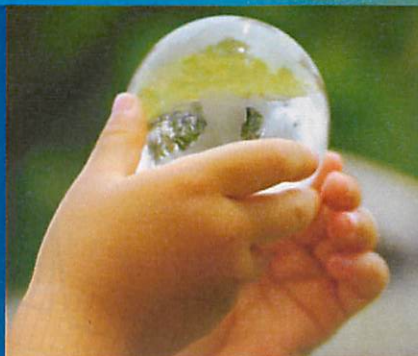




筑波大学 御中
カスタマートレーニング

Optimaシリーズ ICP発光分光分析装置の 基礎と使用方法

分析機器事業部 無機プロダクト
横浜ラボ 古川 真

<http://www.perkinelmer.co.jp/>

詳細はトレーニングマニュアル及び
取扱説明書をご参照ください



© 2009 PerkinElmer

ICP-OES Optima 7x00 series



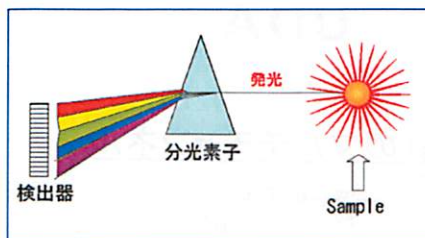
Optima7300DV

ICP発光分光分析装置

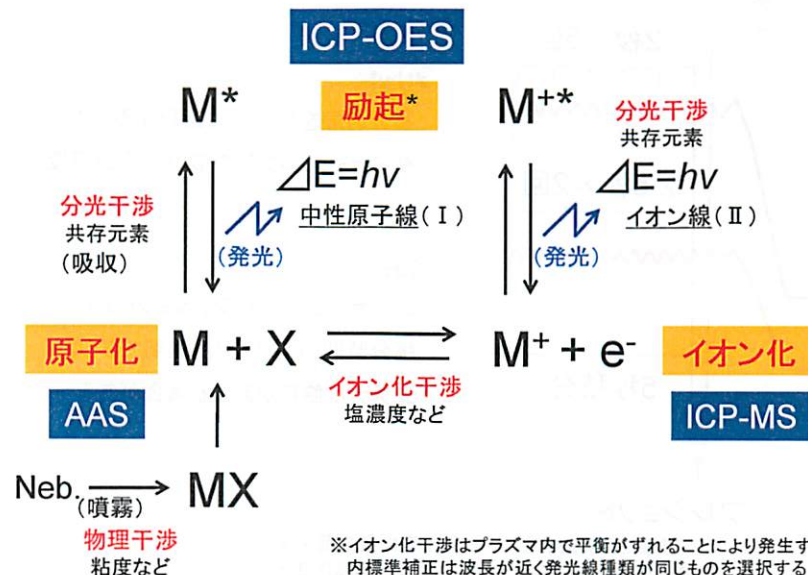
**Inductively Coupled Plasma
Optical Emission Spectrometry**

高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料中の元素を励起させ
元素特有の発光を
分光器で分離(定性)
発光強度を測定する(定量)

