

産業廃棄物の検定方法に係る分析操作マニュアル

平成25年5月

環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部

目 次

1 . はじめに (本マニュアルの目的)	1
2 . 「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」の改訂について	1
3 . 「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」と特別管理産業廃棄物	3
4 . 検定方法の操作フローと留意事項	4
4 . 1 検液の作成方法	5
4 . 2 検定方法	9
(1) アルキル水銀化合物	9
(2) 水銀又はその化合物	11
(3) カドミウム又はその化合物	13
(4) 鉛又はその化合物	17
(5) 有機りん化合物	18
(6) 六価クロム化合物	25
(7) ひ素又はその化合物	27
(8) シアン化合物	32
(9) P C B	33
(10) V O C	39
(11) 農薬類 (チラウム、シマジン、チオベンカルブ)	47
(12) セレン又はその化合物	53
(13) 有機塩素化合物	58
(14) 銅又はその化合物	60
(15) 亜鉛又はその化合物	62
(16) ふっ化物	64
(17) ベリリウム又はその化合物	66
(18) クロム又はその化合物	68
(19) ニッケル又はその化合物	70
(20) バナジウム又はその化合物	72
(21) フェノール類	74
【参考】油分	75
* マニュアルの留意事項に係る参考一覧	76

1. はじめに（本マニュアルの目的）

産業廃棄物を適正に処理するには、環境への有害物質の排出（水系・大気系・土壌系）を管理することが必要であり、「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」（昭和48年環境庁告示第13号（以下、環告13号と略す））によって公共用水域への有害物質の汚染を未然に管理する目的で、管理型最終処分場へ搬入する廃棄物からの有害物質の溶出量の規制が行われている。環告13号の検定方法は、産業廃棄物を最終処分する際に、陸上・海上埋立及び海洋投入処分における廃棄物からの水溶性有害物質濃度に対して基準値を設定した検定方法であり、制定後、38年経過している。その期間に当該検定方法に関連した法律や分析法の改訂、国際的な整合性など、様々な課題が生じている。

これに対して、環境省では平成21年度より環告13号の改訂に向けた議論を始め、3年間の検討結果をふまえて、環告13号の改訂を行った。このマニュアルは、新たに適用する試験方法も含め、過去に指摘されてきた試験操作の内容のあいまいさについて、詳細手順を示すことにより、廃棄物に係る試験の精度を向上させ、もって廃棄物処理の適正管理に資することを目的とする。

2. 「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」の改訂について（改訂の背景、環告13号の改訂内容の概要）

産業廃棄物の検定方法の位置づけは次のように考えられる。

環告13号は、産業廃棄物の埋立処分を行う上で、有害な産業廃棄物を指定するために用いる試験法である。有害な成分（水溶性）について、本検定方法により基準値を超える溶出量がある廃棄物は、遮断型以外の産業廃棄物最終処分場以外での埋立処分は不可とされ、基準値以下にするために、適切な処理（溶融や不溶化処理等）が義務づけられている。また海洋投入が可能な廃棄物（無機性汚泥、廃酸、廃アルカリ）については、本検定方法による含有量基準値を超えないものについて海洋投入処分が認められている。

本検定方法は、特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法（平成4年厚生省告示第192号）にも引用されており、廃棄物の発生時と最終処分時に分析が義務付けられた廃棄物の有害性の判定試験法と位置づけられている。これらのことから、本検定方法による産業廃棄物の分析では、分析値の定量精度は担保されなければならない。

一方で、検定方法により産業廃棄物の試験を実施している分析機関において、この検定方法における記載事項の不十分さ（操作の取り扱いに自由裁量がある）により、また廃棄物試料のばらつきによって、試験値が異なってくるのが指摘されている。検定方法による試験値は規制基準と比較され、基準値以上では不溶化処理等の対策が必要となり、処理費用の増加につながるため、検定方法における精度の向上が求められている。具体的には産業廃棄物の検定方法について、以下のような課題が挙げられている。

- (1) 試験法の詳細が規定されていないため、ろ紙、遠心分離操作の採用等の判断が分析機関によって統一されていないため、分析値のばらつきが大きくなる場合がある。
- (2) 土壌汚染対策法(平成15年)に基づく土壌環境基準は溶出試験による測定法であり、産業廃棄物の試験法と類似している。しかし、操作の詳細が異なるため、例えば残土等の受け入れに関して、土壌溶出基準は満たすが、海面埋立基準を満たさない等、データの不整合が生じ、検定結果の評価に支障を来す場合がある。現在、東京都埠頭公社等においては、海面埋立を目的とした残土の受け入れについて、この環告13号（固液比3%での溶出試験）での評価を求められており、ろ過条件の違い（GFPろ紙使用の場合に溶液への微粒子混入）などが原因で、環境基準を満たしている試料でも環告13号に基づく分析では基準超過するケースも多く見られる。
- (3) 個別リサイクル法の制定により廃棄物の再生製品が増加し、利用にあたり環境安全性を評価する試験法（主に溶出試験）のニーズが高まっていることから、(1)の土壌環境基準の測定方法に準じた取り扱いがなされる場合が多い。しかし、環告13号に基づく検定方法との整合性について、評価に支障を来す場合がある。
- (4) 有害物質の測定方法として引用している日本工業規格（JIS K0102）が2008年に改定され環境分析法では既に採用されているが、環告13号においては採用されていない（1995年版及び1998年版のJISを採用している）。

(5) 海外の産業廃棄物の溶出毒性に関する試験法と整合していない。

環境省は上記の現状をふまえ、産業廃棄物の検定方法の再検討を行った。環告 13 号の制定以来の検討内容と経緯については、本マニュアルの作成にあたり基礎となった報告書(平成 21 年度～平成 23 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務報告書、(社)廃棄物資源循環学会)を参照されたい。

環告 13 号の内容については、以下の項目について改訂にむけた議論が行われた。改訂の内容の概要を再掲する(平成 23 年度報告書 2 章)。また環告 13 号の試験操作を行う関係者に、操作手順の考え方を記述することにより、手順のあいまいさを極力なくすことを意図して操作マニュアルを策定した。

	項目	論点	改定案の内容	改訂の必要性 課題・問題点等
1	試料粒径	土壌汚染対策法における試料粒径(2mm 以下)との整合	土壌と廃棄物は特性が異なるため、統一する必要はない	変更なし。マニュアルに考え方を記載
2	溶出溶媒	pH 調整水は必要ないのではないか。溶出液は廃棄物自体がもつマトリックスにより影響を受ける	純水またはイオン交換水とする	改定
3	混合液量と容器容積比	垂直振とうは水平振とうに比べて溶出濃度が低い傾向	溶媒量に対する容器容積は概ね 2 倍とする	改定
4	振とう条件	試料量 50g 以上、溶媒 500mL 以上(固液比 10)の規定だけでよいか	水平振とうとする	改定 マニュアルに、十分な混合の必要性を記載
5	溶出時間	欧米では 16 時間、24 時間が公定法で採用されている	6 時間を変更する必要はない	
6	ろ過操作	<ul style="list-style-type: none"> 1 μm の GFP を用いていない機関がある 遠心分離を採用する基準のろ過困難の判断が難しい 分析者の自由判断に委ねられており、詳細に規定することが求められている 	<ul style="list-style-type: none"> 遠心分離 ろ過操作をする(再現性を重視) 3000 回転/分を、3000G とする。(1 μm の粒子除去の確実性を重視) 	改定 十分な留意事項を記載
7	ろ紙の材質・孔径	<ul style="list-style-type: none"> ガラス繊維ろ紙よりメンブランフィルターの方が再現性があるのではないか 農薬類の測定では、ろ紙の材質によって吸着が起こる 	<ul style="list-style-type: none"> 基本的にメンブランフィルター採用(微粒子除去の再現性及び測定値の再現性の観点) ろ紙孔径は 1 μm のままとする 	改定 マニュアルに十分な留意事項の記載
8	揮発性有機物質に対するろ過操作	<ul style="list-style-type: none"> 約半数の機関がろ過操作を行っていない ろ過操作によって低値となる(実験結果) 	ろ過操作なしとする(揮発性有機物質の揮発を抑制する観点)	改定
9	ヒ素、セレン、ベリリウムへ	JIS K0102(2008)に採用されている ICP 質量分析の適	ICP 質量分析は適用可能	マニュアルで ICP 質量分析の

	の ICP 質量分析の適用	<p>用が廃棄物分析に適用可能か</p> <p>市販装置でスペクトル干渉が完全に除去できるか</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 共存物の少ない試料への適用 ・ 共存物の多い試料では機関間精度が悪く、真値が得られない可能性あり <p>公定法（水素化物発生法）でも真値が得られていない可能性あり</p>		適用について、十分な留意事項の記載、ヒ素及びセレンには ICP 発光法を参考法として採用ベリリウムは別表 7 に ICP 質量分析法を追加またフレイム原子吸光法、電気加熱原子吸光法、ICP 発光法について、JISK0102(2008)に沿って変更
1 0	有機塩素化合物のイオンクロマト法の適用	水銀を分析試薬として使用しないイオンクロマト法が適用できるか	イオンクロマトの採用はしない	マニュアルに、採用不可の理由を記載（有機塩素化合物を無機化する Na 試薬により測定前に中和処理が必要であり、イオンクロマト法では測定不可のため）
1 1	検液の pH 及び電気伝導率の測定		告示本文には記載しない	マニュアルに記載
1 2	JIS 規格の更新		採用した JIS は最新のものとする	

3. 「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」と特別管理産業廃棄物

本検定方法は、産業廃棄物の最終処分（埋立処分、海洋投入処分）に係る基準値に対応する検定方法である。本方法により測定された値が基準値を超過する場合には特別管理産業廃棄物（特定有害産業廃棄物）となる。基準値の一部を以下に示す。

表 3.1 特別管理産業廃棄物の基準

種 別	廃棄物処理法				水質 環境基準 (浸透水)	(参考) 水濁法 排出基 準	(参考) 土壌 環境基 準
	埋立処分	海洋投入処分					
対 象	汚泥等 ^{注1)}	有機性 汚泥	廃酸・ 廃アルカ	非水溶性 無機性汚 泥	環境水	排水水	土壌 ⁴⁾
試験方法	溶出量	含有量	含有量	溶出量	含有量	含有量	溶出量
(単位)	(mg/)	(mg/kg)	(mg/)	(mg/)	(mg/)	(mg/)	(mg/)
アルキル水銀化合物	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
水銀又はその化合物	0.005	0.025	0.025	0.0005	0.0005	0.005	0.0005
カドミウム又はその化合 物	0.3 ²⁾	0.1	0.1	0.01	0.003	0.1	0.01
鉛又はその化合物	0.3 ^{注2)}	1	1	0.01	0.01	0.1	0.01
有機燐化合物	1	1	1	不検出	-	1	不検出
六価クロム化合物	1.5 ^{注2)}	0.15	0.5	0.05	0.05	0.5	0.05
ひ素又はその化合物	0.3 ^{注2)}	0.15	0.15	0.01	0.01	0.1	0.01
シアン化合物 ³⁾	1	5	1	不検出	不検出	1	不検出
PCB	0.003	0.003	0.003	不検出	不検出	0.003	不検出
有機塩素化合物	-	4	4	1	-	-	-
銅またはその化合物	-	10	10	0.14	-	3	-
亜鉛又はその化合物	-	20	20	0.14	-	5	-
弗化物	-	15	15	3	-	15	-
トリクロロエチレン	0.3	0.3	0.3	0.03	0.03	0.3	0.03
テトラクロロエチレン	0.1	0.1	0.1	0.01	0.01	0.1	0.01
ベリリウム又はその化合 物	-	2.5	2.5	0.25	-	-	-
クロム又はその化合物	-	2	2	0.2	-	2	-
ニッケル又はその化合物	-	1.2	1.2	0.12	-	-	-
バナジウム又はその化合 物	-	1.5	1.5	0.15	-	-	-
ジクロロメタン	0.2	0.2	0.2	0.02	0.02	0.2	0.02
四塩化炭素	0.02	0.02	0.02	0.002	0.002	0.02	0.002
1,2-ジクロロエタン	0.04	0.04	0.04	0.004	0.004	0.04	0.004
1,1-ジクロロエチレン	1	1	1	0.1	0.1	1	0.1
1,2-ジクロロエチレン	0.4	0.4	0.4	0.04	0.04	0.4	0.04
1,1,1-トリクロロエタン	3	3	3	1	1	3	1
1,1,2-トリクロロエタン	0.06	0.06	0.06	0.006	0.006	0.06	0.006
1,3-ジクロロプロペン	0.02	0.02	0.02	0.002	0.002	0.02	0.002
チラウム	0.06	0.06	0.06	0.006	0.006	0.06	0.006
シマジン (CAT)	0.03	0.03	0.03	0.003	0.003	0.03	0.003
チオベンカルブ	0.2	0.2	0.2	0.02	0.02	0.2	0.02
ベンゼン	0.1	0.1	0.1	0.01	0.01	0.1	0.01
セレン又はその化合物	0.3	0.1	0.1	0.01	0.01	0.1	0.01
1,4-ジオキサン	0.5	0.5	5	0.05			

注1) 汚泥、燃え殻、ばいじん、鉍さいを含む(燃え殻、ばいじん、鉍さいについては、水銀、カドミウム、鉛、六価クロム、ひ素のみを対象)

注2) カドミウム、鉛、六価クロム及びひ素については、土壌への吸着の可能性が考慮されている。

注3) 環境基準においては全シアン

注4) 農用地に係るものを除く

注5) 含有量

4 . 検定方法の操作フローと留意事項

4.1 検液の作成方法

図 4.1.1 検液の作成方法（重金属等）

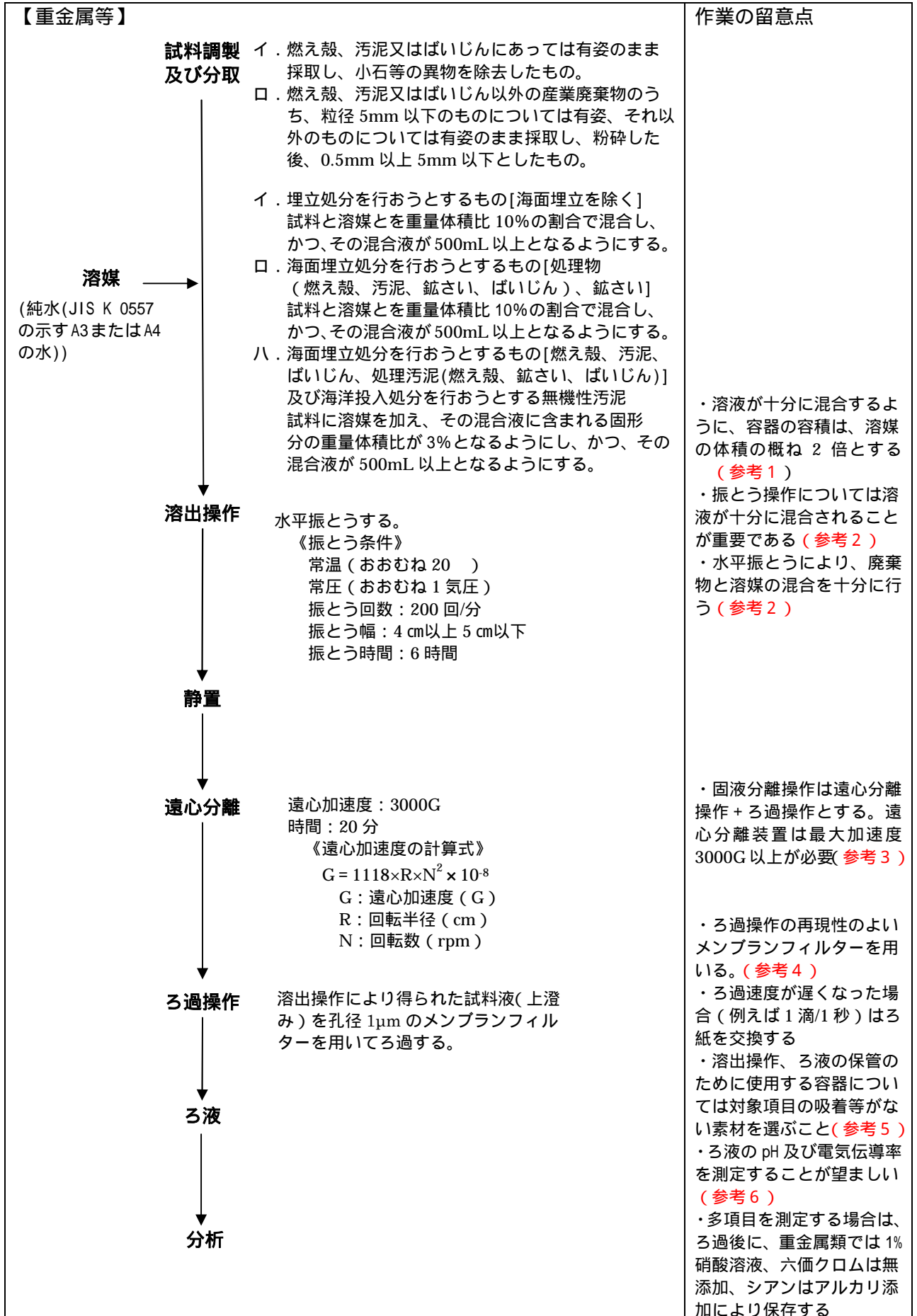


図 4.1.2 検液の作成方法 (農薬・PCB)

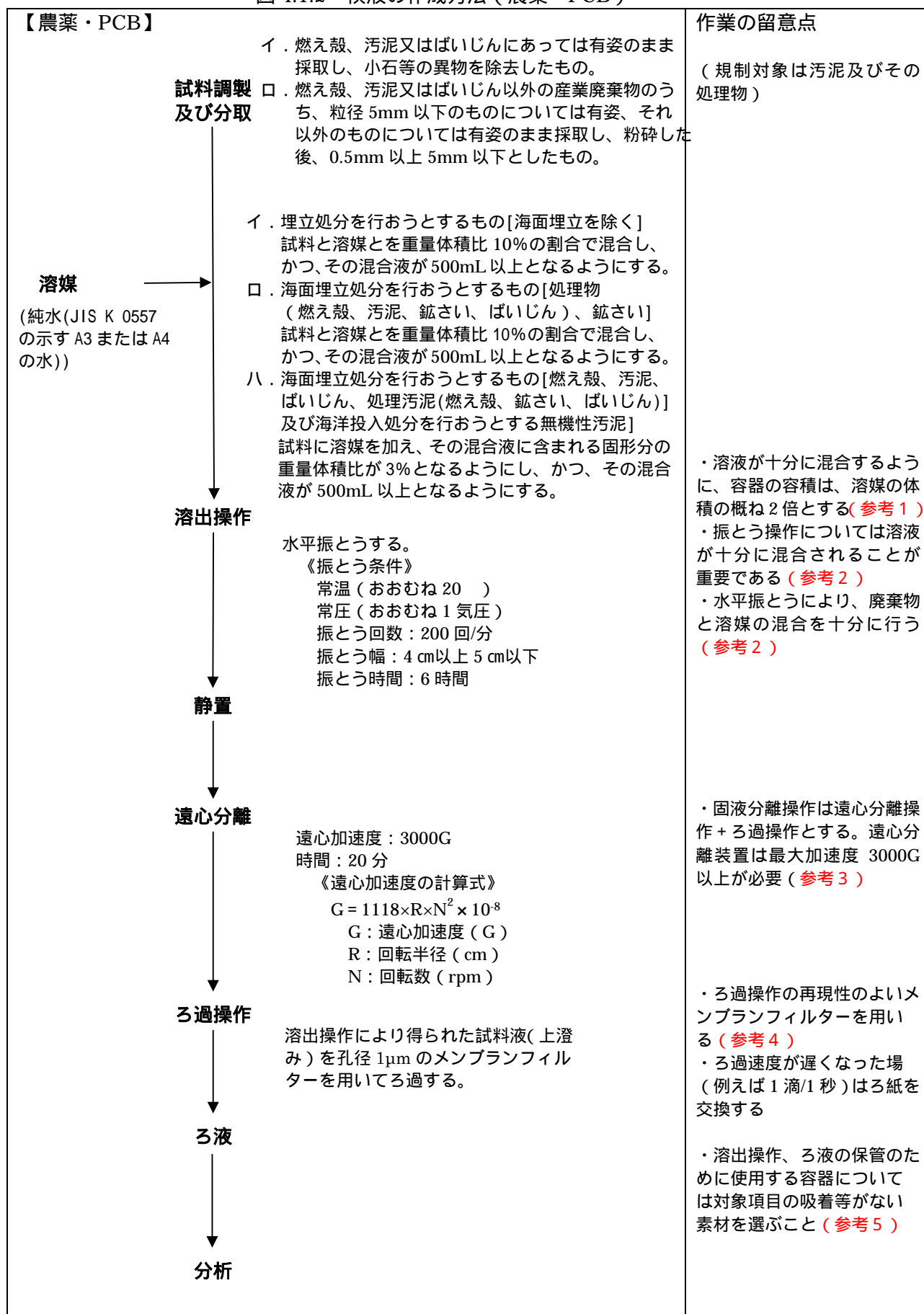


図 4.1.3 検液の作成方法 (VOC)

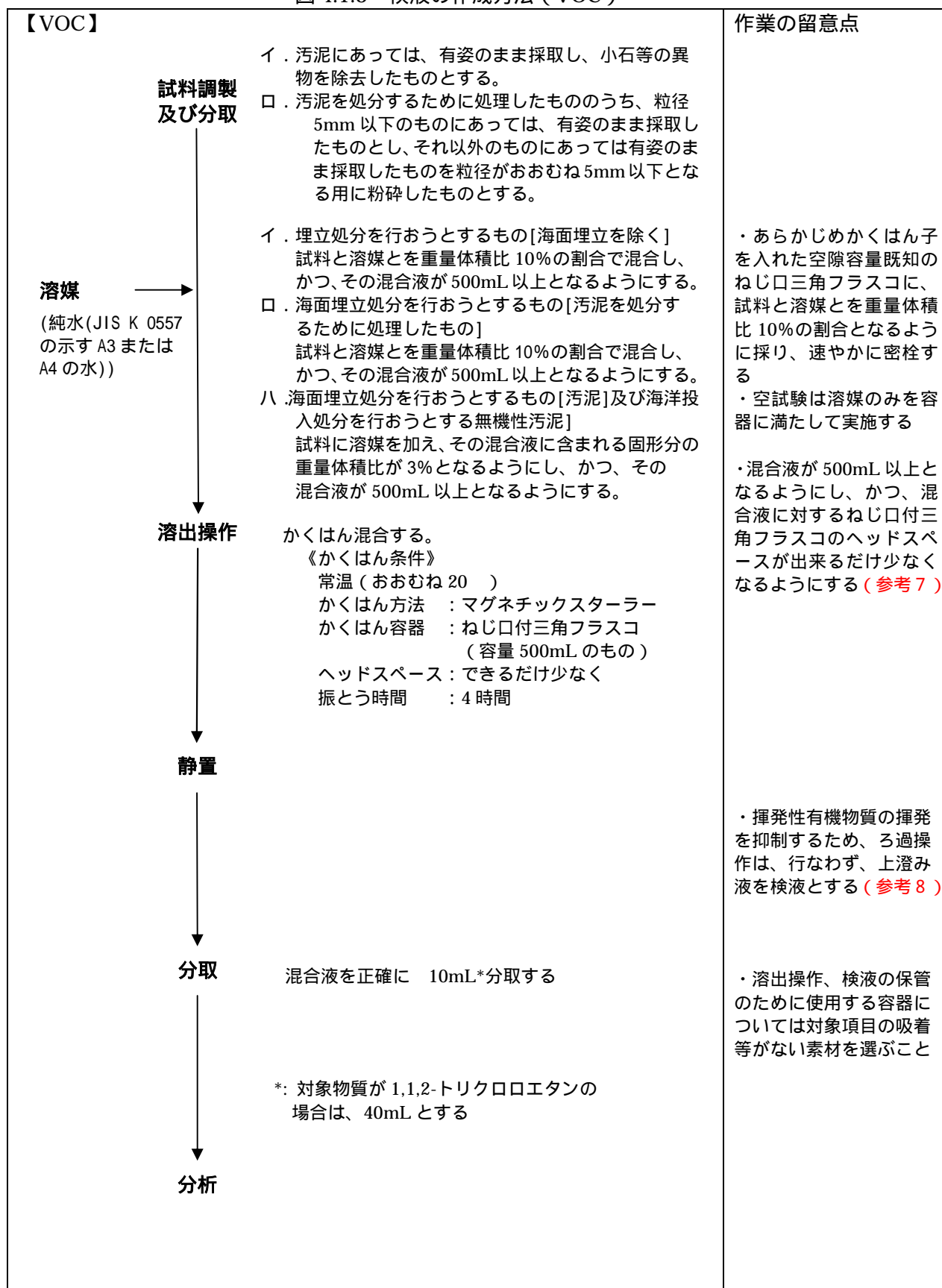


図 4.1.4 検液の作成方法（海洋投入処分に係る廃棄物）

【海洋投入処分に係る有機性汚泥】 (PCB、VOC、農薬類、有機塩素化合物の検定用を除く)	作業の留意点
<div style="text-align: center;"> <p>試料調製 及び分取</p> </div> <p>溶媒 → (純水(JIS K 0557の示す A3 または A4 の水))</p> <p>↓</p> <p>激しく振り混ぜ均一に混合</p> <p>↓</p> <p>必要量分取 分析</p> <p>海洋投入処分を行おうとする有機性汚泥又は摩砕した動植物残さは、有姿のまま採取した試料を 2mm 以下とし、200g 以上をとり、純水を加えて 1L とする。</p> <p>六価クロムを測定する場合は、図 4.1.1 の遠心分離・ろ過操作を行ったものを分析用検液とする</p>	
<div style="text-align: center;"> <p>試料調製 及び分取</p> </div> <p>溶媒 → (純水(JIS K 0557の示す A3 または A4 の水))</p> <p>↓</p> <p>激しく振り混ぜ均一に混合</p> <p>↓</p> <p>必要量分取 分析</p> <p>海洋投入処分を行おうとする廃酸・廃アルカリ及び家畜糞尿は、有姿のまま正確に 200mL 以上をとり、純水を加えて 1L とする。</p> <p>VOC を測定する際は揮発性が高いので、容器に保存する場合はヘッドスペースを少なくする</p>	

4.2 検定方法

(1) アルキル水銀化合物

図 4.2.1 アルキル水銀のガスクロマトグラフ法
(昭和 46 年環境庁告示第 59 号 (以下水質環境基準告示) 付表 2)

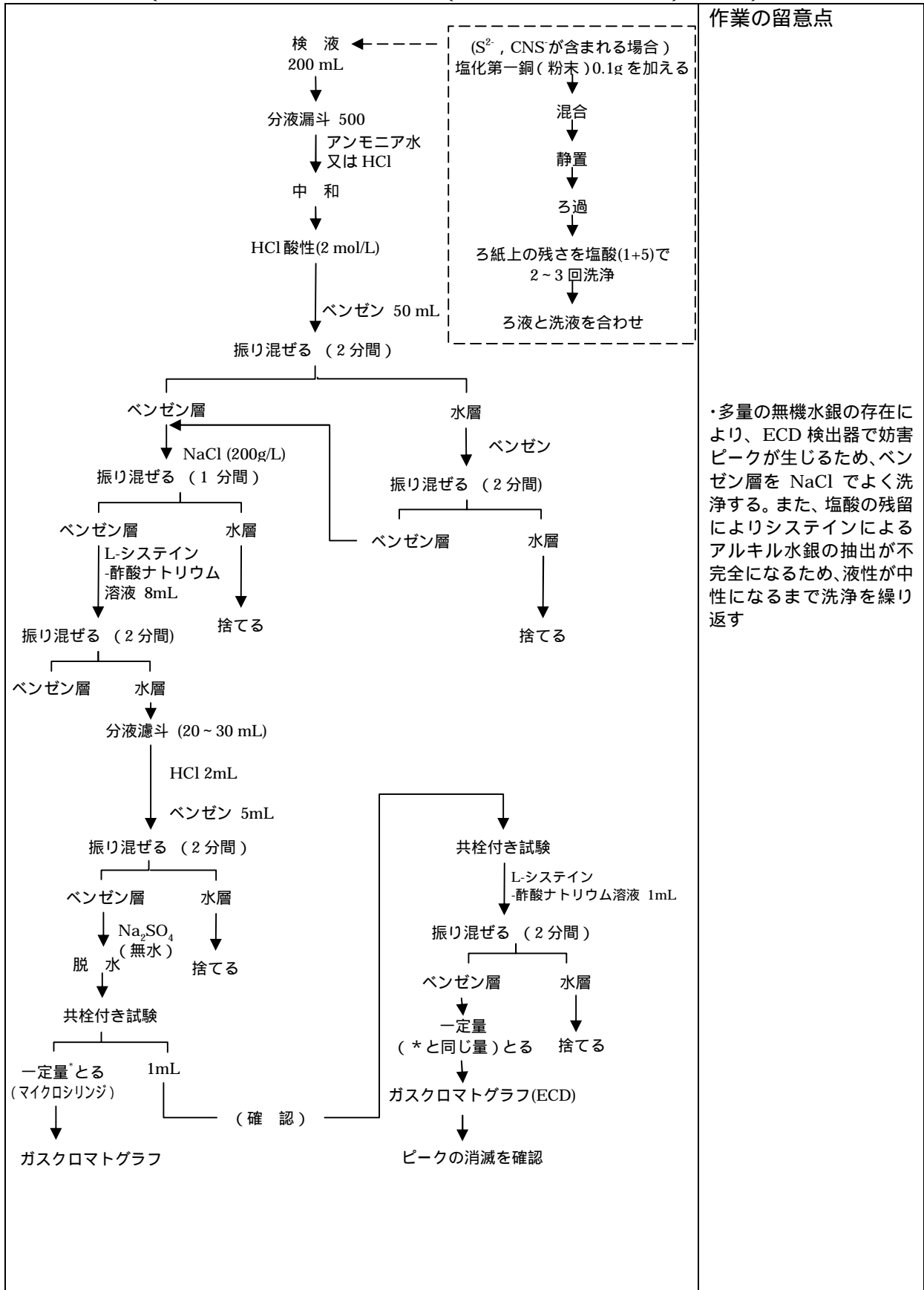
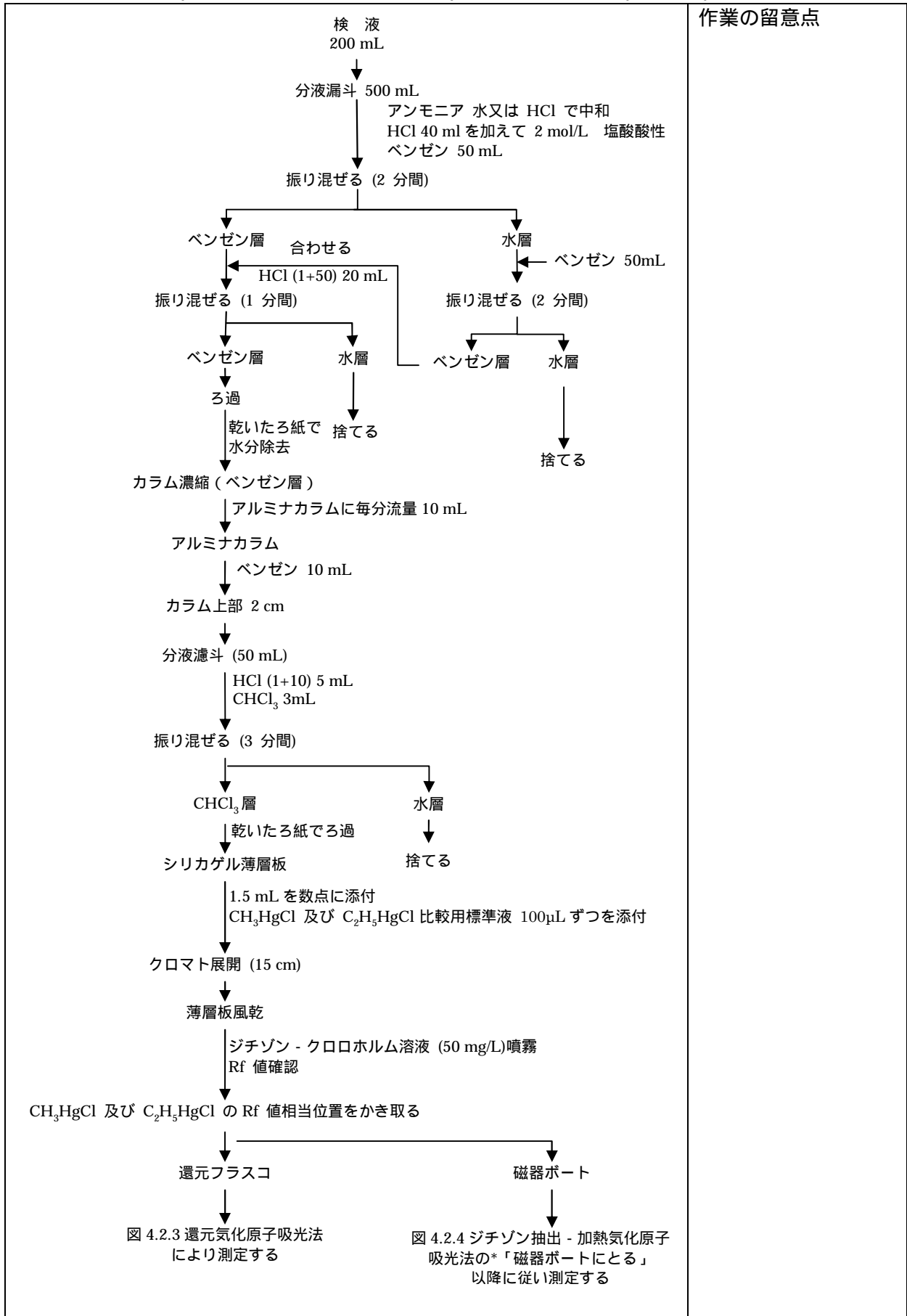


図 4.2.2 アルキル水銀の薄層クロマトグラフ分離 - 原子吸光法
(昭和 49 年環境庁告示 64 号 (以下排水基準告示) 付表 3)

