

高度なサンプル導入ツールを用いた ICP-MS による土壌および堆積物の分析

Agilent Mira Mistネブライザとインライン粒子フィルタによる
サンプル前処理の簡略化



著者

Tetsuo Kubota
Agilent Technologies, Inc.

概要

土壌および堆積物中の無機元素のモニタリングには、ICP-MS が広く使用されています。その際、バリデーション済みフレームワークである米国 EPA 6020B などの確立されたメソッドを用いることで、環境サンプルの正確な多元素分析が可能です¹。EPA 6020B の要件に適合した Agilent 9500 トリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) の卓越した性能は、別の研究ですでに実証されています²。この装置には、プラズマの安定性と堅牢性を高める超高マトリックス導入 (UHMI) システムが搭載されていますが、さらにアドバンスドヘリウムモード (AHM) とエアセルモードを採用することにより、セルガスを用いた従来の手法より低い検出下限 (LOD) が得られます^{3, 4}。

これらの2つのコリジョンリアクションセル（CRC）動作モードはAgilentデュアルセルシステム（DCS）により実現されます。DCSはアジレント独自のCRCであり、AHMおよびエアセルモードでの動作時に以下の性能上の利点がもたらされます。

- AHM
 - この革新的なHeベースのガスコリジョンセルモードにより、低質量数の分析成分に対する感度が大幅に向上します。同時に、全質量範囲にわたる堅牢な干渉除去が可能です。
 - この単一のガスモードがノーガスモード、従来のHeモード、および高エネルギー（HE）Heモードの代わりとして機能し、複数のモードを扱う必要がなくなります。
- エアセルモード
 - エアセルモードでは、空気中の酸素（O₂）と9500 ICP-QQQに内蔵されたエアフィルタを使用してO₂と分析成分の反応を利用することで、酸素反応性元素の検出下限（DL）が向上します。
 - エアセルモードでは、Heを用いたガスメソッドでは解決が難しいM⁺⁺などの干渉イオンを効果的に排除できます⁵。
 - O₂は空気から無限に得られるため、O₂ガスボンベが不要になり、運用コストの削減とシンプルなワークフローが実現します。

多くの環境ラボでは、土壌の分析に、元のサンプルを酸分解して調製した溶液が使用されています。土壌の主な成分は二酸化ケイ素（SiO₂）であり、一般にその完全な分解にはフッ化水素酸（HF）を使用する必要があります。ただし、安全上の懸念から、多くの環境ラボではこの酸の使用が回避されています。一方、分解に硝酸（HNO₃）と塩酸（HCl）のみを使用すると、粒子が残留物として残ることがあります。これらの粒子はICP-MSのサンプル導入システムのコンポーネント、特にネブライザやAVS MSを詰まらせる可能性があるため、分解済みサンプルのろ過が必要になります。

塩の析出が生じやすい粒子や高マトリックスサンプルに伴う課題を解決するために、オプションとなる高度なサンプル導入コンポーネントがICP-MS用に開発されました。これらのコンポーネントには、サンプル流路に直接取り付け可能なインラインフィルタとネブライザがあり、どちらも詰まりにくい設計となっています。これらのアクセサリを使用すれば、サンプルのろ過ステップを軽減または排除して、ワークフローの効率を高め、詰まりに起因するダウンタイムを回避できます。

インライン粒子フィルタには120ミクロンのフィルタが含まれ、オートサンプラのプローブとサンプル導入系の間のサンプル導入チューブに簡単に挿入できます。長さ約8cmのため、サンプルラインの容量やサンプルの取り込み量、安定化時間にはほぼ影響はありません。

ICP-MS用ネブライザの中でも、Agilent Mira Mist ネブライザは、高濃度の酸や有機溶媒に対して最高レベルの耐性を備えています。そのパラレル型の設計により、高濃度の粒子や総溶解固形分（TDS）にも十分に対応でき、詰まりに対して優れた耐性を発揮します。

今回の研究では、インライン粒子フィルタとMira Mist ネブライザを装着した9500 ICP-QQQを使用して、5種類の環境認証標準物質（CRM）および実際の堆積物サンプル中の微量元素と主要元素を測定しました。また、メソッドの性能を、EPAメソッド6020Bで規定されている基準に従って評価しました。

実験方法

装置

すべての測定には、標準コンポーネントとしてニッケル（Ni）製インタフェースコーンおよび新設計のDCSセルを搭載したAgilent 9500 ICP-QQQを使用しました。9500およびDCSの設計特性と機能については、ほかのドキュメントで説明しています^{3, 4}。生産性を向上するため、9500にはオプションのAgilentアドバンスドバルブシステム（AVS MS）も装着しました。AVS MSシステムの高速ピストンポンプは、Agilent SPS 4およびSPS 6オートサンプラとシームレスに連携してサンプルを供給します。これにより、多くの環境試験ラボの運用上のニーズを満たすために必要な高いサンプルスループットが実現されます。

