

## 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：エネルギー分散型蛍光 X 線分析

使用可能な分析項目：カドミウム、鉛含有量

実証試験者：アワーズテック株式会社

応用地質株式会社

J F E テクノリサーチ株式会社

株式会社ガステック

戸田建設株式会社

\*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。

## 標準業務手順書

### 1. 分析を行う上での注意事項

- 1-1. 土壌試料の取扱いにあたっての注意事項 .....3
- 1-2. 分析装置の使用にあたっての注意事項 .....3

### 2. 測定の流れ

.....3

### 3. 測定の準備

- 3-1. 土壌試料の準備 .....4
  - 3-1-1. 必要な器具類 .....4
  - 3-1-2. 土壌試料の前処理 .....4
  - 3-1-3. 試料容器への充填 .....6
  - 3-1-4. 土壌試料の保管 .....6
- 3-2. 分析装置の準備 .....7
  - 3-2-1. 分析装置の校正 .....7
  - 3-2-2. 検量線の確認 .....7

### 4. 測定

- 4-1. 測定 .....8
  - 4-1-1. 試料のセット .....8
  - 4-1-2. 分析結果の見方 .....8

### 5. より良い分析を行うために

- 5-1. 定量分析装置への影響 .....10
  - 5-1-1. 粒度の影響 .....10
  - 5-1-2. 水分の影響 .....10
- 5-2. サンプル数と平均値 .....10

## 1. 分析を行う上での注意事項

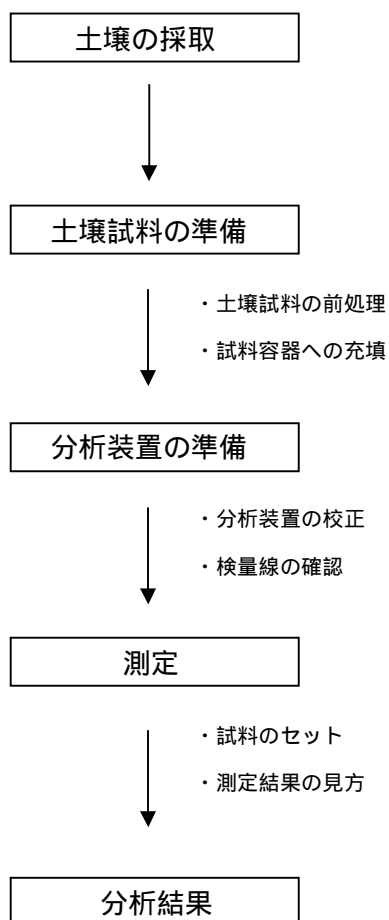
### 1-1. 土壌試料の取扱いにあたっての注意事項

扱う土壌試料の中には有害な元素が含まれている場合があり、中には高濃度に含有している場合もあります。採取してきた土壌試料を取り扱う際には、防塵マスクや防護メガネ、手袋を使用するなどして体内への吸引を防止するよう十分に留意して下さい。

