

水素化物発生一原子吸光光度法による地下水中ひ素分析の 前処理方法の検討

Studies on Pretreatments Methods for Arsenic Analysis of Groundwater by

Hydride Generation-AAS

藤岡 博文

Hirofumi FUJIOKA

要 旨

水素化物発生一原子吸光光度法による地下水中ひ素分析の前処理方法において、硝酸による熱分解法と硝酸硫酸による熱分解法を、主に産業廃棄物最終処分場周縁の地下水を使用して比較検討した。その結果、硝酸残渣による影響はあるものの、硝酸による熱分解法もスクリーニングとして使用できると考えられる。

キーワード：水素化物発生一原子吸光光度法 地下水 ひ素

I はじめに

「一般廃棄物・産業廃棄物の最終処分場に係る技術上の基準を定める省令」¹⁾ (以下「省令」) の第1条及び第2条に、「最終処分場の維持管理基準」が規定されている。その中に、最終処分場周縁の地下水の管理すべき水質の検査項目があり、金属項目としてカドミウム、鉛、ひ素等がある。

これらの検査は、「環境大臣が定める水質検査の方法」²⁾ に規定されている。カドミウム、鉛の検査方法は、規格K0102の55, 54に定める方法³⁾ である。当センターでは、前処理として硝酸による熱分解をして検液を作成し、ICP/MSにより測定している。一方、ひ素の検査方法は、規格K0102の61.2に定める方法である。当センターでは、硝酸硫酸の熱分解をして検液を作成し、水素化物発生原子吸光光度計により測定している。しかし、硫酸を用いた前処理は、硝酸のみの前処理に比べて、処理に長時間を要している。

今回、ひ素分析のスクリーニング及び最終処分場の管理者等が自主検査等をする場合に、カドミウム、鉛の硝酸熱分解した検液を使用できるか、適用の可能性を検討したので報告する。なお、検体は最終処分場周縁の地下水及び河川水認証物質を用いた。

II 方法

1 試料

- (1) 河川水認証標準物質 (無機成分分析用)
JSAC0302-3 : (社) 日本分析化学会

- (2) 産業廃棄物最終処分場及び一般廃棄物最終処分場周縁の地下水

2 試薬

- (1) 硝酸熱分解用試薬
有害金属分析用硝酸 : 和光純薬工業
- (2) 硝酸硫酸熱分解用試薬
有害金属分析用硝酸 : 和光純薬工業
有害金属分析用硫酸 : 和光純薬工業
- (3) 水素化用試薬
原子吸光分析用テトラヒドロほう酸ナトリウム : 和光純薬工業
水酸化ナトリウム : 和光純薬工業
有害金属分析用塩酸 : 和光純薬工業
- (4) 予備還元剤
よう化カリウム : 和光純薬工業
- (5) 標準液
ひ素標準液 : 和光純薬工業 (99.8mg/L)

3 装置

- (1) 機器
原子吸光光度計 : 島津製作所製AA-6500 (加熱吸収セル方式)
連続式水素化物発生装置 : 島津製作所製HVG-1
- (2) 測定条件
原子吸光光度計
波長 : 193.7nm
重水素ランプによるバックグラウンド

4 操作

(1) 前処理—1

省令に規定されている J I S K0102 の 61.2 に準じる (図1 参照)。

(2) 前処理—2

省令に規定されている J I S K0102 の 54.4 に準じる (図2 参照)。

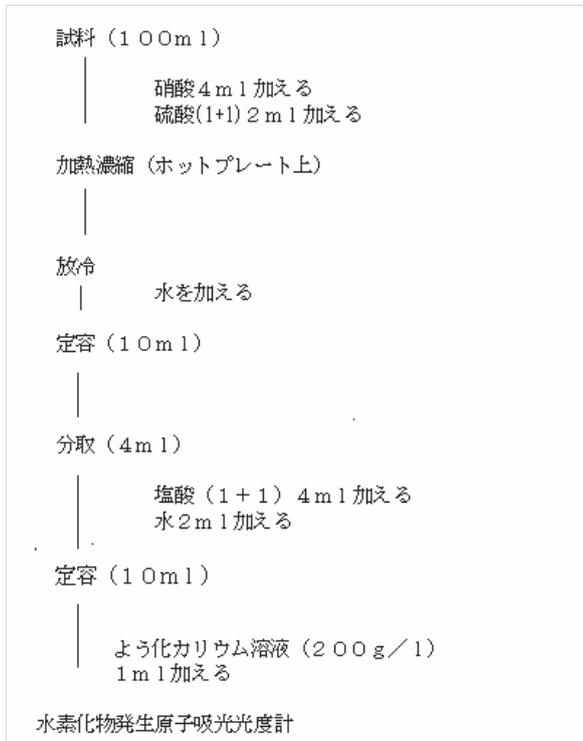


図1 硫酸硝酸熱分解フロー (公定法)

