



Agilent ICP-MS ジャーナル

2017年4月 – 第68号

本号の内容

- 2-3 HMI エアゾール希釈システム搭載の ICP-MS による無希釈海水の迅速な直接分析
- 3 オンデマンドウェビナー：ICP-MS による水質分析に関する欧州規格の改訂
- 5 GC-ICP-MS による超高感度・ハイスループットの元素スペシエーション分析
- 6 ベルギー ゲント大学における ICP-QQQ の役割、記事: ICP-MS/MS: 高性能だけにとどまらない四重極 ICP-MS
- 7 European Winter Plasma Conference 2017 でアジレントが若き科学者に助言
- 8 新機能！ ESI 社 prepFAST 用の ICP-MS MassHunter プラグイン、注目の教育用リソース: EWCPS でのアジレントのプレゼンテーションを無料提供、カンファレンス/会議/セミナー、最新の Agilent ICP-MS 関連資料

ICP-MS の可能性を広げる技術:

- サンプル導入オプション
- クロマトグラフィーの連結
- サードパーティ製周辺機器のサポート



Agilent Technologies

HMI エアロゾル希釈システム搭載の 7800 ICP-MS による海水の直接分析

Shaun Fletcher¹、Glenn Woods²

¹環境庁、英国エクセター

²アジレント・テクノロジー、英国

はじめに

英国環境庁 (EA) は、国内の自然環境を保護する責任を担っています。また、飲料水抽出や水産養殖に用いられる水源など、表流水および地下水を管理・保護することも EA の責務です。その一環として、EA では多様な水マトリックスの分析が実施されています。

EA の研究所が請け負う作業のうち、塩水および河口水中の有毒な微量金属の測定は、最も困難な分析の 1 つに数えられます。この分析は、沿岸、河口、および貝類・甲殻類の漁業で収穫された魚介類の安全性を確保するうえで重要な役割を果たします。分析を困難にしている理由は多岐にわたります。

- 溶液中の総溶解固形分 (TDS) が高く、多様である
- マトリックス由来のスペクトル干渉が生じる可能性がある
- 常に低い検出下限を達成し、同時に高いサンプルスルーットを維持する必要があります

分析対象となる元素は、Ni、Cu、Zn、Cd、Pb で、最低でもそれぞれ 0.3、0.2、0.4、0.03、0.04 µg/L を定量する必要があります。

EA スタークロス研究所ではこのアプリケーションに対し、懸濁したイミノ二酢酸塩試薬でマトリックスの排除と分析対象物の予備濃縮の 2 つの処理を行った後、ICP-MS による分析を実施するメソッドが用いられています。このメソッドにより必要な性能は得られるものの、サンプル前処理段階に高価な試薬を必要とし、多大な時間と労力がかかります。また、高度なスキルも求められます。

EA では、この分析の効率化を目標に、Agilent 7800 ICP-MS を評価しました。分析前にマトリックスの排除や予備濃縮、サンプルの希釈を行うことなく、塩水および河口水を直接分析できる堅牢で信頼性の高いメソッドを開発すること

を目指しました。しかも、これらの効率化を、データ品質や生産性を損なうことなく実現する必要がありますがありました。

実験

装置

分析には、標準の高マトリックス導入 (HMI) システムとオプションの Agilent インテグレートサンプル導入システム (ISIS 3) を搭載した Agilent 7800 ICP-MS を使用しました。サンプリングには Agilent SPS 4 オートサンブラを使用しました。

この ICP-MS には、MicroMist 同軸ネブライザ、石英製スプレーチャンバ、および内径 2.5 mm のインジェクタ付き石英製トーチからなるサンプル導入システムが標準装備されていました。また、ネブライザへの塩の蓄積を防ぐため、キャリアガスに Agilent アルゴンガス加湿装置を装着しました。内部標準およびキャリア/サンプルの両ストリームに内径 0.76 mm のチューブを用い、内部標準 (Rh、Ir) を 1:1 でオンライン添加しました。

装置の使用条件を表 1 に示します。HMI の設定は、対象サンプルで予測されるマトリックス濃度にもとづいてオートチューンしました。分析対象物 (Ni、Cu、Zn、Cd、Pb) はすべてヘリウム (He) コリジョンモードで採取しました。He モードでは、シンプルな 1 ステップのチューニングで条件設定が完了し、運動エネルギー弁別 (KED) を利用してあらゆる多原子干渉を確実に低減または排除することができます。

表 1. 7800 ICP-MS の操作パラメータ

パラメータ	値
RF 出力 (W)	1600
サンプリング深さ (mm)	10
キャリアガス (L/min)	0.68
希釈ガス (L/min)	0.27
ヘリウムセルガス (mL/min)	5.0
エネルギー弁別 (V)	5
ISIS 3 ループ容量 (µL)	300

HMI 条件 (青色でハイライトされたパラメータ) は、スタートアップ時に自動的に最適化されました。

試薬とサンプル

海水をイミノ二酢酸官能化ポリマーマイクロビーズ (CETAC 社) で錯体化し、微量元素を含まない海水を調製しました。その後、この海水を使用してキャリブレーション溶液、QC 用溶液、およびマトリックスブランク溶液を調製しました。すべての溶液の調製は、EA スターク

ロス研究所で行いました。ISIS 3 キャリア溶液には、2 % HNO₃/0.5 % HCl (UpA Merck 社) を使用しました。

新しい ICP-MS メソッドとワークフロー

新しい ICP-MS メソッドを評価するため、さまざまな海水サンプルを分析しました。7800 の HMI システムでは「エアロゾル希釈」が採用されています。この技術により、ICP-MS に対するマトリックス負荷が軽減され、海水をはじめとする高マトリックスサンプルの直接導入が可能になります。サンプルスルーットも重要な要素であることから、7800 に ISIS 3 ループ注入システムを装着しました。ISIS 3 では、一定量のサンプルが各ループに個別充填され、移送中のキャリアストリームに注入されるため、サンプル分析時間を約 1 分に短縮できます。また、測定中にサンプル導入部、プラズマ、およびインタフェースがサンプルマトリックスに曝露される時間が最小限に抑えられ、マトリックス耐性がさらに高まります。

