

## 医薬品の元素不純物管理に最適な ICP-MSのご紹介

株式会社島津製作所 分析計測事業部

### 講演内容

1. **第十八改正日本薬局方**  
通則34  
一般試験法 2.66 元素不純物 II. 元素不純物試験法
2. **ICP-MSの原理**
3. **ICP-MSによる分析**
4. **装置設置環境と試料調製（機器・器具・試薬など）**
5. **島津ICPMS-2030の特長と日常メンテナンス**

## 第十八改正日本薬局方 (令和3年6月7日 厚生労働省告示第220号)

### 第十八改正日本薬局方 通則34

#### 通則34

- ✓ 日本薬局方の製剤は、**原則として一般試験法の元素不純物に係る規定に従って適切に管理を行う。** また、製剤、原薬及び添加剤などにおいて、当該管理を行った場合には、医薬品各条などで規定された重金属、ヒ素など元素不純物の管理は要しない。

#### 適用時期について

##### 附則 第5条

新薬局方に収められている医薬品については、令和6年6月30日までの間は、通則34の規定にかかわらず、なお従前の例によることができる。

## 一般試験法 2.66 元素不純物

### 「Ⅱ. 元素不純物試験法」

- ✓ 元素不純物試験法は、製剤やその構成成分などに含まれる元素不純物を管理するために用いる方法である。この試験法では、元素不純物のレベルを評価するための二つの分析手順（手順1及び2）とバリデーション要件を示す。

手順1：誘導結合プラズマ発光分光法（ICP-AES または ICP-OES）  
 Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry  
 -Optical Emission Spectrometry

手順2：誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS）  
 Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry

5

## 分析手順2：ICP-MS

分析手順2：ICP-MS		
標準溶液1		試料溶液と同一のマトリックス溶液中に分析対象元素 1.5J を含む
標準溶液2		試料溶液と同一のマトリックス溶液中に分析対象元素 0.5J を含む
試料原液		試料分解溶液
試験溶液		試料原液を適切な溶媒で希釈し、分析対象元素の最終濃度を検量線範囲内に調製する
ブランク		試料溶液と同一のマトリックス溶液
元素分光システム	モード	ICP（冷却噴霧室、コリジョンセル又はリアクションセルの使用も有益）
	検出器	質量分析計
洗浄液		通例は希釈溶媒
検量線		標準溶液1 (1.5J)、標準溶液2 (0.5J)、ブランク
システム適合性試験用溶液		試料溶液と同一のマトリックス溶液中に検量線範囲内のある濃度の分析対象元素が含まれる標準溶液
システム適合性の要件	装置の稼働安定	試料溶液の測定前後のシステム適合性試験用溶液から得られた結果を比較する。
	適合基準	各分析対象元素について、両システム適合性試験用溶液間の偏差が20%以下
分析		製造業者の指定するプログラムとm/zに従って分析する。元の被験試料当たりの元素不純物量を算出する （注：マトリックスの導入による干渉（例：ヒ素の検出における塩化アルゴンの干渉）を補正するために適切な対策を講じなければならない）

J: 装置の測定可能範囲内に適切に希釈された目標限度値での対象元素の濃度(w/v)

6

## ICP-MSの原理

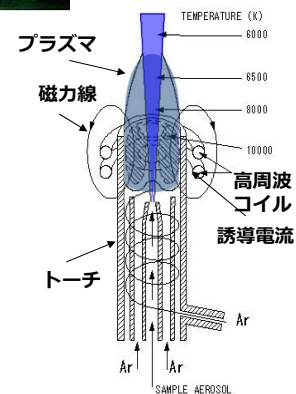
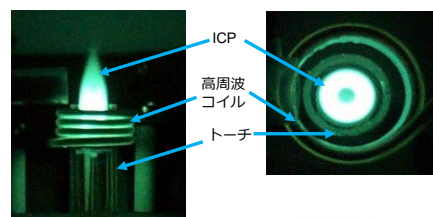
7

