意を要するからである。いずれにしても、本テンサメトリ滴定では、 $10^{-5}M$ 程度の低濃度の定量が可能であるから、極希薄溶液中のそれらの金属イオンの定量には有用であるが、イオン強度を一定に保つこと、比較的操作に時間がかかることなどの欠点も多い。

(第11回(1964年9月), 第12回(1965年11月)ポーラログラフ討論会において発表)

文 献

- 1) B. Breyer, S. Hacobian: *Australian J. Sci. Res.*, **A5**, 500 (1952).
 - 2) K. S. G. Doss, A. Kalyanasundaram: *Proc. Indian. Acad. Sci.*, **35A**, 27 (1952).
 - 3) B. Breyer, H. H. Bauer: "Alternating Current Polarography and Tensammetry", (1963), (Interscience, New York).
 - 4) B. Breyer, S. Hacobian: *Australian J. Sci. Res.*, **A4**, 610 (1951).
 - 5) B. Breyer: *Australian J. Chem.*, **6**, 1861 (1963).
 - 6) Y. Takemori, I. Tachi: *Bull. Chem. Soc. Japan*, **28**, 151 (1955).
 - 7) T. Biegler: *J. Electroanal. Chem.*, **6**, 357 (1963).
 - 8) T. Biegler: *ibid.*, **6**, 365 (1963).
 - 9) T. Biegler: *ibid.*, **6**, 373 (1963).
 - 10) B. Breyer: *Australian J. Science*, **23**, 225 (1961).
 - 11) B. Breyer, J. W. Hayes, 藤永太郎, 高木智香恵, 岡崎 敏: 本誌, **14**, 1023 (1965).
 - 12) R. Näsänen, P. Lumme, A. Mukula: *Acta. Chem. Scand.*, **5**, 1199 (1951).
- R. G. W. Hollingshead: "Oxine and its Derivatives", Vol. 1, p. 27 (1954), (Butterworths Scientific Publications, London).

☆

The a. c. polarographic studies of oxine and its derivatives. BRUNO BREYER*, Taitiro FUJINAGA and Hiromiti SAWAMOTO** (*Section of Agricultural Chemistry, Department of Agriculture, University of Sydney, Sydney; ** Chemistry Institute, Faculty of Science, University of Kyoto, Sakyo-ku, Kyoto)

The a. c. polarographic behaviors of oxine (8-hydroxyquinoline), oxine-5-sulphonic acid (8-hydroxyquinoline-5-sulphonic acid), ferron (7-iodo-8-hydroxyquinoline) and 2-methyl-oxine (2-methyl-8-hydroxyquinoline) were investigated.

These compounds show two a. c. waves both in the positive potential region of the electrocapillary maximum. The first waves which appear at more positive potential than that of the second waves are considered to be the so-called "transition wave" and the second waves to be the "tensammetric wave".

The second waves reach their maximum height at the characteristic pH range and decrease the height in both pH sides. From the experimental results it was assumed that the neutral species were generally responsible for the appearance of the second waves except ferron, whose acid species also seem to be adsorbed to cause the appearance of the a. c. wave.

The height of the second waves decreases quantitatively by the addition of some metal ions. e. g. copper, cadmium, zinc etc. The fact was utilized for the amperometric determination of the traces of the metals.

(Received Dec. 27, 1965)

5,7-ジクロロオキシシンによるイットリウム のケイ光定量

——ゼノタイム中のイットリウム の定量——

重松 恒信*, 西川 泰治, 平木 敬三**

5,7-ジクロロオキシシンを用いる微量イットリウム のケイ光定量法の各種条件を検討し, これを応用してゼノタイム中のイットリウム の定量法を確立した。ゼノタイム試料は硫酸溶解により溶液としたのち, シュウ酸法 (pH 2.2) により希土類元素のシュウ酸塩を分離した。このシュウ酸塩を強熱後塩酸に溶解し, その一部について 5,7-ジクロロオキシシンによりイットリウム をケイ光定量した。5,7-ジクロロオキシシンケイ光法により $0.1 \sim 5 \mu\text{g}$ のイットリウム が誤差 $\pm 3\%$ 以内で定量できる。スカンジウム, ルテチウム, ランタンはイットリウム に対し 5 倍量程度共存すると妨害するが, 他の希土類元素は比較的多量共存してもさしつかえない。したがって, ゼノタイム鉱より分離した希土酸化物の塩酸溶液を適当にうすめた溶液について, 本法により直接かつ簡便にイットリウム を定量することができた。

* 京都大学化学研究所: 京都市左京区吉田本町

** 近畿大学理工学部化学教室: 布施市小若江

1 緒 言

微量イットリウムはアリザリンレッド S¹⁾, オキシソルボン²⁾ による吸光光度法, オキシソルボンによるケイ光法³⁾, 炎光光度法⁴⁾, ケイ光X線法⁵⁾ など種々の方法で定量される。

さきにオキシソルボンによるイットリウムの定量条件について検討し, そのケイ光特性を調べた³⁾。オキシソルボンと同様に 5,7-ジクロロオキシソルボンは pH 9.5 の塩化アンモニウム緩衝溶液でイットリウムと反応し, そのクロロホルム抽出相は緑黄色のケイ光を発する。このケイ光はオキシソルボン-イットリウム錯体のケイ光に比し安定であり, 微量イットリウムを精度よく定量できると考えられるので, 5,7-ジクロロオキシソルボンによるケイ光法について検討し, ゼノタイム中のイットリウムの定量に応用した。

2 試薬および装置

2.1 試 薬

イットリウム標準溶液: 酸化イットリウム (純度 99.99%) 0.1269 g を濃塩酸 20 ml に溶かし水でうすめて 100 ml とし 1 mg Y/ml 溶液を調製, これを適当にうすめて 1 μ g Y/ml 0.1N 塩酸酸性溶液として使用した。

5,7-ジクロロオキシソルボン溶液: 5,7-ジクロロオキシソルボンは Berg の方法⁶⁾ により合成し, アセトンより 3 回, 塩酸を用いて 1 回再結晶した。0.2% 5,7-ジクロロオキシソルボン 1N 塩酸酸性溶液を調製して試薬溶液とした。

ウラニウム溶液: 0.25 μ g ウラニウム/ml 水溶液を調製しケイ光計の内標準溶液として用いた。

その他の試薬はすべて特級品を用い, また各種の希土類元素は純度 99.9~99.99% の酸化物を塩酸に溶解して使用した。

2.2 装 置

ケイ光強度の測定には日立ケイ光光度計 FPL 2 型を, またケイ光スペクトルの測定には日立分光光度計 EPU-2A 型ケイ光付属装置を使用した。pH は日立-堀場製 M4 型ガラス電極 pH メーターを用いて測定した。

3 ケイ光スペクトル

イットリウム・5,7-ジクロロオキシソルボン錯体のクロロホルム溶液 {塩化アンモニウム-アンモニア緩衝溶液 (pH 9.5) より抽出したもの} のケイ光スペクトルを Fig. 1 に示した。365 m μ の水銀線で励起した, 常温におけるケイ光波長帯は 450~650 m μ (中心波長 530 m μ) である。したがって, ケイ光強度測定用の内標準溶液にはウラニウム水溶液 (Fig. 1 曲線①, 中心波長 518 m μ) を, また 2 次フィルターには No. 53 (透過波長 530 m μ) を

Fig. 1 Fluorescence spectra

① Uranin in H₂O

② Yttrium-5,7-dichlorooxinate in CHCl₃

用いることにした。

4 ケイ光強度の経時変化

イットリウム 0, 4 μ g をとり, 0.2% 5,7-ジクロロオキシソルボン溶液 0.25 ml, 20% 塩化アンモニウム溶液 5 ml, pH 9.5, 全容 50 ml として 25 ml のクロロホルムで抽出し, ケイ光の経時変化を調べた。ウラニウム内標準溶液で 20 目盛セットした場合の結果が Fig. 2 で, 溶液調製後少なくとも 1 時間はケイ光強度は変化しない。

Fig. 2 Stability of fluorescence intensity of Y-5,7-dichlorooxinate

5 抽出 pH の影響

イットリウム 4 μ g (4 ml) に 0.2% 5,7-ジクロロオキシソルボン溶液 0.25 ml, 水 20 ml, 20% 塩化アンモニウム溶液 5 ml を順に加え, アンモニア水で pH を 6~10 に調節する。クロロホルム 25 ml で抽出し, 抽出 pH

とケイ光強度との関係を調べた。結果は Fig. 3 に示すとおりで、pH 9.5 より抽出した場合のケイ光強度が最大となる。

Fig. 3 Effect of pH of solution on fluorescence intensity of Y-5,7-dichlorooxinate extracted in CHCl_3

なおこの場合、 ^{90}Y をトレーサーとしてその抽出率と pH との関係を求めたところ、pH 8 以上でクロロホルム抽出すると、ほとんど 100% のイットリウムが 5,7-ジクロロオキシシン塩として抽出されることを知った。

6 試薬濃度

イットリウム 0, 4 μg をとり、5,7-ジクロロオキシシンの添加量を変え、4 と同様にしてクロロホルム抽出液のケイ光強度を測定、試薬添加量の影響を調べた結果を Fig. 4 に示した。イットリウム 4 μg については 0.2% 5,7-ジクロロオキシシン溶液 0.20~0.25 ml の一定量を添加すれば十分であり、試薬量がこれ以上増すと徐々に

Fig. 4 Reagent concentration-fluorescence intensity

ケイ光強度が減少する。

7 イットリウムのケイ光定量操作

以上の諸条件の検討結果に基づき、イットリウムの定量操作を次のように定めた。

試料溶液 (イットリウム $\leq 5 \mu\text{g}$) に 0.2% 5,7-ジクロロオキシシン溶液 0.25 ml, 20% 塩化アンモニウム溶液 5 ml を加え水で全容約 40 ml とする。アンモニア水で pH を 9.5 に調節し、クロロホルム 25 ml を用いて 3 分間振り混ぜ錯塩を抽出する。クロロホルム相をせん付遠心管にとり、3 分間遠心 (2000 rpm), 水を分離する。ケイ光計をウラン内標準溶液で 20 または 30 目盛にセットしてケイ光強度を測定する。

この操作に従って求めた検量線の 1 例を Fig. 5 に示した。

Fig. 5 Analytical curves for yttrium

Fluorometer readings was set at 20 div. (curve I) or 30 div. (curve II) with the uranin reference solution (0.25 μg uranin/ml).

本操作によって、0.1~5 μg のイットリウムを 3% 以内の誤差で定量できる。

8 共存塩の影響

イットリウム 2 μg に各種塩の一定量を加え前項のように操作して共存塩の影響を調べた結果を Table I に示した。

アルミニウム、インジウム、スカンジウム、ルテチウム、ランタンおよびジルコニウムはケイ光を発して正誤

Table I Effect of diverse ions

Ions	Added (μg)	Added as	Y found (μg)
Al^{3+}	10	sulphate	3.6
	100		†
In^{3+}	10	chloride	3.0
	100		†
Ti^{3+}	10	chloride	0.8
Fe^{3+}	10	nitrate	1.2
	100		††
Sc^{3+}	10	chloride	†
La^{3+}	10	chloride	2.4
Ce^{3+}	10	sulphate	1.9
Nd^{3+}	10	chloride	2.0
	100		1.5
Sm^{3+}	10	chloride	2.1
	100		1.4
Eu^{3+}	10	chloride	1.9
	100		0.8
Gd^{3+}	10	chloride	2.0
	100		0.7
Dy^{3+}	10	chloride	2.0
	100		1.2
Lu^{3+}	10	chloride	4.1
Ba^{2+}	100	chloride	1.9
Ca^{2+}	100	chloride	2.0
Cd^{2+}	100	sulphate	2.0
Zr^{4+}	10	sulphate	2.5
	100		4.5
Ti^{4+}	10	sulphate	1.9
	100		0.9

Y taken : 2 μg Y † Scale out the fluorometer pointer
 †† Quenching the fluorescence

差を与え、鉄、タリウムは5倍量以上共存すると負誤差を示す。ルテチウム、ランタン以外の希土類元素はイットリウムに対し50~100倍量以上共存すると負誤差を与える。したがって、自然物中のイットリウムを本法により定量するにはこれら妨害元素を適当な方法で除去する必要がある。なおこの場合、イットリウムと同量のルテチウムが示すケイ光強度はイットリウムの1/4、ランタンのそれは1/20であり、スカンジウムはイットリウムと同程度のケイ光強度を示す。しかし、スカンジウムはTTA抽出分離法⁷⁾を適用すればイットリウムと完全に分離できる。したがって、本法をイットリウム含量の高い試料に应用するときは、希土類元素の他元素との簡単な分離操作以外に特別な分離を必要とせず、イットリウムを直接定量できる。

そこで、本法をゼノタイムなど特にイットリウム含量の高い鉱物中のイットリウムの定量に应用した。

9 ゼノタイム中のイットリウムの定量

Table II にゼノタイムの分析結果の1例(新日本金属 K.K. 提供)を示す。Table II よりわかるように

Table II-a Chemical composition of a xenotime sample (Shinnihon Kinzoku K. K.)

CaO	0.97%	ThO_2	2.20%
MgO	—	SnO_2	—
PbO	—	ZrO_2	2.26%
Al_2O_3	1.37%	U_3O_8	1.09%
Fe_2O_3	0.94%	P_2O_5	29.08%
$[\text{Ce}]_2\text{O}_3$	4.58%	SiO_2	2.04%
$[\text{Y}]_2\text{O}_3$	51.87%	H_2O	3.0%

Table II-b Content of rare earths in a xenotime sample (Shinnihon Kinzoku K. K.)

$\text{Lu}_2\text{O}_3, \text{Yb}_2\text{O}_3$	7.75%	Nd_2O_3	2.59%
Gd_2O_3	4.5%	$\text{Y}_2\text{O}_3, \text{Dy}_2\text{O}_3$	73.6%
Tm_2O_3	2.04%	Pr_2O_3	1.34%
Eu_2O_3	1.44%	Tb_2O_3	—
Er_2O_3	5.47%	Ce_2O_3	—
Sm_2O_3	—	La_2O_3	0.26%
Ho_2O_3	1.31%		

ゼノタイムはイットリウム族希土類元素に富み、その中でもイットリウム、ジスプロシウムが大半を占める。しかし本法で正誤差を与えるルテチウム、ランタン、スカンジウムの含量はきわめて少ない。したがって、ゼノタイム中の希土類元素をシュウ酸塩として沈殿分離したもののについて、本法を応用してイットリウムをケイ光定量することができると考えられる。

9.1 合成試料による検討

Table II-b のゼノタイム中の希土類元素量に基づき、合成試料を調製し、次の操作に従ってイットリウムの定量を試みた。

イットリウムとして300~750 μg を含む合成試料溶液を500 ml のメスフラスコに採り、濃塩酸 20 ml を添加、蒸留水で標線までうすめる。その0.5~3 ml の一定量を採り、7項の操作に従ってイットリウムをケイ光

Table III Analysis of yttrium in synthetic sample

Y taken (μg)	Rare earth ions added (μg)	Aliquot† (ml)	Y in aliquot (μg)	Y found (μg)
750	{ Ce ³⁺ , Lu ³⁺ : 200, La ³⁺ : 80, Dy ³⁺ , Sm ³⁺ , Nd ³⁺ , Eu ³⁺ : 100 }	2.0	3.0	3.2 ₅
		3.0	4.5	4.8
500	{ Lu ³⁺ : 70, Dy ³⁺ : 200, Nd ³⁺ : 50, Gd ³⁺ , Eu ³⁺ : 100, La ³⁺ : 5 }	0.5	2.5	2.7
		1.0	5.0	5.1
500	{ Lu ³⁺ : 70, Dy ³⁺ : 200, Nd ³⁺ : 50, Gd ³⁺ , Eu ³⁺ : 100, La ³⁺ : 5 }	0.5	2.5	2.6 ₅
		0.5	2.5	2.6 ₃
300	{ Lu ³⁺ , Yb ³⁺ : 35, Tm ³⁺ , Nd ³⁺ : 20, Er ³⁺ : 45, Ho ³⁺ : 10, Dy ³⁺ : 450, Eu ³⁺ : 30, La ³⁺ : 5 }	1.0	3.0	3.4
		1.5	4.5	4.8

† Made up to 500ml in a volumetric flask.

Table IV Analysis of yttrium in ore samples

No.	Sample	Sample taken (g)	Ignition loss (%)	Insoluble residue (%)	Yield of total rare earth oxide (g)	Aliquot (ml)	Y in aliquot (μ g)	Y ₂ O ₃ in sample found (%)
1	Xenotime (I)	0.50	1.72	8.2	0.2786	1.0	2.7 ₀	20.52
		0.50	1.46	12.8	0.2137	0.5	1.9 ₈	20.62
		0.50	—	—	0.1825	0.5	2.3 ₅	21.09
		0.25	2.32	22.6	0.0888	1.0	4.2 ₅	20.29
2	Xenotime (II)	0.50	0.32	4.9	0.2980	0.5	1.9 ₇	29.81
		0.50	0.32	4.9	0.2980	1.0	3.8 ₀	28.75
		0.50	—	6.3	0.2596	1.0	4.2 ₀	29.67
		0.25	—	6.3	0.1288	0.5	2.2 ₅	29.44
3	Xenotime (III)	0.25	2.80	23.8	0.1040	0.5	2.2 ₀	23.25
		0.25	2.80	23.8	0.1040	1.0	4.4 ₀	23.25
4	Fergusonite	0.50	1.88	6.9	0.2316	0.5	2.0 ₄	23.99

定量する。

合成試料溶液を用いて本操作に従いイットリウムを定量した結果を Table III に示した。

Table III よりわかるように本法により直接イットリウムを定量する場合, いずれもやや高い分析値を示す傾向にある。しかしながら他の希土類元素を分離することなく迅速にイットリウムを定量できるので, ゼノタイムなどイットリウムに富む試料にはじゅうぶん適用できることを知った。

9.2 ゼノタイム中のイットリウムの定量法

粉砕したゼノタイム試料 (250~300 メッシュ) の 0.25~0.50 g を 100 ml のビーカーに採り, 少量の水で湿したのち, 濃硫酸 30~40 ml を加え, 2~3 時間砂ざら上で加熱する。冷却後水 50~100 ml を加えてすすめる。これを 5c の濾紙を用いて濾過し不溶性残留物を除去する。濾液に 1N シュウ酸溶液 60 ml を加え, アンモニア水により pH を 2~2.2 に調節する。1~2 時間放置後沈殿を 5c の濾紙で濾別し, 白金ルツボで強熱, 灰化する。内容物を精ひょうし, 希土類元素の酸化物としての含量を求める。

上記操作により得られた希土類元素酸化物の 25~50 mg を採取し, 塩酸に溶解し, 一定容にうすめて正確に 10 μ g 全希土類元素酸化物/ml 溶液を調製する。

その 0.5~1.0 ml を正確にとり, 0.2% 5,7-ジクロロオキシン溶液 0.25 ml, 水 20 ml, 20% 塩化アンモニウム溶液 5 ml を順次添加する。ついでアンモニア水により pH を 9.5 に調節し, クロロホルム 25 ml で振り混ぜ抽出する。クロロホルム相の水分を遠心除去し, ウラニン内標準溶液 50 目盛セットを対照としてそのケイ光強度を測定, 次式より試料中のイットリウム量を算出する。

$$Y\% = a \times \frac{\text{ケイ光計の読み} - \text{ブランク値}}{136} \times 1.2699$$

ただし a : 鉱物中における希土類元素の酸化物の含有百分率であり, ケイ光計の読みは試料溶液 1.0 ml 採取時のケイ光強度とする。

鉱物試料の分解法として上記の硫酸溶解法とは別に, フッ化水素酸処理-硫酸水素カリウム 溶融法 についても検討したが両法ともよい一致を示した。試料の処理操作の簡便さおよび所要時間の短縮化を考慮すれば, 濃硫酸による加熱処理法⁹⁾がすぐれている。

本法によりゼノタイム (新日本金属工業 K. K. 提供) 3 種およびフェルグソン石 (岐阜県恵那郡苗木町産) 1 種のイットリウムの定量を行なった結果を Table IV に示した。

試料 No. 2 のケイ光 X 線分析法による定量結果は 29.5% で, 本法の結果とよく一致している。本法による分析所要時間は 8~9 時間であり, 迅速, 簡単に, かつ精度よくイットリウムの定量を遂行できる。

文 献

- 1) R. W. Rinehart : *Anal. Chem.*, **26**, 1820 (1954).
- 2) 西川泰治, 平木敬三, 合田四郎 : 近畿大学原子力研究所年報, 投稿中。
- 3) 石橋雅義, 重松恒信, 西川泰治 : 日化, **77**, 1474 (1956).
- 4) A. P. Vinogradov, D. I. Ryabchikov : "Detection and Analysis of Rare Elements, Translated from Russian", p. 175 (1962), (Isral program for Scientific Translation).
- 5) 堤 健一 : 本誌, **13**, 645 (1964).
- 6) R. Berg : *Z. anorg. Chem.*, **204**, 208 (1932).
- 7) 重松恒信, 田伏正之, 松井正和, 西川泰治, 合田四郎 : 日化, **84**, 263 (1963).
- 8) 塩川二郎, 足立吟也, 石野俊夫 : 旭硝子工業技術奨励会研究報告, **8**, 73 (1962).

☆

Fluorometric determination of yttrium with 5,7-dichlorooxine; Determination of yttrium in xenotime ore. Tsunenobu SHIGEMATSU*, Yasuharu NISHIKAWA and Keizo HIRAKI** (*Institute for Chemical Research, Kyoto University; Sakyo-ku, Kyoto; **Chem-

istry Institute, Faculty of Science and Engineering, Kinki University, Fuse-shi)

Optimum conditions for the fluorometric determination of yttrium by 5, 7-dichlorooxine was investigated, and the method was developed to the direct determination of yttrium in xenotime ore.

Some 250~500 mg portion of an ore sample was treated for 2~3 hours with 30~40 ml of hot concentrated H_2SO_4 . The solution was diluted to 50~100 ml with water, and any insoluble residue was filtered. Sixty ml of 1 N oxalic acid was added to the solution and the pH was adjusted to 2.2. After standing for several hours, the precipitate was ignited to obtain the total amount

of rare earths oxide, from which was weighed out 25~50 mg. It was dissolved in HCl and diluted with water to adjust the concentration to 10 μg total rare earths oxide per ml. A 0.5~1.0 ml portion of the solution was transferred to a 100 ml beaker. To it were added 0.25 ml of 0.2% 5, 7-dichlorooxine, 20 ml of water and 5 ml of 20% NH_4Cl solution. The yttrium-chelate was extracted with 25 ml of chloroform at pH 9.5, and the fluorescence intensity of the extract was measured.

Yttrium contents of xenotime and fergusonite samples were 20.29~29.81% as Y_2O_3 .

(Received Jan. 5, 1966)

ク形波ポーラログラフによるガラス中のスズ、亜鉛の同時定量*

能代 誠, 杉崎 満寿雄**

スズ (IV), 亜鉛 (II) は塩化カリウム-塩酸支持電解液中で良好な還元波を示す。ポーラログラフによるガラス中の微量スズ、亜鉛についての定量に本支持電解液を応用し満足すべき結果を得た。

定量方法は、試料 100~500 mg をフッ化水素酸と硫酸で分解し、蒸発乾固する。残留物を塩酸に溶解したのち塩化カリウムを加え、1.0M 塩化カリウム-0.2N 塩酸の溶液とする。溶液の一部を電解びんにとり水銀油を対極とし、スズに対しては $-0.2 \sim -0.7V$, 亜鉛に対しては $-0.7 \sim -1.3V$ のク形波ポーログラムを記録し、あらかじめ作成した検量線で各成分を定量する。

本法は複雑な化学的分離操作をまったく行わず約3時間でガラス中の両成分の定量ができる。

1 緒 言

ガラス中の微量元素のポーラログラフ分析法として、アンチモンの定量法についてはすでに報告したが¹⁾、引き続きスズ、亜鉛の同時定量法について検討した。

亜鉛は高バリウム光学用ガラスの失透防止、乳白ガラスの着色剤として用いられ、また近年のフロートプロセスによって製造されるフロートガラスにおいては、金属浴からのスズがガラス中に微量溶け込む現象が見られるためにこれを定量する必要がある。

スズおよび亜鉛は、金属の状態で還元剤として熱線吸収ガラスに用いられ、いずれも 0.005~0.1% 程度同一ガラス中に含有されることが多く、これらを同時定量できれば便利である。

通常の分析においてこれらの元素は、ガラスを分解後硫化水素で分離し、各種の定量法が行なわれている。最

近では、抽出またはイオン交換によってこれらの元素を分離し定量する方法が行なわれるが、いずれにしても操作の簡易さ、迅速性においてはポーラログラフ法がまさっていると思われる。

ガラス中の亜鉛のポーラログラフによる定量は、Williams らの例²⁾ などがあるが、スズへの応用例はいままで報告されていない。著者らはスズ、亜鉛の同時定量用支持電解液を種々検討した結果、塩化カリウム-塩酸系が適当と認められたので、それを用いて研究した結果を述べる。測定には感度のよいク形波ポーラログラフを使用して試料量を少なくし処理時間を短縮するとともに、微量定量が可能になるようにした。

2 装置および試薬

2.1 装 置

ポーラログラフ装置は柳本製高感度ポーラログラフ PA-201 型を使用した。電解セルは通常のポーラログラフ用電解セルを用い、対極は水銀プールとした。

液温は $25^\circ C \pm 0.2^\circ C$ に保ち、滴下電極は 1.0M 塩化カリウム-0.2N 塩酸溶液中で $t=4.27 \text{ sec}$, $m=1.645$

* ガラス成分のポーラログラフ (第2報)。第1報は能代 誠, 杉崎満寿雄: 本誌, 15, 356 (1966)

** 旭硝子 (株) 研究所: 横浜市神奈川区羽沢町松原