

2021 年 11 月 – 第 86 号

**1 ページ**ICP-MS による規制限度と  
業界ニーズへの対応**2-3 ページ**ICP-MS による大麻および  
麻サンプル分析用の AOAC メソッド**4 ページ**アジレントバーチャルシンポジウム：  
半導体アプリケーションの ICP-MS  
の性能**5 ページ**高度な半導体プロセスにおける  
単一粒子 ICP-MS アプリケーション**6 ページ**IC-ICP-MS による飲料水中の  
微量 Cr(VI) の分析**7 ページ**消耗品ニュース：半導体の消耗品と  
イージーフィット ICP-MS 消耗品**8 ページ**アジレントのビデオリソースと  
新しい ICP-MS 関連資料

## ICP-MS による規制限度と 業界ニーズへの対応

本号では、ICP-MS により実現できる 2 つの規制の開発について紹介します。最初の記事では、大麻および麻製品に含まれる重金属の分析用にリリースされた新しい AOAC メソッドについて説明します。2 番目の記事では、HPLC-ICP-MS の代わりとして飲料水に含まれる微量の 6 価クロム (Cr(VI)) のルーチン分析に使用できる、イオンクロマトグラフィー (IC) ICP-MS メソッドについて説明します。

ICP-MS はさまざまな業界で使用されていますが、中でも半導体製品の開発と製造は最も要件の厳しい分野の 1 つです。半導体技術は進化を続けており、不純物の管理はかつてないほど厳しくなっています。低濃度の微量元素の分析は、ICP-MS 技術の並行開発によって可能となりました。半導体アプリケーション用の ICP-MS の歴史と現在の性能については、本号で紹介する最新の業界ウェビナーとオンラインシンポジウムをご覧ください。



図 1. 超微量分析のための Agilent 7900 ICP-MS と I-AS インテグレートオートサンブラ

# ICP-MSによる大麻および麻サンプル分析のための 業界標準メソッドの確立

Jenny Nelson, Craig Jones, Agilent Technologies, Inc. Sam Heckle, Leanne Anderson, CEM Corporation, USA

## 大麻業界の要件

嗜好用および医療用の大麻ベースの製品の入手経路と使用量は急速に増えています。これに伴い、製品の品質と安全性を確保するための堅牢な分析メソッドへのニーズが高まっています。ただし、大麻および麻製品に含まれる金属の分析については、業界内で正式な方法がないという点が問題でした。2021年8月に、AOACは新たに開発したICP-MSメソッドを、大麻ベースの各種製品に含まれる重金属の分析用に導入しました。これがFirst ActionステータスのOfficial Method of Analysis (1)となっています。この新しいメソッドの再現性と性能は最長2年間追跡され、結果に問題がなければFinal Actionステータスに推奨されます。

この新しいICP-MSメソッドは、マイクロ波分解を用いて前処理したさまざまな大麻由来の製品に含まれるヒ素(As)、カドミウム(Cd)、水銀(Hg)、および鉛(Pb)の測定に使用できます。適切なバリデーションに従い、その他の元素をメソッドに追加できます。このメソッドは、大麻および麻ベースの幅広いサンプルの種類に適用できます。表1をご覧ください。新しいメソッド開発の目的は、AOACのStandard Method Performance Requirements (SMPR)に適合する堅牢で使いやすいメソッドを構築することでした。

新しいメソッドについては、最新のウェビナー(2)で説明しています。このウェビナーでは、さまざまなマトリックスを含むサンプル用の高速で信頼性の高いサンプル前処理メソッドの重要性についても説明しています。ハイスループットな大麻試験ラボにとって、1つのサンプル前処理メソッドをあらゆる種類のサンプルに利用できることは、非常に重要です。

## サンプル前処理の「ライブ」デモ

ウェビナーでは、CEMのSam Heckle氏が、MARS 6マイクロ波分解システムで最大24~40種類の大麻と麻の混合サンプルを単一バッチで分解する方法を説明しています。同氏によると、「オイルタイプ」のサンプルを含むバッチには24プレースのターンテーブルがおすすめです。このサンプル分解方法では、ターゲット化合物の化学的安定性を損なわずに、さまざまな種類の大麻および麻サンプルを完全に分解できます。

