

鉄鋼および鉱石中の極微量水銀, 鉛, カドミウムの定量

Determination of Trace Amounts of Mercury, Lead, and Cadmium in Steel and Iron Ore

藤本 京子 FUJIMOTO Kyoko JFE スチール スチール研究所 分析・物性研究部 主任研究員(副部長)・工博
千野 淳 CHINO Atsushi JFE スチール スチール研究所 分析・物性研究部 主任研究員(副部長)・工博

要旨

鉄鋼および鉱石中の極微量水銀の定量について、直接加熱気化法による固体直接定量と還元気化法による溶液化試料定量の感度・精度を比較した。粉体試料である鉄鉱石については、直接加熱気化法による分析値は還元気化法による値とよく一致し、精度も同等で、 $\mu\text{g/g}$ レベル以上の水銀分析に十分適用可能であった。試料溶解などの前処理が不要で、操作も簡便なことから有用な水銀分析手法と考えられる。ただし、鉄鋼試料の分析には両法とも感度不足で適用できなかったため、さらに高感度な鉄鋼試料の分析法として、イオン交換分離法を前処理に用いた ICP-MS (誘導結合プラズマ質量分析法) による鉄鋼材料中極微量水銀の定量について検討した。鉄鋼試料を硝酸で分解した後、1 M フッ化水素酸を加えて陽イオン交換し、水銀を樹脂に捕集して鉄と分離する。これを 6 M 塩酸で溶離して ICP-MS で定量することにより、鋼中 ng/g レベルまでの極微量水銀の定量が可能になった。この方法では水銀と同時に ng/g レベル以下のカドミウム、鉛も定量でき、鋼材中極微量有害元素評価法として適用できる。空試験値のばらつきから求めた各元素の検出下限 (空試験値の 3σ) は、水銀で 2 ng/g 、鉛は 9 ng/g 、カドミウムで 0.5 ng/g であった。

Abstract:

Trace amounts of mercury in steel and iron ore were determined by direct vaporization from solid sample and reduction vaporization from digested sample solution with cold-vapor atomic absorption spectrometry. The direct method has been applied to the determination of mercury in iron ore in the level of ng/g with satisfactory precision equal to the reduction method. However, mercury in steel could not be detected by the both methods. Trace amounts of mercury in steel, lead, and cadmium in the level of ng/g in steel have been determined by inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) after cation exchange chromatographic separation. The sample was decomposed with nitric acid and separated from iron matrix in 1 M hydrofluoric acid solution, using the cation exchange resin that were packed in a mini-column. The elements adsorbed on the resin were eluted by 6 M hydrochloric acid solution and determined by ICP-MS simultaneously. The lower limits of detection based on 3σ of blank values were 2 ng/g for mercury, 9 ng/g for lead, and 0.5 ng/g for cadmium in steel.

1. 緒言

現在、欧州では、家電・自動車を中心に環境規制が進められており、家電については、「廃電気・電子機器指令 (WEEE: Waste Electrical and Electronic Equipment)」および、「特定有害物質使用禁止指令 (RoHS: Restriction of the Use of Certain Hazardous Substances in Electrical and Electronic Equipment)」の発効 (2003年2月13日) により、4つの重金属 (水銀、鉛、カドミウム、六価クロム) と2つの臭素系難燃剤が原則使用禁止となった。自動車に

関しては、「欧州廃自動車指令 (EUELV: EU End of Life Vehicle)」が2000年10月21日に発効され、2003年7月5日から新規販売車両への鉛、水銀、カドミウム、六価クロムの原則使用禁止が決定した。さらに2003年7月5日に国内で成立した自動車リサイクル法 (使用済自動車の再資源化等に関する法律) によって、環境負荷成分混入に関する監視は一層強化されている。

製品に対する規制に加えて、製造工程における環境負荷に対する規制も同様に強化が進み、大気中への微量元素の放散、特に水銀排出については、アメリカで石炭火力発電所からの年間排出量が 48 t 以上にも達したことから、大気

浄化法の厳格運用によりその排出量を2008年までに90%削減することを決めている。日本ではまだ、改正大気汚染防止法によって事業者の排出抑制責任を明示している段階であるが、今後火力発電所を中心に水銀の排出規制が進むことが予想されている。このような状況を受けて、鉄鋼製品に関しても「環境負荷元素含有濃度のデータの明示」や「化学物質管理の保証・誓約」を求められるようになってきた。

