

エンハンスドネブライザーを用いた高感度分析

Application Flash

1. 緒言

ICP 発光分析装置では、ほとんどの元素でシングル ppb オーダーの検出下限値を達成しているが、近年の更なる高感度化への要望により、もう 1 桁下まで定量できるアプリケーションが要求されるようになった。そこで、新しいサンプル導入系 Marin-5 を用いることで、高感度化定量を試みたので紹介する。Marin-5 は、加熱チャンバーと脱溶媒システムの組み合わせで構成された新しい導入系である。

2. 実験

2.1. 試料調製

市販の標準液を適宜、希釈して、Co, Cr, Cu, Fe, Niの5元素が 1, 5, 10 µg/L含有する標準溶液を調製し、それをICP測定用溶液とした。

2.2. 装置及び測定条件

ULTIMA2(ICP-OES)測定条件

出力	1000W
プラズマガス	12L/min
シースガス	0.2L/min
補助ガス	0L/min
回折格子	2400 G/mm(2次光) 110 ~ 310nm, 2400 G/mm(1次光) 310 ~ 800nm
分光器	100cm
観測方向	ラジアル
RF 発振周波数	40.68MHz
ポンプ回転数	20 回転/min(サンプル送液ライン、廃液ライン)
導入系	Marin5 (エンハンスドネブライザーシステム)

Marin5 測定条件

ネブライザー	Glass concentric nebulizer (MicroMist)
ネブライザーガス	0.8L/min (2.5bar)
サンプル導入量	0.5mL/min
ヒーター温度	140
クーラー温度	3 (ペルチェ冷却)



