

ISO 17294-2 に準拠した水サンプル中の 微量元素の分析

Agilent 7850 ICP-MS スマートツールによる
ルーチン水質分析ワークフローの効率化

ISO 17294-2 に準拠した水質分析

国際規格である ISO 17294-2 では、飲料水、表流水、地下水、廃水に含まれる複数の成分を測定するための ICP-MS メソッドを定めています (1)。ISO 17294-2 には対象化合物としていくつかの希土類元素 (Rare Earth Element: REE) が含まれますが、REE が存在すると他の必要な対象化合物へのスペクトル干渉が発生する場合があります。通常、水サンプルには低濃度の REE が含まれますが、一部の天然水サンプルで濃度が高かったり、人間の活動によって REE 濃度が自然の状態より上がった場合があります。REE は第二イオン化ポテンシャルが低く、他の大半の元素より二価イオン (M^{2+}) が形成されやすいという特性があります。これらの二価イオンは、質量電荷比 (m/z) に基づいて質量を分離する四重極 ICP-MS で測定すると、実際の半分の質量で現れます。サンプルに高濃度の REE が含まれると、これらの M^{2+} 干渉が、ヒ素やセレンなどの元素で測定される信号に影響する場合があります。このため、これらの重要な元素について偽陽性の結果が報告される可能性があります (2)。Agilent ICP-MS MassHunter ソフトウェアには REE $^{2+}$ 干渉のリアルタイム補正を適用する機能があるため、As や Se 測定時に REE が存在しても、正確な結果を出すことができます。

短時間でのメソッド開発

分析には Agilent 7850 ICP-MS を使用しました。「汎用」プリセットメソッドを選択してプラズマパラメータを適用しました。またすべてのレンズをオートチューニングしました。ICP-MS MassHunter の「メソッドウィザード」でメソッド設定を定義しました。このウィザードによって、取り込みとデータ分析に必要なすべてのパラメータ (M^{2+} 補正を含む) が自動的に適用されます。このためユーザーの経験値に関わらず、常に最適なパラメータを使用できます。

REE $^{2+}$ 干渉を簡単に自動補正

REE のネオジム (Nd)、サマリウム (Sm)、ガドリニウム (Gd)、およびジスプロシウム (Dy) の M^{2+} イオンは、同じ m/z で As と Se の一価イオンとして現れます。例えば、 $^{150}\text{Nd}^{2+}$ と $^{150}\text{Sm}^{2+}$ は $^{75}\text{As}^+$ に干渉し、 $^{156}\text{Gd}^{2+}$ と $^{156}\text{Dy}^{2+}$ は $^{78}\text{Se}^+$ に干渉します。

7850 ICP-MS を (M^{2+} 補正あり、およびなしの設定で) 使用して、REE をスパイクした NIST SRM 1640a 水に含まれる As と Se を測定しました。100 ppb の Nd と Sm が存在する As、および 10 ppb の Gd と Dy が存在する Se の認証値の回収率を、図 1 に示します。 M^{2+} 補正なしの場合は、REE $^{2+}$ の干渉により、As と Se の回収率が誤って高くなっています。ただし M^{2+} 自動補正を適用すると、どちらの元素の精度も大幅に向上し、回収率が認証値の $\pm 3\%$ 以内となりました。

さまざまな水サンプルで測定した 28 種類の全成分の平均濃度と回収率については、この分析に関する詳細なアプリケーションノートを参照してください (3)。

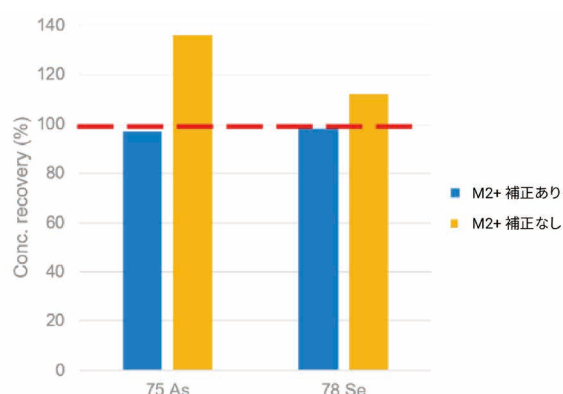


図 1. REE をスパイクした SRM 1640a に含まれる ^{75}As と ^{78}Se の回収率。青色のバーが M^{2+} 補正あり、黄色のバーが M^{2+} 補正なし

