SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

ICP質量分析計 ICPMS-2050

ICPMS-2050を用いた水道水の元素分析 ー水質基準項目、水質管理目標設定項目ー

仲康佑

ユーザーベネフィット

- ◆ 水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインに適合した分析が可能です。
- ◆ 水素リアクションモードを使用し、SeやFeを高感度に分析できます。
- ◆ アルゴンガス消費量の少ないミニトーチで分析でき、ランニングコストを抑えることができます。

■はじめに

水道水は「水質基準に関する省令」で定められた水質基準項目に適合することを検査する必要があります[1)]。水質基準項目の中にはCdやPb等の有害金属元素やCa等のミネラル成分が含まれています。これらの元素に関する項目の分析法の一つとして、高感度に多元素一斉分析が可能なICP-MSが収載されています[2)]。

本アプリケーションニュースでは、ICPMS-2050（図1）を用い、水道水の分析を行いました。SeやFeは水素リアクションモードで高感度に分析しました。なお、ランニングコストを抑えられるようにアルゴンガス消費量の少ないミニトーチを用いました。また、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン[3)]（以下、ガイドライン）に基づき分析の妥当性評価を行いました。

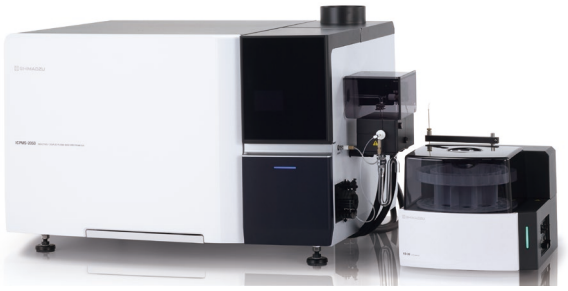

図1　ICPMS-2050及びAS-20装置外観

■試料調製

水道水50 mLに硝酸0.5 mLを添加し、液量が45 mL以下になるまで加熱しました。その後、純水で50 mLに定容したものを未添加試料、水質分析用混合標準XSTC-760D（SPEX CertiPrep社製）及びICAL-1（SPEX CertiPrep社製）を添加し純水で50 mLに定容したものを添加試料としました。

■標準試料

● 検量線試料

XSTC-760D、ICAL-1を希釈混合し、硝酸を1v/v%となるように添加し検量線試料を調製しました。各検量線試料に含まれる測定元素の濃度を表1に示します。B, Zn, Cu, Al, Sb, Niは水質基準項目の基準値または水質管理目標設定項目の目標値（以下、基準値等）の100分の1まで、それ以外の元素は50分の1までの濃度範囲を設定しました。主成分であるNa, Ca, Mgは水道水中の濃度に合わせて濃度範囲を設定しました。

● 内部標準液

水質分析用内部標準液ZSTC-1786（SPEX CertiPrep社製）を希釈し、硝酸を1v/v%となるように添加し、調製しました。内部標準液中のBe, Ga, In, Tlの濃度は0.2 mg/Lです。

表1　標準試料中の測定元素濃度（mg/L）

元素	基準値等	標準試料					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Cd	0.003	0.00006	0.00015	0.0003	0.0006	0.0015	0.003
Se, Pb, As	0.01	0.0002	0.0005	0.001	0.002	0.005	0.01
Cr	0.02	0.0004	0.001	0.002	0.004	0.01	0.02
B, Zn, Cu	1	-	-	0.01	0.02	0.05	0.1
Al	0.2	0.002	0.005	0.01	0.02	0.05	0.1
Fe	0.3	0.006	0.015	0.03	0.06	0.15	0.3
Na	200	-	1.25	2.5	5	12.5	25
Mn	0.05	0.001	0.0025	0.005	0.01	0.025	0.05
Ca	120*	-	1.25	2.5	5	12.5	25
Mg	73*	-	1.25	2.5	5	12.5	25
Sb**	0.02	-	-	0.0002	0.0004	0.001	0.002
U**	0.002	0.00004	0.0001	0.0002	0.0004	0.001	0.002
Ni**	0.02	0.0002	0.0005	0.001	0.002	0.005	0.01

