

令和7年度産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法に係る共同試験 実施要領

1. 概要

分析精度の把握を目的とした共同試験を行う。六価クロムについては改正を検討する鉄共沈改善法の精度確認、有機塩素化合物は令和元年改正後の精度確認、ひ素はマニュアルに記載の分解条件に関するマニュアル改正の効果確認を行う。

2. 対象試料（廃棄物）

分析対象となる試料は、六価クロムについては廃棄物焼却施設のばいじん試料、有機塩素化合物については模擬ヘキサン抽出液、ひ素については模擬溶出液とする。

3. 配布試料

以下の3種類の試料を配布する。

(1) 六価クロム

ばいじん試料：160g 1本

(2) 有機塩素化合物

模擬ヘキサン抽出液：5mL容アンプル 2本

(3) ひ素

模擬溶出液：500mL 1本

輸送の方法：六価クロム用及びひ素用は事務局から、有機塩素化合物用は試薬メーカーから各分析機関に送付する。ひ素（模擬溶出液）は離島への発送は不可。

4. 各参加機関の実施内容

(1) ばいじん試料については、溶出液作成から対象項目測定までの操作を3回行う。

(2) 模擬ヘキサン抽出液及び模擬溶出液については、試料の測り取りから対象項目測定までの操作を3回行う。

(3) 配布試料ごとに下記項目の分析を行う。

（一部の項目での参加も可とする。）

① ばいじん試料：六価クロム、全クロム、pH、電気伝導率、（酸化還元電位：任意）

② 模擬ヘキサン抽出液：有機塩素化合物

③ 廃棄物溶出液：ひ素

(4) 測定対象項目の測定方法

【六価クロム】

下記の①及び②の2種類の方法で測定を行う。新規の鉄共沈法操作時には、pH調整の記録も行う。両方法において、添加回収試験を実施する。

- ① 日本産業規格 K 0102-3 24.3.3、24.3.4、24.3.5 又は 24.3.6 のいずれかの方法、ただし、検液の鉄共沈処理は新規の方法で行うこと
※新規の鉄共沈法の操作手順は、別紙を参照のこと
- ② 告示第 13 号別表第一の方法

【全クロム】

告示第 13 号に規定されている方法

【pH、電気伝導率、(酸化還元電位)】

pH、電気伝導率については、日本産業規格 K 0102-1 に規定されている方法。

酸化還元電位については、白金電極法を推奨方法とする。

【有機塩素化合物】

告示第 13 号に規定されている方法

【ひ素】

下記の①～④の方法で測定を行う。ただし、対応が難しい場合には、任意の分析方法での参加も可とする。

- ① 低温での分解（設定温度として 200～250℃程度）+ 水素化物発生原子吸光分析法又は水素化物発生 ICP 発光分光分析法
- ② 高温での分解（設定温度として 400℃以上で 30 分）+ 水素化物発生原子吸光分析法又は水素化物発生 ICP 発光分光分析法
- ③ 低温での分解（設定温度として 200～250℃程度）+ ICP 質量分析法
- ④ 高温での分解（設定温度として 400℃以上で 30 分）+ ICP 質量分析法

5. 説明会の開催

期日 : 令和 7 年 11 月 7 日 (金) 13:00～15:00

開催形式 : 現地、オンライン併用

会場 : 機械振興会館 6-66 会議室 (東京都港区芝公園 3-5-8)

アクセス <https://www.jspmi.or.jp/kaigishitsu/access.html>

6. 試験結果の報告

- ・ 測定値及び測定条件を報告する。
- ・ 報告は別紙指定様式を用い、電子ファイルで提出することとする。
- ・ 報告期限は、2025 年 12 月 26 日(金)とする。
- ・ 報告書提出先：廃棄物資源循環学会事務局
e-mail : jimu02@jsmcwm.or.jp 担当：丹下
〒108-0014 東京都港区芝 5-1-9 豊前屋ビル 5 階
TEL : 03-3769-5099 FAX : 03-3769-1492
- ・ 質問等の連絡先
e-mail : jimu02@jsmcwm.or.jp

7. 分析結果の整理

測定結果を整理・統計解析を行い、対象項目の分析方法の違いによるばらつき、告示第 13 号試験全体の精度の確認、留意事項のまとめを行う。

1. フレーム原子吸光分析法

1 フレーム原子吸光分析法

(1) 試薬

試薬は、JIS K 0102-3 4.5.2.2による。

(2) 装置

装置は、JIS K 0102-3 4.5.2.3による。

(3) 準備操作

準備操作は、試料中にクロム (III) が含まれない場合には JIS K 0102-3 24.3.3.4 a)、試料中にクロム (III) が含まれる場合には、次の鉄共沈除去法によってクロム (III) を共沈して除去し、溶液中に残ったクロム (VI) を分析する。なお、試料に懸濁物が含まれる場合には、ろ紙5種C又は孔径0.45 μm のろ過材でろ過し、最初のろ液約50 mLを捨て、その後のろ液を用いる。

