

## 産業廃棄物の検定方法に係る分析操作マニュアル

## 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) PCB	33
(10) VOC	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も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"> <li>1 <math>\mu</math>m の GFP を用いていない機関がある</li> <li>遠心分離を採用する基準のろ過困難の判断が難しい</li> <li>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</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>遠心分離—ろ過操作をする(再現性を重視)</li> <li>3000 回転/分を、3000G とする。(1 <math>\mu</math>m の粒子除去の確実性を重視)</li> </ul>	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"> <li>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</li> <li>農薬類の測定では、ろ紙の材質によって吸着が起こる</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>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)</li> <li>ろ紙孔径は 1 <math>\mu</math>m のままとする</li> </ul>	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"> <li>約半数の機関がろ過操作を行っていない</li> <li>ろ過操作によって低値となる(実験結果)</li> </ul>	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"> <li>・ 共存物の少ない試料への適用</li> <li>・ 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</li> </ul> <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 <sup>注1)</sup>	有機性 汚泥	廃酸・ 廃アルカリ	非水溶性 無機性汚 泥	環境水	排水水	土壌 <sup>4)</sup>
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/l)	(mg/kg)	(mg/l)	(mg/l)	(mg/l)	(mg/l)	(mg/l)
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 <sup>2)</sup>	0.1	0.1	0.01	0.01	0.1	0.01
鉛又はその化合物	0.3 <sup>注2)</sup>	1	1	0.01	0.01	0.1	0.01
有機リン化合物	1	1	1	不検出	—	1	不検出
六価クロム化合物	1.5 <sup>注2)</sup>	0.15	0.5	0.05	0.05	0.5	0.05
ひ素又はその化合物	0.3 <sup>注2)</sup>	0.15	0.15	0.01	0.01	0.1	0.01
シアン化合物 <sup>3)</sup>	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
チオペンカルブ	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)

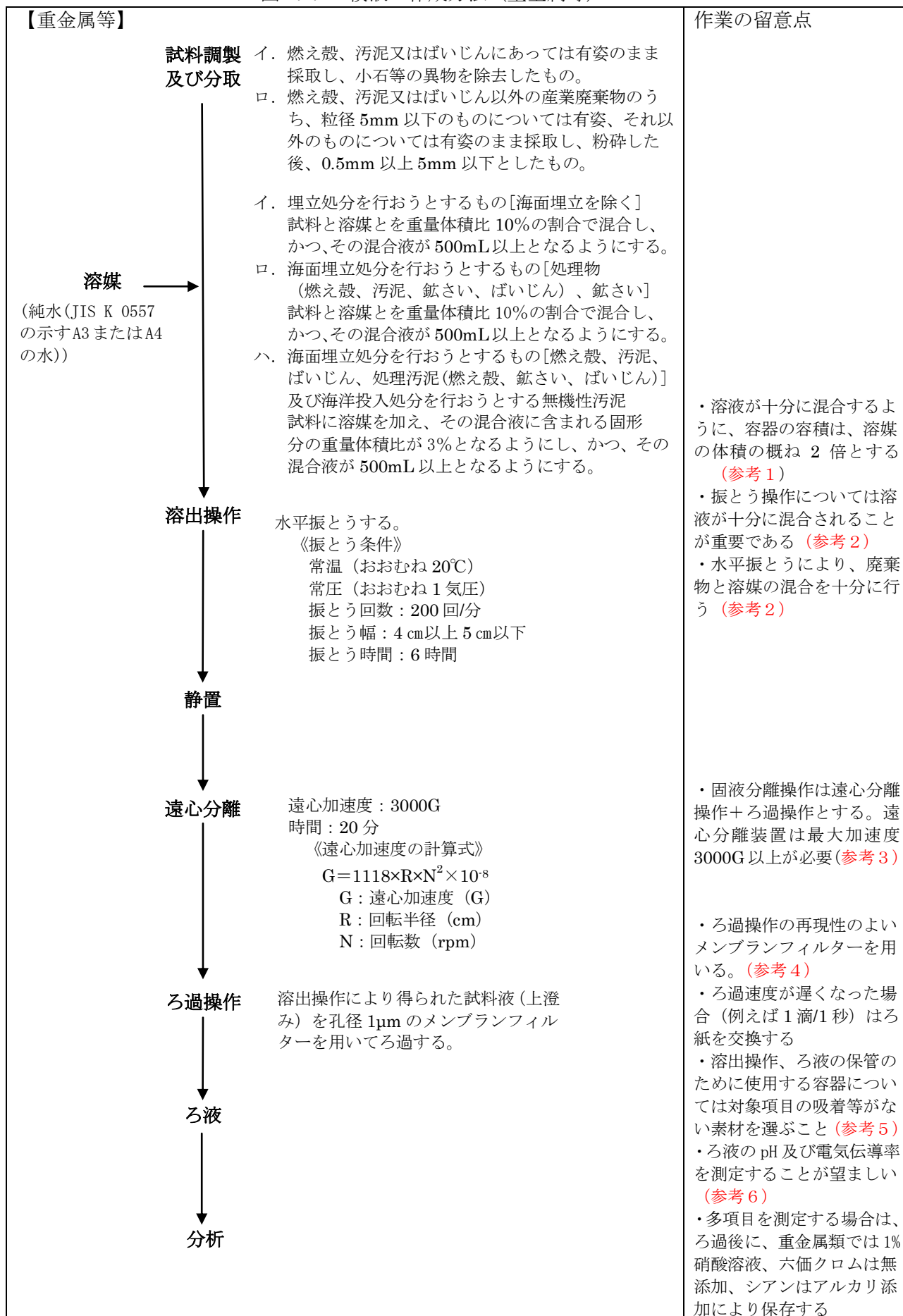






図 4.1.3 検液の作成方法 (VOC)

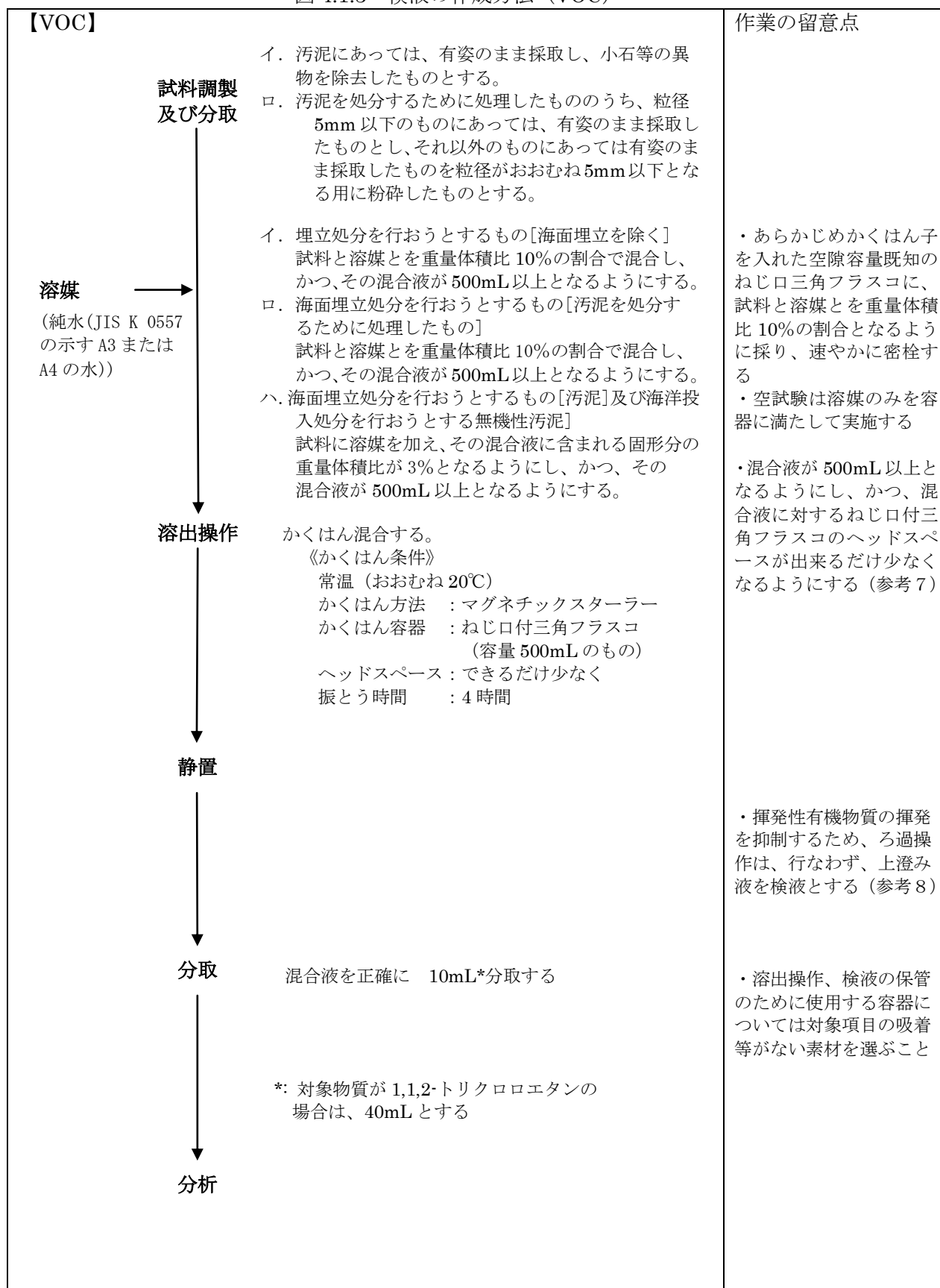


図 4.1.4 検液の作成方法 (海洋投入処分に係る廃棄物)

【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="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center;"><b>試料調製 及び分取</b></p> <p><b>溶媒</b> → (純水(JIS K 0557 の示す A3 または A4 の水))</p> </div> <div style="width: 65%;"> <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 1 L とする。</p> </div> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;">↓</div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center;"><b>激しく振り混 ぜ均一に混合</b></p> </div> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;">↓</div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center;"><b>必要量分取 分析</b></p> </div> <div style="width: 65%;"> <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> </div>	
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center;"><b>試料調製 及び分取</b></p> <p><b>溶媒</b> → (純水(JIS K 0557 の示す A3 または A4 の水))</p> </div> <div style="width: 65%;"> <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 1 L とする。</p> </div> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;">↓</div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center;"><b>激しく振り混 ぜ均一に混合</b></p> </div> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;">↓</div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center;"><b>必要量分取 分析</b></p> </div> <div style="width: 65%;"> <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> </div> </div>	

## 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)

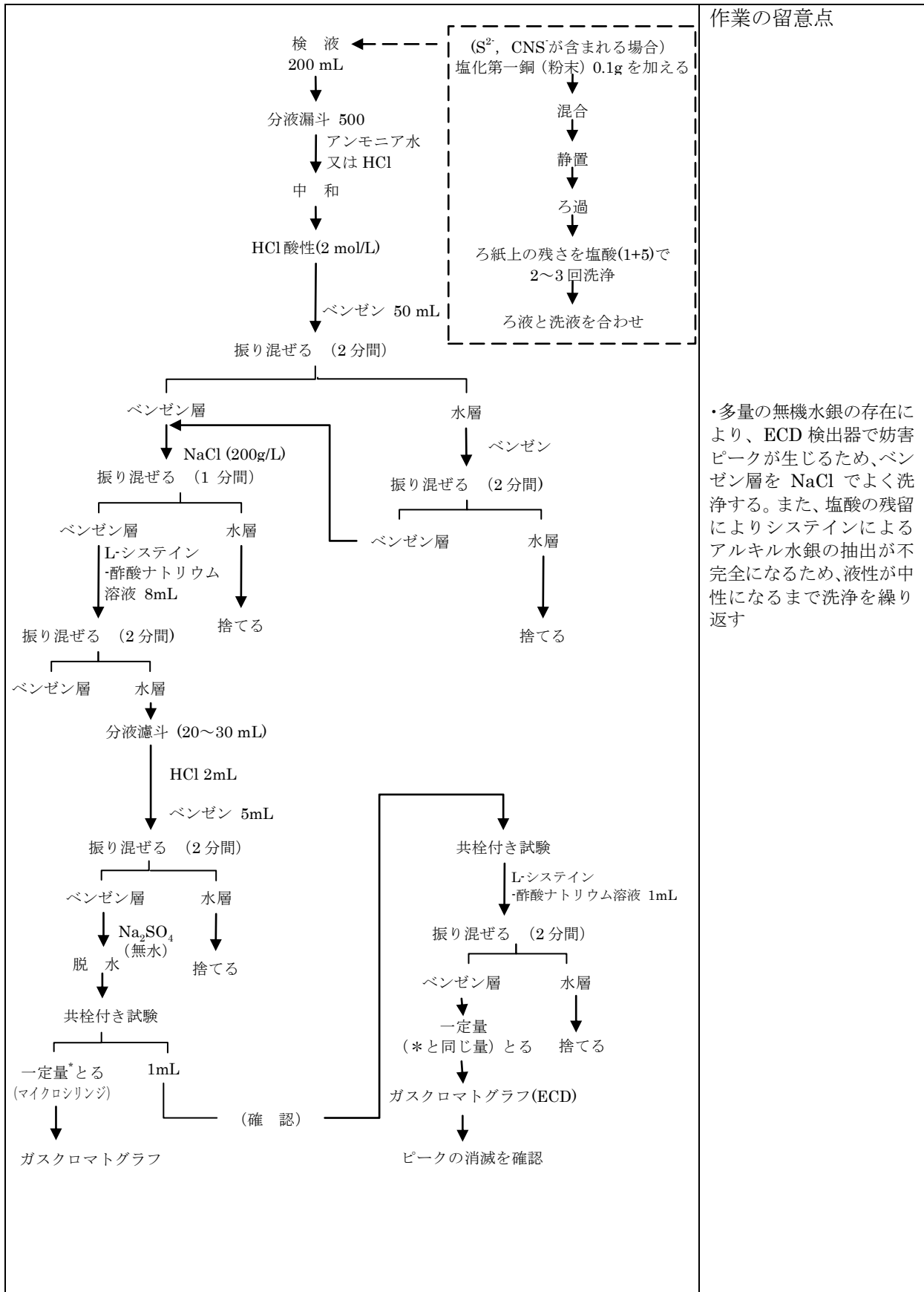
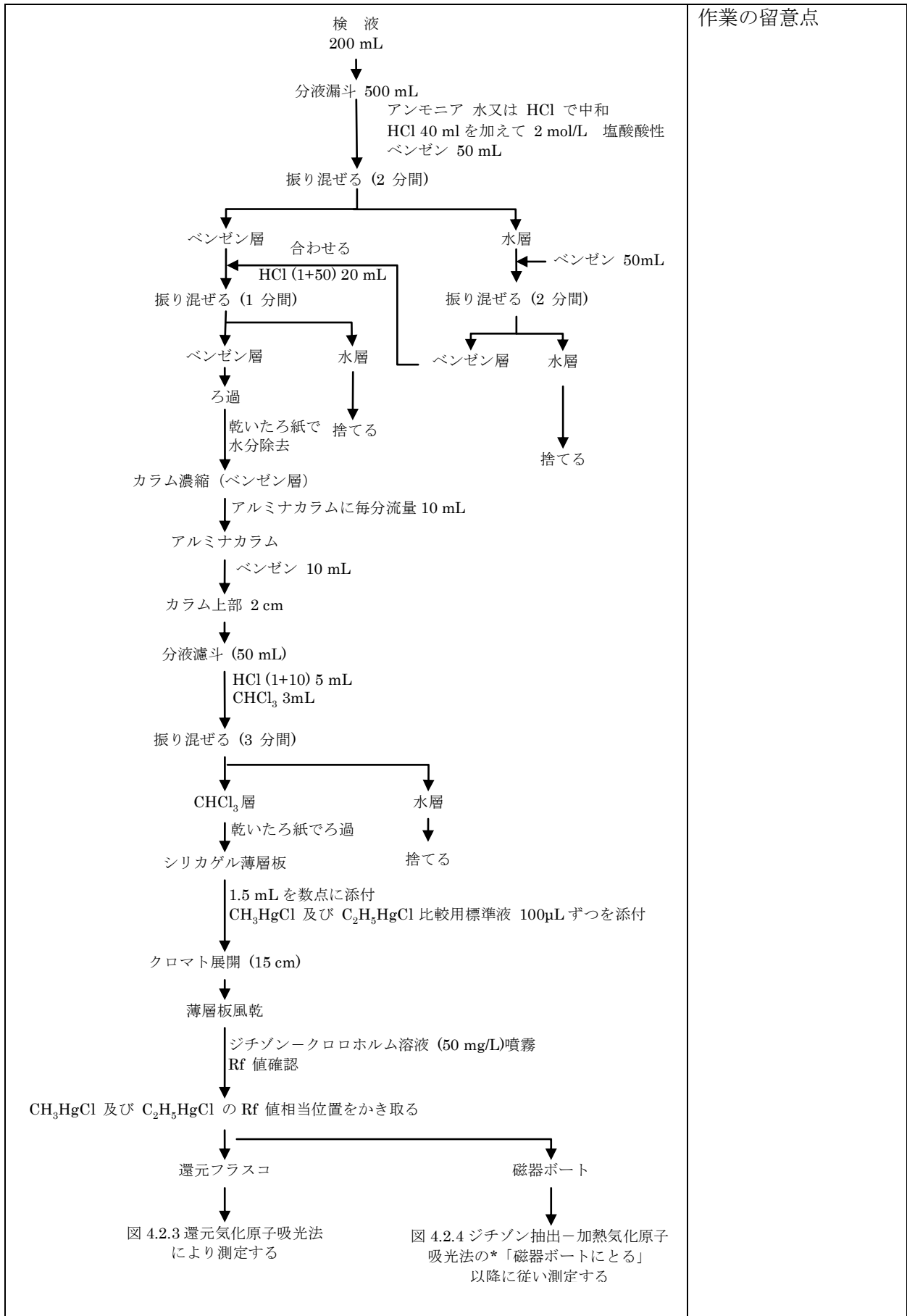


