

## 植物試料の乾式灰化に伴う元素の損失

野中 信博<sup>Ⓐ</sup>, 樋口 英雄, 浜口 博\*, 戸村 健児\*\*

(1981年3月26日受理)

植物標準試料 Orchard leaves (NBS), 並びにササ(環境科学特別研究, 木羽班調製)を乾式灰化する際に, これら試料に含まれる 26 元素の損失率を原子吸光法, 並びに中性子放射化分析法により調べた。

植物試料約 30 g を高純度石英ざら並びに白金ざらにそれぞれ取り, 均一に広げ, 110 °C で 24 時間乾燥した後, 200 °C, 300 °C, 450 °C, 600 °C, 800 °C でそれぞれ 24 時間灰化を行い分析に供した。

分析結果から, ナトリウム, カリウム, ルビジウム, セシウムなどのアルカリ金属については, 灰化容器, 植物試料の種類の違いにより損失率が大幅に異なり, 特に石英容器での灰化はアルカリ金属の損失の主な原因となることが明らかとなった。水銀については 110 °C より, 又塩素, 臭素, セレン, クロム (Orchard leaves のみ) については, 200 °C で急速に損失しその後 450 °C まで温度の上昇にもかかわらず損失率は増加しないで 500 °C 以上で再び損失するパターンを示した。水銀については, 温度上昇とともに損失は連続的に増加した。ヒ素, アンチモンについては, 200 °C で損失が認められ, 以後温度上昇にもかかわらず損失率は一定の値を示した。その他, 銅, トリウムについては 600 °C 以上で損失がみられたが, アルカリ土類, 希土類元素, バナジウム, マンガン, 鉄, コバルト, 亜鉛, アルミニウムについては揮散又は灰化容器との融化による損失は認められなかった。

### I 緒 言

動物・植物試料中の微量元素, 並びに放射性核種の分析は, 生物学的見地ばかりでなく環境汚染の実態は握などの社会的要請からも重要性を増す傾向にある。これらの試料についても, 近年, 分析の信頼性向上, 手法の確立などの目的から研究所間の相互比較分析が行われているが, その分析結果は, しばしば大幅に異なることが報告されている<sup>1)2)</sup>。この不一致の原因としては, 組成の複雑さ, 含有量の不均一, 分析方法の違いなどが挙げられるが, 分析過程における前処理方法にも大きな要因があると考えられる。

動物・植物試料の前処理として, 特に簡便で, 試薬などからの汚染の恐れが少なく, 多量の処理ができる乾式灰化が現在好んで用いられている。しかし, 前述のような長所を持つ反面, 灰化に伴う元素の揮散損失あるいは, 灰化容器への融化などの問題も多く, 放射性同位元素を使用した多くの研究がなされているにもかかわらず, 明確な結論が得られていないのが現状である<sup>3)~8)</sup>。

本研究では, 灰化温度, 並びに試料の組成が元素の損失に対しどのように影響するかをみるため, 分析値の明らかな植物標準試料を用い, 温度条件を変え, 無機成分の損失を詳細に調べた。なお, 分析方法は元素の同時分析が可能となる中性子放射化分析法を主体に, 原子吸光法で行った。

### 2 実 験

#### 2.1 灰化試料

本研究では, 米国標準局 (NBS) より購入した Orchard leaves (SRM1571), 及び文部省特別研究(木羽班)で調製したササ(山形県米沢市天元台で生育する千島ササの葉部を乾燥粉碎したもの<sup>9)</sup>)を灰化用植物試料として使用した。

#### 2.2 装 置

試料の放射化は, 立教大学原子力研究所 TRIGA-II 型炉(熱出力 100 kW)の F リング照射孔(熱中性子束:  $1.5 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ )と回転試料だな(熱中性子束:  $5 \times 10^{11} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ )で行った。放射化分析における  $\gamma$  線の測定には, ゲルマニウム(リチウム)半導体検出器を 4096 チャンネル波高分析器に接続して使用した。