## ICP とは

ICP : Inductively Coupled Plasma  
誘導結合プラズマ

- **プラズマとは・・・**  
“高温で電離した気体 (Ionized gas) ”  
“ほぼ同数の陽イオンと電子が存在する”
- **ICP-MS/AES分析装置**  
27 MHzなどの高周波を使用  
1.2 kW程度でArガスプラズマを生成
- **プラズマの温度**  
試料が通過する中央部で6,000~8,000K  
周辺部で10,000K

ICP-MS (質量分析) : イオン源 として利用  
ICP-AES(発光分析) : 光源



8

SHIMADZU

## ICP-MSの構成

1. サンプルを細かな霧にして、ICPに導入
2. ICP内で発生したイオンを質量分析計に導入
3. コリジョンセルで多原子イオンの干渉を除去
4. 四重極型質量分析計で質量ごとにイオンの選別
5. 検出器でイオン量を計測

マススペクトル

イオン量 検量線

9

SHIMADZU

## ICP-MSの特長

1. **超高感度（サブppt～）（ICP発光分析より約3桁高感度）**
2. **多元素一斉定量，定性分析が可能**
  - 測定元素は75元素
3. **濃度レンジ（ダイナミックレンジ）が非常に広い（9桁）**
  - どの濃度域でも1次式の検量線
4. **検量線試料の作製が容易**
  - 単元素標準液などで容易に目的濃度を作製
  - 多成分を測定する場合は、混合標準液を作製

10

SHIMADZU

### 元素不純物の対象元素

  Class1  
   Class2A  
   Class2B  
   Class3  
   ICP-MSで測定可能な元素

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
H <sup>1</sup>																	He <sup>2</sup>
<span style="border: 1px solid blue;">Li<sup>3</sup></span>	<span style="border: 1px solid blue;">Be<sup>4</sup></span>											<span style="background-color: yellow;">B<sup>5</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">C<sup>6</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">N<sup>7</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">O<sup>8</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">F<sup>9</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ne<sup>10</sup></span>
<span style="border: 1px solid blue;">Na<sup>11</sup></span>	<span style="border: 1px solid blue;">Mg<sup>12</sup></span>											<span style="background-color: yellow;">Al<sup>13</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Si<sup>14</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">P<sup>15</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">S<sup>16</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Cl<sup>17</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ar<sup>18</sup></span>
<span style="background-color: yellow;">K<sup>19</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ca<sup>20</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Sc<sup>21</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ti<sup>22</sup></span>	<span style="border: 1px solid orange;">V<sup>23</sup></span>	<span style="border: 1px solid blue;">Cr<sup>24</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Mn<sup>25</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Fe<sup>26</sup></span>	<span style="border: 1px solid orange;">Co<sup>27</sup></span>	<span style="border: 1px solid blue;">Ni<sup>28</sup></span>	<span style="border: 1px solid blue;">Cu<sup>29</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Zn<sup>30</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ga<sup>31</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ge<sup>32</sup></span>	<span style="border: 1px solid red;">As<sup>33</sup></span>	<span style="border: 1px solid green;">Se<sup>34</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Br<sup>35</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Kr<sup>36</sup></span>
<span style="background-color: yellow;">Rb<sup>37</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Sr<sup>38</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Y<sup>39</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Zr<sup>40</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Nb<sup>41</sup></span>	<span style="border: 1px solid blue;">Mo<sup>42</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Tc<sup>43</sup></span>	<span style="border: 1px solid green;">Ru<sup>44</sup></span>	<span style="border: 1px solid green;">Rh<sup>45</sup></span>	<span style="border: 1px solid green;">Pd<sup>46</sup></span>	<span style="border: 1px solid green;">Ag<sup>47</sup></span>	<span style="border: 1px solid red;">Cd<sup>48</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">In<sup>49</sup></span>	<span style="border: 1px solid blue;">Sn<sup>50</sup></span>	<span style="border: 1px solid blue;">Sb<sup>51</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Te<sup>52</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">I<sup>53</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Xe<sup>54</sup></span>
<span style="background-color: yellow;">Cs<sup>55</sup></span>	<span style="border: 1px solid blue;">Ba<sup>56</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">La<sup>57-71</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Hf<sup>72</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ta<sup>73</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">W<sup>74</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Re<sup>75</sup></span>	<span style="border: 1px solid green;">Os<sup>76</sup></span>	<span style="border: 1px solid green;">Ir<sup>77</sup></span>	<span style="border: 1px solid green;">Pt<sup>78</sup></span>	<span style="border: 1px solid green;">Au<sup>79</sup></span>	<span style="border: 1px solid red;">Hg<sup>80</sup></span>	<span style="border: 1px solid green;">Tl<sup>81</sup></span>	<span style="border: 1px solid red;">Pb<sup>82</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Bi<sup>83</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Po<sup>84</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">At<sup>85</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Rn<sup>86</sup></span>
<span style="background-color: yellow;">Fr<sup>87</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ra<sup>88</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ac<sup>89-103</sup></span>															