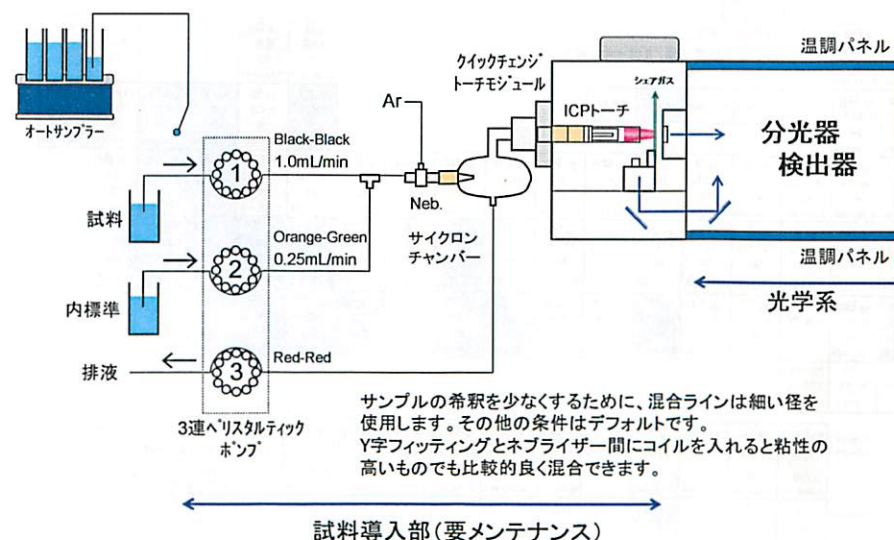


プラズマやフレイム内での元素挙動



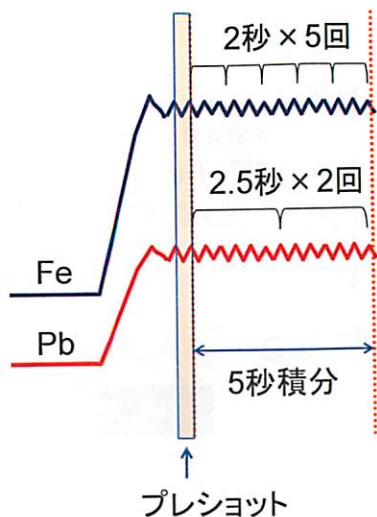
3

Optimaシリーズ 構造概略



4

2



メリット;

積分時間を自動的に選択するため
ダイナミックレンジの広い測定が可能

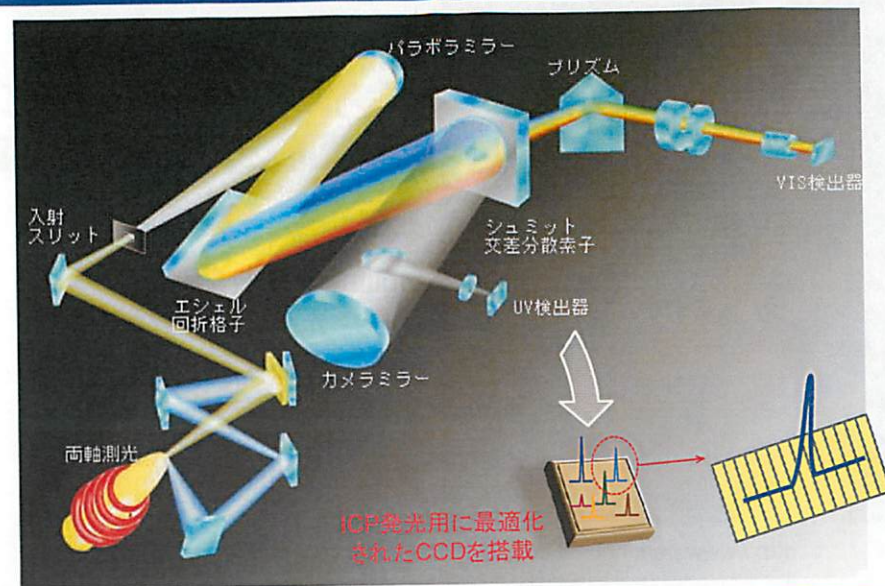
注意:

シグナル安定前にプレショットが始まると
積分時間の割り振りが適切でなくなり
シグナル飽和が起こる場合がある

プレシヨット

測定直前(予備噴霧中)に各元素の発光量を調べ
発光強度に応じて積分内容を自動的に割り振る

Optima7300DVの光学系

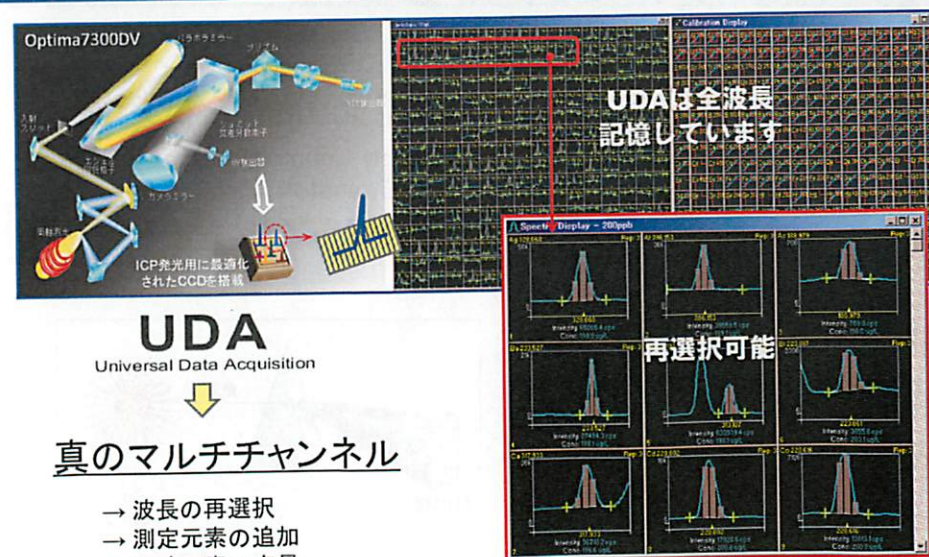


Optima7300DVの測定対象元素と検出下限表

H 水素 1		He ヘリウム 2		Li リチウム 3		Be ベリリウム 4		B 硼素 5		C 炭素 6		N 窒素 7		O 酸素 8		F フッ素 9		Ne ネオン 10	
1.676784		1.313107		6.941		9.012		10.811		12.011		14.007		15.999		18.998		20.180	
11 Na ナトリウム 11		12 Mg マグネシウム 12		13 Al アルミニウム 13		14 Si ケイ素 14		15 P リン 15		16 S 硫黄 16		17 Cl 塩素 17		18 Ar アルゴン 18		19 K カリウム 19		20 Ca カルシウム 20	
1.680592		1.285213		1.396153		1.251611		1.213637		1.180569		1.725670		1.420060		1.676902		1.400380	
21 Sc スカンジウム 21		22 Ti チタン 22		23 V バナジウム 23		24 Cr クロム 24		25 Mn マンガン 25		26 Fe 鉄 26		27 Co コバルト 27		28 Ni ニッケル 28		29 Cu 銅 29		30 Zn 亜鉛 30	
1.766400		1.303366		1.303383		1.334940		1.311071		1.257610		1.238204		1.228616		1.324752		1.213857	
37 Rb ルビウム 37		38 Sr ストロンチウム 38		39 Y イットリウム 39		40 Zr ジルコニウム 40		41 Nb タンタル 41		42 Mo モリブデン 42		43 Tc テクネチウム 43		44 Ru ルビジウム 44		45 Rh ロジウム 45		46 Pd パラジウム 46	
1.780022		1.407771		1.371109		1.343823		1.309418		1.202031		1.240272		1.343489		1.328958		1.215400	
55 Cs セシウム 55		56 Ba バリウム 56		57 La ランタニウム 57		58 Ce セリウム 58		59 Pr プラセオジム 59		60 Nd ネオジム 60		61 Pm プロメチウム 61		62 Sm サマリウム 62		63 Eu ユークリウム 63		64 Gd ガドリウム 64	
1.455531		1.455403		1.455403		1.455403		1.455403		1.455403		1.455403		1.455403		1.455403		1.455403	
87 Fr フランシウム 87		88 Ra ラジウム 88		89 Ac アクチニウム 89		90 Th チタニウム 90		91 Pa パラジウム 91		92 U ウラン 92		93 Np ネプツウム 93		94 Pu プルトニウム 94		95 Am アメリシウム 95		96 Cm カリホルニウム 96	
223		226		227		232		238		238		238		238		238		238	

