

He コリジョン型 ICP-四重極質量分析計による岩石組成の定量分析法 Quantitative Analysis of Rock Samples by ICP-Quadrupole Mass Spectrometer (QMS)

網代 卓也^{1*}; 大木 誠吾²; Chako Tchamabe Boris³; 大場 武²
AJIRO, Takuya^{1*}; OOKI, Seigo²; CHAKO TCHAMABE, Boris³; OHBA, Takeshi²

¹ 東海大学大学院理学研究科化学専攻, ² 東海大学理学部化学科, ³ 東海大学総合理工学研究科

¹Course of Chemistry, Graduate School of Science, Tokai University, ²Department of chemistry, School of Science, Tokai University, ³School of Science and Technology, Tokai University

1. はじめに

ICP-四重極質量分析計 (QMS) は、高感度かつ短時間で多元素分析を可能とするが、目的とする元素と同じ質量を有する多原子分子による干渉を受ける。例えば Ar を含む多原子イオン (ArO、ArCl など) は、Fe や As の分析を妨害する。多原子イオンを除去するために、コリジョンガスを使用する ICP-QMS が開発された。コリジョンガスは、一般的に He ガスのような不活性ガスが用いられる。コリジョンガスを用いることにより、アルゴンガスによる生成物や再結合による生成物を壊し、これまで測定が困難であった元素の分析が可能となる。本研究では、標準岩石を用いて He コリジョン型 ICP-QMS で主成分及び微量成分組成の分析が可能か検討し、実際の試料としてカメルーン火山列の火山岩の分析をした。

2. ICP-QMS

分析には、ThermoScientific 社の iCAP-Q を用いた。iCAP-Q は、1.6kW 27MHz の ICP 部で試料溶液をプラズマ化する。Ar ガスの消費量は 16L/分と比較的少ない。サンプリングコーン部は片手で工具なしで装置外に引き出すことが可能で、洗浄にかかる手間は少ない。真空系に導入されたプラズマは 90 度の曲げ角を持つイオンレンズで He コリジョンセルに導入される。イオンレンズで中性分子は効率よく排除される。He コリジョンセルは小さな QMS を構成しており、目的元素よりも低質量のイオンの大部分が排除され、多原子イオンは He 原子との衝突でエネルギーを失い排除される。コリジョンセルを通過したイオンは主たる QMS で質量分別され、アナログ及びパルス器で感知される。

3. 分析

サンプルは、産業技術総合研究所の標準岩石 (JA-2、JB-2、JB-3) 及びカメルーン・バロンペンボ火山における火山岩を使用した。まず、粉末状の試料 50mg をテフロン製分解容器に入れ、35wt% 塩酸 2mL、60wt% 過塩素酸 1mL、50wt% フッ化水素酸 0.5mL を加えた。これを Parkin Elmer 社の Multiwave3000 でマイクロ波加熱酸分解した。分解はまず、出力を 50W/min で 500W まで上昇させ、60 分間加熱した。その後、50 °C 以下になるまで冷却した。その後、飽和ホウ酸水 2.5mL 及び超純水 2.5mL を加えて、280W/min で 1400W まで上昇させ、20 分間加熱した。加熱終了後、50 °C 以下に冷却した。分解後の溶液は超純水で 50mL に定容した。

4. 結果と考察

標準岩石における主成分は、Si を除いてほぼ 70% 以上の収率が得られた。微量元素については、一部を除いて 70% 以上の収率が得られた。また、複数回同様の岩石を用いて測定を行なったところ、それぞれの元素の収率に顕著な違いは見られなかった。したがって、いくつかの改善の必要はあるものの iCAP Qc により Si を除いて岩石の主成分及び微量成分化学組成を分析することが可能であると判断される。カメルーンで産する火山岩を分析した結果、Nb/Y に対する Zr/TiO₂ の関係を用い、火山岩はアルカリ玄武岩に分類された。これは、カメルーン火山岩を研究した A. Marzoli ら (2000) による結果と良く一致する。

キーワード: ICP-QMS, マイクロ波分解法, 火山岩, 定量分析, カメルーン

Keywords: ICP-QMS, microwave digestion, volcanic rock, quantitative analysis, Cameroon