ICP-MS を用いた塩水の分析では、多くの分析対象物の測定が幅広いマトリックス由来の多原子干渉によって妨げられる可能性があります。例えば、⁴⁴Ca¹⁶O は ⁶⁰Ni に、²³Na⁴⁰Ar は ⁶³Cu に、また ⁹⁵Mo¹⁶O は ¹¹¹Cd に干渉します。これらの多原子イオンを効果的に抑制するために、7800 には、ヘリウム (He) コリジョンモードでの動作に最適化された ORS⁴ セルが搭載されています。He モードでは、シンプルな 1 ステップのチューニングで、幅広い元素を確実に正確に定量することができます。また、メソッドがシンプルになるだけでなく、反応性の高いセルガスを用いる四重極 ICP-MS メソッドのように元素ごと、サンプルごとに条件を最適化する必要もありません。

HMI 設定および ISIS 3 プログラムなどの 7800 の動作は、Agilent ICP-MS MassHunter ソフトウェアからすべてコントロールできます。MassHunter では、シンプルな操作で一貫したオートチューニングを行える他、MassHunter メソッドウィザードによる自動メソッド設定も可能です。

結果と考察

評価では、Quasimeme のラボ間性能試験サンプル (河口および外洋)、EA の施設内 AQC、天然の外洋水および河口水サンプル、各天然サンプルの添加サンプルなど、複数の海水マトリックスをテストしました。これらの多様なサンプルマトリックスはすべて、塩分濃度にかか

わずらわしくランダムな順序で測定し (n = 4)、単一の多元素キャリブレーションをもとに定量しました。また、メソッド検出下限 (MDL) を特定するために、分析中 (n = 40) ランダムにブランク海水の測定も繰り返しました。これにより得られた内部 DL (キャリブレーションブランクの測定値の 3σ, n = 3) および外部 MDL を表 2 に示します。

表 2. DL および MDL

元素	DL (µg/L)	MDL (µg/L)
⁶⁰ Ni	0.013	0.036
⁶³ Cu	0.0096	0.055
⁶⁶ Zn	0.049	0.22
¹¹¹ Cd	0.0038	0.011
²⁰⁸ Pb	0.013	0.022

海水サンプルの分析結果

海水サンプルの分析結果を表 3 に示します。結果の平均値は、期待値または提供されている指定値に良好に一致しました。7800 による結果の平均値と EA スタークロス研究所の結果についても良好な一致が認められました。スタークロスの結果は、サンプルに対してマトリックス排除と予備濃縮を行う既存の ICP-MS メソッドにより得られたものです。7800 を用いた新しい直接分析メソッドでは、海水および河口水の添加サンプルで 5 種類の元素すべてについて優れた添加回収率が得られました。

結論

通常、ICP-MS で一般に測定可能な溶解固形分限度は 0.2 % です。HMI 搭載の Agilent 7800 ICP-MS を用いることで、その 10 倍を超えるマ

表 3. 各サンプルをランダムに 4 回繰り返し測定して得られた平均濃度 (µg/L)。該当するサンプルについては、EA スタークロス研究所の既存メソッドによる比較データも示しています。

分析対象元素		⁶⁰ Ni	⁶³ Cu	⁶⁶ Zn	¹¹¹ Cd	²⁰⁸ Pb
AQC	平均値	2.44	2.00	4.19	0.202	0.410
	期待値	2.50	2.00	4.00	0.200	0.400
Quasimeme 河口水	平均値	1.22	5.19	15.54	0.271	1.62
	*スタークロス	1.17	4.95	15.00	0.270	1.41
	指定値	1.14	4.83	14.80	0.260	1.51
Quasimeme 塩水	平均値	1.19	10.78	22.09	0.101	0.418
	*スタークロス	1.14	10.40	21.10	0.095	0.380
	指定値	1.04	10.00	20.70	0.098	0.410
塩水	平均値	1.13	0.91	2.52	0.021	0.081
添加塩水	平均値	8.21	8.09	39.01	0.732	3.64
	回収率 %	101.13	102.55	104.27	101.65	101.79
河口水	平均値	0.73	1.87	1.17	0.02	0.02
添加河口水	平均値	7.78	9.02	36.64	0.716	3.52
	回収率 %	100.66	102.13	101.33	99.56	99.82
標準溶液 4	平均値	10.20	10.21	51.29	1.03	5.08
	期待値	10.00	10.00	50.00	1.00	5.00

トリックス濃度のサンプルを直接分析することができます。また、7800 システムに ISIS 3 によるルーチン注入を組み合わせることにより、多様な塩水サンプルを大量に分析可能なルーチンメソッドが実現されます。

この構成を用いて、塩水サンプル中の超微量濃度の元素をすばやく簡単に測定できます。高度なサンプル前処理法や、複数のチューニングを伴う複雑なリアクションセルメソッドは必要ありません。また、エアロゾル相のシンプルな自動希釈により、サンプル前処理試薬由来の汚染や、溶液の希釈機器または関連するサンプルハンドリングステップに起因する誤差の可能性が低減されます。

