

## 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：自動吸光光度・蛍光光度法

使用可能な分析項目：ほう素溶出量、ふっ素溶出量

鉛含有量

実証試験者：JFE テクノリサーチ設株式会社

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。

## 操作手順：試料前処理

1. 採取土壌試料を準備します。

2. 電子天秤で、必要量（溶出：25[g]，含有：4.5[g]）をポリプロピレン製ビーカー（500[ml]）に秤り取ります。

3. 同ビーカーに、抽出溶液（溶出：蒸留水，含有：1[mol/L]塩酸）を、所定量（溶出：250[ml]，含有：150[ml]）静かに加えます。

4. プロペラ攪拌器をセットします（プロペラが溶液中に完全に浸漬するように）。

5. 速度 300[rpm]で所定時間（溶出：30[min]，含有：10[min]）攪拌します。

6. 攪拌完了後、プロペラを取り出し、試料溶液を 5[min]静置します。

7. 吸引ろ過装置に、メンブランフィルタ（0.45[ $\mu$ m]）をセットします。

8. 静置した試料溶液を、吸引ろ過します。

9. ろ液をポリエチレンビンに回収し、測定溶液とします。

## 操作手順 : ふっ素分析計

1. 検出器・切替バルブの電源SWをONにします。

(注) 光源ランプを点灯してから、ベ - スラインが安定するまで約20分程度かかります

2. それぞれのチューブを試薬瓶に差し込みます。

3. ポンプ の START ボタンを押しポンプを起動させます。

(注) ベ - スラインが安定するまで試薬を送液します。

4. 記録計又はデータ処理装置の電源を入れ、プログラムを起動します。

5. 試料を注射器で吸い上げ、切替バルブのジョイント部に差し込みます。

6. 切替バルブのボタンを押して “ L o a d ” 側に切り替えます。

7. 注射器を押してサンプリングチューブの中に試料を注入します。

8. 切替バルブのボタンを押して “ I n j e c t ” 側に切り替えます。

9. 分析結果が記録計又はデータ処理装置に表示されます。

10. すべての測定が終了した後は、それぞれのチューブを蒸留水の中に差し込み  
