

第2章 各論

第1節 試料採取方法

1. 排ガス

試料ガス採取の一般的事項は JIS K 0095 による。

1.1 排ガス試料採取の概要

排ガス試料の採取手順の概略を図 2 に示す。

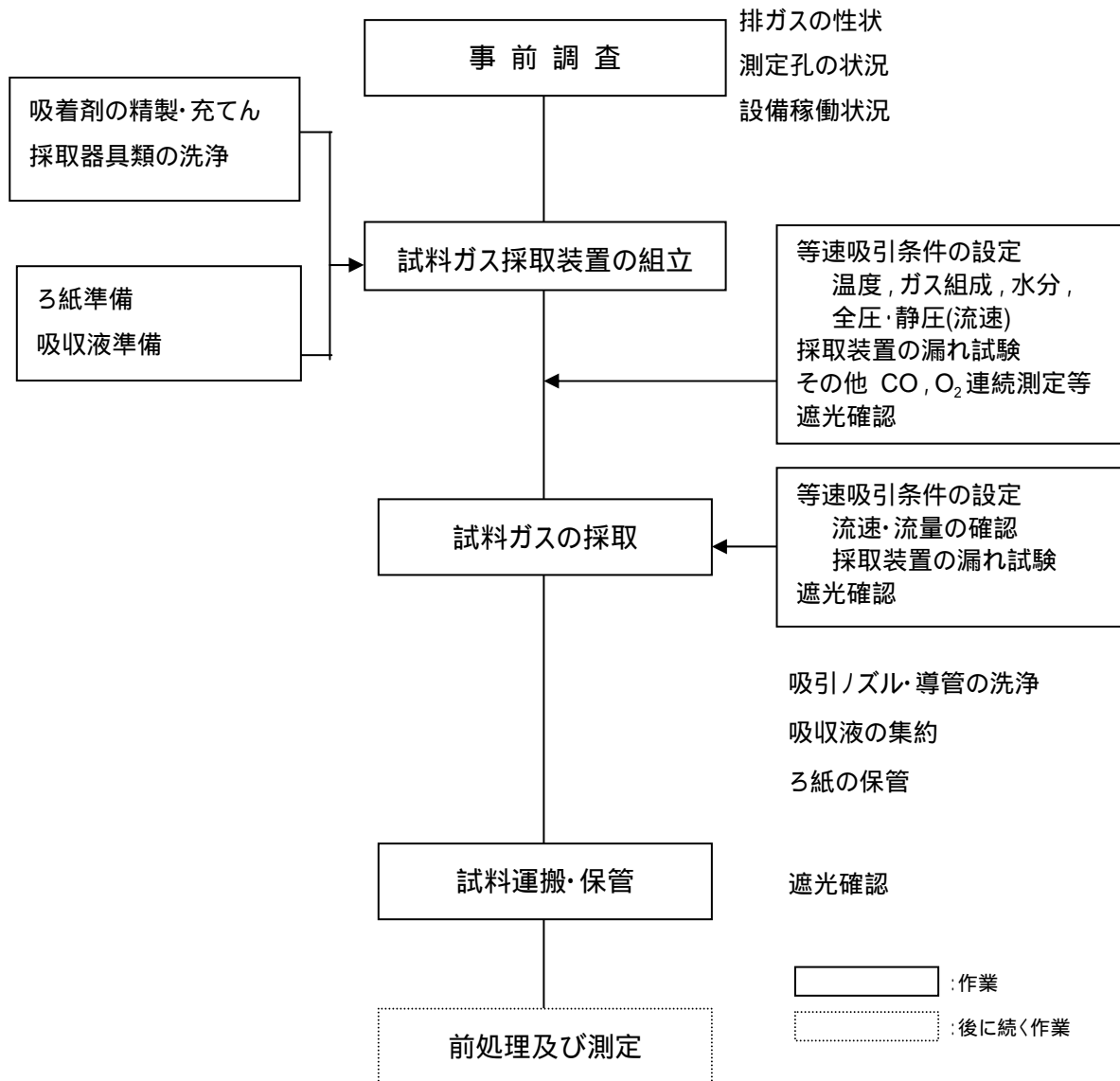


図 2 試料ガスの採取の作業手順

1.2 試薬

試料の採取に用いる試薬は次による。これらの試薬は、空試験などによって測定に支障のないことを確認する。

(1) 水

JIS K 0557 に規定する A4(又は A3)の水。

(2) ヘキサン

JIS K 8825 に規定するもの、又は同等の品質のもの。

(3) メタノール

JIS K 8891 に規定するもの、又は同等の品質のもの。

(4) アセトン

JIS K 8040 に規定するもの、又は同等の品質のもの。

(5) トルエン

JIS K 8680 に規定するもの、又は同等の品質のもの。

(6) ジクロロメタン

JIS K 8117 に規定するもの、又は同等の品質のもの。

(7) 2,2-オキシビスエタノール(ジエチレングリコール)

測定に支障のない品質のもの。

(8) ヘキサン洗浄水

(1)の水を(2)のヘキサンで十分に洗浄したもの。

(9) ろ過材

ろ紙を用いる場合は円形又は円筒形で JIS K 0901 に規定するろ過材のうち、シリカ繊維製を用いる。ダストチューブを用いる場合は、ガラス繊維又はシリカ繊維を用いる。いずれも使用に先立ち、アセトン及びトルエンでそれぞれ 30 分間超音波洗浄を行い、真空乾燥する。又はシリカ繊維製のろ過材については、電気炉を用いて 600 で 6 時間程度加熱する。洗浄又は加熱したろ過材は PBDDs 及び PBDFs の空試験成分及び他の分析を妨害する成分を含まないことを確認してから使用する。

