

**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：ストリッピング・ボルタンメトリー法
(超音波による前処理)**

使用可能な分析項目：

溶出量：カドミウム,水銀,セレン,鉛

含有量：カドミウム,水銀,セレン,鉛

実証試験者：大成基礎設計株式会社

北斗電工株式会社

株式会社フィールドテック

*** 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。

1. 適用範囲

この標準手順書は、環告 18 号に対応する土壌溶出量試験(簡易分析)の試験方法について規定したものである。本試験方法は、研究開発中の技術であることから、測定精度および効率を向上させるため、手順の見直しおよび改善を順次実施していくものとする。

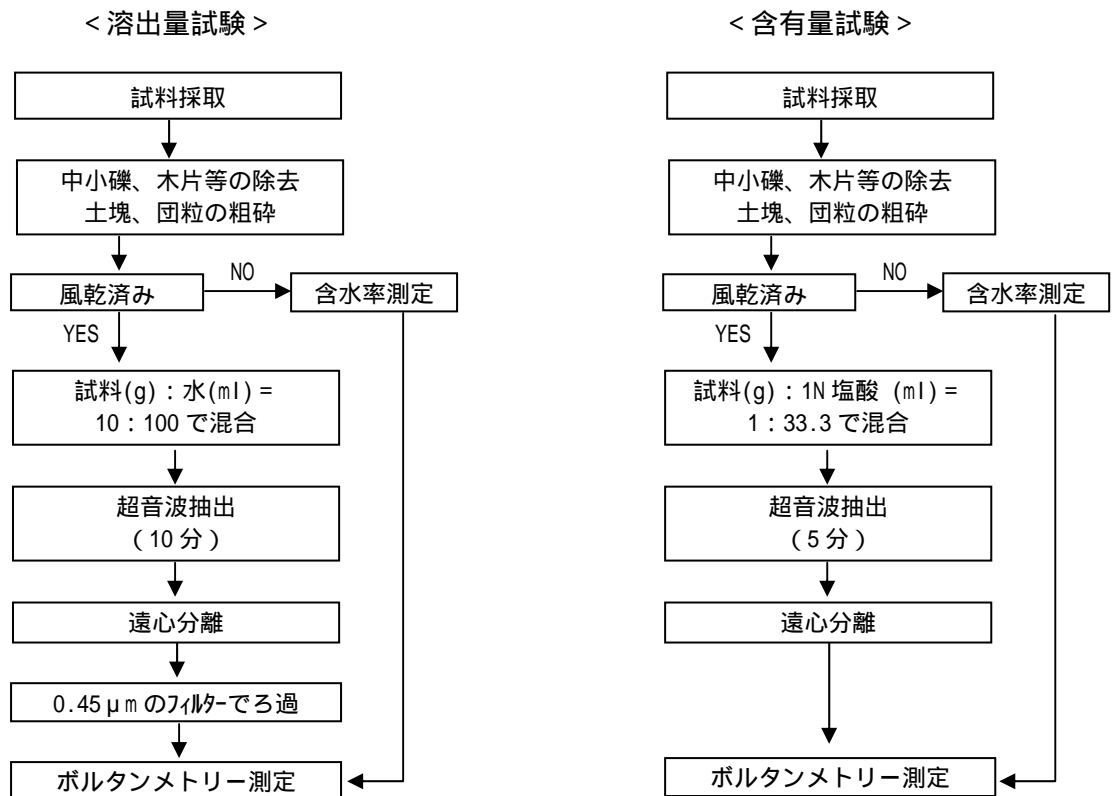
2. 試験対象項目および測定範囲

試験対象項目および測定範囲は、以下に示すとおりである。

試験対象項目	測定範囲	
	溶出量試験	含有量試験
鉛及びその化合物	0.001 ~ 0.1mg/L	1 ~ 145mg/kg
カドミウム及びその化合物	0.001 ~ 0.1mg/L	2 ~ 145mg/kg
水銀及びその化合物	0.0003 ~ 0.03mg/L	0.3 ~ 37mg/kg
セレン及びその化合物	0.002 ~ 0.06mg/L	30 ~ 1000mg/kg

