

Agilent IntelliQuant による ICP-MS 分析

自動化された高速の半定量分析により、
サンプル情報の品質と結果の信頼性を向上

ICP-MS の操作とデータ確認を簡素化するスマートツール

分析ラボは、とりわけ商業分野において、データ品質を損なうことなく、生産性を高めてコストを削減するというプレッシャーに常に晒されています。こうした多くのラボでは、無機（金属）分析の要件を満たすために、多元素分析が可能な ICP-MS を導入しています。ただし、ICP-MS は多くの場合、エキスパートユーザーが新しいメソッドを作成してデータを解析する必要があり、依然として複雑な手法であると見なされています。Agilent ICP-MSは、プリセットメソッドやオートチューンなどの機能、および通常のワークフローを通じてナビゲートするソフトウェアインターフェースが搭載されており、短時間で使い方を習得して簡単に使用できます。多原子イオン干渉を制御するためのヘリウムコリジョンセル、マトリックス耐性を向上させる超高マトリックス導入（UHMI）、広いダイナミックレンジの検出器といった性能の進歩により、よりシンプルな分析ワークフローが実現しています。メソッドの堅牢性と結果の精度に対する信頼性を提供するために、アジレントは操作とデータ確認を簡素化するための広範なスマート機能を開発しました。その1つが IntelliQuant です。このソフトウェア機能により、サンプルに関する詳細な情報が得られるため、サンプル前処理、メソッド作成、サンプル分析、データ報告において、情報に基づいた決断が可能になります。

外れ値の結果

Agilent ICP-MS システムで使用される標準的なヘリウムコリジョンモードは、一般的なサンプルの多数の成分に影響を及ぼしうる多原子イオン干渉を解消します。ただし、すべての ICP-MS メソッドでヘリウムコリジョンモードを使用できるわけではなく、特殊な種類のサンプルの場合にエラーを引き起こす可能性もあります。この場合、IntelliQuant の外れ値表示が、可能性のあるエラーの原因を特定するのに役立ちます。ICP-MS に関する高レベルの専門知識は不要です。図 2 に示すように、IntelliQuant の外れ値の結果は、結果表または周期表で表示することが可能です。

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	L	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	A															
		L	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
		A	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

図 2. 色付けされた外れ値フラグは、他の質量での信号強度がスペクトル干渉の原因となっている可能性がある成分を示しています。

他のサンプル成分の影響を受けている可能性があると同定される成分の質量は、データテーブルでは色付けされ、周期表では表示されるため、すぐに確認できます。外れ値フラグは、分析対象物の相対強度と可能性のある干渉源に基づいているため、明らかな干渉ではなく可能性のある干渉を示します。IntelliQuant は質量スペクトル全体をスキャンし、可能性のある二価イオン干渉、多原子干渉等をチェックします。外れ値をこのように使用することにより、ユーザーはデータの整合性を確保するために慎重に対応できます。フラグは、異常なマトリックス成分の影響を受けた可能性がある結果を見直して確認するよう促し、偽陽性の結果が未確認のまま見過ごされることを防ぎます。

図 2 の例では、黄色で強調されている Al と La は分析対象物よりも低い信号強度 16 u の存在を示しており、残留酸化物干渉の可能性を表しています。同様に、ピンク色の As、Se、Zr は、分析対象物よりも低い信号強度 40 u の存在を示しており、残留アルゴン干渉の可能性を表しています。ダイマーや二価イオンなど、その他のタイプの干渉も同様に色付けされます。元素の上にカーソルを置くと、「ツールチップ」に詳しい情報が表示されます。

サンプル中の固形分濃度を測定

総マトリックス固形分 (TMS) 機能は IntelliQuant データを使用して、各サンプル中の固形分濃度を概算します。この計算には、Ar、N、O、C、P、S、ハロゲン化合物などの気体や溶媒の元素は含まれないため、より正確な結果が確実に得られます。

