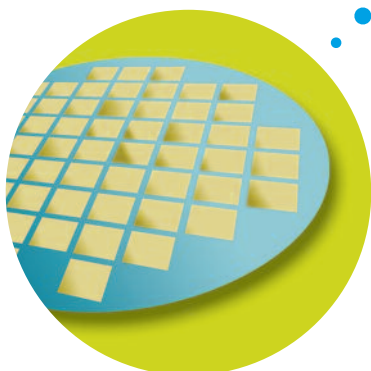
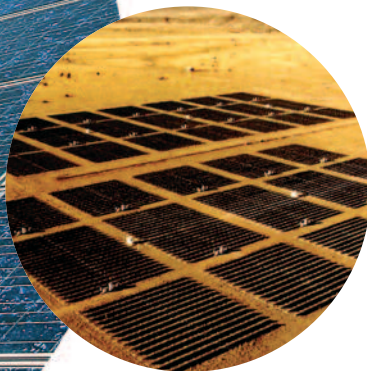


Agilent ICP-MS ジャーナル

2008年10月 - 第36号



本号の内容

- 2-3 ソーラー (太陽電池) グレードバルクシリコンの ICP-MS 分析
- 4-5 ユーザ記事: HMI/7500cx ICP-MS による
タングステン製造の品質管理
- 6 SPME GC-ICP-MS による魚サンプル中のメチル水銀の分析
- 7 サクセスストーリー: 7500 による
鉍物分析のスループット向上、
MicroMist ネブライザ用クリーナー、
食品中汚染物質に関する新たな EC 規則
- 8 アジレントのサイエンティストが先端分析技術賞を受賞、
展示会と国際会議、Agilent Plasma Prize、
ICP-MS 最新文献



Agilent Technologies

ソーラー(太陽電池) グレードバルクシリコンの ICP-MS 分析

高橋 純一

化学分析事業部、Agilent Technologies

はじめに

代替エネルギー源の研究は、加速の一途をたどっています。なかでも注目を集め、活気のある分野の1つが、太陽光エネルギーを活用する装置の開発です。

「A Solar Grand Plan」(Scientific American, 2008年1月)では、2050年までに米国の総電力の69%を太陽光でまかなうことが可能になるとされています。太陽光装置の需要が高まるにつれ、シリコンを主とする効率の良いエネルギー変換器の必要性が高まっています。

ソーラー(太陽電池)グレードシリコンの不純物管理、とりわけホウ素とリンの管理は、エネルギー変換の効率を高めるためには不可欠です。リンの分析は従来、誘導結合プラズマ発光分光分析法(ICP-OES)で行われてきましたが、より検出下限(DL)が低く、感度が高いメソッドが必要とされています。

分析上の課題

現在の業界基準では、シリコン中の不純物濃度を固体換算して10 ppb未滿に抑えることが求められています。ホウ素とリンは特に重要な元素ですが、ICP-MSで分析するのは困難です。Siマトリックス中では、多原子イオンの $^{30}\text{Si}^1\text{H}$ が ^{31}P に干渉します。別の分析手法として、質量47の $^{31}\text{P}^{16}\text{O}$ を測定し、間接的にPを求める方法がありますが、この場合、 $^{28}\text{Si}^{19}\text{F}$ も干渉要因となります(詳細については回収率テストのセクションを参照)。ホウ素は揮発性の元素で、サンプル前処理中に容易に失われます。そのため、Bの喪失を避けながら、Siを除去してPを測定するための新メソッドが必要不可欠です。

シリコンサンプル

シリコンブロックから採取したシリコンの薄片を用いて、分析対象物(Li, B, Na, Mg, Al, K, Ca, P, Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Sr, Zr, Nb, Mo, Cd, Sn, Sb, Ba, Ta, W, Pb, Th, U)を分析しました。このメソッドは、ポリシリコン顆粒にも応用できます。