ポンプの START ボタンを押して配管内を洗浄します。

11. 記録計又はデータ処理装置の電源を切ります。

12. 検出器・切替バルブ・ポンプの電源SWをOFFにします。

## 操作手順 : ほう素分析計

1 . 前処理計および分析計後面にある電源 S W を O N にします。

(注) 光源ランプを点灯してから、ベ - スラインが安定するまで約 2 0 分程度かかります

2 . それぞれのチューブを試薬瓶に差し込みます。

3 . ポンプ START / STOP ボタンの START ボタンを押しポンプを起動させます。

(注) ベ - スラインが安定するまで試薬を送液します。

4 . 記録計又はデータ処理装置の電源を入れ、プログラムを起動します。

5 . 試料容器をサンプル用吸引チューブに差し込みます。

6 . 自動測定の START / STOP ボタンを押して 測定をスタートさせます。

START ランプが点灯します。

7 . タイムコントロ - ラ - により試料のスペシエ - ションと分析が自動で行われます。

8 . 分析結果が記録計又はデータ処理装置に表示されます。

9 . 自動分析が終了すると START ボタンが消灯し、ポンプが停止します。

1 0 . すべての測定が終了した後は、それぞれのチューブを蒸留水の中に差し込み  
ポンプの START ボタンを押して配管内を洗浄します。

1 1 . 記録計又はデータ処理装置の電源を切ります。

1 2 . 前処理系および分析計後面の電源 S W を O F F にします。

## 操作手順 : 鉛分析計

1 . 前処理計および分析計後面にある電源 S W を O N にします。

(注) 光源ランプを点灯してから、ベ - スラインが安定するまで約 2 0 分程度かかります

2 . それぞれのチューブを試薬瓶に差し込みます。

3 . ポンプ START / STOP ボタンの START ボタンを押しポンプを起動させます。

(注) ベ - スラインが安定するまで試薬を送液します。

4 . 記録計又はデータ処理装置の電源を入れ、プログラムを起動します。

5 . 試料容器をサンプル用吸引チューブに差し込みます。

6 . 自動測定の START / STOP ボタンを押して 測定をスタートさせます。

START ランプが点灯します。

