Agilent ICP-MS ジャーナル

May 2005, 第23号

内容

2 RoHS/ELV 指令のための ICP-MS による重金属の測定

3 ORS によるマトリックス酸化物の削減

4 HPLC-ICP-MS による水中、土壌中のメチル水銀分析

5 ニュース：飲料水の多元素分析法として唯一認定された ICP-MS

6 IC-ICP-MS による天然水に含まれるクロムのスペシエーション分析

7 お役立ち情報：コーンの正しい取り付け法・新製品情報

8 活用事例募集・リニューアルしたユーザーフォーラム・イベント情報・ICP-MS ユーザー・新規発行の技術資料

Agilent Technologies

RoHS/ELV 指令のための ICP-MS による重金属の測定

日本環境株式会社
山本太一　荒井有希　関友博
http://www.n-kankyo.com/

はじめに

EU では RoHS 指令（Restriction of the use of certain Hazardous Substances, Directive 2002/95/EC）が2006年7月から施行されます。これは、電子・電気製品中の有害化学物質の使用を制限し、使用者の健康と安全を確保すると共に廃棄時の環境汚染を防止することを目的としています。これに先んじて、自動車部品を対象とした ELV 指令（End of Life Vehicles, Directive 2000/53/EC）が施行されています。中国では中国版 RoHS 指令が、日本においても日本版 RoHS 指令が EU での RoHS 指令に合せて施行されます。日本版は、経済産業省が中心となって準備を進めています。

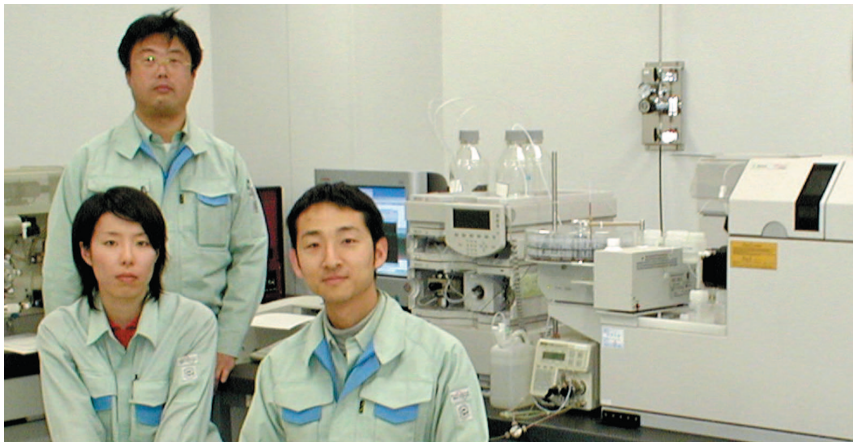
規制対象物質	RoHS 指令 / mg/kg	ELV 指令 / mg/kg
Cd	100	100
Pb	1000	1000
Hg	1000	1000
Cr6+	1000	1000
PBBs	1000	-
PBDEs	1000	-

表1： RoHS/ELV 指令の規制項目と閾値

RoHS/ELV 指令で規制される化合物及び閾値を表1に示します。製品の製造工程を考えるとき、特に樹脂材料では、上記の規制対象物質が工程中に混入する可能性が高く、より細かい管理が要求されています。しかし現在のところ、樹脂材料における不純物金属分析の公定法は BSEN1122：2001 「Plastics determination of cadmium -Wet decomposition method」「プラスチック-カドミウムの定量-湿式分解法」（以下 EN1122）[1] のみであり、現在 IEC に設置された委員会 TC111Working Group3 において、RoHS 指令に対応した測定方法の標準化が進められています。

重金属

日本環境株式会社は、カドミウム、鉛、およびクロムの分析に 7500c ICP-MS を使用しています。水銀についても、メモリー効果や容器への吸着および揮散に注意すれば、ICP-MS による定量が可能となります。



日本環境株式会社著者ら。Agilent 7500c ICP-MS の前で。

メソッドの検証

ICP-MS メソッドの妥当性を検証するため、オランダの Institute for Interlaboratory Studies（iis）が主催する 2004 年技能試験（IIS04P02）「プラスチック中のカドミウム及び鉛分析」に参加しました。これは現在実施されている ISO/IEC ガイド43に基づく唯一の国際的な技能試験です。報告書 [2] によると世界 20 ヶ国から56の分析機関が参加し、今回は特に日本や、香港、中国などアジアからの参加が目立ちました。
試料は 3 種類で、#0454 および #0455 はカドミウム、#0456 は鉛が測定対象となり、いずれも塩化ビニル（PVC）製の成型品でした。#0454 と #0456 は規制値を 10 倍以上超えるような高濃度試料で、#0455 は規制値前後の中濃度試料が提供さました。日本環境の結果は EN1122 および EPA3052 共に図 1、2 のヒストグラムに示すように平均値に近く、Z スコアを計算したところ ±1 以下となり良好な結果が得られました。

結論

Agilent 7500c は、RoHS/ELV 指令によって規制されている 4 つの物質だけでなく、日本、アメリカ合衆国、EU の関連業界が共同で作成中のガイドラインで指定されている 10 の重金属においても [3] 効率的に測定することができます。

参考文献

1. BSEN1122:2001 "Plastics - determination of cadmium - Wet decomposition method"
2. Results Proficiency Test Cadmium and Lead in Plastics October 2004
3. Guideline for Standardization of Material Declaration by Japan Electronics and Information Technology Association (JEITA JGPSSI), http://home.jeita.or.jp/eps/green2.htm

