

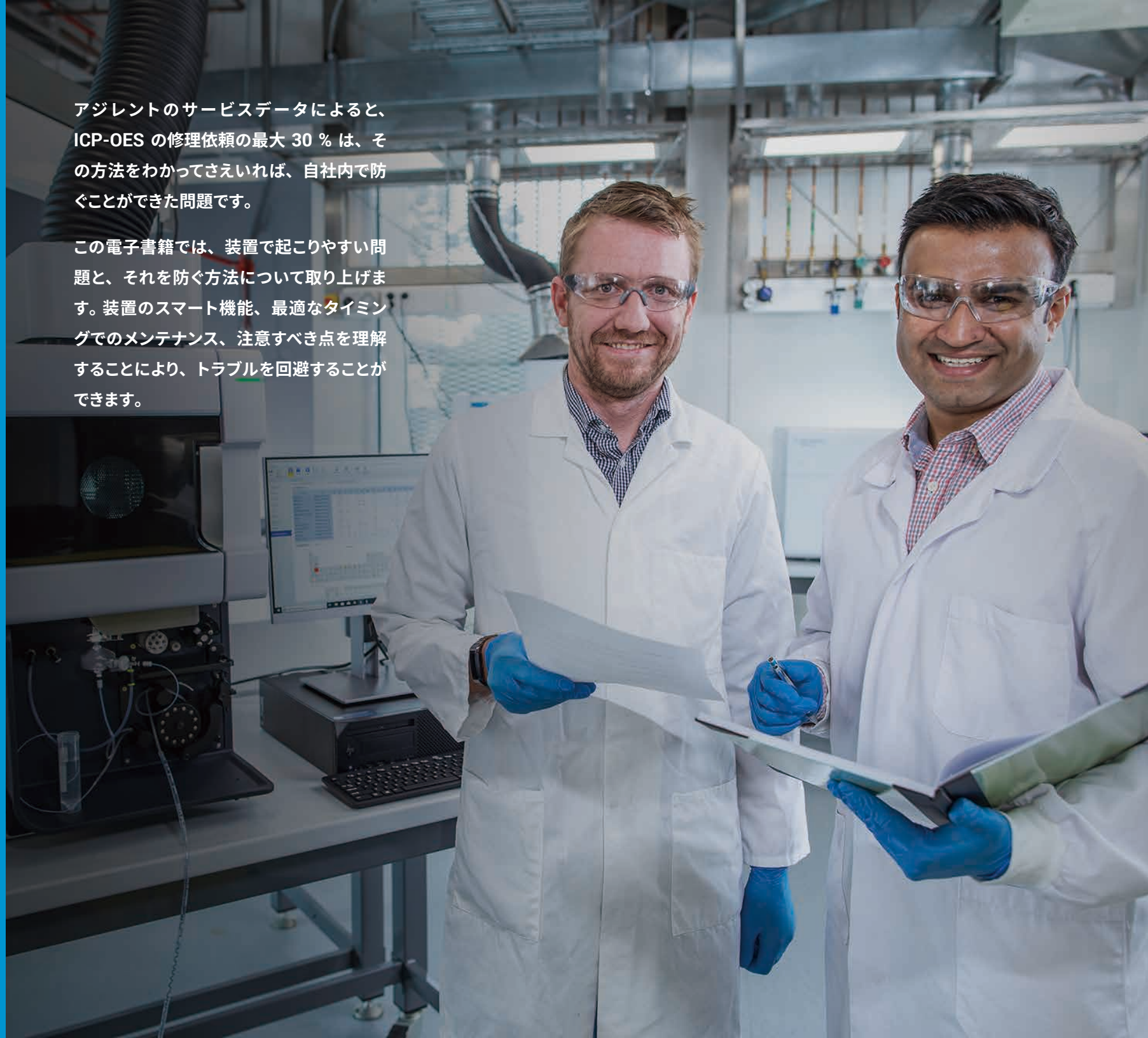
ICP-OES の 一般的な問題を防ぐには

サンプル再測定の原因となる問題を防ぐための
ICP-OES エキスパートのアドバイス



アジレントのサービスデータによると、ICP-OES の修理依頼の最大 30 % は、その方法をわかってさえいれば、自社内で防ぐことができた問題です。

この電子書籍では、装置で起こりやすい問題と、それを防ぐ方法について取り上げます。装置のスマート機能、最適なタイミングでのメンテナンス、注意すべき点を理解することにより、トラブルを回避することができます。



誘導結合プラズマ発光分光分析（ICP-OES）は、溶液中の元素を測定するための確立された技術です。鉱業、食品、農業、エネルギー、化学、環境モニタリング、医薬品など、さまざまな分野で活用されています。この技術により、幅広い種類のサンプルに含まれる元素の濃度を高い感度と精度で正確に測定することができます。汚泥や堆積物から、飲料水、ワインに至るまで、ICP-OES によって信頼性の高い高速測定が可能になります。

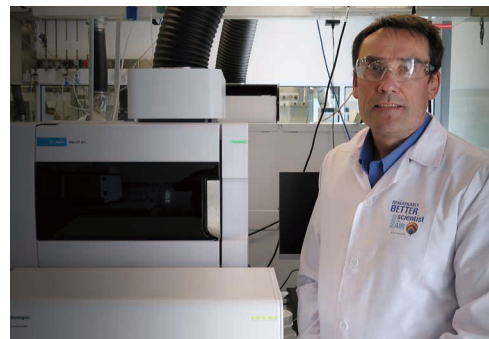
アジレントは原子分光分析装置として、ICP-OES を提供しています。原子分光分析は、1950 年代に発明されたフレーム原子吸光分析（FAAS）を起源とし、現在も多くのラボで使用されています。同じく FAAS を起源とするもう 1 つの分析技術が、誘導結合プラズマ質量分析（ICP-MS）です。この技術は高感度で、ppt 濃度レベルで元素を測定できます。

