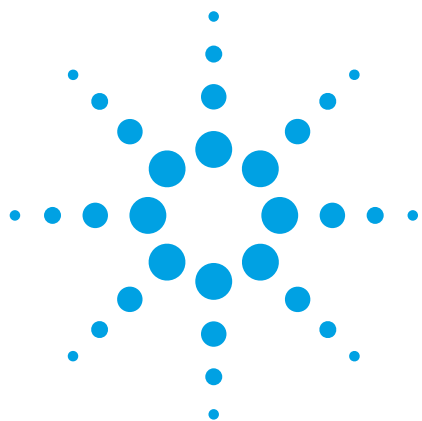




IntelliQuant によるサンプルの 高速スクリーニングと容易なメソッド開発

技術概要



はじめに

分析ラボでは、ICP-OES を用いた元素の定量分析が日常的に行われています。このような特定元素をターゲットとした分析に加え、サンプルに含まれるその他の元素をすばやく同定できる手段を望むラボも少なくないでしょう。次にあげるのはその例です。

- 食品検査ラボでは、一連の元素のルーチン分析に加え、品質管理の観点から懸念される元素が他に存在しないか把握したいと考えています。
- 鉱物検査ラボでは、予測外の貴金属群 (PMG) やその他の有価金属を見逃すような状況は避けたいと考えています。
- ICP-OES メソッドを開発する分析者は、サンプル中のあらゆる元素を同定できるスクリーニングツールを用いて、メソッド開発を簡単に行いたいと考えています。

アジレントの IntelliQuant は、従来の ICP-OES 分析の機能を拡張し、サンプルに含まれる最大 70 種類の元素の同定と、各元素の濃度の概算 (半定量) を行うソフトウェア機能です。



Agilent Technologies

IntelliQuant を用いると、サンプルに含まれる多数の元素についておおよその濃度をすばやく確認できます。技術的に困難で時間のかかるルーチンメソッドの変更や多元素標準溶液の追加調製は必要ありません。

IntelliQuant は、すべての Agilent 5110 ICP-OES および 5100 ICP-OES システムで利用でき、ICP Expert ソフトウェア (v7.3 以降) に完全に統合されます。

IntelliQuant の機能

1 回の全波長高速スキャンで最大 70 種類の元素を同定

IntelliQuant を使用すると、サンプル中の特定元素を定量するための検出器による標準的な読み取りに加え、波長範囲 167 ~ 785 nm の全波長スキャンを行えます。最終的には、メソッドで定義されている元素の定量結果だけでなく、最大 70 種類の追加元素の同定および半定量結果が得られます。そのすべてのデータがアジレントの VistaChip II CCD 検出器による 2 回の読み取りによって採取され、追加で必要となる測定時間はサンプルあたりわずか 15 秒です。

デフォルトキャリブレーションとカスタムキャリブレーション

IntelliQuant には、アキシアルモード、ラディアルモード、およびシンクロナス・パーティカル・デュアルビュー (SVDV) モードで利用できるデフォルトキャリブレーションが含まれています。これらのデフォルトキャリブレーションでは、サンプルに含まれる最大 70 種類の元素の濃度を概算できます。標準溶液を改めて分析する必要はありません。

また、アジレントの IntelliQuant キャリブレーションキットを使用して IntelliQuant のデフォルトキャリブレーションを更新すれば、追加でサンプル前処理を行わなくても、より正確な結果が得られます。このキットに含まれる一連の多元素標準溶液を測定することにより、IntelliQuant のデフォルトキャリブレーションを 70 種類の元素すべてについて更新できます。時間のかかる標準溶液の調製は不要です。この機能は、より正確な半定量分析を必要とするラボに最適です。

さらに、IntelliQuant のカスタムキャリブレーションを測定して保存すれば、最大限の柔軟性が得られます。カスタムキャリブレーションは完全なカスタマイズが可能で、任意の元素を目的のキャリブレーション範囲に渡って含めることができます。

この機能により、実際のサンプルのマトリックスに合わせて調製された標準溶液をもとに検量線を作成できるため、さらに正確な分析結果が得られます。

IntelliQuant のキャリブレーションを更新またはカスタマイズするための測定は、標準的な定量分析シーケンスで行えます。分析を別途行う必要がなく、追加のワークシートも不要です。

IntelliQuant の利点

高速スクリーニング

IntelliQuant は、理想的な高速サンプルスクリーニングツールです。最大 70 種類の未知元素の同定と半定量が可能で、そのために追加で必要になる分析時間は、サンプルあたりわずか 15 秒です。

