

# ICP-AES及びAA無機分析前処理の自動化

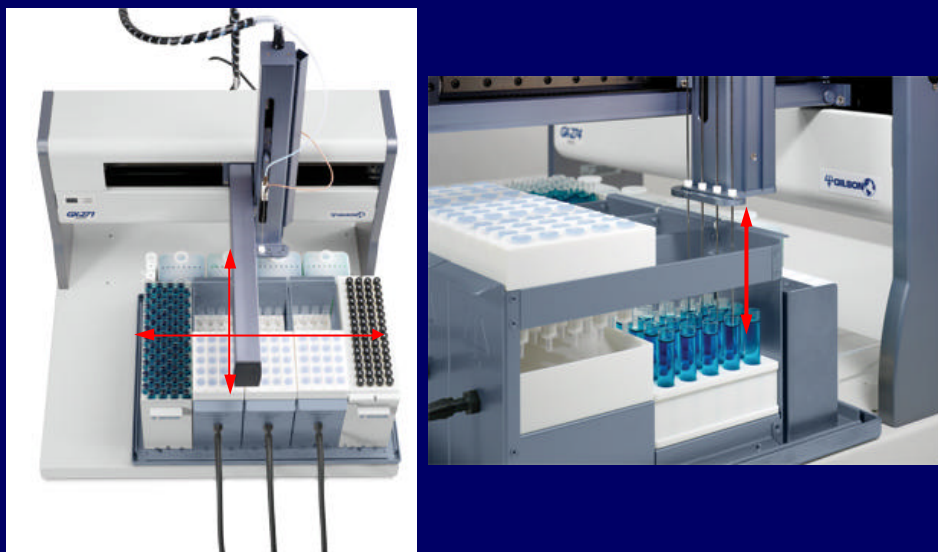
エムエス機器株式会社

トピックス :ハードウェア

リキッドハンドリング・ロボットとは？



### リキッドハンドリング・ロボットとは？



無機分析ロボットとして接液パーツの非金属化、耐酸性などが求められる。

### GILSON社 自動分注装置



無機分析前処理装置に必要とされる仕様

耐蝕性 (耐強酸)

コンタミネーションフリー

各種アプリケーション用オプション

トピックス :ハードウェア

強酸対策 :

接液部の金属パーツを徹底排除する  
ニードルをフッ素系樹脂やPEEK等非金属系 耐酸性の高い素材で構成する。

ニードル外壁に由来するサンプルのキャリーオーバーが観測される。

キャリーオーバー対策 :

サンプル液面を検知してハンドリングする  
バイアルシールをピアシングする

フッ素系樹脂、PEEK材は電気伝導性を持たず、剛性も低いいため、液面検知やピアシングといったキャリーオーバー削減策が執り難い。

非金属 強酸対策 + 液面検知対策

・プローブを電気伝導性の非金属素材で構成。

カーボングラファイト含有樹脂などを採用。(特許申請中)



23%ニッケル溶液 1mLのハンドリングにおいてキャリーオーバーは観測されなかった。

キャリーオーバー率 = 0.000068%以下

非金属 強酸対策 :

システムからの漏出金属測定 2M 硝酸 ICP-AES

Al 237.312	Ba 455.403	Be 313.042	Bi 222.821	Ca 396.847	Cd 226.502
0.86	-0.02	-0.01	-0.28	9.00	0.05
Ce 418.659	Co 230.786	Cu 324.754	Dy 353.171	Er 349.910	Eu 397.197
-0.16	-0.08	0.86	0.08	0.00	-0.03
Fe 238.204	Ga 294.363	Gd 336.224	Ho 341.644	In 303.936	Lu 291.139
-0.73	-0.57	-0.17	-0.28	-4.06	0.12
Mg 280.270	Mn 259.372	Nd 406.108	Ni 221.648	Pb 217.000	Pr 417.939
0.12	0.02	0.19	0.28	0.22	-0.68
Sc 361.383	Sm 360.949	Sr 421.552	Tb 367.636	Ti 336.122	Tm 342.508
-0.02	0.27	-0.02	0.23	0.15	-0.01
U 367.007	V 309.310	Yb 328.937	Zn 206.200		
-3.09	-0.06	0.00	0.51		

単位:ppb

## 非金属 強酸対策 + ピアッシング対策

- ・プローブを耐酸性の高い稀少金属で構成。  
タンタル・イリジウムなどの稀少金属をプローブの母材として採用。  
(特許申請中)



バイアル シールを必須とする揮発性溶媒においてもハンドリングが可能。  
(Ex :ヘキサン+油脂成分)

