

先端研究施設共用促進事業
利用成果報告書

無償トライアル利用、成果公開利用

課題番号： 100725-01、100806-01

利用課題名： Ir 合金不純物標準試料の不純物元素の均質性評価

利用者名： 石福金属興業株式会社

利用施設： 名古屋工業大学 大型設備基盤センター

利用期間： 平成 22 年 8 月 6 日～平成 22 年 9 月 8 日

背景と利用目的：

一般的に、固体不純物標準試料を作製する場合、マトリクス元素及び添加元素を固体（金属片、粉末状態など）で混合し、全体を熔融・攪拌した後、鋳造等により成型する。しかし、高融点材料の場合、プラズマ溶解、アーク溶解等が使用される。これは、プラズマやアークが照射された箇所のみが熔融状態となるため、試料全体を攪拌することが不可能である。また、熔融前にマトリクス及び添加元素を粉末で混合する手法もあるが、不純物元素の添加量や粉末の粒子状態によっては、偏析が発生する。そのため、高融点材料の固体不純物標準試料においては、添加元素の均質性を確保することが困難である。

そこで、マトリクス元素を全て粉末とし、そのマトリクス元素の一部または全ての粉末に、添加元素を溶液状態で浸透させる添加方法を採用した。

よって、本添加方法により添加元素の均質性が面間及び深さ方向に対し確保されているかを二次イオン質量分析（SIMS）により確認することを目的とした。

実験・解析方法：

Rh 粉末に Fe 水溶液（HCl 性）を浸透させた後、Ir 粉末と混合し、アーク溶解、鍛造を行った。作製した試料は、Fe を無添加、50 ppm 添加、500 ppm 添加の 3 試料である。

この試料表面にセシウムイオンを照射させることで、表面から放出される鉄 56、ロジウム 103、ケイ素 28 の二次イオンの質量分析を行った。使用装置は、ATOMIKA 社製 SIMS-4000 である。

得られた測定値をある時間区間に分割し、Rh 強度を内標準とし、平均値、標準偏差を求めた。時系列的に隣接するデータ区間毎に F 検定（ $P=0.05$ ）、t 検定（ $P=0.05$ ）を実施し、

Fe の面間及び深さ方向について、均質性を評価した。

成果の概要：

測定開始より 9 分 \leq t<12 分, 12 分 \leq t<15 分 のデータ比較から、スクラッチの少ない試料 (SIMS 測定に際し、適切な表面処理に近い試料) については、面間及び深さ方向に対し均質性が確認できた。

社会、経済への波及効果の見通し：

本製法によって、高融点材料へ均質に不純物添加が可能であることが明らかになることで、各種高融点材料の固体不純物標準試料の作製への応用が期待できる。

また、固体不純物標準試料が作製されれば、溶液化を必要としない迅速な固体直接不純物定量分析の展開が可能となる。

論文発表状況・特許出願：

現状なし

参考文献：

日本地球化学会年会要旨集, Vol. 56 (2009), pp. 110-

利用成果の公表：

可

成果公開延期の希望の有無：

なし

以上