一方、1999年7月に交付された特定化学物質の環境への排出量の把握等及び管理の改善の促進に関する法律（化学物質管理促進法、PRTR法）により、今後、鉄鋼製造プロセスにおける環境有害元素の推移、収支の明確化が要求されることも予想される。

鋼中の環境有害元素の分析については、鋼の特性に大きな影響を与える鉛については、JIS（日本工業規格）で分析法が規定されており、鉄分離ジフェニルカルバゾン抽出吸光光度法¹⁾では鋼中2 $\mu\text{g/g}$ 、よう化物抽出-原子吸光法²⁾では5 $\mu\text{g/g}$ までの微量鉛の分析に適用できる。さらに溶媒抽出法^{3,4)}やイオン交換法^{5,6)}などの鉄マトリックスからの分離・濃縮法と原子吸光法や誘導結合プラズマ発光分析法（ICP-AES）、誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS）などの高感度検出法を組み合わせることによって、鋼中10～100 ng/g レベルの微量鉛が定量できることが報告されている。鋼中カドミウムの分析についても、鉛と同様の方法^{4,5)}で、同じくサブ $\mu\text{g/g}$ レベルまでの分析が可能である。しかし、水銀分析については、環境⁷⁾、生体⁸⁾試料などには、還元気化原子吸光法や加熱気化原子吸光法などによる分析法の適用が報告されているが、鉄鋼試料への適用実績はほとんどなく、試料調製時の揮散などの問題も含めた詳細な検討、報告は行われていない。

そこでこれらの元素のうち、特に緊急性、重要性の高い水銀について鉄鋼、鉱石の分析法を検討すると同時に、鋼中の鉛、カドミウムとの同時定量についても検討し、鋼中 ng/g レベルの分析を可能にしたので以下に報告⁹⁾する。

2. 実験

2.1 装置

(1) 水銀分析装置

固体試料の直接分析には、加熱気化水銀測定装置を、溶液化した試料の定量には還元気化型水銀分析装置を用いた。加熱気化型装置では管状炉で試料を加熱して試料中の水銀を気化させ、これを金にアマルガムとして捕集する。アマルガムを再加熱して水銀を分離して石英管加熱方式のフレームレス原子吸光装置で水銀の吸光度を測定する。一方、還元気化法では試料溶液に還元剤（塩化スズ（Ⅱ））を加えて水銀を還元気化し、生成した水銀蒸気に水銀ランプを照射してそ

Table 1 Operating conditions for ICP-MS

ICP conditions	RF power	1.4 kW
	Plasma gas flow rate	15.5 l/min
	Auxiliary gas flow rate	1.0 l/min
	Nebulizer gas flow rate	1.15 l/min
Mass spectrometric conditions	Mode	Peak jump mode
	Integration time	0.3 s/mass \times 3 times

の吸収を測定する。なお水銀の測定波長は両装置とも253.7 nmを用いた。

(2) ICP 質量分析装置

四重極型 ICP-MS を用い、¹¹⁵In を内標準として装置のドリフトを補正した。装置条件および質量分析条件を Table 1 に示す。

2.2 試薬

(1) 標準溶液および試薬

回収率の検討および検量線調製のための標準溶液は関東化学(株)製原子吸光用標準溶液を用いた。フッ化水素酸は弘田化学工業(株)製半導体用、塩酸、硝酸、過酸化水素水は関東化学(株)製電子工業用試薬を用いた。

(2) イオン交換樹脂

イオン交換樹脂は陽イオン交換樹脂 DOWEX 50W-X8 (100-200 mesh) および陰イオン交換樹脂 DOWEX 1-X8 (100-200 mesh) をポリプロピレン製カラム（容量 2.5 ml）に充填して用いた。

2.3 実験方法

(1) 加熱気化法による水銀分析

磁性ポートにチップ状に切削した鉄鋼試料約 400 mg、鉄鉱石数 10 mg を秤り取り、2.1 節 (1) 項の装置を用い、600°C \times 4 min、970°C \times 6 min 加熱して、気化した水銀の量を定量した。検量線は、ポート内に石英ポートを入れ、これに水銀標準溶液を段階的に滴下した後、分析試料と同条件で加熱気化させて作成した。

