



シングル四重極 ICP-MS と トリプル四重極 ICP-MS の 比較

その違いとアプリケーションへの適合性

概要

ICP-MS とは	4
シングル四重極 ICP-MS と ICP-QQQ の違い	5
ICP-MS のしくみ	6
1. サンプル導入	8
2. ICP (プラズマ) イオン源	8
3. 真空インタフェース	10
4. イオン収束と分離	11
5. コリジョンリアクションセル	11
6. 質量分析計 (MS)	13
7. エレクトロンマルチプライア検出器	13
8. データ処理	14
ICP-MS の用途	15
液体サンプル分析	15
スペシエーション分析	15
ナノ粒子とシングルセル	16
ガス分析	17
どちらの ICP-MS がアプリケーションに適しているか	18
ICP-MS か ICP-QQQ か	
ICP-QQQ が選ばれる理由	18
測定可能な元素	19
ICP-MS と ICP-QQQ が最適なアプリケーション	20
金属分析における ICP-MS の利点	20
シングル四重極 ICP-MS アプリケーション	20
トリプル四重極 ICP-MS アプリケーション	20
比較: ICP-MS 対 ICP-QQQ	21
アプリケーション例	22
飲料水サンプルの多元素分析	22
食品サンプルの多元素分析	23
鉱物探査サンプルの多元素分析	24
高純度化学薬品中の微量および超微量汚染物質分析	25

1980年代、アジレントは当社初のシングル四重極誘導結合プラズマ質量分析計（ICP-MS）を発表しました。

2012年には、初のトリプル四重極誘導結合プラズマ質量分析計（ICP-QQQ）を、続けて2016年には、その第2世代を発表しました。

Agilent ICP-MS 機器は現在、以下の業界をはじめ、さまざまな業界で使用されています。

- 水、土壌、堆積物、廃液、生物、大気汚染物質など、日常的な環境モニタリング
- ナノ粒子やマイクロプラスチックなど新規汚染物質の検出
- 一般消費財関連試験
- 食品および医薬品の安全性アプリケーション
- ライフサイエンスおよび臨床研究
- 鉱業、材料、および金属の分析
- 地球化学、核、および再生可能エネルギー
- 石油化学およびバイオ燃料
- 半導体プロセス試薬分析



Agilent シングル四重極 ICP-MS (左) およびトリプル四重極 ICP-MS (右、Agilent HPLC 付き)

ICP-MS とは

ICP-MS（誘導結合プラズマ質量分析法）は無機元素分析で使用される高速の多元素一斉分析法です。ICP-MS は、ほぼすべての元素を測定可能で、優れた検出下限と、高いサンプルスループットを実現し、広い濃度範囲を測定できます。

ICP-MS は、1980 年代、(ICP-OES からの) 既存の ICP 技術と、残留ガスアナライザや GC/MS ですでに使用されている四重極質量分析計技術を組み合わせることで、商用として開発されました。

ICP-MS は、ICP を高温プラズマイオン源として使用して、サンプルを個々のイオンに変換します。その後、これらのイオンは質量分析計 (MS) へ導入され、分離、検出されます。市販されている ICP-MS の大半は、スキャンスピードが速く、単一のユニット質量分解能で、比較的 low コストの四重極 MS を使用しています。

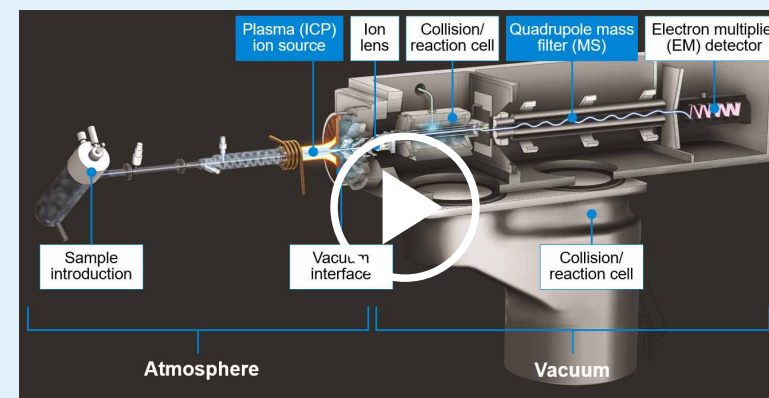
この ICP は大気圧で動作しますが、マスフィルタと検出器では高真空が必要であるため、ICP-MS にもイオンを ICP から MS へ移行しながら、真空システムを低圧に保つためのインタフェースが必要です。イオンレンズ（電圧がかかったメタルプレート）は、インタフェースを通じて、イオンを密封されたコリジョンリアクションセルへ運び、1 点に集めるために使用されます。コリジョンリアクションセルは、不活性（コリジョンモード）または反応性（リアクションモード）セルガスで加圧可能なチャンバ内でよく見られるスペクトル干渉を除去します。その後、イオンは四重極マスフィルタに移動します。フィルタはイオンを質量ごとに分類して、検出器へ導入され、そこで個々のイオンの数が数えられます。元素濃度は、各質量で測定されたカウントと既知の標準物質の信号を比較することにより計算されます。

アジレントが提供する四重極 ICP-MS には次の 2 つの構成があります。

1. 従来の「シングル四重極」ICP-MS
2. 「トリプル四重極」ICP-MS。別名 ICP-QQQ、ICP トリプル四重極、または「TQ」

10 分ガイド

LabTube の短いビデオでは、ICP-MS の概要をご紹介します。ここでは、ICP-MS の技術と主な性能を説明します。



シングル四重極 ICP-MS と ICP-QQQ の違い

ICP-MS の最も一般的な構成は「シングル四重極」で、これはコリジョンリアクションセルと検出器の間にアナライザマスフィルタが 1 つあります。トリプル四重極 ICP-MS には、コリジョンリアクションセルの前後に 1 つずつ、合計 2 つの四重極マスフィルタがあります。トリプル四重極は、2 つのマスフィルタを使用しているため、タンデム ICP-MS または ICP-MS/MS とも呼ばれています。

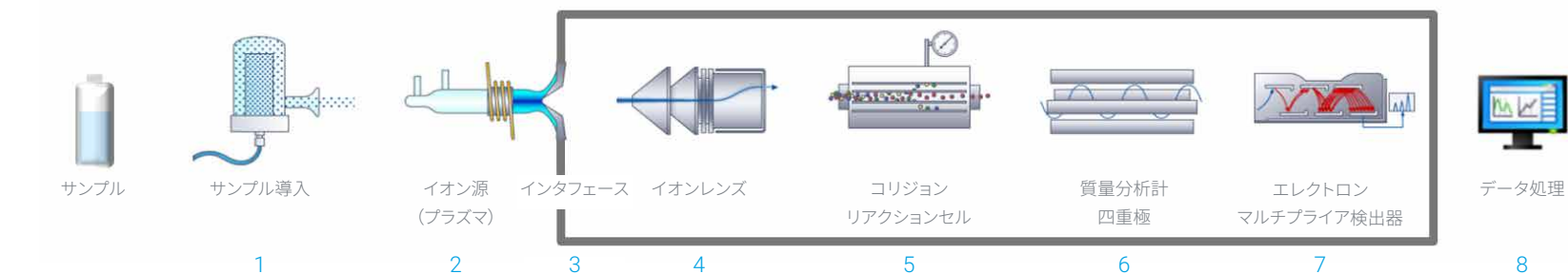


ICP-MS のしくみ

ICP-MS はプラズマ (ICP) を使用して、サンプル内の元素をイオン化し、質量分析計 (MS) を使って、これらのイオンを測定します。

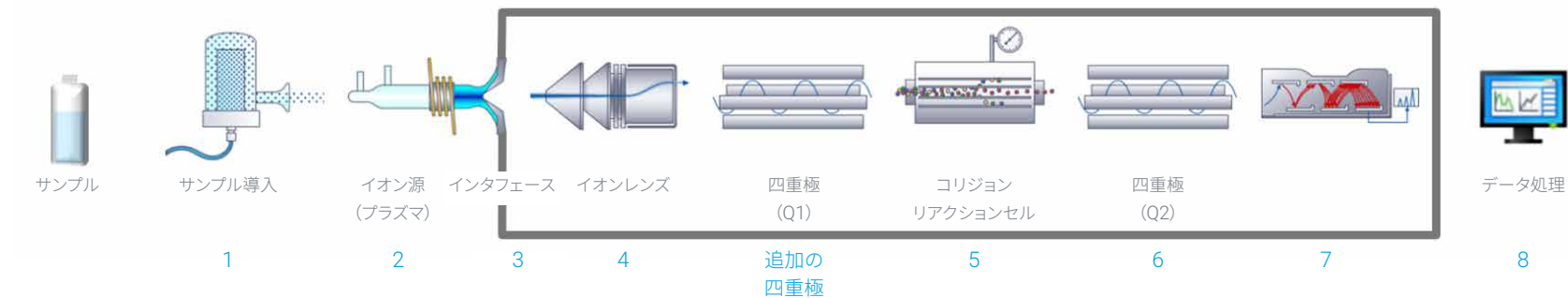
シングル四重極 ICP-MS の主要コンポーネントは次のとおりです。

1. サンプル導入系。液体サンプルから微細なエアロゾルミストを作ります
2. プラズマ (ICP)。サンプルエアロゾルに含まれる元素をイオン化します
3. イオンを真空システムに導入するためのインタフェース
4. イオンレンズ。イオンを 1 点に集め、バックグラウンド信号から分離します
5. コリジョンリアクションセル (CRC)。干渉イオンから分析対象イオンを分離します
6. 質量分析計 (MS)。イオンを質量毎にフィルタします
7. エレクトロンマルチプライア (EM) 検出器。質量毎にイオンの数を数えます
8. データ処理。測定した信号を濃度に変換します



シングル四重極 ICP-MS 主要コンポーネント

[トリプル四重極 ICP-MS](#)にはシングル四重極のコンポーネントがすべて含まれますが、イオンレンズ (4) と CRC (5) の間に四重極質量分析計がもう 1 台あります。ICP-QQQ に追加された質量分析計 (Q1) は、イオンが CRC に到達する前にイオンをフィルタするため、どのような場合でも、セルには単一質量だけが入ります。このダブルマスフィルタ、つまり「タンデム」(MS/MS) 構成により、反応性セルガスメソッドを干渉の除去に使用し、一部の困難な成分で低い検出下限および高精度を実現できるようになります。

