

Az új Thermo Scientific iCAP TQ ICP-MS bemutatása és alkalmazási lehetőségei

Nyerges László
Unicam Magyarország Kft.
2017. április 27.





2001 -2012



2012-2016 iCAP Q

2016- iCAP RQ

2017- iCAP TQ





Könnyű váltás
TQ/SQ üzemmód
között

Robusztus
felépítés,
multieleemes
analízisekre
optimálva

Az iCAP RQ-ra épülő
platform, könnyű
karbantartás



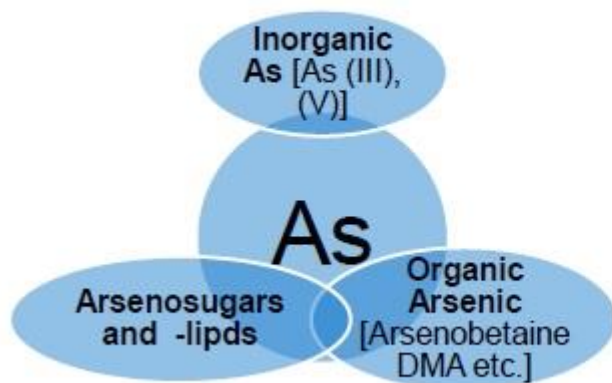
Szoftveres megoldások
a könnyű kezelhetőség
a hatékony munka
érdekében

4 csatornás
tömegelőszűrős
flatapole Qcell

Klinikai kutatás
Élelmiszerbiztonság
Fémipar
Akadémiai kutatások

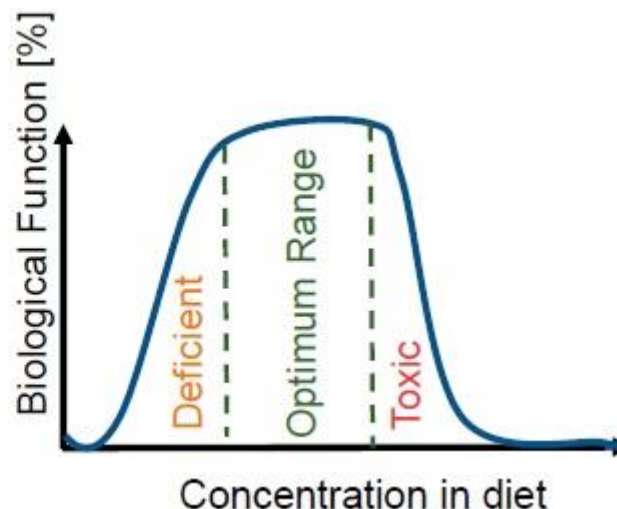


Arzén: potenciális veszélyforrás az élelmiszerláncban



- Számos oxidációs állapota ismert, melyek erősen különböznek toxicitásukban
- A növények közül a rizsben erősen felhalmozódhat az arzén

Szelén: esszenciális elem



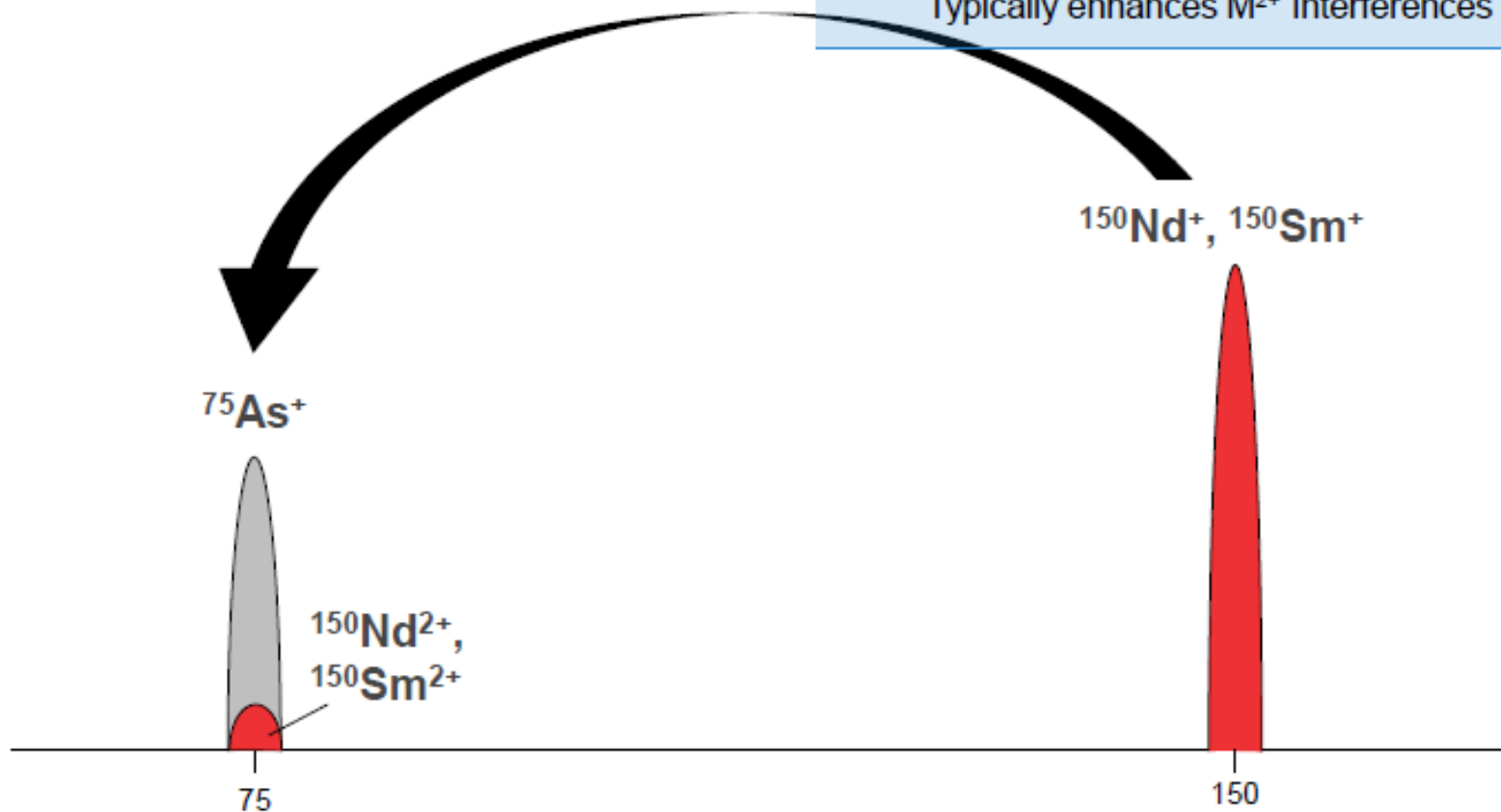
Emberi, állati szervezetben egyaránt nélkülözhetetlen elem, melynek megvan az optimális koncentrációja

