

ICP-MS とディスクリートサンプリングによる 土壌のルーチン分析

Agilent 7850 ICP-MS が提供する安定性と堅牢性により
高マトリックスサンプルの長時間の高精度分析を実現



著者

Tetsuo Kubota
Agilent Technologies, Inc.

はじめに

ICP-MS は高速の多元素分析法です。土壌や汚泥分解物など、多岐にわたる複雑な高マトリックス環境サンプル中の 30 種類以上の成分を測定するためによく用いられます (1 ~ 3)。環境サンプルの委託分析を行う民間ラボはシンプルで一貫性のある分析ワークフローを目指しています。このようなルーチン運用をサポートするために、Agilent ICP-MS システムでは超高マトリックス導入 (UHMI) 技術を使用してマトリックス耐性全体を向上させています。UHMI は、各サンプル固有の希釈や標準液のマトリックスマッチングなしに、多様な高マトリックスレベルのサンプルの測定を可能にします。高マトリックスサンプルのルーチン分析では、信号の安定性について懸念が生じることや、長い分析時間との関係で機器メンテナンスが増大することがあります。高マトリックス土壌分解物の分析時、堅牢な動作条件 (低 CeO/Ce 比) が最適なマトリックス耐性を実現し、ドリフトを最小限に抑えてルーチンメンテナンスの頻度を低減します (4)。

Agilent ICP-MS システムは ORS⁴ コリジョン/リアクションセル (CRC) も搭載しています。これは、ヘリウム (He) コリジョンモードを使用してすべての一般的な多原子イオン干渉を除去できるように最適化されています。He モードでは多くの一般的な種類のサンプル中の大半の元素について同じセル設定を使用でき、この点でもルーチン分析が容易になります。さらに、He モードはすべての多原子イオンに効果があるため、多くの成分の二次またはクオリファイア同位体へのアクセスが可能です。分析者はこのため、一次とクオリファイア同位体からの結果を比較することによって、データの精度を検証できます。Agilent ICP-MS MassHunter ソフトウェアも、プリセットメソッド、オートチューンなどの機能および代表的な分析ワークフロー全体をガイドするソフトウェアインタフェースによって、シンプルで使いやすいメソッドをサポートします。

ハードウェア性能とソフトウェア機能のこの独自の組み合わせは、Agilent ICP-MS が環境サンプルのルーチン分析用に世界中の何百ものラボで使用されている理由の 1 つとなっています。しかし、これらのラボの多くは、生産性とデータ品質を保持しながら、分析ワークフローのさらなる効率化を実現する手段を求めています。Agilent 7850 ICP-MS と ICP-MS MassHunter ソフトウェア (バージョン 5.1 以降) には、ラボが ICP-MS 分析をより効率化するための新しい機能一式が含まれています。これらの機能により、サンプル前処理およびメソッド作成を最適化し、不要な機器メンテナンスを回避して、分析困難なサンプルで高品質なデータを生成できます。

ICP-MS MassHunter IntelliQuant は有用な時間短縮機能です。He モードでの 2 秒の Quick Scan 取り込みにより各サンプル中の最大 70 元素について半定量的な濃度を計算できます。IntelliQuant の結果は、キャリブレーション標準中に存在する成分だけでなく、すべての元素について計算されます。結果は周期表のヒートマップとして表示され、各サンプル中のすべての元素の濃度範囲がわかりやすく示されます (5)。IntelliQuant データは、総マトリックス固形分 (TMS) 量を得るために合計され、予想外の元素の存在を確認するために使用され、サンプル再測定の可能性を低減します。

Agilent ICP-MS システムは優れたプラズマの堅牢性 (低 CeO/Ce 比) でルーチン運用されていて、サンプル中に存在する溶解固形分のレベルも簡単に分析できます。しかし、マトリックスレベルが非常に高い場合、サンプルの粘性の差異のためにサンプル取り込みおよびネブライザの噴霧状態が変わり、信号を変化させることがあります。新しいサンプルや特殊なサンプルの TMS レベルを知ることで、メソッド作成が容易になります。例えば、TMS レベルを使用して、未知のサンプルのバッチに適した測定条件を選択できます。TMS データを使用し、内部標準信号の突然の低下など、分析中と分析後のデータのあらゆる疑問の原因を特定し理解する場合にも有用です。前回のバッチの TMS データをレビューすることにより、情報に基づいたルーチンメンテナンスを決定できます。