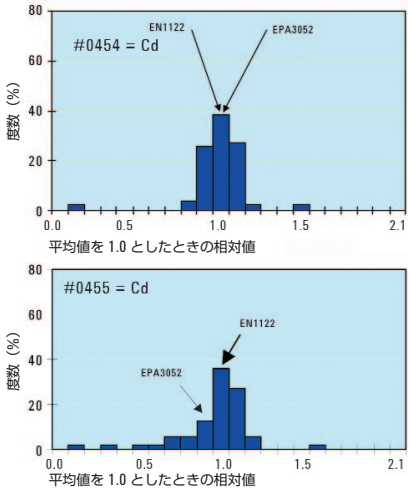


図 1：サンプル #0454 と #0455 中の Cd ヒストグラムと弊社の結果（矢印）

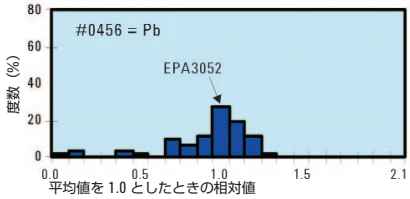


図 2：サンプル #0456 中の Pb ヒストグラムと弊社の結果（矢印）

この記事の詳細は...

「RoHS/ELV 指令のための ICP-MS による重金属の測定」、5989-3574JAJP

www.agilent.com/chem/icpms

ORS による マトリックス酸化物の削減

Bert Woods, Ed McCurdy, Don Potter,
Agilent Technologies

サンプルのマトリックス成分が酸素原子と結合してできるマトリックス酸化物（MO^+）は、ICP-MS の干渉成分の中でも特にやっかいな存在です。例としては、質量がそれぞれ 40、43、44 である Ca 同位体が ^{56}Fe、^{59}Co、^{60}Ni にオーバーラップする CaO^+ による干渉、および Cd のすべての主要同位体に対するMoO^+ の干渉が挙げられます。また、質量数の小さい希土類元素（REE）の酸化物は、質量数の大きい REE と重なります。プラズマ部の最適設計によって MO^+ 濃度を減らすこともできますが、それでも酸化物の重なりは残り、従来からの課題でした。エネルギー弁別（KED）を利用するヘリウムコリジョンモードで ORS を使用すると、ICP-MS マススペクトルから酸化物を取り除くことができ、REE の測定性能を向上させ、材料科学分野に新しい可能性を切り開くことができます。

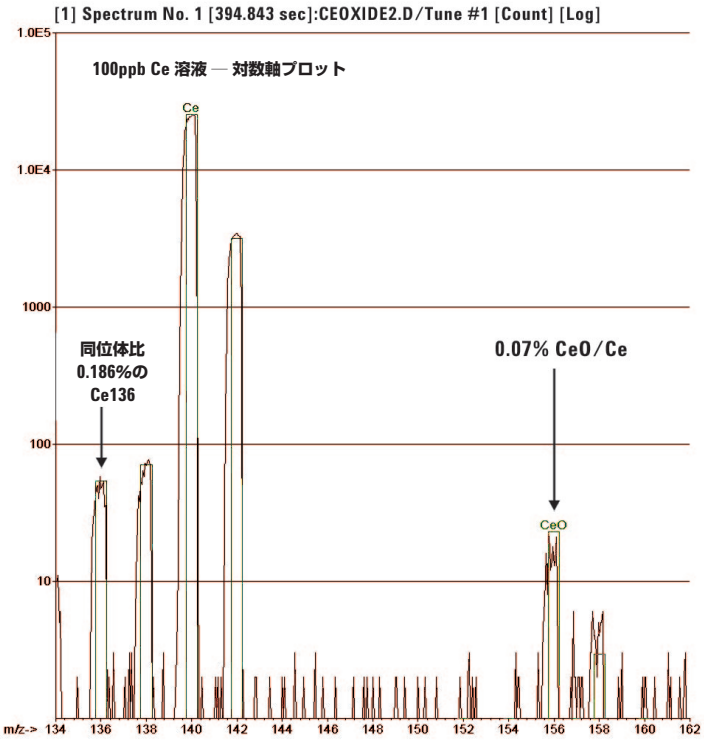


図1：Ce 100 ppb 存在下での Ce および CeO ピーク（対数軸）。Agilent 7500ce 使用（標準の同軸型ネブライザ・ヘリウムモード）

プラズマ部の設計の重要性

プラズマ部とサンプル導入システムの設計次第で、マトリックスの分解によって発生する MO^+ の濃度を大幅に引き下げることができます。通常、プラズマの効率性をチェックするためのパラメータとして $^{140}Ce^{16}O/^{140}Ce$ の比率が使用されます。Ce-O 間の結合は最も強い M-O 結合の 1 つだからです。プラズマ中の MO^+ イオンの分解は以下によって促すことができます。

i) 低流量のサンプル導入システムを使うことでサンプルエアロゾルの導入量を制限する。
ii) スプレーチャンバを冷やすことで水蒸気を取り除く。
iii) 大口径インジェクタ（2.5 mm）を持つプラズマトーチを使用することでプラズマ中のエアロゾルの拡散を確実に行う。
iv) 効率の良いソリッドステートのデジタル駆動高周波プラズマ発生器を 27.12 MHz で動作させることで、高いプラズマ温度を維持する。

