

Schnelle, genaue Analyse von 28 Elementen in Wasser nach der ISO-Methode 17294-2 für ICP-MS

Das Agilent 7850 ICP-MS kompensiert Molekülionen-Interferenzen sowie Interferenzen durch doppelt geladene Ionen und liefert langfristig hohe Genauigkeit und Reproduzierbarkeit für diverse Wasserproben



Autoren

Tetsuo Kubota
Agilent Technologies, Inc.

Einführung

Die Methode gemäß der internationalen Norm ISO 17294 beschreibt die Analyse von Elementen in Wasserproben mittels ICP-MS (1, 2). Teil 1 (2004) enthält allgemeine Anweisungen für den Einsatz der ICP-MS-Technik, während Teil 2 (2016) die Bestimmung von Spuren- und Mengenelementen in Proben wie Trinkwasser, Oberflächenwasser, Grundwasser und Abwasser beschreibt. Die Liste von mehr als 60 Elementen, die in ISO 17294-2:2016 aufgeführt ist, enthält viele neue Schadstoffe wie beispielsweise Seltenerdelemente. Seltenerdelemente werden verstärkt in neuen industriellen Verfahren und Produkten verwendet. Dies führt zu einem steigenden Interesse an deren Verteilung und Verbleib in der Umwelt. Mögliche Quellen für Kontaminationen mit Seltenerdelementen sind beispielsweise Bergbau, Ölraffination, Entsorgung elektronischer Geräte, Transport, Landwirtschaft und Krankenhausabfälle. Als Folge können Oberflächenwasser- und Grundwasserproben sowie andere Umweltproben erhöhte Konzentrationen an Seltenerdelementen enthalten.

Seltenerdelemente haben niedrige Ionisierungspotentiale für die zweite Ionisierung. Dies bedeutet, dass sie im Plasma relativ leicht doppelt geladene Ionen (M^{2+}) bilden. In der Quadrupol-ICP-MS werden Ionen nach ihrem Verhältnis von Masse zu Ladung (m/z) getrennt, sodass doppelt geladene Seltenerdelement (REE^{2+})-Ionen bei der Hälfte ihrer tatsächlichen Masse erscheinen und dort spektrale Überlappungen mit As und Se verursachen können (3).

Außer der Entwicklung von Methoden zur Einhaltung neuer Richtlinien und zur Sicherstellung der Datenqualität für unterschiedliche Probentypen stehen Laboratorien für Umweltanalytik vor der Herausforderung, den Arbeitsablauf für die Untersuchung der Proben zu steuern. Kommerzielle Laboratorien analysieren häufig Hunderte von Proben täglich auf eine Reihe möglicher Schadstoffe, sodass die Aufrechterhaltung eines hohen Maßes an Produktivität und Datenqualität für den Erfolg der Labore entscheidend ist. Die Labore können davon profitieren, die erforderliche Zeit für wichtige Schritte im analytischen Arbeitsablauf zu reduzieren: von der Vorbereitung von Kalibrierungsstandards und Proben, über die Entwicklung von Methoden, die Durchführung täglicher Überprüfungen und die Durchsicht von Daten bis hin zur Erstellung der Ergebnisberichte.

Das Agilent 7850 ICP-MS erfüllt diese Anforderungen mit einer benutzerfreundlichen, standardisierten Methodik, die schnelle, genaue und reproduzierbare Ergebnisse für Mengen- und Spurenelemente in einer Vielzahl von Umweltproben liefert. Das Oktopol-Reaktionszellsystem (ORS⁴) des 7850 ICP-MS verwendet einen optimierten Helium(He)-Kollisionsmodus zur Vermeidung von Molekülionen-Interferenzen, die in typischen Routineapplikationen viele Analyten beeinträchtigen. Die ICP-MS MassHunter-Gerätesteuersoftware enthält einen benutzerfreundlichen, automatisierten Methodenassistenten, der die Parameter für die Datenaufnahme und -analyse einstellt, die für die Kompensation der Interferenzen durch doppelt geladene Ionen erforderlich sind. Die M^{2+} -Korrektur gewährleistet, dass unbekannte Proben, auch Proben, die Seltenerdelemente enthalten, erfolgreich ohne reaktives Zellgas zur Auflösung von M^{2+} -Überlappungen analysiert werden können und dass somit die Methode vereinfacht und die Produktivität verbessert wird.

