

○ 土壌含有量調査に係る測定方法を定める件

〔平成十五年三月六日〕
〔環境省告示第十九号〕

改正 平成二十年五月九日環境省告示第四十九号
平成二十二年三月二十九日環境省告示第二十二号
平成二十六年三月二十日環境省告示第四十七号
平成三十一年一月三十日環境省告示第十三号
平成三十一年三月二十日環境省告示第五十一号

土壌汚染対策法施行規則第六条第四項第二号の環境大臣が定める土壌含有量調査に係る測定方法は、次のとおりとする。

- 一 別表の特定有害物質の種類欄に掲げる特定有害物質について付表に掲げる方法により作成した検液ごとに、別表の測定方法の欄に掲げる方法により試料採取等対象物質の量を測定すること。
- 二 付表の2により作成した試料の重量とこれを摂氏百五度で約四時間乾燥して得たものの重量とを比べて当該試料に含まれる水分の量を測定し、一により測定された試料採取等対象物質の量を当該乾燥して得たもの一キログラムに含まれる量に換算すること。

別表

特定有害物質の種類	測定方法
カドミウム及びその化合物	日本工業規格K0102（以下「規格」という。）55に定める方法 （準備操作にあつては、規格52の備考6に定める方法を除く。）

六価クロム化合物	規格65.2（ただし、規格65.2.7を除く。）に定める方法（ただし、規格65.2.6に定める方法により塩分の濃度の高い試料を測定する場合にあっては、日本工業規格K0170-7の7のa)又はb)に定める操作を行うものとする。）
シアン化合物	規格38に定める方法（規格38.1及び38の備考11に定める方法を除く。）
水銀及びその化合物	昭和46年12月環境庁告示第59号（水質汚濁に係る環境基準について）（以下「水質環境基準告示」という。）付表2に掲げる方法
セレン及びその化合物	規格67.2、67.3又は67.4に定める方法
鉛及びその化合物	規格54に定める方法（準備操作にあっては、規格52の備考6に定める方法を除く。）
^ひ 砒素及びその化合物	規格61に定める方法
ふっ素及びその化合物	規格34.1（規格34の備考1を除く。）若しくは34.4（妨害となる物質としてハロゲン化合物又はハロゲン化水素が多量に含まれる試料を測定する場合にあっては、蒸留試薬溶液として、水約200mlに硫酸10ml、りん酸60ml及び塩化ナトリウム10gを溶かした溶

	液とグリセリン250ml を混合し、水を加えて1,000ml としたものを を用い、日本工業規格K0170-6の6図2注記のアルミニウム溶 液のラインを追加する。)に定める方法又は規格34.1.1c) (注 (2)第3文及び規格34の備考1を除く。)に定める方法及び水質 環境基準告示付表7に掲げる方法
ほう素及びその化合物	規格47.1、47.3又は47.4に定める方法

付表

<p>検液は、以下の方法により作成するものとする。</p> <p>1 採取した土壌の取扱い</p> <p>採取した土壌はポリエチレン製容器又は測定の対象とする物質が吸着若しくは溶出しない容器に収める。試験は土壌採取後直ちに行う。試験を直ちに行えない場合には、暗所に保存し、できるだけ速やかに試験を行う。</p> <p>2 試料の作成</p> <p>採取した土壌を30℃を超えない温度で風乾し、中小礫、木片等を除き、土塊、団粒を粗砕(注1)した後、非金属製の2mmの目のふるいを通させて得た土壌を十分混合する。</p>
--

3 検液の作成

(1) カドミウム及びその化合物、水銀及びその化合物、セレン及びその化合物、鉛及びその化合物、砒^ひ素及びその化合物、ふっ素及びその化合物及びほう素及びその化合物については、次の方法による。

ア 試料液の調製

試料 6 g 以上を量り採り、試料（単位 g）と溶媒（水（日本工業規格 K0557 に規定する A3 又は A4 のものをいう。以下同じ。）に塩酸を加え塩酸が 1 mol/l となるようにしたもの）（単位 ml）とを重量体積比 3 % の割合で混合する。

