

平成22年度産業廃棄物の検定方法等検討事業
報告書

平成23年3月

一般社団法人廃棄物資源循環学会

目次

第1章 業務概要	1
1. 業務名称	1
2. 業務目的	1
3. 業務実施期間	2
4. 業務内容	2
(1) 試験方法検討委員会の設置及び運営	2
(2) 関連情報の収集及び整理及び分析調査	2
第2章 産業廃棄物の検定方法に係る課題	4
第3章 産業廃棄物の検定方法の課題に関する廃棄物の分析結果	15
1. 対象試料と分析方法	15
(1) 対象試料	15
(2) 分析方法	15
2. 検討試験の内容	16
(1) 廃棄物溶出試験における ICP 質量分析法による 砒素、セレン測定の検討	16
(2) 廃棄物溶出試験における ICP 質量分析法による ベリリウム測定の検討	17
(3) 廃棄物中の有機塩素化合物分析における イオンクロマトグラフ法による測定の検討	18
(4) 分析機関について	19
2. 分析結果	20
(1) 廃棄物試料の分析結果	20
(2) ICP 質量分析法による砒素の分析結果	20
(3) ICP 質量分析法によるセレンの分析結果	23
(4) ICP 質量分析法によるベリリウムの分析結果	27
(5) 有機塩素化合物のイオンクロマトグラフ法による分析結果	27
第4章 産業廃棄物の検定方法に関する情報整理	29

第5章 産業廃棄物の検定方法の改定内容について	32
(1) 試料粒径	32
(2) 溶出溶媒	32
(3) 混合液量と容器容積比	32
(4) 振とう条件	33
(5) 溶出時間	33
(6) ろ過操作	33
(7) ろ紙の材質・孔径	34
(8) 揮発性有機物質に対するろ過操作	34
(9) ヒ素、セレン、ベリリウムへのICP質量分析の採用	35
(10) 有機塩素化合物へのイオンクロマト法の適用	35
第6章 まとめ及び今後の課題	36
■ 巻末資料	39
1. 産業廃棄物の検定方法等検討委員会議事録概要	40
2. 産業廃棄物の検定方法に関連する参考文献等	42

第1章 業務概要

1. 業務名称

平成22年度産業廃棄物の検定方法等検討事業

2. 業務目的

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。

この検定方法は、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、36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定、国際的な整合性など、様々な課題が生じている。

これらに対して、本業務では、昨年度以下の内容を検討し、廃棄物の検定方法の改訂に際して考慮すべき事項と方向性を示すことを目的とする。また専門家による検討会を開催し、検討課題への対応について意見をとりまとめた。

- (1) 産業廃棄物の溶出毒性に関する定義と、その評価試験法の整合に関する検討
- (2) 検定方法の操作の詳細を規定するための検討
- (3) 上記の検討に必要な、実試料の分析による基礎データの収集と評価
- (4) 溶出試験に関連する国内試験法及び海外規制試験法と比較し、溶出毒性の評価試験の方向性を検討する。
- (5) 地方研究機関及び民間分析機関のアンケート調査による検定方法の実態及び改定への要望・課題整理

その結果、試料粒径、溶出溶媒、溶出時間、ろ過操作、ろ紙の材質・孔径、揮発性有機物質に対するろ過操作、ICP質量分析等、改正の方向性について、検定方法の結果に影響を与える因子についてまとめ、改定にむけた方向性は示すことができたが、以下の課題を残した。そこで今年度はこれらをもとに更なる検討を重ねた。

- (1) 固液分離操作において、遠心分離操作を含めた操作方法と現行操作方法の精度等に関する情報収集が必要。
- (2) ICP質量分析法の採用について、共存物質の影響についての検討が必要。塩素等の妨害物質除去方法がメーカーにより異なるため、装置設備に起因する影響がないか、海洋投入処分に係る廃棄物のBeの分析法として適用可能かどうか確認が必要。
- (3) 有機塩素化合物の分析にイオンクロマト法が採用可能かどうか検討が必要。
- (4) ろ紙孔径を現在の $1\mu\text{m}$ から $0.45\mu\text{m}$ へ変更する可否について更なる検討が必要。
- (5) 試料粒径について、風化による崩壊程度に関する情報収集、及び粒度が溶出濃度に及ぼす影響について更なる情報収集が必要。
- (6) 検定方法の改正案においても十分な精度が得られることを複数の分析機関により変更前に十分確認しておくことが必要。
- (7) 告示法の操作手順を詳細に規定するため、検定方法に係る解説書等の作成について検討が必要。

3. 業務実施期間

契約締結日（平成 22 年 12 月 1 日）から平成 23 年 3 月 31 日まで

4. 業務内容

本業務の内容は以下のとおりである。

(1) 試験方法検討委員会の設置及び運営

① 検討委員会の構成

「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」の改正等に係る検討を行うに当たり、廃棄物処理、土壌汚染、化学分析等に関し専門的知識を有する学識経験者等からの意見を聴取するため、以下の構成員からなる「産業廃棄物検定方法等検討委員会」（以下「検討委員会」という。）を設置し、運営した。

(委員)

小野 雄策 日本工業大学 ものづくり環境学科 教授

○酒井 伸一 京都大学 環境保全センター 教授

肴倉 宏史 (独)国立環境研究所循環型社会・廃棄物研究センター 物質管理研究室研究員

水谷 聡 大阪市立大学 大学院工学研究科都市系専攻 教授

細見 正明 東京農工大学 工学部化学システム工学科 教授

門木 秀幸 鳥取県生活環境部衛生環境研究所 リサイクルチームリーダー

王 寧 (株)環境管理センター 環境基礎研究所 副所長

○：検討会委員長

(オブザーバー)

藤森 英治 環境省 環境調査研修所 教官

(事務局)

一般社団法人 廃棄物資源循環学会

②検討委員会の開催

第 1 回検討委員会 平成 23 年 3 月 11 日(金) 10:00~12:00

航空会館 603 号室 (東京都港区新橋 1-18-1)

(2) 関連情報の収集・整理及び分析調査

① 平成 22 年度以降に収集した文献整理

② 産業廃棄物の検定方法の課題に関する廃棄物の分析

2008 年版 JISK0102 に対応していない分析法

ICPMS が採用できるかどうかの確認

- As 及び Se について昨年度の実験的検討の結果では、ほぼ水素化物発生法と ICPMS 法は同等の値となったが、ICPMS 法が若干高い値であった。この結果に対して、従来法(水素化物法)と ICPMS 法のどちらが正しい値かを検証する必要があることの指摘があった。すなわち、ICPMS 法では共存物質による測定質量のプラスの影響の可能性である。そこで、今年度は市販されている ICPMS 装置（5 社、アジレント、サーモサイエンティフィック、エスエスアイナノテクノロジー、ブルカー（旧バリアン））を使用し、As 及び Se の測定精度・確度を確認することとしている。更に、Be について ICPMS の採用の可能性を実験的に検討する。
- 有機塩素化合物（海洋投入の規制項目）の測定方法においてイオンクロマト法が採用で

きるか。

現状の方法では、有機塩素化合物をヘキサン抽出後、有機塩素を無機塩素イオンとし、比色法により定量している。比色法では水銀化合物を使用し、また定量限界が高い等の欠点があり、イオンクロマト法に変更できるか確認する。

- VOC の測定方法における固液分離の必要性

検液作成において、揮発性の高い VOC はろ過操作で揮散する可能性があり、昨年度の実験結果においても、ろ過操作での揮発の可能性が指摘された。告示法で固液分離をしない選択肢もありうる。また VOC の測定方法の中に、11 物質ではなく 5 物質の方法も採用されているが、これは規制項目が 5 物質であった時代の方法がそのまま残っているため、必要性がないと考えられる。削除してもよいかどうかを検討する。

③ 産業廃棄物の検定方法の改定に向けた課題整理

- 溶出操作における課題

検液作成において、廃棄物/水混合液の固液分離方法が現状ではろ紙孔径 $1\mu\text{m}$ のガラス繊維ろ紙が採用されているが、他の選択肢として、ろ紙材質（メンブランフィルター）及びろ紙孔径 ($0.45\mu\text{m}$) があり、昨年度は合理的説明ができるならば変更すると判断されたが、結論は持ち越されている。

第2章 産業廃棄物の検定方法に関する課題

本章では、産業廃棄物の検定方法に関する課題を整理した。「平成21年度産業廃棄物の検定方法等検討事業」において検討された課題をまとめた。

「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）は、陸上・海上埋立及び海洋投入処分を行う際の産業廃棄物の水溶性有害物質濃度に対する検定方法であり、制定後、36年経過しており、その期間に当該検定方法に関連した法律の制定や分析法の改定、国際的な整合性についての議論、さらに分析現場では、室間精度が非常に悪いなど様々な課題が生じている。廃棄物の検定方法の改訂に際して考慮すべき事項として、本検定方法が制定された当時（昭和48年）の考え方及びその後に環境省での検討結果（昭和58年）を整理した。また過去の実験的検討結果、平成21年度の検討結果、更に、地方研究機関及び民間分析機関のアンケート調査により、検定方法の実態をふまえて、以下のような検定方法に関する課題（表1、表2）がまとめられ、改訂の方向性が整理された（表3）。

改正の方向性について、検定方法の結果に影響を与える因子をまとめた結果は以下のとおりである。

（1）試料粒径

有姿を基本とするが、大きな塊状廃棄物（鉱さい、固化処理物）については、風化を想定した粒度とする。この試料粒径についての考え方は、環告13号は最終処分場に搬入する廃棄物が一定濃度以上に有害物を溶出しないことを担保するための試験法であるため、試料は有姿のままとするが、塊状廃棄物については、0.5mm以上5mm以下程度にまで風化すると想定し検定を行うというものである。

（2）溶出溶媒

溶出溶媒のpHは、溶出濃度への影響は小さいと考えられるものの、積極的に、純水に統一すべきという意見には集約できなかった。しかし、本業務の検討結果としては、純水（又はイオン交換水）でよいとする案を提出するものである。

（3）混合液量と容器容積比

現状では、陸上埋立では、試料量50g以上、溶媒500mL以上（固液比10）と規定されている。昭和58年の検討結果では混合液量の容積比が大きくなると低値になる傾向があり、容器容積比を0.5とすることが提案されている。平成21年度の実験的検討でも容積比が75%を超えると、溶出濃度が低下することが分かった。これは廃棄物と水との混合が不十分であるためと考えられる。検定方法が平衡状態を模擬した溶出濃度を得る目的では、容器容積比を規定することが望ましい。

（4）振とう条件

縦置き縦振とう、縦置き横振とう、横置き縦振とう、横置き横振とう、の組み合わせが考

えられる。このうち、昭和 58 年には水平振とう（縦置き横振とう）と垂直振とう（縦置き縦振とう）が比較されている。結果は明確な差が顕れていない。

(5) 溶出時間

6 時間より短い時間については、過去に検討しているが、妥当性が見いだせなかったとしている。海外の溶出試験では 18 時間、24 時間が採用されている。これは、最終処分場からの溶出量を、平衡状態のものとして考えているためと考えられる。実試料分析による結果によれば、溶出時間が長くなると濃度低下が生じる項目がある一方、ヒ素やセレンは若干濃度が高くなる傾向があった。平衡状態を再現する基本の方針を採用するのでなければ、溶出時間は項目によって挙動が異なることから、積極的に溶出時間変更を支持する結果は得られず、6 時間を支持する方向である。ただし、項目によっては濃度低下があることの周知は必要と考えられる。

(6) ろ過操作

制定時は、最もろ紙孔径が小さいもの（ろ紙 5C）によるろ過操作を採用した。当時の分析現場では遠心分離が主流であったこと、遠心分離と同程度の粒子の除去が行えるものとして孔径 1 μm ガラス繊維ろ紙でのろ過操作が採用された。

アンケート調査結果によれば、ろ紙材質及びろ紙孔径で 1 μm のグラスファイバーろ紙を用いていない機関があること、ろ過困難の判断が難しいこと、ろ紙の交換枚数やろ液の濁りの程度について分析者の自由判断にゆだねている機関もあることがわかった。

試験法の精度を向上させることも考慮すると、遠心分離ーろ過操作が適していると考えられる。

(7) ろ紙の材質・孔径

制定当時、メンブランフィルターは目詰まりしやすいことから、ガラス繊維ろ紙が採用に至った。環告 13 号の試験精度の観点からすれば、ガラス繊維ろ紙より、ろ液中の微粒子量の変動が小さくなるメンブランフィルターを使用する方法が推奨される。

ろ紙孔径について、1 μm と 0.45 μm が議論された。国内では土壌溶出試験で、また海外では廃棄物の溶出試験に 0.45 μm ろ紙が用いられている。廃棄物の環境影響をどうとらえるかの議論の中で、魚類の鰓を經由した影響について検討の必要性が指摘され、巻末資料 2 に示す情報をもとに検討したが、孔径 1 μm 又は 0.45 μm のろ紙を使用する妥当性は見いだせず、現状ではペンディングとした。

(6) 揮発性有機物質に対するろ過操作

溶出操作後のろ過操作の有無による濃度比較を行った論文（土壌を対象）によれば、ろ過しない方が揮発損失が少なく、2 割程度濃度が高いことが報告されている。またアンケート調査でも回答数の約半数の機関がろ過操作を行っていなかったという結果であった。本業務における実試料による分析結果でも同様に、ろ過を行った方が低値を示す傾向が確認された。ろ過操作なしを規定することについては、現状でデメリットは認められておらず、更に専門

家から意見を聴取することにより、採用・改定する可能性があるものと思われる。

(8) ICP 質量分析の採用

廃棄物の実試料分析において、ヒ素及びセレンについて、水素化物原子吸光法と ICP 質量分析法を比較したところ測定値に大きな差はみられなかった。一部試料で ICP 質量分析法が高い傾向がみられたが、逆に水素化物法におけるヒ素の予備還元が不十分であった可能性もあった。ICP 質量分析法によるヒ素の分析は、塩素の共存により測定質量数の妨害があり、装置によっては十分な補正ができているかどうかの確認が必要であることから、追加実験が必要と考えられた。

以上のように「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」(環告 13 号)の主要な課題を整理したが、下記の検討課題を残している。

- (1) 固液分離操作において、遠心分離操作を含めた操作方法と現行操作方法の精度等に関する情報収集が必要。
- (2) ICP 質量分析法の採用について、共存物質の影響についての検討が必要。塩素等の妨害物質除去方法がメーカーにより異なるため、装置設備に起因する影響がないか、海洋投入処分に係る廃棄物の Be の分析法として適用可能かどうか確認が必要。
- (3) 有機塩素化合物の分析にイオンクロマト法が採用可能かどうか検討が必要。
- (4) ろ紙孔径を現在の $1\mu\text{m}$ から $0.45\mu\text{m}$ へ変更する可否について更なる検討が必要。
- (5) 試料粒径について、風化による崩壊程度に関する情報収集、及び粒度が溶出濃度に及ぼす影響について更なる情報収集が必要。
- (6) 検定方法の改正案においても十分な精度が得られることを複数の分析機関により変更前に十分確認しておくことが必要。
- (7) 告示法の操作手順を詳細に規定するため、検定方法に係る解説書等の作成について検討が必要。

