

報 文

機器中性子放射化分析法による高純度鉄及び鉄鉱石 標準物質中の微量元素の定量

鈴木 章悟*, 平井 昭司®*

(1994 年 11 月 7 日受付)

(1994 年 12 月 14 日審査終了)

日本鉄鋼協会が製作した、不純物が 20 ppm 程度の高純度鉄標準物質である JSS001-3 及び JSS001-4 並びに、鉄鉱石標準物質の JSS803-4 (ハマスレー赤鉄鉱) 及び JSS805-1 (MBR 赤鉄鉱) 中の微量元素の定量を目的として、機器中性子放射化分析法 (INAA) を行った。試料 130~750 mg を立教大学原子炉で 2 分間と 6 時間の照射を行った。γ 線測定はパルス・パイルアップ・リジェクター付きの高計数率用 γ 線スペクトロメトリーで行った。56 元素の定量を試みて、JSS001-3 高純度鉄標準物質では Al, Cl, V, Co, Cu, As, Zn, W の 8 元素が、JSS001-4 高純度鉄標準物質では Na, Al, Cl, V, Co, Zn, As, W の 8 元素が定量できた。又、JSS803-4 及び JSS805-1 鉄鉱石標準物質については 33~29 元素が定量できた。

1 緒 言

金属材料の高純度化は製品の性能向上のため必要であり、そのための高純度材料中の微量元素の分析技術の確立が強く望まれている。特に、鉄鋼の材質には不純物元素が大きな影響を与えている。鉄鋼の物性研究や新機能性材料開発においては、超高純度鉄を得るための精錬技術が必要となるとともに、鉄鋼中の微量な不純物元素を測定できる分析技術が要求されることになる。これら鉄鋼中の微量元素を評価する分析法を確立するためには、元素組成が確定した標準物質が必要となる。

日本鉄鋼協会では各種の鉄鋼標準物質を日本鉄鋼認証標準物質 (JSS: Japanese Iron and Steel Certified Reference Materials) の名称で製作してきている¹⁾²⁾。本研究は超高純度鉄材料中の微量元素の分析法を開発するため、日本鉄鋼協会が最近製作した、不純物が 20 ppm 程度の高純度鉄標準物質である JSS001-3 及び JSS001-4 中の微量元素を機器中性子放射化分析法 (INAA) で定量する方法について検討した。同時に鉄鉱石標準物質の JSS803-4 (ハマスレー赤鉄鉱) 及び JSS805-1 (MBR 赤鉄鉱) 中の微量元素についても分析を行い、日本鉄鋼協会の定めた認証値及び参考値と結果を比較した。

著者らは以前に 2 種類の高純度鉄標準物質

(JSS003-2, JSS002-3) の分析³⁾を行ったが、鉄試料の放射化後の γ 線測定では、⁵⁹Fe などの γ 線によって通常デッドタイム (不感時間率) が増加し、微量元素の測定が難しくなる。そこで、今回は最近開発したパルス・パイルアップ・リジェクター付きの高計数率用 γ 線スペクトロメトリー⁴⁾を用いて γ 線測定を行った。

2 実 験

2・1 試 料

高純度鉄標準物質は粒状であり、鉄鉱石標準物質は粉末状であるのでそのままひょう量し、洗浄したポリエチレン袋に二重封入した。試料重量は高純度鉄標準物質が 130~750 mg までの 7~8 種類、鉄鉱石標準物質が 140~290 mg までの 4 種類である。

微量元素の定量は比較標準試料を分析試料と同一条件で照射・測定する比較法で行った。比較標準試料は既報⁵⁾で報告したものと同様に調製した。

2・2 照射及び測定

照射は、生成核種の半減期により短時間及び長時間の 2 種類の条件で立教大学原子炉 (TRIGA-II 型) で行った。

短時間照射は、気送管 (熱中性子束密度 $1.5 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$) で 2 分間行った。照射後、ポリエチレン袋を二重とも新しいものと交換し、1~3 分間冷却後、同

* 武蔵工業大学原子力研究所: 215 神奈川県川崎市麻生区王禅寺 971

軸型 Ge 検出器と 4096 チャンネル波高分析器からなる γ 線スペクトロメトリを用いて半減期が数分から数時間の核種 (^{28}Al , ^{52}V , ^{37}S , ^{66}Cu , ^{51}Ti , ^{29}Al , ^{49}Ca , ^{27}Mg , ^{128}I , ^{38}Cl , $^{116\text{m}}\text{In}$, $^{165\text{m}}\text{Dy}$, ^{165}Dy , ^{56}Mn) に注目して 4~25 分間の γ 線測定を行った。

