

メタル炉原子吸光法による高純度鉛中の銀、銅、鉄及び亜鉛の定量

札川 紀子[®], 日置 昭治*

(1987 年 4 月 16 日受理)

メタル炉 AAS を用いて高純度鉛中の Ag, Cu, Fe 及び Zn の迅速、高精度な定量法の検討を行った。Pb を硝酸に溶解した後、Pb を硫酸鉛の沈殿として除去し、その上澄み液を炉中標準添加-メタル炉 AAS で定量した。更に定量値の正確さを確かめるために、Ag はジチゾン-ベンゼン抽出法、Cu はバクブプロイン-クロロホルム抽出法により目的元素を分離した後メタル炉 AAS で定量する方法も検討した。本方法に関する、乾燥、灰化、原子化条件、シースガスの組成と流量、妨害元素及びその除去などの定量条件について検討した。これらの結果を用いて、英国標準試料 BCS No. 210e 高純度鉛中の標記不純物を定量した結果、保証値と良く一致した結果を得た。又、鉛標準液の一次標準物質となる高純度鉛中の不純物の定量に応用し好結果を得た。

1 緒 言

高純度金属中の不純物の定量には種々の方法が用いられているが^{1)~3)}、分析操作中の汚染による誤差が大きく、この点を考慮すると分析操作が単純で、時間のかからない方法であることが必要である。又、目的成分が微量であり、前述の条件を考慮すると、高感度で少量の試料で定量できる方法を用いることが望ましい。

この目的に合う分析方法の一つとして、フレイムレス AAS がある。

この方法は、非常に高感度であり定量に必要な元素量は、通常数 ng~pg オーダーであり、微量不純物の定量には最も適した方法の一つである。加熱体として黒鉛炉を用いる黒鉛炉 AAS は多くの特徴をもっているが、繰り返し精度が悪く、分析者の熟練を必要とするなどの欠点をもっている。一方、メタル炉を加熱体とする方法は、原子化温度が高い元素には適していないが、試料溶液の炉材中への染み込みがないため、高い繰り返し精度と、優れた操作性をもつ方法である。

これらの特徴を利用して、メタル炉 AAS による高純度鉛中の Ag, Cu, Zn 及び Fe の 4 元素の定量方法を検討した。

定量方法として、酸溶解した試料溶液を直接、メタル

炉 AAS で測定する方法が最も簡単ではあるが、主成分の Pb の妨害があり、高い定量精度が必要 なときには Pb を分離する必要があった。

Pb の除去には、沈殿法や溶媒抽出、電解法などが考えられるが、AAS は選択性が高いため、マトリックスの完全な分離は不必要である。このため主成分を硫酸鉛の沈殿として除去し、残存する Pb、溶液の液性の影響などを補償するため炉中標準添加法⁴⁾を用いて定量した。

Ag 及び Cu については、それぞれジチゾン-ベンゼン及びバクブプロイン-クロロホルム抽出法による抽出/メタル炉 AAS も、併せて検討し、定量値の正確さを確認した。

この結果を用いて英国標準試料 BCS No. 210e 高純度鉛を分析したところ保証値と良く一致した。又、本方法を用いて鉛標準液の一次標準物質となる高純度鉛の定量を行い、良好な結果を得たので報告する。

2 装置及び試薬

AAS 装置はセイコー電子工業製 SAS-725S 型、フレイムレスアトマイザー SAS-704 型を用いた。

シグナルは自作の積分計、ピーク計で測定した⁵⁾。

時間-吸光度曲線は 10 ビットのトランジェントメモリーを内蔵した日本電子科学製ストレージレコーダー S228 型を用い記録した。

原子化時の炉の温度測定は、千野製作所製 IR-P 型放射温度計 (±2%) を用いた。吸光度シグナル及び炉の

* 工業技術院化学技術研究所 : 305 茨城県筑波郡谷田部町東 1-1

温度変化はストレージオシロスコープでモニターした。

メタル炉はボート型炉で 99.9% タングステン製を用いた。Cu, Fe, Zn 及び Pb の標準溶液は、それぞれの高純度金属を硝酸、塩酸又は過塩素酸で加熱溶解し、塩酸又は硝酸を用いた場合には過塩素酸を添加し、白煙処理を行った後、約 0.05 mol dm^{-3} 過塩素酸溶液とした。Ag は硝酸銀 (99.8%) を蒸留水で溶解したものを標準溶液として用いた。

