

# Agilent ICP-MS ジャーナル

2017年7月 – 第69号

## 本号の内容

- 2-3 prepFAST ICP-MS を使用した環境サンプルの自動化分析
- 4-5 ICP-MS を用いた USP (米国薬局方) <232>/<233>および ICH Q3D に準じた医薬品中の元素不純物分析
- 6 新機能! ICP-MS MassHunter 4.4 ソフトウェア:  
ICP-MS MassHunter で MVX-7100  $\mu$ L Workstation をフルコントロール
- 7 半導体プロセス化学薬品における重金属などの汚染物質のリアルタイムインラインモニタリング: 注目の教育用リソース:  
単一 Web ページから ICP-MS リソースへアクセス
- 8 Agilent ICP-QQQ アプリケーションハンドブック第3版:  
注目: ICP-QQQ アプリケーション参考文献集: カンファレンス、会議、セミナー: 最新の Agilent ICP-MS 関連資料



**Agilent Technologies**

# prepFAST ICP-MS を 使用した環境サンプルの 自動化分析

Austin Schultz and Jake Unnerstall<sup>1</sup>、  
Steve Wilbur<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Elemental Scientific, USA

<sup>2</sup>Agilent Technologies, USA

## はじめに

Elemental Scientific (ESI) 社の prepFAST M5 全自動希釈システムが Agilent ICP-MS システムと全面的に統合されました。

## prepFAST とは

ESI 社の prepFAST M5 システムは、標準液の前処理自動化、サンプルの全自動希釈、範囲外 QC およびサンプルの完全統合された全自動希釈を実現します [1]。図 1 のとおり、シリンジポンプを使用して、各オートサンブラロケーションからのサンプルが 0.5 mL/sec という高速で 1 つ目のサンプルループにローディングされます。prepFAST M5 シリンジポンプによってサンプルのローディング精度が向上し、同時に、真空ポンプの使用時よりもサンプル消費が減少します。1 つ目のループにロードされたサンプルは、切り替えバルブによって、希釈液と内部標準が含まれたキャリアストリームへ注入されます。その後、混合溶液が 2 つ目のバルブに送られ最後の注入ループにロードされます。ここから混合溶液がキャリアフローへ注入され、ICP-MS ネブライザへ送られます。

prepFAST M5 では、1  $\mu$ L/min ~ 40 mL/min までの幅広い流量において高精度 ( $\pm$  0.05% RSD) で正確 ( $<$   $\pm$  0.2% バイアス) な溶液供給を実現する S500V2 シリンジポンプを使用して、高速かつ信頼性の高い希釈が可能です。

## ICP-MS MassHunter からのフルコントロール

ESI 社がアジレントと共同で開発したソフトウェアプラグインにより、prepFAST の全機能を ICP-MS MassHunter Batch ソフトウェアから操作できるようになりました。

prepFAST コントロールを ICP-MS MassHunter に全面的に統合することにより、自動キャリブレーション (図 2) および全自動希釈機能を ICP-MS メソッドの一部として扱えるようになります。

