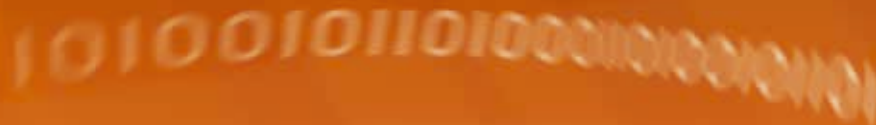




Agilent ICP-MS ジャーナル

2016年12月 - 第67号



本号の内容

- 2-3 ICP-QQQ による高純度硫酸および過酸化水素中の超微量元素の測定
- 4-5 ICP-QQQ によるミネラルウォーター中の硫黄同位体比の分析
- 5 環境無機スペシエーション分析に関するお客様の声
- 6 単一粒子 ICP-QQQ による TiO_2 ナノ粒子の分析
- 7 スペインで初の欧州 Agilent ICP-QQQ ワークショップおよびカンファレンスを開催
- 8 公開中のウェブセミナー：ICP-MS/MS: 高性能だけにとどまらない
四重極 ICP-MS、Agilent ICP-MS 誕生 30 周年を迎える
EWCPS 2017、カンファレンス/会議/セミナー、Agilent ICP-MS に関する最新資料

8900 ICP-QQQ アプリケーション特集号



Agilent Technologies

ICP-QQQ による高純度硫酸および過酸化水素中の超微量元素の測定

Michiko Yamanaka, Kazuo Yamanaka and Naoki Sugiyama

アジレント・テクノロジー株式会社

半導体機器メーカーは、製造プロセスからできる限り汚染を排除しようと努力しています。粒子、金属、および有機汚染物質が最終製品の品質および信頼性の低下につながるためです。フォトリソストリマーパターンなどの有機材料は、イオン注入後にシリコンウエハ表面から完全に除去する必要があります。この洗浄手順には、硫酸 (H₂SO₄) と過酸化水素 (H₂O₂) の混合液が用いられています。重要となるこの段階でウエハ表面の汚染を防ぐためには、これらの薬品中の金属不純物を最小限に抑えることが不可欠です。

ICP-QQQ が選ばれる理由

現在、半導体業界では、微量元素汚染物質をモニタリングする標準手段として ICP-MS が使用されています。一方、ますます精密化、高性能化するデバイスを背景に、より多くの汚染元素をこれまで以上に低濃度でモニタリングする必要性が生じています。この課題を満たすには、幅広い微量元素に対して 1 桁またはサブ ng/L (ppt) レベルのバックグラウンド相当濃度 (BEC) を実現可能な分析メソッドが必要です。ICP-QQQ は、従来の四重極 ICP-MS よりも高い信頼性と一貫性でスペクトル干渉を解決できます。これを可能にしているのが、コリジョンリアクションセル (CRC) の前に新たに搭載された四重極マスフィルタ (Q1) です。このタンデム質量分析計の構造により、MS/MS モードでの動作が実現されます。MS/MS モードでは、セルに入ることでできるイオンが Q1 でコントロールされるため、セル内で一貫した化学反応プロセスが得られます。また、マトリックス元素や他の分析対象イオンからターゲットプロダクトイオン以外のイオンが形成されるリスクが最小限に抑えられます。これにより、一貫性の高い分析結果が得られるだけでなく、反応性の高いガスを使用しても、相互にオーバーラップする元素プロダクトイオンが新たに生成されるリスクが生じません。

例えば、MS/MS モードでは、NH₃ リアクションガスを用い、マトリックス由来の SO⁺ 多原子イオンの干渉を受けない適切なアンモニアクラスタプロダクトイオンを測定することで、硫酸マトリックス中の Ti を分析できます。また、Agilent 8900 ICP-QQQ の ORS⁴ セルが備える新たな軸方向の加速技術により、セルで形成されたプロダクトイオンのエネルギーを高め、Ti/NH₃ クラスターイオンの感度を向上させることが可能です。

この記事では、a) 非常に分析困難なマトリックスである硫酸にサブ ppt レベルで存在する微量元素の分析、b) 高純度の「クリーン」な過酸化水素試薬中の超微量汚染物質の測定という 2 つの優れた半導体アプリケーションについて取り上げます。

実験

分析には、標準的な半導体仕様の Agilent 8900 ICP-QQQ #200 機器を使用しました。8900 #200 には、PFA-100 ネプライザ、ベルチェ冷却石英製スプレーチャンバ、石英製トーチ、白金製のサンプリングコーンとスキマコーン、および s-レンズが搭載されています。ネプライザは、ペリスタルティックポンプチューブによるサンプル汚染を最小限に抑えるために、自吸モードで動作させました。

高度な半導体アプリケーションでは、すべての分析対象物に対して最小限の検出下限を確実に実現することが重要な要件となります。超微量濃度の汚染物質を測定するラボでは、各溶液を測定しながら複数のチューニングステップを連続的に適用するマルチチューンメソッドを用いることで、この要件を満たすことができます。このアプローチにより、分析対象物に対する感度を最高の状態に保ちながら、多様な干渉物が除去されるようチューニング条件を最適化することができます。

