

酸化物イオン生成における スプレーチェンバ温度の影響

ICP-MS/HP 4500

はじめに

ICP-MSにおいて、スプレーチェンバ温度が分子イオン生成に大きく影響を及ぼすことはいくつかの文献で報告されています^{1,2}。スプレーチェンバを低温に保てばプラズマ中に実際に導入される水分量を低減することができます。その結果、酸素起因の分子イオンを低減することができますと考えられます。

HP 4500のスプレーチェンバは、ベルチエ素子により電子冷却されているので、迅速に冷却することができます。また、室温に左右されず、安定に温度をコントロールすることが可能です。通常は2°Cに設定されていますが、有機溶媒などを測定する際には-5°Cまで設定することが可能です。

本資料では、HP 4500を用いて、ArOなどの酸化物イオン生成とスプレーチェンバ温度との関係を報告します。

実験

測定条件

本実験で用いたHP 4500の測定条件をTable 1に示します。本実験ではスプレーチェンバ温度のみを変更し、他の条件は一定としました。

ArO生成に与えるスプレーチェンバ温度の影響は、質量数57に現れる信号を、10 ppb Fe標準溶液の信号と比較して調べました。質量数57のArO生成量は¹⁷Oの同位体比から考えるとArO全体量の0.04%となります。BaとCeの酸化物イオン生成に与えるスプレーチェンバ温度の影響は¹³⁷Ba、¹⁴⁰Ce及びその酸化物イオン(質量数153及び156)を測定して調べました。この時は100 ppbのBa、Ce混合標準溶液を用いました。

結果

HP 4500を用いてスプレーチェンバの温度を変化させた時の、質量数57に出現する見かけ上のFe濃度をFig. 1に示します。各濃度は、スプレーチェンバ温度が1°Cの時のFe 10 ppb溶液の信号をもとに計算しました。スプレーチェンバ温度範囲が12~20°CでArO生成量は最も大きく変化しています。この範囲では1°C違うだけで見かけ上のFe測定値は10~20%も変わります。9°C以下では、スプレーチェンバ温度がArOの生成に与える影響は少なくはなり

RFパワー	: 1.3 kW
サンプリング位置	: 7 mm
プラズマガス	: 15 L/min
補助ガス	: 1.0 L/min
キャリアガス	: 1.25 L/min
ネブライザ	: クロスフロータイプ
サンプル導入力	: 0.3 mL/min
スプレーチェンバ温度	: 1~20°C
測定ポイント	: 3 points/mass
積分時間	: 0.9 sec/mass

Table 1 測定条件

ますが、変化は起こっています。このことから、スプレーチェンバ温度が不安定な場合、質量数57(この場合⁴⁰Ar¹⁷Oと⁵⁷Fe)の信号量が変化し、この質量数を用いて得られる値の信頼性が悪くなるのがわかります。

スプレーチェンバ温度とBa、Ceの酸化物イオンの生成率の関係をFig. 2に示します。BaOとCeOでは生成率は違いますが、両酸化物イオンとも同じような傾向を示しており、温度が上がるほど増加しています。Ceは熱力学的に酸化物イオンを生成しやすいため生成率が多いので、装置のコンディションをチェックする目安となります。HP 4500では温度に関係なくBaOの生成率は0.15%以下と少ないですが、モニターすることは重要です。サンプル中にはCeや他の希土類元素より高濃

度レベルのBaが含まれることが多いからです。1 ppmのBaはその酸化物イオンが重なる質量数に1 ppbレベル(0.1%)のエラーを与える可能性があるということになります。酸化物イオンの生成量がさらに多くなると測定に大きな問題を生じる可能性が出てきます。

Ceに関しては、Fig. 2に示す通り、スプレーチェンバ温度が3~12°Cの時に最も酸化物の生成率が変化しています。全測定温度範囲でCeO生成率は比較的少ないですが(<0.1%)、スプレーチェンバ温度が変化すると、依然として酸化物イオンの重なる質量数を持つ元素の測定値の信頼性が悪くなることは明らかです。酸化物生成率を抑制することは、微量の希土類元素測定の際は、特に重要となります。Ceを代表として希土類元素は酸化物イオンを生成しやすく、希土類の酸化物イオンが他の希土類に重なる場合があるからです。(例：CeOはSm、Gd、Dy、Tbに重なります。)