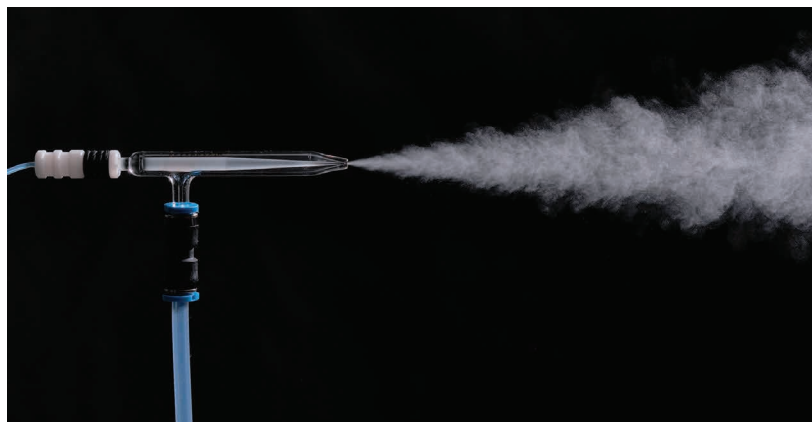


トリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) 機器の主要コンポーネント

ICP-MS の主要コンポーネントの詳細を説明します。

1. サンプル導入

ICP-MS は、適切なアクセサリの追加により、固体と気体も処理できますが、通常は液体サンプルの測定に使用されます。サンプル溶液はネブライザに入れられ、そこでアルゴンガスの噴射を使用して微細なスプレー粒子またはエアロゾルミストに変換されます。エアロゾルミストはスプレーチャンバを通過しますが、ここで大きめの液滴は除去されます。細かい液滴はアルゴンガスにより、ICP プラズマへ運ばれます。



ネブライザが液体サンプルをエアロゾルに変えます。



エアロゾルはスプレーチャンバを通過するが、ここで大きめの液滴が除去されます。

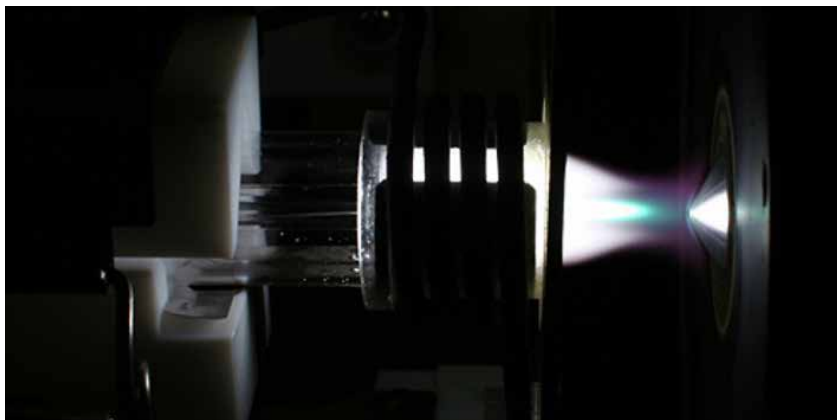
サンプル導入系が選択され、ICP と併用できるように最適化されます。つまり、ネブライザとスプレーチャンバは、プラズマにより効果的に処理できるエアロゾルを生成するよう設計されています。溶液全体の負荷、エアロゾル密度（液滴数）、および液滴の大きさが、液滴に含まれるサンプルを乾燥、分解するプラズマの能力に影響する重要な要素です。プラズマが最も効率よくイオンを生成できるのは、エアロゾルに含まれる液滴のサイズが小さく、均一で、プラズマの中心チャンネルに分散している場合です。

2. ICP (プラズマ) イオン源

「プラズマ」という用語は十分にイオン化されたガスのことで、蛍光電球から太陽まで多種多様なものにあてはまります。ICP-MS で使用されるプラズマでは、イオン化ガスはアルゴンで、これは石英製トーチを通して流れます。エネルギーを提供するのは高周波 (RF) ジェネレータで、約 1.5 KW で動作しますが、これは一般的な家庭用電気ポットの約半分の力です。RF エネルギーは石英製トーチの外側に巻かれたロードコイルから誘導結合され、アルゴンガスへ伝達されます。発生した電磁場によって電子とアルゴンガス原子の衝突が繰り返され、アルゴン原子をイオン化します。この新しいアルゴンイオンと電子も電磁場で振動し、プラズマを形成するためのガスストリームを通じてエネルギーを分散する過程でさらにコリジョンやイオン化を引き起こします。ここでイオン化されたアルゴンガスのエネルギー密度は非常に高いため、ICP の温度は太陽の表面温度を上回る 1 万度にも達します。



プラズマは石英製トーチ内を流れるアルゴンガスから生まれます。

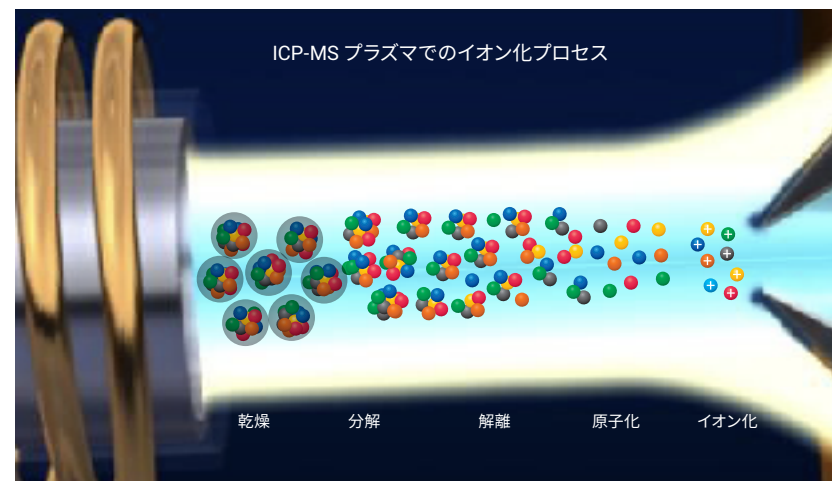


アルゴンガスは高周波ジェネレータによりイオン化され、サンプルエアロゾルはプラズマの中心を通して運ばれます。

外側の石英製チューブを通過するアルゴンガスは、毎分約 15 リットルの割合で流れます。この「プラズマガス」はプラズマを形成し、石英製トーチを冷やして、熔融を防ぎます。外側のチューブの中にはさらに 2 本の細い石英製チューブがあり、これらがプラズマ「トーチ」を構成しています。中央の石英製チューブには補助ガス流が流れます。このガス流は、プラズマを内側の石英製チューブから浮かし、チューブの熔融を防ぎます。最も細いチューブは「インジェクタ」と呼ばれ、毎分約 1 リットルの流量で、スプレーチャンバからプラズマへエアロゾル液滴を運びます。インジェクタチューブの内径 (ID) は通常、約 2 mm 以上あるため、キャリアガスは高速で移動し、プラズマに穴をあけ、細長いドーナツのような形を作ります。エアロゾル液滴はプラズマの中心を流れます。ここで液滴は乾燥し、サンプルを個々の原子へ分解、解離され、その後、これらの原子がイオン化されます。

ほぼすべての ICP-MS が、27.12 MHz (毎分 2712 万サイクル) の周波数で稼動する RF ジェネレータを使用しています。これは ICP-OES で昔から標準的に使用されている 40.68 MHz よりも低い周波数ですが、ICP-MS では低めの周波数プラズマが好まれます。これはその方が「表皮厚さ」が厚くなる、つまり、プラズマのエネルギーが、エアロゾル液滴の処理が行われる中心チャンネル近くまで届くことを意味します。これは MS に使用される ICP の性能には重要です。中心チャンネルの温度が高ければ高いほど、イオン化が促進され、感度が向上します。

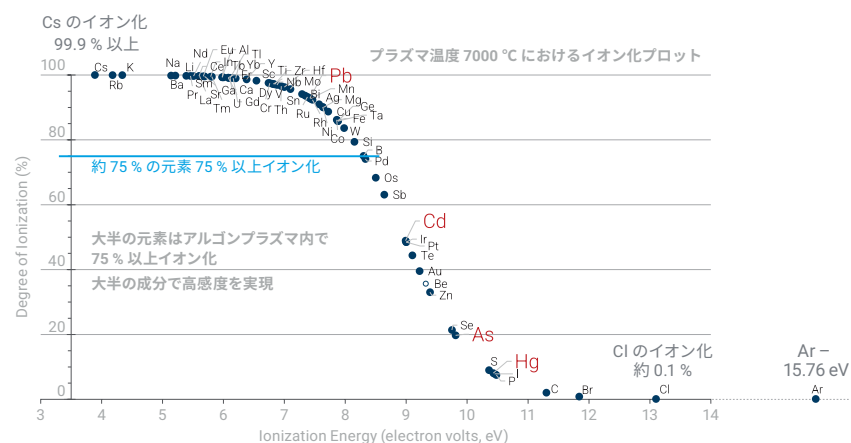
ICP-MS のプラズマは、サンプルマトリックスの分解、起こりうる干渉の解離、分析対象原子のイオン化において、重要な役割を果たします。実際、ICP-MS の全体的な性能は、プラズマトーチの設計と使用条件に大きく依存しています。キャリアガス流量が一定である場合、トーチインジェクタを通る気体の線速度は、インジェクタ ID の 2 乗に反比例します。例えば、流量が毎分 1 リットルである場合、インジェクタ ID が 1.5 mm のトーチを 2.5 mm のトーチに変更すると、キャリアガスの速度は約 3 分の 1、9.43 m/s から 3.4 m/s に低下します。プラズマがエアロゾル液滴を処理して、イオンを形成するのに必要な時間はわずか数ミリ秒であるため、キャリアガス流を遅くすると、処理が劇的に向上します。トーチインジェクタが太ければ太いほど、キャリアガスの速度が遅くなります。つまり、エアロゾル液滴が、プラズマの最も熱い部分に触れる時間が長くなります。その結果、マトリックス分解が向上し、スペクトル干渉が小さくなり、分析対象イオンのイオン化が促進されます。これらはすべて、大半の ICP-MS アプリケーションで重要なパラメータです。



プラズマでのエアロゾル液滴からイオンへの変換処理。

ICP-MS アプリケーションの中には、異なる設計のトーチを使用するものがあります。例えば、プラチナまたはサファイヤインジェクタチューブ付きデマンタルトーチは HF のように腐食性の高い酸で調製されたサンプルで使用されます。細いインジェクタが付属したトーチもあります。これは通常、揮発性溶媒の分析など、特殊なアプリケーションで使用されます。

プラズマ内の各元素のイオン化の程度は、元素のイオン化エネルギー（または、イオン化ポテンシャル（IP））とプラズマ温度に左右されます。IP は中性原子から電子 1 個を取り除き、イオンを生成するのに必要なエネルギー入力量です。アルゴンは ICP-MS には理想的なガスです。これはアルゴンの第 1 IP が他の元素の大半を上回り、第 2 IP（電子 2 個の除去に必要なエネルギー入力）を下回るからです。このアルゴンの特性は、ICP-MS プラズマを通過する大半の元素が、一価ポジティブイオン (M^+) へ効率よく変換され、生成される二価イオン (M^{2+}) はごくわずかであることを意味します。典型的なプラズマ条件下では、天然の元素の大半が 75 % 以上イオン化されていますが、これも ICP-MS が超高感度である大きな理由の 1 つです。しかし、少数の重要な元素はイオン化の程度が低く、特に Zn、Be、As、Se、Cd、Hg、および一部の貴金属では顕著です。このような元素で高い感度と低い検出下限を実現するには、堅牢な高温プラズマを目指すための最適化が重要です。