- 1) クロム (VI) の濃度が JIS K 0102-3 表4.2の定量範囲に収まるように、試料の適量をビーカーにとる。
※同量の試料を別のビーカーにとり、六価クロム標準溶液を用いて六価クロムを0.06 mg (準備操作での最終濃度が0.6 mg/Lとなるように) 添加し、2)以降の操作を行い、回収率を確認する。
- 2) 水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L、0.1 mol/L、0.01 mol/L、JIS K 8576に規定する水酸化ナトリウムで調製する。) でpHを12.0以上に調整する。
- 3) この溶液に硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液 [JIS K 8982に規定する硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水5 gを硫酸 (1+1) [JIS K 0102-3 4.2.3.5.2 b) による。] 1 mLに溶かし、水で100 mLにする。] 1 mLを加えてかき混ぜる。
- 4) pHが10.0以上であることを確認する。pHが10.0未満の場合は、水酸化ナトリウム溶液でpHを調整した後、おおよそ30分間沸騰近くの温度に加熱し、水酸化鉄 (III) の沈殿を熟成させクロム (III) を共沈させる。
- 5) 放冷後、pHが9.0以上であることを確認する。pHが9.0未満の場合は、水酸化ナトリウム溶液でpHを調整する。
- 6) ろ紙5種Aでろ過し、温硝酸アンモニウム溶液 (10 g/L) (JIS K 8545に規定する硝酸アンモニウムを用いて調製する。) で洗浄する。
- 7) 放冷後、ろ液及び洗液を全量フラスコ100 mLにとり、塩酸 (1+1) 又は硝酸 (1+1) を加えた後、水を标线まで加え、0.1 mol/L~1 mol/Lの塩酸酸性溶液又は硝酸酸性溶液とする。

備考 煮沸を行っても水酸化鉄 (III) の沈殿が微細化し、ろ過で除去できない場合は、試料に塩化カルシウム0.5 mol/L溶液 (JIS K 8123に規定する塩化カルシウムを用いて調製する。) を0.5 mL (カルシウムとして0.25 mmol) 添加して、同様の操作を行うことで、沈殿が凝集しろ過による分離が可能となる。
ろ過材は、ろ紙5種Cの他、孔径1 μm のメンブレンフィルターを用いてもよい。

(4) 操作

操作は、JIS K 0102-3 4.5.2.5による。

(5) 検量線

検量線は、JIS K 0102-3 24.3.3.6による。

(6) 測定操作における留意事項

測定操作における留意事項は、JIS K 0102-3 24.3.3.7による。

2. 電気加熱原子吸光分析法

2 電気加熱原子吸光分析法

(1) 試薬

試薬は、JIS K 0102-3 4.5.3.2による。

(2) 器具及び装置

器具及び装置は、JIS K 0102-3 4.5.3.3による。

(3) 準備操作

準備操作は、試料中にクロム (III) が含まれない場合には JIS K 0102-3 24.3.4.4 a)、試料中にクロム (III) が含まれる場合には、次の鉄共沈除去法によってクロム (III) を共沈して除去し、溶液中に残ったクロム (VI) を分析する。なお、試料に懸濁物が含まれる場合には、ろ紙5種C又は孔径0.45 μmのろ過材でろ過し、最初のろ液約50 mLを捨て、その後のろ液を用いる。

