

ICP-MS の装置特性把握に向けた基礎的検討

○奥村 梓^{a)}

^{a)}熊本大学 研究開発戦略本部 技術部門

1.はじめに

ICP-MS は、1 ppt～1 ppm の幅広いレンジで多元素一斉分析が可能であり、医薬分野や材料分野など多岐にわたって利用される。筆者は昨年度より本装置の依頼分析ならびに保守管理を担当しており、引継ぎを踏まえた本装置の特性を把握するため、プラズマの点灯状況およびメモリー効果に関する検討を行った。また、測定を行う上で発生したトラブルについて報告する。

2.発表内容

(1) プラズマ点灯試行回数

点灯試行回数は日によって変わり、回数が増えるほど測定開始時間が遅れ、依頼者を待たせる場面があった。測定開始時における室内の温湿度ならびにプラズマの点灯試行回数を集計したところ、湿度を40%切ると試行回数が減少傾向となった。特に、室内の湿度が15%を切った12月では、点灯試行2回以内に点灯し、スムーズな分析準備を行うことができた。湿度40%を基準とし、超えていれば点灯試行前にHeガスパージ等を実施し、装置内の湿気を除去してから点灯試行へ移ることで、より効率的な測定準備ができると考える。

(2) メモリー効果

本装置はサンプル間の洗浄時間を一律に変更する仕様となっている。そのため、現在の装置状況における、濃度の異なる溶液に対するメモリー効果を把握する必要がある。1%硝酸酸性とした標準溶液XSTC-13を用い、10 ppb、100 ppbならびに500 ppbそれぞれの測定直後に洗浄液（1%硝酸酸性の超純水）をサンプルとして測定し、検出強度を確認した。500 ppb溶液測定直後における洗浄液では、測定した19元素すべてにおいて1 ppb相当の強度が確認された。一方、100 ppb溶液の測定直後の洗浄液では、Seを除き、0.1 ppbを超える強度は検出されなかった。500 ppb以上の濃度を上限とする場合、現在の洗浄設定時間である30秒では十分なリフレッシュができていないことを確認した。標準溶液測定後に洗浄液を流したうえでサンプルの測定に移ることで、メモリー効果による影響を低減できる。発表では元素をピックアップしてメモリー効果を考察する。

(3) トラブル

導入系のトラブルが頻発し、感度不良ならびにネブライザーの目詰まりに悩まされた。PFA製ネブライザーでは詰まりによるチューブ接続部の水漏れが発生し、測定を中断してネブライザーを洗浄することがあった。そのほか、測定で見舞われたトラブルについて紹介する。

3.まとめ

点灯試行回数を調べ、準備効率化の指標の一つとして湿度を把握することができた。メモリー効果の検討では、19元素における装置への残留を評価した。メモリー効果が高いとされるBやHgなどについて引き続き調査を行い、本装置における最適な洗浄条件を検討したい。