(2) 還元気化法による水銀分析

2001年環境省発行の「底質調査方法」¹⁰⁾の総水銀定量法のうち、5.14.1.1 硝酸-過マンガン酸カリウム還元分解法に準拠して実施した。試料各 2 g に硝酸 (1 + 1) 50 ml を添加し、95°C の恒温槽で 2 h 加温溶解する。室温まで水冷後、3% 過マンガン酸カリウム溶液 20 ml を加えて、95°C の恒温槽で 1 h 加温する。10% 尿素溶液 10 ml を添加後、20% 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を赤紫色が消えるまで滴下する。グラスフィル

DOWEX はザ・ダウケミカル・カンパニーの商標である。

ター（孔径1 μ m）で残留分をろ別後、純水で250 mlに希釈した。20 ml分取し、硫酸（1+1）1 mlを添加し、2.1節（1）項の水銀分析装置で水銀量を定量した。

(3) イオン交換分離/ICP-MSによる

水銀、鉛、カドミウムの分析

鉄鋼試料0.1 gを硝酸（1+1）0.5 mlで常温分解後、フッ化水素酸（1+1）1.5 mlと過酸化水素水0.5 mlを加え、120°Cで加熱して完全に分解する。1 Mフッ化水素酸20 mlを添加後、陽イオン交換して（DOWEX 50W-X8（100-200 mesh）1 ml）、目的元素を樹脂に捕集する。1 Mフッ化水素酸でカラムを洗浄後、8 M塩酸2.5 ml \times 2回で溶出する。インジウム50 ngと純水5 mlを加えて、ICP-MSで¹¹⁵Inを内標準として¹¹⁴Cd、²⁰⁵Hg、²⁰⁸Pbのイオン強度を測定し、標準溶液で作成した検量線を用いて含有量に換算した。

3. 結果および考察

3.1 加熱気化法による水銀の直接定量

鋼材、および原材料中水銀の簡易高精度分析の可能性を探るため、2.1節（1）項の加熱気化方式の水銀分析装置を用いて水銀の定量を行った。1 ng以下の極微量域から200 ng程度まで検量線の直線性は良好で、ブランクの繰り返し精度から算出した検出下限値（3 σ ）は0.08 ngであった。

本法による分析結果をTable 2に示す。方法の正確さを確認するために、2.3節（2）項に示したような底質の分析法に準拠した前処理法で調製した各試料を還元気化法で分析した結果も合わせて示す。鋼板中の水銀はどちらの方法でも定量下限以下であったが、鉄鉱石（JSS 820-2：ローブリバー鉱石）からは10 ng/gレベルの水銀が検出された。加熱気化法より還元気化法がやや低めの値を示しているものの、両者はほぼ一致しており、ともに分析精度も良好であった。なお、還元気化法に適用した底質の調製法ではこれらの試料は完全分解が困難なことから、残さ中に一部水銀が残存している恐れがあり、試料調製なしに直接加熱気

化させた方法の分析値の方が真値に近い可能性もある。

以上の結果より、固体試料の直接加熱気化法は、鉱石中のng/gレベル以上の水銀分析には充分適用可能で、操作も簡便で、試料溶解などの前処理も不要なことから有用な水銀分析手法と考えられる。

ただし、鉄鋼試料の分析には両法とも適用できなかったため、さらに高感度な鉄鋼試料の分析法としてイオン交換分離法を用いたICP-MSによる極微量水銀の定量について、検討を行った。

3.2 イオン交換分離/ICP-MSによる鋼中極微量水銀の定量

ICP-MSは高感度な元素分析法として、広く用いられているが、鉄鋼材料のように試料中に多量のマトリックスが共存する場合には、物理干渉やスペクトル干渉などのさまざまな干渉によって十分な感度が得られない。これまで、当社では溶媒抽出分離^{11,12}やイオン交換分離^{13,14}、ゲル吸着分離^{15,16}などを用いて鋼中の微量金属元素の分析を可能にしてきたが、水銀はこれまで鉄鋼材料中の不純物元素としては分析対象にあげられなかったのに加えて、蒸気圧が高く試料調製が困難であるという理由から検討が行われてこなかった。今回、鋼中の水銀および主要な有害元素である鉛、カドミウムを同時定量するための手法として、イオン交換分離による鉄マトリックスからの分離濃縮法を検討し、鋼中1 ng/gレベルまで適用可能な方法を確立した⁹。