ICP-MS MassHunter の機能により、アーリーメンテナンスフィードバック (EMF) インジケータや各シーケンス後に機器の状態をモニタリングする分析後チューニングチェックを使用し、ルーチンクリーニングおよびメンテナンスを計画することもできます (6)。これらの機能から得られる情報を使用して機器の性能を最適化し、不要なメンテナンスを回避して時間やリソースを節約できます。

実験方法

装置構成

Agilent 7850 ICP-MS に ISIS-3 ディスクリットサンプリングシステムを装着して使用し、多様な土壌および堆積物分解物を分析しました。7850 は、ニッケル製サンプリングコーン、ニッケル製スキマーコーン、UHMI エアロゾル希釈システム、ORS⁴ ヘリウムコリジョンセル、2 価イオン干渉を補正する自動化機能を搭載しています。オートサンブラは Agilent SPS 4 を使用しました。

7850 ICP-MS は UHMI 技術を標準装備しています。UHMI を用いて分析前のサンプル固有の希釈の必要性を最小限に抑えることで、エラーを招く可能性がある時間のかかる手動プロセスを回避します。UHMI ではアルゴンを使用してサンプルエアロゾルを希釈し、プラズマに達するサンプルマトリックスを減少させて液体希釈の必要性を回避します。適切な UHMI エアロゾル希釈レベルのプリセットメソッドを、サンプルの種類および予想されるマトリックスレベルに適するように選択しました。プラズマのパラメータはプリセットプラズマ設定に基づいて自動的に適用され、すべてのレンズがオートチューニングされました。

7850 は、多原子イオン干渉の制御用に ORS⁴ CRC も搭載しています。主成分元素含有量が高く多様なサンプルでは、さまざまな予測できないマトリックススペースの多原子イオン干渉の形成のために、ICP-MS による分析が困難です。ORS⁴ セルは He モードに最適な構成で、標準セル一式の使用条件下ですべての一般的なマトリックススペースの多原子イオン干渉を効果的に低減します。この実証された手法により、経験を積んだ分析者同様に新人の分析者も、すべての元素について信頼できる高精度のデータを短時間で確実に取り込むことができます。He モードが Quick Scan データ取り込み用のデフォルトモードとして選択されるため、IntelliQuant データには一般的な多原子イオン干渉に起因するエラーが発生しません。

ICP-MS MassHunter ソフトウェアには、土壌サンプル中に存在し得る希土類元素（REE）によって生じる潜在的な 2 価イオン干渉を自動的に補正する機能があります（7）。土壌サンプル中に高い濃度で存在する場合、2 価 REE イオンの $^{150}\text{Nd}^{2+}$ および $^{150}\text{Sm}^{2+}$ は $^{75}\text{As}^+$ と干渉し、 $^{156}\text{Gd}^{2+}$ および $^{156}\text{Dy}^{2+}$ は $^{78}\text{Se}^+$ と干渉します。REE²⁺ 干渉は He モードでは効果的に除去されないため、補正されていない場合、これらの干渉により偽陽性の結果が生じることがあります。設定条件を表 1 に示します。

表 1. 7850 ICP-MS の設定条件

ICP-MS のパラメータ	ヘリウムモード	
プラズマモード	UHMI-8	
RF 出力 (W)	1600	
スプレーチャンバ温度 (°C)	2	
サンプリング深さ (mm)	10	
ネプライザガス流量 (L/min)	0.69	
希釈ガス流量 (L/min)	0.28	
レンズ電圧	オートチューン	
He 流量 (mL/min)	1.0	5.0 (*10)
エネルギーディスクリミネーション (V)	5.0 (*7.0)	
元素	ベリリウム、1 種の ISTD	分析対象 27 元素、3 種の ISTD

