

of Standards just before weighing. The mean assay value of eleven determinations corrected for 3 ppm of iron was  $(99.998 \pm 0.012) \%$  (the 95% confidence interval for the mean), with a standard deviation of 0.018%. The proposed coulometric method is simple and permits accurate and precise determination of uranium which is matrix constituent in a sample.

(Received Mar. 15, 1975)

### Keywords

Coulometric titration

Uranium compounds

Uranium metal

Uranium purity

## 溶媒抽出-沝紙上濃縮-けい光X線分析法による微量水銀の定量

岩崎 廉, 田中 克\*

(1975 年 2 月 27 日受理)

水銀(II)のジチゾン錯体をクロロホルム中に抽出し, その全量を沝紙上に滴下しながら乾かす。沝紙の周りからクロロホルムを浸透させ, 水銀錯体を沝紙の中心, 直径 2cm の円内に集中濃縮, これについてけい光X線強度を測定し, 水銀を定量する。

この集中濃縮が定量的であることが  $^{203}\text{Hg}$  をトレーサーとして用いた実験から確認された。けい光X線の測定において, 励起源にはタングステン対陰極管球を, 分析線には  $\text{HgL}_{\beta_1}$  及び  $\text{HgL}_{\alpha_1}$  を用いた。ここでバックグラウンド値は前者の場合は  $2\theta = 29.5^\circ$  (分光結晶は LiF) において計数した。後者の場合は,  $\text{HgL}_{\alpha_1}$  に散乱線  $\text{WL}_{\beta_2}$  が重なるので  $I_{\text{BG}} = 1.10 \times I_{\text{WL}_{\gamma_1}}$  ( $I_{\text{BG}}$ : バックグラウンド強度,  $I_{\text{WL}_{\gamma_1}}$ : 散乱線  $\text{WL}_{\gamma_1}$  の強度) という関係を求めてバックグラウンドを補正した。水銀 1  $\mu\text{g}$  当たりのけい光X線強度において, 後者 ( $\text{HgL}_{\alpha_1}$ ) を用いるほうが有利であった。抽出から測定までを含めた分析精度は水銀 3  $\mu\text{g}$ , 30  $\mu\text{g}$  につき, 変動係数でそれぞれ 9% 及び 1% であった。パラジウム(II) は水銀錯体の沝紙上濃縮を著しく妨害し, 銀(I), 金(III) は 10 倍量の共存で (6~7)% の負誤差を与えた。又数十倍の銅(II) による妨害は抽出に際し, EDTA を添加して抑制できた。

### 1 緒 言

けい光X線分析法によりマイクログラム量の元素を分析する場合, 目的元素の分離及び濃縮は, 検出感度を高め, 共存元素の影響を除いて精度, 正確度を向上させるうえで好ましい。著者らは, 分離手段として溶媒抽出を用い, それに次ぐけい光X線測定に都合のよい試料の作製法を報告した<sup>1)</sup>。そこでは主に多元素の同時抽出と抽出した錯体の沝紙上での集中濃縮, 得られた試料による定性分析について述べた。その際, 定量性についても若干検討し, 定量分析では選択性のある抽出系の利用が有効であること, けい光X線測定において, それにまつわる諸問題: 共存元素の影響, バックグラウンドの補正などをその都度解決しなければならないことを指摘した。

この研究ではマイクログラム量の水銀の定量を目的とした。ジチゾン-クロロホルム抽出系の利用と抽出した錯体の沝紙上濃縮の定量性, 並びにけい光X線測定における上記諸問題, 特にバックグラウンドの補正を検討し, 微量水銀の定量に成功した。

### 2 実 験

#### 2.1 試薬及び沝紙

金属標準溶液 (各 1.00mg/ml): 水銀(II), 銅(II), 金(III), パラジウム(II), 鉄(III) については純度 99.9% 以上の金属を硝酸又は王水に溶解し, 銀(I) については特級硝酸銀を希硝酸に溶解して調製した。使用に際し, その都度水で希釈した。

