

水素化ホウ素ナトリウム錠剤とヨウ化カリウムを用い、 ヒ化水素-窒素・水素フラーム系による水中の ppb レベルのヒ素の原子吸光分析法

山本 勇麓， 熊丸 尚宏， 江戸 哲夫， 竹本 淳司*

(1976 年 6 月 19 日受理)

ヒ素(III, V) を水素化ホウ素ナトリウム錠剤とヨウ化カリウムの混合還元剤を用いてヒ化水素に変えた後、窒素-水素フラームに導入する選択性の高いヒ素の高感度定量法を検討した。水素化ホウ素ナトリウム錠剤は水素化ホウ素ナトリウムにカオリンを配合して成型し、これをオブラートに包んで用いた。これによって反応開始時の制御が可能となり、容易に定量的なヒ化水素の捕集を行うことができた。更にヨウ化カリウムを共存させることによって共存イオンの干渉を大幅に抑制できることを見いだした。この際、フラームには従来から用いられてきたアルゴン-水素に代えて経済的に有利な窒素-水素フラームを用いても感度と精度になんら差し支えないことを認めた。検量線は $0.05 \mu\text{g/ml}$ 以下で直線性を示し、1% 吸収感度は $0.51_5 \mu\text{g/l}$ であった。又、この方法の 10 回の繰り返し測定で求めた標準偏差パーセントは 2.5% であった。この方法を諸種の試水の分析に適用し、既知の方法との比較を行って満足すべき結果を得た。

1 緒 言

健康にかかわる環境規準として、河川水などに溶存するヒ素は 0.05 ppm 以下に規制されている。従って、水中の ppb レベルのヒ素を精度よくかつ迅速に定量する方法を確立することは環境汚染問題と関連して極めて重要な意義を持つと考えられる。このような観点から、著者らは先に亜鉛末錠剤-ヨウ化カリウム-塩化第一スズ混合還元剤を用いてヒ素をヒ化水素に還元し、発生したヒ化水素ガスをアルゴン-水素フラームに導入して、 193.7 nm の共鳴線を用いてヒ素を原子吸光法によって定量する方法を報告した¹⁾²⁾。この方法は極めて感度が高く、かつ迅速であり、河川水などに含まれる ppb レベルのヒ素²⁾ 及び血液や尿などの生体試料中のヒ素³⁾ の分析に十分適用できる。しかし、この方法においては、亜鉛のみではヒ素のヒ化水素への還元が不完全であるために、ヨウ化カリウムと塩化第一スズを添加する必要がある。更に、亜鉛末に必然的に含まれる微量のヒ素がブランク値を高くかつ変動させる欠点が見られる。このようなことから最近、亜鉛の代わりに水素化ホウ素ナトリウムを

還元剤として用いる方法が多数報告されるようになった^{4)~9)}。この場合には還元力の強い水素化ホウ素ナトリウムのみで十分ヒ素をヒ化水素に還元でき、補助還元剤を添加する必要がない点にその特徴がある。そこで著者らは亜鉛法と水素化ホウ素ナトリウム法の両者について、詳細な比較検討を行った結果、感度と精度ともに両者には有意の差が認められなかった¹⁰⁾。しかし共存元素の影響においては、亜鉛法では補助還元剤であるヨウ化カリウムと塩化第一スズが多くの遷移金属イオンの負の干渉を抑制する効果があることが分かり、水素化ホウ素ナトリウム法よりはるかに選択性が高いことを指摘した¹⁰⁾。

以上のような経過を経て、水素化ホウ素ナトリウム法における遷移金属イオンなどによる干渉の抑制について種々検討した結果、ヨウ化カリウムを添加すればこれらの干渉を除去できることが分かった。又、水素化ホウ素ナトリウム粉末はカオリンを用いて錠剤に成型できること、これをオブラートに包んで試料溶液に投入すればヒ化水素の捕集が定量的であること、及びアルゴンの代わりに窒素ガスを使用しても差し支えないことなどの結果が得られた。その他の諸条件も検討して、確立された方法を用いて実試料の分析を行い、既知の方法と比較した結果、本法が十分実用性に富む高感度かつ迅速なヒ素

