

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4324701号
(P4324701)

(45) 発行日 平成21年9月2日(2009.9.2)

(24) 登録日 平成21年6月19日(2009.6.19)

(51) Int.Cl.

GO 1 N 21/73 (2006.01)

F I

GO 1 N 21/73

請求項の数 5 (全 11 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2005-97858 (P2005-97858) (22) 出願日 平成17年3月30日(2005.3.30) (65) 公開番号 特開2006-275892 (P2006-275892A) (43) 公開日 平成18年10月12日(2006.10.12) 審査請求日 平成19年6月7日(2007.6.7)</p>	<p>(73) 特許権者 000001993 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 (74) 代理人 100095670 弁理士 小林 良平 (72) 発明者 大森 敬久 京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会 社島津製作所内 (72) 発明者 西 伸彦 京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会 社島津製作所内 審査官 横井 亜矢子</p>
---	---

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 発光分光分析装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

試料を励起して該試料に含まれる元素に固有の波長を有する光を放出させ、その光を分光測定して取得したスペクトルに基づいて前記元素の定量分析を行う発光分光分析装置において、目的元素のスペクトルに対する共存元素による分光干渉の影響を軽減するための元素間補正の有効性を評価する評価手段を有し、該評価手段は、

試料の測定により得られた共存元素のスペクトル強度に対しバックグラウンド補正を施した強度値と、前記目的元素の測定波長位置における前記共存元素の分光干渉の程度を反映した干渉補正係数とから、該測定波長位置における前記目的元素のスペクトル強度に重畳している干渉量を算出する干渉量算定手段と、

試料の測定により得られた前記測定波長位置における目的元素のスペクトル強度に対しバックグラウンド補正を施した強度値と前記干渉量とに基づいて、元素間補正を行った場合の測定精度を推定する測定精度推定手段と、

前記推定により得られた測定精度を予め設定された測定精度所望値と比較することで前記補正の有効性を判定する判定手段と、

を含むことを特徴とする発光分光分析装置。

【請求項2】

各種の元素毎に、目的元素のスペクトルを取得するための測定波長位置、該測定波長位置に対し分光干渉の影響を与え得る共存元素のスペクトルを取得するための補正用波長位置、及び、該共存元素による前記測定波長位置における干渉補正係数、を少なくとも情報

として格納しておくデータベースを備え、前記評価手段は、前記データベースから、設定された目的元素に対する測定波長位置、補正用波長位置、及び干渉補正係数の情報を読み出して利用することを特徴とする請求項1に記載の発光分光分析装置。

【請求項3】

前記測定精度推定手段は元素間補正を行わない場合の測定精度も推定し、前記判定手段は補正を行わない場合の測定精度が測定精度所望値を満たすか否かも判定することで、前記元素間補正の要否を判断することを特徴とする請求項1に記載の発光分光分析装置。

【請求項4】

前記評価手段は、目的元素が複数の測定波長位置を有する場合に前記判定手段による判定結果に応じて測定波長位置を選択する測定波長選択手段をさらに備えることを特徴とする請求項1に記載の発光分光分析装置。

10

【請求項5】

前記評価手段は、元素間補正が有効であると判定された場合に、該補正処理を行うための校正用標準試料の含有元素と必要な濃度とを算出して表示する補正情報提供手段をさらに備えることを特徴とする請求項1に記載の発光分光分析装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、誘導結合プラズマ(Inductively Coupled Plasma; ICP)発光分光分析装置やレーザ励起発光分光分析装置等の各種の発光分光分析装置に関し、更に詳しくは、そうした発光分光分析において共存元素による分光干渉の影響を軽減するための技術に関する。

20

【背景技術】

【0002】

ICP発光分光分析装置では、試料をICPトーチ中の高温のプラズマ内に導入して励起発光させ、その発光光を波長分散させて検出器で検出することにより発光スペクトルを取得し、その発光スペクトルに現れているスペクトル線の波長から試料に含まれる元素の定性分析を、スペクトル線の強度からその元素の定量分析を行う(特許文献1など参照)。