In dieser Studie wurde das 7850 ICP-MS zur Analyse von 28 Elementen in verschiedenen Mineralwasser- und Leitungswasserproben sowie in Proben natürlicher Gewässer gemäß ISO 17294-2 eingesetzt. Zwei zertifizierte Referenzmaterialien (CRM) für natürliche Gewässer wurden mit Seltenerdelementen versetzt, um die M^{2+} -Korrekturfunktion der ICP-MS MassHunter-Software für die genaue Analyse von As und Se zu bewerten.

Experimentelles

Geräte

Für die Analyse wurde ein Agilent 7850 ICP-MS mit Ultra High Matrix Introduction (UHMI)-Standardsystem und ORS⁴-Zelle verwendet. Die automatisierte Probenaufgabe erfolgte mit einem automatischen Probengeber SPS 4 von Agilent. Außerdem wurden ein Standard-MicroMist-Zerstäuber, eine Zerstäuberkammer des Typs Scott und eine einteilige Fackel aus Quarz mit einem Injektor mit 2,5 mm Innendurchmesser verwendet. Das Interface bestand aus einem vernickelten Probenkonus aus Kupfer und einem Skimmer-Konus aus Nickel.

Das ORS⁴ verwendet eine Zelle mit kleinem Volumen und eine Octopol-Ionenführung für optimale Leistung im Helium-Kollisionsmodus. Der ORS⁴-He-Modus reduziert die Transmission aller Molekülionen und minimiert dadurch Fehler aufgrund von üblichen, von der Matrix verursachten Molekülionen-Interferenzen. Ein erweiterter He-Modus ist ebenfalls verfügbar, um Überlappungen von Spezies des Untergrunds mit hoher Intensität wie Ar_2 mit Se bei m/z 78, N_2 mit ^{28}Si und NO/NOH mit ^{31}P zu vermeiden, ohne ein potentiell gefährliches reaktives Zellgas wie O_2 , H_2 oder NH_3 verwenden zu müssen (4). Die Vermeidung der Verwendung von reaktiven Zellgasen vereinfacht nicht nur den Betrieb, sondern gewährleistet auch, dass keine neuen Molekülionen-Interferenzen in der Zelle entstehen. Das verbessert die Datenqualität insbesondere bei Multielementmethoden und unbekanntem Probenmatrices.

In dieser Arbeit wurden die meisten Elemente im He-Modus gemessen, Se dagegen im erweiterten He-Modus.

Um optimale Nachweisgrenzen zu erhalten, wurden Li, Be und B im No-gas-Modus gemessen. Ist die analytische Geschwindigkeit von höherer Priorität als das Erzielen niedrigster Nachweisgrenzen, können diese Elemente auch erfolgreich im He-Modus gemessen werden.

Um schnell und einfach eine analytische Methode zu erstellen, kann der ICP-MS MassHunter-Methodenassistent verwendet werden. Der Methodenassistent führt die Benutzer durch eine Reihe von Fragen zur Auswahl der Elemente von Analyten und internen Standards (häufig mit Hilfe von vordefinierten Listen). Für diese Applikation wurde eine vordefinierte Methode für „allgemeine Verwendung“ ausgewählt, die robuste Plasmabedingungen verwendet (niedriges CeO^+/Ce^+ -Verhältnis). Durch die Auswahl von „ M^{2+} -Korrektur“ im Methodenassistenten werden automatisch alle für die Korrektur erforderlichen Parameter eingestellt, wodurch die Konfiguration schnell und einfach erfolgt. Zu den Parametern gehören die zu messenden Massen, die Peakauflösung (Schmaler-Peak-Modus) und die Korrekturgleichungen. In dieser Methode wurde die M^{2+} -Korrektur auf die Messung von As und Se angewendet, um den Beitrag von doppelt geladenen Seltenerdelement(REE^{2+})-Ionen zu kompensieren.

Die Parameter in den grau gefärbten Zeilen in Tabelle 1 wurden durch die vordefinierte Methode festgelegt, die Linsenspannungen wurden durch Autotune eingestellt.

Tabelle 1: Betriebsbedingungen des 7850 ICP-MS.

ICP-MS-Parameter	No-gas-Modus	Heliummodus
Plasmamodus	Allgemeine Verwendung	
Hochfrequenzleistung (W)	1550	
Temperatur der Zerstäuberkammer (°C)	2	
Tiefe der Probenerfassung (mm)	10	
Zerstäubergasfluss (l/min)	1,09	
Verdünnungsgasfluss (l/min)	0,0	
Linseneinstellung	Autotune	
Zellgasfluss (ml/min)	0,0	4,3 (10*)
Energiediskriminierung (V)	5,0	5,0 (7,0*)
Anzahl der Elemente	3 Analyten, 1 interner Standard	25 Analyten, 5 interne Standards

Die grau unterlegten Parameter wurden automatisch durch die eingestellten Plasmabedingungen festgelegt.

