

(様式第 5 号)

サイクロンで採取した大気粒子物質の XANES 解析 XANES analysis for ambient particulate matter collected by cyclone

奥田 知明¹・篠田 弘造²
Tomoaki OKUDA¹, Kozo SHINODA²

1 慶應義塾大学理工学部 2 東北大学多元物質科学研究所
1 Keio University 2 Tohoku University

- ※ 1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※ 2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後 2 年以内に研究成果公開〔論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表〕が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※ 3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※ 4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より 1 人以上）。

1. 概要（注：結論を含めて下さい）

ペレット成型したエアロゾル粒子中クロムの XAFS スペクトル取得条件の検討を行った。Cr₂O₃ 粉末、Na₂CrO₄ 粉末、および Cr 箔を検体とした場合には、合計 12 分の条件で良好なスペクトルが得られた。CRM#28 を検体とした場合には、測定時間 12 分の条件では良好な品質のスペクトルは得られなかったが、XANES 領域に重点的に時間をかけて測定した 50 分の条件では、比較的良好な Cr K 吸収端 XANES スペクトルが得られた。

(English)

We investigated the acquisition conditions of XAFS spectrum of chromium in aerosol samples that are in pellet form. Good spectra were obtained from Cr₂O₃ powder, Na₂CrO₄ powder, and Cr-foil samples under the 12-min of measurement time method. The 12-min method did not give a good result for an aerosol standard material (CRM#28), but much better Cr-K XANES spectra were obtained under the 50-min method.

2. 背景と目的

大気中の粒子状物質（エアロゾル）は人体に有害であり、健康影響が懸念されている。エアロゾル粒子中に含まれるクロムはその化学形態により有害性が異なることが知られている。これまで大気中有害金属の化学形態別分析は逐次分解抽出法が広く用いられてきたが、この方法は湿式分解であり、試料を溶液化するため対象成分濃度の希釈による検出感度の低下が避けられず、また煩雑であるため分析可能な試料数も限られてしまっているのが現状である。そこで本研究では、XAFS (XANES) を用いたエアロゾル粒子中クロムの化学形態の判別を試みた。本トライアルでは、ペレット成型したエアロゾル粒子中クロムの XAFS スペクトル取得条件の検討を行った。

3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

クロムの標準物質として、Cr₂O₃粉末、Na₂CrO₄粉末、およびCr箔を用いた。またエアロゾル粒子の標準物質として、国立環境研究所より頒布されている都市大気粉塵（CRM#28、Cr含有量 56.5 ppm）を用いた。Cr K吸収端近傍 5,659~6,538 eV のエネルギー領域において、Cr箔は透過法（I₀, He 70% : N₂ 30%; I₁, N₂ 100%）により、またその他の試料は19素子SSDを用いた蛍光収量法により、それぞれXAFS測定を行った。タイムプログラムは、クロム標準物質の測定においては、5,959~6,050 eV のXANES領域のみ 0.37 step/eV とし、残りの領域は 1.91~6.00 step/eV とした（合計12分）。エアロゾル標準物質CRM#28の測定においては前述の12分のプログラムと、さらに5,959~6,050 eV の領域を

0.037 step/eV、6,050～6,126 eV の領域を 0.955 step/eV とし、残りの領域は 2.67～6.00 step/eV とした合計50分のプログラムを用いた。試料形態は、クロムの標準物質は粉末もしくは箔をポリエチレン袋に入れたまま検体とし、エアロゾル標準物質はセルロース粉末 300 mg の上に CRM#28 粉末を 20 mg 載せて 50 kN でプレスし 13 mm φ に成型したペレット試料とした。

