

環境試料と廃棄物の試験法

廃棄物資源循環学会
廃棄物試験検査法研究部会
部会長
豊口敏之

環境試料の分析

水質
・地下水
・河川水
・湖沼水
土壌
・溶出試験
・含有量試験
大気

本日の勉強会での話題

1. 環境試料の分析
水質分析を中心に
2. 土壌・廃棄物の分析
溶出試験・含有量試験を中心に

環境基準とは？

環境基本法(第三節 環境基準)

第十六条 政府は、大気の汚染、水質の汚濁、土壌の汚染及び騒音に係る環境上の条件について、それぞれ、人の健康を保護し、及び生活環境を保全する上で維持されることが望ましい基準を定めるものとする。

2 前項の基準が、二以上の類型を設け、かつ、それぞれの類型を当てはめる地域又は水域を指定すべきものとして定められる場合には、政府は、政令で定めるところにより、その地域又は水域の指定の権限を都道府県知事に委任することができる。

3 第一項の基準については、常に適切な科学的判断が加えられ、必要な改定がなされなければならない。

4 政府は、この章に定める施策であって公害の防止に関係するもの(以下「公害の防止に関する施策」という。)を総合的かつ有効適切に講ずることにより、第一項の基準が確保されるように努めなければならない。

環境試料の分析

水質の環境基準

人の健康の保護に関する環境基準

生活環境の保全に関する環境基準

基準項目及び基準値の詳細は別添付資料参照

水質環境基準の設定根拠

語句の説明

JECFA (FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議)

国の添加物規格に関する専門家及び毒性学者からなり、各国によって実施された添加物の安全性試験の結果を評価し、一日摂取許容量 (ADI) を決定している。

FAO (国連の食糧農業機関)、WHO (世界保健機関)

PTWI (暫定耐容一週間摂取量)

一生涯にわたり摂取し続けても健康影響が現れない週間あたりの摂取量

TDI相当値 (暫定耐容一日摂取量)

一生涯にわたり摂取し続けても健康影響が現れない1日あたりの摂取量

半数致死量 (LC50)

ガス体または水に溶解した状態の化学物質に曝露された生物の半数 (50%) が試験期間内に死亡する濃度

環境試料 (地下水) 調査

水質環境基準の設定根拠

一例として

鉛

Ziegler (1978)、Ryuら (1983) をもとに、JECFA において幼児に対する PTWI とし、 0.025mg/kg/week が設定されており、これに基づき TDI 相当値 0.0035mg/kg/day が算出される。水の含有率 50%、幼児体重 5kg、飲用水量 0.75L/day と設定して基準値を 0.01mg/L とした。
 $0.0035\text{mg/kg/day} \times 0.5 \times 5\text{kg} \div 0.75\text{L/day} = 0.01\text{mg/L}$

シアン

シアンの経口致死量については、人間の事故による事例、動物実験の結果に基づき (考察等により、シアン化カリでは $150 \sim 300\text{mg/人}$ と考えられており、シアン換算で $60 \sim 120\text{mg/人}$ が半数致死濃度の致死量と考えられる。通常、人間が一回に引用する水の量は 0.5L 程度であることから飲用時における許容濃度は安全率を 100 倍に見て、許容限度は $1 \sim 2\text{mg/L}$ と考えられる。現行の基準値はこれらから更に安全率を見込み「検出されないこと (定量限界 0.1mg/L)」とした。

地下水試料の採取

地下水、特に浅層地下水では水位の変動などによる水質の変動が見られるので、調査はできるだけ短期間の間に、いっせいに実施することが望ましい。

井戸の稼働状況によって濃度が変わるので、水質調査にあたっては通常の運転状態のときに調査することが望ましい。

井戸の中に溜まっている水は、周囲の地下水と水質が異なる可能性があるため、溜まっている水を汲み上げてから採水する必要がある。

あらかじめ汲み上げる水の量や水質が安定するまでの時間は状況により異なるが、月 1 回程度の採水頻度の場合で 1 時間程度かかるとの報告もある。

参考資料: 地下水汚染調査の手引き (公害研究対策センター)

監修: 環境庁水質保全局水質管理課

水質環境基準の設定根拠

一例として

PCB

魚介類の食品としての暫定規制値 3ppm から、PCB の魚介類での生物濃縮計数 (魚介類の可食部の PCB 濃度/環境水中の PCB 濃度) が $5,667 \sim 8,582$ 、平均 $7,360$ との事例もふまえ、現行の基準値は「検出されないこと (検出限界 0.0005mg/L)」とした