3.2.1 測定質量数の選定

水銀、鉛、カドミウムにはそれぞれ複数の同位体が存在するので、存在比率10%以上の同位体について、各元素0.01~1 ng/mlの検量線（1%硝酸溶液）を作成して、相関係数および感度（BEC：バックグラウンド相当濃度、および、シグナル強度）を比較した。結果をTable 3に示す。質量数によっては、内標準を用いない場合の方が良好な相関係数が得られるものもあったが、ICP-MSは、装置のドリフトが比較的大きく、また実際試料の分析時には酸濃度など液性の影響も少なからず受ける。そこで、各元素ともに良好な相関係数の得られる¹¹⁵Inを内標準元素に選定した。また相関係数、およびBEC、シグナル強度から²⁰²Hg、²⁰⁸Pb、¹¹¹Cdを選定し、以下の分析に用いることにした。

3.2.2 イオン交換法による

鉄マトリックスからの分離

これまで、鉄（Ⅲ）は高濃度の塩酸溶液中では陽イオン交換樹脂¹⁷にも陰イオン交換樹脂¹⁸にも吸着し、数M以上のフッ化水素酸溶液中では陽イオン交換樹脂¹⁹にも陰イオン交換樹脂²⁰にも吸着しない。一方、水銀は、塩酸溶液中では陰イオン交換樹脂に、フッ化水素酸溶液中では、陽イオン交換樹脂にも陰イオン交換樹脂に吸着することが報告されている。そこで、イオン交換法を微量元素の濃縮

Table 2 Analytical results of mercury in commercial steel and iron ore (CRM) by thermal vaporization and reduction evaporation/cold-vapour atomic absorption methods (CV-AAS)

Sample	Thermal vaporization/CV-AAS			Reduction evaporation/CV-AAS	
	Sample weight (mg)	Mean (μ g/g)	σ (μ g/g)	Mean (μ g/g)	σ (μ g/g)
Commercial steel	400	Not detected	—	Not detected	—
Iron ore (JSS 820-2)	50	0.012	0.000 9	0.009	0.001 0

(n = 3)

Table 3 Correlation coefficient of calibration curve and sensitivity (BEC* and ion counts) in each isotope of Hg, Pb, and Cd

Element		Correlation coefficient			BEC (ng/ml)	Ion counts (cps/ppb)	Interference
Mass	Abundance	Without correction	¹⁰³ Rh correction	¹¹⁵ In correction			
¹⁹⁸ Hg	10.02	0.977 9	0.969 0	0.972 1	0.346	73	
¹⁹⁹ Hg	16.83	0.990 6	0.994 2	0.990 6	0.080	94	
²⁰⁰ Hg	23.13	0.999 2	0.994 5	0.997 5	0.089	140	
²⁰¹ Hg	13.22	0.997 6	0.994 5	0.998 7	0.078	73	
²⁰² Hg	29.80	0.998 7	0.998 7	0.999 7	0.088	164	
²⁰⁴ Hg	29.52	0.931 2	0.901 9	0.937 8	0.101	234	
²⁰⁶ Pb	24.14	0.988 1	0.969 4	0.994 1	0.587	949	
²⁰⁷ Pb	22.08	0.986 2	0.966 9	0.992 7	0.584	800	
²⁰⁸ Pb	52.35	0.987 2	0.968 1	0.993 5	0.574	1 931	
¹¹⁰ Cd	12.49	0.999 1	0.998 6	0.998 1	0.002 7	246	
¹¹¹ Cd	12.80	0.999 4	0.999 5	0.999 6	0.001 4	238	¹¹² Sn
¹¹² Cd	24.13	0.999 9	0.999 9	0.999 9	0.039 8	466	
¹¹³ Cd	12.22	0.396 5	0.011 9	0.880 7	6.88	1 180	
¹¹⁴ Cd	28.73	0.999 0	0.998 7	0.997 9	0.025 3	555	¹¹⁴ Sn
¹¹⁶ Cd	7.49	0.554 2	0.457 5	0.607 1	3.83	327	