As meghatározás SQ ICP-MS készülékkel



Single Quad ICP-MS: KED

Typically enhances M^{2+} Interferences



As meghatározás SQ ICP-MS készülékekkel

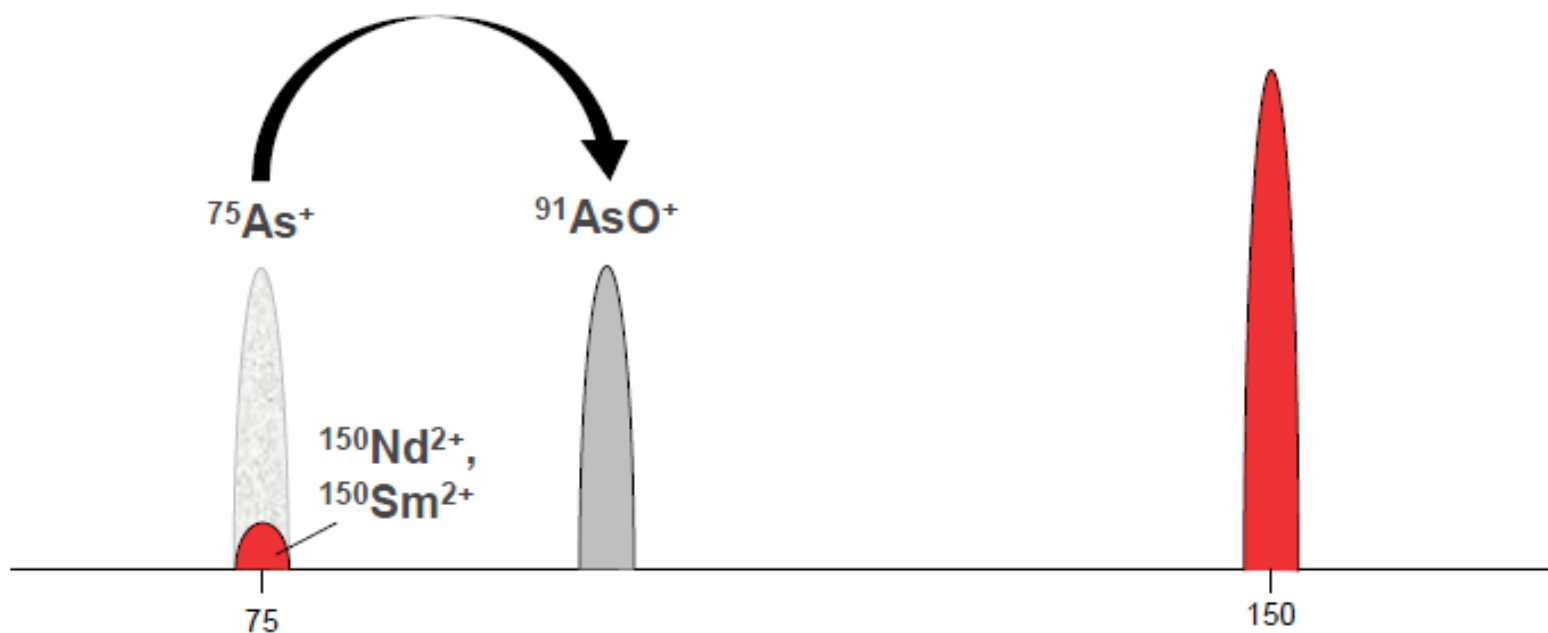


Single Quad ICP-MS: KED

Typically enhances M^{2+} Interferences

Solution:

Mass shift As and Se using O_2



As meghatározás SQ ICP-MS készülékkel



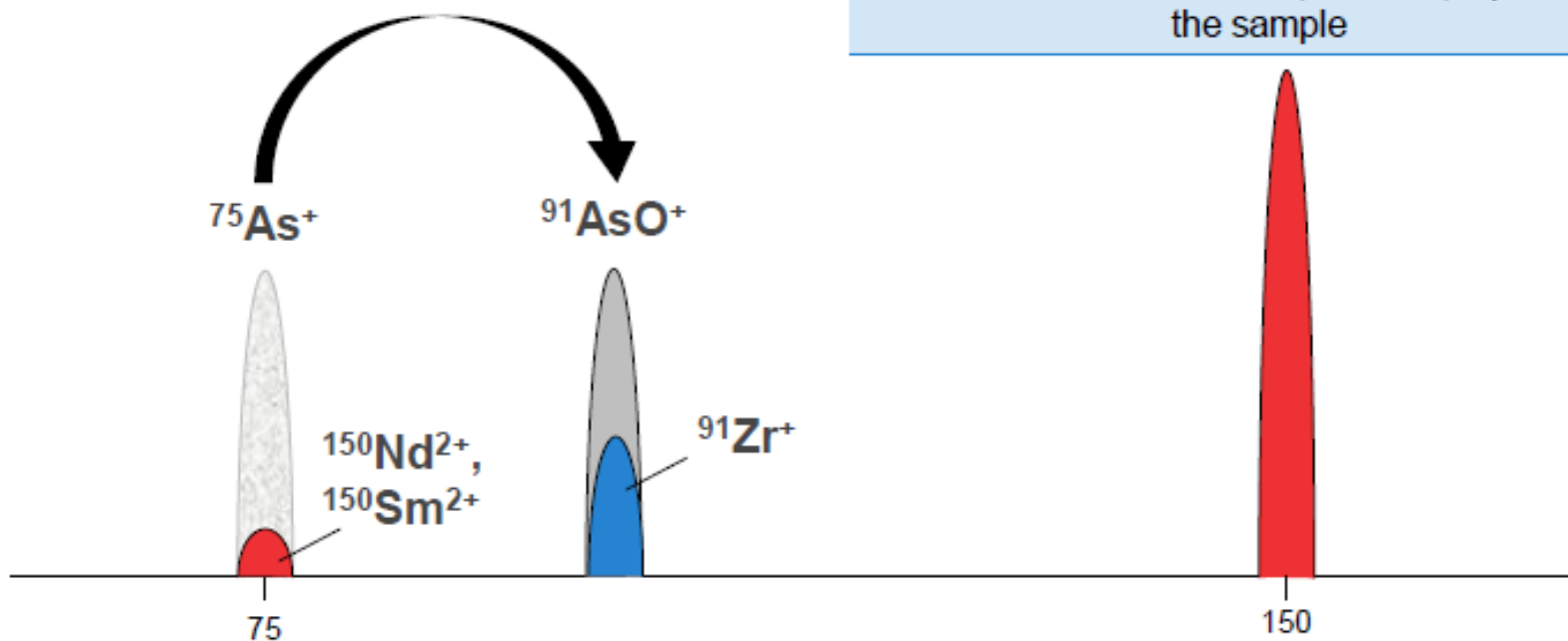
Single Quad ICP-MS: KED

Typically enhances M^{2+} Interferences

Solution:

Mass shift As and Se using O_2

Other interferences: $^{91}Zr^+$, $^{94,96}Mo^+$, if present in the sample

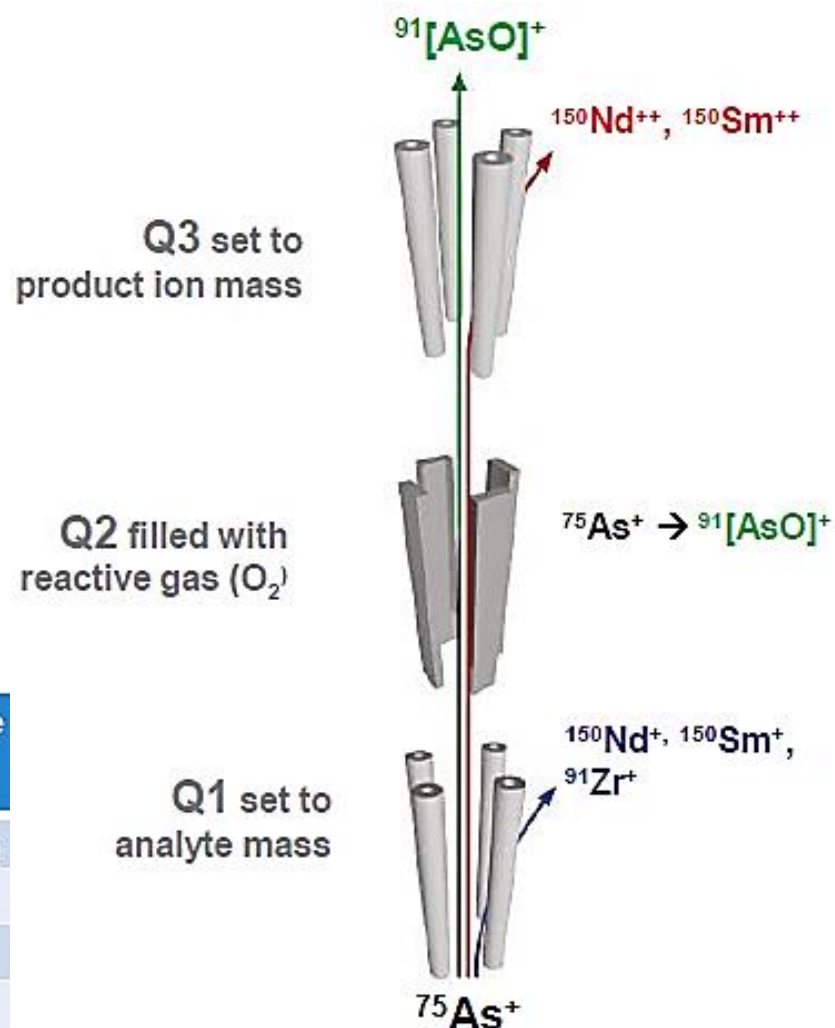


As analízis TQ technikával

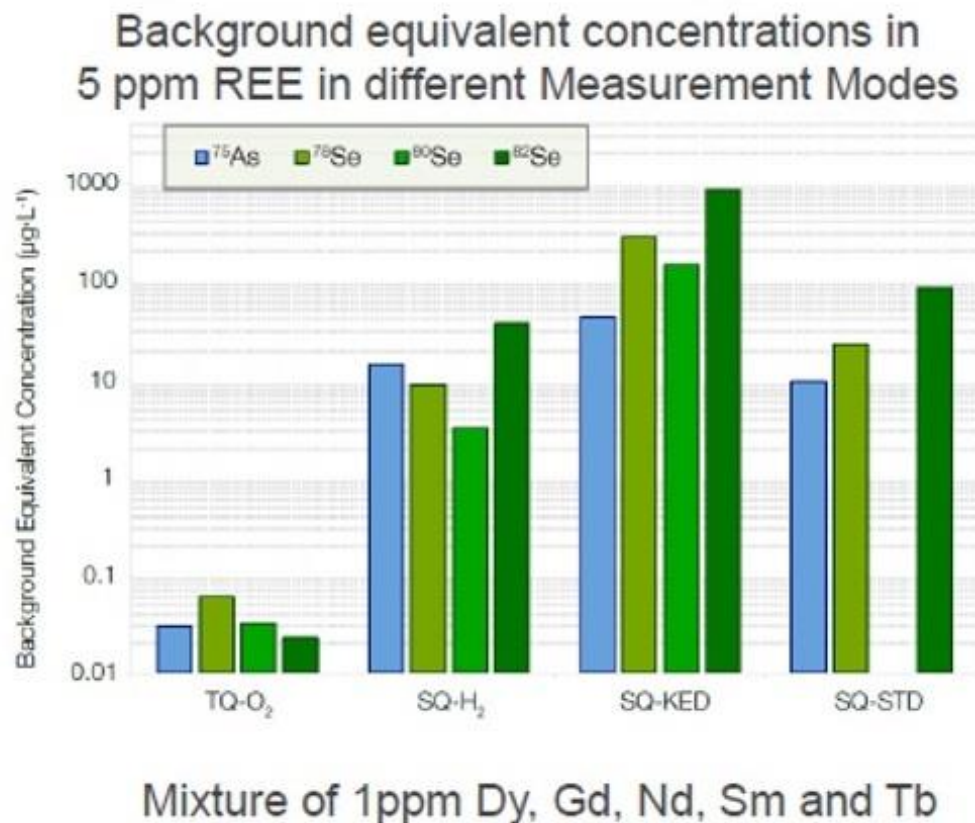


- Első kvadрупól által "kiválasztott" ionok a CRC-be lépnek
- O₂ alkalmazásával AsO és SeO képződik
- Kettőstöltésű részecskék nem lépnek reakcióba
- AsO, SeO szelektív detektálása kettős töltésű részecskék zavarása nélkül

Type of Interference	⁷⁵ As	Measure Mode	⁷⁸ Se	Measure Mode
Polyatomic	⁴⁰ Ar ³⁵ Cl	KED	⁴⁰ Ar ³⁸ Ar	KED, H ₂
	⁴⁰ Ca ³⁵ Cl			
Isobaric	¹⁵⁰ Nd ²⁺	O ₂	¹⁵⁸ Gd ²⁺	O ₂
	¹⁵⁰ Sm ²⁺		¹⁵⁸ Dy ²⁺	



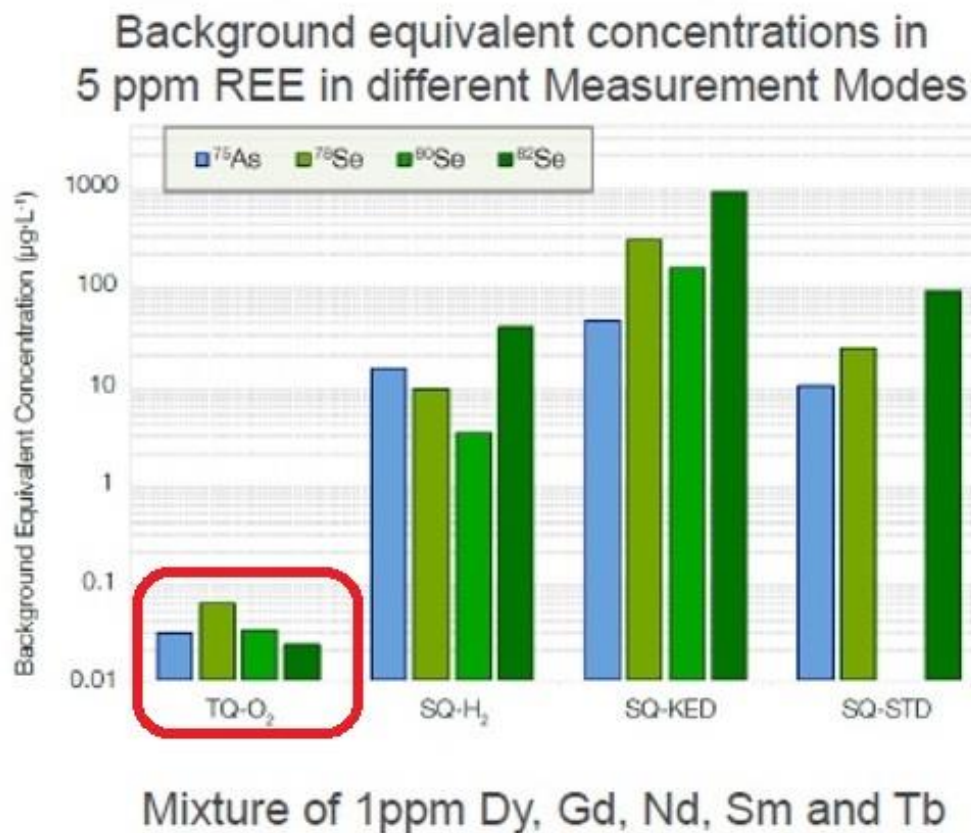
As és Se eredmények különböző mérési módokban



SQ mérési mód:

- Megnövekedett BECs, SQ módokban megfigyelhető kettőstöltésű ion-zavarások
- Hidrogén reakciógáz alkalmas Ar bázisú poliatomos interferenciák eltávolítására, viszont a REE²⁺ interferenciák jelentősek.

As és Se eredmények különböző mérési módokban



SQ mérési mód:

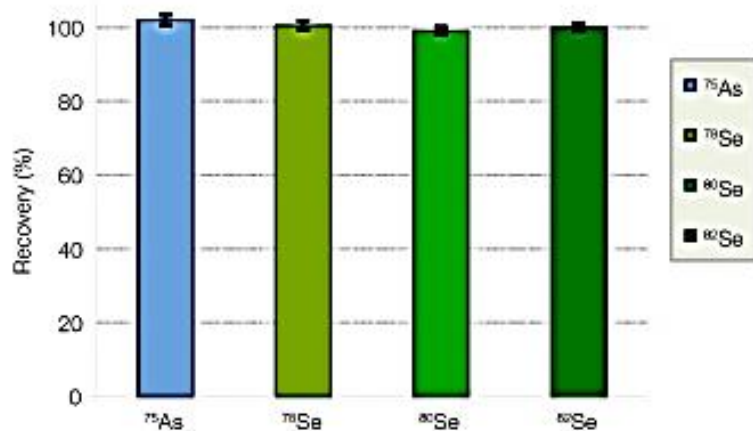
- Megnövekedett BECs, SQ módokban megfigyelhető kettőstöltésű ion-zavarások
- Hidrogén reakciógáz alkalmas Ar bázisú poliatomos interferenciák eltávolítására, viszont a REE²⁺ interferenciák jelentősek.
- Triple Quadrupole, TQ-O₂ módban a BECs drámaian csökken As, Se mérésekor.

As, Se mérés magas kettőstöltésű ion zavarásnál

As és Se analízis visszanyerés



Spike recovery in 5 ppm REE matrix solution
(1 ppb As and Se)



Spike recovery results in samples
(1 ppb As and Se)

Analyte	AGV-1	Sediment
Arsenic	94.6 %	97.6 %
Selenium	93.4 %	97.6 %

Sample analysis results

AGV-1	Content in original sample ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Certified content ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)
⁷⁵ As	0.892	0.88
⁷⁸ Se	< LOQ	-
Deep Sea Sediment		
⁷⁵ As	1.303	-
⁷⁸ Se	0.109	-

Multielemes analízis folyóvíz CRM mintából



Analyte	Measurement Mode	Measured	Spike Recovery	Certified Concentration	Recovery of Certified Concentration
²³ Na	KED	5085	100%	5380	95%
²⁴ Mg	KED	2665	105%		
²⁷ Al	KED	55.3		49.5	112%
³⁹ K	KED	863	101%	839	103%
⁵¹ V	TQ-O ₂	0.33	98%	0.32	104%
⁵² Cr	TQ-O ₂	0.23	100%		
⁵⁶ Fe	KED	93.2		91.2	102%
⁵⁹ Co	KED	0.05	98%	0.05	107%
⁶⁰ Ni	KED	0.52	91%	0.48	110%
⁶³ Cu	KED	18.2		17.4	105%
⁷⁵ As	TQ-O ₂	0.43		0.41	104%
⁷⁸ Se	TQ-O ₂	0.10			
⁸⁵ Rb	KED	1.20	103%		
¹⁰⁷ Ag	KED	0.00	101%		
¹¹¹ Cd	TQ-H ₂	0.0057		0.006	95%
¹¹⁵ In	KED	0.001	105%		
¹³³ Cs	KED	0.004	103%		
¹³⁸ Ba	TQ-O ₂	14.7		14.0	105%
²⁰⁸ Pb	KED	0.08	106%		
²³⁸ U	KED	0.10		0.09	109%

