

Application News

No.A531

原子吸光法

バーナ角度調整機能を用いたフレーム法による醤油中 Na と K の測定

はじめに

フレーム原子吸光法は迅速で安定した測定法ですが、吸光度の直線範囲が狭いため、多くの場合、直線範囲（目安としては 0.3~0.5 Abs 以下）に入るように元素の感度に合わせて測定試料の希釈倍率を変更する必要があります。希釈倍率が高くなると、希釈誤差、容器や添加試薬からの汚染が問題になる場合もあります。吸光度を調整するための方法としては、測定波長を変更する方法がありますが、適当な吸光度が得られる他の波長が存在しない場合も多くあります。これに対してバーナ角度による吸光度の調整は、約 1/20 まで連続的に変えることが可能であり、基本的にどの波長でも使用できます。ここでは醤油中の Na と K を、バーナ角度を変えて測定した例をご紹介します。

T. Kawakami

測定試料と測定方法

市販の醤油 2 点を 1%塩酸で希釈したものを測定試料としました。

希釈倍率は Na が 1 万倍（バーナ角度 90 度）と 20 万倍（バーナ角度 0 度）、K は 500 倍（バーナ角度 90 度）と 1 万倍（バーナ角度 0 度）としました。K の測定には干渉抑制剤として塩化セシウムをセシウム濃度として約 0.1% になるように添加しました。

装置構成と測定条件

装置は原子吸光分光光度計 AA-7000F を用いました。主な測定条件を表 1 に示します。

表 1 測定条件

測定元素	Na		K	
	0 度	90 度	0 度	90 度
分析波長	589.0 nm	0	766.5 nm	0
スリット幅	0.2 nm	0	0.7 nm	0
点灯モード	NON-BGC		NON-BGC	
バーナ角度	0 度	90 度	0 度	90 度
標準液濃度 (mg/L)	0.10	2.0	0.10	2.0
	0.25	5.0	0.25	5.0
	0.375	7.5	0.50	10
	0.50	10	0.75	15

バーナ角度と吸光度の関係

バーナを光軸に対して並行な状態（バーナ角度 0 度）で分析すると最高感度が得られますが、これを傾けると原子化部（フレーム）を横切る光路長（図 1~3 参照）が短くなるため吸光度が低下します。

図 1 にバーナ角度 0 度、図 2 にバーナ角度 90 度の状態の写真を示します。図 3 のグラフにバーナスロットを 10 cm、炎の厚みを 0.5 cm として計算したバーナ角度（ θ ）と相対感度（吸光度）の関係を示します。Na と K については、いくつかの感度の異なる吸収波長が存在します。その一覧と吸収比を表 2 に示します。Na の 330.3 nm と K の 404.4 nm は、いずれもランプの輝度が低いいため、ばらつきやすい傾向があります。

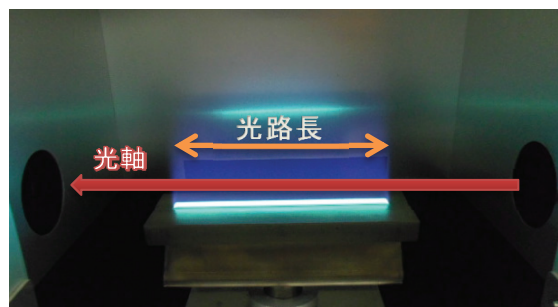


図 1 バーナ角度 0 度の状態

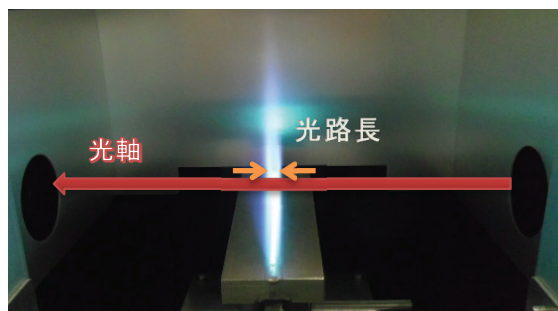


図 2 バーナ角度 90 度の状態

表 2 Na と K の測定波長と吸収比

Na		K	
波長	吸収比	波長	吸収比
589.0 nm	1	766.5 nm	1
589.6 nm	0.4	769.9 nm	0.4
303.3 nm	0.005	404.4 nm	0.003

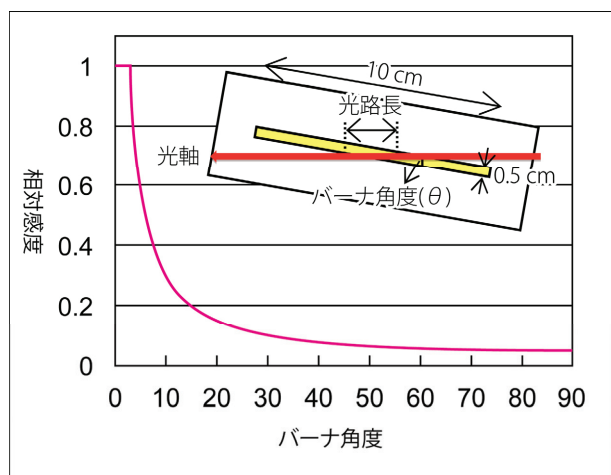


図3 バーナ角度と相対感度の関係

測定結果

図4と図5にNaのバーナ角度0と90度それぞれの検量線を示します。図6と図7にKの検量線を示します。いずれの元素もバーナ角度0と90度では20倍程度の感度差があることがわかります。

