

# 環境（陸水）

望月 陽人

## 1 はじめに

陸水は、地球上に存在する水のうち海水を除いたものの総称であり、河川、湖沼、地下水、温泉、雪氷などが含まれる。陸水の分析は、対象とする水域の水質・環境モニタリングのほか、自然環境における元素や化合物の生物地球化学的動態を明らかにする目的でも実施される。これらの目的のために、水試料はもちろんのこと、水域に存在する懸濁物質や堆積物、生物などを分析対象とする場合もある。

本稿では、これらのうち陸水ならびに懸濁物質試料の取り扱い方を解説する。堆積物および生物試料の試料採取や前処理については、本誌の過去記事<sup>1)2)</sup>や成書<sup>3)</sup>を参照されたい。また、陸水試料に適用できる分析方法は多岐にわたるので、個別の方法を詳解することは避け、あらゆる分析方法に関連する試料の採取、処理および保存方法を重点的に解説することとする。

## 2 陸水試料

### 2.1 陸水試料の採取、処理

陸水の分析においては、試料を「どのように分析するか」に加えて「どのように採取、処理、保存するか」も重要となる。現場に存在する水の一部を試料として持ち帰ることから、次の3点に特に気を配らなくてはならない。

- 採取した試料が、時空間的変動の大きい陸水の水質を代表したものとなっているか
- 調査や研究の目的に合った試料を採取できているか
- 採取から分析までの間に試料の汚染や変質がないか

本章では、試料採取の流れを2.1.1で概説した後、採取の際の注意点を2.1.2で、試料の処理および保存方法を2.1.3でそれぞれ解説する。

#### 2.1.1 陸水試料の採取の流れ

水試料の採取に先立ち、まずは水温、pH、電気伝導度、溶存酸素濃度（DO）など、現場で測定可能な水質項目を測定する。それぞれの項目が測定可能なポータブ

Proper Methods for Treatment and Handling of Real Samples—  
Inland Water.

ル計測器を用い、測定結果を日時、天候などとともに野帳に記録する。同一の水域における過去の調査データがある場合には忘れずに持参し、それと比較して大きな乖離がないかを確認する（ただし、2.1.2で述べるように、陸水試料の水質は時間変動が比較的大きいことを考慮する必要がある）。この点からも、現場での測定結果を漏れなく記録しておくことは重要である。

湖沼の場合は、水質項目の深度分布が測定できる多項目水質計（CTD）を船上から投下し、得られたデータを確認するとともに、試料採取深度も決定する。また、透明度板と呼ばれる白色の円盤を沈めていき、船上から見えなくなる深度を透明度として記録する。一般的に、透明度の2～2.5倍の深度は植物プランクトンの総光合成速度と呼吸速度が等しい深度（補償深度）に相当し<sup>4)</sup>、この深度を境として生物生産に関する環境は大きく異なる。これらの詳細は2.1.2で述べる。

次に、水試料の採取に移る。河川の表層水などアクセスが容易な場所では、容器に直接採取するのが簡便である。橋や船の上から採取する場合には、ロープの先にプラスチック製のバケツを結び付け、バケツの内側や縁に手を触れないように留意して水面に投げ入れる。湖沼で深度別に試料を採取する場合には、ニスキン採水器、バンドーン採水器などの採水器を用いる<sup>1)5)</sup>。

いずれの採取方法の場合も、試料保存容器を3回程度共洗いしてから、満水まで試料を入れて蓋を閉める。共洗いで捨てた水が試料として採取する水に混入しないようにする。具体的には、湖沼では表層水を先に採取し、採取地点から離れた場所や船上へ水を捨てる。河川では、上流側から水を採取し、下流側へ捨てる。

