



Agilent ICP-MS ジャーナル

2014年2月 – 第56号

本号の内容

- 2-3 新製品 Agilent 7900 ICP-MS 登場
- 4-5 ICP-MS MassHunter 4.1 : 最もシンプルでパワフル、かつ柔軟性の高い ICP-MS ソフトウェア
- 6 Agilent 7900 ICP-MS による超高塩濃度マトリクスサンプルの分析を可能にする UHMI 技術
- 7 Agilent 7900 ICP-MS によるナノ材料の単一粒子分析
- 8 分光分析製品群がさらに充実
Winter Plasma Conference 2014 報告
ICP-MS に関する最新資料

7900 ICP-MS リリース特集号



The Measure of Confidence



Agilent Technologies

新製品 Agilent 7900 ICP-MS 登場： 10 倍の性能向上

Ed McCurdy

ICP-MS 製品マーケティング、アジレント・テクノロジー、英国

2014 年 1 月にフロリダで開催された Winter Plasma Conference で発表された新しい Agilent 7900 ICP-MS は、ICP-MS の常識を塗り替えるシステムです。総溶解固形分 (TDS) 10 % にまで向上したマトリクス耐性、最大 11 桁のダイナミックレンジ、感度とバックグラウンドノイズの大幅な向上により、ICP-MS で対応できるアプリケーションの幅が劇的に広がります。

新バージョンの ICP-MS MassHunter (今号の記事参照)、新しいトレーニングおよびサポートサービス、セル技術や検出器スピード、生産性に関する革新技術により、分析機能と使いやすさが飛躍的に進歩しています。

新たに登場した分析機器が「画期的」や「革新的」と表現されるのはめずらしいことではありませんが、実際に性能が大きく向上し、真に革新的であるケースは必ずしも多くありません。

しかし、新しい Agilent 7900 ICP-MS は、まさに画期的という表現があてはまる装置です。このシステムでは、業界の性能評価基準となっている既存の Agilent 7700 シリーズに比べて、性能がさらに 10 倍も向上しています。

- 10 倍のマトリクス耐性
- 10 倍のダイナミックレンジ
- 10 倍のシグナル/ノイズ比
- 30 倍の TRA 認識スピード

マトリクス耐性

アジレントの革新的な高マトリクス導入 (HMI) 技術は、ICP-MS による高マトリクスサンプルのルーチン分析を可能にするもので、数千もの 7500 および 7700 シリーズ ICP-MS や 8800 ICP-QQQ 装置で効果が実証されています。



図 1. Agilent 7900 ICP-MS

Agilent 7900 では、HMI 技術の設計が見直され、超 HMI (UHMI) オプション (図 2 参照) が導入されました。これにより、これまでの 10 倍のマトリクスレベルに対応できるようになっています (HMI の上限が 2.5 % TDS だったのに対し、UHMI では 25 % TDS)。そのため、他の一般的な ICP-MS と比べると、マトリクス耐性が 100 倍に向上しています。



図 2. 7900 の UHMI

UHMI を搭載した 7900 の高マトリクス分析例を図 3 に示しています。この図を見ると、25 % NaCl 塩水サンプルに 100 ppb の濃度で添加した複数の元素の回収率について、長期的な安定性が得られていることがわかります。

これほどの高マトリクスサンプル (一部の ICP-OES でさえ対応できないレベル) を ICP-MS で分析できるというだけでも画期的ですが、3.5 時間にわたって添加回収率の優れた安定性も維持されています。

この結果により、UHMI を搭載した 7900 を使えば、分析困難なマトリクスの微量元素の分析において、信頼性の高いルーチン分析が実現することが裏づけられています。

