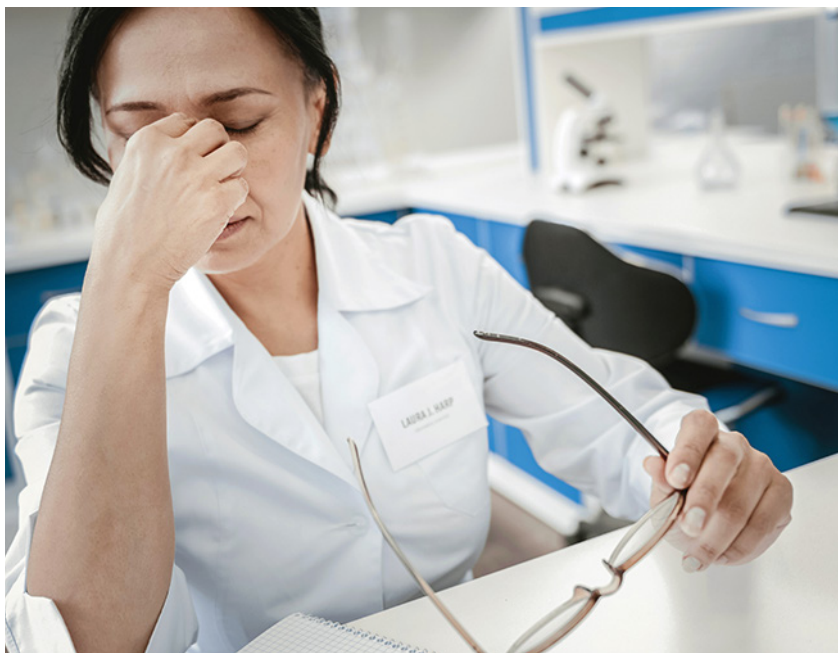


ICP-MS 分析での
時間の浪費による生産性低下と
その回避方法

ICP-MS ワークフローに潜む時間の無駄

誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS）は、幅広いサンプルの主要元素および微量元素を測定できる、確立された手法です。利用されている産業は、食品、農業、環境、地球化学および地質学、材料および半導体、石油化学、ライフサイエンス、臨床研究、核エネルギーと多岐にわたります。



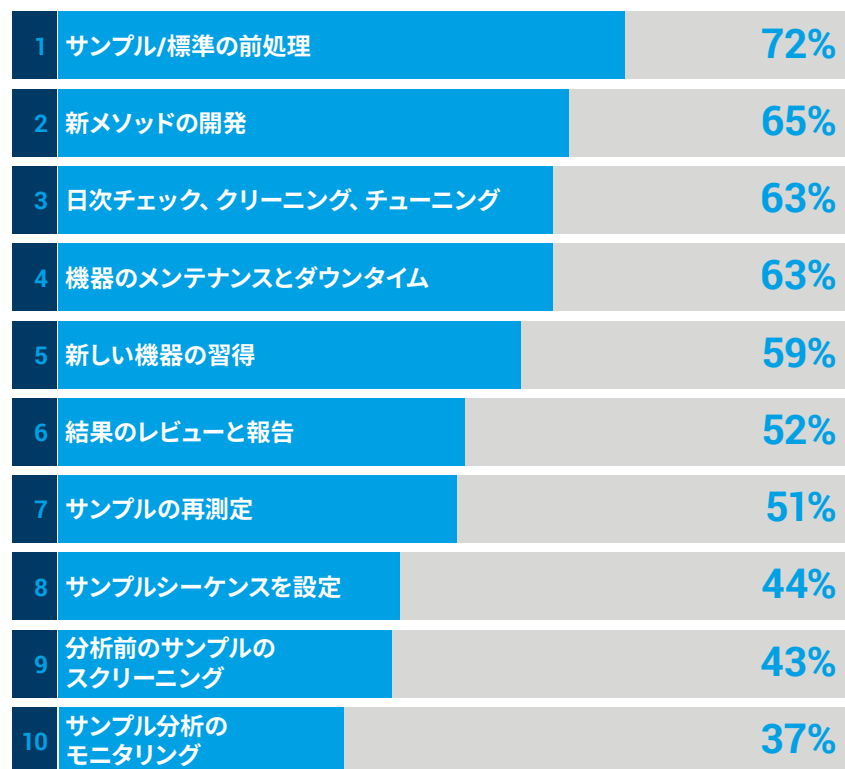
ICP-MS は高感度でマトリックス耐性があり、測定可能な濃度の範囲が広いことで知られています。シンプルなスペクトル、そして干渉の制御における信頼性の高さのために、ICP-MS はラボの日常業務だけでなく、飲料水や環境のモニタリング、食品安全性、医薬品製造といった規制アプリケーションでもよく利用されています。

より優れた検出下限とサンプルスループットを求めて、多くのラボが他の原子分光分析手法から ICP-MS への切り替えや、手持ちの ICP-MS のアップグレードを進めています。ICP-MS をまだ使用したことのないラボの場合、習得が難しいと考えているかもしれません。使いにくく、運用と維持にコストがかかると思っているラボもあるでしょう。このように認識され、ICP-MS が採用されないということもあるのではないのでしょうか。

すでに ICP-MS を使用しているラボでも、メソッドやワークフローの最適化に苦勞する場合があります。そして多くのラボは、このような困難は ICP-MS のセットアップと運用では避けられないと考えています。ICP-MS メソッドを最適化できていない場合、非生産的で不必要な作業、つまり時間の無駄となる作業が、生産性と収益性に影響を及ぼします。このような無駄は、実際にかかった時間以上のコストにつながりかねません。手作業でのメソッドの設定や機器のチェック、分析の再実施などは、従業員に大きな負担となります。そして仕事への不満がたまり、ミスを起こしやすくなります。その結果、ミスによりまた再分析が必要になったり、サンプルの分析時間に影響したり、報告する分析結果の品質が落ちたりしかねません。これではラボの評判を危機にさらしてしまいます。

時間の浪費につながるもの

最近、ラボのマネージャを対象に実施したオンライン調査¹をご紹介します。この調査では、一般的な時間の無駄のうち、各ラボでの ICP-MS 分析に対する影響が特に大きいものを順位付けしました。以下がその結果です。



ここに挙げられた時間の無駄は、ICP-MS では避けられないと思えるかもしれませんが、日常的に受け入れざるを得ないことだ、とお考えかもしれません。しかし、分析をより効率的に実施できる、優れた方法があるのではないのでしょうか。日々を過ごしやすくし、従業員の幸福度を高め、結果の信頼性を向上させる方法があるはずです。

洗練された科学的手法と同じように、ICP-MS で正確かつ再現性の高い結果を得るには、ある程度の知識と経験が必要です。しかし幸いにも、機器の自動化が進むにつれて分析の実施に求められる経験度は下がりました。最新の ICP-MS 機器には、あらかじめ定義されたメソッドテンプレートや自動最適化のルーチン、性能チェック、自己診断用のセンサとモニタが備わっています。組み込まれたこれらの機能は、以前は熟練のオペレーターにのみ可能だった専門的な技術を再現しています。

役に立つのは機器の機能だけではありません。分析のやり方を少し変えるだけでも、ラボのプロセスを改善できます。

本書では、日常的な ICP-MS 分析に影響する一般的な時間の無駄を検証し、その影響を最小化する、またはすべて回避するためのソリューションを提供します。

1. 2020年9月にアジレントが実施しました。すべての回答者が最も影響が大きいと回答する場合を100%としています。

目次



新しい機器の習得

時間の浪費につながること

ICP-MS を始めて使う場合、習得や運用が難しいと思われがちです。あるメーカーの ICP-MS だけに習熟している場合も同じです。ほかのメーカーの機器が使いやすいかもしれない、ということに確信が持てないようです。ICP-MS は一般的に、効果的な使用方法をいくらか時間をかけて習得する必要があります。これは他の高度な分析器機と同じです。ですが、先進的な ICP-MS にはソフトウェアインターフェースとワークフローのソリューションがあります。そのため習得にかかる時間は短くなり、またプロセスも簡素化されています。

ラボによっては、新しいことの習得を避けたいというだけで、旧式の機器を使い続けていたり、古い機器を同じ種類の機器に交換したりします。古い機器による制約にどうにか対処しているラボもあります。その方が新しい機器を導入するより容易だと考えてのことです。しかし、民間のラボにはビジネス上の競争があります。競合ラボが導入した新しいシステムより性能の劣る古い機器を使い続けられれば、コストがかさむ可能性があります。より機能の多い機器なら、現在測定できないサンプルも分析できるかもしれません。また、分析速度と正確さを向上させ、事業を他の分野に拡大できるかもしれません。最新の ICP-MS には、機器のセットアップと、古い機器からの既存メソッドの移管のプロセスを簡単にする機能も含まれています。



ソリューション

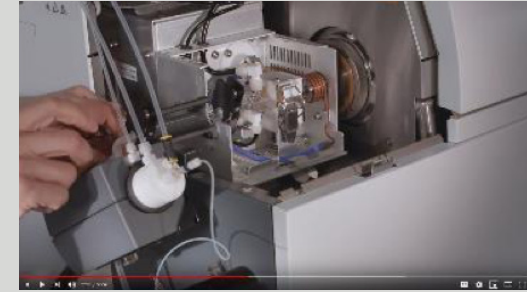
新しい機器を選ぶときは、正しく質問する

新しい ICP-MS の購入を検討しているなら、以下のヒントが役立つかもしれません。

- その機器で日常的に扱うことになる主なサンプルを複数用いて、機器をテストします。すべての機器に同じ機能が備わっているわけではありません。また、公開されている仕様書の情報のみで判断しないようにします。実際に使用した場合の性能差は、特に分析困難で複雑な高マトリックスサンプルで顕著にわかります。性能テストには、特に扱いの難しいサンプルタイプを用いましょう。

ベンダーには、ラボのワークフローに合った方法でのデモを依頼します。大がかりなメソッド設定を行わずに、日頃から「受け取ったまま」サンプルの分析を行っているラボもあるでしょう。この場合、サンプルテストでもこのような方法が可能かどうかを確認します。そのシステムが自分たちのラボでの使いやすさについて、重要なインサイトを得られるでしょう。

- ラボの運営方法を考慮します。ルーチンのサンプル分析を、専門家ではないシフト勤務の化学者が行っていないか。使用するメソッドの設定のみ、より経験豊富なアナリストが行っている場合はないでしょうか。その場合、ルーチンの分析を必ずワークフローどおりに実施できるようにするために、インターフェースが簡素化されているのかもチェックします。
- 複数の機器/手法を同時に管理している場合は、機器のインターフェースをタブレットなどのモバイル端末で動作できると便利です。サンプルの分析を別の場所からモニタリングできます。分析の状態を、視覚的にわかりやすいインジケータで画面に表示できることも重要です。ラボに戻ってきたら 1 時間前に QC エラーが出ており、多数のサンプルで測定のやり直しが必要になった、というようなことは避けたいはずです。
- デモ中には、サンプルタイプが異なる場合に設定変更の必要なメソッドがないか確認しておきます。ラボで幅広いサンプルを扱っている場合、サンプルタイプが変わるたびに複数のメソッドで設定を調整しなければならないかもしれません。これは大きな時間の無駄になります。
- ベンダーからサポートやトレーニングが提供されるのかも検討すべきです。機器の設置後、すぐに対面でのトレーニングをラボで受けられるでしょうか。その後、問題が起こった場合にはリモートサポートを受けられるでしょうか。サービスエンジニアの到着を待たなければならないでしょうか。サポート品質はどうでしょうか。また、継続的なトレーニングや教育プログラムはあるでしょうか。機器メーカーの Web サイトをチェックして、提供されているトレーニングや教育コースを確認しましょう。その頻度や、オンラインか対面での講義形式かも調べておきます。講義形式の場合、実施場所が近いのかも大事なことです。



無料のトレーニングの利用

YouTube などの動画サイトでハウツー (How to) 動画が視聴できる場合があります。このような動画はトレーニングや学習に最適なりソースです。例えば YouTube には、[アジレントが ICP-MS に関する動画セットを公開](#)しています。

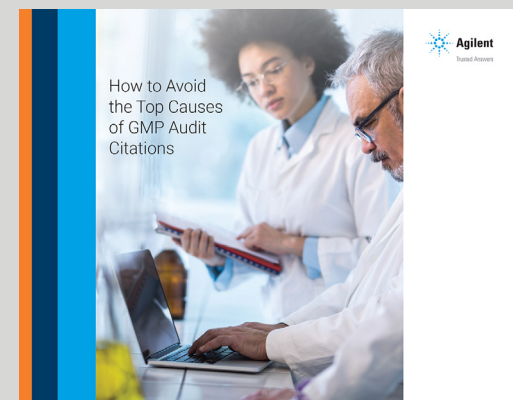
機器とともに提供されるリソースをすべて活用

新しい機器の多くは、新規ユーザーが使いやすいように数々の情報とツールが購入時に提供されます。例えば Agilent 7850 の場合は動画と操作ガイドがあり、機器のソフトウェアに含まれるヘルプ & ラーニングセンターで見つけることができます。また、[ICP-MS リソース](#)には膨大な情報があり、新規ユーザーと熟練ユーザーの両方にとって役に立ちます。