試料中に存在する物質は、汙過操作によって溶存物質と懸濁物質に分離することができる。溶存物質を分析する場合は、採取後速やかに試料を汉過する。さらに、陽イオンと陰イオンの両方を分析する場合は汉液を二つの容器に取り分け、陽イオン分析用の試料に超高純度酸を添加する。懸濁物質を分析する場合は、水試料をメンブランフィルターで汉過し、フィルター上に捕捉された懸濁物質を試料とする。溶存物質と懸濁物質を合わせた濃度（全濃度）を分析する場合は、試料を汉過せずに持ち

帰る。試料は、保冷剤を入れたクーラーボックスに入れて持ち帰り、分析まで冷暗所で保存する。これらの操作の詳細は、溶存物質および全濃度については**2・1・3**、懸濁物質については**3・1**で述べる。

### 2・1・2 陸水試料の採取にあたっての注意点

本章の冒頭で述べたように、陸水試料の採取においては、水質の時空間的変動および試料の汚染と変質に特に注意を払う必要がある。以下、両項目を順に説明する。

陸水は一般的に、海水よりも水質の時空間的変動が大きい。たとえば、河川水の水質は、気象条件や水利用の状況などによって、年変動から時間変動まで、さまざまな時間単位での変動を示す<sup>5)</sup>。目的物質の動態を正確に把握するためには、その物質の濃度等の時間変動を考慮し、必要に応じて複数回にわたり試料を採取する必要がある。また、支流や排水の流入のために、河川の右岸と左岸、あるいは水面からの深度で水質の分布が異なっていることがある。筆者の経験では、ある河川に支流が合流した後、水質が均一になるのに1 km以上の距離を要したこともある。このため、ある地点の水質を代表する試料を採取したい場合には、現地で測定可能な項目（特に電気伝導度）を指標とし、流れの左右および深度方向で値に大きな差がないことを確認してから採取するとよい。逆に、水塊の流下にとまらぬ動態を追跡する場合には、流入地点から水質が均一になるまでの区間で複数の試料を採取する。

湖沼においても、水塊の分布の季節変動を考慮して採水を行う必要がある。温帯の湖沼では、初夏から晩秋にかけて表層の水温が深層よりも高くなり、両層間で水の混合が妨げられる（図1a；停滞期）。表層では植物プランクトンによる光合成が卓越するため、二酸化炭素が消費されてpHは上昇し、栄養塩類（リン、窒素など）の濃度は減少する。一方、深層には酸素を含んだ水が供給されず、補償深度（透明度の2～2.5倍）以深では光合成もほとんど行われぬ。このため、有機物は栄養塩類へと分解され、DOは時間経過とともに低下する。湖底直上では、堆積物から栄養塩類や酸化還元に関与する元素（鉄、マンガンなど）が溶出し、高濃度を示すことがある。他方、冬季には表層水が冷やされて沈み込み、酸素を含んだ水が深層へ供給される（図1b；循環期）。酸化還元に関与する元素は水和酸化物として沈殿し、湖底へと除去される。湖水は表層から深層まで一様に混合され、物質の濃度も鉛直方向に均一となることが多い。ただし、湖盆の形態や表層水の水温低下度合いによっては、沈み込んだ表層水が湖底まで到達しないこともある。

以上のことをふまえ、湖沼では季節ごとに調査を実施するとともに、表層、水温の急変層（水温躍層）、深層、湖底直上など異なる複数の深度で試料を採取するのが望ましい。この試料採取深度の決定にあたり、**2・1・1**で述べたCTDによる水温、pH、DOなどの測定結果を利用

