# 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: カートリッジ型電気化学分析システム

使用可能な分析項目:六価クロム、水銀、鉛溶出量、 カドミウム、六価クロム、水銀、鉛、砒素含有量

# 実証試験者:積水化学工業株式会社

\*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。

標準作業手順書

積水化学工業株式会社

# カートリッジ型電気化学分析システム





測定の流れ



1.「カートリッジ型電気化学分析システム Geo-REX」の構成と特徴

## <u>システム構成</u>



#### <u>特徴</u>

- 1. 試料をカートリッジに封入して計測するため有害物質の取扱いが安全
- 2. 手軽・小額投資で、現場でのサンプル多点採取・分析が可能
- 3. 夾雑除去フィルタを内蔵するため夾雑物の影響が極小
- 4. 使い切りタイプのフレッシュなセンサが極めて安定な検出を実現

11	[依本
_	

測定項目		カドミウム、六価クロム、砒素、鉛、水銀、セレン		
重量(本体)		9.8 kg		
寸法	本体	幅 35 cm x 奥行き 20 cm x 高さ 22 cm		
	カートリッジ	4.5cm × 2.7cm × 0.7cm		
電源		AC100V (50Hz/60Hz), 2A		
測定方法	定方法 ボルタンメトリ法による検出			
動作環境		5 ~35 (湿度 30%RH~80%RH 結露なきこと)		

## <u>2. 御使用頂く前に</u>

#### 測定前の確認

- 本重金属測定システム(Geo-REX)を連続して使用していますと、ホルダー部に固体析出物が生じる場合があります。カートリッジの正しい取り付け、および測定データに影響しますので、水を含ませた市販キムワイプ、ガーゼ、コットン、ティッシュペーパー等で軽く拭って取り除いて下さい。また、その後、ホルダー部が濡れている場合も、同様に乾いた紙・布などで拭き取って下さい。

#### 使用上の注意

- 本システムは、酸性液を使用します。取扱いの際には必ず、保護メガネ、保護手袋を着用 して下さい。
- システムを開梱、設定または操作する前に、「取扱説明書」(別途、写真・図解入り詳細説 明書を用意しています)を精読してください。記載の注意事項を守らない場合、使用者の 負傷や本分析システムの損傷等、重大な事故に繋がる恐れがございます。

#### <u>Geo-REX セット品</u>

- Geo-REX 本体
- 測定専用ソフトウェアをインストール済みの PC
- 専用接続ケーブル
- 電源アダプタ
- インジェクションホルダー
  - (Geo-REX カートリッジへの検液の注入を簡単に行うための専用付属品です)
- ダミーカートリッジ
  - (Geo-REX 配管内洗浄用の専用付属品です)

#### <u>Geo-REX 用消耗品</u>

- 分析用カートリッジ
- 分析用薬液(ボトル入り)
- 添加剤(鉛/カドミウム分析、六価クロム分析のみ)

#### その他ご用意いただくと便利なもの

- サンプル注入用 5 mL シリンジ
- 各種試薬(精製水、中和用試薬など)
- 保護具(保護めがね、保護手袋)
- マイクロウェーブ風乾システム(右図)



<マイクロウェーブ風乾システム> 低温ですばやく、サンプルを乾燥することが できます(例:10g土壌を20分)。 ((株X-ray Precision にて開発)

<u>3. 重金属測定システム (Geo-REX) 操作手順マニュアル</u>

- Geo-REX 操作フロー -



#### <u>手順0.</u>(試料原液の作製)

#### <各種重金属の溶出量を求める場合の前処理例 分析の目的に応じて選択、実施下さい>

【公定法準拠法】(精度の高い分析結果を取得したい場合に適用下さい)

測定対象土壌採取
所定体積重量比(固液比1:10)にて pH6 に調製した精製水と混合、
振とう機にて6時間振とう
孔径 0.45 µ mシリンジフィルターにてろ過、ろ液を採取
必要に応じて希釈<sup>注1)</sup>
Geo-REX カートリッジに前記希釈液5 m L を注入

#### <各種重金属の含有量を求める場合の前処理例 分析の目的に応じて選択、実施下さい>

【公定法準拠法】(精度の高い分析結果を取得したい場合に適用下さい)

測定対象土壌採取
所定体積重量比(固液比3:100)にて1NHClと混合、
振とう機にて2時間振とう
孔径0.45µmシリンジフィルターにてろ過、ろ液を採取
必要に応じて希釈・中和<sup>注1)</sup>
Geo-REXカートリッジに前記希釈液5mLを注入

