

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：ストリッピング・ボルタンメトリー法

使用可能な分析項目：カドミウム、鉛、水銀含有量

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。

| | | | |
|------------|------------------------|------|-----------|
| 大成基礎設計株式会社 | 土壌含有量試験（簡易分析） 標準手順書 | 文書番号 | **-***-** |
| | | 発行日 | 2005.10.1 |
| | | 改訂番号 | — |
| | | ページ | 3 |

1. 適用範囲

この標準手順書は、土壌含有量試験（簡易分析）の試験方法について規定したものである。

土壌含有量試験（簡易分析）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。

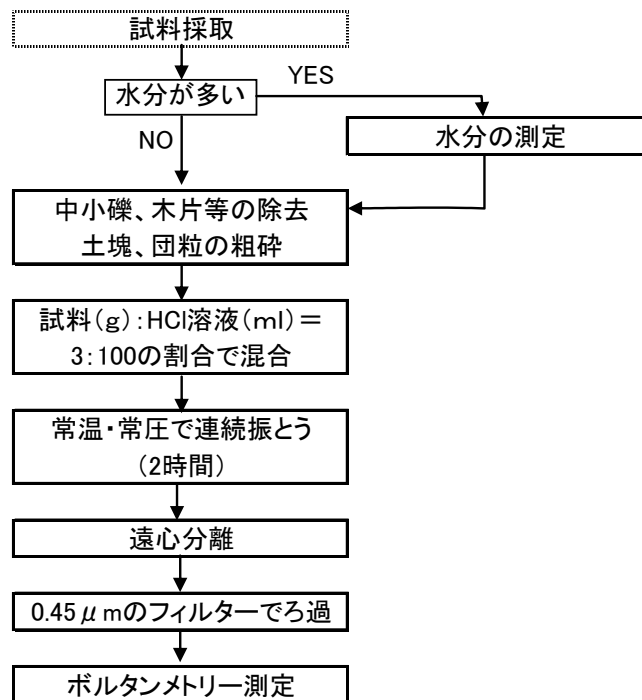
2. 試験対象項目および測定範囲

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。

- ・鉛及びその化合物（測定範囲＝1～150mg/kg）
- ・カドミウム及びその化合物（測定範囲＝2～150mg/kg）
- ・水銀及びその化合物（測定範囲＝0.3～40mg/L）

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。



土壌含有量試験（簡易分析）の操作フロー

| | | | |
|------------|------------------------|------|-----------|
| 大成基礎設計株式会社 | 土壌含有量試験（簡易分析） 標準手順書 | 文書番号 | **-***-** |
| | | 発行日 | 2005.10.1 |
| | | 改訂番号 | — |
| | | ページ | 4 |

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。

- ・ 赤外線水分計
- ・ 電子天秤
- ・ メスシリンダー
- ・ 抽出容器（ポリ瓶）
- ・ HCl 溶液（HCl1mol/L）
- ・ 振とう機
- ・ 遠心分離機
- ・ 遠心管
- ・ メンブレンフィルター（孔径=0.45 μ m、チップタイプ）
- ・ シリンジ（容量 50mL）
- ・ ろ液保管容器（ポリ瓶）

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。土壌試料の水分量が多い場合には、赤外線水分計にて水分量を計測し、土壌含有量算出の際、水分量の補正を行う。

土壌試料(g)と HCl 溶液(mL)を 3:100 の割合で、抽出容器(ポリ瓶)に入れて混合する。この際、土壌試料は、電子天秤を用いてはかり取る。また、HCl 溶液はメスシリンダーを用いてはかり取る。

土壌試料と HCl 溶液を入れた抽出容器(ポリ瓶)を振とう機にセットし、振とう回数毎分 200 回・振とう幅 4~5cm の条件で 2 時間振とうする。

振とう後、含有液上澄みを遠心管に分取する。

含有液上澄みを入れた遠心管を遠心分離機にセットし、3000rpm/min・3 分の条件で遠心分離を行う。

| | | | |
|------------|------------------------|------|-----------|
| 大成基礎設計株式会社 | 土壌含有量試験（簡易分析） 標準手順書 | 文書番号 | **-***-** |
| | | 発行日 | 2005.10.1 |
| | | 改訂番号 | — |
| | | ページ | 5 |

メンブレンフィルター(孔径=0.45 μ m)およびシリンジ(容量 50mL)を用いて、遠心分離で得られた含有液上澄みをろ過する。ろ液は、ろ液保管容器(ポリ瓶)に入れ、ボルタンメトリー測定用試料とする。

