RI トレーサー法による気中微量水銀の放射化分析法の検討

西村邦夫, 平山 達

昭和電工(株)中央研究所

1968年9月4日 受理

低濃度水銀ガスは過マンガン酸カリウム溶液, アルカリ性次亜臭素酸塩溶液などを捕集液とし, ジチゾン法で分析していた。著者らは, さらに検出限界を下げるため, 放射化分析法を応用することを考え, RI トレーサー技術を用いて, 本法の開発を行なった。RI トレーサー法は, 水銀のような低濃度ガスの標識や, 分析法の開発手段としてすぐれている。また本研究によって開発された飽和塩素水を吸収液とした場合, 熱中性子束密度 $1.2 \times 10^{11} n/cm^2 \cdot sec$ で非破壊分析すると $10^{-3} mg/m^3$ の濃度まで精度よく定量できた。

1. ま え が き

当社, 川崎工場ではソーダ電解法によって水素ガス, 塩素, カ性ソーダを製造している。筆者らはラジオアイソトープ(RI)トレーサー法を利用して, 電解工程における淡塩水中への水銀溶出量の測定, 電槽内の水銀保有量の測定, 水銀収支の検討, 保有量の長期的変化の測定などの研究¹⁾を行なった。これらの研究の一環として, 製造水素ガス中に混入する微量の水銀量を測定する必要が生じた。

気体中の水銀の分析は大きく別けて気体中の水銀の捕集と捕集した水銀の分析の2工程である。気体中の水銀の捕集は, 従来臭素ガスを用いる方法, アルカリ性次亜臭素酸塩溶液^{2), 3)}, 0.05 N-過マンガン酸カリ溶液(5%硫酸々性)^{4), 5)}などを用いて測定している。つぎに水銀の分析法では種々の分析法があるが, なかでも, ジチゾン法が最も感度のよい方法と考えられ, 多くの研究が行なわれてきた。ジチゾン法の検出限界は $10^{-1} \mu g$ 程度であるが, 不純物による妨害も多く, 抽出率の変動などによって, 微量の水銀分析には精度が悪い欠点がある。しかしこの水銀分析に放射化分析法を応用することによって, さらに精度よく, 低濃度の水銀まで測定できると考えられる。水銀の放射化分析は, 岩石中の水銀の定量^{6), 7)}, 生物体内の水銀の分析^{8), 9)}など多くの分野で応用されている。気体中の水銀を放射化する場合, まず捕集液として放射化しにくい物質を使用する必要があるが, 従来のような吸収液では非常に放射化しやすい K, Br などを含むため, 不適当である。したがって, 水銀の捕集液としては, 放射化しにくい物質から成る液か, または放射化しても半減期が短く, 十分な冷却効果が得られる液を開発する必要がある。著者らは, 放射化分析による気体中の

水銀の測定法を確立するために, 新たな捕集液の検討, 捕集液の濃縮法の検討, 放射化法の検討などを RI トレーサー法, および放射化分析法を用いて実施した。またこの結果確立された方法を利用して, 実際のサンプルについて応用するとともに, 従来行なわれていた, ジチゾン法や検知管法と比較検討した。

RI トレーサー法は, 本研究のごとき, 微量成分の分析法の解析に役立つのみならず, 低濃度ガスの調整やその収支に有効な手段である。

2. 実験および結果

本実験で使用した RI は ^{197}Hg である。 ^{197}Hg は石英アンプルに封入した金属水銀を東京原子力産業研究所の HTR の炉心において, 熱中性子束密度 $2.1 \times 10^{12} n/cm^2 \cdot sec$ で放射化し製造した。金属水銀を放射化して生成する核種には ^{197}Hg , ^{197m}Hg , ^{199m}Hg , ^{203}Hg , ^{205}Hg などがあるが, ^{197}Hg は半減期(65 h)が実験に適し, また (n, γ) 反応の放射化断面積が大きく生成量が多いため, トレーサーに最適である。

