bureau of standard : 現 NIST) 製銅合金試料「C1108」を用いた。表1に成分濃度を示す。試料の表面は、炭化ケイ素 80 番のサンドペーパーで湿式研磨後、蒸留水、エタノールで洗浄して分析に供した。

表1 標準試料の濃度

種類	成分濃度, %						
	Zn	Fe	Ni	Sn	Cd	Pb	Cr
GBR1	38.0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
GBR4	40.3	0.00	0.00	0.00	0.0041	0.0098	0.112
GBR5	40.0	0.003	0.00	0.00	0.0172	0.1201	0.0068
GBR6	40.7	0.001	0.00	0.00	0.0136	0.0505	0.0157
No.34	37.0 ^{a)}	0.25	0.05 ^{a)}	0.16	0.00 ^{a)}	3.07	0.00 ^{a)}
C1108	34.42	0.05	0.033	0.39	0.00 ^{a)}	0.063	0.00 ^{a)}
C42.23	22.39 ^{a)}	0.32	0.13	1.4	0.00 ^{a)}	0.55	0.00 ^{a)}

a) 蛍光X線分析法による結果

2.3 分析操作

測定試料をレーザーアブレーションの試料セルにセットし、照射パターン、照射径、走査速度、レーザー出力、パルス周期、ヘリウムガス流量を設定し、アブレーションを開始する。予備アブレーションの後、生成したエアロゾル（微粒子）のプラズマへの導入が一定になってから、各元素の発光スペクトル強度を積算し、溶液分析と同様に連続3回測定した。必要とするアブレーション時間は、測定する波長数によって異なるため、分析メソッド作成時に確認が必要である。表2は今回検討した銅合金用の LA/ICP-AES に関する諸条件を示す。

表2 レーザーアブレーション/ICP 発光分析法の測定条件

ICP-AES	iCAP6500Duo
RFパワー	1150 W
プラズマガス流量	12 L/min
ネブライザーガス流量	0.5 L/min
測定波長: エシェル分光器	
Zn-636.235[53]	Cd-226.502[149]
Fe-239.562[141]	Pb-182.205[185]
Ni-231.604[145]	Cr-267.716[126]
Sn-189.989[177]	Cu-235.665[143]
Laser ablation	CETAC LSX-213
照射パターン	矩形ライン分析
レーザー特性	213 nm, Nd-YAG
照射径	150 μm
走査速度	50 μm/s
レーザー出力	50 %, 2.3mJ
パルス周期	20 Hz
ガス流量(He)	300ml/min

3. 結果と考察

3.1 蛍光 X 線法による照射面積の違いによる分析値への影響

本研究の目的は、レーザーアブレーションにより発生した微粒子を直接 ICP 発光分析装置に導入し、前処理を行わずに定量を行う「固体試料直接分析法」の確立である。レーザーアブレーション条件の検討を行う前に、固体試料直接分析法としてよく利用されている蛍光 X 線分析法による定量の確認を行った。測定は、サンプル径 (15mmφ, 10mmφ, 1mmφ) の3水準で行い、定量はファンダメンタルパラメーター法を用いた。その他の条件は、ロジウム管球：50kV-48mA (Ti-U), 50kV-60mA (Cd,Ag,Pd,Rh,Ru), 40kV-60mA (Ca,K), 30kV-80mA (F-Cl), 1次フィルター：Zr (Cd,Ag,Pd,Rh,Ru), Be (その他の元素), 分光結晶：RX25 (F,Na,Mg), PET (Al,Si), Ge (P-Cl), LiF200 (K,Ca), LiF220 (Ti-U), 検出器：F-PC (F-Ca), SC (Ti-U), ステップ：0.02deg (Ti-U,Cd,Ag,Pd,Rh,Ru), 0.05deg (F-Ca), 時間：0.06sec (Cd), 0.04sec (Ti-U,Ag,Pd,Rh,Ru), 0.1sec (Ca,K), 0.15sec (S,P,Si,Al), 0.2sec (Mg,Na), 0.3sec (Cl,F) で行った。