シンプルなサンプル前処理段階と ISIS 3 ルーチン注入の優れたスルーブットにより、全体的なサンプル分析時間は大幅に短縮されます。

以上より、このメソッドが、高いサンプルスルーブットが要求されるラボ環境での海水サンプルのルーチン直接測定に適していることが実証されました。

詳細情報

Agilent アプリケーションノート

『High Throughput, Direct Analysis of Seawater using the Agilent 7800 ICP-MS with HMI for Aerosol Dilution (HMI エアロゾル希釈システム搭載の Agilent 7800 ICP-MS による海水のハイスルーブット直接分析)』(5991-7936EN) をご覧ください。

オンデマンドウェビナー： ICP-MS による水質分析 に関する欧州規格の改訂

UPDATED EUROPEAN STANDARDS FOR
WATER ANALYSIS USING ICP-MS

欧州連合では、最新の科学的エビデンスにもとづく規格によって水質が管理されています。ICP-MS による水質分析に関する欧州規格 EN ISO 17294-2:2016 は、欧州連合の加盟国 28 か国に義務付けられる一定の基準を定めたものです。2016 年の国際技術委員会 ISO/TC 147/SC 2 による審理を受け、この規格に各規制対象元素/同位体の新たな定量下限が盛り込まれました。

このウェビナーでは、ISO TC/147/SC2 水質規格のエキスパートである Patrick Thomas 博士が、水中の規制対象元素 62 種の許容限度に対する最新の改訂内容について取り上げます。今回の改訂は、飲料水、表流水、地下水、廃水、および溶出液の他、特定のサンプル前処理法を用いた水、汚泥、および堆積物の分解物などのサンプルにも影響します。認定分析機関における水質分析への改訂版標準メソッドの適用についても説明します。

また、アジレントの Jean-Pierre Lener が、ICP-MS にもとづく最新のソリューションとワークフローを紹介します。例として、表流水、地下水、および飲料水中に低濃度で存在する元素を、きわめて複雑なマトリックスであっても定量、同定することのできる ICP-MS メソッドを取り上げています。

2017 年 3 月 15 日に放映された 60 分間のウェビナーを分光分析のウェブサイトからオンデマンドでご覧いただけるようになりました。視聴するには、以下のウェブサイトの「Webcasts」タブをクリックしてください。

www.spectroscopyonline.com

GC-ICP-MS による超高感度・ハイスルーブットの元素スペシエーション分析

Eckard Jantzen, Jasmin Mingo,
 Jürgen Kuballa, Sabrina Sievers

GALAB Laboratories R&D 部門、
 ドイツ ハンブルク

GALAB は、食品、食品包装材、生理用品、工業製品、バイオ医薬品、および環境サンプル中の汚染元素および化合物を分析、評価する独立系サービスラボです。最新の分析機器を含む十分な設備を備え、幅広い標準分析メソッドおよびアプリケーションに応じたカスタムメソッドを用いて高品質のデータを顧客に提供しています。当社の分析データベースには、5000 種類以上の物質と 1000 を超える分析メソッドが登録されています。この他、製品の品質と安全性を確保するために、顧客に代わって新たなメソッドを絶えず開発しています。

有機スズ化合物のスペシエーション

有機金属種には、自然環境で発生するものもあれば、人間活動の結果として存在するものもあります [1]。通常、有機金属化合物は、同じ元素の無機化合物よりも高いバイオアベイラビリティと毒性を持っています。特に、トリブチルスズ (TBT) やトリフェニルスズ (TPhT) などの有機スズ化合物 (OTC) はその傾向が顕著です。三置換 OTC は、農薬、防汚塗料、および木材防腐剤の殺生物剤として、また材料保護の目的で、さまざまな分野で使用されています。モノアルキルおよびジアルキルスズ化合物は、包装材、塗料、ホイル、および多様なパイプの PVC 安定剤として広く利用されています [2]。TBT および TPhT はどちらも内分泌攪乱物質として知られており、50 年以上にわたって環境を汚染してきました [3]。有機体に対する OTC の生物学的影響は、Sn(IV) カチオンに結合する有機基の性質および数によって決まり、その毒性は、TBT をはじめとする三置換化合物で最も高くなります [4]。

現在、環境規制はますます厳格化の傾向にあり、潜在的な汚染物質に対する取り締まりが強化されています。規制の枠組みに対する実際の変更または今後予測される変更により、より高感度かつ堅牢な分析手順が必要とされています。この記事では、さまざまなマトリクス中の有機金属種を検出するための高感度、ハイスルーブットの分析法を紹介します。

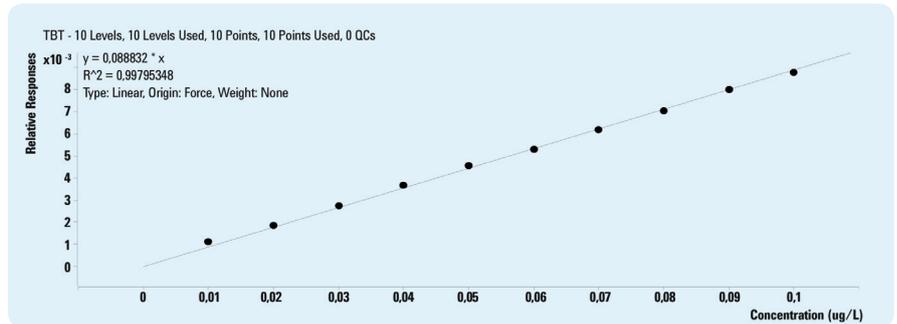


図 1. トリブチルスズ 0~100 ng/L (ppt) の検量線

現在、多くのラボでは、有機金属化合物の検出に GC/MSD、GC-FPD、または GC-AED が使用されています。ところが、これらのどの分析法も、厳格化が進む環境要件を満たすために必要な感度、安定性、または堅牢性を備えていません。GC-ICP-MS と適切なサンプル前処理法を用いれば、超高感度、ハイスルーブットの元素スペシエーション分析 (UHTESA) が可能になります [5]。