今回の調査では、分析対象物に応じて複数のセルガス (He、H₂、O₂、および NH₃) を使用し、H₂SO₄ 中の分析対象物 42 種と、H₂O₂ 中の元素 52 種 (SEMI C30-1110 Grade 5 規格 [1] の規定元素 23 種を含む) を測定しました。また、クールプラズマ条件で最小の BEC が得られる元素には、このモードを使用しました。チューニングおよび取り込みパラメータは、該当するアプリケーションノート [2、3] に記載のとおりです。

H₂SO₄ のサンプル前処理と結果

高純度の 98 % H₂SO₄ (多摩化学工業株式会社) を超純水 (UPW) で 10 倍に希釈しました。多元素標準液は、XSTC-331、XSTC-7、XSTC-8 (SPEX CertiPrep 社、米国) と Si 単元素標準物質 (関東化学株式会社) から調製しました。

両方の試薬について、高純度半導体サンプルで一般に用いられている標準添加法 (MSA) によりキャリブレーションを行いました。これにより得られた 9.8 % H₂SO₄ 中の代表的な元素の検量線を図 1 に示します。すべての成分で高い直線性が見られ (R > 0.9995)、Si (44 ppt)、P (3 ppt)、Zn (1.5 ppt) 以外のすべての元素でサブ ppt の検出限界を達成しました。また、9.8 % H₂SO₄ の定量分析結果を表 1 に示します。検出下限 (DL) は、9.8 % H₂SO₄ のブランク溶液を 10 回繰り返し測定した結果をもとに求めました。回収率および RSD は、9.8 % H₂SO₄ の 20 ng/L 添加溶液を 10 回繰り返し測定して求めました。Ti、V、Zn などのすべての元素で、優れた性能を達成しました。これは、S 起因のマトリックス干渉を効果的に抑制できたことを示しています。

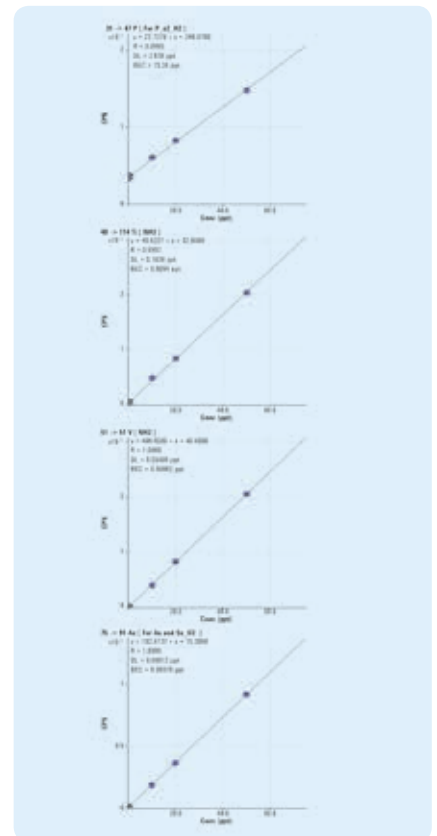


図 1. 9.8 % H₂SO₄ 中の P、Ti、V、および As の検量線

表1. 9.8 % H₂SO₄ 中の元素 42 種の定量結果

分析対象元素	DL (ppt)	BEC (ppt)	分析対象元素	DL (ppt)	BEC (ppt)
Li	0.13	0.13	Rb	0.12	0.03
Na	0.37	0.73	Sr	0.02	0.004
Mg	0.15	0.05	Zr	0.03	0.005
Al	0.18	0.09	Nb	0.03	0.05
Si	44	480	Mo	0.19	0.12
P	2.8	15	Ru	0.19	0.10
K	0.36	0.66	Pd	0.04	0.004
Ca	0.57	0.18	Ag	0.16	0.15
Ti	0.76	0.81	Cd	0.16	0.04
V	0.05	0.10	In	0.02	0.008
Cr	0.51	0.37	Sn	0.35	0.33
Mn	0.16	0.11	Sb	0.09	0.03
Fe	0.40	0.28	Cs	0.10	0.17
Ni	0.12	0.02	Ba	0.03	0.007
Co	0.23	0.03	Ta	0.26	0.42
Cu	0.57	0.58	W	0.28	0.07
Zn	1.5	1.8	Au	0.41	0.30
Ga	0.08	0.01	Tl	0.09	0.07
Ge	0.40	0.24	Pb	0.56	0.93
As	0.08	0.08	Bi	0.03	0.004
Se	0.14	0.22	U	0.02	0.003

H₂O₂ のサンプル前処理と結果

サンプルマトリックスとして、TAMAPURE-AA-10 過酸化水素 (35 %) を使用しました。添加元素を安定化させるために、H₂O₂ サンプルに超高純度硝酸 (TAMAPURE-AA-10) を加えました。このとき、70 % HNO₃ が 1000 倍に希釈され、最終的な硝酸濃度が 0.07 % になるようにしました。混合多元素標準液 (SPEX CertiPrep 社、米国ニュージャージー州) を調製し、H₂O₂ のブランクマトリックスに 10、20、30、40、および 50 ppt で添加して添加標準液を調製しました。各溶液の調製は分析の直前に行いました。

H₂O₂ で測定した、S および P を含む SEMI 規定元素の定量結果と検出下限を表 2 に示します。SEMI 規格で規定されていない元素の結果については、参考文献 3 をご覧ください。各検出下限は、H₂O₂ のブランクサンプルを 10 回繰り返し測定した結果の 3 シグマとして計算しました。添加した各分析対象物について、10 ppt (S については 100 ppt) の濃度で RSD 1.0 ~ 8.1 % の再現性が得られました。高純度の 35 % H₂O₂ サンプルの一連の分析にかかった時間は、3 時間 40 分でした [3]。

結論

Agilent 8900 ICP-QQQ を使用することで、9.8 % H₂SO₄ 中の分析対象物 39 種に対し、サブ ppt レベルの DL と BEC が得られました。これは、多くの分析対象物に対するマトリックス由来の干渉物を効果的に除去できたことを示しています。また、高純度の 35 % H₂O₂ に含まれる、P および S を含む SEMI C30-1110 規定元素 23 種すべてをサブ ppt レベルで測定することができました。ほぼすべての元素についてサブ ppt レベルの定量結果が得られ、その他の元素 (Si を除く) の検出下限は 1 桁 ppt レベルでした。

以上の結果から、半導体仕様の Agilent 8900 ICP-QQQ 機器が高純度の半導体試薬およびプロセス薬品のルーチン分析に適していることが実証されました。

表2. 高純度の 35 % H₂O₂ に含まれる SEMI 規格規定元素の微量元素定量および安定性試験の結果

	濃度 (ppt)	DL (ppt)	安定性 ^{*1} RSD (%)
Li	< DL	0.003	4.7
B	7.7	0.69	8.1
Na	0.39	0.031	3.3
Mg	0.017	0.017	4.1
Al	0.39	0.071	2.9
P	4.2	0.89	3.3
S	190	5.1	7.8
K	0.21	0.11	2.2
Ca	< DL	0.23	1.9
Ti	0.097	0.045	2.6
V	0.067	0.027	2.6
Cr	0.13	0.075	3.5
Mn	< DL	0.012	2.7
Fe	0.13	0.074	3.3
Ni	0.16	0.14	3.7
Cu	< DL	0.048	5.0
Zn	0.22	0.14	4.5
As	< DL	0.087	3.5
Cd	< DL	0.020	2.3
Sn	0.088	0.063	2.0
Sb	< DL	0.015	1.6
Ba	0.061	0.033	1.2
Pb	0.081	0.053	1.0

SEMI C30-1110 Grade 5 規定元素の最大濃度: 10 ppt
^{*1} 分析対象元素を 10 ppt (硫黄については 100 ppt) で添加

参考文献

1. SEMI C30-1110, Specifications for hydrogen peroxide
2. Determination of trace elements in ultrapure semiconductor grade sulfuric acid using the Agilent 8900 ICP-QQQ in MS/MS mode 2016, [5991-7008EN](#)
3. Determination of ultra trace elements in high purity hydrogen peroxide with Agilent 8900 ICP-QQQ 2016, [5991-7701EN](#)

ICP-QQQ による ミネラルウォーター中の 硫黄同位体比の分析

Naoki Sugiyama

アジレント・テクノロジー株式会社

自然界に存在する硫黄の主な安定同位体として、 ^{32}S (天然存在比 94.99 %) および ^{34}S (4.25 %) の 2 つがあります。その相対アバダンスは環境に応じてさまざまに変化することから、 $^{34}\text{S}/^{32}\text{S}$ 比をもとにサンプルの特性解析を行うことができます。硫黄の安定同位体分析において、 $^{34}\text{S}/^{32}\text{S}$ 同位体比の変動は、VCDT (ウィーン-キャニオンディアプロトロイライト) と呼ばれるキャニオンディアプロ隕石のトロイライト (硫化鉄) 鉱石を標準物質とした、相対的な ^{34}S の存在比の偏差またはデルタ (δ) として計算、報告されます。 $\delta^{34}\text{S}$ の存在比の自然変動は千分率 (%) で表され、酸化還元反応により -50 ‰ から +40 ‰ 程度 (場合によってはさらに大きな割合) の範囲で変化します。

硫黄の同位体比 (IR) 分析には、気相同位体比質量分析 (IRMS) 法が広く使用されてきましたが、近年開発されたトリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) により、低濃度で存在する硫黄の正確な測定能力が格段に向上しました。

実験

機器

分析には、標準の Ni コーンと x-レンズを搭載した Agilent 8900 ICP-QQQ (#100、アドバンスド・アプリケーション・コンフィグレーション) を使用しました。信号精度を高めるために、標準のガラス製同軸ネブライザを PFA ネブライザに交換し、自吸モードで使用しました。

メソッドおよびセル条件

硫黄のすべての同位体は O_2^+ による多原子干渉を受け、特に $^{32}\text{S}^+$ にオーバーラップする $^{16}\text{O}_2^+$ の影響は顕著です。この O_2^+ による干渉は、ICP-QQQ を MS/MS マスシフトモードで動作させ、 O_2 セルガスを用いることで解決できます。このモードでは、 S^+ イオンが SO^+ プロダクトイオンに変換されて +16 amu 分シフトするため、元の質量数のままの O_2^+ のオーバーラップが回避されます。このメソッドは、測定対象の 2 つの硫黄同位体を低濃度であっても正確に測定できるうえ、より高速でシンプルな S 同位体分析法として活用できる可能性もあります。

