

[rigaku.com](https://www.rigaku.com)で見る

XRF3070 - NEX CG II による 汚染土壌中の有害元素の分析

Application

汚染土壌の分析



Instrument

偏光光学系エネルギー分散型
蛍光X線分析装置
NEX CG II

Keywords

汚染土壌
有害元素
偏光光学系
2次ターゲット
高PB比
土壌汚染対策法

はじめに

環境問題上、汚染された土壌は厳しく管理する必要があります。土壌汚染対策法では次のように記載されています。

- ①新たな土壌汚染の発生を未然に防止すること
- ②土壌汚染の状況を的確に把握すること
- ③土壌汚染による人の健康被害を防止すること

蛍光X線分析は、簡単な試料処理で元素分析が可能で、第二種特定有害物質のカドミウム（Cd）、鉛（Pb）、セレン（Se）、砒素（As）、水銀（Hg）、クロム（Cr）を迅速に分析することができます。

ここで紹介する偏光光学系エネルギー分散型蛍光X線分析装置NEX CG II（ネックスシージーツー）は2次ターゲットを用いた偏光光学系を採用しており、高PB比で高感度分析ができ、土壌含有量基準を十分に満足する性能を有します。土壌は主成分の酸化ケイ素（ SiO_2 ）、酸化アルミニウム（ Al_2O_3 ）、酸化鉄（ Fe_2O_3 ）をはじめとする遷移元素といった様々な共存元素があり、重なりが多い複雑な蛍光X線スペクトルとなる場合があります。このような複雑なスペクトルの定量分析において、エネルギー分散型装置専用のスタンダードレスFPのRPF-SQX（Rigaku Profile Fitting -Spectra Quant X）を用いて、正確さが高い定量値を得ることができます。

試料処理

測定試料は日本分析化学会 汚染土壌認証標準物質（褐色森林土）6水準の標準試料を用いました。汚染土壌の分析は迅速さが求められるため、“粉末のまま”で行っています。試料はChemplex 社製試料セル1330 に粉末のまま4g 入れました。分析窓はChemplex 社製4μm 厚プロレンフィルムを使用しました。

装置及び測定条件

NEX CG IIでの測定条件を表1 に示します。分析対象元素の測定スペクトルに合わせて2 次ターゲットを自動選択し、測定を行うシステムを採用しています。各測定元素範囲において最適な励起X線を用いて広い元素範囲で高感度に分析できることが、2次ターゲット方式の大きな特長です。

表1 NEX CG IIの測定条件

2 次ターゲット	軽元素	RX9	Cu	Mo	Al
励起 X 線	-	単色 X 線 (Pd L)	単色 X 線 (Cu K)	単色 X 線 (Mo K)	偏光 白色 X 線
kV - mA	25 - 2	25 - 2	50 - 1	50 - 1	50 - 1
測定元素範囲	¹¹ Na, ¹² Mg	¹¹ Na~ ¹⁷ Cl (K 線)	¹⁹ K~ ²⁴ Cr (K 線)	²⁵ Mn~ ³⁹ Y (K 線)	⁴⁰ Zr~ ⁶⁰ Nd (K 線)
		³⁰ Zn~ ⁴² Mo (L 線)	⁴⁷ Ag~ ⁶⁶ Dy (L 線)	⁶⁰ Nd~ ⁹² U (L 線)	
		⁷⁸ Pt~ ⁸³ Bi (M 線)			
測定時間 (秒)	100	50	50	50	100

汚染土壌の定性スペクトル

チャート1 に汚染土壌認証標準物質JSAC0461、 JSAC0462、 JSAC0463、 JSAC0464の重ね書き定性スペクトルを示します。土壌含有量基準はCd、 Se、 As、 Pbが150 mg/kg (ppm)、 Hgは15 mg/kg (ppm)、 Cr (六価クロム) が250 mg/kg (ppm) となっています。蛍光X線におけるCrは全クロムでの分析値です。