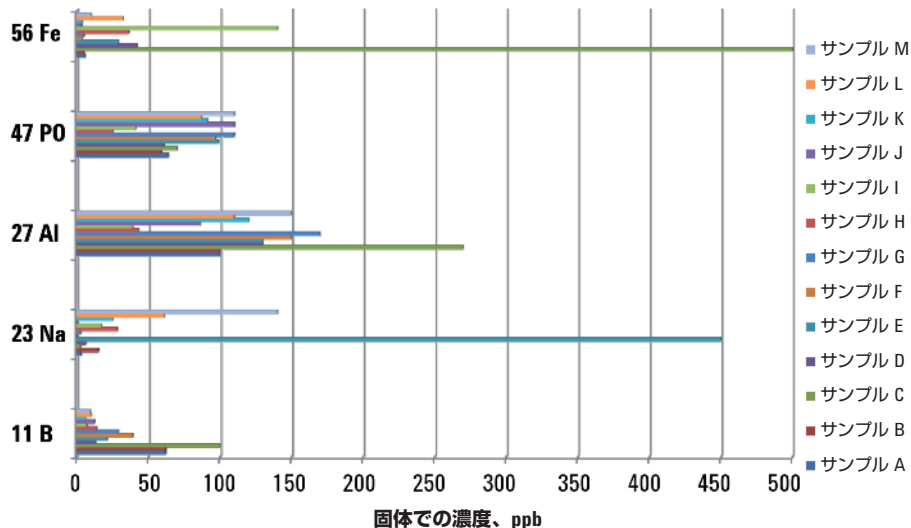


図 1. 13種類のポリシリコンブロックサンプル中に存在する元素の濃度データ
単位: 固体換算して ng/kg

サンプル前処理

2通りのサンプル処理が必要です。まずホウ素を除くすべての元素を分析するための前処理、そしてホウ素用に若干修正した手順です。まず、サンプル表面をフッ化水素酸で洗浄します。その後、サンプル薄片をフッ化水素酸/硝酸に溶解します。ホウ素分析用に調製したもの以外のサンプルには、少量の硫酸を加えます(加熱すると、硫酸のために液温は上昇し、Siは除去できますが同時に、揮発性のホウ素が失われてしまいます)。サンプル溶液を加熱してほぼ乾燥させたのち、0.5% (w/w) 硝酸に溶解します。

検量線用標準液

検量線用のブランク溶液には、0.34% (w/w) 硝酸と0.33% (w/w) 硫酸が含まれています。多元素標準溶液(SPEX)をこのブランク溶液に添加し、0、0.1、0.2、0.5、1 ppbの濃度で検量線用標準液を調製しました。

使用機器

オクタポールリアクションシステム(ORS)を搭載したAgilent 7500cs ICP-MSを使用しました。試料導入系には、Agilent MFN-100 ネブライザ、サファイアインジェクタートーチ、PFA スプレーチャンバー、白金サンプリングコーン、および白金スキマーコーンを用いました。タイプFのトレーを備えたAgilent I-AS オートサンブラも使用しました。

結果と考察

13種類のポリシリコンブロックサンプルをICP-MSで分析しました。各サンプル中に存在する一部の元素の濃度を図1に示しています。固体サンプル中の濃度としてppbで表しています。Fe、Al、Naなどはかなり濃度差があります。

回収率テスト

シリコンをフッ化水素酸/硝酸に溶解すると、加熱後でも大量のシリコンが溶液中に残ります。通常、質量31のリンの測定は、ヘリウムコリジョンモードで行います。しかし、溶液中にSiが存在すると、 ^{31}P に干渉する $^{30}\text{Si}^1\text{H}$ がプラズマ中で生じます。 $^{14}\text{N}^{16}\text{O}^1\text{H}$ も質量31に重なります。Pの測定手法としては、ほかに質量47の PO 多原子イオンを測定する方法があります。このイオンは、クールプラズマで検出できます。この場合、Pのバックグラウンド相当濃度(BEC)は20 pptと、極めて低くなります。Tiは質量47の同位体を有しますが、クールプラズマではイオン化されません。そのため、POにスペクトルの干渉は生じません。逆に、POは高温プラズマでは生成率が極めて低いため、Tiはホットプラズマのヘリウムコリジョンモードを用いて測定できます。このように、測定モードを組み合わせれば、POとTiの両方を同時に測定することが可能です。注意しなければならないのは、溶液中にHFとともにSiが残っていると、 $^{28}\text{Si}^{19}\text{F}$ が生じて $^{31}\text{P}^{16}\text{O}$ に干渉することです。使用する測定モードにかかわらず、リンを測定する際には、サンプル溶液からSiを完全に除去する必要があります。それには硫酸の添加が効果的です。ただし、硫酸の添加により液温が上昇すると、高温によりホウ素が BF_3 として失われてしまいます。ホウ素については、硫酸を添加しない低温でのサンプル前処理を行います(シリコンマトリックスを完全に除去する必要がないため)。このサンプル前処理手法の有効性を確認するために、回収率テストを実施しました。結果を図2に示しています。

