

金アマルガム法及びゼーマン法による土壌中の全水銀定量

中 島 秀 治

(東北農業試験場)

Determination of the Total Mercury in Soils Using Gold Amalgamation and Zeeman Analysis

Hideharu NAKAJIMA

(Tohoku National Agricultural Experiment Station)

1 は じ め に

農耕地土壌中のミネラルバランスの保全にとって重金属元素の正確な定量法の確立は重要である。現在、水銀定量の主流は、土壌試料を各種酸分解した後、試料液に各種還元剤を添加し原子吸光測光法で定量²⁾する方法である。この方法は、分析室の環境、試薬の純度、分析技術の熟練を必要とするので、これらの手法に代わるものとして旧農業技術研究所(筑波)で検討した試料直接加熱法(金アマルガム法¹⁾、ゼーマン法²⁾)について報告する。なお旧農業技術研究所土壌第3科土性第3研究室の方々から貴重な試料提供をいただいたので、深く感謝する。

2 試 験 方 法

(1) 供試土：図表中に示した。

(2) 装置：リガク・マーキュリーSP型金アマルガム水銀分析装置、ザートリウス2462型分析天秤、平工T1-100型微粉碎機。

(3) 試薬液の調製 1)標準水銀液；あらかじめ重量を求めた三角フラスコ(硝酸による加熱洗浄済み)に、原子吸光測光法用標準液を標定済みマイクロピペットで採取し、L-システイン10mg及び硝酸約2mlを添加し水で1ℓとした希釈液を用い、重量法で標準液を調製した。常に冷暗所に保存した(直射日光光線に当たるとただちに使用できなくなる)。

2) 加熱助剤；水酸化カルシウムと炭酸ナトリウムの等量混合物及び活性アルミナ、いずれも使用に際して約800℃で、約1時間以上加熱した後、放冷して用いた。

3) 洗気液；市販の緩衝液(pH7)をそのまま用いた。

(4) 試料調製 定温保存されていた試料約200gをハترون封筒に入れ30±2℃の循環式乾燥機で5日間乾燥し風乾土とした。その約20gをテフロンコーティングしたステンレス容器にとり振動粉碎機で0.15mm以下の微粉試料に調製した。

(5) 定量 約800℃、1時間以上加熱処理後シャーレ内で放冷した磁製容器に、加熱処理直後の水酸化カルシウム、炭酸ナトリウム混合物を敷き、その上に試料10~200mgを秤取し、その上に活性アルミナと水酸化カルシウム、炭酸ナトリウムで再び覆う。これを800℃に予備加熱してある炉に導入し水銀の吸光度を測定した。(硫酸水銀を含む可

能性のある供試土壌の場合は約900℃とする必要がある)。
標準液は、上記の加熱助剤を添加せず、直接計測を行った。

(6) その他 日立ゼーマン501型水銀分析装置²⁾は市販されていないので、試薬及び試料調製、定量操作は省略した。

3 結 果

(1) 各種土壌の試料調製：供試土壌調製条件が全水銀定量値に与える影響について検討した。表1及び表2に結果を示した。土壌中の全水銀は、通常Hg1~100ng/gであり、人工的な汚染土壌は600~2500ng/gであり、風乾条件による影響は無視できると思われる。

表1 各種土壌の土壌調製条件(ゼーマン法)

(乾土Hgng/g)

No.	供 試 土 壌		湿 潤 土		乾 土
	土壌名	採土位置	水分(%)	Hg	Hg
1	黄色土	下層	3.62	44.0	43.2
2	灰色低地土	下層	3.83	67.7	65.0
3	黒ボク土	表層	21.5	65.8	65.1
4	黒ボク土	表層	8.76	116	108
5	黒ボク土	下層	26.1	55.5	55.5
6	砂丘未熟土	表層	0.88	1.5	1.0
7	鋼鉾山土	表層	2.39	2150	2590
8	鋼鉾山土	表層	1.79	1740	1890
9	汚泥施用土	表層	22.2	637	638
10	汚泥施用土	表層	20.9	804	859

注. 湿潤土：2mm篩全通。乾土：105℃-5時間、0.15mm篩全通

採土地、No1：愛知県豊橋市、No2：埼玉県川越市、No3：茨城県谷田部町、No4：埼玉県北本市、No5：東京都北区西ヶ原、No6：千葉県大網白里町、No7、8：栃木県足尾町

表2 各種土壌の土壌調製条件(金アマルガム)

No.	試 料	湿 潤 土		乾 土
		水分(%)	Hg (ng/g)	Hg (ng/g)
1	沼底土	53.0	65.4	68.1
2	川底土	54.9	44.6	48.2
3	川底土	52.9	43.7	45.4

注. 湿潤土：2mm篩全通。乾土：105℃-5時間、0.15mm篩全通。

採土地：茨城県出島村

表3 耕地及び雑木地の水銀濃度比較

(乾土Hg ng/g)

