

ICP-OES の機器性能および稼働時間を最大限に

ICP-OES 機器を最適化して最大限の性能を引き出し、メソッドとアプリケーションの堅牢性と信頼性を確立するためのヒント、コツ、アドバイス



著者

Eric Vanclay,
Spectroscopy Supplies
Product Marketing Manager,
Agilent Technologies,
Australia

はじめに

アジレントは、ラボと機器の「問題点」を把握し、懸念事項に対応するための戦略を策定することに問題を抱えているラボマネージャを対象に、全世界で独自の調査を実施しました。二次的な目的は、これらのラボのマネージャが機器の運用に関して直面している主な相違点を洗い出すことです。この調査は、Frost & Sullivan が4か国の700名を対象に実施しました。調査対象者には、ドイツ、英国、米国、中国から、経験、企業規模、役職、基本職務が異なる人々を選択しました。主な調査結果については、次のサイトをご覧ください。

www.agilent.com/about/newsroom/presrel/2017/07jun-ca17019.html

調査の結果、大半のユーザーがメンテナンスとダウンタイムを低減し、ラボの全体的なワークフローを改善したいと考えていることがわかりました。この結果を受けて、本書では ICP-OES の性能を最大化し、ラボが直面する一般的な課題に対応するためのヒントを提供します。

ネブライザの詰まり防止

ネブライザの詰まりを減らしたり解消したりするには、どうすればよいでしょうか。サンプルのネブライゼーションは、通常は比較的低い流量で実施します。サンプルをスプレーチャンバに運ぶ細かいキャピラリは、未溶解固形分や大きい粒子に対する耐性が限られています。このため分析困難なサンプルを処理する場合、環状部分とネブライザキャピラリが詰まり、感度が低下する可能性が高くなります。これを防ぐにはどうすればよいでしょうか。まず最も重要なのは、適切な試薬ブランクでサンプル導入システムをすすいでからプラズマを消すことです。これにより、ネブライザ自体に対する堆積物の発生を防ぐことができます。次に、サンプル前処理方法を検討します。サンプルをろ過または遠心分離して粒子を除去することで、ネブライザの詰まりを防ぐことができます。分析困難なサンプルの場合、分析用サンプルの保管時にオートサンプル用カバーを使用することで、サンプルに対するごみやほこりの侵入を防ぐこともできます。またオートサンプルプローブの高さを調整し、溶解固形分または沈殿物の上でサンプリングすることで、ネブライザが詰まる可能性を低減することができます。重要なキーワードは「予防」です。

特に分析困難なサンプルでネブライザが詰まる可能性を低減するもう 1 つの方法は、アルゴン加湿装置のアクセサリを使用することです (図 1 の右)。ボトル内側の細いチューブは、実際には透過膜です。ボトルに脱イオン水を注入すると、水が透過膜を通り、ネブライザガスが加湿されます。湿ったネブライザガスがネブライザを通ることで、塩の蓄積による詰まりが発生する可能性が低下し、ドリフト量が減少します。図 1 (左) も分析困難なサンプルの一例です。高溶解固形分に適したサンプル導入システム (アルゴン加湿装置アクセサリ付) を使用して、25 % の塩化ナトリウムを 4 時間以上連続吸引しています。試験期間全体にわたり、 $< 2.5\%$ の精度で長期安定性を達成しています。

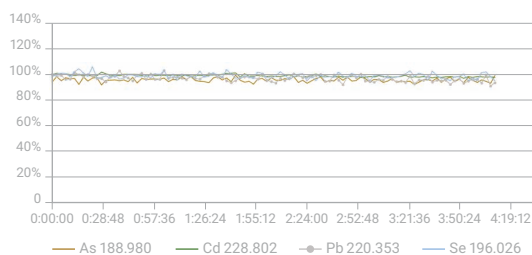
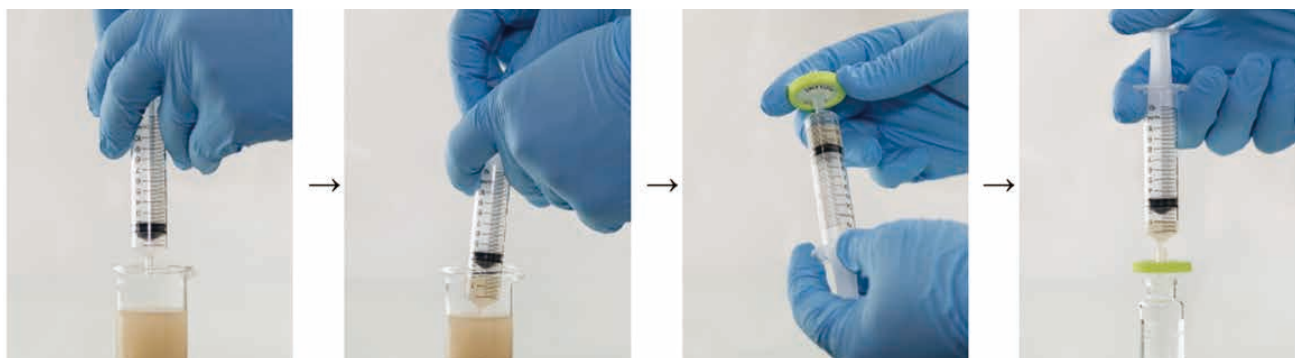


図 1.

