土壌中の重金属等の

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.	測定の流れ
3.	試料の準備 ・①試料前処理
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
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≦全含有量」を示します。

JSX-3100RI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。ご確認お願いします。

(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

粉砕器具 電動粉砕機、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

試料の準備一①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

4

● 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











試料の準備一②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。

装置の準備一①装置の立上げとソフトの起動

エロシート 日本 日本 </th <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> <th>Soi</th> <th>loos Joos</th> <th>y ito</th> <th></th>								Soi	loos Joos	y ito	
Tube Aging Energy Check #### 検量線作成 #### 土壤分析 ### 工場分析 ### 21億0 Agens 210 21億0 Agens 100 2110 Agens 110	ADLUDD							1	1000W/[0.1	00mA	21771:25
Energy Check #### #### 全型線作成 ##### #### #### #### #### #### #### #### #### #### #### #### #### #### #### #### #### #### ##### ##### ##### #### #### #### ##### ##### ######	Tube Aging										
Energy Check 林田田	L										
	Energy Check										
検量線作成 ###E 100/10/11/00/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10/10/10/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10/10/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10 ###E 100/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10/10 ###E 100/10/10/10 ###E 100/10/10 ###E 100/10/10 ###E 100/10/10 ###E 100/10/10 ###E 100/10/10 ###E 100/10 ###E 100/10	even										
生壌分析 基準約 1000000 10000 単約 200000 10000 定日本 300000 10000 10000 定日本 300010 10000 10000 定日本 300010 10000 10000 1000 定日本 3000100 10000 10000 1000 定日本 300010 10000 10000 定日本 300010 10000 定日本 300010 10000 定日本 300010 10000 定日本 300010 10000 定日本 300010 10000 定日本 300010 定日本 300000 定日本 30000 定日本 30000 定日本 30000 定日本 30000 定日本 300	検量線作成										
土壌分析 #### Helificit Nation #### 1990/1991 Nation (Folde Agene 2 00歳 一覧00歳 32/- 首都 全て間覧) 第代を (199 59年/1章 私業(単位 の) H定 使行/(大儿へ 終 了											
エーキング 31 単純 1960/027 19610 「1-de Agrag 2 日朝 一覧日朝 122- 前数 全て商数 2 次形ら 日時 3分約7余 私業 単位 e 刊定 従行 パネルへ 終 了	十億分析										
Frate Agence 日時 一覧日間 二次一 前首 全て開覧 5 XH1名 日時 今前月後 以第 年位 0 日安 0 12 0 0 <											
[Tobe Agena 3 000 → 1000 32/- 前数 47.000 599.19 132/- 前数 47.000 599.19 132/- 前数 47.000 191.000 1010 102 1000 1000 1000 1000 1000											
2014名 旧時 39前対象 ALME (中位) e (村定) 保守パネルへ 終了		Tube Agina	- श्वम	一覧印刷	3ピー	被制	1	全て開発	8		
 保守パネルへ 終 了 		3416	Bat		分析対象	1	結果 単位	đ	利定		
終了	保守パネルへ										
	終了										

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、ディスクトップ上に 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。

装置の準備ー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)



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**

Hg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 自動的におこなわれます。

操作の詳細は「装置取扱説明書」に従っ てください。 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**試料の準備一②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→<u>Hg検量線の準備</u>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効 します。

土壤分析

SM #2	換信碼	X	計數時間		分析対象	の選択			×
試料をセ	ットした位置をチェックし、富	「刺名を入力して下さい。	計数時間を入力してください	۱.,	テージ	マ: <mark>〈デフォルト〉</mark> 対象	■保	9 書前除 急編集	
R 1 R 2	試料名 WEST_1-1 WEST 1-2	3×	OPEN	200 秒	5161	n 1 an.			
₩ 3	WEST_1-9		РЬ	200 ≵		Cd	Pb	Cr	
□ 5 □ 6 □ 7				K キャンセル		As	Se	Hg	
□ 8 □ 9 □ 10									
□ 11 □ 12					匚 再起	動するまで、この設定で繰り返し	分析する。	OK キャンセル	·
□ 13 □ 14 □ 15 □ 16									
\$7∄	स ≙र स क	0K ++>221							

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。

S_Cd •	印刷 一覧印刷	コピー 複製	メール	全て閲覧
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

<u>試料作成</u>

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砕混合します。

- 粒度:~150μm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。

<u>結果の評価</u>

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。