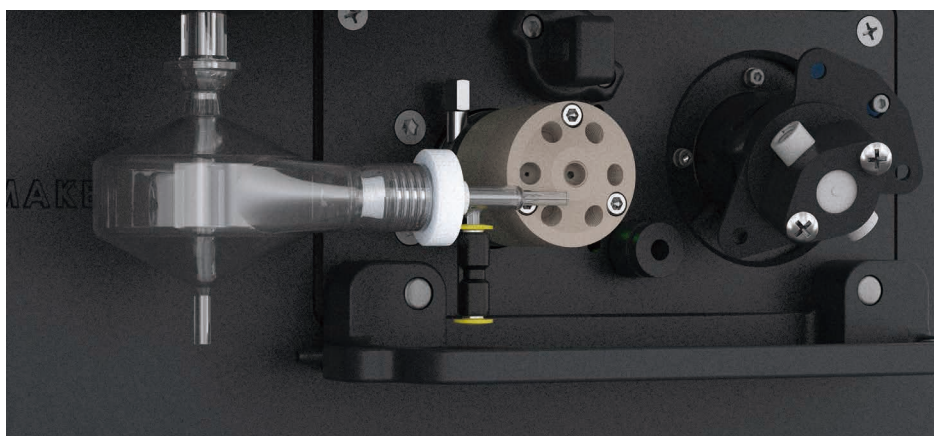


アドバンスドバルブシステム（AVS）による コストの削減と生産性の向上



より高い生産性を実現

Agilent アドバンスドバルブシステム（AVS）6 または 7 ポート切り替えバルブアクセサリを使用することで、サンプルスループットを 2 倍に、またアルゴン消費量を半分以下にできます。

AVS 6/7 は、Agilent 5900 および 5800 ICP-OES または 5100/5110 ICP-OES 用のアクセサリです。AVS 6/7 には、独自の 2 ポジション/6 または 7 ポート切り替えバルブ（第 7 ポートは内部標準用）と、サンプルループをすばやく満たすことのできる容積式高速ポンプが搭載されています。また、アルゴンバブルインジェクションコントロール機能により、取り込み遅延が短縮され、洗浄時間が実質的に不要になるため、ハイスループットのサンプル分析を容易に実現できます。

Agilent AVS 6/7 では、次のような利点がもたらされます。

- **正確な分析結果を迅速に提供** — AVS 6/7 は、サンプル導入システムの洗浄と、サンプルループへの次のサンプルの充填を同時に行います。これにより、従来の ICP-OES 分析に伴う遅延時間を実質的に排除できます。また、サンプルと洗浄液の間でのアルゴンバブルインジェクションを制御し、サンプルと洗浄液の混合を防ぐため、取り込み時間と洗浄時間が短縮されます。
- **運用コストを削減** — 分析時間が短縮されるため、サンプルあたりのアルゴン消費量を 50 % 以上削減できます。また、分析の効率化により、活性の高い化学物質のトーチ、ネブライザ、およびポンプチューブの曝露が最小限に抑えられます。これにより、消耗品の寿命が延び、運用コストをさらに削減できます。
- **使いやすい** — AVS 6/7 は、ICP-OES ハードウェアに完全に統合されます。ICP Expert ソフトウェアのオプションの Pro Pack ソフトウェアモジュールから簡単にコントロールできるため、最適なタイミングを確保できます（複雑なスタンドアロンの制御ソフトウェアを使用する他社製切り替えバルブアクセサリとは対照的）。
- **メンテナンスが簡単** — AVS は、取り付け位置も最適化されています。トーチ、スプレーチャンバ/ネブライザ、ポンプチューブなど一般的なサンプル導入コンポーネントをクリーニングや交換のため取り外す場合も、邪魔になりません。
- **キャリーオーバーを低減** — サンプルと洗浄液の間にアルゴンバブルが注入されるため、ICP-OES スプレーチャンバ内のキャリーオーバーが最小限に抑えられます。また、空気の代わりに Ar バブルが使用されるため、プラズマの安定性が高まり、分析精度が向上します。
- **精度と安定性を向上** — プラズマの不安定化を引き起こすサンプル間のペリスタルティックポンプによる高速移送を排除し、分析精度と長期安定性を高めます。
- **生産性を向上** — アジレントの SPS 4 オートサンプラと AVS 6/7 を組み合わせることで、サンプルスループットを 2 倍に高めることができます。
- **柔軟性** — AVS 6/7 は、700 以上のサンプル収容力を備えた幅広い高キャパシティオートサンプラとの併用も可能なため、夜間の自動分析にも対応できます。
- **耐久性** — AVS 6/7 は、分析困難なサンプルマトリックスに最適です。一定の直径を持つメタルフリーの液体流路を備えているため、強酸、フッ酸、および有機溶媒の他、高濃度の溶解固形分を含むサンプルにも対応できます。

