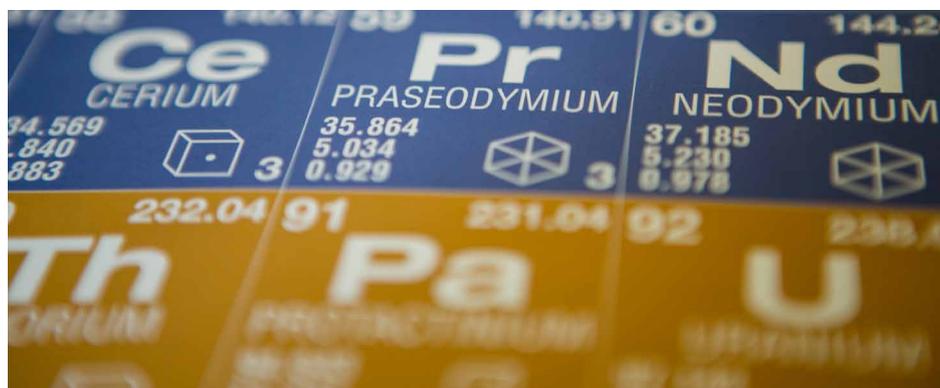


Agilent ICP-MS IntelliQuant 分析

QuickScan、IntelliQuant、星ランキングの概要



はじめに

Agilent ICP-MS MassHunter バージョン 4.6 で導入された ICP-MS 用 IntelliQuant は、すべてのサンプルに対して自動化された半定量分析を実現しています。キャリブレーションとバックグラウンド補正は、ユーザーによる操作なしに自動的に行われ、データは、わかりやすい周期表ヒートマップ形式と包括的なデータテーブルで表示されます。

IntelliQuant が有効な機能であるのは、各サンプルの測定時に QuickScan を実行できるためです。オプションの 2 秒 QuickScan では、測定可能な全質量範囲の完全な質量スペクトルを取り込むため、すべてのサンプルの半定量計算や総マトリックス固形分 (TMS) の計算が容易になります。

TMS レベルは、IntelliQuant データから計算されます。TMS は、総溶解固形分 (TDS) と同様に、各サンプル中の主要なマトリックス元素の合計です。

TMS の計算の対象となるのは、イオン化抑制やインタフェースコーンおよびレンズでのマトリックス堆積など、一般的にマトリックス効果に寄与すると考えられている元素です。HCl や HNO₃ のような酸に含まれる元素などのガス元素は、ICP-MS では顕著なマトリックス効果を引き起こさないため、計算から除外されます。

干渉除去

ICP-MS データは、結果にバイアスがかかるようなマトリックス由来の干渉が存在する場合には有用ではありません。ICP-MS MassHunter は、デフォルトでは、ヘリウム運動エネルギー弁別 (KED) モードで QuickScan データを取り込みます。KED は、選択的反応の化学的性質を必要とせず、多原子干渉を除去しており、ICP-MS におけるスペクトル干渉の主な寄与である、すべての多原子干渉に対して実質的に適用できます。

ヘリウム KED が効果的に動作するかどうかは、装置全体の設計に依存します。詳細については、資料番号 [5994-1171EN](#) を参照してください。

IntelliQuant データ解析

ヘリウム KED モードでは、デフォルトで、QuickScan 機能が有効になっています。QuickScan を無効にすることもできますが、トータル分析時間に 2 秒間追加するだけで、多数の追加データが得られます。IntelliQuant では、半定量反応をキャリブレーションするのに最適な標準が選択されるため、専門知識も対話機能も必要ありません。