実験

試薬とサンプル

分析グレードの試薬を Merck 社 (ドイツ) から購入し、精製せずにそのまま使用しました。有機スズの単一化合物および混合標準物質は、Campro Scientific 社 (ドイツ) から入手しました。また、テトラエチルホウ酸ナトリウムは、Synthese Nord 社 (ドイツ) のものを使用しました。

装置

分析には、Agilent 7890 GC と Agilent 7900 ICP-MS を Agilent GC-ICP-MS インタフェース (G3158D) で接続したシステムを使用しました。GC には、Agilent J&W DB-5ms ウルトライナートカラムを装着しました。ICP-MS には、白金製のインタフェースコーンを装着しました。

表 1. GC-ICP-MS の操作パラメータ

パラメータ	値
RF 出力 (W)	1100
注入口温度 (°C)	280
ヘリウムキャリアガス流量 (mL/min)	19.6
注入量 (µL)	1

表 2. GC 温度プログラム

開始温度 (°C)	50
加熱速度 (°C/min)	40
最高温度 (°C)	320
保持時間 (分)	3

GC で有機金属種を正確に測定するためには、適切なサンプル前処理 (抽出および誘導体化) により、金属種を過アルキル化された非極性誘導体に変換することが不可欠です。サンプル前処理手順の詳細については、参考文献 [1] をご覧ください。

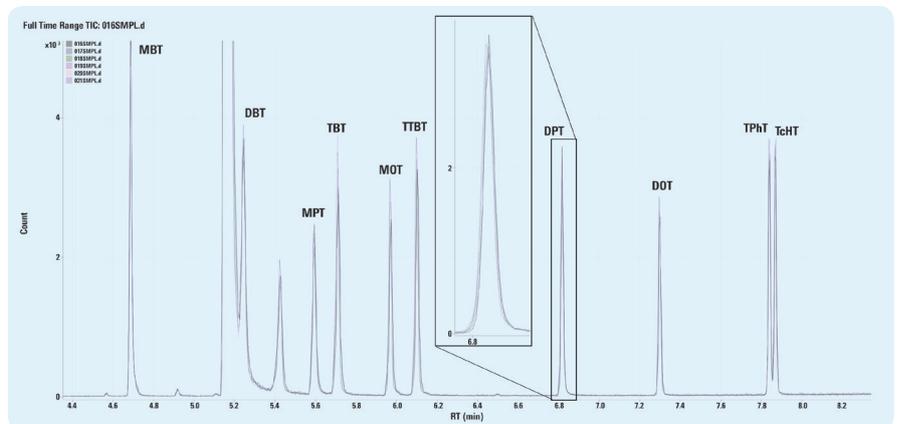


図 2. 有機スズ 10 種を含む標準溶液 1.0µg/L (ppb) を 6 回注入して得られた結果

結果と考察

キャリブレーション

TBT 標準溶液中の Sn を測定して検量線を作成しました。その結果を図 1 に示します。DIN 32645 で定義されているメソッドに従い、TBT について得られた結果から計算した検出下限 (LOD) と定量下限 (LOQ) は、それぞれ 2 ng/L (ppt) および 7 ng/L でした。

有機スズ 10 種を含む標準溶液 1.0 µg/L を 6 回注入して測定したところ、図 2 に示すように高精度の結果が得られました。

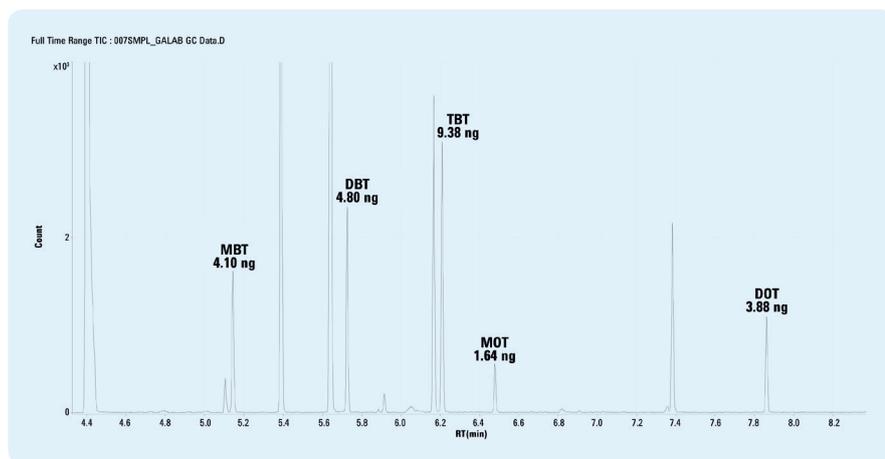


図 3. 堆積物サンプルの GC-ICP-MS クロマトグラム。浸出水の汚染による OTC が示されています。

表 3. さまざまなサンプル中の OTC の濃度

OTC	RT (分)	サンプルおよび濃度				
		飲料水 (ng/L)	表流水 (ng/L)	堆積物 (µg/kg)	魚 (µg/kg)	PVC 製玩具 (µg/kg)
モノブチルスズ (MBT)	5.13	0.07	1.66	4.1	0.35	14.01
ジブチルスズ (DBT)	5.71	0.06	0.75	4.8	0.71	55.04
モノフェニルスズ (MPT)	6.03	< 0.01	0.16	< 0.1	< 0.01	< 1
トリブチルスズ (TBT)	6.22	< 0.01	1.05	9.38	0.05	3.16
モノオクチルスズ (MOT)	6.49	0.01	0.15	1.64	0.04	< 1
テトラブチルスズ (TTBT)	6.53	< 0.01	< 0.01	< 0.1	< 0.01	< 1
ジオクチルスズ (DOT)	7.74	< 0.01	0.015	3.88	0.01	< 1
トリフェニルスズ (TPhT)	8.31	< 0.01	0.07	< 0.1	0.07	< 1
トリシクロヘキシルスズ (TcHT)	8.35	< 0.01	< 0.01	< 0.1	< 0.01	< 1

