

ICP-MSによる高濃度Cl中のAsの分析

ICP-MS/干渉補正

ICP-MSは高感度、多元素同時分析などの優れた特長を持っています。しかしながら、例えばサンプル中にClが高濃度存在するとArCl(m/z=75,77)が生成し、この質量数に同位体を持つAs、Seの微量測定に影響を及ぼすことがあります。Seは他の同位体を測定に使用することにより影響を回避することができますが、Asは単核種なためArClが生成すると測定が困難となります。しかしながら、HP 4500 ICP-MSにはあらかじめ干渉補正式が組み込まれており、複雑な計算を瞬時に実行し、干渉の影響を理論的に排除し、正確な定量値を算出しますので、高濃度Cl中でもAsの測定を行なうことができます。

この技術資料では、高濃度Cl中の微量のAsの分析を例に、干渉補正の方法と効果を報告します。

干渉補正式

ArClが生成した場合、Fig. 1に示す通りm/z=75はAsとArClが足し合わされたものがトータルシグナルとして測定されます。通常、ArClはClの2つの同位体(m/z=35,37)の比に応じた量が生成するので、m/z=77に出現するArClのシグナルからm/z=75におけるArClのシグナル量を推定することができます。但し、m/z=77にはSeの同位体も存在するため、Seが存在するよう

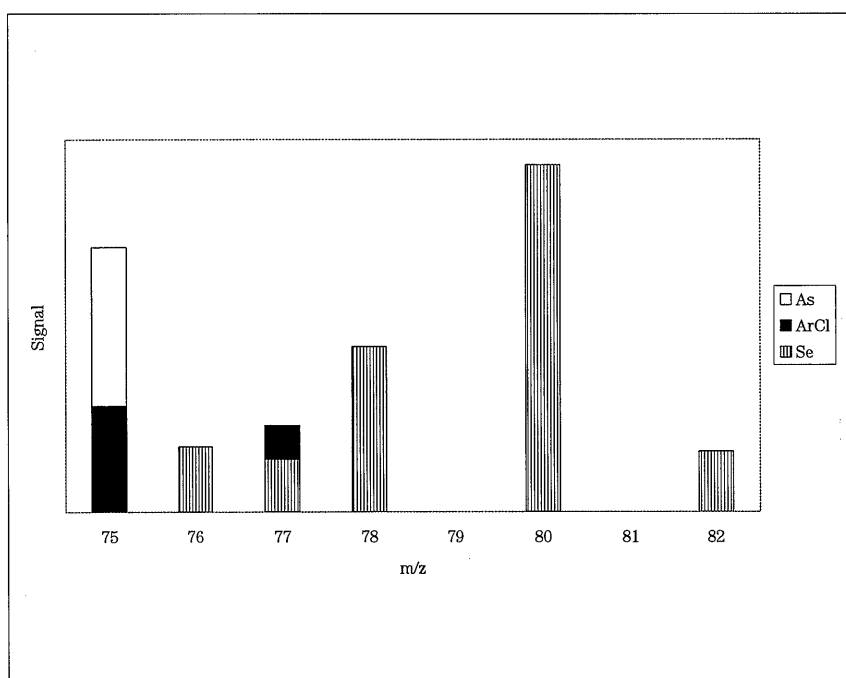


Fig.1 干渉補正模式図

場合はSeがm/z=77のトータルシグナル量に寄与する割合をさらにSeの他の同位体を用いて同様に計算することが必要です。通常Seの補正にはm/z=78あるいは82を用います。本分析ではSeの補正にはm/z=82を

用い、Asの干渉補正式としては以下の式を用いました。本式はUS. EPA Method 200.8 (水道水、排水、廃棄物等の分析法)で推奨されています。

$$\begin{aligned} \text{As}(m/z=75) &= 1.000(^{75}\text{C}) - 3.127 [(^{77}\text{C}) - (0.815)(^{82}\text{C})] \\ &= 1.000(^{75}\text{C}) - 3.127(^{77}\text{C}) + (2.549)(^{82}\text{C}) \end{aligned}$$