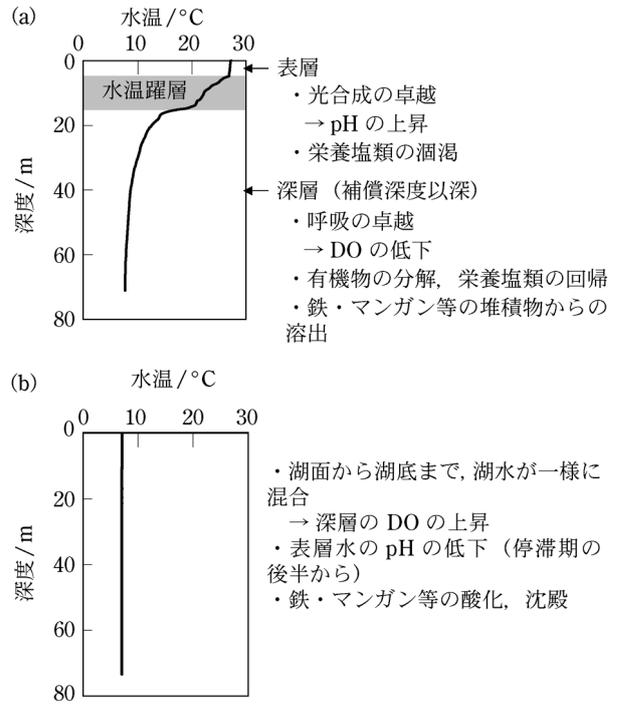


図1 琵琶湖における水温分布の観測例と一般的に起こりうる化学過程  
(a)停滞期（2011年9月）、(b)循環期（2012年2月）

する。

試料の汚染にも注意が必要である。試料保存容器や採水に用いた器具（バケツ、採水器、チューブ類など）からはさまざまな物質が溶出し、あるいは試料中の物質がこれら容器・器具へ吸着しうる。分析対象物質の試料中の濃度が微量である場合には、このような汚染や吸着の影響を低減させるための対策を講じる必要がある。

無機元素を分析する場合には、不純物含有量が比較的小さい低密度ポリエチレン製容器に試料を採取する。有機成分を分析する場合には、ガラス製のサンプル瓶を用いるか、ポリカーボネート製の容器に採取して冷凍保存する<sup>3)</sup>。さまざまな材質で作られた試料保存容器の特徴を表1にまとめた<sup>3)4)</sup>。容器や器具は使用前にあらかじめ、界面活性剤および酸に浸漬して十分に洗浄する。表2には試料保存容器の一般的な洗浄方法を示した<sup>4)</sup>。以下、特に断りが無い限り、「洗浄」は表2と同様の手順で行うものをさす。採水器についても内部を洗浄したものをを用いる。また、ニスキンX型採水器など接水部に金属を使用していない採水器を用いることで、採水時の金属汚染の可能性を低くすることができる。使用する容器に汚染や吸着の影響がないかを、超純水や標準物質（**2・2・2**参照）を利用してあらかじめ確認しておくことも有効である。

採取後の試料に生じる変質には、水中の懸濁物質との反応による溶存物質の変質、光反応や微生物活動による成分の分解、酸化還元に関与する元素の化学種変化などが想定される。このうち、懸濁物質との反応および成分の

表 1 試料保存容器の材質ごとの特徴<sup>3)4)</sup>

材 質	特徴・利点	注 意 点
低密度ポリエチレン (LDPE)	安価かつ丈夫であり、微量金属などの不純物含有量が少ない。 無機元素分析用の試料保存容器に使われることが多い。	有機物の溶出が比較的多い。 アルカリ土類金属を含むものがある。
高密度ポリエチレン (HDPE)	安価かつ丈夫であり、有機物の溶出量が少ない。	アルカリ土類金属を含むものがある。
ポリカーボネート (PC)	不純物含有量が比較的小さい。	高濃度の酸やアルカリに触れると表面が傷む。
テフロンテトラフルオロエチレン (TFE)	耐熱性、強度が高い。 酸性にしなれば微量元素の分析にも利用できる。	多孔質であり、使用するにつれて汚染物質が吸着しやすくなる。
テフロンフッ化エチレンプロピレン (FEP)	TFE に比べて汚染物質が吸着しにくい。 不純物含有量が比較的小さい。	TFE に比べて耐熱性や強度は劣る。 製造会社により不純物含有量が異なる。
テフロン過フルオロアルコキシ (PFA)	耐熱性や強度が高く、汚染物質も吸着しにくい。 不純物含有量が比較的小さい。	製造会社により不純物含有量が異なる。
硬質ガラス	吸着が少ない。 透明であり中身が見やすい。	鉄、アルミニウム、亜鉛などの汚染源となる可能性がある。 フッ化水素酸を入れてはならない。
石英ガラス	透明であり中身が見やすい。	鉄、アルミニウムなどの汚染源となる可能性がある。 テフロン容器に比べると汚染の程度は大きい。 フッ化水素酸を入れてはならない。