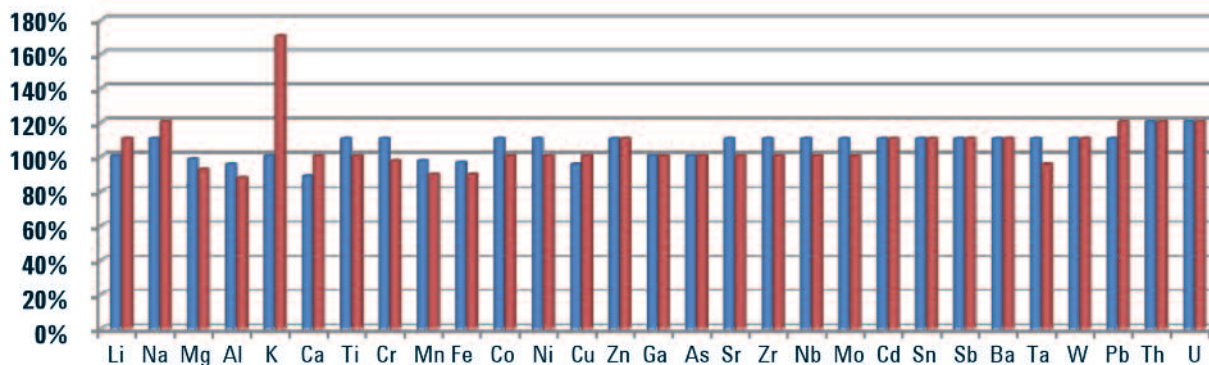


図2. サンプル溶液に5 ppb スパイクを添加した回収率。青：硫酸あり、赤：硫酸なし

回収率テストの結果から、硫酸を添加すれば、高温での蒸発によりシリコンマトリックスを完全に除去できるとわかります(ホウ素も同様)。これにより、固体中に低 ppb レベルで存在するリンを測定することが可能になります。このテストの結果は、硫酸を用いない単純な蒸発プロセスにより、ホウ素を効果的に測定することも示しています。マンニトールを添加すると溶液中のホウ素が安定化することが報告されていますが、マンニトールを添加しない、溶液の過加熱を回避する手法でも、許容範囲内の回収率が得られています。硫酸を添加しない場合は、サンプルの蒸発を厳密にモニタリングすることが重要です。完全に乾燥するまで蒸発させてしまうと、Nb、Ta、W、Au が十分に回収されません。硫酸を使用しない前処理溶液に残るシリコンの濃度は、10~20 ppm でした。

検出下限

表1に示すように、検量線から3シグマ検出下限(DL)を算出しました。固体中のDLは、溶液DLに50をかけて算出しました(0.3g/15mL)。

結論

適切なサンプル前処理を実施し、Agilent 7500cs ICP-MSで測定することにより、ソーラーグレードシリコンに含まれる超微量不純物元素の定量分析が可能です。

本記事で説明したサンプル前処理は、きわめてシンプルで再現が容易です。固体中に低 ppb レベルで含まれるBとPを測定することが可能です。他の分析元素については、pptレベルでの測定が可能です。

	溶液中 ng/L	固体中 ng/kg		溶液中 ng/L	固体中 ng/kg
7Li	0.011	0.55	71Ga	0.080	4
11B	20	1000	75As	0.13	6.5
23Na	0.78	39	88Sr	0.037	1.85
24Mg	0.16	8	90Zr	0.11	5.5
27Al	0.56	28	93Nb	0.046	2.3
39K	0.13	6.5	98Mo	0.27	14
40Ca	4.3	215	111Cd	0.24	12
47PO	17	850	118Sn	0.4	20
47Ti	2.2	110	121Sb	0.26	13
52Cr	1.3	65	138Ba	0.093	4.65
55Mn	0.067	3.35	181Ta	0.058	2.9
56Fe	0.8	40	182W	0.34	17
59Co	0.015	0.75	208Pb	0.42	21
60Ni	0.21	10.5	232Th	0.16	8.2
63Cu	0.31	15.5	238U	0.014	0.7
68Zn	4.6	230			

表1. 溶液中および固体中の検出下限(3シグマ)。単位はすべて ppt。

詳細

アジレントのアプリケーションノート：
 Ultratrace Analysis of Solar
 (Photovoltaic) Grade Bulk Silicon by
 ICP-MS, 5989-9859EN (英語版)

ユーザ記事： HMI/7500cx ICP-MS による タングステン製造の品質 管理

Yan Zhou Xiamen Tungsten Co., Ltd., 中国
Liqin Chen, Miao Jing, Dengyun Chen,
Agilent Technologies (Shanghai)
Co. Ltd., 上海、中国

はじめに

高純度パラタングステン酸アンモニウム (APT) に不純物として含まれる 21 種類の金属元素について、ICP-MS による分析手法を開発しました。半導体および電子業界では、APT は三酸化タングステン (WO₃) や金属タングステンの製造における主要な中間材料として使用されます。半導体などの材料特性は不純物金属による影響を非常に強く受けるため、製造した WO₃ や金属タングステンだけでなく、中間材料である APT の段階で純度レベルを評価することが不可欠です。分析対象とする元素は、Na、K、Ca、Fe、Si、P、S です。

