

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

1. はじめに

ここでは **HACH** 吸光光度計等を用いた土壌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、土壌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壌概況調査における公定調査法では、土壌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。この土壌を風乾して中小礫、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壌を十分混合した後に試験に必要な土壌量を採取するとある。

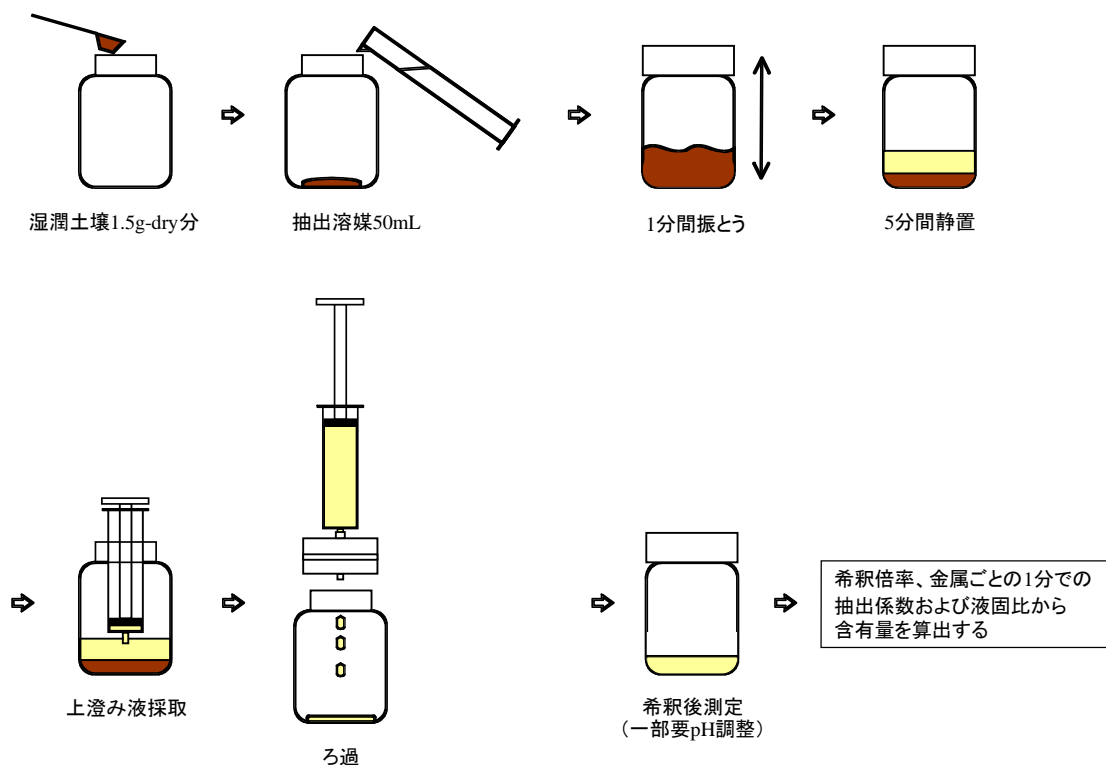
しかし、簡易試験法では、迅速性や簡易性が求められ、多少精度を落としてでも簡易・迅速な方法が求められるケースは多い。そこで、ここではポリエチレン製広口瓶に、湿潤状態のままの土壌を計量スプーンで**3**回程度に分けて採取し、土壌の種類毎に示した湿潤重量と乾燥重量との標準換算表を参照して、電池式電子天秤で含有量試験の場合約**1.5 g-dry**相当分、溶出試験の場合約**5 g-dry**相当分を量り取る。なお、必要に応じて試験室等で持ち帰った土壌試料の一部の含水率を求め、正確な乾燥重量を算出して補正を行っても良い。また、測定法のみ簡易化したい場合には、通常通り風乾操作、篩い分け操作を行っても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

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。

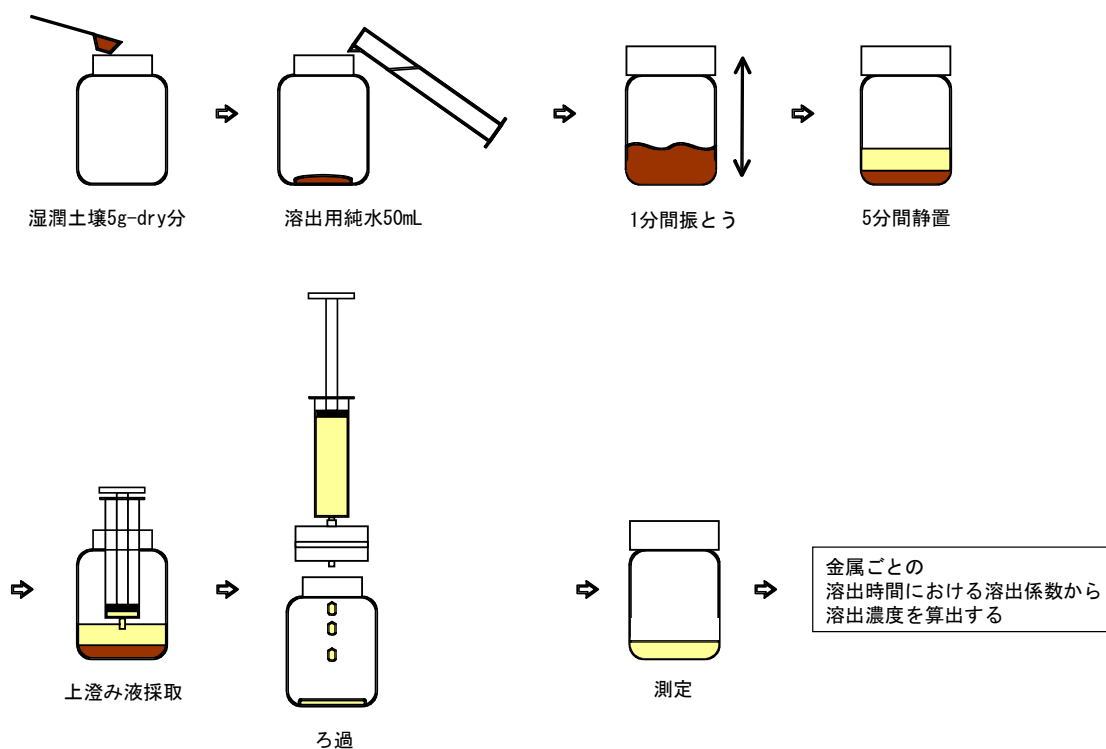
簡易含有量試験



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

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

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

6. 測定廃液の取扱い

土壌分析後の測定廃液については、測定試薬のなかに有害成分を含むものがある。適切に処理が必要になるので、測定を始める前に製品安全データシート（MSDS）を精読することを勧める。試薬類を誤って皮膚や衣類に付着した場合は、直ちに水で洗い流すようにする。

ふっ素測定後の廃液には、亜ヒ酸ナトリウムが含まれるので、ポリ瓶容器等に回収し、産業廃棄物処理業者等に処理を依頼する。