注1) その他オプションとしてマイクロウェーブを利用した分解処理(20分程度)を行うと、分析値精度はさらに向上します。

#### <u>手順 1. Geo-REX と PC の接続</u>

PC と Geo-REX 本体を専用の接続ケーブルで接続し、PC を起動して下さい。



#### <u>手順2.システムの起動</u>

PC のデスクトップ上の測定専用ソフトウェアアイコンをダブルクリックしてください。測 定専用ソフトウェアが起動します。



ソフトウェア画面が開きましたら、「電源」ボタンをクリックして下さい。



積水化学工業株式会社

### <u>手順 3. パラメーター設定</u>

分析条件の設定を行います。

ツールバーメニュー「計測」 「設定」を選択し、測定金属を選んで「OK」をクリックして下 さい。



Geo-REX は安全・確実な分析を行っていただくため、各種センサーが内臓されています。ソフトウェア画面のイラストにて、Geo-REX センサー情報が表示されます。



#### 手順4. 薬液ボトルのセットと薬液充填

配管内に薬液を充填します。ソフトの「測定」ボタンをクリックして下さい。オペレーションに従って薬液ボトルとダミーカートリッジをセットし、「Start」ボタンをクリックします。 約 10 分で薬液充填は終了します。



薬液ボトルのセット





<u>手順 5. カートリッジインジェクション</u>

手順0.で調製した試料をカートリッジに注入します。 カートリッジをインジェクションホルダにセットした後、検液 5mL をディスポシリンジで注 入して下さい。



積水化学工業株式会社

#### <u>手順6. 試料の測定</u>

検液を注入したカートリッジを Geo-REX 本体の測定部にセットします。 その後、ソフト画面にて「Start」ボタンをクリックしてください。ソフトが自動的に分析を開 始します。



測定の進行状況は画面右のアニメーションと画面中央の Progress bar によって確認することができます。

#### < 測定画面の表示 >

測定完了後、保存先ウィンドウが自動的に表示されます。データは自動保存されていますが、 分析後でも希釈倍率や注入量、commentを入力することができます(その場合は上書き保存を 行って下さい)。



#### 最後に[OK]をクリック

保存データには、ボルタモグラム(電流 - 電圧曲線) 電位値、電流値、電流ピーク高さ、電流ピーク 面積、および定量結果が保存されており、必要に応じていつでも呼び出して解析を行うことができます。



### <u>手順 7. 測定の終了</u>

続けて測定したい場合は、手順2以降と同じ操作を繰り返して下さい。測定を終了する場合は、 画面上の「終了」ボタンをクリックし、洗浄作業を行います。



ソフトのメッセージに従い、精製水ボトルとダミーカートリッジをセットして、「Start」ボタンをクリックして下さい。配管洗浄(水)が自動的に行われます(約15分)。





廃液用 (空) 結製水 結製水 精製水

次に配管洗浄(空気)を行います。精製水タンクを外した後、ダミーカートリッジ及び廃液用 ボトルはセットしたまま「Start」ボタンをクリックして下さい(約7分)。

ファイム(1) 計画出 へんプロ メッセージ	<b>2</b> m.)	aura		/~	
記憶洗浄(空気)支間地にます。 第二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十	1950			-	
Stanta をからたてできい。	J	nurisa			
		state the second	4	1.11	
		sec.ee			-
▶ Start	× Abort				and a
(Der Ausan	× #7	and the second s		Contraction of the local division of the loc	
- A14	· · · · ×	P5,Cd	廃液用		

洗浄作業終了後、ソフトは自動的に終了します。

### 手順8.作業の終了

インジェクションホルダーは精製水でよく濯ぎ、乾かして保管して下さい。カートリッジと試 薬は10 ~25 の室内環境下(常温常湿)で、直射日光が当たらなく安全に管理できる場所に 保管して下さい。廃液は酸を含んでいますので、産業廃棄物として専門機関に処理を委託して 下さい。

標準作業手順書

<お問い合わせ連絡先> 積水化学工業株式会社 環境・ライフラインカンパニー <u>http://www.geo-rex.com/</u> 〒105-8450 東京都港区虎ノ門 2-3-17(虎ノ門2丁目タワー15F) T E L : 03-5521-0726 F A X : 03-5521-0599