TMS はサンプルのメソッド作成のための強力なツールであり、代表的なサンプルの総マトリックス濃度をすばやく評価できます。TMS は、サンプル導入消耗品およびインタフェースコーンのサンプル導入量を追跡するためにも使用でき、定期メンテナンスを維持するのに役立ちます。7850 ICP-MS のユーザーはアーリーメンテナンスフィードバック (EMF) センサおよびカウンタを使用して、操作時間または測定したサンプル数に基づき、メンテナンスが必要なタイミングを判断することもできます (5)。

Agilent ICP-MS システムの動作はプラズマのロバスト性が常に優れているため (低 CeO/Ce 比)、大部分の一般的な ICP-MS サンプルに存在する溶解固形分の濃度に容易に対応できます。ただし、非常に高いマトリックス濃度の場合、サンプルの粘度の違いによりサンプル取り込みと中和のプロセスが変化することで、信号変化が生じる可能性があります。図 3 に示した例では、サンプル 4 および 5 の ISTD 信号が低く、これらのサンプルでのマトリックス効果を示しています。このような感度の変化に対し ISTD は補正されるため、データの精度が損なわれることはありません。しかし ISTD の変化は、特に未知のサンプルを分析する場合に、有用な診断ツールとなります。TMS データは、より低い ISTD 信号が生じたサンプルについて、より多くの情報を提供できます。これら 2 つのサンプルの TMS データ (図 4) は、両方のサンプルのマトリックスレベルが約 1% (10,000 ppm) で他のサンプルよりもはるかに高かったことを示しました。この情報から、今後のバッチで希釈するようにこれらの種類のサンプルにフラグを付けるか、UHMI システムを使用してより高いエアロゾル希釈で測定するかを判断できます (6、7)。

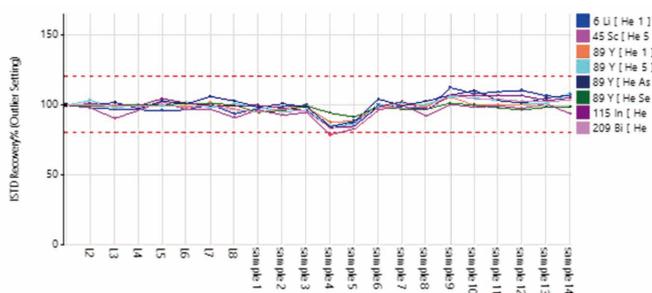


図 3. 多様なマトリックスサンプルの ISTD 回収率プロット

FullQuant		IntelliQuant		Sample		
	Rjct	Type	Level	Sample Name	TMS (ppm)	
9		<input type="checkbox"/>	Sample	sample 1	1282.949	
10		<input type="checkbox"/>	Sample	sample 2	1481.897	
11		<input type="checkbox"/>	Sample	sample 3	2424.732	
12		<input type="checkbox"/>	Sample	sample 4	13084.501	
13		<input type="checkbox"/>	Sample	sample 5	9369.169	
14		<input type="checkbox"/>	Sample	sample 6	2000.786	
15		<input type="checkbox"/>	Sample	sample 7	1313.767	
16		<input type="checkbox"/>	Sample	sample 8	3061.235	

図 4. 8 つのサンプルの TMS データ。サンプル 4 および 5 ではるかに高いマトリックスレベルが示されています。

半定量結果

IntelliQuant は、全定量メソッドのすべての元素や、キャリブレーション溶液に含まれない元素など、サンプル中に存在する最大 78 元素の半定量データを生成します。IntelliQuant によって、すべての元素の半定量データが得られるため、結果の信頼性が向上します。このデータは完全に未知のサンプルの分析、汚染問題の調査、データ品質問題のトラブルシューティングの際に特に有用です。