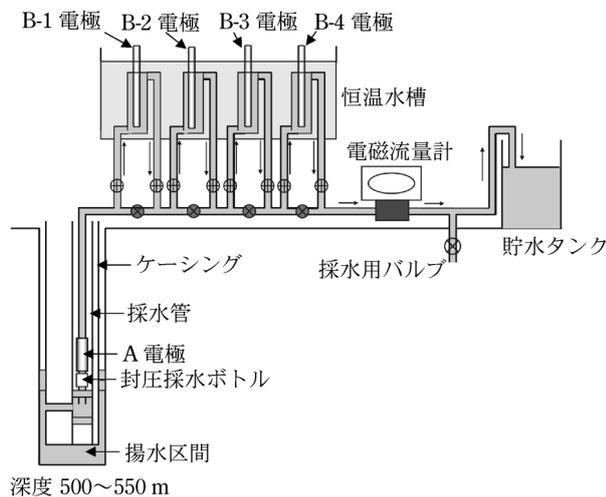
表 2 試料保存容器の一般的な洗浄方法<sup>4)</sup>

手順	概 要	材質ごとの洗浄方法			
		低密度ポリエチレン (LDPE)	フッ素樹脂 (TFE, FEP, PFA)	石英ガラス	ポリカーボネート (PC)
1	界面活性剤での洗浄	アルカリ性界面活性剤に1日浸漬する。温水でよく洗い流し、超純水で洗浄する。		中性界面活性剤に1日浸漬する。温水でよく洗い流し、超純水で洗浄する。	
2	酸での洗浄	超純水で希釈した3~4 mol/Lの希塩酸または希硝酸に1日浸漬し、超純水で洗浄する。		高濃度の酸では表面が傷むため、超純水で希釈した0.1 mol/Lの酸に1日浸漬し、超純水で洗浄する。	
3	さらに徹底的な洗浄 (微量元素を分析する場合など)	1 mol/L程度の希塩酸を満たし、100℃近くで12時間加熱する。さらに、超純水を満たして100℃近くで12時間加熱する。	高純度の硝酸、過塩素酸、硫酸を同じ割合で混合した溶液を満たし、120℃で2~4時間加熱する。超純水で洗浄後、4~6 mol/Lの塩酸を満たし、120℃で1~2時間加熱する。さらに、超純水を満たし、100℃で1~2時間加熱する。		0.1 mol/Lの塩酸を満たし、80℃以下で1~2時間加熱する。さらに、超純水を満たし、80℃以下で1~2時間加熱する。

分解の影響は、採取後ただちに汙過を行い、冷暗所で試料を保存することにより低減できる。また、光反応は褐色瓶での試料の保存によって、微生物反応は目的物質の分析に影響を与えない殺菌剤の添加や孔径0.2 μm以下のフィルターでの汙過によっても防ぐことができる。

湖沼の深層水や地下水などのDOが低い試料を採取した場合、空気酸化により鉄やマンガンの水和酸化物沈殿が生じ、微量元素はこの沈殿へ共沈しうる。また、

ガスが多量に溶存する地下水が揚水により減圧された場合、溶存ガスの脱離(脱ガス)にともなう水質の変化が生じうる。図2には例として、メタンと二酸化炭素が溶存する地下水の水温、電気伝導度、pHおよび酸化還元電位を、原位置と地上とで測定した結果を示す<sup>6)</sup>。二酸化炭素の脱ガスにより、地上のpH計測値は原位置より高くなっている。酸化還元電位も地上で相対的に高くなっており、メタンの脱ガスによるものと考えられる<sup>7)</sup>。