上記情報は環境省 HP から検索した資料

(<http://www.env.go.jp/council/09water/y095-05/mat05.pdf>) より抜粋。

地下水試料の採取

採取した地下水試料に濁りがある場合には・・・

試料の取り扱いについて明確な規定がないのが実情
一般的には以下の対応が妥当と思われる。

濁りがなく清澄な地下水の場合
全量を分析対象とする

地下水採取時の粒子の巻上げ等により懸濁物が混入している場合
静置した後、上澄みを分析に使用
上澄みに着色・濁りがある場合はそれらを含めて分析対象とする

水に溶けている可溶性の有害物質濃度を確認する場合
ろ過後の試料を分析に使用
ろ過した試料を対象に分析したことを、証明書・報告書に明記する

測定項目と分析方法

測定法 (3)

項目	測定方法
チウラム	高速液体クロマトグラフ(HPLC)法
シマジン	ガスクロマトグラフ法 ガスクロマトグラフ質量分析法
チオベンカルブ	ガスクロマトグラフ法 ガスクロマトグラフ質量分析法
有機りん	ガスクロマトグラフ法
PCB	ガスクロマトグラフ法
VOC	ガスクロマトグラフ質量分析法 ガスクロマトグラフ法
硝酸性窒素 及び亜硝酸性窒素	吸光光度法
1,4 - ジオキサン	ガスクロマトグラフ質量分析法

測定法 (1)

項目	測定方法
総水銀	還元酸化原子吸光法
カドミウム	原子吸光法
	ICP-AES法
	ICP-MS法
鉛	原子吸光法
	ICP-AES法
	ICP-MS法
ひ素	水素化物発生原子吸光法
	水素化物発生ICP-AES法
	ICP-MS法
	吸光光度法

廃棄物の試験方法

測定法 (2)

項目	測定方法
六価クロム	吸光光度法
	原子吸光法
	ICP-AES法
ふっ素	吸光光度法
	イオンクロマトグラフ法
ほう素	ICP-AES法
	吸光光度法
	ICP-MS法
セレン	水素化物発生原子吸光法
	水素化物発生ICP-AES法
	ICP-MS法
シアン	吸光光度法

燃え殻、汚泥、ばいじん、鉱さいの分析

法律、通知、規格、マニュアル等

・ 産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法

(S48.2.17 環告13号)

・ 海洋汚染及び海上災害の防止に関する法律施行令第五条第一項に規定する埋立
廃棄物等に排出しようとする廃棄物に含まれる金属等の検定方法

(S48.2.17 環告14号)

試験項目・試験方法

(溶出試験)

溶出操作

…別紙

項目

環告13号(陸上埋立)

燃え殻、ばいじん、鉱さい 重金属(Pb,Cd,Cr6+,As,T-Hg,7種Hg,Se)

汚泥 重金属(Pb,Cd,Cr6+,As,T-Hg,7種Hg,Se)、CN、PCB、農薬、VOC

環告13号(海面埋立)、環告14号

汚泥等 重金属(Pb,Cd,Cr6+,As,T-Hg,7種Hg,Se,Cu,Zn,Be,Cr,Ni,V)、F、
CN、PCB、農薬、VOC

(含有量試験)

特に基準・規定なし

再生品の分析

法律、通知、規格、マニュアル等

- ・ スラグ類の化学物質試験方法 - 第1部: 溶出試験方法 (JIS K 0058-1 2005)
- ・ スラグ類の化学物質試験方法 - 第2部: 含有量試験方法 (JIS K 0058-2 2005)

試験項目・試験方法

(溶出試験)

溶出操作

…別紙

項目

Pb, Cd, Cr6+, As, T-Hg, Se, CN, F, B

(含有量試験)

検液の調製操作

…別紙

項目

Pb, Cd, Cr6+, As, T-Hg, Se, F, B, CN(遊離シアン, 他項目と別分析)

基準項目について

基準値一覧表(抜粋)