<span style="background-color: yellow;">La<sup>57</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ce<sup>58</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Pr<sup>59</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Nd<sup>60</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Pm<sup>61</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Sm<sup>62</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Eu<sup>63</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Gd<sup>64</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Tb<sup>65</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Dy<sup>66</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Ho<sup>67</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Er<sup>68</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Tm<sup>69</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Yb<sup>70</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Lu<sup>71</sup></span>
<span style="background-color: yellow;">Ac<sup>89</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Th<sup>90</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Pa<sup>91</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">U<sup>92</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Np<sup>93</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Pu<sup>94</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Am<sup>95</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Cm<sup>96</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Bk<sup>97</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Cf<sup>98</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Es<sup>99</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Fm<sup>100</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Md<sup>101</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">No<sup>102</sup></span>	<span style="background-color: yellow;">Lr<sup>103</sup></span>

11

SHIMADZU

### ICP-MSによる分析

12

**SHIMADZU**

## 試料前処理 - マイクロウェーブ分解 -

1. 秤量
2. 酸や標準物質の添加
3. 分解処理
4. 分解後, 超純水で定容
5. 検量線試料の調製
6. 調製完了

13

**SHIMADZU**

## 装置立ち上げ～測定結果表示

**ユーティリティー** : Arガス、Heガス  
冷却水、排気ダクト

**試料導入系** : オートサンプラー  
ペリスタルティックポンプチューブ

分析メソッドを開く  
(測定条件・元素選択)

オートサンプラーへ試料をセット

プラズマ点灯・装置校正

標準試料測定・検量線作成  
サンプル測定・定量結果表示

プラズマ消灯

ユーティリティー停止

**ICMS-2030**

**オートサンプラーへ試料をセット**

**Arガス**

**ペリスタルティックポンプ**

**標準試料測定・検量線作成**

**プラズマ点灯**

**サンプル測定・定量結果表示**

元素名	検量	単位	平均	SD	RSD	1 目標	2 目標	3 目標
Cd	111 (1g)	ug/L	0.303	0.0109	3.61	0.303	0.314	0.292
Pb	208 (1g)	ug/L	0.326	0.0074	2.27	0.320	0.334	0.325
Hg	75 (1g)	ug/L	0.915	0.0150	1.64	0.925	0.921	0.898
Hg	208 (1g)	ug/L	1.76	0.0270	1.53	1.79	1.77	1.73
Cu	56 (1g)	ug/L	2.89	0.0395	1.34	2.94	2.99	2.92
V	51 (5g)	ug/L	5.87	0.0594	1.01	5.93	5.81	5.86
Ni	80 (1g)	ug/L	12.3	0.286	2.37	12.6	12.1	12.1

14

SHIMADZU

## 【動画】 試料前処理から測定までの操作の流れ

測定の流れ

- ① 前処理
- ② 測定準備
- ③ 測定

ICPMS-2030 Auto Sampler AS-10 Multiwave 5000

① 前処理  
Multiwave 5000

② 測定準備  
ICPMS-2030

③ 測定  
ICPMS-2030 Auto Sampler AS-10

15

SHIMADZU

## ICPMS-2030による分析例

- ▶ 試料：原薬（トシル酸トスフロキサシン水和物）
- ▶ 試料前処理（マイクロ波試料前処理装置による）
  1. 試料0.20gに硝酸、塩酸、超純水を加え、マイクロ波試料前処理装置により分解。
  2. 分解処理後、純水で50mLにメスアップし測定溶液とした。（250倍希釈）
- ✓ 添加試料溶液：分析対象元素をPDE値の10%(管理値)となるように標準物質を添加した試料を、上記と同様に分解処理を行った。

