

廃棄物に係るカドミウムの検定方法の概要

産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法（昭和 48 年環境省告示 13 号。）において、カドミウムの検定方法として規定されている日本工業規格（以下、JIS という。） K0102（2008）の 55.1～55.4 の 4 つの測定方法を下表に示す。

表 廃棄物に係るカドミウムの検定方法の概要

JIS K0102 (2008)	検定方法	測定方法の概要	定量範囲 (mg/L)	繰返し 精度
55.1	フレイム原子 吸光法	試料を前処理した後、アセチレン-空気フレイム中に噴霧し、カドミウムによる原子吸光を波長 228.8nm で測定してカドミウムを定量する。 備考 1 カドミウム濃度が低い試料で抽出操作を妨害する物質を含まない場合の準備操作は、52. の備考 4 及び備考 5 による。	0.05～2	2～10%
55.2	電気加熱原子 吸光法	試料を前処理した後、マトリックスモディファイヤーとして硝酸パラジウム（Ⅱ）を加え電気加熱炉で原子化し、カドミウムによる原子吸光を波長 228.8nm で測定してカドミウムを標準添加法によって定量する。	0.0005～ 0.01	2～10%
55.3	ICP 発光分光 分析法	試料を前処理した後、試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧し、カドミウムによる発光を波長 214.438nm で測定してカドミウムを定量する。	0.01～2	2～10%
55.4	ICP 質量分析 法	試料を前処理した後、内標準元素を加え、試料導入部を通して高周波プラズマ中に噴霧し、カドミウム及び内標準元素のそれぞれの質量/電荷数における指示値を測定し、カドミウムの指示値と内標準元素の指示値（※2）との比を求めてカドミウムを定量する。	0.0005～ 0.5	2～10%

※1 JIS K0102 52. の備考 4. 又は備考 5.

・備考 4. 銅の濃度が低い試料で、抽出操作を妨害する物質を含まない場合の準備操作は、次によるか、又は備考 5. による。これらの準備操作は、亜鉛、鉛、カドミウム、コバルト、ニッケルなどの定量にも使用できる。

- 1) 試料 500ml（又は 100～500ml の一定量）をビーカーにとり、JIS K 8180 に規定する塩酸 10ml を加え、約 5 分間煮沸する。放冷後、分液漏斗 1000ml（又は 200～500ml）に移し入れる。

- 2) くえん酸水素二アンモニウム溶液 (100g/L) [52.1 a) 3)による。]10ml 及び指示薬としてメタクレゾールパープル溶液 (1g/L) [52.1 a) 6)による。]2、3滴を加した後、アンモニア水(1+1) [52.1 a) 1)による。]を溶液の色がわずかに紫になるまで加える。
- 3) ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム溶液 (10g/L) [52.1 a) 5)による。]5ml を加えて振り混ぜた後、JIS K 8377 に規定する酢酸ブチル 10～20ml(*)を加え、約1分間激しく振り混ぜ、静置する。
- 4) 酢酸ブチル層を分離し、ビーカー100ml に入れる。水層に酢酸ブチル 5ml を加えて抽出操作を繰り返す。抽出した酢酸ブチル層は先のビーカーに合わせる(**)。
- 5) 加熱して酢酸ブチルを揮散させた後、JIS K 8541 に規定する硝酸 2ml と JIS K 8223 に規定する過塩素酸 2ml とを加えて加熱し、有機物を分解する。ほとんど乾固した後、放冷する。
- 6) 残留物を硝酸(1+15) (JIS K 8541 に規定する硝酸を用いて調整する。)10ml に溶かし、これを銅の定量に用いる。

注(*) JIS K 8903 に規定する 4-メチル-2-ペンタノン (メチルイソブチルケトン、MIBK) 又は 2,6-ジメチル-4-ヘプタノン (ジイソブチルケトン、DIBK) を用いてもよい。2,6-ジメチル-4-ヘプタノンは、水との相互溶解がほとんどないので、その添加量は少なくともよい。

(**) 抽出した有機層に抽出に使用した有機溶媒を加えて液量を一定量にしたもの、又は抽出条件を一定にして、1回抽出を行った有機層をそのまま噴霧して原子吸光分析することもできる。ただし、検量線は、銅標準液について同じ操作を行って作成する。

- ・備考 5. この操作は、ISO 8288 の第2章の抽出操作との整合を図ったものである。
 - 1) 試料 200ml をとり、備考 4.1)による酸処理をした後、pH を 3.5～4.0 とする。
 - 2) 分液漏斗 500ml に移し入れ、硫酸アンモニウム溶液 (飽和) (JIS K 8960 に規定する硫酸アンモニウムを用いて調整する。) 20ml を加える。1-ピロリジンカルボジチオ酸アンモニウム (ピロリジン-N-ジチオカルバミド酸アンモニウム) (APDC) 溶液 (10g/L) 5ml を加え、静かに振り混ぜた後、約3分間放置する。
 - 3) 次に、JIS K 8903 に規定する 4-メチル-2-ペンタノン 10ml を加え、約3分間激しく振り混ぜ、光及び熱を遮断して静置する。
 - 4) 有機層を分離し、ビーカー100ml に入れる。水層に 4-メチル-2-ペンタノン 5ml を加え、抽出操作を繰り返す。抽出した有機層は先のビーカーに合わせる。
 - 5) この有機層を備考 4. の 5)及び6)と同様に処理し、銅の定量に用いる。