No.	項目	(単位)	次期		土壌溶出試験		廃棄物溶出試験	
			排水基準	環境基準	環境基準	汚泥	ばいじん、燃灰類(灰)	
1	鉛(Pb)及びその化合物	mg/L	0.1以下	0.01以下	0.01以下	0.3以下	0.3以下	0.3以下
2	シアン化合物	mg/L	1以下	検出されないこと(0.0005未満)	検出されないこと(0.0005未満)	1以下	1以下	1以下
3	有機燐化合物	mg/L	1以下	-	-	1以下	-	-
4	鉛及びその化合物	mg/L	0.1以下	0.01以下	0.01以下	0.3以下	0.3以下	0.3以下
5	六価クロム化合物	mg/L	0.5以下	0.05以下	0.05以下	1.5以下	1.5以下	1.5以下
6	無機六価クロム化合物	mg/L	0.1以下	0.01以下	0.01以下	0.3以下	0.3以下	0.3以下
7	水銀及びアルキル水銀その他の有機水銀化合物	mg/L	0.005以下	0.0005以下	0.0005以下	0.005以下	0.005以下	0.005以下
8	アルキル水銀化合物	mg/L	検出されないこと(0.0005未満)	-	-	-	-	-
9	揮発性フェニール	mg/L	0.002以下	検出されないこと(0.0005未満)	検出されないこと(0.0005未満)	0.002以下	-	-
10	トリクロロエチレン	mg/L	0.3以下	0.03以下	0.03以下	0.3以下	-	-
11	テトラクロロエチレン	mg/L	0.1以下	0.01以下	0.01以下	0.1以下	-	-
12	ジクロロメタン	mg/L	0.2以下	0.02以下	0.02以下	0.2以下	-	-
13	四塩化炭素	mg/L	0.02以下	0.002以下	0.002以下	0.02以下	-	-
14	1,1,2,2-テトラクロロエタン	mg/L	0.04以下	0.004以下	0.004以下	0.04以下	-	-
15	1,1,1,2-テトラクロロエタン	mg/L	0.2以下	0.02以下	0.02以下	0.2以下	-	-
16	1,1,1,2,2-ペンタクロロエタン	mg/L	0.4以下	0.04以下	0.04以下	0.4以下	-	-
17	1,1,1,1-テトラクロロエタン	mg/L	3以下	1以下	1以下	3以下	-	-
18	1,1,2,2-テトラクロロエタン	mg/L	0.08以下	0.008以下	0.008以下	0.08以下	-	-
19	1,1,2,2-テトラクロロプロパン	mg/L	0.02以下	0.002以下	0.002以下	0.02以下	-	-
20	ブroman	mg/L	0.08以下	0.008以下	0.008以下	0.08以下	-	-
21	シタン	mg/L	0.02以下	0.002以下	0.002以下	0.02以下	-	-
22	シオキソルホブ	mg/L	0.2以下	0.02以下	0.02以下	0.2以下	-	-
23	ベンゼン	mg/L	0.1以下	0.01以下	0.01以下	0.1以下	-	-
24	ベンゼン及びその化合物	mg/L	1以下	0.01以下	0.01以下	0.3以下	0.3以下	-
25	多環芳香族化合物	mg/L	10以下	1以下	1以下	-	-	-
26	多量及びその化合物	mg/L	0.15以下	0.015以下	0.015以下	-	-	-

土壌の分析

法律、通知、規格、マニュアル等

- ・ 土壌の汚染にかかる環境基準について (H3.8.23 通告46号)
- ・ 土壌汚染対策法施行令規則第五条第三項第四号の規定に基づく(環境大臣が定める土壌汚染調査に係る測定方法 (H15.3.6 通告18号))
- ・ 土壌汚染対策法施行令規則第五条第四項第二号の規定に基づく(環境大臣が定める土壌含有量調査に係る測定方法 (H15.3.6 通告19号))

試験項目・試験方法

(溶出試験)

溶出操作

…別紙

項目

Pb, Cd, Cr6+, As, T-Hg, Se, CN, F, B, PCB, 農薬, VOC

(含有量試験)

検液の調製操作

…別紙

項目

Pb, Cd, Cr6+, As, T-Hg, Se, F, B, CN(遊離シアン, 他項目と別分析)