原子吸光分析は, Perkin-Elmer 社製 503 型原子吸光度計を使用した。植物試料の灰化は, 池田理化社製

\* (財)日本分析センター: 千葉県千葉市山王町 295-3

\*\* 立教大学原子力研究所: 神奈川県横須賀市長坂 2-5-1

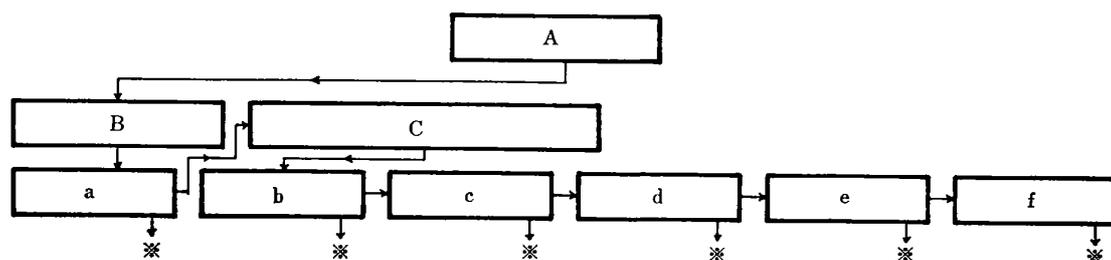


Fig. 1 Procedure for dry ashing of plant materials

A : Sample (Orchard leaves and bamboo leaves) 30 g; B : Electric oven; C : Electric muffle furnace; a : 110 °C-24 h; b : 200 °C-24 h; c : 300 °C-24 h; d : 450 °C-24 h; e : 600 °C-24 h; f : 800 °C-24 h; ※ 1 g of sample is taken for analysis.

Table 1 The condition of instrumental neutron activation analysis for plant materials

Neutron flux( $n\text{ cm}^{-2}\text{ s}^{-1}$ )	Irradiation time	Cooling time	Counting time	Elements determined
$1.5 \times 10^{12}$	(2~5) min	(5~20) min	(5~10) min	Al, Ca, Cl, Mn, V
$5 \times 10^{11}$	24 h	2 d	(30~50) min	As, Br, K, La, Na, Sb, Sm
$5 \times 10^{11}$	24 h	20 d	(50~100) min	Ba, Cr, Cs, Ce, Co, Fe, Hg, Rb, Se, Sc, Th, Zn

(6 kW) の電気マッフル炉(容積: 15 cm × 20 cm × 50 cm) を使用し, 助熱ガス, 強制換気などの特別な処置は行わなかった。

### 2.3 灰化試料の調製

植物試料 30 g を高純度石英ざら(平底形: 直径 10 cm, 深さ 1.5 cm) 又は白金ざら(丸底形: 直径 9 cm, 深さ 4 cm) に正確に量り取り, 均一に広げた後乾燥器で乾燥し, その後マッフル炉の中心部で灰化を行った。本研究における灰化方法, マッフル炉の昇温状況を Fig. 1, Fig. 2 に示した。なお, 各温度での試料の採取の後, 再び均一に広げ次の段階の温度に上昇する方法を採用した。

### 2.4 分析操作

**2.4.1 中性子放射化分析** 未乾燥・乾燥・灰化試料 {(50~300) mg} をそれぞれ 2 cm × 2 cm ポリエチレン

袋に封入し, 高純度試薬から調製した比較標準試料とともに原子炉で照射した。照射終了後, それぞれの生成核種の半減期に応じて, 適当な冷却時間後に, ゲルマニウム(リチウム)半導体検出器で計数した。Table 1 に照射・冷却・測定時間などの実験条件を Table 2 に核データをそれぞれ示した。

