

令和5年度（2023年度）分析部会②

テーマ：ICP-MSにおける分析精度高性能化の検討（ICP-MS経験者向け）

（担当：高山主任研究員）

これまでの分析部会では、ICH-Q3D に該当する元素を中心に、試薬の調製方法や測定精度、試料の分解条件などの検討を行い、元素不純物試験法に則った試験を実施してきた。元素不純物分析では、製剤をマイクロ波分解により、溶液中に完全分解することが重要であり、これまでの検討で硝酸・塩酸を用いた標準的な分解方法を確立した。また、無機物質を多く含む製剤については、標準的な手法では分解できないため、フッ化水素酸を添加することで分解できることを見出した。しかしながら、最も分解が困難な製剤の場合、助酸化剤である過酸化水素を添加することや、分解時間を長めに設定するなどの特殊な分解メソッドが必要となる。この場合、分解促進の目的で添加した助酸化剤や反応時間の延長等の影響により、一部元素の測定値が真値から大きくバラつくことが問題となっている。

元素不純物分析において、ヒ素とセレンは製剤中の夾雑成分により、測定感度が大きく変化すること知られている。イオン化効率が低いことがその原因であると考えられているが、詳細な感度変化のメカニズムは分かっていない。

今年度の部会では、上記のような測定精度に悪影響を与える様々な因子を特定し、改善を施すことで、分解困難な製剤においても正確な測定を可能とする高精度分析メソッドの構築を図る。