

重金属等簡易分析法

標準作業手順書集

平成 18 年 7 月

標準作業手順書集の構成

分類	技術番号	技術名	使用可能な分析項目	選定技術保有者*	頁 (全 88 頁)
蛍光 X 線法	1	卓上型蛍光 X 線法	カドミウム含有量	日本電子 (株)	1
	2	卓上型蛍光 X 線法	鉛含有量	西松建設 (株)	9
	3	卓上型蛍光 X 線法	カドミウム含有量、鉛含有量	アワーズテック (株)	19
				応用地質 (株)	
JFE テクノリサーチ (株)					
(株) ガステック					
4	卓上型蛍光 X 線法	カドミウム含有量	戸田建設 (株)	29	
ボルタンメトリー法	5	ボルタンメトリー法	カドミウム溶出量、カドミウム含有量、鉛含有量、水銀含有量	エスアイアイ・ナノテクノロジー (株)	32 含有量 38 溶出量
				大成基礎設計 (株)	
				北斗電工 (株)	
6	カートリッジ型電気化学分析システム	カドミウム含有量	フィールドテック (株)	43	
			積水化学工業 (株)		
7	ボルタンメトリー法	カドミウム溶出量、セレン溶出量、カドミウム含有量、鉛含有量、セレン含有量、砒素含有量	(株) 環境管理センター	52	
			東電設計 (株)		
吸光度法等	8	ふっ素オンサイト溶出分析法	ふっ素溶出量	日立協和エンジニアリング (株)	56
	9	吸光度法等に基づく簡易迅速測定法	六価クロム溶出量、シアン溶出量、ほう素含有量、ふっ素含有量	セントラル科学 (株)	58
				JFE テクノリサーチ (株)	
	10	フローインジェクション分析法	ほう素溶出量、ふっ素溶出量、鉛含有量	(株) ガステック	68
	11	簡易比色法	六価クロム溶出量、ほう素溶出量、ふっ素溶出量	戸田建設 (株)	76
				(株) ガステック	
12	黒鉛炉原子吸光法	カドミウム含有量、セレン含有量	戸田建設 (株)	82	
13	ジフェニルカルバジド比色法	六価クロム溶出量	(株) 太平洋コンサルタント	85	

※ 本手順書集は選定技術保有者が作成したものを東京都環境局がとりまとめたものである。

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。

※ 選定技術保有者は本手順書中では実証試験者と称される。

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：卓上型エネルギー分散型蛍光X線分析装置

使用可能な分析項目：カドミウム含有量

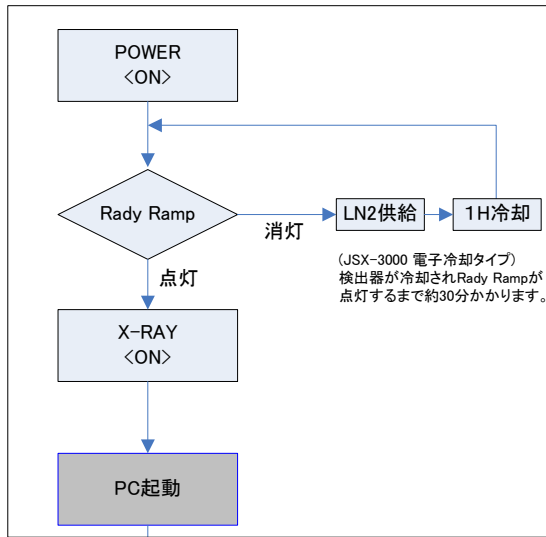
実証試験者：日本電子株式会社

*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。

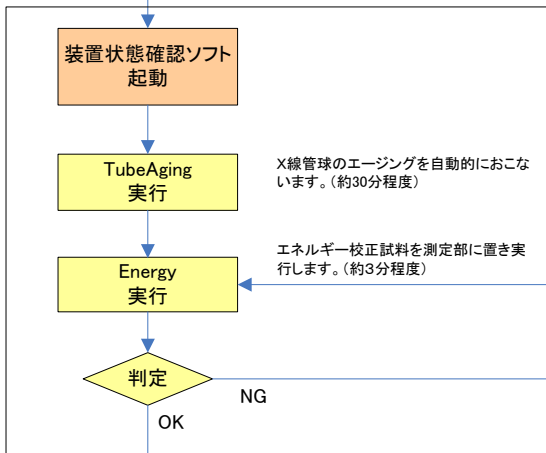
装置操作手順

■ 装置本体の立上げ JSX-3202EV

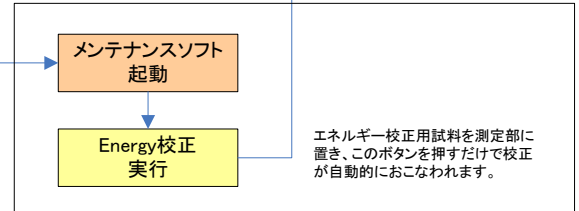


■ 装置状態の確認

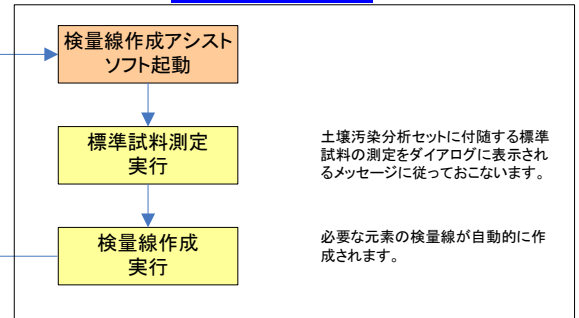
別紙6-6、6-7 参照



■ 装置校正

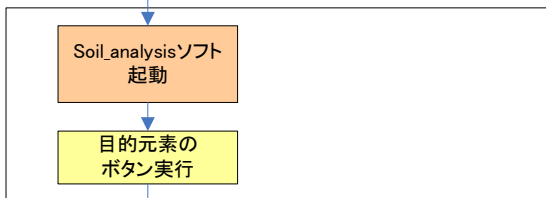


■ 検量線作成 別紙6-8~6-11 参照

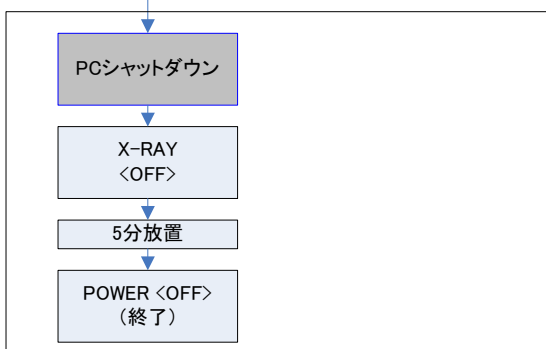


■ 土壌重金属分析

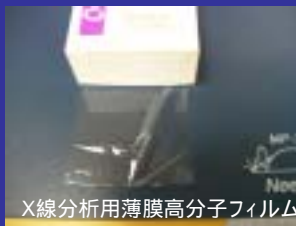
別紙6-1~6-5 参照



■ 装置のシャットダウン



試料調整方法 粉末編



フィルムを張る
(30秒)



サンプルを入れる
(30秒)



押し固める
(30秒)



多孔質フィルムで閉じる
(30秒)

Element Analyzer JSX-3200 Series

測定部に試料を設置する



測定部



試料を置く

Element Analyzer JSX-3200 Series

試料室ふたを閉める



Open/Closeボタンを押す

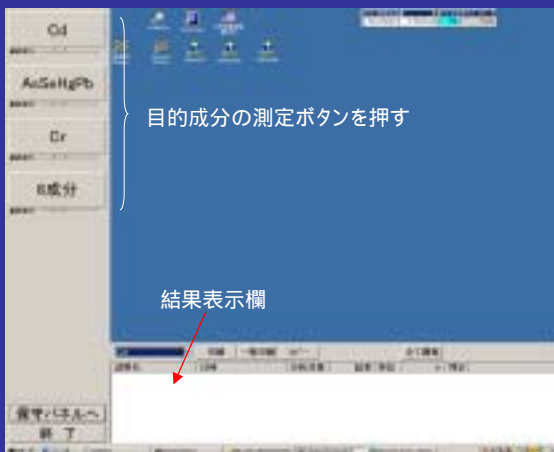


Element Analyzer JSX-3200 Series

分析ソフト

土壤重金属成分分析ソフトの概観

このアイコンで起動します

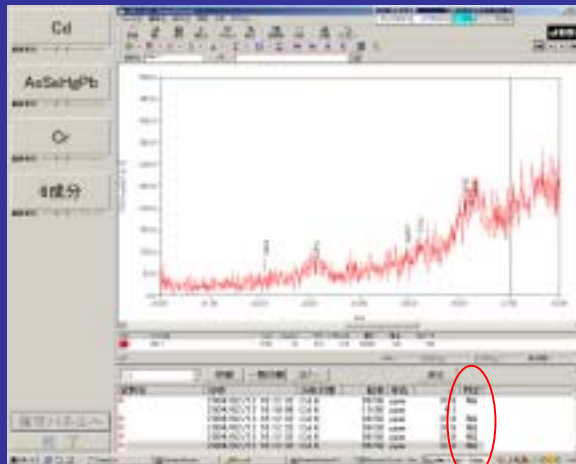


目的成分の測定ボタンを押す

結果表示欄

Element Analyzer JSX-3200 Series

結果の入手 (Cdボタン実行時例)



スペクトル

分析結果

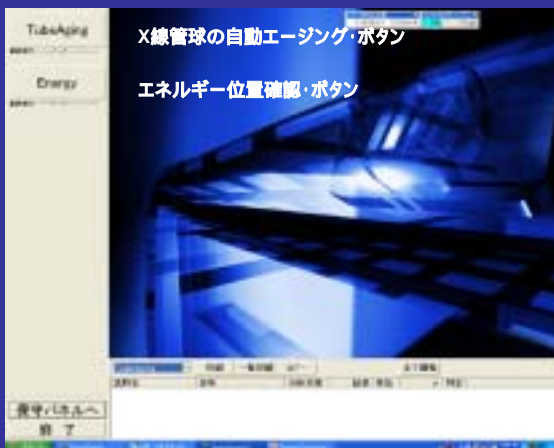
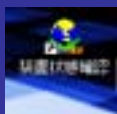
任意に閾値を設定できジャッジ判定がおこなえます

Element Analyzer JSX-3200 Series

装置状態確認ソフト

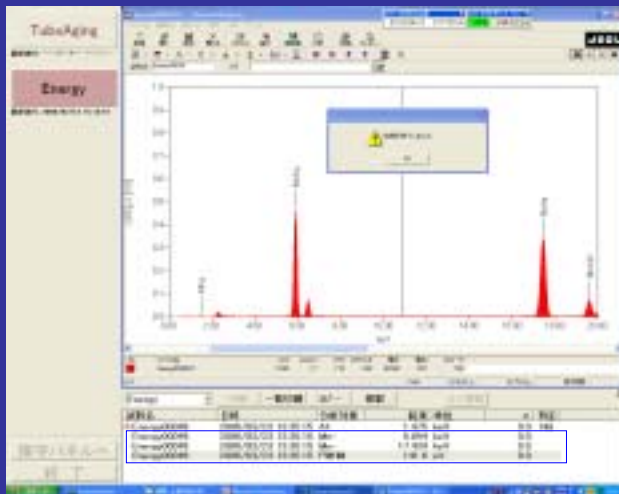
装置状態確認ソフトの概観

このアイコンで起動します



Element Analyzer JSX-3200 Series

Energyボタン実行例



Mn-Ka、Mo-Kaでエネルギー位置確認をおこないます。
 検出器の分解能 (Mn-Ka)も確認できます。
 NGが出た場合にはエネルギー校正を実施します。

Element Analyzer JSX-3200 Series

検量線作成アシストソフト

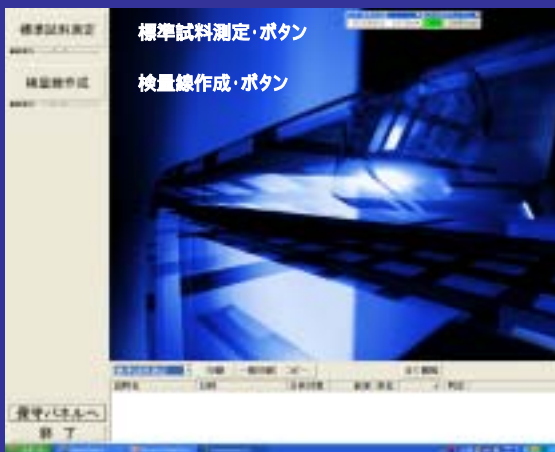
土壌汚染分析(重金属)セットを購入されると
 ・検量線作成用の標準試料
 ・検量線アシストソフト
 が付きます。

