クロマゾール B を分離捕集剤とする ICP-MS による高純度鉄中の微量元素の定量

長谷川信一* 小林 剛* 佐藤幸一*
五十嵐淑郎** 内藤久仁茂**

*金属材料技術研究所

**茨城大学工学部物質工学科

J. Japan Inst. Metals, Vol. 63, No. 8 (1999), pp. 1069-1074

Determination of Trace Elements in High Purity Iron by Chromazurol B Separation/ICP-MS

Shin-ichi Hasegawa*, Takeshi Kobayashi*, Koichi Sato*,
Shukuro Igarashi** and Kunishige Naito**

*National Research Institute for Metals, Tsukuba 305-0047

**Faculty of Engineering, Ibaraki University, Hitachi 316-8511

A simple pretreating method was studied for determination of trace elements in pure iron samples by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) using chromazurol B (CAB) as a separating reagent of iron. A proposed procedure involved the separation of iron-CAB chelate as precipitate by filtration through a membrane filter after adjusting the pH of the sample solution. A surfactant, TritonX-100, was added to the sample solution for solubilization of other metal-CAB chelates. The optimum condition for iron separation was pH 5, 5 cm³ of 0.01 M CAB and 5 cm³ of 1% TritonX-100. In this method, some trace elements such as Mn, Ni, Co, Cu, Mg, Zn, Cd and Tl were determined by ICP-MS using the filtrate. An acceptable result was obtained for certified standard samples with high sensitivity.

(Received January 28, 1999; In Final Form June 23, 1999)

Keywords: inductively coupled plasma mass spectrometry, chromazurol B as a separating reagent of iron, determination of trace elements in pure iron

I. 緒 言

高純度鉄の研究開発等に関連して、化学分析における定量下限および分析精度の向上が要望され⁽¹⁾、多くの超微量元素分析法の研究が行われている⁽²⁾。高純度鉄中の微量元素の定量には高感度な黒鉛炉原子吸光法(GF-AAS)、誘導結合プラズマ発光分析法(ICP-AES)、誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)などが用いられている。GF-AASは通常、マトリックスである鉄の分離を行うことなく酸分解した試料溶液を直接定量できる利点を有する⁽³⁾。元素にもよるが、鉄の共存により鉄がマトリックスモディファイ効果をもたらす感度が向上する場合もある⁽⁴⁾。しかし、この方法は単元素分析法であることから、多元素分析には長時間を要する。また、一部の高融点元素や希土類元素には適応できない。一方、ICP-AESは多元素同時分析法であり、分析適応元素数が多いが、マトリックスが共存した場合、分光干渉、物理干渉などがあるため一般的にはクベロン⁽⁵⁾⁽⁶⁾などを用いた共沈分

離、イオン交換分離⁽⁷⁾、4-メチル 2-ペンタノンを用いた溶媒抽出分離⁽⁵⁾などによるマトリックスの分離を行っている。他方、ICP-MSは多元素同時定量法であり、ICP-AESに比べ検出感度に優れている。マトリックス共存試料にも適用できるが、その場合イオン散乱や空間電荷により感度が低下する。また、マトリックスが高濃度の場合、スキマーコーンの目詰まりやメモリー効果によりその後の分析に悪影響を与える。そのため通常はICP-AES同様イオン交換分離⁽⁸⁾等の煩雑な前処理を必要とする。そこで、本研究では操作の迅速性、簡便性を踏まえ、環境等に配慮して有害な有機溶媒等を用いない、極めて簡単な前処理法を用いたICP-MSによる高純度鉄中微量元素の定量法の確立を目的とした。マトリックスである鉄の分離には鉄の比色試薬として知られているクロマゾール B⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾を用いた。クロマゾール B についての報告はあまりなされていないが、鉄とキレートを作る性質に着目し、分離捕集剤としての適用ならびにその最適な分離条件等を検討した。