分析結果を表3に示す。15mmφでは、0.08%Pbが検出され、約0.05%Fe, Niの検出ができた。また、10mmφでも、Fe, Niは検出されたが、1mmφでは、主成分のCu, Znのみが検出され、他の成分は検出されなかった。今回の検討した1測定10分の測定条件において、1mm程度の微小面積では、Cd, Pbなどの微量成分は検出されないことが分かった。表中に記載されている併

表3 蛍光X線分析法：FP法における照射面積の違いによる分析値（併行標準偏差）への影響

C1108	測定サンプル径						認証値/%
	φ15		φ10		φ1		
	分析値/%	併行標準偏差 ^{a)}	分析値/%	併行標準偏差	分析値/%	併行標準偏差	
Cu	63.13	0.15	65.70	0.10	66.47	0.61	64.95
Zn	32.93	0.15	33.40	0.10	33.53	0.61	34.42
Fe	0.06	0.004	0.065	0.011	nd	-	0.050
Sn	0.41	0.015	0.43	0.001	nd	-	0.39
Ni	0.04	0	0.05	0.002	nd	-	0.033
Pb	0.08	0.006	nd	-	nd	-	0.063
P	0.03	0.002	0.03	0.003	nd	-	-

No.31	測定サンプル径						認証値/%
	φ15		φ10		φ1		
	分析値/%	併行標準偏差	分析値/%	併行標準偏差	分析値/%	併行標準偏差	
Cu	58.70	0.26	58.50	0.26	59.60	0.78	57.57
Zn	40.13	0.12	40.53	0.21	40.40	0.78	rem
Fe	0.06	0.003	0.07	0.01	nd	nd	0.05
Sn	0.11	0.008	nd	-	nd	nd	0.11
Ni	n.d. ^{b)}	-	nd	-	nd	nd	-
Pb	0.90	0.06	0.82	0.11	nd	nd	0.95
P	n.d.	-	nd	-	nd	nd	-

a) 3回, b) Not detected

行標準偏差は、一つの実験室で、同じ測定者が、同一条件で複数回（今回は3回）測定した時の測定値の標準偏差である。

3.2 ICP 発光分析条件について

今回使用したICP発光分析装置はツェルニ・ターナー型の分光器と異なり、エシエル分光器を用いている。この分光器は、次数を分離する工夫がされており、次数間に該当する箇所をドレインとすることで上下次数からの迷光を除去している。しかし、上下次数近傍に大きな発光がある場合、その影響を受ける可能性がある。そこで、高濃度の銅、亜鉛溶液による分光干渉を確認した。図2は、Cd214.438 {157} 付近の3次元スペクトル（上）を及び2次元スペクトル（下）を示す。図2（上）中の四角は、Cd214.438 {157} の測光領域である。測光範囲の下部の白くなっている部分は、Cu 213.076nm由来の光が検出されている。図中の+のポイントの左右方向の発光スペクトルを図2（下）に示す。図2（左）の+ポイント位置では、Cu 213.076nm由来のピークが観測され、図2（右）の+ポイント位置では、Cu 213.076nm由来のピークが観測されなかった。このような場合、図2（左）の+ポイント位置を含まないように測光幅を狭くする必要がある。なお、今回の測定では、スペクトル干渉の無いCd 226.502nmを選択した。その他の条件として、RFパワー、各種ガス流量、測光時間は、通常のICP-AES

