

ノート

原子吸光光度法によるほう素の定量

鑑 信 雄, 宮 崎 博*, 八 丁 直 義**

Determination of Boron by Atomic Absorption Spectroscopy

Nobuo KAGAMI, Hiroshi MIYAZAKI* and Naoyoshi HATCHO**

*Tokyo Customs Laboratory,

5-5-30, Konan, Minato - Ku, Tokyo, 108 Japan

**Central Customs Laboratory, Ministry of Finance,

531, Iwase, Matsudo - Shi, Chiba - Ken, 271 Japan

Concentration of boron in boric acid and sodium borate solution was determined by a method using Atomic Absorption Spectrophotometer.

The results obtained showed that the absorbance was proportional to concentration of boron in the range of 100 ~ 1,000 ppm, and the coefficient of variance was 0.034.

The difference in absorbance was barely observed when boric acid solution and sodium borate solution were used as standard, but the absorbance was affected by additives.

Therefore, in this method, the determination of boron have to be carried out by the standard addition method.

- Received Sep. 4, 1981 -

1 緒 言

ほう素の定量には、中和滴定法が一般に使用されており、微量ほう素の定量には、比色法、発光分光分析法、炎光光度分析法などが利用されている。マグネシアクリンカー中のほう素の定量方法としては、学振法(クルクミン吸光光度法)がある。この方法は利用範囲も広く、感度も良好であるが、前処理が煩雑であるので、前処理が簡易な原子吸光光度法について比較検討した。

2 実験方法及び結果

2・1 学振法(クルクミン吸光光度法)による定量

2・1・1 機 器

日立製作所: 124型ダブルビーム分光光度計

2・1・2 試 薬

ほう酸、塩酸、硫酸、硝酸、水酸化ナトリウム、エチルアルコール(いずれも純正化学特級)、ほう酸ナトリウム10水和物、クルクミン(いずれも和光純薬特級)

2・1・3 操 作

各種濃度のほう酸溶液、ほう酸ナトリウム溶液及び

* 東京税關輸入部分析室 108 東京都港区港南5-5-30

** 大蔵省關税中央分析所 271 千葉県松戸市岩瀬531

これらに酸、アルカリ、塩等を加えた溶液を調製し、学振法により、吸光度を測定した。対照液は、蒸留水にクルクミン溶液を加え、測定液と同様に処理したもの及びエチルアルコールを使用した。

学振法の大要は次のとおりである。測定液1mlを分取し、クルクミン溶液4mlを加え、 55 ± 3 に調節した湯浴中で、加温、蒸発、乾燥し、室温に冷却後エチルアルコール25mlを加え溶解、濾過し、その一部を波長550m μ で吸光度を測定する。

2・1・4 ほう酸溶液及びほう酸ナトリウム溶液の検量線

各種濃度のほう酸溶液(0.5~3.0ppmのほう素を含む)の吸光度と濃度の関係をFig. 1に、ほう酸ナトリウム溶液(1~7ppmのほう素を含む)の吸光度をFig. 2に示す。

ほう酸溶液では、ほう素の含有量が3.0ppm以上になるとスケールオーバーし、測定不可能であったが、ほう酸ナトリウム溶液では、吸光度がほう酸溶液に比較して約半分に減少するので、ほう酸の含有量が7ppmまで測定可能であった。対照液は、蒸留水にクルクミン溶液を加え測定液と同様に処理したもの及びエチルアルコールを使用した。検量線はいずれもほぼ直線を示したが、前者の方が原点に近い直線が得られる。この場合の変動係数は0.030である。