内部標準: トリプロピルスズ (TPT)、テトラプロピルスズ (TTPT)、モノヘプチルスズ (MHT)、およびジヘプチルスズ (DHT)

実際のサンプルの分析結果

開始温度で 1 分間保持するようメソッドをわずかに変更し、複数の種類のサンプルに含まれる OTC のルーチン分析を実施しました。図 3 は、堆積物中に存在するスズ種のクロマトグラムです。また、表 3 の結果は、飲料水、表流水、堆積物、魚、および PVC 製玩具サンプル中のスズ種の分布を示しています。

表流水の監視指令

2000 年に欧州議会および理事会指令 2000/60/EC が採択されました。この EU 水枠組み指令により、水政策分野における欧州共同体の活動目標が設定され、水質汚染の低減に向けた戦略が策定されました。この戦略の一環として、欧州連合レベルで水域環境に対して、またはそれを介して重大なリスクをおよぼす物質のうち、優先的に取り組むべき物質が特定されています。決定 No 2455/2001/EC では、EU レベルでの優先取り組み物質群として物質 33 種のリストが定められ、指令 2000/60/EC の Annex X に盛り込まれました [6]。また、指令 2013/39/EU では、表流水中のトリブチルスズの年間平均含有量が 0.2 ng/L に規定されています。

結論

GC-ICP-MS メソッドは、優れた堅牢性、再現性、感度を備えています。表流水の監視に関するドイツ WRRL (2013/39/EU) 枠組み指令でトリブチルスズについて定められた 0.2 ng/L という低い規定濃度を含め、現行の法令の要件を満たしています。

このメソッドは、多様なサンプルマトリックスに幅広く適していますが、依然としてサンプル前処理手順が大きな課題となっています。

現在、GALAB のラボでは、日常的に GC-ICP-MS を使用して毎月 300 ~ 400 サンプル中の OTC を測定しています。一般的なサンプルとして食品、乳幼児食、動物用飼料、飲料、一般消費財の他、さまざまな種類の環境サンプルも扱っています。

参考文献

1. E H E Jantzen et al. Fresenius J Anal Chem (1995) 353, 28–33
2. R Airaksinen et al. Environ Research (2010) 110, 544–547
3. A. Prange, E. Jantzen, J Anal At Spectrom (1995) 10, 105–109
4. J B Graceli et al. Reproductive Toxicology (2013) 36, 40–52
5. E H E Jantzen et. al. J. of Chrom. A (2017), in press.
6. Directive 2013/39/EU of the European Parliament and of the Council, <http://eur-lex.europa.eu/homepage.html>

ゲント大学における ICP-QQQ の役割

Lieve Balcaen 博士
ゲント大学、ベルギー

ベルギー ゲント大学の原子分光・質量分析 (A&MS) グループは、ICP-MS による金属および有機金属の測定、スペシエーション、および同位体比分析メソッドの開発を専門とし、複数の分野にまたがる分析上の課題の解決に取り組んでいます。

1987 年に最初の ICP-MS が納入されて以来、A&MS 研究部門は、ICP-MS、メソッド、およびアプリケーションの権威として国際的な評価を築いてきました。

Frank Vanhaecke 教授が指揮する部門には、二重収束型高分解能機器、二重収束型マルチコレクタ ICP-MS、そして 2013 年に導入された Agilent 8800 トリプル四重極 ICP-MS が装備されています。

フッ化メチルリアクションセルガス

先日行われた Vanhaecke 教授によるウェビナーにおいて、フッ化メチル (10 % CH₃F と 90 % He の混合ガス) を非常に汎用性の高いコリジョンリアクションセル (CRC) ガスとして ICP-MS/MS で用いることで得られた素晴らしい結果が例として紹介されました。

その 1 つが、マスシフトメソッドによる環境サンプル中のヒ素およびセレンの測定です。通常、塩素を含むサンプルでは、多原子イオン ArCl⁺ および CaCl⁺ が *m/z* 75 でヒ素の同位体 ⁷⁵As のスペクトルにのみオーバーラップします。この問題は、フッ化メチルセルガスを用いることで解決できます。As⁺ イオンはこのセルガスと反応して *m/z* 89 の AsCH₂⁺ プロダクトイオンを形成しますが、ArCl⁺ および CaCl⁺ は反応せず、*m/z* 75 のままになります。その結果、オーバーラップする多原子イオンから As を分離し、1 ng/L (ppt) 未満の検出下限が得られます。また、MS/MS モードで Q1 を *m/z* 75 に設定すれば、*m/z* 89 で AsCH₂⁺ プロダクトイオンにオーバーラップする可能性のある化合物もすべて排除できます。

分析上有益なセレンのあらゆる同位体も、ArCl⁺、CaCl⁺、ArAr⁺、ArCa⁺、CaCa⁺ などの多原子イオンによるスペクトル干渉を受ける可能性があります。この場合も、CRC 内で CH₃F が

Se⁺ イオンと選択的に反応し、オーバーラップする多原子イオンから Se がシフトします。このアプローチにより、Se を 10 ng/L (ppt) 未満の検出下限で測定できるようになります。

7 種類の認証標準物質 (CRM) 中の As の分析により得られた代表的な測定結果を表 1 に示します。どの CRM についても、測定値と認証値が良好に一致しています。Se (⁷⁷Se、⁷⁸Se、および ⁸⁰Se) に関する同様のデータは、ウェビナーの要約記事でご覧いただけます。

