

土砂類中全ひ素及び全鉛の定量分析 [JIS K 0470]

Determination of Arsenic and Lead in Clay and Sand Using EDXRF

ひ素や鉛が工場敷地内に漏れることを未然に防止するためには、工場敷地内の土や砂を日常的に採取し、汚染が発生していないか調べる必要があります。このような背景のもとに、2008年3月に、土砂類中の全ひ素及び全鉛の定量—エネルギー分散型蛍光X線分析法 [日本工業規格JIS K 0470] が制定・公示されました。これにより、エネルギー分散型蛍光X線分析装置を用い、簡便かつ迅速に定量分析を行い、工場敷地などにおける自主的な土壌汚染調査が可能になりました。

ここでは、EDX-720を用いてJIS K 0470に基づき、土壌分析を行いました。

また、エネルギー分散型蛍光X線分析装置は多元素同時分析ができるため、土壌汚染対策法で指定された第二種特定有害物質（重金属等）のうち、ひ素、セレン、カドミウム、水銀、鉛の定性分析が容易に行えます。応用例として、土壌試料を定性定量分析した結果もあわせてご紹介します。

S.Watanabe T.Nakao

■標準試料

Standard Sample

JIS記載の検量線用標準物質およびNIST2711、岩石標準試料

■検量線・定量下限

Calibration Curve, Lower Limits of Quantification,

ひ素 [As] および鉛 [Pb] の検量線をFig.1, Fig.2に示します。分析線として、As : AsK α 線、Pb : PbL β_1 線とし、AsについてはPbの重なり補正を行いました。

検量線から検出下限値 [3 σ] と定量下限値 [10 σ] を算出した結果をTable1に示します。これらの結果から、ひ素、鉛ともに、JISに規定された定量下限の閾値である

30 ppm以下であることがわかります。

鉄[Fe]を多く含む場合、FeK α サムピーク (12.8keV) が出現し、PbL β_1 線 (12.6 keV) に重なります。JIS規格では、この重なりの影響を受けないようにFeK α サムピーク強度が、FeK α 線強度の1000分の1以下となる条件で測定するように規定されています。

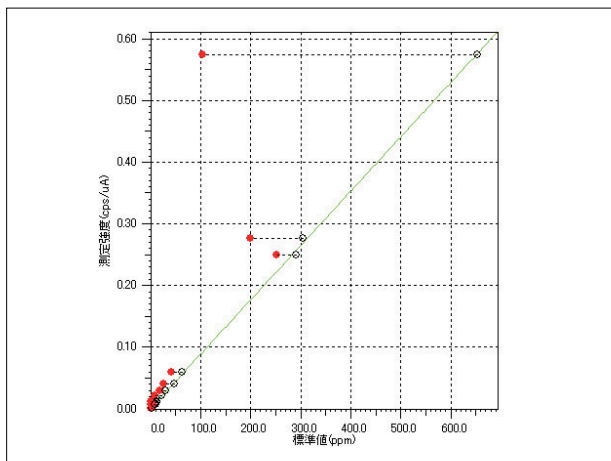


Fig. 1 ひ素の検量線
Calibration Curve for As

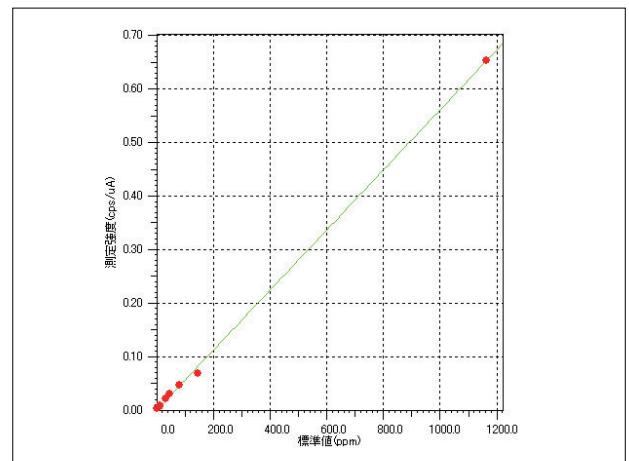


Fig. 2 鉛の検量線
Calibration Curve for Pb

Table 1 ひ素と鉛の検出下限値 [3 σ] と定量下限値 [10 σ]
Lower Limits of Detection and Lower Limits of Quantification for As and Pb

元 素	As	Pb
分析線	AsK α	PbL β_1
検出下限 (ppm)	1.9	4.3
定量下限 (ppm)	6.5	14.6
定量下限の閾値 (ppm)	30	30

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Instrument	: EDX-720, EDX-GP
X-ray Tube	: Rh target
Filter	: Filter #3 (EDX-720) : Filter #4 (EDX-GP)
Voltage-Current	: 50 kV-(Auto) μ A
Atmosphere	: Air
Measurement Diameter	: 10 mm ϕ
Measurement Time	: 300 sec
Dead time	: 20 %