位置	原位置	地上			
電極	A	B-1	B-2	B-3	B-4
水温 (°C)	31.5	21.0	20.8	20.9	20.8
EC (mS/m)	—	2505	2383	2613	2530
pH	6.3	7.6	6.6	6.6	6.8
ORP <sub>SHE</sub> (mV)	-96	-8	-28	50	-38

図2 深部地下水の採水計測ラインの概要と水質項目の測定結果例<sup>6)</sup>

このような試料について、金属元素の溶存態総濃度のみを把握したい場合には、現場でろ過した試料に超高純度酸を添加すればよい。一方、元素の化学種（価数分布など）は分析までの間に変化する可能性がある。化学種別分析を行う場合には、携帯用の分析機器などを活用し、可能な限り現場で分析する。また、試料からの脱ガスの影響については、脱離したガスの種類と量がわかれば pH や酸化還元電位の変化量が補正でき、原位置での化学状態を推定することも可能である<sup>6)7)</sup>。

### 2.1.3 陸水試料の処理、保存

2.1.1 でも述べたように、陸水試料中の溶存物質を分析対象とする場合には、採取後ただちにろ過処理を施す。ろ過には一般的に孔径 0.45 μm のフィルターが用いられるが、孔径 0.2 μm 以下のフィルターを用いると微生物を溶液からほぼ除去することができる。無機元素を分析する場合には、プラスチック製のろ過器具とポリカーボネートなどの有機素材からなるフィルターを用いる。一方、有機成分を分析する場合には、ガラス製のろ過器具と約 450 °C で数時間焼いたガラス繊維フィルターを用いる<sup>3)</sup>。以下では、無機元素分析の場合を詳しく解説する。

多量の水試料を必要としない場合、プラスチック製のシリンジにルアーフィッティング型のフィルターユニットを取り付けると、簡便にろ過が行える。汚染を低減させるため、内部にゴムが使われていないシリンジを、洗

浄してから使用する。また、シリンジの先端など、試料と接触する部分には手を触れないように留意する。素手で触れた場合、手の表面に付着した油脂や汗の成分が分析結果に影響を及ぼす可能性がある。

一方、フィルターホルダーにメンブランフィルターを装着して減圧ろ過する方法もある。メンブランフィルターは、一般的にはポリカーボネート製のものがよく用いられる。酢酸セルロース製、ナイロン製、ポリサルホン製のフィルターは微量金属元素の汚染を引き起こしやすく、テフロン製のフィルターは水になじみにくい<sup>4)</sup>。微量金属元素を分析する場合、メンブランフィルターは使用前に、希塩酸<sup>4)</sup>あるいは希塩酸、希硝酸および希過塩素酸の混酸<sup>8)</sup>に入れて 80~90 °C で数時間加熱し、超純水で洗浄する。さらに、フィルターホルダーに数枚ごと装着して超純水をろ過し、フィルターの孔内に付着した酸を除去しておく<sup>4)</sup>。ろ過器具も、汚染の比較的少ないテフロン製やポリカーボネート製のものを選び<sup>4)</sup>、洗浄してから用いる。

いずれのろ過方法の場合も、まずはシリンジまたはフィルターホルダーを試料で共洗いし、次に少量の試料を数回に分けてろ過してフィルターを共洗いのする。さらに、少量のろ液で試料保存容器を数回共洗いのする。これにより、ろ過にともなう汚染の可能性を低減できる。

