안티몬 화합물질

2012

(Antimony compounds)

○고유번호 : 97-1-176

1. 원리

본법은 산용액중에서 tri-n-octylphosphine oxide(TOPO)와 안티몬(5가)을 반응시켜 킬레이트를 만들어 메틸이소부틸케톤(MIBK)으로 추출한 후 원자흡광광도법에 의해 정량한다.

2. 시약 및 기기

2.1 시약

(1) TOPO· MIBK용액

TOPO(tri-n-octylphosphine oxide, $C_{24}H_{51}OP$) 1g을 MIBK에 녹여 100㎖로 한다.

(2) 요오드화칼륨·아스코르빈산용액

요오드화칼륨(KI) 30g 및 L-아스코르빈산 10g을 염산 10㎖에 녹이고 물을 가하여 100㎖로 한다. 이 용액은 사용할 때 조제한다.

3. 시험방법

① 시료 적당량(안티몬으로서 0.1g 해당량)을 황산 25㎖를 가하여 주의하면서 가열용해하고 이것을 매스플라스크에 옮기고 25% 황산을 가하여 1000㎖로 한다. 이 시험액 중 100㎖를 메스플라스크에 취하여 25% 황산을 가하여 1000㎖로 한다. 이 용액 및 공시험용액 V㎖을 추출병에 취하여 여기에 염산 10㎖ 및 요오드화칼륨·아스코르빈산용액 10㎖를 가하여 수분간 방치한후 TOPO·MIBK용액 10㎖를 가하여 30초간 진탕한다. MIBK층의 분리후, MIBK층을 분취하여 이 액을 측정파장 231.1㎚에서 원자흡광광도법에 따라 흡광도를 측정하여 각각 A 및 A_b로 한다.

② 안티몬표준용액 및 물 V ㎖(보통 5~8㎖)를 각각 추출병에 취하여 염산 10㎖ 및 요오드화칼륨·아스코르빈산용액 10㎖를 가하여 수분간 방치한다. 이하 ①과 같이 하여 흡광도를 측정하여 각각 As 및 Ao로 한다.

또한 MIBK용액에 대하여 직접 무염(無炎)원자흡광광도법을 하여도 좋은 경우 주입양은 5~10㎕로 한다.

4. 정량

시료중의 안티몬 농도 C(㎎/ℓ 또는 ㎍/g)는 다음식에서 구한다.

안티몬 C(㎎/ℓ 또는 ㎍/g)

$$= 10 \times v \times \frac{A-A_b}{As-Ao} \times \frac{\text{시료용액 전량(㎖)}}{V} \times \frac{1}{\text{시료채취량(㎖)}}$$