

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2015-49093
(P2015-49093A)

(43) 公開日 平成27年3月16日(2015.3.16)

(51) Int. Cl.
G01N 21/78 (2006.01)

F I
G01N 21/78

テーマコード(参考)
2G054

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2013-179817 (P2013-179817)
(22) 出願日 平成25年8月30日(2013.8.30)

(71) 出願人 392017303
システム・インストルメンツ株式会社
東京都八王子市小宮町776-2
(71) 出願人 301021533
独立行政法人産業技術総合研究所
東京都千代田区霞が関1-3-1
(74) 代理人 100106150
弁理士 高橋 英樹
(74) 代理人 100082175
弁理士 高田 守
(74) 代理人 100113011
弁理士 大西 秀和
(72) 発明者 黒田 寿晴
東京都八王子市小宮町776-2 システ
ム・インストルメンツ株式会社内
最終頁に続く

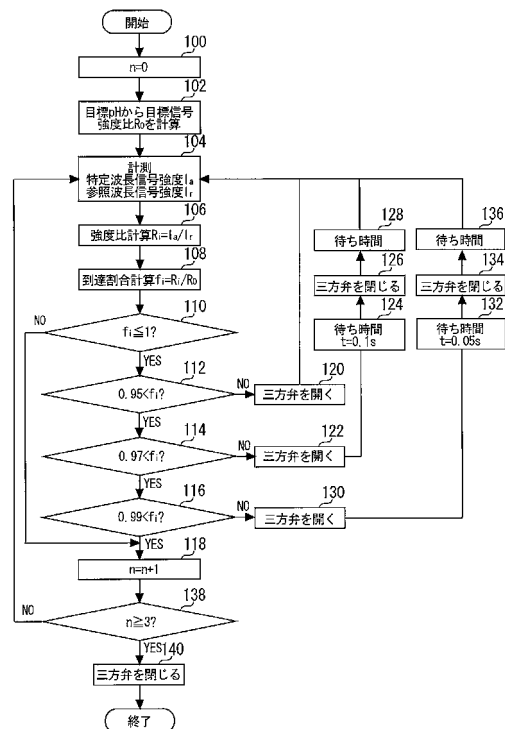
(54) 【発明の名称】 pH自動調整装置

(57) 【要約】

【課題】 pH調整液の供給装置に噴霧器を採用する場合において、pH調整液の性質に左右されることなくpH調整を行うことが可能なpH自動調整装置を提供する。

【解決手段】 本実施形態においては、pH調整の到達割合 f に応じて三方弁40を操作する制御を実行する。ステップ128, 136の処理を行うことで、ネブライザ28内に生じたアンモニアの気泡を空気によって押し出してネブライザ28内に残るアンモニア水とともに噴射口28aから噴射できる。従って、ネブライザ内にアンモニアの気泡が大量に生じるのを抑制しながらpH調整できる。

【選択図】 図4



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

pH に応じて変色する pH 指示薬が添加された液体サンプルを収容した容器と、
pH 調整液としてのアンモニア水または炭酸水を貯留する調整液ボトルと、
前記容器内のサンプル液面に対向配置された噴射口を備え、キャリアガスによって霧化した前記調整液ボトル内の pH 調整液を当該噴射口から噴射する噴霧器と、
前記噴霧器と前記調整液ボトルの間に配置され、前記噴霧器と前記調整液ボトルを連通して前記噴射口から pH 調整液を噴射する液噴射状態と、前記噴霧器と外気を連通して前記噴射口から空気を噴射する空気噴射状態とを切り替える多方弁と、
前記容器の外部から照射され前記容器を透過した光の強度を検出する検出装置と、
前記検出装置において検出される光の強度に基づいて前記多方弁の連通状態を切り替える制御装置と、
を備えることを特徴とする pH 自動調整装置。