これと同じマスシフトモードは従来の四重極 ICP-MS (ICP-QMS) でも可能ですが、セルの前にマスフィルタがないため、質量数 50 の $^{32}\text{S}^{16}\text{O}^+$ と $^{34}\text{S}^{16}\text{O}^+$ など、同位体プロダクトイオン相互のオーバーラップを抑制できず、S 同位体の正確な分析は不可能です。

取り込みメソッドでは、 ^{32}S については 1 秒、 ^{34}S については 5 秒の積分時間を使用しました。各サンプルの測定は 10 回繰り返しを行い、それぞれスイープを 1000 回行いました。チューニング条件を表 1 にまとめます。

表1. ICP-QQQ のチューニングおよびメソッド条件

	チューニングパラメータ	値
プラズマ	RF 出力 (W)	1550
	サンプリング深さ (mm)	8.0
	ネブライザガス流量 (L/min)	0.90
	メイクアップガス流量 (L/min)	0.30
レンズ	引き出し 1 (V)	-80
	引き出し 2 (V)	-150
	オメガ (V)	10.0
	オメガバイアス (V)	-120
セル	オクタポールバイアス (V)	-5
	軸方向の加速 (V)	2.0
	KED (V)	-8.0
	セルガス	O_2
	セルガス流量 (mL/min)	0.45

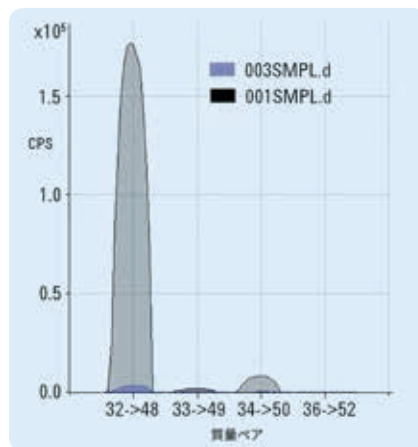


図 1. 10 ppb 硫黄溶液 (灰色) とブランク (青色) の MS/MS スペクトル

試薬とサンプル前処理

硫黄同位体の認証標準物質 (CRM) IAEA-S1 ($\delta^{34}\text{S}_{\text{VCDT}} = -0.3 \text{ ‰}$) および IAEA-S2 ($\delta^{34}\text{S}_{\text{VCDT}} = +22.7 \text{ ‰}$) は、NIST (米国ゲイザースバーグ) から購入しました。各 CRM を希硝酸にゆっくり溶解させ、適切な濃度にししました。マトリックスブランクは、50 ppm Ca (SPEX Certiprep 社、米国) および 100 ppm NaCl (和光純薬工業株式会社)

社) を 1 % 硝酸 (Tampure 100、多摩化学工業株式会社) に溶解して調製しました。この溶液は、標準液およびサンプルの希釈液として、また再平衡化リンス液としても使用しました。

質量バイアス補正、マトリックス効果とバックグラウンドの抑制

機器の質量バイアスを挟み込み (sample-standard bracketing) 法で補正しました。すなわち、各サンプルの前後に、S 同位体の組成が既知 (IAEA-S-1) の 0.5 mg/L 標準液を測定し、2 つの標準液測定値の平均 IR をもとにサンプルの IR を補正しました。

ミネラルウォーターによって異なるサンプルマトリックスの効果を最小限に抑えるために、質量バイアス標準液およびミネラルウォーターサンプルを、50 mg/L カルシウム (Ca) と 100 mg/L 塩化ナトリウム (NaCl) を含む溶液で希釈しました。この希釈液を使用することで、サンプルのマトリックスレベルの幅広い変動によって生じる可能性のある質量バイアスの変動を低減しました。マトリックスブランクの S 濃度は約 0.7 ppb で、IR 分析の真度に影響をおよぼし得る濃度を下回っていました。

結果と考察

水サンプルの分析

3 種類のミネラルウォーターを東京の地域店舗で購入しました。ミネラルウォーターサンプルに加え、日本河川水 CRM である JSAC 0301 (日本分析化学会)、日本北部にある伊香保温泉で採取した湧水、NASS 5 海水 CRM (カナダ国立研究機関)、および Tampure-AA 100 高純度硫酸 (多摩化学工業株式会社) のサンプルを分析用に調製しました。サンプルに用いた希釈係数を表 2 に示します。

表2. 希釈係数

サンプル	希釈係数
ミネラルウォーター A	10
ミネラルウォーター B	10
ミネラルウォーター C	1000
JSAC 0301: 日本河川水 CRM	10
伊香保温泉水	1000
NASS 5	2000
高純度硫酸	50000

環境無機 スペシエーション分析に 関するお客様の声



LGC 社 (英国デントン) で無機スペシエーション分析の科学リーダーを務める Panayot Petrov 博士は、同博士のラボにおいて、食品および水のスペシエーション分析とナノ粒子の特性解析に Agilent LC、GC、シングル四重極およびトリプル四重極 ICP-MS を活用しています。

