加熱気化原子吸光分析法による金属中の水銀定量方法の検討

原田 萌香 河野 利哉

Direct Analysis of Mercury in Metals by Thermal Decomposition/Amalgamation Atomic Absorption Spectrometry

Moeka HARADA Toshiya KONO

Abstract

Mercury is generally analyzed by Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry (CV-AAS), Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) and Thermal Decomposition/Amalgamation Atomic Absorption Spectrometry (TDA-AAS). The CV-AAS and ICP-MS methods need to decompose the samples by using several acids and require techniques to control the state of mercury during acid decomposition. The TDA-AAS method does not require acid decomposition of the sample, allowing direct analysis of mercury. However, this method has been applied to samples that can be burned or decomposed by heating, such as organic materials, and not to metals. Therefore, a direct mercury analysis method by the TDA-AAS for metals (aluminum and copper) was investigated. As a result, mercury in aluminum and copper has been able to be directly determined by changing the carrier gas or using flux.

キーワード:水銀,加熱気化原子吸光分析法,銅,アルミ,フラックス

本稿の内容は,2022年6月8日に開催された第72回全 国鉱山・製錬所現場担当者会議および2022年9月14日に 開催された日本分析化学会第71年会において発表された。 本稿の図表はその講演集および発表資料から転載している。

1. はじめに

Hg は生体残留性が高く毒性が強い金属であり, RoHS 指令や水俣条約などで規制され使用および排出の低減が 求められている。規制の対象である電池や電子製品など の Hg 含有量が規制の許容濃度以下である必要があるた め、その原料となる種々の金属中の Hg 含有量の把握は 重要である。これに加え、大気汚染防止法の改正による Hg 分析頻度の増加に伴い、迅速・簡便な分析法のニーズ も高まっている。

Hgの分析手法としては、CV-AAS, ICP-MS および TDA-AAS などがある。CV-AAS は、溶液中の Hg イオン を塩化すずにて還元し Hg 蒸気を発生させ、原子吸光分 析を行う方法であり、Hg分析の公定法として広く採用さ れている。しかし、試料の溶液化に時間を要する上に、 Hgの揮散を抑制するため酸化状態を維持するなどの工夫 が必要である。加えて、Se、Te などの特定の元素の共存 下では、還元の際に溶液中の Se、Te と Hg が共沈し、Hg 蒸気の発生を妨げるという課題がある。ICP-MS は、一 般に高感度な分析方法であるが、Hg はイオン化ポテン シャルが高く、多数の同位体が存在するため感度が低い。 また、導入系へHgがメモリーする可能性や、CV-AASと 同様に試料を溶液化する必要があるなどの課題がある。

それに対して TDA-AAS は、固体または液体試料を直 接試料ボートに秤取り、試料を加熱することで Hg 蒸気 を発生させ、Hg を金アマルガムとして捕集・濃縮した 後、さらに金アマルガムを加熱することにより Hg を遊 離させ原子吸光分析を行う手法であり、湿式分析法であ る ICP-MS および CV-AAS のように前処理による試料の 溶液化を行う必要がなく、簡便に Hg を分析可能である。 しかし、加熱することで燃焼もしくは分解可能な試料、 例えば樹脂などの有機物や食品への適用例は多いが、加 熱による分解が困難な金属への適用例は少ない。そこで 本研究では、金属(Al および Cu)を対象とし、TDA-AAS による直接 Hg 定量方法を検討した。

2. 主な装置および試薬

2.1 装 置

本検討を実施するにあたって、以下の装置を使用した。 また、主な測定条件を表1~表4に示す。

- ・TDA-AAS MA-3000 日本インスツルメンツ
- ・CV-AAS MA-3000+RD-5, SC-5 日本インスツルメンツ
- · ICP-MS Agilent 7700x Agilent Technologies
- · 熱重量示差熱分析装置(Thermogravimeter-Differential Thermal Analyzer, TG-DTA) 2000SA NETZSCH Japan
- ・炭素・硫黄分析装置 EMIA-Step HORIBA

表1	TDA-AAS 測定条件
TDA-AAS	measurement conditions

測定波長	253.7 nm
キャリアガス	酸素/窒素 加熱時: 0.4 L/min 測定時: 0.5 L/min
セル長	200 mm
加熱温度,加熱時間(内昇温時間)	標準溶液:150℃,60 s-800℃,240(30) s 試料:180℃,120(120) s-850℃,240(30) s

