- Chem.*, 198, 501 (1952).
- (6) A. FRANKEL *J. Am. Chem. Soc.*, 76, 5568 (1954).
- (7) D. I. ARNON, M. B. ALLEN and F. R. WHATLEY: *Nature*, 174, 394 (1954).
- (8) D. I. ARNON, F. R. WHATLEY and M. B. ALLEN *J. Am. Chem. Soc.*, 76, 6324 (1954).
- (9) T. OHMURA: *Nature*, 176, 467. (1955).
- (10) D. I. ARNON: *Science*, 122, 9(1955).
- (11) T. OHMURA *Arch. Biochem. Biophys.*, 57, 187 (1955).
- (12) G. A. LEPAGE and G. C. MUELLER *J. Biol. Chem.*, 180, 975 (1949).
- (13) O. MEYERHOF: *Biochem. Z.*, 183, 176 (1927).
- (14) R. J. L. ALLEN *Biochem. J.*, 34, 858 (1940).
- (15) D. I. ARNON: *Plant Physiol.*, 24, 1 (1949).
- (16) F. R. WHATLEY, M. B. ALLEN and D. I. ARNON: *Biochem. Biophys. Acta*, 16, 605, 607 (1955).
- (17) 大村, 福士: 農化, 27, 516 (1953).
- (18) R. J. CROSS, et al. *J. Biol. Chem.*, 177, 655 (1949).
- (19) A. L. LEHNIGER: *J. Biol. Chem.*, 210, 911 (1954).

Summary

Chloroplast fragments, prepared from spinach leaves in the presence of ascorbate and the buffer of pH 7.5, were able to esterify inorganic phosphate to organic phosphate either by the oxidation of citrate or upon illumination. The activity of photosynthetic phosphorylation under aerobic conditions was high enough to compare with or even higher than that of the intact whole chloroplasts obtained under anaerobic conditions by ARNON, et al. The activity was not affected by the addition of crude TPN or vitamin K₃ or by the absence of oxygen.

酸素の微量分析 (第3報)

固定炉の恒温装置

河野哲郎, 佐藤恵子, 鈴木瑞枝, 磯部育子 (東京大学農学部農芸化学科)

昭和 30 年 8 月 10 日 受 理

Micro Determination of Oxygen. Part 3.

A Temperature Stabilizer for the Long Furnace

By Tetsuro KŌNO, Keiko SATŌ, Mizue SUZUKI, and Ikuko ISOBE

(Dept. of Agr. Chem., Univ. of Tokyo.)

I. 緒 言

第1報⁽¹⁾で窒素の精製条件を検討し, 第2報⁽²⁾で試料の熱分解を自動的に行えるようにしたが, なお分析値の変動が相当あつて, その主因が炭素粒と石英管との反応によつて生じるブランクの変動にあると推定された. このブランク値の発生が, 石英または炭素の品質によるもので一応避けられないとするとこの値を一定に保つ必要がある. ところでブランク値は固定炉の温度によつて著しく変化するから, 先ず固定炉を恒温化せねばならない.

なお, UNTERZAUCHER⁽³⁾ は, 彼の場合ブランク値は零であるが, それでも固定炉の温度は 1100~1170° 間で, ±5° 以内の一定値とすることを要求している.

ドイツでは酸素分析用の ±1° の炉が市販されているというが, これを作ろうと思うと, a) 温度変化に対応させて電源電圧を自動的に調整する方法と, b) 電源電圧を一定に保つ 2 方法が考えられ, a) については工業用の装置があり, b) については例えば定電圧電解用の装置などが利用できよう.

しかし, これらの装置はいずれも複雑であるか, 又は高価である. 最近 SCHÖNIGER⁽⁴⁾ は自動スイッチ付の低温炉を目的とする高温炉と電氣的に並列につなぎ, 低温炉を一定温度を保つように電圧を自動的に調節することによつて高温炉の方も温度を一定に保つような簡単な回路を設計し, 酸素分析用に使用して 1120° ±5° であると発表した.

