

The HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT DIGEST

JUN. 1971
No. 60

雑 感

1 杞 憂

有機物を燃すと大体水と炭酸ガスとができる。世界中の人間が気をそろえていっせいに、手あたり次第に可燃物を燃したとしたら生物の生存圏の大気の組成はどうなるだろうか？ 地球上に存在するH、C、Oなどの量のあらましを学生の頃地球化学で習ったような気がするが忘れてしまったので大体の見当をつけることもできないが、可燃物中のC、H量に比べて大気中のO₂の量が圧倒的に多ければ全体としてみれば問題はないわけである。動物の生活によって消費される酸素は最終的には炭酸ガスの形で放出され、炭酸ガスは主として陸生の植物、大洋中の微生物などの同化作用によって再び酸素に還りこの両者の平衡によって現在の大气組成が保たれているのである。万事が普通に進行し、平均として大気の組成がほぼ一定であれば、風など、空気の流れで適当に攪拌されて、空気は世界中ほぼ一定の組成を保ち、組成の地域的なかたよりは問題にならない。しかし、たとえば、枯草剤かなにかで植物を枯らし、界面活性物質で海をおおって同化作用の方を減らしておいて、しかも一方では炭酸ガスを大いに生産し続けたとすれば、大気の組成が変わってくる可能性が生ずるのではなからうか。

限られた地域内で、ある条件の下では、このような現象が現実の問題となり得るのではないだろうか？ 例えば冬期、無風の日が続き、落葉樹が同化作用を殆んど休止し、汚染のため海中の微生物の活動も鈍った日本列島で、化学工場その他が猛烈な勢でフル操業を続け、家家では暖房具を総動員して大いに酸素を消費したとする。シベリヤや太平洋からの拡散による新しい空気の補給は速度の点で無視できるであろうから、少なくとも局地的、限られた時間内には空気の組成の変化はあり得るのではなからうか。

その程度はどの位で生物はそれによってどのような影響をうけるか？ 上述の人為的な原因から、もっと別の重大な現象が生じて、大気の組成のわずかな変化などは問題にならないのかもしれない。逆に又CO₂の蓄積に起因する何等かの現象が重大な社会問題となり、空中炭酸ガス固定工業が空中窒素の固定と共に大きな産業？となる日が来るかもしれない。昔、天が頭上に落ちてきはしないかと気になって、ノイローゼになった人が杞の国に居たということで

土 屋 利 一 *



ある。空中炭酸ガス固定工業に「杞望」がもてるかどうか知りたいものである。

2 分析機器製造産業

このような杞憂を抱く人の全く居ない頃、本州中部の山中で育ったのは私の大きな幸いであった。同級生にイソヤと云う子が居た。よき時代の片田舎の小学校のことで、われわれはかけ算の九九も云えなかったし、読本も満足には読めなかったが、毎日真黒になって遊びまわっていた。いつもメクラ縞の着物を着て、村外れの石山の崖ぎわの一軒屋から学校に通ってくるイソヤは昼弁当を持って来なかった。放課後遊ぶ約束ができて、イソヤと一緒にいくと、イソヤは崖ぎわの、低いかやぶきの小さな家の庭に私を持たせておいて、一人で暗い家に入り、破れ障子を閉めて、おそい昼飯を食べた。イソヤは母一人子一人で、お母さんは昼間はどこかの畑に行っていて、いつも留守だった。入口の戸や障子を開いたまま留守にするのは別にめずらしくもなかったが、学校から帰っても誰もいないという意味ではまさに彼はカギっ子のはしりであった。こういうわけでせまい部屋のイロリばたで、イソヤは独りで飯を喰った。障子の孔からのぞいたわけではないのだが、物音やなにかで

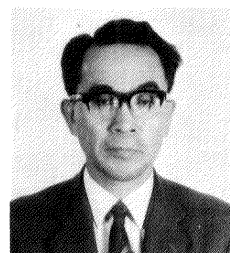
(9ページへつづく)

目 次

■ 巻 頭 言	雑 感	土屋利一	1
■ 展 望	環境汚染分析の展望	酒井 馨	2
■ 展示会便り	日立医学用理化学機器展		4
	日本応用物理学会 展示会		5
	日本化学会 展示会		5
	日本薬学会 展示会		5
■ 新製品紹介	IMA-2形日立イオンマイクロアナライザ		7
	070形日立遠赤外干渉分光装置		8
	日立平面反射形回折格子		9
	KLA-5形日立アミノ酸分析計		10

環境汚染分析の展望

酒 井 馨*



環境汚染の防止に当って、まず着手すべきことは、有害と見なされる成分の排出状況を確実に把握することである。本稿では、日米の汚染調査の状況を概観するとともに、その目的にそった分析方法と分析計について主として実験室用のものを中心に、大気汚染と水質汚濁に限定して展望することとする。

1 大気汚染関係

1-1 日米の調査状況

米国ではニクソン大統領直轄のEPA (Environmental Protection Agency)が発足し、大気・水質・廃棄物・熱放散などの行政上の問題を処理している。

その中、大気汚染では、APCO (Air Pollution Control Office)が中心となり、合衆国の一般大気、各州の工場排ガス、自動車排ガス、航空機排ガス、騒音関係を担当している。特に一般大気については

- (1) SO₂, CO, F, NO_x, Pb, オキシダント, 有機重合物, 粒子状物, 悪臭, 炭化水素
 - (2) (Pb), Hg, Cd, アスベスト
 - (3) As, Cl, HCl, Cu, Mn, Ni, V, Zn, Ba, B, Cr, Se, 農薬, 放射性物質
- を調査の対象としている。

我が国では、いおう酸化物、一酸化炭素について環境基準を定めているが、排出基準の方は各都道府県が自主的に定めている。例えば東京都では、いおう酸化物 (JIS K 0103, B 8222), すすその他の粉じん (Z 8808), NH₃ (K 0099), F (K 0105), H₂S (K 0108), HCl (K 0107), NO_x (K 0104), CrO₄ (K 0102)を規定している。ここに、カッコ内はJIS分析方法である。***

1-2 分析方法

大気の汚染発生源での直接計測では、一般にサンプル成分の濃度が大きいため、非分散形赤外ガス分析計を用いれば、感度的には問題はないが、煙道ガスや自動車排ガスの測定などの場合、すすや水分の妨害対策が必要となる。また、一般大気や汚染発生源の周辺部での監視の際は、測定成分の濃度が極めて低いため、何らかの濃縮手段が必要となる。

