

30. ICP-MSによる環境試料中の微量および超微量元素の分析法の開発

農業環境技術研究所 環境資源部 水質管理科

要 約

土壤および水質試料中の微量および超微量元素の正確かつ能率的な分析を実現することを目的に、二重収束型のICP-MS（高周波誘導結合プラズマ質量分析装置）を用いた上記試料の分析法の開発を行った。従来の手法では特殊な施設、あるいは非常に複雑でかつ長時間にわたる操作を必要とした数多くの元素の分析が、高感度、高精度でなおかつ能率よく分析できる、極めて高性能なトータルシステムが完成した。

背景・目的

環境試料中には自然界に存在している90種類の元素のほとんどが含まれているものと考えられている。しかし、10種類前後の元素以外はその存在量が極端に低く正確な定量には特殊な施設や長時間を要する非常に複雑な操作を必要とした。このため、これら元素の環境中の挙動はほとんど明らかにされてはいない。この分析上の問題の解決を目指して、新たに超高感度の上記装置を導入し、土壤および水質試料への適用を目的とした分析手法の開発を試みた。

内容及び特徴

- (1) 土壤試料に関しては、硝酸-過塩素酸-フッ化水素酸による酸分解で溶離化するだけで短時間（3-5分）のうちに50種類近い元素の定量が可能であった。
- (2) 約40種類の岩石、堆積物、土壤などの標準試料の報告値との比較の結果、図1-Bに示すように、Ba, Be, Ce, Co, Cr*, Cs, Cu, Eu, Hf, La, Mo, Nb, Nd, Ni, Pb, Pr, Rb, Sc, Sm, Sr, Ta, Tb, Th, U, V, Y, Zn, Zr*の28元素については、完全に一致した場合の相関係数が1.00でなおかつ回帰直線の傾きも1.0という目標に対し、相関係数で0.98以上、回帰直線の傾きも0.8-1.3と非常に良い一致を示した（*これら元素では一部の試料で溶解が不完全である可能性があった）。また、図1-Aに示すその他の9元素も相関係数で劣るもの直線の傾きは0.8-1.3の範囲内に納まつた。このように、本方式は極めて高能率、高精度、高感度な分析システムであることが証明された。
- (3) 水質試料では、水酸化鉄共沈法による分離濃縮を行えば希土類元素を含むpptレベル以下の18元素が定量できた。さらに試料導入の効率を高めるのに有効な超音波ネプライザーと組み合わせると、分離濃縮を行わなくても30種類前後の元素の分析が可能であった。その場合の検出限界を表-1に示す。
- (4) 得られた膨大な量のデータを能率的に解析するため、市販のソフト（Lotus 1-2-3）および自作のソフト（N88-BASIC）へのデータ変換プログラムも合わせて作成した。

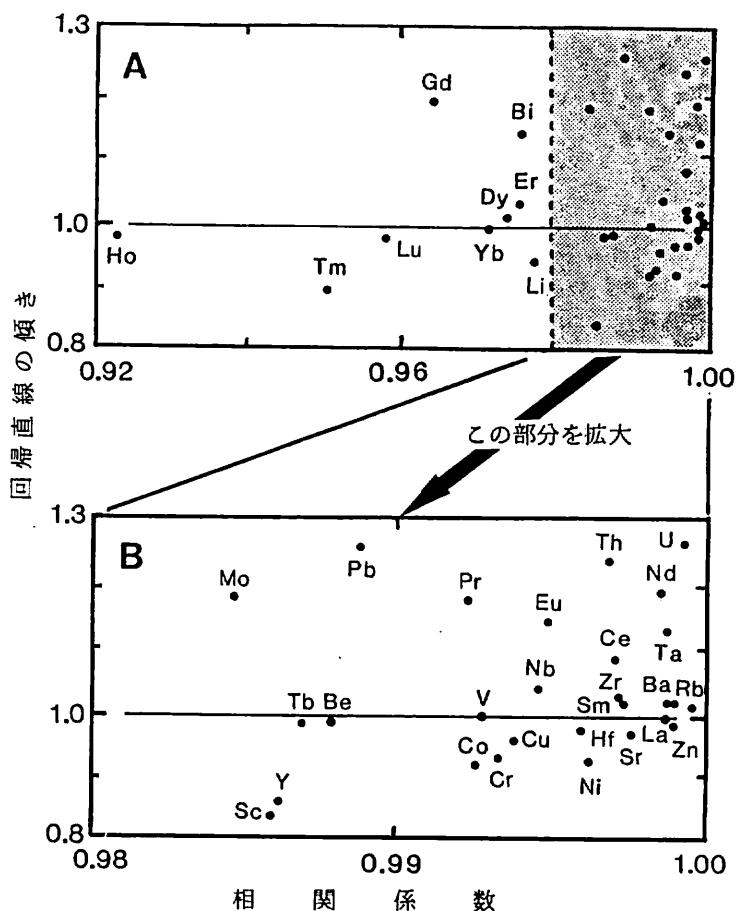
活用面と留意点

今回は土壤および水質試料のみを対象としたが、原理的にはその他の環境試料（植物体、生体試料、汚泥、底質、大気粉塵）にも十分適用可能である。ただし、高感度な分析法であるだけに、超高純度試薬および超純水の使用、実験室雰囲気からの汚染の防止手法の検討などの周辺技術の開発が強く望まれる。

キーワード

二重収束型ICP-MS、土壤、水質試料、環境試料、多元素同時分析、超微量元素、超音波ネプライサー

（山崎慎一・津村昭人）



回帰直線は原点を通るようにして求めた。

図1. 標準試料（岩石、堆積物、土壤）の報告値との比較

表1 超音波ネプライザーと組み合わせた場合の水質試料の検出限界
(濃度単位は pg/L = ppq = ppt/1,000)

元素	検出限界	元素	検出限界	元素	検出限界
Sc	32	Y	22	La	18
Ce	26	Pr	14	Nd	70
Sm	25	Eu	10	Gd	44
Tb	7	Dy	34	Ho	17
Er	49	Tm	17	Yb	21
Lu	19	Th	14	U	26

これらの値は、装置の設定条件の改良その他で目下さらに低下しつつある。