このビデオでは、環境科学分野に役立つ最新技術により、標準的な分析法では見逃されてしまう危険な有害元素に対し、いかにきわめて低い定量下限が実現されるかをご覧ください。

www.agilent.com/en-us/video/bristol-petrov

Sulfur isotope fractionation analysis in mineral waters using an Agilent 8900 ICP-QQQ (Agilent 8900 ICP-QQQ によるミネラルウォーター中の硫黄同位体分別分析), Agilent publication, 2016, **5991-7285EN**

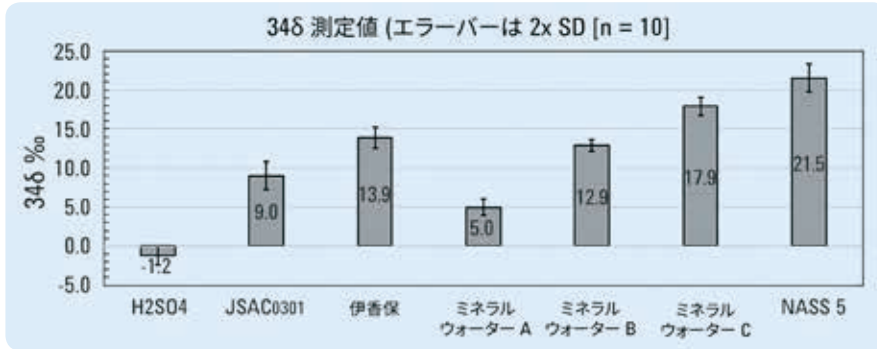


図 2. 硫酸、河川水 CRM、湧水、市販ミネラルウォーター 3 種 (製品 A、B、C)、および海水 CRM 中の硫黄 IR の測定結果

各サンプルは 10 回測定し、平均値と標準偏差を計算しました。図 2 に、各サンプルの IR の平均値と誤差 (標準偏差の 2 倍) を示します。

この結果から、3 種類のミネラルウォーターを含むすべてのサンプルについて、S の IR が明らかに異なっていることがわかります。海水の標準物質で測定された $\delta^{34}\text{S}$ の値 +21.5 ‰ は、表 3 [1] に示す海水中の硫黄の世界平均値 +21 ‰ と良好に一致しています。

表 3. 自然界の硫黄同位体分布

採取源	VCDT を基準とした偏差 $\delta^{34}\text{S}$ (‰)
火成岩	0
堆積岩	-40~+40
海水中の SO_4	+21
大気中の SO_4	-30~+30
表流水/地下水中の SO_4	-22~+135
土壌 (有機硫黄)	-30~+30
植物 (有機硫黄)	-34~+32
動物 (有機硫黄)	-10~+22
化石燃料 (有機硫黄)	-11~+28

結論

アドバンス仕様の Agilent 8900 ICP-QQQ は、 $^{34}\text{S}/^{32}\text{S}$ 同位体比分析に最適です。自然界に存在するサンプルについて有益な特性解析情報をもたらし、人為的影響のモニタリングにも役立てることができます。

8900 ICP-QQQ は、低バックグラウンド、高感度での硫黄分析が可能のため、分析前にサンプルをマトリックスブランクで希釈するだけの新たなメソッドを開発することができました。機器のマスバイアスまたはドリフトの補正には、挟み込み法を使用しました。

ICP-QQQ を用いた新たな高速硫黄同位体分析は、水源の自然特性の特定、季節変動や生物地球化学的変動のモニタリング、さらに硫黄の人為発生源が環境におよぼす影響の測定において大きな役割を果たすことが期待されます。

参考文献

1. R. Tostevin, A. V. Turchyn, J. Farquhar, D. T. Johnston, D. L. Eldridge, J. K. B. Bishop and M. Mclvin, 2014, Earth and Planetary Science Letters, 396, 14-21

詳細情報

Sulfur isotope fractionation analysis in mineral waters using an Agilent 8900 ICP-QQQ (Agilent 8900 ICP-QQQ によるミネラルウォーター中の硫黄同位体分別分析), Agilent publication, 2016, **5991-7285EN**

単一粒子 ICP-QQQ による TiO₂ ナノ粒子の分析

Michiko Yamanaka, Steve Wilbur
アジレント・テクノロジー

二酸化チタン (TiO₂) 粒子は、塗料、食品用色素、化粧品、医薬品、光触媒など多様な製品で広く使用されています。多くの場合、目的とする TiO₂ 製品の特性は、粒子を 1 ~ 100 nm のナノスケールにすることで得られます。ナノ粒子 (NP) は非常に小さいため膜を通して吸収され、有機体および環境システムにリスクをもたらす可能性があることから、大きな懸念事項となっています。ところが、現段階では、その特性がほとんど未解明のまま、哺乳類や海洋生物の長期的健康に NP がおよぼす影響はよくわかっていません。この分野の研究を促進するために、粒子径の小さい TiO₂ NP の特性解析と定量が可能な高速で正確かつ感度の高い手法が必要とされています。

単一粒子 ICP-MS

単一粒子 (sp-)ICP-MS では、標準的な液体サンプル導入システムと時間分析 (TRA) メソッドが使用されます。サンプルが十分に希薄であれば、ナノ粒子は個々にプラズマを通過して明確な過渡信号を発生します。この信号を測定することで、粒子濃度、粒子サイズ (粒子径)、サイズ分布、組成などの情報を得ることができます。

(球状) 粒子の質量はその直径の 3 乗に比例するため、小粒子の検出には高感度であることが不可欠です。例えば、粒子径が半分になると、質量、すなわち信号は 1/8 になります。また、NP の検出下限は S/N 比の数倍として定義されるため、低バックグラウンドであることも重要になります。小さいピークがノイズで失われる可能性があるからです。

低濃度で存在する Ti は、従来の四重極 ICP-MS (ICP-QMS) では測定困難な元素です。これは、P、S、Si、C などを含むマトリックス中の多原子イオンが分析対象イオンにオーバーラップしてしまうためです。また、⁴⁸Ti (存在比 74%) についても、⁴⁸Ca の同重体干渉により信頼できる測定結果が得られません。これに対し、MS/MS モードを搭載した ICP-QQQ は、図 1 に示すように同重体干渉を解決することが可能です。

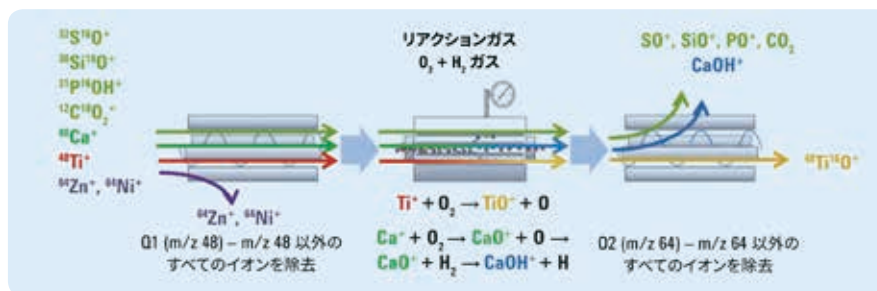


図 1. Q1 により、m/z 48 のイオンのみがセルに入り、その他すべてのイオンはセルに入りません。⁴⁸Ti⁺ はセル内で O₂/H₂ リアクションガスと反応し、⁴⁸Ti¹⁶O⁺ になります。Q2 において、TiO⁺ が m/z 64 として測定されます。⁴⁰Ca⁺ は反応によって m/z 65 の CaOH⁺ を形成するため、m/z 64 の TiO⁺ に干渉しません。

実験

標準物質とサンプル

参照物質として、TiO₂ の一般的な鉱物形である鋭錐石 (US Research Nanomaterials 社) を使用しました。日焼け止めは、東京の地域店舗から購入しました。

サンプル前処理

TiO₂ 中間標準液は、1% Triton X-100 で希釈しました。作業用溶液は、脱イオン (DI) 水、水道水、または 100 ppm P、100 ppm S、50 ppm Ca、50 ppm Si、および 0.1% エタノールを含むマトリックス混合液で希釈しました。

機器

分析には、標準の石英製サンプル導入システムを装着した Agilent 8900 ICP-QQQ を使用し、O₂ リアクションガスを用いて MS/MS マスシフトモードで動作させました。

表 1. ICP-QQQ の操作パラメータ

パラメータ	設定
RF 出力	1600 W
リアクションガスと流量	O ₂ 0.1 mL/min + H ₂ 5 mL/min
Q1/Q2 質量数	48/64
ドウェルタイム	0.1 ms