測定時と同じ1150W, 12L/min, 10秒（高波長）、10秒（低波長）とした。

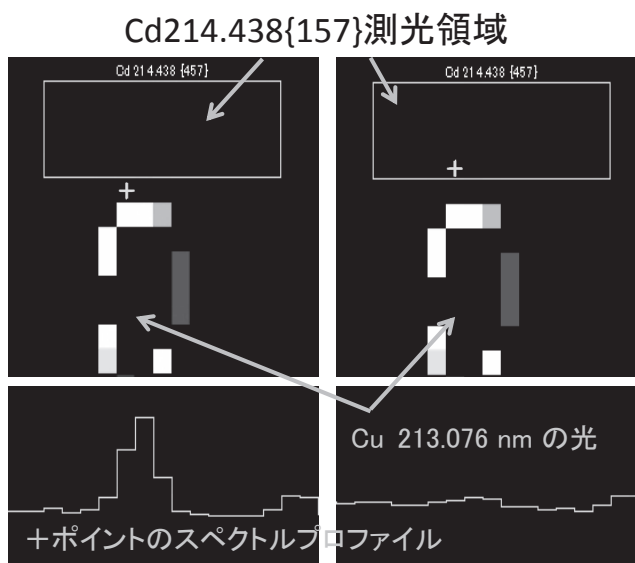


図2 エシエル分光器の特性
上：3D スペクトルプロファイル、
四角内：Cd214.438 {157} の測光領域
下：+ポイントのスペクトルプロファイル

3.3 レーザーアブレーションの測定条件について

3.3.1 アブレーション時間、照射パターン及び照射径

レーザーアブレーション / ICP 発光分析法は、レーザー光によりアブレーションした微粒子を直接 ICP 装置のプラズマへ導入し、その時発光する光を検出する方法である。そのため、安定的にプラズマへ試料が導入されることが重要である。そこで、分析時間と発光強度の関係を確認した。その結果を図 3 に示す。

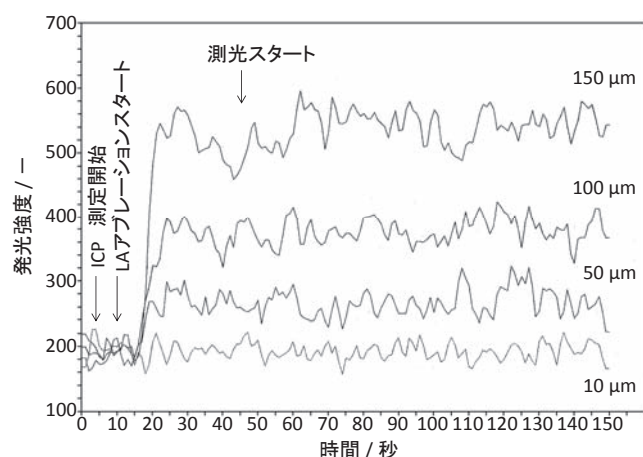


図 3 タイムスキャンプロファイル
測定試料：GBR2-1，測定波長：Cd226.502[449]
照射パターン：矩形ライン，走査速度：50 μm/S
照射径：10 μm, 50 μm, 100 μm, 150 μm

図 3 は、Cd 濃度 95ppm の銅合金試料に対して、レーザーの照射径を変化させた時の Cd226.502nm の発光強度の変化を示す。分析開始後、約 12 秒のシステムのタイムラグの後、レーザー照射が開始し、約 15 秒から発光強度の上昇が確認できた。その後、約 30 秒の段階で発光強度の上昇は終わり、以後一定値を推移した。そこで、ICP の測光開始を分析開始から 40 秒と設定した。また、溶液分析と同様に 3 回連続測光（長波長 10 秒 × 3 回、低波長 10 秒 × 3 回）を行うのに必要な時間を確認し、最適なアブレーションパターンを設定した。なお、分析に必要な測定時間は、コンピューターのシステム上、測定波長の選択数により異なるため、分析メソッド毎に確認する必要がある。アブレーションパターンには、多点分析、ライン分析などがあるが、アブレーション時間を確保するために、矩形ライン分析（図 4）とした。

また、照射径を 10~150 μm と変化させて、その時の発光強度の関係を確認したところ、Cd 100ppm 程度の含有量の発光強度を確保するためには、100 μm 以上の照射径が必要であった。そこで、本検討では照射径を

