SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No.J109

ICP 発光分光分析
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

土壌中有害元素の含有量分析：ICPE-9800 シリーズ

Content Analysis of Harmful Elements in Soil by ICPE-9800 Series

■はじめに
Introduction

汚染された土壌は，雨水や河川水の浸透により，飲料原水の汚染を引き起こすのみならず，土壌を直接摂取することにより健康被害をもたらします。従って，土壌の有害性の評価を，定められた方法で行う必要があります。日本では，土壌汚染対策法において，含有量基準と，その調査方法（土壌含有量調査に係る測定方法）が示されています。Table 1 に，その含有量基準値を示します。調査方法は，人が土壌を摂取した際，含有される有害元素の体内への吸収を想定した溶出試験です。分析に使用する装置には，基準値以下の微量濃度が正確に測定できることが求められます。

今回，島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9800 シリーズを用いて，土壌の含有量分析を行いました。ICPE-9800 シリーズは，ミニトーチプラズマと全元素・全波長が同時分析可能な分光器により，高感度・高精度な分析を，ハイスループット・低コストで行うことができます。

S. Hashimoto

Table 1　土壌含有量基準値（単位：mg/kg）
Content Standard Value of Soil

元素名	As	B	Cd	Cr^{+6}	Hg	Pb	Se
含有量基準値	150	4000	150	250	15	150	150

■試料
Sample

試料として，環境省告示第 19 号（1 mol/L 塩酸含有量調査法）の含有量を認証した標準物質を分析に用いました。

・土壌認証標準物質（褐色森林土壌）
JSAC0402，0403（社団法人日本分析化学会）

■試料の前処理
Sample Preparation

試料の前処理は，土壌含有量調査の検液調整法（環境省告示第 19 号）による試料前処理法と，マイクロ波試料前処理装置による全量分解法を用いました。

・土壌含有量調査の検液調整法（平成 15 年 3 月 6 日環境省告示第 19 号）

土壌試料 6 g に対して 200 mL の割合の 1 mol/L 塩酸を用いて溶出操作を行い，得られた溶出液に内標準元素として Yb, In を添加, 0.45 μm メンブランフィルターでろ過します。得られたろ液を分析用試料としました。

・全量分解法（マイクロ波試料前処理装置による分解法）

試料 0.2 g に，硝酸，ふっ化水素酸を加え，マイクロ波前処理装置を用いて分解を行いました。分解液をふっ素樹脂製ビーカーに移し，ホットプレート上（約 200 °C）で乾固近くまで加熱しました。希硝酸及び希塩酸を加え，内容物を溶解しました。内標準元素として Yb，In を添加し，純水で 20 mL に定容し分析用試料としました。

■装置と測定条件
Instrument and Analytical Conditions

測定には，島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9800 シリーズを用いました。

測定条件を Table 2 に示します。

ICPE-9800 シリーズは，全元素・全波長の同時測定が可能な最新の CCD を使用した分光器により，測定対象元素や試料が多い場合でも，ハイスループットで測定を行うことができます。また，プラズマガス流量を抑えるミニトーチ，待機時のガス・電力消費を抑える Eco モード，パージガス不要の真空分光器の採用により，従来の ICP に比べ，ランニングコストを大幅に低減できます。

Table 2　測定条件
Analytical Conditions

装置	: ICPE-9800シリーズ
高周波出力	: 1.2 kW
プラズマガス流量	: 10 L/min
補助ガス流量	: 0.6 L/min
キャリヤーガス流量	: 0.7 L/min
試料導入	: ネブライザー10
チャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸（AX）
測定時間	: 2分30秒／試料（リンス時間込み）

■分析
Analysis

検量線法 - 内標準法にて含有量基準 7 元素の定量分析を行いました。内標準元素として，土壌中に多く含有しない Yb, In を用いました。

■分析結果
Analytical Result

土壌試料は，Fe や Al，Si など様々な共存元素を高濃度含有し，微量元素に分光干渉を生じることがあります。例えば，Fig. 1 に示すように Cd 214.438 nm には，Fe が干渉します。元素間補正はこのような共存元素による干渉（重なり）を差し引き除去する機能です。Table 3 に元素間補正の有効性を示します。補正を行うことで，真度が改善していることがわかります。

