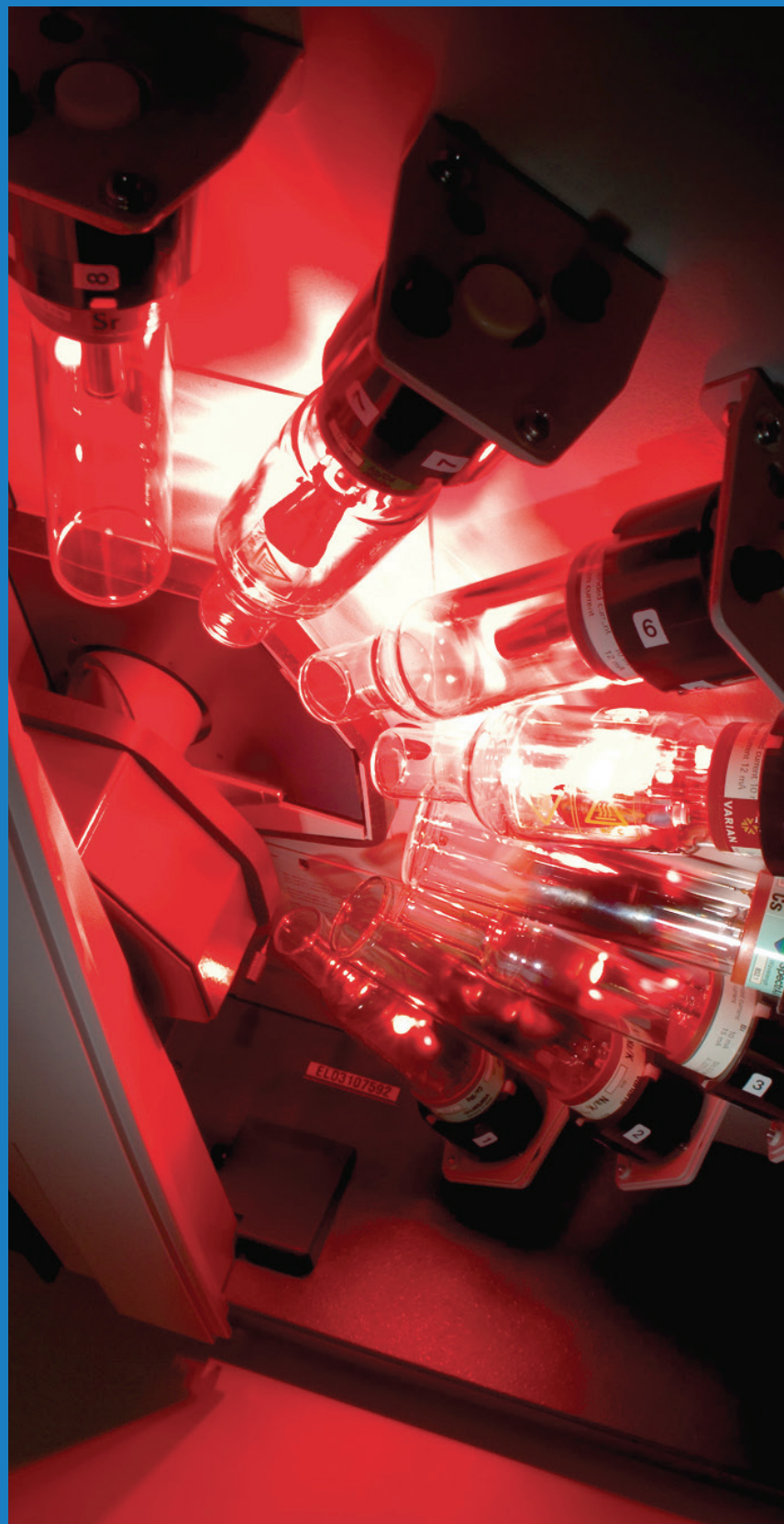


AA トラブルシューティングおよび メンテナンスガイド



概要

AA トラブルシューティングおよびメンテナンスガイド

Eric Vanclay

Spectroscopy Supplies Product Marketing Manager, アジレント・テクノロジー

原子吸光機器を最適化して最大限の性能を引き出し、メンテナンスの SOP の堅牢性と信頼性を確立するためのヒントとアドバイス

[VIEW PRESENTATION >](#)

はじめに

この資料は、原子吸光 (AA) 機器の取り扱い時やメンテナンス時に役立つ実用的なヒントとアドバイスを示し、それによって分析の質を高めることを目的としています。トラブルシューティングとメンテナンスの両方に役立つガイドラインを示します。これらのヒントのうち、すでにご存知のものもあるかもしれませんが、他にもいくつかは新しいメンテナンスのヒントまたはトラブルシューティングのガイドラインに関連する新しいアイデアが含まれ、機器およびアプリケーションのパフォーマンスや使いやすさの向上に役立てることができるはずです。

アジレント・テクノロジーはさまざまなマーケットのラボマネージャに対して独自調査を依頼しました。この調査は主にラボマネージャが抱える問題を把握し、最も差し迫った問題が何であるかを特定するために行われました。この調査はドイツ、イギリス、米国、中国の 4 か国で Frost & Sullivan 社による 30 分間のオンラインアンケート調査として実施されました。調査対象者は、さまざまな経験、企業規模、役職、基本職務にわたる合計 700 名です。

ラボマネージャは、機器のメンテナンスや複雑化するテスト要件への対応に大きく関係する課題に直面しています。ラボの半数あまりで 1 週間に 500 ~ 1,000 のサンプルが処理されており、調査回答者のうち 45% がサンプル数を現在の処理能力以上に増やすよう求めるプレッシャーがあると答えています。生産性の主な制約要因は、サンプル前処理に必要な時間、スケジュールされたメンテナンスによる機器のダウンタイムまたは予定外のダウンタイム、新しい機器のメソッド移管/バリデーションです。予定外のダウンタイムの主な原因を選択する質問では、サンプル前処理に関する問題 (78%)、機器の故障 (64%)、オペレータ/技術者のミス (45%) が回答として挙げられました。興味深いことに、5 人に 1 人の回答者がラボの規模を課題と考えており、75% の回答者が省スペース設計の機器によってこの課題を解決できると考えていることが調査で浮き彫りになりました。

