

原子吸光法によるアンチモンの測定

Determination of Antimony by Atomic Absorption Spectrophotometric Method

公害検査課 盛田 祐一 佐竹 裕巳
横田 秀幸 田坂 克明

I 緒 言

アンチモンは、環境基準及び水質汚濁防止法のいずれにも規制されていないが、毒性の強い元素の一つであり、札幌市では昭和50年度より河川水中のアンチモンを測定することになった。分析法としてローダミンB比色法があるが、操作が複雑で手数を多く要するため原子吸光法による測定を試み、若干の知見を得たので報告する。

II 実験方法及び結果

(1) 試 薬

○アンモニア水

○塩 酸

和光純薬製S, S, G規格のものを使用した。

○クエン酸ニアンモニウム液

和光純薬製特級クエン酸ニアンモニウムを水に溶かした後APDC-CHCl₃で洗浄し使用した。

○MIBK

和光純薬製特級MIBKを水と良く振り混ぜた後上層のMIBKを使用した。

○APDC

和光純薬製原子吸光用APDCを使用した。なお水は全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

日立一堀場F-7型PHメーター

日立一堀場PH複合電極

ビーカー、分液漏斗等のガラス器具は、総て希硝酸中に一昼夜以上放置後イオン交換水のみで洗浄したものを使用した。

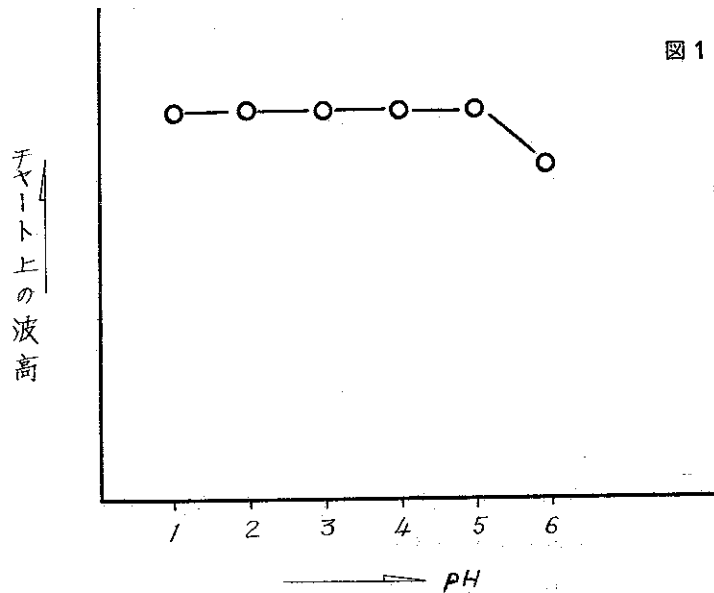
(3) 試験操作

① 抽出に及ぼすPHの影響

アンチモン50 μg を250ml分液漏斗にとり、水を加えて1000mlとし、10%クエン

酸ニアンモニウム 10 ml を加えた後、PHメーターを使用し (1+1) アンモニア水と 6 N 塩酸で PH を調節し、次に 1% - APDC 5 ml を加えて良く振り混ぜ 5 分間放置後に MIBK 20 ml を正確に加え、5 分間振とう静置後、上層の MIBK 層を共栓メスシリンダーに取り、原子吸光法で測定した。

その結果を図(1)に示す。



図(1)より明らかなように、PH1よりPH5までは、一定の抽出率を示すが安全性を考え抽出時のPHを3として実験を進めることにした。

② 共存イオンの影響

アンチモン 50 μg をとり、一定量の妨害イオンを加え①に述べた方法でアンチモンを測定した結果を表(1)に示す。

表(1)

共存イオン名	左の添加量	添加後 / 添加前	※
K^+	20mg	0.97	※(備考) 共存イオンを各々単独に添加した 場合の測定値で算出したものであ る。(吸光度)
Ca^{2+}	20mg	1.01	
Mg^{2+}	100mg	0.87	
Na^+	500mg	0.90	
SO_4^{2-}	200mg	0.90	
CO^{2+}	500 μ g	1.21	
Cu^{2+}	500 μ g	1.13	
Zn^{2+}	500 μ g	0.99	
Mn^{2+}	500 μ g	1.06	
Ni^{2+}	500 μ g	1.26	
Fe^{3+}	500 μ g	1.17	
Cd^{2+}	500 μ g	1.12	

※(備考)

共存イオンを各々単独に添加した
場合の測定値で算出したものであ
る。(吸光度)

表(1)の結果より、おおよそ良い結果を示している。なおコバルト、ニッケル等を多量に含む
検体については、まだ検討の余地がある。

③ 河川水における回収率試験

河川水にアンチモン50 μ gを添加し原子吸光法により測定し、回収率を求めた結果を表(2)
に示す。

表(2)

	濃度(添加なし)	濃度(50 μ g添加)	回収率(%)
河川 A	0	44.3	88.5
河川 B	0	47.7	95.3

表(2)の結果より実際の河川についても良い結果が得られ、原子吸光法でアンチモンの測定が
可能であることが認められた。

Ⅲ 結 語

原子吸光でアンチモンを測定する場合の前処理法を検討した結果次のことが認められた。

- ① APDC-MIBKによるアンチモン抽出の際、抽出可能なPH領域が広い。
- ② 実際の河川についてもAPDC-MIBK抽出後、原子吸光で測定が可能である。
- ③ コバルト、ニッケル等が多量に含まれる検体については、まだ検討の余地がある。

なお、DDTCの錯体としての使用は、PHによる影響が大きく不適當であると考えられる。

文 献

- (1) 長谷川敬彦, 保田 和雄
原子吸光分析: 講談社サイエンティフィック
P 229 (1972)
- (2) 河野 陸年
分析化学, 22, 1017 (1973)
- (3) 小林 重雄, 乙部 貞夫,
分析化学, 21, 1648 (1972)