偏光光学系によりPB比の高いスペクトルが得られており、上記基準より低い含有率をもつ標準試料においても、それぞれの有害元素のスペクトルが明確に観測されています。

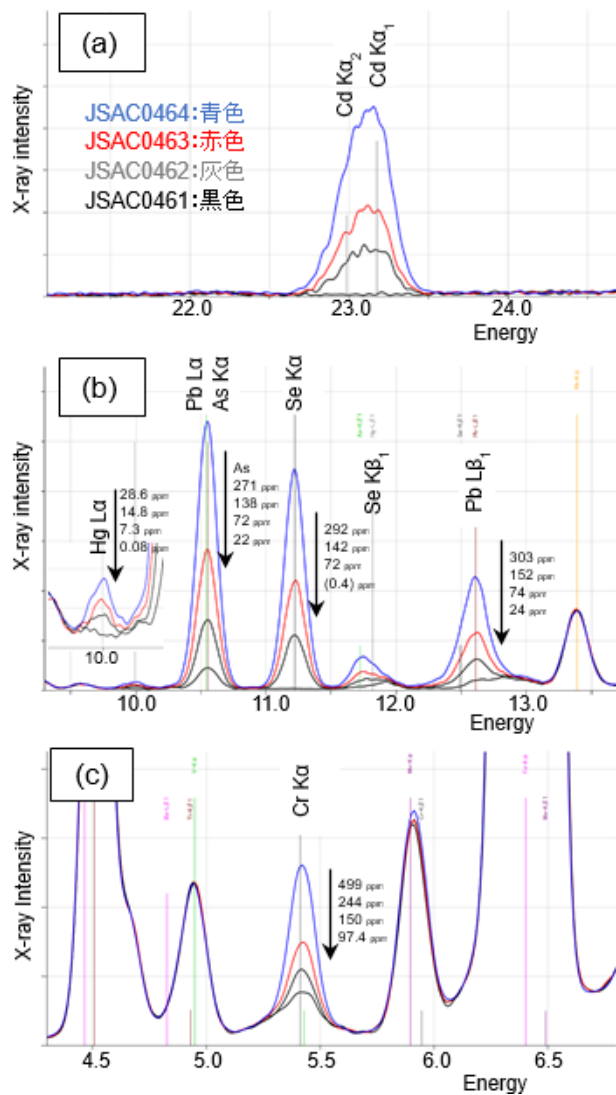


チャート1 汚染土壌の定性スペクトル

- (a)2次ターゲット(Al)：カドミウム(Cd)
 (b)2次ターゲット(Mo)：鉛(Pb)、砒素(As)、セレン(Se)、水銀(Hg)
 (c)2次ターゲット(Cu)：クロム(Cr)

スタンダードレスFP分析

スタンダードレスFPのRPF-SQX プログラムを用いた定量分析結果を表2 に示します。各元素に対し良い一致を示しています。また、同一サンプル (JSAC0463) に対する単純10回繰り返し時の標準偏差と各元素の検出下限 (LLD) を表3に示します。

表2 汚染土壌のスタンダードレスFP分析結果

単位 : ppm (mg/kg)						
試料	Cd			Pb		
	分析値	標準値	差	分析値	標準値	差
JSAC0461	1.8	(0.3)	1.5	25.6	24.4	1.2
JSAC0462	72.0	74.2	-2.2	77.4	73.7	3.7
JSAC0463	141.1	146.8	-5.7	154.3	151.6	2.7
JSAC0464	285.6	301.0	-15.4	299.3	302.7	-3.4
JSAC0465	598.3	607.4	-9.1	618.3	612.4	5.9
JSAC0466	1224.3	1199.0	25.3	1244.2	1214.0	30.2
試料	As			Se		
	分析値	標準値	差	分析値	標準値	差
JSAC0461	23.4	21.5	1.9	0.7	(0.44)	0.3
JSAC0462	74.2	71.5	2.7	81.0	71.6	9.4
JSAC0463	144.4	137.6	6.8	153.2	141.5	11.7
JSAC0464	284.1	271.1	13.0	307.9	291.9	16.0
JSAC0465	552.6	550.0	2.6	601.8	587.0	14.8
JSAC0466	1120.8	1093.0	27.8	1233.4	1175.0	58.4
試料	Cr			Hg		
	分析値	標準値	差	分析値	標準値	差
JSAC0461	82.4	97.4	-15.0	0.0	0.1	-0.1
JSAC0462	142.4	149.6	-7.2	7.8	7.3	0.5
JSAC0463	234.1	244.0	-9.9	15.0	14.8	0.2
JSAC0464	498.6	499.0	-0.4	23.3	28.6	-5.3
JSAC0465	749.6	738.0	11.6	53.3	57.8	-4.5
JSAC0466	1505.5	1483.0	22.5	111.0	113.5	-2.5

表 3 単純 10 回繰り返し時の標準偏差と検出下限(LLD)

単位 :ppm (mg/kg)						
試料	Cd	Pb	As	Se	Cr	Hg
標準値	146.8	151.6	137.6	141.5	244.0	14.8
10 回平均値	139.6	156.0	145.2	155.7	231.8	13.9
標準偏差	2.5	3.2	2.3	0.9	2.5	0.9
LLD	1.5	1.2	0.8	0.4	4.6	1.7

測定時間は表 1 に基づく

まとめ

汚染土壌中の有害重元素分析を行いました。2次ターゲットと偏光光学系により、ppm レベルの有害重元素のスペクトルがPB比よく測定でき、RPF-SQX 分析により、正確さが高い定量分析ができることを示しました。

おすすめの製品



NEX CG II Series

次世代偏光光学系エネルギー分散型蛍光X線分析装置 NEX
CG II Series

さらに進化した高性能・高精度の元素分析ツール