Application Note · Flame AAS



はじめに

ミネラルウォーター、フルーツジュース、ソフトドリンクのような飲料の元素含有量試験は飲料メーカーの品質管理ラボでは一般的なアプリケーションです。特に重要なのは、Ca、Fe、K、Mg、Na といった元素で、飲料のパッケージにも表示されています。

ノンアルコール飲料中のミネラルの分析

これらのミネラルの濃度は通常、低 mg/L から数 g/L の範囲です。たとえば、アップルジュースは通常必須栄養素として 1 g/L 程度のカリウムと 5 mg/L 程度の鉄を含んでいます。ミネラルウォーター中のカリウムレベルは 5 mg/L 未満と予想されますが、鉄についてはミネラルウォーターの着色を防ぐためには微量レベルと予想されます。フレーム原子吸光法の測定濃度範囲は対象元素の濃度と一致します。したがって多くの飲料サンプルは希釈後にフレーム原子吸光法によって測定します。

このアプリケーションノートでは、アナリティクイエナ製の novAA 800、ZEEnit 700 P、contrAA 800 シリーズに適用できる飲料サンプルのための容易で迅速な原子吸光法による品質管理のルーチン分析について説明します。使いやすさの改善と生産性の向上のために (i) ストック溶液から検量線溶液を調製 (ii) 異なる飲料サンプルのそれぞれの元素濃度をフレーム原子吸光法の標準的な検量線範囲にするための自動希釈 (1:500 まで) にオートサンプラー AS-FD を使用しました。さらに、SFS 6.0 インジェクションスイッチのようなフレームアクセサリーを使用すると毎日のルーチン分析での分析精度が向上します。

キーワード

ジュース、ミネラルウォーター、 水道水、コーラ中のミネラル (Ca、 Mg、Na、K、Fe) の定量

概要

自動希釈機能を備えた novAA 800 F/D、ZEEnit 700 P、contrAA 800 F/D による容易で迅速なフ レーム原子吸光法

contrAA は最高の検出限界を有し、サイドピクセルによる評価も 可能



特に高分解能連続光源原子吸光分析装置 contrAA 800 を使用すると、全ての分析対象物を 1 つのメソッドで簡単に定量することができます。元素ライン近傍のスペクトル情報が利用可能であるため、サイドピクセルにより高濃度元素の測定が可能です。

サンプルと測定方法

サンプルと試薬

以下のノンアルコール飲料サンプルを分析しました:

ジュース	ミネラルウォーター	その他の飲料	
■ アップルジュース 1	■ ミネラルウォーター 1	<u> </u>	
アップルジュース 2	ミネラルウォーター 2		
グレープジュース	水道水		
チェリージュース			

サンプル前処理

サンプルは全て 1% (v/v) HCl および 0.1% CsCl/LaCl $_3$ バッファー溶液で 1:10 に希釈しました。必要に応じて更なるサンプル希釈が AS-FD オートサンプラーにより自動的に行われました。鉄の分析ではミネラルウォーターや水道水サンプルの希釈は必要ありませんでした。これらのサンプルは 1% (v/v) HCl で酸性化しました。

検量線

検量線は 1 mg/L の鉄及び 20 mg/L の Ca、K、Mg、Na を含む多元素ストック溶液により作成しました。検量線標準溶液は 1 % (v/v) HCl および 0.1 % $CsCl/LaCl_3$ を希釈液として用いたオートサンプラーにより自動的に調製しました。表 1 に検量線溶液の濃度を示します。

表 1: 検量線標準溶液濃度

標準溶液			濃度 [mg/L]			
	Ca	Fe	K	Mg	Na	
Cal. std. 0	0	0	0	0	0	
Cal. std. 1	1.00	0.10	1.00	1.00	1.00	
Cal. std. 2	2.00	0.20	2.00	2.00	2.00	
Cal. std. 3	3.00	0.30	3.00	3.00	3.00	
Cal. std. 4	4.00	0.40	4.00	4.00	4.00	
Cal. std. 5	5.00	0.50	5.00	5.00	5.00	

