

適合バックグラウンド補正（FBC）

高速かつ正確で個人差のない自動化された
バックグラウンド補正

Agilent 5800 ICP-OES / 5900 ICP-OES



はじめに

ICP-OES では通常、分析対象物の発光線で観察される合計シグナルに、バックグラウンド（ベースライン）補正を適用します。これは、特定の波長でバックグラウンドシグナルに影響を与える要因が多数存在するためです。要因には一定のものもありますが、サンプル間でバックグラウンドを変動させるものもあります。

ICP-OES における一定のバックグラウンドは、アルゴンのプラズマを主な発生源とし、「連続バックグラウンドスペクトル」と呼ばれます。連続バックグラウンドスペクトルは、分光分析装置の波長範囲にわたって連続的に分布する放射線です。ICP-OES で一般的にカバーされる 167 ~ 785 nm の波長範囲では、短い UV 波長のバックグラウンドシグナルは小さく、波長が長くなるにつれて徐々に大きくなります。この他に、バックグラウンドの原因として「暗電流」があります。これは検出器から生じるバックグラウンドシグナルに寄与します。暗電流に関連するバックグラウンドは多くの場合、サンプル分析の前に補正され、その手段として、発光源（アルゴンプラズマ）に暴露していない状態のときに検出器から生じるシグナルを測定します。光学系の種類、設計、装置の状態によっても、観察される相対的なバックグラウンドは異なります。

特定の波長で観察されるバックグラウンドシグナルの大きさは、プラズマの構成、パワー、ガス流量などの主要なプラズマパラメータ、ネブライザのガス流量、プラズマ観測位置による影響を受けます。分析対象物の発光線の信号強度も、主要なプラズマパラメータの影響を受けます。発光線および隣接するバックグラウンドの強度は分析の検出限界に直接影響を与えるため、プラズマパラメータの最適化が重要です。同じ元素でも、選択した波長によって、最適なプラズマ条件が異なる場合があります。例えば、できるだけ低い検出下限を達成するための、アルミニウムの 167 nm イオン線のプラズマ条件と 396 nm 原子線に必要なプラズマ条件は異なります。プラズマパラメータが設定されると、アルゴンプラズマからのバックグラウンドはほぼ一定となり、通常、バックグラウンド補正を簡単に実行できます。

サンプル中に高濃度の元素が存在する場合、バックグラウンドが影響を受け、補正が格段に複雑になることがあります。影響には次のものがあります。

- 非常に強い発光線による迷光。例えば、カルシウムの 393.366 nm および 396.847 nm 発光線
- 電子イオンの再結合による影響。例えば、193 ~ 210 nm の範囲でのバックグラウンドレベルの上昇。
- スペクトル線の広がり。例えば、Al 396.152 nm 上の Ca の 396.847 nm 発光線、および Pb 220.353 nm 上の Al 220.467 nm 発光線
- 分子バンド。例えば、分離した水分子からの OH バンド、および有機溶媒からの炭素ベースの分子バンド

多くの場合、各サンプル間でマトリックスが変化する可能性があり、強度と形状の両方においてバックグラウンドシグナルも変化する可能性があります。これらの課題に対してシンプルかつ正確で、サンプルマトリックスに左右されないバックグラウンド補正の手段が必要となります。

オフピークバックグラウンド補正

オフピークバックグラウンド補正 (OPBC) は、ICP-OES で使用されてきた最も古い形式のバックグラウンド補正です。最もシンプルなケースでは、分析対象物のピークに隣接する連続バックグラウンドが平坦であり、このため、1 つのバックグラウンド点を測定するだけで正味の強度を計算できます。サンプル間でバックグラウンドレベルに差異がある場合も、容易に補正できます。適切なバックグラウンド補正位置は、メソッド作成中に代表的なサンプルをテスト測定することによって決定します。

分析対象物の発光線が広がりのある干渉と接近し、直線でありながら傾斜したバックグラウンドとなった状況において、バックグラウンドを正確に決定するためには、分析対象物のピークを挟んで左側と右側の 2 点での測定が必要です。