すべての原子分光分析技術の中心にあるのはシンプルな Beer-Lambert の法則ですが、正確で再現性のある分析結果を得るには、多くの場合、ある程度の知識と経験が要求されます。装置が高度化するにつれて、分析に必要な専門知識のレベルは下がってきました。

自動車も同様の開発経路をたどってきました。アンチロックブレーキ、ドライバーアシスト技術、さまざまなモニタリングシステムなどの機能によって、ドライバーに要求される知識やスキルのレベルが下がっています。20 世紀には走行中の不具合に備えて工具箱を車載していましたが、今ではその必要はほとんどなくなりました。同様に、現在の ICP-OES はさまざまな「スマート」機能を搭載し、分析者による問題の特定と解決をサポートしています。そのため、サンプルの再測定を回避するための対策をとることができます。

ICP-OES の問題は、次の 2 つに分けることができます。

1. サンプルそのもの、またはサンプル前処理と測定中のミスが原因で生じる問題
2. 装置の不具合に起因する問題



この電子書籍では、アジレントの ICP-OES マーケティングマネージャの Ross Ashdown が、装置に関連する ICP-OES 問題を解決するための方法を解説します。一般的な品質管理の手法と ICP-OES の先進技術を使用することで、サンプルを再測定することなく、最初の測定で正しい結果を得られるようになります。

質問

液体サンプルを導入して行う分析法では、一般的な問題として、ネブライザの詰まりがあげられます。この詰まりを防止または検出する方法はありますか。

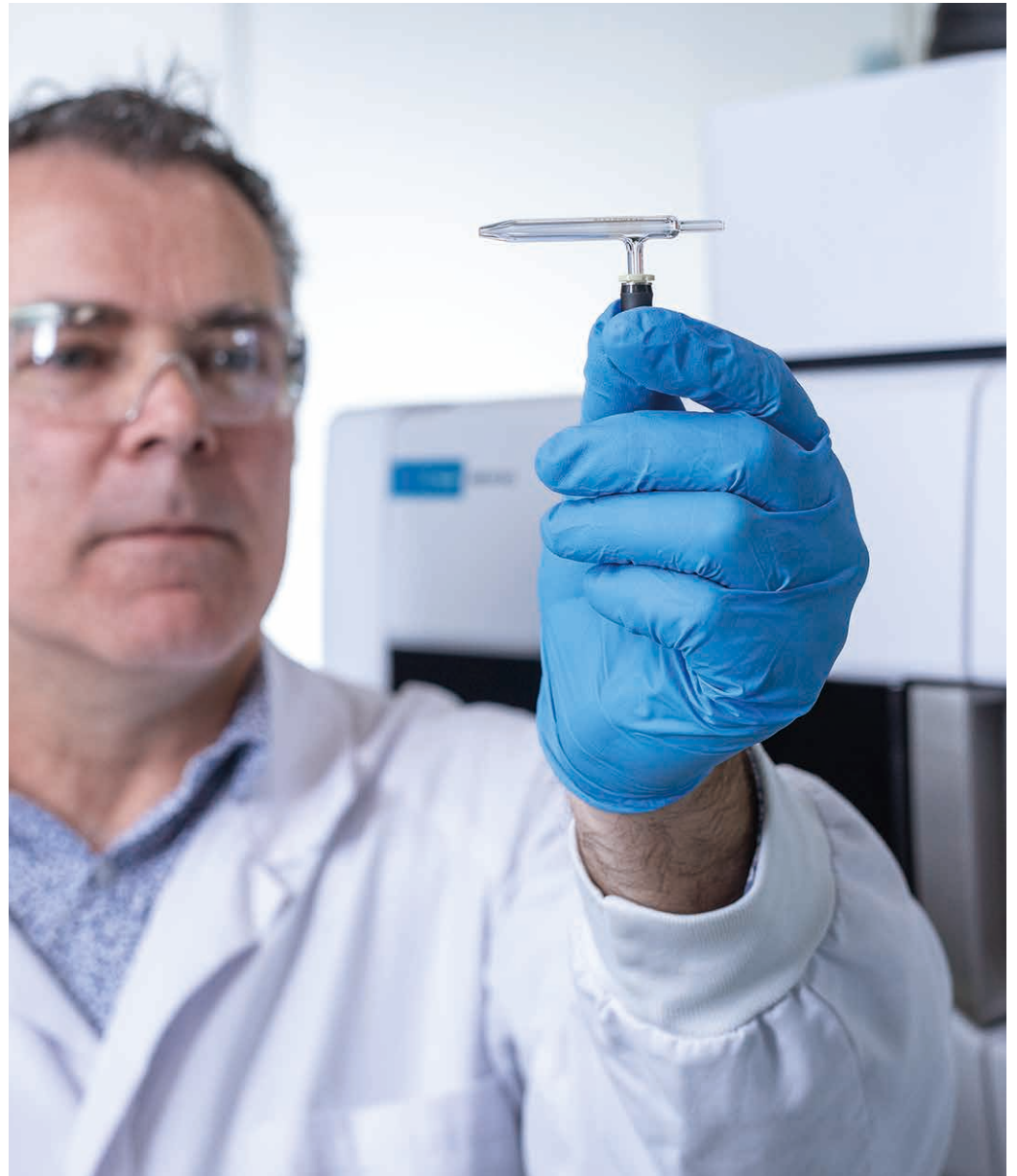
回答

水溶液には、目に見えないほど小さな微粒子が含まれていることがあります。これらの粒子は、ガラス製同軸ネブライザ先端部を部分的または完全に詰まらせる可能性があります。このような詰まりは、さまざまな問題を引き起こし、サンプルを再測定しなければならない状況を招きます。