クラス	元素	経口製剤 PDE値 (μg/day)	管理閾値 PDE値の30% (μg/day)	PDE値の10% (μg/day)
1	Cd	5	1.5	0.5
	Pb	5	1.5	0.5
	As	15	4.5	1.5
	Hg	30	9	3
2A	Co	50	15	5
	V	100	30	10
2B	Ni	200	60	20
	Pd	100	30	10

μg/day

5 PDE値

管理閾値 (PDE値の30%)

管理値

被験試料 実測値 Cd

ばらつきを含めて管理閾値以下であることを示す

16



SHIMADZU

## ICPMS-2030による分析例

➤ ICPMS-2030分析条件

装置	ICPMS-2030
高周波出力	1.2 kW
プラズマガス流量	8.0 L/min.
補助ガス流量	1.1 L/min.
キャリアガス流量	0.70 L/min.
チャンバー	サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	ミニトーチ
コリジョンガス	He (99.999%)
内標準元素	Be, Bi, Ga, Sc, Tb, Te, Y (自動添加*)

**\*自動添加**  
ペリスタルティックポンプと内標準自動添加キットを用いて、  
内標準元素溶液：試料 = 1 : g で混合した後、装置に導入

17

SHIMADZU

## ICPMS-2030による分析例

- ◆ 試料：原薬（トシル酸トスフロキサシンー水和物）
- ◆ 投与経路：経口製剤（経口製剤の原薬として使用される場合を想定）
- ◆ 濃度換算方法：オプション1（最大一日投与量 10 gと設定）

クラス	元素	経口製剤 PDE値	許容濃度 PDE値/10	原薬中換算 検出限界(3σ)	添加濃度 (J値の濃度)	測定値	添加回収率
		μg/day	μg/g	μg/g	μg/L	μg/L	%
1	Cd	5	0.5	0.0003	0.2	<0.001	95%
	Pb	5	0.5	0.001	0.2	0.02	96%
	As	15	1.5	0.002	0.6	0.02	95%
	Hg	30	3	0.003	1.2	0.01	101%
2a	Co	50	5	0.001	2	<0.005	96%
	V	100	10	0.006	4	0.02	96%
	Ni	200	20	0.004	8	0.1	98%
2b	Pd	100	10	0.0008	4	0.14	98%

