

# 土壤中の重金属分析方法の比較検討（第1報）

— 総クロム，銅，鉛，ニッケルについて —

高橋 淑子 西井戸 敏夫

## 1 はじめに

1973年のクロム鉱さいによる市街地土壌汚染問題を契機として、当公害局では都が取得する事業用地等については、取得に先立って重金属その他による汚染の有無を調査し、土地利用の際の公害発生の未然防止を図ることとしているが、このためには汚染の判断基準としての市街地土壌のバックグラウンド値ならびに土壌の統一的分析方法が必要である。

土壌中の重金属類は一般に、放射化分析あるいはけい光X線分析などの非破壊分析法による場合は別として、分析する際に採用した土壌の分解方法（前処理）によって得られる結果が異なる場合が少なくない。たとえば通常用いられる方法は、炭酸ナトリウムや過酸化ナトリウムによるアルカリ溶融法、あるいは硝酸や過塩素酸を用いる酸分解法であるが、これらの方法は成分によっては結果が全含有量を表わす場合と部分的な溶解性含有量を表現する場合とがある。したがって汚染の判断には、分解方法の違いを無視して単に分析結果だけを比較して論ずることには問題がある。

一般にアルカリ溶融法は操作の簡便さにおいて他の方法に劣るが、得られる結果は全含有量に相当する値を表わすと考えられている。したがって土壌中の重金属含有量の分析方法には原則としてアルカリ溶融法を採用すべきであるが、重金属の種類および土壌中の重金属の存在形態によってはアルカリ溶融法以外の簡易な方法でもこれとほとんど差のない結果が得られるものもある。

上述のような理由から操作の容易さ、迅速性、分析結果の妥当性等を考慮しつつ、当公害局における統一的分析方法の確立を目的として、昭和54年度から主要な重金属の分析法について検討を行うことにしており、本報では総クロム他3物質についての各種分析方

法の比較、主として分解方法の比較検討を行った結果をまとめたものである。

## 2 土壌の採取および試料の調製

表1に示す都内の10地点で、いずれも表層10~20cm程度の箇所から1~2kgを採取し、細礫などの異物を取り除いたのち、50℃に保った循環式乾燥器中で24時間乾燥した。次いで鉄製粉碎機を用いて軽く砕いたのち分篩して100メッシュ以下のものを分取し、縮分器で縮分したものを分析用試料とした。

表1 試料採取地点および含水率

試料 No	採取地点	含水率(%)
Na 1	日比谷公園	3.0
Na 2	明治神宮	17.5
Na 3	愛宕山	10.3
Na 4	上野公園	7.1
Na 5	駒沢公園	14.8
Na 6	深大寺	15.2
Na 7	諏訪神社	11.6
Na 8	滝山	25.4
Na 9	高尾山	6.7
Na 10	奥多摩月夜見峠	27.7
NIES Na 2	(pond sediment)	11.2

上述の操作で得られた試料は重量にして乾燥土壌の99%以上であった。これらの試料の含水率（110℃，2時間）を表1にあわせて掲げた。

なお試料としてこれらの他に国立公害研究所製標準試料NIES Na2 (pond sediment) を用い

て以下に述べる分析方法の結果そのものを比較検討した。同試料については、現在各機関で実施された分析値を集計中であるが、これまでの結果では単純平均値で総クロムが72, 銅216, 鉛103, ニッケル36ppmであるという注)。