使用時、上記溶液の必要量を採取し 0.05 mol dm^{-3} 過塩素酸溶液で希釈した。

分析線は、それぞれ、Ag : 328 nm, Cu : 324 nm, Fe : 248 nm, Zn : 213 nm を用い定量を行った。

硝酸、塩酸、過塩素酸及び硫酸は、関東化学製超高純度試薬を用いた。Cu の抽出に用いる塩酸ヒドロキシルアンモニウム溶液及び酢酸ナトリウム溶液は、バンクブロインクロロホルムで数回抽出を行い精製した。

分析に使用した試料は、高純度金属鉛 (住友金属鉱山製 99.999%) 及び BCS No. 210e の 2 種類である。分析試料はステンレス鋼製はさみで切断し、次に薄い塩酸及び硝酸で洗浄した後、アセトン 2 回洗浄し、窒素雰囲気乾燥した。

3 原子吸光測定条件

本装置による原子吸光測定の加熱過程は、比較的低温の“乾燥”及び“灰化”過程と高温の“原子化”過程との 3 段階に分かれている。本実験では定量精度を高めるために、“乾燥”過程は試料中に存在する硫酸の除去ないしは抽出液中の有機物の分解のための過程とし、次の“灰化”過程は前過程で生成した物質をできるだけ一定条件で原子化できるための試料の予備ないしは調製過程であると考えて、それぞれの条件を決定した。

3.1 “乾燥”及び“灰化”過程

炉中標準添加法による直接定量法においては、試料溶液中に存在する硫酸を十分に除去しなければ、原子化過程において濃い白煙を発生し、補正しきれないほどバックグラウンド吸収及び化学干渉が起き、測定値の繰り返し精度が悪くなる。このため“乾燥”過程は硫酸 (4.5 mol dm^{-3}) の完全な除去を目的として時間を 30 秒とし、温度を $130 \sim 380^\circ\text{C}$ (“灰化” : 180°C 12 秒, “原子化” : $2250 \sim 2300^\circ\text{C}$, 1~2 秒に固定) まで変化させたときの原子吸光の変化を測定したところ、 285°C が温度の変化による影響が少なく、吸光度も一定していることが明らかになった。このため、硫酸を含む溶液については、 285°C , 30 秒を“乾燥”過程の条件とした。

5 に記述するような有機溶媒抽出液については、有機溶媒の揮発と、有機試薬及び錯体の分解が主目的であるため、比較的低温で十分である。先に述べた 0.45 mol dm^{-3} 硫酸溶液試料と同様な“灰化”及び“原子化”条

件下で測定値の繰り返し精度が高く、一定の吸光度を与える温度を求めた。この結果、 130°C , 30 秒が最も適していることが明らかとなり、抽出試料については、これを“乾燥”過程の条件とした。

“灰化”過程は、試料の調製過程あるいは“原子化”の予備過程であるので低温での処理を行うことにした。この過程は、次の原子化過程に直接つながるため、この過程における温度の変化は、炉の昇温速度に影響を与え、吸光ピークの形、ピークの高さの変化を招くので、温度の厳密な制御が必要である。

“灰化”過程では、時間を 12 秒とし、温度を $115 \sim 550^\circ\text{C}$ まで変化させ、前記定量条件で吸光シグナルの測定を行った。この結果、 0.45 mol dm^{-3} 硫酸溶液とした試料では、Ag, Cu, Fe, Zn のいずれの元素についても 550°C までは吸光度の変化はなかった。又、Ag 及び Cu の抽出液について、銀抽出液では 440°C , 銅抽出液では 250°C までは吸光度の変化は認められず、安定した吸光度を与えた。これ以上の温度では吸光度の減少が認められた。