サンプル前処理を簡略化するため、9500にインライン粒子フィルタ（図1）とMira Mist ネブライザ（図2）を装着しました。インライン粒子フィルタは120 μmを超える粒子を除去します。また、Mira Mist ネブライザは標準のMicroMist ネブライザより大きな内径（ID）を持ちます。これらの高度なツールにより、オペレータは分析前のサンプルろ過作業から解放されます。

メソッドパラメータ（元素、主要同位体、積分時間、内部標準などの推奨リストなど）は、Agilent OpenLab ICP-MSソフトウェアで「EPA 6020B」プリセットメソッドからロードしました。これにより、分析者は新しいバッチメソッドをすばやく作成できます。

Mira Mist ネブライザ使用時の信号安定性を最適化するために、ネブライザのポンプ速度を調整し、メークアップガスを導入しました (表 1)。9500 ICP-QQQ では、メークアップガスと希釈ガスの両方を追加できるため、プラズマガスの流量を微調整して信号の %RSD を目標とする感度範囲内に最適化することが可能です。レンズパラメータは、ソフトウェアのオートチューン機能で自動設定しました。インラインフィルタの内容積は十分小さいため、取り付けでも AVS MS のサンプル導入タイミングやメソッドパラメータには影響しません。そのため、フィルタを取り付けた場合とフィルタなしの場合に同じ設定を使用しました (表 2)。

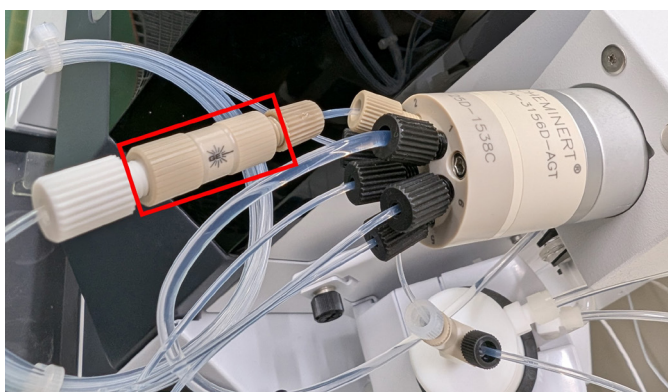


図 1. インライン粒子フィルタ



図 2. Mira Mist ネブライザ

表 1. Agilent 9500 ICP-QQQ パラメータ

	アドバンスド He モード (AHM)	エアセルモード
RF 出力 (W)	1600	
サンプリング位置 (mm)	12	
ネブライザガス (L/分)	0.93	
ネブライザポンプ (rpm)	7.0	
メークアップガス (L/min)	0.10	
希釈ガス (L/min)	0.13	
引き出し 1 (V)	-3.8	
引き出し 2 (V)	-250	
オメガバイアス	-200	
オメガレンズ	-5.0	
セルガス流量 (mL/min)	14	0.4
前段エネルギー弁別 (V)	10	-1

網掛けされたセルのパラメータは、EPA 6020 プリセットメソッドを使用するかオートチューン機能に従うことで自動的に定義されたものです。

表 2. Agilent AVS MS パラメータ

	時間 (秒)	速度 (%)
サンプル導入	11	50
安定化	18	5
プローブの洗浄	15	5
洗浄 1	6	80
洗浄 2	35	5
ループプローブ洗浄 (オプション)	10	50
ループ洗浄 (オプション)	1	50
サンプル消費量抑制オプション	3	-
サンプル間の分析時間	122	-

試薬

高純度 (EL グレード) の 2 % HNO_3 および 1 % HCl を含む溶液を関東化学社 (日本) から入手し、ブランク溶液、希釈液、および洗浄液として使用しました。多くの元素の標準溶液、スパイク、および連続較正確認 (CCV) 溶液は、アジレントの多元素環境標準液から調製しました。初期較正確認 (ICV) 溶液は、アジレントの混合多元素 ICV 標準液から調製しました。Li、Al、Mn、Zn、Sr、および Hg の標準溶液は、1000 mg/L の単元素原液 (関東化学社) を使用して調製しました。Sc、Ge、Rh、In、Tb、および Lu を含む混合内部標準 (ISTD) 溶液は、1000 mg/L の単元素原液 (関東化学社) から調製しました。

標準溶液の調製とサンプル前処理

すべての標準溶液とサンプルは、2% HNO₃ と 1% HCl の酸マトリックスで調製しました。ICP-MS 分析においてアンチモン (Sb) や水銀 (Hg) などの元素の安定性を確保するため、HCl をサンプルに添加しました。添加した塩化物マトリックスから形成される Cl 系の干渉イオンは、9500 ICP-QQQ を AHM で使用することで除去されます。

検量ブランクを含む 6 点検量線は、図 3 に示す濃度範囲で作成しました。図中の「ミネラル成分元素」は Na、Mg、Al、K、Ca、Mn、Fe、および Zn を指します。

