the ability of masking of aluminum. The more concentrated solution of citrate was found to be more satisfactory for the determination. It was unnecessary to add sodium chloride to the buffer solution. Since the TISAB (total ionic strength adjustment buffer) contains a very small amount of citrate and a large amount of sodium chloride, it is very unsatisfactory. The tolerance for aluminum increases markedly with a decrease in the concentration of fluoride ion in a buffer solution of 0.5 M citrate at pH 6. The reason is discussed theoretically. The following elements in the amounts(ppm) indicated can be tolerated; Ti, Cr, Pb, V(10), Ni, Mg(25), B(40), Cd, K, CO_3^{2-} (50), Fe(150), Ca(200), Si(500), and P(10000).

According to the above result, the accuracy of the fluoride determination in the presence of an excessive amount of aluminum can be confirmed by repeated measurements after each 10- or 5-fold dilution until the last two data coincide while the concentration of citrate is kept 0.5 M, as the accuracy of the potential measurement is constant over a concentration level down to 10^{-5} M F^- where Nernst's equation holds.

Fuse 0.15 g of glass with 1 g of sodium hydroxide, which has been dehydrated by heating with a small amount of ethanol, in a 100 ml nickel crucible at 500°C for 20 min. Cool and dissolve in 30 ml of hot water. Adjust the pH of the solution to 2 with $\text{HCl}(1:1)$ in a polyethylene beaker. Add 10 ml of a buffer solution [294 g of sodium citrate dissolved in 1 l adjusted to pH 6 with $\text{HCl}(1:1)$], and dilute to 100 ml with water. Mix a 10 ml aliquot with 10 ml of the buffer and measure the potential.

In the case of phosphate rock, shake a 0.3 g sample with 5 ml $\text{HCl}(1:1)$ and 150 ml of water in a 250 ml polyethylene volumetric flask for 1 hr, dilute to the mark, and treat a 50 ml aliquot of the solution by the procedure described above. For water sample, take an aliquot containing more than 0.5 mg F^- , render alkaline with sodium hydroxide and evaporate to about 70 ml.

Results for five glasses, three phosphate rocks, and a well water agreed well with the certified values and those by other methods.

(Received July 25, 1973)

ジニトロフルオルベンゼンによるクロルプロバミドおよび分解物の分離定量*

栗木 武男, 辻山 毅, 赤荻 隆子, 鈴木 信夫**

(1973 年 7 月 30 日受理)

2,4-ジニトロフルオルベンゼン (DNFB) を用いて, クロルプロバミドとその分解物である *n*-プロピルアミンと *p*-クロルベンゼンスルホンアミドの分離定量を研究した. 分解物の確認は薄層クロマトグラフィーで行なった.

試料をアルカリ性にして酢酸イソアミルで抽出し, DNFB と反応させ *n*-プロピルアミンを定量し, また新たに試料をとり, 酸性とし酢酸イソアミルで抽出し DNFB と反応させてクロルプロバミドを定量した. 一方, *p*-クロルベンゼンスルホンアミドは現在のところ直接定量するよい方法がないので, 試料を酸性としクロロホルムで抽出後, この抽出液について 266 nm における吸光度を測定しクロルプロバミドおよび *p*-クロルベンゼンスルホンアミドの和を求めておき, あらかじめ求めたクロルプロバミドの含量を差し引き定量した.