JIS法では一般に吸

収びんがサンプリングと濃縮とをかねている。また各種文献に各種方式の捕集方法、特に小形インピンジャが発表されている。なお悪臭のような特に痕跡のガスを測定するためには、公害資源研馬場氏らのようなガスクロ用カラム剤による低温濃縮法が必要となる。

ただ濃度の時間変化を応答性よく測定する場合は濃縮装置にのみ依存する訳にはいかない。そのような場合、我々は二波長分光光度法をおすすめしている。(図1)この方法により通常の吸光光度分析法の約50倍の感度を得られ、上記目的に一步近づいた分析が可能となる。

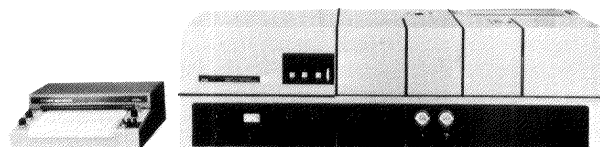


図1 356形 日立二波長/自記分光光度計

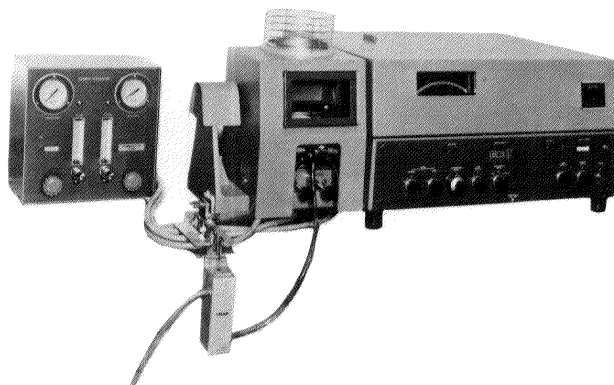


図2 208形 日立原子吸光分光光度計

表1 水質評価に用いられるパラメータ (WQOによる)

気 象	物 理 的	化 学 的			富 栄 養 素	細 菌	生 物
		一般成分及び鉱物質	微量元素	有 機 物 質			
流 量	温 度	溶 存 酸 素	アルミニウム	BOD	有機体-N	大腸菌群	プランクトン数
流 速	電 導 度	溶存二酸化炭素	ひ 素	瞬 間 法	NH ₃ -N	ふ ん 尿	ベリフイトン
流 水 時 間	濁 度	硫 化 水 素	バ リ ウ ム	5 日 法	NO ₂ -N	ふん尿性ストレプトコシイ	ベントス
深 度	日 光 透 過	硬 度	ベリリウム	長時間法	NO ₃ -N		魚 類
潮 汐 変 動	色 度	硫 酸 イ オン	ほ う 素	COD	全 り ん	一般細菌数	水 鳥
風 速	臭 気	塩 素 イ オン	カドミウム	塩 素 要 求 量	可 溶 性 り ん	サルモネラ	維管束植物
風 向	pH	溶解性固形物	ク ロ ム	活 性 炭 吸 着 物	有 機 り ん	シ ン ジ ャ	そ の 他
日 照 強 度	全 固 形 物	鉱物質:	銅	クロロホルム抽出物	オルトリン酸塩	ビールス:	
気 温	懸濁物質	酸 度	ふっ素イオン	その他の抽出物	ポリリン酸塩	コクサッキー	
湿 度	浮上物質	アルカリ度	鉄	シ ア ン 化 物		A, B	
	沈降性固形物	カルシウム	鉛	農 薬		ポリオ	
	沈積物濃度	マグネシウム	マンガン	油		アデノビールス	
	粒 径	炭酸水素イオン	カリウム	脂		エコー	
	水底負荷	水 素 イ オン	セレンウム	フ エ ノ ール 類			
			水 銀				
			ナトリウム				
			亜 鉛				
			放射性物質				

*日立製作所 計測器事業部 副技師長 理博 日立公害計測推進本部員 ***また最近、官報で、42種の特定有害物質が規制され、分析者の負担が増えつつある。



粒子状汚染物の分析では、ハイボリウムサンプラーなどにより集めた試料を湿式灰化または低温灰化し、できれば溶媒抽出(例えばAPDC-MIBK法)により妨害成分を除去した後、原子吸光法(208形、図2)、高周波プラズマスペクトル法、吸光度法、その他の方法により測定する。

2 水質汚濁関係

2-1 日米の水質調査状況

米国のEPAにあるWQO (Federal Water Quality Office)では表1のようなパラメータを水質の評価に用いている。また全米の水質汚濁の調査状況は、FWQA (Federal Water Quality Administration)とUSGS(US Geological Survey)と共同で約2,000地区の試料水を表2の項目と頻度で測定し、データを蓄積するとともに、特に異常に高い値の場合は適宜の処置をとっている。但し、表2は1968年1月現在のものである。

我が国では人の健康にかかる環境基準として、シアン、総水銀、アルキル水銀、有機リン、Cd、Pb、Cr(+6)、Asを規制しており、生活環境にかかる環境基準として、河川、湖沼、海域に対し、その類形化と、pH、BOD、COD、浮遊物質、溶存酸素、大腸菌群などの有害物量を規制している。

また各地の河川の排水については都道府県において独自に規制している。表3は神奈川県改正前後の基準とJISの改正前後の概要を示す。

(小林:日本機械学会誌, 74,626号より引用。)

2-2 分析方法

汚水や排水の分析では、妨害除去のための前処理に特に万全を期する必要がある。JIS法やFWQA法に見られる主な前処理方法を表4に示す。

2-2-1

有害金属成分の分析

JIS改訂法や、FWQA法を見ると原子吸光法が主体となっている。ところが、JIS改訂法ではCdの分析以外は殆んどが前処理を避けている。従って絶対検量線法では妨害の影響を予想しかねることから標

準添加法を主体とする。しかし、その場合は少なくとも3種以上の標準添加試料を作成せねばならない煩雑さがある。そのため、FWQA法では、溶媒抽出法(APDC-MIBK抽出)により、特定の有害金属を、妨害の多いアルカリ金属などと分離し、そのMIBK抽出物を直接原子吸光分析する方法をとっている。この方法は日常分析の能率化という点で今後注目を要すると思われる。

(6ページへつづく)