ルーチンメンテナンスの効率化

水質試験ラボでの分析の性能、安定性、生産性を最大化するには、機器の使用時間ではなく、測定した溶液数に基づいてルーチンメンテナンススケジュールを設定することをお勧めします。7850 ICP-MS では、ポンプチューブの交換、コーンのクリーニング、真空ポンプオイルの交換などの一般的なメンテナンス作業について、アーリーメンテナンスフィードバック (EMF) の使用状況カウンタを設定できます。メンテナンスのタイミングは、分析対象のサンプルタイプに応じてカスタマイズできます。このように常に適切にメンテナンスされた ICP-MS は最大限の性能を発揮できるため、予定外のダウンタイムを防ぐことができます。

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。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2020
Printed in Japan, November 10, 2020
5994-2803JAJP
DE.1110763889

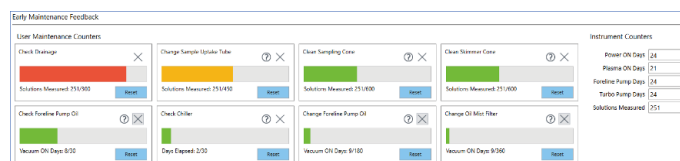


図 2. ICP-MS を正常に稼働させるため、所定の分析サンプル数に達すると、EMF から必要に応じてルーチンメンテナンスを実行するように通知されます。

7850 では、EMF と標準のプレラン性能確認に加えて、1 日の作業終了時にポストラン性能確認を実施するように設定できます。翌日の分析を開始する前にポストラン確認の結果を確認し、作業への影響が出る前に潜在的な問題を把握できます。チューニングチェックの結果と EMF 表示を組み合わせると、必要なメンテナンスを簡単に特定できます。

Mainframe -> Performance Report

Run Performance Report Created Date-Time: 10/23/2020 4:22:35 PM History View Select Data Displayed in History View Clear Performance Report History Generate

Created Date	Performance Check	Run at End	Sensitivity			Background			Meter	
			Channel 1 Count	Channel 2 Count	Channel 3 Count	Channel 1 Count	Channel 2 Count	Channel 3 Count	Nebulizer Gas	Nebulizer Gas(BP)
10/23/2020 6:00:49 PM	Passed	No	16124.69	52008.91	26452.23	0.30	0.40	0.40	1.07 L/min	3.76E+2 kPa
10/23/2020 5:54:29 PM	Failed	Yes	1656.53	5122.58	2582.75	0.30	0.20	0.55	1.07 L/min	3.75E+2 kPa
10/23/2020 4:22:35 PM	Passed	No	16104.24	52404.05	26465.54	0.50	0.30	0.50	1.07 L/min	3.76E+2 kPa
10/23/2020 3:44:29 PM	Passed	Yes	16144.32	53060.32	26809.55	0.30	0.10	0.40	1.07 L/min	3.76E+2 kPa
10/23/2020 3:30:47 PM	Passed	No	16649.82	55506.40	28074.95	0.25	0.40	0.20	1.07 L/min	3.77E+2 kPa
10/21/2020 1:30:06 PM	Passed	No	14044.79	50733.47	24419.03	0.35	0.05	0.25	1.07 L/min	3.74E+2 kPa
9/29/2020 1:06:21 PM	Passed	No	16610.40	51286.48	29013.47	0.30	0.30	0.30	1.08 L/min	3.77E+2 kPa

図 3. 性能レポート画面 (履歴ビュー) に、プレランおよびポストラン確認の結果が表示されます。赤色のセルには所定の性能基準を満たさない値が表示されています。これは機器の確認が必要であることを示します (コーンのメンテナンス、ネブライザ流量の確認など)。

参考文献

- ISO 17294-2:2016 Water quality—Application of ICP-MS—Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes, accessed Oct 2020, <https://www.iso.org/standard/62962.html>
- Simplifying Correction of Doubly Charged Ion Interferences, Agilent publication, [5994-1435EN](#)
- Fast, Accurate Analysis of 28 Elements in Water using ISO Method 17294-2, Agilent publication, [5994-2804EN](#)