図 4.2.2 アルキル水銀の薄層クロマトグラフ分離—原子吸光法  
(昭和 49 年環境庁告示 64 号 (以下排水基準告示) 付表 3)

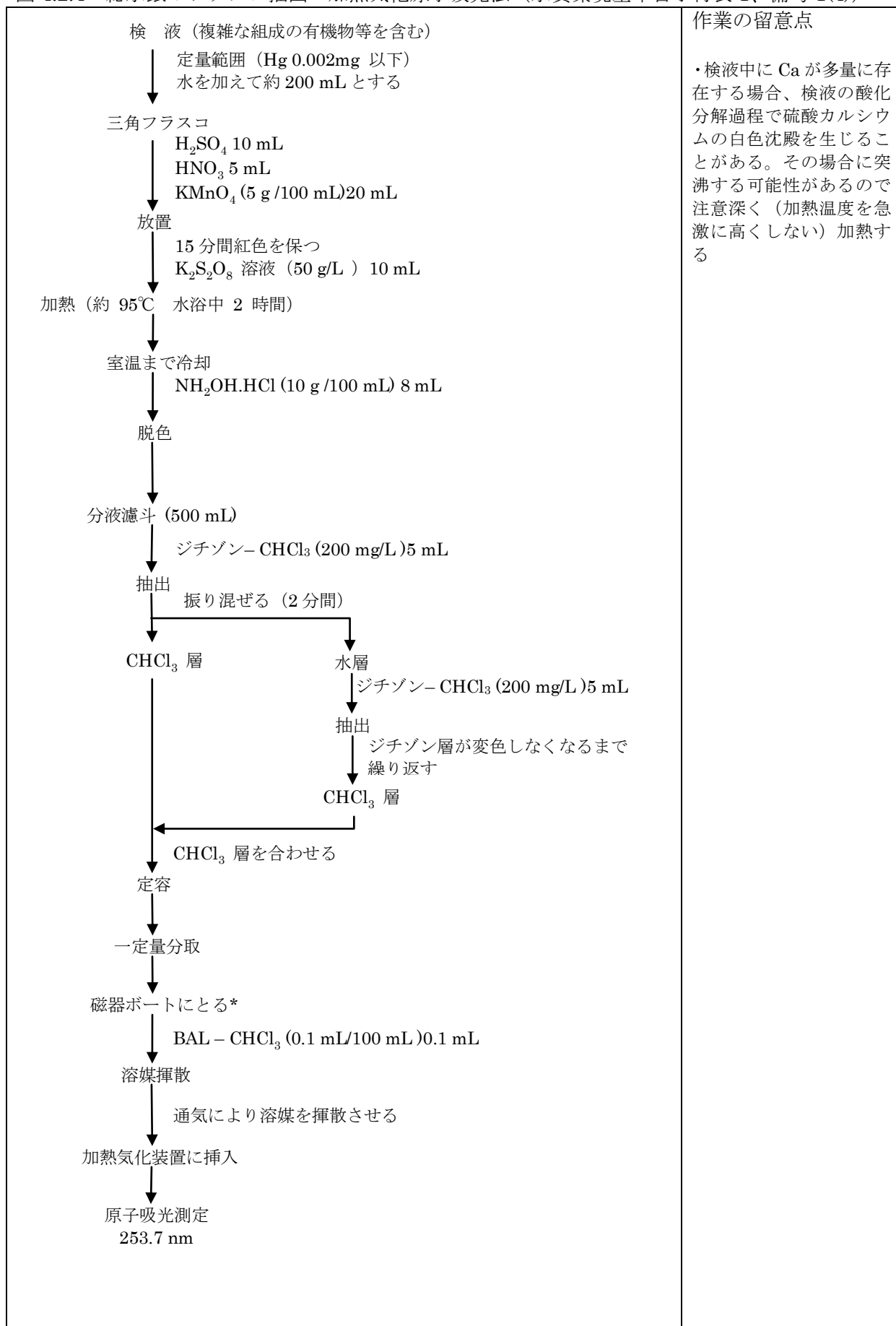


(2) 水銀又はその化合物

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)

<p style="text-align: center;">検 液</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">定量範囲 (Hg 0.002mg 以下) 水を加えて約 200 mL とする</p> <p style="text-align: center;">還元フラスコ (容量 350 mL で 250 mL の位置に刻印のあるもの)</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 mL HNO<sub>3</sub> 5 mL KMnO<sub>4</sub> (5 g/100 mL) 20 mL</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">放置 15 分間紅色を保つ</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">加熱 (約 95°C) 水浴中 2 時間 K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 溶液 (50 g/L) 10 mL</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">室温まで冷却</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">脱色 NH<sub>2</sub>OH.HCl (10 g/100 mL) 8 mL</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">水を 250 mL の刻印まで加える SnCl<sub>2</sub> (10 g/100 mL) 10 mL</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">還元気化装置に連結 (密閉循環型、解放通気型)</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">循環ポンプ作動</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">原子吸光測定 253.7nm</p>	<p style="text-align: center;">作業の留意点</p> <p>・ 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</p> <p>・ 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 (Cl<sub>2</sub>) 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</p> <p>・ 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)</p>
---	---

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 HNO<sub>3</sub> 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"> <li>・有機物が少ない場合に適用</li> </ul>
---	---

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 HNO<sub>3</sub> 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 HNO<sub>3</sub> 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"> <li>・検液中の有機物がある場合に適用</li> <li>・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</li> </ul>
--	--

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>↓ HNO<sub>3</sub> 10 mL</p> <p>加熱濃縮（約 10 mL になるまで）</p> <p>↓ HNO<sub>3</sub> 5 mL HClO<sub>4</sub> (60%) 10 mL</p> <p>加熱・HClO<sub>4</sub> 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"> <li>・検液中の有機物が多い場合に適用</li> <li>・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</li> </ul>
---	---

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））

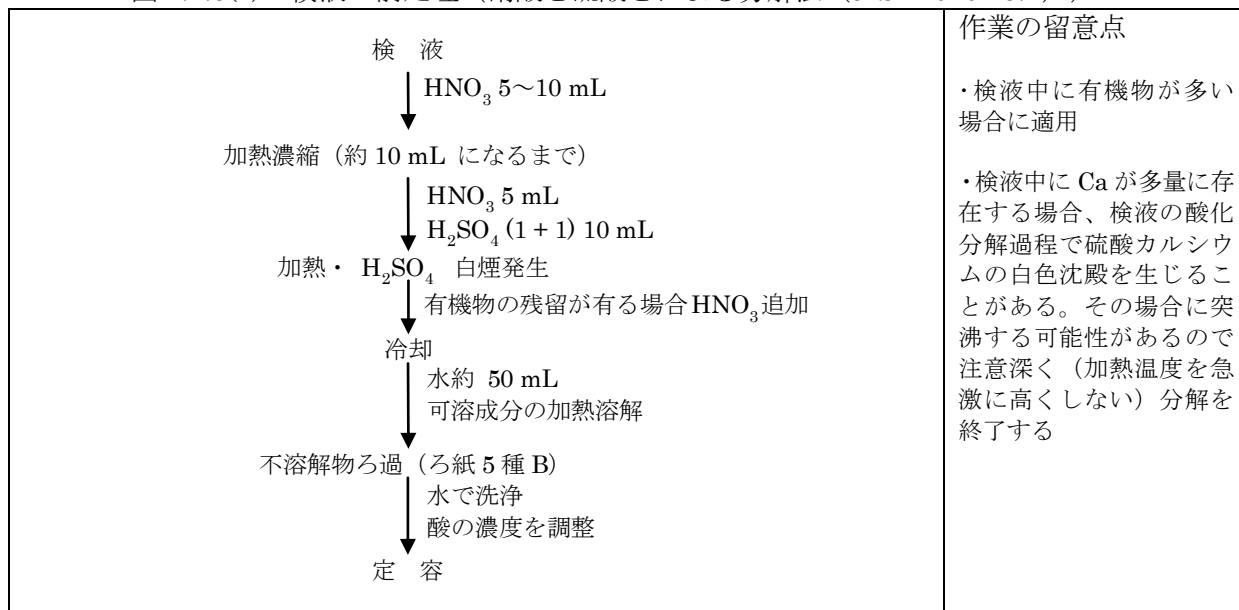




図 4.2.6 カドミウムのフレイム原子吸光法 (DDTC 溶媒抽出法; JIS K0102 52.2 備考 4)

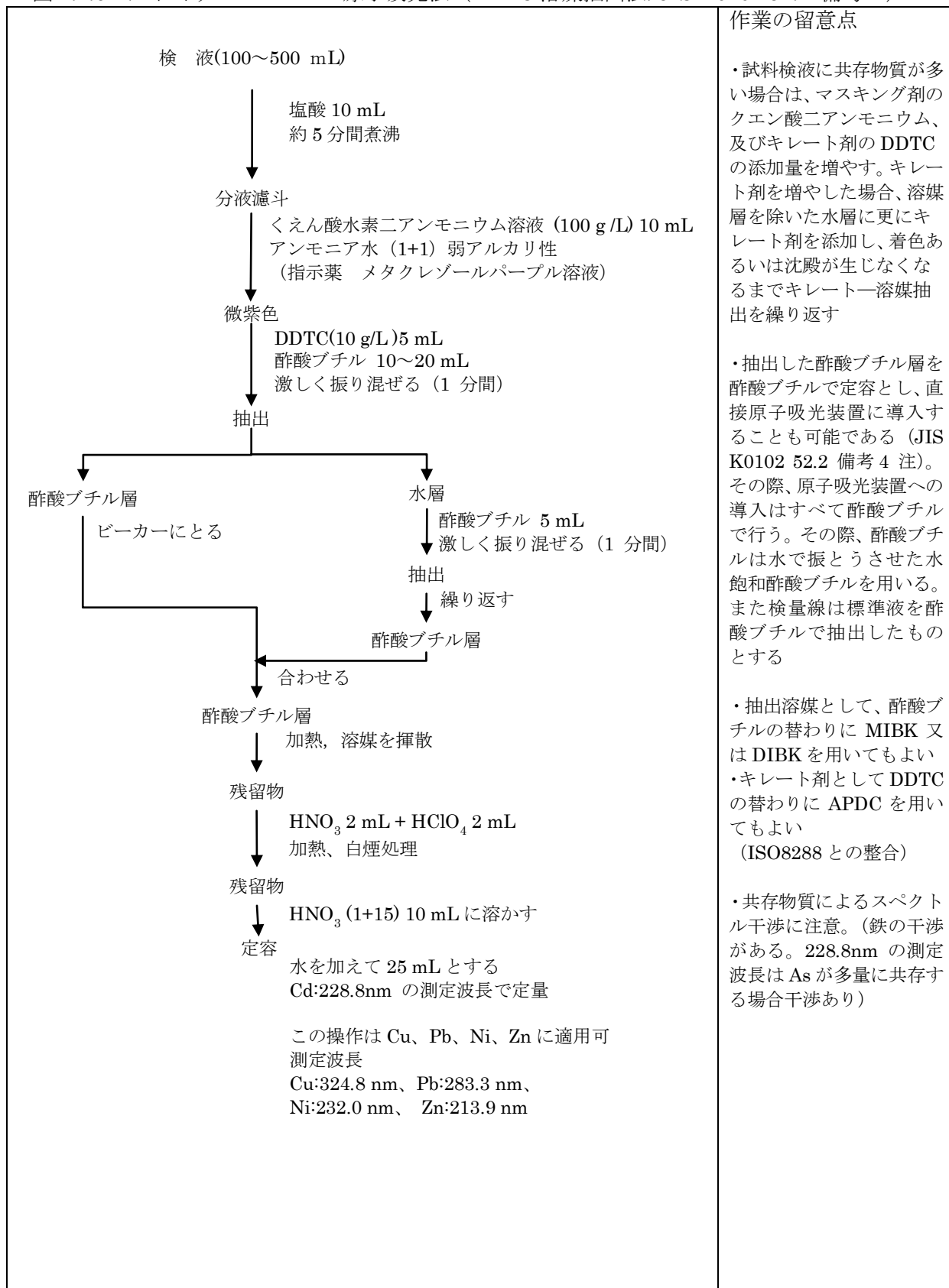


図 4.2.7 カドミウムの電気加熱原子吸光法 (JIS K0102 55.2)

<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°C、灰化温度 500~800°C、原子化温度 1600~2200°C) 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"> <li>・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)</li> <li>・乾燥時の突沸が起こらないよう注意</li> </ul>
---	---

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"> <li>・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</li> <li>・内標準元素は検液に含まれないことを確認</li> <li>・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する</li> </ul>
--	---

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"> <li>・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</li> <li>・内標準元素は Cd の測定質量に近い Y 又は In が適切</li> <li>・内標準元素は検液に含まれないことを確認</li> <li>・共存物質のスペクトル干渉に留意</li> <li>・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する</li> </ul>
---	---

(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)</p> <p>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°C、灰化温度 500~800°C、原子化温度 1800~2500°C 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"> <li>・乾燥時の突沸が起こらないよう注意</li> </ul>
--	---

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)</p> <p>ICP 発光分光分析 波長 : 220.351 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"> <li>・スペクトル干渉がないことを確認</li> <li>・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</li> <li>・内標準元素が検液に含まれないことを確認</li> <li>・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する</li> </ul>
---	---

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)</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 : 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"> <li>・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</li> <li>・内標準元素は Pb の測定質量に近い Bi が適切</li> <li>・内標準元素が検液に含まれないことを確認</li> <li>・共存物質のスペクトル干渉に留意</li> <li>・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する</li> </ul>
---	--

(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)

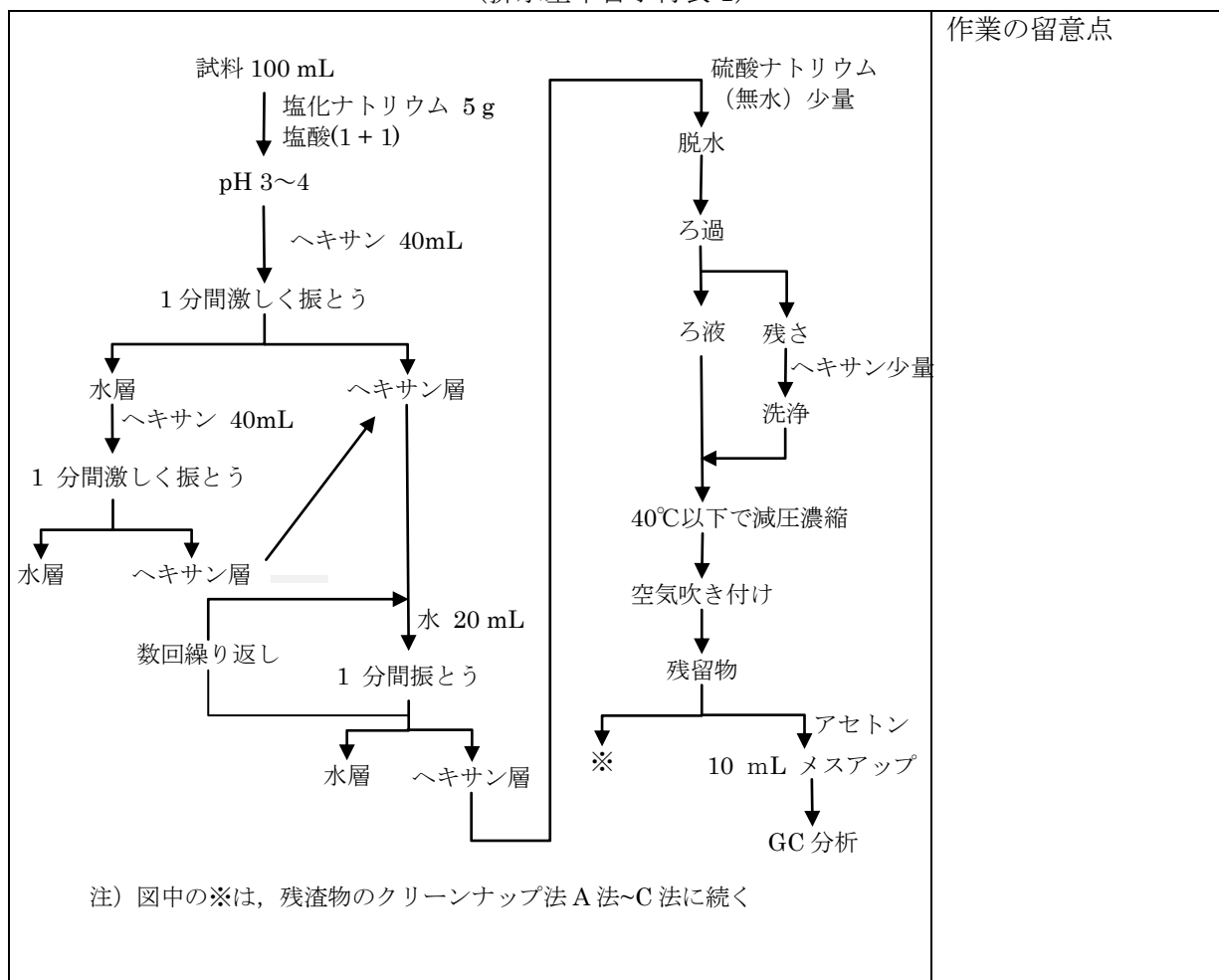


図 4.2.14(2) パラチオン、メチルパラチオン、EPN、メチルジメトンのクリーンナップ法 (A 法、二酸化けい素、精製けい藻土カラムクロマトグラフィー) (排水基準告示付表 1)