* 広島大学理学部化学教室：広島県広島市東千田町 1-1-89

の定量法であると認めたのでここに報告する。

2 実 験

2.1 試 薬

試薬類は特に断らない限りすべて特級品を用いた。水はイオン交換水を用いた。又、これらの試薬溶液などの容器はすべてポリエチレン製のものを使用した。

ヒ素(III) 標準溶液: 三酸化ヒ素 (As_2O_3 , メルク製) 0.660 g と水酸化ナトリウム 2 g を 10 ml の水に溶かし、水で正確に 500 ml にした (1000 ppm)。実験に際してはこの溶液を水で希釈して 0.20 ppm にして用いた。

ヒ素(V) 標準溶液: ヒ酸カリウム (KH_2AsO_4 , 和光純薬製) 1.201 g を水に溶かし、水で正確に 500 ml にした (1000 ppm)。実験に際してはこの溶液を水で希釈して 0.20 ppm にして用いた。

ヨウ化カリウム溶液 (40 w/v%) : ヨウ化カリウム (KI) 40 g を水 100 ml に溶かした。

水素化ホウ素ナトリウム錠剤: 水素化ホウ素ナトリウム粉末 (米山薬品製) 4 g とカオリン (片山化学製) 2 g を乳ばち中でよく混合し、2 M アンモニア水 (2~2.5) ml を加えてやや堅いペースト状にする。このペーストを手早くアルミニウム製の成型板 (穴の直径 8 mm, 厚さ 3 mm) に詰める。これを減圧デシケーター中に入れて錠剤の表面が乾く程度に乾燥した後、錠剤を成型板から取り出し、引き続き減圧乾燥する。このようにして作製した錠剤 1 個当たりの重量は約 0.15 g であった。錠剤は五酸化リンを入れたデシケーター中で保存した。

オペラート: 水素化ホウ素ナトリウム錠剤を包むためのもので、直径 85 mm のオペラート (国光オペラート製) を錠剤 1 個についてその 1/4 枚を用いた。

フレーム用ガス: 水素 (宇島酸水素製), 窒素 (日本酸素製) 及びアルゴン (帝國酸素製) のいずれも一般用 (純度 99.99% 以上) を用いた。

2.2 装 置

原子吸光分析装置は島津製 AA-610S 型を使用した。バーナーは 10 cm スロットバーナーを用い、フレームは窒素-水素、及びアルゴン-水素フレームを使用した。光源はウエスティングハウス製ヒ素中空陰極ランプを用いた。ヒ化水素の発生・捕集装置は日本ジャーレル・アッシュ製 ASD-1A 型を用いた。

2.3 標準操作

反応容器に試料溶液あるいはヒ素標準溶液の一定量 (ヒ素として 1 μg 以下を含む) をとり、次いで濃塩酸 4 ml, ヨウ化カリウム溶液 1 ml を加え、液量の水で 25 ml にする。これにかき混ぜ用の回転子を入れる。この反応容器をヒ化水素発生・捕集装置内に置き、系内を窒素ふんい気にした後、四方コックを“バイパス”位置にする。次にオペラートで包んだ水素化ホウ素ナトリウム錠剤 1 個を試料溶液に投入し、手早く反応容器をガス捕

集容器に連結する。次いでマグネチックスターラーを作動させてかき混ぜつつ、(60~80) 秒間発生するヒ化水素ガスを捕集する。次に四方コックを“スィープ”位置に回して補助窒素ガスを反応容器を経て捕集容器へ流し、捕集したガスを瞬間的に窒素-水素フレーム中に導入する。このとき同時に記録計を作動させてヒ素の原子吸光ピークを記録する。最後に四方コックを“バイパス”位置にもどす。別に試薬ブランク溶液について同様に測定し、ブランク値を差し引いて試料中のヒ素量を求める。原子吸光の測定条件は次のとおりである。

波長: 193.7 nm, スペクトルバンド幅: 1.9 Å, バーナーの高さ (バーナー先端から光軸までの距離): 8 mm, 水素流量: 13 l/min, 窒素流量: 8 l/min, 補助窒素流量: 4 l/min.