5. 試料測定

5.1 器具

試料測定で使用する器具は、以下に示すとおりである。

- ・ ガラスビーカー (50mL)
- ・ マイクロピペット
- ・ メスシリンダー
- ・ 希釈液 (HCl1mol/L)
- ・ 試薬液 (鉛・水銀測定用)
- ・ 試薬液 (カドミウム測定用)
- ・ 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
- ・ 電極前処理用試薬液 (水銀測定用)
- ・ 標準液 (測定対象物質毎)
- ・ メモリーカード
- ・ パソコン

5.2 鉛およびカドミウムの測定

4.2 で調整したボルタンメトリー測定用試料(ろ液試料)を、マイクロピペットを用いてメスシリンダー(50mL)に 2.5mL はかり取り、希釈液を加えて 25mL とすることにより、10 倍希釈を行う。

希釈試料をガラスビーカー(50mL)に移し入れ、メスシリンダーを用いて試薬液 25mL をガラスビーカーに加える。この際、鉛とカドミウム測定で試薬液が異なるので、注意を要する。

電極 3 本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 (鉛・カドミウム測定用電極) を紙やすりで研磨しておく。

| | | | |
|------------|------------------------|------|-------------|
| 大成基礎設計株式会社 | 土壌含有量試験（簡易分析） 標準手順書 | 文書番号 | ***-***-*** |
| | | 発行日 | 2005.10.1 |
| | | 改訂番号 | — |
| | | ページ | 6 |

測定用試料、希釈液および試薬液を入れたガラスビーカーをボルタンメトリー計にセットし、測定を行う。

測定時に2回の標準液添加を行い、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。この際、添加操作にはマイクロピペットを用い、標準液を0.1mL添加する。なお、測定値については、分析装置により、自動算出される。

測定終了後、メモリーカードをボルタンメトリー計より抜き取り、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。

測定値が2. に示す測定範囲から外れている場合には、状況に応じて、試料希釈倍率を変更した上での再測定を行う。

電流と電圧の関係(波形)もしくは相関係数が良好でない場合には、再測定を行う。

5.3 水銀の測定

4.2 で調整したボルタンメトリー測定用試料(ろ液試料)を、マイクロピペットを用いてメスシリンダー(50mL)に2.5mLはかり取り、希釈液を加えて25mLとすることにより、10倍希釈を行う。

希釈試料をガラスビーカー(50mL)に移し入れ、メスシリンダーを用いて試薬液25mLをガラスビーカーに加える。

電極3本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。この際、作用電極は鉛・カドミウムで使用するものとは種類が異なるので、注意を要する。また、作用電極は紙やすりを用いて研磨しておく。

測定に先立ち、作用電極の表面処理を行う。電極前処理用試薬液を約50mL入れたガラスビーカーをボルタンメトリー計にセットし、表面処理操作を3分間行う。作用電極の表面処理は、1日に1回行う。

表面処理操作終了後、ブランク測定を行う。ブランク測定終了後、メモリーカードをボルタンメトリー計より抜き取り、パソコン上で電流(波形)のバックグラウンド値が低下していることを確

| | | | |
|------------|------------------------|------|-----------|
| 大成基礎設計株式会社 | 土壌含有量試験（簡易分析） 標準手順書 | 文書番号 | **-***-** |
| | | 発行日 | 2005.10.1 |
| | | 改訂番号 | — |
| | | ページ | 7 |

認する。バックグラウンド値が低下していない場合には、作用電極の表面処理操作を繰り返し行う。

ブランク測定終了後、測定用試料、希釈液および試薬液を入れたガラスビーカーをボルタンメトリー計にセットし、測定を行う。

測定時に2回の標準液添加を行い、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。この際、添加操作にはマイクロピペットを用い、標準液を0.1mL添加する。なお、測定値については、分析装置により、自動算出される。

測定終了後、メモリーカードをボルタンメトリー計より抜き取り、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。

測定値が2. に示す測定範囲上限から外れている場合には、状況に応じて、試料希釈倍率を変更した上での再測定を行う。

電流と電圧の関係(波形)もしくは相関係数が良好でない場合には、再測定を行う。

6. 結果の報告

各対象物質における土壌含有量の濃度は、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。

(水分補正を実施しない場合)

$$\text{測定結果 (mg/kg)} = \text{測定指示値 (mg/L)} \times \text{希釈倍率} \times (100\text{mL}/3\text{g})$$

(水分補正を実施する場合)

$$\text{測定結果 (mg/kg)} = \text{測定指示値 (mg/L)} \times \text{希釈倍率} \times (100\text{mL}/3\text{g}) \times (100\% / (100\% - \text{水分}\%))$$

7. 廃液の処理

本測定方法は、標準添加法を採用しているため、測定終了後の溶液は全て有害物質を含む廃液となる。したがって、測定終了後の試料は容器に溜めて産業廃棄物処理業者に処理を委託するなど、適正に処分する。