多元素同時定量が可能

UDA機能（いつでもどの元素でも確認できます）

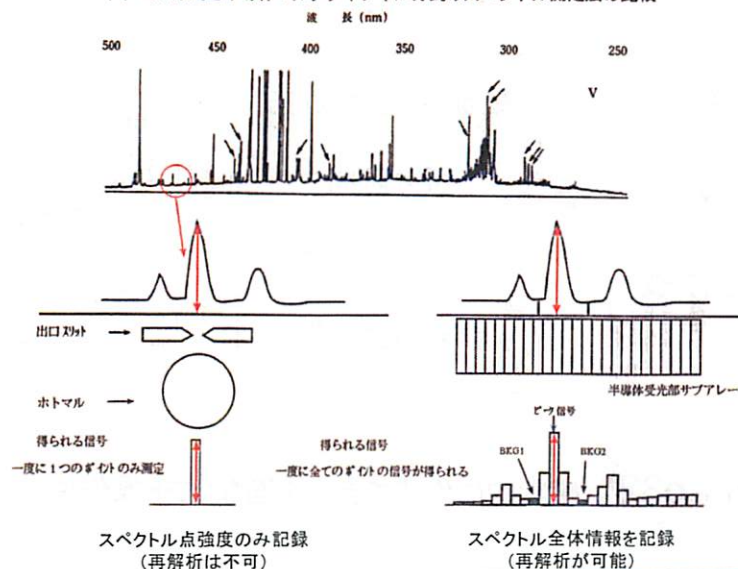


UDA
Universal Data Acquisition

真のマルチチャンネル

- 波長の再選択
- 測定元素の追加
- 干渉元素の定量
- 測定間違い・忘れ防止 etc.

ホトマル方式と半導体マルチチャンネル方式のスペクトル測定法の比較



従来にない快適な操作性をご提供いたします

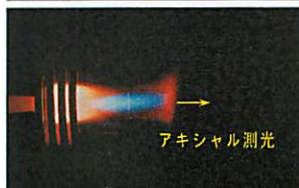
- ▶ 信頼性の高いWinLab32ソフトウェアの機能一例
 - 全波長測定モード (UDA; Universal Data Acquisition)
 - 検出下限算出の自動化
 - 検量線の詳細表示
 - ユーザー定義の管理基準
 - 各種のオーバーレンジに対応したメッセージの採用
 - QC チャート 機能 (日間変動の記録など)
 - 標準添加法 (3種)
 - 分析スタート後、次の分析メソッドの追加登録 (オートサンブラ使用時)
 - オリジナルデータの再出力
 - 日本語・英語ソフトウェア対応

ラジアル測光とアキシャル測光



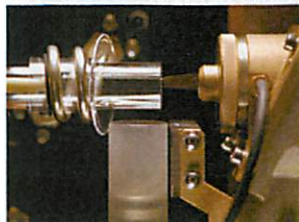
ppb~100ppm以上の広範囲・高濃度測定が可能
Na,K,Ca等イオン化干渉を受けやすい元素の測定
有機溶媒の測定

※通常はこのプラズマ形状ではありません



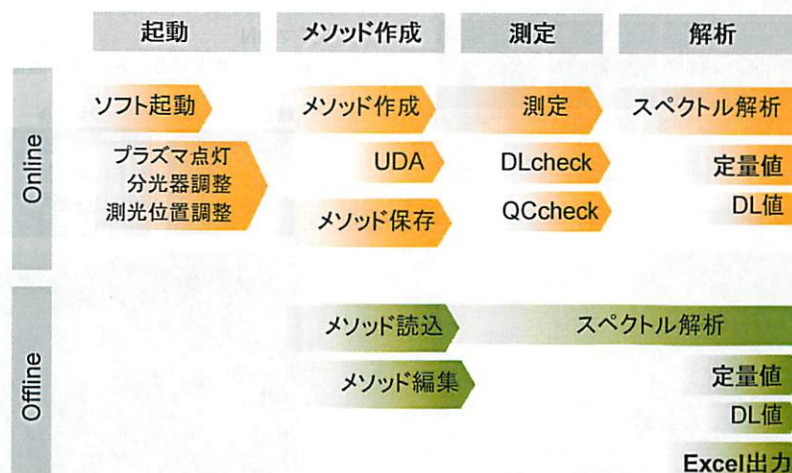
ラジアル測光と比較して約10倍の高感度測定

※プラズマの先端はシェアガスによってカットされています
アキシャルウィンドウも汚れにくい構造です



デュアルビュー測光は迅速なミラー切替により
1メソッド内で実施可能

Optima7300DV 測定手順



装置起動

周辺機器の起動(順不同)