*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

■装置構成と分析条件

ICP-MSの装置の構成を表2に示します。ランニングコストを抑えられるように、一般的なトーチと比較してアルゴンガスの消費量の少ないミニトーチを使用して分析しました。また、試料調製の手間を省力化するために、内標準元素は内標準自動添加キットを使用してオンラインで添加しました。

分析条件を表3に示します。今回使用した分析条件はLabSolutions™ ICPMSのプリセットメソッドから簡単に登録でき、煩雑な条件検討は不要です。

表 2　ICP-MS装置構成

装置	:	ICPMS-2050
ネブライザー	:	ネブライザー DC04
チャンバー	:	サイクロンチャンバー
トーチ	:	ミニトーチ
スキマーコーン	:	ニッケル製
オートサンプラ	:	AS-20
内標準元素添加方法	:	内標準自動添加キット (試料 : 内部標準液 = 約9 : 1)

表 3　分析条件

高周波出力	:	1.20 kW
プラズマガス流量	:	9.0 L/min
補助ガス流量	:	1.10 L/min
キャリアガス流量	:	0.45 L/min
希釈ガス流量	:	0.40 L/min
セルガス	:	He / H_2

■検量線の妥当性評価

表1の検量線試料を用いて検量線を3回作成し、ガイドラインに基づき検量線の妥当性評価を行いました。なお、検量線は1/Iの重みづけを行いました。結果を表4に示します。

キャリーオーバーは全ての元素でガイドラインの目標値である検量線下限濃度以下であることが確認できました。各濃度点の真度は97~104%以内であり、目標値の80~120%を十分に達成することができました。また、各濃度の精度も最大で6.2%と目標値の10%以下に収まりました。

本アプリケーションニュースでは、基準値等の50分の1（B, Zn, Cu, Sbは100分の1）の極微量の濃度まで分析できるように検量線の範囲を広く設定しましたが、キャリーオーバー、真度、精度全ての項目で目標値を達成することができました。

■添加試料の妥当性評価

作成した検量線を用いて未添加試料及び添加試料を定量分析（N = 5）し、ガイドラインに基づき添加試料の妥当性評価を行いました。結果を表5に示します。

真度は全ての元素で90~112%以内の良好な結果が得られ、ガイドラインの目標値70~130%以内に収まりました。

また、併行精度は基準値等の50分の1（B, Zn, Cu, Sbは100分の1）の極微量の添加濃度であっても6.9%以下、STD5と同濃度の添加試料では1.8%以下の結果が得られました。これはガイドラインの目標値10%以内に収まっています。

表 4　検量線の妥当性評価結果

元素	内標準元素	ガスモード	基準値等 (mg/L)	検量線下限濃度 (mg/L)	評価項目		
					キャリーオーバー最大値	各濃度点の真度	各濃度点の精度
					結果 (mg/L) (目標値 : 検量線下限濃度以下)	結果 (%) (目標値 : 80～120%)	結果 (%) (目標値 : 10%以下)
^{111}Cd	^{115}In	He	0.003	0.00006	N.D.	98~102	<5.9
^{78}Se	^{71}Ga	H_2	0.01	0.0002	N.D.	98～102	<5.5
^{208}Pb	^{205}Tl	He	0.01	0.0002	0.000003	98～103	<1.1
^{75}As	^{71}Ga	He	0.01	0.0002	N.D.	98～103	<3.9
^{52}Cr	^{71}Ga	He	0.02	0.0004	0.00003	99～101	<2.2
^{11}B	^{9}Be	No Gas	1	0.01	0.0024	98～102	<0.7
^{66}Zn	^{71}Ga	He	1	0.01	N.D.	98～101	<1.4
^{27}Al	^{9}Be	No Gas	0.2	0.002	N.D.	98～103	<4.5
^{56}Fe	^{71}Ga	H_2	0.3	0.006	0.00002	99～100	<0.9
^{63}Cu	^{71}Ga	He	1	0.01	N.D.	98～101	<1.7
^{23}Na	^{71}Ga	He	200	1.25	0.094	99～102	<1.6
^{55}Mn	^{71}Ga	He	0.05	0.001	0.00007	98～103	<1.6
^{44}Ca	^{71}Ga	He	120*	1.25	0.175	97～104	<1.2
^{24}Mg	^{71}Ga	He	73*	1.25	N.D.	100	<0.6
^{121}Sb**	^{115}In	He	0.02	0.0002	0.000010	98～102	<2.1
^{238}U**	^{205}Tl	He	0.002	0.00004	0.0000039	99～102	<1.5
^{60}Ni**	^{71}Ga	He	0.02	0.0002	N.D.	98～102	<6.2