### 3 分析方法

#### (1) 総クロム

##### ア 前処理

##### (ア) HF-Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>による方法

試料0.5gを磁製のつばに秤取し、電気炉で550℃, 2時間加熱して灰化し、放冷後白金のつばに移し入れ、これに硫酸(1+3)数滴とふっ化水素酸20mlを加え、砂ざらホットプレート上で硫酸白煙が発生するまで加熱した。冷後、再びふっ化水素酸5mlを加え、硫酸白煙が発生しなくなるまで同様に加熱した。次いで炭酸ナトリウム5gおよび硝酸ナトリウム0.3gを加え、ふたをして直火で加熱し、ときどきつばをゆり動かして内容物を混ぜ合わせ、20分間融解した。放冷後、るつばをビーカー200mlに転倒させて入れ、水50mlを加え、ゆるやかに加熱して融解物をるつばから完全に取出すと同時に融解物中のクロムを水に浸出させた。るつばを取り上げて水で内外壁をよく洗い、洗液をビーカーに合せて入れたのち汚紙5種Bで汚過した。汚紙上の残渣を温水30mlで洗浄し、汚液と洗液をメスフラスコ100mlに移し入れ、硫酸(1+2)をアルミニウムの沈殿が一旦生成してから再び溶解する点まで加えたのち、水で全容を正しく100mlとし、これを3(1)イで述べる定量操作の試験溶液とした。

##### (イ) Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>による方法

上の3(1)ア(ア)で述べたHF-Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>による方法のうち、硫酸(1+3)数滴とふっ化水素酸20mlを加えて硫酸白煙発生まで加熱する操作および放冷後再度ふっ化水素酸5mlを加え硫酸白煙が発生しなくなるまで加熱する操作だけを省略したもので、その他はすべて(ア)と同じに操作してこれを試験溶液とした。

##### (ウ) Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>による方法

試料0.5gを磁製のつばに秤取し、3(1)ア(ア)と同様にして灰化し、放冷後白金のつばに移し入れ、これに炭酸ナトリウム5gと硝酸ナトリウム0.3gを加え、(ア)と同様に融解した。冷後、るつばに硫酸(1+2)

10mlを徐々に加えて融解物を溶解し、溶液はビーカー200mlに移し入れ、さらに硫酸(1+2)10mlずつで2回同様に操作して融解物を完全にるつばから取り出し、先のビーカーに入れ、これに硫酸(1+2)5mlを加え鉄その他が溶解するまで加熱した。放冷後メスフラスコ100mlに移し入れ、アンモニア水(1+1)を鉄、アルミニウムの沈殿が生成するまで加えて中和したのち、硫酸(1+1)を沈殿が消失する点まで加え、水で全容を正しく100mlとし、これを試験溶液とした。

##### (エ) HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>による方法

試料0.5gを磁製のつばに秤取し、(ア)と同様に灰化し、放冷後コニカルビーカー200mlに移し入れ、これに硝酸10ml、硫酸3mlを加え、砂ざらホットプレート上で液量が1/2程度になるまで加熱し、冷後硝酸5mlを追加して硫酸白煙発生まで加熱した。放冷後温水50mlを加え、汚紙5種Bで汚過し、汚紙上の残渣を水で洗い、汚液と洗液をメスフラスコ100mlに移し入れた。アンモニア水(1+1)を鉄、アルミニウムの沈殿が生成するまで加えて中和したのち、硫酸(1+1)を沈殿が消失する点まで加え、水で全容を正しく100mlとし、これを試験溶液とした。

##### (オ) Decomposition Vesselによる方法

試料0.5gを磁製のつばに秤取し、(ア)と同様に灰化し、放冷後Decomposition Vesselのテフロン容器に移し入れ、これに硝酸1mlとふっ化水素酸3mlを加えたのち容器を密閉固定し、電気乾燥器で110℃, 40分間加熱した。冷後、容器の内容物を水5mlでポリエチレンビーカー50mlに移し入れ、ほう酸2.8gを加え、ポリエチレン棒でかき混ぜてほう酸を溶解し、次いで水40mlを加えた。メスフラスコ100mlに移し入れ、水で全容を正しく100mlとし、これを試験溶液とした。

##### イ 定量

(ア)~(オ)の操作にしたがって得られた試験溶液20mlについてジフェニカルバジド吸光光度法<sup>1)</sup>によって総クロムを定量した。ただし(ウ)、(エ)、(オ)の方法にしたがった場合の試験溶液には鉄が共存するため、ジフェニカルバジド溶液を加える前に5%ピロリン酸ナトリウム溶液5mlを加えて鉄をマスクした<sup>2)</sup>。