2-1 標準吸収液の検討

測定しようとする $10^{-2} \sim 10^{-4} mg/m^3$ の濃度の水銀ガスを捕集するために, 標準吸収液として $4N-HCl(100 ml) + KClO_3(1 g)$ 溶液を用いて吸収効率を検討した。従来の方法では低濃度ガスの定量は困難であるため, 検出感度のよい RI トレーサー法を用いた。実験装置は Fig. 1 に示す。金属水銀は非常に微細化しやすいので, この性質を利用して, 照射水銀を小さな広口ビンの中で振って微粉末を作る。この小水銀粒をガラス棒を用いて Fig. 1 の水銀ガス発生器に入れて接続する。この ^{197}Hg で標識された水銀を含む水銀ガス発生器を恒温水槽中に入れ, 一定温度に保持する。小水銀粒は, 重量の測定は困難であるが, 比放射能が高いた

Fig. 1 Experimental apparatus.

め, RI の γ 線の計数値によって, 精度よく定量できる。これは RI 法の大きな利点である。恒温槽内に保たれた発生器から発生した水銀ガスはポンペから送られる H_2 ガスで希釈され, ガラスウールを詰めた蛇管へ送られる。この装置は発生した水銀ガスを均一化するためとミストをできるだけ少なくするためのものである。実験条件は水素ガス量 500 ml/min, 恒温槽温度 $90^\circ C$, 吸収液量各 100 ml である。水銀の収支は, 水銀ガス発生器および吸収液中の水銀量を $NaI(Tl)$ シンチレーションカウンターで計測し, 実験前後のカウントの差から定量した。発生器内の水銀は発生器を well タイプのカウンターに直接入れて測定し, 吸収液は 100 ml より 4 ml を分取してポリエチレンカプセルに入れて測定した。測定結果は Table 1 に示す。また各実験とも吸収ビン 4 本用い, 直列に接続しておのの吸収量を測定した。4 本直列に吸収させた結果は, 最初の吸収ビンですべて吸収されており, 2 本目以下では濃度が 4 桁以上低下している。また Table 1 では, 吸収量と発生量の収支がよく一致している。したがって, $4N-HCl+KClO_3$ aq は十分標準溶液とすることができ, $10^{-3} mg/m^3$ までの水銀は約 100% 吸収できることが明らかとなった。

Table 1 Absorption factor of low concentration Hg Gas
(absorbent $4N-HCl+KClO_3$ aq)

Run	Vapored mercury (cpm)	Absorbed mercury (cpm)	Absorption factor (%)
1	4.57×10^5	4.63×10^5	101
2	7.63×10^5	7.53×10^5	98.8
3	2.85×10^5	2.90×10^5	102
4	1.90×10^5	1.88×10^5	98.9

2.2 標識ガスの調製およびミストの検討

Fig. 1 に示す実験では, 水銀が気化するに従って, 表面積が変化し, 定常的な濃度のガスを標識できないことが考えられる。そこで Fig. 2 のような装置を作製して多量の標識水銀にガスを通して定常的低濃度ガス

Fig. 2 Experimental apparatus.

を調製した。まず, 標識ガスが定常的に調製されているか否かを確認するために, $4N-HCl+KClO_3$ aq の吸収液を用いて吸収実験を行なった。吸収実験は Fig. 2 の A に示すように, 吸収ビン 4 本を直列に接続し, 吸収量を求めた。実験条件などは 2.1 の場合と同様である。

