

堅牢なセラミック製外部チューブセット

Agilent 5000 シリーズ ICP-OES トーチ用



ダウンタイムを最小化、交換頻度を低減

Agilent 5000 シリーズ ICP-OES のセミデマンタブルトーチとフルデマンタブルトーチに使用できるセラミック製外部チューブセットが発売されました。このチューブセットは、特にアルカリ金属を豊富に含むリチウムイオン電池サンプルや、石英製外部チューブを腐食して劣化させる化学的攻撃性の高いサンプルなど、高濃度の総溶解固形分（TDS）または塩を含むサンプルの分析に伴う課題を解決するために開発されました。

従来の石英製外部チューブセットとそのまま交換できるように設計されており、耐久性と寿命が格段に向上しています。要求の厳しいマトリックスを扱うラボの稼働時間の最大化、メンテナンス頻度の低減、運用コストの削減に貢献します。

ICP-OES トーチにおける チューブセットの役割

一般的な ICP-OES トーチは 3 本の石英製同心チューブから成ります。中心にある内径 (id) の小さなチューブはインジェクタです。チューブセットはトーチの重要コンポーネントであり、外部チューブと、インジェクタを囲む中継チューブで構成されています。中継チューブと外部チューブとの間には、プラズマを封じ込めてトーチを冷却するために、比較的高流量のアルゴンガスが導入されます。アルゴンガスは、トーチの外部チューブセットの周りに巻かれた RF コイルから発生する RF エネルギーでイオン化され、これにより安定した高温プラズマ (約 10,000 °K) の形成が実現します。ネブライザで生成されたサンプルのエアロゾルはスプレーチャンバにおいて質量でふるい分けられた後、原子化および励起のためインジェクタを通してプラズマに送られることで、発光分光測定が可能になります。また、インジェクタと中継チューブの間を流れる低流量のアルゴンにより、プラズマがインジェクタの上部に保持されるため、インジェクタ先端への堆積が低減します。

石英製外部チューブセットの 主な課題

リチウムイオン電池材料、溶解物、高塩マトリックス、腐食性の酸分解物など、総溶解固形分 (TDS) やアルカリ土類金属 (Li、Na、K、Ca、Cs など) が豊富なサンプルを扱うアプリケーションでは、トーチのプラズマ内に生成される元素イオンが石英製外部チューブの内壁を通り抜けて拡散する可能性があります。

石英製チューブセットは、高純度の二酸化ケイ素 (SiO₂) でできた非晶質ガラスである熔融石英 (またはフューズドシリカ) で構成されています。高温でアルカリ金属イオンに曝露されると、石英の分子構造が再編成され、Si-O 結

合が切断されます。外来イオンが結晶に侵入してその構造を「解除」し、Si-O 結合を置換または分断すると失透が起こり、これによって石英は脆い構造になります。失透が起こると、石英は、表層に小さな亀裂が多数発生して白濁するか不透明になり (図 1)、光学的透明性、機械的強度、および寿命が著しく低下します。この劣化はほぼ元に戻りません。トーチのクリーニングで一時的に外観が改善することもあります。失透は引き続き起こります。最終的には、石英は割れるか粉砕し、部品の交換が必要になります。



図 1. 5% HNO₃ 中の Li、Na、Cs の 1.5% TDS 溶液を 24 時間分析した後の石英製外部チューブセットの失透

失透は石英製外部チューブセットの使用可能な寿命を大幅に制限する劣化メカニズムです。これが、過酷な運用条件下でも失透、感光、熱による亀裂が生じにくい代替材料の開発に至った主な要因です。

アジレントのセラミック製外部 チューブセットソリューション

アジレントのセラミック製外部チューブセットは、標準の石英製外部チューブの失透や劣化を加速させる過酷な条件に耐えられるように設計されています。堅牢なセラミック製外部チューブは窒化ケイ素 (Si₃N₄) 製で、基礎となるバルク材料へのアルカリイオンの侵入を防ぎます。デュアルビュー (DV) およびラディアルビュー (RV) のどちらの構成にも対応でき、Agilent 5000 シリーズ ICP-OES の Easy-fit セミデマントプルトーチおよびフルデマントプルトーチに適しています。