影付きのパラメータは自動的に設定されました。* Se および P には拡張 He モード設定を使用しました。As と Se は、M²⁺ 補正用に使用される分離度設定で測定しました。

ISIS 3 ディスクリートサンプリングシステムは、前のサンプルのデータを取り込みながら洗浄プログラムを開始することによって、分析全体を高速化します。このサンプリングシステムは従来のサンプル導入よりも分析時間を 2 分短縮し、同時に前のサンプルからのキャリアオーバーを最小限に抑えました。ISIS 3 の構成と機能の詳細については別の資料で紹介しています（2、3）。

表 2. ISIS 3 の操作パラメータ

ISIS 3 のパラメータ	設定	
ループ容量 (mL)	1.4	
	時間 (秒)	ポンプスピード (%)
サンプルロード	9	35
安定化	23	5
プローブの洗浄	25	8
プローブの洗浄 2	10	60
プローブの洗浄 3	10	5
オプションのループプローブ洗浄	13	60
オプションのループ洗浄	3	5

標準とサンプル前処理

標準液とサンプルは 1 % の HNO₃ と 0.5 % の HCl の酸マトリックスで調製しました。Ag、Sb、Hg などの元素の安定性を確実にするために、ICP-MS 分析では通常、HCl をサンプルに加えます。7850 ICP-MS の標準 He セルモードは、加えられた塩化物マトリックスから形成されるすべての Cl ベースの干渉を取り除きます。標準液、スパイク、大部分の品質管理 (QC) 標準は、Agilent 環境キャリブレーション標準液、部品番号 (p/n) 5183-4688 で調製しました。単元素標準液は、Al、Mn、Hg、Zn (関東化学株式会社、日本) および P (SPEX CertiPrep、メアチエン、ニュージャージー州、米国) を使用しました。検量ブランクを含む 6 点の標準液は図 1 の濃度範囲で調製しました。用語「ミネラル成分元素」は、Na、Mg、K、Ca、Fe のことです。

品質管理 (QC) では、初期キャリブレーション確認 (ICV) と継続的キャリブレーション確認 (CCV) 標準は、多元素環境標準液 A (VHG) と Al、Mn、P、Hg、Zn の単元素標準から調製しました。1 % の HNO₃ と 0.5 % の HCl の酸マトリックスを、初期キャリブレーションブランク (ICB) と継続的キャリブレーションブランク (CCB) として使用しました。低レベル ICV (LLICV) サンプルについては、微量元素は 1 ppb、ミネラル成分元素は 100 ppb、Ca は 200 ppb、P は 5 ppb、Hg は 0.02 ppb を含む溶液を測定しました。

分析に使用した認証標準物質 (CRM) は、河川堆積物 A、河川堆積物 B、河口堆積物、土壌 A、土壌 B です。これらの CRM はすべて、High-Purity Standards (HPS) (チャールストン、サウスカロライナ州、米国) から分解済み溶液として供給されました。各 CRM は 1 % の HNO₃ と 0.5 % の HCl 酸マトリックスを使用して、2 倍に希釈しました。

1 ppm の Li、Y、In、Bi を含む内部標準 (ISTD) 溶液 (Agilent p/n 5183-4681) が ISIS バルブの 7 番目の専用ポート経由で自動的にオンラインで導入されました。内径が小さいポンプチューブを使用したため、ISTD 溶液の流量はサンプル流量の約 1/15 でした。