3 結果と考察

3.1 窒素-水素 フレーム と アルゴン-水素 フレームの比較

ヒ化水素としてフレームに導入する場合は、遠紫外領域におけるバックグラウンド吸収の低いアルゴン-水素フレームが従来からもっぱら用いられている^{1)~12)}。一方 Fernandez⁵⁾ はアルゴン-水素フレームの代わりに窒素-水素フレームを用いても同様の結果が得られることを示唆している。又、安藤ら¹³⁾は長吸気法で水溶液を噴霧するヒ素の原子吸光分析には窒素-水素フレームが最適であることを報告している。ここでも実際に窒素-水素フレームがアルゴン-水素フレームと同様に使えるならば、日常分析などにおいて特に多数の試料を分析する場合は、コスト面から有利であることは明らかである。そこでこれら二つのフレームについて、窒素又はアルゴン流量を一定に保ち、水素流量とバーナーの高さを変化させてそれらがヒ素の吸光値に及ぼす影響を比較検討した。その結果を Fig. 1 に示す。

Fig. 1 からバーナーの高さが 2 mm の場合は窒素とアルゴンとで感度にはほとんど差が見られないが、8 mm と 15 mm の高さではいずれも窒素を用いるほうが高い感度を示した。窒素を使うことでブランクの吸光値がやや高めになることを除けば、別に不都合な点は認められなかった。この実験では窒素-水素フレームを採用することにした。この場合の条件として、バーナーの高さ 8 mm, 窒素流量 13 l/min, 水素流量 9 l/min を選んだ。

3.2 還元時の酸性度

2.3 の標準操作に従って、ヨウ化カリウム共存下にお

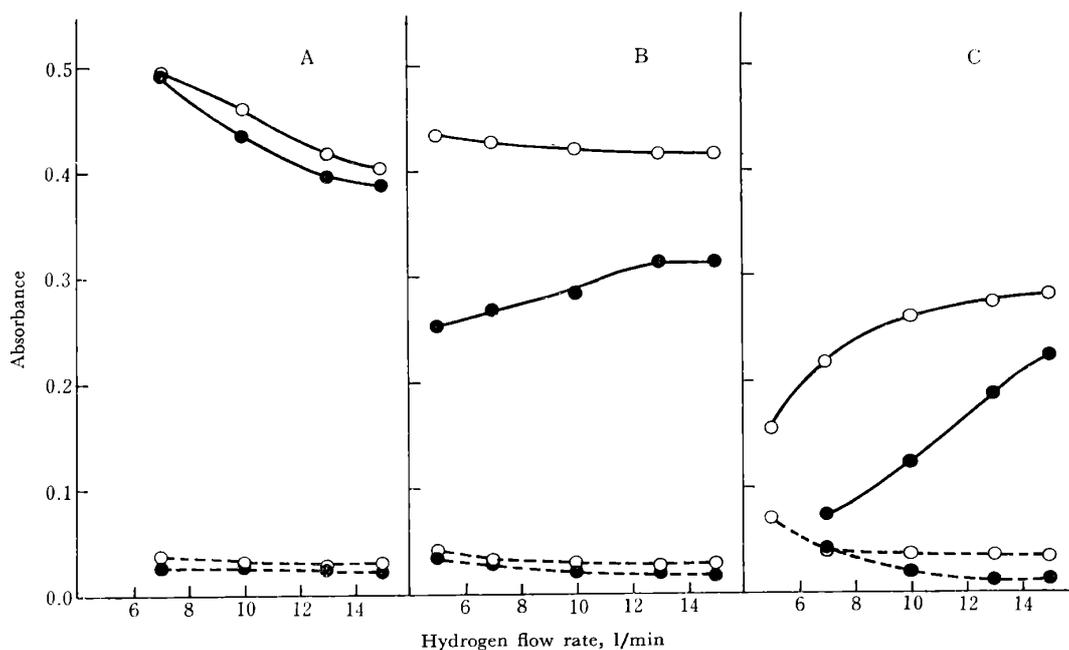


Fig. 1 Effect of variations of burner height and fuel flow rate on the absorbances in nitrogen- or argon- hydrogen flame

Height of the light beam from the tip of the burner: A 2 mm, B 8 mm, C 15 mm; Nitrogen or argon flow rate: 9.0 l/min; ○ Nitrogen-hydrogen flame; ● Argon-hydrogen flame; — Net absorbance for 50 ppb of arsenic(III); --- Reagent blank

Table 1 Effect of acidity on the NaBH_4 tablet reduction of arsenic in the presence of potassium iodide

Hydrochloric acid concentration (M)	Absorbance	
	Arsenic(III)	Arsenic(V)
0.5	0.407	0.406
1.0	0.419	0.422
1.5	0.422	0.414
2.0	0.414	0.417
3.0	0.418	0.419
4.0	0.420	0.422

