

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

アプリケーションノート

食品試験

著者

吉田由紀
アジレント・テクノロジー株式会社



概要

飲料中のアルミニウムは飲料の味に影響します。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、ドリンク中のアルミニウム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、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及ぼす影響と、その影響を緩和する方法について検討を行いました。マトリックスの濃度、アルコールの濃度を把握することで、MP-AES でのドリンク中のアルミニウム分析が十分可能であることがわかりました。

はじめに

現在、食品中の元素分析には吸光光度法、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。今回、マイクロ波プラズマ原子発光分析法により分析が可能であるか検討しました。水道法に基づく水道水質基準では、食品、ドリンク等中のアルミニウムは、0.2 mg/L 以下に規制されています。フレイム原子吸光分析法ではアルミニウムの感度が低く、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することがあります。ここでは、MP-AES がフレイム原子吸光分析法に替わって使用できるかどうかを検討しました。

実験手法

装置条件

分析には Agilent 4100 MP-AES を使用しました。4100 MP-AES はコンパクトなベンチトップ型マイクロ波プラズマ原子発光分析装置で、堅牢な磁気励起式窒素プラズマを生成します。

2.45 GHz 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 (図 1)。プラズマガスには、オプションの Agilent 4107 窒素ジェネレータを使って空気から生成された窒素を使うと、分析コストをさらに削減できます。

このアプリケーションに用いた試料導入システムは、標準トーチ、シングルパスガラス製サイクロニックスプレーチャンバ、同軸型ガラスネブライザで構成されています。

測定条件およびサンプル

表 1 に装置の測定条件を記します。

表 1. Agilent 4100 MP-AES

| 項目 | 設定数値 |
|---------|--------|
| パワー | 1.0 kW |
| ポンプスピード | 15 rpm |
| 積分時間 | 3 秒 |

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

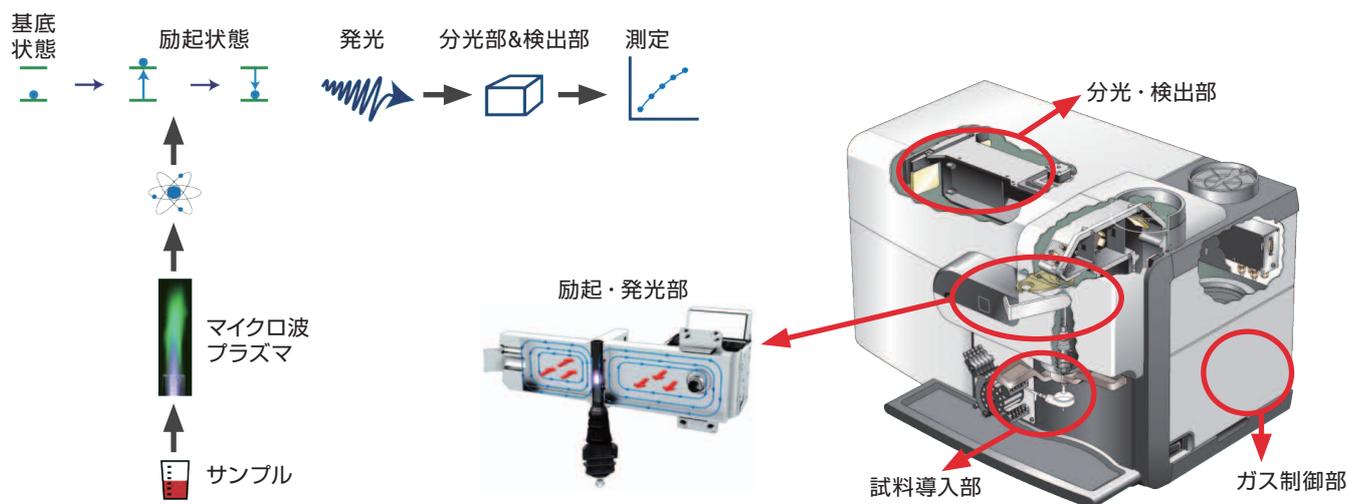


図 1. Agilent 4100 MP-AES の概略図と基本原理

結果

定量下限と安定性

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値と安定性を検討しました。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て標準溶液0.2 mg/Lを調製しました。ブランクを10回繰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。0.2 mg/L溶液を10回繰返し測定して安定性を算出しました(表2)。

