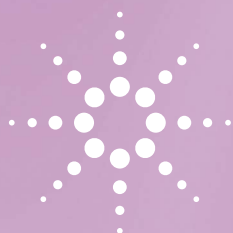


Agilent ICP-MS Journal

2011 年 5 月 - 第 45 号と第 46 号の合併号



本号の内容

- 2-3 ICP-MS による排煙/廃水サンプルの
高スループット分析
- 4-5 ヒ素スペシエーションへの化合物非依存性
キャリブレーションの適用
- 6-7 ICP-MS による無希釈尿の微量元素分析
- 8 ICP-MS による低濃度水銀の分析



ICP-MS による 排煙/廃水サンプルの 高スループット分析

Richard Burrows

TestAmerica Laboratories Inc. and

Steve Wilbur Agilent Technologies

はじめに

米国環境保護庁 (USEPA) は、蒸気発電業界の廃水処理水ガイドラインの改訂をおこなっています。これらのガイドラインは、石炭、石油、ガス、または核燃料を蒸気タービン発電機で使用している米国内のほとんどの大規模な発電所に適用されます。排ガス規制では、これらの発電所からの排煙を「スクラバーに通し」、大気中への放出前に SO₂ を取り除くことを求めています。こうしたスクラバーからの廃水、特に石炭火力発電所からの廃水には、通常は高濃度レベルの汚染物質が含まれています。これらの排煙脱硫 (FGD) 廃水の組成はさまざまですが、マトリクスには、数百～数千 ppm のカルシウム、マグネシウム、マンガン、ナトリウム、ホウ素、塩化物、硝酸塩、硫酸塩が含まれていることがあります。

これらのマトリクスに含まれる低 ppb レベルの微量有害金属の測定を ICP-MS でおこなう場合、高濃度レベルの溶解固形物や、マトリクスベースの多原子イオン干渉などが問題となり、分析に困難が生じます。この課題に対応するために、Agilent 7700x ICP-MS を使用する新しいメソッドを開発しました。Agilent 7700x ICP-MS は、高マトリクス導入 (HMI) システムと、ヘリウムコリジョンモードを用いた信頼性の高い干渉除去機能を備えています。また、オプションの ISIS-DS によるディスクリットサンプリングを用いることで、高いサンプルスループットを達成しました。

USEPA 標準操作手順 (SOP) の開発 および検証

はじめに、メソッド検出下限 (MDL) および直線ダイナミックレンジ (LDR) の測定などにより、EPA メソッドの性能要件を常に満たすことができることを確認しました。また、模擬高マトリクスサンプルの多原子イオン干渉除去における He モードの有効性を検証し、高マトリクスサンプル分析後のウォッシュアウトが許容可能なレベルであることを確認しました。

分析シーケンス

ウォームアップ
機器のチューニング
マス軸キャリブレーションチェックの実行
分解能チェックの実行
チューニング基準の検証
キャリブレーションブランク
キャリブレーション標準 1
キャリブレーション標準 2
キャリブレーション標準 3
ICV
ICB
メソッド (試薬) ブランク
模擬 FGD マトリクス干渉チェック
ラボ添加模擬 FGD マトリクス
報告下限確認標準
CCV
CCB
10 サンプル (すべてのサンプルタイプを含めることが可能)
1 回の LCS と 1 回の MS/MSD のペアを含める必要がある
CCV
CCB

1 シーケンスにつき 1 回

繰り返し

表 1. 必要なすべての品質管理チェックが含まれる一般的な FGD 分析シーケンス。ICV = 初期キャリブレーションチェック、ICB = 初期キャリブレーションブランク、CCV = 定期キャリブレーションチェック、CCB = 定期キャリブレーションブランク、LCS = ラボ管理サンプル、MS/MSD = マトリクススパイク/マトリクススパイク重複

次に、一般的な EPA 品質管理 (QC) チェック基準を適用し、EPA で規定されたすべてのキャリブレーションと QC サンプルが含まれる代表的な検証シーケンスで機器の性能を確認しました (表 1)。その結果、必要なすべての QC チェックが許容範囲内に収まりました。さらに重要な点は、89 のサンプルシーケンスのすべてが範囲内に収まったことです。図 1 に示すように、実サンプルを 10 個分析するたびに定期的に測定した定期チェック用標準液 (CCV) の回収率は、+/- 15 % 以内に十分に収まっています。

新しい FGD 廃水メソッドでは、模擬 FGD サンプルと標準を添加した模擬 FGD サンプルという 2 つの新しい QC サンプルが必要となります。これらの新しいサンプルは、EPA メソッド 6020 で求められる干渉チェック溶液 ICS-A および ICS-AB に類似しています。ただし、模擬 FGD サンプルは、総溶解固形分 (TDS) が ICS-A および AB 溶液よりも大幅に高く、実際の FGD サンプルに一般に多

く含まれる高マトリクス元素が存在する点が異なります。

混合した模擬 FGD 溶液に、濃度が 40 ppb になるように測定対象元素をスパイクしました。模擬 FGD ブランクと模擬 FGD スパイクの分析結果を表 2 に示しています。

