

陰イオン交換分離-ICP発光分光分析法による鉄鋼中 微量金属の定量

五十嵐 香*・小熊 幸一*

Determination of Trace Metals in Steel by Combining Anion Exchange Separation with ICP-AES

Kaori IGARASHI and Koichi OGUMA

Synopsis : A selective anion-exchange separation in potassium iodide-hydrochloric acid media has been combined with ICP-AES for the determination of trace metals in steel. An appropriate amount of steel sample was decomposed with a mixture of nitric acid, hydrochloric acid and hydrogen peroxide, or a mixture of nitric acid, hydrochloric acid and sulfuric acid, and prepared as a potassium iodide-hydrochloric acid solution containing ascorbic acid to reduce iron(III) to iron(II). The sample solution was passed through a strongly basic anion exchange resin column to remove iron. The trace metals adsorbed on the column were simultaneously eluted with a dilute nitric acid solution and determined by ICP-AES. The proposed method was successfully applied to the determination of Bi, Te, Cu, Pb and Sb at ppm levels in steel reference materials provided by Japan Iron and Steel Federation, and National Institute of Standards and Technology, yielding reasonable results with regard to accuracy and reproducibility.

Key words : anion exchange separation; determination of trace elements; steel; ICP-AES.

1. 序論

鉄鋼中微量元素の湿式化学分析では、主成分の鉄の除去をいかに簡便化するかが不可避の問題である。長年にわたって利用されてきた除鉄法は、8 M HCl溶液から4-メチル-2-ペンタノンへの抽出である¹⁾。この液液抽出法は迅速簡便であるが、用いるHClと4-メチル-2-ペンタノンが実験者と自然環境へ悪影響を与えることが懸念されることから、近年は本法に代わって固相抽出法²⁾が注目されている。

金属イオンの固相抽出法として最も汎用性のあるものはイオン交換分離法であり、イオン交換樹脂と溶離液の組み合わせにより様々な分離系を構成できる利点がある³⁻⁵⁾。最近の研究例としては、山口らが⁶⁾、EDTAによりマトリックスのFeをマスクングして強酸性陽イオン交換樹脂に吸着しないようにし、鉄鋼中のAl, Be, Ca, Cd, Mg, Mn, Sr及びZnを陽イオン交換樹脂に吸着させて分離、ICP発光分光分析法(ICP-AES)で定量する方法を報告した。また、坂本ら⁷⁾は、HF系陰イオン交換分離とICP-AESとを組合せ、高純度鉄及び鋼、クロム-鉄合金中の微量Hf, Mo, Nb, Sn, Ta, Ti, W, Zrを定量した。一方、藤本ら⁸⁾は欧州規制への対応を意図してHNO₃-HF系陽イオン交換により鉄鋼中微量Hg, Pb, Cdを分離し、ICP質量分析法によって定量する方法を提案した。現著者らは、実験者と環境への負荷を

低減するため可能な限り低濃度の酸溶液を試料溶液と溶離液に用いることとし、その酸としては器具類に特別の配慮を要しないものを選択してイオン交換分離系の開発を行っている。一例を挙げれば、シュウ酸-HCl系陽イオン交換により鉄鋼中のAl, Cu, Co及びNiを分離し、フレイム原子吸光法またはICP-AESで定量した⁹⁾。本研究は、環境負荷軽減を指向する分析法開発の一環として、先ずKI-HCl系における強塩基性陰イオン交換樹脂に対する11種の金属イオンの分配係数を測定し、それらの陰イオン交換挙動を明らかにした。次いで、陰イオン交換樹脂カラムにFe(III)が吸着されない0.1 M KI-0.5 M HCl溶液からCu(II), Cd(II), Sb(III), Te(IV), Pb(II)及びBi(III)を選択的に同カラムに吸着させ、希HNO₃で溶離回収してICP-AESで定量する方法を開発した。本法を日本鉄鋼連盟及び米国標準技術研究所(NIST)の鉄鋼標準物質の分析に適用し良好な結果を得たので、以下に報告する。