IntelliQuant 半定量データが役立つ 1 つの事例は、As や Se などの重要な元素に対する偽陽性の結果が報告されるのを防ぐことです。高濃度の REE を含むサンプルの場合、二価イオン干渉により、REE の半分の質量で一価 As および Se イオンに干渉する可能性があります。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。ICP-MS 用の元素分析メソッド (EAM) 4.7 の中で、米国食品医薬品局 (FDA) は、As および Se の結果のバイアスを防ぐために REE をモニタリングし、必要に応じて適切な干渉補正式を使用することを推奨しています (3)。

分析の補正プロセスを簡素化するために、ICP-MS MassHunter ソフトウェアには、REE 二価イオン干渉の補正に必要なパラメータを自動で設定する、使いやすい「 M^{2+} 補正」機能が含まれています (1、2)。

同位体フィンガープリント

IntelliQuant は 2 ~ 260 u まで全質量スペクトルで He モードデータを取得するため、各元素のすべての同位体のデータが取得されます。サンプルの結果が異常または予想外としてフラグ付けされた場合は、Quick Scan データを天然同位体アバundanceステンプレートと照合し、照会した元素の存在を確認できます。この機能を確認するために、図 5 に示すとおり、IntelliQuant を使用して水道水サンプルを測定し、同位体アバundanceステンプレートとの一致についてピークを確認しました。200 ppm の Na を含む水道水サンプルのスペクトルは、 ^{63}Cu および ^{65}Cu を含め、測定したすべての元素の天然同位体テンプレートに対し、一致した良好な結果を示しています。この結果は、 ^{63}Cu に対する $^{23}\text{Na}^{40}\text{Ar}$ 干渉を取り除く、7850 での He モードの有効性を裏付けています。

He モードで測定した質量スペクトルが同位体テンプレートに良好に一致しているため、サンプルを再測定する必要なく、分析結果の信頼性が高まります。IntelliQuant はサンプルに関する有用な分析データを提供し、定量結果の検証に役立ちます。

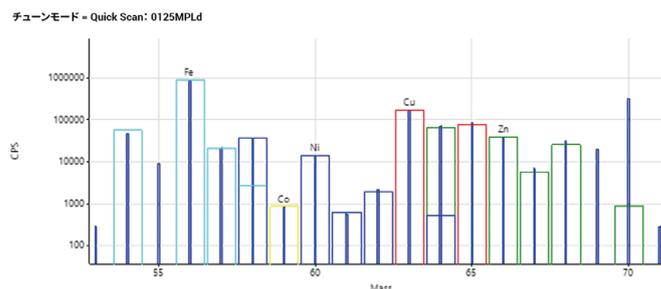


図 5. IntelliQuant Quick Scan 全質量スペクトルで、同位体テンプレートとの一致により成分/マトリックス元素の同定を裏付けることができます。この例の場合、Cu の同位体テンプレートにより、ヘリウムセルモードで ^{63}Cu に対する $^{23}\text{Na}^{40}\text{Ar}$ 干渉が除去されていることがわかります。

IntelliQuant 分析の例

標準物質 (SRM) の NIST 1643e を、Agilent 7850 ICP-MS を使用して分析しました。メソッド作成を簡素化するために、低マトリックスサンプルとレンズオートチューニングのプリセットメソッドを使用しました。ICP-MS MassHunter ソフトウェアでプリセットメソッドを使用した場合、ヘリウムセルモードで定量測定とともに自動で Quick Scan が取得されます。

標準液はアジレントの混合標準溶液 (p/n: 5183-4688) を使用して調製しました。ISTD 溶液は、アジレントの ISTD 溶液 (p/n: 5188-6525) および Ir と Y 用の単元素標準液 (関東化学株式会社、日本) を希釈し、1 ppm に調製しました。

半定量結果は、レスポンス係数を計算するために使用した標準液に含まれる成分に対して、非常に高い精度を示しています。ただし、標準液に存在しない元素についても、IntelliQuant により自動で計算されたレスポンス係数が実際の濃度の優れた指標になります。その結果を表 1 に示します。この表は NIST 1643e の IntelliQuant の結果で、取得の一環として自動で取得された 2 秒 Quick Scan データから計算されています。