これらはすべて 7500 シリーズで採用されており、ほとんどの場合 0.3%～0.5% という CeO/Ce 比を達成しています。これは他の ICP-MS に比べて数倍低い値です。しかし、このレベルであっても、親イオンが干渉を受けるイオンよりも高い濃度で存在している場合、特に REE のように酸化物結合が強い元素が存在する場合、酸化物によって分析データの信頼性が損なわれることがあります。

ORS/ヘリウムモードによるアプローチ

ヘリウムモードでは、ほとんどすべての多原子イオンを エネルギー弁別（KED）によって一斉に取り除くことができます。多原子（分子）イオンは測定イオンに比べて大きさ（イオンの断面積）が大きいため、KED によって効率的に排除されます。大きい分子イオンはセル内で衝突を起こす確率が高く、他よりも多くのエネルギーを失い、次段のマスフィルタに入りません。KED を効率的に動作させるには、各イオンが同等のエネルギーでセルに入る必要がありますが、これはシールドトーチシステムによって可能になります。ここで、酸化物干渉成分の濃度をさらに減らすため、7500ce でヘリウムモードを適用します。MO^+ はスペクトルから取り除くことが難しい化学種ですが、通常より高い KED 電圧（一般的に使用される 4V ではなく、10V）をかけ、セルにヘリウムを 4mL/min で流すことによって、CeO でさえも約 0.4% から 0.1% 以下の濃度にまで引き下げることができます。感度は若干失われますが、CeO は Ce よりも大きい比率で減少するためS/N比は大幅に改善されます。図 1 では 100 ppb の Ce を含む溶液のスペクトル（対数軸）が示されています。質量数 156 の $^{140}Ce^{16}O$ のピークが同位体比 0.186% の ^{136}Ce のピークより小さいことに注目してください。実際のところ、CeO/Ce 比は 0.07% でした。これは、脱溶媒装置等を使用せず、従来型の同軸型ネブライザを使用した ICP-MS システムとしては、今までに報告された中で最も低い数値です。

まとめ

- ヘリウムモードでは CeO を取り除くことができます。
- ヘリウムは不活性なガスのため、セル内の反応により、酸化物、水素化物、水酸化物など、他の干渉成分が発生しません。
- 脱溶媒装置は必要ありません。
- 干渉補正式は一切使用していません。
- マトリックスの種類によらず、各種の測定イオンに対して適用できます。
- 質量数の高い REE も測定することができます。
- すべての酸化物、多原子イオン干渉に有効です。

ここに記したヘリウムモードによる方法で、マトリックス酸化物を減らし、干渉補正式を使わずに、天然サンプル中の高質量数の REE を正確に測定すること可能になります。他の高マトリックスサンプルでこれまで干渉を受けていた元素も測定することができるようになります。

HPLC-ICP-MS による水中、土壌中のメチル水銀分析

Dengyun Chen, Agilent Technologies Co., Ltd. (China), Beijing, 100022, China
Miao Jing, Xiaoru Wang
The First Institute of Oceanography, S.O.A, Qingdao, 266061, China

水銀は、元素またはアルキル水銀の状態で存在します。また、生物活性により水銀はメチル化し、メチル水銀またはまれにジメチル水銀になります。水銀は化学形態が異なれば毒性も異なり、メチル水銀は無機水銀化合物の 10～100 倍の毒性を持ちます。そのため、FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議（JECFA）は最近になってメチル水銀（MeHg）の体重 1kg あたりの暫定耐容週間摂取量（PTWI）を 3.3 µg/kg/week から 1.6 µg/kg/week に引き下げるよう勧告しました。

無機水銀と有機水銀の同時定量は、一般的に MeHg の濃度が無機水銀よりもずっと低いために困難です。水銀をスペシエーション分析する際に最もよく使用される分析法は、水銀に有効な検出器（蛍光などの光度計または他の元素検出器）と、ガスクロマトグラフィー（GC）または高速液体クロマトグラフィー（HPLC）とを組み合わせたシステムです。天然水に含まれる水銀は濃度が低いため、サンプル量を大量にとる必要があります。
このとき、多くの場合において測定に求められる限度値では検出器の感度が不足するため、サンプルの濃縮が必要になります。

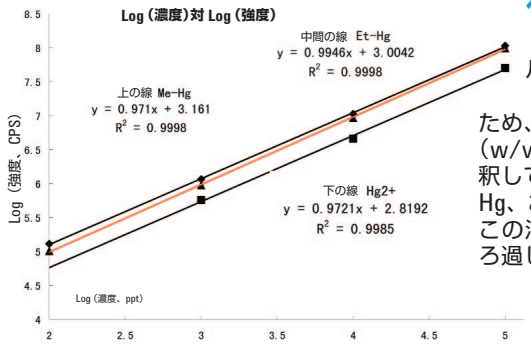


図 1. MeHg、Hg^{2+} および EtHg の検量線

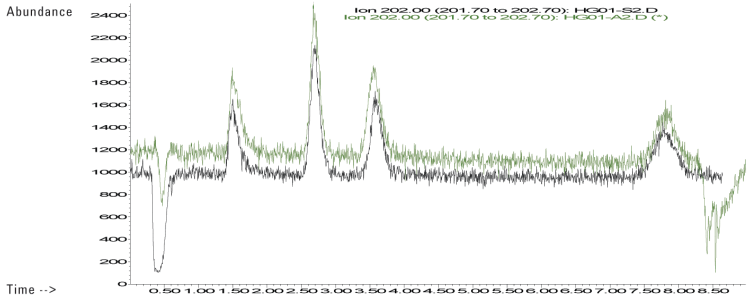


図 2. 100ng/L の Hg 標準液について、純水ベース（上側）、及び、3%（w/v）塩化ナトリウムベース（下側）の HPLC-ICP-MS イオンクロマトグラム（20uL サンプルループ）