※2 「指示値」 = 「イオンカウント値又はその比例値」

(『JIS K 0102-2008』引用)

また、JIS K0102 (2013) の 55.1、55.3 に引用されている 52.2 の備考 6 (キレート樹脂による分離濃縮法) について、JIS からの引用を以下に示す。

6. キレート樹脂による分離濃縮法

この準備操作は、測定対象元素をキレート樹脂を充填した固相で分離濃縮する方法であり、亜鉛、鉛、カドミウム、鉄、ニッケル及びコバルトの定量にも使用できる。試薬、操作などは次による。

1) **試薬** 試薬は、次による。

- 1.1) 水 JIS K 0577 に規定する A3 又は A4 の水。測定対象元素について空試験を行って使用に支障のないことを確認しておく。
- 1.2) 硝酸 JIS K 9901 に規定する高純度試薬—硝酸
- 1.3) 硝酸 (2mol/L)、硝酸 (1mol/L) 1.2)の硝酸を水で希釈して調製する。
- 1.4) アンモニア水 JIS K 8085 に規定するアンモニア水
- 1.5) 酢酸アンモニウム JIS K 8359 に規定する酢酸アンモニウム
- 1.6) 酢酸アンモニウム溶液 (0.5mol/L) 酢酸アンモニウム 38.5g を水に溶かして 1000mL とする (* 3)。
- 1.7) 酢酸アンモニウム溶液 (0.1mol/L) 酢酸アンモニウム溶液 (0.5mol/L) 200mL を全量フラスコ 1000mL に移し入れ、水を標線まで加える (* 3)。

注 (* 3) 酢酸アンモニウム溶液に含まれる測定元素の影響を避けるため、2.1) の調製済みの固相に溶液を通過させるか、2.1)の調製済みの固相を溶液瓶に入れて一晩静置するなどを行い、測定元素の量を低減した酢酸アンモニウム溶液を使用する。

2) **器具** 器具は、次による。

- 2.1) キレート樹脂充填固相 イミノ二酢酸キレート樹脂を充填した固相 (* 4) で、硝酸 (2mol/L)、水、酢酸アンモニウム溶液 (0.1mol/L) を流下し、固相の洗浄及び調製を行ったもの (* 5)。

注 (* 4) 例えば、イミノ二酢酸キレート樹脂[粒子径 38~75[μ m](200~400[メッシュ])]1g をポリプロピレン製カートリッジ (容量 8mL) に充填したカラムを使用できる。また、イミノ二酢酸キレート樹脂を固定化したディスクも使用できる。キレート樹脂は、イミノ二酢酸キレート樹脂の他に、ポリアミノポリカルボン酸キレート樹脂など、試料中の測定元素を捕集可能な吸着容量をもったキレート樹脂は使用できる。

(* 5) 使用するキレート樹脂によって、硝酸を流下する前に、メタノール、アセトニトリル、アセトンなどの有機溶媒処理が必要なものもある。また、硝酸の濃度、酢酸アンモニウム溶液の濃度及び pH 値、各溶液量及び流下速度についても異なるものがある。さらに、3.3)~3.5)の操作についても、キレート樹脂によって、各溶液の濃度、pH 値、各溶液量及び流下速度が異なるものもある。

3) **操作** 操作は、次による。

- 3.1) 試料 1000mL 又はその適量 (* 6) をビーカーにとり、硝酸を試料 1000mL につき 10mL 加え、約 10 分間煮沸し放冷する。不溶解物が残った場合には、ろ紙 5 種 C (* 7) を用いてろ過し、水で洗い、ろ液と洗液をビーカーに移し入れる。
- 3.2) この溶液に酢酸アンモニウムを酢酸アンモニウム溶液として 0.1mol/L (* 8) になるように加え、アンモニア水を用いて pH5.6 に調節する。
- 3.3) この溶液を、2.1)の固相に流下し、測定元素を固相に吸着させる (* 9)。
- 3.4) 酢酸アンモニウム溶液 (0.5mol/L) を流下させて固相を洗浄する (* 1 0)。
- 3.5) 固相の上端から硝酸 (1mol/L) 5mL を 2 回流下させて、測定元素を溶出させる。得られた溶出液は試験管に受ける。
- 3.6) この溶出液を全量フラスコ 20mL に移し入れ、標線まで水を加え、測定元素の定量に用いる (* 1 1)。

注 (* 6) 測定対象元素の量が各々の定量範囲内になるように調整する。

(* 7) ろ紙 6 種又は 1 μ m 以下のろ過材も使用できる。

(* 8) 試料 1000mL では酢酸アンモニウムの添加量は、7.7g になる。

(* 9) 流下流量はあらかじめ測定元素が固相に吸着できる範囲を確認しておき、調節する。固相カラムの場合は、5~20mL/min が一般的である。流量調整が必要な場合は、ポンプ又はガスによる加圧、及びポンプによる吸引を行う。

(* 1 0) 樹脂及び試料条件によっては、酢酸アンモニウム溶液の代わりに水を用いるものもある。また、酢酸アンモニウム溶液による洗浄後、さらに水による洗浄が必要なものもある。

(* 1 1) カルシウム及びマグネシウムなどの濃度の高い試料の場合、3.6)の溶液中にも高濃度のカルシウム、マグネシウムが含まれるため、測定の妨害に注意をする。空試験及び添加回収試験を行い、精確さを確認することが望ましい。

(『JIS K 0102-2013』引用)