分析対象物のピークに隣接したバックグラウンドが曲がっている場合や、より複雑な形状の場合には正確な補正が困難なため OPBC は適していません。サンプル間でマトリックス元素が変動する場合も、分析中に観察される可能性のあるすべての多様なバックグラウンドに対応できる適切なバックグラウンド点を見つけることがきわめて困難になります。

適合バックグラウンド補正

Agilent 5800 および 5900 ICP-OES は、OPBC に加え、独自の適合バックグラウンド補正 (FBC) 機能を備えています。FBC はソフトウェアが自動的に行うバックグラウンド補正技術です。洗練された数学的アルゴリズムを利用して、分析対象物のピーク時のバックグラウンドシグナルをモデル化します。FBC はシンプルなバックグラウンド形状も複雑なバックグラウンド形状も正確に補正することができ、バックグラウンド補正位置の設定が不要です。サンプルマトリックスが何であっても、「自動的に」FBC が処理します。

FBC では次のように、測定したスペクトルを数学的にモデル化することによって、補正を実行します。

1. 連続バックグラウンドをモデル化するために、オフセット成分を決定します。
2. 距離が大きく離れたピークの裾をモデル化するために、傾斜成分を決定します。
3. 次の 3 つの正規分布ピーク成分を適用してモデル化します。
 - a. 分析対象物のピーク
 - b. 分析対象物のピークの左側にある干渉ピークと考えられるもの
 - c. 分析対象物のピークの右側にある干渉ピークと考えられるもの
4. 反復法を使用して、各ピークの幅と位置を推定します。
5. 最小二乗法を使用して、オフセットの大きさ、傾斜、ピークの高さを決定します。

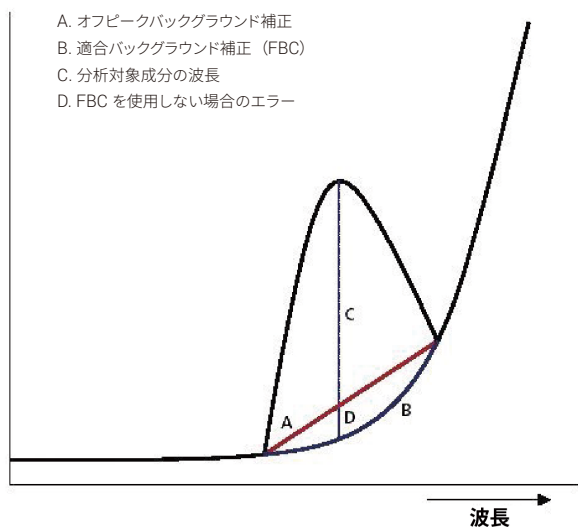


図 1. 適合バックグラウンド補正により真のバックグラウンド信号を計算することで補正精度が向上

モデルが適合されると、分析対象物のピーク成分が式から削除されて、バックグラウンドのモデルのみが残されます。同時に、FBC が分析対象物のピークの測定に適用されて、高速かつ正確なバックグラウンド補正が実現します。

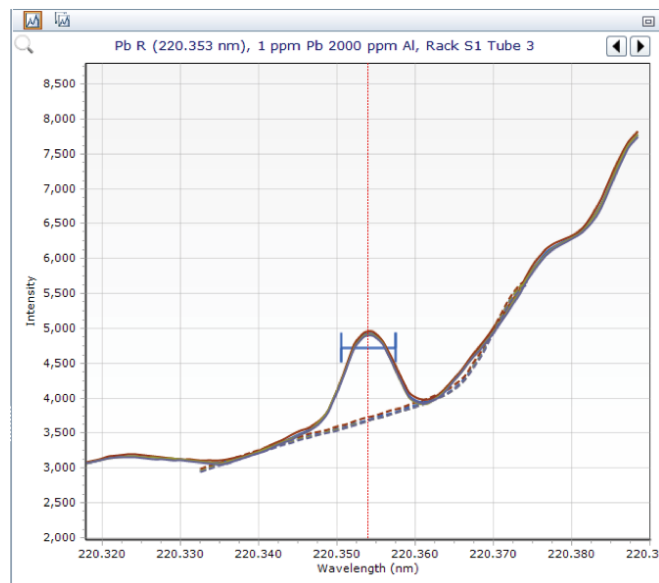


図 2b. アルミニウム 2000 mg/L 中の Pb 220.353 nm の発光線。
Al 220.467 nm の発光線の広がりによるスペクトル干渉。Pb 220.353 nm の長波長側のバックグラウンド発光がより強くなっています。FBC で適切に補正できます。