ホローカソードランプ

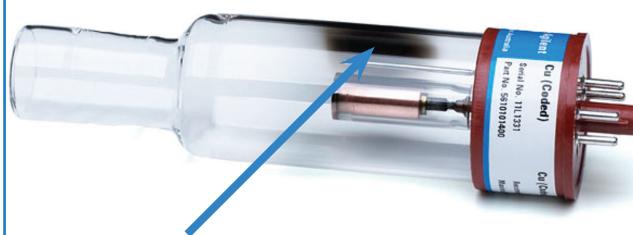
アジレントのホローカソード (HC) ランプには元素識別機能付きのものと同様に元素識別機能のないものがあります。元素識別機能付きランプはベースに追加のピンがあり、どの元素用のランプである

かを機器が識別できます。このため、ランプの配置位置が正しくないときでも、機器がランプを検出して自動的に起動することができます。元素識別機能のないランプはコスト効率が高く、アジレントのすべての AA システムと他社製の (パーキンエルマー製および島津製作所製を除く) ほとんどの AA システムと互換性があります。また、感度と検出下限の向上のため、アジレントは UltrAA ランプという高輝度・高放電ランプも提供しています。UltrAA ランプは標準のランプ電流を使用しますが、ランプ内の放電を増やして発光強度を高めます。昇圧電流は 2 次制御モジュールから供給されます (装置に内蔵または外部モジュールから供給)。アジレント UltrAA ランプは従来の AA 測定用ランプに代わる高輝度・高放電ホローカソードランプです。UltrAA ランプは条件の厳しいフレーム AA、ファーンズ AA、気化 AA の各アプリケーションで検出下限を改善し、次のことを実現します。

- 分析精度を保ちつつキャリブレーション範囲を拡大
- ランプ寿命の延伸 (8000 mA 時間を超える使用時間)
- プラグ&プレイによる操作の簡素化

アジレントゼーマン AA システムは内蔵コントロールモジュールを搭載 (工場搭載) できます。その他のアジレント AA システムはフィールドアップグレードが可能で、幅広い互換性が確保されています。すべてのアジレント AA 機器で各種 UltrAA 高輝度ランプを使用できます。困難なアプリケーションで優れたコスト効率と性能を実現するには、高輝度 UltrAA ランプをお選びください。ア

図 1



独自のランプ処理手順に由来する特徴的な黒い「ゲッター」の斑点。ランプ処理中に堆積したカソード材料が見られる場合もあります。

ジレント UltrAA ランプは、条件の厳しい AA アプリケーションで、検出下限を改善します。

アジレントは、すべてのパーキンエルマー製 AA システムに対応する元素識別機能付き 50 mm 径ランプも幅広くご用意しています。経済的な運用と、パーキンエルマーの純正ルミナ (Lumina) ランプと同等の性能を実現します。

アジレントのランプは原子吸光のユーザーに多くの利点をもたらします。1 つ目の利点は最適なパフォーマンスです。独自のカソード組成と他に類のないランプ処理手順の組み合わせで、優れた強度と感度、低ノイズ、長期にわたる安定した動作を保証します。2 つ目の利点は長寿命設計です。独自のカソード組成とランプ内部の最適なガス充填により、非常に長期間の利用が可能です。アジレントのランプの一般的な寿命は 5,000 mA 使用時間を超えるため、運用コストとランプの故障によるダウンタイムを低減することができます。3 つ目の利点は優れた安定性です。アジレントのランプはコンディショニング済みのため、購入後すぐに使用できます。ランプの最初のコンディショニングが不要なため、生産性が向上し、最適な機器性能を発揮できます。次に、アジレントのランプは優れたスペクトル純度が得られるように設計されています。図 1 に示すように、アジレントのランプには独自のランプ処理手

順に由来する独特の黒い「ゲッター」の斑点があります。この斑点は活性ジルコニウムの薄層で、ランプの作動中に存在する可能性がある不純物を一部吸収し、ランプ寿命が尽きるまでスペクトル純度の改善に役立ちます。最後の利点は品質です。アジレントのランプは、ISO 9001 認定環境下で、定評のある処理工程に従って人の手で製造されています。出荷前、ランプは 1 つ 1 つ分析的に試験され、強度やノイズ、安定性がアジレントの厳しい標準に適合していることが確認されます。テスト機器の校正は定期的に行われます。

性能

以下の分析条件によってアジレントの HC ランプの性能が実証されています。詳細については、https://www.chem-agilent.com/pdf/low_5991-5023JAJP.pdf をご覧ください。安定化までの時間が長すぎるランプや、平衡状態に到達できないランプは、分析の際、問題を引き起こす可能性があります。分析の開始後、ランプ強度がドリフトすると、測定シグナルが変化し、重大な定量誤差の原因になる場合があります。ドリフトは微量濃度では特に重大です。図 2 はアジレント (薄い青色) と競合他社のセレン (Se) ランプの短期安定性を示しています。この安定性試験は 10 分間のウォームアップ時間後に行われたです。ほとんどのランプは適切な安定性を示しましたが、オレンジで示したランプは最後まで安定しませんでした。また、濃度 120 ppm の標準溶液での吸光度測定値に基づく長期安定性も示しています。赤の実線は、予測された結果からの $\pm 5\%$ 変動の管理限界値を示します。アジレントのランプ (薄い青色) は全体的に最も高い安定性を示しています。この 1 時間の測定全体の平均精度 (RSD) を比べると、最も悪い結果が 3% を超えているのに対し、アジレントのランプは 1% 未満でした。

下のグラフはセレン (Se) ランプと鉛 (Pb) ランプの寿命を示しています。どちらの元素についても、アジレントのランプ (青) の寿命が最長で、Se ランプについては、次点の他社製品の 4 倍をはるかに上回り、また、Pb ランプについては 20% も長い寿命を示しました。