AVS 6/7 の仕組み

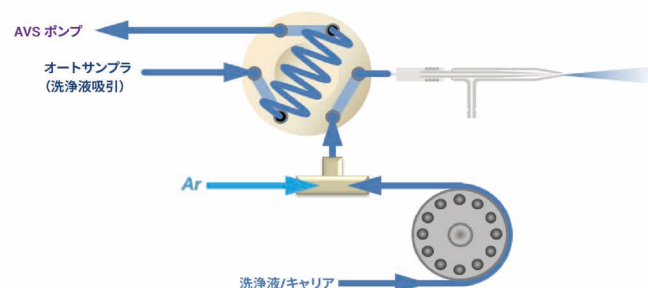


図 1a. スタンバイモード

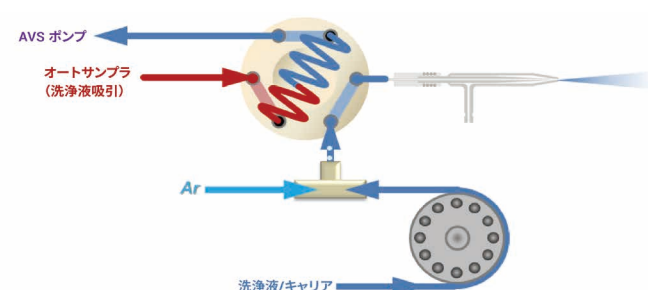


図 1b. サンプルロード (約 5 秒)

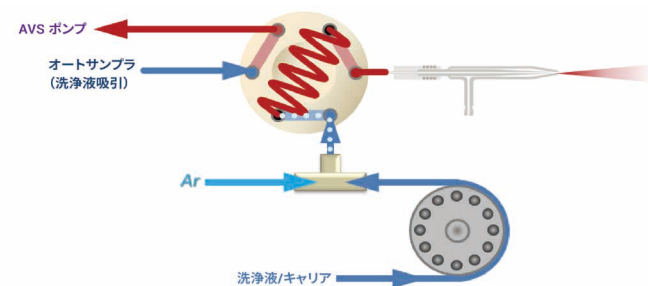


図 1c. 安定化 (約 3 秒) およびバブルインジェクション

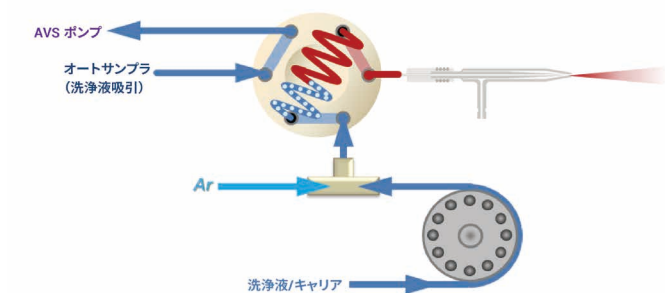


図 1d. 分析/測定

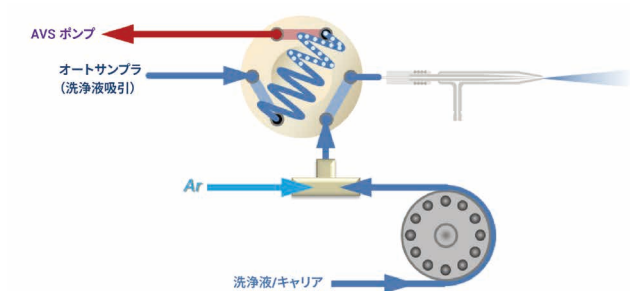


図 1e. スタンバイモードに戻る

バブルインジェクション

AVS 6/7 は、サンプル流と洗浄液流の間にアルゴンバブルを注入することで、2つの溶液の混合を防ぎます（図 1a～e を参照）。バブルによって2つの溶液が隔てられ、ループ内での混合や希釈が回避されるため、有効な測定時間が長くなります。