**2.4.2 原子吸光分析** 2.4.1 で定量の困難なマグネシウム, 銅については, 試料 (0.5~1) g を硝酸, フッ

Table 2 Nuclear data for activation analysis

Element sought	Nuclide formed	Half-life	$\gamma$ -Ray measured (keV)
Al	$^{28}\text{Al}$	2.24 min	1779
As	$^{76}\text{As}$	26.3 h	559
Ba	$^{131}\text{Ba}$	12.0 d	124
Br	$^{82}\text{Br}$	35.34 h	776
Ca	$^{49}\text{Ca}$	8.72 min	3084
Ce	$^{141}\text{Ce}$	32.5 d	145
Cl	$^{38}\text{Cl}$	37.3 min	1642
Co	$^{60}\text{Co}$	5.27 y	1332
Cr	$^{51}\text{Cr}$	27.7 d	320
Cs	$^{134}\text{Cs}$	2.06 y	796
Fe	$^{59}\text{Fe}$	44.6 d	1099
Hg	$^{203}\text{Hg}$	46.8 d	279
K	$^{42}\text{K}$	12.36 h	1525
La	$^{140}\text{La}$	40.3 h	1596
Mn	$^{56}\text{Mn}$	2.58 h	1811
Na	$^{24}\text{Na}$	15.0 h	1369
Rb	$^{86}\text{Rb}$	18.8 d	1077
Sb	$^{122}\text{Sb}$	2.68 d	564
Sc	$^{46}\text{Sc}$	83.8 d	889
Se	$^{75}\text{Se}$	118.5 d	265
Sm	$^{153}\text{Sm}$	46.8 h	103
Th	$^{233}\text{Pa}$	27.0 d	312
V	$^{52}\text{V}$	3.76 min	1434
Zn	$^{65}\text{Zn}$	244.1 d	1116

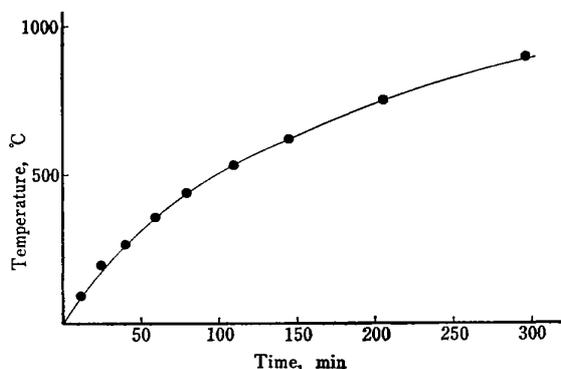


Fig. 2 Temperature rising curve of electric muffle furnace (100 V, 18 A) for dry ashing

化水素酸で完全に分解し, 蒸発乾固後, これを塩酸に溶解し測定試料とした. マグネシウムは直接に, 銅は DDTG-MIBK で抽出後, 原子吸光法で定量を行った.

### 3 結果と考察

#### 3.1 分析結果

本研究で得られた Orchard leaves の分析結果を, NBS 保証値を含む文献値とササの分析結果とともに Table 3 に示した. 又, Table 3 には両試料の組成差の目安になる含有量比も併記した.

Table 3 から明らかなように, Orchard leaves の非灰化試料の分析結果は, 文献値とよく一致している. 両植物試料を 600°C 以上で灰化した場合の主要成分は, Orchard leaves が炭酸カルシウム, ササは二酸化ケイ素と考えられる.

#### 3.2 元素の損失

各加熱温度における減量率を Fig. 3 に示した. 110

Table 3 Comparison of elemental contents of standard reference materials obtained in this work with the reported values (ppm)