機器は作成済みのメソッド（および/またはメソッド開発ツール）とともに提供されることも多く、メソッドを推測頼みで作成するようなことを避けられます。これらのメソッドは、新しいユーザーが苦勞することのあるパラメータの多くをあらかじめ定義済みです。例えば、同位体や内部標準の選択、使用すべきセルガスモード、積分時間の設定などです。定義済みのメソッドにより、新しいメソッドの作成は簡素化され、短時間で完了するため、メソッドの設定でのエラーも低減できます。

SOP でルーチンのワークフローを記録

適切な文書化により、新しい機器の習得を促進できます。標準操作手順書（SOP）には、手順ごとの明確な解説を画像付きで掲載するとよいでしょう。また、一般的な問題に対処するためのヒントも含めます。アジレントのような機器メーカーは、一般的な ICP-MS 分析用に作成済み SOP のテンプレートを用意できます。これを使用することもできますし、自社の SOP テンプレートに合わせて修正もできます。ICP-MS 分析の使いやすい SOP を最初から作成するには、数週間を必要とする場合があります。既存のテンプレートが使用できれば、時間を大幅に節約できます。



役に立つ SOP を作成するには

この表紙の eBook は製薬業界向けですが、SOP を使っているどのラボでも参考にいただけます。以下の内容がまとめられています。

- 読みやすさとわかりやすさを重視して書くこと
- 使いやすい SOP 作成とコンプライアンスとのバランスを取ること
- SOP をテストして一貫性を確保すること

[eBook をダウンロード](#)

新メソッドの開発

時間の浪費につながること

新しい ICP-MS のメソッドを作成し、最適化し、検証して文書化するのは時間がかかります。手法に慣れていないラボでは特にそうです。さらに負担となるのは、規制コンプライアンスを目的とした性能テストとメソッドの文書化です。プロセス全体に数週間から数か月がかかるためです。習熟度の低い ICP-MS システムについて、新たにメソッドを作成したり、機器を設置したりする場合、何から始めればよいのでしょうか。どうすれば時間を節約できるのでしょうか。



ソリューション

実績のある、既存のメソッドを使用

新しい ICP-MS には、作成済みのメソッドのテンプレートが含まれていることがあります。Agilent 7850 でも、作成済みの、いわば「プリセット」されたメソッドが提供されます。対応するアプリケーションも多く、環境サンプルであれば EPA 6020、EPA 200.8、ISO 17294、医薬品製造であれば USP、ICH、ChP のメソッドなどです。Agilent 7850 には一般的なメソッドも含まれており、マトリックス濃度の異なるサンプルごとに設定が最適化されています。特定の分析対象物や内部標準、サンプル導入設定に合わせて変更して使用できます。変更が適用されると、メソッドとパラメータに加えてキャリブレーションレベルや QC 設定などの関連情報が、「バッチファイル」として保存されます。バッチファイルはその後のサンプルバッチのテンプレートとして使用することができ、セットアップの時間の大幅な節約につながります。バッチファイルにより、適用されるメソッドの設定の一貫性が確保できます。機器を操作するアナリストが変わっても、同じ設定が適用されます。

さらに ICP-MS は、ユーザーに合わせて特別に作成されたメソッドを提供できることもあります。ICP-MS のメーカーにサンプルを送るか、デモにサンプルを持っていくようにしましょう。メーカーのアプリケーションケミストが、そのサンプルの分析で使用したメソッドをテンプレートとして保存できる場合があります。このテンプレートを提供してもらるか、設置時にシステムにロードすることで、特定サンプルでの性能が保証された実用的なメソッドが得られます。

関連するメソッドのテンプレートが機器に含まれていなかった場合は、AOAC の公式メソッドや、US EPA または ASTM の Web サイトで公開されているメソッドを利用できます。これらのメソッドは使用する機器に合わせてチューニングする必要があるものの、とても役に立ちます。アジレントコミュニティ (community.agilent.com) などのオンラインコミュニティにアクセスすると、類似のメソッドを作成したことのある人に質問することもできます。機器メーカーの Web サイトに公開されているアプリケーションノートも、便利な情報源です。さらに、多くの機器メーカーはメソッド開発のコンサルティングも行っています。サンプルやメソッドが特に一般的でない場合は、役に立つソリューションかもしれません。

新しいメソッドを定義

既存の、あるいは定義済みのメソッドテンプレートを使用するにせよ、始めから開発するにせよ、長期的に分析を行う場合に重要となるパラメータがあります。その中でも特に重視すべきなのは、メソッドが適切にセットアップされていることを確認するためのパラメータです。これは分析対象のサンプルのマトリックス濃度を調整し、スペクトル干渉があった場合に対処するためです。

ICP-MS のマトリックス耐性は、プラズマの強さ（ロバスト性）で決まります。これは CeO/Ce 比でモニタリングします。メソッドで定められたプラズマの状態が、分析対象のサンプルタイプとマトリックス濃度に対して適切かどうか、必ず確認します。高マトリックスサンプルであるほど、より強い（CeO/Ce 比が低い）プラズマが必要です。強さの不十分なプラズマでの分析は、マトリックスの堆積やメンテナンス頻度の増加、信号ドリフト、QC エラー、再分析といった長期的な問題を引き起こします。

標準物質を用いてメソッドの性能を検証

認証標準/標準参照物質（CRM/SRM）の分析によりメソッド性能を検証することで、そのメソッドで正確な結果が得られるかどうか判断できます。標準物質のサブライヤは数多く、幅広いサンプルタイプに対応しています。分析対象のサンプルのマトリックスに近いものを発見することは、おおむね可能でしょう。

分析性能に加えてサンプル前処理を検証するには、標準物質を分析対象のサンプルと同じように前処理する必要があります。その後、その標準物質を各サンプルバッチに加え、未知のサンプルと同じように分析します。そのメソッドでの結果が標準物質に含まれる各元素の認証値と一致すれば、実施したサンプル前処理で優れた回収率が得られると考えられます。標準物質で正確な結果が得られれば、検量線の正確さも確認できます。

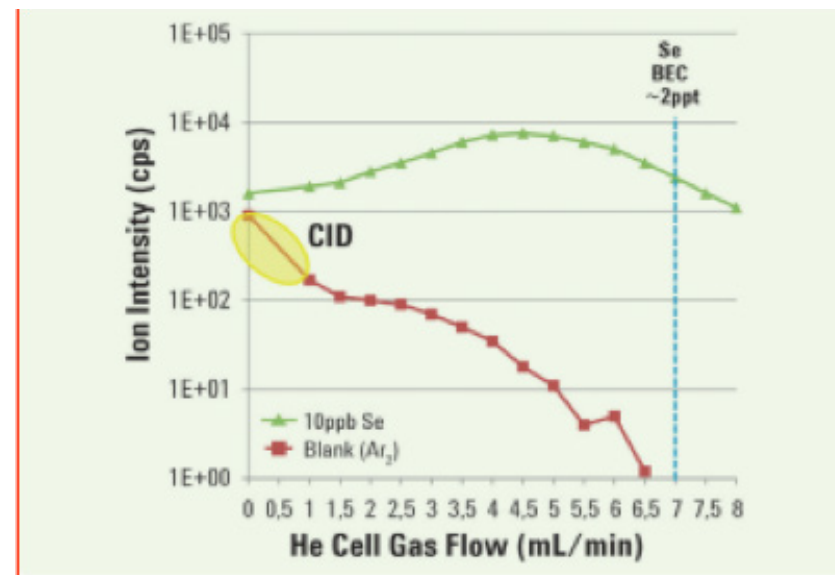
多原子イオン干渉の制御にヘリウムモードを使用

多原子イオン干渉の制御は ICP-MS メソッドの多くで重要な要件となります。干渉は、サンプルのマトリックスが高く、多彩で複雑であることの多い食品および環境アプリケーションで問題になることがあります。Agilent ICP-MS システムでは、ヘリウム (He) コリジョンモードに最適化されたコリジョンリアクションセル (CRC) を用意しています。これは一般的な多原子イオン干渉に対する、シンプルで信頼性の高いソリューションです。

CRC の多くはコリジョンモードとリアクションモードのいずれでも使用できますが、セルの設計次第ではどちらか一方でより優れた性能を発揮する場合があります。このモード (コリジョンリアクション) は、セルに添加されたガスが不活性ガス (He など) か反応性ガス (H_2 、 O_2 、 NH_3 など) かに依存します。ルーチンでの多元素分析では、ほかのどの反応性ガスよりも He コリジョンモードが一般的です。そのため、多元素分析や未知の多様なサンプルタイプの場合には、He モードが適しています。

He モードでは運動エネルギー弁別 (KED) を使用して多原子イオンを除去します。一方で、単原子イオンはセルを通り抜けていきます。KED は物理的な処理で、多原子 (分子の) イオンは同質量の単原子イオンよりも衝突断面積が広いことを利用しています。多原子イオンはより頻繁にセルガスと衝突し、より多くのエネルギーを失います。そのため、セル射出でのバイアス電圧を使用して排出することができます。He コリジョンモードは一般的な多原子イオン干渉で有効です。大半の元素に効果があり、マトリックスが複雑かつ未知のサンプルタイプに幅広く適用できます。マトリックスによる通常が多原子イオン干渉を除去することで、一般的な分析対象であれば主要同位体のスペクトルが得られます。He モードはまた、二次 (クオリファイア) 同位体の一般的な多原子イオン干渉も除去します。クオリファイア同位体の測定で分析時間が数秒、延びますが、主要同位体で得られた結果を確認することが可能になります。二次同位体は、環境および製薬産業の一部の規制メソッドにも推奨できます。これらの産業では、結果の確認に追加の同位体を使用されています。

CRC で単一のヘリウムモードを使用すると、メソッドの設定を簡素化して時間を節約できます。また、サンプル間の分析の時間も短縮できます。それぞれの分析物質に異なるセルガスを用いる場合、セルを排気してセルガスを変更するために遅延が生じます。すべての分析対象にヘリウムを用いた場合と比較すると、分析全体にかかる時間は格段に長くなります。



この図はヘリウムモードによる多原子イオン干渉の低減効果がよくわかる例で、Se に対する Ar_2 干渉の低減を示しています。ヘリウム流量 7 mL/分で、 Ar_2 は ^{78}Se の信号への影響が最小限となるレベルまで減少しました。

しかし He モードは、一般的な多原子イオン干渉には効果的なものの、同重体干渉や二価イオン干渉を解決することはできません。また、分析対象の濃度が極めて低い場合や、一般的ではない干渉に対しては、反応性ガスのほうが効果的に干渉を除去できる場合があり、検出限界を引き下げられます。ところが、リアクションモードは通常、シングル四重極 ICP-MS での多元素分析には適用できません。シングル四重極 ICP-MS では、反応性ガスは別のエラーの原因となるためです。例えば、反応プロダクトイオンを形成して他の分析対象に干渉します。

コリジョンセル/リアクションセルの化学反応の制御は、トリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) の大きな利点です。ICP-QQQ には質量選択の追加手順 (Q1) があり、セルに入れて反応させるイオンをコントロールできます。この手順により、シングル四重極の機器でのリアクションモードの場合に発生する干渉を回避します。

注：US EPA は現在、メソッド 200.8 を使用した飲料水の測定でのセルガスの使用を許可していません。土壌や廃水など、他のサンプルタイプの測定ではセルガスを使用できます。このようなマトリックスのより複雑なサンプルでは多原子イオン干渉が起りがちですが、He モードにより除去できます。

二価イオン干渉を補正

マトリックスと分析対象の濃度が、特定の余り一般的ではない組み合わせとなっている場合に、二価イオン干渉が起りやすくなることがあります。これは He モードで除去できません。バリウム (Ba) や、Nd、Sm、Gd といった希土類元素 (REE) など、第二イオン化ポテンシャルが比較的低い元素もあります。つまり、これらの元素がプラズマ中で形成する二価イオンの割合が低いということです。二価イオン干渉は多原子イオン干渉ほど問題にはなりません。しかし、サンプルが含有する REE 濃度が比較的高い場合に、低濃度のヒ素 (As) やセレン (Se) の分析に影響することがあります。アプリケーションで微量の As や Se 分析が必要となる場合、二価 REE による影響は、Agilent ICP-MS MassHunter ソフトウェアに組み込まれた「ハーフマス補正」を使用して補正することができます。サンプルに Ba や REE が含まれている場合、ハーフマス補正を用いることで、ICP-MS 分析の精度を向上させ、As および Se の検出下限を引き下げることができます。

適切な内部標準を選択

Agilent 7850 の特定アプリケーションに対してプリセットされたメソッドには、そのアプリケーションでの一般的なサンプル測定に適しているとされている、デフォルトの内部標準 (ISTD) が含まれています。新しいサンプルタイプを汎用メソッドで分析する場合、適切な内部標準元素を選択することで、正確かつ安定した分析が可能になります。使用する ISTD 元素が規制メソッドで指定されていない場合、適切な元素を選択するために、次のような簡潔なガイドラインを使用できます。