150 μm とした。

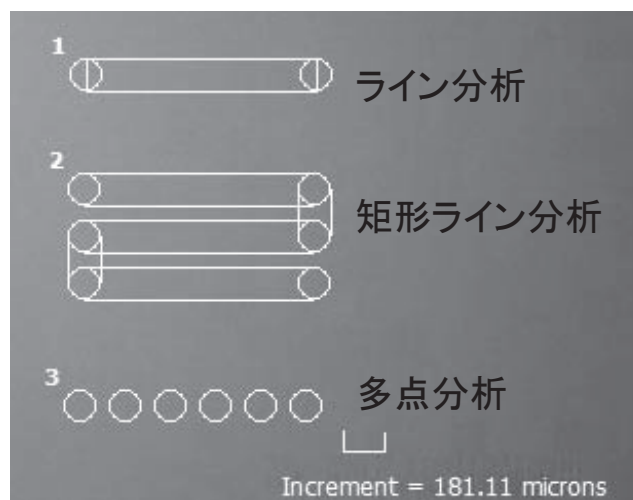


図 4 アブレーションパターン

3.3.2 その他の測定条件

その他の測定条件は、走査速度を 50 μm/s、レーザー出力：50%、2.3mJ、ライン間隔：10 μm とした。また、レーザー光のサンプル照射時のフォーカスがどの程度、発光強度に影響があるか確認した。サンプルステージを上下（-800 μm、-500 μm、-200 μm、0 μm、100 μm、200 μm）させて、測定した結果、同じ発光強度の変動幅になり、本測定では影響が少ないことを確認した。

3.3.3 亜鉛 / 銅の強度比の影響

今回、実施している固体試料直接分析法は、レーザー光を試料表面に照射し、そこから発生するエアロゾル（微粒子）を直接、ICP 発光分析装置へ導入する技術である。そのため、試料そのものの組成比率とアブレーションにより発生した微粒子の組成比率が同一かつ一定になっていることが重要である。特に、融点の大きく異なる合金系（銅：1356K、亜鉛：693K）では選択蒸発の可能性があり、レーザーアブレーションの条件により、その比率がどのように変化するか確認する必要がある。そこで、レーザーアブレーションの各条件を変化させた時の Zn/Cu の発光強度の変化を確認した。合わせて、Zn/Cu 強度比の併行標準偏差（3 回）も確認した。その結果を図 5 に示す。

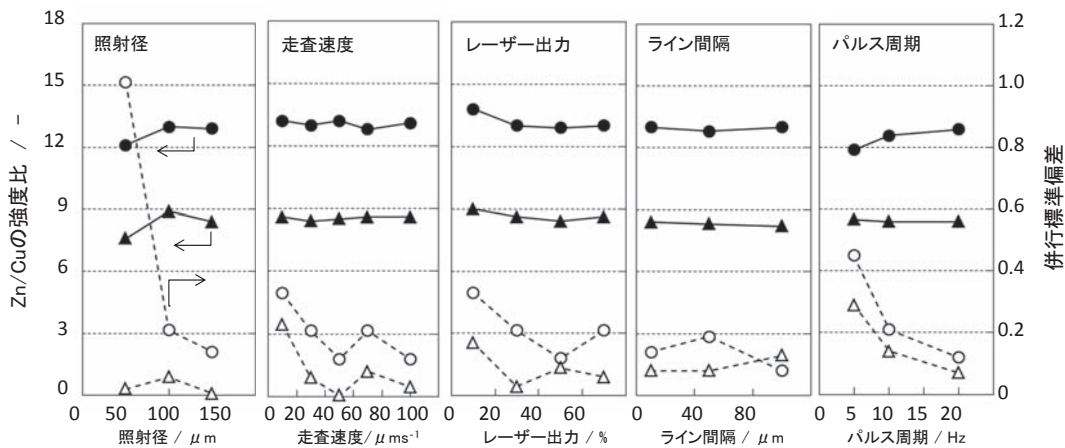


図5 レーザーアブレーション条件による Zn/Cu 強度の影響
 測定試料●：C3171 (Cu59.63%, Zn 残分), ▲：C2600 (Cu69.89%, Zn 残分)
 Cu:235.6nm, Zn636.2nm
 ○, △は, Zn/Cu 強度比に対応する併行標準偏差 (3 回)

照射径が大きくなるにしたがって、Zn/Cu 比率が上昇し、100 μm 以上で一定になった。逆に併行標準偏差は小さくなる傾向にあった。照射径が大きくなるとアブレーションされる量が増え、Zn/Cu 比率が試料組成に近い状態になってくると考えられる。

