速 報

炎吸収スペクトル用2フレーム自記分光光度計におけるバックグラウンド補正

原口 紘丞*, 戸田 昭三**,

平林 延雄***, 不破敬一郎**

(1975 年 1 月 28 日受理)

最近、著者らは炎吸収スペクトルの研究及びスペクトル測定用自記分光光度計の開発・試作に関する研究を行っている。炎吸収スペクトルの研究はその例が少なく、また自記式スペクトル測定装置もない状況であった。そこで、著者らは従来の原子吸光分析装置を用い、手動によって各波長における吸光度測定を行い、炎中の原子及び分子種の紫外領域における吸収スペクトルを測定してきた^{1)~5)}。その結果、このような研究はスペクトルの分光学的研究⁶⁾のほかに、炎中の分子種を利用する非金属元素の定量¹⁾²⁾や原子吸光分析における化学干渉の解明³⁾⁴⁾などに有用であることが明らかとなった。そこで、今後更に研究を進展させるには炎吸収スペクトルの迅速測定用自記分光光度計の開発が重要な課題であると考え、上記自記分光光度計の試作に着手した。

試作した装置(第二精工舎 SAS-730 型原子・分子吸光光度計)はダブルビーム型分光光度計である。光源としては、紫外領域用重水素ランプ(西ドイツ Körn 社製 200W 重水素放電管、水冷式)、可視領域用タングステンランプ(ウシオ電機社製 100W タングステンランプ)及び原子吸光用中空陰極ランプが装備可能である。本装置の特徴は、世界的にはじめての試みとして対照用及び試料用の2個のバーナー(空気-アセチレン炎用及び亜酸化窒素-アセチレン炎用バーナーのいずれも使用可能)を使用した2フレーム・ダブルビーム自記分光光度計として設計された点にある。以上の本装置における光源部

Fig. 1 Optical system of two-flames automatic recording spectrophotometer

W: Tungsten lamp; D: Deuterium lamp; CH₁~CH₂: Chopper mirror; F₁: Sample flame; F₂: Reference flame; M₁~M₉: Mirror; L₁~L₃: Lens; S: Slit

及びフレーム部の光学系を Fig. 1 に示す。更に、本装置はベースライン補正用演算回路を内蔵している。これらの理由は、炎中の目的成分の吸収スペクトルの測定においては光源光強度の波長による変動補正、ダブルビームのビームバランスの補正のほかに、試料中の共存成分及び炎燃焼成分によるバックグラウンドの補正を行う必要があるためである。

本装置で測定した炎吸収スペクトルの例を Fig. 2(a), (b) に示す。試料は 500 μ g/ml の濃度のマグネシウム水溶液である。炎は空気-アセチレン炎を使用し、2フレームの場合の対照側炎には脱イオンを噴霧した。また、光源には重水素ランプを使用した。Fig. 2(a) は1フレームの場合(対照側は空気が媒体)、Fig. 2(b) は2フレームの場合の吸収スペクトルである。Fig. 2(a) には(280~290) nm 及び (305~320) nm 付近に炎燃焼成分

Fig. 2 Flame absorption spectra observed by automatic recording spectrophotometer

(a) One-flame system; (b) Two-flames system; Sample: Aqueous solution of Mg (500 μ g/ml); Flame: Air-acetylene flame; Spectral band width: 2 $\text{\AA}$; Scanning speed: 50 $\text{\AA}$ /min

* 環境庁国立公害研究所: 茨城県筑波郡谷田部町館野

** 東京大学農学部農芸化学科: 東京都文京区弥生 1-1

*** 第二精工舎科学機器部: 静岡県駿東郡小山町

である OH バンドの吸収 (${}^2\Pi \rightarrow {}^2\Sigma$) が観測されている⁶⁾。ただし、285.2nm の吸収はマグネシウム原子の吸収である。Fig. 1 (b) においては、上記の OH バンドの吸収が 2 フレームの効果によってほとんど補正され、マグネシウム原子の吸収のみが観測されている。(305~310) nm 付近のわずかなベースラインの変動は、強い吸収がある場合補正のためのフィードバック回路における電気的応答の遅れが生ずることによるものである。波長掃引速度を遅くすれば、上記のベースライン変動は小さくなる。なお、Fig. 2 のスペクトル測定においては 2 フレームの効果を明確にさせるためにいずれの場合にもベースライン補正回路は作動させていない。ゆえに Fig. 2 (b) においてもベースラインが完全には水平になっていないが、これは光源の光強度の波長による変動に起因するものである。すなわち、水平なベースラインを得るには 2 フレーム・ダブルビームによる測定方式だけでは不十分で、ベースライン補正回路が必要である。このことは、250nm 以下の波長領域において著しかった。

上記のように、2 フレーム・ダブルビーム方式はバックグラウンド吸収及びベースラインの変動補正に有効であり、また今回試作した自記分光光度計は炎吸収スペクトルの測定に応用できることが分かった。これにより、これまで研究が困難であった炎吸収スペクトルの測定及びその応用分野の研究の進展が期待できる。更に、2 フレーム法は原子吸光分析におけるバックグラウンドの原因解明及びその補正にも有効であると考えられる。装置及び研究データの詳細に関しては近く発表する。

(本研究は、昭和 48 年度文部省科学研究費の援助を受けて行ったものである。)

文 献

- 1) K. Fuwa, B. L. Vallee: *Anal. Chem.*, **41**, 188 (1969).
- 2) 不破敬一郎, 原口紘丞, 岡本研作, 永田忠博: 本誌, **21**, 945 (1972).
- 3) H. Haraguchi, K. Fuwa: *Chemistry Lett.*, **1972**, 913.
- 4) H. Haraguchi, M. Shiraiishi, K. Fuwa: *ibid.*,

1973, 251.

- 5) H. Haraguchi, K. Fuwa: *Spectrochim. Acta*, Part B, in press.
- 6) R. W. B. Pearce, A. G. Gaydon: "*The Identification of Molecular Spectra*" (1950), (Chapman and Hall Ltd., London).

☆

Background correction in two-flames automatic recording spectrophotometer for flame absorption spectra. Hiroki HARAGUCHI*, Shozo TODA**, Nobuo HIRABAYASHI*** and Keiichiro FUWA** (*National Institute for the Environment, Tateno, Yatabe-machi, Tsukuba-gun, Ibaraki; **Faculty of Agriculture, The University of Tokyo, 1-1-1, Yayoi, Bunkyo-ku, Tokyo; ***Oyama Plant, Scientific Instrument Division, Daini Seiko-sha Co., Ltd., Oyama-machi, Shizuoka)

A new type of two-flames double-beam spectrophotometer for flame absorption spectra has been built, which is equipped with a deuterium lamp, a tungsten lamp and a hollow cathode lamp. The apparatus was applied to the measurement of the absorption spectrum in the ultra-violet region {(280~320)nm} in the air-acetylene flame with aspirating the aqueous solution of Mg (500 µg/ml), and the obtained spectrum is shown in Fig. 1 along with that taken by the one-flame system. In the spectrum observed by the one-flame system, the molecular absorption bands of OH are observed near (280~290) and (305~320) nm. On the other hand, the absorptions of OH disappear completely, leaving that of Mg at 285.2 nm in the spectrum by the two-flames system. This indicates that the background absorption due to the flame components and the co-existing species in solution can be automatically corrected by the use of this two-flames double-beam spectrophotometer. The two-flames system can also be useful to a certain extent for correcting the change of the baseline due to that of the intensity of the light source.

(Received Jan. 28, 1975)

Keywords

Automatic recording spectrophotometer
Background correction
Flame absorption spectra
Two flames