

Application News

No. J126

ICP-MS

ICPMS-2030 を用いた水道水質検査方法の 妥当性評価ガイドラインに基づいた検量線評価

はじめに

2017 年 10 月に水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインが改正され、2018 年 4 月から適用されました¹⁾。水道水の水質基準に係る検査方法については、「検水の濃度範囲に係る規定」や「金属類の分析における内部標準液に係る規定」が改正され、2018 年 4 月から適用されています²⁾。

今回は改正後の水道水質検査方法・妥当性評価ガイドラインに基づき、島津 ICP 質量分析計 ICPMS-2030 と内標準自動添加キットを用いて検量線の評価を行いましたので紹介します。

K. Okuda

標準試料の濃度範囲と試料調製

「検水の濃度範囲に係る規定」が改正されて検水の濃度範囲が広がったため、各元素の検量線範囲に水質基準値を含めることができるようになりました²⁾。今回の検証では検量線範囲の上限値に水質基準値の濃度を設定し、検量線範囲の下限値に水質基準値の 10 分の 1 の濃度を設定しました。

ただし、Na、Ca、Mg のみ個別に上限を設定しています。

標準試料は、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。試料間の液性を揃えるため、各試料には硝酸を 500 μL 添加した後、純水を加えて 50 mL にメスアップしました。

各標準試料中に含まれる測定元素の濃度を表 1 に示します。

表 1 標準試料中の測定元素濃度

測定元素	m/z	内標準元素	基準値等 ¹⁾ [mg/L]	分類	標準試料[mg/L]			
					STD1	STD2	STD3	STD4
Cd	111	In	0.003	水質基準	0.0003	0.0006	0.0015	0.003
Se	78	Y	0.01	水質基準	0.001	0.002	0.005	0.01
Pb	208	Tl	0.01	水質基準	0.001	0.002	0.005	0.01
As	75	Y	0.01	水質基準	0.001	0.002	0.005	0.01
Cr	52	Co	0.05	水質基準	0.005	0.01	0.025	0.05
B	11	Be	1	水質基準	0.1	0.2	0.5	1
Zn	66	Co	1	水質基準	0.1	0.2	0.5	1
Al	27	Co	0.2	水質基準	0.02	0.04	0.1	0.2
Fe	56	Co	0.3	水質基準	0.03	0.06	0.15	0.3
Cu	65	Co	1	水質基準	0.1	0.2	0.5	1
Na	23	Co	200	水質基準	2	4	10	20
Mn	55	Co	0.05	水質基準	0.005	0.01	0.025	0.05
Ca	44	Co	120*	水質基準	2	4	10	20
Mg	24	Co	73*	水質基準	1	2	5	10
Sb	121	In	0.02	目標**	0.002	0.004	0.01	0.02
U	238	Tl	0.002	目標**	0.0002	0.0004	0.001	0.002
Ni	60	Co	0.02	目標**	0.002	0.004	0.01	0.02

* 硬度として設定されている水質基準（300 mg/L）を Ca、Mg の濃度に換算した値

** 水質管理目標設定項目の略

内部標準液の濃度選択

「金属類の分析における内部標準液に係る規定」が改正され、混合内部標準液の濃度を内標準元素ごとに設定可能になりました²⁾。内標準補正を行うためには、各内標準元素で十分な強度を得る必要があります。事前に測定を行い、見積もった濃度が適切か確認を行います。

今回は内標準自動添加キットを使用したため、内部標準液中の各元素濃度は見積もった濃度の 10 倍に調製しました（表 2）。

表 2 内標準元素濃度

内標準元素	m/z	内部標準液中の濃度 [mg/L]
Be	9	0.25
Co	59	0.15
Y	89	0.05
In	115	0.05
Tl	205	0.05

■ 装置と測定条件

測定には、島津 ICP 質量分析計 ICPMS-2030 を用いました。また内部標準液は、内標準自動添加キットを用いて ICPMS-2030 に導入しました。測定条件を表 3 に示します。