表2 米水質汚染監視状況

パラメータ	連続計測	毎日計測	毎週計測	毎月計測	四半期計測	半期計測	その他	合計
温度	871	822	529	2270	832	1064	1276	7664
比電導度	241	432	97	1636	491	1287	1045	5229
濁度	31	285	332	1053	615	57	623	2996
色度	14	87	205	939	611	1122	747	3725
臭い	9	32	14	389	406	13	248	1111
pH	91	506	424	2659	1121	1520	1832	8158
ORP	18	0	0	7	0	0	1	26
懸濁物質	0	2	48	328	213	2	45	594
他の物理分析	12	19	73	146	179	41	193	663
溶解性固形物	42	188	232	1495	624	1187	1063	4831
塩素イオン	10	121	118	1196	354	552	931	3282
窒素化合物	14	32	243	1266	507	896	775	3733
リン化合物	23	58	135	853	609	889	918	3485
通常の有害イオン	20	412	119	1775	555	1357	1288	5526
硬度	6	362	225	1490	674	1310	907	4974
放射線物質	21	3	37	339	448	31	265	1144
溶存酸素	85	45	345	1379	500	913	681	3948
他のガス	10	86	13	34	0	5	18	166
重要でない成分	0	12	3	164	45	149	175	548
農薬	1	1	7	69	11	24	80	193
界面活性剤	0	1	85	363	463	33	114	974
BOD	0	12	239	866	460	30	176	1783
炭素(全有機、溶解)	0	4	4	22	0	31	4	65
大腸菌群	13	240	423	1261	637	160	345	3079
他の微生物	2	13	185	252	128	4	113	697
生物体	6	3	102	127	60	13	76	387
沈降性物質	25	291	96	269	41	9	328	1059
粒度分布(同上)	5	56	7	134	12	51	315	580
同上(沈降層)	0	0	0	10	2	6	33	42
他の沈降物	1	8	5	97	2	6	71	190

表3 神奈川県の汚水や排水中の有害金属の基準と分析方法

	改 正 後 (単位mg/ℓ)				改 正 前 (単位ppm)				
水域区分 項目	A 水域	B 水域	C 水域	検 定 方 法		A 水域	B 水域	C 水域	検 定 方 法
銅	1	1	1	JIS K 0102の37.1	左と同等あるいは同等以上の方法、原子吸光光度法	5	5	25	JIS K 0102の37.1
鉄	3	10	10	JIS K 0102の47.1	左と同等あるいは同等以上の方法、衛生試験法または原子吸光光度法	3	10	15	JIS K 0102の47.1
亜鉛	1	1	1	JIS K 0102の38.1	左と同等あるいは同等以上の方法、原子吸光光度法	3	10	15	JIS K 0102の38.1
マンガン	1	1	1	JIS K 0102の46	左と同等あるいは同等以上の方法、原子吸光光度法	3	10	15	JIS K 0102の46
ヒ素	0.5	0.5	0.5	JIS K 0102の48	左と同等あるいは同等以上の方法、衛生試験法	0.5	1.5	2.5	衛生試験法
鉛	1	1	1	JIS K 0102の39.1	左と同等あるいは同等以上の方法、原子吸光光度法	1	3	5	JIS K 0102の39.1
(総) 水銀	検出されないこと	検出されないこと	検出されないこと	ジチゾン吸光光度法	左と同等あるいは同等以上の方法、原子吸光光度法	0.2	0.6	1	JIS K 0102の44
アルキル水銀	検出されないこと	検出されないこと	検出されないこと	電子捕獲形検出器付ガスクロマトグラフ法および薄層クロマトグラフ分離ジチゾン比色法の両方法					
クロム	1	2	2	JIS K 0102の51.1.1	左と同等あるいは同等以上の方法、原子吸光光度法				
6価クロム	0.5	0.5	0.5	JIS K 0102の51.2.1		1	3	5	JIS K 0102の51.2
カドミウム	0.1	0.1	0.1	JIS K 0102の40.1	左と同等あるいは同等以上の方法、原子吸光光度法				

備考 1. この基準は最大値とする。

2. 昭和45年9月1日以降において、A水域に新設され、または増設される工場もしくは事業場のシアンは「検出されないこと」とする。

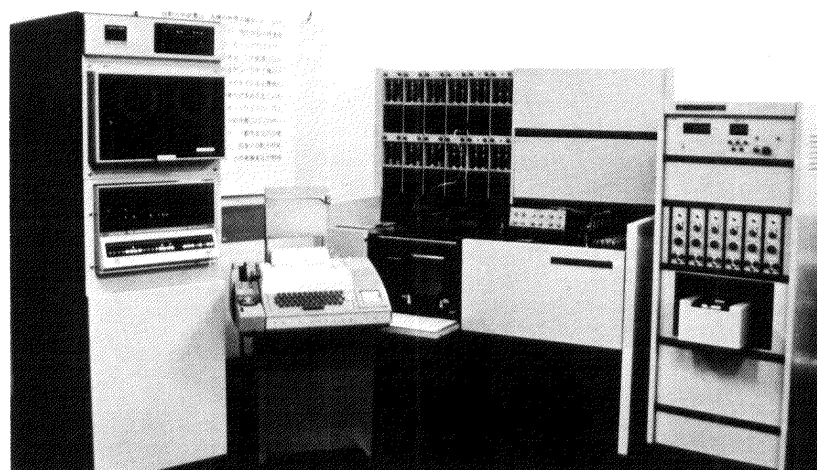
3. 総水銀、アルキル水銀およびシアンの項において「検出されないこと」とは、それぞれ0.02mg/ℓ未満、0.001mg/ℓ未満および0.1mg/ℓ未満をいう。

4. 改正後は昭和45年10月15日から実施。

■日立医学用理化学機器展 盛況裡に閉幕

第18回日本医学会総会の開催を契機に、日立では、去る4月5日から3日間、日製産業株、日立理化学機器センターにおいて、日立医学用理化学機器展を開催し、400形日立自動分析装置を始め、臨床化学分析の自動化、省力化に寄与する多数の新製品の展示、実演を行いました。1,000名をこえる多数の方々の御来場を頂き、盛況の裡に閉幕いたしました。

ここに、当日展示、実演いたしました主な新製品をご紹介します。詳細は、日立医学用理化学機器総合形録、または、個別の製品形録をご請求下さい。



400形 日立自動分析装置

400形は、6チャンネル、デスクリート方式の自動分析装置で、試料のピペッティング、試薬の添加、かくはん、データ処理、容器の洗浄、および乾燥を自動化し、最大6成分を同時に分析し、1分に1検体ずつ分析結果を濃度でプリントアウトします。デスクリート方式を採用していますので、前試料のコンタミネーションによる誤差が除かれ、従来の流通式に見られる不安がありません。分析手順は自動的にプログラミングでき、しかも従来の分析方法をそのまま生かすことができますので、ルーティン分析への導入が容易です。