* Background equivalent concentration

分離に適用するにあたって、塩酸およびフッ化水素酸溶液濃度を変化させ、各元素の陽イオン、陰イオン交換時の捕集率を調査した。

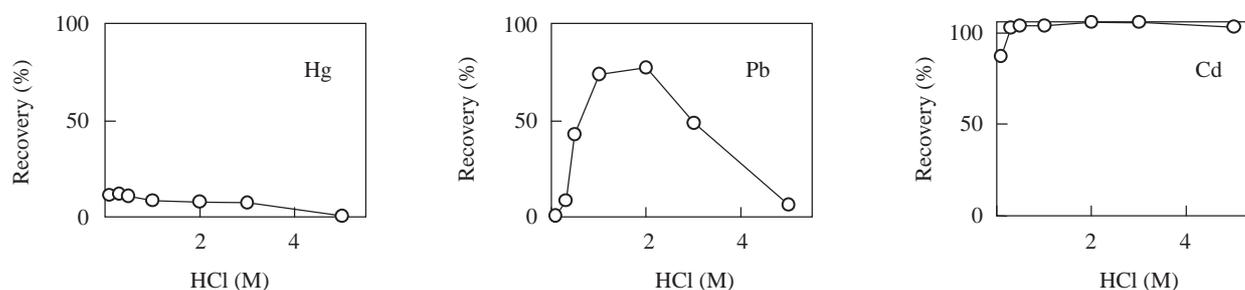
塩酸濃度を0.1から5Mまで変化させた溶液10ml中に各元素0.2μgを添加し、陰イオン交換樹脂1mlを充填したカラムに注入した。溶液と同濃度の塩酸溶液約20mlで洗浄後、硝酸(1+3)→1.5%過酸化水素2.5ml×2回で溶離した。インジウムを内標準として添加し、各元素の濃度をICP-MSで測定して捕集率を求めた。結果をFig. 1に示す。カドミウムは塩酸0.3M以上でほぼ100%回収できたが、水銀、鉛は検討した塩酸濃度では定量的な回収は困難であった。

そこで、フッ化水素酸溶液中での各元素のイオン交換挙動を調査した。塩酸と同様、フッ化水素酸濃度を0.1から5Mまで変化させた溶液を陽イオン交換樹脂、陰イオン交換樹脂それぞれ1mlを充填したカラムに通し、溶離は硝酸

(1+3)→1.5%過酸化水素2.5ml×2回で行った。結果をFig. 2に示す。

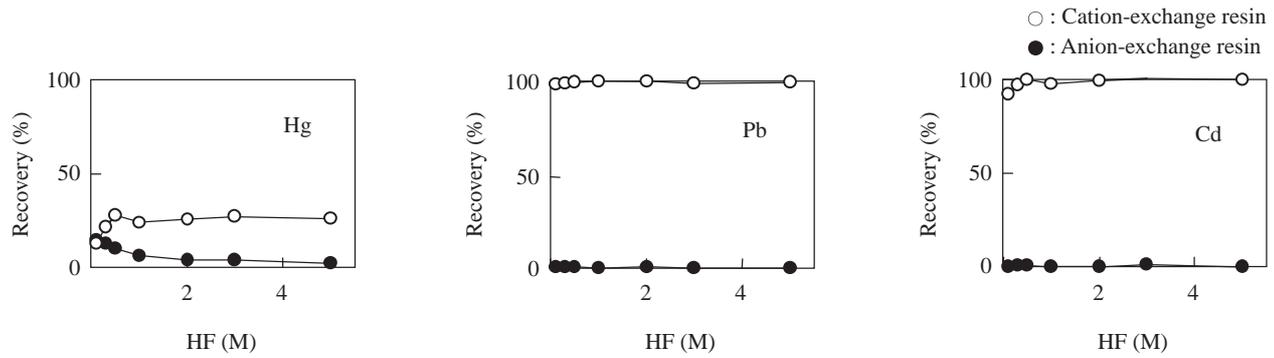
陽イオン交換樹脂を用いた場合には、鉛、カドミウムはフッ化水素酸0.1~5Mで100%回収できたが、水銀の回収率は20~30%であった。しかしこの水銀の回収率が実験のたびに大きく変動することから、イオン交換樹脂への捕集ではなく、溶離が不十分である可能性が考えられた。そこで、陽イオン交換における水銀の分配係数が小さい塩酸を用いて、溶離条件を再検討した。1Mフッ化水素酸溶液中で、陽イオン交換樹脂に捕集した各元素を濃度の異なる塩酸で溶離した際の回収率をFig. 3に示す。鉛は2M以上、カドミウムは1M以上の塩酸を用いれば全量回収でき、水銀も6M以上の塩酸で100%回収できることが確認できた。

