

<12> 原子吸光法の前処理について(第2報)

Pretreatment of Atomic Absorption Spectrophotometry Method (Part II)

公害検査課 盛田 祐一 佐竹 裕己
横田 秀幸 田坂 克明

[I] 緒 言

(1) 前報⁽¹⁾において、原子吸光で重金属を定量する場合、既知量金属の添加による回収率を比較した結果、溶媒抽出法が単純濃縮法より優れていることを報告したが、今回は連続光源⁽²⁾(重水素放電管、D₂ランプ)を使用し、光学的干渉等によるバックグラウンドを測定することにより比較検討し若干の知見を得たので報告する。

[II] 実験方法

(1) 試 薬

塩酸：S. S. G塩酸(和光純薬製)を、そのまま使用した。

クエン酸アンモニウム溶液：原子吸光用クエン酸アンモニウム(和光純薬製)500gを少量の水に溶かし(1+1)アンモニア水を加えてPH9.0にした後(T. B試験紙で確認)水を加えて1ℓにメスアップする。

アンモニア水：S.S.Gアンモニア(和光純薬製)50.0mlに水500mlを加える。

D, D, T, C溶液：特級ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム1.0gを水に溶かし100mlとした後(1+1)アンモニア水を数ml加える。

クロロホルム：試薬特級をそのまま使用した。

過塩素酸・S. S. G過塩素酸(和光純薬製)をそのまま使用した。

なお、水はすべてイオン交換水を使用した。

(2) 装置及び器具

日立208型原子吸光光度計
ビーカー・分液漏斗等のガラス器具は、すべて希硝酸に一晩放置後イオン交換水のみで洗浄した後使用した。

(3) 試験操作

① 直接原子吸光(以下a法とへう)

Zn, Mnについては、次の方法で定量後、D₂ランプでバックグラウンドを補正した。

a法 検体500ml(500mlポリビン)

↓ S. S. G塩酸—8.5ml

2~3日放置後

↓
原子吸光による測定

② 単純濃縮法による原子吸光(以下b法という)

Cd, Cu, Pbについては、次の方法で定量後D₂ランプでバックグラウンドを補正した。

b法 検体500ml(500mlポリビン)

↓ S. S. G塩酸—8.5ml

2~3日放置後

↓ 蒸発皿で濃縮乾固(湯浴上)

↓ S. S. G塩酸—2ml

0.1N—塩酸5mlで抽出(5回)

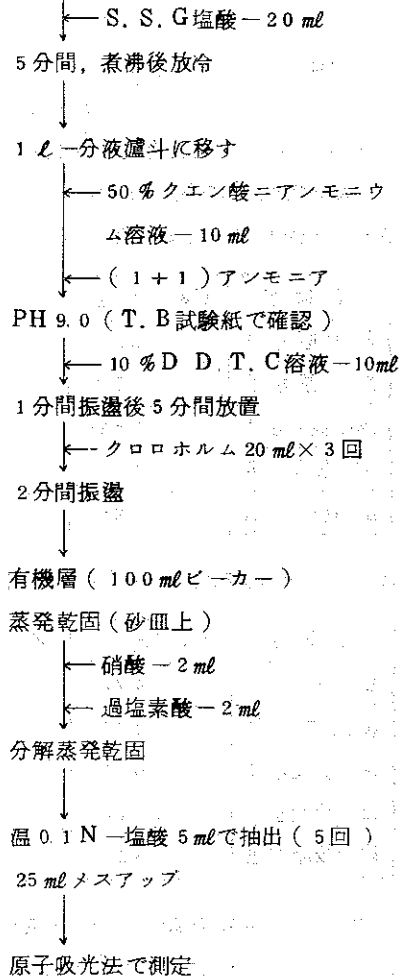
↓
No.7濾紙で濾過、25mlメスアップ

原子吸光法で測定

③ 溶媒抽出法による原子吸光（以下C法という）

Cd, Cu, Pbについて、次の方法で定量後D₂ランプで、バックグラウンドを補正した。

c法 検体500ml



〔Ⅲ〕 実験結果及び考察

(1) a法による前処理法の検討

a法によりZn, Mnを定量し、またその試験溶液をD₂ランプで測定した。

結果を表(1)(2)示す。

表(1) a法によるZnのバックグラウンド補正

検体名	Zn量 (mg/L)	D ₂ ランプ補正	補正係数 ($\frac{\text{補正值}}{\text{測定値}}$)
鉍山原水 I	60.6	0	1.000
鉍山原水 II	429	0.0037	0.999
鉍山放流水 I	0.47	0	1.000
鉍山放流水 II	0.17	0	1.000
鉍山放流水 III	0.10	0	1.000

表(2) a法によるMnのバックグラウンド補正

検体名	Mn量 (mg/L)	D ₂ ランプ補正	補正係数
鉍山原水 I	74.7	0.046	0.999
鉍山原水 II	272	0.011	0.999
鉍山放流水 I	1.51	0	1.000
鉍山放流水 II	2.10	0	1.000
鉍山放流水 III	2.92	0	1.000