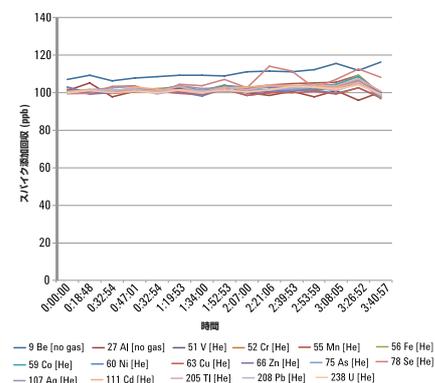


図 3. 25 % NaCl における 100 ppb 添加の 3.5 時間安定性

一般的な低マトリクスサンプルと共通の ICP-MS サンプル導入ハードウェアを使って超高マトリクスサンプルを分析できることは、ラボの作業負荷管理における大きな利点となります。単一の一貫した機器設定でほぼすべてのサンプルを分析できるだけでなく、UHMI を搭載した 7900 を高マトリクス専用機器のバックアップや代替機器として使用することも可能です。

さらに、パッチ内のチューニングステップで UHMI 動作を簡単に選択できるので、無人シーケンスで低マトリクスサンプルと一緒に高マトリクスサンプルのパッチを実行することも可能です。

感度、バックグラウンド、ダイナミックレンジ:

市販されている四重極 ICP-MS 装置では、イオン(または「パルス」) カウント電子増倍検出器が使われています。この検出器は、高感度と低バックグラウンドという特性を備えています。高濃度側では、通常はアナログモードが用いられます。これにより、たとえば 7700 のケースでは、ダイナミックレンジがおおよそ 9 桁に広がります。つまり、バックグラウンド相当濃度 (BEC) が 0.1 ppt の一般的な元素の場合、100 ppm が上限ということになります。

ICP-MS でさらに高い濃度まで分析できるようにするために、さまざまなアプローチが用いられています。たとえば、検出器ゲインの減衰、ユーザー設定のレンズやセル、四重極電圧を用いたイオン透過率の選択的低減などの方法があります。しかし、そうしたアプローチを実行するためには、高濃度元素を前もって把握し、適切な分析条件を設定する必要があります。そうした事情から、多くの商業ラボでは、微量元素分析に通常 ICP-MS を使用している場合でも、主成分元素の測定に用いられています。

Agilent 7900 ICP-MS では、図 4 に示す新しいオーソゴナル検出器システム (ODS) が用いられています。これにより、さまざまな種類のサンプルで主成分元素を測定できる、新しいソリューションが実現しています。ODS により、アナログ検出器モードの上限が 109 cps (10 GHz) にまで広がり、バックグラウンド 0.1cps のダイナミックレンジが 11 桁になります。これにより事実上、溶液中に数千 ppm のレベルで含まれる元素が検出器の範囲内に収まるため、範囲外の値に起因する分析のやり直しの時間とコストが削減されます。