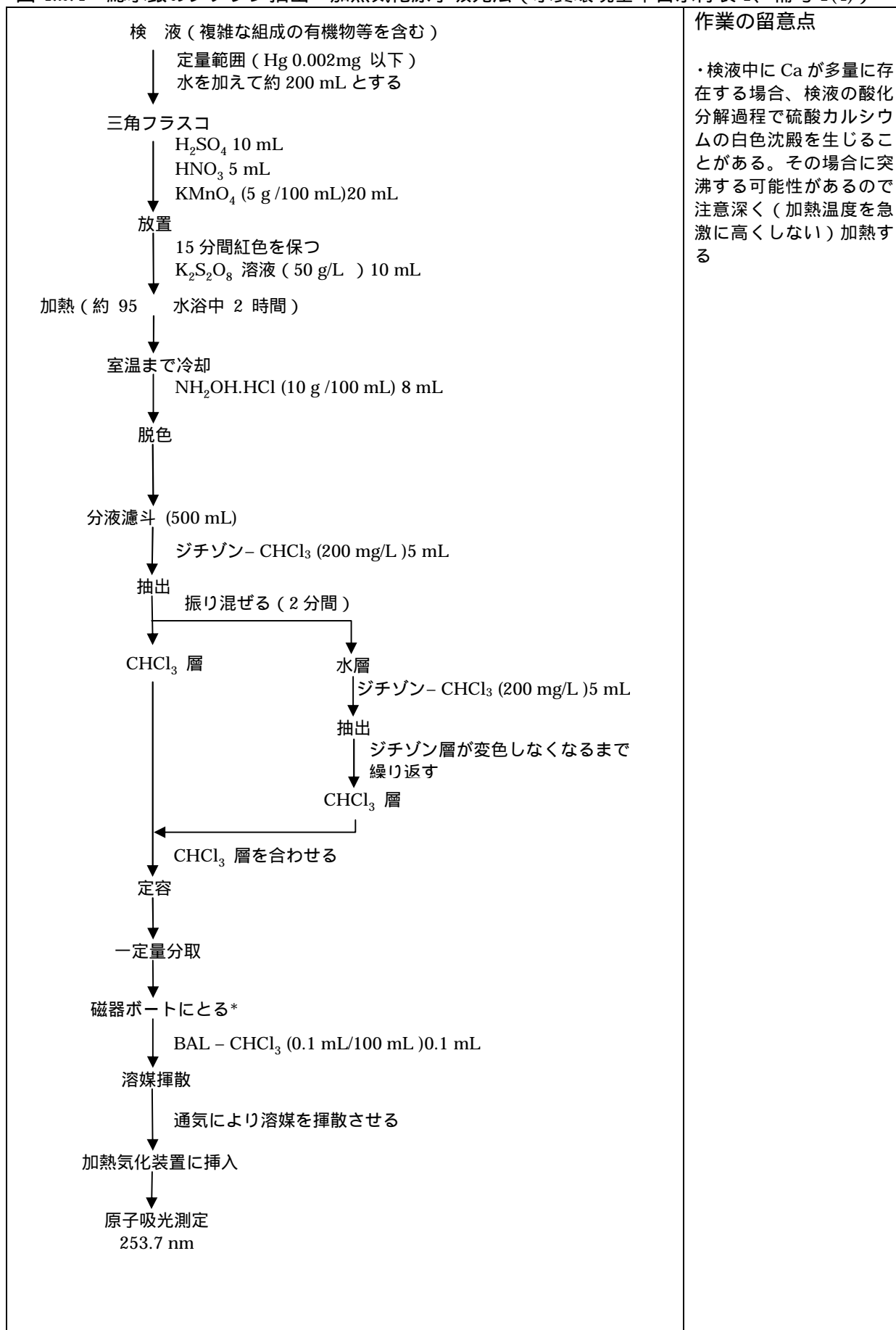


(2) 水銀又はその化合物

図 4.2.3 総水銀の還元気化原子吸光法 (水質環境基準告示付表 1)

<pre> graph TD A[検液] --> B[定量範囲 (Hg 0.002mg 以下) 水を加えて約 200 mL とする] B --> C[還元フラスコ (容量 350 mL で 250 mL の位置に刻印のあるもの)] C --> D[H2SO4 10 mL HNO3 5 mL KMnO4 (5 g /100 mL) 20 mL] D --> E[放置 15 分間紅色を保つ] E --> F[加熱 (約 95 水浴中 2 時間)] F --> G[室温まで冷却] G --> H[NH2OH.HCl (10 g /100 mL) 8 mL] H --> I[脱色] I --> J[水を 250 mL の刻印まで加える SnCl2 (10 g/100 mL) 10 mL] J --> K[還元気化装置に連結 (密閉循環型、解放通気型)] K --> L[循環ポンプ作動] L --> M[原子吸光測定 253.7nm] </pre>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 検液中に Ca が多量に存在する場合、検液の酸化分解過程で硫酸カルシウムの白色沈殿を生じることがある。その場合に突沸する可能性があるため注意深く(加熱温度を急激に高くしない)加熱する ・ 試料検液中に多量の共存物質が存在するため、還元により原子状水銀の揮発状態が標準液と異なる場合があり、標準添加法が推奨される。また多量の塩素を含む場合は塩素ガス (Cl₂) が妨害するので、塩化スズを添加する前に窒素ガスで通気する ・ 試薬類は水銀が含まれないものを選ぶ。(ヒドロキシルアミンはジチゾンクロロホルムにて除去が可)
---	--

図 4.2.4 総水銀のジチゾン抽出 - 加熱気化原子吸光法 (水質環境基準告示付表 1、備考 1(4))



(3) カドミウム又はその化合物

検液の前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)までのいずれかで行う。この前処理法はカドミウム以外に、鉛、銅、亜鉛、ベリリウム、ニッケル、バナジウム等、測定を原子吸光法、ICP 発光分光分析法、ICP 質量分析法で行う場合に適用する。

図 4.2.5(1) 検液の前処理 (塩酸又は硝酸酸性で煮沸する方法 (JIS K 0102 5.1))

<p>検液</p> <p>↓ HCl または HNO₃ 検液 100 mL につき 5 mL</p> <p>煮沸 (10 分間)</p> <p>↓</p> <p>放冷・定容</p> <p>原子吸光法および ICP 発光分析法に供する場合は塩酸又は硝酸の 0.1 ~ 1mol 溶液に調整。 ICP 質量分析法には 0.1 ~ 0.5 mol とする。</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・有機物が少ない場合に適用
--	---

図 4.2.5(2) 検液の前処理 (塩酸又は硝酸による分解法 (JIS K 0102 5.2))

<p>検液</p> <p>↓ HCl または HNO₃ 検液 100 mL につき 5 mL</p> <p>加熱濃縮 (15 mL になるまで)</p> <p>↓ HCl または HNO₃ 5 mL</p> <p>加熱濃縮 (約 5 mL になるまで)</p> <p>↓ 温水 15 mL 可溶成分の溶解</p> <p>不溶解物ろ過 (ろ紙 5 種 B)</p> <p>↓ 水で洗浄 酸の濃度を調整</p> <p>定容</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・検液中の有機物がある場合に適用 ・検液中に塩類が多い場合には加熱濃縮操作で突沸の可能性があるので注意
---	--

図 4.2.5(3) 検液の前処理 (硝酸と過塩素酸とによる分解法 (JIS K 0102 5.3))

<p>検液</p> <p>↓ HNO₃ 10 mL</p> <p>加熱濃縮 (約 10 mL になるまで)</p> <p>↓ HNO₃ 5 mL HClO₄ (60%) 10 mL</p> <p>加熱・HClO₄ 白煙発生</p> <p>↓</p> <p>冷却 (結晶塩状)</p> <p>↓ 温水 50 mL 可溶成分の加熱溶解</p> <p>不溶解物ろ過 (ろ紙 5 種 B)</p> <p>↓ 水で洗浄 酸の濃度を調整</p> <p>定容</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・検液中の有機物が多い場合に適用 ・検液中に塩類が多い場合は濃縮すると塩が析出し突沸する可能性があるため、突沸のない状態で加熱し分解を終了させる
--	---

図 4.2.5(4) 検液の前処理（硝酸と硫酸とによる分解法（JIS K 0102 5.4））

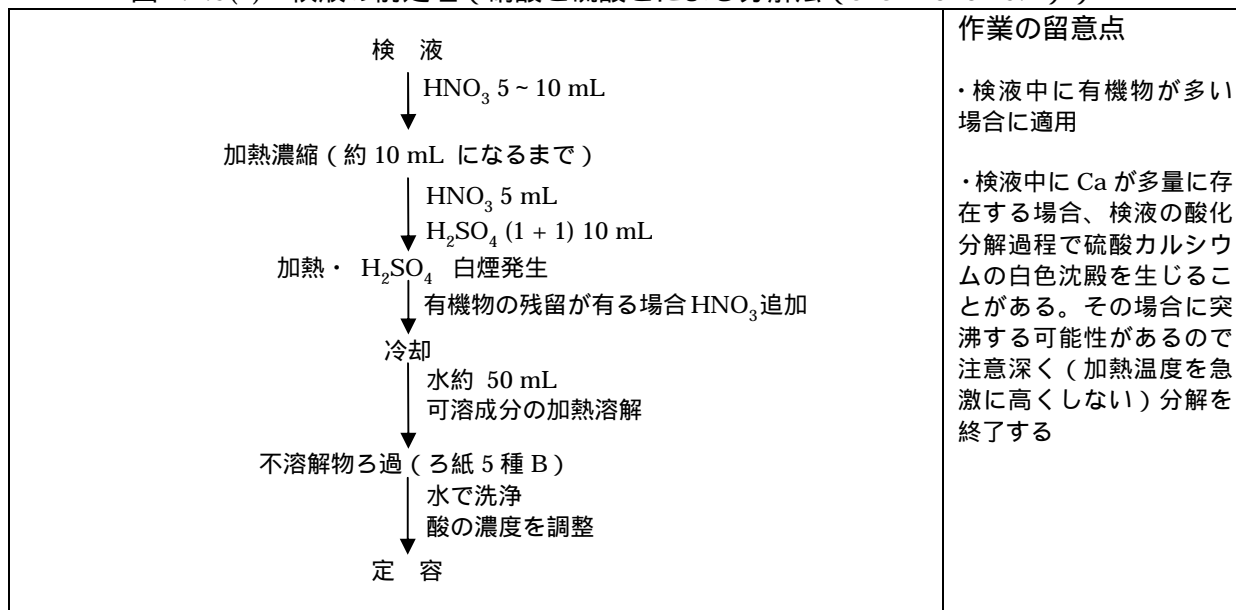


図 4.2.6 カドミウムのフレイム原子吸光法 (DDTC 溶媒抽出法; JIS K0102 52.2 備考 4)

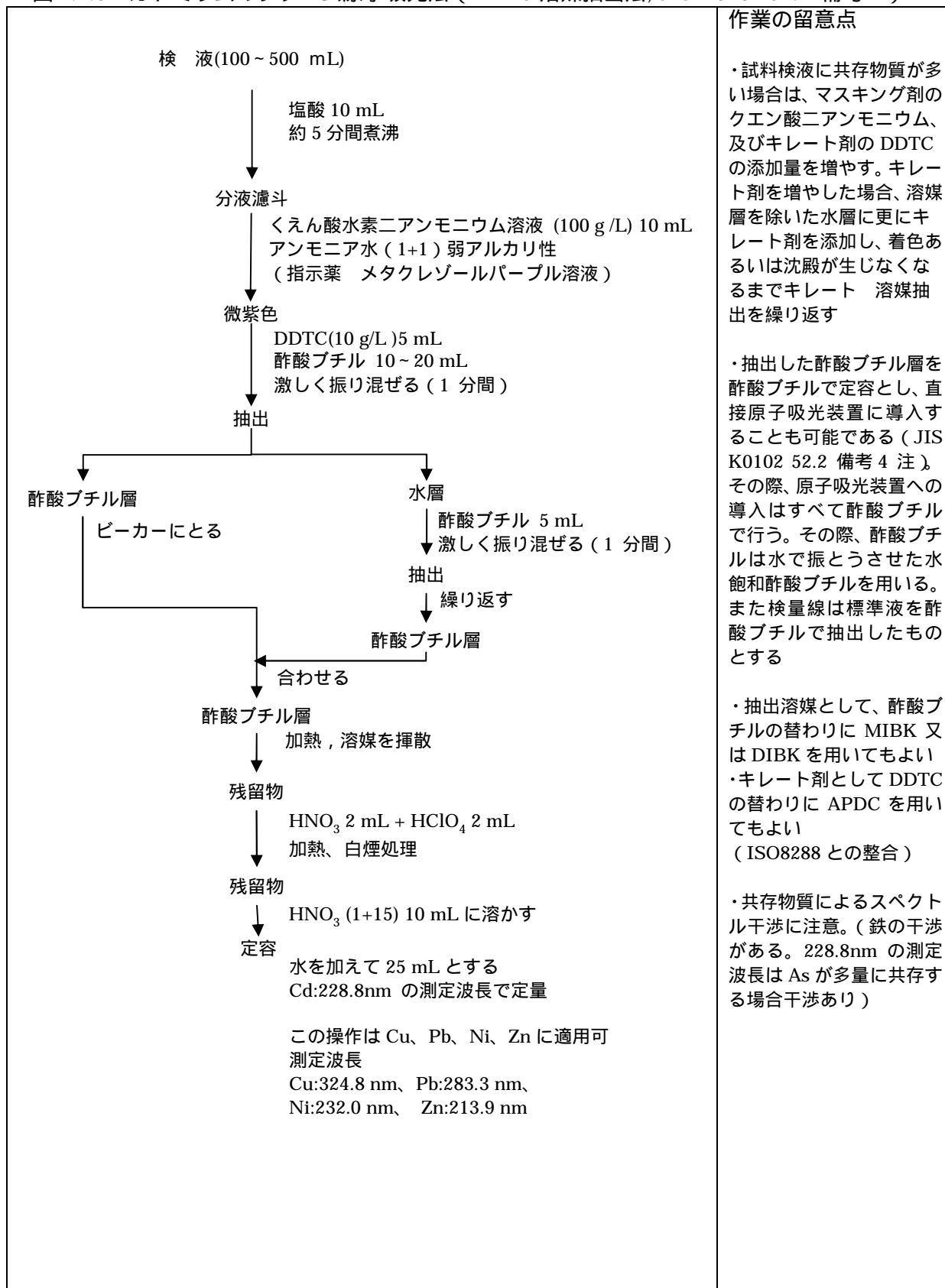


図 4.2.7 カドミウムの電気加熱原子吸光法 (JIS K0102 55.2)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>電気加熱原子吸光分析 ↓ 波長 : 228.8 nm マトリックスモディファイヤーとして硝酸パラジウムを添加 乾燥温度 100 ~ 120 、灰化温度 500 ~ 800 , 原子化温度 1600 ~ 2200) 標準添加法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・共存物質によるスペクトル干渉に注意(鉄の干渉がある。228.8nm の測定波長はAsが多量に共存する場合干渉あり) ・乾燥時の突沸が起こらないよう注意
---	---

図 4.2.8 カドミウムの ICP 発光分光分析法 (JIS K0102 52.4 銅の項)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>ICP 発光分光分析 ↓ 波長 : 214.438 nm 低濃度の場合、キレートキシレン抽出(JIS K0102 52.4 の備考 7)による 内標準法 (Y) を用いてもよい</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
---	---

図 4.2.9 カドミウムの ICP 質量分析法 (JIS K0102 52.5 銅の項)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>ICP 質量分析 ↓ 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量 : 111、114 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Cd の測定質量に近い Y 又は In が適切 ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
---	---

(4) 鉛又はその化合物

図 4.2.10 鉛のフレイム原子吸光法 (JIS K0102 54.1)

<p>準備操作 (溶媒抽出操作) はカドミウムと同じ 測定波長 : Pb:283.3nm</p>	<p>作業の留意点</p>
--	---------------

図 4.2.11 鉛の電気加熱原子吸光法 (JIS K0102 54.2)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L) ↓ 電気加熱原子吸光分析 波長 : 283.3 nm マトリックスモディファイヤーとして硝酸パラジウム を添加 乾燥温度 100 ~ 120 、灰化温度 500 ~ 800 , 原子化 温度 1800 ~ 2500) 標準添加法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・乾燥時の突沸が起こらないよう注意
--	---

図 4.2.12 鉛の ICP 発光分光分析法 (JIS K0102 52.4 銅の項)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L) ↓ ICP 発光分光分析 波長 : 220.351 nm 低濃度の場合は、キレートキシルン抽出(JIS K0102 52.4 の備考 7) による 内標準法 (Y) を用いてもよい</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・スペクトル干渉がないことを確認 ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・内標準元素が検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	---

図 4.2.13 鉛の ICP 質量分析法 (JIS K0102 52.5 銅の項)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L) ↓ ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量 : 208、206、207 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Pb の測定質量に近い Bi が適切 ・内標準元素が検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	--

(5) 有機りん化合物

図 4.2.14(1) パラチオン，メチルパラチオン，EPN，メチルジメトンの抽出方法
(排水基準告示付表 1)

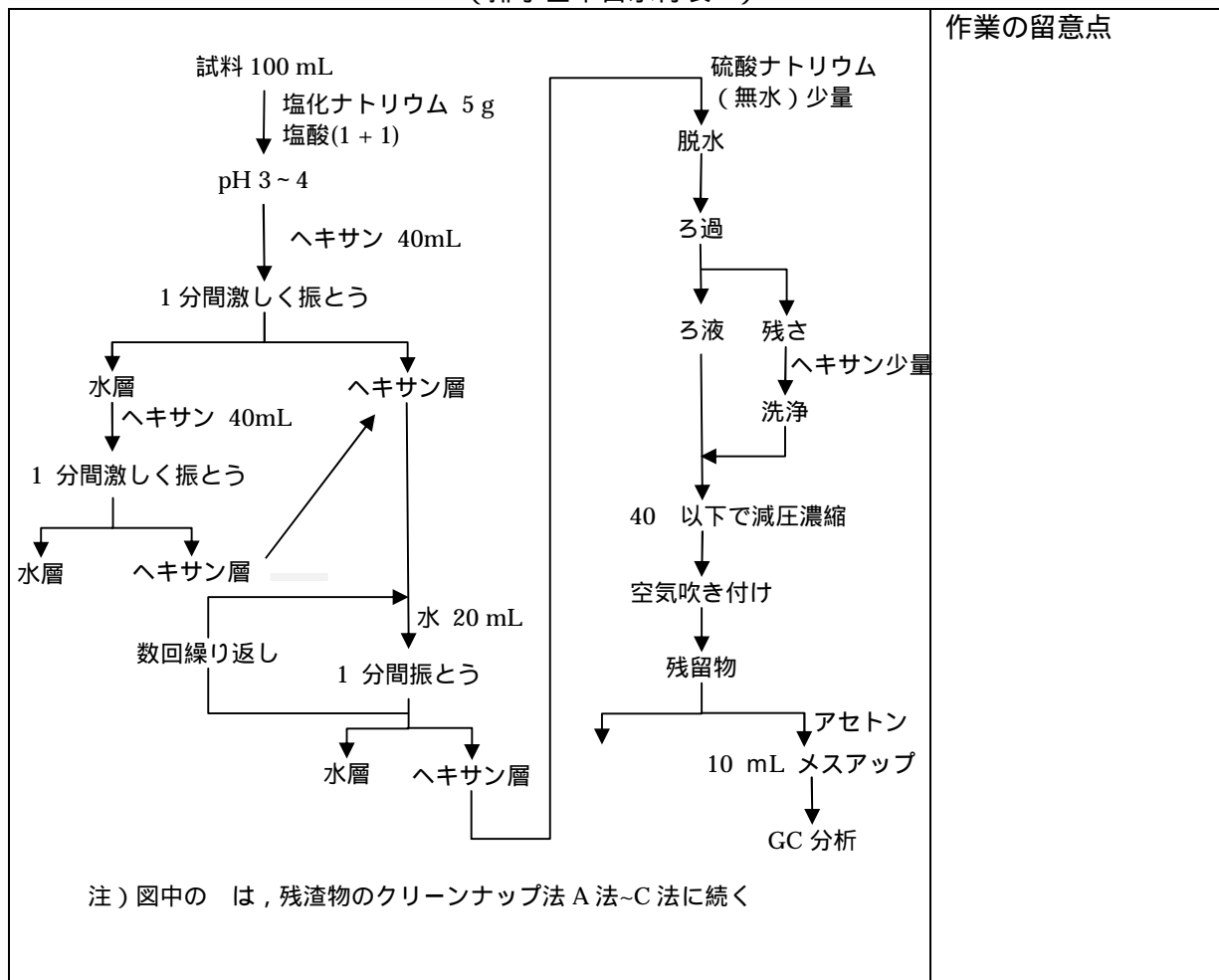


図 4.2.14(2) パラチオン,メチルパラチオン,EPN,メチルジメトンのクリーンナップ法(A法、二酸化けい素,精製けい藻土カラムクロマトグラフィー)(排水基準告示付表1)

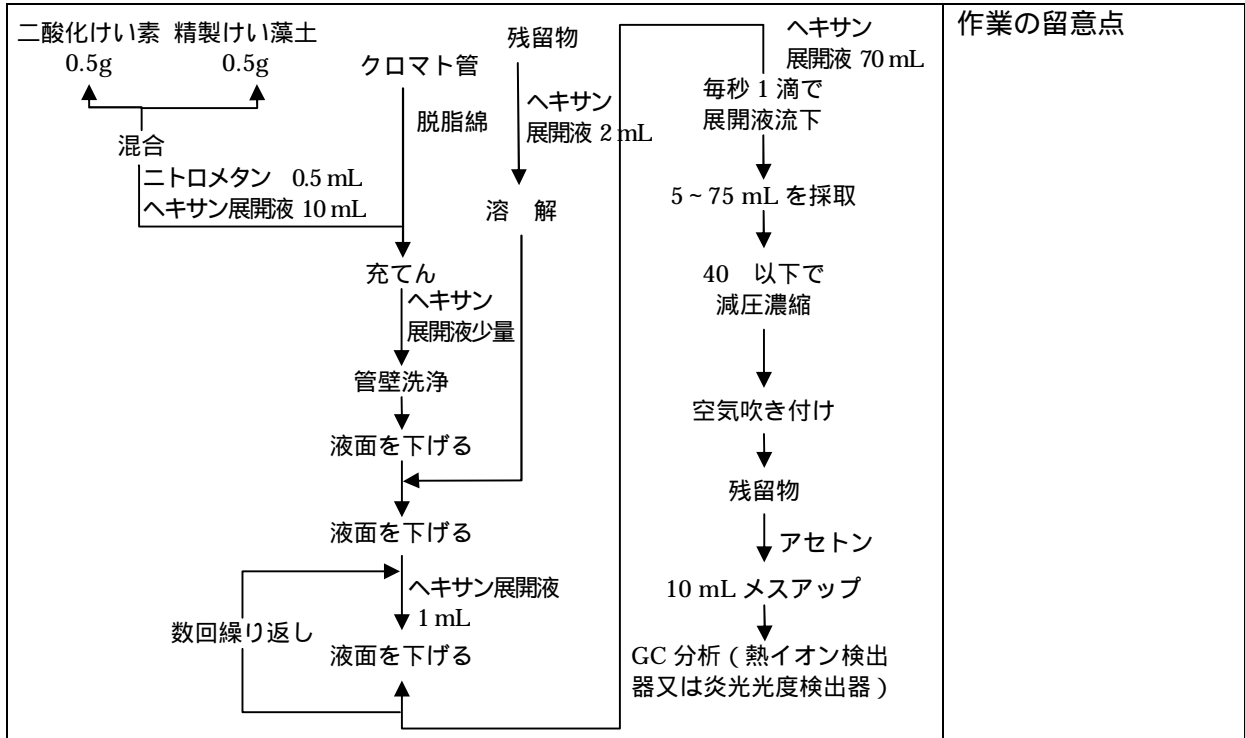


図 4.2.14(3) パラチオン,メチルパラチオン,EPN,メチルジメトンのクリーンナップ法(B法、フロリジルカラムクロマトグラフィー)(排水基準告示付表1)

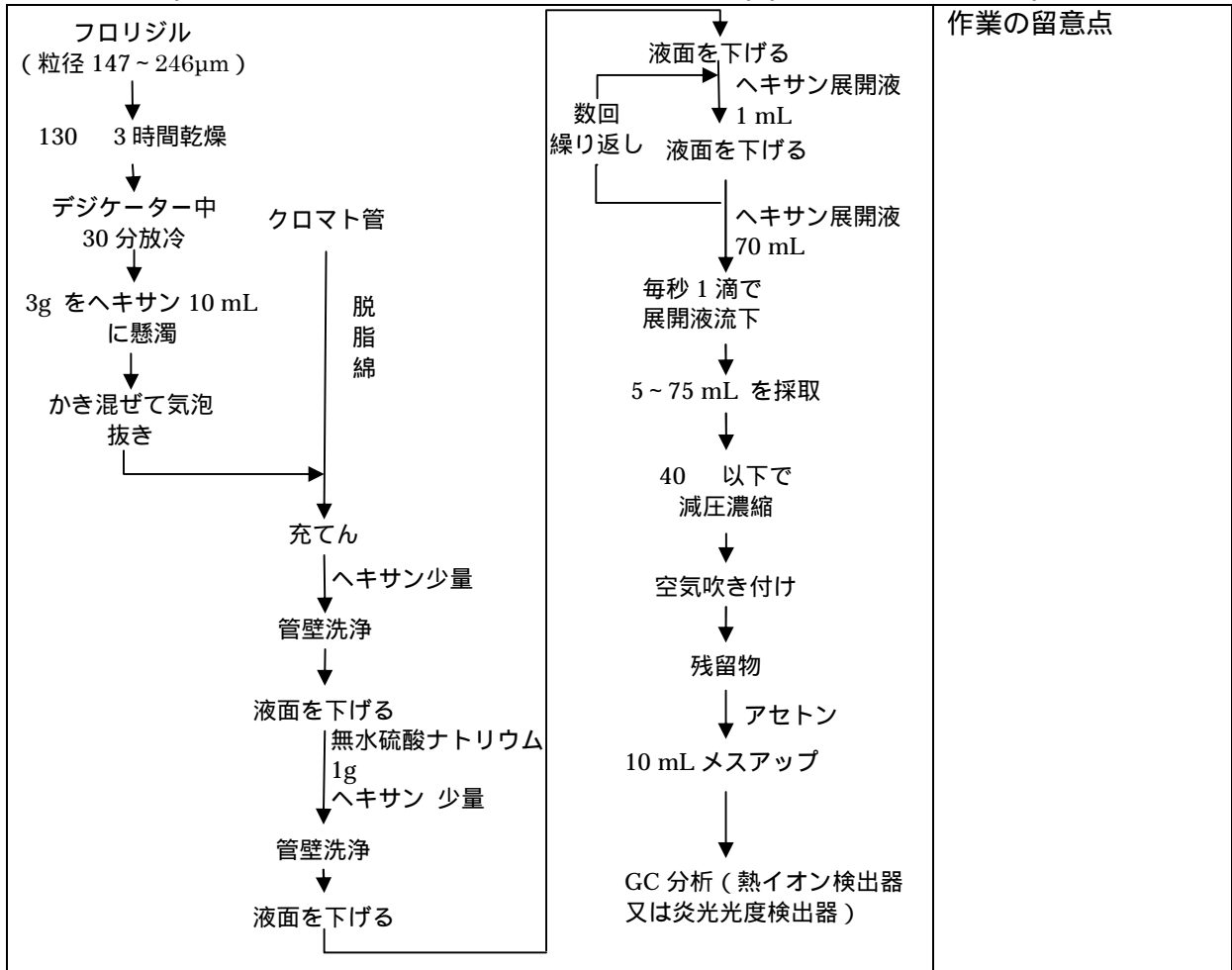


図 4.2.14(4) パラチオン，メチルパラチオン，EPN，メチルジメトンのクリーンアップ法
(C法、薄層クロマトグラフ分離法)(排水基準告示付表1)

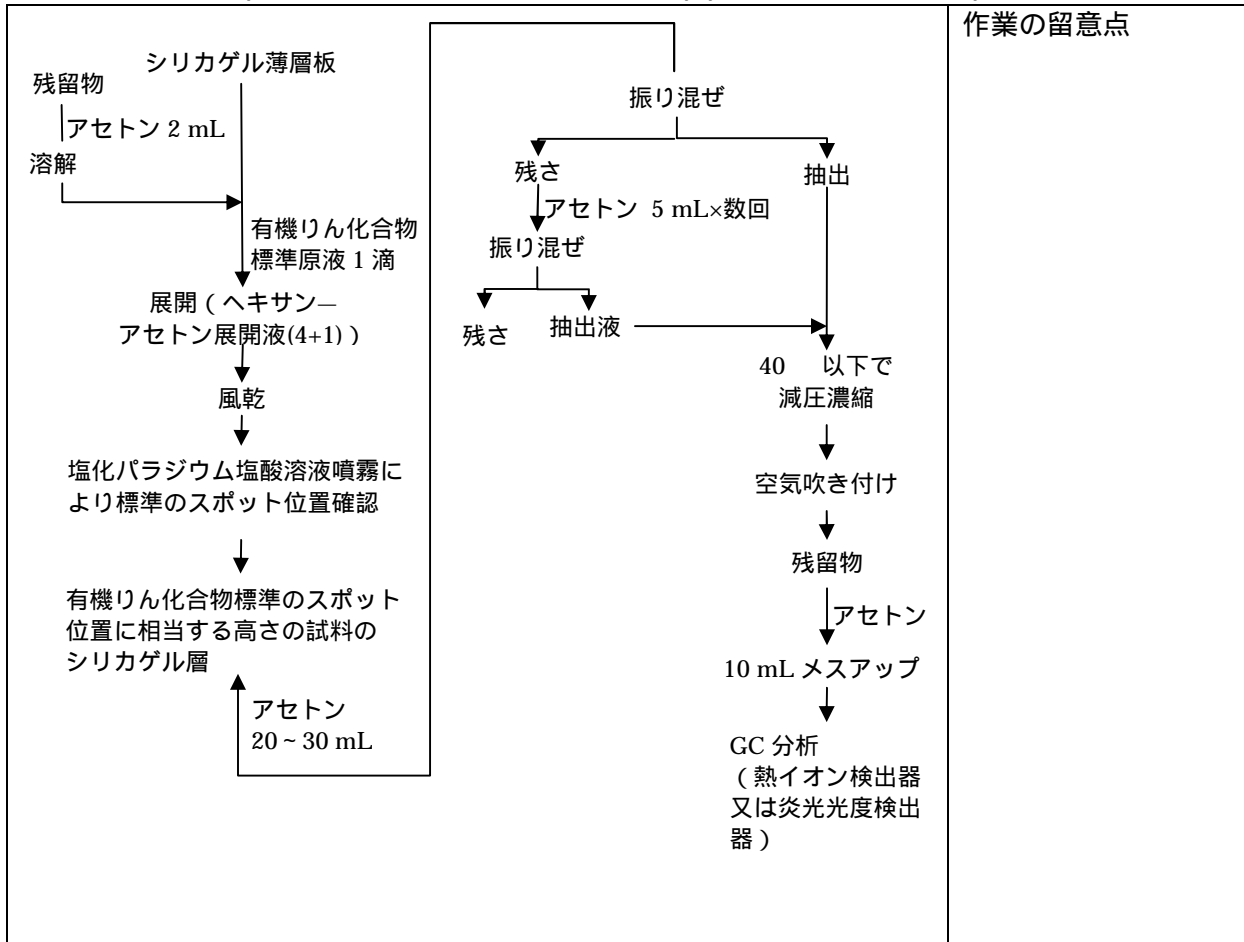


図 4.2.15 メチルジメトンの分析方法 (排水基準告示付表 2)

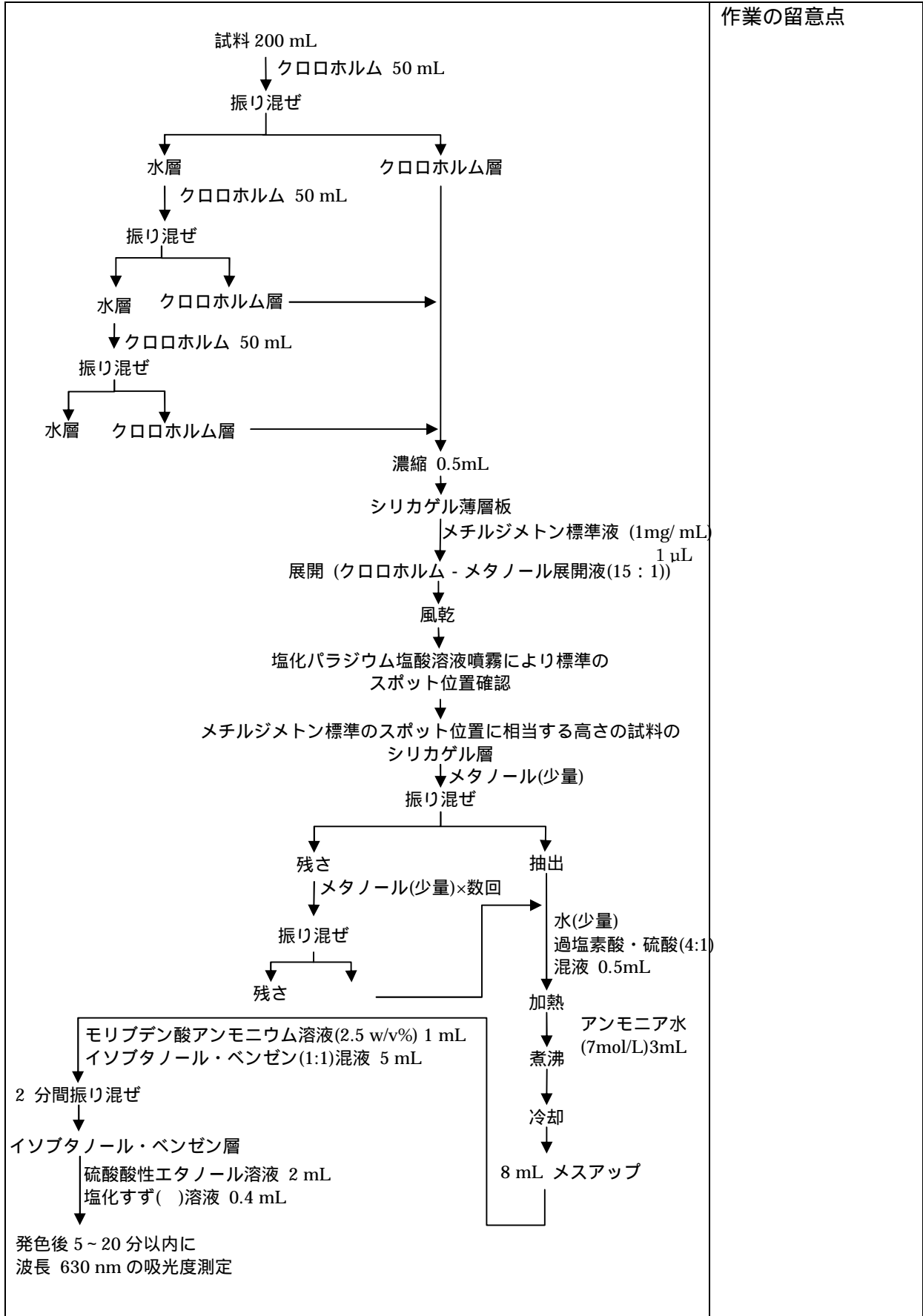


図 4.2.16(1) パラチオン, メチルパラチオン, EPN の抽出方法とクリーンアップ法 (JIS K 0102 31.1.1)

