

黒鉛炉原子吸光分析法による微量Alの定量

植村 純子*・大石 隆司*²・塗 嘉夫*³

Determination of trace amounts of Al in iron and steels by graphite furnace atomic absorption spectrometry
Junko Uemura, Takashi Oishi and Yoshio Nuri

Synopsis: Graphite furnace atomic absorption spectrometry was used for the determination of trace amount of acid soluble aluminium and total aluminium in iron and steels. A sample was dissolved with sulfuric acid. After filtration, magnesium sulfate as a matrix modifier was added to the filtered solution. This solution was atomized at 3273K and acid soluble aluminium was determined. For the determination of total aluminium the filtered solution mixed with the solution obtained from residue fused with potassium disulfate were used. The solution was ashed at 2273K in order to avoid interferences of potassium disulfate. The pyrocoated graphite tube could be used 130 times for the determination of acid soluble aluminium, and the platform could be used over 100 times for the determination of total aluminium. The proposed method was applied to determine acid and total aluminium in stainless steel and tool steels.

Key words: graphite furnace atomic absorption spectrometry ; iron and steels ; trace analysis ; acid soluble aluminium ; total aluminium

1. 緒言

不純物元素の低減ならびに高浄化を目的に精錬技術の開発研究が精力的に行われている。これに関連して、粉末製造用溶解炉におけるノズル閉塞に影響する微量Alのコントロール、ステンレス鋼中の微量Al定量、パーマロイ中の介在物形態別定量など微量Al定量分析法の確立が要望されている。

一方、ppmレベルのAl定量法として、黒鉛炉原子吸光分析法 (Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry:以後GF-AASと記す。) が利用されてきている^{1)~5)}。GF-AASは、少ない試料量で高感度の応答が得られるという特徴を有し、水質、土壌分析等広く一般に用いられている⁶⁾。鉄鋼分野においても普通鋼¹⁾、炭素鋼²⁾、ステンレス鋼^{3) 4)}の微量Al分析に本法が適用されている。しかし、GF-AAS法の試料溶解に用いる酸が硫酸^{1) 2)}、塩酸と硝酸の混酸⁴⁾、および王水^{3) 5)}と多岐にわたることや、測定条件においても試料溶液の灰化温度が1473K¹⁾、1673K³⁾、1673K~1973K⁴⁾、2273K^{2) 5)}、さらに原子化温度が2873K³⁾、2973K¹⁾、3173K~3273K⁵⁾、2673K~3273K⁴⁾、3273K²⁾と広範囲であるなど測定条件について不明確な点が数多い。

本研究においては、①GF-AAS測定時における溶解酸、修飾剤、原子化温度などの基礎条件、②T.Al定量時における融剤が共存する場合の適正灰化温度、③黒鉛炉の寿命について調査した。さらにステンレス鋼および工具鋼に本法を適用したのでこれらの結果について報告する。

2. 原子吸光分析法の原理と分析フロー

2.1 測定原理^{7) 8)}

原子のなかで最外殻電子は、量子化されたエネルギー準位を有しており、この準位間で電子の移動が起こるとき、(1)式で示すようなBohrの量子条件に相当する振動数 ν (または波長 λ)の光が吸収あるいは放出される。

$$E_n - E_m = h\nu = hc/\lambda \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 E_n は励起状態の持つエネルギー、 E_m は基底状態の持つエネルギー、 h はプランク定数、 ν は光の振動数、 c は光の速度、 λ は光の波長である。

このようなエネルギー準位 E_n 、 E_m は原子に固有な値なので、電子の移動に伴い吸収あるいは放出される光、すなわちスペクトル線の波長も原子に固有の値をもつ。それゆえ原子スペクトルの波長や強度を測定して元素の定量を行うことができる。このような分析方法を原子スペクトル分

* 技術研究所プロセス研究室兼技術研究所研究試験課
*² 技術研究所研究試験課兼技術研究所プロセス研究室
*³ 技術研究所プロセス研究室、工博

析という。

ここで原子吸光とは、Fig.1に示すように低いエネルギー準位 E_m にある電子が光源からの入射光（エネルギー $h\nu$ をもつ）を吸収して高いエネルギー準位 E_n に移動する現象をいう。

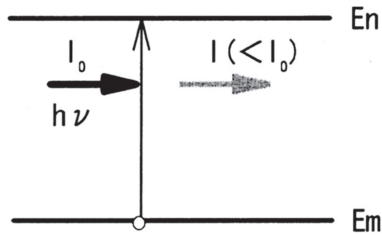


Fig.1. Theory of atomic absorption spectrometry⁶⁾.
 I_0 : Incident intensity, I : Transmitted intensity, $h\nu$: Light energy

原子吸光分析での測定において、測定値として用いる吸光度は $\log(I_0/I)$ で表され、光吸収量に依存する。

吸収信号は時間を横軸に山型のピークとして出てくる。吸光度の値はこのピーク高さ、あるいは面積で表される⁶⁾。

2・2 分析フローと現状の課題

吸光度を測定するまでの工程をFig.2~4に示す。

まずFig.2に示すように試料を秤量し、酸溶解後、濾過で酸可溶性Alと酸不溶性Alに分離する。また、酸不溶性Alもあわせて定量する場合はこれを溶体化する。完全に試料を溶解した後、原子蒸気生成を促進させる修飾剤を添加し、希釈する。