本法は気液平衡を利用して低濃度の水銀ガスを調製しているため, 水銀の気化と同時に, 水銀のミストが生成するおそれがある。もし, ミストが生成すると, 吸収されずに通過する確率¹⁰⁾が多くなり正確な吸収率の測定が困難となるため, ミストの存在を確認する必要がある。ミストを確認する方法¹¹⁾には, 1) ミストを破壊する方法, 2) 限外顕微鏡で観察する方法, などがある。そこで Fig. 2 の B に示すようなミスト破壊実験も行なった。調製した低濃度水銀ガスを電気炉で $650^\circ C$ に加熱した破壊系に通じ, 最後に完全にガス化した水銀を $4N-HCl+KClO_3$ aq で吸収する。もし, ミストが存在すれば炉内で加熱され, ミストが破壊され, ガス化するため, 水銀の吸収量が多くなる。ミストの破壊は, 石英管内に Ta 板 (10cm $\times$ 10cm) 2 枚をまるめて, ガスの通過する経路に入れ, 外部から $650^\circ C$ に加熱した。水銀は他の金属とアマルガムを生成しやすいが, Ta は高温においても, ほとんど生成しない¹²⁾。しかし, 取り扱う水銀量がきわめて微量であるのに対して, Ta 量が多いため, アマルガムの影響が出ることも考えられた。この影響をのぞくために, 実験後に Ta 板を $1N-HNO_3$ aq で洗浄し, 洗浄液中の水銀濃度も測定した。また Ta 板は高温水素気流中では著しくおかされるので, この実験のみは, N_2 ガス気流で実験した。ミストの破壊実験は, 実験と同時にオリンパス製の限外顕微鏡によって確認も行なった。本限外顕微鏡の測定限界は 0.1μ である。

Table 2 Comparison of vaped mercury

Experiment	Weight of condensed mercury (μg)	Weight of absorbed mercury (μg)		Total weight (μg)
		1st absorption bottle	2nd absorption bottle	
A	—	61.3	—	61.3
B	—	60.8	—	60.8
C	60.9	0.01	—	60.9

また、発生する水銀が、ガスの場合は液体窒素で冷却すれば、すべて凝縮する。そこで Fig. 2 の C に示すように、低濃度ガスを液体窒素で冷却したコンデンサーに通し、凝縮させ、さらに $4N\text{-HCl} + \text{KClO}_3\text{aq}$ に吸収させた。コンデンサーは実験後 10 ml の conc HNO_3 で溶解洗浄し洗液中の水銀量を定量した。測定結果は Table 2 に示す。Table 2 より、3つの実験は連続的に実施したにもかかわらず、ほぼ同一の値が得られた。したがって水銀のガス化量はほぼ一定していることが証明された。またミスト実験の結果、ミストを破壊した場合と、しない場合の値がほぼ一致した。このことは、本実験の場合、水銀ガス中にはミストがほとんど存在しなかったことをしめす。同時に限外顕微鏡で観測した結果でもミストの存在は確認されなかった。本実験においても、2本目以後の吸収ビンにはカウントは計数されなかった。

2・3 低濃度ガスの吸収率の測定

2・1および2・2の実験では水銀濃度が $1 \sim 0.1\text{ mg/m}^3$ の範囲で測定したものである。したがって、 $0.1 \sim 0.001\text{ mg/m}^3$ の低濃度での吸収率は、正確には不明である。筆者は、2・2の方法で得られた微量水銀ガスを2段、3段に希釈し、 $4N\text{-HCl} + \text{KClO}_3\text{aq}$ を吸収液として吸収実験を行なった。実験結果は Table 3 に示す。Table 3 の 10^{-3} mg/m^3 の濃度の測定結果は $10^{-1} \sim 10^{-2}\text{ mg/m}^3$ の範囲の結果に比べ誤差が大きい。これはトレーサーとして使用した水銀の比放射能が低く計測誤差が大きく ($\pm 10\%$) なるためである。したがって 10^{-3} mg/m^3 の範囲のパラッキが計測誤差範囲にはいると考えれば、本吸収液の吸収率は約100%である。2・1の実験結果とともに考慮すると塩素酸カリウム溶液は有効な吸収液であり、標準吸収液として用いることができる。しかし、この溶液中には $\text{K}(3.19 \times 10^{-4}\text{ g})$ が含まれているため、放射化すると多量の ^{42}K ($\gamma\text{-}1.51\text{ MeV}$) が生成する。 ^{42}K は半減期が 12.5 h であり、 ^{197}Hg の半減期 65 h に近いので、低濃度の水銀分析には適当でない。そこで水銀の吸収液としては放射化しにくい成分