1 緒 言

すでに著者らは, シクロヘキシルアミン¹⁾および *n*-

ブチルアミンの DNFB を用いた定量法を確立し, スルファニル尿素系化合物であるトルブタミドとその分解物の定量に応用²⁾した. 今回はトルブタミドと同じくスルファニル尿素系化合物で日局 VIII に新たに収載されたクロルプロバミドとその分解物である *n*-プロピルアミンおよび *p*-クロルベンゼンスルホンアミドの分離定量を行なった. クロルプロバミドは, 各国の局方に収載さ

* 医薬品の分解物に関する研究 (第2報). 前報は栗木武男, 辻山 毅, 鈴木信夫: 本誌, **22**, 91 (1973)

** ヘキストジャパン株式会社医薬品研究所: 埼玉県川越市南台 1-3-2

れているが、それらの方法は分解物が存在する場合はいずれも誤差を与えるので、安定性試験の定量に応用することはむずかしい。スルファニル尿素系化合物の分離定量は Kaistha ら³⁾⁴⁾によってニンヒドリンを用いる方法で行なわれているが、定量操作が煩雑であり長時間を要する。

DNFB を用いたクロロプロバミドの分離定量は、迅速かつ簡便であり、満足すべき結果を得たので報告する。

2 試薬および装置

2.1 試薬

0.1% 2,4-ジニトロフルオルベンゼン (DNFB) 溶液: メルク社製 2,4-ジニトロフルオルベンゼン 1 ml を酢酸イソアミルに溶かし 1 l とする。

水酸化ナトリウム溶液: 水酸化ナトリウム 322 g を水に溶かし 1 l とする。この溶液を酢酸イソアミルで洗い使用する。

クロロプロバミド溶液: クロロプロバミド (日局 8 に適合のもの) 4.70 g を 1N 水酸化ナトリウム 17.0 ml を加えて溶かし、水 80 ml を加えたのち pH 約 9.2 に調整し、さらに水を加えて 100 ml とする。

ジプロピルウレアは、文献記載の方法⁵⁾で合成し、融点 (文献値 104°C, 実験値 105°C) および元素分析値 (計算値炭素: 58.30%, 水素: 11.18%, 実験値炭素: 58.48%, 水素: 11.19%) のものを使用した。p-クロルベンゼンスルホンアミド, n-プロピルアミン, その他の試薬は市販品を精製し使用した。

薄層クロマトグラフィーはメルク社製 シリカゲル F 254 厚さ 0.25 mm を 105°C 30 分間加熱し、冷後使用した。

2.2 装置

分光光度計: 日立分光光度計 139 型および日立自記分光光度計 EPS-3T 型, セル 10 mm を使用した。

加熱装置: 加熱装置については、自製した。

3 クロロプロバミドおよびその分解物の定性および定量

3.1 定性

試料として (A) 試料 10 μ l, (B) 試料 5 ml を希塩酸で酸性とし、クロロホルム 5 ml で抽出した液 10 μ l, (C) 試料 5 ml を 10% 水酸化ナトリウムでアルカリ性としクロロホルム 5 ml で抽出した液 10 μ l をそれぞれ薄層板にスポットし、クロロホルム: メタノール: 25% アンモニア水 (100: 25: 1) で展開する。その結果を Fig. 1 に示す。確認試薬はニンヒドリン試薬 (クロロプロバミドおよび n-プロピルアミンの確認), ヨウ素蒸気 (クロロプロバミド, p-クロルベンゼンスルホン

Fig. 1 Thin layer chromatogram of chlorpropamide, p-chlorobenzenesulfonamide, n-propylamine, and dipropyl urea

A: Test solution; B: CHCl₃ extract of acid test sample; C: CHCl₃ extract of alkaline test sample; D: Chlorpropamide; E: p-Chlorobenzenesulfonamide; F: n-Propylamine; G: Dipropyl urea

アミド, n-プロピルアミンおよびジプロピルウレアの確認) および UV ランプ (クロロプロバミド, p-クロルベンゼンスルホンアミドの確認) を使用した。確認限界は、クロロプロバミド 1.0 μ g (UV ランプ), p-クロルベンゼンスルホンアミド 2.0 μ g (UV ランプ), n-プロピルアミン (ニンヒドリン試薬) およびジプロピルウレア 1.0 μ g (ヨウ素蒸気) で、それぞれの R_f は、0.50, 0.75, 0.40 および 0.90 であった。