表 1. ICP-MS/MS による CRM 中の As の測定結果

参照物質	測定値 (ug/g)	認証値 (ug/g)
NIST SRM 1575 松葉	0.24 ± 0.01	0.21 ± 0.04
NBS SRM 1573 トマト葉	0.31 ± 0.01	0.27 ± 0.05
NIST SRM 1568a 米粉	0.28 ± 0.01	0.29 ± 0.03
BCR CRM 526 マグロ組織	4.95 ± 0.07	4.80 ± 0.30
NRC DORM-4 魚タンパク質	6.69 ± 0.06	6.80 ± 0.64
BCR CRM 414 ブランクトン	6.90 ± 0.13	6.82 ± 0.28
NIST SRM 1646 河口堆積物	10.59 ± 0.28	11.60 ± 1.30

A&MS グループでは、レーザーアブレーション (LA)-ICP-QQQ によるストロンチウム 87/86 同位体比分析にも CH₃F セルガスを使用しました。⁸⁷Sr/⁸⁶Sr 比は、食品や魚だしなどの原産地の特定、考古学および法医学サンプルの分析、Rb/Sr 比による岩石の年代測定に役立ちます。

この場合、Sr-87 に対する Rb-87 の同重体干渉を解決することが課題となります。これは、高分解能 ICP-MS でさえ不可能です。

ICP-QQQ と CH₃F セルガスを用いると、Sr 86 および 87 イオンが反応し、それぞれ *m/z* 105 および 106 の SrF⁺ プロダクトイオンを形成します。一方、Rb⁺ イオンは CH₃F と同じように反応しないため、⁸⁷Sr に対する ⁸⁷Rb の同重体オーバーラップが解消され、⁸⁷Sr/⁸⁶Sr 比を正確に測定することができます。NIST SRM 610 ガラスでキャリブレーションを行った LA-ICP-QQQ メソッドを使用して、ルビジウムの相対濃度を増加させながら参照物質を分析しました。Sr 同位体比の測定結果は、Rb 濃度が最も高いサンプルでも参照値と良好に一致しました。概して、Sr の IR 測定精度は 0.05 % RSD 以下でした。

記事: ICP-MS/MS: 高性能だけにとどまらない四重極 ICP-MS

先日放映されたゲント大学 Frank Vanhaecke 教授によるウェビナー「ICP-MS/MS: 高性能だけにとどまらない四重極 ICP-MS」(ICP-MS/MS: Much More Than Just a High Performance Quadrupole ICP-MS) の補足として分光分析グループにより執筆された 6 ページに渡る要約記事が、2017 年 1 月 5 日に無料公開されました。

An Executive Summary
ICP-MS/MS: Much More Than Just a High-Performance Quadrupole ICP-MS

A discussion of the methodology and application of MS/MS to extend the range of analysis beyond what is possible using quadrupole ICP-MS.

Introduction
Since the commercialization of inductively coupled plasma (ICP) mass spectrometry (MS) instruments in the 1970s, spectral interferences have been one of the major issues that limit performance. To overcome spectral overlap, increasingly powerful and versatile techniques have been developed, including collision/reaction cells. In 2012, ICP-standalone mass spectrometry (ICP-MS/MS) was first introduced. In contrast to traditional quadrupole-based ICP-MS (ICP-QMS) systems equipped with a collision/reaction cell, ICP-MS/MS is characterized by the presence of two quadrupoles with a collision/reaction cell in between. The first quadrupole provides mass selection prior to the cell, which gives better control over the quadrupole reactions taking place in the cell. This arrangement also introduces a new way of dealing with interferences by allowing access to complex reaction product ions at high mass-to-charge ratios (*m/z*) that would be subject to overlap in ICP-QMS. In general, ICP-MS/MS facilitates the method development process and improves detection limits, allowing the determination of previously difficult elements and delivering more accurate results for complex samples. In this manuscript, a variety of applications will be discussed that illustrate the strength of ICP-MS/MS methodology.

ICP-MS
Over the years, ICP-MS has evolved from a delicate research tool into an established technique for trace element analysis, with thousands of instruments in use worldwide. Its success is a result of excellent collection limits, multi-element capabilities, a wide linear dynamic range, and high sample throughput. A further benefit of mass spectrometry is that it allows users to obtain isotopic information on the analyte elements. ICP-MS can also be easily combined with alternative sample-introduction systems and chromatographic separation techniques. One drawback, however, is the spectral interferences that can occur when an isotopic, polyatomic, or doubly charged ion appears at the same nominal mass as the analyte ion. These spectral interferences are a result of the quadrupole mass filter's relatively low mass resolution, which can only distinguish ions that differ in mass by at least half a mass unit. This is insufficient to separate isotopic overlaps of different elements that occur at the same nominal mass and most polyatomic overlaps due to the presence of combination ions that occur at the same nominal mass as the analyte ion.