例えば、1 mL のサンプルループで安定した測定値が得られる時間は、バブルを注入した場合が 47 秒であるのに対し、バブルインジェクションなしの場合は 20 秒のみです（図 2）。図 3 は、0.5 mL のサンプルループを使用した場合のバブルインジェクションの効果を示しています。このように、特定のサンプルループに対し、バブルを注入することで、有効な測定時間と精度が最大限に高まります。また、より小容量のループを使用することにより、取り込み遅延と洗浄時間をさらに短縮し、スループットを向上させることができます。

空気のバブルを注入する一般的なシステムとは異なり、AVS 6/7 では、サンプルと洗浄液を隔てるためにアルゴンが使用されます。アルゴンは、空気のようにプラズマを不安定化させることがないため、より高い分析精度を実現できます（表 1 を参照）。

表 1. AVS 6 を使用した 5 ppm Mn 溶液の 5 秒 x 3 回の繰り返し測定における分析精度

	分析精度
5 ppm Mn、Ar を注入	RSD 0.5 %
5 ppm Mn、空気を注入	RSD 1.0 %

分析スループット

表 2. 潤滑油中の摩耗金属の分析における AVS 6 アクセサリの使用時と不使用時のサンプルスループットの比較

	AVS 6 使用	AVS 6 不使用
サンプルあたりの分析時間	22 秒	52 秒
サンプルあたりの合計アルゴンガス消費量	7 L	17.4 L

AVS 6/7 により、標準的な ICP-OES 分析で用いられる遅延や洗浄時間が短縮または不要になるため、サンプルスループットが高まります。表 2 は、潤滑油の分析における、AVS 使用時と不使用時の平均サンプル分析時間および平均 Ar 消費量の比較です（1）。この評価では、22 種類の元素を測定しています。AVS 6 を使用した場合のサンプルあたりの分析時間は 22 秒、Ar 消費量はサンプルあたり 7 L でした。これに対し、AVS 6 を使用しない場合の分析時間は 52 秒、Ar 消費量は 17.4 L でした。この結果に現れているスループットと Ar 消費量の違いは、AVS 6 による取り込み遅延と洗浄時間の短縮による効果です。

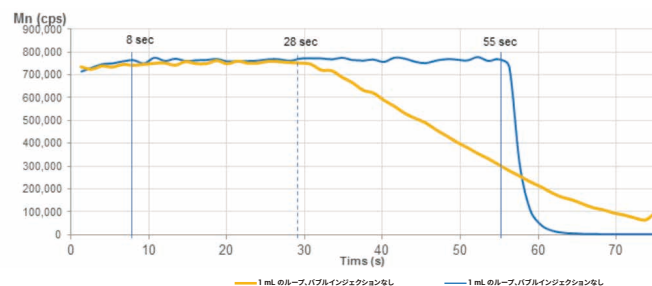


図 2. 1 mL のサンプルループにおけるバブルインジェクションの使用時と不使用時の有効測定時間

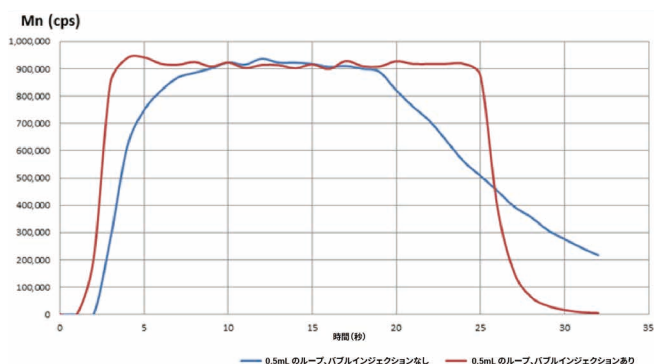


図 3. 0.5 mL のサンプルループにおける有効測定時間。バブルを注入しない場合の測定時間が 19 秒であるのに対し、注入した場合は 9 秒であることがわかります。