(10) 吸着剤

スチレン ジビニルベンゼン共重合体。この吸着剤は使用前に、アセトン(50vol%)含むヘキサン洗浄水及びアセトンで洗浄し、トルエンで 16 時間以上のソックスレー抽出による洗浄を行う。又は、アセトン、トルエン(2 回)で順にそれぞれ 30 分間超音波洗浄を行う。その後、真空乾燥器中 50 以下で 8 時間加熱し、密閉容器中で保存する。洗浄した吸着剤は、排ガス試料からの抽出と同様の操作を行い、抽出液を濃縮し、PBDDs 及び PBDFs の空試験成分及び他の分析を妨害する成分を含まないことを確認してから使用する。

参考 吸着剤として“XAD-2”が一般に入手できるが、これを推奨するわけではない。同等以上の効果が得られることが証明されれば、他のものを用いてもよい。

(11) サンプルングスパイク用内標準物質

試料採取から抽出までの操作の結果を確認するために添加する内標準物質で ¹³C などで標識した PBDDs, PBDFs のうち適正な種類を 1 種類以上、適正な濃度にトルエン又はノナンに溶かした溶液を用いる。

参考資料 7 に内標準物質の使用例を示す。

1.3 試料採取装置

試料ガスの採取装置は、採取管部、捕集部、吸引ポンプ及び流量測定部で構成する。また、採取装置は、遮光できる装置または、アルミホイル等で遮光可能なものとする。図 3 に採取管部及びフィルター捕集部の一例を、図 4 に液体捕集部、吸着捕集部、吸引ポンプ及び流量測定部の一例をそれぞれ示す。ここに示した以外の装置であっても、本調査方法に示した装置と同等の性能を持つことについて十分な検討がなされて証明されれば、その方法を用いてもよい⁽¹⁾。

注⁽¹⁾ 試料ガス採取装置は、次の条件を備えていなければならない。

- 1) 測定点の排ガス流速に対して相対誤差 - 5 ~ + 10% の範囲内で等速吸引による試料ガスの採取が可能である。
- 2) PBDDs 及び PBDFs について十分な捕集率がある。これは、採取装置の後にもう一段 PBDDs 及び PBDFs を捕集できる部分を追加して試料を採取し、追加した捕集部から PBDDs 及び PBDFs が検出されない。
- 3) PBDDs 及び PBDFs の二次生成、分解などの起こり得る可能性がない。
- 4) 試料採取後から抽出操作を行うまでの操作において、PBDDs 及び PBDFs の損失がない。
- 5) 採取装置のダストなどによる汚染及び試料採取中に現場の大気の混入などがない。
- 6) 測定点での排ガス流量から算出される吸引流量が、装置の吸引流量調節の範囲内にある。
- 7) 装置に漏れがない。

(1) 採取管部

採取管は、排ガス温度に応じてほうけい酸ガラス製又は透明石英ガラス製のものを用いる。フィルター捕集部の温度を 120 以下に保てない場合は、水冷管を用いた冷却プローブを使用する。採取管は次の条件を満足するものとする。

採取管内外のガスの流れが乱れないようにする。ノズルの内径は 4mm 以上とし、これを 0.1mm の単位まで正確に求めておく。

先端は 30 度以下の鋭角に仕上げるか、滑らかな半球状とし、内外面は滑らかにならなければならない。

採取管のノズルからダスト捕集部までの管内は滑らかで、急激な断面の変化及び曲がりがあってはならない。

(2) 捕集部

1) フィルター捕集部

フィルター捕集部には、JIS Z 8808 の 8.3(普通形試料採取装置)に規定する 2 形のダスト捕集器を用いる。ろ紙を用いる場合はシリカ繊維製の円形又は円筒形のものを用いる。ダストチューブの場合には、ガラス繊維又はシリカ繊維を詰める。いずれも使用に先立ち、空試験成分及び他の妨害成分がないことを確認しておく。