Element	Orchard leaves		Bamboo leaves	
	This work	NBS value <sup>10)</sup>	This work	Concentration ratio†
Al	460±7	410	236±16	1.9
As	10.0±0.1	10±2	0.13±0.02	77
Ba	45±6	46.3	47±8	1.0
Br	10.0±2.1	9.14	7.75±0.20	1.3
Ca (%)	2.29±0.04	2.09±0.03	0.269±0.032	8.5
Ce	0.98±0.07	1.0	1.15±0.04	1.2††
Cl	720±15	721	880±10	1.2††
Co	0.19±0.04	0.17	0.70±0.03	3.7††
Cr	2.2±0.4	2.6±0.3	36.0±0.4	16††
Cs	0.040±0.009	0.031	0.11±0.01	2.8††
Cu	11.2	12±1	6.6	1.7
Fe	291±24	300±20	740±16	2.5††
K (%)	1.50±0.03	1.47±0.03	0.736±0.057	2.0
La	1.22±0.02	1.24	0.13±0.03	9.4
Mg	5140±190	6200±200	1160±260	4.4
Mn	103±5	91±4	258±2	2.5††
Na	86±1	82±6	38.1±0.8	2.3
Rb	13±0.9	12±1	8.5±0.6	1.5
Sb	3.1±0.03	2.9±0.3	0.057±0.007	54
Sc	0.041±0.004	0.068	0.024±0.002	1.7
Se	0.083±0.004	0.08±0.01	0.064±0.012	1.3
Si (%)	0.0600	0.0480	3.76	63††
Sm	0.15±0.02	0.13	0.042±0.012	3.6††
Th	0.09±0.05	—	0.015±0.008	6.0
V	0.75±0.11	0.61	0.47±0.12	1.6
Zn	24±0.4	25±3	21.7±0.7	1.1

† Concentration in Orchard leaves/concentration in Bamboo leaves; †† Concentration in Bamboo leaves/concentration in Orchard leaves

°C では両試料とも約 10% 減少し, 200°C では Orchard leaves が 85%, ササが 65% と相互に異なった減量率を示している. (300~600)°C では, 加熱温度とともに漸減し, 600°C 以上では両試料ともほぼ一定の値を示している. これらのことから, 200°C 前後で主構成元素である炭素, 窒素, 水素, 酸素などが揮散し急速に化学組成に変化が生じたものと考えられる.

アルミニウムから亜鉛までの 26 元素について, 加熱温度に対する損失率 (非加熱試料と加熱試料の濃度比較により算出) を Fig. 4 に示した. ただし, 水銀については, 適当な標準試料がなかったため, <sup>203</sup>Hg の計数値比較により算出した.

以下に損失パターンから分類した各元素の損失について述べる.

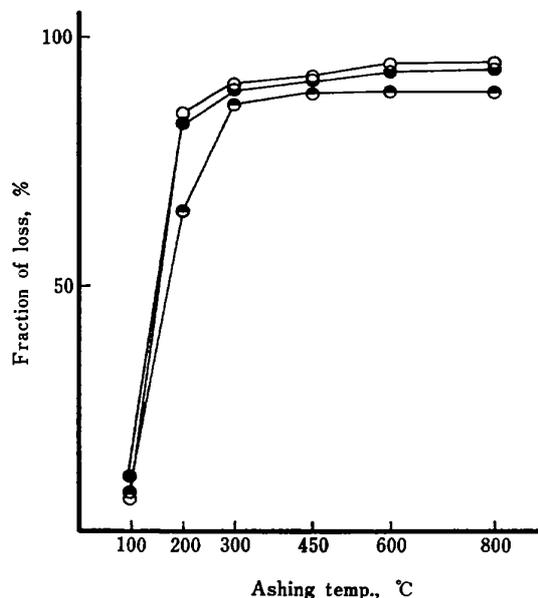


Fig. 3 The relationship between fraction of loss and ashing temperature

○ Orchard leaves (quartz dish); ● Orchard leaves (platinum dish); ● Bamboo leaves (quartz dish)

**3.2.1 アルカリ金属** 試料の種類, 灰化容器の違いによって異なったパターンを示している. 石英ざらで灰化した場合, 白金ざらより損失率が大きく, 450°C から損失が始まっている. これはアルカリ金属と石英ざらとの反応により, 石英ざら中へ移行することと推定される. 久我ら<sup>11)</sup>による実験においても同様な残留現象が観察されている. 従ってアルカリ金属の定量には, 白金ざらの使用が適当であり, 更に損失を抑えるため 500°C 以下での灰化が必要と思われる. 一方, 植物の種類による違いでは, Orchard leaves に比較してササのほうが損失率が低い. アルカリ金属の中で蒸気圧の高いセシウ