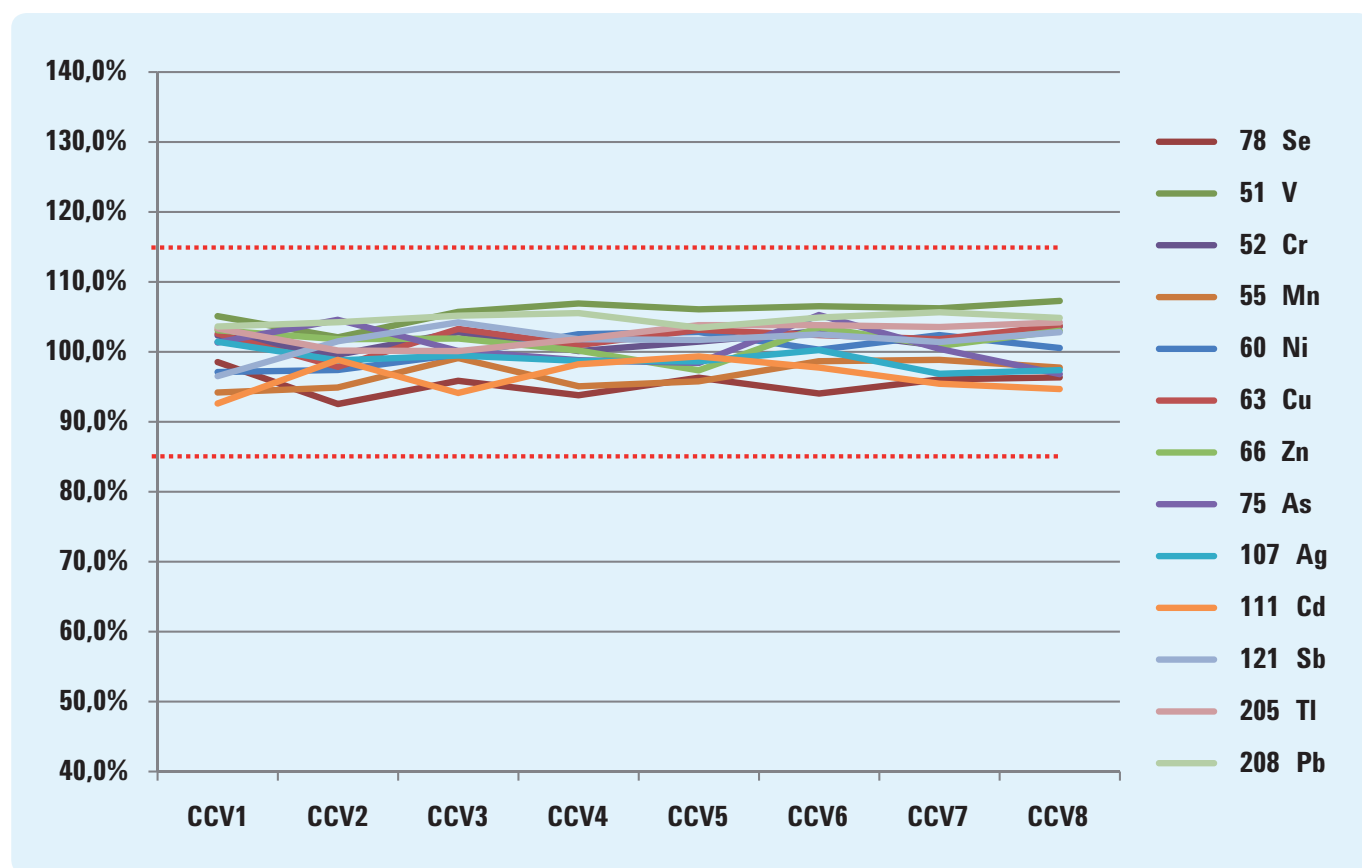


図 1. 89 サンプルの分析シーケンス (FGD 実サンプル、必要なすべての QC サンプル、模擬 FGD マトリクスサンプルを含む) における CCV 回収率。回収率の許容範囲 (85 ~ 115 %) を赤で示しています

質量数/ 元素	FGD マトリクス チェック溶液	添加 FGD の 回収率 (%)	キャリー オーバー チェック	CCV (ppb)	CCB (ppb)
51 V	-0.187	102.2 %	-0.068	48.885	0.101
52 Cr	12.699*	96.6 %	0.015	48.851	0.117
55 Mn	-0.101	94.3 %	-0.328	48.435	0.100
-60 Ni	0.247	88.4 %	-0.009	48.535	0.154
63 Cu	0.094	91.6 %	0.096	47.316	0.115
66 Zn	3.181	86.1 %	-0.302	49.804	0.100
75 As	0.107	110.0 %	-0.043	48.205	0.009
78 Se	0.538	120.2 %	-0.144	49.605	0.186
107 Ag	0.145	94.3 %	0.010	47.632	0.003
111 Cd	0.039	98.9 %	-0.017	48.695	0.017
121 Sb	0.181	98.4 %	0.015	50.806	0.031
205 Tl	0.021	90.3 %	0.000	48.108	0.008
208 Pb	0.436	92.1 %	0.003	48.381	0.008