- 1) クロム (VI) の濃度が JIS K 0102-3 表4.5の定量範囲に収まるようにビーカーにとる。
※同量の試料を別のビーカーにとり、六価クロム標準溶液を用いて六価クロムを0.06 mg (準備操作での最終濃度が0.6 mg/Lとなるように) 添加し、2)以降の操作を行い、回収率を確認する。
- 2) 水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L、0.1 mol/L、0.01 mol/L、JIS K 8576に規定する水酸化ナトリウムで調製する。) でpHを12.0以上に調整する。
- 3) この溶液に硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液 [JIS K 8982に規定する硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水5 gを硫酸 (1+1) [JIS K 0102-3 4.2.3.5.2 b) による。] 1 mLに溶かし、水で100 mLにする。] 1 mLを加えてかき混ぜる。
- 4) pHが10.0以上であることを確認する。pHが10.0未満の場合は、水酸化ナトリウム溶液でpHを調整した後、おおよそ30分間沸騰近くの温度に加熱し、水酸化鉄 (III) の沈殿を熟成させクロム (III) を共沈させる。
- 5) 放冷後、pHが9.0以上であることを確認する。pHが9.0未満の場合は、水酸化ナトリウム溶液でpHを調整する。
- 6) ろ紙5種Aでろ過し、温硝酸アンモニウム溶液 (10 g/L) (JIS K 8545に規定する硝酸アンモニウムを用いて調製する。) で洗浄する。
- 7) 放冷後、ろ液及び洗液を全量フラスコ100 mLにとり、硝酸 (7 mol/L) を加えた後、水を標線まで加え、0.1 mol/L~1 mol/Lの硝酸酸性溶液とする。

備考 煮沸を行っても水酸化鉄 (III) の沈殿が微細化し、ろ過で除去できない場合は、試料に塩化カルシウム0.5 mol/L溶液 (JIS K 8123に規定する塩化カルシウムを用いて調製する。) を0.5 mL (カルシウムとして0.25 mmol) 添加して、同様の操作を行うことで、沈殿が凝集しろ過による分離が可能となる。
ろ過材は、ろ紙5種Cの他、孔径1 μmのメンブレンフィルターを用いてもよい。

(4) 操作

操作は、JIS K 0102-3 4.5.3.5による。

(5) 検量線

検量線は、JIS K 0102-3 24.3.4.6による。

3. ICP 発光分光分析法

3 ICP 発光分光分析法

(1) 試薬

試薬は、JIS K 0102-3 4.6.2による。

(2) 装置

装置は、JIS K 0102-3 4.6.3による。

(3) 準備操作

準備操作は、試料中にクロム (Ⅲ) が含まれていない場合には JIS K 0102-3 24.3.5.4 a)、試料中にクロム (Ⅲ) が含まれる場合には、次の鉄共沈除去法によってクロム (Ⅲ) を共沈して除去し、溶液中に残ったクロム (Ⅵ) を分析する。なお、試料に懸濁物が含まれる場合には、ろ紙5種C又は孔径0.45 μmのろ過材でろ過し、最初のろ液約50 mLを捨て、その後のろ液を用いる。共存物質による干渉の程度が不明な場合には、JIS K 0102-3 4.6.4 b)によって干渉の程度を推定し、干渉の低減方法を検討する。

- 1) クロム (Ⅵ) の濃度が JIS K 0102-3 表4.8の定量範囲に収まるように、試料の適量をビーカーにとる。※同量の試料を別のビーカーにとり、六価クロム標準溶液を用いて六価クロムを0.06 mg (準備操作での最終濃度が0.6 mg/Lとなるように) 添加し、2)以降の操作を行い、回収率を確認する。
- 2) 水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L、0.1 mol/L、0.01 mol/L、JIS K 8576に規定する水酸化ナトリウムで調製する。) でpHを12.0以上に調製する。
- 3) この溶液に硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 溶液 [JIS K 8982に規定する硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ)・12水5 gを硫酸 (1+1) [JIS K 0102-3 4.2.3.5.2 b) による。] 1 mLに溶かし、水で100 mLにする。] 1 mLを加えてかき混ぜる。
- 4) pHが10.0以上であることを確認する。pHが10.0未満の場合は、水酸化ナトリウム溶液でpHを調製した後、おおよそ30分間沸騰近くの温度に加熱し、水酸化鉄 (Ⅲ) の沈殿を熟成させクロム (Ⅲ) を共沈させる。
- 5) 放冷後、pHが9.0以上であることを確認する。pHが9.0未満の場合は、水酸化ナトリウム溶液でpHを調製する。
- 6) ろ紙5種Aでろ過し、温硝酸アンモニウム溶液 (10 g/L) (JIS K 8545に規定する硝酸アンモニウムを用いて調製する。) で洗浄する。
- 7) 放冷後、ろ液及び洗液を全量フラスコ100 mLにとり、塩酸 (1+1) 又は硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加え、0.1 mol/L～0.5 mol/Lの塩酸酸性溶液又は硝酸酸性溶液とする。なお、内標準法を用いる場合には、内標準液 (50 mg/L) 10 mLを加えた後、0.1 mol/L～0.5 mol/Lの塩酸酸性溶液又は硝酸酸性溶液とする。内標準元素の濃度は適宜変更してもよい。ただし、内標準元素及びその濃度は測定対象元素及び共存物質を考慮し適切なものを選択する。

