

マイクロ波プラズマ原子発光分光分析装置 Agilent 4100 MP-AES による ドリンク中のアルミニウム分析



<要旨> マイクロ波プラズマ原子発光分光分析装置 (MP-AES) を用いて、ドリンク中におけるアルミニウムの分析が可能であるか検討を行いました。ドリンク中には塩、糖およびアルコールなど様々なマトリックス成分が存在します。これらのマトリックス成分がアルミニウム測定にどのような影響を及ぼすか、また影響を緩和するためにはどうすれば良いかについて検討を行いました。分析する上で、マトリックスの濃度、アルコールの濃度をある程度把握することで十分分析可能であることがわかりました。

Key Words: マイクロ波プラズマ(MP-AES)、ドリンク、アルミニウム

1.はじめに

現在、食品中の元素分析には吸光度法、原子吸光分析法、ICP 発光分析法、ICP 質量分析法が採用されています。

食品、ドリンク等におけるアルミニウムの規制としては、水道法に基づく水道水質基準として 0.2mg/L 以下とされています。フレイム原子吸光分析法を用いた場合、アルミニウムの感度が低い事や、ドリンクの種類によってはマトリックス濃度が高いためバーナーが詰まるという問題が発生します。今回、マイクロ波プラズマ原子発光分析法がフレイム原子吸光分析法に変わり、食品分析に適用できるか検討しました。

2.装置の特長

2.45GHz の空冷マグネトロンを使用しトーチの周りに磁場を生成させます。その磁場の表皮効果によって ICP と同様なドーナツ型プラズマが形成され、液体サンプルの安定した導入が可能になります。プラズマガスには窒素発生装置により空気から生成された窒素を使用するためランニングコストが大幅に抑えられます。

3.測定条件およびサンプル

Agilent 4100 MP-AES

ネブライザ：同軸型ガラスネブライザ

チャンバ：サイクロニックスプレーチャンバ
(シングルパス)

トーチ：カセットスタイル石英トーチ

RF パワー：1.0kW

ポンプスピード：15rpm

積分時間：3 秒

使用したサンプル

- ・麦茶
- ・緑茶
- ・紅茶
- ・コーヒー
- ・コーラ
- ・スポーツドリンク
- ・ビール
- ・酎ハイ



900mm(W) - 660mm(D) - 660mm(H)
80kg

Fig.1 Agilent 4100 MP-AES の概略図と基本原理

4.分析結果

4-1. 定量下限・安定性

マイクロ波プラズマ原子発光分析法により、対象としたアルミニウムが測定できるか、水溶液およびエタノール中の定量下限と安定性を測定しました。市販の標準溶液を0.1%硝酸溶液およびエタノールで希釈し0.2mg/L溶液を調製しました。ブランクを10回繰り返し測定した時の標準偏差(σ)の10倍の濃度を定量下限としました。0.2mg/L溶液を10回繰り返し測定して安定性を算出しました。(Table1)

Table1 Alの定量下限値と安定性(n=10)

Al	定量下限値 ($\mu\text{g/L}$)	0.2mg/L 安定性(cv%)
水溶液	1.9	1.4
エタノール	7.9	0.7

定量下限値、安定性の結果からマイクロ波プラズマ原子発光分析法がドリンク中のアルミニウムの分析に十分適用できることが確認できました。

4-2. 糖の影響

糖(砂糖)濃度が0g/100mlの時のアルミニウム0.2mg/Lの発光強度を1として、糖の濃度を0~50g/100mlと変化させた時にどのような影響があるか検討しました。実サンプルの糖濃度は紅茶(加糖)で約2~5g/100ml、コーラは約11g/100mlでした。(Fig.2)