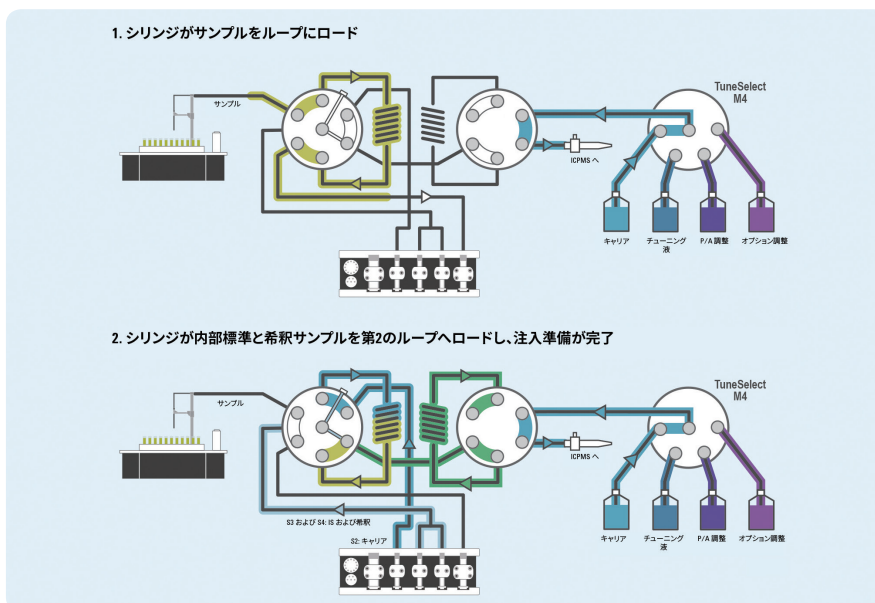


図 1. ESI 社の prepFAST M5 システムの概略図  
スプレーチャンバすすぎ中のサンプルロード、その後のサンプル希釈、内部標準および注入

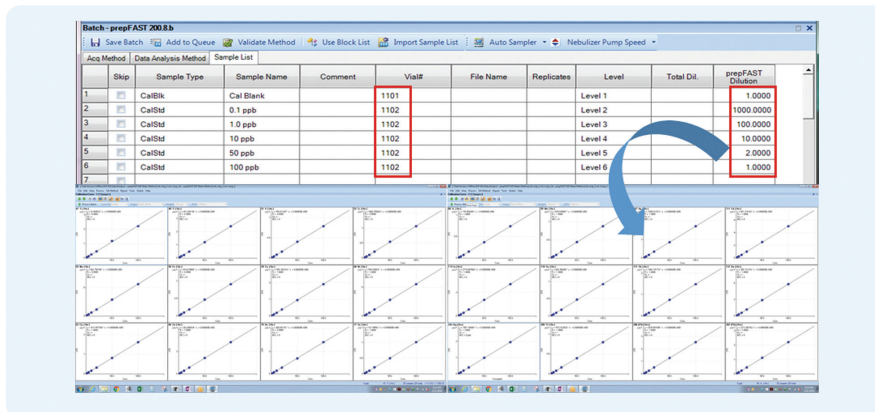


図 2. 標準液の自動希釈。各キャリブレーションレベルに要求されるキャリブレーション原液のバイアルポジションと prepFAST 希釈係数をサンプルに特定

## prepFAST ICP-MS のアプリケーション

prepFAST ICP-MS は、基準および法規制メソッドに従ってデータ品質を維持しつつ、環境サンプルを高速分析するアプリケーションに最適です。

## EPA 200.8 要件に適合

ESI 製 prepFAST 全自動希釈システムを Agilent 7900 ICP-MS に連結し、米国環境保護庁 (EPA) メソッド 200.8 の QC 要件に準じた飲料水およびボトル飲料水のサンプル分析に使用されました。これは長年使用されてきたメソッドで、ICP-MS による地下水、表流水、飲料水、廃水の分析のガイダンスとなります [2]。メソッド 200.8 を使用するラボは、データ品質検証のため、複数の性能および品質管理 (QC) テストの実施を要求されます。一般的な QC 基準には次のようなものがあります。

- 範囲外のサンプル濃縮結果の点検。上位キャリブレーションポイントの 120% に上限

を設定し、それを超える場合はサンプルの希釈と再分析が必要。

- 内部標準 (ISTD) リカバリ限度 60 ~ 125%。範囲外のリカバリはサンプル希釈。
- 定期キャリブレーションチェック (CCV) および定期キャリブレーションブランク (CCB) 溶液を、10 個のサンプルごとに自動分析。

## 範囲外の成分および内部標準のインテリジェント自動希釈

分析者は ICP-MS MassHunter prepFAST バッチウィンドウで、要求される QC 上限を特定することができます。範囲外限度を超えた場合、範囲外の成分をキャリブレーション範囲内にするため必要となる適切な希釈係数を ICP-MS MassHunter が計算し、その係数を prepFAST に送ります。サンプルリストのリアルタイムの更新において、prepFAST がその後 QC Action on Failure (AOF) として計算された希釈にてサンプルを再分析します。これは ICP-MS MassHunter の標準

表 1. 追加の 21 ppb Y でスパイクした水サンプルの各種希釈において Y 内部標準に期待される濃縮および回収率

prepFAST 希釈係数	Y の合計濃度 (ppb)	内部標準 Y の期待濃度 (ppb)	Y/内部標準 Y 合計比
1	41.0	20.0	205
5	24.2	20.0	121
10	22.1	20.0	111

表 2. 追加の 21 ppb Y でスパイクしたボトル飲料水サンプルの各種希釈における内部標準回収率 (ヘリウムモード)

サンプル名	希釈	ISTD 回収率 %		
		<sup>89</sup> Y	<sup>103</sup> Rh	<sup>175</sup> Lu
ボトル飲料水 + 21 ppb Y	1	203.5	103.7	103.3
	5	124.2	107.0	104.8
	10	110.3	103.7	105.4

QC AOF に類似した機能で、分析者の介入が不要です。同様に、内部標準信号がユーザー設定の回収率範囲を超えた場合、サンプルは自動的に 5 倍 (必要に応じてその後 10 倍) に希釈され、内部標準回収率を定義範囲内に戻します。

この研究では、内部標準回収率範囲は 200.8 の規定限度範囲 60 ~ 125 % よりさらにタイトな 80 ~ 120 % に設定されました。限度 80 ~ 120 % は一部のラボの運用手順の QC 要件で規定されたものです。ボトル飲料水サンプルの 1 つを 21 ppb の Y でスパイクしました。このスパイクは、各サンプルに自動的に加えられた 20 ppb Y 内部標準に対してさらに添加されたものです。表 1 の理論的な濃縮および割合は、合計 Y 濃縮を内部標準リファレンスレベルの 20% 以内にするために、スパイクしたサンプルの 10 倍希釈が求められることを示しています (20 ppb 中)。この理論は表 2 のとおり、追加の 21 ppb Y でスパイクされたボトル飲料水サンプルの分析結果により確定されました。5 倍希釈では、追加された Y はまだ Y 内部標準回収率の 120% 限度超過を引き起こしているため、サンプルを確実に QC チェックに合格させるよう 10 倍希釈が求められました。その他の内部標準の回収率は、すべてのサンプル希釈について QC 限度範囲内に留まりました。

### EPA 6020 要件に適合

EPA 6020A メソッドはパフォーマンススペースの ICP-MS メソッドで、各種マトリックスにおける 60 超の元素決定に適用できます。一般的なサンプルの種類には地下水、表流水、産業廃液、土壌、汚泥、堆積物、およびその他の固形廃棄物が含まれ、合計 (酸溶性性物質) 元素濃縮が要求されます [3]。EPA 6020 メソッドを実施するラボは一般的に、溶解固形濃度 (TDS) が長く高いサンプルシーケンスを分析するため、作業負荷に対処する堅牢な手法を求めています。