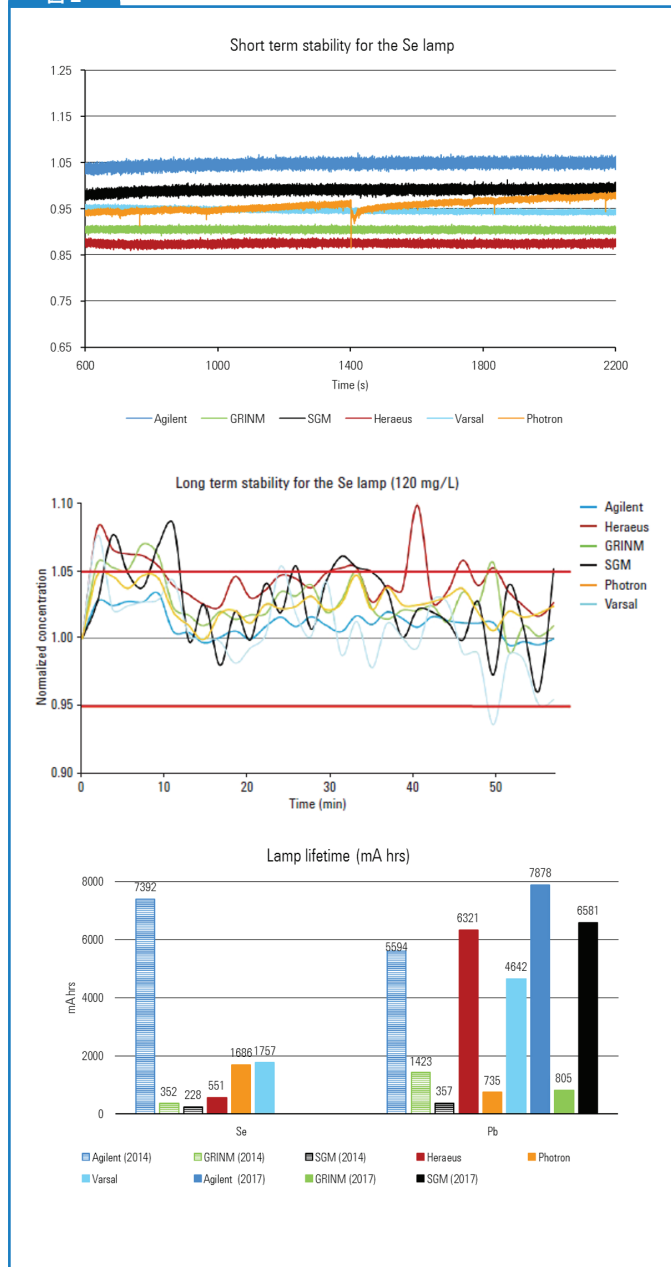
図 3 では 217.0 nm における鉛 (Pb) の検量線の比較が示されています。アジレントのランプは感度が優れており、SGM ランプに匹敵する性能を示しています。また、228.8 nm におけるカドミウム (Cd) の検量線の比較も示されています。アジレントのランプが最も優れた感度と直線性を備えています。これら 2 つの元素の機器検出下限も比較しました。いずれの場合も、アジレントのランプは最も優れた (低い) 検出下限を示しており、低価格の競合他社製ランプより非常に優れています。

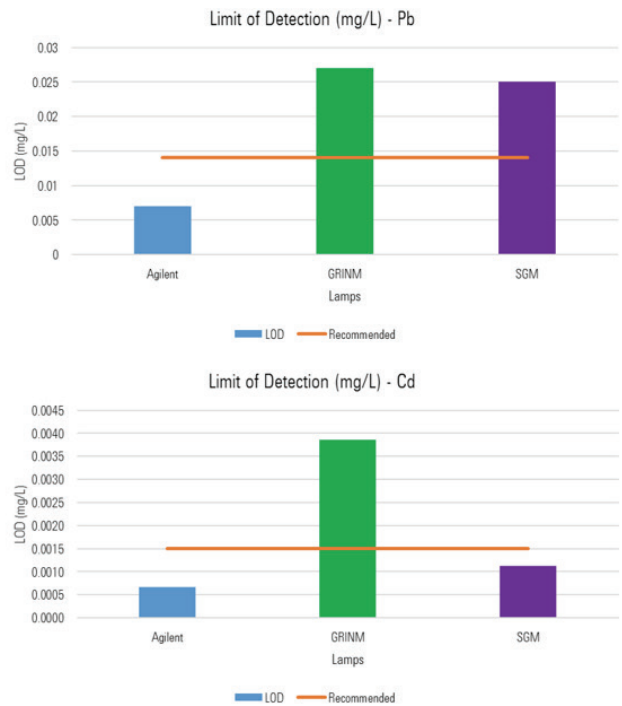
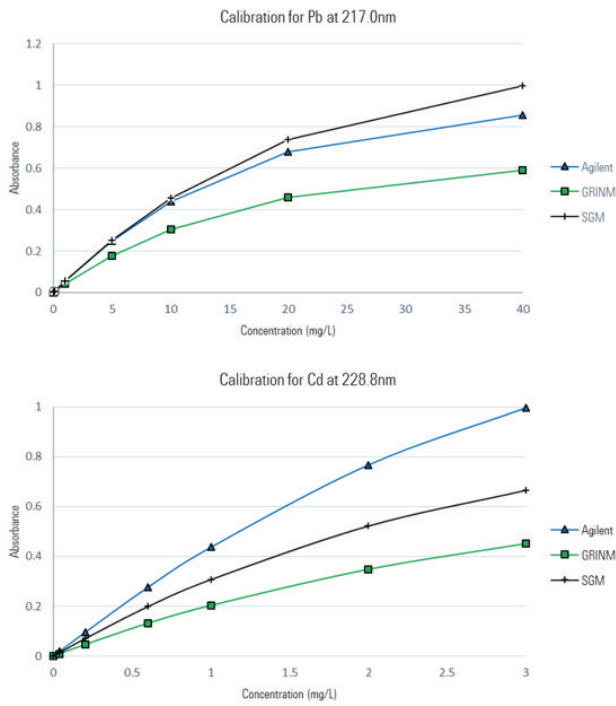
本研究では、ヒ素 (As)、カドミウム (Cd)、金 (Au)、銅 (Cu)、ナトリウム (Na) の各ランプについて、アジレントおよび主要な競合他社のランプの性能/寿命の測定も行いました。各元素について、アジレントのランプの寿命が最長で、大半の元素において次点の他社製品の 2.5 倍を優に超え、また、ナトリウムランプについては約 25% 長い寿命を示しました。

AA 技術での多元素ランプの使用についてはいくつか誤解されていることがあります。例えば、多くのユーザーは多元素ランプは寿命が短く、分析性能も低いと考えています。アジレントは、各種の単元素ランプと同等の性能を提供する多元素ランプを多数提供しています。これまで幅広い多元素ランプについて示したとおり、各ランプは十分な寿命を備えており、寿命が短いという通説は誤解です。性能についても、多元素ランプを推奨電流で使用した場合、単元素ランプと同等の感度が得られることがわかりました。検出下限については少し低下する場合がありますが、比較的小さい変化です。多元素ランプの性能が低いという通説も誤解です。