As: 50 ppb; NaBH_4 : 1 tablet (0.15 g); KI: 1.6%

いて水素化ホウ素ナトリウム錠剤によりヒ化水素を発生させる際の酸性度の影響を塩酸溶液を用いて検討した。その結果を Table 1 に示す。

Table 1 からヒ化水素による一定の吸光値を得るために必要な酸性度は、ヒ素(III)及びヒ素(V)のいずれの場合についても塩酸酸性で(1~3)Mであることが分かる。このことはヨウ化カリウムを添加しない場合の酸性度依存性¹⁰⁾と比べてほとんど差がないことを示している。この実験では反応溶液の酸性度を2M塩酸酸性に保つことにした。

3.3 水素化ホウ素ナトリウムの形状と添加量

水素化ホウ素ナトリウムは酸性水溶液に対しては極め

て反応性が高く、添加と同時に激しく反応が始まるので、水溶液又は粉末状で添加する場合、著者らの用いる装置では発生ガスのロス avoid することができなかった。そこで水素化ホウ素ナトリウム粉末に適量のカオリンを配合し、錠剤に成型して用いる方法を検討した。錠剤をそのまま添加することで水素化ホウ素ナトリウムの投入がかなり簡易に行えるようになるが、それでもなお反応容器を捕集装置に接続する際のガス漏れを防ぐためには機敏な動作が不可欠であった。しかし錠剤をオブラートで包んで用いれば、容易にかつ定量的にヒ化水素を捕集しうることが分かった。すなわちオブラートで包んだ錠剤は投入直後しばらく液面に浮遊して反応を起こさず、その間にゆとりを持って反応容器を装置に接続することができる。その後スターラーを作動させると初めて錠剤が微粉化し、同時にヒ化水素が急激に発生しはじめるようになる。このようにして水素化ホウ素ナトリウム還元法の精度と作業性を著しく改善することができた。この場合ヒ素 50 ppb 以下の濃度でヒ化水素を定量的に発生させるためには、水素化ホウ素ナトリウムは錠剤 1/5 個分に相当する量以上を添加するとよいが、錠剤を 2 個以上添加すると反応容器内の圧力が上昇して、ガス漏れを起こす心配があるので、この実験では錠剤の添加量を 1 個に定めた。

3.4 水素化ホウ素ナトリウム錠剤の安定性

水素化ホウ素ナトリウムは空気中に放置すると吸湿して徐々に分解し、やがて活性を失う。そこで著者らがこの実験で自製して用いる水素化ホウ素ナトリウム錠剤の保存性について検討した。すなわち、錠剤をオブラートで包まずそのまま実験室内の明所と暗所に放置したもの及び五酸化リンのデシケーターに入れて明所に置いたものについて、冬期において3週間にわたりヒ素(III) からヒ化水素への還元力の経時変化を調べた。その結果を Fig. 2 に示す。デシケーター中に保存した場合は3週間経過しても活性度に有意な変化は見られなかった。これに対して室内にオープンにさらすと比較的低湿度の冬期でさえ、暗所の場合 22 日間放置するとヒ素の吸光値は約 30% 低下した。明所の場合は更に失活が早く起こり、15 日目で完全に還元能は失われた。暗所に放置した場合、最初の 10 日間は吸光値に変化が認められなかったが、これは還元剤の量がヒ素量に対して十分な量になるように成型した錠剤を用いたためであって、開封のまま放置した錠剤はいずれにしても初期から外観上の変化が見られ、表面から分解が進んでいることが認められた。この傾向は高温、高湿度の夏期においては更に著しいことが推察された。以上のことから錠剤は五酸化リンデシケーター中に保存して使用することにした。

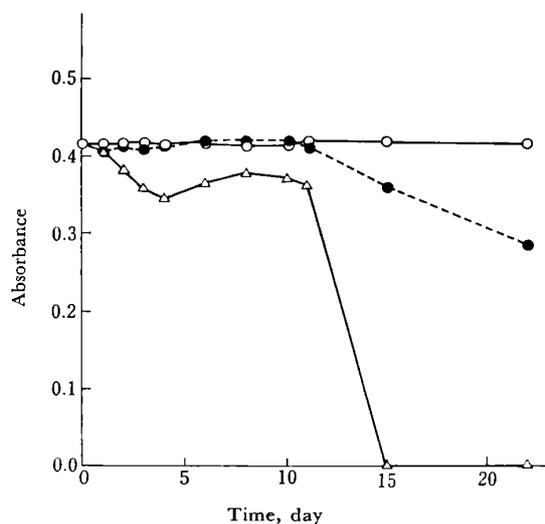


Fig. 2 Effect of standing time of the sodium borohydride tablets stored under different conditions