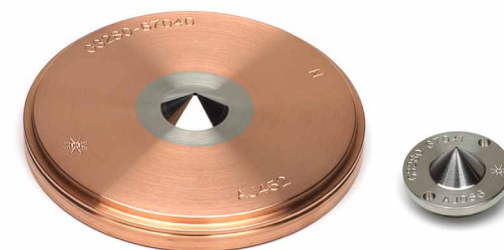


すべての元素について、第 1 イオン化ポテンシャルに対するイオン化の程度（イオンに変換された原子の %）をプロットしたグラフ。

3.真空インタフェース

プラズマイオン源と四重極質量分析計は、(大気圧で) プラズマから (真空チャンバの) 質量分析計へイオンを移動する真空インタフェースで隔てられています。このインタフェースは複数の冷却されたメタルプレート「コーン」で構成されます。コーンには、イオンが通り抜けられるよう小さな穴が開いています。一般的な配置では、サンプリングコーンを使用して、プラズマからイオンを抽出し、続けてスキマーコーンでイオンビームの中心部をサンプリングし、高真空領域に導入します。

小さな開口部のコーン (約 0.5 ~ 1.0 mm) が好まれるのは、これらが四重極マスフィルタと検出器の稼動に最適な真空条件を提供するからです。真空圧が低ければ低いほど (残留ガスが少なければ少ないほど)、イオン透過率が高く、分散によるピークの拡大が小さく、バックグラウンドが低くなります。しかし、開口部の小さなコーンは精密な製造が難しく、プラズマから抽出され、インタフェースを通過するイオンの数が少なくなります。また、プラズマでサンプルマトリックスが完全に解離されていなかった場合には、コーンの開口部が小さいと詰まりやすくなります。インタフェースコーンの最適な形状の恩恵は、プラズマやイオンレンズなど、その他の ICP-MS コンポーネントの最適な設計と組み合わせた場合にのみ受けられます。



ICP-MS インタフェースに含まれるサンプリングコーン (左) とスキマーコーン (右)。

4.イオン収束と分離

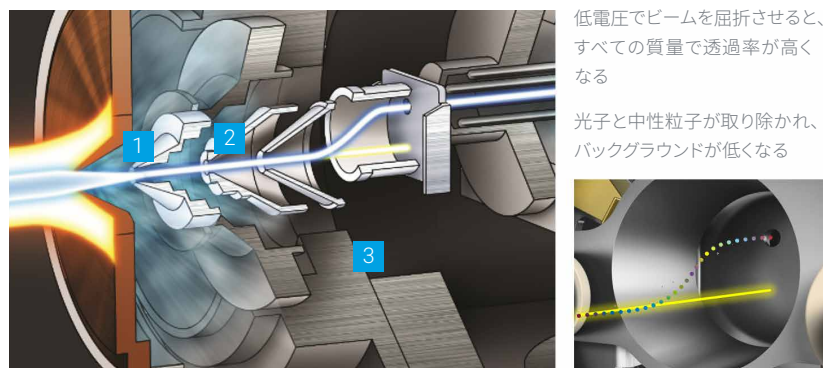
インタフェースコーンを通過したイオンは、イオン「レンズ」を使って、細いビームに集約されます。このレンズは数枚のメタルプレートで構成され、このメタルプレートに用途に応じて電圧が印加されます。正電圧がかけられたプレートは正電荷したイオンに反発し、負電圧がかけられたプレートはイオンを引き付けます。イオンの運搬と収束には、レンズプレートとさまざまな電圧の組み合わせが使用されます。

イオンレンズは、イオンを1点に集めて、透過率、ひいては感度を最大化すると同時に、プラズマから抽出された中性粒子と光子からイオンも分離します。これらの非電荷粒子は高いバックグラウンド信号の原因となるので、これらが真空システムを通過し、検出器に到達するのを阻止しなければなりません。そのためには通常、イオンを軸からそらし、非荷電の光子や中性粒子が一直線に進むようにすると、これらがイオンビームから取り除かれます。ICP-MSでは数種類のイオンレンズが使用されていますが、目的はすべて同じで、光子や中性粒子に起因するバックグラウンド信号を最小限に抑えながら、すべての質量のイオンを高い割合で透過させることです。

注目すべきは、電圧の低い、緩やかな反射が望ましいことで、これにより、質量に応じて屈折に生じる角度のばらつきが小さくなります。質量によって屈折量が変わると、質量バイアス（質量の違いによる透過率の差異）が入りますが、多元素分析ではこれは望ましくない特性です。質量バイアスを最小限に抑えたイオンレンズのイオン透過率は均一なので、質量範囲全般で分析対象物すべての感度を高く、検出下限を低く保ちます

イオンレンズ

- 1.イオンを抽出し、インタフェースを通過させる
- 2.すべての質量を効率的に収束させて、質量範囲全般で良好な感度を実現する
- 3.イオンを光子と中性粒子に分離する



低電圧でビームを屈折させると、すべての質量で透過率が高くなる

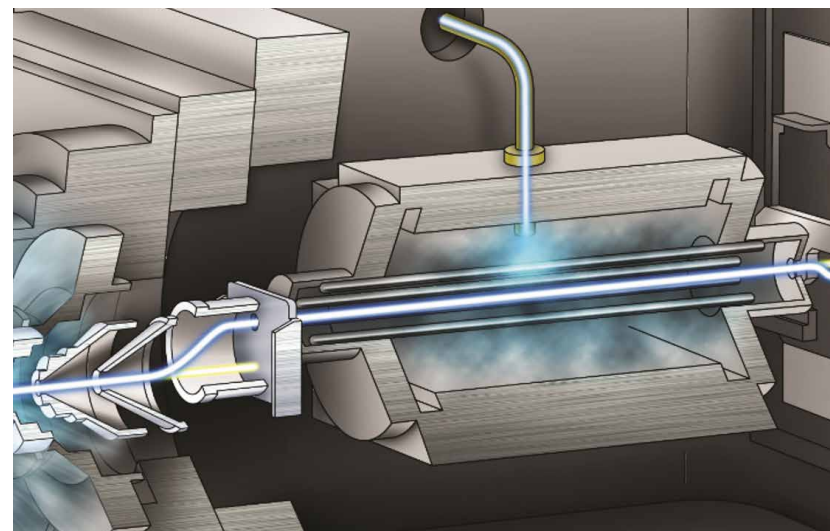
光子と中性粒子が取り除かれ、バックグラウンドが低くなる

イオンレンズの位置と動作を示した断面図。

5.コリジョンリアクションセル

2000年代初めから、新しい ICP-MS のほぼすべてが、コリジョンリアクションセル (CRC) を搭載しています。これは測定中の分析対象イオンと同じ質量に現れる不要なイオンが原因のスペクトル干渉を除去するものです。ICP-MS で最も重大なスペクトル干渉の原因は間違いなく分子（「多原子」）イオンです。多原子イオン干渉は、原子の結合により生成されたイオンが、目的元素と同じ質量だった場合に起こります。例えば、 ^{40}Ar と ^{16}O を結合すると、質量 56 の ArO^+ 多原子イオンが生成されますが、これは鉄の主同位体 (^{56}Fe) と干渉します。同様に、 ^{40}Ar と ^{35}Cl を結合すると、質量 75 の ArCl^+ 多原子イオンが生成されますが、これはヒ素の唯一の同位体 (^{75}As) と干渉します。多原子イオン干渉は ICP-MS で長く未解決になっていた問題なので、これらの干渉に対処する CRC の開発は、データ精度の向上、およびルーチン測定を行っているさまざまな業界全体での ICP-MS の採用拡大にとって重要な要因でした。

CRC は、ガスで加圧された密閉容器（セル）内に置かれたイオンガイド（通常、オクタポールまたは四重極）で構成されています。セルはガスで加圧することもできます。小さな開口部により、セルの圧力を維持しながらイオンの出入りを行うことができます。干渉の除去に使用される処理はセルに加えられるガスによって異なり、大きくコリジョンモードとリアクションモードに分けられます。



シングル四重極 ICP-MS のイオンレンズとマスフィルタの間にあるコリジョンリアクションセルの位置を示す断面図。セルをコリジョンガスまたはリアクションガスで加圧し、干渉イオンを分離することができます。

コリジョンモード

コリジョンモードの CRC は非反応性ガス、通常はヘリウム (He) で加圧されます。CRC を通過するイオンは、He の原子と衝突し、そのたびに、少しずつ運動エネルギーを失います。多原子イオンは同じ質量の分析対象イオンよりも常にサイズが大きいため、多原子イオンの衝突回数は分析対象イオンよりも多くなります。衝突率の違いは、セルから出てきた多原子イオンの残留エネルギーが分析対象イオンよりも少ないことを意味します。エネルギーの低いイオンは、運動エネルギー弁別 (KED) と呼ばれるプロセスを使用するバイアスの正電圧「ステップ」により、イオンビームから排除されます。

コリジョンモードでは、セルに入るすべてのイオンが狭いイオンエネルギー拡散を伴います。また、イオンガイドは分散による損失を最小化し、効果的な KED に必要な高セルガス圧力と高衝突率で、高いイオン透過率を提供しなければなりません。

He の KED では、同一のセル条件を使って、複数の異なるサンプルに含まれる複数の分析対象物でさまざまな多原子イオン干渉を除去できるので、汎用 CRC モードとみなすことができます。

リアクションモード

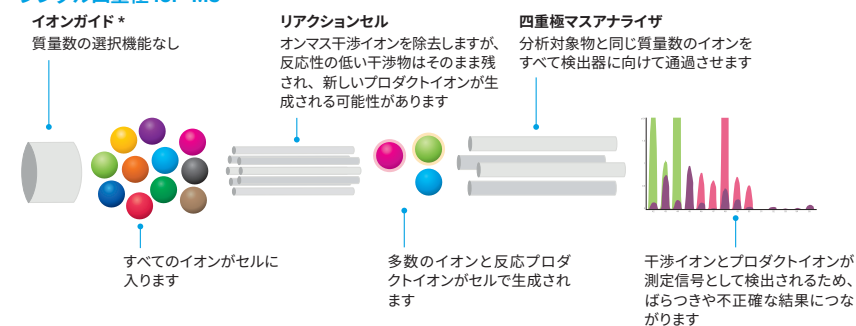
リアクションモードはコリジョンモードと同じ CRC ハードウェアを使用しますが、セルの加圧には He ではなく、H₂、O₂、NH₃、CH₄、N₂O、CH₃F などのリアクションガスが使用されます。イオンとセルガス分子の間の反応は、最初の数回のコリジョンで起こることが多いものの、He の KED では複数のコリジョンが必要で、セルガスの圧力がさらに高くなるため、リアクションモードが非常に効率的です。また、リアクションガスは反応の化学的性質、および干渉イオンと成分同位体に基づいて選択する必要があるため、リアクションガスメソッドは He の KED よりもさらに限定的です。したがって、分析者は分離しようとしている干渉イオンが何であるかを確認してから、リアクションガスを選択しなければなりません。

反応性セルガスは、多原子イオンの分離ではなく干渉の解消に使用できる点で He の KED とは異なります。このようなその他のスペクトル干渉 (同重体干渉、二価イオン干渉、隣接する質量ピークテール干渉など) は多原子干渉ほど一般的ではありませんが、それでも重要です。