ネブライザが部分的に詰まった場合の典型的な症状は、連続較正確認 (CCV) 標準液の回収率の低下として現れます。通常、CCV 溶液のモニタリングは、分析を通して定期的に行われます。ただし、CCV の測定間隔は 20 ~ 30 サンプルごとであるため、QC エラーによって問題が発覚した場合、それまでに測定した 20 ~ 30 サンプルをすべて再測定しなければなりません。

一方、ネブライザが完全に詰まると、信号がまったく検出されず、内部標準を含むすべての元素の発光信号が低下するかまったく現れなくなるため、診断が容易です。

ネブライザの詰まりによるサンプルの再測定は、分析を通して CCV の測定結果とサンプルの測定結果をモニタリングすることで防止できます。

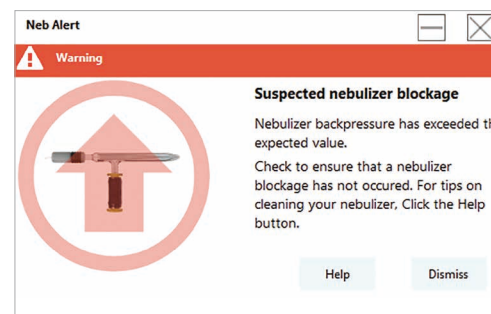


ネブライザの詰まりが頻繁に起こる場合は、以下の措置を取ることを検討してください。

- サンプルをろ過または遠心分離します。
- オートサンブラのプロープがサンプルに浸かる深さを、サンプルチューブの底から離れた位置に設定します。これにより、チューブの底に沈殿した粒子がプロープによって吸い上げられるリスクを最小限に抑えることができます。
- ネブライザを、サンプルラインの内径が大きいタイプに交換します。これにより、詰まりが起りにくくなります。
- スイッチングバルブを追加します。これにより、サンプルがサンプル導入システムに留まる時間が短くなり、分析時間を増やすことなく洗浄時間を長くすることができるため、詰まりが起りにくくなります。
- アルゴン加湿器を使用して、ネブライザ先端を湿った状態に保ちます。これにより、ネブライザの先端に固体が堆積しにくくなるため、総溶解固形分（TDS）濃度の高い溶液による詰まりを低減できます。

Agilent 5800 および 5900 ICP-OES は、ネブライザの圧力の変化を警告する「Neb Alert」機能を搭載しています。圧力の上昇はネブライザが詰まりつつある可能性を、また圧力の低下は接続部に漏れがある可能性を示します。圧力があらかじめ設定されたしきい値に達すると、画面上のアラートによって問題がリアルタイムに通知されます。この時点で分析を自動的に中止し、分析の品質に影響がおよぶ前に問題を解決することができます。

圧力はネブライザのタイプによってわずかに異なるため、Neb Alert 機能では、タイプに応じてアラートしきい値を調整できるようになっています。使用しているネブライザにとって何が「正常」なのかを知るには、Agilent ICP Expert ソフトウェアの分析ページでネブライザの圧力のプロットを調べるか、このソフトウェアのネブライザテスト機能を使用します。



Agilent 5800 および 5900 ICP-OES の Neb Alert 機能は、ネブライザの詰まりまたは漏れを示す圧力の変化を警告します。

質問

トーチなど、サンプル導入システムの他のコンポーネントについてはどうですか。それらがダウンタイムにどのように影響し、どうすれば問題を防ぐことができますか。

回答

トーチは、厳しい条件にさらされるコンポーネントです。高マトリックスサンプル（100 g/L の溶液など）の導入は、トーチインジェクタ内への結晶の堆積につながります。また、これらの堆積物によって、トーチインジェクタが部分的に詰まり、信号が低下する可能性があります。

トーチの詰まりは、さまざまな QC 溶液のモニタリングにおいて、信号の下方ドリフトとして現れます。QC では、この信号のドリフトを次のような現象から捉えることができます。QC 溶液として認証標準物質（CRM）をモニタリングすると、トーチが詰まった場合に回収率が低下します。連続較正確認（CCV）溶液など品質管理チェック溶液の低い回収率も、詰まりの兆候です。



QC として確認している標準液に対して同じ読み取り値が得られなくなった場合、ドリフトが起こっており、サンプル導入システムのどこかで詰まりが生じていることが疑われます。この詰まりは、水平配置のトーチで起こりやすく、垂直配置トーチはあまり影響を受けません。

もう 1 つの一般的なトーチの問題として、組み立てまたは取り付けの不備があげられます。この問題は、新しいトーチの交換時またはクリーニングしたトーチの取り付け時に起こります。

毎日、分析の開始前にテスト（自動機器性能試験）を実施し、メーカーの設定値にもとづいて合格/不合格を確認することにより、感度に関する問題を明らかにすることができます。このテストを通して、トーチの組み立てと取り付けが正しく行われているかどうかを確認できます。

トーチによっては、多数のコンポーネントで構成されているものもあります。このようなトーチは、組み立てなおす際にミスが起こりやすくなります。トーチの組み立てや取り付けに不備があると、装置の感度に影響がおよぶ可能性があります。さらに、感度の低下は、低濃度の元素に対する精度の低下につながります。この問題は、適切な QC 溶液と QC テストを分析に組み込むことで、モニタリングし、検出することができます。

