

Agilent 7800 四重極 ICP-MS

効率に優れた水銀の低濃度分析



ICP-MS での Hg 分析に伴う課題

- 第 1 イオン化ポテンシャルが高いため (10.44 eV)、イオン化効率が低く (4 %)、結果的に感度が低くなる
- 複数 (7 種類) の天然同位体が存在するため、各同位体の感度が低くなる (多くの同位体の存在量は 30 % 未満)
- 化学的に不安定で揮発性のため、溶液から失われやすく、化学的錯体化が必要。密閉容器での分解と、すべての溶液への塩素 (HCl) 添加が必要

ICP-MS による水銀分析

水銀 (Hg) は重金属に分類される貴金属で、その多くの形態が吸引、経口摂取、または経皮吸収により高い毒性を示します。電球形小型蛍光灯など工業用に広く利用される一方、飲料水、魚介類、消費財、医薬品、子供向け玩具などの商品では、使用が厳しく管理、規制されています。

これまでの Hg 分析メソッドでは、別途サンプル前処理を行ったうえで、単一元素 Hg アナライザを使用する必要があり、高いサンプルスループットおよび生産性は望めませんでした。水銀の分析に、ICP-MS による一般的な多元素分析を利用することも可能ですが、これには ICP-MS 手法の最適化が必要になります。

- Hg 原子のイオン化効率を最大限に高めるために、プラズマを可能な限り高温で (CeO^+/Ce^+ 比ができる限り低くなるように) 動作させる必要があります。
- 低いイオン化効率と各 Hg 同位体の低い存在量を補うために、高感度のシステムが必要です。
- Hg の安定性を確保するために、サンプル前処理に適切な試薬を使用する必要があります。

Agilent 7800 ICP-MS は、最初の 2 つの要件を満たしています。3 番目の要件については、すべてのサンプルおよび標準溶液の調製に低濃度の HCl を用いるのが最も簡単な方法です。これにより、安定性の高い $[HgCl_4]^{2-}$ 錯体を形成し、溶液中の Hg を維持することができます。



Hgの化学的安定性

多くのICP-MSメソッドでは、V、Cr、As、およびSeに対するCl起因の多原子干渉を防ぐために、サンプルの前処理および維持にHNO₃のみを使用(意図的にHClを排除)することを推奨しています。ところが、HClを排除すると、Hg、As、Se、Mo、Tl、Agなど多くの元素で安定性に問題が生じることがあります。

コリジョンリアクションセル(CRC)搭載のICP-MSが登場したとはいえ、塩素の存在が、干渉除去のために反応性のあるセルガスを用いる機器にとっても大きな問題であることには変わりはありません。一般には、アンモニア(NH₃)リアクションガスによって、VおよびCrに対するClOやClOHの干渉を除去することが推奨されていますが、Asに干渉するArClやCaClには効果がありません。そこで、V、Cr、およびAsをすべて測定する場合は、第2のリアクションガス(O₂、H₂、CH₄など)が必要になります。ところが、どのガスも、サンプルタイプにかかわらず確実に効果が得られるリアクションガスとはいえません。

7800 ICP-MSのCRC技術の進歩により、汎用のHeモードのみを用いた単純な方法でCl起因の干渉をすべて除去できるようになりました(図1)。

このメソッドでは、ICP-MSで分析する酸性サンプルを0.5~1.0%のHClで常に前処理し、安定化できるようになります。また、最初からClが高濃度または多様な濃度で含まれるサンプルも、高い信頼性で測定することが可能です。リアクションモードの使用に伴う大規模なメソッド開発や複数のセルガスは必要ありません。HClによりHgの化学的安定性を高めることのできる7800 ICP-MSなら、Hgのルーチン分析を1桁のpptレベルの検出下限(DL)で実施できます(図2)。図2は、酸化タングステン(WO)による多原子干渉を受けない²⁰¹Hg同位体(存在量13.18%)の測定結果です。

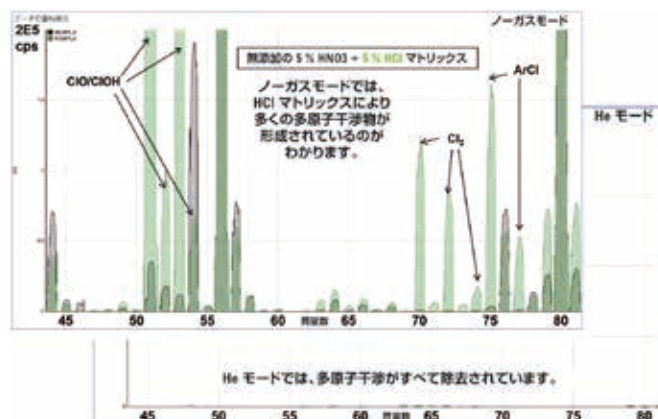


図1. ノーガスモード(上)とHeモード(下)での、5% HClマトリックスによる多原子干渉の比較(同じ目盛りを使用)

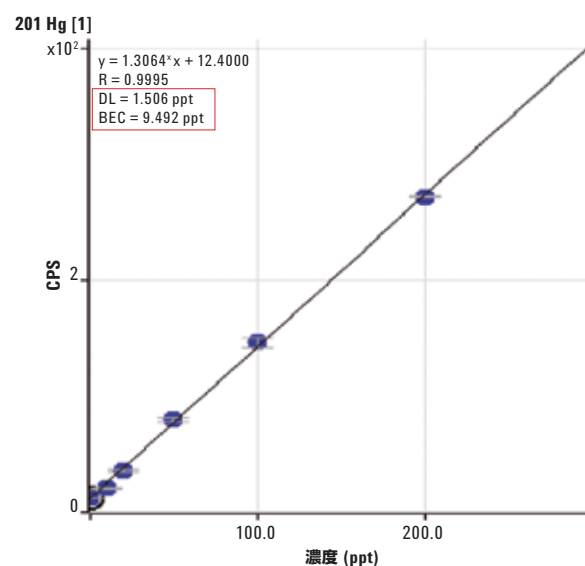


図2. ng/L (ppt)レベルの水銀の検量線。1桁のpptレベルのDLとBEC(バックグラウンド相当濃度)を実現しています。

詳細情報:

www.agilent.com/chem/jp

本資料に記載の情報は、予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2015

Published June 1, 2015

5990-7173JAJP