検量線アシストソフト
 各成分に対して最適な測定条件が設定されています。
 検量線作成時に面倒な設定なしにワンボタン操作で作成できます。

このアイコンで起動します

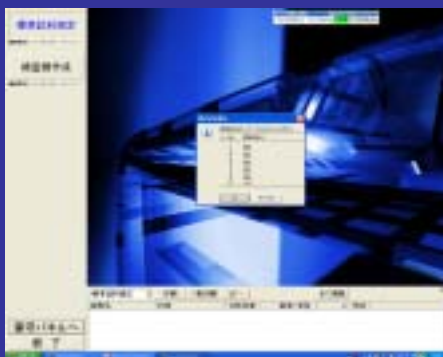


検量線アシストソフトの概観

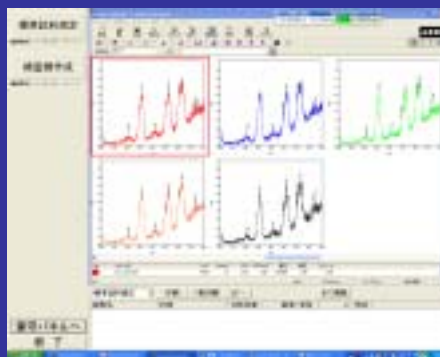


Element Analyzer JSX-3200 Series

標準試料測定ボタン実行例



ボタンを押すとターンテーブル(多試料交換機)への試料の設置メッセージが表示されます。

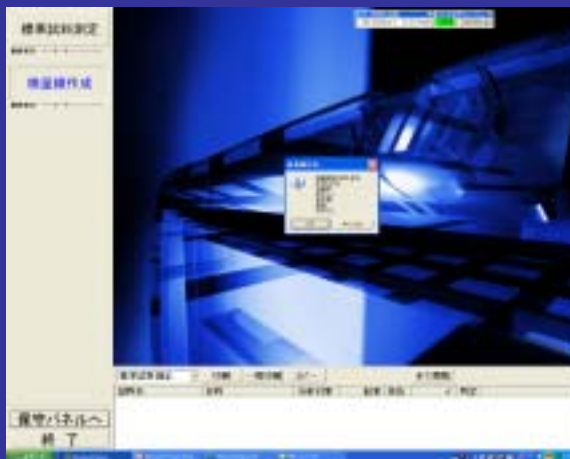


標準試料の測定がおこなわれます(自動)。

Element Analyzer JSX-3200 Series

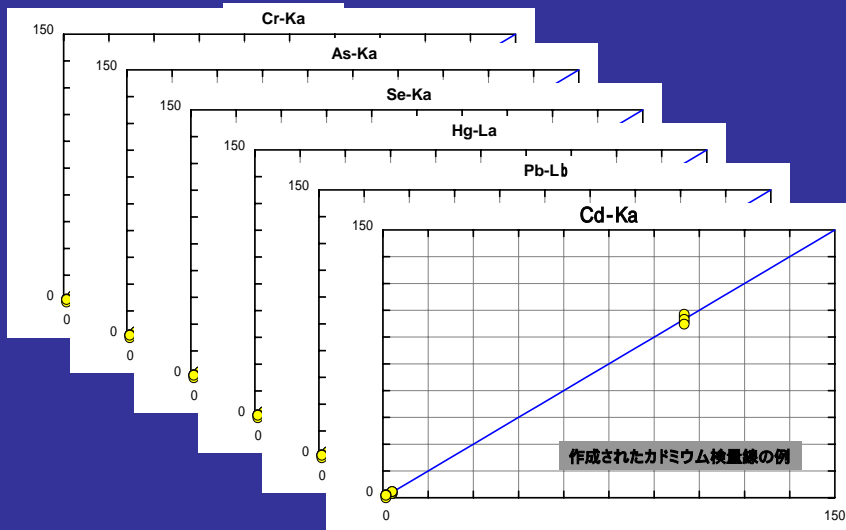
検量線作成ボタン実行例

ボタンを押すと各成分の検量線が自動的に作成されます。



Element Analyzer JSX-3200 Series

自動作成された検量線



Element Analyzer JSX-3200 Series

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：蛍光X線分析装置を用いた鉛含有量

簡易迅速分析技術

使用可能な分析項目：鉛含有量

実証試験者：西松建設株式会社

*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。

— 目次 —

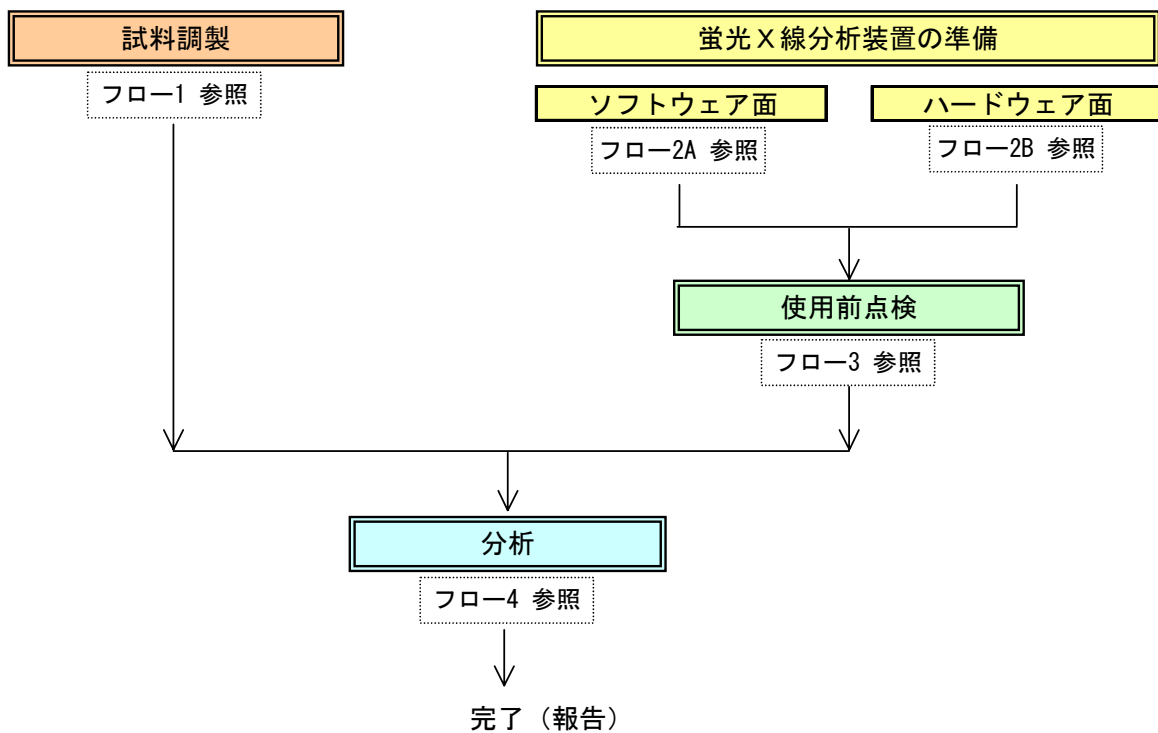
1	標準作業手順フロー	
1.1	全体フロー	… 3
1.2	試料調製（フロー1）	… 4
1.3	蛍光X線分析装置の準備（フロー2）	… 5
1.4	使用前点検（フロー3）	… 7
1.5	分析（フロー4）	… 8
2	注意事項	
2.1	安全保護具の着用	… 9
2.2	品質管理	… 9
2.3	精度管理上の注意事項	… 9
3	蛍光X線分析装置設置届の提出	…10

1. 標準作業手順フロー

1.1 全体フロー

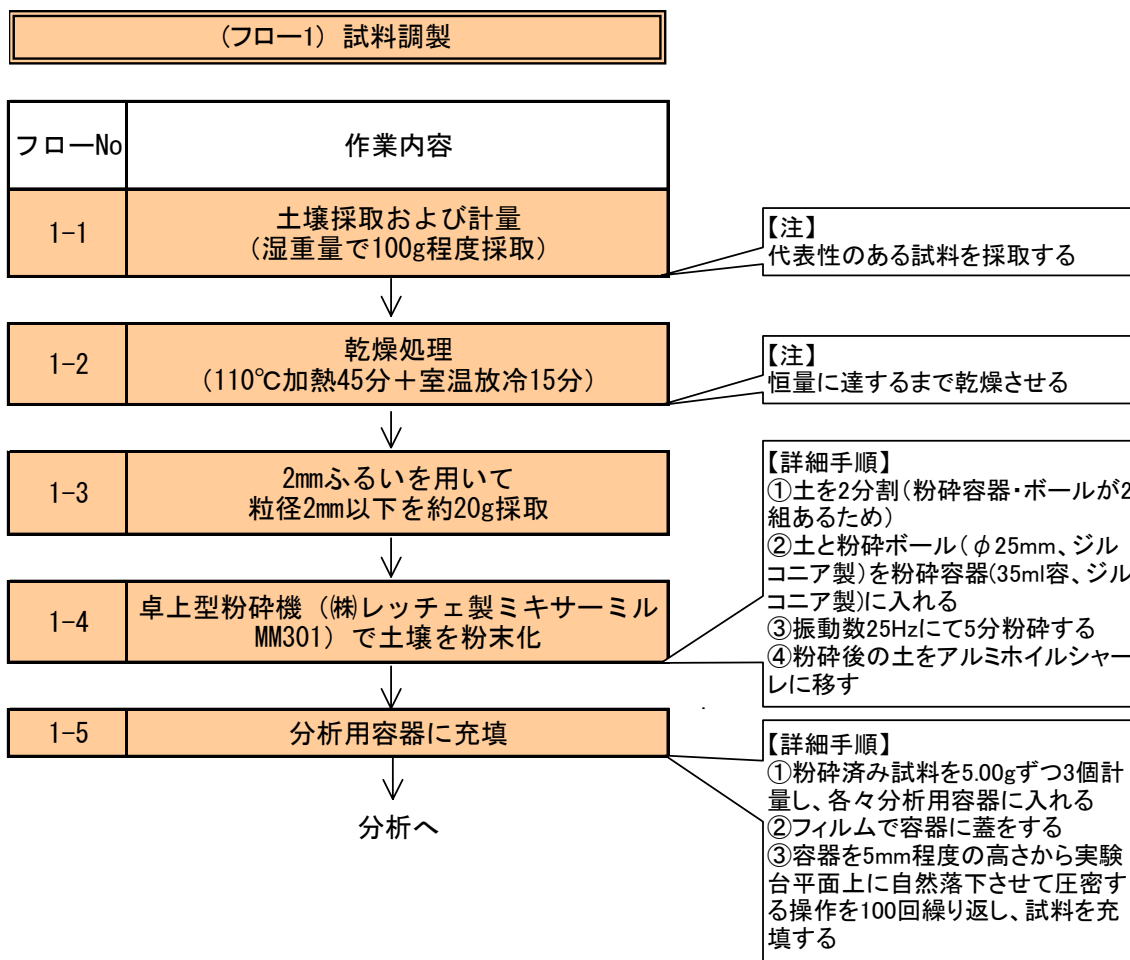
簡易・迅速分析法の標準作業手順の全体フローを以下に示す。

作業内容は、①試料調製、②蛍光X線分析装置の準備、③使用前点検、④分析の4つからなる。各作業のフローを1.2~1.5に示す。



簡易・迅速分析法 標準作業手順の全体フロー

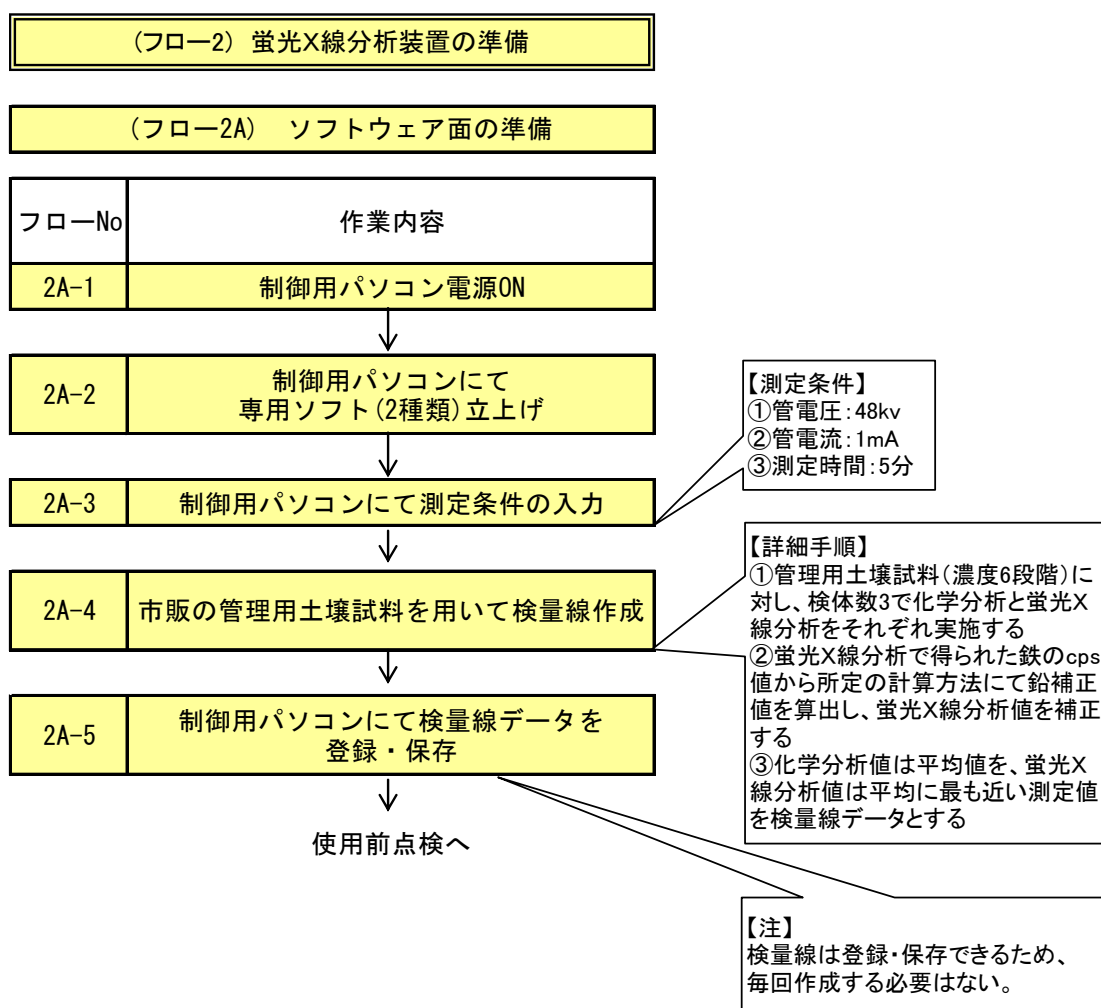
1.2 試料調製



1.3 蛍光X線分析装置の準備

蛍光X線分析装置（アワーズテック株式会社製 OURSTEX150）の準備にあたっては、①制御用パソコン（ソフトウェア面）と②分析装置本体（ハードウェア面）について準備が必要である。各作業フローを1.3.1および1.3.2に示す。

1.3.1 ソフトウェア面の準備



1.3.2 ハードウェア面の準備

(フロー2) 蛍光X線分析装置の準備

(フロー2B) ハードウェア面の準備

フローNo	作業内容
2B-1	分析装置設置場所の温度(室温)を18~25°C以内に維持



2B-2	制御用パソコン電源ON
------	-------------



2B-3	分析装置電源ON、30分間暖気運転
------	-------------------



2B-4	制御用パソコンにて専用ソフト(2種類)立上げ
------	------------------------



2B-5	制御用パソコンにて分析装置のエネルギー校正実施
------	-------------------------



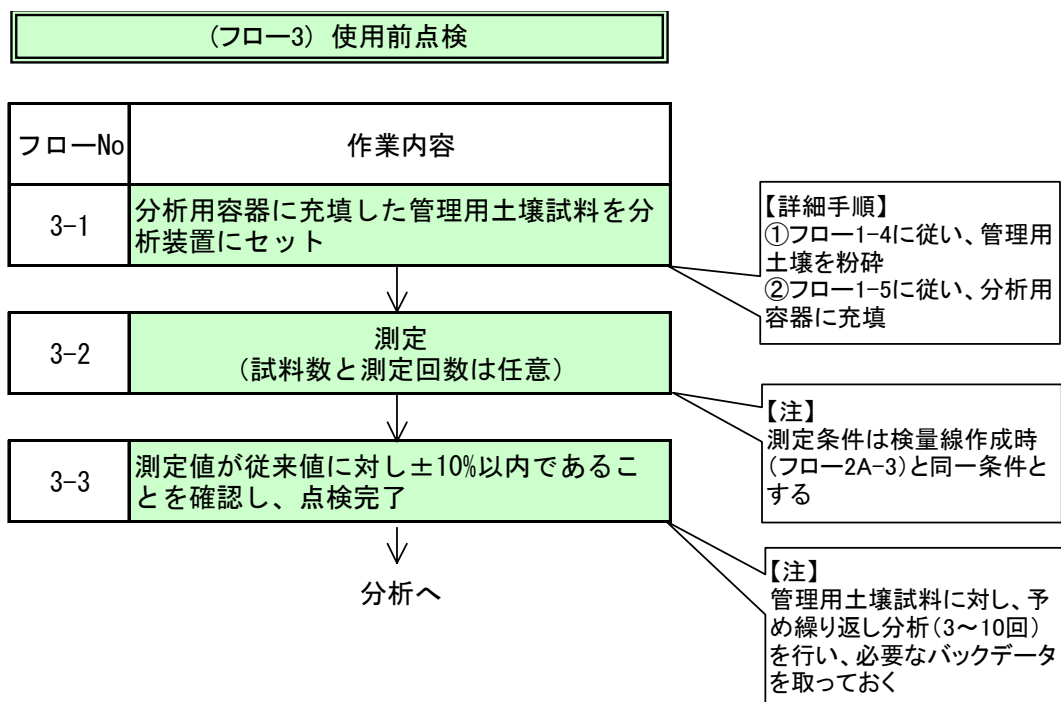
2B-6	制御用パソコンにてデータ保存用ファイルの作成
------	------------------------



使用前点検へ

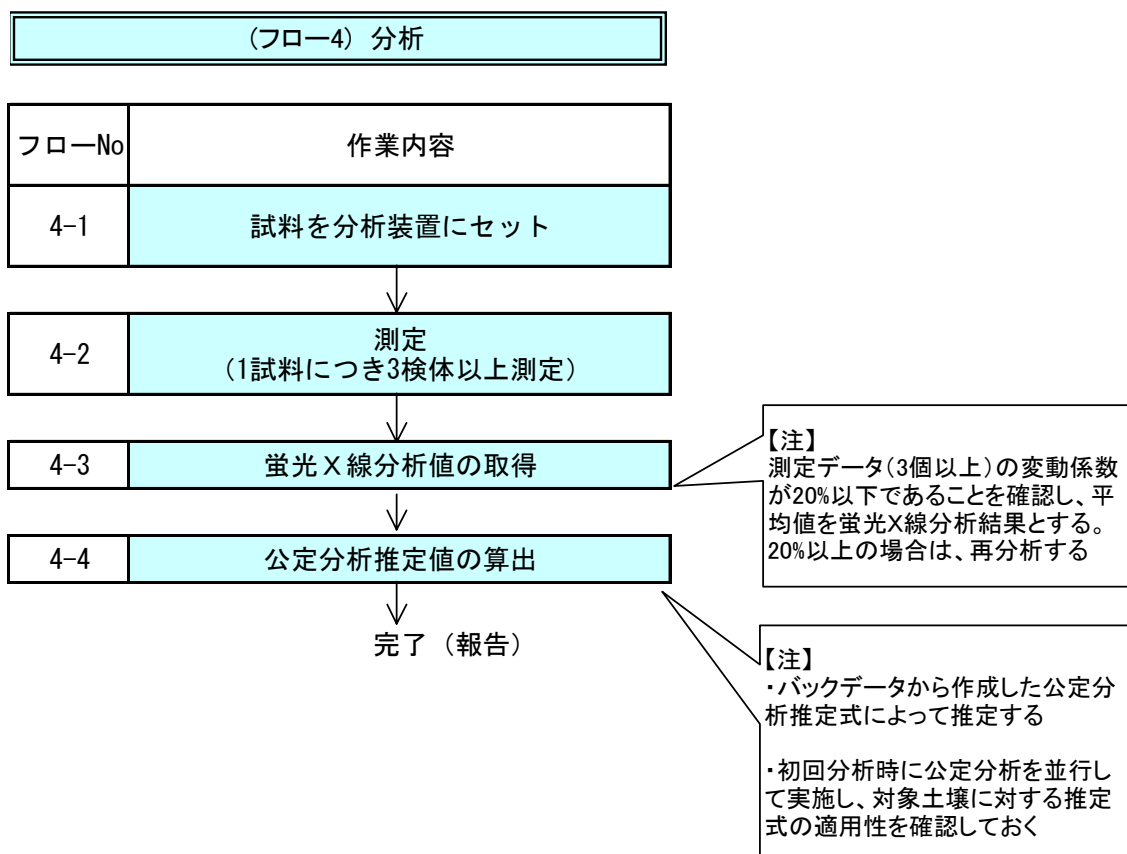
1.4 使用前点検

蛍光X線分析装置の準備が完了した段階で、装置に異常が無いことを確認するため、濃度既知の管理用土壌試料を測定し、データを検証する。



1.5 分析

試料調製と蛍光X線分析装置の使用前点検が完了した後に実際の分析を実施する。



2. 注意事項

当社の簡易・迅速分析を実施するのにあたり、必要な注意事項を以下に記す。

2.1 安全保護具の着用

重金属汚染土壌を取扱う際には次の保護具を着用する。

- (1)耐薬品性プラスチック手袋（例えば、ニトリル手袋）
- (2)粉塵用マスク
- (3)保護メガネ

2.2 品質管理

(1) 公定分析値推定式の検証

汚染の種類や濃度が未知の土壌を蛍光X線分析に供試し公定分析推定式を適用する場合には、初回分析時に公定分析を並行して実施し、推定式の適用性を確認する。

(2) 簡易分析値ならびに公定分析推定値の取扱い

公定分析推定値はあくまでも参考値であり、土壌の品質を保証するのは計量証明のある公定分析値のみである。したがって、簡易分析値ならびに公定分析推定値を顧客に報告する際には、分析方法と推定値の算出方法について十分な説明を行い、誤解のないようにする。

