

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：吸光光度法による重金属等のオンサイト
簡易分析法（超音波による前処理）

使用可能な分析項目：

溶出量：六価クロム・ふっ素・ほう素

含有量：六価クロム・ふっ素・ほう素

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 号に対応する土壤溶出試験（簡易分析）及び環告 19 号に対応する土壤含有試験（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。

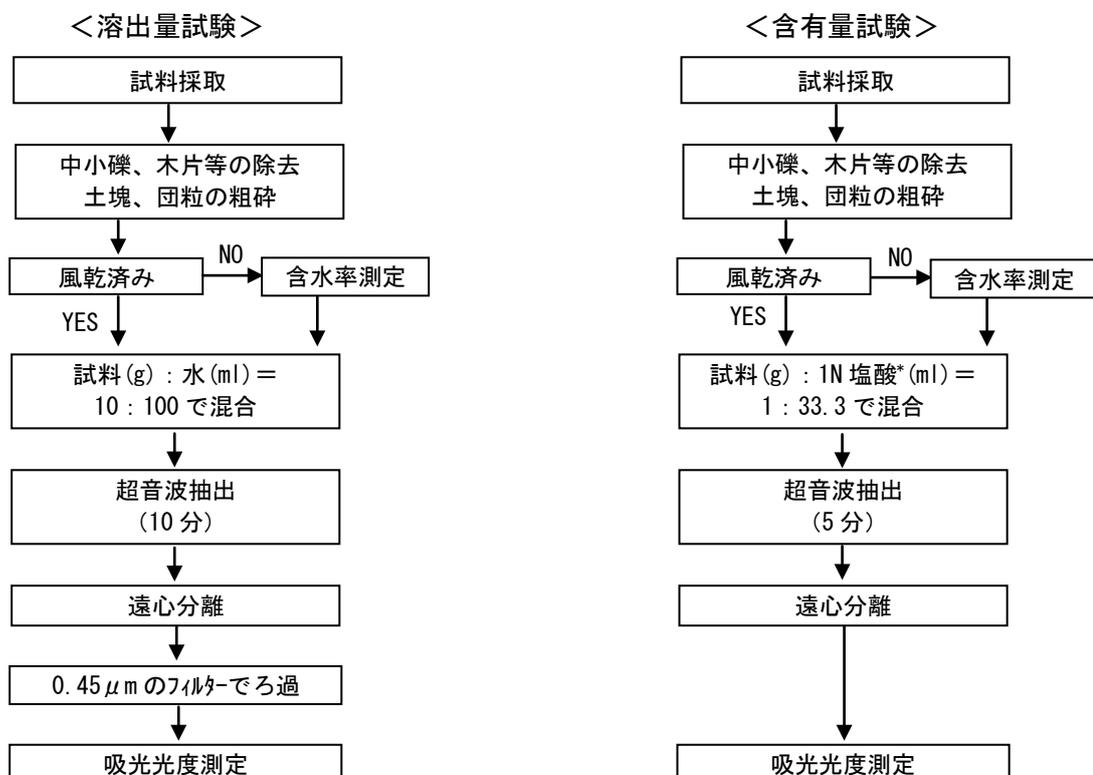
2. 試験対象項目および測定範囲

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
六価クロム及びその化合物	0.020~0.50mg/L	10~400mg/kg
ふっ素及びその化合物	0.30~3.0mg/L	800~10000mg/kg
ほう素及びその化合物	0.30~3.0mg/L	800~10000mg/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。



*六価クロムは、炭酸ナトリウム (0.005M)
+炭酸水素ナトリウム (0.01M) 溶液を用いる。

土壤簡易分析（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) (ふっ素・ほう素用) ・ 炭酸ナトリウム (六価クロム用) ・ 炭酸水素ナトリウム (六価クロム用) ・ 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。

