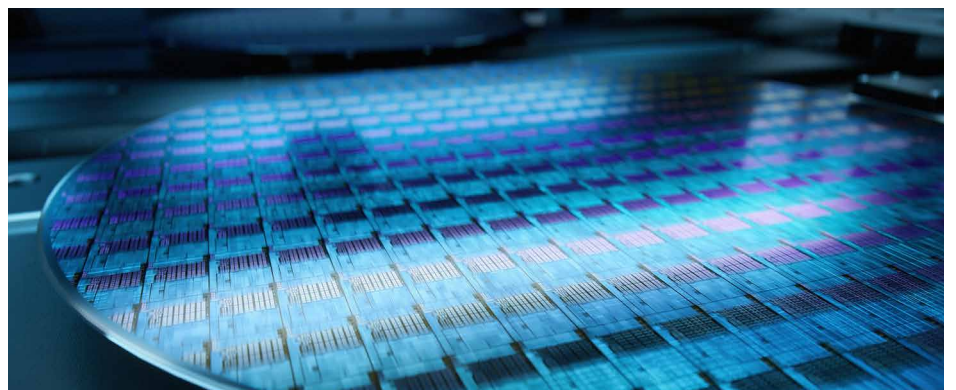


## Agilent 9500 ICP-QQQ と m-レンズによる 高純度試薬の超微量分析

ICP-QQQ プリセットメソッドを用いた  
ホットプラズマ条件下での低バックグラウンドの実現



### 著者

Rentaro Yamashita  
Agilent Technologies, Inc.

### はじめに

半導体試薬の分析および金属ベース材料の特性解析の両方において、微量金属汚染物質の管理は不可欠です。硝酸 ( $\text{HNO}_3$ ) や硫酸 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) などの高純度化学物質、および高純度金属においては、優れた堅牢性と再現性を維持しながら、ppt 未満の検出限界 (DL) を達成できる分析ワークフローが要求されます。これらのニーズに応えるために、デュアルセルシステム (DCS)<sup>1</sup> およびオプションの m-レンズイオン光学系を搭載した Agilent 9500 トリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) は、ホットプラズマ条件下でも低バックグラウンドと信頼性の高い性能を実現する、きわめて安定したプラットフォームを提供します。

m-レンズは、ホットプラズマ条件下で通常、高いバックグラウンド相当濃度 (BEC) を示す Na や K などのイオン化しやすい元素を含む、さまざまな元素のバックグラウンド信号を抑制するように設計されています。m-レンズを備えた 9500 ICP-QQQ は、堅牢な性能と低いバックグラウンドが要求される金属分解物やその他のサンプルの分析に適しています。<sup>2</sup>

ただし、その利点は低マトリックスの高純度試薬にも及んでおり、より単純なマトリックスにおける ppt 未満の不純物の測定をサポートします。<sup>3</sup>

Agilent ICP-QQQ ポートフォリオにより、ユーザーは目的の DL や運用目標に基づいて装置を選択することができます。可能な限り低い DL を追求しているラボには、s-レンズを搭載した Agilent 8900 半導体仕様 ICP-QQQ が卓越した感度を提供するため、超微量定量の極限で運用しているラボに適しています。m-レンズを備えた 9500 ICP-QQQ は、堅牢で高感度の測定を実現しており、ルーチンの微量分析アプリケーションに最適です。このモデルは、すべての元素に対して極限の DL を必要としているわけではないが、高品質で再現性の高いデータを求めているラボに適しています。

本研究では、低マトリックスの高純度試薬専用に設計されたメソッドを用いて、9500 ICP-QQQ の性能を評価しました。装置ソフトウェアに実装されている、超純水 (UPW) および H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 用のプリセットメソッド (UPW メソッドは、希釈 HNO<sub>3</sub> および H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> にも適用可能) を使用して、1 % HNO<sub>3</sub> と高純度 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> を個別に分析しました。両方のマトリックス中のターゲット元素に対して、ppt 未満の DL と低いバックグラウンドを達成しました。これらの結果から、m-レンズを備えた 9500 ICP-QQQ が、半導体グレード試薬の超微量不純物分析だけでなく、要求の厳しい金属マトリックスアプリケーションにも使用できることが確認されました。

## 実験方法

### 試薬、サンプル調製、および検量線

サンプル調製には、ピューリック ω II (オルガノ株式会社、日本) で製造された UPW、および多摩化学工業株式会社 (日本) の TAMAPURE-AA-10 グレードの HNO<sub>3</sub> と TAMAPURE-AA-100 グレードの H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> を使用しました。標準溶液および添加溶液は、次の多元素標準液を用いて調製しました。XSTC-7、XSTC-8、および XSTC-331 (SPEX CertiPrep LLC、米国) です。特に指定されていない限り、本研究で報告されているすべての濃度は、w/w % で表されています。分析前に、HNO<sub>3</sub> サンプルを 1 % に、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> サンプルを 9.8 % に希釈しました。

