

土壤中の重金属等簡易・迅速分析法

標準作業手順書*

技術名：蛍光X線分析装置を用いた鉛含有量

簡易迅速分析技術

使用可能な分析項目：鉛含有量

実証試験者：西松建設株式会社

* 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。

- 目次 -

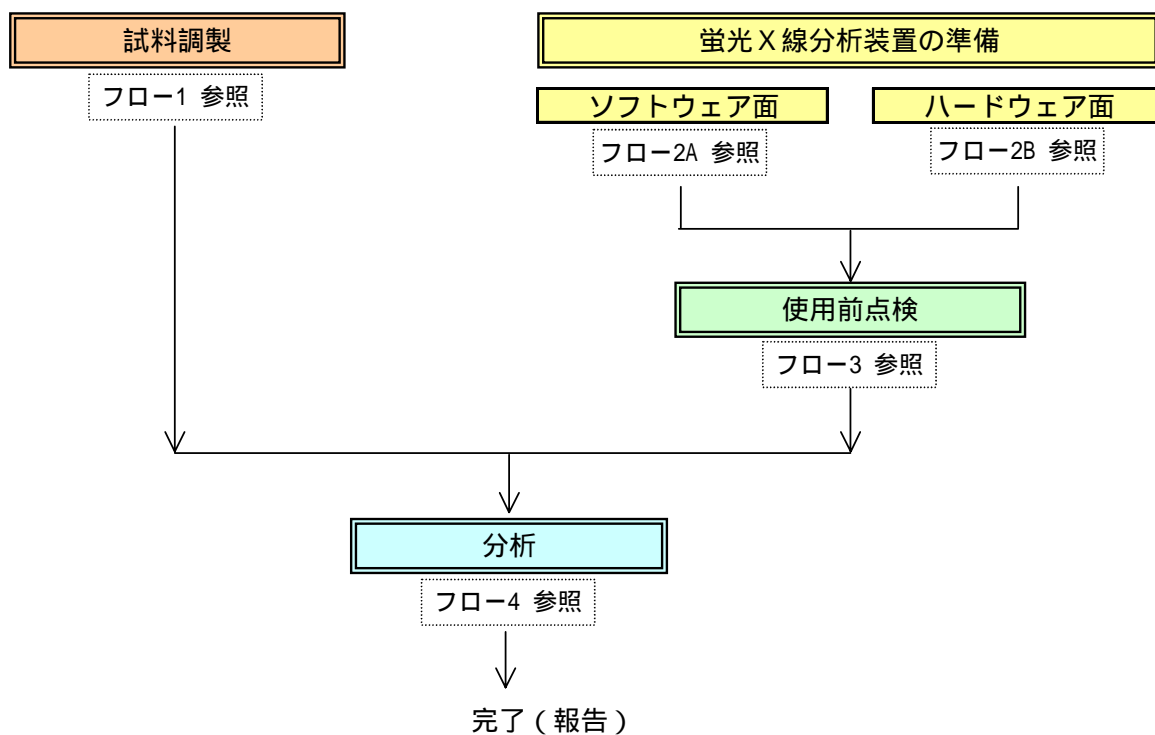
1	標準作業手順フロー	
1.1	全体フロー	... 3
1.2	試料調製 (フロー1)	... 4
1.3	蛍光X線分析装置の準備 (フロー2)	... 5
1.4	使用前点検 (フロー3)	... 7
1.5	分析 (フロー4)	... 8
2	注意事項	
2.1	安全保護具の着用	... 9
2.2	品質管理	... 9
2.3	精度管理上の注意事項	... 9
3	蛍光X線分析装置設置届の提出	...10