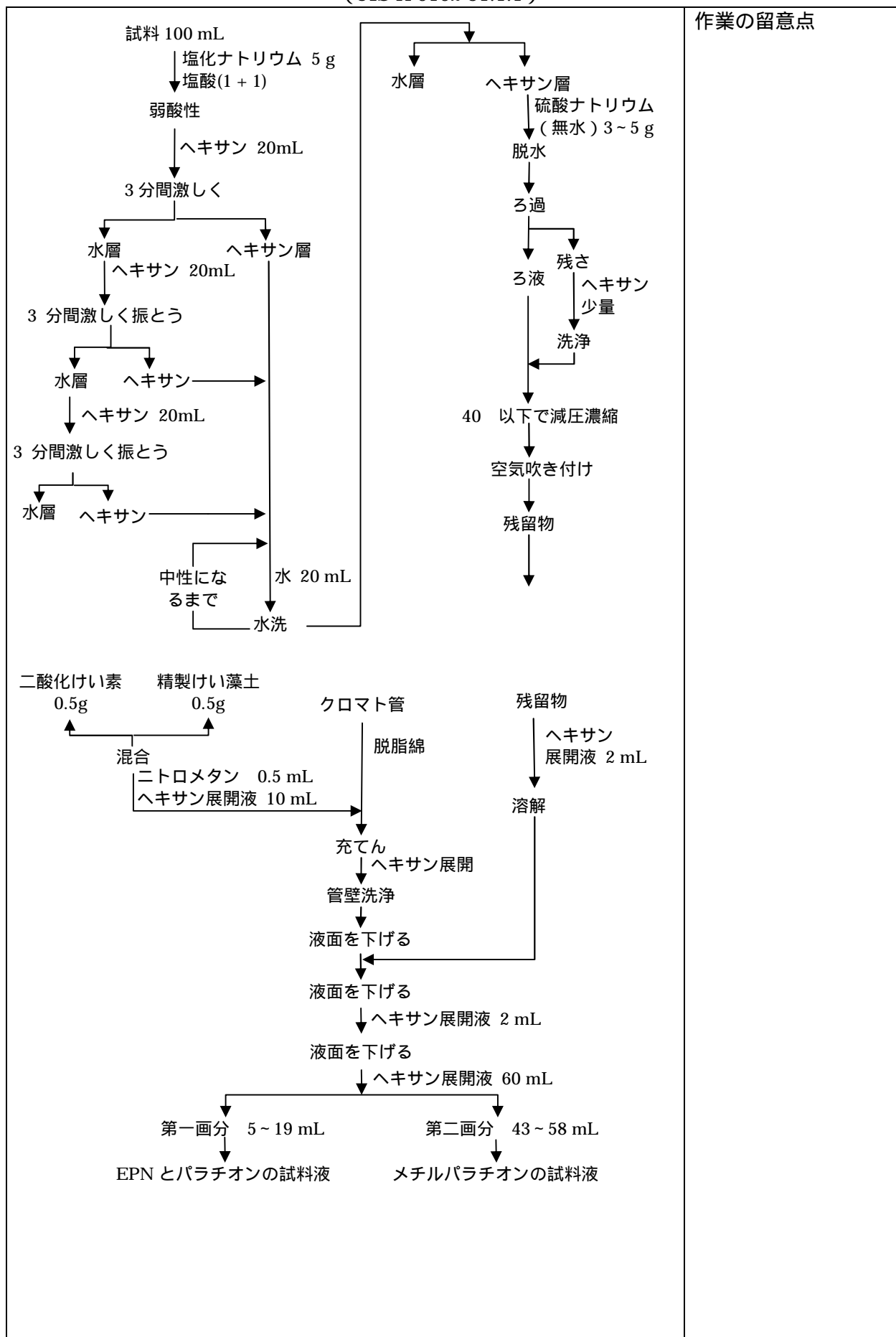
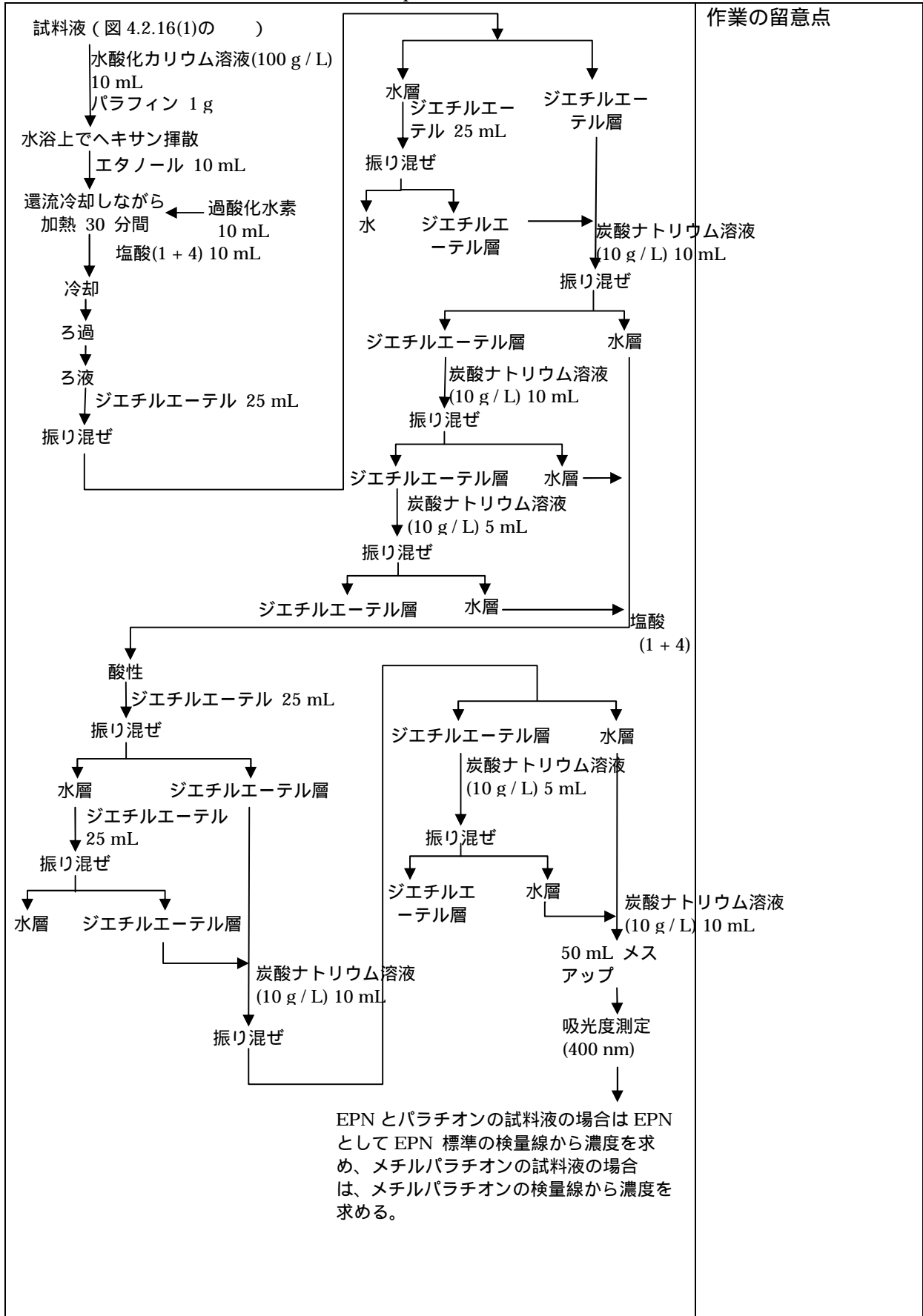


図 4.2.16(2) パラチオン，メチルパラチオン，EPN の吸光光度法(1)
 (JIS K 0102 31.1.3 アベレルーノリス法 (ナフチルエチレンジアミン吸光光度法))

<p style="text-align: center;">試料液 (図 4.2.16(1)の)</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">エタノール 5 mL 塩酸(1 + 1) 2 mL 水 8 mL 亜鉛粉末 0.5 g ヘキサン展開液 15 mL</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">水浴上でヘキサンを揮散</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">エタノール 10 mL パラフィン 0.5 g</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">還流冷却しながら煮沸 5 分間</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">放冷</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">ろ過</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">ろ液</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">塩酸(1 + 1) 1 mL 亜硝酸ナトリウム溶液 (2.5 g / L) 1 mL</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">振り混ぜ</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">10 分間放置</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">アミド硫酸アンモニウム溶液 (50 g / L) 1 mL</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">振り混ぜ</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">10 分間放置</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">二塩化 N - 1 - ナフチルエチレン ジアンモニウム溶液(10 g / L) 2 mL 水</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">50 mL メスアップ</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">振り混ぜ</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">20 分間放置</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">吸光度測定(555 nm)</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p>EPN とパラチオンの試料液の場合は EPN として EPN 標準の検量線から濃度を求め、メチルパラチオンの試料液の場合は、メチルパラチオンの検量線から濃度を求める。</p>	<p>作業の留意点</p>
---	---------------

図 4.2.16(3) パラチオン，メチルパラチオン，EPN の吸光光度法(2)
(JIS K 0102 31.1.4 p - ニトロフェノール吸光光度法)



(6) 六価クロム化合物

図 4.2.17 六価クロムの吸光光度法 (JIS K0102 65.2.1 ジフェニルカルバジド吸光光度法)

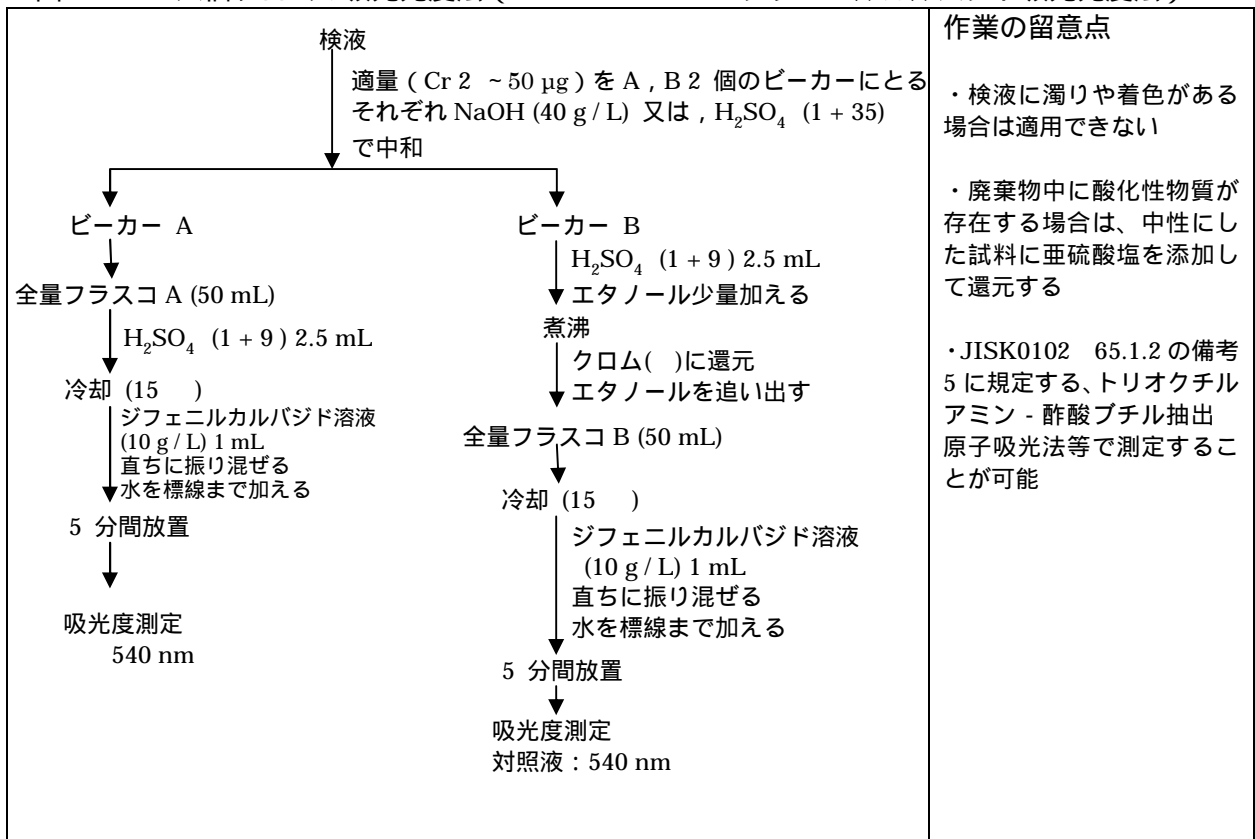


図 4.2.18 六価クロムのフレイム原子吸光法 (JIS K0102 65.2.2)

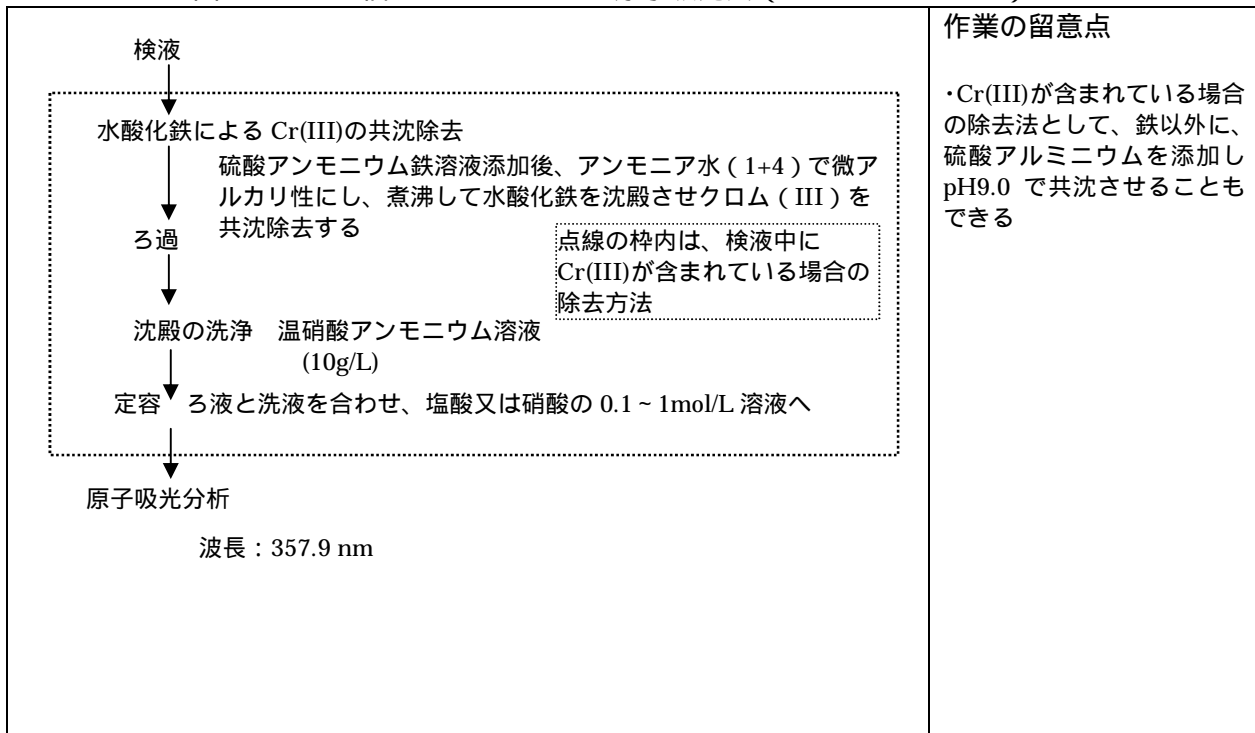


図 4.2.19 六価クロムの電気加熱原子吸光法 (JIS K0102 65.2.3)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓ Cr(III)が含まれている場合は図 4.2.18 の除去法による</p> <p>電気加熱原子吸光分析</p> <p>波長：357.9 nm 乾燥温度 100 ~ 120 、灰化温度 500 ~ 600 , 原子化温度 2400 ~ 2900) 標準添加法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・乾燥時の突沸が起こらないよう注意
--	---

図 4.2.20 六価クロムの ICP 発光分光分析法 (JIS K0102 65.2.4)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓ Cr(III)が含まれている場合は図 4.2.18 の除去法による</p> <p>ICP 発光分光分析</p> <p>波長：206.149 nm 内標準法 (Y) を用いてもよい</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・スペクトル干渉がないことを確認 ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内部標準法による ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	--

図 4.2.21 六価クロムの ICP 質量分析法 (JIS K0102 65.2.5)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓ Cr(III)が含まれている場合は図 4.2.18 の除去法による</p> <p>ICP 質量分析</p> <p>装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量：53、52、50 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Cr の測定質量に近い Y が適切 ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	---

(7) ひ素又はその化合物

図 4.2.22 ひ素の吸光光度法 (JIS K 0102 61.1 ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法)

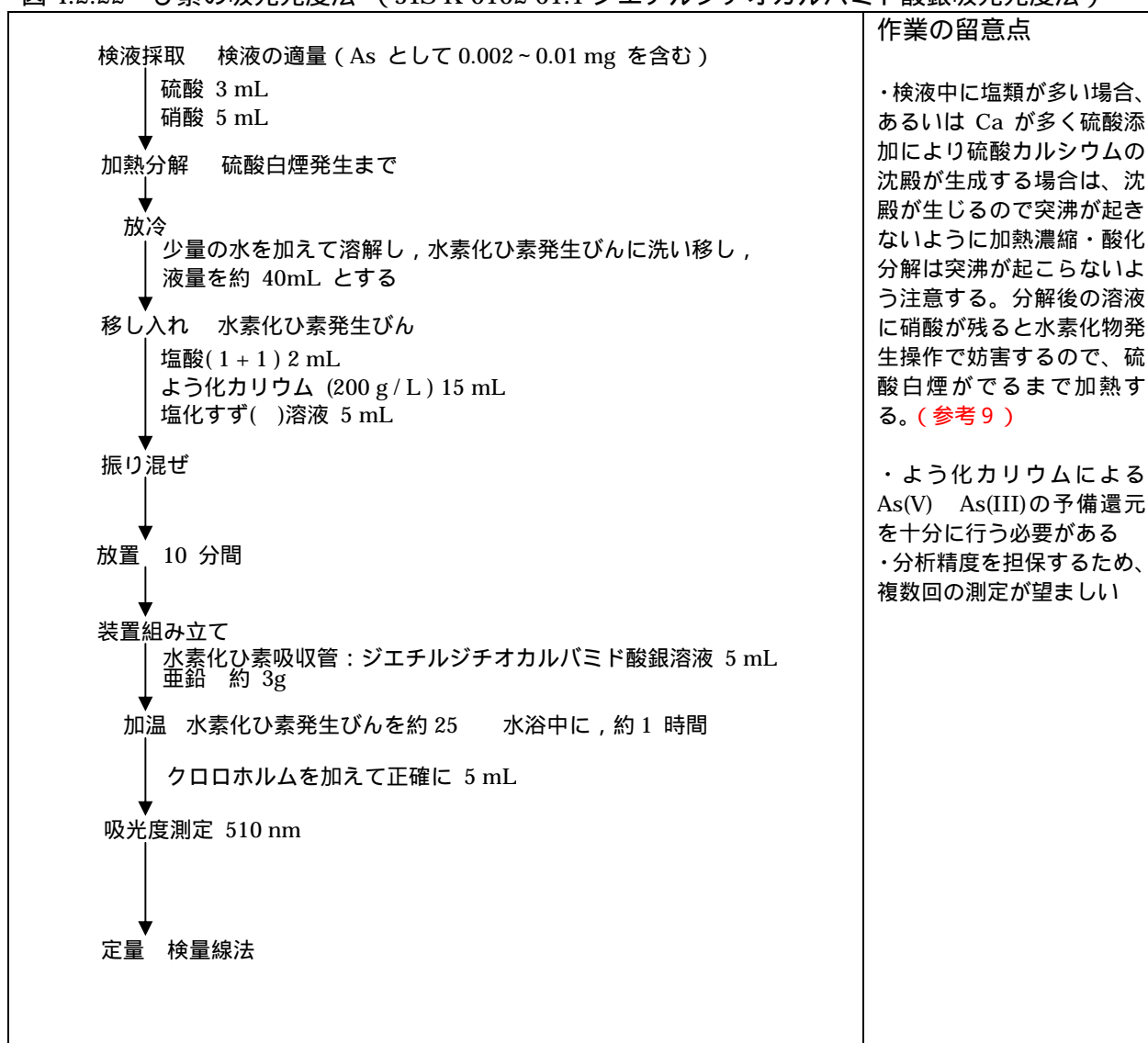


図 4.2.23 ひ素の水素化物発生原子吸光法 (JIS K0102 61.2)

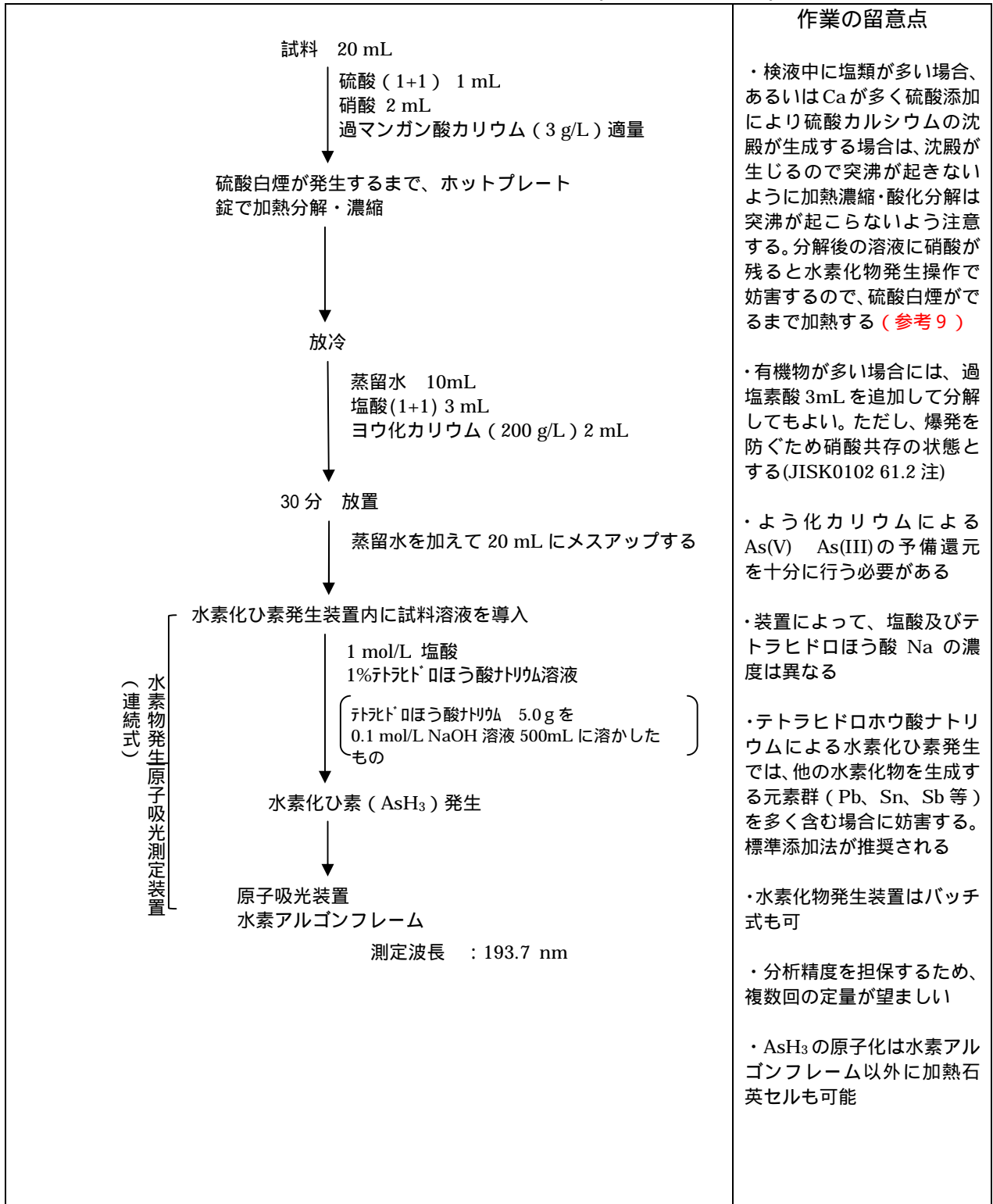


図 4.2.24 砒素の水素化物発生 ICP 発光分光分析法 (JIS K0102 61.3)

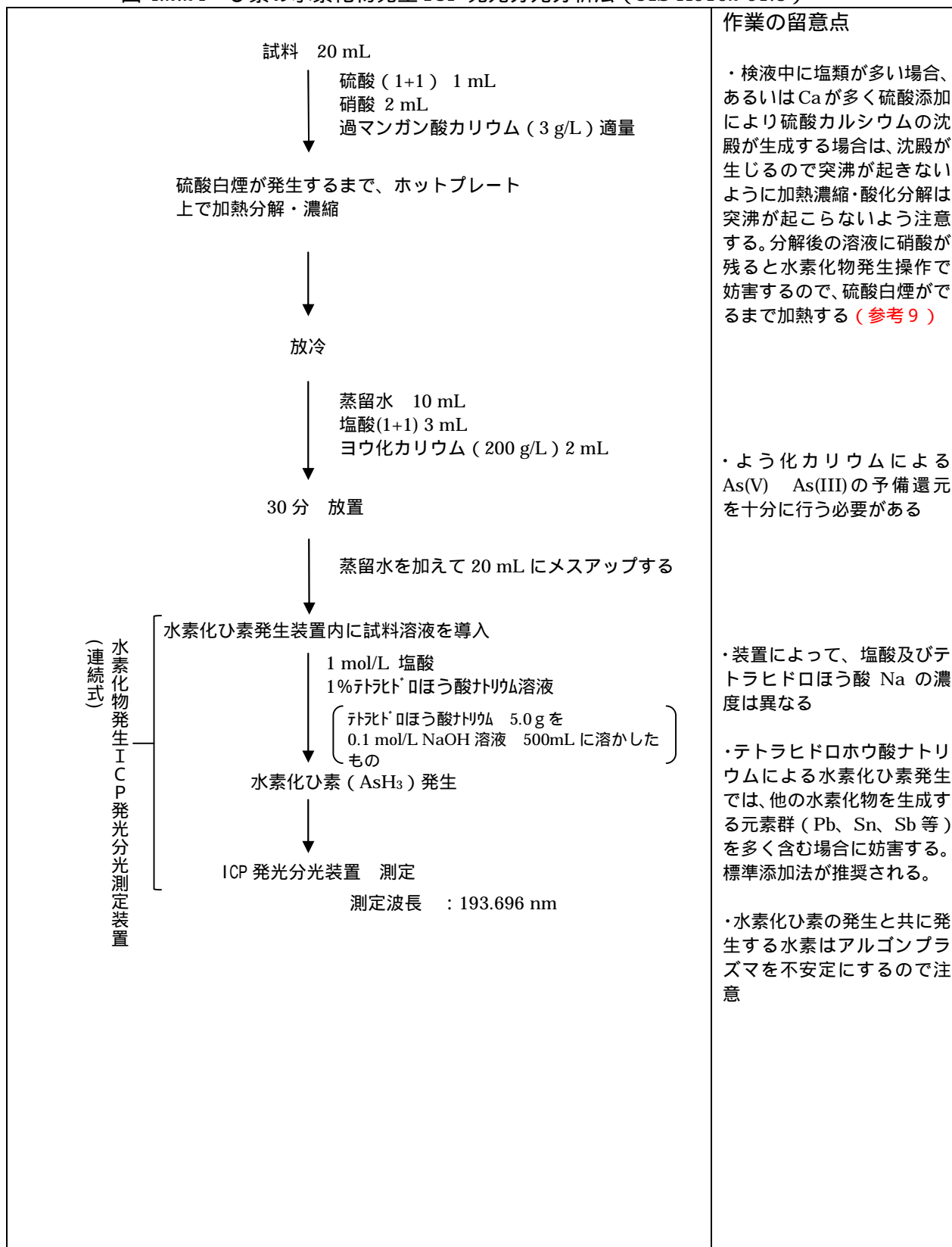


図 4.2.25 ひ素の ICP 質量分析法 (JIS K0102 52.5 銅の項)

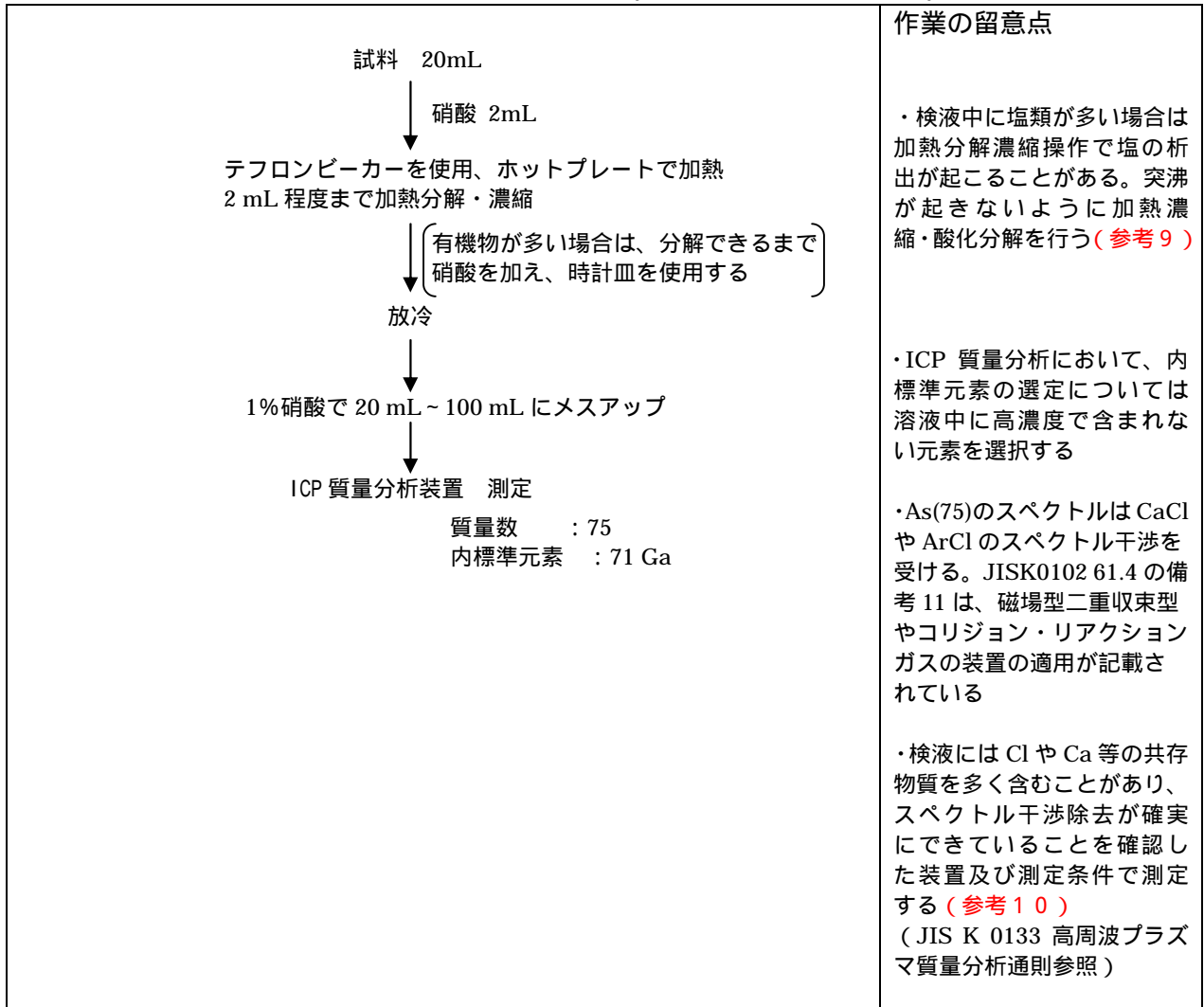
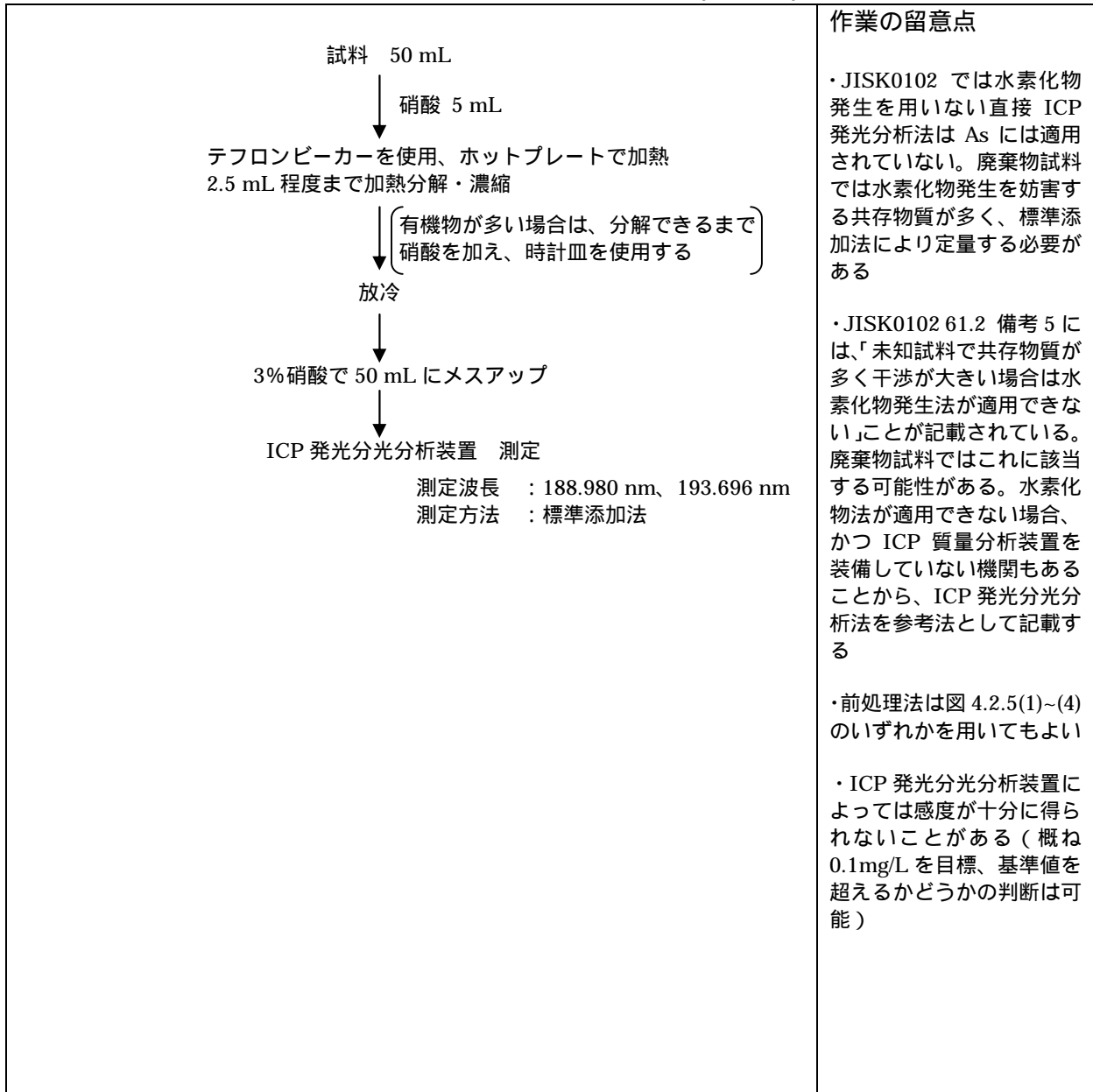