長時間照射は、中央実験管 (熱中性子束密度 $3.7 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$) で 6 時間行った。照射後、ポリエチレン袋を二重とも新しいものと交換し、3~8 日間冷却後、同軸型 Ge 検出器と 4096 チャンネル波高分析器からなる γ 線スペクトロメトリ (GAMA-III システム)⁶⁾ を用いて、半減期が数 10 時間から数日の核種 (^{42}K , ^{72}Ga , ^{24}Na , ^{142}Pr , ^{187}W , ^{76}As , ^{166}Ho , ^{82}Br , ^{140}La , ^{153}Sm , ^{115}Cd , ^{239}Np , ^{198}Au , ^{99}Mo , ^{199}Au , ^{175}Yb , ^{169}Yb , ^{177}Lu) に注目して 8~40 時間の γ 線測定を行った。更に同一試料を 9 日間以上冷却後、半減期が数十日以上核種 (^{131}I , ^{147}Nd , ^{131}Ba , ^{86}Rb , ^{233}Pa , ^{51}Cr , ^{141}Ce , ^{59}Fe , ^{203}Hg , ^{124}Sb , ^{122}Sb , ^{95}Zr , ^{85}Sr , ^{58}Co , ^{160}Tb , ^{192}Ir , ^{46}Sc , ^{182}Ta , ^{113}Sn , ^{75}Se , ^{170}Tm , ^{65}Zn , ^{153}Gd , $^{110\text{m}}\text{Ag}$, ^{134}Cs , ^{60}Co , ^{152}Eu) に注目して 18~250 時間測定した。

長時間照射試料は検出感度を上げるために、通常用いられる同軸型 Ge 検出器による γ 線スペクトロメトリのほかに、同軸型 Ge 検出器と井戸型 NaI(Tl) 検出器による反同時測定 γ 線スペクトロメトリ⁵⁾⁷⁾ によっても通常の γ 線スペクトロメトリと同一条件で γ 線測定を行った。

得られた γ 線スペクトルの解析は非線形最小二乗法によるピークフィッティング、注目核種による半減期補正等を自動的に行える γ 線スペクトル解析プログラム (GAMA98)⁸⁾ を用いて、パーソナルコンピュータにより行った。

2・3 高計数率測定による数え落としの補正

分析試料のマトリックス元素である Fe から生成する ^{59}Fe , ^{54}Mn 及び ^{60}Co により、高計数率の状態では γ 線測定を行わなければならない。このため、普通に γ 線測定を行うと、パルス・パイルアップ現象が生じ、計数値の数え落としが起こり、 γ 線ピーク面積が減少し、定量値が低めになる。この現象を補正するため、短時間照射試料の測定では、実験的に計数率と数え落としによるピーク面積の減少割合の関係から実験式を求め、数え落としの補正を行った⁹⁾。

長時間照射試料の測定ではパルス・パイルアップを除去できるパルス・パイルアップ・リジェクターを付加した γ 線スペクトロメトリを用いた。この高計数率用 γ 線スペクトロメトリ⁴⁾ では 20 kcps 程度の高計数率

まで数え落としを起こさないで正確に測定することができる。又、パイルアップによるバックグラウンドの増加を抑えることもできる。

更に、求められた分析値は、妨害ピークとの複合ピークの形成、Mg, Mn, Cr の高速中性子による妨害核反応、Mo, Zr, Ce, Nd の ^{235}U 核分裂反応による妨害などについて補正を行う必要があった。これらの補正については、既報⁹⁾と同様の方法で行った。

3 結果及び考察

3・1 高純度鉄標準物質

Fig. 1 に JSS001-4 高純度鉄標準物質を立教炉の中央実験管で 6 時間照射、120 日間冷却後、測定した γ 線スペクトルを示す。このスペクトルはパルス・パイルアップ・リジェクターによるパイルアップ・バックグラウンドの減少効果について示したものである。測定時の計数率は約 9 kcps であった。Fig. 1(a) はパルス・パイルアップ・リジェクターを働かさない通常の γ 線スペクトロメトリであり、 ^{54}Mn , ^{59}Fe の大きなピークとそのコンプトンが、パルス・パイルアップにより一つのパルスとみなされて高エネルギー側に分布し、バックグラウンドを高めている。Fig. 1(b) のパルス・パイルアップ・リジェクターを働かした通常の γ 線スペクトロメトリでは、パイルアップ・パルスを排除し、その排除