測定可能なすべての元素の半定量濃度が各サンプルで計算され、データテーブルに表示されるだけでなく、わかりやすい周期表ヒートマップにも表示されます。

サンプルを選択すると、TMS と濃度データにより、ヒートマップが自動的に更新されます。特定の元素をクリックすると、その元素の詳細が表示されます。

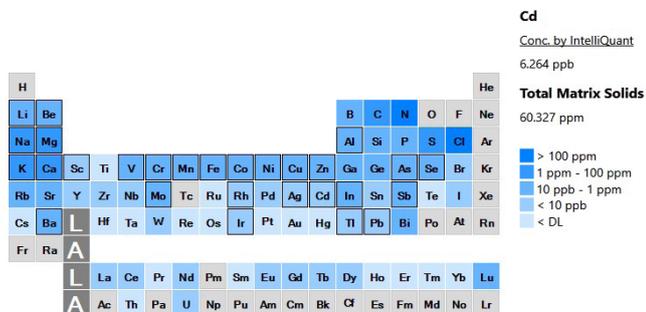


図 1. IntelliQuant ヒートマップの例。サンプル内の測定可能なすべての元素の半定量データが表示されています。

すべてのサンプルについて半定量データを記録しておく、定量測定の場合よりも、はるかに豊富なデータにアクセスできます。このデータは、ラボのワークフローを変更したり妨げたりすることなく、異常なサンプルや予想しない結果を調査するために使用できます。

例えば、疑わしいサンプルに対して完全な元素スクリーニングが必要な場合は、IntelliQuant を有効にした標準的なルーチンメソッドに追加することができ、変更は必要ありません。

IntelliQuant 星ランキング

ICP-MS MassHunter 5.3 に導入された新機能は、革新的な星ランキングシステムです。ボタンを 1 回押すだけで、星ランキングのサマリービューが表示されます。

この機能を有効にすると、ICP-MS MassHunter は、ヘリウムモードで測定されたすべての定量元素と同位体を評価します。次に、各同位体のデータ品質を評価し、わかりやすい星ランキングシステムを使用してデータの信頼度を表示します。5 つ星は、その同位体の結果の信頼性が高いことを示しています。

検査結果の信頼性を向上させるために

IntelliQuant は、星ランキングを計算する際に、以下のような多変量データを使用します。

- スペクトル干渉
- 測定精度
- 検出限界とバックグラウンド
- キャリブレーション品質



図 2. IntelliQuant 星ランキングは多変量解析を使用して、定量サンプルデータの信頼度を計算します。

干渉データベース

QuickScan 機能で取り込んだフルスキャンデータを使用して、スペクトル干渉が計算されます。スペクトルは、実際の干渉の包括的なデータベースを通してフィルタリングされます。このデータベースには、ノーガスモードおよびヘリウムコリジョンモードに対してプリセットされた異なるプラズマ条件（低マトリックス、汎用、または UHMI）における干渉生成率の詳細が保存されています。

次に、IntelliQuant は QuickScan データを使用して、未知または予想しない元素による干渉の寄与を推定します。IntelliQuant は、分析対象物のシグナルに対して予想される干渉の相対強度を考慮して、その寄与が大きいかどうかを評価します。

この機能は、ヘリウムコリジョンモードが有効ではない、二価イオン (M^{2+}) などの干渉に有効です。二価イオンによる干渉が顕著なレベルで形成されるには、いくつかの要因が同時に発生する必要があります。

つまり、もともとの元素の質量が2倍高く、第二イオン化エネルギーが低く、濃度が比較的高い必要があります。これらの要因は、ほとんどのサンプルではあまり一般的ではありませんが、見落とされることがよくあります。

その良い例が、主要元素であるヒ素 (As) とセレン (Se) の見かけ上のシグナルに対する、希土類元素 (REE) の寄与です。多くのサンプルでは、REE は顕著な濃度では含まれておらず、ほとんどの規制メソッドは REE の分析を要求していません。

つまり、サンプルに REE が含まれている場合でも、その分析データが存在しないため、簡単に見落とされてしまいます。しかし、IntelliQuant と QuickScan は、すべてのサンプルの全質量スペクトルを自動的に評価して、懸念事項があれば強調表示します。