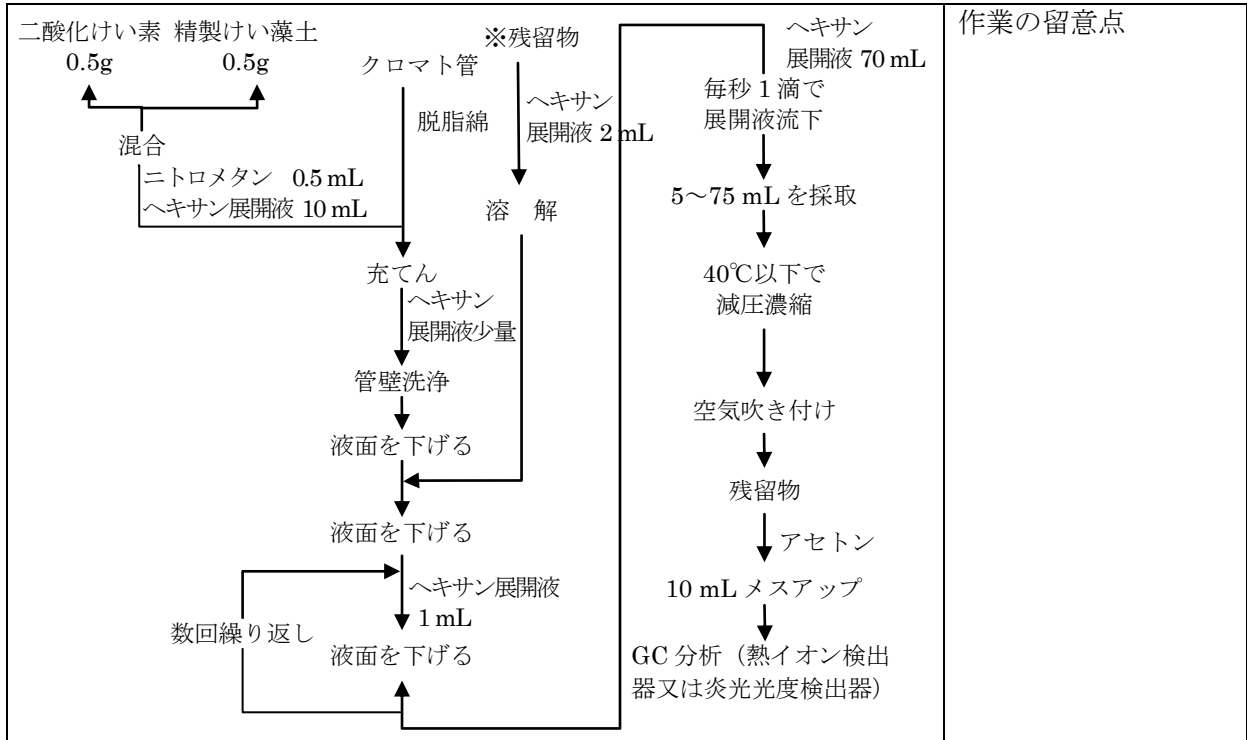


図 4.2.14(3) パラチオン、メチルパラチオン、EPN、メチルジメトンのクリーンナップ法 (B 法、フロリジルカラムクロマトグラフィー) (排水基準告示付表 1)

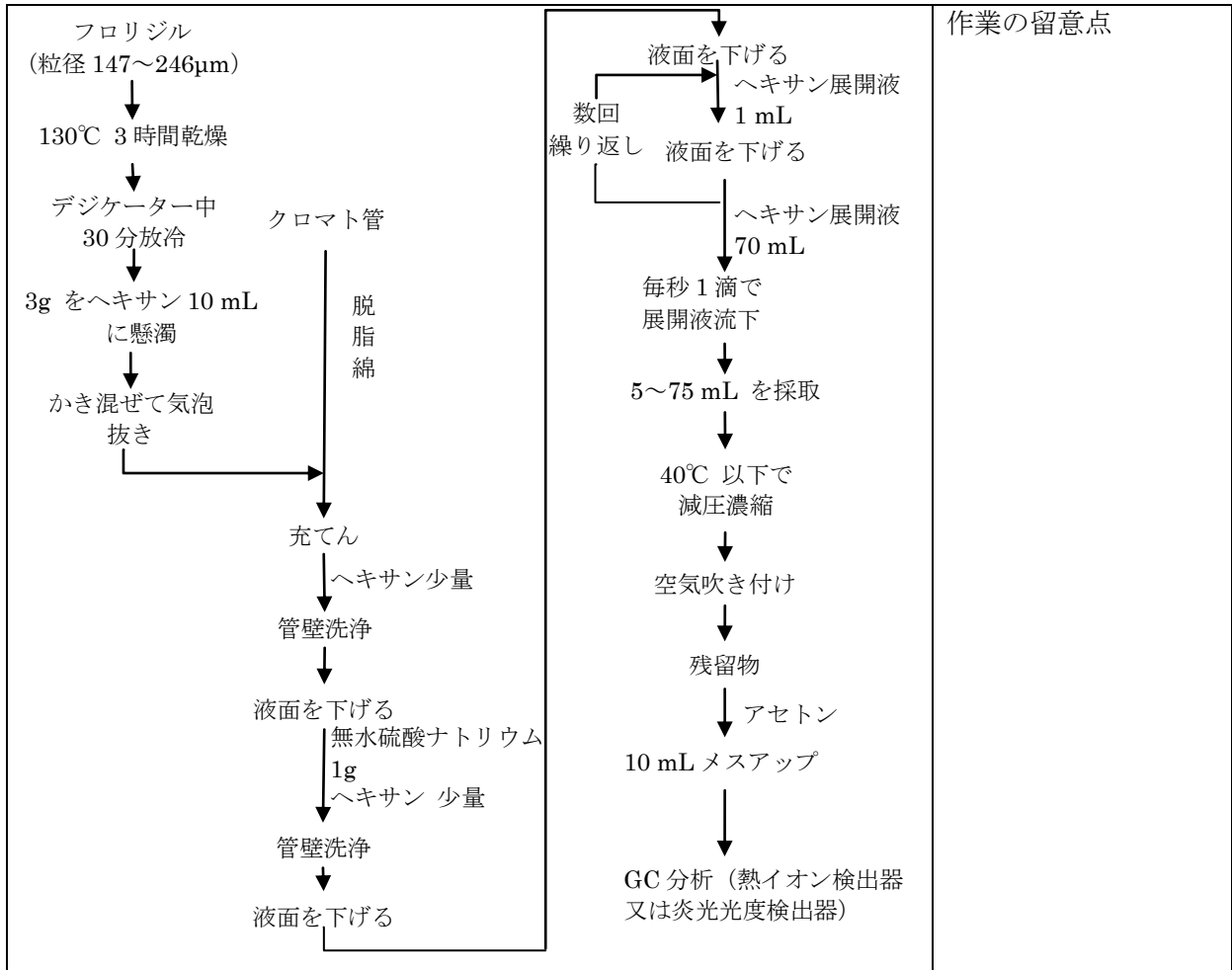


図 4.2.14(4) パラチオン，メチルパラチオン，EPN，メチルジメトンのクリーンアップ法  
(C法、薄層クロマトグラフ分離法) (排水基準告示付表 1)

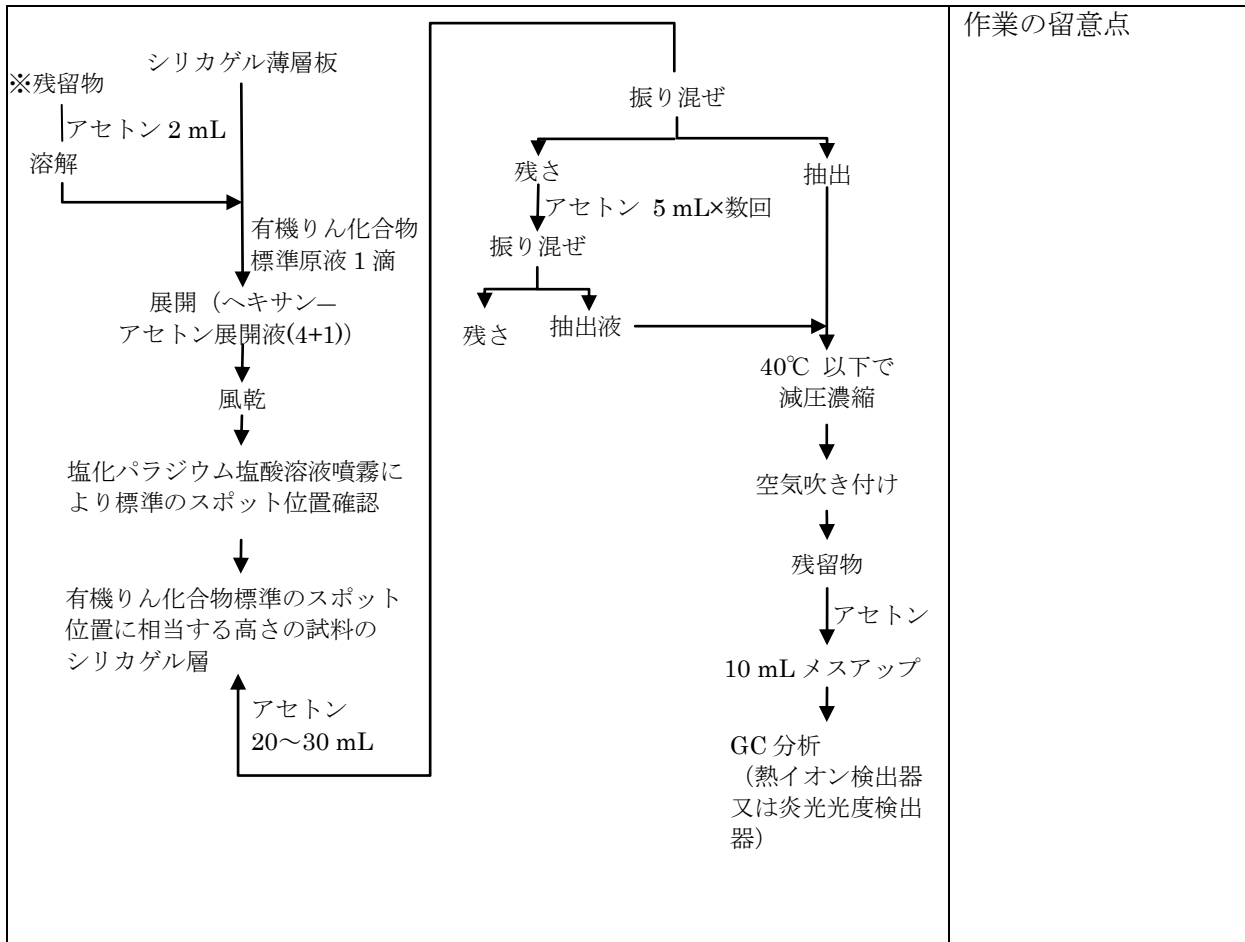


図 4.2.15 メチルジメトンの分析方法 (排水基準告示付表 2)

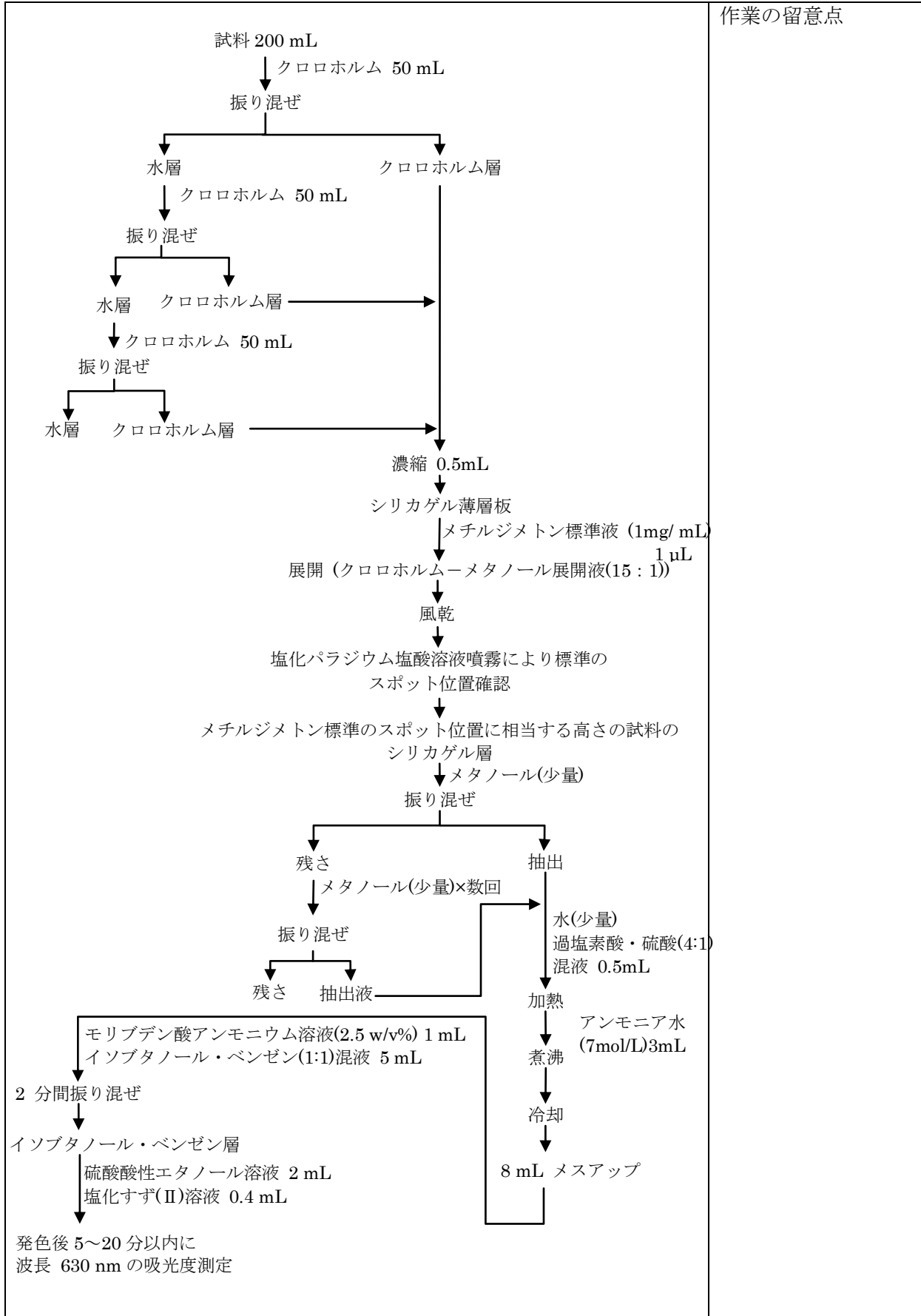


図 4.2.16(1) パラチオン，メチルパラチオン，EPN の抽出方法とクリーンナップ法  
(JIS K 0102 31.1.1)