(^MC) : m/z=Mのカウント数

干渉補正の効果(1) 一定量値に及ぼす影響

Cl濃度 0、100、200、500、1000mg/l (ppm)の各溶液にAsを溶液中の濃度が1 μ g/l (ppb)となるように添加してその溶液を測定し、Cl濃度0の溶液を標準として検量線を作成し、他の溶液の定量を行ないました。その結果をFig.2に示します。Cl濃度が1000mg/l (ppm)になるとArClはAs濃度に換算して約1 μ g/l (ppb)相当の影響を及ぼしていますが、干渉補正式を用いると、1000mg/l (ppm)においても定量値は全く影響を受けていないことがわかります。

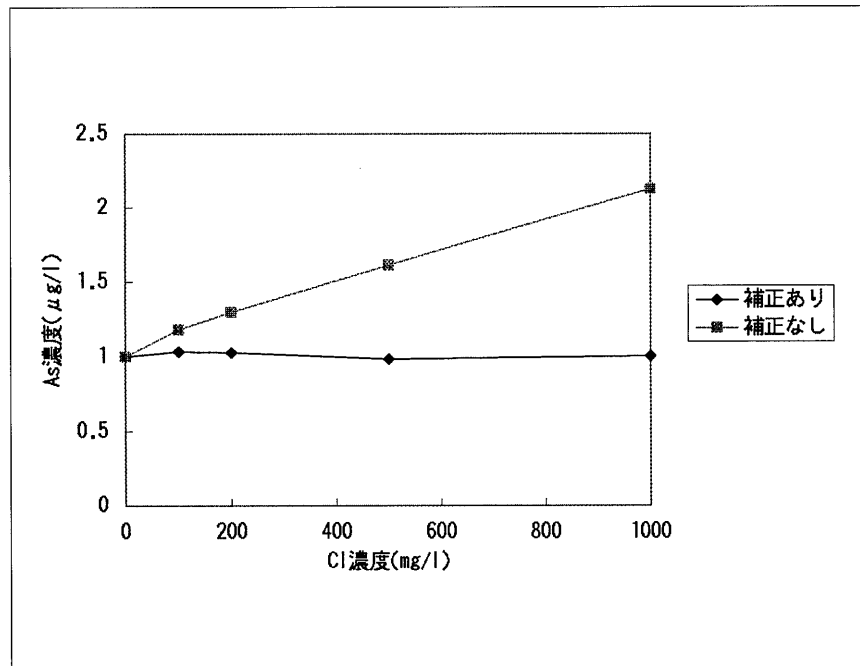


Fig.2 ArClがAsに及ぼす影響

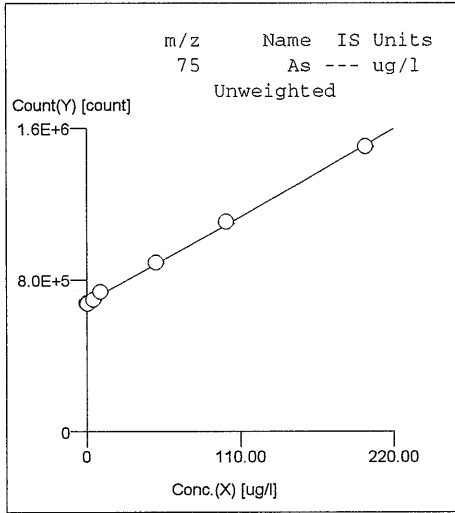
干渉補正の効果(2) 一検量線に及ぼす影響

5%塩酸溶液にAs濃度が0から200 μ g/l (ppb)となるように添加された7段階の標準溶液を測定しました。Fig.3-1、3-2に得られた検量線を示します。干渉補正式を用いない場合、10 μ g/l (ppb)以下の領域ではArClの干渉のため検量線がほとんど横ばいになり事実上使用できませんが、干渉補正式を用いれば、このような高濃度のClが存在しても低濃度領域できれいな検量線を得ることができます。

干渉補正式を用いることにより、高濃度Cl溶液中のAsの測定が可能となります。干渉補正式は、Cl溶液中のAsのみならず様々な分子イオンにより干渉を受ける元素の測定にも適応可能です。干渉補正式は、マトリックス分離や特別な導入系などの使用なしに、簡便に目的元素を正確に測定できる手法として極めて有効です。

