

プラズマ質量分析装置による分析方法の紹介

精密・電子・航空技術部門

工業技術総合センター精密・電子・航空技術部門では、平成30年度に地域イノベーション・エコシステム形成プログラム（文部科学省）により、極微量分析ユニットを導入しました。極微量分析ユニットは、耐フッ酸導入キットとオートサンプラーで構成され、プラズマ質量分析装置と組み合わせて使用します。依頼試験などを通して極微量分析に関する技術支援を行っていますので、その内容と方法を紹介します。

■ 装置概要

プラズマ質量分析装置は、溶液中の元素をプラズマ中でイオン化させて、10億分の1（ppb）オーダーの極微量域の定量分析をする装置です。現有機は平成27年度に導入しています。今回、極微量分析ユニットを導入したことにより、フッ酸含有試料液への対応と多数の試料を効率よく分析することが可能になりました。

固体試料でも、酸分解等で溶液化すると分析が可能です。医療用材料を液体へ浸漬させて、極微量溶出する元素の評価なども行います。

各種材料・製品の品質管理だけでなく、環境規制物質の評価（RoHS 指令、REACH 規制等）や健康・医療分野での規制規格対応など、様々な用途で元素分析を行っています。

■ 用途

◇溶液中の元素分析

金属・イオン性不純物の評価

◇難分解性材料中の微量元素分析

セラミックスやガラスなどをフッ酸で分解した液の評価

◇洗浄工程の開発

洗浄液中の元素および洗浄後の製品から溶出する元素の評価

◇医療材料からの微量溶出物質分析

銀、チタン、鉄、クロム、ニッケル他の溶出量の評価

■ 装置仕様

プラズマ質量分析装置の仕様・型式を表1に、プラズマ質量分析装置とオートサンプラーの外観を図1に示します。

表1 装置仕様

メーカー・型式	アジレント・テクノロジー(株) Agilent 7800
質量分析計	双曲線型四重極分析計
質量範囲	2~260 amu
極微量分析ユニット	○耐フッ酸導入キット PFA 製(フッ酸含有溶液対応) ○オートサンプラー 50 サンプル連続分析



(a) プラズマ質量分析装置



(b) オートサンプラー

図1 装置外観

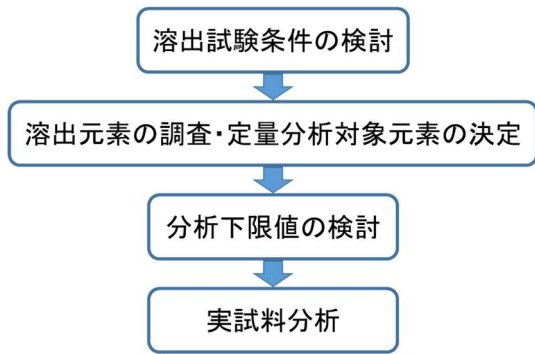


図2 分析のフロー



図3 溶出試験の様子

■ 分析方法の例

プラズマ質量分析装置は、製品・部品等から極微量溶出する物質の評価を行うケースで多く使用します。具体的には、半導体製品や医療用材料のような清浄性が要求される環境下で使用する製品から、その環境へ影響を及ぼすような元素が溶出しないことを実証するために分析を行います。製品の材質は、金属、セラミックス、樹脂のいずれも対象となり得ます。分析の流れを図2に示します。

(1) 溶出試験条件の検討

あらかじめ指定された条件がない場合は、実際に製品が使用される環境等を参考にして、浸漬する溶液の種類や濃度、温度、時間を決定します。溶出を促進する目的で、超音波等を利用することもあります。容器由来の不純物が混入するのを避けるため、図3のようにフッ素樹脂の容器や、石英ガラスのビーカーを使うこともあります。

(2) 溶出元素の調査・定量分析対象元素の決定

分析対象元素が決まっていない場合には、定性分析を行い、一定レベルで検出される元素を把握します。当センターでは、35 元素が入った混合標準液を 10 ppb となるよう希釈した液を分析して、

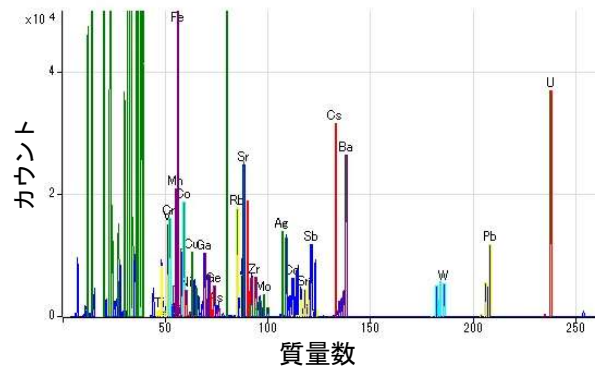


図4 10 ppb 標準液の定性分析結果

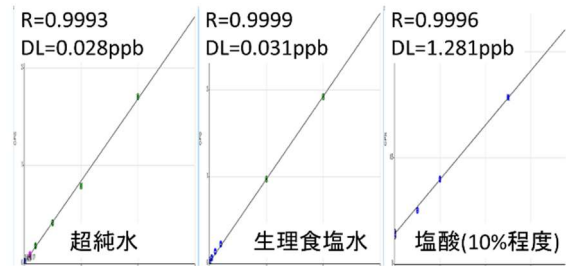


図5 異なる液性による検量線(Cr)

溶出試験液の分析結果と比較することによって、定量分析対象元素を決めています。図4に 10 ppb 標準液の定性分析結果を示します。

(3) 分析下限値の検討・実試料の分析

元素が溶出しないことを明らかにする目的で分析することが多いため、分析の下限値は重要です。図5（横軸は濃度、縦軸はカウント）のような検量線を作成して下限値を検討しますが、溶出試験液の液性によって元素の感度が変わってきます。図5でDLと表記された検出下限値が、液の条件によって異なることがわかります。一般的には、マトリクスの濃い溶液ほど検出下限値が悪くなります。

■ ご利用について

本装置は依頼試験の他に共同・受託研究などで県内企業の皆様にご利用頂けます。ご不明な点については下記の連絡先までお問い合わせください。

長野県工業技術総合センター
 精密・電子・航空技術部門
 化学部 大日方陽一
 TEL:0266-23-4053 FAX:0266-23-9081
 E-Mail seimitsushiken@pref.nagano.lg.jp