

(497) 超微量分析機器としての誘導結合プラズマ質量分析計(ICP-MS)の評価

(株)コベルコ科研 研究開発室 ○河村恒夫

1. 緒言

誘導結合プラズマ発光分光分析(ICP-AES)は、高感度かつ高精度に多元素を迅速に定量できることから、鉄鋼分析をはじめ幅広い分野で日常分析法として定着しつつあるが、最近このICP-AESより約1~2けた高感度である誘導結合プラズマ質量分析計(ICP-MS)が市販され、新しい超微量分析機器として注目されている。当社でもいち早く本装置について調査を開始し、またこの5月より本装置を導入してその超微量分析への適用の検討を行っている。今回は、まずICP-MSの性能を評価するため、検出限界、分析精度などの基礎検討を行ったのでその結果を報告する。

2. 実験方法

- (1) 装置: VG Isotopes 社製 Plasma Quad を用いた。本装置は誘導結合プラズマ部、サンプリングインターフェイス、差動排気系、四重極質量分析計及びデータ処理部より成る。
- (2) 測定条件: RF出力 1.25 kW (反射波 < 10 W), Ar 流量 クーラントガス 12 ℓ/min, プラズマガス 0.5 ℓ/min, キャリヤガス 0.7 ℓ/min, サンプル吸上げ量 2 ml/min, 予備噴霧 40 sec, 質量数範囲 8~220, スキャン 120 回, 全積分時間 2 min で行った。

3. 実験結果

(1) 検出限界

空試験液(濃硝酸 1 ml を水で 100 ml に希釈)を 5 回、前記条件で測定し、各元素の B.G. の変動より推定した結果を Table 1 に示す。とくに Ag, Cd などは高感度である。Ni の検出限界が劣るのはオリフィス材質(Ni)による B.G. のためである。

(2) 水標準試料 NBS1643b の分析結果

上記試料について、前述の条件で 5 回測定した結果を Table 2 に示す。標準値とほぼ一致し、分析精度も変動係数(%)で 10%以下と良好な結果を得た。

これらのことから本装置は超微量域における多元素同時分析機器として有望であると考えられる。

Table 1 Detection limits
3σ (ng/ml)

Element	D.L.
Be	0.2
B	0.4
V	0.3
Cr	1.0
Mn	1.4
Ni	15.9
Co	0.2
Cu	0.2
Zn	0.2
As	0.3
Sr	0.4
Mo	0.2
Ag	0.06
Cd	0.02
Ba	0.3
Tl	0.07
Pb	0.2
Bi	0.08

Table 2 Analytical results of
NBS1643b (ng/g)

Element	Certificate	ICP-MS		
		\bar{x}	σ	CV(%)
Be	19 ± 2	19.7	0.8	4
B	(94)	95.0	2.2	2
V	45.2 ± 0.4	39.2	1.8	5
Cr	18.6 ± 0.4	15.9	1.6	10
Mn	28 ± 2	32.3	1.5	5
Ni	49 ± 3	54.5	3.7	7
Co	26 ± 1	26.0	1.9	7
Cu	21.9 ± 0.4	21.2	1.4	7
Zn	66 ± 2	63.2	2.4	4
As	(49)	56.2	2.8	5
Sr	227 ± 6	218	10	5
Mo	85 ± 3	95.6	5.3	6
Ag	9.8 ± 0.8	11.1	1.0	9
Cd	20 ± 1	18.0	1.0	6
Ba	44 ± 2	65.7	3.6	6
Tl	8.0 ± 0.2	6.8	0.6	10
Pb	23.7 ± 0.7	18.5	1.0	5
Bi	(11)	8.6	0.7	8

Values in parentheses are not certified.