3. 試験方法の概要

試験方法の概要は、以下に示す操作フローのとおりである。



土壌簡易分析（超音波による前処理）の操作フロー

4. 試料前処理

4.1 器具

試料前処理で使用する器具は、以下に示すとおりである。

< 溶出量試験 >	< 含有量試験 >
<ul style="list-style-type: none"> ・ 赤外線水分計 ・ 電子天秤 ・ メスシリンダー ・ 抽出容器 (アズワン 250mL アイボーイ広口ポリ瓶) ・ 水* ・ 超音波洗浄器 (アズワン VS-100) ・ 遠心分離機 ・ 遠沈管 ・ メンブレンフィルター (孔径 = 0.45 μ m) ・ 吸引ろ過器材 (ろ過器、減圧容器、吸引ポンプ等) 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 赤外線水分計 ・ 電子天秤 ・ メスシリンダー ・ 抽出容器 (アズワン 250mL アイボーイ広口ポリ瓶) ・ 塩酸 (HCl 1mol/L) ・ 超音波洗浄器 (アズワン VS-100) ・ 遠心分離機 ・ 遠沈管

* pH5.8 ~ 6.3 に調整した純水またはイオン交換水等 (以下、水という)

4.2 操作

採取した土壌試料について中小礫・木片などを除去し、土塊・団粒の粗砕を行う。風乾を行った場合または乾燥している試料の場合は含水率を 0% とする。それ以外の場合は、赤外線水分計にて含水率を計測しておき、測定時に補正を行う。

< 溶出量試験 >

土壌試料 10g と水 100mL を抽出容器 (ポリ瓶) に入れて混合する。

抽出容器 (ポリ瓶) を超音波洗浄器にセットし、周波数 28kHz で 10 分間、超音波を印加する。

その際、超音波洗浄器用のバスケットを使用し、抽出容器は超音波発振子の真上になるようにセットする。また洗浄器内の水位は抽出容器中の溶液の水面と同じ高さとする。繰り返し抽出操作を行うと、洗浄器内の水温が上昇するため、抽出操作毎に交換することが好ましい。

超音波抽出後、抽出液を遠沈管に移し、3000rpm で 5 ~ 10 分間、遠心分離を行う。

遠心分離で得られた上澄みを、メンブレンフィルター (孔径 = 0.45 μ m) および吸引ろ過器材を用いてろ過し、検液とする。

< 含有量試験 >

土壌試料 1g と塩酸 33.3mL を抽出容器 (ポリ瓶) に入れて混合する。

抽出容器 (ポリ瓶) を超音波洗浄器にセットし、周波数 28kHz で 5 分間、超音波を印加する。

その際、超音波洗浄器用のバスケットを使用し、抽出容器は超音波発振子の真上になるようにセットする。また洗浄器内の水位は抽出容器中の溶液の水面と同じ高さとする。繰り返し抽出操作を行うと、洗浄器内の水温が上昇するため、抽出操作毎に交換することが好ましい。

超音波抽出後、抽出液を遠沈管に移し、3000rpm で 2 ~ 3 分間、遠心分離を行う。

遠心分離で得られた上澄みを検液とする。

5 . 測 定

5.1 器具及び試薬

試料測定で使用する器具及び試薬は、以下に示すとおりである。

- ・撥水处理セルビーカー（50mL）
- ・十字型攪拌子
- ・遠沈管（50mL）
- ・マイクロピペット（100 μ L 用～10mL 用）
- ・メスシリンダー（25mL, 50mL）
- ・スターラー
- ・ボルタンメトリー計
- ・電極（対電極、作用電極、参照電極の3本）
- ・紙やすり
- ・メモリーカード
- ・パソコンおよびRS232 ケーブル
- ・塩酸（HCl 1mol/L）
- ・純水またはイオン交換水
- ・標準液（測定対象物質毎）
- ・試薬液（測定対象物質毎）
- ・酸薬液（測定対象物質毎）

5.2 溶出量試験

5.2.1 鉛およびカドミウムの測定

- (1) 電極3本（作用電極は銅電極を用いる）およびメモリーカードを、ボルタンメトリー計にセットする。1日の測定開始時に作用電極（銅電極）を紙やすりで研磨しておく。
- (2) 4.2で調整した検液を、セルビーカー（50mL）に45mLはかり取り、酸薬液を2.5mL添加し、スターラーで約30秒間攪拌を行う。攪拌後、試薬液を2.5mL添加する。
鉛測定の場合、必要に応じて酸化処理を行う。
4.2で調整した検液を遠沈管（50mL）に45mLはかりとり、酸薬液を2.5mL、酸化剤を500 μ L添加し、蓋をして振り混ぜ、室温で5分間置く。その後分解剤を500 μ L添加し検液が透明になったら酸化処理用試薬液を1.5mL添加し、振り混ぜてから、セルビーカーに移し入れる。
- (3) セルビーカーをボルタンメトリー計にセットし、測定プログラムを選択し、必要に応じて含水率及び希釈倍率を設定して測定を行う。
- (4) 測定時に2回の標準液添加（100 μ L）を行い、標準液添加濃度と電流のピーク面積の関係より、検液に含まれている対象物質の濃度を算出する。なお、測定値については、分析装置により、自動算出される。
ボルタンメトリー計とパソコンを接続している場合は、パソコン上で測定値および電流と電圧の関係（波形）を確認することができる。