排気ダクトON
ガスOPEN
エアーコンプレッサーON
冷却循環水ON
パソコンON

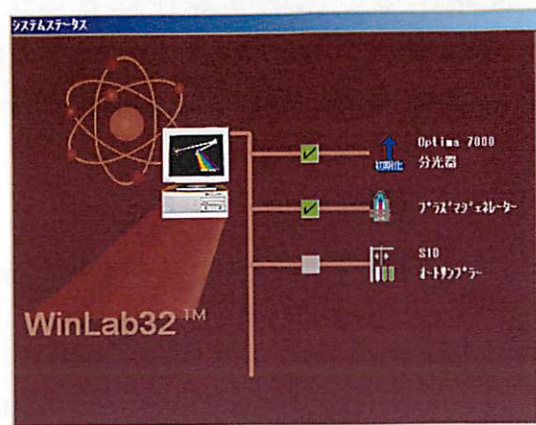


WinLab32ソフト起動



試料導入系の確認

・トーチ回り
・ポンプチューブ



ソフト起動後
自動診断が開始

測定メソッド作成手順

必ず入力

元素
波長
標準液濃度

必要に応じて

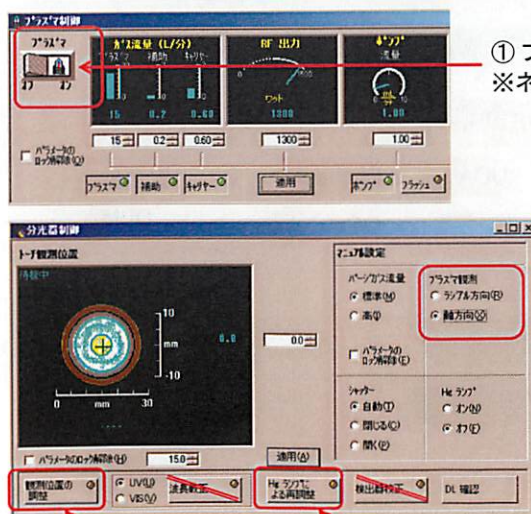
軸 or ラジアル測光
積分時間
繰返し測定数
試料置換時間

詳細な設定

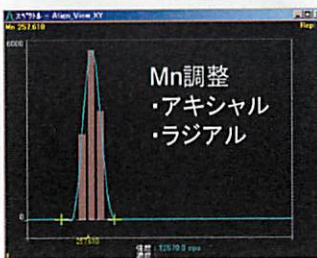
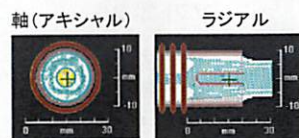
プラズマ
補助ガス
キャリアー
RF出力
ポンプ速度
パージガス
測光高さ
etc...

WinLab32 : 感覚的に作成できる快適なソフト操作性
ソフトウェア

装置調整 簡単 3ステップ



① プラズマON
※ネブライザー噴霧状況、ドレイン確認

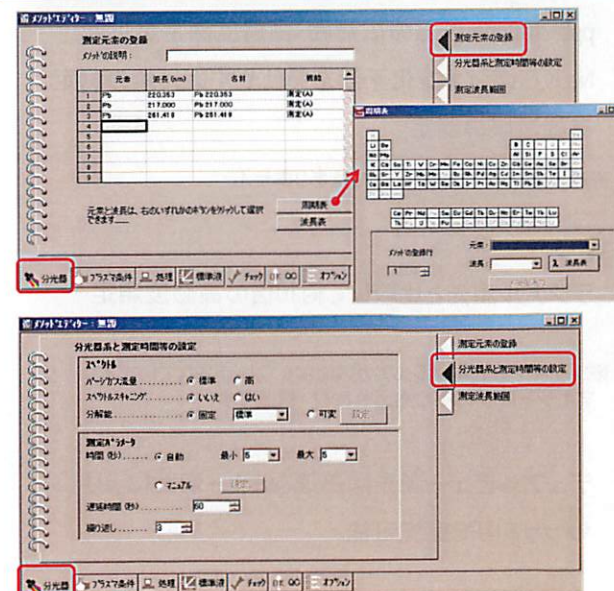


Mn1ppm標準液を測定しながら
自動的に観測位置合わせを実施(約60秒)

③ 観測位置の調整
(Mn標準液測定)

② 波長ずれの補正
(クリックするだけ)

測定メソッド作成-1/3

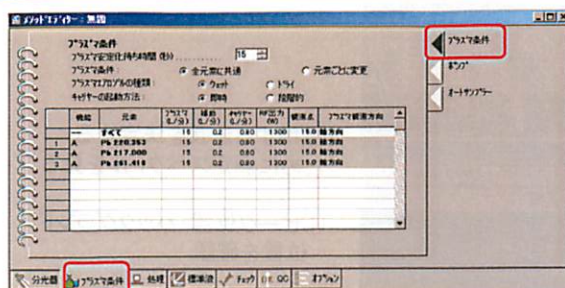


元素・波長の指定
(1元素3波長以上)