9500 ICP-QQQ は、マトリックス適合標準から作成した多点外部検量線を作成しました。標準は、それぞれ 1 % HNO<sub>3</sub> および 9.8 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 中において、0、5、10、20、30 ng/kg (ppt) で調製しました。DL は、ブランク信号の標準偏差の 3 倍として計算しており、BEC は、平均ブランク信号を検量線の傾きで除算することにより計算しました。1 つのブランク溶液を 5 回の繰り返し測定し、これらの測定結果を用いて DL および BEC を計算しました。

## 装置

オプションの m-レンズおよび Agilent I-AS オートサンブラを備えた Agilent 9500 ICP-QQQ は、Agilent OpenLab ICP-MS ソフトウェア、バージョン 1.1 を用いて制御しました。超微量金属分析用に設計されたサンプル導入系は、I-AS プローブを備えた MicroFlow PFA ネプライザ (自己吸引モードで動作)、温度制御された石英製スプレーチャンバ、および内径 (id) 2.5 mm のインジェクタを備えた石英製トーチで構成しました。m-レンズ用として、銅製ベース白金チップサンブラコーンと、ニッケル製ベース白金チップスキマコーンを使用しました。

9500 ICP-QQQ は、ノーガス、アドバンスドヘリウムモード (AHM)、O<sub>2</sub>、NH<sub>3</sub>、H<sub>2</sub> の 5 つのチューニングモードで動作させました。H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> サンプルについては、最適な性能を確保するために、白金 (Pt) および亜鉛 (Zn) の定量用に追加の専用チューニングを用意しました (表 1)。リアクションガスおよびコリジョンガスを使用することにより、アルゴンプラズマに起因するスペクトル干渉や、マトリックスに関連する多原子イオンを効果的に除去することができました。m-レンズ用のプリセットメソッドにより、メイクアップガスの流量およびオメガレンズの電圧パラメータが自動的に最適化され、CeO/Ce 比が約 1 ~ 3 % の間で安定して維持されました。

表 1. Agilent 9500 ICP-QQQ の動作パラメータ

パラメータ	ノーガス	ノーガス (Pt) *	AHM	AHM (Zn) *	O <sub>2</sub>	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub>
スキャンモード	シングル四重極				MS/MS		
RF 出力 (W)	1500						
ネプライザガス (L/min)	0.7						
メイクアップガス (L/min)	オートチューン						
引き出し 1 (V)	0						
引き出し 2 (V)	-80						
オメガレンズ (V)	オートチューン						
Q1 バイアス (V)	-5	6	-5	0			
He ガス流量 (mL/min)	—	—	14	—	1	—	
H <sub>2</sub> ガス流量 (mL/min)	—	—	—	—	—	—	6
O <sub>2</sub> ガス流量 (mL/min)	—	—	—	—	0.4	—	—
NH <sub>3</sub> ガス流量** (mL/min)	—	—	—	—	—	3 (30%)	—
KED (V)	5		-4.2	-3	-7		-2

\* H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> サンプルのみに適用。\*\* 10 % NH<sub>3</sub> と 90 % He のバランスガス。

## 結果と考察

両方の酸マトリックス（1 % HNO<sub>3</sub> および 9.8 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>）において、すべてのターゲット元素が、それぞれの検量線範囲全体で、相関係数  $r > 0.99$  という優れた直線性を示しました。両方のマトリックス中のほとんどの元素に対して、ppt 未満の DL および BEC を達成しており、高純度試薬中の超微量不純物の管理において、このメソッドが高い感度を実現していることが確認されました（表 2）。

特に注目すべきことは、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 中の Zn の測定性能です。m/z 64、66、68 での <sup>32</sup>S<sup>32</sup>S、<sup>32</sup>S<sup>34</sup>S、<sup>34</sup>S<sup>34</sup>S などのマトリックスに関連するバックグラウンドにより、多くの場合、この測定は困難であると考えられていました。このメソッドは、AHM および Zn 固有のチューニング設定で DCS を使用することにより、DL が 0.64 ppt、BEC が 0.89 ppt を達成しており、ホットプラズマ条件下でも、効果的なバックグラウンド抑制と堅牢な干渉除去を実現できることを実証しました。

## 結論

本研究では、1 % HNO<sub>3</sub> および 9.8 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 用のプリセットメソッドを用いて、高純度試薬の超微量分析用 m-レンズを備えた Agilent 9500 ICP-QQQ を評価しました。すべての元素において、1 桁未満または 1 桁台の ppt の検出限界と低いバックグラウンド相当濃度を達成しており、ホットプラズマ条件下でも、超微量測定を容易に実施できることを実証しました。デュアルセルシステムにより、マトリックスに関連する干渉を効果的に除去することができ、アドバンスドヘリウムモードは、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 中の Zn などの分析困難な元素の測定に有効なアプローチを提供しました。これらの結果が示すように、直感的なプリセットメソッドを備えた 9500 ICP-QQQ は、高感度で低バックグラウンドのデータを提供することができ、超微量分析を初めて導入するラボにとって、利用しやすい導入ポイントを提供します。