分析中の品質管理 (QC) には、ICV 標準液と CCV 標準液を使用しました。

CRM として、水中微量元素 (NIST 1643f)、河川堆積物 A、河川堆積物 B、土壌 A、および土壌 B (高純度標準物質) を使用しました。これらの CRM はすべて分解済み溶液として供給されました。NIST 1643f は希釈せずに導入し、その他の CRM は 2% HNO₃ と 1% HCl の酸マトリックスで 10 倍に希釈しました。1 mg/L の Sc、Ge、Rh、In、Tb、および Lu を含む ISTD 溶液は、AVS MS パルプの専用の第 7 ポートからオンラインで自動添加しました。ISTD 溶液の流量はサンプル流量の約 1/15 とし、そのために内径の小さいポンプチューブを使用しました。分析シーケンスを図 3 に示します。

河川堆積物サンプルは、MARS 6 マイクロ波分解システム (CEM 社、日本) により、図 4 に示すメソッドに従って分解しました。具体的には、まず約 0.25 g のサンプルを 9 mL の HNO₃ と 3 mL の HCl で分解しました。次に、温度を 25 分間で 180 °C まで上げ、5 分間保持しました。その後、温度を 25 分間で 50 °C まで下げて 15 分間保持し、沈殿したフッ化物をすべて溶解しました。

2 段階の分解に続き、分解液に超純水 (UPW) を加えて 200 mL にしました。最終的な酸濃度は、HNO₃ が 4.5%、HCl が 1.5% でした。また、最終的な分解液中の TDS 濃度は約 200 mg/L でした。この手順では HF を使用しないため、完全な分解というより抽出と見なされます。

サンプルへのスパイクは、この分解手順の前または後に行いました。スパイクした各元素の、分析した 50 mL の分解液中での最終濃度は 50 µg/L でした。サンプルチューブを SPS 4 オートサンプラにセットし、分析準備を整えました。

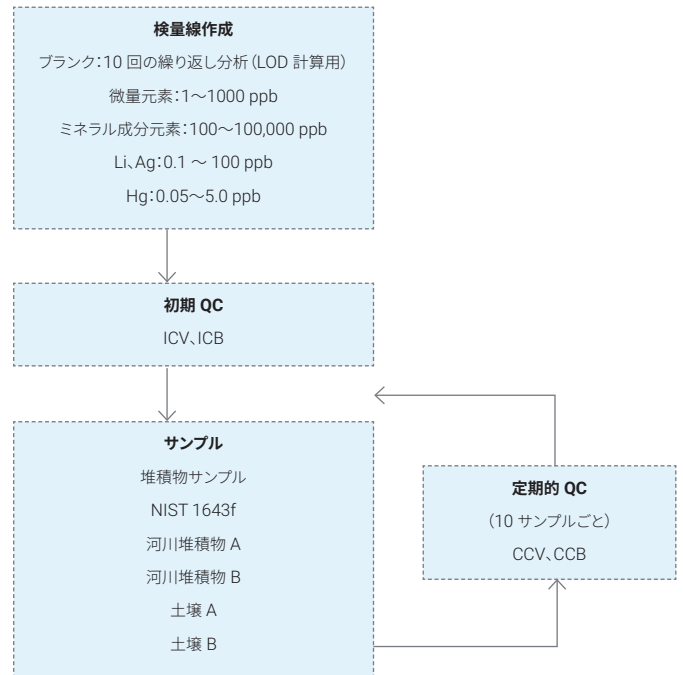


図 3. 較正、QC 溶液、サンプルの分析シーケンス。
サンプルを Agilent 9500 ICP-QQQ で繰り返し分析し、10 サンプルごとに定期的 QC を自動的に挿入しました。

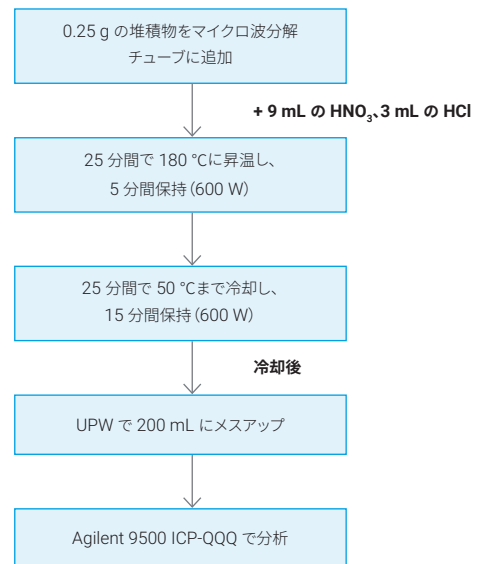


図 4. 河川堆積物サンプルの前処理に使用したマイクロ波分解法

結果と考察

検出下限

30 元素を 9500 ICP-QQQ の AHM で測定しました。また、選択した一部の元素 (K、Ca、As、Se) はエアセルモードでも測定しました。これらの分析に使用した取り込みパラメータを表 1 に示します。検出下限 (LOD) は、試薬ブランク溶液を 10 回測定し、その標準偏差を 3 倍して求めました。標準の MicroMist ネブライザは内径が小さいため、RSD 性能が Mira Mist よりわずかに良好ですが、Mira Mist でも同等の感度と LOD が得られます²。

