

**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： 吸光光度法等に基づく簡易迅速測定法

**使用可能な分析項目： ふっ素、鉛の溶出量
カドミウム、六価クロム
鉛の含有量**

**実証試験者： セントラル科学株式会社
環境資源システム総合研究所**

* 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。

標準作業手順書

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
5. 公定法濃度の推計方法

1. はじめに

本作業手順書では携帯型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、迅速試験操作方法、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ます。

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ありませんが、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ます。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、浄化対策工事における施工管理や搬出入土壌の品質管理などに活用できます。東京都環境確保条例での使用に際しましては、東京都環境局環境改善部化学物質対策課がとりまとめている「土壌汚染調査における簡易分析法採用マニュアル（重金属編）」をご参照ください。

2. サンプリング

土壌のサンプリングは、目的に応じて測定者が定めることが可能ですが、土壌汚染対策法における土壌概況調査における方法とすることもできます。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 地点混合法で表層 5cm と 5-50cm の等量混合することとされています。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ます。

3. 迅速試験操作

3.1 含有量試験

採取したままの土壌試料を数百 g ~ 1kg 程度をスコップでポウルに採り、マッシャーで破碎、混合します（注1）。なお、全ての操作は安全のため、付属の手袋、安全眼鏡を付けていただくことを推奨いたします。

付属のふるいを用いて、で破碎した土壌をふるい、バット(平皿)に受けます。

土壌水分目安表を参考にして土壌採取量(1.5g-dry 分) と目安含水率を決定します（注2）。

電子天秤の電源を入れ、広口ポリ瓶の蓋を開けて乗せます。天秤の「ゼロ」を押してから、湿潤状態のままの土壌を、で決定した土壌採取量の重量分平皿から量り入れます。

土壌試料を入れた広口瓶に対象物質用の抽出溶媒をメスシリンダーで 50mL 量り取って入れ、フタをします。

操作後、すばやく 1 分間振とうします（注3）。

振とうが終わったら、5 分間静置します（注4）。

の間に、ピンセットを用いてろ紙ホルダーの蓋（傘状の側）に GF/D、0.45 μ m フィルターの順に重ねてセットし、ホルダー本体をセットします。ろ紙をセットする際には、2 枚のろ紙にずれが生じないように揃え、ホルダーをねじ回してセットします。最後に手でもうひと締めすることで漏れが生じにくくなります。

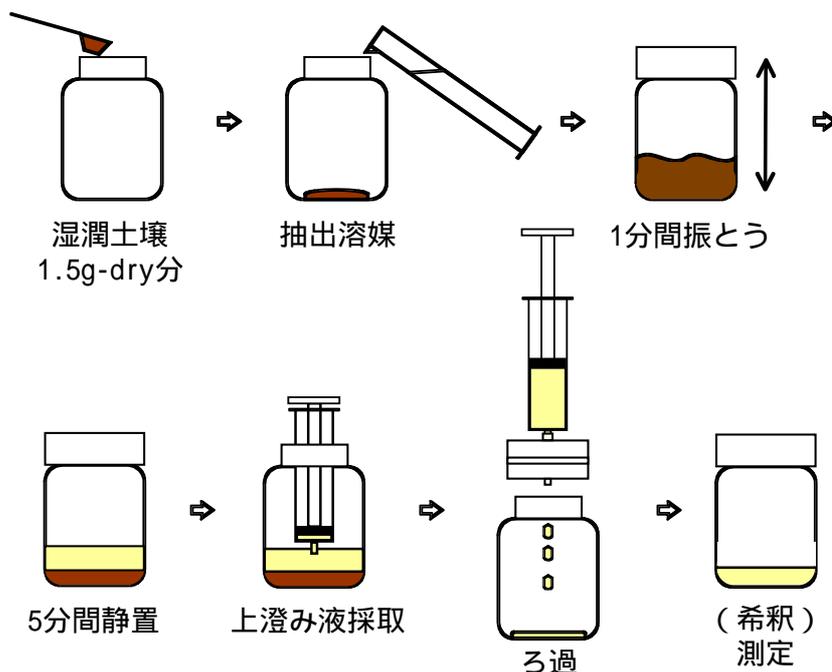
後、上澄み液をシリンジで約 20 ~ 30mL 吸い取ります（注5）。

で組み立てたろ紙ホルダーと 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ます（注6）。

のろ液を吸光光度計等で測定します（測定手順については 9 ページ以降の該当項目を参照してください）（注7）

の測定値と最終ページに示した金属ごとの代表補正係数から推計公定法濃度を求めます。なお、実験室等で正確な含水率を測定して土壌採取量の補正をする場合には、最終ページに示した含水率補正を行う場合の式を用いて公定法濃度を推計してください。