1. 標準作業手順フロー

1.1 全体フロー

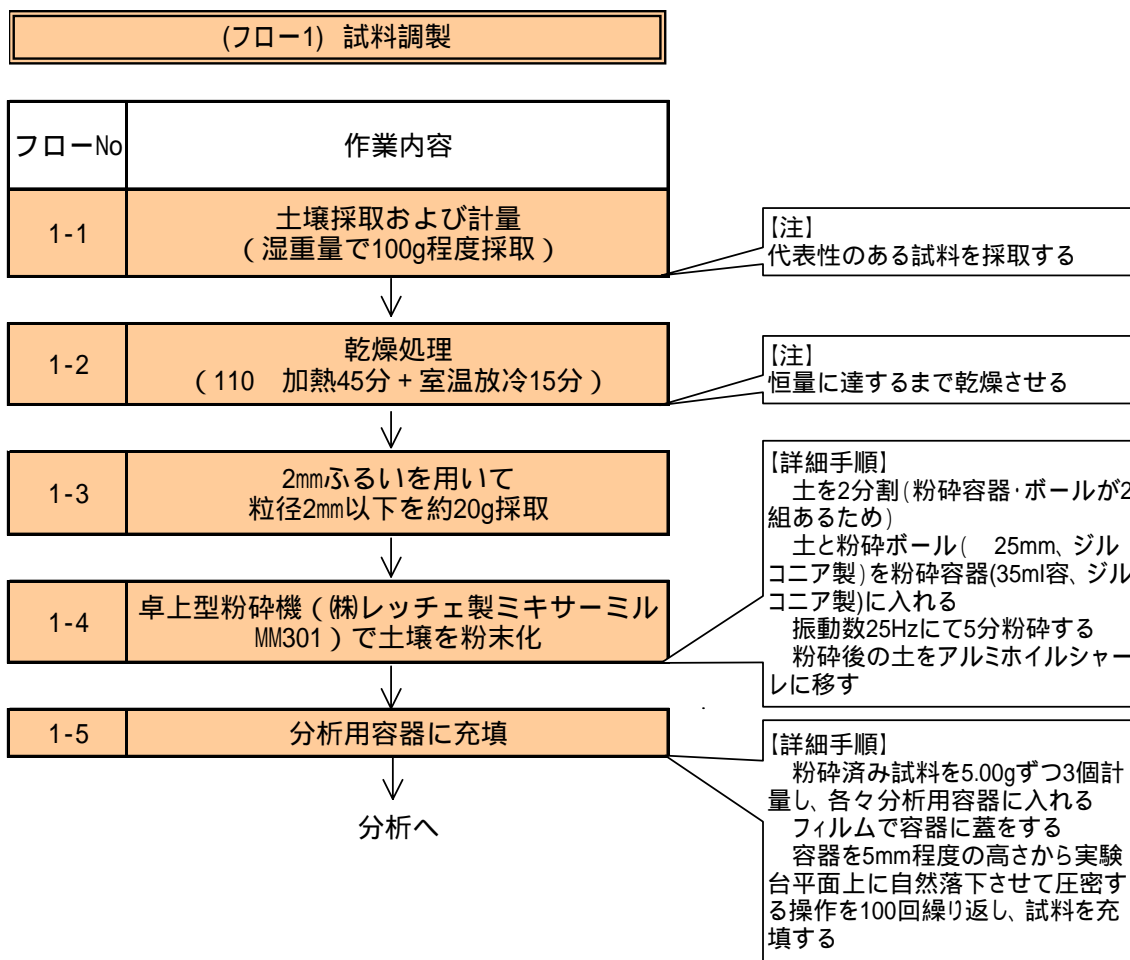
簡易・迅速分析法の標準作業手順の全体フローを以下に示す。

作業内容は、試料調製、蛍光X線分析装置の準備、使用前点検、分析の4つからなる。各作業のフローを1.2~1.5に示す。



簡易・迅速分析法 標準作業手順の全体フロー