この種のアプリケーションは、以下のよう
な理由から、従来の ICP-MS にとっては
困難なものでした。

- 高マトリクスサンプル (総溶解固形分: TDS > 0.1%) から生じる沈着物がインターフェースコーンに堆積し、シグナルのドリフトと不安定性が生じるため。
- サンプル前処理や希釈等の際、Na、K、Al、Ca、Fe といった遍在する元素による汚染を受ける可能性があるため。希釈は検出下限も悪化させます。
- K、Ca、Fe、Si、P、S への多原子イオン干渉- ArH⁺、Ar⁺、ArO⁺、N₂⁺、O₂⁺、NOH⁺ による多原子イオン干渉が問題となります。
- インターフェースコーンに起因する Li や Na といった元素のメモリー効果が生じやすいため。

使用装置

TDS 1% までの高マトリクスサンプル分析が可能な、新製品の高マトリクス導入 (HMI) キットを搭載した Agilent 7500cx ORS (オクタポールリアクションシステム) ICP-MS を使用しました。ORS は、分析する元素に応じて、自動切り換え機能を用いてノーガスモードおよび水素モードで使用しました。¹⁴N²⁺ および ¹²C¹⁶O⁺ の干渉を受ける ²⁸Si⁺、³⁸Ar¹H⁺ の

干渉を受ける ³⁹K⁺、⁴⁰Ar⁺ の干渉を受ける ⁴⁰Ca⁺、⁴⁰Ar¹⁶O⁺ の干渉を受ける ⁵⁶Fe⁺ といった、プラズマ起因の干渉を受ける元素を測定する際には、水素モードを選択しました。その他の分析対象元素は、すべてノーガスモードで分析しました。

APT サンプル

Xiamen Tungsten Co., Ltd. (中国) 製 APT サンプルを品質管理サンプルとして使用しました。UV-Vis、AAS、Arc-AES、GD-MS といった従来の分析手法を用いて測定したデータをまとめ、サンプルの金属含有量の参照値としました。前処理は、サンプルに 4% H₂O₂ 溶液を加え加熱し、80 °C のウォーターバスで固体物質が完全に溶解するまで 約 15 分間保持しました。冷却後、濃度 10 mg/kg の内部標準溶液 (ISTD) 50 μL を添加しました。更に 4% H₂O₂ 溶液を添加し、溶液の総重量を 50.00 g としました。この最終溶液中では、APT サンプルは 100 倍に希釈されています。TDS は約 1% で、内部標準濃度は 10.0 μg/kg です。

元素	APT457	参照	APT045	参照	APT577	参照	98353	参照	APT05	参照	APT06	参照	MDL	CSAPT0
23 Na	2.9	2.5	3.0	1.8	3.1	2.8	-	-	-	1.9	-	2.1	-	-
24 Mg	0.24	<1	0.024	<1	0.12	<1	0.13		0.13	<1	0.29	<1	0.01	<7
27 Al	0.12	<1	0.057	<1	0.10	<1	0.18		0.096	<5	0.23	<2	0.06	<5
28 Si	0.90	<4	0.42	<3.5	0.53	<3	0.78		0.26	<4	2.0	<4	0.4	<10
31 P	2.6	2.2	3.4	3.6	4.7	5	7.1	6.4	1.7	1.6	1.1	1.0	0.4	<7
39 K	4.6	<6.9	3.2	<5.7	5.1	<7.2	4.0		3.1	4.9	4.7	5.0	0.5	<10
40 Ca	0.12	<2	0.046	<2	0.11	<2	0.26		0.23	<1.3	0.56	<3	0.05	<10
47 Ti	0.04	<1	0.049	<1	0.043	<1	0.04		0.021	<1	0.10	<2	0.04	<10
51 V	0.007	<1	0.039	<1	0.007	<1	0.005		0.013	<1	0.02	<1	0.002	<10
52 Cr	0.014	<1	0.013	<1	0.015	<1	0.037		0.025	<1	0.05	<1	0.01	<10
55 Mn	0.12	<1	0.021	<1	0.12	<1	0.10		0.012	<1	0.14	<1	0.003	<10
56 Fe	0.08	<2	0.13	<2	0.087	<2	0.13	<2	0.24	<2	0.17	<2	0.03	<10
59 Co	0.003	<1	0.002	<1	0.03	<1	0.024	<1	0.00	<1	0.01	<1	0.001	<10
60 Ni	0.20	<2	0.013	<2	0.20	<2	0.13	<2	0.028	<2	0.04	<3	0.003	<7
63 Cu	0.14	0.1	0.14	<0.1	0.14	<0.2	0.71		1.2	1.5	1.3	1.6	0.09	<3
75 As	3.5	4.3	3.5	3	3.5	4	3.5		2.8	<5	1.5	<5	0.09	<10
95 Mo	9.1	7.9	5.8	7.2	9.1	9.4	11		10	11.6	8.5	9.1	0.7	<20
111 Cd	0.006	<1	0.005	<1	0.006	<1	0.008	<1	0.007	<1.5	0.01	<1	0.004	-
118 Sn	<DL	<0.1	<DL	<0.1	<DL	<0.1	0.49		2.0	2.1	1.3	1.9	0.07	<1
121 Sb	<DL	<0.2	<DL	<0.2	<DL	<0.2	0.004		0.058	0.2	2.0	2.3	0.1	<8
208 Pb	0.11	<0.2	0.10	<0.2	0.11	<0.2	0.14		0.10	<1	0.13	<1	0.007	<1