表1. 新しいAOAC ICP-MSメソッドを用いて分析できる大麻および麻ベースのサンプルの種類

サンプルカテゴリ	サンプル
吸入	麻の花
	カンナビノイド(CBD)蒸気オイル
	麻の分離抽出物
経口	フルスペクトルソフトカプセル
	フルスペクトルチンキ剤
	分離チンキ剤
	CBD コーヒー粉末
	麻バター
	麻実油
	CBD ビーフジャーキー
	CBD ハードキャンディ
CBD バイナップル飲料	
局所	フルスペクトルバーム
	鎮痛用クリーム
	CBD バーム
	CBD 局所用オイル
	麻石けん
製造	麻バイオマスと使用済み麻バイオマス
	トリコーム
	CBD 未処理抽出物、蒸留物、分離物

AOACの「ビッグ4」成分(As, Cd, Hg, Pb)のうち、HgはHNO<sub>3</sub>だけでは化学的に安定ではありません。このためサンプル分解物にHClを含めることで、安定したHg複合体が形成されます。ただし、HClからの塩化物イオンの結合により、ICP-MSスペクトル内でAsなどのいくつかの成分に対する多原子イオン干渉が発生する可能性があります。このためICP-MSには、コリジョンリアクションセル(CRC)内でヘリウム(He)モードを用いてこのようなスペクトル干渉を処理するための、サンプルで信頼性の高い方法が含まれる必要があります。

## ICP-MS による大麻と麻の分析

AOAC メソッドの開発を Agilent 7850 ICP-MS で実行し、ウェビナーで紹介した作業と同じ種類の装置を使用しました。

### 7850 ICP-MS の機能によるデータ精度の確保

7850 ORS<sup>4</sup> CRC を He コリジョンモードで稼働させると、運動エネルギー弁別 (KED) によって一般的な多原子干渉が軽減されます。He KED では、同じセル条件を各種サンプル中の複数元素の定量分析に使用できるため、メソッド開発とルーチン操作が容易になります。

また 7850 では、ICP-MS MassHunter ソフトウェア (バージョン 5.1 以降) の自動「ハーフマス補正」を用いて、二価希土類元素 (REE) からの潜在的な干渉にも対応できます。ハーフマス補正により、REE が存在しても、As、Se、Zn を正確に分析できます (4)。

7850 には、可変性の高マトリックスサンプルのルーチン分析のための超高マトリックス導入 (UHMI) エアロゾル希釈システムが搭載されています。7850 を UHMI-4 で使用すると、プラズマ条件の堅牢性が向上し、約 24 時間の分析の間、内部標準 (ISTD) の信号が常に安定していました。図 1 をご覧ください。7850 ICP-MS の使用条件とマイクロ波分解プログラムの詳細については、アプリケーションノートをご覧ください (3)。

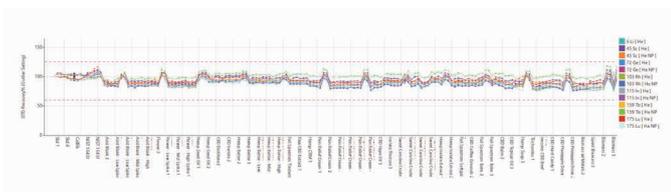


図 1. 約 24 時間にわたる ISTD の回収率

7850 では定量分析だけでなく、QuickScan 機能による IntelliQuant 半定量分析も実行できます。IntelliQuant の結果は、He モードで測定される 2 秒間のフル質量スペクトルスキャンに基づきます。IntelliQuant データは周期表ヒートマップとして表示できます。図 2 にソフトゲルサンプルの例を示します。ヒートマップの色が濃くなっていることから、ソフトゲルサンプル中の Hg と Pb の濃度が比較的高いことが明確にわかります。

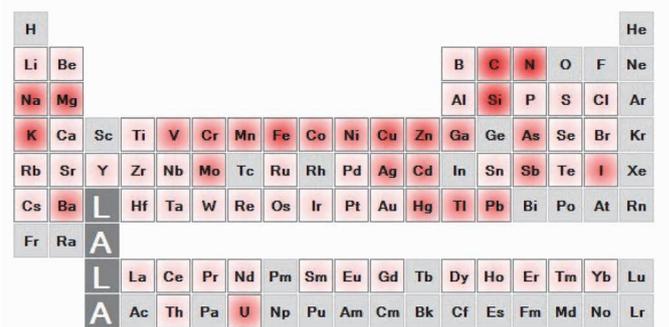


図 2. ソフトゲル製品の ICP-MS IntelliQuant ヒートマップの結果

Jenny Nelson が最新のウェビナーで述べているとおり (2)、He モードの IntelliQuant 解析では、同位体テンプレートを使用して元素を確認できます。いくつかの規制メソッドでは、定量結果を個別にチェックできるため、確認結果が推奨されています。スペクトルのピークと IntelliQuant テンプレートがほぼ一致することから、ソフトゲルサンプル中に Hg と Pb が存在することが確認されました (図 3)。

