技 術 紹 介

多用途微量金属分析装置による生物
試料中の金属定量 II

小 椋 秀 亮 山 田 庄 司 加 藤 有 三

東京医科歯科大学歯学部歯科薬理学教室

(1977年10月20日受付)

Quantitative Analysis of Metals in Biological Material by Multipurpose
Microanalyser for Metals II

Hideaki Ogura, Shoji Yamada and Yuzo Kato

Department of Pharmacology, School of Dentistry,
Tokyo Medical and Dental University

I. はじめに

前報 (I) において, 多用途微量金属分析装置の概要と, アセチレンを燃焼ガスとして用いる ppm 単位の金属定量に関する解説を行った¹⁾。今回は前報に引き続き, HGA-2100 グラファイト炉 (graphite furnace, 無炎原子化装置) と AS-1 自動サンプリング装置 (auto sampling system) および重水素放電管によるバックグランド補正装置 (deuterium background corrector) の概要と, それらの操作手順について解説する。これらの装置は ppb 単位の極微量金属の定量に用いられるのであるが, 光学系や電子計算器系は Perkin Elmer 603 型原子吸光分光光度計 (以下 AAS-603 と略す) 本体を使用しなければならない。なお, AAS-603 の操作に関する説明は, 重複をさけるため前報の解説を大幅に引用した。したがって, AAS-603 の操作に関連する部分については, 必ず前報の解説を参照していただきたい。

II. 各操作部分の説明

1. HGA-2100 制御装置 (図 1)

1・1 温度メーター: 乾燥, チャーリング^{注1)}原子化の各段階におけるグラファイトチューブ (図 2) の温度を表示する。

1・2 ガス供給バルブ: グラファイトチューブの内外を流れる不活性ガス (本装置では, アルゴンガスを使用) 供給用の開閉バルブである。

1・3 ガス流量計と調節つまみ: 原子化段階でのグラファイトチューブ内を流れるガス流量を示す。

1・4 POWER スイッチと確認ランプ: HGA-2100 の電源スイッチであり, 15 アンペアのブレーカーをかける。

1・5 GAS FLOW スイッチ: 原子化段階でグラファイトチューブ内にガスを流す場合 (NOR-

注 1: チャーリング (Charring) とは, 測定対象元素以外の物質 (特に有機質) を, 熱分解によって除去する操作である。不活性ガスの環境下で加熱するため, 有機物は炭化するが, 灰化されることは少ない。

図 1 HGA-2100制御装置

1: 温度メーター, 2: ガス供給バルブ, 3: GAS FLOW スイッチ, 4・5: ガス流量計と調節つまみ, 6・7: POWER スイッチと確認ランプ, 8: RECORDER スイッチ, 9: HIGH TEMP. ボタン, 10: PROGRAM ボタン, 11: 乾燥温度設定つまみとボタン, 12: 乾燥時間設定つまみ, 13: チャーリング温度設定つまみとボタン, 14: チャーリング時間設定つまみ, 15: 原子化温度設定つまみとボタン, 16: 原子化時間設定つまみ, 17: X10 ボタン

図 2 グラファイトチューブ
中央部の小孔は試料注入孔である。

MAL) と、流さない場合 (INTERRUPT) のいずれかを選択する。“INTERRUPT” は感度が低い時に利用する。

1・6 RECORDER スイッチ: “AUTO” にすると原子化開始約10秒前から原子化終了約30秒後までの間だけ、レコーダーのペンが自動的に作動し、チャートを駆動する。“MANUAL” にすれば、常時ペンは作動しチャートが駆動される。