2. 実験

2.1 試薬

イオン交換樹脂は、強塩基性陰イオン交換樹脂Bio-Rad AG1-X8, Cl形, 100-200メッシュ(Bio-Rad Laboratories, Richmond, CA, USA)を用いた。

試薬は全て特級品を使用した。水は蒸留・イオン交換し

平成18年5月31日受付 平成18年7月19日受理 (Received on May 31, 2006; Accepted on July 19, 2006)

* 千葉大学工学部共生応用化学科 (Department of Applied Chemistry and Biotechnology, Faculty of Engineering, Chiba University, 1-33 Yayoi-cho Inage-ku Chiba 263-8522)

た後、Milli-Q超純水製造装置（日本ミリポア（株）製）により精製したものを（以下、Milli-Q水という）を使用した。

Zn(II)標準液(10 mg mL⁻¹)は、2.5178 gの粒状亜鉛（純正化学（株）製）を20 mLの3 M HClで加熱溶解後、Milli-Q水で250 mLとして調製した。Cu(II)標準液(999 μg mL⁻¹)は1.968 gのCuSO₄·5H₂O（関東化学（株）製）を25 mLの2 M HNO₃で溶解し、Milli-Q水で500 mLとして調製した。Pb(II)標準液(1000 μg mL⁻¹)は、0.40 gのPb(NO₃)₂を10 mLの9 M HNO₃に溶解し、Milli-Q水で250 mLとして調製した。Y(III)標準液(1000 μg mL⁻¹)はY₂O₃（関東化学（株）製）0.254 gを150 mLの6 M HClで、加熱溶解後、Milli-Q水で200 mLとした。Fe標準液(50 mg mL⁻¹)は、4.9936 gの鉄線（99.52%, Mallinckrodt Chemical Works, St. Louis, MO, USA）を30 mLの6 M HClに加熱溶解した後、Milli-Q水で100 mLとして調製した。Te(IV)標準液(1000 μg mL⁻¹)は、0.994 gのK₂TeO₃（関東化学（株）製）を500 mLのMilli-Q水に溶解して調製した。調製した溶液は、必要に応じてEDTA標準液を用いて標定した。Bi(III)、Cd(II)、Co(II)、Ni(II)及びSn(IV)の各標準液は、関東化学製の原子吸光分析用標準液(1000 μg mL⁻¹)、Sb(III)標準液は和光純薬製の原子吸光用標準液(1000 μg mL⁻¹)を用いた。実験には各標準液を適宜希釈して使用した。

2.2 装置と器具

各金属の測定にはICP-AES（SPS1700, セイコーインスツルメンツ）をメーカー指定の条件で使用した。分配係数をバッチ法により測定する際には、井内盛栄堂製SB-20型シェーキングバスと小松エレクトロニクス製CTE-42W型クーリングサーキュレータを用いた。

2.3 操作

2.3.1 Cl形陰イオン交換樹脂の調製

約50 gのBio-Rad AG1-X8をMilli-Q水で十分に膨潤させてから直径2.5 cmのガラスカラムに充填し、1 M HClを樹脂体積の約20倍量流した後、流出液のpHが5になるまでMilli-Q水で洗浄した。イオン交換樹脂を吸引ろ過後、40°Cで一晩乾燥し、飽和KBr溶液を入れたデシケーター中に保存した。

2.3.2 金属イオンの分配係数の測定

KI-HCl系でのBio-Rad AG1-X8に対する各金属の分配係数をバッチ法により測定した。すなわち、約200 μgの金属を含む40 mLの溶液を0.5 gのBio-Rad AG1-X8に加え、20°Cにおいて20時間振盪した。溶液は、HCl濃度を0.5 Mに固定し、KI濃度を0~2.0 Mの範囲で変えた。振盪後、樹脂をろ別し、ろ液中の金属イオン濃度をICP-AESにより定量し、分配係数を算出した。なお、ICP-AESによる定量の際には、イットリウムを内標準に用いた。分配係数を測定した金属イオンは、Bi(III)、Cu(II)、Cd(II)、Co(II)、Fe(III)、Ni(II)、Pb(II)、Sb(III)、Sn(IV)、Te(IV)及びZn(II)の11種である。

