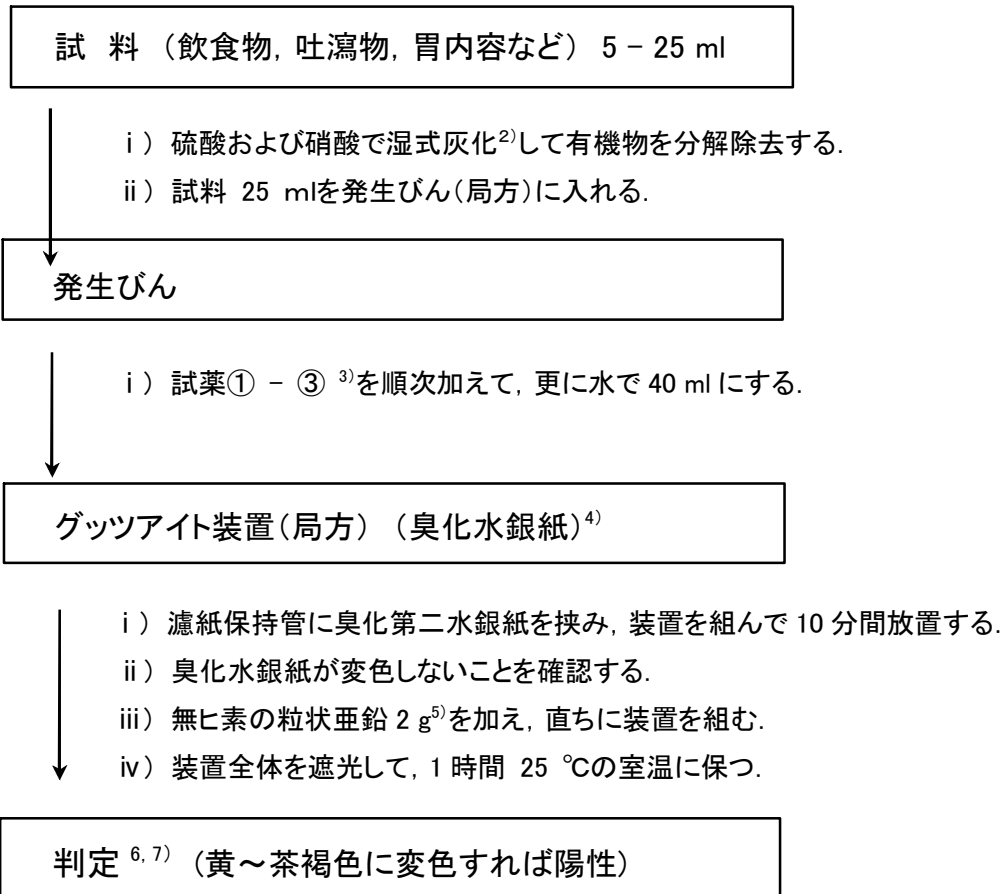


(2)グッツアイト法<sup>1)</sup>

## i) 操作法



## 【注 解】

- 1) ヒ化水素と臭化第二水銀紙が接触反応し, 白色の臭化第二水銀紙がヒ素の量に応じて, 黄色-黄褐色に変化することに基づく.
- 2) 乾燥物の場合は5 gに5倍量の水を加え, 液体試料の場合は5 - 25 mlに倍量の水を加え試料溶液を調製する. これらの試料を分解フラスコ(局方)に入れ, 硝酸 10 mlを加え混和する. 次に穏やかに加熱し, 激しい反応が収まれば冷却後硫酸10 mlを加えて加熱する. 内容が暗色になりはじめたら硝酸2-3 mlずつを追加しながら加熱を続ける. 無水硫酸の白煙を発生するまで加熱し内容物が微黄色から無色になれば分解は完了する. 冷却後, 分解液に水30 ml, 飽和シュウ酸アンモニウム溶液10 mlを加え, 白煙を発生するまで加熱する. 冷却後, アンモニア水でpH 4.5付近として試料とする.

## 2/ヒ素/グッツアイト法

### 3) 試薬

- ① 希HCl (17%) 5 ml
  - ② 1 N ヨウ化カリウム水溶液 5 ml
  - ③ 塩化第一スズ・HCl溶液 (塩化第一スズ4 gをHCl 250 mlで溶かし水250 mlを加える) 5 ml
- 4) 検出用臭化第二水銀紙:濾紙を5% 臭化第二水銀水溶液に1 時間浸した後, 乾燥させる.
  - 5) 不純物としてヒ素が含有されていない特級品を使用する.
  - 6) 検出用臭化第二水銀紙を取り外し, 変色をみる(30分以内に観察). ヒ素が存在(0.2-2  $\mu\text{g}$ )すれば, 変色がみられる.
  - 7) 臭化第二水銀紙の代わりに北川式検知管(アルシン用)を使用することにより, 精度と感度を高めることができる.