3.2 分離定量

3.2.1 クロロプロバミドの定量 試料 1.0 ml を量り水で正確に 200 ml とする。この液 10.0 ml を分液漏斗に入れ、希塩酸で pH 1 以下とし、酢酸イソアミル 40, 30, 20 ml で抽出し、抽出液を合わせ酢酸イソアミルを加えて正確に 100 ml とする。この液 5.0 ml を共せん付き試験管に入れ、DNFB 溶液 2.0 ml を加え、140°C で 20 分間加熱する。加熱後流水中で冷却し、試料の代わりに水 10.0 ml を用い、以下試料と同様に操作したブランク溶液を対照として、波長 400 nm で吸光度を測定し、前もって作成した検量線により含量を求める。

3.2.2 p-クロルベンゼン スルホンアミドの定量

試料 5.0 ml を量り水で正確に 50 ml とする。この液 10.0 ml を量り、希塩酸で pH 1 以下とし、クロロホルム 100, 80, 60 ml で抽出し、抽出液を合わせクロ

ホルムを加えて正確に 250 ml とする. この液について試料の代わりに水 10.0 ml を使用し, 同様に操作したブランク溶液を対照として波長 266 nm で吸光度を測定する. この値はクロルプロパミドと *p*-クロルベンゼンスルホンアミドの和であるから上記 (1) で定量したクロルプロパミドの量を差し引き, *p*-クロルベンゼンスルホンアミドの含量とする.

3.2.3 *n*-プロピルアミンの定量 試料 10.0 ml (*n*-プロピルアミン濃度約 15 $\mu\text{g/ml}$) に水酸化ナトリウム溶液 10 ml を加え, 酢酸イソアミル 10, 6, 3 ml で抽出し, 抽出液を合わせ酢酸イソアミルで正確に 20 ml とする. この液 5.0 ml を量り, 共せん付き試験管に入れ, DNFB 溶液 2.0 ml を加え室温で 30 分間放置し, 別に水 10.0 ml および水酸化ナトリウム 10 ml を用い, 以下試料と同様に操作したブランク溶液を対照として 400 nm における吸光度を測定し, 前もって作成した検量線により含量を求める.

4 実験および検討

4.1 クロルプロパミドおよびその分解物の定量

クロルプロパミドおよびその塩, またクロルプロパミド製剤の定量については, 薄層クロマトグラフィー法で分解物の確認を行ないその中に分解物が存在しないならば, アルカリ滴定法⁶⁾, 紫外部吸光度法⁷⁾, 窒素定量法⁸⁾などが使用できるが, クロルプロパミドの一部が分解し, *n*-プロピルアミン, *p*-クロルベンゼンスルホンアミド, ジプロピルウレアなどを生じている場合には, それらの方法を利用することができない. 著者らは, 今回クロルプロパミド, *p*-クロルベンゼンスルホンアミド, *n*-プロピルアミンの3者共存の場合の定量法について実験を行なった. その概略を Fig. 2 に示す. *n*-プロピルアミンは試料溶液をアルカリ性とし, 酢酸イソアミルで抽出し, 抽出液を DNFB と反応させ定量する. クロルプロパミドは試料溶液を酸性にし, 酢酸イソアミルでクロルプロパミドおよび *p*-クロルベンゼンスルホンアミドを抽出し, 抽出液を DNFB と反応させクロルプロパ

ミドを定量する (*p*-クロルベンゼンスルホンアミドは, DNFB と反応しない). *p*-クロルベンゼンスルホンアミドは, 試料を酸性としクロロホルムで *p*-クロルベンゼンスルホンアミドおよびクロルプロパミドの両者を抽出し, 266 nm における吸光度を求める. クロルプロパミドおよび *p*-クロルベンゼンスルホンアミドの *E*₁% は, 23.1, 22.7 とほとんど同じであるため, クロルプロパミドとして含量を求めておき, DNFB 法よりのクロルプロパミドの値を差し引くことから, *p*-クロルベンゼンスルホンアミドの含量を求める.