走査速度の違いによる Zn/Cu 強度比への影響は少ない。併行標準偏差は、走査速度が小さい時は高く、走査速度を上げると小さくなる傾向があり、50 $\mu\text{m/s}$ の時に低くなることが分かった。

レーザー出力が小さい時、Zn/Cu 比率が若干高めになっていた。レーザー出力が小さい場合、銅、亜鉛両方も熔融に必要なパワーが得られず、より融点の低い亜鉛がより多く熔融し、30% 以上のレーザー出力で Zn/Cu 比率は一定になった。併行標準偏差はレーザー出力が高くなるにしたがって、小さくなる傾向があり、50% の時にもっとも小さくなることが分かった。レーザー出力を 70% にすると Zn/Cu 比率は変化しないが、併行標準偏差は悪くなる傾向にある。

ライン間隔の違いによる Zn/Cu 比率の変化は大きくなく、併行標準偏差の変化もなく一定であった。

パルス周期は、高くなるにしたがって、Zn/Cu 比率が上昇し、10Hz 以上で一定になっていた。逆に、併行標準偏差は低下する傾向にある。パルス周期が増すと試料表面における攪拌作用により、Zn/Cu 比率が一定になると考えられる。

以上の結果をまとめると、照射径、150 μm 、走査速度：50 $\mu\text{m/s}$ 、レーザー出力：50%：2.3mJ、ライン間隔：

10 μm 、パルス周期：20Hz において、併行標準偏差が低くなることが確認できた。

3.3.4 選択蒸発について

本法は、ICP 発光分析法と併用する手法であり、溶液の標準試料を用いて検量線を作成し、固体試料を測定する方法を選択できる利点がある。この利点を利用するためには、レーザーアブレーションにより発生した微粒子により発光された強度比率と溶液試料を噴霧して発光された強度比率が同じ挙動を示す必要がある。

そこで、測定試料を事前に溶液化したものを通常の ICP 発光分析法により測定を行い、ICP 発光分析法における RF パワーを変化させた時の Zn/Cu 強度比を求めた。その結果を図 6 に示す。

高周波パワー (RF : radio frequency) は、ICP 発光

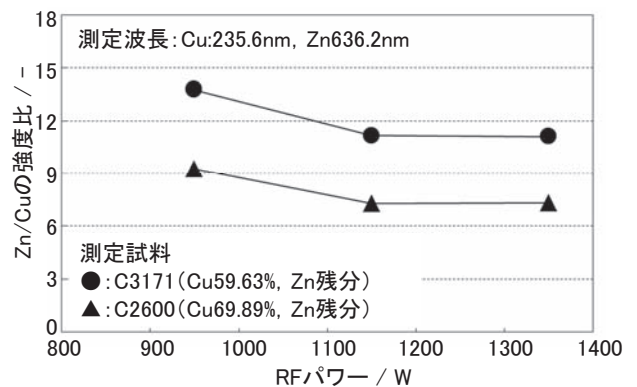


図6 RF パワーによる溶液試料の Zn/Cu 強度への影響

分析部のプラズマ温度に大きく影響し、RF パワーを高めるとプラズマ温度が高くなり、より多くの元素が励起発光される。プラズマから発光される光には、2種類(中性原子線 [I], イオン線 [II])があるが、この傾向は、イオン線により顕著に現れる。今回検討した波長は、Cu 235.61nm はイオン線、Zn 636.2nm は中性原子線である。RF パワーを上げると Zn (I) /Cu (II) の Cu (II) がその影響を受けやすく、Zn/Cu 強度比が低下したと考えられる。