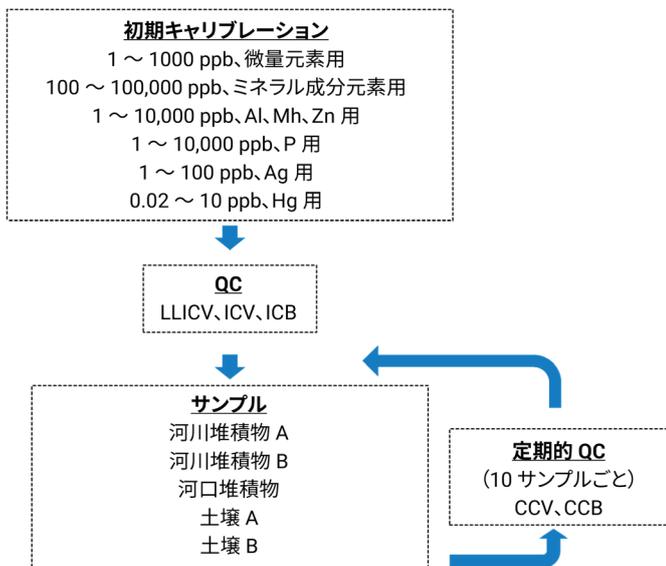


図 1. キャリブレーション、QC 溶液、サンプルの分析シーケンス。
 サンプルブロックは、10 サンプルごとに、その後に QC ブロックが定期的に自動挿入されて、繰り返し分析されました。

結果と考察

表 1 の取り込みパラメータを用いて、He モードですべての分析対象物を測定しました。検出下限 (LOD) は酸希釈マトリックス中の検量ブランクの 10 回測定の結果標準偏差を 3 倍して計算しました (表 3)。微量分析の LOD は大部分が ng/L (ppt) レベルで、7850 ICP-MS の感度が今回のアプリケーションに適していることが確認できました。

長期安定性

7850 ICP-MS の堅牢性を実証するために、100 個のサンプルと 30 個の QC サンプルを 1 日を通して分析しました。多様な高マトリックスサンプルの分析は、マトリックスレベルがサンプルの粘性に影響を与えて、流量や噴霧状態を変化させるなどの物理的な効果のために、信号変動を招くことがあります。これらの効果を補正するために、ICP-MS 分析では通常、ISTD をオンラインで導入します。図 2 に示すように、このサンプル分析の ISTD 回収率は、質量依存のドリフトなしに、分析全体を通して 70 ~ 130 % の QC 限度内に収まりました。回収率データは、7850 の堅牢でマトリックス耐性のあるプラズマにより、生じたマトリックス堆積が非常に小さかったことを裏付けています。また、ISTD のプロットも、質量およびイオン化ポテンシャルの範囲をカバーする元素について ISTD 信号が一貫しており、7850 が信号の抑制を適切にコントロールしていることを示しています。この結果は、UHMI 付き 7850 ICP-MS の長期堅牢性および高いマトリックス耐性を示しています。

表 3. サンプル希釈で使用したものと同一酸マトリックスで調製した検量ブランクの 10 回繰り返し分析から計算した 3 シグマメソッドの LOD

元素および質量数	ISTD	LOD (µg/L)
9 Be	⁶ Li	0.004
23 Na	⁸⁹ Y	7.75
24 Mg	⁸⁹ Y	1.02
27 Al	⁸⁹ Y	4.97
31 P	⁸⁹ Y	2.75
39 K	⁸⁹ Y	30.3
44 Ca	⁸⁹ Y	17.1
51 V	⁸⁹ Y	0.016
52 Cr	⁸⁹ Y	0.371
55 Mn	⁸⁹ Y	0.222
56 Fe	⁸⁹ Y	3.27
59 Co	⁸⁹ Y	0.010
60 Ni	⁸⁹ Y	0.044
63 Cu	⁸⁹ Y	0.042
66 Zn	⁸⁹ Y	0.210
75 As	⁸⁹ Y	0.049
78 Se	⁸⁹ Y	0.049
95 Mo	⁸⁹ Y	0.009
107 Ag	¹¹⁵ In	0.016
111 Cd	¹¹⁵ In	0.008
121 Sb	¹¹⁵ In	0.011
137 Ba	¹¹⁵ In	0.059
201 Hg	²⁰⁹ Bi	0.004
205 Tl	²⁰⁹ Bi	0.005
Pb*	²⁰⁹ Bi	0.163
232 Th	²⁰⁹ Bi	0.008
238 U	²⁰⁹ Bi	0.006