IntelliQuant のインターフェースには、サンプルで検出された元素が一目でわかる周期表ヒートマップが搭載されています (図 1)。ヒートマップには、低濃度で存在する元素が黄色、中程度の濃度の元素がオレンジ色、高濃度の元素が赤色で示されます。



図 1. IntelliQuant で生成されるヒートマップには、サンプル中に存在する元素の相対濃度が視覚化されて表示されます。

ヒートマップは、簡単にカスタマイズできます。例えば、食品検査ラボでは、特定元素について、濃度上限を規制濃度上限値に設定すれば、規制を満たしていないサンプルが周期表に赤色で表示されます。

スキャン後には、全波長スペクトル (図 2) も表示されます。このスペクトルでは、サンプル中に存在する元素および干渉する可能性のある元素について、より多くの情報が得られます。スペクトルを拡大して、さらに詳しく調べることができます。

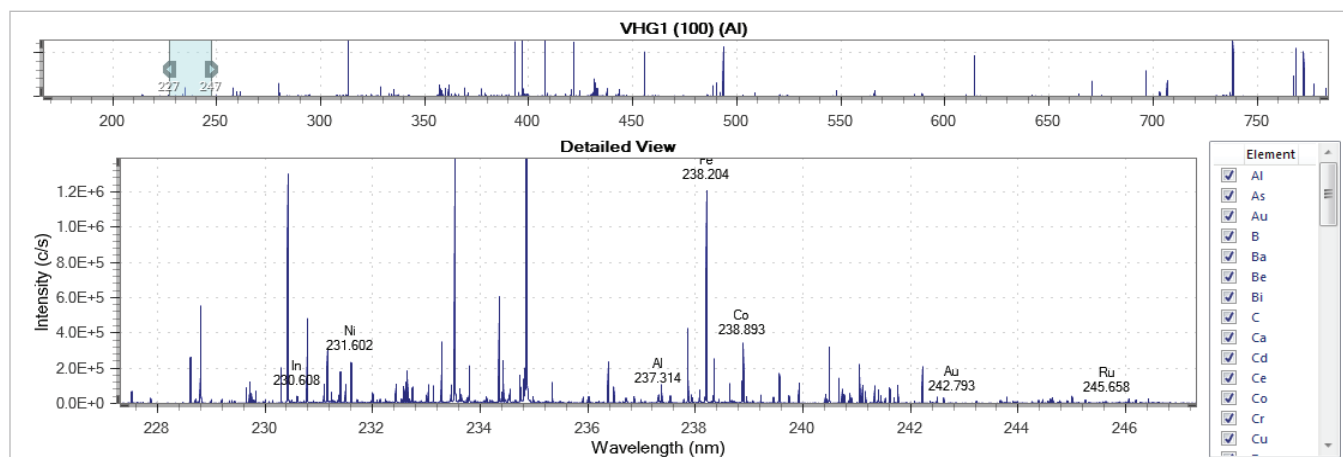


図 2. IntelliQuant のインターフェースには、サンプルの全波長スキャン (上) に加え、フルスキャンから選択した波長範囲の詳細なスペクトルも表示されます。このスペクトルでは、元素のピークにラベルが付けられます (下)。

容易なメソッド開発

ICP-OES メソッドの開発時には、未知元素の存在があらかじめわかっていると便利です。未知元素が分析対象元素のスペクトルに干渉する可能性があるからです。IntelliQuant で得られるフルスキャンを参考にすれば、このような干渉を避けて波長を選択でき、メソッド開発プロセスが容易になります。

IntelliQuant は、サンプルに含まれる元素がまったくわかっていない場合にも役立ちます。IntelliQuant で生成される全波長スキャンから、サンプル中に存在する元素を判断できるため、この情報をもとに、ICP-OES で定量すべき元素を決定できます。

IntelliQuant のデータは、各元素の適切なキャリブレーション範囲を特定するうえでも役立ちます。

予測外の結果への対処

IntelliQuant 分析では、すべての元素について全波長が機器で読み取られます。そのため、分析の終了後に、半定量分析に使用する波長を変更することも可能です。このように、最初の分析後にいつでも分析データの再解析を行えます。

例えば、IntelliQuant のスペクトルにスペクトル干渉が観察された場合、別の波長を選択すれば、元素の濃度がすばやく自動的に再処理されます。

分析例

Agilent 5110 SVDV ICP-OES で IntelliQuant を用いて、幅広い種類のサンプルを代表する 5 種類の分解済み認証標準物質 (CRM) を分析しました。標準的な分析中に、機器で IntelliQuant キャリブレーションキットの多元素標準溶液を測定し、IntelliQuant のキャリブレーションを更新しました。結果は、そのキャリブレーションにもとづいています。すべての測定値は、機器の SVDV モードで採取しました。

