

土壤中の重金属等の
簡易・迅速分析法

標準作業手順書*

技術名： 卓上型エネルギー分散型
蛍光 X 線分析装置
(JSX-3100R II)

使用可能な分析項目：カドミウム, 鉛, 水銀
含有量

実証試験者：日本電子 株式会社

* 本手順書は実証試験者が作成したものである。
なお、使用可能な技術及び分析項目等の記載部分を抜粋して掲載した。

標準操作手順書

1.	はじめに	2
2.	測定の流れ	3
3.	試料の準備	
	▪①試料前処理	4
	▪②試料作成	5
4.	装置の準備	
	▪①装置の立上げとソフトの起動	6
	▪②エージング	6
	▪③エネルギー確認及び校正	6
	▪④検量線の確認(準備)	7
5.	測定	8
6.	結果の確認・評価	8
7.	分析精度上の注意事項	9

はじめに

この手順書は、エネルギー分散型蛍光X線分析装置を用いて、土壌中に含まれる重金属成分(Cd, Hg, Pb)の全含有量(mg/kg)を求める手順を示します。

含有試験(環境省告示第19号)で得られた結果と比較した場合、「含有試験 \leq 全含有量」を示します。

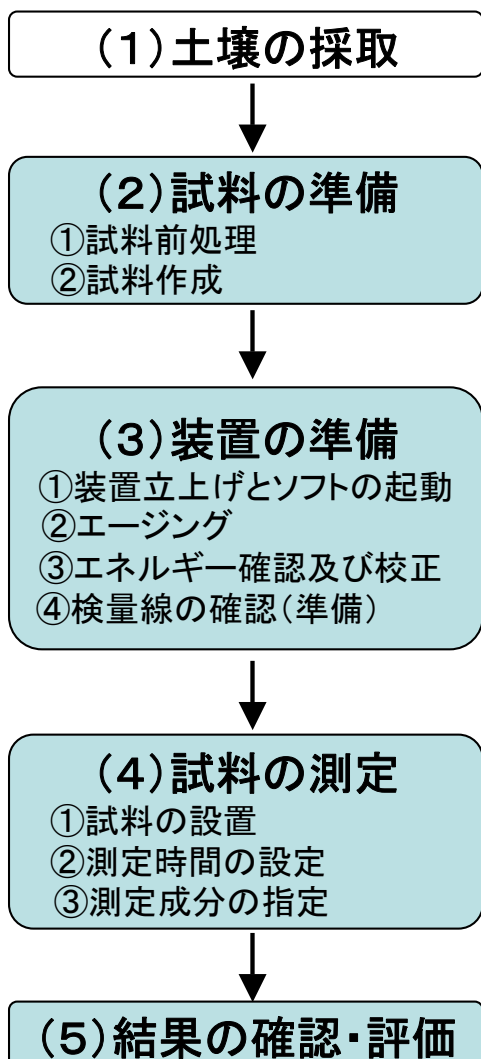
JSX-3100R II では使用時に液体窒素を必要としません。

重要

汚染土壌を取扱う場合には、防塵マスク、保護メガネや防護手袋(プラスチック製)を使用してください。

測定の流れ

測定の流れを下記に示します。



(1) 土壌の採取について
含有量試験では試料採取時の深度や採取量が定められています。ご確認ください。

(2) 試料の準備について

① 試料前処理に必要な機器又は器具

乾燥器具 乾燥機

粉碎器具 電動粉碎機, メノー乳鉢

選別器具 ふるい

その他 シャーレ, 薬包紙, キムワイプ,
アルコール, 天秤

② 試料作成に必要な器具

試料セル, 専用高分子フィルム, 多孔質フィルム,
マジックペン

(3) 装置の構成

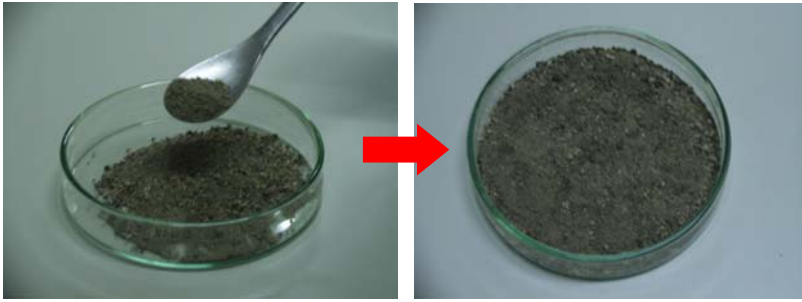
装置 JSX-3100R II

オプション 土壌分析セット, 多試料交換機 (16試料)