2.3.3 模擬試料を用いたFe(III)とBi(III)、Cd(II)、Cu(II)、Pb(II)、Sb(III)及びTe(IV)との分離

測定した分配係数にもとづいて、0.1 M KI-0.5 M HCl系で大量のFe(III)から微量のBi(III)、Cd(II)、Cu(II)、Pb(II)、Sb(III)及びTe(IV)を分離することを試みた。ガラスカラム（内径10 mm）に2.0 gのBio-Rad AG1-X8を充填し（樹脂柱高さ50 mm）、20 mLの0.1 M KI-0.5 M HCl溶液でコンデショニングした。次に、Fe(III)を1000 mg、Bi(III)、Cd(II)、Cu(II)、Pb(II)、Sb(III)及びTe(IV)を各100 μg、0.5 Mアスコルビン酸を25 mL含み、最終的に0.1 M KI-0.5 M HClとなるように調製した溶液100 mLを毎分2 mLの流量で通した。その後、0.1 M KI-0.5 M HCl溶液50 mLでカラムを洗浄し、Fe(III)を回収した。カラムに吸着されたBi(III)、Cd(II)、Cu(II)、Pb(II)、Sb(III)及びTe(IV)は、Milli-Q水10 mL、続いて3 M HNO₃（毎分1 mL）で溶離した。溶出液中の各金属は、ICP-AESにより定量した。

2.3.4 鉄鋼標準物質中の微量金属の定量

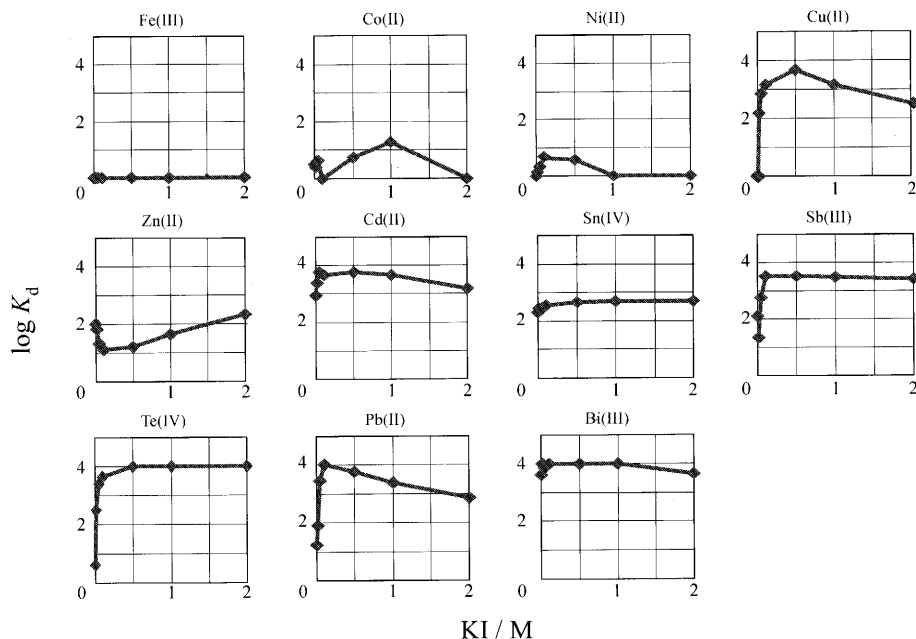
試料1 g（JSS519-1の場合は0.05 g）をはかり取り、6 M HCl 20 mL、30% H₂O₂ 0.5 mL、HNO₃ 2 mLを加えて加熱分解し、次いで乾固寸前まで加熱濃縮した。残留物を0.1 M KI-0.5 M HCl溶液100 mLとしたものに0.5 Mアスコルビン酸25 mLを加えて攪拌後、コンデショニング済みのカラムに毎分2 mLの流量で通した。0.1 M KI-0.5 M HCl溶液50 mL及びMilli-Q水10 mLでカラムを洗浄した後、吸着している金属を3 M HNO₃により毎分1 mLの流量で溶離した。なお、用いる3 M HNO₃の体積は、試料中に含まれる分析対象元素の溶離のしやすさに基づき以下のように決定した。JSS191-1: 90 mL, JSS194-1: 130 mL, JSS519-1: 40 mL。