2.3 精度管理上の注意事項

- ・適正な分析値を得るためには、対象土壌を採取する際に代表性のある試料を採取することが重要である。したがって、濃度にばらつきのある土壌に対しては多点（5点以上）から試料を採取し等量混合するなど、細心の注意を払うこととする。
- ・試料調製に用いる粉碎機に関して、粉碎容器および粉碎用ボールの材質は分析対象の重金属をその成分として含まないものとする。アルミナやジルコニアなど硬度が高く、かつ高純度品でも比較的安価で購入できるものが良い。なお、タングステンカーバイド製品は、土壌試料に混入した場合に OURSTEX150 を用いた分析に支障をきたす可能性があるため使用できない。
- ・土質によっては粉碎容器・粉碎用ボールに土粒子がこびり付くことがある。その際は付着物を可能な限り回収し、試料と混合する。（付着物の中に重金属が局在する可能性もあり、粉碎試料と合わせておかないと偏析の原因となるおそれがあるため。）
- ・予め分析用容器底面のフィルムが適切に張られていることを確認する。試料を容器に充填する際に、底面のフィルムに緩みやシワがあった場合にはX線照射面に歪みが生じ、照射したX線が散乱して適正な測定値が得られないおそれがあるためである。
- ・試料を分析用容器に充填する際に、一定の条件で十分圧密して充填し、試料の層厚が5mm以上あることと、試料底面にX線散乱の原因となるひび割れ等が無いことを確認する。
- ・蛍光X線分析装置 OURSTEX150 の使用環境温度は18℃から25℃である。適切な温度管理を行い、当該温度条件下にて分析を実施する。
- ・試料によっては粉碎処理後も高濃度の対象重金属が予期せず偏在する可能性がある。このため、通常、試料1個につき3検体以上を測定して標準偏差を確認し、ばらつきの少ないデータを報告値とする。（当社では、繰り返し測定の変動係数が20%以上を示した試料に対しては、再分析を行うこととしている。ただし検出下限値付近のデータについてはこの限りではない。）
- ・このほか、蛍光X線分析装置の取扱説明書に記載されている注意事項を遵守する。

3. 蛍光X線分析装置設置届の提出

蛍光X線分析装置の設置にあたっては、労働安全衛生法に基づき、装置設置の30日前までに以下の書類を作成し、最寄りの労働基準監督署に届出を行わなければならない。

【提出書類】

(1) 労働安全衛生規則様式第20号 機械等設置届

(2) 事業場所在地図

(3) 装置設置場所平面図

(4) 労働安全衛生規則様式第27号 放射線装置摘要書

(5) 装置漏洩線量分布図

(6) 管理区域の説明書

※この他に本装置の安全機構（インターロック機構の詳細など）に関する資料を求められる場合がある。

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：エネルギー分散型蛍光 X 線分析

使用可能な分析項目：カドミウム、鉛含有量

実証試験者：アワーズテック株式会社

応用地質株式会社

J F E テクノリサーチ株式会社

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。

標準業務手順書

1. 分析を行う上での注意事項

- 1-1. 土壌試料の取扱いにあたっての注意事項3
- 1-2. 分析装置の使用にあたっての注意事項3

2. 測定の流れ

.....3

3. 測定の準備

- 3-1. 土壌試料の準備4
 - 3-1-1. 必要な器具類4
 - 3-1-2. 土壌試料の前処理4
 - 3-1-3. 試料容器への充填6
 - 3-1-4. 土壌試料の保管6
- 3-2. 分析装置の準備7
 - 3-2-1. 分析装置の校正7
 - 3-2-2. 検量線の確認7

4. 測定

- 4-1. 測定8
 - 4-1-1. 試料のセット8
 - 4-1-2. 分析結果の見方8

5. より良い分析を行うために

- 5-1. 定量分析装置への影響10
 - 5-1-1. 粒度の影響10
 - 5-1-2. 水分の影響10
- 5-2. サンプル数と平均値10

1. 分析を行う上での注意事項

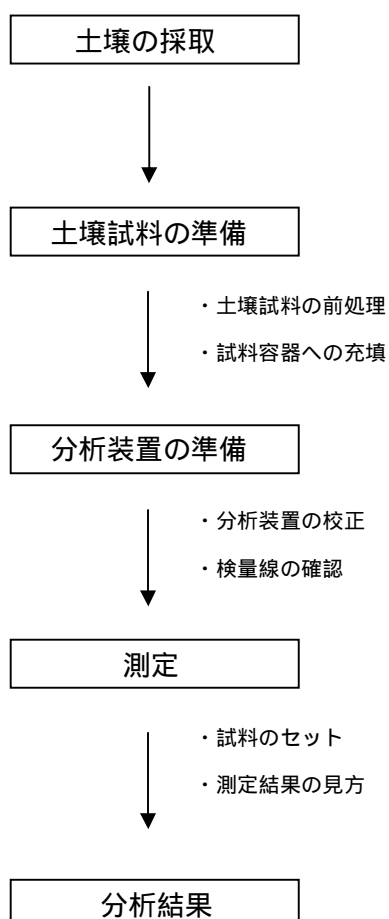
1-1. 土壌試料の取扱いにあたっての注意事項

扱う土壌試料の中には有害な元素が含まれている場合があり、中には高濃度に含有している場合もあります。採取してきた土壌試料を取り扱う際には、防塵マスクや防護メガネ、手袋を使用するなどして体内への吸引を防止するよう十分に留意して下さい。

1-2. 分析装置の使用にあたっての注意事項

分析装置付属の「操作マニュアル」に従って使用して下さい。

2. 測定の流れ



3. 測定の準備

3-1. 土壌試料の準備

3-1-1. 必要な器具類

土壌試料の前処理に必要な器具を用意します。

乾燥器具類

- ・ 電気乾燥器
- ・ ヒーティングガン

粉砕器具類

- ・ ボールミル
- ・ メノウ製乳鉢、乳棒

選別器具類

- ・ ふるい（目の開き：2.0mm 及び 0.1mm）

一般器具類

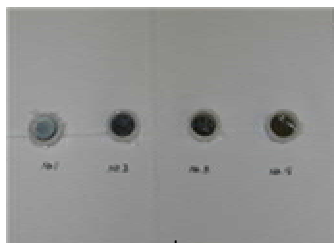
- ・ 電子天秤
- ・ 薬匙
- ・ 薬包紙
- ・ キムワイブ
- ・ キムタオル
- ・ アルコール（イソプロピルアルコール、エタノールなど）

その他

- ・ 試料容器（分析装置付属の専用容器）
- ・ 試料窓（分析装置付属の専用高分子フィルム）

3-1-2. 土壌試料の前処理

土壌試料の前処理の手順を示します。



採取してきた土壌試料から約 10g 程度サンプリングします。



ヒーティングガンを使用して乾燥させます。

水銀を分析する時は、設定温度を 40 以下にして乾燥させて下さい。



2.0mm 目の篩を用いて土壌試料を選別します。

目視で予め粒度が細かい場合は、とばして構いません。



メノウ乳鉢と乳棒を用いて土壌試料を細かく粉碎します。



0.1mm 目の篩を用いて土壌試料を選別します。



前処理終了

3-1-3. 試料容器への充填

前処理が終わった土壌試料を試料容器へ充填します。

試料容器の作り方

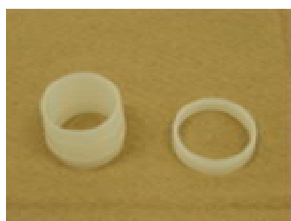
分析装置専用の試料容器及び試料窓を準備します。



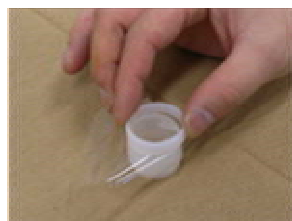
試料容器



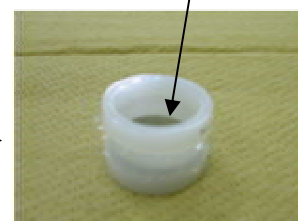
試料窓



試料容器を用意します。

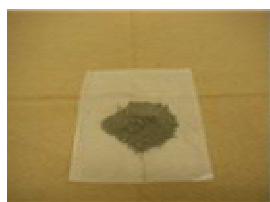


試料窓を被せ、たるみの無いように押さえます。



完成

試料容器へ土壌試料を充填します。

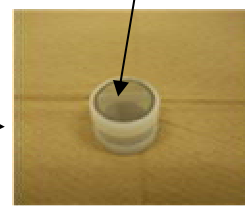


前処理した土壌試料を用意します。



電子天秤で 6(g) 秤量します。

測定終了後、保管する場合は、上面も試料窓で密閉します。



試料容器に入れて完成

3-1-4. 土壌試料の保管

測定が終了した土壌試料を保管する場合は、試料の吸湿を防ぐためにシリカゲルデシケータに保管します。また、分析装置に使用する検量線確認用の土壌試料（標準試料）も使用しないときは、シリカゲルデシケータに保管しておきます。

3-2. 分析装置の準備

分析装置を使用する時は、予め通電した後に、30分以上の暖機運転を行います。

3-2-1. 分析装置の校正

校正は、試料構成元素の固有 X 線のエネルギー値を正しく読み取るために行います。分析装置を初めて立ち上げた時、30分以上の暖機運転を行った後に行います。ここでは、この校正のことを「エネルギー校正」とよび、分析装置に付属している「エネルギー校正試料」を用いて校正を行います。

操作方法は分析装置付属の「操作マニュアル」に従って行って下さい。

3-2-2. 検量線の確認

エネルギー校正終了後、分析装置に登録してある検量線の確認を行います。装置付属の「土壤重金属元素管理試料<検量線作成用>」の最も水準の高いものを1つ用意しその中の6元素(Cr、As、Se、Cd、Hg、Pb)を測定します。

(対象の元素が決まっている場合は、これら6元素測定する必要はありません。)

測定終了後、分析結果が表示されるので、分析値と見比べて管理幅¹に収まっているか確認し、検量線が使用できるか確認します。

分析値から大きな差がある場合や、管理幅から外れる場合は、その元素について検量線を再度、作成しなおすか、分析装置の解析用プログラムに装備されている補正機能(補正機能)を用いて、X線強度の補正を行います。

検量線の作成手順や、補正機能「補正機能」についての操作方法は、分析装置付属の「操作マニュアル」に従って行って下さい。

管理幅¹・・・予め、管理幅を決定します。概ね $\pm 5 \sim \pm 10(\%)$ 以内が目安です。

4. 測定

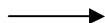
4-1. 測定

4-1-1. 試料のセット

土壌試料を分析装置の試料室にセットします。



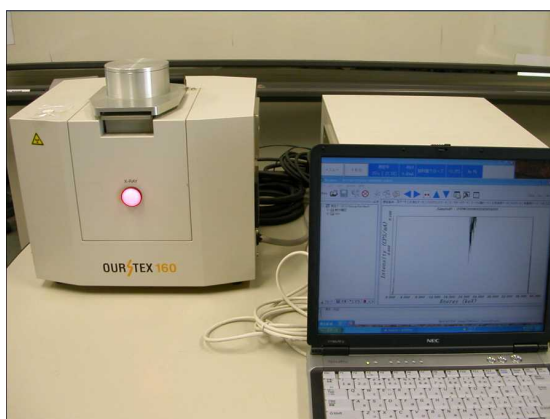
試料容器ごと 10 回程度タッピングします。



試料室にセットします。

セットが終了した後、測定を開始します。

測定の操作方法は、分析装置付属の「操作マニュアル」に従って行って下さい。



測定開始

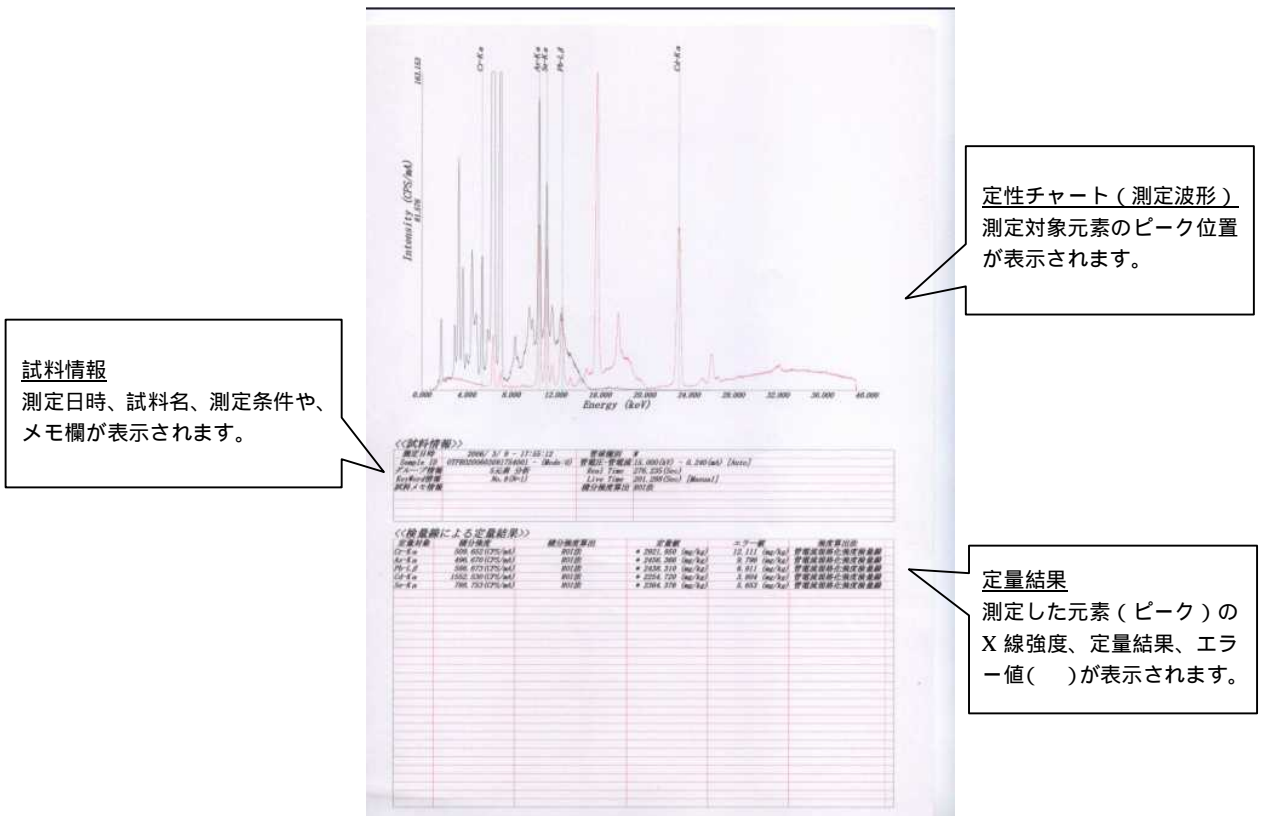
4-1-2. 分析結果の見方

測定終了後、「分析結果」を印刷します。分析結果は、分析装置の操作パソコン画面上にも表示されます。

パソコン画面上

分析結果				
定量対象	定量値	エラー値	化合物名	
Cr-K α	211.356 (mg/kg)	14.633 (mg/kg)	Cr	Cr
As-K α	* 329.213 (mg/kg)	3.088 (mg/kg)	As	As
Pb-L β	22.336 (mg/kg)	2.749 (mg/kg)	Pb	Pb
Fe-K α	54028.080 (mg/kg)	71.233 (mg/kg)	Fe	Fe
Cu-K α	53.032 (mg/kg)	3.229 (mg/kg)	Cu	Cu
Cd-K α	* 784.731 (mg/kg)	2.605 (mg/kg)	Cd	Cd
Hg-L α	* 123.270 (mg/kg)	3.032 (mg/kg)	Hg	Hg