10

【請求項 2】

前記検出装置は、前記サンプルが目標 pH に調整された場合に前記 pH 指示薬に吸収される特定波長の光の強度と、前記 pH 指示薬に吸収されない参照波長の光の強度とを検出可能に構成され、
前記制御装置は、前記検出装置において検出される前記特定波長および前記参照波長の光の強度から強度比を算出し、前記目標 pH に応じて設定される目標強度比と当該算出強度比を比較することで前記多方弁の連通状態を切り替えるように構成されていることを特徴とする請求項 1 に記載の pH 自動調整装置。

20

【請求項 3】

前記制御装置は、前記目標強度比に対する前記算出強度比の割合が 1 を含む所定範囲内にある場合、当該割合が 1 に近づくほど前記液噴射状態とする期間を短くするように構成されていることを特徴とする請求項 2 に記載の pH 自動調整装置。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、pH 自動調整装置に関し、詳細には、固相抽出の前処理としての pH 調整に使用する pH 自動調整装置に関する。

30

【背景技術】**【0002】**

重金属を含む微量元素の分析は、海洋における物質循環研究・水道水の水質検査・湖水や河川水の水質調査などのために行われている。この微量元素の分析に際し、干渉成分からの分離や分析の感度向上を目的として、キレート樹脂などを用いた固相抽出による微量元素の分離濃縮が必要となる場合がある。この分離濃縮を行う際には、液体サンプルを予め最適な pH 条件に調整することが要求される。

【0003】

また、微量元素の分析目的に鑑みれば、pH 調整でのコンタミネーション要因は極力排除しておくことが望ましい。これに関し、本発明者らは、pH 指示薬の変色特性を利用した間接測定法を開発している（非特許文献 1）。この間接測定法では、pH 測定機器として光センサを使用するので、測定機器とサンプルの接触に起因したコンタミネーションを排除できる。また、この間接測定法では、pH 指示薬としてメチルイエロー、メチルオレンジまたはメチルレッドを使用し、pH 調整液としてアンモニアを使用している。これら指示薬および調整液は金属成分を十分に低く抑えた高純度試薬を使用することにより、指示薬や調整液に起因するコンタミネーションをも排除できる。

40

【先行技術文献】**【特許文献】****【0004】**

【特許文献 1】特開 2003 - 177093 号公報

50

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献1】朱彦北、朝海敏昭、千葉光一、小野光正、黒田寿晴、奈良富雄、“微量元素の分離濃縮用固相抽出全自動処理システムの開発”、2011年度日本海洋学会春季大会講演要旨集、2011年3月14日、159頁

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

非特許文献1の開示内容に加え、本発明者らは、pH調整液の供給装置に噴霧器を採用することを検討している。というのも、噴霧器によれば、キャリアガスによってpH調整液を吸引・霧化できるので、pH調整液を液状のまま供給する場合に比べてサンプル内の水素濃度分布の偏りを小さくして、調整目標とするpHに安定的に到達させることが可能となるからである。

10

【0007】

ところが、pH調整液としてのアンモニア水を噴霧器から噴射しようとする、噴霧器内に気泡が生じるという問題が明らかになった。これは、キャリアガスが噴霧器から吐出される際に生じる負圧作用によってpH調整液中に溶けていたアンモニアが気化するためである。アンモニアの気泡が多く発生した場合には、表面張力の影響により連続噴射ができなくなるので、安定的なpH調整に支障を来すという問題があった。

【0008】

本発明は、上述の課題に鑑みてなされたものである。即ち、pH調整液の供給装置に噴霧器を採用する場合において、pH調整を安定的に行うことが可能なpH自動調整装置を提供することを目的とする。

20

【課題を解決するための手段】

【0009】

第1の発明は、上記の目的を達成するため、pH自動調整装置であって、
pHに応じて変色するpH指示薬が添加された液体サンプルを収容した容器と、
pH調整液としてのアンモニア水または炭酸水を貯留する調整液ボトルと、
前記容器内のサンプル液面に対向配置された噴射口を備え、キャリアガスによって霧化した前記調整液ボトル内のpH調整液を当該噴射口から噴射する噴霧器と、
前記噴霧器と前記調整液ボトルの間に配置され、前記噴霧器と前記調整液ボトルを連通して前記噴射口からpH調整液を噴射する液噴射状態と、前記噴霧器と外気を連通して前記噴射口から空気を噴射する空気噴射状態とを切り替える多方弁と、
前記容器の外部から照射され前記容器を透過した光の強度を検出する検出装置と、
前記検出装置において検出される光の強度に基づいて前記多方弁の連通状態を切り替える制御装置と、
を備えることを特徴とする。