He の KED と比較した場合のもう 1 つの大きな違いは、反応性セルガスが新たな反応プロダクトイオンを形成し、このイオンが要求された成分と干渉する可能性があるということです。新たなプロダクトイオンが干渉する可能性があるということは、シングル四重極 ICP-MS ユーザーが、サンプルマトリックスに一貫性があり、干渉が予測可能である場合にのみ、リアクションガスメソッドを使用する傾向にあることを意味しています。ただし、この制約は MS/MS モードのトリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) には当てはまりません。ICP-QQQ の CRC の前に追加されている四重極マスフィルタは、サンプルマトリックスが変わっても、CRC に入ってくるイオンビームの組成は一定であることを示します。結果として、MS/MS により反応の化学的性質がコントロールされ、セルが生成したプロダクトイオンの干渉の可能性が排除されます。

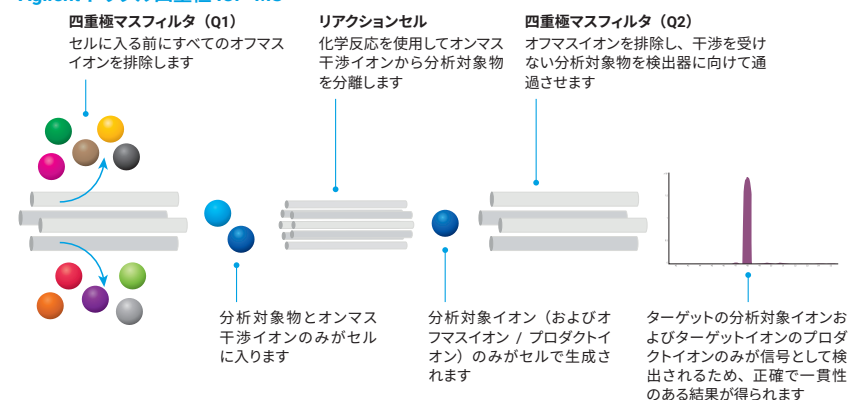
下の図に、トリプル四重極 ICP-MS に追加されたマスフィルタ (Q1) が CRC における反応の化学的性質をどのようにコントロールするかを示します。

シングル四重極 ICP-MS



*四重極イオンガイドは低質量カットオフあるいはバンドパスフィルタとして使用でき、すべてではないものの、一部のノンターゲットイオンを排除します

Agilent トリプル四重極 ICP-MS

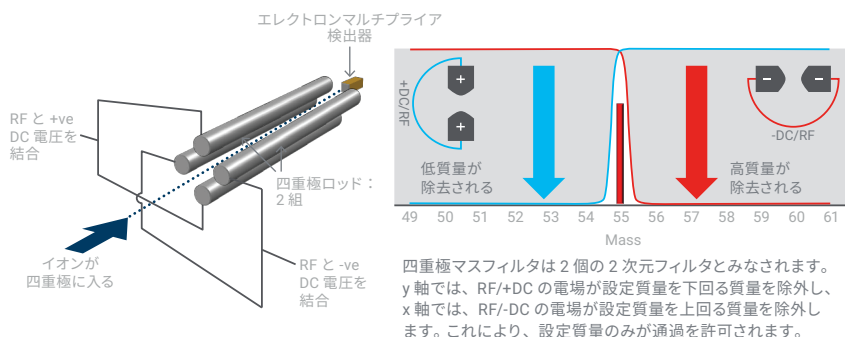


シングル四重極 ICP-MS (上) とトリプル四重極 ICP-MS (下) でのリアクションモードを比較した図。

6.質量分析計 (MS)

大半の ICP-MS は四重極質量分析計を使って、イオンを質量で、より正確には、質量電荷比 (m/z) でイオンをフィルタリングします。ICP が生成するイオンの大半は一価で、 $m/z =$ 質量なので、ICP-MS は通常、「質量スペクトル」を生成するとみなされます。

四重極マスフィルタは 2 組のロッドから成り、向かい合ったロッドどうしが別々の電源につながれています。位相の異なる RF 電圧と正または負の DC 電圧が、2 組のロッドに印加されます (y 軸ロッドには RF/+DC、x 軸ロッドには RF/-DC)。ロッドの間に設定された電場により、四重極の軸に沿って安定的に移動し、マスフィルタを通り抜けることができるイオンの「設定質量」が決まります。この変動する電場が、設定質量を外れたすべてのイオンの軌道を不安定にし、その結果、設定質量以外の質量のイオンがイオンビームから除外されます。



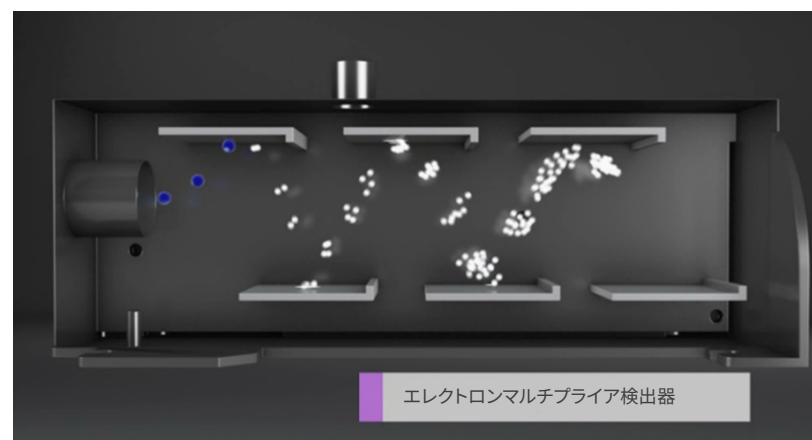
ICP-MS の大半で使用されている四重極マスフィルタ。RF 電圧と DC 電圧は質量電荷比 (m/z) でイオンをフィルタリングし、一度に 1 m/z のみ検出器を通過させます。

四重極の設定質量をコントロールするのは印可されたロッド電圧ですが、この電圧は非常に急速に変化します。つまり、四重極は質量範囲全般を非常に速いスピードで、例えば、Li (質量 7) から U (質量 238) までを 1 秒間に 10 回以上スキャンできます。四重極スキャンのたびに、各質量に存在するイオンが検出器に移動し、カウントされます。

通常の定量「スペクトル」と同位体比の分析では、選択された質量全体で行われる複数のスキャンから質量スペクトルが蓄積されます。時間分析 (TRA) という測定モードもありますが、このモードでは、各四重極スキャンで集められたイオン数は時間を基準に保存されます。単一質量モニタリングも利用可能で、これは通常、単一ナノ粒子分析などの測定で使用されます。

7.エレクトロンマルチプライア検出器

大半の ICP-MS システムで使用される検出器は、ディスクリットダイノード型エレクトロンマルチプライア (DDEM) です。EM は、四重極から出てきたイオンが当たるように配置された高電圧電極 (ダイノード) を使用します。1 つめのダイノードに当たったイオンはダイノードの表面から電子を放出します。これらの電子が 2 つめのダイノードに当たり、さらに電子を放出して、これらが 3 つめのダイノードに当たり…といった具合に検出器を通過していきます。最後のダイノードに到達するころには、次々と蓄積した電子が、EM エレクトロニクスでパルス、つまり「カウント」として記録するのに十分なレベルに達します。極めて高いイオンカウント率 (毎秒約 100 万カウント (cps)) では、検出器は自動的に低ゲイン (「アナログ」) モードに切り替わります。これにより、検出器をオーバーロードさせることなく、高濃度元素からの強い信号を測定できるようになります。

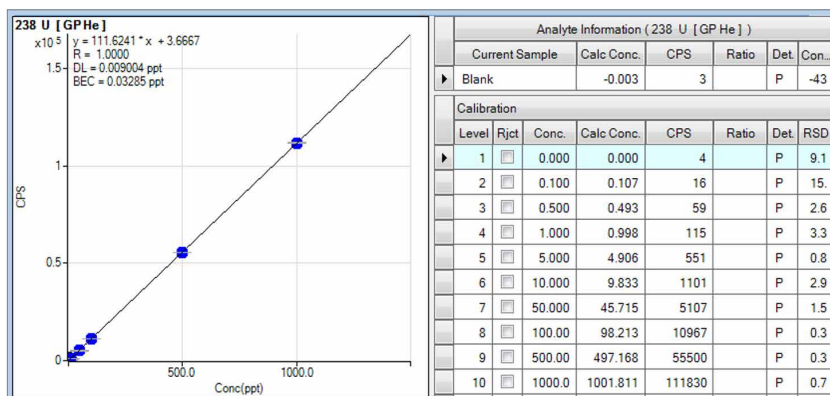


イオンパルスまたはカウントを生成するエレクトロンマルチプライア (EM) 検出器。検出器までの電子の蓄積が示されています。

EM 検出器は個々のイオンを検出できるため、超低濃度でも検出できます。しかし、EM ではダイナミックレンジも非常に広く、約 10 ~ 11 桁に及びます。実際の分析用語で言えば、これは ICP-MS が 0.1 ppt (0.0000001 ppm) を下回る濃度のウランのような微量元素を検知しながら、濃度 1.18 % (11,800 ppm) の海水中のナトリウムのような主要元素も測定できることを意味します。一度の取り込みで同時に測定できる総濃度範囲は 11 桁を超えます。

8. データ処理

検出器が登録したカウント数は、測定された質量ごとに、機器を制御するコンピュータで、データ解析ソフトウェアにより処理されます。従来の定量分析では、このソフトウェアが、未知のサンプルで測定されたカウント数と、既知の濃度のリファレンス溶液でのカウント数を比較して、このサンプルに含まれる各元素の濃度を計算します。カウント数に対する各元素の既知の濃度の検量線を作成するため、通常、数種類のリファレンス溶液、つまり「標準」が測定されます。



ウランの ICP-MS 定量における典型的な検量線。0.1 ~ 1000 ng/L (ppt) の濃度で前処理された10種類の標準が使用されています。

ICP-MS での測定にはこの他、ピーク積分などのクロマトグラフィーデータ解析ツールを使用するスペシエーション分析や、専用のデータ処理ツールを使用する単一粒子アプリケーションやシングルセルアプリケーションがあります。

Agilent [7850 ICP-MS](#)、[7900 ICP-MS](#)、[8900 ICP-QQQ](#) モデルの詳細をご覧になって、これらの機器がどのようにラボの運用を改善させるかをご確認ください。



ICP-MS の用途

ICP-MS を用いて元素分析を行うラボは、多数のサンプルを分析し、1 つのサンプルで多数の元素を測定する業界に多く見られます。このような業界には、(河川水、飲料水、河口水や海水、廃液、土壌や堆積物の分解物、生物などの) 環境モニタリング、食品の安全性のためのルーチン測定、医薬品材料分析、(玩具、繊維などの) 一般消費財関連試験などがあります。また、ICP-MS は、半導体製造や化学物質製造、ライフサイエンス、臨床研究、地球化学、鉱業、原子力科学、石油化学および再生可能エネルギー、材料研究、計量、学術界などでも広く使用されています。