5.2.2 水銀の測定

- (1) 電極 3 本（作用電極は金電極を用いる）およびメモリーカードを、ボルタンメトリー計にセットする。1 日の測定開始時に作用電極（金電極）を紙やすりで研磨しておく。
- (2) 測定に先立ち、作用電極の活性化処理を行う。塩酸（HCl 1mol/L）を約 50mL 入れたセルビーカーをボルタンメトリー計にセットし、活性化処理操作を行う。作用電極の活性化処理は、1 日に 1 回行う。
- (3) 活性化処理操作終了後、ブランクにて電極チェックを行う。電極チェックが不良の場合には、作用電極の活性化処理操作を繰返し行う。ブランクは、純粋またはイオン交換水について検液と同様に(4)の操作を行い調整する。
- (4) 4.2 で調整した検液を、セルビーカー（50mL）に 45mL はかり取り、酸薬液を 5mL 添加し、スターラーで約 30 秒間攪拌を行う。
必要に応じて酸化処理を行う。
酸薬液添加後の検液を遠沈管（50mL）に入れ、酸化剤を 100 μ L 添加し蓋をして振り混ぜた後 5 分間置く。その後分解剤 100 μ L を添加し、検液が透明になったらセルビーカーに移しいれる。
- (5) セルビーカーをボルタンメトリー計にセットし、測定プログラムを選択し、必要に応じて含水率及び希釈倍率を設定して測定を行う。
- (6) 測定時に 2 回の標準液添加（100 μ L）を行い、標準液添加濃度と電流のピーク面積の関係より、検液に含まれている対象物質の濃度を算出する。なお、測定値については、分析装置により、自動算出される。
ボルタンメトリー計とパソコンを接続している場合は、パソコン上で測定値および電流と電圧の関係（波形）を確認することができる。

5.2.3 セレンの測定

- (1) 電極 3 本（作用電極は金電極を用いる）およびメモリーカードを、ボルタンメトリー計にセットする。1 日の測定開始時に作用電極（金電極）を紙やすりで研磨しておく。
- (2) 測定に先立ち、作用電極の活性化処理を行う。塩酸（HCl 1mol/L）を約 50mL 入れたセルビーカーをボルタンメトリー計にセットし、活性化処理操作を行う。作用電極の活性化処理は、測定毎に行う。
- (3) 活性化処理操作終了後、ブランクにて電極チェックを行う。電極チェックが不良の場合には、作用電極の活性化処理操作を繰返し行う。ブランクは、純粋またはイオン交換水について検液と同様に(4)の操作を行い調整する。
- (4) 4.2 で調整した検液を、セルビーカー（50mL）に 40mL はかり取り、酸薬液を 10mL 添加し、スターラーで約 30 秒間攪拌を行う。
- (5) セルビーカーをボルタンメトリー計にセットし、測定プログラムを選択し、必要に応じて含水率及び希釈倍率を設定して測定を行う。
- (6) 測定時に 2 回の標準液添加（100 μ L）を行い、標準液添加濃度と電流のピーク面積の関係より、検液に含まれている対象物質の濃度を算出する。なお、測定値については、分析装置により、自動算出される。
ボルタンメトリー計とパソコンを接続している場合は、パソコン上で測定値および電流と電圧の関係（波形）を確認することができる。

5.3 含有量試験

5.3.1 鉛およびカドミウムの測定

- (1) 電極 3 本（作用電極は銅電極を用いる）およびメモリーカードを、ボルタンメトリー計にセットする。1 日の測定開始時に作用電極（銅電極）を紙やすりで研磨しておく。
- (2) 4.2 で調整した検液を 25mL はかり取る。必要に応じて塩酸（HCl 1mol/L）で希釈を行う（測定時に希釈倍率を設定する）。
- (3) 検液をセルビーカー（50mL）に移し入れ、試薬液 25mL（鉛とカドミウム測定で試薬液が異なるので注意する）をセルビーカーに加え、スターラーで約 30 秒間攪拌を行う。
- (4) セルビーカーをボルタンメトリー計にセットし、測定プログラムを選択し、必要に応じて含水率及び希釈倍率を設定して測定を行う。
- (5) 測定時に 2 回の標準液添加（100 μ L）を行い、標準液添加濃度と電流のピーク面積の関係より、検液に含まれている対象物質の濃度を算出する。なお、測定値については、分析装置により、自動算出される。