4.1.1 クロルプロパミドの定量法の検討

(1) 検量線: 検量線は 5.0~50.0 $\mu\text{g/ml}$ の範囲において原点を通る直線であり, ベールの法則によく従うことが認められた.

(2) 吸収スペクトル: クロルプロパミド溶液を 3.2.1 の定量操作法に従って発色させ, その吸収スペクトルを測定した結果を Fig. 3 に示す.

(3) 溶媒の検討: 溶媒としては不活性溶媒たとえば, ジクロルメタン, クロロホルム, ベンゼン, 酢酸ブチルおよび酢酸イソアミルなどが使用できるが, 反応温度を考え合わせ, 高沸点の酢酸イソアミルを使用することとした.

(4) 加温温度の検討: クロルプロパミドを 3.2.1 の定量法に従い操作し, 加温温度を室温から 140°C まで変化させ, 400 nm における吸光度を測定し, 加温温度と加温時間が吸光度に及ぼす影響を検討した. その結果を Fig. 4 に示す. 吸光度が一定値を示すまで, 140°C の場合は 10 分, 120°C の場合は 20 分必要であり, 煮沸水の場合は, 1 時間以内では一定値を示さなかった. また室温において 1 時間では吸光度がほとんど変化しなかった. したがって定量を迅速に行なうため 140°C 20 分で行なうこととした.

(5) 試料添加濃度の影響: DNFB 溶液の添加量を決定するため, 加える液量を 2.0 ml と限定し, 濃度を 0.01~0.50% まで変えて実験を行なった. この結果は Fig. 5 に示すとおりであり 試薬添加濃度を 0.1% と決

Fig. 2 Separation and determination of chlorpropamide, *p*-chlorobenzenesulfonamide and *n*-propyl amine

Fig. 3 Absorption spectrum of the reaction product from chlorpropamide and DNFB
Concentration of chlorpropamide : 32.0 $\mu\text{g/ml}$

Fig. 4 Effect of heating time at various temperatures
Concentration of chlorpropamide : 32.0 $\mu\text{g/ml}$; Temp. :
(1) 140°C, (2) 120°C, (3) boiling water, (4) 80°C,
(5) 50°C, (6) room temp.

めた。

4.1.2 *p*-クロルベンゼンスルホンアミドの定量法の検討

(1) 検量線 : 検量線は、10~200 $\mu\text{g/ml}$ の範囲にお

Fig. 5 Effect of 2,4-dinitrofluorobenzene concentration

Concentration of chlorpropamide : 32 $\mu\text{g/ml}$

Fig. 6 Absorption spectrum

(1) *p*-Chlorobenzenesulfonamide : 0.42 mg/ml;
(2) Chlorpropamide : 0.30 mg/ml

いてベールの法則によく従うことが認められた。

(2) 吸収スペクトル : *p*-クロルベンゼンスルホンアミドの溶液、クロルプロパミド溶液を 3.2.2 の定量法に従い、その吸収スペクトルを測定した結果を Fig. 6 に

示す。p-クロルベンゼンスルホンアミド, ならびにクロルプロバミドとも 266 nm で最大吸収を示しており, この結果より 266 nm を測定波長とした。

(3) 回収率: クロルプロバミド 0.2003 mg/ml, p-クロルベンゼンスルホンアミド 0.1986 mg/ml の溶液を混合比を変えて調製し, 3・2・2 の定量法に従って行なった結果を Table I に示す。吸光度の算出方法として, 方法 1 はクロルプロバミドと p-クロルベンゼンスルホンアミドのおおの吸光係数を用い, 方法 2 はクロルプロバミドの吸光係数を用いて計算した。クロルプロバミドが分解し, p-クロルベンゼンスルホンアミドが 20% 含まれると仮定した場合, 回収率における方法 1 と方法 2 の差はわずか 0.5% であり, ほとんど無視することができるので簡便な方法 2 を用いることにした。