## 参考文献

1. Sugiyama, N. デュアルセルシステム（DCS）とアドバンスドヘリウムモード（AHM）, Agilent publication, [5994-8985JAJP](#)
2. Yamashita, R. Agilent 9500 ICP-QQQ を用いた高純度チタンの分析, Agilent publication, [5994-9024JAJP](#)
3. Sakai, K.; Shimamura, Y. ホットプラズマ条件下での ICP-QQQ による超高純度プロセス薬品分析, Agilent publication, [5994-4025JAJP](#)

表 2. 各分析対象物のチューニングモード、測定した m/z、および計算された DL と BEC。DL と BEC は、同一のブランク溶液を 5 回繰り返し測定した結果から計算しました（n = 5）。検出可能な信号が得られなかった分析対象物については、ND（不検出）として報告しています。

分析対象物	チューニング	Q1	Q2	1 % HNO <sub>3</sub>		9.8 % H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
				DL (ppt)	BEC (ppt)	DL (ppt)	BEC (ppt)
Li	ノーガス	—	7	0.05	< DL	0.05	< DL
B	ノーガス	—	11	0.98	2.08	2.04	6.08
Na	NH <sub>3</sub>	23	23	0.16	0.17	0.19	1.42
Mg	NH <sub>3</sub>	24	24	0.02	< DL	0.08	< DL
Al	NH <sub>3</sub>	27	27	0.06	< DL	0.17	< DL
K	NH <sub>3</sub>	39	39	0.25	0.71	0.41	2.04
Ca	H <sub>2</sub>	40	40	0.04	0.06	0.16	0.20
Ti	O <sub>2</sub>	47	63	—	—	1.30	< DL
Ti	O <sub>2</sub>	48	64	0.02	< DL	—	—
V	AHM	—	51	ND	ND	—	—
V	NH <sub>3</sub>	51	51	—	—	0.08	< DL
Cr	NH <sub>3</sub>	52	52	0.06	0.06	0.14	0.24
Mn	AHM	—	55	0.04	< DL	0.12	< DL
Fe	NH <sub>3</sub>	56	56	0.33	0.49	0.41	1.13
Co	AHM	—	59	0.02	< DL	0.02	< DL
Ni	AHM	—	60	0.20	< DL	0.51	< DL
Cu	AHM	—	63	0.14	0.21	0.22	0.25
Zn	AHM	—	66	0.10	< DL	—	—
Zn	AHM (Zn)	—	68	—	—	0.64	0.89
As	O <sub>2</sub>	75	91	0.06	< DL	0.05	< DL
Sr	AHM	—	88	ND	ND	ND	ND
Mo	AHM	—	95	0.02	< DL	0.06	< DL
Cd	AHM	—	111	0.03	< DL	ND	ND
Sn	AHM	—	118	0.21	< DL	0.25	0.48
Sb	AHM	—	121	0.05	< DL	0.06	< DL
Ba	AHM	—	137	0.06	< DL	0.14	< DL
W	AHM	—	182	ND	ND	0.01	< DL
Pt	ノーガス	—	195	0.15	2.52	—	—
Pt	ノーガス (Pt)	—	195	—	—	0.13	0.34
Pb	AHM	—	208	0.03	0.03	0.10	0.26

このアプリケーションで使用した製品

#### アジレント製品

製品タイプ	説明	部品番号
サンプル導入システム	9500 ICP-MS 石英製トーチ、内径 2.5 mm、水性サンプル用	<a href="#">M5150-67011</a>
	9500 ICP-MS 石英製コネクタチューブ、ストレート	<a href="#">M5150-67014</a>
	9500 ICP-MS 石英製スプレーチャンバ、ストレート出口ポート付き	<a href="#">M5150-67017</a>
	MicroFlow PFA ネブライザ、I-AS プロープ付き、200 µL/min での自己吸引	<a href="#">G3139-65102</a>
インタフェース	9500 ICP-MS 用 ICP-MS サンブラコーン、Cu 製ベース付き Pt チップ	<a href="#">M5150-67002</a>
	スキマコーン、Ni 製ベース付き Pt チップ、m-レンズ用	<a href="#">G8400-67073</a>
	引き出しオメガレンズアセンブリ、m-レンズ、真鍮製ベース	<a href="#">M5150-67023</a>
チューブキット	Easy-fit ペリスタルティックポンプチューブ、ベージュ熱可塑性、黄/青、内径 1.52 mm、ドレイン用	<a href="#">5005-0022</a>
ボトルキット	廃液容器キット。10 L 廃液ボトル、S60 StaySafe キャップ、フィッティング、酸蒸気フィルタ付属	<a href="#">5005-0437</a>

[www.agilent.com/chem/9500icpqqq](http://www.agilent.com/chem/9500icpqqq)

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタムコンタクトセンタ

**0120-477-111**

[email\\_japan@agilent.com](mailto: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。

DE-013695

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2026  
Printed in Japan, April 09, 2026  
5994-9062JAJP