1・7 乾燥 } 温度設定つまみとボ
1・8 チャーリング } タン
1・9 原子化 }

それぞれ上部のボタンを押し続けながら、設定つまみをまわし、温度メーターにより、おのこの温度条件を設定する。

1・10 乾燥 } 時間設定つまみ
1・11 チャーリング }
1・12 原子化 }

1・13 X10 ボタン: 特に長時間のチャーリングが必要な時に使用する。このボタンを押せば点灯し、チャーリング時間は時間設定つまみの標示の10倍に設定される。

1・14 HIGH TEMP. ボタン: このボタンを押せば、プログラムに関係なくグラファイトチューブの温度は $2,600^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ となる。これは、新しいグラファイトチューブの使用前清浄用に、あるいは分析試料の残留によるチューブの汚れがある時、その残存試料の焼き出しを行う必要がある場合などに使用し、一般に20秒くらい押し続ける。また、グラファイト炉のブロックの温度が 60°C を越えると安全装置が作動し、このボタン自体が赤く点灯して自動的にプログラムが停止する (冷却水を多少多めに流してみるとよい)。

注意: HIGH TEMP. 使用時には測定プログラムを完全に停止しておかねばならない (Ⅳ・33参照)。

1・15 PROGRAM ボタン: 自動サンプリング装置 (AS-1) がない場合の測定プログラム進行ボタンである。しかし、AS-1 を組み込んだ本装置では、一般にこのボタンを使用することはない

(Ⅱ・3・2参照)。(なにかの理由でAS-1の使用が不可能の場合には、このボタンを押せば点燈し、乾燥→チャージング→原子化の順にプログラムが進行する。原子化終了後も30秒間ランプは点燈し続けるが、この間試料の注入はできない。途中でプログラムを停止させたい時はこのボタンを再度押せばよい。この時も30秒間ランプは点燈を続ける。ランプが消えれば次の試料注入が可能となる。)

2. HGA-2100 グラファイト炉

2・1 図3に示すようにグラファイト炉外部

図3 グラファイト炉および自動サンプリング装置の作動部

1: 前後方向位置調整つまみ, 2: 傾き調整つまみ, 3: 上下方向ロックねじ, 4: 上下方向位置調整つまみ, 5: 左側窓, 6: 温度監視装置, 7: 右側窓, 8: 固定ビン, 9: 回転調整つまみ, 10: ピペット先端深さ調節ネジ, 11: 試料台, 12: 制御部と作動部を接続する電源ケーブル, 13: ピペット先端前後方向調節つまみ, 14: ピペット先端洗浄槽, 15: 試料カップ, 16: ピペット先端左右方向調節つまみ, 17: サンプリングアーム, 18: サンプリングアームの手動ネジ

には、グラファイトチューブを炉内の所定の位置に装着するための機構、グラファイト炉を前後、回転、上下などの方向に動かして、ランプ光軸と一致させるための機構、グラファイト炉の温度監視機構などがある。グラファイト炉に対する外部からの接続部位としては、前面に2本の高圧電源ケーブル、背面にはグラファイト炉に対する冷却水の流入、流出口、グラファイトチューブの内外を流れる不活性ガスの流入口などがある。

2・2 グラファイト炉のガス流路: 図4に示された流路で、炉内を不活性ガスが流れる。これにより、グラファイトチューブの劣化が抑制されるとともに、乾燥段階で発生する蒸気、チャージング段階での煙やその他の生成物質がグラファイトチューブから追い出される。また、不活性ガスの環境下で原子化することにより、空気中で原子化する場合にくらべて干渉を起こすような諸因子が生じにくいので、高感度の分析を行い得るなどの利点もある。

3. AS-1 自動サンプリング装置の作動部と制御部

3・1 AS-1 の作動部は、図3に示されているように、試料カップを固定し自動試料送り装置をかねた試料台と、試料カップから一定の微量液体試料を採取してグラファイトチューブ内へ注入するサンプリングアームよりなる。アームのピペット先端の位置をグラファイトチューブの試料注入口に合わせるための前後、左右方向の調節機構と、チューブ内における差し込みの深さを調節する機構がある。また、制御部と作動部を接続する電源ケーブルは、作動部のコネクターで取りはずすことができる。