の液を開発する必要がある。筆者らは、まず、水銀と反応性にとむ、飽和塩素水、 $\text{conc HNO}_3\text{aq}$ などを考え、吸収率の測定を試みた。飽和塩素水は 1 l の蒸留水にガラスフィルター (No.-1G) を通して塩素ガスを15分間バブリングさせ、過飽和となった液を使用した。吸収ビンには各濃度について2~4本直列に接続し、吸収液を 100 ml ずつ入れ、最後に水銀のロスを確認するために、 $4N\text{-HCl} + \text{KClO}_3\text{aq}$ の吸収液を接続した。実験時間は1時間、実験条件は2・1と同様である。

Table 3 Absorption factor of low concentration Hg gas (absorbent: $4N\text{HCl} + \text{KClO}_3$)

Concentration of mercury (mg/m^3)	Absorption factor (%)
3.27×10^{-1}	100
1.13×10^{-1}	99.8
5.09×10^{-2}	99.9
3.44×10^{-2}	101
6.15×10^{-3}	105
2.78×10^{-3}	96.2

飽和塩素水の吸収率測定結果は Table 4 に、濃硝酸の測定結果は Table 5 に示す。Table 4, 5 のデータを比較すると、飽和塩素水の吸収率は100%得られているが、濃硝酸の吸収率は36%以下である。しかも、

Table 4 Absorption factor of low concentration Hg gas (absorbent: saturated sol. of Cl_2)

Concentration of mercury (mg/m^3)	Absorption factor (%)
9.78×10^{-1}	99.8
2.88×10^{-1}	102
5.00×10^{-2}	101
4.12×10^{-2}	101
5.03×10^{-3}	104
1.89×10^{-3}	106

Table 5 Absorption factor of low concentration Hg gas (absorbent: conc HNO_3)

Concentration of mercury (mg/m ³)	Absorption factor(%)
2.93×10^{-1}	33.4
4.99×10^{-2}	36.4
3.07×10^{-2}	19.8
2.93×10^{-3}	2.1
2.88×10^{-3}	5.8

塩素水の場合は、塩素酸カリウム溶液の場合とよく一致し、2本目、3本目にはほとんど検出されなかったが、濃硝酸の吸収液では2本目、3本目にもほとんど同一量が吸収されていた。したがって濃硝酸の場合は3本を加えたものとして算出した。この結果から、今後は水銀の吸収液として飽和塩素水を対象として研究を進める。

2・4 吸収時間

吸収液に飽和塩素水を用いて吸収させた場合、ガスを連続的に通すため、吸収している間に気液平衡によって塩素ガスが放出される。したがって塩素ガスの濃度が低下し、水銀の吸収率に影響を与えることが考えられるので、試料の採取時間と吸収率の関係を測定した。実験濃度は 0.1 mg/m^3 の低濃度ガス、吸収系は飽和塩素水の吸収ビン2本と4 $N\text{-HCl} + \text{KClO}_3\text{aq}$ の吸収ビン1本を直列に接続したものである。通気ガス量は 500 ml/min である。実験結果は吸収時間を横軸に、水銀の吸収量を計数率で示した値を縦軸にとり、Fig. 3に示した。本実験においては30分～1時間30分の範囲では、1本目の吸収液のみにカウントが計数され、2本目以降にはほとんど検出されなかった。2時間吸収のサンプルは、1本目に98.3%、2本目1.7%吸収された。

Fig. 3 Relationship between absorption time and activity of mercury.

