

## ICP-質量分析装置

キーワード：有害物質使用規制、元素分析、材料分析、原子スペクトル分析

### はじめに

元素分析、特に金属元素の定量は重要な技術的課題の一つです。たとえば、半導体関係、ファインエンジニアリング分野においては、微量共存物質が製品性能に大きな影響を与えることが常識となっています。したがって、これらの分野で高機能な製品を開発する場合、共存物質、有害物質の微量定量が不可欠です。この場合少なくとも ppb、望ましくは ppt レベルの定量感度が求められます。また、環境分野においては、EU(欧州共同体)における有害物質使用規制(RoHS 指令、ELV 指令など)や我が国での J-Moss(JIS C 0950:電気・電子機器の特定の化学物質の含有表示方法)などの施行により、製品中の重金属含有量を測定して欲しいといった依頼が増えています。現在、EUでの使用規制対象の重金属はカドミウム、鉛、水銀、6価クロムの4つですが、今後、他の有害物質を含まない製品(日用品、食品、飲料水、各種材料など)に対する生産者、消費者双方の要求が強まるものと思われます。以上のように、幅広い金属元素を、より高感度で分析したいという、強い社会的ニーズがあります。さらに、その測定感度に対する要求は日々厳しくなっているとともに、分析対象となる化学物質の種類も増加する一方です。

他方、重要であるゆえ、金属元素の定量法は古くから様々な手法が研究、実用化されてきました。優れた分析法の進歩は、これまで分からなかった事象を明らかにできるという側面を持っています。たとえば、水道水の基準は優れた測定手法や装置が登場するたびに厳しくなってきました。

今回紹介する ICP-質量分析法(ICP-MS)は最新の金属元素の定量法の一つであり、高感度且つ適用範囲が広いという特徴を持っています。本シートでは、この ICP-質量分析装置の

概要を述べるとともに、これを用いたプラスチック材料中の重金属分析の実際について解説します。

### ICP-質量分析とは

金属元素の分析には、重量分析、容量分析、比色分析などの古典的な方法やイオンクロマトグラフィーなどの機器分析といった様々な手法があります。中でももっとも一般的な手法が原子スペクトル分析法です。この手法では、分析対象を炎やプラズマなどの高温中に導入し、分解、原子化、イオン化を行います。このとき分析対象の元素は特有の吸収、発光もしくは質量スペクトルを示します。この各種スペクトルを利用し、微量金属元素の定量を行います。ICP-質量分析もこの手法の一つで、高周波誘導コイル中に形成されたアルゴンプラズマ(ICP)によりイオン化を行い、そのときの質量スペクトルを利用します(図1)。他にはアセチレン-空気炎や黒鉛炉(電気加熱)中に試料を導入、原子化し、その吸光スペクトルを利用する原子吸光分析法(AAS)や、ICPにより原子化もしくはイオン化を行い、その

図1 ICP-質量分析装置



図 2 各原子スペクトル分析法の感度(概略)

|         | 感度     |        |        |        |       |
|---------|--------|--------|--------|--------|-------|
|         | 1 pg/L | 1 ng/L | 1 µg/L | 1 mg/L | 1 g/L |
| ICP-MS  | ←      | ←      | ←      | ←      | ←     |
| GF-AAS  |        | ←      | ←      | ←      | ←     |
| ICP-AES |        |        | ←      | ←      | ←     |
| AAS     |        |        | ←      | ←      | ←     |

ICP-MS: ICP-質量分析法, GF-AAS: 黒鉛炉原子吸光法  
ICP-AES: ICP-発光分析法, AAS: フレーム原子吸光法

ときの発光スペクトルを利用する ICP-発光分析法(ICP-AES)などがあります。

ICP-質量分析法の特徴は、感度がきわめて高いことです。図 2 に各分析法のおおよその感度を示します。このように、もっとも一般的な分析手法である ICP-発光分析法に比べ 3 ~ 5 桁、高感度分析法に分類される黒鉛炉原子吸光法(GF-AAS)に比べても 1 ~ 3 桁も感度の高い分析が可能です。

#### ICP-質量分析法によるプラスチック中の重金属分析

一般的な ICP-質量分析装置、ICP-発光分析装置、原子吸光分析装置では、試料を霧状にして装置に導入するため、液体試料の測定しかできません。従って、金属やプラスチックなど材料中の金属元素を分析するためには、

試料の前処理が必須です。この前処理法には、電気炉や酸を用い、試料を完全に分解する灰化法や、試料を純水や酸溶液に浸漬する溶出法などがあります。また、密閉容器を使い、加熱分解する方法もあります。この方法では、加熱手法としてマイクロ波がよく用いられます。また、密閉容器を用いるため、試料中の金属成分の気散が少なく、精度よい分析が可能になります。このように、様々な前処理法がありますので、分析目的に応じて選択することが必要です。

今回、ポリエステル標準試料中の重金属含有量を測定した結果を表 1 に示します。このときの前処理は硝酸を用いたマイクロ波分解法により行いました。その結果、認証値によく一致した結果が得られました。また、このときの感度(定量下限値)は、当所における ICP-発光分析法のそれよりも 100 ~ 1000 倍もよい値が得られました。このように、ICP-質量分析法では材料分析においても高感度な分析が可能になることが分かります。

ICP-質量分析法は高感度分析が可能であるという特性を生かし、水道水の管理、土壌分析などの環境分析や、半導体等のファインエンジニアリング、材料分析等に広く用いられています。また、濃度測定にとどまらず、同位体情報も得られることから、今後さらなる応用範囲の拡大が期待されます。

表 1 ポリエステル標準試料中の重金属含有量

|                               |                   | 濃度(µg/g)  |            |           |           |
|-------------------------------|-------------------|-----------|------------|-----------|-----------|
|                               |                   | カドミウム     | 鉛          | クロム       | 水銀        |
| 標準物質 <sup>1)</sup>            | 測定値 <sup>2)</sup> | 4.7       | 10.5       | 10.1      | 1.0       |
|                               | 認証値               | 4.8 ± 0.1 | 10.4 ± 0.1 | 9.8 ± 0.3 | 1.1 ± 0.1 |
| 定量下限値(ICP-質量分析) <sup>3)</sup> |                   | 0.1       | 0.3        | 0.1       | 0.5       |

1) JSAC0601-1 日本分析化学会 プラスチック標準試料(チップ状)

2) 3 回測定の平均値を記載

3) 試料 0.1 g を溶液化(100 mL)した際の値