

フレイムマイクロサンプリング法による測定

Measurement by Flame Micro Sampling Method

はじめに

Introduction

AA-6300では、オートサンブラと組み合わせることにより、フレイムマイクロサンプリング法による自動測定が可能です。フレイムマイクロサンプリング法は、通常のフレイム法（以下フレイム吸引法）が連続的に試料を吸引した状態で測定を行うのに対して、少ない試料量（2~100 μL ）でフレイム原子吸光分析を行う方法です。

フレイム吸引法との比較をTable 1に示します。通常のフレイム吸引法と比較すると少ない試料量で分析ができる、またオートサンブラを用いた場合は、自動希釈測定、自

動で干渉抑制剤の添加ができるなどのメリットがあります。また、試料の導入量が少ないため、フレイム吸引法ではバーナの目詰まりを生じやすい高マトリックス試料の測定にも有効です。

ここでは、日本分析化学会より提供されている河川水標準物質JAC 0031（無添加）中のNa（保証値：4.2 \pm 0.1mg/L）とMg（同：2.83 \pm 0.06mg/L）をフレイムマイクロサンプリング法で測定した例をご紹介します。

T. Kawakami

Table 1 フレイム吸引法とフレイムマイクロサンプリング法の比較
Comparison of flame continuous suction method and flame micro sampling method

	測定時間	試料消費量 (1分析当たり)	感度 (吸光度)	変動係数(%) (単純繰り返し)	自動希釈
吸引法	10~20秒	1~2mL	-	1%前後	不可
マイクロサンプリング法	約100秒	2~100 μL	フレイム吸引法の 約80%	2~3%	可能 (最大50倍)

最大希釈倍率は、ミキシングポートを使用しない場合の最大値（2 $\mu\text{L}/100 \mu\text{L}$ ）です。

装置と測定条件

Apparatus and analytical condition

Table 2に装置と主な測定条件を示します。いずれの元素も、検量線の上限濃度の1mg/Lを越えた場合は、自動

的に試料量を減らして再測定を行う設定としました。

Table 2 装置と測定条件
Apparatus and analytical condition

装置	原子吸分光光度計 AA-6300	
オートサンブラ	ASC-6100F, ASK-6100, ASK-6300, マイクロサンプリングキット	
測定元素	Na	Mg
測定波長	589.0nm	285.2nm
点灯モード	NON-BGC	BGC-D ₂
フレイムタイプ	空気-アセチレン	
バーナ角度	0度	
サンプリング時間	30秒	
干渉抑制剤	なし	ランタン(La)
標準液濃度 (mg/L)	0.2, 0.5, 1.0	
自動希釈再測定の上限濃度 (mg/L)	1.0	

測定結果

Measurement Result

それぞれの測定結果をTable 3と4に示します。測定の繰り返し回数は、標準液が2回、実試料は3回としました。検量線は、Na, Mgともにオートサンブラを用いて1mg/Lの標準液の注入量を変えることにより作成しました。また、Mgでは干渉抑制剤のランタンの添加もオートサンブラを

用いて行いました。実試料の測定では、1回目の測定値が設定された上限濃度を越えたため、採取量を減らして自動希釈再測定が行われています。いずれも、保証値とよく一致した値が得られています。

Table 3 Naの測定結果
Measurement result for sodium(Na)

動作	サンプルID	除外	設定濃度 (mg/L)	濃度 (mg/L)	吸光度	位置	試料量 (μL)	希釈液 (μL)	合計量 (μL)	自動希釈	実濃度 (mg/L)	CV(%)
STD-AV	0.2mg/L		0.2		0.1184	R2	20	80	100			1.31
STD-AV	0.5mg/L		0.5		0.2954	R2	50	50	100			0.55
STD-AV	1.0mg/L		1.0		0.5652	R2	100	0	100			1.58
UNK1	JAC0031	X		3.3821	1.8933	2	100	0	100		3.38	
UNK2-1	JAC0031			0.5972	0.3433	2	14	86	100	7.143	4.27	
UNK2-2	JAC0031			0.6121	0.3516	2	14	86	100	7.143	4.37	
UNK2-3	JAC0031			0.6074	0.3490	2	14	86	100	7.143	4.34	
UNK2-AV	JAC0031			0.6056	0.3480	2	14	86	100	7.143	4.33	1.22

Table 4 Mgの測定結果
Measurement result for magnesium(Mg)

動作	サンプルID	除外	設定濃度 (mg/L)	濃度 (mg/L)	吸光度	位置	試料量 (μL)	希釈液 (μL)	La5% (μL)	合計量 (μL)	自動希釈	実濃度 (mg/L)	CV(%)
STD-AV	0.2mg/L		0.2		0.1946	R2	16	64	20	100			3.05
STD-AV	0.5mg/L		0.5		0.4750	R2	40	40	20	100			0.61
STD-AV	1.0mg/L		1.0		0.9388	R2	80	0	20	100			1.25
UNK1	JAC0031	X		2.0887	1.9516	2	80	0	20	100		2.09	
UNK2-1	JAC0031			0.7446	0.7016	2	20	60	20	100	4	2.98	
UNK2-2	JAC0031			0.7272	0.6854	2	20	60	20	100	4	2.91	
UNK2-3	JAC0031			0.7377	0.6952	2	20	60	20	100	4	2.95	
UNK2-AV	JAC0031			0.7365	0.6941	2	20	60	20	100	4	2.95	1.18

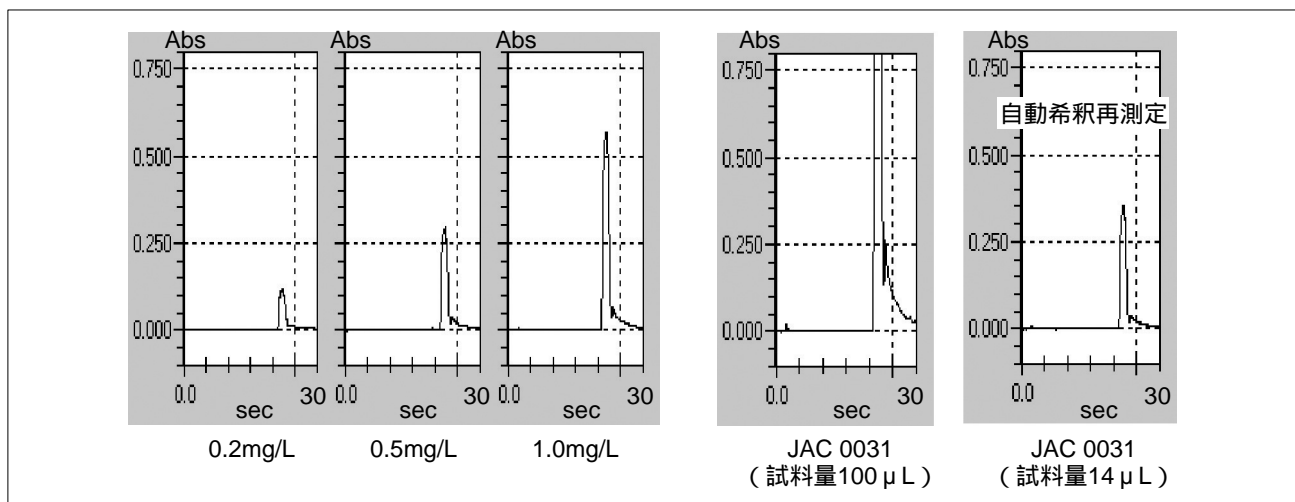


Fig.1 Naのピークプロファイルの一部
Examples of peak profiles for sodium(Na)