

高塩濃度試料の導入

ICP-MS/環境

はじめに

誘導結合プラズマ質量分析装置 (ICP-MS) は、高感度で多元素同時分析を可能にした分析装置です。ICP-MSでは、塩などを含む高マトリックス試料を導入すると、マトリックス効果により減感するため、導入できる総塩濃度 (Total Dissolved Solids, TDS) に制限があります。また、プラズマが水冷されたインターフェイスに直接接触するため、試料がインターフェイス部分に析出することがあり、これにより信号が不安定になったり、あるいはインターフェイスの穴が詰まってくる場合があります。マトリックスを含む試料の分析の需要はますます高まってきたため、詰まりへの対策が、ICP-MS装置に要求されています。卓上型HP 4500では、総塩濃度が高い試料を連続導入しても、長時間にわたって安定した信号が得られるICP-MSを実現しています。

高塩濃度試料の導入と分析

先にも述べられているとおり、ICP-MSに導入できる総塩濃度には上限があります。この上限は、インターフェイスやトーチの形状、また試料の送液量と深い関わりがあります。HP 4500では、インターフェ

ースのコーンの穴径を変更することなく、これまで困難とされてきた高マトリックス試料を詰まりなく導入できるよう設計されています。

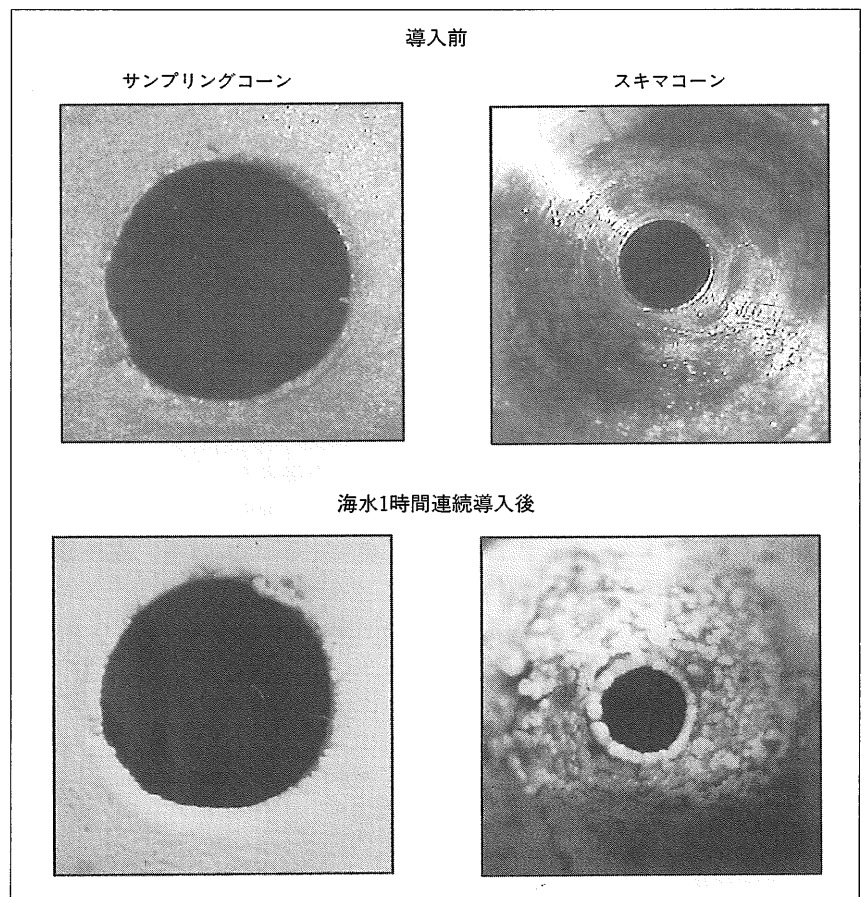


Fig. 1 サンプリングコーンとスキマコーンの穴形状の比較

インターフェースコーンの穴径を広げる(直径 ϕ 1mm以上など)ことになり、高マトリックス試料による詰まりを対策することもできます。しかし、このような対策では、より大きな真空システムが必要となり、また真空系内に導入される試料が多くなることから、イオンレンズや四重極マスフィルタが汚れやすくなるという欠点があります。HP 4500では、直径 ϕ 0.5 mm以下の小さい穴径のスキマコーンを採用しているため、イオンレンズや四重極マスフィルタへのコンタミネーションは最少限に押さえることができます。また、インターフェース自体は、従来用いられていたコーンと比較して、穴周辺部の温度が高温になるよう設計されているため、詰まりの原因となる析出を抑制しています。