なお、水銀は分解時に酸化性の酸が共存しないと揮散しやすいので(3.2.3項に記述)、イオン交換時にこれらの酸が共存した場合の影響についても調べた。結果をFig. 4に



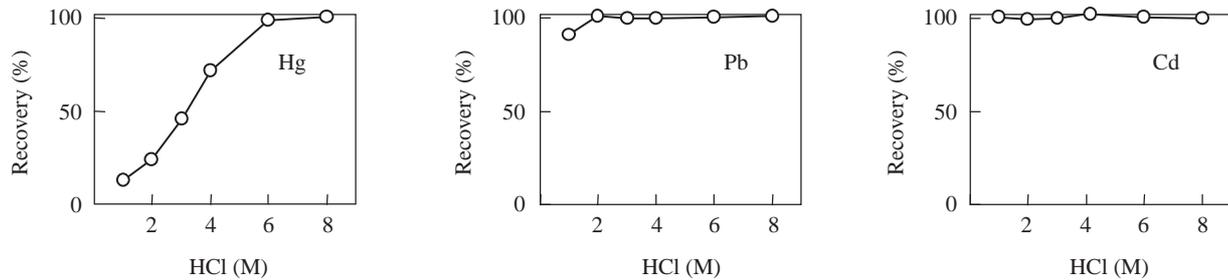
Hg, Pb, Cd: 0.2 μg in 10 ml of HCl solution, Amount of resin: 1 ml,
Eluent: 3.5 M HNO₃ (1.5% H₂O₂), 2.5 ml-2 times elution

Fig. 1 Recovery of elements by DOWEX 1-X8 anion-exchange resin from HCl solutions



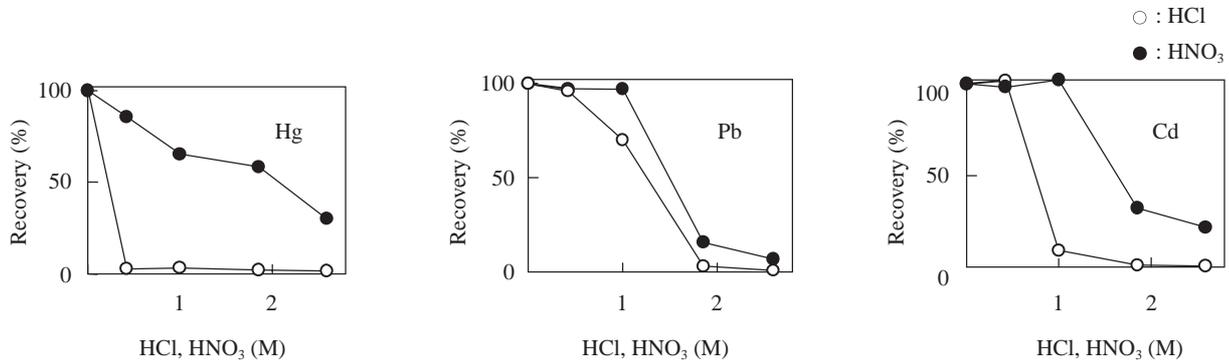
Hg, Pb, Cd: 0.2 μg in 10 ml of HF solution, Amount of resin: 1 ml,
Eluent: 3.5 M HNO_3 (1.5 % H_2O_2), 2.5 ml-2 times elution

Fig. 2 Recovery of elements by DOWEX 50W-X8 cation-exchange resin and DOWEX 1-X8 anion-exchange resin from HF solutions



Hg, Pb, Cd: 0.2 μg in 10 ml of 1 M HF,
Amount of resin: DOWEX 50W-X8 (100-200 mesh), 1 ml
Volume of Eluent: 2.5 ml-2 times elution

Fig. 3 Effect of concentration of HCl as eluent on recovery of elements



Hg, Pb, Cd: 0.2 μg in 10 ml of 1 M HF,
Amount of resin: DOWEX 50W-X8 (100-200 mesh), 1 ml,
Eluent: 8 M HCl, 2.5 ml-2 times elution

Fig. 4 Effect of concentration of co-existing HCl and HNO_3 in 1 M HF at cation exchange treatment