3・2 AS-1 の制御部は図5に示してある。

POWER スイッチ: AS-1 制御部がHGA-2100制御装置に接続されている時のみスイッチを入れることができる(本装置では常時接続している)。

START/STOPスイッチ: グラファイト炉の作動スイッチであり、STARTを押すとHGA-2100制御装置のプログラムに従って、試料採取→注入→乾燥→チャージング→原子化→測定

図4 グラファイト炉の断面図

グラファイトチューブの内部を流れるガス流路（点線矢印）と外部を流れるガス流路（実線矢印）およびグラファイト炉ブロック内部の冷却水(W)の水路とランプの光軸（破線）が示されている。

図5 AS-1自動サンプリング装置の制御部

1: POWER スイッチ, 2: START/STOP スイッチ, 3: MULTI スイッチ, 4: サンプリングポンプ, 5: 洗浄用ポンプ, 6: 蒸留水容器

のサイクルが自動的に進行する。

MULTI スイッチ：同一試料の測定回数を設定する（9回まで可能である）。

サンプリングポンプ：2カ所のポンプ位置（10 μ l, 20 μ l）があり，同一のポンプで希望するサンプル量を採取することができる。

洗浄用ポンプ：このポンプはサンプリングポンプと洗浄用蒸留水容器との間にあり，前準備段階では手動で，測定段階ではプログラムに沿って自動的にサンプリングアームに蒸留水を流し込み，そのピペット先端を洗浄する。

4. バックグラウンド補正装置（図6）

PURGE バルブ：このバルブを開くことにより，AAS-603 本体におさめられた D_2 ランプ領域が窒素ガスで清浄化され，内蔵されたミラーの劣化を防ぐ。

D_2 ランプスイッチ：このスイッチ操作により，AAS-603 本体内の D_2 ランプが点燈し，連続スペクトルが中空陰極ランプと同じ光路を流れる。

REFERENCE ENERGY 調節ボタン：このボ

図6 バックグラウンド補正装置

1: PURGE バルブ, 2: D₂ ランプスイッチおよび確認ランプ, 3: REFERENCE ENERGY 調節ボタン

タンを押している間、D₂ランプエネルギーが増加（右側のボタン）あるいは減少（左側のボタン）し続ける。エネルギー表示板を見ながら、上段（中空陰極ランプのエネルギー）の表示に下段（D₂ランプエネルギー）の表示が一致するようにこの2つのボタンのいずれかを押して調節する。

Ⅲ. 装置の組み立ておよび位置あわせ

グラファイト炉および AS-1 の取り付け

(1~8)

AAS-603 本体には一般に噴霧バーナー装置が装着されているので、それを取りはずしたのちグラファイト炉を装着せねばならない（事故防止のため2人で行うこと）。

1) 噴霧バーナーの土台を AAS-603 本体に取り付けている4本のネジをはずす（他の1人はバーナーの土台を押さえておく）。

2) C₂H₂ガスが排除されていることを、AAS-603 のガス制御装置の燃料チェックボタンを押すことによって確認したのち、噴霧バーナーの土台をはずし、点火用 C₂H₂ ガス管の AAS-603 本体への接続部をはずす。

3) グラファイト炉用の4本の支柱を軽くともる程度に支持台にねじ込む。

4) この支柱の上にグラファイト炉の土台をのせ、支柱に軽くネジでとめる（他の1人は、グラ

ファイト炉の土台を押さえておく）。

5) AS-1 作動部のサンプリングアームと、制御部のサンプリングポンプとをチューブで接続する。

6) 洗浄用ポンプを制御装置から引き抜いて、手でポンプを作動し、配管内の空気を排除したのちポンプを元の位置に装着する。

7) AS-1 の制御部と作動部の配線を接続する（接続部は試料台右下にある）。

8) グラファイト炉へ高圧電源ケーブルを接続する（左右はどちらでもよい）。

グラファイトチューブの装着 (9~10)