表 1 産業廃棄物に含まれる金属等の検定法に係る検討内容（概要）

	項目	課題
1	試料粒径	土壌との違い (残土、安定型廃棄物等と異なる)
2	検液の作成 (1) 溶出溶媒 (2) 溶出時間 (3) ろ過操作 ろ紙材質 ろ紙孔径 遠心分離 容器の空隙率	(1)溶媒の初期 pH の設定が必要か (2)6 時間のままでよいか (3)・グラスファイバーフィルターでは 1 μ m 以上の粒子が通過する場合がかなりある ・溶出毒性を評価するのであれば、0.45 μ m のろ紙の使用が適当ではないか ・ろ過困難の場合遠心分離操作を行うが、ろ過操作を行わず、上澄み液を検液とするため、浮遊する粒子が検液に混入する可能性がある ・ろ過方法（吸引ろ過）によって微粒子が通過する可能性がある ・溶出液の pH は測定することが望ましいのではないか ・溶媒/容器比により振とうの状態が異なるので規定すべきか ・VOC についてはろ過作業による損失があるのではないか
3	検定方法	・日本工業規格 K0102 は 2008 年に改定されており、これに対応していない分析項目がある 特に、ICP 質量分析、イオン電極法が採用され、これを検定方法として選ぶかどうか検討が必要 ・有機塩素化合物の検定方法（附表）はチオシアン酸第二水銀を使用している。有害物質を使用しない分析法を選択した法がよいのではないか ・揮発性物質は、11 項目すべてを測定する方法以外に、トリクロロエチレン等 5 物質の測定方法が規定されている
4	石綿含有廃棄物の無害化処理物に対する溶出試験	・粒径は 2mm 以下に粉碎することでよいか
5	廃棄物、処理物、残土、汚染土壌、再生材、再生製品に対する溶出毒性の考え方	

表 2 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）と課題

	本文	課題
	有害な産業廃棄物に係る判定基準を定める総理府令（昭和 48 年総理府令第 5 号）第 3 条に基づき、環境庁長官が定める産業廃棄物に含まれる有害物質の検定方法を次のように定め、昭和 48 年 3 月 1 日から適用する	
第一 検液の作成	<p>一の表</p> <p>埋立処分を行おうとする燃え殻、汚泥（揮発性物質を除く）、鉱さい、若しくはばいじん若しくはこれら産業廃棄物を処分するために処理したもの又は海洋投入に係る検液は次の表に掲げる試料の作成、試料液の調整及び当該産業廃棄物に含まれる金属等（金属等を含む産業廃棄物に係る判定基準を定める省令別表第一の第一欄に掲げる物質をいう）の溶出の操作を行って得られた試料液を孔径 1 μm のグラスファイバーフィルターペーパー（GFP）を用いてろ過した後の溶液（ろ過が著しく困難な場合は、当該試料液を毎分三千回転で 20 分間遠心分離した後の上澄み液）から検定に必要な量を正確に計りとして作成するものとする。</p> <p>試料</p> <p>イ 燃え殻、汚泥又はばいじんにあつては有姿のまま採取し、小石等の異物を除去したものとする。</p> <p>ロ 燃え殻、汚泥又はばいじん以外の産業廃棄物のうち、粒径 5mm 以下のものにあつては、有姿のまま採取したものとし、それ以外にあつては、有姿のまま採取し、粉碎した後、日本工業規格 Z8801(1994) に定める網ふるい（目開きが 0.5mm のものおよび 4.75mm のもの）を用いて粒径が 0.5mm 以上 5mm 以下となるようにしたものとする。</p> <p>試料液</p> <p>イ 埋立処分（海面埋立処分を除く。）を行おうとする燃え殻、汚泥、鉱さい、ばいじん又はこれらの産業廃棄物を処分するために処理したものにあつては、試料（単位 g）と溶媒（純水に水酸化ナトリウム又は塩酸を加え、水素イオン濃度指数が 5.8 以上、6.3 以下となるようにしたもの）（単位 mL）とを重量体積比 10% の割合で混合し、かつその混合液が 500mL 以上となるのうにしたものとする。</p> <p>ロ 海面埋立処分を行おうとする燃え殻、汚泥、鉱さい、ばいじん又はこれらの産業廃棄物を処分するために処理したもの（燃え殻、汚泥及びばいじんであるものを除く）にあつては、試料（単位 g）と溶媒（純水に水酸化ナトリウム又は塩酸を加え、水素イオン濃度指数が 7.8 以上、8.3 以下となるようにしたもの）（単位 mL）とを重量体積比 10 パーセントの割合で混合し、かつその混合液が 500mL 以上となるのうにしたものとする。</p> <p>ハ 海面埋立処分を行おうとする燃え殻、汚泥、ばいじん若しくは燃え殻、鉱滓若しくはばいじんを処分するために処理したものであつて汚泥であるもの又は海洋投入処分を行おうとする無規性の汚泥にあつては、試料に溶媒（純水に水酸化ナトリウム又は塩酸を加え、水素イオン濃度指数が 7.8 以上、8.3 以下となるようにしたもの）（単位 mL）を加え、その混合液（単位 mL）に含まれる固形分（単位 g）の重量体積比が 3% になるようにし、その混合液が 500mL 以上となるのうにしたものとする。</p> <p>溶出</p> <p>常温（おおむね摂氏 20 度）常圧（おおむね一気圧）で振とう機（あらかじめ振とう回数を毎分二百回に、振とう幅を 4cm 以上 5cm 以下に調整したもの）を用いて、六時間振とうする。</p> <p>備考</p> <p>この表の試料液の項のハに規定する産業廃棄物に含まれる固形分の重量比は次により求めるものとする。</p> <p>当該産業廃棄物 20g 以上 100g 以下（ag）を平形はかりびん（容量 50mL 以上のもので、あらかじめ乾燥したもの）又は蒸発ざら（容量 100mL 以上のもので、あらかじめ乾燥したもの）に正確に計り取り、沸騰しないように蒸発欲呼し、摂氏百五度以上百十度以下で二時間乾燥した後、デシケーター中で d 三十分放冷する。この結果平殻はかりびん又は蒸発ざらに残留した物質の重量（bg）を正確に求め、これを固分の重量とし、次の式により求める。固形分の重量比（パーセント）= (b/a) x 100</p>	<p>1-1 ろ過操作におけるろ紙材質、ろ紙孔径</p> <p>1-2 ろ過困難の判断</p> <p>1-3 遠心分離後の上澄み液でよいか？ろ過しなくてよいか？</p> <p>●土壌溶出基準に係るろ過操作と異なる。遠心分離後、孔径 0.45 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する。</p> <p>1-4 鉱さい及び処理物で粒径 5m メートル超過のものは、粉碎後 0.5~5mm としてよいか。</p> <p>●土壌汚染対策法の試料粒径は 2mm 以下である。</p> <p>1.5 溶媒の pH 調整は必要か</p> <p>●試料/溶媒の混合液の pH は廃棄物から溶出する陽イオン、陰イオンによって決まる。陸上埋立の 5.8-6.3、海面埋立の 7.8-8.3 は無意味ではないか。</p> <p>●諸外国の溶出操作では、純水となっている。</p> <p>1.7 振とうの条件</p> <p>1.8 6 時間振とうは適切か</p> <p>●諸外国では 16 時間又は 24 時間が多い</p>
二	<p>海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥（PCB、揮発性物質、チウラム、シマジン、チオベンカルブ及び有機塩素化合物の検定に係るものを除く）に係る検液は、有姿のまま採取した試料をビーカー（容量 500mL のもの）に採り、金属製以外のへらを用いて小塊をつぶして、均一な状態としたものを 2mm 目の合成繊維製ふるい（金属製のものを除く）にかけ、通過したものから必要な量（200g 以上とする。）を正確に計り取り、共栓付きメスシリンダー（容量 1L のもの）に入れ、これに純水を加えて全量を 1L とし、この試料液を激しく振り混ぜて均一な状態にした後、速やかに検定に必要な量を正確に計り取って作成するものとする。ただし、六価クロムを含む汚泥に係る検液は、その試料液を孔径 1 μm のグラスファイバーフィルターペーパー（GFP）を持ち手ろ過した後の溶液（ろ過が著しく困難な場合は当該試料液</p>	<p>1-9 六価クロムの検液についてのろ過操作のろ紙材質とろ紙孔径</p> <p>●1-3 と同様。特に六価クロムは比色法を検定方法とするため、濁り・着色は避けるべき</p>

		を毎分三千回転で20分間遠心分離した後の上澄み液)から検定に必要な量を正確に計りとりて作成するものとする。																													
	三	海洋投入処分を行おうとする廃酸又は廃アルカリに係る検液は、有姿のまま採取した試料から必要な量(200g以上とする。)を正確に計り取り、共栓付きメスシリンダー(容量1Lのもの)に入れ、これに純水を加えて全量を1Lとし、この試料液を激しく振り混ぜて均一な状態にした後、速やかに検定に必要な量を正確に計り取って作成するものとする。ただし、揮発性物質の検定に係る廃酸、廃アルカリにあっては、有姿のまま採取した試料(別表二(3)に規定する試料の取り扱いに準じて取り扱う)を検液とする。																													
第二	検定の方法	検定は第一の検液、揮発性物質の検定に係る汚泥及び汚泥を処分するために処理したもの並びに海洋投入処分を行おうとするPCB、チウラム、シマジン、チオベンカルブ及び有機塩素化合物の検定に係る有機性の汚泥につき、次の表の各号上欄に掲げる金属等の種類ごとにそれぞれ当該各号下欄に掲げる方法により当該検液又は当該汚泥若しくは当該揮発性有機物質の検定に係る汚泥を処分するために処理したものに含まれる金属等の重量(単位 mg)を求めるものにより行うものとする。																													
	第二の表	<table border="1"> <tr> <td>一 アルキル水銀化合物</td> <td>昭和46年12月環境庁告示第59号(以下水質環境基準という)付表2及び昭和49年9月環境庁告示第64号(以下排水基準告示という)付表3に掲げる方法</td> </tr> <tr> <td>二 水銀又はその化合物</td> <td>水質環境基準付表1に掲げる方法</td> </tr> <tr> <td>三 カドミウム又はその化合物</td> <td>日本工業規格K101(1998)の55に定める方法</td> </tr> <tr> <td>四 鉛又はその化合物</td> <td>日本工業規格K0102(1998)の54に定める方法</td> </tr> <tr> <td>五 有機リン化合物</td> <td>排水基準告示付表1に掲げる方法又は日本工業規格K0102(1998)の31.1に定める方法のうちガスクロマトグラフ法以外のもの(メチルジメトンにあっては排水基準告示付表二に掲げる方法)</td> </tr> <tr> <td>六 六価クロム化合物</td> <td>日本工業規格K0102(1998)の54に定める方法</td> </tr> <tr> <td>七 砒素又はその化合物</td> <td>日本工業規格K0102(1998)の61に定める方法</td> </tr> <tr> <td>八 シアン化合物</td> <td>日本工業規格K0102(1998)の38.1.1に定める方法</td> </tr> <tr> <td>九 PCB</td> <td>水質環境基準告示付表第3に掲げる方法又は日本工業規格K0093(1995)の5.1に定める方法(海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、両方法の試験操作のうち、ヘキササン抽出、アルカリ分解及び抽出液の濃縮を別表第1に掲げる方法により行うものとし、シリカゲルカラムクロマトによる妨害物質の除去操作を行った後の溶液は検定が可能な定量界が得られる量(例えば2mL)まで濃縮するものとする。</td> </tr> <tr> <td>十 トリクロロエチレン</td> <td>イ 第一の三に掲げる検液にあっては、日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3、5.4.1又は5.5に定める方法 ロ 埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3.2若しくは5.4.1に定める方法 ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3.1若しくは5.4.1に定める方法 ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K125(1995)の5.1に定める方法</td> </tr> <tr> <td>十一 テトラクロロエチレン</td> <td>十 トリクロロエチレンに同じ</td> </tr> <tr> <td>十二 ジクロロメタン</td> <td>イ 第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3.2又は5.4.1に定める方法 ロ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、又は5.3.2に定める方法 ハ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1に定める方法</td> </tr> <tr> <td>十三 四塩化炭素</td> <td>十 トリクロロエチレンに同じ</td> </tr> <tr> <td>十四 1,2-ジクロロエタン</td> <td>十二 ジクロロメタンに同じ</td> </tr> </table>	一 アルキル水銀化合物	昭和46年12月環境庁告示第59号(以下水質環境基準という)付表2及び昭和49年9月環境庁告示第64号(以下排水基準告示という)付表3に掲げる方法	二 水銀又はその化合物	水質環境基準付表1に掲げる方法	三 カドミウム又はその化合物	日本工業規格K101(1998)の55に定める方法	四 鉛又はその化合物	日本工業規格K0102(1998)の54に定める方法	五 有機リン化合物	排水基準告示付表1に掲げる方法又は日本工業規格K0102(1998)の31.1に定める方法のうちガスクロマトグラフ法以外のもの(メチルジメトンにあっては排水基準告示付表二に掲げる方法)	六 六価クロム化合物	日本工業規格K0102(1998)の54に定める方法	七 砒素又はその化合物	日本工業規格K0102(1998)の61に定める方法	八 シアン化合物	日本工業規格K0102(1998)の38.1.1に定める方法	九 PCB	水質環境基準告示付表第3に掲げる方法又は日本工業規格K0093(1995)の5.1に定める方法(海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、両方法の試験操作のうち、ヘキササン抽出、アルカリ分解及び抽出液の濃縮を別表第1に掲げる方法により行うものとし、シリカゲルカラムクロマトによる妨害物質の除去操作を行った後の溶液は検定が可能な定量界が得られる量(例えば2mL)まで濃縮するものとする。	十 トリクロロエチレン	イ 第一の三に掲げる検液にあっては、日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3、5.4.1又は5.5に定める方法 ロ 埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3.2若しくは5.4.1に定める方法 ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3.1若しくは5.4.1に定める方法 ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K125(1995)の5.1に定める方法	十一 テトラクロロエチレン	十 トリクロロエチレンに同じ	十二 ジクロロメタン	イ 第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3.2又は5.4.1に定める方法 ロ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、又は5.3.2に定める方法 ハ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1に定める方法	十三 四塩化炭素	十 トリクロロエチレンに同じ	十四 1,2-ジクロロエタン	十二 ジクロロメタンに同じ	<p>1-10 K0102(1998)は2008年版のバージョンとする必要があるか。変更されたJISで産業廃棄物の検定方法として適当であるかどうか</p> <p>●2008年版のJISでは、Cd、Pb、Se、As、Be、Cu、Zn、Ni、Vについて、ICP質量分析が追加された。またAs及びSeについて水素化物発生ICP発光分光分析が追加された。弗化物の測定法には3.2イオン電極法、3.3イオンクロマト法が採用されているが、廃棄物で測定可能か (全シアンの測定法が微修正(妨害物)、フェノール類の測定法の内容が追加(妨害物))</p> <p>1-11 有機塩素化合物の測定法は、水銀(チオシアン酸第二水銀)を用いているのはこのままでよいか</p> <p>●JISでは試験法に有害物質を試薬として用いない方向で検討されているが、このままでよいか</p> <p>1-12 トリクロロエチレン等5項目のVOCに対して別表二及び別表三が定められているが、このままでよいか</p> <p>●</p>
一 アルキル水銀化合物	昭和46年12月環境庁告示第59号(以下水質環境基準という)付表2及び昭和49年9月環境庁告示第64号(以下排水基準告示という)付表3に掲げる方法																														
二 水銀又はその化合物	水質環境基準付表1に掲げる方法																														
三 カドミウム又はその化合物	日本工業規格K101(1998)の55に定める方法																														
四 鉛又はその化合物	日本工業規格K0102(1998)の54に定める方法																														
五 有機リン化合物	排水基準告示付表1に掲げる方法又は日本工業規格K0102(1998)の31.1に定める方法のうちガスクロマトグラフ法以外のもの(メチルジメトンにあっては排水基準告示付表二に掲げる方法)																														
六 六価クロム化合物	日本工業規格K0102(1998)の54に定める方法																														
七 砒素又はその化合物	日本工業規格K0102(1998)の61に定める方法																														
八 シアン化合物	日本工業規格K0102(1998)の38.1.1に定める方法																														
九 PCB	水質環境基準告示付表第3に掲げる方法又は日本工業規格K0093(1995)の5.1に定める方法(海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、両方法の試験操作のうち、ヘキササン抽出、アルカリ分解及び抽出液の濃縮を別表第1に掲げる方法により行うものとし、シリカゲルカラムクロマトによる妨害物質の除去操作を行った後の溶液は検定が可能な定量界が得られる量(例えば2mL)まで濃縮するものとする。																														
十 トリクロロエチレン	イ 第一の三に掲げる検液にあっては、日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3、5.4.1又は5.5に定める方法 ロ 埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3.2若しくは5.4.1に定める方法 ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3.1若しくは5.4.1に定める方法 ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K125(1995)の5.1に定める方法																														
十一 テトラクロロエチレン	十 トリクロロエチレンに同じ																														
十二 ジクロロメタン	イ 第一の三に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、5.3.2又は5.4.1に定める方法 ロ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、日本工業規格K0125(1995)の5.1、5.2、又は5.3.2に定める方法 ハ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格K0125(1995)の5.1に定める方法																														
十三 四塩化炭素	十 トリクロロエチレンに同じ																														
十四 1,2-ジクロロエタン	十二 ジクロロメタンに同じ																														