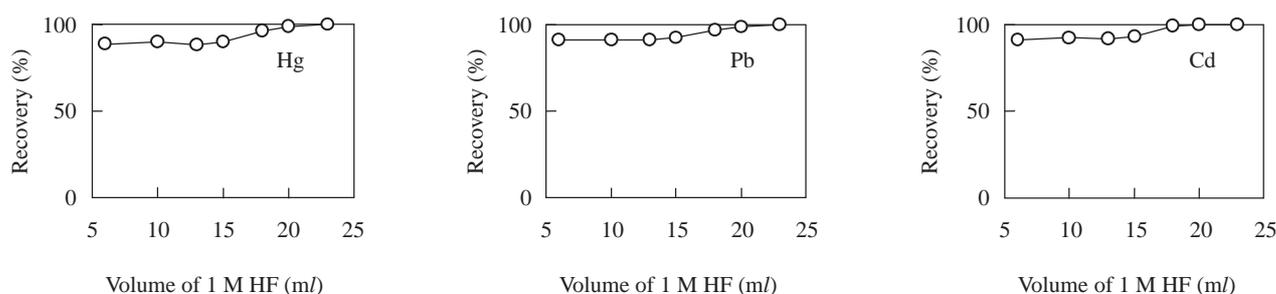
示す。1 M フッ化水素酸に塩酸、硝酸が共存すると各元素の回収率は大きく低下し、特に塩酸でその影響が大きかった。

そこで、一定量の硝酸 (0.25 ml) が共存した際に、どの程度の量のフッ化水素酸を添加すれば、その影響を低減できるかを調査した。結果を Fig. 5 に示すが、各元素とも 1 M フッ化水素酸 20 ml 添加、すなわち硝酸濃度を 0.2 M

以下にすれば、その影響は無視できることが確認できた。

3.2.3 試料調製方法の検討

水銀は蒸気圧が高く、分解時に揮散しやすいことが知られている。そこで、水銀、鉛、カドミウムの標準溶液を各酸溶液中に添加して加熱、濃縮したのち、ICP-MS で測定し、回収率を求めた。上述のイオン交換時に用いたフッ化水素酸 + 過酸化水素水 (2 + 1 + 2)、鉄鋼試料の分解に最



Hg, Pb, Cd: 0.2 μg in 0.25 ml of HNO_3 ,
 Amount of resin: DOWEX 50W-X8 (100-200 mesh), 1 ml,
 Eluent: 8 M HCl, 2.5 ml-2 times elution

Fig.5 Effect of volume of 1M HF on recovery of each elements

Table 4 Recovery of Hg, Pb, and Cd after decomposition of steel samples

Element	Sample A		Sample B	
	HF + H_2O_2 (2 + 1 + 2)	7 M HNO_3	HF + H_2O_2 (2 + 1 + 2)	7 M HNO_3
Cd	100, 100	99, 99	98, 101	99, 100
Hg	1.5, 0.7	98, 100	1.5, 9.5	97, 101
Pb	97, 100	99, 102	97, 100	96, 103

Table 5 Analytical results of Cd, Hg, and Pb in commercial steels and CRM (JSS 002-4: High-purity iron)

Sample	JSS 002-4 (Pb < 0.3 $\mu\text{g/g}$)			Steel A			Steel B		
	Added (μg)	0	0.2	0.5	0	0.2	0.5	0	0.2
Cd	0.009	0.215	0.527	0.015	0.220	0.534	0.008	0.208	0.498
Hg	0.007	0.189	0.496	0.009	0.199	0.502	0.005	0.202	0.500
Pb	0.102	0.296	0.588	0.493	0.687	0.997	0.206	0.415	0.738

もよく用いられる塩酸+硝酸 (1 + 1 + 2), 酸化性酸として硝酸 (1 + 1) を用いて 130°C で 1 h 加熱しても各元素の揮散はなく全量回収できた。ところが, 鉄 0.1 g に同量の標準溶液を添加して, 同様に 130°C, 1 h 加熱して分解してみると, **Table 4** に示すように水銀は, そのほとんどが揮散した。そこで, 次に分解に硝酸を用いて同様の処理を行ったところ, 水銀, 鉛, カドミウムとも全量回収が可能であった。この結果, および Fig.5 の結果より, 鉄鋼試料は硝酸で分解したあと, 1 M フッ化水素酸で硝酸濃度が 0.2 M 以下になるように希釈して陽イオン交換により, 鉄マトリックスから分離することにした。