図 4 では、Co/Cu/Cr/Fe/Mn/Ni 用多元素ランプの多数の元素に対する性能を比較しています。左側のグラフが示すとおり、

図 2





初期ウォームアップ時間後の各元素の短期安定性は非常に良好です。右側のグラフは、フレーム AAS のマニュアルに記載されている各元素の予測される検量線を示しています。大きい方の検量線は多元素ランプを使用して得られる各元素の感度を示しています。測定された感度はマニュアルで予測された性能と一致しています。このとおり、多元素ランプをランプタイプの推奨条件で使用した場合、性能の低下はないことがわかります。

操作のヒントと推奨事項

前述のとおり、多元素ランプでは単元素ランプ使用時と異なる使用条件が必要な場合が多くあります。多元素ランプを使用する場合、ランプ電流や推奨スリット幅のほか、推奨波長も異なることがあります。しかし、推奨条件で使用すれば、多元素ランプでも単元素ランプと同等の性能が得られます。

その他にも、HC ランプを使用する際に注意しなければならないことがあります。まず、ランプの一般的な取り扱いと操作についてです。ランプへの過度の衝撃や圧力を避ける必要があります。また、機器の光学システムへの光が通過するランプの端の窓に指紋が付かないようにする必要があります。皮膚の油脂がこの面に蓄積すると光学系へ透過する光が減少し、性能が低下するおそれがあります。これは、発光波長が UV 領域内の元素の場合や、As、Se、Ni などの元素用の比較的強度が低いランプの場合に特に影響が大きくなります。

分析開始を開始するときに必ずランプを 10 分程度ウォームアップして出力を安定させることと、すでに説明したとおり、推奨使用条件で使用することをおすすめします。アジレントのランプの場合、ベースのラベルにこれらの条件 (推奨電流、波長、スペクトルバンド幅など) が記載されており、簡単に確認できます。ランプの使用中は、性能をモニタリングすること、特に、最適化中に表示されるパーセント「ゲイン」値をモニタリングすることを推奨します。この値を、アジレントのウェブサイトに掲載されている一般的な「ゲイン」値 (<https://www.agilent.com/en/support/icp-ms/kb005762>) と比較してください。ランプの「ゲイン」値が大

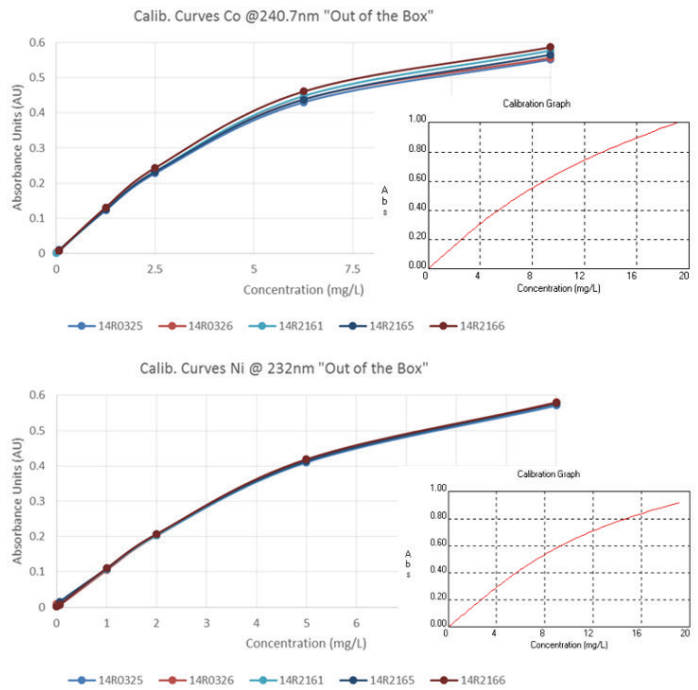
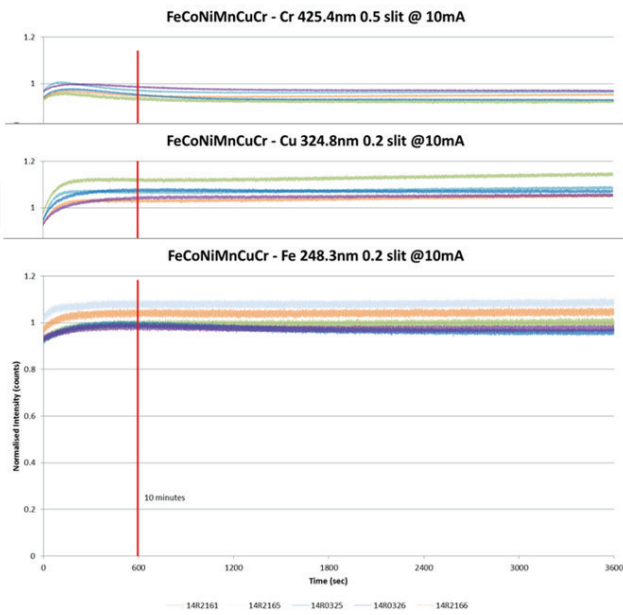
きく変化した場合、ランプが寿命に達している可能性があります。グラファイトファーンエスシステムを使用する場合、ファーンエスのワークヘッドを光路に配置せずにランプの位置を調整することを推奨します。最初にランプの位置を調整してからワークヘッドを配置し、ワークヘッドの位置を調整することにより、グラファイトファーンエスシステムのワークヘッドを通過する光のスルーputを最大限にすることができます。

考慮すべき別のタイプの光源ランプとして重水素ランプがあります。このランプは AA システムのバックグラウンド補正のために使用されます。大半の AA 機器で、重水素ランプは特に 200 ~ 400 nm の波長範囲で使用されます。このランプは 400 nm 以上では使用可能な出力が得られないため使用しません。観察されるバックグラウンドの大半は 200 ~ 400 nm です。アジレントのバックグラウンド補正システムは優れた機能を備えており、バックグラウンドで最大 2.5 吸光度単位の補正を行うことができるほか、測定間の遅延が 2 ms 未満の高速補正を行うことができます。このため、バックグラウンド補正装置の使用中に発生する補正エラーを最小限に抑えられます。

重水素ランプに関するその他の一般的な質問を以下に示します。

- ランプは常にオンになっていますか？ 答えは「いいえ」です。ランプは初期化中のみオンになり、その後は分析中の現行メソッドでバックグラウンド補正を使用しない限りランプはオフになります。
- ランプの寿命はどれくらいですか？ 多くの変動要素があるため特定の値を示すことは困難ですが、一般的な寿命としては 1,000 使用時間以上を見込んでいます。バックグラウンド補正装置を頻繁に使用するユーザーの場合は、通常、年 1 回の交換が必要になります。