ダスト量が少なくサンプリング及び測定に支障を来さない場合は、フィルター捕集部を省略することができる。また燃焼装置の種類によっては、円筒ろ紙の前にシリカ繊維などの

入ったダストチューブを用いる。

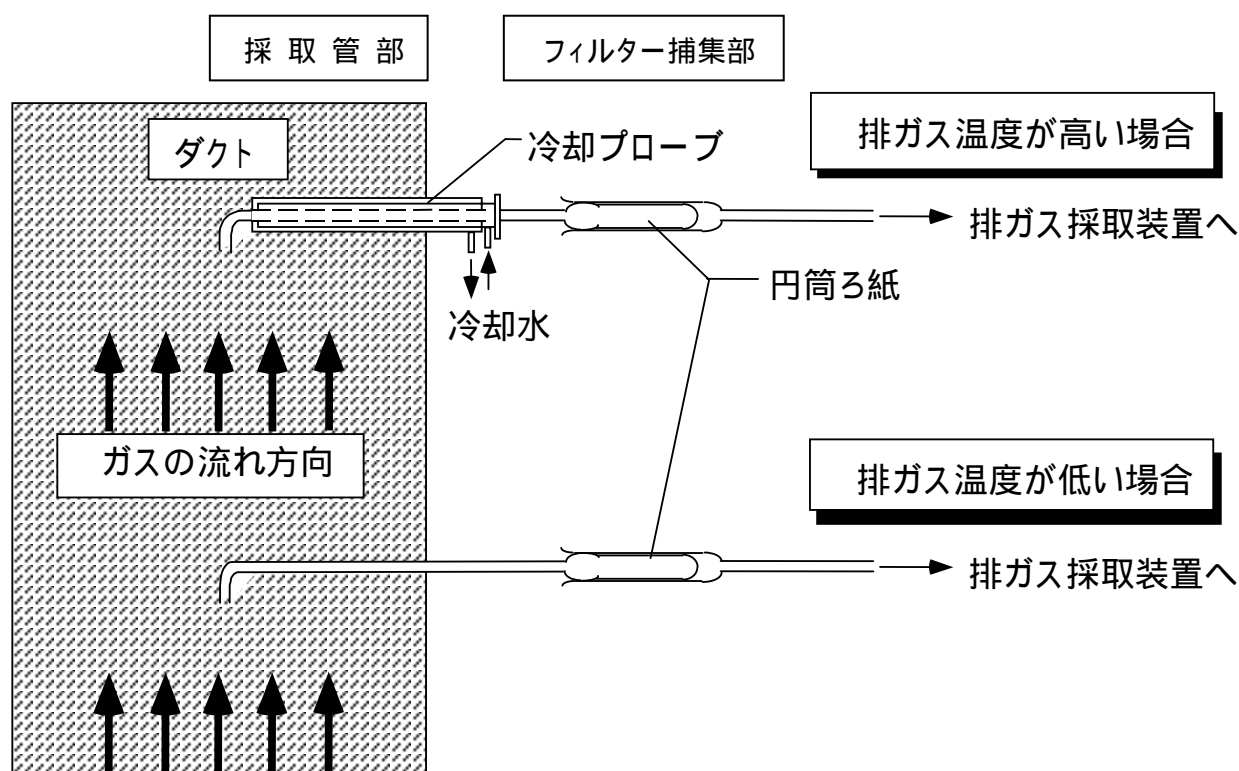


図3 採取管部及びフィルター捕集部の一例

2) 液体捕集部

内容積 0.5 ~ 1L の吸収瓶を直列に連結し、ヘキサン洗浄水を 100 ~ 300mL 入れたものとジエチレングリコールを 100 ~ 300mL 入れたものの 2 種類を用いる。図 4 に示した例では、捕集部を()と()に分け、捕集部()では 1 本目と 2 本目の吸収瓶にヘキサン洗浄水を入れ、3 本目の吸収瓶は空とし、捕集部()では 1 本目にジエチレングリコールを入れ、2 本目は空とした。

3) 吸着捕集部

洗浄、乾燥した吸着剤 40 ~ 70g 程度をガラス管(内径 30 ~ 50mm, 長さ 70 ~ 200mm, 容量 100 ~ 150mL)に充填し、両端をガラスワールなどによって、吸着剤が動かないように固定してカラムとし、液体捕集部()と液体捕集部()との間に縦型に連結して固定する。

必要な場合には、吸着剤カラムを 2 段で用いてもよい。

(3) 連結部

フィルター捕集部から液体捕集部までの連結導管はできるだけ短くし、ガラス製又はふっ素樹脂製のものを用いる。各部の接続には、共通球面すり合わせ接手管、ふっ素樹脂製管継手などを用い、接続部にグリースは使用しない。

(4) 吸引ポンプ

フィルター装着時に、10 ~ 40L/min の流量で吸引でき、流量調整機能を持ち、24 時間以上連続的に使用できるもの。

(5) 流量測定部

指示流量計として湿式又は乾式ガスメーターを用いる。10～40L/min の範囲を 0.1L/min まで測定できるもの。指示流量計の目盛りは、定期的にメーカーなどに依頼して校正しておく。