新しい ICP-OES の購入を検討する際は、主に使用することになるトーチを詳しく調べることをおすすめします。実際に分解してから組み立てなおし、組み立てを簡単に行えるかどうかを確認してください。Agilent 5800 または 5900 ICP-OES の標準トーチは、シンプルな一体型アセンブリのため、組み立て不備が生じる可能性はゼロです。デマンタブルトーチでも、コンポーネントはわずか 5 個です。これに対し、他社製トーチには、10 個以上のコンポーネントで構成されているものもあります。

問題の原因として他に考えられるのは、トーチ位置の調整です。トーチを正しく組み立てても、正しい位置にセットされていなければ、信号強度を最適な状態で測光できません。Agilent ICP-OES なら、手動でのトーチ位置の調整は不要です。プラグ&プレイ型のトーチ取り付けシステムにより、自動的にトーチが装置のプレオプティクスに対して最適な位置にセットされます。手動での作業や最適化は必要ありません。

プラズマの点火障害も、時間の無駄につながる要因の 1 つです。特に点火障害の原因がわからない場合は、この問題のトラブルシューティングに時間がかかります。Agilent 5800 および 5900 ICP-OES は、内蔵センサによってプラズマの点火シーケンスをモニタリングし、プラズマ点火の障害の原因を突き止めることができます。ポンプチューブが外れていたり、トーチが完全に乾燥していないなど、センサからの情報をもとに、問題の解決方法を具体的にアドバイスします。

高品質の単元素標準物質

環境、食品、および元素分析サンプルに含まれる重金属などの元素を正確に検出できるかどうかは、使用する標準物質の品質に大きく左右されます。Agilent ULTRA 標準物質は、ISO 17025 および 17034 認定施設で製造され、厳格な検査により高い品質が確保されています。

アジレントの[各元素情報の入った周期表](#)では、各元素の詳細および標準物質の製品情報をご覧ください。

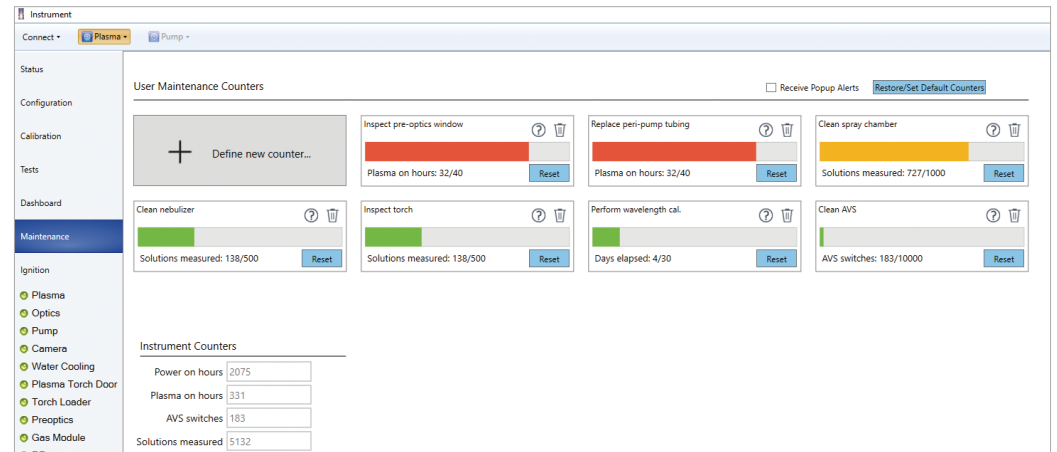
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	IA	IIA	IIIB	IVB	VB	VIB	VIB	VIB	VIB	VIB	IB	IIB	IIIA	IIIA	IIIA	IIIA	IIIA	IIIA
1	H																	He
2	Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
3	Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
4	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
5	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
6	Cs	Ba		Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
7	Fr	Ra		Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Rg	Cn	Uut	Fl	Uup	Lv	Uus	Uuo

質問

分析装置は仕様どおりに動作しつづけていると思っています。
どうすれば、装置が正常に機能しているか確認できますか。

回答

メンテナンスを行ったり特別な注意を払わなくても、ICP-OES は問題なく動作しつづけるというのは、ありがちな誤解です。実際には、サンプルによってサンプル導入システムが詰まることもあれば、大量のサンプルで大きな負荷がかかったり、ラボの過酷な環境条件にさらされることもあります。こういった状況への対策として、定期メンテナンスを計画的に行って装置の性能を最適な状態に保つことで、ダウンタイムにつながる小さな問題を未然に防ぐことができます。



Agilent 5800 および 5900 ICP-OES は、どちらもアーリーメンテナンスフィードバック機能を搭載しています。この機能は、測定したサンプル数をカウントし、その数が指定した数に達すると、画面上にアラートを表示して、クリーニングおよびメンテナンスが必要なことを知らせます。

装置以外にも、アルゴン、冷却水、電力など、装置に必要なユーティリティに異常が生じることもあります。こういったユーティリティが最適な状態で供給されないと、分析性能が損なわれ、測定結果の感度、精度、および直線ダイナミックレンジをはじめ、さまざまな性能面に影響がおよぶ可能性があります。

毎日、分析の開始前にテスト（自動機器性能試験）を実施することをおすすめします。このテストにより、装置が正常に動作しているかどうかをすばやく確認できます。正しい測定結果が得られなくなってから問題に気づき、再測定を余儀なくされるといった状況を防げます。多くの ICP-OES には、性能試験機能が組み込まれています。供給ガスなどのユーティリティをテストできるものもあります。

