

【第1回】

委員会開催日：2020年9月24日（木）

討議内容及び決定事項：

- ・大きな改定になるので2段階方式で行う。第一段階：現規格の内容改定、第二段階：新しいJIS形式に変更
- ・項目の並びを他の通則とそろえるために一部変更
- ・新しい技術等を追加、使われなくなった技術の削除を検討
- ・装置の校正図の変更検討（コリジョンセル等を追加）
- ・1社しか市販していないような研究レベルのものは規格ではなく解説にまわす等、規格にするか解説にするかの切れ目を考慮
- ・システムとしてレーザーアブレーション、イメージング、LC-ICP/MSなどを挙げている
- ・重要な項目になってきている同位体比測定をどこに入れるか検討
- ・ポンプなど、他の通則で扱っているものは削ってスリム化検討
- ・電気加熱気化試料導入など、市販装置は少ないがリサーチ目的では一般的。このようなものを網羅的に入れるのか、それともメジャーなものだけを入れていくのか？→難しいところだが、議論しながら決めていきたい。
- ・1社だけの販売でも、広くつかわれている場合は普及度も考慮してはどうか？→1社であっても広くつかわれていればとりいれていく方がよい。
- ・世界的に TOF-MS メーカーは3社だが、新しい技術はとりいれるべきでは？→新しい技術として TOF-MS は項目にあげている。
- ・国内、海外、どちらをメインに考えるのか？→JIS なので国内。ただし海外の新しい技術は取り入れたほうがよいと考える。
- ・削除したものは解説に回す？削除してもどこかに残したいものは解説に残す、今後発展しそうなものも次回の審議事項として解説に残すという方法もある。ただし解説は入手や閲覧が難しくなる面はある。
- ・JIS に載っている、載っていないが問題になることがある。本体と解説は同等か？→規格はある意味法律。規格協会の公式見解を後日お伝えする。
- ・ICH や半導体の分析などを横にらみした場合、今回の JIS に盛り込むべきか？→第一段階では入れるべき。第二段階で解説にまわすことになると思われる。議論すべき点。現 JIS では試料のところに超純水試料、半導体試料として記述されている。

【第2回】

委員会開催日：2020年10月16日（金）

討議内容及び決定事項：

- ・資料9に前回委員会後に寄せられた意見を記載、説明
- ・資料10に意見を反映させた項目案、説明
- ・5.2は機器の各部に訂正（誤植）
- ・試料導入部については、液体試料導入、固体試料導入、気体試料導入にまとめる
- ・5.2.5にコリジョンセルを衝突・反応部として項目とする
- ・5.2.6.2～4に四重極以外の質量分析部を項目とする
- ・扇状磁場形はあまり使わない用語であるので見直した方がよい。項目名（の変更）は担当者に任せる
- ・「型」か「形」かは統一すべき（一時は形に統一すべきとされたが、最近ではどちらでもよいとされるようだ）
- ・5.2.6.4 扇状磁場型 a) 単一検出型、b) 多重検出器型、c) リニアアレイ検出型、と項目わけする
- ・5.3 機器からの出力（sp, scICP-MS）の項目は、5.3.1に連続的信号の検出、5.3.2として過渡的信号の検出（例：シングルパーティクル）に項目わけする。過渡的信号はDwell time等で定義するのか？（例：100ms以下など）→改めて定義を相談する。区分けは後から検討し違いを明確にする（例：TOFでは、過渡的信号を積算して処理するが連続的信号である）
- ・5.4 付属装置については水素化物発生装置が付属装置とすると有機溶媒導入も付属装置なのだろうか？といった議論があった。最終的には有機溶媒導入、フッ素水素酸試料導入、水素化物発生装置を液体導入部のところで記述する方向で検討。
- ・9.5.4はスペクトル干渉、9.5.5は非スペクトル干渉、9.5.6はメモリー効果、とする
- ・9.6は削除
- ・11は測定（仮）としてすすめる（K0122の定義を確認のこと。JISの用語を正しく使うべき）
- ・11.4 時間分解能分析にパーティクル分析は入る。イメージングも入る。クロマトもここに入れる。クロマト分析、レーザーアブレーション分析、単一粒子・単一細胞分析のように小項目にわけて11.4の下に入れる。
 - ※11.4 時間分解能分析（11.4.1 クロマト分析、11.4.2 レーザーアブレーション分析、11.4.3 単一粒子・単一細胞分析）について、同じ項目にするのはどうかとの意見があった。
- ・時間分解しない場合は定量のところに入れる。
- ・気体試料に関する項目は？GEDの分析は測定のどこに入れるのか？→11.4.3に入れる
- ・その他、前回委員会後によせられた質問、意見について資料9に赤字で記述した回答を説明、図1の修正版を資料11として配布
- ・項目と執筆分担案を提示（資料10）。協議の上一部担当変更を実施した。連名の先頭が取りまとめ役となり12/4までに改定案を執筆のこと