30

【0010】

第2の発明は、第1の発明において、
前記検出装置は、前記サンプルが目標pHに調整された場合に前記pH指示薬に吸収される特定波長の光の強度と、前記pH指示薬に吸収されない参照波長の光の強度とを検出可能に構成され、
前記制御装置は、前記検出装置において検出される前記特定波長および前記参照波長の光の強度から強度比を算出し、前記目標pHに応じて設定される目標強度比と当該算出強度比を比較することで前記多方弁の連通状態を切り替えるように構成されていることを特徴とする。

40

【0011】

第3の発明は、第2の発明において、
前記制御装置は、前記目標強度比に対する前記算出強度比の割合が1を含む所定範囲内にある場合、当該割合が1に近づくほど前記液噴射状態とする期間を短くするように構成

50

されていることを特徴とする。

【発明の効果】

【0012】

第1の発明によれば、液体サンプルを収容した容器を透過した光の強度に基づいて多方弁の連通状態を切り替えることができる。この連通状態の切り替えは、噴霧器と調整液ボトルを連通する状態（液噴射状態）と、噴霧器と外気を連通する状態（空気噴射状態）との間で行われる。液噴射状態に制御することで、調整液ボトル内のpH調整液を噴霧器に送り、その噴射口から噴射できる。空気噴射状態に制御することで、噴霧器内に生じたpH調整液の気泡を空気によって押し出して噴霧器内に残るpH調整液とともに噴霧器の噴射口から噴射できる。従って、噴霧器内にpH調整液の気泡が大量に生じるのを抑制できる。よって、pH調整を安定的に行うことができる。

10

【0013】

第2の発明によれば、参照波長の光の強度を基準として算出した目標強度比と算出強度比を比較することで多方弁の連通状態を切り替えることができる。従って、容器の不均一性や、容器の設置位置の違いによる影響を最小化できるので、サンプルのpH調整を安定的に行うことができる。

【0014】

第3の発明によれば、目標強度比に対する算出強度比の割合が1を含む所定範囲内にある場合、当該割合が1に近づくほど液噴射状態とする期間を短くするので、サンプルのpHが目標pHに近づくほどpH調整液の噴射量を減らすことができる。従って、サンプルのpHを目標pHに合わせ込むことができる。

20

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】実施形態のpH自動調整装置の構成を示す概略図である。

【図2】ネプライザ28の拡大模式図である。

【図3】三方弁40の動作を説明するための図である。

【図4】PC42において実行される処理ルーチンを示すフローチャートである。

【発明を実施するための形態】

【0016】

以下、図1乃至図4や実験例を参照しながら、本発明の実施の形態について説明する。

30

【0017】

[pH自動調整装置の構成]

図1は、本実施形態のpH自動調整装置の構成を示す概略図である。本実施形態のpH自動調整装置10は、pH指示薬（メチルイエロー、メチルオレンジまたはメチルレッド）を添加した液体サンプル12のpHを自動的に調整するための装置である。図1に示すように、pH自動調整装置10は、サンプル12を収容可能な四角形状の本体部14aと、サンプル12を出し入れするための開口部14bとから構成される容器14を備えている。容器14はポリプロピレン製の透明容器である。但し、後述する特定波長 λ および参照波長 λ_r の光の両者に対して高い透過性を示すものであれば、容器14の材料は特に限定されない。

40

【0018】

本体部14aは攪拌器16上に設置されている。本体部14aの内部には攪拌子18が設置されている。攪拌器16は電磁コイルによって攪拌子18を低速回転させるものである。攪拌子18を低速回転させることでサンプル12を緩やかに攪拌することができる。なお、攪拌子18としては、回転中に本体部14aとの接触によって磨耗することのないような形状、材料のものであれば特に限定されない。