* Pb は最も豊富な 206、207、208 の 3 種類の同位体の合計により測定しました。

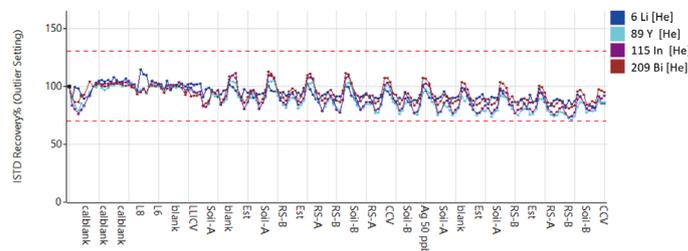


図 2. 7850 ICP-MS を用いて 130 個以上のサンプルの ISTD の安定性を測定しました。ISTD の回収率はすべてのサンプルについて検量ブランクで正規化しました。スペースが限られているため、すべてのサンプル名は表示されていません。ISTD 信号が高くおよび低く変動するパターンは、それぞれ低マトリックスサンプルおよび高マトリックスサンプルのグループのサンプル移送およびネブライゼーションの変動を示しています。

表 4. 2 倍希釈を補正後の CRM の認証値の回収率。濃度の単位は mg/L です。ただし、影付きの行の元素の単位は、 $\mu\text{g/L}$ です。

(n = 20)	河川堆積物 A			河川堆積物 B			河口堆積物			土壌 A			土壌 B		
	平均濃度	認証値	回収率 (%)	平均濃度	認証値	回収率 (%)	平均濃度	認証値	回収率 (%)	平均濃度	認証値	回収率 (%)	平均濃度	認証値	回収率 (%)
9 Be	0.151	-	-	0.103	-	-	18.7	20.0 \pm 0.6	93	0.063	-	-	0.398	-	-
23 Na	51.8	50.0 \pm 0.3	103	54.2	50.0 \pm 0.5	108	206	200 \pm 2	103	72.2	70.0 \pm 0.7	103	99.8	100 \pm 1	100
24 Mg	69.6	70.0 \pm 0.4	99	127	120 \pm 1	106	102	100.0 \pm 0.6	102	70.2	70.0 \pm 0.4	100	79.0	80.0 \pm 0.48	99
27 Al	244	250 \pm 1	98	594	600 \pm 4	99	710	700 \pm 4	102	492	500 \pm 3	98	716	700 \pm 4	102
31 P	0.017	-	-	9.72	10.0 \pm 0.1	97	4.86	5.00 \pm 0.05	97	9.84	10.0 \pm 0.1	98	9.66	10.0 \pm 0.1	97
39 K	149	150 \pm 1	99	199	200 \pm 3	100	146	150 \pm 2	97	197	200 \pm 3	98	206	210 \pm 3	98
44 Ca	292	300 \pm 2	98	294	300 \pm 2	98	79	80.0 \pm 0.5	99	344	350 \pm 2	98	122	125 \pm 1	98
51 V	0.252	0.250 \pm 0.003	101	1.03	1.00 \pm 0.02	103	1.00	1.00 \pm 0.02	100	0.100	0.100 \pm 0.005	100	0.788	0.800 \pm 0.016	99
52 Cr	298	300 \pm 2	99	15.8	15.0 \pm 0.1	105	0.832	0.800 \pm 0.008	104	0.016	-	-	0.404	0.400 \pm 0.005	101
55 Mn	7.74	8.00 \pm 0.04	97	5.92	6.0 \pm 0.1	99	3.86	4.00 \pm 0.04	96	0.104	0.100 \pm 0.001	104	97.4	100 \pm 1	97
56 Fe	1190	1200 \pm 6	99	410	400 \pm 2	102	348	350 \pm 2	99	199	200.0 \pm 1.2	99	346	350 \pm 2	99
59 Co	100	100 \pm 1	100	162	150 \pm 3	108	108	100 \pm 2	108	2.46	-	-	98.6	100 \pm 2	99
60 Ni	0.510	0.50 \pm 0.01	102	0.550	0.50 \pm 0.01	110	0.320	0.30 \pm 0.02	107	0.298	0.30 \pm 0.02	99	0.202	0.20 \pm 0.01	101
63 Cu	1.01	1.00 \pm 0.01	101	1.06	1.00 \pm 0.01	106	0.214	0.200 \pm 0.003	107	0.300	0.300 \pm 0.005	100	2.96	3.00 \pm 0.03	98
66 Zn	13.7	15.0 \pm 0.2	91	4.70	5.00 \pm 0.05	94	1.37	1.50 \pm 0.03	92	0.916	1.00 \pm 0.002	92	64.0	70.0 \pm 0.7	91
75 As	0.594	0.60 \pm 0.03	99	0.200	0.20 \pm 0.01	100	0.097	0.100 \pm 0.005	97	0.190	0.20 \pm 0.01	95	5.74	6.00 \pm 0.12	96
78 Se	19.7	20 \pm 2	98	9.44	10 \pm 1	94	45.8	50 \pm 5	92	9.42	10 \pm 1	94	0.254	-	-
95 Mo	0.592	-	-	2.30	-	-	1.06	-	-	0.234	-	-	1.55	-	-
107 Ag	1.63	-	-	0.318	-	-	0.182	-	-	0.236	-	-	0.500	-	-
111 Cd	102	100 \pm 2	102	30.6	30 \pm 1	102	0.446 [†]	0.4	-	2.98 [†]	6	-	195	200 \pm 4	97
121 Sb	518	500 \pm 20	104	41.0	40 \pm 2	102	4.42 [†]	4	-	32.6	30 \pm 1	109	398	400 \pm 12	100
137 Ba	0.514	0.50 \pm 0.01	103	4.02	4.00 \pm 0.04	100	0.004	-	-	5.06	5.00 \pm 0.05	101	6.98	7.00 \pm 0.07	100
201 Hg	0.028	-	-	0.021	-	-	0.021	-	-	0.019	-	-	0.020	-	-
205 Tl	9.72	10 \pm 1	97	9.76	10 \pm 1	98	0.066	-	-	0.066	-	-	0.130	-	-
Pb*	7.12	7.00 \pm 0.07	102	2.04	2.0 \pm 0.1	102	0.304	0.30 \pm 0.02	102	0.400	0.40 \pm 0.02	100	58.6	60.0 \pm 0.6	98
232 Th	19.9	20 \pm 2	99	97.8	100 \pm 5	98	97.6	100 \pm 5	98	97.6	100 \pm 5	98	97.4	100 \pm 5	97
238 U	9.82	10 \pm 1	98	29.0	30 \pm 2	97	0.055	-	-	9.54	10 \pm 1	95	242	250 \pm 10	97