*Einstellungen für den für Se verwendeten erweiterten He-Modus.

Standard- und Probenvorbereitung

Die Kalibrierungsstandards und die Proben wurden in einer sauren Matrix aus 1 % HNO₃ und 0,5 % HCl hergestellt. Der Einsatz von HCl gewährleistet die langfristige Stabilität von Elementen wie Hg, Ag, Sn, Sb und Mo. Die Kalibrierstandards wurden für die meisten Elemente mit Hilfe der Multielement-StammLösung Agilent Kalibrierungsstandard für Umweltanalytik (Bestellnummer 5183-4688) hergestellt. Einzelelement-Kalibrierstandards wurden für Li, B und Hg (Kanto Chemicals, Japan) sowie für P (SPEX CertiPrep, Metuchen, NJ, USA) verwendet. Sechs-Punkt-Kalibrierungen, die die Kalibrierungsblindprobe enthielten, wurden in den folgenden Konzentrationsbereichen durchgeführt: 0,1 bis 100 ppb für Spurenelemente, 10 bis 10 000 ppb für Na, Mg, K, Ca und Fe, 1 bis 1000 ppb für P, 0,01 bis 2 ppb für Hg.

Die Verdünnungslösung, 1 % HNO₃ und 0,5 % HCl, wurde als kontinuierliche Kalibrierungsblindprobe (CCB) verwendet. Ein Kalibrierungsstandard in der Mitte des Kalibrierungsbereichs wurde als Qualitätskontrollprobe (QK) verwendet. Die Konzentrationen in dieser Kontrollprobe lagen bei 50 ppb für Spurenelemente, bei 5000 ppb für Mineralelemente, bei 500 ppb für P und bei 1 ppb für Hg. Die Messung der kontinuierlichen Kalibrierungsblindprobe und der Qualitätskontrollprobe wurde regelmäßig innerhalb der Probensequenz wiederholt.

Die 1 ppm Sc, Ge, Rh, In, Ir und Bi enthaltende interne Standardlösung (ISTD) wurde mit Hilfe des Standard-ISTD-Misch-Verbindungsstücks automatisch zugegeben. Die Flussrate des internen Standards war aufgrund der Verwendung von Pumpenschläuchen mit unterschiedlichen Innendurchmessern ungefähr 15-mal geringer als die Flussrate der Probe.

Die in der Analyse verwendeten zertifizierten Referenzmaterialien waren NIST 1640a Natural Water (NIST, Gaithersburg MD, USA) und SLRS-6 River Water CRM for Trace Metals and other Constituents (National Research Council of Canada, Ottawa, Kanada). Jedes zertifizierte Referenzmaterial wird unverdünnt geliefert und zweifach verdünnt.

Der Wiederfindungstest für definiert zudosierte Elemente (Spiking) wurde gemäß der ISO-Methode 17294-2 durchgeführt. Mit Matrix versetzte Proben wurden aus den beiden zweifach verdünnten zertifizierten Referenzmaterialien hergestellt. Sie wurden jeweils mit Spurenelementen in einer Konzentration von 10 ppb, mit Mineralelementen in einer Konzentration von 1000 ppb, mit P in einer Konzentration von 100 ppb und mit Hg in einer Konzentration von 0,2 ppb versetzt. Zur Überprüfung der M²⁺-Korrekturfunktion der ICP-MS MassHunter-Software wurde die unverdünnte Probe SRM 1640a mit 100 ppb Nd und Sm sowie mit 10 ppb Gd und Dy versetzt.

In dieser Studie wurden außerdem Proben zweier Marken von Wasser aus Flaschen (Probe A und Probe B) sowie eine Leitungswasserprobe (Probe C) analysiert. Die Proben wurden wiederholt analysiert; nach jeweils 10 Proben wurden regelmäßig die Qualitätskontroll- und die kontinuierliche Kalibrierungsblindprobe in die Messsequenz eingefügt.

Ergebnisse und Diskussion

Nachweisgrenzen der Methode

Alle Analyten wurden mit den in Tabelle 1 aufgeführten Parametern für die Datenaufnahme mit dem 7850 ICP-MS gemessen. Die Nachweisgrenzen wurden mit der Drei-Sigma-Methode berechnet, während die Quantifizierungsgrenzen mit der 10-Sigma-Methode aus 10 Messungen der Blindprobe berechnet wurden (Tabelle 2). Die für die kritischen Spurenelemente erhaltenen Quantifizierungsgrenzen lagen deutlich unter den in ISO 17294-2 geforderten Grenzen. Dies bestätigt die hohe Empfindlichkeit und die gute Kompensation der Überlappungen durch Molekülonen beim 7850 ICP-MS.