- ICP-MSは、オプション1 の管理でも感度に余裕のある分析が可能
- 良好な添加回収率（定量試験の真度適合基準：70~150%）

18

SHIMADZU

## 装置設置環境と試料調製 (機器・器具・試薬など)

19

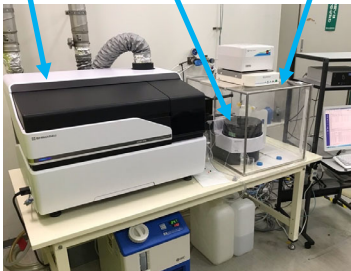
SHIMADZU

### ICP-MS装置、試料前処理の環境

分析室

オートサンプラー

ICP-MS本体      クリーンベンチ

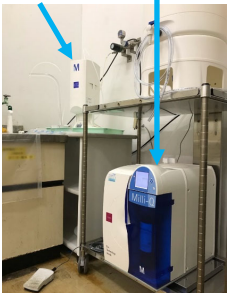


オートサンプラーにクリーンベンチを使用するとコンタミネーションを低減できます。

前処理室

超純水製造装置

採水口



試料調製は通常の実験室の環境で問題ありません。

試料調製、標準溶液調製、試料容器の洗浄などに超純水を使用します。

20

**SHIMADZU**

## ICPMS-2030の設置例

◆ 奥行き75cmのテーブルに設置できます。  
 ✓ ICPMS-2030 W87×D64.5×H58.7 cm 145kg

**ユーティリティ**

項目	仕様
ICPMS-2030	W87× D64.5×H58.7 cm 単相 200~240V±10% 50/60Hz 6kVA
ロータリーポンプ	W30×D50.8×H30 cm 電源はICPMS-2030より供給
オートサンプラー AS-10	W29× D45×H28.9 cm 単相100V 50/60Hz 50VA
冷却水循環装置セット	W37.7×D50×H61.5 cm 単相200V 50/60Hz 2kVA
PCセット	PC : W14.2×33.8×34.7cm 単相 100V 10W 液晶ディスプレイ : W50.1×21.2×34.3cm 単相 100V 21W
排気ダクト	排気量1.4~2.0m³/min (プラスマスタンド排気管内部)
Arガス	>99.95%
Heガス	>99.999%

・ 高周波利用設備許可申請書  
 ICP-MSは高周波を利用していますので、使用地域の総合通信局へ高周波利用設備許可申請書を提出する必要があります。

21

**SHIMADZU**

## 前処理機器の設置例

**前処理室**

項目	仕様
マイクロ波前処理装置 (例: <a href="#">アントンパール Multiwave 5000</a> )	W60× D71.2×H78.7 cm 単相 230V±10%, 50Hz/60Hz (参考:200Vの場合, 230V への昇圧トランスを使用できます。(16A, 68KVA) ) 排気ホース: 3m 排気量5m³/min以上のドラフトチャンバーに接続 (参考: 一般的なドラフト設備の排気容量は, 10~15m³/min)
ドラフトチャンパースクラパー付き (例: <a href="#">株式会社島津理化 CBP-Vc12</a> <a href="#">塩ビ製コンパクトドラフト</a> )	W120×D70×H180 cm 単相 100V
超純水製造装置	単相 100V

・ 高周波利用設備許可申請書  
 マイクロウェーブ試料前処理装置は高周波を利用していますので、使用地域の総合通信局へ高周波利用設備許可申請書を提出する必要があります。

22

SHIMADZU

## 試料前処理の機器、器具

項目	内容	備考
試料の秤量	分析天びん e.g. 島津製作所 AP224W(秤量範囲0.1mg~220g)	・試料のサンプリングに使用 ・オプション：イオナイザSTABLO-AP（静電気による影響を除去）
	樹脂製スパチュラ	・試料のサンプリングに使用
試料調製	容量可変マイクロピペッター、チップ e.g. 容量：200 $\mu$ L, 1000 $\mu$ L(1mL), 5mL	・試料分解時の酸の添加 ・標準溶液の調製
	ポリプロピレン(PP)製などの樹脂容器 e.g. ・ DigiTUBEs 50mL容器 <a href="#">ジーエルサイエンス株式会社</a> ・ TPP 13mL容器 <a href="#">ピーエム機器株式会社</a>	・試料溶液，標準溶液の調製用 (1M程度の希硝酸，希塩酸で使用前に洗浄)
	洗びん（純水）	試料溶液調製、標準溶液調製、試料容器の洗浄などに使用



DigiTUBEs 50mL      TPP 13mL容器

微量元素の分析を行う場合、定容容器は樹脂製(PP等)が適しています。

23

SHIMADZU

## 試料分解に使用する酸

品名	備考
硝酸（電子工業用）	酸化力が強い、金属の溶解、有機物の分解 多くの試料に使用
塩酸（電子工業用）	錯化剤、Hgの安定化、一部の元素の還元 多くの試料に使用
過酸化水素水	強い酸化力、有機物の分解に硝酸と併用
フッ化水素酸	TiO <sub>2</sub> 、SiO <sub>2</sub> を含む試料などに少量使用