分析スルーブットの最適化

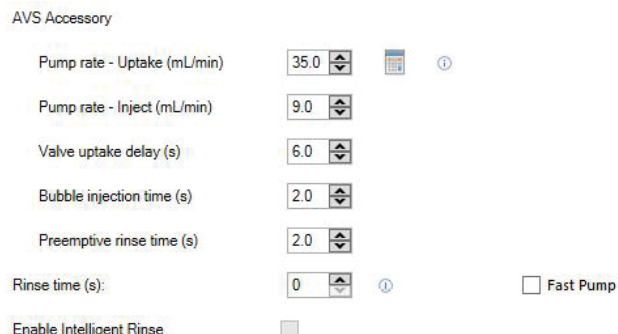


図 4. AVS 6/7 アクセサリをコントロールするシンプルなソフトウェア

AVS 6/7 を使用することで、スピードにも精度にも妥協のない分析を実現できます。その操作は、ICP Expert ソフトウェアに完全に統合されるシンプルな制御ソフトウェアから簡単に行えます（図 4 を参照）。このソフトウェアに組み込まれている AVS パラメータカリキュレータにより、設定やメソッド開発を簡単に行えます。ソフトウェアで性能を最大限に引き出すために設定する主なパラメータは、次のとおりです。

- ・ ポンプレート - 取り込み速度 (mL/min) (通常は 35 mL/min に設定)
- ・ バルブ取り込み遅延 (秒) (一般的な値は 5 ~ 6 秒)
- ・ 安定化時間 (標準的なネブライザとキャピラリの場合は約 3 秒)

分析例



図 5. Agilent 5900 ICP-OES のサンプル導入システムに統合された AVS 7 アクセサリ

AVS 6/7 の性能を評価するための実験では、内径 1 mm のプローブを装着した Agilent SPS 4 オートサンプラと、バルブに 50 mm 長のキャピラリ（デフォルト）を接続した標準的な SeaSpray ガラス製同軸ネブライザを使用しました。すべてのチューブには内径 1 mm のものを使用し、白/白タイプのペリスタルティックポンプチューブを常に 12 rpm で使用しました。また、すべてのバルブフィッティングには、キャリアオーバーを防ぐよう設計された不活性なものを使用しました。バルブフィッティングおよびポートはわかりやすいラベル付きのため、取り付けおよびメンテナンスが容易です（図 6 を参照）。



図 6. AVS のポートは、わかりやすいラベル付きです。

この構成では、安定化遅延（サンプルが切り替えバルブを出てプラズマに到達するまでの時間）は、サンプルループの容量に関わらず、通常 3 秒です。安定化遅延は、バルブアウトレットとネブライザ間のキャピラリが長くなると長くなります。また、ペリスタルティックポンプのスピードが遅いほど、またはペリスタルティックポンプチューブ径が狭いほど長くなります。

図 7 は、0.5 mL のサンプルループを使用して 5 ppm Mn 溶液を分析した場合に、さまざまな取り込み遅延が分析精度にどのように影響するかを示しています。

取り込み遅延には、オートサンプルプローブで吸引されたサンプルが移送チューブからオートサンプラのサンプルチューブを経由し、サンプルループを完全に満たすことができる十分な時間を確保する必要があります。

この取り込み段階では、AVS 6/7 のポンプは通常 35 mL/min 以上の

高速で動作します。取り込み遅延は、サンプルチューブからバルブ注入口までの容積にも左右されます。この容積は、オートサンブラとバルブをつなぐ移送チューブをできる限り短くすることで最小化できます。また、サンプルチューブからネプライザまでのチューブ内径を 1 mm にすることにより、流路全体で生じるサンプルの混合を一定して最小限に抑えることができます。

図 7 から、0.5 mL のサンプルループを使用して 5 ppm Mn 溶液を分析する場合、取り込み遅延が 4 秒を超えると、一般に RSD 0.5 % 未満の短期精度が得られることがわかります。

