

原子吸光分光光度計を用いたゼラチンの不純物評価

姜 雨晶

ユーザーベネフィット

- ◆ 原子吸光分光光度計(AA)によるゼラチン中の不純物評価が簡便に行えます。
- ◆ フレーム法(空気-アセチレン炎)を用いることで、効率的な測定が可能です。
- ◆ AA-7800を用いるゼラチン測定は感度よくデータを取得することができます。

■はじめに

ゼラチンは、溶液をゲル化し粘性を付与するために使用されます。口溶けが良く、透明感のあるゼリーに仕上がることが特徴です。そのため、食品や医薬等様々な分野でゲル化剤・増粘剤・安定剤として広く利用されており、特に日本では使用率が伸びています。

日本薬局方には、ゼラチンの強度・確認試験・純度試験・導電率などの評価方法が定められています。本稿では、原子吸光法のフレーム法を用いて、ゼラチンの純度試験を行いましたので、その有効性をご紹介します。

■測定試料の前処理

測定試料は市販のゼラチンを使用しました。試料前処理のフロー図を図1に示します。

日本薬局方では5 gを処理して100 glに定容すると記載されています。ここでは、測定試料の半量を前処理しました。

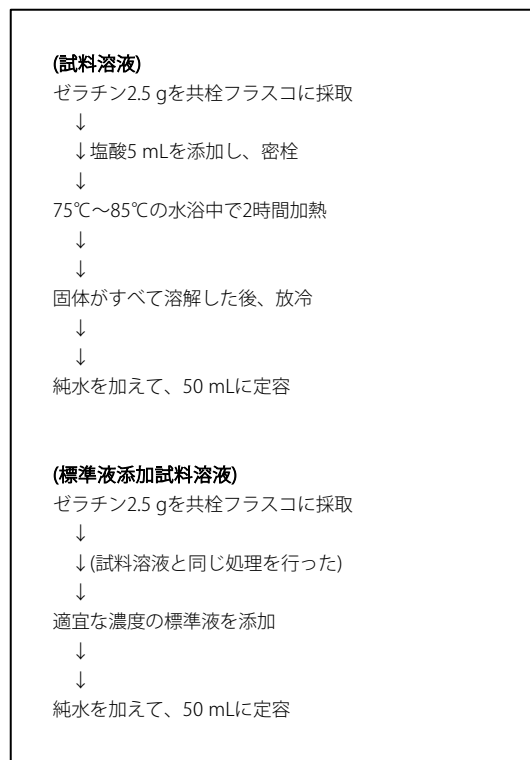


図1 試料前処理のフロー図

■装置構成と測定条件

装置は島津原子吸光分光光度計AA-7800Fを用いました。分光器と原子化に関する主な条件を表1に示します。測定は標準添加法で行いました。

表1 測定条件

元素	Cr	Fe	Zn
分析波長	357.9 nm	248.3 nm	213.9 nm
スリット幅	0.7 nm	0.2 nm	0.7 nm
点灯モード	BGC-D2		
ランプ電流値	10 mA	12 mA	8 mA
バーナー高さ	9 mm	9 mm	7 mm
フレームタイプ	空気-アセチレン		
アセチレン流量	2.8 L/min	2.2 L/min	2.0 L/min
積分時間	3 s		
繰り返し測定回数	3回		

■測定結果

標準添加法によるCr, Fe, Znの検量線の測定結果を表2~4に示します。添加する標準液の濃度は装置感度に合わせて調整しました。それぞれの検量線を図2~4に示します。いずれの元素も良好な直線性を示しました。

表5に標準添加法による測定結果と定量下限を示します。試料からいずれの測定元素も上限値(固体中換算Cr:10 ppm, Fe, Zn:30 ppm)以下となりました。

定量下限は無添加試料を10回繰り返して測定し、得られた標準偏差(SD)から算出された10σの値を表記しています。更に、固体中の定量下限は溶液中の定量下限から実試料に換算して表記しています。