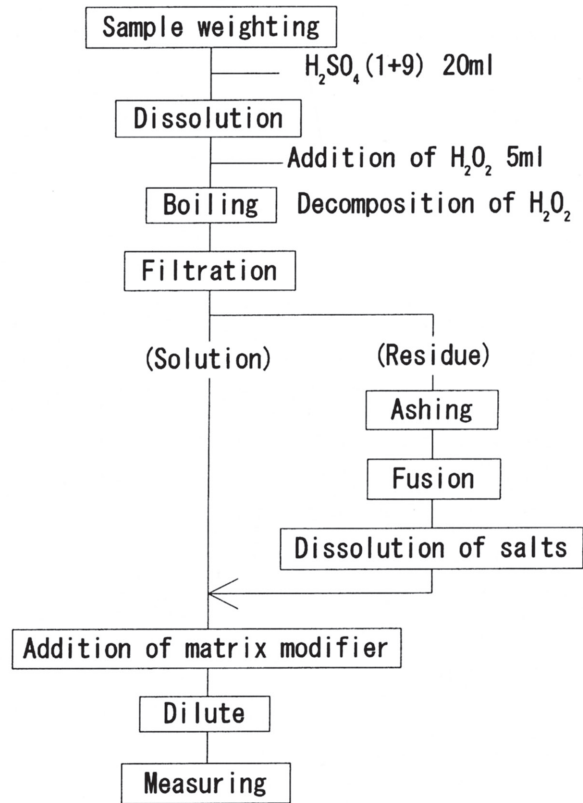


Fig.2. Outline of measuring procedure.

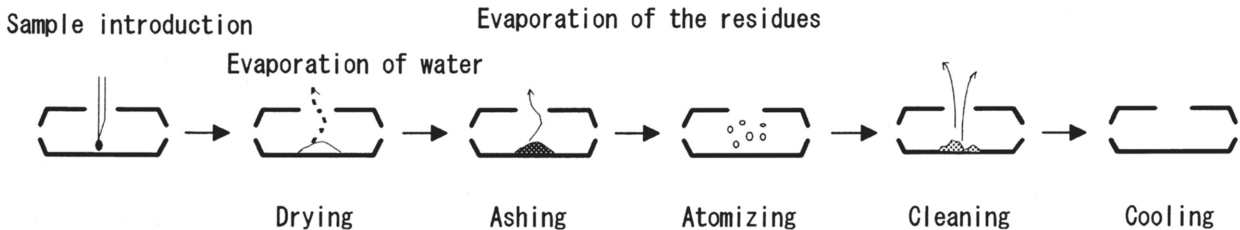


Fig.3. Heat steps.

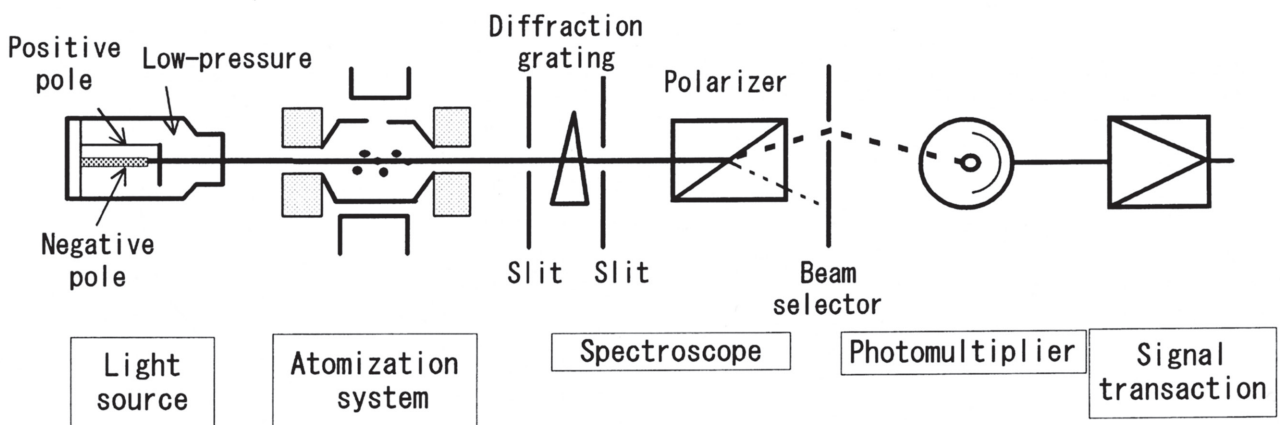


Fig.4. Measurement mechanism.