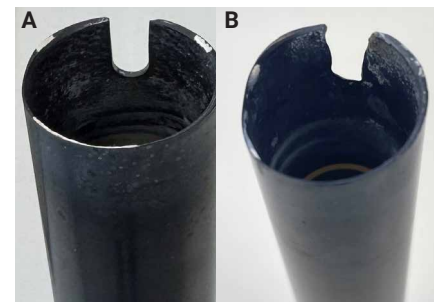


図 2. 5% HNO₃ 中の Li、Na、Cs の 1.5% TDS 溶液を 900 時間以上 (A) および 1,792 時間分析した後のセラミック製外部チューブ

石英とは異なり、窒化ケイ素の材料特性では、アルカリ金属の分析によって起こる失透に対する卓越した耐性もたらされます。Si-N 結合は遊離金属イオンによって不安定化しないからです。また、高温のプラズマサイクルに曝露された場合の熱衝撃への耐性にも優れています。石英製コンポーネントを腐食および攻撃する可能性のあるフッ酸 (HF) を含むサンプルの分析にもお勧めします。石英では対応できない、HF を含むサンプルを分析する際には、不活性なアルミナ製インジェクタを使用することも必要です。

通常、リチウムイオン電池サンプルや高 TDS サンプルを分析するアプリケーションでは、セラミック製外部チューブセットの耐用期間は石英製外部チューブセットの 10 倍以上になります。

セラミック製外部チューブセットが有効なアプリケーション

セラミック（窒化ケイ素）製外部チューブセットの主な利点は、製品寿命が長いこと、メンテナンスによる計画外のダウンタイムが低減し、石英製外部チューブセットのように劣化したチューブセットを頻繁に破棄および交換する必要が減ることです。以下は、セラミック製外部チューブセットを組み込んだ堅牢なサンプル導入システムを採用することにより利点がもたらされる一般的なアプリケーション分野です。長期耐久性が向上すると同時に、高品質の分析データが得られる安定した性能を実現できます。

リチウムイオン電池

リチウムイオンをはじめとする電池技術により世界中で生産が加速しており、より安全で持続時間の長い電池技術の開発を推進するための研究が続けられています。この電池のバリューチェーンにわたり、Agilent ICP-OES はきわめて重要な役割を担っています。



図 3. 電池技術

具体的には、原料の適格性評価および品質管理から、製品開発および安全性の研究まで、ブライン、負極、正極（LCO、NMC、NCA、LFP）、電解液（ LiPF_6 、 LiBF_4 、 LiTFSI ）、セパレータ、プロセス中間生成物、「ブラックマス」リサイクルストリームなど、重要な物質を分析するために ICP-OES が使用されています。

これらの化学的攻撃性の高い高マトリックスサンプルには、容易にイオン化して石英製トーチコンポーネントを急速に失透させるアルカリ土類金属（Li、Na、K、Rb、Cs）が豊富に含まれています。

より高純度の電池材料を追求し、電池材料中の元素汚染物質をより厳しく抑制することが、副反応や劣化を防ぐためにきわめて重要になります。そのために必要になるのが、未希釈のサンプルの ICP 分析です。これにより、より安全で持続時間の長い電池の実現に必要な低い検出下限を達成できます。

溶解物と分解物

溶解物の分解は、サンプルを溶融フラックスに溶解するサンプル前処理法であり、従来の酸分解では処理できない可能性のある耐火物や地質物質（ケイ酸塩、酸化物、鉱物、セラミックなど）を分解することを目的とします。この手法では、まず、サンプルが高温（一般に $900 \sim 1,100 \text{ }^\circ\text{C}$ ）でフラックスに溶解され、これによって鉱物が融解してその結晶構造が壊れます。一般に、フラックスとしてメタホウ酸リチウム（ LiBO_2 ）、テトラホウ酸リチウム（ $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ）、または炭酸ナトリウム（ Na_2CO_3 ）が使用されます。得られた均一なビーズは、分析前に酸に溶解されます。その際、前処理に使用されたフラックスにより、最終的な分解物に余分な塩が取り込まれ、溶解固形物の含有量が増加し、分析中に干渉が起こる可能性が高まります。