Mérési tartomány 6 ppt- 5 ppm TQ-O₂/KED üzemmódban

Titán analízise szérumból

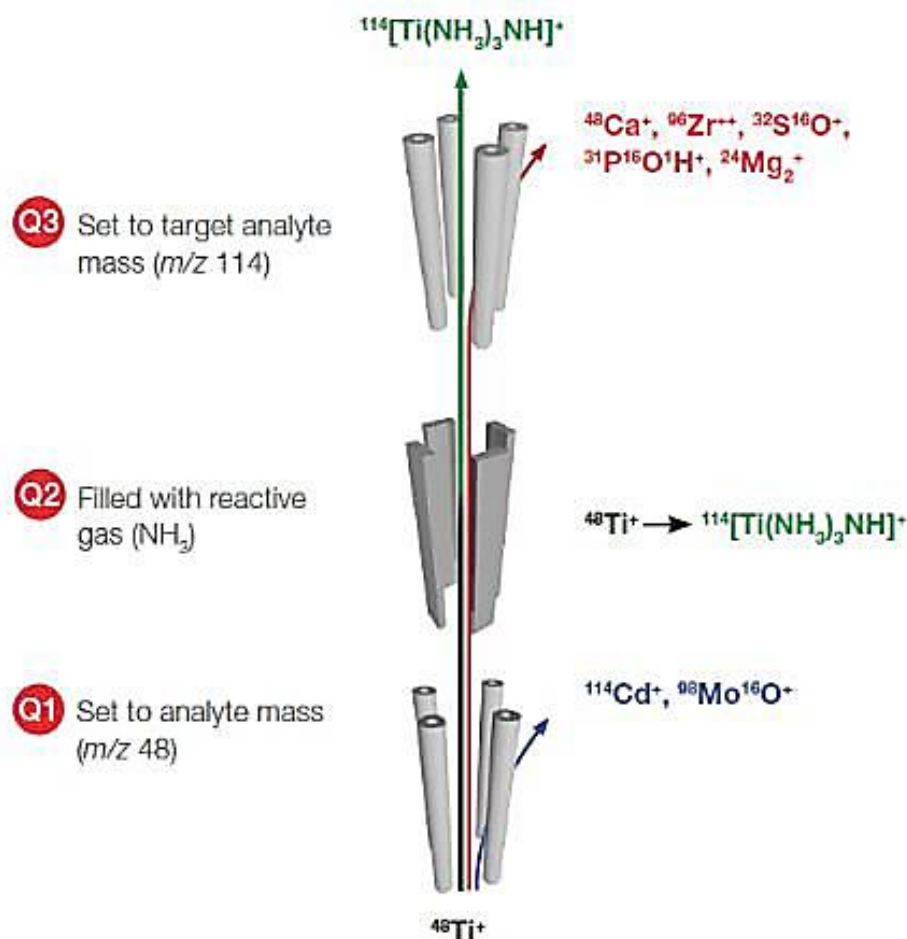


Titán a véráramba kerülhet fogászati és ortopédiai implantátumok elhasználódása következtében

- Várható alacsony koncentrációk (alacsonyabb mint $1 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$)
- Izobár interferenciák közt a legjelentősebb: ^{48}Ca

Módszerrel szembeni elvárások:

- ☐ **Robusztus** a minta mátrixszal szemben
- ☐ **Érzékeny** az alacsony Ti szint kimutatása érdekében
- ☐ **Specifikus** a titánra nézve, pontos mérés a zavaró hatások kiküszöbölése mellett



ICP-MS hármás kvadrupól analízis – Thermo Scientific iCAP TQ ICP-MS

Titán visszanyerés szérumból különböző módokban



Single Quadrupole ICP-MS

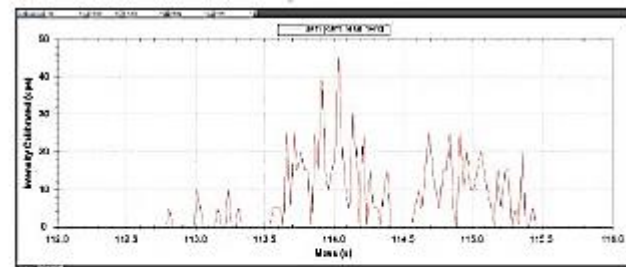
Triple Quadrupole ICP-MS

	Ti SQ-KED, $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	Ti SQ-NH ₃ , $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	Ti TQ-NH ₃ , $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	Ti Reported Value, $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$
Serum L-1	167	1800	6.64	6.8
Serum L-2	262	1850	6.38	6.8

False positive results due to unresolved isobaric ^{48}Ca Interference!

Only by using triple quad technology can accurate results for Ti be obtained!

Background signal on $^{48}\text{Ti}^{14}\text{N}_4\text{H}_{10}$ for a solution containing $10\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ of Cd



This would be a problem using single quadrupole instruments with NH₃!

Kiváló pontosságú visszamérés bizonylatolt Ti tartalmú szérumminta esetén.