○ In a P_2O_5 desiccator in the light; ● Exposed to air in the dark;
 △ Exposed to air in the light;
 NaBH₄ : 1 tablet; As(III) : 50 ppb

3.5 ヒ素の還元に及ぼす ヨウ化カリウムと塩化第一スズの影響

水素化ホウ素ナトリウム還元法では亜鉛法とは異なり、水素化ホウ素ナトリウムを単独に用いるだけで完全にヒ素(III, V) をヒ化水素に還元できることはよく知られている。しかし亜鉛還元系において共存イオンの干渉を抑制する効果を示したヨウ化カリウムや塩化第一スズが水素化ホウ素ナトリウムによる還元反応でどのような挙動を示すかについてはいまだに検討されていない。そこでヨウ化カリウムあるいは塩化第一スズの添加量を種々変えて、それらがヒ素のヒ化水素への還元にどのような影響を与えるかを調べた。その結果、塩化第一スズはヨウ化カリウムの存在すると否とにかかわらず、添加量とともに試薬ブランク値を大きく増大させ、同時にヒ化水素の発生を著しく妨害することが分かった。これはスズ(II) が還元されてスタナンガスが多量に発生するためと考えられる。これに対してヨウ化カリウムについては、多量に添加しても未添加の場合と比べてほとんど差がなく一定の吸光値を与えた (Table 2)。3.8 で述べるようにヨウ化カリウムの妨害イオンに対するマスキング効果を考慮して、標準操作においてはヨウ化カリウムを 1.6% の濃度になるように添加することにした。

Table 2 Effect of potassium iodide concentration on the reduction of arsenic in the absence of stannous chloride

Potassium iodide concentration (%)	Net absorbance	Reagent blank absorbance
0.0	0.408	0.025
0.15	0.415	0.026
0.2	0.417	0.025
0.8	0.416	0.026
1.6	0.420	0.026
2.4	0.415	0.027
3.2	0.417	0.026
4.0	0.414	0.026

As(III) : 50 ppb; NaBH₄ : 1 tablet; Acidity : 2 M in HCl

3.6 反応時間

2.3 の標準操作において、錠剤を添加した後、スターラーを回して反応を開始させたときから発生ガスを捕集してフレームに導入するまでの時間、すなわちヒ化水素の発生に及ぼす反応時間の影響を検討した。その結果、反応時間が約 60 秒以上で最大かつ一定の吸光値を与えることが分かった。これはヨウ化カリウムが共存しない場合¹⁰⁾ とほぼ同じであり、反応速度に対するヨウ化カリウムの共存の影響は認められなかった。従って、この実験では反応時間を 70 秒に保つことにした。

3.7 検量線及び精度

以上の検討結果から標準操作法を2.3のように定めた。この操作においてヒ素(III)あるいはヒ素(V)標準溶液を用い、それぞれ濃度を種々変えて検量線を作成したところ、いずれもヒ素 0.05 µg/ml (50 ppb) 以下で良好な直線関係が得られた。この方法の感度は1%吸収で 5.15×10^{-4} µg/ml であり、更にこの方法の精度を推定するため 50 ppb のヒ素(III)溶液について、10回の繰り返し実験によって求めた標準偏差パーセントは2.5%であった。

3.8 共存元素の影響

著者らは先に還元剤として水素化ホウ素ナトリウムを単独に用いる場合は、鉄(III)、コバルト(II)、ニッケル(II)、銅(II)、ビスマス(III)、テルル(IV)などのイオンがヒ素に対して数十倍前後共存しても負誤差を与え、又クロム(VI)とマンガン(VII)については、これらがヒ素と等量程度共存してもヒ化水素の発生を強く抑制することを報告した¹⁰⁾。ここではこのように水素化ホウ素ナトリウム錠剤のみを還元剤として用いる場合とヨウ化カリウムを併用する本法について共存イオンの干渉の異同を比較した。その結果をまとめて Table 3 に示す。Table 3 から明らかなように、ヨウ化カリウムを併用する場合はニッケル(II)と硫化物イオンを除けば、ヨウ化カリウムを添加しない場合に干渉を示すイオンがいずれもヒ素に対して1000倍量(重量比)共存してもなら影響を与えなかった。ニッケル(II)については許容量がヒ素に対して15倍量から120倍量に改善された。その外水素化ホウ素ナトリウムを単独に用いた場合に妨