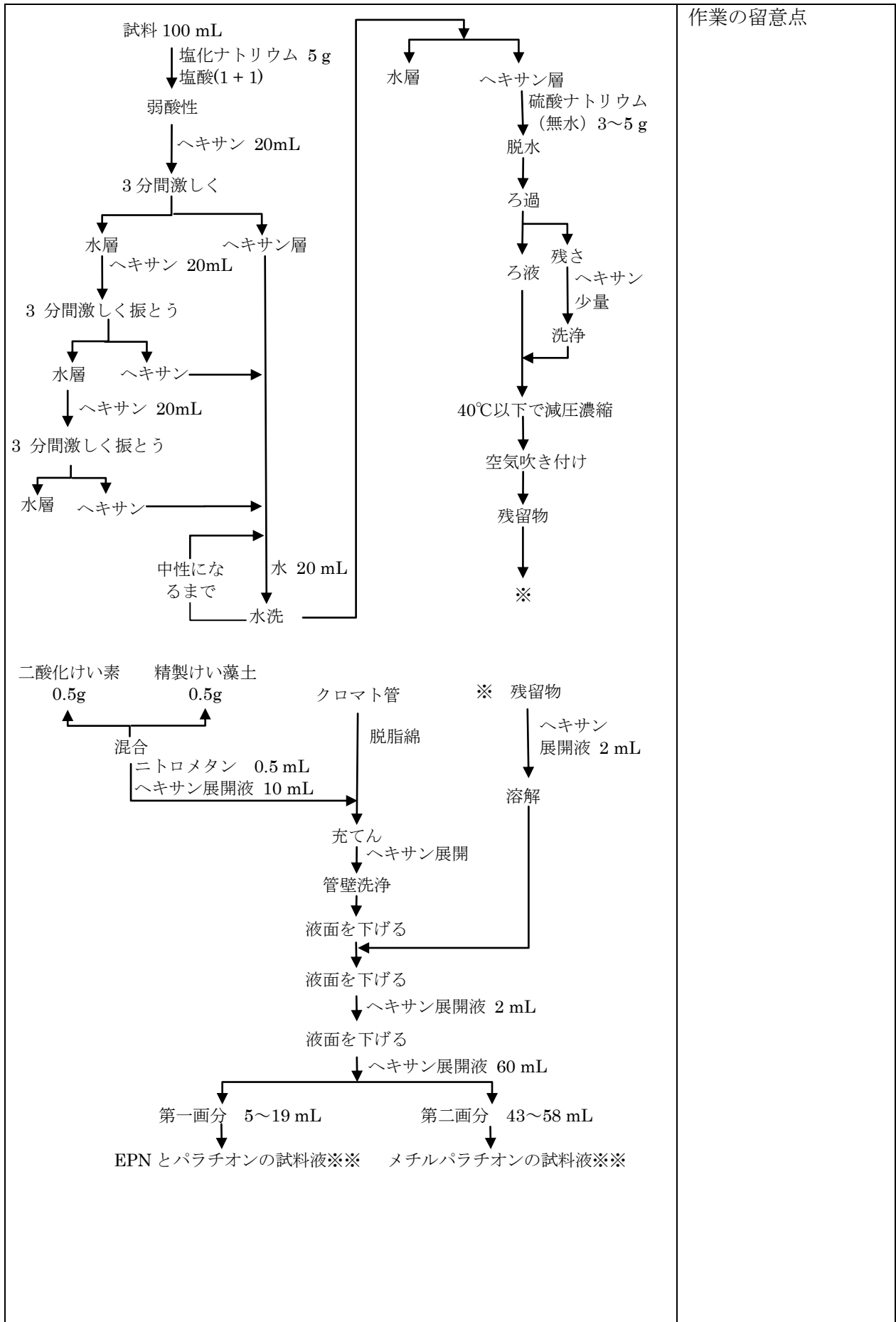




図 4.2.16(2) パラチオン，メチルパラチオン，EPN の吸光光度法(1)  
 (JIS K 0102 31.1.3 アベレルーノリス法 (ナフチルエチレンジアミン吸光光度法) )

<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>
--	---------------



(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)

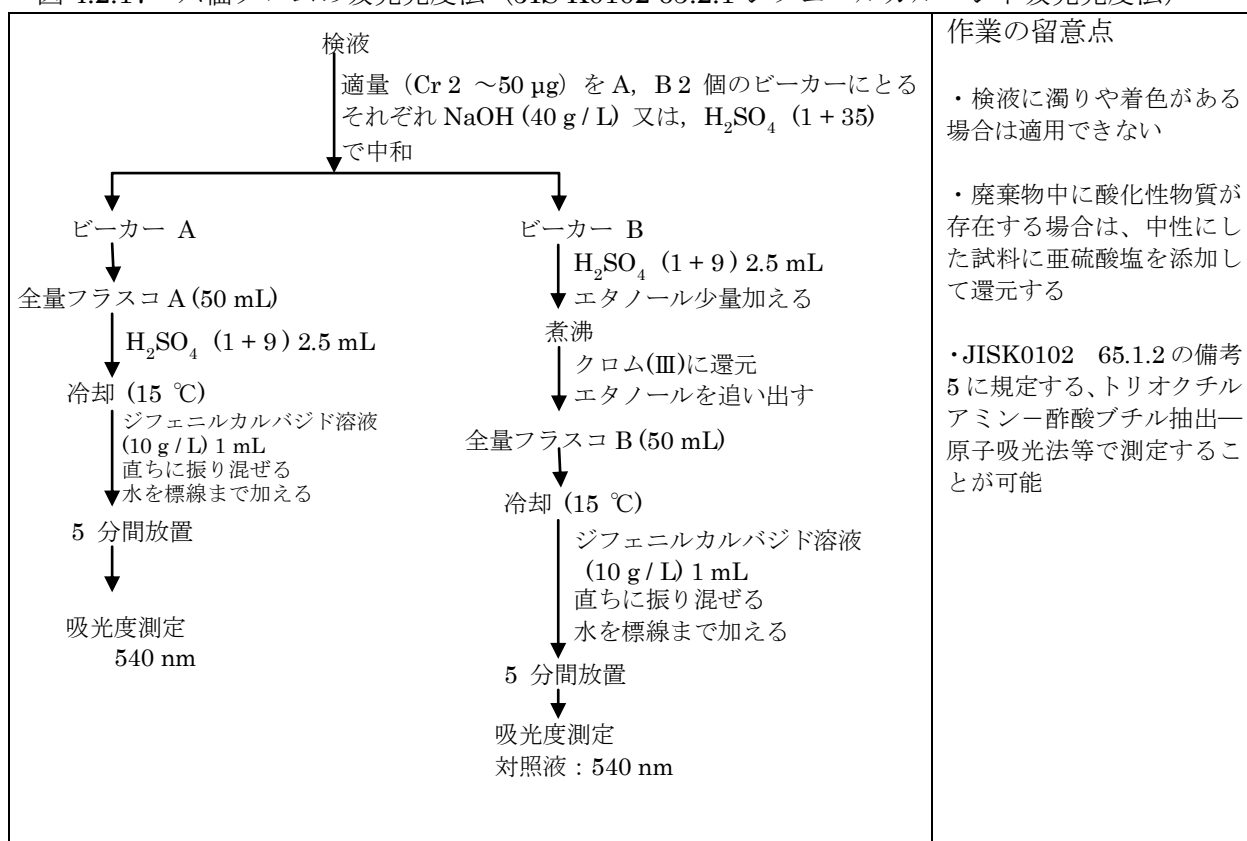


図 4.2.18 六価クロムのフレイム原子吸光法 (JIS K0102 65.2.2)

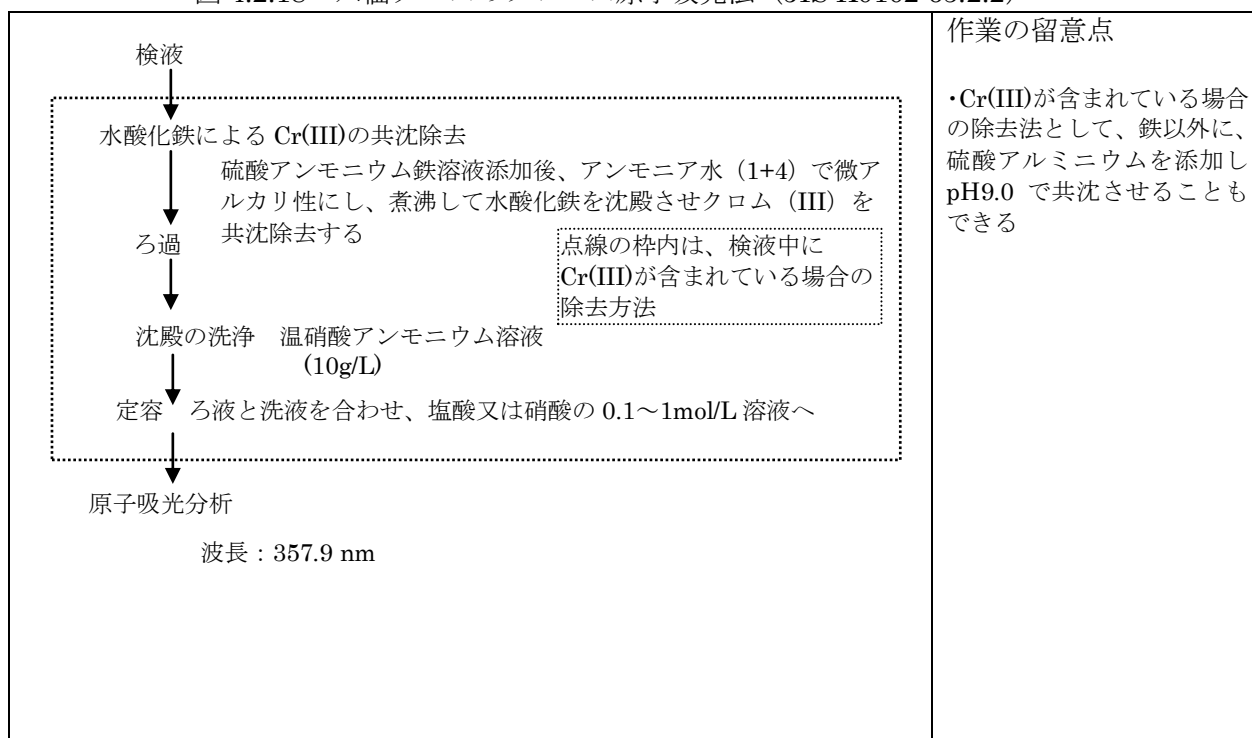


図 4.2.19 六価クロムの電気加熱原子吸光法 (JIS K0102 65.2.3)

<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</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 4.2.20 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</p> <p>内標準法 (Y) を用いてもよい</p>	<p>作業の留意点</p> <p>・スペクトル干渉がないことを確認</p> <p>・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</p> <p>・内標準元素は検液に含まれないことを確認</p> <p>・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する</p>
--	---

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</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> <p>・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</p> <p>・内標準元素は Cr の測定質量に近い Y が適切</p> <p>・内標準元素は検液に含まれないことを確認</p> <p>・共存物質のスペクトル干渉に留意</p> <p>・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する</p>
--	--

(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)

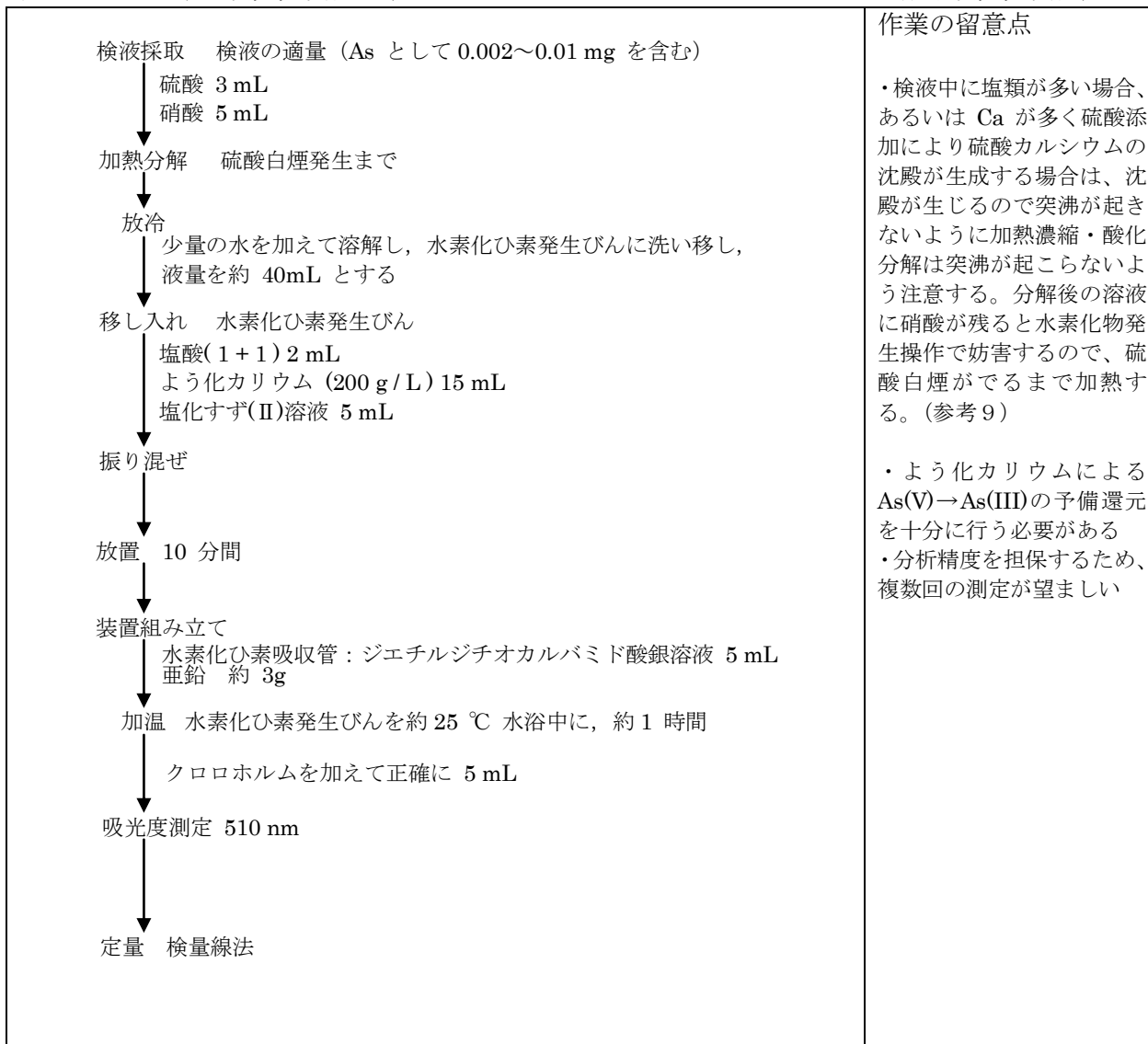


図 4.2.23 ひ素の水素化物発生原子吸光法 (JIS K0102 61.2)

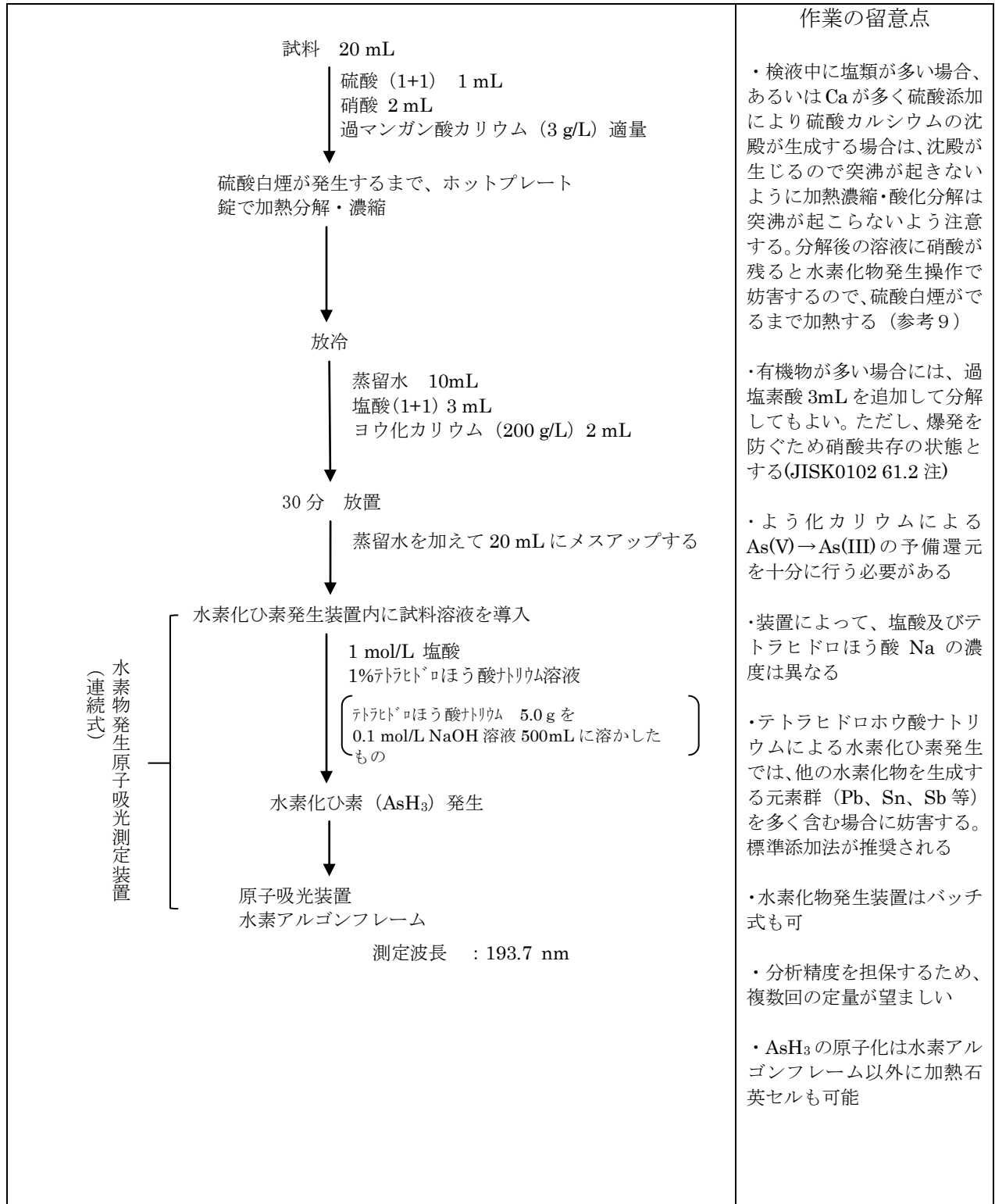


図 4.2.24 砒素の水素化物発生 ICP 発光分光分析法 (JIS K0102 61.3)