表3に試料の測定結果を示します。値はもとの醤油中に換算した濃度です。希釈倍率によらずほぼ同じ値が得られていることがわかります。Na、Kともに醤油2は醤油1に比べ2割ほど低濃度でした。

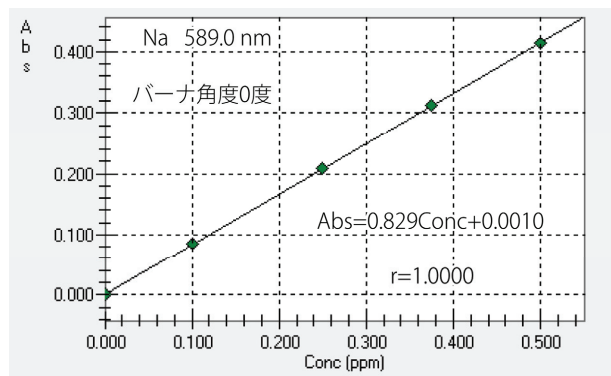


図4 Naのバーナ角度0度の検量線

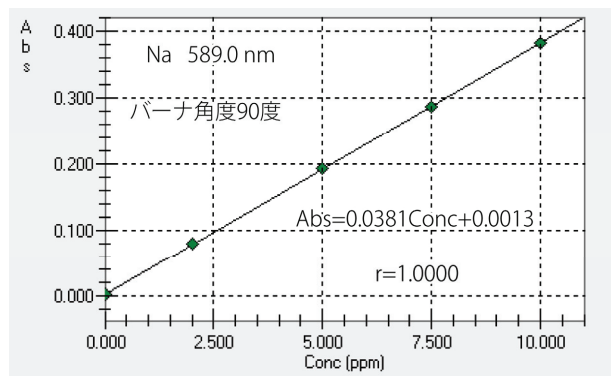


図5 Naのバーナ角度90度の検量線

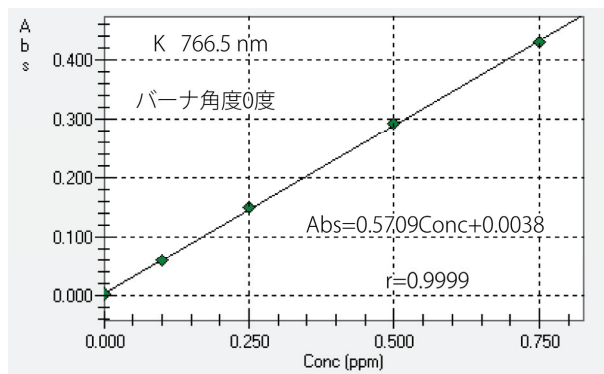


図6 Kのバーナ角度0度の検量線

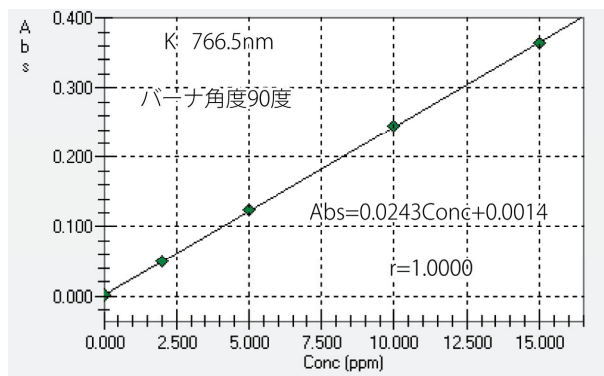


図7 Kのバーナ角度90度の検量線

表3 試料の測定結果

	Na 589.0 nm		K 766.5 nm	
バーナ角度	0度	90度	0度	90度
希釈倍率	20万	1万	1万	500
標準液上限濃度	0.5 mg/L	10 mg/L	0.75 mg/L	15 mg/L
醤油1	6.24 %	6.21 %	0.538 %	0.545 %
醤油2	5.08 %	5.01 %	0.446 %	0.457 %

まとめ

フレーム法で高濃度の元素を測定する場合、バーナ角度を調整することにより、吸光度を下げるすることができます。これにより、最高で20倍程度の高濃度での測定が可能になり、希釈誤差、容器や試薬からの測定元素の汚染の影響を受けにくくなります。バーナ角度を元素毎に調整することで同一の希釈倍率で複数の元素を測定することが可能になる場合は、元素毎に希釈倍率を変更する手間が省けます。今回の試料では、バーナ角度を調整することで、同じ1万倍希釈でNa（バーナ角度90度）とK（バーナ角度0度）の測定が可能でした。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2017年2月

島津コールセンター 0120-131691
(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。