【第3回】

委員会開催日：2020年12月11日（金）

討議内容及び決定事項：

- ・第1回委員会での「本体と解説は同等か」という質問に対しての企画協会の見解であるが、解説はJISを理解するために加えられたもので規格協会が発行し付け始めた経緯がある。本文の付属書（規定）と（参考）があり、規定は本体と同等の扱いで、本体に挿入すると冗長になるため別途まとめて付属書（規定）とする。
- ・編集を進める中で、前回議事録から3カ所変更となった
 - ▶ Mattauch-Herzog は除いた
 - ▶ 扇状磁場はそのまま残した
 - ▶ 有機溶媒導入は付属装置としなかった。フッ化水素導入も同様

「4 概要」

- ・質量/電荷数に関する表現は「質量電荷数比 (m/z)」と定義し統一する (p4)
- ・キャリアガスをネブライザーガスに統一する案も出たが、固体試料の場合を加味し「キャリアガス」で統一とすることとする (p3)

「5 装置」

- ・図1の変更を行った。特に上側の図について再度見直す予定 (p4)
- ・スプレーチャンバーから近年使われていない項目の削除等を行った。図4は「スプレーチャンバー（一例）」とした (p7)
- ・イオン化部ではMIPを削除しICPだけにした。図5は大幅に改定。コイルのターン数を1から4としたがこの場で確認したい（異論なし） (p8)
- ・34MHzの追記案については「自励発信式」を追記し周波数変動も可能と記述するとの対応を行うことが委員会として確認された。トーチは「三重管などの多重管」とする (p8)
- ・図6から遮蔽版を削除した。「一例」としたので旧装置も適用可能 (p9)
- ・イオンレンズ部の、軸ずらし、変曲についての表現は「イオン飛行軌道を偏向」にし、図内の「軸ずらしイオンレンズ」など名称表現はそのまま残し、図6の脚注を「イオンレンズ部（一例）」とする。紫外光高→紫外線光の誤字訂正も実施 (p9)
- ・スプレーチャンバーの冷却は「主として水」を削除し、明記された温度範囲を削除 (p6)
- ・スキマーコーンについて論議があったが、規定は機能を記述するものと考え、枚数やインサート等は解説に記載してはどうか（担当チームを中心に検討） (p8)
- ・廃液用ポンプについてはポンプのない場合もあるので「送液ポンプを用いる場合もある」とし (p7)、図2 (p5) などの関連表現も「送液ポンプ」で統一。併せて図1の廃液側のポンプは削除 (p4)
- ・コリジョンセルは解説にあたる相互作用についての記述も入れ込んだ。図7は一例としてヘキサポールとした。図8についての説明がほしいので、本文の記述がどれにあたるか、a、b、cに分けるなど説明方法を検討する（担当チームを中心に検討） (p11)
- ・四重極型に二重連、三重連を含めている。執筆チームを中心に再検討する (p12)
- ・直流/交流比、調製→調整、等の修正 (p12)
- ・飛行時間型についてはリフレトン型を中心とし、図も一例とした。分解能を上げるため、それを小

