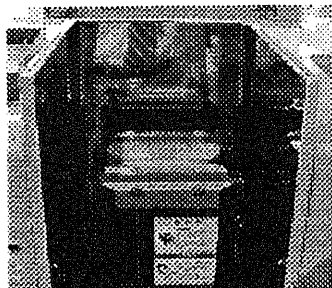
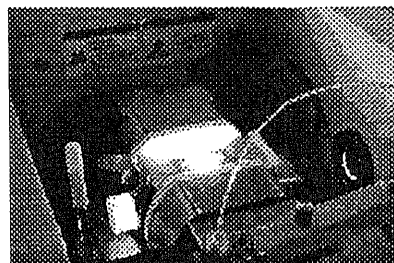


○フレイムレス法

一般的には、グラファイトのように高温の発熱体を炉として用いる方式が使われる(グラファイト炉加熱法)。炭素性のチューブ等に試料溶液を注入し加熱することにより、試料の灰化→原子化を行う。原子化の温度は目的元素により異なるが、2000～3000℃である。



フレイム



グラファイト炉
(フレイムレス)

分光部・測光部

フレイム中で吸光を受けた光は分光部に入る。分光器で分析線のみをとりだし、検出器、増幅器をへて信号を指示計器に送る。

測定方法

測定は一般に、標準液の吸光量から検量線を作成し、試料溶液についての吸光量を検量線に内挿することにより試料溶液中の目的元素の濃度を求める。

試料の調製

試料は通常すべて溶液にする必要があるが、水溶液、有機溶媒溶液とも測定可能である。pHや溶液の色なども問題にならない。

フレイムレス法では固体試料も測定可能である。

【試料量】 フレイム法 … 数 ml

フレイムレス法 … 数 μ l ～ 100 μ l

【濃度】 目的元素により異なる。

一般に ppm ～ ppb オーダー

【調製法】 液体の試料を適当な濃度に希釈する。

標準試料の調製

検量線作成用に数種類の濃度の標準溶液を調製しなければならない。

性質が分析試料溶液と類似しており、共存物質の存在量もできるだけ同じになるように調整して、その影響を小さくすることが必要である。

【測定の際の注意】

原子吸光分析では微量濃度の元素の定量を行う場合が多いので、使用する溶媒・試薬・器具などについては細心の注意が必要である。例えば試料溶液の調製の際に使用した試薬中に、不純物として分析対象元素が微量含まれていると分析結果に誤差が生じる。また、使用する器具表面への金属イオンの吸着や器具からの微量元素の溶出にも考慮が必要である。

試料の調製から測定までは、なるべく短時間が良い。特にフレイムレス法の場合溶液が希薄であるため、試料の調製は直前に行うことが望ましい。

測定条件の決定（装置が最適条件を自動設定）
 目的元素に応じて諸条件を決定しなければならない。

- フレイム法とフレイムレス法に共通する項目
 - ・分析線（波長）
 - ・光源ランプの電流値
 - ・分光器のスリット幅
- フレイム法に関する項目
 - ・バーナーおよびフレイムの種類
 （燃料ガス、助燃ガスの組み合わせ）
 - ・助燃ガスおよび助燃ガスの圧力の設定
 - ・フレイム中を通過する光束位置の設定
- フレイムレス法に関する項目
 - ・乾燥、灰化、原子化過程の温度（電流値）と保持時間

元素	フレイム	フレイムレス (高温炭素炉)
	測定限界(mg/l)	測定可能範囲(μ g/l)
Al	200	0.3 ~ 20
As	-	4 ~ 300
B	1000	0.1 ~ 1.5
Ba	600	2 ~ 60
Ca	50	0.05 ~ 2
Co	10	0.5 ~ 40
Cr	100	0.5 ~ 20
Cu	30	1 ~ 40
Fe	20	0.5 ~ 30
K	10	0.3 ~ 8
Li	5	0.5 ~ 15
Mg	2	0.05 ~ 3
Mn	20	0.3 ~ 15
Mo	400	2 ~ 60
Na	4	0.1 ~ 8
Ni	20	0.5 ~ 20
Pb	200	2 ~ 60
Sb	100	4 ~ 150
Se	-	3 ~ 200
Si	300	-
Sr	50	0.1 ~ 4
V	-	2 ~ 100
Zn	4	0.1 ~ 3

主な元素の試料濃度

【備考】

フレイムレス法はフレイム法に比べて再現性が悪い。
 ランプを用いない炎光測定もある（アルカリ金属向き）。

測定結果例

測定試料：天然水（湧き水、河川水）
 目的元素：カルシウム、マグネシウム
 測定方法：フレイム

	岩瀬の清水 笹神村	桜清水 新津市	薬師清水 三川村	大沢清水 村松町	阿賀野川 津川町
Ca (mg/l)	1.5	3.7	5.7	17.3	6.1
Mg (mg/l)	0.9	1.7	1.3	1.6	1.5