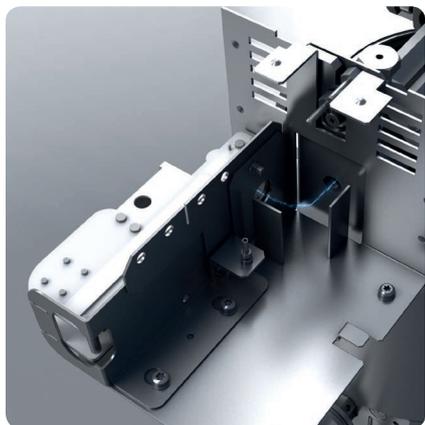


図 4. 新しい ODS 検出器

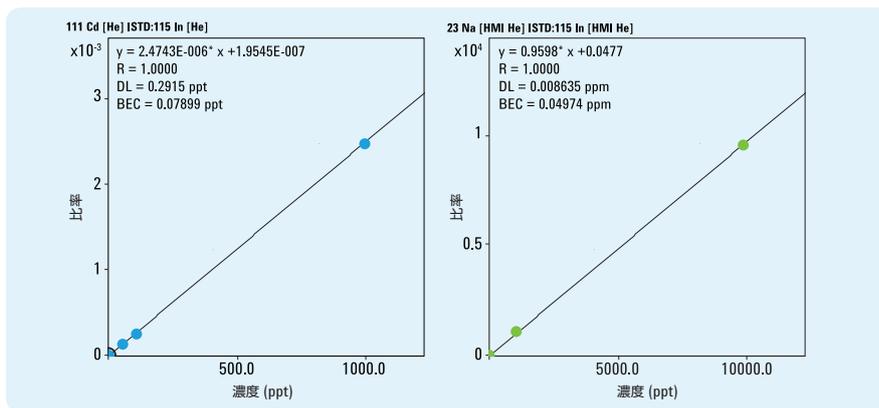


図 5. 0.1 ppt (Cd BEC) から 10,000 ppm (Na 最大標準濃度) までの範囲をカバーする Cd と Na の検量線

この ODS と、設計が見直されたインターフェース、イオンレンズ、多段階真空システムにより、装置バックグラウンドが通常 1cps 未満にまで低下し、さらに感度が向上することで、微量元素の確実な測定が可能になります。

ダイナミックレンジの広さを、図 5 の 2 つの検量線で示しています。左の Cd の検量線では、低バックグラウンド (Cd の BEC が <0.1 ppt) が示されています。右の Na の検量線では、測定上限の拡大 (Na の上限が 10,000 ppm (1%) が示されています。

生産性の向上

かつては研究専用の分析技術とされていた ICP-MS は、いまではスピードと検出下限、広い元素対応範囲に重点を置く多忙な商業ラボでも普及しています。商業受託ラボでは一般に、各機器で 1 日あたり数百のサンプルを分析するため、測定時間の短縮は、分析サービスの収益性と競争力に大きな影響を与えます。

サンプルをループに充てんしたのち、キャリアフローに注入してネプライザへ運ぶディスクリットサンプリング (DS) は、サンプルスループットを向上させる目的で広く用いられています。DS を利用すれば、データ採取を次のサンプルの取り込みおよび安定化手順と並行しておこなえるため、取り込み時間と洗浄時間が短縮され、分析サイクルが向上します。

図 6 には、7900 ICP-MS のアクセサリの 1 つである第 3 世代のインテグレートサンプル導入システム (ISIS 3) を示しています。

このシステムを使えば、7 ポート注入バルブとネプライザの距離がきわめて短くなるため、効率の高い DS 機能が実現します。この密結合レイアウトと、高速ピストンポンプを用いたサンプル取り込みにより、最適なサンプル送液が確保されます。7 ポートバルブは、オンライン内標準 (ISTD) 添加に対応するポートを備えています。また、ISTD とチューニング溶液を切り替える 3 ウェイバルブも備えているため、ISIS 3 ではスタートアップとオート



図 6. 新しい ISIS 3 アクセサリ

チューニングの自動化が実現できます。サンプルあたり数秒の短縮が重要な意味を持つハイスループットラボでは、Agilent 7900 の新しいオクタポールリアクションシステム (ORS4) も生産性の向上に貢献します。セルガス切り替え時間がわずか 2 秒の新ガスコントローラにより、EPA 6020 などの規制メソッドに対応するマルチモード (すべての分析対象物に適したセルガスモード) 分析が、1 サンプルあたり 60 秒未満で完了します。

詳細

7900 の詳細や、概要を紹介するビデオアニメーションについては、こちらをご覧ください。

agilent.com/chem/jp

ICP-MS MassHunter 4.1 : 最もシンプルで パワフル、かつ柔軟性の 高い ICP-MS ソフト ウェア

¹Steve Wilbur, ²Sayuri Otaki

¹ICP-MS ソフトウェア製品マネージャ、
アジレント・テクノロジー、米国

²ICP-MS ソフトウェア R&D マネージャ、
アジレント・テクノロジー、日本



最新バージョンの ICP-MS MassHunter ソフトウェア (バージョン 4.1) が、新しい Agilent 7900 四重極 ICP-MS と併せて開発されました。このソフトウェアを使えば、構成、メソッド設定、データ採取、データ処理、レポート作成を完全にコントロールできます。