高 TDS サンプル

海水やブライン、腐食性の酸分解物（フッ酸または 4 種の混酸（塩酸（ HCl ）、硝酸（ HNO_3 ）、フッ酸（ HF ）、および過塩素酸（ HClO_4 ）の混酸）の分解物など）、廃水、塩/糖含有量の多い食品/飲料など、最大 30 % の TDS を含むサンプル。

環境

環境サンプルの分析では、多くの場合、容易にイオン化してプラズマでのイオン化平衡をシフトさせるアルカリ金属（Na、K、Ca、Rb）によるイオン化干渉を抑制するために、一般に最大 2 % のセシウム（Cs）を含むイオン化緩衝

液が標準およびサンプルとともに導入されます。Cs はイオン化ポテンシャルが非常に低いいため、プラズマを電子で満たし、プラズマ環境を安定化させるために使用されます。

有機溶媒

揮発性および半揮発性有機溶媒を分析する場合、従来の石英製外部チューブセットは、高温のプラズマから発生する強度の深紫外（UV）線による感光の影響を受ける可能性があります。また、金属などの石英中の不純物は UV エネルギーを吸収し、局所的な失透を引き起こします。これらの効果により石英表面が脆くなり、トーチの加熱・冷却時に蜘蛛の巣状の亀裂（図 4）が発生します。つまり、使用可能な寿命は短くなります。



図 4. 蜘蛛の巣状の亀裂が入った石英製ベッセル

アジレントには蜘蛛の巣状の亀裂を防ぐ効果のある、有機溶媒分析のための高純度石英製チューブセットもありますが、セラミック製外部チューブセットは優れた耐感光性とより長い寿命を備えています。

微量ケイ素の測定

微量ケイ素 (Si) の測定時に達成される検出下限は、サンプル導入システムから溶出する Si によって制限されます。不活性なサンプル導入システムを使用すればその溶出を食い止められますが、トーチコンポーネントから溶出する Si の問題は解消されない可能性があります。セラミック製外部チューブセット (窒化ケイ素製) に切り替えることで、トーチからの Si の溶出を抑え、検出下限性能を高めることができます (図 5)。

検出下限の違いは、分析困難なサンプルマトリックスほど顕著に現れます。

ただし、アルミナ製の不活性なインジェクタは酸化アルミナ (Al_2O_3) できているため、アルミニウム (Al) に対する検出下限は石英製インジェクタより高くなります。

アジレントのセラミック製外部チューブセットの構成

アジレントのセラミック製外部チューブセットはデマンタブル構造を持ち、セラミック (窒化ケイ素) 製外部チューブと石英製中継チューブで構成されています (図 6)。

デマンタブル構造では、セラミック製外部チューブを中継チューブとは別に取り外してクリーニングできます。これは、サンプル中の過度な炭素により外部チューブに炭素が堆積する可能性のある有機マトリックスを分析する場合に特に役立ちます。セラミック製外部チューブ (のみ) を取り外してマッフル炉に入れ、堆積した炭素を焼き切ることができるからです。

