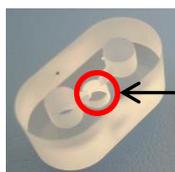


# 石英製測定容器の使い方

液体電極プラズマ発光分光法（LEP-AES）では、測定容器内の測定液に印加してマイクロ流路中にプラズマを発生させ、原子固有の発光を検出して、スペクトルを取得します。そのため、測定を繰り返すうちに、石英製測定容器内のマイクロ流路に変形や傷・汚れの付着が起こり、測定値に影響を及ぼすことがあります。このような経時変化を最小限に抑えるため、石英製測定容器の扱い方・注意点をまとめました。



このマイクロ流路部分でプラズマが発生し、光が分光器へ進みます。  
マイクロ流路部分およびその下面に変形、傷、汚れがあると、測定値に影響を及ぼします。

## 01 基本操作と取扱時の注意点

石英製測定容器への測定液の注入

ピストン式ピペットをご使用ください。  
片穴に 40  $\mu\text{L}$  ずつ、計 80  $\mu\text{L}$  程度が適量です。

石英製測定容器を MH-5000 にセット

本体の突起部に測定容器底面のくぼみを合わせます。  
注意：正しくセットされていないと、フタが閉まらなかったり、フタを閉めた際に測定容器や本体を傷つけたりするおそれがあります。

測定条件を設定し、測定

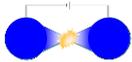
測定条件は別紙『MH-5000 測定条件設定手引き』を参考にしてください。

注意：測定液の酸濃度が高い場合や、電圧が高い場合は、測定中に測定容器内の液が飛び散ることがあります。このような場合は連続測定回数を少なくして、適宜、容器内の液量確認と測定液の補充をしてください。

石英製測定容器を取り出し、洗浄

測定液の抜取り時もピストン式ピペットをご使用ください。  
注意：ピペットチップ先端が測定容器内部に多少当たっても容器が傷つくことはありませんが、強く差し込み過ぎないようにご注意ください。

使用後は、「02 石英製測定容器の洗浄と確認方法」を参考に、きれいに洗浄して乾燥させてください。



禁止

石英製測定容器は、アルカリ性の液、高濃度のアルカリ金属溶液、高い電圧、強い物理的衝撃、腐食性の薬品により、損傷、変形あるいは破損するおそれがあります。

例 1： pH12 の液を数百スペクトル測定したところ、流路がやや広がった。pH13 の液を 50 スペクトル測定したところ、流路が広がった。強アルカリの溶液 (0.4 mol/L NaOH) を測定したところ、使用不能になった。

例 2： 高濃度の塩化カリウム溶液(20% K)を測定したところ、容器が破損した。アルカリ金属の濃度が海水程度 (ナトリウムイオンの質量濃度約 1%) であれば、容器への影響はなかった。

## 02

## 石英製測定容器の洗浄と確認方法

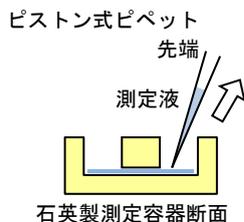
石英製測定容器は、測定のたびに洗浄して繰り返し使用します。マイクロ流路に汚れや傷がつくと測定値に影響が出ますので、測定毎に洗浄と確認を行ってください。

洗い方には下記の種類があります。

大分類	液通しによる洗い	1 mol/L 塩酸洗浄	金めっき液の剥離液につけ置き
目的	通常使用時の洗い	付着した汚れを落とすための洗い	Au, Ag, Pd などに使用
小分類	共洗い ブランク液での洗い 水洗い	印加による洗浄	測定容器内に剥離液を注入してつけ置き 白金電極を剥離液につけ置き

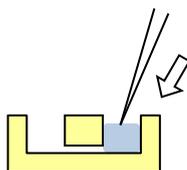
## 共洗い

前の試料に含まれる成分が簡単に洗い流せる場合の洗い方です。

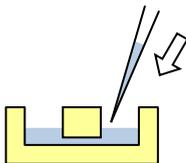
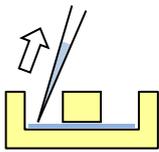
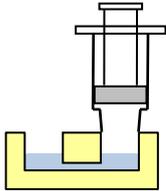
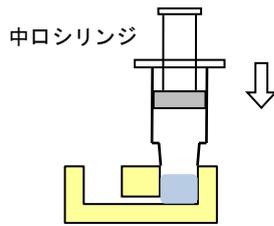
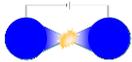