表2. AIの定量下限値と安定性 (n=10)

| AI | 定量下限値 | 0.2 mg/L 安定性 (%RSD) |
|--------------|---------------|------------------------|
| 水溶液 | 1.9 μ g/L | 1.4 |
| エタノール (100%) | 7.9 μ g/L | 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結果が得られました。

糖の影響

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

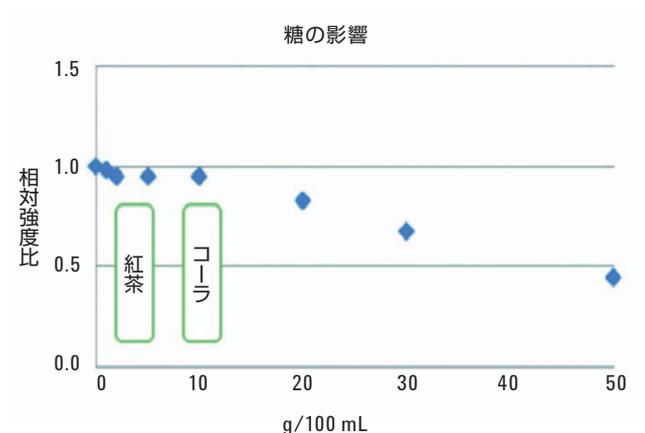


図2. 糖濃度の違いによる相対強度比の変化

約10 g/100 mL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法で望ましい結果が得られました。今回、検討したサンプルの糖濃度は11 g/100 mL程度であるため、絶対検量線法で測定しました。

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るため、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0.2 mg/L溶液の発光強度を1とし、これにエタノールを0~10%になるように加えた時に、どのような変化があるかを検討しました(図3)。

エタノール濃度が5%程度までは空気の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なし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りで行いました。

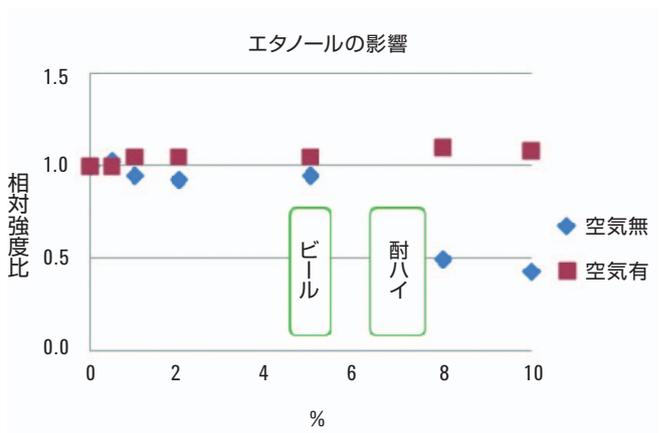


図3. 空気導入有/無の場合でのエタノール濃度の違いによる相対強度比の変化

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表3に示します。

表3. Alの添加回収試験

| Al | 無添加 (mg/L) | 0.2 mg/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 | 105 |

| Al | 無添加 (mg/L) | 1.0 mg/L 添加 (mg/L) | 回収率 (%) |
|----|------------|--------------------|---------|
| 緑茶 | 1.14 | 2.12 | 99 |
| 紅茶 | 2.45 | 3.38 | 98 |

結論

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 µg/L、エタノール溶液で7.9 µg/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、ドリンク中に含まれる糖濃度が10 g/100 mL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、また空気導入を行うこと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可能な装置であることが実証されました。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2013
Published April 22, 2013
5991-2094JAJP