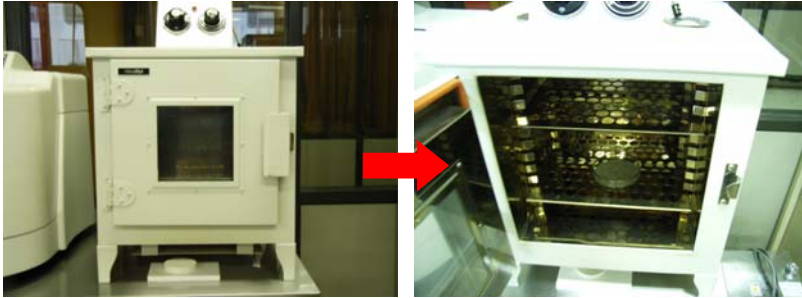
水銀測定時 日本分析化学会 JSAC046xシリーズ

試料の準備－①試料前処理

試料の前処理手順を示します。



- 試料をシャーレに採取します
汚染現場より採取した土壌をシャーレに約10～15g採取します。
土壌をシャーレー杯に広げます。



- 試料を乾燥します
乾燥機に入れて水分を除去します。
約100℃で5～10分



- ふるいにかけます
2.0 mmふるいを使用します。
20秒程度で終わります。



- 混合・粉砕します
電動ミルを用いて試料の粉砕・混合をおこないます。
30秒～1分

その他：メノー乳鉢



- できあがりです

試料の準備－②試料作成

試料作成手順を以下に示します。



試料セル作成に必要な道具

- ・専用セル
- ・X線分析用高分子フィルム
- ・多孔質フィルム又は薄紙



専用セルにX線分析用高分子フィルムを張ります。
しわやたるみの無いようにします。
同じ種類のフィルムを使用してください。



作成した試料セルに試料を充填します。
試料量は3g以上またはセルの1/3以上の厚みになるように入れます。

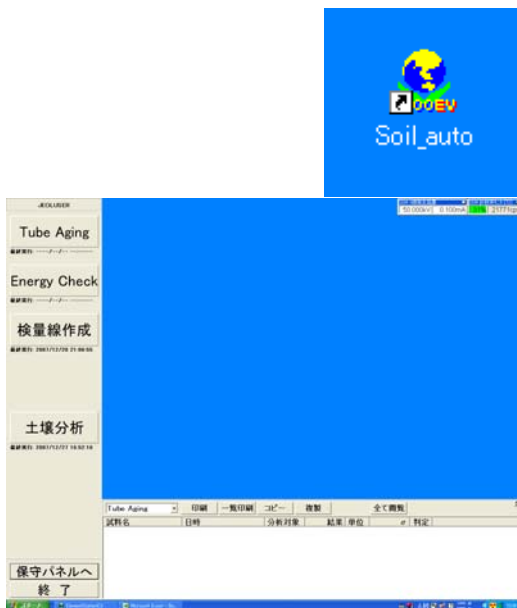


粒子間の隙間を小さくするために平坦な面のあるもので押し固めます。



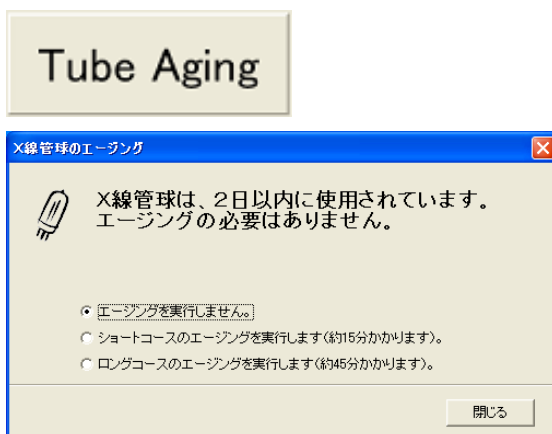
多孔質フィルム又は薄紙を上面に張ります。
表面にマジックを用い試料名など必要事項を記入します。
これで完成です。