Agilent 7900 ICP-MS は ESI 製 prepFAST 全自動希釈システムと連結し、米国環境保護庁 (EPA) メソッド 6020A に準じた土壌および堆積物の分析に使用されました。

Agilent 7900 ICP-MS は溶解固形濃度の高いサンプル分析に優れています。超高マトリックス導入 (UHMI) を用いて、複雑な高マトリックス環境サンプルの安定分析を実行します。同機には ORS<sup>4</sup> コリジョンリアクションセルが含まれていますが、これは一般的な多原子干渉コントロールの信頼性を確保するため、ヘリウムコリジョンモードに合わせて最適化されています [4]。

メソッド 6020A では、すべてのサンプルの内部標準回収率がキャリブレーションブランクにて内部標準レスポンスを 30% 超過しなければならないと定められています。内部標準が 30% 限度以下になった場合、サンプルは希釈および再分析が必要となります。

さらに、CCV QC サンプルは実際のサンプル 10 個ごとに分析する必要があります。CCV は標準溶液の中間付近の濃度を準備し、真値の ±10% 以内の回収率となる必要があります。CCV リカバリ基準が満たされないときは機器を再キャリブレーションし、最後に成功した QC 後に実行されたサンプルブロックを再分析する必要があります。8 時間シーケンスで測定された 15 の CCV すべてのリカバリ (土壌および土壌分解物サンプル合計 230 個) は図 3 のとおりです。すべての元素は全体を通して ±10% 以内に収まることができました。

### 参考文献

1. A. Schultz and P. Field, prepFAST ICP-MS: Environmental, ESI publication, [www.icpms.com/products/prepfast.php](http://www.icpms.com/products/prepfast.php)
2. U.S. EPA Method 200.8 Determination of Trace Elements in Waters and Wastes by ICP-MS, Revision 5.4, 1994: [www.epa.gov/sites/production/files/2015-06/documents/epa-200.8.pdf](http://www.epa.gov/sites/production/files/2015-06/documents/epa-200.8.pdf).
3. U.S. EPA Method 6020A (SW 846) Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, Revision 1, 1998: [www.epa.gov/sites/production/files/2015-07/documents/epa-6020a.pdf](http://www.epa.gov/sites/production/files/2015-07/documents/epa-6020a.pdf)
4. K. Yamanaka and S. Wilbur, Maximizing productivity for high matrix sample analysis using the Agilent 7900 ICP-MS with ISIS 3 discrete sampling system, Agilent publication, 2014, [5991-5208EN](http://www.agilent.com/chem/7900/5991-5208EN)

### アプリケーションノート

- Automated Routine Analysis of Environmental Water Samples using the Agilent 7900 ICP-MS with the ESI prepFAST Autodilution System, [5991-8148EN](http://www.agilent.com/chem/7900/5991-8148EN)
- Automating EPA 6020 Compliant Analysis with the Agilent 7900 ICP-MS and ESI prepFAST Autodilution System, [5991-8222EN](http://www.agilent.com/chem/7900/5991-8222EN)

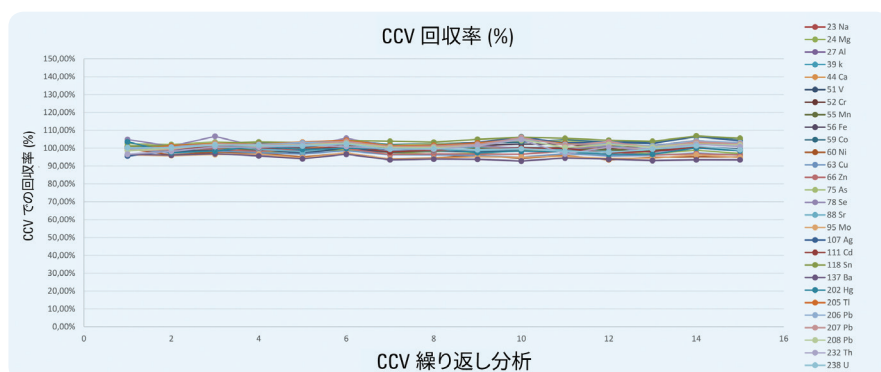


図 3. EPA メソッド 6020A に準じて行った土壌および堆積物分解物の 8 時間分析シーケンスの CCV 回収率

# ICP-MS を用いた USP (米国薬局方) <232>/<233>および ICH Q3D に準じた医薬品中の 元素不純物分析

Ed McCurdy

ICP-MS Product Marketing,  
Agilent Technologies, UK

## 新しい元素不純物分析の要件および タイムライン

2017年2月、医薬品および原材料の元素(無機)不純物分析の新しい手順がまとめられました。欧州薬局方重金属の2.4.8章および米国薬局方協会(USPC)総則<231>など、既存の湿式化学分析および比色分析法が装置メソッドに置き換えられました。

米国薬局方協会(USPC)は医薬品規制調和国際会議(ICH)と並行して、新しい基準を発売しました。USP総則USP<232>(元素不純物-限度)[1]および<233>(元素不純物-手順)[2]が2018年1月に発効される予定です。これと同等のICHメソッドが元素不純物ガイドライン(Q3D)[3]において定義されており、現在はステップ5(実施)まで進んでいます。ICH-Q3Dは2016年6月から新規販売承認申請に適用され、承認済み医療製品の申請期限は2017年12月です。

## USP<232>/ICH Q3D により改善される点

ICHおよびUSPの章で定められた経口、非経口、および吸入投与医薬品中の元素不純物の1日最大摂取許容量(PDE)限度は表1のとおりです。リスク評価に含まれるべき要素は、投与経路によって異なります。