電子工業用の酸が適しています

24

SHIMADZU	
<b>標準試料</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>● 国家計量標準にトレーサブルな標準液、またはこれと同等のものを用います。</li> <li>● 単元素標準液（1mg/mL, 0.1mg/mL他）、多元素混合標準液が市販されています。</li> <li>● 目的の濃度に合うように希釈、混合し標準溶液を調製します。</li> </ul>	
多元素混合標準液の例	
<b>ジーエルサイエンス株式会社</b>	
USP232 / ICH Q3D Oral STD#1 IA	Ag 150 ppm, As 15 ppm, Cd 5 ppm, Co 50 ppm, Hg 30 ppm, Ni 200 ppm, Pb 5 ppm, Se 150 ppm, Tl 8 ppm, V 100 ppm
USP232 / ICH Q3D Oral STD#2 IA	Au 100 ppm, Ir 100 ppm, Os 100 ppm, Pd 100 ppm, Pt 100 ppm, Rh 100 ppm, Ru 100 ppm
<b>富士フイルム和光純薬株式会社</b>	
多元素混合標準液 ICH Q3D 経口剤用	Ni 200 mg/L, V 100 mg/L, Co 50 mg/L, As 15 mg/L, Cd 5 mg/L, Pb 5 mg/L
US水銀標準液 ICH Q3D用 (Hg 30)	Hg 30 mg/L
<b>Merk</b>	
経口製剤用 19041	Ag 150 mg/L, As 15 mg/L, Cd 5 mg/L, Co 50 mg/L, Hg 30 mg/L, Ni 200 mg/L, Pb 5 mg/L, Se 150 mg/L, Tl 8 mg/L, V 100 mg/L
経口製剤用 73108	Au 100 mg/L, Ir 100 mg/L, Os 100 mg/L, Pd 100 mg/L, Pt 100 mg/L, Rh 100 mg/L, Ru 100 mg/L
<b>西進商事株式会社</b>	
経口定量用混合標準液 XSTC-2046	Ni 200 µg/ml, V 100 µg/ml, Co 50 µg/ml, Hg 30 µg/ml, As 15 µg/ml, Cd Pb 5 µg/ml
経口定量用混合標準液 XSTC-2046A	Ni 200 µg/ml, V 100 µg/ml, Co 50 µg/ml, As 15 µg/ml, Cd Pb 5 µg/ml

25

SHIMADZU		
<b>装置校正試料</b>		
<ul style="list-style-type: none"> <li>● ICPMS-2030の装置校正用の標準液を2種類用意しています。</li> </ul>		
ZSTC-3342 : 10µg/L:Be, 5µg/L:Co,Mn, 2µg/L:Bi,Ce,In(1% HNO <sub>3</sub> )		
ZSTC-3272 : 1µg/mL:Be, 0.5µg/mL:Co,Mn, 0.2µg/mL:Bi,Ce,In(1% HNO <sub>3</sub> )		
番号	品名	備考
ZSTC-3342	容量 : 1 L (25mL×40 本ボトル)	装置校正用試料と同濃度 (希釈せずに使用)
ZSTC-3342-500	容量 : 500mL (25mL×20 本ボトル)	
ZSTC-3342-100	容量 : 100mL (25mL×4 本ボトル)	
ZSTC-3272	容量 : 1 L (25mL×40 本ボトル)	装置校正用試料の100 倍濃度 (硝酸 1%溶液(0.14mol/L)で 100 倍希釈して使用)
ZSTC-3272-500	容量 : 500mL (25mL×20 本ボトル)	
ZSTC-3272-100	容量 : 100mL (25mL×4 本ボトル)	

26

## 島津ICPMS-2030の特長と 日常メンテナンス

27

### ICPMS-2030の特長

- ◆ 新開発のコリジョンセル  
高感度、低干渉を実現
- ◆ 低ランニングコスト  
ミニトーチ、Ecoモード、アルゴンガス純度 99.95%
- ◆ Data Integrityに対応  
LabSolutions™ DB/CS for 21 CFR part 11
- ◆ 簡単メンテナンス



島津ICP質量分析計  
ICPMS-2030

28

**SHIMADZU**

## 新開発のコリジョンセル

◆ **コリジョンセル**：多原子イオンによるスペクトル干渉を除去

ICP  
 $^{75}\text{As}^+$   
 $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$   
 $m/z$ ：同じ  
 イオンの大きさ： $\text{ArCl}^+ > \text{As}^+$

コリジョンセル Heガス

四重極マスフィルター

マスフィルターの電位  
 エネルギーフィルター  
 コリジョンセルの電位

As:75

コリジョンガス未使用  
 $^{75}\text{As}$ にArClの干渉

コリジョンガス使用  
 ArClの干渉を除去

元素 (m/z)	コリジョンガス未使用	コリジョンガス使用
As(75)	2.6	<0.009

塩酸0.5%溶液 As定量結果 (μg/L)