NIST361, NIST1763及びNIST1765の分解は、含まれる揮発性のアンチモンに配慮して、以下のように行った¹⁰⁾。試料1 g（NIST 1763の場合は0.5 g）をはかり取り、王水20 mLにより加熱分解した後9 M H₂SO₄ 3 mL（NIST 1763の場合は1.5 mL）を加え、白煙が生じるまで加熱した。室温まで放冷後、残留物を0.1 M KI-0.5 M HCl溶液100 mLとし、0.5 Mアスコルビン酸25 mLを加えて攪拌後、上記と同様にして分析対象元素を分離し、ICP-AESにより定量した。なお、溶離液として用いた3 M HNO₃の体積は分析対象元素に依存し、それぞれNIST361: 90 mL, NIST1763: 45 mL, NIST1765: 20 mLとした。

3. 結果と考察

3.1 強塩基性陰イオン交換樹脂Bio-Rad AG1-KI-0.5 M HCl系における金属イオンの分配係数

本研究では、金属イオンの加水分解を防止するために加えるHClの濃度を先ず0.5 Mに保ち、KI濃度を0~2.0 Mとした溶液系で11種の金属イオンの分配係数をバッチ法で測定した。結果をFig. 1に示す。検討した金属イオンのう

Fig. 1. Distribution coefficients on Bio-Rad AG1-X8 in x M KI-0.5 M HCl media.

ち、Pearson¹¹⁾の硬い酸塩基と軟らかい酸塩基(HSAB)の分類で中間の酸に属するCu(II), Sb(III), Pb(II), Bi(III), 並びに軟らかい酸に属するCd(II)とTe(IV)は、400~10000の分配係数を与え、AG1樹脂に強く吸着された。強塩基性陰イオン交換樹脂Dowex 1-2 M HCl系におけるCu(II), Cd(II), Sb(III), Pb(II)及びBi(III)の陰イオン交換分配係数は、それぞれ0, 10^3 , 10^3 , 30, 及び 10^3 である(Dowex 1-HCl系のTe(IV)の分配係数は報告されていない)¹²⁾。従って、上記6種の金属イオンは軟らかい塩基であるヨウ化物イオンと安定な錯陰イオンを形成し、その錯陰イオンが陰イオン交換樹脂に吸着されたため高い分配係数を示したものと推察される。一方、Zn(II)は中間の酸に分類されるが、その分配係数はKI濃度の低い部分に極小値を持ち、それ以降KI濃度とともに増大して2 M KIで200程度の分配係数を示した。このZn(II)の挙動は、Dowex 1に対し約1000の分配係数を示す2 M HCl系とは大きく異なる¹²⁾。Sn(IV)はDowex 1-HCl系では、7 M HCl付近に分配係数の極大値(約 10^4)を示し2 M HClでは約1000の分配係数を示す¹²⁾のに対し、KI濃度に無関係に約500の分配係数を示した。また、Fe(III)は硬い酸に分類されるが、KI-HCl溶液中ではヨウ化物イオンによって中間の酸であるFe(II)に還元されているものと推測され(Fe^{3+}/Fe^{2+} , $E^\circ=0.77$ V; I_2/I^- , $E^\circ=0.54$ V)¹³⁾、検討したKI濃度の全範囲でAG1にまったく吸着されない。同じくHSABで中間の酸に分類されるCo(II)とNi(II)は複雑な挙動を示しているが、事実上吸着しないとみなせる。

3.2 分離条件の検討

上記の各金属イオンの分配係数にもとづき、0.1 M KI-0.5 M HCl溶液に調製したFe(III)を含む試料溶液を陰イオ

Table 1. Elution behavior of Fe(III).

