

## トリプル四重極型ICP-MSを用いた各種材料中の極微量金属分析

愛媛ラボラトリー 土屋 裕志・金子 奈央

### 1 はじめに

半導体関連部材や医薬品原料の製造プロセスでは、その歩留まりや性能、健康影響を含む品質の面から、極微量域の金属不純物を把握し管理することが必要とされています。また近年は、従来の各種セラミックス材料や高機能ガラス材料等の試料に対しても、その用途によっては高感度な定量分析が要求されています。極微量域の金属元素の定量には、誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS) が一般的に用いられますが、結果の解析にはスペクトル干渉を十分に考慮する必要があります。干渉の影響を避けられれば、より正確性の高い高感度分析が可能になります。近年では、この干渉を避けるために、反応セルや質量計を多重に重ねる等の改良が進んだ装置が開発され、主流になりつつあります。当社でも、最新鋭のトリプル四重極型ICP-MS (以下、ICP-QQQと略す) を導入いたしました。本稿では、その特徴、ならびに本装置を用いたリチウムイオン二次電池用電解質材料中の極微量金属分析の事例を紹介します。

### 2 ICP-QQQの特徴

ICP-QQQの特徴は、コリジョン/リアクションセルと呼ばれる反応性ガス (セルガス) を反応させる反応器を2つの四重極 (Quadrupole) Q1, Q2で挟む装置構成となっていることにあります。Q1, Q2の質量電荷比 ( $m/z$ ) の設定により、オンマスモードとマスシフトモードと呼ばれる2つの測定モードを選択でき、この2つの測定モードとセルガスの組み合わせにより、ほぼすべての元素でスペクトル干渉を除去できます。マスシフトモードでPを測定した事例を図1, 2に示します。これまでPはN, O, Hに起因する多原子イオンの干渉により、ICP-MSでは測定が困難でした。ICP-QQQでは、Q1を通過した $^{31}\text{P}^+$ を、 $^{31}\text{P}^{16}\text{O}^+$  ( $m/z = 47$ ) にマスシフトすることで、選択性が高まり、高感度に測定することが可能です。

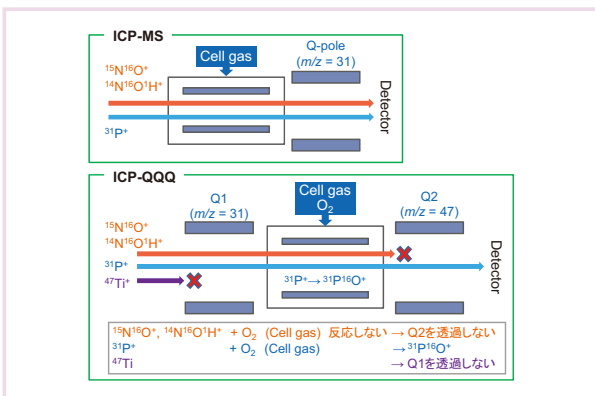


図1 P測定時の干渉除去プロセスの模式図 (酸素によるマスシフトモード)

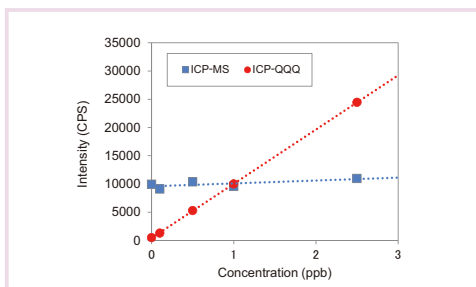


図2 ICP-QQQとICP-MSによるP測定の検量線の比較 (酸素によるマスシフトモード)

### 3 ICP-QQQを用いたリチウムイオン二次電池用電解質材料の分析事例

リチウムイオン二次電池用の固体電解質材料であるランタンジルコン酸リチウム (LLZ) 中のGdの測定事例を紹介いたします。Laを主成分とするLLZ中のGdを定量する場合、これまでのICP-MS測定では、高濃度に共存するLaによるスペクトル干渉が問題となります。La標準溶液を用いてスペクトル干渉を調査した結果を図3に示します。Gdと同じ  $m/z = 154 \sim 158$  にLaO等が検出されるため、正確で高精度な定量が困難であることがわかります。図4にICP-QQQによる、LLZサンプルとGd標準溶液のマススペクトルを示します。ICP-QQQのマスシフトモードにより、Gdをセルガス (酸素) と反応させる ( $^{157}\text{Gd}^+ \rightarrow ^{157}\text{Gd}^{16}\text{O}^+$ ) ことで、Laのスペクトル干渉 ( $^{139}\text{La}^{16}\text{O}^+$ ) を受けず、LLZ中の極微量域のGdを定量することが可能です。

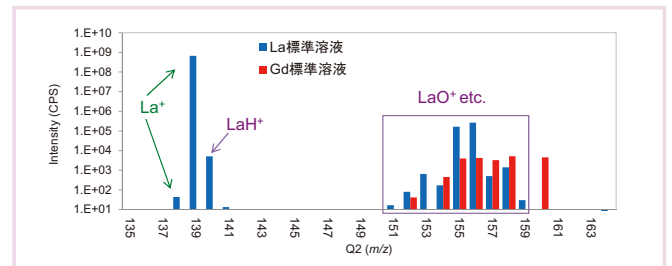


図3 ICP-MSにおけるLaに起因するスペクトル干渉の調査結果

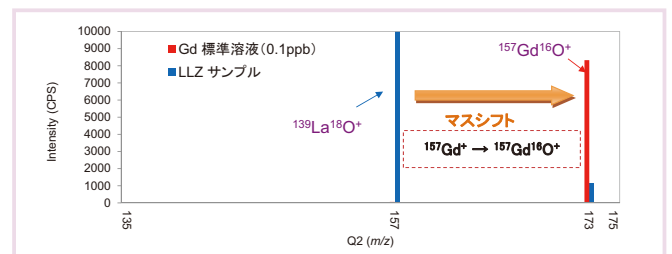


図4 LLZとGd標準溶液のICP-QQQマスシフトモードによるマススペクトル

### 4 おわりに

本稿では、LLZ中のGd測定の事例を紹介しましたが、その他の元素を定量する場合にも、高濃度に共存する元素に起因するスペクトル干渉を考慮する必要があります。共存元素の構成が複雑になるほど測定結果の解析が困難になりますが、ICP-QQQでは、スペクトル干渉の原因となるイオンの生成機構を明確化でき、信頼性の高い分析結果を得ることができます。当社の豊富な分析実績と本装置の特徴を融合し、お客様の課題解決に貢献いたします。お気軽にお問い合わせください。



土屋 裕志  
(つちや ひろし)  
愛媛ラボラトリー



金子 奈央  
(かねこ なお)  
愛媛ラボラトリー