

土壤中の重金属等の 簡易・迅速分析法

標準作業手順書*

技術名：蛍光X線分析装置による簡易溶液分析法
(超音波による前処理)

使用可能な分析項目：

溶出量：鉛・砒素・セレン

含有量：鉛・カドミウム・砒素・セレン・水銀

実証試験者：大成基礎設計株式会社

* 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。

1. 適用範囲

この標準作業手順書は、環告 18 号に対応する土壌溶出試験（簡易分析）及び環告 19 号に対応する土壌含有試験（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。

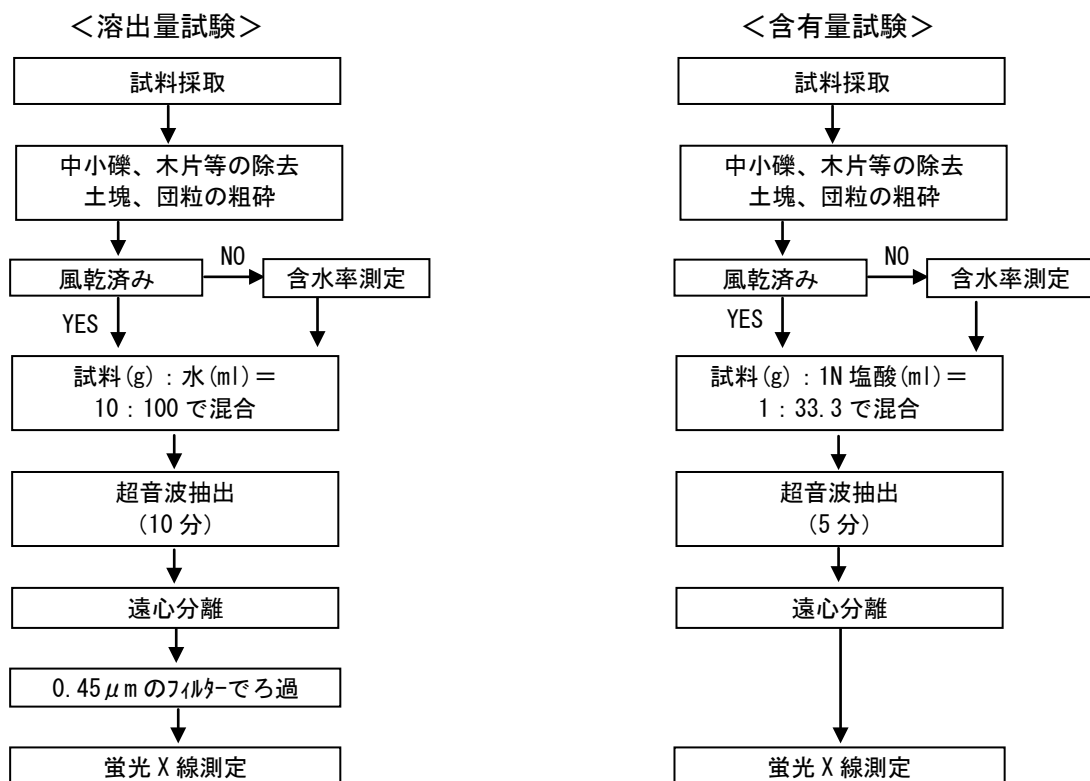
2. 試験対象項目および測定範囲

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	0.005～1mg/L	2～330mg/kg
カドミウム及びその化合物		3～330mg/kg
砒素及びその化合物	0.004～1mg/L	2～330mg/kg
セレン及びその化合物	0.003～2mg/L	1～660mg/kg
水銀及びその化合物		2～100mg/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 器具及び試薬

試料前処理で使用する器具及び試薬は、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 III) ・ 遠心分離機 ・ 遠沈管 ・ メンブレンフィルター (孔径=0.45 μm) ・ 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 III) ・ 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 μm)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 1mol 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