全データ評価

IntelliQuant 星ランキングは単なる干渉検出機能ではなく、測定精度やキャリブレーション品質など、分析の重要な要素をすべて評価します。また、各分析対象物の定量下限 (LOQ) とバックグラウンド相当濃度 (BEC) を、同位体レベルまで考慮します。

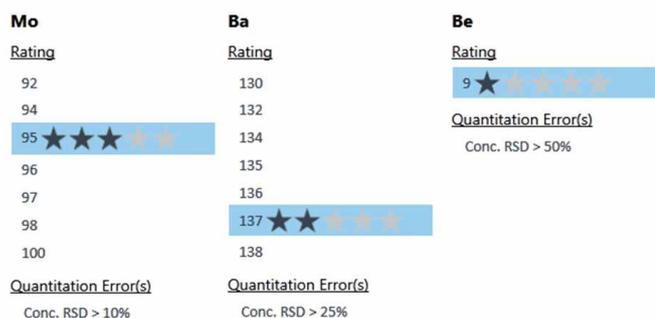


図 3. 測定精度がさまざまなレベルで低い同位体の IntelliQuant 星ランキングの例

例えば、干渉は存在しないがサンプル不足により測定精度が低いサンプルや元素に対しては、精度の良い同様のサンプルよりも低い星ランキングが与えられます。このシンプルなデータ評価により、雑務から解放され、分析業務の他の側面に集中して取り組むことができます。

IntelliQuant 機能のテスト

IntelliQuant は、実際のサンプルバッチを複数使用してテストされており、使用されているアルゴリズムの堅牢性と信頼性が検証されています。ここでは、干渉同定の例について詳しく説明します。

精度を評価するために、標準物質 (SRM) である、NIST 1643f (水中の微量元素) を使用しました。次に、REE の濃度を高めて標準を添加し (0.1、1.0、10.0 ppm)、各溶液を 2 回測定しました。

認証元素のうちの As と Se は、二価のネオジム (Nd) とサマリウム (Sm) による干渉を受ける可能性があります。表 1 は、さまざまな REE 添加濃度別における、As と Se の分析効果と回収率を示しています。

表 1. NIST 1643f SRM に As と Se を添加し、その回収率に対する、Nd²⁺ と Sm²⁺ による干渉の影響。濃度は ppm で、回収率は認証値の % で表示しています。

認証値	75 As		78 Se	
	値	% 回収率	値	% 回収率
NIST 1643f	58.93	103	11.99	102
NIST 1643f	58.11	101	11.82	101
NIST 1643f + 0.1 ppm	61.07	106	55.31	473
NIST 1643f + 0.1 ppm	61.86	108	56.15	480
NIST 1643f + 1 ppm	93.41	163	447.94	3829
NIST 1643f + 1 ppm	93.59	163	447.79	3802
NIST 1643f + 10 ppm	518.86	904	6170.19	52737
NIST 1643f + 10 ppm	548.79	956	5994.33	51234

特に低濃度の REE サンプルでは、干渉の影響が明らかではない場合があります。しかし、IntelliQuant は QuickScan データを使用して、干渉を同定することに成功しました。図 5a ~ d は、IntelliQuant が As への干渉をどのように同定したのかを示しています。

REE を添加していない NIST 1643f では問題は認められず、As と Se の結果は両方ともに 5 つ星でした。表 1 の分析データで確認されたように、ヘリウムコリジョンモードでは、多原子イオン干渉を除去することに成功しました。

IntelliQuant は予想される干渉を検出して、結果を 4 つ星に格下げしましたが、REE 濃度を 0.1 ppm に高めても、As にはほとんど影響しませんでした。Se は、テストしたすべての添加濃度で干渉が発生しており、評価は 1 つ星でした (図 4)。