次に、AA システムの性能を最大化するために役立つその他のヒントについて説明します。



ネブライザの詰まりの防止

ネブライザの詰まりを防止しようとする場合に最も重要な考慮事項の 1 つは、洗浄液を使用することです。つまり、サンプル間に加えて、特に、分析の終了からフレームの消火までの数分間にも、試薬ブランク溶液でネブライザをすすぎます。これによってネブライザのサンプル残留物が除去され、詰まりの発生の防止に役立ちます。詰まりにはサンプル前処理も大きく影響します。大きな粒子をサンプルから除去する必要があります。つまり、サンプルのろ過または遠心分離を行います。遠心分離を行う場合は、オートサンプルラを使用するときや、手動サンプリングを行うときでも、サンプルベッセル内にある堆積物のレベルを超えるサンプリングを行うことが重要です。サンプル間のサンプルキャピラリの拭き取りでは、リントフリー布を使用してください。その他の布を使用すると繊維が蓄積し、ネブライザが詰まる可能性があります。ネブライザが詰まったときの最良の解決策は、ネブライザを完全に分解して、洗浄溶液を入れた超音波洗浄器にかけることです。その後、ネブライザをすすいで再度組み立てます。クリーニングワイヤを使用して詰まりをすぐ取り除くこともできますが、これは短期的な解決策です。しかし、「防止」を考えてサンプル前処理を行い、サンプル導入システムのすすぎを行うことが常に最良の方法です。

原子化システムのチューニングもネブライザの詰まりの抑制に役立ちます。そのため、ほぼすべてのアプリケーションでスプレーチャンバ内にミキシングパドルを取り付ける必要があります。感度と精度の組み合わせが最適になるように、インパクトビードの位置を最適化します。ナローボアキャピラリチューブを使用します。感度を上げたい場合は、ミキシングパドルを取り外してかまいません。インパクトビードをネブライザから離して調整することができます。ワイドボアチューブを取り付けると取り込みレートがかなり高くなり、結果として感度が向上します。ノイズレベルは少し上がりますが、信号も大幅に上がります。したがって、全体的な S/N 比性能が向上します。高レベルの溶解固形分があり分析が難しいサンプルでは、ミキシングパドルが取り付けられていることを最初に確認してください。次に、ビードを最高の感度に調整し、ビードアジャスタを時計回りに半回転以上回し、最適な感度位置から

ネブライザに近づけます。これは感度が少し（おそらく 10% 程度）低下することを意味しますが、ネブライザに近づけることによって、サンプル導入システムが詰まりにくくなります。そしてもちろん、長期的な性能と安定性を改善できます。

1 日の最後の分析完了後に行う手順は機器性能に大きく影響するため、この手順の検討も重要です。推奨されるシャットダウン手順は次のとおりです。

- フレームをシャットオフする前に数分間洗浄液を吸引します (ネブライザを洗浄してサンプル残留物を除去するため)
- フレームを消火してバーナーを冷却します
- バーナーを取り外し、スプレーチャンバに水 500 mL 以上を通します (液体トラップの酸残留物を洗浄するため)
- 廃液ベッセルを空にします
- 機器へのガスの供給を遮断します
- ソフトウェアを終了します
- 機器のスイッチをオフにします

この手順に従うことにより、サンプル導入システムを完全にフラッシュアウトし、酸残留物をすべて洗浄します。これにより、詰まりと機器の劣化の可能性が低下します。

サンプル導入システムのメンテナンス

ここでは原子化システムの清掃に役立つガイドラインについて説明します。バーナーの取り扱いには、多くのユーザーが苦労していると思われます。バーナーの清掃については、バーナー、特にバーナースロット内部の研磨を推奨しています。真鍮の清掃に使用するような金属研磨剤を使用してください。ここでは「ブラッソ (Brasso)」という研磨剤を使用していますが、これが入手できない場合は、真鍮清掃用として推奨されている液体金属研磨剤で十分です。バーナークリーニングストリップを使用して、金属研磨剤をバーナースロット内に入れます (図 5 上)。次に、カードを使用してバーナースロットの内部の両側を研磨します。研磨するほど、性能が改善します。清潔でよく研磨されたバーナーを使用すると性能が大きく向上し、詰まりにくくなります。

スプレーチャンバの清掃はいたってシンプルです。分解して洗浄溶液で洗浄します。内部コンポーネント、特にガラス製インパクトビードの状態をモニタリングすることも重要です。図 5 (下) は使い込まれたビードの状態を示しています。これはくぼみが多くなり多くなっています。ビードの表面に圧痕やくぼみが多く見られる場合、サンプルフローの粉碎に関する性能が低下します。このような場合はビードをただちに交換する必要があります。機器の性能をコントロールできるので、インパクトビードは重要です。外部ビードアジャスタを使用して、ビードの位置をコントロールできます。ビード位置を調整することで、機器をチューニングして必要な感度を得ることができます。ビードをネブライザから遠ざけると信号が増加します。信号が最大になる位置よりもさらにビード位置を遠ざけると、再び吸光が低下します。ビードのポジショニングは適切な性能を実現するために重要です。

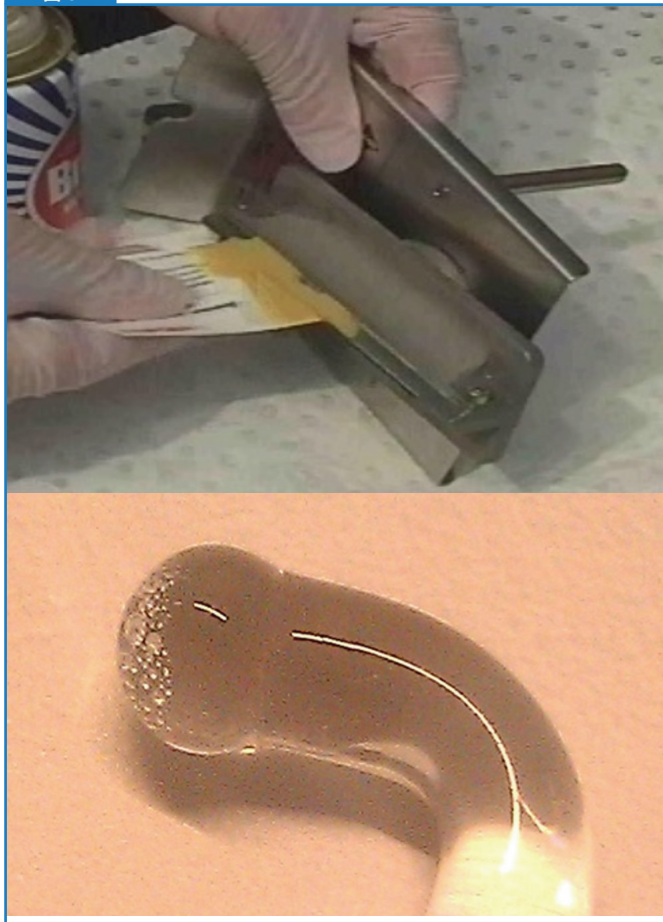
正確な標準溶液

すべてのサンプル測定は、初期キャリブレーションを基準にして実行されるため、分析の精度はキャリブレーション標準溶液の正確さに依存します。使用するキャリブレーション標準溶液には混入異物があってはなりません。また最も重要なのは、極めて堅牢かつ確実な技術を使用して認定されており、それを証明できることです。「認証標準物質」(CRM) とは、証明書が付属し、正確な標準または単位へのトレーサビリティを確立する手順によってその濃度値のうち 1 つ以上が証明されており、各認証値の不確か性が規定された信頼性レベルである標準物質のことです。