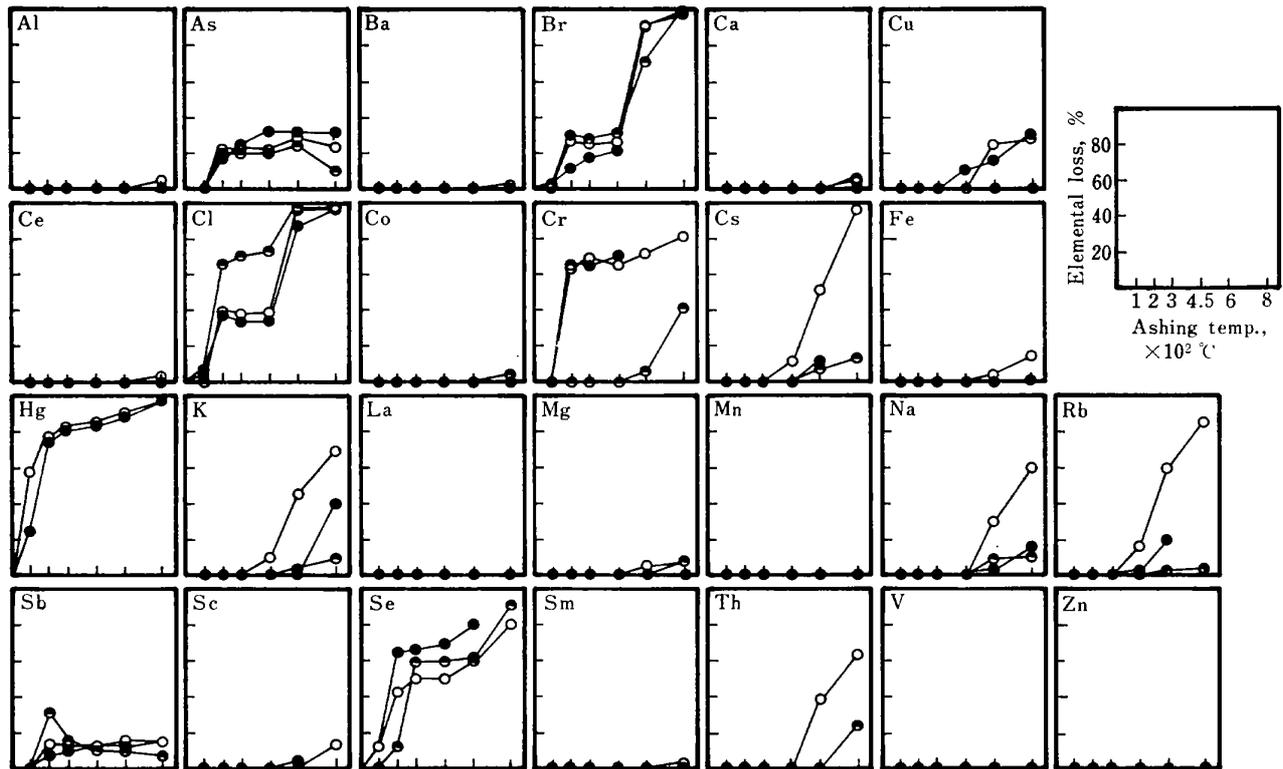


Fig. 4 The relationship between elemental loss and ashing temperature

○ Orchard leaves (quartz dish); ● Orchard leaves (platinum dish); ◐ Bamboo leaves (quartz dish)

ムにおいても  $600^{\circ}\text{C}$  では、5%の損失がみられるだけである。その原因として Table 3 から明らかなようにササのほうが、Orchard leaves に比較して、二酸化ケイ素の含有量が約 63 倍高く、ササの主要成分であるため、アルカリ金属はケイ酸塩に移行し、より不揮発性になるものと思われる。又、白金ざらにおける  $600^{\circ}\text{C}$  でのナトリウムからセシウムまでの損失率は、単体又はその化合物の蒸気圧の順序はセシウム>ルビジウム>カリウム>ナトリウムの順に変化している。これらの事実からアルカリ金属の損失については、酸化物、又はハロゲン化合物の形で揮散が進行しているものと考えられる。