簡易含有量試験



土壌水分目安表

見た目	土質	目安含水率 [%]	土壌採取量 [g]	
			土壌採取量 (含有)	土壌採取量 (溶出)
乾燥している	砂	3	1.5	5.2
	その他	15	1.8	5.9
湿っている	砂	10	1.7	5.6
	一般土壌	25	2.0	6.7
	粘土質	30	2.1	7.1
かなり水分を含んでいる	砂	20	1.9	6.3
	一般土壌	30	2.1	7.1
	粘土質	35	2.3	7.7

注1) 連続使用に当たっては、前試料による汚染を受けないように洗浄してからご使用ください。

粘土や団塊状の土壌については、
、
を省略して異なる粘土塊、団塊から少量ずつ採取していただくことで測定可能ですが、精度を求める場合には乾燥してから破碎、篩い分けした土壌試料を用いて測定していただくことを推奨いたします。また、測定変動を極力抑えたい場合には、公定法に従って風乾、篩い分け操作を行っていただいても結構です。

注2) 別途、重量法や土壌水分計等を用いて含水率を測定していただいても結構です。

また、現場では目安水分表を用いて、実験室に戻ってから補正していただいても結構ですが、その場合には最終ページに示す含水率補正をする場合の式を利用してください。

なお、一般的な含水率の測定方法の例は以下の通りです。耐熱性の容器の空重量を測定し、そこに湿潤状態の土壌を適当量(天秤精度によるが5g~10g程度)とり、重量を測定します。つづいて湿潤土壌の入った容器を乾燥機で水分が蒸発する温度で重量変化がなくなるまで加熱します(100℃、2時間など)。乾燥機から取り出して重量を測定します。安全のため放冷する場合には、デシケーターなど湿気を吸わない環境で行います。

注3) 振とう時間は迅速性を重視して1分を基本としていますが、若干の時間的余裕がある場合には、精度向上のために任意の時間に延長していただいてもかまいません。ただし、その場合の公定法濃度を推計するための補正係数は1分のものと変わります。詳細はお問い合わせください。

注4) 静置時間5分でする過抵抗が大きい場合には15分程度まで静置時間を延長していただいても結構です。その場合、拡散現象により溶出濃度は上昇すると考えられますが、弊社で把握している範囲では最終結果に大きな影響はないというデータが得られております。

注5) 分析必要量が明確な場合にはろ過液量を減らしていただいても結構です。例えば1項目測定に10ml必要な場合には15mlあれば、1回目に測定範囲外で希釈して再測定する場合にも対応できます。

注6) ろ過を行う際には、利き手で注射器を押し、反対の手でする過器を支えて押しと安全にろ過が行えます。特にろ過抵抗の大きな試料をろ過する場合に、体重を掛けて注射器を押しますと、注射器がろ過器から外れたり、注射器の根元が折れて溶出液が飛び散る恐れがありますので、無理な力を掛けないように十分に注意してください。

ろ過抵抗が非常に大きい場合には、粗ろ過用ろ紙とロートをを用いてろ過してから、通常のろ過操作を行うと抵抗が軽減されます。

注7) 該当する測定法の注意点は、測定方法の箇所をご覧ください。

3.2 溶出試験

採取したままの土壌試料を数百 g~1kg 程度をスコップでボウルに採り、マッシャーで破碎、混合します（注1）。なお、全ての操作は安全のため、付属の手袋、安全眼鏡を付けていただくことを推奨いたします。

付属のふるいを用いて、で破碎した土壌をふるい、バット（平皿）に受けます。土壌水分目安表を参考にして土壌採取量(5g-dry 分) と目安含水率を決定します（注2）。