		十五 1,1-ジクロロエチレン	十二 ジクロロメタンに同じ	
		十六 シス-1,2-ジクロロエチレン	十二 ジクロロメタンに同じ	
		十七 1,1,1-トリクロロエタン	十 トリクロロエチレンに同じ	
		十八 1,1,2-トリクロロエタン	十二 ジクロロメタンに同じ	
		十九 1,1-ジクロロプロペン	十二 ジクロロメタンに同じ	
		二十 チウラム	水質環境基準告示付表 4 に掲げる方法（第一の 3 に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、同方法の試験操作のうち、前処理における試料の量を 100mL とし、海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、同方法の試験操作のうち前処理を別表第 4 に掲げる方法により行うものとする。）	
		二十一 シマジン	水質環境基準告示付表 5 に掲げる方法（第一の 3 に掲げる検液並びに埋立処分を行おうとする汚泥及び汚泥を処分するために処理したものにあっては、同方法の試験操作のうち、前処理における試料の量を 100mL とし、海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、同方法の試験操作のうち前処理を別表第 4 に掲げる方法により行うものとする。）	
		二十二 チオベンカルブ	二十 チウラムに同じ	
		二十三 ベンゼン	十二 ジクロロメタンに同じ	
		二十四 セレン又はその化合物	日本工業規格 K0102(1998)の 67 に定める方法(海洋投入処分を行おうとする汚泥にあっては、日本工業規格 K0102(1998)の 67.1 を除く)	
		二十五有機塩化合物	別表第 5 に掲げる方法	
		二十六 銅又はその化合物	日本工業規格 K0102(1998)の 52 に定める方法(海洋投入処分を行おうとする汚泥にあっては、日本工業規格 K0102(1998)の 52.1 を除く)	
		二十七 亜鉛又はその化合物	日本工業規格 K0102(1998)の 53 に定める方法	
		二十八 弗化物	別表第六に掲げる方法又は日本工業規格 K0102(1998)の 34 に定める方法	
		二十九 バリリウム又はその化合物	別表第七に掲げる方法	
		三十 クロム又はその化合物	日本工業規格 K0102(1998)の 65.1 に定める方法	
		三十一 ニッケル又はその化合物	日本工業規格 K0102(1998)の 59 に定める方法	
		三十二 パナジウム又はその化合物	日本工業規格 K0102(1998)の 70 に定める方法	
		三十三 フェノール類	日本工業規格 K0102(1998)の 28.1 に定める方法	
	備考	<p>1 汚泥及び汚泥を処分するために処理したもの（海洋投入処分を行おうとする有機性汚泥を除く。）の検定に係る第 10 号から第 19 号まで及び第 23 号の下欄に掲げる方法（別表第二に掲げる方法を除く。）の試験操作については、試料の取り扱い、試料の作成及び検液の調整を別表第二（3）イ、ロ、及びハの規定に行うものとし、試験操作に用いる水は日本工業規格 K0125(1995)の 5.1 に定めるものとする。</p> <p>2 海洋投入処分を行おうとする有機性汚泥の検定に係る第 10 号から第 19 号まで及び第 23 号の下欄に掲げる方法（別表第 3 に掲げるものを除くものとする。）の試験操作については、試料の取り扱い及び試料の作成を別表第 3（3）イ及びロの規定により行うものとし、当該試料を別表第 8 に掲げる方法により調整して得られたメタノール抽出液（10～100μL とする。）を、日本工業規格 K0125(1995)の 5.1 に定める方法において用いることとされている試料の量と同僚の水（日本工業規格 K0125 の 2 の（8）に定めるものをいう、以下この項において同じ。）にマイクロシリンジを用いて加えたものを試験操作の試料に用いることとし、試験操作に用いるガスクロマトシリンジを用いて加えたものを試験操作の試料に用いることとし、試験操作に用いるガスクロマトグラフ質量分析計は揮発性物質の定量限界が 0.05～0.1ng であるものとし、検量栓の作為性については、試験操作において用いたメタノール抽出液と同僚の見料栓標準液を水に加えてものを用いることとする。ガスクロマトグラフ質量分析計において、メタノールによる支障が認められる場合はメタノールが吸着されにくいトラップ管充填剤を用いるものとする。</p>		

第三	濃度の算出	<p>濃度の算出は次の表の各号上段に掲げる廃棄物の種類ごとにそれぞれ当該各号下欄に掲げる算式によるものとする、</p> <table border="1" data-bbox="488 204 1509 858"> <tr> <td data-bbox="488 204 1308 252">一 埋立処分（水面埋立処分場を除く）を行おうとする汚泥（含水率 85%以上のものに限る）</td> <td data-bbox="1308 204 1509 252">$C1 = (A/V) \times 15 / (100-P) \times 103$</td> </tr> <tr> <td data-bbox="488 252 1308 316">二 第一の 1 に規定する産業廃棄物、揮発性有機物の検定に係る汚泥及び当該汚泥を処分するために処理したもの（前号および次号に掲げるものを除く）</td> <td data-bbox="1308 252 1509 316">$C1 = (A/V) \times 100 - P \times 103$</td> </tr> <tr> <td data-bbox="488 316 1308 395">三 第一の 2 に規定する汚泥並びに海洋投入処分を行おうとする PCB、揮発性物質、チウラム、シマジン、チオベンカルブ及び有機性塩素化合物の検定に係る有機性の汚泥（含有率 95%以上のものに限る。）</td> <td data-bbox="1308 316 1509 395">$C2 = (A/V \times W) \times 5 / (100-P) \times 106$</td> </tr> <tr> <td data-bbox="488 395 1308 443">四 前 3 号に掲げる産業廃棄物以外の産業廃棄物</td> <td data-bbox="1308 395 1509 443">$C2 = (A/V \times W) \times 106$</td> </tr> <tr> <td colspan="2" data-bbox="488 443 1509 858"> <p>備考</p> <p>1 算式において A、C1、C2、P、V、及び W は、それぞれおれ次の数値を表すものとする。 A： 検出された金属等の濃度（単位 mg） C1： 金属等の濃度（検液 1L に含まれる mg 数） C2： 金属等の濃度（試料 1kg に含まれる mg 数） P： 試料の含水率（単位%） V： 検液の体積（mL） W： 試料の重量（単位 g）又は体積（mL）</p> <p>2 検液を作成しないで試料を直接検定したものの濃度の算出に当たっては算出中「V」とあるのは「103」とする</p> <p>3 第 1 の表の備考の規定は、この表において試料の含水率を求める場合において準用する。この場合において、同表の備考中「この表の試料液の項のハに規定する産業廃棄物に含まれる固形分の重量比」とあるのは「この表の第 1 号上欄又は第 3 号上欄に掲げる汚泥の含水率」と、「固形分の重量比（%） = (b/a) x 100」とあるのは「含水率（%） = 100 - (b/a) x 100」とする。</p> </td> </tr> </table>	一 埋立処分（水面埋立処分場を除く）を行おうとする汚泥（含水率 85%以上のものに限る）	$C1 = (A/V) \times 15 / (100-P) \times 103$	二 第一の 1 に規定する産業廃棄物、揮発性有機物の検定に係る汚泥及び当該汚泥を処分するために処理したもの（前号および次号に掲げるものを除く）	$C1 = (A/V) \times 100 - P \times 103$	三 第一の 2 に規定する汚泥並びに海洋投入処分を行おうとする PCB、揮発性物質、チウラム、シマジン、チオベンカルブ及び有機性塩素化合物の検定に係る有機性の汚泥（含有率 95%以上のものに限る。）	$C2 = (A/V \times W) \times 5 / (100-P) \times 106$	四 前 3 号に掲げる産業廃棄物以外の産業廃棄物	$C2 = (A/V \times W) \times 106$	<p>備考</p> <p>1 算式において A、C1、C2、P、V、及び W は、それぞれおれ次の数値を表すものとする。 A： 検出された金属等の濃度（単位 mg） C1： 金属等の濃度（検液 1L に含まれる mg 数） C2： 金属等の濃度（試料 1kg に含まれる mg 数） P： 試料の含水率（単位%） V： 検液の体積（mL） W： 試料の重量（単位 g）又は体積（mL）</p> <p>2 検液を作成しないで試料を直接検定したものの濃度の算出に当たっては算出中「V」とあるのは「103」とする</p> <p>3 第 1 の表の備考の規定は、この表において試料の含水率を求める場合において準用する。この場合において、同表の備考中「この表の試料液の項のハに規定する産業廃棄物に含まれる固形分の重量比」とあるのは「この表の第 1 号上欄又は第 3 号上欄に掲げる汚泥の含水率」と、「固形分の重量比（%） = (b/a) x 100」とあるのは「含水率（%） = 100 - (b/a) x 100」とする。</p>		
一 埋立処分（水面埋立処分場を除く）を行おうとする汚泥（含水率 85%以上のものに限る）	$C1 = (A/V) \times 15 / (100-P) \times 103$												
二 第一の 1 に規定する産業廃棄物、揮発性有機物の検定に係る汚泥及び当該汚泥を処分するために処理したもの（前号および次号に掲げるものを除く）	$C1 = (A/V) \times 100 - P \times 103$												
三 第一の 2 に規定する汚泥並びに海洋投入処分を行おうとする PCB、揮発性物質、チウラム、シマジン、チオベンカルブ及び有機性塩素化合物の検定に係る有機性の汚泥（含有率 95%以上のものに限る。）	$C2 = (A/V \times W) \times 5 / (100-P) \times 106$												
四 前 3 号に掲げる産業廃棄物以外の産業廃棄物	$C2 = (A/V \times W) \times 106$												
<p>備考</p> <p>1 算式において A、C1、C2、P、V、及び W は、それぞれおれ次の数値を表すものとする。 A： 検出された金属等の濃度（単位 mg） C1： 金属等の濃度（検液 1L に含まれる mg 数） C2： 金属等の濃度（試料 1kg に含まれる mg 数） P： 試料の含水率（単位%） V： 検液の体積（mL） W： 試料の重量（単位 g）又は体積（mL）</p> <p>2 検液を作成しないで試料を直接検定したものの濃度の算出に当たっては算出中「V」とあるのは「103」とする</p> <p>3 第 1 の表の備考の規定は、この表において試料の含水率を求める場合において準用する。この場合において、同表の備考中「この表の試料液の項のハに規定する産業廃棄物に含まれる固形分の重量比」とあるのは「この表の第 1 号上欄又は第 3 号上欄に掲げる汚泥の含水率」と、「固形分の重量比（%） = (b/a) x 100」とあるのは「含水率（%） = 100 - (b/a) x 100」とする。</p>													
第四	ダイオキシン類に係る検定方法	<p>ダイオキシン類（ダイオキシン類対策特別措置法（平成 11 年法律 105 号第 2 条第 1 項に規定するダイオキシン類をいう）に係る燃え殻、汚泥、廃酸、廃アルカリ及びばいじん並びにこれらの廃棄物を処分するために処理したものの検定方法は、平成 4 年 7 月厚生省告示第 192 号第 1 号に定める方法とする。</p>											
別表第一	(PCB の検定方法の補完)	<p>有姿のまま採取した試料をビーカーにとり、金属製以外のへらを用いて小塊をつぶし、均一な状態としたものを 2mm 目の合成繊維製ふるいにかけて、通過したものから必要な量（20g 以上 30g 以下）を正確に計り取り、これを還流冷却器付フラスコに入れ、水酸化カリウムのエチルアルコール溶液 50mL を加え、約 1 時間水浴上で加熱分解を行い、約 50℃ になるまで放冷し、ヘキサン 50mL を加えて振り混ぜる。静置して室温まで放冷し、グラスウール又はグラスファイバーフィルターペーパー（GFP）を強いたロートを用いてろ過し、分液ロートに入れる。フラスコの内容物をヘキサン 20mL ずつで 3 回洗い、染液をろ過して分液ロートに合わせる。分液ロート中の水の量が約 50mL になるよう h に、純水を加えて緩やかに振り混ぜた後、ヘキサンが十分分離するまで静置する。（エマルジョンを生ずる場合は、エチルアルコール数 mL を加えて緩やかに振り混ぜる。）ヘキサン層を分離し、水槽を他の分液ロートに移し入れ、再びヘキサン 50mL を加えて同様に抽出を行い、ヘキサン層を先の分液ロートに合わせる。更にヘキサン層を純水 100mL ずつで緩やかに振り混ぜながら 3 回水洗いし、十分に水を分離する。ヘキサン層に無水硫酸ナトリウム約 10g を加えて脱水した後、濃縮器を用いて全量が約 5mL になるまで濃縮する。</p> <p>備考 本表における用語その他の事項で本表に定めのないものについては、水質環境基準告示付表 3 又は日本工業規格 K0093(1995)に定めるところによる。</p>											

別表第二	(海洋投入処分に係る無機性汚泥を対象とする、トリクロロエチレン、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、1,1,2-トリクロロエタンの検定方法)	(概略) (1) 試薬、(2) 器具及び装置 (GCECD)、 (3) 試験操作 イ 試料の取り扱い ロ 試料の作成 ハ 検液の調整 (溶出操作は) ニ 検定方法 ろ液の一部を共栓付試験管にヘキサン 10mL を加えて密栓し、10 秒から 20 秒激しく振り混ぜた後静置する。ヘキサン層の一部を一定量マイクロシリンジを用いて採り、直ちにガスクロマトグラフに注入し、ガスクロマトグラムを記録する。GCECD による	
別表第三	(海洋投入処分に係る有機性汚泥を対象とする、トリクロロエチレン、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、1,1,2-トリクロロエタンの検定方法)	(概略 別表第二とほぼ同様で、異なる点は試験操作ニの検定方法。) イ 試料 5g を共栓付三角フラスコ (容量 100mL) に正確に計り取り、これにアセトン 100mL を加えて密栓し、30 秒程度振り混ぜた後、超音波洗浄器の洗浄層に入れ、10 分間抽出し、静置する。 ロ アセトン層 2mL を共栓付試験管 (10mL) に分取し、ヘキサン 2mL 及び水 2 から 3mL を加えて密栓し、30 秒程度激しく振り混ぜた後静置する。 ハ ヘキサン層 1mL をとり、ガラスウールを敷き硫酸ナトリウム (無水) 約 1g をのせたロートを用いて脱水ろ過する。 ニ ろ液の一定量 (例えば 5 μ L) をマイクロシリンジを用いてとり、直ちにガスクロマトグラフに注入し、ガスクロマトグラムを記録する。	
別表第四	(チウラム、シマジン、チオベンカルブの検定方法)	(省略)	
別表第五	(海洋投入処分に係る有機性汚泥についての有機塩素化合物の検定方法)	(試験操作概略) イ 無機性の汚泥は検液 25mL、廃酸・廃アルカリは 125mL を分液ロートにとり、ヘキサン 50mL を加え、10 分間振り混ぜ、静置後ヘキサン層を分離後、再度ヘキサンで抽出する。ヘキサン層を水で 3-5 回洗浄し、その後ヘキサン層を無水硫酸ナトリウムで脱水する。 ロ ヘキサン抽出液 10mL を取り、ソジウムピフェニル有機溶媒溶液 10mL を加え、室温で 5 分間放置する。ヘキサン層に水 10mL を加え、無機化した塩素を水層に逆抽出する。 ハ 空試験 ニ ロの抽出液 20mL に硫酸第二鉄アンモニウム溶液 2mL を加えて振り混ぜ、チオシアン酸第二水銀エタノール溶液 2mL を加え、25mL にメスアップする。10 分放置後、純水を対照液として、波長 460nm の吸光度を測定する。	1-13 塩素イオンを吸光光度法で測定するが、チオシアン酸第二水銀を用いる方法であり、変更の必要はないか ●JIS では有害物を使用するため採用されていない。
別表第六	(海洋投入処分に係る弗化物の検定方法)	イオンクロマト法	1-14 この別表は必要がなくなるか。 ●JISK0102(2008)にイオンクロマト法が採用された。
別表第七	(海洋投入処分に係るベリリウムの検定方法)	第一 フレーム原子吸光法 第二 電気加熱原子吸光法 第三 ICP 発光分析法	1-15 ICP 質量分析法は採用するか (Be は JISK0102 にはない) JIS 規格を 2008 年版に修正

表3 産業廃棄物の検定方法等の改定内容について

	項目	課題	改定に向けた事務局案	実試料分析・アンケート結果
1	試料粒径	土壌との違い (残土、安定型廃棄物等と異なる)	現状の告示そのまま ただし、考え方を明確にする。→ 基本的に有姿、 鉱さい及び処理物等の塊状廃棄物は粉碎後、0.5～ 5mm。(塊状廃棄物の風化の程度が0.5mm以下まで ならない、また分析精度は5mm以下とするより向 上)	【実試料分析】－ 【アンケート】 5mm以下とする意見もある。0.5mm以下をカットする ことに疑義を持つ機関もあり、説明が必要(マニユ アル等)
2	検液の作成			
	(1) 溶出溶媒	pHの設定が必要か	純水とする (海面埋立も同様とするかどうか検討要)	【アンケート】 陸上埋立ではイオン交換水又は純水をそのまま用い ている機関が多い。廃棄物から溶解する成分によっ て溶出液pHが決まるので、溶媒のpH設定は意味が ないという意見もある。逆に溶出液pHを決めるべき との意見もある。
	(2) 溶出時間	6時間のままでよいか	現状の告示そのまま	【実試料分析】 24時間の方が6時間より溶出濃度が低くなる項目 (Cr6+、Pb、Hg)がある一方、24時間で溶出量は若 干多くなる項目もあるが、ほぼ等しい。 【アンケート】 1日の作業スケジュール等、実務的な観点から6時 間以下の短時間とする要望がかなりある。
	(3) ろ過操作	<ul style="list-style-type: none"> ・グラスファイバーフィルターでは1 μm以上の粒子の通過がある。 ・溶出毒性を評価するのであれば、 0.45μmのろ紙の使用が適当 ・ろ過困難の判断が難しい ・ろ過困難の場合、遠心分離操作を行 うが、上澄み液を検液とすると浮遊粒 子が検液に混入する。 ・吸引ろ過によって微粒子が通過する 可能性がある。 	<p>グラスファイバーフィルターはメンブランフィル ターとする。 (孔径は0.45μmとするか、1μmか。その妥当性 についてはまだ検討不足) 遠心分離(3000G)後、ろ過操作を行う。</p>	<p>【実試料分析】 ろ紙孔径0.45μmの方が1μmよりも溶出濃度は低く なったのは、下水汚泥のAs、T-Hg、ばいじんのPb、 Se及び土壌のPCB、ブラウン管ガラスカレットのPb。 遠心分離後にろ過を行わないと、浮遊する微粒子の 影響があり、溶出濃度が高くなった(下水汚泥等)。 試料種類と項目によって、影響が顕れないものもあ る。</p> <p>【アンケート】 規定通りのろ過操作を行っていない機関がかなりあ った。固液分離法は明確に記載すべき。</p> <p>【アンケート】 pHは66%の機関で測定されている。</p>
		検液のpHは測定することが望ましい のではないか。	pHの測定を義務づけるあるいは、pH測定が望まし い旨の記載をする。	

	VOC の溶出操作で、ろ過操作をしない方が揮発しないのではないか	VOC のろ過操作は行わない	<p>【実試料分析】 分析値の変動が多かったが、ろ過無しの方が溶出濃度が1～2割程度高い傾向。またろ過なしの方が濃度の変動も小さかった。</p> <p>【アンケート】 VOC の固液分離法は規定の注射等による方法49%、ろ過を行わず分析が56%と拮抗。 ろ過操作による分析対象物質の損失が懸念されている。</p>
3	<p>検定方法</p> <ul style="list-style-type: none"> ・日本工業規格 K0102 は 2008 年に改定されており、これに対応していない ICP 質量分析、イオン電極法が採用され、これを検定方法として選ぶかどうか。 ・有機塩素化合物の検定方法（付表）はチオシアン酸第二水銀を使用している。有害物質を使用しない分析法を選択した法がよいのでは。 ・揮発性物質は、11 項目すべてを測定する方法以外に、トリクロロエチレン等 5 物質の測定方法が規定されている。 	<p>(2008 年版 JIS で追加された分析法をすべて採用するには更に実試料分析が必要)</p> <p>(前処理法(有機塩素化合物の無機塩素化)は同じで、塩素イオンの分析法を 2008 年版 JIS に対応させる)</p> <p>5 項目の方法を削除</p>	<p>【実試料分析】 As 及び Se の ICP 質量分析の結果は、概ね水素化物発生原子吸光法と同等であったが、ICPMS の分析値が若干高い(あるいは水素化物発生原子吸光法が低い)傾向にあった。 (追加実験(試料数を増やす)が必要。妨害元素についての検討を追加すべき。 (分析検討要)</p>
4	<p>石綿含有廃棄物の無害化処理物に対する溶出試験</p> <ul style="list-style-type: none"> ・粒径は 2mm 以下に粉砕することよいか 		
5	<p>廃棄物、処理物、残土、汚染土壌、再生材、再生製品に対する溶出毒性の考え方</p>		

第3章 産業廃棄物の検定方法の課題に関する廃棄物の分析結果

1. 対象試料と分析方法

(1) 対象試料

廃棄物試料について環告13号による溶出試験を実施し、得られた溶出液に検討対象となる元素を添加した試験溶液について各種検討を実施した。

今回対象とした廃棄物試料を以下に示す。

- ① 汚泥
- ② 鉱さい（スラグ）
- ③ ばいじん
- ④ 廃酸

このうち、砒素及びセレンのICP質量分析法の検討には①②③を、ベリリウムのICP質量分析法の検討には①④を、有機塩素化合物の検討には①④の試料を対象とし、各項目の分析を実施した。

尚、砒素及びセレンのICP質量分析法の検討については、上記の試料分析に先立ち、測定における影響（スペクトル干渉）が懸念される元素を添加した溶液における検討も実施した。

(2) 分析方法

各項目の分析は以下に示す方法で実施した。

分析法と定量下限値を表3-1に示す。

表3-1 分析法と定量下限値

分析項目	分析法	定量下限値
pH	JIS K 0102 12.1(2008) ガラス電極法	—
電気伝導率	JIS K 0102 13(2008) 電極法	0.1 mS/m
塩化物イオン	JIS K 0102 35.3(2008) イオンクロマトグラフ法	1 mg/L
カルシウム	JIS K 0102 50.2(2008) フレイム原子吸光法	0.1 mg/L
カリウム	JIS K 0102 49.2(2008) フレイム原子吸光法	0.1 mg/L
硫酸イオン	JIS K 0102 41.3(2008) イオンクロマトグラフ法	0.1 mg/L
砒素	JIS K 0102 61.2(1998) 水素化物発生原子吸光法	0.001 mg/L
	JIS K 0102 61.3(2008) ICP質量分析法	0.001 mg/L
セレン	JIS K 0102 67.2(1998) 水素化合物発生原子吸光法	0.001 mg/L
	JIS K 0102 67.3(2008) ICP質量分析法	0.001 mg/L
ベリリウム	ICP発光分析法	0.1 mg/L
	ICP質量分析法	0.001 mg/L
有機塩素化合物	環境庁告示第13号 別表5(1) チオシアン酸第二水銀吸光度法	—
	イオンクロマトグラフ法	—

※定量下限値は試料により変更有

2. 検討試験の内容

(1) 廃棄物溶出試験における ICP質量分析法による砒素、セレン測定の見直し

砒素、セレンの濃度を調整した廃棄物溶出液を対象に、従来の公定法と ICP質量分析法による測定を実施しその測定結果を比較検討する。

あわせて ICP質量分析を実施する際に砒素、セレンの測定への多原子イオンの影響が懸念される干渉物質を含む溶液に一定量の砒素及びセレンの標準溶液を添加し、溶液中の砒素及びセレン濃度を ICP質量分析法で測定することにより、それらの物質の測定への影響を確認する。

砒素、セレンの ICP質量分析においてその影響（スペクトル干渉）が懸念される多原子イオンを表 3-2 に示す。

表 3-2 砒素、セレンの ICP質量分析において干渉が懸念される多原子イオン

質量数	元素	干渉が懸念される多原子イオン
75	^{75}As	$^{40}\text{Ar}^{34}\text{SH}$ 、 $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}$ 、 $^{40}\text{Ca}^{35}\text{Cl}$ 、 $^{36}\text{Ar}^{39}\text{K}$
77	^{77}Se	$^{40}\text{Ar}^{37}\text{Cl}$ 、 $^{36}\text{Ar}^{40}\text{ArH}$ 、 $^{40}\text{Ca}^{37}\text{Cl}$
78	^{78}Se	$^{40}\text{Ar}^{38}\text{Ar}$ 、 $^{39}\text{K}^{39}\text{K}$
80	^{80}Se	$^{40}\text{Ar}^{40}\text{Ar}$ 、 $^{40}\text{Ca}^{40}\text{Ca}$ 、 $^{40}\text{Ar}^{40}\text{Ca}$ 、 $^{32}\text{S}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^{16}\text{O}$ 、 $^{79}\text{Br}^1\text{H}$
82	^{82}Se	$^{81}\text{Br}^1\text{H}$

上記の内容をふまえ、表 3-3 に示す条件で調製した溶液中の砒素及びセレン濃度を ICP質量分析法で測定する。

表 3-3 測定試料の薬品添加量及び砒素、セレンの設定濃度

添加元素	Cl	Ca	K	S	Br	As	Se
条件1	-	-	-	-	-	0.3	0.3
条件2	100	-	-	-	-	0.3	0.3
条件3	1000	-	-	-	-	0.3	0.3
条件4	100	100	-	-	-	0.3	0.3
条件5	100	1000	-	-	-	0.3	0.3
条件6	1000	100	-	-	-	0.3	0.3
条件7	1000	1000	-	-	-	0.3	0.3
条件8	-	100	-	-	-	0.3	0.3
条件9	-	1000	-	-	-	0.3	0.3
条件10	-	-	100	-	-	0.3	0.3
条件11	-	-	1000	-	-	0.3	0.3
条件12	-	-	-	100	-	0.3	0.3
条件13	-	-	-	1000	-	0.3	0.3
条件14	-	-	-	-	100	0.3	0.3
条件15	-	-	-	-	1000	0.3	0.3
試薬BL	1000	-	-	-	-	-	-
試薬BL	-	1000	-	-	-	-	-
試薬BL	-	-	1000	-	-	-	-
試薬BL	-	-	-	1000	-	-	-
試薬BL	-	-	-	-	1000	-	-
	HCl	Ca(NO ₃) ₂	KNO ₃	H ₂ SO ₄	NaBr	As標準液	Se標準液

添加濃度単位:mg/L

(2) 廃棄物溶出試験におけるICP質量分析法によるベリリウム測定の見直し

ベリリウムの濃度を調整した廃棄物溶出液を対象に、従来の公定法（ICP-AES法）とICP質量分析法による測定を実施しその測定結果を比較検討する。

試験検体として「汚泥」「廃酸」の2種類を対象とし、これらの試料を元に13号告示に基づき作成した溶出液（廃酸の場合は直接）に表3-4に示すとおり段階的にベリリウムの標準液を加え濃度調製した試料を対象に従来の公定法（ICP-AES法）及びICP質量分析法での測定を実施してその分析値を比較する。

表 3-4 溶出液（廃酸は直接）へのベリリウムの添加量および測定内容

対象元素	検体	条件	標準添加濃度	公定法	ICP質量分析法
			mg/L		
Be	汚泥	13号溶出液	-	○	○
		条件1	0.10	○	○
		条件2	0.25	○	○
		条件3	0.50	○	○
		条件4	1.0	○	○
		条件5	2.5	○	○
		条件6	5.0	○	○
	条件7	10	○	○	
	廃酸	13号溶出液	-	○	○
		条件1	0.10	○	○
		条件2	0.25	○	○
		条件3	0.50	○	○
		条件4	1.0	○	○
		条件5	2.5	○	○
条件6		5.0	○	○	
条件7	10	○	○		