表 3 に示すように、微量成分の LOD はほとんどが低 ng/L (ppt) レベルでした。このことから、9500 ICP-QQQ が、複雑な環境サンプル中の成分の微量分析に適した優れた感度を備えていることが確認されました。

表 3. Agilent 9500 ICP-QQQ の操作パラメータ

元素	DCS のセルモード	積分時間 (s)	LOD (µg/L)
7 Li	AHM	0.3	0.010
9 Be	AHM	0.3	0.002
23 Na	AHM	0.1	0.313
24 Mg	AHM	0.1	0.831
27 Al	AHM	0.3	0.080
39 -> 39 K	エア	0.1	1.02
44 -> 60 Ca	エア	0.1	0.706
51 V	AHM	0.3	0.003
52 Cr	AHM	0.3	0.007
55 Mn	AHM	0.1	0.135
56 Fe	AHM	0.1	0.021
59 Co	AHM	0.3	0.007
60 Ni	AHM	0.3	0.012
63 Cu	AHM	0.3	0.006
66 Zn	AHM	0.1	0.039
75 As	AHM	1	0.002
75 -> 91 As	エア	1	0.003
78 Se	AHM	1	0.010
80 -> 96 Se	エア	1	0.013
88 Sr	AHM	0.3	0.002
95 Mo	AHM	0.3	0.002
107 Ag	AHM	0.3	0.001
111 Cd	AHM	0.3	0.0004
121 Sb	AHM	0.3	0.001
137 Ba	AHM	0.3	0.001
201 Hg	AHM	1	0.002
205 Tl	AHM	0.1	0.0004
Pb*	AHM	0.3 (0.1 x 3)	0.001
232 Th	AHM	0.1	0.0002
238 U	AHM	0.1	0.0002

*Pb = ²⁰⁶Pb + ²⁰⁷Pb + ²⁰⁸Pb

ウォッシュアウト試験

メモリ効果を示すことがわかっている元素 (As、Se、Sb、Hg) について、インラインフィルタ構成を使用してウォッシュアウト性能を評価しました (図 5)。As、Se、および Hg のウォッシュアウト効率は、インラインフィルタを使用した場合と使用しなかった場合で 1 回目、2 回目、3 回目の洗浄サイクルにわたり同等でした。

Sb は最初の洗浄時にわずかな違いを示し、ウォッシュアウト効率は 0.005 % (フィルタ使用時) と 0.002 % (フィルタなし) でした。これは、100 µg/L の Sb を分析する場合でも、残留メモリがわずか 0.005 µg/L であることに相当し、一般的な土壌の測定値に影響を与えるレベルを優に下回っています。2 回目の洗浄により、値はほぼ同じレベルに収束しました。これらの結果は、土壌アプリケーションにおいて、インラインフィルタの存在が Sb やほか元素のウォッシュアウト挙動に大きな影響を与えないことを示しています。

