

微小粒子状物質成分分析用エアサンプラ試料を用いた蛍光 X 線分析法による多元素分析

喜多加代子¹⁾， 小山慎一¹⁾， 松本淳子¹⁾， 大西裕介¹⁾
¹⁾ ムラタ計測器サービス株式会社

【はじめに】

現在、大気試料の一般的な金属分析法である ICP-MS 法は、湿式分析の特性上、前処理に時間がかかる上、コンタミネーションの懸念がある。そこで、前処理不要でコンタミネーションの少ない乾式測定法である蛍光 X 線分析法を用いることを検討した。

【方法】

1. サンプリング

サンプリングは、従来の PM_{2.5} 用エアサンプラである FRM (吸引流量 16.7L/min、分級 PM_{2.5}) と、微小粒子状物質成分分析用エアサンプラ MCAS-SJ (ムラタ計測器サービス社製 (吸引流量 30.0L/min、分級 SPM ~ PM_{2.5}、PM_{2.5})) を用いた。

2. 分析

分析にはエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置 (パナリティカル社製) を用いた。分析に供する PM_{2.5} 捕集フィルタは前処理なしとし、SPM ~ PM_{2.5} 捕集フィルタは捕集面がドーナツ状 (図 1) となるため、直径 8mm にくりぬき、ポリプロピレンシートで固定し、それぞれ供した。また、PM_{2.5} 捕集フィルタはその後 ICP-MS 分析を行い、蛍光 X 線分析との分析値比較を行なった。

【結果】

1. PM_{2.5}

分析結果を表 1 に示す。蛍光 X 線分析結果から、MCAS-SJ は FRM に比べると吸引流量の違いにより単位面積あたりの捕集量を多く確保できることがわかり、サンプルによっては検出可能な元素が多くなる。また、ICP-MS 分析結果との比較を行い、相関を確認した。

2. SPM ~ PM_{2.5}

分析結果を表 2 に示す。これまで SPM を粒径ごとに分けるにはアンダーセンエアサンプラ (以下 ALV) が用いられることが多かった。ALV の捕集面はバックアップステージ以外はドット状 (図 2) となり、本検討で使用した蛍光 X 線分析には適していない。そのため、これまでは成分分析を行う場合には放射化分析あるいは ICP-MS 分析が利用されていた。しかしながら、放射化分析は分析施設に限られることから、使用が制限され、ICP-MS 分析も前述したとおりの問題がある。本検討で使用した MCAS-SJ では図 1 に示すとおり均一な捕集面を確保できることから、蛍光 X 線分析装置での分析が可能となった。

【結論】

大気試料の元素分析方法として、従来の ICP-MS 分析に比べ容易な方法である蛍光 X 線分析が可能であることが実証できた。また、サンプリングに MCAS-SJ を使用することにより、PM_{2.5} の多元素分析で定量可能な元素が多く得られ、粒子状物質を粗大側 (SPM ~ PM_{2.5}) と微小側 (PM_{2.5}) に分級した試料を元素分析することが可能となった。



図 1 MCAS-SJ SPM ~ PM_{2.5}



図 2 ALV バックアップ以外

表 1 PM_{2.5}分析結果例

元素	ng/cm ²	
	MCAS-SJ	FRM
Al	89	37
Si	290	130
S	2400	1400
Cl	69	24
K	190	100
Ca	150	53
Ti	20	<5
V	18	8
Cr	<3	<3
Mn	13	<4
Fe	460	200
Ni	6	3
Cu	19	14
Zn	67	37
As	<4	<4
Se	<9	<9
Br	14	6
Mo	<7	<7
Sb	<38	<38
Ba	<53	<53
Pb	<11	<11
質量濃度	37000	16000

表 2 SPM - PM_{2.5}分析結果例

元素	ng/cm ²	
	MCAS-SJ	
Al	74	
Si	300	
S	52	
Cl	96	
K	30	
Ca	240	
Ti	31	
V	<2	
Cr	<2	
Mn	16	
Fe	630	
Ni	<3	
Cu	35	
Zn	24	
As	<4	
Se	<10	
Br	<4	
Mo	<9	
Sb	<36	
Ba	<50	
Pb	<11	
質量濃度	20000	