II. 実 験

1. 装 置

装置は横河アナリティカルシステムズ製 PMS2000 型 ICP-MS 分析装置を用いた。クロマゾール B の分離捕集剤としての効果およびマトリックスの分離における実験にはパーキンエルマー社製 5100PC 型フレーム原子吸光分析装置 (FL-AAS) を用いた。原子吸光分析装置の光源にはパーキンエルマー社製 (Al, Fe, Cu, Mn, Cr, Ni, Co, Ga, Tl, Ti, V, Mo) および浜松ホトニクス社製 (Mg, Cd, Pb, Zn) の中空陰極管を用いた。

2. 試 薬

0.01 kmol $\cdot$ m⁻³ クロマゾール B 溶液はクロマゾール B (2,6-Dichloro-3', 3"-dimethyl-4-hydroxyfuchstone-5, 5"-dicarboxylic Acid Disodium Salt : 和光純薬製以下 CAB と略す) 0.503 g を水に溶解して 100 cm³ とした。TritonX-100 1 vol% 溶液は TritonX-100 (Polyoxyethylene(10)Octylphenyl Ether : 和光純薬製) 1 cm³ を水で溶解して 100 cm³ とした。測定元素溶液は関東化学社製原子吸光用標準溶液 (Al, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Ti, Tl, V, Zn: 1 kg/m³ (1 mg/mL)) を混合し、各元素 0.050 kg/m³ (50 μ g/mL) の濃度に調整したもの (16 元素混合溶液)、同様に同溶液を 8 元素 (Cd, Co, Cu, Mg, Mn, Ni, Tl, Zn) 混合して各元素 0.050 kg/m³ の濃度に調整したもの (8 元素混合溶液) および Spex 社製多元素混合標準溶液 Custom Multi-element Standard XSTC-13 (Ag, Al, As, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cs, Cu, Fe, Ga, Hg, In, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Rb, Se, Sr, Th, Tl, V, Zn, U: 0.01 kg/m³), XSTC-8 (B, C, Ge, Mo, Nb, P, S, Si, Ta, Ti, W, Zr, Re: 0.01 kg/m³) を使用の都度水で 0.001 kg/m³ (1 μ g/mL) に希釈したもの (31 元素混合溶液および 13 元素混合溶液) を用いた。マトリックスとして用いた鉄溶液 (50 kg/m³) は日本鉄鋼連盟鉄鋼認証標準物質 JSS 001-4 (高純度鉄 I 種) 5.00 g を秤り取り、硝酸 10 cm³ を用いて加熱分解後、水で希釈し 100 cm³ とした。塩酸、硝酸、アンモニア水および過酸化水素水は関東化学社製原子吸光分析用および多摩化学製 TAMAPURE-AA100 を用いた。シリカゲルは和光純薬製のカラムクロマトグラフ用 Wakogel C-100 (40~100 mesh) を塩酸と水で交互に 3 回洗浄後乾燥したものをを用いた。メンブレンフィルターはミリポア社製の孔径 0.45 μ m のものを ADVANTEC 社製のプラスチック製フィルターホルダー (ポリサルホンホルダー 47 mm) に装着し、ADVANTEC 社製 AS75 アスピレーターに接続して使用した。分析試料は JSS (日本鉄鋼連盟鉄鋼認証標準物質) 002-2 (高純度鉄 II 種), 003-1, 003-2 (高純度鉄 III 種) および ECRM (Euronorm Certified Reference Materials) 097-01 を用いた。水は蒸留水を藤原製作所製の非沸騰式蒸留水製造装置で更に精製したものをを用いた。

Table 1 Operating conditions of ICP-MS.