陽イオン（金属元素）分析用の試料には、沈殿形成や容器壁面への元素の吸着を防ぐため、超高純度酸を添加する。添加量は、溶液の pH が 2 以下となるようにする。超高純度硝酸（60 %）の場合、試料 100 mL に対し 0.2 mL 程度である。同一の地点から採取した試料で陽イオンと陰イオンの両方を分析する場合には、ろ液を二つの容器に取り分け、陽イオン分析用の試料のみに超高純度酸を添加する。筆者の経験上、主要無機元素の分析のみであれば、陽イオンおよび陰イオンの分析用試料で各 100 mL 程度あれば十分である。ただし、必要な試料の種類や量は分析対象物質や分析方法によって異なるため、採取の前に確認が必要である。

全濃度を分析する場合は、現場でのろ過操作は不要である。ただし、未ろ過の試料をそのまま分析機器へ導入すると、懸濁物質による目詰まりが生じたり、懸濁物質が完全に分解されず正確な測定結果が得られなかったりする。懸濁物質を分解するために、JIS の工業用水試験方法<sup>9)</sup>に定められた、1) 塩酸または硝酸酸性で煮沸、2) 塩酸または硝酸で分解、3) 塩酸と過塩素酸による分解、4) 硝酸と硫酸による分解法のうち、試料の状態に応じたものを適用してから分析に供する。あるいは、溶存物質と懸濁物質を別に分析し、両者の濃度を合わせて全濃度としてもよい。

以上の処理を施した試料は、保冷剤とともにクーラーボックスに入れて持ち帰り、速やかに分析する。保存が必要となる場合は、冷蔵庫または冷凍庫で保管する。た

だし、冷凍保存の際には、ケイ酸など一部の成分の化学形態が変化すること、容器の密閉が不十分であると昇華により濃度が変化すること<sup>3)</sup>、満水まで試料を満たすと体積変化により容器が破損することに注意が必要である。

## 2.2 陸水試料の分析

表3には、陸水試料に対してよく適用される分析方法を示す<sup>3)</sup>。ここに示した内容はあくまで目安であり、試料の状態や処理方法、試料中に含まれる分析対象物質や妨害物質の種類および濃度などによって変わること留意されたい。個別の分析方法の原理や手順、特定の元素を分析するために必要となる前処理法や分離・濃縮法については、成書<sup>3)5)</sup>やJISの工業用水試験方法<sup>9)</sup>および工場排水試験方法<sup>10)</sup>などを参照されたい。ここでは、各分析方法に共通して必要となる分析の基礎や、分析結果の妥当性の確認方法について述べる。

なお、分析に要する試料量は、少ないものでフレームレス原子吸光度法やイオンクロマトグラフィーの数十μL、多いもので吸光度法や滴定分析の数十mLである(表3)。分離・濃縮等の前処理を必要としなければ、一つの分析法につきおよそ数mLで済む。このため、2.1.3でも述べたように、陽イオンおよび陰イオンの分析用試料として各100mL程度あれば十分な場合が多い。

### 2.2.1 標準液

機器分析では、ブランクとなる超純水と、既知濃度の分析対象物質が溶存した標準液が必要となる。本講座の

趣旨より、標準液の調製方法については割愛するが、試料を正しく分析するうえでの標準液に関する主な注意点を列記する。

超高純度酸を添加した試料を分析する場合には、ブランクおよびすべての標準液にも同様に酸を添加する。標準液の濃度は、試料の分析結果が検量線の範囲内に収まるように調製する。誘導結合プラズマ発光分析法(ICP-AES)や誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)は、比較的広い濃度レベルで検量線が直線性を示す。このため、数オーダーの濃度にわたる標準液を調製および分析しておき、試料の濃度レベルに応じて複数の検量線を作成して、濃度を算出するとよい。一方、吸光度法や原子吸光分析法(AAS)などは直線性を示す濃度範囲が比較的狭いため、その範囲内で定量を行うようにする。試料中の目的物質の濃度が検量線の範囲を超過した場合には、試料を希釈して再度測定する。酸添加試料の場合には、試料と同様に酸を添加した超純水で希釈することに留意する。