(3) 廃棄物中の有機塩素化合物分析におけるイオンクロマトグラフ法による測定の検討

同一試料で現行の13号告示に基づく試験方法（吸光光度法）とイオンクロマトグラフ法による測定を実施しその測定結果を比較検討する。

13号告示に基づく試験検体として「汚泥」「廃酸」の2種類を対象とし、これらの試料を元に13号告示に基づき前処理操作を実施する。得られたヘキササン抽出液に表3-5に示すとおり段階的に有機塩素化合物（モノクロロベンゼン）を添加し逆抽出した水抽出液を対象に告示法（吸光光度法）とイオンクロマトグラフ法による測定を実施してその分析値を比較する。

表 3-5 有機塩素化合物の添加量および測定内容

	含有量 汚泥[mg/kg] 廃酸[mg/L]	設定値 Cl換算濃度	Cl測定		
			公定法 (比色法)	イオンクロマト グラフ法	
1	操作ブランク		○	○	
2	汚泥	条件0	0	○	○
3		条件1	0.4	○	○
4		条件2	2	○	○
5		条件3	4	○	○
6		条件4	8	○	○
7		条件5	20	○	○
8		条件6	40	○	○
9		条件7	80	○	○
10		条件8	200	○	○
11		条件9	400	○	○
12	廃酸	条件0	0	○	○
13		条件2	1	○	○
14		条件4	4	○	○
15		条件5	10	○	○
16		条件6	20	○	○
17		条件7	40	○	○
18		条件8	100	○	○
19		条件9	200	○	○

(4) 分析機関について

本検討試験における I C P 質量分析は以下の機関において異なるメーカーの装置を用いて実施した。

- ① アジレントテクノロジー・・・(使用機種：Agilent 7700x)
- ② サーモフィッシャー・・・(使用機種：サーモフィッシャー)
- ③ S I I・・・(使用機種：SPQ 97000)
- ④ パーキンエルマー・・・(使用機種：ELAN)
- ⑤ 環境管理センター (E C C)・・・(使用機種：Agilent 7500ce)

尚、試料調製、公定法分析及び有機塩素化合物は環境管理センターにて実施した。

3. 分析結果

本検討試験の分析結果を以下に示す。

(1) 廃棄物試料の分析結果

本検討で用いた廃棄物試料の分析結果を表 3-6 に示す。

表 3-6 廃棄物試料の分析結果

試料名称 測定項目	汚泥	鉱さい(スラグ)	NIES 焼却主灰	廃酸	単位
pH	5.60	10	12.2	-0.2	-
電気伝導度	71.7	8.6	5860	58300	mS/m
塩化物イオン	<10	4.9	20400	34900	mg/L
カルシウム	27.3	1.6	9060	349	mg/L
カリウム	21.3	1.3	3920	281	mg/L
硫酸イオン	<10	4	3220	16100	mg/L
ひ素	0.13	0.001	0.050	-	mg/L
セレン	0.005	0.001	0.009	-	mg/L
ベリリウム	<0.001	-	-	<0.001	mg/L

上記の分析結果をふまえて、溶出液に検討対象物質の標準品を添加したものを検討試験用試料とした。

(2) ICP質量分析法による砒素の分析結果

①スペクトル干渉物質の影響確認

溶液中に共存する塩素、カルシウム、カリウム、硫黄、臭素に由来する多原子イオンのスペクトル干渉の検討結果を表 3-7、3-8 に示す。

表 3-7 干渉元素の添加濃度と I C P 質量分析法による砒素測定結果①

添加元素	Cl	Ca	K	S	Br	As	分析機関	Agilent	Perkin Elmer		SII	Thermo Fisher
							装置	Agilent	Perkin Elmer		SII	Thermo Fisher
								7700x	ELAN	ELAN	SPQ 97000	
								コリジョン・リアクションガス	He	He	AsO	H2
質量数	75	75	91	75								
条件1	-	-	-	-	-	0.3	0.262	0.282	0.285	0.298	****	
条件2	100	-	-	-	-	0.3	0.258	0.286	0.288	0.296	****	
条件3	1000	-	-	-	-	0.3	0.253	0.289	0.290	0.290	****	
条件4	100	100	-	-	-	0.3	0.288	0.315	0.315	0.293	****	
条件5	100	1000	-	-	-	0.3	0.283	0.327	0.306	0.297	****	
条件6	1000	100	-	-	-	0.3	0.273	0.322	0.318	0.293	****	
条件7	1000	1000	-	-	-	0.3	0.279	0.347	0.310	0.295	****	
条件8	-	100	-	-	-	0.3	0.288	0.316	0.304	0.298	****	
条件9	-	1000	-	-	-	0.3	0.276	0.304	0.287	0.297	****	
条件10	-	-	100	-	-	0.3	0.280	0.298	0.285	0.299	****	
条件11	-	-	1000	-	-	0.3	0.279	0.290	0.286	0.308	****	
条件12	-	-	-	100	-	0.3	0.280	0.259	0.305	0.298	****	
条件13	-	-	-	1000	-	0.3	0.301	0.282	0.306	0.286	****	
条件14	-	-	-	-	100	0.3	0.255	0.279	0.280	0.288	****	
条件15	-	-	-	-	1000	0.3	0.255	0.283	0.298	0.296	****	
試薬BL	1000	-	-	-	-	-	0.000	0.000	0.000	0.000	****	
試薬BL	-	1000	-	-	-	-	0.001	0.002	0.000	0.000	****	
試薬BL	-	-	1000	-	-	-	0.000	0.000	0.000	0.000	****	
試薬BL	-	-	-	1000	-	-	0.000	0.000	0.000	0.000	****	
試薬BL	-	-	-	-	1000	-	0.000	0.001	0.009	0.000	****	
添加薬剤	HCl	Ca(NO ₃) ₂	KNO ₃	H ₂ SO ₄	NaBr	As標準液						単位:mg/L

表 3-7 干渉元素の添加濃度と I C P 質量分析法による砒素測定結果②

添加元素	Cl	Ca	K	S	Br	As	分析機関	Perkin Elmer		
							装置	Perkin Elmer		
								ELAN		
								なし	He	AsO
質量数	75	75	91							
条件1	-	-	-	-	-	0.3	0.302	0.282	0.285	
条件2	100	-	-	-	-	0.3	0.299	0.286	0.288	
条件3	1000	-	-	-	-	0.3	0.315	0.289	0.290	
条件4	100	100	-	-	-	0.3	0.330	0.315	0.315	
条件5	100	1000	-	-	-	0.3	0.325	0.327	0.306	
条件6	1000	100	-	-	-	0.3	0.349	0.322	0.318	
条件7	1000	1000	-	-	-	0.3	0.357	0.347	0.310	
条件8	-	100	-	-	-	0.3	0.331	0.316	0.304	
条件9	-	1000	-	-	-	0.3	0.327	0.304	0.287	
条件10	-	-	100	-	-	0.3	0.325	0.298	0.285	
条件11	-	-	1000	-	-	0.3	0.326	0.290	0.286	
条件12	-	-	-	100	-	0.3	0.327	0.259	0.305	
条件13	-	-	-	1000	-	0.3	0.319	0.282	0.306	
条件14	-	-	-	-	100	0.3	0.278	0.279	0.280	
条件15	-	-	-	-	1000	0.3	0.296	0.283	0.298	
試薬BL	1000	-	-	-	-	-	0.006	0.000	0.000	
試薬BL	-	1000	-	-	-	-	0.000	0.002	0.000	
試薬BL	-	-	1000	-	-	-	0.000	0.000	0.000	
試薬BL	-	-	-	1000	-	-	0.000	0.000	0.000	
試薬BL	-	-	-	-	1000	-	0.000	0.001	0.009	
添加薬剤	HCl	Ca(NO ₃) ₂	KNO ₃	H ₂ SO ₄	NaBr	As標準液				単位:mg/L

②標準添加試料の砒素分析結果

溶出液に砒素の標準液を添加した標準添加試料の公定法（水素化物発生原子吸光法）及び I C P 質量分析法による測定結果を表 3-9、3-10 に示す。

表 3-9 公定法及び I C P 質量分析法による砒素測定結果①

対象元素	検体	条件	添加濃度	想定濃度	公定法	分析機関	ECC	Agilent	Perkin Elmer		SII	Thermo Fisher
						装置	Agilent	Agilent	Perkin Elmer		SII	Thermo Fisher
							7500ce	7700x	ELAN	ELAN	SPQ 97000	
							コリジョン・リアクションガス	He	He	He	AsO	H2
			mg/L	mg/L		質量数	75	75	75	91	75	
As	汚泥	13号溶出液	-	0.130	0.130		0.119	0.093	0.112	0.116	0.106	****
		条件1	0.001	0.131	0.110		0.143	0.094	0.113	0.114	0.107	****
		条件2	0.01	0.140	0.060		0.153	0.103	0.120	0.121	0.115	****
		条件3	0.03	0.160	0.080		0.163	0.117	0.141	0.137	0.130	****
		条件4	0.1	0.230	0.16		0.253	0.175	0.212	0.203	0.204	****
		条件5	0.3	0.430	0.38		0.484	0.342	0.414	0.392	0.390	****
		条件6	0.5	0.630	0.58		0.655	0.515	0.616	0.584	0.579	****
		条件7	1.0	1.130	0.98		1.309	1.064	1.056	1.021	1.063	****
	条件8	3.0	3.130	2.7		3.670	2.793	2.918	2.793	2.968	****	
	鉱さい	13号溶出液	-	0.001	0.001		0.006	0.000	0.005	0.006	0.000	****
		条件1	0.001	0.002	0.001		0.004	0.001	0.005	0.006	0.000	****
		条件2	0.01	0.011	0.010		0.012	0.008	0.015	0.015	0.007	****
		条件3	0.03	0.031	0.030		0.032	0.026	0.035	0.036	0.027	****
		条件4	0.1	0.101	0.10		0.108	0.079	0.111	0.113	0.095	****
		条件5	0.3	0.301	0.30		0.324	0.265	0.330	0.336	0.293	****
		条件6	0.5	0.501	0.52		0.538	0.450	0.535	0.558	0.492	****
		条件7	1.0	1.001	1.0		1.034	0.911	1.060	1.094	0.974	****
	条件8	3.0	3.001	2.9		3.438	2.889	3.164	3.181	2.907	****	
	ばいじん	13号溶出液	-	0.050	0.050		0.055	0.002	0.266	0.035	0.000	****
		条件1	0.001	0.056	0.001		0.058	0.001	0.259	0.029	0.000	****
		条件2	0.01	0.065	0.010		0.075	0.009	0.248	0.032	0.010	****
		条件3	0.03	0.085	0.020		0.085	0.026	0.230	0.051	0.032	****
		条件4	0.1	0.155	0.10		0.160	0.083	0.324	0.125	0.107	****
		条件5	0.3	0.355	0.23		0.399	0.242	0.499	0.331	0.319	****
条件6		0.5	0.555	0.41		0.627	0.443	0.785	0.533	0.546	****	
条件7		1.0	1.055	0.78		1.271	0.817	1.350	1.074	1.108	****	
条件8	3.0	3.055	2.1		3.445	2.535	3.572	3.208	3.321	****		

単位: mg/L

表 3-10 公定法及び I C P 質量分析法による砒素測定結果②

対象元素	検体	条件	標準添加濃度	想定濃度	公定法	分析機関	Perkin Elmer		
						装置	Perkin Elmer		
							ELAN		
							なし	He	AsO
			mg/L	mg/L		質量数	75	75	91
As	汚泥	13号溶出液	-	0.130	0.130		0.119	0.112	0.116
		条件1	0.001	0.131	0.110		0.116	0.113	0.114
		条件2	0.01	0.140	0.060		0.123	0.120	0.121
		条件3	0.03	0.160	0.080		0.140	0.141	0.137
		条件4	0.1	0.230	0.16		0.205	0.212	0.203
		条件5	0.3	0.430	0.38		0.399	0.414	0.392
		条件6	0.5	0.630	0.58		0.593	0.616	0.584
		条件7	1.0	1.130	0.98		1.035	1.056	1.021
	条件8	3.0	3.130	2.7		2.883	2.918	2.793	
	鉱さい	13号溶出液	-	0.001	0.001		0.005	0.005	0.006
		条件1	0.001	0.002	0.001		0.005	0.005	0.006
		条件2	0.01	0.011	0.010		0.015	0.015	0.015
		条件3	0.03	0.031	0.030		0.036	0.035	0.036
		条件4	0.1	0.101	0.10		0.113	0.111	0.113
		条件5	0.3	0.301	0.30		0.334	0.330	0.336
		条件6	0.5	0.501	0.52		0.555	0.535	0.558
		条件7	1.0	1.001	1.0		1.075	1.060	1.094
	条件8	3.0	3.001	2.9		3.204	3.164	3.181	
	ばいじん	13号溶出液	-	0.050	0.050		0.211	0.266	0.035
		条件1	0.001	0.056	0.001		0.256	0.259	0.029
		条件2	0.01	0.065	0.010		0.288	0.248	0.032
		条件3	0.03	0.085	0.020		0.275	0.230	0.051
		条件4	0.1	0.155	0.10		0.351	0.324	0.125
		条件5	0.3	0.355	0.23		0.499	0.499	0.331
条件6		0.5	0.555	0.41		0.757	0.785	0.533	
条件7		1.0	1.055	0.78		1.258	1.350	1.074	
条件8	3.0	3.055	2.1		3.229	3.572	3.208		

汚泥、鉱さいについてはICP質量分析法と公定法で大きな差異はみられなかった。

ばいじんについては、従来の公定法（水素化物発生原子吸光法）での測定値が想定濃度よりも低い数値を示すケースも確認され、試料によっては公定法についても分析法の検討が必要であることが推測される。

ICP質量分析法の分析結果は分析機関（測定機器）により多少のばらつきはみられたが、試料の想定濃度や公定法の分析結果と大きな差異はなく廃棄物試料についても適応可能と考えられる。

(3) ICP質量分析法によるセレンの分析結果

①スペクトル干渉物質の影響確認

溶液中に共存する塩素、カルシウム、カリウム、硫黄、臭素に由来する多原子イオンのスペクトル干渉の検討結果を表3-11、3-12に示す。

表3-11 干渉元素の添加濃度とICP質量分析法によるセレン測定結果①

添加元素	Cl	Ca	K	S	Br	Se	分析機関	Agilent	Perkin Elmer		SII	Thermo Fisher
							装置	Agilent	Perkin Elmer		SII	Thermo Fisher
								7700x	ELAN	ELAN	SPQ 97000	
								コリジョン・リアクションガス	H2	He	SeO	H2
質量数	78	78	94	78								
条件1	-	-	-	-	-	0.3	0.307	0.292	0.298	0.293	****	
条件2	100	-	-	-	-	0.3	0.312	0.299	0.273	0.293	****	
条件3	1000	-	-	-	-	0.3	0.315	0.315	0.281	0.292	****	
条件4	100	100	-	-	-	0.3	0.306	0.299	0.269	0.295	****	
条件5	100	1000	-	-	-	0.3	0.304	0.261	0.248	0.294	****	
条件6	1000	100	-	-	-	0.3	0.310	0.301	0.282	0.294	****	
条件7	1000	1000	-	-	-	0.3	0.302	0.265	0.242	0.293	****	
条件8	-	100	-	-	-	0.3	0.311	0.271	0.290	0.295	****	
条件9	-	1000	-	-	-	0.3	0.304	0.236	0.271	0.296	****	
条件10	-	-	100	-	-	0.3	0.307	0.247	0.295	0.293	****	
条件11	-	-	1000	-	-	0.3	0.282	0.231	0.275	0.294	****	
条件12	-	-	-	100	-	0.3	0.317	0.263	0.281	0.291	****	
条件13	-	-	-	1000	-	0.3	0.400	0.366	0.379	0.285	****	
条件14	-	-	-	-	100	0.3	0.289	0.338	0.607	0.290	****	
条件15	-	-	-	-	1000	0.3	0.291	0.348	3.168	0.286	****	
試薬BL	1000	-	-	-	-	-	0.000	0.003	0.038	0.000	****	
試薬BL	-	1000	-	-	-	-	0.002	0.000	0.016	0.000	****	
試薬BL	-	-	1000	-	-	-	0.000	0.007	0.016	0.000	****	
試薬BL	-	-	-	1000	-	-	0.000	0.000	0.006	0.000	****	
試薬BL	-	-	-	-	1000	-	0.002	0.031	2.481	0.000	****	
添加薬剤	HCl	Ca(NO ₃) ₂	KNO ₃	H ₂ SO ₄	NaBr	Se標準液						単位: mg/L