Fe(III) added/mg	Sample soln. ^{a)} vol./ml	Washing soln. ^{b)} vol./ml	Recovery, %
100	50	25	100 105
500	50	50	98.6 101
1000	100	50	99.6 100

An anion-exchange resin column (2.0 g of Bio-Rad AG1, 10 mm i.d. × 50 mm) used.

a) Prepared as a 0.1 M KI-0.5 M HCl solution.

b) 0.1 M KI-0.5 M HCl solution.

ン交換樹脂カラムに通すと、Fe(III)がカラムを素通りすることが容易に想定できる。一方、大きな分配係数を与えるCu(II), Cd(II), Sb(III), Te(IV), Pb(II)及びBi(III)は、0.1 M KI-0.5 M HCl溶液から陰イオン交換樹脂カラムに捕集できると予想される。よって、鉄鋼中の微量Cu, Cd, Sb, Te, Pb及びBiを分離定量することを想定し、イオン交換カラムに流す試料溶液は0.1 M KI-0.5 M HCl溶液に調製することにした。

3.2.1 Fe(III)の溶離挙動

まずFe(III)のみを含む0.1 M KI-0.5 M HCl溶液をイオン交換カラムに流し、その後、0.1 M KI-0.5 M HCl溶液でカラムを洗浄した。Fe(III)の量を100 mg, 500 mg, 1000 mgと段階的に変え、溶出液中にFe(III)がICP-AESでほとんど検出されなくなるまで洗浄に要した0.1 M KI-0.5 M HCl溶液の体積とFe(III)の回収率をTable 1に示す。1000 mgのFe(III)を100 mLの0.1 M KI-0.5 M HCl溶液としてイオン交換カラムに流し、50 mLの0.1 M KI-0.5 M HCl溶液でカラムを洗浄することにより100%回収できることが分かった。

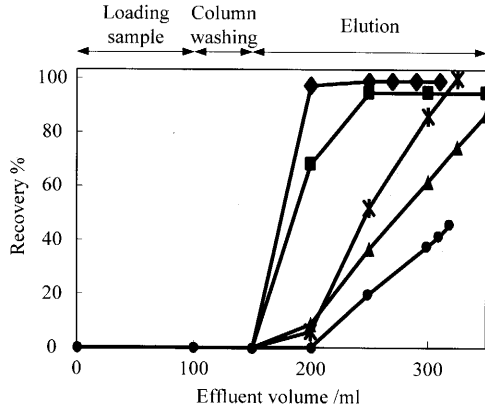


Fig. 2. Effect of the concentration of HNO_3 and H_2SO_4 on elution of Cu(II) . \blacklozenge : 3 M HNO_3 , \blacksquare : 1 M HNO_3 , \times : 2 M H_2SO_4 , \blacktriangle : 1 M H_2SO_4 , \bullet : 0.5 M H_2SO_4 .

3.2.2 吸着金属イオンの溶離液の検討

代表として Cu(II) を選び、これを吸着させたイオン交換カラムに種々の濃度の HNO_3 もしくは H_2SO_4 を流して溶離し、その回収率を比較した。結果をFig. 2に示す。 HNO_3 の方が H_2SO_4 より溶離効率が高かった。また、 HNO_3 濃度が3Mを超えるとヨウ化物イオンが酸化され、溶出液中にヨウ素が析出し、そのままでは金属の定量が困難となった。よって、 Bi(III) 、 Cd(II) 、 Cu(II) 、 Pb(II) 、 Sb(III) 及び Te(IV) を一括してカラムから溶離するために3M HNO_3 を用いることにした。