表 2 CV-AAS 測定条件

CV-AAS II	leasurement conditions
波長	253.7 nm
測定時間	120 s
セル長	200 mm

表 3 ICP-MS 測定条件 ICP-MS measurement conditions

RFパワー	1550 W
プラズマガス流量	15.0 L/min
補助ガス流量	0.90 L/min
ネブライザーガス流量	1.00 L/min
メークアップガス流量	0 L/min
サンプリング位置	10.0 mm
コリジョン・リアクションガス流量	H_2 : 4.5 mL/min
試料導入方法	負圧吸引
測定同位体	202 Hg, ISTD : 185 Re

表 4 TG-DTA 測定条件 TG-DTA measurement conditions

昇温速度	10°C/min
最大温度	1000°C
キャリアガス	Air /窒素
試料容器・対照	石英パン

2.2 試薬および試料

- ·Hg標準液 1000 mg/L, HgCl₂·HNO₃(0.1 mol/L) 関東化学
- ・L-システイン 特級 ナラカイテスク
- ·硝酸 電子工業用 関東化学
- ·硫酸 電子工業用 関東化学
- ・フッ化水素酸 原子吸光用 関東化学
- ・塩化第一すず二水和物 特級 関東化学
- ・過マンガン酸カリウム 特級 関東化学
- ・塩化ヒドロキシルアンモニウム 特級 関東化学
- ・ほう酸 特級 関東化学
- ・酸化ビスマス 特級 関東化学(以下, Bi₂O₃)
- · Al 認証標準物質 Aluminum Base 121/06 Suisse Technology (以下, Al CRM)
- ・高純度アルミニウム 4N 富士フイルム和光純薬(以下, 高純度 Al)

- ・Hg 含有銅 三菱マテリアル (以下, Hg 含有 Cu)
- ・高純度銅 6N 三菱マテリアル(以下,高純度 Cu)
- · Re, Ir, Au, Tl 100 ng/g 標準溶液 1%塩酸(以下, ICP-MS 用内部標準元素混合溶液)

3. 実験方法

3.1 湿式分析法による AI CRM の分析

200 mL テフロンビーカーに Al CRM 1.0 g を秤取り, 飽和過マンガン酸カリウム溶液 10 mL, 硝酸(1+3) 40 mL, フッ化水素酸 5 mL を加え, 常温で約 15 min 反応さ せた。反応が穏やかになった後, 150℃, 1 h 加熱溶解し た。放冷後, 超純水にて 100 g とした(A)。なお, 操作 の途中で過マンガン酸カリウムの色が消失した場合, 都 度過マンガン酸カリウム溶液を加えた。

A 溶液 5.0 g を分取し, 硝酸 0.5 mL, 飽和ほう酸溶液 2 mL を加え, 10%塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を 過マンガン酸カリウムの色が消えるまで加え, 超純水に て 50 g とした。この溶液を 5.0 g 分取し, CV-AAS にて 測定を行った。

また、A 溶液 1.0 g を分取し、硝酸 1 mL, フッ化水素酸 1 mL, ICP-MS 用内部標準元素混合溶液 0.5 mL を加え、超純水にて 50 g とし、ICP-MS にて測定した。なお、ICP-MS の検量線は試料と同様に前処理して作製した高純度 AI 溶液を用いマトリックスマッチングした。また、添加回収試料は AI CRM に Hg 2 µg を加え試料と同様に前処理したものを用いた。フローを図1 に示す。

3.2 湿式分析法による Hg 含有 Cu の分析

300 mL ビーカーに Hg 含有 Cu 1.0 g を秤取り, 飽和過 マンガン酸カリウム溶液 2 mL, 硫酸(1+1) 10 mL, 硝 酸(1+1) 20 mL を加え常温で約 15 min 反応させた。反 応が穏やかになった後, 150℃にて加熱溶解した。なお, 操作の途中で過マンガン酸カリウムの色が消失した場合, 都度過マンガン酸カリウム溶液を加えた。放冷後, 10% 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を過マンガン酸カリ ウムの色が消えるまで加え, 超純水にて 100 g とした。 この溶液を 2.0 g分取し, 硝酸 2 mL を加え, 超純水にて 50 g とした (A)。