ICP-MS MassHunter 4.1 は、Agilent 7700 シリーズ ICP-MS および 8800 ICP-QQQ にも対応しています。ソフトウェアライセンスまたは PC バンドルを注文する際には、必要なバージョンを「オプション」として指定してください (7700、8800、7900 はそれぞれ #001、#002、#003)。

ICP-MS MassHunter 4.1 Workstation は、Windows 7 Professional (64 ビット) オペレーティングシステム上で動作します。基本バージョンには、ほとんどの一般的なアプリケーションに必要なすべての機能が含まれています。高度な機能をオプションとして追加することもできます。

追加オプションとしては、時間分解分析、同位体分析、精度管理ソフトウェア、クロマトグラフィー分析、ユーザーアクセス管理などがあります。



図 1. メインのダッシュボード

ICP-MS MassHunter 4.1 の新機能

ICP-MS MassHunter 4.1 では、旧バージョンのすべての性能と機能が引き継がれていますが、よりシンプルで直観的、かつ柔軟性の高い操作に重点が置かれています。

新しい ICP-MS トップペインでは、全面的に設計が見直されたダッシュボード形式のユーザーインターフェースが採用されています。このペインでは、すべてのメイン機能が、大型でわかりやすい「ガジェット」に割り当てられています (図 1)。ガジェットアイコンは一般的なアクセス順に従って並び、関連する機能が 1 つのグループにまとめられています。たとえば、プラズマ点火パラメータには、「Plasma (プラズマ)」ガジェットからアクセスできます (図 2)。重要ではあってもあまり使わない機能は、「Settings (設定)」ガジェットにわかりやすく整理されています。

その他の新機能：

- ユーザーによる設定が可能な「スタートアップ」およびオートチューン
- 標準的な QC エラーに対するアクション機能
- 機器ハードウェアおよび動作状況の概要を一覧できるステータスビューアー
- バッチを簡単に編集し、キューに再投稿して再分析できる「リキュー」機能
- シンプルで柔軟性の高いユーザーチューンおよびグローバルチューン機能
- 双方向的にメソッドを作成できるインテリジェントなメソッドウィザード

- 全自動でメソッドを作成できるメソッドウィザード*
- ISIS-3 に対応*
- 高速シグナルモニタリングに対応*
- Ultra HMI (UHMI) に対応*
- Excel 不要のシンプルで新しいドラッグ&ドロップ形式のカスタムレポートテンプレートデザイナー
- iOS および Android モバイル端末用の Agilent ICP-MS Mobile アプリにより、装置の遠隔操作、遠隔監視をサポート

* 7900 メインフレームのみ

インテリジェントなメソッドウィザード

新しいメソッドウィザード (図 3) を使えば、ユーザーの経験レベルにかかわらず、新しいメソッドを迅速に開発することができます。アプリケーションに関するいくつかの簡単な質問や一般的なサンプルの種類にもとづき、最適化されたメソッドを作成することが可能です。

各分析対象物や内標準に最適な同位体をウィザードが自動的に選択し、ハードウェア構成やメソッド性能の優先順位をもとに、適切な積分時間、プラズマ条件、チューンモードを選択します。そのすべてを、数回のマウスクリックだけで実行することができます。