Agilent 5800 および 5900 ICP-OES は、アラートに加え、装置の主なコンポーネントを継続的にモニタリングする 100 個以上のセンサを搭載しています。ネブライザが詰まりつつあれば、それを警告し、ポンプチューブを接続し忘れている場合にも通知します。さらに、装置の吸気口フィルタのモニタリングも行います。自宅のエアコンのフィルタを最後にクリーニングしたのがいつだったのかを考えれば、フィルタがいかに見落としやすく、忘れやすいコンポーネントであるかを実感いただけるでしょう。特に塵埃の多いラボでは、フィルタが詰まっても、実際に問題が起こるまで、装置への給気が十分に行われていないことに気付かないこともあります。5800 および 5900 は、このような状況に陥る前に、余裕をもってユーザーに警告します。

Agilent 5800 および 5900 ICP-OES には、非常に役立つモニタリング機能が組み込まれています。例えば、アーリーメンテナンスフィードバック (EMF) 機能では、性能試験または点検を行うように促すアラートを設定できます。これらのアラートは、分析したサンプル数にもとづいて表示されます。これは、走行距離から推奨点検間隔が決まる自動車と同じです。装置の性能を維持するためのメンテナンスを実際のサンプルスループットにもとづいて実施する方が、決まったスケジュールで行うより合理的です。アラートは、ラボで通常分析するサンプルの種類に合わせて

The screenshot displays the software interface for the Agilent 5800/5900 ICP-OES. On the left, a 'Test' panel shows a list of tests with their results: Subsystem Communications Test (Pass), Air Flow (Done), Water Flow (Pass), Gas Flows (Pass), RF Generator (Pass), Camera Test (Pass), Optics Test (Pass), Instrument Performance (Pass), and Advanced Valve System Test (Skipped). Below this is a 'Tests Run' section for 'Operator: user', showing 'Subsystem Communications Test - Started' with a detailed status report for various modules (Mains Power, Gas Control, RF generator, etc.), all of which are 'Passed'. It also shows 'Air Flow - Started' with a table of fan speeds and 'Water Flow - Started' with flow and temperature data. A 'Gas Flows - Started' table is also visible.

On the right, a 'Report Summary' section provides instrument details: Agilent 5900 SVDV ICP-OES, Instrument ID G8020AA, Instrument Serial Number MY19259002, Software Version 7.5.0.11787, Firmware Version 5174, and Tested By user. It also shows the test start and completion times. Below this is a 'Result Summary' table listing all tests and their outcomes: Subsystem Communications Test (Pass), Air Flow Test (Done), 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), and Precision Test (Pass). A detailed 'Air Flow Test' section shows a comparison of 30% and 60% air flow relative speeds, both at 1.00 and 8.00 respectively. The 'Water Flow Test' section shows 'RF Water Flow (L/min)' at 1.56, 'Camera Water Flow (L/min)' at 1.56, and 'Water Inlet Temperature (°C)' at 18.92, all of which are 'Passed'.

調整できます。例えば、主にクリーンなサンプルを分析しているラボでは、マトリックスの多いサンプル（酸分解した、高濃度の固形溶解分を含む土壌など）を測定しているラボより、必要なメンテナンス頻度がはるかに低くなります。

Agilent 5800 および 5900 ICP-OES に搭載されているテスト（自動機器性能試験）により、毎日、サンプルの測定前に、すべてが正常に動作しているかどうかをすばやく確認できます。

質問

ラボでは、メソッド作成を正しく行うことがきわめて重要になります。
正しい設定を確実に選択するための最善の方法は何ですか。

回答

装置のメソッド作成は、測定結果を大きく左右する可能性があります。例えば、プラズマに送られるアルゴンガス流量やプラズマの出力が正しく設定されていないと、プラズマのエネルギー不足につながります。これにより、サンプル中の原子やイオンの励起が不完全になり、結果的に発光強度や感度が低下します。この問題は、特に微量元素の分析精度に影響します。場合によっては、精度がラボのしきい値外になり、サンプルを再測定しなければならなくなります。

この他、一般的な設定ミスとして、ポンプスピードや遅延時間があげられます。洗浄時間も重要です。設定した洗浄時間が短すぎると、キャリーオーバーによってサンプルが汚染されるリスクが生じます。逆に洗浄時間が長すぎると、時間、電力、ガスが無駄になります。

最適なメソッド作成を選択するために、メソッド開発プロセスの一環として、実際のサンプルと同様のマトリックスを持つ CRM を分析することをおすすめします。CRM を測定するときは、微量濃度で良好な回収率を達成することを目指してください（微量濃度は、ご使用の機器メーカーの仕様内にすること）。微量濃度で良好な回収率が得られない場合は、メソッドをさらに最適化することが必要になります。

メソッドでのポンプスピードや遅延時間の設定は、QC 溶液の精度をモニタリングすることで評価できます。これらの設定を分析の開始前にテストすることをおすすめします。ポンプスピードや取り込み遅延時間が適切かどうかをテストするには、高速のポンプスピードでの運転を手動で開始し、溶液がオートサンプラのチューブからスプレーチャンバまで送液される時間を計測します。

この時間を取り込み遅延時間として入力し、使用したポンプスピードを手動でメソッドに挿入してください。

現代の装置の多くには、最適なメソッド設定に役立つ幅広いツールが搭載されています。例えば、Agilent 5800 および 5900 には、IntelliQuant スクリーニングという機能があります。この機能は、サンプルをすばやくスキャンして最大 70 種類の元素を同定し、それぞれの濃度を概算します。主に分析する代表的なサンプルに対して IntelliQuant を使用すれば、その結果をメソッド作成の目安として使用できます。例えば、サンプル中にターゲット元素が低濃度で存在することがわかった場合は、RF 出力を上げ、ネブライザ流量を下げることで、その元素に対する感度を向上できます。