- クラス1およびクラス2A元素はすべての製品で評価が必須。
- クラス3元素は非経口および/または吸入投与経路の場合、考慮すること。

表1. 投与経路に応じた医薬品中の元素不純物の1日最大摂取許容量(PDE)限度

ICH/USP クラス	元素	経口 PDE (µg/日)	非経口 PDE (µg/日)	吸入 PDE (µg/日)
クラス 1	Cd - カドミウム	5	2	2
	Pb - 鉛	5	5	5
	As - ヒ素 (無機)	15	15	2
	Hg - 水銀 (無機)	30	3	1
クラス 2A	Co - コバルト	50	5	3
	V - バナジウム	100	10	1
	Ni - ニッケル	200	20	5
クラス 2B	Tl - タリウム	8	8	8
	Au - 金	100	100	1
	Pd - パラジウム	100	10	1
	Ir - イリジウム	100	10	1
	Os - オスミウム	100	10	1
	Rh - ロジウム	100	10	1
	Ru - ルテニウム	100	10	1
	Se - セレン	150	80	130
	Ag - 銀	150	10	7
	Pt - 白金	100	10	1
クラス 3	Li - リチウム	550	250	25
	Sb - アンチモン	1200	90	20
	Ba - バリウム	1400	700	300
	Mo - モリブデン	3000	1500	10
	Cu - 銅	3000	300	30
	Sn - スズ	6000	600	60
	Cr - クロム	11000	1100	3

青で色づけされた元素がリスク評価対象にすべきものです。注: 意図的または非意図的に追加された場合、すべての元素をリスク評価に含める必要があります。

- 意図的または非意図的に追加された場合、リストアップされたすべての元素を含めること。

## アジレントの ICP-MS を用いた包括的 ワークフローソリューション

### サンプル前処理

USP<233>は、ICP-MSおよびICP-OESによる分析用のためのサンプル前処理に使用できる複数のメソッドに言及しています。例えば、次のようなものがあります。

- 直接分析。
- 水または希釈酸など適切な水系溶媒中の希釈/可溶化。
- 2-ブトキシエタノール:水(25:75)、DMSOまたはDGMEなど適切な有機溶媒中の希釈/可溶化。

- 間接溶液で、強度の酸を含む閉容器高周波分解を用いるのが好ましい。

### ルーチン分析に適した ICP-MS

USP/ICH 手順の実施は、金属分析および ICP 法に不慣れな製薬ラボにとって課題を伴うことがあります。Agilent 7800 ICP-MS は最新の手順を実施する必要があるラボに、次のようなシンプルかつ包括的なワークフローベースのソリューションを提供します。

- サンプル前処理を最小化、キャリブレーションを簡素化する次のようなハードウェア機能。
- 高度かつ変更可能なマトリックスを含むサンプルのルーチン分析を実現するユニークな超高マトリックス導入(HMI)システム。

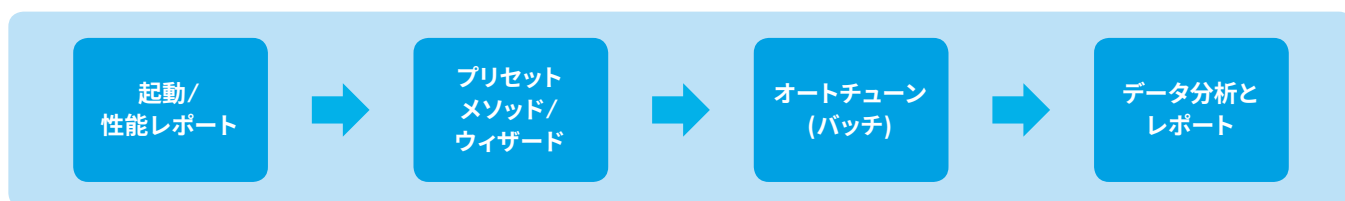


図1. Agilent 7800 ICP-MS は、医薬品および原材料中の元素不純物の微量分析用に効率的なソリューションを提供します。

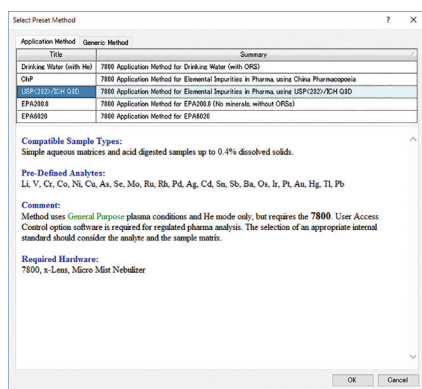


図 2. Agilent ICP-MS MassHunter ソフトウェアには、ICH/USP および中国薬局方 (ChP) メソッドを用いた元素不純物分析のプリセットメソッドが含まれています。

- すべての一般的な多原子干渉をシンプルかつ信頼性ある手法で除去するための、運動エネルギー弁別 (KED) を伴うヘリウムガスセルモード。成分同定のため精度を保証し識別子同位体へのアクセスを可能にします。
- 10 桁のダイナミックレンジ検出器。同じサンプル分析で主成分元素および微量元素、高低濃度サンプルを測定。
- システムの最適化とチューニングの自動化により一貫したシステムパフォーマンスを確実にするソフトウェアツール。
- 作動状況、成分質量、統合時間および内部標準など、USP/ICH メソッドに求められる設定を事前に定義したプリセットメソッド。
- システム適合性テストレポート用のテンプレート。
- ラボの標準操作手順書 (SOP) の基盤として使用できる詳細な SOP テンプレート。ICH Q3D および USP<232> メソッドの設定および運用手順指示を含む。

## ICP-MS メソッド設定

7800 ICP-MS はプリセットメソッド (図 2) および事前設定されたレポートテンプレートを搭載し、ラボが新規で行う元素不純物メソッドの設定をサポートします。

Agilent ICP-MS MassHunter ソフトウェアは効率的なワークフローを取り入れています。これはガジェットベースのツールバーによってサポートされ、新規ユーザーはこのツールバーのガイドに沿って、メソッドの設定やサンプル分析バッチの定義、結果の処理、承認、レポートといったプロセスを実施します。多くの重要なパラメータが事前に定義されており、またシステム設定は堅牢な自動最適化ツールと集中的なステータスマonitoringにより、オペレータ

の習熟度を問わず一貫した高パフォーマンスを得られます。

ICH-Q3D/USP <232>/<233> および ChP 元素不純物メソッドを簡単にロードして実行できますが、これはソフトウェア搭載のプリセットメソッドにて事前定義された設定 (プラズマの状態から成分同位体、統合時間および内部標準) によるものです。

ラボの要件が異なる場合、例えば規制成分の特定のサブセットを常に測定するといったケースでも、事前設定されたメソッドを変更して新規のカスタムメソッドテンプレートとして保存することができます。

ICP-MS MassHunter ソフトウェアは QC チェック機能も搭載しており、PDE 由来の各成分が J-value 濃縮限度に適合しているかを評価できます。J-value についての詳細は参考文献 4 をご参照ください。成分が許容レベルを超えた場合、強調するフラグがデータテーブルに表示されます。医薬製品の投与経路ごとにそれぞれの限度が適用されます。

ICP-MS MassHunter には、USP<233> で定義された正確さ (スパイク回収率) や精度 (再現性と耐久性) のチェックのため事前定義されたレポートテンプレートも含まれています。

## アジレントのシステム適格性評価 (据付時および稼働性能適格性評価) サービス

据付時適格性評価 (IQ) は、初回使用前に ICP-MS システムが正しく設置されているかどうかを点検します。

- 発注が正しく完了しているか
- 動作環境を確認
- 物理的な接続と安全性
- 機能的パラメータ

稼働時適格性評価 (OQ) は標準的な動作テストを実施し、その結果をベンダーの仕様と比較します。該当する場合はコンプライアンスデータ転送チェックも含まれます。

IQ および OQ チェックの次は、監査用の装置の適格性評価レポート (EQR) が発行されます。

## アジレントの ICH/USP 用 CRM 標準液

アジレントの ICH/USP 用認証標準物質 (CRM) は、ICH/USP メソッドで定義された経口 PDE 限度に適切な相対濃度で元素が事前に混合されています (他の投与経路の PDE に適した CRM は開発中です)。CRM を使用することで、単元素溶液からラボ独自の標準液を前処理する必要がなくなります [5]。次のオプションがあります。

- 個別のキャリブレーション CRM 4 種: 化学的適合性とメソッドのニーズに合わせてグループ化された元素 (例: 単一ストック中のクラス 1 元素)。
- 標準液 4 種すべてと内部標準を含むキット (1 つの部品番号)。
- 内部標準も別売りで提供。

## アジレントの ICP-MS システム用コンプライアンスソリューション

アメリカ食品医薬品局 (FDA) は、電子記録の安全性、完全性、およびトレーサビリティを確実にするための規制を定めています。この規制は連合規制法第 21 章第 11 条 (21 CFR Part 11) に記されています。欧州委員会 (EC) も類似した規制を定めており、これは適正製造基準 (GMP) ルールの Annex 11: Computerised Systems に記されています。他の管轄地域で適用される同等の規制には、医薬品査察協定および医薬品査察協同スキーム (PIC/S) GMP、中国の GMP、ブラジル GMP のコンピューターシステムの章、があります。

アジレントは広範なソフトウェアソリューションを取り揃え、ラボの Part 11、Annex 11、および同等の規制への適合をサポートしています。アジレントの ICP-MS は同社製のコンプライアンスソフトウェア製品に接続でき、あらゆるサイズのラボに適しています。ICP-MS を 1 台のみ使用するラボから、複数サイトで数十台~数百台の機器を使用する世界的企業まで、幅広くご利用いただけます。

## 参考文献

1. USP Chapter <232> Elemental Impurities - Limits, Pharmacopeial Forum, 42(2), Mar-April 2016.
2. USP Chapter <233> Elemental Impurities - Procedures, USP 38-NF 33, Second Supplement
3. ICH Guideline Q3D on Elemental Impurities, EMA/CHMP/ICH/353369/ 2013, July 2016.
4. USP <232>/<233> and ICH Q3D Elemental Impurities Analysis: Agilent's ICP-MS solution, Agilent publication, 2017, [5991-8149EN](#)
5. Simplify Testing of Elemental Impurities in Pharmaceuticals with Agilent's CRMs Kit, Agilent publication, 2017, [5991-8177EN](#)

## 新機能！ ICP-MS MassHunter 4.4 ソフトウェア

Steve Wilbur

Software Product Manager,  
Agilent Technologies, USA

ICP-MS MassHunter 4.4 (G7201C C.01.04) が 2017 年 7 月にリリースされました。MassHunter 4.3 の 1 年後に新たにリリースされ、アジレントが長年培ってきた ICP-MS ソフトウェア開発の成果を現した製品です。

