

## 分析方法と留意点

分析方法の概要とその留意点は、次のとおりである。

〔出典：「土壌・地下水汚染に係る調査・対策指針及び運用基準」  
（(社)土壌環境センター編、平成11年3月改訂版 参考資料4記載のものを一部改変）〕

- (1) 土壌中重金属等の溶出量分析方法（土壌環境基準、平成3年8月23日付け環境庁告示第46号に掲げる方法）

### 検液の作成（溶出方法）

#### 土壌の取扱い

- 1) 採取した土壌はガラス製容器等に収める。  
試験を直ちに行えない場合には、暗所に保存する。

#### 試料の作成

- 2) 採取した土壌を風乾し、中小礫、木片等を除き、土塊、団粒を粗砕した後、非金属性の2mmの目のふるいを通過させて得た土壌を十分混合する。

#### 試料液の調製

- 3) 試料（g）と溶媒（純水に塩酸を加えてpH=5.8~6.3としたもの（ml））とを1：10（W：V）の割合で混合する。
- 4) 混合液が500ml以上となるようにする。

#### 溶出

- 5) 常温（おおむね20℃）常圧（おおむね1気圧）で振とう機（振とう回数毎分200回、振とう幅4~5cm）を用いて6時間連続振とうする。

#### 静置

- 6) 溶出した試料液を10~30分程度静置する。

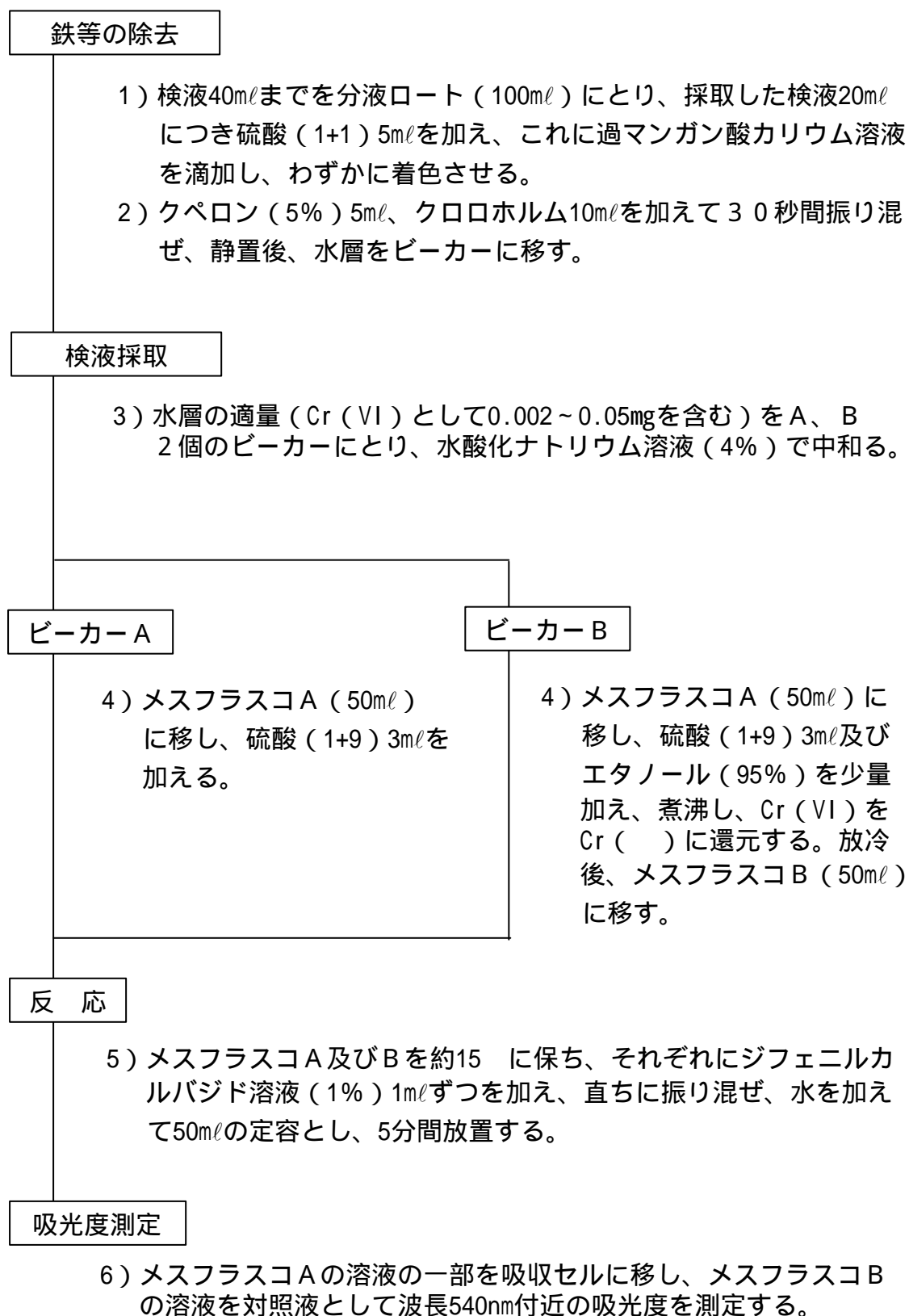
#### ろ過

- 7) 試料液を毎分3,000回転で20分遠心分離した後の上澄み液をメンブランフィルター（孔径0.45μm）を用いてろ過してろ液を取り、検液とする。

#### 検液

## 定量方法

### (イ) ジフェニルカルバジド吸光光度法 (JIS K0102 の 65.2.1)



(ロ) フレーン原子吸光法 (JIS K0102 の 65.2.2)

### 六価クロム

試料の適量を探り、 $0.1 \sim 1 \text{ mol/l}$ の硝酸溶液とする  
(注) 懸濁物を含む場合はろ過する

クロム ( ) が含まれる場合

500ml以下の試料を探り、硫酸アンモニウム鉄 ( ) 溶液1ml、アンモニア溶液を加え、微アルカリ性で煮沸する。ろ過し、温硝酸アンモニウム溶液で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、硝酸を用いて $0.1 \sim 0.5 \text{ mol/l}$ の硝酸溶液とする

試料の一定量をフレーン中に噴霧する

測定物質の波長 (六価クロム (357.9nm)) の指示値を測定する

試料と同量の水を用いて空試験を行い、試料の指示値を補正する

検量線から分析対象物質の量を求める

(八) 電気加熱原子吸光法 (フレイムレス原子吸光法、 JIS K0102 の 65.2.3)

六価クロム