装置構成

本研究の目的は、MeHg の定量に対する HPLC-ICP-MS システムの感度と特徴を評価することです。ここでは、Agilent 1100 LC と Agilent 7500a ICP-MS を、LC-ICP-MS 接続キット（G1833-65200）で接続して使用しています。

HPLC カラム

最適化のため、HPLC カラム（ZORBAX Eclipse XDB - C18、2.1 x 50 mm、5um）に HPLC グレードのメタノールを流量 0.4mL/min で 2 時間以上送液した後、さらに移動層を0.5時間以上（同流量）送液してコンディショニングします。

結果と考察

Hg の各化学種の混合標準液の原液（1.0 µg/mL の Hg を含む、Hg^{2+}、MeHg、Ethyl-Hg）を希釈し、10 ng/L～100 µg/L の標準液を調製しました。10ng/L データは100uL サンプルループを使い、それ以外はすべて 20uL のサンプルループを使用しました。3 つの Hg 化学種の濃度は、ピーク面積を用いて求めました。

HPLC-ICP-MS による検量線（図 1）では、リニアリティは 4 桁以上あります。この範囲は予想される実サンプルの濃度をカバーしており、複雑な濃縮などの前処理なしで定量できることがわかります。

3% の塩化ナトリウム水溶液に含まれる Hg 種のクロマト分離

高マトリックスを含むサンプルの分析に対しても、本メソッドが有効であることを確認するため、Hg の混合標準液の原液を 3%（w/v）の塩化ナトリウム水溶液で希釈して、100ng/L の MeHg、Ethyl-Hg、および Hg^{2+} 溶液を調整します。この溶液は分析前に 0.45um 濾紙でろ過します。測定には 20 µL サンプルループを使用しました。図 2 では、このクロマトグラムを、同じ濃度で純水希釈した溶液のクロマトグラムと重ねて表示しています。
3% 塩化ナトリウム水溶液に含まれる Hg 種のピーク面積も求めたところ、純水希釈した溶液の場合と比較して 90%～110% の回収率となりました。これは、海水（塩濃度は約 3%）のような高マトリックスサンプルに対しても本法が適していることが確認されました。

土壌サンプルへの展開

HPLC-ICP-MS 法を、生体組織、土壌あるいは底質のような固体サンプルに適用するときは、前処理が必要となります。環境サンプル中の水銀は低濃度である上、Hg の各化学種（特にメチル水銀）は失われたり、他の化学種に転化しやすいため、固体サンプルから Hg の各化学種を抽出する工程は非常に重要となります。ここでは、希塩酸による抽出という、シンプルな方法を採用しました。

分析の結果、土壌サンプルの添加回収率は 80%～120% でした。今後は、本法のさらなるテストと、MeHg を含む土壌の標準試料の分析を予定しています。

結論

HPLC-ICP-MS 法は、溶液サンプルの分析に適しており、これはマトリックスが高い場合でも変わりません。MeHg、Ethyl-Hg および Hg^{2+} のメソッド検出下限は 10ng/L 以下ですので、現在の公定法の要求を満たしています。本法を土壌サンプルに適用する場合、7.6% の塩酸で Hg 種の抽出を行い、80%～120% の回収率が得られました。

www.agilent.com/chem/icpms

ニュース：ICP-MS は飲料水の多元素分析法として認定された唯一の分析法です。

Steven Wilbur,
Agilent Technologies Inc., USA

米国環境庁（EPA）は、飲料水に含まれるヒ素の分析法として、メソッド EPA200.7 および SM 3120b（ICP-OES）による方法を廃止します。これは 40 CFR 141.23 規則に従ったもので、2006 年 1 月 23 日発効となります。

「これらのメソッドは、環境基準への適合判定、環境基準の適用除外を判断する適格性、および改定ヒ素基準（MCL）10ppb（0.010mg/L）への対応には不十分である（概訳）」[1]。これによって、単一の元素分析法としてはグラファイトファーネス原子吸光光度法および水素化物発生原子吸光光度法が認定された分析法となり、多元素分析法としては ICP-MS が唯一認定された分析法となります。