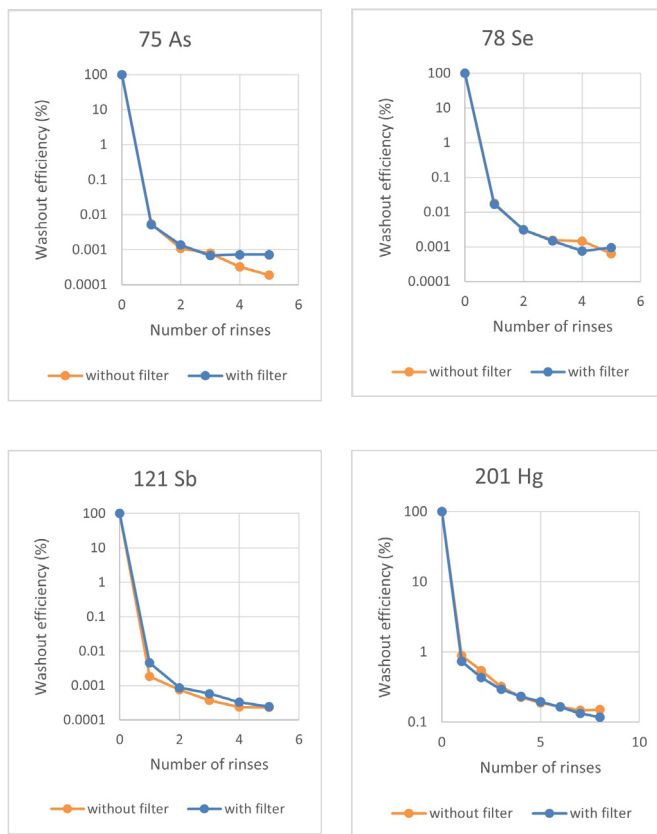


図 5. インラインフィルタ使用時と不使用時の Agilent 9500 ICP-QQQ のウォッシュアウト効率

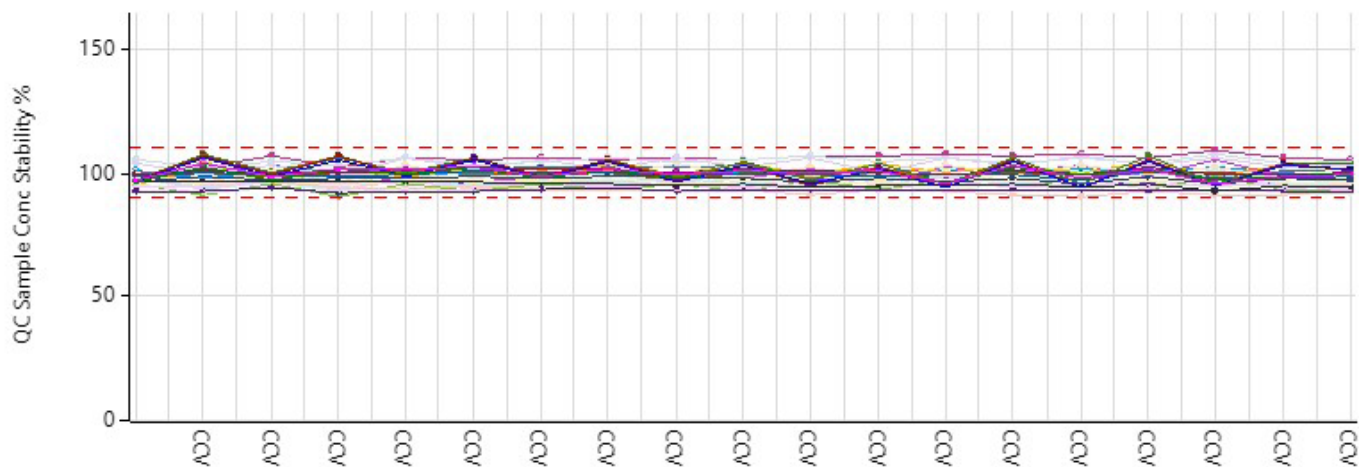


図 7. Agilent 9500 ICP-QQQ で測定した 18 回の CCV における 安定性

表 4. CRM の認証値に対する回収率 (n=9)

元素	DCS のセルモード	NIST 1643f			HPS 河川堆積物 A			HPS 河川堆積物 B		
		平均濃度 (µg/L)	期待濃度 (µg/L)	回収率 (%)	平均濃度 (µg/L)	期待濃度 (µg/L)	回収率 (%)	平均濃度 (µg/L)	期待濃度 (µg/L)	回収率 (%)
7 Li	AHM	15.0 ± 0.313	16.6	90	0.659 ± 0.288	-	-	0.941 ± 0.343	-	-
9 Be	AHM	12.7 ± 0.251	13.7	93	<LOD	-	-	<LOD	-	-
23 Na	AHM	18700 ± 174	18800	99	49,100 ± 482	50000	98	52,400 ± 714	50000	105
24 Mg	AHM	7360 ± 81.3	7450	99	68,700 ± 716	70000	98	126,000 ± 1,690	120000	105
27 Al	AHM	134 ± 1.95	134	100	241,000 ± 2,750	250000	96	613,000 ± 11,400	600000	102
39 -> 39 K	エア	1950 ± 22.7	1930	101	147,000 ± 3,450	150000	98	205,000 ± 2,230	200000	102
44 -> 60 Ca	エア	28600 ± 1480	29400	97	301,000 ± 4,780	300000	100	319,000 ± 3,130	300000	106
51 V	AHM	33.7 ± 0.489	36.1	94	234 ± 3.81	250	94	953 ± 14.6	1000	95
52 Cr	AHM	17.3 ± 0.296	18.5	94	287,000 ± 3,980	300000	96	14,300 ± 266	15000	95
55 Mn	AHM	36.3 ± 0.492	37.1	98	8,060 ± 196	8000	101	6,040 ± 143	6000	101
56 Fe	AHM	90.4 ± 1.05	93.4	97	1,230,000 ± 22,800	1200000	103	397,000 ± 7,640	400000	99
59 Co	AHM	23.9 ± 0.345	25.3	94	126 ± 1.49	100	126	154 ± 2.28	150	102
60 Ni	AHM	55.7 ± 0.752	59.8	93	538 ± 5.82	500	108	496 ± 6.78	500	99
63 Cu	AHM	20.5 ± 0.332	21.7	95	982 ± 10.1	1000	98	976 ± 12.7	1000	98
66 Zn	AHM	74.6 ± 0.671	74.4	100	15,000 ± 217	15000	100	5,170 ± 78.3	5000	103
75 As	AHM	52.6 ± 0.652	57.4	92	565 ± 5.73	600	94	191 ± 1.77	200	96
75 -> 91 As	エア	53.9 ± 0.889	57.4	94	586 ± 5.62	600	98	195 ± 1.72	200	98
78 Se	AHM	10.9 ± 0.172	11.7	93	19.4 ± 0.362	20	97	9.96 ± 0.340	10	100
80 -> 96 Se	エア	10.7 ± 0.345	11.7	91	18.3 ± 0.760	20	91	9.40 ± 0.452	10	94
88 Sr	AHM	314 ± 3.18	314	100	2.21 ± 0.027	-	-	1.73 ± 0.034	-	-
95 Mo	AHM	105 ± 0.76	115	91	1.26 ± 0.025	-	-	0.957 ± 0.034	-	-
107 Ag	AHM	0.966 ± 0.035	0.97	100	0.659 ± 0.019	-	-	0.509 ± 0.011	-	-
111 Cd	AHM	5.64 ± 0.039	5.89	96	98.3 ± 0.888	100	98	30.3 ± 0.440	30	101
121 Sb	AHM	51.3 ± 0.635	55.5	92	474 ± 3.82	-	-	41.2 ± 0.328	40	103
137 Ba	AHM	476 ± 7.25	518	92	466 ± 3.93	500	93	3,820 ± 41.7	4000	96
201 Hg	AHM	0.004 ± 0.001	-	-	0.050 ± 0.012	-	-	0.270 ± 0.016	-	-
205 Tl	AHM	6.62 ± 0.092	-	-	9.54 ± 0.215	10	95	10.0 ± 0.268	10	100
Pb*	AHM	17.7 ± 0.268	18.5	96	6,740 ± 95.3	7000	96	2,030 ± 51.6	2000	102
232 Th	AHM	0.003 ± 0.000	-	-	19.0 ± 0.334	20	95	99.0 ± 2.03	100	99
238 U	AHM	0.005 ± 0.000	-	-	9.73 ± 0.196	10	97	29.9 ± 0.719	30	100