表 1. パラタングステン酸アンモニウムの HMI/ICP-MS 分析結果と従来の手法による参照値の比較。CSAPT0 は APT の業界規格を示しています。(単位はすべて mg/kg)

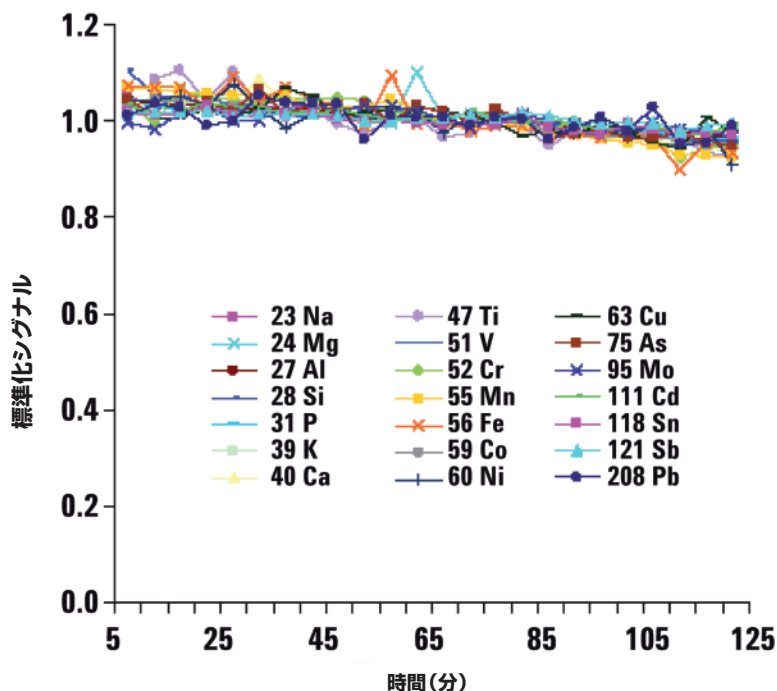


図 1. 40 µg/kg 多元素標準溶液を添加した 1%パラタングステン酸アンモニウム分解物を 2 時間にわたって継続的に分析して得られた短時間安定性プロット (ISTS 補正なし)

検量線

分析は標準添加法で行いました。ランダムに選択した 1% APT 溶液に、Na、Mg、Al、K、Ca、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、As、Cd、Mo、Sn、Sb、Pb を含む検量線用原液（濃度 0、10、20、40、60 µg/kg）を直接添加しました。また、Ti の添加後濃度は 0、5、10、20、30 µg/kg、Si および P の添加後濃度は 0、20、40、80 µg/kg です。質量補間した仮想内部標準 (VIS) にもとづく ISTD 補正を適用しました。ソフトウェアの機能を用いて、標準添加法を検量線法に変換しました。この検量線に基づき、他の APT サンプルに含まれる微量金属元素を定量しました。得られた濃度を希釈係数に応じて補正しました。

検出下限 MDL

検出下限 (MDL) の算出にあたっては、試薬ブランクを測定するのではなく、APT サンプルを 7 回繰り返して測定する手法を用いました。マトリクスから求めた MDL は、より実際のメソッドに忠実な値を示します。MDL は業界基準で求められる APT 製品の MDL (表 1 の右列参照) よりも優れています。これは、APT 製品のルーチン分析には十分な値です。

サンプル分析

HMI/ICP-MS による 6 つの高純度 APT サンプルの分析結果を表 1 に示します。Na、P、K、As、Mo、Sn、Sb といった主要不純物元素の分析結果は、参照値と良好に一致しています。微量不純物元素について得られた ICP-MS の MDL は、従来の測定方法を用いた場合よりも大幅に低くなっています。このことは、このアプリケーションにおける HMI/7500cx の有効性を示しています。