表 2. 混合マトリクス FGD 干渉チェックサンプルと添加 FGD マトリクス溶液の分析。CCV の予想値 = 50 ppb。*Cr の値は干渉でなく汚染であることを、同位体比によって確認しています

結論

新たに開発された SOP は、汚染度の高い超高マトリクスの FGD 廃水サンプルの分析において、すべての USEPA 要件を満たしています。HMI システムとヘリウムコリジョンモードおよびディスクリットサンプリングを組み合わせれば、Agilent 7700x ICP-MS を用いて、FGD サンプルの長いシーケンスにおいて、主要元素と微量元素の両方を迅速かつ高い信頼性で分析することができます。このメソッドの堅牢性は、内標準の回収率と優れた長期安定性により証明されています。このきわめて堅牢な条件により、最小限の希釈でサンプルを分析できるため、一般に多原子イオン干渉の影響を受ける元素でも、最高の検出下限が実現します。

詳細情報

アジレントアプリケーションノート : Analysis of Flue Gas Desulfurization Wastewaters by ICP-MS, 5990-8114EN

ヒ素スペシエーション への化合物非依存性 キャリブレーションの 適用

Raimund Wahlen and Glenn Woods
アジレント・テクノロジー、英国

はじめに

液体クロマトグラフィ (LC) と連結した ICP-MS 分析は、ここ 15 年のあいだに、スペシエーション分析で広く利用されるようになっていきました。ICP-MS は、Sn、Se、As、Hg などのほとんどの元素において、ng/L 域の感度を備えています。しかし、ICP-MS では、元素の化合物形態 (種) を直接分析できないため、分離テクニックを導入する必要があります。LC (またはイオンクロマトグラフィ (IC)) では、カラムとの親和性を利用して各化合物種を分離し、保持時間をもとに元素の各形態を「同定」することができます。信頼性と再現性の高い、確立された分離化学を用いた LC-ICP-MS は、化合物種の同定という問題を解決するエレガントでシンプルな手段です。

化学的性質の安定性が高い場合、分析対象種のキャリブレーションが、ルーチン分析における唯一の制約となります。一部の種では、標準が市販されていなかったり (またはキャリブレーション標準用の純度の高い形態で入手できなかったり)、きわめて高価で日常的には利用できなかったりすることがあります。たとえば、アルセノベタインの価格は、50 mg あたり 200 ユーロにもなることがあります。

カラム	G3288-80000 (4.6 × 250 mm) G3154-65002 (ガードカラム)
流速	1.0 mL/min
注入量	5 µL
RF 電源	1550 W
サンプリング深さ	9.0 mm
スプレーチャンバ温度	2 °C
キャリアガス	1.04 L/min
メイクアップガス (移動相のバージ用)	0.3 L/min
ネブライザ	MicroMist

表 1. LC-ICP-MS 動作条件

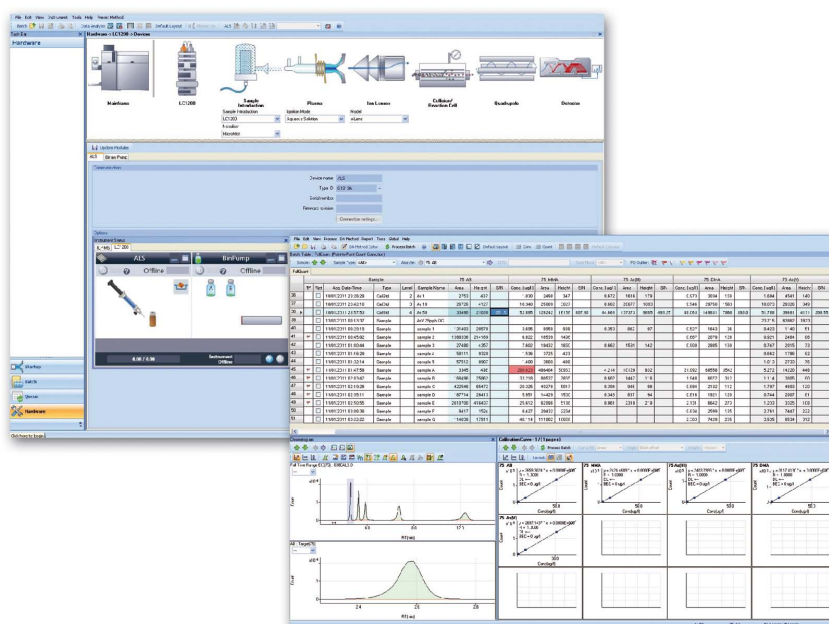


図 1. MassHunter Workstation の機器コントロールとデータ解析

その代わりとなるのが、ヘテロ原子 (このケースではヒ素) を用いた化合物非依存性キャリブレーション (CIC) を実行できる ICP-MS の機能を活用する方法です。プラズマ内では、すべての化合物が、イオン化される前に原子に分解されます。そのため、化合物のレスポンスは As シグナルのみにもとづき、As のキャリブレーションは化合物種に依存しません。

