

Application News

No.J117

ICP/MS
Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

水道水・飲料水の分析：ICPMS-2030

Analysis of Tap Water and Drinking Water by ICPMS-2030

はじめに

Introduction

成人が通常摂取する水分量は、一日あたり2リットルと言われ、そのほとんどは、水道水やミネラルウォーターなどの「飲料水」です。飲料水は、各国の規制により、安全性や性状の検査を行う必要があります。検査項目には、ナトリウム、カルシウムなど10 mg/L以上の高濃度元素からヒ素、鉛など10 µg/L以下の微量元素まで存在します。従って、分析する装置の性能として、高感度で広い測定レンジが必要とされ、しかもそれらの項目を一斉に分析できることが望まれます。今回、島津 ICP 質量分析装置 ICPMS-2030 を用い水道水、ミネラルウォーターの分析を行いましたのでご紹介します。

S. Wakasugi S. Hashimoto

試料

Sample

- ・水道水（神奈川県，京都府）
- ・市販ミネラルウォーター

試料前処理

Sample Preparation

採水した試料100 mLをフッ素樹脂製ビーカーに採り、1 mLの高純度硝酸を加えました。時計皿で蓋いホットプレート上で沸騰しない程度に約2時間加熱しました。室温まで放冷後、ポリ容器に移し超純水にて100 mLに定容し分析試料溶液としました。

また、神奈川県の水道水に測定元素を添加し、添加回収試験溶液を作製しました。高濃度の元素については、硝酸1%溶液にて、10倍希釈し、希釈試験溶液を作製しました。

検量線試料は、混合標準溶液と単元素標準液（1000 mg/L）を適宜希釈混合し、調製しました。このとき、検量線試料中の酸濃度は、測定試料中の酸濃度と同等になるように調製しました。

装置と測定条件

Instrument and Analytical Conditions

測定には、島津 ICP 質量分析装置 ICPMS-2030 を用いました。測定条件を Table 1 に示します。ICPMS-2030 は、高感度であることに加え、ヘリウムガスによるコリジョンシステムを搭載することで、アルゴンや塩素などに起因するスペクトル干渉を大きく低減します。また、モニターチ、Eco モードの採用により、従来の ICP-MS に比べ、アルゴンガスの消費量が少なく、ランニングコストを大幅に低減できます。

分析

Analysis

検量線法により、水質基準、目標設定項目、要検討項目の一斉分析を行いました。内標準元素として、Be, Co, Ga, Y, In, Tl を各 5 µg/L となるように、試料に添加しました。

分析結果

Analytical Results

Table 2 に水道水およびミネラルウォーターの分析結果を示します。良好な添加回収率と希釈試験結果が得られており、干渉が少ないことがわかります。

考察

Discussion

スペクトル干渉の除去

ICP-MS では、多原子イオンによるスペクトル干渉により、感度の低下や分析値の誤差が生じます。水質分析で代表的なもとして、⁵⁶Fe に対する ⁴⁰Ar¹⁶O の干渉や ⁷⁵As に対する ⁴⁰Ar³⁵Cl の干渉、⁷⁸Se に対する ⁴⁰Ar³⁸Ar の干渉などがあります。これらの干渉を He ガスによるコリジョンシステムを使用することで除去しました。

高濃度元素の測定

高濃度の測定は検出器の寿命を短くする原因になります。そこで、コリジョンシステムを用い、高濃度の元素のカウント数を減らすことで、検出器の劣化を軽減できます。

また、高温のプラズマにより、高濃度でも効率よくイオン化されるため、良好な直線性が得られます。

Fig. 1 にナトリウムとカルシウムの検量線を示します。Ca 100 mg/L, Na 200 mg/L まで、良好な直線性が得られており、アルカリ、アルカリ土類元素も、他の微量元素と同時に精度よく測定することができました。

[参考資料]

Reference

- ・水質基準に関する省令（平成15年5月30日厚生労働省令第101号，平成26年2月28日改正 厚生労働省令第15号）
- ・水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年7月22日厚生労働省告示第261号，平成27年3月12日改正 厚生労働省告示第56号）

Table 1 測定条件
Analytical Conditions

装置	: ICPMS-2030
高周波出力	: 1.2 kW
プラズマガス流量	: 8.0 L/min
補助ガス流量	: 1.1 L/min
キャリアーガス流量	: 0.70 L/min
サンプリング深さ	: 6.0 mm
試料導入	: ネブライザー10
ポンプ回転数	: 15 rpm
チャンバー	: サイクロンチャンバー（電子冷却）
プラズマトーチ	: ミニトーチ
サンプリングコーン/スキマー	: 銅製