積分時間 5秒
遅延時間(待ち時間)
繰返し測定回数 n=3

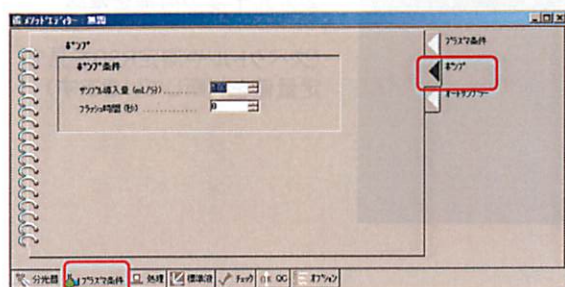
パージガス(N₂またはAr)は
185nm以下の時に高設定
(S181.9やP177.4など)

測定メソッド作成-2/3



軸・ラジアルの指定
プラズマ条件の指定

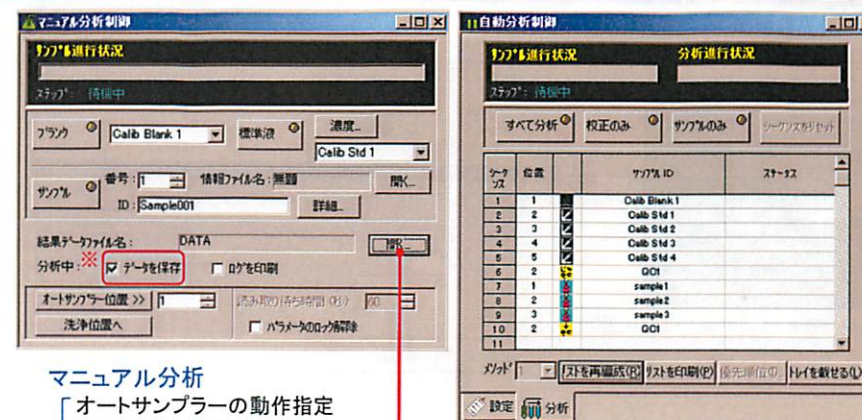
軸方向 : 低濃度測定
ラジアル : 高濃度測定
イオン化干涉抑制



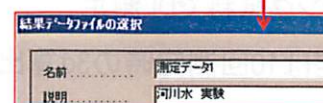
ポンプ速度の指定
(通常1mL/min)

17

測定 分析制御画面



マニュアル分析
[オートサンプラーの動作指定
待ち時間の変更]