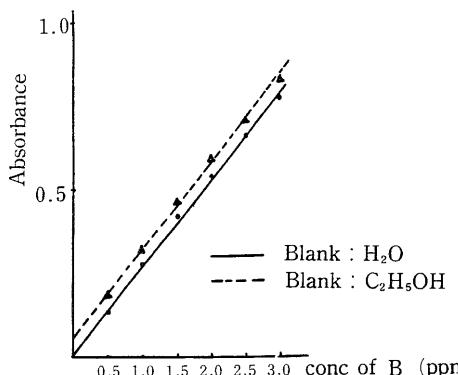


Fig. 1 Calibration curves of boron absorption in boric acid solution

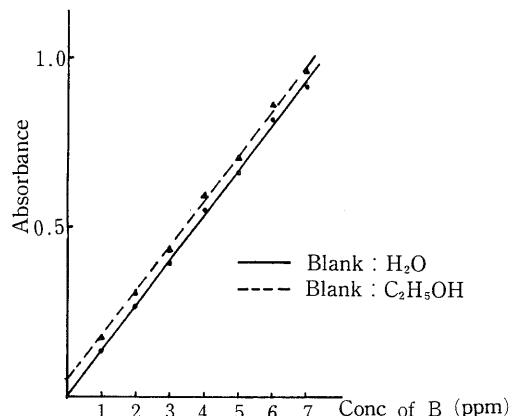


Fig. 2 Calibration curves of boron absorption in sodium borate solution

2・1・5 酸、アルカリの影響

各種濃度のほう酸溶液及びほう酸ナトリウム溶液(いずれも1ppmのほう素を含む)を調製し、これ等に塩酸、硫酸、硝酸又は水酸化ナトリウムを最終濃度が1Nになるよう添加調製した溶液の吸光度をFig. 3, 4に示す。ほう酸溶液の場合は、塩酸を加えても、吸光度はあまり増加しないが、硫酸を加えると吸光度が増加し、硝酸又は水酸化ナトリウムを加えると吸光度は減少する。

ほう酸ナトリウム溶液の場合は、塩酸及び水酸化ナトリウムを加えても、吸光度の変化はわずかであり、硫酸を加えると、吸光度は増加し、硝酸を加えると吸光度は減少する。

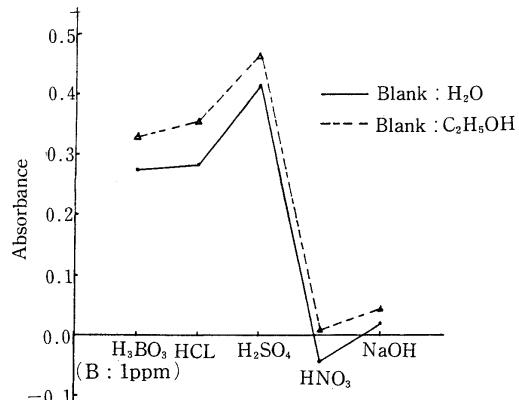


Fig. 3 Effect of acid and alkali (1N) in boric acid solution

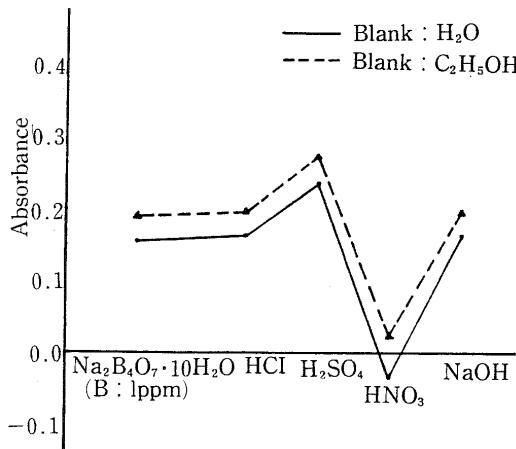


Fig. 4 Effect of acid and alkali (1 N) in sodium borate solution

2・1・6 塩酸の影響

各種濃度のほう酸溶液及びほう酸ナトリウム溶液（いずれも 0.5~3.0ppm のほう素を含む）を調製し、これらに塩酸を最終濃度が 0.1 又は 1N になるように添加調製した溶液の吸光度と濃度の関係を Fig. 5~8 に示す。塩酸濃度による吸光度の変化はわずかである。