3.2.3 アスコルビン酸の存在・非存在下での溶離挙動

Fe(III) 1000 mgと Bi(III) 、 Cd(II) 、 Cu(II) 、 Pb(II) 、 Sb(III) 及び Te(IV) それぞれ100 μg を含む0.1 M KI -0.5 M HCl 溶液100 mLをカラムに流し、3 M HNO_3 で溶離したところFig. 3に示す溶離曲線が得られた。分配係数から予想されるように、 Fe(III) はBio-Rad AG1-X8に吸着されず、カラムの洗浄段階で完全に溶出している。一方、 Bi(III) 、 Cd(II) 、 Cu(II) 、 Pb(II) 、 Sb(III) 及び Te(IV) はカラムに吸着され、全て溶離するために3 M HNO_3 が250 mL以上必要であった。これに対し、 Fe(III) を含まない Bi(III) 、 Cd(II) 、 Cu(II) 、 Pb(II) 、 Sb(III) 及び Te(IV) のみの0.1 M KI -0.5 M HCl 溶液をカラムに流し、3 M HNO_3 で溶離を行なった場合には、150 mLで全ての金属が定量的に回収できた。さらには Fe(III) を含む溶液ではイオン交換樹脂カラムの上部にヨウ素の沈殿が多量に析出するのが認められた。以上のことから、 Fe(III) 共存下でイオン交換樹脂に吸着した金属イオンが溶離しにくいのは、 Fe(III) によってヨウ化物イオンがヨウ素に酸化されてイオン交換カラム中に析出し、そのヨウ素上に金属イオンが吸着したためではないかと推測した。よって、試料溶液にアスコルビン酸を添加して Fe(III) を還元し、ヨウ素が析出ないようにして同様の分離操作を行った。その際の溶離曲線をFig. 4に示す。予想されたようにアスコルビン酸を添加しない時と比較して、少ない溶離液(200 mL)で定量的に回収できた。なお、Milli-Q水25 mLでカラムを洗浄した後

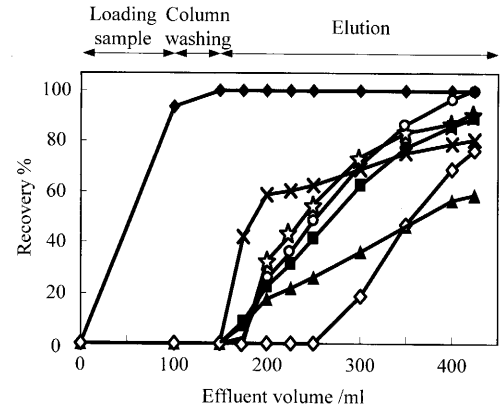


Fig. 3. Elution behavior of Fe(III) 、 Bi(III) 、 Cd(II) 、 Cu(II) 、 Pb(II) 、 Sb(III) and Te(IV) in the absence of ascorbic acid in sample solutions. Sample and washing solutions: 0.1 M KI -0.5 M HCl . Eluent: 3 M HNO_3 . \blacklozenge : Fe , \times : Sb , \star : Te , \circ : Cd , \blacksquare : Pb , \blacktriangle : Cu , \diamond : Bi .

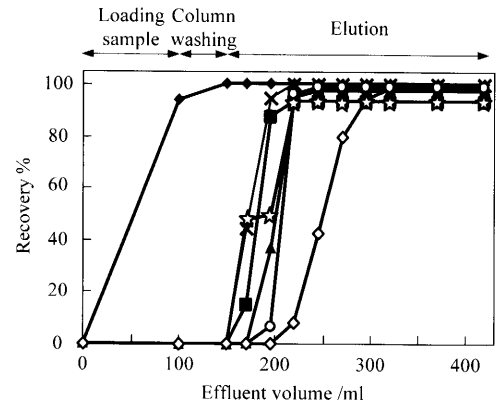


Fig. 4. Elution behavior of Fe(III) 、 Bi(III) 、 Cd(II) 、 Cu(II) 、 Pb(II) 、 Sb(III) and Te(IV) in the presence of ascorbic acid in sample solutions. Sample solution: 0.1 M KI -0.5 M HCl -0.13 M ascorbic acid. Washing solution: 0.1 M KI -0.5 M HCl . Eluent: 10 mL of H_2O first and then 3 M HNO_3 . \blacklozenge : Fe , \times : Sb , \star : Te , \circ : Cd , \blacksquare : Pb , \blacktriangle : Cu , \diamond : Bi .

