原子吸光分析における炭素粉添加による干渉防止

(1976 年 2 月 16 日 受理)

吉村 長蔵・森本 豊文*

1 緒 言

原子吸光分析において、陰イオンの干渉作用は種々知られている。たとえば、空気-アセチレン混合炎による鉄、カルシウムの定量時、リン酸イオンやフッ化物イオンが存在すると干渉して吸光率が減少することはよく知られており、EDTA などの添加による干渉除去の報告もある。

本報は炭素粉（カーボンブラック）を試料液中に超音波照射により分散させたのち、噴霧焼燃させることにより干渉防止を試みた。

2 実験および結果

2.1 装置および試薬

装置は日本ジャーレルアッシュ社製原子吸光度計 AA-80 型に柳本卓上記録計 YR 101 型を取り付けて使用した。バーナーは噴出口の長さ 10 cm のスリットバーナーを用い、空気-アセチレン炎を使用し、カーボンブラックの分散法として BRANSON 社製超音波発生機 BRANSONIC 220 型を使用した。

金属標準溶液は関東化学(株)製の鉄、カルシウム、マグネシウム原液 (1000 ppm) を適宜、薄め使用した。カーボンブラックは三菱 #600 (平均粒子径 14 nm, pH 7.0, 通常の炭素粉中の含有金属は 0.1 ppm 以下のヒ素、カドミウム、水銀および 0.5 ppm 以下の鉛である) を使用した。リン酸、フッ化物およびその他の試薬類はすべて特級品を使用した。

Fig. 1 Effect of added carbon on Mg absorption
Mg(0.3 ppm)+Carbon

Working conditions—

Wavelength : 2852.1 Å, Air flow-rate : 7.5 l/min,
Acetylene flow-rate : 1.75 l/min, Height of beam
above burner head : 10.0 mm

2.2 炭素粉添加量の影響

一定濃度の試料液中に多量の炭素粉を分散した場合、試料導入用キャピラリーおよびバーナーに目づまりを起こしやすくなり、また、不完全燃焼を起こし炭素粉自体による吸光率の変化を示すため添加炭素粉の適当量を検討した結果を図 1 に示す。マグネシウム (0.3 ppm) 中に炭素粉 0.001~0.08% 分散した試料液を噴霧焼燃させ、吸光率を測定した結果、炭素粉の添加量約 0.01% ではバーナーヘッドの目づまりがなく完全燃焼しているものと思われる。

2.3 リン酸塩、フッ化物溶液における炭素粉添加の効果

図 2 には鉄、マグネシウムの溶液にリン酸イオン、フッ化物イオンを添加した場合の吸光率を測定した結果を示す。これより、リン酸イオン、フッ化物イオンが多くなると吸光率は漸次低下していくが、炭素粉を分散させるとリン酸イオン、フッ化物イオン

Fig. 2 Interference of F^- , PO_4^{3-} on Fe, Mg absorption and its removal by carbon

- (A) : Fe(5 ppm)+KHF₂
(B) : Fe(5 ppm)+KHF₂+Carbon(0.01%)
(C) : Mg(0.3 ppm)+H₃PO₄
(D) : Mg(0.3 ppm)+H₃PO₄+Carbon(0.01%)
(E) : Mg(0.3 ppm)+H₃PO₄+Carbon(0.05%)

Working conditions—

(A), (B)

Wavelength : 2483.3 Å, Air flow-rate : 7.5 l/min,
Acetylene flow-rate : 2.0 l/min, Height of beam
above burner head : 7.0 mm

(C), (D), (E)

Wavelength : 2852.1 Å, Air flow-rate : 7.5 l/min,
Acetylene flow-rate : 1.75 l/min, Height of beam
above burner head : 10.0 mm

* 近畿大学理工学部応用化学教室, 577 東大阪市小若江

の干渉は防止できる。また、マグネシウムについて EDTA 添加法と比較したところ、EDTA はバーナーヘッドに対する汚染が大きく、その干渉防止作用は炭素粉添加にくらべると劣る。鉄、カルシウム、マグネシウムの原子吸光に対するリン酸イオン、フッ化物イオンの干渉作用は錯イオン形成により原子化が困難になるためと考えられるが、炭素粉を添加すると炎中で炭素の燃焼に

よる脱酸素により原子化を促進するため、干渉除去効果が生ずると思われるが反応機構についてはいまだ明らかでない。

また、鉄、カルシウム、マグネシウムの各試料溶液中に炭素粉(0.01%)を添加し、遠心分離器で炭素粉を分離したのちの液を測定した結果、溶液中の金属濃度はほとんど変わりなく金属イオンは吸着されていないといえる。

An Enhancing Action of Carbon Black on Atomic Absorption Spectroscopy

Chozo YOSHIMURA and Toyofumi MORIMOTO

*Department of Applied Chemistry, Faculty of Science
and Engineering, Kinki University ;
Higashiosaka-shi 577 Japan*

It is well known that phosphate or fluoride ion interferes with the determination of Ca or Fe by atomic absorption spectroscopy and such interference is removed by the addition of organic substance such as EDTA.

This report deals with the removal of the interference by the addition of carbon, to utilize its paucity of ionic adsorption. Carbon black powder satisfactorily removes the interference occurred in the spectroscopic determination of the elements, such as Al and Ti having a strong affinity for oxygen, in air-acetylene flame. Further work is now in progress.