※六価クロムは、炭酸ナトリウム (0.005M) +炭酸水素ナトリウム (0.01M) 溶液を用いる

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

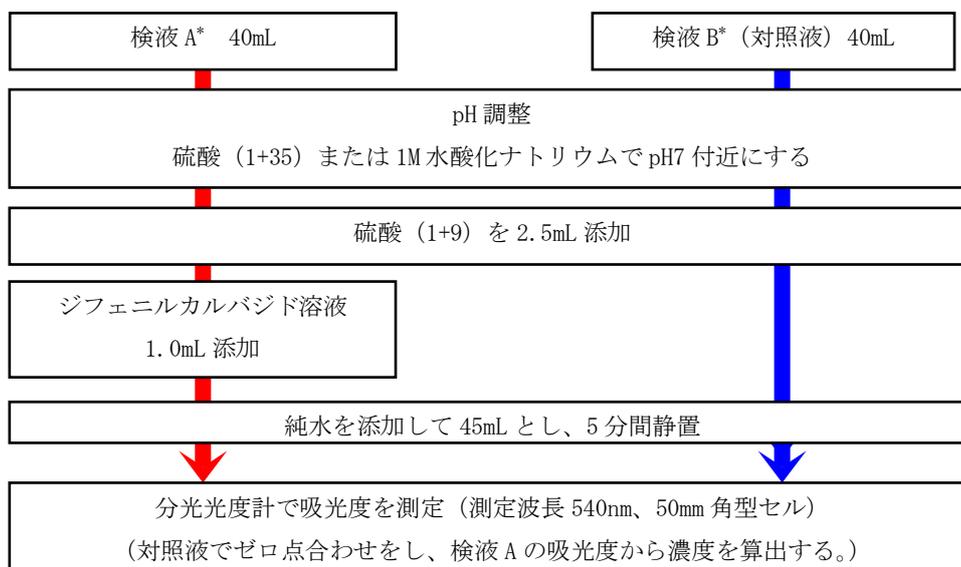
5.1 器具及び試薬

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）

＜六価クロム＞	＜ふっ素＞	＜ほう素＞
<ul style="list-style-type: none"> ・メスシリンダー（50mL） ・直立式遠沈管（50mL） ・マイクロピペット、チップ（100μL～10mL用） ・pH試験紙 ・ピンセット ・分光光度計（UVmini-1240） ・角型セル（50mm） ・純水またはイオン交換水 ・六価クロム標準液 ・硫酸（1+35）溶液 ・水酸化ナトリウム溶液（1M） ・硫酸（1+9）溶液 ・ジフェニルカルバジド溶液 	<ul style="list-style-type: none"> ・メスシリンダー（50mL） ・直立式遠沈管（50mL） ・マイクロピペット、チップ（100μL～10mL用） ・pH試験紙 ・ピンセット ・分光光度計（UVmini-1240） ・角型セル（10mm） ・純水またはイオン交換水 ・フッ化物イオン標準液 ・硫酸（1+35）溶液 ・水酸化ナトリウム溶液（1M） ・酢酸緩衝液（pH5.0） ・アセチルアセトン ・5%アルフツソン溶液 ・アセトン 	<ul style="list-style-type: none"> ・メスシリンダー（50mL） ・直立式遠沈管（50mL） ・マイクロピペット、チップ（100μL～10mL用） ・pH試験紙 ・ピンセット ・分光光度計（UVmini-1240） ・角型セル（10mm） ・純水またはイオン交換水 ・ほう素標準液 ・硫酸（1+35）溶液 ・水酸化ナトリウム溶液（1M） ・酢酸緩衝液（pH5.9） ・アゾメチンH溶液