### 2.2.2 標準物質

成分や組成が既知である標準物質を分析することにより、試料の分析結果の妥当性を確認することができる。代表的な陸水試料の標準物質として、日本分析化学会の河川水認証標準物質(JSAC 0301-4a, JSAC 0302-3c)、産業技術総合研究所の河川水標準物質(NMIJ CRM 7202-c)、アメリカ国立標準技術研究所(NIST)の天然水中微量元素標準物質(Standard Reference Material

表3 陸水試料によく適用される分析方法<sup>3)</sup>

分析方法	主な対象元素・成分	必要試料量	1試料あたりの分析時間	多元素同時定量
原子吸光度法(AAS)	mg/Lオーダーの金属元素(Na, Kなど)	数mL	10秒程度	不可
フレームレス原子吸光度法	μg/Lオーダーの金属元素(Al, Mn, Feなど)	数十μL	数分	不可
誘導結合プラズマ分光光度法(ICP-AES)	μg/L~mg/Lオーダーの、相対的に質量数の小さな元素(Mg, Ca, Sr, Ba, Si, Alなど)	数mL	数分	可
誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)	ng/L~μg/Lオーダーの、相対的に質量数の大きな元素(遷移元素, 半金属, 希土類元素など)	数mL	数分	可
イオンクロマトグラフィー(IC)	μg/L~mg/Lオーダーのイオン(Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Li <sup>+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Cl <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , F <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> など)	数十μL~1mL	十数分~数十分	可
吸光度法	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> (モリブデン青法) SiO <sub>2</sub> (モリブデン黄法, モリブデン青法: ICP-AESは全ケイ素を、吸光度法は単量体のケイ酸のみを分析) F <sup>-</sup> (ランタンアリザリンコンプレキソン法)など	数mL~数十mL(対象成分による)	10秒程度 前処理(試薬の調製, 試料との反応等)は数十分~数時間	不可
滴定分析	アルカリニティ(酸消費成分。一般的に, [HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ] + 2[CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> ] + [OH <sup>-</sup> ] - [H <sup>+</sup> ])	数十mL	十数分~数十分	不可
TOC分析	溶存有機炭素(DOC), 溶存無機炭素(TIC) 未濾過試料の場合, 全炭素(TC), 全有機炭素(TOC), 全無機炭素(TIC)	数十μL~数mL	数分~十数分	不可

1643f)などが頒布されている。認証されている成分の種類や濃度、溶液のマトリックス組成は標準物質により異なるため、分析の目的に沿ったものを選択する。

### 3 懸濁物質試料

#### 3.1 懸濁物質試料の採取、処理、保存

陸水域の懸濁物質は、アルミノケイ酸塩を主成分とする地殻起源粒子、鉄およびマンガンの水和酸化物など水域内で形成された自生粒子、プランクトンなどの生物起源粒子から構成される。水域における物質の生物地球化学的動態を明らかにするうえで、懸濁物質の組成や分布を把握することは重要である。

陸水試料中の懸濁物質は、2.1.3で述べた方法でメンブランフィルターにより水試料をろ過して採取する。溶存物質分析用のろ液とは別に水試料を採取し、冷暗所に保管して、当日中にろ過する。ろ過前後での容器の重量差からろ過水量を決定し、記録する。ろ過後のフィルターは、洗浄済みのペトリディッシュに入れ、分析まで冷凍保存する。

水試料のろ過量は、分析対象元素や分析方法によっても異なるが、後述する試料の溶液化を伴う方法<sup>8)</sup>であれば1 L程度で十分である。増水時の河川など懸濁物質量が非常に多い場合には、フィルターが目詰まりしてろ過速度が低下した時点でろ過を終えてもよい。懸濁物質が多すぎると、3.2の工程で完全に分解しないことがあるためである。

#### 3.2 懸濁物質試料の分析

懸濁物質試料の分析方法は、蛍光X線分析法や中性子放射化分析法などによる非破壊的な方法と、試料を溶液化した後にAAS、ICP-AES、ICP-MSなどにより分析する方法の2種類に大別される。ここでは、分析対象元素の濃度域を分析方法に合わせて自由に調整できる後者の方法<sup>9)</sup>を紹介する。なお、この工程には2~3日を要する。試薬はいずれも超高純度のものを用いる。