N.D.：未検出

*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

表 5　添加試料の妥当性評価結果

元素	基準値等 (mg/L)	未添加試料 (mg/L)	検量線下限濃度添加			STD5添加		
			添加濃度 (mg/L)	真度 (%)	併行精度 (%)	添加濃度 (mg/L)	真度 (%)	併行精度 (%)
^{111}Cd	0.003	N.D.	0.00006	107	5.8	0.0015	97	1.5
^{78}Se	0.01	0.00002	0.0002	110	6.2	0.005	100	1.7
^{208}Pb	0.01	0.000057	0.0002	102	1.0	0.005	98	0.7
^{75}As	0.01	0.00026	0.0002	105	0.8	0.005	99	1.5
^{52}Cr	0.02	0.00005	0.0004	100	3.4	0.01	99	1.2
^{11}B	1	0.0137	0.01	97	1.1	0.05	99	0.9
^{66}Zn	1	0.00778	0.01	108	1.5	0.05	99	0.9
^{27}Al	0.2	0.0144	0.002	90	1.8	0.05	99	1.0
^{56}Fe	0.3	0.00438	0.006	102	0.8	0.15	99	0.6
^{63}Cu	1	0.00115	0.01	104	2.3	0.05	98	1.0
^{23}Na	200	8.30	1.25	95	1.1	12.5	98	0.9
^{55}Mn	0.05	0.00107	0.001	97	0.6	0.025	98	0.6
^{44}Ca	120*	11.9	1.25	112	1.1	12.5	99	0.5
^{24}Mg	73*	1.92	1.25	103	1.2	12.5	97	0.5
^{121}Sb**	0.02	0.000105	0.0002	98	5.1	0.001	102	1.8
^{238}U**	0.002	0.0000008	0.00004	101	2.9	0.001	100	0.5
^{60}Ni**	0.02	0.00024	0.0002	95	6.9	0.005	100	1.2

N.D.：未検出
*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

■まとめ

本アプリケーションニュースでは、ICPMS-2050を用い、水道水の分析を行いました。検量線の妥当性評価では、キャリーオーバー及び各濃度点の真度、精度についてガイドラインに示されている目標値を満たすことができました。添加試料の妥当性評価でも真度、併行精度ともに目標値を満たすことができました。

ICPMS-2050は、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインに適合できます。また、ミニトーチを用いてアルゴンガスの消費量を低減し、ランニングコストを抑えることができます。

＜参考文献＞

1) 水質基準に関する省令（平成15年5月30日厚生労働省令第101号, 令和2年3月25日改正　厚生労働省令第38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, 令和2年3月25日改正　厚生労働省告示第95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日付け薬生水発1018第1号）

＜関連アプリケーション＞

1. ICPMS-2040を用いた水道水の分析　Application News 01-00581-JP

LabSolutionsは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所　分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/

01-00582-JP　初版発行：2023年 7月
島津コールセンター　0120-131691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2023