$^{203}\text{Hg}$ : New England Nuclear 製  $^{203}\text{Hg}$  を含んだ水銀の 0.5N 硝酸溶液 (放射能濃度 10.5 mCi/ml, 比放射能 1.5 mCi/ml, 放射能純度 99%) を希釈して用いた。

ジチゾン-クロロホルム溶液 (0.01 wt/vol%): 特級

\* 神奈川県工業試験所: 神奈川県横浜市金沢区昭和町 3173

ジチゾンそのままクロロホルムに溶解した。

塩酸ヒドロキシルアミン, EDTA, クロロホルムなどは特級試薬を, 水はイオン交換水を使用した。

濾紙: 東洋濾紙 No. 5A (直径 15 cm) を使用した。

## 2.2 抽出操作

水銀のジチゾン抽出については多くの文献がある<sup>2)~</sup>

4)。ここでは浜口ら<sup>6)</sup>の報告を参考にした。

水銀(II) (1~50)  $\mu\text{g}$  を含む溶液を分液漏斗に移し, 1N 硫酸 5 ml を加えて液量を水で約 40 ml にする。多量の鉄(III)<sup>6)</sup> が共存する場合には塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (2 wt/vol%) 5 ml を加えジチゾンの酸化を防ぐ。又銅(II) が共存するときには, それをマスクするために EDTA 溶液 (0.1M) 2 ml を加える。最後に水で液量を 50 ml にする。混合してしばらく放置した後クロロホルム 3 ml とジチゾン-クロロホルム溶液 (0.01 wt/vol%) 0.5 ml を加え, 激しく振り混ぜる。このときの呈色を観察し, クロロホルム相が緑色を呈するまでジチゾン溶液を加える。最後にクロロホルムを全量が約 5 ml になるまで追加し, 1 分間激しく振り混ぜる。両相分離後, なおしばらく放置してからクロロホルム相のほとんど全量を濾紙上直径 (7~8) cm の円内に滴下, 乾燥する。この間, 濾紙上に温風を当てて乾燥をはやめる。この分液漏斗内にジチゾン-クロロホルム溶液 (1~2) 滴とクロロホルム 2 ml を加えて再度抽出を行い, クロロホルム相を同じ濾紙上に滴下し乾かす。

## 2.3 集中濃縮操作

集中濃縮は既報<sup>1)</sup>と同じ装置によった。溶媒にはクロロホルムを用い, 集中操作を 1 回行うごとに濾紙に温風を当てて乾かす。この操作を 3 回繰り返す。錯体を濾紙中心部直径 2 cm の円内 (この領域に一次 X 線が強く照射される) に濃縮する。ついで濾紙をこの濃縮された錯体のスポットを中心として, 測定用試料セル (市販品を使用) の大きさに切り取り, バックグラウンドを低くするため試料セルのわくのみで保持して, けい光 X 線強度を測定した。試料はデシケーター中に保存した。

## 2.4 けい光 X 線装置と測定条件

理化学電機社製 KG-X 型けい光 X 線装置に Philips 社製のタングステン対陰極の管球 (タングステン管球と略記する) を使用した。使用条件は Table 1 に示した。測定中は一次 X 線を均一に照射するために試料面を回転させた。バックグラウンド補正は 3.3 での検討結果によった。又, 吸湿による試料濾紙のたるみを抑えるため,

Table 1 Analytical conditions

X-Ray tube	Tungsten target
Voltage and current	50 kV, 30 mA
Analyzing crystal	LiF
Counter	Scintillation counter (high voltage : 830V)
Line measured	HgLa <sub>1</sub> ( $2\theta = 35.92^\circ$ ) and HgL $\beta_1$ ( $2\theta = 30.19^\circ$ )
Path of X-ray	Vacuum
Measuring method	Fixed time method (100 s)
Pulse height analyzer	Differential, base line=80 channel width=220