A 溶液 2.0 g を分取し, CV-AAS にて測定を行った。また, A 溶液 2.0 g を分取し, 硝酸 1 mL, ICP-MS 用内部標

200 mL テフロンビーカー, 試料 1.0 g ↓←飽和過マンガン酸カリウム溶液 10 mL ↓←硝酸(1+3) 40 mL ↓←フッ化水素酸 5 mL	重量既知
静置 (15 min)	色が消えた場合,過マンガ ン酸カリウム溶液追加
Ļ	
加熱分解 (150℃, 1 h)	色が消えた場合,過マンガ ン酸カリウム溶液追加
↓ 放冷	
\downarrow	
100 gA	超純水
<u>CV-AAS</u>	
ディスポーザブルカップ, 5.0g分取(A)	重量既知
↓←硝酸 0.5 mL ↓←飽和ほう酸溶液 2 mL	
↓←10% 塩化ヒトロキシルノンモニリム 50 g	色か消えるまで 超純水
ガラス試験管, 5.0g分取	
Ļ	
測定	
ICP-MS	
ディスポーザブルカップ, 1.0g分取(A)	重量既知
↓←硝酸 1 mL	
↓←フッ化水素酸 1 mL ↓← 内部標準元素混合溶液 0.5 ml	
↓ r π μρη示 中 λL 新 化 □ 倍 τ	
↓ ↓	超純水
測定	

図 1 湿式分析法による AI 中の Hg 分析フロー Analysis flow of Hg in Al by wet analysis method

準元素混合溶液 0.50 mL を加え, 超純水にて 50 g とし, ICP-MS にて測定した。なお, ICP-MS の検量線は試料と 同様に前処理して作製した高純度 Cu 溶液を用いマトリッ クスマッチングした。また, 添加回収試験は, Hg 含有 Cu に Hg 20 µg を加え, 試料と同様に前処理したものを 用いた。フローを図 2 に示す。

3.3 TDA-AAS による AI CRM および Hg 含有 Cu の分 析

試料ボートに, Hg 量が 10 ng~40 ng となるように試 料を秤取り, TDA-AAS にて測定を行った。

4. 実験および結果

4.1 AI 直接 Hg 分析方法の検討

4.1.1 湿式分析法

TDA-AAS の分析値の正確さの評価に用いるため, CV-AAS および ICP-MS にて Al CRM を分析した。結果を表 5 に示す。CV-AAS, ICP-MS ともに分析値は一致し, 認 証範囲内の値となった。また, 添加回収率は良好だった。 以降の試験では,本分析値(2.8±0.1 µg/g)を湿式分析 値と表記し, TDA-AAS 分析値と比較し評価を行った。

300 mL ビーカー, 試料 1.0 g ↓←飽和過マンガン酸カリウム溶液 2 mL ↓←硫酸(1+1) 10 mL ↓←硝酸(1+1) 20 mL	重量既知
静置 (15 min)	色が消えた場合,過マンガ ン酸カリウム溶液追加
↓ 加熱分解 (150°C, 1h) ↓	色が消えた場合,過マンガ ン酸カリウム溶液追加
^{从中} ↓←10%塩化ヒドロキシルアンモニウム 100 g	色が消えるまで 超純水
ディスポーザブルカップ, 2.0g分取 ↓←硝酸 2 mL 50gA	重量既知 超純水
<u>CV-AAS</u> ガラス試験管, 2.0g分取 (A) ↓ 測定	
<u>ICP-MS</u> ディスポーザブルカップ,2.0g分取 (A) ↓←硝酸 1 mL ↓←内部標準元素混合溶液 0.5 mL	重量既知
50 g ↓ 測定	超純水

図 2 湿式分析法による Cu 中の Hg 分析フロー Analysis flow of Hg in Cu by wet analysis method

4.1.2 TDA-AAS (初期条件)

TDA-AASを用い,表1に記載した初期条件にてAI CRMを分析し,その分析値を認証値および湿式分析値と 比較し,金属AlへTDA-AASが適用可能かを調査した。 分析結果を表6に示す。TDA-AASの分析値は,認証値 および湿式分析値と比較して低い値を示した。TDA-AAS では、キャリアガスとして酸素を使用しているため、加

表 5 湿式分析法分析結果 Results of Hg analysis in the Al CRM by wet analysis method

	ICP-MS	CV-AAS	認証値
分析結果(µg/g)	$2.8 \pm 0.1^{a)}$	$2.8 \pm 0.1^{a)}$	$3 \pm 1^{b)}$
添加回収率(%)	93	99	_

^{a)}n=3の平均値±標準偏差,^{b)}認証値±許容差

表 6 TDA-AAS 分析結果(µg/g)

Result of Hg analysis in the Al CRM by TDA-AAS method

	TDA-AAS	湿式分析法	認訨値
分析結果	$0.20 \pm 0.01^{a)}$	$2.8 ~\pm~ 0.1^{a)}$	$3~\pm~1^{\rm b)}$