7 . タイムコントロ - ラ - により試料のスペシエ - ションと分析が自動で行われます。

8 . 分析結果が記録計又はデータ処理装置に表示されます。

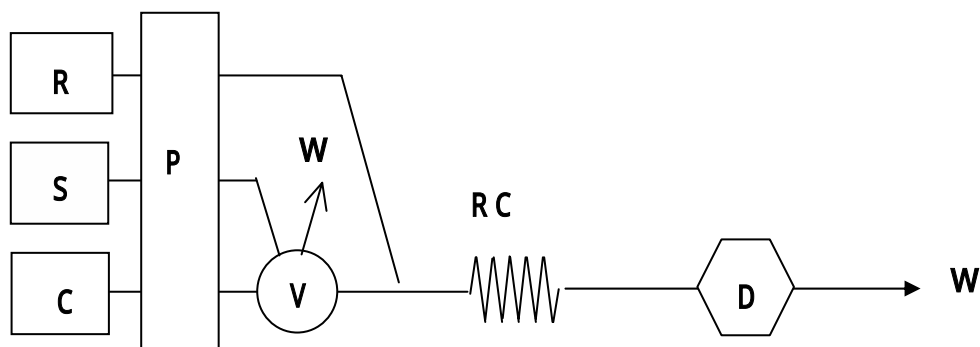
9 . 自動分析が終了すると START ボタンが消灯し、ポンプが停止します。

1 0 . すべての測定が終了した後は、それぞれのチューブを蒸留水の中に差し込み  
ポンプの START ボタンを押して配管内を洗浄します。

1 1 . 記録計又はデータ処理装置の電源を切ります。

1 2 . 前処理系および分析計後面の電源 S W を O F F にします。

分析システム : ふっ素分析用フローインジェクション分析計



P:ポンプ

V:六方バルブ

RC:反応コイル

ID:検出器

S:試料溶液

R:反応液

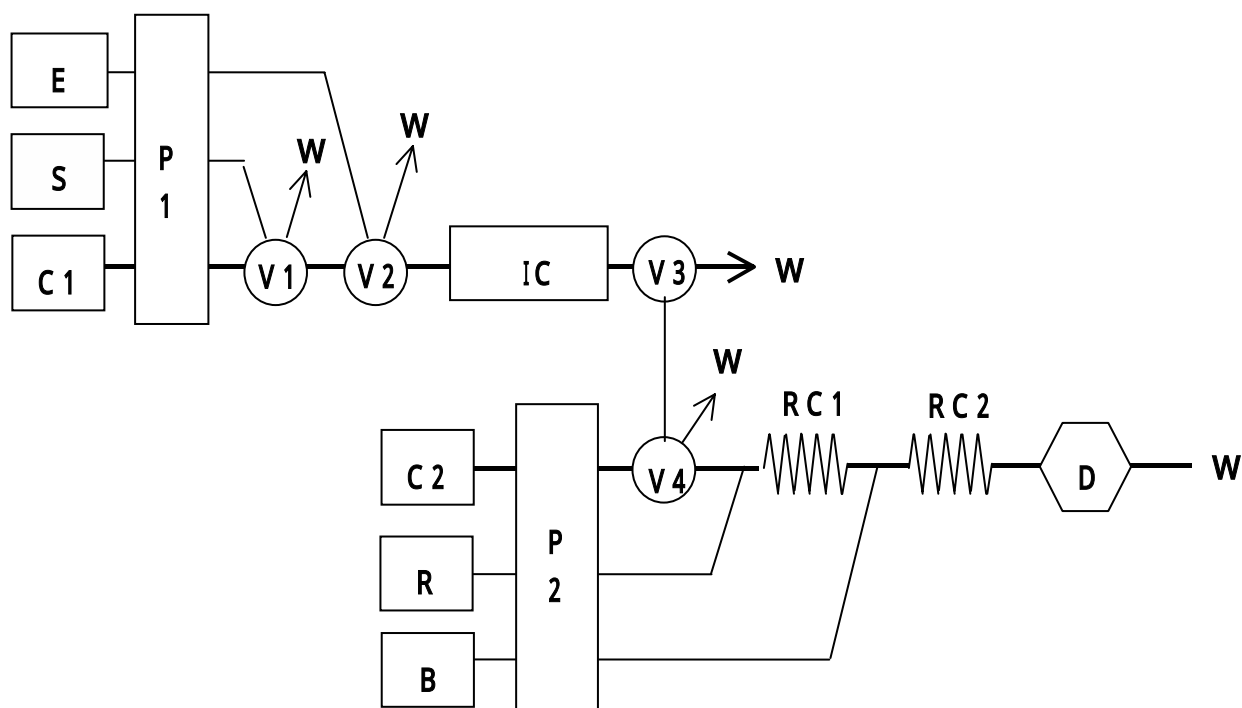
C:キャリア溶液

W:廃液

ふっ素分析用試薬

1. アルフッソン (和光純薬社製)
2. アセトン
3. 酢酸
4. アンモニア水

分析システム : ほう素分析用フローインジェクション分析計



P1,P2: ポンプ

IC: イオン交換カラム

C1,C2: キャリア溶液

B: 緩衝液

V1,V2,V4: 六方バルブ

RC1,RC2: 反応コイル

E: 溶離液

R: 反応液

V3: 三方バルブ

D: 検出器

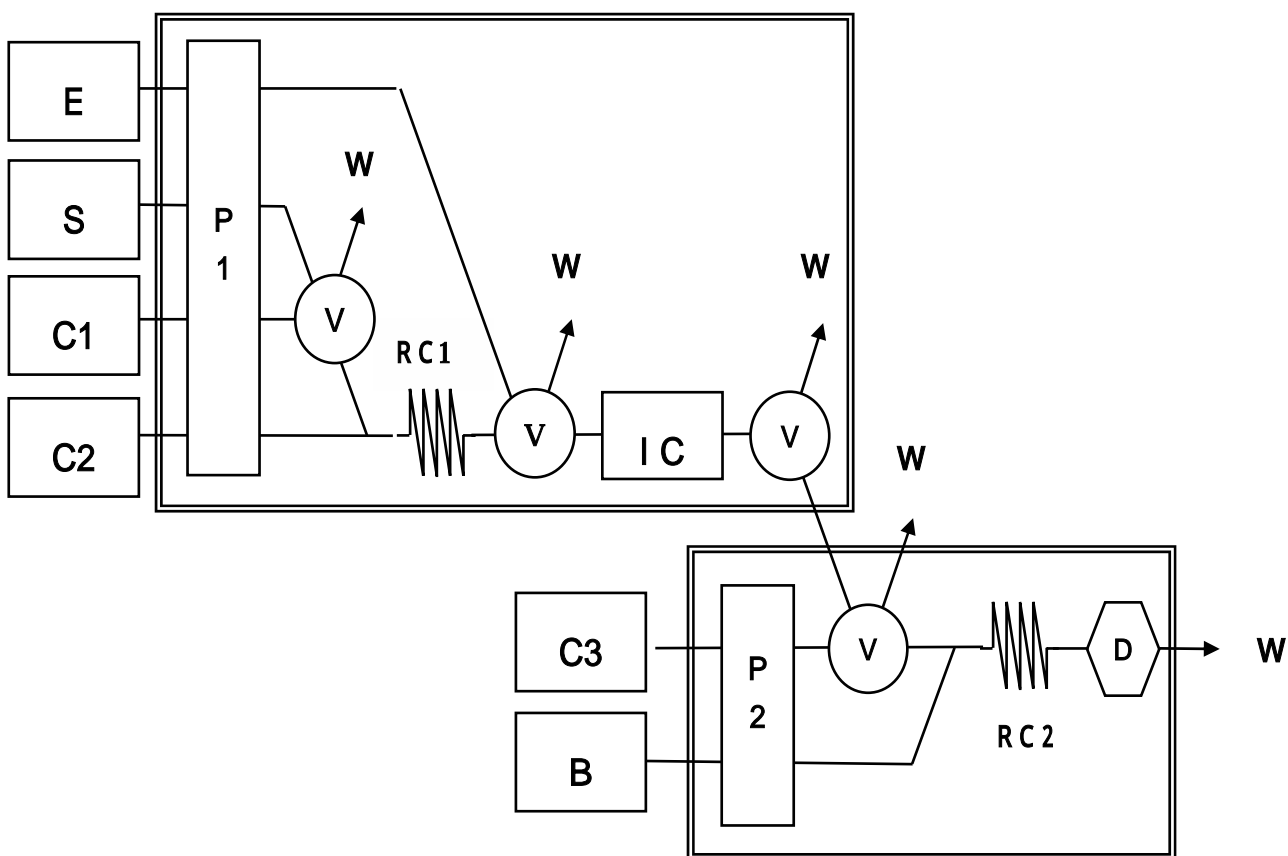
S: 試料溶液

W: 廃液

ほう素分析用試薬

1. 塩化アンモニウム
2. アンモニア水
3. EDTA (エチレンジアミン四酢酸二水素ナトリウム)
4. 塩酸
5. クロモトローブ酸二ナトリウム
6. 水酸化ナトリウム

分析システム : 鉛分析用フローインジェクション分析計



P1,P2: ポンプ

IC: イオン交換カラム

C1,C2,C3: キャリア溶液

B: 緩衝液

V: 六方バルブ

RC1,RC2: 反応コイル

E: 溶離液

W: 廃液

D: 検出器

S: 試料溶液

鉛分析用試薬

1. 硝酸
2. シュウ酸アンモニウム
3. PAR ( 4 - 2 ピリジルアゾ - レソルシノール )
4. 水酸化ナトリウム
5. 酢酸アンモニウム