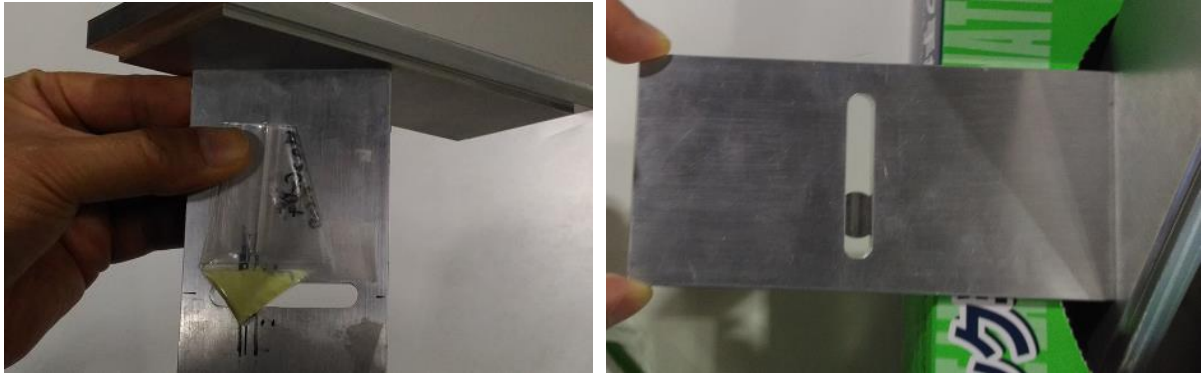


図1. 左：Na₂CrO₄粉末サンプルのセット状態 右：CRM#28ペレットサンプルのセット状態

4. 実験結果と考察

Cr₂O₃ 粉末、Na₂CrO₄ 粉末、および Cr 箔を検体とした場合には、合計 12 分の条件で良好なスペクトルが得られた。CRM#28 を検体とした場合には、測定時間 12 分の条件でも Cr K 吸収端 XANES スペクトルは得られたが、その品質は高くはなかった。そこで XANES 領域に重点的に時間をかけて測定した 50 分の条件では、比較的良好的なスペクトルが得られた。すなわち、粉体中の Cr 含有量が約 50 ppm と極めて低濃度なサンプルであっても、約 50 分という現実的な測定時間で十分に解析可能な Cr K 吸収端 XANES スペクトルが得られることがわかった。

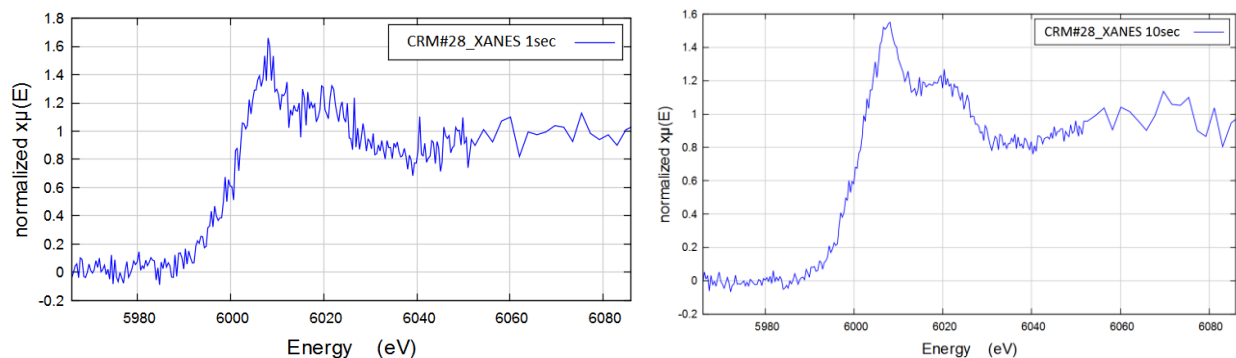


図2. CRM#28のCr K 吸収端 XANESスペクトル。

左：XANES領域1秒（全体12分、I: 270～262 mA） 右：XANES領域10秒（全体50分、I: 258～229 mA）

5. 今後の課題

今回のトライアル測定により、標準物質および実環境大気エアロゾル試料の現実的な分析条件が把握できたので、今後は同条件にて複数の実環境試料の測定を行う予定である。

6. 参考文献

なし

7. 論文発表・特許（注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果）

なし

8. キーワード（注：試料及び実験方法を特定する用語を2～3）

エアロゾル、XANES、六価クロム

9. 研究成果公開について（注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文（査読付）発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください（2017年度実施課題は2019年度末が期限となります）。

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

トライアル利用のため本項は該当しない。