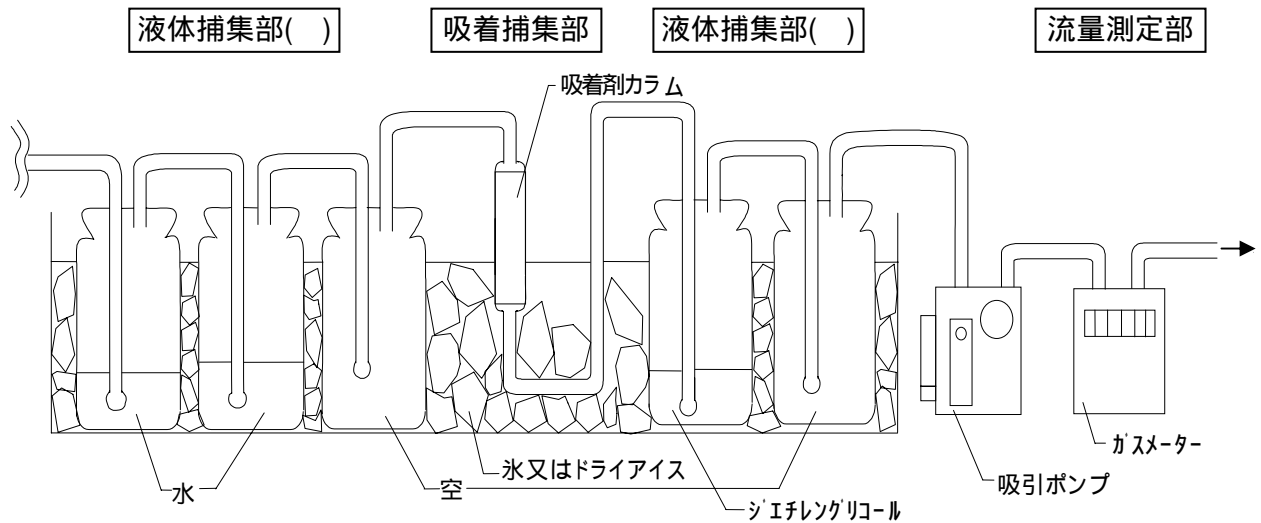


図4 液体捕集部，吸着捕集部，吸引ポンプ及び流量測定部の一例

1.4 試料ガスの採取の準備

(1) 事前調査

測定する焼却処理施設は、規模、排ガスの処理方法などによって排ガスの性状が異なり、測定場所も作業する上で危険な場合が多い。このため、あらかじめ測定現場を調査して排ガスの性状及び作業上の安全性を確認しておく必要がある。この事前調査には次の項目が含まれる。なお、排ガスの採取位置は代表的な性状のガスが採取できる位置とし、JIS Z8808 の4.(測定位置、測定孔及び測定点)に規定する流速測定点のうち、可能な限り平均流速に近い地点(等速吸引が可能な地点)とする。

- 1) 排ガスの性状 : 排ガスの温度、流速、組成、圧力、水分量など
- 2) 測定位置 : 地上からの高さ、測定孔の状況、送排風機の位置など
- 3) ダクト : ダクトの形状、大きさ(寸法)など
- 4) 作業の安全性 : 測定ステージの広さ、はしごの状況など
- 5) 電源、水道 : 電源、水道の有無
- 6) その他

(2) 器材の準備

事前調査の結果から、測定現場の実態に合わせて必要な測定器材を選定、整備するとともに、次の準備を行う。

排ガス中のダスト捕集に必要な器材

排ガス中の PBDDs 及び PBDFs を捕集する吸収瓶、吸着剤カラム、吸収液など

吸収液(ヘキサン洗浄水、ジエチレングリコール)

冷却用の氷又はドライアイス

採取後の捕集系の洗浄に必要な試薬(メタノール⁽²⁾、ジクロロメタン⁽³⁾)

注⁽²⁾ アセトンを用いてもよい。

注⁽³⁾ トルエンを用いてもよい。

その他

1.5 試料ガスの採取量

試料ガスの採取量は、次のような手順によって決定する。採取時間については、その目的に応じて試料ガスの発生状況などを十分考慮して代表試料が採取できるようにしなければならない。

測定の目的から評価しなければならない最小の濃度を決定する。

式(a)によって測定に必要な最小の試料ガスの量を算出する。

$$V = \frac{Q_{DL}}{1000} \times \frac{y}{x} \times \frac{V_E}{V'_E} \times \frac{1}{C_{DL}} \dots\dots\dots (a)$$

- ここに、
- V : 測定に必要な最小の試料ガスの量(0, 101.32kPa)(m³)
 - Q_{DL} : 測定方法の検出下限(μg)
 - y : 測定用試料の液量(μL)
 - x : GC/MS への注入量(μL)
 - V_E : 抽出液量(mL)
 - V'_E : 抽出液分取量(mL)
 - C_{DL} : 必要となる試料ガスにおける検出下限(0, 101.32kPa)(ng/m³)

算出された最小の試料ガスの量以上を試料ガスの採取量とする。

1.6 採取操作

試料ガス採取の操作は、次による。

- (1) JIS Z 8808 に準じて、排ガスの温度、流速、圧力、水分量などを測定し、測定点における排ガス流速を計算する⁽⁴⁾。

注⁽⁴⁾ 一酸化炭素、酸素などの連続測定を同時に行う場合には、特に断らない限り試料採取時間帯の1時間以上前から終了まで連続して行い、運転状態の同時確認を行う。

- (2) 採取装置を組み立て漏れ試験を行う。漏れ試験は吸引ノズルの口をふさいで吸引ポンプを作動させ、ガスメーターの指針が停止していればよい。この試験結果を記録しておく。
- (3) 採取管のノズルを、排ガスの流れと逆向きして測定孔から測定点まで挿入し、ガスメーターの

指示値を読み取っておく。吸引ポンプの作動とともに採取管のノズルの方向を排ガスの流れに正しく直面させ、等速吸引により排ガスを吸引する⁽⁵⁾。その際の注意点は以下による。

採取管のノズルから吸引するガスの流速は、測定点の排ガス流速に対して相対誤差 - 5 ~ + 10%の範囲内とする。排ガスの流速を60分ごとに測定し、等速吸引量を調整することが望ましい。又、等速吸引を行っているうちにダスト捕集によるろ過材の抵抗が増加し、吸引流量が低下してくるため、等速吸引が困難な場合には、吸引を一時停止し、ろ過材などを交換する。

試料採取中も少なくとも1回は採取装置の漏れ試験を行う。この場合は、試料採取点の酸素の濃度と採取装置のポンプ出口の酸素の濃度に差が無いことを確認する。この試験結果は記録しておく。酸素の濃度の測定は、JIS K 0301 による。また、フィルタ捕集部のろ過材の交換、ドレインの水抜きなどでラインが外された場合には、復帰後に必ず行う。

排ガスの温度が高温でダストが捕集される部分が 120 を超える可能性のある場合には、採取管を空冷などで冷やして 120 を越えないようにする。又、炉出口などで排ガス温度が高い場合(500 以上)は、図 3 のような冷却プローブなどを使用し、ダストが捕集される部分が 120 を越えないようにする。