- サンプル中がないこと
- 補正する分析対象と同じ質量範囲にあること
- 補正する分析対象とイオン化ポテンシャルが近似していること
- 分析対象の成分元素と化学的な互換性があり、また化学的に安定していること
- 分析するサンプルタイプでの干渉に影響されにくいこと²
- 分析対象の成分元素での干渉を引き起こしにくいこと²

すべての分析対象について、質量とイオン化ポテンシャルの両方に完全にマッチする内部標準が見つからないこともあります。そのような場合は妥協も必要です。飲料水などマトリックスがシンプルなサンプルでは、質量が中程度の内部標準 1 種類だけで分析できることもよくあります。複雑な高マトリックスサンプルでの分析の精度と安定性は、質量範囲とイオン化ポテンシャルが異なる複数の内部標準を使用することで改善されることも多いです。

2. 最新の ICP-MS では、このリストの最後の 2 つは通常は考慮する必要がありません。ISTD 元素に対する、または ISTD 元素に起因する多原子イオン干渉は、He セルモードの使用により除去されます。



質量電荷比:66

質量電荷比:66

ICP-MS で用いられている四重極マスフィルタは、その質量電荷比 (m/z) に従ってイオンを分離します。 $^{66}\text{Zn}^+$ および $^{132}\text{Ba}^{2+}$ の m/z は同じ 66 であり、四重極マスフィルタは両イオンを区別できません。

ハーフマス補正による二価イオン干渉の除去について、詳細はアジレント技術資料をご確認ください。
『[Agilent ICP-MS MassHunter による二価イオン干渉の補正の簡素化](#)』

ISTD の質量が一致しているほど、質量による信号ドリフトをより適切に補正できます。一方でイオン化ポテンシャルが一致している場合は、イオン化抑制の補正に優れています。どちらを重視するかは、分析するサンプルタイプと、特にプラズマのロバスト性などのチューニングによって異なります。強力なプラズマは信号ドリフトと抑制をどちらも低減するため、ISTD 元素を一致させる必要性も小さくなります。

ISTD および分析対象と ISTD の組み合わせを決定したら、通常はメソッドに含めておくことができます。また、その後の分析対象のためにサンプルバッチのテンプレートにも書き込みます。

「[多原子イオン干渉の制御にヘリウムモードを使用](#)」の項目にあるとおり、ICP-MS を He コリジョンモードに最適化したコリジョンセル/リアクションセルで使用することで、ISTD に対する、また ISTD に起因する干渉を含む大半の多原子イオン干渉を除去できます。ロバスト性の高い (CeO の低い) 条件下でのプラズマの使用により、多原子イオンの形成も低減できます。これら 2 つのアプローチをメソッド開発に取り入れることで、信頼性の高い内部標準元素を選ぶ際の選択肢が広がります。

化学的安定性を簡単に改善するには

ICP-MS 分析のサンプル前処理で添加する酸には、長い間 HNO₃ が好まれてきました。HNO₃ のみを使用することで多原子イオン干渉を避けることができます。H₂SO₄ や HCl など他の酸と用いると、多原子イオン干渉が起こる場合があります。しかし、一部の元素では、HCl がないことが多くの問題につながります。

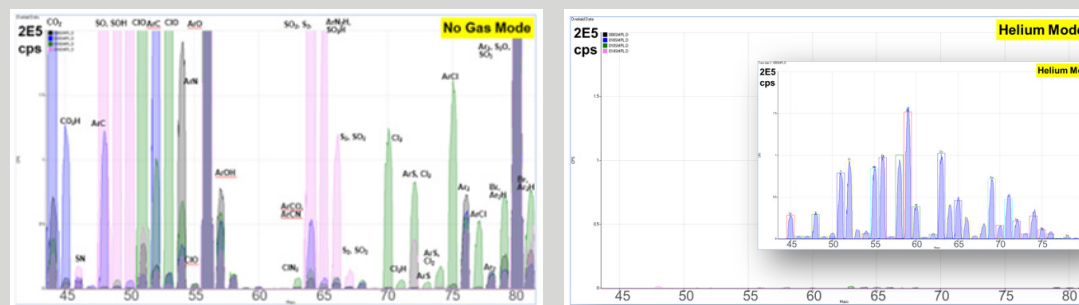
- 前処理中の抽出効率が悪い (土壌中からの Sn の抽出など)
- 多くの元素で安定性が不足 (Hg, Sn, Mo, W, Ag, As, Se, PGM, REE)
- 共存イオン/リガンドがないため、標準液中の多くの元素で直線性と安定性が低い
- サンプルの置換 (安定化) および洗浄が遅いという特徴

He コリジョンモードで ICP-MS を使用すると Cl ベースの多原子イオンを除去できます。これにより、サンプルと標準液にルーチンで HCl を添加 (0.5 % 以上) できます。これは、上のリストの問題を解決し、サンプル前処理とメソッド開発の簡素化にもつながる簡単な方法です。

コリジョンモード/リアクションモードを利用した多原子イオン干渉の除去

ICP-MS の大きなメリットはスペクトルのシンプルさです。天然の元素にはすべて (In を除き)、少なくとも 1 つの同位体 (質量数) があります。この同位体は他の元素による干渉を直接には受けません。これらの「干渉から自由な」同位体が、通常は ICP-MS 分析での主要同位体とされます。しかし、このような同位体が常に、最も豊富にあるわけではありません。実際には、ICP-MS 分析に影響するスペクトル干渉の多くが、多原子 (分子) イオンの干渉に起因しています。

分析ではサンプルマトリックスから一般的な多原子イオン干渉が多数発生することを念頭に置いておく必要があります。干渉はサンプルタイプによって異なり、予測も難しい場合があります。しかし、現在使用されている ICP-MS は、通常はヘリウム (He) コリジョンモードでコリジョンリアクションセルを用いることで、多原子イオン干渉に対処できます。一般的な多原子イオン群に対する He モードの有効性を下図に示します。



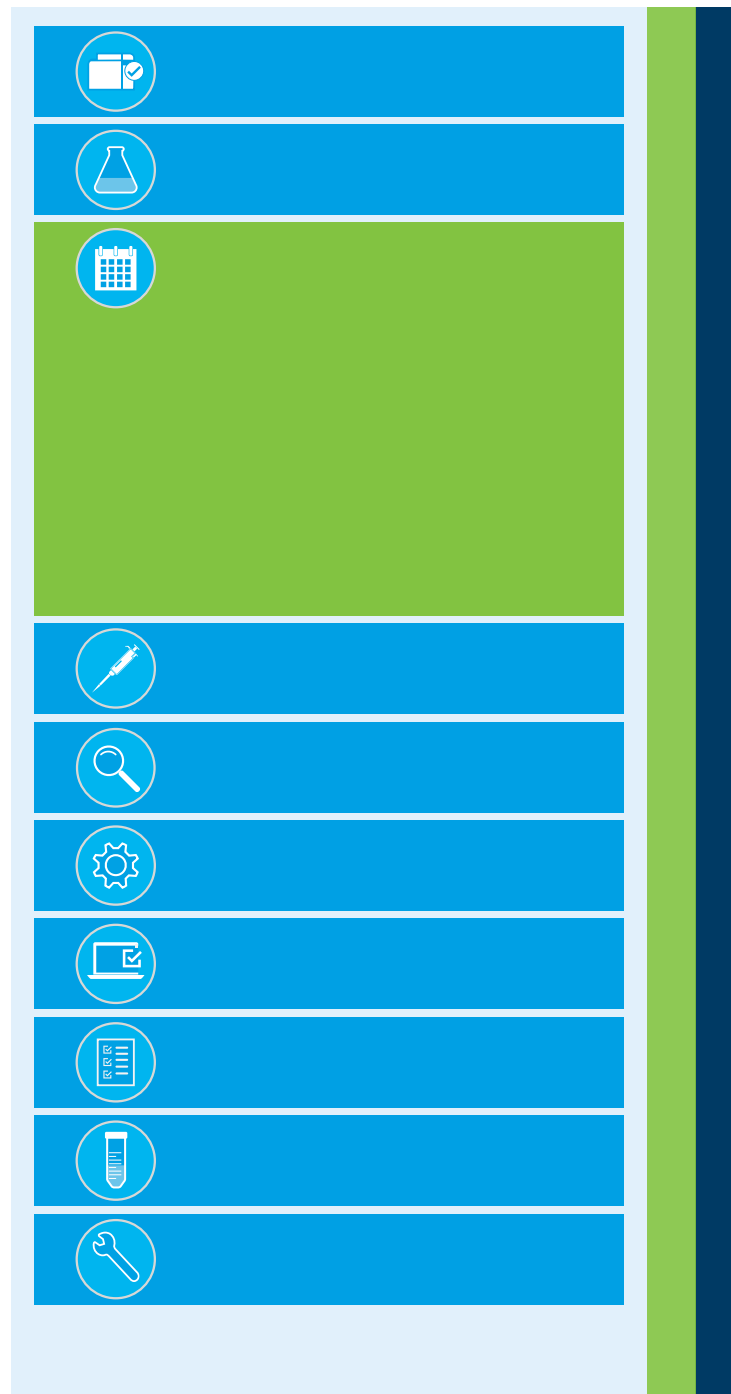
これらのスペクトルは、複数の一般的なマトリックス成分によってバックグラウンドが多原子イオンが形成されていることを示しています。各イオンは次のように色分けされています: HNO₃ (グレー)、HCl (緑)、H₂SO₄ (ピンク)、イソプロピルアルコール (青)。左側のスペクトルは、マトリックスによる多原子イオンがノーガスモードで集中的に存在していることを示しています。一方で右側のスペクトルは、同じサンプルの He コリジョンモードでの測定を示しています。He モードでは、すべての多原子イオン干渉が無視できる程度まで低減されており、干渉のない分析が可能となります。この図のスペクトルは、各元素を 10 ppb 添加した、同じマトリックス混合液を示しています。同じく He モードで測定されたものです。すべての分析対象で優れた感度を維持でき、すべての同位体が理論上のアバundance ステンプレートと一致しました。

日次チェック、クリーニング、チューニング

時間の浪費につながること

サービスコールの 10 % 近くは、定期的なクリーニングを実施していなかったことが原因です³。一部のラボでは、ルーチンのメンテナンススケジュールの改善によって、サービスエンジニアの到着を無意味に待つという無駄な時間を回避できると考えられます。ICP-MS について、定期的なクリーニングとメンテナンスが必要と考えられる 6 か所を以下に示します。

1. サンプルングプローブとサンプル取り込みチューブ
2. ペリスタルティックポンプチューブとポンプのクランプの張り
3. ネブライザ、スプレーチャンバ、トランスファチューブ、プラズマトーチ
4. インタフェースコーン
5. イオンレンズ
6. 真空ポンプオイルとエアフィルタ



ソリューション

ネブライザの問題を回避

ネブライザの一部に詰まりがある場合、感度と精度が低下し、信号のドリフトが起こる原因となります。ICP-MS システムで一般的に使用されるマイクロフローネブライザは、懸濁液中の固体（粒状物質）を導入すると詰まりが発生します。

ネブライザの詰まりを防ぐ方法を以下に挙げます。

- － サンプルを必ず分解またはフィルタリングする、あるいは懸濁液中の粒状物質を分析前に沈下させる
- － プラズマ消灯の前に試薬ブランクで 10 分以上洗い流す（機器のソフトウェアで設定）
- － リントフリーの布のみを使う
- － ネブライザをバックフラッシュするために、ネブライザクリーニングツールを使う。これにより、粒子の詰まりを取り除き、ネブライザの先端を完全にクリーニングできます。アジレントでは部品番号 G3266-80020 で販売しています。

その他のガラス器具の問題を防止 (スプレーチャンバ、トランスファチューブ、トーチ)

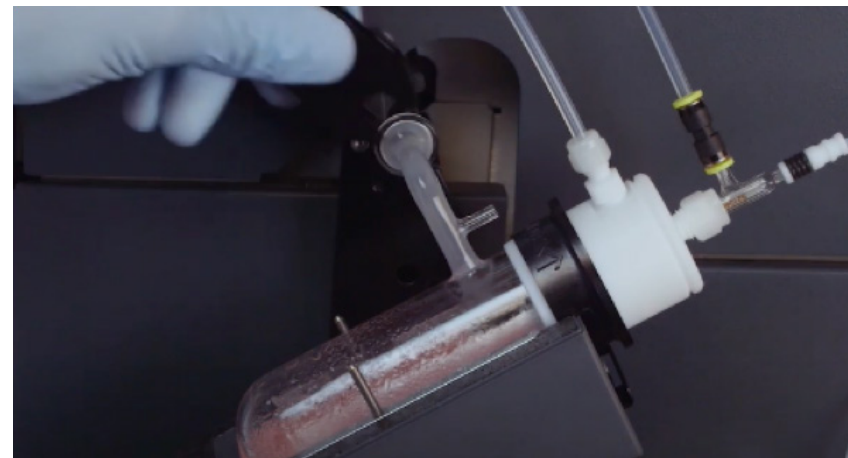
汚れたスプレーチャンバは精度の低下につながります。短期的な精度は、性能チェックを分析の前後にスケジュールしておくか、各サンプルの繰り返し分析で得られた %RSD を確認することでモニタリングできます。また、中期的な精度は、問題の発生を示すのみで精度の低下を防ぐことはできませんが、QC 溶液を使用することでモニタリングできます。

