

電気加熱原子化法による精製白糖中の鉛分析

Determination of Lead in Sugar by Electro Thermal Atomization Method

■はじめに

Introduction

日本薬局方には、電気加熱原子化法（ファーンネス法）による精製白糖中の鉛分析が採用されています。

電気加熱原子化法は、サンプル量が微量でも、高感度分析が可能なので、鉛以外の有害元素の微量分析にも有効です。

ここでは、日本薬局方に基づいて分析した例をご紹介します。

F.Miyashita

■前処理

Pretreatment

今回、サンプルとして、市販のグラニュー糖を用いました。原子吸光法では、最終試料が溶液であることが必要なので、白糖のようなサンプルは前処理が必要です。今回は、前処理として局方に従い高压分解容器を用いて行いました。高压分解容器はPTFE製の内部容器と金属やセラミック製の外部压力容器でセットになっています。実際の前処理では、まず、サンプル0.050 gを高压分解容器のPTFE製内部容器に正確に量り採りました。これに有害金属測定用濃硝酸0.5 mLを加え、外部の压力容器にセットし、150 °Cの恒温槽で5時間加熱しました。冷却後、純水を加え、正確に5 mLとし、これを測定用溶液としました。

また、ブランク溶液として有害金属測定用濃硝酸0.5 mLを純水で5 mLに希釈したものを調製しました。

■装置と測定条件

Analytical Method and Condition

定量は標準添加法で行いました。その設定は、得られた測定溶液と希釈液とPb標準液（20 ppb）をオートサンプラで注入量を調整することにより行いました。

Table 1～3 に分析で用いた装置と主な測定条件を示します。

Table 1 装置及び分光器パラメータ
Instruments and Optical Parameters

装置	本体 AA-7000 原子化部 GFA-7000
分析波長	283.3 nm
スリット幅	0.7 nm
電流値	10 mA
点灯モード	BGC-D2

Table 2 温度プログラム
Furnace Program

	温度 (°C)	時間 (秒)	加熱モード	感度	ガス流量 (L/min)
1	60	3	RAMP	REGULAR	0.10
2	120	20	RAMP	REGULAR	0.10
3	250	10	RAMP	REGULAR	0.10
4	600	10	RAMP	REGULAR	1.00
5	600	10	STEP	REGULAR	1.00
6	600	3	STEP	HIGH	0.00
7*	2200	3	STEP	HIGH	0.00
8	2500	2	STEP	REGULAR	1.00

7*：原子化ステージ

使用グラファイトチューブ；パイロ化チューブ

Table 3 オートサンブラの標準添加の設定
Parameter Setting of Auto-Sampler for Standard Addition Method

添加濃度	サンプル	希釈液	Pb:10ppb	合計
0 ppb	14 μ L	6 μ L	0 μ L	20 μ L
1 ppb	14 μ L	4 μ L	2 μ L	20 μ L
2 ppb	14 μ L	2 μ L	4 μ L	20 μ L
3 ppb	14 μ L	0 μ L	6 μ L	20 μ L

測定結果

Results

測定結果は定量下限未満でした。Fig.1 に代表的なピークプロファイルの重ね書き、Fig.2 に検量線（標準添加法）を示します。今回の測定の定量下限値は、水溶液中濃度