はじめに

長期間にわたるヒ素への曝露の危険性について、はじめに認識が高まったのは主に飲料水に関してですが、汚染された食品の摂取や汚染された空気の吸入といった面からも、より厳しい世界的な規制とモニターの必要性が高まっています。飲料水に含まれるヒ素の最大濃度基準が定められたのは 1950 年代に遡ります。世界保健機構（WHO）は、飲料水に含まれるヒ素に対する公的な立場を 1958 年から取っていますが、その当時は最大許容濃度を 0.2mg/L と定めていました。この値は 1963 年に 0.05mg/L に改定されました。また 1993 年には、暫定的な指針値として 0.01mg/L が定められました。しかし実際のところ、ヒ素の生涯曝露による皮膚癌のリスクは、これよりもかなり低濃度であることが算出されていました。しかし、この指針値になったのは、その当時の分析機器に基づく実際的な定量下限では、基準値をこれより下げることが不可能だったためです[2]。
0.01mg/L の曝露濃度で皮膚癌にかかる推定生涯リスクは 6×10^{-4}、およそ 1700 分の 1 です。現在、より低い基準を満たすためには、世界的に水の供給や経済性や、感度に優れた測定方法の普及度に障害があり、より低濃度の規制を実施することができない状態です。2000 年に米国 EPA は基準値を新しく 0.005mg/L に下げる提案を行いましたが、これは後に 0.01mg/L に緩和されました。EU と米国は WHO 勧告の 0.01mg/L を採用しましたが、多くの国々ではまだ 0.05 の基準値のまま、あるいは 0.01mg/L と 0.05mg/L の間の値を定めているという現状です。
しかし、定量下限と共に最大許容濃度が下がっていく傾向にあること、そして他の世界中の監督省庁が欧米に追随し、感度が低いメソッドの使用を認めない状況になっていくことははっきりしています。例えば、オーストラリアでは最大許容濃度を 0.007mg/L と定めています。

ICP-MS とヒ素の測定

ヒ素をより低い濃度で、また、より複雑なサンプルで、さらに他の元素も同時に測定するという必要性が高まってくると、分析法として残される選択肢は ICP-MS だけになります。しかし、従来から、ヒ素は以下の理由で ICP-MS にとっては測定が易しくはない元素の 1 つでした。

- 第 1 イオン化ポテンシャルが他の元素より比較的高い（9.81eV）。
- 塩化物を含むサンプル中で ArCl による干渉が大きい。
- 同位体がひとつしか存在しない。

比較的きれいな飲料水サンプルの場合、干渉補正式を使用することで補正を行うことができます。ただし、これには以下の条件が必要です。

1. サンプル間で塩素濃度があまり変わらない。
2. サンプルに大量のセレンあるいは臭素が含まれていない。
3. 適当な内標準を使用して、高いイオン化電位によって起こるマトリックス減感の補正を行うことができる。

これらの制限事項を考慮し、USEPA はヒ素に対する ICP-MS の定量下限値（MDL）を 1.4 µg/L としています[4]。しかしながら、減感を最小限にとどめるロバストなプラズマ条件、干渉成分を排除するエネルギー弁別法を用いたヘリウムコリジョンといった ICP-MS の向上により、Agilent 7500ce ICP-MS では一般的な環境サンプルに含まれるヒ素に対する MDL を 20ppt（0.02 µg/L）を実現します（現在の規制値の 500 分の 1 の低さです）。きれいな飲料水ならば、7500a を使えばコリジョンセルを必要とせずに同様の検出下限を達成することができます。

結論

2006 年 1 月以降は、米国では ICP-OES は飲料水に含まれるヒ素測定のために認定された分析法ではなくなります。GFAA、水素化物 AA および ICP-MS だけが適合する分析法となります。他の国々もそれに追随するでしょう。市販の ICP-MS の中で、唯一 Agilent 7500ce ICP-MS だけが、複雑なマトリックス中のヒ素を効果的にイオン化させ、シンプルなヘリウムコリジョンモードを用いて干渉成分を取り除くことができます[5]。ヘリウムコリジョンモードは、他の測定対象イオンに影響を与えることはありません。また、マトリックスごとに最適化したり、複雑な反応ガスを使用したりする必要もありません。

参考文献

1. http://www.epa.gov/safewater/ars/pdfs/regguide/ars_final_!mainguide_9-13.pdf
2. http://www.who.int/wat er_sanit ation _healt h/dwq/en/arsenicun5.pdf
3. Arsenic in Drinking Water, Committee on Toxicology, Board on Environmental Studies and Toxicology, Commission on Life Sciences, National Academy Press WHO, 1993
4. EPA method 200.8, www.nemi.gov
5. ORS 技術を利用した Agilent 7500ce ICPMS による飲料水に含まれる微量金属の実分析、5989-0870JAJP）

IC-ICP-MS による天然水に含まれるクロムのスペシエーション分析

Tetsushi Sakai and Ed McCurdy
Agilent Technologies

クロムの分析では、全 Cr の測定だけで十分とは限りません。6 価 Cr は有毒ですが、3 価 Cr は人体にとって必須の元素です。Cr の潜在的な毒性を把握するには、単に全 Cr を求めるのではなく、Cr (VI) の濃度を求めなければなりません。
Cr の分離、検出は簡単ではありません。それは、水のように天然のサンプルに含まれる Cr の形態は、通常、Cr (VI) ではクロム酸 (CrO_4^{2-})、Cr (III) ではクロムイオン (Cr^{3+}) になっているからです。クロム酸は陰イオンであり、クロムイオンは陽イオンです。そのため、単一のイオン交換メソッドでは同じ条件下で両方の形態に対応できません。さらに、Cr (III) は水のようなサンプル中では最も安定した酸化状態である一方、Cr (VI) イオンは強酸化剤であり、酸や有機物があるところでは容易に Cr (III) に還元してしまうという問題があります。そのため、元のサンプルに存在する Cr の化学種の分布が分析時点まで保たれるように、サンプルの採取、保存、調製に関しては細心の注意を払う必要があります。
Agilent で新しく開発されたメソッドでは、サンプルを EDTA と共に40 °C で反応させて Cr (III) の陰イオン錯体を形成し、1 つの分析法で Cr (III) の EDTA 錯体と Cr (VI) を分離することを可能にしています。