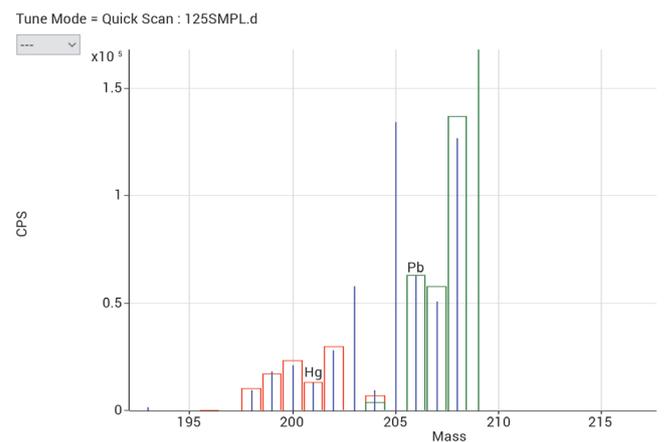


図 3. IntelliQuant 同位体テンプレートにより、Hg と Pb の存在を確認 (m/z 203 および 205 の Tl は標識化されていない)。m/z 209 のピークは Bi ISTD

## 詳細情報

1. AOAC Expert Review Panel (ERP) for Chemical Contaminants in Cannabis Methods, August, 2021  
<https://www.aoac.org/news/august-2021-analytical-methods-week-highlights/>
2. ウェビナーのリンク：<https://cem.com/en/heavy-metals-in-cannabis-efforts-towards-an-official-aoac-method>
3. J. Nelson et al, Agilent publication 5994-4080EN
4. T. Kubota, Agilent publication 5994-1435JAJP

アジレントの製品および溶液は、大麻の品質管理および安全性試験の目的のために、州/国の法律で許可されているラボでの使用を想定しています。

# アジレントバーチャルシンポジウム：半導体アプリケーションの ICP-MS の性能の進化

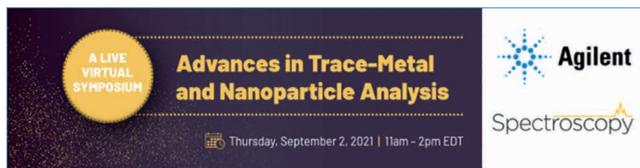
Abe Gutierrez, Bert Woods, Emmett Soffey, and Yan Cheung, Agilent Technologies, Inc.

## 半導体業界の現状とトレンド

半導体は最近、家電などの製品向けの需要の激増とパンデミック中のサプライチェーンと製造拠点の壊滅によるチップ不足がよく話題となります。

半導体メーカーは、歩留まりを上げ、より小さく、トランジスタ密度が高く、高速で消費電力の低い、より高度な電子デバイスを開発するために、不断の努力を重ねています。

ICP-MS は数十年にわたり、半導体メーカーと高純度化学製品のサプライヤーにとって不可欠なツールでした。2021年9月のバーチャルシンポジウムでは、Agilent ICP-MS のスペシャリスト達が、Agilent ICP-MS によっていかに重要なイノベーションを実現し、進化を続ける半導体業界の分析要件に対応してきたかについて議論を交わしました。



3時間のシンポジウムの録画コンテンツについては、[アジレント半導体バーチャルシンポジウム \(on24\)](#) でご覧いただけます。内容は次のとおりです。

- 究極の検出下限の追求：ICP-QQQ による超微量分析 (録画ウェビナーの冒頭から約4分～)
- 半導体業界における ICP-MS と ICP-QQQ の歴史 (45分～)
- 新たな元素の微量分析 (92分～)
- ICP-QQQ によるナノ粒子 (NP) の測定と多元素 NP の分析 (119分～)
- 質疑応答 (131分～)

