

デュアルアトマイザ原子吸光装置による 多元素全自動分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 エレメンタル営業部

EL12001

Key Words

- 原子吸光
- フレイム分析
- ファーンネス分析
- 自動希釈
- 全自動分析

キーポイント

- iCE 3500フレイム・ファーンネス両用機により、ppm からppbレベルの高精度で正確な分析が可能
- 飲料中のミネラルおよび有害元素の自動分析に適用可能
- ウィザード形式のSOLAARソフトウェアでフレイム・ファーンネス分析の迅速な最適化が可能

はじめに

原子吸光分析は、装置が安価で比較的容易に扱え、ランニングコストも低いと、広い分野で用いられている一方、基本的に単元素ごとの分析手法であるため複数元素の分析には時間がかかり、検量線の直線範囲が2桁程度と狭いので試料の前処理（濃縮や希釈）や検量線レンジをオーバーした際の再分析などの手間もかかります。サーモフィッシャーのデュアルアトマイザ原子吸光装置iCE3500Zは、フレイム分析とファーンネス分析を自動で切換えて多元素のシーケンシャル分析が可能であり、フレイムオートサンプラーとユニークな自動希釈装置を組み合わせることにより、検量線の作成から、オーバーレンジ後の自動再希釈まで、全自動分析が実現できます。ここでは、河川標準物質と清涼飲料水を自動分析した例を紹介します。

装置の概要

図1にiCE3500Zの構造を示します。ランプターレット(6本)を挟んで右側にファーンネス、左側にフレイムを備えたデュアルアトマイザ構造で、アトマイザや光学系の交換をせずにミラーだけでフレイムとファーンネスの自動切換えができるシステムです。図2にフレイム自動希釈装置ID100の外観と構造を示します。マルチピストンポンプの精密制御により、最高400倍までの高精度な希釈ができ、オートサンプラーを組み合わせ、検量線の自動作成、測定試料のインライン自動前希釈、測定結果に応じたインテリジェント自動再希釈などの多彩な機能を持つサーモフィッシャー独自のユニークなアクセサリです。

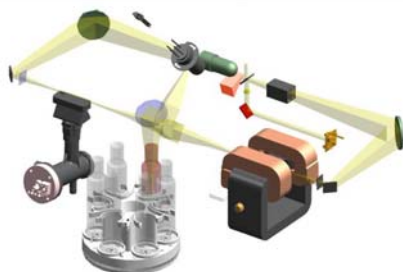


図1 デュアルアトマイザ原子吸光装置 iCE 3500Z

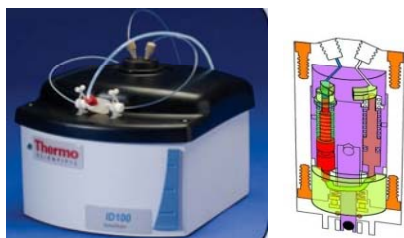


図2 自動希釈装置 ID 100



メソッド開発ツール

フレイム分析、ファーンネス分析とも、ウィザード形式のソフトウェアにより、元素ごとの最適化が簡単に行えます。図3にフレイム最適化画面を、図4にファーンネス最適化設定と結果の例(ここではCd)を示しました。最適化されたパラメータは自動的に分析メソッドに入力され、迅速なメソッド開発が可能です。

