技術概要

Agilent
Trusted Answers

Agilent ICP-MS インタフェースコーン

他社製品との比較

アジレントの誘導結合プラズマ質量分析 (ICP-MS) システムは、高い感度、精度、使いやすさ、生産性を実現できる革新的な技術を使用しています。Agilent 7800/7900 四重極 ICP-MS システムは、大半の一般的なアプリケーションで、高いマトリックス耐性と広いダイナミックレンジを実現し、微量元素の干渉を効率的に除去できます。また Agilent 8900 トリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) には MS/MS 操作が追加されており、リアクションセルプロセスを正確に制御できるため、一貫性のある正確な結果を得ることができます。この機能によって、従来のシングル四重極 ICP-MS や二重収束型高分解能 ICP-MS では対応できなかった干渉を解決できます。

プラズマ源および真空インターフェース設計は、あらゆる ICP-MS の全体性能にとって非常に重要です。優れた結果を得るには、ICP-MS システムの感度と安定性に寄与する高品質なインタフェースコーンを使用することが重要です。アジレントのニッケル (Ni) およびプラチナ (Pt) チップのインタフェースコーンは、アジレントのシングル四重極 ICP-MS とトリプル四重極 ICP-MS に必要なレベルの性能を備えています (図 1 と図 2)。

図 1. アジレント純正 Ni サンプリングコーンと銅ベース

図 2. アジレント純正 Ni スキマコーン

インタフェースコーンの性能要素

インタフェースコーンの主要要件は、チップとオリフィスの寸法が正確、精密であり、機器の精度を確保できることです。コーンの素材は、バックグラウンド信号および汚染が上昇しない純度である必要があります。各コーンの質量は、管理された一貫性の高いものである必要があります。これによりチップ部分の適切な動作温度を確保し、長期的に安定した信号を得ることができます。

これらの理由から、さまざまなメーカーのインターフェースコーンを使用すると、性能にばらつきが出てしまい、ICP-MS の結果の精度と信頼性に悪影響を与える場合があります。代表的な性能の問題には次のようなものがあります。

- 感度の低下と、それによる検出下限の上昇
- バックグラウンドの上昇と、それによるバックグラウンド相当濃度 (BEC) の低下
- サンプルバッチ分析中の機器のドリフトと、それによる QC エラーおよび再キャリブレーションとサンプル再分析作業の発生
- コーンへの過剰なマトリックス堆積により発生するクリーニング作業と、それによる機器のダウンタイムの延長およびラボの生産性の低下
- コーン寿命の短縮と、それによる分析コストの増加、ラボの収益への影響

この技術概要では、ICP-MS 分析性能にとって重要な点に特化して、さまざまなサプライヤのインタフェースコーン (サンプリングとスキマ) を比較します。

アジレントのインタフェースコーンの開発

ICP-MS インタフェースは、1 組のコニカルメタルプレート (インタフェースコーン) の間にあるステップダウン真空ステージで構成されます (図 3)。インタフェースコーンは、大気圧のアルゴンプラズマで生成されるイオンをサンプリングし、これを抽出レンズに移送します。これで、正電荷イオンが低真空質量分析計に移送されます。最初のコーンと 2 番目のコーンは、それぞれサンプリングコーンおよびスキマコーンと呼ばれます。

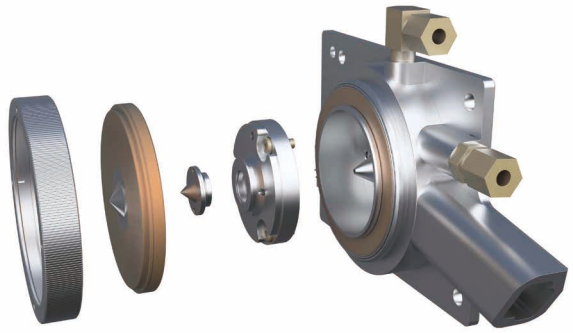

図 3. Agilent ICP-MS のインタフェース領域のインタフェースコーン (サンプリングとスキマ) とスキマベース

このように、インタフェースコーンは ICP-MS のパフォーマンスにとって重要な部品であるため、アジレントでは厳密な仕様に基づいて設計および製造しています。アジレントのインタフェースコーンは、非常に高い品質と機器性能、バッチ間の再現性を実現できるように厳密にテストされています。

アジレントのエンジニアは、30 年以上にわたる ICP-MS システムの設計経験を生かしてインタフェースコーンを抽出レンズと併せて設計することで、イオン透過性とマトリックス耐性の向上に成功しています。コーンのオリフィスとチップの寸法は最適化され、厳密に管理されています。標準の Ni チップコーンやオプションの Pt チップコーンには高純度素材が使用されているため、すべてのバックグラウンド信号を最小限に抑制できます。これにより、強酸、高温のプラズマ条件でも適合性と安定性を確保できます。

アジレントのインタフェースコーンの製造

ICP-MS コーンの製造には、コーンを厳密な公差で製造し、複数の合金を用いてチップをコーン基材に完全に接着させるといった複雑な工程が含まれます。

アジレント純正コーンは、経験豊富な機械工が最先端の装置で製造しています。精密な旋盤、粉砕、放電装置を使用しているため、すべてのコーンがアジレントの厳格な仕様を満たしています。

チップを安全かつ正確に取り付けることは設計上非常に重要です。この作業には電子ビーム溶接を使用し、チップと基材を完全に接着させています。

すべてのプラチナ原料は外部機関で分析し、素材純度がアジレントの仕様に適合するようにしています。Pt および Ni 素材の分析サンプルはロットごとに保管し、将来的に検査できるようにしています。完成したコーンはすべて、保管過程を含むすべての製造工程でシリアル番号によって管理されており、原材料まで遡って完全に追跡できます。

最終的には、すべてのコーンについて出荷前に徹底した品質検査を行います。

インタフェースコーンのテスト方法

ここに示す結果は、2018 年にオーストラリアのメルボルンにある Agilent Spectroscopy Technology and Innovation Centre で実施したテストに基づくものです。またこの評価は、日本の八王子の Agilent ICP-MS Instrument Research and Development チームがサポートしています (図 4)。

すべてのテストに、標準構成の 7900 ICP-MS システムと x-レンズを使用しました (図 5)。このシステムの適格性評価は、標準の機器工場と据付テストを用いて実施しました。

図 5. サンプリングコーンとスキマコーンの性能テストには、Agilent 7900 シングル四重極 ICP-MS システムを使用しました。

図 4. アジレントの施設: オーストラリアのメルボルン (左) と日本の東京、八王子 (右)

