

土壤中金属の分析

Metal analysis of soil samples

はじめに

Introduction

昨今、工場跡地などの再開発に伴い、重金属等による土壤汚染が顕在化し問題となるケースが増えています。この現状を踏まえて、汚染状況の把握と人の健康被害の防止に関する措置を定めることにより、国民の健康を保護する目的で平成14年5月29日に「土壤汚染対策法」が公布され、平成15年2月15日から施行されています。この中には、特定有害物質として、表層土壤中に高濃度の状態

で長期間蓄積し得ると考えられる重金属等9項目及び、地下水の摂取等の観点から設定されている土壤環境基準の溶出基準25項目が挙げられています。

今回、無機元素分析において幅広い分野で使用されているAA、ICP、ICP-MSを用いて、土壤中有害金属の測定を行いましたので紹介します。

M.Takasaka

対象元素と測定法

Target element and measurement method

	土壤溶出基準 (mg/L)	第2溶出基準 (mg/L)	土壤含有量基準 (mg/kg)	測定法
Cd	<0.01	<0.3	<150	FAA,FLAA, ICP,ICPMS
Cr ⁶⁺	<0.05	<1.5	<250	UV, FAA,FLAA ICP,ICPMS
総 Hg	<0.0005	<0.005	<15	還元気化AA
Se	<0.01	<0.3	<150	水素化物発生FAA,ICP
Pb	<0.01	<0.3	<150	FAA,FLAA, ICP,ICPMS
As	<0.01	<0.3	<150	UV, 水素化物発生FAA,ICP
B	<1	<30	<4000	UV, ICP,ICPMS

ここでFAAはフレイム原子吸光法、FLAAはフレイムレス原子吸光法を示します。

試料調製法

Sample treatment

① 土壤溶出基準の検液調製法

(平成15年3月6日環境省告示第18号)

対象成分：アルキル水銀、水銀、カドミウム、鉛、六価クロム、砒素、セレン、シアン、硼素

採取した土壌は、ガラス製または対象物質の吸着・溶出の無い容器に保存します。風乾後、非金属製2mmの篩で粒径をそろえた試料50g以上を採取します。溶媒にはpH5.8~6.3に調製した塩酸を用います。溶媒と試料を液固比10/1で混合した後、常温で6時間、約200回/分(振とう幅4~5cm)で溶出操作を行います。その後、3000回/分で20分遠心分離し、0.45 μmのメンブランフィルタで濾過した液を検液とします。

② 土壤含有基準の検液調製法

(平成15年3月6日環境省告示第19号)

対象成分：Hg、Cd、Pb、Cr⁶⁺、As、Se、B、F

採取した土壌は、ポリエチレン製または対象物質の吸着・溶出の無い容器に保存します。風乾後、非金属製2mmの篩で粒径をそろえた試料6g以上を採取します。溶媒には1mol/L塩酸(Cr⁶⁺については5mMNa₂CO₃+10mMNaHCO₃アルカリ緩衝液)を用います。溶媒と試料を液固比100/3で混合した後、常温で2時間、約200回/分(振とう幅4~5cm)で溶出操作を行います。その後、0.45 μmのメンブランフィルタで濾過した液を検液とします。

測定例

Measurement

今回、土壤標準物質JSAC0411, SRM2711, 池底質標準物質NIES No.2の3試料について、土壤含有基準の試験法により測定を行いました。各標準物質の土壤汚染対策法で測定項目となっている主だった金属の含有量は下記のとおりです。(単位mg/kg)

	JSAC0411	SRM2711	NIES No.2
As	11.3±0.5	105±8	12
Cd	0.274±0.02	41.7±0.25	0.82
Cr	23.5±1.8	47	75
Pb	18.9±2.6	1162±31	105
Se	1.32±0.27	1.52±0.14	記載無し

Cd, Pbの測定結果をFig.1,2に、ICPのプロファイル例をFig.3に示します。

Cd(mg/kg)	JSAC041	SRM2711	NIES No.2
AA	0.2	30.2	0.6
ICP	0.2	36.5	0.6
ICP-MS	0.2	37.4	0.6

Fig.1 Cdの測定結果
Result of Cd

Pb(mg/kg)	JSAC041	SRM2711	NIES No.2
AA	10.5	1046	67.6
ICP	11.8	1070	67.5
ICP-MS	12.0	1040	69.2

Fig.2 Pbの測定結果
Result of Pb

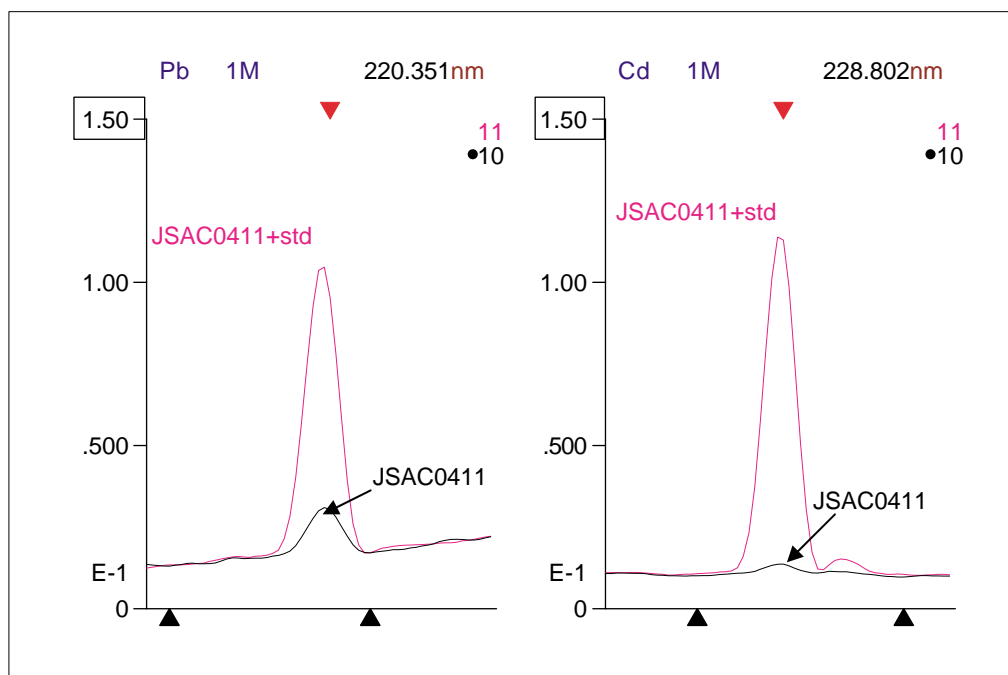


Fig.3 ICPのピークプロファイル
Peak Profile of ICP

まとめ

Conclusion

土壤含有基準の検液調製では、1mol/L塩酸で溶出が行われますが、一般的に、この条件下において、試料が完全に溶解することはありません。従って、標準物質を測定した場合、値付けされた含有量よりも通常、低目の結果となります。

土壤汚染状況の調査物質の中で重金属に関しては、土壤含有量と土壤溶出量の2つの調査があります。通常、含有量試験で得られる濃度よりも溶出量試験で得られる濃度の方が総じて低いため、溶出量の分析では、より高感度な測定法が要求されます。