*Pb = ²⁰⁶Pb + ²⁰⁷Pb + ²⁰⁸Pb

表 5. CRM の認証値に対する回収率 (n=9)

元素	DCS のセルモード	1/10 HPS 土壌 A						1/10 HPS 土壌 B		
		平均濃度 (µg/L)	期待濃度 (µg/L)	回収率 (%)	土壌 A のスパイク濃度測定値 (µg/L)	添加濃度 (µg/L)	スパイク回収率 (%)	平均濃度 (µg/L)	期待濃度 (µg/L)	回収率 (%)
7 Li	AHM	0.010 ± 0.011	-	-	10.2	10	102	0.077 ± 0.024	-	-
9 Be	AHM	<LOD	-	-	92.0	100	92	0.0127 ± 0.004	-	-
23 Na	AHM	7280 ± 121	7000	104	17200	10000	99	10,000 ± 171	10000	100
24 Mg	AHM	7290 ± 97.7	7000	104	17300	10000	100	8,110 ± 108	8000	101
27 Al	AHM	50900 ± 812	50000	102	60200	10000	92	68,900 ± 1,220	70000	98
39 -> 39 K	エア	20800 ± 118	20000	104	30400	10000	96	21,400 ± 136	21000	102
44 -> 60 Ca	エア	37600 ± 245	35000	108	47700	10000	101	13,500 ± 133	12500	108
51 V	AHM	9.4 ± 0.149	10	94	102	100	93	72.3 ± 0.970	80.0	90
52 Cr	AHM	0.204 ± 0.012	-	-	93.5	100	93	36.8 ± 0.479	40.0	92
55 Mn	AHM	10.7 ± 0.146	10	107	9980	10000	99	9,650 ± 180	10000	96
56 Fe	AHM	19600 ± 339	20000	98	28600	10000	90	33,500 ± 490	35000	96
59 Co	AHM	0.522 ± 0.007	-	-	93.7	100	93	9.75 ± 0.105	10.0	98
60 Ni	AHM	28.9 ± 0.184	30	96	119	100	90	18.4 ± 0.199	20.0	92
63 Cu	AHM	28.5 ± 0.21	30	95	121	100	93	279 ± 2.58	300	93
66 Zn	AHM	101 ± 1.04	100	101	10400	100	102	6,870 ± 49.6	7000	98
75 As	AHM	18.8 ± 0.094	20	94	112	100	93	546 ± 4.80	600	91
75 -> 91 As	エア	19.1 ± 0.247	20	96	114	100	94	558 ± 6.77	600	93
78 Se	AHM	1.27 ± 0.031	1	127	97.3	100	96	0.153 ± 0.016	-	-
80 -> 96 Se	エア	1.28 ± 0.031	1	128	96.2	100	95	0.169 ± 0.019	-	-
88 Sr	AHM	0.222 ± 0.004	-	-	10.0	10	98	0.164 ± 0.003	-	-
95 Mo	AHM	0.077 ± 0.002	-	-	94.1	100	94	0.125 ± 0.004	-	-
107 Ag	AHM	0.038 ± 0.001	-	-	98.8	100	99	0.021 ± 0.002	-	-
111 Cd	AHM	0.308 ± 0.006	0.3	103	98.7	100	98	19.8 ± 0.181	20	99
121 Sb	AHM	3.04 ± 0.034	3	101	102	100	99	38.8 ± 0.317	20	97
137 Ba	AHM	481 ± 4.86	500	96	574	100	93	668 ± 7.43	700	95
201 Hg	AHM	0.039 ± 0.003	-	-	0.542	0.5	101	0.00588 ± 0.001	-	-
205 Tl	AHM	0.002 ± 0.000	-	-	105	100	105	0.0628 ± 0.003	-	-
Pb*	AHM	40.8 ± 1.02	40	102	145	100	104	6,230 ± 111	6000	104
232 Th	AHM	9.81 ± 0.167	10	98	111	100	101	10.1 ± 0.126	10	101
238 U	AHM	1.05 ± 0.021	1	105	102	100	101	25.6 ± 0.332	25	102

