

## 電気加熱原子化法(ファーンズ法)による水銀(Hg)の分析

Mercury (Hg) analysis by the Electrothermal Atomization Method

### はじめに

Introduction

水銀の微量分析では、還元気化原子吸光法(冷蒸気原子吸光法)がよく用いられます。一方、他の元素の微量測定に使用される電気加熱原子化法は、Hg分析にはほとんど使用されません。これは、Hgが低温で揮散し易いため、十分な感度が得られないことが主な要因と考えられます。ここでは、マトリックスモディファイヤにパラジウム(Pd)を使用することにより、電気加熱原子化法でも、10 ng/mL程度のHg定量が可能であること、また、この方法を樹脂中のHg分析に用いた例を紹介します。今回の分析には、AA-6300 + GFA-EX7iを使用しました。

F.Miyashita

### マトリックスモディファイヤの検討

The study of matrix modifier for Hg

電気加熱原子化法では、乾燥 灰化 原子化の加熱プログラムを用いて測定します。Hgの場合、常温でも液体であるように、非常に揮散し易い元素なので、通常の加熱プログラムでは原子化までに揮散してしまい、ほとんど測定できません。そこで、加熱中に、目的元素の揮散を防ぐために、マトリックスモディファイヤとして広く使用されるパラジウム(Pd)と、Hgがアマルガム(合金)を形成し易い金(Au)の添加効果を比較しました。試料注入量20  $\mu$ L + モディファイヤ濃度1000 mg/mL(注入量10  $\mu$ L)の場合、Auでは、Hg;1000 ng/mLで、吸光度が0.200程度であったのに対し、Pdでは、Hg;200 ng/mLで、吸光度が、0.230程度となり、Pdをモディファイヤとして使用するほうが、Auの場合より、感度が約5倍程度高くなりました(Fig.1, 2)

### 温度条件と濃度の検討

The study of furnace program and modifier's concentration

次に、モディファイヤをPdとした場合の灰化温度と原子化温度を検討しました。灰化温度は500 まで感度がほぼ一定で、原子化温度は、900 以上で感度が一定になりました(Fig.3)。通常の測定では、灰化温度300 , 原子化温度1000 としました。添加濃度については、試料注入量20  $\mu$ Lに対し、モディファイヤを10  $\mu$ L注入の場合、Pd; 500  $\mu$ g/mL以上で感度が一定となりました(Fig.4)。通常の測定では、Pd; 1000  $\mu$ g/mLを使用しました。最終的に使用した主な測定条件をTable 1と2に示します。この条件で、注入量を40  $\mu$ L(+モディファイヤ10  $\mu$ L)とした場合、Hg; 200 ng/mLで吸光度が0.400程度、Hg; 10 ng/mLでも0.020となり、十分定量が可能でした(Fig.5)

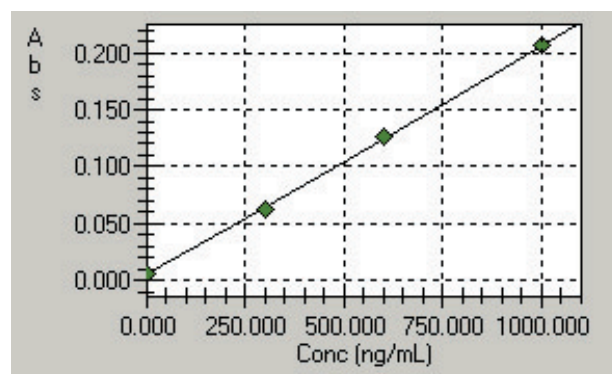


Fig.1 モディファイヤAuの場合の検量線  
Hg calibration curve with Au

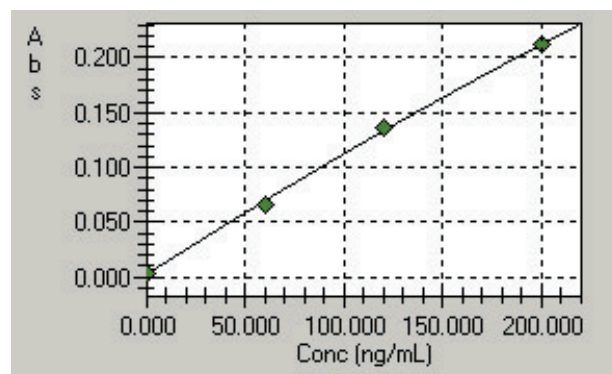


Fig.2 モディファイヤPdの場合の検量線  
Hg calibration curve with Pd

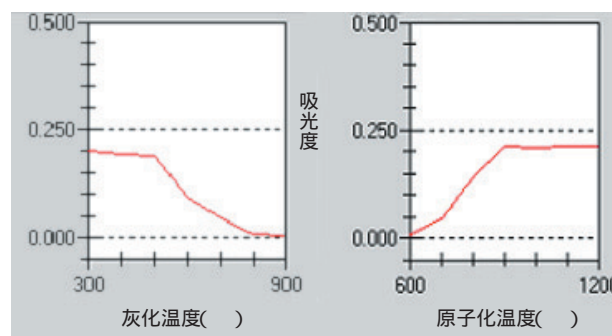


Fig.3 灰化温度と原子化温度の検討  
(Hg;200 ng/mL, 20  $\mu$ L+Pd;1000  $\mu$ g/mL, 10  $\mu$ L)  
Study of Ashing temp. and Atomization temp.