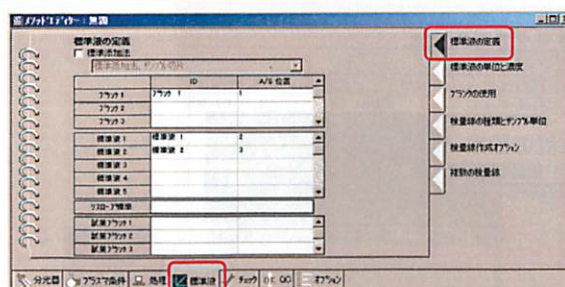
データ保存先を指定

オートサンプラーによる自動分析

割り込み分析
マルチシーケンス分析
自動停止・開始
自動エクスポート
波長の自動校正

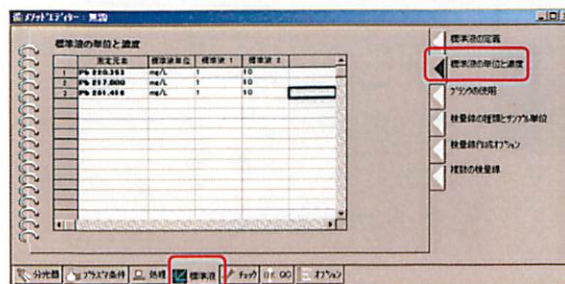
19

測定メソッド作成-3/3



標準溶液濃度の指定

標準液の調製:
硝酸 数%溶液で調製
サンプルと酸濃度は同程度に



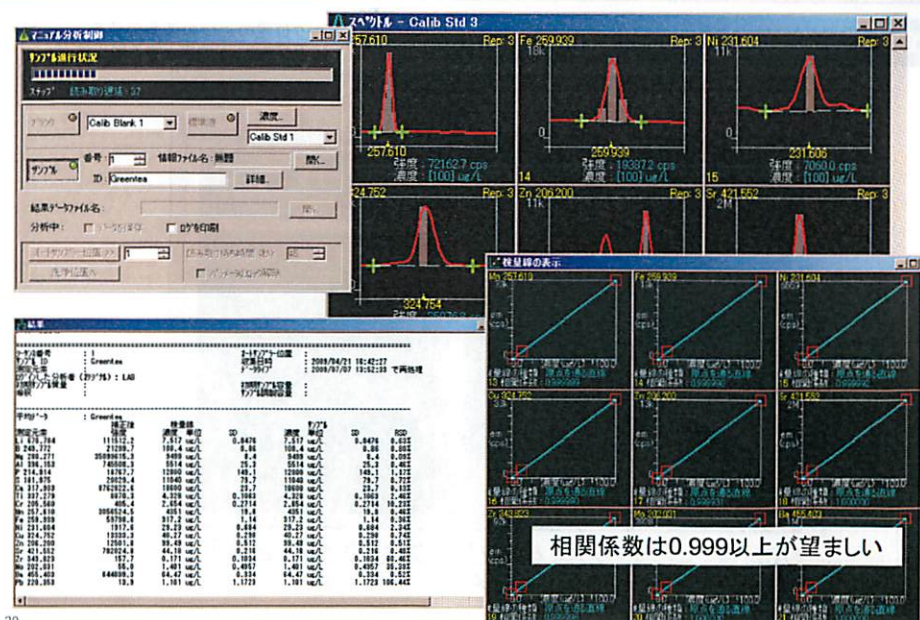
検量線はブランク含め3点以上
(測定中に追加設定も可能)



メソッドに名前を付けて保存

18

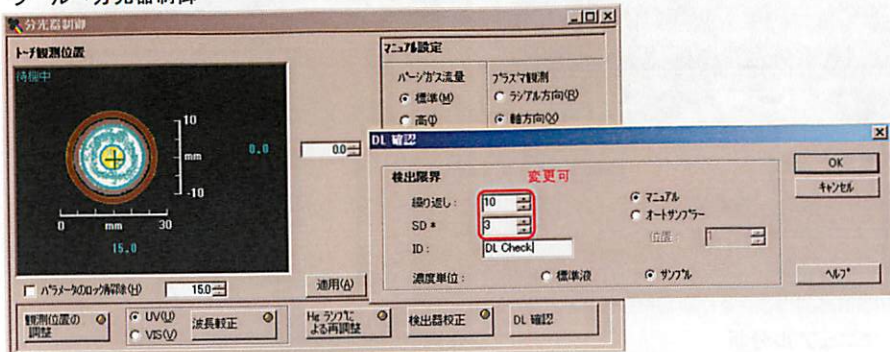
測定画面



20

検出下限の確認 (DL Check機能)

