

## オートサンプラを用いたフレイム分析の安定性

Stability of flame measurement by using auto sampler

長時間のフレイム測定において信頼性のあるデータを得るためには、いくつかの留意しなければならない点があります。中でも特に「感度変動」と「ベースライン変動」の2つがデータの信頼性を損ねる主たる要因といえます。これらの変動を克服することがデータの信頼性を確保するための必要条件となります。感度変動の主な原因としてバーナヘッドの温度変化を挙げることができます。点火直後、バーナヘッドの温度は熱平衡に達するまで上昇していくため、この時点での測定では特に感度変動が生じやすくなります。つまり、バーナヘッドの温度を熱平衡に速やかに到達させることが感度変動を最小化させるポイントであると言えます。これはバーナヘッドの材質にチタンを用いることで実現します。チタンは軽量、耐酸性などの特長と共に熱しやすく冷めやすいという性質があり、SUSなどの素材と比較しても熱平衡に達する時間の短縮化が図れます。

次にベースライン変動の原因としてホロカソードランプのエネルギー変動が挙げられます。エネルギー（光量）の増加はマイナス方向へ、減少はプラス方向へとベースラインを変動させます。ベースライン安定化にはダブ

ルビームを用いる方法もありますが、光学系が複雑になることからホロカソードランプの光量ロスは避けられません。結果的にベースラインのノイズが増加することでS/N比が悪化し、検出限界の低下を招きます。一方、シングルビームを用いる方法は光量ロスが無いため高S/N比が得られるメリットがあります。シングルビームにおいて、ベースラインの安定性を確保する手段として、ベースライン変動の補正を行う「AUTO ZERO」機能があります。オートサンプラを使用した際もサンプル測定間のリンス動作の中で「AUTO ZERO」機能が働き、ベースラインの変動を自動補正します。

今回、Cd, Cu, Fe, Mn, Pbの5元素についてオートサンプラを使用した長時間フレイム測定の例を紹介いたします（バーナーヘッドは標準のチタン製のものを使用しました）。Cdは0.2, 0.4ppm, その他の元素は0.5, 1.0ppmに濃度を設定しました。標準液の繰返し測定からは感度の再現性が、また標準液測定間の連続ブランク測定からはベースラインの安定性が確認できます。

(M. Takasaka)