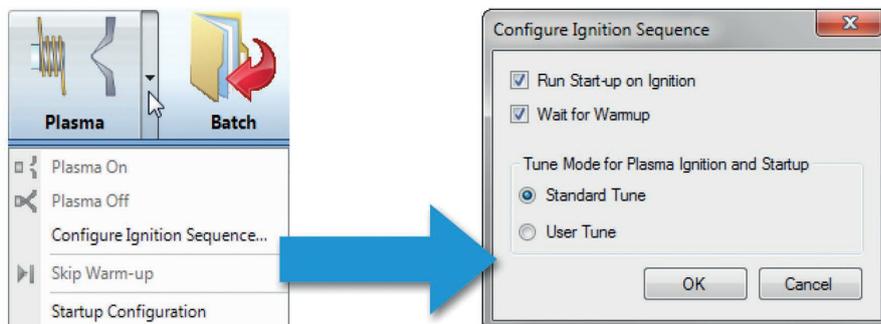


図 2. 「Plasma (プラズマ)」ガジェットのプルダウンメニューからは、すべてのプラズマ関連機能にアクセスできます。ガジェットをダブルクリックするだけで、プラズマの点火や消火が可能です。

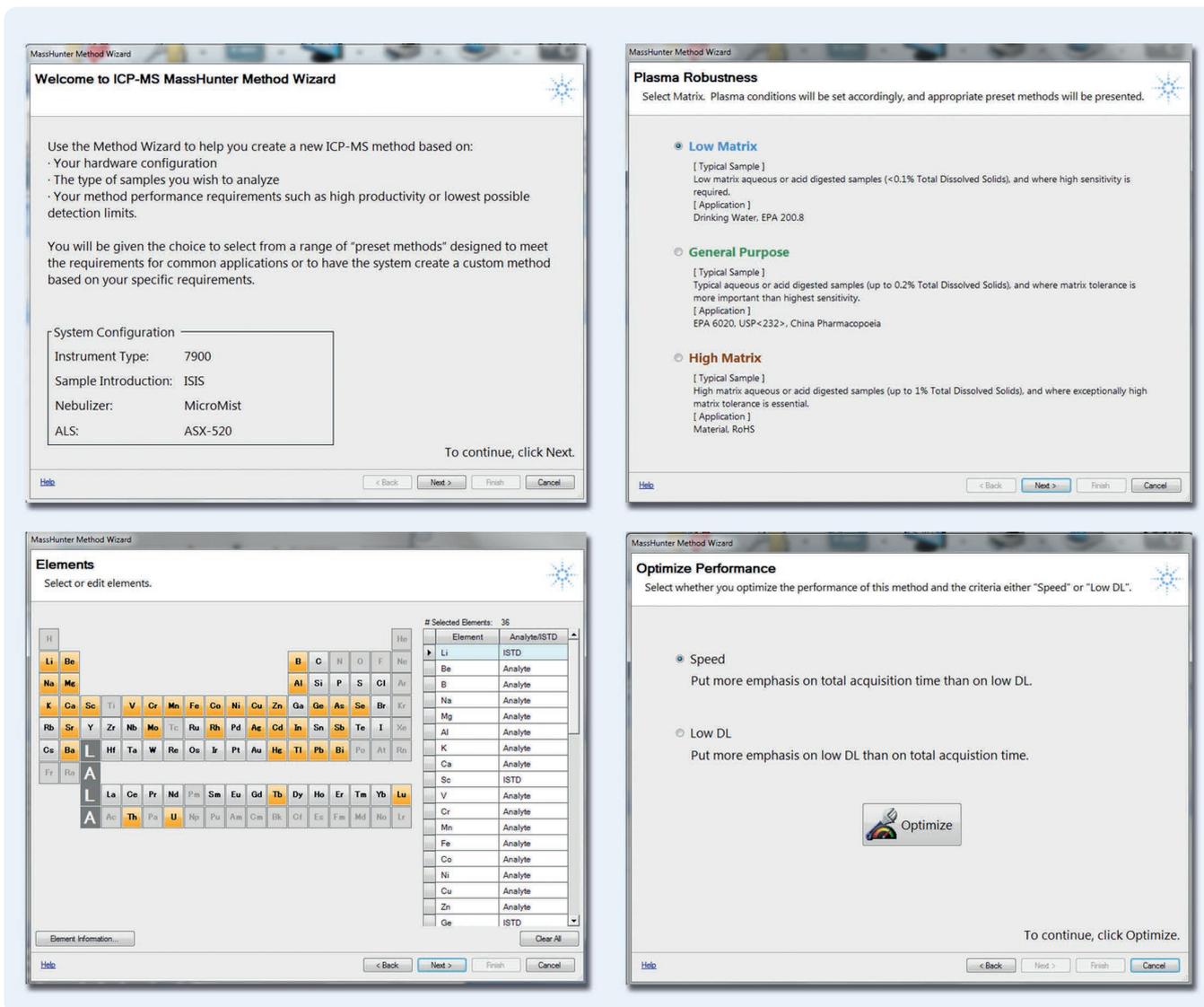


図 3. メソッドウィザードのユーザーインターフェースとワークフロー

Agilent ICP-MS Mobile アプリ

新しい (初期リリース) ICP-MS Mobile アプリ (図 4) は、Apple iOS や Android モバイル端末を使う Agilent ICP-MS ユーザーに無料で提供するために開発されているアプリで、Apple App ストアと Google Play ストアでダウンロード可能になる予定です。

ICP-MS Mobile アプリを使えば、ウェブに接続された MassHunter 4.1 搭載 Agilent ICP-MS にアクセスし、ハードウェア、バッチ、キューなどの現在の機器ステータスやエラー条件を見ることができます。遠隔操作でのプラズマの点火や消火、キューの停止や再開なども可能です。プロット機能を使えば、MassHunter 内標準または QC チャートを遠隔表示して、現在分析中のバッチを確認することができます。



図 4. MassHunter 4.1 搭載 Agilent ICP-MS 機器用の ICP-MS Mobile アプリ

詳細

ICP-MS MassHunter 4.1 の利点の詳細については、agilent.com/chem/jp をご覧ください。

7900 ICP-MS による ナノ材料の 単一粒子分析

Sébastien Sannac
アジレント・テクノロジー、フランス

はじめに

ナノ粒子 (Nanoparticle; NP) の安全性や健康への影響に対する関心が高まっており、NP の評価に適した分析メソッドの早急な開発が求められています。