【0019】

本体部14aの一方の側面には、特定波長 λ および参照波長 λ_r の光を発生させる光源20と、ピンホール板22とが設置されている。光源20としては、例えばLED光源、ハロゲン光源、タングステンランプなどが採用される。ピンホール板22の中心には、

50

光源 20 で発生させた光束のうちの一部を透過するピンホール 22 a が設けられている。

【0020】

本体部 14 a の他方の側面には、その中心にピンホール 24 a が形成されたピンホール板 24 と、上記特定波長光の信号強度 I_s および参照波長光の信号強度 I_r を測定する分光器 26 とが設置されている。分光器 26 の代わりに、上記特定波長光および参照波長光に対して十分な感度を有するフォトダイオード、光センサなどを用いることもできる。

【0021】

また、pH自動調整装置 10 は、アンモニア水 36 を噴射可能な噴霧器（ネブライザ）28 を備えている。ネブライザ 28 は高さ調節部材（不図示）に取り付けられ、開口部 14 b 側から本体部 14 a 内に挿入されている。ネブライザ 28 の噴射口 28 a の高さは、

10

【0022】

図 2 を参照しながら、ネブライザ 28 の構成について説明する。図 2 は、ネブライザ 28 の拡大模式図である。図 2 に示すように、ネブライザ 28 は、キャリアガスとしての窒素ガスを流通可能なガス供給管 30 と、アンモニア水 36 を流通可能な液体供給管 32 とを備えている。ガス供給管 30 は、ガス供給口 30 a とガス噴射口 30 b とを備えている。ガス供給口 30 a は、窒素ガスを圧縮吐出するコンプレッサ（不図示）に接続されている。液体供給管 32 は、液体供給口 32 a と液体噴射口 32 b とを備えている。液体供給口 32 a は、非金属製のチューブ 34 と接続されている。なお、図 2 においては、ガス供給管 30 の内側に液体供給管 32 が配置される二重管構造を有する同軸型のネブライザを

20

【0023】

再び図 1 に戻り、pH自動調整装置 10 の構成について説明する。ネブライザ 28 は、pH調整液としてのアンモニア水 36 を内部に収納した調整液ボトル 38 とチューブ 34 を介して接続されている。チューブ 34 の途中には、電磁式の多方弁（三方弁）40 が設けられている。三方弁 40 は内部通路 40 a と外気連通管 40 b を備えている。

【0024】

図 3 は、三方弁 40 の動作を説明するための図である。図 3 (a) に示すように、内部通路 40 a を調整液ボトル 38 側に操作すると、ネブライザ 28 と調整液ボトル 38 が連

30

【0025】

通する（開状態）。一方、図 3 (b) に示すように、外気連通管 40 b 側に内部通路 40 a を操作すると、ネブライザ 28 が外気と連通する（閉状態）。
ガス噴射口 30 b からキャリアガスが吐出される際には負圧作用が生じる。そのため、三方弁 40 を開状態にすると、調整液ボトル 38 内のアンモニア水 36 が内部通路 40 a 内に引っ張られ、ネブライザ 28 に送られる。三方弁 40 を閉状態にすると、外気連通管 40 b 側の空気が内部通路 40 a 内に引っ張られ、ネブライザ 28 に送られる。ネブライザ 28 に送られたアンモニア水 36 または空気は、窒素ガスとともに噴射される。但し、液体噴射口 32 b から噴射されたアンモニア水 36 はガス噴射口 30 b に衝突して微細な液滴となるので、サンプル 12 の液面には霧化したアンモニア水 36 が噴射される。

40

【0026】

また、pH自動調整装置 10 は、制御装置としての PC 42 を備えている。PC 42 の入力側には分光器 26 が接続されており、分光器 26 からの透過光信号 44 が PC 42 に入力される。一方、PC 42 の出力側には I/O ボード 46 を介して三方弁 40 が接続されており、PC 42 からの開閉信号 48 が三方弁 40 に入力される。三方弁 40 同様、PC 42 の出力側に攪拌器 16 や、上記高さ調節部材が接続されていてもよい。また、PC 42 および I/O ボード 46 の代わりに、基板集積コントローラを使用してもよい。