- 「究極の定量下限の追求」。ビデオリンクからご覧ください。微量元素の分析ラボがバックグラウンドの汚染レベルを制御して低い検出下限を最適化するための実践的なヒントを、アジレントのアプリケーションスペシャリストである Bert Woods が紹介します。



- 「半導体業界における ICP-MS の歴史」。Bert Woods と Yan Cheung (アジレントのアプリケーションスペシャリスト)、Abe Gutierrez および Emmett Soffey (いずれもプロダクトスペシャリスト) による座談会です。業界のエキスパートが、非常に困難な半導体アプリケーションでの ICP-MS の利用を可能にした重要なハードウェア開発について、知見に満ちた興味深い見解を述べています。
- 「ICP-QQQ による新しい ICP-MS 元素およびナノ粒子の微量分析」。Abe Gutierrez と Bert Woods が、ICP-QQQ を用いて「検出困難な」元素である Si、P、S、Cl の検出、および非常に小さいナノ粒子の分析を改善する方法を説明します。

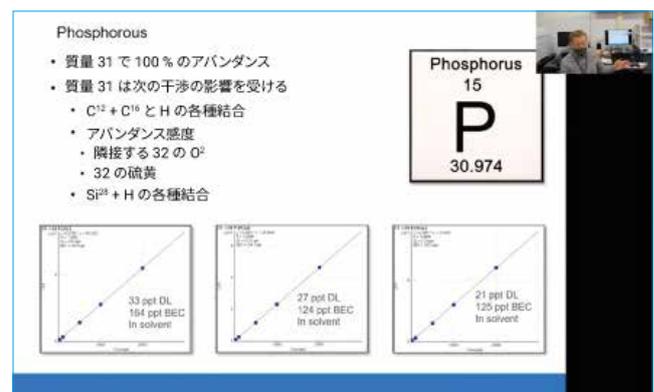


図 1. Agilent 8900 ICP-QQQ を用いた有機溶媒中のリンのキャリブレーション。30 ppt という低い検出下限を示しています

# 高度な半導体プロセスにおける単一粒子 ICP-MS アプリケーション

Webinar review by Ed McCurdy and Jenny Nelson, Agilent Technologies, Inc.

## ICP-MS による単一粒子分析



Charlie (Qilin) Chan 博士は PMP の肩書を持ち、3M Corporate Research Analytical Laboratory (米国、ミネソタ、セントポール) の元素分析技術分野の Advanced Research Specialist および社内リーダーでもあります。

Chan 博士は最近の興味深いウェビナーで、高度な半導体プロセス関連のアプリケーションにおける単一粒子 ICP-MS (spICP-MS) の使用方法に関するプレゼンテーションを行っています。このウェビナーでは、spICP-MS を活用した限外ろ過および化学機械研磨のプロセスの研究について、優れた知見を提供しています。

### 限外ろ過

限外ろ過は、半導体製造で使用される超純水と高純度プロセス薬品の生産における重要なプロセスです。Chan 博士は spICP-MS データを用いて、フィルタメンブレンと粒子の表面電荷により、均一粒子サイズのリテンション効率がいかに大きく変わるかを示しました。シリカおよび金のナノ粒子のサイズ排除リテンションはメンブレンポアサイズとの整合性がありますが、全体的なリテンションはメンブレンと粒子の相互作用の影響を強く受けます (1)。

**メンブレンと粒子の相互作用**

各種メンブレンによる SiO <sub>2</sub> 20 nm のリテンション				ナイロン-C メンブレンによる 各種の金粒子のリテンション			
メンブレンの種類	流速 (ml)	実測レベル	リテンション効率	粒子の種類	粒子サイズ (nm)	表面電荷	リテンション効率
ナイロン-A	30	+	25%	Ag(BPEI)	20	EPD	50%
ナイロン-B	30	++	96%	Ag(Ui6)	20	リポ酸	81%
ナイロン-C	30	+++	99%	Ag(未修飾)	20	なし	85%

1. リテンション効率は、ポアサイズが同じでもメンブレンの種類により大きく異なる。  
 2. リテンション効率は、粒子サイズが同じでも、粒子の種類により大きく異なる。

BPEI  
BPEI

CCCCCCCCCCCCCCCC(=O)O  
リポ酸

図 1. 各種メンブレンと粒子コーティングの SiO<sub>2</sub> 粒子リテンション効率の差異。このスライド画像は 3M が著作権を保有しており、許可を得て複製しています。

