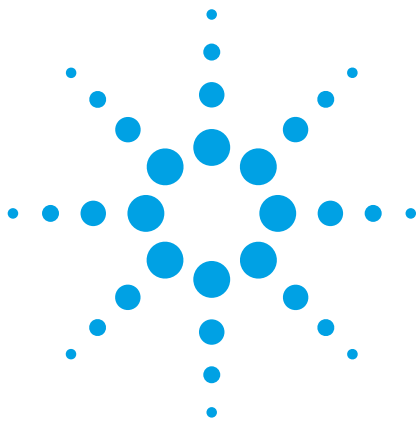




ICP 発光分光分析装置を用いた 新ネブライザの評価

アプリケーションノート

著者

J. Moffett, G. Russell
Agilent Technologies
Melbourne, Australia

J. P. Lener
Agilent Technologies
Massy Cedex, France



概要

ICP 発光分光分析装置 (ICP-OES) 用の OneNeb ネブライザは、独自のフローブラーリング (Flow Blurring) 技術を備えています。この汎用的なネブライザでは、これまでのネブライザと比べて感度が向上しているほか、高塩濃度溶液やフッ酸 (HF) などの強酸に対する耐性も高くなっています。ほとんどの一般的な有機溶媒に対する耐性を備え、これまでよりもずっと幅広い流量範囲で効率的に動作するようになっています。

このアプリケーションノートでは、ICP-OES において一般に利用される市販のガラスコンセンリックネブライザとの比較により、OneNeb ネブライザの優れた性能を実証しています。幅広い分析試料や溶液において、検出下限と再現性が向上しました。



Agilent Technologies

はじめに

ICP 発光分光分析装置 (ICP-OES) 用の OneNeb ネブライザは、フローブラーリング技術を用いた革新的なネブライザです。感度を向上させ、高塩濃度溶液やフッ酸 (HF) などの強酸に対する耐性を高くすることで、市販されているさまざまなネブライザに代わって使用できるユニークなネブライザです。ほとんどの一般的な有機溶媒に対する耐性を備え、既存のネブライザよりも幅広い流量範囲で効率的に動作するようになっています。

このアプリケーションノートでは、さまざまな分析試料や溶液に関して、通常の市販ガラスコンセントリックネブライザと OneNeb ネブライザの性能 (検出下限および再現性) を比較します。

解説

OneNeb ネブライザ (アジレント部品番号 2010126900、図 1) は、すべて不活性なポリマー材料でつくられています。物理的な堅牢性が高く、通常のガラスコンセントリックネブライザなら損傷してしまう物理的衝撃にも耐えられます。



図 1. OneNeb ネブライザ

キャピラリチューブはほぼ先端まで伸びています。先端の形状は、キャリアガス (アルゴンガス) と液体サンプルを効率よく混合できるような寸法に設計されています。

OneNeb ネブライザでは、フローブラーリング技術を用いてアルゴンガスとサンプルを混合し、小さな液滴のエアロゾルを効率的に生み出します。液滴のサイズ分布の幅は、従来のコンセントリックネブライザよりも狭くなっています。液滴が小さくなり、サイズ分布が狭くなれば、より効率的にプラズマ内で脱溶媒および励起するようになり、分析精度と感度が向上します。

噴霧化にベンチュリー効果ではなくフローブラーリングの原理を用いる OneNeb ネブライザは、塩濃度の高いサンプルに最適なネブライザです。

他のネブライザの設計

コンセントリックガラスネブライザ (図 2) は、ICP-OES で用いられるもっとも一般的なネブライザです。2 つのコンセントリックガラスチューブを用いた設計で、液体は細い内側のキャピラリに注入され、アルゴンガスは内側のキャピラリと外側の石英チューブの間のギャップに流れます。ベンチュリー効果により、液滴分布の比較的狭いエアロゾルが生成されるため、良好な相対標準偏差 (RSD) と検出下限が得られます。しかし、細いサンプルキャピラリでは、キャピラリ先端に詰まりや凝結が生じやすく、経時的なネブライザの効率に悪影響を与えることがあります。ベンチュリー効果を用いたネブライザは、詰まりが生じやすいため、塩濃度の高いサンプルでの使用には適していません。