ICP-MS MassHunter 4.4 の見た目と使用感は、先にリリースされた MassHunter 4.x リビジョンのユーザーにはなじみがあるはずですが、MassHunter 4.x リビジョンのメソッドおよびデータとも互換性があります。

MassHunter 4.4 開発における重要な優先事項は、Microsoft Excel の要件を排除することでした。Excel の必要性を排除することによって、ラボ IT でサポートしている Excel バージョンと MassHunter でサポートされる Excel バージョンのあらゆる互換性の問題が排除されます。これまで Excel に依存していた機能 (主に専門化されたレポート機能) が MassHunter の Report Designer でサポートされるようになりました。新しい Report Designer では、さらにパワーを増したシンプルなカスタマイゼーションがすべてのレポートテンプレートで可能です。ICP-MS MassHunter 4.4 に Excel は含まれていません。MassHunter 用に Excel カスタムレポートテンプレートを作成したユーザーは、自ら Excel を用意していただければ引き続き使用できます。

アジレントのデザインチームはフィールドのアドバイザーからの意見を反映させながら、Excel の必要性排除に加えて、ユーザーインターフェースとワークフローの見直しや簡素化に取り組んでいます。新機能と強化機能は次のとおりです。

- ESI 社 prepFAST 全自動希釈システムでのインテリジェントシーケンスのサポート。
- ナノ粒子アプリケーションモジュールが、7800 向け高速 TRA モードのオプションサポートを開始。これにより 1 回の分析で複数元素のナノ粒子スクリーニングが実現。
- Teledyne CETAC 社 XLR-860 Extended Rack Autosampler 向けのオートチューンおよびサポートの向上

### オペレーティングシステムの互換性

ICP-MS MassHunter 4.4 は Windows 7 または Windows 10 64 bit と互換性があります。

### ご利用について

リビジョン 4.4 は、現在ソフトウェアメンテナンス契約 (SMA) を締結している ICP-MS MassHunter ユーザーが無料で利用できます。

## ICP-MS MassHunter で MVX-7100 $\mu$ L Workstation をフルコントロール

Peter Winship

Product Manager, Teledyne CETAC  
Technologies, UK



Teledyne CETAC Technologies はアジレントと連携し、ICP-MS MassHunter 内から MVX-7100  $\mu$ L Workstation のコントロールを統合したソフトウェアプラグインを開発しました。これにより MVX-7100 のすべての機能が ICP-MS MassHunter Batch ソフトウェア内から操作可能になりました。この互換性により、Agilent ICP-MS および Agilent ICP-QQQ システムのユーザーは、この高度な自動化システムのマイクロサンプリング機能の恩恵を受けられるようになります。

### MVX-7100 $\mu$ L Workstation とは

MVX-7100  $\mu$ L Workstation はシリンジ駆動の低「sub-mL」量のサンプル導入システムで、消費全体 (単一の mL/min 流量) から mL/min レベルのフローまで、要求されるどんな流量でもサンプルを送液できます。この革新的テクノロジーは低サンプル量の要件をサポートするため、または、ICP-MS に導入されるサンプル量を意図的に減らしながら (少なくとも標準メソッドと比較した指標によって) 同時に精度と正確性を維持するために使用できます。低量分析は適切なネプライザを使用して、成分数またはサンプル測定繰り返し分析数を損なうことなく実施できます。非金属サンプル流路でシステム使用時の低検出限界を保証します。MVX-7100  $\mu$ L Workstation は分析者に次の機能を提供します。

- シリンジ駆動の取り込み、サンプル導入、および流路のすすぎ: 特定のサンプルの量がループに吸引され、アリコート全体が注入されて、わずか 5  $\mu$ L という低サンプル量分析が可能に。
- サンプル導入流量コントロール。
- 密封サンプルバイアルまたは密封ウェルマイクロプレートのセプタム穿刺。
- 最適な温度コントロール (4 ~ 40° C)。
- 低量、生体アプリケーション、またはセルベースの実験向けの 96 ウェルおよび 384 ウェルマイクロプレートからの正確なサンプリング。
- 反対方向、分離溶液の内部および外部サンプルプローブのすすぎ。
- ペリスタルティックポンプチューブのサンプル導入プロセスへの関与なし。

### アプリケーション

MVX-7100 は各種科学的専門分野における ICP-MS アプリケーションにおいて、制限されたサンプル量にまつわる課題にソリューションを提供します。例えば、生体サンプルタイプ分析 (血液、尿および生体セル)、地質物質 (岩、洞窟生成物または外殻の掘削からの低質量分解物)、および貴重なサンプル (医薬品またはその他の産業アプリケーションなど) などが対象です。MVX-7100 はまた、石油化学アプリケーションおよび溶媒ベースのサンプルにおける ICP-MS 分析をサポートしており、ここではサンプルの蒸発を最小化し分析バッチ統合性を拡大するため、密封バイアルセプタム穿刺とオプションの温度コントロールを採用します。さらに、正確なサンプル導入流量コントロールが求められるアプリケーションにも有用です (ナノ粒子など)。MVX-7100 の低サンプル量により、放射線物質または自然発火性物質など、危険なサンプル種類への分析者の曝露が低減する可能性もあります。

### ソフトウェアの提供と互換性

ICP-MS MassHunter 用 MVX-7100  $\mu$ L Workstation プラグインは Teledyne CETAC Technologies から提供されています。ICP-MS MassHunter 4.3 パッチ 3 および ICP-MS MassHunter 4.4 以上と互換性があります。

### 詳細情報

[www.teledynecetac.com/products/automation/mvx-7100](http://www.teledynecetac.com/products/automation/mvx-7100)