レーザーアブレーションにより発生した微粒子により発光された Zn/Cu 強度比と溶液試料を噴霧して発光された Zn/Cu 強度比の比較を行った。RF パワー：1150W の値で比較と強度比は、試料 C3713：●では、LA：13.2, 液：11.2であり、試料 C2600：▲では、LA：8.5, 液：7.3であった。いずれの試料においても、微粒子により発光された強度比が若干高めになっていた。また、図6から溶液試料を噴霧して発光された強度比は、RF パワーを下げると上昇する傾向にあることがわかる。さらに、Zn/Cu 強度比は、レーザーアブレーション条件に比べて、プラズマ条件 (RF パワーなど) に影響することが確認できた (図5, 6)。これらの影響に関するさらなる検討は、今後の課題として今回は固体の標準試料を用いて検量線を作成した。一方、スパークアブレーション法では、スパーク条件が、試料表面の熔融状態に大きく影響し、Zn/Cu 強度比に作用しており、この点は大きな違いであった³⁾。

3.3.5 微粒子サイズについて

生成した微粒子サイズについて、LA 照射後の試料表面の走査電子顕微鏡による観察を行った。その結果を図7に示す。(全体像)は、LA が照射された箇所の全体像を示す。(全体像)にある点 A, B, C においてそれぞれ拡大図を示す。A, B において、アブレーション後の状態を見ると、アブレーション方向に均一にひだ状のものが重なっているのが分かる。また、ひだ状の表面は、機械的な切削ではなく、熔融・冷却した様な状態であることが確認できる。また、アブレーションの界面付近には、微粒子が堆積し、アブレーション痕の周囲 (点C) には、0.5 μ m 程度の微粒子が堆積しているのが確認できた。このことから、ICP 発光部へは、堆積した微粒子より、さらに細かい粒子が導入されていると考えられる。微粒子サイズは、LA 条件によって、変化することが予想できるので、LA 条件、微粒子サイズ (発光強度) の

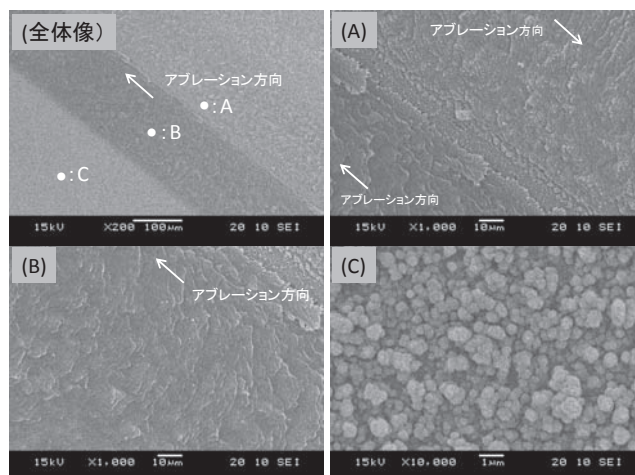


図7 レーザーアブレーション後の試料表面の走査電子顕微鏡写真

相関関係についての詳細な検討は今後の課題としたい。

以上の観察の結果、レーザー光の照射により発生した熱により金属表面が熔融し、その一部が吹き上がり、ひだ状に広がる。その先端部は表面張力により粒状、球状になり、しぶきの様に微粒子が発生したと考えられる。この微粒子の発生機構は、スパークアブレーションと同様な機構であると考えられる。

3.3.6 レーザーアブレーションによる分析深さ

レーザー照射によりアブレーションされる分析深さの確認を行った。深さの確認は純銅試料を用いて行った。アブレーションを10回行った後の重量減を分析し、純銅の比重 8.933g/cm³、照射面積からアブレーション深さを算出した。その結果、0.562 μ m, 0.403 μ m, 0.411 μ mであった。スパークアブレーションでは、200 μ mの分析深さであり、アブレーション量に大きな違いあることが分かった。

3.4 標準試料による本法の有用性の確認

今回検討した銅合金試料用に調整したレーザーアブレーション条件 (照射径 150 μ m, 走査速度：50 μ m/s, レーザー出力：50%：2.3mJ, パルス周期：20Hz, アブレーションパターン：矩形ライン, ライン間隔：10 μ m) で、2.4に示す標準試料を用いて濃度レシオ検量線法による各種試料の測定を行った結果を表4に示す。

1mm 角程度の照射面積で、Cd 10ppm, Pb 400ppm, Cr 200ppm の濃度レベルの分析ができることが分かった。その他、主成分である Cu, Zn, 微量成分である