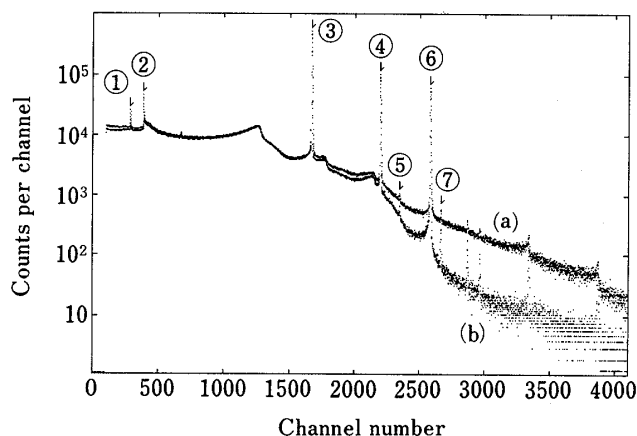


Fig. 1 γ -Ray spectra of JSS001-4 high grade pure iron

Irradiation time: 6 h; Thermal neutron flux: $3.7 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$; Cooling time: 120 d; Counting time: 4500 s. (a) without the pulse pile-up rejector; (b) with the pulse pile-up rejector; ①: ^{59}Fe 143 keV; ②: ^{59}Fe 192; ③: ^{54}Mn 835; ④: ^{59}Fe 1099; ⑤: ^{60}Co 1173; ⑥: ^{59}Fe 1292; ⑦: ^{60}Co 1332

した割合だけ測定時間を延長してピーク面積の減少を補正している。その結果、パルス・パイルアップ・リジェクターを働かせると ^{59}Fe 1292 keV より高エネルギー側のバックグラウンドは約 1/10 に減少し、 ^{60}Co の微小ピークが明りように現れるようになった。このようにパルス・パイルアップ・リジェクターは効果的に働いていることが分かった。

Table 1 に JSS001-3 及び JSS001-4 高純度鉄標準物質の通常の γ 線スペクトロメトリーと反同時測定 γ 線スペクトロメトリーによる 56 元素の分析結果を示す。どちらの γ 線スペクトロメトリーでもパルス・パイルアップ・リジェクターを働かせて γ 線測定を行った。日本鉄鋼協会が定めた JSS001-3 の認証値及び参考値¹⁰⁾についても Table 1 に示す。JSS001-4 については認証値の設定作業中である。誤差は試料重量を変えて分析した際の繰り返し精度(標準偏差)である。定量できなかった元素については定量下限値を示す。定量下限値は対象とする γ 線ピーク部のバックグラウンド計数値の平方根を 3 倍した値から算出した¹¹⁾。

Cr と Mn の定量では、分析に用いる ^{51}Cr と ^{56}Mn が Fe の高速中性子による (n, α) 反応及び (n, p) 反応でも生成されるため、この妨害核反応補正を行ったところ定量できなかった。

JSS001-3 高純度鉄標準物質では Al, Cl, V, Co, Cu, As, Zn, W の 8 元素が定量でき、48 元素の定量下限値が求められた。日本鉄鋼協会が定めた認証値及び参考値と結果を比べると、As, Zn, W などよく一致していたが、Cu は認証値より高く、Al は参考値より低くなっていた。Cu については本分析では定量が難しく誤差が大きかったためと考えられる。Al については繰り返し精度もよく本定量値のほうが参考値より正確であると考え。又、保証値及び参考値の示されていない、Cl と V が定量できた。

JSS001-4 高純度鉄標準物質では Na, Al, Cl, V, Co, Zn, As, W の 8 元素が定量できた。通常の γ 線スペクトロメトリーと反同時測定 γ 線スペクトロメトリーの二つの測定法のうち、通常の γ 線スペクトロメトリーのほうが定量下限が低い元素が Na など 33 元素、長時間照射試料のみであるが反同時測定 γ 線スペクトロメトリーのほうが定量下限が低い元素が K など 23 元素あった。