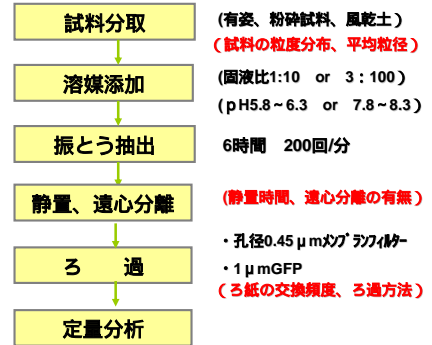
含有量試験

区分	再生品(スラグ類)		土壌	
	JIS 0058-2(Cr6+以外)	JIS 0058-1(Cr6+)	環境省告示(9号)試験(Gr6+以外)	環境省告示(9号)試験(Cr6+)
試験名	風乾、<2mm	風乾、<2mm	風乾、<2mm	風乾、<2mm
試料調製	乾燥199	乾燥199	乾燥199	乾燥199
溶媒	純水	純水	純水	純水
液固比(L(m)/S(g))	100/3	100/3	100/3	100/3
溶出時間(h)	2	2	2	2
攪とう方法	平行攪とう(攪り棒4-5cm, 200回/分)	平行攪とう(攪り棒4-5cm, 200回/分)	平行攪とう(攪り棒4-5cm, 200回/分)	平行攪とう(攪り棒4-5cm, 200回/分)
固液分離(ろ過)	0.45 µmφ グラフィット-でろ過	0.45 µmφ グラフィット-でろ過	0.45 µmφ グラフィット-でろ過	0.45 µmφ グラフィット-でろ過
固液分離(ろ過)	1	1	1	1
溶出回数	1	1	1	1

国内の溶出試験

区分	廃棄物		再生品(スラグ類)	
	環境省告示(10号)試験(土壌等)	環境省告示(14号)試験(土壌)	JIS K 0058-1	JIS K 0058-1
試験名	風乾、<2mm	風乾、<2mm	風乾、<2mm	風乾、<2mm
試料調製	乾燥199	乾燥199	乾燥199	乾燥199
溶媒	純水	純水	純水	純水
液固比(L(m)/S(g))	10	10	10	10
溶出時間(h)	2	2	2	2
攪とう方法	平行攪とう(攪り棒4-5cm, 200回/分)	平行攪とう(攪り棒4-5cm, 200回/分)	攪拌(200回/分)	平行攪とう(攪り棒4-5cm, 200回/分)
固液分離(ろ過)	1 µmφ グラフィット-でろ過	1 µmφ グラフィット-でろ過	0.45 µmφ グラフィット-でろ過	0.45 µmφ グラフィット-でろ過
固液分離(ろ過)	1	1	1	1
溶出回数	1	1	1	1

溶出試験フロー



重金属等の溶出に影響を及ぼす因子

- 含有成分の化学的特性
 - 溶解度
- 接触する溶液の化学的特性
 - pH
 - 酸化還元電位
- 対象試料の物理的特性
 - 粒子径
 - 表面積
- 接触する溶液の物理的特性
 - 流量、流速
 - 接触時間

廃棄物の含有量試験

法律で定められた基準はないが、潜在的な有害物質の総量を把握する意味でも重要な意味を持つ。
分析手法については公定法は示されていないが、「底質調査法」を準公定法として採用することが多い。

対象が金属項目の場合

人為的な汚染物質量を把握するには……酸抽出法
全含有量の測定には……アルカリ融解法、フッ酸を含む混酸分解

目的に合わせて適切な分析方法を選択することが重要。

参考(海外の溶出試験方法)

国名	日本	日本	アメリカ
試験名	環境庁告示13号試験	環境庁告示49号試験	TCLP
区分	単一バッチ	単一バッチ	単一バッチ
試料調製	<5mmはろ紙、酸化補正剤(0.5-5mmに調整)	風乾、<2mm	<9.5mm
試料	希釈(HCl, NaOHで pH5.8-6.3)	純水 (pH5.8-6.3)	酢酸溶液 (pH2.88 or pH4.63)
液量比 (L/ml) (Sol)	10	10	10
抽出時間(h)	8	8	8
振とう方法	平行振とう(振り幅4-5cm, 200回/分)	攪拌(200回転/分)	平行振とう(振り幅4-5cm, 200回/分)
抽出液(ろ過)	1µmメッシュでろ過	0.45µmメッシュでろ過	0.6-0.8µmメッシュでろ過
抽出回数	1	1	1
国名	オランダ	オランダ	スイス
試験名	PA(4)抽出試験(NEN7341)	PA(4)抽出試験(NEN7343)	PA(4)抽出試験(NEN7343)
区分	PA(4)抽出試験	PA(4)抽出試験	PA(4)抽出試験
試料調製	抽出液をpH4、pH7で抽出	pH4抽出液	pH4抽出液
試料	100	20	5
液量比 (L/ml) (Sol)	8 (pH7: 3hr + pH4: 3hr)	24(21日)	8h, 24h, 56h, 4日, 9日, 16日, 38日, 64日
抽出時間(h)	3-3-3-3-3	-	-
振とう方法	0.45µmメッシュでろ過	0.45µmメッシュでろ過	0.45µmメッシュでろ過
抽出液(ろ過)	0.45µmメッシュでろ過	0.45µmメッシュでろ過	0.45µmメッシュでろ過
抽出回数	2 (pH7抽出液、pH4抽出液を混合)	1	1