【0003】

30

こうしたICP発光分光分析装置では、光学系の構成の相違から、大別して、モノクロメータを回転させることで異なる波長のスペクトル線を順次検出するシーケンシャル型の構成と、例えば微小受光素子を多数並べた検出器を用い、多数のスペクトル線を同時に検出するマルチチャンネル型の構成とがある。マルチチャンネル型の装置は多数のスペクトル線を短時間で取得することができるという利点があるが、その反面、波長精度が検出器の1個の受光素子のサイズ等によって決まってしまうので、シーケンシャル型に比べて波長精度を上げることが難しいという問題がある。

【0004】

ところで、ICP発光分光分析においては、元素の発光スペクトル線の数が非常に多いため、例えば図5に示したように、目的元素のスペクトル線にそれに近い波長を有する共存元素のスペクトル線が重なってしまい(つまり分光干渉の影響を受け)、目的元素のスペクトル強度が実際よりも見かけ上大きくなってしまふような場合がある。上述したようにシーケンシャル型の装置では、波長分解能が比較的高いため、近接するスペクトル線の分離特性を改善して共存元素による分光干渉の影響を受けにくくするといった方策が採り易い。これに対し、マルチチャンネル型の装置では波長分解能を高くすることが難しいため、近接するスペクトル線を十分に分離することができず共存元素による分光干渉の影響を受け易い。

40

【0005】

通常、一種の元素のスペクトル線は一本だけではなく多数存在するため、或るスペクトル線において共存元素のスペクトル線の重なりが問題になる場合でも、共存元素のスペク

50

トル線の重なりの影響がない別の波長のスペクトル線を選択することで上記問題を回避できる場合もある。しかしながら、信号強度の低いスペクトル線ではバックグラウンドノイズに対するS/N比が悪く、定量精度が低下するという問題がある。また、適切なスペクトル線が他に存在しないような場合もある。

【0006】

そこで、共存元素のスペクトル線の重なりがある場合でもその影響を軽減して目的元素の定量精度や定量感度（検出下限）を高めるために、従来より、共存元素（元素間）補正処理が行われている（特許文献2など参照）。この従来の元素間補正の方法について概略的に説明する。

【0007】

一般的に、分析試料中の目的元素の含有量（濃度）は、標準試料を用いて作成した検量線に基づいて算出される。ここでは、検量線（濃度算出式）が次式で表されるものとする。

$$C_0 = a I^3 + b I^2 + c I + d \quad \dots(1)$$

ここで、 C_0 ：目的元素の補正前濃度、 I ：測定により得られた目的元素のスペクトル強度、 $a \sim d$ ：検量線の係数（実験的に求まる）である。ここで求まる濃度は補正前のものであり、共存元素による分光干渉の強度の分だけ差し引く必要があるため、次式により補正後の濃度 C を求める。

$$C = C_0 + L_j \cdot C_j \quad \dots(2)$$

ここで、 L_j ：共存元素の補正係数、 C_j ：共存元素の補正前濃度である。即ち、目的（被補正）元素と共存（補正）元素の濃度をそれぞれ別個に測定し、共存元素の測定結果である C_j に所定の補正係数 L_j を乗じたものを目的元素の測定結果である C_0 に加算（但し L_j は負なので実際には減算）することで補正が達成される。

【0008】

(2)式による補正を行うためには、共存元素の濃度と補正係数とが分かっている必要がある。この補正係数の求め方の一例としては、次のようにする。まず、目的元素を含む共存元素の影響の小さい（共存元素の濃度が低い）校正用標準試料を本装置により測定して、そのときの測定結果を用いて次の(3)式の基準検量線を作成する。

$$C' = a' I_{DC}^3 + b' I_{DC}^2 + c' I_{DC} + d' \quad \dots(3)$$

ここで、 C' ：目的元素の推定基準濃度、 I_{DC} ：測定により得られた上記標準試料中の目的元素のスペクトル線の信号強度、 $a' \sim d'$ ：基準検量線の係数である。この基準検量線で求まる濃度の補正式は(4)式となる。

$$C_i' = C' + L_j \cdot C_j' \quad \dots(4)$$

ここで、 C_i' ：目的元素の濃度、 C_j' ：共存元素の濃度である。

次に、共存元素の影響のある（共存元素の濃度が高い）校正用標準試料を測定し、その測定結果を(3)式の基準検量線に適用して C' を求め、(4)式においてこの C' を与えるような補正係数 L_j を求めればよい。