3 つ目の方法は、分析の前にサンプルをろ過して、ネブライザの詰まりを低減するか防止することです。大多数のユーザーはこの方法を実践していると思われますが、生産性が低下するため実行したくないと考えるユーザーも多くいます。ただ、この方法は強く推奨されます。例として、図 2 のように Agilent Captiva シリンジフィルタで 4 段階の手順を実行すれば、ろ過によるメリットを十分に得られます。

サンプルのろ過だけでなく、サンプル前処理の観点からさらにいくつかの点に注意すれば、結果の精度を上げるだけでなく、ネブライザが詰まる可能性を低減することができます。最適な分解手順に従っているかどうかの検討が必要です。すべての成分が定量的に抽出および溶解されているでしょうか。多くの場合、分析対象の分解物は一部の抽出物のみであり、一部の揮発性成分が分解中に失われる可能性もあります。このため、サンプル前処理および分析手順で認証標準物質 (できれば固体認証標準物質) を使用する必要があります。そうすることで、分解手順の間に成分損失が発生しているかどうかを確認できます。さらに、分解が安定しているかどうか、分解後に沈殿や懸濁が発生しているかどうか、汚染が発生しているかどうかを確認する必要があります。この確認作業には、試薬ブランクを使用します。この作業はサンプルバッチごとに行うことが理想的です。方法としては、サンプル前処理プロセスで純水サンプルを採取します。純水サンプルを使用した場合、結果がほぼゼロとなるのが予測されます。これより高い値が見られる場合は、特定のサンプル中の成分に



サンプルを吸引する前に、約 1 mL の空気をシリンジ内に吸い込ませます。これは、サンプル液を残らず排出するための操作です。

サンプルをシリンジ内に吸引した後、約 1 mL の空気を吸い込ませます。シリンジを逆さにし、残ったサンプルを先端から拭き取ります。

ルーア接続を使用してシリンジをシリンジフィルタに接続します。静かにひねり、密封されていることを確認します。

シリンジの内容物をろ過してバイアルに入れます。その後、シリンジフィルタを取り外してシリンジに空気を吸い込み、シリンジフィルタを再び取り付け、プランジャを押して残りのサンプルをろ過します。この結果サンプルの回収率が最大になります。

図 2.

ついでに汚染の可能性があり、より詳しい調査によって汚染源を特定することが必要です。

ここまでネブライザの詰まりを防ぐ方法を説明してきましたが、それでも詰まりは発生します。次に検討すべきなのは、詰まりの除去方法です。ネブライザは破損しやすいため、超音波洗浄器にかけたり、クリーニングワイヤでクリーニングしたりするべきではありません（従来のガラス製同軸ネブライザや OneNeb ネブライザの場合）。ネブライザの詰まりを除去するには、ネブライザクリーニングツールでネブライザをバックフラッシュします。この方法は非常に効率的で、洗浄液（通常はメタノール）をネブライザのチップに通すことができます。クリーニングツールがなくても、ネブライザの後部から吸引することで同じ効果を得ることができます。例えば、ペリスタルティックポンプチューブを使用するか、ネブライザの後部に真空装置を接続します。ネブライザの堆積物が取れにくい場合は、濃縮硝酸に一晩浸しておくことを推奨します。

サンプル導入システムのクリーニング

ICP-OES のサンプル導入システムのその他の重要コンポーネントは、どのようにクリーニングおよびメンテナンスすればよいでしょうか。最初に検討すべき部品はスプレーチャンバです。ガラス製サイクロニクススプレーチャンバはおそらく、現在 ICP-OES システムで使用されている最も一般的なタイプのスプレーチャンバです。このスプレーチャンバは大半のケースで効率的に使用できますが、長く使用するとスプレーチャンバの壁面に液滴が蓄積する場合があります（図 3）。そのような場合は、スプレーチャンバをすぐにクリーニングする必要があります。液滴の成形が精度に影響するためです。スプレーチャンバの最適なクリーニング方法は、25% の洗浄溶液に一晩（できれば 24 時間）浸すことです（Triton X-100、Decon、Fluka RBS 25 のいずれもクリーニングには有効です）。スプレーチャンバをクリーニングしたら、すすいで機器に戻し、次回の分析に使用できるようにします。

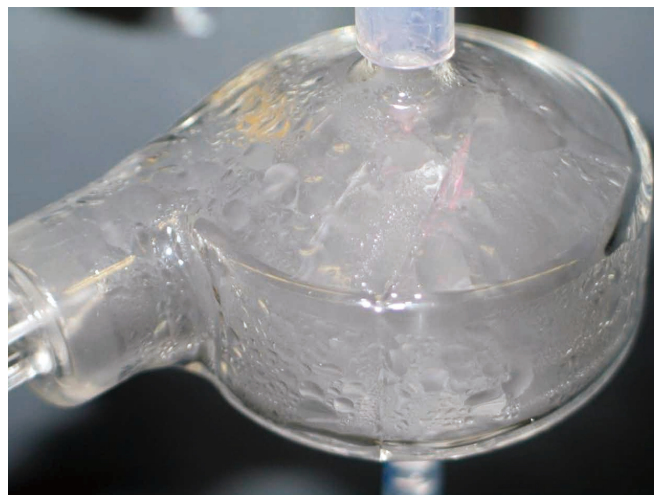


図 3.