有機成分を含んだ試料の測定後には炭化物がチューブ内にたまるので、その清掃のために、しばしばグラファイトチューブの取りはずしと再装着を行わねばならない。

注意: 200V 高圧電源スイッチを必ず OFF にした状態で行うこと。

9) グラファイト炉の固定ピンを上方に動かすと炉が左右のブロックに分かれ、そのまま左右に引き離すことができる。

10) グラファイトチューブは左側ブロックのコンタクトリング内に差し込み、チューブの試料注入孔とコンタクトリングの試料注入孔を一致させ、そのままの位置で右側の炉ブロックを左側ブロックに押しつけると左右ブロックがしっかりと固定される。

グラファイト炉の位置あわせ (11~13)

中空陰極ランプの光軸の中心がグラファイトチューブの中心を通るように調整せねばならない。

11) グラファイト炉の回転アームを手前に引いて炉全体をランプの光路からずらす。そののち、目的とする金属元素ランプを AAS-603 本体に装着し点燈後、前報¹⁾の基本操作手順に従って光学系統の条件設定を行う。

12) AAS-603 本体右側パネルの SIGNAL スイッチを ABS にして、AZ キーを押す。

13) グラファイト炉を元の位置にもどし、それぞれのつまみにより前後→上下→左右の順序

で炉を動かして、デジタル表示された吸光度が最小となる位置で炉を固定する（一般に吸光度 0.2 以下でセットされる）。

AS-1作動部の位置あわせ（14～19）

試料注入時に、サンプリングアームのピペット先端がグラファイトチューブに接触しないような位置関係に調整する。

14) 試料台下部の固定ネジをゆるめる。

15) サンプリングアームの手動ネジをまわし、ピペット先端がグラファイトチューブの試料注入孔の近くにきた状態とする。

16) 前後、左右の調節つまみを動かし、ピペット先端がグラファイトチューブの試料注入孔に入るようにして固定ネジをしめる。

17) 14～16の操作を2、3回繰り返して、最適位置に設定する。

18) ピペット先端のつまみの深さを調整するため、備えつけのミラーでグラファイト炉右側窓からチューブ内を観察する。

19) サンプリングアームの手動ネジを動かし、ミラーによりグラファイトチューブ内のピペット先端を観察し、図7に示したように、チューブ底面から2～3 mmの位置にピペット先端が位置するところに調整する。この調整は図3のピペット

図7 グラファイトチューブ内におけるサンプリングアームのピペット先端の深さ調節模型図
a : ピペット先端, b : 試料水滴, 右側窓からミラーで観察しながら、この位置にピペット先端がくるように、ピペット先端深さ調節ネジで調整する。

先端深さ調節ネジで行う。

注意：グラファイト炉に直接ふれる操作（特にグラファイトチューブの装着）を行う場合には、200V 高圧電源スイッチを必ずOFF しておかねばならない。

IV. 基本的操作手順

前準備（1～12, 主としてHGA-2100制御装置の条件設定）

1) 200V 電源スイッチ（壁面にある）→ON, HGA-2100制御装置の POWER スイッチ→ON。

2) グラファイト炉に冷却水を流す（約1.5 l / 分）。

3) アルゴンガスボンベの元栓を開け、1.4～3.5 kg/cm² にガス圧を調節する（一般に2.8 kg/cm² とする）。

4) GAS SUPPLY バルブを開ける。

5) ガス流量調節つまみによりアルゴンガス流量を50 ml / 分（目盛で約35の位置）に設定する。

6) 乾燥温度と時間を設定する。

乾燥温度設定ボタンを押しながら、同設定つまみにより温度を合わせ（溶媒の沸点より多少高めに設定する）、次に乾燥時間設定つまみにより時間を設定する（一般に、試料容量 $\mu\text{l} \times 1.5$ 秒をめやすとするが、溶媒中に多量の固体が残っている時は、これより多少長めに設定する）。