表 3-12-1 干渉元素の添加濃度と I C P 質量分析法によるセレン測定結果②

添加元素	Cl	Ca	K	S	Br	Se	分析機関	Perkin Elmer					
							装置	Perkin Elmer					
								ELAN					
								コリジョン・リアクションガス	なし	He	なし	He	なし
質量数	76	76	77	77	78	78							
条件1	-	-	-	-	-	0.3		0.299	0.285	0.303	0.291	0.300	0.292
条件2	100	-	-	-	-	0.3		0.321	0.290	0.306	0.299	0.303	0.299
条件3	1000	-	-	-	-	0.3		0.295	0.303	0.381	0.317	0.296	0.315
条件4	100	100	-	-	-	0.3		0.292	0.298	0.315	0.303	0.300	0.299
条件5	100	1000	-	-	-	0.3		0.252	0.273	0.294	0.290	0.270	0.261
条件6	1000	100	-	-	-	0.3		0.292	0.295	0.426	0.318	0.295	0.301
条件7	1000	1000	-	-	-	0.3		0.265	0.277	0.473	0.406	0.263	0.265
条件8	-	100	-	-	-	0.3		0.263	0.282	0.328	0.278	0.303	0.271
条件9	-	1000	-	-	-	0.3		0.227	0.255	0.293	0.250	0.279	0.236
条件10	-	-	100	-	-	0.3		0.248	0.270	0.310	0.255	0.296	0.247
条件11	-	-	1000	-	-	0.3		0.258	0.255	0.288	0.238	0.289	0.231
条件12	-	-	-	100	-	0.3		0.266	0.258	0.311	0.264	0.311	0.263
条件13	-	-	-	1000	-	0.3		0.269	0.343	0.393	0.370	0.389	0.366
条件14	-	-	-	-	100	0.3		0.190	0.321	0.310	0.335	0.307	0.338
条件15	-	-	-	-	1000	0.3		0.228	0.304	0.311	0.322	0.311	0.348
試薬BL	1000	-	-	-	-	-		0.000	0.000	0.036	0.003	0.000	0.003
試薬BL	-	1000	-	-	-	-		0.000	0.000	0.001	0.009	0.000	0.000
試薬BL	-	-	1000	-	-	-		0.000	0.000	0.000	0.000	0.015	0.007
試薬BL	-	-	-	1000	-	-		0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
試薬BL	-	-	-	-	1000	-		0.000	0.000	0.000	0.001	0.000	0.031
添加薬剤	HCl	Ca(NO ₃) ₂	KNO ₃	H ₂ SO ₄	NaBr	Se標準液							

単位: mg/L

表 3-12-2 干渉元素の添加濃度と I C P 質量分析法によるセレン測定結果②

添加元素	Cl	Ca	K	S	Br	Se	分析機関	Perkin Elmer					
							装置	Perkin Elmer					
								ELAN					
								コリジョン・リアクションガス	なし	He	なし	He	SeO
質量数	80	80	82	82	94								
条件1	-	-	-	-	-	0.3		-	0.295	0.320	0.297	0.298	
条件2	100	-	-	-	-	0.3		-	0.305	0.311	0.295	0.273	
条件3	1000	-	-	-	-	0.3		-	0.324	0.306	0.309	0.281	
条件4	100	100	-	-	-	0.3		-	0.301	0.305	0.299	0.269	
条件5	100	1000	-	-	-	0.3		-	0.266	0.268	0.259	0.248	
条件6	1000	100	-	-	-	0.3		-	0.304	0.297	0.294	0.282	
条件7	1000	1000	-	-	-	0.3		-	0.273	0.280	0.274	0.242	
条件8	-	100	-	-	-	0.3		-	0.273	0.310	0.273	0.290	
条件9	-	1000	-	-	-	0.3		-	0.239	0.286	0.235	0.271	
条件10	-	-	100	-	-	0.3		-	0.251	0.310	0.245	0.295	
条件11	-	-	1000	-	-	0.3		-	0.228	0.281	0.227	0.275	
条件12	-	-	-	100	-	0.3		-	0.265	0.317	0.261	0.281	
条件13	-	-	-	1000	-	0.3		-	0.372	0.405	0.368	0.379	
条件14	-	-	-	-	100	0.3		-	1.148	0.458	4.445	0.607	
条件15	-	-	-	-	1000	0.3		-	8.493	1.844	41.474	3.168	
試薬BL	1000	-	-	-	-	-		-	0.117	0.019	0.587	0.038	
試薬BL	-	1000	-	-	-	-		-	0.059	0.010	0.301	0.016	
試薬BL	-	-	1000	-	-	-		-	0.032	0.006	0.155	0.016	
試薬BL	-	-	-	1000	-	-		-	0.016	0.004	0.086	0.006	
試薬BL	-	-	-	-	1000	-		-	8.083	1.447	41.333	2.481	
添加薬剤	HCl	Ca(NO ₃) ₂	KNO ₃	H ₂ SO ₄	NaBr	Se標準液							

単位: mg/L

②標準添加試料のセレン分析結果

溶出液に砒素の標準液を添加した標準添加試料の公定法（水素化合物発生原子吸光法）及び I C P 質量分析法による測定結果を表 3-13、3-14 に示す。

表 3-13 公定法及び I C P 質量分析法によるセレン測定結果①

対象元素	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	Agilent	Agilent	Perkin Elmer		SII	Thermo Fisher
							7500ce	7700x	ELAN	ELAN	SPQ 97000	
							コリジョン・リアクシヨウガス	H2	H2	He	SeO	H2
						質量数	78	78	78	94	78	
Se	汚泥	13号溶出液	-	<0.001	<0.001		0.004	0.004	0.004	0.017	0.000	****
		条件1	0.001	0.001	<0.001		0.005	0.004	0.004	0.017	0.000	****
		条件2	0.01	0.010	0.003		0.015	0.013	0.012	0.023	0.009	****
		条件3	0.03	0.030	0.031		0.036	0.031	0.030	0.040	0.028	****
		条件4	0.1	0.100	0.028		0.133	0.092	0.094	0.104	0.096	****
		条件5	0.3	0.300	0.338		0.357	0.277	0.281	0.284	0.290	****
		条件6	0.5	0.500	0.525		0.700	0.465	0.470	0.467	0.489	****
		条件7	1.0	1.000	1.000		1.400	0.936	0.912	0.882	0.978	****
		条件8	3.0	3.000	3.125		2.963	2.616	2.708	2.640	2.798	****
	鉱さい	13号溶出液	-	<0.001	<0.001		0.002	0.000	0.001	0.162	0.000	****
		条件1	0.001	0.001	0.002		0.002	0.001	0.001	0.152	0.000	****
		条件2	0.01	0.010	0.010		0.012	0.009	0.010	0.169	0.013	****
		条件3	0.03	0.030	0.031		0.033	0.027	0.030	0.179	0.034	****
		条件4	0.1	0.100	0.097		0.129	0.086	0.099	0.257	0.101	****
		条件5	0.3	0.300	0.325		0.297	0.289	0.303	0.458	0.290	****
		条件6	0.5	0.500	0.525		0.650	0.505	0.508	0.656	0.476	****
		条件7	1.0	1.000	1.031		1.154	0.986	1.000	1.148	0.958	****
		条件8	3.0	3.000	3.250		3.705	2.873	2.964	3.084	2.859	****
	ばいじん	13号溶出液	-	0.009	0.009		0.022	0.016	0.030	0.295	0.014	****
		条件1	0.001	0.010	0.010		0.022	0.013	0.041	0.335	0.017	****
		条件2	0.01	0.019	0.018		0.032	0.020	0.037	0.342	0.026	****
		条件3	0.03	0.039	0.035		0.060	0.036	0.056	0.360	0.046	****
		条件4	0.1	0.109	0.105		0.018	0.093	0.125	0.412	0.118	****
		条件5	0.3	0.309	0.313		0.372	0.261	0.290	0.528	0.307	****
条件6		0.5	0.509	0.463		0.717	0.441	0.384	0.733	0.508	****	
条件7		1.0	1.009	0.813		1.245	0.815	0.722	1.048	0.942	****	
条件8		3.0	3.009	1.750		2.560	1.918	1.417	1.720	1.853	****	

単位: mg/L

表 3-14-1 公定法及び I C P 質量分析法によるセレン測定結果②

対象元素	検体	条件	標準添加濃度 mg/L	想定濃度 mg/L	公定法	分析機関	Perkin Elmer					
						装置	Perkin Elmer					
							ELAN					
							コリジョン・リアクシヨウガス	なし	He	なし	He	なし
						質量数	76	76	77	77	78	78
Se	汚泥	13号溶出液	-	<0.001	<0.001		(0.014)	0.025	0.004	0.004	0.002	0.004
		条件1	0.001	0.001	<0.001		(0.015)	0.026	0.004	0.005	0.003	0.004
		条件2	0.01	0.010	0.003		(0.016)	0.033	0.012	0.013	0.011	0.012
		条件3	0.03	0.030	0.031		0.001	0.050	0.033	0.031	0.031	0.030
		条件4	0.1	0.100	0.028		0.060	0.114	0.096	0.094	0.094	0.094
		条件5	0.3	0.300	0.338		0.250	0.296	0.285	0.279	0.285	0.281
		条件6	0.5	0.500	0.525		0.433	0.490	0.483	0.471	0.471	0.470
		条件7	1.0	1.000	1.000		0.854	0.926	0.911	0.908	0.910	0.912
		条件8	3.0	3.000	3.125		2.689	2.757	2.743	2.730	2.729	2.708
	鉱さい	13号溶出液	-	<0.001	<0.001		0.000	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001
		条件1	0.001	0.001	0.002		(0.001)	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001
		条件2	0.01	0.010	0.010		0.009	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010
		条件3	0.03	0.030	0.031		0.025	0.031	0.029	0.030	0.030	0.030
		条件4	0.1	0.100	0.097		0.097	0.101	0.100	0.098	0.100	0.099
		条件5	0.3	0.300	0.325		0.300	0.305	0.304	0.303	0.305	0.303
		条件6	0.5	0.500	0.525		0.507	0.516	0.505	0.504	0.505	0.508
		条件7	1.0	1.000	1.031		0.997	1.011	0.992	0.995	0.997	1.000
		条件8	3.0	3.000	3.250		2.990	3.012	2.980	2.966	2.975	2.964
	ばいじん	13号溶出液	-	0.009	0.009		0.420	0.024	1.055	0.629	0.065	0.030
		条件1	0.001	0.010	0.010		0.774	0.021	1.312	0.663	0.085	0.041
		条件2	0.01	0.019	0.018		0.616	0.039	1.490	0.651	0.104	0.037
		条件3	0.03	0.039	0.035		0.512	0.050	1.373	0.592	0.106	0.056
		条件4	0.1	0.109	0.105		0.730	0.102	1.486	0.679	0.178	0.125
		条件5	0.3	0.309	0.313		0.881	0.273	1.199	0.710	0.338	0.290
条件6		0.5	0.509	0.463		1.044	0.369	1.736	0.925	0.540	0.384	
条件7		1.0	1.009	0.813		1.482	0.726	1.994	1.231	0.816	0.722	
条件8		3.0	3.009	1.750		2.144	1.716	2.509	1.836	1.444	1.417	

単位: mg/L

表 3-14-2 公定法及び I C P 質量分析法によるセレン測定結果②

対象元素	検体	条件	標準添加濃度 mg/L	想定濃度 mg/L	公定法	分析機関				
						Perkin Elmer				
						Perkin Elmer ELAN				
装置						なし	He	なし	He	SeO
コリジョン・リアクシオンガス						なし	He	なし	He	SeO
質量数						80	80	82	82	94
Se	汚泥	13号溶出液	-	<0.001	<0.001	(0.410)	0.004	0.001	0.003	0.017
		条件1	0.001	0.001	<0.001	(0.526)	(0.023)	(0.001)	(0.144)	0.017
		条件2	0.01	0.010	0.003	(0.671)	(0.019)	0.009	(0.156)	0.023
		条件3	0.03	0.030	0.031	(0.641)	(0.001)	0.026	(0.147)	0.040
		条件4	0.1	0.100	0.028	(0.693)	0.062	0.095	(0.084)	0.104
		条件5	0.3	0.300	0.338	(0.474)	0.250	0.289	0.105	0.284
		条件6	0.5	0.500	0.525	(0.243)	0.440	0.486	0.301	0.467
		条件7	1.0	1.000	1.000	0.066	0.887	0.931	0.782	0.882
	条件8	3.0	3.000	3.125	1.879	2.731	2.840	2.716	2.640	
	鉱さい	13号溶出液	-	<0.001	<0.001	0.011	0.002	0.000	0.009	0.162
		条件1	0.001	0.001	0.002	0.007	0.003	0.001	0.009	0.152
		条件2	0.01	0.010	0.010	(0.016)	0.011	0.011	0.018	0.169
		条件3	0.03	0.030	0.031	(0.042)	0.031	0.031	0.037	0.179
		条件4	0.1	0.100	0.097	0.012	0.101	0.098	0.106	0.257
		条件5	0.3	0.300	0.325	0.231	0.305	0.311	0.306	0.458
		条件6	0.5	0.500	0.525	0.483	0.510	0.507	0.512	0.656
		条件7	1.0	1.000	1.031	0.962	1.000	0.992	1.013	1.148
	条件8	3.0	3.000	3.250	3.070	2.961	2.976	2.981	3.084	
	ばいじん	13号溶出液	-	0.009	0.009	10.986	0.899	0.213	4.948	0.295
		条件1	0.001	0.010	0.010	18.376	0.949	0.226	5.233	0.335
		条件2	0.01	0.019	0.018	15.464	0.960	0.205	5.419	0.342
		条件3	0.03	0.039	0.035	13.262	0.945	0.225	5.262	0.360
		条件4	0.1	0.109	0.105	16.398	1.058	0.276	5.518	0.412
		条件5	0.3	0.309	0.313	18.864	1.127	0.460	5.137	0.528
条件6		0.5	0.509	0.463	17.071	1.320	0.533	5.756	0.733	
条件7		1.0	1.009	0.813	22.319	1.576	0.888	5.929	1.048	
条件8	3.0	3.009	1.750	20.520	2.208	1.548	6.362	1.720		