その後のスパイクにおいて、As (および Se) への干渉が増加しており、深刻さの各レベルにおいて、その測定の星ランキングの信頼度が低下しました。

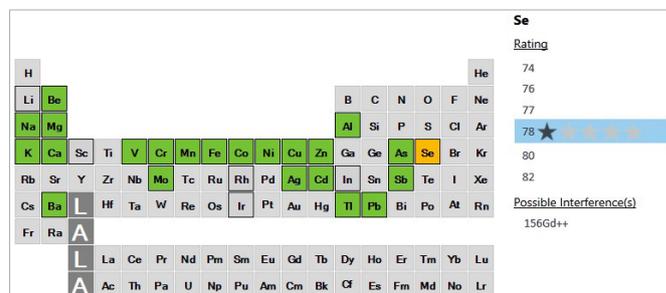


図 4. 0.1 ppm REE をスパイクした NIST1643f SRM。Se は、Nd²⁺ と Sm²⁺ による深刻な干渉を表す、1 つ星ランキングを示しています。

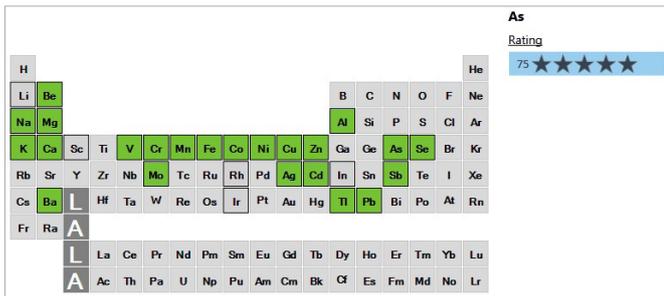


図 5a. REE を添加していない NIST1643f SRM。IntelliQuant 星ランキングヒートマップでは、すべての元素が緑色で表示されており、問題がないことを示しています。As は 5 つ星ランキングであり、既知の問題がないことを示しています。

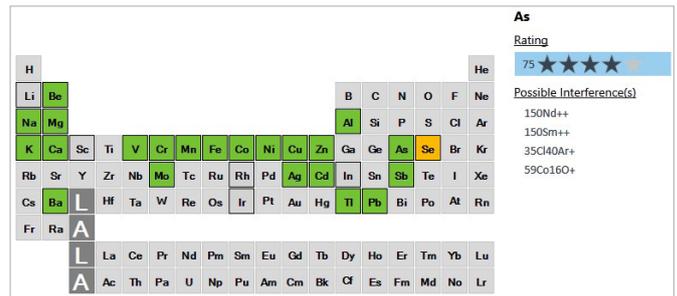


図 5b. 0.1 ppm REE を添加した NIST1643f SRM。Se は何らかの問題があることを示しており（オレンジ色のセル）、As の星ランキングは低下しています。これは、Nd²⁺ と Sm²⁺ による低レベルの干渉が予想されることを示しています。

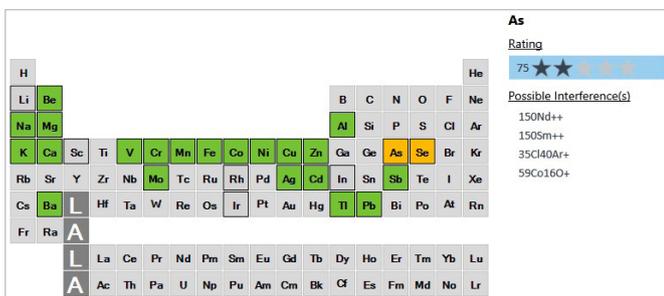


図 5c. 1 ppm REE を添加した NIST1643f SRM。As の結果に対する信頼度は 2 つ星に低下しており、オレンジ色で示されています。これは、Nd²⁺ と Sm²⁺ による干渉が強いことを示しています。