装置の準備－①装置の立上げとソフトの起動



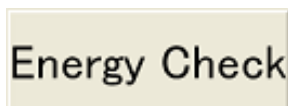
装置立上げについては「装置取扱説明書」に従ってください。
装置が立ち上がったら、デスクトップ上にある土壌分析ソフト(Soil-auto)アイコンをクリックしソフトを起動します。

装置の準備－②エージング



ボタンパネル上にある「Tube Aging」ボタンをクリックしX線管球のエージング(暖機運転)をおこないます。
エージング時間はX線管球が最後に使用された時間を基準に自動的に設定されます。

装置の準備－③エネルギー確認及び校正

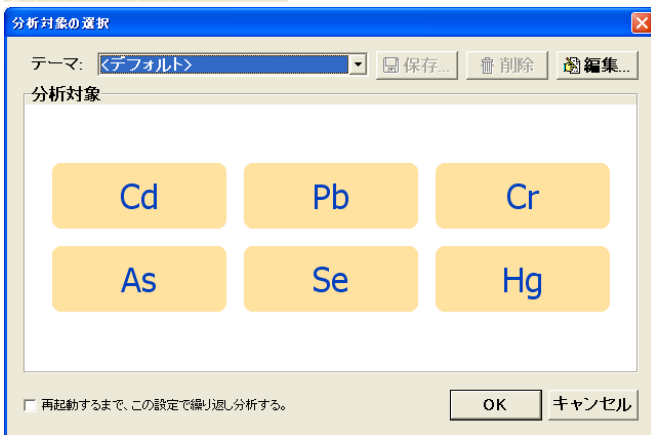


エネルギー位置のずれを確認し、ずれが大きい場合には校正をおこないます。

エネルギー確認は装置付属されているエネルギー校正用試料を用いておこないます。測定部にエネルギー校正用試料を設置し試料室のふたを閉じ「Energy Check」ボタンをクリックします。
約2分程度の測定後、自動的にエネルギー位置の計算がされ基準位置との誤差が計算されます。
誤差量に応じてメッセージが表示されます。メッセージにしたがって操作をおこなうと自動的に校正されます。

装置の準備－④検量線の確認(作成)

土壌分析



指定の標準試料(土壌分析セットに付属)を使用し検量線の確認をおこないます。
試料を測定部に設置し「土壌分析」ボタンをクリックします。
各フィルタの測定時間を200秒にします
測定成分はテーマ欄からdefaultを選択し測定を実行します。
結果が基準値以内に入っていればOKですので**試料の測定**に進みます。
範囲外の場合は**検量線の準備**に進みます。

検量線の準備

Cd, Pb検量線

検量線作成

標準試料の測定から検量線の作成まで自動的にこなわれます。

操作の詳細は「装置取扱説明書」に従ってください。

Hg検量線

標準試料の測定から検量線の作成まで手動でおこないます。

水銀検量線の作成には標準試料として日本分析化学会 JSACシリーズが別途必要になります。

指定された標準試料を**試料の準備－②試料作成手順**に従って作成します。
下記の条件で測定をおこないます。

管電圧: 50 kV
管電流: 自動mA
1次フィルタ: AsSeHg用
測定時間: 300 秒 (LiveTime)
繰返し数: 3 回

標準試料の測定, 検量線の作成は「装置取扱説明書」を参照ください。

装置導入時には必要な検量線がPC内に登録されています。したがって、この操作は**④検量線の確認**で各成分の結果が所定の範囲内に入らない場合やX線管球などを交換した場合に実施します。