定量下限値が 1 ppm を超える元素は 13 元素であり、その他の 43 元素は 1 ppm 以下まで定量できることが分かった。Au の定量下限値は 0.19 ppb と最小であった。

今回分析した 2 種類の高純度鉄標準物質を以前に分析した JSS003-2 (1987 年製作) 及び JSS002-3 (1989 年製作) 高純度鉄標準物質³⁾と微量元素濃度を比較する。Fig. 2 に 4 種類の高純度鉄について、微量元素の主な 10 元素の濃度分布を示す。点線は定量できなかった元素で定量下限値を示す。Sb, Mo は 3 種類で定量できなかった。JSS001-3 及び JSS001-4 は JSS003-2 と JSS002-3 に比べて、Co, Cu, Al, Ga, As, V, Sb が低濃度になっており、高純度になっていることが分かった。しかし、Zn, W については今回の 2 種類の高純度鉄標準物質のほうが高濃度になっていた。特に、Zn は 5~7 ppm と他の微量元素よりかなり高濃度であった。

3.2 鉄鉱石標準物質

Table 2 に JSS803-4 及び JSS805-1 鉄鉱石標準物質についての分析結果と日本鉄鋼協会が定めた認証値及び参考値¹²⁾を示す。通常の γ 線スペクトロメトリーと反同時測定 γ 線スペクトロメトリーどちらでも定量できた元素についての定量結果は、感度が同程度のものはそれらの平均、感度が異なる場合は感度の良い方法での値を用いた。52 元素の分析を試みて JSS803-4 で 33 元素、JSS805-1 で 29 元素がそれぞれ定量できた。

Zn は通常の γ 線スペクトロメトリーでは定量できなかったが、反同時測定 γ 線スペクトロメトリーにより定量することができた。これは Fe が放射化してできる ^{59}Fe によるコンプトンバックグラウンドが反同時測定では通常の γ 線スペクトロメトリーに比べて約 1/7 に減少するためである。逆に、Br と Ba は反同時測定 γ 線スペクトロメトリーでは、 ^{82}Br 及び ^{131}Ba がカスケード状に γ 線を放出するため定量できなかった。

Cr と Mn の定量では、Fe の高速中性子による妨害核反応を補正している。Zr, Ce, Nd は U の核分裂反応の補正を行っている。Mo は検出されたが U の核分裂反応の補正を行ったところ定量できなかった。Mg も検出されたが Al の高速中性子による妨害核反応の補正を行ったところ定量できなかった。

認証値及び参考値の示されている元素について結果を比較すると、2 種類の鉄鉱石標準物質とも、参考値が求められていた Zn を除いてよく一致していた。更に認証値及び参考値の示されていない、Sc をはじめ 24~21 元素について定量することができ、本分析法が鉄材料中の微量元素分析に有効であることが分かった。

Table 1 Concentration of elements in JSS001-3 and JSS001-4 high grade pure iron by two modes of γ -ray spectrometry (ppm)