以上の検討結果から、操作上の簡易化を考慮して、“灰化”過程の条件はすべて 180°C , 12 秒とした。

3.2 “原子化”温度

乾燥、灰化条件を 3.1 に述べた条件に設定し、原子化時間を 1~2 秒としたときの原子化時の炉の最高温度と吸光度 (積分値及びピーク値) との関係を求め、最適条件の検討を行った。

この結果を Fig. 1 及び Fig. 2 に示した。硫酸酸性溶液の Cu, Fe 並びに Ag, Cu の抽出溶液は、原子化温度が高くなるに従って吸光度のピーク値は高くなるが、積分値は逆に減少する傾向を示した。又、Ag, Zn の硫酸酸性溶液は、ピーク値及び積分値ともに原子化温度変化による吸光度の変化は小さい。

以上の検討結果から原子化温度は 4 元素ともに吸光度変化の少ない $2250 \sim 2300^\circ\text{C}$ の間の一定温度を選んだ。この条件では吸光度の極大が現れる時間は、原子化過程開始後、それぞれ Ag : 360 ms, Cu : 570 ms, Zn : 320 ms, Fe : 790 ms であり、吸光度シグナルは、Ag, Cu 及び Zn では 800 ms でほとんど消滅するが、Fe の吸光シグナルの消滅には 1500 ms が必要であった。このため原子化時間は前 3 者では 1 秒、後者では 2 秒に設定した。又、以上の結果により、吸光度の測定は温度変化の影響の少ない積分吸光度を主として用いることにした。

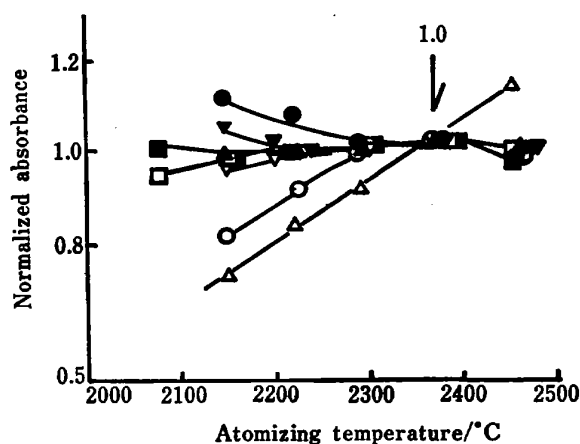


Fig. 1 Effect of atomization temperature on absorbance of Cu, Ag, Fe and Zn in $0.45 \text{ mol dm}^{-3} \text{ H}_2\text{SO}_4$ solution

●○: Cu 0.4 ng; ■□: Ag 0.03 ng; ▲△: Fe 1.0 ng; ▼▽: Zn 0.03 ng; ●■▲▼: integrated absorbance; ○□△▽: peak height absorbance; Absorbance: normalized to atomizing temperature 2380°C

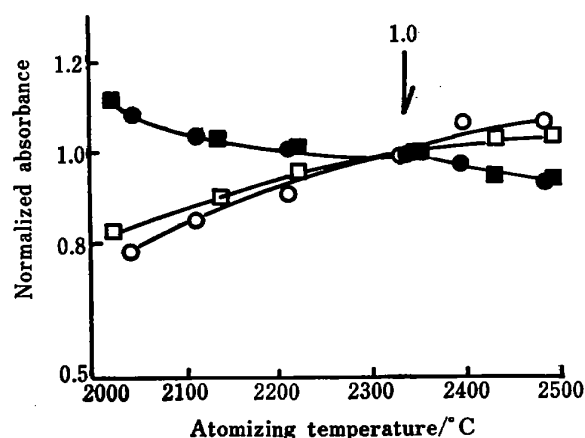


Fig. 2 Effect of atomization temperature on absorbance of Cu and Ag in extracted solutions

●○: Cu 0.4 ng Bathocuproine- CHCl_3 ; ■□: Ag 0.03 ng Dithizone- C_6H_6 ; ●■: integrated absorbance; ○□: peak height absorbance; Absorbance: normalized to atomizing temperature 2330°C