【0009】

上記のような従来の元素間補正には次のようないくつかの問題がある。

(1) 目的元素のスペクトルに対して上記のような元素間補正が必要であるのか否かは補正係数 L_j を求めてみないと判断できないが、補正係数を取得するためには上述したように校正用標準試料を測定して検量線を作成する必要があり、面倒で手間がかかる。また、補正が不要であるような場合に、校正用標準試料の測定は無駄になってしまう。また、補正係数や C_0 、 C_j 等に基づいて元素間補正の要否を判断するにしても相当の知識や経験が必要であり、熟練した分析技術者でなければこれを行うことができない。

【0010】

(2) 上述したように共存元素の分光干渉の影響を回避又は軽減する方法としては、目的元素による別のスペクトル線を選択する方法と、上記のような元素間補正を施す方法とを採り得るため、より高精度、高感度の分析を行うには、上記2つの方法がいずれがより適切かを判断することが望ましい。しかしながら、上記のように分析者が元素間補正の要否

10

20

30

40

50

を判断する手法では、上記のようなスペクトル線の選択まで行おうとすると分析に時間が掛かりすぎて実用的でなくなる。

【0011】

(3) 想定した共存元素については上記のような方法によって元素間補正ができるが、想定外の共存元素による分光干渉があった場合には、その共存元素に対する補正係数を求めているため補正の要否の評価すらできない。

【0012】

【特許文献1】特開平10-253540号公報

【特許文献2】特開平5-45287号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0013】

本発明は上記課題を解決するために成されたものであり、その主な目的は、熟練者の経験に基づく判断に依存することなく、また校正用標準試料の測定のような面倒で手間のかかる作業を行うことなく、共存元素による分光干渉の影響を補正するか否か等の評価を的確に行うことができる発光分光分析装置を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0014】

上記課題を解決するために成された本発明は、試料を励起して該試料に含まれる元素に固有の波長を有する光を放出させ、その光を分光測定して取得したスペクトルに基づいて前記元素の定量分析を行う発光分光分析装置において、目的元素のスペクトルに対する共存元素による分光干渉の影響を軽減するための元素間補正の有効性を評価する評価手段を有し、該評価手段は、

試料の測定により得られた共存元素のスペクトル強度に対しバックグラウンド補正を施した強度値と、前記目的元素の測定波長位置における前記共存元素の分光干渉の程度を反映した干渉補正係数とから、該測定波長位置における前記目的元素のスペクトル強度に重畳している干渉量を算出する干渉量算定手段と、

試料の測定により得られた前記測定波長位置における目的元素のスペクトル強度に対しバックグラウンド補正を施した強度値と前記干渉量とに基づいて、元素間補正を行った場合の測定精度を推定する測定精度推定手段と、

前記推定により得られた測定精度を予め設定された測定精度所望値と比較することで前記補正の有効性を判定する判定手段と、

を含むことを特徴としている。

【発明の効果】

【0015】

本発明に係る発光分光分析装置では、評価手段により分光干渉の影響の補正の必要性等を評価するに際し、試料の測定により取得された目的元素や共存元素のスペクトル強度をバックグラウンド補正することで純粋なスペクトルのピーク高さを算出し、そのピーク高さ(上記「バックグラウンド補正を施した強度値」)を用いてそれぞれを濃度(定量値)に変換することなく干渉量を算出する。したがって、本発明に係る発光分光分析装置によれば、共存元素のスペクトル強度を濃度(定量値)に変換する必要がないので、スペクトル強度を濃度に換算するための検量線が不要であり、それ故に、検量線を作成するための校正用標準試料の測定が不要になる。

【0016】

また、従来のように、補正の要否の判断等に分析者による判断を介在させる必要がなく、自動で評価を行うことが可能となるから、分析技術の熟練者でなくても、容易に適切な補正を実行して正確な分析結果を得ることができるようになる。