注) 国立公害研究所計測技術部 岡本研作氏私信。

いずれの場合も前処理も含めた空試験を行い、結果を補正した。

## (2) 鉛, 銅, ニッケル

### ア 前処理

#### (ア) $\text{Na}_2\text{CO}_3$ による方法

試料1gを磁性るつばに秤取し、3(1)ア(ア)と同様に灰化し、放冷後白金るつばに移し入れ、これに炭酸ナトリウム5gおよび硝酸ナトリウム0.3gを加え、ふたをしたのち直火で加熱し、ときどきるつばをゆり動かして内容物を混ぜ合わせ30分間融解した。放冷後、塩酸(1+1)20mlを徐々にるつばに滴加して融解物を溶解し、溶液をビーカー200mlに移し入れた。この操作をさらに2回繰り返して融解物を完全に溶解し、溶液はすべて先のビーカーに合わせて入れたのち水浴上で蒸発乾固した。これに塩酸2mlを加え、再度蒸発乾固したのち温水50mlで浸出し、沓紙5種Bで沓過した。沓紙上の残渣を塩酸(1+1)で沓液と洗液の合計量が約100mlとなるまで洗浄し、これを試験溶液とした。

#### (イ) $\text{HNO}_3 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ による方法

試料1gを磁性るつばに秤取し、3(1)ア(ア)と同様に灰化し、放冷後コニカルビーカー200mlに移し入れ、これに硝酸20mlを加えて砂ざらホットプレート上で液量が1/2程度になるまで加熱した。冷後、硝酸5mlと硫酸5mlを加え、ほとんど蒸発乾固するまで加熱し、放冷後塩酸15ml、水50mlを加えてゆるやかに加熱したあと沓紙5種Bで沓過した。沓紙上の残渣を塩酸(1+10)で沓液と洗液の合計量が約100mlになるまで洗浄し、これを試験溶液とした。

#### (ウ) $\text{HNO}_3 \cdot \text{HCl}$ による方法

試料1gを磁性るつばに秤取し、3(1)ア(ア)と同様に灰化し、放冷後コニカルビーカー200mlに移し入れ、これに硝酸5mlと塩酸10mlを加え、砂ざらホットプレート上で液量が1/2程度になるまで加熱した。冷後、硝酸5mlを追加して再び液量が1/2になるまで加熱した。水50mlを加え、ゆるやかに加熱したのち沓紙5種Bで沓過し、残渣を塩酸(1+10)で沓液と洗液の合計量が約100mlとなるまで洗浄し、これを試験溶液とした。

#### (エ) Decomposition Vesselによる方法(王水・HF)

試料0.6gを磁性るつばに秤取し、3(1)ア(ア)と同様に灰化し、放冷後Decomposition Vesselのテフロン容器に移し入れ、これに王水1ml、ふっ化水素酸3mlを加えて容器を密閉固定し、電気乾燥器中で120℃、30分間加熱した。冷後、容器の内容物を水5mlでポリエチレンビーカー50mlに移し入れ、ほう酸2.8gを加え、ポリエチレン棒でかき混ぜてほう酸を溶解し、次いで水40mlを加えた。メスフラスコ100mlに移し入れ、水で全容を正しく100mlとし、これを試験溶液とした。

#### (オ) Decomposition Vesselによる方法( $\text{HNO}_3$ )

試料0.6gを磁性るつばに秤取し、3(1)ア(ア)と同様に灰化し、放冷後Decomposition Vesselのテフロン容器に移し入れ、これに硝酸3mlを加えて、容器を密閉固定し、電気乾燥器中で120℃、30分間加熱した。冷後水10mlを加え、沓紙5種Bで沓過し、残渣を水20mlで洗浄したのちアンモニア水(1+1)を鉄、アルミニウムの沈殿が生成するまで加えた。次いで液量が10ml以下になるまで加熱して濃縮し、塩酸0.2mlを加えて沈殿を溶解したのちメスフラスコ10mlに移し入れ、水で全容を正しく10mlとし、これを試験溶液とした。