液体サンプル分析

液体サンプルの導入は、サンプルを ICP-MS に導入する最も一般的な方法です。これは検量線用標準液が広く入手可能で、必要な成分をすべて適切な濃度で簡単に調製できるからです。液体サンプル分析があまりにも便利なので、酸分解を用いてサンプルを溶解したり、酸抽出により、分析対象物を分析用に抽出したりして、固体サンプルを液体に変換することもよくあります。大半の ICP-MS ルーチンアプリケーションは、液体サンプルの導入に従来のネブライザを使用しています。対象元素の濃度は、濃度が既知の標準液で生成された検量線に対して測定されます。

大量のサンプルの測定が必要な場合、ラボが「ディスクリートサンプリング」デバイスを使用することがよくあります。このデバイスは、サンプルをループにロードし、ループの内のサンプルを ICP に向かって流すキャリアストリームへ注入します。ディスクリートサンプリングでは、前のサンプルを測定しながら、次のサンプルをループにロードできるので、ICP-MS 分析の速度が向上します。これにより、ICP-MS の分析全体の速度が上がり、サンプル 1 つあたりの分析時間が通常の約 3 分から 1 分に短縮され、3 倍の多元素分析が実行できるようになります。

ICP-MS アプリケーションには、同位体比や同位体希釈分析にあるような、元素のさまざまな同位体の相対アバundanceを対象としたあまり一般的ではない測定も含まれます。また、ICP-MS は、特定の標準液を使わずに、質量範囲全体にクイックスキャンを実行し、あらゆる元素に対するおおまかな結果、つまり「半定量」結果を出すこともできます。このようなスクリーニング分析は、環境サンプルや食品サンプルの混入異物調査や重金属中毒の原因特定、製品の不具合検出に非常に有益です。

一部のアプリケーションでは、通常の元素の「総」濃度測定では、十分な情報を得られません。そのような場合には、元素のさまざまな化学形態、つまり「種」を個別に分析する必要があります。



スペシエーション分析

ICP-MS スペシエーション分析では、ICP-MS をある種のクロマトグラフィーデバイスと組み合わせ、元素のさまざまな化学形態を分離します。ICP-MS は通常どおり、元素信号を検出しますが、さまざまな化学形態は ICP-MS ヘシーケンシャルに導入され、別途、検出および定量されます。最も広く使われている分離方法は高速液体クロマトグラフィー (HPLC。単に「LC」と呼ばれることが多い) ですが、イオンクロマトグラフィー (IC)、ガスクロマトグラフィー (GC)、キャピラリー電気泳動 (CE)、フィールドフローフラクショネーション (FFF)、流体力学クロマトグラフィー (HDC) なども、ICP-MS と組み合わせられます。スペシエーション分析が要求されるアプリケーションには、例えば、クロム (Cr) の各種形態分離があります。クロムの場合、3 価 (Cr(III)) は無害ですが、6 価 (Cr(VI)) は毒物です (1)。同様に、無機ヒ素 (As) は、一部の魚介類に高濃度で含まれる一般的な有機ヒ素 (アルセノベタイン) よりもはるかに有害です (2)。食品安全性検査では、単に魚介類に含まれる水銀やスズの総量だけでなく、メチル水銀や有機スズ化合物のレベルの具体的な定量を求められることがあります。

しかし、ICP-MS を使ったスペシエーション分析は、環境サンプルや食品サンプルに含まれる元素の毒性および非毒性形態の分離をはるかに超えています。多くの工業プロセスは、製品が意図したとおりの性能を発揮することを保証するために、またはプロセスに影響を与える可能性や、望ましくない排出物につながる可能性のある汚染物質を特定するために、元素の化学形態の評価を義務付けています。このような種類の産業向けスペシエーション測定には、例えば、メタロドラッグに含まれる汚染化合物の測定、水蒸気分解プロセス機器の触媒毒や腐食を防ぐため、製油所の石油化学原料に含まれる水銀化合物の監視があります。半導体製造では、ノンシリコン半導体機器製造でプリカーサとして使用されるアルシニング中の微量の汚染物質（水素化合物ガス）の測定に、GC-ICP-MS が使用されています。

ナノ粒子とシングルセル

ICP-MS は、サンプル溶液に溶解している元素の量の測定だけでなく、液体中に懸濁している微粒子の組成測定にも使用できます。大きな（ミクロンサイズ）の粒子は ICP-MS のネブライザとスプレーチャンバで除去されるため、測定されません。しかし、ごく小さな（ナノサイズ）の粒子はエアロゾル液滴に懸濁したままで、プラズマへ運ばれます。これらの「ナノ粒子」(NP) が、プラズマにより破壊されて原子になると、イオンの信号として立ち上り、これが溶解元素の一定のバックグラウンド信号を上回る信号パルスとして検出されます。研究者が、環境システムや生物系に対する NP の影響について理解を深めようとするに従って、単一粒子 ICP-MS (splICP-MS) を使用したナノ粒子分析に対する関心も高まっています。また、NP は、工業プロセス、一般消費財、塗料やコーティング、また薬剤搬送や農薬などのアプリケーションでもより広く使用されるようになってきました。同様の分析に、特別な低流量のサンプル導入システムを使用して、単一のセルを壊すことなくプラズマに搬送するシングルセル ICP-MS (scICP-MS) があります。この手法では、測定の対象となる個々のセルの金属成分が、生物学的およびバイオ医薬品プロセスの理解を助けます。

固体サンプル分析

液体サンプリングが一般的ですが、ICP-MS で適切なアクセサリを使って、固体を分析することもできます。レーザーアブレーション (LA) デバイスを ICP-MS に接続して、LA-ICP-MS で固体を直接分析できます。[LA-ICP-MS](#) で、専用のマウント上のチャンバにサンプルを配置し、パルスレーザーからサンプルの表面へ高エネルギービームを集中させます。サンプルの表面から気化した固体粒子はガスストリーム（通常はヘリウム）ののち、ICP トーチへ運ばれます。そこで普通のエアロゾル液滴と同様に、分解、原子化され、イオン化されます。

材料の分解が困難な金属、合金、ガラス、セラミックなどの品質管理といったアプリケーションでは、LA-ICP-MS を使って、バルク（サンプル全体）分析が行われることもあります。しかし、LA-ICP-MS の真の長所は、レーザーを集中させて、ビームのサイズをわずか数ミクロンまで絞ることができ、小さなサンプルや、大きなサンプルの極めて小さい部分を分析することが可能であるという点です。この機能により、宝石や考古学的人工物、陶磁器、硬貨、塗料のかけらのような貴重なサンプルをほぼ破壊せずに解析できます。同様の手法は、浮遊微小粒子の LA-ICP-MS 解析でも使用できます。この場合、粒子はサンプリングフィルタに集められ、環境分析や職場のほこり分析で個々の粒子の組成情報を提供します。また、LA-ICP-MS は犯罪科学でも、交通事故のガラスの破片や脅迫状に使われたペンのインク、衣服の繊維、靴底の土、硝煙反応などの犯罪現場に残された細片の分析に利用されます。



レーザーアブレーションのサンプルホルダーに固体サンプルをロードします。ここでは顕微鏡スライドに生体サンプルをロードしています。

1. L. M. Calder, in: J. O. Nriagu and E. Nieboer, Eds., Chromium in the Natural and Human Environments, Wiley and Sons, New York, 1988, 215-229

2. European Food Safety Authority, Scientific opinion on arsenic in food, EFSA Journal, 2009, 7, 1351

LA-ICP-MS を正確なサンプリング位置コントロールと組み合わせ、サンプル内の元素の分布を 2D または 3D でマッピング（「イメージング」）することができます。ICP-MS で継続的にスキャンしながら、サンプルの表面でレーザーアブレーション「スポット」をゆっくりと移動させることにより、サンプル組成の化学プロファイルまたはマップを作成できます。LA-ICP-MS イメージングは地質学的研究で使用されますが（ジオイメージング）、同じ手法を歯や骨、細胞組織の切片など生体物質にも適用できます（バイオイメージング）。

ガス分析

ガスに含まれる元素を直接分析するには、専用のガスハンドリングデバイスを使って、ICP にガスを導入します。ICP-MS ガス分析アプリケーションには、天然ガスに含まれる揮発性有機金属化合物の測定、材料や食品の香料と香り成分のテスト用ヘッドスペースサンプリング、化学および石油化学製造の原料に含まれる微量の汚染物質の測定などがあります。このようなアプリケーションの多くは、ガスクロマトグラフ（GC）を加熱トランスファーラインで ICP-MS 機器に接続した GC-ICP-MS を用いて行われます。GC は標準のガスサンプリングアクセサリを使ってサンプルを処理し、ICP-MS は GC カラムから出てくる化合物を検出し、定量します。GC-ICP-MS アプリケーションは、多くの場合、有機の GC 質量分析計（GC/MS）に匹敵します。しかし、ICP-MS で測定可能なヘテロ元素を含む化合物の場合、ICP-MS 検出器により、優れた検出下限と特異性、化合物に依存しないキャリブレーションを実現できる可能性があります。

半導体製造のプロセス制御や作業場モニタリングなど、製造工程で有機金属ガスが使用されている可能性のあるアプリケーションでは、気体サンプルの直接分析もますます重要になります。そこで、ガス交換デバイス（GED）付き ICP-MS 機器を使ったメソッドが開発されました。このメソッドでは、GED でのガス交換により、プロセスガスに含まれる化合物がアルゴンストリームに移され、その後、アルゴンストリームが ICP に渡されます。



どちらの ICP-MS がアプリケーションに適しているか ICP-MS か ICP-QQQ か

シングル四重極 ICP-MS は、ICP-QQQ より低価格で、ランニングコストもわずかに低く抑えられます。一方、分析メソッドによって異なりますが、ICP-QQQ には、設定および操作に多少高度なスキルが要求されます。シングル四重極 ICP-MS 用に開発された多くのメソッドは、ICP-QQQ でもそのまま使用できます。また、反応性セルガスを使用するメソッドを ICP-QQQ で実行すると、一貫性と信頼性ははるかに高まります。

ICP-QQQ が選ばれる理由

ICP-QQQ は、シングル四重極 ICP-MS よりもはるかに感度が高く、バックグラウンドが低く抑えられます。つまり、ICP-QQQ では、大半の元素の検出下限が約 10 分の 1 になります。

また、ICP-MS/MS の 2 段階の質量選別機能は、隣接質量干渉の分離に優れ、主要ピークから微量成分のピークを分離できます（例えば、Fe マトリックス内の Mn、C マトリックス内の B、U マトリックス内の Np など）。

しかし、ICP-QQQ の最大の利点は、この構成が MS/MS 動作モードをサポートしている、このモードでは四重極 1 と四重極 2 の両方がユニットマスマルタとして動作するところです。MS/MS では、ICP-QQQ は反応性セルガスを使用して、シングル四重極 ICP-MS では対処できないスペクトル干渉を除去できます。Q1 はセルに入る分析対象イオン質量を選択し、その他の質量はすべて排除します。これにより、セル内のイオンが安定し、サンプル組成の影響をほぼ受けないことが保証されるため、さまざまな種類のサンプルで反応性セルガスメソッドを安心して使用し、一貫性のある結果を得ることができます。