図 4.2.26 ひ素の ICP 発光分光分析法 (参考法)



(8) シアン化合物

図 4.2.27 シアンの吸光光度法 (JIS K0102 38.1.2,38.2,38.3)

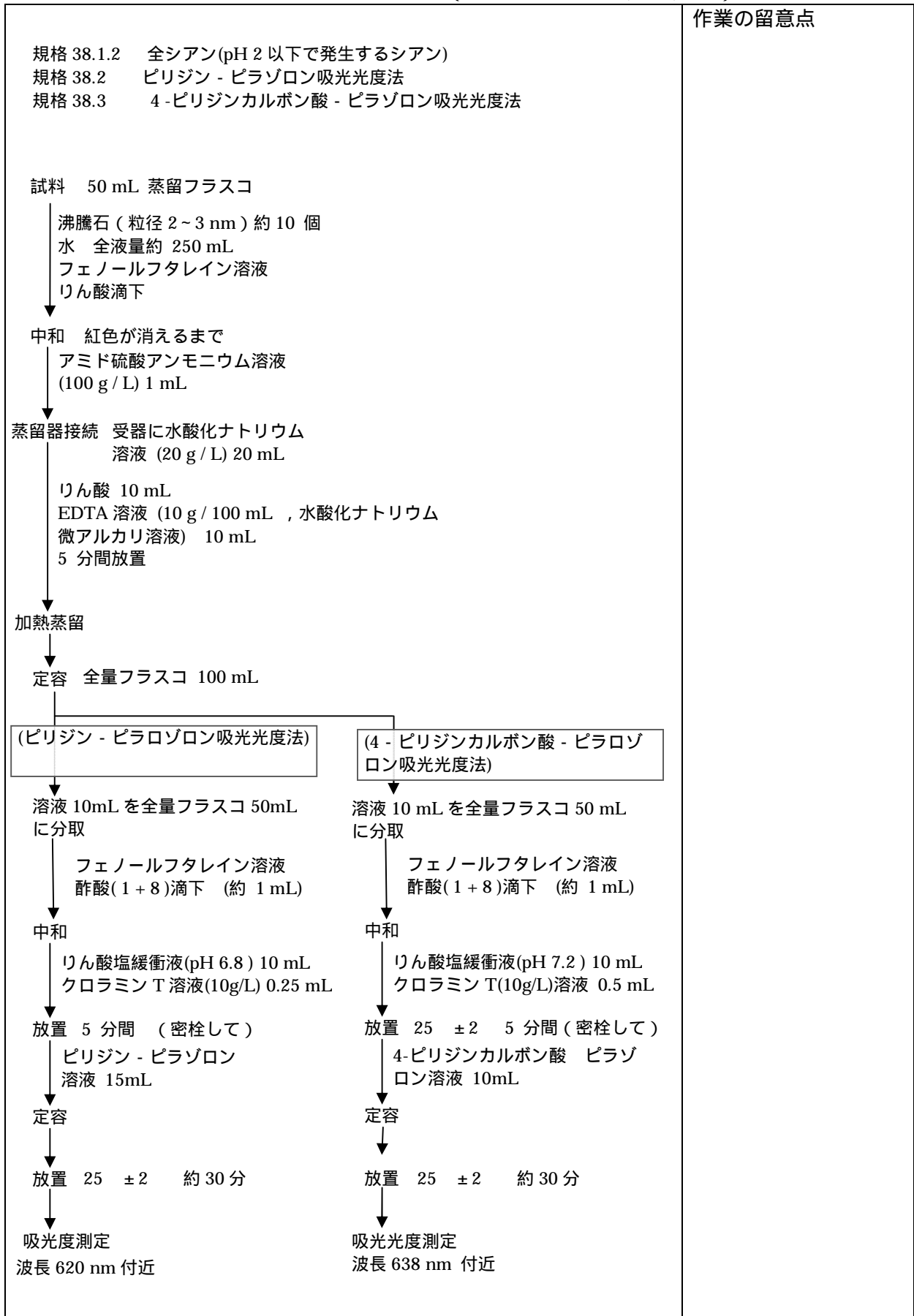


図 4.2.28(1) PCB の分析方法概略

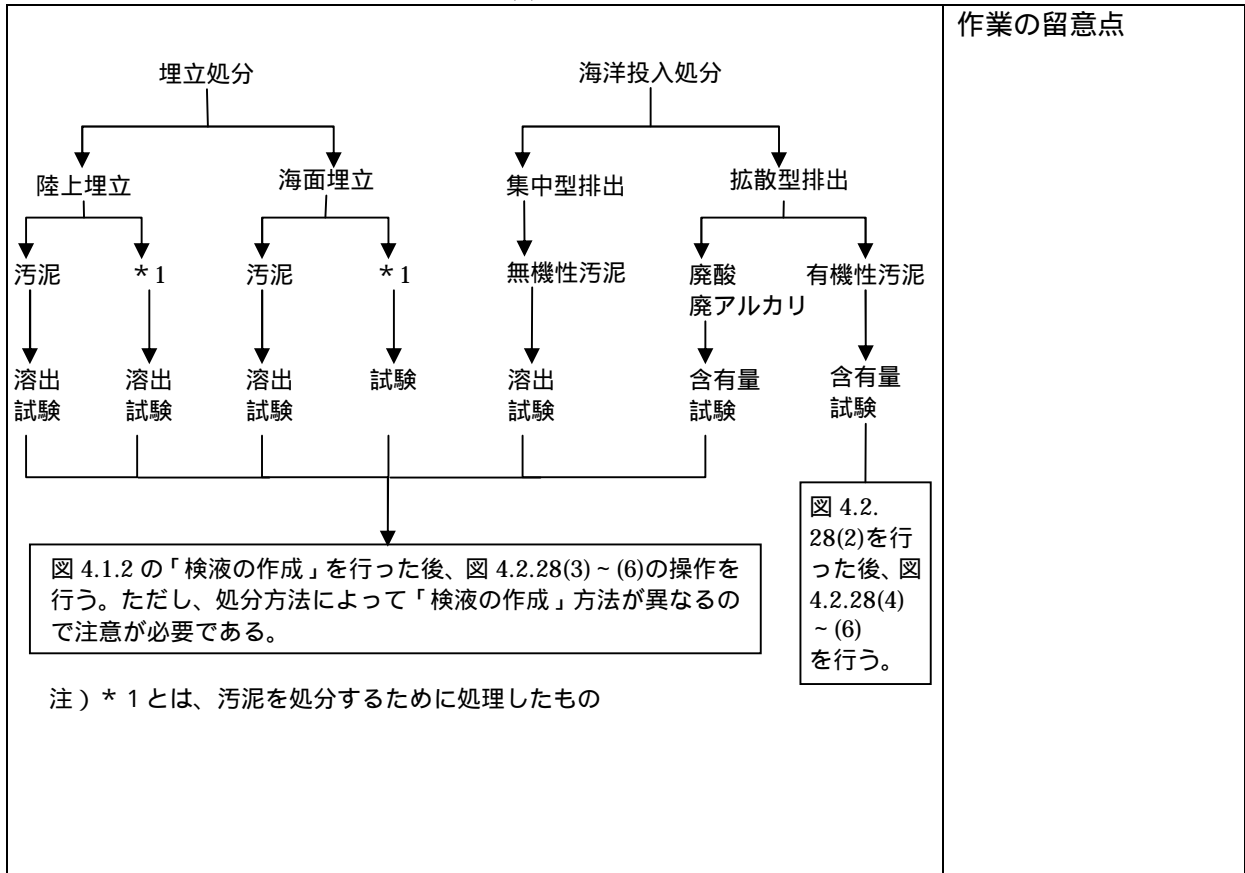


図 4.2.28(2) PCB の抽出及びアルカリ分解（海洋投入処分に係る有機性汚泥）
（昭和 48 年環境庁告示 13 号（以下廃棄物告示）別表第一）

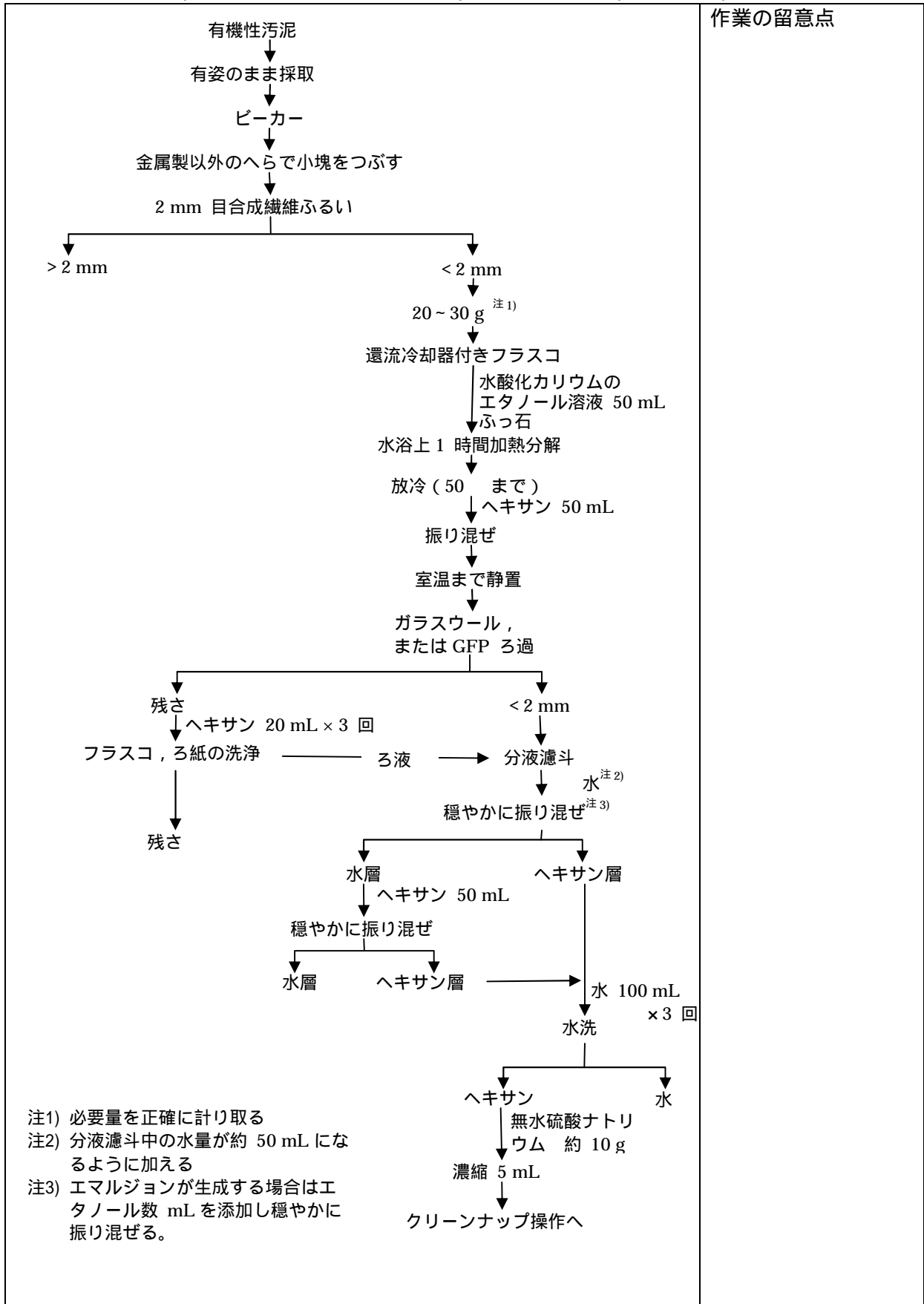


図 4.2.28(3) PCB の抽出及びアルカリ分解 (溶出試験検液及び廃酸・廃アルカリ)
(水質環境基準告示付表 3、JIS K0093)

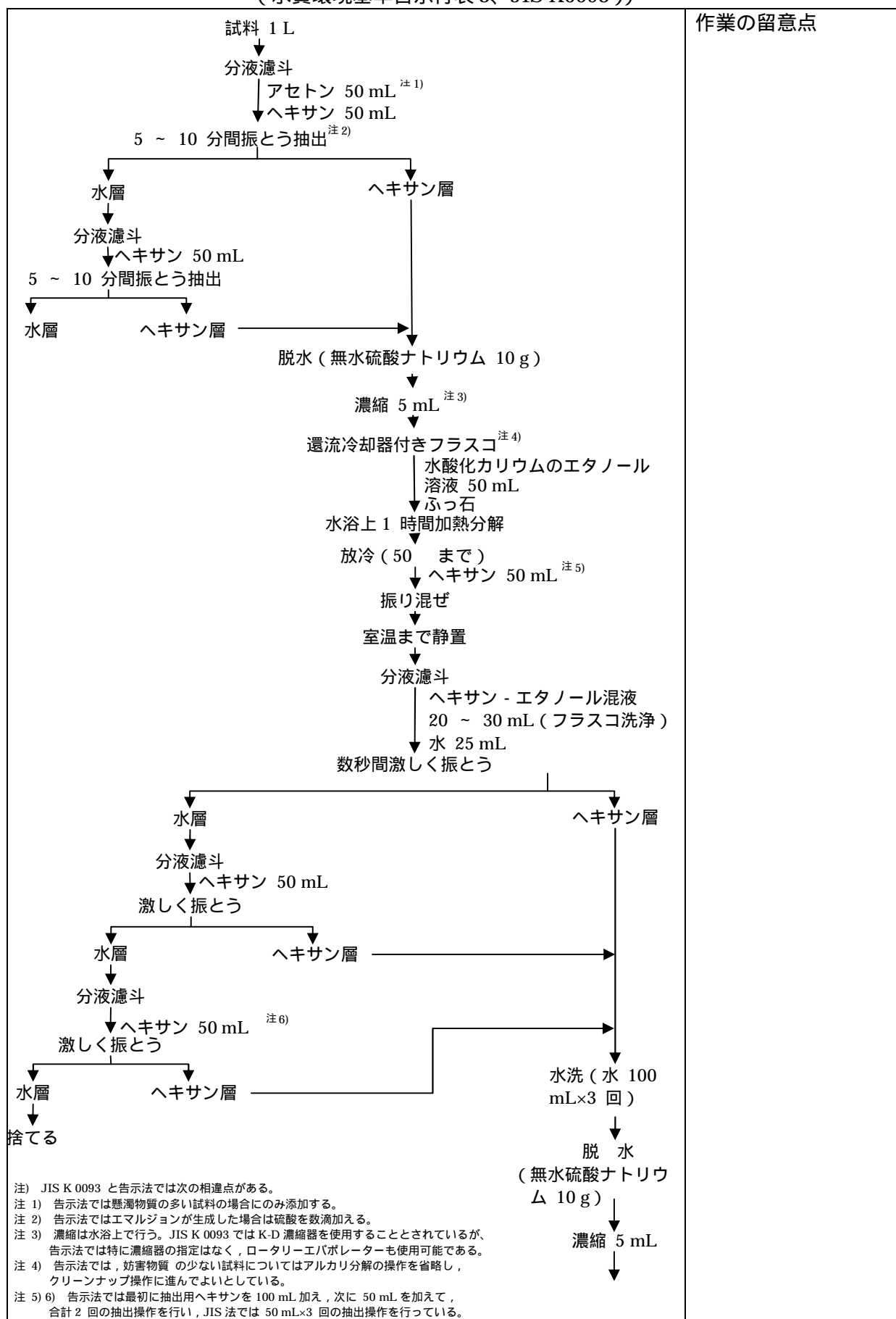


図 4.2.28(4) PCB のクリーンアップ方法
(水質環境基準告示付表 3、JIS K0093)

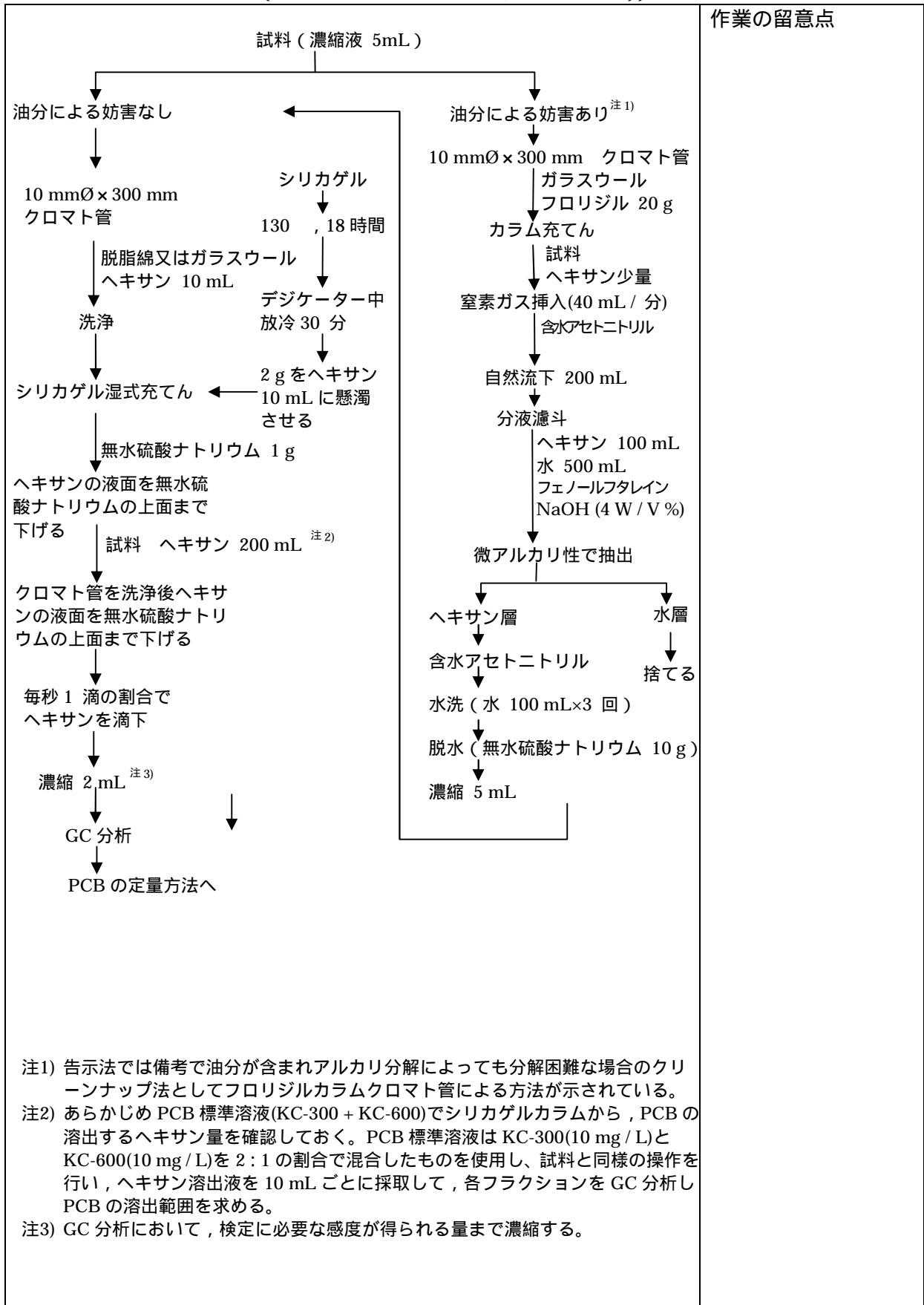


図 4.2.28(5) PCB の定量方法 (パターン合わせ法 (JIS K0093))

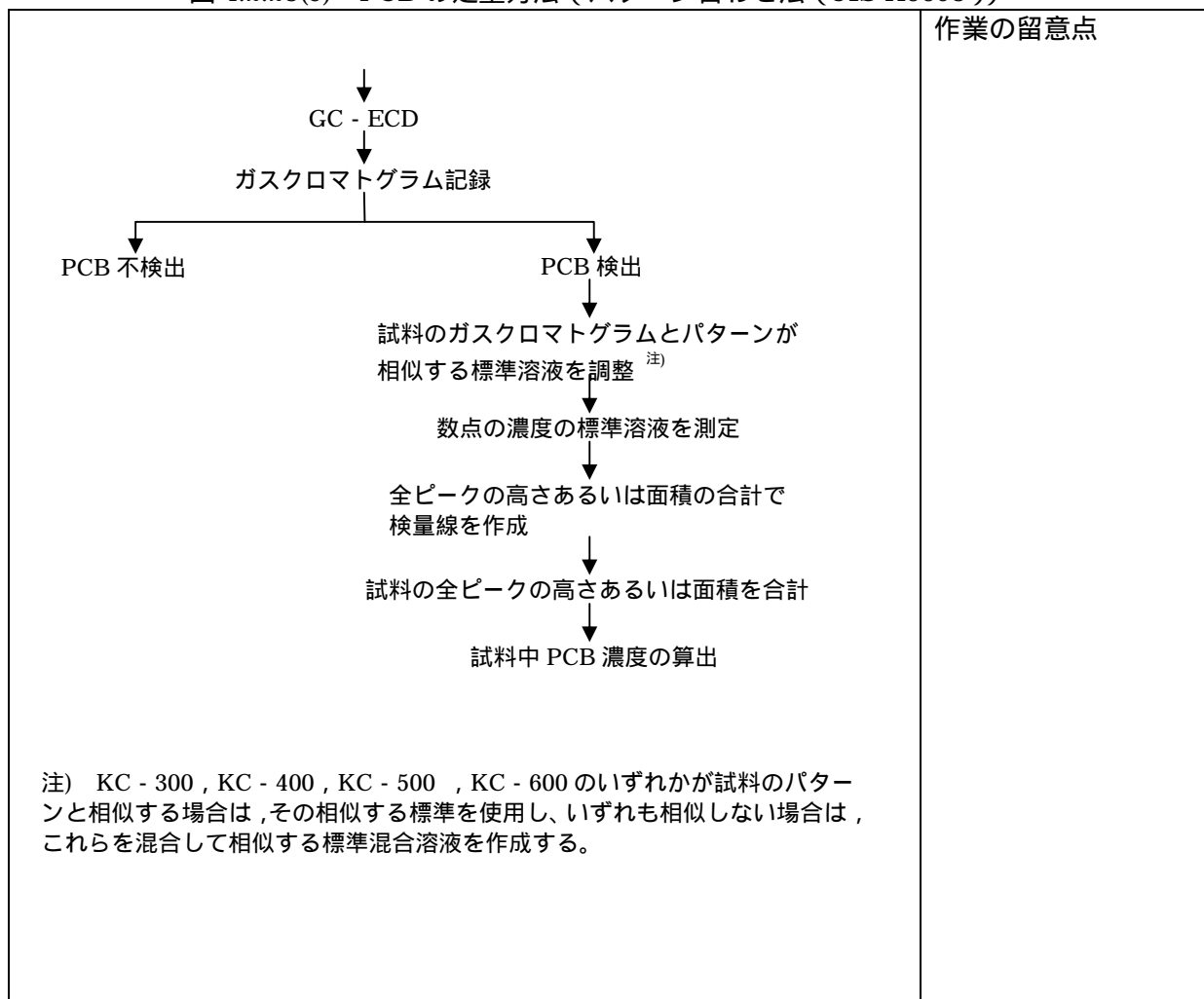
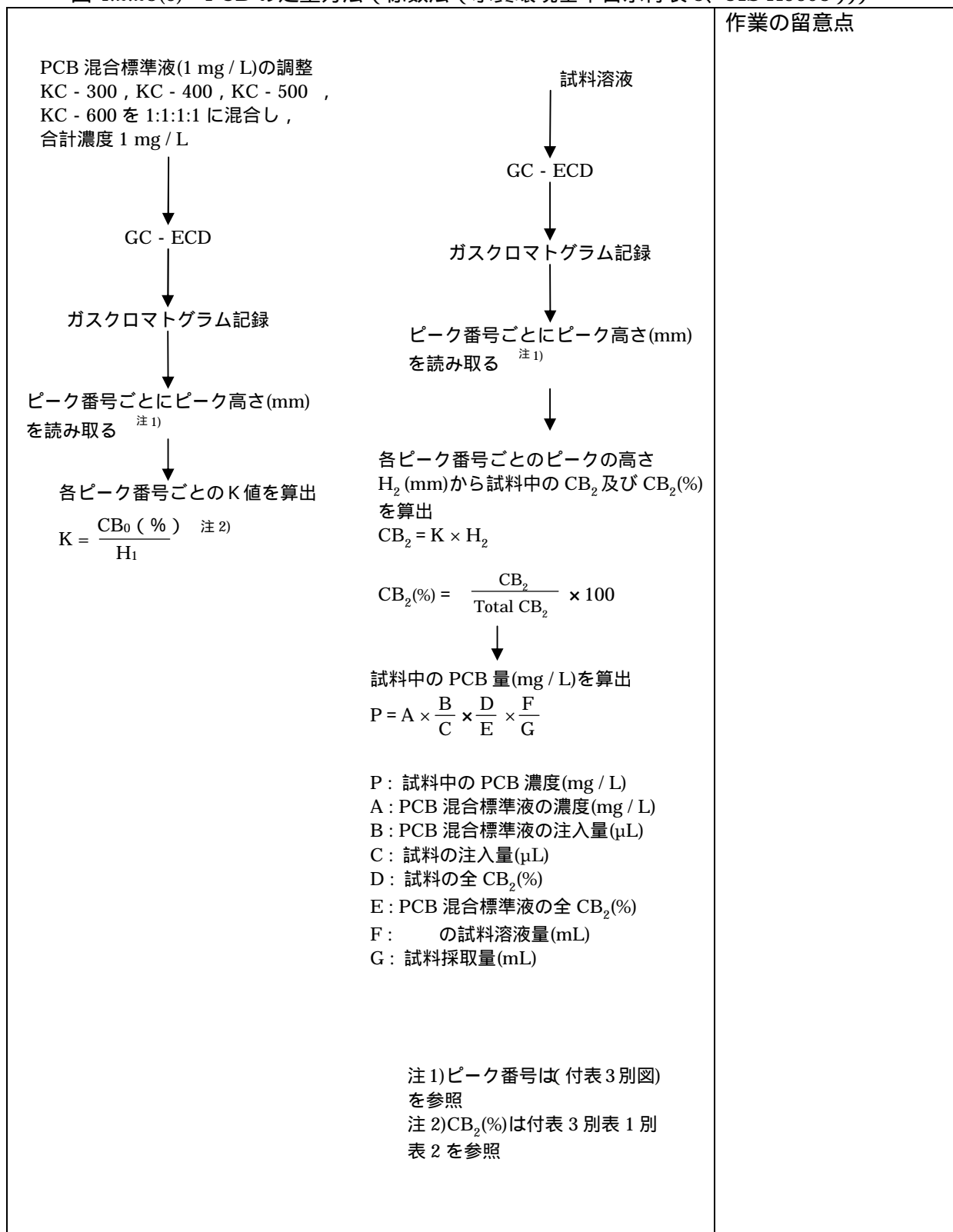
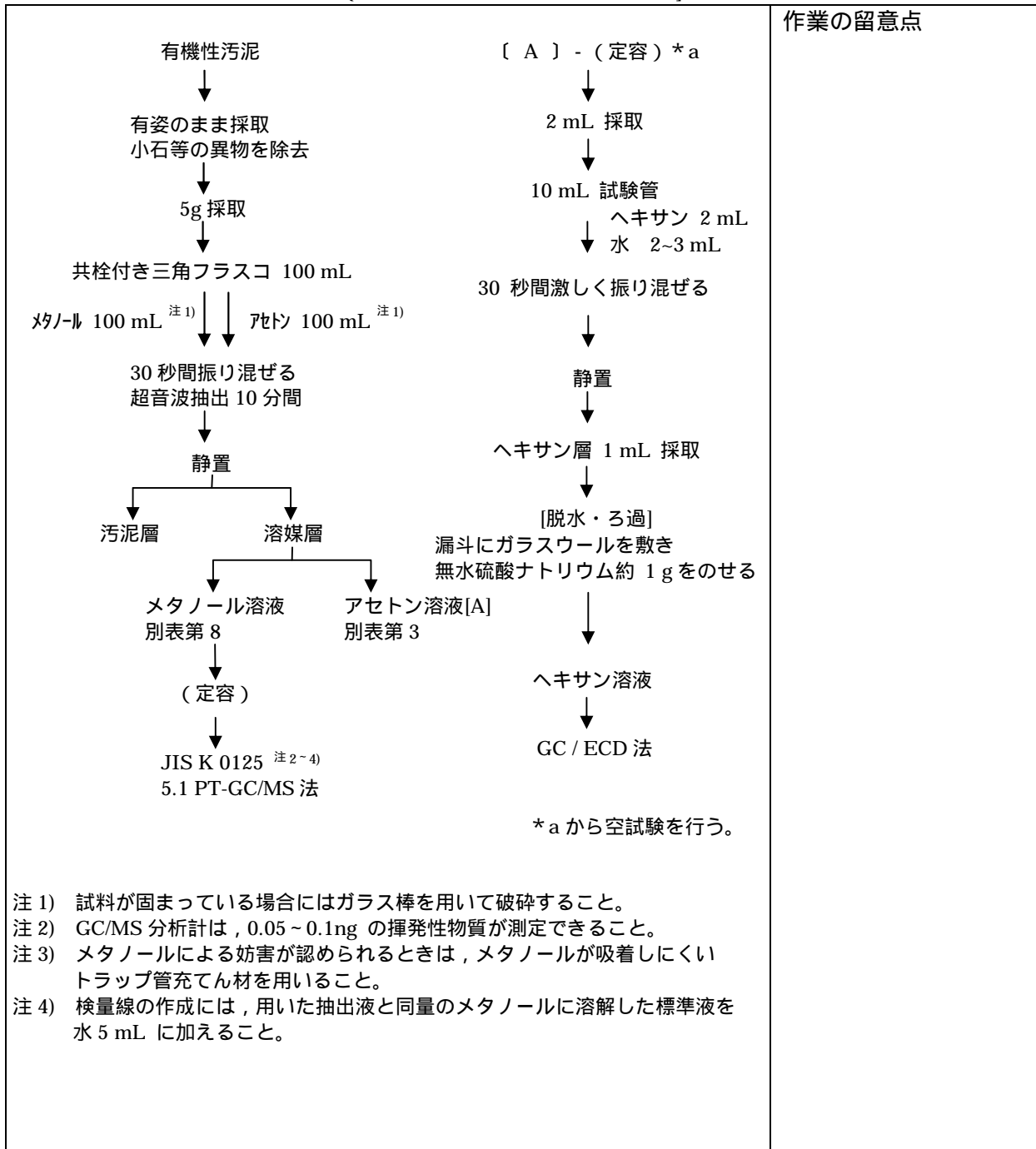


図 4.2.28(6) PCB の定量方法 (係数法 (水質環境基準告示付表 3、JIS K0093))



(1 0) V O C

図 4.2.29(1) VOC の前処理方法 (海洋投入処分に係る有機性汚泥)
(廃棄物告示別表第三*及び第八)



* : 別表第三の適用は、トリクロロエチレン (TC)、テトラクロロエチレン、四塩化炭素、
1,1,1-トリクロロエタン及び 1,1,2-トリクロロエタン (以下 TC 等 5 項目) に限る