真空中で測定した。

## 3 結果及び考察

### 3.1 集中溶媒並びに集中率

集中溶媒として, 濾紙にしみ込ませたときの速乾性を考慮し, クロロホルム, 1,2-ジクロロエタン, 四塩化炭素, アセトン, エチルエーテルについて検討した。溶媒の浸透に伴う錯体の集まりの良さや, 得られたスポットの輪郭の鮮明さではクロロホルムが最適であった。この場合, 集中操作を 3 回繰り返すことにより, 最も強く, 再現性のよいけい光 X 線強度を得る試料を作製できた (Fig. 1)。

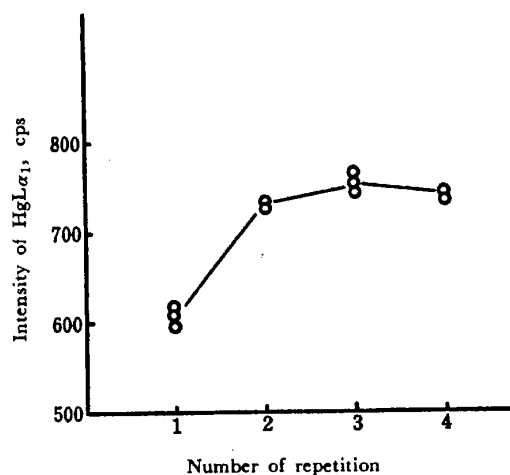


Fig. 1 Repetition of permeation-concentration

Hg: 30  $\mu\text{g}$ ; Solvent: Chloroform

次に <sup>203</sup>Hg をトレーサーとして濾紙上の水銀の集中率に関する実験を行った。集中操作を施して得られた濾紙から, スポットを含む直径 2 cm の部分と, その外側, すなわち錯体のはじめに分散していた部分を切り取り, それぞれについて <sup>203</sup>Hg からの  $\gamma$  線強度を井戸型 NaI(Tl) シンチレーションカウンターで測定した。な

お各紙片はそのまま試験管 (直径 1cm, 長さ 10cm) の底部に詰めて測定した. その結果, Table 2 にみられるように, 集中操作を 3 回行った場合には, 水銀はほぼ定量的 (98%) に沝紙中心部, 直径 2cm 以内の範囲に集められていることが分かった. しかも, この集中率の値は少なくとも水銀量 100  $\mu\text{g}$  までは一定であり, 沝紙 No. 5A の代わりに No. 2 を用いても同じであった.

Table 2 Extent concentrated of Hg(II)-dithizonate by permeation

Mercury† taken ( $\mu\text{g}$ )	Filter paper††	Extent (%)†††		
0.7	No. 5A	98.4	98.4	98.4
30.7	No. 5A	98.2	97.9	97.8
50.7	No. 5A	98.0	97.9	98.3
100.7	No. 5A	98.0	98.2	
30.7	No. 2	98.5		

† Labeled by  $^{203}\text{Hg}$  (0.001 mCi); †† Toyo filter paper; ††† Into a definite area (2cm diameter)

### 3.2 バックグラウンドと分析線

タングステン管球使用のもとで, 分析線として  $\text{HgL}_{\alpha_1}$  ( $2\theta=35.92^\circ$ ) 及び  $\text{HgL}_{\beta_1}$  ( $2\theta=30.19^\circ$ ) の利用に際し, その強度  $I_{\text{HgL}_{\alpha_1}}$ ,  $I_{\text{HgL}_{\beta_1}}$  とバックグラウンド強度  $I_{\text{BG}}$  を, 水銀 30  $\mu\text{g}$  を集中濃縮した沝紙について比較した. その結果は  $I_{\text{HgL}_{\alpha_1}}/I_{\text{BG}}$ ,  $I_{\text{HgL}_{\beta_1}}/I_{\text{BG}}$  の値としてそれぞれ約 1.1, 約 2.1 となった. ここで  $I_{\text{BG}}$  の値は,  $\text{HgL}_{\alpha_1}$  の場合には散乱線  $\text{WL}_{\beta_2}$  ( $2\theta=36.01^\circ$ ) のピークが重複するので, 便宜上未使用沝紙を用いて求め,  $\text{HgL}_{\beta_1}$  の場合には妨害ピークの重複はないので  $2\theta=29.5^\circ$  で求めた. 前者では後者より S/N 比がわるく, バックグラウンドの補正にも工夫を要する. ただし, 各線の強度そのものでは  $\text{HgL}_{\alpha_1}$  のほうが強く  $\text{HgL}_{\beta_1}$  の約 1.6 倍であった.