土壌の分析方法

廃棄物の含有量分析について

含有基準と溶出基準

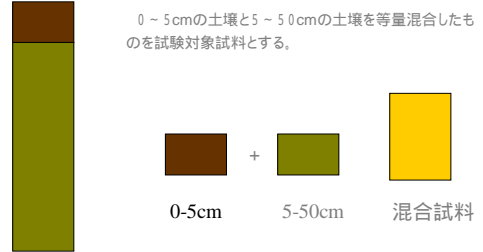
特定有害物質が含まれる汚染土壌を
直接摂取するリスク **含有基準**

特定有害物質が含まれる土壌からの
特定有害物質の溶出に起因する汚染
地下水等の摂取によるリスク
溶出基準

特定有害物質(重金属等)

分類	項目	環境基準値		試料採取方法等
		溶出量(mg/L)	含有量(mg/kg)	
重金属等	カドミウム	0.01	150	調査地点 ・10m四方格子状区画内の1点 試料採取方法 ・深さ0～5cmの土壌と深さ5～50cmの土壌を採取し、等量ずつ混合して試料とする
	鉛	0.01	150	
	六価クロム	0.05	250	
	ヒ素	0.01	150	
	総水銀	0.0005	15	
	アルキル水銀	不検出	-	
	セレン	0.01	150	
	ふっ素	0.8	4000	
	ぼう素	1	4000	
	シアン	不検出	50 (遊離シアン)	

土壌汚染対策法に基づく 表層土壌の採取方法



特定有害物質(揮発性有機化合物)

分類	項目	環境基準値	試料採取方法等
		溶出量(mg/L)	
揮発性有機化合物	ジクロロメタン	0.02	土壌ガス調査 ・10m四方区画内の1点を原則採取地点とする ・地表から1mの地中において土壌ガスを採取 ポーリング調査 ・土壌ガス調査の結果から高濃度地点を絞込む ・表層、地表から50cm下、及び地表から1mごとに10mの深度まで採取し各々を試料とする。
	四塩化炭素	0.002	
	1,2-ジクロロエタン	0.004	
	1,1-ジクロロエタン	0.02	
	1,1,1,2-ジクロロエタン	0.04	
	1,1,1-トリクロロエタン	1	
	1,1,2-トリクロロエタン	0.006	
	トリクロロエチレン	0.03	
	テトラクロロエチレン	0.01	
	ベンゼン	0.01	
1,3-ジクロロベンゼン	0.002		

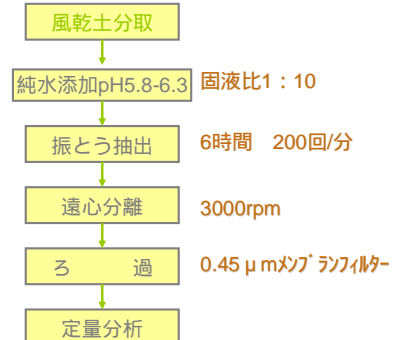
試料調製(風乾土)