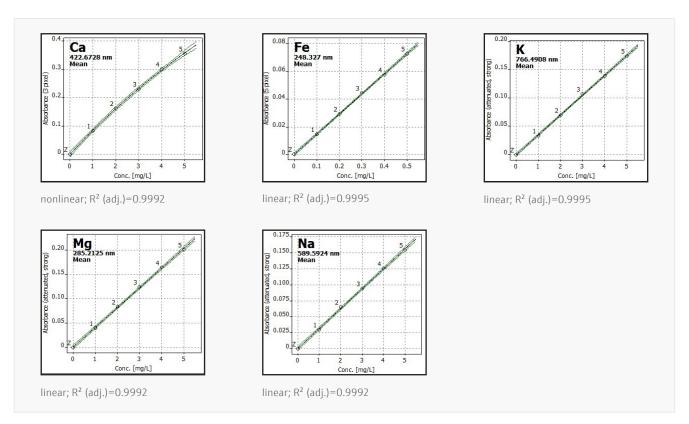


図 1: 検量線関数と相関係数

装置

全ての装置のパラメーターとメソッド設定を表2と表3に示します。

表 2: 一般的な装置パラメーターとアクセサリー

パラメーター	仕様
装置	contrAA 800 F
バーナー	50 mm
フレーム種類	C ₂ H ₂ /air
バーナー角度	0°
オートサンプラー	AS-FD
インジェクションスイッチ	SFS 6.0

1つのメソッドで低濃度と高濃度の元素の定量を組み合わせるために、適切な元素波長を選択するのが難しい場合があります。AspectCSソフトウェアのサイドピクセルによる評価は元素の吸収波長の裾野を使用することにより吸光度を減衰させることができます。 いくつかの減衰オプションにより、それぞれの測定元素やアプリケーションに応じてスペクトルの評価を個別に最適化することができます。 K、Mg、Na の測定には減衰:強を使用しました。 C_2H_2 /air フレームによる Ca の測定は高温バーナーでの測定より感度が低いため、シグナルの減衰は必要ありませんでした。測定には吸収線の中心を使用しました。

表 3: 測定条件

元素	波長 [nm]	測定時間 [s]	バーナー高さ [mm]	ガス流量 [L/h]	ピクセル数/減衰	ベースライン補正
Ca	422.6728	3.0	6	50	3	IBC
Fe	248.3270	3.0	6	55	5	IBC
K	766.4908	3.0	6	45	減衰:強	IBC
Mg	285.2125	3.0	6	45	減衰:強	IBC
Na	589.5924	3.0	5	40	減衰:強	IBC

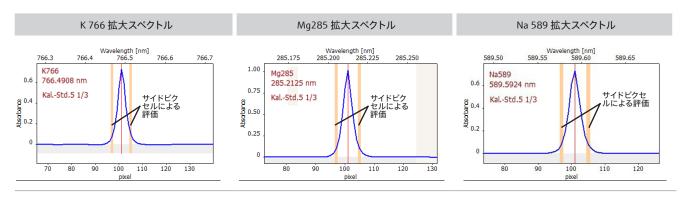
IBC: 反復ベースライン補正

結果と考察

典型的なスペクトルとスペクトル近傍

表 4 に K、Mg、Na の適用した分析線のスペクトルおよびその近傍を示します。スペクトルの拡大図では評価ピクセルはシグナルの裾野に設定されています。

表 4: サイドピクセルによる評価に使用した分析線のスペクトルおよびスペクトル近傍



測定結果

オートサンプラー AS-FD による自動オーバーレンジ希釈機能を使用してそれぞれ異なる濃度のミネラルを処理しました。オートサンプラーはサンプル中の分析対象物の濃度が検量線範囲に入るまでいくつかの希釈ステップを自動的に実行します。表 5 に自動的に作成された希釈係数を示します。

表 5: 自動生成された希釈係数

サンプル	Ca	Fe	K	Mg	Na
ミネラルウォーター 1	26.8	1	10	10	26.8
ミネラルウォーター 2	47.0	1	10	10	393
水道水	10	1	10	10	10
アップルジュース 1	10	10	242	10	10
アップルジュース 2	27.7	10	244	10	10
グレープジュース	27.3	10	256	27.3	10
チェリージュース	26.9	10	234	26.9	10
コーラ	10	1	20,9	10	20.9

自動オーバーレンジ希釈
マニュアルプレ希釈
希釈なし

表 6 に希釈前濃度に換算した測定結果とばらつきを示します。相対標準偏差は 3 回測定に対する結果です。 2 つのサンプルに対し、メーカーや水供給業者による比較値が利用可能でした。