比較には、7900 ICP-MS の標準の Ni サンプリングコーンとスキマコーンを使用しました。これらがルーチン ICP-MS アプリケーションで最も汎用的なコーンタイプであるためです。1 つのサプライヤのサンプリングコーンとスキマコーンを適合する組み合わせでテストしました。部品は、Agilent ICP-MS 機器用コーンの通常の取引先であるグローバルサプライヤから調達しました。ここに示す結果が代表的な性能レベルであることを確認し、再現性を検証するため、各メーカーの複数のコーンを調達して分析テストを実施しました。また、製造公差を評価して、それが機器性能に与える影響を確認しました。この比較テストで使用したインタフェースコーンを、表 1 に示します。

表 1. 比較調査でテストしたインタフェースコーン

サプライヤ	コーンタイプ	数量	シリアル番号
アジレント	Ni サンプリング	5	FE760、FF092、FF068、FF070、FE785
	Ni スキマ	5	EL568、EV784、FA648、FB975、GE895
他社製品 E	Ni サンプリング	3	85864、85867、85868
	Ni スキマ	3	87640、87641、90112
他社製品 G	Ni サンプリング	5	S281859、S281855、S281849、S281854、S281848
	Ni スキマ	5	S281928、S281931、S281952、S281929、S281934
他社製品 I	Ni サンプリング	3	74537、74538、74539
	Ni スキマ	3	74534、74535、74536
他社製品 S	Ni サンプリング	1	Ni72280
	Ni スキマ	1	Ni71833

各コーンは最初に受領時品質検査を実施し、パッケージについて比較しました。品質検査の一環として、各コーンの重量と基本寸法を測定し、アジレント純正コーンと比較しました。

インタフェースコーンのペアを 7900 ICP-MS でテストし、公開されている性能基準 (表 2) と比較しました。性能テストの機器条件を表 3 に示します。

表 2. インタフェースコーンペアの比較対象として使用する、7900 ICP-MS の性能テストの基準と仕様

仕様 (単位)	元素 (*m/z*)	7900 の工場出荷時の仕様	7900 の通常性能
感度 (Mcps/ppm)	Li (7)	> 55	> 140
	Co (59)	-	> 400
	Y (89)	> 320	> 600
	In (115)	-	> 700
	Tl (205)	> 250	> 520
	U (238)	-	> 720
バックグラウンド (cps)	(9)	<1	<0.3
検出下限 (ppt)	Be (9)	<0.2	<0.05
	In (115)	<0.05	<0.02
	Bi (209)	<0.08	<0.02
酸化物生成比 (%)	(156/140)	<1.5	<1.8
2 価イオン生成比 (%)	(70/140)	<3	<2.5
短期安定性 [20 分] (%RSD)	Li (7)、Y (89)、Tl (205)	<2.0	<1.0
長期安定性 [2 時間] (%RSD)	Li (7)、Y (89)、Tl (205)	<3.0	<1.2

表 3. x-レンズ付き Agilent 7900 ICP-MS による Ni インタフェースコーンのテストに使用した機器条件

	感度	感度 - 酸化物比プロファイル	基本性能	短期信号安定性	長期信号安定性
プラズマのプリセット条件	低マトリクス	N/A	低マトリクス	低マトリクス	低マトリクス
ORS モード	ノーガス	N/A	ノーガス	ノーガス	ノーガス
イオンレンズチューニング	オートチューン	N/A	オートチューン	オートチューン	オートチューン
溶液	1 ppb のチューニング溶液 p/n 5185-5959	1 ppb のチューニング溶液 p/n 5185-5959	超純水	1 ppb のチューニング溶液 p/n 5185-5959	1 ppb のチューニング溶液 p/n 5185-5959
測定質量	^{7}Li、^{59}Co、^{89}Y、^{115}In、^{140}Ce、^{205}Tl、^{238}U、^{70}Ce^{++}、^{156}CeO	^{140}Ce、^{156}CeO	フルスペクトル	^{7}Li、^{9}Bkgd、^{59}Co、^{89}Y、^{140}Ce、^{205}Tl	^{7}Li、^{9}Bkgd、^{59}Co、^{89}Y、^{140}Ce、^{205}Tl
メソッド	信号モニタチューニングレポート	プラズマ補正	半定量分析	バッチ - 20 分	バッチ - 2 時間

コーンはまず、受領後すぐに開封してテストしました。その後、高サンプルマトリックスの環境ラボ用の推奨手順に従ってコンディショニングしてから再テストしました。使用したコンディショニング手順を表 4 に示します。

表 4. コーンのコンディショニング手順

ステップ	溶液	分析条件	時間
1	10 % (v/v) の 6020 干渉チェック用溶液 A (p/n 5188-6526) を超純水で希釈	プラズマモードを「汎用」にプリセット	30 分
2	5 % (v/v) の HNO_3 をリンス		10 分

結果と考察

パッケージ

アジレントのコーンのパッケージは、輸送時の保護に適した設計となっています (図 6)。このパッケージにはカスタムフォームインサートが使用されており、デリケートなコーンチップが動いたり他の物体に触れたりしないようになっています。また磁石留め金付きのフリップトップ式の生分解性ボール紙パッケージが使用されており、アジレントの不正開封防止シールで保護されているため、輸送中の安全を確保できます。設計の特長は次のとおりです。

- ラベル表示は部品番号、説明、シリアル番号が識別しやすいよう明確に記載されているため、コーンの種類を簡単に判別できます。
- コーンをパッケージから簡単に取り出すことができます。このためコーンが梱包材に引っかかって破損したり、取り出すときに誤って落としたりする危険性が低くなります。
- 使用済みコーンを安全かつ手軽に保管できます。
- コーンを輸送時に保護し、パッケージが転がらないようにすることで、コーンの破損を防ぎます。

パッケージにはシリカ乾燥剤が含まれており、輸送/保管中の湿気による損傷を防ぐことができます (多湿環境下では特に重要です)。このパックはコーンの表面に触れないように隔離されています。

パッケージには取り扱いとコンディショニングに関する推奨手順も含まれており、すぐに参照できます。

他社製品 G のコーンで使用されているパッケージは、アジレントのパッケージと設計が似ており乾燥剤も含まれています。これにより多くの利点が同様に得られます (図 7)。他社製品 G のパッケージ設計は、スライドして取り外し可能なトレイが特長です。ただし、パッケージに不正開封防止用シールは付いていません。また、取り扱い/コンディショニングの手順書も付属していません。