結果

鋭錐石のサイズ分布プロットを図 2 に示します。粒子サイズの平均測定値 36 nm は、公称参照値 30 ~ 50 nm と一致しています。

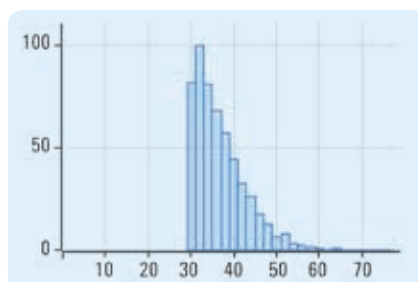


図 2. 鋭錐石参照物質のサイズ分布プロット

TiO₂ マトリックスサンプル

日焼け止めが含まれるサンプルのサイズ分布プロット (図 3) では、マトリックスの違いに関

わらず、一貫した粒子サイズ分布が得られています。

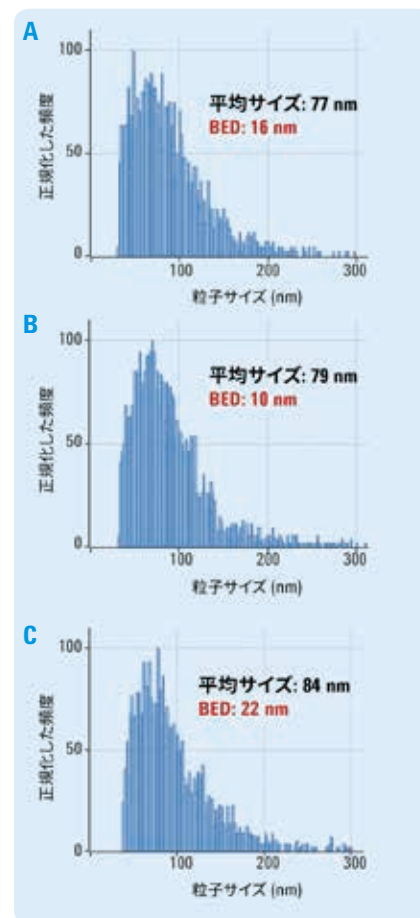


図 3. 日焼け止めサンプルのサイズ分布プロットとバックグラウンド相当径 (BED)。A: DI 水、B: 水道水、C: マトリックス混合液 (100 ppm S および P、50 ppm Ca および Si、0.1% エタノール)。

結論

sp-ICP-QQQ メソッドでは、Ti の測定に対して高感度を実現し、100 nm 未満の TiO₂ 粒子の正確な測定結果が迅速に得られました。MS/MS 機能により、Ti にオーバーラップする多原子干渉と同重体干渉をすべて効果的に排除し、複雑なマトリックス中でも一貫した粒子サイズ分布を測定することができました。

スペインで初の欧州 Agilent ICP-QQQ ワークショップおよび カンファレンスを開催

Isabel Cuesta

アジレント・テクノロジー、スペイン

はじめに

10月初め、ICP-QQQについてあらゆるトピックを議論するために、欧州13か国とオーストラリアおよび南アフリカから60名を超える代表者がバルセロナに会しました。

ミーティングは、コツとヒントのワークショップで幕を開けました。このワークショップでは、Agilent 8800 および 8900 ICP-QQQ のユーザーがこの機器の日々の操作経験を共有しました。その後、セッションは、ICP-QQQ の前身である ICP-MS による分析の限界を、ICP-QQQ 技術によっていかに乗り越えることができるかについての興味深い有益な議論へと発展しました。このテーマは、その後の科学プログラムにおいて、さらに詳細に議論されました。

2日間に渡るミーティングでは、食品、半導体、原子力、医薬品、地球化学、ナノ粒子など幅広いアプリケーションに関する16のトピックが取り上げられました。

具体的には、河川および海中の新規汚染物質の検出、原子力汚染物質のより高速で正確なモニタリング、食品中のナノ粒子および有害元素種の検出、レーザーアブレーション-ICP-QQQ を用いた氷床コアおよび石筍にもとづく地質年代学および低濃度火山性硫化物の記録に関する研究、ナノ粒子と自然環境システムおよび生物系との相互作用の調査などのトピックです。

Quality Assistance 社 (ベルギー) の Philippe De Raeve 博士は、ICP-QQQ メソッドを用いることで、タンパク質濃度の絶対定量がいかに可能になるか、またこのメソッドが European Directorate for the Quality of Medicines (医薬品の品質に関する欧州指令理事会) において Chapter 2.5.33 (総タンパク質量) への追補として議論されていることを説明しました。



ICP-QQQ コミュニティの開幕。アジレント初の欧州 ICP-QQQ ユーザーグループミーティングの参加者がアイデアと経験を共有するため一堂に会しました。

研究最前線から

ルーチンアプリケーションまで

一部の講演者は、ICP-QQQ がルーチンツールとしてビジネスの競争力をいかに支えているかについてスポットを当てました。いまや Agilent ICP-QQQ は、多くのコントラクトラボの主力機器となっています。これは、多くの状況でサンプル前処理が不要のシンプルなメソッドにより、分析時間を数日から数分へと短縮し、運用コストの大幅削減を図ることができるためです。ノルウェーのある民間ラボの講演者は、ICP-QQQ が、きわめて複雑なマトリックスの地質サンプルの分析に欠かせない存在となっていることを報告しました。このラボでは現在、地質サンプルの分析に他の原子分光分析機器は使用されていません。ICP-QQQ の登場により、これらの機器が不要になったためです。

英国のコントラクトラボの別の参加者は、ICP-QQQ により分析全体を格段に高速かつ容易に行えるようになり、より多くのビジネスをこなせるようになったと語りました。

助成金の確保

ミーティングに参加した多数の大学および学術機関の代表者からは、各施設への ICP-QQQ の導入が、資金確保能力にプラスの影響を与えているとの報告がありました。「ICP-QQQ により、これまで不可能だったことが可能になり、収入が増えました。得られる助成金が確実に増えたのです。」

今後のイベント

今回のイベントについて、ミーティングの開放的で刺激ある雰囲気の中有意義な時間を過ごした参加者から圧倒的に好意的な反響が寄せられました。Ghent University (ベルギー) の Lieve Balcaen 博士は次のようにまとめています。「科学的観点から見ても社会的観点から見ても、興味深いミーティングでした。素晴らしい結果が発表されたことはもちろん、ユーザーとアジレントの担当者がオープンに交流できる良い雰囲気だったと感じました。この種のイベントは、どんな方にもメリットがあると思います。」