NP のキャラクタリゼーションに関して、ICP-MS による興味深いアプローチが Degueldre 氏らにより開発されています [1]。NP を含んでいるサンプルを溶液中の粒子数が少ない状態で導入して、ICP-MS の継続的な時間分解 (TRA) モードを用いた分析により、プラズマ中で酸化および原子化した単一粒子のシグナルを読み取ることができます。その後、各測定データポイントを固有の NP のサイズおよび質量分率に関連付けることができます。このメソッドは、単一粒子 (SP-) ICP-MS 分析と呼ばれます。

実験方法

標準試料およびサンプルの前処理

サイズの異なる銀 NP を含有した標準試料は Sigma Aldrich から購入しました。

この NP サンプルをポリプロピレンバイアル中で超純水により希釈しました。劣化を防ぐためにサンプルは測定当日に希釈しました。サンプルの希釈と測定の前には、すべての溶液を超音波浴に 10 分間入れ、NP サンプル溶液を均質化しました。

使用機器

NP の測定には Agilent 7900 ICP-MS を使用しました。標準装備のペリスタルティックポンプと ASX-520 オートサンプラを用いて、サンプルを ICP-MS システムに直接導入しました。測定は TRA モードでおこないました。7900 システムの全般的な設定を表 1 に示しています。

表 1. 7900 ICP-MS 動作条件

プラズマ出力	1550 W
キャリアガス	1.05 L/min
メイクアップガス	0.10 L/min
サンプリング深さ	8 mm
積分時間	3 ms または 100 μ s (本文参照)
採取時間	60 秒

データ解析

データ変換には、オランダ国立食品安全研究所 (RIKILT) で開発された専用のスプレッドシートを使用しました。SP-ICP-MS 分析とこの専用スプレッドシートを使用した計算により、サンプル中の粒子数、サイズ分布、NP 群のサイズ中央値、当該元素の質量濃度を測定することができます。