以上の結果により、本調査の対象検体（鉍山排水）については、Zn 0.1~400 mg/L, Mn量 1~270 mg/Lの範囲ではZn, Mnの定量はa法で測定してもバックグラウンドによる影響は無視できる。原因の一つとしては、Zn, Mnの含量が他の重金属より多く妨害イオンの影響が低いためと思われる。

(2) b, c法による前処理法の検討

b, c法によりCd, Cu, Pbを定量し、またその試験溶液をD₂ランプで測定した。

結果を表(3), (4)に示す。

表(3) b.c法によるCdのバックグラウンド補正

検体名	前処理法	Cd 量 (mg/l)	D ₂ ランブ補正	補正係数
鉍山原水 I	b法	0.105	0.0001	1.000
	c法	0.102	0.0001	1.000
鉍山原水 II	b法	0.709	0.0001	1.000
	c法	0.706	0.0001	1.000
鉍山放流水 I	b法	0.003	0.0009	0.666
	c法	0.002	0	1.000
鉍山放流水 II	b法	0.002	0.0012	0.400
	c法	N. D	0	1.000
鉍山放流水 III	b法	0.001	0.0013	不能
	c法	N. D	0	1.000

表(4) b.c法によるCuのバックグラウンド補正

検体名	前処理法	Cu 量 (mg/l)	D ₂ ランブ補正	補正係数
鉍山原水 I	b法	0.03	0	1.000
	c法	0.02	0	1.000
鉍山原水 II	b法	0.40	0.006	0.985
	c法	0.39	0	1.000
鉍山放流水 I	b法	N. D	0	1.000
	c法	N. D	0	1.000
鉍山放流水 II	b法	N. D	0	1.000
	c法	N. D	0	1.000
鉍山放流水 III	b法	N. D	0	1.000
	c法	N. D	0	1.000

表(5) b.c法によるPbのバックグラウンド補正

検体名	前処理法	Pb 量 (mg/l)	D ₂ ランブ補正	補正係数
鉍山原水 I	b法	0.50	0.004	0.992
	c法	0.71	0	1.000
鉍山原水 II	b法	0.50	0.007	0.980
	c法	1.17	0	1.000
鉍山放流水 I	b法	0.02	0.004	0.800
	c法	0.03	0	1.000
鉍山放流水 II	b法	0.02	0.006	0.700
	c法	0.01	0	1.000
鉍山放流水 III	b法	0.01	0.005	0.500
	c法	N. D	0	1.000

以上の結果より、Cd についてはc法がb法

より優れている。Cu についてはb法、c法に大差がない。これは妨害物質として考えられるNa, K等の影響が小さい範囲の波長で測定しているためと思われる。Pb については、c法がb法より優れている。また濃度的にc法が高いのは、前回の報告よりb法の回収率が低い⁽¹⁾ためと思われる。

(3) 試験溶液中のNa, K濃度

バックグラウンドとして考えられる元素のうちNa, Kについて蛍光光度法⁽²⁾で測定してみた。結果を表(6)(7)(8)に示す。

表(6) 検体中のNa, K濃度

検体名	Na (mg/l)	K (mg/l)
鉍山原水 I	62.2	9.0
鉍山原水 II	57.2	7.3
鉍山放流水 I	75.2	8.8
鉍山放流水 II	11.5	1.4
鉍山放流水 III	72.0	1.6

表(7) b法の試験溶液中のNa, K濃度

検体名	Na (mg/l)	K (mg/l)
鉍山原水 I	47.0	13.2
鉍山原水 II	37.5	11.3
鉍山放流水 I	67.5	15.9
鉍山放流水 II	1,24.0	25.6
鉍山放流水 III	56.8	21.2

表(8) c法の試験溶液中のNa, K濃度

検体名	Na (mg/l)	K (mg/l)
鉍山原水 I	4	3.0
鉍山原水 II	3	3.1
鉍山放流水 I	N. D	N. D
鉍山放流水 II	3	N. D
鉍山放流水 III	3	N. D

以上の結果より b 法, c 法に含まれる Na, K 量に大きな差があり, これらがバックグラウンドとして作用しているものと思われる。

〔Ⅳ〕 結 語

原子吸光で重金属を測定する場合, 前処理法として, 直接原子吸光, 単純濃縮原子吸光, 溶媒抽出原子吸光について重水素放電管を使用し検討した結果次の事がわかった。

- ① Zn, Mn については, バックグラウンドが少なく直接原子吸光で測定してよい。
- ② Cd, Cu, Pb については, 溶媒抽出の方が優れている。特に Pb については, 回収率も悪く⁽¹⁾, またバックグラウンドも大きく影響するため, 測定の際は抽出の操作が必要である。
- ③ Na, K 量を b 法, c 法で比較すると非常に差があり, これらがバックグラウンドの原因の一つと思われる。

文 献

- (1) 盛田祐一, 吉田恵美子, 清水良夫, 田坂克明
松井 彪
札幌市衛生研究所年報; 71, (48年)
- (2) 保田和雄, 長谷川敬彦; 原子吸光分析 132,
講談社サイエンティフィック (1972)
- (3) 日本工業標準調査会; 工場排水試験方法,
103, 104 (1971)