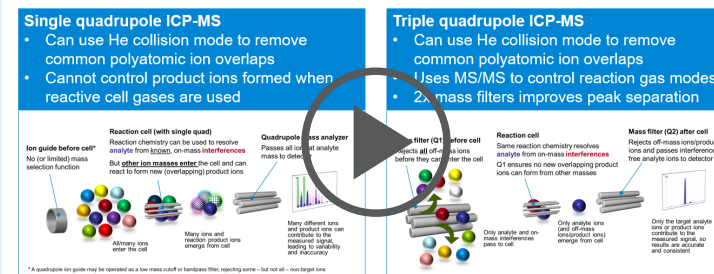
化学反応のコントロールにより、ICP-QQQ では、従来のシングル四重極 ICP-MS では対処できない干渉の問題も解決できます。このような問題には、直接的な同重体干渉の解決 (^{204}Hg と ^{204}Pb の干渉や $^{176}\text{Yb/Lu}$ と ^{176}Hf の干渉など) や、二価イオン干渉の分離（例えば、As と Se に対する REE^{2+} の干渉）などがあります。また、反応性セルガスは、非常に強いバックグラウンドの干渉の除去にも使用できます。例えば、元素 Si、P、および S は、シングル四重極 ICP-MS での測定時にはスペクトル干渉 (N_2 と ^{28}Si 、 NOH と ^{31}P 、および O_2 と ^{32}S の干渉) を強く受け、検出下限が比較的高くなります。反応性セルガスを使った ICP-MS/MS メソッドなら、干渉を除去し、これらの分析困難な元素を低濃度まで測定できます。

10 分ガイド

LabTube のこの短いビデオでは、トリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) の概要をご紹介します。ここでは ICP-QQQ とシングル四重極 ICP-MS を比較し、ICP-QQQ の実用的なアプリケーションの利点を説明します。

Key Feature of ICP-QQQ

ICP-QQQ is a tandem MS (MS/MS). Can apply 2 mass filtering steps



QQQ (MS/MS) gives more options for controlling/resolving spectral interferences

どの元素分析手法がニーズに適しているかわからなくてお困りですか

製品セレクトツールをご利用ください：

<https://explore.agilent.com/atomic-portfolio-selector-jp>

Agilent | Trusted Answers

元素分析製品セレクトツール

サンプル中の元素を測定する必要があることは分かっていますが、どの分析法を選ばいいのでしょうか？ 原子分光分析の経験が浅い人は、分析法の種類の多さに圧倒されてしまうかもしれません。現在と将来の両方のニーズに対応できる分析法を把握することには、計り知れないほどの価値があります。このツールを使えば、ニーズに合った分析法が見つかります。

1. 次のいずれかの元素を測定する必要がありますか？

Ar	H	He	Kr	N	Ne	O	Xe
----	---	----	----	---	----	---	----

はい

いいえ

測定可能な元素

ICP-MSとICP-QQQは、事実上すべての天然元素に加え、テクネチウム、ネプツニウム、プルトニウム、アメリカシウムなどの多数の非天然「放射性」同位体を測定できます。測定できない元素はHとHe（質量分析計の質量範囲を下回る）、Ar、N、O（プラズマや大気に高レベルで存在する）、フッ素とネオン（アルゴンプラズマ内ではイオン化できない）だけです。その他の希ガス、クリプトンおよびキセノンは、ICP-MSまたはICP-QQQに取り付けたガスサンプリングデバイスを使って技術的には測定可能ですが、これは標準的なルーチンアプリケーションではありません。「測定不可」な元素の中でも、フッ素は間接的にICP-QQQを使って分析できます。詳細は補足コラムをご覧ください。

1	1.008																	2	4.003																
	H																		He																
3	6.941	4	9.012																	5	10.81	6	12.01	7	14.01	8	16.00	9	18.99	10	20.18				
	Li	Be																	B	C	N	O	F	Ne											
11	22.99	12	24.31																	13	26.98	14	28.09	15	30.97	16	32.07	17	35.45	18	39.95				
	Na	Mg																	Al	Si	P	S	Cl	Ar											
19	39.10	20	40.08	21	44.96	22	47.88	23	50.94	24	52.00	25	54.94	26	55.85	27	58.93	28	58.93	29	63.55	30	65.39	31	69.72	32	72.64	33	74.92	34	78.96	35	79.90	36	83.80
	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr																	
37	85.47	38	87.62	39	88.91	40	91.22	41	92.91	42	95.94	43	98.91	44	101.07	45	102.91	46	106.42	47	107.87	48	112.41	49	114.82	50	118.71	51	121.76	52	127.61	53	126.91	54	131.91
	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe																	
55	132.91	56	137.33	57	175.07	58	178.50	59	186.21	60	187.08	61	190.24	62	194.97	63	200.97	64	200.97	65	208.98	66	208.98	67	214.90	68	218.07	69	223.02	70	223.02	71	227.03	72	232.04
	Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn																	
87	223.02	88	226	89	261	90	262	91	267	92	268	93	269	94	270	95	271	96	272																
	Fr	Ra	Lr	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Rg	Cn	Nh	Fl	Mc	Lv	Ts	Og																	
89	138.91	90	140.91	91	140.91	92	140.91	93	140.91	94	140.91	95	140.91	96	140.91	97	140.91	98	140.91																
	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb																					
97	150.37	98	150.37	99	150.37	100	150.37	101	150.37	102	150.37	103	150.37	104	150.37	105	150.37	106	150.37																
	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No																					

ICP-QQQは青色の元素をすべて測定できます。

ICP-QQQを使ったフッ素 (F) の測定

Fは第1イオン化ポテンシャルが非常に高く、アルゴンよりも格段に高いため、アルゴンプラズマの中で正電荷したF⁺イオンをほとんど形成しません。また、¹⁸O⁺H⁺により、質量19のバックグラウンドが非常に高くなります。Fは陰イオン(F⁻)として測定するのが適切ではないかと言われていたますが、OH⁻からのバックグラウンドも極めて高いものです。しかし、バリウム溶液をオンラインで添加して、プラズマ内にBaF⁺イオンを生成することにより、Fを通常のICP-MS分析対象物のように、陽イオンとして測定できます。過度のBa(約100ppm)を添加した場合、生成されるBaF⁺は溶液内のF濃度に比例します。したがって、BaF⁺イオンを測定し、この信号を使って、サンプルに含まれるFの濃度をキャリブレーションし、定量できます。

この分析にICP-QQQが必要である理由は、分析に使用される質量中にBaF⁺イオンに干渉するイオンが他に数種類存在するからです(¹³⁸Ba¹⁹F⁺は質量157で測定されます)。最大の干渉はBaOH⁺からのものですが、リアクションガスメソッド(O₂セルガスまたはNH₃セルガスを使用)を使って、BaOH⁺干渉からBaF⁺イオンを分離できます。ICP-QQQのQ1とQ2の両方がマスフィルタとして動作するMS/MSを使用することで、BaF⁺プロダクトイオンに新たな干渉を生み出す可能性のあるその他のイオンがすべて取り除かれます。

ICP-MS と ICP-QQQ が最適なアプリケーション

他の原子分光分析法（AAS および ICP-OES）と比べ、ICP-MS と ICP-QQQ は ICP-OES のような高速多元素分析と GFAAS のような低検出下限を独自に組み合わせたものです。濃度が 100 ppb 未満の元素を 10 種類以上測定する必要があり、1 日あたりの測定サンプル数が 50 を超えている場合は、他のどの原子分光分析法よりも ICP-MS が優れています。ICP-MS は高濃度だけでなく、微量濃度も測定できますが、もし、高濃度だけが必要で、元素数とサンプル数が少ない場合には、フレイム AAS や MP-AES などの単元素手法を使った方がコスト効率が向上することがあります。

金属分析における ICP-MS の利点

ICP-MS には以下の特長があります。

- ほぼすべての元素を 3 分以内に高速測定（ディスクリットサンプリングスイッチングバルブを使用した場合はサンプル 1 つあたり 1 分）
- ほとんどの元素に対して高感度、低検出下限（ng/L (ppt) またはサブ ppt レベルまで）を実現し、元素同位体比の測定も可能
- 0.1 ppt 未満から 1000 ppm 超までの濃度の微量元素および主要元素を同時に測定
- ほぼすべてのスペクトル干渉を回避、または克服する能力
- 有機溶媒や溶解固形分 25 % までの溶液など、多様なサンプルを測定可能
- クロマトグラフィー分離のために液体またはガスクロマトグラフィーと、または固体を直接測定するためにレーザーアブレーション（LA）と接続するなど、他の技術と接続可能
- オートサンブラの使用による自動分析

シングル四重極 ICP-MS アプリケーション

ICP-MS は、以下のようなラボに最適です。

- ルーチンメソッド、または規制メソッドを実行して、環境、食品、医薬品などの一般的な種類のサンプルを分析することが多い
- 必要な検出下限と起こりうる干渉が異常に厳しいわけではないが、高度なアプリケーション（スペシエーション、ナノ粒子、レーザーアブレーションなど）を実行する
- Si、P、S、Cl、F など「分析困難な」元素の微量分析を含まない、一般的な範囲の微量元素を測定している
- きわめて低濃度の超微量（ppt 未満）元素を測定する必要がない
- 同重体干渉、ピークテール干渉やヘリウムコリジョンモードを使用して対処できない干渉などの問題のあるスペクトル干渉を除去する必要がない





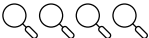
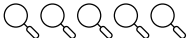







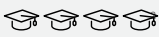
トリプル四重極 ICP-MS アプリケーション



ICP-QQQ は、以下のようなラボに最適です。

- 複雑な高マトリックス材料など、強い干渉や克服の難しい干渉を除去する必要のある分析困難なアプリケーションを実行する
- 高純度物質や半導体プロセス薬品中の超微量（ppt 未満または 1 桁）元素を測定する
- 微量で分析困難な元素（Si、P、S、Cl、F など）を分析する必要がある
- 地球化学アプリケーションや原子力アプリケーションで必要に応じて、同重体（元素）干渉（ $^{204}\text{Pb}/^{204}\text{Hg}$ 、 $^{87}\text{Sr}/^{87}\text{Rb}$ 、 $^{176}\text{Hf}/^{176}\text{Lu}$ など）、または放射性同位体に対する干渉を除去する必要がある
- 炭素マトリックス中の B、鋼中の Mn、ウラン中の Np など、質量数が主成分元素と隣接している元素を低濃度で測定する必要がある
- 現在、または将来、広い範囲にわたる種類のサンプルや元素の分析を必要とする研究、または計量アプリケーションを実行する

比較：ICP-MS 対 ICP-QQQ

以下の表に、Agilent ICP-MS 機器と ICP-QQQ 機器の比較を示します。

	ICP-MS	ICP-QQQ
価格の比較		
1 サンプルあたりのコスト		
相対的な感度		
レビュー	SelectScience	SelectScience
1 日あたりの最大サンプル数	400 (1200) ¹ (50 元素)	400 (1200) ¹ (50 元素)
測定ダイナミックレンジ	1 ppt 未満から 1000 ppm	1 ppt 未満から 1000 ppm
必要なサンプル量		
サンプル中の許容固形分		
元素の測定	同時	同時
測定可能な元素数	86	87 (F を含む)
日常メンテナンスの必要性		
必要なオペレータスキル		
自動分析	可能	可能
Part 11/Annex 11 GMP コンプライアンス	適合 (オプションソフトウェアを使用)	適合 (オプションソフトウェアを使用)