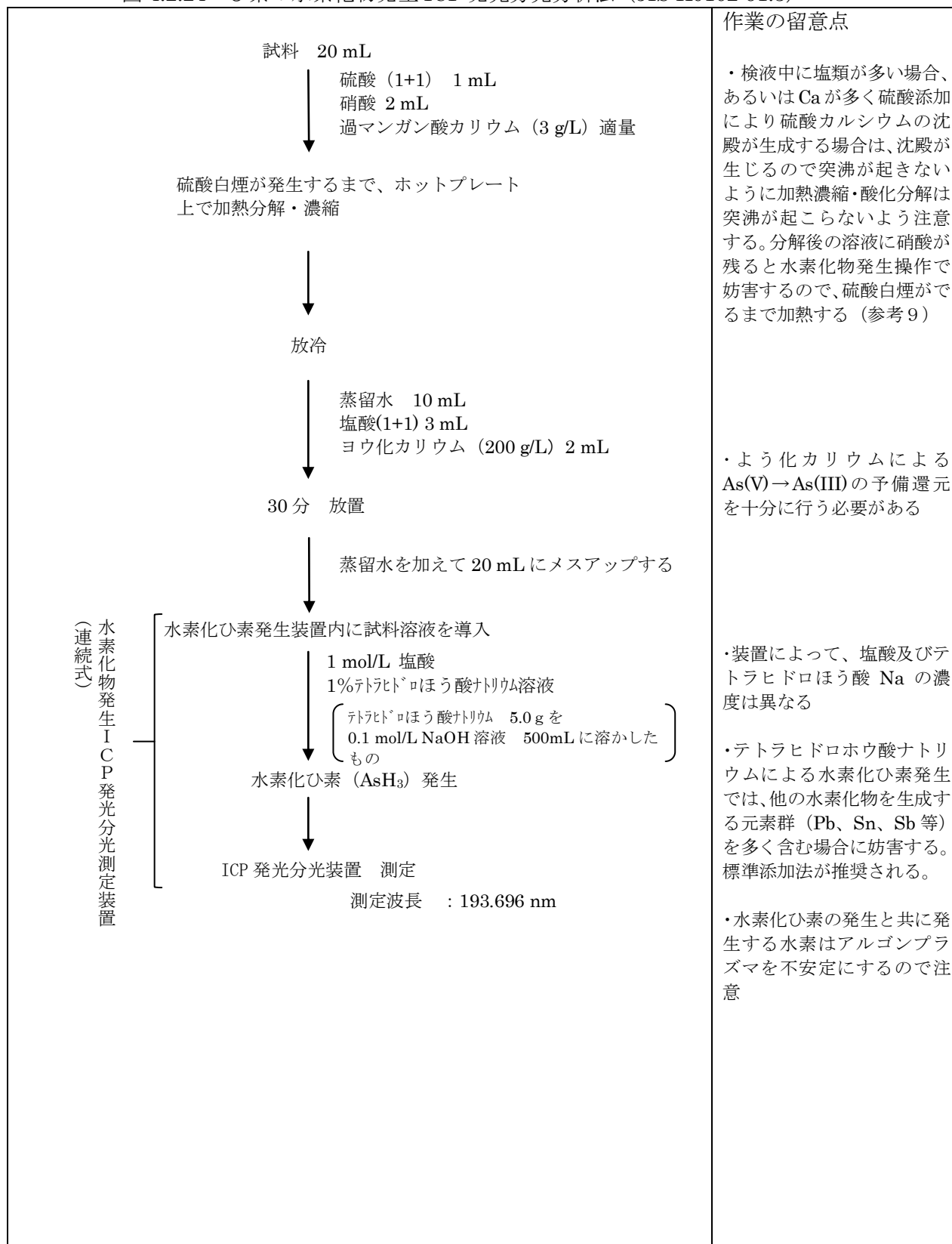


図 4.2.25 ひ素の ICP 質量分析法 (JIS K0102 52.5 銅の項)

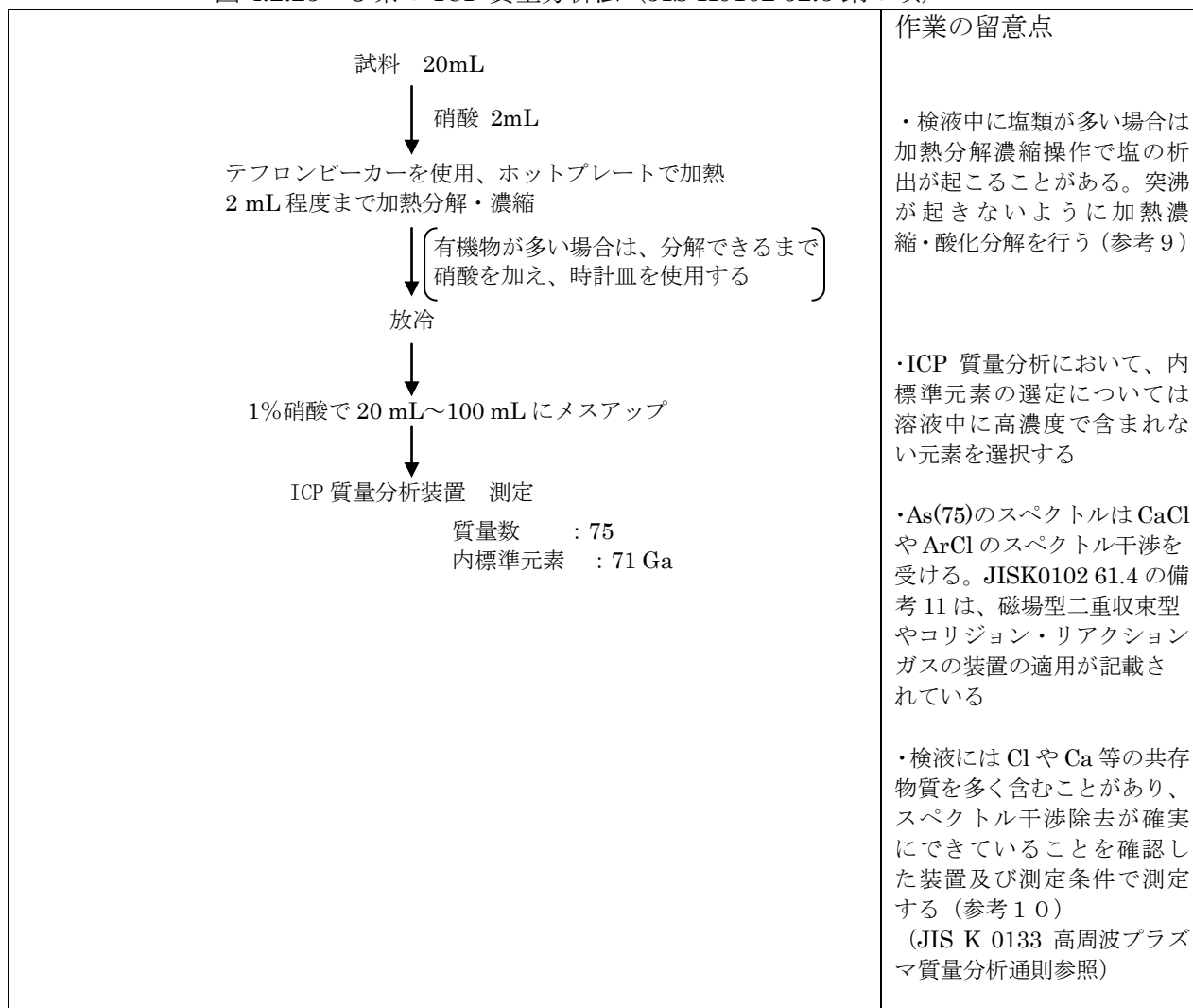
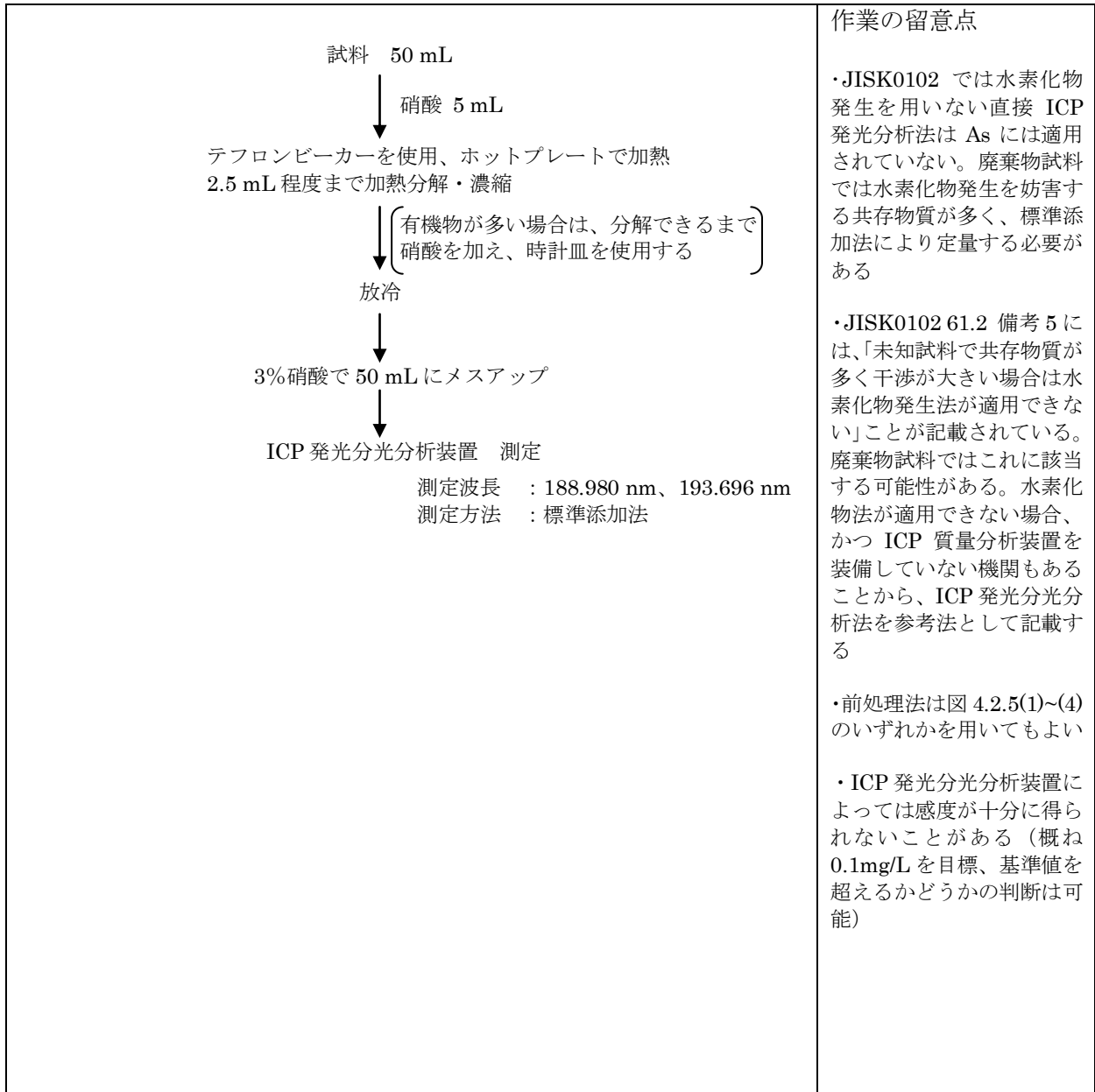


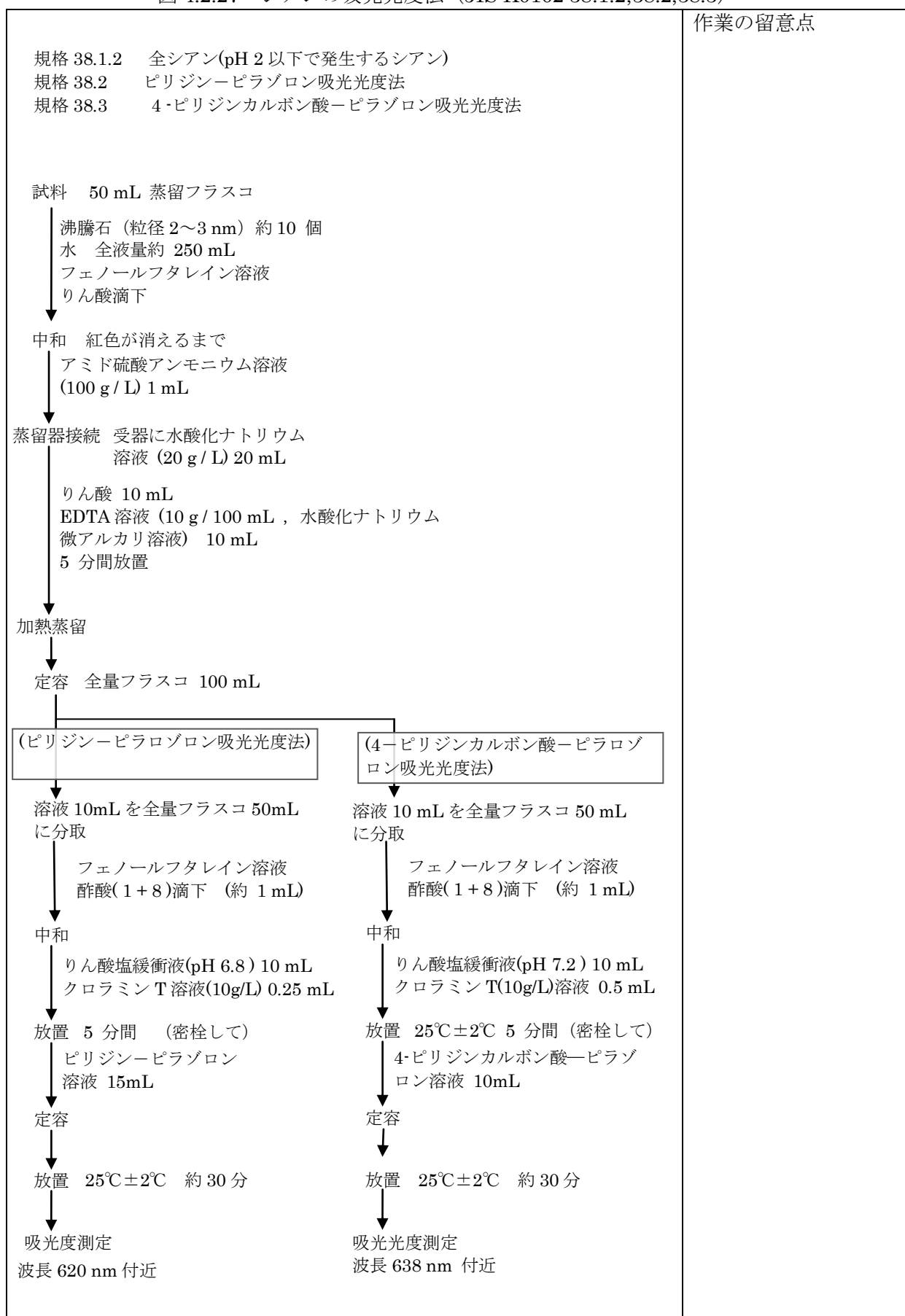


図 4.2.26 ひ素の ICP 発光分光分析法 (参考法)