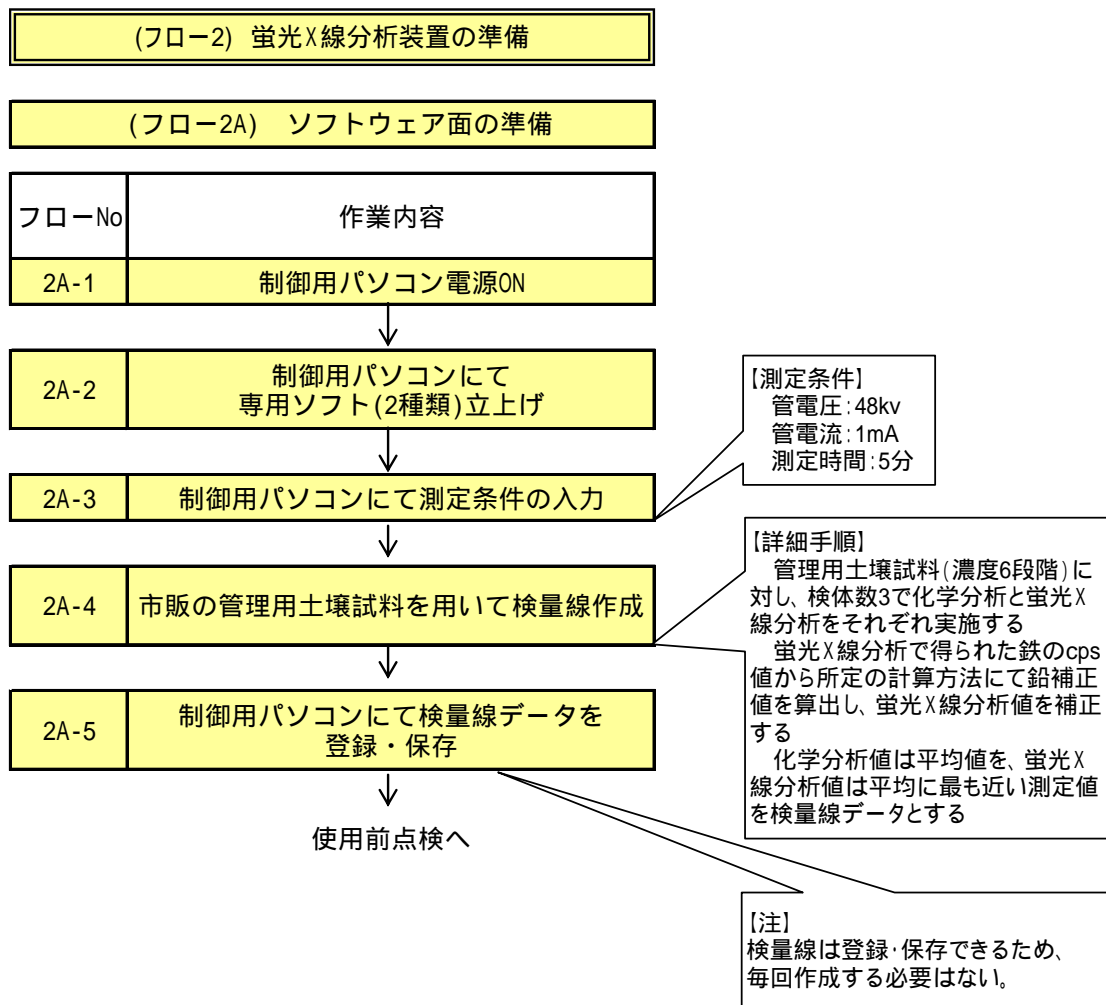
1.2 試料調製



1.3 蛍光X線分析装置の準備

蛍光X線分析装置（アワーズテック㈱製 OURSTEX150）の準備にあたっては、制御用パソコン（ソフトウェア面）と分析装置本体（ハードウェア面）について準備が必要である。各作業フローを 1.3.1 および 1.3.2 に示す。

1.3.1 ソフトウェア面の準備



1.3.2 ハードウェア面の準備

(フロー2) 蛍光X線分析装置の準備

(フロー2B) ハードウェア面の準備

フローNo	作業内容
2B-1	分析装置設置場所の温度(室温)を18~25 以内に維持



2B-2	制御用パソコン電源ON
------	-------------



2B-3	分析装置電源ON、30分間暖気運転
------	-------------------



2B-4	制御用パソコンにて専用ソフト(2種類)立上げ
------	------------------------



2B-5	制御用パソコンにて分析装置のエネルギー校正実施
------	-------------------------



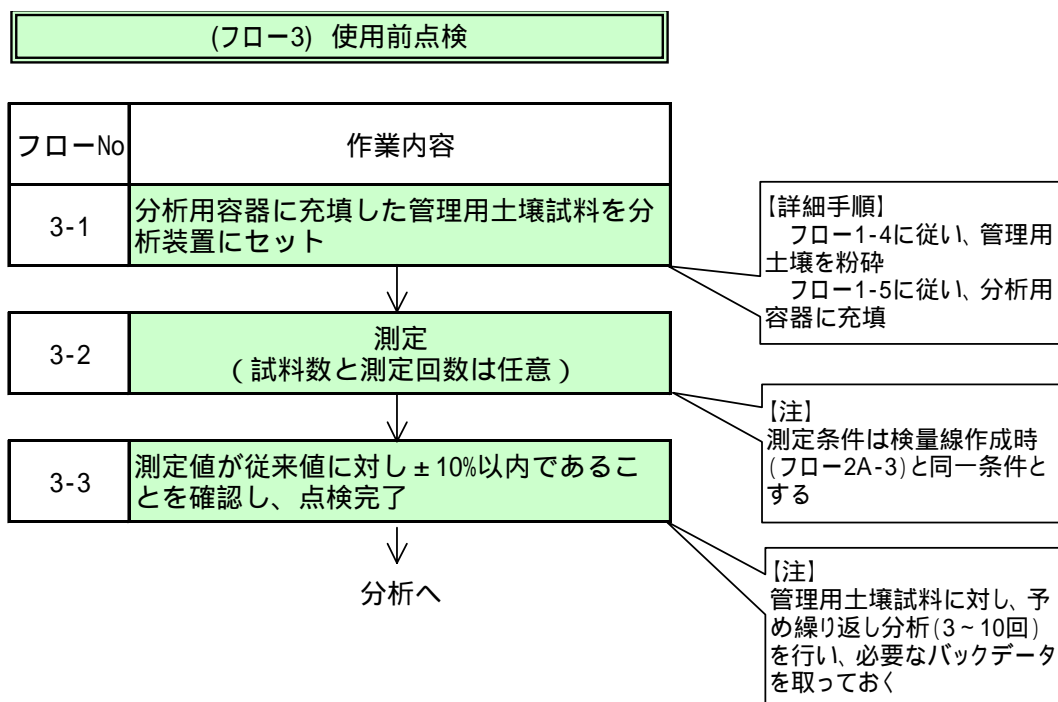
2B-6	制御用パソコンにてデータ保存用ファイルの作成
------	------------------------