002形

日立臨床検査用データ処理システム

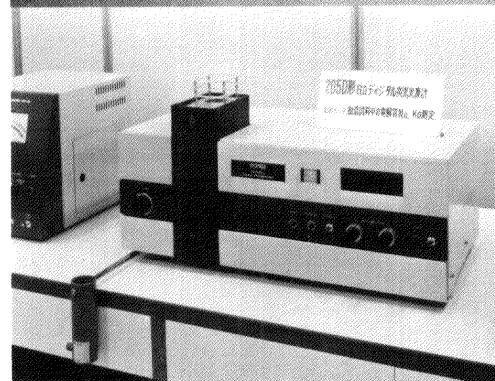
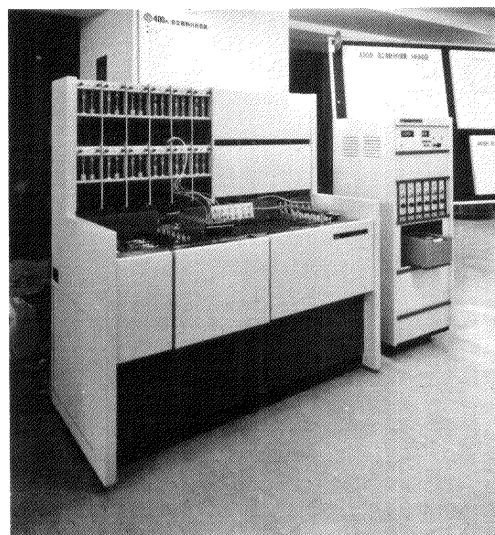
002形日立臨床検査用データ処理システムは、400形日立自動分析装置の出力を、インターフェイスを介してHITAC-10形日立超小形コンピュータシステムによりデータ処理を行う装置です。

患者番号、患者名、検査項目等の必要な条件をインプットし、400形の動作を開始させますと、コンピュータは次々にデータを読み込み、整理して磁気テープに記憶します。報告書のプリントフォームには、当日の全患者のデータ、指定病棟のデータ、患者の過去のデータ、測定機器の管理用のデータ等があります。

本システムは、16台までの測定機器が接続でき、オンライン・リアルタイム処理方式を採用していますので、データ処理を行いながらでも報告書作成ができます。

205D形 日立デジタル炎光光度計

205D形は、血情および尿中のNa、Kの同時測定のためのデジタル炎光光度計です。Li内部標準方式、積分方式を採用し、測定精度はきわめて高く、測定値は、 Emg/l でデジタル表示されます。読取りは、デジタル表示である上に、積分方式の採用により表示が安定しておりきわめて容易で、長時間使用しても疲れることなく、読取り誤差が生じません。プリンタを接続すれば、印字することもできます。



**205 D T形日立デジタル自動炎光光度計** ➡

205 D T形は、205 D形日立デジタル炎光光度計の再現性の良さを最大限に生かして、試料の切替、希釈、測定、記録までの全行程を自動化した全自動炎光光度計です。面倒な希釈操作が自動化され、希釈誤差が除かれますので高い精度が得られ、50の検体を約27分で測定します。測定状態の判定機構をもち、システムのある部分に調節不十分がありますと、自動測定は開始されず、また、測定中、希釈液不足や、フレイムの燃焼条件の変化がありますと測定は自動停止しますので、試料を無駄にすることのない理想的な自動装置です。

**333形****日立デジタル自動分光光度計**

333形は、124形日立ダブルビーム分光光度計の試料系を自動化するとともに、測定結果をデジタル表示化した装置です。1回のボタン操作で、ポンプユニットにより試料の吸入-排出-洗浄が自動的に行われ、ブランクボタンを押すと、セルにブランクが吸入され、自動的に吸光度を零にします。測定結果は、4桁でデジタル表示され、小数点も表示できます。付属装置は、124形の各種のものが使用できます。

**102形****日立デジタル分光光度計**

102形は、101形日立分光光度計を4桁のデジタル化すると共に、スイッチは必要最小限にとどめ、他はすべて自動化して内蔵した装置で、濃度が直読できるとともに、操作がきわめて単純化されていますので、どなたにでも簡単に操作して頂くことができます。臨床検査、品質管理、一般基礎研究、JIS分析などの分野のルーチン分析に不可欠の装置です。可視域用、紫外域用、可視-紫外域用の3機種より、最適のものをお選び下さい。

**MPF-3形日立分光けい光光度計**

MPF-3形は、MPF-2A形日立分光けい光光度計の性能を大幅に向上させるとともに、励起、けい光の両波長を同時に駆動できる機構を備えていますので、試料の放射するけい光の影響を受けることなく吸収スペクトルを測定できます。すぐれたスリット機構の採用により、明るい分光器と相まって、超高感度、高分解能のスペクトルがえられ、比測光法の採用により高い安定度をもっています。

**■ 日本応用物理学会 展示会**

3月31日～4月2日
成蹊大学

■ 日本化学会 展示会

4月1日～4日
大阪マーチャングイス
マートビル

■ 日本薬学会 展示会

4月7日～9日
福岡大学

日製産業では、このたび日立が新たに発売いたしました日立平面反射形回折格子、ED-18形日立Lガンチャンバユニット、LTA-504形Trapelo低温灰化装置を出品し好評を博しました。

R-24形日立高分解能核磁気共鳴装置 1台、333形日立デジタル自動分光光度計 2台、102形日立デジタル分光光度計 2台、208形日立原子吸分光光度計 1台、LTA-504形Trapelo 低温灰化装置 1台等を出品し、好評を博しました。

R-24形日立高分解能核磁気共鳴装置 2台、333形日立デジタル自動分光光度計 2台、102形日立デジタル分光光度計 1台を出品し、好評を博しました。

(3ページよりつづく)

なお、日立で今回開発した高周波プラズマスペクトル装置(図3)による分析の場合はAPDCと有害金属とを反応せしめて得た沈でんを溶解し分析試料に供する方式を推奨している。表5に高周波プラズマスペクトル法の際の有害金属成分の測定範囲と検出下限を目安として示す。