3.3 シースガス

メタル炉の酸化を防ぐため, 又炉室内を還元雰囲気とするためにアルゴン-水素の混合ガスをチャンバー内に流入するが, このシースガスのアルゴンと水素の混合比が吸光度に与える変化を測定した。アルゴン流量を 5 l min^{-1} に固定し, 水素流量を 0.1 l min^{-1} から 1.3 l min^{-1} まで変化させた場合の積分吸光度の変化を測定

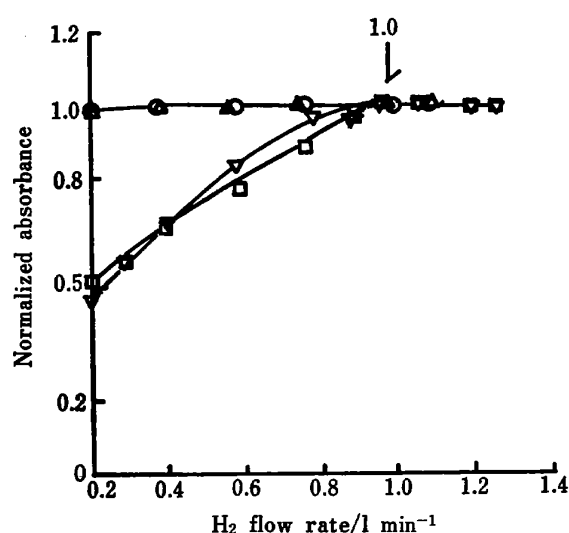


Fig. 3 Effect of hydrogen flow rate on integrated absorbance of Cu, Ag, Fe and Zn in $0.45 \text{ mol dm}^{-3} \text{ H}_2\text{SO}_4$ solution

△: Fe 1 ng; ○: Zn 0.03 ng; ▽: Cu 0.4 ng; □: Ag 0.03 ng; Ar: 5 l min^{-1} ; Absorbance: normalized to H_2 1.0 l min^{-1}

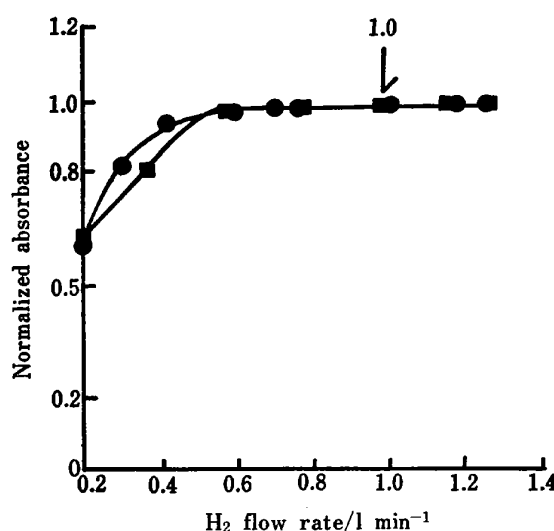


Fig. 4 Effect of hydrogen flow rate on integrated absorbance of Cu and Ag in extracted solution

●: Cu 0.4 ng Bathocuproine- CHCl_3 ; ■: Ag 0.03 ng Dithizone- C_6H_6 ; Ar: 5 l min^{-1} ; Absorbance: normalized to H_2 1.0 l min^{-1}

し, その結果を Fig. 3 及び 4 に示した。硫酸酸性溶液の場合, Cu, Ag は 1.0 l min^{-1} 以上の水素流量を流した場合, 水素流量の変化に対する吸光度の変化は少なく, 一定値を示すが, Fe, Zn は, 少量の水素流量で安定したシグナルを与える。又, Cu, Ag の抽出溶液については 0.5 l min^{-1} 以上の水素流量が必要であった。

以上の検討結果からアルゴン 5.0 l min^{-1} に対し水素流量は Fe, Zn の場合には 0.8 l min^{-1} , Ag, Cu の場合には硫酸酸性溶液, 有機溶媒抽出溶液ともに, 1.1 l min^{-1} とした。