*Pb = ²⁰⁶Pb + ²⁰⁷Pb + ²⁰⁸Pb

表 6. 実際の堆積物サンプルの認証値に対する回収率 (n=3 x 9 回の繰り返し分析)。濃度単位は µg/L。

元素	DCSのセルモード	濃度測定値	添加濃度	スパイクサンプルの濃度測定値	回収率 (%)
7 Li	AHM	20.5 ± 1.03	-	20.3 ± 1.02	-
9 Be	AHM	0.688 ± 0.035	50	52.9 ± 0.685	104
23 Na	AHM	6760 ± 343	5000	12200 ± 374	109
24 Mg	AHM	5400 ± 268	5000	10800 ± 287	109
27 Al	AHM	18400 ± 818	50	18400 ± 939	**133
39 -> 39 K	エア	5540 ± 253	5000	10800 ± 216	105
44 -> 60 Ca	エア	6190 ± 290	5000	11600 ± 287	108
51 V	AHM	45.5 ± 1.93	50	98.6 ± 1.76	106
52 Cr	AHM	41.3 ± 1.9	50	95 ± 1.62	107
55 Mn	AHM	276 ± 13.4	50	334 ± 13.3	**115
56 Fe	AHM	27900 ± 1530	5000	33700 ± 1440	**117
59 Co	AHM	6.06 ± 0.323	50	59.6 ± 0.713	107
60 Ni	AHM	30.3 ± 1.76	50	83.6 ± 1.81	106
63 Cu	AHM	14.2 ± 0.86	50	67.6 ± 1.00	107
66 Zn	AHM	59.5 ± 3.19	50	112 ± 3.3	106
75 As	AHM	8.69 ± 0.45	50	58.5 ± 0.735	100
75 -> 91 As	エア	8.25 ± 0.426	50	57.2 ± 0.66	98
78 Se	AHM	0.828 ± 0.043	50	51.9 ± 0.685	102
80 -> 96 Se	エア	0.297 ± 0.011	50	48.7 ± 0.66	97
88 Sr	AHM	39.9 ± 1.69	-	39.9 ± 1.85	-
95 Mo	AHM	2.19 ± 0.143	50	53 ± 0.772	102
107 Ag	AHM	0.070 ± 0.005	50	53.7 ± 0.806	107
111 Cd	AHM	0.205 ± 0.013	50	52.6 ± 0.826	105
121 Sb	AHM	0.298 ± 0.03	50	51.7 ± 0.826	103
137 Ba	AHM	61.6 ± 4.03	50	112 ± 3.56	101
201 Hg	AHM	0.062 ± 0.004	-	0.056 ± 0.005	-
205 Tl	AHM	0.204 ± 0.005	50	52.7 ± 1.04	105
Pb*	AHM	12.6 ± 0.613	50	64.4 ± 1.07	103
232 Th	AHM	6.76 ± 0.422	50	57 ± 0.909	100
238 U	AHM	1.87 ± 0.098	50	55.2 ± 0.92	107

*Pb = ²⁰⁶Pb + ²⁰⁷Pb + ²⁰⁸Pb

** サンプル濃度がスパイク濃度よりはるかに高かったため、回収率の結果の信頼性が損なわれています。

結論

今回の研究では、UHMI とオプションの AVS MS を搭載した Agilent 9500 ICP-QQQ を使用し、EPA メソッド 6020B に従って土壌サンプルを分析しました。このシステムには、Mira Mist ネブライザやインライン粒子フィルタなど高度なサンプル導入コンポーネントを装着しました。