電子天秤の電源を入れ、広口ポリ瓶の蓋を開けて乗せます。天秤の「ゼロ」を押してから、湿潤状態のままの土壌を、で決定した土壌採取量の重量分平皿から量り入れます。

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量り取って入れ、フタをします。

操作後、すばやく1分間振とうします（注3）。

振とうが終わったら、5分間静置します（注4）。

の間に、ピンセットを用いてろ紙ホルダーの蓋（傘状の側）に GF/D、0.45 μ m フィルターの順に重ねてセットし、ホルダー本体をセットします。ろ紙をセットする際には、2枚のろ紙にずれが生じないように揃え、ホルダーをねじ回してセットします。最後に手でもうひと締めすることで漏れが生じにくくなります。

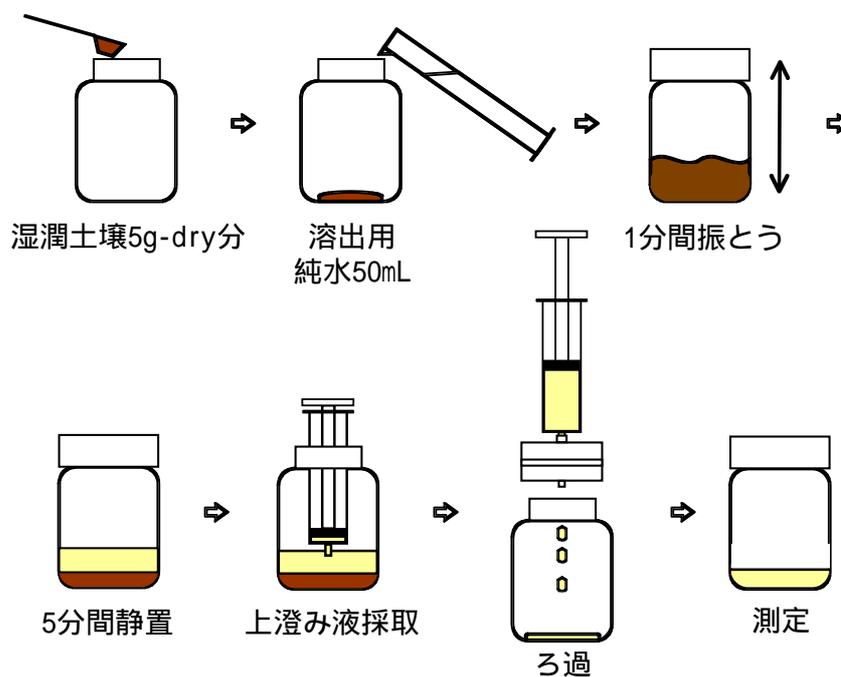
後、上澄み液をシリンジで約20~30mL吸い取ります（注5）。

で組み立てたろ紙ホルダーと 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ます（注6）。

のろ液を吸光光度計等で測定します（測定手順については9ページ以降の該当項目を参照してください）（注7）

の測定値と最終ページに示した金属ごとの代表補正係数から推計公定法濃度を求めます。なお、実験室等で正確な含水率を測定して土壌採取量の補正をする場合には、最終ページに示した含水率補正を行う場合の式を用いて公定法濃度を推計してください。

簡易溶出試験



土壌水分目安表

見た目	土質	目安含水率 [%]	土壌採取量 [g]	
			土壌採取量 (含有)	土壌採取量 (溶出)
乾燥している	砂	3	1.5	5.2
	その他	15	1.8	5.9
湿っている	砂	10	1.7	5.6
	一般土壌	25	2.0	6.7
	粘土質	30	2.1	7.1
かなり水分を含んでいる	砂	20	1.9	6.3
	一般土壌	30	2.1	7.1
	粘土質	35	2.3	7.7

注1) 連続使用に当たっては、前試料による汚染を受けないように洗浄してからご使用ください。

粘土や団塊状の土壌については、
、
を省略して異なる粘土塊、団塊から少量ずつ採取していただくことで測定は可能ですが、精度を求める場合には乾燥してから破碎、篩い分けした土壌試料を用いて測定していただくことを推奨いたします。また、測定変動を極力抑えたい場合には、公定法に従って風乾、篩い分け操作を行っていただいても結構です。