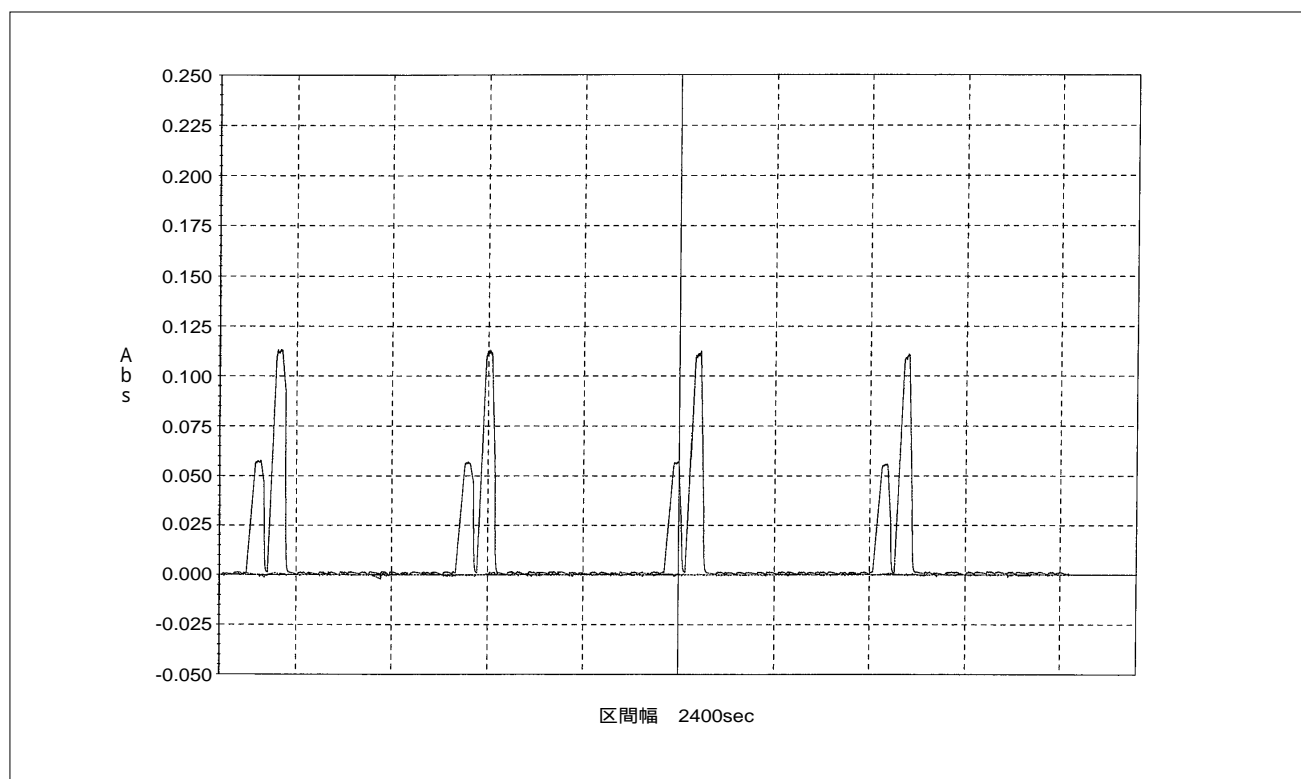


Fig.1 Cuの測定例  
Measurement of Cu

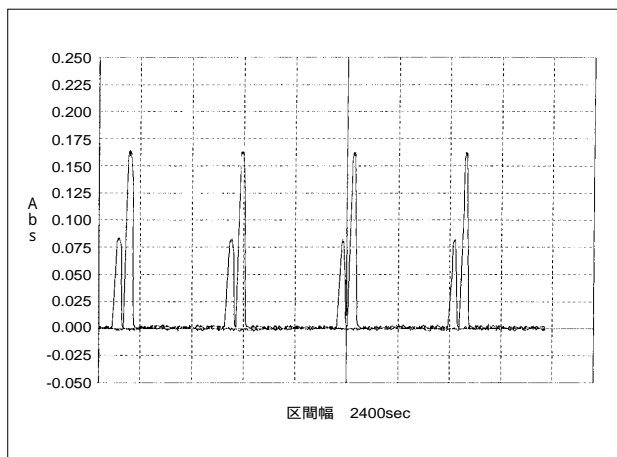


Fig.2 Cdの測定例  
Measurement of Cd

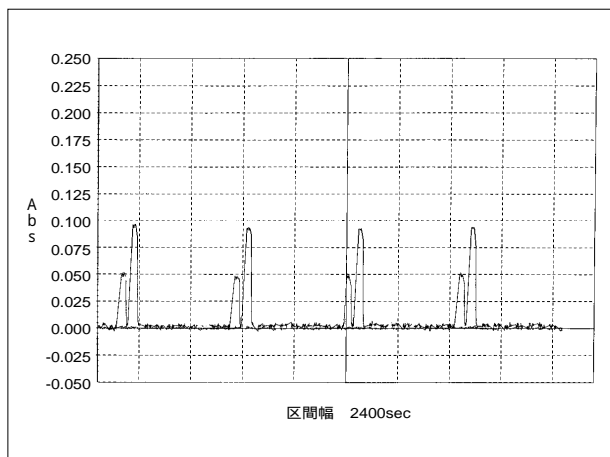


Fig.3 Feの測定例  
Measurement of Fe

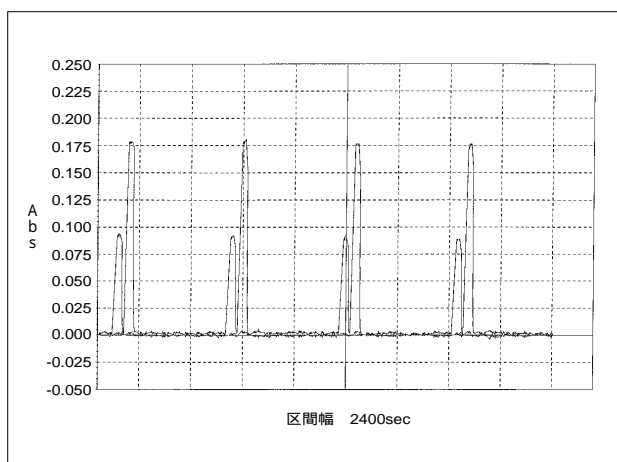


Fig.4 Mnの測定例  
Measurement of Mn

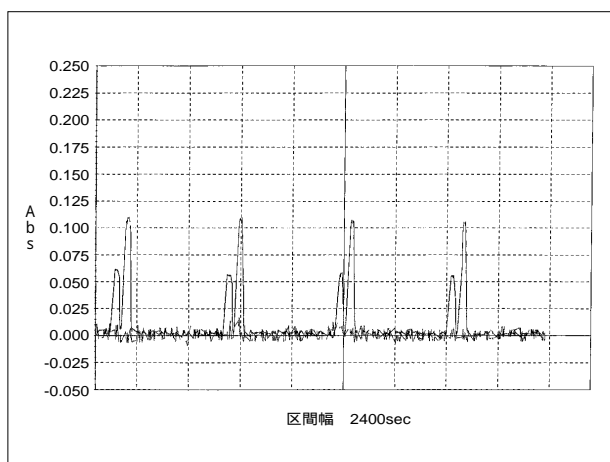


Fig.5 Pbの測定例  
Measurement of Pb

Pbの測定例は、測定波長に217.0nmを用い、プースターを使用したものです。Pb以外の元素でプースターは使用していません。

今回、測定例に示しましたようにオートサンブラの自動AUTO ZERO機能を使用することで、長時間のフレーム測定においても安定したベースラインと再現性を得ることができます。シングルビーム方式を採用しているため、ダブルビーム方式の欠点であるベースラインノイズの増大が無く、このことから高いS/N比での測定が可能であることが分かります。「AUTO ZERO」機能とシングルビー

ムの併用は、ダブルビームに優るとも劣らない手法と言えるでしょう。また、擬似的ダブルビームと言われるゼーマン法においても、光学系に用いられている偏光子によるホロカソードランプの光量ロスとそれに伴うS/N比の悪化、さらに異常ゼーマンによる感度低下は避けられません。これらのことからシングルビーム方式によるランプエネルギーの有効利用とベースライン安定化のための「AUTO ZERO」機能がデータの信頼性確保に最も有効だと言えるでしょう。

 **島津製作所** 分析機器事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691  
●京都 ☎(075)813-1691

**SHIMADZU CORPORATION**  
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan  
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710  
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-06104-18A-ADI  
2001.6