

Application News

No. A506

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

グラファイトファーネス原子吸光法によるコーヒー飲料中の鉛 (Pb) の測定と炉内監視カメラ GFA-TV の紹介

Analysis of Lead in the Coffee Drinks by Graphite Furnace AAS and Introduction of Graphite Furnace Atomizer Camera GFA-TV

はじめに

Introduction

グラファイトファーネス原子吸光法（電気加熱原子吸光法、フレイムレス原子吸光法）は、多くの元素で高感度分析が可能です。また、温度プログラムにより、乾燥、灰化を経て原子化を行うため、主に有機物による共存物の除去を同時に行うことができます。よって、清涼飲料水や水溶性の食品、生体試料、有機溶媒や水に可溶性有機化合物などは、分解処理をせずに分析可能な場合があります。ただし、このような試料は通常の分解処理済の水溶液と液性が異なるため、注入や乾燥の状態に注意を払う必要があります。

ここでは市販のコーヒー飲料中の鉛を前処理を行わず、グラファイトファーネス原子吸光法で直接分析した例と、試料の注入や乾燥時の炉内の観察に便利なオプションのグラファイト炉内監視カメラ GFA-TV をご紹介いたします。

T. Kawakami

測定試料と測定方法

Sample Preparation

市販のコーヒー飲料中の Pb を標準添加法で測定しました。添加濃度は 10, 20, 30 ppb としました。

装置構成と測定条件

Analysis Method and Conditions

原子吸光分光光度計 AA-7000 にグラファイトファーネスアトマイザ GFA-7000, オートサンプラ ASC-7000 を接続して測定しました。

主な測定条件を Table 1 に示します。試料注入量は 10 μ L とし、干渉抑制剤として硝酸 Pd 溶液 (Pd 濃度 100 mg/L) 5 μ L をオートサンプラを用いて自動添加しました。

Table 1 主な測定条件
Measurement Parameters

測定元素	Pb				
分析波長	283.3 nm				
スリット幅	0.7 nm				
点灯モード	BGC-SR				
温度プログラム		温度 (°C)	時間 (秒)	加熱モード	ガス流量
	1	60	3	RAMP	0.10
	2	120	9	RAMP	0.10
	3	250	10	RAMP	0.10
	4	350	10	RAMP	0.20
	5	350	15	STEP	0.20
	6	1200	10	RAMP	0.20
	7	1200	15	STEP	0.20
	8	1200	3	STEP	0.00
	9	2200	5	STEP	0.00
	10	2500	2	STEP	0.20
原子化ステージは No. 9					
グラファイトチューブ	プラットフォーム				

炉内監視カメラ GFA-TV

Graphite Furnace Atomizer Camera

グラファイトファーネスでは、微量の試料（数 μ L ～数十 μ L）をグラファイト製の炉（グラファイトチューブ）に注入し、加熱することにより原子化します。このため試料の注入や乾燥の状態が測定結果に大きな影響を与えます。

炉内監視カメラはグラファイトチューブ内の状態をリアルタイムで鮮明に観測することができますので、ノズルの注入位置の調整、試料注入時そして乾燥時の監視が行えます。

Fig. 1 に GFA-TV の設置例を示します。

Fig. 2 にノズル位置調整時の画面を示します。深さ方向の位置を炉内監視カメラの画像を見ながら簡単に調整できます。

Fig. 3, 4, 5 に GFA-TV による試料注入時、乾燥時、灰化時の観測画面を示します。注入の状態と乾燥の状態をリアルタイムで観測できますので、温度プログラムや注入量などの条件検討が容易に行えます。