装置の安定性

40 µg/kg 多元素標準溶液を添加した 1% APT サンプルを 2 時間にわたり継続して分析し (25 サンプル連続測定に相当)、メソッドの短時間安定性をテストしました。この期間における装置安定性は良好で、相対標準偏差 (%RSD) はおおむね 5.0% を下回りました。例外は RSD 5.7% だった ⁵⁶Fe ですが、これは水素ガスの酸素不純物が影響しているものと考えられます。HMI の有効性を強調するために、あえて ISTD 補正を行わずに標準化したシグナルの安定性グラフを図 1 に示します。本実験で用いた高マトリクスサンプルに含まれる元素でも、きわめて良好な安定性が得られています。この結果は、このメソッドがルーチン分析に適していることを示しています。

結論

Agilent 7500cx ICP-MS 用の新オプションである高マトリクス導入 (HMI) キットを用いて、高純度 APT に含まれる不純物元素のルーチン分析を行うためのロバスト (マトリクス耐性高) で高感度なメソッドを開発しました。

4% H₂O₂ を用いた単純で迅速なサンプル前処理手順の後、TDS 1% を含む APT サンプルを HMI により ICP に導入しました。この新しいサンプル導入キットが開発されたことで、インターフェースへのサンプル堆積を最小限に抑えて、高マトリクスサンプルを ICP-MS で分析できるようになりました。2 時間にわたる安定性テストで良好な結果が得られたことは、この分析の有効性を示しています。

7500cx に内蔵されている ORS を使用し、単一メソッド内で水素モードとノーガスモードの両方を用いて、K、Ca、Fe、Si、P、S といった分析対象元素へのアルゴンおよびマトリクス起因の干渉を低減しました。これにより得られた MDL は、業界標準で求められる値を下回りました。

参考文献

1. 杉山尚樹、田野島三奈、「新製品！ Agilent 高マトリクス導入キット (HMI)」Agilent ICP-MS ジャーナル、2007 年、32 号、2-3

詳細情報

アプリケーションノート：「7500cx ICP-MS 用 Agilent 高マトリクス導入キットによる、高純度パラタングステン酸アンモニウムに含まれる微量不純物 21 元素の測定」、5989-9376JAJP

SPME GC-ICP-MS による 魚サンプル中の メチル水銀の分析

Giuseppe Centineo and J. Ignacio Garcia Alonso, オビエド大学、スペイン

はじめに

魚は私たちの食卓になくはならない食材であり、他の食材では容易に置き換えられない栄養素を含んでいます。一方で、魚の水銀汚染は魚食において不安な要素となっています。汚染された魚や海産哺乳類の摂取は、人体におけるメチル水銀曝露のもっとも大きな原因です。サメ、キングマツケレル、メカジキ、一部の大型マグロといった大型の捕食魚では、きわめて高い濃度のメチル水銀が検出されています。こうしたことから、欧州連合と米国では、食用の魚に含まれるメチル水銀を定期的に測定することを定めた規則が施行されています。こうした規則を遵守して環境レベルの分析を行うためには、感度と精度の高い分析メソッドが求められます。

同位体希釈 (ID) 法は、一般的な較正手法よりも優れた精度と正確性を備えています。ID は、ICP-MS や、近年では GC-ICP-MS を用いた微量元素スペシエーションに広く適用されています。

試薬

- 塩化モノメチル水銀 (96%) - Aldrich (シュタインハイム、ドイツ) から入手。
- 酢酸 (Merck, ダルムシュタット、ドイツ) およびメタノール (Merck) の 3:1 混合液に塩を溶解して原液を調製し、-18°C の冷暗所に保管しました。
- 2% (w/v) のテトラエチルホウ酸ナトリウム (Galab, ゲーストアハト、ドイツ) 溶液を 0.1 M 水酸化ナトリウム溶液 (Merck) で毎日調製しました。
- 0.2 M 酢酸 (Merck) と 0.2 M 酢酸ナトリウム (Merck) 溶液を混合し、pH 5.3 のバッファ溶液を調製しました。
- ISC-Science (オビエド、スペイン) から入手したスパイク溶液 (^{201}Hg -濃縮モノメチル水銀) をメタノールと酢酸の混合液 (3:1) により希釈し、-18°C の冷暗所で保管しました。

表 1 は、スパイク溶液における同位体組成とメチル水銀種の濃度を示しています。

^{196}Hg <0.01	^{198}Hg 0.043 (2)	^{199}Hg 0.109 (5)	^{200}Hg 0.890 (10)
^{201}Hg 96.495 (29)	^{202}Hg 2.372 (22)	^{204}Hg 0.091 (5)	
濃度: $5.49 \pm 0.02 \text{ ug/g}$ (Hgとして)			

表 1. 同位体組成 (含有%) と ^{201}Hg -濃縮モノメチル水銀の濃度 (不確かさは 95%信頼区間に相当)