次にFig.3で示すように調製した試料溶液を黒鉛炉内に滴下した後、あらかじめ設定しておいた加熱温度プログラムにそって徐々に昇温する。原子化段階において、Fig.1に示したようなエネルギー準位 E_m にある原子の蒸気が生成する。

与える光エネルギーはFig.4に示すような光源で作られる。この光エネルギーが原子化部で生成した原子蒸気へ与えられると原子吸光現象がおこる。そして分光器以降の装置で I_0 と I が測定され、電気信号から吸光度が計算される。

以上の工程において吸光度に大きく影響を与える要因は、Fig.3に示すような基底状態にある原子蒸気の生成にある。この原子蒸気の生成に影響を与えるのは、

- 1) 黒鉛炉内部表面状態であり、この表面の劣化に影響する試料溶液中の酸の種類と濃度、
- 2) 1)と同様の影響をもたらす融剤（酸不溶性Alを融解するために用いる）の濃度、
- 3) 原子蒸気生成を促進させる修飾剤の添加、
- 4) 原子化温度、
- 5) 測定元素（Al）の原子化を妨害する融剤をT.Al測定時の灰化段階で除去するための灰化温度、である。

この中、1)、3)、4)についてはすでによく検討されており^{1)~6)}、本研究においてもこれらの知見をもとに基礎的な条件を確立した。しかし、2)、5)については十分な検討が行なわれていないように思われる。そこでT.Al定量時に酸不溶性Alを融解するために用いる融剤の濃度、および融剤の入った試料溶液測定時の灰化温度について、各種測定条件を比較実験することにより適正值を求めた。

3. 実験方法

3・1 装置

装置には日立製作所Z-8200形偏光ゼーマン原子吸光度計を使用した。この装置に取り付ける光源ランプにはアルミニウム分析用中空陰極ランプを用いた。また、加熱炉にはパイロコーティング黒鉛炉およびプラットフォームを使用し、測定時は加熱炉の内外をアルゴン雰囲気保った。

3・2 試薬

Al, Mn, Cu, MoおよびCoの標準試薬としては、市販品（米Spex社製 Spex Plasma Standard, 1000mg/L）を希釈して使用した。ニッケルにはSpex社製の純金属99.999%、クロムにはニクロム酸アンモニウムを使用した。硫酸、過酸化水素水、硫酸マグネシウム、二硫酸カリウム、純鉄には市販特級品を、水には蒸留イオン交換水を使用した。

3・3 測定方法

調製した試料溶液10 μ Lを日立製作所製SSC-300形グラフアイトアトマイザー用オートサンプラーを用いて黒鉛炉へ注入した。Fig.5およびTable 1に示す加熱温度条件に基づいて黒鉛炉を加熱した。加熱温度条件に関する検討を行わない場合は、Table 1に示す実験No. I の条件で測定した。原子化設定温度条件検討の際には実験No. II, 灰化設定温度条件検討の際には実験No. III の条件で測定した。測定時の分析波長を309.3nm, スリット幅を1.3nmに設定し、バックグラウンド補正を偏光ゼーマン法で行った。吸光度はピーク高さで示した値を用いた。以後、表示する吸光度は連続5回測定の平均値をとったものである。

Table 1. Operating parameter.

Experimental No.		Drying		Ashing		Atomizing	Cleaning	Cooling
		A	B	C	D	E	F	G
I	Temperature/K	353→423	423	423→1573	1573→2273	3273	3273	273
	Time/s	40	10	0	30	5	4	5
II	Temperature/K	353→424	423	423→1574	1573→2274	2673	3273	273
	Time/s	40	10	0	30	2873 3073 3273 5	4	5
III	Temperature/K	353→424	423	423→1273	1273	3273	3273	273
				1473	1473			
				1673	1673			
				1873	1873			
				2073	2073			
				2173	2173			
				2273	2273			
				2373	2373			
				2473	2473			
				2573	2573			
Time/s	40	10	20	20	20	5	4	5
				2673	2673			
				2673	2673			
				2873	2873			
				2873	2873			
				2873	2873			
				2873	2873			
				2873	2873			
				2873	2873			
				2873	2873			

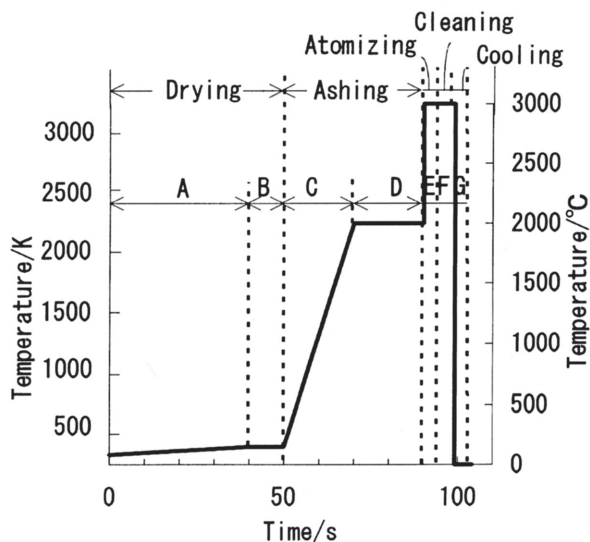


Fig.5. Heat pattern.