Table I Recovery of chlorpropamide (CP) and p-chlorobenzenesulfonamide (CBSA)

Sample taken		Calculated absorbance		Measured absorbance	Recovery (%)	
CP 0.2003 (mg/ml)	CBSA 0.1986 (mg/ml)	Method 1	Method 2		Method 1	Method 2
20	0	0.463	0.463	0.463 0.459	100.0 99.1	100.0 99.1
16	4	0.460	0.462	0.465 0.460	101.1 100.0	100.6 99.6
12	8	0.458	0.461	0.458 0.465	100.0 101.5	99.3 100.9
8	12	0.456	0.460	0.460 0.459	100.9 100.7	100.0 99.8
4	16	0.453	0.460	0.457 0.456	100.9 100.7	99.3 99.1
0	20	0.451	0.459	0.459 0.458	101.8 101.6	100.0 99.8

Method 1 : CP E1% 23.1, CBSA E1% 22.7; Method 2 : CP, CBSA E1% 23.1

4.1.3 n-プロピルアミンの定量法の検討

(1) 検量線: 検量線は 1.0~10.0 $\mu\text{g/ml}$ の範囲において原点を通る直線となり, ベールの法則によく従うことが認められた。

(2) 吸収スペクトル: n-プロピルアミン溶液を 3・2・3 の定量操作法に従って発色させ, その吸収スペクトルを測定した結果は Fig. 3 のクロルプロバミドの場合と同じ曲線であった。

(3) 加温温度の検討: n-プロピルアミン溶液を 3・2・3 の定量法に従い操作し, 加温温度を室温から 100 $^{\circ}\text{C}$ まで変化させ, 400 nm における吸光度を測定し, 加温温度と加温時間が吸光度に及ぼす影響を検討した。その結果を Fig. 7 に示す。吸光度が一定値を示すまで, 室温の場合は 30 分, 50 $^{\circ}\text{C}$ の場合は 20 分, 100 $^{\circ}\text{C}$ では 5 分程度の加温が必要であった。n-プロピルアミンの

Fig. 7 Effect of heating time at various temperatures

Concentration of n-propylamine: 7.1 $\mu\text{g/ml}$; Temp.: (1) 100 $^{\circ}\text{C}$, (2) 80 $^{\circ}\text{C}$, (3) 50 $^{\circ}\text{C}$, (4) room temp.

抽出液にクロルプロバミドが混入するため, クロルプロバミドと DNFB が反応しない室温 30 分で行なうこととした。クロルプロバミド 50 mg/ml および n-プロピルアミン 0.48 mg/ml が共存する場合, n-プロピルアミン抽出液にクロルプロバミドが約 0.1 mg/ml の濃度で含まれた。

(4) 抽出条件の検討: n-プロピルアミンの水溶液に

Fig. 8 Effect of NaOH concentration on the extraction of n-propylamine

Concentration of n-propylamine: 7.1 $\mu\text{g/ml}$

水酸化ナトリウム溶液を加え、水酸化ナトリウム濃度を变化させ、3・2・2の定量操作法に従い実験を行なった。その結果を Fig. 8 に示す。水酸化ナトリウムの濃度は 3.5 mol/l 以上であれば吸光度は一定となり、またほぼ完全に抽出されることがわかった。

4・1・4 合成試料の分析 *n*-プロピルアミン、クロロプロパミドおよび *p*-クロロベンゼンスルホンアミドが共存する既知濃度の溶液を調製し、3・2の分離定量に従って行なった結果を Table II に示す。

Table II Recovery of *n*-propyl amine (PA), chlorpropamide (CA) and *p*-chlorobenzenesulfonamide (CBSA)