7500ce ORS ICP-MS では、質量 52 の主要同位体を使用し、干渉イオンである ArC と ClOH から除去することによって、高い精度と優れた感度で Cr を測定することができるようになっています。Cr のスペシエーション分析で使用するサンプルの前処理メソッド、カラムおよび分析条件を表 1 に示します。

移動相の送液には非金属型のポンプ (Metrohm社 818ICポンプ) を使用し、Agilentのインテグレートサンプル導入システム (ISIS) を使用してサンプルループへの充填、注入を行いました。この装置構成では、IC ポンプの高い精度と高圧力を利用できる一方で、ICP-MS 装置に追加する必要があるのは IC ポンプモジュールだけです。そのため、完全な IC または HPLC システムに比べて、シンプルで低コストなシステムです。

	保持時間 / min		ピーク面積 / カウント		DL (S/N=3) ng/L	
注入量/uL	Cr(III)	Cr(VI)	Cr(III)	Cr(VI)	Cr(III)	Cr(VI)
50	0.79	2.09	1082295	914804	69.5	139.4
100	0.79	2.09	1704312	1525147	43.4	82.8
250	0.85	2.21	4939876	4546219	17.5	28.5
500	0.97	2.39	10268086	9398651	13.2	15.8

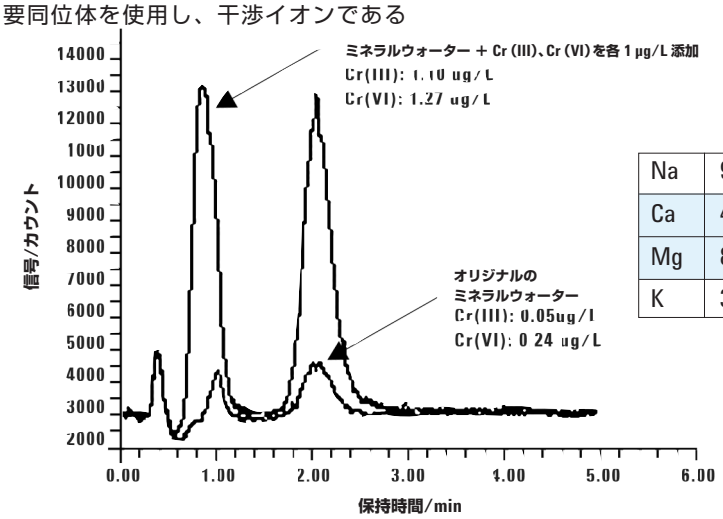
表 2. IC-ICP-MS による Cr 種の検出下限

Cr カラム	Agilent 部品番号 G3268A, 30 mm x 4.6 mm i.d
移動相	5 mM EDTA (2Na), NaOH により pH7 に調整
流量	1.2 mL/min
カラム温度	室温
注入量	50 ~ 500 uL
サンプル前処理	
反応温度	40°C
反応時間	3 時間
EDTA 時間	5 ~ 15 mM NaOH により pH 7に調整

表 1. Crスペシエーションのクロマト条件

結果と考察

上記の条件下で、そして、Agilent 7500ce では水素ガスモードを用いて、質量数 52 の Cr に対する ArC と ClOH の干渉を除去した結果、それぞれの Cr 種に対して 20 ng/L 以下の検出下限を得ることができました。詳細を表 2 に示します。6 価の Cr に対する多くの国際的規制では、最大許容濃度として 1 µg/L という数値が定められています。測定に求められるのはこの基準値の 10 分の 1 の検出下限 (100 ng/L) ですから、100 µL の小容量サンプル注入でもこの要求を十分に満足することができます。ここで、注入量を 500 µL に増やすと、Cr (III) では 13.2 ng/L、Cr (VI) では 15.8 ng/L にまで検出下限を低くすることができました。
実サンプルに対するメソッドの適合性を確認するため、Cr 種を添加したもの、添加していないものの 2 つのミネラルウォーターについて、このメソッドを用いて双方の Cr 種を定量しました。



Na	9.1 mg/L
Ca	486.0 mg/L
Mg	84.0 mg/L
K	3.2 mg/L

図 1. Cr ミネラルウォーターの主な組成 (mg/L) とクロマトグラム

	検出 (ug/L)			
元素	ミネラルウオーター	添加量	添加ミネラルウオーター	回収率(%)
Cr(III)	0.05	1.0	1.10	105.0
Cr(VI)	0.24	1.0	1.27	103.0

表 2. ミネラルウォーターに、Cr (III) と Cr (VI) を 1.0 µg/L 添加したときの、添加回収率

分析したミネラルウォーターは、一般に市販されているミネラルウォーターの中でも高いレベルのカルシウムと硫酸塩を含む(450 mg/L 以上の Ca、1000 mg/L 以上の硫酸塩)フランスのミネラルウォーターです。このミネラルウォーターに 2 種類の Cr 種を添加したものと、添加していないものの両方を分析し、添加回収率を調べました。測定結果のクロマトグラムは図 1、添加回収率データは表2に示されています。ミネラルウォーターの主な組成はクロマトグラム中の表に示してあります。ここから、このミネラルウォーターのミネラル濃度が非常に高いことがわかります。高いミネラル濃度にもかかわらず、最適化されたサンプル前処理および分析法により、両方の Cr 種に対して、クロマト分離および添加回収率ともに優れた結果が得られました。
このような高いマトリックスを含むサンプルでも、低濃度で添加されている 2 種類の Cr 種について良好な測定結果が得られることから、サンプル中の Cr 種の化学形態を安定させる前処理方法が有効であることが確認できます。つまり、Cr (III) の錯体を生成するために十分な EDTA 量が加えられていることを利用できることがわかります。
さらに、サンプルに対してだけでなく、移動相に対しても pH を最適化し、EDTA を使用することにより、Cr 種の転化 (Cr (VI) から Cr (III) への還元) という潜在的な問題が回避し、サンプルの安定化が保たれています。