イ 溶出

調製した試料液を室温（おおむね 25℃）常圧（おおむね 1 気圧）で振とう機（あらかじめ振とう回数を毎分約 200 回に、振とう幅を 4 cm 以上 5 cm 以下に調整したもの）を用いて、2 時間連続して水平に振とうする。振とう容器は、ポリエチレン製容器又は測定の対象とする物質が吸着若しくは溶出しない容器であって、溶媒の 1.5 倍以上の容積を持つものを用いる。

ウ 検液の作成

イの振とうにより得られた試料液を 10 分から 30 分程度静置後、必要に応じ遠心分離し

、上澄み液を孔径 $0.45\mu\text{m}$ のメンブランフィルターでろ過してろ液を採り、定量に必要な量を正確に量り採って、これを検液とする。

(2) 六価クロム化合物については、次の方法による。

ア 試料液の調製

試料 6 g 以上を量り採り、試料（単位 g）と溶媒（水に炭酸ナトリウム 0.005mol （炭酸ナトリウム（無水物） 0.53g ）及び炭酸水素ナトリウム 0.01mol （炭酸水素ナトリウム 0.84g ）を溶解して 1 l としたもの）（単位 ml）とを重量体積比 3 % の割合で混合する。

イ 溶出

調製した試料液を室温（おおむね 25°C ）常圧（おおむね 1 気圧）で振とう機（あらかじめ振とう回数を毎分約 200 回に、振とう幅を 4 cm 以上 5 cm 以下に調整したもの）を用いて、2 時間連続して水平に振とうする。振とう容器は、ポリエチレン製容器又は測定の対象とする物質が吸着若しくは溶出しない容器であって、溶媒の 1.5 倍以上の容積を持つものを用いる。

ウ 検液の作成

イの振とうにより得られた試料液を 10 分から 30 分程度静置後、必要に応じ遠心分離し

、上澄み液を孔径 $0.45\mu\text{m}$ のメンブランフィルターでろ過してろ液を採り、定量に必要な量を正確に量り採って、これを検液とする。

(3) シアン化合物については、次の方法による。

ア 試料 5～10 g を蒸留フラスコに量り採り、水 250ml を加える。

イ 指示薬としてフェノールフタレイン溶液 (5g/l ; フェノールフタレイン 0.5 g をエタノール (95%) 50ml に溶かし、水を加えて 100ml としたもの) 数滴を加える。アルカリの場合は、溶液の赤い色が消えるまで硫酸 (1+35) で中和する。

ウ 酢酸亜鉛溶液 (100g/l ; 酢酸亜鉛 (二水塩) 100 g を水に溶かして 1 l としたもの) 20ml を加える。

エ 蒸留フラスコを蒸留装置に接続する。受器には共栓メスシリンダー 250ml を用い、これに水酸化ナトリウム溶液 (20g/l) 30ml を入れ、冷却管の先端を受液中に浸す。なお、蒸留装置の一例は別図のとおりである。

オ 蒸留フラスコに硫酸 (1+35) 10ml を加える。

カ 数分間放置した後蒸留フラスコを加熱し、留出速度 2～3ml/分で蒸留する (注 2)。

受器の液量が約 180ml になったら、冷却管の先端を留出液から離して蒸留を止める。冷却管の内外を少量の水で洗い、洗液は留出液と合わせる。

キ フェノールフタレイン溶液 (5g/l) 2～3滴を加え、開栓中にシアン化物イオンがシアン化水素となって揮散しないよう手早く酢酸 (1+9) で中和し、水を加えて250mlとし、これを検液とする (注3)。

(注1) 土粒子をすりつぶす等の過度な粉砕を行わないこと。

(注2) 留出速度が速いとシアン化水素が完全に留出しないので、3ml/分以上にしない。

また、蒸留中、冷却管の先端は常に液面下15mmに保つようにする。

(注3) 留出液中に硫化物イオンが共存すると、ピリジン-ピラズロン法等の吸光光度法で負の誤差を生ずるので、硫化物の多い試料については、酢酸亜鉛アンモニア溶液 (酢酸亜鉛二水和物12gに濃アンモニア水35mlを加え、さらに水を加えて100mlとしたもの) 10mlを加えて沈殿除去する。