## 無機分析前処理 アプリケーション

サンプル希釈及び試薬添加

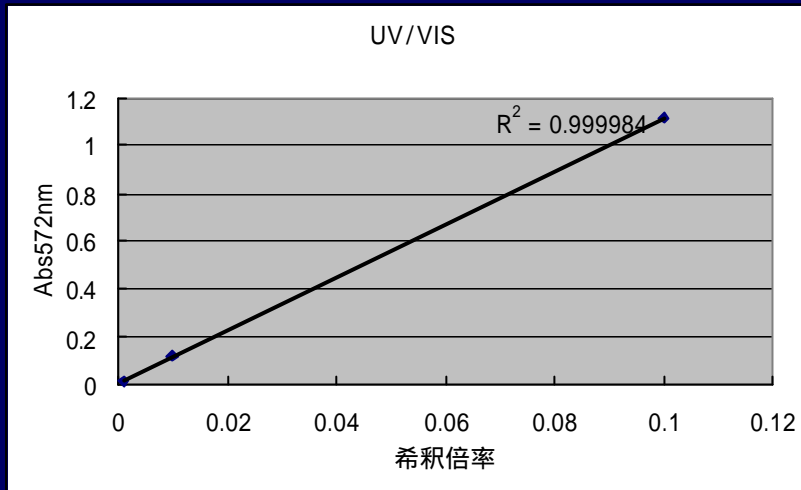
固相抽出

水素化物発生法などの反応前処理

### 希積分注

分注 希釈精度 : サンプル 色素 (プロムフェノールブルー)

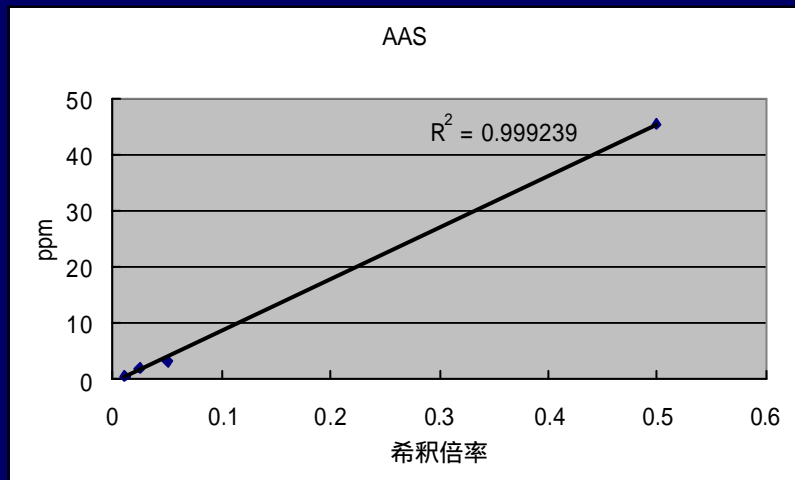
希釈倍率 (x10, x100, x1000) 測定 UV/VIS



### 希積分注

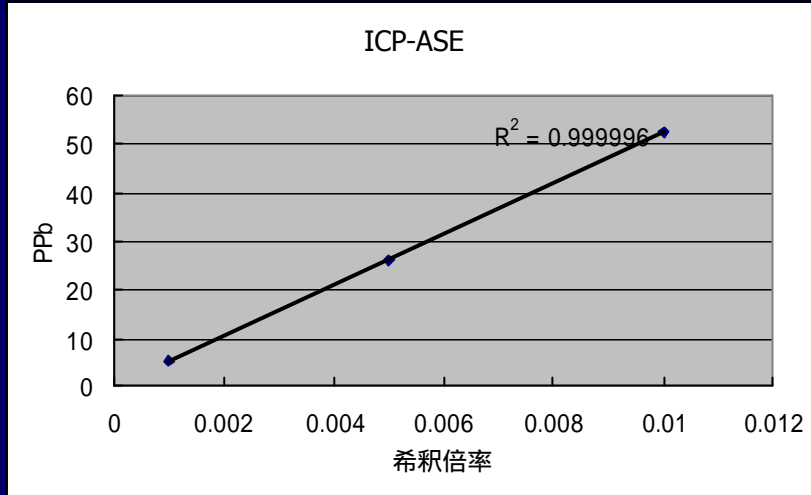
分注 希釈精度 : サンプル 鉛

希釈倍率 (x2, x20, x40, x100) 測定 AA

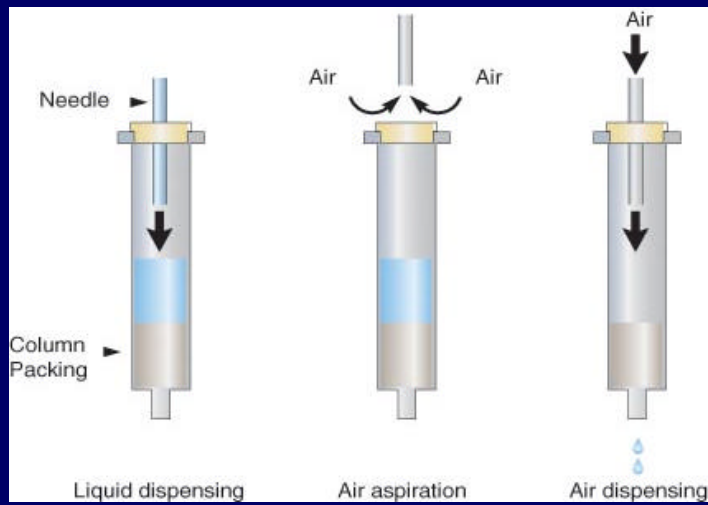


### 希積分注

分注 希釈精度 : サンプル ニッケル (x100, x200, x1000 )CP-AES測定



### 固相抽出



## 固相抽出

固相抽出メソッド :SPEカラム InertSep ME-1  
(ジーエルサイエンス製)

