

# ICP-MS 法で使用する標準溶液の経時変化について ～PM<sub>2.5</sub>の無機元素成分分析～

○加藤敦雄

## 1. はじめに

愛知県環境調査センターでは、PM<sub>2.5</sub>の成分濃度として「微小粒子状物質 (PM2.5) の成分分析ガイドライン [平成 23 年 7 月/環境省]」で掲げられている無機元素のうち、ナトリウムやアルミニウム等、19 物質を測定している。

測定は、「大気中微小粒子状物質 (PM2.5) 成分測定マニュアル [平成 25 年 6 月改訂/環境省] (マニュアル)」の「無機元素の多元素同時測定法 (酸分解/ICP-MS 法)」に準拠し、実施している。

捕集した PM<sub>2.5</sub>は、酸分解から ICP-MS 分析まで、数日間連続で作業しており、分析装置の共同利用による使用制限、他の業務への従事などにより、作業可能日が限定されてしまう。

測定の効率化、作業の制約の解消を図るべく、作業工程を連続とせず、酸分解した試料溶液を一時保存し、一定量の試料を準備した後、まとめて ICP-MS 分析することを考えた。

溶液試料の保存性の知見を得るべく、混合標準溶液を用い、その濃度の経時変化を確認した。その結果について報告する。

## 2. 測定方法など

測定物質は、県で測定対象としている Na(ナトリウム)、Al(アルミニウム)、K(カリウム)、Ca(カルシウム)、Sc(スカンジウム)、Ti(チタン)、V(バナジウム)、Cr(クロム)、Mn(マンガン)、Fe(鉄)、Ni(ニッケル)、Cu(銅)、Zn(亜鉛)、As(ヒ素)、Se(セレン)、Rb(ルビジウム)、Sb(アンチモン)、La(ランタン) 及び Pb(鉛) の 19 物質とした。

市販の混合標準溶液を「希硝酸 (5+95)」で「0.1、1、10ng/mL 程度の濃度に調整した溶液 (Std0.1、1、10)」を「ポリプロピレン製容器 (PP 容器)」に入れ、密封し、室内で保存した。

PP 容器は、事前に硝酸溶液に浸した後、超純水に浸し、更に超純水で濯ぎ、使用した。

分析の際は、PP 容器ごと ICP-MS 分析装置のオートサンプラーに設置し、分析後、直ちに密封し、保存した。

このように分析と保存を繰り返し、初回分析日から 4、11、18、48 日後の濃度を確認した。

結果は「大気濃度 (ng/m<sup>3</sup>)」に換算し、初回分析日と各経過日との濃度差を算出、「『微小粒子状物質 (PM2.5) 成分分析における精度管理の目標について (平成 29 年 4 月 18 日付け環境省通知)』で示す『目標検出下限値 (下限値)』」と「各物質の濃度差」を比較した。

## 3. 結果と考察

各物質の濃度差の結果について、変動が大きい Na 及び Fe を図 1 に、その他の物質を図 2～4 に示す。

4 日後の濃度差で下限値を上回った物質は、Std0.1 で「Cr、Cu、Rb 及び La」、Std1 で「Sc、Cr、Cu、As、Se、Rb 及び Sb」、Std10 で「Sc、Ti、V、Cr、Mn、Cu、As、Se、Rb、Sb 及び La」となった。

11日後は、Std0.1で「Sc、Cr及びCu」、Std1で「Cr、Cu、Se、Sb及びLa」、Std10で「Sc、Ti、V、Cr、Mn、Cu、As、Se、Rb、Sb及びLa」が、下限値を上回った。

18日後、48日後も、多くの物質で下限値を上回っていた。

一方、全期間を通して、全Stdで下限値を下回った物質は、「Na、Al、K、Fe及びZn」であった。

溶液試料の保存に関し、濃度変動の許容基準は、マニュアル等には示されていないものの、下限値を上回らない濃度変動を担保することが必要と考える。

溶液試料の濃度変動については、PP容器からの金属の溶出、溶液の酸濃度の変化など溶液の変質による金属イオンの析出など、様々な原因が重なり発生しているものと推測している。

