

土壤中金属的分析

Metal analysis of soil samples

■ 前言

Introduction

目前,伴随工厂旧址等的开发,重金属等造成土壤污染的问题不断增多,引人注目。在这种状况下,各国纷纷采取了用于掌握污染状况、保护人类健康的措置。以保护国民健康为目的,日本于2002年5月29日颁布了「土壤污染对策法」,该法于2003年2月15日起正式实施。其中列出了可能在表层土壤中以高浓度状态长期蓄积的做为特定有害物质的重金属等9个项目,以及,基于摄取地下水等观点而设置的做为土壤环境标准的溶出标准25个项目。

本方法使用广泛应用于各领域无机元素分析中的AA、ICP、ICP-MS进行了土壤中有害金属的测定。

M. Takasaka

■ 目标元素和测定方法

Target element and measurement method

	土壤溶出标准 (mg/L)	第2溶出标准 (mg/L)	土壤含量标准 (mg/kg)	测定法
Cd	<0.01	<0.3	<150	FAA, FLAA, ICP, ICPMS
Cr ⁶⁺	<0.05	<1.5	<250	UV, FAA, FLAA ICP, ICPMS
总 Hg	<0.0005	<0.005	<15	还原气法AA
Se	<0.01	<0.3	<150	氢化物发生 FAA, ICP
Pb	<0.01	<0.3	<150	FAA, FLAA, ICP, ICPMS
As	<0.01	<0.3	<150	UV, 氢化物发生FAA, ICP
B	<1	<30	<4000	UV, ICP, ICPMS

本方法中, FAA表示火焰原子吸收法, FLAA表示无火焰原子吸收法。

■ 样品配制方法

Sample treatment

①土壤溶出标准的检测样品液配制法

(2003年3月6日日本环境省告示第18号)

目标成分: 烷基汞, 汞, 镉, 铅, 六价铬, 砷, 硒, 硼

将采集的土壤样品保存在玻璃制的或是没有目标物质吸附・溶出的容器中。风干后,使用非金属制的2mm筛子过筛,取样品50g以上。溶剂使用配制为pH5.8~6.3的盐酸。将溶剂与样品按液固比10/1进行混合,然后在常温下以约200次/分(振荡幅度4~5cm)进行6小时的溶出操作。然后以3000转/分进行20分钟的离心分离,使用0.45 μm的膜滤器进行过滤后,将滤液作为检测样品液。

②土壤含有标准的检测样品液配制法
(2003年3月6日环境省告示第19号)

目标成分: Hg, Cd, Pb, Cr6+, As, Se, B, F

将采集的土壤样品保存在聚乙烯制的或是没有目标物质吸附・溶出的容器中。风干后, 使用非金属制的2mm筛子过筛, 取样品6g以上。溶剂使用1mol / L 盐酸 (对于 C r 6 使用5mMNa2CO3+10mMNaHCO3碱性缓冲液)。将溶剂与样品按液固比100/3进行混合, 然后在常温下以约200次/分 (振荡幅度幅4~5cm) 进行2小时的溶出操作。然后, 使用0.45 μ m 的膜滤器进行过滤, 将滤液作为检测样品液。

■ 测定例

Measurement

本方法对于土壤标准物质JSAC0411、SRM2711, 池底质标准物质NIES No. 2的3个样品, 按照土壤含有标准的试验法进行了测定。各标准物质中作为土壤污染对策法测定项目的主要金属的含量如下所示。(单位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	无记载

Cd, Pb的测定结果如图1, 2所示, ICP的轮廓图例如图3所示。

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的测定结果
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的测定结果
Result of Pb

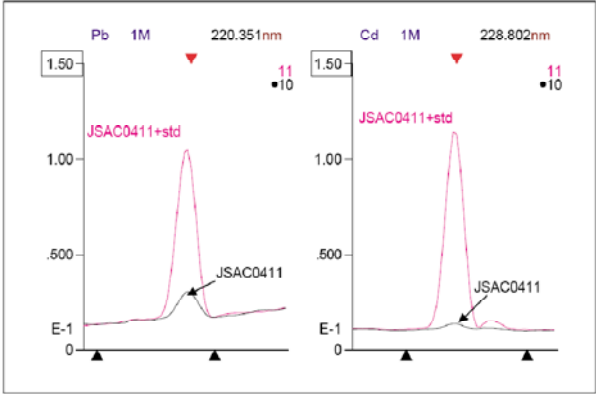


Fig.3 ICP的峰轮廓
Peak Profile of ICP

■ 总结

Conclusion

在土壤含有标准的检测样品液配制中，使用1mol/L盐酸进行溶出，但一般在此条件下，样品不能完全溶解。所以，在测定标准物质时，检测值通常稍低于标示的含量。

在土壤污染状况调查物质中，对于重金属进行土壤含量和土壤溶出量这两种调查。通常，较含量试验获得的浓度，溶出量试验所获得的浓度从总体上看要低，因此，溶出量分析需要更高灵敏度的测定方法。