Calculated concn. of test solution (mg/ml)			Found concn. of test solution (mg/ml)		
PA	CP	CBSA	PA	CP	CBSA
0.14	50.0	1.50	0.14(100.0%)	50.0(100.0%)	1.65(110.0%)
0.14	50.0	1.50	0.14(100.0%)	49.8 (99.6%)	1.47 (98.0%)
0.14	50.0	1.50	0.13 (92.9%)	49.6 (99.2%)	1.31 (87.3%)
0.48	50.0	5.00	0.49(102.1%)	50.2(100.4%)	5.28(105.6%)
0.48	50.0	5.00	0.48(100.0%)	50.2(100.4%)	5.05(101.0%)
0.48	50.0	5.00	0.48(100.0%)	49.8 (99.6%)	4.45 (89.0%)

4・2 クロロプロパミド溶液を加熱した場合の分解物の定量

クロロプロパミド約 5% 溶液 (pH 9.2) を調製し、

Fig. 9 Decomposition of chlorpropamide ampoule (5%) at 100°C

× Chlorpropamide; ● *p*-Chlorobenzenesulfonamide; ▲ *n*-Propylamine

アンプルに封入し、100°Cで 1~5 時間加熱したものについて薄層クロマトグラフィーで分解物の確認を行なった。その結果クロロプロパミドの分解物として *n*-プロピルアミンおよび *p*-クロロベンゼンスルホンアミドが確認され、それらについての分離定量を行なった。その結果を Fig. 9 に示す。

4・3 クロロプロパミド錠中の分解物の定性

市販のクロロプロパミド 2 種について検討した結果、分解物は確認できなかった。

終わりに、本研究の発表を許可されたヘキストジャパン株式会社研究所常務取締役 G. Driesen 博士に謝意を表する。

(1973 年 4 月 5 日、日本薬学会第 93 年会において講演)

文 献

- 1) 鈴木信夫, 栗木武男, 辻山 毅: 本誌, **20**, 885 (1971).
- 2) 栗木武男, 辻山 毅, 鈴木信夫: 同上, **22**, 91 (1973).
- 3) K. K. Kaistha, W. N. French: *J. Pharm. Sci.*, **57**, 459 (1968).
- 4) K. K. Kaistha: *ibid.*, **58**, 235 (1969).
- 5) "Beilsteins Handbuch der Organischen Chemie", Hauptes, Band IV, p. 142 (1944), (Ann Arbor).
- 6) 日本公定書協会編: "日本薬局方第 8 改正", p. 255 (1971), (広川書店).
- 7) "United States Pharmacopeia", XVIII, p. 127 (1970), (Mack Publishing Co.).
- 8) "British Pharmacopeia", p. 212 (1968), (The Pharmaceutical Press).

☆

Separation and determination of chlorpropamide and its decomposition products with dinitrofluorobenzene. (Studies on the analytical methods of drugs in presence of their decomposition products. II.) Takeo KURIKI, Tsuyoshi TSUJYAMA, Takako AKAOGI and Nobuo SUZUKI (Pharmaceutical Laboratory, Hoechst Japan Limited, 1-3-2, Minamidai, Kawagoe-shi, Saitama)

The present report deals with the separation and determination of chlorpropamide and its decomposition products.

In the absence of decomposition products: If there is no decomposition product as demonstrated by thin-layer chromatography, chlorpropamide can be easily determined by alkalimetric titration, by the Kjeldahl method or by the ultra-violet absorptiometric method.