* Pb は最も豊富な 206、207、208 の 3 種類の同位体の合計により測定しました。† は認証されていない参照値を示します。
空欄のセルは参照値や認証値がありません。

CRM の高精度分析

シーケンス中に 5 個の CRM を 20 回分析し、各分析対象物について平均濃度と回収率を計算しました (表 4)。数百 mg/L (ppm) の主成分元素と 10 µg/L (ppb) の低レベルの微量元素を含むすべての認証元素で ±10 % の回収率を得ました。各参照物質中のすべての分析対象物に認証値があるわけではなく、表 4 の空欄のセルは認証値が存在しないことを示しています。

表 5. マトリックススパイク (MS) およびマトリックススパイク複製 (MSD) のスパイク濃度の回収率と 2 倍希釈の土壌 A CRM の相対誤差パーセント (RPD)

	土壌 A 濃度 (µg/L)	土壌 A MS (µg/L)	土壌 A MSD (µg/L)	土壌 A MS 回収率 (%)	土壌 A MSD 回収率 (%)	RPD MS/MSD (%)
9 Be	0.18	92.1	90.8	92	91	1.1
51 V	47.4	156	158	108	111	2.7
52 Cr	1.38	104	107	102	105	2.9
55 Mn	52.0	156	163	104	111	6.5
59 Co	1.09	96.8	94.2	96	93	3.2
60 Ni	157	264	268	107	112	4.6
63 Cu	157	266	266	109	109	0.0
66 Zn	524	691	688	111	109	1.8
75 As	93.1	184	184	91	91	0.0
78 Se	4.41	99.7	98.6	95	94	1.1
95 Mo	0.10	100	97.8	100	98	2.0
107 Ag	0.25	97.2	91.3	97	91	6.4
111 Cd	1.43	103	102	101	101	0.0
121 Sb	16.5	119	120	103	104	1.0
201 Hg	0.01	2.06	2.08	102	103	1.0
205 Tl	0.03	103	103	103	103	0.0
Pb*	203	304	302	101	99	2.0
232 Th	48.9	152	153	104	104	0.0
238 U	4.82	107	108	102	103	1.0