ここでは、化合物非依存性キャリブレーション (CIC) を用いて得られたデータを、従来の化合物固有キャリブレーション (CSC) で得られたデータと比較しています。

実験手法

Sakai ら [1] の記述に従い、Agilent 7700x ICP-MS に、Agilent ヒ素 スペシエーションカラムとガードカラムを備えた Agilent

1260 HPLC を連結しました。移動相は 2.0 mM PBS/0.2 mM EDTA/10 mM CH₃COONa/3.0 mM NaNO₃/1% EtOH で構成され、分析全体をつうじて NaOH と Ar をバージし、pH 11.00 に調整しました。この構成により、無希釈尿サンプルの直接注入が可能になります。機器条件を表 1 に示しています。HPLC と ICP-MS はいずれも、MassHunter Workstation ソフトウェアにより完全にコントロールできます (図 1)。

結果と考察

一般的な分析におけるメソッドの堅牢性を評価するために、12 人の患者の尿サンプルをキャリブレーション標準とともに直接注入しました。サンプルと標準を 3 回繰り返し分析しました。総分析時間は 13 時間以上でした。

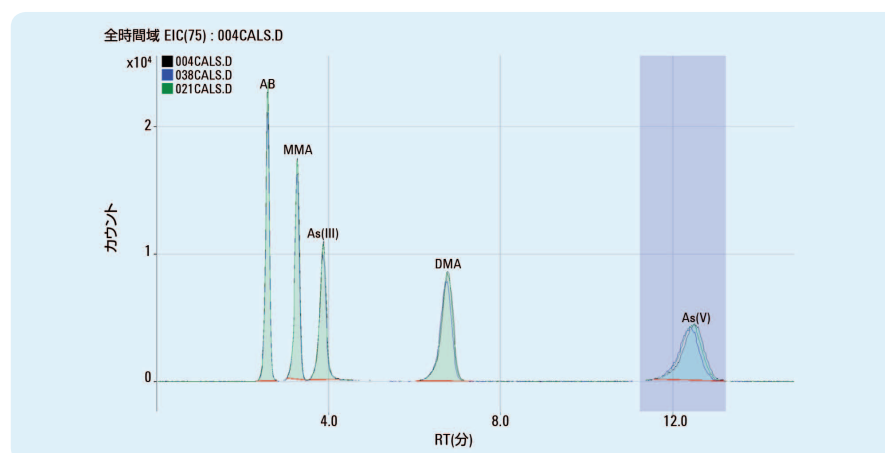


図 2. 13 時間にわたる無希釈尿サンプル分析のクロマトグラム (50 µg/L 標準) の重ね表示 (As(V) の積分域をハイライト表示)

	AB		MMA		As(III)		DMA		As(V)
サンプル	CSC	CIC	CSC	CIC	CSC	CIC	CSC	CIC	CSC
患者 1	49.41	48.72	3.69	3.32	0.36	0.32	0.53	0.61	0.42
患者 2	514.55	507.33	6.82	6.13			0.67	0.77	0.92
患者 3	10.33	10.19	7.60	6.83	0.66	0.59	0.90	1.04	0.75
患者 4	21.85	21.55	1.54	1.38					0.66
患者 5	21.63	21.32	1.49	1.34					1.01
患者 A	1.26	1.24	200.62	180.34	4.21	3.76	21.99	25.42	5.27
患者 B	63.36	62.47	33.22	29.86	0.60	0.54	1.95	2.25	1.11
患者 C	158.89	156.66	20.33	18.27	0.39	0.35	0.68	0.79	1.71
患者 D	63.07	62.18	5.95	5.35	0.35	0.31	0.62	0.71	0.74
患者 E	981.72	967.95	25.61	23.02	0.96	0.86	2.13	2.46	1.23
患者 F	3.54	3.49	8.43	7.58			0.83	0.96	2.76
患者 G	43.18	42.58	46.11	41.45			2.38	2.75	3.53
CIC/CSC	0.986		0.899		0.891		1.16		1.00

表 2. アルセノベタイン (AB)、モノメチルアルソン酸 (MMA)、亜ヒ酸塩 As (III)、ジメチルヒ酸 (DMA) の $\mu\text{g/L}$ における CSC および CIC データの比較。CIC ではすべてのピークをヒ酸塩 (As(V)) でキャリブレーションしました

50 $\mu\text{g/L}$ 標準の再現性を図 2 に示しています。非希釈尿サンプル (x36) および標準溶液 (x12) の複数回の注入後、5 つすべての化合物種についてシグナルドリフトやリテンションタイムを評価するために、標準を使用しました。

CSC 法でサンプルを定量した後、もっとも利用しやすい無機ヒ素標準 As (V) にもとづき CIC 法で再計算しました。データを表 2 に示しています。CIC/CSC の比率は、2 つのキャリブレーション手法の結果が良好に一致していることを示しています。

