

# 再生土の簡易測定実施時における留意点について

山崎康廣

## 1 目的

土壌中の重金属等の含有濃度や溶出濃度を、現場で測定出来る土壌中有害物質迅速測定セットというものがある。5つの物質の測定が可能であり、比較的短時間で結果が得られ、測定操作が容易という特徴を有する。そのため、これを再生土（建設汚泥等の産業廃棄物に脱水・破碎等の処理を施し、資材として再資源化したもの）の日常管理用ツールとして活用している事業者もある。

このセットによる測定結果を再生土の公定法（千葉県再生土の埋立て等に係る行政指導指針に定められた測定法）による結果と比べた場合、測定操作の違いによる必然的な誤差要因と、操作精度といった人為的な誤差要因の2面から多少の差違は生じる。差違を小さくするためには誤差要因を知ることが必要であり、また、仮にセットで異常値が検出された場合でも、誤差要因を知っておけば基準値超過の原因が測定によるものか否か判断できる。そこで、ふっ素の簡易測定法を例に誤差要因を整理した。

## 2 調査方法等

### 2・1 調査期間

2021年3月

### 2・2 調査方法等

#### 2・2・1 使用機器

土壌中有害物質迅速測定セット CheckBoy SOIL セントラル科学(株)製

#### 2・2・2 調査対象物質

ふっ素

#### 2・2・3 ふっ素測定原理

##### 2・2・3・1 簡易測定法

SPADNS法である。SPADNS試薬に含まれる赤色ジルニコウムはふっ素と反応すると無色の錯体を形成するため、ふっ素を含まない溶液とふっ素を含む溶液にSPADNS試薬を添加し、それぞれに残留している赤色ジルニコウム量を測定すれば、その差からふっ素量を算出できる。

##### 2・2・3・2 公定法

ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光度法（JIS K 0102 34.1）、流れ分析法（JIS K 0102 34.4）、イオンクロマトグラフ法（環境庁告示第59号）である。イオンクロマトグラフ法は電気伝導率を、他は吸光度を測定する事によりふっ素量を算出できる。

表1 公定法と簡易測定法との違い

	簡易測定	公定法
再生土の取扱い	①5mm程度の礫や木片を取り除いた後、破碎、篩い分け ②公定法と同じ	風乾後、中小礫等の除去、土塊等を破碎後、2mm目のふるいで篩い分け
再生土中の水分	①目視で水分量を推測し、その分試料を多く測定に使用 ②公定法と同じ	風乾処理 含有試験は含水率を測定し、後に含水率補正を実施
再生土の量	図1のとおり 〔含有試験：公定法の1/4以下 溶出試験：公定法の1/10以下〕	図1のとおり
振とう時間	1分間	360分間
蒸留	なし	あり
測定法	吸光度測定（検量線内蔵）	流れ分析等（測定の都度検量線作成）