スプレーチャンバの汚れや汚染は、不十分な排液や、プラズマに供給されるエアロゾルの不均一な吸引につながります。この問題は、スプレーチャンバ内で溶液がどのように流れ落ちているかを観察すると発見できます。正常な状態であれば、溶液はスプレーチャンバを液膜状に流れ落ちます。液膜ではなく液滴が流れ落ちている場合は、スプレーチャンバが汚れています。

オイルなど含有する有機物の多いサンプルには、スプレーチャンバの汚染を引き起こすという固有の問題があります。有機物の多いサンプルの分析は、スプレーチャンバの排液に関連するさまざまな問題につながるほか、不十分な洗浄の原因となります。スプレーチャンバは、分析の終了時にきれいな洗浄溶液を数分間流すことで洗浄できます。有機物を多く含むサンプルや高塩濃度マトリックス用に、サンプル導入コンポーネントを別に用意しているラボもあります。別のサンプル導入コンポーネントを必要に応じて取り付けることで、ルーチンのサンプルに使用するサンプル導入システムを長持ちさせられます。

スプレーチャンバの種類が異なると、洗浄の特徴も異なります。しかし、それだけを分けて考慮すべきではありません。サイクロニックスプレーチャンバ⁴ の場合は路長が短く、液滴のサイズ幅が広いいため、スプレーチャンバを通してより多くの溶液を流すことができます。これは洗浄を改善しますが、マトリックス負荷とプラズマ中での酸化のレベルは上昇します。そのため、プラズマのロバスト性が弱まってマトリックスの分解が不十分になり、干渉が大きくなるうえにイオン化が減弱します。これでは洗浄によるメリットをデメリットが上回ることになります。

この場合、ガラス器具のクリーニングをルーチンのメンテナンススケジュールに含めます。また、可能であれば、日々の分析の開始時と終了時に機器の性能チェックを実施するとよいでしょう。ICP-MS がメーカーの仕様書どおりに稼働しているか確認するために、性能を簡単にモニタリングできます。



スプレーチャンバ内に多数形成された液滴は、スプレーチャンバが汚れており、クリーニングの必要があることを示す兆候の 1 つです。

4. Agilent ICP-MS ではサイクロニックスプレーチャンバは不要です。

メンテナンススケジュールの管理には、Agilent ICP-MS ソフトウェアのアーリーメンテナンスフィードバック (EMF) 機能が役立ちます。スプレーチャンバのクリーニングといったルーチンのメンテナンス作業について、アラートをセットできます。EMF の時間は、油分や食品サンプルといった高マトリックスサンプルを分析する場合には、分析対象のサンプルタイプに要求されるメンテナンス頻度に合わせて調節できます。よりクリーンなサンプルの場合ではメンテナンス頻度を少なくし、必要となった場合にのみメンテナンスを実施することで、時間の無駄をなくすことができます。

ポンプチューブを手入れする

ポンプチューブの摩耗は、多くのラボで軽視されがちな問題です。データ品質への影響が認識されておらず、交換されないままのチューブも多くあります。交換の必要なポンプチューブをそのままにしておくと、不安定な信号や信号ドリフト、精度の低下に加え、サンプル置換の遅さや分析対象のキャリーオーバーといった化学的安定性の問題を引き起こしかねません。摩耗したチューブの交換は、シンプルでコストのかからないメンテナンス作業です。しかし、不必要に頻繁に交換すると、消耗品費と時間の無駄が増加します。

取り込みチューブやポンプチューブのメンテナンスが不十分な場合は、接合部からの漏出や異常な張り、気泡などの問題につながります。ストレスの多いラボでは、サンプルの分析前にペリスタルティックポンプチューブを締め忘れることがあるかもしれません。排液用ポンプチューブを逆向きに取り付けることすらあるかもしれません。

摩耗や漏出、調製不備のあるペリスタルティックポンプチューブは、分析中の感度の低下やドリフトの原因になります。摩耗したチューブでは、使用につれて送液の効率が変わるためです。精度およびドリフトは、どちらも QC 溶液でモニタリングできますが、その一般的な測定間隔は 30 ~ 40 分です。つまり、QC エラーとして問題が発覚するまで、解決を先送りすることになります。特に、最後に合格した QC まで遡ってサンプルを再測定しなければならない場合は、多大な時間が無駄になります。

定期的な日常メンテナンスにより、ペリスタルティックポンプチューブの問題の発生を防ぐことができます。分析の開始前に毎日、または一定数のサンプルを分析するごとに、チューブに弾力があること、つぶれていないこと、接続部や張り具合に問題がないことを確認します。チューブの状態に不安がある場合は、交換します。定期的にチェックすることで、ポンプチューブの問題によるサンプル再測定のリスクを低減できます。また、新しいチューブは使用する前にコンディショニングするとよいでしょう。新しいチューブの取り付け時には、ポンプローラーの上に均一に伸びていることを確認し、チューブを締めすぎないようにします。サンプルが滞りなく、均一に流れるようにチューブの圧力を調節し、新しいチューブにはブランク溶液を数分間流して、チューブ内の表面を洗浄し、コンディショニングします。



ペリスタルティックポンプチューブの摩耗、退色、弾力性、つぶれの有無を定期チェックします。このチェックは、サンプルを安定的に、滞りなくネブライザに（圧力もかけずに）送るために役立ちます。

多くの機器には、機器のアイドルリング中にポンプを極めて遅い速度で回転させる機能があります。この機能は、例えば夜間の自動分析が終わった後などに使用します。回転させることで、ポンプローラー上の部分が平らにならないようにするためです。ICP-MS を常に稼働させていない場合は、この機能を活用することをお勧めします。

Agilent 7850 ICP-MS のアーリーメンテナンスフィードバック (EMF) 機能には、チューブのメンテナンス実施を促すアラートがあります。例えば、ポンプチューブの確認または交換を決まった間隔で、または一定の測定サンプル数ごとに知らせるように、EMF のアラートを設定できます。アラートカウンタは、サンプルマトリックスの種類に応じた値に調整することが可能です。例えば、希釈した硝酸/塩酸溶液を分析する場合は、2000 ~ 3000 サンプルごとにアラートを出すようにカウンタを設定できます。分析対象の酸の濃度が高い場合は、より少ないサンプル数 (1000 サンプルごとなど) でアラートが出るようにカウンタを設定したほうがよいかもしれません。

サンプルタイプによっては、使用するポンプチューブの種類も考慮すべきです。サンプル取り入れ用のチューブには、サンプルマトリックスに対する耐薬品性が重要です。つまり、有機溶媒と水溶液では、必要なポンプチューブの種類が異なります。PVC は、大半の水性および酸性マトリックスに問題なく使用できますが、有機溶媒の多くには適していません。有機溶媒の使用が多い場合、PVC は劣化が早くなります。劣化すると適切な送液ができず、完全に使えなくなることもあります。分析対象に有機溶媒があるラボの多くは、ポンプチューブ自体を避け、自己吸引を用いてネプライザにサンプルを送っています。チューブの弾性の定期的な確認は簡単です。チューブは劣化すると、伸びて硬くなり、弾性がなくなります。

自動分析を行うのでなければ、毎日の分析終了後に、装置に洗浄液を流し、ポンプチューブを取り外す（ポンプローラー上のチューブの張りを緩める）ことをおすすめします。これらの作業により、ポンプチューブの寿命を延ばすことができます。夜間もチューブにサンプルマトリックスを入れたままにすると、サンプルがチューブに浸み入り、翌日測定する最初のサンプルが汚染されるうえ、チューブの劣化も進みます。

一般に、ポンプチューブが摩耗すると、%RSD が高くなります。また、洗浄が足りなくなりケミカルバックグラウンドが劣化します。信号の RSD が増加する原因は複数あります。ICP-MS では、ユーザーが設定した RSD の限界値を超える結果にフラグを付けることで、問題が起こる前にアラートを出すことができます。このフラグは、例えば Agilent 7850 などの結果の表に、条件付き書式（アウトライヤ：OCF）機能を利用して表示されます。アラートが表示された時点で問題を解決すれば、その影響を最小限に抑えることができます。つまり、ポンプチューブの劣化に気付かずに多数のサンプルを分析してしまい、チューブの交換後に再分析の必要が生じるといった状況を防げます。

インタフェースコーンとイオンレンズを手入れする

マトリックスの堆積したインタフェースコーンと汚れたイオンレンズは、感度および長期間の精度の低下、バックグラウンドノイズの増加につながります。

感度が低下しバックグラウンドノイズが増加していることは、多くのラボが実施している日常的な機器性能チェックでわかります。性能チェックの結果から問題があると考えられれば、コーンの目視確認はすぐに実施できます。コーンの表面を詳細に調べるには、拡大鏡が便利です。コーンの先端部にマトリックスが溜まっていなかったかチェックします。また、開口部に破損や変形がないかも確認します。

高マトリックスサンプルの分析では、インタフェースコーンへのマトリックスの堆積が早くなります。プラズマが強い（CeO/Ce が低い）ほど、マトリックスを確実に分解することができます。これは強力なプラズマが高マトリックスサンプルに用いられる理由の 1 つです。高マトリックスサンプルを日常的に分析している場合、コーンをチェックする頻度は 500 ～ 1000 サンプルごとが推奨されます。堆積があればコーンを取り外し、水中で超音波洗浄します。コーンを乾燥させたら機器に再度取り付けます。コーンをクリーニングしたあとにコンディショニングしておく、次の分析での安定性を確保できます。コーンをクリーニングした、または新しいセットを取り付けた後のコンディショニングは有益です。ミネラルウォーターやマトリックス標準（EPA ICS など）といったサンプルマトリックスを、10 ～ 15 分間吸引させます。

異なるサンプルタイプの測定で、最初のサンプルタイプで主要元素を、2 つめのサンプルタイプで微量元素を測定する場合も、コーンの洗浄をお勧めします。サンプルタイプが両立しない場合、それぞれのサンプルに異なる、専用のコーンを使用するのも効果的です。これはサンプル導入システムの他の部品についても同様です。

ポンプ

ポンプオイルとオイルミストフィルタの交換頻度は、ラボで測定するサンプルの種類によって異なります。高マトリックスサンプルを分析する、またはサンプルマトリックスを十分に分解しない強さのプラズマを使用する場合、ポンプのメンテナンスがより高頻度に求められます。

機器のチューニング頻度を低減

高マトリックスサンプルを分析する機器の再チューニングの頻度を減らすには、ロバスト性の高い（高エネルギーの）強力なプラズマを用いると簡単です。プラズマの高エネルギーがマトリックスを分解し、インタフェースコーンに堆積しなくなるためです。マトリックスの堆積は信号ドリフトの原因になり、結果的に機器のチューニング頻度を増加させます。

機器の自己診断機能を使用

ICP-MS の多くには、メンテナンス作業が必要なタイミングを知らせるために、センサとカウンタが備わっています。詳細は「[適切な点検を実施](#)」の項目をご参照ください。

サンプル/標準の前処理

時間の浪費につながること

サンプルと標準液の前処理は、ICP-MS 分析の主な時間の無駄に関するオンライン調査でトップになりました。多くの場合、元素の濃度期待値に合わせて複数の希釈したサンプルを用意し、検量線濃度も変える必要があるためです。サンプル前処理に多大な時間がかかるのも当然です。さらに、前処理でのエラー、マトリックス濃度を評価するためのサンプルのスクリーニング、QC エラー、範囲外の結果による再分析などにより、作業は増え続けます。



ソリューション

キャリブレーションの問題を回避

キャリブレーションの問題は分析ミスの一般的な原因です。分析結果に信頼性がなく、何が間違っていたのかを苦労して解明した結果、単に標準液の調製ミスが原因だった、といったことはよくあります。また、キャリブレーションされていないピペットや、適切にクリーニングされていない機器による汚染、化学的安定性の問題、さらに間違った原液を選択していた、という場合もあります。

キャリブレーションでのミスを低減するには、人為的なミスをなくすることが重要です。このような問題で悩まずにすむためには、トレーニングや文書化が大いに役立ちます。

US EPA などの規制当局は、分析におけるグッドプラクティスを推進しています。規制メソッドには、キャリブレーションのエラーを防ぐ、または特定するための品質管理 (QC) が組み込まれています。例えば、環境サンプル用の US EPA メソッドの多くには、初期較正確認 (ICV) テストの溶液と、連続較正確認 (CCV) テストの両方が含まれています。このような品質管理用の標準—キャリブレーション原液とは異なる原液で調製されます—では、検量線の妥当性に対する独立した検査が可能です。最新機器は通常、メソッドテンプレートを備えています。これらのテンプレートでは、適切な QC チェックとその実施、そして品質管理用標準の種類をあらかじめ決めており、メソッドの設定を簡素化します。このような品質管理方法は、規制外のメソッドでもキャリブレーションの正確さを確保するために使用することができます。