Table 2 水道水, ミネラルウォーター定量値
Analytical Results of Tap Water and Mineral Water

元素	基準値		検出限界	神奈川水道水		京都市水道水	ミネラルウォーター
	単位 (μg/L)			定量結果	添加回収率 %		
As	10	水質基準	0.006	0.12	104	0.30	6.64
B	1000	水質基準	0.05	15.9	103	15.1	46.6
Cd	3	水質基準	0.001	0.003	104	0.013	N.D.
Cr	50	水質基準	0.003	0.61	106	0.031	0.011
Cu	1000	水質基準	0.02	2.63	103	2.18	N.D.
Fe	300	水質基準	0.04	8.7	103	28.0	0.004
Pb	10	水質基準	0.0005	0.089	105	0.67	N.D.
Se	10	水質基準	0.06	N.D.	103	N.D.	N.D.
Zn	1000	水質基準	0.003	4.7	99	108	0.026
Al	200 (100)	水質基準 (目標)	0.005	11.2	103	16.0	1.28
Mn	50 (10)	水質基準 (目標)	0.003	0.11	104	1.16	N.D.
Ni	20	目標	0.006	2.56	102	1.29	N.D.
Sb	20	目標	0.001	0.010	102	0.116	1.25
U	2	目標	0.00005	0.0163	108	0.0003	0.77
Mo	70	要検討	0.003	1.10	92	1.44	1.44
	単位 (mg/L)				希釈試験結果%		
Na	200	水質基準	-	5.5	108	10.6	10.0
Ca	10~100	水質基準 (目標)	-	19.8	91	12.5	72.3
Mg	10~100	水質基準 (目標)	-	6.4	91	2.04	24.2
K			-	0.67	91	1.55	5.78

* N.D.: 未検出
 * 添加回収率 % = (添加試料定量結果 - 試料定量結果) / 添加濃度 × 100
 * 希釈試験結果 % = 試料定量結果 / (10 倍希釈試料定量結果 × 希釈倍率) × 100

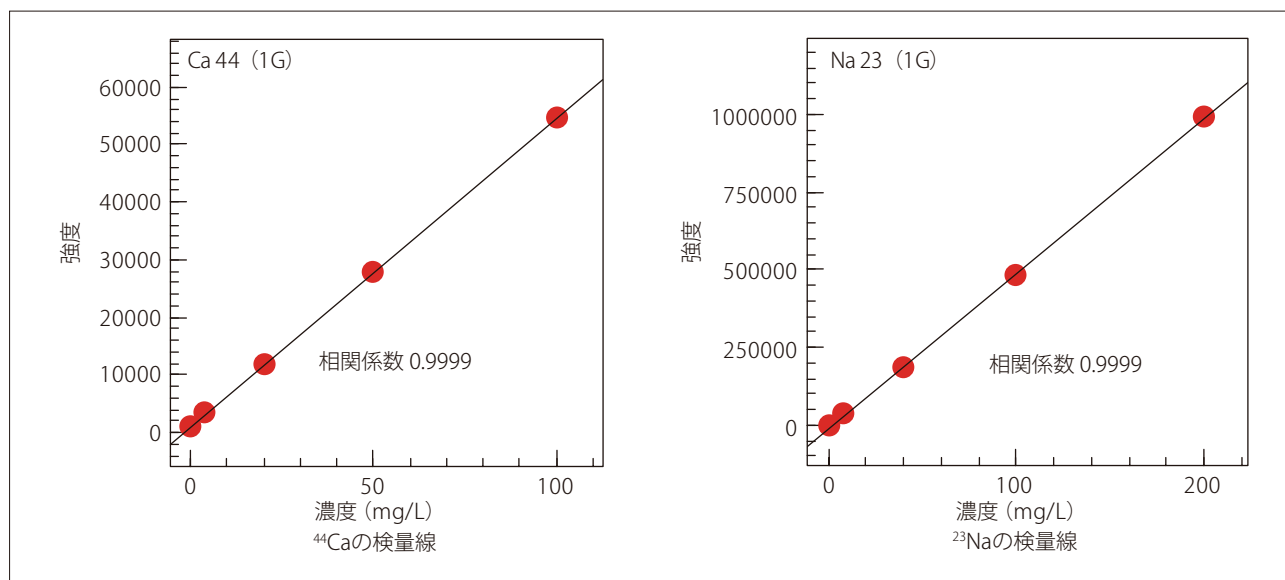


Fig. 1 ⁴⁴Ca と ²³Na の検量線
Calibration Curves of ⁴⁴Ca and ²³Na