Vizelet és szérum multielemes analízise

•Kiváló
visszamérési
adatok elérése a
bizonylatolt
értékekkel
összevetve

•Teljes
multielemes
analízis a
nehezen
meghatározható
elemekre egy
mintából egy
futásból

	LOD	MDL	Serum L-1		Serum L-2		Urine
			Measured	Reference or reported value	Measured	Reference or reported value	Measured
Na ⁺	0.0027	0.027	2743	2330-3504	3255	2820-4241	2977
Mg ⁺	0.0001	0.0010	21.0	13.4-20.1	39.7	27.1-40.7	85.6
P ⁺	0.0008	0.08	52.3	43.3-65.1	120	88-132	710
S ⁺	0.145	1.3800	1100	1008	1495	1335	476
K ⁺	0.0021	0.02	150	101-153	260	176-265	1946
Ca ⁺	0.002	0.0200	90.1	69-104	124	95-143	99.8
Fe ⁺	0.00002	0.00023	1.64	1.17-1.77	2.18	1.72-2.58	0.005
Li	1.13	11.2920	5778	4202-6320	10806	7739-11639	22.4
B	0.67	6.746	70.1	79.4	87	82.1	1548
Al	0.20	1.9670	54.2	25.2-75.7	122	96-144	13.7
V	0.002	0.022	1.04	1.10	1.26	1.10	0.229
Cr	0.008	0.0800	1.70	1.30-3.05	5.20	4.00-7.50	0.838
Mn	0.008	0.084	10.7	7.9-11.9	14.2	11.6-17.4	0.914
Co	0.0001	0.0010	1.38	0.67-1.57	2.16	2.13-3.97	0.027
Ni	0.006	0.055	6.26	3.38-7.9	9.41	7.9-11.9	1.45
Zn	0.051	0.5130	1052	844-1269	1527	1404-1831	359
As	0.002	0.018	0.383	0.400	0.374	0.380	1.31
Se	0.010	0.1000	80.8	51-120	124	95-176	7.31
Rb	0.004	0.035	4.20	4.40	8.70	8.70	812
Sr	0.006	0.0570	95.7	95.0	106	110	89.2
Mo	0.005	0.048	0.710	0.760	1.20	1.21	7.62
Cd	0.001	0.0100	0.130	0.130	0.140	0.140	0.229
Ti	0.002	0.02	6.64	6.80	6.38	6.80	0.151
Sb	0.006	0.0600	11.6	10.4	16.1	15.0	0.040
I	0.022	0.219	75.5	71.8	69.9	60.9	82.8
Ba	0.003	0.0300	172	190	133	139	2.09
Pb	0.0007	0.007	0.370	0.400	0.666	0.660	0.446
U	0.0001	0.0010	0.288	0.302	0.357	0.359	0.020



Módszerbeállítások, műszerezettség

Minták, mintaelőkészítés:

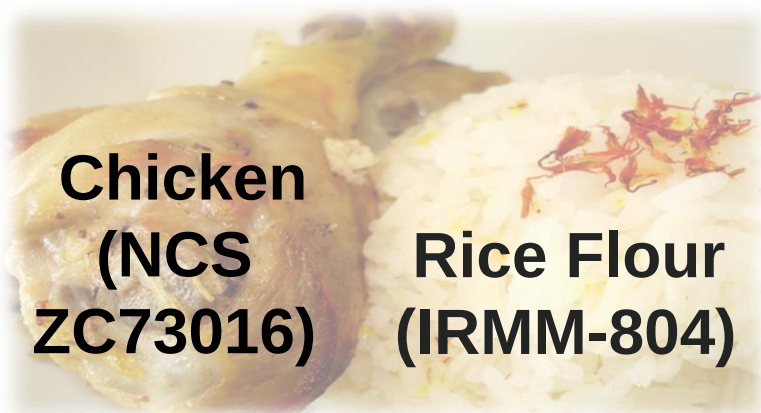


Table 1. Instrument operating parameters.

Parameter	Value
Forward power	1500 W
Nebulizer gas	0.9 L·min ⁻¹
Auxiliary gas	0.8 L·min ⁻¹
Cool gas flow	14.0 L·min ⁻¹
QCell conditions	4.5mL·min ⁻¹ at He, 3V KED
Sample uptake/wash time	45 s each
Dwell times	Optimized per analyte
Number of points per week	1
Number of repeats per sample	3
Total acquisition time	3 min