結果と考察

図 1 は、7900 ICP-MS を用いて積分時間 3 ms で測定した 40 nm Ag NP 溶液の TRA 分析結果を示しています。

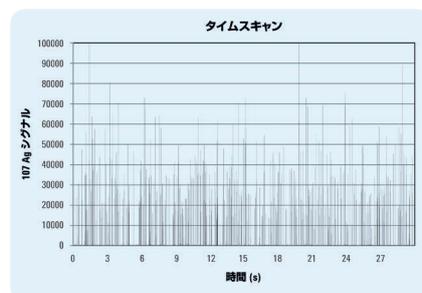


図 1. SP-ICP-MS モードを用いた 40 nm 銀 NP の測定

この生データから専用スプレッドシートを用いてバックグラウンドシグナルを除去しました。バックグラウンド除去後のシグナル強度を粒子サイズに変換して、図 2 に示す分布パターンを得ました。

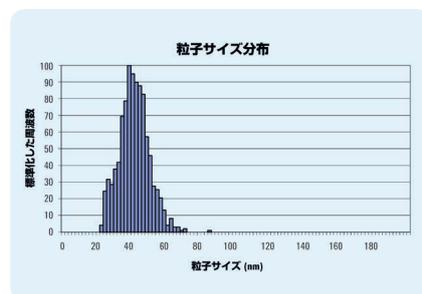


図 2. 40 nm Ag NP の粒子サイズ分布

このサイズ分布図から算出した粒子サイズの中央値は 40 nm でした。この測定値は、サプライヤの示した 40 ± 4 nm という値と良好に一致しています。

このサプライヤの提供値は、透過電子顕微鏡法 (TEM) 分析により得られた値です。希釈サンプル中の粒子数は、 3.4×10^7 個/L、Ag の質量濃度は 13 ng/L と推定されます。

サイズの異なる 3 種類の Ag NP (表 2) の分析で得られた結果サマリーを見ると、すべてのケースにおいて、7900 による分析結果が、TEM 分析にもとづく NP サプライヤのスペック値と一致していることがわかります。

表 2. 3 種類の Ag NP 分析の結果

サプライヤのスペック値 (nm)	40 ± 4	60 ± 4	100 ± 8
測定値 (nm)	40	55	103
粒子数 (個/L)	3.4×10^7	1.5×10^7	5.2×10^6
元素濃度 (ng/L)	13	14	424

今後の開発

新しい 7900 ICP-MS を使えば、100 μ s という高速積分時間を用いた NP 分析が可能です。これにより、各 NP ピークシグナルの測定が可能になります (図 3)。

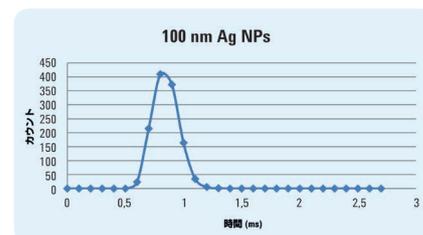


図 3. 積分時間 100 μ s を用いた 100 nm Ag NP の測定

結論

Agilent 7900 ICP-MS を用いたこのメソッドを銀 NP 分析に適用し、NP 標準試料のサイズ分布、サイズ中央値、粒子数、元素濃度を測定することができました。

謝辞

SP-ICP-MS 分析の生データの変換に用いた Microsoft® Excel® ワークシートを提供してくださった RIKILT に感謝します。

参考文献

1. Degueldre S., Favarger P.-Y., Bitea C., (2004) Anal.Chim.Acta, 518:137-142

分光分析製品群がさらに充実

新製品 7900 ICP-MS に加えて、2014 Winter Plasma Conference (WPC) では、Agilent 4200 マイクロ波プラズマ原子発光分光分析装置 (MP-AES) も発表されました。



新製品 Agilent 4200 MP-AES

どちらの新機器も、性能や機能が拡張され、困難なアプリケーションに対応できるようになっているほか、さまざまな技術レベルのユーザーがより使いやすい設計になっています。