Rf power	
For ward	1.3 kW
Reflected	8.0 W
Gas flow rate	
Coolant	15.01 min ⁻¹
Auxilant	1.21 min ⁻¹
Nebulizer	0.751 min ⁻¹
Nozzle assy	
Platinum	0.9 mm orifice
Skimmer chip	
Platinum	0.5 mm orifice

3. 実験操作

マトリックスの分離操作は II.2 の鉄溶液 2 cm³ を 100 cm³ ビーカーに分取し、16 元素混合溶液 (8 元素混合溶液) 10 cm³, 0.01 kmol $\cdot$ m⁻³ CAB 溶液および 1 vol% TritonX-100 溶液を加えアンモニア水で pH を調整後、鉄を青色の CAB 錯体の沈殿としてメンブレンフィルター上に捕集した。ろ液および洗浄液は 100 cm³ メスフラスコに移し入れ水で希釈し、定容とした。この溶液を FL-AAS で測定した。31 元素混合溶液または 13 元素混合溶液を用いた場合は同様の操作により得られた溶液を ICP-MS に導入し、Table 1 に示した条件で測定した。

III. 結果および考察

1. CAB の分離捕集剤としての効果

CAB は界面活性剤共存下で Fe³⁺ とキレートを作ることから鉄の比色試薬として用いられている⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。また、構造の類似したクロマゾール S はアルミニウムの定量に用いられ⁽¹¹⁾、その他にも Be, Cd, Co, Cr, Cu, Hf, Fe, In, Ga, Pd, Ni, Th および Ti 等とキレートを生成することが知られている⁽¹²⁾。このことから、CAB も数種類の元素に定量的に吸着することが予想できる。しかし、クロマゾール S については不純物が多いとの報告⁽¹³⁾があることから、多元素同時微量分析の前処理には不適当と考えられる。そこで、CAB の分離捕集剤としての効果を調べた。II.2 の 16 元素混合標準溶液 10 cm³ を 100 cm³ ビーカーに分取し、0.001 kmol $\cdot$ m⁻³ CAB 溶液 1 cm³ および 1 vol% TritonX-100 溶液 500 mm³ を加えアンモニア水で pH 2.0~6.0 まで段階的に調整後、Fe-CAB 錯体を沈殿として確実に捕集するためシリカゲル 5 g を添加し攪拌した。これをグラスフィルター (ϕ 0.1 μ m) を用いて分離した。ろ液および洗液は 100 cm³ メスフラスコに移し入れ定容とした。沈殿は 2 kmol $\cdot$ m⁻³ 硝酸 20 cm³ で溶解して、100 cm³ 定容とした。これらの溶液を FL-AAS で吸光度を測定し、分離操作を行わない TritonX-100 溶液のみを添加した標準溶液の吸光度と比較した。また、CAB 溶液を添加せず同様の操作によって得られた溶液についても測定した。なお、ここで用いた CAB の濃度は添加元素それぞれのモル数からおおよそ 2 倍量以上になるように設定した。

また, TritonX-100 の添加については CAB と Fe が界面活性剤の共存下で反応するとの報告⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾から, その他の元素についてもそれぞれの反応に関与するのではないかと推察したからである. その結果, pH 5.0~6.0 の範囲において, Fe, Al, Pb および Ga はほぼ100%捕集することができた. しかし, Ga については CAB 溶液を添加せずに行った実験結果でも100%捕集された. このことから Ga の場合は CAB とは関係なく水酸化物として分離したものと考えられる. Mo は約50%, Ti は60~70%, V および Cr については70~80%捕集できた. Cr については使用した標準溶液が Cr^{6+} であったことから過酸化水素水を用いて Cr^{3+} に還元して同様に行ったが, 捕集の向上には至らなかった. その他, Mn, Cu, Ni, Mg, Zn, Co, Cd および Tl については全く捕集できないことが判明した. さらに, CAB が低濃度の鉄を100%捕集することからマトリックスのような高濃度の鉄の適用を検討した. II.2 の鉄溶液 2 cm³ に 0.01 kmol·m⁻³ CAB 1 cm³, 1 vol% TritonX-100 溶液 1 cm³ を加え, pH 5.0 に調整したところ暗青色の Fe-CAB 錯体の沈殿が生成し, 高濃度の鉄でも完全に捕集することができた.

以上の結果から, マトリックスが鉄の場合, CAB を用いて鉄のみ捕集し, Al, Cr, Mo, Ti, V および Pb 以外の多数の元素を分離することが可能であると判断した.