Zn には 150 µg/L、Hg には 2 µg/L を、その他の元素には 100 µg/L を添加しました。

* Pb は最も豊富な 206、207、208 の 3 種類の同位体の合計により測定しました。

マトリックススパイクの回収率

マトリックススパイク (MS)、マトリックススパイク複製 (MSD)、2 倍希釈の土壌 A の相対誤差パーセント (RPD) の結果を表 5 に示します。土壌 A の Na、Mg、Al、P、K、Ca、Fe、Ba は添加した 100 µg/L よりも高濃度であるため、これらの元素についてスパイク回収率は得られていません。しかし、表 4 の土壌 A 中の CRM 回収率の結果は、これらの主成分元素のすべてが適切な精度で分析できることを示しています。他の元素の回収率はほぼ添加濃度の ±10 % 内に入り、MS と MSD の間の RPD は 10 % 未満となったため、メソッドが高精度であることが示されました。

自動メンテナンスアラート

土壌や堆積物の分解物のような複雑なサンプルの分析は、ICP-MS のサンプル導入システムでは困難となる場合があります。分析性能を最大限に高め、予想外の機器のダウンタイムを最短にするには、経過時間を基にするよりも溶液の分析回数を基にルーチンメンテナンスを計画することの方が有益となる場合があります。ICP-MS MassHunter を使用すると、サンプルの種類に固有のカウンタをデフォルトで受け付け、機器の使用状況をモニタリングし、アーリーメンテナンスフィードバック (EMF) アラートをトリガすることができます。あるいは、サンプル数や経過時間に基づいた EMF カウンタを、ラボの具体的な作業負荷に合わせてカスタマイズすることもできます。ISIS 3 ディスクリットサンプリングシステムはコーンに達するサンプルマトリックスを低減するため、カウンタの数値を高く設定することができます。

図 3 に EMF 画面の例を示します。頻度が高すぎることもなく低すぎることもなく、適切な時にメンテナンスを実行することで、不要な作業を防いで機器性能を維持することによって、分析者の時間を節約できます。EMF の明確な信号機色のアラートにより、メンテナンススケジュールの最適化が可能です。

通常の分析前の性能確認だけでなく、サンプルシーケンスの完了後に分析後確認を実行するようにスケジュールできます。この性能確認は、次の分析の前にコーンのクリーニングなどのルーチンメンテナンスを実行する必要がある場合、分析者に明確に通知するので、メンテナンスのスケジュールが立てやすくなります。

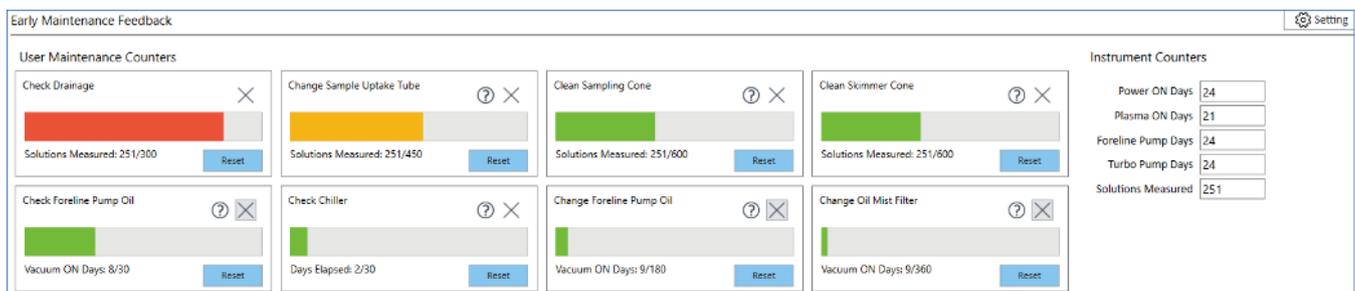


図 3. ICP-MS のピーク性能を維持するために、設定した時間の後、または設定した数のサンプルを分析した後に、インタフェースコーンのクリーニング、ポンプチューブの調整や交換などのメンテナンスを行うように、EMF は分析者に促します。

