

高純度黒鉛中微量不純物の高感度測定法開発

愛媛事業所 森安 崇敬

1 はじめに

高純度黒鉛は、半導体産業を中心にするつばなど様々な加熱用途の材料に使用されており、金属不純物を厳密に管理するために微量不純物の高感度測定が求められています。特に、複合材料として用いられる黒鉛については、金属不純物やほう素などのドーパント物質の高感度定量が重要視されています。本稿では当社で開発した高純度黒鉛中微量不純物の高感度測定法について紹介します。

2 微量金属類の高感度測定法

黒鉛は難分解性の試料であるため、元素特性により各種薬液を用いて前処理し、溶液化を行います。従来、大半の元素測定の場合には、融剤を用いる高温分解処理が適用されていました。しかし、処理液は融剤が多量に存在する溶液となり、干渉や装置汚染の原因となるため、高感度測定装置である誘導結合プラズマ質量分析計(ICP-MS)に導入できませんでした。このため測定感度は、測定可能装置である誘導結合プラズマ発光分析計(ICP-AES)の感度に依存していました。そこで、新たに高感度定量法を開発しました。本法は融剤を用いない新規な前処理法を採用しICP-MSへ試料導入することを可能にしています。この結果、高濃度融剤の妨害を受けることなく多元素測定を実現することができ、従来法と比べ元素によっては千倍の高感度化を可能としました。本高感度定量法は、清浄な溶液化と各種不純物元素のICP-MSの適用を可能としたことを特徴としています。

3 ほう素の高感度測定法

ほう素は他の金属元素と異なり、揮発性が高く、適用可能な前処理法が制限される難分析元素のひとつです。このことから、ほう素の高感度定量法の開発は多くのお客様からご要望がありましたが、その実現が非常に困難でした。一般的には、JIS法に準拠する無機金属塩捕捉法が適用されます。しかし、捕捉用の無機金属塩が多量に存在する溶液となるため、ICP-MSに導入することができません。今回開発した高感度定量法では、無機金属塩等の共存元素を除去し、ICP-MSへの導入を可能にして従来法の数十倍の高感度化に成功しました。

表1に、黒鉛中の微量不純物の定量下限を従来法と高感度法について比較した結果を示します。また、日間再現性、前処理の併行精度においても良好な結果が得られています。

表1 黒鉛の不純物測定定量下限値

単位：ng/g

| 成分 | 従来法 | 高感度定量法 |
|----|------|--------|
| Na | 50 | 1 |
| Mg | 20 | 4 |
| Al | 80 | 1 |
| K | 100 | 1 |
| Ca | 40 | 10 |
| Ti | 90 | 1 |
| V | 70 | 1 |
| Cr | 70 | 4 |
| Mn | 30 | 1 |
| Fe | 40 | 2 |
| Ni | 100 | 2 |
| Cu | 80 | 7 |
| Zn | 100 | 2 |
| Ga | 1000 | 1 |
| Sr | 30 | 1 |
| Cd | 70 | 1 |
| Ba | 30 | 1 |
| Pb | 200 | 1 |
| B | 100 | 3 |

4 おわりに

近年、試料中の微量金属類の定量は、高感度化が必要とされるとともに高マトリックス試料も増加しています。当社は、今回の技術を一例として、黒鉛試料はもちろん、半導体用途から各種工業材料まで、さまざまな試料に対して幅広く対応しております。お気軽にご用命下さい。



森安 崇敬
(もりやす たかのり)
愛媛事業所