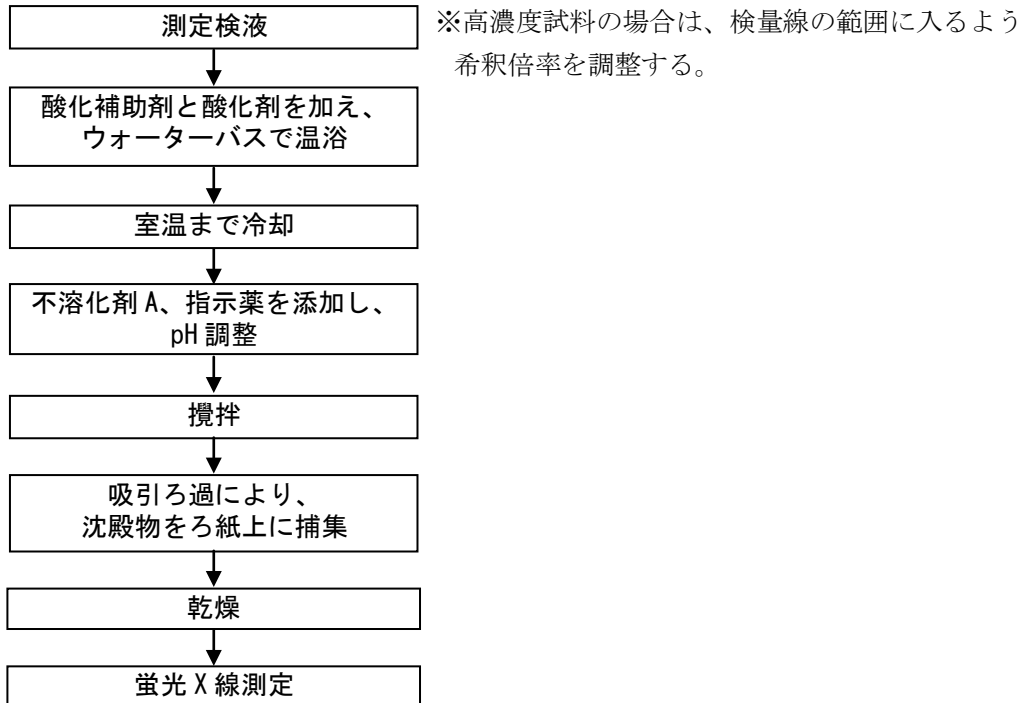
試料測定で使用する器具及び試薬は、以下に示すとおりである。

（溶出量試験・含有量試験共通）

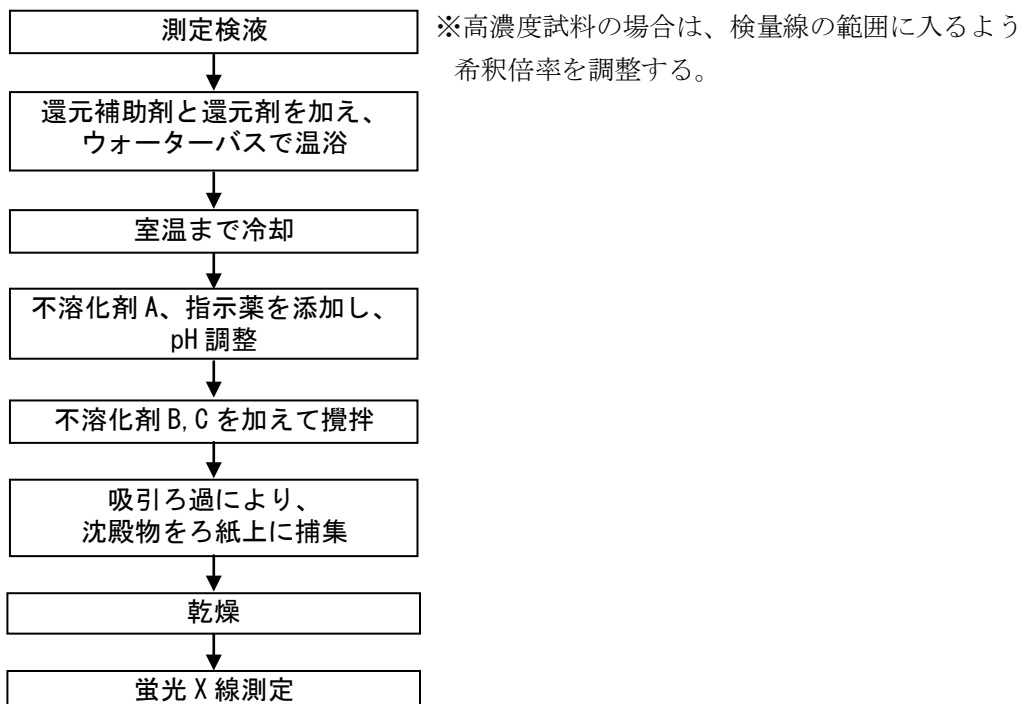
<鉛・カドミウム・砒素>	<セレン>	<水銀>
<ul style="list-style-type: none"> ・メスシリンダー（100mL） ・ポリ瓶（100mL） ・ビーカー（100ml） ・マイクロピペット、チップ（100μL～10mL用） ・攪拌子 ・スターラー ・ウォーターバス ・吸引ろ過ユニット ・ろ紙 ・乾燥器（またはホットプレート） ・蛍光X線分析装置（ED-05s） ・純水またはイオン交換水 ・標準液（測定対象物質毎） ・酸化補助剤 ・酸化剤 ・分解剤 ・不溶化剤A ・指示薬 ・pH調整液 	<ul style="list-style-type: none"> ・メスシリンダー（100mL） ・三角フラスコ（100mL） ・ビーカー（100ml） ・マイクロピペット、チップ（100μL～10mL用） ・攪拌子 ・スターラー ・ホットプレート ・ウォーターバス ・吸引ろ過ユニット ・ろ紙 ・乾燥器（またはホットプレート） ・蛍光X線分析装置（ED-05s） ・純水またはイオン交換水 ・セレン標準液 ・還元補助剤 ・還元剤 ・不溶化剤A ・不溶化剤B ・不溶化剤C ・指示薬 ・pH調整液 ・希釈用試薬（含有用） 	<ul style="list-style-type: none"> ・メスシリンダー（100mL） ・マイクロピペット、チップ（100μL～5mL用） ・吸引ろ過ユニット ・イオン交換膜フィルター ・乾燥器（またはホットプレート） ・蛍光X線分析装置（ED-05s） ・純水またはイオン交換水 ・水銀標準液 ・アセトン ・メタノール ・水酸化ナトリウム溶液