#### (カ) Decomposition Vesselによる方法(王水)

硝酸3mlの代わりに王水3mlを用いた以外は上の(オ)に述べたと全く同じに操作した。

### イ 定量

(ア)-(エ)で述べた方法にしたがって得られた試験溶液については、その全量についてDDTC・MIBKによる抽出を行い銅、鉛、ニッケルを分離して取り出し、それぞれ原子吸光度法により定量した。すなわち試験溶液全量を分液漏斗250mlに移し入れ、50%クエン酸アンモニウム溶液10ml、メタクレゾールパープル指示薬1滴を加え、アンモニア水でpH 9.5以上に調節したのち5%DDTC溶液5mlとMIBK30mlを加え、5分間振とうした。静置後水層を別の分液漏斗に移し入れ、これに再びMIBK30mlを加えて先と同様に振とうした。この操作をさらにもう一度繰り返して、静置後MIBK層をすべて合せてビーカー100mlに移し入れた。なおMIBKによる2回目の抽出時でMIBK層がいちじくしく着色していれば5%DDTC溶液3mlを追加した。これを砂ざらホットプレート上で加熱してMIBKを揮散させたのち硝酸20mlと過塩素酸3mlを加え、同様に加熱して蒸発乾固した。次いで塩酸0.2ml、水5mlを加えて溶解し、メスフラスコ10mlに移し入れ、水で全

容を正しく10mlとしたのち原子吸光光度法により各金属を定量した。

(オ)~(カ)で述べた方法にしたがって得られた試験溶液については直接、原子吸光光度法で定量した。ただしこの場合はD<sub>2</sub>ランプを用いてバックグラウンド補正を行った。

なおいずれの場合も前処理を含めた空試験を行い、結果を補正した。

#### 4 結 果

表2に総クロムについての結果を、表3~5に銅、鉛、ニッケルについての結果をそれぞれ示した。結果はいずれも含水率で補正した110℃、2時間乾燥物あたりのppmで表わしてある。

#### 5 考 察

検討した土壌の分解方法を大別するとアルカリ溶融法、酸分解法、Decomposition Vessel法となる。このうち3(1)ア(ア)のアルカリ溶融法と3(2)アウ(ウ)の酸分解法の操作は底質調査方法<sup>3)</sup>にほとんど準拠したものであり、Decomposition Vesselを用いる方法(王水-ふっ化水素酸)はBernasの報告<sup>4)</sup>にしたがったものである。Bernasは花こう岩その他の岩石の分析に本

法を試み、けい素、鉄、アルミニウム、バナジウム、カルシウム、マグネシウム、ナトリウム、カリウムの主要8元素について良好な結果が迅速に得られたと述べている。

##### (1) 総クロム

表2に見るとおり、HF-Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>による方法とNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>による方法との間には結果にほとんど差がない。このことはアルカリ溶融法の場合、ふっ化水素酸によるシリカの除去は必要ないことを示しており、この操作を省略することによって分解に要する時間が大幅に短縮できる。

Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>を用いる方法は通常、クロムについてのアルカリ溶融法が融解物を水で浸出するのに対し、硫酸を用いて溶解することを試みたものである。前者は浸出液が塩基性を呈するため、これに可溶性クロム酸塩やアルミン酸塩だけが溶出してくるが、溶出速度はあまり早くなく、このため繰り返し十分水で浸出ししないと低値を与える難点がある。これに対しNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>による方法は融解物の大部分を硫酸で溶解するためクロムの溶出が不完全になる危険性は少ないが、得られる試験溶液は鉄をはじめとして塩類濃度が高い。Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>を用いる方法による結果のうち一部のものについては、上述のアルカリ溶融

表2 総クロム分析結果

(単位 ppm 乾燥物試料当たり)