	ICP-MS	ICP-QQQ
動作時消費電力		
寸法 (mm：幅 x 奥行 x 高)	730 x 600 x 595	1060 x 600 x 595
重量	100 kg	139 kg
ガス要件	99.99 % アルゴン	99.99 % アルゴン ⁴
保証期間 ³	12 か月	12 か月
アクセサリ		
オートサンプラ	オプション	オプション
水冷システム	必要、付属していない	必要、付属していない

1. () 内のサンプル数はスイッチングバブル付き機器のスループットを示します。
2. ルーチン分析用にシンプルなインターフェース (ICP Go) とプリセットメソッドが用意されています。これにより、オペレータに要求されるスキルレベルが大幅に低減されます。
3. アジレントでは、さまざまな延長保証およびサポートオプションをご用意しています。
4. 半導体用化学薬品中の不純物を測定する場合など、超微量濃度の汚染を管理する必要のあるアプリケーションでは、純度 99.999 % 以上のアルゴンが必要になることがあります。

アプリケーション例

飲料水サンプルの多元素分析

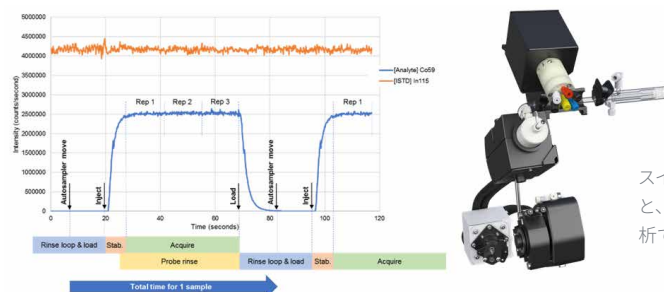
飲料水のルーチン分析は数種類の原子分光分析手法で実施できますが、あらゆる主要元素および微量元素 (As、Cd、Hg、Pb など) を高いサンプルスループットで分析できる手法は ICP-MS だけです。

このアプリケーションシナリオは、通常以下のとおりです。

- 1 日につき約 1000 サンプルを日常的にモニタリングします。ただし、多忙な水質試験室ではサンプル数がさらに増えます
- サンプル 1 つあたり最高 35 元素を分析します
- 濃度はミネラル成分 (ppm) から微量元素 (0.1 ppb) までさまざまです
- 水質試験室では通常、極めて高い生産性を要求されます

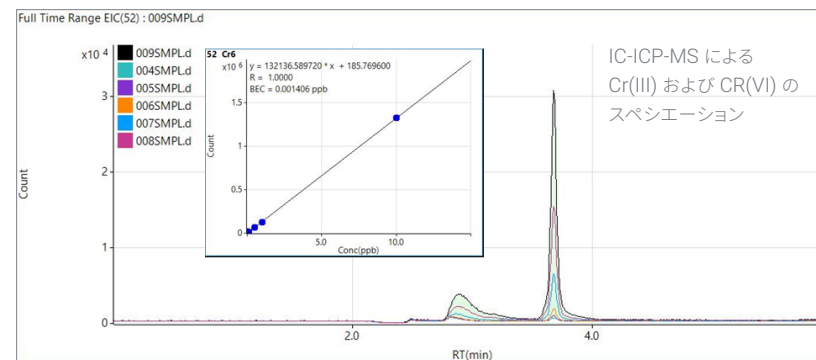
ICP-MS を使う理由

ICP-MS は日常的に大量の飲料水サンプルを分析します。スイッチングバルブを取り付ければ、1 日当たり最高 1200 個のサンプルを処理できます。



スイッチングバルブを使うと、1 分未満で多元素分析できます

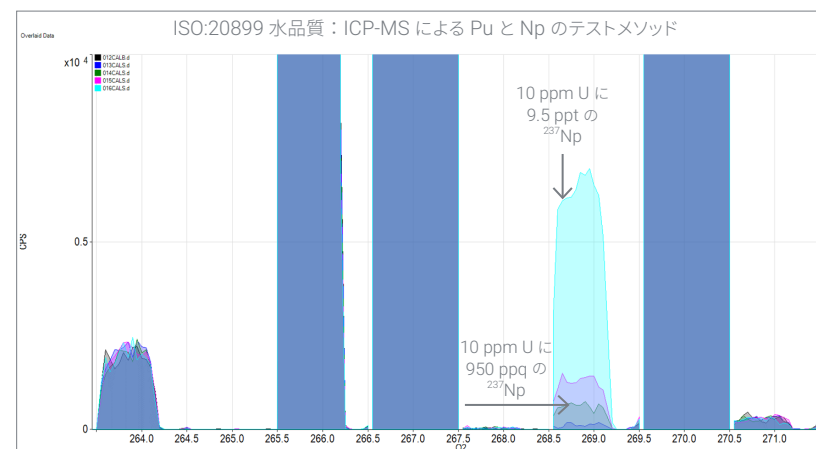
ICP-MS を使用しなければ、複数の手法 (主要元素には ICP-OES、微量元素には GFAAS、水素化物発生法、原子蛍光法) が必要となる規制対象の主要元素と微量元素でも、ICP-MS ですべて測定できます。また、ICP-MS は将来への拡張性も備えていて、将来の規制に追加される可能性のある新規汚染物質を微量でも測定できるようになっています。また、スペンエーション分析 (例えば、無機ヒ素、6 価クロム、メチル水銀の定量) や、近年、規制当局の注目を集めているナノ粒子の検出も可能です。



IC-ICP-MS による Cr(III) および Cr(VI) のスペンエーション

ICP-QQQ の利点

- 日常的に水質をモニタリングしているラボの大半は、ICP-QQQ の追加コストを正当化できません。しかし、沿岸の海水や外洋の海水、塩分濃度の高い地下水など困難な水サンプルを測定しなければならないラボには、ICP-QQQ のもたらす低い検出下限や優れた干渉抑制が有効です。
- ICP-QQQ には、例えば、ISO 20899:2018 で指定された Pu や Np などの新規汚染物質を測定する能力もあります。このような微量の汚染物質は濃度が低すぎて、シングル四重極 ICP-MS では正確に測定できません。
- ICP-QQQ の高い感度と低いバックグラウンドは、極小のナノ粒子測定には決定的な要因です。



食品サンプルの多元素分析

食品分析は、定期的な栄養素の証明から、有害な微量元素や残留農薬の定量による食品の安全性保証まで、さまざまな形態をとります。食品生産者や規制当局も食品の産地判別のために微量元素のフィンガープリンティングを使用します。

日常的な食品分析アプリケーションシナリオは、通常以下のとおりです。

- ラボは 1 日当たり 10 ~ 100 個のサンプルを分析します
- 4 種類の栄養素のほか、微量元素も分析しますが、対象となる微量元素は食品の種類によって異なります
- 検出および定量下限は ppb 1 桁から数千 ppm までです

ICP-MS を使う理由

ICP-MS は要求された元素を非常に広い濃度範囲で測定できるため、主要な栄養素と微量元素、および有害な重金属を 1 回の分析で迅速に測定できます。

Element	Instant Non-Fat Dry Powdered Milk	Buttermilk Powder Milk	Whole Powdered Goat Milk	Sweet Cream Buttermilk Powder	Non-Fat Dry Milk Powder	Whole Milk	Fat Free Milk
11 B	3053	2931	2337	2490	2182	443.5	406.4
23 Na	3919	3870	2804	4335	3871	371	378
24 Mg	1152	1017	1094	931	1091	106	107
31 P	10215	90965	8221	8161	9845	965	985
39 K	15827	30554	15912	14590	17195	1519	1560
44 Ca	11762	9963	8486	7950	11077	1104	1123
47 Ti	442.5	221.2	201.3	256.3	253.2	<DL	<DL
51 V	24.40	25.55	27.95	28.97	15.29	9.51	9.70
52 Cr	<DL	<DL	<DL	712.26	<DL	<DL	<DL
55 Mn	170.1	220.3	292.9	193.7	219.2	20.20	19.86
56 Fe	1836	6468	2401	9760	1935	285.0	306.7
59 Co	5.90	5.75	<DL	8.45	<DL	<DL	<DL
63 Cu	308.1	609.5	899.6	485.8	391.7	35.94	66.12
66 Zn	41	30	27	28	41	4.0	4.0
75 As	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL
78 Se	365.8	349.8	188.0	418.3	526.4	31.15	28.91
95 Mo	319.67	1946	104.73	2440	299.1	39.92	34.33
111 Cd	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL
118 Sn	3.98	18.23	12.56	5.59	12.36	<DL	2.89
121 Sb	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL
137 Ba	862.0	970.9	523.7	498.7	694.9	77.87	85.69
202 Hg	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL	<DL
205 Tl	3.49	2.34	4.87	2.46	2.57	0.58	0.49
208 Pb	2.39	3.39	3.85	3.03	1.96	0.61	1.27

濃度の単位は ppb。ただし、Na、Mg、P、K、Ca、および Zn は ppm。

ICP-MS で測定できる 4 種類の主要栄養素：**Na、Mg、K、Ca**

ICP-MS で測定できるその他の（微量）元素：**P、Fe、Cu、Zn、Se など**

ICP-MS でモニタリングできる有害な汚染物質：**Cr、As、Cd、Hg、Pb**

さらに、ICP-MS メソッドはその他の元素のほぼすべてに対応しています。

ICP-QQQ の利点

- 水質のルーチン分析と同様、ICP-QQQ の利点は、優れた検出下限と、複雑で多様なサンプルにおける信頼性の高い微量元素分析能力です。
- また、食品サンプルは規制の影響を受けますが、この規制は汚染物質の有害作用に対する理解が深まると、それを反映して変化し続けます。ICP-QQQ は、FDA の介入レベルが 15.8 ppq であるアメリカシウムなどの新しい汚染物質にも優れた検出下限を実現します。また、魚介類のメチル水銀など、有害性が疑われる有機金属種の微量分析もサポートします。
- ICP-QQQ により、分析者はチタン（E 171 TiO₂ 食品添加物）などの元素に基づいて、低濃度で小さなサイズのナノ粒子を検出し、定量できるようになります。