試料の適量を採り、 $0.1 \sim 1 \text{ mol/l}$ の硝酸溶液とする  
(注) 懸濁物を含む場合はろ過する

クロム ( ) が含まれる場合

500ml以下の試料を採り、硫酸アンモニウム鉄 ( ) 溶液1ml、アンモニア溶液を加え、微アルカリ性で煮沸する。ろ過し、温硝酸アンモニウム溶液で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、硝酸を用いて $0.1 \sim 0.5 \text{ mol/l}$ の硝酸溶液とする

試料の一定量をマイクロピペットで発熱体に注入

乾燥・灰化・原子化

測定物質の波長 (六価クロム (357.9nm)) の指示値を測定する

試料と同量の水を用いて空試験を行い、試料の指示値を補正する

検量線から分析対象物質の量を求める

(二) I C P 発光分析法 ( JIS K0102 の 65.2.4 )

六価クロム

試料の適量を探り、 $0.1 \sim 1\text{mol/l}$ の硝酸溶液とする  
(注) 懸濁物を含む場合はろ過する

クロム ( ) が含まれる場合

500ml以下の試料を探り、硫酸アンモニウム鉄 ( ) 溶液1ml、アンモニア溶液を加え、  
微アルカリ性で煮沸する。ろ過し、温硝酸アンモニウム溶液で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、  
硝酸を用いて $0.1 \sim 0.5\text{mol/l}$ の硝酸溶液とする

試料をプラズマトーチ中に噴霧する

分析対象物質の波長 ( 六価クロム (  $206.149\text{nm}$  ) )  
の発光強度を測定する

試料と同量の水を用いて空試験を行い、試料の指示値を  
補正する

検量線から分析対象物質の量を求める

(ホ) I C P 質量分析法 ( JIS K0102 の 65.2.5 )

六価クロム

試料の適量を採り、 $0.1 \sim 1 \text{ mol/l}$ の硝酸溶液とする  
(注) 懸濁物を含む場合はろ過する

クロム ( ) が含まれる場合

500ml以下の試料を採り、硫酸アンモニウム鉄 ( ) 溶液1ml、アンモニア溶液を加え、  
微アルカリ性で煮沸する。ろ過し、温硝酸アンモニウム溶液で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、  
硝酸を用いて $0.1 \sim 0.5 \text{ mol/l}$ の硝酸溶液とする

試料を I C P 質量分析法に導入し、  
六価クロム ( 52or53 ) の測定質量数のイオン  
カウント値を測定する

試料と同量の水を用いて空試験を行い、試料の指示値を  
補正する

検量線から分析対象物質の量を求める