単位: mg/L

汚泥、鉱さいについては I C P 質量分析法と公定法で大きな差異はみられなかった。

ばいじんについては、従来の公定法（水素化物発生原子吸光法）での測定値が想定濃度よりも低い数値を示すケースも確認され、試料によっては公定法についても分析法の検討が必要であることが推測される。

I C P 質量分析法の分析結果は砒素と比較して分析機関（測定機器）によるばらつきが大きい傾向がみられた。スペクトル干渉の要因となる共存物質を多く含むばいじん等の試料については検討が必要である。

(4) I C P 質量分析法によるベリリウムの分析結果

溶出液（廃酸は直接）にベリリウムの標準液を添加した標準添加試料の公定法（I C P 発光分析法）及び I C P 質量分析法による測定結果を表 3-15 に示す。

表 3-15 公定法及び I C P 質量分析法によるベリリウム測定結果

対象元素	検体	条件	標準添加濃度 mg/L	想定濃度 mg/L	公定法	分析機関	ECC	Agilent	Perkin Elmer	SII	Thermo Fisher
						装置	Agilent	Agilent	Perkin Elmer	SII	Thermo Fisher
							7500ce	7700x	ELAN	SPQ 97000	
						質量数	9	9	9	9	9
Be	汚泥	13号溶出液	-	-	<0.001		<0.001	0.005	0.004	0.002	****
		条件1	0.10	0.10	0.100		0.100	0.099	0.104	0.103	****
		条件2	0.25	0.25	0.249		0.256	0.239	0.257	0.249	****
		条件3	0.50	0.50	0.500		0.512	0.475	0.505	0.492	****
		条件4	1.0	1.0	1.035		1.072	0.943	1.023	0.977	****
		条件5	2.5	2.5	2.488		2.484	2.366	2.540	2.415	****
		条件6	5.0	5.0	4.845		5.045	4.692	5.088	4.814	****
	条件7	10	10	9.980		10.425	9.435	10.138	9.526	****	
	廃酸	13号溶出液	-	-	<0.001		0.005	0.000	0.009	0.007	****
		条件1	0.10	0.10	0.097		0.105	0.092	0.106	0.100	****
		条件2	0.25	0.25	0.245		0.254	0.224	0.260	0.240	****
		条件3	0.50	0.50	0.512		0.485	0.451	0.507	0.476	****
		条件4	1.0	1.0	0.998		1.000	0.908	1.039	0.936	****
		条件5	2.5	2.5	2.475		2.477	2.372	2.504	2.305	****
条件6		5.0	5.0	5.080		5.195	4.616	5.052	4.568	****	
条件7	10	10	10.040		10.050	8.928	10.087	9.075	****		

単位: mg/L

汚泥、廃酸ともに I C P 質量分析法と公定法で大きな差異はみられなかった。

I C P 質量分析法の分析結果は分析機関（測定機器）によるばらつきも少なく、試料の想定濃度や公定法の分析結果と一致しており廃棄物試料についても適応可能と考えられる。

(5) イオンクロマトグラフ法による有機塩素化合物の分析結果

1 3号告示に基づく試験検体として「汚泥」「廃酸」の2種類を対象とし、これらの試料を元に1 3号告示に基づき前処理操作を実施した。得られたヘキサン抽出液に段階的に有機塩素化合物（モノクロロベンゼン）を添加し逆抽出した水抽出液を対象に告示法（吸光光度法）とイオンクロマトグラフ法による測定を実施してその分析値を比較した。

分析結果を表 3-16 に示す。

表 3-16 公定法及びイオンクロマトグラフ法による塩素分析結果

含有量 [mg/kg]	設定値	Cl						NO3	Na	pH	EC
		公定法 (比色法)	イオンクロマトグラフ				イオンクロマトグラフ	イオンクロマトグラフ	ガラス 電極法	ガラス 電極法	
			希釈無	10倍希釈	100倍希釈	1000倍希釈	10000倍希釈	10000倍希釈	-	-	
		mg/kg	試料中濃度 [mg/kg]				mg/L	mg/L	-	S/m	
1 操作ブランク		0	ピーク分離不可能	不検出	7.0	56.4	208648	29612	-	-	
2 汚泥	条件0	0	0.3	-	-	不検出	-	-	-	-	
	条件1	0.4	1.5	-	-	7.4	-	-	-	-	
	条件2	2	2.8	-	-	10.5	-	-	-	-	
	条件3	4	4.2	-	2.5	4.9	-	-	-	-	
	条件4	8	8.3	-	2.3	13.5	-	-	-	-	
	条件5	20	18.9	-	9.9	23.8	-	-	-	-	
	条件6	40	35.9	-	-	41.5	-	-	-	-	
	条件7	80	67.2	-	-	79.5	-	-	-	-	
	条件8	200	156.9	-	-	194.2	-	-	-	-	
11 条件9	400	335.0	-	-	401.3	-	-	-	-		
12 廃酸	条件0	0	0.6	-	-	不検出	-	-	-	-	
	条件2	1	3.0	-	-	-	-	-	-	-	
	条件4	4	9.1	-	9.0	4.7	-	-	-	-	
	条件5	10	33.7	-	21.8	36.6	-	-	-	-	
	条件6	20	45.1	-	-	72.3	-	-	-	-	
	条件7	40	84.5	-	-	155.2	-	-	-	-	
	条件8	100	274.2	-	-	389.5	-	-	-	-	
	条件9	200	105.7	-	-	190.9	-	-	-	-	

汚泥:基準値 40mg/kg

廃酸・廃アルカリ:基準値 4mg/kg

抽出液濃度 [mg/L]	設定値 [mg/L]	Cl						NO3	Na	pH	EC
		公定法 (比色法)	イオンクロマトグラフ				イオンクロマトグラフ	イオンクロマトグラフ	ガラス 電極法	ガラス 電極法	
			希釈無	10倍希釈	100倍希釈	1000倍希釈	10000倍希釈	10000倍希釈	-	-	
		mg/L	検液濃度 [mg/L]				mg/L	mg/L	-	S/m	
1 操作ブランク		0	ピーク分離不可能	不検出	1.75	14.1	52162	7403	0.36	15.2	
2 汚泥	条件0	0	0.074	-	-	不検出	-	-	-	-	
	条件1	0.1	0.374	-	-	1.85	-	-	-	-	
	条件2	0.5	0.696	-	-	2.62	-	-	-	-	
	条件3	1	1.038	-	0.622	1.22	-	-	-	-	
	条件4	2	2.078	-	0.566	3.38	-	-	-	-	
	条件5	5	4.724	-	2.476	5.96	-	-	-	-	
	条件6	10	8.967	-	-	10.38	-	-	-	-	
	条件7	20	16.801	-	-	19.88	-	-	-	-	
	条件8	50	39.220	-	-	48.55	-	-	-	-	
11 条件9	100	83.758	-	-	100.32	-	-	-	-		
12 廃酸	条件0	0	0.696	-	-	不検出	-	-	-	-	
	条件2	1.25	3.73907552	-	-	-	-	-	-	-	
	条件4	5	11.3160043	-	9.941	5.86	-	-	-	-	
	条件5	12.5	42.1	-	27.195	45.79	-	-	-	-	
	条件6	25	56.3	-	-	90.33	-	-	-	-	
	条件7	50	105.6	-	-	194.02	-	-	-	-	
	条件8	125	342.8	-	-	486.82	-	-	-	-	
	条件9	250	132.08841	-	-	238.6	-	-	-	-	

定量下限値未満

検量線の範囲内

数値 イオンクロマトグラフのピークが共存物の影響を受けているため参考値とした。

イオンクロマトグラフ法による塩素分析については試料中の共存物質、抽出操作において使用する試薬ブランク及び添加する硝酸の影響で測定においてかなりの希釈操作が必要となり、目的とする定量下限値が担保できなかった。

現行の有機塩素化合物の分析においてはイオンクロマトグラフ法の適用は困難であるとする。

第4章 産業廃棄物の検定方法に関する情報整理

本章では平成22年度に発表された、「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」に関連する文献を整理した。新たに次の4件が報告されている。資料は巻末資料として添付するが、ここでは概要をまとめて示す。

- 1) 門木秀幸ら：再生材の溶出試験の検討と廃棄物分析事例、平成22年度廃棄物資源循環学会討論会、廃棄物試験検査法研究部会企画「産業廃棄物溶出試験に関する検討について」、(平成22年5月、川崎市)；
http://jsmcwm.or.jp/wastest/2010_toronkai_4.pdf
- 2) 門木秀幸ら、廃棄物・再生材の溶出試験における溶出条件の影響、環境保全・公害防止研究発表会講演要旨集、2010.11 (同内容で、第21回廃棄物資源循環学会研究発表会、pp.519-520 (平成22年11月、金沢)の発表)
- 3) 富田恵一：溶出試験の精度管理と技術向上に向けた取り組み(北海道の事例)、平成22年度廃棄物資源循環学会討論会、廃棄物試験検査法研究部会企画「産業廃棄物溶出試験に関する検討について」(平成22年5月21日、川崎市)；http://jsmcwm.or.jp/wastest/2010_toronkai_5.pdf
- 4) 井上豪ら：「告示13号試験で使用するガラス繊維ろ紙の種類とその測定結果に与える影響について」、全国環境研究所協議会廃棄物研究部会発表会資料集、(平成22年11月、金沢市)

1. 門木ら¹⁾²⁾の検討内容と結果

【検討内容】

- ① 溶媒/容器容積比(空隙率)： 43%、50%、70%、90%
- ② 振とう方向： 縦置き横振とう、縦置き縦振とう
- ③ ろ過量(ろ紙の交換頻度)： 50mL、50～100mL、100～200mLで1枚のろ紙でろ過

【試料】

再生材として溶融スラグと発泡ガラス、廃棄物として一般廃棄物溶融飛灰

【溶出試験の条件等】

容器はPPCO製480mL、混合液を6時間振とう(振とう速度200rpm、振とう幅4-5cm)後3000rpmで20分遠心分離したものを吸引ろ過

ろ紙材質と孔径は、廃棄物に対して、1 μ m孔径ガラス繊維ろ紙 ADVANTEC製GS-25、再生製品については0.45 μ m孔径メンブランフィルター ADVANTEC製

【結果】

- ① 溶媒/容器容積比(空隙率)：

環告13号(廃棄物)

溶融飛灰のPbでは、溶媒/容器容積比が43%～90%と増加するにつれて低下傾向にある。低下幅は大きくなく、10%程度である。

脱水汚泥のHgでは、溶媒/容器容積比が50%までは大きく変わらず、70%で約1/2に、90%では定量限界付近となり、空隙率の影響が極めて大きかった。

環告46号(再生材)

溶融スラグのPb、発泡ガラスのPb、発泡ガラスのAsについて、いずれも空隙率が低下するにつれて、溶出量が低下した。影響のない範囲はいずれの場合も空隙率50%以下であった。

② 振とう方向：

上記の試料と項目について、縦置き横振とうは、縦置き縦振とうより溶出濃度が数倍高かった。特に溶融スラグ及び発泡ガラスのPbは顕著であった。空隙率50%で比較すると、溶融スラグで10倍の差がみられている。溶融飛灰では振とう方向の影響は大きく受けていない。(事務局考察：飛灰は軽く水との混合が振とう方向によらず十分であったと思われる。一方で溶融スラグや発泡ガラスは重く、縦振とうでは十分に水との混合が行われなかったものと考えられる)

③ ろ過量(ろ紙の交換頻度)

環告13号(廃棄物)

溶融飛灰のPbではろ紙を交換しても濃度は変化しなかった。

環告46号(再生材)

溶融スラグのPb及び発泡ガラスのPbについては、ろ紙を交換することによって濃度が低下した。発泡ガラスのAsは濃度が低下せず、一定であった。

2. 富田³⁾による検討内容と結果

【検討内容】

土壌溶出試験における、SeとBの分析法に関する検討(天然由来土壌汚染に関連して測定の要望が高く、また精度がよくないことから、共通試料による精度管理調査を行った)

なお、この中で、Seについては、水素化物発生発光分光分析法、及びICP質量分析方法が比較されている。Seの精度管理参加者は36機関。

【試料】

Se及びBを一定濃度溶出する泥岩土壌

【結果】

Seについての比較では、ICP質量分析による値が 0.0280 ± 0.0090 mg/L、水素化物発生ICP発光分光分析法が 0.0292 ± 0.012 mg/Lと報告されており、ほぼ等しい値が得られている。

【その他】

精度管理調査に併せて、多くの分析機関からの溶出操作及び測定に関する質問例が示されており、検討すべきこと、また留意事項に記載すべき事項が含まれている。例えば、土壌溶出試験と廃棄物の溶出試験におけるろ過操作の意味が異なること、ろ紙からのコンタミネーション、セレンの分析における予備還元剤の安定性、気送管での吸着及び分解、経路に残留するKI(ヒ素分析で用いられる試薬)の干渉除去法など。

3. 井上⁴⁾による検討内容と結果

【検討内容】

検定方法で使用するガラス繊維及びメンブランフィルターの種類によって、農薬類及び重金属類の溶出量が異なることを実験的に検討している。

【試料】

- 農薬混合標準物質を加えた水試料
- 模擬汚泥(沖縄県の赤土(国頭マージ)を5g/水20mLとした混合物)

【ろ紙の種類】

- ガラス繊維ろ紙 ADVANTEC社製 GA-100(孔径 $1\mu\text{m}$)、GA-55(孔径 $0.6\mu\text{m}$)、GS-25(孔径 0.6

μm 、バインダー処理あり)、Whatman 社製 GF/B (孔径 $0.6\mu\text{m}$)、GMF150 (孔径 $1.2\mu\text{m}$)
なお、孔径 $0.6\mu\text{m}$ のろ紙は吸引ろ過で $1\mu\text{m}$ 粒子を捕捉可能とされる

- メンブランフィルター ($0.45\mu\text{m}$)

【測定項目】

- 有機リン系農薬 (パラチオン、メチルパラチオン、メチルジメトン、EPN)
- シマジン、チオベンカルブ
- 農薬標準混合液 (75 種、関東化学製)
- Pb、Cd
- 粒度分布・全蒸発残留物

【結果】

- ① GS-25 を除くガラス繊維ろ紙では EPN を除き、ろ紙による吸着はみられなかった。
- ② GS-25 のろ紙はチオベンカルブ、パラチオンの回収率が低く、EPN も 20% の回収率であり、ろ紙による吸着が起こっていた。GS-25 で捕捉された量をアセトンで抽出して測定した結果、ろ紙による吸着を確認した。
- ③ 多種の農薬 (標準液) の GS-25 の吸着は、物質の水オクタノール分配係数が高く、親油性の高い物質ほど吸着された。
- ④ Pb と Cd については GA-100 ろ紙を使用したろ液で溶出濃度が高かった。
- ⑤ ろ液の全蒸発残留物を測定したところ、GA-100 のろ液が多く、粒子状物質の捕捉が他のろ紙より少なかった。Pb と Cd の濃度が高かったことと強く関連していた。