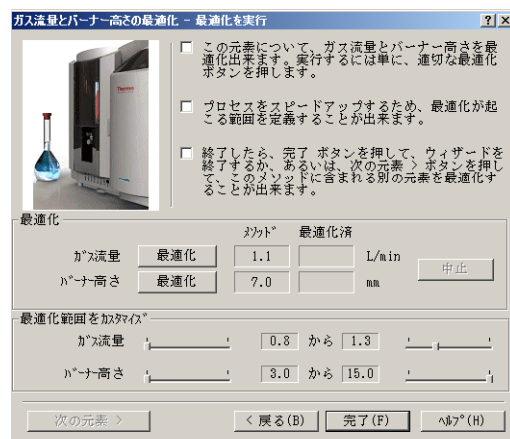


図3 フレイム分析最適化

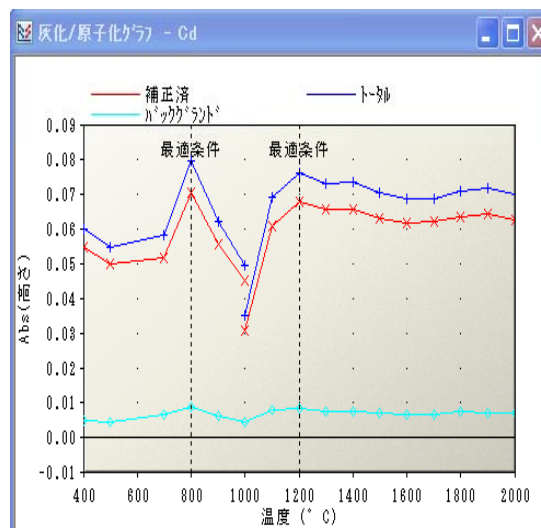
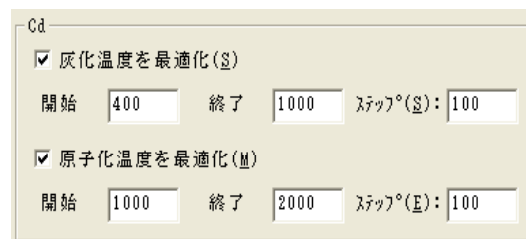


図4 ファーンネス分析最適化結果(Cd)

自動分析例

測定元素 Na, K, Ca, Mg (フレイム分析) および
Pb, Cd, As, Cr (ファーンズ分析) の8元素
測定試料 NMIJ CRM 7202-a: 河川水
(有害金属分析用一添加一): そのまま測定
市販の清涼飲料水2点: 10倍希釈して測定

全自動測定手順

- ① アセチレン-空気炎を点火し、Naを分析
その後K, Mgをシーケンシャル分析
- ② 亜酸化窒素-空気炎に自動切換、Caを分析
- ③ フレイムを自動消火、ミラー切換
- ④ ファーンズ分析開始、Cd, Pb, As, Crを
シーケンシャル分析
- ⑤ ホロカソードランプを消灯

全自動フレイム分析では、マスター標準溶液(Na, K, Mg, Caの混合溶液、20ppm) 1点をオートサンプラーにセットし、ソフトウェアで希釈係数を入力しておく、自動希釈装置がオンラインで検量線を自動作成します。5点の検量線作成に要する時間は約7分と非常に迅速です。その後、未知試料を測定しますが、検量線レンジを超えた試料については自動的に検量線最高濃度の20%程度の濃度になるよう希釈率を算出し、3回まで自動再希釈して再測定を行います。

結果

図5にフレイム分析の結果(K)を示します。赤字で示した部分は、検量線の範囲を超えた結果を示した試料で、自動的に25倍希釈して再測定されたことがわかります。

図6にファーンズ分析(Cd)の結果のソフトウェア画面を示します。

分析結果を表1にまとめました。河川標準物質の分析値は認証値と95-108%の範囲で一致しました。

まとめ

デュアルオートマイザ原子吸光装置にオートサンプラー、自動希釈装置を組み合わせたシステムで、多元素自動分析を行いました。iCE3500Z原子吸光分析装置は、複合ランプを組み合わせると最大16元素までをフレイムとファーンズを併用してシーケンシャル分析することができます。フレイム分析・ファーンズ分析ともに、検量線の自動作成、試料の自動前希釈、測定結果に基づくインテリジェント再希釈が可能です。全自動分析が実現できます。原子吸光分析は1元素ごとの分析のため測定時間はかかりますが、この全自動化システムにより、手間をかけずにコストパフォーマンスの良いメソッドを作成することが可能です。