キャリブレーション標準溶液の調製に CRM を使用すると、正確性が増し、トレーサビリティを確立できます。また、不確か性の測定を定量化できます。お客様が CRM の使用を望む理由として、規制への対応も挙げられます。オーストラリア国立試験認可者協会 (NATA) や英国認証機関認定審議会 (UKAS) など各国の規制機関は ISO Guide 34 認定ラボに対し、メソッドの検証/妥当性確認で CRM の使用 (可能かつ適切な場合) を求めるようになっていきます。

アジレントの CRM は、ISO 9001、ISO Guide 34 に準拠した施設で製造され、ISO/IEC 17025 認定試験ラボで認定を受けています。アジレントの標準溶液は利用可能な最高純度の元素および化合物 (通常、99.999+) と、高純度の酸および溶媒を使用しています。Agilent ICP-MS を使用して原料の微量不純物が分析されています。金属には酸による事前洗浄と高純度水によるすすぎが施され、塩は一定の重量まで乾燥されています。溶液はウルトラクリーン環境内で重量法により調製されています。反応容器からの汚染を防ぐため、洗浄済みの高密度ポリエチレン (HDPE) 容器または PTFE 容器で酸分解を実施しています。天秤および計量フラスコは NIST の手順に従って校正されています。石油系標準

図 5



溶液の混合は洗浄済みの HDPE またはガラス製リアクタ内で行っています。

アジレントの分光分析用 CRM は、NIST が開発した高性能分光分析プロトコルと従来の湿式化学法 (滴定法または重量法) を使用して認定されています。また、認定濃度および不確かさの値は、NIST 3100 シリーズの分光分析標準液でトレース可能であり、最高レベルの精度とトレーサビリティを実現しています。これらの標準液は、洗浄済みの HDPE ボトルにパッケージされ、密封ポリ袋で出荷されます。ボトルは酸溶脱で、使用前に脱イオン水で 3 回すすがれています。これらの標準液の保存可能期間は最長 18 か月と長く、このことは、Guide 34 認定の要件の一部として実施される長期安定性試験により裏付けられています。

アジレントのすべての標準溶液に包括的な分析証明書 (COA) が付属します。微量不純物は、Agilent ICP-MS で分析され、ICP-OES/ICP-MS 用標準試薬の COA に明記されています。

アジレントは、分光分析 CRM のすべてのラインアップを提供しています。これらの製品は、ISO 17025 および ISO Guide 34 に基づいて、AA、MP-AES、ICP-OES、および ICP-MS 用に製造されています。アジレントは、潤滑油添加剤、摩耗金属、および石油製品の作業用標準溶液の調製用に、さまざまな種類の単元素/多元素の有機金属標準溶液、バイオディーゼル標準溶液、ベースオイル、純溶媒も提供しています。アジレントの有機金属標準液およびバイオディーゼル標準液は、幅広い単元素および多元素 CRM の生成に必要な純度と安定性を備えた有機金属物質を独自の手法で合成し、ISO Guide 34 の認定も受けています。アジレントの CRM を使用することで、ラボの品質、純度、一貫性を確保できます。

以下に、標準溶液の調製で考慮すべき質問をいくつか示します。ここで注目するのは、一般的なことでおそらくはすでに知っていることではあるものの、忘れがちであったり、手順を誤りがちであったりすることです。

- 標準溶液は「使用期限」内ですか？
- 最適な校正済みピペットとグレード A のガラス器具を使用していますか？
- ピペットの精度を定期的に確認していますか？
- 汚染を最小限にするために脱イオン水を使用していますか？
- 段階希釈をして大きな希釈ミスを防ぎますか？
- サンプルはどのように保管していますか？最高の安定性を確保するため、標準溶液は酸性化されている必要があります。プラスチックベッセル (PFA または FEP) を使用すると安定性が向上します。
- 標準溶液の補充を頻繁に行っていますか？特に微量濃度の作業を行う場合は、機器の運転ごとに新しい標準溶液を調整することが重要です。サンプル負荷量に応じて、毎日の場合もあれば週 1 回の場合もあります。

汚染の低減

サンプルは、保管中や分解中だけでなく分析中も、接触するあらゆるものから汚染を受ける可能性があるため、汚染の可能性を考慮する必要があります。試薬の純度について考慮します。常にできるだけ最良の試薬を探し、試薬の COA を確認するようにします。これはバッチによっても変わる可能性があります。サンプルの潜在的な汚染レベルはどれくらいですか？COA を確認すると、アプリケーションで問題になる可能性がある高レベルの元素が存在するかどうかを確認できます。試薬は使用後すぐに再密封するようにしてください。

よくある別の汚染原因として、試薬水があります。脱イオン水を使用していない場合や純水装置を適切にメンテナンスしていない場合、これが問題になる可能性があります。色付きピペットチップを使用する場合、特に銅、鉄、亜鉛、カドミウムなどの元素からの汚染につながる可能性があります。未処理チップの使用を推奨します。

精度の向上

精度を高めるには、サンプル分解手順にも注目する必要があります。最適な分解を使用していることを確認してください。使用しているメソッドがアプリケーションに適していることを確認する必要があります。これはブロック分解システムや高周波分解システムを使用する場合も同じく重要です。

分解中に成分の損失があったかどうかを確認しましたか？調製中に汚染があったかどうかを確認しましたか？これらを確認するために、調製プロセス中および分析プロセス中に CRM を使用します。これにより、システムが正しく動作していることを適切に確認できます。

