技術論文

連続光源フレイム原子吸光分析法を用いる鉄鋼中ニッケルの高精度分析のための鉄内標準線の選択と逐次測定内標準法の検討

板垣 俊子^{*1}, 芦野 哲也¹, 我妻 和明¹

連続光源フレイム原子吸光法における逐次測定内標準法が分析精度に対してどの程度有効かを既報の同時測定内標準法の結果と比較しながら検討した。鉄鋼中の Ni 定量のための Fe 内標準線を選択するために、23 本のスペクトル線について Fe 濃度と吸光度の関係、測定可能な濃度範囲などを調べた。その結果、内標準線として適用できる濃度範囲は遷移確率と対数密度の積と対応関係があることが分かった。調べた Fe 内標準線と Ni 分析線との逐次測定による内標準法を試み、本内標準法が Ni 吸光度測定における物理干渉や装置ドリフトの補正及び定量値の精度向上に有効か調べた。その結果、逐次測定内標準法では同時測定内標準法ほどの分析精度の向上は難しいことが分かった。

1 緒 言

一般的な原子吸光装置は元素ごとの光源を必要とし単一元素測定が基本とされているが、近年、多波長同時測定ができる分光系を内蔵する装置が市販され、原子吸光分析の応用範囲を広げるものとして注目されている。既に研究成果が原著論文として公開されており、例えば、Resano らは自動車排ガス処理に使用される触媒中の Pt, Pd, Rh の同時定量¹⁾、また、Paz-Rodriguez らは茶葉中にごく微量含まれる複数の金属元素の同時定量²⁾を報告しており、いずれも誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES) に劣らない分析特性が得られることを明らかにしている。

著者らが所有するフレイム原子吸光装置は高輝度キセノンランプの連続光源とエシェル型分光器により多元素・多波長の逐次測定ができる装置で、且つ 0.2~0.5 nm の波長範囲のスペクトル線は同時に測定されるという特徴を有す。これまで、この特徴を生かして鉄鋼中の Ni 及び主成分 Fe の原子吸光を同一光路上で同時に測定し、Fe を Ni 定量の内標準元素とする多波長同時測定内標準法を検討し、この方法が鉄鋼中の Ni 定量における測定精度の向上に有効であることを明らかにした³⁾。また、分析元素と内標準元素の同時測定には、両元素の原子吸収線が近接した波長範囲内に存在しなければならない制約の下で、3 d 遷移金属元素の定量には白金族元素を内標準元素として使用することが適当であることを報告した⁴⁾。

適用できる内標準元素や原子吸収線の組み合わせを広げ

るためには、内標準線の分光化学的な理解が必要とされ、特に、原子吸光分析では吸収線が Lambert-Beer 則に従う濃度範囲は限られたものとなるため、使用するフレイム温度で複数の内標準線の検量線直線範囲をデータベース化する必要がある。Fe 原子は基底電子配置の 5 重項基底準位と同じパリティに属する第一励起電子配置の 5 重項準位が基底電子準位と共に存在するため⁵⁾、多数の原子吸収線が観察され、本研究目的に最適の内標準元素である。本論文では、鉄鋼試料中の Ni 定量の高精度化を目的として、分析元素 Ni に対して内標準元素 Fe の複数の吸収線の逐次測定による内標準法を検討した。多数存在する Fe 原子の吸収線から 23 本の鉄スペクトル線について検量線の直線性や測定可能な濃度範囲を調べ、これらのスペクトル線が Ni 定量のための Fe 内標準線として適用可能かを調べた。そして調べた Fe 内標準線を用いて Ni 分析線との逐次測定による内標準法を試み、この内標準法が Ni 吸光度測定における物理干渉や装置ドリフトの補正及び定量値の精度向上に有効であるかを、同時測定内標準法の結果³⁾と比較しながら検討した。

2 実 験

2.1 実験装置

装置は analytik jena 製の contrAA 700 を使用した。装置の詳細については既報で紹介した³⁾⁴⁾。本実験での装置条件を Table 1 に示す。

2.2 試料溶液

Fe 濃度と吸光度との関係を得るために用意した Fe 検量線溶液 (0.7 M 硝酸-0.6 M 塩酸の混酸溶液) は、比較的感

* E-mail: itagaki@imr.tohoku.ac.jp

¹ 東北大学金属材料研究所材: 980-8577 宮城県仙台市青葉区片平 2-1-1

Table 1 Instrument and the operating conditions for flame atomic absorption spectrometry

Instrument	contrAA 700 (analytic jena)	
Background correction	Continuum radiation source background correction	
Flame	Air - Acetylene	
Gas flow rate		
Acetylene	55 L h ⁻¹	
Air	440 L h ⁻¹	
Burner slot length	100 mm	
Observation height	6 mm	
Measurement time	3 sec	
Analyte	Ni	Fe
Wavelength	232.003 nm	23 lines (see Table 2)
Integrated pixel numbers	3 pixels	3 pixels

度の高い吸収線を測定するために Fe 0 ~ 300 µg mL⁻¹ の範囲, 低感度の吸収線用として Fe 0 ~ 2000 µg mL⁻¹ の範囲で段階的に濃度を変えて調製した. その一つの溶液をフレームに導入すると同時に複数の吸収線を逐次測定する方法により Fe 吸光度を測定し, 検量線を作成した.

逐次内標準法を行うために用いた試料溶液には, 鉄鋼中の Ni 定量を想定した Ni 10 µg mL⁻¹-Fe 500 µg mL⁻¹ または Ni 10 µg mL⁻¹-Fe 1000 µg mL⁻¹ の合成溶液 (7 M 硝酸-6 M 塩酸の混酸溶液) を調製した. 合成溶液中の Ni を分析元素に, 鉄鋼の主成分の Fe を内標準元素として実験を行った.

2.3 実験操作

試料溶液をスプレーチャンバーより空気-アセチレンフレーム中に導入し, 5 秒の遅延時間の後, 逐次測定により Ni と Fe の吸光度を測定した. Ni の分析線として選択した Ni I 232.003 nm の吸光度測定を 3 秒間行い, 続けて Fe の内標準線として選択した吸収線の吸光度測定を 3 秒間行った. Ni 吸光度と直後に逐次測定される Fe 吸光度との比を求め内標準測定とした.

3 結果と考察

3.1 鉄内標準線の選択

Fe 原子は基底電子配置 (3d⁶4s²) の ⁵D 基底準位 (0.00 ~ 0.12 eV) と同じパリティに属する第一励起原子配置 (3d⁷4s) の ⁵P 準位 (0.86 ~ 1.01 eV) が⁵⁾, いずれも原子吸収を起こす電子遷移の始点となる可能性があるため, 波長範囲 200 ~ 500 nm に多数の吸収線が観測される⁶⁾. Fe 内標準法により鉄鋼中の Ni を定量する際に内標準線として用いることが可能な Fe スペクトル線を調べるため, 23 本の Fe スペクトル線について原子吸光を測定し, Fe 濃度と吸

Table 2 Fe spectral lines used for making calibration curve, together with the lower energy level (E_i), statistical weight (g_i) and transition probability (A_{ki})⁶⁾

Wavelength (nm)	E_i (cm ⁻¹)	g_i	A_{ki} (10 ⁸ s ⁻¹)	gA
227.603	0.0	9	0.17	1.53
228.725	704.0	5	0.34	1.70
230.168	978.1	1	0.13	0.13
230.900	888.1	3	0.15	0.45
232.036	415.9	7	0.12	0.84
246.218	415.9	7	0.15	1.05
246.265	0.0	9	0.58	5.22
247.978	704.0	5	1.8	9.0
248.327	0.0	9	4.9	44.1
248.814	415.9	7	4.7	32.9
249.064	704.0	5	3.8	19.0
249.115	888.1	3	3.0	9.0
250.113	0.0	9	0.68	6.12
251.083	415.9	7	1.3	9.1
251.810	704.0	5	1.9	9.5
252.285	0.0	9	2.9	26.1
252.429	888.1	3	3.4	10.2
252.743	415.9	7	1.9	13.3
252.913	704.0	5	0.98	4.9
253.561	978.1	1	0.97	0.97
254.097	888.1	3	0.92	2.76
254.598	704.0	5	0.67	3.35
254.961	415.9	7	0.36	2.52

光度との関係 (検量線) からその直線性や測定可能な濃度範囲を調べた. Table 2 に検討した Fe スペクトル線の測定波長とそれぞれの下位準位 (E_i), 統計重率 (g_i), 遷移確率 (A_{ki}) 及び gA 値⁶⁾を示す.

Fig. 1 に各吸収線における Fe 濃度と吸光度の関係を, その傾きの大きい波長順に並べて示す. 検討したすべての波長において Fe 濃度と吸光度の間に良好な関係が確認できた. そこで, 波長ごとに測定可能な Fe の上限濃度を JIS G 1257 (2013) 「鉄と鋼 - 原子吸光分析方法 装置性能基準 検量線の直線性」⁷⁾に準じて算出した. Fig. 2 (a) に一例として Fe I 254.961 nm における Fe 検量線とそれから求めた Fe の上限濃度を示す. 上限濃度は濃度範囲の上部域 20 % の吸光度差と下部域 20 % の吸光度差の比が 0.7 以上を満たす上限の濃度である. Fe I 254.961 nm の場合, その濃度は 150 µg mL⁻¹ であった. また, Fe 検量線の直線部分の傾きを Fig. 2 (b) に示す. 直線部分の傾きは 0.00170 であった.

次に検量線の直線部分の傾きと「gA 値×相対数密度」との相関について調べた. 各波長の gA 値は Table 2 から, 相対数密度は $10^{(-5040E_i/T)}$ によって求められる. ここで, E_i は下位準位のエネルギー, T はフレーム温度である. 本実験で用いた空気-アセチレンフレームの温度は約 2500 K である⁸⁾ことから T の値を 2500 K とし相対数密度を求めた. 各波長における検量線の傾きと「gA 値×相対数密度」との関係をプロットしそれらをまとめたグラフを Fig. 3 に示

Fig. 1 Relationship between the atomic absorbance and the concentration of iron on several spectral lines

(a) ■, 248.327 nm; ●, 248.814 nm; ▲, 252.285 nm. (b) ■, 249.064 nm; ●, 252.743 nm; ▲, 249.115 nm. (c) ■, 247.978 nm; ●, 246.265 nm; ▲, 251.083 nm; ▼, 250.113 nm. (d) ■, 251.810 nm; ●, 252.913 nm; ▲, 254.598 nm; ▼, 254.097 nm; ◆, 254.961 nm. (e) ■, 252.429 nm; ●, 253.561 nm. (f) ■, 227.603 nm; ●, 232.036 nm; ▲, 228.725 nm; ▼, 246.218 nm; ◆, 230.900 nm; ★, 230.168 nm.

Fig. 2 Relationship between the atomic absorbance and the concentration of iron on Fe I 254.961 nm

(a) Curve regression in the Fe concentration range up to $300 \mu\text{g mL}^{-1}$; (b) Linear regression in range of $0\text{--}75 \mu\text{g mL}^{-1}$

す。Fig. 3 から、両者の間にはおよそ直線関係が得られ、「gA 値×相対数密度」から測定波長の測定感度を予測できることが分かった。Table 3 に Fe スペクトル線ごとの「gA 値×相対数密度」、検量線の傾き及び Fe 上限濃度を検量線の傾きの大きい順に並べてまとめた。調べた 23 本の Fe スペクトル線によりおよそ 3 桁の範囲の Fe 濃度をカバーできる。Ni の分析線である Ni I 232.003 nm の近傍にあり同時測定内標準法³⁾で用いた Fe I 232.036 nm と感度が大きく変わらない 227.603 nm, 246.218 nm 及び 230.900 nm の 3 波長を逐次測定内標準法による Ni 定量の Fe 内標準線として選択した。

3・2 逐次測定内標準法による物理干渉の補正効果の検討

試料溶液に硫酸が共存するとその高い粘性により溶液の吸い上げ量や噴霧効率に影響を与える。著者らはこれまで硫酸共存が内標準補正に与える影響を連続光源の原子吸光分析装置を用いた同時測定内標準法において検討し³⁾、その結果同時測定内標準法は硫酸共存のように試料導用量が変化するような物理干渉の補正に対して著しく有効であることが分かった。そこで、逐次測定内標準法においても同様の実験を行った。Ni $10 \mu\text{g mL}^{-1}$ –Fe $500 \mu\text{g mL}^{-1}$ を含む硝酸-塩酸溶液に硫酸濃度が $0\text{--}5.4 \text{ M}$ となるように硫酸を段階的に添加し、それぞれの溶液の Ni と Fe の吸光度及び

吸光度比を調べた。その結果、三つの Fe 内標準線を用いた場合のいずれも、硫酸濃度の増加に伴い Ni と Fe の吸光度は低下し、硫酸 5.4 M 共存では硫酸を加えないときに比べ 40 % 以上も低下した。しかし Ni/Fe 吸光度比では 10 % 以内の増減に抑えることができた。5 % 以内の増減に抑えられた同時測定内標準法³⁾には及ばないものの、逐次測定内標準法であっても試料導用量が変化するような大きな物理干渉の補正には有効であることが分かった。

3.3 逐次測定内標準法による鉄鋼標準試料中の Ni 定量

鉄鋼認証標準物質中の Ni を逐次測定内標準法 (Ni/Fe 吸光度測定) により測定し、検量線法 (Ni 吸光度測定) による結果と比較した。分析した試料は低合金鋼 JSS 154-14 で、Fe 以外の共存元素を 5.35 % ほど含んでいる。同時測定内標準法³⁾の場合と同様の方法により試料の分解と溶液調製、及び検量線溶液の調製を行った。検量線溶液は Ni 濃度を 0 ~ 10 $\mu\text{g mL}^{-1}$ の範囲で段階的に変えた溶液のそれぞれに試料と同量の Fe をマッチングさせている。試料溶液

Fig. 3 Relationship between the slopes of the calibration curve and the sensitivity factor (gA value $\times$ Relative number density)

は同じ調製法により 10 個用意した。試料溶液と検量線溶液はどちらも、一つの溶液につき連続 3 回の Ni-Fe 逐次測定を行い、Ni の定量値は 10 個の試料溶液 (併行 10 回) の平均値として求めた。測定の手順は以下の通りである。最初に検量線溶液を測定した。次に作製した 10 個の試料溶液を測定し、これらから 1 回目の定量値を求めた。続けて再度 1 回目と同じ 10 個の試料溶液を測定し 2 回目、更にもう一度同じ測定を繰り返し 3 回目とした。これら 3 回の

Table 3 Sensitivity factor (gA value $\times$ Relative number density), slope and upper limit concentration of the calibration curve in each Fe spectral lines

Wavelength (nm)	gA value $\times$ Relative number density	Fe calibration curve	
		slope	The upper limit concentration ($\mu\text{g mL}^{-1}$)
248.327	44.1000	0.03515	10
248.814	25.8966	0.01929	20
252.285	26.1000	0.01670	12.5
249.064	12.6704	0.00987	30
252.743	10.4688	0.00692	60
249.115	5.3984	0.00463	90
247.978	6.0018	0.00352	70
251.083	7.1629	0.00348	100
246.265	5.2200	0.00344	100
250.113	6.1200	0.00294	100
251.810	6.3352	0.00222	100
252.913	3.2676	0.00224	200
254.598	2.2340	0.00199	150
254.097	1.6555	0.00169	250
254.961	1.9836	0.00170	150
252.429	6.1182	0.00132	250
253.561	0.5525	0.00117	> 300
227.603	1.5300	0.00046	500
232.036	0.6612	0.00038	700
246.218	0.8265	0.00034	800
228.725	1.1337	0.00031	1000
230.900	0.2699	0.00021	1400
230.168	0.0740	0.00009	> 2000

Table 4 Analytical results of nickel in a standard certified sample (JSS 154-14)

JSS 154-14		Analyte Ni 232.003 nm Internal Fe 227.603 nm		Analyte Ni 232.003 nm Internal Fe 246.218 nm		Analyte Ni 232.003 nm Internal Fe 230.900 nm	
		Internal standard method	Non-internal standard method	Internal standard method	Non-internal standard method	Internal standard method	Non-internal standard method
1st ^{*1}	Found/mass %	0.507 $\pm$ 0.021	0.480 $\pm$ 0.025	0.494 $\pm$ 0.015	0.478 $\pm$ 0.014	0.480 $\pm$ 0.011	0.483 $\pm$ 0.017
	RSD/%	4.1	5.2	3.1	3.0	2.2	3.6
2nd ^{*1}	Found/mass %	0.496 $\pm$ 0.012	0.491 $\pm$ 0.012	0.502 $\pm$ 0.007	0.499 $\pm$ 0.012	0.483 $\pm$ 0.016	0.532 $\pm$ 0.010
	RSD/%	2.5	2.4	1.5	2.5	2.2	2.0
3rd ^{*1}	Found/mass %	0.507 $\pm$ 0.011	0.494 $\pm$ 0.010	0.515 $\pm$ 0.012	0.484 $\pm$ 0.015	0.498 $\pm$ 0.011	0.536 $\pm$ 0.014
	RSD/%	2.1	2.1	2.4	3.0	2.3	2.5
Average ^{*2}	Result/mass %	0.503 $\pm$ 0.006	0.488 $\pm$ 0.007	0.504 $\pm$ 0.011	0.487 $\pm$ 0.011	0.487 $\pm$ 0.010	0.517 $\pm$ 0.030
	RSD/%	1.3	1.5	2.1	2.2	2.0	5.8

JSS 154-14: Low alloy steel, Certified value 0.505 $\pm$ 0.006 %. *1, $n = 10$; *2, $n = 3$ (Analytical results for the triplicate measurements).