## 化学機械研磨 (CMP)

CMP は、半導体チップの製造における重要なステップです。シリカ、アルミナ、またはセリアを含む CMP スラリーが回転パッドの上に配置されており、このパッドの表面にシリコンウエハが押し付けられます。チップ処理ステップの間に CMP によって正確な量の材料が除去され、ウエハ表面が滑らかになります。



図 2. CMP プロセスにおける重要な変動要素。このスライド画像は 3M が著作権を保有しており、許可を得て複製しています。

このウェビナーで Chan 博士は、spICP-MS を用いて、ウエハ処理によりセリア粒子のサイズが少し変化したことを説明しています。これは統計的には大きな変化です (2)。

このような spICP-MS の結果から、セリア粒子が CMP パッドの種類と条件 (スラリーの流量やウエハの圧力など) に対し、どのように反応するかを理解しやすくなります。

オンデマンドウェビナーの録画コンテンツについては、次のサイトをご覧ください。半導体および特殊化学製品業界

## 参考文献

1. Q. Chan, M. Entezarian, J. Zhou, R. Osterloh, Q. Huang, M. Ellefson, B. Mader, Y. Liu, M. Swierczek, *J. Memb. Sci.* **599**, **2020**, 117822
2. L. Zazzera, Q. Chan, J. Stomberg, A. Simpson, C. Loesch, D. LeHuu, D. Muradian, U.R.K. Lagudu, B. Mader, *ECS J. Solid State Sci. Technol.* **10**, **2021**, 34009

# イオンクロマトグラフィー (IC) -ICP-MS による飲料水中の6価クロムの測定

Yan Cheung, Agilent Technologies, Inc., Jayesh Gandhi and Amy Furreness, Metrohm Inc., Lori Allen, Matthew Natschke, Hannah Tangen, and Chris LeValley, University of Wisconsin, Parkside, USA

## クロムの規制限度

クロム (Cr) の規制限度の定義は困難な場合があります。化学形態の差異により、健康へのリスクが大幅に異なるためです。Cr(III) は必須微量栄養素であり健康への重大な悪影響はありませんが、Cr(VI) は毒性と発がん性が高いため (1)、厳しく規制する必要があります。

ただし、サンプルの採取および保管の前または最中に、Cr(III) と Cr(VI) の間で pH に依存する種の相互変換が起こることはよくあります。さらに問題なのは、Cr(VI) 分析用の種固有のメソッドを、ルーチン試験ラボではあまり利用できないことです。Cr(VI) 向けの規制には、California Office of Environmental Health Hazard Assessment (OEHHA) の Public Health Goal が含まれます。この規制では、飲料水中の Cr(VI) の濃度上限を 0.02 µg/L と定めています。

## IC-ICP-MS による Cr(VI) の測定

ICP-MS は、一般的に総濃度の定量に使用される元素分析法です。ただし、ICP-MS は (HPLC などの) クロマトグラフィーデバイスと簡単に接続して、さまざまな化学形態を ICP-MS への導入前に分離できるため、種固有の分析結果を得ることができます。HPLC システムでは一般的にステンレス製の部品を使用しています。このため微量濃度の Cr 種を測定するには、これらの部品を不活性素材の部品と交換する必要があります。追加のシステムコストがかかります。

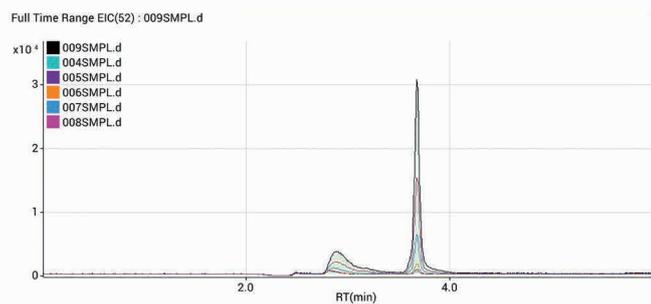


図 1. IC-ICP-MS を用いた 0.01 ~ 1 ppb の Cr(VI) 標準液のクロマトグラムの重ね表示 (わかりやすくするため、10 ppb の高濃度標準液は除外)

イオンクロマトグラフ (IC) と ICP-MS を接続すると、シンプルで手頃な価格の代用品となります。アジレントの最新のアプリケーションノートでは、飲料水中の微量の Cr(VI) を分析するための新しいメソッドの性能について説明しています (2)。この新しいメソッドでは、Metrohm 940 Professional IC と Metrosep ASUPP4 250/4.0 カラムを組み合わせ、これを Agilent 7800 ICP-MS に接続して使用しました。