印刷結果(A4 サイズ)



印刷結果は、ファイルに保管しておきます。データは操作パソコンに自動的に保存されます。

5. より良い分析を行うために

5-1. 定量分析精度への影響

5-1-1. 粒度の影響

土壌の粒径が大きい場合、試料容器に充填したとき、測定表面が疎になりやすく、隙間が生じやすくなり X 線強度の値が低くなる傾向があります。

また、土壌試料中に偏析がある場合、その部分を測定する可能性があり分析結果にもバラツキが生じる可能性があります。

これらの影響を極力、抑えるため、土壌試料の粒度は細かく、均一にすることが重要です。

5-1-2. 水分の影響

測定する元素によっては水分の影響を受けにくいものもありますが、水分が多く含まれていると X 線が散乱されやすく微量になるほど定量が難しくなり、定量誤差も大きくなる可能性があります。

土壌試料の水分量に応じて適宜、乾燥処理し、水分の影響を抑えましょう。

検量線法を用いて分析しているので、検量線に用いている標準試料の形状に合わせて試料を調製しましょう。

5-2. サンプル数(N)と平均値

採取してきた処理前の土壌(母集団)の中には、元素が偏って存在している場合も考えられます。全体的な濃度を検討する場合は、この母集団からのサンプル数(N)を N=3、5、10 のように増やし、各分析結果の平均値をおさえておく必要があります。

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：エネルギー分散型蛍光X線法

使用可能な分析項目：カドミウム含有量

実証試験者：エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社

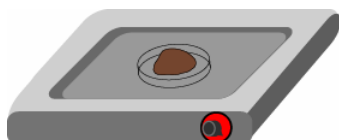
*本手順書は実証試験者が作成したものである。

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。

現場での蛍光 X 線分析法による土壌試料測定手順

エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社

- ① 乾燥 : 採取した土壌試料をホットプレートで乾燥させる。(80°C程度)



- ② 粉砕 : ①で乾燥させた土壌試料をメノウ乳鉢で粉砕する。



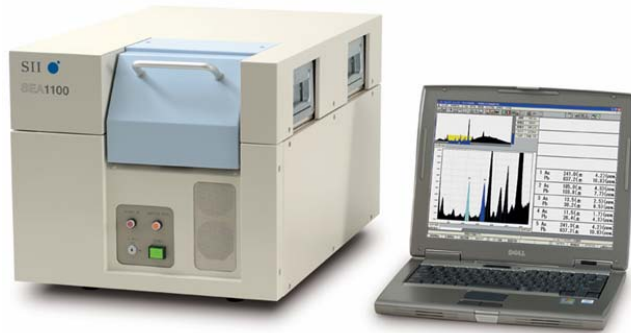
- ③ ふるい : ②で粉砕した土壌試料をポリふるいによりふるいにかける。
(ふるい目メッシュ 19 で 2mm 以下)



- ④ セット : ③でふるい分けした土壌試料を専用試料容器に入れる。(約2g以上)



⑤ 装置での測定 : 装置(SEA1100)にセットし測定



【測定条件】

定量方法 : バルク検量線法

測定時間 : 300秒

X線照射径 : 10mm

【検量線作成用標準物質】

Cd : KKS-1100-002-3、KKS-1100-002-5、KKS-1100-002-6

JFE テクノリサーチ製

以上

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	2

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。

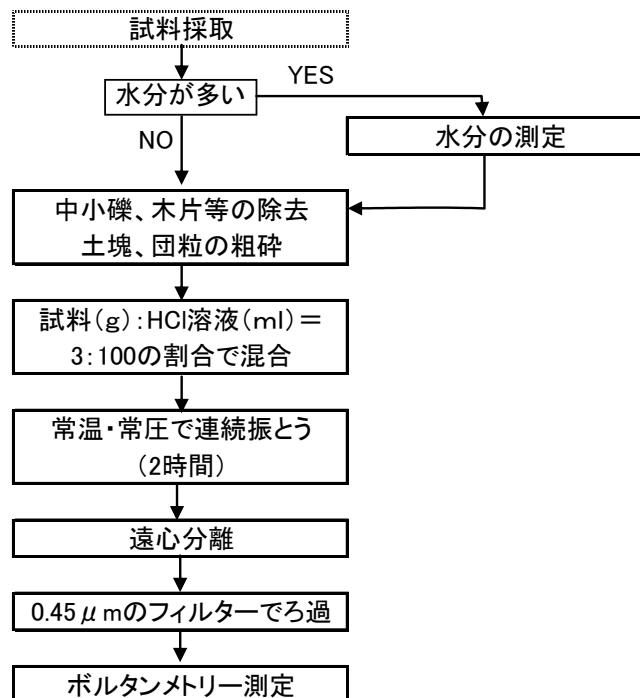
2. 試験対象項目および測定範囲

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	3

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	4

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	5

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

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

を確認する。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す行う。

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)

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

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：カドミウム溶出量

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	土壌溶出量試験（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	2

1. 適用範囲

この標準手順書は、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。

土壌溶出量試験（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。

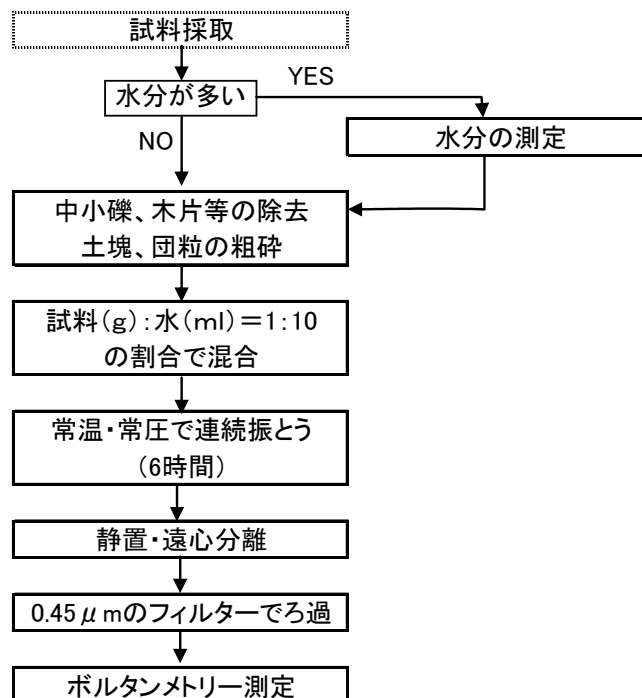
2. 試験対象項目および測定範囲

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。

- ・カドミウム及びその化合物（測定範囲=0.001~0.1mg/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。



土壌溶出量試験（簡易分析）の操作フロー

大成基礎設計株式会社	土壌溶出量試験（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

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）
- ・ 蒸留水
- ・ 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）
- ・ 吸引ろ過器材（ろ過器、ろ過鐘、ガラス板、吸引ポンプ）
- ・ 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、土壌溶出量算出の際、水分量の補正を行う。

土壌試料(g)と蒸留水(mL)を 1:10 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、蒸留水はメスシリンダーを用いてはかり取る。

土壌試料と蒸留水を入れた抽出容器(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 6 時間振とうする。

振とう後、溶出液上澄みを遠心管に分取する。

溶出液上澄みを入れた遠心管を遠心分離機にセットし、3000rpm/min・10 分の条件で遠心分離を行う。

大成基礎設計株式会社	土壌溶出量試験（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

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、遠心分離で得られた溶出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
- ・ 酸試薬
- ・ スターラー
- ・ 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
- ・ 標準液（測定対象物質毎）
- ・ メモリーカード
- ・ パソコン

5.2 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、メスシリンダーを用いてガラスビーカー(50mL)に45mLはかり取り、マイクロピペットを用いて酸試薬を2.5mL添加する。

測定用試料および酸試薬を入れたガラスビーカーをスターラーにセットし、30秒間攪拌を行う。攪拌終了後、マイクロピペットを用いて試薬液を2.5mL添加する。

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（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	土壌溶出量試験（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

測定用試料、酸試薬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・高さの関係より、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を超えている場合には、状況に応じて、試料を希釈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溶出量の濃度は、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)

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

(水分補正を実施する場合)

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

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：カートリッジ型電気化学分析システム

使用可能な分析項目：カドミウム含有量

実証試験者：積水化学工業株式会社

* 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。

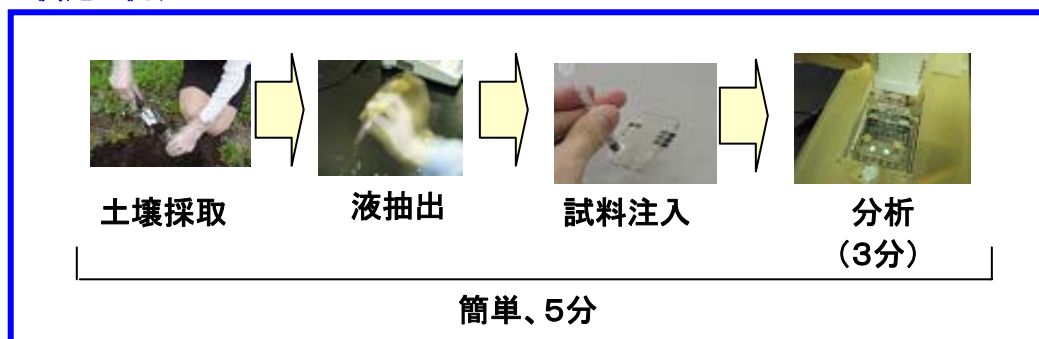
積水化学工業株式会社

カートリッジ型電気化学分析システム

Geo-REX Geo Research Explorer



※測定の流れ



1. 「カートリッジ型電気化学システム」(Geo-REX) の構成と特徴

システム構成



Geo-REX 本体



測定用カートリッジ

特徴

1. 試料をカートリッジに封入して計測するため**有害物質の取扱いが安全**
2. 手軽・小額投資で、現場での**サンプル多点採取・分析が可能**
3. 夾雑除去フィルタを内蔵するため**夾雑物の影響が極小**
4. 使い切りタイプのフレッシュなセンサが**極めて安定な検出を実現**

仕様

測定項目	Cd	
検出下限	0.1ppb	
定量下限	1ppb	
重量 (本体)	2kg	
寸法	本体	25cm × 15cm × 8cm (3,000cm ³)
	カートリッジ	4cm × 3cm × 1cm (12cm ³)
電源	AC電源 (バッテリー駆動可能)	
測定方法	ボルタンメトリによる検出	
測定時間	5分間 (カートリッジ挿入から結果表示まで)	
動作温度	5℃から40℃	
動作湿度	結露なきこと	
カートリッジ保管期間	屋内・室温条件で1年間	
キャリブレーション	内臓 data によりキャリブレーション済み	

2. 御使用頂く前に

測定前の確認

一本重金属測定システム（Geo-REX）を連続して使用していると、ホルダー部に固体析出物が生じる場合があります。カートリッジの正しい取り付け、および測定データに影響しますので、水を含ませた市販キムワイプ、ガーゼ、コットン、ティッシュペーパー等で軽く拭いて取り除いて下さい。また、その後、ホルダー部が濡れている場合も、同様に乾いた紙・布などで拭き取って下さい。

一本重金属測定システムにて使用できる検液は、

- ・pH：5～11
- ・含有塩濃度：10mM 未満

である必要があります。

※適用範囲外の検液の場合でも希釈等を適宜行うことにより分析可能です。Geo-REX は非常に高い検出感度（0.1ppb まで表示可能）を有する為、高倍率の希釈が可能です。

使用上の注意

- 一本システムは、酸性液を使用します。取扱いの際には必ず、保護メガネ、保護手袋を着用して下さい。
- システムを開梱、設定または操作する前に、「測定操作説明書」（別途、写真・図解入り詳細説明書を用意しています）を精読してください。記載の注意事項を守らない場合、使用者の負傷や本分析システムの損傷等、重大な事故に繋がる恐れがございます。

準備いただくもの

- 一本Geo-REX 本体（試薬タンク含む）
- 一本測定専用ソフトウェアをインストール済みの PC
- 一本専用接続ケーブル
- 一本電源アダプタ
- 一本測定用カートリッジ

補助オプション品（Geo-REX ご使用の上で便利なもの）

- 一本インジェクションホルダー
（※Geo-REX カートリッジへの検液の注入を簡単に行うための専用付属品です）
- 一本試験管
- 一本シリンジ等消耗品

3. 重金属測定システム (Geo-REX) 操作手順マニュアル

手順 0. (サンプル前処理)

＜カドミウム含有量を求める場合の前処理例 ※分析の目的に応じて選択、実施ください＞

【例 1】短時間で分析結果を取得したい場合

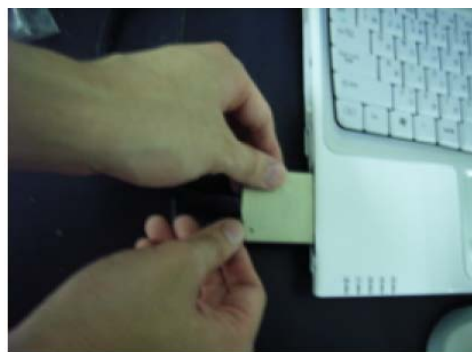
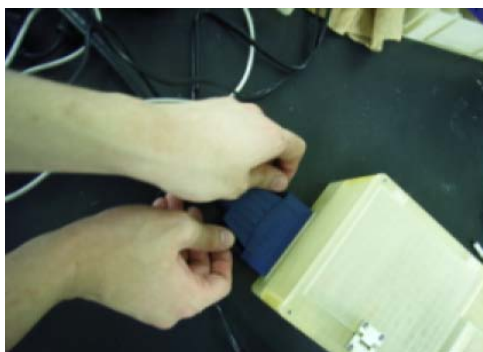
- ①測定対象土壌採取
- ②所定重量比（固液比 3 : 97）にて 1N HCl と混合、10 秒間手で強く振とう
- ③孔径 0.45 μ m シリンジフィルターにてろ過、ろ液を採取
- ④必要に応じて希釈
- ⑤Geo-REX カートリッジに前記希釈液 5 mL を注入

【例 2】比較的精度の高い分析結果を取得したい場合

- ①測定対象土壌採取
- ②所定重量比（固液比 3 : 97）にて 1N HCl と混合、振とう機にて 1 時間振とう
- ③孔径 0.45 μ m シリンジフィルターにてろ過、ろ液を採取
- ④必要に応じて希釈
- ⑤Geo-REX カートリッジに前記希釈液 5 mL を注入

手順 1.