定量の平均値と RSD を求め、経時変化を評価する指標とした。3・1において選択した三つの Fe 内標準線を用いて測定を行い、その結果を Table 4 に示す。Table 4 から逐次測定内標準法による Ni の定量値は認証値とほぼ一致した。三つの Fe 内標準線を用いた測定のすべてにおいて併行 10 回の相対標準偏差 (RSD) は検量線法での RSD とほとんど変わらず精度の向上は認められなかった。同時測定内標準法により Ni を定量した既報³⁾では、内標準法の適用により併行 10 回の定量値のばらつきは 1 % 以下となり、更に時間において測定した 3 回の定量値もよく一致した。それに比べ逐次測定内標準法では 3 回の定量値のばらつきは 2 % 前後であった。このばらつきは Fe 230.900 nm を内標準線と

Fig. 4 Relationship between the measurement number and the atomic absorbance of nickel and iron when determining nickel contained in JSS 154-14

(a) Ni 232.003 nm, Fe 227.603 nm. (b) Ni 232.003 nm, Fe 246.218 nm. (c) Ni 232.002 nm, Fe 230.900 nm. ■, Ni Abs; ▲, Fe Abs; ●, Ni Abs/Fe Abs.

した測定の検量線法による定量値のばらつき (5.8 %) より小さくなったものの、他の二つの結果では検量線法と差がなかった。そこで、JSS 154-14 の Ni を定量するために行った一連の測定の間、試料溶液の各セット間に一つの標準溶液を挟んで測定し、この標準溶液中の Ni 及び Fe 吸光度の経時変化を調べた。つまり、3 または 4 個の溶液を 1 セットとし、10 個の試料溶液の測定では 3, 3, 4 個の試料溶液の間に標準溶液を挟んで測定した。その結果を Fig. 4 (a) から (c) に示す。測定した標準溶液 (12 点または 13 点) の Ni 吸光度の RSD と Ni/Fe 吸光度比の RSD を比べると、ほとんど変わらない場合 (Fig. 4 (b)) と比をとることで RSD が小さくなった場合 (Fig. 4 (a) と (c)) があったが、その値はいずれも 2 % 前後であり、経時変化の RSD を 1 % 以下に抑えることができた既報³⁾の同時測定内標準法に比べると補正の効果は小さい。Ni と Fe 吸光度の経時変化を観察すると、Ni と Fe で似た挙動を示す部分も多くある一方、挙動が異なっていたり、似た挙動でも Ni と Fe の変化率が一致していない部分があり、結果として RSD の値は 2 % 前後にとどまるものと考えられる。そのため、時間において測定した 3 回の定量値のばらつきにおいても、内標準法による精度の向上は認められなかった。Fig. 4 (c) は装置を立ち上げてから装置が安定するのを待たずにすぐに測定し始めた結果である。標準溶液の Ni と Fe の吸光度は測定回数 (= 時間) とともに増加し、そのため RSD は大きくなった。しかし、Ni/Fe 吸光度比では増加の傾向は見られず、比をとることで RSD も小さくなった。Table 4 の最終行に示した Fe 230.900 nm を内標準線に用いた測定における 3 回の定量値のばらつき (RSD) は、この内標準測定による経時変化補正の効果が反映したものと考えられる。以上のことから、逐次測定内標準法は、装置立ち上げ初期のようなシステム上の変化に対する補正効果はあるが、分析元素と内標準元素の測定に時間差が生じるために突発的に起こる変動を同時に補正することができず、そのため不規則な変化に対してはほとんど効果がないことが分かった。

4 結 論

Fe 濃度を $0 \sim 300 \mu\text{g mL}^{-1}$ または $0 \sim 2000 \mu\text{g mL}^{-1}$ の範囲で段階的に変えた溶液を調製し、23 本の鉄スペクトル線について各溶液中の Fe の吸光度を測定して検量線を作成した。その結果、検討したすべての波長において濃度と吸光度の間に良好な関係が確認され、Fe 内標準線として使用可能であることが分かった。また、全測定波長の検量線の傾きと遷移確率 $\times$ 相対数密度との間には直線関係が得られ、感度や適用濃度範囲の違いを遷移確率により説明することができた。