7) チャーリング温度と時間を設定する。

その操作は、6)と同様に行う。温度条件は測定対象元素の種類によって異なるが、水溶液中に含まれる場合には、一般に、Standard Condition (Perkin Elmer 社の Analytical Methods using the HGA Graphite Furnace 中に記載されている)に従えばよい。しかし、血清など多くの有機成分を含む場合には複雑であり、最適条件のあらたな検討が必要である。時間は水溶液の場合30秒程度にする。

8) 原子化温度と時間を設定する。

その操作は、6)と同様に行う。温度条件は測定対象元素の種類によって異なり、7)に記載した

Standard Condition に従えばよい。この場合、試料中の有機成分含有の有無は考慮しなくてよい。時間は7~10秒とする。

9) GAS FLOW 選択スイッチ→NORMAL (一般にスイッチをこの位置にして測定する)。

10) RECORDER スイッチ→AUTO (Ⅱ・1・6 参照)。

11) レコーダー本体の電源→SERVO, RANGE→10mV, CHART SPEED→20mm/min (レコーダーに関する操作は、前報¹⁾のレコーダーの条件設定の項参照)。

12) AS-1 作動部の試料カップに標準液ならびに試料溶液を注入し、サンプリングアームのピペット先端部に 0ppb 標準液がくるように試料台を設置する。

AAS-603 本体右側制御部分の条件設定 (13~18)

13) SIGNAL スイッチ→ABS。

14) MODE スイッチ→PK HT。

15) RECORDER スイッチ→TCI。

16) BKGD CORR スイッチ→AA BG。

17) 数字キーと INT キーにより測定時間を設定する (測定時間は原子化の時間と同一時間に設定する。例: 7 秒ならば 7.0 を押し、続いて INT キーを押す)。

18) 数字キーの 1 を押し、続いて PRNT キーを押す (測定値はプリントされ、試料番号が連続的に記録される)。

バックグラウンド補正操作 (19~21, 原則として補正を行うものとする)

19) 窒素ガスポンベの元栓を開き、バックグラウンド補正装置の RURG バルブを立ててガスを流し、ポンベのガス流量計で約 5 l/分 に調節する。

20) D₂ ランプスイッチ→ON (ランプが安定するまでに約 15 分間必要である)。

21) REFERENCE ENERGY 調節ボタンにより、D₂ ランプエネルギーを中空陰極ランプエネルギーに一致させる (Ⅱ・4 参照)。

注意: 窒素ガスを流さない時には、絶対に D₂ ラ

ンプを点燈してはならない (AAS-603 本体内のミラー類が、急激に劣化してしまうからである)。

測定開始直前の確認事項

- a) グラファイトチューブの装着を確認。
- b) 高圧電源ケーブルのグラファイト炉への接続を確認。
- c) アルゴンガスが流れていることを確認。
- d) 窒素ガスが流れていることを確認 (バックグラウンド補正時のみ)。
- e) 冷却水が流れていることを確認。

測定時の操作 (22~32)

A: 測定値を吸光度で記録したい時の基本操作を 22~26 で示す。

B: 測定値を直接濃度で記録したい時には、基本操作 22~25 の次に 27~31 の操作が続く。カーブ補正を必要とする時 (直線性の範囲より高濃度の試料を測定する場合) には 31 の次に 32 のカーブ補正操作を行う。

22) AS-1 制御部の POWER スイッチ→ON (START/STOP ボタンが点滅する)。

23) START/STOP スイッチを押す (HGA-2100 制御部の PROGRAM ランプが点燈し、先に設定したプログラムに沿って、まず 0ppb 標準液の採取→注入→乾燥→チャーリング→原子化→測定が自動的に行われる)。