機器の検量線直線範囲が広い場合も、キャリブレーションのセットアップにかかる時間と労力の低減につながります。広い濃度範囲でリニアレスポンスを得られれば、検量線は 1 つで済みます。サンプルタイプが異なり、含まれる主要元素の濃度も違う場合でも、キャリブレーションをカスタマイズする必要がないためです。サンプル中のある元素を ppb オーダーで測定し、その後、次のサンプルで同じ元素の % オーダーの濃度を、同じ検量線で測定することもできます。各サンプルタイプのセットごとに検量線を変える場合に比べると、大幅な時間の節約になります。

範囲外になるエラーを防止

測定値が検出器の範囲を超えた場合、または分析対象の最も高い検量線濃度を超えた場合、範囲外エラーが起こります。プラズマと検出器が高濃度に耐えられるのであれば、高い検量線濃度の標準液を調製することで、範囲外のエラーは回避できます。ダイナミックレンジが 10 ~ 11 桁の検出器を用いることで、標準液の濃度を、サンプル中に高濃度で含まれると予測される元素の数百 ppm まで高めることもできます。この検量線の拡張は、サンプルの分析結果が範囲外となった場合の保険のようなものです。範囲外のエラーを防ぐことで、サンプルの希釈と再測定という時間の無駄を避けられます。

微量元素と主要元素が検出範囲内になるように、日常的に複数の希釈でサンプルを用意している場合もあります。この場合、微量元素の分析には希釈されていない溶液を、主要元素には希釈した溶液を使用します。Agilent 7850 は、通常の ICP-MS のサンプルタイプをさらに希釈しなくても分析できる機器の 1 つです。超高マトリックス導入 (UHMI) システムを使用します。UHMI はスプレーチャンバからトーチまでの間でサンプルエアロゾルを希釈するため、手作業で希釈するという時間のかかる作業は不要です。従来の高価な自動希釈装置にコストをかけることも避けられます。Agilent 7850 はこの UHMI により、最大 25 % までの総溶解固形分 (TDS) に対応できます。つまり、サンプルの TDS レベルを下げるために希釈する必要がありません。エアロゾル希釈の設定はキャリブレーションして保存されます。そのため、設定済みの複数の希釈係数から、サンプルタイプや分析対象の種類に合った係数を選択できるようになります。



アジレントの超高マトリックス導入システム (UHMI) は、25 % までの総溶解固形分に対応しており、難しいサンプルマトリックスも容易に扱えます。UHMI によってサンプル前処理にかかる時間とエラーが低減し、長期的に安定した分析が可能になります。

化学的安定性の問題を回避

化学的な不安定さは、サンプル置換の遅さやサンプルのキャリーオーバー、不安定な内部標準、検量線で直線が得られないといった問題につながることがあります。これまでの ICP-MS 分析では、化学的安定性の問題が頻繁に起こっていました。これは ICP-MS を複数元素（場合によっては相性の悪い元素同士）に使用し、同時にスペクトル干渉を回避しようとした結果です。

ICP-MS では GFAAS などの従来の手法よりも多数の成分を分析します。そのため、化学的に互換性のない物質を同時に測定することがよくあります。ICP-MS を使用し始めたばかりのユーザーは、サンプルの分解と安定化に硝酸（ HNO_3 ）のみを使うことをすぐに覚えます。 HNO_3 は、H、N、O のいずれもがすでにサンプルの水分中で寄与しており、プラズマ周辺の気体にも存在するため、ICP-MS で新たにスペクトル干渉を発生させることがありません。一方で塩酸（ HCl ）や硫酸（ H_2SO_4 ）など他の酸は避けられてきました。高濃度の Cl や S が ICP-MS スペクトルで多原子イオン干渉を多数引き起こすためです。

しかし、 HCl を避けると別の問題が発生します。硝酸だけで溶解できない、または硝酸で安定しない元素が多数あるためです。アジレントの ICP-MS には、ヘリウムモードのコリジョンリアクションセルが標準装備されています。これは Cl による多原子イオン干渉を効果的に抑制するため、サンプルや分析対象の安定性を目的にルーチンで HCl を添加できます。実際に、Agilent 7850 のヘリウムモードでは、通常の ICP-MS アプリケーションでみられる一般的なマトリックス干渉すべてを効果的に、また安定的にコントロールできます。ただし、US EPA は現在、メソッド 200.8 による飲料水の測定でのヘリウムモードの使用を許可していないため、注意が必要です。地下水や廃水など、他の種類の水に対しては許可されています。飲料水は比較的シンプルなマトリックスで、ヘリウムモードによる除去が必要な多原子イオン干渉にあまり影響されません。

ICP-MS 分析でサンプルに HCl を追加する手順のルーチン化は、多くの化学的安定性の問題を解決し、正確な結果を得るために可能な、すぐにできる簡単な方法です。 HCl の追加により、洗浄の問題や水銀の分析に関連する安定性の問題も解決できます。別にサンプルを処理する必要も、水銀だけ別の手法で分析する必要もありません。そのため、ワークフローが全体的に簡素化できます。

汚染の問題を回避

グッドプラクティスの欠如は、分析手法によらず汚染の問題を引き起こします。ICP-MS による微量元素の分析では、この問題は特に顕著です。ICP-MS を使用し始める以前に別の原子分光分析法を使用していたのなら、ICP-MS と AAS や ICP-OES では測定感度が大きく異なることに注意する必要があります。フレーム AAS やグラファイトファーンズ（GF）AAS などの単元素用の手法から、多元素に用いる ICP-MS にメソッド移管する場合も同じです。単元素標準液は対象元素の濃度に対してのみ認証されていれば良いのですが、多元素（ICP）分析に用いる標準液は、他の元素から影響を受けないことも確認する必要があります。複数の AAS 標準液を ICP-MS 分析用に混合すると、それぞれの単元素標準液に他の元素が汚染として存在している状態になり、エラーにつながります。

検出下限を低く、一定に保つために、洗浄やピペットの使用、送液システム、酸/試薬の品質に対する考え方を変える必要もあるかもしれません。例えば、マイクロ波分解装置で酸分解を行う場合などです。サンプルを変更する際に装置を十分に洗浄していないと、キャリーオーバーが次のサンプルを汚染し、精度の低い結果につながります。



この画像の Agilent SPS 4 のようなオートサンプラの多くは、カバーを付けることができます。サンプルの露出を低減し、ラボ内の汚染源との接触を防ぎます。

サンプルバッチごとに調製ブランクを含めることで、洗浄に起因する汚染を検出できます。調製ブランクは、サンプルと同じサンプル調製プロセスを経てきたブランク溶液です。調製ブランクに QC 閾値を設定することによって、分析中に汚染が検出された場合はフラグが付けられます。

汚染レベルは、分析手法の能力ではなく、報告に必要な精度をふまえて検討すべきだということにご注意ください。ICP-MS は大部分の元素を ng/L (ppt) レベルで測定できます。しかし、分析対象を ppb レベル以上で測定し、そのまま報告すればよい場合は、ppt レベルの汚染はそれほど重要ではありません。そして、これは多くの一般的なアプリケーションに当てはまることです。

汚染は ICP-MS のサンプル導入システムにも影響します。先に分析したサンプルのキャリーオーバーにより、干渉が起こることがあります。サンプルバッチ中の 1 つ以上のサンプルに突出して高濃度の分析対象がある場合、その後のサンプルが汚染されやすくなります。このキャリーオーバー効果は、水銀、ポロン、モリブデン、タングステン、タリウムなどの「吸着しやすい」元素で特に目立ちます。サンプル導入システムの表面に付着したこれらの元素は、その後のサンプル分析結果に多くのエラーを発生させます。キャリーオーバーの低減は、酸混合液をサンプルと標準液に添加することで可能になる場合があります。例えば、通常の硝酸の他に 0.5 % の塩酸を加えます。また、サンプル導入システムから吸着しやすい元素を流すには、複数段階の洗浄も役立ちます。オートサンプラのプローブを通常の洗浄溶液中で洗浄した後に、酸洗浄を行うというものです。

自動洗浄機能は、洗浄サイクル中に信号をモニタリングし、クロスコンタミネーションを防ぎます。Agilent 7850 にはインテリジェントリンス機能があり、指定した元素が設定した閾値以下になったという信号を受け取るまで、自動的に洗浄溶液を流します。スイッチングバルブも有効です。サンプル導入システムへのサンプルマトリックスの接触を最小限に抑えられます。

まったく未知のサンプルの場合、または変色や異臭のある場合は、半定量分析が役立ちます。サンプル中に存在する元素と、およその濃度を知ることができます。Agilent 7850 には IntelliQuant という機能があり、未知のバッチの各サンプルに対して、Quick Scan 半定量分析を実施できます。かかる時間は通常の分析時間に加えてわずか 2 秒ほどです。IntelliQuant のデータから、機器の設定やサンプル前処理を、後続の類似サンプルのバッチに対してさらに最適化する必要があるか評価できます。



汚染リスクを下げるために、ピペットではなく酸用のディスペンサを使用します。

ラボのグッドプラクティスを活用してラボ環境からの汚染リスクを低減することもできます。サンプル前処理などの作業をすべて「クリーンルームベンチ」で実施すると、空気中の埃などによるサンプルの汚染が避けられます。HEPA フィルタリングシステムの備わった換気フードタイプのベンチが一般的です。また、希釈などサンプル処理の手順を減らします。手順ごとに別の汚染源が存在する可能性があるためです。

埃/粒子を発生させる行動も減らします。ニトリル手袋を使用したり、埃を発生させる機器（プリンタや水冷システムなど）をラボに置かないといったことも対策になります。

汚染リスクの低減のために考慮すべき主な内容を、以下にいくつか挙げます。

- サンプル溶液に接触した試薬やラボ機器は汚染の原因になります。バイアルやピペットチップは金属を使用していないものにします（例えば、色付きのピペットやバイアルキャップなどは避けます）。
- 水溶性サンプルまたは酸性サンプルの微量元素の分析には、決してガラス器具を使いません。ガラスには多数の元素が高レベルで含まれています。溶液中に溶出し、サンプル溶液を汚染する可能性があります。
- サンプルの安定化と希釈に用いる超純水（UPW）と酸の品質は、極めて重要です。ラボには最終純度 $>18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ の純水製造装置をお勧めします。また、酸やその他の試薬は超高純度で揃えます。
- 多数のサンプルに同じ酸を添加する場合は、ピペットではなく、酸用のボトルトップ型のディスペンサを用います。
- 必ず、AAS 標準液ではなく ICP-MS 標準液を使用します。認証済み ICP-MS 標準液は、汚染物質がより低濃度まで除去されています。そのため、標準液に他の元素が混在することはありません。
- 元の標準液や酸の容器から直接ピペットしないようにします。まず清潔なプラスチックのカップに移してください。絶対に、余った溶液を元の容器に戻さないでください。
- 標準液を適切に保管し、古くなったら廃棄します。

移送回数を削減

サンプル前処理を簡素化し、スピードアップさせる方法の 1 つは、サンプルの分解、希釈、ろ過、そして分析までの間での移送の手順を減らすことです。

一部のラボでは、オートサンプラで使用するものと同じチューブでサンプル分解をしています。このようなラボでは、マイクロ波分解装置またはホットブロック分解システムを使用し、サンプルを分解したチューブを直接オートサンプララックに移して分析します。サンプル移送の手順が、これで 1 つなくなりました。つまり、別の容器からの汚染とサンプルが混在する可能性が低減しました。



アジレントの FilterMate ろ過システムでは、同じチューブでサンプルの分解、ろ過、分析が可能です。ホットブロック分解システムと互換性がありますが、マイクロ波分解装置には適していません。

分析前のサンプルのスクリーニング

時間の浪費につながること

コントラクトラボなど未知の混合物をサンプルとして受け取るラボでは、分析前や新しいサンプルタイプ用のメソッドを初めて設定するときに、サンプルをスクリーニングすることがあります。サンプルのスクリーニングには、ICP-OES のような別の手法を使う場合、または ICP-MS で高希釈サンプルを分析する場合がありますが、新しい ICP-MS ラボではかつてはいずれも一般的でした。しかしどちらの場合も、サンプルを 2 度分析することになります。バッチを代表するサンプルを選んでスクリーニングすることもありますが、最悪の場合はすべてのサンプルを 2 度分析することになり、極めて時間がかかります。

最新の ICP-MS を稼働させているラボでは、ICP-MS のマトリックス耐性や検出器のダイナミックレンジの改善、そして一般的なマトリックスによる干渉を避ける機能により、日常的に行われていたスクリーニングを不要にできました。しかし、一部の ICP-MS システムのユーザーは現在も、メソッド設定を最適化するために新しいサンプルタイプのスクリーニングに頼っています。US EPA メソッド 200.8 は、コリジョンリアクションセルといった最近の ICP-MS の進歩以前のものでした。そのため、サンプルのスクリーニングに、高濃度で存在する元素の半定量分析を推奨しています。一方でスクリーニングは、サンプルの希釈を判断する目安になり、サンプル前処理で起こり得る問題を特定する上でも役立ちます。また、干渉を引き起こしかねない要素も特定でき、場合によっては分析メソッドの変更にもつながります。スクリーニングが適切と考えられる場合に、ラボの生産性への影響を最小限に抑えつつ、有益な情報を確実に得るにはどうすればよいでしょうか。