2.1.3に記載の方法で洗浄したニュークリポアフィルターを用いて水試料をろ過し、懸濁物質を採取する。四つ折りにして凍結させたフィルターをねじ蓋付きテフロン瓶に入れ、28%アンモニア水0.5 mLに12時間浸漬することにより、フィルターを加水分解する。蓋を外して120℃で蒸発乾固し、60%過塩素酸0.3 mL、60%硝酸1 mL、48%フッ化水素酸1 mLを加える。緩やかに蓋をし、120℃で1時間、150℃で1時間、170℃で4時間と段階的に加熱したのち、蓋を外して170℃で蒸発乾固する。60%過塩素酸0.5 mLと60%硝酸1 mLを加え、170℃で再び蒸発乾固する。残留物に0.5 mol/L硝酸5 mLを加え、蓋を閉めて超音波洗浄機に浸して残留物を完全に溶解させる。残留物が溶解しない場合には、少量の過酸化水素水を添加するか、0.5 mol/L

硝酸を、添加量を記録しながら少しずつ追加していく。

このようにして調製した溶液は、AAS、ICP-AES、ICP-MSなどにより分析が可能である。分析対象物質の濃度は、試料の希釈や0.5 mol/L硝酸の添加量により調整する。ブランクおよび標準液の酸濃度は、試料と同じにするのが望ましい。

懸濁物質を分析する際の標準物質としては、産業技術総合研究所から頒布されている湖底堆積物標準物質(JLk-1)や河川堆積物標準物質(JSd-1~JSd-4)などを用いる。ニュークリポアフィルターと秤量<sup>ひょうりょう</sup>した標準物質をねじ蓋付きテフロン瓶に入れ、上記と同様の分解操作を行って、溶液中の元素濃度が認証値から計算された値と整合するかを確認する。

### 4 おわりに

陸水ならびに懸濁物質試料の取り扱いについて解説した。陸水試料は、とすれば河川や湖から水を汲み、分析装置にかけるだけで値が出てしまうが、本稿で述べたことに注意しなければ、その分析値はまったく意味をなさないものになってしまう。繰り返しとなるが、試料の代表性を担保すること、調査・研究の目的を明確にすること、および分析までに生じる汚染や変質に対する対策を講じることが重要である。これらのことに特に注意して、陸水試料の採取や処理、分析を行っていただきたい。

#### 文 献

- 1) 千賀有希子：ぶんせき，2019，103.
- 2) 中里哲也：ぶんせき，2012，352.
- 3) 田中 剛，吉田尚弘編：“地球化学講座8 地球化学実験法”，(2010) (培風館).
- 4) 宗林由樹，一色健司編：“海と湖の化学—微量元素で探る”，(2005)，(京都大学学術出版会).
- 5) 日本分析化学会北海道支部編：“水の分析”，第4版(1994)，(化学同人).
- 6) 岩月輝希，森川佳太，細谷真一，吉川英樹：地下水学会誌，51，205 (2009).
- 7) H. Sasamoto, R. C. Arthur, K. Hama: *Applied Geochemistry*, 26, 1464 (2011).
- 8) 杉山雅人：分析化学，45，667 (1996).
- 9) JIS K 0101，工業用水試験方法 (2017).
- 10) JIS K 0102，工場排水試験方法 (2019).



望月陽人 (Akihito Mochizuki)  
国立研究開発法人日本原子力研究開発機構  
幌延深地層研究センター (〒098-3224 北海道天塩郡幌延町字北進 432-2)。京都大学大学院人間・環境学研究科 博士後期課程修了。博士 (人間・環境学)。《現在の研究テーマ》地下深部の地球化学環境に関する研究。《趣味》チューバ演奏。