注意: 原子化の段階でグラファイト炉内を肉眼で直接のぞき込んではいない。

24) 測定完了と同時に、数字がデジタル表示される。

25) AAS-603 本体右側制御部分の AZ キーを押す (デジタル表示は 0.000 となり 0 セットが完了する)。

26) MULTI スイッチが 1 にセットされていれば、試料カップの順序に従ってそれぞれ 1 回ずつ同様な測定を続ける (この時、プリンターにもレコーダーにも吸光度が記録されている)。

27) 22~25 の操作により 0 セット完了。

28) そのまま測定プログラムは自動的に進行しており、0ppb 液の次の試料カップに入っている

直線性の範囲内にある標準液（説明を容易にするため 150ppb 液とする）の採取が開始される。

29) AAS-603 本体右側の SIGNAL スイッチ → CONC。

30) 数字キーで150を押し、S1キーを一回だけ押す。

31) 測定終了と同時に数値がデジタル表示される。ここでS1キーをもう一度押すとデジタル表示は 150 となる（この操作により基準線が設定される。それ以後の測定値は、この基準線により換算され濃度でプリンターに記録される）。

32) 直線性の範囲より高濃度の試料を測定する場合には、噴霧バーナーを用いた ppm 単位の測定時と同じように¹⁾、S2、S3 キーを用いてカーブ補正を行うことができる。この場合のキー操作は、前述した S1 キーの操作に準じて行う。カーブ補正後の試料測定もカーブ補正を行わない時と同様に、すべて、プログラムに沿って自動的に行われる。

前述のごとく、本装置にはバックグランド補正機構が組み込まれているため、以上の基本的操作によって得られた測定値は、金属元素による本来の原子吸収による以外の吸収ピークを自動的に補正したものである。

測定終了後の操作（33～46）

33) 測定プログラムの停止。

最後の試料測定サイクルの進行中（HGA-2100 制御装置の PROGRAM ランプが点燈している間）に、AS-1の制御部の START/STOP スイッチを押すと、その測定サイクルの終了と同時にプログラムは停止する。次に POWER スイッチ → OFF。

34) バックグランド補正装置の D₂ ランプスイッチ → OFF、ただし、窒素ガスはそのまま 5 分間流し続ける。

35) 5 分後、窒素ガスボンベの元栓を閉じ、流量計が 0 となってから、バックグランド補正装置の PURGE バルブを閉じる。

36) アルゴンガスボンベの元栓を閉じ、HGA-2100 制御装置のガス流量計が 0 を示してから、同

装置の GAS SUPPLY バルブを閉じる。

37) HGA-2100 制御装置の POWER スイッチ → OFF。

38) レコーダー本体の POWER スイッチ → OFF。

39) 200V 電源スイッチ（壁面に設置されている）→ OFF。

40) グラファイトチューブを取りはずし、チューブ内を清掃したのち再装着する（Ⅲ・9、10 参照）。

41) AS-1 制御部のサンプリングポンプと、作動部のサンプリングアームをつなぐチューブをポンプ位置でとりはずす。

42) AS-1 制御部と作動部を接続した電源ケーブルを作動部位置で引きぬく。

43) グラファイト炉に接続した高圧電源ケーブルを引きぬく。

44) グラファイト炉の冷却水をとめる。

45) グラファイト炉と AS-1 の作動部を AAS-603 本体から取りはずし（装着時と逆に行えばよい）、保持台に固定したのち、所定の場所に格納する。

46) 噴霧バーナー装置を AAS-603 本体に再装着する。

注意：46) の操作の際、点火用 C₂H₂ ガス管を AAS-603 本体下部に接続することを忘れてはならない。

47) AAS-603 本体に関する測定終了後の処置は、前報に記載した“測定終了後の操作”に従うこと。

V. 条件設定における問題点

原子化段階で試料中に存在している測定対象元素以外の物質は、しばしば吸光度の変化をもたらす。一般に干渉と呼ばれるこれらの現象は測定元素の種類によって異なるもので、ある元素の測定時に干渉を起こすような物質でも、別の元素の測定時には全く干渉を起こさない場合がある。しかし、高濃度の NaCl の存在によって起こる分子吸