結論

直接的なデータ比較により、化合物固有キャリブレーション (CSC) に代わる手法として、CIC が有効であることが実証されました。利用しやすい (または安価な) 2 つ以上の As 種と CIC を組み合わせたキャリブレーション手法なら、さらにキャリブレーションの一致性が高くなると考えられます。CIC には、アルセノシュガーなどの予想外または未知のピークにも対応できるという利点もあります。



スペシエーション分析に用いた Agilent 1260 HPLC と Agilent 7700x ICP-MS

参考文献

1. T. Sakai, S. Wilbur, "Routine Analysis of Toxic Arsenic Species in Urine Using HPLC with ICP-MS" Agilent application note, 5989-5505EN

謝辞

患者のサンプルを提供していただいた Leeds NHS Teaching Hospital (英国) に感謝します。

ICP-MS による無希釈尿の微量元素分析

Glenn Woods

アジレント ICP-MS アプリケーションケミスト

ICP-MS は、さまざまな種類の臨床および生体サンプルの微量元素分析法として、従来用いられていたファーンズ原子吸光分析 (GFAAS) に代わって、急速に普及しています。しかし、ICP-MS 分析には、以下のような多くの課題が残されています。

- 臨床サンプルの総溶解固形分 (TDS: Total Dissolved Solids) の含有率が高いため、マトリクス減感、シグナルドリフト、頻繁な定期メンテナンスの必要性が生じる。
- As、Cr、Cu、Se、V、Zn などの一部の主要元素の測定が、アルゴンまたはマトリクス起因の多原子干渉の悪影響を受ける。
- 臨床ラボでは、正確さと操作の簡便性を損なうことなく、ハイスループット能力が必要となる場合がある。

最近の研究で、ヒトの尿サンプルのルーチン分析において、Agilent 7700x ICP-MS とインテグレートサンプル導入システム (ISIS-DS) の性能を評価しました。この目的は、サンプル前処理を最小限に抑えながら、生産性とデータ品質の両方を最適化することです。

サンプル前処理の簡略化

ICP-MS 技術の進歩により、サンプル前処理の手順を見直し、簡略化することが可能になっています。たとえば、ICP-MS マトリクス耐性の改善により、サンプルの希釈ステップを省き、時間と試薬を節約してサンプル汚染を軽減することが可能になっています。同様に、コリジョン/リアクションセル技術の発展によって、ほぼあらゆる種類のサンプルに対して、単一の He モードメソッドのみで、適用できるようになっています。新しいサンプルマトリクスや異なるサンプルマトリクスのために全面的なメソッド開発をおこなう必要はなくなりました。ここでは、無希釈尿サンプルのルーチン分析の性能を評価するために、高マトリクス導入 (HMI) (High Matrix Introduction) キットを標準搭載した 7700x ICP-MS を、オプションの ISIS-DS アクセサリを用いたディスクリットサンプリング用に構成しました。

高濃度溶解固形分 (TDS) への対応

ICP-MS では、一般的に装置に導入できる推奨される最大 TDS 濃度は約 2000 ppm (0.2 %) です。尿サンプルは非常に変動性がありますが、通常、2000 ppm よりかなり高濃度の塩と有機成分が含まれています (表 1)。そうしたサンプルを ICP-MS で測定するには、従来、以下のようなサンプリング処理が必要です。

- TDS を 2000 ppm 未満に軽減するための希釈。ただし、この希釈操作により、希釈液からの汚染が生じることがある。
- 液液抽出、固相抽出 (SPE)、クロマトグラフィ、水素化物生成などを用いたマトリクス除去。ただし、これには時間がかかり、個別のサンプル前処理が必要となることが多い。
- 高マトリクス導入 (HMI)。ネブライザで生成したサンプルエアロゾルをスプレッチャンバとトーチの間に T 字の接続管を用いて、希釈ガス用のアルゴンを T 字管より導入することで、従来の ICP-MS で対応できる濃度よりもかなり高い濃度の TDS を含むサンプルの直接分析が可能になる。
- ディスクリットサンプリング (ISIS-DS を使用)。サンプルを分析するタイミングだけ、サンプルループのサンプルをプラズマに導入し、プラズマへの総サンプル導入量を軽減し、サンプルスループットを増加させる。

元素と有機成分	濃度
Na	5000 mg/L
K	1200 mg/L
Ca	200 mg/L
Mg	70 mg/L
P	400 mg/L
尿素	15 g/L

表 1. 一般的なヒト尿サンプルの塩および尿素成分

ISIS-DS による高サンプルスループットの実現

Agilent ISIS-DS は、サンプルループがついた 6 ポートインジェクションバルブで構成されています。「ロード」ポジションでは、サンプルがループを満たし、過剰分は直接ドレインに排出されます。同時に、キャリアフローが ICP-MS ネブライザに送りこまれます。バルブが切り替わると、ループ内のサンプルがキャリアガス流に注入され、ネブライザに送られ

