

AA-7800の波長移動機能を用いた 炭酸リチウム中ナトリウムの炎光光度分析

姜 雨晶

ユーザーベネフィット

- ◆ 炭酸リチウム中ナトリウム含有量の分析を簡便に行えます。
- ◆ 波長移動機能を用いて測定波長を2つ設定することにより、炎光光度分析においてもバックグラウンド補正を行えます。

■はじめに

炭酸リチウムは中枢神経に作用し、感情の高まりを抑え、気分の安定化や抗うつなどの薬効が認められています。

日本薬局方では、炭酸リチウムの確認試験・純度試験・定量法などの評価方法が定められています。今回は、原子吸光分光光度計AA-7800を用いて、第十八改正日本薬局方に準拠して炭酸リチウム中のナトリウム分析を行いました。AA-7800の波長移動機能によるバックグラウンド補正を使用した測定例をご紹介します。

■炎光光度分析および波長移動機能

AA-7800は炎光光度計として使用できます。この場合、原子発光（炎光）を測定しますので、原子吸光分析で必要となる光源のホローカソードランプは不要です。フレームの発光の影響が少ない長波長域に測定波長がある、NaやKなどのアルカリ元素やアルカリ土類元素では、高い感度が得られます。ただし、共存物を多量に含む試料中のこれらの成分を測定する際には共存物に由来するバックグラウンド発光を生じる場合があり、それらを補正する必要があります。

AA-7800では、波長移動機能を用いて測定波長を2つ設定できるため、通常の測定波長で原子発光とバックグラウンド発光の合計を測定し、そこから数nm程度移動した波長でバックグラウンド発光を測定することにより、炎光光度分析においてもバックグラウンド補正を行うことができます。

■測定試料の前処理

測定試料は市販の炭酸リチウムを使用しました。試料前処理は第十八改正日本薬局方の記載を参考にし、以下の通りの試料処理を行いました。

- 1) 炭酸リチウムを約0.8 gを精密に量り、水を加えてしっかり溶かし、正確に100 mLにメスアップしました。これを試料原液としました。
- 2) 試料原液25mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLにメスアップしました。これを試料溶液としました。
- 3) 市販のナトリウム標準液を使用し、水を加えて正確に10 ppmに作製しました。これを標準溶液としました。
- 4) 試料原液25 mLを正確に量り、標準溶液20 mLを正確に加え、更に水を加えて正確に100 mLにメスアップしました。これを標準添加溶液としました。

■装置構成と分析条件

装置は島津原子吸光分光光度計AA-7800Fを用いました。分光器と炎光光度分析に関する主な条件を表1に示します。測定は炎光光度分析法で行いました。

表1 炎光光度分析の分析条件

元素	Na
分析装置	AA-7800F
分析波長	589 nm
移動波長	580 nm
スリット幅	0.2 nm
点灯モード	EMISSION
バーナー高さ	7 mm
フレームタイプ	空気-アセチレン
アセチレン流量	2.0 L/min
積分時間	5 s
繰り返し測定回数	3回

■試料測定

試料測定は、AA-7800を用いて以下の条件でナトリウムの発光強度を測定しました。

波長目盛りを589 nmに合わせ、標準添加溶液をフレーム中に噴霧したままラインサーチを行いました。標準添加溶液を測定し、発光強度を L_5 としました。その後、試料溶液の発光強度 L_T を測定しました。次に、他の条件は同一にし、炭酸リチウムに由来するバックグラウンド発光を補正するために、波長移動機能を用いて波長を580 nmに変え、プランク試料として試料溶液の発光強度 L_B を測定しました。

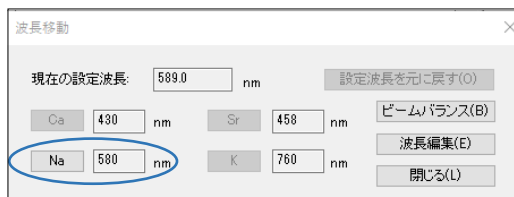


図1 波長移動の設定画面

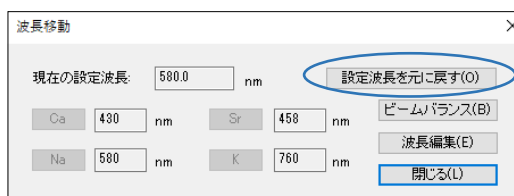


図2 波長移動設定後の画面

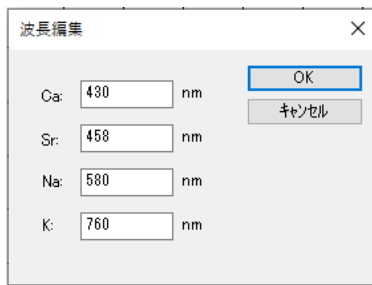


図3 移動波長の編集画面

図1に波長移動の設定画面を示します。この画面で測定元素を選択すると測定波長として移動波長が設定されます。その状態を図2に示します。「設定波長を元に戻す」を選択すると、移動された波長が元の分析波長として設定され、図1の画面に戻ります。移動波長を変更する場合は、「波長編集」を選択して図3の画面上で1 nm単位で編集が可能です。

■ 分析結果

ナトリウムのラインサーチ画面を図4に示します。蛍光分析法によるナトリウムの測定結果と定量下限を表2に示します。ナトリウムの濃度は下記の式により計算を行いました。

$$\begin{aligned} & \text{ナトリウム(Na)の量(\%)} \\ & = (L_T - L_B) / (L_S - L_T) \times M' / M \times 100 \\ & M: \text{試料原液25 mL中の炭酸リチウムの量 (mg)} \\ & M': \text{標準溶液20 mL中のナトリウムの量 (mg)} \end{aligned}$$

分析の結果、炭酸リチウム中のナトリウム含有量は上限値(0.05%)以下となりました。定量下限は試料溶液を10回繰り返し測定し、得られた標準偏差(SD)から算出された10σの値を実試料に換算して表記しています。

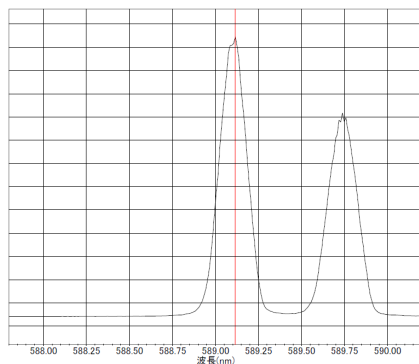


図4 ナトリウムのラインサーチ

表2 試料の測定結果と定量下限

波長	試料名	エネルギー
589 nm	L _S	0.5568
	L _T	0.0016
580 nm	L _B	0.0004
定量下限 (%)		0.0002
試料の測定結果 (%)		0.0002

■ まとめ

AA-7800による炭酸リチウム中のナトリウム評価は、煩雑な前処理を必要とせず簡便に行えます。また、波長移動機能を用いることでバックグラウンド補正が容易になり、効率的な作業が可能です。さらに、第十八改正日本薬局方に基づく炭酸リチウム中のナトリウム分析において再現性よくデータを取得することができます。



フレームモデル AA-7800F

<参考文献>

- 1) アプリケーションニュース A407
「波長移動機能を用いたAA-7000による蛍光光度分析」
- 2) 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)