【0027】

PC 42 は、透過光信号 44 に基づいて pH調整の到達割合 f （後述）を算出し、この到達割合 f に応じて開閉信号 48 を出力し、三方弁 40 の開閉状態を制御するように構成

50

されている。なお、PC42の内部メモリには、各種計算モデルやマップなどが予め記憶されている。例えば、到達割合 f を算出するためのアルゴリズムや、pHと信号強度 I の相関を示す信号強度マップなどが記憶されている。なお、信号強度マップは、例えば、pH既知のサンプルに事前設定した波長の光を照射し、サンプルを透過した当該設定波長の強度を測定して相関関係を得ることにより作成される。

【0028】

[pH自動調整装置の特徴]

上述したように、pH調整液としてのアンモニア水を噴霧器から噴射しようとする、噴霧器内にアンモニアの気泡が生じてしまう。そこで、本実施形態においては、到達割合 f に応じて三方弁40を操作する制御を実行することとしている。到達割合 f_i は、信号強度比の目標値 R_0 に対する信号強度比の現在値 R_i の割合として表される。現在値 R_i は、参照波長の信号強度 I_r に対する特定波長の信号強度 I_a の割合として表される。

10

【0029】

図4は、本実施形態において、PC42において実行されるpH調整処理ルーチンを示すフローチャートである。なお、本処理ルーチンの開始時において、目標pH、特定波長 λ_a および参照波長 λ_r は、pH指示薬の変色特性に応じて決定されてPC42に入力されているものとする。また、三方弁40は閉状態に制御されているものとする。

【0030】

図4に示すルーチンにおいては、まず、繰り返し回数 n の値がゼロに設定される(ステップ100)。繰り返し回数 n は到達割合 f の計測を1回行う毎にカウントされるものであり、ステップ100の処理を行うことで前回調整時のカウント数をリセットする。

20

【0031】

続いて、目標pHから信号強度比の目標値 R_0 が計算される(ステップ102)。具体的には、まず、上記信号強度マップのうちから目標pHに対応するマップが探索され、特定波長 λ_a および参照波長 λ_r のそれぞれに対応する信号強度 I_{a0} 、 I_{r0} が算出される。そして、信号強度 I_{a0} を信号強度 I_{r0} で除すことで目標値 R_0 が算出される。

【0032】

続いて、信号強度 I_a 、 I_r が計測される(ステップ104)。信号強度 I_a 、 I_r の計測は、具体的に、光源20から特定波長 λ_a および参照波長 λ_r の光を交互に照射することにより行われる。特定波長光の照射中に分光器26からPC42に入力される透過光信号44に基づき、信号強度 I_a が計測される。参照波長光の照射中に分光器26からPC42に入力される透過光信号44に基づき、信号強度 I_r が計測される。

30

【0033】

続いて、信号強度比の現在値 R_i が計算される(ステップ106)。具体的には、ステップ104で計測された信号強度 I_a を信号強度 I_r で除すことで現在値 R_i が計算される。

【0034】

続いて、到達割合 f_i が計算される(ステップ108)。具体的には、ステップ106で計算された現在値 R_i をステップ102で計算された目標値 R_0 で除すことで到達割合 f_i が計算される。

40

【0035】

続いて、到達割合 f_i に対する評価がなされる(ステップ110~136)。具体的には、まず、到達割合 $f_i > 1$ が成立するかが判定される(ステップ110)。到達割合 $f_i > 1$ が成立すると判定された場合は、 $0.95 < 到達割合 f_i$ が成立するかが判定される(ステップ112)。 $0.95 < 到達割合 f_i$ が成立すると判定された場合は、 $0.97 < 到達割合 f_i$ が成立するかが判定される(ステップ114)。 $0.97 < 到達割合 f_i$ が成立すると判定された場合は、 $0.99 < 到達割合 f_i$ が成立するかが判定される(ステップ116)。 $0.99 < 到達割合 f_i$ が成立すると判定された場合は、繰り返し回数 n をカウントする(ステップ118)。