汚染のもう 1 つの確認方法は、試薬ブランクを使用し、調整するすべてのサンプルバッチに含めることです。つまり、準備プロセス中に試薬水を使用します。これをサンプルとして測定し、高いレベルを観察した場合、汚染が発生していることがわかります。すべての分析で試薬ブランクを使用することを推奨します。すべての測定時に分解プロセスを確認する必要はない可能性もありますが、定期的に確認し、新しいメソッドを設定する場合は特に確認することを推奨します。

図 6



低すぎる状態

アセチレン流量を減らす
必要がある



適切な状態



高すぎる状態

アセチレン流量を減らす
必要がある

分析感度

機器の性能を改善するために実行しなければならない最後の確認の1つは、実現する感度の確認です。多くのユーザーが苦労している点の1つはバーナーの調整です。バーナーの垂直位置、水平位置、回転位置を最適にする必要があります。これを行うには、位置調整ストリップとクリーニングストリップを使用する方法が最適です。これらをバーナー上に配置してターゲット領域を使用し、バーナーが HC ランプからの光に対して正しい位置に調整されていることを確認することができます。この方法により、光線がバーナーのスロットに対して平行になっていることを非常にすばやく視覚的に確認できます。また、ネブライザの取り込みレートを確認することを推奨します。5 mL/min に近い範囲が理想的です。必要に応じて、ネブライザを調整することができるほか、部分的な詰まりがあってサンプル取り込みレートが低い場合は清掃することができます。これらの予備調整を行った後、標準溶液を吸引して、感度を最大限にするためにシステムをもう少し最適化する必要があります。ここでインパクトビードの位置などに注目し、アジャスタを使用して最高の感度と精度を実現できるようにします。

次に、フレームの状態に注目します。亜酸化窒素/アセチレンフレームを使用する元素ではフレームが化学的に適切な状態であることが特に重要ですが、空気/アセチレンフレームを使用する元素でも重要です。ガス流を調整することで感度を変え、性能を最適化することができます。

亜酸化窒素/アセチレンフレームを使用する場合、アセチレン流量の調整が非常に重要になります。図 6 は亜酸化窒素/アセチレンバーナーの最適化条件の例を示しています。通常、このバーナータイプを使用する場合、より多くの耐火性元素を測定する必要があります。また、これらの元素では、原子化を適切に行い、適切な信号を得るために、フレームにアセチレンを余分に追加する必要があります。一般的に、亜酸化窒素フレームを使用する場合、フレームにアセチレンを余分に追加する必要があります。マニュアルの分析条件では、フレームの内炎の形状や高さに関する注記をよく目にします。これは図 6 に示されている色付きの領域の高さのことで、フレームを高くするには、アセチレン流量を最大 8 L/min まで増やす必要があります。

推奨されるメンテナンススケジュール

ここではメンテナンスに役立つガイドラインをいくつか示します。以下はフレーム原子吸光の推奨されるメンテナンススケジュールです。なお、これらはあくまで推奨される条件であり、アプリケーションや作業負荷によってタイミングが変わる場合があります。それぞれの使用状況に基づき、必要に応じて調整してください。

最も重要なことは機器を運転するたびにを行う必要があるチェックです。始動時にボンベ内にガスが十分あることを確認します。特にアセチレンの場合、機器のガスボックス内へのアセチレンのキャリーオーバーがないようにすることが重要です。排気が正しく行われていることを確認します。ネブライザの取り込みレートを確認し、バーナーを点検して、バーナーが清潔で分析の準備ができていないことを確認します。これで分析の開始準備は完了です。

運転終了時、推奨されるシャットダウン手順に従ってサンプル導入システムを洗浄し、廃液容器を空にします。また、原子吸光システムの外側表面、特にサンプルコンパートメント内をきれいに拭き、表面に蓄積する酸残留物を除去することを推奨します。

毎週または必要に応じて、バーナーとフレーム原子化システムを清掃します。その間に、コンポーネント、特にインパクトビードとすべての O-リングの状態を点検し、それぞれが良好な状態であることを確認します。O-リングに傷、破損、明らかな伸びがある場合は、ただちに交換します。交換しないと適切に機能せず、密閉

図 7



が不十分になります。定期的に機器の光学窓を確認し、必要に応じて清掃します。

これらの手順に従うことで、良好で一貫した機器性能を実現できます。

AA 用の主要な消耗品

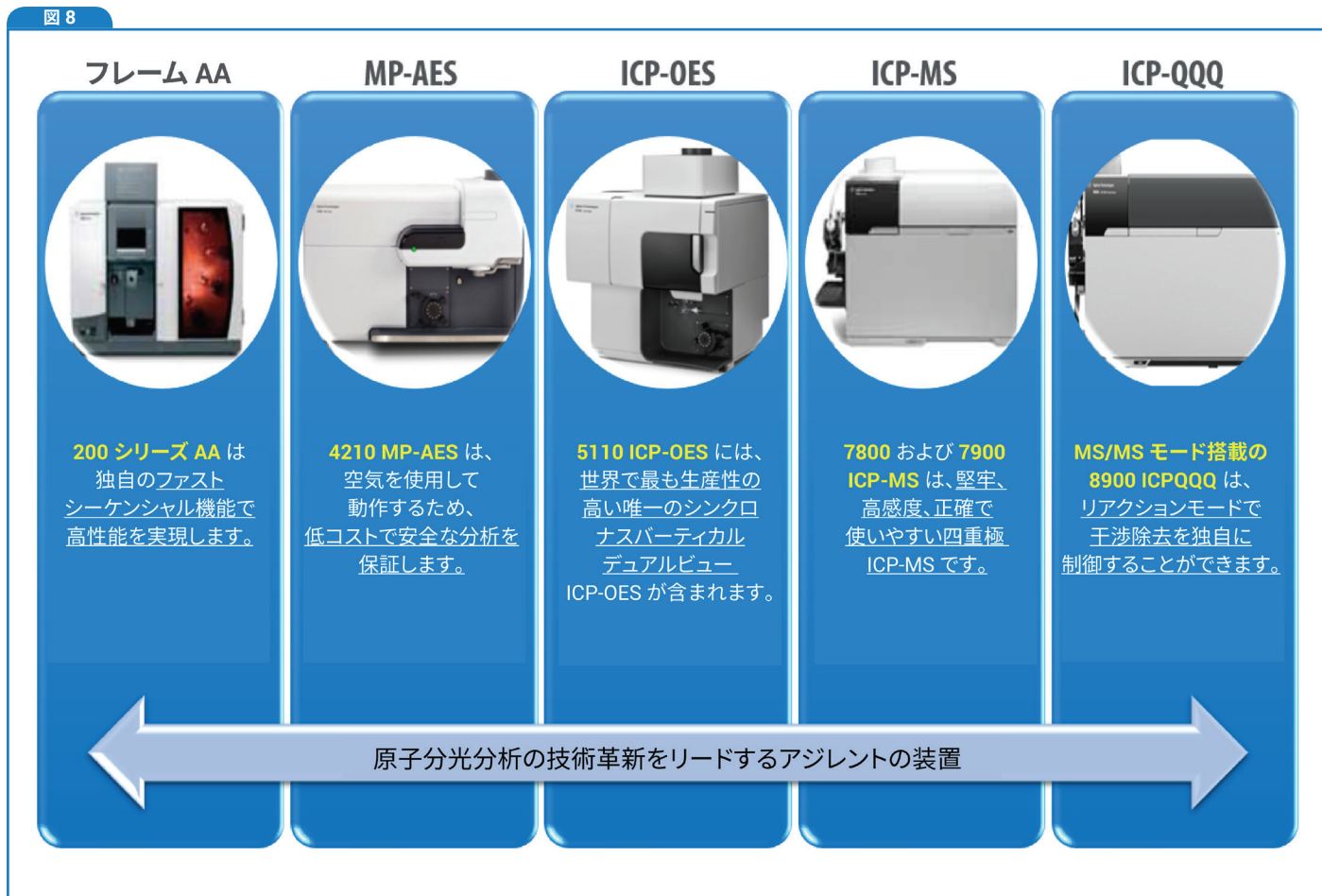
ここでは、機器の使用をサポートするために手元に置いておく一般的なタイプの消耗品と部品に関して、広範なガイドラインを示します。すべての機器では HC ランプとキャリブレーション用の標準溶液 (CRM) が必要です。フレーム AA については、インパクトビード、バーナークリーニングストリップ、ネブライザコンポーネント、キャピラリーチューブなど、手元に置いておく部品のほぼすべてがサンプル導入システム用の部品です。詰まりや破損がある場合、ネブライザを分解してコンポーネントを交換し、分析を続けることができます。