測定条件

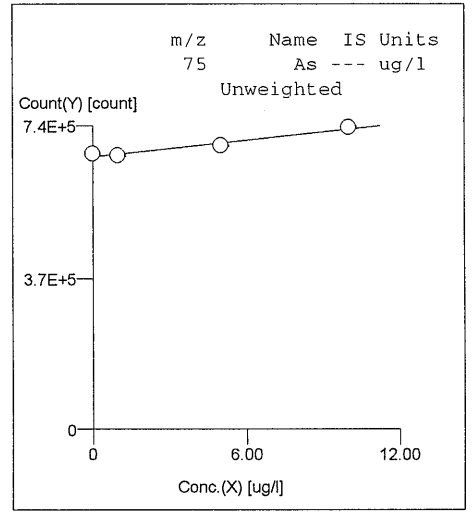
RFパワー	: 1.3kW
サンプリング位置	: 8 mm
プラズマガス	: 16 l/min.
補助ガス	: 1.0 l/min.
キャリアガス	: 1.15 l/min.
ネブライザ	: 同軸型



CurveFit : $Y=aX+b$
 $r = 0.9993$
 $Y = 4.172E+3 * X + 6.787E+5$
 $X = 2.397E-4 * Y - 1.627E+2$

Lv.	Conc.	Count
1	0.00	6.73E+5 P
2	1.00	6.69E+5 P
3	5.00	6.92E+5 P
4	10.00	7.36E+5 P
5	50.00	8.94E+5 P
6	100.00	1.11E+6 P
7	200.00	1.50E+6 P

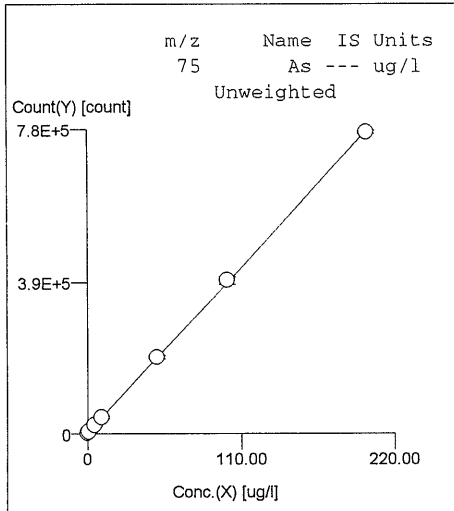
濃度 0 ~ 200 μ g/l



CurveFit : $Y=aX+b$
 $r = 0.9794$
 $Y = 6.568E+3 * X + 6.662E+5$
 $X = 1.522E-4 * Y - 1.014E+2$

濃度 0 ~ 10 μ g/l

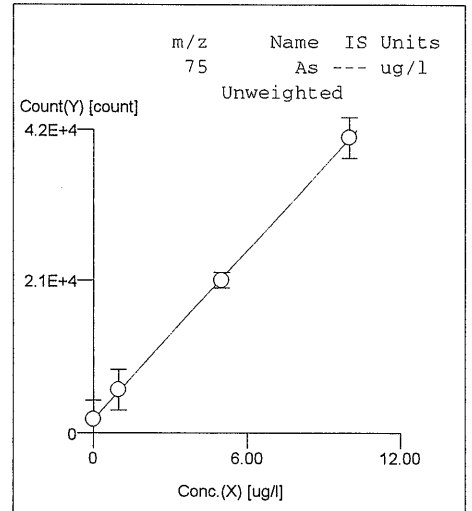
Fig. 3-1 検量線(補正なし)



CurveFit : $Y=aX+b$
 $r = 0.9999$
 $Y = 3.866E+3 * X + 2.721E+3$
 $X = 2.586E-4 * Y - 7.038E-1$

Lv.	Conc.	Count
1	0.00	1922.18 P
2	1.00	5936.39 P
3	5.00	2.10E+4 P
4	10.00	4.09E+4 P
5	50.00	1.95E+5 P
6	100.00	3.96E+5 P
7	200.00	7.73E+5 P

濃度 0 ~ 200 μ g/l



CurveFit : $Y=aX+b$
 $r = 0.9999$
 $Y = 3.885E+3 * X + 1.906E+3$
 $X = 2.574E-4 * Y - 4.907E-1$

濃度 0 ~ 10 μ g/l

Fig. 3-2 検量線(補正あり)

Agilent Technologies (アジレント・テクノロジー社)は、ヒューレット・パッカートの電子計測、化学分析、電子部品と医用電子の4つの事業が独立した新会社です。