4. 実験結果と考察

4.1 基礎定量条件の確立

4.1.1 溶解酸の種類と濃度

鉄鋼試料を溶液化するために酸を用いる。この試料溶液をそのまま測定に用いるので、試料溶液中にはAlと酸が共存する。

今回、溶解酸について硫酸、王水系混酸の影響を調査した。Fig.6に硫酸濃度とAl吸光度との関係を示す。

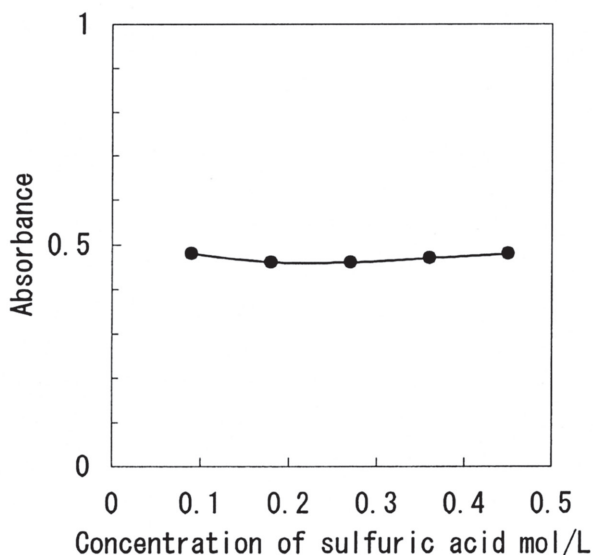


Fig.6. Relationship between concentration of sulfuric acid and absorbance of aluminium.
Al:0.1mg/L, H₂SO₄: (0.09,0.18,0.27,0.36,0.45) mol/L

吸光度は硫酸0.09~0.45mol/Lの間で濃度に関係なくほぼ一定であった。しかし、0.27mol/L以上になると一つの黒鉛

炉を用いて連続測定を行った場合に吸光度の安定する期間が得られなかった。これは酸によって黒鉛炉内部表面の劣化が進み、黒鉛炉内部表面で起こるAlの原子化が安定していないためと思われる。また、硫酸0.09mol/Lの場合には純鉄0.5g以上の溶解が困難であった。このことから溶解酸は硫酸0.18mol/Lとなるように調製した。

王水系混酸については吸光度がほとんど得られなかった。この原因は王水系混酸中の塩酸によるものと思われる。塩酸が共存することで灰化時に鉄が沸点の低い塩化鉄となって揮散するとき、塩化アルミニウムも共に揮散し、吸光度が低くなると考えられている¹⁾。

4.1.2 修飾剤の濃度

GF-AAS法では「化学干渉」という、目的元素（本研究ではAl）の原子化が、共存物質により灰化段階と原子化段階で妨害されることがある⁹⁾。そこで、共存物質の影響を抑制し目的元素の原子化を促進するために「修飾剤」といわれる物質を試料溶液に添加する。修飾剤は測定元素によっても異なり、多種多様である。本報においてはAl定量用の修飾剤として硫酸マグネシウムを使用した²⁾。修飾剤の添加量による吸光度の変化を知るため、Al溶液を黒鉛炉に滴下後、硫酸マグネシウム溶液（2.5g/L）を0~30 μ Lの間で変化させて滴下し、吸光度を測定した。その結果をFig.7に示す。

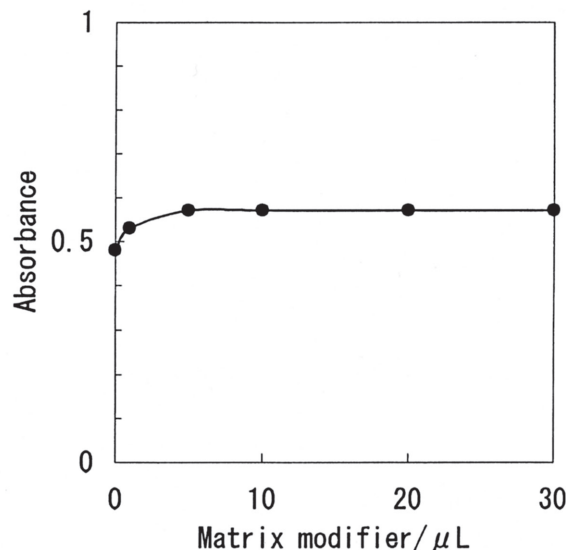


Fig.7. Effect of matrix modifier on absorbance of aluminium.
solution: [Al:0.1mg/L, H₂SO₄:0.18mol/L, Fe:2.5g/L]
matrix modifier: [MgSO₄:2.5g/L]

添加量が5 μ Lまでは吸光度の上昇がみられたが、5 μ L以上で吸光度は一定となった。修飾剤を添加しなかった場合と比較して吸光度が上昇するのは、灰化時においてAlがマグネシウムとある種の化合物を生成し、この化合物の生成によって灰化時におけるAlの揮散がより高温まで抑制さ

れ、さらにAlの酸化物の生成も抑制されることによる。このために原子化の効率が向上し、感度が上昇するといわれている²⁾。以上より、試料溶液には修飾剤として硫酸マグネシウムを濃度2.5g/Lとなるように添加した。

4・1・3 原子化設定温度

原子化段階は、目的元素が原子蒸気となり中空陰極ランプからの光を吸収し吸光度の値を決定する、加熱温度プログラムの中でも重要な段階である。低すぎると十分な原子化が行われない。そこで、前述したTable 1の実験No.Ⅱで示すように原子化設定温度を2673K~3273Kに変化させて吸光度の変化をみた。このときの原子化設定温度と吸光度との関係をFig.8に示す。吸光度は原子化設定温度とともに高くなり、3273Kの時、最大吸光度を得た。装置の性能上3273Kが最高温度でもあるので（3273K以上では黒鉛炉中の炭素の蒸発が起こるため設定不可となっている。）、最も高い感度の得られる3273Kで測定した。