未知試料 ID	シグナル	標準偏差	濃度	補正濃度	自動希釈
K	Abs	X	μg/L	μg/L	
フレイム	-0.0014	41.9	0.000		
標準試料 1	0.0211	1.2	0.100		
標準試料 2	0.0774	0.2	0.300		
標準試料 3	0.1306	0.4	0.500		
標準試料 4	0.2551	0.3	1.000		
試料フレイム	-0.0001	>99	0.000	0.000	1.000
飲料水-A(1/10)	1.3206	0.8	4.751 C	47.254 C	1.000
飲料水-B(1/10)	0.0589 I	1.7	0.238	59.502	25.000
飲料水-C(1/10)	1.2439	0.4	4.845 C	48.399 C	1.000
飲料水-D(1/10)	0.1047 I	1.7	0.411	102.782	25.000
Mg	Abs	X	μg/L	μg/L	
フレイム	0.0002	>99	0.000		
標準試料 1	0.0411	0.7	0.050		
標準試料 2	0.0929	2.7	0.100		
標準試料 3	0.3091	1.1	0.300		
標準試料 4	0.5274	0.5	0.500		
試料フレイム	0.0036	5.4	0.011	0.000	1.000

図5 フレイム分析結果の例(K)

飲料水A,Bともに、1回目の結果が検量線のレンジをオーバーしたため、結果が赤字で示され、吸光度から検量線範囲の20%程度になるように算出した希釈率(ここでは25倍)で自動希釈後、再測定しています。

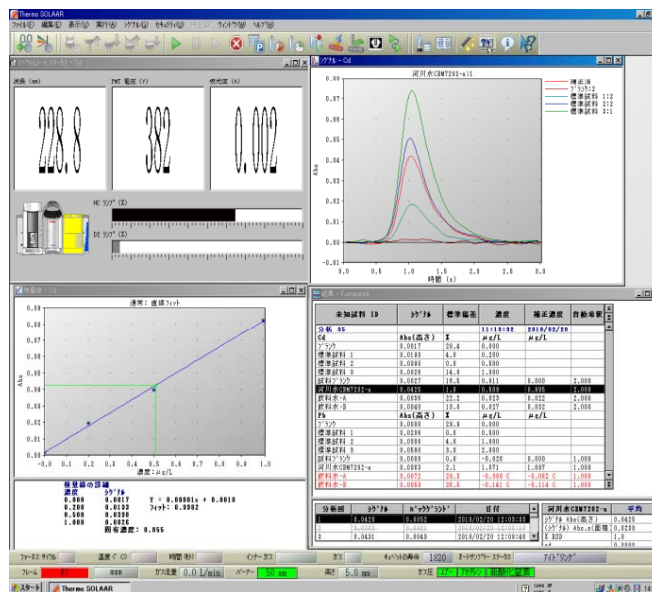


図6 ファーンズ分析結果画面の例(Cd)

表1 分析結果

	元素	飲料水A	飲料水B	標準河川水 CRM7202-a	CRM7202-a 認証値	回収率(%)
フレイム		(mg/l)	(mg/l)	(mg/l)	(mg/l)	
	Na	50.7	91.5	4.06	3.68±0.08	108.1
	K	59.5	102.8	0.84	0.85±0.03	99.3
	Mg	12.7	15.9	1.37	1.24±0.05	106.0
ファーンズ		(μg/l)	(μg/l)	(μg/l)	(μg/l)	
	Cd	0.022	0.032	1.00	1.02±0.02	99.5
	Pb	< 0.2	< 0.2	1.10	1.01±0.02	106.5
	As	< 0.25	< 0.25	1.02	1.18±0.04	99.1
	Cr	< 0.06	< 0.06	4.42	4.81±0.18	95.5

EL12001

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

フリーダイヤル
0120-753-670

FAX
0120-753-671

E-mail
info-jp@thermo.com

www.thermoscientific.jp
(日本)
www.thermo.com
(グローバル)

©2010 Thermo Fisher Scientific Inc. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.