そこで分析線として  $\text{HgL}_{\alpha_1}$ ,  $\text{HgL}_{\beta_1}$  を用いる場合について, バックグラウンドの補正と, それに基づいて得られた検量線について検討した.

### 3.3 バックグラウンドの補正並びに検量線

水銀 3.0, 5.0, 10.0, 20.0, 30.0, 50.0  $\mu\text{g}$  を集中濃縮した 6 試料を用いて実験した. けい光 X 線強度を測定し, 最小自乗法により, 検量線 (直線) の式を求めた. 又, 直線からの各点のばらつきの目安として  $\sigma_E = \sqrt{\sum_i (X_i - x_i)^2 / (n-1)}$  を計算した. ここに  $x_i$  は  $i$  番目の試料についての水銀の含有量,  $X_i$  は  $i$  番目の試料のけい光 X 線強度から, その検量線によって求めた水銀の含有量を表す.

バックグラウンドを差し引いて  $\text{HgL}_{\alpha_1}$  あるいは  $\text{HgL}_{\beta_1}$  の強度を求めるに当たり, まずバックグラウンドの測定について検討した. 分析線として  $\text{HgL}_{\beta_1}$  を用いる場合は,  $2\theta=29.5^\circ$  の計数値を各試料ごとに測定してバックグラウンド値とした. 分析線として  $\text{HgL}_{\alpha_1}$  を用いる場合, 二通りの方法を検討した. (A) 未使用沝紙を用いて  $\text{HgL}_{\alpha_1}$  位置 ( $2\theta=35.92^\circ$ ) での散乱 X 線強度を測定し, この値を実際に分析するどの試料沝紙に対しても共通のバックグラウンド値とした. この方法は簡易である. しかし, 試料沝紙の表面状態や密度の影響が散乱線 (これがバックグラウンドになる) に対し顕著であるので, より正確な分析値を得るために, 各試料ごとに独自のバックグラウンド値を求める必要があった. そこで (B) 得られた試料沝紙のすべてについて, それぞれ散乱線  $\text{WL}_{\gamma_1}$  ( $2\theta=31.64^\circ$ ) の強度  $I_{\text{WL}_{\gamma_1}}$  を測定し,  $I_{\text{BG}}=1.10 \times I_{\text{WL}_{\gamma_1}}$  によりバックグラウンド値を求めた.

この関係は次の実験結果から求められた. 水銀を含まず, 厚さや密度の異なる沝紙そのもの, 並びに表面状態を変えるための 1 例として銀をジチゾン錯体として集中濃縮して得られた沝紙について, それぞれ  $I_{35.92}$  ( $2\theta=35.92^\circ$ ,  $\text{HgL}_{\alpha_1}$  の位置における散乱 X 線強度),  $I_{\text{WL}_{\gamma_1}}$  及びその比を求めた. その結果を Table 3 に示す.  $I_{35.92}$ ,  $I_{\text{WL}_{\gamma_1}}$  はそれぞれの沝紙について異なった値をとった. これは沝紙の表面状態や密度の影響による. しかし, それらの比をとると, この影響は互いに消去され, ほとんど一定値 1.10 を示した. 従って,  $\text{HgL}_{\alpha_1}$  に重複する散乱線の強度, すなわちバックグラウンド  $I_{\text{BG}}$  は散乱線  $\text{WL}_{\gamma_1}$  の強度の測定値から,  $I_{\text{BG}}=1.10 \times I_{\text{WL}_{\gamma_1}}$  により得られることが分かった.