次に検討すべき部品は、ICP-OES 機器のトーチです。Agilent 5100 シリーズ ICP-OES 機器のトーチをクリーニングするには、外部チューブを王水（塩酸と硝酸の混合物）に 1 時間浸す必要があります。この作業には、便利なアジレント製クリーニングスタンドを使用できます。クリーニング後に、脱イオン水と 3 個のガス供給ポート経由で送られる圧縮ガス（空気、窒素またはアルゴン）でトーチの内側と外側をすすぎ、残りの液体を除去します。

このプロセスは、Agilent 700 シリーズ ICP-OES 機器などの古いシステムでも実質的に同じです。ただし、トーチを一晩浸して堆積物を除去する必要があります。前述のとおり、クリーニング後によくすすいで残りの液体を除去してください。その後、十分に乾燥させてから機器に戻します。

700 シリーズ ICP-OES 機器では、トーチを手動で配置する必要があるため、トーチをトーチホルダーに取り付けてから設定をチェックしてください。RF コイルと中間チューブの間の距離は 2 ~ 3 mm にします。これが効率的なプラズマ形成とサンプル励起に適した位置設定です。このトーチ調整ルーチンにより、トーチの正しい位置の確認もできます。これによりトーチの縦横位置を設定し、機器がトーチから最大強度領域を指すことができるようにします（図 4）。また、日々の分析作業では最大強度が一貫しているはずなので、この方法を使えば機器の性能チェックを簡単に実行できます。サンプルの読み取り強度が変化した場合は、機器のいずれかの場所が詰まっている可能性があります。同様に、トーチの最適な縦横の位置設定も同じはずですので、これが突然変化した場合は、トーチに別の問題が発生している可能性があります。

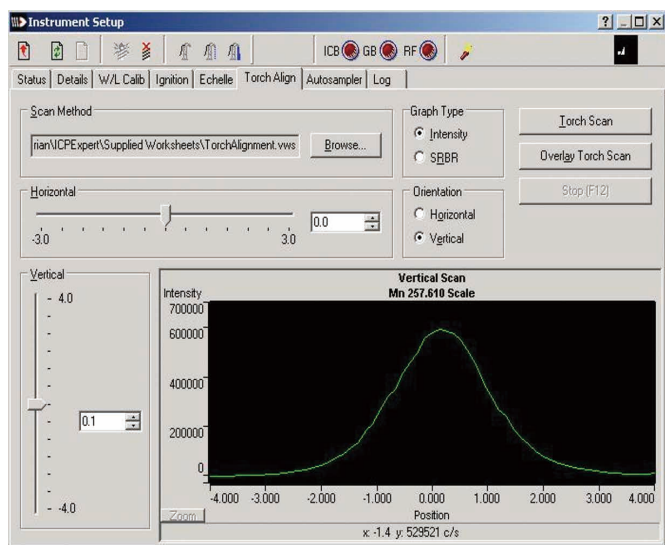
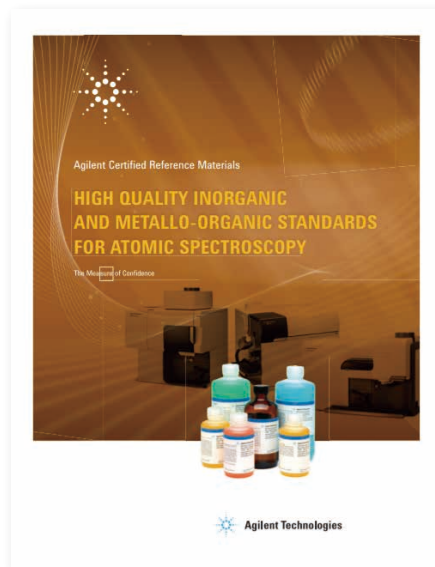


図 4.

標準試料の正確な前処理

機器の性能を最大化するもう 1 つの方法として、標準溶液の前処理方法を検討してみましょう。正確な定量のためには、機器を校正するための既知の組成の標準が必要です。これで、特定のサンプル中の未知化合物を測定できます。分析の精度は、特定の標準をどれだけ適切に前処理するかによって大きく変わります。前処理中のエラーや汚染によって、結果精度の低下やその他の問題が発生します。これにより、問題のトラブルシューティングのために機器のダウンタイムが発生する可能性があります。新しい標準試料の前処理とサンプルの再測定に時間がかかることで機器の稼働時間が長くなると、機器の消耗品の交換時期が早まります。認証資格を持つラボの場合、監査で不合格となったり ISO 認証を取り消されたりすることは最も避けたい事態ですが、この問題によってその可能性が大きく高まります。