また、このプレゼンテーションではその他の AA 技術については詳しく説明していませんが、手元に置いておくよい主要な消耗品が他にもいくつかあります。グラファイトファーネス AA システムについては、グラファイトチューブ、サンプルバイアル、オートサンプル用の分注キャピラリーおよびシリンジ、マトリックス移動相溶媒が必要です。気化 AA システムについては、石英製原子化セル、ペリスタルティックポンプチューブ、接続チューブが必要です。

アジレントは広範な消耗品キットを提供しており、このキットでは必要な消耗品を基本的にすべて 1 つの部品番号にバンドルしています。フレーム AA 用 (図 7)、グラファイトファーネス AA 用、その他のいくつかの技術用のキットのほか、その他のアクセサリも用意しています。各キットには、通常 1 年間の機器のルーチン操作をサポートするために必要なすべてのコンポーネントが含まれています。

これらのいずれかのキットがあると、必要なときに必要な消耗品を用意できるため非常に便利です。これらの消耗品キットを毎年注文することで、最適な機器の性能を年間を通じて確保できます。

図 8 はアジレントの原子分光分析ポートフォリオの概要です。アジレントは、フレーム AA システムからハイエンドの ICP-QQQ



ICP-MS まで幅広い機器を提供しています。ICP-QQQ ICP-MS は MS/MS 機能を備え、リアクションモードで干渉除去を独自に制御することができます。使用する手法や実行する分析のタイプを問わず、アジレントは特定のアプリケーションに必要な製品を提供します。

概要

ここまで、最大限の性能を引き出して、機器から高品質なデータを取得するためのヒントとガイドラインを示してきました。お客様が抱える課題の多くはサンプル導入システムの条件や設定によって異なります。サンプル導入システム（バーナー、スプレーチャンバ、ネブライザ）の設定、条件、メンテナンスに注目し、それらの領域で適切なメンテナンスを行うことで、最高の性能を実現できます。

サンプル導入システムのいずれかの場所に堆積物があると、サンプルのフレームへの導入レートに影響し、信号ドリフトや潜在的な汚染発生の原因になる可能性があります。この領域を適切にメンテナンスすることで結果を改善し、データ品質を向上させ、潜在的な問題を克服することができます。ルーチンメンテナンス手順を確立することにより、分析者は簡単な方法で問題を識別し、修正できるようになります。

これらのヒントとガイドラインは機器のメンテナンスに役立ち、機器から最大限の性能と生産性を引き出す助けとなります。

リソース

最後に、有用な追加のリソースの概要を示します。アジレントは先ごろ、「AA 技術情報」を公開しました。これはすべての原子吸光機器ユーザーのための情報ページです (<https://www.chem-agilent.com/contents.php?id=1005561>)。「AA 技術情報」の主な特徴の 1 つは、フレーム、原子吸光、グラファイトファーンズ原子吸光、HC ランプのメンテナンスとトラブルシューティングに関するビデオです。

以下は原子吸光ユーザーをサポートするために提供されている追加リソースの一覧です。

Lamp FAQs: <https://www.agilent.com/search/?No=0&Nrpp=20&Ntt=lamp+FAQs&redirect=0>

Atomic absorption parts and supplies: https://www.chem.agilent.com/store/en_US/Cat-SubCat1ECS_30279/Atomic-Absorption

Application notes: <https://www.agilent.com/en-us/library/applications?N=129+900006641>

Consumables catalog for spectroscopy: http://www.agilent.com/cs/library/catalogs/public/5991-5455EN_Spectroscopy_Catalog_LR.pdf

Standards/CRMs: http://www.chem.agilent.com/Library/catalogs/Public/5991-5678EN_Chemical_Stnds_Catalog_LR.pdf

Supplies for PerkinElmer instrumentation: https://www.agilent.com/cs/library/catalogs/public/5991-6788EN_CL_Spect_AA_MiniCatalog_Offset_LR.pdf

Webinars for atomic spectroscopy: <http://www.agilent.com/en-us/training-events/eseminars>

AA Quick Reference Guide: https://www.agilent.com/cs/library/selectionguide/public/5990-9476EN_AA_Supplies_QRG.pdf



著者について

Eric Vanclay は、オーストラリア メルボルンのアジレント・テクノロジーで分光分析消耗品製品マーケティングマネージャを務めています。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、同大学で化学の理学士号を取得しています。1998 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、輸出マーケティングマネージャ、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 (原子分光分析)、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。Eric の幅広い原子分光分析法に関する経験は 30 年以上におよびます。