【0017】

なお、本発明のように検量線を用いずに強度値から直接干渉量を推定する場合には、目的元素のスペクトル強度対濃度の検量線と共存元素のスペクトル強度対濃度の検量線との

10

20

30

40

50

傾向の相違が干渉量に反映されず補正誤差が大きい場合があるので、実際に元素間補正を実施する場合には、校正用標準試料を用意してその測定結果に基づいて補正係数を求めて補正を行うことが望ましい。

【 0 0 1 8 】

また、本発明に係る発光分光分析装置では、好ましくは、各種の元素毎に、目的元素のスペクトルを取得するための測定波長位置、該測定波長位置に対し分光干渉の影響を与え得る共存元素のスペクトルを取得するための補正用波長位置、及び、該共存元素による前記測定波長位置における干渉補正係数、を少なくとも情報として格納しておくデータベースを備え、前記評価手段は、前記データベースから、設定された目的元素に対する測定波長位置、補正用波長位置、及び干渉補正係数の情報を読み出して利用する構成とするとよい。

10

【 0 0 1 9 】

この構成によれば、分析者が分析したい目的元素を設定すると、データベースからその目的元素のスペクトルに影響を与える共存元素が明らかになり、しかもその共存元素が複数であっても校正用標準試料を測定すること無く各共存元素毎に元素間補正の要否が評価される。したがって、想定していない共存元素が存在している場合でも、問題なくその共存元素に関する元素間補正の要否などを評価することができる。

【 0 0 2 0 】

さらにまた、本発明に係る発光分光分析装置では、前記測定精度推定手段は元素間補正を行わない場合の測定精度も推定し、前記判定手段は補正を行わない場合の測定精度が測定精度所望値を満たすか否かも判定することで、前記元素間補正の要否を判断する構成とすることができる。

20

【 0 0 2 1 】

この構成によれば、元素間補正を行わなくても必要な測定精度が確保できる場合に面倒な補正を行わなくて済む。

【 0 0 2 2 】

さらにまた、本発明に係る発光分光分析装置において前記評価手段は、目的元素が複数の測定波長位置を有する場合に前記判定手段による判定結果に応じて測定波長位置を選択する測定波長選択手段をさらに備える構成とするとよい。

【 0 0 2 3 】

上述したように目的元素のスペクトルに対する共存元素による分光干渉の影響を軽減するためには、元素間補正を行う以外に、分光干渉の影響の無い又は小さい他のスペクトルを探ることが考えられるが、上記構成によれば、目的元素の或る1本のスペクトルについて十分な測定精度が確保できない場合に、元素間補正か他のスペクトルの探索が適当なほうを選択することができる。それによって、高精度、高感度の分析が可能となる。

30

【 0 0 2 4 】

さらにまた、本発明に係る発光分光分析装置において前記評価手段は、元素間補正が有効であると判定された場合に、該補正処理を行うための校正用標準試料の含有元素と必要な濃度とを算出して表示する補正情報提供手段をさらに備える構成とすることが好ましい。

40

【 0 0 2 5 】

この構成によれば、補正情報提供手段により元素間補正を行うための条件が提示されるので、熟練した分析者でなくても、適切な校正用標準試料を用意して正確性の高い元素間補正を行うことができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 2 6 】

以下、本発明の一実施例によるICP発光分光分析装置について図面を参照して説明する。

【 0 0 2 7 】

図1は本実施例であるICP発光分光分析装置の概略構成図である。このICP発光分

50

光分析装置はマルチチャンネル型の装置である。

【 0 0 2 8 】

図 1 において、制御部 2 1 により制御されるオートサンプラ 1 1 から供給された試料溶液は、図示しないネブライザで霧化された後、発光部 1 0 に導入されプラズマ炎によって励起される。これにより発生した光は集光レンズ 1 2 により集光され、スリット 1 3 を通過して回折格子 1 4 に送られる。回折格子 1 4 で波長分散された光は、例えばリニア CCD センサ等のマルチチャンネル型検出器 1 5 でほぼ同時に検出される。具体的には、ここでは検出器 1 5 の受光面の両端部にそれぞれ到達する波長 λ_1 、 λ_2 の間の光をほぼ同時に検出し、各受光素子で光電変換した検出信号をデータ処理部 2 0 へと送る。

