

## 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。

**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[ $\mu$ 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。

### 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) :  $(\text{試料の吸光度} \times 0.625) \div \text{標準の吸光度}$   
含有 (mg/kg) :  $[(\text{試料の吸光度} \times 0.625) \div \text{標準の吸光度}] \times 33.3$

### ふっ素

- ・アルフッソン液：アルフッソン 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：試験管にアルフッソン液 1ml, アセトン 2ml をとり, 水を加えて 10ml にする。
- ・標準：試験管にアルフッソン液 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：試験管にアルフッソン液 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) :  $(\text{試料の吸光度} \times 1.33) \div \text{標準の吸光度}$   
含有 (mg/kg) :  $[(\text{試料の吸光度} \times 1.33) \div \text{標準の吸光度}] \times 33.3$

### 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( )標準液 Cr1000 を 1000 倍に希釈して, 1mg/L クロム( )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) :  $(\text{試料の吸光度} \times 1.0) \div \text{標準の吸光度}$   
含有 (mg/kg) :  $[(\text{試料の吸光度} \times 1.0) \div \text{標準の吸光度}] \times 33.3$

ほう素：簡易比色法



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



500mlPP ビーカに土壤試料溶出用 25g を取り，水 250ml を添加  
500mlPP ビーカに土壤試料含有用 4.5g 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 フィルタで吸引る過 吸引る過ろ液 ( 溶出用 ) 吸引る過ろ液 ( 含有用 )



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

フッ素：簡易比色法



試料：左写真左より 溶液試料溶出液 溶液試料含有液 土壤試料含有用 土壤試料溶出用  
 試料：右写真左より 土壤試料溶出用 土壤試料含有用

実験方法



500mlPP ビーカーに土壤試料溶出用 25g を取り，水 250ml を添加  
 500mlPP ビーカーに土壤試料含有用 4.5g 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） 吸引ろ過液（含有用）



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 溶液試料溶出液 溶液試料含有液 土壤試料含有用 土壤試料溶出用  
左より . . .

### 実験方法



500ml IPP ビーカに土壤試料溶出用 ・ 25g を取り，水 250ml を添加  
500ml IPP ビーカに土壤試料含有用 ・ 4.5g 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  $\mu$ m フィルタで吸引る過



吸引る過ろ液 ( 溶出用 . . . ) 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