

[成果情報名] 蛍光 X 線解析装置を用いた家畜ふん堆肥中肥料成分・重金属の迅速定量法

[要約] エネルギー分散型蛍光 X 線装置を用いて家畜ふん堆肥中肥料成分および有害重金属を簡便・迅速に定量できる。リン、カリウム、カルシウム、銅、亜鉛の 5 元素を定量するのに必要な時間は 1 試料あたり 30 分である。

[キーワード] 家畜ふん堆肥、蛍光 X 線分析、多量元素、微量元素、有害重金属

[担当]福島農総セ・生産環境部

[代表連絡先]電話 024-958-1718

[区分]東北農業・基盤技術(土壌肥料)

[分類]研究・参考

[背景・ねらい]

家畜ふん堆肥に含有される成分は畜種や飼料、副資材の種類やその混合量によって大きく異なるが、現状では成分の違いを考慮した施用は行われていない。農耕地への家畜ふん堆肥施用を適正化するためには、堆肥中の肥料成分や有害重金属などの濃度を施用前に把握する必要がある。本研究では、蛍光 X 線解析装置を用いた家畜ふん堆肥中肥料成分および有害重金属などの簡便・迅速定量法を開発することを目的とする。蛍光 X 線分析では、固体試料に X 線(1 次 X 線)を照射し、試料から発生する蛍光 X 線をとらえて定量分析を行う。

[成果の内容・特徴]

1. 試料を乾燥・粉砕し、ブリケット(図 1)を作成するといった簡単な前処理により、複数元素の同時定量が可能である(表 1)。
2. リン、カリウム、カルシウム、マグネシウム、マンガン、鉄、銅、亜鉛、モリブデン、ヒ素、鉛、カドミウムを ICP-AES、ICP-MS とほぼ同精度で定量できる(表 2)。
3. リン、カリウム、カルシウム、銅、亜鉛の 5 元素を定量するのに必要な時間は 1 試料あたり 30 分である(表 1)。定量時間は求める精度に応じてさらに短縮することができる。

[成果の活用面・留意点]

1. 本法で作成される検量線は、畜種や敷料などの違いを問わない。
2. 一旦、検量線を作成すれば、試料測定ごとの検量線作成は不要である。
3. 蛍光 X 線分析装置は、2 次ターゲット方式を採用した偏光光学系のエネルギー分散型蛍光 X 線装置(Epsilon5、PANalytical)を用いた。
4. 原理上、ナトリウムより原子番号の小さい元素(炭素、窒素など)の定量はできない。
5. 分析精度(= 定量値の標準偏差)は、測定時間の平方根に反比例する。

[具体的データ]

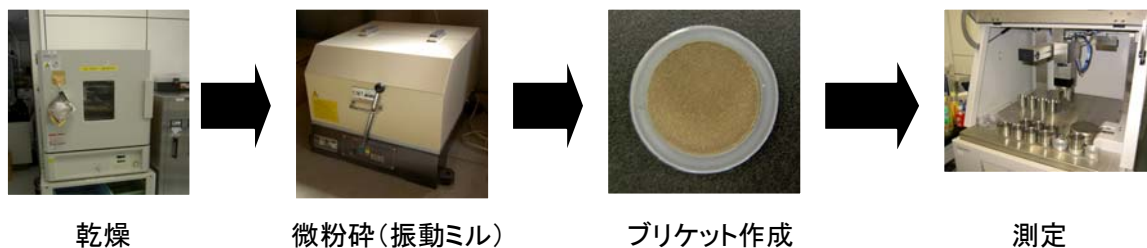


図1 エネルギー分散型蛍光X線分析装置による堆肥中元素定量の流れ

乾燥した試料を高速振動ミルで微粉碎する。微粉碎試料を塩ビ製のプレス用リング（内径31mm、高さ5mm）に入れて油圧プレス機により荷重量20Mgで加圧し、ブリケット試料を作成する。ブリケット作成時の試料量は薬さじなどで試料を押し込みながら充填したときに軽く山ができる程度（1.6～3.6g）の量とする。ブリケット試料を装置にセットし測定開始。

表1 測定条件*

2次ターゲット ^{†1}	測定時間 (秒)	X線管球の 励起電圧 (kV)	1次X 線電流 (mA)	元素	線	ROI ^{†2} (keV)	1次X線 フィルター	コンプト ン補正 ^{†3}	重なり 補正
Al	3600	25	24	Mg	K α	1.20~1.30		Ti	
Ti	1200	40	15	P	K α			Ti	
				K	〃			〃	
				Ca	〃			Ge	
Fe	1200	40	15	Mn	K α			Ge	
Ge	600	75	8	Fe	K α			Ge	
				Cu	〃			〃	
				Zn	〃			〃	
Zr	600	100	6	As	K α			Zr	Fe
Ag	600	100	6	Mo	K α			Ag	
Mo	1200	100	6	Pb	L β 1	12.5~12.7		Zr	Fe
Al ₂ O ₃	3600	100	6	Cd	K α	22.8~23.3	Zr	I	La

*表中空欄は、ROIの設定、1次X線フィルターの使用、重なり補正がないことを意味する。

^{†1} X線管球からの1次X線を測定元素に適した励起X線に変換するための材。

^{†2} ROI (Region of Interest) : 指定した一定範囲内のスペクトルの面積を強度として用いること。

^{†3} 蛍光X線分析において測定されるX線は試料から発生する蛍光X線と、特性X線が試料内で散乱した結果発生する散乱X線とで構成されている。このうち、散乱線強度は厚さなどの試料形状や主成分組成などマトリックスの違いを反映している。試料間のこれらの違いはコンプトン散乱線を用いた散乱線内標準法で補正する(コンプトン補正)。

表2 作成した検量線の相関係数, 検出限界

元素	相関係数	検出限界 [*] (mg kg ⁻¹)
Mg	0.928	31 ~ 84
P	0.988	26 ~ 84
K	0.977	3 ~ 10
Ca	0.990	2 ~ 14
Mn	0.985	1.4 ~ 12.1
Fe	0.993	0.5 ~ 2.7
Cu	0.997	0.2 ~ 0.7
Zn	0.994	0.2 ~ 0.5
As	0.965	0.04 ~ 1.47
Mo	0.986	0.1 ~ 0.2
Pb	0.980	0.14 ~ 0.88
Cd	0.925	0.03 ~ 0.17

$$* LLD = 3 \frac{C}{I_{NaI}} \sqrt{\frac{I_{BG}}{T}}$$

LLD: 検出限界, C: ICP法による定量値(mg kg⁻¹), I_{NaI}: ピーク強度(cps), I_{BG}: バックグラウンド強度(cps), T: 測定時間(s).

[その他]

研究課題名：県内に流通する多様な有機物の特性評価と施用指針の策定

予算区分：県単

研究期間：2006～2008 年度

研究担当者：松波寿弥、三浦吉則