したがって、標準溶液の前処理には認証標準物質を使用することを推奨します。アジレントは、ISO 9001 Guide ISO 34 に基づいて製造され、ISO 17025 認定試験ラボで認定された認証標準物質を提供しています (図 5)。また、すべての原材料と溶媒は、前処理の前に不純物の試験を受けています。これらの標準試料はトレース可能であり、米国国立標準技術研究所 (NIST) の高性能試験プロトコルを用いて認証されています。アジレントのすべての標準試料または認証標準物質は、NIST 3100 シリーズの認証標準物質に直接トレース可能です。これらの標準試料は、クリーニング済みの高純度な高密度ポリエチレンボトルに入れられ、輸送中に汚染されないように密封されているため、汚染はありません。多くの標準試料の消費期限は、短期/長期安定性実験と徹底的な確認に基づいて 18 ~ 24 か月と定められています。不純物試験には Agilent ICP-MS が使用されています。実際の不純物レベルは最大 68 種類の微量不純物について報告されます。



[クリックして
カタログを確認](#)

図 5.

アジレントは、原子吸光、ICP-OES および ICP-MS 用に、さまざまな濃度の単元素/多元素標準液をご提供しています。オイルサンプルやバイオディーゼルサンプルなどを分析するラボ向けに、幅広い種類の有機金属標準液もご用意しています。さまざまな種類のアジレントおよびパーキンエルマー社製機器用のチューニング溶液と標準溶液もあります。

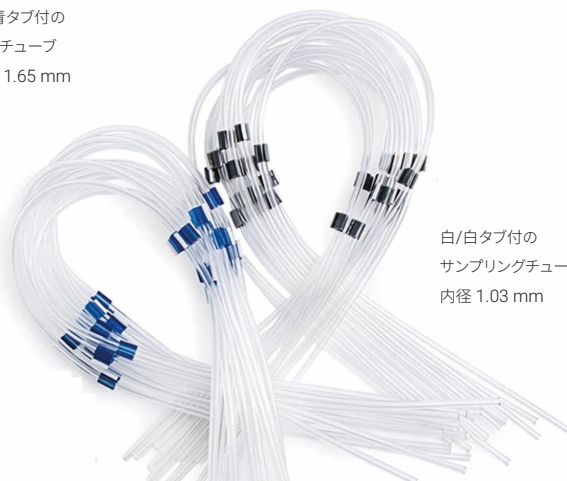
標準試料の前処理を改善し、精度を上げるためのいくつかの簡単な手順があります。まず、標準試料が使用期限内であり、校正済みのピペットとグレード A の計量フラスコを使用していることを確認します。全体精度を最大限に上げるには、これらのピペットの精度と再現性を定期的に確認し、希釈は (一度に大量にではなく) 少量ずつ実行することを推奨します。次に、標準試料の濃度について考えてみましょう。低濃度の標準試料は使用可能期間が短いため、ppb または ppb 未満の濃度で使用する場合は、分析作業のたびに高濃度の原液から新しい標準試料を前処理することを推奨します。標準試料はどのように保管すればよいでしょうか。プラスチックベッセル、特に PFA または FEP のベッセルは非常に安定性が優れています。ただしこれは、標準試料の前処理中に酸を追加して安定化させた場合に限りです。

正確な標準試料の前処理に加えて、汚染の可能性を低減する方法の検討も必要です。サンプルの保管、分解、希釈、分析中に接触するあらゆるものが、汚染の原因となる可能性があります。これを防ぐにはどうすればよいでしょうか。まず試薬の純度を確認します。この際には分析証明書が非常に役立ちます。アジレントの認証標準物質の分析証明書には、それらの特定の不純物について、可能性のあるすべての不純物と実際の濃度が記載されています。このため、特定の試薬や標準試料が分析上の問題になるかどうかをすぐに判別できます。この他に、何が汚染の原因となりうるのでしょうか。ラボで使用される試薬水があります。プラスチック容器 (FEP 容器や PFA 容器) は、特にホウケイ酸ガラスによる汚染の可能性が低いため、使用することを推奨します。ラボの多くの分析作業には色付きのピペットチップが使用されますが、これは、特に亜鉛、カドミウム、鉄、銅などによる高濃度の汚染を招く可能性もあります。結論としては、未処理チップを使用して汚染の可能性を低減することが最善です。

ポンプチューブのメンテナンス

汚染の可能性のあるもう 1 つの領域がペリスタルティックポンプチューブです。機器の性能を最大化するには、この部品に注意する必要があります。サンプル導入システムからの廃液を効果的に除去するには、廃液チューブの内径がサンプルチューブより大きいことが理想的です (図 6)。また、使用する溶媒に対して耐性があるチューブを使用することも必要です。PVC チューブは多くの種類の酸分解に適していますが、有機溶媒を使用する場合は化学的適合性に注意する必要があります。また、ポリフルオロエラストマー製のポンプチューブを使用して、溶媒に対する耐性を確保することが必要な場合もあります。新しいチューブは必ずクリーニングして汚染の可能性がないようにしてください。また、チューブは定期的に交換する必要があります。古いポンプチューブは、特に精度、安定性、ドリフトなどに関する多くの問題の原因となる可能性があります。一般的なガイドラインとして、1 週間に 5 日機器を使用する場合は、1 週間に 1 回以上チューブを交換します。最も重要なのは、分析作業が終了したら、ポンプチューブをポンプホルダから外し、プレッシャーバーを緩めてポンプから取り外すことです。これにより、チューブをゆるめて少し回復させることができます。再度、チューブを機器に取り付ける前に、チューブを指の間で転がして、平らな部分があるかどうかを確認します。チューブが摩擦したり伸びたりしている場合は (図 7)、必ず直ちに交換します。

青/青タブ付の
廃液チューブ
内径 1.65 mm



白/白タブ付の
サンプリングチューブ、
内径 1.03 mm

図 6.