Tabelle 2: Quantifizierungsgrenzen mit der 10-Sigma-Methode im Vergleich zu den Anforderungen aus ISO 17294-2.

Element und Massenzahl	Gas-Modus	LOQ (ppb)	Grenzwerte der ISO-Norm (ppb)
7 Li	Kein Gas	0,004	1
9 Be	Kein Gas	0,003	0,1
11 B	Kein Gas	0,088	1
23 Na	He	1,47	10
24 Mg	He	0,290	1
27 Al	He	0,313	1
31 P	He	0,573	5
39 K	He	3,867	5
44 Ca	He	8,972	50
51 V	He	0,028	0,1
52 Cr	He	0,030	0,1
55 Mn	He	0,035	0,1
56 Fe	He	0,103	5
59 Co	He	0,010	0,2
60 Ni	He	0,056	0,1
63 Cu	He	0,028	0,1
66 Zn	He	0,205	1
75 As	He	0,018	0,1
78 Se	He*	0,055	0,1
95 Mo	He	0,004	0,5
107 Ag	He	0,007	0,5
111 Cd	He	0,002	0,1
121 Sb	He	0,043	0,2
137 Ba	He	0,060	3
202 Hg	He	0,004	0,05
205 Tl	He	0,026	0,1
Pb**	He	0,007	0,1
238 U	He	0,0004	0,1

* Erweiterter He-Modus. **Pb wurde als Summe der drei am häufigsten auftretenden Isotopen, 206, 207 und 208, gemessen.

Korrektur der M²⁺-Interferenzen auf As und Se

Die M²⁺-Ionen von Seltenerdelementen wie Neodym (Nd), Samarium (Sm), Gadolinium (Gd) und Dysprosium (Dy) erscheinen zwischen m/z 65 und 82 und können dort mit den einfach geladenen Ionen von As und Se überlappen. Beispielsweise würden ¹⁵⁰Nd²⁺ und ¹⁵⁰Sm²⁺ mit ⁷⁵As⁺ überlappen und ¹⁵⁶Gd²⁺ und ¹⁵⁶Dy²⁺ würden mit ⁷⁸Se⁺ überlappen. Ist sich ein Analytiker des Vorhandenseins von Seltenerdelementen in einer Probe nicht bewusst, können Interferenzen durch M²⁺-Ionen zu falschpositiven Berichtsergebnissen für As und Se führen (3).

As und Se wurden im He-Modus gemessen, die M²⁺-Korrektur wurde angewendet und die Kalibrierungskurven, die aus Lösungen in 1 % HNO₃ und 0,5 % HCl erstellt wurden, sind in Abbildung 1 gezeigt. Die Kalibrierungskurve bestätigt die Linearität, die gute Präzision und die wirksame Kompensation von Interferenzen durch Molekülonen auf der Basis von Cl (geringer BEC-Wert) für As und Se mit dieser Methode.

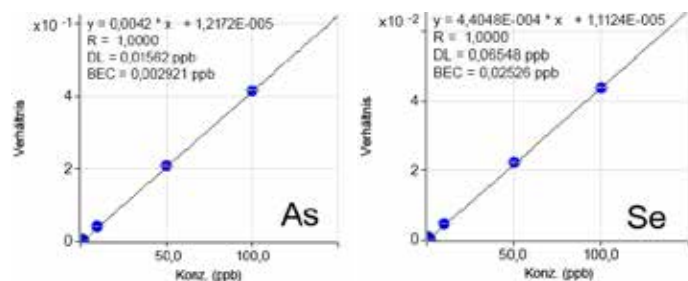


Abbildung 1: Kalibrierungskurven von As und Se, die mit den Bedingungen der M²⁺-Korrektur aufgenommen wurden.

Das 7850 ICP-MS wurde mit und ohne M²⁺-Korrektur zur Messung von As und Se in Wasserproben von NIST SRM 1640a, die mit Seltenerdelementen versetzt waren, verwendet. Die intensivere Farbe für Nd, Sm, Gd und Dy in der IntelliQuant Heat Map (in Abbildung 2) zeigt für die versetzten Proben deutlich die Anwesenheit von Seltenerdelementen an.