食品 CRM に含まれるすべての元素の半定量回収率を表 1 に示します。また、環境 CRM の結果を表 2 に示します。スペクトル干渉を回避し、最適な半定量真度で結果を得るために、IntelliQuant の再解析波長選択機能を利用しました。

干渉の影響を受けている元素については、この機能により、濃度の概算に使用する波長を変更しました。その結果、5 種類の CRM で測定したほぼすべての元素について、認証値の ±20 % 以内の回収率が得られました。以上の分析結果が示す優れた真度から、IntelliQuant をきわめて有用性の高い高速スクリーニングツールとして利用できることが実証されました。

参考文献

CCD and CID solid-state detectors, Agilent publication 5991-4854EN, (2014).

表 1. IntelliQuant による、2 種類の食品 CRM に含まれる元素の半定量回収率

元素/波長 (nm)	果樹葉 (CRM-OL)		粉乳溶液 (CRM-MP)	
	CRM 値 (µg/mL)	IntelliQuant 値 (µg/mL)	CRM 値 (µg/mL)	IntelliQuant 値 (µg/mL)
アルミニウム 237.312	3	3	0.02	—
ヒ素 188.98	0.1	0.07	0.002	—
バリウム 614.171	0.5	0.5	—	—
カドミウム 214.439	0.001	—	—	—
カルシウム 318.127	200	204	130	136
クロム 205.56	0.03	0.03	0.0003	—
コバルト 230.786	0.002	—	0.0004	—
銅 213.598	0.1	0.09	0.007	—
鉄 273.358	3	3	0.02	—
鉛 217.000	0.5	0.5	0.002	—
マグネシウム 277.983	60	57	12	12
マンガン 293.931	1	1	0.003	—
ニッケル 231.604	0.01	—	—	—
リン 177.434	20	20	100	99
カリウム 766.491	150	140	170	153
セレン 196.026	0.0008	—	0.001	—
ケイ素 243.515	5	7	—	—
ナトリウム 589.592	1	1	50	44
バナジウム 311.837	0.005	—	—	—
亜鉛 334.502	25	30	0.5	0.6

表 2. IntelliQuant による、3 種類の環境 CRM に含まれる元素の半定量回収率

元素/波長 (nm)	河口堆積物溶液 (CRM-ES)		土壌溶液 B (CRM-SOIL-B)		土壌溶液 A (CRM-SOIL-A)	
	CRM 値 (µg/mL)	IntelliQuant 値 (µg/mL)	CRM 値 (µg/mL)	IntelliQuant 値 (µg/mL)	CRM 値 (µg/mL)	IntelliQuant 値 (µg/mL)
アルミニウム 237.312	700	705	700	720	500	534
アンチモン 206.834	0.004	—	0.4	0.3	0.03	—
ヒ素 188.98	0.1	—	6	5	0.2	0.1
バリウム 614.171	—	—	7	6.48	5	5
ベリリウム 313.107	0.02	0.04	—	—	—	—
カドミウム 214.439	0.0004	—	0.2	0.2	0.003	—
カルシウム 318.127	80	75	125	118	350	331
クロム 205.56	0.8	0.8	0.4	0.4	—	—
コバルト 230.786	0.1	0.1	0.1	0.1	—	—
銅 213.598	0.2	0.2	3	3	0.3	0.3
鉄 273.358	350	288	350	309	200	189
鉛 217.000	0.3	—	60	58	0.4	0.3
マグネシウム 277.983	100	89	80	74	70	62
マンガン 293.931	4	4	100	89	0.1	0.2
ニッケル 231.604	0.3	0.3	0.2	0.2	0.3	0.3
リン 177.434	5	5	10	10	10	9
カリウム 766.491	150	150	210	189	200	192
セレン 196.026	0.05	—	—	—	0.01	—
ケイ素 243.515	3000	2430	3000	2460	3000	2390
ナトリウム 589.592	200	146	100	86	70	65
トリウム 283.73	0.1	—	0.1	—	0.1	—
ウラン 385.957	—	—	0.25	—	0.01	—
バナジウム 311.837	1	0.9	0.8	0.7	0.1	0.09
亜鉛 334.502	1.5	1.6	70	74	1	1

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的
または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、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. 2016

Published May 1, 2016
5991-6876JAJP



Agilent Technologies