表 6: 測定結果

サンプル	Ca		Fe		K		Mg		Na	
	濃度	RSD	濃度	RSD	濃度	RSD	濃度	RSD	濃度	RSD
	[mg/L]	[%]	[mg/L]	[%]	[mg/L]	[%]	[mg/L]	[%]	[mg/L]	[%]
ミネラルウォーター 1	76.9	1.3	<0.009		8.5	1.6	17.0	0.2	102.9	0.6
ミネラルウォーター 2	111	0.9	<0.009		12.9	1.4	39.3	1.0	273	0.6
水道水	49.0	0.9	<l0q< td=""><td></td><td>1.29</td><td>1.7</td><td>7.90</td><td>1.9</td><td>5.7</td><td>2.1</td></l0q<>		1.29	1.7	7.90	1.9	5.7	2.1
アップルジュース 1	52.3	0.8	4.09	1.9	1071	1.0	44.0	1.4	13.5	0.5
アップルジュース 2	57.3	0.8	0.30	0.1	1061	0.7	43.08	1.3	12.6	0.6
グレープジュース	115.2	0.5	3.35	1.3	1152	0.9	72.5	0.3	21.8	0.2
チェリージュース	69.9	0.5	3.44	0.5	1098	0.4	62.8	0.4	11.1	0.2
コーラ	0.86	1.6	0.15	3.4	70.9	0.5	< 0.04		68.0	0.5

表 7: メーカーによる比較値

濃度既知のサンプル	Ca	Fe	К	Mg	Na
	濃度	濃度	濃度	濃度	濃度
	[mg/L]	[mg/L]	[mg/L]	[mg/L]	[mg/L]
ミネラルウォーター 2	107	-	13	39	258
水道水	47	0.007	1.3	7.9	5.4

結論

このアプリケーション例は、novAA 800 F/D、ZEEnit 700 P、contrAA 800 F/D のフレームモードを使用して、それぞれ希 釈機能付きのオートサンプラー AS-FD と組み合わせて簡単に実行できます。高分解能連続光源原子吸光分析装置 (HR-CS-AAS) contrAA 800 F/D は 1 つの溶液中のいくつかの測定元素をさらに迅速に測定できるシーケンシャル測定だけで なく、吸収線の裾野を使用するサイドピクセルによる評価の使用も可能です。さらに、この飲料中のミネラルの分析に最 適化されたメソッドにより、contrAA による分析のサンプルスループットは大幅に向上します。例えば、記載された検量線 プロトコルで全て 5 元素分析する必要がある場合、10 検体の飲料サンプルの全測定時間は連続光源原子吸光分析装置 contrAA 800 では約 1 時間です。元素固有のホロカソードランプを使用する novAA 800 や ZEEnit 700 P では、これらの 測定には約 90 分かかります。

有害元素やその他の微量元素の追加の測定のような更なるアプリケーションにはデュアルアトマイザーコンセプトを備えた novAA 800 D や contrAA 800 D をグラファイトファーネスモードに容易に適用することができます。それぞれのアトマイザーコンパートメントを備えた ZEEnit 700 P では、ハードウェアの設定を変更することなく、フレームおよびファーネスモードをすぐに使用することができます。さらに、全ての装置は水銀や水素化物形成元素を測定するための水素化物発生装置を接続することができます。

表 8: 装置による特長と検出限界

ノンアルコール飲料の	
品質管理	

novAA 800 F/D

ZEEnit 700 P

contrAA 800 F/D







特長

- AS-FD による自動希釈
- パフォーマンスを強化するフ パフォーマンスを強化するフ 最良の検出限界 レームアクセサリー
- AS-FD による自動希釈
 - レームアクセサリー
- サイドピクセルによる評価
- AS-FD による自動希釈
- パフォーマンスを強化するフ レームアクセサリー

検出限界			
Ca	6 μg/L	6 μg/L	0.76 μg/L
Fe	8 μg/L	8 μg/L	1.6 μg/L
K	0.7 μg/L	0.7 μg/L	0.55 μg/L
Mg	1 μg/L	1 μg/L	0.15 μg/L
Na	1 μg/L	1 μg/L	0.2 μg/L

このドキュメントは発行時点のデータに基づいています。情報は予告なしに変更される場合があります。技術的な変更や修正など、他のドキュメントがこのドキュメントに優先する場合があります。