### 1-2. 分析装置の使用にあたっての注意事項

分析装置付属の「操作マニュアル」に従って使用して下さい。

## 2. 測定の流れ



### 3. 測定の準備

#### 3-1. 土壌試料の準備

##### 3-1-1. 必要な器具類

土壌試料の前処理に必要な器具を用意します。

##### 乾燥器具類

- ・ 電気乾燥器
- ・ ヒーティングガン

##### 粉砕器具類

- ・ ボールミル
- ・ メノウ製乳鉢、乳棒

##### 選別器具類

- ・ ふるい（目の開き：2.0mm 及び 0.1mm）

##### 一般器具類

- ・ 電子天秤
- ・ 薬匙
- ・ 薬包紙
- ・ キムワイブ
- ・ キムタオル
- ・ アルコール（イソプロピルアルコール、エタノールなど）

##### その他

- ・ 試料容器（分析装置付属の専用容器）
- ・ 試料窓（分析装置付属の専用高分子フィルム）

### 3-1-2. 土壌試料の前処理

土壌試料の前処理の手順を示します。



採取してきた土壌試料から約 10g 程度サンプリングします。



ヒーティングガンを使用して乾燥させます。

水銀を分析する時は、設定温度を 40 以下にして乾燥させて下さい。



2.0mm 目の篩を用いて土壌試料を選別します。

目視で予め粒度が細かい場合は、とばして構いません。



メノウ乳鉢と乳棒を用いて土壌試料を細かく粉碎します。



0.1mm 目の篩を用いて土壌試料を選別します。



前処理終了

### 3-1-3. 試料容器への充填

前処理が終わった土壌試料を試料容器へ充填します。

#### 試料容器の作り方

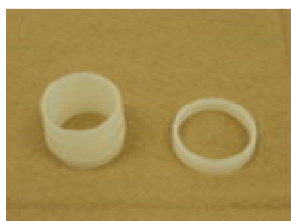
分析装置専用の試料容器及び試料窓を準備します。



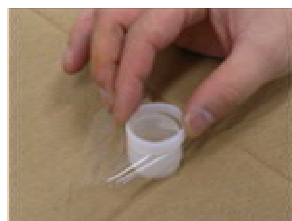
試料容器



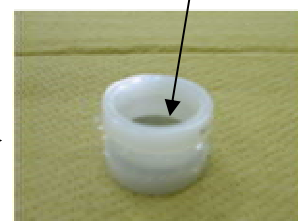
試料窓



試料容器を用意します。

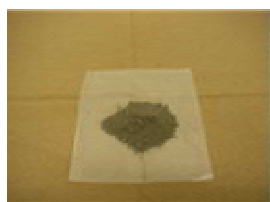


試料窓を被せ、たるみの無いように押さえます。



完成

試料容器へ土壌試料を充填します。

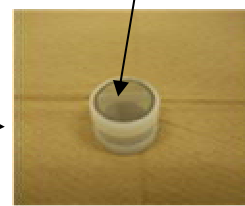


前処理した土壌試料を用意します。



電子天秤で 6(g) 秤量します。

測定終了後、保管する場合は、上面も試料窓で密閉します。



試料容器に入れて完成

### 3-1-4. 土壌試料の保管

測定が終了した土壌試料を保管する場合は、試料の吸湿を防ぐためにシリカゲルデシケータに保管します。また、分析装置に使用する検量線確認用の土壌試料（標準試料）も使用しないときは、シリカゲルデシケータに保管しておきます。

## 3-2. 分析装置の準備

分析装置を使用する時は、予め通電した後に、30分以上の暖機運転を行います。

### 3-2-1. 分析装置の校正

校正は、試料構成元素の固有 X 線のエネルギー値を正しく読み取るために行います。分析装置を初めて立ち上げた時、30分以上の暖機運転を行った後に行います。ここでは、この校正のことを「エネルギー校正」とよび、分析装置に付属している「エネルギー校正試料」を用いて校正を行います。

操作方法は分析装置付属の「操作マニュアル」に従って行って下さい。

### 3-2-2. 検量線の確認

エネルギー校正終了後、分析装置に登録してある検量線の確認を行います。装置付属の「土壤重金属元素管理試料<検量線作成用>」の最も水準の高いものを1つ用意しその中の6元素(Cr、As、Se、Cd、Hg、Pb)を測定します。

(対象の元素が決まっている場合は、これら6元素測定する必要はありません。)

測定終了後、分析結果が表示されるので、分析値と見比べて管理幅<sup>1</sup>に収まっているか確認し、検量線が使用できるか確認します。

分析値から大きな差がある場合や、管理幅から外れる場合は、その元素について検量線を再度、作成しなおすか、分析装置の解析用プログラムに装備されている補正機能(補正機能)を用いて、X線強度の補正を行います。