水 SRM 中のすべての元素の半定量濃度の結果は、表 1 に示されているとおり、キャリブレーションされていない元素も含め、参照値の ±40% 以内でした。

表 1. 1643e SRM 中元素の IntelliQuant 半定量回収率

元素	測定値 濃度 (ppb)	認証値 濃度 (ppb)	回収率 (%)
9 Be	13.7	13.98 ± 0.17	98
11 B	121	157.9 ± 3.9	77
23 Na	18100	20740 ± 260	87
24 Mg	7050	8037 ± 98	88
27 Al	122	141.8 ± 8.6	86
39 K	1350	2034 ± 29	66
43 Ca	22300	32300 ± 1100	69
51 V	35.6	37.86 ± 0.59	94
52 Cr	21.1	20.4 ± 0.24	103
55 Mn	38.8	38.97 ± 0.45	100
56 Fe	126	98.1 ± 1.4	129
59 Co	27.8	27.06 ± 0.32	103
60 Ni	56.9	62.41 ± 0.69	91
63 Cu	23.3	22.76 ± 0.31	102
66 Zn	80.6	78.5 ± 2.2	103
75 As	57.4	60.45 ± 0.72	95
78 Se	14.1	11.97 ± 0.14	118

85 Rb	9.19	14.14 ± 0.18	65
88 Sr	199	323.1 ± 3.6	61
95 Mo	120	121.4 ± 1.3	99
107 Ag	0.985	1.062 ± 0.075	93
111 Cd	5.77	6.568 ± 0.073	88
121 Sb	55.3	58.3 ± 0.61	95
137 Ba	454	544.2 ± 5.8	83
185 Re	106	113	94
205 Tl	7.11	7.445 ± 0.096	95
208 Pb	18.3	19.63 ± 0.21	93
232 Th	9.4	10*	94
238 U	10.0	10*	100

*1643e SRM に含まれないため、10 ppb を添加しました。

参考文献

1. Tetsuo Kubota, Fast, Accurate Analysis of 28 Elements in Water using ISO Method 17294-2: Agilent 7850 ICP-MS controls polyatomic and doubly charged interferences to deliver long-term accuracy and reproducibility in diverse water samples, Agilent publication, [5994-2804EN](#)
2. Simplifying Correction of Doubly Charged Ion Interferences with Agilent ICP-MS MassHunter: Fast, automated M²⁺ correction routine improves data accuracy for Zn, As, and Se, Agilent publication, [5994-1435EN](#)
3. Patrick J. Gray, William R. Mindak, John Cheng, US FDA Elemental Analysis Manual, 4.7 Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometric Determination of Arsenic, Cadmium, Chromium, Lead, Mercury, and Other Elements in Food Using Microwave Assisted Digestion, Version 1.2 (February 2020), accessed November 2020, <https://www.fda.gov/media/87509/download>
4. Jenny Nelson, Elaine Hasty, Leanne Anderson, Macy Harris, Determination of Critical Elements in Foods in Accordance with US FDA EAM 4.7 ICP-MS Method, Extending the scope of routine food analysis using IntelliQuant data analysis, Agilent publication, [5994-2839EN](#)
5. Smart Self-Health Checks for ICP-MS Instruments, Agilent publication, [5994-2780EN](#)
6. High Matrix Introduction, Agilent publication, [5994-1170EN](#)
7. Wim Proper, Ed McCurdy, Junichi Takahashi, Performance of the Agilent 7900 ICP-MS with UHMI for High Salt Matrix Analysis: Extending the matrix tolerance of ICP-MS to percent levels of total dissolved solids, Agilent publication, [5991-4257EN](#)

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いません。
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, December 01, 2020

5994-2796JAJP

DE44138.9974421296