SCHÖNIGER の回路は簡単であり, 何ら特殊な部品を要しないので, 早速試作, 追試した. その結果は確かによく動作したが, 回路中に可変抵抗があり, その接点の耐久力に問題があることを知った.

そこで、著者はトランスに細工をして、可逆抵抗を含まない回路を設計、製作したが、耐久力もあり、また調整が SCHÖNIGER のものより簡単であることを知つたので報告する。

II. 装 置

A. 回路 回路を Fig. 1 に示す。

本回路の動作原理を説明すると、10 Aのスライダックの 120 V の点から新しいタップがとつてある。B 炉が一定温度以下のときはバイメタルスイッチが閉じており、マイクロスイッチの電磁石が働いて、B 炉及び A 炉用のトランスには電源電圧がかかっている。B 炉が一定温度以上になると、バイメタルスイッチが開くために、マイクロスイッチが切換つて電源電圧は 120 V のタップにかかり、従つて B 炉及び A 炉には前の 100/120 の電圧がかかる。

このようにしておくと、B 炉にはバイメタルの作用で、単位時間に一定のエネルギーが供給されるように高低の電圧が交互にかかつて一定温度となり、従つて A 炉も一定温度に保たれる。

B. 構造 構造が問題になるのは B 炉であり、この炉を熱し易く冷め易くしなければならない。著者は市販の 350° 用のバイメタルスイッチの螺線部に金属角筒をはめ、その内面にハンダコテ用のヒーターを取付け、径 7 cm の金属円筒中に納めた。温度計は角筒内に入れた。

B 炉はなるべく高温の方がよいが、350° 用のバイメタルも 300° 以上で使用すると不安定であつたので、ヒーターを 100 V で加熱したときに、B 炉が 200~300° になるようにした。バイメタルスイッチの感度が $\pm 1^\circ$ とすると、1100° の炉は $\pm 5^\circ$ 位で波を打つことになる。

C. 調整 電源電圧の変動が 90~105 V であるとする。前記のスライダックのタップの位置を 100 V と 120 V に定めたのはこの仮定の上になつてゐる。調整は次のようにする。

a) B 炉の調整 A 炉のスイッチ (S_1) を切り、電源電圧が 0~100 V のタップにかかるように、 S_4 を③にする。別のスライダックを用いて B 炉に 90 V の電圧をかける。B 炉の温度が一定したら、 S_4 を①に切換え、その温度でバイメタルの接点がちょうど接するように調節する。

b) A 炉の調整 B 炉の調整に用いたスライダックを除き、本装置を直接に電源 (100 V) のコンセントに接続し、B 炉のスイッチ (S_1) を入れ、パイロメーターを見ながらスライダックを加減して、A 炉の温度を調節する。

c) A 炉の予熱：直ちに分析を行うことはないが、A 炉を相当の高温に保つておく必要がしばしば生じる。そのようなときは、 S_4 を②にしておけば、A 炉は調節した温度より、17% 低い温度、すなわち 1100° に調整してあれば 920° に加熱され、A 炉及び B 炉中に入れた石英反応管の寿命を長くする。

Fig. 1. A stabilizer for the high temperature furnace.

A: High temperature furnace with a bimetal switch, $S_1 \sim S_5$: Switch (S_2 : Micro switch), V_1 : Thermocouple, V_2, V_3 : 150 V A. C. meter, a: 100 V tap, b: 120 V tap, Sl: slide regulator, Th: Thermometer.