液体捕集部は、排ガスの採取中各吸収瓶を 5~6 以下に保てるように、氷浴又はドライアイス浴に入れる。樹脂吸着部は必ず 30 以下に保つこと。ただし、雰囲気温度が高く 30 以下に保つことが困難である場合には、各吸収瓶と同様に氷などで冷却しても差し支えない。フィルター捕集部及び吸着捕集部などは遮光しておく。

注⁽⁶⁾排ガス中のダスト濃度が 1mg/m³(0 , 101.32kPa)以下の場合には、等速吸引を行わずに平均流速程度で一定に吸引して良い。また、等速吸引が不可能な場合も同様である。

- (4) ガスメーターの温度及び圧力を記録しておく。
- (5) 必要量の試料ガスを吸引採取したなら、採取管のノズルを再び逆向きにし、吸引ポンプを停止し、ガスメーターの指示を読み取った後、採取管を取り出す。なお、ダクト内が負圧の場合は、吸引ポンプを作動させたまま速やかに採取管をダクト外に取り出し、ポンプを停止する。

1.7 試料の回収及び運搬・保管

試料ガスの採取が終了した後、試料ガス採取装置の分解は必要最小限とし、外気が混入しないようにして遮光し、試験室に運搬する。試料ガス採取装置の各部を注意深く外し、フィルター捕集部のろ過材を注意深く取り出し、容器に保存する。採取管及び導管はメタノール⁽²⁾、ジクロロメタン⁽³⁾などで十分に洗浄する。洗浄液及び捕集液は、褐色瓶に洗い移して遮光保存する。吸着剤カラムは両端にふたをして遮光保存する。保存した試料は、速やかに前処理以降の操作を行う。

なお、試料の運搬中の容器の破損、溶媒及び試料成分の揮発などによる損失に注意しなければならない。

注⁽²⁾及び⁽³⁾は、第 1 節 1.4(2) の注参照。

1.8 試料採取量の算出

標準状態における，吸引した乾きガス量は，式(b)によって求める。

$$V_{SD} = V_m \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a + P_m - P_v}{101.32} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots (b)$$

ここに，
V_{SD} : 標準状態(0℃，101.32kPa)における試料ガス採取量(m³)
V_m : ガスメーターの読み(L)
t : ガスメーターにおける吸引ガスの温度(℃)
P_a : 大気圧(kPa)
P_m : ガスメーターにおける吸引ガスのゲージ圧(kPa)
P_v : t℃における飽和水蒸気圧(kPa)

ただし，乾式ガスメーターを使用し，その前でガスを乾燥させた場合は，式中の P_v の項を除いて計算する。

1.9 試料ガスの採取の記録

試料ガスの採取を行った場合は，通常，次の項目についてまとめて整理し，記録する。また，必要に応じて現場写真も撮る。

(1) 試料採取の日時

(2) 試料採取場所の状況

発生源の種類，使用状況，採取位置，付近の状況，概略図など。

(3) 採取対象の条件及び状況

温度，水分量，静圧，流速，湿り及び乾き流量，その他採取系の着色など。

(4) 試料採取の条件

試料採取装置の構成，漏れ試験の結果，等速吸引流量，吸引時間，吸引ガス量及び必要に応じ捕集ダスト量など。

2. 水質(排水,環境水)

2.1 試料採取に用いる試薬類

試料採取に用いる試薬類は,次による。

(1) メタノール

JIS K 8891 に規定するもの,又は同等の品質のもの。

(2) アセトン

JIS K 8040 に規定するもの,又は同等の品質のもの。

(3) トルエン

JIS K 8680 に規定するもの,又は同等の品質のもの。

(4) ジクロロメタン

JIS K 8117 に規定するもの,又は同等の品質のもの。

2.2 採取時期,採取地点の選定

試料の採取時期及び採取地点の選定は,JIS K 0094 に従って試料の代表性が確保されるように選定する。

2.3 試料の採取

試料の採取は次による。ただし,ここに定められていない事項については,JIS K 0094 による。

(1) 器具

器具は,次による。

1) 試料容器

試料容器は特に断らない限りガラス製のものを用い,使用前にメタノール(又はアセトン)及びトルエン(又はジクロロメタン)でよく洗浄したものを使用する。洗浄に用いた溶媒は容器内に残らないよう注意する。栓は,スクリューキャップなどで密栓できるものとし,ゴム製,コルク製のものは使用しない。空試験などによって,測定に支障がないことを確認する。

2) 採水器

採水器は,ガラス製,ステンレス鋼など,測定対象物質が採水器内壁に吸着しないものを用いる。

(2) 採取方法

試料の採取方法は,JIS K 0094 による。

なお,地下水の採水の際には,土壌粒子等の混入を防ぐなど慎重に実施することが重要である。

(3) 採取操作

試料の採取は,JIS K 0094 による。ただし,試料水による容器の洗浄は行わない。採取した試料は試料容器に空間が残るように入れ,遮光・密栓する。試料水中に残留塩素が存在する場合には,残留塩素1mg/L に対してチオ硫酸ナトリウム五水和物(JIS K 8637)7.0mg/L を添加し,よく混合する。

(4) 試料の採取量

試料の採取量は、次のような手順によって決定する。

測定の方法から評価しなければならない最小の濃度を決定する。

式(c)によって測定に必要な最小の試料の量を算出する。

$$V = Q_{DL} \times \frac{y}{X} \times \frac{V_E}{V_E} \times \frac{1}{C_{DL}} \dots\dots\dots (c)$$