図 6. 輸送時の保護に適したアジレントのサンプリングコーン (上) とスキマコーン (下) のパッケージ

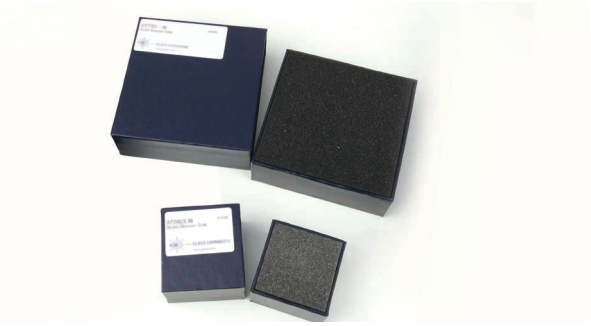

図 7. 他社製品 G のサンプリングコーン (右下) とスキマコーン (左下) のパッケージ。どちらも同様の輸送用保護材が使用されています

他社製品 E のコーンのパッケージには、フォームインサート付きの円筒形プラスチック容器が使用されています (図 8)。この形状は一般的な四角形の箱と違い棚に積み重ねられないため、保管に適していません。また、輸送時の落下や転倒のリスクも高まります。そのようなリスクを回避するためか、円筒形のプラスチック容器はボール紙の箱に入っています。しかし、これでは余分な包装が必要となり、廃棄物も増えてしまいます。また、パッケージには乾燥剤も取り扱い/コンディショニング手順書も含まれていません。

図 8.他社製品 E のサンプリングコーン (左下) とスキマコーン (右下) のパッケージ。円筒形のプラスチック容器が使用されています。

他社製品 I と S のコーンのパッケージは両者で類似しており、サンプリングコーンには長方形のボール紙の箱、スキマコーンには円筒形のプラスチック容器を使用しています。サンプリングコーンの箱にはカスタムフォームインサートが付いていないため、パッケージ内でコーンが自由に動いてしまいます (図 9)。またフォームがチップに直接接触しています。このため、乱暴に扱われたときの保護性能が低く、輸送中にサンプリングコーンが破損する危険性が高まります。

図 9. 他社製品 I と S では、使用されているボール紙箱のフォームインサートに、サンプリングコーンが固定されずに入っています。この状態では、乱暴に扱うとコーンが破損する可能性があります。

不正開封防止用シールも、乾燥剤も付いていません。図 10 は、出荷前に湿気によるダメージを受けたサンプリングコーンです。

また、すべての他社製コーンと同様に、取り扱い/コンディショニング手順書がパッケージに付属していません。

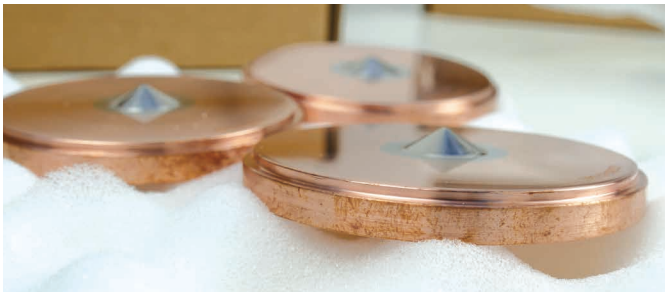

図 10. 湿気によるダメージを受けた他社製品 I のサンプリングコーン

インタフェースコーン受領時の品質検査

刻印

アジレントのコーンには、アジレントのブランドロゴ、材料表示 (N = Ni チップ、P = Pt チップ)、部品番号が刻印されており、簡単にコーンの種類の判別や再注文ができます。また固有のシリアル番号を刻印することで、製造日や使用した材料のロットまで漏れなく追跡できます (図 1 および 2)。すべてのコーンで出荷前に徹底した品質検査を行います。

一般に、他のサプライヤのコーンでは刻印形式が似通っており、メーカー名、部品番号、シリアル番号が記載されています。ただし他社製品 I と S のコーンには、メーカーを示す記載がありません。

重量と寸法

各コーンの受領時に、校正済みの小数第 4 位の分析用天秤を使用して重量を測定しました。サンプリングコーンとスキマコーンの重量はメーカーによって異なります。これはメーカーによって製造時のメソッドが異なることを示しています (図 11 と図 12)。他社製コーンはすべて、アジレント純正コーンの重量範囲外であるという点に注意してください。つまり、他社製コーンはプラズマ環境での動作温度が異なる可能性が高く、性能と寿命に差が出ます。

すべてのコーンのオリフィスの寸法を、校正済みの十字線を使って顕微鏡で測定し、アジレント純正コーンと比較しました。サンプリングコーンのうち、他社製品 I の 3 個のコーンのうち 2 個、他社製品 G の 5 個のコーンのうち 1 個が、オリフィスのサイズ不足によって使用できないという結果が出ました。オリフィスのサイズが小さいサンプリングコーンでは、感度

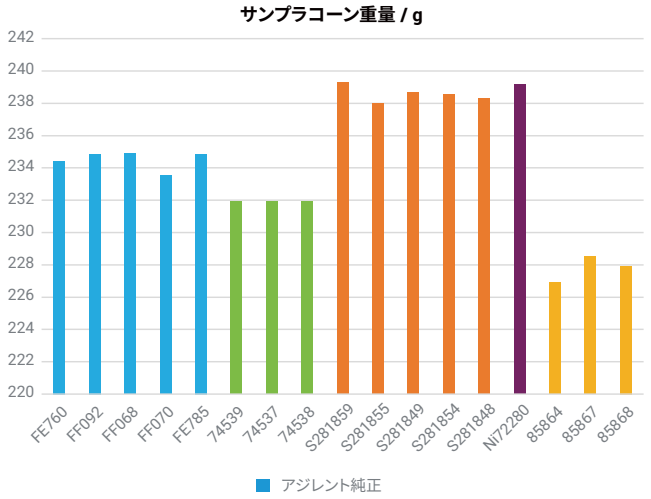

図 11. 受領時のサンプリングコーン重量の比較

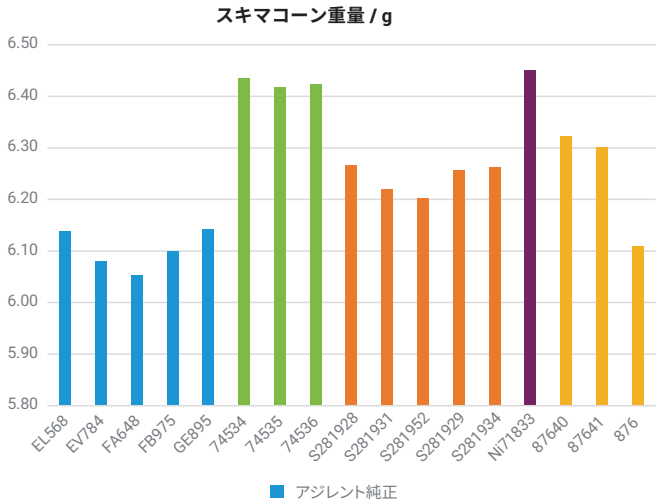

図 12. 受領時のスキマコーン重量の比較

が低下すると予測されます。スキマコーンのオリフィスの寸法と公差は、ICP-MS の性能にとって重要です。スキマコーンのうち、他社製品 G の 2 個のコーンと、他社製品 I、E、S のすべてのスキマコーンがサイズ不足でした。このようなサイズ不足は、感度の低下だけでなく、コーンの詰まりや不安定な動作につながる可能性があります。