Mira Mist ネブライザおよびインラインフィルタを組み合わせたことで、粒子除去のためのろ過ステップなしで堆積物分解液を分析でき、サンプル前処理時間と消耗品コストを削減できました。同時に、この構成によりサンプル導入の詰まりのリスクが最小限に抑えられました。これが、複雑な環境マトリックスに対する長時間の ICP-QQQ 動作の堅牢性と信頼性の確保に役立っています。

まとめると、Mira Mist ネブライザとインライン粒子フィルタを装着した 9500 ICP-QQQ の以下の性能により、優れた分析データが達成されました。

- 大半の分析元素について、低 ng/L (ppt) 範囲の低い検出下限を実現
- メモリーしやすい元素に対し、標準のサンプル導入構成と同じまたは同様のウォッシュアウト効率を達成
- フィルタの有無にかかわらず、サンプル導入のタイミングが同じ
- 8 時間を超える連続測定において、EPA メソッド 6020B で規定された限度内の ISTD および CCV の回収率を達成し、メソッドの優れた堅牢性と再現性を実証
- 5 種類の環境 CRM、マトリックススパイクサンプル、およびスパイク済みの実際の堆積物サンプルに含まれるすべての認証元素について ±10 % の範囲内の回収率を達成し、AHM およびエアセルモードにより干渉が効果的に抑制されることを確認

今回の研究では、Mira Mist ネブライザとインライン粒子フィルタを装着した 9500 ICP-QQQ による、複雑な堆積物分解液の分析に対するサンプル前処理の効率および分析性能の向上について取り上げました。

参考文献

1. U.S. EPA. 2014. "Method 6020B (SW-846): Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry," Revision 2. Washington, DC, <https://www.epa.gov/esam/epa-method-6020b-sw-846-inductively-coupled-plasma-mass-spectrometry> (accessed April 2026)
2. Tetsuo, K. 革新的なセルを用いた ICP-MS による土壌および堆積物の信頼性の高い高速分析, Agilent publication, [5994-9128JAJP](https://www.agilent.com/publications/5994-9128JAJP)
3. デュアルセルシステム (DCS) とアドバンスドヘリウムモード (AHM), Agilent publication, [5994-8985JAJP](https://www.agilent.com/publications/5994-8985JAJP)
4. デュアルセルシステム搭載 Agilent 9500 ICP-QQQ のエアセルモード, Agilent publication, [5994-8987JAJP](https://www.agilent.com/publications/5994-8987JAJP)
5. Sugiyama, N. Solving Doubly Charged Ion Interferences using an Agilent 8900 ICP-QQQ, Agilent publication, [5994-1155EN](https://www.agilent.com/publications/5994-1155EN)

このアプリケーションで使用された製品

アジレント製品

製品タイプ	説明	部品番号
サンプル導入系*	9500 ICP-MS 用石英製サンプル導入系	M5150-67107
	Agilent ICP-MS 用 Mira Mist ネブライザ (PEEK 製)	G3161-80001
インタフェース	9500 ICP-MS 用 ICP-MS サンプルコーン、Ni 製チップと Cu 製ベースで構成	M5150-67000
	u-レンズ搭載の 9500 ICP-MS 用ニッケル製スキマコーン	M5150-67005
	引出オメガレンズアセンブリ、u-レンズ、ステンレス製ベース	M5150-67022
チューブキット	Easy-fit ベリスタルティックポンプチューブ、PVC 製、白/白、内径 1.02 mm、サンプル用	5005-0020
	Easy-fit ベリスタルティックポンプチューブ、PVC 製、青/オレンジ、内径 0.25 mm、内部標準用	5005-0021
	Easy-fit ベリスタルティックポンプチューブ、ページュ熱可塑性、黄/青、内径 1.52 mm、ドレイン用	5005-0022
	ADS 2/AVS MS 用サンプルループ、1.50 mL、内径 1.00 mm	5005-0425
	9500 ICP-MS 用 AVS MS 構成済みチューブキット	M5171-67001
ボトルキット	希釈液/キャリア用 6 L ボトルキット、内容：6 L ボトル、GL45 StaySafe キャップ、フィッティング、ベントバルブ	5005-0435
	ICP-MS 用希釈液用 2 L PFA 製ボトルキット、内容：2 L PFA 製 ボトル、GL45 StaySafe キャップ、フィッティング、ベントバルブ	5005-0436
	廃液容器キット、内容：10 L 廃液ボトル、S60 StaySafe キャップ、フィッティング、酸蒸気フィルタ	5005-0437
標準試薬	初期較正確認用標準溶液	5183-4682
	環境標準溶液	5183-4688

* Glass Expansion 社 Guardian インライン粒子フィルタ、部品番号 70-803-1108 が含まれています。

www.agilent.com/chem/9500icpqqq

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

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おりません。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。

DE-013880

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2026
Printed in Japan, June 01, 2026
5994-9126JAJP