蒸留水にクルクミンを加え、測定液と同様に処理したものと対照液を用いて原点に近い直線が得られる。

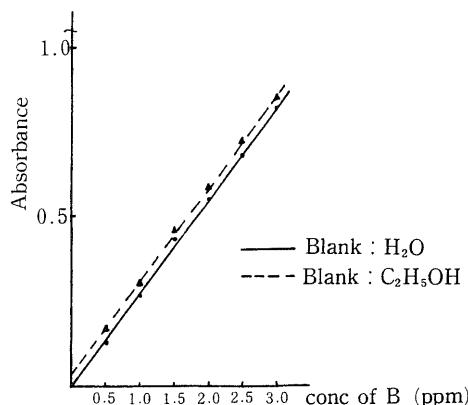


Fig. 5 Effect of hydrochloric acid (0.1N) in boric acid solution

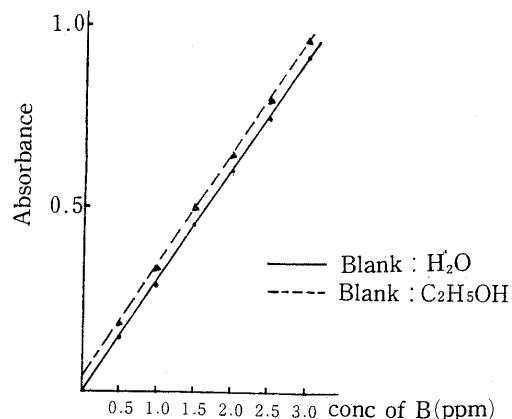


Fig. 6 Effect of hydrochloric acid (1 N) in boric acid solution

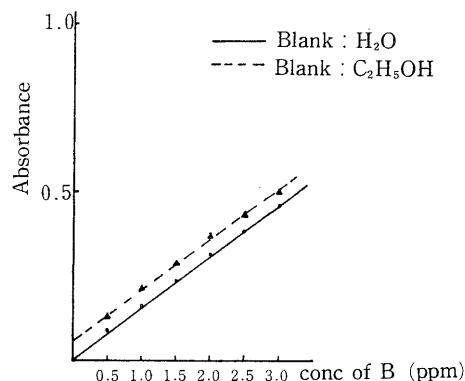


Fig. 7 Effect of hydrochloric acid (0.1N) in sodium borate solution

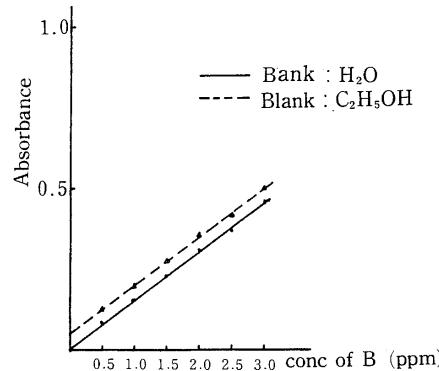


Fig. 8 Effect of hydrochloric acid (1 N) in sodium borate solution

2・1・7 塩の濃度による影響

各種濃度のほう酸溶液及びほう酸ナトリウム溶液(いずれも1ppmのほう素を含む)を調製し、これ等に濃度の異なる塩化カルシウム、塩化ナトリウムを添加した溶液の吸光度を、Fig. 9, 10に示す。