使用前点検へ

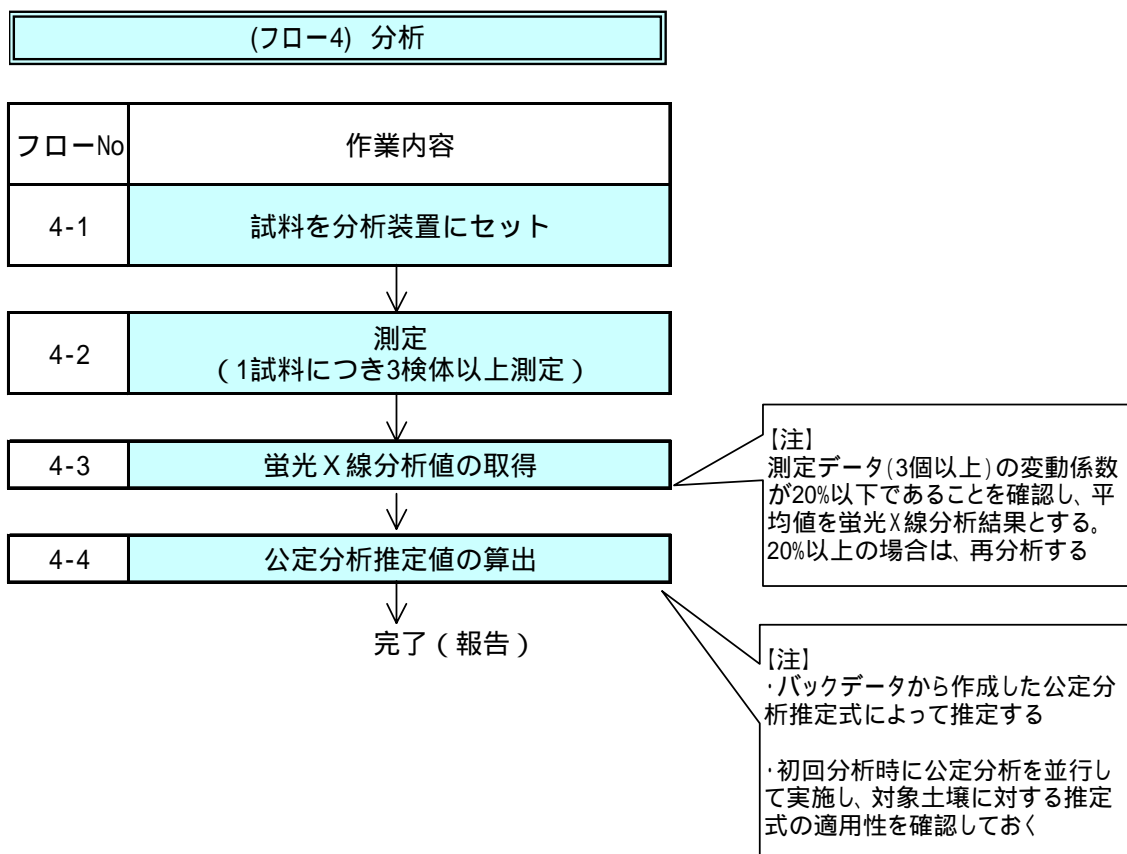
1.4 使用前点検

蛍光X線分析装置の準備が完了した段階で、装置に異常が無いことを確認するため、濃度既知の管理用土壌試料を測定し、データを検証する。



1.5 分析

試料調製と蛍光X線分析装置の使用前点検が完了した後に実際の分析を実施する。



2. 注意事項

当社の簡易・迅速分析を実施するのにあたり、必要な注意事項を以下に記す。

2.1 安全保護具の着用

重金属汚染土壌を取扱う際には次の保護具を着用する。

- (1)耐薬品性プラスチック手袋（例えば、ニトリル手袋）
- (2)粉塵用マスク
- (3)保護メガネ

2.2 品質管理

(1)公定分析値推定式の検証

汚染の種類や濃度が未知の土壌を蛍光 X 線分析に供試し公定分析推定式を適用する場合には、初回分析時に公定分析を並行して実施し、推定式の適用性を確認する。

(2)簡易分析値ならびに公定分析推定値の取扱い

公定分析推定値はあくまでも参考値であり、土壌の品質を保証するのは計量証明のある公定分析値のみである。したがって、簡易分析値ならびに公定分析推定値を顧客に報告する際には、分析方法と推定値の算出方法について十分な説明を行い、誤解のないようにする。

2.3 精度管理上の注意事項

- ・適正な分析値を得るためには、対象土壌を採取する際に代表性のある試料を採取することが重要である。したがって、濃度にばらつきのある土壌に対しては多点（5点以上）から試料を採取し等量混合するなど、細心の注意を払うこととする。
- ・試料調製に用いる粉砕機に関して、粉砕容器および粉砕用ボールの材質は分析対象の重金属をその成分として含まないものとする。アルミナやジルコニアなど硬度が高く、かつ高純度品でも比較的安価で購入できるものが良い。なお、タングステンカーバイド製品は、土壌試料に混入した場合に OURSTEX150 を用いた分析に支障をきたす可能性があるため使用できない。
- ・土質によっては粉砕容器・粉砕用ボールに土粒子がこびり付くことがある。その際は付着物を可能な限り回収し、試料と混合する。（付着物の中に重金属が局在する可能性もあり、粉砕試料と合わせておかないと偏析の原因となるおそれがあるため。）
- ・予め分析用容器底面のフィルムが適切に張られていることを確認する。試料を容器に充填する際に、底面のフィルムに緩みやシワがあった場合には X 線照射面に歪みが生じ、照射した X 線が散乱して適正な測定値が得られないおそれがあるためである。
- ・試料を分析用容器に充填する際に、一定の条件で十分圧密して充填し、試料の層厚が 5mm 以上あることと、試料底面に X 線散乱の原因となるひび割れ等が無いことを確認する。
- ・蛍光 X 線分析装置 OURSTEX150 の使用環境温度は 18 から 25 である。適切な温度管理を行い、当該温度条件下にて分析を実施する。
- ・試料によっては粉砕処理後でも高濃度の対象重金属が予期せず偏在する可能性がある。このため、通常、試料 1 個につき 3 検体以上を測定して標準偏差を確認し、ばらつきの少ないデータを報告値とする。（当社では、繰り返し測定の変動係数が 20%以上を示した試料に対しては、再分析を行うこととしている。ただし検出下限値付近のデータについてはこの限りではない。）
- ・このほか、蛍光 X 線分析装置の取扱説明書に記載されている注意事項を遵守する。

3. 蛍光 X 線分析装置設置届の提出

蛍光 X 線分析装置の設置にあたっては、労働安全衛生法に基づき、装置設置の 30 日前までに以下の書類を作成し、最寄りの労働基準監督署に届出を行わなければならない。

【提出書類】

- (1)労働安全衛生規則様式第 20 号 機械等設置届
- (2)事業場所在地図
- (3)装置設置場所平面図
- (4)労働安全衛生規則様式第 27 号 放射線装置摘要書
- (5)装置漏洩線量分布図
- (6)管理区域の説明書

この他に本装置の安全機構(インターロック機構の詳細など)に関する資料を求められる場合がある。