図 4.2.29(2) パージ&トラップ - GC/MS 法 (JIS K0125 5.1) *

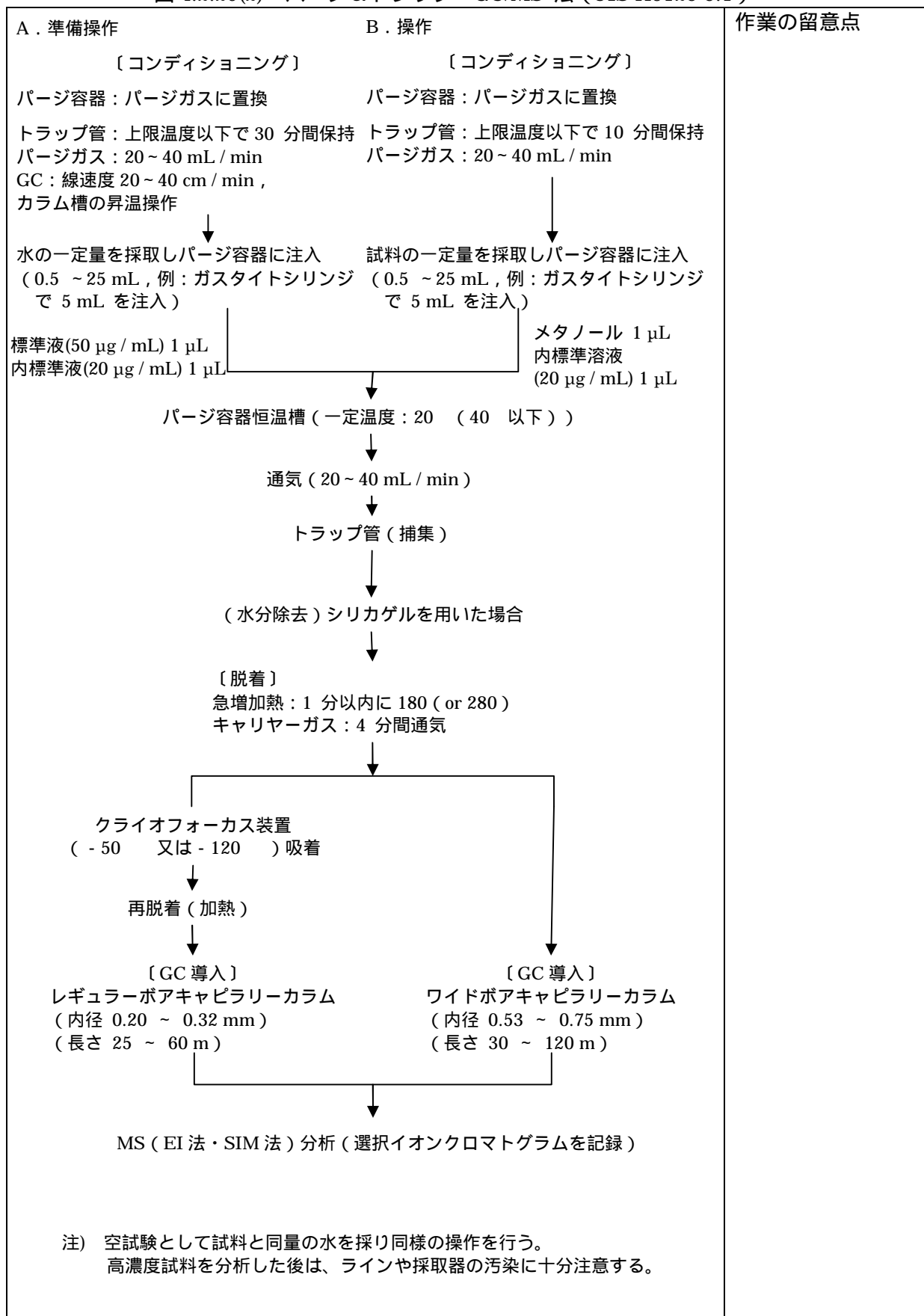


図 4.2.29(3) ヘッドスペース - GC/MS 法 (JIS K0125 5.2)

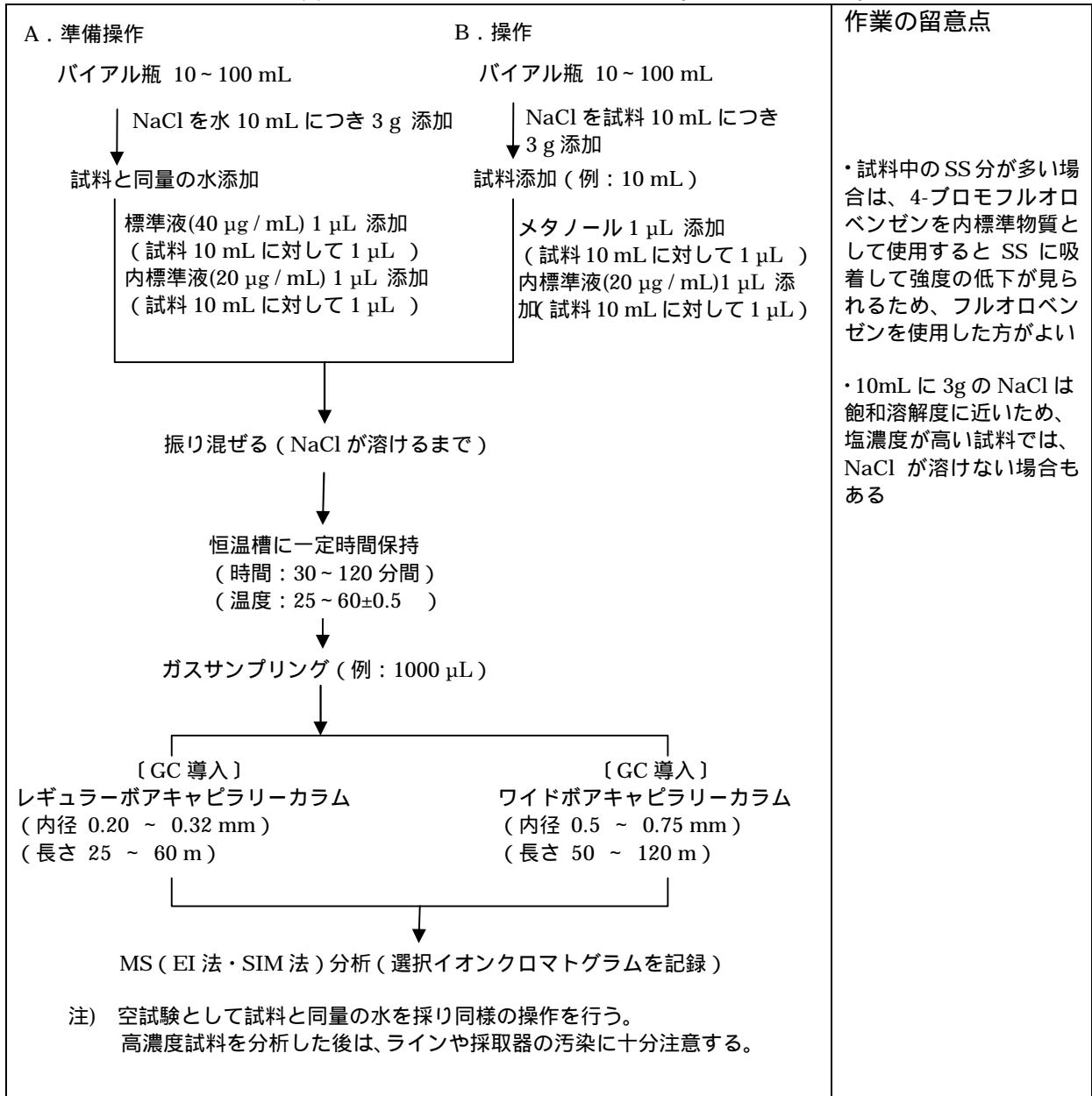
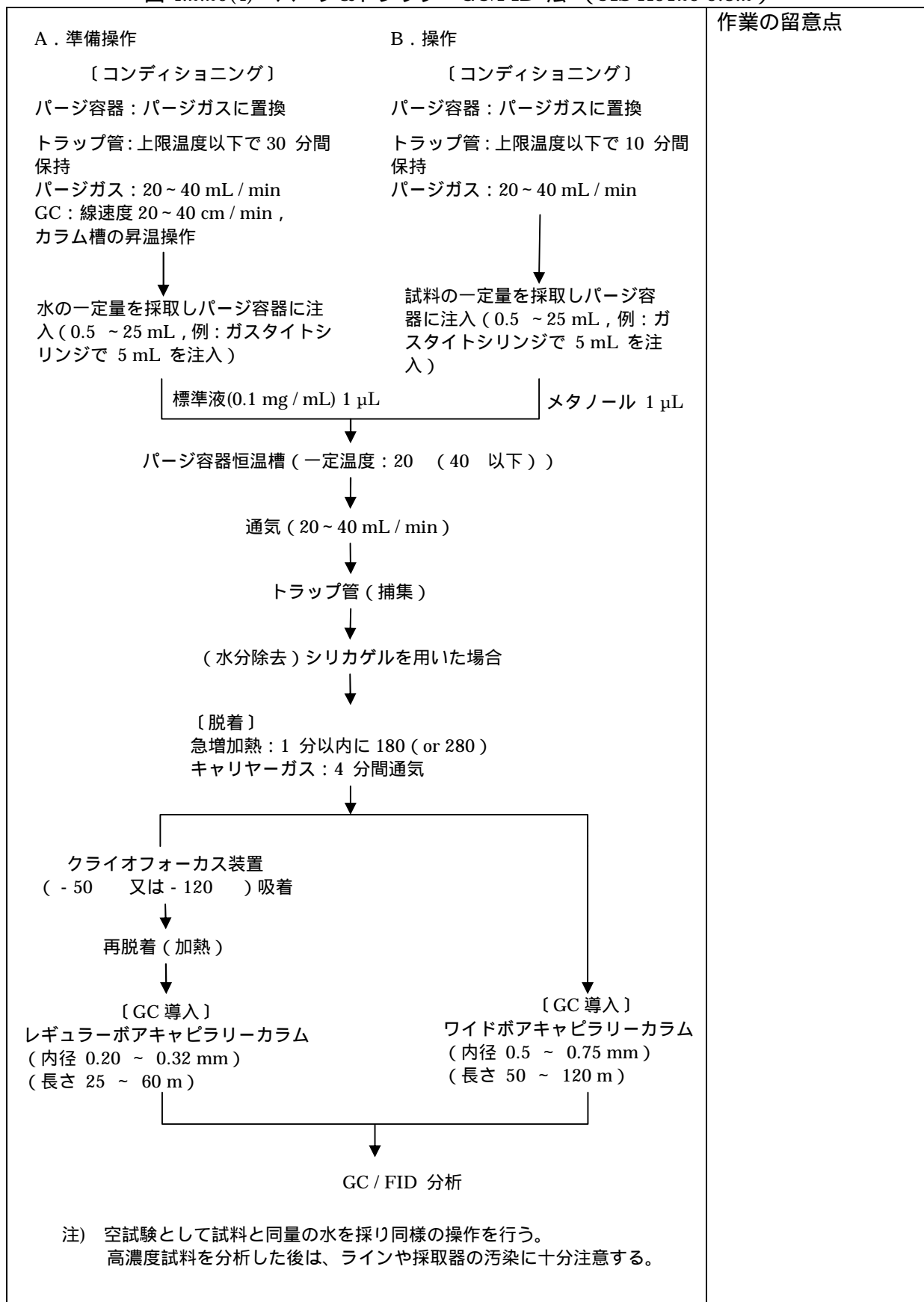
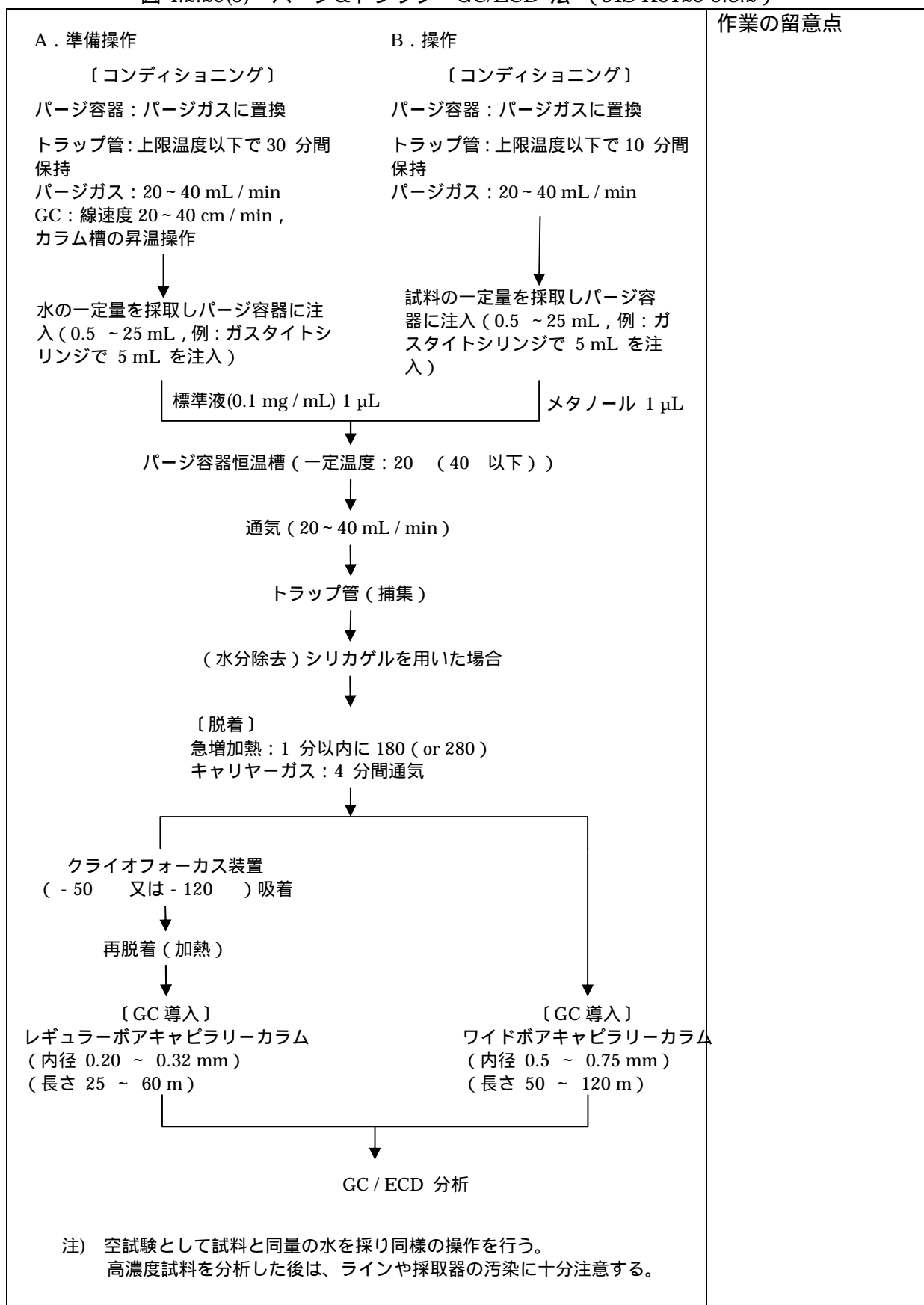


図 4.2.29(4) パージ&トラップ - GC/FID 法* (JIS K0125 5.3.2)



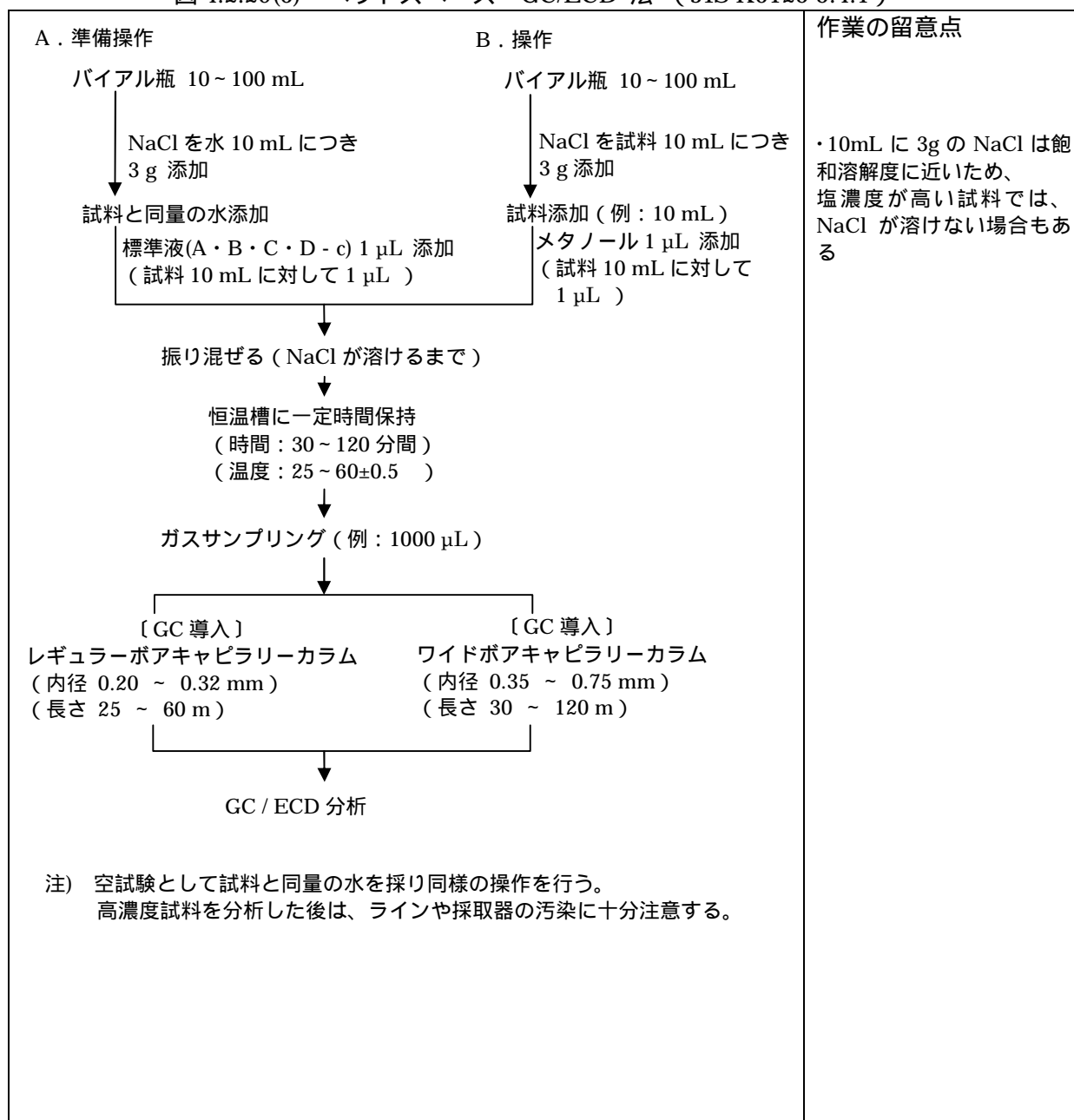
*：本法の適用は、埋立処分に係る汚泥及びその処理物（全 11 項目）、廃酸・廃アルカリ（全 11 項目）及び海洋投入処分に係る無機性汚泥（TC 等 5 項目と 1,3-ジクロロプロベンを除く）に限る

図 4.2.29(5) パージ&トラップ - GC/ECD 法* (JIS K0125 5.3.2)



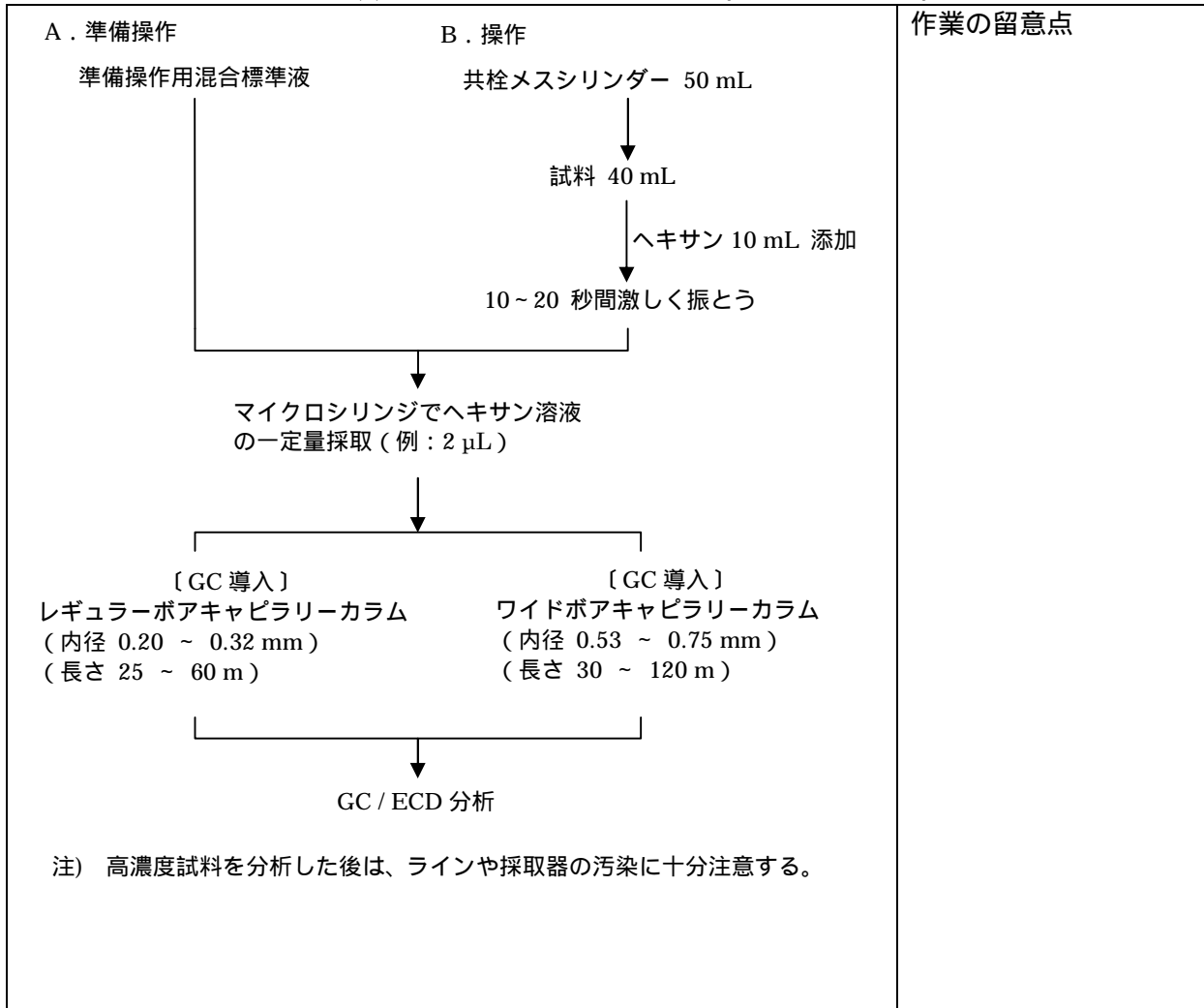
* : 本法の適用は、海洋投入処分に係る無機性汚泥 (TC 等 5 項目、1,2-ジクロロエタン及び 1,3-ジクロロプロペン) に限る

図 4.2.29(6) ヘッドスペース - GC/ECD 法* (JIS K0125 5.4.1)



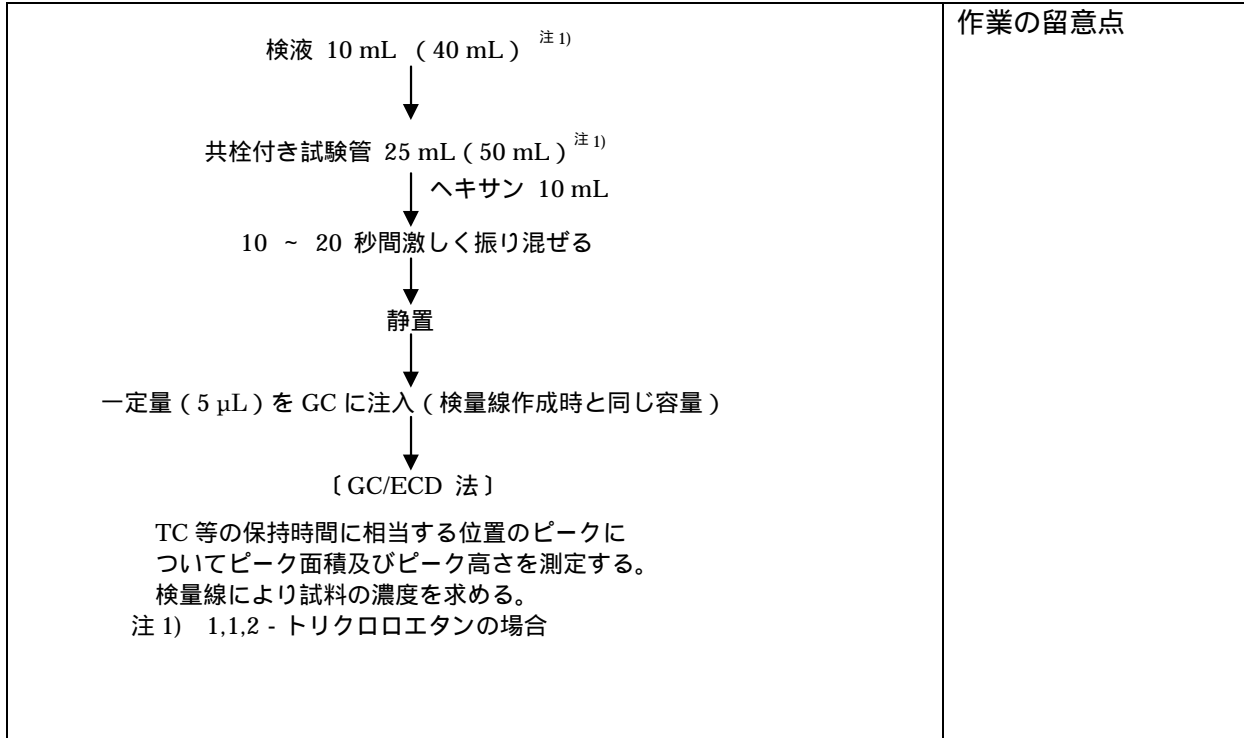
* : 本法の適用は、埋立処分に係る汚泥及びその処理物 (全 11 項目)、廃酸・廃アルカリ (全 11 項目) 及び海洋投入処分に係る無機性汚泥 (TC 等 5 項目) に限る

図 4.2.29(7) 溶媒抽出 - GC/ECD 法* (JIS K0125 5.5)



* : 本法の適用は、廃酸・廃アルカリ (TC 等 5 項目) に限る

図 4.2.29(8) GC/ECD 法* (廃棄物基準告示別表第二の(3)二)



* : 本法の適用は、埋立処分に係る汚泥及びその処理物 (TC 等 5 項目) に限る

(1 1) 農薬類 (チウラム、シマジン、チオベンカルブ)

図 4.2.30(1) チウラム、シマジン、チオベンカルブの前処理方法
(海洋投入処分に係る有機性汚泥) (廃棄物告示別表第四の(1))

<p>有機性汚泥</p> <p>有姿のまま採取 へらで小塊をつぶし均質な状態とする。 2 mm 目の合成繊維製のふるい通過物</p> <p>10 g 採取</p> <p>共栓付き三角フラスコ 50 mL</p> <p>アセトン 20 mL 注1)</p> <p>30 秒程度振り混ぜる 超音波抽出 10 分間</p> <p>静置</p> <p>汚泥層</p> <p>アセトン層</p> <p>共栓付きメスシリンダー 50 mL</p> <p>アセトン層を 5 mL に濃縮</p> <p>共栓付き三角フラスコ</p> <p>水を加えて 100 mL・・・検液 A 注2)</p> <p>1回抽出</p> <p>注 1) 試料が固まっている場合にはガラス棒を用いて破碎すること。 注 2) 検液 A は 5 % アセトン溶液となるので、以後の分析 (固相抽出法) には注意が必要である。</p>	<p>作業の留意点</p>
--	---------------

図 4.2.30(2) チウラムの HPLC-UV 法 (海洋投入処分に係る有機性汚泥)
(廃棄物告示別表第四の(2))

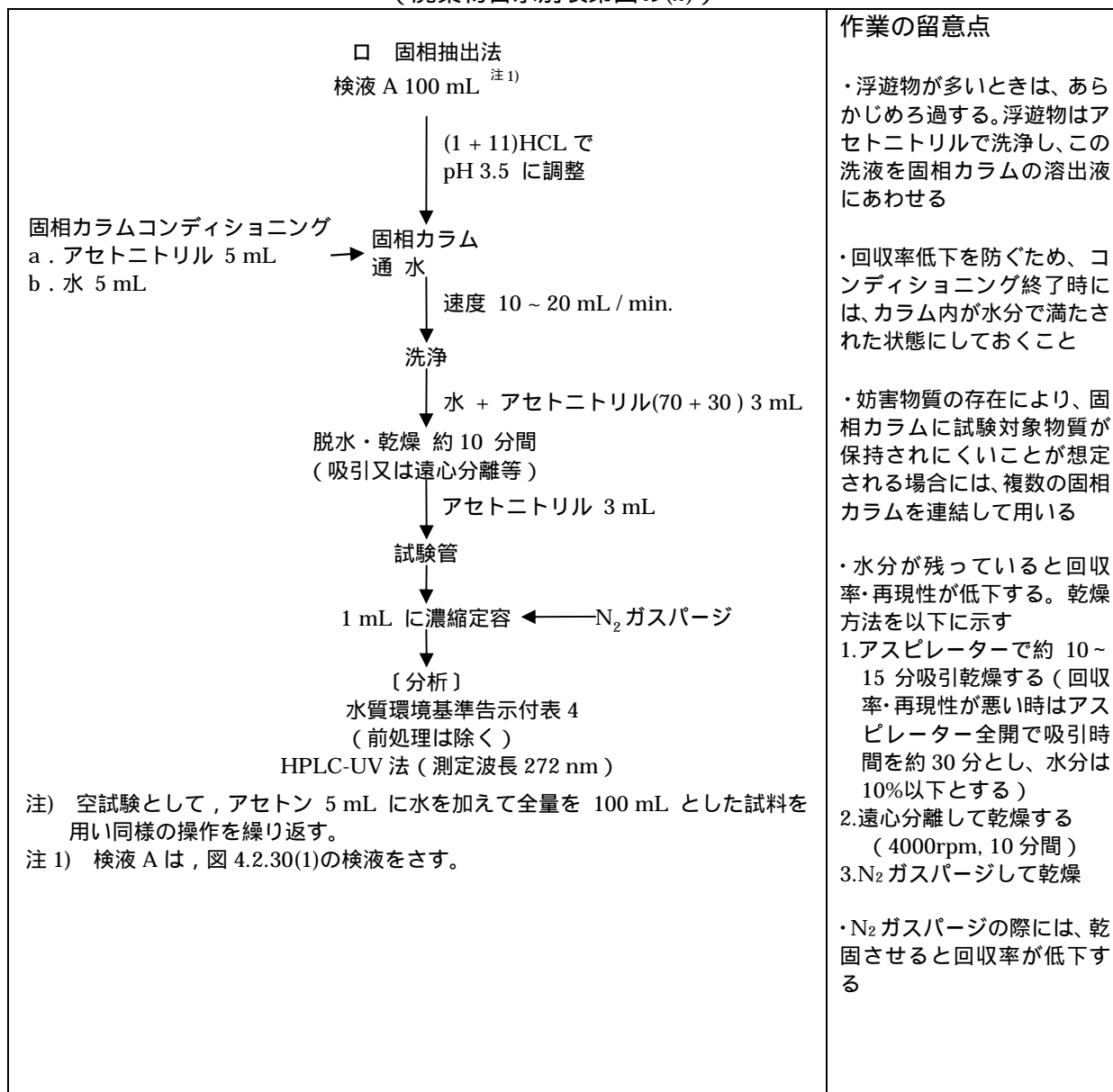
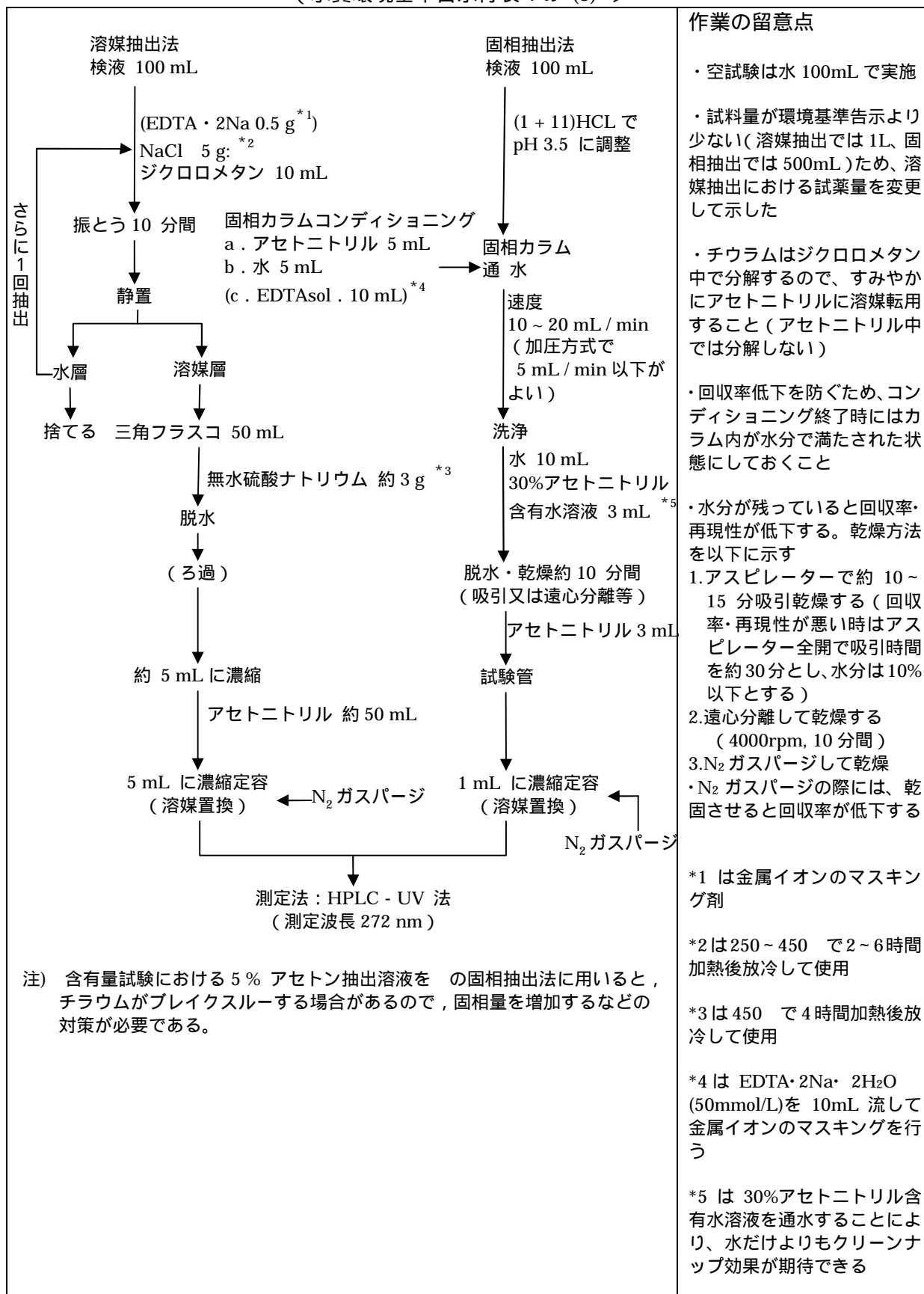