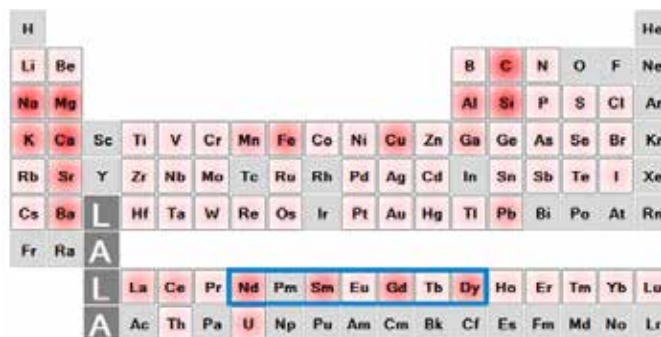


Abbildung 2: IntelliQuant Heat Map, die die Anwesenheit von Nd, Sm, Gd, Dy in der mit Seltenerdelementen versetzten Probe von SRM 1640a bestätigt.

Die Wiederfindungsraten der zertifizierten Werte für As in Anwesenheit von 100 ppb Nd und Sm und für Se in Anwesenheit von 10 ppb Gd und Dy sind in Abbildung 3 gezeigt. Ohne M²⁺-Korrektur führt der Beitrag der Überlappungen mit doppelt geladenen Seltenerdelement-Ionen zu höheren Wiederfindungsraten für As und Se. Mit der Anwendung der automatischen M²⁺-Korrektur war die Richtigkeit jedoch für beide Elemente deutlich besser, die Wiederfindungsraten lagen innerhalb von ± 3 % der zertifizierten Werte.

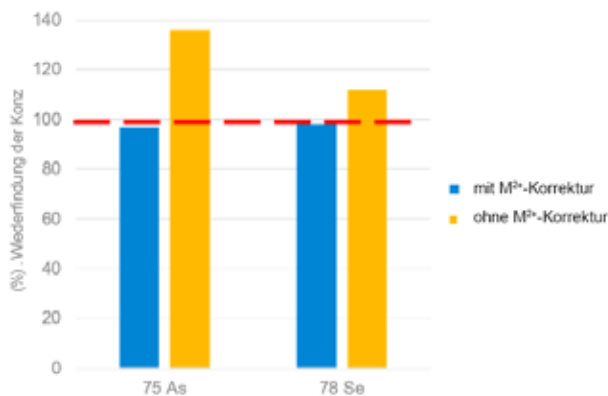


Abbildung 3: Wiederfindung von ⁷⁵As und ⁷⁸Se in der mit Seltenerdelementen versetzten Probe von SRM 1640a, mit M²⁺-Korrektur (blaue Balken) und ohne M²⁺-Korrektur (gelbe Balken).

Wiederfindung des internen Standards (in %)

Als Langzeit-Stabilitätstest wurden Proben von Wasser aus Flaschen und Leitungswasser in einer Sequenz, die acht Stunden dauerte, wiederholt gemessen. Alle Wiederfindungsraten der internen Standards lagen über die gesamte Sequenz hinweg innerhalb von $\pm 20\%$ des Sollwerts. Dadurch wurden die Robustheit und Stabilität der Methode gezeigt (Abbildung 4). Die Stabilität des internen Standards zeigt, dass die Methode des 7850 ICP-MS über eine typische Arbeitsdauer von 8 Stunden hinweg durchgehend ohne weitere Justierung oder Neukalibrierung zuverlässige Daten liefert. Die Agilent ICP-MS MassHunter-Software enthält eine Funktion zur Durchführung einer Leistungsüberprüfung am Ende einer Analysensequenz. Diese Überprüfung ermöglicht die Bestätigung des Gerätestatus vor dem Arbeitsbeginn am nächsten Morgen. Aufgrund des geringen Empfindlichkeitsverlusts bei der Messung des internen Standards ist es wahrscheinlich, dass die Leistungsüberprüfung nach den Analysen keine erforderlichen Wartungsmaßnahmen vor dem Start der Analysen am nächsten Tag anzeigt.