試料	前処理方法	アルカリ溶融法		酸分解法	Decomposition Vessel法	Aに対する比率				
		(A) HF-Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	(B) Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	(C) Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	(D) HNO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	(E) HNO <sub>3</sub> -HF	B/A	C/A	D/A	E/A
Na 1		377 ± 8	381	302	336	340	1.01	0.80	0.89	0.90
Na 2		89 ± 4	95	79	63	78	1.07	0.89	0.71	0.88
Na 3		312 ± 18	290	289	254	256	0.93	0.93	0.81	0.82
Na 4		468 ± 23	476	451	370	349	1.02	0.96	0.79	0.75
Na 5		234 ± 22	258	222	163	202	1.10	0.95	0.70	0.86
Na 6		257 ± 5	274	226	205	208	1.07	0.88	0.80	0.81
Na 7		58 ± 1	61	50	45	48	1.05	0.86	0.78	0.83
Na 8		107 ± 1	115	94	92	91	1.07	0.88	0.86	0.85
Na 9		192 ± 2	186	182	156	154	0.97	0.95	0.81	0.80
Na 10		35 ± 1	44	36	39	35	1.26	1.03	1.11	1.00
NIES No.2		78 ± 1	79	61	—	68	1.01	0.78	—	0.87

法のそれとよく一致しているが、全体的には低値を与える傾向が認められる。この原因として鉄や塩類濃度の影響が考えられるが、試験溶液と類似の組成をもつ標準溶液を作成して検討した結果からはとくにこれらが原因であるとは断定できなかった。

HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>を用いる酸分解法ならびにDecomposition Vesselを用いる方法はいずれも前出のアルカリ溶融法の結果にくらべて明らかに低い。

小林<sup>5)</sup>は水晶加工時に使用される酸化クロム研磨剤などで汚染されている山梨県内の河川底質のクロムをアルカリ溶融法と王水分解法とで処理して結果を比較しているが、後者の値は前者のそれに対して最高82.8%、最低19.7%、平均41.9%であったと述べている。

クロムの存在形態として上述の酸化クロムやクロマイト(FeCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)など酸に難溶なものが考えられる点から判断すると、操作の簡便さにおいては劣るが、結果の妥当性およびふっ化水素酸処理が不必要なことからクロムの場合の分解方法としてはNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>による方法が適切であるように思える。

(2) 銅

表3に示されるようにアルカリ溶融法の結果に対する酸分解法のその比率は、HNO<sub>3</sub>・H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>による場合平均0.96(最高1.02,最低0.89), HNO<sub>3</sub>・HClによる場合平均0.93(最高1.00,最低0.83)で、いずれも比較的アルカリ溶融法の結果と一致している。Decomposition Vesselを用いる方法は、王水・ふっ化水素酸を用いた場合がアルカリ溶融法や酸分解法の結果に近いが、硝酸あるいは王水だけを用いた場合は全体に低い結果が得られる。3(2)ア

(イ)および(カ)で述べたDecomposition Vesselを使用して硝酸あるいは王水で分解し、試験溶液をそのまま直接、原子吸光分析するというこれらの方法は操作の簡便性、迅速性においてきわめてすぐれているが、分析結果の点で若干問題があるように思える。

(3) 鉛

鉛についての結果(表4)は銅の場合とよく似ている。すなわちアルカリ溶融法と酸分解法との間にはあまり差がない。ただし酸分解で硝酸・硫酸を用いた結果のうち試料Na1および10はアルカリ溶融法の値に対する比率が0.86および0.81とやや小さい。酸分解法で硫酸を用いるときは鉛の完全な溶解(たとえば塩酸を加えて蒸発乾固する<sup>6)</sup>かクエン酸アンモニウム溶液を加えてしばらく加温する<sup>7)</sup>)に十分な注意が必要であることがこの結果から分かる。

Decomposition Vesselを用いる方法は銅のときと同様、王水・ふっ化水素酸による結果が比較的良好で、硝酸によるものは低い。王水を使用した場合はアルカリ溶融法の結果に対する比率が平均で0.94であるが、個々の結果について見ると比率のパラツキが大きく、必ずしもよく一致しているとはいえない。

(4) ニッケル

アルカリ溶融法にしたがって得られた結果と酸分解法のそれは比較的良好一致しており、とくに硝酸・塩酸を用いた場合がよい。これに対しDecomposition Vesselを用いる方法は、王水・ふっ化水素酸による

表3 銅分析結果

(単位 ppm 乾燥物試料当たり)