機器の接続 PC と Geo-REX 本体を専用の接続ケーブルで接続し、PC を起動して下さい。
PC の起動が終了したら、AC 電源アダプタを Geo-REX 本体に接続して下さい。

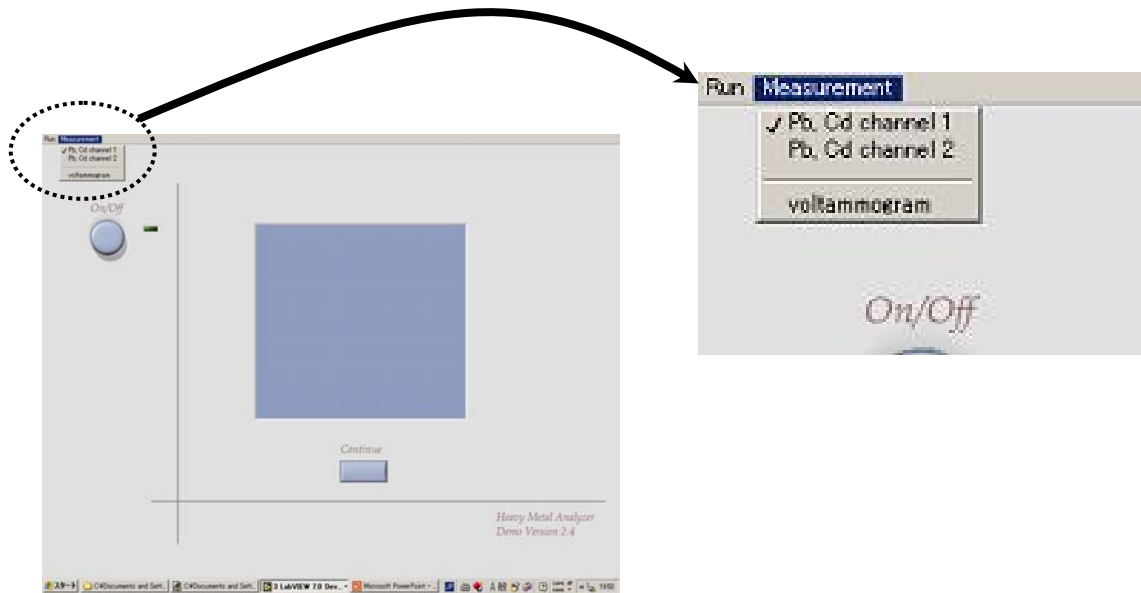


手順 2.

測定専用ソフトウェア起動 PC のデスクトップ上の測定専用ソフトウェアアイコンをダブルクリックして下さい。測定専用ソフトウェアが起動します。

手順 3.

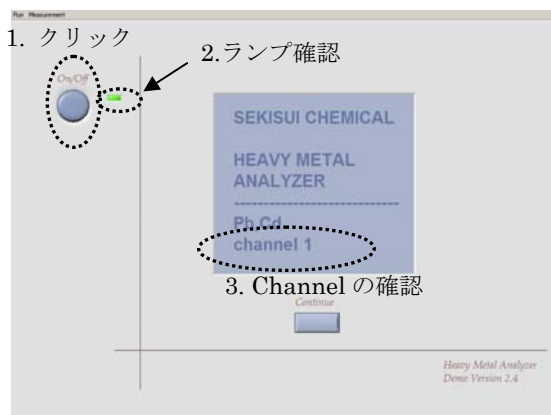
Channel の選択操作パネル上の Measurement をクリックし、プルタブメニューより測定 Channel を選択して下さい。



手順 4.

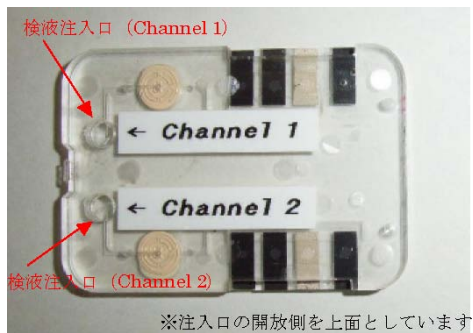
画面の On/Off ボタンをクリックしてください。緑色ランプが点灯します。次いで測定元素と選択 Channel を示すメッセージが表示されますので、手順 3 で選択した Channel が表示されていることを確認して下さい。

※測定 Channel を間違えて入力した場合は、On/Off ボタンを再度クリックし、Channel の選択をし直すことで、訂正することができます。



手順 5.

検液注入カートリッジの 2 箇所（Channel1）および 2（Channel2）に、それぞれ検液 10mL をディスポシリンジで注入して下さい。注入完了後、それぞれの注入口を専用キャップで塞いで下さい。

**手順 6.**

カートリッジのセット手順 3. で準備したカートリッジを本体のホルダー部にセットして下さい。

**手順 7.**

画面に表示されている Continue ボタンをクリックして下さい。測定が始まります(約 5 分)。

※自動測定画面が自動的に表示されます。測定の進行状況を画面ごとに表示される Progress bar によって確認することができます。

手順 8.

データ保存と結果表示測定完了後、保存先ウィンドウが自動的に表示されます。保存先を指定し、ファイル名を付けて測定データを保存して下さい。

※保存データには、ボルタモグラム（電流－電圧曲線）、電位値、電流値、電流ピーク高さ、電流ピーク面積、および定量結果が保存されており、必要に応じていつでも呼び出して解析を行うことができます。

手順 9.

測定終了結果表示の確認後、再び **Continue** ボタンをクリックすると、自動的に測定後処理動作が行われます。後処理動作完了後、Geo-REX 電源は自動的に **OFF** になりますので、確認してください。

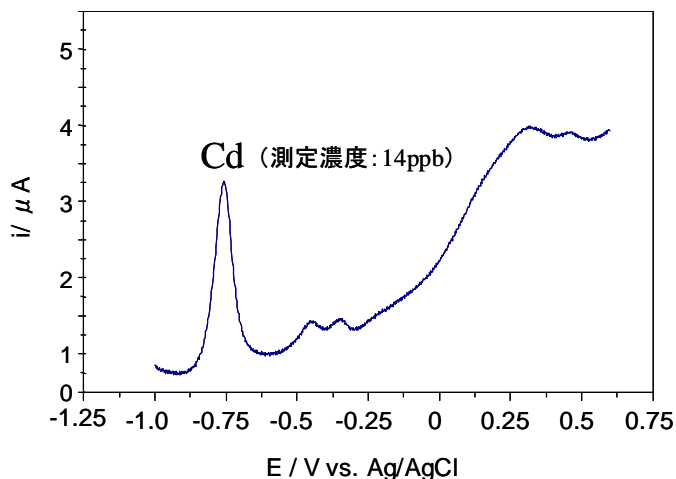
手順 10.

カートリッジの取り外し電源 **Off** を確認し、Geo-REX ホルダー部にセットしたカートリッジを取り外して下さい。

手順 11.

新規測定／終了続けて測定したい場合は、手順 2 以降と同じ操作を繰り返して下さい。測定を終了する場合は、画面上の **Run** ボタンをクリックし、プルタブメニューの **Stop** を選択して下さい。測定専用ソフトウェアが終了します。

【ボルタモグラム（電流－電圧曲線）の表示例】



4. 物品一覧

NO	名称	数量(単位)
1	Geo-REX 本体	1ヶ
	専用接続ケーブル(DAQ カード付き)	1ヶ
	電源アダプタ	1ヶ
2	解析専用ソフトウェア	1ヶ
	PC	お客様にてご準備ください
3	測定用カートリッジ(Cd)	100 枚
4	試薬タンク	
	Cd 用試薬	25ml
	洗浄液	75ml
5	インジェクションホルダー	1ヶ
6	付属品	
	ディスポシリンジ(1ml、5ml)	各 100 本
	試験管	160 本
	シリンジフィルター(0.45 μ)	50 ヶ
	精製水(希釈用)	500ml
	ピペット(10 μ l、50-1,000 μ l、2-200 μ l)	各 1,000 本
	試薬類(酸、中和剤)	500ml
pH 試験紙	1ヶ	

<お問い合わせ連絡先>

積水化学工業株式会社 環境・ライフラインカンパニー

<http://www.sekisui.co.jp>

〒601-8105 京都市南区上鳥羽上調子町 2-2

TEL : 075-662-8637 FAX : 075-662-8589

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：ボルタンメトリーを用いたオンサイトにおける重金属等の迅速分析

使用可能な分析項目：カドミウム、セレン溶出量
カドミウム、鉛、セレン、
ヒ素含有量

実証試験者：株式会社環境管理センター
東電設計株式会社

* 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。

ボルタンメトリーを用いたオンサイトにおける重金属等の迅速分析法

標準作業手順書 (SOP)

株式会社環境管理センター

1. 適用範囲

本迅速分析法は、土壌溶出量試験（環境省告示 18 号）及び土壌含有量試験（環境省告示 19 号）の重金属等の分析に対応するもので、対象物質は鉛、カドミウム、ひ素及びセレンである。

2. 試薬

- (a) 1 mol/L 塩酸
- (b) 酢酸緩衝液 (pH 4.8)
- (c) 鉛標準液 (5 mg/L)
- (d) カドミウム標準液 (5 mg/L)
- (e) 還元剤 (ヨウ化カリウム及びアスコルビン酸)
- (f) 塩酸 (36 %)
- (g) 銅標準液 (1000 mg/L)
- (h) 10 mol/L 水酸化ナトリウム溶液
- (i) 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液
- (j) ひ素標準液 (5 mg/L)
- (k) セレン標準液 (5 mg/L)

3. 器具及び装置

- (a) 電子天秤 (0.1 g まで秤量できるもの)
- (b) 振とう機
- (c) ポリエチレン瓶
- (d) シリンジ
- (e) シリンジフィルター (孔径 0.45 μm)
- (f) ボルタンメトリー装置
- (g) ノートパソコン
- (h) 小型窒素ボンベ (1500 L)

4. 溶出量試験操作 (環境省告示 18 号に対応)

(1) 土壌の迅速溶出

- (a) 土壌 10 g をポリエチレン瓶に秤量する。
- (b) 秤量した土壌に 100 mL の溶媒を添加し、振とう機を用いて 1 時間溶出を行う。
溶媒には、蒸留水 (場合によっては、塩化カルシウム及び硫酸ナトリウムの希溶液) を用いる。

振とう機の振とう回数は、250~300 回/分とする。

- (c) シリンジ及びシリンジフィルターを用いて溶液をろ過し、ろ液を測定溶液 (検液) とする。

(2) ボルタンメトリーによる測定

ボルタンメトリーの設置及び基本的な機器取扱方法については、装置に添付された取扱説明書を参照すること。

- (a) ボルタンメトリー装置及びパソコンの電源を入れて、約 30 分間安定させる。
- (b) カドミウム及びセレンの測定は、図 1~3 に示したフローに従って行う。

5. 含有量試験操作

(1) 土壤の迅速溶出

- (a) 土壤 6 g をポリエチレン瓶に秤量する。
- (b) 秤量した土壤に 200 mL の 1 mol/L 塩酸を添加し、振とう機を用いて 1 時間溶出を行う。
振とう機の振とう回数は、200 回/分とする。
- (c) シリンジ及びシリンジフィルターを用いて溶液をろ過し、ろ液を測定溶液（検液）とする。