に3 M HNO_3 で溶離することとした。

ここで、 Bi(III) が溶離しにくいのは、 Bi(III) が4配位から6配位のヨード錯体を形成し、その安定度定数が非常に大きい($\log \beta_4=14.95$, $\log \beta_5=16.80$, $\log \beta_6=18.80$)¹⁴⁾のために配位子交換に時間を要すること、並びに Bi(III) は3 M HNO_3 溶液から強塩基性陰イオン交換樹脂に若干吸着性を示す¹⁵⁾ことが理由と考えられる。 Bi(III) を単独でAG1樹脂から溶離するのであれば、希硫酸による溶離の方が効率的と推測される¹⁶⁾。

また、分離操作後のイオン交換カラムはMilli-Q水およびアスコルビン酸溶液で洗浄し、カラム上部に析出したヨウ素を還元除去した。その後Milli-Q水および1 M HCl をカラムに流し繰り返し使用が可能であった。

3.3 模擬試料による Fe(III) と Bi(III) 、 Cd(II) 、 Cu(II) 、 Pb(II) 、 Sb(III) 及び Te(IV) との分離

Fe(III) 1000 mgと Bi(III) 、 Cd(II) 、 Cu(II) 、 Pb(II) 、 Sb(III) 及び

Table 2. Determination of Fe(III), Bi(III), Cd(II), Cu(II), Pb(II), Sb(III) and Te(IV) in synthetic mixtures ($n=3$).

Metal	Added/ μg	Found/ μg
Fe(III) ^{a)}	1.00×10^6	$(0.99 \pm 0.01) \times 10^6$ ^{b)}
Bi(III)	0	N.D. ^{c)}
	100	$101 \pm 2^c)$
Cd(II)	0	N.D.
	100	111 ± 1
Cu(II)	0	45.2 ± 3
	100	161 ± 5
Pb(II)	0	N.D.
	100	103 ± 0.5
Sb(III)	0	N.D.
	100	101 ± 1
Te(IV)	0	N.D.
	100	97 ± 1

a) Prepared by dissolving JSS168-7 in HCl-HNO₃.b) $n=6$. c) $n=4$. N.D.: not detected.

Te(IV)各100 μg を含む0.1 M KI-0.5 M HCl溶液100 mLをカラムに流し、その回収率を求めた。結果をTable 2に示す。Fe(III)及び樹脂に吸着した金属ともほぼ定量的に回収できた。Cd(II)とCu(II)についてやや高い回収率が得られたため、Fe 1000 mgのみを同条件にてカラムに通し、3 M HNO₃溶出液中のCdとCuを定量した。その結果、CuについてはFe溶液中に不純物として含まれていることが分かり、それを差し引くことにより回収率は100%に近づいた。CdについてはFe溶液中には含まれておらず、ICP-AES定量時に何らかの干渉があったのではないかと考えられる。

3.4 鉄鋼標準物質中の微量金属の定量

本研究で構築した2・3・4に示す分析法を適用して、日本製及び米国製の鉄鋼標準物質中のBi, Cu, Pb, Sb及びTeを定量した。結果をTable 3に示す。いずれの分析値も認証値と概ね一致しており、再現性も良好であった。なお、Cdについては予備実験で分離定量の可能性は確認したものの、この元素を含む適切な鉄鋼標準物質が入手できなかったためTable 3にCdの分析結果は記載されていない。

4. 結論

ヨウ化物イオンとCd(II), Cu(I,II), Pb(II), Bi(III), Sb(III)及びTe(IV)と安定な錯陰イオンを形成して強塩基性陰イオン交換樹脂に強く吸着するのに対し、Fe(III)はヨウ化物イオンと錯形成しないため強塩基性陰イオン交換樹脂にまったく吸着性を示さないことを明らかにした。以上の知見にも

Table 3. Analytical Results for Bi, Cu, Pb, Sb and Te in steel certified reference materials ($n=3$).