In the presence of decomposition products: Decomposition products are identified by thin-layer chromatography. A sample is spotted on a silica gel F 254 plate and developed with chloroform-methanol-25% ammonia (100:25:1 by volume) solvent. After development, the spots are detected by iodine vapor,

the ninhydrin reagent and a UV-lamp. The procedure of determination is as follows: (a) Chlorpropamide: One milliliter of sample was diluted to 200.0 ml with water. A 10 ml aliquot was taken and its pH is adjusted below 1 with diluted hydrochloric acid. The solution is extracted with isoamyl acetate and the extract is made to 100.0 ml with isoamyl acetate. Five milliliters of this solution is mixed with 2.0 ml of dinitrofluorobenzene (DNFB) and heated in a test tube with ground stopper at 140°C for 20 min. After cooling, the absorbance at 400 nm is measured against a blank solution. (b) *p*-Chlorobenzene sulfonamide: Five milliliters of sample is diluted to 50.0 ml with water. Ten milliliters of this solution is taken and its pH is adjusted below 1 with diluted hydrochloric acid. The solution is extracted with chloroform and the extract is made to 250.0 ml with chloroform. The absorbance at 266 nm is measured against a blank solution. The content of *p*-chlorobenzene sulfonamide is determined from the difference between this ab-

sorbance and the absorbance equivalent to the content of chlorpropamide as determined by the procedure described in (a). (c) *n*-propyl amine: Ten milliliters of sodium hydroxide solution is added to 10.0 ml of sample, the solution is extracted with isoamyl acetate, and the extract is made to 20.0 ml with isoamyl acetate. Five milliliters of this solution and 2.0 ml of DNFB are mixed and allowed to stand for 30 min at room temperature in a test tube with ground stopper, then the absorbance at 400 nm is measured against a blank solution.

When a 4.7% chlorpropamide solution (pH 9.2) is heated for 5 h at 100°C, *p*-chlorobenzene sulfonamide (R_f 0.75) and *n*-propylamine (R_f 0.40), besides chlorpropamide (R_f 0.50), were identified in the resulting solution by thinlayer chromatography. Chlorpropamide in the solution decreased by 8.9%, *p*-chlorobenzene sulfonamide increased by 6.7% and *n*-propylamine increased by 0.5%.

(Received July 30, 1973)

ゼフィラミンによるクロム(VI)の溶媒抽出を利用する 微量クロム(VI)の原子吸光分析法

深町 和美, 古田 直子, 柳川 正男, 森本 昌宏*

(1973 年 8 月 9 日受理)

クロム(VI)はゼフィラミンなど第4級アンモニウムイオンとイオン対を形成し, MIBK および酢酸ブチルに抽出される。これを利用した微量クロム(VI)の抽出原子吸光分析法を検討して定量方法を確立した。

クロム(VI)-ゼフィラミンのイオン会合体は pH 0.9~3.5 で MIBK に定量的に抽出されて一定吸光度を与え, 抽出されたイオン会合体は非常に安定であった。クロム(VI)量と吸光度との間には 0~2.5 µg/ml (有機相)において良好な直線関係が認められた。ヨウ素イオン, 過塩素酸イオンおよび過マンガン酸イオンはクロム(VI)の定量を妨害するが, 塩素イオン, 臭素イオン, 硝酸イオン, 硫酸イオン, 塩素酸イオン, リン酸イオン, マンガン(II), ニッケル(II), 亜鉛(II)および鉄(III)は妨害しない。クロム(VI)の5倍量程度のクロム(III)は妨害しない。全クロムの定量はクロム(III)を過マンガン酸カリウムを用いてクロム(VI)に酸化し, 過剰の過マンガン酸イオンを窒化ナトリウムで分解することにより可能である。この抽出系により抽出されたイオン会合体の組成は (Zeph.⁺, HCrO₄⁻)である。

1 緒 言

原子吸光光度法によってクロムを分析する際に, フレームの状態が感度および選択性に大きく作用する。たと

えば, 予混型バーナーを用いた場合, 還元フレームにするとかなりの感度は得られるが, 鉄, ニッケルなどの妨害が大きい¹⁾。酸化フレームにすると選択性はよくなるが感度が著しく低下する。一方, 全噴霧型バーナーを用いるとカルシウム, マグネシウムイオンが妨害する。

有機溶媒抽出を併用する方法は選択性および感度を増

* 福岡県衛生研究所: 福岡県筑紫郡太宰府町大字向佐野字迎田 39