土壌中の重金属等簡易・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:カドミウム含有量

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。

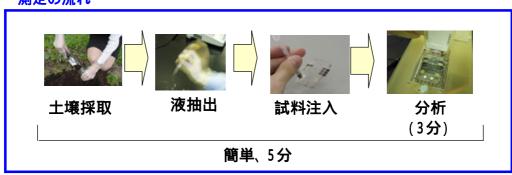
積水化学工業株式会社

カートリッジ型電気化学分析システム

Geo-REX Geo Research Explorer



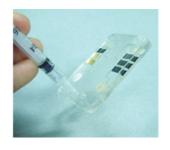
測定の流れ



1.「カートリッジ型電気化学システム」(Geo-REX)の構成と特徴

システム構成





Geo-REX 本体

測定用カートリッジ

<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

仕様

測定項目		Cd 他	
検出下限		0.1ppb	
定量下限		1ppb	
重量(本体)		2kg	
寸法	本体	25cm × 15cm × 8cm (3,000cm ³)	
	カートリッジ	$4cm \times 3cm \times 1cm (1 2 cm^3)$	
電源		AC電源(バッテリー駆動可能)	
測定方法		ボルタンメトリによる検出	
測定時間		5 分間 (カートリッジ挿入から結果表示まで)	
動作温度		5 から40	
動作湿度		結露なきこと	
カートリッジ保管期間		屋内・室温条件で1年間	
キャリブレーション		内臓 data によりキャリブレーション済み	

2. 御使用頂く前に

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。
- 本重金属測定システムにて使用できる検液は、
 - pH : $5 \sim 11$
 - ・含有塩濃度:10mM 未満

であることが必要です。

適用範囲外の検液の場合でも希釈等を適宜行うことにより分析可能です。Geo-REX は非常に高い検出感度(0.1ppb まで表示可能)を有する為、高倍率の希釈が可能です。

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、「測定操作説明書」(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。

準備いただくもの

- Geo-REX 本体(試薬タンク含む)
- 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
- 測定用カートリッジ

補助オプション品(Geo-REX ご使用の上で便利なもの)

- 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)
- 試験管
- シリンジ等消耗品

3. 重金属測定システム(Geo-REX)操作手順マニュアル

<u>手順 0.</u> (サンプル前処理)

<カドミウム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、実施ください>

【例1】短時間で分析結果を取得したい場合

測定対象土壌採取

所定重量比 (固液比 3 : 9 7) にて 1N HCl と混合、10 秒間手で強く振とう 孔径 $0.45~\mu$ 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

Geo-REX カートリッジに前記希釈液 5 m L を注入

【例2】比較的精度の高い分析結果を取得したい場合

測定対象土壌採取

所定重量比(固液比 3 : 9 7) にて 1N HCl と混合、振とう機にて 1 時間振とう孔径 $0.45\,\mu$ 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

Geo-REX カートリッジに前記希釈液 5 m L を注入

<u>手順 1.</u>

機器の接続 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。 PC の起動が終了したら、AC 電源アダプタを Geo-REX 本体に接続して下さい。



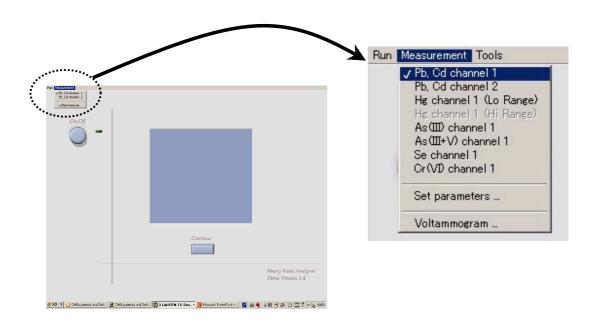


手順 2.

測定専用ソフトウェア起動 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下さい。測定専用ソフトウェアが起動します。

手順 3.

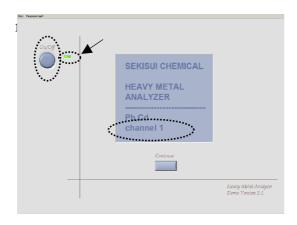
Channel の選択操作パネル上の Measurement をクリックし、プルタブメニューより測定 Channel を選択して下さい。



手順 4.

画面の On/Off ボタンをクリックしてください。緑色ランプが点灯します。次いで測定元素と選択 Channel を示すメッセージが表示されますので、手順 3 で選択した Channel が表示されていることを確認して下さい。

測定 Channel を間違って入力した場合は、On/Off ボタンを再度クリックし、Channel の選択をし直すことで、訂正することが出来ます。



手順 5.

検液注入カートリッジの 2 箇所の注入口 1 (Channel 1) および 2 (Channel 2) に、それぞれ検液 10mL をディスポシリンジで注入して下さい。注入完了後、それぞれの注入口を専用キャップで塞いで下さい。



<u>手順 6.</u>

カートリッジのセット手順 3. で準備したカートリッジを本体のホルダー部にセットして下さい。



<u>手順 7.</u>

画面に表示されている Continue ボタンをクリックして下さい。測定が始まります(約5分)。

自動測定画面が自動的に表示されます。測定の進行状況を画面ごとに表示される Progress bar によって確認することができます。

手順 8.

データ保存と結果表示測定完了後、保存先ウィンドウが自動的に表示されます。保存先を指 定し、ファイル名を付けて測定データを保存して下さい。

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。

手順 9.

測定終了結果表示の確認後、再び Continue ボタンをクリックすると、自動的に測定後処理動作が行われます。後処理動作完了後、Geo-REX 電源は自動的に OFF になりますので、確認してください。

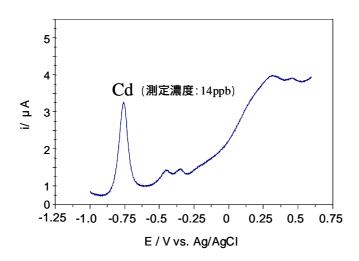
手順 10.

カートリッジの取り外し電源 Off を確認し、Geo-REX ホルダー部にセットしたカートリッジを取り外して下さい。

手順 11.

新規測定 / 終了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 Run ボタンをクリックし、プルタブメニューの Stop を選択して下さい。測定専用ソフトウェアが終了します。

【ボルタモグラム(電流-電圧曲線)の表示例】



<u>4. 物品一覧</u>

Cd 測定を行う場合に必要な物品のみを記載しています

NO	名称		数量(単位)
	Geo-REX Z	x体	1ケ
1	専用接続ケーブル(DAQ カード付き)		1ケ
		電源アダプタ	1ケ
2	2 解析専用ソフトウエア		1ケ
۷		PC	お客様にてご準備ください
3	測定用カートリッジ(Cd)		100 枚
	試薬タンク		
4		Cd 用試薬	25ml
		洗浄液	75ml
5	インジェクションホルダー		1ヶ
	付属品		
6		ディスポシリンジ(1ml、5ml)	各 100 本
		試験管	160 本
		シリンジフィルター(0.45 µ)	50 ケ
	精製水(希釈用) ピペット(10 μ l、50-1,000 μ l、2-200 μ l) 試薬類(酸、中和剤)		500ml
			各 1,000 本
			500ml
		pH 試験紙	1 ケ

<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 http://www.sekisui.co.jp

〒601-8105 京都市南区上鳥羽上調子町 2-2 TEL: 075-662-8637 FAX: 075-662-8589