これらサンプリングコーンやスキマコーンの設計以外にも、径の大きなトーチを採用し、試料の導入量を少なくすることで、詰まりの問題に対応することができます。HP 4500では、径の大きなトーチ(直径 ϕ 2.5 mm)を採用しています。大きな径のトーチでは、ガスの流速が遅くなるため、試料がプラズマ内で分解される時間が長くなります。また、HP 4500の試料送液量は、0.4 ml/minと少ないため、必要な試料量や廃液の量を少なくできただけでなく、プラズマ、インターフェースへの試料導入量を少なくことができ、高マトリックスによる詰まりを低減するのに効果を発揮します。

このように、インターフェースの最適化、試料導入量の低減といった対策をすることにより、総塩濃度の高い試料を導入しても、長時間に渡って安定した信号を得ることができます。Fig. 1では、希釈なしの海水を1時間連続導入したときのサンプリングコーンとスキマコーンの導入前と導入後の写真を比較しています。

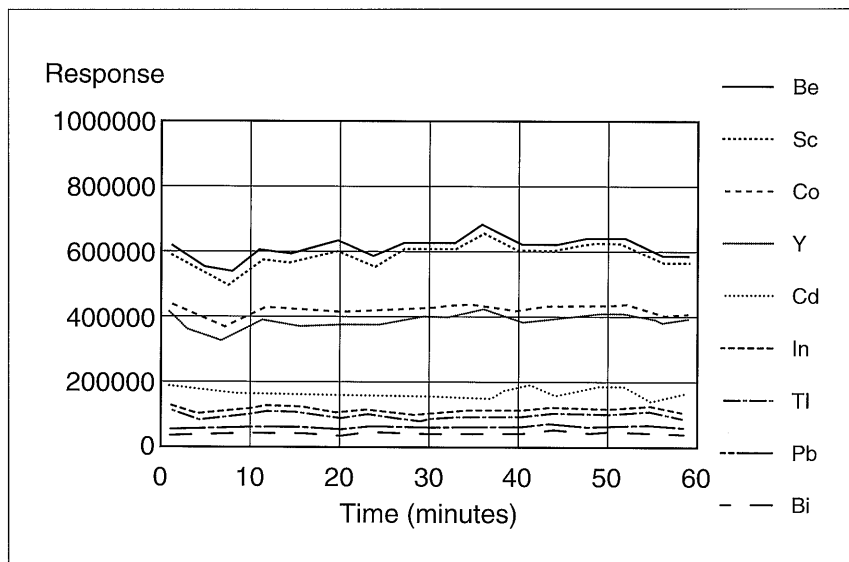


Fig. 2 海水中の9元素、1時間安定性

写真では、明らかに塩(CaO)の析出が認められますが、このような過酷な条件下でも、それぞれのコーンの穴径は維持されています。

Fig. 2とTable 1では、高マトリックスの試料を導入したときのHP 4500の安定性を示しています。Fig. 2では、希釈なしの海水に9元素を添加した試料を連続導入し、それら9元素の安定性をプロットしています。またTable 1では、各元素の精度(RSD %)を示しています。希釈なしの海水を1時間連続測定した場合でも、RSD 5%以下の優れた安定性を示しています。各測定間にリンスを行うことにより、さらに長時間安定した結果を得ることができます。このようにHP 4500を用いれば、海水のような塩濃度が高い試料でも安定した分析を行うことができます。

元素	安定性
Be	4.7%
Se	4.5%
Co	3.6%
Y	2.6%
Cd	2.3%
In	2.4%
Tl	2.4%
Pb	1.8%
Bi	2.7%

Table 1 海水中の9元素、1時間安定性