①：主に現場で測定する場合や、迅速に測定する必要がある場合

②：測定精度を上げたい場合

## 3 誤差要因

### 3・1 測定方法の違いに伴う誤差要因

公定法と簡易測定法の操作手順は図1のと

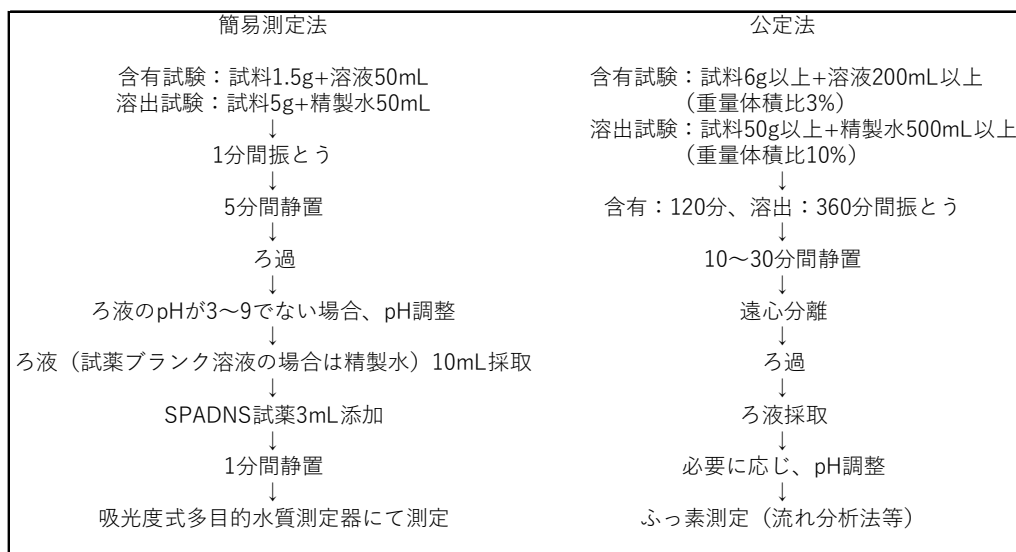


図1 ふっ素測定法

おりであり、振とう、ろ過、測定という流れは同様である。操作の違いについては表1にまとめた。これらの違いが誤差要因となり、測定結果に差違を生じさせることになる。この要因による誤差は回避出来ない性質のものであるが、これらのことを把握していれば簡易測定で異常値が検出された場合に、誤差の原因となっていないか検証する事が出来る。

表2 ふっ素標準液測定結果

濃度(mg/L)	測定値(mg/L)
0.1	0.06
0.2	0.29
0.4	0.46
0.6	0.69
0.8	0.85
1.0	1.08

簡易測定法では、吸光度を測定する事で定量する。検量線は測定器に内蔵されているものを使用するため、検量線を作成することなく定量できる。公定法では測定の都度検量線を作成するが、内蔵の検量線で正確な測定が出来るのか確認するため、異なる濃度のふっ素標準液を測定してみた。結果は表2のとおりであり、実濃度よりやや高めの値が表示される傾向がみられた。

### 3・2 測定操作上の誤差要因

誤差要因として容易に連想されるのが、ろ液や SPADNS 試薬の採取量が不正確な場合である。そこで、その影響を調べるために、図2のとおり溶出基準値である 0.8mg/L のふっ素標準液 10mL に、SPADNS 試薬を 0.1mL 刻みで 2.7~3.3mL 添加し、測定値を比較した。結果は表3のとおりであり、SPADNS 試薬の 0.1mL の添加差がふっ素測定値に 0.1mg/L 程度の変化を与えた。

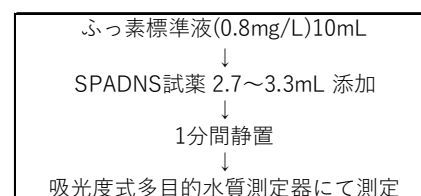


図2 調査方法

表3 SPADNS試薬添加量と測定値の関係

添加量(mL)	測定値(mg/L)	吸光度(abs)
2.7	1.26	1.291
2.8	1.17	1.319
2.9	1.04	1.364
3.0	0.94	1.398
3.1	0.84	1.433
3.2	0.76	1.462
3.3	0.65	1.499

それ以外の要因としては、ろ液の pH 調整不備 (pH3-9 でないと正確な吸光度指示値が得られない (取扱説明書記載事項))、測定の都度調整するふっ素濃度ゼロの溶液 (試薬ブランク溶液) の調整不備、測定セルの汚染等があげられる。

### 4 その他

簡易測定法全般の注意点として、測定セル内の溶液に異物類があると吸光度指示値が高くなり、正の誤差が生じる。異物類には、ろ過をすり抜けた固形成分の他に、六価クロム等の簡易測定で使用する粉末試薬の溶解残り、カドミウムの簡易測定で使用する発泡性試薬由来の気泡等も含む。いずれもフィルターろ過で泡立たないようにゆっくりろ液を測定セルに注入すれば、異物類による誤差は防げる。