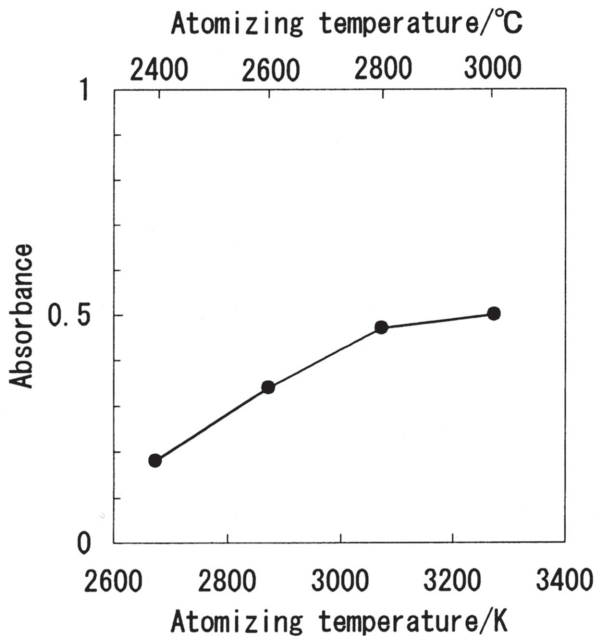


Fig.8. Effect of atomizing temperature on absorbance of aluminium. Al:0.1mg/L, H₂SO₄:0.18mol/L, Fe:2.5g/L, MgSO₄:2.5g/L

4・2 T.Al定量の適正条件

4・2・1 融剤 (K₂S₂O₇) の適正量

T.Al定量時、濾過後の残さを融解するために融剤：K₂S₂O₇（二硫酸カリウム）を用いる。K₂S₂O₇は750℃でK₂SO₄（硫酸カリウム）とSO₃（無水硫酸）に分解する。発生したSO₃は酸性が強く反応性に富み、金属元素と結合し直ちに硫酸塩を作る^{10) 11)}。この硫酸塩を水または希酸で溶解することで、残さの定量が可能となる。融解後は水に溶解してそのまま測定に用いるので試料溶液中にAlとK₂S₂O₇残留物が共存する。そこで共存物質としてのK₂S₂O₇の吸光度に及ぼす影響を調べた。K₂S₂O₇を1.0g/L~10g/L

の範囲で変化させて（Al+Fe）溶液に添加し、（Al+Fe+K₂S₂O₇）の吸光度をみた。その結果をFig.9に示す。

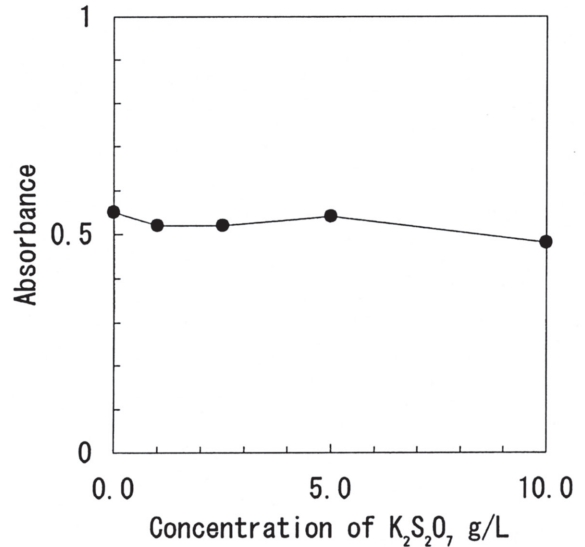


Fig.9. Effect of coexisting K₂S₂O₇ on absorbance of aluminium. Al:0.1mg/L, H₂SO₄:0.18mol/L, Fe:2.5g/L, K₂S₂O₇: (1.0, 2.5, 5.0, 10.0) g/L, MgSO₄:2.5g/L

Fig.9より、5.0g/Lまでの共存では（Al+Fe）とほぼ吸光度が変わらなかったが、10g/Lではやや低値を示した。10g/Lで低値を示す原因として、Al原子化段階前の灰化段階で多量のK₂S₂O₇に起因するガスが放出する際に一部のAlも揮散したことが考えられる。一方、5.0g/L未満にすると融解操作において試料が完全に融解せず、吸光度にマイナス誤差を与える可能性が生じる。よって用いる融剤の適正量を5.0g/Lとなるように調製した。

4・2・2 灰化設定温度

4・2・1で述べたように試料溶液中にはAlとK₂S₂O₇残留物が共存する。この溶液中のK₂S₂O₇残留物を硫酸系のイオンとみなし、硫酸系の白煙が発生する1827K付近を中心に灰化設定温度を調べた。

前述したTable 1の実験No.Ⅲで示すように灰化段階において423Kから到達温度まで昇温時間20秒、到達温度での保持時間を20秒とし、到達温度を変化させた。このときの（Al+Fe+K₂S₂O₇）溶液の吸光度の変化をみた。

その結果、Fig.10（●）にみられるように約2273Kを境に1873Kまで吸光度が低下し、1873K以下の温度では吸光度の低値が続く。

また、この現象がK₂S₂O₇共存によるものであることを確認するために同様の灰化設定実験をK₂S₂O₇のない、（Al+Fe）溶液についても行った。その結果もFig.10（○）に示す。Fig.10における二つの曲線の比較からK₂S₂O₇が共存すると灰化設定温度約2273K以下で吸光度が低値を示すことがわかる。この灰化設定温度約2273K以下で吸光度が低値を示