土 壤 No 土 色	畑			地			雑 木			地		
	金アマルガム			ゼー マ ン			金アマルガム			ゼー マ ン		
	X	Cx	CV	$\bar{X}$	Sx	CV	$\bar{X}$	Sx	CV	$\bar{X}$	Sx	CV
1 淡 色	55.3	1.3	2.4	54.1	6.7	12	64.5	4.6	7.1	65.4	9.4	14
2 黒 色	154	8.1	5.3	151	10	6.6						
3 黒 色	150	2.7	1.8	147	11	7.5	105	3.3	3.1	101	11	11
4 黒 色	140	10	7.1	132	7.6	5.8	148	6.3	4.3	162	8.6	5.3
5 多湿黒色	233	10	4.3	232	3.7	1.6	34.5	7.2	21※	26.8	5.9	22

注. 供試土壌：厚層多腐植黒ボク土, No.1：茨城県筑波郡谷田部町高須賀, No.2：埼玉県所沢市南永井,
No.3：茨城県稲敷郡牛久町猪子, No.4：茨城県筑波郡谷田部町手代木
No.5：茨城県筑波郡谷田部町手代木

畑地：ニンジン栽培土壌根圏, 繰り返し：n = 5

※：レンジ切り替えによる精度向上が可能

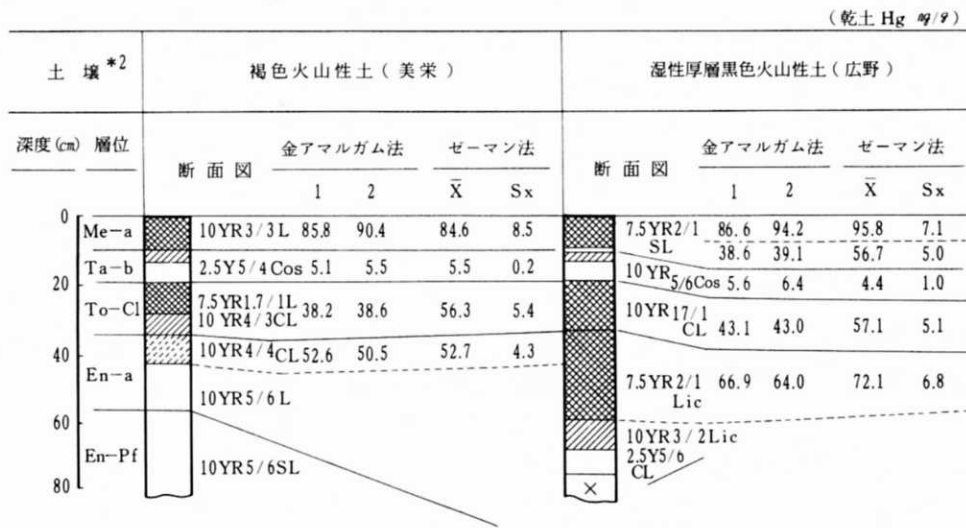


図1 土壌の断面模式図*1及び水銀濃度と分布

注. *1：農技研土壌第3科研究成績書 (1975年)

*2：採土地, 北海道帯広市

加熱条件 370℃-4分 + 700℃+6分 n = 5 (ゼー マ ン)

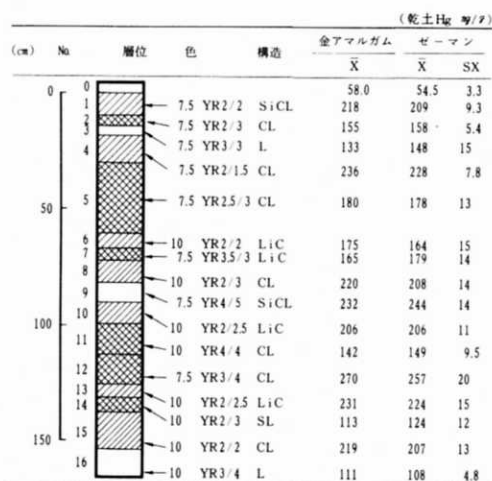


図2 御岳山火山灰土壌中の層位別水銀定量*

注. 採土：長野県木曽郡開田村 (御岳山火口から南東へ3.4km地点)

分析法：金アマルガム n = 2, ゼー マ ン n = 5

*：農業技術研究所年報 (昭和55年度版)

(2) 分析精度：検討結果は表3に示した。試料No.5を除き金アマルガム法CV2~7%, ゼー マ ン 法5~14%の分析

精度となった。土壌中の水銀濃度が高いと分析精度は向上し, 低濃度となると低下することが認められた。

(3) 耕地及び雑木地の濃度比較：検討結果は表3に示したが, 全体に耕地土壌が雑木地に比較して, 水銀濃度がやや高く, 特に多湿黒色の土壌が顕著であった。

(4) 土壌中の全水銀動態：検討結果は図1に示したが, 噴出源が同一の火山灰の集積層位では同程度の全水銀が含まれ, 水分の影響を受けても全水銀量は変化しない。

(5) 同一火山による火山灰土壌中全水銀：検討結果は図2に示した。極く表層の新鮮火山灰中の全水銀は, 以下の各層位の土壌濃度より少ない。また, 各層位によって若干の濃度差はあるが, Hg 100~270 ng/g 乾土の範囲で, 大きな変動は見られなかった。

引用文献

- 1) 農林水産省農業技術研究所編. 1982. 水銀. 肥料分析法 (1982年版). p. 96-97.
- 2) 農林水産省農蚕園芸局農産課編. 1979. 水銀. 土壌環境基礎調査における土壌, 水質及び作物体分析法. p. 121-124.