塩酸0.5%溶液 測定結果

➤ ICPMS-2030は、八重極(オクタポール)イオンガイドを採用  
 四重極(Qポール)よりもイオンの透過率が高く、Heガスが高効率に衝突する

29

**SHIMADZU**

## 低ランニングコスト

- 当社独自のミニトーチプラズマとEcoモードで  
**Arガスの使用量を従来比の約50%に削減**
  - ミニトーチプラズマ：分析時 11L/min (従来18L/min)
  - Ecoモード：測定準備時 5L/minのプラズマで待機
- Arガスの純度99.95%でプラズマの点灯を保証
  - 低価格な工業用アルゴンガス(99.99%)を使用
    - ・高純度アルゴンガス(99.999%)は必要なし

Argas・Heガス ランニングコスト例

<コスト算出条件>  
 20検体/日，標準試料4検体，3日/週・12日/月稼働，3分/1試料測定時間（分析条件により異なる）  
 Arガス（工業用Arガス：47L(7m<sup>3</sup>)）：6,000円/本， Heガス（99.999%：10L）：35,000円/本

**年間のガスコスト**  
 = Arガス(約140,000円) + Heガス(約35,000円) = 約175,000円

30

**SHIMADZU**

## データインテグリティ対応 ~ LabSolutions DB/CS ~

クライアントPC ※2      分析機器室または居室      iPad ※3      LabSolutions サーバー

※1  
 アクイジション  
 コントローラPC

LC   GC   LCMS™   **ICPMS**   UV   FTIR   RF   PPSQ™ 熱分析装置   天びん   Agilent LC, GC   Thermo LC, GC

GCMS™   AA   TOC   粉粒体測定装置   ICP   EDX      CBM-201m   他社LC, GC

マルチデータ登録機能により、これらの装置に対するユーザー管理の一元化とデータの統合管理が可能      データ取り込みが可能

**LabSolutions DB/CS**  
 「FDA21 CFR Part11」や「厚生労働省：医薬品等の承認又は許可等に係る申請等における電磁的記録及び電子署名の利用について」（ERES指針）などの電子記録・電子署名に関する規制に対応。

**LabSolutions CS によるネットワーク対応**  
 ラボ内のHPLC, GC, LCMS, **ICP-MS**, UV, FTIR, RF, PPSQ, 熱分析装置, 天びん, GCMS, AA, TOC, 粉粒体測定装置, ICP, EDXなど種々の分析機器の測定結果をサーバPCに一元管理

31

**SHIMADZU**

## データインテグリティ対応 ~ LabSolutions DB/CS ~

### LabSolutions DB/CS ICPMSの主な機能仕様

名称	LabSolutions DB データベース版	LabSolutions CS クライアントサーバ版
データファイル管理	LabSolutionsデータベース 測定したデータファイルをLabSolutionsデータベースに保存して管理します。	
データファイル参照	LabSolutionsデータマネージャを使って、自PCのデータベースファイルを参照します。	LabSolutionsデータマネージャを使って、サーバ-PC内のデータベースファイルを参照します。
ファイルの読み込み元	LabSolutionsデータベース（プロジェクトごと）	
他PCとのデータファイルの共有	インポート機能によってローカルフォルダから読み込みます。エクスポート機能を使ってPCのローカルフォルダへファイルをコピーします。	
ユーザー管理	LabSolutionsのユーザー管理機能を使用します。	
セキュリティポリシー	LabSolutionsのシステム管理機能でICPMS-2030固有のポリシーを設定、管理します。	
ログ	LabSolutions ログブラウザによって一括管理されます。	
データのバックアップ	LabSolutionsのバックアップ機能を使用して、プロジェクトごとに行います。	