型化するため、というように「何が必要か」という観点から規定を意識した記述にしてはどうか。ノッチフィルターについて定義をしておく (p14)

- ・「型」は「形」に統一。質量分解能は小文字、イタリックで統一 ($m/\Delta m$) (全般)
- ・図 11、反射場によるイオン軌道の表現は省く (p14)
- ・逆配置と正配置の性能差があまりないこともあり説明を省いた。ここでも分解能の記述にばらつきがある。小文字イタリックで統一 ($m/\Delta m$)。また用語の定義に追加する (p14)
- ・イオン検出部の図ではファーストダイノードを直角に曲げたものに変更。マルチチャンネルプレートなども記述。「パルス方式」、「アナログ方式」、「半導体検出器」の記述を削除し文章を変更。光電子増倍管の誤植も訂正 (p17)
- ・機器からの出力は新しい項目。クロマト分析を「クロマトグラフィー」に統一 (全般)。0.01~0.1 という時間表記については担当チームを中心に検討する (p18)
- ・脱溶媒ネブライザーは入れる、超音波は脱溶媒の中に入れて記載。超音波は必ずしも脱溶媒をとまなうわけではないので項目分けを再検討。図 19 の高周波プラズマをトーチへ変更。フローインジェクションと水素化物発生装置を附属装置に追加する (p19)
- ・チューブは PTFE を PFA に変更 (p20)。薄層クロマトに関する記述を削除 (p21)。図 21 の高周波プラズマなど、図も変更する (p22)
- ・ドレンとドレインの統一については「ドレイン」に統一 (全般)
- ・スラブゲルに関する記述は削除 (p22)
- ・レーザーアブレーションについては基本的に解説から持ってきた。フェムト秒についても記述した。規定として書くなら、xxx ができる、というようにできるかぎり定義としての記述を検討する (p22)
- ・得られる粒子径など定量的な書き方はできないか、ICPMS 側からの要求事項という形で書けるか、LIBS についての記述、特にアブレーション量を補正できるか、などについてチームで再度検討 (p23)
- ・ガス交換装置は新しい項目。高純度ガスに含まれる微粒子については、追記的でなく空気中の浮遊粒子と並列にしてもよいのではないか (用途として高純度ガスに含まれる・・・は前半に入れる)。項目として「ガス交換装置」は「ガス交換器」とする (p24)

【第4回】

委員会開催日：2021年1月7日（木）

討議内容及び決定事項：

「6 機器の性能」

- ・6.1に低質量数、中質量数、高質量数の定義として数字を入れた。議論願いたい（p24）→6.1では記述の3行を削除。6.2a)を「測定する元素の質量数（厳密には同位体の精密質量）と質量分離部の質量軸とを一致させる。四重極形質量分析計の場合には、測定質量数に対して、 ± 0.1 u（統一原子質量数）以内を目安とする。」のような記述に変更
- ・6.2b)のピーク幅(u)、「ピーク高さの5%」（解説に10%の場合について記述することを検討）、6.2c)の表現（質量分析学会の記述を考慮）も担当チームと個別に検討する。「近接」→「隣接」に変更、「であり」→「とする」に変更、「同一」を削除、「 10^{-9} 以下」に変更。（ $m \pm 2$ については解説で検討）（p25）
- ・「バックグラウンド」について議論願いたい（p26）→「元素が存在しないイオン質量4.5, 8, 9」は「元素が存在しないイオン質量4.5, 8」ではないか（「9」について確認：担当鹿籠）。担当チームにて内容検討。メモリー効果についても再検討。25pのバックグラウンドとの関連性を明確にするために、p25のバックグラウンドをe)に加える。
- ・g)の「検出限界」は「検出下限」、「評価の際は、」削除
- ・h)、i)の「3%」は何か？（p26）→h)では「信号強度」で「3%」とする。i)では「信号強度」で「5%」とする
- ・6.2は、機器の性能を示す定義としての記述とし、日常や定期的な性能確認は9章、12章で必要な項目を扱うような構成とする

