

Agilent 5800 VDV ICP-OES による 産業廃棄物サンプルの分析

サンプルに関する有益な情報を得られるツール

複雑なサンプル分解物の分析

中国メソッド HJ 781-2015 は、4 つの酸を使用したマイクロ波分解プログラムで前処理する固形廃棄物サンプル中の 22 種類の元素を測定する手順を説明しています。このような複雑なサンプル分解物は、メソッドの対象ではない元素を含んでいることがよくあります。こうした対象外の (多くの場合未知の) 元素は、その存在を考慮しないと、スペクトル干渉につながります。スペクトル干渉によって誤った結果が出るとサンプルの再測定が必要になります。

Agilent IntelliQuant 機能は、起こり得るスペクトル干渉や予想外の元素を自動的に特定し、サンプル組成に関する価値ある情報を提供します。IntelliQuant は、サンプル中の最大 70 種類の元素を数秒で同定できます。結果のデータをフィルタにかけて、目的の結果 (元素) のみを示すことができます。

この研究では、産業廃棄物 NIST SRM 2782 を分析することによって機器性能を実証しました。結果を表 1 に示します。回収率 $\pm 10\%$ という結果が得られました。

表 1. Agilent 5800 ICP-OES で中国の規格 HJ 781-2015 に準拠したメソッドを使用して NIST SRM 2782 の 22 元素を測定した中から選択した 9 元素の分析結果。すべての元素の分析結果は、別のアプリケーションノート (5994-1542EN) で紹介しています。

元素/波長 (nm)	MDL (mg/kg)	HJ 781 MDL の仕様 (mg/kg)	SRM の測定値 (mg/kg)	期待値 (mg/kg)	SRM 回収率 (%)
As 188.980	0.0711	-	164	166	99
Cd 228.802	0.0103	0.1	3.82	4.17	92
Cr 267.716	0.0395	0.5	102	109	94
Cu 327.395	0.0337	0.4	2690	2594	104
Fe 273.358	1.96	8.9	267000	269000	99
Mo 204.598	0.0299	-	9.98	10.07	99
Ni 221.648	0.0247	0.4	151	154.1	98
Pb 220.353	0.0571	1.4	533	574	93
Zn 206.200	0.0216	1.2	1200	1254	96

IntelliQuant を用いたサンプル解析

Agilent IntelliQuant 機能を使用することで、SRM 分析で優れた回収率を達成することができました。HJ-781 メソッドでは、可能性のある 3 つの Zn 発光線、すなわち 213.857、202.548、206.200 nm を使用するよう指定されています。IntelliQuant を使用し、産業廃棄物 SRM の分解物をスキャンして、2 つの発光線 (213.857 と 202.548 nm) への干渉を特定しました。図 1 に示すように、IntelliQuant はこの 2 つの発光線を 1 つ星の信頼性と判定しています。IntelliQuant から、Zn の分析に使用できる可能性のある波長が他に 5 つ推奨されました (図 1 を参照)。このメソッドで指定された波長の 1 つである Zn 206.200 nm とともに、Zn 334.502 nm も最高の信頼性 (5 つ星) と評価されました。ただし、Zn 206.200 nm は、334.502 nm よりも高感度であると識別されたため、より優れた検出限界を得られます。Zn 210.442 はアラートが出て、1 つ星のみの評価でした。この波長を使用して生成される分析結果は信頼できません。

Element Used	Flags	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background
Zn		213.857	★ 1 ?	1.24E+003	1212579.2	7775.5
		202.548	★ 2 ?	1.15E+003	1062096.4	4446.7
		206.200	★★★★★	1.09E+003	522555.7	2818.9
		334.502	★★★★★	1.23E+003	35244.5	18179.2
		330.258	★★★★	1.20E+003	5132.0	6640.6
		210.442	★ 3 ?	1.63E+003	2057.0	2477.1
		207.908	★★★★	1.10E+003	1462.8	2605.0

1 元素: Zn(213.857)
信頼性: 低
干渉: Fe(213.859)
信頼性: 高

2 元素: Zn(202.548)
信頼性: 非常に低い
干渉: Cu(202.549)
信頼性: 非常に高い

3 元素: Zn(210.442)
信頼性: 非常に低い

図 1. IntelliQuant のランキングシステムはデータ解析を使用して、同じ元素に対して異なる波長をランク付けします。「?」マークをクリックすると、その波長で評価が低い理由が表示されます。

ホームページ

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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Printed in Japan, November 10, 2019

5994-1479JAJP

サンプル導入によって決定される機器のメンテナンススケジュール

産業廃棄物のような複雑なサンプルの分析は、ICP-OES のサンプル導入システムでは困難な場合があります。分析性能の低下、消耗品コストの増大、予定外の機器のダウンタイムが生じることがあります。経過時間ではなく、測定した溶液の数に応じてメンテナンス作業をスケジュールすれば、これらの影響を低減することができます。

Agilent 5800 および 5900 機器はアーリーメンテナンスフィードバック (EMF) 機能を搭載しており、指定したサンプル数を超えるとメンテナンスを促すアラートが出るように設定することができます。特定のサンプルタイプについての推奨アラート設定は、自動的に生成できます。そのため、複雑なサンプルの測定時には機器のメンテナンス頻度を高めて、良好な分析性能を継続的に確保することが可能になります。

アラートの出た結果に自動でフラグ付け

分析データの品質を評価するには、同じ元素について異なる波長から得られた結果を比較することが有用です。条件付き書式 (OCF: Outlier Conditional Formatting) ソフトウェア機能を使用して、この比較を実施しました。

OCF 機能により、3 つの Pb の波長によって得られた結果の差が、指定された精度のしきい値を超えていることが検出されました。確認できるように、結果にフラグが付けられました (図 2)。

同じ元素についてわずかに異なる結果が 3 つあり、IntelliQuant を用いてレポートすべき結果を特定しました。この場合、IntelliQuant アルゴリズムによって Pb 220.353 nm 発光線が最も信頼性が高いと判定され、結果が最も正確であるとみなされました。

Solution Label	Outlier Summary	Pb 220.353 nm ppm	Pb 283.305 nm ppm	Pb 405.781 nm ppm
Sample 1	F	184.5	390.0	206
Sample 2	F	4799.4	5512.0	5402
Sample 3	F	466.5	1251.5	502
Sample 4	F	374.7	603.1	427
Sample 5	F	480.0	1265.6	504
Sample 6	F	4890.5	5625.9	5511

図 2. 6 つの結果すべてで、Outlier Summary 列にフラグが付きました。これによりは、異なる波長で測定した Pb 濃度に違いがあることが分かります。