て、一時的な定常状態 (洗浄液からの置換が完了し、サンプル信号が一定値に収束した状態) シグナルが生成されます。定常状態シグナルが発生している間は、ICP-MS で多元素分析測定をおこなうことができます。定常状態シグナルの継続時間は、ループボリュームを変えれば容易に調整できます。ISIS-DS を使えば、取り込みおよび洗浄時間をほぼ完全に排除し、分析時間を大幅に短縮することが可能です。また、ICP-MS インターフェースに達するサンプルマトリクスが少なく、マトリクスの導入量も減少するため、シグナルドリフトとメンテナンスの頻度も最小限に抑えられます。総分析時間は、分析する元素とループサイズによって異なりますが、一般には 1 ~ 3 分です。これは通常の (連続) サンプル導入の 2 ~ 3 倍の速さです。

ヒト尿サンプルの直接分析

7700x ICP-MS システムを評価するために、14 のヒト尿無希釈サンプルを 0.1 % HNO₃ により酸性化し、バッチ全体で繰り返し分析しました。ヘリウムコリジョンモードで動作するオクタポールリアクションシステム (ORS³) (干渉除去のため)、HMI (マトリクス耐性のため)、ISIS-DS (サンプルスループット向上のため) を搭載した 7700x ICP-MS を用いて、分析をおこないました。以下に分析の概要をまとめています。

- 14 の尿サンプルの繰り返し分析により、再現性と長期安定性を評価
- 各サンプル分析で 21 の質量数を測定 (分析対象化合物と内部標準元素)
- 各サンプルの分析時間はわずか 1 分 32 秒
- 320 サンプルからなるシーケンスの前後に、キャリアレーション標準試料を分析

安定性と再現性の評価結果

この結果を見ると、7700x ICP-MS では、分析困難なサンプルマトリクスでも優れた性能を維持できることがわかります。内部標準元素 (IS) のシグナル強度 (図 1) からは、感度の低下やシグナルドリフトが生じていないことがわかります。このことは、シーケンス全体にわたって、インターフェースやレンズにマトリクスが感度低下の悪影響を及ぼす程には沈着しなかったことを示しています。

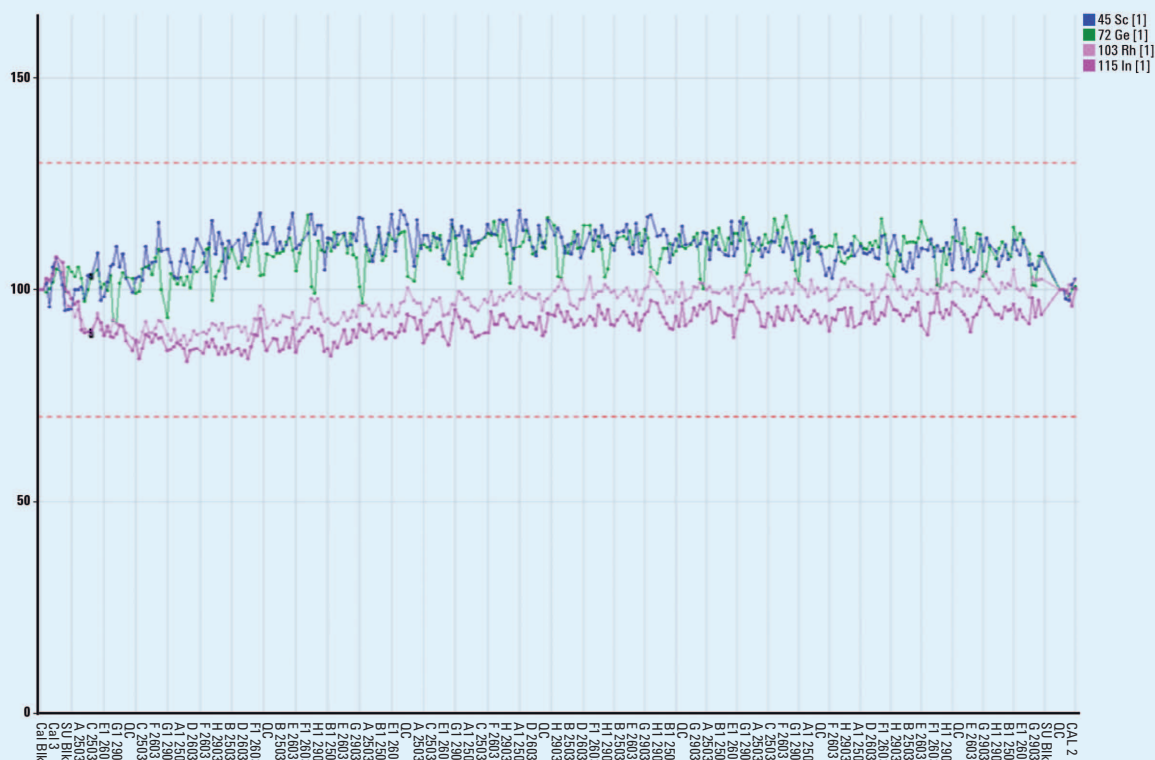


図 1. 測定前の内部標準元素のカウンタで規格化した内部標準元素のカウンタの分析中における時系列変化。安定していることから、装置のドリフトやマトリクスによる感度変化がほとんどないことを示しています