2. マトリックスの分離

III.1 で分離可能であった Mn, Cu, Ni, Mg, Zn, Co, Cd および Tl の 8 元素混合溶液を鉄溶液に添加して II.3 の操作に従って実験を行った. III.1 の実験に比べ鉄濃度が大幅に増大したことから CAB の濃度も 0.01 kmol·m⁻³ 溶液を用いた. 分離操作では沈殿量の増加からシリカゲルやグラスフィルターを用いていたのでは分離に長時間(30 min 以上)を要する. また, 分離後の沈殿の処理, グラスフィルターの洗浄など操作性が悪いことから, 孔径 0.45 μm のメンブレンフィルターを用いることにした. この結果, 分離時間は 10 min 程度となり, 操作性も改善することができた.

最適分離条件を決定するために分離時の pH, CAB および TritonX-100 の濃度の影響を検討した. 詳細は以下に述べる.

(1) 分離における pH の影響

II.2 の鉄溶液 2 cm³ を 100 cm³ ビーカーに分取し, 8 元素混合溶液 10 cm³, 0.01 kmol·m⁻³ CAB 5 cm³, 1 vol% TritonX-100 溶液 10 cm³ を加え, アンモニア水を用いて pH 3.0~8.0 まで段階的に調整し, 生成した沈殿をメンブレンフィルター上に捕集した. ろ液および洗液は水で希釈して 100 cm³ 定容とした. 測定は FL-AAS で行い, 標準溶液に 1 vol% TritonX-100 溶液 10 cm³ を添加して 100 cm³ とした溶液により得られた吸光度と比較し, 回収率を求めた. 結果を Fig. 1 に示す. その結果, Cu を除く全ての元素が pH 3.0~5.0 に調節した時に 90~100% の範囲で検出できた. Cu については回収率が約 70% であった. また, pH 6 以上では全ての元素の回収率が低下することが判明した. 鉄以外の元

Fig. 1 Effect of pH on the recovery of analytes.

素が高い回収率を示す pH 3.0~5.0 でも, 鉄が共存しないことが望ましいので pH を 3~5 に段階的に調整して, 鉄を分離した場合のろ液中の鉄濃度を FL-AAS により測定した. その結果, pH 3 では 0.5 kg/m³ (100 cm³ 定容時) 以上混在していたが pH 4 では約 0.05 kg/m³, pH 5 以上ではほとんど 0 になり, 鉄が完全に捕集されたことが分かった. そこで, 鉄分離は pH 5.0 で行うことにした.

(2) CAB 濃度の影響

CAB と鉄の結合比はまだ検討していないが, CAB の分子構造から鉄と CAB の結合比は 1:1 または 1:2 であることが予想される. この場合, 鉄の濃度から考えると 0.0018 kmol·m⁻³ (CAB 添加時) 以上の CAB が必要となる. そこで, 0.01 kmol·m⁻³ CAB 溶液を用い, 鉄の分離における CAB 濃度の影響を調べた. III.2. (1) 操作と同様に, 鉄溶液 2 cm³ を 100 cm³ ビーカーに分取し, 8 元素混合溶液 10 cm³, 1 vol% TritonX-100 溶液 10 cm³ を添加し, 0.01 kmol·m⁻³ CAB 溶液を 0~10 cm³ まで段階的に変化させて添加した. その後 pH を 5 に設定して, メンブレンフィルター上に鉄を捕集した. 得られたろ液を FL-AAS で測定し, 目的元素の回収率に及ぼす CAB 濃度の影響を調べた. 結果を Fig. 2 に示した. Mg は全域でほぼ 100% の回収率を示したが, その他の元素は CAB の存在により回収率の増加が見られた. また, Cu を除くほとんどの元素について 0.01 kmol·m⁻³ CAB 溶液添加量 1~3 cm³ の時の回収率が最高であった. Cu については 5 cm³ 添加時の回収率が最高であったが回収率は約 70% にとどまった. しかし, この場合, 検量線作成溶液も同様の操作により調整することにより Cu の定量も可能になると考えられる. そこで, Cu の定量も考慮し, 0.01 kmol·m⁻³ CAB 添加量 5 cm³ とした. この濃度の CAB を用いると, ろ液が無色透明であることから, 未反応の CAB がろ液側に溶出しなことが推察できた.