5.2 六価クロムの測定

4. で作成した検液を用いて以下の発色操作を行って吸光度を測定し、標準液から作成した検量線を用いて濃度を算出する。



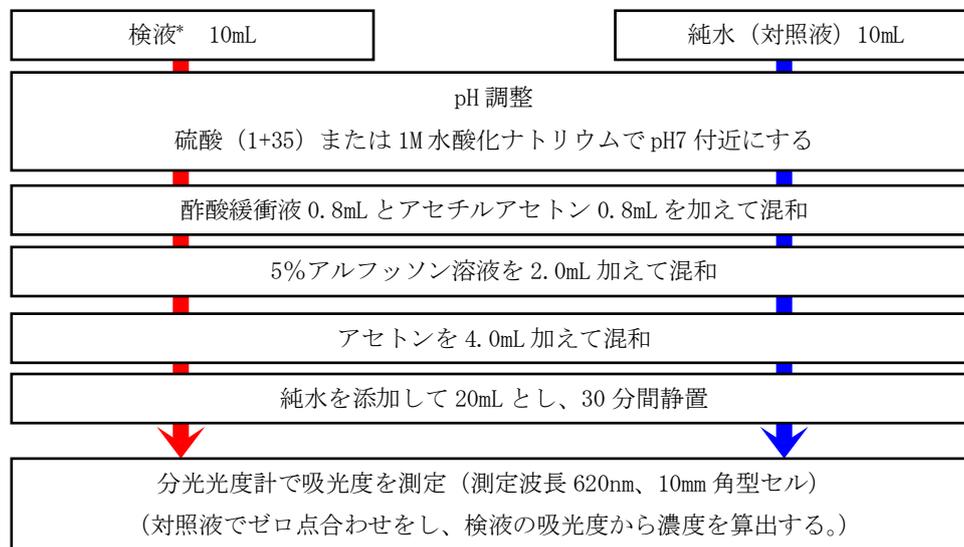
*含有量の場合は、基本的に、前処理で得られた抽出液を 25 倍に希釈して検液とする。

*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。

※検量線を作成する時は、標準液を任意の濃度に調整した水溶液を検液 A、純水を検液 B として吸光度を測定する。

5.3 ふっ素の測定

4. で作成した検液を用いて以下の発色操作を行って吸光度を測定し、標準液から作成した検量線を用いて濃度を算出する。

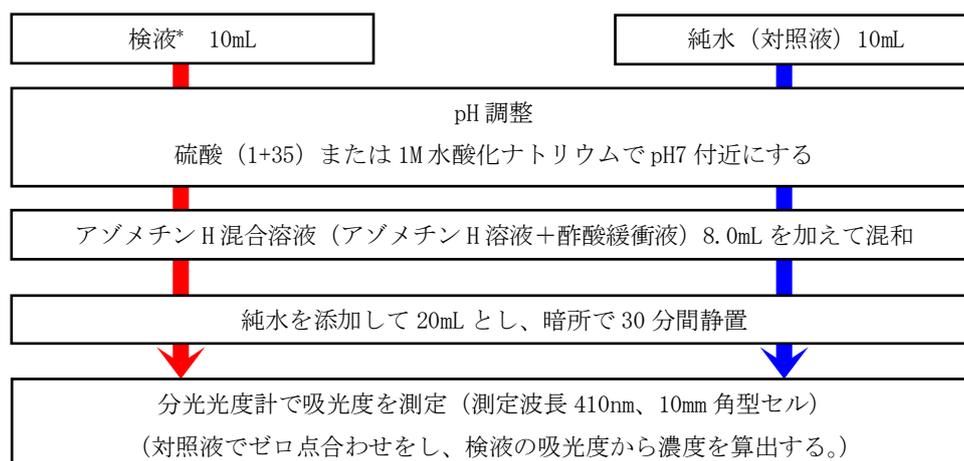


*含有量の測定の場合は、基本的に、前処理で得られた抽出液を100倍に希釈して検液とする。

*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。

5.4 ほう素の測定

4. で作成した検液を用いて以下の発色操作を行って吸光度を測定し、標準液から作成した検量線を用いて濃度を算出する。



*含有量の測定の場合は、基本的に、前処理で得られた抽出液を100倍に希釈して検液とする。

*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、5.3 または 5.4 の操作で測定し、吸光度から検量線を作成する。検量線は 5 点以上とするのが望ましい。

7. 結果の報告

6. で作成した検量線に吸光度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＋吸光光度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。

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

8. 静置時間に関する注意事項

本分析法はふっ素およびほう素の測定において、静置時間を公定法よりも短縮している。そのため、検体が多くなると吸光度測定までに検体間のタイムラグが発生し、吸光度に影響する可能性がある。したがって、現場における複数試料の同時分析は、全ての検体の吸光度測定が最大 10 分程度で終わることが望ましい。目安は両項目とも 10 検体である。