(A) 法, (B) 法並びに (C)  $\text{HgL}_{\beta_1}$  を用いて得られた検量線の式と  $\sigma_E$  の値を Table 4 に示した. 原点からの隔たり,  $\sigma_E$  の値, 感度を総合的に比較すると (B) 法による検量線が最も良好であった.

Table 3 Intensity ratio  $I_{35.92}/I_{\text{WL}_{\gamma_1}}$

Filter paper†	$I_{35.92}$ (cps)	$I_{\text{WL}_{\gamma_1}}$ (cps)	$I_{35.92}/I_{\text{WL}_{\gamma_1}}$
No. 5A	575	529	1.09
No. 5B	585	535	1.09
No. 5C	624	570	1.09
No. 5A (Ag: 10 $\mu\text{g}$ )	574	526	1.09
No. 5A (Ag: 50 $\mu\text{g}$ )	602	548	1.10
No. 5A (Ag: 100 $\mu\text{g}$ )	628	567	1.11
No. 5A (Ag: 200 $\mu\text{g}$ )	623	563	1.11
No. 5A (Ag: 500 $\mu\text{g}$ )	696	614	1.13
		Mean value	1.10

† Toyo filter paper; †† Filter paper on which Ag(I)-dithizonate was concentrated.

Table 4 Equations of calibration for mercury

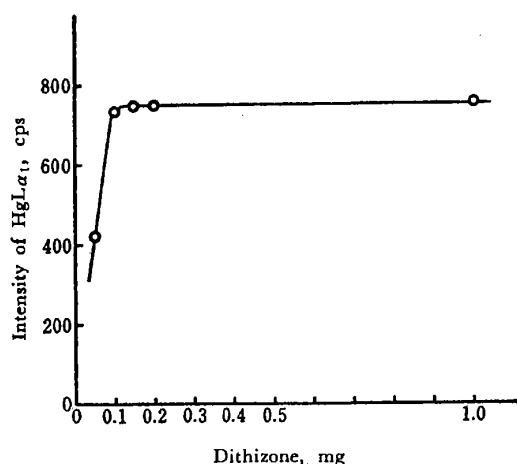
Line measured	Equation	$\sigma_B^\dagger$	Background
HgLa <sub>1</sub>	$Y = 25.4X + 31$	0.55	573 cps <sup>††</sup> (A)
HgLa <sub>1</sub>	$Y = 24.3X + 8$	0.23	$1.10 \times I_{WL_{T_1}}$ (B)
HgL <sub><math>\beta_1</math></sub>	$Y = 15.5X + 4$	0.24	X-Ray intensity at $2\theta = 29.5^\circ$ (C)

Y: Intensity of fluorescent X-ray (cps); X: Amount of mercury ( $\mu\text{g}$ );  $\dagger \sigma_B = \sqrt{\sum (X_i - \bar{x})^2 / (n-1)}$ ,  $X_i$ : Mercury measured

( $\mu\text{g}$ ),  $\bar{x}$ : Mercury present ( $\mu\text{g}$ );  $\dagger\dagger$  A value obtained in the same counting procedure to a clean filter paper

### 3.4 ジチゾン量の影響

酸性における水銀錯体の抽出に際し、過剰のジチゾンもクロロホルム相中に抽出される。そこで、これが次の集中濃縮にどのように影響するか、水銀 30  $\mu\text{g}$  の場合についてジチゾン量を変えて検討し、Fig. 2 に示した。ここで集中操作はどの場合についても 3 回行った。これによればジチゾンを抽出に必要とする量よりも多く、例えば 1 mg 程度加えても、スポットの面積が前記直径 2 cm の円より小さい限り HgLa<sub>1</sub> 強度は一定であった。しかし必要以上に大過剰にジチゾンを加えることは、なんら利点はなく、むしろ他の金属、特に銅(II) が共存するとき同時抽出を促すので避けることが望ましい。ジチゾン量は水銀 30  $\mu\text{g}$  に対し (0.2~0.3) mg が適当と思われる。