より詳しくは

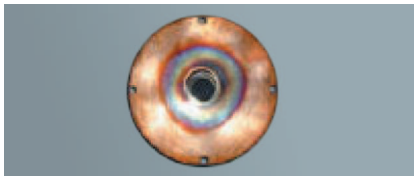
本アプリケーションについて詳細は、「イオンクロマトグラフィー(IC) ICP-MS による環境試料中のクロムのスペシエーション分析」5989-2481JAJP をご覧ください。

お役立ち情報

ご使用のサンプリングコーンの表面が黒くなってしまった場合、次のような簡単な解決法があります。下の写真をご覧ください。サンプリングコーンを十分に締めつけていない場合に、このようになることがあります。これは、インターフェースの熱を逃がすための水冷部分との接触が不十分であることが原因です。

ご使用のコーンがきっちり締め付けられていることを以下の手順でご確認してください。

- サンプリングコーンと O-リングを取り外します。
- サンプリングコーンの溝をきれいにします。
- サンプリングコーンを O-リングなしでインタフェースに取り付けます。
- サンプリングコーン工具を使用して締めます。サンプリングコーンとインタフェースの冷却部分が接触したら締めるのを止めます。コーンとインタフェースに線を引いて、締め付け位置をマーキングします。
- サンプリングコーンを取り外します。
- O-リングを所定の位置に付けてコーンを取り付けます。
- コーンとインタフェースのマーキングが一致するまでコーンを締めます。



正しく取り付けられたサンプリングコーン (1600 ワットで 2 時間運転後)

注: マーキングの位置を超えるところまで締めないでください。サンプリングコーンが取り外しにくくなることがあります。

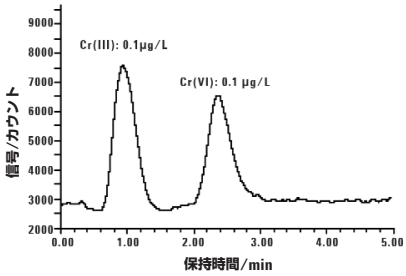
ユーザー様からのヒント

オーストラリア Cardiff市の Amdel Laboratory 社の Darrel Luck 氏からの情報です。
Glass Expnasion 社製マイクロミストネブライザを用いた 7500c および ISIS を使用する環境分析サービスラボでは、典型的な分析数は 1 日に 150 サンプルです。Amdel は、マイクロミストネブライザを酸に漬けるだけでは十分にきれいにならないことに気付きました。そのため、今ではネブライザをメタノール 50% と洗浄剤 "Decon 90" 50% の混合溶液に一晩漬けるという方法をとっています。この方法は非常に効果的で、酸に漬けるだけでは残ってしまうような有機物に起因する汚染もネブライザの内部から取り除くことができます。

新製品情報

Agilent は 7500 シリーズ ICP-MS の機能をさらに向上させる 2 つの新製品を発売しました。

クロムスペシエーションキット (G3268A)



各 0.1 µg/L の Cr (III) と Cr (VI) の分離と検出

イオンクロマトグラフィー用ポンプ (Metrohm社) を Agilent 7500ce ORS ICP-MS と組み合わせ、Cr (III) と Cr (VI) の分離、測定を行うためのシンプルで信頼性の高いメソッドです。新製品のクロムスペシエーションキットを使うことによって、Cr (III) と Cr (VI) のスペシエーション分析を分析時間 4 分以下で、ppt レベルの検出下限で行うことが可能になります。

特徴

- サンプルの前処理が簡単
- シンプルなハードウェア構成
- 高感度 — ppt レベルの検出下限
- 高いマトリックス耐性 — 天然水にも適用可能 (前ページ参照)
- 迅速でシンプルな分析法

ICP-MS ケミステーションの新バージョン

ICP-MS ケミステーションソフトウェアの新版 (rev.B.03.02) では、Agilent GC/LC ケミステーション (32bit) と ICP-MS ケミステーションを同じ PC上 に共存させることができます。これによって LC/GC メソッドを ICP-MS シーケンステーブルから実行することができるようになり、スペシエーション分析を今よりもいっそう簡単に、強力に行うことができるようになりました (現在、この機能は英語版のみが対応しています)。
さらに追加された新機能は、「先行洗浄」機能です。これによって洗浄時間を短縮することができ、その結果サンプル処理能力を向上させることができました。この新版ソフトウエアは、アップグレード製品 (G3149B) で入手できます。

