

原子吸光分析装置

(PERKIN ELMER SIMAA 6000)

機器分析センター 城戸 裕 ; 内線 4808

§ 1 はじめに

原子吸光の現象は太陽の連続スペクトルの暗線，いわゆる Fraunhofer 線として19世紀から知られていたが，化学分析法として提唱されたのは1995年 Walsh によってである．吸光光度法に比べると，選択性がよく，高感度であるために金属元素の分析に最もポピュラーな測定方法となり，環境分析，工業分析，臨床分析など多くの分野で広く採用されています．原子吸光法は原子化の方法によって，フレイム法とフレイムレス法に分類されます．

本センターに設置されている機器はフレイムレスの多元素同時測定可能な SIMAA 6000 である．この機器は4元素まで同時測定が可能です．

§ 2 原理

2-1 理論

原理的には原子吸光法というのは基底状態の金属原子が光を吸収して励起状態の金属原子になる過程を観測するものである．金属原子による吸収スペクトルの幅は溶液中の化学種と比べ非常に狭く，このため原子吸光法は吸光分析法よりも選択性が非常によくなる．

原子吸光光度計は，測定原理から下図に示す構成からなっている．



Fig. 1 原子吸光光度計の構成

原子吸光に最も一般的に用いられる光源としては封じ込み型の中空陰極ランプ (HLC) と無電極放電管 (EDL) の2つのタイプです．SIMAA 6000 には無電極放電管が用いられます．原子化はフレイムレスの場合，黒鉛管あるいはタンタル，タングステンフィラメントなどに電流を通じ，発生するジュール熱により行うため数十 μ l の試料量で高感度の測定が可能です．

試料注入後，電流を通じ100～300 で乾燥，ついで500～800 になるように電流値を上げ灰化する．原子化は1500～2800 に上げて行い，この時の吸光量を測定する．元素によってはフレイム法により2～3桁感度が高い．試料中に有機物が存在するとバックグラウンドの原因になったり，炭化物を生成して目的元素を吸着するなどの障害を起こすので，灰化处理で有機物を処理しなければなりません．灰化の方法としては高温灰化，低温灰化，湿式灰化の3通りがありますが本センターには湿式灰化の装置としてマイクロウェーブ式サンプル前処理装置（MDS-2000）を設置しております．

2-2 方法

1．システムのセットアップ

スイッチを入れる

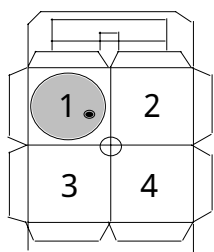
冷却システムの冷却水位が MAX のマーク位置にあることを確認する．

部屋の換気装置のスイッチを入れ，ガスの供給装置のスイッチを入れて，圧力を3.5 bar にセットする．冷却システムの電源スイッチをONにして分析中はスイッチはONのまま，コンピュータのスイッチを入れ，装置のスイッチを入れ AA Win LabAnalyst アイコンをダブルクリックしてAA Winlab をスタートさせ，Menus and シールバーをクリックして画面を消す．

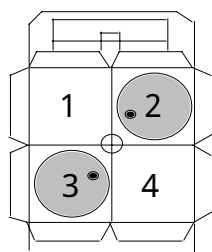
ランプのセットと調整

ランプカセットを交換し，ランプカセットにランプを取り付ける．

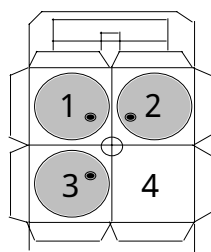
ランプを4個使用しない場合は，下図の位置にセットして下さい．



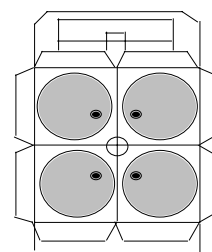
ランプ1個の場合
1番にセット



ランプ2個の場合
2，3番にセット



ランプ3個の場合
1，2，3番にセット



ランプ4個の場合

ランプを接続したのち，ランプの調整を行う．

ガス排出装置をセットする

グラファイト・チューブを交換または調整を行う．

グラファイト・チューブを交換した場合は必ずクリーニングが必要です．

オートサンプラーをセットする

リンス装置のセッティングとアームの調整を必ず行う．

サンプルカップ内及びグラファイト・チューブ内のピペットチップの挿入深さを調整する．

2. メソッドを作成する

カスタマイズド・メソッドをメソッド・エディターを使用して作成する。
パラメーター値の変更あるいは修正を行う。
メソッドをチェックする。
メソッドを保存する。

3. サンプル情報ファイルを作成する / 変更する

ファイルの作成あるいは変更を行う。
表示単位を W/W か W/V にする。

4. 分析条件を最適化する

サンプルが正しく注入されているか確認する。
乾燥ステップのプログラムを確認する。
灰化温度と原子化温度を設定する。
読み取り遅延時間と読み取り時間を設定する。
検量線を最適化する。
ピーク形状と測定精度をチェックする。

5. 分析を実行する

6. システムを停止して電源を落とす

§ 3 装置の仕様・付属設備

(1) 仕様

機種	: PERKIN ELMER SIMAA 6000 多元素同時グラファイトファーネス原子吸光装置
波長範囲	: 190 ~ 860 nm
スペクトルバンド幅	: 0.2 nm
設定温度	: 最高2000
注入量	: 1 ~ 99 µl

(2) 付属設備

マイクロウェーブ式 サンプル前処理装置	: CEM 社 MDS-2000
AD-4 型電子天秤	: PERKIN ELMER

§ 4 利用上の注意事項

心臓ペースメーカーやその他の人工臓器を使用している者はファーネスに0.6 m 以上近づかないで下さい。

紫外線源（加熱状態のグラファイト・チューブ，中空陰極ランプと無電極放電管）を見る時は必ず紫外線吸収メガネを着用して下さい．
 分析中は有毒物質，金属蒸気およびオゾンが排出される可能性がありますので室内を十分に換気して下さい．
 グラファイト・ファーネスは室温に下がるまでは絶対に手で触れないで下さい．
 試料中に有機物が存在する場合，灰化处理で有機物は処理して下さい．
 個体，又は液体サンプルは水系溶液に変えて下さい．ネプライザーの詰まりの原因になります．

§ 5 応用例

環境分析としては大気中の水銀，河川水中の Cu，Zn，Cd の定量，海水中的水銀など種々の金属分析に，また工業分析としては金属の成分分析や鉄鉱石の重金属分析など，また食品分析やヒトの血液，尿，頭髪などに含まれる微量金属の分析などの臨床分析に応用されている．河川水中の銅，亜鉛の分析法例を Fig. 2 に示す．最後に本装置で同時分析が可能な元素の表を Fig. 3 に示す．

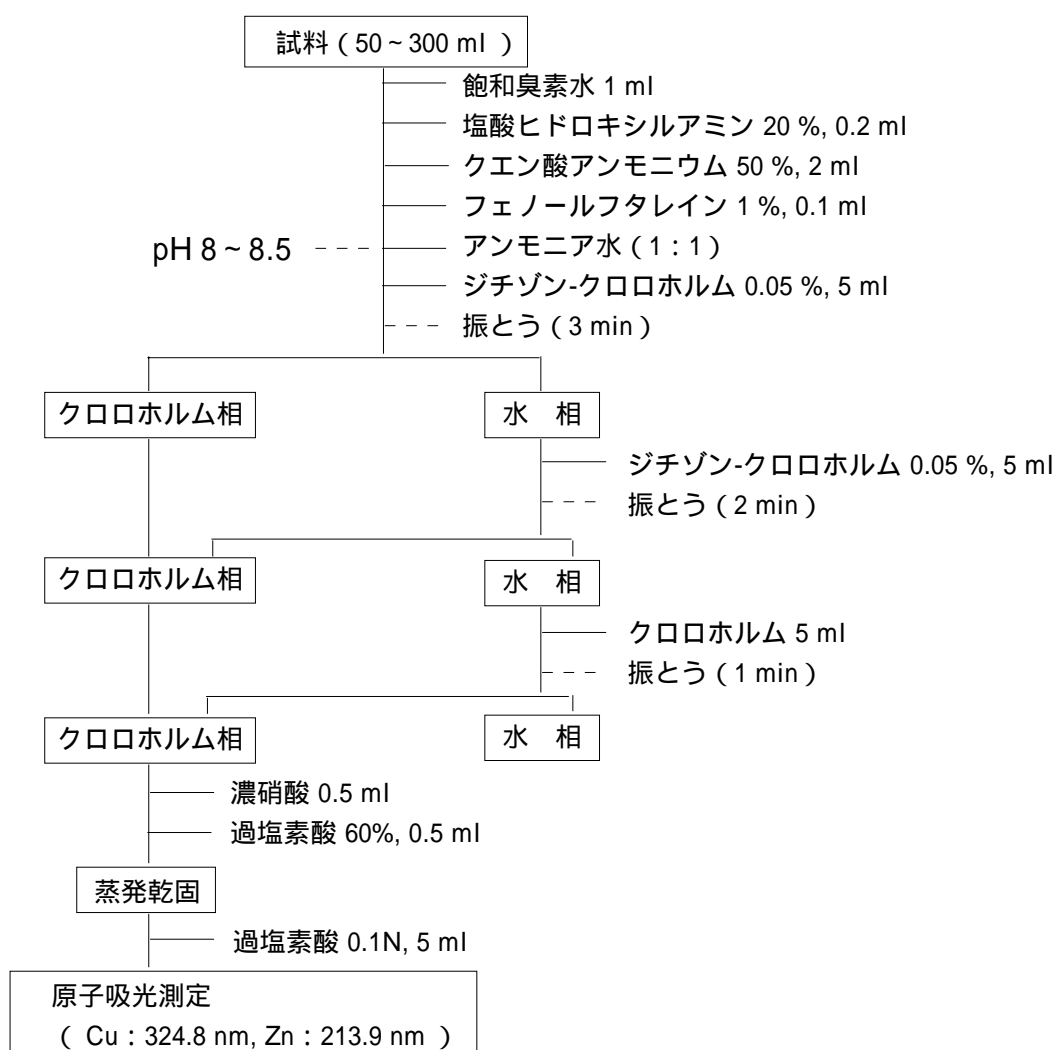


Fig. 2 低汚染の河川水中の銅，亜鉛の分析法

H		<div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="width: 20px; height: 20px; background-color: black; margin-right: 5px;"></div> 同時分析が可能な元素 <div style="width: 20px; height: 20px; background-color: gray; margin-left: 20px; margin-right: 5px;"></div> シングルエレメントモードで測定する元素 </div>																He									
Li	Be	B	C	N	O	F	Ne	Al	Si	P	S	Cl	Ar	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr								
Na	Mg	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
K	Ca	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Rb	Sr	Ac	Rf	Ha																							
Cs	Ba																										
Fr	Ra																										
		Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu												
		Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr												

Fig. 3 SIMAA 6000対応の元素

参考文献

機器分析入門：日本分析化学会 九州支部編 南江堂1990年