32



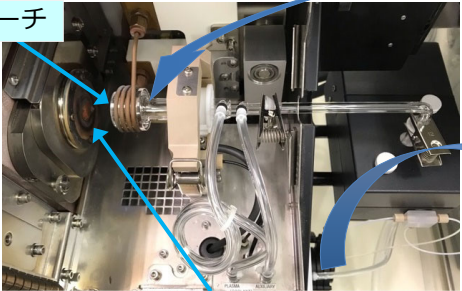
SHIMADZU

## ICP-MSの日常メンテナンス


➤ 試料導入系のメンテナンス（主な箇所）

- ・ペリスタルティックポンプチューブ：劣化具合（変形）
- ・ネブライザー：噴霧状態
- ・プラズマトーチ：試料の付着の有無
- ・インターフェース（サンプリングコーン、スキマーコーン）  
：オリフィス部への試料の析出物の有無

トーチ

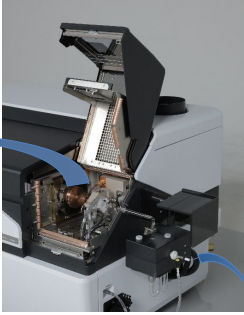



インターフェース  
(サンプリングコーン、スキマーコーン)



ペリスタルティック  
ポンプチューブ

プラズマスタンド

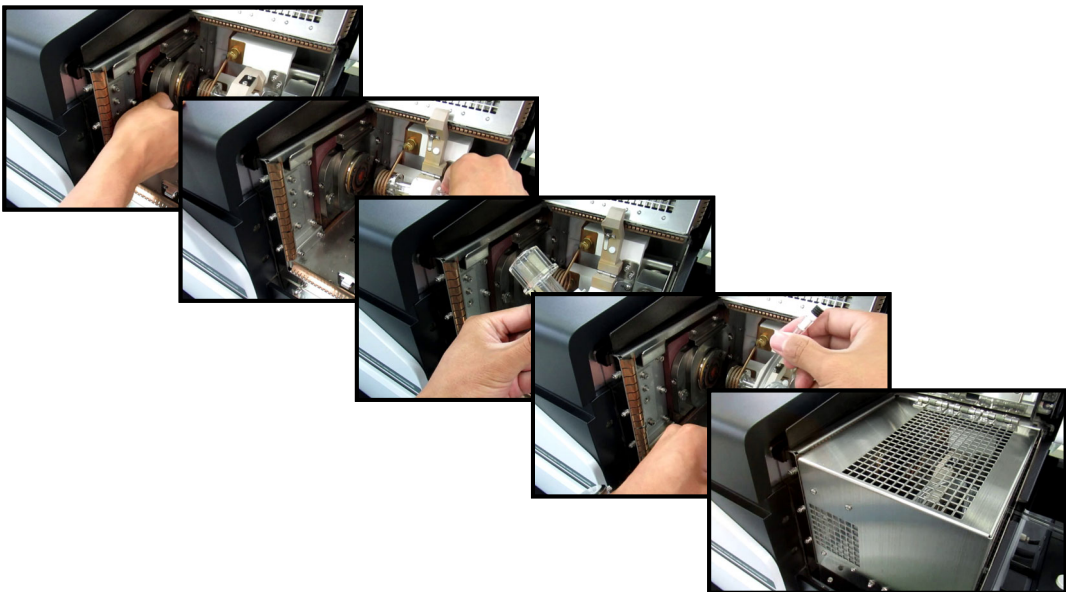



ネブライザー

33

SHIMADZU

## 【動画】 インターフェースとプラズマトーチの脱着



34

## まとめ

- 第十八改正日本薬局方 一般試験法「2.66 元素不純物」「Ⅱ 元素不純物試験法」手順 2 に ICP-MS 法が記載されました。
- ICP-MS 法は、元素不純物を高感度に分析できます。
- 試料溶液の調製および ICP-MS 分析は、通常の実験室環境で行えます。
- 試料は分解操作が必要で、この分解操作にはマイクロウェーブ試料前処理装置を推奨します。
- ICPMS-2030 により、医薬品中の元素不純物分析を低ランニングコスト、高感度で実施することができます。

35

## ご清聴ありがとうございました

動画の内容は掲載時点の情報であり、最新のものとは異なる場合があります。

LabSolutions は、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマーク、およびロゴは、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

36