

# 原子吸光光度計（固体測定）の運用と測定例

○六本木 美紀<sup>a)</sup>

<sup>a)</sup>宇都宮大学 工学部 技術部

## 1. はじめに

原子吸光光度計は理工、医薬、食品、環境などの広い分野で使用されている汎用的な分析装置の1つである。筆者は主に水質分析のためゼーマン方式を採用した日立製 Z6100 型に始まり、現在は連続光源方式のアナリティクイエナジャパン製 ContrAA300 および ContrAA800D を使用してきた。後者の ContrAA800D 型は1台で溶液サンプルと固体サンプルが測定可能なタイプであるが、この溶液と固体測定の切り替えは非常に重量なオートサンプラの取付けと取りはずしが必要なため現在は固体測定専用機として共用されている。本装置の運用が軌道に乗るまでにしばらく時間を要したが現在は様々なサンプルを測定できる段階に入った。今回はその装置の特徴と測定例の一部を紹介する。

## 2. 装置の概要

本機はファーンネスを有し 2500°Cまで加熱することが可能である。試料は空焼きをしたサンプルボートに 0.5mg 前後乗せられグリッパーにつかまれてマイクロ天秤へと向かう。秤量されたのちにファーンネス部に搬送され加温プログラムに従い乾燥→灰化→原子化の工程を経たのち冷却されてサンプリング位置に戻る。装置内部の分光系はキセノン連続光源が採用され溶液試料の場合はシーケンシャル測定が可能で、固体測定の場合は1サンプル1元素の測定となる。濃度基準となる標準物質は粉末状のものを入手することも可能ではあるが我々は標準液を用いることが多い。本機では標準原液と0点用溶液をそれぞれ専用カップに入れ所定のホルダーに置けばピペット操作により自動希釈され検量線が得られる。固体直接測定の試料の前処理は乾燥と粉碎のみであり、この前処理の簡易さが利点の一つと言える。1回の測定にはおよそ5分を要する。

## 3. 運用について

本機は大学内機器分析センターの設備である。筆者の所属は工学部技術部であるが過去の経験により本機の管理を依頼され、使用希望者に対して一連の操作方法を指導している。とほいうものの現状は使用希望者が少ない。そこで本機の特徴や個性を把握することを第一の目的として週に1度ペースではあるが何かしらの測定を行い装置の動作確認を行うとともにより多くの分野の方にアピールして使っていただけるよう測定例を増やしている。

## 4. 測定の流れ

多くの分析装置が初発から期待通りのデータを得られることは難しいと思われる。本機も測定条件の確定まで様々なパラメーターの変更を検討することでようやく理想のピークを得ることができる。図1は鉄サプリメントをトレーニング材料としたときの条件検討結果を示す。変更内容は灰化温度、灰化保持時間、原子化温度、標準溶液濃度、測定時間、原子化昇温速度である。条件検討の初回では標準液濃度が薄く測定時間内でピークが途切れた。検討を繰り返すことでピーク形状の改善が見られた。

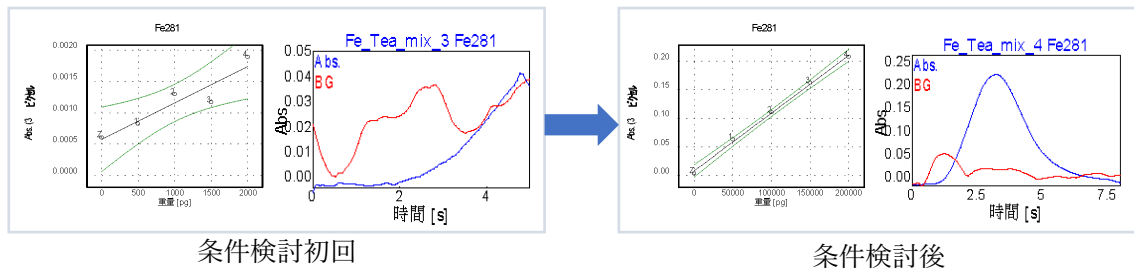


図1.分析条件の検討結果

## 5. 測定例と授業での活用

教員のもつ学部1年生を対象とした授業の中で分析装置の紹介を毎年行っている。今年度は中国産と国産（伊勢志摩産）の乾燥ひじき中の鉄含有量の比較をデモンストレーションした。測定結果は中国産では  $275 \mu\text{g/g}$ 、国産では  $104 \mu\text{g/g}$  であった。健康維持のために鉄分の補給は必須でありひじきに注目された時期があるが実際はほとんど無きに等しいという結果に学生も驚いている様子であった。研究室配属後の活用を願う。



図2. 授業での機器紹介の様子

## 6. 起こりうるエラーの一例

しばしば起こるエラーの一つにグリッパーがボートをつかむ位置に関するものがあげられる。サンプルを載せたボートが天秤に入り、ボートが天秤上に置かれるまでに約15秒間待つ。しかし、ボートの掴み位置が深すぎてボートが天秤に置かれた後も図3のようにグリッパーがボートに接触したままであると、いつまで待機しても秤量されない。天秤はカバーされているためこれに気付くことなく秤量が失敗に終わることがある。些細なことではあるがこういった現象を知らずにいると何が起こったかわからず焦ってしまう

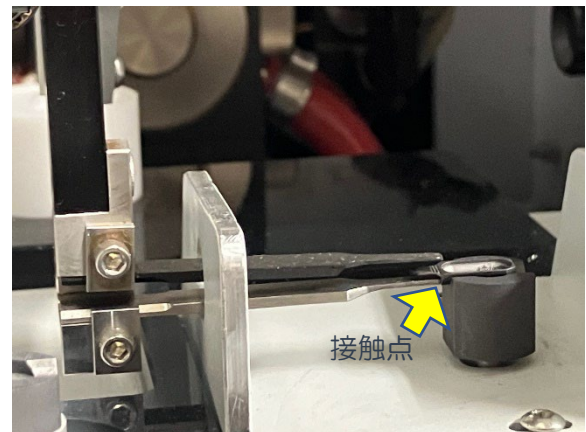


図3. 天秤秤量時のグリッパーの接触

使用者が出るであろう。そしてどう対処すべきかがわかっているならば冷静に再秤量することが可能である。ボートの掴み位置や天秤での置き位置を調整する機能があるが測定回数が増すにつれて気づかぬうちにずれが生じるのである。

## 7. 今後の課題

高濃度サンプルに対し感度の低い測定波長の選択、検量線濃度等各種パラメーターのバランスを検討した。サンプル希釈を行った場合は均一化が結果に大きく影響することはもちろん、平均値を得るために同一サンプルを複数回測定すべきでありそのばらつきを把握することは当然である。このような場合は、試料の溶解のような“前処理は複雑だが希釈が容易で均質な溶液測定”に切り替えるという判断も必要となるであろう。未知試料に対してまずは試し測定を行い最善策を検討しアドバイスができるように研鑽を積みたい。測定例にも示したが食品の直接測定ができれば、例えばこれまで使用者のいなかった家政食品分野の方へもアピールできるであろう。今回はトレーニング用試料の分析データというよりは装置に慣れることを重視した。自身の研鑽により学内共用化を活性化することが課題である。