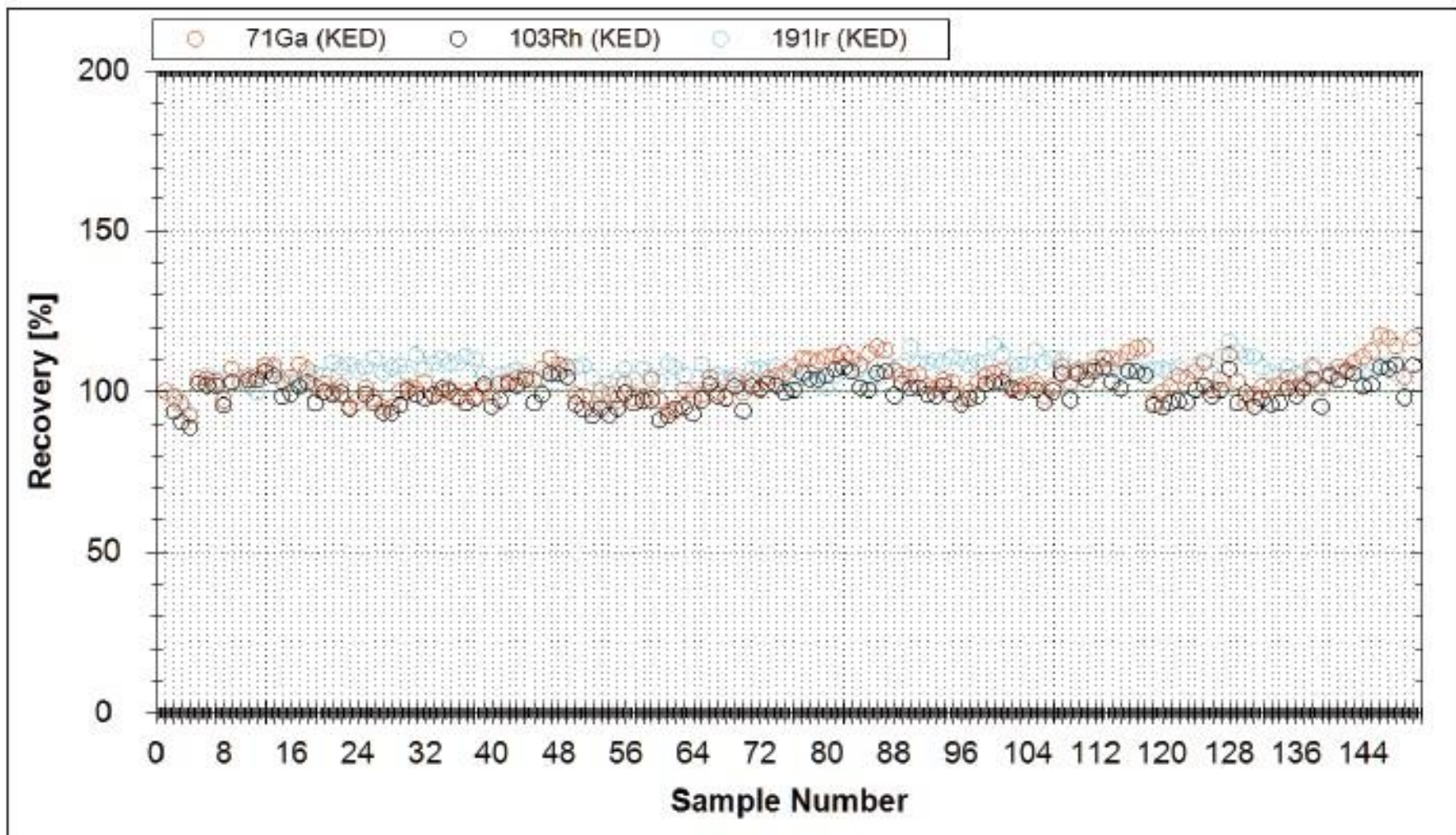


Figure 3. Variation of the internal standard intensities throughout the 8 hours analysis.



- Egy üzemmód rutin méréseknél az összes elemre
- Gyors szimultán analízis
- Nagy pontosságú, érzékenységű eredmények hosszú szekvenciáknál is
- Számos elérhető alkalmazástechnikai kivonat





Without Reaction Finder

Select

Select the Analytes to be measured

Select

For each analyte, select the isotopes to be measured

Select

Select the internal standard element

Select

Select the Q1 Analyte

Select

Select the CRC gas (None, He, H₂, O₂, NH₃)

Select

Select the mode
(KED, Single Quad Mode, Triple Quad Mode)

Select

Select the Q3 Mass
(On-mass/mass shift product ion)

Decide

Are the suggested settings ok?
If not, update them

Analyze

Enter sample names and positions or import from
LIMS and start the LabBook

With Reaction Finder

Select

Select the Analytes to be measured

Select

Select the internal standard element

Decide

Are the suggested settings ok?
If not, update them

Analyze

Enter sample names and positions or import from
LIMS and start the LabBook

The iCAP TQ ICP-MS and Qtegra ISDS Software for:

- Powerful interference reduction for reliable and accurate quantification.
- Reduced complexity of TQ-ICP-MS method development.
- Faster method development for improved productivity.

SQ/TQ összehasonlítása, alkalmazhatósága



Thermo Scientific	iCAP RQ ICP MS	iCAP TQ ICP-MS
Interferenciaeltávolítás	SQ-KED tömegelőszűrős „Flatapole”, egy analizátor kvadrupol	Q1-CRC-Q3 Két analizátor kvadrupol, egy CRC
Mérési módok	SQ-KED, SQ-CCT, SQ-STD	CCT, STD, KED (TQ/SQ)
Alkalmazható gázok	He, NH ₃ , O ₂ , H ₂ (He-mal kevert gázok)	He, NH ₃ , O ₂ , H ₂ (tiszt gázok)
Minták	Víz, élelmiszer, biológiai, gyógyszeralapanyag, egyéb mátrixú minták	Alacsony Se talajból, nyomelemek ötvözetekből, Ti biológiai mintákból
Mitaelőkészítés	TDS max 0,2% (AGD nélkül)	



22



- **A TQ rendszerrel hatékony interferencia eltávolítás a legnehezebb mátrixú mintáknál is**
- **Ppt szintű érzékenység**
- **Könnyű és gyors váltás SQ és TQ üzemmód között akár egy mintánál is**
- **Könnyű kezelhetőség magas színvonalú technikai megoldások és kiváló analitikai teljesítmény mellett**
- **Gazdaságos üzemeltetés, karbantartásmentes ionoptika**

Köszönöm a megtisztelő figyelmet!