すべての他社製コーンでは、サンプラコーンの裏面のチップの直径が非常に大きくなっています。これは、製造中のチップの形状と生産方法に違いがあることを示しています。他社製サンプリングコーンでは、表面と裏面でチップの直径が同じです。これは、銅 (Cu) ベースの丸穴にまっすぐ挿入されたシリンダからチップを製造したことを示しています。アジレント純正コーンの場合、ベースにチップ取り付け用の縁が付いているため、しっかりと配置して固定できます。

他社製品 S (Ni71833) に付属の 1 個のスキマコーンでは、スレッド直径が公差外であったため、7900 ICP-MS のスキマベースに取り付けられませんでした。このため今回の調査において、他社製品 S のサンプリングコーンとスキマコーンをペアで取り付けてテストすることはできませんでした。

コーンのチップの表面仕上げは、各メーカーのコーン全般でほぼ同等でした。ただし他社製品 I のコーンは仕上げが粗く、表面の傷をはっきりと目視で確認できました (図 13)。

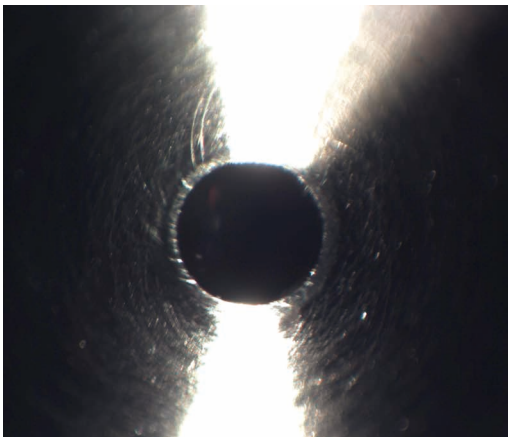

図 13. 他社製品 I のサンプリングコーンの顕微鏡写真
(シリアル番号 74537)。仕上げが粗く、傷が目立ちます。

このように、他社製コーンはアジレント純正コーンとは加工や仕上げが異なるため、分析性能に悪影響が出ることが予想されます。このような違いによって、コーンのメンテンスやクリーニングの頻度が増える可能性もあります。

感度

ICP-MS の基本的な性能指標は感度です。感度は通常、エレクトロンマルチプライヤでのパルス検出のカウント/秒 (cps) と定義されます。インタフェースコーンの性能は感度に大きく影響します。インタフェースコーンには、プラズマ源から成分イオンをサンプリングし、インタフェース領域経由で移送する機能があるためです。感度は、ルーチン開始時の点火シーケンスの 1 つとして、性能レポート機能を用いて定期的にチェックする必要があります。

インタフェースコーンのペアを、開封した直後と、表 4 のコンディショニング手順を実行した後にテストしました。ノーガスモードで、低マトリックスプリセットプラズマ条件とオートチューン機能を使用しました。

各メーカーのサンプリングコーンとスキマコーンのペアの平均性能を、図 14 に示します。

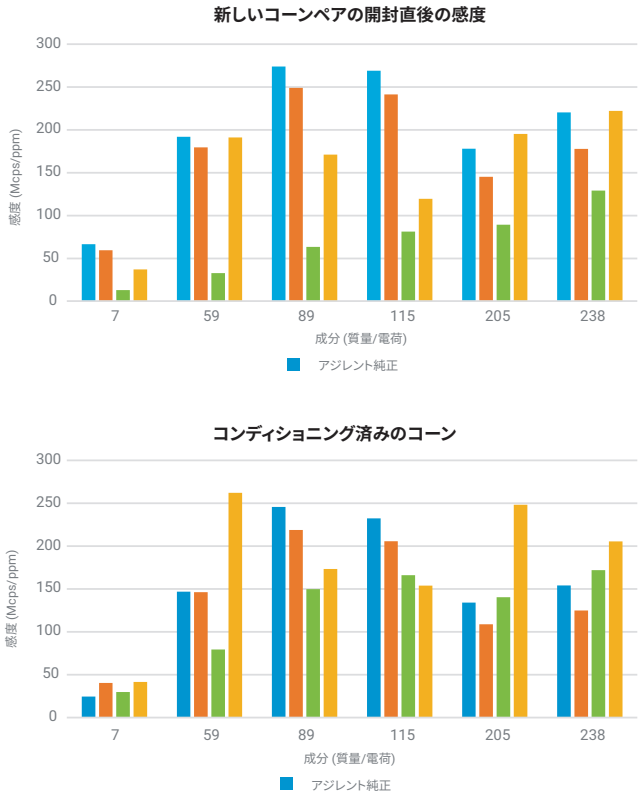

図 14. 各メーカーのサンプリングコーンとスキマコーンでテストした、
7900 ICP-MS の感度比較

アジレント純正インタフェースコーンは、開封後すぐに質量範囲全般で高い感度を示しています。他社製品 G のコーンは、コンディショニングの前後いずれも、質量範囲全般で低い感度を示しています。他社製品 I のコーンは、多くの成分について感度が非常に低く、性能が規格外という結果になりました。他社製品 I のコーンは、コンディショニングによって感度が向上しても、中質量感度は低いままです。他社製品 E は、開封直後の中質量感度性能が低く、コンディショニングしても改善されません。

そこで、ORS コリジョンガス (ヘリウムモード) を用いて感度テストを繰り返し、UHMI のエアロゾル希釈を用いて、HMI-4 プラズマ設定 (ORS セルガスなし) で再度テストしました。同様の性能上の問題が、各他社製品でもみられました。

バックグラウンドとバックグラウンド相当濃度 (BEC)

ICP-MS 手法でできるだけ低い検出下限を達成するには、高感度と低バックグラウンドの両方が必要です。

バックグラウンド信号へのインタフェースコーンの寄与を評価するため、同じサンプル導入システム (コーンだけ交換) と超純水を使用して、クリーンルームでフル質量スキャンを実行しました。テストの前に、超純水でコーンを超音波処理してプレコンディショニングおよびクリーニングしました。バックグラウンド cps は、各メーカーのコーン 1 セットの間で、できるだけ短時間で測定しました。

次の散布図は、質量範囲全体での、他社製コーン (テストサンプル、Y 軸) とアジレント純正コーンセット (参照値、X 軸) の間のバックグラウンド信号 (cps) の相関関係を示しています (図 15)。ORS コリジョンガス (ヘリウムモード) と UHMI のエアロゾル希釈 (HMI-4 プラズマ設定) を使用して、ノーガスモードで比較しました。ノーガスモードのみの結果を図 15 に示します。質量範囲全体で、偏差のない等式 y = x の直線となり、完全な相関関係がみられます。通常の偏差では、すべてのポイントが上下の制限ライン内に収まっています。他社製コーンをあらゆる条件でテストしましたが、すべてのコーンでこれらの制限範囲外のポイントが多数みられました。特に他社製品 I のコーンでは相関関係が非常に低い数値となりました (y = 0.2593x)。これは感度性能が低いためです。