図 1 Marin-5

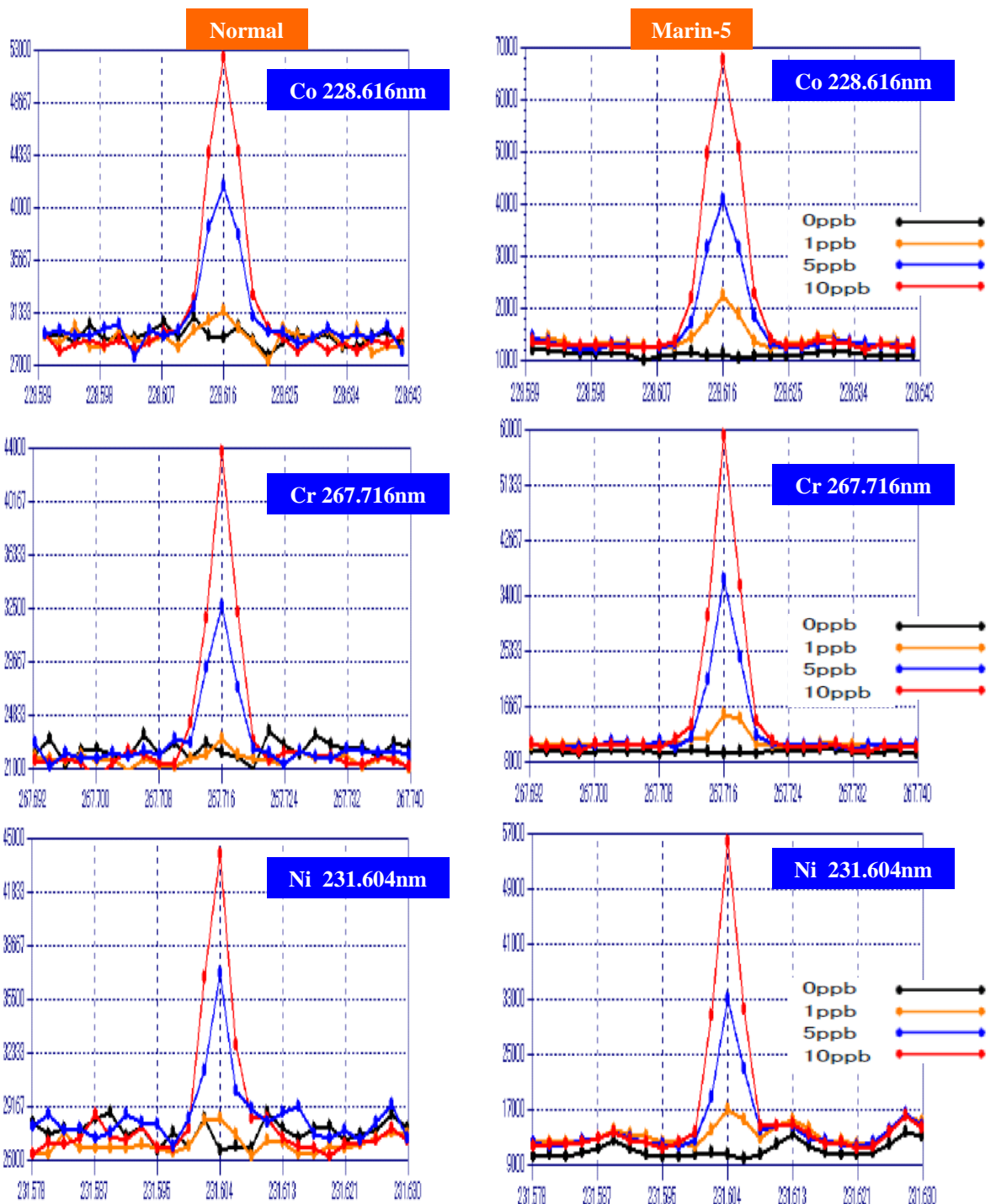
エンハンスドネブライザーを用いた高感度分析

Application Flash

結果と考察

ICP測定用溶液 1, 5, 10 μg/L含有する標準溶液とブランク液でプロファイル測定及び検量線を作成し、得られた検量線から、ブランク液を10回繰返し測定して得られた標準偏差の3倍値を検出下限値として算出した。今回、得られたCo, Cr, Feのプロファイル測定結果と通常の導入系で測定したプロファイルデータとを比較した結果を図2に示した。また、同様に検出下限値の比較結果を表1に示した。

図2 プロファイル測定結果



エンハンスドネブライザーを用いた高感度分析

Application Flash

表1 検出下限値一覧

Element (Wavelength)	Detection Limit ng/L		Normal / Marin-5
	Normal ¹⁾	Marin5 ²⁾	
Co (228.616nm)	0.28	0.17	1.6
Co (238.892nm)	0.31	0.18	1.7
Co (237.862nm)	0.58	0.51	1.2
Cr (206.149nm)	0.16	0.088	1.8
Cr (267.716nm)	0.22	0.13	1.7
Cu (224.700nm)	0.60	0.32	1.9
Cu (324.750nm)	0.28	0.20	1.4
Cu (327.396nm)	0.67	0.25	2.7
Fe (238.204nm)	0.14	0.11	1.3
Fe (239.562nm)	0.19	0.14	1.3
Fe (259.940nm)	0.11	0.067	1.7
Ni (221.647nm)	0.26	0.20	1.3
Ni (231.604nm)	0.36	0.18	1.9
Ni (232.003nm)	1.0	0.28	3.6

1) Introduction system ; Glass concentric nebulizer (Conikal) + Cycronic chamber, Uptake rate ; 1mL/min

2) Introduction system ; Glass concentric nebulizer (MicroMist) + Cycronic chamber, Uptake rate ; 0.5mL/min

プロフィール測定結果の比較から明らかなように、Marin-5を導入システムとして用いることで、通常の測定データよりも低濃度のスペクトルデータが明瞭となり、バックグラウンドノイズが減少していることが確認できた。実際に検出下限値を算出すると、試料導入量が通常の導入系と比較して半分量になっているにもかかわらず、全ての元素・波長でおよそ2倍の高感度化を達成した。