

# Application News

## No. X246A

X線分析  
X-ray Analysis

### EDXによる健康補助食品中のヒ素と鉛の定量分析

EDXRF Analysis of Arsenic and Lead in Dietary Supplement

近年、コンビニエンスストアやスーパーマーケットでも健康補助食品（サプリメント）が購入できるようになりました。

健康補助食品とは、健康増進や健康維持のために役立つとされる食品であり、病気予防や免疫向上目的で用いられます。

現在では様々な種類があり、錠剤や粉状のサプリメントや生薬の加工品などがあります。これらには重金属等における安全基準が定められているものもあります<sup>1)</sup>。

AsやPbなどの有害重金属の分析には一般的に、発光分光分

析装置（ICP）や原子吸光分光光度計（AA）が用いられますが、前処理に時間を要します。数～十数 ppm の量であれば、前処理がより簡単な蛍光 X 線分析装置で測定することが可能です。

エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置による、健康補助食品（生薬）中の As および Pb の定量分析および検出下限・定量下限を評価しました。

1) 例：(財) 日本健康・栄養食品協会（JHNFA）

T. Nakao H. Nakamura

#### 標準試料

##### Standard Samples

生薬粉末に原子吸光標準液を混合することにより、標準試料を7点作製しました。元素および標準値を Table 1 に、調製・作製手順を Fig. 1 に示します。

Table 1 標準値  
Standard Value

| No. | As | Pb |
|-----|----|----|
| ①   | 50 | 0  |
| ②   | 30 | 5  |
| ③   | 20 | 10 |
| ④   | 10 | 20 |
| ⑤   | 5  | 30 |
| ⑥   | 0  | 50 |
| ⑦   | 0  | 0  |

単位 Unit: ppm

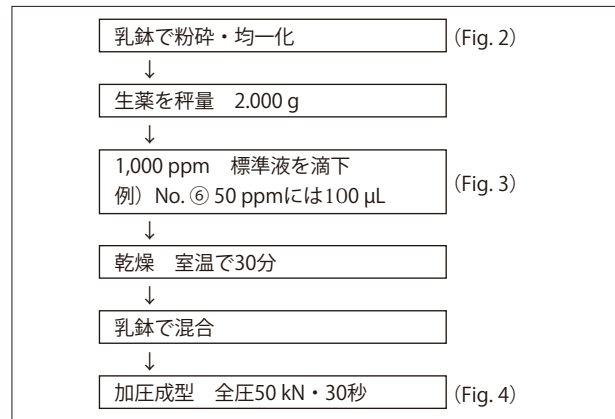


Fig. 1 調製・作製手順  
Procedure of Make



Fig. 2 粉碎・均一化  
Homogenization by Pulverizing



Fig. 3 標準液滴下  
Blending Liquid Standard



Fig. 4 作製したブリケット  
Briquette by Machine

#### 検量線

##### Calibration Curve

As (K $\alpha$ 線) および Pb (L $\beta$  1 線) の検量線をそれぞれ Fig. 5, 6 に示します。As は Pb で dj 法による重なり補正を行いました。

また、RhKa C (コンプトン) 散乱線を内標準とする検量

線も作成しました (図略)。内標準補正の有無それぞれの検量線における正確度を Table 2 に示します。正確度とは、検量点のばらつきを 1 $\sigma$  で示した数値です。

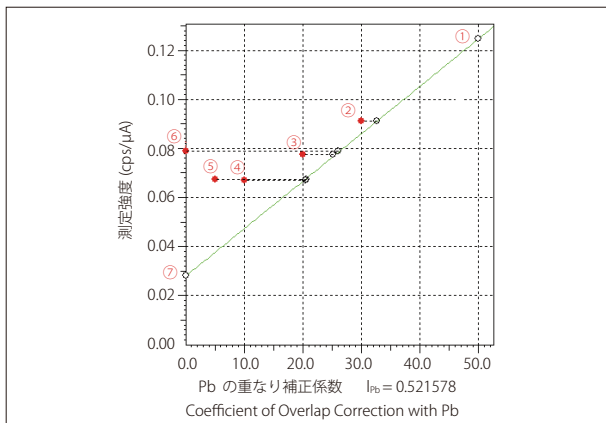


Fig. 5 ヒ素の検量線  
Calibration Curve for As

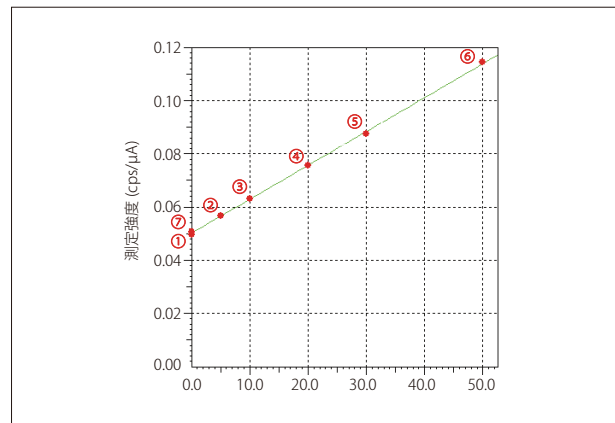


Fig. 6 鉛の検量線  
Calibration Curve for Pb

Table 2 検量線正確度  
Accuracy of Calibration Curve

| 内標準補正<br>内標準線     | なし         |             | あり         |             |
|-------------------|------------|-------------|------------|-------------|
|                   | —          |             | RhKaC      |             |
| 元素                | As         | Pb          | As         | Pb          |
| 分析線               | K $\alpha$ | L $\beta$ 1 | K $\alpha$ | L $\beta$ 1 |
| 正確度 (1 $\sigma$ ) | 0.23       | 0.42        | 0.60       | 0.83        |