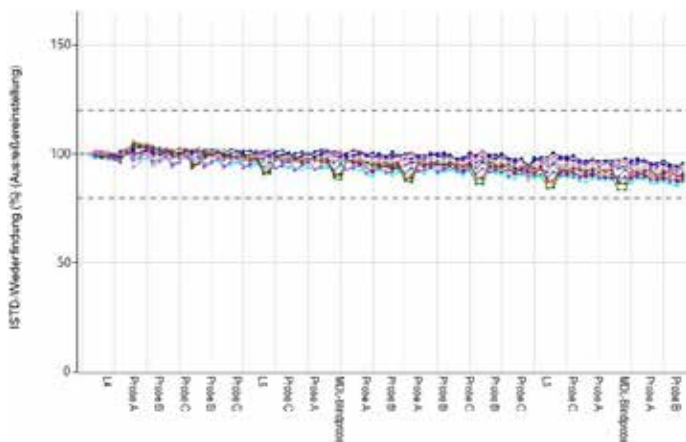


Abbildung 4: Stabilität der Signale für die internen Standards einer über acht Stunden hinweg durchgeführten Analyse unterschiedlicher Wasserproben. Die Wiederfindungsraten der internen Standards wurden für alle Proben auf die Kalibrierungsblindprobe normalisiert. Aufgrund des begrenzten Platzes sind nicht alle Probenbezeichnungen angegeben.

Wiederfindung der Qualitätskontrollprobe (in %)

Die Qualitätskontrollprobe wurde wie in der ISO-Methode spezifiziert jeweils nach 10 Proben analysiert. Die Grenzen für die Wiederfindungsraten wurden auf $\pm 10\%$ gesetzt. Liegt die gemessene Konzentration außerhalb dieser Grenzen, ist eine Neukalibrierung erforderlich. Alle in den Qualitätskontrollproben gemessenen Elemente erfüllten die Kriterien der Methode, ohne QC-Fehler, wie in Abbildung 5 gezeigt.

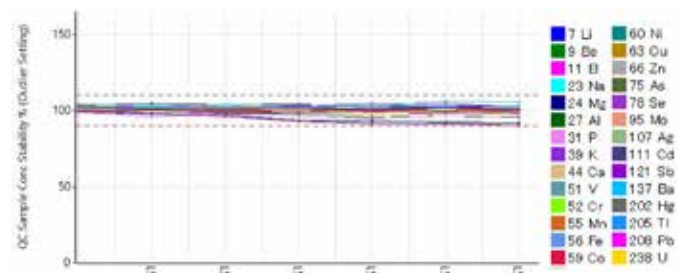


Abbildung 5: Wiederfindungsraten der Qualitätskontrollproben im Laufe der Analysensequenz (8 Stunden).

Genaue Analyse von unverdünnten und mit Seltenerdelementen versetzten zertifizierten Referenzmaterialien

Die zertifizierten Referenzmaterialien SLRS-6 und 1640a sowie das mit Seltenerdelementen versetzte Material 1640a wurden unverdünnt analysiert. Jede Probe wurde im Laufe der Sequenz sechs Mal gemessen und die mittleren Konzentrationen und Wiederfindungsraten wurden für jeden Analyten berechnet (Tabelle 3). Nicht alle Referenzmaterialien sind für alle Analyten zertifiziert und leere Tabellenfelder bedeuten, dass kein zertifizierter Wert vorliegt. In dieser Analyse wurden für alle Analyten, außer für Cd in SLRS-6, ausgezeichnete Wiederfindungsraten zwischen 89 und 108 % der zertifizierten Werte erhalten. Die zertifizierte Konzentration von Cd in dieser Probe liegt mit $6,3 \pm 1,4$ ppt unterhalb der in der Norm ISO 17294-2 geforderten Quantifizierungsgrenze. Die guten Wiederfindungsraten aller Elemente in der mit Seltenerdelementen versetzten Probe 1640a bestätigen, dass die M²⁺-Korrektur die Richtigkeit der Analyse für keines der Elemente beeinträchtigt hat.

Wiederfindungsraten der mit Matrix versetzten zweifach verdünnten Wasserproben der zertifizierten Referenzmaterialien

Tabelle 4 zeigt, dass die Wiederfindungsraten der zwei mit Matrix versetzten zertifizierten Referenzmaterialien für alle Elemente zwischen 91 und 105 % lagen, einschließlich Cd, das in der Probe ohne Zusatz unterhalb der Quantifizierungsgrenze der Methode lag. Die Ergebnisse zeigen die Richtigkeit der Methode.

Tabelle 3: Mittlere gemessene Werte und mittlere Wiederfindungsraten für zertifizierte Elemente in drei unverdünnten Proben der zertifizierten Referenzmaterialien.