す原因は次のように考えられる。Fig.11に示すように $K_2S_2O_7$ に起因する灰化物の蒸発は1873K付近で起こっている。しかし、灰化設定温度が1873K以下であるとFig.11に示すような灰化物のピークも出ない。このことからTable 2に示すように、灰化設定温度が低い場合には $K_2S_2O_7$ が灰化段階で除去されず、3273Kの原子化段階において突沸のような現象が起こるものと思われる。このとき灰化物の突沸にともない、Alの一部が原子化されないまま揮散することが、吸光度の低下する原因であると考えられる。

この実験より、灰化段階において2273Kまで昇温すると高い吸光度が得られることがわかった。よって $K_2S_2O_7$ がAlと共存するT.Al定量時の灰化条件は、423Kから2273Kまでの昇温時間を20秒とし、2273Kでの保持時間を20秒とした。

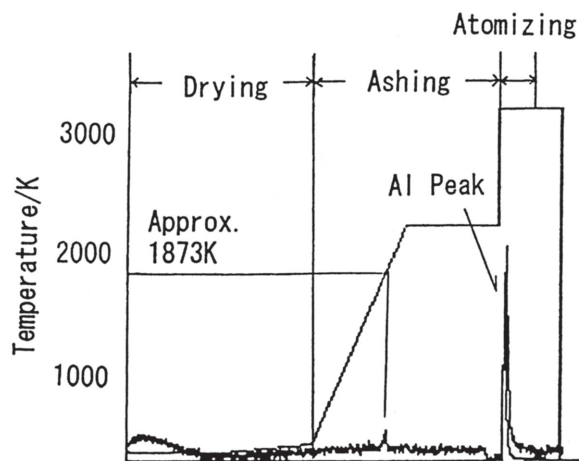


Fig.11. Reference peak in the ashing step.

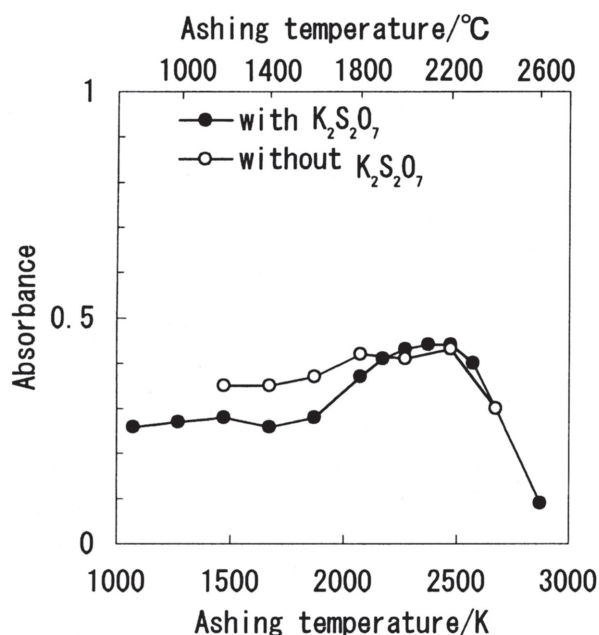


Fig.10. Effect of ashing temperature on absorbance of aluminium in the presence of $K_2S_2O_7$.
Al:0.1mg/L, H_2SO_4 :0.18mol/L, Fe:2.5g/L, $MgSO_4$:2.5g/L,
●: [with $K_2S_2O_7$, 5.0g/L], ○: [without $K_2S_2O_7$]

Table 2. Cause of low absorbance below 1873K.

	Ashing	Atomizing
Ideal		
Below 1873K		

4・3 共存元素の影響

鉄鋼においては共存元素の種類およびその濃度は広範囲である。本報では微量Alを含む現存の鉄鋼（ステンレス鋼）を対象を限定し、その中で微量Alと共存する元素（Ni, Cr, Mn, Cu, MgおよびCo）について検討した。（Al+Fe）溶液にTable 3で示す元素をそれぞれ添加して（Al+Fe+共存元素）溶液を調製した。この（Al+Fe+共存元素）溶液の吸光度を測定し、（Al+Fe）溶液の吸光度との比をとった。その結果をFig.12に示す。

Table 3. Concentration of coexisting elements.

Coexisting elements	Ni	Cr	Mn	Cu	Mo	Co
Concentration (mass%)	100	30	3	2	3	1

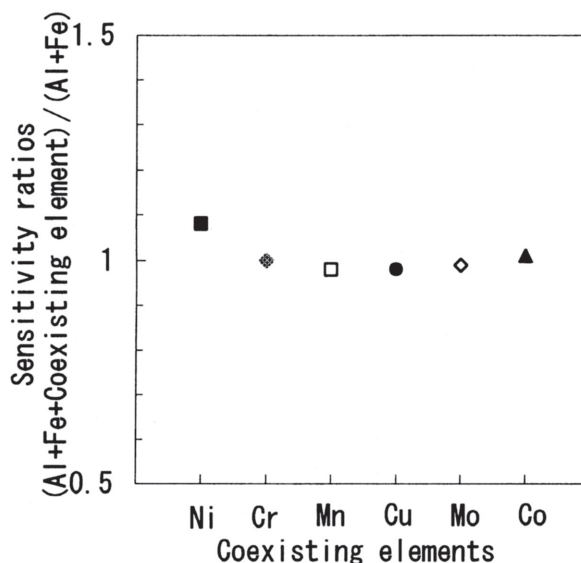


Fig.12. Influence of coexisting elements.
Al:0.1mg/L, H_2SO_4 :0.18mol/L, Fe:2.5g/L, $MgSO_4$:2.5g/L