鉱物探査サンプルの多元素分析

鉱物探査を支援するラボは、調査やコアの試掘で収集された大量のサンプルを迅速に特性解析する必要があります。これには対応元素の広さと高い生産性が不可欠です。

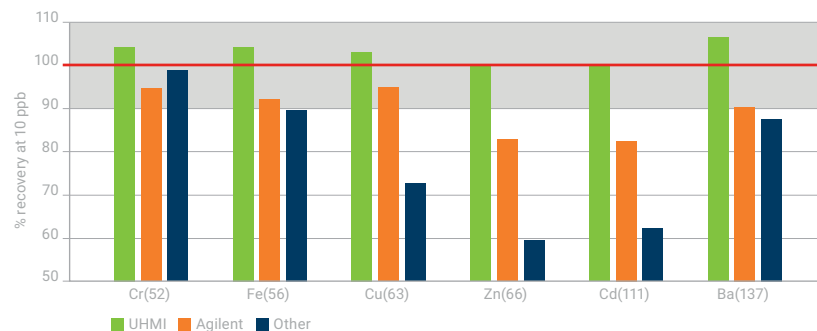
このアプリケーションシナリオは、通常以下のとおりです。

- 探査ラボで、1日に数千個のサンプルを測定する可能性があります
- 1つのサンプルで「すべて」（50個以上）の元素を測定することもよくあります
- 濃度は不明で、大きなばらつきがありますが、レベルは主成分（%）からppbです。

ICP-MSを使う理由

ICP-MSは30%王水（3:1 HCl:HNO₃）で調製された大量の高マトリックスの鉱石や鉱物のサンプルを日常的に分析できます。既存の標準的なICP-OESサンプル前処理法を使用できます。ICP-MSでサンプルを測定するために、新しい分解メソッドを開発したり、高希釈液を使用したりする必要はありません

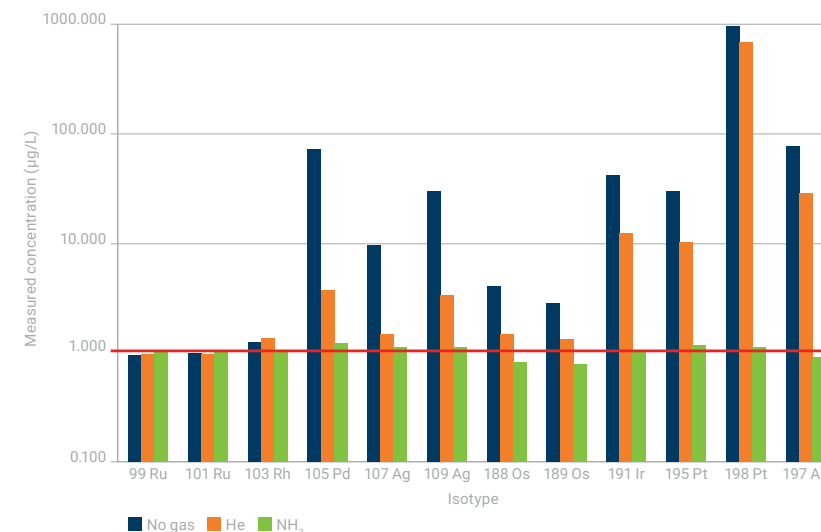
- ラボは超高マトリックス導入（UHMI）エアロゾル希釈システムを使って、高マトリックスサンプルを直接分析できます。オフラインまたはオンラインの液体希釈は必要ありません。
- ICP-MSは低濃度まで定量し、さまざまな成分を検出することで、さらに価値を高めます。
- また、非常に堅牢なUHMI条件により、多様な高マトリックスサンプルで、一貫して正確な回収率が保証され、キャリブレーションとQCが簡素化されます。
- ICP-MSはダイナミックレンジが広いので、Na、Mg、Al、K、Ca、Fe、Tiなどの主要元素と、REE、PGE、TCEなどの微量元素を一度の分析で測定できます。
- 一般的なマトリックス干渉の除去には、コリジョンリアクションセルでヘリウムを使用します。これにより、一般的な分析対象物で正確な結果が得られます



シングル四重極 ICP-MS を使用した場合の高塩類マトリックスのスパイク回収率（網掛けされたエリアは ± 10% の範囲）。UHMI エアロゾル希釈により、高マトリックスレベルで一貫性のある結果が得られます。

ICP-QQQ の利点

- ICP-QQQ を用いると、低い検出下限をさらに下げ、誤差を減らすことができます。
- マトリックスの干渉はシングル四重極 ICP-MS で誤差を引き起こし、貴金属のような低濃度元素の検出が不正確になる原因となります。
- ICP-QQQ でリアクションセルガスメソッドを使用すると、重要な分析対象物のスペクトル干渉を解決し、データの品質を向上させることができます。



ICP-QQQ のリアクションセルで NH₃（緑）を使用した白金族元素の 1 µg/L 添加回収率。ICP-MS/MS メソッドは、ガスを使わない（青）、またはヘリウムコリジョンガスを使用した（橙）シングル四重極 ICP-MS メソッドでエラーとなるマトリックス干渉を除去します。このサンプルマトリックスには、Sc、Ni、Cu、Zn、Rb、Sr、Y、Mo、Zr、Nb、Ta、Hf、W、および混合希土類元素がそれぞれ 10 ppm と Hg 1 ppm が含まれます。(3)

3. Demar D., Jean-Soro L., Desprez, A., Analysis of Platinum Group Elements (PGEs), Silver, and Gold in Roadside Dust using Triple Quadrupole ICP-MS, Agilent publication, 2022, [5991-6768EN](https://www.agilent.com/chem/analytical/3916668EN).

高純度薬品中の微量および超微量汚染物質の分析

半導体のウエハ製造などのエレクトロニクス製造プロセスで使用される高純度薬品は、金属不純物の濃度が極めて低くなければなりません。

このアプリケーションシナリオは、通常以下のとおりです。

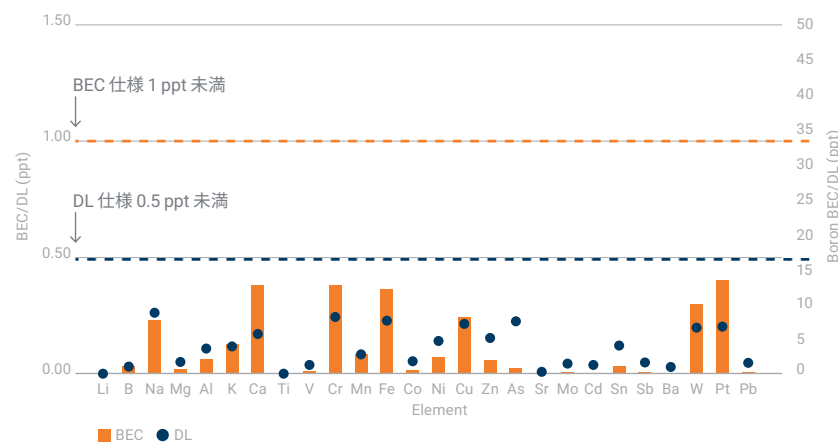
- サンプル数は日によって異なりますが、最高 50 に及ぶこともあります
- 測定される元素は通常、約 20 元素で、さまざまな高純度のサンプルが使われます
- 濃度は通常 1 桁 ppb ですが、1 桁以下の ppt になることもあります

この業界では、ICP-MS の検出下限は低くなければなりません、シングル四重極 ICP-MS では、一部のアプリケーションが要求する ppt 未満の濃度に対応できない可能性があります。

ICP-QQQ を使う理由

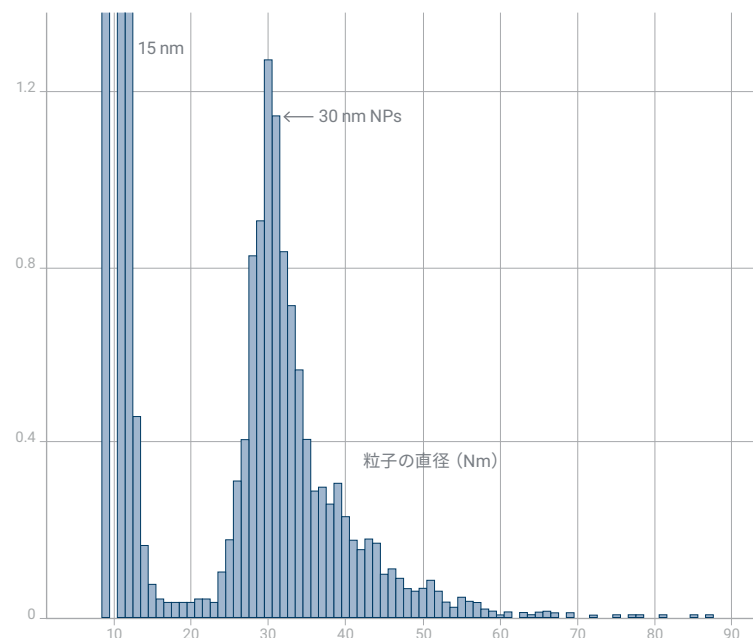
ICP-QQQ は、MS/MS モードと反応性セルガスメソッドを使って、スペクトル干渉を除去し、シングル四重極 ICP-MS よりも検出下限をさらに低くし、精度を向上させることができます。

例えば、エレクトロニクス製造で使用する超純水は汚染物質が 1 ppt 未満（ボロンの場合は 50 ppt 未満）という仕様で、検出下限 0.5 ppt 未満（ボロンの場合は 15 ppt 未満）を要求されることは珍しくありません。ICP-QQQ はこのような要件を簡単にクリアできます。

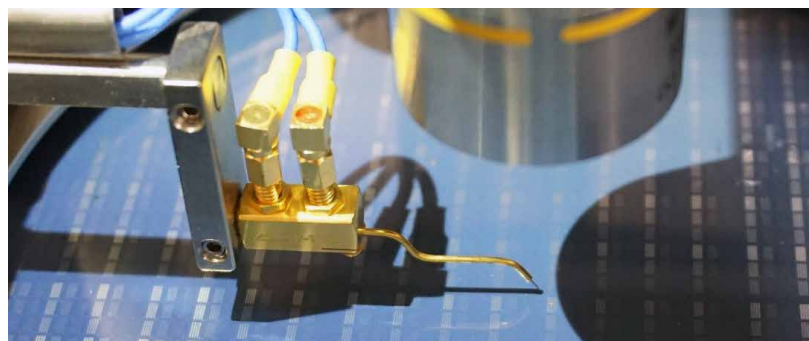


ICP-QQQ を使って測定されたバックグラウンド相当濃度 (BEC) は、エレクトロニクス製造用超純水仕様である 1 ppt 未満を大きく下回ります。ICP-QQQ の検出下限も指定された 0.5 ppt 未満を大きく下回ります。

- ICP-QQQ は、 H_2SO_4 の Ti と Zn、 HCl の V、有機溶媒の Cr など干渉元素のデータ品質を向上させます
- ICP-QQQ は、シングル四重極 ICP-MS では測定が困難な SiO_2 、 Fe_3O_4 などのナノ粒子を測定できます
- ICP-QQQ はシングル四重極 ICP-MS よりも感度が高く、バックグラウンドが低いため、異物粒子の解析精度が向上します



ICP-QQQ で測定された、高純度の酢酸ブチルに含まれるさまざまなサイズの鉄ナノ粒子の分布。



ICP-QQQ の MS/MS モードを使用すると、半導体製造用化学物質や溶媒、CMP スラリーなどにおいて、シングル四重極 ICP-MS を使った場合よりも小さなナノ粒子を測定することができます。

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いません。
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。

DE60328579

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, May 4, 2022

5994-4830JAJP