シースガスの組成, 流量が吸光度に与える影響は複雑である⁶⁾。実験結果では水素流量が 0.4 l min^{-1} 以下になると, 目的元素の吸光シグナルのほかにタングステン酸化物によるバックグラウンド吸収が認められた (Fig. 5)。Zn, Fe の吸光シグナルは, それぞれタングステン酸化物のシグナルの前と後に現れ, それに対して, Ag, Cu の吸光シグナルはタングステン酸化物の吸収シグナルと重複している。このように, 水素流量が少ないと炉の酸化が起こり, この酸化物の揮発と目的元素の原子化過程が重複する元素 (Ag, Cu) では負の干渉を受けて吸光度が減少する傾向を示すことが明らかになった。原子化部にタングステン炉を用いる場合には, 水素流量の設定には十分な検討が必要である。

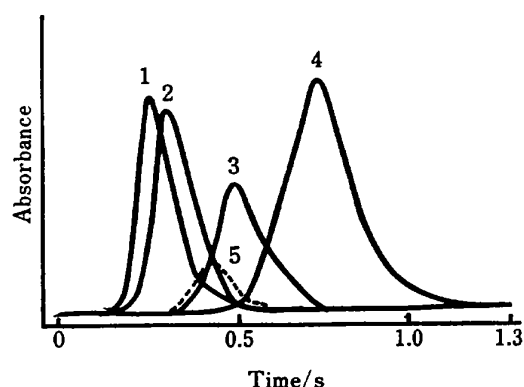


Fig. 5 Time-absorbance profiles for Zn, Ag, Cu and Fe in $0.45 \text{ mol dm}^{-3} \text{ H}_2\text{SO}_4$ solution
1: Zn 0.03 ng ; 2: Ag 0.03 ng ; 3: Cu 0.4 ng ; 4: Fe 1 ng ; 5: WO_x background absorbance; H_2 : 0.2 l min^{-1}

4 Pb による妨害とその除去

4.1 沈殿分離

Pb を酸に溶解した溶液を直接 AAS で定量することが最も簡単であるが, Pb の純度が高いため共存する Pb 量が多く, バックグラウンド吸収や化学干渉などによる妨害が現れ正確な定量が困難であった。このため, Pb を除去する方法を併用することにした。

AAS は選択性が高いため, Pb の分離は定量に影響を及ぼさない限り完全である必要はないので, 硫酸鉛による沈殿分離法について検討した。

この方法は最も容易で一般的であるが硫酸鉛が溶解するので, 溶存する Pb による妨害が予想される。

Table 1 に Pb 及び目的元素の標準溶液を混合し, その $10 \mu\text{l}$ を採取し, 目的元素を定量した結果を示した。目的元素の濃度は鉛標準試料 (BCS No. 210e) 中の不純物濃度を参考にして決定した。その濃度はそれぞれ, Ag: 5 ppb , Cu: 5 ppb , Fe: 20 ppb , Zn: 0.4 ppb である。

Table 1 Effect of Pb on determination of impurity elements

Pb, ppm	Element found, ppb			
	Ag	Cu	Fe	Zn
0	5.0	5.0	20	0.40
5	5.1	4.9	19	0.38
10	5.0	4.9	19	0.39
30	4.7	4.9	19	0.32
50	4.7	5.3	—	0.31

この実験結果によると, Pb の共存は目的元素の定量に影響を与えるが, 10 ppm 程度の Pb の共存は許容できることが明らかになった。従って, Pb の分離は完全なものでもなくとも, 分離後の Pb の濃度が 10 ppm 以下に抑えられればよいことを示している。硫酸鉛の溶解度から計算すると飽和溶液で約 40 ppm となるが, 過剰の硫酸を共存させれば 10 ppm 以下とすることは容易である。これを確かめるために次の実験を行った。

100 mg の Pb を含む 10 ml の溶液 (約 0.05 mol dm^{-3} 過塩素酸溶液) に各種濃度の硫酸を加え, 硫酸鉛として沈殿除去した後の溶液中の Pb 量を測定した結果, 溶液の硫酸濃度がそれぞれ $0.60, 0.45, 0.36 \text{ mol dm}^{-3}$ において, Pb の濃度はそれぞれ $6.0, 3.4, 3.5 \text{ ppm}$ であった。この結果から, いずれの場合にも Pb 濃度は 10 ppm 以下になり定量結果には影響を及ぼさないことが明らかになった。又, これらの実験結果から鉛試料溶液 (0.05 mol dm^{-3} 過塩素酸溶液) 10 ml に硫酸濃度が 0.45 mol dm^{-3} となるように, 硫酸 (1+3) 1 ml を添加することにした。

硫酸鉛沈殿法は強酸性で沈殿生成を行うため, 共沈などによる目的元素の損失の可能性は少ないが, 溶解度の小さい硫酸銀の損失が考えられるので, 硫酸鉛生成による目的元素の損失の有無を検討した。

100 mg の Pb を採取し, 5 に示す条件で沈殿を生成させる前又は後に目的元素の標準液を添加してそれぞれの濃度を測定し, 鉛試料溶液に含まれている目的元素による濃度を差し引き回収率を求めた。この結果を Table 2 に示した。この結果から見ると, 沈殿の生成による目的元素の損失は認められなかった。

Table 2 Loss of elements caused by precipitation of Pb

Added/ ng	Elements found/ng							
	Ag		Cu		Fe		Zn	
	A	B	A	B	A	B	A	B
0.050	0.050	0.049					0.050	0.049
0.100	0.100	0.100	0.100	0.099			0.100	0.099
0.30			0.30	0.30			0.30	0.30
0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50		
1.00					1.00	0.99		
3.00					3.00	3.00		

Elements were added (A) before and (B) after precipitation of Pb as PbSO₄.

4.2 溶媒抽出

分析結果の正確さを確認するために, 目的元素のみを抽出し定量する方法を検討した。

溶媒抽出法で分離し, 有機溶媒相をフレイムレス AAS で定量するとき, 原子化部の炉材として黒鉛を用いた場合には, 試料溶液の炉材中への染み込み, 拡散が起こる。この現象は一定でないため定量値の繰り返し精度が悪く正確な定量に適していない。炉材としてメタルを用いる場合にはこのような現象が起こらず繰り返し精度が高く, 特に, 有機溶媒相を直接定量する方法においてはメタル炉が適している。

Ag の抽出には酸性で抽出が可能なジチゾンを選び, 溶媒には定量時の操作の簡便さを考慮して, 水より比重の小さいベンゼンを用いることにした。Pb を酸に溶解した試料から直接抽出を行う場合, Ag の含有量及び定量感度とを考慮すると, 抽出時の Pb 量は約 2 mg となるが, この程度の Pb の共存下で Ag を 5 で述べる方法で抽出した場合, pH 1.8~2.0 における抽出率は約 80% であった。1 回の抽出で Ag を完全に抽出することは困難であり, 又抽出を繰り返すことは操作上好ましくない。このため, Pb を硫酸鉛として除去した上澄み液を試料とすることにした。

Pb を沈殿分離した後の溶液の適当量を栓付き試験管に採取し, 水で約 10 ml に希釈し, アンモニア水で, pH 値を 1.1~2.8 に調節した後, 0.05% ジチゾン-ベンゼン溶液 1 ml で抽出する。抽出液の 10 μ l をメタル炉に採り AAS で定量する。

以上の抽出操作による抽出液の pH 値と抽出率との関係を Fig. 6 に示した。pH 1.6 から 2.1 までは少なくとも 99% 以上の抽出率を示した。

この結果から, 抽出時の pH 値は 1.8~2.0 とした。実際試料の分析においては, 抽出溶媒を 2 ml とし, 抽出率を高くするよう配慮した。

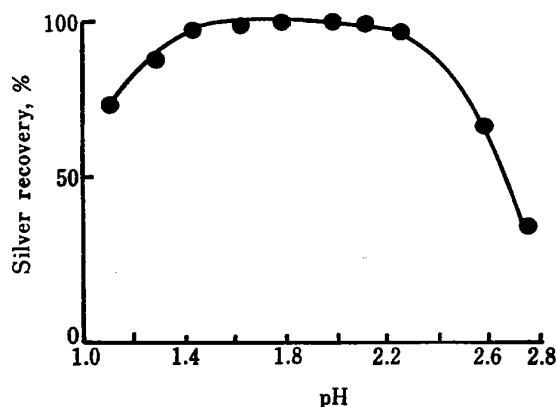


Fig. 6 Extraction curves for Ag

Ag: 0.03 ng Dithizone-C₆H₆ (0.05%) 1 ml

Cu の抽出には選択性の高いバクプロインを用いた。クロロホルムは操作性に多少の問題はあるがキレートの抽出性については優れているため使用することにした。

Cu の抽出は次の操作に従った。

試料溶液 5 ml を抽出管に採り, 10% ヒドロキシルアンモニウム塩酸塩溶液 3 ml, 20% 酢酸ナトリウム溶液 3 ml を加えた後, アンモニア水を滴加し, 溶液の pH 値を約 5.5 に調節する。0.18% バクプロイン-アルコール溶液 1 ml を加え, 約 15 分間放置した後, クロロホルム 2.5 ml を加え, 振り混ぜて, 生成したキレートを抽出する。溶液の pH 値は 5.0~8.0 の範囲内では Cu はほとんど 100% 抽出できる。しかし, Pb が共存すると抽出率は低下する。上記条件下では Pb 5 mg の共存で抽出率が 77%, 10 mg で 53% となる。このため, Ag の定量と同様に, 硫酸鉛沈殿法で Pb の大部分を除去した溶液を抽出に用いることにした。

5 定量方法及び定量結果

以上の検討結果により定量方法を決定し, 標準液用一次標準鉛と BCS No. 210e 高純度鉛中の Ag, Cu, Fe 及び Zn の定量を行った。

5.1 Pb の分離

Pb 試料約 1 g を硝酸 (1+1) 5 ml に溶解し, 過塩素酸 20 ml を添加し, 加熱蒸発して白煙を発生させ, 硝酸を除去する (硝酸はタングステン炉を酸化し, 定量の繰り返し精度を低くし, 酸化タングステンによる化学干渉も起こる)。冷却後, 水で 100 ml に希釈する。この試料溶液 5 ml を分取し, 水 9 ml 及び硫酸 (1+3) 1 ml を加え, 放置して硫酸鉛を沈殿させる。

5.2 炉中標準添加法による定量

硫酸鉛として沈殿させた後の上澄み液 10 μ l をメタル炉上に採り、3 で決定した条件で吸光度を測定する。検量線を求めるために、試料 10 μ l を採取したメタル炉中に標準液の一定量を添加した後、試料と同一条件で吸光度を測定し、標準液添加量と吸光度との関係を求め、試料中の目的元素を定量する。

5.3 溶媒抽出法

5.3.1 Ag の定量 Pb を硫酸鉛として除去した上澄み液の一定量（この場合、2 ml）を分取し、4.2 の操作に従って Ag を抽出する。抽出液中の Ag は AAS により測定する。検量線法により Ag を定量する。

5.3.2 Cu の定量 Pb を硫酸鉛として除去した上澄み液の一定量（この場合、5 ml）を分取した後、4.2 の操作に従って Cu を抽出する。抽出液中の Cu は 3 で決定した条件で吸光度を測定する。検量線法により Cu を定量する。

5.4 定量結果

一次標準鉛（住友金属鉱山製）及び BCS No210e 高純度鉛中の Ag, Cu, Fe 及び Zn を定量した結果を Table 3 に示した。

BCS No. 210e 高純度鉛については、炉中標準添加法による定量値は保証値と良く一致し、一次標準鉛中の Ag 及び Cu については、炉中標準添加法による定量値と溶媒抽出法とによる定量値とは良く一致した。

炉中標準添加法における試料溶解から定量までの所要時間は約 40 分であった。

Table 3 Analytical results of Ag, Cu, Fe and Zn in high-purity lead

	BCS No. 210e ^{a)}		Primary standard ^{b)}	
	Standard addition ^{c)} / μ g g ⁻¹	Certified values / μ g g ⁻¹	Standard addition / μ g g ⁻¹	Extraction ^{d)} / μ g g ⁻¹
Ag	1.0 ₀ , 1.0 ₀ , 1.0 ₄	1	1.7 ₀ , 1.7 ₀ , 1.6 ₉	1.6 ₈ , 1.6 ₅ , 1.7 ₂
Cu	5.5 ₀ , 5.4 ₀ , 5.5 ₀	6	2.1 ₀ , 2.0 ₇ , 2.2 ₀	1.9 ₈ , 2.0 ₀ , 1.8 ₉
Fe	5.3 ₀ , 5.2 ₀ , 5.1 ₀	5	1.0 ₇ , 0.9 ₉ , 1.1 ₀	
Zn	1.2 ₅ , 1.3 ₀ , 1.3 ₀	<50	1.9 ₈ , 2.0 ₀ , 2.1 ₀	

a) High-purity lead (British chemical standards); b) High-purity lead (primary standard Sumitomo 99.999 %); c) In-boat standard addition method after precipitation of lead; d) Cu-bathocuproine-CHCl₃, Ag-dithizone-C₆H₆

Table 3 に示した一次標準鉛の分析においてのから試験値は、炉中標準添加法を用いた場合、試料中の濃度に換算すると、それぞれ、Ag 及び Cu : 0.02 ppm, Fe : 0.2 ppm, Zn : 0.08 ppm であった。又、抽出法を用いた場合、Ag についてはほとんど認められず、Cu は 0.04 ppm であった。

終わりに、本研究を行うに当たりご指導をいただきました本研究所川瀬 晃、久保田正明両博士に感謝いたします。

文 献

- 1) JIS H 1121, 鉛地金分析方法 (1961).
- 2) JIS H 1501, ホワイトメタル分析方法 (1966); JIS H 1502, はんだの分析方法 (1966); JIS H 1503, 活字合金分析方法 (1966).
- 3) 村野 正: 分析化学, **11**, 735 (1962).
- 4) 札川紀子, 川瀬 晃: 分析化学, **34**, 228 (1985).
- 5) 川瀬 晃, 札川紀子: 分析化学, **27**, T30 (1978).
- 6) 札川紀子: 分析化学, **33**, 296 (1984).

☆

Determination of silver, copper, iron and zinc in high-purity lead by metal furnace AAS. Noriko FUDAGAWA and Akiharu HIOKI (National Chemical Laboratory for Industry, 1-1, Higashi, Yatabe-machi, Tsukuba-gun, Ibaraki 305)

A rapid analytical method with high precision has been developed for the determination of impurities in high-purity lead samples by AAS using a boat-type tungsten furnace. The samples were dissolved in nitric acid and sulfuric acid was added to precipitate lead as PbSO₄. Impurity elements in the solutions (supernatant fluids) were determined by "in-boat" standard addition AAS. In order to evaluate the accuracy of the precipitation method, solvent extraction method was also carried out. Silver was extracted in dithizone-benzene and Cu was extracted in chloroform after the addition of bathocuproine in the presence of sodium acetate. These elements were then determined by AAS using the conventional calibration method. Fundamental studies were made on the loss of the impurity elements during the precipitation procedure and the effects of drying, ashing and atomizing temperatures, sheath gas flow rate and interferences from coexisting elements were also investigated. Based on the optimized conditions, the proposed method was successfully applied to the determination of trace amount of Ag, Cu, Fe and Zn in the British Chemical Standard No. 210e and Japan primary standard high-purity lead (Sumitomo 99.999%).

(Received April 16, 1987)

Keyword phrases

metal furnace AAS; precipitation "in-boat" standard addition method; extraction of Ag with dithizonete; extraction of Cu with bathocuproine.