**3.2.2 ヒ素、アンチモン**  $200^{\circ}\text{C}$  でヒ素は 20%、アンチモンは 10% 損失し、以後温度上昇にもかかわらず一定の損失を示し、 $800^{\circ}\text{C}$  になっても損失しない。この事実から、 $200^{\circ}\text{C}$  前後で植物試料中でのこれらの元素の化学種が揮発性化合物から不揮発性化合物へと変化したものと考えられる。ヒ素、アンチモンの損失についての従来の研究<sup>4)</sup>には、ココアに放射性ヒ素、アンチモンを添加して調べたものがあるが、その損失率は、それぞれ 10%、5% と本研究に近い値が得られている。本研究と上記のトレーサー実験の結果が、比較的良く一致していること、Orchard leaves、ササともよく損失パターンが一致していることから、他の植物試料の灰化でも

同程度の損失が予想されるが、一方、河島ら<sup>12)</sup>による研究では、ヒ素の損失率は植物の種類によって異なっており、最大約 40% の値を示している。従って、損失と化学形との関係について今後の検討が必要となる。

**3.2.3 水銀、クロム、セレン、塩素、臭素** これらの元素は、 $(110\sim 200)^{\circ}\text{C}$  の間で損失が始まっている。又、温度上昇に伴う損失の様子は、元素並びに試料の種類によって微妙に異なっていることも判明した。

水銀は  $110^{\circ}\text{C}$  で約 50% 損失し、 $200^{\circ}\text{C}$  では 80%、 $800^{\circ}\text{C}$  では大部分損失しており、加熱減量率とよく似たパターンを示している。 $110^{\circ}\text{C}$  で、約 50% 損失することから植物試料の水銀の定量には、極度の注意が必要であることが理解できる。

クロム、セレン、塩素、臭素は、 $(110\sim 200)^{\circ}\text{C}$  で損失が始まり(ササにおけるクロムは、 $600^{\circ}\text{C}$  から損失が始まる)、 $(200\sim 450)^{\circ}\text{C}$  では温度の上昇にもかかわらず損失率は増加していない。更に  $500^{\circ}\text{C}$  以上では再び増加し、 $800^{\circ}\text{C}$  では、塩素、臭素は 100%、クロム、セレンでは 80% 損失するという特異的なパターンを示している。これらの元素は、 $200^{\circ}\text{C}$  前後で加熱減量率が急速に変化すると対応し損失するものと考えられる。又、 $(200\sim 450)^{\circ}\text{C}$  の間で一定の損失率を示したことは、この温度範囲では非揮発性の元素と結合し、より安

定な形で存在しているものと考えられる。500°C 以上では、再び安定な化合物も分解が始まり、損失すると推定される。又、クロムは、試料の種類によって損失の様子が、大きく異なっている。Orchard leaves では、200°C では 60% 以上損失しているのに対し、ササでは、600°C になって初めて損失が見られる。クロムの損失についての報告は多く、Behne ら<sup>13)</sup>は、ビール酵母中のクロムを定量する際、220°C で 30% 損失するとの報告をしており、Orchard leaves と傾向は一致している。逆に、Kumpulainen<sup>7)</sup>は、<sup>51</sup>Cr をラベルしたイースト菌で実験を行いクロムは揮散しないことを確かめている。本研究の結果では、クロムの損失は試料ごとに異なっており、損失が生ずるか否かはクロムの試料中の化学形態に大きく依存するものと考えられる。一方、動物組織の標準試料である NBS Bovine liver (SRM-1577) のクロムの分析値も (0.05~1.9) ppm と大きな範囲にわたっており、この原因として試料中で、揮発性化合物となり分析前、あるいは途中で揮散したと考えられている<sup>10)</sup>。これらの事実から灰化法を日常分析の前処理方法として採用する場合には、同種の試料であらかじめ損失が生ずるか否かを確かめることが必要である。