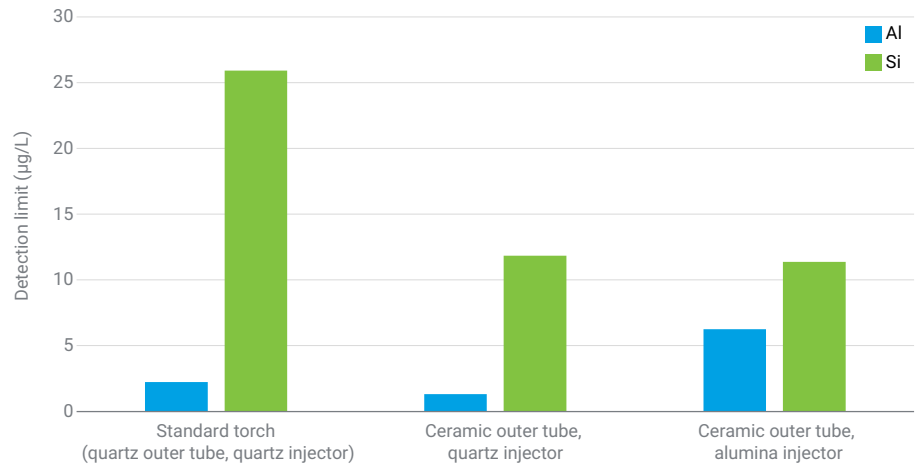


図 5. 検出下限の比較: 石英とセラミック



図 6. アジレントのチューブセットに含まれるセラミック製外部チューブ (A) と石英製内側チューブ

セラミック製チューブセットは分解と再組み立ても簡単です。QR コードを読み取るをクリックすると、このプロセスの実演ビデオをご覧ください。または、Easy-fit トーチ ICP-OES ユーザーガイド (資料番号 5994-8863EN) で詳細をご確認いただけます。

トーチ用インジェクター 考慮事項

アジレントでは、Agilent 5000 シリーズ ICP-OES のフルデマンタブルトーチ用の石英製および不活性なアルミナ製のインジェクタを提供しています (また、一体型およびセミデマンタブルトーチはさまざまなインジェクタで使用可能)。インジェクタは 4 つの内径 (0.8、1.4、1.8、および 2.4 mm) で用意されています。石英製インジェクタは最も経済的であるのに対し、アルミナ製インジェクタは多くのマトリックスに対してより寿命が長く、クリーニングも容易です。

石英製インジェクタで強酸または高マトリックスサンプルを使用すると、インジェクタ先端もマトリックスへの曝露による失透の影響を受ける可能性があります。石英は研磨仕上げの効果を失い、高マトリックスサンプルの塩が表面に結合可能な状態になります。使用を継続してクリーニングを繰り返すと、堆積が加速し、洗浄が必要になるまでの分析時間がどんどん短くなります。メンテナンスの頻度が増え、ダウンタイムが長くなります。最悪の場合、インジェクタの交換が必要になります。

一方、不活性なアルミナ製インジェクタは、高マトリックスサンプルの使用時にも優れた耐失透性と耐腐食性を発揮します。リチウム電池材料などアルカリ金属を豊富に含むマトリックスや HF 分解物を分析する場合にお勧めします。

こちらから、幅広いインジェクタ製品の詳細をご覧ください。

まとめ

アジレントは、従来の石英製外部チューブセットを高マトリックス条件や化学的攻撃性の高い条件下で使用した場合の基盤材料の制限を解決するために、Agilent 5000 シリーズ ICP-OES の Easy-fit トーチ用セラミック製外部チューブセットを開発しました。

石英製外部チューブセットは、高マトリックスサンプルにさらされると失透、感光、および熱による亀裂が起り、機械的完全性を失って早期に故障する傾向にあります。その結果、トーチの寿命が短くなり、メンテナンス頻度が増え、計画外の機器のダウンタイムを余儀なくされます。

一方、セラミック製外部チューブセットは、アルカリ金属の攻撃および熱衝撃による失透や、深紫外線による感光に対する優れた耐性を備えています。高濃度の総溶解固形分 (TDS)、アルカリ金属を豊富に含むマトリックス (リチウムイオン電池サンプルなど)、腐食性の酸分解物、または有機溶媒を扱うアプリケーションにおいて、ケイ素のバックグラウンドが改善されると同時に、10 倍を超える寿命を達成します。

また、セラミック製外部チューブセットは、デュアルビューおよびラジアルビューのどちらの構成にも対応できます。この堅牢な低メンテナンスソリューションを使用すれば、要求の厳しい ICP-OES アプリケーションの稼働時間を延ばし、分析の信頼性を高め、総所有コストを削減できます。

アジレントのフルデマンタブルトーチの詳細については、フライヤー (5994-1572JAJP) をご覧ください。

以下の製品ページでも詳細をご確認いただけます。

- 5100/5110 および 5800/5900 ICP-OES 用トーチ
- ICP-OES トーチ用外部チューブ

ICP-OES 関連情報ページでは、最高のパフォーマンスを実現するためのその他のアドバイス、ヒント、コツを紹介しています。

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。

DE-013382

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2026

Printed in Japan, March 19, 2026

5994-8992JAJP