図 7.

上記のようなチューブの問題が発生している可能性が少しでもある場合は、すぐに交換してください。ポンプチューブに正しく圧力がかかっていないと、サンプル導入システムへの液体の流れが不安定になる可能性があります。チューブをきつく締めすぎないでください。ポンプがスムーズかつ効率的に動作していれば十分です。液体流の中に泡が見られる場合は、システムにコネクタのゆるみやリークがないかどうかを確認してください。ネプライザからの液体流が不安定な場合は、サンプル導入部のどこかに詰まりがあることを示しています。その場合は、該当するコンポーネントのクリーニングが必要かどうかをチェックする必要があります。

重要なのは、分析の終了時にいくつかの簡単な手順を実行することです。これにより、ポンプチューブの寿命を延ばし、ネプライザやインジェクタが詰まるリスクを軽減できます。プラズマの電源切断前に、適切な洗浄溶液を短時間吸引します。これで、ネプライザチップへのサンプル堆積を防ぐことができます。ポンプチューブとサンプル導入システムから残りの液体をポンプで排出したことを確認したら、プラズマの電源を切断できます。次に、機器のプレッシャーバーからチューブを取り外して、固定スロットからブリッジを取り外します。これでポンプ内のローラー上でチューブが伸びなくなり、元の形状に戻ります。次に、廃液ベッセルを空にして、機器をスタンバイモードにしておきます。これはできるだけ早く起動できるようにするためです。

分析感度の確認

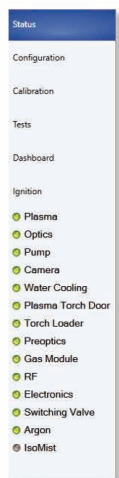
ここで、波長校正について見てみましょう。波長校正は定期的に（通常は月1回）実行すべき作業です。このプロセスによって、機器上で実際の発光シグナルと検出器チップの実際のピクセルの位置が関連付けられます。これを実行する際には、アジレントの前処理済み波長キャリブレーション溶液の使用を推奨します。成分が失われることがないため、混合済み溶液を使用した場合に再現性が向上するためです。波長の校正値が通常でも100%未満の場合は、まずサンプルがプラズマに到達しているかどうかを検討します。次に、光学ブーストパージが有効で安定していることを確認します。多くの場合、これが最も忘れがちな手順です。ブーストパージを十分な期間有効にしておかないと、UV領域で一部の波長を喪失してしまいます。

特定の機器の状態を確認するには、波長校正ルーチンのほかにもいくつかの方法があります。Agilent ICP-OES 機器用の最新のソフトウェアには、機器機能の最新ステータスが表示されるモニターがあり、特定の問題が発生した場合にすぐに確認できます（図8）。また、このソフトウェアでは機器の性能試験をいつでも実施できるため、機器が正しく動作しているかどうかを確認するのに便利です。一連の試験すべてを実施する必要はなく、必要な試験だけを選択できます。例えば、機器性能試験のみを実施すると、感度や精度に潜在的な問題があるかどうかをすぐに判別できます。これで、サンプル導入システムに問題がある可能性を認識できます。このため、長期間の分析を開始する前に機器の状態を迅速かつ簡単にチェックできます。

他にも、機器には診断やトラブルシューティングを実行するための指標として役立つ機能がいくつかあります。ゲージを見れば、特定の問題があるかどうかすぐにわかります。例えばネプライザの背圧を確認すれば、ネプライザ内で堆積が発生しているかどうかを簡単に判別できます。堆積物や詰まりが生じると、ネプライザ内の背圧が上昇します。この状態になると機器は警告を発し、数値が高すぎる場合は分析を停止します。しかし、この状態になる前にも、ダッシュボードを定期的にチェックすることで特定の機器の状態を確認できます。ネプライザ試験によって、分析を開始する前にネプライザの性能をテストできます。

操作に慣れていないユーザーでは特に、メソッド開発に適した波長を把握することも困難です。前述の機器用のソフトウェアツールを使用すれば、このプロセスを簡素化できます。このうち最も重要なソフトウェアの1つが、Agilent 5110 ICP-OES 用の Intelliquant ソフトウェアツールです。このソフトウェアを用いてサンプルを分析し、検出されたすべての元素の相対濃度を示すヒートマップを作成できます（図9）。これはメソッド開発において非常に重要です。Intelliquant ツールでは、これらの特定の成分の濃度もスペクトルで視覚的に把握できます。

機器モニターに、主要な機器機能のステータスおよび問題や障害が視覚的に表示される



自動機器試験により、機器の性能とステータスもチェック可能

Test	Result
Subsystem Communications Test	Pass
Air Flow Test	Pass
Water Flow Test	Pass
Gas Flows Test	Pass
RF Generator Test	Pass
Camera Test	Pass
Optics Test	Pass
Advanced Valve System Test	Skipped
Resolution Test	Pass
Sensitivity Test	Pass
Precision Test	Pass

図 8.