(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)



(9) PCB

図 4.2.28(1) PCB の分析方法概略

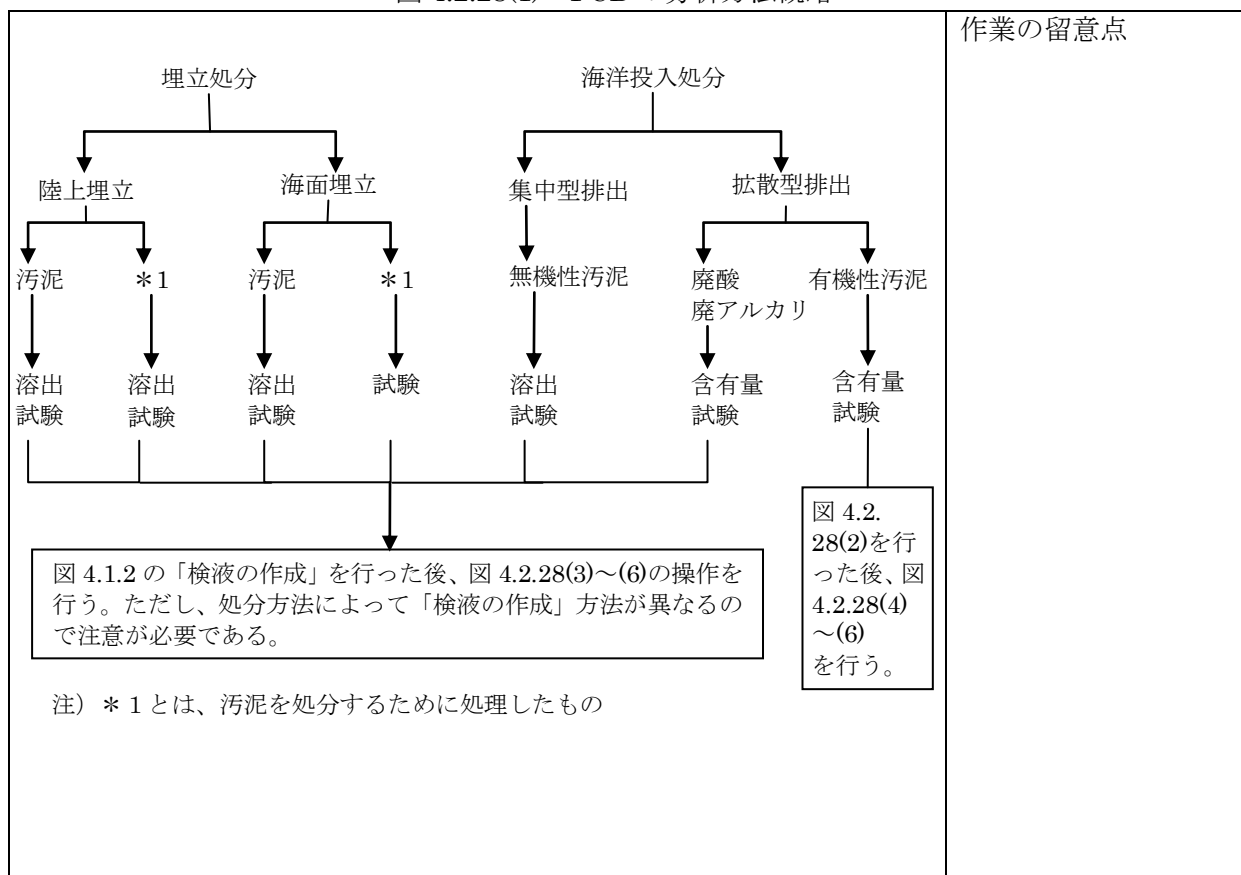
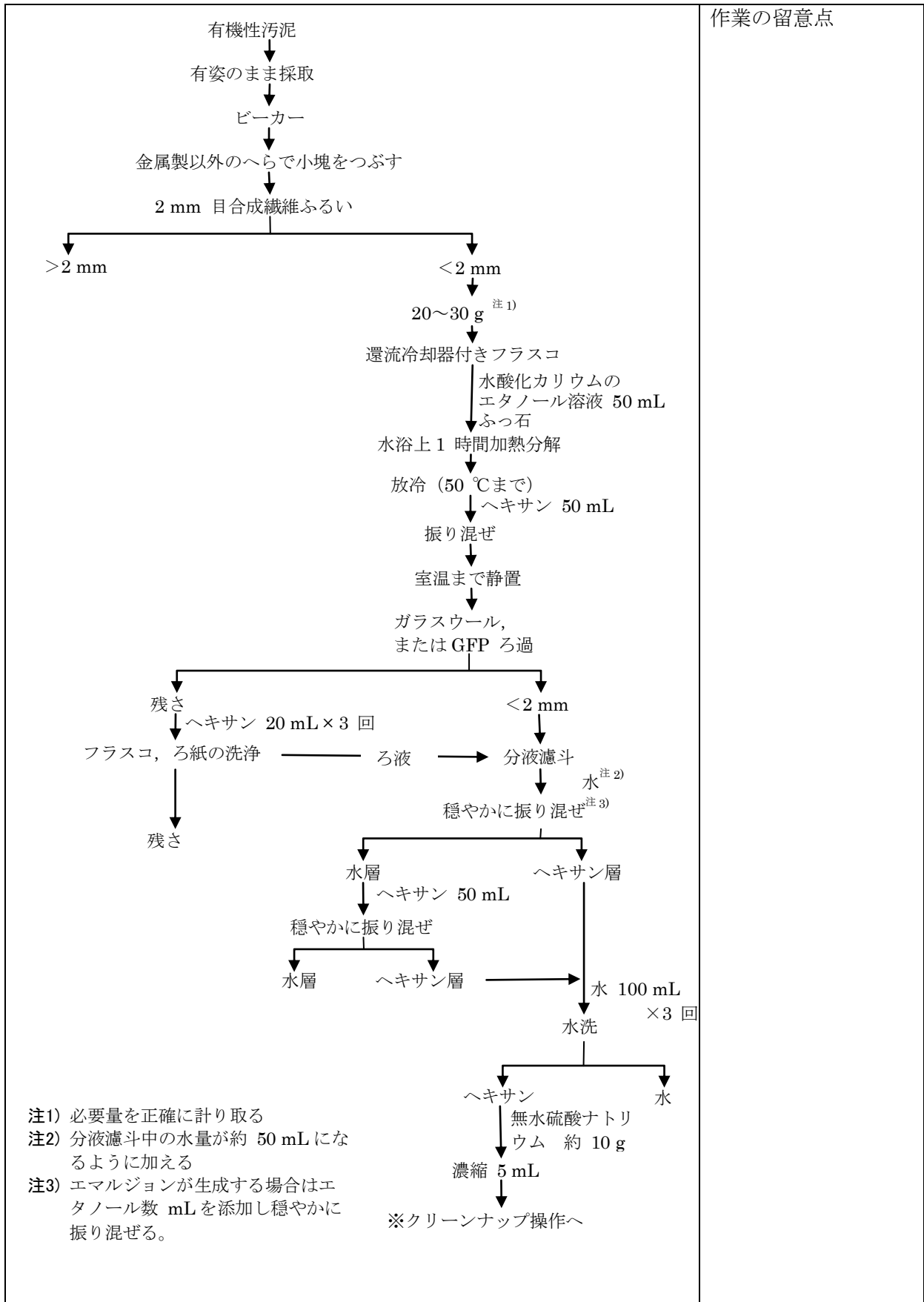


図 4.2.28(2) PCB の抽出及びアルカリ分解 (海洋投入処分に係る有機性汚泥)  
(昭和 48 年環境庁告示 13 号 (以下廃棄物告示) 別表第一)



注1) 必要量を正確に計り取る  
 注2) 分液漏斗中の水量が約 50 mL になるように加える  
 注3) エマルジョンが生成する場合はエタノール数 mL を添加し穏やかに振り混ぜる。

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)

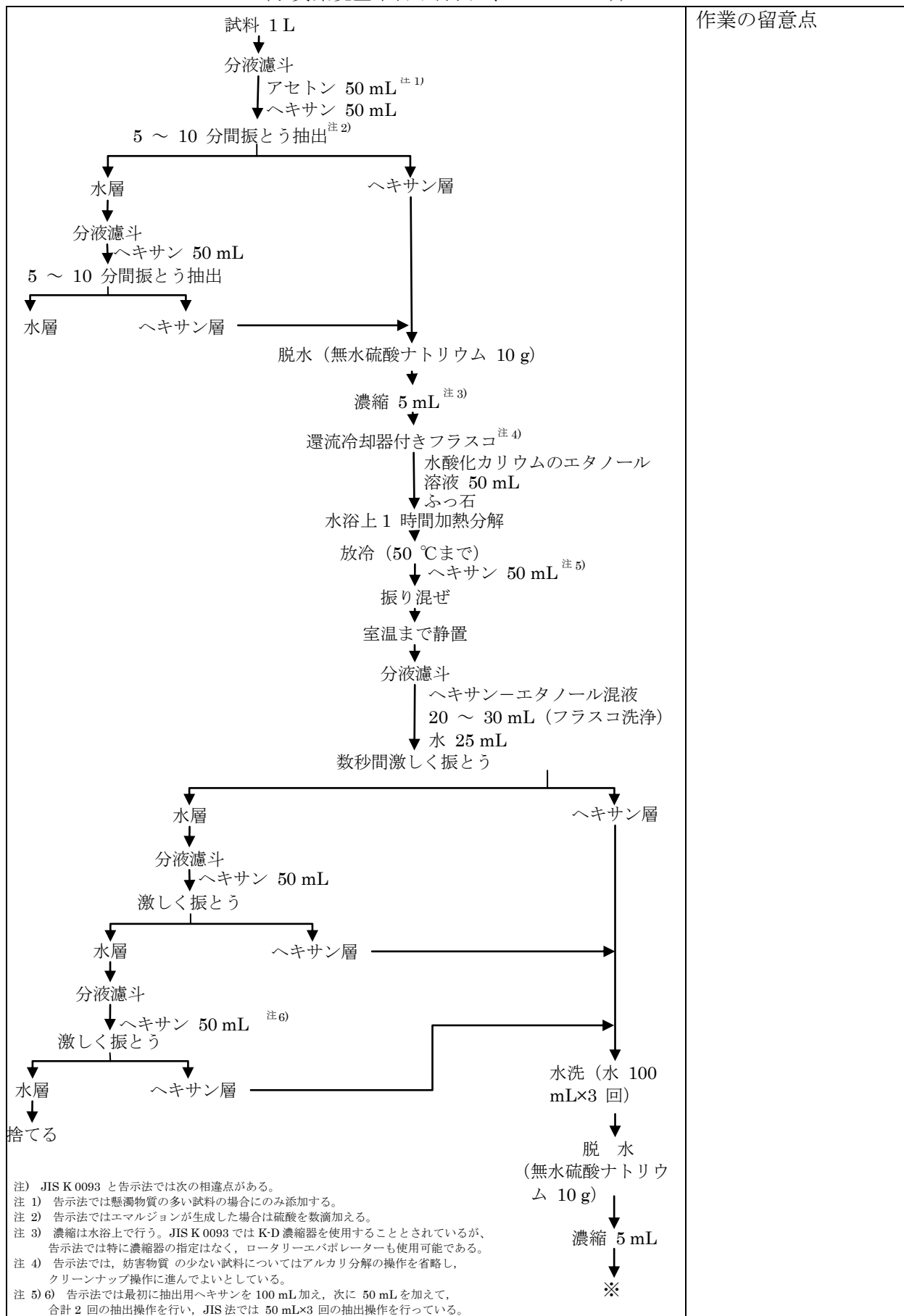
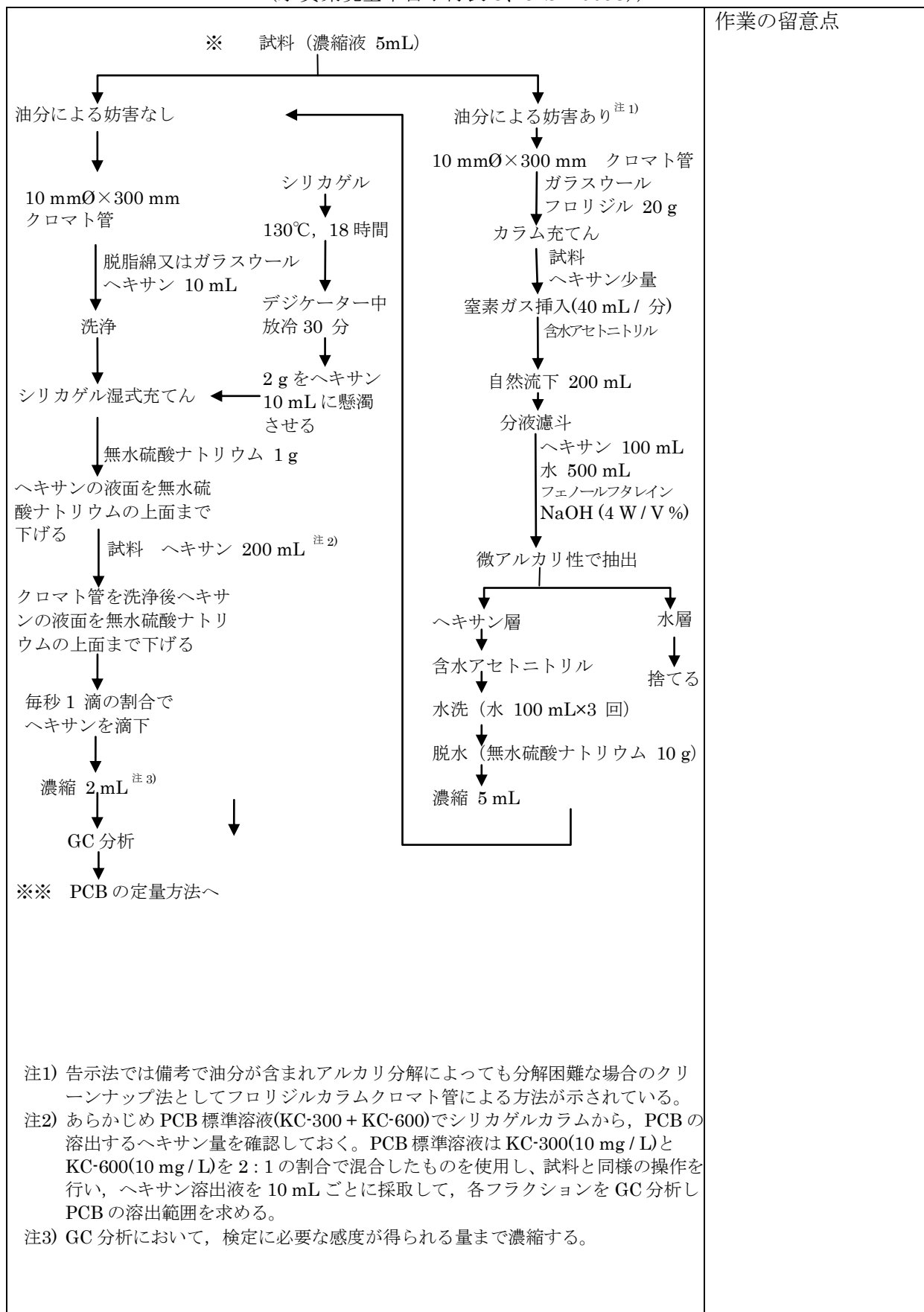


図 4.2.28(4) PCB のクリーンアップ方法  
(水質環境基準告示付表 3、JIS K0093)



注1) 告示法では備考で油分が含まれアルカリ分解によっても分解困難な場合のクリーンアップ法としてフロリジルカラムクロマト管による方法が示されている。

注2) あらかじめ PCB 標準溶液(KC-300 + KC-600)でシリカゲルカラムから、PCB の溶出するヘキサン量を確認しておく。PCB 標準溶液は KC-300(10 mg / L)と KC-600(10 mg / L)を 2 : 1 の割合で混合したものを使用し、試料と同様の操作を行い、ヘキサン溶出液を 10 mL ごとに採取して、各フラクションを GC 分析し PCB の溶出範囲を求める。