SPONSORED BY
Agilent Technologies Spectroscopy

この文書では、スペクトル干渉の克服に向けた ICP-MS アプローチの進化から、2012 年に発売された初のタンデム ICP-MS (ICP-MS/MS) まで、ICP-MS の歩みを簡単に説明しています。また、この分析法の原理を解説し、以下を含む多様なアプリケーションにおける ICP-MS/MS の利点を示す例を掲載しています。

- 生体物質中の Ti など超微量金属の測定
- 環境サンプル中の As および Se の測定
- レーザーアブレーション ICP-QQQ によるストロンチウムの同位体比分析

この要約は、次のウェブサイトでご覧いただけます。<http://www.spectroscopyonline.com/icp-msms-much-more-just-high-performance-single-quadrupole-icp-ms>

また、ウェビナーは、www.spectroscopyonline.com で「Webcasts」タブをクリックすることにより視聴いただけます。

European Winter Plasma Conference 2017 でアジレントが若き科学者に助言

Isabel Cuesta

アジレント・テクノロジー、スペイン

隔年の European Winter Conference on Plasma Spectrochemistry (EWPCS) が 2 月にオーストリアアルプスで開催され、世界 40 国から約 500 名の参加者が集いました。

5 日間に渡るカンファレンスは、プラズマ分光化学分野最大の会議であり、幅広い分野の科学者がアイデアを共有するため一同に会します。今年の科学プログラムでは、非常に有意義な講演が 160 件以上行われ、190 件を超えるポスターが発表されました。展示および交流エリアでは、活発な意見交換が続きました。

アジレントの展示ブースでは、多くの訪問者を迎えることができました。横断幕「**Over 30 years enabling technologies for emerging talents**」(30 年に渡る実現技術、新たな才能のために)の下、アジレントは 2 つの重要なテーマを掲げました。1 つは、以下のような近年の進歩を中心に、1987 年以來続く ICP-MS の重要な発展への多くの貢献を再確認することです。

- 2012 年に初の ICP-QQQ が発売されて以来積み重ねてきた ICP-QQQ 技術における比類のない専門知識
- 複雑化する分析上の課題の解決に向けたアジレントの姿勢を裏付ける 2016 年発売の第 2 世代 8900 ICP-QQQ

そして、同じように重要なのは、これから原子分光分析のキャリアをスタートさせる若き科学者たちの支援にアジレントが力を注いでいることです。アジレントのキャリアテーブルイベントでは、アジレントの 4 名の分光分析学者 Jenny Nelson、Nahid Chalyavi、Sebastien Sannac、および Alain Desprez が若き研究者と一対一で話す機会を設けました。この対話を通して、各自が仕事で得た経験と、アジレントをはじめとするトップ企業で働く機会について、有益な情報が伝えられました。

blog.indeed.com/2016/05/05/fortune-500-top-companies-to-work-for/



Plasma Award 受賞者の Joanna Szpunar 氏とアジレントの大滝小百合

討論会には原子分光分析部門の欧州ビジネスマネージャである Jerome Darrouzes も加わり、自身の経験と、この業界でキャリアを積んでいくうえでのアドバイスを伝えました。

アジレントの科学イベント

アジレントのランチセミナー / 討論フォーラムは 178 名を超える登録者を迎え、大盛況でした。このイベントでは、Agilent ICP-QQQ 技術をもとに原子分光分析の才能ある 5 名の人材が生み出した画期的なメソッドとワークフローが焦点となりました。アントワープ大学の Lieve Balcaen 氏およびアジレントの Glenn Woods が司会を務め、英国アバディーン大学 TESLA の Nor Laili Azua Jamari 氏、オーストリア グラーツ大学の Simone Bräuer 氏、英国 LGC 社の Raquel Larios 氏、スペイン オビエド大学の Diego Bouzas Ramos 氏、および日本 アジレントの杉山尚樹が、地球化学、環境、および食品アプリケーションからナノ粒子およびライフサイエンス研究まで、多様な研究分野におけるそれぞれの経験を話しました。

ICP-MS 技術の理解を促進するため、アジレントの Glenn Woods と杉山尚樹が、短時間の教育コース「Understanding Mechanisms of ICP-MS/MS for Resolving Polyatomic, Isobaric, and Other Spectral Interferences」(多原子、同重体、その他スペクトル干渉を解決する ICP-MS/MS のメカニズムの理解)を開催しました。このセッションでは、ICP-QQQ (タンデム質量分析) の基礎と、問題となるスペクトル干渉を解決するうえでの MS/MS の利点について説明しました。

分析の傾向

EWPCS 2015 と比較すると、Agilent ICP-QQQ を使用したポスター発表件数が大幅に増加していました。これは、科学コミュニティにとってこの技術がいかに重要かを反映しています。過去数回の EWPCS カンファレンスを振り返ると、Agilent ICP-MS および ICP-OES/MP-AES 技術を

引用したポスターの件数は増え続けています。今回のカンファレンスでは、アジレントの技術を使用したポスター発表者は他のどのメーカーよりも多く、全体の 37% を占めていました。また、アジレントのスタッフは 22 件のポスターを発表し、4 件の講演を行いました。詳細については、8 ページをご覧ください。

アジレント交流イベント

大きな期待を呼んだアジレントのイブニングイベントは印象深いものとなりました。出席者は、田園情緒あふれるスキークテージでチロルの伝統料理を楽しみながら、生演奏とマジックショーに興じました。約 200 名が会場までスノーシューを履いて徒歩で、または雪上車で移動しました。交友を築き、旧交を温め、経験を共有し、また楽しい時間を過ごす最高の機会となりました。

プラズマ分光化学賞を授与

Research Council of France (CNRS) (フランス) の Joanna Szpunar 氏に荣誉ある European Award for Plasma Spectrochemistry が贈られました。2002 年の創設以来、この賞のスポンサーとなってきたアジレントの ICP-MS マーケティング部門マネージャの大滝小百合が、今回で連続 8 回目となる賞の授与を行いました。



また、初の European Rising Star Award for Plasma Spectrochemistry はドイツ Helmholtz-Zentrum Geesthacht の Johanna Irrgeher 氏に授与されました。どちらの賞も、欧州におけるプラズマ分光化学の発展と活用の促進を目的としています。

これらの賞のスポンサーシップは、科学者のキャリアのあらゆる段階でプラズマ分光化学における質の高い研究および革新を継続的に支援するアジレントの精力的な姿勢の現れでもあります。