(3) 界面活性剤の影響

界面活性剤が分析元素の回収率に及ぼす影響を調べた. III.2. (1) の操作と同様に試料溶液を調整した後, 0.01 kmol·

Fig. 2 Effect of chromazurol B (CAB) addition on the recovery of analytes.

Fig. 3 Effect of TritonX-100 concentration on the recovery of analytes.

m^{-3} CAB 5 cm^3 を添加し, TritonX-100 濃度を $0 \sim 1.6 \times 10^{-4} \text{ kmol} \cdot \text{m}^{-3}$ (100 cm^3 定容時, $1.6 \times 10^{-4} \text{ kmol} \cdot \text{m}^{-3}$ は $1 \text{ vol}\%$ TritonX-100 添加量 10 cm^3 に相当する) まで段階的に変化させた. pH を 5 に設定して, 鉄を分離し, 得られた溶液から目的元素の回収率に及ぼす TritonX-100 溶液濃度の影響を FL-AAS で調べた. 結果を Fig. 3 に示す. Cu および Mn については顕著に回収率の増加が見られた. その他の元素についても僅かではあるが回収率が増加した. また, TritonX-100 を添加しない場合でも Fe-CAB の沈殿が生成され, Mg にはほとんど影響を与えない. このことから TritonX-100 は Fe-CAB の反応に寄与しているのではなく, Fe-CAB の沈殿に共沈するのを防ぐ効果があるものと考えられる. Fig. 3 の結果から $1 \text{ vol}\%$ TritonX-100 溶液添加量は 10 cm^3 で目的を達成した.

3. ICP-MS の適用

前処理に関する実験に ICP-MS を用いず, FL-AAS を使用した理由は試薬, 器具および環境等からの汚染を考慮したからである. ICP-MS の場合それらの影響が顕著に現れ, 測定誤差の原因になる. 従って, 使用する酸類や試薬類も高純度品を用いなければならない. そこで, III.2 の検討結果により得られた分離条件に従い, 高純度試薬類を用いて ICP-MS に導入する試料溶液を作成した. 操作は全てクリーンベンチ (クラス100) 内で行った. また, ICP-MS は FL-AAS に比べ遙かに高感度で多元素同時分析が可能のため, 測定元素の標準溶液も 31 元素混合溶液および 13 元素混合溶液を用いた (100 cm^3 定容時 0.0001 kg/m^3). この溶液と標準溶液を添加しないブランク溶液を ICP-MS に導入して前項で測定した 8 元素以外の元素についても測定した. その結果, Li, Ga, Sr, Ag, Rb, Ba および Cs については, ほぼ 100% の回収率が得られた. また, III.1 で述べた Al, Cr, Mo, Ti, V, Pb の他, As, Be, Bi, Ca, Hg, In, K, Na, Se, Th, U, Zr, Nb, Ta, および W については鉄に吸着し, 全く回収できなかった. Ga については III.1 の結果では水酸化物として沈殿したと思

Table 2 Limits of detection.

Elements	Limits of detection (3σ) ppb (10^{-6} kg/m^3)
Mn	0.034
Co	0.017
Ni	0.019
Cu	0.817
Mg	0.129
Zn	0.041
Cd	0.021
Tl	0.014

われるが, 多量の CAB あるいは TritonX-100 が水酸化物の生成を阻止したものと推察される. なお, 試料溶液中に界面活性剤等の高分子化合物を多量に含有した場合, ICP-MS 測定時にスキマーコーンに付着し, 導入されるイオンの量が減少する. そのため検出感度の低下を招く. しかし, 今回の実験に用いた 2 倍程度の濃度 ($3.2 \times 10^{-4} \text{ kmol} \cdot \text{m}^{-3}$) であれば TritonX-100 は ICP-MS の測定に影響をあたえなかった. このことから定量下限の低減化が考えられる. 試料秤り取り量を増やして最終的な液量を減らせば, かなりの濃縮が可能である.