^{a)}n=3の平均値±標準偏差,^{b)}認証値±許容差

熱時に酸化被膜を生じ,Hgの抽出が妨げられたものと考 えられる。

4.1.3 TDA-AAS 測定時の AI の状態推察

TDA-AAS 測定時に Al の酸化被膜が生成されているか を確認するため、TG-DTAにより、加熱時にAIの酸化被 膜の生成や、Alの融解による TG および DTA 曲線の変 化があるかを確認した。Air 雰囲気下の測定結果を図3. 窒素雰囲気下の測定結果を図4に示す。Air 雰囲気下の 結果では、600℃付近から TG が増加しており Al が酸化 していると考えられた。また、670℃付近に Al の融解に よる吸熱ピークが確認できた。このことから、TDA-AAS 測定時には酸素キャリアガス下で試料を加熱することに より、Al が融解する前に表面に酸化被膜が生成し、Hg の抽出が妨げられたものと考えられる。一方、窒素雰囲 気下の結果では、Air 雰囲気下の結果で観測された TG の 増加は確認されなかった。このことから、不活性雰囲気 下での加熱により、酸化被膜の生成が抑制されたと判断 できるため、TDA-AAS においても窒素キャリアガスを 使用して加熱温度を融点以上とすることで酸化被膜の生 成を抑制し Hg の抽出を促進できると考えた。









4.1.4 TDA-AAS (窒素キャリアガス)の妥当性確認

キャリアガスを酸素から窒素へ変更することにより, Alの酸化被膜生成を抑制し,分析値の改善が可能である かを調査した。分析結果を表7に示す。窒素キャリアガ スを使用した TDA-AAS の分析値は,認証値および湿式 分析値と一致した。さらに,n=3の標準偏差は0.01 $\mu g/g$ gと湿式分析法の0.1 $\mu g/g$ よりも良好であった。これは 湿式分析法において,試料前処理時のばらつきや分取誤 差などが影響したためと考えられる。以上の結果より, キャリアガスを酸素から窒素へ変更することで Al 中の Hgを直接 TDA-AAS にて分析可能であり,その精度は湿 式分析法よりも高いことを確認した。

4.2 Cu 直接 Hg 分析方法の検討

4.2.1 湿式分析法

TDA-AAS の分析値の正確さの評価に用いるため, Hg 含有 Cu を ICP-MS および CV-AAS にて分析した。分析 結果を表8に示す。ICP-MS と CV-AAS の分析値は一致 し,かつ添加回収率は良好であった。以降の試験では, 添加回収率がより良好であり,公定法として用いられる ことの多い CV-AAS の分析値(34.1±0.3 µg/g)を評価の ための基準値として用いることとした。

4.2.2 TDA-AAS (初期条件)

TDA-AAS を用い,表1に記載した初期条件にて Hg 含 有 Cu を分析し,その分析値と基準値を比較し,金属 Cu へ TDA-AAS が適用可能かを調査した。分析結果を表9

表 7 TDA-AAS (窒素キャリアガス) 分析結果 (μ g/g) Results of Hg analysis in the Al CRM by TDA-AAS method in a N₂ atmosphere

	TDA-AAS (窒素)	湿式分析值	認証値
分析結果	$2.9 \pm 0.01^{a)}$	$2.8 \pm 0.1^{a)}$	$3 \pm 1^{b)}$
)			

^{a)}n=3の平均値±標準偏差,^{b)} 認証値±許容差

表 8 湿式分析法分析結果

Results of Hg analysis in the Cu sample by wet analysis method

	ICP-MS	CV-AAS
分析結果(µg/g)	32.6 ± 0.9^{a}	$34.1 \pm 0.3^{a)}$
添加回収率(%)	92	98

^{a)}n=3の平均値±標準偏差

表 9 TDA-AAS 分析結果(µg/g)

Result of Hg analysis in the Cu sample by TDA-AAS method

 TDA-AAS
 基準値

 分析結果
 13.8 ± 1.5^a
 34.1 ± 0.3^a

^{a)}n=3の平均値±標準偏差

に示す。TDA-AASの分析値は、基準値と比較して低い 値を示した。そのため、加熱によるHgの抽出に関わる 要因の調査を実施することとした。

4.2.3 Hg の抽出に関わる要因調査

Hgの抽出には、以下のような要因が影響すると考えられる。

- (1) 加熱温度
- (2) 加熱時間
- (3) 試料形状
- (4) 表面酸化
- (5) 試料融解の有無

そこで,初期条件を基準として各要因と関わるパラ メータを変化させ Hg 含有 Cu を分析し,基準値を 100% とした Hg の抽出率を算出し,各要因の影響の程度を調 査した。