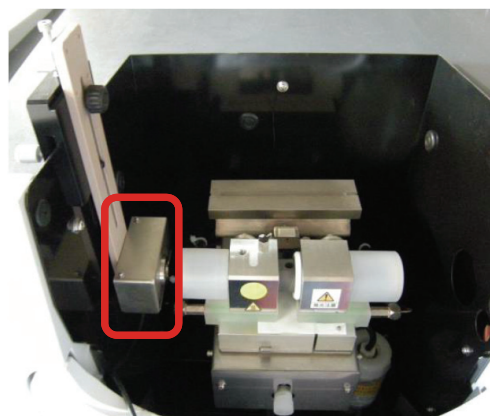


Fig. 1 GFA-TV の設置例
Installation of GFA-TV

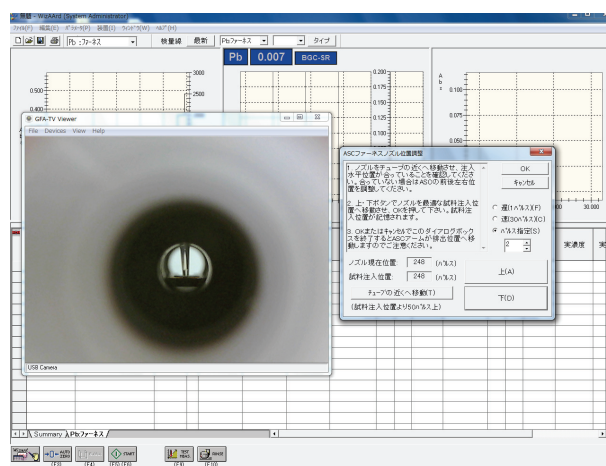


Fig. 2 ノズル位置調整時の GFA-TV の使用例
Nozzle Position Adjustment with GFA-TV

Fig. 3 ～ 5 に GFA-TV による注入，乾燥，灰化時の観察例をそれぞれ示します。

Fig. 6 にコーヒー飲料中 Pb のピークプロファイル，Fig. 7 に標準添加法の検量線を示します。

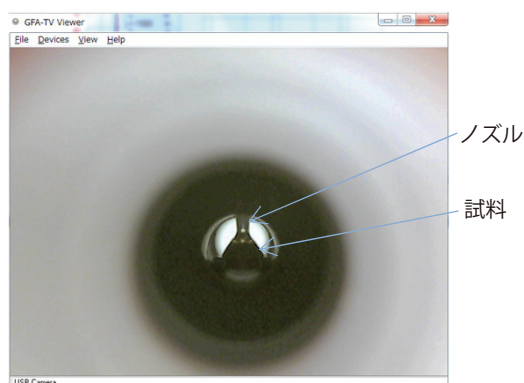


Fig. 3 GFA-TV による注入の観察例
Observation of Injection with GFA-TV

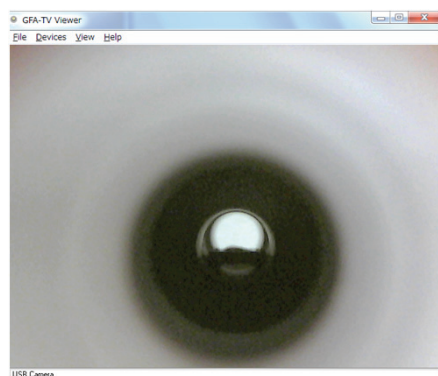


Fig. 4 GFA-TV による乾燥の観察例
Observation of Drying with GFA-TV

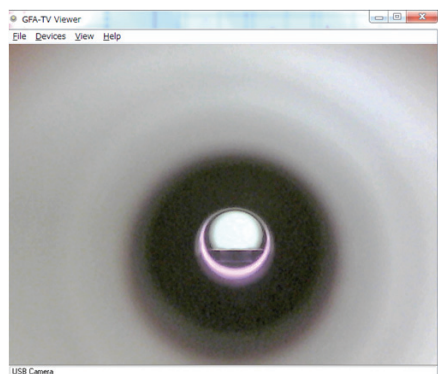


Fig. 5 GFA-TV による灰化の観察例
Observation of Ashing with GFA-TV

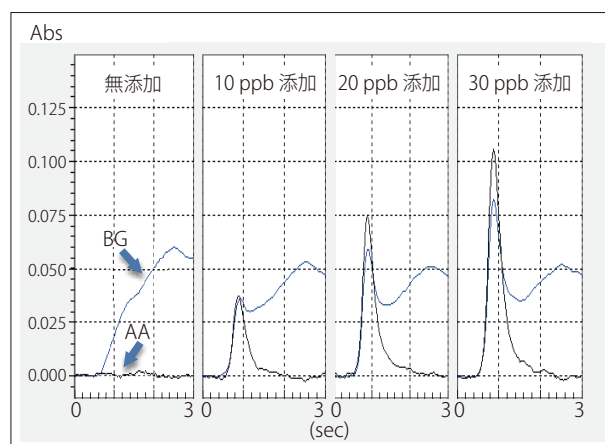


Fig. 6 測定時のピークプロファイル
Peak Profiles

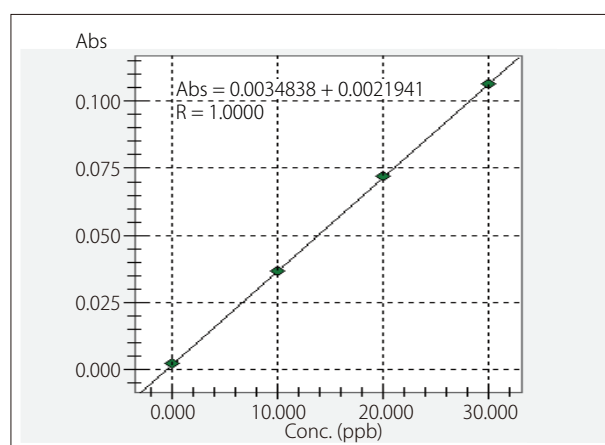


Fig. 7 標準添加法の検量線
Calibration Curve of Standard Addition

測定結果とまとめ

Analysis Result and Conclusion

今回分析したコーヒー飲料から Pb は検出されませんでした (3 ppb 以下)。

このようにグラファイトファーンスは，試料の分解処理をせずに高感度分析が可能な場合があります。Na, Fe など前処理による汚染が問題になりやすい元素の微量測定にも適しています。

また，炉内監視カメラ GFA-TV を用いると，グラファイトチューブ内をリアルタイムで鮮明な映像でモニターできますので，ノズルの注入位置，試料の注入や乾燥の様子をモニターすることにより，注入位置，温度プログラムの最適化が容易に行えます。

GFA-TV は AA-7000 だけでなく，AA-6800，6650，6300 などにも使用可能です。