

ICP-MS測定のためのN₂ガスを利用したコリジョン法の検討

北島卓磨 竹峰秀祐

1 背景・目的

誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)はアルゴンガスから生成したプラズマを利用し、霧状に導入した水試料中の元素をイオン化して質量分析計で検出する手法である。原子の質量数はそれぞれに固有であるため、得られた質量スペクトルにより、種類や濃度を特定することができる。また、測定濃度範囲が広く(ppm~ppt)、多元素一斉分析が可能であるため、環境科学をはじめ様々な分野で利用されている。

ICP-MSによる元素分析において、測定対象とする元素は、ほかの元素の同位体ならびにアルゴン(Ar)や添加剤、バックグラウンド等に由来する複合体からスペクトル干渉を受ける場合がある。スペクトル干渉はArO⁺、ArCl⁺などの多原子イオンや他の元素の酸化物イオン(MO⁺)が測定対象の元素の m/z に干渉し過大評価することをいう。スペクトル干渉を除去または低減する手段の一つとして、ヘリウム(He)ガスを用いたコリジョン法があり、鉄(Fe)等の精確な測定に必要な技術となっている。しかしながら、Heガスの供給不足が大きな問題となっており、今後の安定的な環境監視の為に、代替的な測定技術の確立が望まれている。

そこで本研究では代替ガスを用いたコリジョン法によるICP-MSの測定法を検討する。代替ガスとして、入手が容易な不活性ガスである窒素(N₂)を用いる。河川水の測定を想定し、環境基準に対して十分な定量下限を得られる測定法の確立を目的とする。

2 研究内容

2.1 対象元素の測定条件の最適化

本研究で対象とする元素は現在He-コリジョン法で測定を行っている鉄(Fe)、クロム(Cr)、バナジウム(V)の3元素及びO₂-リアクション法で測定を行っているヒ素(As)とする。

標準溶液を用いて、N₂-コリジョン法での測定時の各パラメータの最適化を行う。最適化した条件でJIS K 0133、JIS K 0166に則って定量下限・検出下限を算出する。なお、定量下限については、水道法の水質基準、水質汚濁防止法の一般排水基準等を十分に定量測定できる濃度を目標とする。

さらに、河川水認証標準物質等を測定し、認証値との乖離がみられた場合、その要因と解消方法について検討する。

2.2 N₂-コリジョン法の実試料への適用性検証

実際の河川水試料を対象にN₂-コリジョン法の適用性を検証する。県内の河川水を10地点程度で採水し、JIS K 0102に従って硝酸処理し、N₂-コリジョン法で対象元素を測定し、さらにHe-コリジョン法及びO₂-リアクション法で測定する。測定結果を比較し、N₂-コリジョン法がHe-コリジョン/O₂-リアクション法に代替できるか検証する。測定値の乖離がみられた場合、その要因を検証し、測定条件について再検討する。

2.3 河川水の金属元素濃度及び組成調査へのN₂-コリジョン法の適用

平常時の金属元素濃度を把握するため、本研究にて確立したN₂-コリジョン法と通常の測定方法を用いて、県内河川の金属元素を網羅的に測定する。先の検証で対象とした河川に加え、そのほかの埼玉県内の河川についても金属元素濃度及び組成について明らかにする。

3 研究計画

研究計画を下図に示す。

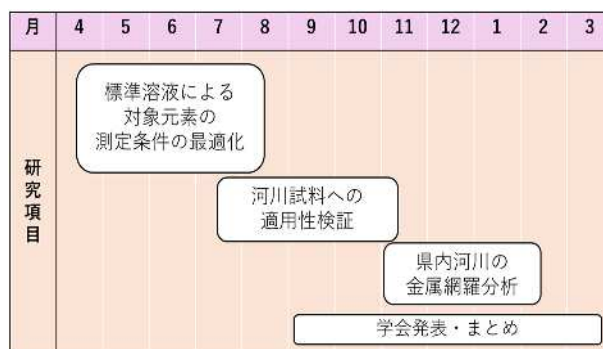


図1 研究計画

4 達成目標

本研究の対象元素(Fe、Cr、V、As)についてN₂-コリジョン法による測定法を確立する。さらに確立した方法を用いて県内河川水の金属元素濃度及び組成を明らかにする。また、さらに、N₂-コリジョン法のSOPを作成し、測定環境を整える。