ICPMS-2030 は、モニターと 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を抑えることができます。また、従来のような高純度アルゴンガスではなく低価格なアルゴンガス (99.95 %) を使用することができます。

その結果、アルゴンガスの消費量とアルゴンガスの単価の両面から日常のランニングコスト低減を実現します。

表 3 測定条件

装置	: ICPMS-2030
高周波出力	: 1.2 (kW)
プラズマガス流量	: 9.0 (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	: 7.0 (mm)
試料導入	: ネプライザー07
ポンプ回転数	: 20 (rpm)
チャンパー	: サイクロンチャンパー (電子冷却)
プラズマトーチ	: ミネトーチ
サンプリングコーン / スキマーコーン	: 銅製
内部標準液添加方法	: 自動添加

■ 検量線の妥当性評価の実施

水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインに基づき、検量線の妥当性評価を実施しました³⁾。

結果を表 4 に示します。

■ まとめ

島津 ICP 質量分析計 ICPMS-2030 と内標準自動添加キットを用いて改正後の妥当性評価ガイドラインに基づいた検量線の評価を行い、測定した全元素の検量線が評価項目の目標に適合することを確認できました。

<参考文献>

- 1) 水質基準に関する省令 (平成 15 年 5 月 30 日厚生労働省令 101 号 平成 27 年 3 月 2 日改正 厚生労働省令第 29 号)
- 2) 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 30 年 3 月 28 日改正 厚生労働省告示第 138 号)
- 3) 水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン (平成 24 年 9 月 6 日付け健水発 0906 第 1 号別添 平成 29 年 10 月 18 日付け業生水発 1018 第 1 号)

表 4 検量線の妥当性評価結果

測定元素	m/z	検量線濃度範囲 [mg/L]	評価項目					
			キャリアーオーバー		各濃度点の真度		各濃度点の併行精度	
			判定	結果 [mg/L] (目標値: 下限値以下 検量線濃度範囲)	判定	結果 [%] (目標値: 80~120 %)	判定	結果 [%] (目標値: 10 %以下)
Cd	111	0.0003~0.003	✓ 適合	<0.0003	✓ 適合	97~101	✓ 適合	<2.5
Se	78	0.001~0.01	✓ 適合	<0.001	✓ 適合	99~101	✓ 適合	<3.4
Pb	208	0.001~0.01	✓ 適合	<0.001	✓ 適合	98~101	✓ 適合	<2.7
As	75	0.001~0.01	✓ 適合	<0.001	✓ 適合	97~101	✓ 適合	<2.7
Cr	52	0.005~0.05	✓ 適合	<0.005	✓ 適合	98~101	✓ 適合	<1.1
B	11	0.1~1	✓ 適合	<0.1	✓ 適合	95~104	✓ 適合	<1.9
Zn	66	0.1~1	✓ 適合	<0.1	✓ 適合	97~101	✓ 適合	<1.0
Al	27	0.02~0.2	✓ 適合	<0.02	✓ 適合	97~101	✓ 適合	<1.9
Fe	56	0.03~0.3	✓ 適合	<0.03	✓ 適合	96~102	✓ 適合	<1.3
Cu	65	0.1~1	✓ 適合	<0.1	✓ 適合	95~102	✓ 適合	<1.3
Na	23	2~20	✓ 適合	<2	✓ 適合	98~101	✓ 適合	<0.9
Mn	55	0.005~0.05	✓ 適合	<0.005	✓ 適合	98~101	✓ 適合	<0.8
Ca	44	2~20	✓ 適合	<2	✓ 適合	98~101	✓ 適合	<1.6
Mg	24	1~10	✓ 適合	<1	✓ 適合	99~102	✓ 適合	<0.7
Sb	121	0.002~0.02	✓ 適合	<0.002	✓ 適合	98~101	✓ 適合	<0.9
U	238	0.0002~0.002	✓ 適合	<0.0002	✓ 適合	98~101	✓ 適合	<1.7
Ni	60	0.002~0.02	✓ 適合	<0.002	✓ 適合	97~101	✓ 適合	<1.7