Element	SLRS-6			1640a			1640a + Seltenerdelemente	
	Mittlere gemessene Konzentration (ppb)	Zertifizierter Wert (ppb)	Wiederfindung (%)	Mittlere gemessene Konzentration (ppb)	Zertifizierter Wert (ppb)	Wiederfindung (%)	Mittlere gemessene Konzentration (ppb)	Wiederfindung (%)
7 Li	0,481	-	-	0,399	0,4034 ± 0,0092	99	0,383	95
9 Be	0,006	0,0066 ± 0,0022	98	2,84	3,002 ± 0,027	95	2,82	94
11 B	6,07	-	-	278	300,7 ± 3,1	92	276	91
23 Na	2620	2770 ± 220	95	3040	3112 ± 31	98	2970	95
24 Mg	2060	2137 ± 58	97	1010	1050,2 ± 3,4	96	990	94
27 Al	31,0	33,8 ± 2,2	92	52,0	52,6 ± 1,8	98	50,4	95
31 P	2,23	-	-	4,38	-	-	4,57	-
39 K	607	651 ± 54	93	569	575,3 ± 2	99	555	96
44 Ca	8180	8770 ± 200	93	5840	5570 ± 16	105	5730	103
51 V	0,335	0,352 ± 0,006	95	14,1	14,93 ± 0,21	95	13,7	92
52 Cr	0,232	0,252 ± 0,012	92	38,0	40,22 ± 0,28	94	37,2	92
55 Mn	2,06	2,12 ± 0,1	97	38,9	40,07 ± 0,35	97	38,1	95
56 Fe	80,3	84,5 ± 3,6	95	36,6	36,5 ± 1,7	100	35,7	98
59 Co	0,057	0,053 ± 0,012	108	19,1	20,08 ± 0,24	95	18,6	93
60 Ni	0,551	0,617 ± 0,022	90	23,6	25,12 ± 0,12	94	23,1	92
63 Cu	24,3	24 ± 1,8	102	81,8	85,07 ± 0,48	96	79,8	94
66 Zn	1,71	1,76 ± 0,12	97	53,2	55,2 ± 0,32	96	52,1	94
75 As	0,536	0,57 ± 0,08	94	7,66	8,01 ± 0,067	96	7,78	97
78 Se	0,087	-	-	19,9	19,97 ± 0,16	100	19,4	97
95 Mo	0,192	0,215 ± 0,018	89	41,9	45,24 ± 0,59	93	41,6	92
107 Ag	< 0,007	-	-	7,38	8,017 ± 0,042	92	7,29	91
111 Cd	0,008	0,0063 ± 0,0014	129	3,66	3,961 ± 0,072	92	3,62	91
121 Sb	0,316	0,3377 ± 0,0058	94	4,69	5,064 ± 0,045	93	4,62	91
137 Ba	13,3	14,3 ± 0,48	93	143	150,6 ± 0,74	95	142	94
202 Hg	< 0,004	-	-	0,004	-	-	0,002	-
205 Tl	< 0,026	-	-	1,58	1,606 ± 0,015	98	1,56	97
Pb**	0,164	0,17 ± 0,026	97	11,9	12,005 ± 0,04	99	11,8	98
238 U	0,065	0,0699 ± 0,0034	93	22,8	25,15 ± 0,26	90	22,5	89

Die grau gefärbten Zeilen weisen darauf hin, dass die Daten für As und Se unter Verwendung der M^{2+} -Korrektur bestimmt wurden. **Pb wurde als Summe der drei am häufigsten auftretenden Isotopen, 206, 207 und 208, gemessen.

Tabelle 4. Wiederfindungsraten der Proben mit Matrixzusatz für zweifach verdünnte SLRS-6- und 1640a-Proben.

Element	SLRS-6			1640a		
	Mittlere Konzentration (ppb)	Mittlere Konzentration dotiert (ppb)	Wiederfindung (%)	Mittlere Konzentration (ppb)	Mittlere Konzentration dotiert (ppb)	Wiederfindung (%)
7 Li	0,275	10,5	102	0,19	10,1	99
9 Be	0,004	9,96	100	1,43	11,0	96
11 B	3,67	13,1	95	142	151	93
23 Na	1370	2400	103	1560	2530	97
24 Mg	1050	2060	101	504	1480	97
27 Al	16,4	26,2	98	25,4	34,6	92
31 P	0,539	9,87	93	2,42	11,7	93
39 K	309	1330	102	285	1260	97
44 Ca	4260	5280	102	2880	3850	97
51 V	0,166	10,2	100	7,04	16,4	94
52 Cr	0,118	10,2	100	19,0	28,3	94
55 Mn	1,04	11,1	100	19,2	28,9	97
56 Fe	41,9	1070	103	18,2	985	97
59 Co	0,033	10,2	101	9,58	19,0	95
60 Ni	0,186	10,4	101	11,8	21,1	93
63 Cu	12,8	23,0	102	41,0	50,1	91
66 Zn	0,765	11,1	103	26,6	35,9	93
75 As	0,288	10,4	101	3,73	13,4	97
78 Se	0,05	10,3	102	9,92	20,1	102
95 Mo	0,113	10,1	100	21,3	30,7	95
107 Ag	0,004	10,2	102	3,75	12,9	91
111 Cd	0,005	10,2	102	1,85	11,3	94
121 Sb	0,156	10,4	102	2,36	11,9	95
137 Ba	6,72	16,9	102	71,1	80,7	96
202 Hg	0,005	0,201	98	0,001	0,194	96
205 Tl	0,006	10,5	105	0,770	10,8	100
Pb**	0,089	10,6	105	5,86	15,7	98
238 U	0,035	10,4	103	11,3	20,7	94