注意: Hg検量線は標準試料数が少ないことから分析精度に心配があります。Hgの測定をおこなう場合は→**Hg検量線の準備**の操作をお願いします。

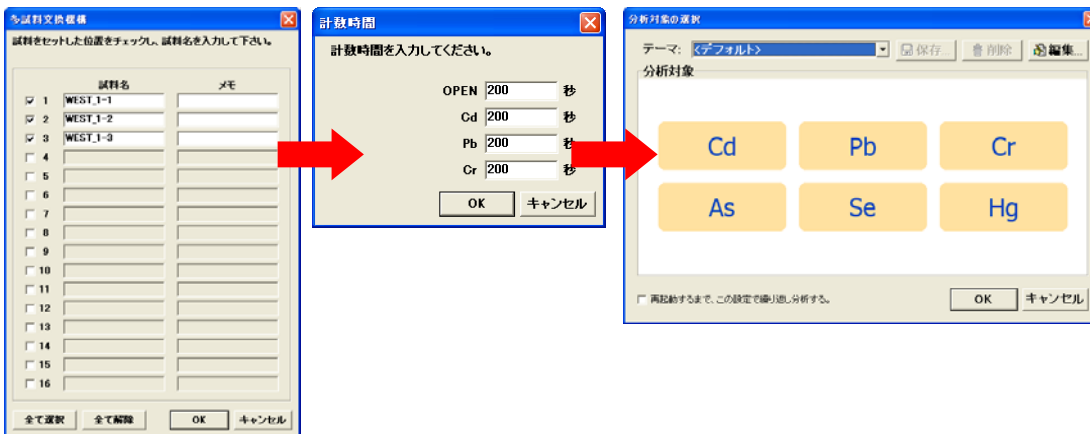
Hg検量線についてはJSAC0466試料を用いて実施してください。

試料の測定



試料を試料ステージに設置します。
「土壌分析」ボタンをクリックし試料名などの
入力後、測定時間と測定成分を指定し実行
します。

土壌分析



結果の確認・評価

測定結果の表示例(PC)を下記に示します。
同時に、所定のホルダにCSV形式のファイルとしても保存されます。
閾値を設定すれば判定欄に判定結果を表示できます。

試料名	日時	分析対象	結果	単位	σ	判定
JSAC0411	2006/05/15 19:45:53	CdKa	1.3	mg/kg	1.0	
JSAC0401	2006/05/15 19:50:29	CdKa	3.6	mg/kg	0.9	
JSd-2	2006/05/15 19:59:31	CdKa	3.1	mg/kg	1.0	
JSd-2	2006/05/15 20:03:12	CdKa	2.5	mg/kg	1.0	
JSd-2	2006/05/15 20:07:00	CdKa	2.9	mg/kg	1.0	
JSAC0402	2006/05/15 20:11:25	CdKa	19.9	mg/kg	1.2	

分析精度上の注意事項

試料作成

検量線作成に用いた試料と同等の状態に調製します。

へん析しないように以下の点に注意し粉碎混合します。

粒度: ~150 μ m程度

水分: 乾燥機で乾燥してください

乾燥しない場合は、水分の影響で土壌が固まったりしないことを確認してください

試料セルに試料を充填する場合は、3g以上又は試料セルの1/3以上の厚みになる量を採取し、隙間の影響を低減するために平坦な板で押し固めてください。

セルに取り付ける高分子フィルムは検量線作成時に使用したものと同じものを使用しましょう。

測定時間

水銀は含有量試験の規制値が15mg/kgと小さいため、通常(200秒)の測定では定量下限値が規制値の1/2以下となりません。規制値付近の水銀量を評価する場合には、測定時間の設定を800秒以上にしてください。

結果の評価

この操作で得られる結果は全量値になります。含有量試験では完全溶解した場合の結果になります。したがって、含有量試験の結果と比較すると大きめの値になります。以上のことから得られた結果が規制値よりも小さい場合はOKの評価になります。結果が規制値よりも大きくなった場合は、蛍光X線分析法以外の簡易分析法で判断してください。