【 0 0 2 9 】

データ処理部 2 0 は該検出信号をデジタルデータ（スペクトルデータ）に変換し、所定のアルゴリズムに従って演算処理することにより、試料の定性分析や定量分析を実行する。そのために、データ処理部 2 0 はスペクトルデータを記憶するスペクトルデータメモリ 2 0 1 と波長データベース 2 0 2 とを内蔵している。上記各部の動作は制御部 2 1 により統括的に制御されており、制御部 2 1 とデータ処理部 2 0 の機能の多くは汎用のパーソナルコンピュータ 2 2 上で所定のプログラムを実行することによって達成される。また、パーソナルコンピュータ 2 2 には、操作者が分析条件等を入力するためのキーボード等から成る入力部 2 3 と、測定結果等を表示するためのディスプレイ等から成る表示部 2 4 とが接続されている。

【 0 0 3 0 】

上記構成を有する本実施例の ICP 発光分光分析装置では、共存元素による分光干渉の影響を軽減するための元素間補正を実行したり、或いはそうした影響を受けない測定波長位置を選択したりするための補助的な機能として、測定精度評価機能をデータ処理部 2 0 が持つ機能の 1 つとして有している。この測定精度評価機能に関する処理手順を示したのが図 3 のフローチャートである。図 3 に沿って、この評価機能の動作を説明する。

【 0 0 3 1 】

いま、目的元素を含む試料に対する ICP 分析が実行され、その結果、データ処理部 2 0 のスペクトルデータメモリ 2 0 1 には例えば図 2 に示すような $\lambda_1 \sim \lambda_2$ の波長範囲の発光スペクトルを構成するデータが保存されているものとする。上述したように本装置ではこうしたスペクトルはシーケンシャル型の装置に比べて格段に短時間で取得することができる。

【 0 0 3 2 】

また、波長データベース 2 0 2 には、様々な元素毎に、その元素によるスペクトル線を測定するための測定波長位置、その測定波長位置における共存（干渉）元素の種類と該干渉元素によるスペクトル線を測定するための補正用波長位置、及び上記測定波長位置における上記干渉元素の分光干渉の度合いを示す干渉補正係数、が検索が容易であるようにデータベース化されて格納されている。この波長データベース 2 0 2 は機種毎に固有のものであるから、この ICP 発光分光分析装置を用いて実測されたデータに基づいて作成される。

【 0 0 3 3 】

分析者は入力部 2 3 より目的元素の種類、所望の測定精度（定量下限値）などを設定した上で評価の開始を指示する（ステップ S 1）。この指示を受けたデータ処理部 2 0 では、まず上記波長データベース 2 0 2 を参照して、設定された目的元素 A の測定波長位置 a、干渉元素 B の補正用波長位置 b、及び干渉補正係数を読み出す（ステップ S 2）。目的元素 A に対応した測定波長位置が複数存在する場合には、例えば強度が大きい順、或いは検出下限が小さい順、等予め決められた順序で 1 つずつ選択するようによい。

【 0 0 3 4 】

その後、スペクトルデータメモリ 2 0 1 に保存されているデータの中で測定波長位置 a におけるスペクトル強度 I_s を取得し（ステップ S 3）、これに対しバックグラウンド

10

20

30

40

50

補正を行うことによってバックグラウンドノイズを除いた強度値 I_s' を算出する（ステップ S 4）。例えば図 4（a）に示すように波長測定位置 a において強度 I_s のスペクトルが存在する場合、バックグラウンド補正を行うことによりバックグラウンド強度 I_b を差し引いた強度値 $I_s' = I_s - I_b$ が得られる。

【0035】

なお、バックグラウンド補正を行う際にはバックグラウンド位置を決める必要があり、一度の分析で測定する全元素については同一の波長位置をバックグラウンド位置として設定することが必要になる。一般にこうした位置の設定は熟練者がマニュアルで設定することが多いが、ここでは本出願人が特願 2005-76958 号により既に提案しているような方法を用いるとよい。この方法によれば自動的に全元素に共通のバックグラウンド位置が定まるため、途中で分析者の手を煩わすことなく、本実施例のような自動評価に適している。