使用装置

ガスクロマトグラフ分析には、スプリット/スプリットレスインジェクタおよび HP-5MS キャピラリーカラム (30 m x 内径 0.25 mm x 0.25 μm コーティング) を備えた Agilent 6890N GC を使用し、Agilent GC-ICP-MS インターフェースを用いてガスクロマトグラフを Agilent 7500cx ICP-MS に連結しました。動作条件を表 2 に示します。

GC 条件	
オープン温度プログラム	50°C で 1 分、 20°C/min で 250°C
キャリアガス	He 1.2 mL/min
GC トランスファーライン	280°C
GC 注入口	250°C
ICP-MS 条件	
測定質量数	200、201、202
積分時間	1 質量数あたり 0.066 秒
Ar キャリアガス (5% O ₂)	0.45 L/min
RF パワー	1250 W

表 2. GC-ICP-MS 条件

MeHg の抽出と誘導体化

サンプル約 0.2 g に ^{201}Hg -濃縮メチル水銀 100 μL を添加し、TMAH メタノール溶液 (20%) 10 mL と混合して、これを室温で 3 時間反応させました。室温まで冷却されたバイアルに、中性 pH になるまで酢酸を数滴添加しました。最後に、SPME ガラスバイアル中で、酢酸/酢酸ナトリウムバッファ 3 mL により抽出液 200 μL を調製し、pH 5.3 としました。テトラエチルホウ酸ナトリウム (1 mL) を加えたのち、バイアルを PTFE コーティングシリコンラバーセプタムで密封しました。セプタムからヘッドスペースに SPME ニードルを挿入し、室温で 15 分間ニードル部分に試料を吸着させている間、PTFE コーティングマグネチックスターラーバーで溶液を攪拌しました。

最後に、ファイバーをニードル内に引き抜いて GC インジェクタに移し、260°C で 1 分間、熱脱離しました。この一連のヘッドスペース固相マイクロ抽出 (HS-SPME) 手順において、サンプルバイアルの温度はウォーターバスにてコントロールされていました。

結果

同位体希釈 SPME GC-ICP-MS により、認証標準物質 BCR 464、DOLT-3、TORT-2 に含まれるメチル水銀を測定しました。各認証標準物質について、スパイクした試料を 3 個用意し、それぞれについて 3 回の測定を行いました。その結果を表 3 に示します。

	測定値	認証値
BCR 464	5.14 ± 0.10	5.12 ± 0.16
DOLT-3	1.61 ± 0.03	1.59 ± 0.12
TORT-2	0.160 ± 0.006	0.152 ± 0.013

表 3. $^{202}/^{201}$ 同位体比を定量に用いて BCR 464、DOLT-3、TORT-2 中のメチル水銀を測定した結果 (Hg で $\mu\text{g/g}$)

3 つの標準物質すべてについて、メチル水銀の濃度測定値が認証値ときわめて一致しました。

結論

同位体希釈法および GC-ICP-MS を用いて、魚サンプル中のメチル水銀を測定するための高精度で正確なメソッドを開発しました。これにより、メチル水銀スペシエーションで生じるすべての誤差を補正でき、GC-ICP-MS により優れた感度と選択性が実現します。

サクセスストーリー： 鉍物分析のスループットを 7500 により向上

Zongshou Yu

ICP マネージャ、Kalassay Group、パース、オーストラリア

Kalassay Groupについて

Inspectorate Holdings Australia Limited の一部門である Kalassay Group は、鉄鉍石、金、ニッケル、ウラニウム、銀、タンタル、鉍物砂、希土類の探査や鉍業関連業界における分析サービスを提供しています。



Kalassay 社のパース分析ラボで 7500a を操作する ICP ケミストの Omer Chewai 氏

最先端技術への投資を進めている Kalassay 社は、2007年初頭に最初の Agilent 7500 ICP-MS を購入したのに続き、2008年には2台目の装置を導入しました。どちらのシステムも、おもに採掘現場から送られてくるサンプルや、水、土壌、産業廃棄物などの環境サンプルの分析に使われています。

大量のサンプル負荷の中でも安定した性能

7500 システムの1つにインテグレート試料導入装置 (ISIS) を設置している Kalassay 社のラボでは、1日あたり平均 600~800 という大量のサンプルを分析しています。しかし、トーチとコーンに到達するサンプル量はフローインジェクションにより制限されているため、コーンの洗浄は 8~10日に1回程度ですんでいます。