【0036】

50

ステップ 1 1 0 において、到達割合 f_i 1 が成立しないと判定された場合、ステップ 1 1 8 に進む。ステップ 1 1 2 において、 $0.95 < \text{到達割合 } f_i$ が成立しないと判定された場合、三方弁 4 0 が開状態に制御される（ステップ 1 2 0）。これにより、調整液ボトル 3 8 内のアンモニア水 3 6 がネブライザ 2 8 に送られ、液体噴射口 3 2 b から噴射される。ステップ 1 2 0 の処理後は、ステップ 1 0 4 に戻り、信号強度 I_a , I_r が計測される。つまり、ステップ 1 2 0 からステップ 1 0 4 に戻る処理は、 $0.95 < \text{到達割合 } f_i$ が成立するまで繰り返し実行される。

【 0 0 3 7 】

ステップ 1 1 4 において、 $0.97 < \text{到達割合 } f_i$ が成立しないと判定された場合、三方弁 4 0 が開状態に制御され（ステップ 1 2 2）、待ち時間（0.1 秒）が計測される（ステップ 1 2 4）。これにより、調整液ボトル 3 8 内のアンモニア水 3 6 が当該待ち時間が経過するまでネブライザ 2 8 に送られ、液体噴射口 3 2 b から噴射される。待ち時間の経過後、三方弁 4 0 が閉状態に制御され（ステップ 1 2 6）、待ち時間が再計測される（ステップ 1 2 8）。これにより、当該待ち時間が経過するまで外気連通管 4 0 b 側の空気がネブライザ 2 8 に送られ、ネブライザ 2 8 内に残るアンモニア水とともに液体噴射口 3 2 b から噴射される。本ステップの処理後は、ステップ 1 0 4 に戻り、信号強度 I_a , I_r が計測される。つまり、ステップ 1 2 2, 1 2 4, 1 2 6, 1 2 8 を経てステップ 1 0 4 に戻る処理は、 $0.97 < \text{到達割合 } f_i$ が成立するまで繰り返し実行される。

10

【 0 0 3 8 】

ステップ 1 1 6 において、 $0.99 < \text{到達割合 } f_i$ が成立しないと判定された場合、三方弁 4 0 が開状態に制御され（ステップ 1 3 0）、待ち時間（0.05 秒）が計測される（ステップ 1 3 2）。待ち時間の経過後、三方弁 4 0 が閉状態に制御される（ステップ 1 3 4）。ステップ 1 3 0, 1 3 2, 1 3 4 の処理は、基本的にはステップ 1 2 2, 1 2 4, 1 2 6 の処理と同様である。但し、ステップ 1 3 2 の待ち時間は、ステップ 1 2 4 の待ち時間よりも短く設定される。ステップ 1 3 4 の処理後、待ち時間が再計測される（ステップ 1 3 6）。ステップ 1 3 6 の待ち時間は、ステップ 1 2 8 の待ち時間と同一に設定される。ステップ 1 3 6 の処理後は、ステップ 1 0 4 に戻り、信号強度 I_a , I_r が計測される。つまり、ステップ 1 3 0, 1 3 2, 1 3 4, 1 3 6 を経てステップ 1 0 4 に戻る処理は、 $0.99 < \text{到達割合 } f_i$ が成立するまで繰り返し実行される。

20

【 0 0 3 9 】

ステップ 1 1 8 に続いて、繰り返し回数 $n = 3$ が成立するかが判定される（ステップ 1 3 8）。ステップ 1 3 8 の判定を行うことにより、ステップ 1 1 0 ~ 1 1 6 の判定の精度を担保する。繰り返し回数 $n < 3$ と判定された場合は、ステップ 1 0 4 に戻り、信号強度 I_a , I_r が計測される。繰り返し回数 $n = 3$ と判定された場合は、三方弁 4 0 が閉状態に制御される（ステップ 1 4 0）。これにより、pH 調整を終了する。