結論

ISIS 3 ディスクリットサンプリングシステムを搭載した Agilent 7850 ICP-MS を使用して、土壌および堆積物サンプル中の複数元素のハイスルーブット分析を適切に実施することができました。

ICP-MS を用いて高マトリックスレベルのサンプルを分析すると、信号のドリフトおよび抑制、多原子および 2 価イオン干渉を招く場合があります。今回の研究では、7850 ICP-MS のマトリックス耐性プラズマ、He コリジョンモード、ICP-MS MassHunter ソフトウェア機能により、これらの問題に対処し、最適化された分析ワークフローを実現することが示されました。

- プリセットメソッドおよびオートチューンの使用によってメソッドと機器の設定の多くがロードされ、分析者の時間を節約でき、メソッド作成中のエラーを防ぐことができました。
- 7850 は、堅牢なプラズマ（低 CeO/Ce）を使用し、ISTD 安定性の結果が示すように、何時間にも及ぶ高マトリックス土壌分解物の分析時に、最適なマトリックス耐性を提供します。機器の安定性は、ルーチン、ハイスルーブットアプリケーションの生産性にとって重要で、ドリフト、QC 不合格、サンプルの再分析、メンテナンスを低減させます。
- IntelliQuant データを使用してサンプルの TMS を確認できます。TMS 情報は、新しいサンプルや未知のサンプルの種類に合わせてサンプル前処理を最適化し、プラズマ条件を選択する場合に有用です。
- 土壌サンプルには高濃度の REE が含まれている場合があるため、As および Se の測定では自動半質量モードと M^{2+} 補正を使用しました。自動化されたルーチンにより分析メソッドが簡素化され、2 価イオン干渉を手作業で補正する場合と比べて時間を節約できます。

- 5 種類の堆積物および土壌 CRM 中で測定されたすべての認証元素は $\pm 10\%$ 内に入り、マトリックススパイクは多くが $\pm 10\%$ 内に入りました。これらの結果は、He モードで ORS⁴ の多原子イオン干渉が効果的に制御されることを示しています。初回に適切な答えを得ることで、サンプル再測定の必要性を回避できます。再測定は、スペクトルのオーバーラップをより低い信頼性で制御する分析法を使用するルーチンラボでは重大な負担となります。
- EMF センサとカウンタおよび分析後性能確認機能は、メンテナンスが必要になると分析者に警告して、機器性能の維持を支援します。これらの機能により、不要なメンテナンスを減らし、機器のダウンタイムを回避して、生産性をさらに向上させることができます。

参考文献

1. Tetsuo Kubota and Dong Yan, China Soil Pollution Survey: Elemental Analysis of Soil and Sediment Digests by ICP-MS, Agilent publication, [5994-0309EN](#)
2. Tetsuo Kubota, Simple and Reliable Soil Analysis using the Agilent 7800 ICP-MS with ISIS 3, Agilent publication, [5991-8674EN](#)
3. Kazuo Yamanaka and Steve Wilbur, Maximizing Productivity for High Matrix Sample Analysis using the Agilent 7900 ICP-MS with ISIS 3 Discrete Sampling System, Agilent publication, [5991-5208EN](#)
4. Plasma Robustness and Matrix Tolerance, Agilent ICP-MS technology brief, [5994-1173EN](#)
5. Agilent IntelliQuant による ICP-MS 分析, Agilent publication, [5994-2796JAJP](#)
6. ICP-MS 装置のスマートな自己診断機能, Agilent publication, [5994-2780JAJP](#)
7. ICP-MS 用 ISO メソッド 17294-2 による 28 元素の高速かつ正確な分析, Agilent publication, [5994-2804JAJP](#)

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

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. 2021
Printed in Japan, February 8, 2021
5994-2933JAJP
DE44222.1528819444