備考 煮沸を行っても水酸化鉄 (Ⅲ) の沈殿が微細化し、ろ過で除去できない場合は、試料に塩化カルシウム0.5 mol/L溶液 (JIS K 8123に規定する塩化カルシウムを用いて調製する。) を0.5 mL (カルシウムとして0.25 mmol) 添加して、同様の操作を行うことで、沈殿が凝集しろ過による分離が可能となる。ろ過材は、ろ紙5種Cの他、孔径1 μmのメンブレンフィルターを用いてもよい。

(4) 操作

操作は、JIS K 0102-3 4.6.5による。

(5) 検量線

検量線は、JIS K 0102-3 24.3.5.6による。

(6) 測定操作における留意事項

測定操作における留意事項は、JIS K 0102-3 4.6.7による。

4. ICP 質量分析法

4 ICP 質量分析法

(1) 試薬

試薬は、JIS K 0102-3 4.7.2 による。

(2) 装置

装置は、JIS K 0102-3 4.7.3 による。

(3) 準備操作

準備操作は、試料中にクロム (Ⅲ) が含まれない場合には JIS K 0102-3 24.3.6.4 a)、試料中にクロム (Ⅲ) が含まれる場合には、次の鉄共沈除去法によってクロム (Ⅲ) を共沈して除去し、溶液中に残ったクロム (Ⅵ) を分析する。なお、試料に懸濁物が含まれる場合には、ろ紙 5 種 C 又は孔径 0.45 μm のろ過材でろ過し、最初のろ液約 50 mL を捨て、その後のろ液を用いる。共存物質による干渉の程度が不明な場合には、JIS K 0102-3 4.7.4 b)によって干渉の程度を推定し、干渉の軽減方法を検討する。

- 1) クロム (Ⅵ) の濃度が JIS K 0102-3 表 4.11 の定量範囲に収まるように、試料の適量をビーカーにとる。
※同量の試料を別のビーカーにとり、六価クロム標準溶液を用いて六価クロムを 0.06 mg (準備操作での最終濃度が 0.6 mg/L となるように) 添加し、2)以降の操作を行い、回収率を確認する。
- 2) 水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L、0.1 mol/L、0.01 mol/L、JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウムで調製する。) で pH を 12.0 以上に調整する。
- 3) この溶液に、硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 溶液 [JIS K 8982 に規定する硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ)・12 水 5 g を硫酸 (1+1) [JIS K 0102-3 4.2.3.5.2 b) による。] 1 mL に溶かし、水で 100 mL にする。] 1 mL を加えてかき混ぜる。
- 4) pH が 10.0 以上であることを確認する。pH が 10.0 未満の場合は、水酸化ナトリウム溶液で pH を調整した後、おおよそ 30 分間沸騰近くの温度に加熱し、水酸化鉄 (Ⅲ) の沈殿を熟成させクロム (Ⅲ) を共沈させる。
- 5) 放冷後、pH が 9.0 以上であることを確認する。pH が 9.0 未満の場合は、水酸化ナトリウム溶液で pH を調整する。
- 6) ろ紙 5 種 A でろ過し、温硝酸アンモニウム溶液 (10 g/L) (JIS K 8545 に規定する硝酸アンモニウムを用いて調製する。) で洗浄する。
- 7) 放冷後、ろ液及び洗液を全量フラスコ 100 mL にとり、内標準液 (1 mg/L) 1 mL 及び硝酸 (7 mol/L) の適量を加えた後、水を標線まで加え、0.1 mol/L~0.5 mol/L の硝酸酸性溶液とする。内標準元素の濃度は適宜変更してもよい。ただし、内標準元素及びその濃度は測定対象元素及び共存物質を考慮し適切なものを選択する。

備考 煮沸を行っても水酸化鉄 (Ⅲ) の沈殿が微細化し、ろ過で除去できない場合は、試料に塩化カルシウム 0.5 mol/L 溶液 (JIS K 8123 に規定する塩化カルシウムを用いて調製する。) を 0.5 mL (カルシウムとして 0.25 mmol) 添加して、同様の操作を行うことで、沈殿が凝集しろ過による分離が可能となる。
ろ過材は、ろ紙 5 種 C の他、孔径 1 μm のメンブレンフィルターを用いてもよい。

(4) 操作

操作は、JIS K 0102-3 4.7.5 による。

(5) 検量線

検量線は、JIS K 0102-3 4.7.6 による。

(6) 測定操作における留意事項

測定操作における留意事項は、JIS K 0102-3 4.7.7 による。