ほう酸溶液の場合は、塩化ナトリウムについては、濃度による変化はわずかであるが、塩化カルシウムについては、濃度が増すと吸光度も増加する。

ほう酸ナトリウム溶液の場合は、塩化ナトリウムについては、濃度が増すと吸光度も増加する。塩化カルシウムについては、濃度が増すと吸光度は減少する。

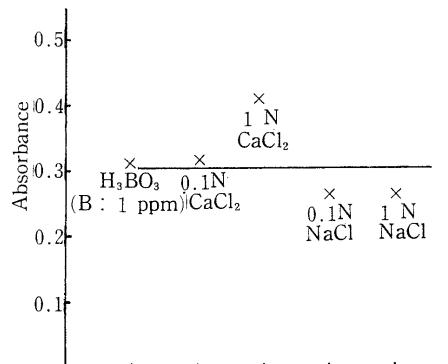


Fig. 9 Effect of salt in boric acid solution

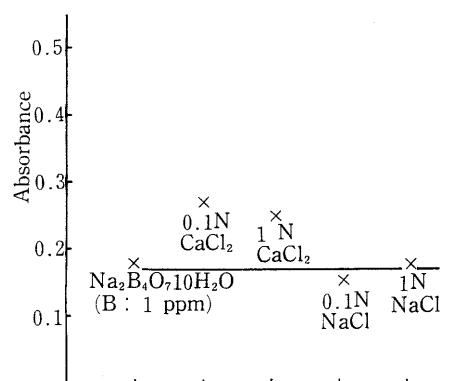


Fig. 10 Effect of salt in sodium borate solution

2・2 原子吸光光度法による定量

2・2・1 機 器

島津製作所：AA650型原子吸光分光光度計

2・2・2 試 薬

ほう酸ナトリウム10水和物(和光純薬特級)ほう酸、塩酸、硫酸、硝酸、塩化カルシウム2水和物(いずれも純正化学特級)

2・2・3 操 作

各種濃度のほう酸溶液、ほう酸ナトリウム溶液、及びこれ等に酸、塩等を加えた溶液を調製し、原子吸光光度法により吸光度を測定した。測定条件は次のとおりである。

亜酸化窒素-アセチレンフレームを使用。バーナー高さ4.5mm、スリット巾2, 流量(亜酸化窒素、アセチレンとも)8.0l/min。

2・2・4 ほう酸溶液及びほう酸ナトリウム溶液の検量線

原子吸光光度法の場合、ほう素の感度が高くないのを100~1,000ppmのほう素を含む溶液について測定を行った。各種濃度のほう酸溶液、及びほう酸ナトリウム溶液(100~1,000ppmのほう素を含む)の濃度と吸光度の関係をFig. 11に示す。ほう酸溶液は原点を通る直線であり、ほう酸ナトリウム溶液の場合も、ほぼ同じ直線となる。この場合の変動係数は0.034である。

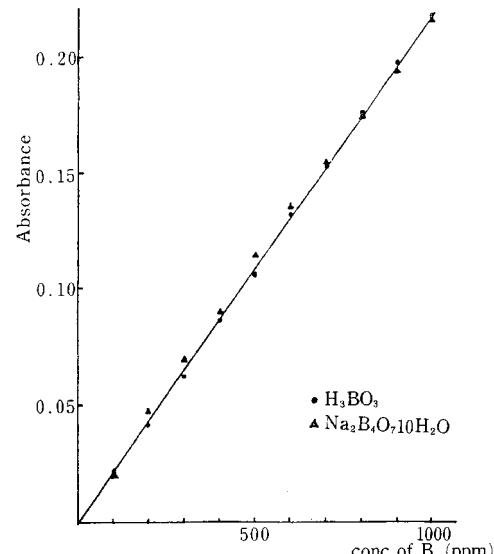


Fig. 11 Calibration curve of boron atomic absorption

2・2・5 塩酸の影響

各種濃度のほう酸ナトリウム溶液(100~400ppmのほう素を含む)を調製し, これ等に塩酸を最終濃度が0.5Nになるように添加して調製した溶液の吸光度と濃度との関係をFig. 12に示す。検量線は原点を通る直線となる。