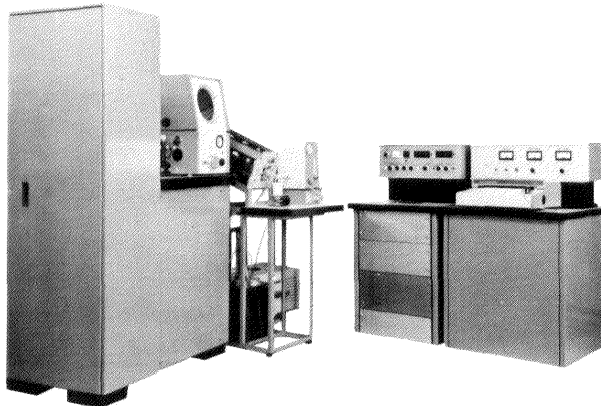


図3 300形日立高周波プラズマスペクトル分析装置

重金属イオンの毒性は共存金属イオンの種類により時に強められ、時に弱められるといわれる。CuとNi、CdとCu、CuとZnでは各組の前者の毒性が強められ、CuとCa、PbとNa、Caでは弱まるという。高周波プラズマスペクトル法はそのような調査の際共存金属の状況を知ることができるという利点がある。

水銀の高感度分析の場合は、通常の原子吸光法によらず、フレイムレス原子吸光法(図4)をとることにより、水銀化合物を還元処理で水銀蒸気を生成せしめ、通気処理法で、この蒸気を石英セルに導入してその吸光度を読む。この方法で1ppb以下の低濃度を容易に分析できる。

またアルキル水銀の場合は電子捕獲形検出器付ガスクロマトグラフを用いてng単位の超微量成分を分析できる。公害資源研の梅崎氏は、塩素イオンを含む酸性溶液中でスズ(II)で還元すると無機水銀のみが、またアルカリ性溶液中で微量の銅(II)の存在下でスズ(II)で還元すると、無機、有機両水銀がともに還元されることを利用する分析法を開発している。

2-2-2 非金属成分の分析

フェノール類の分析には、二波長分光光度法やけい光分析法が最近吸光光度法とともに注目されている。また、農薬では有機リン系および有機塩素系化合物の場合、電子捕獲形検出器付ガスクロマトグラフによりng単位の痕跡成分を分析できるよう

になった。なおピレンのような発ガン性物質の痕跡分析にけい光分析法が次第に普及しつつある。

また陰イオンで問題となるシアン、イオウ、フッ素、塩素、アンモニウム、亜硝酸、硝酸などの各イオンとか、界面活性剤、CODなどは、適当な前処理法との組み合わせで、JIS改良法にしたがい、吸光光度法により分析が可能である。BOD、濁度、pH、溶存酸素、ORP、電導度などはそれぞれ専用分析計を用いて測定される。

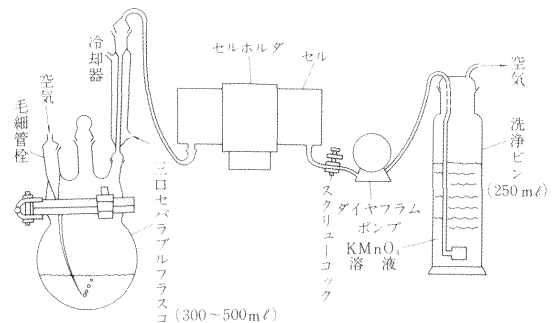


図4 フレイムレス原子吸光法

3 結 言

以上、日米の環境汚染測定に関する調査や規制の状況と分析方法、分析計の概要をのべたが、実験室における機器分析では今後一層省力化、効率化のための新方式、新機器が出現するものと予想される。

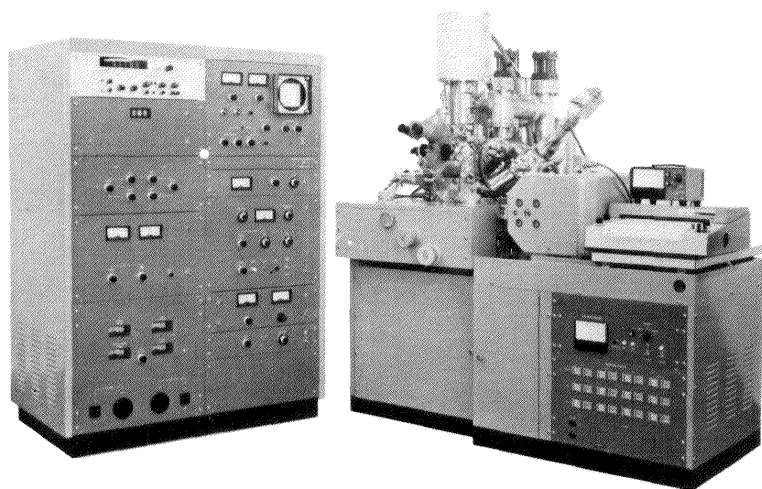
ただ、環境汚染の測定であるからといって、一般の工業分析から大きく逸脱した奇をてらうような機器よりも、むしろ、機器分析の進歩の流れに則した方法や機器を期待したいものである。

表4 試料の前処理法

No.	項 目	方 法
1	溶 解 灰 化	酸溶解、アルカリ溶解
2	湿 式	$H_2SO_4-HNO_3$, HNO_3-HClO_4 , $H_2SO_4-HClO_4$, $H_2SO_4-HNO_3-HClO_4$, $NaOH-H_2O_2$, $NH_4OH-H_2O_2$, $NaOH-KMnO_4$, Na_2CO_3 融解
3	乾 式 灰 化	電気炉加熱 ($\sim 500^\circ C$) 低温灰化 ($\sim 150^\circ C$, UHF)
4	気 化 分 離	蒸留捕集 (HF, 全CN, As化合物など) 通気捕集 (H_2S , 遊離CN, Cl_2 , Hg (還元法併用))
5	溶 媒 抽 出	原子吸光用 (APDC-MIBK, DDTC- $CHCl_3$, または CCl_4), ジチゾン-MIBK ($CHCl_3$, CCl_4 逆抽出) 一般比色用 (ジチゾン-溶媒 (CCl_4 , $CHCl_3$, C_6H_6)) 高周波プラズマ用 (逆抽出又はろ過精製後溶解)
6	ろ 過 法	ろ紙、ダイヤライザ、その他