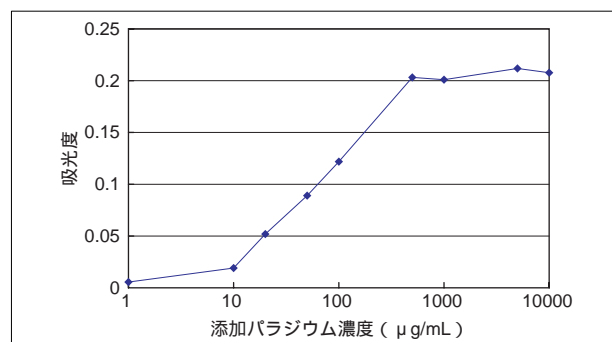


Fig.4 Pd添加濃度とHg感度  
Hg sensitivity vs. Pd concentration

Table 1 Hg分光器パラメータ  
Optics parameters for Hg

分析波長	253.7 nm
スリット幅	0.7 nm
電流値	4 mA
点灯モード	BGC-D2

Table 2 温度プログラム  
Furnace program

	温度 ( )	時間 (秒)	モード	Arガス
1	60	3	RAMP	0.10
2	120	15	RAMP	0.10
3	300	10	RAMP	1.00
4	300	5	STEP	1.00
5	300	3	STEP	0.00H
6	1000	4	STEP	0.00H
7	2500	5	RAMP	1.00
8	2500	4	STEP	1.00

原子化は、ステージ6です。

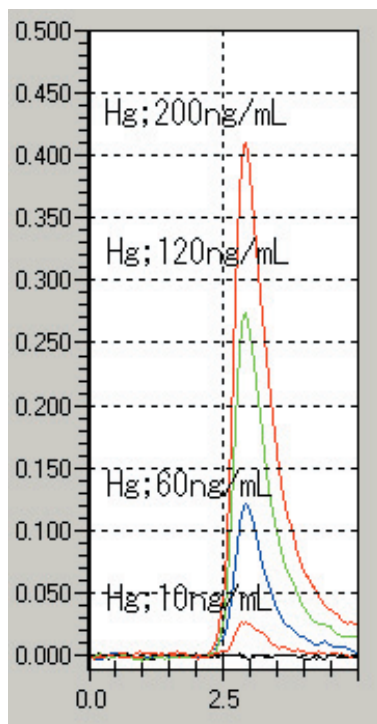


Fig.5 ピークプロファイル(40µL注入)  
Peak profiles of Hg (40µL injection)

## 樹脂分解溶液への適用

Application to digested polymer solutions

以上の検討結果より得られた方法を、樹脂中のHg分析に適用しました。樹脂は、ABSとPVCで、各々0.10～0.12 gに、硝酸と過酸化水素を加え、マイクロウェーブ分解装置により処理し、純水で50 mLに定容としました。ABSは原液のまま、PVCはさらに10倍希釈したものをオートサンブラで、さらに8倍希釈し、標準添加法で測定しました。結果は、還元気化法(MVU)による値とほぼ一致しました(Table 3)

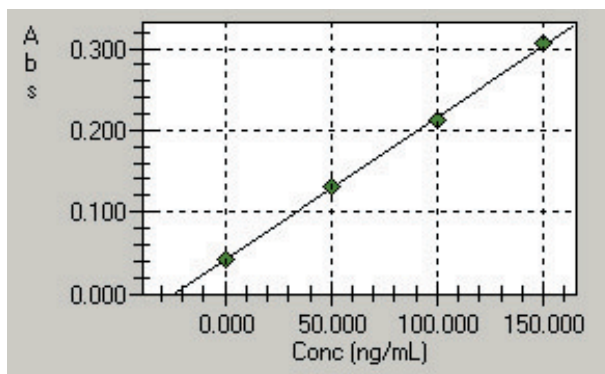


Fig.6 ABS樹脂分解溶液の測定  
Calibration curve for ABS polymer

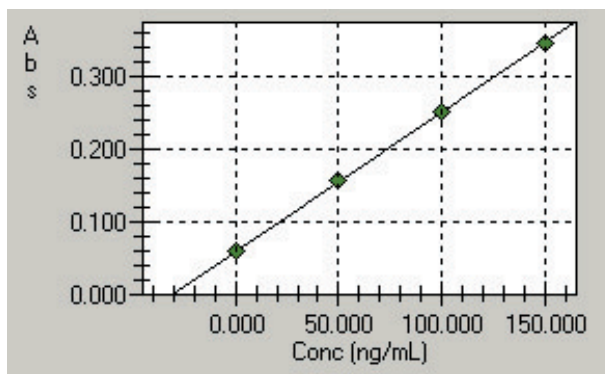


Fig.7 PVC樹脂分解溶液の測定  
Calibration curve for PVC polymer

Table 3 樹脂測定結果  
The result of polymer analysis

サンプル	電気加熱原子化法による		MVUによる
	原液中濃度	固体中濃度	固体中
ABS樹脂	193 ng/mL	96.5 mg/kg	91.5 mg/kg
PVC樹脂	2400 ng/mL	1020 mg/kg	1050 mg/kg