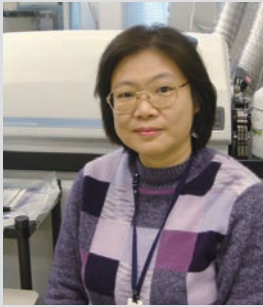


混合ガス導入法による同重体干渉の分離

新たな高感度分析の可能性が広がった



野々瀬 菜穂子

ののせ なおこ

naoko-nonose@aist.go.jp

計測標準研究部門
無機分析科 無機標準研究室
(つくばセンター)

産総研入所以来、誘導結合プラズマ質量分析法一筋に、鉄鋼、半導体などの工業材料に含まれる少量・微量成分をいかに正確に分析するかについて研究を行ってきました。現在はこの方法をベースにしてさまざまな標準物質開発や国際比較試験などに取り組んでいます。ICP 質量分析計の中で起こっている物理化学的な挙動にも興味をもって、実験と理論の融合を図れることを目標にしています。

関連情報：

● 共同研究者

大畑 昌輝、成川 知弘、日置 昭治、千葉 光一（産総研）

● 参考文献

[1] 上 蓑 義 則：産 総 研 TODAY, 8(8),15(2008).

[2] N.Nonose *et al* ; *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, (2009) in press.

● 認証標準物質番号

[1]NMIJ CRM 8001 - a, 8002 - a

[2]NMIJ CRM 8003 - a, 8004 - a,8005 - a

ICP-MSにおける同重体干渉とは

誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS) は、濃度ng/kg (ppt) レベルの極微量金属元素を高感度に定量できる分析法として、鉄鋼、半導体、環境、食品、医薬など幅広い分野で活用されています。しかしこの分析法は高感度である一方、質量スペクトル上の分光干渉の影響をどうやって抑えるかという大きな問題があります。その一例が同重体元素による干渉で、これは簡易型の四重極質量分析計ではもちろんのこと、高分解能型の質量分析計を用いても質量分離能が不足するために分離することができませんでした。

計量標準総合センター (NMIJ) では、ファインセラミックス (FC) である炭化けい素^[1]および窒化けい素^[2]の認証標準物質開発を行ってきました。FCにはさまざまな遷移金属元素が不純物として含まれ、特に鉄やチタン、バナジウムなどはFCの熱的特性を大きく左右するため、不純物の含有量を精密に測定する必要があります。しかし組成が複雑であることから、ICP-MSで得られる質量スペクトルもたいへん複雑になります。特に同位体が2つしかないバナジウムの分析では⁵⁰Vが、共存するチタンやクロムの同重体 (⁵⁰Ti、⁵⁰Cr) の干渉を受けるため、

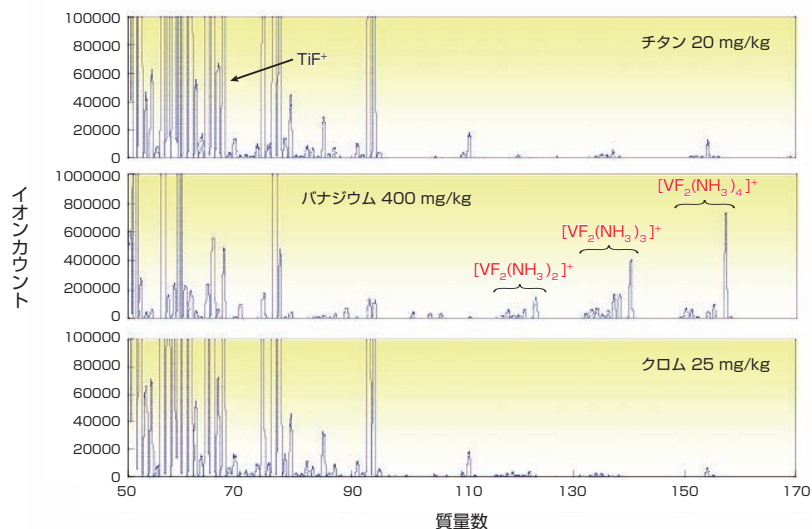
正確な定量に支障がありました。

混合ガス導入法による同重体干渉の分離

私たちは、四重極型ICP質量分析計を用いて、質量分析計の前段に設置された反応セルにふっ化メタンとアンモニアを混合したガスを流すことによって、測定したいバナジウムだけを $[VF_2(NH_3)_4]^+$ というクラスターイオンにして質量スペクトル上で分離できることを見出しました (図)。これは混合ガスとの反応性がバナジウムだけ特異的に違うことを利用したものです。これまでの実験結果を踏まえ、FCの窒化けい素 (チタン 10 mg/kg、クロム 10 mg/kgが共存) に含まれる1 mg/kgレベルのバナジウムを正確に定量することが可能になりました。

今後の展開

この方法の開発によって、これまではいへん分離が困難であった同重体干渉の問題にも解決の糸口が見出せるようになりました。今後はより重い元素における同重体干渉にもこの混合ガスの手法を応用して、ICP-MSによる高感度・高精度元素分析の可能性をさらに広げたいと考えています。



ふっ化メタン+アンモニア混合ガス導入 ICP-MS で得られた、チタン (上)、バナジウム (中)、クロム (下) の質量スペクトル