表5 高周波プラズマスペクトル分析法による測定濃度範囲と検出下限

元 素	濃 度 範 囲(ppm)	検 出 下 限(ppm)	元 素	濃 度 範 囲(ppm)	検 出 下 限 (ppm)
銅	0.2~100	0.02	水 銀	0.01~1	0.001
クロム	0.3~100	0.03	ス ズ	5~500	1.0
亜鉛	0.1~100	0.01	マ ン ガ ン	5~500	1.0
鉛	5~500	0.5	鉄	0.5~50	0.05
カドミウム	0.01~10	0.001	ヒ 素	1~50	0.2
ニッケル	0.1~100	0.01	アンチモン	0.5~50	0.05
コバルト	0.5~100	0.05	セ レ ン	5~100	1
モリブデン	0.5~50	0.05	タンガステン	1~100	0.2



水素からウランにいたる 固体試料の組成を、立体的に分析する IMA-2形 日立イオンマイクロアナライザ

IMA-2形は、固体分析における質量分析法に、まったく新しい原理を応用したもので、従来の質量分析計にイオンマイクロプローブの機能をプラスし、固体試料の表面に細く絞られたイオンビームを照射して、半導体、金属さらに、従来不可能だった薄膜中の不純物の元素の組成分析を行う装置で、日立がわが国で初めて開発した新製品です。

即ち、IMA-2形は、①1次イオンガンおよび照射系 ②試料室 ③2次イオン質量分析計 ④排気系 ⑤電源等より構成され、細いイオンビームによ

って固体試料の表面を走査し、イオンビームによってたたかれて出てくる2次電子の強弱が直接ブラウン管に表示され、その表面像が観察できます。同時に発生する2次イオンを、内蔵する小形の2重収斂質量分析計で分析します。

したがって、 2μ 径でいどの、試料の任意の部分が、肉眼で観察しながら分析できます。それに、イオンビームによるエッチングによって、深さの方向の分析も可能なため、固体試料の組成を3次元的に測定、分析することができます。

■ 特 長

1 金属、半導体、絶縁物のほとんどが分析対象です

全元素、特に軽元素の分析はIMAの大きなメリットで、又化合物のイオンも検出可能です。

2 イオンエッチング速度が数 $\text{\AA}$ /秒から数 $10\text{\AA}$ /秒の範囲で変えられます
深さ方向の元素分布の分析が簡単に行なえます。また $500\text{\AA}$ 以下薄膜の分布も可能です。

3 きわめて高い検出感度です
Siに含まれるわずかな数 10ppb のBをも検出します。

4 必要なスポットサイズで分析できます

最小プローブ 2μ 径以下から 200μ 径以上まで、必要なスポットサイズを選んで希望の分析位置を狙うことができます。

5 同位体比測定も可能です
表面電離イオン化法などに比べ、試料の取扱いが非常に簡単です。

6 前処理なしに固体試料を分析できます

大きな試料をそのまま真空中に装着し、ただちに分析できます。試料の交換も迅速に行なえます。

7 位置決めは簡単です
分析位置の決定には、光学顕微鏡とCRT上の二次電子像が用いられます。試料の微動装置には、 μ 単位の精度を保証する独自の機構がそなえられています。

8 いつまでも高性能を発揮します
メタルシール採用の試料室は常に高真空が保たれ、バックグラウンドが非常に少なくなっています。全体にコンパクト化された構成で、操作性にすぐれています。

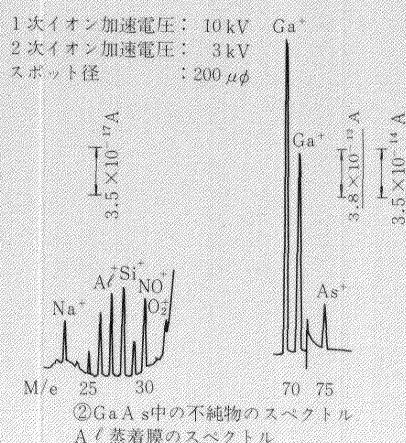
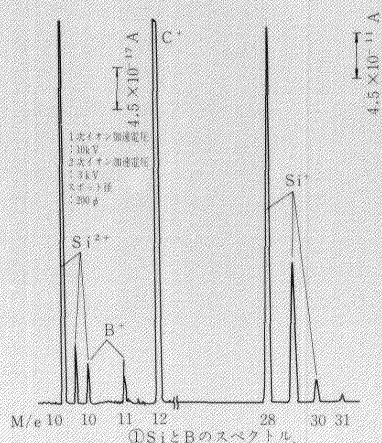
測定例

高い検出感度

すべての元素を、高い検出感度で分析できます。

①のデータは、Si中のBの検出感度を示すもので、B濃度 9.8×10^{-14} 個/ m^2 を高感度で検出しています。

②のデータは、GaAs中の不純物元素Na、Al、Siを検出しています。



高分解能測定と、短時間で広範囲440~10cm⁻¹のサーベイスキャンが可能な070形 日立遠赤外干涉分光装置

070形は日立がわが国で最初に開発した干涉分光装置で、専用のリアルタイムフーリエ変換装置により、スペクトルを直ちに得ることができます。干涉分光方式は従来の分散形分光方式と異なり、分散系を用いていないため入射スリットが不要となり光学系が非常に明かくなります。さらに検知器には測定範囲内の全てのスペクトル成分が同時に入射するためエネルギー効率が高く高分解能短時間測定が可能となります。一方検知信号からスペクトル成分を分離するために干涉計を走査させて得られた干涉図形のフーリエ変換が必要で、これは専用リアルタイムフーリエ変換装置が汎用コンピュータによるオフライン処理によって行います。

■ 特 長

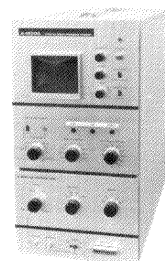
1. 分散形分光装置では数時間を要した測定が30分以下になり、とくにオン

ライン方式では、スペクトル記録時間を含め1レンジ10分以下となります。

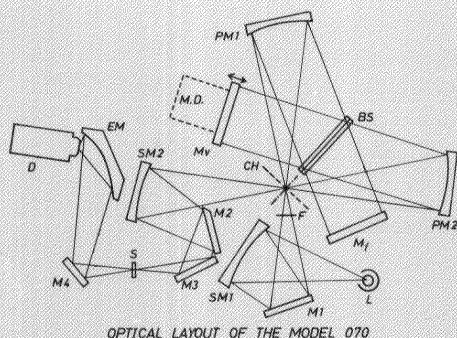
2. 専用フーリエ変換装置により、測定中常に、そこまで計算されたスペクトルをCRT上にモニタしていますので、試料条件の適否が速やかに判定できます。
3. スペクトルの分解能は干涉計の最大光路差に反比例するので最高0.125cm⁻¹ (オフライン時)まで可能です。オンラインの場合でも0.2cm⁻¹まで