(2) ボルタンメトリーによる測定

- 4. 溶出量試験の（2）の操作を行う。

6. その他の留意点

- ・ 油及び界面活性剤等が多く含まれている試料は、測定結果に影響を及ぼす可能性があるため、これらの試料の測定には注意すること。

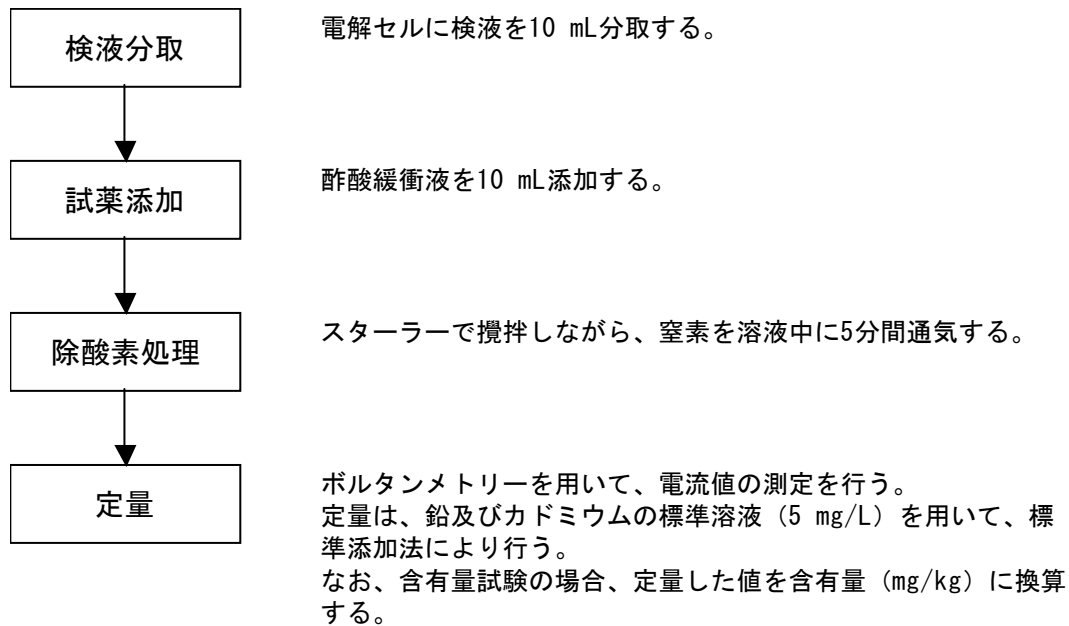


図1 鉛及びカドミウムの定量操作フロー

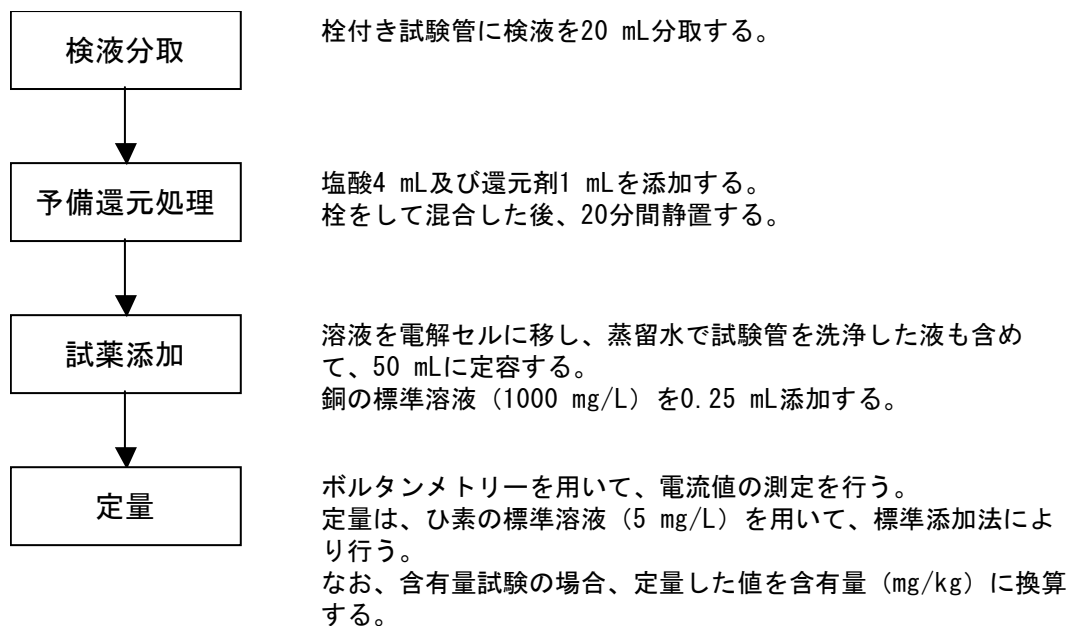


図2 ひ素の定量操作フロー

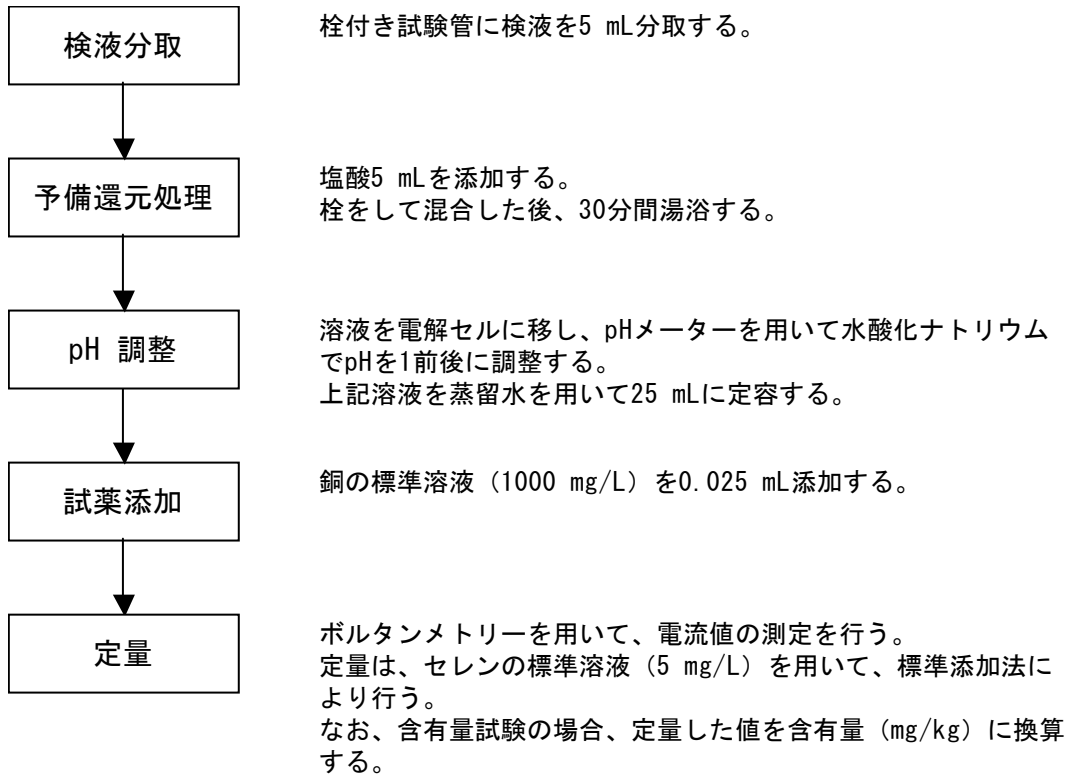


図3 セレンの定量操作フロー

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：ふっ素オンサイト溶出分析法

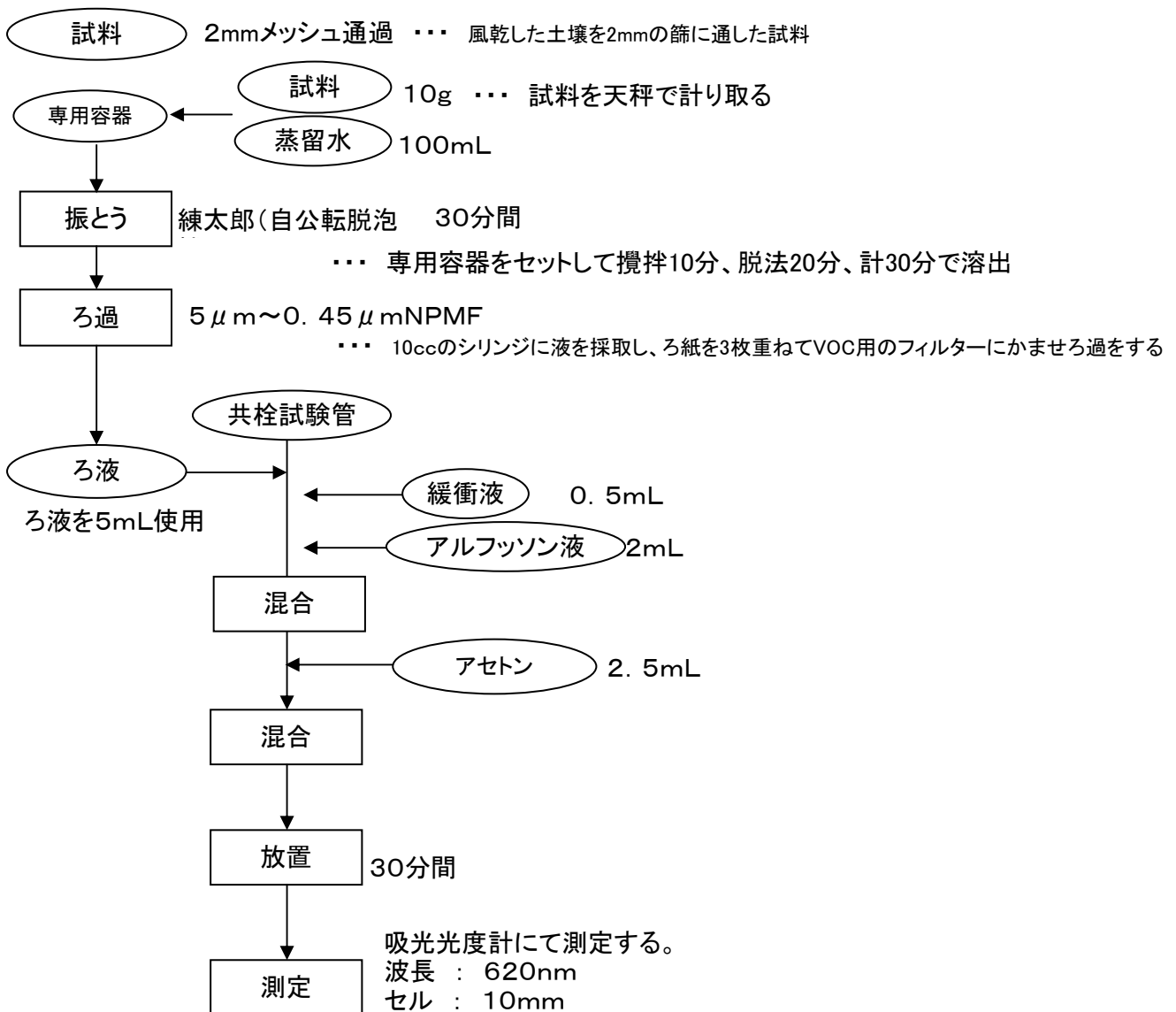
使用可能な分析項目：ふっ素溶出量

実証試験者：日立協和エンジニアリング株式会社

*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。

フッ素分析(オンサイト法)水溶出



1/100 NaOH ……水酸化ナトリウム0.4gを蒸留水1Lに溶かす。

緩衝液 ……酢酸ナトリウム10gを蒸留水約80mLに溶かす。酢酸を加えてpHを約4.7の調節した後、蒸留水で100mLとする。

アルフッソン液 ……アルフッソン0.025gを蒸留水に1mL溶かす。

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：吸光光度法に基づく簡易迅速測定法

使用可能な分析項目：六価クロム溶出量、シアン溶出量鉛

ほう素含有量、ふっ素含有量

実証試験者：セントラル科学株式会社

*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。

標準操作手順書

セントラル科学（株）
（有）環境資源システム総合研究所

1. はじめに
2. サンプルングおよび前処理
3. 試験操作
 - 3.1 含有量試験
 - 3.2 溶出試験
4. 分析操作
 - 4.1 六価クロム (DR2400)
 - 4.2 フッ素 (DR2400)
 - 4.3 ホウ素 (DR2400)
 - 4.4 シアン化合物 (DR2400)
5. 公定法濃度の推定方法

4.4 シアン化合物 (DR2400)

<Pyridine-Pyrazalone 法>

Pyridine-Pyrazalone 法は遊離シアンを青色に反応させ、**612nm** の波長を用いて測定する。ただし、金属錯体を形成しているシアンを測る場合には蒸留(**1 時間**)が必要。

<試験手順>

土壌採取から試験液を得るまでは共通操作のため別紙記載

<分析手順>

- ① サンプル容器にサンプルを **10ml** 入れる。
- ② **CyaniVer3** 試薬 **1** 包を加え、**30** 秒振とう後 **30** 秒静置する。
- ③ **CyaniVer4** 試薬 **1** 包を加え、**10** 秒振る。
- ④ 振とう後、直ちに **CyaniVer5** 試薬 **1** 包を加え、激しく振とうし、**30** 分待つ。
- ⑤ **30** 分後に未反応のサンプルをブランクとして、ゼロ調整を行い、試料の吸光度を測定する (内蔵検量線により濃度として表示される)。

前処理時間：約 **15** 分

分析所要時間：約 **40** 分

1. はじめに

ここでは **HACH** 吸光光度計等を用いた土壤汚染の簡易調査法について、サンプリング方法、試験操作方法、分析方法、分析結果から公定法濃度を推計する方法をまとめている。

本法は簡易測定法であり、法令に定められた公定法に代わるものではないが、土壤汚染調査のスクリーニングとして非汚染の確認、高濃度地点の探索などに利用できる。すなわち、適宜公定法と組み合わせながら、明らかに汚染していないことの確認や高濃度地点の探索、公定法調査実施地点の絞り込み、明らかな汚染地域の把握、大まかな汚染レベルの把握などに活用できるものと考えられる。

2. サンプリングおよび前処理

簡易法の利用が有効であると考えられる土壤概況調査における公定調査法では、土壤試料の採取方法について、汚染の可能性が低いときには**30m**メッシュごとに、**5**地点混合法で表層**5cm**と**5-50cm**の等量混合することとされている。なお、汚染の可能性があるときには**10m**メッシュで、中央**1**地点（汚染源となりうる付帯設備等があった場合にはその直下）で表層**5cm**と**5-50cm**の等量混合することとされている。この土壤を風乾して中小礫、木片等を除き、土塊、団粒を粗砕した後、非金属製の**2mm**篩を通過させて得た土壤を十分混合した後に試験に必要な土壤量を採取するとある。

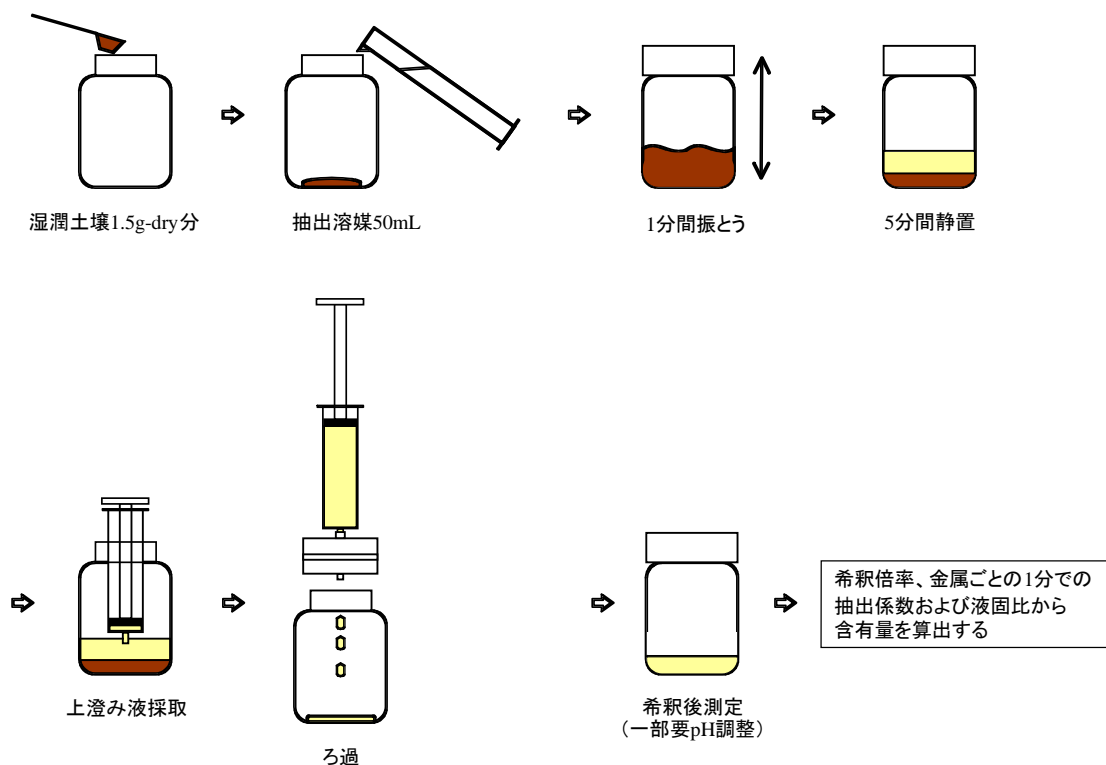
しかし、簡易試験法では、迅速性や簡易性が求められ、多少精度を落としてでも簡易・迅速な方法が求められるケースは多い。そこで、ここではポリエチレン製広口瓶に、湿润状態のままの土壤を計量スプーンで**3**回程度に分けて採取し、土壤の種類毎に示した湿润重量と乾燥重量との標準換算表を参照して、電池式電子天秤で含有量試験の場合約**1.5 g-dry**相当分、溶出試験の場合約**5 g-dry**相当分を量り取る。なお、必要に応じて試験室等で持ち帰った土壤試料の一部の含水率を求め、正確な乾燥重量を算出して補正を行っても良い。また、測定法のみ簡易化したい場合には、通常通り風乾操作、篩い分け操作を行っても構わない。

3. 試験操作

3.1 含有量試験

- ① 土壌試料を入れた広口瓶に抽出液をメスシリンダーで **50mL** はかりとり、広口瓶に入れ、フタをする。
- ② ①操作後、すばやく **1** 分間振とうする。
- ③ **5** 分間静置する。
- ④ ③の間に、ろ紙ホルダーに **2** 種類のろ紙をセットしておく。
- ⑤ ③後、上澄み液をシリンジで約 **30mL** 吸い取る。
- ⑥ ④のろ紙ホルダーと⑤のシリンジを接続して、上澄み液をろ過し、ろ液を別の広口瓶に入れる。
- ⑦ ⑥のろ液を **HACH** 吸光光度計等で測定する（測定手順については別頁参照）。
- ⑧ ⑦の測定値に金属ごとの所定抽出時間における抽出係数および液固比から含有量を算出する。なお、必要に応じて試験室等で求めた含水率から正確な乾燥重量を算出して補正を行っても良い。

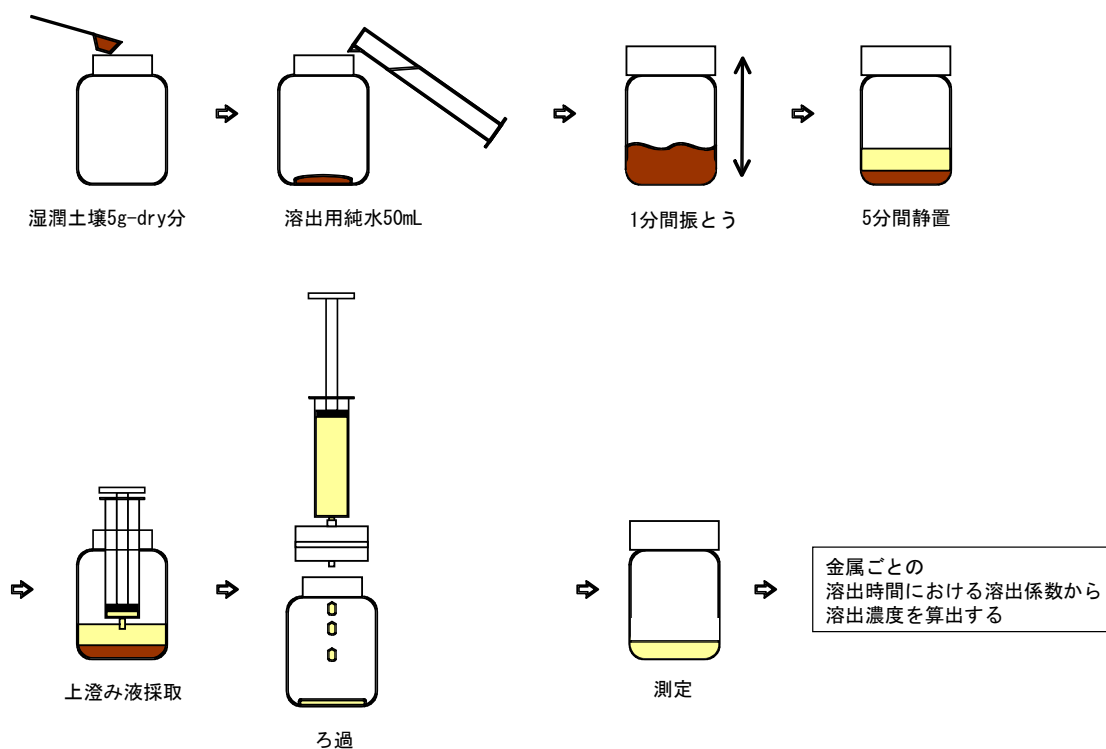
簡易含有量試験



3.2 溶出試験

- ① 土壌試料を入れた広口瓶に溶出用純水をメスシリンダーで **50mL** はかりとり、広口瓶に入れ、フタをする。
- ② ①操作後、すばやく **1 分間** 振とうする。
- ③ **5 分間** 静置する。
- ④ ③の間に、ろ紙ホルダーに **2 種類** のろ紙をセットしておく。
- ⑤ ③後、上澄み液をシリンジで約 **30mL** 吸い取る。
- ⑥ ④のろ紙ホルダーと⑤のシリンジを接続して、上澄み液をろ過し、ろ液を別の広口瓶に入れる。
- ⑦ ⑥のろ液を **HACH** 吸光光度計等で測定する（測定手順については別頁参照）。
- ⑧ ⑦の測定値に金属ごとの所定溶出時間における溶出係数から溶出濃度を算出する。