前処理方法 試料	アルカリ溶解法	酸分解法		Decomposition Vessel法		Aに対する比率					
	(A) Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	(B)HNO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	(C)HNO <sub>3</sub> -HCl	(D) 王水-HF	(E)HNO <sub>3</sub>	(F) 王水	B/A	C/A	D/A	E/A	F/A
Na 1	237±9	242±4	214	225	206	223	1.02	0.90	0.95	0.87	0.94
Na 4	195±6	194±7	193	180	150	165	0.99	0.99	0.92	0.77	0.85
Na 9	129±1	118±1	107	135	89	108	0.91	0.83	1.04	0.69	0.84
Na 10	153±13	136±1	142	131	97	140	0.89	0.93	0.86	0.63	0.92
NIESNa2	186±4	184	186	189	148	162	0.99	1.00	1.02	0.80	0.87

結果が銅や鉛の場合ほどよくなく低値を与えているものが多い。さらに特徴的なのは硝酸による結果であり、極端に低い値が得られる場合が認められる。一般に多くの遷移元素は硝酸処理によって酸化被膜が表面に生成して溶解が妨げられるといわれ<sup>8)</sup>、これが表5の結果を説明しているように見える。したがってニッケルの場合この方法は問題がある。王水による方法は鉛のときと同じようにアルカリ溶融法に対する比率のパラツキが大きく、よい結果が得られていない。

(5) DDT C・M I B Kによる銅その他の抽出時のpHについて  
3で述べたように銅、鉛、ニッケルはDDTC・M I B Kで抽出後、原子吸光分析によって定量したが、抽出時の試験溶液のpHと抽出率の関係は図1のとおりであった。図には標準溶液(銅、鉛、ニッケルをそれぞれ100 μg / 100 mlを含む)について上の試験

溶液の場合と同様3(2)イにしたがって操作した結果をあわせて示してあるが、標準溶液の場合はpH 7.5~10.5で抽出率は100%であるのに対し、鉄その他の塩類を含む試験溶液の場合はpH 8.5付近で銅、ニッケルの抽出率がいちじるしく低下している。図1の結果によれば抽出時のpHは9.5以上とすることが必要であるが、通常pHの判断に用いられているメタクレゾールパープル指示薬の変色による操作(黄色から微紫色を呈するまでアンモニア水を加える)では十分な注意を要する。すなわち同指示薬はpH 8.5~9で微紫色になり、9.5以上で明瞭な青紫色を呈する。ただし試験溶液が鉄を含むとその黄色のため変色はさらに複雑となる。このため同指示薬を使用してpH調節を行う場合は試験溶液が明瞭な青紫色を呈するまでとするか、あるいはpH計を用いるべきである。メタクレゾールパープルの代わりにブロムチモールブルー指示

表 4 鉛 分 析 結 果

(単位 ppm 乾燥物試料当たり)

前処理方法 試料	アルカリ溶融法	酸 分 解 法				Decomposition Vessel 法		A に対する比率				
	(A) Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	(B)HNO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	(C)HNO <sub>3</sub> -HCl	(D) HNO <sub>3</sub> 王水-HF	(E)HNO <sub>3</sub>	(F) 王水	B/A	C/A	D/A	E/A	F/A	
No. 1	168±10	144	154	154	131	140	0.86	0.92	0.92	0.78	0.83	
No. 4	183±3	194	160	181	160	168	1.06	0.87	0.99	0.87	0.92	
No. 9	32±2	30	35	32	30	32	0.94	1.09	1.00	0.94	1.00	
No. 10	21±3	17	19	18	19	24	0.81	0.90	0.86	0.90	1.14	
NIESNo2	105±7	97	100	95	84	87	0.92	0.95	0.90	0.80	0.83	

表 5 ニ ッ ケ ル 分 析 結 果

(単位 ppm 乾燥物試料当たり)