Table 3 Comparison of permissible amounts of foreign ions for arsenic determination by the NaBH₄ tablet and the NaBH₄ tablet/KI reductions (within 10% negative error)

Ion	Limit, [Ion]/[As]		Ion	Limit, [Ion]/[As]	
	NaBH ₄ red. ¹⁰⁾	NaBH ₄ /KI red.		NaBH ₄ red. ¹⁰⁾	NaBH ₄ /KI red.
Cr ³⁺	100	NI	Bi ³⁺	30	NI
Fe ³⁺	25	NI	Se ⁴⁺	100	NI
Co ²⁺	60	NI	Te ⁴⁺	10	NI
Ni ²⁺	15	120	S ²⁻	220	150
Cu ²⁺	55	NI	F ⁻	700	NI
Ag ⁺	500	NI	Cr ₂ O ₇ ²⁻	0.3	NI
Cd ²⁺	600	NI	MnO ₄ ⁻	0.2	NI
Pb ²⁺	800	NI			

The followings are tolerable (excess, ×1000): NH₄⁺, Na⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Al³⁺, Mn²⁺, Zn²⁺, Hg²⁺, Sn²⁺, Sb³⁺, Cl⁻, Br⁻, I⁻, CN⁻, NO₃⁻, PO₄³⁻, SO₄²⁻, SiO₃²⁻, CH₃COO⁻; As³⁺: 50 ppb; NI: No interference at the level of 1000-fold excess to arsenic

害しなかった陽イオンと陰イオンはすべてこの方法においても干渉を示さなかった。以上のようにヨウ化カリウムの添加は干渉抑制に極めて効果的であることが分かった。しかし硫化物イオン(硫化ナトリウムの水溶液として調製直後に添加)の妨害はヨウ化カリウムによってはマスクすることはできなかった。この場合、発生ガスをフレームに導入する前に酢酸鉛トラップを通して硫化水素ガスを除いても効果は見られなかった。このことは硫化物イオンがヒ素の還元過程で干渉することを示すものである。従って、これが許容量を越えて共存する場合は、揮散させるなどの処理によりあらかじめ除去しておく必要がある。

3.9 実試料への応用

本法の実試料への適用性を調べる目的で、2.3の標準操作に従って排水並びに河川水中のヒ素の定量を行った。更にこれらの結果を亜鉛末錠剤還元法²⁾、ヨウ化カリウムを添加しない水素化ホウ素ナトリウム還元法¹⁰⁾並びに粒状亜鉛還元気化-銀・DDC-ブルシン・クロロホルム比色法¹⁴⁾による定量値と比較した。なお、ここで用いた検水はいずれも採取時に試水1 lにつき濃塩酸10 mlを添加したものをを用いた。その結果を Table 4 に示す。

Table 4 Comparison of analytical results of arsenic in water by arsine generation using the present and other methods

Sample		Arsenic found (ppm)			
		Present method	NaBH ₄ red. method†	Zinc red. method††	Colorimetric method†††
Waste water	A	0.040	0.039	0.041	0.040
"	B	0.029	0.029	0.030	0.030
"	C	0.17	0.15	0.17	0.16
"	D	6.0	3.9	5.9	6.2
River water		0.004	0.004	0.005	—

† NaBH₄ reduction-atomic absorption spectrophotometry¹⁰⁾; †† Zn/KI/SnCl₂ reduction-atomic absorption spectrophotometry²⁾; ††† Zn/KI/SnCl₂ reduction-silver diethyldithiocarbamate-burcine/chloroform-colorimetry¹⁴⁾

Table 4 から本法は亜鉛還元気化-原子吸光法あるいは比色法による結果とよく一致していることが分かる。ヨウ化カリウムを添加しない水素化ホウ素ナトリウム還元法では汚染度の高いD試料について低い定量値が得られたが、これは共存イオンによる負の干渉によるものと考えられる。