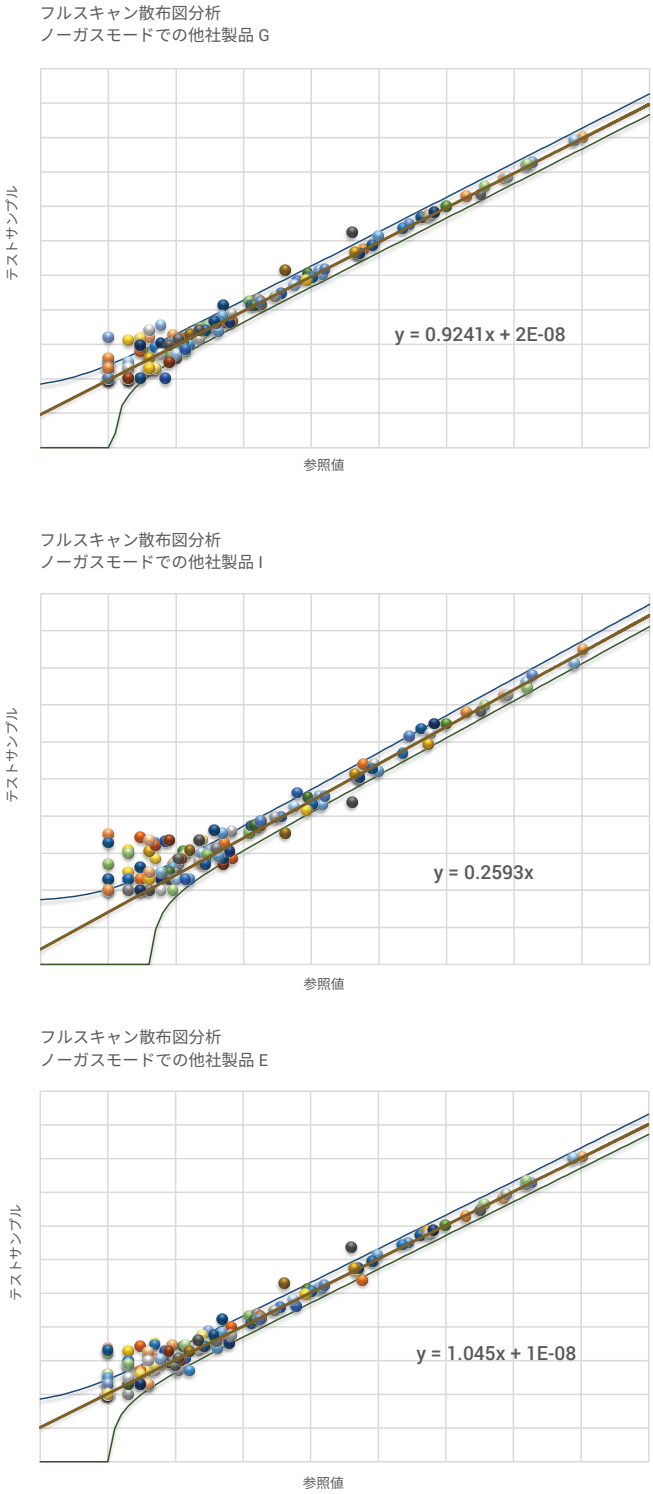

図 15. 質量範囲全体の、サードパーティ製コーン (テストサンプル、Y 軸) とアジレント純正コーンセット (参照値、X 軸) の間のバックグラウンド信号 (cps) の相関関係を示す散布図

性能テスト全般で、*m/z* 9 でバックグラウンド信号をモニタリングし、より厳格なアジレントの工場出荷時仕様で比較しましたが、すべてのメーカーのコーンで大きな偏差はみられませんでした。

最後に、コーンがバックグラウンド相当濃度 (BEC) に与える影響を簡単に調査しました。表 5 にその結果を示します。これらの数値は同じ期間に分析したアジレント純正コーンの BEC 結果に対して正規化したものです。灰色は、アジレント純正コーンと比べて、数値が 20 % 超高い結果を示しています (この差が、ICP-MS の分析性能の低下につながる重大な数値とみなされます)。緑色は、アジレント純正コーンと比べて、質量が 20 % 超低い結果を示しています。性能が向上しても、これらのコーンセットでは他の質量での BEC の増加によるデメリットが、その他のメリットより大きいと結論付けられます。

検出下限

次に、インタフェースコーンの感度とバックグラウンド信号の影響を、質量範囲の検出下限を測定して評価しました (^{9}Be、^{115}In、^{209}Bi を使用)。さらに、コーンの原材料に含まれる Ni と Cu からの寄与について、検出下限を測定しました (^{60}Ni と ^{63}Cu を使用)。

まず、1 % の v/v HNO_3 (オーストラリアの Merck Pty Ltd. の Suprapur) ブランクと 1 µg/L (ppb) の標準液を使用して、7900 ICP-MS を校正しました。検出下限は、ブランクの 10 回繰り返し測定の標準偏差の 3 倍の値に基づいて測定されます。測定ごとに、各メーカーの最高性能のコーンセットを選んで調査しました。コーンは事前に、超純水による超音波洗浄を 20 分間行いました。分析前に、機器を長めにウォームアップしました (45 分間)。

表 16 に検出下限の結果を示します。これらの数値は同じ時間に分析したアジレント純正コーンの結果に対して正規化したものです。結果は < 1 で、検出下限の改善 (低下) がみられます。

図 16 に示すとおり、他社製品 G のコーンでは、中質量範囲の検出下限値が非常に高く (悪く) なっています (^{115}In)。また、高質量 (^{209}Bi) と Ni (スキマおよびサンプリングコーンのチップのバルク材料) でも数値が少し高くなっています。他社製品 I の場合、質量範囲全体と、^{60}Ni および ^{63}Cu で検出下限が高くなっています。これは感度低下の結果です。他社製品 E の場合、^{60}Ni と ^{63}Cu の検出下限は同様ですが、中質量元素と高質量元素 (^{115}In、^{209}Bi) の検出下限が非常に高くなっています。

表 5. 質量範囲全体の、各メーカーのコーンのバックグラウンド相当濃度 (BEC) の測定値 (濃度はアジレント純正コーンの参照値に対して正規化)