- ここに、 V : 測定に必要な試料量(L)
Q_{DL} : 測定方法の検出下限(pg)
y : 最終検液量(μL)
X : GC/MS 注入量(μL)
V_E : 抽出液量(mL)
V_E : 抽出液分取量(mL)
C_{DL} : 必要となる試料における検出下限(pg/L)

算出された最小の試料量以上を試料の採取量とする。

2.4 試料採取の記録

試料採取時には、次の事項を記録する。

- (1) 試料の名称及び試料番号
- (2) 採取場所の名称及び採取位置
- (3) 採取年月日, 時刻
- (4) 採取時の天候, 前日の天候
- (5) 採取者の氏名
- (6) 採取場所の状況(試料の水質に影響を与えると思われる事項。例えば, 採取現場の略図など。)
- (7) 採取時の気温と水温
- (8) 河川流量, 排水量
- (9) そのほか, 試料の外観(試料の色, 濁りなど), 臭気の有無など参考となる事項。

参考 このほかに必要に応じて, 透視度, pH など採取時に実施する項目もある。また, 採取場所の状況などの写真撮影も必要ならば行う。

2.5 試料の取扱い

試料は, 遮光して運搬し, 直ちに測定を行う。直ちに測定できない場合は 0~10 の暗所に保存し, できるだけ早く測定する。

3. 環境大気

ポリウレタンフォーム2個を装着した採取筒をろ紙後段に取り付けたハイボリウムエアサンブラで行う。ハイボリウムエアサンブラ用のろ紙は石英繊維ろ紙を用いる。ここに定められていない事項については、「ダイオキシン類に係る大気環境調査マニュアル」(環境省水・大気環境局総務課ダイオキシン対策室 大気環境課)に準じて行うこととする。

3.1 試料採取に用いる試薬類

試料採取に用いる試薬類は、次による。

(1) 水

JIS K 0557 に規定する A4(又は A3)の水, 又は同等の品質に精製した水。

(2) アセトン

JIS K 8040 に規定するもの, 又は同等の品質のもの。

(3) トルエン

JIS K 8680 に規定するもの, 又は同等の品質のもの。

(4) 石英繊維ろ紙

約 20×25cm のものを使用。あらかじめ 600 で 6 時間程度加熱処理をしたもの。

(5) ポリウレタンフォーム

ポリエーテルタイプで、(密度:0.016g/cm³, 大きさ:直径 9~10cm, 厚さ:5cm)あらかじめ水及びアセトン洗浄後、約 16~24 時間アセトンソックスレー抽出又はアセトンを用いた超音波抽出(30分×3回)により洗浄し、十分に乾燥し⁽⁶⁾密閉して保存したもの。

注⁽⁶⁾ 減圧乾燥法を用いても良い。溶媒が残っているとポリウレタンフォームが柔らかくなり、ホルダに入れて吸引する時、圧力損失が大きくなり、所定の吸引量が得られなくなる恐れがある。

3.2 試料採取装置

図 5 に示すように、ポリウレタンフォーム採取筒を装着したハイボリウムエアサンブラに石英繊維ろ紙 1 枚及びポリウレタンフォーム 2 個を装着したもの。

ハイボリウムエアサンブラ(以後HVと略称)は、フィルタホルダ、ポンプ、流量測定部及び保護ケースよりなる。

(1) フィルタホルダ

約 20×25cm の寸法のフィルタを破損することなく、漏れの無いように装着でき、ポリウレタンフォーム用ホルダ(内径 84mm×長さ 200mm)を連結できるもの。

ポリウレタンフォームは 2 個充填する。

(2) ポンプ

高流量で 24 時間のサンプリングを行う場合には、フィルタ装着時に、毎分 700L 程度の流量で吸引できる能力をもち、流量調製機能を有し、24 時間以上連続的に使用できるもの。中流量で 7 日間の連続サンプリングを行う場合には、フィルタ装着時に、毎分 100L 程度の流量で吸引できる能力をもち、流量調製機能あるいは定流量装置を有し、7 日間以上連続的に使用できるもの。

(3) 流量測定部

指示流量計として、差圧検出方式流量計、フロート型面積流量計、熱線方式流量計などを用

いる。高流量で24時間のサンプリングを行う場合には、毎分700L程度の流量を50L/minまで測定できるもの。中流量で7日間の連続サンプリングを行う場合には、毎分100L程度の流量を5L/minまで測定できるもの。指示流量計の目盛は、HVの通常の使用状態のもとで基準流量計により校正しておく。