前処理方法 試料	アルカリ溶融法	酸 分 解 法				Decomposition Vessel 法		A に対する比率				
	(A) Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	(B)HNO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	(C)HNO <sub>3</sub> -HCl	(D) HNO <sub>3</sub> 王水-HF	(E)HNO <sub>3</sub>	(F) 王水	B/A	C/A	D/A	E/A	F/A	
No. 1	193±9	186±2	185	186	31	205	0.96	0.96	0.96	0.16	1.06	
No. 4	211±5	194±2	211	203	39	184	0.92	1.00	0.96	0.18	0.87	
No. 9	102±4	95±1	96	86	41	85	0.93	0.94	0.84	0.40	0.83	
No. 10	29±6	25±2	28	18	29	32	0.86	0.97	0.62	1.00	1.10	
NIESNo2	39±2	35	35	30	37	32	0.90	0.90	0.77	0.95	0.82	

薬を用いる例<sup>9)</sup>も知られているが、むしろフェノールフタレイン指示薬を用いると鉄が共存する場合でも変色の確認は容易で、pHの調節は確実であり、抽出に及ぼす影響は全くなかった。

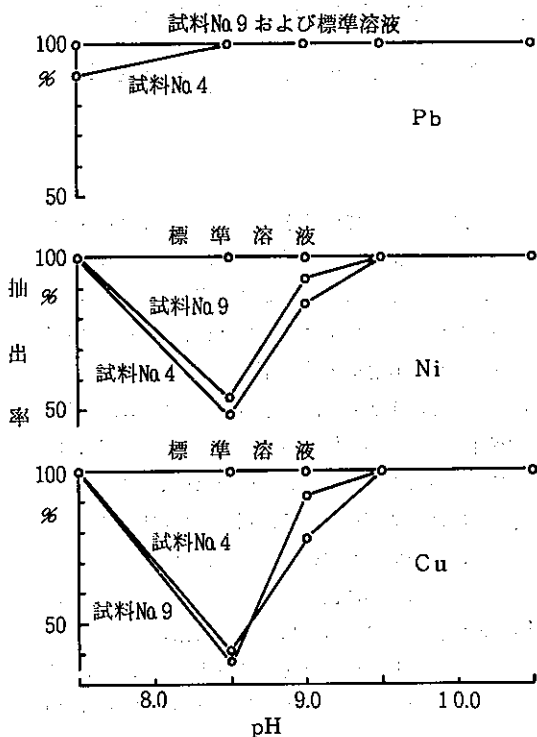


図1 DDTC・MIBKによる銅、ニッケル、鉛の抽出時のpHと抽出率(%)

### 6 結 論

土壤中の総クロム、銅、鉛、ニッケル含有量を分析する際の試料分解方法を検討したこれまでの結果から、

総クロムの場合は3(1)ア(i)に述べた方法が最も適切であると考えられる。銅、鉛、ニッケル含有量については操作の簡便さおよび分析結果がほぼアルカリ溶融法のそれと一致することから酸分解法が適当である。ただしこれらの重金属は同一試験溶液を用いて原子吸光分析を行うことが可能であることを考慮すると、酸分解法のうち硝酸・塩酸を用いる3(2)ア(ウ)が最もよい。

Decomposition Vesselを用いる方法は迅速な分解が可能であるが、いろいろな分解剤を使用しても土壤中の総クロム、銅、鉛、ニッケルの場合は他の方法の結果とくらべて低値を与えることが多く、その採用は疑問である。

なお土壤の分析で銅、ニッケルをDDTC・MIBKで抽出するときは試験溶液のpHを正しく9.5以上とする必要がある。

### 参 考 文 献

- 1) 環境庁水質保全局水質管理課編：底質調査方法とその解説，日本環境測定分析協会，p.20(1975)。
- 2) 西井戸敏夫，高橋淑子：東京都公害研究所年報，p.121(1980)。
- 3) 1)と同じ文献，p.19。
- 4) Bernas, B.: *Anal. Chem.*, **40**, 1682 (1968)。
- 5) 小林規矩夫：環境技術，**4**，179(1975)。
- 6) J I S K 0102-1971, p.12。
- 7) 環境庁企画調整局研究調整課：環境測定分析参考資料〔第4分冊〕，p.130(1978)。
- 8) 及川紀久雄：重金属の分析，講談社，p.120(1971)。
- 9) 日本薬学会編：衛生試験法・注解，金原出版，p.7(1980)。