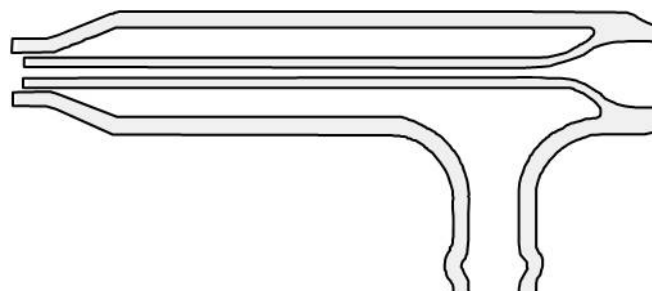


図 2. コンセントリックガラスネブライザ

V-Groove ネブライザやクロスフローネブライザなど、総溶解固形分 (TDS) 濃度の高いサンプル用に設計されたネブライザは、コンセントリックガラスネブライザのようなベンチュリー効果に頼っていないため、高塩濃度溶液に対する耐性が高くなっています。しかし、こうしたネブライザでは一般に、生成されるエアロゾルの液滴サイズ分布の幅が広いいため、分析の相対標準偏差が高くなり、検出下限も悪化します。

実験手法

使用機器

この研究では、ラディアル観測プラズマと SPS 3 サンプル前処理システムを備えた Agilent 725 ICP-OES を使用しました。

725 ICP-OES は、カスタム設計の CCD 検出器を備えています。この検出器は、完全な同時測定機能を備え、167~785 nm までの波長を完全にカバーしています。また、エシエルオプティクス の 2 次元イメージと正確にマッチさせた連続傾斜アレイを備えています。熱安定性の高いオプティカルシステムには、可動部品が含まれていないため、優れた長期安定性を実現しています。

動作パラメータ

- RF 電源 : 1.3 kW
- プラズマガス流量 : 15 L/min
- 補助ガス流量 : 2.25 L/min
- スプレーチャンバ : シングルパスおよびダブルパスガラスサイクロニック
- トーチ : 組み立て式標準トーチ、0.38 mm 石英チューブ装備
- ネブライザ流量 : 0.7 L/min
- 読み込み時間 (検出下限測定) : 30 秒
- 繰り返し回数 (検出下限) : 10
- 安定化時間 (検出下限) : 30 秒
- 読み込み時間 (安定性) : 10 秒
- 繰り返し回数 (安定性) : 6

ポンプチューブ

水溶液と有機溶媒で以下のポンプチューブを使用しました。

- 試料 : オレンジ-グリーン (0.38 mm ID)、使用する有機溶媒に適した材質
- 廃液 : オレンジ-オレンジ (0.89 mm ID)、有機溶媒用のマープレンチューブ
- 試料 : ブラック-ブラック (0.76 mm ID)、水溶液専用
- 廃液 : ブルー-ブルー (1.65 mm ID)、水溶液専用

結果と考察

一般的な流量における OneNeb ネブライザの導入効率は、高効率コンセントリックガラスネブライザに匹敵します (表 1)。表 2 に示すように、OneNeb ネブライザは、従来のコンセントリックガラスネブライザが対応できないきわめて低いサンプル流量においても、優れた導入効率で動作します。一般に、低いサンプル流量での動作においては、特別な低流量用ネブライザが必要となります。低流量においてもきわめて高い導入効率を示す OneNeb ネブライザは、貴重なサンプルや、生体試料などの量が制限されたサンプルに最適なネブライザといえます。

表 1. 一般的な ICP-OES 取り込み流量における導入効率 (TE)

ネブライザ	溶媒	スプレーチャンバ	TE (%)
ガラスコンセントリック	水	ダブルパス	6.1
OneNeb ネブライザ	水	ダブルパス	6.6
OneNeb ネブライザ	水	シングルパス	3.8~12.8

表 2. きわめて低い取り込み流量における OneNeb ネブライザの導入効率 (TE)

溶媒	スプレーチャンバ	TE (%)
水 (2~6 % HNO ₃)	ダブルパス	12.5~18.79
水 (2~6 % HNO ₃)	シングルパス	17.7~31.4
シエルソール	シングルパス	44.0~48.7
ジイソブチルケトン	シングルパス	49.0

ジイソブチルケトンやシェルスールといった ICP-OES で一般に用いられる有機溶媒では、OneNebネブライザは長期間の使用において優れた安定性を示しました (図 3 および 4)。この結果は、化学的な耐性が優れていることを示しています。

図 3. ジイソブチルケトンを用いた場合の OneNeb ネブライザの長期安定性

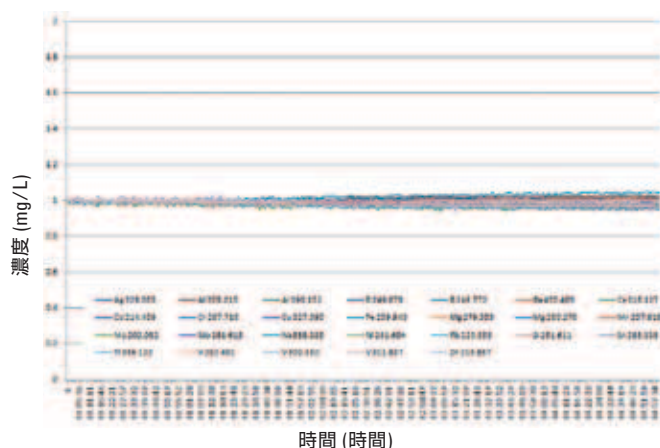
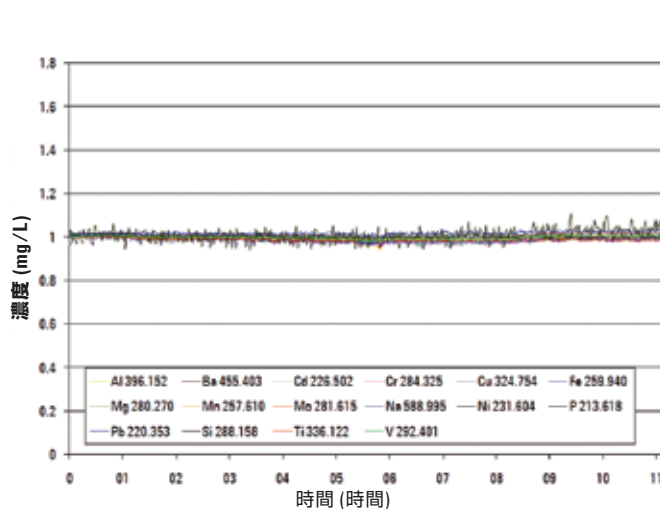


図 4. シェルスールを用いた場合の OneNeb ネブライザの長期安定性



OneNeb ネブライザは、銀と亜鉛を除くすべての分析対象元素について、高性能コンセントリックガラスネブライザよりも優れた検出下限 (比率で 100 % 以上) を示しました。銀と亜鉛については、同等の検出下限が得られました (表 3)。

表 3. コンセントリックガラスネブライザ (CGN) と OneNeb ネブライザの検出下限 (DL) の比較 (30 秒積分)

元素	CGN DL	OneNeb DL	DL 比率 (%)
Ag 328.068	0.61	0.61	100
Al 167.019	1.94	1.53	127
As 188.980	12	9.84	122
Ba 455.403	0.07	0.05	162
Be 313.042	0.01	0.01	193
Ca 396.847	0.09	0.07	121
Cd 214.439	1.27	0.91	139
Co 238.892	1.9	1.7	110
Cr 267.716	0.86	0.70	123
Cu 327.395	1.76	0.96	183
Fe 238.204	0.90	0.68	132
K 766.491	59	38	154
Mg 279.553	0.05	0.05	107
Mn 257.610	0.19	0.15	131
Na 589.592	2	1.04	197
Ni 231.604	5	5	108
Pb 220.353	12	10	113
Se 196.026	17	13	133
Tl 190.794	15	12	129
V 292.401	1.24	0.96	129
Zn 213.857	0.50	0.49	101

結論

フローブラーリング技術を備えた OneNeb ネブライザは、総溶解固形分 (TDS) の高いサンプルに対して優れた耐性を示しました。この高 TDS サンプルを用いた数週間にわたる長期テストでも、OneNeb ネブライザでは、ほとんど詰まりが生じませんでした。詰まりが生じやすいガラスコンセントリックネブライザとは対照的な結果が得られました。

検出下限と有機溶媒への耐性という点でも、OneNeb ネブライザでは、高性能コンセントリックガラスネブライザよりも優れた結果が得られました。フッ酸 (HF) などの強酸に対する耐性は、従来の不活性ポリマーネブライザと同等のレベルでした。OneNeb ネブライザの高 TDS サンプルに対する耐性は、V-groove ネブライザなどの高 TDS サンプル専用のネブライザに匹敵し、水溶液中元素の測定精度や検出下限の悪化も見られませんでした。

OneNeb ネブライザは、機械的な堅牢性と耐久性を備えた、汎用性の高いネブライザであることが証明されました。価格も高性能コンセントリックガラスネブライザより安価です。OneNeb ネブライザは、ICP-OES で測定する幅広いサンプルの分析に求められる、さまざまなタイプのネブライザに代わって使用することができます。しかも、性能が損なわれることはありません。汎用的なネブライザを使えば、各サンプルについて最適なネブライザを選択する手間が省け、さまざまなネブライザを用意する必要がなくなるため、メソッド開発や日々の作業も簡単になります。OneNeb ネブライザは、40 $\mu\text{L}/\text{min}$ のサンプル取り込み流量でも高い噴霧効率を示すため、量に限りのあるサンプルの分析にも対応できます。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

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。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2011
Published June 24, 2011
5990-8340JAJP



Agilent Technologies