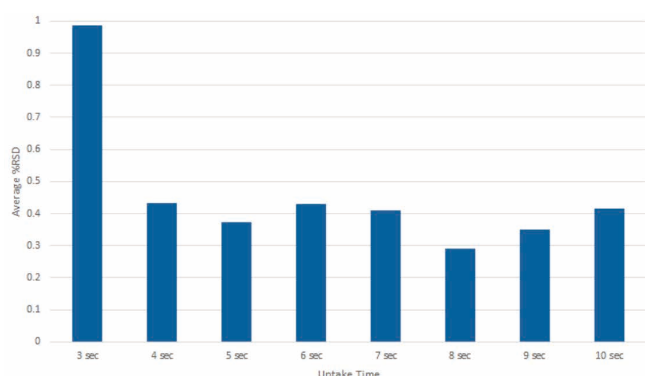


図 7. 0.5 mL のサンプルループを用いて 5 ppm Mn 溶液をさまざまな取り込み遅延で分析した場合の精度 (%RSD)

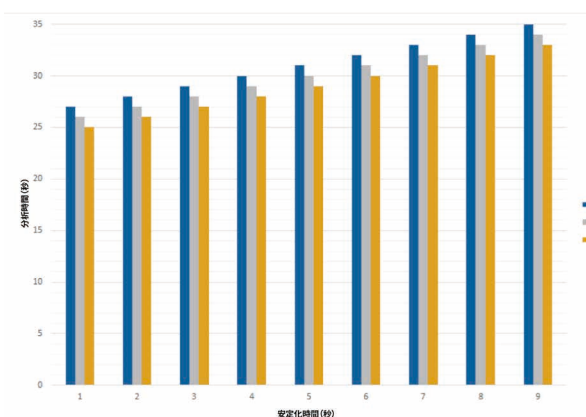


図 8. 取り込み遅延と安定化遅延のさまざまな組み合わせによるサンプルあたりの分析時間 (秒)

図 8 に、AVS 6 と 0.5 mL のサンプルループを使用して、さまざまな取り込み遅延 (3、4、および 5 秒) と安定化時間で 5 秒 x 3 回繰り返し分析した場合のサンプルあたりの分析時間を示します。以上の結果を踏まえると、0.5 mL のループを用いて 5 ppm Mn 溶液を分析する場合、取り込み遅延を 4 ~ 5 秒、安定化遅延を 3 秒とすることで最適化できます。このとき、分析時間は約 28 ~ 29 秒となり、RSD 0.5 % 未満の分析精度が得られます。予測したとおり、安定化遅延が長くなるほど、サンプルスループット時間は直線的に増加しています。

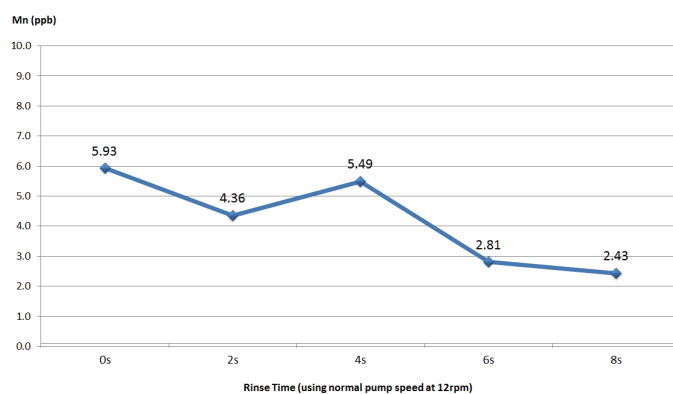


図 9. 50,000 ppb Mn 溶液の測定後のブランク溶液で検出された Mn (ppb) にもとづくウォッシュアウト性能

50,000 ppb Mn 溶液の測定後にブランク溶液を測定して、AVS のウォッシュアウト性能を調査しました。メソッド洗浄を行わない場合、Mn の濃度は、50,000 ppb から 6 ppb になり、ほぼ 4 桁減少しました。図 9 に示すように、追加でメソッド洗浄を行った場合も、Mn 濃度の測定値に、メソッド洗浄時間 0 秒の場合との顕著な差は見られませんでした。この実験で示された 4 桁減少という結果から、AVS 6 が優れたウォッシュアウト性能を備えていることが実証されました。

参考文献

1. Improved productivity for the determination of metals in oil samples using the Agilent 5110 Radial View (RV) ICP-OES with Advanced Valve System. Agilent publication no. 5991-6849EN.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

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 15, 2019

5991-6863JAJP