収や、発煙現象に基づく光散乱に由来する疑似吸収などは、測定元素の種類に関係なく、共通して、見かけ上の原子吸収を起こすことが知られている。本装置におけるチャーリング装作は、測定元素以外のより揮発性の高い成分（特に有機物）を原子化段階以前に飛散・除去することを目的としている。そのためにはできるだけ高温で長時間のチャーリングが望ましいわけではあるが、しかし、そのようなチャーリングを行えば、その段階で測定対象元素の種類によっては、損失を招来する恐れがある。測定元素の損失を起こさないためには、できるだけ低温で短時間のチャーリングを行えばよい。この2つの相反する条件の妥協点を見出し、その条件によってチャーリングを行わねば正確な測定は望めない。生物試料の元素分析に関しては、Standard Condition はあくまでも“めやす”にすぎない。したがって、研究者各自が取り扱う生物試料に関して設定すべき条件は、各自があらかじめ決定しなければならない。条件設定のための基本操作については、“Analytical Method using the HGA Graphite Furnace”に記載されているのでこれを参照していただきたい。

本装置に組み込まれているバックグラウンド補正装置は、前述の NaCl による分子吸収と同時に、光散乱による疑似吸収を補正することができるとされている。そのため、チャーリング段階終了後、なお有機物が残留したために、電子化段階でわずかに発煙したとしても、煙による疑似吸収を差し引いて、本来の原子吸収を検出することができる。

また、有機物試料の熱分解温度よりも低温度で揮発してしまうような元素を測定対象とする場合には、チャーリングを十分に行うことができない。この場合には、従来行ったような試料の前処理を行う必要も生ずる。しかし、一方では前処理試薬による汚染は高感度の定量時には特に問題となる。このため、試料の前処理が必要か、不必要かについては、現時点では各自が行った予備実験に基づいて結論づけるほかはない。また、生物試

料の測定時には、NaCl がかなりの濃度で共存していることが当然予想される。このため、試料前処理の有無にかかわらず、バックグラウンド補正は原則として行うことが必要であると考えられる。

VI. む す び

今回は、HGA-2100 グラファイト炉を用いる極微量金属分析に関して、その基礎である装置の各操作部分の説明と装置の組み立てかた、さらに実際に測定を行う場合の操作方法について解説した。

AAS-603 本体には、噴霧バーナーが装着してあるという想定のもとに今回の解説を行ったので、“Ⅲ・装置の組み立ておよび位置あわせ”と、“Ⅳ・基本的操作手順”は連続して行うべき、最も基礎的な操作である。測定操作そのものは全自動的に行われるため、きわめて簡単であるが、あくまでもⅢの操作が確実に行われていることが前提条件である。また、本装置には、急速にグラファイト炉を高温化する目的で高圧電源を用いており、実験者の事故および装置の事故を防止するために、文中にいくつかの“注意”事項を挿入した。“注意”の記載に対しては、特に注意を払っていただきたい。

HGA-2100 グラファイト炉による測定には、必ず AAS-603 本体の光学系統を使用するが、その詳細は前報に記載しているので本稿では説明しなかった。そのため、測定に際しては、前報と本稿の2編を併用していただきたい。また、グラファイト炉による測定は、きわめて高感度であるため、使用する蒸留水の質の問題に始まるさまざまな問題が派生するものと思われる。それらの問題点を明らかにするため、今回は応用面を中心とした報告を行い、前報に始まって、今回の応用編までの3編で、本分析装置に関する解説を終了する予定である。

文 献

- 1) 小椋秀亮, 加藤有三, 山田庄司: 多用途微量金属分析装置による 生物試料中の 金属定量 I. 口病誌, 44: 257-266, 1977.