3.2.4 実際試料分析への適用

2.3 節 (3) 項の方法に従って, 市販の商用冷間圧延鋼板, および, 鉄鋼認証標準物質 (高純度鉄) 中の水銀, 鉛, カドミウムを定量した。結果を **Table 5** に示す。さらに正確さの確認のために各試料に鋼中 0.2 $\mu\text{g/g}$, 0.5 $\mu\text{g/g}$ 相当の各元素の標準溶液を添加後, 同様の処理をして分析した結

果も合わせて **Table 5** に示す。各元素とも標準溶液の回収率は良好で, 水銀も揮散なく定量できることが確認できた。なお, 空試験値のばらつきから求めたこの方法の検出下限 (空試験値の 3σ) は, 水銀で 2 ng/g, カドミウムで 0.5 ng/g, 鉛は 9 ng/g であった。

4. 結言

鉄鋼および鉱石中の極微量水銀の定量について, 直接加熱気化法による固体直接定量と還元気化法による溶液化試料定量の感度・精度を比較した。両法を比較したところ, 直接加熱気化法は, 粉体試料である鉱石については, ng/g レベル以上の水銀分析に充分適用可能であった。試料溶解などの前処理が不要で, 操作も簡便なことから有用な水銀分析手法と考えられる。

ただし, 鉄鋼試料の分析には両法とも感度が不足して適用できなかったため, さらに高感度な鉄鋼試料の分析法と

して、イオン交換分離法を前処理に用いた ICP-MS による極微量水銀の定量について検討した。鉄鋼試料を硝酸で分解した後、1 M フッ化水素酸を加えて陽イオン交換し、水銀を樹脂に捕集して鉄と分離する。これを 6 M 塩酸で溶離して ICP-MS で定量することにより、鋼中 ng/g レベルまでの極微量水銀の定量が可能になった。この方法では水銀と同時に ng/g レベル以下のカドミウム、鉛も定量でき、今後鋼材中有害元素評価法として適用できる。

参考文献

- 1) JIS G 1229-1994. 鋼—鉛定量方法.
- 2) JIS G 1257-1994. 鉄及び鋼—原子吸光分析方法.
- 3) 岡野輝雄, 松村泰治. 鉄と鋼. vol. 77, 1991, p. 1951.
- 4) 高田九二雄. まてりあ. vol. 33, 1994, p. 84.
- 5) 藤本京子, 志村眞. 分析化学. vol. 50, 2001, p. 175.
- 6) Seki, T.; Takigawa, H.; Hirano, Y.; Ishibashi, Y.; Oguma, K. Anal. Sci. vol. 16, 2000, p. 513.
- 7) たとえば, JIS K 0102: 1998. 工場排水試験方法.
- 8) たとえば, Gelaude, I.; Dams, R.; Resano, M.; Vanhaecke, F.; Moems, L. Anal. Chem. vol. 74, 2002, p. 3833.
- 9) 藤本京子, 千野淳. 分析化学. vol. 55, 2006, p. 245.
- 10) 環境省. 底質調査方法. 平成 13 年.
- 11) 岡野輝雄, 松村泰治. 鉄と鋼. vol. 77, 1991, p. 1951.
- 12) 岡野輝雄, 藤本京子, 松村泰治. 材料とプロセス. vol. 5, 1992, p. 414.
- 13) 藤本京子, 志村眞. 分析化学. vol. 50, 2001, p. 175.
- 14) 藤本京子, 志村眞, 吉岡啓一. 鉄と鋼. vol. 85, 1999, p. 114.
- 15) 花田一利, 藤本京子, 志村眞, 吉岡啓一. 分析化学. vol. 46, 1997, p. 749.
- 16) Hanada, K.; Fujimoto, K.; Shimura, M.; Yoshioka, K. Phys. Stat. Sol.(a). vol. 167, 1998, p. 383.
- 17) Nelson, F.; Murase, T.; Kraus, K.A. J. Chromatog. no. 13, 1964, p. 532.
- 18) Kraus, K.A.; Nelson, F. Proc. Intern. Conf. Peaceful Uses Atomic Energy, Geneva 1955. vol. 7, p. 118, New York, United Nations, 1956.
- 19) Minczewski, J.; Chwastowska, J.; Dybczynski, R. Separation and Preconcentration methods in Inorganic Trace Analysis. New York, J. Wiley & Sons, 1982, p. 420.
- 20) Faris, J.P. Anal.Chem. vol. 32, 1960, p. 521.



藤本 京子



千野 淳