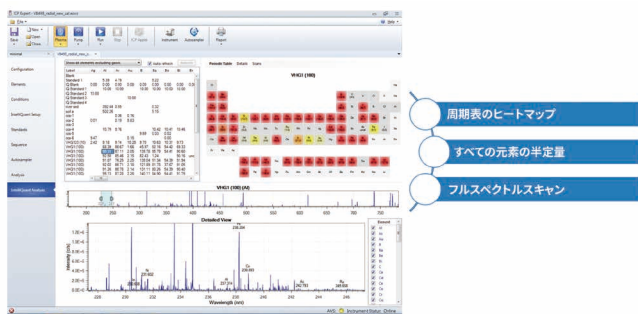


図 9.

アジレントは Intelliquant ツールによる定量用に幅広い標準溶液をご用意しています。これらを Intelliquant の手順で使用することで精度が向上します。これらの標準試料はキットに含まれていますが、別途購入することもできます。これらの標準試料を使うことで、デフォルトキャリアレーションの定量が改善され、ソフトウェア使用時の精度が向上します。このソフトウェア機能は、初期の Agilent 700 シリーズ ICP-OES 機器ではサポートされていませんが、Intelliquant 標準試料と半定量ワークシートを使用することで、同様の機能を利用できます。

多くのユーザーが直面するもう 1 つの一般的な課題は、低濃度サンプルの測定です。低濃度成分の感度を上げるにはどうすればよいでしょうか。非常に簡単な方法の 1 つは、繰り返し測定を実行するときの読み取り時間を延ばすことです。読み取り時間を 1 秒から 5 秒に延ばすことでシグナル測定の精度が向上します。読み取り時間をさらに長くすれば、サンプルの測定精度がより向上します。つまり、検出下限機能が大幅に改善されるということです。

もう 1 つの方法は、機器に装着されているスプレーチャンバの種類を変えることです。内部バッフルのないシングルパス設計に変更することでサンプル移送効率が向上し、プラズマへのサンプル量が増えて、シグナルと検出下限の両方が大幅に改善されます。図 10 に示したとおり、ヒ素、セレン、鉛では、シングルパスのスプレーチャンバに変更することで検出下限機能が最大 2 倍に向上します。

水素化物を形成する元素 (特にヒ素、セレン、水銀などの場合) は、マルチモードサンプル導入システム (MSIS) に切り替えることもできます。MSIS は ICP-OES およびマイクロ波プラズマ用のスプレーチャンバで、水素化物元素を測定しながらルーチン元素を同時に測定できます。このため、あるサンプル分解物を前処理しながら、その分解物に含まれるすべての元素を測定できます (図 11)。このデバイスを使用するには、4 チャンネルポンプが必要です。また、機器に 4 チャンネルポンプが付いていない場合は、スタンドアロンペリスタルティックポンプを使用できます。サンプルは、従来の方法でネブライザ経由で移送されます。また同じ方法をルーチン元素の測定にも使用できます。水素化物元素の場合、そのサンプルの一

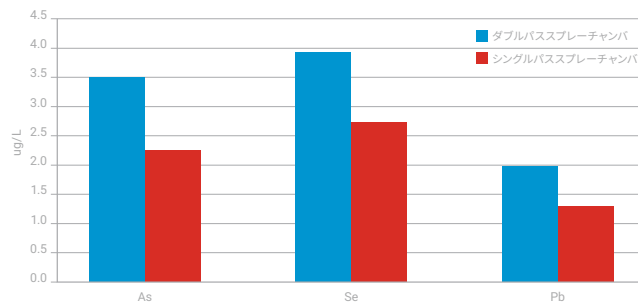


図 10. 30 秒間の検出下限のアキシャルビュー

部をスプレーチャンバの下部に、適切な還元試薬をスプレーチャンバの上部に流します。サンプルと還元試薬を組み合わせることで、水素化物を形成させたり、マトリックスから成分を化学的に分離したりすることができます。その後、水素化物蒸気がサンプルエアロゾルと一緒にプラズマに入るため、同時に測定できます。

このようにする理由は何でしょうか。一般的に検出感度の低い分析困難な元素 (ヒ素、セレン、アンチモン、水銀など) では特に、検出下限機能を向上できるというメリットがあるからです。MSIS システムを使用すると、検出下限が ppb 未満の範囲まで改善されるため、これらの成分をより正確に測定できます。その他の元素の検出下限性能は比較的影響を受けないため、すべてのルーチン元素で高い性能を発揮し、より分析困難な元素に対する性能が大幅に向上します。