この結果、吸収時間は1.5時間までは100%吸収されるが、2時間以降は誤差が多くなる。しかし、放射化分析の精度からすれば、2時間でも十分である。また吸収の途中で塩素ガスを補充してやるとさらに長時間効率よく吸収できるものと考えられる。

2・5 吸収液の濃縮

吸収した水銀捕集液はつぎに、放射化分析するために、照射試料に調製する。照射用のアンプルの内容積は $10 \sim 15 \text{ ml}$ であるので、捕集液を濃縮する必要がある。塩素水中の水銀は塩化物として存在すると、塩化物は蒸気圧が高いために、濃縮過程で、水銀の損失が生ずることが考えられる。したがって濃縮過程における水銀の損失を検討するとともに、損失を少なくするために、conc $\text{HNO}_3 \text{ aq}$ を添加する方法を検討した。

まず、吸収調製した低濃度水銀溶液から一定量を分取し、溶液中の水銀量を、計数率で測定した。その溶液より 100 ml を分取し、 $95 \sim 97^\circ\text{C}$ の湯煎を用いて2時間以上時間をかけて、徐々に蒸発濃縮して 8 ml とする。液の濃縮後、濃縮液を定容し、液中の水銀量を計数し、濃縮前後の水銀量を比較した。

蒸発濃縮による損失は初期の水銀濃度によって異なる可能性があるので、初期濃度を $0.1 \mu\text{g}/100 \text{ ml} \sim 100 \mu\text{g}/100 \text{ ml}$ まで4種類にわけて実験した。この結果、飽和塩素水のまま濃縮した場合、残存水銀量は、初期の水銀量の80～90%であり、20%近く損失がある。筆者らは、この水銀の損失量を少なくするために、conc $\text{HNO}_3 \text{ aq}$ を一定量試料水に添加し、濃縮する方法を検討した。実験は、 100 ml の試料水に各1, 3, 6, 8 ml を添加し、前記と同様の方法で濃縮し、測定試料を調製し、計数する。実験結果はFig. 4に示す。Fig. 4より、吸収液 100 ml に対し、4 ml 以上の硝酸を加えて

Fig. 4 Rate of residue of mercury.

濃縮すると、濃縮時の水銀損失は5%以下であり、また4 ml 以上加えても効果がないことが証明された。また、0.1 $\mu\text{g}/100\text{ ml}$ の濃度までは、 $1/10$ 程度まで濃縮しても水銀は濃度に関係なく、ほとんど回収されることが確認された。Fig. 4 より水銀の損失は硝酸を添加しても、5%程度のバラツキがあるが、放射化分析法の精度から考えれば、この程度の誤差は許容できるものと考えられる。

2.6 照射用カプセルへの水銀の吸着および溶出

照射試料は放射化するために照射カプセルに封入する。従来、放射化用のカプセルには、ポリエチレンや石英製のカプセルが使用されているが、水銀は吸着性が強いために、これらのカプセルが、水銀の放射化分析に適するか否かを検討する必要がある。実験はまず塩化水銀の水溶液(20 $\mu\text{g}/5\text{ ml}$)をおのおのの照射カプセルに封入し、前記の HTR 炉心(flux $2.0 \times 10^{12}n/\text{cm}^2 \cdot \text{sec}$)で5時間照射する。照射後、各カプセルから封入液を取り出しカプセル内に吸着した水銀量を測定する。つぎに、水銀を吸着したカプセル内に、1回あたり5 ml の conc HNO_3 溶液を入れよく洗浄する。洗液は同様にして水銀量を測定し溶出量および吸着量を求めた。この操作を5回くり返し、同様に測定した。実験結果は Table 6 に示す。

Table 6 Rate of elution of mercury from capsule (%)

Capsule	polyethylene capsule (%)	quartz capsule (%)
Irradiated solu.	29.4	96.4
1st wash liquid	21.3	2.6
2nd "	10.3	0.3
3rd "	3.2	0.2
4th "	2.3	0.2
5th "	1.7	0.1<
rate of residue	31.8	0.3