注3) GC 分析において、検定に必要な感度が得られる量まで濃縮する。

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

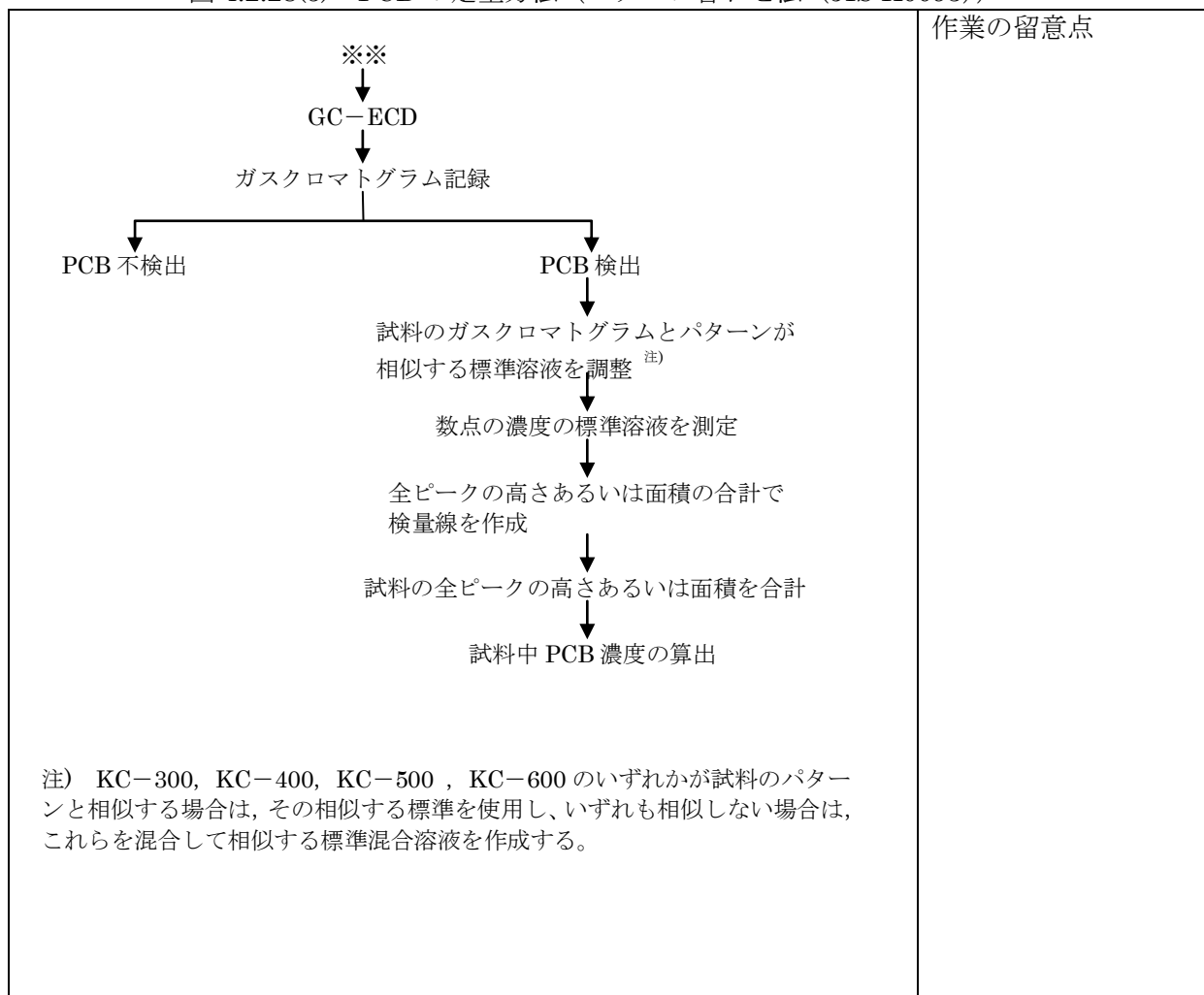
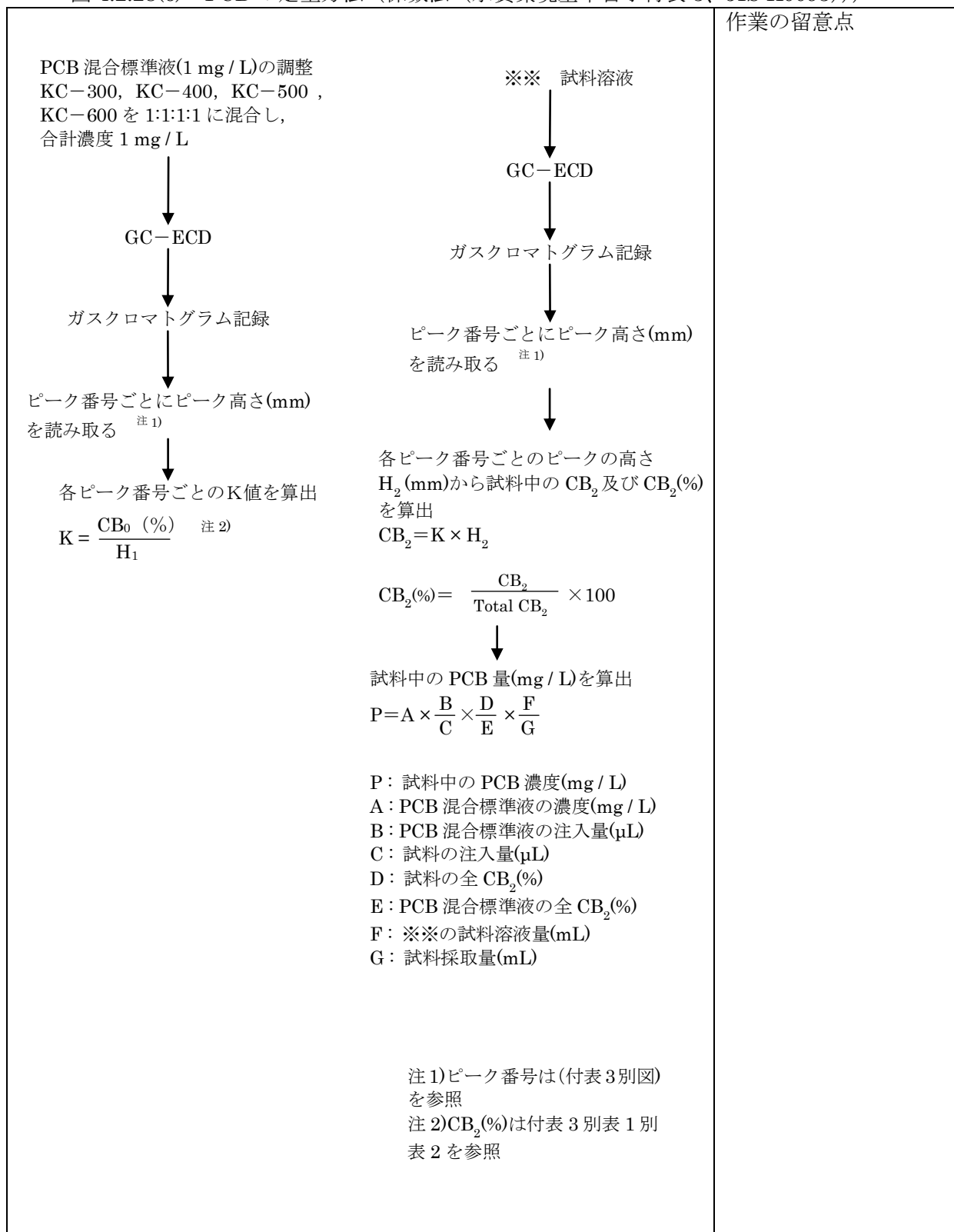


図 4.2.28(6) PCB の定量方法 (係数法 (水質環境基準告示付表 3、JIS K0093))



作業の留意点





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

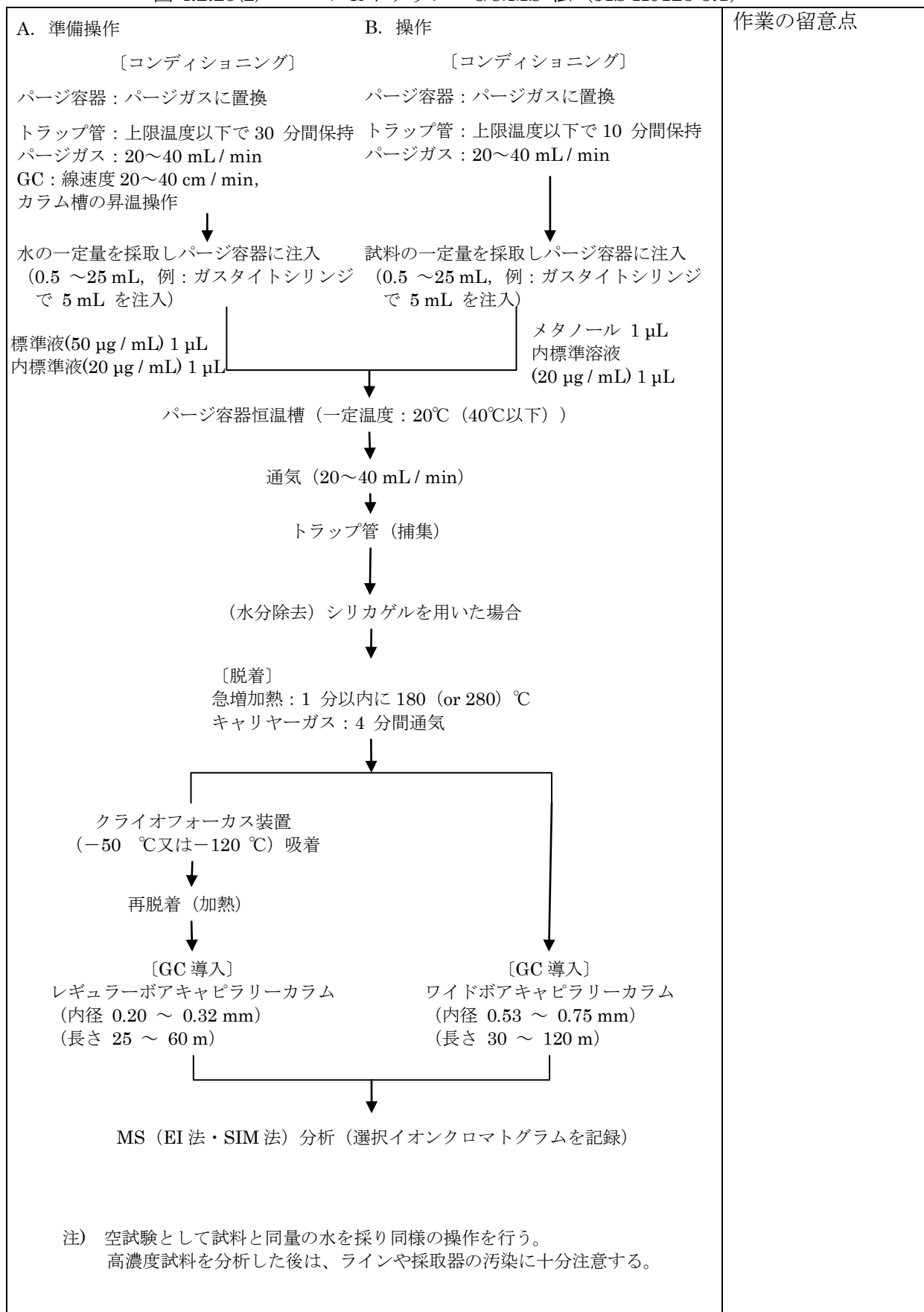


図 4.2.29(3) ヘッドスペース-GC/MS 法 (JIS K0125 5.2)

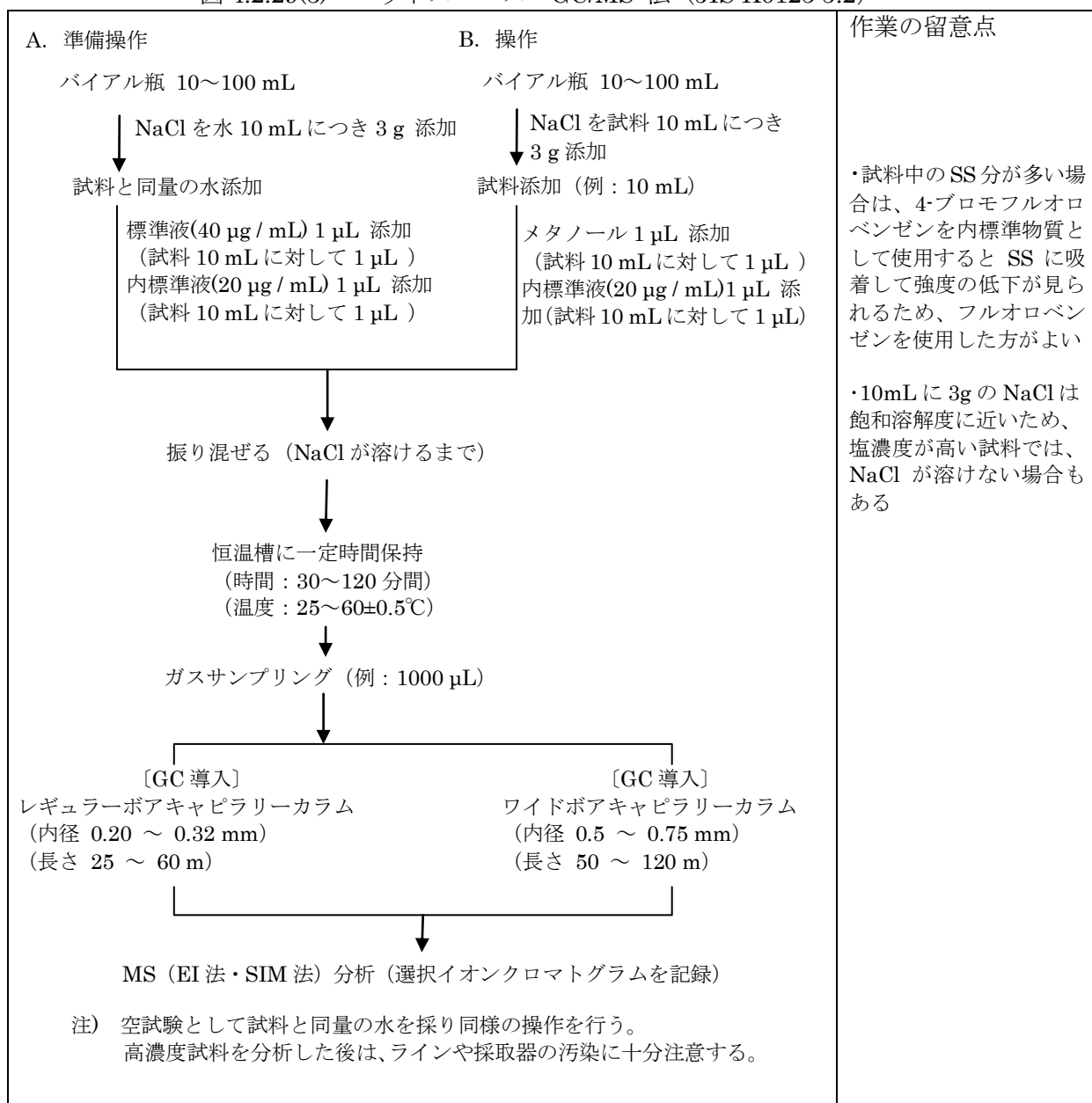
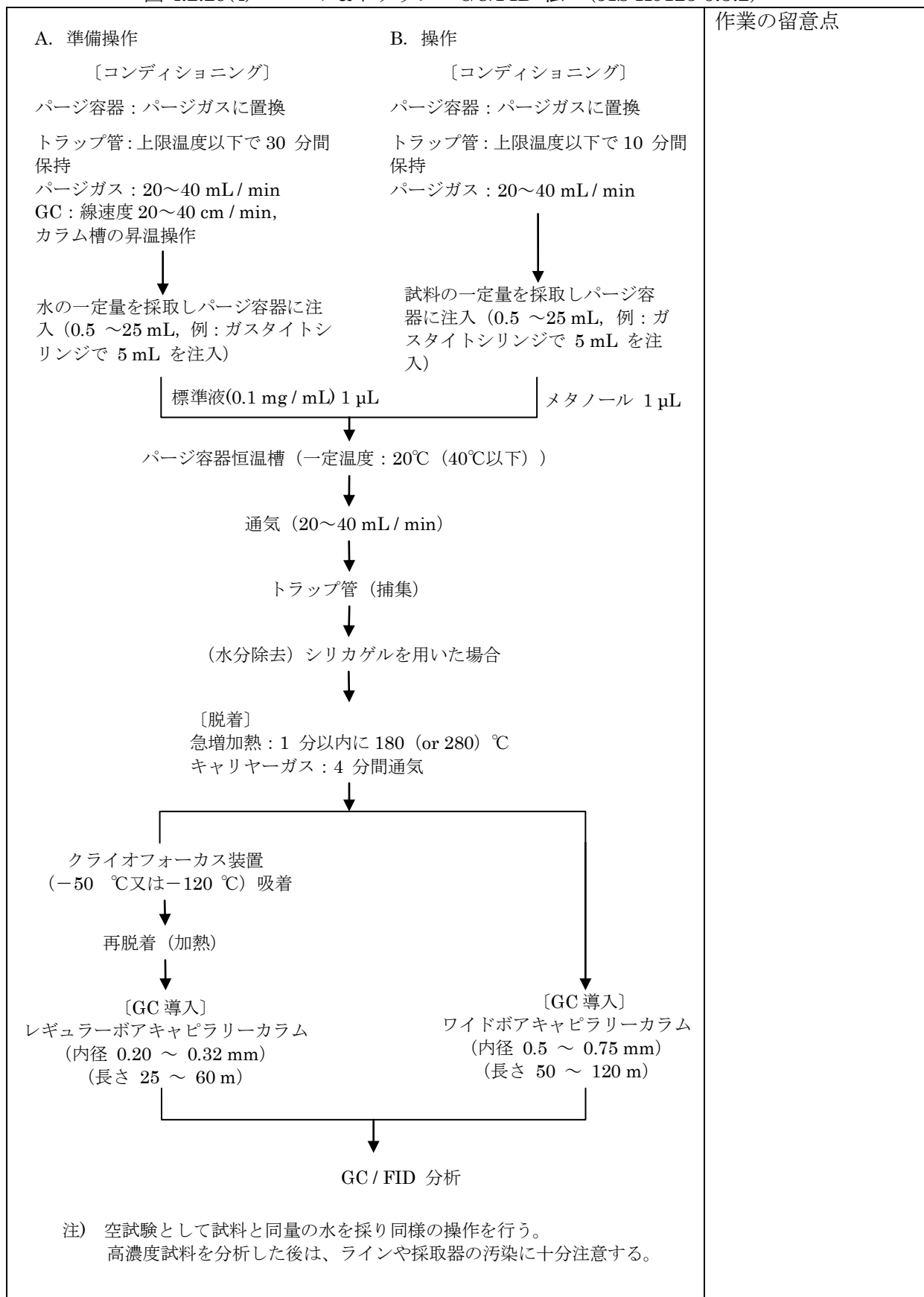
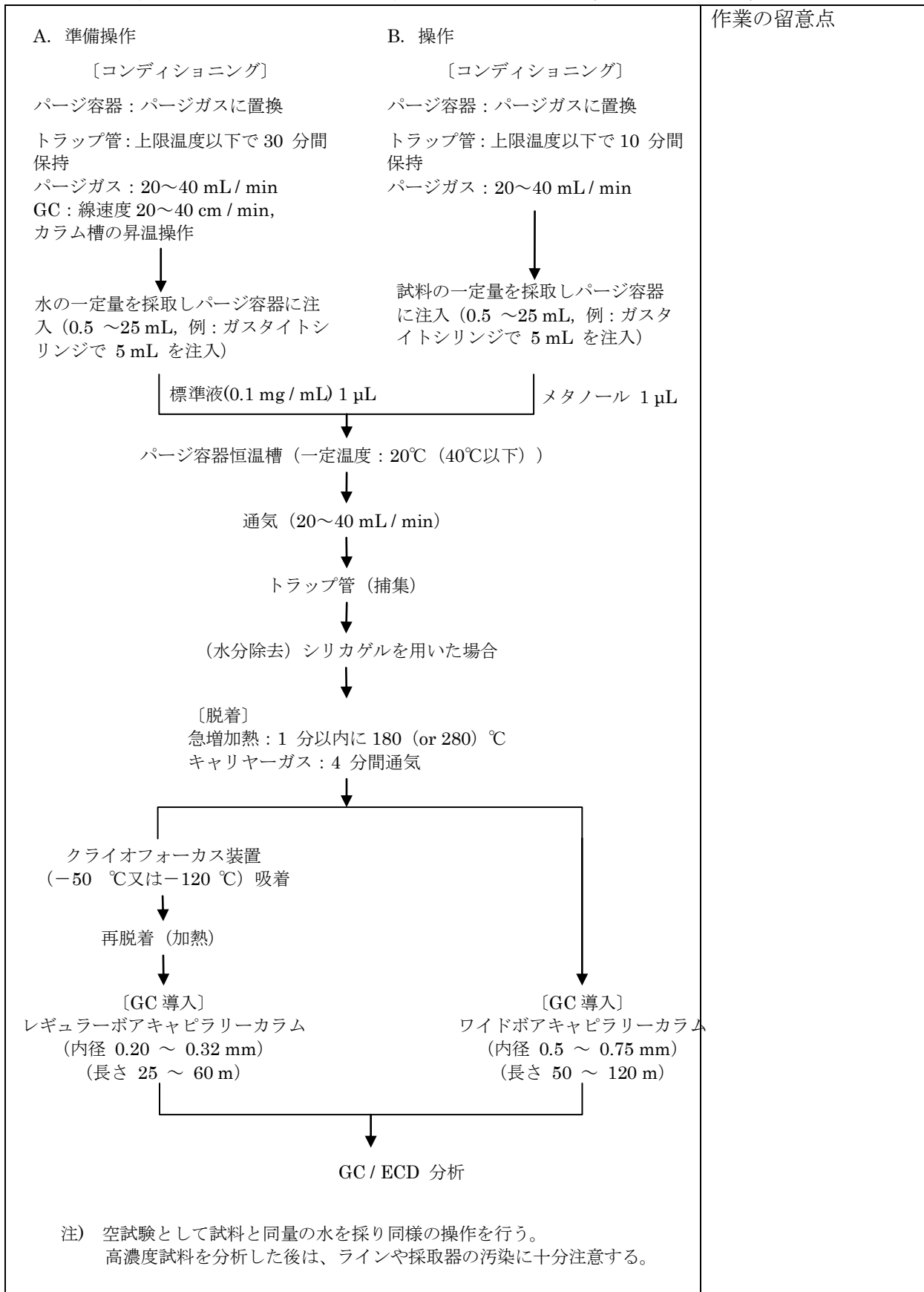