加熱温度,加熱時間,試料形状について,表10の条件でHgの抽出に対する影響を調査した結果を図5に示す。 加熱温度を850℃から1000℃とすること,加熱時間を240 sから600 sとすることによりHgの抽出率は高くなったため,これらはHgの抽出に影響を及ぼすことが判明した。しかし,今回使用したTDA-AAS装置の最大加熱温度である1000℃かつ加熱時間を600 sとした場合もHgの抽出率は100%未満となった。また,試料形状を削り

表 10 (1) 加熱温度, (2) 加熱時間, (3) 試料形状の試験 条件

Experimental conditions for investigating the effects of (1) heating temperature, (2) heating time, and (3) sample shape

	初期条件	比較条件
(1) 加熱時間	850℃	1000℃(装置の最大加熱温度)
(2) 加熱時間	240 s	600 s
(3) 試料形状	切り粉	削り粉





図5 (1)加熱温度, (2)加熱時間, (3) 試料形状の影響 Effects of (1) heating temperature, (2) heating time, and (3) sample shape on Hg extraction recovery of the Cu sample 粉として初期条件の切り粉より表面積を大きくしてもHg の抽出率に大きな差はなく,影響は小さいことを確認し た。

次に、表面酸化の影響を調査するため、AIの検討と同様に窒素キャリアガスを適用し、加熱温度を850℃から1000℃に変更しHgの抽出率を比較した結果を図6に示す。いずれの加熱温度でもHgの抽出率は低く、表面酸化の影響は小さいと判断した。

最後に, 試料融解の有無の影響を調査するため, Cuの 融点(1085℃)以上に加熱できる炉(EMIA-Step)を使 用して試料を850℃, 1000℃, 1200℃で加熱し, 加熱後 の試料に残存した HgをCV-AAS にて測定して Hgの抽 出率((基準値-残存 Hg量)/基準値)を算出した結果 を図7に示す。Cuの融点未満の加熱温度では試料中に Hgが残存し, 抽出率は100%未満となった。一方, Cuの 融点以上の加熱温度では試料中に Hgは残存せず, Hgの 抽出率は約100%となることを確認した。このことから, Hgの抽出に対する融解の有無の影響は大きいと判断でき る。しかし, 今回使用した TDA-AAS 装置では Cu の融 点以上に加熱することが困難であるため, フラックスを



図 6 窒素キャリアガス使用時の Hg の抽出率 Hg extraction recovery of the Cu sample in a N₂ atmosphere



図7 加熱時の Cu の状態の影響



用いて加熱可能な温度まで融点を下げる方法を検討する こととした。

4.2.4 フラックスの選定

TDA-AAS に適用可能なフラックスは、以下のような 条件を満たしていることが望ましい。

- (1) Hg を含有していない
- (2) ハロゲンや水など TDA-AAS への妨害物質を含まな
- (3) 沸点が1000℃以上であり、装置を汚染しない
- (4) フラックス添加量が試料に対して大過剰ではなく, 試料の秤取り量を可能な限り多くできる
- (5) 試料ボートの腐食がなく、反応が穏やかであり、試 料ボートおよび装置への負担が小さい
- (6) 酸素との反応性が低い
- (7) 有害性が低い

これらの条件を満たし, さらにサンプリングが容易か つ安価に入手可能な, Bi₂O₃ をフラックスとして検討す ることとした。

CuO-Bi₂O₃の二成分系では、Bi₂O₃のモル比が約2割の とき、融解温度は、炉の最大加熱温度である1000℃となり、Bi₂O₃のモル比が増加するほど融解温度が低下し、共 晶点(CuO:Bi₂O₃=3:37)では、融解温度が760℃と最 も低くなる¹⁾。このことから、量比はCuO:Bi₂O₃=3:37 を採用することとした。

4.2.5 試料加熱炉内における Cu および Bi₂O₃ の状態推察

TG-DTA を用い Cu の単体, Bi₂O₃ の単体, Cu+Bi₂O₃ の混合試料(以下, Cu+Bi₂O₃)をそれぞれ測定し, Bi₂O₃ と Cu の反応有無および反応温度の確認を行った。 なお, 試験は Air 雰囲気下にて実施した。測定結果を図 8 に示す。Bi₂O₃ と Cu+Bi₂O₃ では, 740℃付近に Bi₂O₃ の相転移による DTA の吸熱ピークを確認した。その後 840℃付近で DTA の発熱ピークが発生しているが, この ピーク以降では, Bi₂O₃ と Cu+Bi₂O₃ では異なる DTA プ ロファイルを示していた。同様に 840℃以降の TG の質