また検量線でも、装置のドリフトがないことがわかりました。図 2 では、V (CIO 干渉を受ける低質量分析対象物) と U (高質量分析対象物) について、内部標準補正を使用した場合と使用しなかった場合における検量線を示していますが、サンプルシーケンスの測定前に検量線を作成し、図 1 に示したサンプル測

定終了後に、標準液を再測定し、これを同一の検量線グラフにプロットしました。V、U の検量線は内標補正がある場合はもちろんですが、内標補正がない場合でもプロットがほぼ重なっていることがわかります。つまり、サンプル測定の前後において、感度の変化がほとんどないことが、この検量線プロットから

も証明されました。検量線の直線性と再現性は、ヘリウムモードの ORS³ により、⁵¹V への CIO 干渉が長期安定的に除去されたことを示しています。また、シーケンス全体をつうじてシグナルドリフトが生じなかったことが、ここでも裏づけられています。

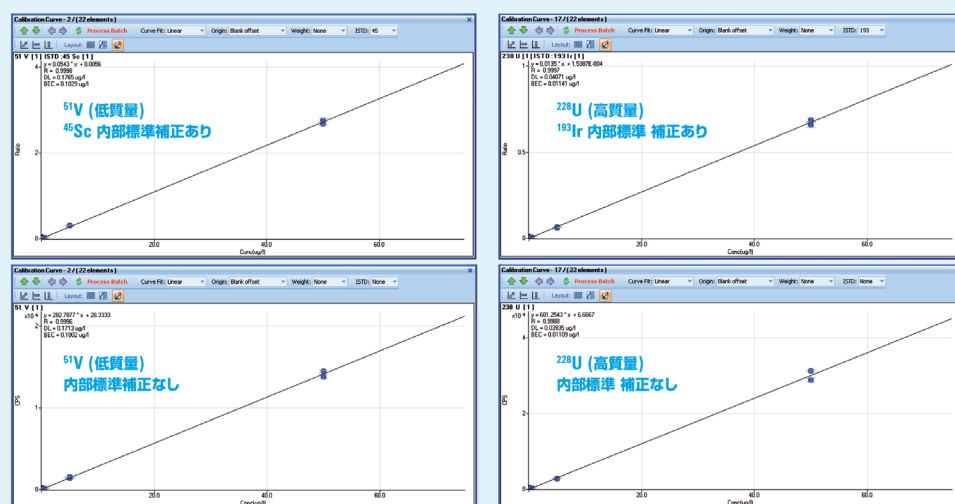


図 2. サンプルバッチの測定前後にそれぞれ測定した標準液のプロットを重ね書きした検量線。⁵¹V (左) と ²³⁸U (右) の検量線は、優れた直線性と再現性を示しています

要約すると、HMI と ISIS-DS を搭載した 7700x ICP-MS は、無希釈尿サンプル分析において、優れた安定性と再現性のある分析

が可能になりました。7700x ICP-MS で標準装備される HMI により、無希釈尿の直接定量が可能になりました。また、オプションの

ISIS-DS により、サンプルスルーバッチが大幅に向上しました。

ICP-MS による 低濃度水銀の分析

Ed McCurdy

ICP-MS プロダクトマーケティング、
アジレント・テクノロジー、英国

ICP-MS による水銀分析

水銀 (Hg) は希少な重金属で、その形態の多くは、吸引または摂取したり、皮膚から吸収されたりした場合に、高い毒性を示します。水銀は、小型電球型蛍光灯など、さまざまな用途で工業利用されています。また、飲料水、水産物、一般消費者製品、医薬品、玩具などの商品では、水銀含有量が監視および規制対象の元素になっています。

従来の分析メソッドでは、水銀の測定のみ、水銀分析計を用いて、水銀以外の測定元素は他の分析装置と組み合わせた個別のサンプル分析が必要でしたが、それによりサンプルスルータイムと生産性が低下します。一方、ICP-MS を用いた場合、一般的な複数元素分析と組み合わせた水銀分析も可能ですが、以下が問題となります。

- 水銀はイオン化ポテンシャルが非常に高いため (10.44eV)、プラズマ内で約 4 % しかイオン化されません。したがって、他の元素に比べて、感度が低下します。
- 水銀は 7 つの質量数の同位体が存在し、一番大きい同位体存在比の質量数 (m/z 202) でも同位体存在比は 29.86 % です。したがって、個々の同位体に対するイオンカウント数は (必然的に感度も) 低下します。
- 水銀は、容器やサンプル導入壁面への吸着が発生しやすいため、回収率が低くなる傾向にあります。また導入系に Memory として残りやすく、サンプル間の洗浄時間を十分に長くする必要があります。また水銀は揮発性が高いので、ふたのない容器 (開放系) などで加熱前処理をおこなうと、揮発することが懸念されます。