注2) 別途、重量法や土壌水分計等を用いて含水率を測定していただいても結構です。

また、現場では目安水分表を用いて、実験室に戻ってから補正していただいても結構ですが、その場合には最終ページに示す含水率補正をする場合の式を利用してください。

なお、一般的な含水率の測定方法の例は以下の通りです。耐熱性の容器の空重量を測定し、そこに湿潤状態の土壌を適当量(天秤精度によるが5g~10g程度)とり、重量を測定します。つづいて湿潤土壌の入った容器を乾燥機で水分が蒸発する温度で重量変化がなくなるまで加熱します(100℃、2時間など)。乾燥機から取り出して重量を測定します。安全のため放冷する場合には、デシケーターなど湿気を吸わない環境で行います。

注3) 振とう時間は迅速性を重視して1分を基本としていますが、若干の時間的余裕があり、精度を向上させるために任意の時間に延長していただいてもかまいません。ただし、その場合の公定法濃度を推計するための補正係数は1分のものと変わります。詳細はお問い合わせください。

注4) 静置時間5分でろ過抵抗が大きい場合には、15分程度まで静置時間を延長していただいても結構です。その場合、拡散現象により溶出濃度は上昇すると考えられますが、弊社で把握している範囲では最終結果に大きな影響はないというデータが得られております。

注5) 分析必要量が明確な場合にはろ過液量を減らしていただいても結構です。例えば1項目測定に10ml必要な場合には15mlあれば、1回目に測定範囲外で希釈して再測定する場合にも対応できます。

注6) ろ過を行う際には、利き手で注射器を押し、反対の手でろ過器を支えて押しと安全にろ過が行えます。特にろ過抵抗の大きな試料をろ過する場合に、体重を掛けて注射器を押しますと、注射器がろ過器から外れたり、注射器の根元が折れて溶出液が飛び散る恐れがありますので、無理な力を掛けないように十分に注意してください。

ろ過抵抗が非常に大きい場合には、粗ろ過用ろ紙とロートをを用いてろ過してから、通常のろ過操作を行うと抵抗が軽減されます。

注7) 該当する測定法に注意点は、測定方法の箇所をご覧ください。

4. 分析操作

分析操作については、吸光光度法の機器付属の操作マニュアルをご参照ください。

5. 公定法濃度の推計

ここでは測定濃度から公定法濃度を推計するため方法を示しています。前述の迅速試験方法と分析方法により得られた測定濃度と補正係数から予想される公定法試験での含有量[mg/kg]あるいは溶出量[mg/l]が求められます。なお、補正係数については、データの蓄積に伴い、随時更新しておりますので、お問い合わせください。

なお、本法による推計濃度には、誤差が存在するため、必ずその値であることを保証するものではありません。汚染有無や汚染レベルの目安としてご使用ください。また、土壌汚染対策法あるいは条例に基づく調査で方法が指定されている場合にも、予備調査などに本法を活用することは可能ですが、最終的には指定の方法で調査する必要があります。

< 含水率の誤差を補正しない場合 >

$$\text{推計公定法溶出濃度[mg/l]} = \text{分析値} \times \text{代表補正係数}$$

$$\text{推計公定法含有量[mg/kg]} = \text{分析値} \times 33.3 \times \text{代表補正係数}$$

< 実験室等で含水率を測定して誤差を補正する場合 >

$$\text{推計公定法溶出濃度[mg/l]} = \text{分析濃度[mg/l]} \times \text{代表補正係数} \\ \div (\text{採取した土壌重量[g]} \times (1 - \text{正確な含水率[\%]}/100)) \times 5$$

$$\text{推計公定法含有量[mg/kg]} = \text{分析濃度[mg/l]} \times 50[\text{ml}] \times \text{代表補正係数} \\ \div (\text{採取した土壌重量[g]} \times (1 - \text{正確な含水率[\%]}/100))$$

参考：

$$\text{含水率[\%]} = \left(1 - \frac{\text{乾燥後の土壌重量[g]}}{\text{初めの土壌重量[g]}} \right) \times 100 \quad (\text{A})$$