4. 検出限界

検出限界は鉄溶液に 31 元素混合溶液 $0 \sim 10 \text{ cm}^3$ を段階的に加え, 試料と同様の操作を行い作成した検量線溶液のブランク溶液を 10 回測定し, 得られた標準偏差 (σ) の 3 倍に相当する質量である. 結果を Table 2 に示した. Cu は回収率が低かったことから検出限界もあまり良くなかったが, その他の元素については良好な結果が得られた.

IV. 実際試料の定量結果

1. 分析方法

試料 0.100 g を 100 cm^3 のビーカーに秤り取り, 硝酸 3 cm^3 および水 3 cm^3 で加熱分解する. 冷却後, $0.01 \text{ kmol} \cdot \text{m}^{-3}$ CAB 溶液 5 cm^3 および $1 \text{ vol}\%$ TritonX-100 溶液 10

Table 3 Results of the determination of Mn, Co, Ni and Cu in pure iron by ICP-MS.

Sample	Analyte	Certified value (ppm)	Found (ppm)
JSS 002-2	Mn	3	3.4
	Co	29	29.0
	Ni	5	5.4
	Cu	14	13.7
JSS 003-1	Mn	18	17.6
	Co	25	25.3
	Ni	33	33.3
	Cu	18	18.1
JSS 003-2	Mn	18	18.0
	Co	25	26.7
	Ni	34	33.3
	Cu	17	17.9
ECRM 097-1	Mn	64	63.5
	Co	37	37.1
	Ni	25	25.7
	Cu	20	20.1

n=2

Table 4 Results of the determination of Mg, Zn, Cd and Tl in pure iron by ICP-MS.

Elements	Found (ppm)	
	Not added	added*
Mg	0.00	0.11
Zn	0.00	0.08
Cd	0.00	0.09
Tl	0.00	0.10

n=2

* Concentrations of the analytes added: 0.1 ppm

cm³を加え攪拌する。アンモニア水を用いて pH 5.0 に調整後、溶液を吸引ろ過し、Fe-CAB 錯体を沈殿としてメンブレンフィルター上に捕集する。水で数回洗浄後、ろ液および洗液を 100 cm³ メスフラスコに移し入れ定容とする。この溶液を ICP-MS に導入し、Table 1 の条件で測定する。検量線から目的元素濃度を算出する。検量線溶液には目的元素の含有量が極めて少ないものか含有量が分かっている高純度鉄を用い、標準溶液を添加した後、試料と同様の操作を行って作成する。本実験では II.2 の鉄溶液(日本鉄鋼連盟鉄鋼認証標準物質⁽¹⁴⁾ JSS 001-4 を用いて調製した)2 cm³ を 100 cm³ ビーカーに分取し、31 元素混合溶液(0.001 kg/m³) 0~5 cm³ を段階的に添加した。この溶液を上記の操作に従ってマトリックス分離し、100 cm³ 定容とした溶液を用いて検量線を作成した。なお、JSS 001-4 は鉄純度 99.998% (酸素を除く)、素材提供は東邦亜鉛㈱で、素材の高純度鉄板は電解精製によって作成され、さらに化学洗浄、熱純水洗浄などの工程を経て製造された。真空溶解法で作成された JSS-001-1, 001-2 および JSS 002, 003 シリーズとは異なり、溶解工程を経ていないので溶解用ろつばや電解雰囲気からの汚染を受けていない。主な不純物元素の表示値は Cu : 0.5 ppm, Ni : <0.3 ppm, Co : 0.3 ppm, Mn : <0.03 ppm (参考値) であり、現在