図 4.2.30(3) チウラムの HPLC-UV 法 (溶出試験検液及び廃酸・廃アルカリ)
(水質環境基準告示付表 4 の (3))



注) 含有量試験における 5% アセトン抽出溶液をの固相抽出法に用いると、チウラムがブレイクスルーする場合があるので、固相量を増加するなどの対策が必要である。

図 4.2.30(4) シマジン・チオベンカルブの GC/MS, GC/FTD, GC/ECD 法
(溶出試験検液及び廃酸・廃アルカリ)(水質環境基準告示付表 5 第 1、第 2)

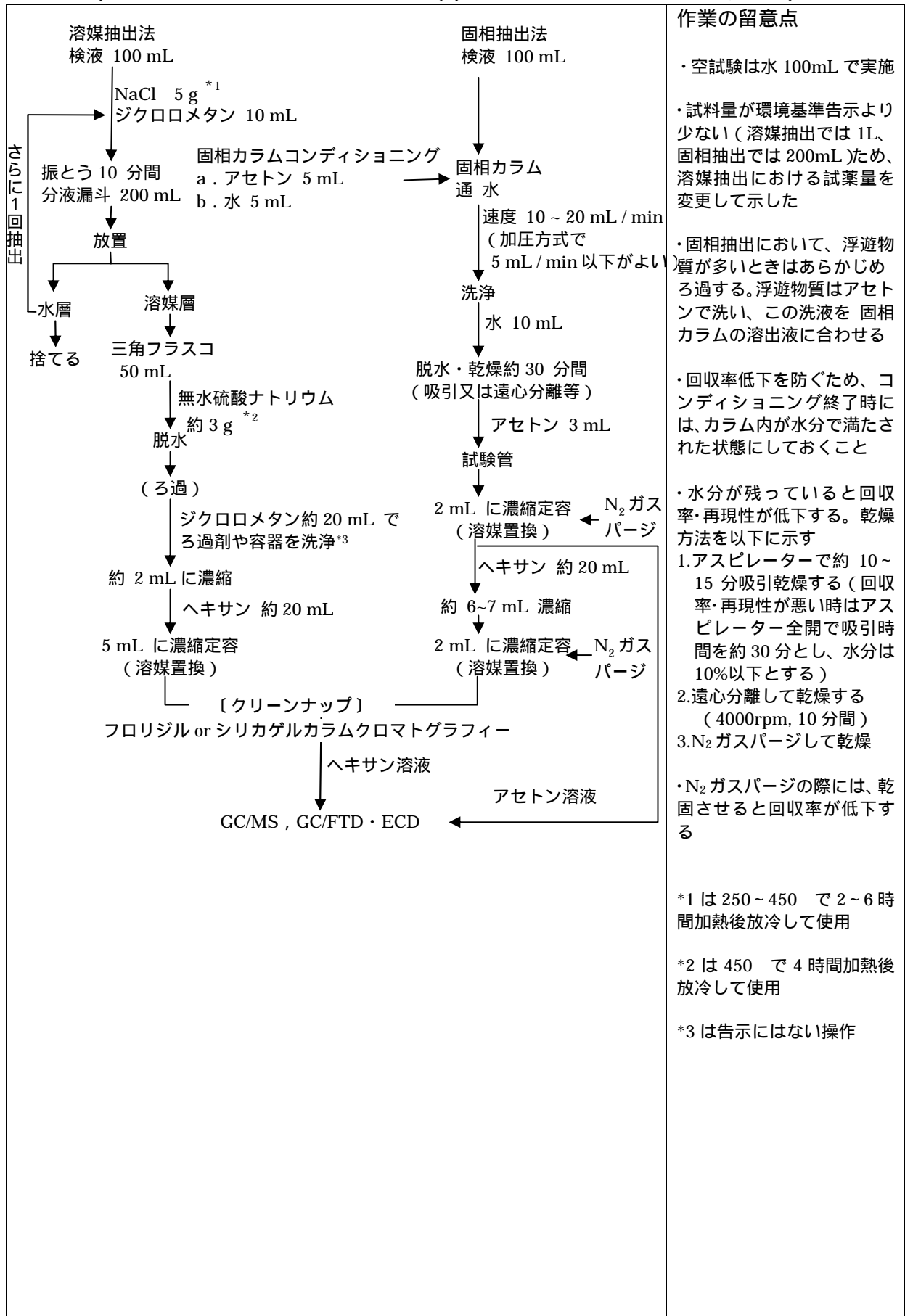


図 4.2.30(5) シマジン・チオベンカルブの GC/MS, GC/FTD, GC/ECD 法
(海洋投入処分に係る有機性汚泥)(廃棄物告示別表第四の(2))

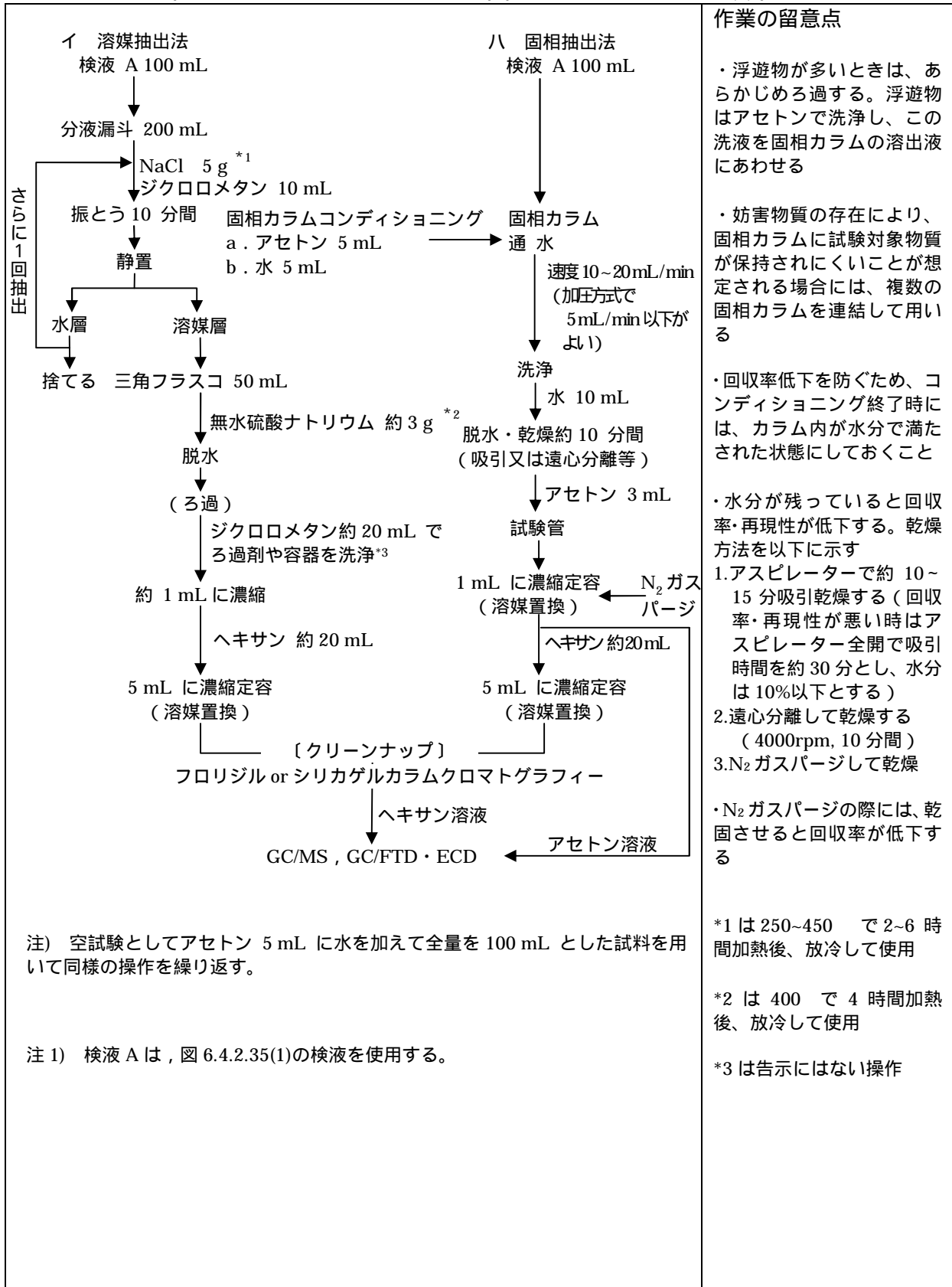


図 4.2.30(6) シマジン・チオベンカルブのクリーンナップ法
 (フロリジルカラムクロマトグラフィー)(水質環境基準告示付表 5)

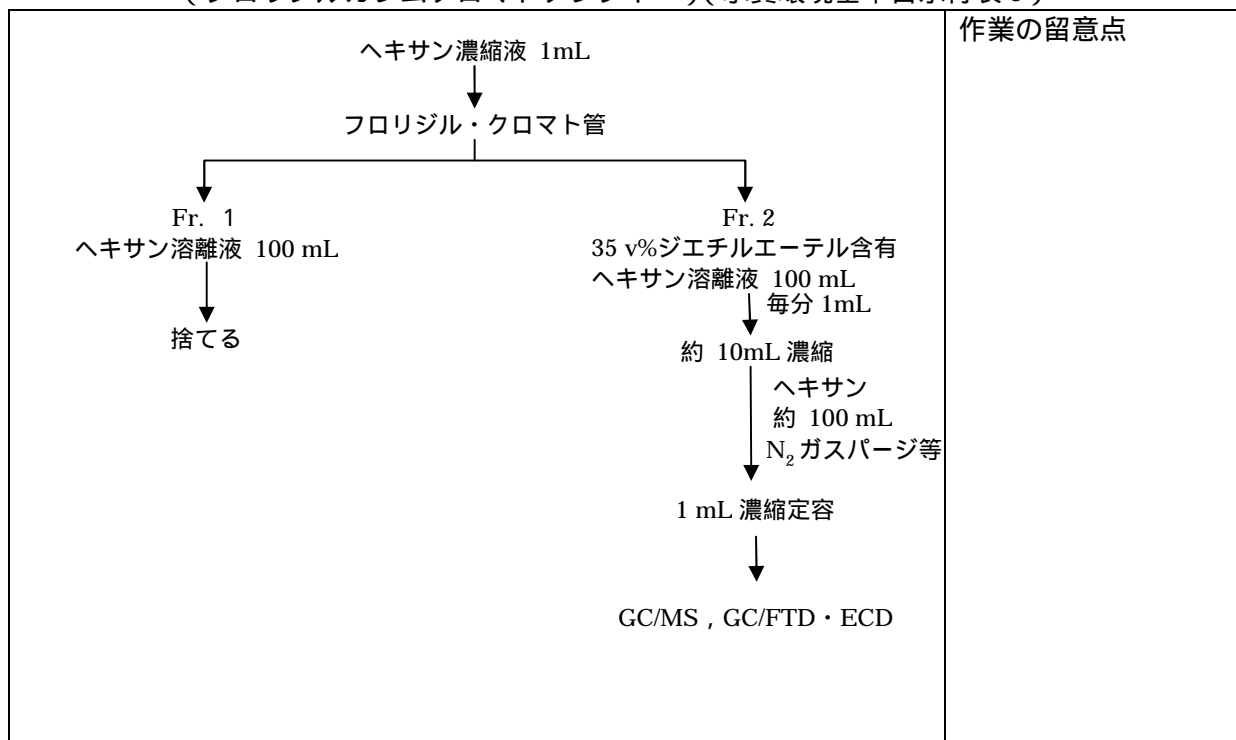
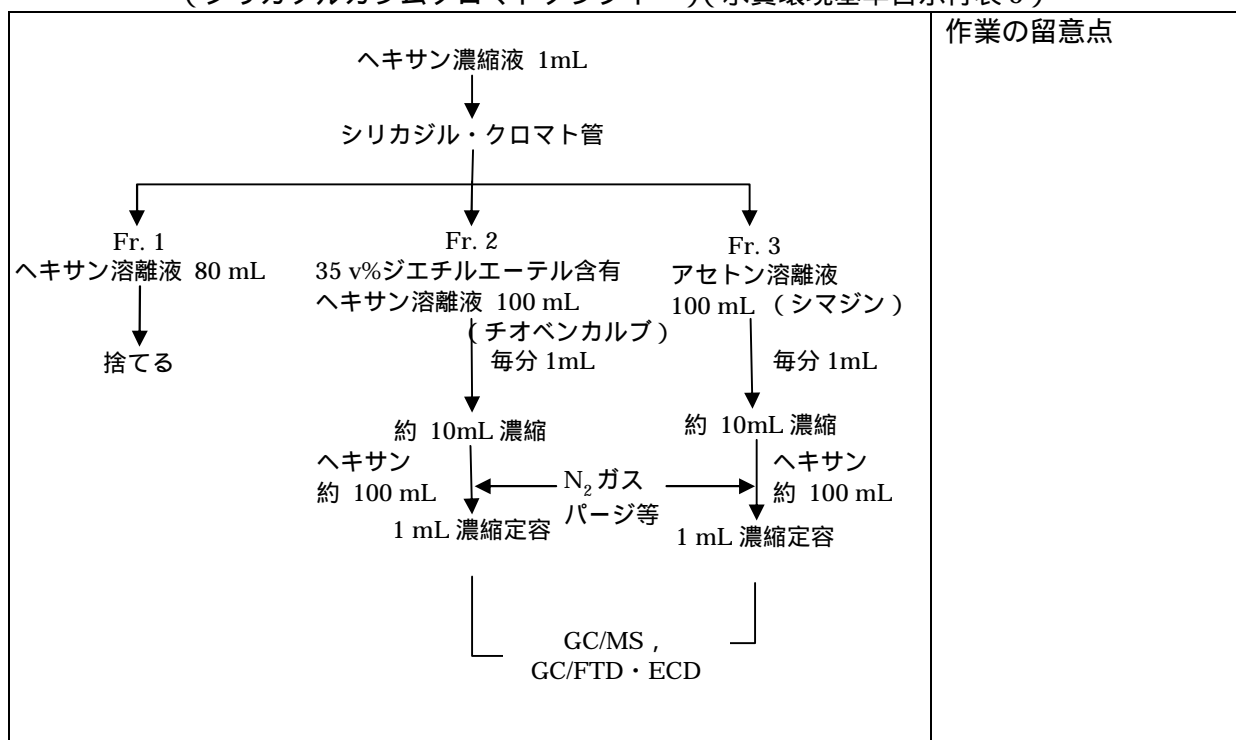


図 4.2.30(7) シマジン・チオベンカルブのクリーンナップ法
 (シリカゲルカラムクロマトグラフィー)(水質環境基準告示付表 5)



(1 2) セレン又はその化合物

図 4.2.31 セレンの吸光光度法
(JIS K 0102 67.1 3,3' - ジアミノベンジジン吸光光度法)

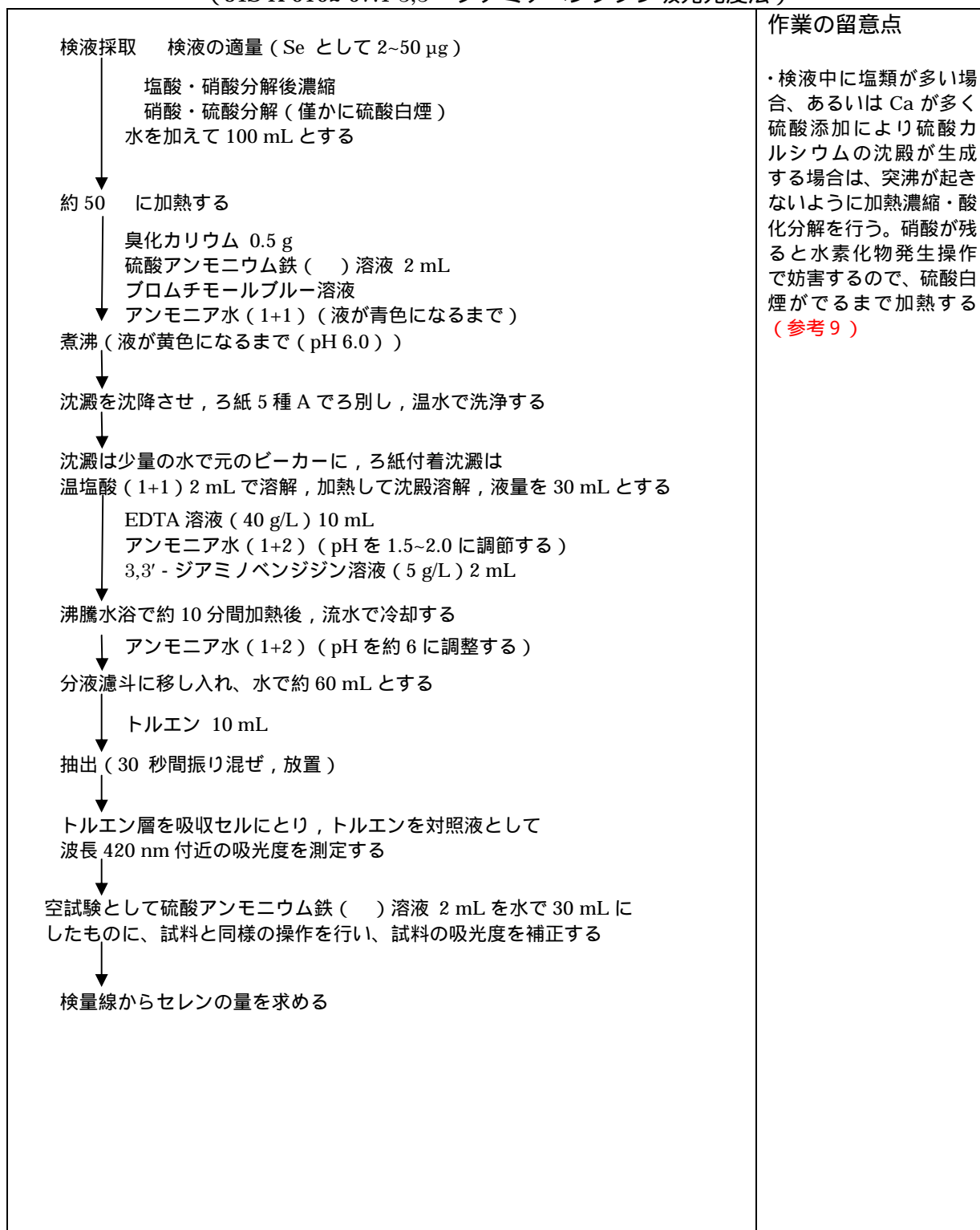


図 4.2.32 セレンの水素化物発生原子吸光法 (JIS K 0102 67.2)

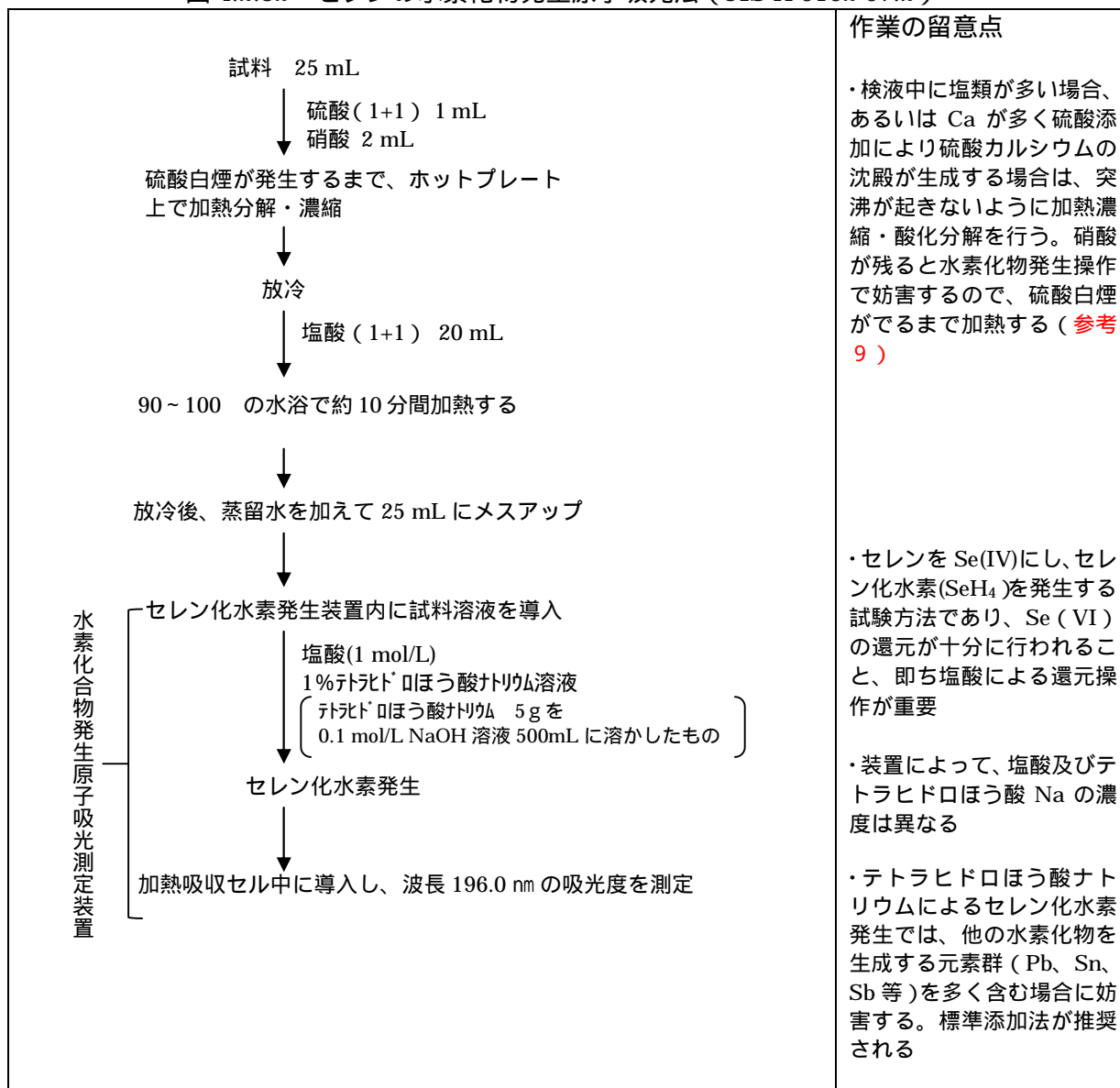


図 4.2.33 セレンの水素化物発生 ICP 発光分光分析法 (JIS K 0102 67.3)

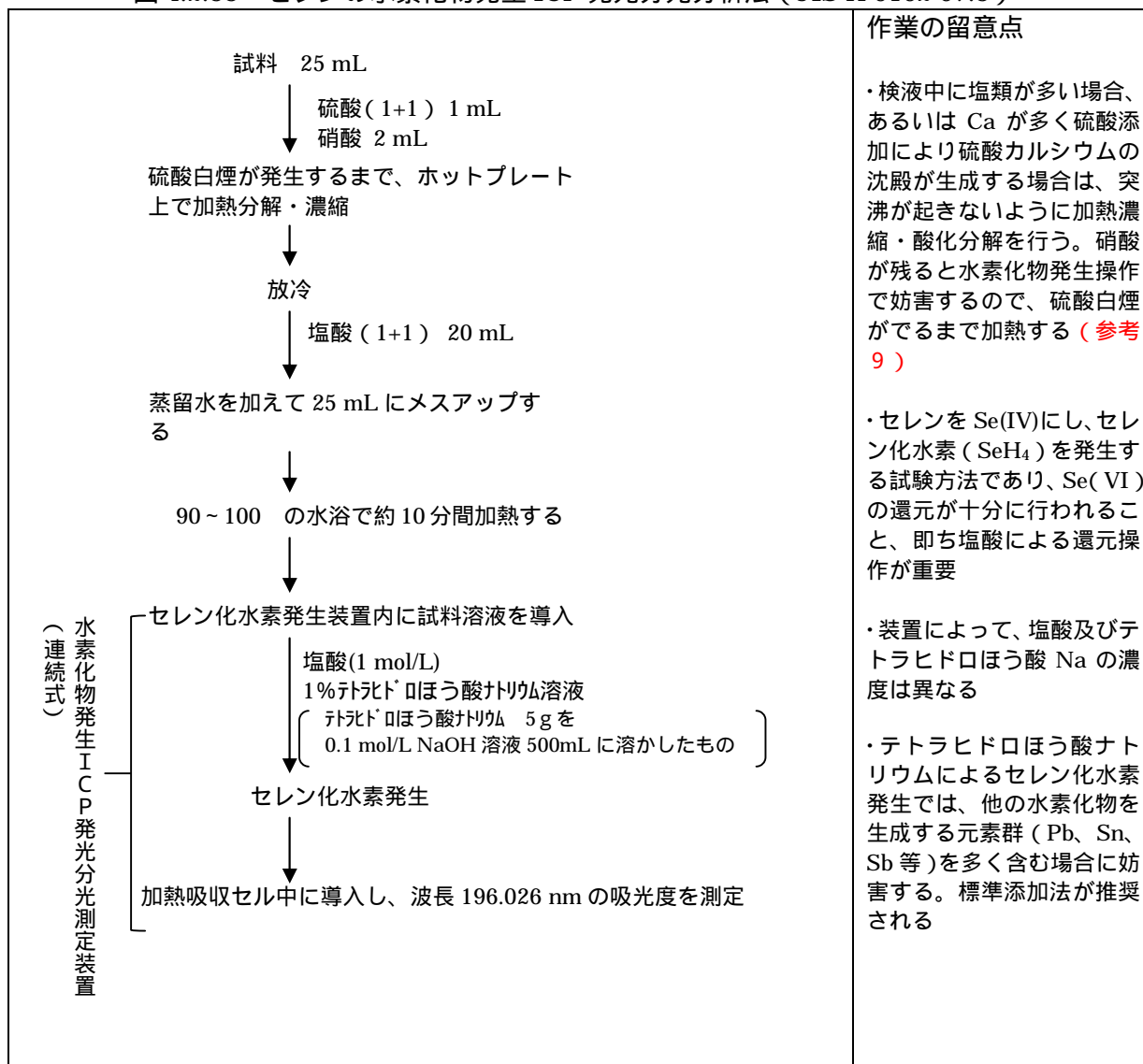


図 4.2.34 セレンの ICP 質量分析法 (JIS K 0102 67.4)

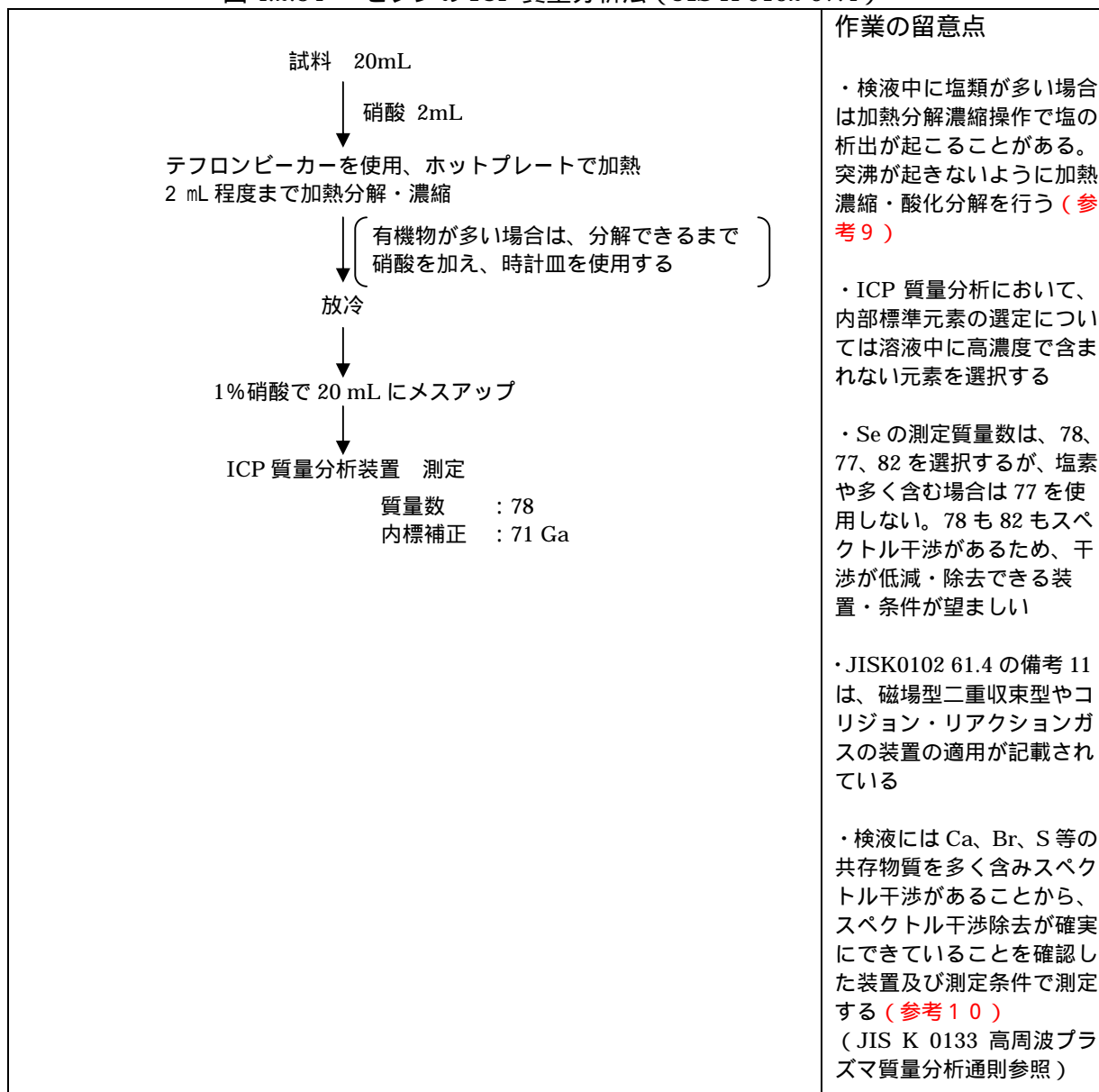
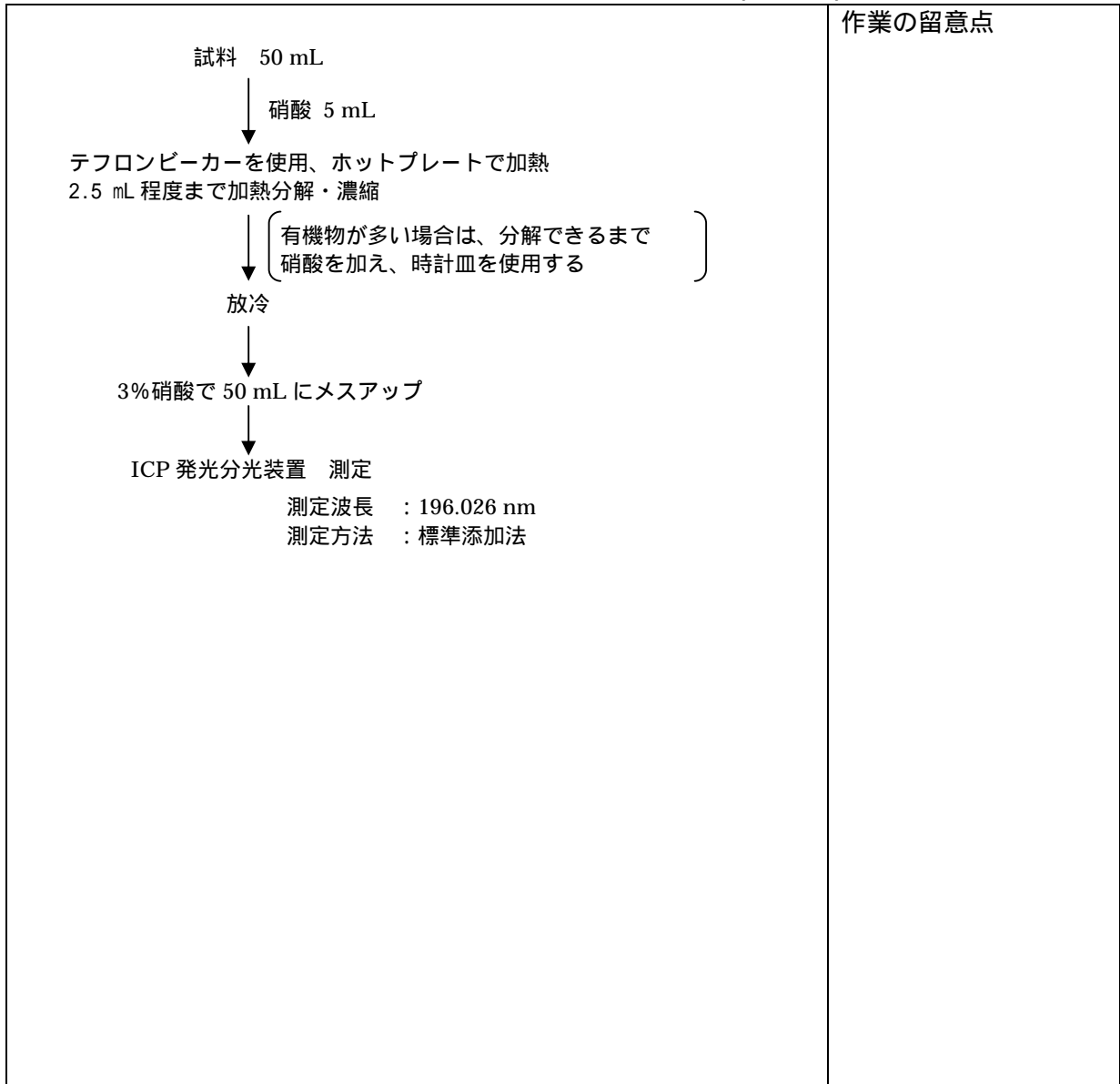


図 4.2.35 セレンの ICP 発光分光分析法 (参考法)



(1 3) 有機塩素化合物

図 4.2.36(1) 有機塩素化合物のヘキサン抽出法 (廃棄物告示別表第五)