単位 Unit:ppm

## ■ プロファイル

### Profile

標準試料 No. ④ (As : 10 ppm, Pb : 20 ppm), No. ⑦ (ブランク) のプロファイル重ね合わせを Fig. 7 に示します。AsK $\alpha$ 線と PbL $\alpha$ 線は近接するため、以下の処理方法を選択、あるいはそれらを併用します。

- A) 強度ピーク分離処理
  - B) 強度重なり補正
  - C) 検量線法 dj 法の重なり補正
- 今回は C) のみを適用しました。

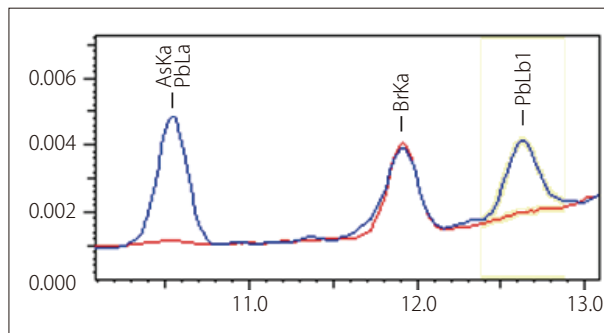


Fig. 7 As, Pb の定性プロファイル重ね合わせ  
Qualitative Profile Overlap of As and Pb  
青 Blue : No. ④ 赤 Red : No. ⑦ (Blank)

## ■ 検出下限・定量下限

### Lower Limits of Detection and Quantitation

No. ⑦のブランクについて連続 10 回繰り返し測定を行い、その併行精度から検出下限 [3 $\sigma$ ] および定量下限 [10 $\sigma$ ] を求めました。

試料について、加圧成型のほか、簡便な簡易圧縮の 2 種類の方法について行った結果を Table 3 に示します。簡易圧縮には、平面度や密度などの影響を補正する内標準検量線により定量しました。

粉末の前処理を Fig. 8 に示します。

Table 3 As および Pb の検出下限と定量下限  
Lower Limits of Detection and Quantitation for As and Pb

| 前処理方法<br>内標準補正      | 加圧成型    |      | 粉末・試料容器 |         |
|---------------------|---------|------|---------|---------|
|                     | なし      |      | あり      |         |
| 元素                  | As      | Pb   | As      | Pb      |
| 平均値                 | (-0.08) | 0.35 | 0.32    | (-0.18) |
| 標準偏差                | 0.18    | 0.26 | 0.18    | 0.26    |
| 検出下限 [3 $\sigma$ ]  | 0.53    | 0.77 | 0.55    | 0.78    |
| 定量下限 [10 $\sigma$ ] | 1.8     | 2.6  | 1.8     | 2.6     |

単位 Unit:ppm

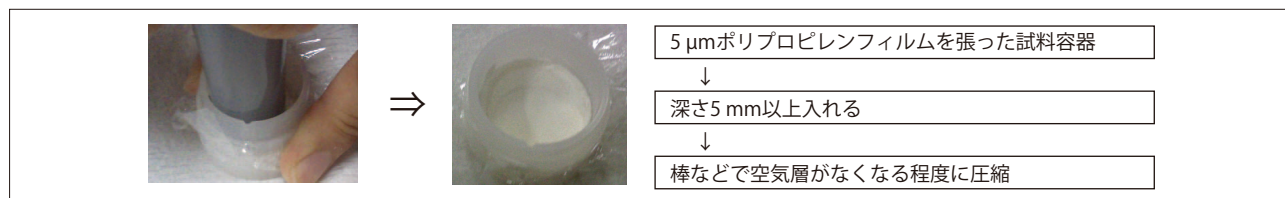


Fig. 8 粉末の簡易圧縮  
Easy Press of Powder by Hand

## ■ まとめ

### Conclusion

Table 2 の検量線正確度は、内標準補正を行わない方が As で 2.6 倍、Pb で 2.0 倍良くなりました。AsK $\alpha$ 、PbL $\beta$  1 の強度それぞれの変動に、RhKa C の強度の変動が加わるためと考えられます。

一方、Table 3 より、検出下限・定量下限は As、Pb とともに加圧成型と簡易圧縮で同等でした。理由は、ブランクでは Net 強度がゼロのため、実質的に差が無いと考えられます。

よって、一定の含有量を定量する場合は、内標準補正を適用しない加圧成型により精度を確保する方がよく、非含有レベルを確認する場合には、内標準補正を適用する簡易圧縮でも良いと言えます。

## ■ 分析条件

### Analytical Conditions

Table 4 分析条件  
Analytical Conditions

|                      |                                      |
|----------------------|--------------------------------------|
| Instrument           | : EDX-720 (EDX-GP)                   |
| X-ray Tube           | : Rh target                          |
| Tube Voltage         | : 50 kV                              |
| Tube Current         | : (Auto sensitivity control) $\mu$ A |
| Filter               | : #3(EDX-720)<br>#4(EDX-GP)          |
| Atmosphere           | : Air                                |
| Measurement Diameter | : 10 mm $\phi$                       |
| Measurement Time     | : 1200 sec                           |
| Dead Time            | : Max 40 %                           |

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
応用技術部

A改訂版発行：2016年7月

初版発行：2012年3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691  
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavig/solnavig.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solution Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。