Die grau gefärbten Zeilen weisen darauf hin, dass die Daten für As und Se unter Verwendung der M^{2+} -Korrektur bestimmt wurden. **Pb wurde als Summe der drei am häufigsten auftretenden Isotopen, 206, 207 und 208, gemessen.

Abschließende Bemerkungen

Das Agilent 7850 ICP-MS wurde zur Messung von 28 Elementen in Gewässerproben, Proben von Wasser aus Flaschen und Leitungswasserproben eingesetzt und erfüllt problemlos die in der Norm ISO 17294-2 festgelegten Anforderungen hinsichtlich Nachweisgrenzen und Qualitätskontrolle.

Das 7850 macht viele zeitaufwändige und unproduktive Aktivitäten innerhalb des analytischen Arbeitsablaufs überflüssig. Der Methodenassistent und die Autotuning-Funktion, die in der ICP-MS MassHunter-Software enthalten sind, wurden verwendet, um die Konfiguration des Geräts und die Entwicklung der Methode zu vereinfachen und zu beschleunigen. Das robuste Plasma (niedriges CeO/Ce-Verhältnis) gewährleistete, dass die unterschiedlichen Matrices der Wasserproben reproduzierbar über eine lange Probensequenz hinweg analysiert werden konnten, ohne dass eine Anpassung der Kalibrierungen an die Matrix erforderlich war. Die robusten Betriebsbedingungen gewährleisteten außerdem, dass über den gesamten Arbeitstag hinweg eine stabile Analyse ohne weitere Justierung oder Neukalibrierung für die Sequenz, die acht Stunden dauerte, möglich war. Routinelaboratorien mit hohem Probenaufkommen hilft die Funktion der Leistungsüberprüfung nach Analysen bei der Planung wichtiger Wartungsmaßnahmen. Sie gewährleistet, dass die hohe Leistungsfähigkeit aufrechterhalten bleibt, wobei gleichzeitig unnötige Ausfallzeiten während der Arbeitswoche vermieden werden.

Der konsistente ORS⁴-He-Kollisionsmodus bot eine zuverlässige und wirksame Vermeidung von häufig auftretenden Molekülonen-Überlappungen und stellte damit sicher, dass alle Analyten richtig, ohne den Einfluss von Interferenzen, gemessen wurden. Die M²⁺-Korrektur nutzte automatisch alle Parameter der Methode für die Datenaufnahme und Einstellungen für die Datenanalyse, die erforderlich waren, um die Überlappungen durch doppelt geladene Seltenerdelement-Ionen zu kompensieren. Die Kombination des He-Modus mit der M²⁺-Korrektur liefert eine zuverlässige Analyse unter Standardbedingungen, ohne dass umfangreiche, zeitaufwändige und probenspezifische Methodeneinstellungen vorgenommen oder reaktive Zellgase verwendet werden müssen.

Die M²⁺-Korrektur reduzierte die Zeit für die Konfiguration und verbesserte die Richtigkeit der Analysen von As und Se in Anwesenheit von Interferenzen durch zweifach geladene Seltenerdelement (REE²⁺)-Ionen, ohne negative Auswirkungen auf die Messung der anderen Elemente.

www.agilent.com/chem

DE.4416782407

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Gedruckt in den USA, 27. Mai 2021
5994-2804DEE

Literatur

1. DIN EN ISO 17294-1:2004
Wasserbeschaffenheit – Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) – Teil 1: Allgemeine Anleitung, Zugriff im September 2020,
<https://www.iso.org/standard/32957.html>
2. DIN EN ISO 17294-2:2016
Wasserbeschaffenheit – Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) – Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope, Zugriff im September 2020,
<https://www.iso.org/standard/62962.html>
3. 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](#)
4. Enhanced Helium Mode Cell Performance for Improved Interference Removal in ICP-MS, Agilent publication, [5990-7573EN](#)