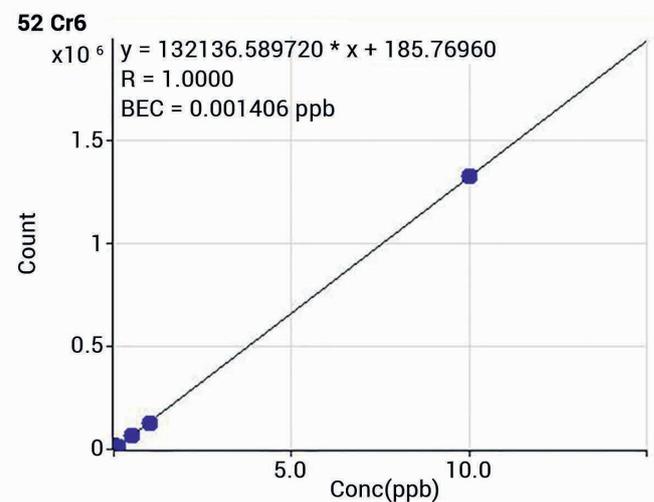


図 2. IC-ICP-MS を用いた 0.01 ~ 10 ppb の Cr(VI) の検量線

低濃度の Cr(VI) 標準液のクロマトグラムの重ね表示と Cr(VI) の検量線については、それぞれ図 1 と図 2 をご覧ください。メソッドバリデーションは、EPA メソッド 218.7 のガイドラインに従って実施しました。メソッド性能試験のメソッド検出下限 (MDL) は 0.003 µg/L でした。最小報告レベル (MRL) は 0.020 µg/L でした。これは California OEHHA の Public Health Goal の要件を満たしています。

## 参考文献

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. Yan Cheung *et al*, Agilent publication [5994-4295EN](#)

# 消耗品ニュース：半導体アプリケーション専用の消耗品と イーजीフィット ICP-MS 消耗品

Gareth Pearson, Agilent Technologies, Inc.

## 半導体アプリケーション専用の消耗品

アジレントは半導体業界のユーザーを緊密に連携し、非常に要求の厳しいアプリケーションに合わせて ICP-MS システムおよび消耗品を開発および最適化しています。アジレントはユーザーからのフィードバックに基づき、PFA 不活性サンプル導入キット用に、汎用的なニッケルめっきサンプリングコーンの白金製バージョン、および O-リングなしのトーチンジェクタを開発しました。

アジレントの Pt チップ付きのニッケルめっきサンプリングコーンは、高濃度の HNO<sub>3</sub>、HCl、HF、9.8% の H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、1% の H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>、NH<sub>4</sub>OH、およびフッ酸分解された Si などの腐食性化学物質のルーチン分析用に設計されています。Agilent ICP-MS システムの試験において、新しい Pt チップコーンは次の特性を示しました。

- ・ 強酸マトリックスによる銅ベースのエッチングへの耐性があるため、コーン寿命が大幅に延びます。
- ・ 洗浄の手間が減り、過度の洗浄による損傷リスクが大幅に低下します。

詳しくは <https://explore.agilent.com/semi-con-jp> をご覧ください。

バックグラウンドレベルを最小限に抑制することが必要な半導体アプリケーションや、HF などの活性の高い化学物質を含むサンプルの分析を実行する ICP-MS ラボでは、一般的に不活性サンプル導入システムを使用します。Agilent ICP-MS 不活性キットには O-リングなしのトーチが追加されています。このため、外側の石英トーチ本体からインジェクタを簡単に取り外してメンテナンスできます。詳細については、フライヤー (5994-3839JAJP) をダウンロードしてご覧ください。

## 取り付けが容易でトリミングが不要な ISIS 3 用 サンプルループ

Agilent ICP-MS ジャーナル 85 の記事では、[取り付けが容易なペリスタルティックポンプチューブ](#)を紹介しています。このチューブはカット済みでフレアエンドであるため、簡単で一貫性が高くリークのないフィッティングが可能です。このたびイーजीフィット消耗品のラインナップが拡充され、Agilent インテグレートサンプル導入システム (ISIS-3) ディスクリートサンプリングデバイス用のカット済みサンプルループが追加されました。