IntelliQuant の情報は、検量線の濃度範囲を判断するためにも使用できます。サンプルに含まれる各元素のおおよその濃度がわかれば、予測されるサンプル濃度がカバーされるように各標準液の濃度を設定し、その全範囲にわたって正確な検量線を作成できます。

H																	He	
Li (29.2)	Be											B	C	N	O	F	Ne	
Na (23.0)	Mg (24.3)							Al (27.0)	Si (28.1)	P (31.0)	S (32.1)	Cl	Ar					
K (39.1)	Ca (40.1)	Sc	Ti (47.9)	V (50.9)	Cr (52.0)	Mn (54.9)	Fe (55.8)	Co	Ni	Cu (63.5)	Zn (65.4)	Ga	Ge	As (74.9)	Se	Br	Kr	
Rb	Sr (87.6)	Y (88.9)	Zr (91.2)	Nb	Mo (95.9)	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd (112.4)	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
Cs	Ba (137.3)	La (138.9)	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg (200.6)	Tl	Pb (207.2)	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra	Ac																
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr		

Agilent IntelliQuant 機能は、サンプル中の最大 70 種類の元素を半定量します。
この機能は、新しいメソッドを作成する場合や、未知サンプルを測定する場合に特に役立ちます。

ヒント: IntelliQuant 機能は、スペクトル干渉などさまざまな要因にもとづいて最適な分析波長を選択するうえでも役立ちます。これについては、電子書籍『[サンプル前処理や分析上の問題に起因する ICP-OES の再測定を防止するには](#)』で詳しく説明しています。

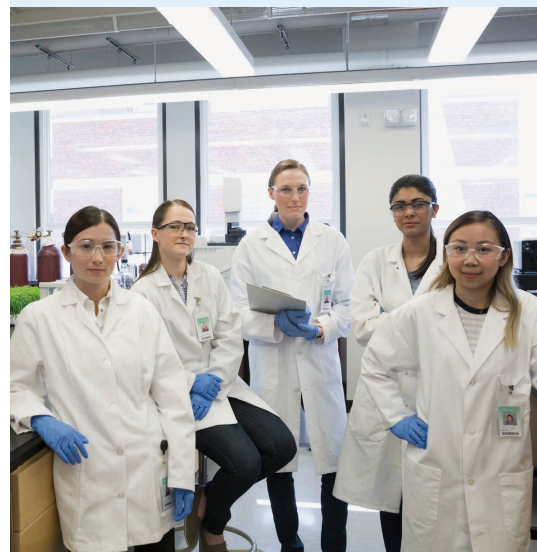
より確実なメソッド作成と過剰な洗浄時間の回避に役立つもう 1 つの機能が、インテリジェントリンスです。メソッドを作成するときは、通常、最大濃度のサンプルに合わせて洗浄時間を指定しなければなりません。この洗浄時間は、大幅に低濃度の成分を含むサンプルも含め、すべての

サンプルに適用されます。アジレントのインテリジェントリンス機能は、指定された元素の波長を洗浄時にモニタリングし、その強度がユーザー指定の洗浄しきい値に達した時点で自動的に洗浄を終了します。この機能により、メソッドへの洗浄時間の指定が不要になり、定義する必要のある設定が 1 つ減ります。

アジレントの装置を最大限に活用

Agilent University には、スキルやワークフローの向上に役立つ教育コースがクラスルーム形式とオンライン形式で用意されています。ご希望の学習スタイルと予算に応じて、学習環境、学習方法、学習レベルをお選びいただけます。

- クラスルームトレーニング
 - オンサイトトレーニング
 - オンラインのオンデマンドトレーニング
- 詳細については、[ホームページ](#)をご覧ください。



質問

ICP-OES のコンポーネントで確認を忘れやすいものはありますか。

回答

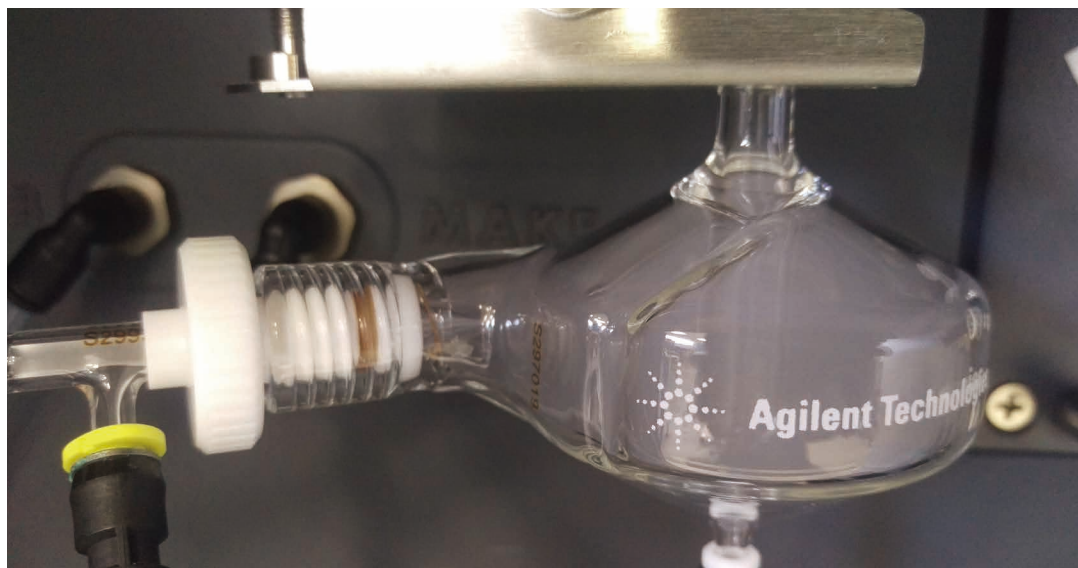
プレオプティクスウィンドウは、トーチと、装置の光学コンポーネントが収容された部分との間にある円形のガラス製ウィンドウです。プレオプティクスウィンドウに分析サンプルの汚染物質が堆積すると、このウィンドウから光学系を経由して検出器に入る光量が減少します。つまり、汚れたプレオプティクスウィンドウは、感度の低下を引き起こします。感度の低下は、さらに精度の低下へとつながり、結果的にサンプル、特に発光量の少ない微量元素を含むサンプルの再測定が必要になる可能性があります。この問題は、QC サンプルを測定して精度をモニタリングすることで特定できます。ただし、測定結果の精度低下につながる分析性能上の問題は多数あるため、1つの原因に絞り込むのは容易ではありません。



装置の定期メンテナンススケジュールにプレオプティクスウィンドウのクリーニングを含めてください。テスト（自動機器性能試験）を毎日実施することでも、装置の感度低下を明らかにできます。

Agilent 5800 および 5900 には、アーリーメンテナンスフィードバック（EMF）という便利な機能があります。この機能では、測定したサンプル数にもとづいてアラートを設定できます。特に時間に追われるラボでは、手順書で規定されたクリーニングおよびメンテナンススケジュールが忘れられたり無視されることも珍しくありません。ただし、これらの作業を行わないと、測定結果に大きな影響がおよび、問題のトラブルシューティングや、場合によってはサンプルの再測定に無駄な時間を費やすはめになります。

EMF 機能は、分析結果に影響がおよぶ前に、プレオプティクスウィンドウのクリーニングなどのメンテナンスが必要なことをアラートで知らせます。EMF 機能の利点の 1 つは、サンプルの種類に応じてアラートを調整できることです。土壌や汚泥のような高マトリックスサンプルを主に分析しているラボでは、クリーンな水サンプルのみを分析するラボよりも頻繁にクリーニングとメンテナンスを行う必要があります。



EMF 機能のもう 1 つの大きな利点は、監査時の証拠として使用できることです。例えば、3 週間ごとに日常メンテナンスを実施しているラボで、ある週に分析したサンプルが 50 サンプルだけだったため、メンテナンスを先延ばししたとします。メンテナンスを行わなかった理由を監査官に問われた場合、EMF 機能のデータがあれば、サンプル数が少なかったためにメンテナンスが必要なかったことを示せます。実際、決まったスケジュールでのメンテナンスから完全に脱却し、ハードコピーの ICP メンテナンス記録を廃止することも可能です。EMF 機能に、すべてのデータの維持とメンテナンスのスケジュールを任せることができます。

質問

ポンプチューブは一般的な問題の原因の1つということですが、
どうすればチューブの問題を防止または特定できますか。

回答

ポンプチューブの摩耗は、軽視されがちな問題です。多くのラボでは、徐々に摩耗していくチューブを、その影響に気付くことなくそのまま使い続けています。摩耗したチューブの交換は、単純なメンテナンス作業であり、それほど大きなコストもかかりません。ただし、定期的な交換を怠ると、測定結果に大きな悪影響がおよぶ可能性があります。

この他、接続部の漏れ、チューブの張り具合や気泡も、起こりやすい問題です。サンプルの分析開始前にペリスタルティックポンプチューブを接続しただけでも、分析の妨げになり得ます。

ペリスタルティックポンプチューブに摩耗、漏れ、または調整不備があると、測定結果の精度が低下します。また、ポンピング効率が不安定になり、分析中にドリフトが生じることもあります。精度およびドリフトは、どちらも QC 溶液でモニタリングできますが、その一般的な測定間隔は 30 ~ 40 分です。つまり、QC エラーとして問題が発覚するまで、解決を先送りすることになります。特に、最後に合格した QC まで遡ってサンプルを再測定しなければならない場合は、多大な時間が無駄になります。



定期的な日常メンテナンスにより、ペリスタルティックポンプチューブの問題の発生を防ぐことができます。分析の開始前に毎日、または一定数のサンプルを分析するごとに、チューブに弾性があること、つぶれていないこと、接続部や張り具合に問題がないことを確認することが重要です。これらの確認により、ポンプチューブの問題が原因でサンプルを再測定しなければならなくなるリスクを低減できます。

Agilent 5800 および 5900 ICP-OES のアーリーメンテナンスフィードバック機能では、チューブのメンテナンス実施時期を警告することができます。例えば、ポンプチューブの確認または交換を決まった間隔で、または測定したサンプル数にもとづく頻度で知らせるように EMF アラートを設定できます。アラートカウンタは、サンプルマトリックスの種類に応じた値に調整することが可能です。例えば、2% の硝酸溶液を使用している場合は、2000 ~ 3000 サンプルごとに警告するようカウンタを設定できます。酸濃度がこれより高い場合は、アラートカウンタの値を低くし、約 1000 サンプルごとに警告するよう設定する必要があります。