日本鉄鋼連盟で頒布している高純度鉄試料の中では最も高純度な鉄である。

2. 分析結果および精度

本法により日本鉄鋼連盟鉄鋼認証標準物質⁽¹⁴⁾ JSS 002-2, 003-1, 003-2 および ECRM⁽¹⁵⁾ 097-1 の Mn, Cu, Ni および Co を定量した。結果を Table 3 に示す。表示値に対し良い一致を見た。また、その他の元素については表示値および参照値がないので、定量値と各元素 0.1 ppm を添加したものについて比較した。結果は Table 4 に示したように良好であった。分析精度の測定には日本鉄鋼連盟標準試料 JSS 003-1 を用い、Mn, Co および Ni を本法により 5 回測定し相対標準偏差を求めた。その結果、Mn : 4.28% Co : 5.02% Ni : 2.23% であり、分析精度としては満足の行く結果が得られた。また、今回定量した Mn, Cu, Ni, Co, Mg, Cd, Zn および Tl 以外にも Li, Ga, Sr, Ag, Rb, Ba および Cs については鉄分離溶液から直線性の良い検量線が画けることから、本法により定量可能であると思われる。

V. 結 言

高純度鉄中の微量元素定量について、CAB を分離、捕集剤とした極めて簡単な前処理法による ICP-MS 分析法の確立を目的として、最適分離条件等の種々の検討を行った。その結果、酸分解した試料溶液に CAB および TritonX-100 を添加し、pH を調整した溶液をメンブレンフィルターで吸引ろ過することにより、鉄を CAB 錯体として分析元素 (Mn, Ni, Co, Cu, Mg, Zn, Cd および Tl) から分離することができた。この分離方法は ICP-MS 分析等の高感度分析法における前処理法として十分適用できることが分かった。また、イオン交換分離法や溶媒抽出法に比べ簡便で短時間に前処理が行えた。更に、本法により日本鉄鋼認証標準物質を分析したところ表示値と良く一致する結果が得られた。従って、本法は煩雑で長時間を要する前処理を行うことなく高純度鉄中の微量元素の高感度な定量を可能にする。

文 献

- (1) K. Abiko: *Materia Japan*, **33**(1994), 11-15.
- (2) K. Takada: *Materia Japan*, **33**(1994), 84-87.
- (3) T. Kobayashi, S. Hasegawa and T. Yoshioka: *Tetsu-to-Hagane*, **85**(1999), 124-128.
- (4) S. Hasegawa, T. Kobayashi and R. Hasegawa: *J. Japan Inst. Metals*, **62**(1998), 1163-1167.
- (5) K. Takada, T. Shoji, Y. Danzaki, M. Ishiguro, T. Itagaki and K. Hirokawa: *CAMP-ISIJ*, **5**(1992), 394-397.
- (6) Y. Nakamura, K. Ide, R. Hasegawa: Preprint of the 47th, Annual Meeting of The Society for Analytical Chemistry of Japan, **229**(1998).
- (7) K. Yamada, O. Kujirai and R. Hasegawa: *Anal. Sci.*, **9**(1993), 385-390.
- (8) A. G. Coedo, T. D. López and F. Alguacil: *Anal. Chim. Acta*, **315**(1995), 331-338.
- (9) A. Garcic: *Clin. Chim. Acta*, **94**(1979), 115-119.

- (10) A. Tabacco, E. Moda, P. Tarli and P. Neri: Clin. Chim. Acta, **114**(1981), 287-290.
- (11) JIS G 1224, Method for determination of Al in Iron and Steel, (1981).
- (12) E. Bishop: *Indicators*, Pergamon Press, Oxford, (1972), 347.
- (13) K. Goto, M. Furukawa and S. Shibata: Reports of the Government Industrial Research Institute, Nagoya, **36**(1987), 18-20.
- (14) "Technical Report for the Manufacture of Japanese Iron and Steel Certified Reference Materials. Part 2", The Japan Iron and Steel federation, (1994).
日本鉄鋼標準試料の製造に関する技術報告書(第2部), 日本鉄鋼連盟, (1994).
- (15) European Certified Reference Materials (EURONOROM-CRMS), Information Circular No. 1, (1983).