の任意の分解能が選べますが、低分解能測定では測定時間がさらに短くなります。

4. 専用フーリエ変換装置はオンライン方式ですが、要望によりオフライン方式も可能です。この場合は0.2cm⁻¹以下の高分解能計算、および複光束計算ができます。
5. 外部光の070形本体への入射、干涉光の装置外への出射が簡単に行えますので、種々の物性研究に広く応用できます。
6. 全光学系排気方式のため水蒸気の除去は完全で、10分以内に測定可能となります。大気圧での測定には気中測定室が用意されています。

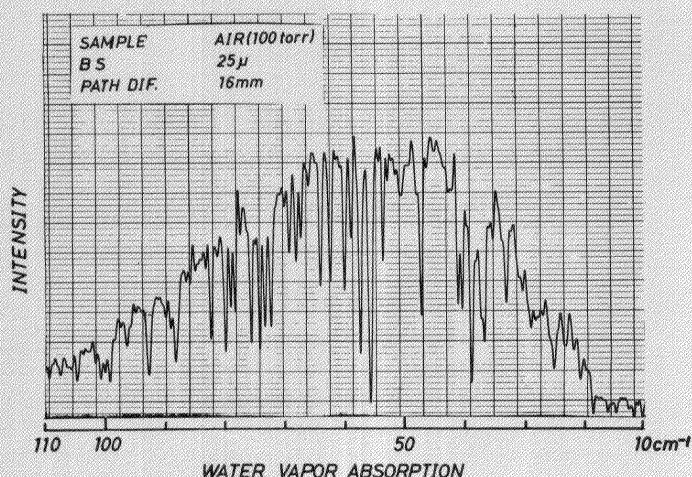


070形光学系統図



OPTICAL LAYOUT OF THE MODEL 070

オンライン測定例



■ 仕 様

測 光 方 式	マイケルソン干涉計
干 渉 少 束	96mmφ
波 数 範 囲	440~10cm ⁻¹ (3レンジ)
干 渉 光 路 差	80mm (最大) 連続走査
光 学 フ ィ ル タ	高圧Hgランプ(冷却用水が必要)
ビーム・スプリッタ	粗面反射鏡および透過フィルタ
検 知 器	膜厚6μ, 12μ, 25μ, 50μ
試 料 光 束	ゴーレイセル
干 渉 計 走 査 速 度	12mmφ (標準)
専用フーリエ変換装置	1/2, 1, 2, 4mm/min
デジタルフーリエ変換装置	デジタルフーリエ変換
スペクトルデータ	16ビット, 1600チャンネル
スペクトル記録時間	4又は8チャンネル/秒
記 録 計	056-1001
分 解 能	オンライン方式
波数範囲	分解能
440~40cm ⁻¹	1 cm ⁻¹
220~20cm ⁻¹	0.5cm ⁻¹
110~10cm ⁻¹	0.25cm ⁻¹
オフライン方式	最高0.125cm ⁻¹



超精密工作技術を誇る日立が完成した 国産唯一のルーリングエンジンによる 日立平面反射形回折格子 新発売

このたび、日立では、日立分光分析装置にのみ使用しておりました回折格子を、各界の御要望により、単品にて発売いたすことになりました。

下記の標準品についてご注文をお願いします。尚これ以外の特殊品につきましては、弊社営業所にご相談下さい。

溝数 本/mm	ブレース波長 (1次リトロウ形)	ブレース角度	パ ー ツ No.			
300	5000Å	4° 18'	001-0111	001-0126	001-0141	001-0156
300	7000Å	6° 28'	001-0112	001-0127	001-0142	001-0157
300	1 μm	8° 38'	001-0113	001-0128	001-0143	001-0158
300	2 μm	17° 27'	001-0114	001-0129	001-0144	001-0159
300	3 μm	26° 45'	001-0115	001-0130	001-0145	001-0160
600	2000Å	3° 26'	001-0116	001-0131	001-0146	001-0161
600	2500Å	4° 18'	001-0117	001-0132	001-0147	001-0162
600	3000Å	5° 10'	001-0118	001-0133	001-0148	001-0163
600	5000Å	8° 38'	001-0119	001-0134	001-0149	001-0164
600	7500Å	13° 00'	001-0120	001-0135	001-0150	001-0165
600	1 μm	17° 27'	001-0121	001-0136	001-0151	001-0166
1200	2000Å	6° 54'	001-0122	001-0137	001-0152	001-0167
1200	2500Å	8° 38'	001-0123	001-0138	001-0153	001-0168
1200	3000Å	10° 22'	001-0124	001-0139	001-0154	001-0169
1200	5000Å	17° 27'	001-0125	001-0140	001-0155	001-0170
回折格子有効面積 (溝長さ mm)			28	52	64	65
(溝刻線巾 mm)			×	×	×	×
			30	52	64	76
(a)			30	58	68.6	76
ブランクの外形寸法 (mm) (b)			×	×	×	×
(c)			32	58	68.6	85
			×	×	×	×
(t)			10	10	10	16



1次回折光干渉縞

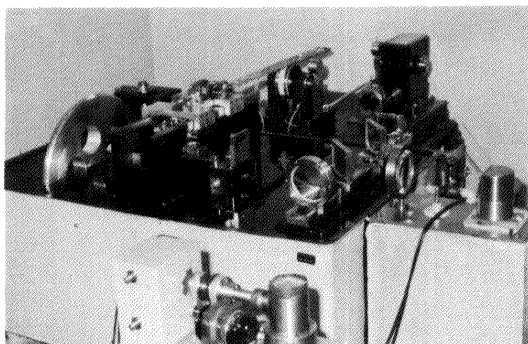
溝 数 600 ℓ/mm

ブレース波長 7500Å

有効面積 65×76mm

■ 特 長

- 1.理論分解能の80%以上の高分解能を有しています。
- 2.回折光強度が高く、ブレース波長に於いて入射光に対し、60%以上の効率をもっています。
- 3.迷光及びゴーストが少なく、実際分光器等に設置したとき、回折格子による迷光は無視できます。



■ 日立ルーリングエンジン

日立では日立全社の精密工学技術を結集して、光波干渉により自動制御のもとに刻線間隔精度1/100ミクロンの回折格子を造るルーリングエンジンを完成し、各種の回折格子マスターが製作可能になりました。(機械学会賞、機械振興協会賞受賞) 当社は長年にわたる分光光度計用回折格子の量産経験と改良を重ねた特殊な転写技術により、マスターに忠実なレプリカ回折格子を製作しています。(大河内記念技術賞受賞) さらに無塵室内で厳重な品質管理を行ない製品の信頼性を高めています。