ボルタンメトリー計とパソコンを接続している場合は、パソコン上で測定値および電流と電圧の関係（波形）を確認することができる。

5.3.2 水銀の測定

- (1) 電極 3 本（作用電極は金電極を用いる）およびメモリーカードを、ボルタンメトリー計にセットする。1 日の測定開始時に作用電極（金電極）を紙やすりで研磨しておく。
- (2) 測定に先立ち、作用電極の活性化処理を行う。塩酸（HCl 1mol/L）を約 50mL 入れたセルビーカーをボルタンメトリー計にセットし、活性化処理操作を行う。作用電極の活性化処理は、1 日に 1 回行う。
- (3) 活性化処理操作終了後、ブランクで電極チェックを行う。電極チェックが不良の場合には、作用電極の活性化処理操作を繰返し行う。ブランクは、溶出試験と同様に調整する。
- (4) 4.2 で調整した検液を 25mL はかり取る。必要に応じて塩酸（HCl 1mol/L）で希釈を行う（測定時に希釈倍率を設定する）。
- (5) 検液をセルビーカー（50mL）に移し入れ、試薬液 25mL をセルビーカーに加え、スターラーで約 30 秒間攪拌を行う。
- (6) セルビーカーをボルタンメトリー計にセットし、測定プログラムを選択し、必要に応じて含水率及び希釈倍率を設定して測定を行う。
- (7) 測定時に 2 回の標準液添加（100 μ L）を行い、標準液添加濃度と電流のピーク面積の関係より、検液に含まれている対象物質の濃度を算出する。なお、測定値については、分析装置により、自動算出される。

ボルタンメトリー計とパソコンを接続している場合は、パソコン上で測定値および電流と電圧の関係（波形）を確認することができる。

5.3.3 セレンの測定

- (1) 電極 3 本（作用電極は金電極を用いる）およびメモリーカードを、ボルタンメトリー計にセットする。1 日の測定開始時に作用電極（金電極）を紙やすりで研磨しておく。
- (2) 測定に先立ち、作用電極の活性化処理を行う。塩酸（HCl 1mol/L）を約 50mL 入れたセルビーカーをボルタンメトリー計にセットし、活性化処理操作を行う。作用電極の活性化処

理は、測定毎に行う。

- (3) 活性化処理操作終了後、ブランクで電極チェックを行う。電極チェックが不良の場合には、作用電極の活性化処理操作を繰り返し行う。ブランクは、溶出試験と同様に調整する。
- (4) 4.2 で調整した検液を、メスシリンダー(50mL)に 100 μ L はかり取り、純水またはイオン交換水を加えて 40mL とする。
- (5) 検液をセルビーカー(50mL)に移し入れ、酸薬液を 10mL 添加し、スターラーで約 30 秒間攪拌を行う。
- (6) セルビーカーをボルタンメトリー計にセットし、測定プログラムを選択し、必要に応じて含水率を設定して測定を行う。
- (7) 測定時に 2 回の標準液添加(100 μ L)を行い、標準液添加濃度と電流のピーク面積の関係より、検液に含まれている対象物質の濃度を算出する。なお、測定値については、分析装置により、自動算出される。

ボルタンメトリー計とパソコンを接続している場合は、パソコン上で測定値および電流と電圧の関係(波形)を確認することができる。

6．結果の報告

< 溶出量試験 >

各対象物質における土壌溶出量の濃度は、前処理方法に応じて下記に示す式により算出し、有効数字 2 けたに丸めて報告する。

$$\text{測定結果(mg/L)} = \text{測定指示値(mg/L)} \times \text{係数}$$

係数は測定項目ごとに下表のとおりとする。

測定項目	補正係数
鉛	0.192
カドミウム	1.53
水 銀	0.30
セ レ ン	3.47

但し、土の性状などにより補正係数が異なる場合も考えられるため、各サイトに応じて予め補正係数を算出することが好ましい。

< 含有量試験 >

各対象物質における土壌含有量の濃度は、有効数字 2 けたに丸めて報告する。

$$\text{測定結果(mg/kg)} = \text{測定指示値(mg/kg)}$$