ソリューション

該当の機器とサンプルタイプでスクリーニングが必要か、また有益かを評価

対象のサンプルタイプを、使用する ICP-MS の通常の分析条件で分析できる場合には、スクリーニングは不要です。つまりその ICP-MS が、高濃度のマトリックスを分解できるほど強力なプラズマと、主要元素の測定に十分なダイナミックレンジ、そして一般的なマトリックスによる干渉を除去できる、信頼性の高いメソッドを備えている場合は、ということです。Agilent 7850 の例を挙げると、各種のエアロゾル希釈が可能な高マトリックス導入システムを使うことで、マトリックス耐性を最大塩濃度 25 % まで伸ばせます。コリジョンリアクションセルでヘリウムモードを使用することにより、特に一般的な干渉については、サンプル特有の、または元素特有の設定を用いなくても除去できます（「[多原子イオン干渉の制御にヘリウムモードを使用](#)」の項目をご参照ください）。また、機器のダイナミックレンジが広いので、主要元素だけでなく微量元素も一度に測定できます。各サンプルを別々に希釈する必要はありません。

サンプルの迅速なスクリーニング方法

最適化された ICP-MS 構成とメソッドでも、まったく未知の、または完全に新規のサンプルタイプを受け取ることもあるでしょう。そのような場合には、適切でないマトリックスを誤って機器に導入したために発生する問題を避けることで、時間を短縮できます。これにはスクリーニング速度の早さが役立ちます。一部の ICP-MS には半定量分析機能が含まれています。この機能では、サンプル中の全元素のおよその濃度を調べることができます。例えば、Agilent ICP-MS には IntelliQuant 機能があります。IntelliQuant はヘリウムモードで全質量 Quick Scan 取り込みによりデータを取得し、サンプル中の全元素の濃度と総溶解固形分を測定します。IntelliQuant 半定量分析の結果は、下図のように周期表上のヒートマップとして示すことができます。各元素の相対的な濃度を目視で把握し、バッチ中の各サンプルを比較することが可能です。

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--|--|--|----|
| H | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | He |
| Li | Be | | | | | | | | | B | C | N | O | F | Ne | | | | | | |
| Na | Mg | | | | | | | | | Al | Si | P | S | Cl | Ar | | | | | | |
| K | Ca | Sc | Ti | V | Cr | Mn | Fe | Co | Ni | Cu | Zn | Ga | Ge | As | Se | Br | Kr | | | | |
| Rb | Sr | Y | Zr | Nb | Mo | Tc | Ru | Rh | Pd | Ag | Cd | In | Sn | Sb | Te | I | Xe | | | | |
| Cs | Ba | L | Hf | Ta | W | Re | Os | Ir | Pt | Au | Hg | Tl | Pb | Bi | Po | At | Rn | | | | |
| Fr | Ra | A | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | L | La | Ce | Pr | Nd | Pm | Sm | Eu | Gd | Tb | Dy | Ho | Er | Tm | Yb | Lu | | | | |
| | | A | Ac | Th | Pa | U | Np | Pu | Am | Cm | Bk | Cf | Es | Fm | Md | No | Lr | | | | |



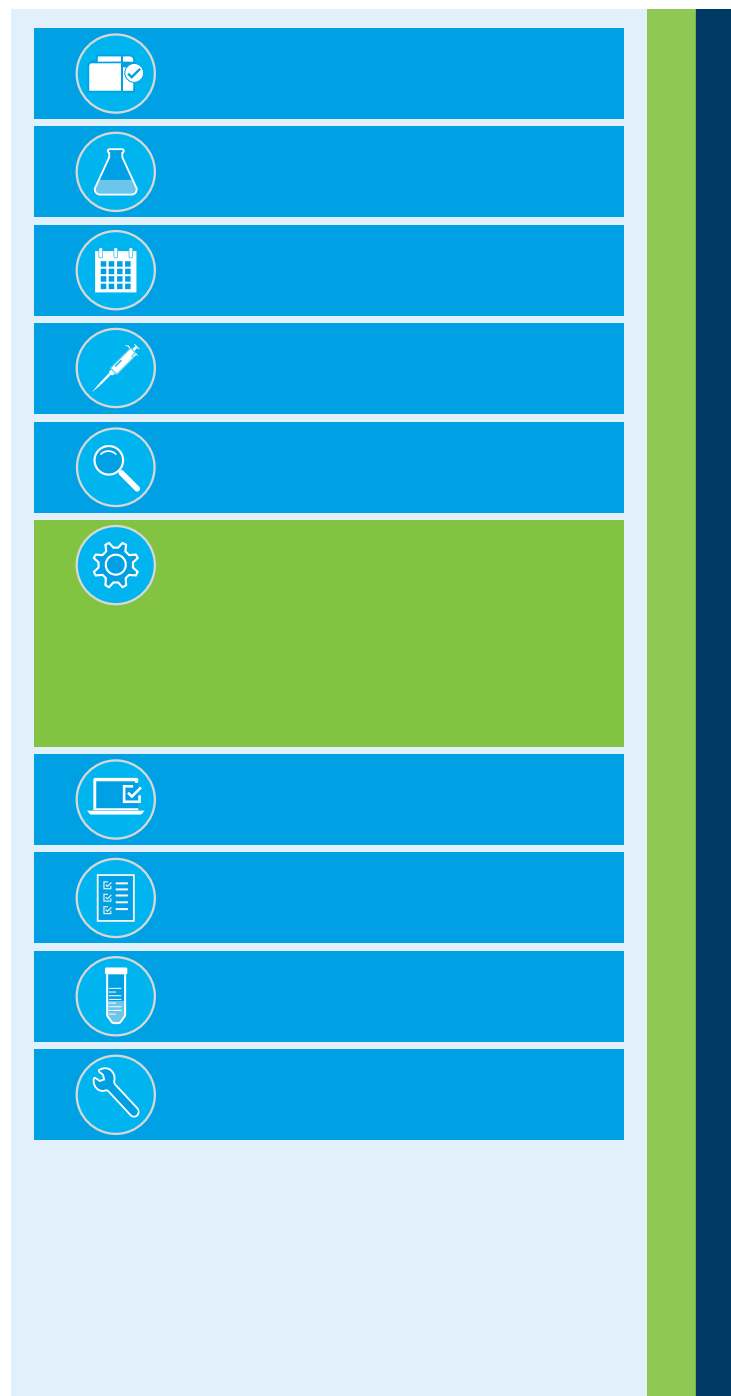
サンプルシーケンスを設定

時間の浪費につながること

サンプルシーケンスの設定では以下を行います。

1. 機器を設定してプラズマを点火する
2. 機器性能を評価し、問題があれば修正する
3. バッチの詳細を作成または変更する
4. 必要に応じてチューニングおよびキャリブレーションを実施する
5. オートサンプラをロードする
6. サンプルリストを準備、またはインポートし、必要な QC 溶液を定める

それぞれの手順に潜在的な時間の無駄があり、運用を効率化する方法があります。



ソリューション

機器の定期性能チェックを活用

ICP-MS をその日最初のサンプルバッチの分析に向けてセットアップするとき、まずプラズマを点火し、機器のウォームアップを待ち、通常のシステムチェックを行ってからようやく、分析を始める前に正すべき性能上の問題がわかります。このために作業が遅れることも良くあります。結果としてプラズマを消火しなければならなくなったり、修理の前に機器をクールダウンさせる必要があったりすることもあります。

対策として、夜間の分析の完了時に自動性能チェックをスケジュールしておく方法があります。翌日の最初のサンプルバッチでのプラズマ点火前に問題を特定し、修正することができます。

一般的な問題の特定と修正について、詳細は「[機器のメンテナンスとダウンタイム](#)」をご参照ください。

新規または特殊なサンプルを分析

使用している機器によっては、ラボで普段分析しているものとは異なる種類のサンプルを受け取った場合に、メソッドの設定を調整しなければならないこともあります。

標準のメソッド設定にそれほど変更を加えずに一般的でないサンプルを分析できれば、時間の節約になります。しかし、ICP-MS に次のような特定の能力が備わっている必要があります。

- 使用する ICP-MS で高マトリックスサンプルを幅広く分析できる必要があります。そのため、プラズマのロバスト性は重視すべきことの 1 つです。
- さまざまな未知のサンプルを扱う場合、主要元素による新規の、そして予期しないスペクトル干渉が発生するかもしれません。ヘリウムコリジョンモードのような多原子イオンを除去する機能が、精度の高い結果を得るために役立ちます。
- 未知のサンプルには分析対象の物質が予想よりも高い濃度で含まれているかもしれません。この場合、有効な結果を得るには広いダイナミックレンジが必要です。結果が測定範囲外となり、サンプルを再分析するという事態を避けられます。

サンプルバッチの詳細を簡単に追加

最新の ICP-MS には、サンプル分析の設定を簡素化するための方法をいくつか備えています。

- 一度の分析で主要元素と微量元素の両方を測定します。サンプルバッチを 2 つに分けて 1 つは高濃度で存在する主要元素、もう 1 つは低濃度で存在する微量元素を分析するためのサンプルとして測定しているラボもあるでしょう。両サンプルに用いる分析手法も異なるかもしれません。ダイナミックレンジが極めて広い ICP-MS 検出器が開発され、この問題は克服できるようになりました。つまり、今ではすべての元素を単一のサンプルバッチで測定できるということです。
- 別々のサンプルの異なる元素—例えば、飲料水中の 20 元素、土壌の 12 元素、廃液の 8 元素などを、同じサンプルバッチで測定します。一部の機器では、各サンプルで同じ元素の測定のみ可能という制限がある場合もあります。これはメソッドに固定されているためです。この場合は、3 種類の測定を各サンプルタイプに 1 つずつ、設定する必要があります。Agilent 7850 など一部の ICP-MS には「サブリスト」機能があります。この機能では、別々のサンプルで測定する、特定の分析対象のグループを選べます。サブリストを使うことで、飲料水、土壌、廃液という 3 種類のサンプルを 1 回の分析で、単一の共通検量線で測定できます。他のサンプルタイプでのみ重要となる元素のデータ取得で時間を無駄にすることはありません。
- 希釈係数を自動で計算します。サンプルリストを設定し、検量線濃度を入力する時に時間を節約するには、シンプルながら有効な方法です。サンプルの重量と容積（前処理ラボで作成し、LIMS からダウンロードすることができます）を入力、またはインポートすることで、機器のソフトウェアが測定濃度と報告濃度の両方を決定できるようになります。標準液を混合原液の段階希釈で調製する場合、分析対象すべての濃度を計算するための乗数を当てはめることで、標準液全体の表をこのソフトウェアで作成できる場合もあります。この場合、各標準液の各元素の濃度をそれぞれ入力する必要はありません。
- サンプルの情報を LIMS からインポートすれば、データ入力の手間が省けます。
- 異なるサンプルタイプを、異なるサンプル「ブロック」として連続させて特定できる機能もあります。標準液のブロック、未知サンプルのブロック、QC とブランク溶液のブロック、という具合です。これらのブロックは特定の順番で、そして特定のサンプル数やスケジュールで分析できます。このブロックは事前に定義してテンプレートに保存し、分析ごとに再利用できます。そのため、必要な作業は未知のサンプルリストの更新のみとなります。

サンプル分析のモニタリング

時間の浪費につながること

ICP-MS からは大量のデータが得られます。バッチごとに未知のサンプルを 200 ~ 300 も分析するのは当たり前で、加えて 10 種類の標準液と最大 50 種類の QC 溶液を使用するバッチもあります。各サンプルから 30 を超える分析対象の結果が得られる場合もあり、これに内部標準も加わります。各分析を 3 回繰り返すこともあります。サンプルタイプと主要元素が異なれば、サンプルごとに発生しやすいエラーも異なります。これはデータ品質を確保するための、分析のモニタリングを難しくします。データテーブルが膨大になることも多く、スクリーン上で結果をレビューするのは大変な作業です。あまり経験のないユーザーにとっては特に過酷でしょう。レビューするデータ量が多すぎると問題が見過ごされてしまうこともあります。その結果、後から再分析しなければならなくなるかもしれません。分析中に気が付いていれば、問題への対処はずっと容易だったはずです。



結果のレビューと報告

時間の浪費につながること

分析中のリアルタイムなデータチェックと同様に、分析が終わったサンプルの結果を1行ごとに確認するのも大変でミスが発生しやすい作業です。複数元素の ICP-MS バッチでは、通常の分析であったとしても、その結果のデータ量に圧倒されるのではないのでしょうか。これでは、範囲外の値や偽陽性、偽陰性の結果が容易に見逃され、誤った結果を報告してしまう可能性があります。データのレビューは必要以上に時間がかかるだけでなく、結果にエラーがあったサンプルを再測定しなければならない場合に、無駄な時間が生じます。さらに悪いことに、エラーのある結果を報告すると評判を悪化させるリスクがあります。顧客は誤った結果について問い合わせをすることもかもしれませんが、誤った結果を用いて重要な決定を下すかもしれません。しかし、分析対象が含まれているのは未知のサンプルです。目標値や予測範囲はわかりません。報告した結果の値が正確かどうか、分析ラボもクライアントもどうすれば確認できるのでしょうか。ラボでは安全な結果を選ぶことが多く、データを確認するために予期しない結果の出たサンプルをもう一度分析するか、別の手法で分析しなければならなくなります。このために余分な時間と労力がかかり、生産性が損なわれます。