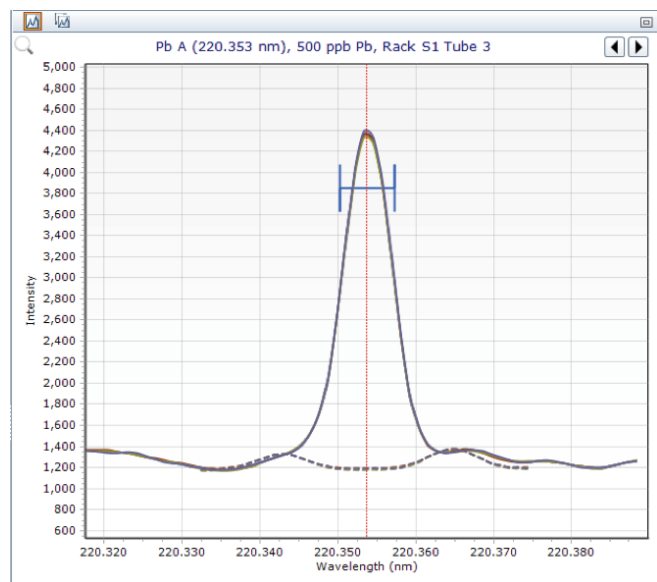


図 2a. 脱イオン水中の Pb 220.353 nm の発光線。
OPBC または FBC に適したシンプルなバックグラウンドスペクトル

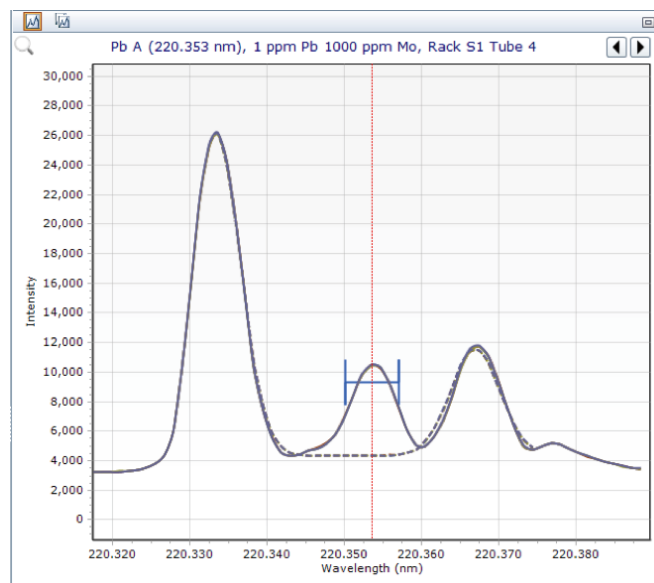


図 2c. モリブデン 1000 mg/L 中の Pb 220.353 nm の発光線。
近隣の Mo 干渉ピークのために、OPBC の使用がほぼ不可能な状態です。
ここでも、アジレントの適合バックグラウンド補正なら問題なく補正できます。

まとめ

適合バックグラウンド補正により、推測に基づくバックグラウンド補正が不要になります。FBC なら、オフピークバックグラウンド補正を適用できない複雑なバックグラウンド形状にも簡単に適合させることができます。また、メソッド作成時のバックグラウンド補正位置の設定が不要です。すべてのサンプルについて、高速かつ個人差のない適切なバックグラウンド補正が可能になります。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Printed in Japan, December 5, 2019

5991-4836JAJP