10

【0036】

次に、今度はスペクトルデータメモリ 201 に保存されているデータの中で補正用波長位置 b におけるスペクトル強度 I_{sj} を取得し（ステップ S 5）、これに対し上記ステップ S 4 と同様の手法でバックグラウンド補正を行うことによってバックグラウンドノイズを差し引いた強度値 I_{sj}' を算出する（ステップ S 6）。例えば図 4（b）に示すように波長位置 b において強度 I_{sj} のスペクトルが存在する場合、バックグラウンド補正を行うことによりバックグラウンド強度 I_{bj} を差し引いた強度値 $I_{sj}' = I_{sj} - I_{bj}$ が得られる。

20

【0037】

その後、バックグラウンド補正後の共存元素 B の強度値 I_{sj}' に干渉補正係数を乗じることにより、測定波長 a においてバックグラウンド補正後の目的元素 A の強度値 I_s' に含まれる干渉量を算出する（ステップ S 7）。それから、求めた干渉量に所定の係数 P 1 を乗じ、その値とバックグラウンド補正後の目的元素 A の強度値 I_s' とから元素間補正を行わない場合の測定精度を求める（ステップ S 8）。そして、ここで必要な測定精度が得られているか否かを判定する（ステップ S 9）。必要な測定精度が得られていると判定された場合には元素間補正や目的元素 A の他のスペクトルの探索は不要であるから、ステップ S 14 に進んで補正処理無しを設定して処理を終了する。

【0038】

30

ステップ S 9 で必要な測定精度が得られていないと判定された場合には、次に目的元素 A について先の測定波長位置 a 以外に測定波長位置があるか否かを判定する（ステップ S 10）。既に評価が終了したもの以外に測定波長位置が存在する場合には、元素間補正を行うのに比べて、干渉元素による分光干渉の影響が小さいような測定波長位置が見つかる可能性があるため、測定波長位置を変更してステップ S 3 へと戻り、上記ステップ S 3 ~ S 9 の処理を繰り返す。

【0039】

ステップ S 9 で他に測定波長位置が無いと判定されると、元素間補正を実行せざるを得ないため、求めた干渉量に通常、先の係数 P 1 とは異なる所定の係数 P 2 を乗じ、その値とバックグラウンド補正後の目的元素 A の強度値 I_s' とから元素間補正を行った場合の測定精度を求める（ステップ S 11）。そして、ここで必要な測定精度が得られているか否かを判定する（ステップ S 12）。必要な測定精度が得られている場合には、元素間補正情報として、補正対象元素である共存元素 B と、検量線を作成するために必要な校正用標準試料の濃度を計算し、これを表示部 24 に表示する（ステップ S 13）。一方、ステップ S 12 で必要な精度が得られない場合、測定波長の選択や元素間補正処理のいずれでも所望の測定精度が得られないことになるから、例えば測定不能であることを表示して（ステップ S 15）処理を終了する。

40

【0040】

ここで、ステップ S 8 及び S 11 における測定精度の評価について説明を加える。分析者にとって測定精度とは定量下限値である。この装置において測定精度を悪化させる誤差

50

要因としては、大別して、測定毎に変化するばらつき誤差（再現性）と測定に依らずほぼ定常的に生じる真値からのずれとがある。上記のような共存元素による分光干渉の影響は後者にあたり、理想的には元素間補正を実行することでこのずれは解消されるがばらつき誤差は残る。

【0041】

目的元素の補正後のばらつき誤差による測定精度や補正の有効性を正確に評価するには、補正を行う際のそれぞれの段階で評価するとよい。即ち、目的元素のバックグラウンド補正後の強度 $I_{s'}$ 、目的元素のバックグラウンド補正時のバックグラウンド強度 I_b 、共存元素のバックグラウンド補正後の強度 $I_{sj'}$ 、共存元素のバックグラウンド補正時のバックグラウンド強度 I_{bj} 、干渉補正係数 L_j 、の5つの要素を例えば次のようにして相互に評価するとよい。