サンプル: 14元素をそれぞれ100ppbに調整したサンプル 10mL

ステップ	工程	溶液	容量	流速
1	コンディショニング	2M 硝酸	5mL	10mL/min
2	コンディショニング	蒸留水	5mL	10mL/min
3	サンプルアプライ	-	10mL	5mL/min
4	洗浄	蒸留水	5mL	10mL/min
5	溶出	2M 硝酸	5mL	3mL/min

## 固相抽出

固相抽出 キレート結果 :

試料	Ce 407.570	Dy 340.780	Er 337.275	Eu 381.967
回収率(%)	94.31	98.65	97.68	95.94
試料	Gd 336.224	Ho 339.895	Lu 261.541	Nd 406.108
回収率(%)	95.10	97.85	94.17	97.09
試料	Pr 422.532	Sm 359.259	Tb 350.914	Tm 313.125
回収率(%)	97.06	95.60	96.85	96.13
試料	U 263.553	Yb 289.138		
回収率(%)	100.67	93.91		

回収率平均= 96.7%



## 固相抽出

固相抽出メソッド :SPE-カラム 分子認識ゲル(MRT) AnaLig-Pb02

(IBC Advanced Technologies製)

ステップ	工程	溶液	容量	流速
1	コンディショニング	0.1M硝酸	3mL	5mL/min
2	コンディショニング	蒸留水	12mL	10mL/min
3	コンディショニング	0.03M EDTA	3mL	10mL/min
4	コンディショニング	蒸留水	12mL	10mL/min
5	サンプルアプライ	-	4mL	1mL/min
6	洗浄	蒸留水	5mL	5mL/min
7	洗浄	0.1M硝酸	3mL	5mL/min
8	洗浄	蒸留水	5mL	10mL/min
9	溶出	0.03M EDTA	4mL	2mL/min

サンプルは1000ppmニッケル/100ppb鉛を使用。

ニッケルの除去率と鉛の回収率を考察。

## 固相抽出

固相抽出 分子認識ゲル(MRT)結果 :

鉛抽出効率

サンプル	ppb
オリジナル	100
抽出処理 1	88.50
抽出処理 2	90.88
抽出処理 3	87.24
抽出処理 4	88.11
抽出処理 5	87.68
平均	88.48
CV (%)	1.60

## 固相抽出

固相抽出 分子認識ゲル(MRT)結果 :

### ニッケル除去率

サンプル	ppm
オリジナル	1000
処理後	0.046
除去率 (%)	99.9954

システム構成として2次元抽出系を容易に構築できることから、1次元目にキレート、2次元目に分子認識ゲルなど高選択抽出系構築が可能である。

## その他のアプリケーション

インジェクター ICP-AES

HPLCなどで採用されるバルブ切り替え式のインジェクション方式の適用を模索中。



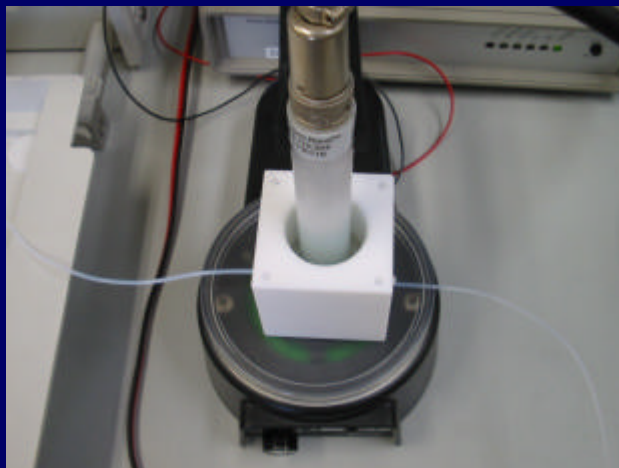
サンプル100ppb 鉛においてCV=1.6%の好成績を収める。

トピックス :アプリケーション

### その他のアプリケーション

インジェクター :ストリップングボルタンメトリー (SV)

・フロースルー型のインジェクション方式にてシステムを構築中。



カーボン電極において10ppb ヒ素(III)をCV= 3.3%の好成績にて検出

トピックス :

総括 :

#### ハードウェア :

接液パーツの金属パーツを徹底排除

- ・ニードルを電気伝導性の非金属素材で構成し液面検知に成功した。
- ・耐食性の高いレアメタルにてニードルを構成しバイアルのピアシングに成功した。
- ・キャリーオーバー対策は十分に成された。

#### アプリケーション :

- ・精密希釈システムの構築に成功した。
- ・モードの異なる固相抽出カートリッジの自動化に成功した。
- ・ICP-AES、SV等の高精度インジェクターとしての可能性が示唆された。