Table 6 よりポリエチレンカプセルに対する水銀吸着量は多く、硝酸で5回洗浄しても31.8%の水銀がポリエチレンに残る。ところが石英カプセルでは、吸着量が少なく、照射した原液中に96.4%の水銀が存在し、1回洗浄すれば99%回収されることが明らかとなった。したがって、水銀溶液の放射化には、石英カプセルが最も適しており、硝酸溶液で2~3回洗浄すれば、100%近くの水銀が回収されることが証明された。

2.7 放射化分析

石英製カプセルに封入した分析試料はポリエチレン袋に三重に包装する。標準試料としては Johnson

Matthey 製の金属水銀を硝酸に溶解し、所定濃度に調製したものを用いた。分析試料は標準試料と並べ、照射棚(熱中性子束密度 $1.2 \times 10^{11}n/\text{cm}^2 \cdot \text{sec}$)で5時間放射化した。照射済みの試料は100時間冷却し、不純物として生成する短寿命核種を十分減衰させた。測定は、水銀の(n, γ)反応によって生成する $^{197\text{m}}\text{Hg}$, ^{197}Hg , $^{199\text{m}}\text{Hg}$, ^{203}Hg , ^{205}Hg , のうち、生成量が多く、半減期が実験に適している ^{197}Hg で行なった。定量は、 ^{197}Hg の放出する0.077 MeV の γ 線およびX線(0.068 MeV -Au)による光電ピークの積分値を標準試料のそれと比較して行なった。

以上述べてきた方法を現場のサンプルに応用することを考え、川崎工場においてサンプリングした。現場の試料は、ソーダ電解工場の水素精製工程より送り出される水素輸送パイプから分枝させ、吸収させた。吸収液は飽和塩素水、および $\text{HNO}_3\text{ aq}$ を用い吸収液別におのおの3個の吸収ビンに100 ml ずつ入れ、直列に連結した。飽和塩素水と $\text{HNO}_3\text{ aq}$ は同時に別々にサンプリングし比較検討した。通気ガス量は500 ml/min の割合で2時間吸収させた。吸収捕集した試料を8 ml まで濃縮し、照射カプセルに封入する。照射サンプルは前記の HTR で放射化し、前記の方法で非破壊分析した。

放射化分析を行なうと同時に、ジチゾン法や検知管法の分析を試み、放射化分析法と比較した。測定結果は Table 7 に示す。

Table 7 より、従来検知管法やジチゾン法で不可能であった低濃度ガスの分析も、放射化分析を利用することによって十分測定できるようになった。また、放射化分析は、吸収率の悪かった硝酸溶液についても実施したが、結果は、飽和塩素水に比較して著しく悪く、RI トレーサー法による吸収率の測定結果とよく一致した。

Table 7 Determination results of mercury in gas

Method	Gas detector tube method	Dithi-zone method	Activation analysis	
Absorbent Run	Saturated solution of Cl_2	"	"	conc HNO_3
1	—	0.01	2.5×10^{-2}	7.8×10^{-3}
2	—	none	4.6×10^{-3}	8×10^{-4}
3	none	<0.01	2.9×10^{-3}	6×10^{-4}
4	—	none	1.1×10^{-2}	3×10^{-3}
5	none	0.01	2.8×10^{-2}	1.5×10^{-3}
6	—	<0.01	2.6×10^{-3}	7×10^{-4}

3. 考 察

RI トレーサー法は本研究のような低濃度ガスの標識に適し, 分析法の解析などに大いに利用できる。水銀のように蒸気圧を利用して低濃度のガスの標識を行なえる物質には効果がある。