- 1) 測定容器内の測定液をピストン式ピペットで抜き取ります。

注意：ピペットチップ先端が測定容器内部に多少当たっても容器が傷つくことはありませんが、強く差し込み過ぎないようにご注意ください。



- 2) ピストン式ピペットを用いて測定容器の片方の開口部に次の測定液を 40  $\mu\text{L}$  程度注入します。



- 3) 中ロシリンジを用いて、測定液を注入した開口部からもう一方の開口部に向かって液送りします。

石英製測定容器は親水性のため、片方の開口部に測定液を注入するだけで、液が狭小部を通過することもあります。中ロシリンジで液送りすることにより、狭小部に強制的に測定液を通し、確実に共洗いできます。

- 4) 測定容器内の測定液をピストン式ピペットで抜き取ります。

- 5) 前回測定した液の残留が気になる場合は、2)～4)を繰り返します。

- 6) ピストン式ピペットを用いて次の測定液を測定容器の片穴に 40  $\mu\text{L}$  ずつ、計 80  $\mu\text{L}$  程度注入します。

### ブランク液での洗い

共洗いでは前に測定した液に含まれる成分が残留する可能性がある場合は、ブランク液を使用します。ブランク液とは、測定液と同じ溶媒で、目的元素を含まない液のことです。

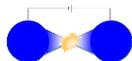
例えば、0.1 mol/L  $\text{HNO}_3$  溶媒で Pb 200 mg/L 含む液を測定した後に、同じ溶媒でより低濃度の Pb を測定するときは、以下の手順で洗います。

- 1) 最初の測定液 (0.1 mol/L  $\text{HNO}_3$  溶媒で Pb 200 mg/L 含む液) を抜き取ります。
- 2) ブランク液 (0.1 mol/L  $\text{HNO}_3$ ) で洗い、洗液を抜き取ります。
- 3) 次の測定液で共洗いし、洗液を抜き取ります。
- 4) 次の測定液を注入します。

### 水洗い

その日の測定終了時あるいは連続測定時で測定液の組成が大きく変わる場合の洗い方です。

- 1) 測定容器内の測定液をピストン式ピペットで抜き取ります。
- 2) 洗瓶またはピストン式ピペットを使用して純水を測定容器開口部に注ぎます。
- 3) 中ロシリンジで測定容器の片方の開口部からもう一方へ通液します。
- 4) 2)と 3)を 2, 3回繰り返します。
- 5) エタノールを測定容器開口部に注ぎます。
- 6) 中ロシリンジで測定容器の片方の開口部からもう一方へ通液します。



7) 窒素ガスを吹き付けて乾燥させます。

窒素ガスによる乾燥ができない場合は、使用前に共洗いにより測定容器内部に残った水を除去してください。

### 洗浄状態の評価（前回測定液の残留評価）

(1) ブランク液、(2) 測定対象の試料、(3) ブランク液の順に測定します。(1)と(3)とでブランク液のスペクトルに変化がないか調べます。

LepiSuite LEP\_Analyzer の洗浄チェック機能でも確認することができます。詳細は LepiSuite LEP\_Analyzer ヘルプを参照してください。

1) ブランク液を測定容器に注入し、測定します。

ブランク液の例：0.1 mol/L 硝酸、0.1 mol/L 塩酸

2) 共洗いもしくは水洗いにより、測定容器を洗浄します。

3) 測定試料を測定容器に注入し、測定します。

4) 共洗いもしくは水洗いにより、測定容器を洗浄します。

5) 再度ブランク液を測定容器に注入し、測定します。

6) 1)と 5)の測定スペクトルを比較します。

ピーク位置、高さは一致していますか？

3)で測定した試料が残留していると、ブランク液では存在しないピークが見えることがあります。また、酸化物を作りやすい元素（例：Cr, Fe）あるいは有機物が多く含まれる試料を石英製測定容器に注入して印加すると、マイクロ流路に固形物が付着することがあります。付着すると、発光強度が低下して、正しく測定できません。

ピーク位置、高さが一致しないときは、試料成分の残留や付着があります。再度、洗浄してください。洗浄後に再度ブランク液を測定して、1)で測定したスペクトルとピーク位置、高さが一致しているか、確認してください。

### 1 mol/L 塩酸洗浄

液通しによる洗いでは成分残留がみられるとき、マイクロ流路に固形物が付着したときの洗い方です。注意：洗浄により測定容器が傷つくことがあります。より穏やかな洗浄方法から順に試みてください。

1) 前述の水洗いをします。

2) 1 mol/L 塩酸洗浄発光をします。

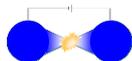
a) 1 mol/L 塩酸を測定容器に注入します。

b) 測定容器を MH-5000 にセットし、600 V, (3/2)×10 の測定条件で洗浄発光します。

回数は、20～100 回程度です。

注意：何回か洗浄発光すると、最初に見えなかったピークが途中で現れることがあります。これは、容器内壁にこびりついていた成分が洗浄発光により溶液中に溶け、発光したためです。このようなときは液を入れ替えて再度洗浄してください。