**3.2.4 銅, トリウム** 試料の種類並びに灰化容器の違いにより、損失率のパターンは異なっている。銅について Orchard leaves の場合、灰化容器の種類によらず温度上昇とともに損失率も上昇している。銅についてのトレーサー実験で、Gorsuch<sup>4)</sup>は石英容器に 14% 附着していることを見だし、灰化の際の損失は、容器への融解が主な原因としている。一方、久我ら<sup>11)</sup>の実験では、600°C で石英るつぼ 5%、白金るつぼ 10% 以上附着することを示しており、Gorsuch の結果と矛盾している。札川ら<sup>14)</sup>は、茶葉を乾式灰化する場合、800°C で石英容器に大幅に固着することを見だしているが、本研究では、Orchard leaves の場合、容器の種類による差が見られないこと、450°C で損失が始まっていること、ササでは損失が生じないことから容器への融解より揮散が主な原因と思われる。ササの場合、800°C でも損失が起こらないことから、アルカリ金属同様、主要成分である二酸化ケイ素と結合し揮散が生じなかったものと考えられる。

トリウムの場合、石英ざらで灰化した Orchard leaves は 600°C で 40%、800°C で 60% 損失するが、白金ざらでは損失はなかった (800°C の分析値は、灰化の際の容器から白金の汚染が生じ定量できなかった)。このことから、銅と異なり、損失の多くは石英ざらへの

融解が原因と思われる。

**3.2.5 非揮散, 非損失元素** マグネシウム, カルシウム, バリウムなどアルカリ土類, スカンジウム, ランタン, セリウム, サマリウムなど希土類元素, パナジウム, マンガン, 鉄, コバルト, 亜鉛, アルミニウムは、試料の種類, 灰化容器によらず 800°C までは、損失は見られなかった。

#### 4 結 語

乾式灰化における元素の損失は、主成分である有機物の種類, 試料中での元素の化学形態, 灰化温度, ふん囲気が主として関与する。本研究では植物の種類, 並びに灰化温度についての影響を調べた。その結果, 多くの元素についてその損失率のパターンは, 数群に分類することができた。又, 損失の割合は灰化温度, 植物の種類並びに灰化容器に大きく依存するという知見が得られた。特にクロムの損失については, 従来から議論の分かれるところであるが, Orchard leaves, ササに見られるように試料の種類により大きく異なることが今回の実験で明らかになった。従って, 目的元素又は放射性同位元素を使用した灰化実験から, 損失率を推定する従来の方法は, 試料中での化学形態が明らかでない以上, 望ましい方法ではない。損失について本研究のように試料ごとに灰化を行い, 元素間の関係を調査し, 全体像を得ることが重要であることが分かった。

乾式灰化法は簡便な前処理方法として日常分析でしばしば用いられるが, 損失についての情報を正確には握ることにより, 有効に利用できることを確認した。

(1980年10月, 第24回放射化学討論会において講演)

#### 文 献

- 1) H. J. M. Bowen : *Analyst* (London), **92**, 124 (1967).
- 2) R. Fukai, B. Oregioni, D. Vas : *Oceanologica Acta*, **1**, 391 (1978).
- 3) 鈴木信男 : 日化, **80**, 269 (1959).
- 4) T. T. Gorsuch : *Analyst* (London), **84**, 135 (1959).
- 5) T. T. Gorsuch : *Analyst* (London), **87**, 112 (1962).
- 6) H. O. Fourie, M. Peisach : *Analyst* (London), **102**, 193 (1977).
- 7) J. Kumpulainen : *Anal. Chim. Acta*, **91**, 403 (1977).
- 8) 今井佐金吾 : 分化, **27**, 611 (1978).
- 9) T. Kiba : "Special Project Research on Detection and Control of Environmental Pollution", Vol. 1, Environmental Trace Analysis and Determination of Chemical Pollutants, p. 109 (1979).
- 10) R. A. Nadkarni, G. H. Morrison : *J. Radionucl.*