5.2 測定手順

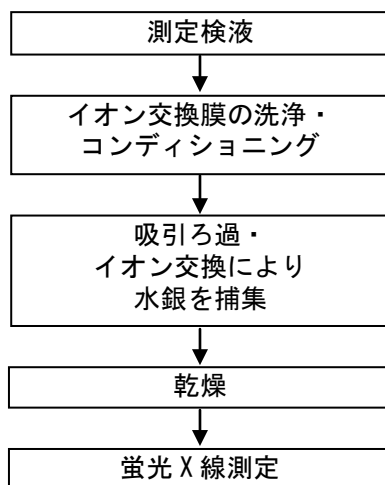
5.2.1 鉛、カドミウム、砒素の測定（溶出量・含有量共通）



5.2.2 セレンの測定（溶出量・含有量共通）



5.2.3 水銀含有量の測定



※高濃度試料の場合は、検量線の範囲に入るよう希釈倍率を調整する。

6. 検量線の作成

各対象物質の検量線は、標準液を段階希釈して目的の濃度とした溶液を用いる。これらを5.2の操作で測定し、蛍光X線分析装置の応答値から検量線を作成する。

7. 結果の報告

6. で作成した検量線に応答値を代入して濃度を算出し、以下の式により各対象物質の測定結果を求める。湿試料を用いた場合は水分補正を行う。数値は有効数字2けたに丸めて報告する。

<溶出量試験>

超音波抽出では、土の性状などにより、抽出濃度が公定法前処理（振とう抽出）と異なる場合があるため、予め公定法とのクロスチェックを行い、サイトに応じた補正係数を求める。公定法とのクロスチェックが困難な場合は、公定法に準じた前処理+蛍光X線測定の結果と比較して係数を求める。

$$\text{測定結果 (mg/L)} = \text{算出値 (mg/L)} \times (\text{希釈倍率}) \times (\text{水分補正}) \times (\text{補正係数})$$

<含有量試験>

超音波による前処理を用いた場合は、予めサイトにおける公定法との相関を確認することが望ましい。

$$\text{測定結果 (mg/kg)} = \text{算出値 (mg/L)} \times 100/3 \times (\text{希釈倍率}) \times (\text{水分補正}) \times (\text{補正係数})$$