Kalassay 社で稼働している 7500 システムのもう1つの特長は、システムの信頼性と堅牢性です。2台とも、設置以来一度も故障したことはありません。

Kalassay 社の詳細については、
<http://www.assay.com.au>
をご覧ください。

MicroMist ネブライザ用 クリーナー

Paul McMahon

ICP-MS 技術マーケティングエンジニア、
化学分析事業部、Agilent Technologies



お使いの MicroMist ネブライザをよりクリーンな状態に保つためには、新しいネブライザクリーナーキット (P/N G3266-80020) をお使いください。このキットには、ネブライザホルダーとポンプフィッティングが含まれています。

食品中汚染物質に関する 新たな EC 規制

Steven Wilbur

ICP-MSスペシャリスト、Agilent Technologies Inc.、米国

欧州委員会 (EC) は 7月、食品中の Pb、Cd、Hg などの汚染元素の最大許容濃度に関する現在の規制値 (2006年版) を改定しました。汚染元素の食品への混入については、できるかぎり避けるべきだと EC も認識していますが、実際の農業や漁業関係の現場では、現在、定められている規制値を達成するのは、運用が困難であることが報告されています。そのため、消費者の健康保護を十分に確保しながら、こうした汚染元素の最大許容濃度を見直す必要が生じていました。新しい規制では、たとえば次のように述べられています。「海草には、自然の状態では Cd が蓄積される。したがって、乾燥させた海草や、海草から派生した製品を原材料とする栄養補助食品類には、他よりも高濃度の Cd が含まれる可能性がある。こうした点を考慮すると、海草を主原料とする栄養補助食品については、Cd の最大許容濃度を引き上げる必要がある」。

EC はさらに、次のようにも述べています。「加盟国および食品事業者にとって、新たな規制の順守にはその準備に時間を要する。したがって、栄養補助食品に関する新たな規制値の適用は一時的に延期するべきである」。

規制対象金属	食品群	新たな規制値
Pb	アブラナ科植物 および葉野菜、 一部のキノコ	0.3 ppm
	栄養補助食品	3 ppm
Cd	肉、魚、甲殻類、 野菜、穀類	*0.05 - 1 ppm
	栄養補助食品	3 ppm
Hg	大部分の魚	1 ppm
Hg	栄養補助食品	0.1 ppm

*食品により異なる

表 1. 一部の食品に関する新規規制値のまとめ。
許容値の単位は、食品中の固体中で ppb。

新たな食品規制リストの完全版は、
COMMISSION REGULATION (EC)
No 629/2008 [1] に掲載されています。

参考文献

- [1. http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2008:173:0006:09:EN:PDF](http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2008:173:0006:09:EN:PDF)

アジレントの技術者が 先端分析技術賞を受賞



2008年9月3日～5日に開催された東京コンファレンスで、アジレントの化学計測事業部技術部 山田憲幸(写真)が日本分析化学会より、先端分析技術賞を受賞しました。コリジョン/リアクションセルおよびそのICP-MSへの応用に関する先駆的な貢献が、日本分析化学会と日本分析機器工業会に認められた結果です。

表紙写真：

Steven Wilbur, Agilent ICP-MS および
スペシエーションスペシャリスト(米国)

本誌に記載の情報は予告なく変更される場合があります。
また、発行時点で終了しているキャンペーンやイベントの情報が含まれる場合があります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2008
Printed in Japan
October 27, 2008
5989-9877JAJP

Agilent Plasma Prize

2009年2月15日(日) - Winter Plasmaコンファレンスのオープニングセレモニーに引き続き、第4回European Award for Plasma Spectrochemistry 2009がアントワープ大学物理化学教授のAnnemie Bogaerts博士に授与されました。European Award for Plasma Spectrochemistryは、Agilent Technologiesの後援により、年2回授与されます。Bogaerts博士は、LA-ICP (MSおよびOES)に関するメカニズムのモデル化で功績を残しました。



Agilent ICP-MS 関連資料

最新文献を閲覧およびダウンロードするには、
www.agilent.com/chem/jp の「ライブラリ」から検索してください。

- アプリケーションノート：7500cx ICP-MS 用Agilent 高マトリクス導入キットによる、高純度パラタングステン酸アンモニウムに含まれる微量不純物21元素の測定、5989-9376JAJP
- アプリケーションノート：ICP-MSによるソーラー（太陽電池）グレードバルクシリコンの超微量分析（Ultratrace Analysis of Solar (Photovoltaic) Grade Bulk Silicon by ICP-MS）、5989-9859EN（英語版）
- アプリケーションノート：ヘリウムコリジョンモードのAgilent 7500ce ICP-MSを用いた抗ウイルス薬の半定量スクリーニング（Semiquantitative Screening of Pharmaceutical Antiviral Drugs Using the Agilent 7500ce ICP-MS in Helium Collision Mode）、5989-9443EN（英語版）

Agilent ICP-MS ジャーナル編集者

Karen Morton for Agilent Technologies
e-mail: editor@agilent.com



Agilent Technologies