検量線の作成手順や、補正機能「補正機能」についての操作方法は、分析装置付属の「操作マニュアル」に従って行って下さい。

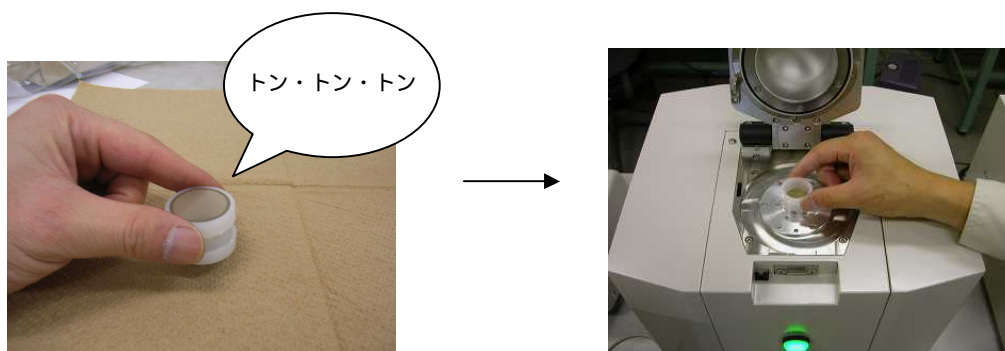
管理幅<sup>1</sup>・・・予め、管理幅を決定します。概ね $\pm 5 \sim \pm 10(\%)$ 以内が目安です。