今回の成功をステップに、アジレントの欧州チームは、ICP-QQQ ユーザーグループミーティングおよびカンファレンスを隔年で開催することを計画しています。

詳細情報

ICP-QQQ カンファレンスで議論された幅広いトピックと今後のユーザーミーティングの詳細については、Agilent ICP-MS 製品スペシャリストにお問い合わせいただくか、www.agilent.com/chem/icpms をご覧ください。

公開中のウェブセミナー： ICP-MS/MS： 高性能だけにとどまらない 四重極 ICP-MS

1980年代に ICP-MS 機器が発売されて以来、スペクトル干渉の存在はこの手法の大きな制約の1つとなっていました。その後何年にも渡り、スペクトルのオーバーラップを解決する、より強力であり汎用性の高い手段が徐々に開発されてきました。

そして 2012 年、初の市販トリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) が発売されました。このタンデム質量分析計では、コリジョンリアクションセルで起こるイオン分子反応を格段に厳密にコントロールすることができます。また、四重極 ICP-MS でオーバーラップの影響を受けていた質量数の大きい反応プロダクトイオンをモニタリングすることにより、ICP-MS で干渉を解決する新たな道が切り開かれました。一般に、ICP-MS/MS では、メソッド開発の可能性が広がり、検出下限が向上し、複雑なサンプルでもより正確な結果が得られます。

11月29日に放映した ウェブセミナーのご紹介

Ghent University (ベルギー) の分析科学上級正教授である Frank Vanhaecke 博士によるウェブセミナーをご覧ください。次のさまざまなアプリケーションに ICP-QQQ を利用することのメリットについて説明しています。

- 有機マトリックス中の S の測定
- 体液中の Ti の測定
- 生体サンプル中の超微量多元素金属の測定
- 多様なマトリックス中の As および Se の測定
- サンプル導入にニューマチックネブライザとレーザーアブレーションを用いた、Sr/Rb の事前分離を必要としない Sr 同位体比の測定

このウェブセミナーを視聴するには、www.spectroscopyonline.com にアクセスして「Webcasts」タブをクリックし、ウェブキャストのアーカイブ「ICP-MS/MS: Much More Than Just a High Performance Quadrupole ICP-MS」を検索してください。

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. 2016
Printed in Japan, November 25, 2016
5991-7641JAJP

Agilent ICP-MS 誕生 30 周年を迎える EWPCS 2017 の ご案内



原子分光分析の頼れるパートナー、アジレントは、2017年2月19～24日にオーストリアのサンクト・アントンで開催される European Winter Conference on Plasma Spectrochemistry (EWPCS) に出展いたします。

第17回 EWPCS で、アジレントの ICP-MS の歴史は記念すべき節目を迎えます。これを祝い、ICP-MS 分野の技術革新および開発 30 周年記念特別イベントを開催いたします。ぜひご参加ください。科学的セミナー、交流イベント、その他サプライズをご用意しています。

アジレントのブースで原子分光分析のエキスパートチームがお待ちしております。アジレントの製品を心ゆくまでご覧ください。この他、次のイベントを予定しています。

- 2月19日(日): アジレント短期コース
- 2月21日(火): アジレントワークショップ
- 2月23日(木): アジレント交流イベント

近日発表 – これらのイベントに関する詳細をお見逃しなく。カンファレンスおよび会場の詳細については、次のサイトでご確認いただけます。

<http://www.ewcps2017.at/>

カンファレンス/会議/セミナー

第6回アジア太平洋地域レーザーアブレーションおよび微量分析ワークショップ

11月29日～12月1日、中国武漢、Eメール: cuglab@sina.cn

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およびダウンロードいただけます。

www.agilent.com/chem/icpms

Agilent 8900 ICP-QQQ アプリケーションノート一覧:

- Determination of ultra trace elements in high purity hydrogen peroxide with Agilent 8900 ICP-QQQ, [5991-7701EN](#)
- MS/MS モードの Agilent 8900 ICP-QQQ による、超高純度の半導体グレードの硫酸に含まれる微量元素の測定、[5991-7008JAJP](#)
- Agilent 8900 ICP-QQQ を用いた極微量濃度レベルのリン、硫黄、ケイ素、塩素の分析、[5991-6852JAJP](#)
- Sulfur isotope fractionation analysis in mineral waters using an Agilent 8900 ICP-QQQ, [5991-7285EN](#)
- ICP-QQQ を用いた UO_2^+ プロダクトイオン測定による、ウラン水素化合物イオン干渉の軽減とトレース ^{238}U の同位体比分析、[5991-6553JAJP](#)
- Agilent 8900 ICP-QQQ による MS/MS モードでの SiO_2 ナノ粒子の高感度分析、[5991-6596JAJP](#)
- Agilent 8900 ICP-QQQ による 10 nm 金ナノ粒子の分析、[5991-6944JAJP](#)
- ルーチン食品分析において Agilent 8900 ICP-QQQ の MS/MS 動作を用いるメリット、[5991-6943JAJP](#)
- 最新版: キャピラリー LC-ICP-MS と Agilent 8800/8900 トリプル四重極 ICP-MS を用いたペプチドとホスホペプチドの同時定量、[5991-1461JAJP](#)

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



Agilent Technologies