水銀分析が必要なサンプルは、通常はふたがついている容器 (密閉系) で前処理されますが、ICP-MS による低濃度 Hg の分析においては、以下の点が重要です。

- 水銀原子のイオン化を促進するために、プラズマはできるだけ高い温度 (なるべく低い CeO^+/Ce^+ 生成比) に設定する必要があります。

- 水銀は、イオン化率が低いことと単一質量数の存在比が低いことにより、もともと他の元素に比較して、感度が低いので、これを補完できるための高感度な ICP-MS 装置が要求されます。
- 適切なサンプル前処理により、水銀の安定性を維持する必要があります。

Agilent 7700 シリーズ ICP-MS は、最初の 2 つの要件に対応しています。3 番目の要件を満たすもっともシンプルなアプローチは、低濃度塩酸 (HCl) を用いてすべてのサンプルおよび標準試料を調整する方法です。この方法により、溶液中でも安定性の高い複合体 $[HgClx]^-$ が形成されるので、吸着が回避できて、溶液中の Hg を安定的に保つことができます。

Hg の化学的安定性

従来の多くの ICP-MS メソッドでは、V、Cr、Ge、As、Se に対する Cl 起因の多原子イオン干渉を回避するために、 HNO_3 液性のみ (つまり、HCl を除外) を使用したサンプル調整が推奨されています。しかし、HCl を除外すると、Hg、As、Se、Mo、Tl、Ag などの多くの元素で安定性の問題が生じることがあります。

コリジョン/リアクションセル (CRC) を搭載した ICP-MS でも、塩化物の存在は、それがサンプル中に存在するものか、HCl という形で添加されたものかにかかわらず、反応性の高いセルガスを用いて干渉を除去する場合には、Cl 起因干渉が大きな問題となる場合があります。V および Cr に干渉する ClO および $ClOH$ 干渉物の除去には、一般にアンモニア (NH_3) 反応ガスが推奨されますが、 NH_3 は As に干渉する $ArCl$ および $CaCl$ 干渉除去には効果が十分ではないため、V、Cr、As をすべて測定する必要がある場合は、別の反応ガス (O_2 、 H_2 、 CH_4 など) が必要です。しかし、これらの反応セルガスはいずれも、特

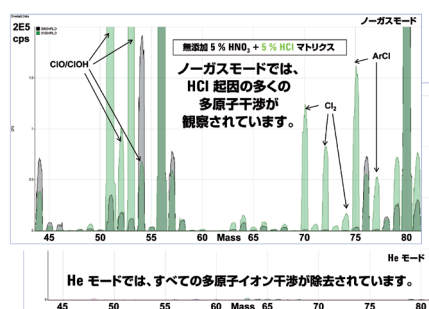


図 1. 同じスケールで重ね書きしたノーガスモード (上) と He モード (下) における 5 % HCl のスペクトル比較

定の元素に対しては効果がありますが、単一ガスではすべての元素に対しての効果は十分ではありません。

7700 シリーズ ICP-MS の CRC 技術の進歩により、単一の He モードを用いてすべての Cl ベースの干渉を除去することが可能なシンプルなアプローチが実現しました (図 1)。

7700 シリーズ ICP-MS を用いた分析では、He モードを用いることにより、酸性サンプルの前処理とサンプルの安定化において、Cl 起因干渉を除去できることから、0.5 ~ 1.0 % の HCl を添加することが可能になりました。また、サンプル中に Cl が含まれる検体についても確実に測定できるようになりました。リアクションモード使用時に求められるような、複雑なメソッド開発や複数の反応セルガスは必要ありません。HCl を用いれば、7700 において、1 ppt レベルの検出下限 (DL) で、Hg を日常的に測定できます (図 2)。測定質量数は、WO 干渉を回避できる ^{201}Hg (13.18 % の同位体存在比) を用いました。

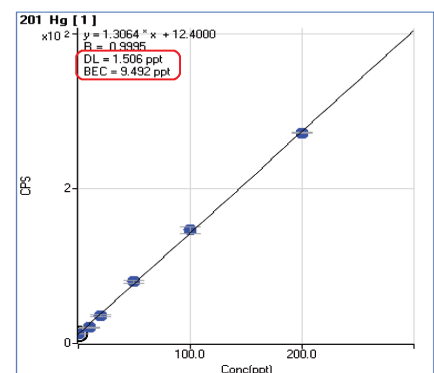


図 2. 1 ppt レベルの DL および BEC (バックグラウンド相当濃度) を示す ng/L (ppt) レベルの水銀の検量線

低濃度 Hg 分析をルーチン化する 7700 シリーズ ICP-MS

7700 シリーズ ICP-MS では、シンプルで汎用的な He モードを用いて、Cl ベースのあらゆる多原子イオン干渉を効果的に除去できるので、% レベルの塩化物が存在している場合でも、Cl 起因干渉が懸念される V、Cr、As を確実に分析することが可能です。そのため、ICP-MS 分析用のサンプルに HCl を日常的に追加して、Hg などの多くの元素の化学的安定性を向上できるようになりました。これにより、ICP-MS の大きな利点である多元素同時分析の機能が、ppt レベルの Hg 分析も含めて可能になります。

本文書に記載の情報は、予告なく変更されることがあります。