質量	名前	他社製品 G	他社製品 E	他社製品 I
7	Li	1.1740	1.7471	—
9	Be	2.1383	1.7971	—
23	Na	1.8763	1.7004	1.7128
24	Mg	1.0350	0.9837	0.8802
27	Al	1.0322	1.0230	0.9364
39	K	1.1564	1.1084	1.0536
44	Ca	3.5708	3.9186	0.7141
51	V	1.4586	0.6661	—
52	Cr	1.0116	0.9234	0.9344
55	Mn	1.0250	1.3180	1.0204
56	Fe	0.9816	1.1833	0.4831
59	Co	1.4884	1.4174	0.7862
60	Ni	1.7184	1.2422	3.0303
63	Cu	1.0855	0.9755	1.1463
66	Zn	1.0037	1.0443	0.9426
71	Ga	1.1223	1.8291	2.2412
75	As	0.8906	0.6532	0.6132
82	Se	1.0162	1.0415	1.2694
83	[Se]	3.1509	—	—
85	Rb	1.3184	0.9593	1.0268
88	Sr	0.9943	0.6664	0.9866
95	Mo	1.2506	0.5000	—
107	Ag	0.9262	0.6766	0.9412
111	Cd	1.1390	1.9517	—
115	In	1.3678	1.0808	0.7170
123	Sb	—	0.8846	—
133	Cs	1.2488	0.7112	1.8327
137	Ba	0.4437	1.5211	—
201	Hg	9.4524	2.7130	2.2551
205	Tl	1.4042	1.3483	1.4804
206	[Pb]	1.0154	1.1641	1.1523
207	[Pb]	0.8583	0.9008	0.6206
208	Pb	1.0489	1.0464	1.0682
209	Bi	3.4131	1.5751	31.1312
232	Th	1.1391	1.0671	5.2316
238	U 底	0.5719	0.5399	—

酸化物および 2 価イオン生成比

多原子イオンは、ICP-MS におけるスペクトル干渉の主な原因です。多原子干渉レベルは、特定の元素の難溶性酸化物イオンの生成によってモニタリングできます。セリウム (Ce) は、この用途に一般的に使用される元素です。強い酸化物結合を形成するため、酸化物形成率が非常に高い元素の 1 つであるためです。M-O 分解効率は通常、親 M^+ イオンに対する % MO^+ として表されます (CeO^+/Ce^+ 酸化物生成比など)。低い CeO/Ce レベルで最適化できる機器では、マトリックス干渉が少なくなります。これは、コリジョン/リアクションセル条件において、特別な最適化をしなくても干渉を効率的に除去し、データインテグリティを大幅に改善できることを意味します。

ICP-MS で干渉を測定するもう 1 つの方法は、2 価イオン生成比です。2 価化学種は、(1 個だけではなく) 2 個の電子の喪失によって作られるイオンから生まれます。四重極では *m/z* に基づいてイオンが分離されるため、2 価イオン (M^{2+}) は質量 *m/2* で出現します。2 価イオン干渉の例としては、$^{68}Zn^+$ への $^{136}Ba^{2+}$ のオーバーラップがあります。

低マトリックスプラズマ条件で機器のスタートアップ手順とオートチューンを実行すると、インタフェースコーンペアが生成する酸化物生成比 (CeO/Ce) の値は近くなります。他社製品 I のインタフェースコーンの 2 つのペアでは、低マトリックスプラズマ条件でオートチューンを実行しても、酸化物 (CeO/Ce <1.5 %) の規格外でした (表 6)。

低マトリックスプラズマ条件でオートチューンを実行した場合、2 価イオン生成比が (Ce^{2+}/Ce^+ <3.0 %) の規格外となったコーンはありませんでした。

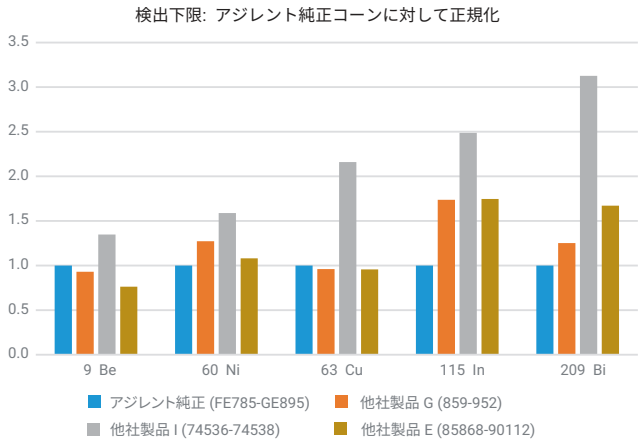

図 16. 質量範囲全体における他社製コーンとアジレント純正コーンセットの検出下限の比較

表 6. コンディショニング後に酸化物生成比が仕様の範囲外となったインタフェースコーン

機器メーカー	他社製品 I	
シリアル番号	74536-74538	74534-74539
CeO/Ce 比	1.628 %	1.580 %

安定性

一貫性のある結果を達成し、サンプルの再校正や再測定の必要性を減らすには、短期/長期的な ICP-MS システムの安定性が必要です。インタフェースコーンのチップやコーン表面のマトリックス堆積が、機器の安定性に (良悪両方の) 影響を与えます。最悪の場合、この堆積によって、イオンを抽出するオリフィスのサイズや形状が変わり、感度に影響する可能性があります。また、コーンチップ部の温度が不安定だったり操作温度が適切でなかったりすると、経時的な信号ドリフトが発生します。

短期間の信号安定性は、表 2 に示す成分質量を 20 分間モニタリングすることで評価しました。アジレントの性能仕様を満たすには、20 分のテスト時間で RSD が < 2 % となることが必要です。すべてのコーンは、受領後すぐに開封してテストしました。

短期間の安定性の結果は表 7 のとおりでアジレントの仕様に対して正規化しています。この規格外 (> 1.00) のコーンは、赤字で示しています。アジレント純正コーンでは問題がなかったのに対し、他社製品 E の 3 個のコーンから成る 1 セットは、ほぼすべての質量で規格外でした。他社製品 G のコーンは、5 個のうち 2 個で、リチウムの不安定性がみられました。他社製品 I は、テストした 3 つのコーンセットすべてが規格外でした。

またすべてのコーンについて、前述の手順でコンディショニングした後、2 時間の長期安定性を評価しました (表 4)。新しいコーンのコンディショニングは、清潔なコーンの表面にサンプルマトリックスの薄い層が堆積することで、初期の機器ドリフトが低減するという前提に基づいています。この目的は、分析中に安定したまま、時間をかけてゆっくりと蓄積されていくマトリックス層をコーンの表面に作ることです。分析性能に影響が出た場合は、コーンをクリーニングして余分なマトリックス堆積を除去する必要があります。

