

機器検出下限が GC/MS/MS の性能指標として 優れている理由

GC/MS/MS システム性能を
より正確に検証するための指標

シグナルノイズ比 (S/N または SNR) は、クロマトグラフィーシステムの性能を比較するための業界基準として長年にわたって使用されていますが、アジレントは業界に先駆けて、超低ノイズ GC/MS のための、より正確で信頼性の高い性能指標を導入します。それが、**機器検出下限 (IDL: Instrument Detection Limit)** です。SNR は、マトリクス由来のベースラインノイズを容易に測定できる GC/MS アプリケーションにおいては有効ですが、統計的手法にもとづく、より優れた性能指標である IDL を使えば、低ノイズ SNR の不確実性を排除することができます。

IDL がより優れた業界基準の指標である理由を以下に示します。

- **IDL は権威ある多くの組織のガイドラインに準拠しています。**
IUPAC、USEPA といった組織では、同様の計算手法を用いて分析メソッドの検出下限が決定されています。
- **IDL では、一回の手動注入ではなく複数回の自動注入をもとに、平均的な性能が評価されます。**
8 回の連続測定では、システム性能がより正確に反映されます。IDL は、メソッドに必要な繰り返し再現性を実証できます。
- **IDL は確立された統計公式にもとづいています。**
99% の信頼区間を用いて 8 回連続注入から得られた %RSD にスチューデント-t 検定が適用され、IDL が算出されます。
- **IDL は超低ノイズベースラインの巧妙な操作によるバイアスがかかりません。**
現在の高性能質量分析計の場合、100 fg/μL オクタフルオロナフタレン (OFN) などの純粋な標準では、ほとんど、あるいは全くノイズは生じません。こうした純粋な標準のノイズには一貫性がなく、そこから算出される SNR の有効性には疑問が生じます。IDL では、この変動の原因が排除されます。
- **IDL は GC/MS システムのすべてのコンポーネントの性能を確認できます。**
一連の自動注入により、オートサンプラや注入口から質量分析計に至るまでの GC/MS のあらゆるコンポーネントの精度を確認できます。メソッドに使用するすべての機器コンポーネントが、完全に統合されたシステムとしてテストされます。
- IDL の原理と統計手法の詳細については、こちらをご覧ください：
www.agilent.com/chem/IDLtechnicaloverview:JP



- ✓ 分析の確認に RSD を用いていますか？
- ✓ 分析結果をシグナルノイズ比ではなく検出量としてレポートしていますか？
- ✓ 繰り返し再現性は分析結果にとって重要な要素ですか？
- ✓ システム据付確認を日々の分析により即したものにしたいですか？
- ✓ 毎回同じ分析結果を提供できるという、絶対的な信頼性をシステムに求めていますか？
- ✓ 低濃度測定における分析結果の変動は、重要な要素ですか？

上記にあてはまる場合は、面積 RSD に基づく IDL が理想的な性能指標です。



IDL についての Q&A

アジレントが従来のシグナルノイズ比から IDL に切り替えるのはいつですか？

超低ノイズ 7000B トリプル四重極 GC/MS が、主要な感度性能指標として IDL を用いる最初の Agilent MS システムとなります。このシステムにおいても、SNR が引き続き評価されるケースもありますが、アジレントでは今後、SNR を性能の評価や比較における優れた指標と主張することはしません。2011 年 11 月 15 日以降に据付が行われる 7000B は、EI-MS/MS モードで IDL によるバリデーションが行われます。

超低ノイズ MS/MS において、IDL が SNR よりも優れた指標であることを示す例を紹介できますか？

図 1 は、100 fg/μl OFN 1 μl の 8 回連続注入を示しています。ピークはほぼ重なり、ベースラインノイズはすべてのプロットできわめて低くなっています。8 回の OFN 注入それぞれについて、SNR を計算すると、次のようになります。

最小 SNR = 2480
最大 SNR = 244035
平均 SNR = 39996
SNR RSD = 207 %

8 回の注入におけるレスポンスを視覚的に確認すると、SNR に 100 倍の差がないことがわかります。しかし、上の SNR では、超低ノイズベースラインのわずかな差が大きな差として計算され、機器性能が正しく評価されていません。207 % という SNR RSD は、SNR 計測がコントロール不能になっていて、得られた値が信頼できないことを示しています。

引き続き SNR を確認したい場合は、どうすればいいですか？

SNR は引き続き OFN 標準の各注入について計算できますが、Agilent カスタマエンジニアは、適切なシステム性能を確認する際に、IDL の算出結果を使用します。IDL による評価には精密な注入テクニックが求められるため、IDL による評価を行えるのは、オートサンブラ (ALS または PAL) が存在する場合に限られます。オートサンブラがない場合は、手動注入による SNR の計算結果を二次的な参照仕様に照らして評価します。

据付時に GC/MS で IDL を測定するのですか？

IDL は製造最終テストの指標として、お客様のラボでの据付の際に行われます。システムの各コンポーネント (オートインジェクタ、注入口、カラムオープン、GC ニューマティクス、MS) が、統合システムとしてテストされます。

Agilent 7000B トリプル四重極 GC/MS の場合、面積 RSD は 4 % 未満と規定されています。これを IDL として計算すると、OFN 12 fg となります。

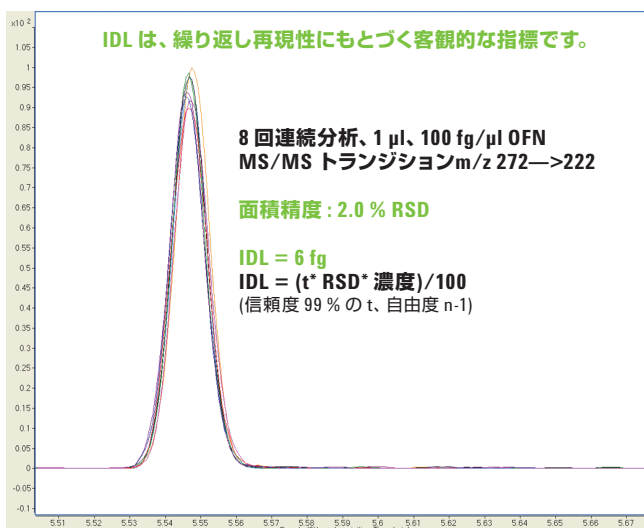


図 1. ノイズがきわめて低い MS/MS ベースラインでは、ノイズ範囲の意図的な選択が S/N 値に大きな影響を与え、値が大きくなります。IDL はシステム全体の性能を忠実に反映するため、従来の S/N 指標に比べ、達成可能な検出下限を正確に示すことができます。

他のアジレント製質量分析計も、新しい IDL 指標に変更されるのですか？

安定した認証済みの低濃度標準を使用できる場合は、PCI MS/MS のバリデーションは、IDL 参照仕様に照らしておこなわれます。7200 GC/Q-TOF や 5975C などのその他の機器も、今後、段階的に IDL 指標へ移行する予定です。変更については、各機器の仕様書をご確認ください。

www.agilent.com/chem/jp

本文書掲載の機器類は薬事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。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2011
Published in Japan, October 31, 2011
5990-9436JAJP