30

【 0 0 4 0 】

以上、図 4 に示したルーチンによれば、ステップ 1 2 8, 1 3 6 の処理を行うことにより、ネブライザ 2 8 内に生じたアンモニアの気泡を空気によって押し出してネブライザ 2 8 内に残るアンモニア水とともに噴射口 2 8 a から噴射できる。従って、ネブライザ 2 8 内にアンモニアの気泡が発生するのを抑制しながら pH 調整できる。従って、サンプル 1 2 の pH 調整を連続的に行うことができる。また、ステップ 1 3 2 の待ち時間をステップ 1 2 4 の待ち時間よりも短く設定するので、到達割合 f_i が 1.00 に近づくほどアンモニア水の噴射量を少なくできる。従って、サンプル 1 2 の pH を目標 pH に合わせ込むことができる。更に、ステップ 1 3 8 の判定を行うことにより、ステップ 1 1 0 ~ 1 1 6 の判定の精度を担保できる。従って、サンプル 1 2 の pH 調整を高精度に行うことができる。

40

【 0 0 4 1 】

加えて、図 4 に示したルーチンによれば、ステップ 1 1 0 ~ 1 1 6 の判定に用いる到達割合 f_i を信号強度比 R_a , R_r に基づいて計算できる。従って、容器 1 4 の不均一性や、容器 1 4 の設置位置の違いによる影響を最小化できるので、サンプル 1 2 の pH 調整を

50

安定的に行うこともできる。

【0042】

ところで、本実施形態においてはpH調整液にアンモニア水を用いたが、アンモニア水同様、金属成分を含まず、なお且つ、減圧状態で気泡を生じる性質を有する炭酸水を用いてもよい。

また、本実施形態においてはpHと信号強度Iの相関を示す信号強度マップを用いて信号強度 I_{a0} 、 I_{r0} を算出し、この信号強度 I_{a0} 、 I_{r0} から信号強度比の目標値 R_0 を算出したが、pHと信号強度比Rの相関を示す信号強度比マップを用いて目標値 R_0 を直接的に算出してよい。なお、信号強度比マップは、信号強度マップ同様、pHと信号強度比Rの相関関係を得ることにより作成できる。

10

また、本実施形態においては、ステップ112、114、116に示したように到達割合 f_i の範囲を3段階に設定したが、4段階以上に設定してもよい。この場合においても、ステップ124、126に示したように、到達割合 f_i が1.00に近づくほど待ち時間を短くすれば、サンプル12のpHが目標pHに近づくほどアンモニア水の噴射量を少なくできる。従って、サンプル12のpHを目標pHに合わせ込むことができる。

【0043】

[実験例]

次に、実験例を参照しながら、本実施形態のpH自動調整装置について更に説明する。

テスト試料：0.7%硝酸溶液50ml中に、メチルレッド指示薬(0.1%)および酢酸(99%)0.5mlを添加し、アンモニア水(28%)を用いてpH調整を行った。

20

特定波長 λ_a は550nm、参照波長 λ_r は650nmとした。
結果：特定波長 λ_a および参照波長 λ_r の光の信号強度は同時に変化するので、容器14の設置位置を変えても安定的にpH調整ができた。調整目標pH=6.0としてpH調整を行ったところ、8個の独立したテスト試料のうち、pH=5.9となったものが1個、pH=6.0となったものが5個、pH=6.1となったものが2個であった。各テスト試料の調整は5分以内に完了できた。