カット済みの固定容量の ISIS 3 ループにより、メソッドの一貫性が確保され、サンプルのロード、取り込み、洗浄ステップのタイミングが均一化されます。このため迅速かつ容易に設定できます。メソッドの設定中にループのカットや組み立て、または手動による信号タイミングを行う必要はありません。

## 詳細情報

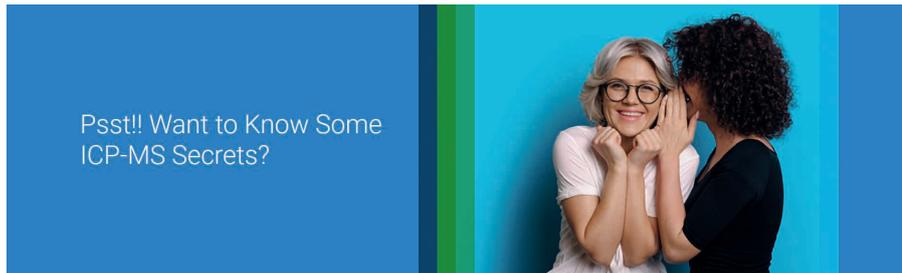


## メンテナンスフリーのイーजीフィット x-レンズ

Agilent ICP-MS のレンズはゲートバルブの前に付いているため、レンズ洗浄のメンテナンス作業を迅速かつ簡単に実行できます。ほとんどのルーチンラボでは、数千のサンプルを分析するたびに、x-タイプの引き出しレンズとオメガレンズアセンブリを洗浄しています（洗浄頻度はサンプルの種類により異なります）。

アジレントはこの代替手段として、年中無休のルーチン分析を希望するラボ向けに、オプションで一体型の x-レンズを提供しています。イーजीフィットレンズアセンブリは、ルーチンアプリケーションでのコスト効率に優れており、消耗品として扱うことができます。レンズの洗浄は不要であり、交換するだけで ICP-MS が最高の性能を回復できます。

## ICP-MS の活用ヒント：ICP-MS 分析の精度を上げ、作業の時間と無駄を減らす方法



Agilent ICP-MS のエキスパートである Glenn Woods による 4 本の短いビデオをご覧ください。ここでは、Agilent 7850 ICP-MS でのルーチン分析を簡素化する次の 4 つの重要な ICP-MS 機能について、ユーモアと比喩を交えてわかりやすく説明しています。

- サンプルの化学的不安定性の問題への対処方法
- 液体希釈を用いずに ICP-MS サンプルを希釈する方法
- サンプルを再分析せずに結果を確認する秘訣
- ラボの外で ICP-MS 分析を実行する方法

リンク：<https://explore.agilent.com/7850-icp-ms-tips-videos-jp>

**最新ニュース：** アジレントは、2050 年までに温室効果ガスの発生を実質ゼロにすることをお約束します。  
[詳しくはこちら](#)

### 最新の Agilent ICP-MS 関連資料

- **アプリケーションノート：** Determination of Heavy Metals in Cannabis and Hemp Products Following AOAC Method for ICP-MS、[5994-4080EN](#)
- **アプリケーションノート：** ホットプラズマ条件での ICP-QQQ による超高純度プロセス薬品分析、[5994-4025JAJP](#)
- **アプリケーションノート：** ICP-MS および統計モデリングを用いた元素プロファイリングによる米の真正性判定、[5994-4043JAJP](#)
- **アプリケーションノート (更新版)：** USP <232>/<233> および ICH Q3D に準じた元素不純物分析: アジレントの ICP-MS ソリューション、[5991-8149JAJP](#)
- **アプリケーションノート (更新版)：** LC-ICP-MS を用いた、欧州安全性規格・玩具 EN71-3 分析に準拠するための玩具中の 3 価および 6 価クロムの分析、[5991-2878JAJP](#)
- **アプリケーション概要：** Determining Compliance with Baby Food Heavy Metals Levels、[5994-3714EN](#)
- **技術概要：** 水素セルガスによるヒ素とセレンに対する  $REE^{2+}$  のオーバーラップの分離、[5994-4071JAJP](#)
- **技術フライヤー：** Importance of Controlling Space Charge Effects in ICP-MS、[5994-3967EN](#)

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。

DE44490.5375115741

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2021  
Printed in Japan, October 28, 2021  
5994-4222JAJP