Ni 分析線と Fe 内標準線の逐次測定による内標準法を検

討した。物理干渉への効果を調べるために Ni-Fe の合成溶液に硫酸を 0~5.4 M の範囲で共存させて吸光度変化を調べた。その結果、Ni 吸光度は硫酸濃度の増加に伴い低下し硫酸 5.4 M では約 40 % にまで低下するが、Ni/Fe 吸光度比の場合は 10 % 以内の増減に抑えることができ、逐次測定内標準法は試料導入量が変化するような物理干渉の補正に有効であることが分かった。実際試料の分析として鉄鋼標準試料 JSS 154-14 中の Ni を逐次測定内標準法 (Ni/Fe 吸光度比測定) と検量線法 (Ni 吸光度測定) により定量した。その結果、二つの方法による定量値及び併行 10 回測定の変動値 (RSD) はほとんど変わらず、同時測定内標準法のような明らかな分析精度の向上は確認できなかった。また本内標準法による装置ドリフトの補正効果について調べた結果、装置の立ち上げ初期のようなシステム上の変化に対する補正効果はあるが不規則な変化に対してほとんど補正効果がなかった。以上のことから、逐次測定内標準法は分析元素と内標準元素の原子吸光線の波長が近接する必要がなく、また溶液に含まれる内標準元素の濃度に合わせて適切な内標準線を選択できるという利点があるものの、同時測

定内標準法ほどの分析精度の向上は難しいことが分かった。

(平成 26 年 5 月 24 日、第 74 回日本分析化学討論会において、一部発表)

文 献

- 1) M. Resano, M. del Rosario Florez, I. Queralt, E. Margui : *Spectrochim. Acta Part B*, **105**, 38 (2015).
- 2) B. Paz-Rodriguez, M. R. Dominguez-Gonzalez, M. Aboal-Somoza, P. Bermejo-Barrera : *Food Chem.*, **170**, 492 (2015).
- 3) 板垣俊子, 芦野哲也, 高田九二雄, 我妻和明 : 分析化学 (*Bunseki Kagaku*), **64**, 117 (2015).
- 4) Y. Toya, T. Itagaki, K. Wagatsuma : *Anal. Sci.*, **33**, 217 (2017).
- 5) Atomic Energy Levels Vol II, NBS Circular 467, (1952).
- 6) J. R. Fuhr, G. A. Martin, W. L. Wiese : *J. Phys. Chem. Ref. Data*, **17** (Suppl. 4), 27 (1988).
- 7) JIS G 1257-1259, 鉄及び鋼—原子吸光分析方法 (2013).
- 8) 太田清久, 金子 聡 : “分析化学実験シリーズ 機器分析・5 原子吸光分析”, 日本分析化学会編, p. 24 (2011), (共立出版).

Selection of Iron Absorption Lines for Sequential Internal Standard Method for Accurate Determination of Nickel in Steel Samples by Flame Atomic Absorption Spectrometry Using a High-resolution Continuum-light-source Apparatus

Toshiko ITAGAKI^{*1}, Tetsuya ASHINO¹ and Kazuaki WAGATSUMA¹

^{*} E-mail : itagaki@imr.tohoku.ac.jp

¹ Institute for Materials Research, Tohoku University, 2-1-1, Katahira, Aoba-ku, Sendai-shi, Miyagi 980-8577

(Received December 1, 2016; Accepted February 13, 2017)

This paper reported on the analytical precision in flame atomic absorption spectrometry when an internal standard method, in which absorption lines of the analyte and internal standard element were measured sequentially (sequential method), was applied by using a continuum-light source spectrometer. For comparison, our previous paper regarding an internal standard method by measuring them simultaneously (simultaneous method) was also referred to. Relationships between the absorbance and iron concentration and the ranges of their linear calibration were investigated for 23 iron atomic lines (as the internal standard line), so that an optimum iron line could be selected for the internal standardization. The result indicated that the allowable range of the concentration could be predicted from the product of the relative number density and the transition probability of these absorption lines. The sequential method for an internal standard was carried out in the determination of nickel in a steel sample, to correct for any physical interference occurring in a flame and a drift of the signal response in the measurement. In conclusion, the analytical precision in the sequential method was less improved than that in the simultaneous method.

Keywords: flame atomic absorption spectrometry; high-resolution continuum-light-source spectrometer; sequential internal standard method; iron; nickel.