次回 WPC は 2018 年にフロリダで、また EWPCS 2019 はフランスのポーで開催が予定されています。

新機能！ ESI 社 prepFAST 用の ICP-MS MassHunter プラグイン

Steve Wilbur アジレント・テクノロジー、米国

Agilent ICP-MS をご利用のお客様は、Elemental Scientific (ESI) 社の prepFAST 全自動希釈システムを使用することで、環境、医薬品、その他分野のサンプルのルーチン元素分析がシンプルになります。

prepFAST は ESI 社の FAST オートサンプラにもとづき、シリンジによる精密かつ正確な希釈技術が活かされています。以下の特長があります。

- 離散サンプリングによりサンプル分析時間を約 1 分未満に短縮
- オートサンプラのラックにセットされた単一の原液から複数の標準溶液をリアルタイムに自動調製
- 指示にもとづく自動希釈: メソッドバッチファイルで事前に指定した各サンプルの希釈係数に従って prepFAST がオートサンプラからサンプルを直接希釈
- インテリジェントな自動希釈: 範囲外の分析対象物および内部標準に対して指定した QC 限度に従って MassHunter が範囲外のサンプルに必要な希釈係数を計算し、prepFAST がその計算値にもとづいて再分析前にサンプルを希釈
- prepFAST M5 での精密シリンジによるロードが少量のサンプルや粘度の高いサンプルの希釈を可能に
- TuneSelect バルブでの自動チューニングにより、オペレータの介入なしに ICP-MS のチューニングと最適化を実現

prepFAST の操作およびコントロールが Agilent ICP-MS MassHunter ソフトウェアにシームレスに統合されます。MassHunter 4.3 用の ESI ソフトウェアプラグインにより、prepFAST の全機能を MassHunter Batch ソフトウェアから操作し、自動キャリブレーションおよび自動希釈機能をメソッドの一部として扱えるようになります。

www.icpms.com/products/prepfast.php

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2017
Printed in Japan, March 30, 2017
5991-7900JAJP

注目の教育用リソース: EWCPS 2017 でのアジレントの プレゼンテーションを無料提供 (英語)

- **Technical Course:** Understanding mechanisms of ICP-MS/MS for resolving polyatomic, isobaric, and other spectral interferences.
Scientific poster title
- Investigation of the potential of the ICP-QQQ for the quantification of metals in organic solvents and LC-ICP-QQQ for separation of metal complexes by GPC
- Analysis of Platinum Group Elements (PGEs) in road dust using the Agilent 8900 Triple Quadrupole ICP-MS in MS/MS mode
- Accurate determination of Eu, and Sm in ultra-pure barium carbonate materials by ICP-QQQ
- Analysis of radioactive iodine-129 by ICP-QQQ using MS/MS mode and a new octopole reaction cell with axial acceleration
- Determination of ultra-trace level impurities in high-purity metal samples by ICP-QQQ
- Practical benefits of abundance sensitivity using ICP-QQQ
- Multi-element analysis of petroleum crude oils using an Agilent 7900 ICP-MS
- Alternative sample preparation and analysis approach for ICH/USP controlled metals by ICP-MS
- Direct, rapid analysis of undiluted seawater using ICP-MS with an aerosol dilution system
- Current trends, analytical workflows and a case study in extractables and leachables analysis, combining LC/MS, GC/MS and ICP-MS data analysis
- Evaluation of sample preparation methods for elemental profiling of wine by ICP-MS: comparison of direct dilution microwave digestion and filtration
- Elemental differences in single vineyard Pinot noir wines from six neighborhoods within one wine region
- Elemental profiles of whiskies allow differentiation by type and region by inductively coupled plasma – optical emission spectroscopy (ICP-OES)
- Fundamental studies of a nitrogen microwave plasma for analytical emission spectrometry
- Ultra-high speed analysis of soil extracts using an advanced valve system installed on an Agilent 5110 SVDV ICP-OES
- Improved productivity for the determination of metals in oil samples using the Agilent 5110 Radial View (RV) ICP-OES with advanced valve system
- Routine analysis of total arsenic in Californian wines using the Agilent 4200/4210 MP-AES
- Direct determination of Al, B, Co, Cr, Mo, Ti, V and Zr in HF acid-digested nickel alloy using the Agilent 4210 MP-AES

技術コースおよびポスターは、以下のウェブサイトからダウンロードいただけます。(英語)

www.agilent.com/en-us/promotions/did-you-miss-ewcps-2017

カンファレンス/会議/セミナー

インターフェックス、6月28～30日、日本 東京、www.interphex.jp/en/

微量元素の生物地球化学に関する国際会議、7月16～20日、スイス チューリッヒ、<http://icobte2017.ch/>

Goldschmidt 2017、8月13～18日、フランス パリ、<https://goldschmidt.info/2017/>

第6回 International Symposium on Metallomics、8月14～17日、オーストリア ウィーン、www.metallo-mics2017.at/

JASIS、9月6～8日、日本 幕張メッセ www.jasis.jp/en/

Agilent ICP-MS 関連資料

- **アプリケーションノート:** Multi-Element Analysis of Petroleum Crude Oils using an Agilent 7900 ICP-MS (Agilent 7900 ICP-MS による原油の多元素分析)、[5991-7826EN](#)
- **アプリケーションノート:** High throughput, Direct Analysis of Seawater using the Agilent 7800 ICP-MS with HMI for Aerosol Dilution (HMI エアロゾル希釈システム搭載の Agilent 7800 ICP-MS による海水のハイスループット直接分析)、[5991-7936EN](#)

Agilent ICP-MS ジャーナル編集者

Karen Morton、アジレント・テクノロジー
Eメール: icpms@agilent.com



Agilent Technologies