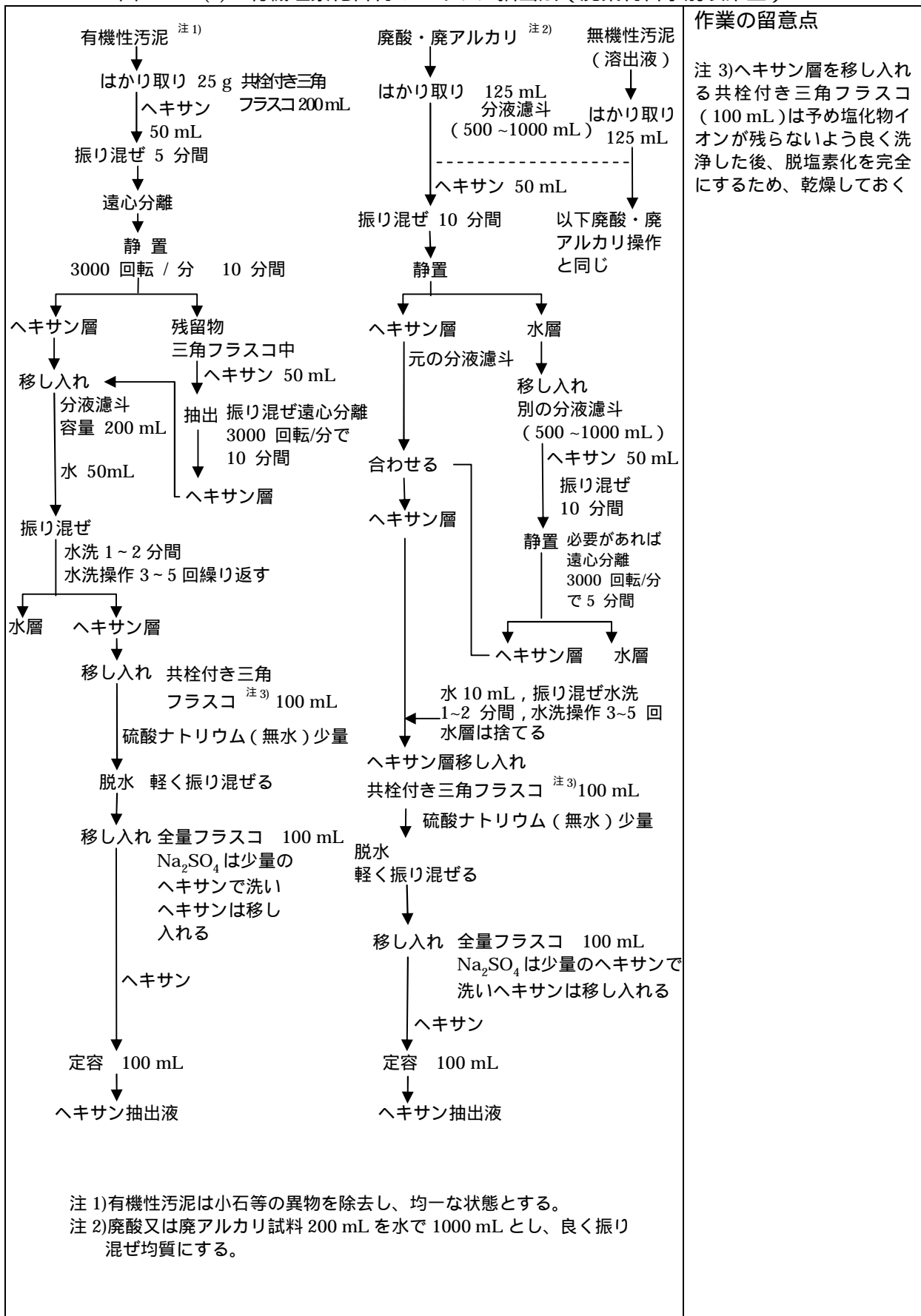
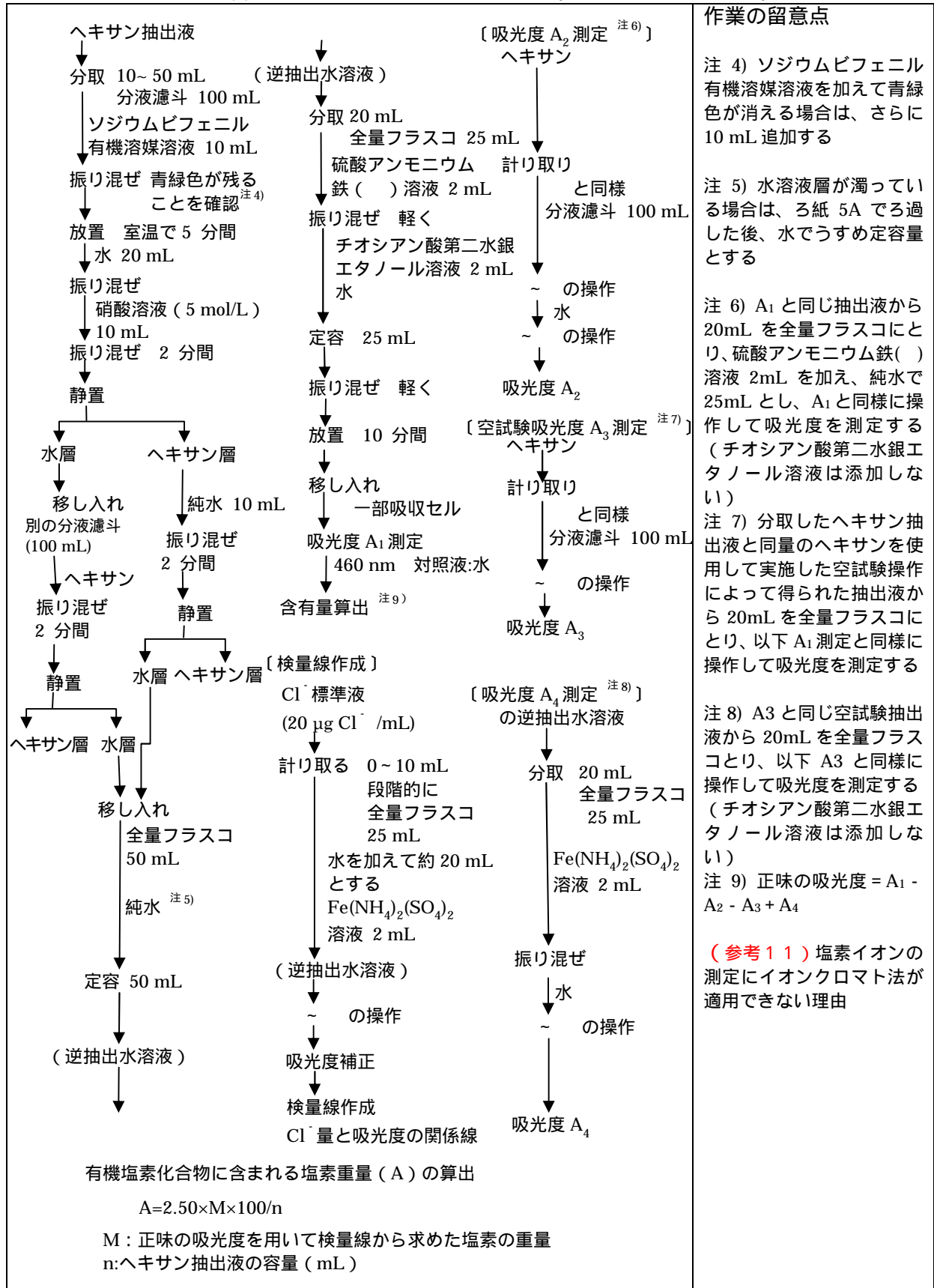


図 4.2.36(2) 有機塩素化合物の吸光光度法（廃棄物告示別表第五）



(1 4) 銅又はその化合物

図 4.2.37 銅の吸光光度法 (JIS K0102 52.1 ジエチルジチオカルバミド酸吸光光度法) *

<p>検液 (前処理済み)</p> <p>↓</p> <p>定量範囲 (Cu 2 ~ 30 μg) くえん酸水素ニアンモニウム溶液 (100 g/L) 5 mL EDTA 溶液 (2 g/100mL) 1 mL アンモニア水 (1+1) で中和 (指示薬 MCP)</p> <p>↓</p> <p>pH 9 (50 mL とする)</p> <p>↓</p> <p>DDTC 溶液 (1 g/100 mL) 2 mL 酢酸ブチル 10 mL 振り混ぜ 3 分間</p> <p>↓</p> <p>抽出</p> <p>↓</p> <p>酢酸ブチル層</p> <p>↓</p> <p>無水硫酸ナトリウム 1g 乾いたろ紙でろ過</p> <p>↓</p> <p>吸光度測定 440 nm</p>	<p>作業の留意点</p>
---	---------------

* : 本法は、海洋投入処分に係る有機性汚泥には適用されない

図 4.2.38 銅のフレイム原子吸光法 (JIS K0102 52.2)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓</p> <p>前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>↓</p> <p>原子吸光分析</p> <p style="text-align: center;">波長 : 324.8 nm</p> <p>共存物質からの銅の分離は、カドミウムの原子吸光法 (図 4.2.6) と 同じ溶媒抽出法を用いる。</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 共存物質が多い場合は標準添加法を用いる
--	---

図 4.2.39 銅の電気加熱原子吸光法 (JIS K0102 52.3)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓</p> <p>前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>↓</p> <p>電気加熱原子吸光分析</p> <p style="text-align: center;">波長 : 324.8 nm 乾燥温度 100 ~ 120 、灰化温度 600 ~ 1000 , 原子 化温度 2200 ~ 2700) 標準添加法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 乾燥時の突沸が起こらないよう注意
---	--

図 4.2.40 銅の ICP 発光分光分析法 (JIS K0102 52.4)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>ICP 発光分光分析 波長 : 324.754 nm 低濃度の場合は、キレートーキシレン抽出(JIS K0102 52.4 の備考 7) による 内標準法 (Y) を用いてもよい</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 共存物質によるスペクトル干渉に注意 ・ プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・ 内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・ 共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	---

図 4.2.41 銅の ICP 質量分析法 (JIS K0102 52.5)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量 : 63, 65 内標準元素は、Y、In、 Bi 内標準法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・ 内標準元素は Cu の測定質量に近い Y が適切 ・ 内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・ 共存物質のスペクトル干渉に留意 ・ 共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
---	--

(1 5) 亜鉛又はその化合物

図 4.2.42 亜鉛のフレイム原子吸光法 (JIS K0102 53.1)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>原子吸光分析 波長 : 213.9 nm</p> <p>共存物質からの亜鉛の分離は、カドミウムの原子吸光法 (図 4.2.6) と 同じ溶媒抽出法を用いる。</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 共存物質が多い場合は標準添加法を用いる
---	---

図 4.2.43 亜鉛の電気加熱原子吸光法 (JIS K0102 53.2)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>電気加熱原子吸光分析 波長 : 213.9 nm マトリックスモディファイヤーとして硝酸パラジウムを添加 乾燥温度 100 ~ 120 、灰化温度 600 ~ 1000 , 原子化温度 2200 ~ 2700) 標準添加法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 乾燥時の突沸が起こらないよう注意
--	--

図 4.2.44 亜鉛の ICP 発光分光分析法 (JIS K0102 53.3)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>ICP 発光分光分析 波長 : 213.856 nm 低濃度の場合は、キレートーキシレン抽出(JIS K0102 52.4 の備考 7) による 内標準法 (Y) を用いてもよい</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 共存物質によるスペクトル干渉に注意 ・ プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・ 内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・ 共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	---

図 4.2.45 亜鉛の ICP 質量分析法 (JIS K0102 53.4)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>ICP 質量分析 ↓ 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量 : 66, 68, 64 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none">・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意・内標準元素は Zn の測定質量に近い Y が適切・内標準元素は検液に含まれないことを確認・共存物質のスペクトル干渉に留意・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	---

(1 6) ふっ化物

図 4.2.46 ふっ化物の吸光光度法 (JIS K0102 34.1
ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法、34.2 イオン電極法)

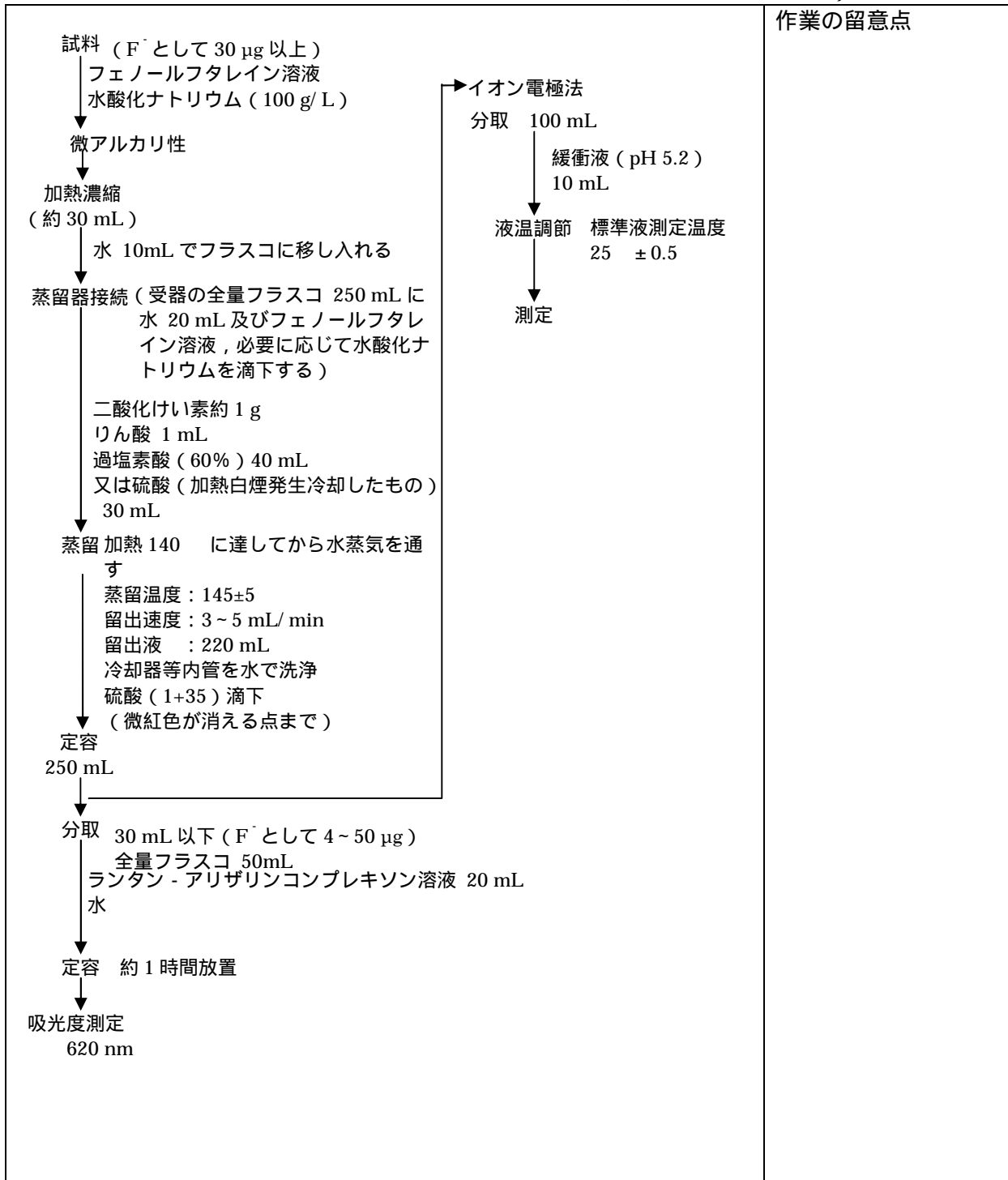


図 4.2.47 ふっ化物のイオンクロマトグラフ法（廃棄物告示別表第六）

<p>試料（F⁻として0.25mg以上） フェノールフタレイン溶液 水酸化ナトリウム（100 g/L）</p> <p>↓</p> <p>微アルカリ性</p> <p>↓</p> <p>加熱濃縮 （約 30 mL）</p> <p>↓</p> <p>水 10mL でフラスコに移し入れる</p> <p>↓</p> <p>蒸留器接続（受器の全量フラスコ 250 mL に 水 20 mL 及びフェノールフタレイン溶液，必要に応じて水酸化ナトリウムを滴下する）</p> <p>↓</p> <p>二酸化けい素約 1 g リン酸 1 mL 過塩素酸（60%）40 mL 又は硫酸（加熱 白煙発生冷却したもの） 30 mL</p> <p>↓</p> <p>蒸留 加熱 140 に達してから水蒸気を通す 蒸留温度：145～150 留出速度：3～5 mL/min 留出液：220 mL 冷却器等内管を水で洗浄</p> <p>↓</p> <p>定容 250 mL</p> <p>↓</p> <p>一定量をイオンクロマトグラフへ導入</p> <p>↓</p> <p>クロマトグラム上のふっ化物イオンの保持時間に相当するピーク（面積又は高さ）について、指示値を読み取る</p> <p>↓</p> <p>あらかじめ作成した検量線から検液中の濃度を求める</p> <p>↓</p> <p>検液中のふっ化物に含まれるふっ素の重量(Amg)の算出</p> <p>$A = M \times 250/V$</p> <p>M：検量線から求めたふっ化物イオンの量（mg） V：イオンクロマトグラフへ注入した留出液の量（mL）</p>	<p>作業の留意点</p>
---	---------------

(17) ベリリウム又はその化合物

図 4.2.48 ベリリウムのフレイム原子吸光法 (廃棄物告示別表第七)

<p>検液 (Be 5 μg 以上を含む)</p> <p>↓</p> <p>JIS K 0102 5.5 の前処理法</p> <p>↓</p> <p>加熱分解</p> <p>↓</p> <p>加熱濃縮 (乾固近くまで)</p> <p>↓</p> <p>塩酸 水</p> <p>↓</p> <p>定容 50 又は 100 mL (塩酸 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>↓</p> <p>原子吸光 フレイム (一酸化二窒素 - アセチレン) 波長 : 234.9 nm</p>	<p>作業の留意点</p>
--	---------------

図 4.2.49 ベリリウムの電気加熱原子吸光法 (廃棄物告示別表第七)

<p>検液 (Be 1 μg 以上)</p> <p>↓</p> <p>JIS K 0102 5.5 の前処理法</p> <p>↓</p> <p>加熱分解</p> <p>↓</p> <p>加熱濃縮 (乾固近くまで)</p> <p>↓</p> <p>硝酸 水</p> <p>↓</p> <p>定容 50 又は 100 mL (硝酸 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>↓</p> <p>電気加熱原子吸光 カarbon炉又は金属炉 (乾燥 , 灰化 , 原子化) 波長 : 234.9 nm マトリックスモディファイヤ ーとして硝酸マグネシウムを添加 標準添加法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <p>・測定は JIS K0102 54.2 に定める操作に従う</p>
---	--

図 4.2.50 ベリリウムの ICP 発光分光分析法（廃棄物告示別表第七）

<p>検液 (Be 2~3 µg 以上を含む)</p> <p>↓ JIS K 0102 5.5 の前処理法</p> <p>加熱分解</p> <p>↓</p> <p>濃縮 (乾固近くまで)</p> <p>↓ 硝酸 内標準液として Y 溶液を添加 水</p> <p>定容 50 又は 100 mL (塩酸 0.1~0.5 mol/L)</p> <p>↓</p> <p>ICP 発光分光分析</p> <p>波長： 234.861 nm、313.042 nm、313.107 nm Y： 371.029 nm 内標準法で、Be と Y の比から定量 共存物質が多い場合、標準添加法による</p>	<p>作業の留意点</p>
---	---------------

図 4.2.51 ベリリウムの ICP 質量分析法（廃棄物告示別表第七）

<p>検液 (Be 2~3 µg 以上を含む)</p> <p>↓ JIS K 0102 5.5 の前処理法</p> <p>加熱分解</p> <p>↓</p> <p>濃縮 (乾固近くまで)</p> <p>↓ 硝酸 水</p> <p>定容 50 又は 100 mL (硝酸 0.1~0.5 mol/L)</p> <p>↓</p> <p>ICP 質量分析</p> <p>測定質量： 9 内標準法により定量 内標準元素は Y(Ga,Ge) 塩濃度が高い場合は標準添加法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <p>・測定は JIS K0102 52.5 に定める操作に従う</p>
---	--

(17) クロム又はその化合物

図 4.2.52 クロムの吸光光度法 (JIS K0102 65.1.1 ジフェニルカルバジド吸光光度法)

<p>検液 (前処理済み)</p> <p>↓ 適量 (Cr 2 ~ 50 μg) をビーカーにとる</p> <p>↓ H₂SO₄ (1 + 9) 3 mL</p> <p>加熱, 白煙発生</p> <p>↓ 放冷</p> <p>↓ 残留物</p> <p>↓ 水 30mL</p> <p>加熱溶解</p> <p>↓ KMnO₄ 溶液 (3 g / L) 滴下</p> <p>↓ 赤色状で数分間煮沸</p> <p>冷却</p> <p>↓ 尿素溶液 (200g / L) 10 mL</p> <p>↓ NaNO₂ (20 g / L) 1 滴ずつかきまぜ</p> <p>↓ ながら加え, MnO₄⁻, MnO₂⁻ を分解</p> <p>全量フラスコ (50 mL)</p> <p>↓ 液温 (15)</p> <p>↓ ジフェニルカルバジド溶液 (10 g / L) 1mL</p> <p>↓ 直ちに振り混ぜ, 水を標線まで加える</p> <p>↓ 5 分間放置</p> <p>↓ 吸光度測定</p> <p>540 nm 付近</p>	<p>作業の留意点</p> <p>空試験操作</p> <p>水 30 mL</p> <p>↓ H₂SO₄ (1 + 9) 3 mL</p> <p>↓ 全量フラスコ (50 mL)</p> <p>↓ 液温 (15)</p> <p>↓ ジフェニルカルバジド溶液 (10 g / L) 1mL</p> <p>↓ 直ちに振り混ぜ, 水を標線まで加える</p> <p>↓ 5 分間</p> <p>↓ 吸光度測定</p> <p>対照液 : 540 nm</p>
--	--

図 4.2.53 クロムのフレイム原子吸光法 (JIS K0102 65.1.2)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか</p> <p>↓ 原子吸光分析</p> <p>波長 : 357.9 nm</p>	<p>作業の留意点</p> <p>・共存物が多い場合は標準添加法により定量</p>
--	---

図 4.2.54 クロムの電気加熱原子吸光法 (JIS K0102 65.1.3)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか</p> <p>↓ 電気加熱原子吸光分析</p> <p>波長 : 357.9 nm</p> <p>乾燥温度 100 ~ 120 、灰化温度 500 ~ 600 , 原子化温度 2400 ~ 2900)</p> <p>標準添加法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <p>・乾燥時の突沸が起こらないよう注意</p>
--	--

図 4.2.55 クロムの ICP 発光分光分析法 (JIS K0102 65.1.4)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓</p> <p>前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか</p> <p>↓</p> <p>ICP 発光分光分析</p> <p>波長 : 206.149 nm</p> <p>内標準法 (Y) を用いてもよい</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・スペクトル干渉がないことを確認 ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・内標準元素が検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	---

図 4.2.56 クロムの ICP 質量分析法 (JIS K0102 65.1.5)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓</p> <p>前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>↓</p> <p>ICP 質量分析</p> <p>装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの</p> <p>測定質量 : 53、52、50</p> <p>内標準元素は、Y、In、Bi</p> <p>内標準法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Cr の測定質量に近い Y が適切 ・内標準元素が検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
---	---

(1 9) ニッケル又はその化合物

図 4.2.57 ニッケルの吸光光度法
(JIS K0102 59.1 ジメチルグリオキシム吸光光度法)

<p>検液 (前処理済み) 空試験 水 50mL</p> <p>↓</p> <p>定量範囲 (Ni 2 ~ 50 µg) くえん酸水素ニアンモニウム溶液 (100 g/L) 5 mL アンモニア水 (1 + 5) 中和, 2 ~ 3 滴過剰に加える (指示薬フェノールフタレイン溶液)</p> <p>↓</p> <p>水を加えて 100mL (弱アンモニアアルカリ性)</p> <p>↓</p> <p>ジメチルグリオキシム - エタノール溶液 (1 g/100 mL) 2 mL CHCl₃ 10 mL 1 分間激しく振り混ぜて抽出</p> <p>↓</p> <p>水層 CHCl₃ 5 mL 抽出を 2 回繰り返す</p> <p>↓</p> <p>CHCl₃ 層 アンモニア 水 (1 + 50) 10 ~ 20 mL で洗浄</p> <p>↓</p> <p>CHCl₃ 層 HCl (1 + 20) 10 mL、2 回目は 5 mL で 1 分間 激しく振り混ぜ (逆抽出)</p> <p>↓</p> <p>HCl 層 飽和 Br 水 2 mL</p> <p>↓</p> <p>約 1 分間放置</p> <p>↓</p> <p>アンモニア 水 (1 + 1) で中和後 2 mL 過剰に添加 室温以下まで冷却 ジメチルグリオキシム - 水酸化ナトリウム溶液 (10 g/L) 2 mL</p> <p>↓</p> <p>定容 25 mL</p> <p>↓</p> <p>吸光度測定 450 nm</p>	<p>作業の留意点</p>
---	---------------

図 4.2.58 ニッケルのフレイム原子吸光法 (JIS K0102 59.2)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓</p> <p>前処理は図 6.2.4.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>↓</p> <p>原子吸光分析</p> <p style="text-align: center;">波長 : 232.0 nm</p> <p>共存物質からのニッケルの分離は、カドミウムの原子吸光法 (図 4.2.6) と同じ溶媒抽出法を用いる。</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 共存物質が多い場合は標準添加法を用いる
--	---

図 4.2.59 ニッケルの ICP 発光分光分析法 (JIS K0102 59.3)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>ICP 発光分光分析 波長 : 221.647 nm 低濃度の場合は、キレートーキシレン抽出(JIS K0102 52.4 の備考 7) による 内標準法 (Y) を用いてもよい</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 共存物質によるスペクトル干渉に注意 ・ プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・ 内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・ 共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	---

図 4.2.60 ニッケルの ICP 質量分析法 (JIS K0102 59.4)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量 : 58, 60 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・ 内標準元素は Ni の測定質量に近い Y が適切 ・ 内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・ 共存物質のスペクトル干渉に留意 ・ 共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	--

(2 0) バナジウム又はその化合物

図 4.2.61 バナジウムの吸光光度法
(JIS K0102 70.1 N-ベンゾイル-N-フェニルヒドロキシルアミン吸光光度法)

<p>検液 (前処理済み)</p> <p>↓</p> <p>定量範囲 (V 2 ~ 50 μg) HNO₃ 5 mL HClO₄ 3 mL</p> <p>↓</p> <p>加熱蒸発 白煙発生処理 乾固近くまで</p> <p>↓</p> <p>放冷</p> <p>水 10 mL 銅 () 溶液 (10 g/L) 1 mL KMnO₄ 溶液 (3 g/L) 滴下</p> <p>↓</p> <p>赤色で 5 分間放置</p> <p>分液漏斗 (100 mL) に入れる</p> <p>水で 30 mL BPHA-CHCl₃ 溶液 (2 g/L) 10 mL HCl (2+1) 40 mL</p> <p>↓</p> <p>振とう抽出 (30 秒)</p> <p>↓</p> <p>CHCl₃ 層</p> <p>↓</p> <p>乾いたろ紙 5B でろ過</p> <p>↓</p> <p>吸光度測定 530 nm</p>	<p>作業の留意点</p>
--	---------------

図 4.2.62 バナジウムのフレーム原子吸光法 (JIS K0102 70.2)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓</p> <p>前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>↓</p> <p>原子吸光分析</p> <p style="text-align: center;">波長 : 318.4 nm</p> <p>共存物質からのバナジウムの分離は、カドミウムの原子吸光法 (図 4.2.6) と 同じ溶媒抽出法を用いる。</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 共存物質が多い場合は 標準添加法を用いる
--	--

図 4.2.63 バナジウムの電気加熱原子吸光法 (JIS K0102 70.3)

<p>前処理後の検液</p> <p>↓</p> <p>前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>↓</p> <p>電気加熱原子吸光分析</p> <p style="text-align: center;">波長 : 318.4 nm</p> <p>マトリックスモディファイヤーとして硝酸パラジウム を添加 乾燥温度 100 ~ 120 、灰化温度 500 ~ 600 , 原子化 温度 2400 ~ 3000) 標準添加法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 乾燥時の突沸が起こら ないように注意
--	--

図 4.2.64 バナジウムの ICP 発光分光分析法 (JIS K0102 70.4)

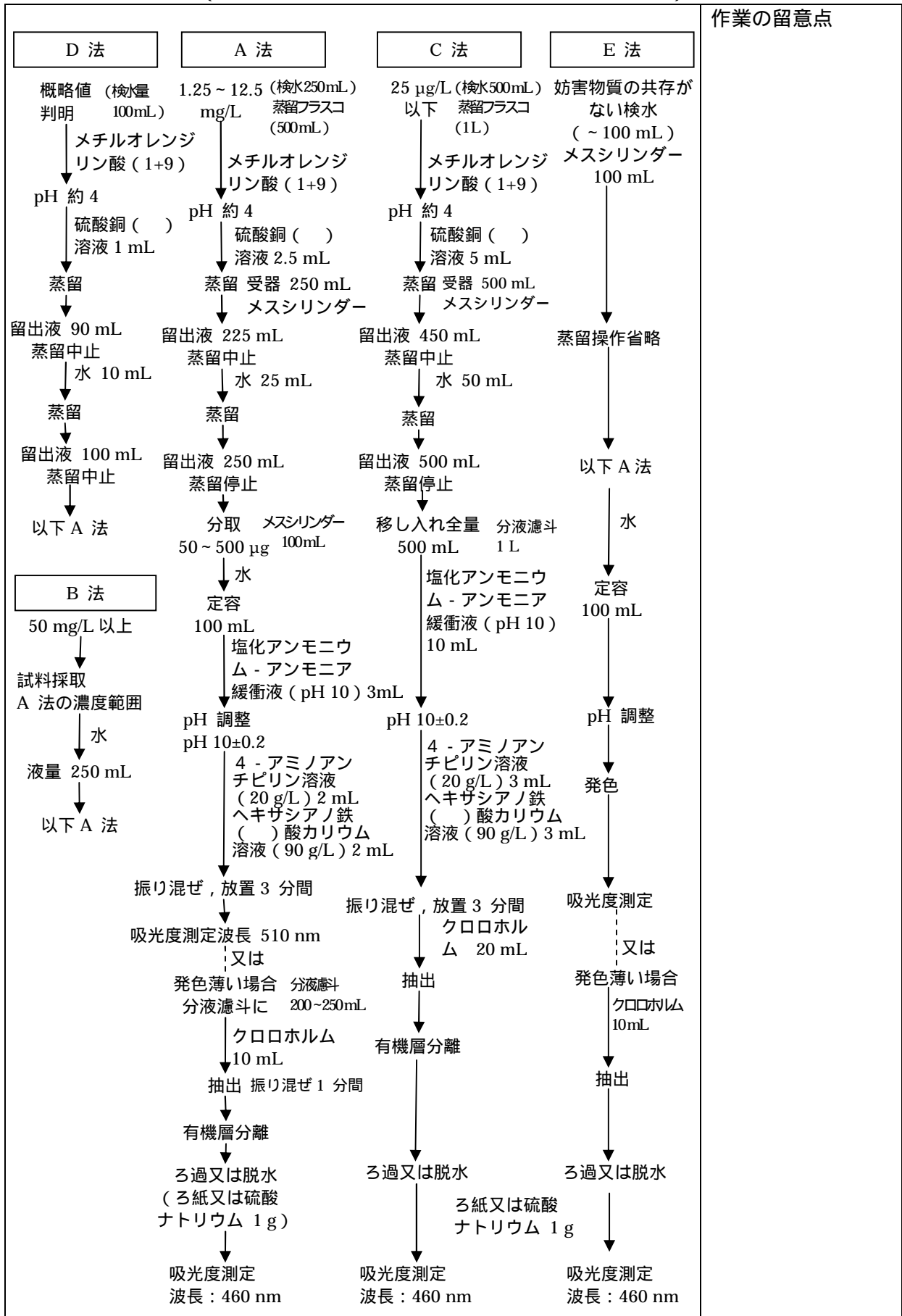
<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>ICP 発光分光分析 波長 : 309.311 nm 低濃度の場合は、キレートーキシレン抽出(JIS K0102 52.4 の備考 7) による 内標準法 (Y) を用いてもよい</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 共存物質によるスペクトル干渉に注意 ・ プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・ 内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・ 共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	---

図 4.2.65 バナジウムの ICP 質量分析法 (JIS K0102 70.5)

<p>前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1) ~ (4)のいずれか (硝酸溶液 0.1 ~ 0.5 mol/L)</p> <p>ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量 : 51 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量</p>	<p>作業の留意点</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・ 内標準元素は V の測定質量に近い Y が適切 ・ 内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・ 共存物質のスペクトル干渉に留意 ・ 共存物質が多い場合は標準添加法により定量する
--	---