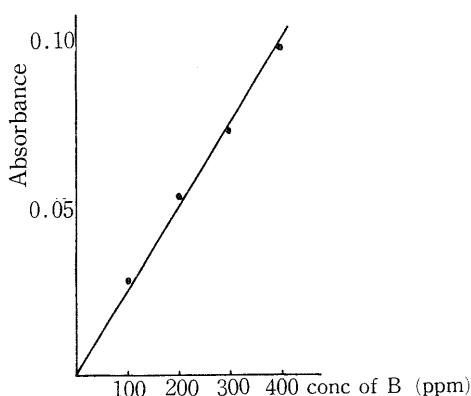


Fig. 12 Effect of hydrochloric acid (0.5N) in sodium borate solution

2・2・6 塩酸の濃度による影響

各種濃度のほう酸ナトリウム溶液(300ppmのほう素を含む)を調製し, これ等に塩酸を最終濃度が0.5~3Nになるように添加して調製した溶液の吸光度をFig. 13に示す。濃度が増すと, 吸光度も増加する傾向がある。

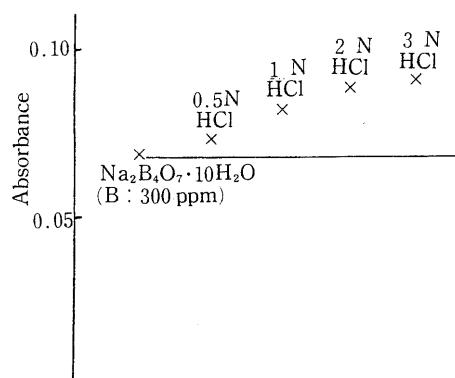


Fig. 13 Effect of hydrochloric acid in sodium borate solution

2・2・7 酸及び塩の影響

各種濃度のほう酸ナトリウム溶液(300ppmのほう素を含む)を調製し, これ等に硫酸, 硝酸, 塩化カルシウムを最終濃度が1Nになるように添加して調製した溶液の吸光度をFig. 14に示す。硫酸, 硝酸は, 吸光度を増加させ塩化カルシウムは減少させる。

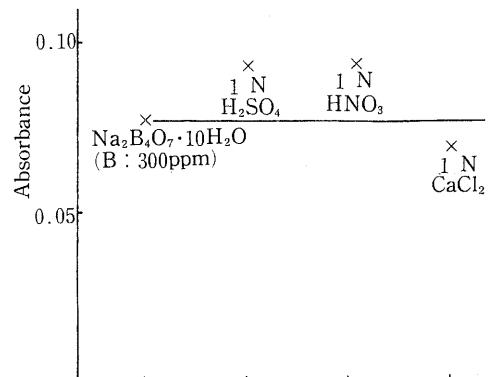


Fig. 14 Effect of acid and salt in sodium borate solution

4 要 約

- 1) 学振法では, ほう酸溶液と, ほう酸ナトリウム溶液では, 吸光度にかなりの差を認めたが, 原子吸光光度法では, ほとんど差は認められなかった。
- 2) 学振法はクルクミンで, 発色させるのに, 加温, 蒸発, 乾燥に約4時間要したが, 原子吸光光度法はその必要がなかった。
- 3) 学振法は, 対照液として, エチルアルコールを使用するよりも, 蒸留水を測定液と同様に処理したものを使用した方が, 検量線が原点により近づき標準添加法を使用する際に良い結果が得られる。
- 4) 原子吸光光度法, 学振法とともに, 共存物質の影響を受けるので, 検量線法で測定するときは, マトリックスを考慮して測定する必要があり, 一般試料についてのほう素を定量する場合は, 標準添加法によるのが望ましいと考えられる。

文 献

- 1) M. D. Amos and J. B. Willis : *Spectrochim, Acta*, **22**, 1325, (1966)
- 2) マグネシアクリンカー中のほう素定量方法 (学振法)
- 3) 長谷川敬彦, 保田和雄 : 原子吸光分析 講談社
- 4) 下村 滋, 長谷川敬彦, 保田和雄, 須見泰子 : 原子吸光分析 広川書店