Sample	Metal	Certified/ $\mu\text{g g}^{-1}$	Found/ $\mu\text{g g}^{-1}$
JSS191-1	Bi	22 ± 0.5	19 ± 0.2
	Te	16 ± 0.4	18 ± 0.5
JSS194-1	Bi	40 ± 0.8	40 ± 0.5
	Te	31 ± 1.7	31 ± 0.5
JSS519-1	Cu	1.05×10^3	$(1.20 \pm 0.03) \times 10^3$
	Pb	0.97×10^3	$(0.93 \pm 0.02) \times 10^3$
NIST 361	Cu	420 ± 10	410 ± 4
	Sb	42 ± 1	39 ± 1
NIST1763	Cu	43	40 ± 4
	Sb	$(110)^a)$	100 ± 1
NIST 1765	Cu	13	14 ± 2
	Pb	3	2 ± 0.2
	Sb	10	7 ± 0.3
	Te	$(30)^a)$	26 ± 5

a) Reference values.

JSS: Japanese Iron and Steel Certified Reference Materials.

NIST: National Institute of Standards and Technology(U.S.A).

とづき、鉄鋼中のCd, Cu, Pb, Bi, Sb及びTeを陰イオン交換分離し、ICP-AESを用いて定量する方法を構築した。本法を日本製及び米国製の鉄鋼標準物質の分析に適用し、正確さと再現性において妥当な結果を得た。本法は用いるすべての試薬溶液が薄く、実験者と環境に負荷が少ないため、実用分析法としての活用が期待される。

文 献

- 1) 日本分析化学会編：分析化学便覧改訂5版，丸善，(2001)，75.
- 2) N.J.K.Simpson (ed.): Solid-Phase Extraction, Marcel Dekker, New York, (2000).
- 3) K.Oguma: *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **4** (1999), 317.
- 4) K.Fujimoto and M.Shimura: *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **6** (2001), 398.
- 5) K.Oguma: *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **9** (2004), 479.
- 6) H.Yamaguchi, S.Itoh, S.Hasegawa, K.Ide and T.Kobayashi: *Tetsu-to-Hagané*, **90** (2004), 48.
- 7) F.Sakamoto, K.Takada and K.Wagatsuma: *Bunseki Kagaku*, **54** (2005), 1039.
- 8) K.Fujimoto and A.Chino: *Bunseki Kagaku*, **55** (2006), 245.
- 9) K.Oguma, K.Kato, Y.Kurashima, T.Seki, A.Ono and Y.Ishibashi: *Tetsu-to-Hagané*, **85** (1999), 119.
- 10) JIS G 1235鉄及び鋼中のアンチモン定量方法 (1981).
- 11) R.G.Pearson: *J. Am. Chem. Soc.*, **85** (1963), 3533.
- 12) K.A.Kraus and F.Nelson: *Proc. Int. Conf. Peaceful Uses At. Energy*, **7** (1955), 113.
- 13) G.D.Christian: *Analytical Chemistry*, 6th ed., John Wiley & Sons, Hoboken, (2003), 808.
- 14) J.A.Dean (ed.): *Lange's Handbook of Chemistry*, 11th ed., McGraw-Hill, New York, (1973), 5.
- 15) J.P.Faris and R.F.Buchanan: *Anal. Chem.*, **36** (1964), 1157.
- 16) F.W.E. Strelow and C.J.C.Bothma: *Anal. Chem.*, **39** (1967), 595.