10

(1) 目的元素の測定精度を評価するために、 $I_{s'}/I_b$ を算出し、これに対し評価係数 K ($K > 1$) を設定して、 $I_{s'}/I_b > K$ 、 $K < I_{s'}/I_b < 1$ 、 $1 < I_{s'}/I_b < 1/K$ 、 $1/K < I_{s'}/I_b$ のいずれの範囲に入るかを判定する。

(2) 共存元素の測定精度を評価するために、 $I_{sj'}/I_{bj}$ を算出し、上記評価係数 K を用いて、 $I_{sj'}/I_{bj} > K$ 、 $K < I_{sj'}/I_{bj} < 1$ 、 $1 < I_{sj'}/I_{bj} < 1/K$ 、 $1/K < I_{sj'}/I_{bj}$ のいずれの範囲に入るかを判定する。

上記(1)、(2)はそれぞれバックグラウンド強度に起因する誤差が目的元素、共存元素の強度に与える影響を評価するものである。

(3) また、補正量を評価するために、 $I_{s'}/L_j \cdot I_{sj'}$ を算出し、これに対し評価係数 M ($M > 1$) を設定して、 $I_{s'}/L_j \cdot I_{sj'} > M$ 、 $M < I_{s'}/L_j \cdot I_{sj'} < 1$ 、 $1 < I_{s'}/L_j \cdot I_{sj'} < 1/M$ 、 $1/M < I_{s'}/L_j \cdot I_{sj'}$ のいずれの範囲に入るかを判定する。

20

【0042】

また補正を行わない場合の測定精度は真値からのずれが支配的であり、これはそのままでは補正後のばらつき誤差と比較できないため、前者を後者に置き換える。即ち、真値からのずれと同等の幅のばらつき誤差を与えるような $I_{b'} = L_j \cdot I_{sj} \times N$ (N は所定の係数) を求める。そして、 $I_s / (I_b + I_{b'})$ により、 $(I_b + I_{b'})$ に起因する誤差が $I_{s'}$ に与える影響を評価することができる。こうした評価については予め分析者により入力された測定精度の要求値に基づいて評価基準を定め、その評価基準を超えるか否かを判定すればよい。

30

【0043】

以上のように、本実施例によるICP発光分光分析装置では、元素間補正の有効性を評価する段階では補正係数を求めるために一々校正用標準試料を測定する必要がなく、作業が非常に簡素化される。目的元素の測定波長位置を変更しても十分な測定精度が得られず、元素間補正処理が必要となる場合には、精度の高い補正を行うために校正用標準試料の測定が必要であるが、どのような元素をどの程度の濃度で含む校正用標準試料を用意すればよいのかを装置が指示してくれるため、分析者の作業は簡単になり未熟練の者でも対応できる。

【0044】

40

なお、上記実施例は本発明の一例であり、本発明の趣旨の範囲内で適宜に変更や修正、追加を行っても本願発明に包含されることは当然である。例えば上記実施例ではマルチチャンネル型の発光分光分析装置を示したが、本発明はシーケンシャル型の発光分光分析装置にも適用可能である。

【0045】

また、本発明は上記のようなICP発光分光分析装置のみに適用されるものではなく、それ以外のレーザ励起プラズマ発光分光分析装置や固体発光分光分析装置、グロー放電発光分光分析装置等の種々の発光分光分析装置に適用することができる。