表 4 レーザーアブレーション/ICP 発光分析法による標準試料の分析結果

元素	GBR2-1		GBR3		GBR6	
	分析値, %	認証値, %	分析値, %	認証値, %	分析値, %	認証値, %
Zn	42.34±0.18	40.8	41.43±0.10	40.1	41.93±0.32	40.7
Fe	0.001±0.002	0.001	ND	<0.001	0.002±0.0006	0.001
Ni	0.0009±0.0006	<0.001	ND	<0.001	ND	<0.001
Sn	ND	<0.001	ND	<0.001	ND	<0.001
Cd	0.0091±0.0005	0.0095	0.0016±0.0005	0.0016	0.0127±0.0003	0.0136
Pb	0.0889±0.007	0.0997	0.0147±0.0008	0.0204	0.0387±0.003	0.0505
Cr	0.0845±0.002	0.0859	0.036±0.001	0.0445	0.0152±0.0001	0.0157
Cu	57.47±0.16	-	58.51±0.10	-	57.47±0.16	-

元素	C42.23		No.31		機械部品	
	分析値, %	認証値, %	分析値, %	認証値, %	分析値, %	分析値, %
Zn	22.56±0.18	22.39 ^{a)}	42.94±0.11	40.13 ^{a)}	37.03±0.05	34.2 ^{a)}
Fe	0.36±0.03	0.32	0.04±0.0002	0.05	0.31±0.002	0.407 ^{a)}
Ni	0.14±0.006	0.13	0.02±0.006	0.03 ^{a)}	0.15±0.002	0.234 ^{a)}
Sn	1.35±0.07	1.4	0.099±0.003	0.11	0.39±0.008	0.53 ^{a)}
Cd	ND	-	0.003±0.0005	-	0.0076±0.0003	0.0061 ^{b)}
Pb	0.57±0.02	0.55	0.86±0.03	0.95	3.12±0.11	2.51 ^{a)}
Cr	ND	-	0.0003±0.00006	-	0.0002±0.0001	ND
Cu	75.02±0.13	74.5	56.03±0.10	57.57	59.00±0.08	61.9 ^{a)}

a) 蛍光X線分析法による結果

b) 酸分解後、ICP発光分析法による結果

Fe, Ni, Sn に関しても分析できることが分かった。機械部品に関して、蛍光 X 線分析法（ファンダメンタルパラメーター法）と若干異なる結果となった。これらの分析値への影響については今後の課題としたい。

4. まとめ

材料分析において、前処理を必要としない固体試料直接分析法が求められている。そこで、レーザーアブレーションにより発生した微粒子を ICP 発光分析装置に直接導入する分析法について、銅合金試料を用いてレーザーアブレーション条件の検討を行った。その結果、レーザーアブレーション条件（照射径 150 μm, 走査速度：50 μm/s, レーザー出力：50%：2.3mJ, パルス周期：20Hz, アブレーションパターン：矩形ライン）において、分析面積：1mm, 分析深さ：0.5 μm で、Cd 10ppm, Pb 400ppm, Cr 200ppm の分析が可能であることが分かった。また、その他の微量成分 Fe, Ni, Sn の分析も可能であった。今後は、本課題で明らかになった分析面積が小さい：1mm, 浅い分析深さ：0.5 μm の利点を生かして、各種表面処理材料や非導電性試料の局所分析について検討を進め、実際の製品、材料の分析に応用していく予定である。

謝辞

本研究は、(独) 科学技術振興機構 研究成果開発展開事業、JST A-STEP フィージビリティスタディ 探索タイプ（平成 25 年度）として実施した。

参考文献

- 1) 原口紘丞：“ICP 発光分析の基礎と応用”，p.217, 講談社サイエンティフィック (2011).
- 2) 南秀明, 門野純一郎, 西内滋典：京都市産業技術研究所研究報告, No.1, p11 (2011).
- 3) 南秀明, 門野純一郎, 西内滋典：京都市産業技術研究所研究報告, No.2, p11 (2012).
- 4) 南秀明, 門野純一郎, 西内滋典：京都市産業技術研究所研究報告, No.3, p77 (2013).