結論

通常の導入系を用いた場合、完全に酸化物イオンを取り去ることは不可能ですが、スプレーチェンバの温度を低くすることで酸化物イオンの生成を低く抑えることは可能です。酸化物イオンを低減すると、より精度の高い測定が行えるようになります。

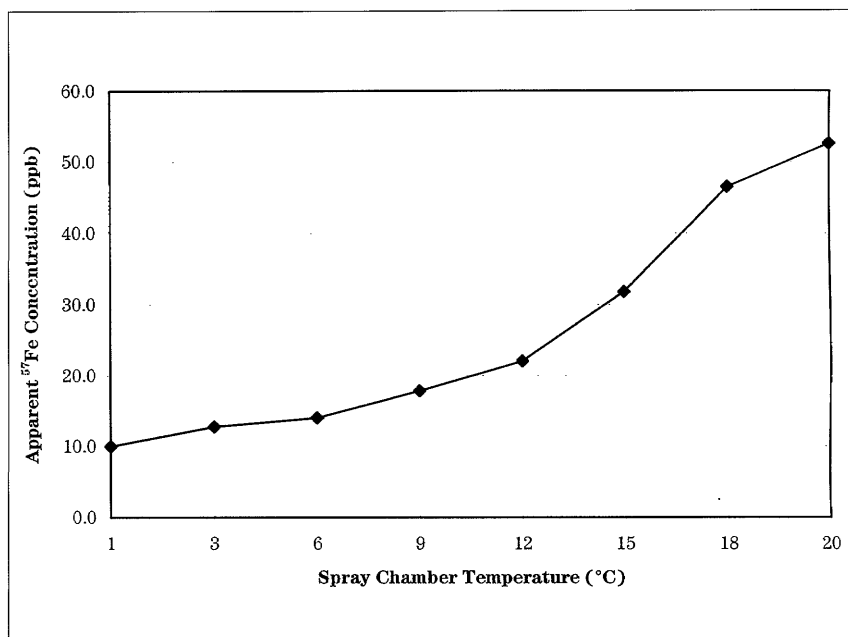


Fig. 1 スプレーチェンバ温度と見かけ上の⁵⁷Fe濃度の関係

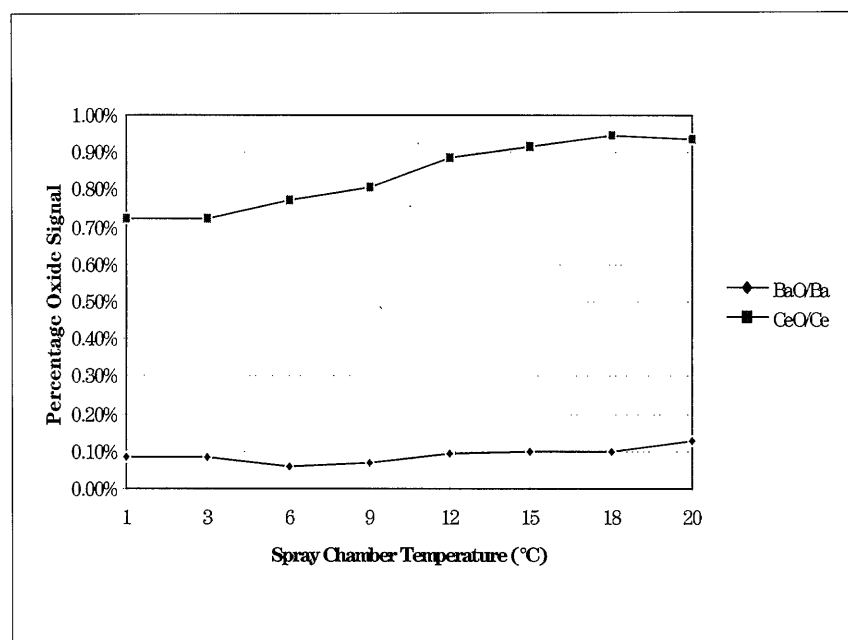


Fig. 2 スプレーチェンバ温度とBaO、CeOの生成率の関係

参考文献

- Hutton, R. C. and Eaton, A. N. "System optimization and the effect on polyatomic, oxide and doubly charged ion response of a commercial inductively coupled plasma mass spectrometer" *J. Anal. Atom. Spectroscopy* 5, 463-466 (1987)
- Gray, A. L. and Williams, J. G. "System optimization and the effect on polyatomic, oxide and doubly charged ion response of a commercial inductively coupled plasma mass spectrometer" *J. Anal. Atom. Spectroscopy* 2, 599-606 (1987)

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。