

## マイクロ波酸分解処理法による難溶解性 SiC 分解条件の検討

○中野 陽子<sup>a)</sup>、高橋 真司<sup>a)</sup>

<sup>a)</sup>東北大学工学部・工学研究科 技術部

### 1. はじめに

炭化ケイ素 (SiC) の不純物分析において、誘導結合プラズマ質量分析計 (ICP-MS) による定量測定が主流であるが、ICP-MS では溶液試料を装置に導入するため固体試料の溶液化が必須となる。SiC は難溶解性材料で溶液化が困難とされており、本研究では難溶解性 SiC の 前処理条件の構築を目的として、マイクロ波酸分解条件や最適な試料量の検証による SiC の溶液化手法について検討した。

### 2. 方法

SiC 試料の溶液化には、マイクロウェーブ試料分解装置 (MW 装置) (TOPwave, Analytik Jena 社製)、主成分および微量金属成分の測定は ICP-MS/MS (Agilent 8800, Agilent Technologies 社製) を使用した。また、SiC 試料には NMIJ 認証標準物質 (表 1) を使用し、試料分解用試薬にはフッ化水素酸、硝酸、硫酸を使用した。SiC 試料の分解条件として、SiC を各 0.3、3、5、10 mg 秤量し分解容器に入れ、フッ化水素酸 3 ml、硝酸 3 ml、硫酸 6 ml を添加した。その後、分解容器を MW 装置にセットし、最大圧力 40 bar、分解温度を 250°C に設定して分解を行った。ICP-MS/MS 測定では、主成分である Si および不純物と推定される微量金属成分の測定を行った。

### 3. 結果と考察

測定の結果、主成分である Si は試料量 0.3 mg の条件で回収率が 99% と最も良好であった (図 1)。また、不純物の内 Fe および Mn を除く元素は 10 mg の条件で回収率が平均 105% と最も良好であった。Si は試料量 0.3 mg を供することで十分に定量可能であるが、微量金属成分は 0.3 mg~5 mg では値にばらつきが生じ、10 mg 以上が必要であることが示された。

### 4. まとめ

本報告に掲載した分解手法以外にも、今後は加圧酸分解容器を用いた電気炉による溶液化手法と比較し、有効的な条件の確立を目指す。

### 謝辞

本研究は、科学研究費補助金 (奨励研究、課題番号 23H05216) の助成を受け実施した。ここに謝意を表す。

### 参考文献

- 1) 産業技術総合研究所 計量標準総合センター, 標準物質認証書 NMIJ CRM 8002-a No. 297, 2020 年

表 1. 認証標準物質 認証値<sup>1)</sup>

	Si	Al	Cr	Cu	Fe	Mn	Mo	Ti	Y
	(%)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
含有濃度	68	189	62	12	130	1.6	109	48	0.6

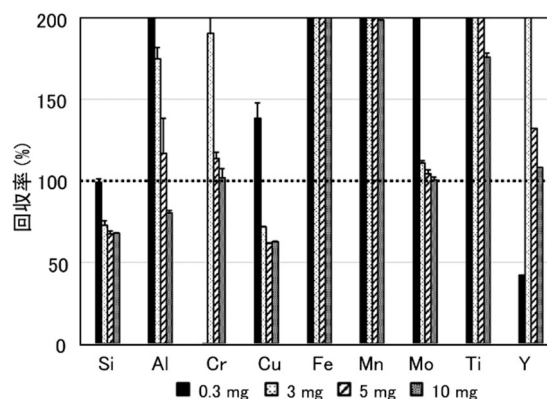


図 1. 主成分および微量金属成分の回収率