

[自主研究]

表層地盤の物理化学特性に着目した汚染解析と評価に関する研究

石山高 高橋基之 八戸昭一 佐坂公規 長森正尚 古庄義明*

1 目的

土壌汚染対策法(以下、法という)の施行に伴い、表層地下汚染を総合的に評価するための調査解析手法の確立が求められている。特に、現場で利用可能な簡易測定法の開発は汚染範囲を適確かつ迅速に把握する上で非常に重要である。法で第一種特定有害物質に指定されている揮発性有機化合物は検知管法で簡易定量が可能であるが、第二種特定有害物質である重金属の簡易分析については、国内外を問わず、未だほとんど試みられていない。

本研究では、電気化学分析法の中でも卓越した感度を有するストリッピングボルタンメトリー(SV)について、土壌中重金属の簡易分析法としての適用性を検討した。本年度は亜鉛、カドミウム、銅及び鉛の一斉分析について報告する。

2 方法

2.1 装置及び試薬

SV測定にはTrace Detect Nano-Band Explorer(ジーエルサイエンス(株) 重量 270 g)を使用した。対極には白金、参照電極には銀-塩化銀(Ag/AgCl)を用いた。標準溶液は、ICP分析用多元素標準混合溶液(濃度:100 mg・l⁻¹)を0.7 mol・l⁻¹硝酸で一定量に希釈して調製した。

2.2 水銀薄膜電極の調製

市販の標準溶液(濃度:1000 mg・l⁻¹)を水で5倍希釈した溶液中にイリジウム電極を挿入し、一定電位で約5分間、電極上に水銀薄膜を調製した。

2.3 SV操作条件

測定容器に0.1 mol・l⁻¹酢酸一酢酸ナトリウム電解液50 ml及び標準溶液の一定量を取り、電解液をかくはんしながら-1.3 V vs. Ag/AgClで2分間、前電解した。数秒間の静置後、0.15 V vs. Ag/AgClまで50 mV・s⁻¹で電位を走査して電流電位曲線を記録した。

3 結果

亜鉛、カドミウム、銅、鉛は、アマルガム(水銀との合金)の形で水銀薄膜電極上に析出するため(下式)、これら元素の $Hg + M^{n+} + ne^{-} \rightarrow Hg-M$ M^{n+} :金属イオン
一斉分析法の開発を試みた。電解液には弱酸性の酢酸一酢酸ナトリウム緩衝溶液(pH 4.2)を選択した。このpH領域では水の電気分解が抑制され、安定したバックグラウンド電流

が得られた。前電解電位は亜鉛の析出に十分な加電圧が得られた-1.3 V vs. Ag/AgClに設定した。これよりも負電位では前電解の際に水の電気分解が併発したため、各物質の析出量が不安定になった。電流電位曲線(下図)のピーク高さから作成した検量線は0.2~10 μg・l⁻¹で原点を通る直線となり、1 μg・l⁻¹における相対標準偏差(n=5)は5%であった。各元素の検出限界は、亜鉛、カドミウムが0.08、銅が0.04、鉛が0.07 μg・l⁻¹であり、数分間の分析所要時間で誘導結合プラズマ/質量分析(ICP/MS)法と同等の感度が得られた。

この方法を土壌試料(平成15年度環境測定分析統一精度管理、共通試料4-1)へ応用した結果を下表に示す。前処理は法で規定されている土壌含有量調査に係る測定方法に従った。標準添加法で分析した結果はすべて公定法(ICP/MS法)により得られた値と一致したことから、この方法は精度的にも十分良好であることが確認できた。特に、鉛の分析結果は統一精度管理調査結果(平均値 28.8 mg・kg⁻¹)とも非常によく一致した。

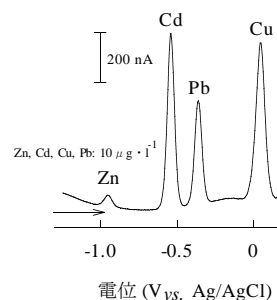


図 代表的な電流電位曲線

表 土壌試料中Cd、Cu、Pb、Znの定量

分析法	Cd		Cu		Pb		Zn	
SV	ND	ND	32	35	30	27	26	29
ICP-MS	ND	ND	36	38	31	29	27	28

ND:不検出 単位:mg・kg⁻¹

なお、本法は大型の分析装置を必要としないため、従来の分析技術に比べて簡便かつ迅速であり(抽出操作以降の分析所要時間:約5分)、精度、感度の面においても良好な結果が得られた。

4 今後の研究方向等

他の第二種特定有害物質[セレン、クロム(VI)、シアン等]の最適SV条件を確立するとともに、汚染土壌の簡易抽出を含むオンサイト分析システムの構築を目指す。