Element	JSS001-3		Certified value	JSS001-4	
	Conventional γ -spectrometry	Anticoincidence γ -spectrometry		Conventional γ -spectrometry	Anticoincidence γ -spectrometry
Na	<0.081	<0.099		0.138 $\pm$ 0.031	0.140 $\pm$ 0.013
Mg	<7.1		<0.1 [†]	<7.4	
Al	0.038 $\pm$ 0.006		0.2 $\pm$ 0.09 [†]	0.080 $\pm$ 0.023	
Si	<340		<4 [†]	<420	
S	<170		2.2 $\pm$ 0.3	<200	
Cl	1.41 $\pm$ 0.13			1.94 $\pm$ 0.11	
K	<0.47	<0.39		<1.4	<1.1
Ca	<3.8		<0.3 [†]	<3.9	
Sc	<0.0028	<0.0047		<0.0029	<0.0048
Ti	<1.0		<0.6 [†]	<1.9	
V	0.039 $\pm$ 0.003		<0.1 [†]	0.038 $\pm$ 0.003	
Cr	<7.8	<7.8	<0.3 [†]	<7.8	<7.8
Mn	<8.2		0.03 $\pm$ 0.009	<7.7	
Co	0.23 $\pm$ 0.02	0.22 $\pm$ 0.03	0.3 $\pm$ 0.08	0.24 $\pm$ 0.02	0.23 $\pm$ 0.04
Ni	<3.4	<2.4	<0.2 [†]	<3.5	<2.4
Cu	0.88 $\pm$ 0.32		0.4 $\pm$ 0.08	<0.90	
Zn	7.0 $\pm$ 0.5	6.9 $\pm$ 0.4	7.1 $\pm$ 0.7	5.6 $\pm$ 0.9	4.7 $\pm$ 0.4
Ga	<0.16	<0.63		<0.33	<1.1
As	0.131 $\pm$ 0.005	0.110 $\pm$ 0.011	0.1 $\pm$ 0.05 [†]	0.160 $\pm$ 0.023	0.153 $\pm$ 0.015
Se	<0.093	<0.22		<0.098	<0.25
Br	<0.014	<0.10		<0.015	<0.12
Rb	<1.9	<1.0		<1.2	<0.69
Sr	<21	<17		<20	<16
Zr	<30	<21		<30	<20
Mo	<0.34	<0.27	<0.1 [†]	<0.35	<0.27
Ag	<0.11	<0.49		<0.13	<0.56
Cd	<0.42	<0.34		<0.37	<0.28
In	<0.0013			<0.0011	
Sn	<7.5	<6.0	0.4 $\pm$ 0.2 [†]	<8.3	<6.7
Sb	<0.0058	<0.0046		<0.0045	<0.0035
Te	<0.71	<0.58		<0.48	<0.39
I	<0.033			<0.041	
Cs	<0.022	<0.045		<0.026	<0.055
Ba	<6.0	<12		<4.1	<8.6
La	<0.00091	<0.0019		<0.0019	<0.0026
Ce	<0.17	<0.13		<0.13	<0.098
Pr	<0.013	<0.0097		<0.052	<0.031
Nd	<0.33	<0.34		<0.32	<0.25
Sm	<0.00073	<0.00067		<0.00064	<0.00059
Eu	<0.0028	<0.0074		<0.0033	<0.0095
Gd	<0.28	<0.35		<0.35	<0.41
Tb	<0.018	<0.018		<0.016	<0.017
Dy	<0.0048			<0.0029	
Ho	<0.0052	<0.0046		<0.0050	<0.0039
Tm	<0.017	<0.014		<0.021	<0.016
Yb	<0.019	<0.015		<0.013	<0.011
Lu	<0.0038	<0.0049		<0.0027	<0.0034
Hf	<0.032	<0.067		<0.026	<0.049
Ta	<0.0098	<0.033		<0.011	<0.036
W	0.26 $\pm$ 0.02	0.25 $\pm$ 0.03	0.3 $\pm$ 0.1 [†]	0.23 $\pm$ 0.02	0.22 $\pm$ 0.04
Ir	<0.00054	<0.0022		<0.00051	<0.0021

Pt	<0.083	<0.098	<0.19	<0.16
Au	<0.00029	<0.00025	<0.00023	<0.00019
Hg	<0.093	<0.082	<0.11	<0.086
Th	<0.021	<0.020	<0.016	<0.013
U	<0.0057	<0.019	<0.0048	<0.015

