

LIBS による表面微量付着物の検出感度評価

Detection of Trace Substance Adhered on Surface by LIBS

産総研¹ 川口 喜三¹, 大村 英樹¹, [○]佐藤 正健¹AIST¹, Yoshizo Kawaguchi¹, Hideki Ohmura¹, [○]Tadatake Sato¹

E-mail: sato-tadatake@aist.go.jp

近年の構造接着技術の発展にともなって、接着前の被着体表面の汚染の有無を製造現場で迅速に検査する手法が求められている。レーザー誘起ブレークダウン分光 (LIBS) 法は、大気圧条件下で非接触に実施可能な多元素同時分析法であり、上記要件に応え得る測定手法である。本研究では、アルミ合金基材上に残留した離型剤を検出することを想定し、アルミ合金板上に微量塗布したシリコンオイルについて、LIBS 法による検出感度を評価した。

シリコンオイルは、ヘキサンに希釈し、アルミ合金 (A6061) 基板上にスプレー塗布した。スリット状開口部後方で、サンプルを動かしながらスプレー塗布することで塗布量を制限し、表面濃度 $1\sim 35\ \mu\text{g}/\text{cm}^2$ の塗布試料を得た。塗布量については基板重量と、FTIR-RAS スペクトル測定を組みあわせて評価した。LIBS 測定では、基材への侵入長を制限して表面付着物の感度を上げるためにエキシマーレーザーの紫外ナノ秒パルス光 (波長 $248\ \text{nm}$ 、パルス幅 $20\ \text{ns}$) を用いた。レーザー光は $f=250\text{mm}$ のレンズで基材に集光照射し、発生したプラズマからの発光分析には ICCD カメラを用いた。分光計測には $1200\ \text{lines}\cdot\text{mm}^{-1}$ のグレーティングを用い、幅約 $60\ \text{nm}$ の波長領域のスペクトル測定を、適宜、設定中心波長を変更しつつ実施した。

得られたスペクトルでは、アルミ合金 (A6061) の構成元素である、Al ($308.4, 309.4, 394.5, 396.2\ \text{nm}$)、Mg ($279.6, 280.3, 285.3, 383.2, 383.9\ \text{nm}$)、Si ($288.3, 390.6\ \text{nm}$)、Cu ($324.8, 327.5\ \text{nm}$)、Fe ($358.0\ \text{nm}$) の輝線ピークが確認された。シリコンオイルを塗布したサンプルでは Si ピークの強度のみが相対的に増加することが確認された。中心波長を $290\ \text{nm}$ に設定することで同一スペクトル中に検出可能な、 $288.3\ \text{nm}$ の Si ピークと $309.4\ \text{nm}$ の Al ピーク (Fig. 1) の強度比に着目して分析したところ、表面濃度の変化に応じて相対的に Si ピーク強度が増加する挙動が見られた (Fig 2)。この挙動に基づいて検出感度を評価した。この成果の一部は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の委託事業未来開拓研究プロジェクトの結果得られたものである。

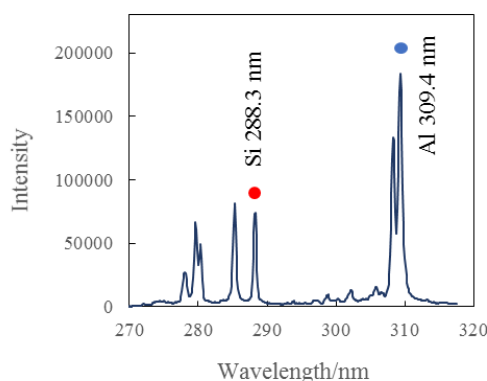


Fig.1 A LIBS spectrum observed for Al alloy with silicone oil ($8.6\ \mu\text{g}/\text{cm}^2$)

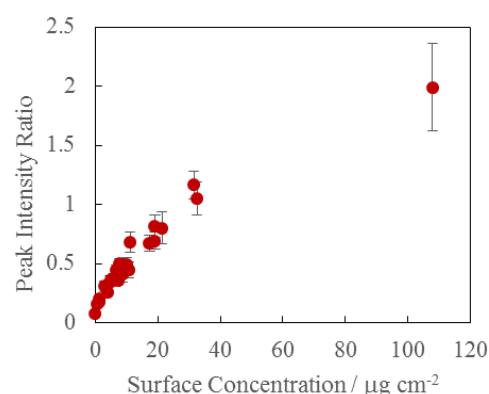


Fig.2 Intensity ratio, $I(288.3\ \text{nm})/I(309.4\ \text{nm})$, dependent on surface concentration of silicone oil adhered on Al alloy plate