Table 4 に土壌含有量分析の結果を示します。全ての元素について定量下限値は含有量基準値の 1/10 以下となりました。また，基準値以下の低濃度領域においても認証値と一致した良好な結果が得られました。

■まとめ
Conclusion

ICPE-9800 シリーズを用いることで，土壌中の微量元素を，正確かつ迅速に，更に低コストで測定することができます。

［参考資料］
1) 土壌汚染対策法施行規則（平成 14 年 12 月 26 日環境省令第二九号）
2) 土壌含有量調査に係る測定方法を定める件（平成 15 年 3 月 6 日環境省告示第 19 号）
3) JIS K0102-2013（工場排水試験法）
4) US EPA SW-846 Method3052 (Microwave Assisted Acid Digestion of Siliceous and Organically Based Matrices)

Table 3　Cd 214.438 nm における元素間補正の有効性
Effect of Interference Element Correction for Cd 214.438 nm

JSAC0402（全量分解法）	Cd (mg/kg)	共存元素（Fe）(%)
認証値	18.5±1.1	4.2（参考値）
定量値（元素間補正あり）	18.4	
定量値（元素間補正なし）	19.9	

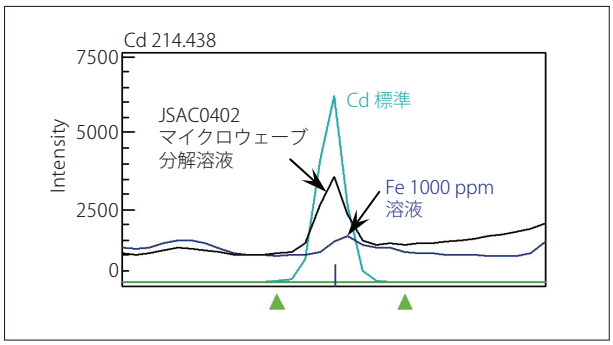

Fig. 1　Cd 214.438 nm における分光干渉
Spectral Interference of Cd 214.438 nm

Table 4　土壌含有量分析の結果（単位：mg/kg）
Results of Soil Content Analysis

	前処理	公定法（環境省告示19号）					全量分解法			
	試料名	検出限界	JSAC0402		JSAC0403		JSAC0402		JSAC0403	
元素名	含有量基準値		定量値	認証値	定量値	認証値	定量値	認証値	定量値	認証値
As	150	0.2	11	10.3 ±0.9	115	111 ±7	42	41.6 ±3.2	195	199 ±15
B	4000	0.02	15.8	15.6 ±0.9	157.7	157 ±3		115 ±15		269 ±46
Cd	150	0.007	17.1	17.3 ±0.4	178.2	178 ±5	18.4	18.5 ±1.1	182.2	183 ±7
Cr^{6+}	250	0.02	7.4		64.8		91	90.5 ±6.9	250.4	257 ±9
Hg	15	0.1	0.6	0.6 ±0.1	6.7	7 ±1		1.3 ±0.1		11.1 ±1
Pb	150	0.1	32	32.3 ±0.8	193	197 ±4	44	45.2 ±7.1	216	224 ±13
Se	150	0.2	3	2.7 ±0.6	64	63.5 ±6.4	18	17 ±1.7	163	169 ±13

含有量基準値：土壌汚染対策法における土壌含有量基準値
検出限界：検量線ブランクを 10 回繰返し測定し求められた標準偏差の 3 倍濃度×希釈倍率（200/6）
Cr^{6+}：含有量基準は Cr^{6+} ですが，分析値は総 Cr の値です。

初版発行：2014年8月

株式会社 島津製作所　分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター
島津コールセンター 0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。
https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
https://solutions.shimadzu.co.jp/
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

3100-07401-490-IK
2014.8