

化学天秤を検出器としたF I A

筑波大学化学系 板橋英之

これまで多くの化学反応がF I Aに応用され、検出器も数多く開発されてきた。光の吸収、発光強度を測定する分析法や電気的な信号を測定する分析法はそのほとんどがF I Aに応用できると言っても過言ではない。最近、サンパウロ大学のJacinthoらは化学天秤（化学はかり）の上でろ過ユニットを装着したF I Aを開発し、シュウ酸バリウムの沈殿反応に基づくバリウムの重量分析に応用した¹⁾。本稿ではこのフローインジェクション重量分析について紹介する。

図1にろ過ユニットを、図2にフローシステムを示す。図2のSより試料としてバリウム溶液を、 R_1 より0.5Mのシュウ酸溶液を注入し、Cよりキャリアーとしてシリカゲルと硫酸で除湿した空気を流しておく。インジェクターを切り換え溶液をSR中に導入しシュウ酸バリウムの沈殿を形成させた後ろ過ユニットに導く。ろ過ユニット中のガラスフィルターにより沈殿をろ過した後、キャリアーの空気により沈殿及びフィルターを乾燥し、天秤により重量を測定する。インジェクターを元の位置に戻し、 R_2 より塩酸を送液し沈殿を溶解した後、 R_3 から水を送液しフィルターを洗浄する。その後キャリアーの空気によりフィルターを乾燥させ、天秤の目盛りをリセットし次の測定を行う。ここでは、沈殿の乾燥が不十分であるので定量に際しては検量線が必要とする。検量線はバリウム濃度0.40-1.60% (w/v)の間で直線となり ($r=0.999994$)、0.80% (w/v)のバリウムを10回繰り返し測定したときの相対標準偏差は3%、検出限界は0.03% (w/v) ($S/N=3$)である。この方法により1時間あたり30検体の測定が可能である。本法は着想がユニークであり、このような斬新なアイデアをもってすれば、今後思いもよらぬF I Aが生まれてくるかも知れない。

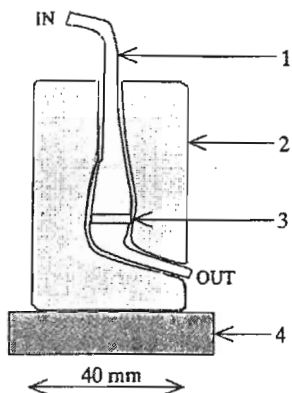


Fig. 1. Filtration unit. 1: Glass, 2: support (polypropylene form), 3: sintered glass, 4: balance plate.

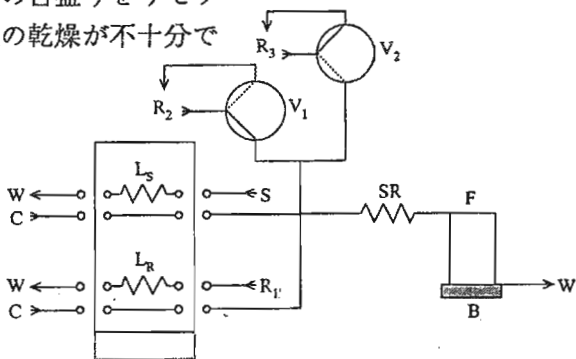


Fig. 2. Flow system. S and R_1 : sample and reagent, L_S and L_R : loops, C: dried-air carrier stream, SR: straight reactor, F: filtration unit, B: analytical balance, R_2 and R_3 : hydrochloric acid and water intermittent stream, V_1 and V_2 : three-way solenoid valves, W: waste.

1) A. O. Jacintho, M. A. Z. Arruda, E. A. G. Zagatto and B. F. Reis, *Anal. Chim. Acta*, 258, 129 (1992).