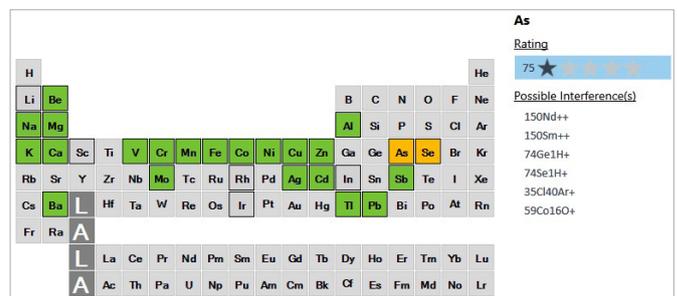


図 5d. 10 ppm REE を添加した NIST1643f SRM。As の結果に対する信頼度は低く、1 つ星です。これは、Nd²⁺ と Sm²⁺ による干渉が深刻であることを示しています。

表 2 に、REE を添加していない SRM の結果と回収率を示します。回収率はすべて許容範囲内に収まっており、IntelliQuant は、測定上の問題を特定しませんでした。

表 2. NIST1643f SRM の回収率データ。認証濃度 (Cert) と測定濃度 (Conc) は、 $\mu\text{g L}^{-1}$ で表示しています。

元素	Cert	Conc	% 回収率
9 Be	13.67	13.67	100
23 Na	18.83	20.21	107
24 Mg	7.454	8.169	110
27 Al	133.8	140.4	105
39 K	1.932	2.113	109
44 Ca	29.43	30.36	103
51 V	36.07	35.17	98
52 Cr	18.50	18.42	100
55 Mn	37.14	37.18	100
56 Fe	0.09	0.097	104
59 Co	25.30	25.40	100
60 Ni	59.8	60.1	101

元素	Cert	Conc	% 回収率
63 Cu	21.66	21.78	101
66 Zn	74.4	76.3	103
75 As	57.42	58.93	103
78 Se	11.700	11.990	102
95 Mo	115.3	125.3	109
107 Ag	0.9703	0.977	101
111 Cd	5.89	5.88	100
121 Sb	55.45	55.35	100
137 Ba	518.2	527.1	102
205 Tl	6.892	6.812	99
208 Pb	18.488	18.569	100

IntelliQuant 干渉シミュレータ

ICP-MS MassHunter 5.3 以降に導入された干渉シミュレータを使用することにより、サンプルを分析することなく、さらにプラズマをオンにすることもなく、さまざまなマトリックスでシミュレートされた干渉をテストできます。

IntelliQuant シミュレータは、星ランキング用に作成された干渉データベースを使用して、選択したセルモードおよびプラズマモードで予想される干渉を計算します。

サンプルマトリックスから選択して、必要な編集を加え、カスタムサンプルマトリックスとして保存することができます。

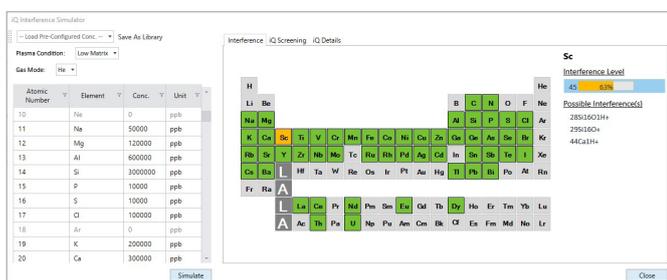


図 6. IntelliQuant 干渉シミュレータは、溶液を前処理することなく、さらにプラズマをオンにすることもなく、実験を行うことができます。

データ互換性

IntelliQuant と星ランキングは、ICP-MS MassHunter を使用して取り込んだ QuickScan データと互換性があります。この互換性により、装置のタイプや年代に関係なく、IntelliQuant を使用してすべてのデータを再処理できます。¹

この機能は、Agilent 7700、7800、7850、7900 ICP-MS および Agilent 8800、8900 ICP-QQQ のデータと互換性があります。

¹ 性能は、プリセットされたプラズマ条件とヘリウムコリジョンモードを使用するかどうかによって異なります。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

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おりません。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。

DE07391022

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Printed in Japan, May 28, 2024

5994-7441JAJP