# 半導体プロセス化学薬品 における重金属などの 汚染物質のリアルタイム インラインモニタリング

Dan Wiederin<sup>1</sup> and Sayuri Otaki<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Director, Elemental Scientific, USA

<sup>2</sup> ICP-MS Marketing Manager, Agilent Technologies, Japan



ESi scoutDX 自動化プロセスモニタリングシステム  
半導体プロセス化学薬品および超純水 (UPW) のリアルタイムモニタリングは、製造プロセスの改善と産出高の最大化に必要な情報を得る上で欠かせません。金属不純物は、運搬時 (タンカーまたはドラムによる)、薬品供給システムでの処理時、販売時、および使用時に、プロセス化学薬品中でモニタリングされます。化学薬品のモニタリングは週 7 日 24 時間の年中無休体制で、低レベルまたはサブ-ppt レベルの重金属などの汚染物質を検証する必要があります。

アジレントはインラインプロセス薬品分析にソリューションを提供するため、Elemental Scientific (ESI) と提携し、統合された scoutDX/ICP-MS システムを包括的なテスト済みのサポートパッケージとしてお届けします。

アジレントは ESI 社との既存の提携関係を拡大できることを光榮に思っています。ESI 社は重要な周辺機器サプライヤの 1 社で、アジレントの ICP-MS ユーザーの各種ニーズに応えるため広範なシステムを提供しています。

## ESI scoutDX とは

scoutDX は最大で 20 個のリモートサンプリングモジュールをコントロールします。各モジュールで少量の化学薬品またはストリームが収集され、ICP-MS 分析のため、scoutDX システムの中央へ送られます。高速の移送速度により、各化学薬品中に含まれる超微量の重金属などの汚染物質がリアルタイムで ICP-MS にて検出されます。この機能により、検出限界を損なうことなく、半導体製造プラント全体の多くの場所でのモニタリングを可能にします。完全に自動化された scoutDX センtralモジュールには、次の機能があります。

- 自動キャリブレーション
- QC 機能 (オーバーレンジ、再キャリブレーション)
- 複数の化学薬品またはストリームのモニタリング。

scoutDX の各リモートモジュールはサンプル (TX モデル) を収集および移送、または粘着性サンプル (DTX モデル) を回収、希釈および移送し、次をもたらします。

- すべてのプロセス化学薬品と UPW のリモートのインラインサンプリング (最大 300 m の距離から)。
- 少量サンプリング (<10 mL)、貴重な高純度化学薬品の消費を最小化。
- 各化学薬品専用のトランスファーライン。
- 高速および完全なすぎ。

## ソフトウェアによるフルコントロール

直観的なソフトウェアによって、scoutDX センtralモジュールと ICP-MS、リモートモジュールをコントロールすることができます。データ通信およびツールのステータスには、業界標準のマシンコントロールと通信プロトコルを使用します。汚染物質に対する元素固有の限度は、各サンプルポイントごとにユーザー定義が可能です。値がユーザー定義限度を超えると、アラームがトリガーされます。アラームは中央システムにも送信されます。

## リアルタイムモニタリングの利点

生産性向上に着目し、リアルタイムのデータを使用して理解を深め、プロセス改善を図る組織に、scoutDX/ICP-MS システムは次のような利点をもたらします。

- 重金属などの汚染物質を即座に検出および通知し、
  - 偶発的な汚染による製品のロスを最小化。
  - 汚染源の調査と排除を可能に。
  - 化学薬品の寿命を最適化し、廃棄および交換コストを削減。

- 産出高の向上。
- 人と危険な化学薬品サンプルとの接触を減らすことで、安全性向上と手動取り扱いエラーを低減。
- カスタマイズ可能なソフトウェアで柔軟なユーザー定義パラメータを使用し、あらゆるサンプリングステーションで汚染管理が可能。

## 詳細情報

[www.icpms.com/products/scoutdx.php](http://www.icpms.com/products/scoutdx.php)

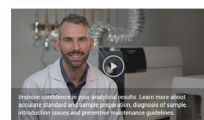
## 注目の教育用リソース: 単一 Web ページから ICP-MS リソースへ アクセス

Kate Lee

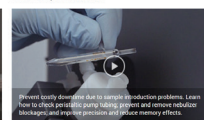
Spectroscopy Supplies Global Marketing Program Manager, Agilent Technologies, Singapore

ICP-MS maintenance and troubleshooting videos

Part 1: Overview



Part 2: Sample Introduction



Part 3: Torch Box



Part 4: Interface Region



熟練の分析者であっても問題を認識できない場合や、問題解決のための知識が足りない場合があり、それが機器のダウンタイムと生産性喪失につながる可能性があります。そこで助けとなるのが、アジレントの ICP-MS オンラインリソースライブラリです。このライブラリは操作が簡単なオンラインリソースで、機器パフォーマンスの最適化やピーク生産性の維持に役立ちます。次のような最新の ICP-MS 情報、文献および革新をすぐに利用することができます。

- メソッドの設定、キャリブレーション、トラブルシューティングなどを全般的にガイドするビデオ。
- ダウンタイムを最短化する、メンテナンスについてのヒント。
- 今日のアプリケーションに要求される高パフォーマンスを維持するために設計された注目の製品。
- スキルアップとラボ運営へのポジティブな影響をもたらすトレーニングリソース

[www.agilent.co.jp/chem/icp-ms-resource](http://www.agilent.co.jp/chem/icp-ms-resource)