コンディショニング済みのコーンの長期間の安定性の結果は表 8 のとおりで、アジレントの仕様に対して正規化しています。この規格外 (> 1.00) のコーンは、赤字で示しています。長期的な安定性にとって、軽質量は最も大きな問題です。リチウムは最初に規格外となった元素です。他社製品 E とアジレント純正コーンでは、それぞれ 1 つのコーンセットが ^{7}Li のみで規格外となりました。他社製品 I のコーンでは、1 つのコーンセットが質量範囲全般で不安定性を示し、別の 2 つのコーンセットでは ^{7}Li のみで若干の不安定性がみられました。テストした大半のコーンで、プレコンディショニングによる長期安定性の向上がみられました。ただし他社製品 G は、プレコンディショニングによって安定性が大幅に低下しました。テストした 5 つのコーンセットのうち 3 つで、重大な機器ドリフトがみられました。

アジレントと他社製品 G の長期安定性の例を、図 17 と図 18 に示します。他社製品 G のコーンでは、2 時間にわたって感度の下方ドリフトがみられ、長期的な安定性に問題があることがわかります (図 18)。他社製品 G のコーンはコンディショニングされすぎており、許容範囲内の性能を取り戻すにはクリーニングが必要であることがわかりました。クリーニングすると、許容範囲内の長期安定性を達成できました。アジレント純正コーンでみられたこのような動作変化は、他社製品 G の操作温度が低い可能性があることを示しています。この結果、他社製品 G のコーンはマトリックスが蓄積しやすく、短期間で性能に影響するため、メンテナンスとクリーニングの頻度が高くなることが予想されます。また、コーンの寿命も短くなる可能性があります。

表 7. 各メーカーのコーンを開封後すぐに測定した場合の短期安定性 (20 分間の %RSD)。結果はアジレントの仕様に対して正規化しています。

機器メーカー	コーンのシリアル番号	^{7}Li	^{59}Co	^{89}Y	^{115}In	^{140}Ce	^{205}Tl	^{238}U
アジレント	FF070、EV784	0.75	0.18	0.17	0.15	0.20	0.17	0.28
アジレント	FF068、EL568	0.46	0.48	0.53	0.51	0.38	0.50	0.57
アジレント	FE785、GE895	0.78	0.41	0.37	0.31	0.25	0.31	0.25
他社製品 E	85868、90112	0.65	0.30	0.45	0.45	0.50	0.50	0.55
他社製品 E	85864、87640	1.05	1.35	1.45	1.30	1.35	1.15	1.00
他社製品 E	85867、87641	0.45	0.30	0.35	0.25	0.45	0.60	0.55
他社製品 G	S281854、S281934	0.85	0.25	0.24	0.24	0.26	0.29	0.26
他社製品 G	S281849、S281931	1.26	0.34	0.25	0.30	0.37	0.26	0.26
他社製品 G	S281848、S281929	1.23	0.54	0.51	0.50	0.52	0.48	0.51
他社製品 G	S281859、S281952	0.59	0.15	0.16	0.15	0.17	0.18	0.21
他社製品 G	S281855、S281928	0.82	0.26	0.43	0.45	0.50	0.65	0.53
他社製品 I	74537、74535	1.58	1.75	1.71	1.63	1.24	1.29	1.13
他社製品 I	74536、74538	1.80	2.08	1.97	1.93	1.77	1.62	1.53
他社製品 I	74534、74539	1.04	0.85	0.85	0.90	0.84	0.83	0.97

表 8. 各メーカーのコーンをプレコンディショニングしてから測定した場合の長期安定性 (2 時間の %RSD)。結果はアジレントの仕様に対して正規化しています。

機器メーカー	コーンのシリアル番号	^{7}Li	^{59}Co	^{89}Y	^{140}Ce	^{205}Tl
アジレント	FE760、FB975	0.29	0.47	0.53	0.49	0.80
アジレント	FF092、FA648	3.14	0.54	0.21	0.34	0.42
アジレント	FF068、EL568	0.96	0.24	0.33	0.32	0.24
他社製品 E	85868、90112	1.30	0.70	0.23	0.20	0.50
他社製品 E	85864、87640	0.63	0.83	0.83	0.67	0.60
他社製品 E	85867、87641	0.57	0.83	0.77	0.57	0.47
他社製品 G	S281854、S281934	6.60	3.19	2.40	2.16	2.45
他社製品 G	S281849、S281931	15.19	7.74	6.16	4.14	3.82
他社製品 G	S281848、S281929	29.04	9.69	7.26	5.99	6.43
他社製品 G	S281859、S281952	0.65	0.48	0.48	0.35	0.24
他社製品 G	S281855、S281928	0.59	0.54	0.57	0.49	0.31
他社製品 I	74537、74535	1.76	1.39	1.35	1.02	0.77
他社製品 I	74536、74538	1.01	0.91	0.94	0.79	0.64
他社製品 I	74534、74539	1.13	0.81	0.79	0.58	0.52

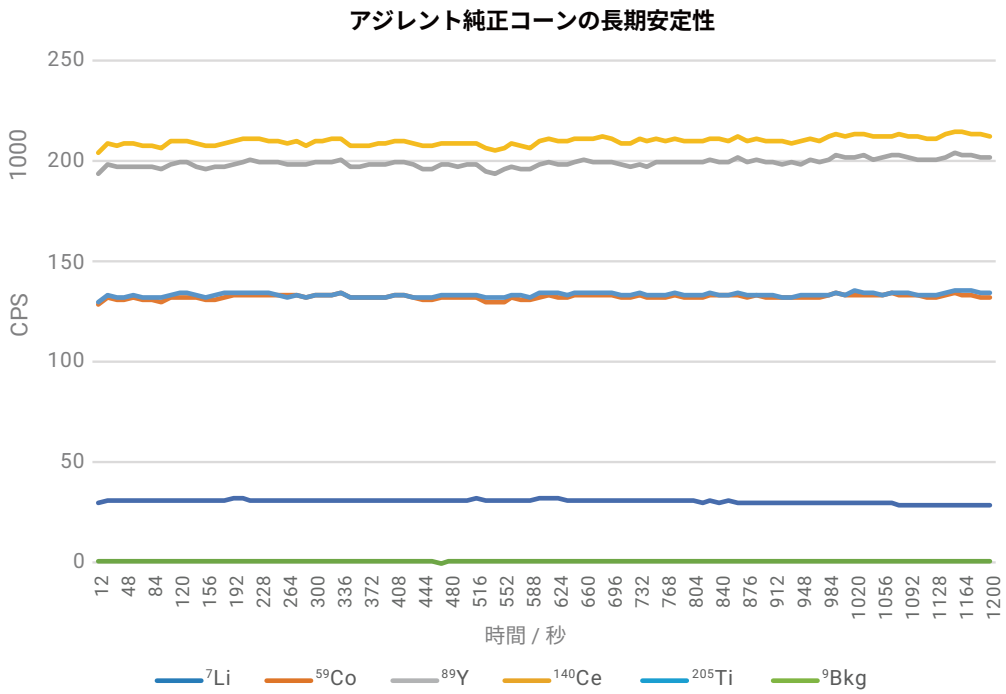

図 17. プレコンディショニングしたアジレント純正コーン (シリアル番号 FF068、EL568) の長期安定性 (2 時間)