#### 4. 測定

##### 4-1. 測定

##### 4-1-1. 試料のセット

土壌試料を分析装置の試料室にセットします。

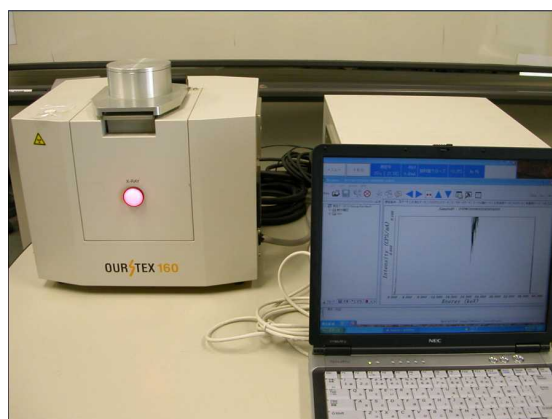


試料容器ごと 10 回程度タッピングします。

試料室にセットします。

セットが終了した後、測定を開始します。

測定の操作方法は、分析装置付属の「操作マニュアル」に従って行って下さい。



測定開始



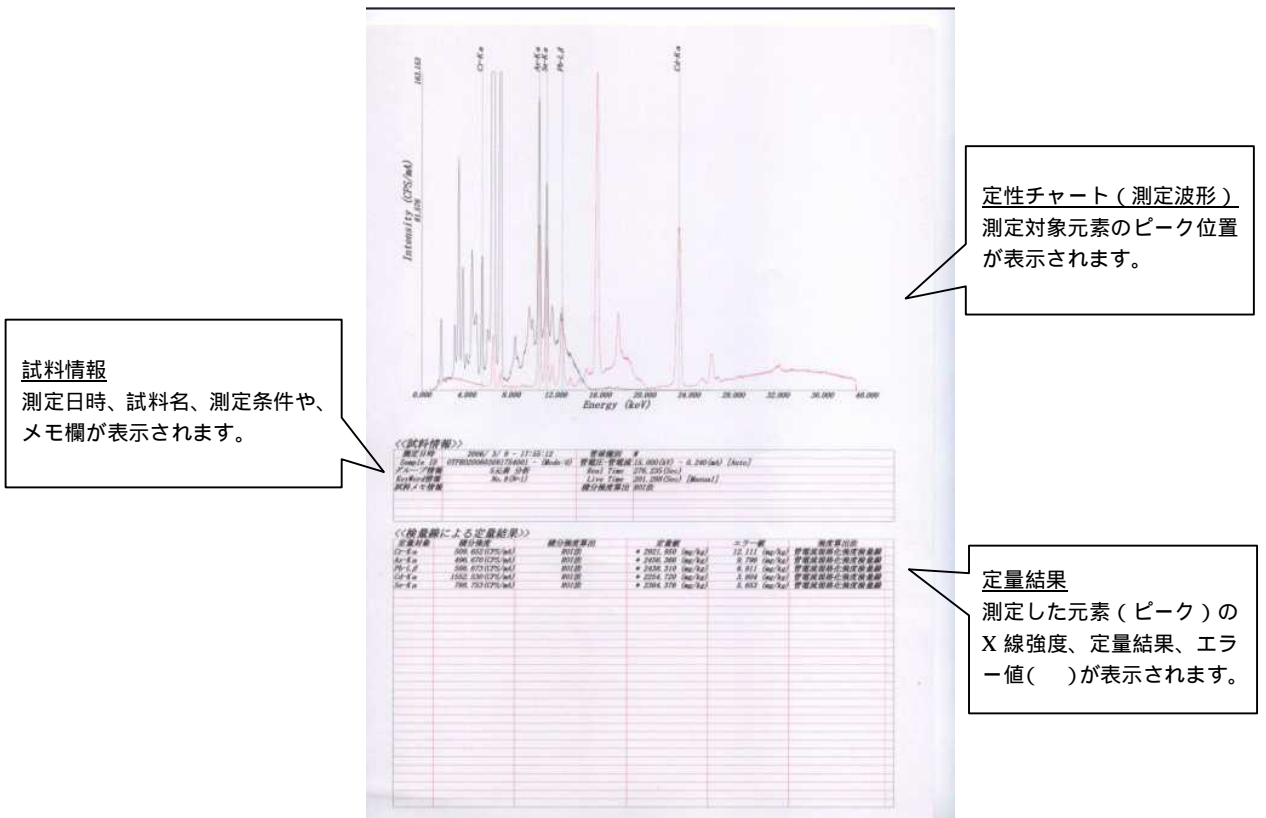
#### 4-1-2. 分析結果の見方

測定終了後、「分析結果」を印刷します。分析結果は、分析装置の操作パソコン画面上にも表示されます。

パソコン画面上

分析結果				
定量対象	定量値	エラー値	化合物名	
Cr-K $\alpha$	211.356 (mg/kg)	14.633 (mg/kg)	Cr	Cr
As-K $\alpha$	* 329.213 (mg/kg)	3.088 (mg/kg)	As	As
Pb-L $\beta$	22.336 (mg/kg)	2.749 (mg/kg)	Pb	Pb
Fe-K $\alpha$	54028.080 (mg/kg)	71.233 (mg/kg)	Fe	Fe
Cu-K $\alpha$	53.032 (mg/kg)	3.229 (mg/kg)	Cu	Cu
Cd-K $\alpha$	* 784.731 (mg/kg)	2.605 (mg/kg)	Cd	Cd
Hg-L $\alpha$	* 123.270 (mg/kg)	3.032 (mg/kg)	Hg	Hg

印刷結果(A4 サイズ)



印刷結果は、ファイルに保管しておきます。データは操作パソコンに自動的に保存されます。

## 5. より良い分析を行うために

### 5-1. 定量分析精度への影響

#### 5-1-1. 粒度の影響

土壌の粒径が大きい場合、試料容器に充填したとき、測定表面が疎になりやすく、隙間が生じやすくなり X 線強度の値が低くなる傾向があります。

また、土壌試料中に偏析がある場合、その部分を測定する可能性があり分析結果にもバラツキが生じる可能性があります。

これらの影響を極力、抑えるため、土壌試料の粒度は細かく、均一にすることが重要です。

#### 5-1-2. 水分の影響

測定する元素によっては水分の影響を受けにくいものもありますが、水分が多く含まれていると X 線が散乱されやすく微量になるほど定量が難しくなり、定量誤差も大きくなる可能性があります。

土壌試料の水分量に応じて適宜、乾燥処理し、水分の影響を抑えましょう。

検量線法を用いて分析しているので、検量線に用いている標準試料の形状に合わせて試料を調製しましょう。

### 5-2. サンプル数(N)と平均値

採取してきた処理前の土壌(母集団)の中には、元素が偏って存在している場合も考えられます。全体的な濃度を検討する場合は、この母集団からのサンプル数(N)を N=3、5、10 のように増やし、各分析結果の平均値をおさえておく必要があります。