図 8 TG-DTA 測定結果 TG-DTA curves of Cu, Bi₂O₃ and Cu+Bi₂O₃

量増分は、 $Bi_2O_3 \ge Cu + Bi_2O_3$ では異なっていた。また、 測定後の試料(図9)を確認するとCuの融解が確認でき た。このことから、840℃以上で $Cu \ge Bi_2O_3$ が反応して いると推察でき、Cu 中の Hg を TDA-AAS にて測定する 場合は、 Bi_2O_3 をフラックスとして用い 840℃以上の温度 にて加熱することが望ましいと考えられる。

4.2.6 Bi₂O₃ フラックスによる TDA-AAS の測定条件の 最適化

試料ボートに Cu 1 mg, Bi₂O₃ 100 mg を載せ,加熱温 度を 750℃から 950℃まで 50℃ずつ段階的に変化させ, 240 s 加熱した際の Hg の抽出率を図 10 に示す。結果, 750℃から 850℃では,抽出率が 80%以下であったが, 900℃以上では, Hg の抽出率が 95%以上と良好であっ た。

次に, 試料ボートに上記と同量の試料を載せ, 加熱温 度 850℃, 900℃にて加熱時間をそれぞれ 240 s, 600 s, 1200 s と変化させた際の Hg の抽出率を図 11 に示す。加 熱温度 850℃, 900℃ともに, 加熱時間を 600 s 以上とす ると, Hg の抽出率が改善する傾向があった。本検討で は, 安定して測定が可能であり, かつ装置への負担が小 さいと考えられる, 加熱温度 850℃, 加熱時間 600 s を最 適条件とした。



図 9 TG-DTA 測定前後の試料(左:測定前,右:測定後) Pictures of Cu+Bi₂O₃ before TG-DTA measurement (left) and after TG-DTA measurement (right)



(Cu 1 mg, Bi₂O₃ 100 mg, 加熱時間 240 s)

Effects of heating temperature on Hg extraction recovery of the Cu sample with Bi_2O_3



注) エラーバーは n=3 測定時の標準偏差 図 11 加熱時間の影響

(Cu 1 mg, Bi₂O₃ 100 mg, 加熱温度 850℃)

Effects of heating time on Hg extraction recovery of the Cu sample with Bi_2O_3

4.2.7 TDA-AAS (Bi₂O₃ フラックス)の妥当性確認

Hg 含有 Cu を上記の最適条件にて分析し、本法の妥当 性を確認した。分析結果を表 11 に示す。Bi₂O₃ フラック スを使用した TDA-AAS の分析値は基準値と一致した。 また、分析値のばらつきも基準値と同程度であることを 確認した。以上の結果より、Cu 中の Hg を TDA-AAS に て測定可能であると判断した。本法によると、湿式分析 法と同等の精度にてより簡便に Hg を分析することが可 能である。しかし、試料ボートへ充填可能な試料量に制

表 11 TDA-AAS (Bi_2O_3 フラックス) 分析結果 ($\mu g/g$) Results of Hg analysis in Cu sample by TDA-AAS method with Bi_2O_3

	TDA-AAS (Bi_2O_3)	基準値
分析結果	$33.9 \pm 0.2^{a)}$	$34.1 \pm 0.3^{a)}$

^{a)}n=3の平均値±標準偏差

限があるため、Hg含有量にばらつきがある試料などは湿 式分析法が適している場合もあり注意が必要である。

5. おわりに

本検討では、Al および Cu 中の Hg 分析へ TDA-AAS が 適用可能かを調査した。結果、Al は、キャリアガスを酸 素から窒素に変更することで、Cu は、Bi₂O₃をフラック スとして用いることで、TDA-AAS が適用可能であるこ とを確認した。本法によると、湿式分析法よりも簡便か つ迅速に Hg を分析することが可能である。今後はさま ざまな金属に対して、TDA-AAS が適用可能かを検討し ていきたい。

文 献

 N. Wolff, D. Klimm, K. Habicht and K. Fritsch, CrystEngComm, 23, 3230-3238 (2021).



原田 萌香 Moeka HARADA 分析評価領域



河野 利哉 Toshiya KONO 分析評価領域 専任研究員