<: lower limit of determination; Certified value: ref. 10; †: Reference value

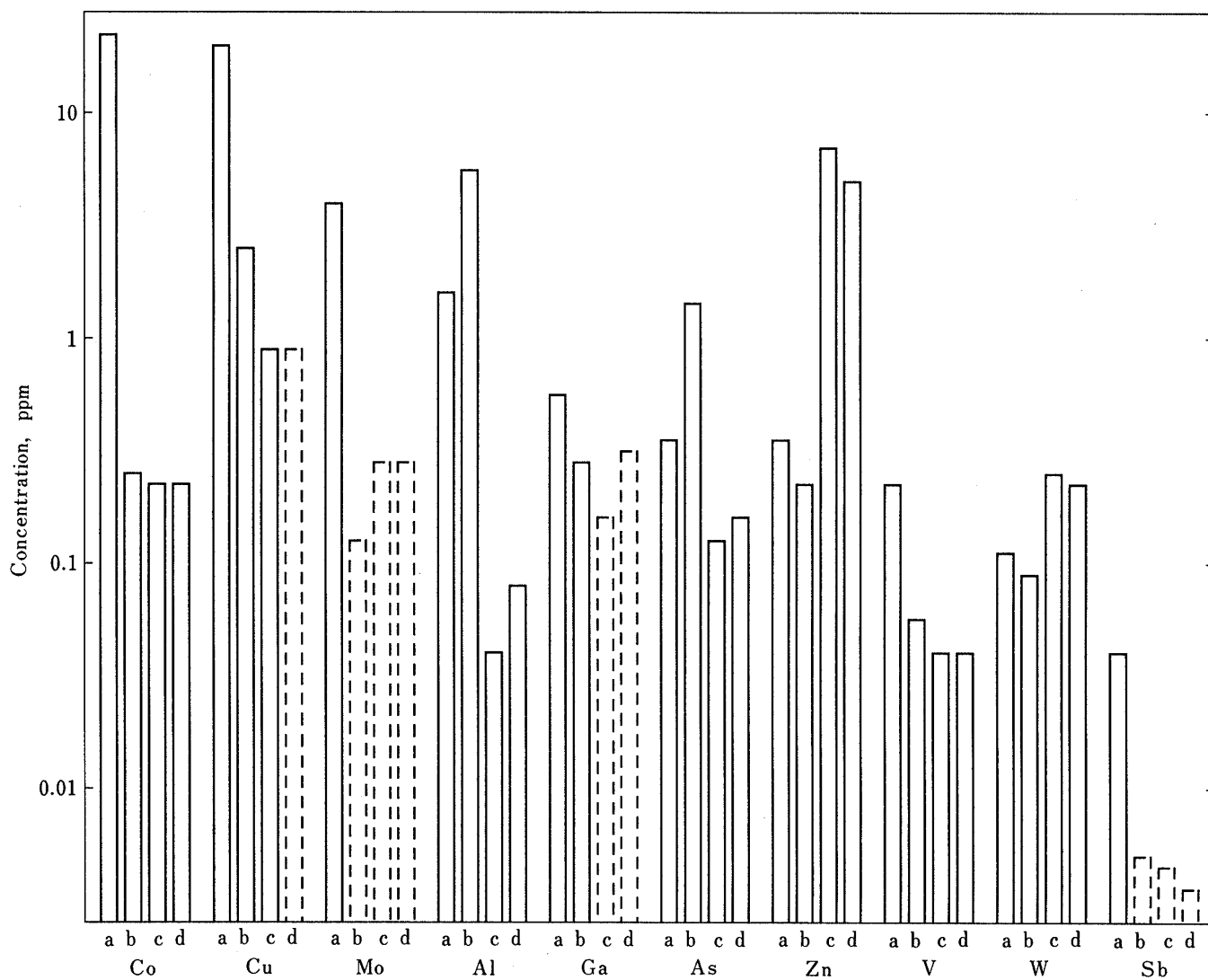


Fig. 2 Distribution of trace elements in JSS high grade pure irons

a: JSS003-2; b: JSS002-3; c: JSS001-3; d: JSS001-4; Solid line: concentration;

Dotted line: lower limit of determination

Table 2 Concentration of elements in JSS803-4 and JSS805-1 iron ore (ppm)

Element	JSS803-4		JSS805-1		Element	JSS803-4		JSS805-1	
	This work	Certified value	This work	Certified value		This work	Certified value	This work	Certified value
Na	116±14	110	31±6	40 [†]	Ag	<0.33		<0.64	
Mg	<1100	230	<1000	200	Cd	<1.7		<1.8	
Al	14500±800	15500	5200±400	5400	In	<0.14		<0.16	
Si	<40000	24900	<37000	2300	Sn	<15		<29	
S	<29000	70	<26000	30 [†]	Sb	0.86±0.11		3.8±0.2	
Cl	116±19		<97		Te	<3.3		<1.3	
K	82±6	83	43±7	60 [†]	I	3.2±0.7		<4.3	
Ca	<590		<620	200	Cs	<0.18		<0.13	
Sc	3.2±0.2		1.37±0.05		Ba	94±17		106±16	
Ti	750±50	740	179±23	180	La	16.3±1.0		6.0±0.4	
V	27±2	30 [†]	53±2	50 [†]	Ce	30±2		12.2±0.9	
Cr	29±2	30 [†]	24±2		Nd	14.8±2.1		6.3±1.1	
Mn	880±40	840	2600±200	2500	Sm	2.8±0.3		1.68±0.24	
Fe(%)	64±4	62.48	69±3	68.04	Eu	1.06±0.07		0.44±0.03	
Co	7.9±0.4		9.6±0.4		Tb	0.66±0.11		0.34±0.06	
Ni	19.9±2.4		22±3		Dy	5.7±0.5		2.7±0.3	
Cu	<72	10 [†]	<71	10 [†]	Yb	2.8±0.3		0.67±0.09	
Zn	13.0±1.5	20 [†]	13.5±1.5	20 [†]	Lu	0.52±0.05		0.154±0.027	
Ga	<2.3		<1.2		Hf	1.01±0.13		0.156±0.026	
As	8.6±0.6		11.5±0.8		Ta	0.22±0.03		<0.062	
Se	<0.66		<0.74		W	47±2		43±2	
Br	0.97±0.18		<0.17		Ir	<0.0013		<0.0024	
Rb	<2.6		<3.0		Au	<0.00096		<0.0022±0.0002	
Sr	<21		<38		Hg	<0.15		<0.25	
Zr	70±19		<57		Th	2.6±0.3		0.35±0.03	
Mo	<1.3		<1.8		U	1.53±0.08		3.4±0.2	