- Chem.*, **43**, 347 (1978).
- 11) 久我 和夫, 菅谷 功, 辻井 完次: 分化, **28**, 201 (1979).
  - 12) 河島 達郎, 甲田 善生, 山本 俊夫: 第 22 回放射化学討論会, p. 226 (1978).
  - 13) D. Behne, P. Brätter, H. Gebner, G. Hube, W. Mertz, U. Rösick: *Fresenius' Z. Anal. Chem.*, **278**, 269 (1976).
  - 14) 札川 紀子, 川瀬 晃: 分化, **27**, 353 (1978).

☆

**Losses of the elements during dry ashing of plant materials.** Nobuhiro NONAKA, Hideo HIGUCHI, Hiroshi HAMAGUCHI\* and Kenji TOMURA\*\* (\*Japan Chemical Analysis Center, 295-3, Sannocho, Chiba-shi, Chiba; \*\* The Institute for Atomic Energy, Rikkyo University, 2-5-1, Nagasaka, Yokosuka-shi, Kanagawa)

Dry ashing technique has been considered to cause potential errors due to loss of elements by volatilisation or by reaction with the vessel. To obtain an overall view of elemental loss, the dry ashing was applied to the standard reference materials such as Orchard leaves(NBS) and Bamboo leaves. The ashing condition was as follows; The temperature varied from 200 °C to 800 °C by stepwise heating and the duration of heating at each temperature was 24 h. Concen-

trations of 25 elements in a sample were determined by means of atomic absorption spectrometry and neutron activation analysis using a Ge(Li) detector. The results obtained were as follows; (1) The losses for alkali elements were dependent on crucible materials and sample species. The losses increased with temperature and they were serious when a silica dish was used. (2) The loss for mercury was found above 110 °C and simply increased with temperature. On the other hand, chlorine, bromine, selenium and chromium showed complicated patterns in which the first losses occurred at 200 °C, no additional losses being observed at each following step of heating between 200 °C and 450 °C, and they increased again above 500 °C. (3) The losses for arsenic and antimony occurred at 200 °C, but any losses could not be observed above 200 °C. (4) No losses were detected over the temperature range studied for alkaline earths, rare earths, vanadium, manganese, iron, cobalt, zinc and aluminum.

(Received Mar. 26, 1981)

**Keyword phrases**

loss of element; dry ashing; orchard leaves(NBS); neutron activation analysis.

## 熱加水分解-イオンクロマトグラフィーによる タンタル中の塩素、フッ素の同時定量

石橋 濟<sup>®</sup>, 菊池 良次, 山本 浩三\*

(1981年3月3日受理)

約 90 °C の水中を通して水蒸気を含ませた窒素をキャリアーガスとして流しながら, タンタル金属の粉末を 800 °C 付近で熱加水分解し, 塩素及びフッ素をタンタル金属から抽出してアルカリ性溶液に捕集した後, 塩化物イオン及びフッ化物イオンのイオンクロマトグラムを測定して塩素及びフッ素を同時に定量する迅速簡便な方法を確立した. 定量下限は 1 ppm, 定量下限の約 10 倍濃度の塩素及びフッ素を含む試料の分析における変動係数は塩素で 6%, フッ素で 2%, 分析所要時間は約 30 分であった.

**1 緒 言**

タンタル金属に含まれる塩素とフッ素の定量方法は, 新金属協会タンタル分析委員会編「タンタルの金属及び

\* 昭和電工(株)総合技術研究所: 東京都大田区多摩川 2-24-25

鉍石の分析<sup>1)</sup>に詳細な記述があり, 特にタンタル中のフッ素の定量方法は, 日本工業規格 JIS H 1698 (1976) に制定されている. すなわちフッ素の定量方法には, 熱加水分解<sup>2)~5)</sup>-ランタンアリザリコンプレクソン吸光度法<sup>3)4)6)7)</sup>が用いられている. 塩素の定量方法には, タンタルをフッ化水素酸と硝酸で分解した後, 塩化銀