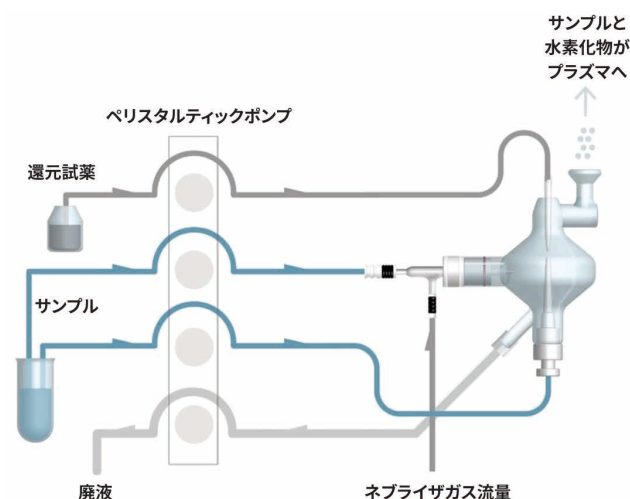


図 11. MSIS のしくみ

ルーチンメンテナンス

ここでは、ICP-OES 機器の性能を最大化するために推奨されているメンテナンススケジュールについて説明します。

1 日 1 回 :排気システムとアルゴンガス圧をチェックします。サンプル導入システム (インジェクタ、トーチ、ネプライザなど) に詰まりがないかどうかをチェックします。ペリスタルティックポンプチューブが伸びすぎたり、平らになっている部分がないかチェックします。スプレーチャンバの内側に液滴がたまっていないか目視で点検し、ドレインがスムーズで効率的に動いていることを確認します。

週 1 回 : サンプル導入コンポーネント (トーチのボンネット、アキシアル ICP のプレオプティクスコーンなど) をクリーニングします。ICP-OES 機器で使用している冷却装置の水位をチェックします。

月 1 回 :スプレーチャンバとネプライザをクリーニングします。その間にその他のすべての移送チューブをチェックして問題がないことを確認し、摩耗しているコンポーネントは交換します。機器のエアフィルタと冷却装置を点検し、汚れがないことを確認します。ごみやほこりがたまっていたら除去し、機器と冷却水が効率的に冷却されるようにします。機器の水フィルタは定期的に交換します。アルゴンフィルタの交換が必要な場合もあります。多くの場合、これらの作業はアジレントのフィールドサービスエンジニアが点検サービスプログラムの一環として実施します。サービス契約を締結されているお客様は、ご自身で実施する必要はないでしょう。

その他の一般的な問題

プラズマ点火に関する問題について、多くのお問い合わせがあります。通常、プラズマ点火に関する問題の最も一般的な原因は、サンプル導入システムのエアリークです。フィッティングのゆるみ、コンポーネントの破損、または (特に古い) 機器に正しく接続されていないフィッティングがないかどうかをチェックしてください。5100 シリーズ ICP-OES などの最新の機器の場合は、自動接続されるため、このような問題は発生しません。同じ理由で、旧世代の機器のトーチの位置が正しいかどうかをチェックします。もう 1 つの一般的な問題は、機器の緊急停止ボタンです。このボタンを使用したことがある場合は、手動でリセットしないとプラズマが点火しません。

他にも、通常は高濃度の測定時に見られるメモリ効果の問題についてのお問い合わせも多くあります (図 12)。これはポロン、水銀、モリブデン、ストロンチウム、亜鉛などの一般的な元素で幅広く見られます。低濃度サンプルの最初の繰り返し分析では高く、その後の読み取りではずっと低いいため、精度の問題が発生します。この問題を解決するには、マトリックス適合する酸性洗浄溶液で適切な時間をかけてすすぎます。大半のアプリケーションでは、30 秒以上すすぐ必要があります。それでも解決しない場合は他の方法もあります。例えば、ソフトウェアのスマートリンス機能

を使用して、特定の成分のウォッシュアウトを最適化およびモニタリングできます。また、切り替えバルブを使用したり、スプレーチャンバの種類を変更したりすることで、ウォッシュアウト性能を改善できます。

ICP-OES 機器でオートサンブラを使用する場合は、発生する可能性がある問題を考慮する必要があります。例えば長い移送ケーブルで 2 つのシステムを接続する場合、取り込み時間が延びたりメモリ効果の問題が発生したりする可能性があります。高速ポンプを使用して取り込み遅延を最小限にすることが理想的です。適切なプローブを使用してください。溶解固形分が多く含まれるサンプルや粘性の高いサンプルを分析する場合は、機器で幅の広いボアプローブを使用して、プローブが詰まらないようにする必要があります。

また、オートサンブラ内の分析用サンプルの保管条件も考える必要があります。ラボのちりやほこりでサンプルが汚染されたり、分析前に蒸発して濃度が高くなったりする可能性があります。また、分析前にサンプルバイアルに沈殿する可能性もあります。これらの問題について検討し、適切な方法で対処してください。