Fig. 2. Temperature of the furnace A,

a: without the stabilizer
b: with the stabilizer

[註] SCHÖNIGER の回路では B 炉が高温になり過ぎると、A と B 両炉に対して直列に可変抵抗が接続される。回路としてはその方が簡単であるが、もし、10 A 流して 20 V の電圧降下を期待するとすると可変抵抗の発熱量は 200 W となり、抵抗及びその接点の耐久力が問題になつて、小型に作るのが困難となる。また炉に直列に可変抵抗が入るのであるから、炉によつて抵抗値を変化させる必要を生じる。

III. 結 果

本装置の恒温効果を Fig. 2 に示す。図で明らかなように、電源電圧が 90 V から 110 V 迄の間では炉の温度は全く一定に保たれている。

実際に電気炉を 1100° としたときに炉の温度が時間的にどう変化するかは、自記温度計がないから正確に示せないが、 $\pm 5^\circ$ を越すことはないようである。

但し、炉に直接風が強く吹きつけると 20~30° 位温度が下るから、使用上注意を要する。

本装置を用い、更に幾つかの改良を行なつた酸素分析装置におけるブランク値或は酸素分析値の変動については次報以下で報告する。

本研究を行うに当つて御指導、御鞭達をいただいた東大の舟橋三郎教授、京大の三井哲夫教授に深く感謝致します。また本装置の試作は三田村商店の寄附によつて行つたものであり、同商店の好意に厚く感謝致します。

(1) 河野哲郎, 外: 農化, 28, 581 (1954).

(1952).

(2) 河野哲郎, 外: 農化, 28, 804 (1954),

(4) W. SCHÖNIGER: *Mikrochim. Acta*, 3-

(3) J. UNTERZAUCHER *Analyst*, 77, 584

4, 320 (1954).

Summary

A new apparatus to keep the temperature of the high temperature furnace was designed. The circuit of SCHÖNIGER was modified as shown in Fig. 1. Furnace B (about 200°), with a bimetal switch, was connected parallelly with the high temperature furnace (furnace A). The electricity would be supplied to the taps of 0~100 V and 0~120 V of the slide regulator alternatively so as to keep the temperature of the furnace A constant as well as that of the furnace B, which was controlled by the bimetal switch. The temperature of the furnace was stabilized satisfactory as it was shown in Fig. 2. The ripple of the temperature at 1100° was about $\pm 5^\circ$. The durability of the apparatus was more adequate than that of SCHÖNIGER's.

酸素の微量分析 (第4報)

ブランク値の変動の防止

河野哲郎, 佐藤恵子, 鈴木瑞枝, 磯部育子 (東京大学農学部農芸化学科)

昭和 30 年 8 月 10 日 受 理

Micro Determination of Oxygen. Part 4.

Prevention of the Fluctuation of the Blank Values.

By Tetsuro KŌNO, Keiko SATŌ, Mizue SUZUKI, and Ikuko ISOBE

(Dept. of Agr. Chem., Univ. of Tokyo.)

I. 緒 言

ブランクの値を一定に保つには、分析条件を一定に保たなければならない。そのために、第3報⁽³⁾では、ブランク値を変動させる主因と考えられる固定炉の温度を一定に保つ装置を作つた。それと同時に全装置に涉つて、多少ともブランクを変動させる可能性のある諸点について徹底的に検討を加え、改良を行つた。本報では改良された酸素分析装置の窒素精製部及び主反応部について報告する。

これらの改良の結果、分析者の負担を増大させることなく、ブランク値の変動を窒素 300 cc 当りの酸素の重量として、標準偏差 4γ に押えることに成功し、酸素分析を実用化しうるめどがたつた。

II. 装 置

新しい装置の全景を Fig. 1 に示す。図の中 16 以下の説明は次報で行なう。

1) 恒圧窒素溜 硫黄及びハロゲン分析⁽⁴⁾に於いて酸素溜として使用しれものと同じ。現在炭水素にも使用している⁽⁵⁾。普通のカス溜の調圧器を使用した場合に比してはるかに窒素を経済的に使用できる。

2) 流速計 (Fig. 2) 塞流用の毛細管の前後の圧力差をマンメーターで測定する普通のものであり、毛細管としては穂積式⁽⁶⁾に注射針を用いた。但し本器は穂積の場合とは逆に側管のゲージの方を窒素溜の側に向け、管