4 結 言

水素化ホウ素ナトリウム錠剤とヨウ化カリウム溶液の

両還元剤を用い、ヒ化水素-窒素・水素フレイム系による微量ヒ素の原子吸光分析法を研究した。水素化ホウ素ナトリウム錠剤は水素化ホウ素ナトリウム粉末にカオリンをバインダーとして配合して成型し、これをオブラートで包んだものを用いた。これより反応容器に錠剤を投入するときのガス漏れを防ぐことができ、精度が向上した。又ヒ素(III, V) からヒ化水素への還元時にヨウ化カリウムを添加することによって共存イオンの干渉を大幅に抑制することができた。なお、水素化ホウ素ナトリウム錠剤は亜鉛末錠剤と異なりデシケーター中に保存する必要があるが、本法には測定後の廃液に亜鉛還元法で見られる多量の亜鉛、スズといった重金属を含まない利点がある。更に安価な窒素-水素フレイムを用いることもこの方法の特長である。本法は亜鉛末錠剤還元法に劣らず実試料の分析に十分適用できると考えられる。

本研究においては文部省科学研究費、特定研究“環境汚染の検知と制御”のうち“環境分析における標準物質と分析値の精度に関する研究”班より研究費の一部を援助して頂いた。ここに記して感謝の意を表す。

文 献

- 1) Y. Yamamoto, T. Kumamaru, Y. Hayashi, T. Kamada : *Bull. Chem. Soc. Jap.*, **46**, 2604 (1973).
- 2) 山本勇麓, 熊丸尚宏, 林 康久, 鎌田俊彦 : 本誌 **22**, 876 (1973).
- 3) 鎌田俊彦, 奥田久徳, 熊丸尚宏, 山本勇麓 : 衛生化学, **19**, 314 (1973).
- 4) F. J. Schmidt, J. L. Royer : *Anal. Lett.*, **6**, 17 (1973).
- 5) F. J. Fernandez : *At. Abs. Newslett.*, **12**, 93 (1973).
- 6) K. T. Kan : *Anal. Lett.*, **6**, 603 (1973).
- 7) J. C. Van Loon, E. J. Brooker : *ibid.*, **7**, 505 (1974).
- 8) A. E. Smith : *Analyst*, **100**, 300 (1975).
- 9) B. B. Mesman, T. C. Thomas : *Anal. Lett.*, **8**, 449 (1975).
- 10) Y. Yamamoto, T. Kumamaru : *Fresenius' Z. Anal. Chem.*, (1976), in press.
- 11) F. J. Fernandez, D. C. Manning : *At. Abs. Newslett.*, **10**, 86 (1971).
- 12) E. F. Dalton, A. J. Malanoski : *ibid.*, **10**, 92 (1971).
- 13) A. Ando, M. Suzuki, K. Fuwa, B. L. Vallee : *Anal. Chem.*, **41**, 1974 (1969).
- 14) 山本勇麓, 熊丸尚宏, 林 康久, 菅家 惇, 松井 彰子 : 本誌, **21**, 379 (1972).

☆

Atomic absorptiometric determination of ppb level of arsenic in water by arsine-nitrogen-hydrogen flame system combined with use of sodium borohydride tablet and potassium iodide. Yuroku YAMAMOTO, Takahiro KUMAMARU, Tetsuo EDO and Junji TAKEMOTO (Department of Chemistry, Faculty of Science, Hiroshima University, Higashisenda-machi, Hiroshima-shi, Hiroshima)

The sodium borohydride tablets were prepared by molding the mixture of sodium borohydride, kaolin and dilute ammonia water. A possible loss of arsine at the initial stage of the reduction could be avoided by wrapping the tablet with a wafer sheet. The tablets were stable at least for three weeks by storage in a desiccator. Potassium iodide was found to eliminate interferences by diverse metal ions without lowering the sensitivity and the rate of reaction. The nitrogen-hydrogen flame was useful instead of an argon-hydrogen one. The linearity of the absorbance (193.7 nm arsenic line) vs. concentration was good up to 0.05 µg/ml. The sensitivity for 1% absorption was estimated to be 0.51 µg/l and precision to be 2.5% from ten determinations of 50 ppb of arsenic. This method was applied to the analysis of water samples. Results were satisfactory when compared with those given by several known methods.

(Received June 19, 1976)

Keywords

Arsenic
Atomic absorption spectrophotometry
Nitrogen-hydrogen flame
Potassium iodide
Sodium borohydride tablet
Water sample