ツール→分光器制御

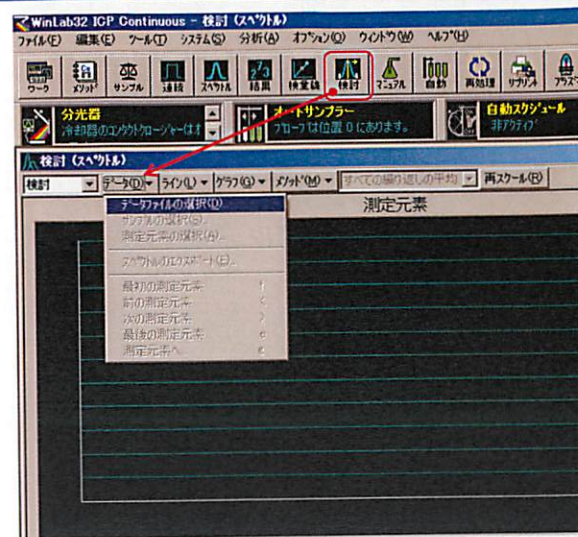


[手順] 検量線作成 → ブランク試料でDL測定
初期設定は10回測定時の3σ算出

測定時点での感度確認や、マトリクス合わせた検量線でのDLチェックに

21

スペクトルプロファイルの検討画面-1/2



採用する波長を決定するために測定スペクトルを見る

①ピーク位置・バックグラウンド位置を確認

②分光干渉の有無を確認

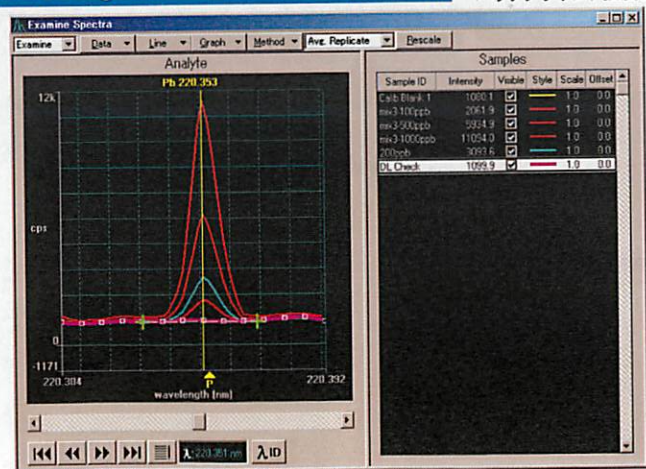
(スペクトルや測定RSDを見て定量値を判断していきます)

23

スペクトルプロファイルの検討

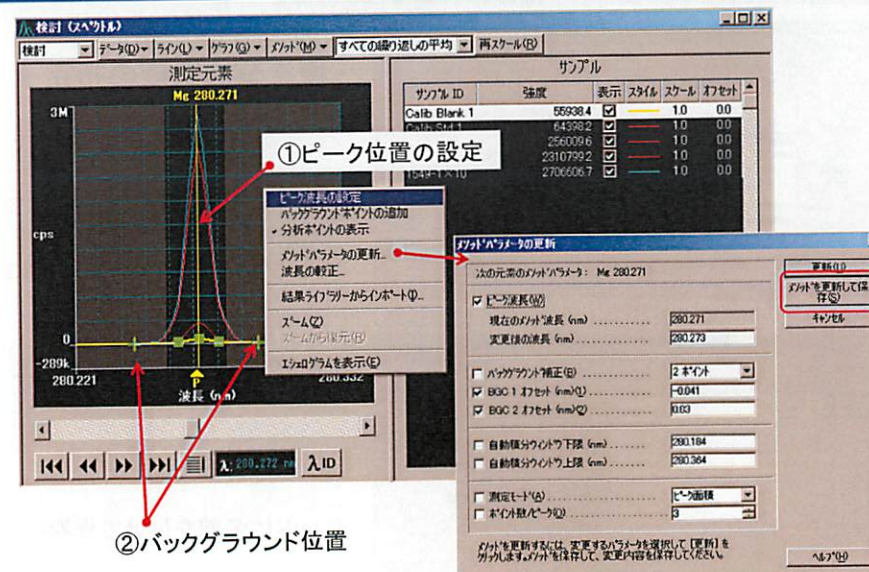
Off-Peak background correction(BGC)

ピーク位置の近傍の波長の値をバックグラウンド強度とする補正法



測定後、ピークトップとバックグラウンドポイントを設定
バックグラウンド補正をしたメソッドで再計算

スペクトルプロファイルの検討画面-2/2



②バックグラウンド位置

→ メソッドを保存し、データ再計算を行う

24

UDA機能について -1/3

とりあえず測定

UDAオンで
とりあえず1元素だけ選択
BL, mix-STD1, 2, 3, Sample... 測定

UDAにチェック
を入れておく

37

UDA機能について -3/3

再処理 (DL)

事前にDLCheck実施
済みなら再確認できます
(全ての波長データが
残っているため)

39

本記載データは参考値で実際とは若干異なります

UDA機能について -2/3

再処理

画面に全て表示

拡大表示

見たい元素を測定後に選択し再処理
どの波長でも後から定量が可能!!
真のマルチチャンネル

38

from the big picture to the smallest of details

装置の保守・修理

IPVサービス

IO/DOプログラム

アップグレード

修理対応

装置の移動

部品供給ネットワーク

アラートシステム

トレーニングサービス

カスタマートレーニング

コールセンター

ご不明な点がございましたらご連絡ください

コールセンター
045-339-5889

40