簡易溶出試験



4. 分析操作（操作の詳細については別添測定マニュアルを参照のこと）

4.1 六価クロム（DR2400）

<1,5-ジフェニルカルバジド法>

六価クロムを酸性緩衝液中で 1,5-ジフェニルカルバジドと反応させ、紫色に発色させ、波長 540 nm で定量する。

本法の測定精度は、0.25 mg/l の標準物質測定時に 95%信頼区間で 0.24～0.26 mg/l である。

<試験手順>

土壌採取から試験液を得るまでは共通操作のため別紙記載

<分析手順>

①サンプル容器にサンプルを 10ml 入れ、ChromaVer3 試薬を加え、静かに上下して振り混ぜ 5 分待つ。なお、含有量試験液試料については、50 倍程度希釈すると適当である。

②別のサンプル容器にサンプルを入れる（ブランク）

③ブランクでゼロ調整を行った後、サンプルの吸光度を測定する（内蔵検量線により濃度として表示される）。

<所要時間>

土壌含有量（溶出量）試験時間：約 15 分

分析所要時間：約 10 分

4.2 フッ素 (DR2400)

<SPADNS 法>

フッ化物イオンと赤色のジルコニウム染色液を反応させる。フッ化物イオンは、ジルコニウムと錯体を形成し無色となる。フッ化物イオンの量と減色関係から波長 **580 nm** で定量する。

本法の測定精度は、**1.0 mg/l** の標準物質測定時に **95%**信頼区間で **0.95～1.05 mg/l** である。

<試験手順>

土壌採取から試験液を得るまでは共通操作のため別紙記載

<分析手順>

- ①ピペットでサンプル **10.0ml** をサンプル容器に入れる。含有量試験液試料については **500** 倍程度希釈すると適当である。
- ②別のサンプル容器に蒸留水 **10.0ml** を入れる (ブランク)
- ③それぞれのセルに **SPANDS** 試薬 **2.0ml** を注意深く入れて混ぜ、**1** 分待つ。
- ④ブランクサンプルでゼロ調整を行い、測定サンプルの吸光度を測定する (内蔵検量線により濃度として表示される)。
- ⑤そのまま **15** 分後に再び濃度を読み取り、**1** 分の読み取り値と **10%**以上違いがない場合には、**15** 分値を測定濃度とする。明らかに濃度差が認められる場合には、**60** 分値を読み取り測定濃度とする。

<所要時間>

土壌含有量 (溶出量) 試験時間 : 約 **15** 分

分析所要時間 : 約 **10** 分～**70** 分

4.3 ホウ素 (DR2400)

<カルミン法>

ホウ素は硫酸酸性下ではカルミン酸と反応して赤みがかった、あるいは青みがかった色を呈する。発色強度はホウ素濃度に比例する。ここでは **605nm** の波長を用いて測定する。

<試験手順>

土壌採取から試験液を得るまでは共通操作のため別紙記載

<分析手順>

- ①三角フラスコに濃硫酸 **75ml** を入れる。
- ②**BoroVer3** 試薬 **1** 包を加えて、完全に溶解させる。
- ③蒸留水 **2ml** を三角フラスコに取る。もう一方の三角フラスコにサンプル **2ml** を取る。
なお、含有量試験液試料については **50** 倍程度希釈することが適当である。
- ④手順 **2** で調製した試薬を **35ml** ずつ、それぞれの三角フラスコに加えて **25** 分間放置する。
- ⑤各三角フラスコの溶液をサンプルセルに **10ml** ずつ加える。
- ⑥ブランクでゼロ調整を行い、次にサンプルの吸光度を測定する（内蔵検量線により濃度として表示される）。

<所要時間>

土壌含有量（溶出量）試験時間：約 **15** 分

分析所要時間：約 **15** 分

5. 公定法濃度の推算

本簡易法では、短時間での溶出濃度、抽出濃度から公定法での濃度を推算するために元素毎、溶出・含有試験毎の代表的な補正係数を用いた。なお、補正係数にはある程度のばらつきが存在するため、実際に使用する際には測定の目的に応じて代表値を用いるか、安全側の値を用いるか等を選択する

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[μ 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 ①：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、ベー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) ベー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 ②：ほう素分析計

1. 前処理計および分析計後面にある電源SWをONにします。

(注) 光源ランプを点灯してから、ベー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 START/STOP ボタンの START ボタンを押しポンプを起動させます。

(注) ベー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. タイムコントローラーにより試料のスペシエー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。

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. 前処理系および分析計後面の電源SWをOFFにします。

操作手順③：鉛分析計

1. 前処理計および分析計後面にある電源SWをONにします。

(注) 光源ランプを点灯してから、ベー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 START/STOP ボタンの START ボタンを押しポンプを起動させます。

(注) ベー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. タイムコントローラーにより試料のスペシエー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。

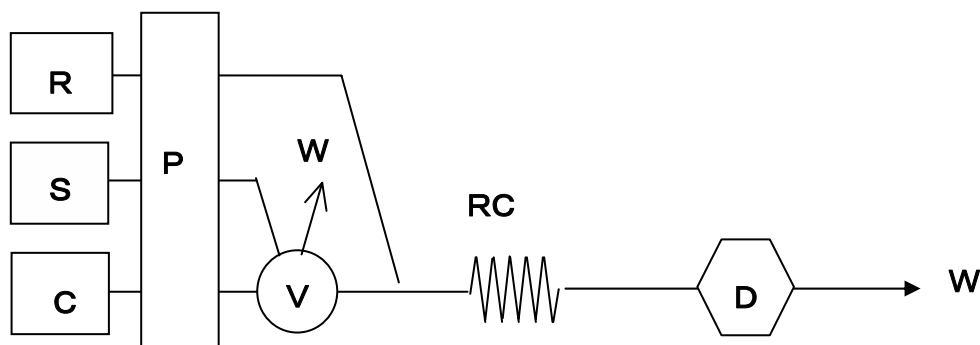
9. 自動分析が終了すると START ボタンが消灯し、ポンプが停止します。

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. 前処理系および分析計後面の電源SWをOFFにします。

分析システム①: ふっ素分析用フローインジェクション分析計



P:ポンプ

ID:検出器

C:キャリア溶液

W:廃液

V:六方バルブ

S:試料溶液

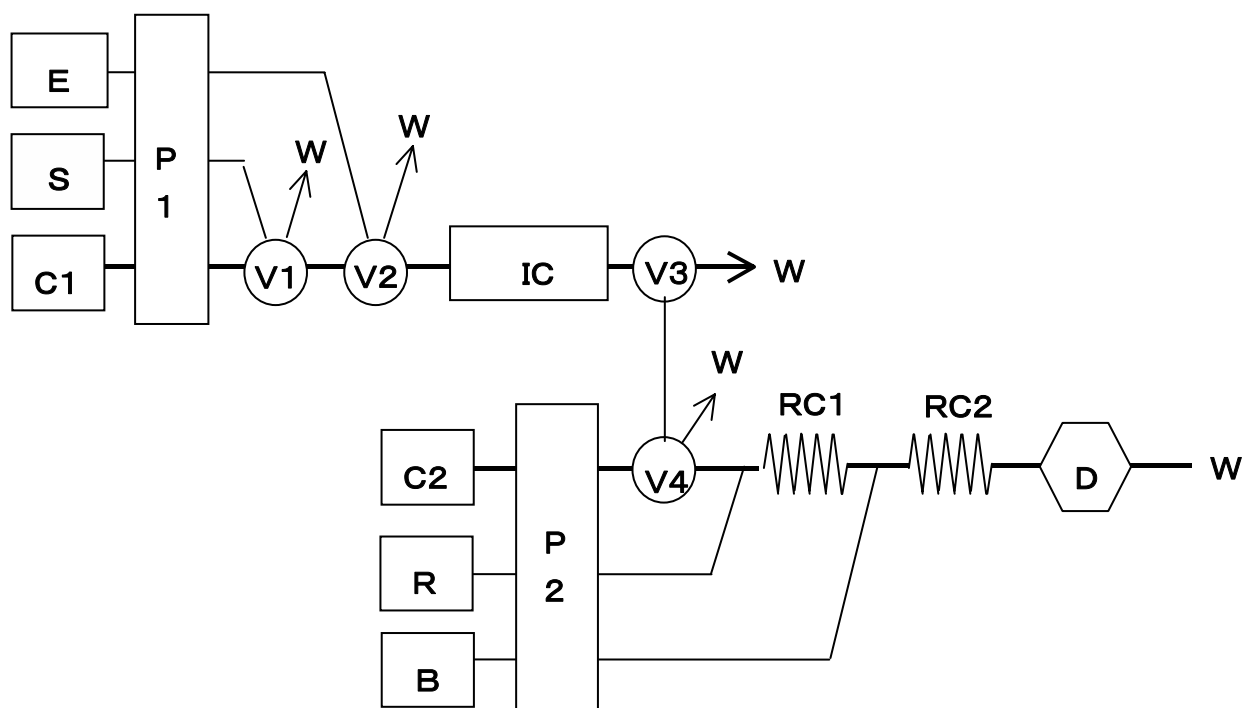
RC:反応コイル

R:反応液

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② : 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

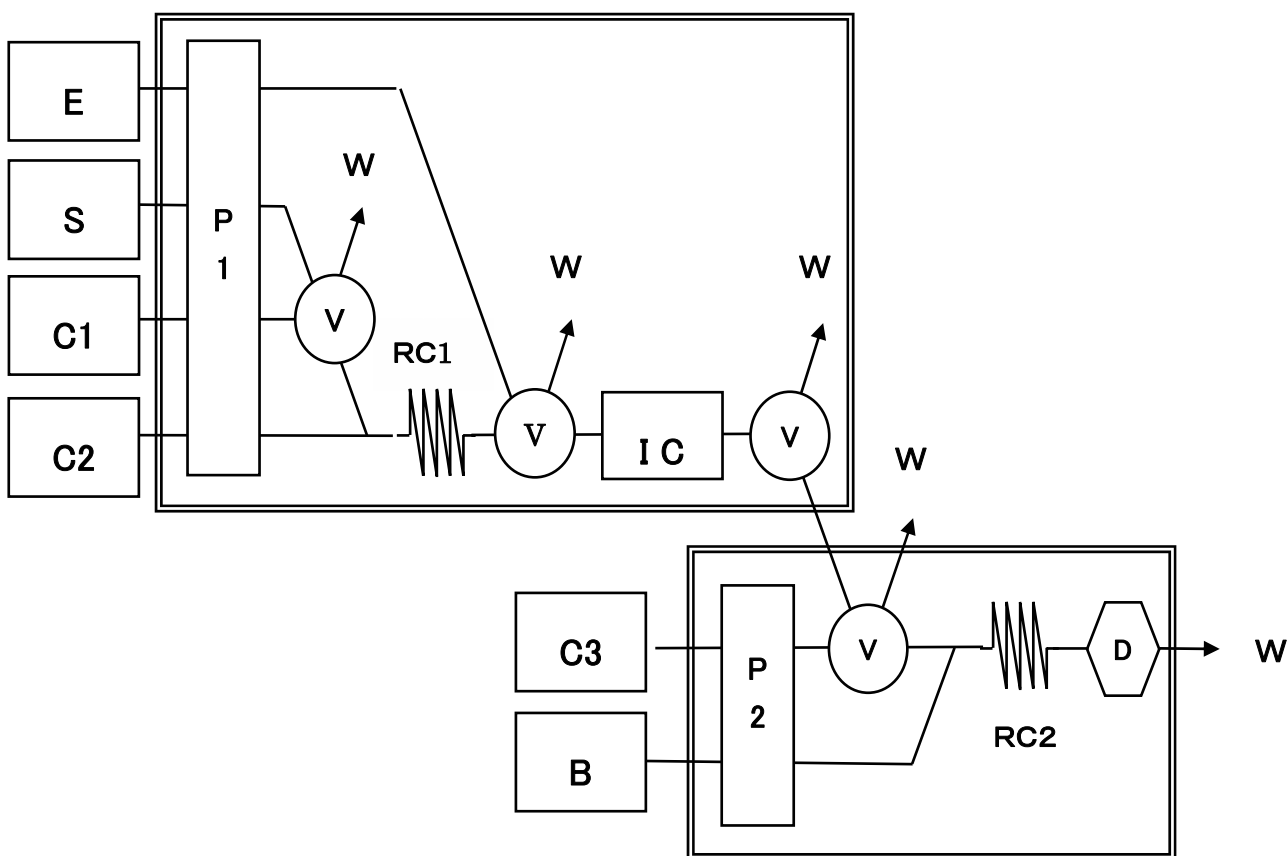
S: 試料溶液

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. クロモトロープ酸二ナトリウム
6. 水酸化ナトリウム

分析システム③ : 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ピリジルアゾーレソルシノール)
4. 水酸化ナトリウム
5. 酢酸アンモニウム

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：簡易比色法

使用可能な分析項目：六価クロム、ほう素溶出量

フッ素含有量

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

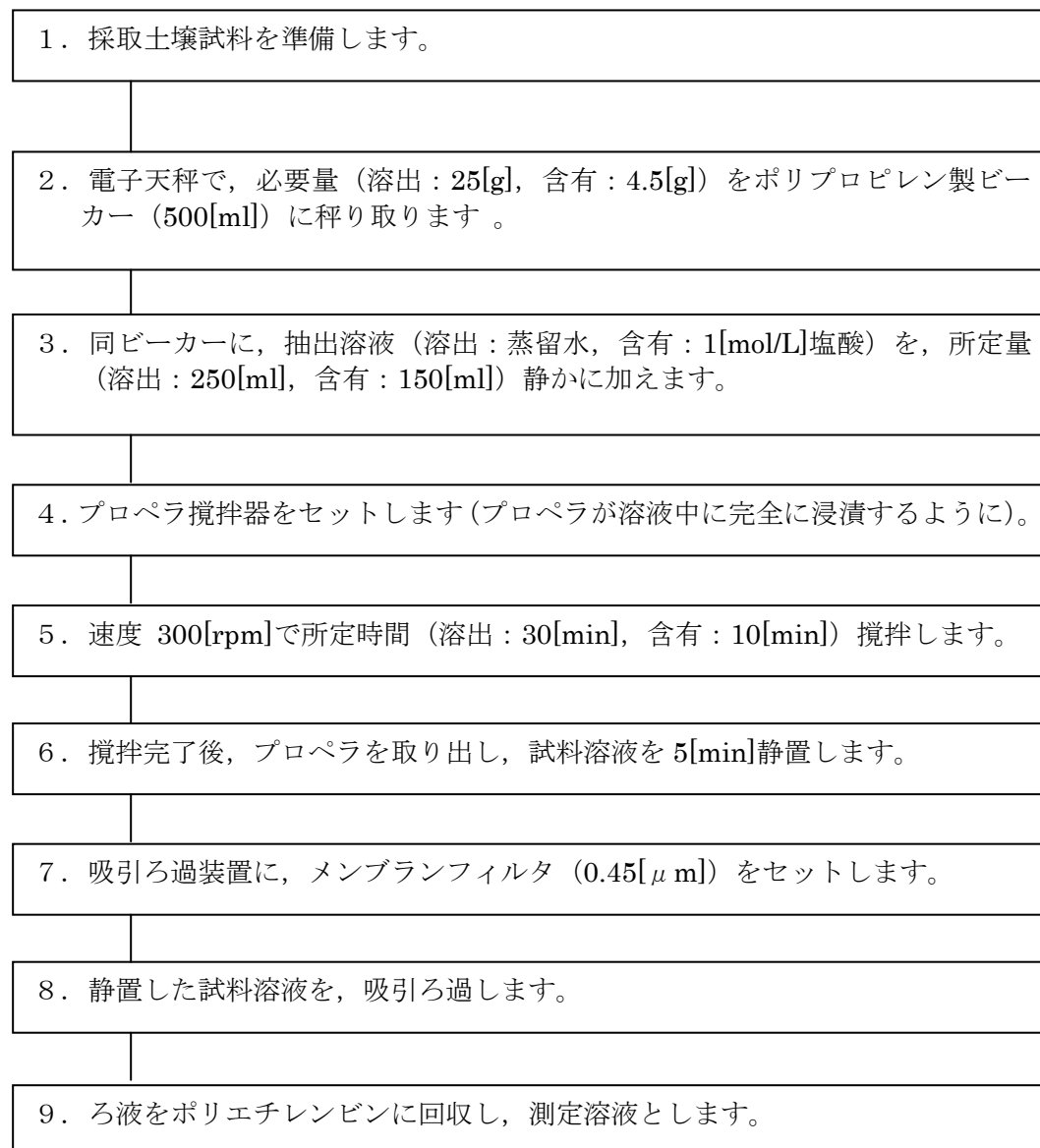
戸田建設株式会社

* 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。

簡易比色法操作マニュアル

操作手順 : 試料前処理



◆ ほう素

- ・アゾメチン H 液：アゾメチン H 0.5g, L(+)-アスコルビン酸 1.5g を水に溶かして 50ml とする。
- ・緩衝液：酢酸アンモニウム 50g, 硫酸 3ml, リン酸 1ml, くえん酸一水和物 0.2g, EDTA・2Na 0.2g を水 50ml に加え、加熱して溶かす。
- ・アゾメチン H 混合液：アゾメチン H 液と緩衝液を 1 : 1 で混合する。
- ・基準液：ほう素標準液 B1000 を 1000 倍に希釈して 1mg/L ほう素溶液を調製する。
- ・ブランク：試験管にアゾメチン H 混合液 2ml をとり、水を加えて 10ml にする。
- ・標準：試験管にアゾメチン H 混合液 2ml, 1mg/L ほう素基準液 5ml をとり、水を加えて 10ml にする。
- ・試料：試験管にアゾメチン H 混合液 2ml, 試料溶液 8ml をとる。
- ・60 分経過後にブランクで 0 調整を行い、吸光度を測定する。
- ・濃度の求め方
溶出 (mg/L) : (試料の吸光度 × 0.625) ÷ 標準の吸光度
含有 (mg/kg) : [(試料の吸光度 × 0.625) ÷ 標準の吸光度] × 33.3