溶液試料を長期間保存する際は、濃度変動の低減を念頭に保管条件の検討が必要と考える。

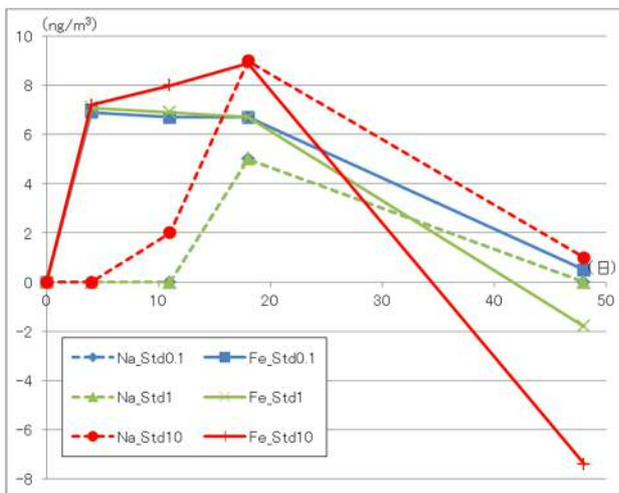


図1 Na及びFeの保存日数と濃度変動

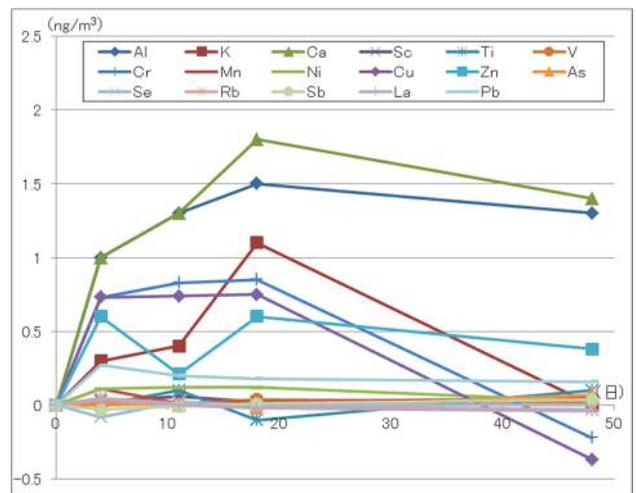


図2 Std0.1の保存日数と濃度変動

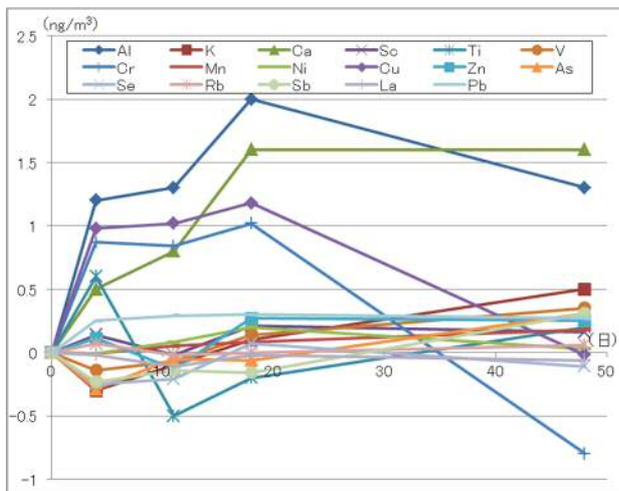


図3 Std1の保存日数と濃度変動

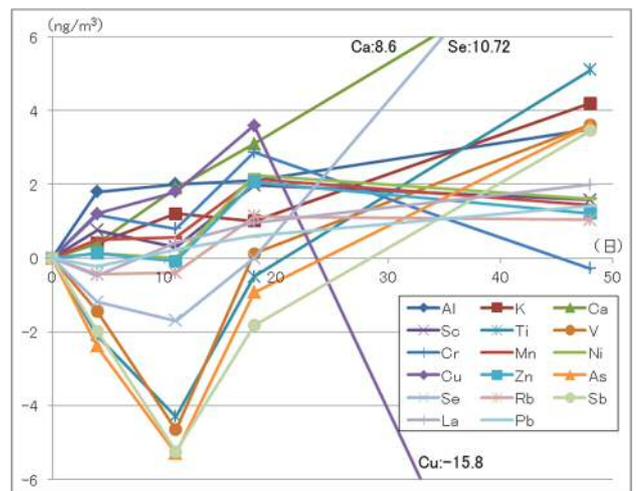


図4 Std10の保存日数と濃度変動