ソリューション

サンプルエラーを最小限にするメソッドを開発

結果のレビューにかかる時間の削減に大きな影響があるのがメソッド作成です。サンプルマトリックスを分解できるほど強力なプラズマと、どのような対象物でも分析できるダイナミックレンジを ICP-MS が備えていれば、データのエラーを最小化できるかもしれません。同様に、スペクトル干渉は適切なセル条件で制御することができます。

不正確なデータにつながる一般的な原因は、設定の変更でも対処できます。ICP-MS のデータのレビューから報告までをより早く、簡単に実施し、エラーを減らすことも可能です。Agilent 7850 を例に挙げれば、ヘリウムモードコリジョンセルで多原子イオンによる干渉を最小化できます。予期しないマトリックス元素による干渉を除去し、内部標準への干渉も解消します。また、一般的な多原子イオン干渉への対処で補正式が不要になります。補正式はスペクトルに存在する干渉すべてに対応していない場合もあるため、式の使用により別のエラーが発生することもあります。

二価イオンによる干渉を除去する機能も便利です。特に、バリウムや希土類元素を含むサンプルを多く扱う場合に活用できます。場合によっては、この機能をメソッドに含めて二価イオン干渉を結果から自動的に除去することも可能です。

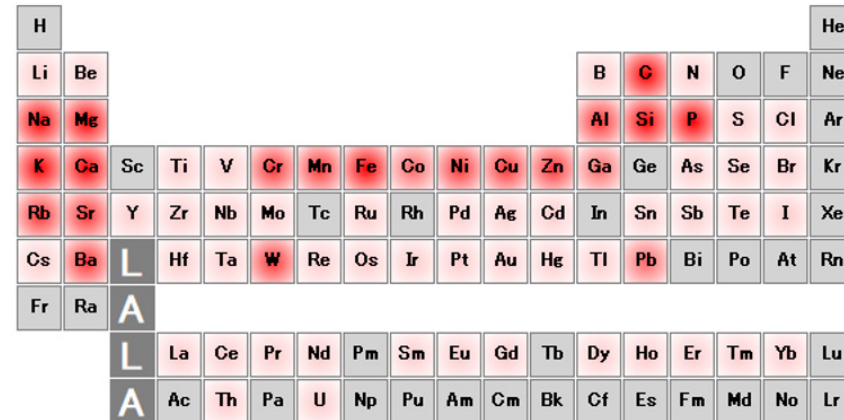
二次（クオリファイア）同位体を分析で使用すると、ルーチンのデータ確認に役立ち、結果の信頼性を高めることができます。二次同位体によるデータは、結果についての問い合わせがあった場合にも便利です。主要同位体と二次同位体による結果を比較して、同一であれば正確さが確認できます。

Agilent 7850 の IntelliQuant 機能のような、時間のかからない半定量分析ツールを使う方法もあります。範囲外の結果や、結果についての顧客からの問い合わせを調査する場合に役立ちます。IntelliQuant はサンプルを構成する全元素をチェックし、各元素のおよその濃度を判断します。サンプルで予測していなかった結果が出た場合は、IntelliQuant での結果と比較します。IntelliQuant は全質量スキャンも元素の存在の確定に利用できます。ここでは同位体アバンドランスのパターンをチェックします。本ページの図では、この機能をダークチョコレートのサンプルで示しています。予期しない元素であるタングステン (W) が ppm レベルの濃度で存在することが、IntelliQuant の同位体アバンドランスプレートで確認されています。

データ解析にソフトウェアツールを使用

処理量の多いラボでは、データを専用の QC プログラムにエクスポートし、自動的に解析している場合も多くあります。ICP-MS にはよく、値の閾値を設定できる機能が備わっています。この閾値を超えた値にはフラグが付けられるか、サンプルを再分析することになります。Agilent 7850 には、分析結果をフィルタリングする条件付き書式（アウトライヤ：OCF）機能があります。フィルタリングによって、事前に定義された基準を満たしていない結果のみを表示することが可能です。この機能は、調査の必要な結果の特定を容易にします。また、QC サンプルや内部標準 (ISTD) といった他の溶液でのエラーに対するアクションも設定できます。

ラボの多くは、ラボのシステム間での情報伝達に統合データシステムを使用しています。例えば、サンプルの重量や容積を、前処理ラボから ICP-MS に送信したり、分析結果や QC フラグを ICP-MS からラボ情報管理システム (LIMS) に送信したりします。報告という点では、LIMS やサードパーティのレポート作成パッケージに簡単にエクスポートできると便利です。書面を生成する労力が低減します。



Agilent ICP-MS IntelliQuant の濃度を色分けしたヒートマップは、各元素の相対的な濃度を示しています。このダークチョコレートのサンプルでは、比較的高濃度の Ca、Cr、Ni、W、Pb が検出されました。キャリブレーションに含まれていない元素を示している可能性があります。

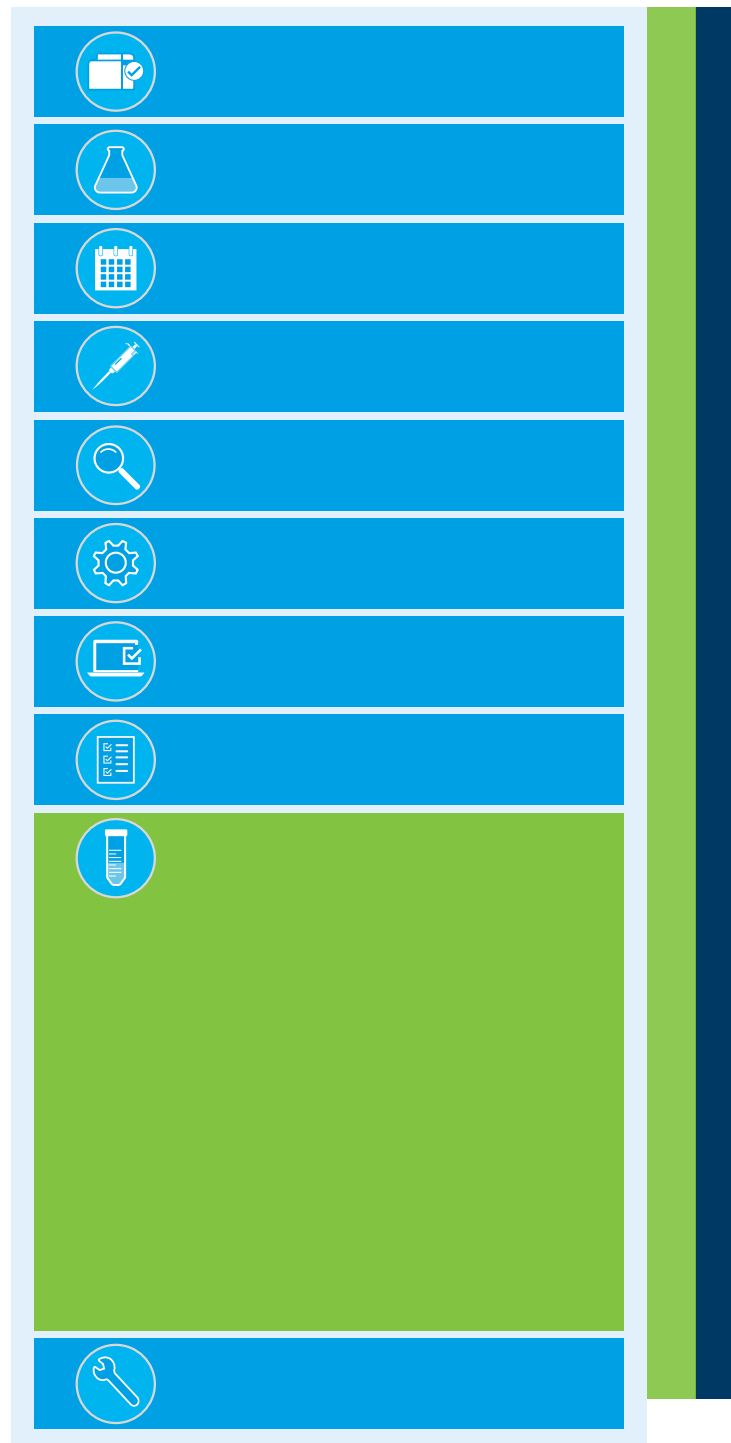
サンプルの再測定

時間の浪費につながること

サンプルスルーポイントと生産性を重視するラボはたくさんあります。しかし、サンプルを複数回測定するためにかかるコストは見落とされているようです。

規制にもとづくメソッドであれ、ラボで作成されたメソッドであれ、使用時に QC エラーになることがあります。そうすると、標準液、各種の QC 溶液、ブランクの分析をやり直し、さらに最後に測定したサンプルを多数、再分析することになります。より複雑なサンプルであれば、ICP-MS 分析だけでなく、サンプルの分解もやり直さなければならぬ可能性があります。すべて合わせれば膨大な時間的損失です。サンプルの再分析は、軽んじられている場合もありますが、ICP-MS を使用するラボにとって重大な問題です。

しかし、再分析を引き起こす原因の多くには、潜在的な時間の無駄を回避し、ルーチンの ICP-MS 運用を効率化するための、比較的シンプルな方法があります。



ソリューション

同じサンプルを複数回にわたって測定しなければならなくなる原因は、多数あります。ここには一般的な原因と、その回避策、または影響を最小限にする方法を挙げました。

高マトリックスサンプルでの問題を克服

高濃度の固体を含むサンプルの分析が多いと、インタフェースコーンへの堆積によりドリフトが発生することがあります。堆積は感度と精度を低下させ、QC エラーを引き起こします。詳しくは、「[高マトリックスサンプルでの分析のヒント](#)」の項目をご参照ください。

高マトリックスサンプルの手作業での希釈には時間がかかります。しかし自動希釈装置は高価なうえに複雑です。また、希釈は汚染やエラーの原因になることもあります。Agilent 7850 に備わっている超高マトリックス導入 (UHMI) システムは、サンプルエアロゾルの希釈にアルゴンガスを使用します。これは従来の液体希釈に伴う時間とコストを回避するためです。エアロゾル希釈で UHMI を使用すると、最大 25 % の総溶解固形分を含む高マトリックスサンプルの混合物を直接、導入できます。UHMI はマトリックス効果とドリフトを低減します。つまり、分析中の QC エラー、内部標準の仕様からのドリフト、再キャリブレーションと再分析の可能性は低くなり、サンプルに関連する (抑制などの) 問題が減少します。

サンプル間のキャリーオーバーを防止

サンプルに突発的に高マトリックスサンプルが含まれていると、吸着しやすい元素 (Hg、B、Mo、W など) のキャリーオーバーにより、次のサンプルが汚染される可能性があります。また、この汚染により、測定結果が本来の値より高くなる可能性があります。前処理で HCl を追加してサンプルを安定させると、多くの元素で溶解性と安定性を向上させ、キャリーオーバーによるエラーの低減に役立ちます。

また、自動洗浄機能では、洗浄サイクル中に信号をモニタリングし、クロスコンタミネーションを防ぐことができます。Agilent 7850 にはインテリジェントリンス機能があり、設定した閾値以下になったという信号を受け取るまで、自動的に洗浄溶液を流します。

機器性能の問題を事前に発見

その日の分析を開始する前に自動で機器性能チェックを実施すると、機器やユーティリティ (アルゴンの圧力、冷却水の流量、排気筒の動作など) の不具合がわかります。システム起動時のこれらのチェックにより、分析性能に影響する前に問題を発見できます。

また、その日の作業終了時に分析後の性能チェックを加えておくと、翌日の機器の起動前に結果がわかり、すぐに分析を開始できます。分析後の性能チェックは、機器の起動前に問題を特定し修正することができるため、翌日の時間を節約できます。Agilent 7850 では、どのサンプルバッチの分析前でも性能チェックをスケジュールでき、データ品質の監査に役立ちます。分析後の性能チェックも、分析キューの最後にスケジュールすることができます。

不適当なメソッド設定を回避

機器のメソッド作成は、測定結果を大きく左右する可能性があります。回避するには、認証標準 (CRM) をサンプルバッチにラボコントロールサンプル (LCS) として導入し、分析します。メソッド作成プロセスの一環として、常に、実際のサンプルと同様のマトリックスを持つ CRM を含めることをお勧めします。CRM の測定では、微量濃度で良好な回収率が得られる必要があります。得られない場合はメソッドをさらに最適化します。