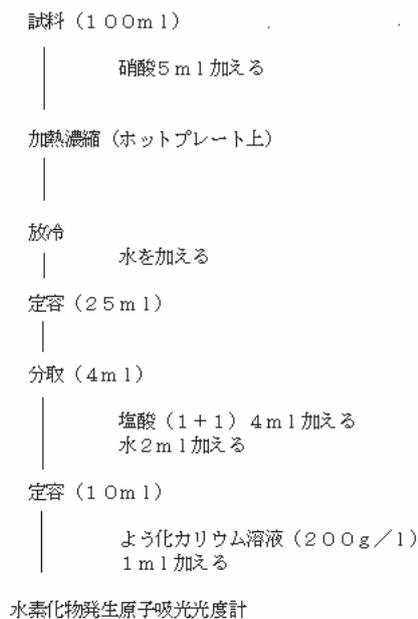


図2 硝酸熱分解フロー (鉛・カドミウム用検液)

III 結果及び考察

1 河川水認証標準物質を用いた熱分解法の比較検討

表1に河川水認証承認物質の主な成分を示す。

表1 河川水認証承認物質の主な成分

成分	認証値±不確かさ
	μg/L
As	5.2±0.2
Fe	58±1
B	59±1
Al	66±1
Ca	13.0±0.1

この河川水認証標準物質を使用して前処理—1と前処理—2の熱分解法の比較検討をした結果を表2に示す。

表2 河川水認証物質の検査結果

	測定回数	平均値	標準偏差	変動係数
		μg/L	μg/L	%
前処理—1	5	5.0	0.4	8.0
前処理—2	5	4.9	0.3	6.1

公定法である前処理—1の検査結果は、一応、認証値 5.2 ± 0.2 μg/L の範囲内であった。前処理—2の検査結果は、前処理—1から 0.1 μg/L 低い測定値であった。

2 地下水を用いた熱分解法の比較検討

産業廃棄物最終処分場等周縁の地下水の検査結果を表1に示す。前処理—1と前処理—2によるひ素濃度は、表3のとおりである。両処理の相関係数は、0.984で回帰式は $y = x + 0.2$ となる (図3 参照)。前処理—2が、前処理—1に比較して 0.2 μg/L 低い結果である。このことは、前処理—2が硝酸による熱分解であるため、硝酸残渣の影響によるものと想定される⁴⁾。このことから、前処理—2による検液を使用しても、地下水等の基準値が 10 μg/L と高いので、基準値を超えているか否かの判断には採用できると考えられる。

IV まとめ

最終処分場周縁の地下水中のひ素を測定する場合、スクリーニング又は自主検査として、硝酸熱分解法を利用できるか検討した。その結果、0.2 μg/L 低い測定値になるが基準値が 10 μg/L と高いので利用しても良いと考えられる。

文献

- 1) 総理府・厚生省令：一般廃棄物の最終処分場及び産業廃棄物の最終処分場に係る技術上の基準を定

表3 検査結果

最終処分場の分類	地下水の検体番号	ひ素濃度		
		前処理1 μg/L	前処理2 μg/L	
I	1	0.1	0.2	
II	安定型	1	1	0.2
		2	1.5	1
		3	0.5	0.2
		4	0.3	0.2
		5	1	0.6
		6	0.3	0.5
		7	0.6	0.7
	管型	8	0.1	0.1
		9	0.7	0.5
		10	2.8	2.3
		11	0.9	0.2
		12	0.6	0
		13	0.4	0.2
		14	1	2
15	2	1.8	1.2	
16	3	0.2	0	
17	4	0.2	0	
18	5	0	0.2	
19	6	8	7.6	
20	7	0.2	0.1	

備考： I；一般廃棄物最終処分場、
II；産業廃棄物最終処分場

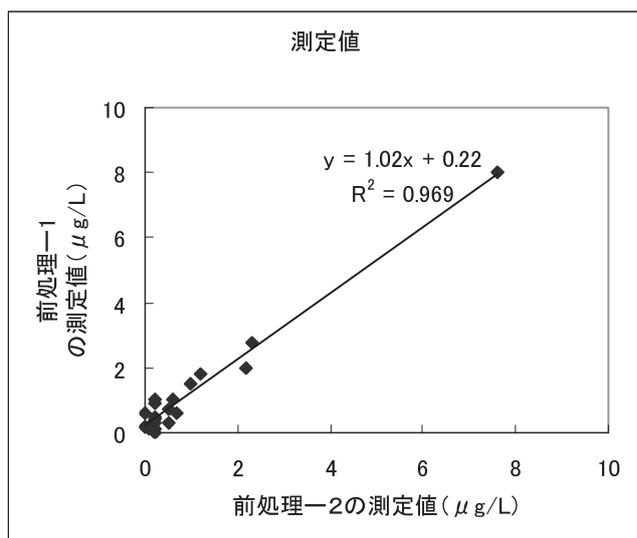


図3 前処理-1と前処理-2の回帰式

める省令，総・厚令第1号，昭和52年3月14日

- 2) 環境省・厚生省告示：一般廃棄物処分場の最終処分場に係る水質検査の方法，環境省・厚生省告示第1号，平成10年6月16日
- 3) (財)日本規格協会：工場排水試験方法 JIS K0102，2008年
- 4) (財)日本環境測定分析協会編，分析実務者のための新明解環境分析手法，80-85，111-113，(2001)