3) 前述の水洗いを再度します。



## 金めっき液の剥離液につけ置き

Au, Ag, Pdなどは、測定容器内部および電極に付着・残留しやすく、1 mol/L 塩酸洗浄でもきれいにするのが困難です。金めっき液の剥離液（例：AURUM-101, 関東化学）を使用すると、10分程度のつけ置きできれいになります。

標準液でのテストで効果があった元素：Au, Ag, Pd, Cu, Ni

### <測定容器のつけ置き>

- 1) ピストン式ピペットを使用して、測定容器内に AURUM-101 を注入し、所定の時間、つけ置きます。

つけ置き時間は10分が目安です。手順4)の残留確認測定を行って、時間を調整します。

- 2) つけ置き終了後、容器内の AURUM-101 を抜き取り、廃液入れに捨てます。
- 3) 水洗いします。
- 4) ブランク液を測定して、測定対象元素の残留ピークが見えなくなったことを、確認します。

注意：取扱いの前に AURUM-101 の安全データシートを参照してください。非常に揮発性が高いため、フタをせずに長時間放置すると、周囲の物が着色するおそれがあります。

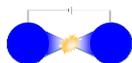
### <電極のつけ置き>

測定容器のつけ置きと同時に行います。

- 1) ピストン式ピペットを使用して、別の測定容器内に AURUM-101 を注入します。使い捨ての樹脂製容器が推奨です。
- 2) 測定装置に上記1)の容器をセットし、フタを閉めて、電極を AURUM-101 につけ置きます。
- 3) 所定時間のつけ置き後、フタを開けて容器を取り出します。
- 4) 電極回りに付着した AURUM-101 を綿棒で丁寧に拭き取ります。
- 5) 上記の手順でつけ置き洗浄を終えた測定容器を使って、残留確認の測定をします。
- 6) つけ置き洗浄に使用した容器内の AURUM-101 を抜き取り、廃液入れに捨てます。

注意：電極が刺さっている穴を通して、フタの内部に AURUM-101 が入り込むことがあります。洗浄終了後、すぐに電極回りの拭き取りを行ってください。

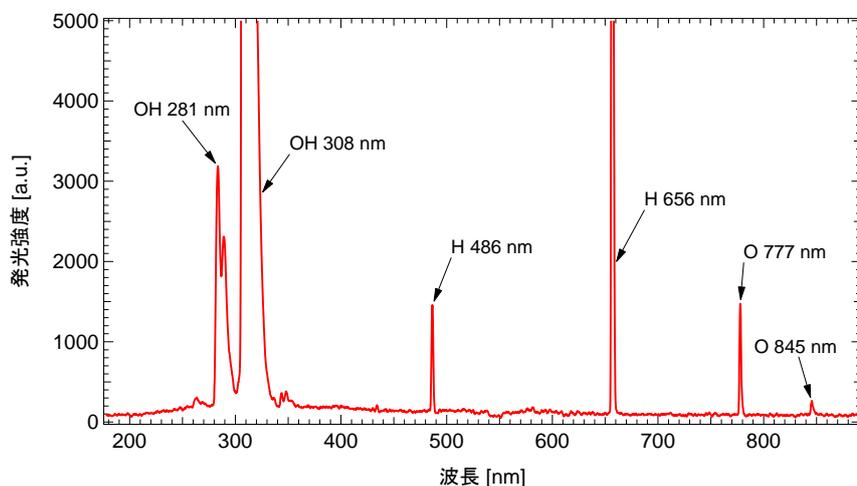




## 03

## 参考

MH-5000 で測定して得られたスペクトルには、目的元素のピーク以外に、試料に含まれる物質のピークが見られます。



装置 : MH5000 s2086

測定液 : 0.1 mol/L HNO<sub>3</sub>

測定条件 :

電圧 800 V

On 時間 3 ms

Off 時間 2 ms

積算回数 10

目的元素以外のピーク :

OH (H<sub>2</sub>O 由来)

H (H<sub>2</sub>O 由来)

O (OH がさらに分解して  
できたピーク)

目的元素のピークがこれらのピークにかぶらないよう、測定条件、ピーク位置に留意してください。

 MICRO EMISSION

株式会社マイクロエミッション

〒923-1211 石川県能美市旭台 2-13 いしかわクリエイトラボ

TEL 050-5236-1111

Mail support@microem.co.jp

http://www.microem.co.jp/