◆ ふっ素

- ・アルフツソン液：アルフツソン 2.5g を水に溶かして 50ml にする。
- ・基準液：フッ素標準液 F1000 を 500 倍に希釈して、2mg/L フッ素溶液を調製する。
- ・ブランク：試験管にアルフツソン液 1ml, アセトン 2ml をとり、水を加えて 10ml にする。
- ・標準：試験管にアルフツソン液 1ml, アセトン 2ml, 2mg/L フッ素基準液 4ml をとり、水を加えて 10ml にする。
- ・試料：試験管にアルフツソン液 1ml, アセトン 2ml, 試料溶液 6ml をとり、水を加えて 10ml にする。
- ・30 分経過後にブランクで 0 調整を行い、吸光度を測定する。
- ・濃度の求め方
溶出 (mg/L) : (試料の吸光度 × 1.33) ÷ 標準の吸光度
含有 (mg/kg) : [(試料の吸光度 × 1.33) ÷ 標準の吸光度] × 33.3

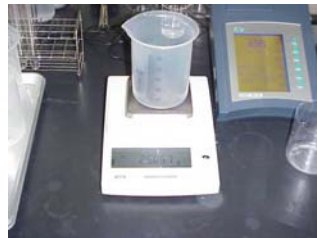
◆ 六価クロム

- ・ジフェニルカルバジド液：1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド 0.5g をアセトン 25ml に溶かし、水を加えて 50ml にする。
- ・基準液：クロム(VI)標準液 Cr1000 を 1000 倍に希釈して、1mg/L クロム(VI)溶液を調製する。
- ・ブランク：試験管に硫酸(1+9)0.5ml, ジフェニルカルバジド液 0.2ml をとり、水を加えて 10ml にする。
- ・標準：試験管に硫酸(1+9)0.5ml, ジフェニルカルバジド液 0.2ml, 1mg/L クロム基準液 8ml をとり、水を加えて 10ml にする。
- ・試料：試験管に硫酸(1+9)0.5ml, ジフェニルカルバジド液 0.2ml, 試料溶液 8ml をとり、水を加えて 10ml にする。
- ・5 分経過後にブランクで 0 調整を行い、吸光度を測定する。
- ・濃度の求め方
溶出 (mg/L) : (試料の吸光度 × 1.0) ÷ 標準の吸光度
含有 (mg/kg) : [(試料の吸光度 × 1.0) ÷ 標準の吸光度] × 33.3

◆ ほう素：簡易比色法



試料:左より①溶液試料溶出液 ②溶液試料含有液 ③土壤試料含有用 ④土壤試料溶出用
実験方法



500mlPP ビーカに土壤試料溶出用④25g を取り，水 250ml を添加
500mlPP ビーカに土壤試料含有用③4.5g を取り，1M 塩酸 150ml を添加



溶出用は 300rpm で 30 分攪拌
含有用は 300rpm で 10 分攪拌

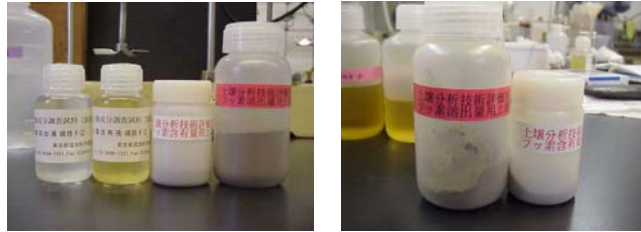


0.45 μ m フィルタで吸引ろ過 吸引ろ過ろ液（溶出用④） 吸引ろ過ろ液（含有用③）



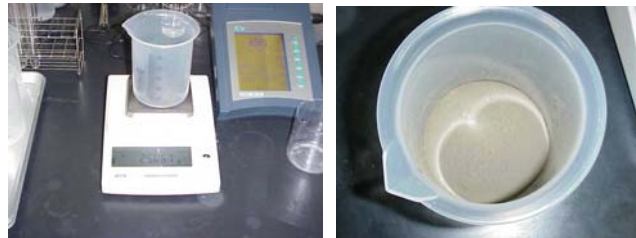
濃度測定（共栓付試験管にアズメチン H 混合溶液 2 m l 試料溶液 8 m l を入れ黄色に発色）

◆ フッ素：簡易比色法

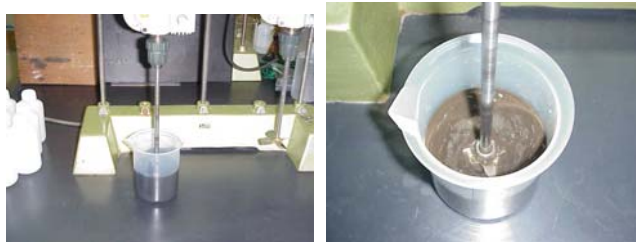


試料：左写真左より①溶液試料溶出液 ②溶液試料含有液 ③土壌試料含有用 ④土壌試料溶出用
 試料：右写真左より①土壌試料溶出用 ②土壌試料含有用

実験方法



500mlPP ビーカに土壌試料溶出用④25g を取り，水 250ml を添加
 500mlPP ビーカに土壌試料含有用③4.5g を取り，1M 塩酸 150ml を添加



溶出用は 300rpm で 30 分攪拌
 含有用は 300rpm で 10 分攪拌



0.45 μm フィルタで吸引ろ過 吸引ろ過液（溶出用④） 吸引ろ過液（含有用③）



濃度測定（共栓付試験管にアルフッソン液 1ml，アセトン 2ml，
 試料溶液 6ml を取り，水を加えて 10ml として青紫に発色）
 アルフッソン液・・・アルフッソン 2.5 g を水に溶かして 50ml とする。

◆ 六価クロム：簡易比色法



試料：左より①溶液試料溶出液 ②溶液試料含有液 ③土壌試料含有用 ④土壌試料溶出用
左より④・③・②・①

実験方法



500mlIPP ビーカに土壌試料溶出用④・④25g を取り，水 250ml を添加
500mlIPP ビーカに土壌試料含有用③・③4.5g を取り，溶媒 150ml (* 1) を添加



溶出用は 300rpm で 30 分攪拌
含有用は 300rpm で 10 分攪拌



0.45 μ m フィルタで吸引ろ過



吸引ろ過液（溶出用④・④）比色・検知管用



濃度測定 比色計・・・共栓付試験管に硫酸（1+9）0.5ml，ジフェニルカルバジド溶液 0.2ml
試料溶液 8ml を取り，水で 10ml として紫色に発色

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：黒鉛炉原子吸光分析法

使用可能な分析項目：セレン・カドミウム含有量

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：電気加熱原子吸光測定

1. ホローカソードランプを装着する。

2. グラファイトキュベットを装着する。

3. 冷却水（1.5[L/min]以上）を流す。アルゴンガス供給バルブを開く。

4. 分光測光部，PC 部，GA 電源の順に電源スイッチを投入する。

5. 分析条件設定画面で，測定元素，測定条件を設定する。

6. 分析条件設定画面で，試料の濃度単位，標準試料の濃度を設定する。

7. 温度プログラムを設定する。

8. オートサンプラに，標準試料，測定溶液 および 硝酸パラジウム溶液をセットする。

9. グラファイトキュベットを清浄化（最大電流を流す）する。

10. オートゼロにより，ベースラインのゼロ設定を行う。

11. 標準試料，測定溶液の順で測定を行う。

12. 分析結果は PC に表示，記録される。

13. 測定完了。分光測光部，PC 部，GA 電源の順に電源スイッチを切る。

14. 冷却水を止め，アルゴンガスを閉じる。

各元素の測定条件

◆測定条件(Cd)

測定波長	228.8 nm	
試料注入量	20 μ l	硝酸パラジウム添加
温度プログラム		

	開始温度 $^{\circ}$ C	終了温度 $^{\circ}$ C	昇温時間 s	継続時間 s
乾燥	80	140	40	0
灰化	300	300	30	0
原子化	1500	1500	0	10
クリーン	1800	1800	0	5
冷却				5

◆測定条件(Se)

測定波長	228.8 nm	
試料注入量	20 μ l	硝酸パラジウム添加
温度プログラム		

	開始温度 $^{\circ}$ C	終了温度 $^{\circ}$ C	昇温時間 s	継続時間 s
乾燥	80	140	40	0
灰化	300	300	30	0
原子化	1500	1500	0	10
クリーン	1800	1800	0	5
冷却				5

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：ジフェニルカルバジド比色法

使用可能な分析項目：六価クロム溶出量

実証試験者：株式会社太平洋コンサルタント

* 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。

超音波迅速抽出／ジフェニルカルバジド比色定量法

1. 準備

a) 試薬等

- 1) 蒸留水
- 2) 硫酸 (1.8M)
市販の特級硫酸 96.0%と蒸留水を 1:9 で調整したもの
- 3) ジフェニルカルバジド溶液 (0.04M)
市販の 1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド 0.5g を市販の特級アセトン 30mL に溶かし、蒸留水を加えて 50mL としたもの
- 4) クロム (VI) 標準液 (2.5 μ g/mL, 25 μ g/mL)
市販の 1000mg/L クロム標準液

b) 器具類

- 1) 塩ビ篩 (2mm)
- 2) バット
- 3) 薬さじ
- 4) ポリスチレン樹脂製サンプル瓶 (約 120cm³)
- 5) 電子天秤 (最小 0.01g, 最大 100g 程度)
- 6) 超音波洗浄器 (発振周波数 40kHz, 高周波出力 55W, AC100V 電源)
- 7) ディスポーザブルメンブレンフィルター (孔径 0.45 μ m)
- 8) シリンジ (5mL~10mL 程度)
- 9) ビーカー (10mL)
- 10) ホールピペット (20mL, 5mL)
- 11) マイクロピペット (20 μ L~200 μ L, 500 μ L)
- 12) マイクロピペットチップ (20 μ L~200 μ L, 500 μ L)
- 13) メスフラスコ (10mL)
- 14) ガラスセル (12.5mm×12.5mm×45mm)
- 15) 小型比色計 (別紙 小型比色計詳細を参照)
- 16) ノート型パソコン (表計算ソフトがインストールされているもの)

2. 操作

a) 試料の操作

- 1) 2mm 塩ビ篩を用いて採取した土壌をバット上に篩い分け、均一に混合したものを溶出試料とする。
- 2) 電子天秤を用いてポリスチレン樹脂製サンプル瓶に試料を 2g±0.01g 量りとり、ホールピペットで蒸留水 20mL を加える。
- 3) サンプル瓶の蓋をして、超音波洗浄器に入れる。超音波洗浄器に注水し (サンプル液上面よりも若干多め) 出力 High, 設定水温 25℃でスタートさせ 30 分間迅速抽出を行う。(写真 1)
- 4) 30 分間の迅速抽出後、サンプルを常温 (水で冷却) になるまで冷却した後、シリンジおよびディスポーザブルメンブレンフィルターを用いてろ過する。ろ液は 10mL ビーカーで受ける。(写真 2)
- 5) ホールピペット又はマイクロピペットを用いて、ろ液の適量をメスフラスコにとり、マイクロピペットを用いて硫酸 (1.8M) を 0.5mL 加えた後、速やかにジフェニルカルバジド溶液を 0.2mL を加え (写真 3) メスフラスコを振り混ぜ、蒸留水を標線まで加え栓をしてさらに振り混ぜる^{注1)}。



写真1

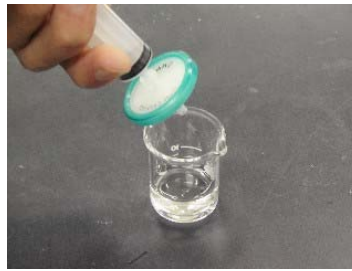


写真2

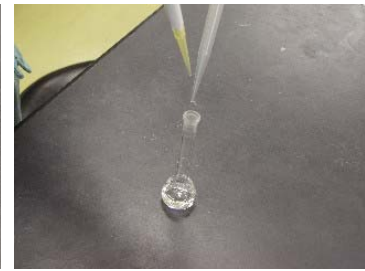


写真3

- 6) 小型比色計のゼロセット^{注2)}を検量線の濃度 $0.0 \mu\text{g}$ を用いて行う。
- 7) 全量メスフラスコの一部をガラスセルに移し小型比色計に装着し波長 530nm の吸光度を測定する。(写真4～6)

- 注 1) ろ液が有機物等により透明でない場合は、硫酸 (1.8M) を 0.5mL 加え蒸留水を標線まで加え振り混ぜたものを波長 530nm の吸光度を測定し、対照液とする。
- 注 2) 使用前に小型比色計の電源を入れておく。検量線測定時にゼロセットを行ってれば、ここでは実施しない。



写真4



写真5



写真6

b) 検量線の操作

- 1) 土壌試料を超音波洗浄器にて迅速抽出を実施している間に作業を行う。
- 2) 下表に示すクロム(VI)標準液分取量を 10mL のメスフラスコにマイクロピペットを用いて分取する。

クロム(VI)標準液分取量

標準液濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	分取量 (μL)	クロム量 (μg)
2.5	0	0.0
	80	0.2
	200	0.5
25	40	1.0
	80	2.0
	200	5.0

濃度 $0.0 \mu\text{g}$ は小型比色計ゼロセット用

- 3) マイクロピペットを用いて硫酸（1.8M）を 0.5mL 加えた後、速やかにジフェニルカルバジド溶液を 0.2mL を加えメスフラスコを振り混ぜ、蒸留水を標線まで加え栓をしさらに振り混ぜる。
- 4) 全量メスフラスコの一部をガラスセルに移し小型比色計に装着し波長 530nm の吸光度を測定する^{注3)}。

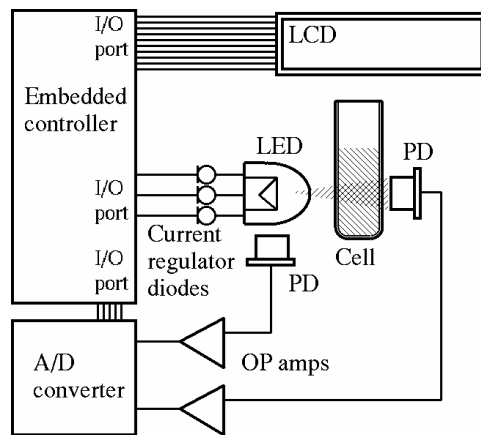
注3) ガラスセル中の溶液を入れ替える前に蒸留水でガラスセルを洗浄すること。
濃度 $0.0 \mu\text{g}$ を移し入れたガラスセルを小型比色計に装着した後に黒いボタンを押して、ゼロセットを実行する。

c) 結果の算出

ノート型パソコン（表計算ソフト）に検量線および試料の吸光度、試料の分取量を入力し土壌試料の溶出量を算出する。

小型比色計の詳細

光源に赤、緑、青色の三色が一体となったフルカラー発光ダイオード(LED)を、検出器にはフォトダイオードを用いている。マイクロコンピュータを内蔵しており、LEDを逐次点灯し、点灯に同期して透過光強度を取り込み、各波長(630, 530, 470 nm)における吸光度を測定し、内蔵の液晶画面に表示する。ブロック図を以下に示す。吸光度として ± 0.001 程度の測定精度を有する。電源は006P積層電池で、3時間以上の連続動作が可能である。大きさは $100 \times 70 \times 50$ mm、質量は280 gである。



小型比色計のブロック図