Fig. 2 Effect of dithizone amount on intensity of HgLa<sub>1</sub>

Hg: 30  $\mu\text{g}$

### 3.5 共存金属の影響及び分析結果

ここで採用した硫酸濃度 0.1 N からの抽出では、ビスマス(III)、鉛(II)、亜鉛(II)などは抽出されない。しかし、銅(II)、銀(I)、金(III)、白金(II)、パラジウム(II)が水銀(II)とともに抽出される<sup>6)</sup>。これらのうち白金は、例えば試料の王水処理によってジチゾンと反応

しない 4 価の状態になしうる<sup>7)</sup>。又、多量の鉄(III)の共存においては、あらかじめそれを還元しておけばジチゾンの酸化を防ぐことができる<sup>8)</sup>。

そこで同時抽出をひき起こす銀(I)、金(III)及びパラジウム(II)については、これらが HgLa<sub>1</sub> 強度に与える影響を検討し、銅(II)については EDTA 添加による抽出抑制を検討した。結果はまとめて Table 5 に示す。ただし、金(III)が共存する場合は、バックグラウンド補正(B)法では、散乱線 WL<sub>T<sub>1</sub></sub>に AuL <sub>$\beta_1$</sub> が近接しているので、その影響を避けて WL<sub>T<sub>1</sub></sub>の代わりに散乱線 WL<sub>a<sub>1</sub></sub>を用いた。

Table 5 Analytical results of mercury and effect of coexisting element

Mercury taken ( $\mu\text{g}$ )	Coexisting element in solution ( $\mu\text{g}$ )	Number of specimens	Mercury found ( $\mu\text{g}$ )	Coefficient of variation (%)
3.0	—	5	2.9	8.6
10.0	—	5	10.4	3.0
30.0	—	5	30.0	1.1
30.0	Ag(I) 100	5	29.0	1.5
30.0	Ag(I) 300	5	28.5	1.0
30.0	Au(III) 100	5	29.5	1.7
30.0	Au(III) 300	5	28.3	1.0
30.0	Pd(II) 50	1	28.8	—
30.0	Pd(II) 100	1	25.7	—
30.0	Fe(III) 1000 <sup>†</sup>	5	30.0	0.9
30.0	Cu(II) 1000 <sup>††</sup>	5	29.6	1.4

<sup>†</sup> In the presence of hydroxylamine hydrochloride; <sup>††</sup> In the presence of EDTA

銀(I)及び金(III)は 10 倍量共存していても、水銀錯体をこれらの錯体とともに沢紙中心部にうまく集めることができた。ただし HgLa<sub>1</sub> の強度は (6~7)% 低下した。パラジウム(II)が共存する場合は集中が思わしくなく、わずか 3 倍程度の共存で HgLa<sub>1</sub> の強度は 15% 近く低下した。パラジウムの場合、その HgLa<sub>1</sub> (1.24 Å) に対する質量吸収係数の大きさは銀、金のそれとあまり変わらない。従って HgLa<sub>1</sub> の顕著な低下は吸収効果よりも、主として集まりのわるさによるものと考えられる。約 30 倍の銅(II)、鉄(III)が共存しても差し支えなかった。

抽出から測定までを含めた分析精度は Table 5 に示すように水銀 3  $\mu\text{g}$ , 30  $\mu\text{g}$  につき変動係数 (5 試料) にしてそれぞれ 9% 及び 1% であった。

### 3.6 測定試料の安定性

水銀 30  $\mu\text{g}$  につき、試料作製直後、24, 48, 360 時間後の 4 回にわたって HgLa<sub>1</sub> の強度を測定した。長期間にわたる測定のため銀を内標準に加えた。その結果、

Hg $L_{\alpha_1}$  と Ag $K_{\alpha}$  の強度比は一定で, その変動係数は約 1% であった. Hg $L_{\alpha_1}$  の強度そのものは若干ばらついた (変動係数 2.3%) が減少の傾向は認められない.