(Al+Fe+共存元素) / (Al+Fe) の吸光度の比はほぼ1に近く、共存元素が存在しても吸光度に変化はなかった。よって、ほぼすべてのステンレス鋼における含有元素の種類および濃度範囲内では、微量Alの分析値が共存元素の影響を受けないとみなすことができる。

4・4 黒鉛炉使用回数

4・4・1 sol.Al定量に用いるパイロコーティング黒鉛炉の寿命

GF-AAS法においては、試料溶液を注入、加熱するための炉として黒鉛炉を用いる。黒鉛炉は一測定に対して一つ使用するのではなく、乾燥、灰化、原子化、クリーニング、冷却の1サイクルで試料溶液が注入、測定、除去されるので、同一黒鉛炉での繰り返し測定が可能である。しかし、試料溶液の液質によってはコンタミが残存したり黒鉛炉が劣化するので永久的には使用できない。再使用不可能な状態になると吸光度の低下やバラツキが生じる。そこで黒鉛炉の使用可能回数、つまり黒鉛炉の寿命を把握する必要がある。

確立した分析条件を用いて、一つのパイロコーティング黒鉛炉での連続測定を行った。このときの使用回数に対する吸光度の変化をFig.13に示す。

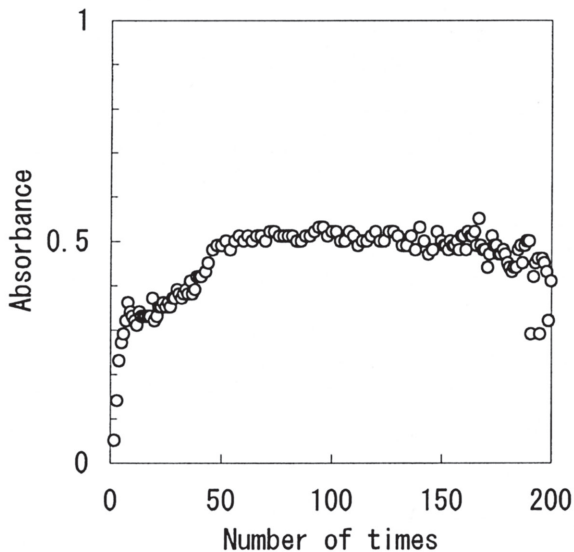


Fig.13. Relationship between number of times and absorbance of aluminium.

Al:0.1mg/L, H₂SO₄:0.18mol/L, Fe:2.5g/L, MgSO₄:2.5g/L

黒鉛炉使用回数40回程度までは吸光度が低値から急激に上昇している。この場合、吸光度は黒鉛炉の内部表面の状態に依存しているものと思われる。また、約170回以降は黒鉛炉の内部表面の劣化によると思われる、吸光度の低値およびバラツキが生じた。したがって、黒鉛炉は40~170回の範囲で使用することとした。

4・4・2 T.Al定量に用いるプラットフォームの寿命

従来の黒鉛炉（パイロコーティング黒鉛炉）とプラットフォームにおいて (Al+Fe+K₂S₂O₇) 溶液をそれぞれの黒鉛炉で繰り返し測定したときの使用回数と吸光度との関係を Fig.14に示す。

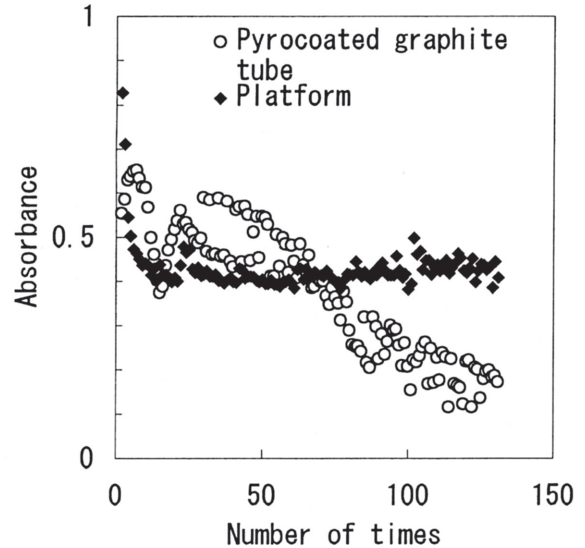








Fig.14. Relationship between number of times and absorbance of aluminium.
Al:0.1mg/L, H₂SO₄:0.18mol/L, Fe:2.5g/L, K₂S₂O₇:5.0g/L, MgSO₄:2.5g/L

この結果より、従来の黒鉛炉では吸光度が安定する期間がなかったのに対し、プラットフォームにおいては約20回のウォーミングアップ期間を除き、100回以上の安定期間があった。