「7 測定試料の満たす条件」

- ・ノウハウ的な情報を解説に持っていく（p26、27）
- ・7.2.2c)はよくやるが、トレーサブルにならないがどうする？→必ずしもトレーサブルな試薬が入手できないので今回は残す（p28）
- ・7.1.2の「絶対検量線法」の「絶対」を削除、「されているわけではない」→「されていない」に変更（p28）
- ・7.1.3の「形態分析」は「化学形態別分析」とする（以後統一）（p28）
- ・7.3の「コリジョン/リアクションセル」は「コリジョン・リアクションセル」とする（以後統一）（p28）

「8 安全」

- ・「フッ化」→「ふっ化」、「ホウ酸」→「ほう酸」の記述統一（試薬JISではひらがな）（p29）
- ・8.2b)の「高周波の遮へい」は誰がする？→高周波の法律に準じる（p29）
- ・8.1g)の「アンモニア」は高圧ガスではない。低圧ガスの注意も盛り込んだ方がいい→8.1のタイトル行と次行の「高圧」を削除する。水素、酸素、室内での扱いについては事務局で調査（担当小森）（p29）
- ・8は解説の位置づけとしてはどうか（担当チームで検討）

「9 操作」

- ・デイリーで行う項目を残し再編成する（p30）
- ・i) j) k)をどこにもっていくか。メソッドバリデーション/アプリケーションにかかわる重要な項目なので、6.3にするもしくは6の後に別項目でもっていくなど。7も合わせて「注意しなくてはいけ

JIS K0133 高周波プラズマ質量分析通則改正原案作成委員会議事録抜粋

ない項目」としてまとめる等の案が出た→正しい分析結果を得るためにこれを満足する必要がある項目として、6 のタイトルも考えて項目分けをする（機器、試薬類・ユーティリティー、サンプル、に求めるものは大きな枠組みの中で考える）。チーム関係者でオンライン会議を実施予定

- ・次回委員会は検討後の 6 と 9 から再開

【第5回】

委員会開催日：2021年2月12日（金）

討議内容及び決定事項：

試料 21 を閲覧しながら協議

「6 機器の性能」→「機器の性能・特性」とする

- ・ネブライザー調整、キャリアガスの流量等、どこで記載するのか→プラズマのガスについては6.1 1) の前に「ガス制御」(仮)として挿入することとする。その他のガスは9章または12章で記載
 - ・出力については6.1)を「プラズマイオン源」として記述。a) 出力、b) 位置 などの形式とする
 - ・6.1 2)イオンレンズ電圧は用語の説明となっている。機器として持たなければならない要件として記述すべき→項目名を「イオンレンズ」とし、「・・・導入するために設置する」などにする。電圧の最適化については9章か12章に記述(用語の定義との重複についてはかまわないが、重複感が強いようであれば、用語の定義側を削除することが望ましい)
 - ・6.1 3)質量軸の校正：3質量数は低中高の意味を持たせた方がよい→低・中・高の質量数の測定範囲を……。低・中・高の質量数について注釈を入れる。内標準の選定については11章に記述予定。＊等の記号で参照とすることは可能。「質量数」の言葉の統一については担当チームで検討(質量軸の校正(マスキャリブレーション)という併記は通常しない。どちらかに統一)
 - ・6.1 4)分解能に具体的な要求事項として数値をいれることは可能か？→ Δm の値は問題ない。5%だけにすると既存ユーザーが困る場合がある。10%、50%については各メーカーが数値を出せば記述可能。図中は5%のみにしたほうがよい。また、質量分解能を入れたほうがよい
 - ・6.1 5)アバンダンス感度は、±2 も用いるので記述した
 - ・6.1 6)感度のところも低中高質量の表現に合わせる。3 質量同時モニターは各メーカー可能。「感度の最適化は、イオン化部及びイオンレンズ部のパラメータを調整することによって行う。」を後ろにもってくる。「少なくとも3質量数以上を同時にモニター」の「同時」を削除。＊以降は解説等に移動を検討。信号にブランクが載っているような場合について、1章の適用範囲のところ「専門知識を有するもの」など制約をいれておくといよいのではないかと→専門家以外もJISを見るので、適用範囲ではなく、質問や頻度がどれくらいあるかを考えて6章で述べてもよいのではないかと→解説でも述べるようにする。9章でブランクを差し引くような記述があるがそちらも残しておく。
 - ・6.1 7)装置バックグラウンド：「・・・cps 程度」の表現は「・・・cps 以下」とする。「極微量分析」の文も検討(超微量分析→K0211 で定義があり、「試料量の定義」。成分量の場合は超微量成分分析となる)。「極微量・・・」以下の文章は13)で扱う。3章の用語でも装置バックグラウンドを定義したほうがよい。
- 3.15 検量線ブランク液をブランク液にする。