本分析法で問題となる誤差の大きなものは, flux のバラツキ, 試料処理のさいの誤差, 妨害核種の影響などがある。flux のバラツキは 5% 以下であり, 試料処理による誤差は前記の実験から考えて最大 5% 程度である。標的核種の ^{196}Hg は放射化断面積が大きく (880 barns), 吸収断面積も大きい。したがって試料の自己遮へいも考えられるが, 本研究のような低濃度の水銀の場合は, ほとんど影響がない。測定した ^{197}Hg の放出する約 70 keV の光電ピークはエネルギーが低いため, 試料による自己吸収を考慮する必要がある。しかし試料は水溶液であるため, 比較的 γ 線の吸収率が小さく, また標準試料と同一の計数効率で測定するので, 吸収率の影響は無視できる。

本測定は HTR の照射棚 ($1.2 \times 10^{11} n/\text{cm}^2 \cdot \text{sec}$) で放射化し, 非破壊分析法で分析した。しかし, さらに中性子密度の高い炉心 ($2.2 \times 10^{12} n/\text{cm}^2 \cdot \text{sec}$) で放射化し, 破壊分析を用いることによって, より精度よく低濃度 ($10^{-5} \text{mg}/\text{m}^3$) の測定が可能であろう。

付 記

本研究の実施にさいし, 東京原子力産業研究所の大

内淳弘氏にご協力いただいたことを深く感謝いたします。

文 献

- 1) 西村, 大柴, 平山: 第 8 回日本アイソトープ会議報文集, B/③-8, 285 (1967)
- 2) Buckell, M., Hunter, D., Milton, R. and Perry, K.M.A.: *Brit. J. Industr. Med.*, **3**, 55 (1946)
- 3) Milton and Duffield, W.D.: *Analyst*, **72**, 11 (1947)
- 4) Buckell, M.: *Brit. J. Industr. Med.*, **8**, 181 (1951)
- 5) Massmann, W., and Sprecher, D.: *Arch. Toxikol.*, **16**, 264 (1957)
- 6) Morris, D.F.C. and Killick, P.A.: *Talanta*, **11**, 781 (1964)
- 7) Ehmann, W.D. and Huizenga, J.R.: *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **17**, 125 (1959)
- 8) Hamilton Smith: *Anal. Chem.*, **35**, (6) 635 (1963)
- 9) 星野, 丹沢, 寺尾, 浮田, 大内: 衛生化学, **12**, 94 (1966)
- 10) Hendrickson, E.A.: *Air Pollution*, Vol. 1, p. 389 Academic Press (1962)
- 11) 今井: 高圧ガス協会誌, **26**, (1) 21 (1962)
- 12) Hansen Max: *Constitution of Binary Alloys*, Second Ed., McGraw-Hill Book Co., 840 (1958)

Abstract

Investigation of Activation Analysis of Trace Mercury in Gas by Radioisotope Tracer Method

Kunio NISHIMURA and Tohru HIRAYAMA
Central Research Laboratory, Showa Denko KK
Tamagawa-2, Ota-ku, Tokyo

The most of chemical methods for determination of mercury in gas comprises of collection of mercury from large volume of gas and of estimation of the amount of mercury collected.

Dithizone methoa seems to have many merits for determination of small amount of mercury, but it is interfered by many kinds of impurities. Neutron activation analysis is suitable to the determination of mercury of low concentration because of the high sensitivity. For the development of the method of determination, the radioisotope tracer technique and

activation analysis are very useful. Thus, we established the following method and analytical results were compared to those by dithizone method and gas detector tube method. In this method absorbent is saturated chlorine solution and absorption time is 2 hrs. After absorption, 4 ml of conc HNO₃aq is added to the absorbent, and the mixture is concentrated to 8 ml, then it is sealed in the quartz capsule. Irradiation is carried out in HTR with neutron flux of 1.2×10^{11} n/cm²·sec for 5 hrs. After cooling for 100 hrs., samples are taken out from capsule and determined by the non-destructive method. The sensitivity of this method is 10⁻³mg/m³. However the sensitivity can be improved by use of irradiation with higher neutron fluxes and destructive methods.

(Received September 4, 1968)