同一溶液測定における黒鉛炉の種類による安定期間の違いは次のように説明できる。滴下した試料溶液は加熱温度プログラムにそって加熱される。このときTable 4に示すようにパイロコーティング黒鉛炉では、試料溶液の接している炉内表面が直接加熱されるため、試料溶液は底部からの熱で小さな突沸を起こす。それに対し、プラットフォームでは試料溶液の接しているポートが直接加熱されることはなく、試料溶液は加熱された内壁からの放射熱により蒸発（乾燥）していく^{12)~14)}。このような安定した気化がくりかえされることで一定の吸光度が得られるものと思われる。また使用回数を経たとき、従来の黒鉛炉では表面が劣化し、黒鉛層のはがれたところへ試料溶液を滴下するため、黒鉛炉内壁中に試料 (Al) が捉えられたまま原子化せず、吸光度の低下が起こると考えられる。それに対して、プラットフォームにおいては、直接加熱されることのないポートへ試料を滴下するので、黒鉛炉の劣化はパイロコーティング黒鉛炉ほど吸光度に影響を与えないものと考えられる。

この結果より、 $K_2S_2O_7$ がAlと共存するT.Al定量時には、プラットフォームを用いて測定することとした。

Table 4. Comparison of two graphite tubes.

	Pyrocoated graphite tube	Platform
Shape		
Injective position		
Heating mechanism	Direct heating 	Indirect heating by radiant heat 

4・5 実用鋼への適用結果

確立した分析方法により、実試料中の微量Al分析を行った。鉄鋼認証標準物質（JSS:Japanese Standards of Iron and Steel）中のステンレス鋼（SUS304）であるJSS651-10についてT.Alおよびsol.Alを定量した。また実用鋼としてステンレス鋼（SUS316）、高速度工具鋼（SKH57,SKH59）についてsol.Alを定量した。その結果をTable 5に示す。

JSS651-10を定量し、参考値0.003%に対し21.9ppm ($n=5, \sigma=0.6$)の結果を得た。この値は科学技術庁金属材料研究所ら得た21.8ppm⁴⁾とよく合致した。

Table 5. Determination of aluminium in iron and steels.

sample		Reference value /%	Analytical results /ppm
JSS651-10 Stainless steel (SUS304)	T. Al	0.003	21.9
	sol. Al	—	14.0
Stainless steel (SUS316S)	sol. Al	0.001	14.5
	sol. Al	0.002	25.3
Tool steel (SKH57) (SKH59)	sol. Al	0.001	12.1
	sol. Al	0.002	25.6

5. 結言

黒鉛炉原子吸光分析法における微量Al分析の基礎技術の確立を目的として試験し、以下の知見を得た。

(1) 試料0.5gに対し、濃度0.18mol/L相当の硫酸（試料溶液を200mL作製するので硫酸は2mL使用）で酸溶解

した後、適正修飾剤として硫酸マグネシウムを2.5g/Lとなるように添加した。この溶液を装置にて原子化設定温度3273Kで測定を行うことにより高感度の検出が得られた。

- (2) T.Al定量時酸不溶性Alの融解に用いる二硫酸カリウムを吸光度を低下させることなく定量できる濃度5.0g/Lに調製した。測定時における二硫酸カリウムによる妨害は灰化段階にて2273Kまで昇温することで除去できた。
- (3) sol.Al定量時はパイロコーティング黒鉛炉で130回の繰り返し測定が可能であった。しかし、T.Al定量時にはパイロコーティング黒鉛炉よりもプラットフォームを使用するほうが吸光度は安定し、使用可能回数は100回以上であった。
- (4) 以上の決定条件を用いて実用鋼を定量した。その結果、鉄鋼認証標準物質（ステンレス鋼）で参考値T.Al 0.003%に対し、21.9ppmの定量結果を得た。また、実用鋼であるステンレス鋼および工具鋼のsol.Al定量に適用した。その結果、本法がppmオーダーの微量Al定量に適用できることが明らかになった。

文 献

- 1) 森山和子, 合田明弘, 針間矢宣一: 鉄と鋼, 64 (1978), p.1424
- 2) 中 啓人, 蔵保浩文, 猪熊康夫: 分析化学, 39 (1991), p.171
- 3) 小林 剛, 井出邦和, 大河内春乃, 島田 靖: 日本金属学会誌, 55 (1991), p.970
- 4) 科学技術庁金属材料技術研究所: 私信, (1993.5)
- 5) 今北 毅, 田口克徳, 諸岡鎌平: 材料とプロセス, 1 (1988), p.640
- 6) 例えば, 高橋 務, 大道寺英弘: ファーネス原子吸光分析, (1984), p.87 [学会出版センター]
- 7) 不破敬一郎, 下村 滋, 戸田昭三: 最新原子吸光分析 原理と応用, (1980), p.21 [廣川書店]
- 8) 原口紘丞, 久保田正明, 森田昌敏, 宮崎 章, 不破敬一郎, 古田直紀: ICP発光分析法, (1988), [共立出版]
- 9) 厚谷郁夫: ぶんせき, 7 (1988), p.87
- 10) 岡田雅年: 金属材料の化学, (1992), p.252 [日刊工業新聞社]
- 11) 桂 敬: ぶんせき, 10 (1979), p.648
- 12) 小林 剛: まてりあ, 33 (1994), p.313
- 13) 小林 剛, 長谷川信一, 吉岡孝之, 長谷川良佑: 日本金属学会誌, 58 (1994), p.789
- 14) 小林 剛, 井出邦和, 大河内春乃, 安彦兼次, 木村 宏: 鉄と鋼, 77 (1991), p.1916