この結果から、固相抽出における微量元素の回収率の再現性を確保するのに十分な精度でpH調整できることが確認された。

【符号の説明】

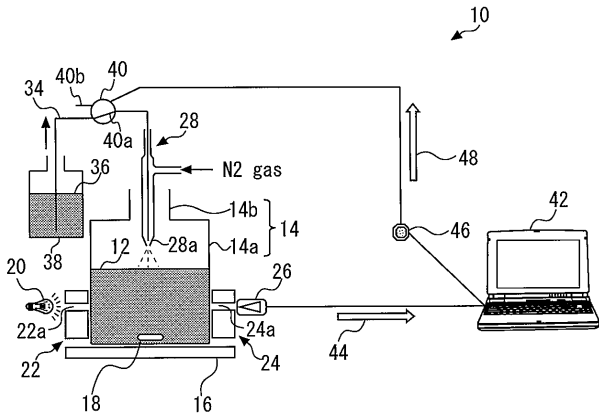
【0044】

30

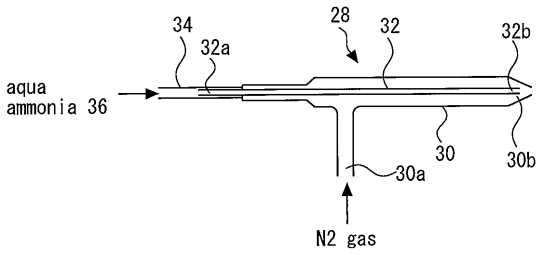
- 10 自動調整装置
- 12 サンプル
- 14 容器
- 20 光源
- 26 分光器
- 28 ネブライザ
- 28a 噴射口
- 36 アンモニア水
- 38 調整液ボトル
- 40 三方弁
- 42 PC
- 44 透過光信号
- 48 開閉信号

40

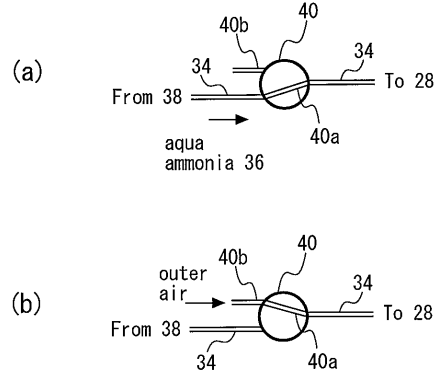
【 図 1 】



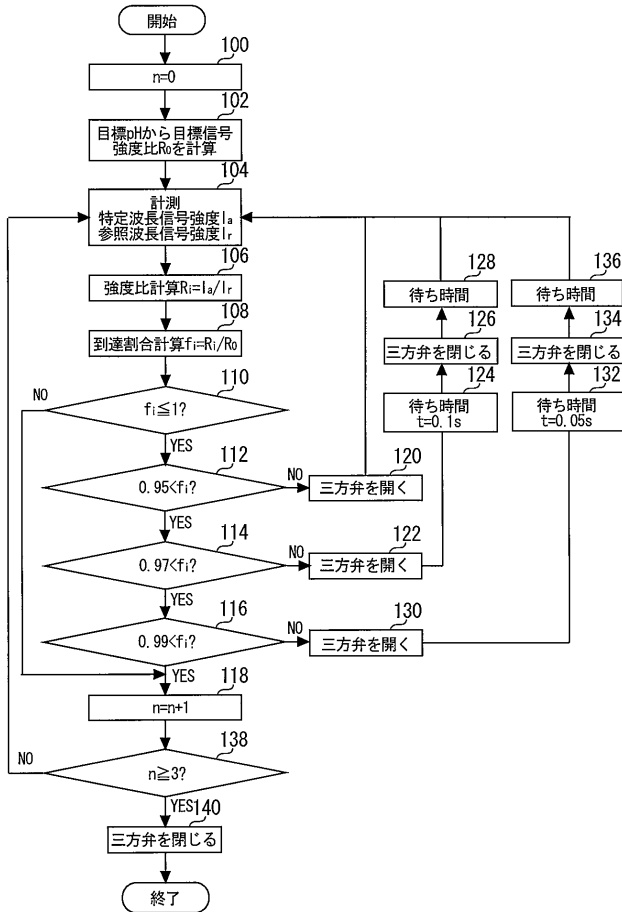
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



フロントページの続き

(72)発明者 堀内 道雄

東京都八王子市小宮町 7 7 6 - 2 システム・インスツルメンツ株式会社内

(72)発明者 朱 彦北

茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内

(72)発明者 千葉 光一

茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内

Fターム(参考) 2G054 AA02 AB07 CA10 CE01 EA06 FA18 FA32 FA33 GB01