(4) 保護ケース

HVの捕集面を上にして水平に固定でき、風雨により捕集用フィルタが破損されない構造で耐蝕性の材質で作られているもの。

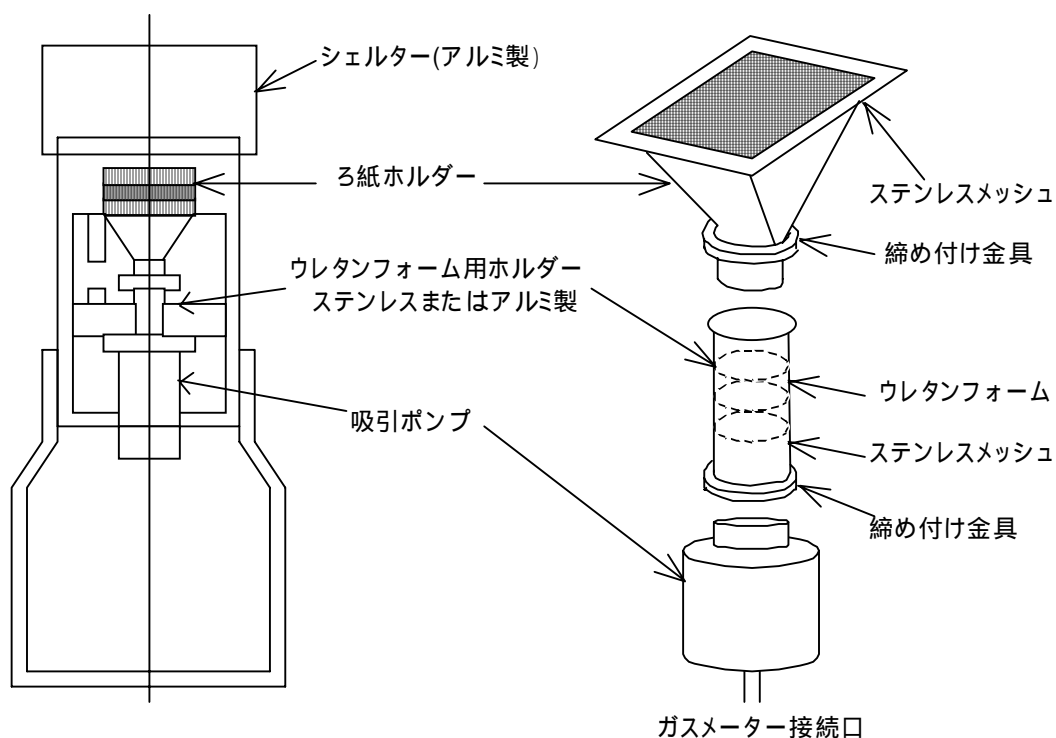


図5 環境大気試料採取装置の構成図

3.3 試料の捕集

- (1) 試料採取は、図5の装置により行う。24時間平均値を求める場合は、700L/min程度の高流量で24時間採取し、1,000m³程度を採取する。週平均値を求める場合は、700L/min程度の高流量で24時間採取する操作を7回繰り返して行うか、100L/min程度の中流量で7日間の連続採取を行い、総吸引量が1,000m³程度となるようにする。捕集開始5分後に再度流量(Fs)を調整して記録し、終了直前に流量(Fe)を読み取る。積算流量計が付属している場合は、その読みから捕集量(m³)を求める。
- (2) トラベルブランク試験用として試料採取に際して、試料採取用と同一ロットの石英繊維ろ紙及びポリウレタンフォームを試料採取用以外の試料として、試料採取用とまったく同様に扱い持ち運ぶ。この操作は一連の試料採取において、試料数の10%の頻度で、3試料以上についてトラベルブランク試験用として試料採取に際して、試料採取用と同一ロットの石英繊維ろ紙

及びポリウレタンフォームを試料採取用以外の試料として、試料採取用とまったく同様に扱い持ち運ぶ。この操作は一連の試料採取において、試料数の 10%の頻度で、3 試料以上について実施する。別に操作ブランク試験用に試料採取用と同一ロットの石英繊維ろ紙及びポリウレタンフォームを用意する⁽⁷⁾。

(3) 二重測定用として、同一地点で 2 つ以上の試料を同時に捕集する。この試料採取は、一連の試料採取において試料数の 10%程度の頻度で行う⁽⁸⁾。

注⁽⁷⁾ 本試験は、操作ブランク値やトラベルブランク値を管理しておけば毎行わなくても良い。しかし、試料採取における信頼性を確保するため、前もって操作ブランク値及びトラベルブランク値について十分検討しておき、必要に応じてそのデータが提示できるようにしておく。特にトラベルブランク試験は、年間を通じて 3 回は測定し統計処理ができるように計画するが、移送中に汚染が考えられる場合(EP 灰などによる汚染)には、トラベルブランク試験を必ず実施する。

注⁽⁸⁾ 本試験は、大気試料の採取において二重測定用の試料採取が不可能な場合には、省略しても良い。又、毎回測定は困難であるため、試料採取法について管理しておけば毎行わなくても良い。しかし、試料採取における信頼性を確保するため、前もって試料採取について十分検討しておき、必要に応じてそのデータが提示できるようにしておく。

3.4 運搬・保管

採取した試料は、周辺空気からの汚染や、周辺への漏洩を防ぐために密閉して遮光保存する。又、試料の運搬・保管も遮光する。

3.5 試料採取量の算出

20 における、試料採取量は、式(d)によって求める。

$$V = V_r \times \frac{293.15}{273.15 + t} \times \frac{P}{101.32} \dots\dots\dots (d)$$

ここに、 V : 20 , 101.32kPa における試料採取量(m³)
V_r : 試料採取量(m³), 即ち (F_s + F_e) × St / 2
ここで、 F_s : 開始時の流量(m³ / min)
F_e : 終了時の流量(m³ / min)
St : 捕集時間(min)

積算流量計を使用した時は、その読みを採取量とする。

t : 試料採取時の平均気温()⁽⁹⁾
P : 試料採取時の平均大気圧(kPa)⁽⁹⁾

注⁽⁹⁾ 最寄りの气象台など、適切な観測機関のデータを用いても良い。

4. 土壌

採取についてここに定められていない事項については、「ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル」(環境庁水質保全局土壌農薬課)に準じて行うこととする。