で、0.2 ppb、固体中に換算した濃度で、0.03 ppm になります。基準の0.5 ppm 未満を十分満たします。

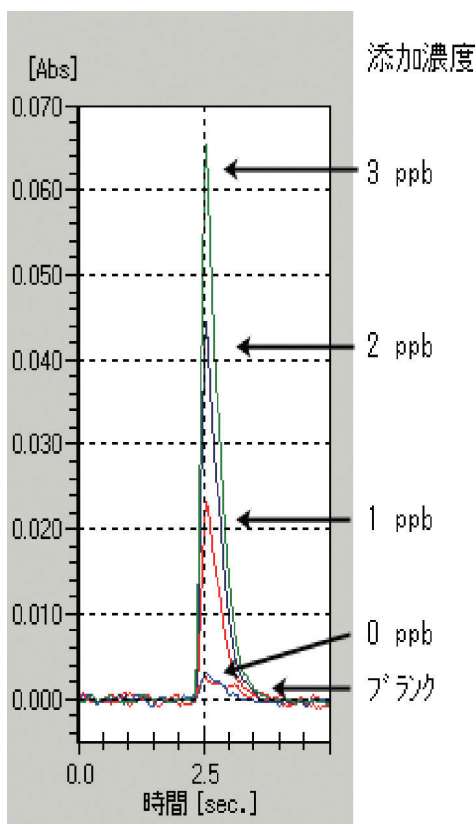


Fig.1 ピークプロファイル(一部)
Peak Profiles

また、試料溶液にPb濃度が溶液中で1.3 ppb（固体中で0.13 ppm）になるように添加したものをサンプルとしても測定しました。結果をFig.3 とTable 4 に示します。値は、固体中で0.13 ppm となり良く一致しました。

Table 4 中、希釈率：1.43 とあるのは、サンプル注入量14 μL に対し、合計注入量20 μL より計算した (20/14) のものです。

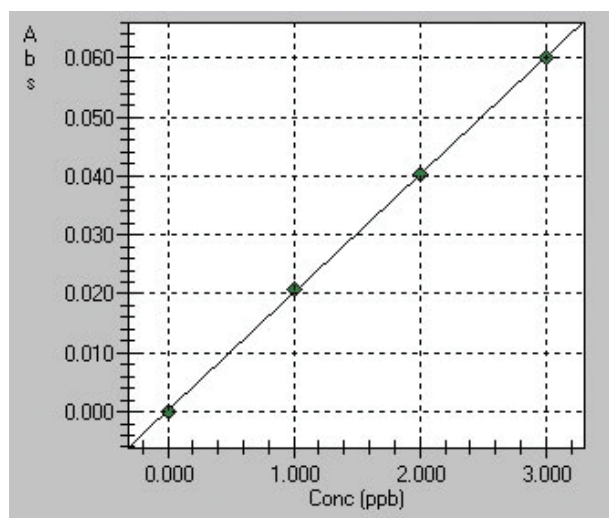


Fig.2 検量線
Calibration Curve of a not Added Sample

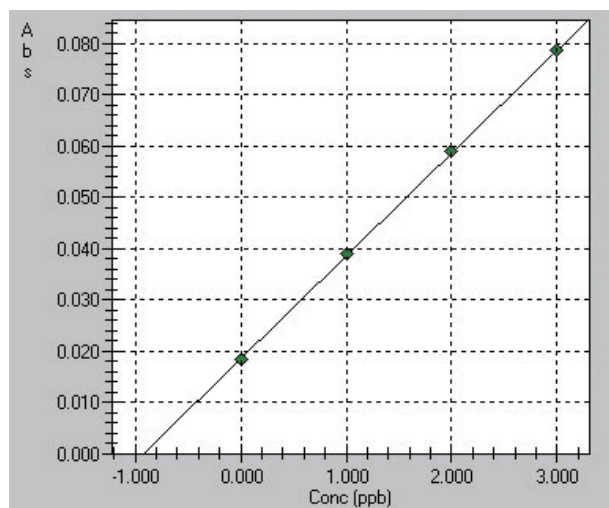


Fig.3 添加サンプルの検量線
Calibration Curve of an Added Sample

Table 4 添加サンプルの測定結果および濃度換算
Result and Concentration Computation

サンプル ID	設定濃度 (ppb)	濃度 (ppb)	吸光度	採取量	メスアップ量	希釈率	その他係数	実濃度	実濃度単	%RSD	SD
ブランク			0.0023							2.47	0.0001
添加濃度: 0ppb	0.0000		0.0184							3.19	0.0006
添加濃度: 1 ppb	1.0000		0.0389							1.12	0.0004
添加濃度: 2 ppb	2.0000		0.0589							0.87	0.0005
添加濃度: 3 ppb	3.0000		0.0787							1.03	0.0008
添加サンプル		0.9253		0.0500	5.00	1.43	0.001	0.13 ppm			

A 改訂版発行：2014年7月
初版発行：2009年7月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691 (携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号 (075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。