

## 純度評価を目的とした高純度酸化ランタンの精密重量分析

(産総研物質計測<sup>1)</sup>) ○三浦 勉<sup>1</sup>・和田 彩佳<sup>1</sup>

Precise gravimetric analysis of high-purity lanthanum oxide for purity evaluation (<sup>1</sup>*National Metrology Institute of Japan, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology*) ○Tutomu Miura,<sup>1</sup> Ayaka Wada<sup>1</sup>

National Metrology Institute of Japan, AIST is responsible to develop certified reference materials and to establish traceability to SI (The International System of Units) for chemical metrology. To realize SI traceability, the primary methods of measurement should be applied to value assignment of certified value of certified reference material. In this study, a precise gravimetric analysis method for high-purity lanthanum oxide was developed for purity evaluation. Lanthanum oxide was acid-decomposed, and diethyl oxalate was added to the solution to precipitate oxalate by a precipitation from homogeneous solution method. The oxalate was filtered, ashed, heated to 900 °C, and weighed as oxide. The unprecipitated La was determined by ICP-OES. Subsequently, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> was added to the weighed oxide, and after conversion to sulfate by heating at 600°C, it was weighed to validate the conversion rate from oxide to sulfate. Impurities in lanthanum oxide were evaluated by ICP-MS/MS. A purity value of 99.977 % ± 0.057 % ( $k=2$ ) was obtained, and precise purity evaluation was achieved.

**Keywords :** Gravimetric analysis, Purity evaluation, ICP Mass Spectrometry, Certified Reference Material, Uncertainty

無機標準液は無機分析の基準となる重要な標準物質である。我々は国家計量標準機関の責務として、精確さの高い無機標準液認証標準物質を開発している。無機標準液の開発には、原料物質の純度を電量分析法、重量分析法、滴定法などの精確さの高い一次標準測定法で決定することが望ましい<sup>1)</sup>。ここでは、La 標準液の原料物質に用いる高純度酸化ランタンの純度を決定するために開発した精密重量分析法について発表する。重量分析法では秤量する化合物の形態を評価することが重要である。本法では、秤量した La 化合物を別の化合物に変換し、その変換率から秤量した化学形を検証した。まず、酸化ランタンを溶解し、La をしゅう酸ジエチルによる均一沈殿法でしゅう酸ランタンとして沈殿させた。沈殿をろ過し、灰化後、900 °C に加熱し酸化物として秤量した。炉液に残留した La は ICP-OES で定量した。秤量した酸化物に硫酸を加え、硫酸塩に転換後、秤量し、酸化物から硫酸塩への変換率を検証した。酸化ランタン中の不純物は ICP-MS/MS で評価した。La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> としての純度 99.977 % ± 0.057 % ( $k=2$ ) が得られ、精密な純度評価が達成できた。

1) Establishing comparability and compatibility in the purity assessment of high purity zinc as demonstrated by the CCQM-P149 intercomparison. J. Vogl, H. Kipphardt, S. Richter, W. Bremser, M. d. R. A. Torres, J. V. L. Manzano, M. Buzoianu, S. Hill, P. Petrov, H. Goenaga-Infante, M. Sargent, P. Fisicaro, G. Labarraque, T. Zhou, G. C Turk, M. Winchester, T. Miura, B. Methven, R. Sturgeon, R. Jährling, O. Rienitz, M. Mariassy, Z. Hankova, E. Sobina, A. I. Krylov, Y. A. Kustikov and V. V. Smirnov. *Metrologia* **2018**, 55, 211.