以上、これらの実験的検討の結果によれば、検定方法の操作・分析について次のようにまとめることができる。

- (1) 溶媒/容器容積比は 0.5 以下が望ましい。
- (2) 振とう方向については、縦置きの場合、横振とうが望ましい。縦置き横振とうでは、最大 10 倍の溶出濃度の差が起こりうる。
- (3) Se の ICP 質量分析では、水素化物発生 ICP 発光分光分析の値とほぼ等しく、採用が可能である。
- (4) ガラス繊維ろ紙では、バインダーを使用している製品では農薬の吸着が起こる。チオベンカルブ、パラチオン、EPN で著しい。親油性の農薬ほど、吸着されやすい。
- (5) ガラス繊維ろ紙の種類によっては、粒子状物質の捕捉量に差が生じ、粒子中に存在する重金属類 (測定物質は Pb 及び Cd) は濃度が高くなる。汚泥など微粒子の存在量が多い場合にはばらつきの原因となる。

第5章 産業廃棄物の検定方法の改定内容について

以下、これまでに改定内容について議論した結果を示す。

(1) 試料粒径

土壤汚染対策法における試料粒径と異なっていることが議論された。廃棄物の最終処分場における溶出量上限を決める検定方法は、最終処分場現場を再現するため、有姿で試験することが望ましいことが認識された。また大きな塊状廃棄物（鉱さい、固化処理物）については、風化を想定した粒度とすることも一致した意見であり、環告 13 号における試料粒径についての考え方を次のように明確にすることとした。環告 13 号試験は、最終処分場に搬入する廃棄物が一定濃度以上に有害物を溶出しないことを担保するための試験法であるため、試料は有姿のままを原則とし、塊状廃棄物については、0.5mm 以上 5mm 以下程度にまで風化すると想定し検定を行う、ということである。

土壤汚染対策法では、汚染土壤の環境影響をみるものであるが、土壤の定義として砂礫を含まないことから 2mm 以下を想定している。環告 13 号で対象とする廃棄物とは異なる対象物質であり、試料粒径を統一する必要性はないものと考えられる。現在土壤環境基準の検定方法（環告 46 号）の溶出操作・分析方法に関して、アンケート調査が行われている。その中で、風乾操作を行うことにより、Pb や As 等の溶出濃度が低下することが課題とされているとの情報がある（検討委員情報）。

(2) 溶出溶媒

溶出溶媒の pH は、溶出濃度への影響は小さいと考えられるものの、積極的に、純水に統一すべきという意見には集約できなかった。しかし、本業務の検討結果としては、陸上埋立される廃棄物を対象とする場合、実態として（アンケート結果）純水（又はイオン交換水）が用いられていること、海外の廃棄物の溶出試験方法で純水（又はイオン交換水）が用いられていることに鑑み、これを変更案として提出するものである。

(3) 混合液量と容器容積比

現状では、陸上埋立では、試料量 50g 以上、溶媒 500mL 以上（固液比 10）と規定されている。昭和 58 年の検討結果では混合液量の容積比が大きくなると低値になる傾向があり、容器容積比を 0.5 とすることが提案されている。平成 21 年度の実験的検討でも容積比が 75%を超えると、溶出濃度が低下することが分かった。これは廃棄物と水との混合が不十分であるためと考えられる。また平成 22 年度に報告された（5 章参照）比較データによっても、振とう容器の空隙率が 0.5 以上で溶出濃度が低下することが示されている。検定方法が平衡状態を模擬した溶出濃度を得ることが目的であり、振とう操作の間に廃棄物と溶媒が十分に混合される状態を担保するため、また機関間の測定値の変動要因を少なくするために、容器容積比を規定することとし、概ね 0.5 とすることを提案するものである。

(4) 振とう条件

縦置き縦振とう、縦置き横振とう、横置き縦振とう、横置き横振とう、の組み合わせが考えられる。このうち、昭和 58 年には水平振とう（縦置き横振とう）と垂直振とう（縦置き縦振とう）が比較されている。結果は明確な差が顕れていない。平成 22 年に報告された（第 5 章参照）比較データによれば、縦置き縦振とう（垂直振とう）は縦置き横振とう（水平振とう）に比べて、溶出濃度が低下する傾向にあり、試料・項目によっては 10 倍低い値となることが示されている。この結果から、振とうの操作は縦置き横振とうが望ましいといえる。容器を横置きあるいは斜め置きした場合の比較データはないため、縦置き横振とうに限定するという結論までには至っていない。

(5) 溶出時間

6 時間より短い時間については、昭和 58 年に検討し、短い溶出時間にする妥当性が見いだせなかったとしている。海外の溶出試験では 18 時間、24 時間が採用されている。これは、最終処分場からの溶出量を、平衡状態のものとして考えているためと考えられる。実試料分析による結果によれば、溶出時間が長くなると濃度低下が生じる項目がある一方、ヒ素やセレンは若干濃度が高くなる傾向があった。平衡状態を再現する基本の方針を採用するのでなければ、溶出時間は項目によって挙動が異なることから、積極的に溶出時間変更を支持する結果は得られず、6 時間を支持する方向である。ただし、項目によっては濃度低下があることの周知は必要と考えられる。

(6) ろ過操作

検定方法の制定時には、最もろ紙孔径が小さいもの（ろ紙 5C）によるろ過操作を採用した。当時の分析現場では遠心分離が主流であったこと、遠心分離と同程度の粒子の除去が行えるものとして孔径 1 μm ガラス繊維ろ紙でのろ過操作が採用された。

アンケート調査結果によれば、ろ紙材質及びろ紙孔径で 1 μm のグラスファイバーろ紙を用いていない機関があること、ろ過困難の判断が難しいこと、ろ紙の交換枚数やろ液の濁りの程度について分析者の自由判断にゆだねている機関もあることがわかった。

試験法の精度を向上させることも考慮すると、遠心分離ろ過操作が適していると考えられる。平成 22 年度の報告例（第 5 章参照）によれば、ろ過時にろ紙を交換することによって、溶出濃度が低下することが示された。ろ紙をしばしば交換する方が濃度が高くなる場合も報告されており、更に実験的検討が必要と考えられた。

(7) ろ紙の材質・孔径

制定当時、メンブランフィルターは目詰まりしやすいことから、ガラス繊維ろ紙が採用に至った。環告 13 号の試験精度が悪いと指摘されており、実態（アンケート結果）でも、多種のろ紙材質とろ紙孔径が使用されており、重要な検討課題と考えられる。精度向上の観点からすれば、ガラス繊維ろ紙より、ろ液中の微粒子量の変動が小さくなるメンブランフィルターを使用する方法が推奨される。しかし、平成 22 年度の報告例（第 5 章参照）では、ろ紙に有機バインダーが

使用されているろ紙では農薬が吸着されることが示された。親油性の高い農薬ほど吸着されやすいことも示されている。標準物質を用いた回収実験では、 $0.45\mu\text{m}$ のメンブランフィルターでも農薬の吸着があることが指摘されている。ろ紙材質によって、吸着があり得るということはこれまでに報告されておらず、新たな課題であることが分かった。有機物及び無機物質で吸着挙動は異なる可能性があり、前項のろ過操作におけるろ紙の交換頻度も併せて、十分な実験的検討が必要と考えられた。

ろ紙孔径について、 $1\mu\text{m}$ と $0.45\mu\text{m}$ の議論については、平成21年度の報告書において記述されているように、国内では土壌溶出試験で、また海外では廃棄物の溶出試験に $0.45\mu\text{m}$ ろ紙が用いられている。平成21年度は、「十分な科学的根拠をもってろ紙孔径の変更は行われなければならない」という結論とされたが、今年度新たな情報もなく、また昨年同様、孔径 $1\mu\text{m}$ 又は $0.45\mu\text{m}$ のろ紙を使用する妥当性は見いだせない状況である。先に述べたように、ろ紙材質によって対象物質の吸着が起こる可能性があることから、異なる製造メーカーの各種ろ紙について更なる検討が必要と考えられる。

(8) 揮発性有機物質に対するろ過操作

溶出操作後のろ過操作の有無による濃度比較を行った論文（土壌を対象）によれば、ろ過しない方が揮発損失が少なく、2割程度濃度が高いことが報告されている。また実態（アンケート）として、約半数の機関がろ過操作を行っていないという結果をふまえ、平成21年度の実試料による分析結果も同様に、ろ過を行った方が低値を示す傾向が確認されたことから、ろ過操作なしを規定してもよいと考えられる。現状でデメリットは認められておらず、更に専門家から意見を聴取することにより、採用・改定する可能性があるものと思われる。平成22年度には、土壌溶出試験に関するアンケート調査が行われている（検討委員情報、土壌環境センターがとりまとめ）ので、その結果も参考にすることとする（報告書作成時点では未発表）。

(9) ヒ素、セレン、ベリリウムへのICP質量分析の採用

ヒ素及びセレン

平成21年度の廃棄物の実試料分析において、ヒ素及びセレンについて、水素化物原子吸光法とICP質量分析法を比較したところ測定値に大きな差はみられなかった。一部試料でICP質量分析法が高い傾向がみられたが、逆に水素化物法におけるヒ素の予備還元が不十分であった可能性もあった。平成22年度には、異なる機種 of ICP質量分析装置（5メーカー）で、共存元素の種類と量を決めた共通試料による比較を行ったが、ICP質量分析法は概ね採用される方向は確認できたが、その機関間精度は高いとはいえなかった。留意事項の記載、また基準値付近では標準添加をする等が必要といえる。実験結果では、従来法の水素化物発生原子吸光法、水素化物発生発光分光分析法について、課題がある（低値を示す）ことが2年間の結果で分かった。測定方法をJISK0102に準じるとしても、十分な解説が必要と考えられる。平成22年度の実験においても、水素化物発生法は共存元素の影響（PbやSnなど共存する場合にAsやSeの水素化物発生を妨害）を受けているためか、低値であることから、ICP質量分析値の正しさを明確に判断できない結果

となった。これを解決するためには、現在採用されていない、ICP 発光分光分析法（直接法）による測定が必要であると考えられる。

ベリリウム

異なる ICP 質量分析装置について、規定された濃度で共存物質を含む溶液を測定した結果から、Be の ICP 質量分析は問題なく、適用できると考えられた。

（10）有機塩素化合物へのイオンクロマト法の適用

現行法では、有機塩素化合物はヘキサン抽出後、脱塩素試薬を用いて無機塩素とし、チオシアン酸水銀を使用した吸光度法で定量されることになっているが、有害物である水銀を分析試薬に用いないで定量する方法としてイオンクロマト法を検討した。その結果、脱塩素試薬にソジウムピフェニルと用いているため、多量の Na を含む検液となってしまう、イオンクロマト装置に導入する前に、中和処理が必要となった。このため、定量限界値が高くなることから、よい結果が得られなかった。従って、有機塩素化合物に対してイオンクロマト法は適用が困難と考えられた。

第6章 まとめ及び今後の課題

「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」(環告13号)を改定するにあたり、主な検討事項として、試料粒径、溶出溶媒、溶媒/容器容積比、振とう時間、ろ紙の種類と孔径、ろ過操作(特に揮発性有機化合物)、ヒ素、セレン、ベリリウムに対するICP質量分析法の適用、有機塩素化合物へのイオンクロマト法の適用について検討した。主な結果を以下に示す。

- (1) 試料粒径については、環告13号で対象とする廃棄物と土壌は異なる試料であり、試料粒径を統一する必要性はなく、現行法で変更は必要ないと考えら得る。最終処分場に搬入する廃棄物が一定濃度以上に有害物を溶出しないことを担保するための試験法である本検定方法は、試料は有姿のままを原則とすること、塊状廃棄物については、0.5mm以上5mm以下程度にまで風化する想定されることを明確に示すことが必要といえる。
- (2) 混合液量/容器容積比(空隙率)は、溶出濃度に影響する大きな要因と考えられ、空隙率が小さくなると溶出濃度が低下することが、今年度の報告例でも明確になっている。概ね0.5と規定することが望ましい。
- (3) 振とう方向については、今年度報告された例から、縦置き縦振とう(垂直振とう)は縦置き横振とう(水平振とう)に比べて、溶出濃度が低下する傾向にあった。試料・項目によっては10倍低い値が報告されている。現状では縦置き横振とう(水平振とう)が推奨される。
- (4) ろ紙材質と孔径については、溶出濃度に大きく影響する因子である。分析機関の実態をみると、様々なメーカー、材質、ろ紙孔径を採用しており、規定が必要といえる。今年度の報告例によれば、有機バインダーが使用されているろ紙では農薬が吸着されることが示された。親油性の高い農薬ほど吸着されやすいことも示されている。標準物質を用いた回収実験では、0.45 μm のメンブランフィルターでも農薬の吸着があることが指摘されている。またろ紙によっては、微粒子が捕捉されにくいものもあり、溶出濃度の変動要因となっていた。溶出濃度の精度を向上させるためには、メンブランフィルターが望ましいと考えられるが、メンブランフィルターでも農薬が吸着するという報告例が示されており、ろ紙の材質について規定するとすれば、種々のメーカーと材質に関して十分な検討必要と考えられる。また、ろ紙を交換することによって、濃度が低下するという報告例もあり、これも検討課題と考えられる。
- (5) ヒ素、セレンのICP質量分析については、4メーカー5機種装置により、規定濃度の対象物質濃度及び共存元素濃度の同一試料による比較を行った。概ね水素化物原子吸光法と同等の値であり、ICP質量分析を採用することは可能といえる。しかし機関間の精度は十分によいとはいえなかった。特に基準値付近の濃度に対して、確度の高い測定値が望まれ、共存物質がある場合が多いため標準添加が必要である。ICP質量分析を適用するにあたり、留意事項を含む十分な解説が必要と考えられる。
- (6) ベリリウムのICP質量分析については、4メーカー5機種装置により、規定濃度の対象物質濃度及び共存元素濃度の同一試料による比較を行った。その結果は、ICP発光分光分析法とよい一致をみた。現行ではベリリウムにICP質量分析は採用されていないが、採用は可能と考えられる。
- (7) 現行法では、有機塩素化合物はヘキサン抽出後、脱塩素試薬を用いて無機塩素とし、チオシアン酸水銀を使用した吸光光度法で定量されることになっているが、有害物である水銀を分析試薬に用いないで定量する方法としてイオンクロマト法を検討した。その結果、脱塩素試薬にソジウムビフェニルと用いているため、多量のNaを含む検液となってしまう、イオンクロマト装置に導入する前に、中和処理が必要となった。このため、定量限界値が高くなることから、

よい結果が得られなかった。従って、有機塩素化合物に対してイオンクロマト法は適用が困難と考えられた。

今年度の結果をふまえ、改定にあたり今後の課題として次のようにまとめられる。

- (1) ろ過操作におけるろ紙材質とろ紙孔径について、農薬の吸着がみられることから、今後他の規制項目全体に対して検討が必要である。
- (2) ろ紙孔径について、 $1\mu\text{m}$ と $0.45\mu\text{m}$ の学術的根拠、及び精度に関する検討が必要である。
- (3) ヒ素及びセレンについては現行法とICP質量分析法のどちらが正確な値かを判断できなかった。正しい値としてICP発光分光分析法（直接法）による測定が必要である。
- (4) 有機塩素化合物について、何を目的とした規制項目であるのか、改めて考え直す必要性がある。国際的な観点からの比較も含めて情報収集し、検討する必要がある。
- (5) 新たな排水基準項目、1,4ジオキサンや排水基準項目であるが、廃棄物の規制対象外の項目（例えばホウ素）についての測定法の検討