未知試料の定量分析

未知試料〔土壌A〕の定量分析を行いました。

■試料

Sample

土壌A

■前処理

Sample Preparations

JISに基づいて、前処理を行いました。

- ① 試料10 gをはかり取る。
- ② 乾燥器中で110℃で乾燥させる。
- ③ 乾燥後、粗粉碎機で粗砕し、目開き106 μmのふるいを通過させる。
- ④ 得られた粉末を十分混合し、均一にする。
- ⑤ 乳鉢で指頭に粒を感じない程度まで微粉化する。
- ⑥ その2 gを5 μmポリプロピレンフィルムを張った試料容器に入れる。〔写真1〕

■再現性試験

Repeatability Test

土壌Aの検量線法による単純10回繰り返し再現性試験を行いました。その結果をTable 3に示します。

Table 3 土壌Aの再現精度
Results of Repeatability Test of Soil A

元 素	As	Pb
平均値 (ppm)	42.1	53.9
標準偏差 (ppm)	1.58	2.20
変動係数 (%)	3.8	4.1



〔写真1〕

■定性定量分析結果

Results of Qualitative-Quantitative Analysis

土壌Aの定性分析結果をFig. 3に、FP法による定量分析結果をTable 4に示します。分析条件をTable 5に示します。

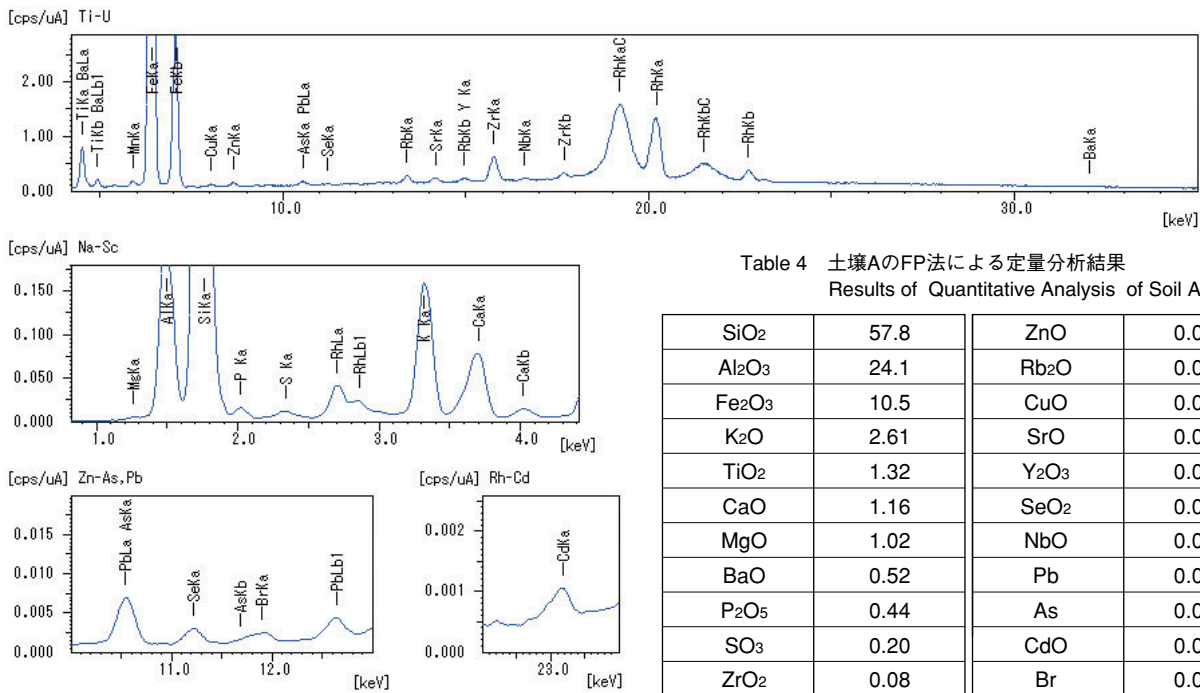


Fig. 3 土壌Aの定性分析結果
Results of Qualitative Analysis of Soil A

Table 4 土壌AのFP法による定量分析結果
Results of Quantitative Analysis of Soil A

SiO ₂	57.8	ZnO	0.032
Al ₂ O ₃	24.1	Rb ₂ O	0.022
Fe ₂ O ₃	10.5	CuO	0.022
K ₂ O	2.61	SrO	0.014
TiO ₂	1.32	Y ₂ O ₃	0.007
CaO	1.16	SeO ₂	0.006
MgO	1.02	NbO	0.005
BaO	0.52	Pb	0.005
P ₂ O ₅	0.44	As	0.005
SO ₃	0.20	CdO	0.004
ZrO ₂	0.08	Br	0.002
MnO	0.07		

単位: %

Table 5 分析条件 (定性定量分析)
Analytical Conditions

Instrument	: EDX-720	Atmosphere	: Vacuum
X-ray Tube	: Rh target	Measurement Diameter	: 10 mm φ
Filter	: Without[Na-U], Filter#3[Zn-As,Pb], Filter#4[Rh-Cd]	Measurement Time	: each 300 sec
Voltage-Current	: Na-Sc: 15 kV-(Auto)μA, Ti-U: 50 kV-(Auto)μA	Dead time	: 20 %

初版発行: 2009年10月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

- 0120-131691 (携帯電話不可)
- 携帯電話専用番号 (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/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions 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。