メソッドの正しい設定には、既存のメソッドやメソッド最適化ツールも役立ちます。詳しくは「[新メソッドの開発](#)」の項目をご参照ください。

サンプルチューブによる問題を防止

ペリスタルティックポンプチューブに摩耗、漏れ、または調整不備があると、測定結果の精度が十分に得られません。その結果、再分析が必要になる場合があります。

定期的な日常メンテナンスにより、ペリスタルティックポンプチューブの問題の発生を防ぐことができます。毎日、分析の開始前に、チューブに弾性があること、つぶれていないこと、接続部や張り具合に問題がないことを確認するか、標準操作手順書でこの作業を義務付けます。毎日、分析の終了後にペリスタルティックポンプチューブを緩めるようにすると、チューブを長持ちさせられます。こういったチェックをすることで、ポンプチューブの問題によるサンプル再測定のリスクを低減できます。また、不備のあるポンプチューブのまま測定し、無駄な時間を費やさずに済みます。詳細は「[ポンプチューブを手入れする](#)」の項目をご参照ください。

この問題においても、毎日、分析の開始前と終了後に自動機器性能テストを実施することで、測定結果の精度がメーカーの仕様を満たしているかどうかを判断できます。

汚染を最小化

ICP-MS は繊細な手法です。汚染はエラーの中でも重大で、サンプルの再測定につながる場合があります。詳細は「[汚染の問題を回避](#)」の項目をご参照ください。

干渉に対処する

干渉を引き起こす原因は複数あり、ICP-MS による微量元素の測定で精度の低下を引き起こします⁵。干渉に対処するために、最新の機器はさまざまな機能を備えています。Agilent 7850 の場合は、ヘリウムセルモードを用います（「[多原子イオン干渉の制御にヘリウムモードを使用](#)」の項目をご参照ください）。このモードは多原子イオン干渉によるデータのエラーを除去し、マトリックスからのサンプルへの干渉を受けにくくします。ヘリウムコリジョンモードは、データの有効性の検証にも役立ちます。クオリファイア同位体を利用できるためです。結果が検証されていれば、問い合わせのあったデータの確認のためにサンプルを再分析するようなことも減らせます。

希土類元素の二価イオンによる干渉は、ハーフマス補正アルゴリズムで無効にすることができます。詳細は「[二価イオン干渉を補正](#)」の項目をご参照ください。

5. 干渉の種類定義については、US EPA メソッド 200.8 をご参照ください。



キャリブレーションの問題と範囲外のサンプルを回避

直線ではない検量線と検量線範囲外のサンプルも、再測定の一般的な原因です。

この問題の発生頻度には、機器の検出器のダイナミックレンジが大きく影響します。ダイナミックレンジが広ければ、主要元素を通常のメソッド設定で（特別な調整もせずに）測定できます。結果が範囲外となったり、検量線外となったりする頻度も減少します。詳細は「[キャリブレーションの問題を回避](#)」および「[範囲外になるエラーを防止](#)」の項目をご参照ください。

サンプルの混同と前処理の問題を低減

サンプルの混同は起こるべきではありませんが、スタッフが人間である以上、多忙なラボではミスが発生することもあります。サンプルをオートサンプラのラックにロードしている時に、バイアルを誤った場所に置く、といった単純なミスは、気付くのも、修正するのも難しいエラーにつながる場合があります。サンプルをオートサンプラにロードするときのラックを混同する場合があります。

サンプルバーコードシステムを使用することで、混同を最小限に抑えられます。サンプル前処理の最初の段階でサンプルチューブをバーコード化し、同じチューブをサンプル前処理から分析まで使用すれば、サンプルの混同を最小限に抑えることができます。分析時に QC 溶液とサンプルの複製を使用することも有用です。

サンプルをある容器から別の容器へ移送する回数を減らすと、汚染を制御できるうえに、混同のリスクも減らせます。詳細は「[移送回数を削減](#)」の項目をご参照ください。

分析結果への問い合わせに答える

結果についての顧客からの問い合わせも、サンプル再測定による時間の浪費につながりがちです。サンプル測定時に追加データを取得していれば、そのデータを使用してオリジナルの結果を確認し、回答できることがあります。このような場合は再測定を回避できます。Agilent ICP-MS メソッドには全質量 Quick Scan があります。この機能では全質量スペクトルを取得し、各サンプル中の全元素の半定量濃度を算出できます。多くの分析対象物で、結果の確認に二次同位体を使用することも可能です。

IntelliQuant のデータも、サンプル前処理でのエラーの特定に利用できます。例えば、Cl の信号が弱い場合、サンプル前処理で HCl が添加されていないかもしれません。

全質量スペクトルのデータは、施設の問題の調査にも役立ちます。生産施設でチタニウム (Ti) の問題が発生するようになったとします。通常のサンプル分析には Ti は含まれていません。すべての分析で全質量スペクトルデータを取得していれば、Ti 値の上昇がいつから発生していたかわかります。この情報は、製造時に何らかの問題がないかを調べるために使用できます。



QC 溶液に不慣れな方へ

品質管理サンプルの内部標準については、US EPA メソッド 200.8 の 5 ページに、用語の定義が掲載されています。[こちら](#)からご確認ください。

機器のメンテナンスとダウンタイム

時間の浪費につながること

ICP-MS が使いにくく、時間がかかり、維持にコストがかかるという一般的な見方は、誤った思い込みです。また、今ある分析機器で今後もずっと、メンテナンスや手入れをしなくても分析し続けられると考えているユーザーもいます。一方で、ラボでは一般的に、機器のダウンタイムを特に大きな問題だと捉えています。しかし、修理のためにサービスエンジニアが訪問し、機器を調べると、必要なのはクリーニングやルーチンの調整だけだった、ということも頻繁に起こります。クリーニングなどの単純な作業は、やり方さえわかればアナリストにも可能です。



問題の検出に内部標準を使用

分析時には多くの場合、内部標準 (ISTD) を ICP-MS サンプルに添加します。しかし、メソッドの QC チェックでエラーが出ない限り、ISTD の信号はモニタリングも確認もされない、ということは多々あります。内部標準の信号がドリフトし始めると、通常は、分解されていないマトリックスがインタフェースコーンに堆積し始めている可能性があります。この問題は、よりロバスト性の高い、強力なプラズマ状態で ICP-MS を稼働させる、つまり CeO^+ 比を下げることで、一般的には解決できます。また、UHMI 希釈計数を高くすることも有効です。あるいは、アーリーメンテナンス機能 (EMF) のカウンタも利用できます。信号ドリフトにつながる、予定されたメンテナンス作業の未実施がわかります。内部標準の信号は、マトリックスやイオン化抑制といった、サンプルに関連する他の問題の特定にも役立つことがあります。このような問題は、プラズマのロバスト性を高めることで低減または排除が可能です。

サービスコールを簡単に回避するには

サンプル置換の遅さやキャリアオーバー、不安定な内部標準、検量線が直線ではない、といった問題が、サポートサービスへの緊急連絡につながる可能性があります。しかし、このような問題で発生するダウンタイムは、サンプル前処理で 0.5 % HCl を添加するだけで解決できる場合もあります。HCl の追加により、洗浄の問題や水銀の分析での安定性の問題も解決できます。水銀は、ICP-MS での測定が不可能と思われがちな元素です。また、ICP-MS のコリジョンリアクションセルのヘリウムモードは、HCl の添加による Cl 由来の干渉も除去できます。

ペリポンプチューブの定期的な交換も、サンプル置換や洗浄の遅さといった問題を低減します。古いポンプチューブは表面がコーティングされることがあり、一部の吸着しやすい元素の吸着が増加します。



高マトリックスサンプルでの分析のヒント

高マトリックスサンプルの測定では多くの場合、より頻繁なクリーニングが必要となります。プラズマが正しく最適化されていないとマトリックスが完全に分解されず、インタフェースコーンに堆積します。

高マトリックスサンプルによる問題は、次のようなシンプルな手段で対処できます。

- プラズマのロバスト性を改善します (CeO 比を下げます)。Agilent ICP-MS では既定のプラズマが強力ですが、新規ユーザーやアジレント以外のシステムに慣れているユーザーにはわかり難いかもしれません。
- エアロゾル希釈で高い係数を用いるなど、希釈の倍率を上げます。液体希釈一手作業でも自動希釈装置でも一を使用することもできますが、時間とコストがかかります。
- Agilent インテグレートサンプル導入システム (ISIS) などのスイッチングバルブを追加すると、サンプルが沈殿する時間を短縮し、その分、洗浄の時間を延ばせます。結果としてインタフェースコーンに堆積するマトリックスの全体量を減らし、ドリフトが低減します。また、サンプルスループットが大きく向上します。

ネブライザが詰まりやすいなど、未溶解の粒子が問題となっている場合は、以下をお勧めします。

- サンプルをろ過または遠心分離します。
- オートサンブラのプロープがサンプルに浸かる深さを、サンプルチューブの底から離して設定します。これにより、チューブの底に沈殿した粒子がプロープによって吸い上げられるリスクを最小限に抑えることができます。
- ネブライザをサンプルパスの内径が大きいタイプに交換します。これで詰まりが起りにくくなります。

必要なクリーニングの頻度は、分析するサンプルの種類によって異なります。また、システムがどのように最適化されているかも影響します。ブランクの濃度が低く、感度が十分で、安定性もある場合、システムのクリーニングは必要ないかもしれません。システムをあまり頻繁に、完全にクリーンアップしないことで、長期的には好結果が得られる場合もあります。



Agilent Captiva シリンジフィルタ

Captiva フィルタを使用することで、流量と保持容量を高められます。幅広いメンブレンタイプとポアサイズから、アプリケーションに適したものをお選びください。シリンジに合ったディスクフィルタにより、溶液をサンプルチューブに直接フィルタリングできます。

分光分析のアプリケーションには、次のフィルタが推奨されます。

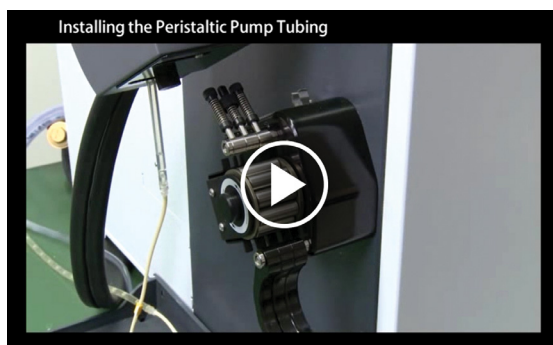
- Captiva プレミアム、100/pk PTFE、ポアサイズ 0.45 μm 、内径 15 mm (P/N 5190-5085) または内径 25 mm (P/N 5190-5087)
- Captiva エコノフィルタ、1000/pk PTFE、ポアサイズ 0.45 μm 、内径 13 mm (P/N 5190-5266) または内径 25 mm (P/N 5190-5268)

問題を自力で解決する方法を知る

機器の問題の多くはラボで修正できますが、やり方を知っている必要があります。ICP-MS のサービスコールの 4 割余りが、基本的なトラブルシューティングや、ルーチンのクリーニングやメンテナンスをラボで実施できていれば、回避できた可能性があるという事実があります⁶。

ICP-MS の納入時には、通常はルーチンメンテナンス作業の指示書も提供されます。しかし、その中のどの作業を優先的に行うべきかは、わからないかもしれません。インタフェースコーンを毎日洗浄するラボもあるでしょうし、性能に問題が出てから対処するという場合もあるでしょう。コーンのクリーニングは、それほど性能に影響しない一方で、時間がかかり、洗浄が不要な場合もあります。また、洗浄した（または新しい）コーンを取り付けた後は、安定化の時間が必要になります。コーンの表面を再コンディショニングのためにサンプルマトリックスに接触させておく時間です。安定するまでの間、信号は不安定になるため、使用しているコーンがある程度そのままにしておくことは、起動速度と安定性の面で有益となります。メンテナンスは、性能を維持する必要のある時に実施することが望ましいといえます。分析するサンプルの種類や数を考慮せず、時間的なスケジュールに合わせるだけでは不十分です。

オンラインヘルプやトレーニング用チュートリアル、システムに関する文書といった、機器とともに提供される技術的なリソースからも、メンテナンスの実施方法がわかります。Agilent 7850 ICP-MS のヘルプ & ラーニングセンターには、インタラクティブ性の高いガイドや動画のチュートリアルがあり、機器性能を維持するための一般的なメンテナンス作業についても多数、用意されています。よくあるトラブルをラボで診断して対応できれば、呼ぶ必要のなかったサービスエンジニアの到着を待つて無益に過ごすことはなくなり、機器を高効率に稼働させられます。



一般的な作業についての動画は、Agilent 7850 のヘルプ & ラーニングセンターで視聴できます。

6. アジレントのサービスコールのデータに基づきます。



Agilent 7850 ICP-MS

ICP-MS 分析で起こりがちな時間の無駄は、Agilent 7850 ICP-MS で排除できます。不要な手間をスマートに省き、多忙なスタッフが価値の高い作業に集中できるようにします。Agilent 7850 は最大 25 % の固形分を含むサンプルにも対応しており、希釈のために発生する時間を削減できます。また、ヘリウムモードコリジョンセルとハーフマス補正の機能により、多原子イオン干渉と二価イオン干渉の両方を除去できます。メソッド作成をより簡素化し、サンプルの再測定という時間の無駄につながる状況を避けられます。

詳細はこちら：[7850 ICP-MS の製品ページ](#)

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2021

Printed in Japan, February 10, 2021

5994-2895JAJP

DE44236.3635416667