## 第3版 ICP-QQQ アプリケーション ハンドブック



**タイトル:** Handbook of ICP-QQQ Applications using the Agilent 8800 and 8900

**資料番号:** 5991-2802EN (英語版のみ)

アジレントが 2012 年に世界初のトリプル四重極 ICP-MS である Agilent 8800 を発売して以来、多くのことが起こりました。この手法は現在、産業界および学术界で広く採用されています。シングルナノ粒子分析など新たに登場したアプリケーションに対応するため、そして超高速セルを搭載したレーザーアブレーションシステムからの信号を取り扱うため、改善が重ねられています。

こうした発展をさらに取り込むため、ICP-QQQ アプリケーションハンドブックの第3版は次の内容を盛り込みました。

- ゲント大学 Frank Vanhaecke 教授による前書き。
- 8900 ICP-QQQ を含めて全面更新された製品紹介。
- 8900 の拡張機能を実証する新たな 16 文献: 感度向上、機器バックグラウンドからの貢献削減、正確なシングルナノ粒子分析のため時間分析、ほか多数。
- 用語集の拡充。

**ダウンロードはこちらから (英語版のみ)**

[www.agilent.com/chem/trust2-qqq](http://www.agilent.com/chem/trust2-qqq)

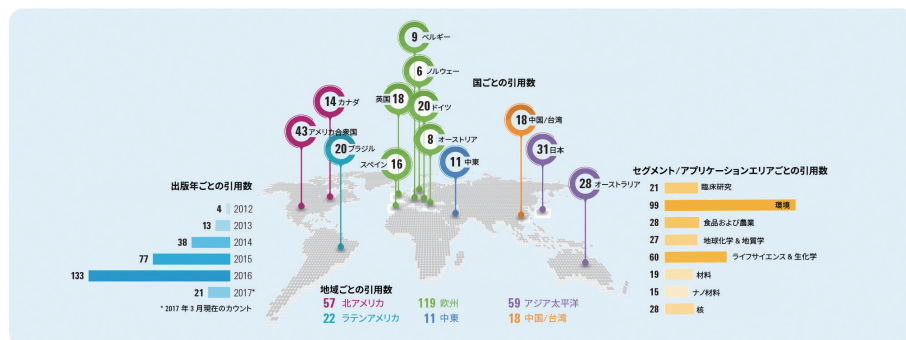
本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2017  
Printed in Japan, July 3, 2017  
5991-8213JAJP

## 注目: ICP-QQQ アプリケーション参考文献集

2012 年以来、アジレントはトリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) 技術とそのアプリケーションのエキスパートとして、世界中のお客様から信頼されてきました。2017 年 3 月現在、アジレントの ICP-QQQ ユーザーは約 300 本の専門誌記事を発表し、ICP-QQQ が新しい高度な分析機能をもたらす範囲や能力を紹介してきました。

こうした文献にオンラインでアクセスできる、「ICP-MS Application Bibliography」サイト (英語のみ) がオープンしました。文献はアプリケーションごとに系統化され、フルリファレンス、タイトル、著者情報、所属、国、抄訳および全文へのリンクが掲載されています。



MS/MS 技術を活用した世界中のラボが、いかにして分析能力と科学研究能力の可能性を広げてきたかをご覧ください。 [www.agilent.com/chem/trust-qqq](http://www.agilent.com/chem/trust-qqq)

## カンファレンス/会議/セミナー

**ドイツ ICP-MS ユーザーミーティング**, 2017 年 9 月 21 ~ 22 日、ドイツ、ヴァルトブロン

[www.agilent.com/de-de/promotions/agilent-icp-ms-anwendertreffen-2017-waldbronn](http://www.agilent.com/de-de/promotions/agilent-icp-ms-anwendertreffen-2017-waldbronn)

## Agilent ICP-MS 関連資料

次のサイトで、ICP-MS に関する最新の文献を参照いただけます。 [www.agilent.com/chem/icpms](http://www.agilent.com/chem/icpms)

- **入門書:** Handbook of ICP-QQQ Applications using the Agilent 8800 and 8900, **5991-2802EN**
- **アプリケーションノート:** Automated Routine Analysis of Environmental Water Samples using the Agilent 7900 ICP-MS with the ESI prep/FAST Autodilution System, **5991-8148EN**
- **アプリケーションノート:** Automating EPA 6020 Compliant Analysis with the Agilent 7900 ICP-MS and ESI prep/FAST Autodilution System, **5991-8222EN**
- **アプリケーションノート:** USP <232>/<233> and ICH Q3D Elemental Impurities Analysis: Agilent's ICP-MS solution, **5991-8149EN**
- **アプリケーションノート:** Determining Elemental Impurities in Pharmaceutical Ingredients using USP/ICH Methodology and ICP-MS, **5991-7674EN**
- **白書:** Meeting regulatory compliance guidelines with Agilent ICP-MS MassHunter and OpenLAB Enterprise Content Manager (ECM), **5991-1925EN**
- **白書:** Meeting regulatory compliance guidelines with Agilent ICP-MS MassHunter and OpenLAB Server, **5991-2593EN**
- **白書:** Support for 21 CFR Part 11 and Annex 11 Compliance: SDA module for Agilent ICP-MS MassHunter software, **5991-2002EN**
- **フライヤー:** Simplify Testing of Elemental Impurities in Pharmaceuticals with Agilent's Certified Reference Materials Kit, **5991-8177EN**

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。

Agilent ICP-MS ジャーナル編集者

Karen Morton, アジレント・テクノロジー  
Eメール: [icpms@agilent.com](mailto:icpms@agilent.com)



Agilent Technologies