「アジレントでは、プラットフォーム全体にわたって市場初の技術を発表しつづけ、お客様がそれぞれのラボの機能を高め、ワークフローを単純化することを可能にしています」とアジレントのスペクトロスコーピー製品担当バイスプレジデントを務める Philip Binns は述べています。「4200 MP-AES と 7900 ICP-MS の発表により、お客様にアプリケーションのニーズに合った最高のツールを提供することができます。元素分析におけるリーダーとして、アジレントはお客様の期待に応えていきます。」

4200 の詳細は、以下のウェブサイトをご覧ください。

agilent.co.jp/chem/4200mpaes

本資料記載の情報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. 2014
Printed in Japan January 30, 2014
5991-3903JAJP

WPC 2014 でのアジレントの活動



アジレントは 1 月 6 日、米国フロリダ州アメリアイランドで開催された Winter Plasma Conference (WPC) で、2 つの革新的な新製品を発表しました。原子分光分析および元素分析分野のリーダーである数百人の出席者のまえて発表されたのが、7900 ICP-MS と 4200 MP-AES です。

「7900 と新設計の MassHunter ソフトウェアの性能向上について、好意的なコメントを数多くいただきました」とアジレント ICP-MS マーケティングディレクターの Ken Suzuki は述べています。「7900 の超高マトリクス耐性、広いダイナミックレンジ、シグナル/ノイズ性能の向上は、環境および臨床分野のルーチン分析を行っている要件の厳しいハイスルーブットラボをはじめ、主要分野のお客様の心をとらえたようです」。7900 ランチセミナーは、新しい ICP-MS の詳細を聞くために集まった出席者で満員になりました。

8800 ICP-QQQ に対する関心も引き続き急速に高まっており、8800 ランチセミナーにも多くの出席者が集まりました。また、アジレントは WPC で初めて 8800 ユーザーミーティングを開催し、この先駆的な機器を実際に使用した体験について、お客様どうして語り合う機会を提供しました。

「1 月 5 日に開催した 4200 MP-AES ランチセミナーでは、40 名を超える大勢の方に参加していただきました。新しい機器とその機能について知りたいという熱心な方ばかりで、お寄せいただいたフィードバックは、きわめて好意的なものでした。出席した方々は、MP-AES テクニック固有の安全でコスト効率の良い元素分析を維持しながら性能を向上させる 4200 の機能に感銘を受けているようでした」とアジレントの原子光学分光分析製品担当ゼネラルマネージャを務める Keith Bratchford は述べています。

アジレントのスペシャリストは、カンファレンスのサイエンスセッション全体をつうじて、全部で 16 の口頭およびポスタープレゼンテーションに参加しました。また、アジレント製品のユーザーのためのお客様感謝イブニングイベントも開催され、ソールドアウトの大盛況となりました。アジレントの分光分析装置の詳細については、agilent.com/chem/jp をご覧ください。

Agilent ICP-MS 関連資料

最新の ICP-MS 関連資料については、www.agilent.com/chem/jp から「ライブラリ」を検索してください。

- **カタログ** Agilent 7900 ICP-MS : とどまることなく進化する次世代の ICP-MS、5991-3719JAJP
- **アプリケーションノート** : Speciation of Inorganic Arsenic in Baby Rice Cereals Using HPLC-ICP-MS (HPLC-ICP-MS を用いた乳児用米シリアル中の無機ヒ素のスペシエーション)、5991-2568JAJP
- **アプリケーションノート** : Method Validation for 16 Trace Element Determinations in Polypropylene and High Density Polyethylene by ICP-MS (ICP-MS によるポリプロピレンおよび高密度ポリエチレンに含まれる 16 種類の微量元素測定に関するメソッドバリデーション)、5991-3536JAJP
- **アプリケーションノート** : Multi-element analysis of crude oil samples by ICP-MS (ICP-MS による原油サンプルの多元素分析)、5991-3538EN

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