表2 Cr標準液添加試料の測定結果

添加濃度(ppm)	吸光度(Abs)	%RSD(n=3)	SD(n=3)
0	0.0012	9.90	0.0001
0.25	0.0254	1.20	0.0003
0.5	0.0493	1.72	0.0009
1	0.0971	0.63	0.0006

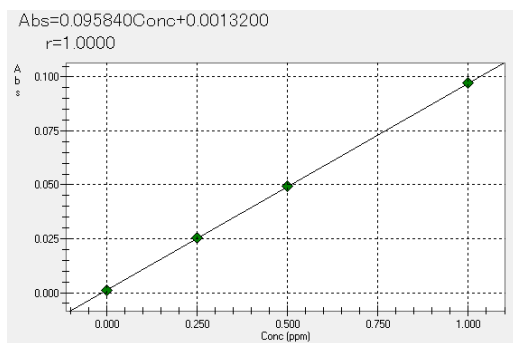


図2 Crの検量線

表3 Fe標準液添加試料の測定結果

添加濃度(ppm)	吸光度(Abs)	%RSD(n=3)	SD(n=3)
0	0.0488	0.83	0.0004
0.25	0.0745	1.36	0.0010
0.5	0.1054	0.40	0.0004
1.5	0.2079	0.60	0.0012

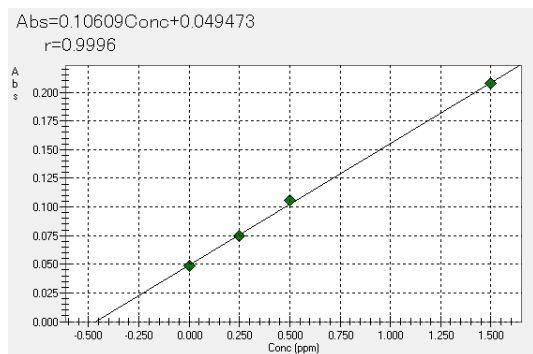


図3 Feの検量線

表4 Zn標準液添加試料の測定結果

添加濃度(ppm)	吸光度(Abs)	%RSD(n=3)	SD(n=3)
0	0.0466	0.54	0.0003
0.1	0.1016	0.43	0.0004
0.25	0.1814	0.17	0.0003
0.5	0.3333	0.24	0.0008

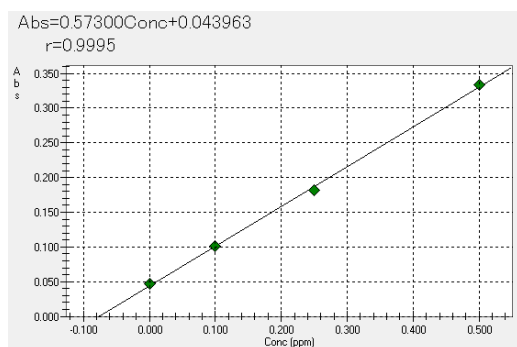


図4 Znの検量線

表5 試料の測定結果

	Cr	Fe	Zn
測定値(ppm)	N.D.*	0.47	0.077
実濃度(ppm)	N.D.	9.3	1.5
固体中の定量下限(ppm)	0.3	2	0.3
上限値(ppm)	10	30	30

* 定量下限以下

■まとめ

AAによるゼラチンの純度評価は、簡便な前処理で数ppmレベルの微量Cr, Fe, Znの分析が行えます。また、フレーム法を用いることで、測定時間が短く、効率的な作業が可能です。さらに、日本薬局方を参照した測定において感度よくデータを取得することができます。

AA-7800シリーズは、振動センサーによる自動消火や自動ガス漏れ検出、アセチレンレギュレータ故障検知機構など、さらに進化したセーフティテクノロジーにより、安心・安全にお使いいただける原子吸分光光度計です。

また、AA-7800シリーズはユニットの追加によるアップグレードが可能で、分析対象に応じてシステムを進化させることができます。



フレームモデル AA-7800F



AA-7800F デュアルアトマイザシステム

■参考文献

- 1) 第十八改正日本薬局方
(厚生労働省告示第220号 令和3年6月7日)