(2 1) フェノール類

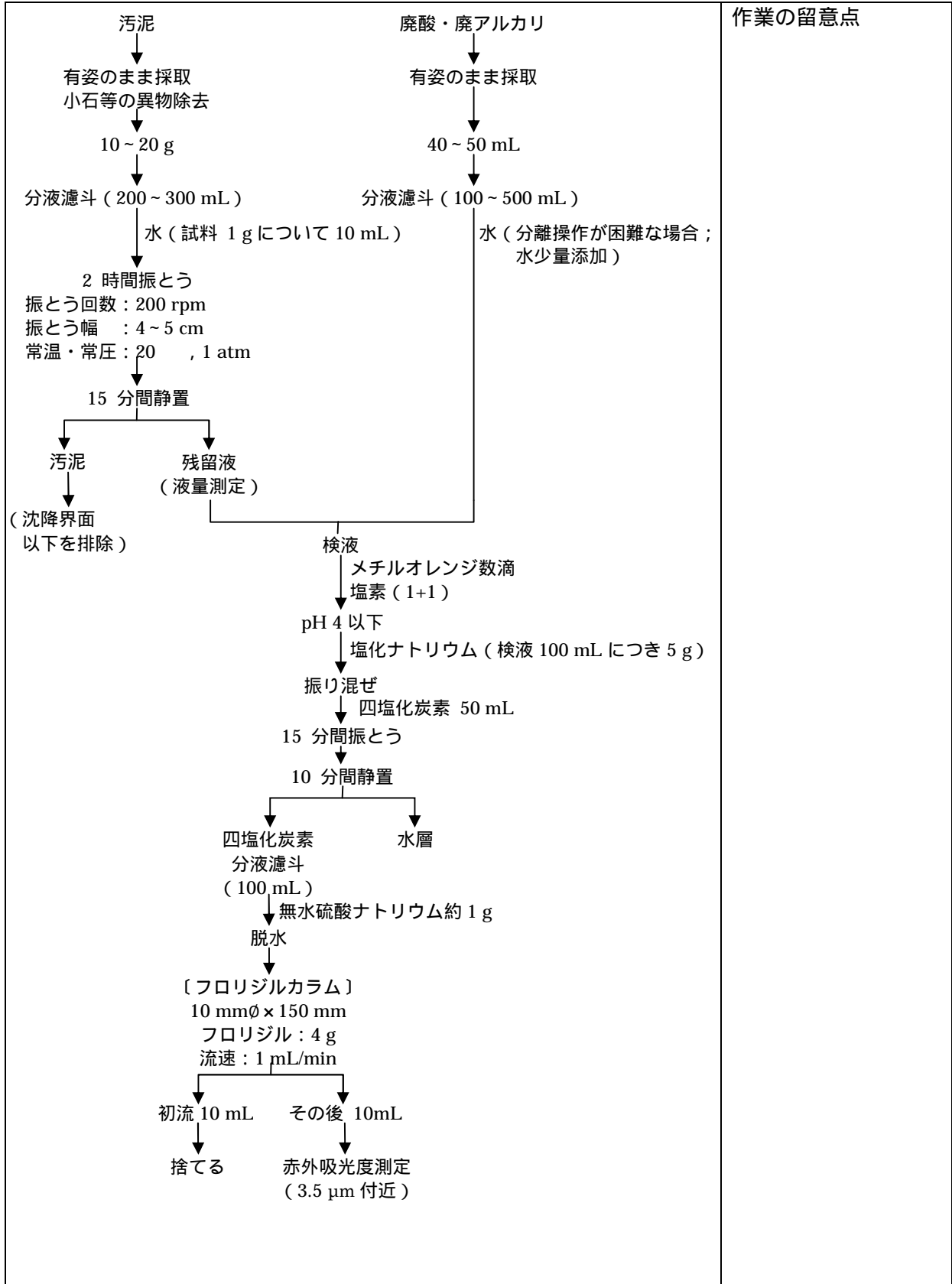
図 4.2.66 フェノール類の吸光光度法
(JIS K0102 28.1 4-アミノアンチピリン吸光光度法)



【参考】油分の分析方法について

海洋投入処分できる産業廃棄物に含まれる油分の検定方法は、「廃棄物の処理及び清掃に関する法律施行令第6条第1項第4号に規定する海洋投入処分を行うことができる産業廃棄物に含まれる油分の検定方法」(環境庁告示第3号、昭和51年2月27日)に規定されている。参考までにこの方法について示す。

図 4.2.67 試験操作 (昭和51年環境庁告示第3号)



* マニュアルの留意事項の参考一覧

「産業廃棄物の検定方法に係る分析操作マニュアル」留意事項の参考資料

参考1
溶媒量に
対する容
器容量

(1) 門木ら、再生材の溶出試験の検討と廃棄物の分析事例、廃棄物資源循環学会研究討論会発表資料(2010)

http://jsmcwm.or.jp/wastest/2010_toronkai_4.pdf

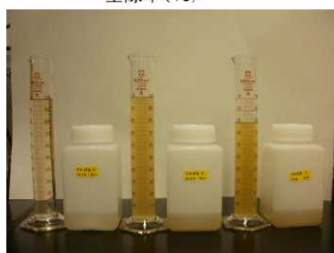
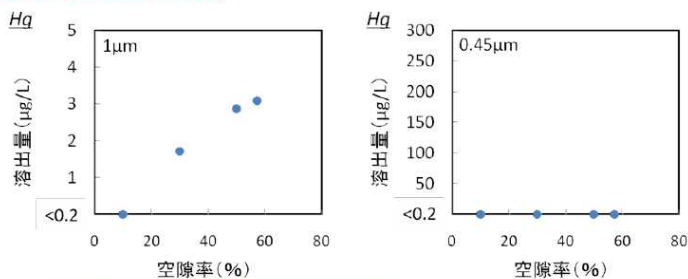
以下のデータから、容器容量は溶媒量の2倍程度(空隙率50%)とすることが望ましい。

● 容器容量 : 480mL

試料量 (g)	20.5	24	33.6	43.2
水 (mL)	205	240	336	432
空隙率 (%)	57	50	30	10

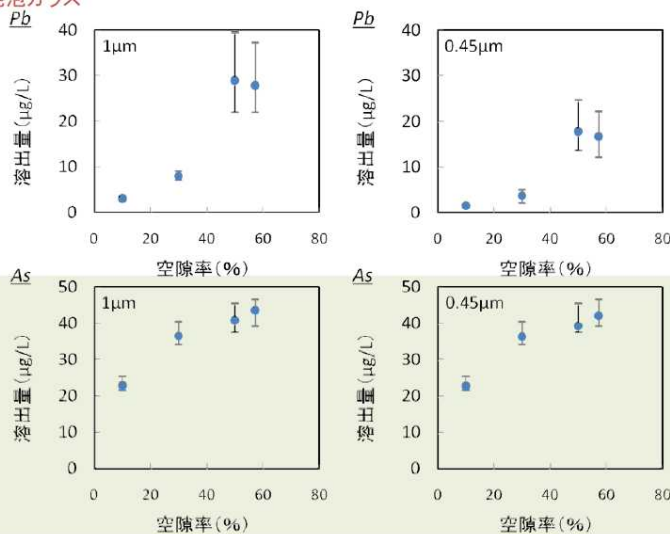
- 振とう時間 : 6時間
- 容器 : 縦置き
- 振とう方向 : 横方向
- 遠心分離 : 3000rpm、20min
- ろ過 : 吸引ろ過
 - 1μmGFPで200mlろ過した後、0.45μmメンブランフィルターで100mlろ過

下水終末処理場脱水汚泥



左より、空隙率10%、30%、50%で溶出した時の、ろ液(1μmGFP)

発泡ガラス



(2) 平成 21 年度産業廃棄物の検定方法等の検討業務報告書より
 以下のデータによれば、空隙率が 30%と 60%では差がないが、86%では低値になることが示された。60%でもよいと考えられるが、「概ね 50%」が妥当だと判断される。

検討項目	条件	下水汚泥		燃え殻		燃え殻	ばいじん
		As	T-Hg	Cr6+	Pb	As	As
環告13号	-	0.16	0.0029	0.10	0.012	0.034	2.2
環告46号	-	0.62	0.0031	0.055	0.012	0.043	2.1
スラグ等の化学試験法(成型体の再生材)	-	-	-	-	-	-	-
振とう容器と溶媒量 (溶媒/容器容積比)	溶媒/容器容積比86% 30g/300mL(350mL)	0.092	0.0014	0.084	0.009	-	1.8
	溶媒/容器容積比60% 30g/300mL(500mL)	0.16	0.0029	0.10	0.012	0.034	2.2
	溶媒/容器容積比30% 30g/300mL-1L容器	0.17	0.0021	0.093	0.016	0.034	2.3
振とう時間	6時間	0.16	0.0029	0.10	0.012	0.034	2.2
	24時間	0.15	0.0014	0.025	<0.001	0.038	2.4
ろ紙の種類	ガラスファイバーろ紙孔径1μm	0.18	0.0025	0.094	0.028	-	2.1
	メンブランフィルター孔径0.45μm	0.11	0.0016	0.091	0.021	-	2.1
	上澄み分析	0.13	0.0083	0.10	0.098	0.034	2.2
遠心分離(3000rpm)	上澄み分析	0.14	0.0026	0.091	0.025	0.033	2.3
	ろ過作業有り	0.14	0.0026	0.091	0.025	0.033	2.3

単位:mg/L

検討項目	条件	ばいじん				鉱さい	溶融スラグ
		Cr6+	Pb	T-Hg	Se	Cr6+	Pb
環告13号	-	0.060	390	0.13	0.016	0.10	0.28
環告46号	-	0.051	240	0.12	0.019	0.10	0.26
スラグ等の化学試験法(成型体の再生材)	-	-	-	-	-	-	-
振とう容器と溶媒量 (溶媒/容器容積比)	溶媒/容器容積比86% 30g/300mL(350mL容器)	0.045	290	0.098	0.008	0.086	0.19
	溶媒/容器容積比60% 30g/300mL(500mL容器)	0.060	390	0.13	0.016	0.10	0.28
	溶媒/容器容積比30% 30g/300mL(1L容器)	0.062	440	0.21	0.014	0.12	0.28
振とう時間	6時間	0.060	390	0.13	0.016	0.10	0.28
	24時間	0.044	190	0.0076	0.021	0.091	0.16
ろ紙の種類	ガラスファイバーろ紙孔径1μm	-	-	-	-	(0.10)	-
	メンブランフィルター孔径0.45μm	-	-	-	-	(0.083)	-
	ガラスファイバーろ紙孔径1μm	0.076	320	0.16	0.016	0.11	0.26
	メンブランフィルター孔径0.45μm	0.074	260	0.14	0.011	0.10	0.21
遠心分離(3000rpm)	上澄み分析	0.062	890	0.47	0.017	0.11	0.45
	ろ過作業有り	0.055	480	0.18	0.017	0.093	0.33

単位:mg/L

検討項目	条件	土壌	土壌
		PCB	PCB
環告13号	-	0.064	0.012
環告46号	-	0.025	0.0008
スラグ等の化学試験法(成型体の再生材)	-	-	-
振とう容器と溶媒量 (溶媒/容器容積比)	溶媒/容器容積比83% 50g/500mL(600mL容器)	0.043	0.012
	溶媒/容器容積比50% 50g/500mL(1L容器)	0.064	0.012
振とう時間	6時間	-	-
	24時間	-	-
ろ紙の種類	ガラスファイバーろ紙孔径1μm	0.071	0.014
	メンブランフィルター孔径0.45μm	-	-
	ガラスファイバーろ紙孔径1μm	0.071	0.014
	メンブランフィルター孔径0.45μm	0.011	0.0009
遠心分離(3000rpm)	上澄み分析	0.14	0.025
	ろ過作業有り	0.088	0.0091

単位:mg/L

参考2
振とう方向

門木ら、再生材の溶出試験の検討と廃棄物の分析事例、廃棄物資源循環学会研究討論会発表資料(2010)、http://jsmcwm.or.jp/wastest/2010_toronkai_4.pdf
 以下のデータから、横振とうより縦振とうの方が溶出濃度が低くなる。縦振とうは振とうが十分に行われていないことが問題であった。

● 振とう方向 : 横方向、縦振とう

● 容器容量 : 480mL

試料量 (g)	24
水 (mL)	240
空隙率 (%)	50

● 振とう時間 : 6時間

● 容器 : 縦置き

	<p>発泡ガラス</p> <p>溶融スラグ</p>
<p>参考3 固液分離 方法及び 遠心分離 の規定</p>	<p>固液分離方法として、従来のろ過のみから、遠心分離方法を採用した理由は以下のとおり。</p> <p>従来、ろ過困難な場合に遠心分離を採用することになっていたが、ろ過困難の判断が測定者により異なることから、遠心分離操作を追加した。</p> <p>遠心分離操作により、ろ紙への固体の負荷が少なくなり、固液分離操作が分析者の違いによる差が少なくなる。</p> <p>室内精度及び室間精度の向上。</p> <p>遠心分離の性能は、装置の回転半径と回転数により決まるため、装置性能を一定にするため、重力加速度を規定する。(3000G への変更で、3000rpm に相当する回転半径は 30cm) 室間精度の向上</p> <p>検討委員会では、検定方法の精度向上を重要なポイントと考える意見が大勢であり、回転数から重力加速度へ変更することとなった。</p> <p>溶出液の作成では、500mL 以上を必要とするため、大きい容量の遠心分離容器が望ましい。</p>
<p>参考4 ろ紙の材 質(メン ブランフ ィルター の採用)</p>	<p>ガラス繊維ろ紙からメンブランフィルターに変更した理由は以下のとおり。</p> <p>ガラス繊維ろ紙に比べて、メンブランフィルターの 1μm 粒子の補足性能は一定している。 室内精度及び室間精度の向上</p> <p>なお、ろ紙口径を 0.45μm とすることも検討されたが、廃棄物と土壌とは特性が異なり、廃棄物は浸出水への影響評価を考えることが重要であること、また安全側での判定基準と考えられることから、0.45μm のろ紙口径を採用するための妥当な(合理的な)説明ができないことから、採用されなかった。</p>

参考5
ろ紙の材質
(目的成分の吸着がないものを選択)

次の2つの参考資料よりろ紙の材質について規定した。メンブランフィルター(MF)でも農薬類の吸着が起こる可能性があること、PTFEを用いることが推奨される結果が得られたがすべてのろ紙メーカー・ろ紙製品を検討していないこと、目的物質に対して吸着の生じるろ紙材質が異なることから、材質の規定ができず、結果として、「目的成分の吸着が起こらない材質」の記述となった。

井上豪ら、「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法(環境庁告示第13号)」で用いるフィルターの種類が測定結果に及ぼす影響、第22回廃棄物資源循環学会研究発表会、E3-2(2011)

- ・有機バインダーを含むガラス繊維ろ紙では有機リンの吸着が起こる
- ・MF(セルロース系)でも吸着が起きる可能性がある
- ・特にEPNの吸着が大きく、ガラス繊維ろ紙の方が吸着が少ない。
- ・PCBも同様にろ紙吸着が起こる。ガラス繊維ろ紙(GFP)の方が吸着が少ない。

比較試験を行ったガラス繊維ろ紙

	製造会社①			製造会社②	
	A	B	C	D	E
質量(g/m ²)	110	55	70	143	139
厚さ(mm)	0.44	0.21	0.21	0.675	0.73
保留粒子径(μm)	1 ^{※1}	0.6 ^{※1}	0.6 ^{※1}	1 ^{※2}	1.2 ^{※2}
有機バインダー処理	無し	無し	有り	無し	無し

※1 JIS P 3801で規定された硫酸バリウムなどを自然ろ過した時の漏洩粒子径により求めたものが0.6μmの場合、吸引ろ過時には保留粒子径が1μmになるとのこと(A社担当者より)

※2 Particle retention rating at 98% efficiency(B社ホームページより:測定条件は不明)

比較試験を行ったメンブランフィルター

	製造会社①		製造会社③	
	F	G	H	
材質	セルロース混合エステル		PVDF	PTFE
孔径(μm)	0.45		0.45	0.45
膜厚(μm)	145		125	65
透水量(mL/min/cm ²) ^{※3}	45		29	15

※3 Fは25℃、-0.069MPaの条件下、G、Hは20℃68.94kPaの条件下で透水試験を行っている

測定結果

有機リン系農薬等を含む水試料をろ過した際の回収率(ガラス繊維ろ紙)

	A (n=3)	B (n=3)	C (n=3)	D (n=3)	E (n=3)
メチルジメトン	112%	93%	92%	116%	112%
シマジン	94%	103%	91%	102%	102%
メチルパラチオン	100%	99%	78%	104%	105%
チオベンカルブ	91%	95%	66%	96%	95%
パラチオン	93%	94%	57%	92%	92%
EPN	75%	74%	23%	71%	69%

有機リン系農薬等を含む水試料をろ過した際の回収率(メンブランフィルター)

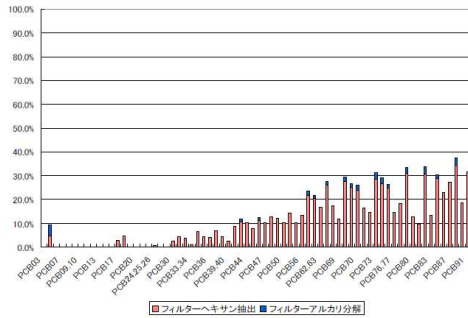
	F (n=3)	G (n=3)	H (n=3)
メチルジメトン	123%	94%	94%
シマジン	111%	102%	102%
メチルパラチオン	67%	97%	95%
チオベンカルブ	41%	93%	87%
パラチオン	33%	98%	94%
EPN	12%	64%	80%

PCBのろ紙吸着

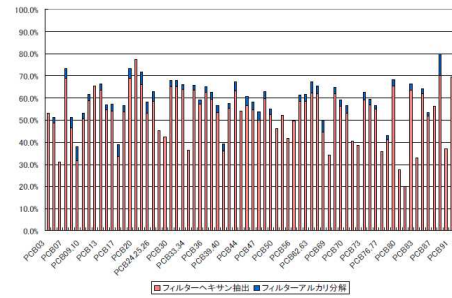
PCBはバインダーのないガラス繊維ろ紙が最も吸着が少なかった。

井上らはPCBが溶出してもろ紙や容器に吸着する可能性があることから、含有量試験の検討を促している。しかし、ガラス繊維ろ紙(GFP)では微粒子のろ紙通過がメンブランフィルターより多くなる廃棄物(汚泥)試料もあり、ガラス繊維ろ紙を選択した場合は強い吸引ろ過は望ましくない。一方でメンブランフィルターを選択した場合には、結果の評価において吸着による濃度低下の可能性のあることを認識しておく必要がある。

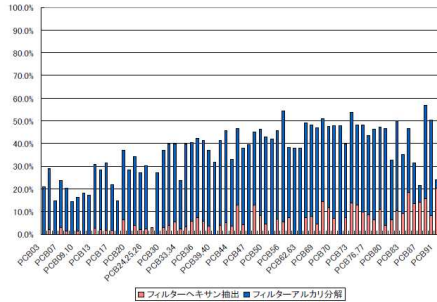
ガラス繊維ろ紙(有機バインダー無し)



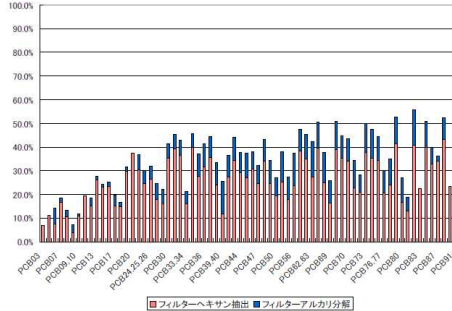
ガラス繊維ろ紙(有機バインダー有り)



メンブレンフィルター(セルロース混合エステル製)



メンブレンフィルター(PTFE製)



平成 23 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務報告書における検討

- ・ チオベンカルブは、バインダーありのガラス繊維ろ紙やセルロース系のメンブレンフィルターで 60~80%の回収率であり、若干の吸着があった。低濃度になるほど回収率は低下した。
- ・ 有機リンのうち、EPN はろ紙への吸着が著しく多かった。特に、バインダーありのガラス繊維ろ紙やセルロース系のメンブレンフィルターでは 10%程度の回収率であった。バインダーなしのガラス繊維ろ紙でも 50~70%程度、1 種の PTFE で 50~60%と吸着がみられた。
- ・ 全体として、バインダーなしのガラス繊維ろ紙、PTFE が農薬の吸着が少ないといえる。

濾紙吸着実験結果													
分析項目: 好ムハチオン													
定量下限値: 2 µg(濾紙含有) 注)													
濾紙				基準値1/10量添加		基準値1/2量添加		基準値量添加					
				ろ液分析		ろ液分析		ろ液分析		ろ紙分析			
種類	材質等	メーカー	品名	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濾紙含有(µg)	濾紙(mg/L)	回収率(%)	
-	-	-	濾過前液A	0.023	-	0.111	-	0.187	-	-	-	-	
-	-	-	濾過前液B	0.021	-	0.104	-	0.195	-	-	-	-	
ガラス繊維	バインダー無し	アドバンテック	GA-55	0.020	89.2	0.107	96.2	0.200	107.0	<2	<0.01	<5.1	
	バインダー有	アドバンテック	GS-25	0.017	76.6	0.080	71.5	0.139	74.2	12	0.06	31.7	
メンブレン	セルロース	アドバンテック	A100A	0.015	66.9	0.088	79.2	0.162	86.8	<2	<0.01	<5.1	
		ミリボア	AAWP	0.017	73.7	0.095	85.6	0.176	94.0	<2	<0.01	<5.1	
	PTFE	GEヘルスケア	ME27	0.016	74.7	0.094	89.9	0.164	84.2	<2	<0.01	<5.1	
		アドバンテック	H100A	0.023	108.8	0.100	95.4	0.190	97.4	<2	<0.01	<5.1	
		ミリボア	JAWP	0.020	88.2	0.107	95.9	0.198	105.9	<2	<0.01	<5.1	

注) 定量下限値は抽出、濃縮操作における濾紙の溶解、成分の析出等により、分析可能な値を設定
 ・回収率は、実験直前の濾過前液濃度を「100%」として算出 濾過前液は、実験日よりAとBに分けた。
 ・GA-55、GS-25、A100A、AAWP、JAWPは、濾過前液Aを、H100A、ME27は濾過前液Bを用いて算出した。

参考 6
pH 及び
電気伝導
率の測定

pH と電気伝導率の測定を推奨するのは次の理由による。
 溶出液の濃度が高い場合の評価（例えば強アルカリ性あるいは強酸性では Pb や六価クロムの溶出量が多い等）
 金属類の測定で共存物質の影響を受ける場合の参考(塩類除去や希釈の必要性、また標準添加法で定量する必要性の有無等)

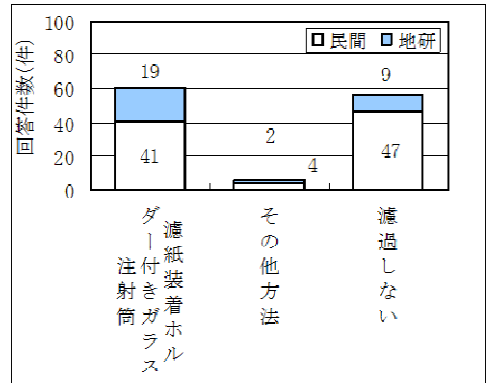
参考 7

VOC の検液作成における溶出操作はヘッドスペース少なくし溶出液中から VOC

VOC の溶出操作	を揮発させないようにするが、そのためには、予め容器容量を計り、廃棄物 + 溶媒の容積が容器容量になるように廃棄物量を求めて量りとる操作によって、極力ヘッドスペースが少なくできる
参考 8 VOC のろ過操作	<p>VOC のろ過操作を省略することになった理由は以下のとおり。</p> <p>(1) 以下の論文で、土壌溶出試験において VOC の溶出操作後のろ過操作を行う操作により VOC が揮発し低値になることが示された。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 星純也ら、土壌中 VOC の簡易迅速測定手法の評価、東京都環境科学研究所年報 2007、55-62 (2007) ・ 佐々木裕子、東京都における土壌中の重金属や VOC 等の簡易迅速分析技術の選定と活用、水環境学会誌、31(8)、415-418(2008) <p>(2) 平成 21 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務における実験的検討から、ろ過操作の有無による測定値の比較をし、ろ過操作を行わない方が揮発による損失を防げることを確認した。</p> <p>(3) 平成 21 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務における分析機関へのアンケート調査の結果、約半数の機関で溶出操作後のろ過操作を行っておらず、その理由として揮発による損失を考慮したためと回答していた。</p> <p>ろ過しないということは、VOC の揮発が起こる操作を避けるという意味もあり妥当性があること、また操作の簡略化につながることから、ろ過操作なしの採用となった。</p>

検討項目	条件	模擬汚泥 (土壌・砂質)A	模擬汚泥 (土壌・シルト)B	
		トリクロロエチレン	トリクロロエチレン	
環告13号	1回目	0.38	0.16	
	2回目	0.31	0.17	
	3回目	0.24	(0.88)	
	4回目	0.51	0.19	
	5回目	0.45	0.33	
	平均	0.38	0.21(0.35)	
	C V (%)	28.4	37.3(88.5)	
環告46号	1回目	0.28	0.12	
	2回目	0.41	0.11	
	3回目	0.27	0.094	
	4回目	0.29	0.14	
	5回目	0.33	(0.41)	
	平均	0.32	0.17(0.12)	
	C V (%)	18.1	16.6(75.8)	
ろ過無し	1回目	0.33	0.24	
	2回目	0.42	0.31	
	3回目	0.51	0.33	
	4回目	0.46	0.25	
	5回目	0.39	0.19	
	平均	0.42	0.26	
	C V (%)	16.2	21.4	
溶出試験方法の検討項目	-	-	-	
ろ過の有無とろ紙の種類	ろ過有り	ガラスファイバーろ紙孔径1μm	0.38	0.21(0.35)
	ろ過無し	メンブランフィルター孔径0.45μm	0.34	0.12(0.17)
	ろ過無し	上澄み分析	0.42	0.26

単位: mg/L



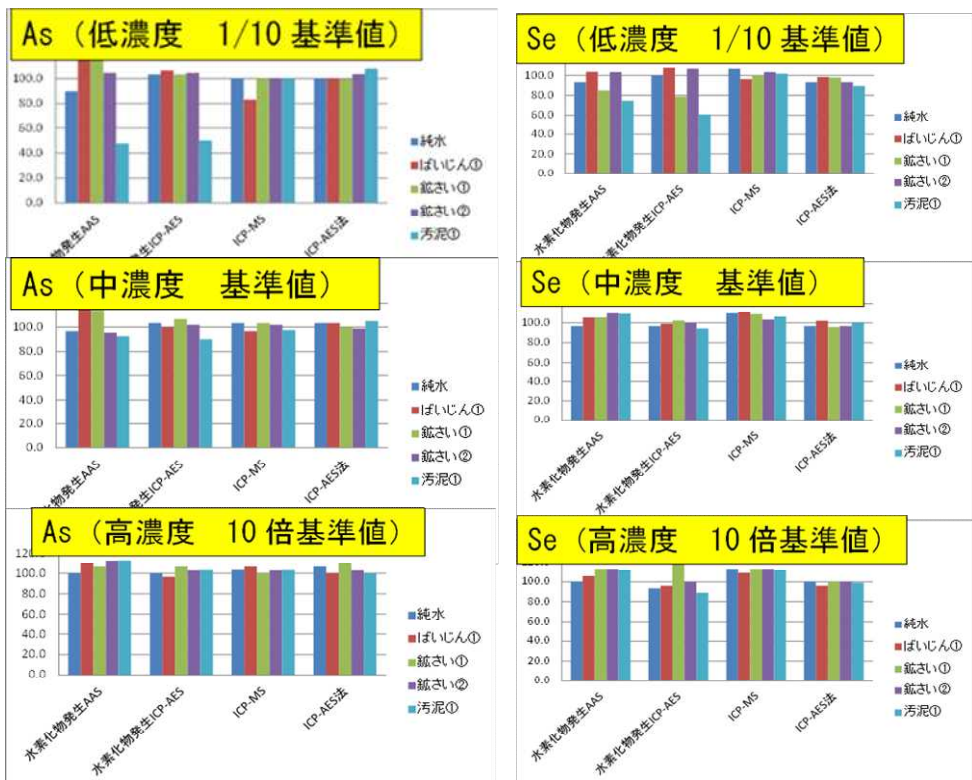
参考 9
As 及び Se の前処理での揮散

As 及び Se の前処理において塩素が共存する際に揮散する可能性がある。平成 23 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務において、検討した結果、NaCl 及び CaCl₂ の 1% 共存下においても、揮散しない結果を得た。ホットプレートでの加熱実験では揮散しないが、直火による加熱・乾固は検討していない。

ICP発光分析	As 188.980	Se 196.026
定量下限 [ppm]	0.05	0.05
希釈 BLK	<0.05	<0.05
ろ過 BLK	<0.05	<0.05
HNO3 BLK	<0.05	<0.05
HNO3+1ppm	1.03	1.05
HNO3(加熱)	1.02	1.03
HNO3(乾固)	1.18	1.05
HCl BLK	<0.05	<0.05
HCl+1ppm	1.05	1.09
HCl(加熱)	1.06	1.07
HCl(乾固)	1.11	0.98
H2SO4 BLK	<0.05	<0.05
H2SO4+1ppm	1.21	1.39
H2SO4(加熱)	1.18	1.38
H2SO4(乾固)	1.17	1.36
NaCl BLK	<0.05	<0.05
NaCl+1ppm	1.03	0.93
NaCl(加熱)	1.03	0.92
NaCl(乾固)	1.03	0.83
CaCl2 BLK	<0.05	<0.05
CaCl2+1ppm	1.01	0.90
CaCl2(加熱)	1.02	0.91
CaCl2(乾固)	1.03	0.92
HCl+H2SO4 BLK	<0.05	<0.05
HCl+H2SO4+1ppm	1.18	1.37
HCl+H2SO4(加熱)	1.18	1.37
HCl+H2SO4(乾固)	1.18	1.38
NaCl+H2SO4 BLK	<0.05	<0.05
NaCl+H2SO4+1ppm	1.03	1.16
NaCl+H2SO4(加熱)	1.05	1.18
NaCl+H2SO4(乾固)	1.06	1.20

参考 10
ICP 質量分析装置の適用

As 及び Se の測定に対する ICP 質量分析装置の適用が可能かどうか、平成 22 年度及び平成 23 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務において検討した。
溶出液に As 及び Se の標準を添加し、低濃度～高濃度の濃度範囲で、公定法（水素化物発生原子吸光法、水素化物発生 ICP 発光法）と ICP 質量分析法、また参考法として ICP 発光分析直接法を比較した結果、低濃度（基準値×1/10）では汚泥の水素化物発生法（AAS、AES）が低値であったが、概ね ICP 質量分析法は水素化物法と一致した。



上記測定は、コリジョンリアクションガスセル装備で測定したデータである。

ICP 質量分析装置のスペクトル干渉の除去方法は異なるため、各製造メーカーにブラインドサンプルを送付して測定した結果は以下のとおりである。確度の高い結果ではないが、概ねよい結果となっている。これらの結果を総合すると、As の測定に ICP 質量分析を使用する際には、各分析機関で Cl や Ca を含む溶液によってスペクトル干渉がないことを確認する必要がある。

検体	条件	添加濃度 mg/L	想定濃度 mg/L	公定法	分析機関	ECC	Agilent	Perkin Elmer	SII	Thermo Fisher	
					装置 コリジョン・リアクションガス 質量数	Agilent	Agilent	Perkin Elmer	Perkin Elmer	SII	Thermo Fisher
						7500ce	7700x	ELAN	ELAN	SPQ 97000	Scientific XSeries2
						He	He	He	AsO	H2	8%H2混合He
	溶出液	-	0.130	0.130		0.119	0.093	0.112	0.116	0.106	0.112
汚泥	条件1	0.001	0.131	0.110		0.143	0.094	0.113	0.114	0.107	0.106
	条件2	0.01	0.140	0.060		0.153	0.103	0.120	0.121	0.115	0.122
	条件3	0.03	0.160	0.080		0.163	0.117	0.141	0.137	0.130	0.140
	条件4	0.1	0.230	0.16		0.253	0.175	0.212	0.203	0.204	0.211
	条件5	0.3	0.430	0.38		0.484	0.342	0.414	0.392	0.390	0.405
	条件6	0.5	0.630	0.58		0.655	0.515	0.616	0.584	0.579	0.607
	条件7	1.0	1.130	0.98		1.309	1.064	1.056	1.021	1.063	1.094
	条件8	3.0	3.130	2.7		3.670	2.793	2.918	2.793	2.968	3.039
鉱さい	13号溶出	-	0.001	0.001		0.006	0.000	0.005	0.006	0.000	0.000
	条件1	0.001	0.002	0.001		0.004	0.001	0.005	0.006	0.000	0.000
	条件2	0.01	0.011	0.010		0.012	0.008	0.015	0.015	0.007	0.009
	条件3	0.03	0.031	0.030		0.032	0.026	0.035	0.036	0.027	0.030
	条件4	0.1	0.101	0.10		0.108	0.079	0.111	0.113	0.095	0.099
	条件5	0.3	0.301	0.30		0.324	0.265	0.330	0.336	0.293	0.291
	条件6	0.5	0.501	0.52		0.538	0.450	0.535	0.558	0.492	0.489
	条件7	1.0	1.001	1.0		1.034	0.911	1.060	1.094	0.974	0.963
条件8	3.0	3.001	2.9		3.438	2.889	3.164	3.181	2.907	2.765	
ばいじん	13号溶出	-	<0.001	<0.001		0.008	0.002	0.266	0.035	0.000	0.002
	条件1	0.001	0.001	0.001		0.010	0.001	0.259	0.029	0.000	0.004
	条件2	0.01	0.010	0.010		0.018	0.009	0.248	0.032	0.010	0.012
	条件3	0.03	0.030	0.028		0.039	0.026	0.230	0.051	0.032	0.033
	条件4	0.1	0.100	0.10		0.111	0.083	0.324	0.125	0.107	0.110
	条件5	0.3	0.300	0.23		0.327	0.242	0.499	0.331	0.319	0.321
	条件6	0.5	0.500	0.41		0.483	0.443	0.785	0.533	0.546	0.542
	条件7	1.0	1.000	0.78		1.000	0.817	1.350	1.074	1.108	1.076
条件8	3.0	3.000	2.1		3.170	2.535	3.572	3.208	3.321	3.185	

単位: mg/L

参考 1 1
有機塩素化合物

有機塩素化合物は無機化した塩素イオンを吸光光度法で定量する。吸光光度法では Hg 含有試薬を用いており、有害物質の使用を避けたい。平成 22 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務において、イオンクロマト法による測定を検討した。汚泥の基準値（含有量）40mg/kg である。イオンクロマト法は表に示すとおり、20mg/kg 程度が定量限界と考えられる。吸光光度法の定量限界は 2mg/kg 程度でイオンクロマト法より 1/10 低い。イオンクロマト法の定量限界が高いのは、有機塩素化合物の無機化試薬ソジウムピフェニルの Na が検液に多量に存在するためイオンクロマト法に導入するのに中和・希釈が必要となるためである。この結果から、イオンクロマト法の適用は見送られた。

含有量	公定法 (比色法)	イオンクロマト法		
		希釈なし	10倍希釈	100倍希釈
設定値	mg/kg	試料中濃度 (mg/kg)		
ブランク		0	ピーク分離不能	不検出
汚泥	0	0.3	x	—
	0.4	1.5	x	—
	2	2.8	x	—
	4	4.2	x	—
	8	8.3	x	—
	20	18.9	x	—
	40	35.9	x	—
	80	67.2	x	—
200	157	x	—	
400	335	x	—	