使用するポンプチューブの種類も考慮しなければなりません。ポンプチューブには、サンプルマトリックスに対する耐薬品性が必要です。つまり、有機溶媒と水溶液では、必要なポンプチューブの種類が異なります。PVC は、大半の水性および酸性マトリックスに問題なく使用できますが、多くの有機溶媒には適していません。有機溶媒に使用すると、容易に劣化して適切なポンピングが行えなくなり、溶媒によっては完全に破損してしまうこともあります。チューブの弾性の定期的な確認は、簡単なモニタリング作業です。チューブは劣化すると、伸びて硬くなり、弾性がなくなります。

毎日、分析の終了後に、装置に洗浄液を流し、ポンプチューブを取り外す（ポンプローラー上のチューブの張力を緩める）ことをおすすめします。これらの作業により、ポンプチューブの寿命を延ばすことができます。夜間もチューブにサンプルマトリックスを入れたままにすると、サンプルがチューブに浸入し、翌日測定する最初のサンプルが汚染されるうえ、チューブの劣化も進みます。

ポンプチューブの摩耗の特定に役立つもう 1 つのツールに、Agilent 5800 および 5900 ICP-OES の条件付き書式機能（アウトライヤ）があります。この機能は、サンプルの分析と並行して結果をモニタリングし、%RSD が指定のしきい値を超えている場合、内部標準エラーになった場合、測定値が範囲外になった場合、または同じ元素について異なる波長で得られた結果が一貫していない場合に、測定結果にフラグを付けます。一般に、ポンプチューブが摩耗すると、%RSD が高くなります。アラートが表示された時点で問題を解決すれば、その影響を最小限に抑えることができます。ポンプチューブの劣化に気付かずに分析した多数のサンプルを、チューブの交換後に再分析しなければならない状況を防げます。

質問

スプレーチャンバも、サンプル導入システムの重要なコンポーネントです。スプレーチャンバの性能を維持するためのアドバイスはありますか。

回答

スプレーチャンバの汚れは、不十分な排液や、プラズマに供給されるエアロゾルの不均一な吸引につながります。この問題は、スプレーチャンバ内で溶液がどのように流れ落ちているかを観察することで明らかにできます。正常な状態であれば、溶液はスプレーチャンバを液膜状に流れ落ちます。液膜ではなく液滴が流れ落ちている場合は、スプレーチャンバが汚れています。

特にオイルは、スプレーチャンバに影響をおよぼします。オイルを含むサンプルの分析は、スプレーチャンバからの排液にむらが生じる原因になります。その場合は、分析の終了時にきれいな溶媒を数分間流すことで、スプレーチャンバを洗浄できます。有機溶媒または高マトリックスサンプル用のサンプル導入コンポーネントを別に用意しているラボもあります。これらのコンポーネントは、必要に応じて取り付けることができます。こうすることで、水性サンプルに日常的に使用するコンポーネントの寿命を維持できます。

汚れたスプレーチャンバは精度の低下につながります。短期的な精度は、各サンプルの繰り返し分析の %RSD を確認することによりモニタリングできます。また、中期的な精度は、QC 溶液を使用することでモニタリングできます。問題は、QC 溶液の一般的な測定間隔が 30 分であることです。つまり、QC エラーになった場合、エラー前の 30 分間分のサンプルをすべて再測定しなければなりません。

スプレーチャンバのクリーニングを日常メンテナンスに含めます。また、毎日、分析の開始前にテスト（自動機器性能試験）を実施してください。これにより、測定結果の精度がメーカーの仕様を満たしているかどうかを判断できます。

Agilent 5800 および 5900 ICP-OES のアーリーメンテナンスフィードバック機能では、スプレーチャンバのクリーニング時期を知らせるアラートの設定が可能です。例えば、オイルや食品サンプルなどの高マトリックスサンプルを分析する場合は数百サンプルごと、よりクリーンなサンプルを分析する場合は数千サンプルごとに、アラートを表示するように設定できます。

アジレント純正の消耗品

アジレントは、ICP-OES ネブライザやアプリケーションキットなど、高品質の ICP-OES 用消耗品を幅広く提供し、さまざまな原子分光分析アプリケーションをサポートしています。

多様な溶媒にご使用いただけるペリスタルティックポンプチューブや ICP-OES チューブキットの他、ICP-OES 用のスプレーチャンバ、トーチ、ガスフィルタなど、アプリケーション固有の部品および消耗品もご用意しています。



ニーズに合わせて ICP-OES をお選びいただけます。



Agilent 5800 ICP-OES

5800 はセンサと優れたプロセッサを組み込んだエコシステムです。スマートなアルゴリズムと診断機能を備えており、分析結果に影響を及ぼす問題の特定、メンテナンスのスケジュール、トラブルシューティングの自動化が可能です。5800 は常に見えないところで専門家のように機能しながら、アドバイスをを行い、発生する前に問題を解決します。このスマート機能が、再測定を必要とするサンプル数を低減し、結果の信頼性を高めます。

Agilent 5900 ICP-OES

5900 は 5800 のスマート機能を搭載し、同時に ICP-OES シリーズの中でも最高速の測定時間を実現しているため、ラボの生産性を向上することができます。サンプル測定時間が短いため、アルゴンの使用量が低減し、それによってラボの効率が向上します。お客様に自信を持って提供できる結果を得られるようになります。

アジレントの関連資料

[サンプル前処理や分析上の問題に起因する ICP-OES の再測定を防止するには](#)
資料番号 5994-1278JAJP

[Calibration Troubleshooting Checklist](#)

資料番号 5991-8688EN

[How to Optimize your ICP-OES Methods](#)

資料番号 5991-8687EN

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, December 18, 2019

5994-1279JAJP