<: lower limit of determination; Certified value: ref. 12; †: Reference value

文 献

- 1) 佐伯正夫, 稲本 勇: 鉄鋼, **77**, 1780 (1991).
- 2) 稲本 勇: 鉄鋼, **77**, 1802 (1991).
- 3) 鈴木章悟, 平井昭司: 分析化学, **41**, T87 (1992).
- 4) 鈴木章悟, 平井昭司: 分析化学, **41**, 521 (1992).
- 5) S. Suzuki, S. Hirai: *Anal. Sci.*, **3**, 193 (1987).
- 6) 鈴木章悟, 平井昭司: *Radioisotopes*, **34**, 563 (1985).
- 7) 鈴木章悟, 本多庸郎, 平井昭司: *Radioisotopes*, **27**, 268 (1978).
- 8) 鈴木章悟, 平井昭司: *Radioisotopes*, **38**, 315 (1989).
- 9) 鈴木章悟, 平井昭司: 分析化学, **41**, 163 (1992).
- 10) 日本鉄鋼協会: “日本鉄鋼認証標準物質分析成績表 JSS001-3” (1992).
- 11) 岡田往子, 鈴木章悟, 平井昭司: 分析化学, **36**, 856 (1987).
- 12) 日本鉄鋼協会: “日本鉄鋼標準試料一覧” (1988).



Determination of trace elements in high grade pure iron and iron ore certified reference materials by instrumental NAA. Shogo SUZUKI and Shoji HIRAI (Atomic Energy Research Laboratory, Musashi Institute of Technology, 971, Ohzenji, Asao-ku, Kawasaki-shi, Kanagawa 215)

Trace elements in high grade pure iron certified reference materials (JSS001-3, JSS001-4) and iron ore certified reference materials (JSS803-4, JSS805-1) prepared by the Iron and Steel Institute of Japan were determined by instrumental neutron activation analysis (INAA). The high grade pure iron samples (*ca.* 130~750 mg) and iron ore samples (*ca.* 140~290 mg) were irradiated for 2 min at a thermal neutron flux of $1.5 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ and for 6 h at a thermal neutron flux of $3.7 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ in the Rikkyo University Research Reactor. Conventional γ -ray spectrometry with a coaxial Ge detector and anti-coincidence γ -ray spectrometry with a coaxial Ge detector and a well-type NaI(Tl) detector were used for γ -ray counting. The irradiated samples were measured at very high count-rates in the γ -ray spectrometries, because of the strong radioactivity from the matrix element. A pulse pile-up rejector was used in both γ -ray spectrometries in order to correct for counting loss. For the high grade pure iron certified reference materials, the concentration of 8 elements (Al, Cl, V, Co, Cu, As, Zn, W) in JSS001-3 and 8 elements (Na, Al, Cl, V, Co, As, Zn, W) in JSS001-4 were determined by these methods. The concentration of 29~33 elements in the iron ore certified reference materials (JSS803-4, JSS805-1) were determined. The determined values were in good agreement with the certified and reference values.

(Received November 7, 1994)

(Accepted December 14, 1994)

Keyword phrases

determination of trace elements by instrumental NAA; high grade pure iron and iron ore; certified reference material; γ -ray spectrometry.