【図面の簡単な説明】

【0046】

50

【図1】本発明の一実施例であるICP発光分光分析装置の概略構成図。

【図2】ICP発光分光分析装置で取得される発光スペクトルの一例を示す図。

【図3】本実施例のICP発光分光分析装置における評価の処理手順を示すフローチャート。

【図4】評価処理方法を説明するための図。

【図5】スペクトルの重なりによる分光干渉を示す図。

【符号の説明】

【0047】

10 ... 発光部

11 ... オートサンブラ

12 ... 集光レンズ

13 ... スリット

14 ... 回折格子

15 ... マルチチャンネル型検出器

20 ... データ処理部

201 ... スペクトルデータメモリ

202 ... 波長データベース

21 ... 制御部

22 ... パーソナルコンピュータ

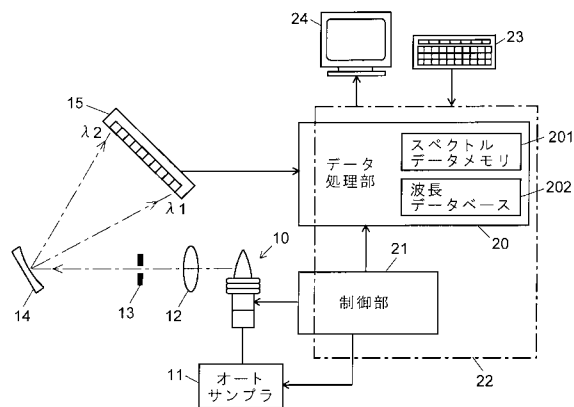
23 ... 入力部

24 ... 表示部

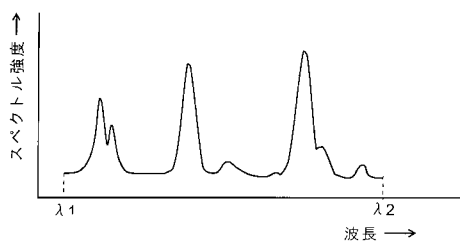
10

20

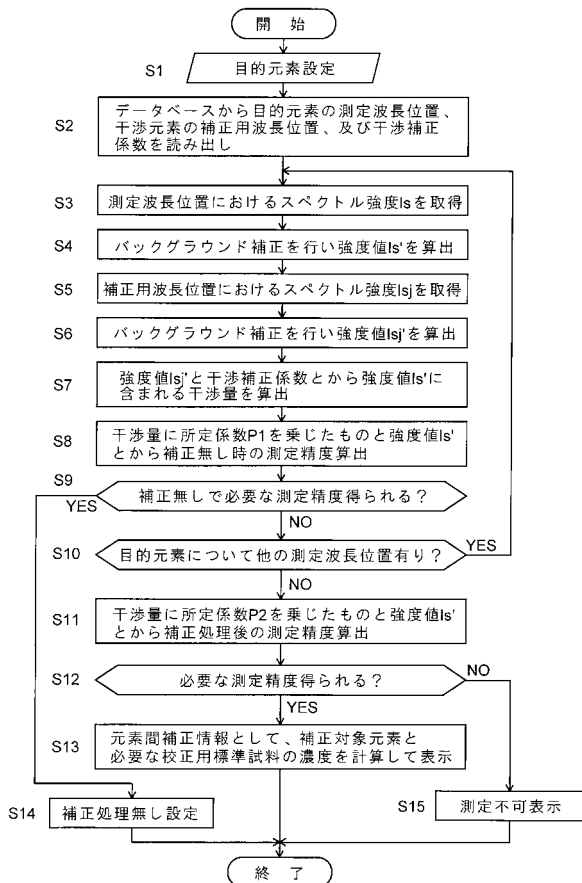
【図1】



【図2】



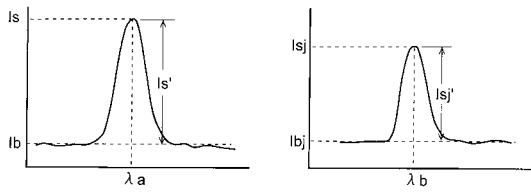
【図3】



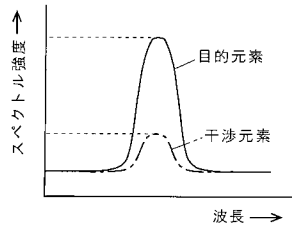
【 図 4 】

(a) 目的元素A

(b) 干渉元素B



【 図 5 】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開平02 - 226050 (JP, A)
特開平05 - 133853 (JP, A)
特開2000 - 258347 (JP, A)
特開平05 - 045287 (JP, A)
特開平10 - 253540 (JP, A)
特開2004 - 138604 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 21/00 - 21/01
G01N 21/17 - 21/74
G01J 3/00 - 3/52
G01N 23/00 - 23/227
JSTPlus (JDreamII)
JMEDPlus (JDreamII)
JST7580 (JDreamII)