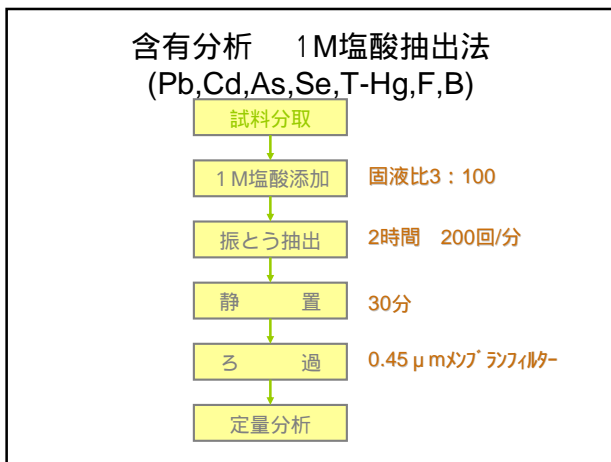
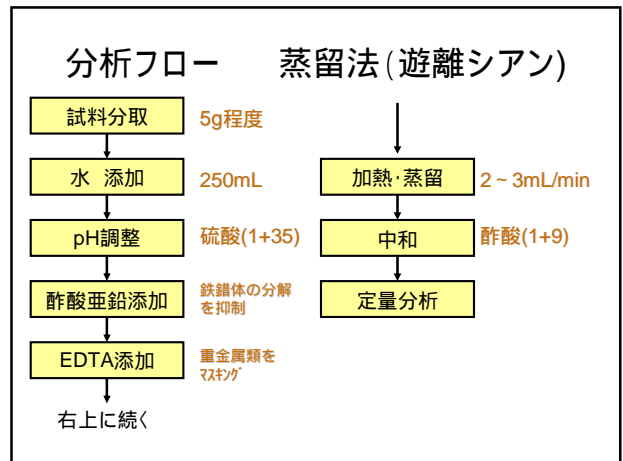
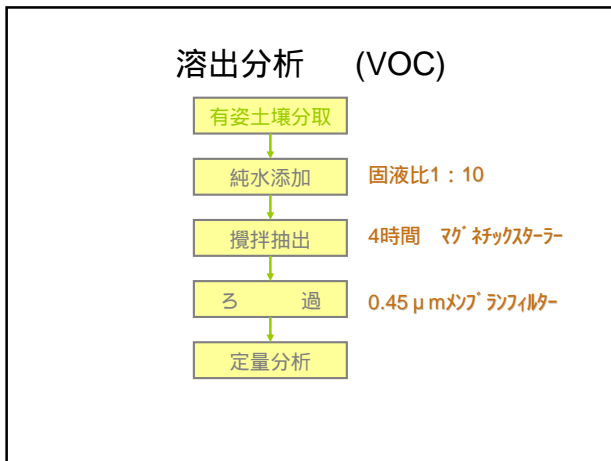


特定有害物質(農薬等)

分類	項目	環境基準	試料採取方法等
		溶出量(mg/L)	
農薬等	PCB	不検出	(重金属等と同様の方法) 調査地点 ・10m四方状区画内の1点 試料採取地点 ・深さ0～5cmの土壌と深さ5～50cmの土壌を採取し、等量ずつ混合して試料とする
	テウラム	0.006	
	シマジン	0.003	
	チオベンカルブ	0.02	
	有機リン	不検出	

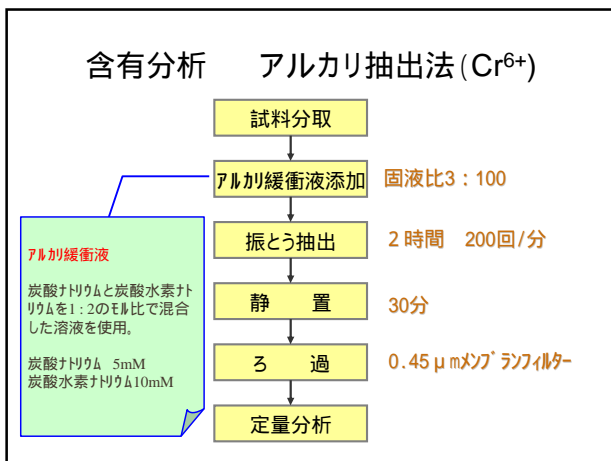
溶出分析 (重金属類、農薬等)





おわりに

- 処分場の管理をするためには、適切な調査計画に基づき、調査分析を実施し、得られた調査分析結果をどのように評価して対策を講じるかが重要である。
- 有害性の評価においては国内の基準や公定法の他に、必要に応じて海外の規格に基づく溶出試験や生物を用いた毒性試験等、違った視点での評価を実施することも参考になると考えられる。
- 現行の分析手法(溶出試験等)については課題もあるが、その内容を理解した上で評価することが重要である。



ご清聴ありがとうございました。

豊口敏之
E-mail: ttogyouchi@kankyo-kanri.co.jp