

原子吸光法による土壤中クロムの分析

Measurement of Chromium in Soil by AAS

2003年に土壤汚染対策法が施行されました。その中に、カドミウム、鉛などと共に六価クロムに関する土壤溶出基準と土壤含有基準が示されています。代表的なクロムの原子価は、三価と六価ですが、基準値は六価クロムの

値となっています。

ここでは、市販の土壤標準物質（JSAC 0401褐色森林土：（社）日本分析化学会）中のクロムの分析例をご紹介します。

T.Kawakami

試料調整方法について

Sample treatment

六価クロムの溶出基準の検液調整方法（平成15年3月6日環境省告示第18号）と含有試験法の検液調整方法（平成15年3月6日環境省告示第19号）の概略をFig.1と2に示します。溶出基準の検液調製方法では溶出液は弱酸性ですが、含有基準の検液調製方法では、アルカリ性の溶出液を用います。なおクロム以外の重金属含有試験の検液調製方法では、溶出液として1mol/L塩酸が用いられます。

調整した試料を採取（50g以上）
抽出液（pH5.8～6.3）を添加（液固比10/1）
振とう（6時間）

遠心分離（3000rpm，20分）

ろ過（0.45 μmのメンブランフィルタ）

ろ液を検液とする

Fig.1 溶出基準の検液調整方法の概略
The outline of preparation for the extraction test

調整した試料を採取（6g以上）
抽出液（5mMNaCO₃ + 10mMNaHCO₃）を添加
（液固比100/3）
振とう（2時間）

ろ過（0.45 μmのメンブランフィルタ）

ろ液を検液とする

Fig.2 含有基準の検液調整方法の概略
The outline of preparation for the content test

今回のサンプルは十分に均一なものと考えられるので、告示法の1/10の試料量（液固比は同じ）で溶出を行いました。

Table 1 土壤標準物質（JSAC 0401 褐色森林土）の
主な含有金属元素の認証値
Certificated Values of the reference soil JSAC 0401

元素	認証値 mg/kg(ppm)
Cd	4.25±0.41
Pb	26±4
Cr	50.4±5.1
As	10.62±0.65
Se	0.27±0.05
Be	5.28±0.35
Cu	15.3±1.3
Zn	66.8±2.7
Ni	18.9±1.3
Mn	266±9
V	65.0±2.6
Al	65000*
Fe	30000*
K	17000*
Si	350000*

*は参考データ

分析方法

Analysis method and condition

上記の告示法によれば、検液は日本工業規格のJIS K0102-1998「工場排水試験方法」の65.2に記載されている六価クロム分析法に従って分析を行います。

JIS K0102には、六価クロムの分析法として以下の5つの分析方法が記載されています。

- ジフェニルカルバジド吸光光度法
- フレイム原子吸光法
- 電気加熱原子吸光法
- ICP発光分光分析法
- ICP質量分析法

今回は分析法として、3の電気加熱原子吸光法を用いました。

なお、ジフェニルカルバジド吸光光度法以外は、六価クロムに対する選択性がないので、検液が三価クロムを含む場合は、鉄共沈法により三価クロムを除去することが記載されています。

今回は、この鉄共沈法による分離を行わずに、得られた検液の一定量に硝酸を添加して加熱分解したのち、定溶したものを適宜希釈して測定試料としました。

装置はAA-6300を用いました。Table 2と3に主な測定条件を示します。

Table 2 分光器パラメータ
Optics parameters

分析波長	357.9nm
スリット幅	0.7nm
電流値	10mA
点灯モード	BGC-D2

Table 3 原子化パラメータ
Atomizing parameters

温度プログラム	乾燥 150 (20秒), 250 (10秒) 灰化 1000 (25秒) 原子化 2400 (3秒) クリーニング 2600 (2秒)
チューブタイプ	パイロ化グラファイトチューブ
試料注入量	5 μ L
干渉抑制剤	硝酸マグネシウム500ppmを5 μ L
信号処理	面積

測定結果

Results

Fig.3に検量線を、Fig.4に測定時のプロファイルの一部を示します。

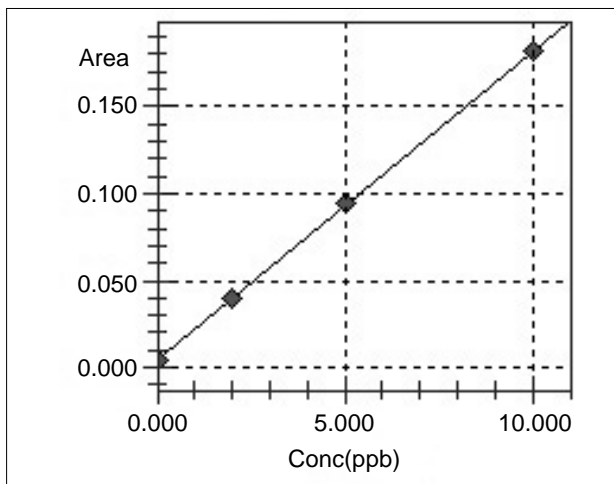


Fig.3 クロムの検量線
Calibration curve of Cr

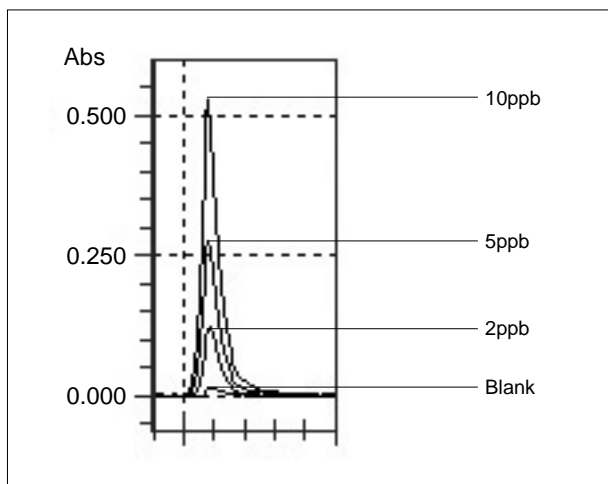


Fig.4 標準液のピークプロファイル
Peak profiles of Cr standard

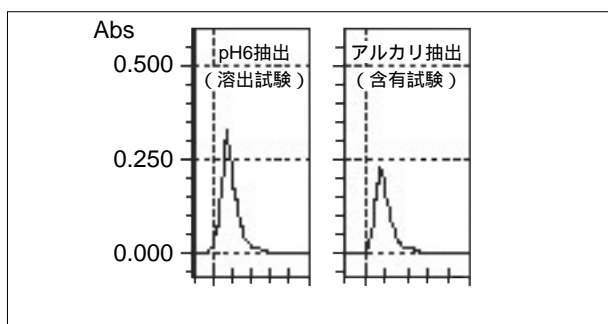


Fig.5 サンプルのピークプロファイル
Peak profiles of sample

Table 4に測定結果を示します。溶出濃度はその物質の化学種や溶出条件に依存すると考えられますので、試験方法に準拠した処理を行うことが必要です。

Table 4 土壤標準物質JSAC 0401のクロムの測定結果
Measurement results of Cr in reference soil JSAC 0401

検液の調整方法	pH6抽出(溶出試験)	アルカリ抽出(含有試験)
検液中濃度(mg/L)	0.160	0.0519
液固比	10/1	100/3
土壤中濃度(mg/kg)	1.60	1.73