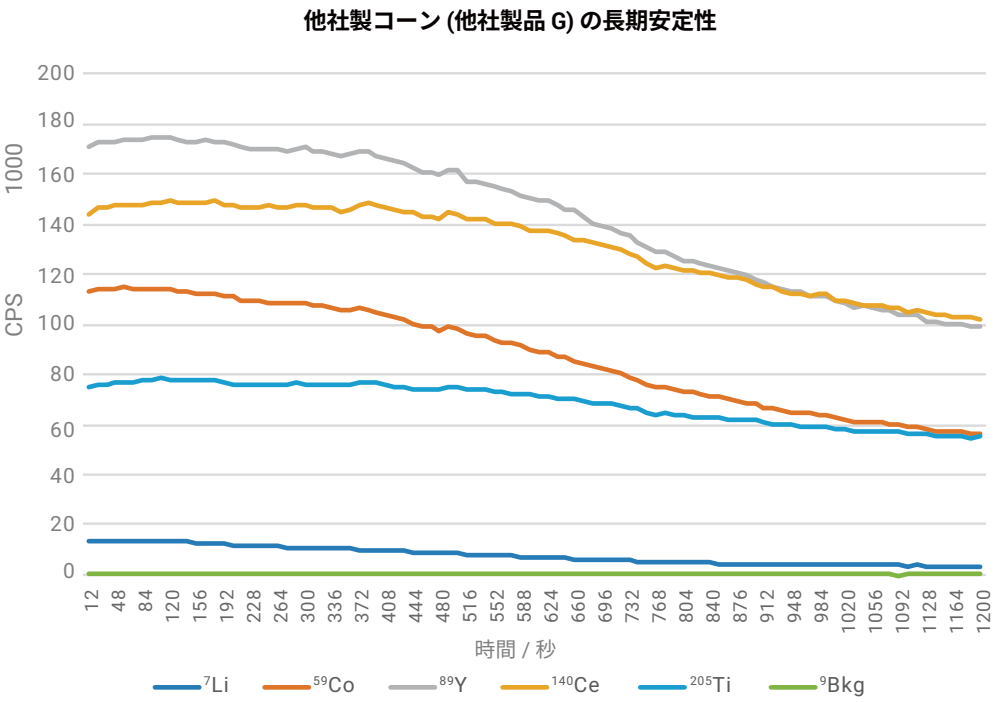

図 18. プレコンディショニングした他社製品 G のコーン (シリアル番号 S281849、S281931) の長期安定性 (2 時間)

操作性

アジレントのインタフェースコーンは、開封後すぐに簡単に使用できるように設計されています。取り扱い/コンディショニング手順を同封して、コーンの偶発的な破損リスクを軽減し、すぐに優れた結果を出せるよう配慮しているメーカーは、アジレントだけです。

アジレントのコーンには、圧縮された生分解性ボール紙パッケージが使用されています。このパッケージには不正開封防止加工が施されており、再利用可能で環境に優しい設計です。このため、特に輸送中の乱暴な取り扱いによるコーンの破損を防止できます。また、乾燥剤が同封されているため、特に多湿環境において、湿気によるダメージを防ぐことができます。不正開封防止シールが破れていないことを確認するだけで、コーンが製造時のきれいな状態であることを確認できます。

またラベル表示が明確なため、コーンの種類の特定、在庫の管理、必要に応じた再注文も簡単です。

パッケージは、Agilent ICP-MS 機器でコーンを使用しないときの保管用に捨てずに取っておくことをお勧めします。コーンを保管する時にもパッケージに入れておけば同様の保護効果を得られます。また、コーンが製品寿命を迎えたら、このパッケージを使って使用済みのコーンを返送できます。これはアジレントのプラチナコーン交換プログラムの一環で、次回のご注文の際に利用できるサービスです*

アジレントのコーンの特長

この技術概要では、ICP-MS 分析性能にとって重要な点に特化して、アジレントのインタフェースコーン (サンプリングとスキマ) をさまざまなサプライヤの製品と比較してきました。

他社製のコーンは、アジレント純正コーンと重量が大幅に異なりました。つまり、アジレントの設計には適合しないということです。また、粗い表面仕上げや重要な寸法の差異もみられました。これらは性能の低下につながります。最悪の場合、他社製のコーンはスキマベースに装着できない可能性もあります。

アジレント純正コーンは、質量範囲全般で優れた感度を発揮できます。テストした他社製コーンはすべて、開封直後/プレコンディショニング後のどちらでも低い感度を示しました。

また、アジレント純正コーンはバックグラウンドの数値が最も低くなりました。機器のバックグラウンド計数のフルスキャン散布図分析での差異と感度低下を見れば、他社製コーンが達成できるバックグラウンド相当濃度 (BEC) と検出下限のレベルが低いことがわかります。

Agilent ICP-MS 機器では自動プリセットプラズマ条件とオートチューニングを使用しているため、アプリケーションのマトリックス耐性で堅牢な条件と信号安定性を実現できます。インタフェースコーンによるいくつかの要因が、信号安定性に影響します。他社製のコーンを使用した場合、短期/長期的な安定性が低下します。具体的には、機器ドリフトが発生したり QC エラーのリスクが高まったりします。これは、再分析による時間/コストの増加や、生産性の低下につながります。Agilent ICP-MS システム用に設計されて十分なテストを受け、実際のアプリケーションで十分な感度と安定性を発揮できるのは、アジレント純正コーンだけです。

通常、ICP-MS のルーチン分析において、コーンは最もコストのかかる消耗品です。アジレント純正コーンなら、使いやすさを実感でき、コスト削減にもつながります。アジレント純正コーンには、取り扱い/コンディショニングのガイドラインが付属しています。アジレントはコーンの品質検査と安全包装を徹底することで、Agilent シングル四重極およびトリプル四重極 ICP-MS 機器の範囲に必要な性能レベルを実現しています。

関連情報

ICP-MS リソースページ

分光分析用消耗品カタログ

ICP-MS 製品ページ

* 詳細については、agilent.com/chem/PtCone をご覧いただくか、最寄りのアジレント販売店にお問い合わせください。このプログラムは現在、北米、EMEA、日本で利用できます。また、交換プログラムはこれらの地域のアジレント販売店経由でも利用できます。

ホームページ
www.agilent.com/chem/jp

カストマコンタクトセンタ
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. 2019
Printed in Japan, March 21, 2019
5994-0798JAJP

Agilent
Trusted Answers