また、サンプル導入コンポーネントの代替部品を用意しておき、ICP-OES 機器を常に稼働できる状態にしておくことを強く推奨します。代替のチューブ、トーチ、ネプライザ、スプレーチャンバなどを用意しておけば、これらのコンポーネントが詰まったり破損したりしても、機器を中断することなく使用できます。代替部品が手元があれば、コンポーネントを交換して分析を継続しながら、発生した問題を解決できます。アジレントは ICP-OES 機器に対応した幅広い消耗品キットをご用意しており、機器のルーチン操作に必要な消耗品をすぐに入手できます。これらのキットは、5100 シリーズ ICP-OES 機器 (図 13) だけでなく、700 シリーズなどの旧世代の機器にも対応しています。

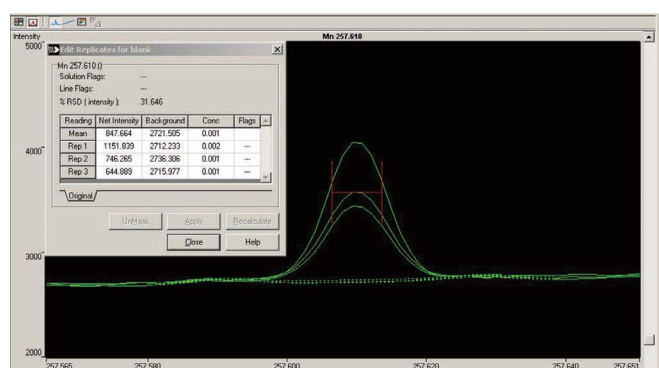


図 12.

消耗品キット内のコンポーネント
Easyfit デマントブルトーチ (2 個の消耗品外部チューブが付属) x 1
ポンプチューブ (サンプルおよび廃液用) x 4 パック
内部標準用ポンプチューブおよびコネクタ x 1 パック
SeaSpray ネブライザ (U シリーズ)
ネブライザ用内径 0.75 mm Unifit サンプルコネクタ x 1 パック
ネブライザ用 Ezylok ガスコネクタ x 1
ヘリックスシール付き Twister スプレーチャンバ
スプレーチャンバドレイン用 Unifit コネクタ x 1 パック
スプレーチャンバボールジョイントソケット用スベアトーチクランプ
スベアプレオプティクスウィンドウ (ラディアルビュー用追加ウィンドウを含むアキシアルキット)
プレオプティクスウィンドウ用スベア O-リングまたはワッシャー
サンプル注入口用キャピラリーチューブ
ネブライザガス供給チューブ
スプレーチャンバドレインチューブ (パーブコネクタ x 2 付属)
機器スピルトレイ用ドレインチューブ
スプレーチャンバネブライザ注入口用ヘリックスシール x 1 パック

図 13.

参考情報 (一部の情報は英語のみ)

[ICP-OES リソースページ](#)

[トラブルシューティングのビデオ](#)

[Agilent PlasmaNet ICP-OES メールサポートフォーラム](#)

[5100/5110 ICP-OES クイックリファレンスガイド](#)

[ICP-OES 用の部品と消耗品 \(オンラインストア\)](#)

[アジレント原子分光分析に関するアプリケーションノート](#)

[アジレント分光分析用消耗品カタログ](#)

[アジレント原子分光分析用の無機金属および有機金属標準溶液](#)

[パーキンエルマー ICP-OES および ICP-MS システム用アジレント消耗品カタログ](#)

[Agilent MSIS 技術資料](#)

[アジレント原子分光分析を紹介した動画 Web セミナー](#)

まとめ

Agilent ICP-OES 機器は、現行のアジレント原子分光分析システムの一つです。アジレントは、従来の原子分光分析、ICP-OES、ICP-MS (比較的新しいトリプル四重極 ICP-MS を含む)、マイクロ波プラズマシステムなど、あらゆる種類のアプリケーションに対応する機器をお客様にご提供します。

このプレゼンテーションでは、お客様がラボで直面する可能性がある特定の課題について説明しました。特に強調したのは、ラボの障害や計画外のダウンタイムの潜在的原因の大半が、サンプル導入システムに由来するものであるということです。つまり、サンプル導入領域を確実にメンテナンスすれば、予定外のダウンタイムが発生するリスクを軽減できます。また、ラボの標準操作手順を確立し、このような問題の再発を防ぐためのガイドラインやメンテナンス手順についても説明しました。

著者について



Eric Vanclay (分光分析消耗品製品マーケティングマネージャ、アジレント・テクノロジー、メルボルン、オーストラリア)

Eric Vanclay は、オーストラリアのメルボルンにあるモナッシュ大学を 1985 年に卒業しました。同大学で化学の理学士号を取得しています。1988 年に Varian に入社し、原子吸光製品スペシャリスト、原子吸光製品マネージャ、欧州フィールドセールス/アプリケーションスペシャリスト、ICP-OES 製品マネージャ、MP-AES 製品マネージャなど数々の役職を歴任しました。アジレント・テクノロジーによる Varian の買収後は、分光分析消耗品製品マーケティングマネージャとして、分光分析消耗品のフィールドセールサポート、顧客サポート、製品開発、およびマーケティングを担当してきました。原子分光分析技術分野で 30 年以上の経験を持ち、オーストラリアのメルボルンにあるアジレントの Spectroscopy Technology Innovation Centre に在籍しています。

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, April 11, 2019
5994-0859JAJP