図 4.2.29(4) パージ&トラップ-GC/FID 法\* (JIS K0125 5.3.2)



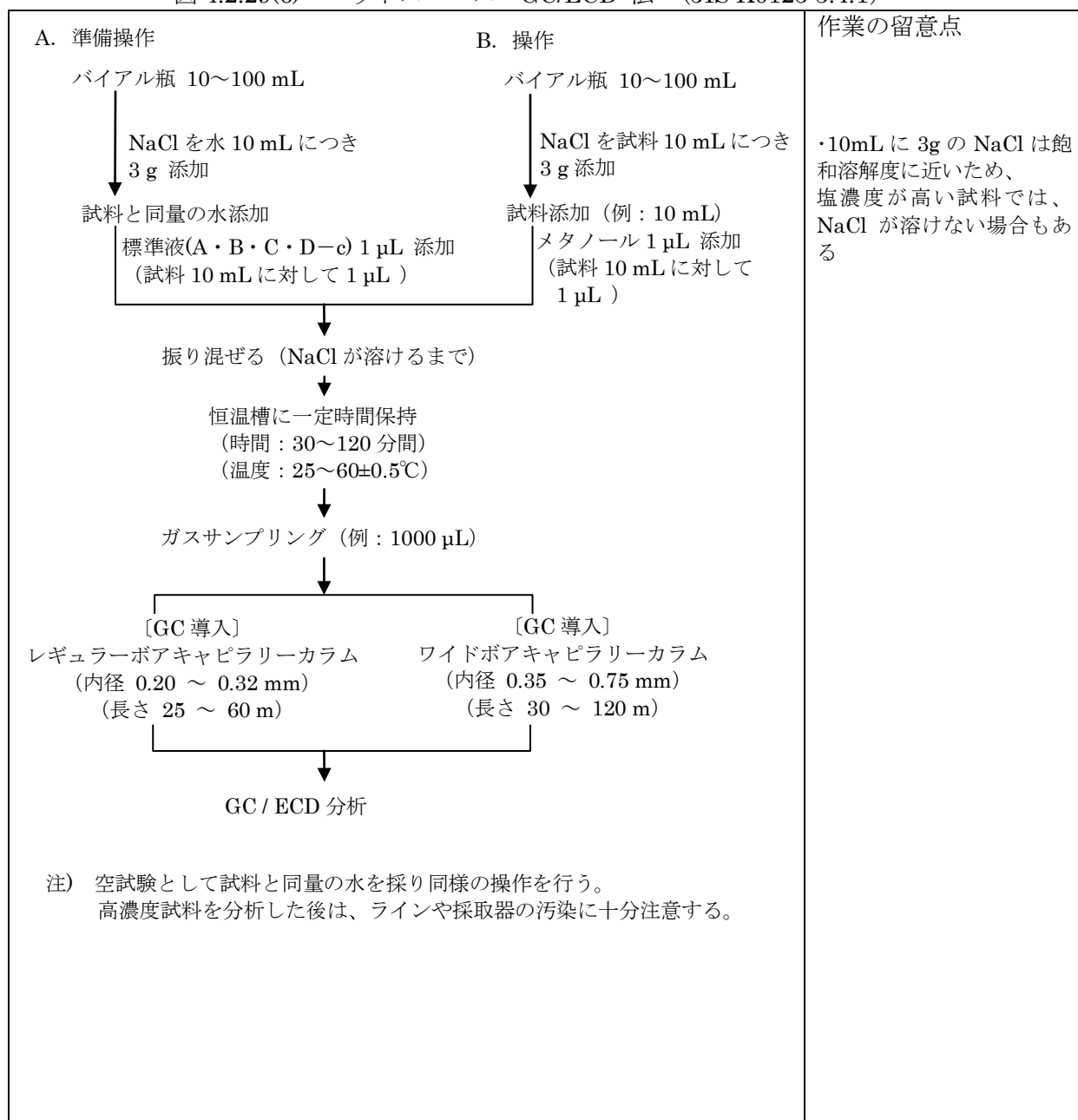
\*：本法の適用は、埋立処分に係る汚泥及びその処理物（全 11 項目）、廃酸・廃アルカリ（全 11 項目）及び海洋投入処分に係る無機性汚泥（TC 等 5 項目と 1,3-ジクロロプロペンを除く）に限る

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



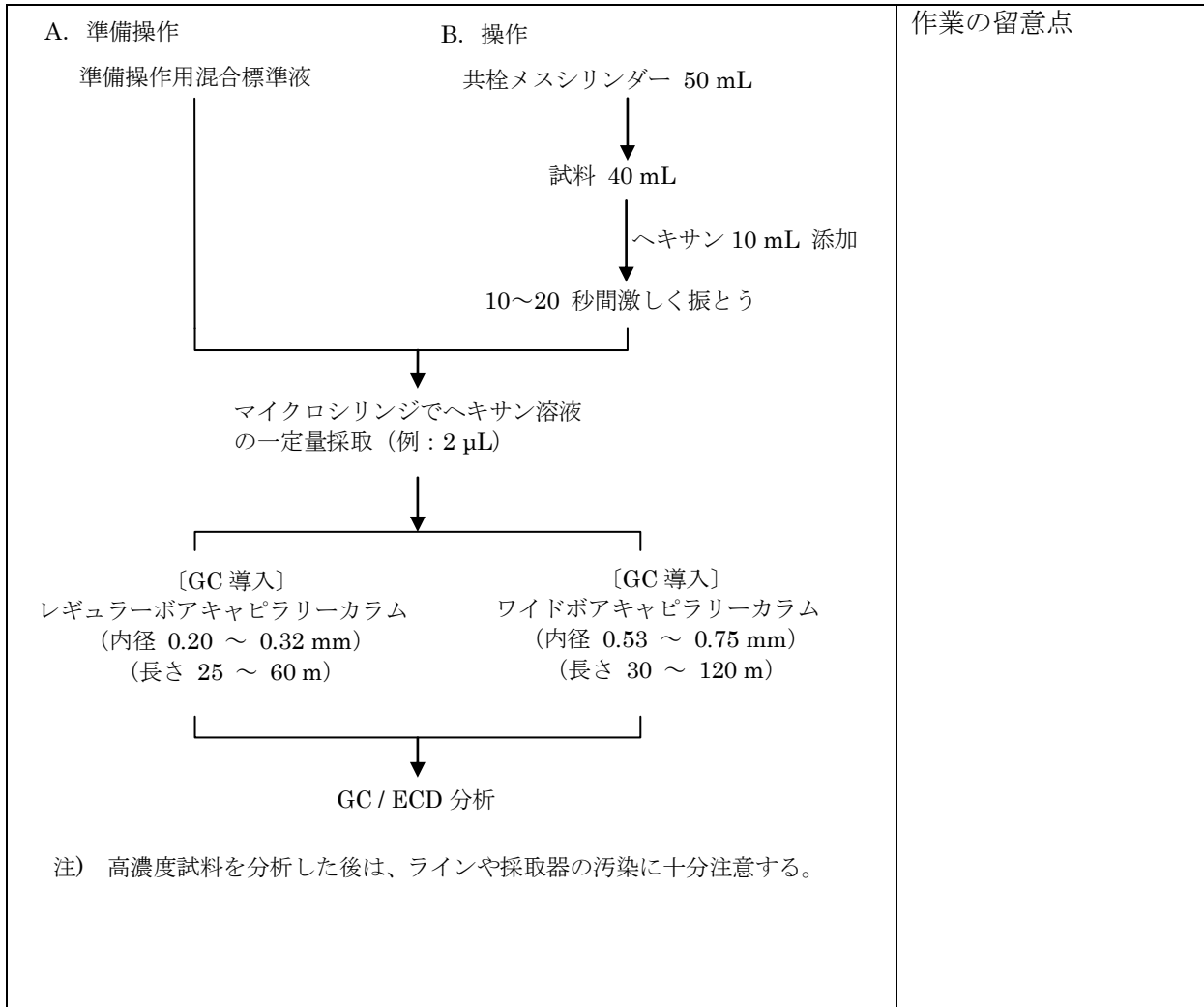
\*：本法の適用は、海洋投入処分に係る無機性汚泥 (TC 等 5 項目、1,2-ジクロロエタン及び 1,3-ジクロロプロペン) に限る

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



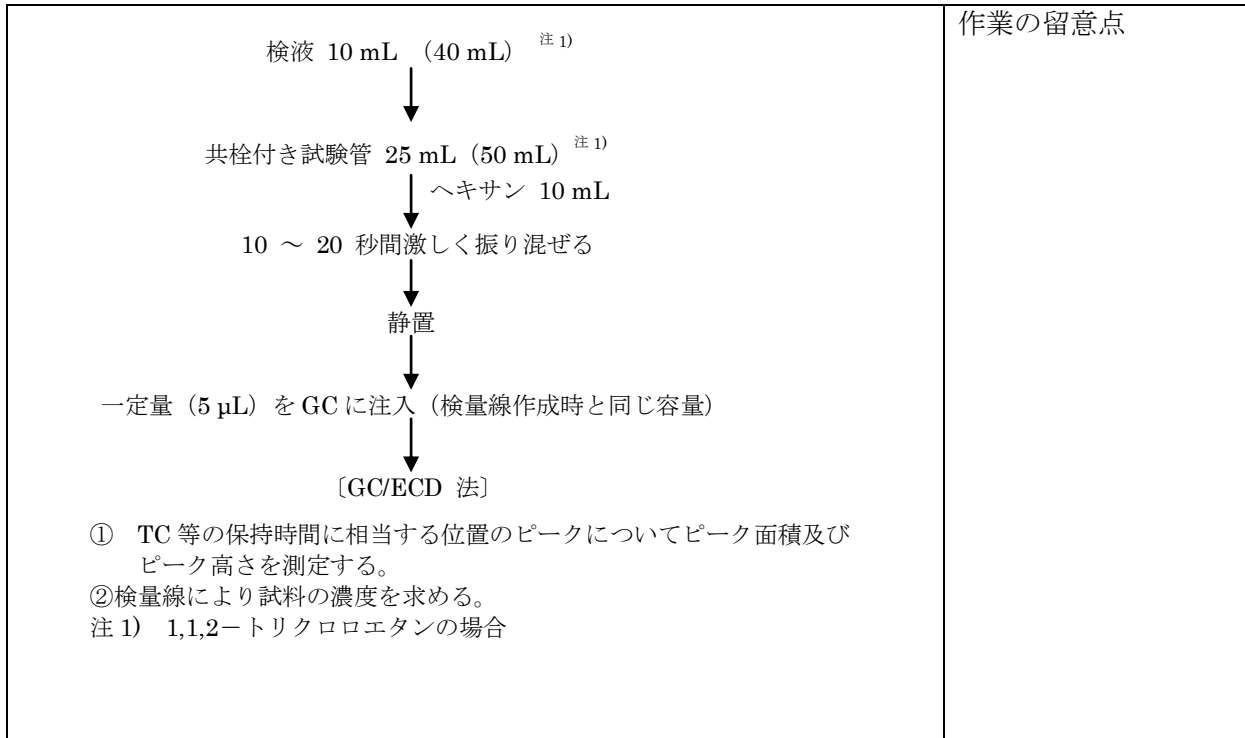
\* : 本法の適用は、埋立処分に係る汚泥及びその処理物 (全 11 項目)、廃酸・廃アルカリ (全 11 項目) 及び海洋投入処分に係る無機性汚泥 (TC 等 5 項目) に限る

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)ニ]



\* : 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