#### 4 結 語

マイクログラム量の水銀をジチゾン錯体としてクロロホルムで抽出し, 沝紙上濃縮, 次いでけい光X線測定により定量した. タングステン管球の使用に際し, 分析線 Hg $L_{\alpha_1}$  の強度を, それに重複する散乱線 WL $\beta_2$  の強度を正確に差し引いて求めることができた. 抽出から測定に至る分析精度は, 水銀 3  $\mu$ g, 30  $\mu$ g に対し変動係数にしてそれぞれ 9% 及び 1% であった. 本法はジチゾン吸光光度法で遭遇するようなジチゾンの精製, 抽出相中の過剰のジチゾンの処理, 水銀-ジチゾン錯体の単離などを必ずしも必要とせず, 分析操作が簡易である.

しかし, 多量の銀, 金, 銅など水銀とともに抽出される元素が共存する場合は分離手段を検討しなければならない.

又, モリブデン管球を使用すると, 水銀に対して励起効率も十分で, Hg $L_{\alpha_1}$  に対して妨害線がなく, バックグラウンドの補正が簡易と思われる.

終わりに,  $^{203}\text{Hg}$  の提供並びにその取り扱いについて助言をいただきました神奈川県工業試験所の牧 康行主任研究員に謝意を表します.

(1973 年 11 月 24 日, 本会)  
(第 22 年會において一部発表)

#### 文 献

- 1) 岩崎 廉, 田中 克, 高木信幸: 本誌, **23**, 1179 (1974).
- 2) H. Friedeberg: *Anal. Chem.*, **27**, 305 (1955).
- 3) 日本化学会防災化学委員会: 化学と工業, **23**, 472, 599 (1970).
- 4) 無機応用比色分析編集委員会編: “無機応用比色分析”, 3 卷, p. 3 (1974), (共立出版).
- 5) 浜口 博, 黒田六郎, 細原匡一: 日化, **82**, 347 (1961).
- 6) J. Starý: “*The Solvent Extraction of Metal*

*Chelates*”, p. 138 (1964), (Pergamon Press).

- 7) E. B. Sandell: “*Colorimetric Determination of Traces of Metals*”, 3rd Ed., p. 141 (1959), (Interscience Pub.).

☆

**Determination of microgram amounts of mercury by X-ray fluorescence analysis after solvent extraction and concentration on filter paper.** Kiyoshi IWASAKI and Katsu TANAKA (Industrial Research Institute of Kanagawa Prefecture, 3173, Showa-machi, Kanazawa-ku, Yokohama-shi, Kanagawa)

Microgram amounts of mercury was determined by a technique combined with solvent extraction and subsequent X-ray fluorescence measurement. The specimen was prepared by extracting mercury(II) into dithizone-chloroform, dropping the extract wholly on a filter paper with continuous blow of warm air and by concentrating the dispersing chelate quantitatively into a definite area most intensely excited by X-ray beam by permeation with chloroform from hem of the paper.

A tungsten target X-ray tube was used for excitation of mercury in the specimen, and the intensity of Hg $L_{\alpha_1}$  line emitted was measured. In this case, Hg $L_{\alpha_1}$  line is overlapped by a scattered WL $\beta_1$  line so that the intensity of background ( $I_{BG}$ ) was calculated by the equation obtained experimentally, that is,  $I_{BG} = 1.10 \times I_{WL\gamma_1}$ , where the intensity of a scattered WL $\gamma_1$  line ( $I_{WL\gamma_1}$ ) is given by measuring for every specimen. Hg $L_{\beta_1}$  line as well as Hg $L_{\alpha_1}$  line gave a satisfactory result, though its intensity was poor.

Three and 30 micrograms of mercury could be determined with 9 and 1 per-cent of variation coefficient, respectively. Problems, such as the effects of coexisting elements: silver(I), gold(III), copper(II), etc, and the extent of permeation-concentration of mercury into the area described above, were discussed.

#### Keywords

Dithizone solvent extraction

Filter paper condensation

Mercury

X-Ray fluorescence