あなたの活用事例を Agilent ICP-MS ジャーナルに寄稿してください。

次号から、Agilent ICP-MS ジャーナルではお客様の ICP-MS 活用事例を紹介するコラムを掲載します。ここに掲載する短い記事は、Agilent ICP-MS システムにまつわる活用事例を持っておられるお客様からの投稿文の中から紹介します。内容に関して特に規定はありません。活用事例はコスト削減についてでも、技術的なものでも何でもかまいません。
本ジャーナルの編集者、Karen Morton（editor@agilent.com）まで記事をお送りください。原稿は、掲載したい画像も含め、タイプ原稿で 1 ページにまとめてください。校正と最終レイアウトはこちらで責任を持ちますので、お客様には最終的なレイアウト済み原稿をお送りして承認をいただきます。Agilent ICP-MS ジャーナルの定期購読者の皆様と活用事例をシェアできれば、幸いに存じます。

Apple iPodプレゼント

毎年、最も魅力的な活用事例を選び、本ジャーナルの Winter Conference 学会号に要約を再掲載し、寄稿いただいた方には Apple iPod MP3 プレーヤーをプレゼント致します。また、受賞者は、Winter Conference 学会の Agilent ICP-MS ユーザーミーティングにて表彰させていただきます。

何か質問等がございましたら、Karen Morton（editor@agilent.com）または Steve Wilbur（steven.wilbur@agilent.com）までお問い合わせください。

製品展示会およびカンファレンス

2005 北アメリカセミナーシリーズ
— Agilent and Milestone
9 月：13 日- Somerset, 14 日- RTP,
15 日- Tampa, 20 日- Vancouver,
21 日- Calgary
参加予約は Agilent ICP-MS Web サイトで受け付けております。

分析展
8 月 31 日〜9 月 2 日 幕張メッセ

日本分析化学会
9 月 14 日〜16 日 名古屋大学

本情報は予告なしに変更されることがあります。

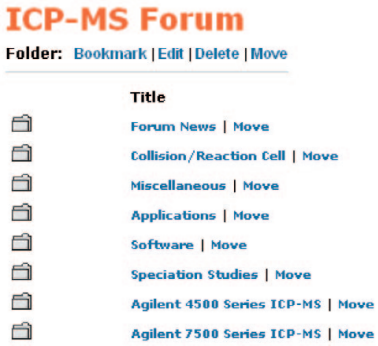
© Agilent Technologies, Inc. 2005
Printed in the U.S.A. May 23, 2005
5989-2950JAJP

New Agilent ICP-MS Users

下記の会社および機関で、Agilent ICP-MS を新たにご導入いただきました。

• National Measurement Institute, オーストラリア • Dept of Natl Defense, カナダ • Health Canada, カナダ • Taiga Environmental, カナダ • Inst. Kuhlmann 2, ドイツ • Med. Lab. Bremen 2, ドイツ • Chelab 2, イタリア • CTO Torino, イタリア • Ingenieros Asesores, スペイン • National TsingHwa University (NTHU), 台湾 • Chiangmai University, タイ • BBSRC Rothamstead, イギリス • STL Coventry 2, イギリス • Capco, アメリカ合衆国 • • E-Labs 3, アメリカ合衆国 • Intel Arizona 3, アメリカ合衆国 • Molycorp, アメリカ合衆国 • San Diego State U, アメリカ合衆国 • U of Washington, アメリカ合衆国 • Underwriter Labs, アメリカ合衆国

リニューアルしたAgilent ICP-MSユーザーフォーラム



リニューアルした ICP-MS ユーザーフォーラムをのぞいてみてください。ICP-MS ユーザーフォーラムは、Agilent 4500、7500 シリーズに関する、ユーザ様間の情報交換の場です。
参加するには、Agilent の Web サイトにログイン（新規の場合はユーザー登録）し、最初にアクセスしたときのみ、ご使用の装置のシリアル番号を入力していただくだけです。
ICP-MS ユーザーフォーラムへは、www.agilent.com/chem/icpms のリンクからアクセスしてください。

多くの機能がこれまで通り使用できます。
- フォーラムの活動についての Eメールによるお知らせ
- 強力な検索機能

さらに以下の機能が追加されました。
- Agilent ICP-MS ユーザーリソースライブラリ — ユーザー関連情報専用のデータベース
- 「イベントカレンダー」 — 製品展示会、カンファレンス、セミナー、ユーザーミーティングについての情報

ICP-MS ユーザーフォーラムはユーザーの皆様のフォーラムです。皆様のご意見をお聞かせください。ご意見は、フォーラムに投稿するか、editor@agilent.com の Karen Morton（ICP-MSユーザーフォーラムの管理者）までお寄せください。

Agilent ICP-MS 技術資料

最新の技術資料を閲覧、ダウンロードするには、www.agilent.com/chem/icpms にアクセスし、「ライブラリ」の欄をご覧ください。

- 「イオンクロマトグラフィー（IC）ICP-MS による環境試料中のクロムのスペシエーション分析」、**5989-2481JAJP**
- 「漢方薬の分析に対する従来型 ICP-MS と ORS-ICP-MS の有効性の評価」、**5989-2570JAJP**
- 「オクタポールリアクションセルICP-MS による迅速で信頼性の高い尿のルーチン分析」、**5989-2482JAJP**
- 「負イオンモードLC-ESI-MS で水サンプルを分析した場合に生じるイオン化抑制の削減」、**5989-2883JAJP**
- 「コリジョン/リアクションセルICP-MS を使用した血中および血清サンプル中の 18 元素同時定量」、**5989-2885JAJP**
- 「RoHS/ELV 指令のための ICP-MS による重金属の測定」、**5989-3574JAJP**

Agilent ICP-MS Journal Editor
Karen Morton for Agilent Technologies
e-mail: editor@agilent.com

Agilent Technologies