

測定効率と F I A

名古屋大学工学部 石井 大道

金属材料などの分析に広く用いられている吸光光度法では、適当量の試料を採取してビーカーの中で、分解、溶解、pH調節、発色など一連の化学反応を行い、発色した試料溶液を100 ml のメスフラスコ中で一定の容積にした後、その一部をセルに入れ分光光度計を用い適当な波長での吸光度を測定するのが、J I Sなどで採用されている標準的な操作法である。

この場合、採取した試料のうち、どれだけが実際の吸光度測定に用いられているだろうか。メスフラスコ中の100 ml の発色した試料のうち、セルに入れられるのは通常約 5 ml であるから、採取した試料の大部分の約95%に相当する量はメスフラスコの中に残ってしまっていて測定には使用されずに廃液となる運命にある。一方、セルに入れられた試料溶液のうち、光が当たって吸光度測定に実際に寄与するのはその中の一部であろう。このようにみると、吸光光度法という定量分析法は採取した試料の量に対して、測定に関与する試料量の割合、つまり、“測定効率”という点から考えると疑問が感じられる分析法である。試料中の成分元素の偏析とか、秤量や測容、吸光度測定などの人為的な誤差を小さくするためにはやむを得ないかもしれないが、操作法の改善について研究してもよい問題である。

機器分析法の中にはこの“測定効率”という観点から採点すると、どうも成績の良くないものが並んでいる。電流効率100%の成績最優秀のクーロメトリーは別としても、電極表面付近のほんのわずかの試料溶液しか用いないポーラログラフィーなど多くのボルタンメトリーの測定効率はよくないし、原子吸光分析法、発光分光分析法、蛍光X線分析法なども試料測定のために効率よく利用しているとは思われない。

吸光光度法において、測定効率をよくするには、セル中に実際光が当たる部分のみに発色した試料溶液を存在させればよいことになる。ところが、F I Aをこの観点から考えると、吸光光度法の操作法の改善策をまさしく示した分析方法であり、注入した試料の100%が測定に用いられている。その上、最近のF I A用の分光光度計は改善され、とくに吸光度のノイズレベルが 10^{-5} となり、小容積でその全部に光が当たるセル構造になっているなど光度計自身の感度向上がみられる。

従来の吸光光度法では試料溶液をセルに移し入れてから、このセルを分光光度計にセットしていたが、F I Aではすでにセットしてあるフローセルの中へブランク溶液と試料溶液を交互に流入させるところに操作法上に大きな違いがある。セルの出し入れが無くなったことによって0.0001レベルの吸光度変化が明確に測定できるようになったことは操作法として大きな進歩である。