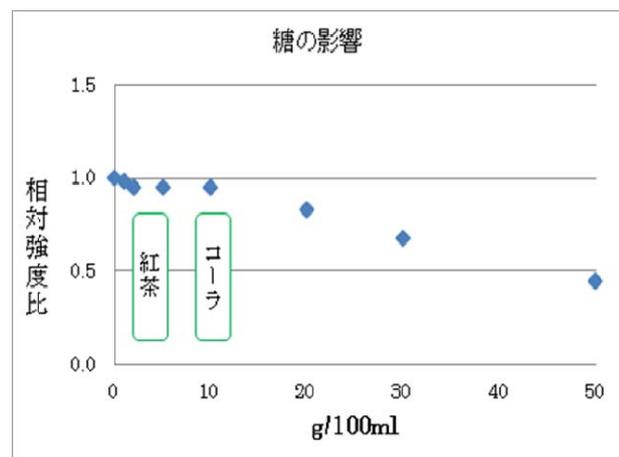


Fig.2 糖濃度の違いによる発光強度の変化

約10g/100ml以下の濃度であれば糖の影響を受けることなく測定できます。それ以上の濃度では標準添加やマトリックスマッチングが必要です。今回、検討したサンプルの糖濃度は11g/100ml程度ですので、絶対検量線法で測定しました。

4-3. エタノールの影響

アルミ缶で市販されているアルコール飲料にも適用できるか検討しました。アルコールをプラズマに導入するとススが発生します。ススの発生はアルコールの濃度に比例して多くなります。ススの発生はトーチの詰まりの原因になりますのでこれを除去するため、空気を補助ガスと混合しプラズマに導入しました。

アルミニウム0.2mg/L溶液の発光強度を1として、これにエタノールを0~10%になるように加えた時、どのような変化があるか検討しました。(Fig.3)

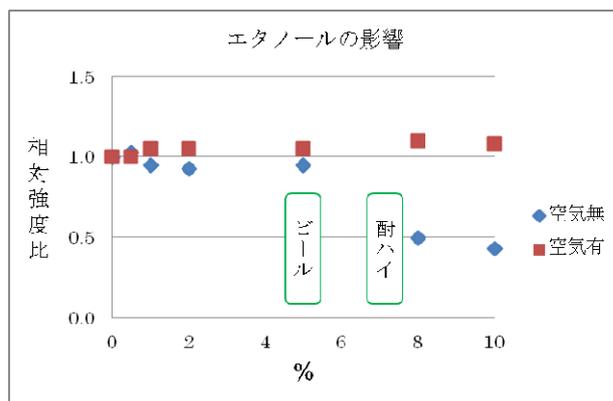


Fig.3 空気導入有/無の場合でのエタノール濃度の違いによる発光強度の変化

エタノール濃度が5%程度までは空気有/無で大きな変化はありませんが、5%以上になると空気導入無では発光強度が低下しました。ビールはアルコール約5%ですが、酎ハイは8%と高いものもあります。そのため、実サンプルの分析は空気導入有で行いました。

5.結果

各サンプルにアルミニウムを添加し、回収試験を行った結果をTable2に記します。

Table2 Alの添加回収試験

Al	無添加 (mg/L)	0.2mg/L 添加 (mg/L)	回収率 (%)
麦茶	0.00	0.22	110
コーヒー	0.01	0.23	109
スポーツドリンク	0.01	0.22	105
コーラ	0.05	0.24	96
ビール	0.04	0.23	96
酎ハイ	0.01	0.22	95
Al	無添加 (mg/L)	1.0mg/L 添加 (mg/L)	回収率 (%)
緑茶	1.14	2.12	99
紅茶	2.45	3.38	98

6.結論と考察

今回の検討から、アルミニウムの定量下限値は水溶液で1.9 $\mu\text{g/L}$ 、エタノール溶液で7.9 $\mu\text{g/L}$ で、水道水質基準を十分クリアすることができました。また、安定性も良好な結果でした。ドリンク中のマトリックス(糖およびアルコール)の影響についても検討した結果、ドリンクに含まれる糖濃度が10g/100ml程度までであれば、マトリックスマッチングを行わずに直接測定ができ、また空気導入を行なう事でアルコール濃度の異なったサンプルの分析も容易かつ迅速に行える装置であることがわかりました。このことからMP-AESは低価格、低ランニングコスト、簡単な操作でドリンク中のアルミニウム分析が行なえる装置であることが実証されました。

【MPAES-201210YD-001】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町9-1

www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies