原子吸光法による大気粉じん中の鉄，マンガン，亜鉛，銅，鉛，カドミウム，ニッケルの定量におけるフッ化水素酸分解法と酸抽出法の比較検討

山重 隆[®]， 伊田泰康^{*}， 山本 学^{**}， 重富康正^{***}， 山本勇麓^{**}

(1982 年 7 月 16 日受理)

大気粉じん中の鉄，マンガン，亜鉛，銅，鉛，カドミウム，ニッケルを定量する場合の粉じん試料の湿式分解法として，種々の混酸で抽出する方法と種々の混酸にフッ化水素酸を加えてケイ酸塩を分解除去する方法を比較検討した．鉄，マンガン及びニッケルについては，フッ化水素酸分解を行った場合は混酸抽出法に比べ (7~22) % 高い値が得られ，これらの金属の正確な定量にはフッ化水素酸によるケイ酸塩分解が必要であることが分かった．しかし，その他の金属の場合は両分解法に差はなかった．一般に含有量の少ない銅，鉛，カドミウム，ニッケルはジエチルジチオカルバミン酸 (DDTC)-酢酸ブチルで抽出濃縮し定量される．その場合に妨害となる鉄の除去法についても検討し，イソブチルメチルケトン (MIBK) を用いる従来法よりも酢酸イソペンチルによる抽出除去がエマルジョンを形成しない点で優れている．

1 緒 言

大気粉じん中には自然環境に由来する成分の外，種々の人為的活動による成分も多く含まれており，粉じん中の金属成分の精度のよい分析法を確立することは環境動態解析及び環境保全の観点から極めて重要な意義がある．粉じん中の金属元素の化学形態は多種に及び，その形態別定量も試みられている¹⁾．大気粉じん中の金属を分析する場合の粉じん試料の前処理法としては，乾式灰化-混酸処理^{2)~4)}，アルカリ溶融法³⁾⁵⁾ などもあるが，湿式分解法が主流で^{1)~7)}，通常は硝酸-塩酸，硝酸-過酸化水素水及び塩酸-過酸化水素水による抽出法がよく用いられている⁸⁾．異なった前処理法の場合，定量値に有意の差がしばしば認められるが，大気粉じん中の金属を定量する場合の種々の湿式分解法を比較した例は少ない．粉じん中にはケイ酸塩が多く含まれており，ケイ酸塩分解を伴わない前処理法では金属の抽出が不完全になることも予想される．又粉じん中の金属を定量する場合

の前処理法として，フッ化水素酸でケイ酸塩を分解除去する方法と種々の混酸で抽出する方法を比較することは粉じん中の金属元素の存在形態を知るうえからも重要であると考えられる．このような観点から，大気粉じん中のカルシウムとマグネシウムについては，フッ化水素酸分解を行った場合は混酸抽出法に比べ 30 % 程度高い値が得られること⁹⁾，ヒ素に関しては硝酸-過酸化水素水による抽出法との差は認められないこと¹⁰⁾などを報告した．今回は，大気粉じん中の重金属について，フッ化水素酸分解法と種々の混酸抽出法を比較検討した．その結果，鉄，マンガン及びニッケルはフッ化水素酸分解を行った場合，混酸抽出法に比べかなり高い値が得られた．従って，これらの金属の定量にはフッ化水素酸によるケイ酸塩の分解除去が必要であることが分かった．

含有量の比較的少ない銅，鉛，カドミウム及びニッケルの定量に当たっては，ジエチルジチオカルバミン酸 (DDTC)-酢酸ブチルで抽出濃縮することが必要な場合もある．このとき妨害となる鉄の除去に従来法の MIBK 抽出を用いた場合，エマルジョンを形成し分相が悪くなることがしばしばみうけられる．そこで，抽出溶媒について検討し，10 M 塩酸酸性から酢酸イソペンチルに鉄を抽出除去する方法がエマルジョンの形成もなく優れていることを認めたので併せて報告する．

* 広島県環境センター：広島県広島市南区皆実町 1-6-29

** 広島大学理学部分析化学教室：広島県広島市中区東千田町 1-1-89

*** 岡山理科大学：岡山県岡山市理大町 1-1

2 実 験

2.1 装置及び試薬

原子吸光装置：日本ジャーレル・アッシュ社製の AA-781 型原子吸光度計 (10cm スリットバーナー) 及び浜松テレビ社製の各金属の中空陰極ランプを使用し、各金属元素の共鳴線 (鉄：248.3 nm, マンガン：279.5 nm, 亜鉛：293.9 nm, 銅：324.7 nm, 鉛：217.0 nm, カドミウム：228.8 nm, ニッケル：232.0 nm) で測定した。又、バックグラウンドの補正は高輝度重水素ランプで行った。中空陰極ランプの電流値は鉄では 15 mA, その他の金属の場合は 10 mA とした。アセチレン流量は水溶液噴霧の場合 3.0 l/min, 酢酸ブチル噴霧の場合 2.0 l/min, 空気流量はいずれも 12 l/min とし、バーナー高さは 10 mm とした。以上の条件での試料溶液の噴霧量は水溶液, 酢酸ブチルとも 5.0 ml/min であった。

金属標準溶液 (1000 µg/ml)：各金属 (純度 99.99 %) の 0.500 g を塩酸又は硝酸で加熱溶解し、蒸発乾固後、0.5 M 塩酸で溶かして 500 ml とし、各金属の標準溶液を調製した。使用に当たっては、これらの溶液を 0.5 M 塩酸で希釈した。

DDTC 溶液 (10 %, w/v)：原子吸光分析用ジェチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水合物 (和光純薬) 10 g を純水 (蒸留後, イオン交換樹脂で精製) で溶かして 100 ml とした。

クエン酸アンモニウム溶液 (10 %, w/v)：原子吸光分析用クエン酸二アンモニウム (和光純薬) 50 g を純水で溶かして 500 ml とした。

ブロモチモルブルー (BTB) 溶液 (0.1 %, w/v)：特級 BTB (和光純薬) 0.1 g を特級エタノール (和光純薬) で溶かして 100 ml とした。

その他の試薬：市販の特級あるいは有害金属測定用をそのまま使用した。

2.2 試料の分解操作

フッ化水素酸分解：粉じん試料 (0.1~0.2)g (ハイボリュウムエアサンプラーで汚紙上に捕集した粉じんは粉じん捕集面積の 1/8~1/4) をテフロンビーカーに採り、46 % フッ化水素酸 5 ml を加えて 150 °C のホットプレート上で加熱乾固する。この操作を再度繰り返す。硝酸 20 ml と過酸化水素水 3 ml を加えて約 1 時間加熱した後、蒸発乾固する。蒸発残さを 0.5 M 塩酸 10 ml で加熱溶解し、セルロース汚紙 (東洋汚紙, No. 5B) で汚過する。0.5 M 塩酸で汚紙上の残さを洗い、汚液を 50 ml に定容する。

その他のフッ化水素酸分解はフッ化水素酸 10 ml と酸や過酸化水素水を次のように組み合わせて同様の分解操作を行った。

硝酸-過塩素酸：20 ml-5 ml, 硝酸-塩酸：10 ml-10 ml, 塩酸-過酸化水素水：20 ml-30 % 3 ml

混酸抽出：粉じん試料 (0.1~0.2)g をビーカーに採り、前項の各種混酸を加えて約 1 時間加熱した後、蒸発乾固する。蒸発残さを 0.5 M 塩酸 10 ml で加熱溶解し、以後、前項と同様の方法で金属成分の抽出試料溶液を調製する。

2.3 定量操作

鉄, マンガン, 亜鉛：分解調製した水溶液 (高濃度の場合には 0.5 M 塩酸で希釈する) をアセチレン-空気炎中に噴霧して原子吸光を測定する。

銅, 鉛, カドミウム, ニッケル：分解調製した水溶液の一定量 {通常は (20~40) ml} をビーカーに採り、ホットプレート上で 2 ml 程度になるまで濃縮し、塩酸 20 ml で分液漏斗に移す。酢酸イソペンチル 20 ml を加えて 3 分間振り混ぜ、静置分相した後、水層をビーカーに採る。分液漏斗に塩酸 5 ml を入れて数回振り混ぜて酢酸イソペンチル層を洗い、水層は先の水層に加える。この洗浄操作を再度繰り返した後、分取した水層はホットプレート上で 5 ml 程度になるまで濃縮する。分液漏斗に移し、純水で約 40 ml とした後、10 % クエン酸アンモニウム溶液 10 ml と 0.1 % BTB 溶液数滴を加え、緑青色を呈するまで 10 % アンモニア水を滴下する。次に、10 % DDTC 溶液 3 ml を加えて混合し、酢酸ブチル 10 ml を加えて 5 分間振り混ぜ、静置分相後、抽出溶媒をセルロース汚紙 (東洋汚紙 No. 5A) を通して分取する。分取した溶液をアセチレン-空気炎中に噴霧して原子吸光を測定する。

3 結果と考察

3.1 感度及び精度

標準溶液において、水溶液を噴霧した場合の 1 % 吸収を示す感度は、鉄 0.10 µg/ml, マンガン 0.043 µg/ml, 亜鉛 0.018 µg/ml, 銅 0.069 µg/ml, 鉛 0.18 µg/ml, カドミウム 0.017 µg/ml, ニッケル 0.095 µg/ml であった。又酢酸ブチル抽出溶液を噴霧した場合の 1 % 吸収感度はいずれの元素においても水溶液噴霧と比較して、(1.3~2) 倍向上した。一方、2.00 µg/ml の鉄, 1.00 µg/ml のマンガン, 亜鉛, 鉛, 0.40 µg/ml の銅, ニッケル, 0.200 µg/ml のカドミウムを含む水溶液及びこれらの DDTC-酢酸ブチル抽出液を噴霧した場合の 10 回繰り返し測定における相対標準偏差はいずれも 1 % 以下で良好であった。

3.2 共存元素の影響と除鉄法の検討

大気粉じん中の含有量を考慮して調製した 2.00 µg/

ml の鉄, 1.00 $\mu\text{g}/\text{ml}$ のマンガン, 亜鉛, 鉛, 0.400 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の銅, ニッケル及び 0.200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ のカドミウムを含む水溶液について共存イオンの影響を検討した. コバルト(II), アルミニウム(III) など 25 種の金属イオンはすべて 200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ までの共存において, それぞれの元素の定量に全く干渉しなかった.

銅, 鉛, カドミウム及びニッケルを DDTC 錯体として酢酸ブチル 10 ml で抽出し, 定量した場合は DDTC と反応活性な種々の遷移金属イオンなどによる干渉が認められた. Table 1 に 5% の負誤差を与える共存イオンの抽出系中の許容量を示した.

Table 1 Permissible amounts (μg) of diverse foreign ions in the sample solution on the determination of copper, lead, cadmium, and nickel by the DDTC extraction method (within 5% negative error)

Ion	Metals			
	Cu	Pb	Cd	Ni
Co^{2+}	2000	2000	2000	500
Fe^{3+}	1000	1000	2000	1000
	2000†	2000†	2000†	2000†
Mn^{2+}	1500	1000	1000	1000
Ni^{2+}	1500	2000	2000	2000
Sb^{3+}	2000	1500	1500	1500
Se^{4+}	2000	2000	2000	1500
Ti^{4+}	1500	2000	2000	1500
V^{5+}	1500	1000	1000	1000

Taken : Cu 4.00 μg , Pb 10.00 μg , Cd 2.00 μg , Ni 4.00 μg ;

† Iron(III) removed by isopentyl acetate; Followings are tolerable under 2000 μg coexistence : Al(III), As(III), Ba(II), Ca(II), Cd(II), Cr(III), Cu(II), Hg(II), K(I), Li(I), Mg(II), Mo(VI), Na(I), Pb(II), Pt(IV), Sn(II), Zn(II)

鉄以外の金属は大気粉じん中の含有量がここで検討した量よりも低く, 実試料の分析に当たっては干渉しないと考えて差し支えない. しかし, 1000 μg 以上の鉄が共存する場合は除鉄が必要となる. 除鉄法として通常よく用いられる MIBK による抽出では⁸⁾¹¹⁾, しばしばエマルジョンを形成して相分困難となり, 更に鉄の抽出率の低下がしばしば見られる. そこで, 5000 μg の鉄(III)を共存させ, 種々の抽出溶媒について 2・3 の操作に従って検討した. 水層の塩酸濃度と鉄(III)の抽出率の関係を Fig. 1 に示した. MIBK, 酢酸ブチル, 酢酸イソブチル, 酢酸ペンチル及び酢酸イソペンチルなどが定量的な抽出率を比較的広い塩酸濃度域で示す. しかし, これらの溶媒のうち, 酢酸ペンチルと酢酸イソペンチルが, エマルジョンをほとんど形成せず極めて分相しやすい点で最も優れていることが明らかとなった. 10 M 塩酸酸

Fig. 1 Relation between extractability of iron(III) and concentration of hydrochloric acid

(I) : Isobutyl Methyl ketone; (II) : Ethyl ether; (III) : Isopropyl ether; (IV) : Butyl acetate and isobutyl acetate; (V) : Pentyl acetate and isopentyl acetate

性で酢酸イソペンチルを用いて鉄(III)を抽出除去した場合, (5.0~200) μg の銅と鉛, (1.0~100) μg のカドミウムとニッケルの回収率はいずれも (100 $\pm$ 2)% であった.

3.3 大気粉じんの湿式分解法の比較

金属標準溶液, 大気粉じん及びこの粉じんに既知量の金属溶液を添加した試料を用い, フッ化水素酸分解法と種々の混酸抽出法を比較検討した (Table 2). なお, 大気粉じんとしては, ビル屋上の空調用外気取り入れ口フィルターから採取した粉じんのうち, 120 メッシュの標準ふるいを通過した 125 μm 以下のものを用いた. 又, 空調用フィルターから採取し調製した粉じんは粗大粒子の比率が高いことも予想されるため, NBS の Urban Particulate Matter (SRM-1648) を用い¹²⁾, 代表的な湿式分解法を比較検討した (Table 3).

Table 2 から, 添加した金属はいずれの分解法においてもすべて (100 $\pm$ 5)% の回収率が得られており, 分解操作における各金属の損失は認められなかった.

SRM-1648 をフッ化水素酸で処理した場合の定量値は, すべての金属元素が保障値あるいは参考値とよく一致した. しかし, 混酸で抽出した場合は鉄, マンガン及びニッケルがそれぞれ 22%, 10% 及び 9% 低い値を示した. 又, 空調用フィルターから採取した大気粉じんについても, 鉄で 8%, マンガンで 7% 程度の差が認

Table 2 Comparison of wet digestion methods for the determination of metals in ambient particulates†

Digestion method	Sample taken (g)	Metals added (μg)	Metals found (μg)						
			Fe	Mn	Zn	Cu	Pb	Cd	Ni
HF-HClO ₄ -HNO ₃	0	A	102	50.2	50.1	20.0	102	9.76	19.5
	0.200	0	7960	123	7490	79.5	235	11.9	18.8
	0.200	B	14900	324	14500	159	479	21.9	39.3
HF-HNO ₃ -H ₂ O ₂	0	A	100	50.4	51.7	20.5	103	9.80	19.5
	0.200	0	7970	119	7640	78.4	240	12.1	18.4
	0.200	B	14900	324	14500	159	482	21.9	39.3
HF-HCl-HNO ₃	0	A	103	51.3	51.2	20.3	103	10.1	20.5
	0.200	0	7860	123	7450	78.2	235	12.1	18.8
	0.200	B	14900	327	14500	161	485	21.4	39.3
HF-HCl-H ₂ O ₂	0	A	101	50.4	50.6	19.7	98.7	10.2	20.0
	0.200	0	7870	123	7450	77.8	238	11.7	18.4
	0.200	B	14900	324	14200	157	486	21.4	39.3
HClO ₄ -HNO ₃	0	A	100	50.4	49.4	20.5	97.5	9.80	19.7
	0.200	0	7300	113	7470	77.1	235	11.4	18.4
	0.200	B	14500	310	14500	157	481	21.4	38.5
HNO ₃ -H ₂ O ₂	0	A	101	50.4	50.0	19.8	98.0	10.0	19.5
	0.200	0	7350	115	7610	77.6	230	11.4	18.9
	0.200	B	14500	313	14700	159	486	21.4	39.3
HCl-HNO ₃	0	A	102	50.0	51.2	20.0	100	10.1	20.5
	0.200	0	7380	115	7470	80.1	236	11.2	18.4
	0.200	B	14100	310	14600	160	486	21.9	39.3
HCl-H ₂ O ₂	0	A	101	50.0	50.6	20.0	100	9.67	20.5
	0.200	0	7380	117	7550	79.5	236	10.9	18.0
	0.200	B	14500	313	14600	159	486	21.4	38.4

† Ambient particulates (Naka-ku, Hiroshima-shi); A: Fe 100 μg, Mn 50 μg, Zn 50 μg, Cu 20 μg, Pb 100 μg, Cd 10 μg, Ni 20 μg;

B: Fe 7000 μg, Mn 200 μg, Zn 7000 μg, Cu 80 μg, Pb 250 μg, Cd 10 μg, Ni 20 μg

Table 3 Comparison of wet digestion methods for the determination of metals in Urban Particulates Matter (NBS-SRM 1648)

Digestion method	Metals found (ppm)						
	Fe	Mn	Zn	Cu	Pb	Cd	Ni
HF-HClO ₄ -HNO ₃	39000	850	4700	590	6530	72.0	79.5
HF-HNO ₃ -H ₂ O ₂	39000	852	4750	595	6530	72.0	80.5
HClO ₄ -HNO ₃	30500	770	4650	590	6550	72.0	74.2
HNO ₃ -H ₂ O ₂	30000	770	4700	585	6510	72.0	75.0

Sample taken: 0.100 g; Certified values: Fe (39100±1000)ppm, Zn (4760±140)ppm, Cu (609±27)ppm, Pb (6550±80)ppm, Cd (75±7)ppm, Ni (82±3)ppm; Tentative value: Mn 860 ppm

められた。以上のことから、大気粉じん中の鉄、マンガン及びニッケルなどは、酸に不溶性のケイ酸塩中にもかなり存在していることが明らかとなった。従って、粉じん中の鉄などの重金属を定量する場合の粉じん試料の湿式分解に当たっては、フッ化水素酸によるケイ酸塩の分解除去が必要であると考えられる。ただし、酸に不溶性の金属は本来ケイ酸塩中に存在していたものか、あるいは人為的活動によって生成されたものかは明らかでない。なお、亜鉛、銅、鉛、カドミウムはいずれの試料においても混酸抽出法とフッ化水素酸分解法とで定量値に有意差は認められなかった。

3.4 大気粉じん分析結果

種々の地域でハイボリュームエアサンプラーを用い、石英繊維濾紙 (Whatman QM-A) 上に捕集した大気粉じんを 2.2 (フッ化水素酸-硝酸-過酸化水素水) 及び 2.3 で分析し、濾紙の空試験値を補正した場合の結果を Table 4 に示した。

分解調製溶液に一定量の各金属イオンを含む標準溶液を添加した場合の添加量と回収値の関係は、すべての試料が ±5% 以内の誤差でよく一致した。種々地域の大気中の重金属量を比較すると、産業と関連した地域の特徴が認められ、重金属が環境指標物質として利用できることが示唆される。

3 結 語

大気粉じん中の重金属を分析する場合の粉じん試料の前処理法として、数種の混酸による抽出法とそれらにフッ化水素酸を加えた分解法などについて比較検討した。その結果、大気粉じん中の重金属には酸抽出法で 100% 抽出できる金属と、酸に不溶性のケイ酸塩中に含まれ、フッ化水素酸分解を必要とする金属があることが明らかとなった。後者には鉄、マンガン、ニッケルがあり、これらの金属はフッ化水素酸分解を行わない場合は (22~7)% も低値を示した。又含有量の少ない銅、鉛、カド

Table 4 Determination of iron, manganese, zinc, copper, lead, cadmium, and nickel in ambient particulates

Sample	Sample taken (g)	Metals added (μg)	Metals found (μg)†						
			Fe	Mn	Zn	Cu	Pb	Cd	Ni
R	0.126	0	20.7	4.00	9.85	12.5	14.1	0.348	1.75
		A	40.7	8.00	19.7	22.9	24.6	0.850	3.78
			(0.94)	(0.031)	(0.094)	(0.029)	(0.065)	(0.0008)	(0.0038)
P	0.0600	0	27.4	4.00	9.28	7.96	16.8	0.174	1.83
		A	47.6	8.00	19.1	18.1	27.3	0.674	3.85
			(0.84)	(0.025)	(0.12)	(0.025)	(0.054)	(0.0005)	(0.0054)
I	0.128	0	20.4	4.44	11.0	9.55	9.26	0.644	1.67
		A	40.7	8.44	20.9	19.8	19.4	1.14	3.70
			(9.1)	(0.21)	(0.61)	(0.12)	(0.11)	(0.0015)	(0.020)
N	0.0605	0	25.0	4.00	6.09	7.36	15.4	0.574	1.00
		A	44.9	8.00	16.0	17.7	25.2	1.06	2.92
			(0.59)	(0.094)	(0.13)	(0.18)	(0.38)	(0.0071)	(0.012)

R: Rural area; P: Petroleum industrial area; I: Iron and steel industrial area; N: Nonferrous industrial area; † Values in parentheses, μg/m³-air; A: Fe 20.0 μg, Mn 4.00 μg, Zn 10.0 μg, Cu 10.0 μg, Pb 10.0 μg, Cd 0.500 μg, Ni 2.00 μg

ミウム, ニッケルを DDTC 錯体として抽出濃縮する際に妨害となる鉄の除去法についても併せて検討した。この場合の除鉄法としては, 10 M 塩酸性から鉄(III)をクロロ錯体として酢酸イソペンチルへ抽出する方法が分相しやすくかつ抽出率も高く最適であった。NBS の SRM-1648 及び数地域の大気粉じんの分析にフッ化水素酸-硝酸-過酸化水素水分解法を適用した結果, この分解法が粉じん試料の前処理法として有効であることが分かった。

文 献

- 1) 杉前昭好: ぶんせき, **1981**, 801.
- 2) 及川紀久雄: “フィールドワークシリーズ, 大気編, 重金属の分析”, p. 84 (1971), (講談社).
- 3) 及川紀久雄, 山根靖弘, 本間 慎: ぶんせき, **1975**, 234.
- 4) W. D. Jonghe, F. Adams: *Anal. Chim. Acta*, **108**, 21 (1979).
- 5) 杉前昭好: 大気汚染学会誌, **14**, 389 (1979).
- 6) P. Geladi, A. W. Adams: *Anal. Chim. Acta*, **96**, 229 (1978).
- 7) T. R. Stolzebung, A. W. Adams: *Anal. Chim. Acta*, **118**, 377 (1980).
- 8) 環境庁大気保全局: “大気汚染物質測定法指針”, (I), p. 4 (1979).
- 9) 山重 隆, 重富康正: 分化, **30**, T106 (1981).
- 10) 山重 隆, 山本 学, 山本勇麓: 分化, **30**, 324 (1981).
- 11) JIS K 0222 (1981).
- 12) M. A. Floyd, V. A. Fassel, A. P. D'Silva: *Anal. Chem.*, **52**, 2168 (1980).

☆

Comparison of acid digestion methods with and without hydrofluoric acid for the determination of iron, manganese, zinc, lead, cadmium, and nickel in ambient particulates by atomic absorption spectrometry. Takashi YAMASHIGE, Hiromichi IDA*, Manabu YAMAMOTO**, Yasumasa

SHIGETOMI***, and Yuroku YAMAMOTO** (*Hiroshima Prefectural Research Center for Environmental Science, 1-6-29, Minami-machi, Minami-ku, Hiroshima-shi, Hiroshima; **Department of Chemistry, Faculty of Science, Hiroshima University, 1-1-89, Higashisenda-machi, Naka-ku, Hiroshima-shi, Hiroshima; ***Department of Chemistry, Okayama College of Science, 1-1, Ridai-cho, Okayama-shi, Okayama)

Various wet digestion methods were examined for the determination of metals in ambient particulates. The recommended procedure was as follows. A given amount of sample was gently heated in a mixture of 10 ml of hydrofluoric acid, 20 ml of nitric acid and 3 ml of hydrogen peroxide and the solution was evaporated to dryness. The residue was dissolved in 10 ml of 0.5 M hydrochloric acid by heating gently. After filtering insoluble residue off, the filtrate was adjusted to 50 ml with 0.5 M hydrochloric acid. Metal concentrations were then determined directly on the solution by atomic absorption spectrometry with an air-acetylene flame. For metals of low concentration such as copper, lead, cadmium, and nickel, the metals were extracted with diethyldithiocarbamate in butyl acetate before the measurement. In this case, a large amount of iron present in the sample had to be eliminated beforehand. This was attained by extraction from 10 M hydrochloric acid solution with isopentyl acetate. This solvent was found most suitable, because it was free from the formation of emulsion and could be separated quickly from aqueous phase. By the present method, the certified values for NBS SRM-1648 urban particulates matter were satisfactorily reproduced. When hydrofluoric acid was not used, about 22 %, 10 %, and 9 % lower values were observed for iron, manganese, and nickel, respectively.

(Received July 16, 1982)

Keyword phrases

trace elements; ambient particulates; acid digestion; hydrofluoric acid digestion; atomic absorption spectrometry.