<参考> 微量分析

(コメント)

極微量分析については、以下の用語が K0211 に定義されていますので、文の趣旨からすると超微量成分分析が適当かもしれませんがご検討お願いいたします。微量分析(1~10 mg ぐらいの試料を用いて行う化学分析)、超微量分析(約1 mg 以下の試料を用いて行う化学分析)、微量成分分析(ナノグラム(ng)からマイクログラム(μg)レベルの絶対量の成分を対象とする化学分析。試料量の大きさは問わない)、超微量成分分析(ピコグラム(pg)レベル以下の絶対量の成分を対象とする化学分析)。

試料量の大きさは問わない)。

- ・ 6.1 8)検出器：要件としての記述にする。赤字部分は9章に移動。「広い濃度範囲で正確な濃度決定を行うためには、パルス検出方式とアナログ検出方式の両方に対して校正係数を算出する(クロスキャリブレーション)。この校正係数を用いて、アナログ出力(電流値)をイオン計数率に変換する。」は削除。アナログとの組み合わせについては、パルス方式のみの場合もあるので 5.2.7 をイエナ社の回答文書に基づき変更する。(後注：委員からアナリティクイエナ社の計測方式に関する情報を送付頂いた。当該部分と検出器説明箇所反映させ修正予定)
- ・ 6.1 9)酸化物イオン及び二価イオン：*以降を12章に移動する。 Ce^{++} は $^{2+}$ に統一。
- ・ 6.1 10)メモリー効果：他のブランクについての本日のバックグラウンドに関する議論を元に関係性を再考する。項目をたててもよい。信号か現象か対象物かを明確にしたほうがよい。例えば「操作ブランク信号」としてまとめ、14) 非ペクトル干渉の後にバックグラウンドとして、そこにメモリー効果を記載する。用語定義で、ブランク液を定義する
- ・ 6.1 11)、12) の安定性について、10分、2時間、3%、5%という記述でよいか?→10秒積分10回連続導入で3%など、メーカーですり合わせし、短時間は9章、長時間は12章に入れる(長期安定性を見るのはメンテナンス後、修理後など装置安定性を想定)。「目安とする」との表現は規格として不適切→「望ましい」は可。
- ・ スペクトル干渉、非スペクトル干渉についてはほぼ原案どおり。意見を平田委員長まで
- ・ 9章に移る部分、12章に移動する部分について、取りまとめて欲しい旨の要請があった→9章に移る部分を委員長およびチームでまとめ担当委員へ送付(送付済)

【配布資料】

- #1 第1回議事次第
- #2 委員名簿
- #3 改正の基本的な考え方
- #4 改正のスケジュールと進め方
- #5 改正項目
- #6-1 JISK0133 規格本体
- #6-2 JISK0133 規格解説
- #7 第2回議事次第
- #8 第一回委員会議事録（案）
- #9 改正項目(案)（資料5_改定）
- #10 目次および担当（案）
- #11 図1の改正
- #12 第2回議事録案
- #15 第3回議事次第
- #16 改正原稿案
- #17 第3回議事録案（修正）
- #18 第4回議事次第
- #19 第4回議事録案
資料19 第4回 JISK0133 高周波プラズマ質量分析通則改正原案作成委員会議事録（案）
- #20 第5回議事次第
- #21 6章改定案
- #22 9章改定案
- #23 附属書案