(1頁よりつづく)

私には、イソヤが自分で飯をよそって、薬罐の冷たい水をかけ、生味噌だけをおかずにして何杯も何杯もお代りをしているのがよくわかった。イソヤと、この献立でと、崖ぎわの家を思い出すたびに今でも私は食欲を刺激されて胃がキュウと立つような気がする。私の待っている庭先には緑の風が吹き、木立でいつも蟬が啼いていた。昭和の初期の不況の頃で、せっかく掃きたてた蚕がまゆを作るまで育てられず、2センチ位になった白く光る蚕がひとかたまりになって川に捨てられているのを見たこともある。政治というのか、時勢というのか不思議なもので原始的な農業生産さえも満足には行なわれなかった頃のこと、昨今の状況と思いあわせると、まことに夢のようである。

経済の専門家の話によると日本のように国土がせまく、

人口が多く、教育や技術のレベルの高い国では、たとえば農・水産、鉱業などの生産物を原料又はそれに近い形のまま輸出してはだめなので、できるだけ加工度の高い製品を作らなければいけないのだそうである。機械でも織物でも化学製品でも、できるだけ手のかかったもの、精密なものがよろしい。原料に少し手を加えて輸出するのは下の下であって、最終製品価格の中で原料あるいは材料の占める割合が低く、設計、加工、組立て、調整などに高度の技術を要するものを造らなくてはいけない。この意味で分析機器の製造などは日本に最も適当した産業であるということができよう。工業生産に励みすぎて大気や水を汚し、公害に悩む日本で、公害防止の基礎データを提供する分析機器生産工業が一番適当した産業のひとつであるというのは天の配剤というべきであろうか。



- ・ $10\mu\ell$ の極微量試料で
- ・ $0.0005\mu\text{mole}$ の高感度で
- ・ 試料添加から、面積計算まで完全自動分析を行う

KLA-5形 日立アミノ酸分析計

KLA-5形は、従来のKLA-3B形日立アミノ酸分析計に種々の改良を加え、より高感度の分析と、試料添加から面積計算までの完全自動分析を可能にした、高性能のアミノ酸分析計で、最高24検体までを、完全自動で無人運転して頂くことができます。

即ち、KLA-5形では、日立カスタムイオン交換樹脂#2613と、 $6\text{mm}\phi$ カラムの採用により、 $0.0005\mu\text{mole}$ の高感度、高精度分析ができます。

自動サンプリングについては、6チャンネルのシークエンシャルオートサンブラによる、6試料のデュアルカラム分析法で3検体（シングルカラム分析法では6検体）の分析を行う標準形と、24チャンネルオートサンブラによる、24試料のデュアルカラム分析法で12検体（シングルカラム分析法では24検体）の分析を行う高級形があり、この夫々について、蛋白加水分解法と、生体液法が可能ですので4機種の中より最適のものを選んで頂くことができます。

■特長

1. 完全自動サンプリング機構により連続分析できます

6試料の自動サンプリング機構を備えていますので、デュアルカラム分析法で3検体（シングルカラム分析法では6検体）の分析が

できます。さらに24試料の自動サンプリング機構（高級形）によりデュアルカラム分析法で12検体（シングルカラム分析法では24検体）の分析がオペレータなしで自動的に行なわれます。

2. $0.0005\mu\text{mole}$ の高感度で高精度のクロマトグラムが得られます

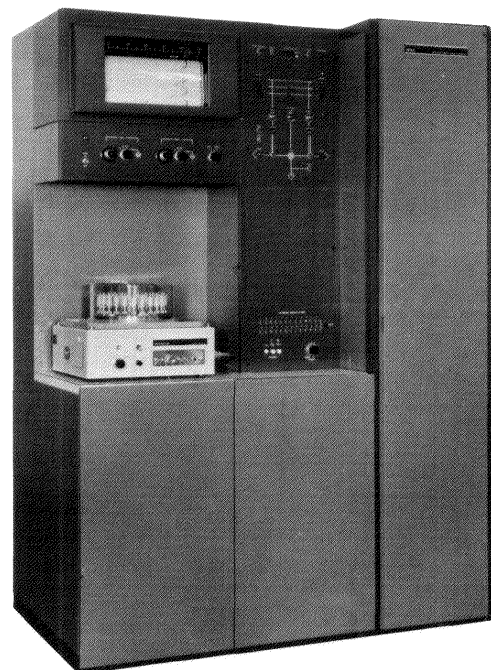
高感度分析を主眼にした 6mm 径カラムの開発により、試料採取量が非常に少ない場合でも有効に分析ができます。かつ、試薬消費量も半分になり運転コストも低減できます。

3. 24試料オートサンブラは冷却（特別付属装置）も可能で、しかも特殊な試料注入方式により試料は極微量 $10\sim 250\mu\ell$ で十分です

24チャンネルのオートサンブラ（高級形）はマイクロシリンジの注入によって $10\sim 250\mu\ell$ の微量試料の充填が可能で貴重な試料を無駄なく分析できます。

4. 流路系統パネル上に操作ボタンを配置してありますので、確認と操作が簡単かつ確実にできます。

サンプリング、カラム、緩衝液、カラム温度の切り換えなどは全てプログラマからの信号によって操



作ボタンひと押しで自動的に行なわれます。

5. 14チャンネルのプログラマによりエンドレスに複雑なプログラムが組めます。

パンチテープ式プログラマにより14チャンネルの信号が得られますので複雑なプログラムが組めます・またエンドレス操作ができますので、24チャンネルのオートサンブラ（高級形）で12検体の連続分析ができます。

6. 積分器（特別付属装置）を内蔵したコンパクトな設計で、かつオートサンブラを装着するスペースをもっています。

操作性を重視してコンパクトに設計され、その上機能は高級機のそれを全て備えています。

編集後記

- 次回の巻頭言は、北海道大学教授、藁目先生にお願いしております。
- 本号の展望では、日米の環境汚染の調査状況を対比しながら、その最新の分析方法と分析計について御紹介いたしました。
- 本号では、展示会便り、新製品紹介、あわせて10機種の新製品、新機種をご紹介いたしました。
- 本DIGESTに関する御意見、御希望をお寄せ頂ければ幸いです。