4.1 試料採取の概要

土壌試料の採取フローを図6に示す。

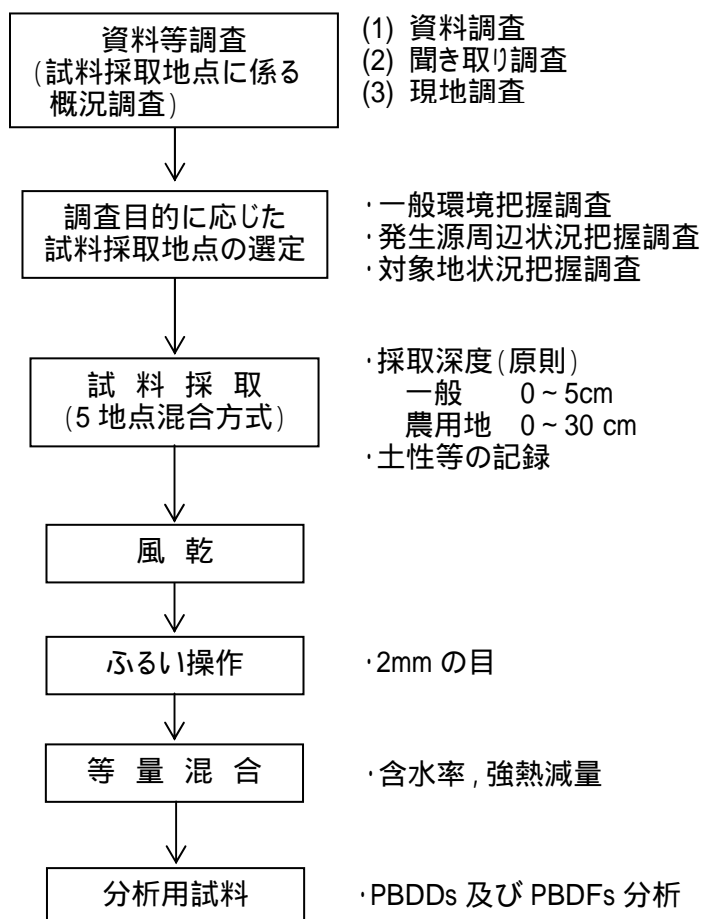


図6 試料採取のフロー

4.2 資料等調査

調査の実施に当たっては、まず、対象地およびその周辺について、資料調査、聞き取り調査、現地調査などを必要に応じて行い、測定地点に係る概況を調査し、記録する。

調査は次の項目について実施する。

土地利用及び管理状況の履歴(人為的攪乱, 客土の実施, 資材施用の可能性など)

土地の起状, 想定される風の流路などの周辺状況

土壌の種類(国土調査法に基づく土地分類調査などを参考)

発生源近傍の場合は、発生源からの距離, 発生源からの排出状況, 排出経路(事故などの場合はPBDDs及びPBDFsの漏出の可能性, 時期, 場所, 漏出物質名及び漏出量など)

4.3 試料採取地点の選定

試料採取地点の選定は、調査目的に応じて行うが、資料等調査による関連情報や現地での事前調査による情報を基に選定を行う。

(1) 一般環境把握調査

特定の発生源の影響をあらかじめ想定せず、一定の地域内の土壌中 PBDDs 及び PBDFs 濃度を調査する場合には、調査対象となる地域を等間隔で方眼状に区分し、その各々の区画の中心付近において5地点混合方式により試料を採取し、分析試料とする。(図7参照)。

なお、区分の間隔は、対象範囲の広さや調査目的に応じて適切に設定することとする。

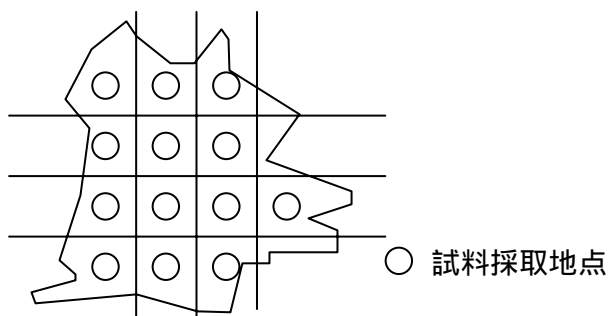


図7 一般環境把握調査における試料採取地点の設定

(2) 発生源周辺状況把握調査

PBDDs 及び PBDFs を発生し排出する施設が、一般環境の土壌に及ぼす影響を把握するため、発生源の周辺において実施する調査である。ここでは、大気に対する固定発生源を対象とする。

調査に当たっては、数年程度で区域内の主要な発生源が選定されるよう年次計画を立て、周辺の一般環境における土壌中の PBDDs 及び PBDFs 濃度の概況が把握できるよう対象となる発生源を選定する。

それぞれの発生源に対する具体的な試料採取地点は、基本的に、気象データ等を基にシミュレーションを行い、発生源からの影響を最も受けると予想される場所(最大着地濃度発生地点)を求め、その地点及び周辺地域とする。

〔簡便的に「ごみ焼却施設周辺環境におけるダイオキシン類濃度シミュレーション調査結果」(平成9年5月環境庁ダイオキシンリスク評価検討会報告)で算出された代表的なごみ焼却施設より排出されるダイオキシン類の最大濃度発生距離(表1)を参考として、年平均風向より試料採取地点を選定してもよい。〕

シミュレーションは、不確実性を内包するものであることから、具体的には、以下の地点において試料採取を行い、地域の PBDDs 及び PBDFs 濃度を調査することとする(図8)。

表 1 代表的なごみ焼却施設より排出されるダイオキシン類の最大濃度発生距離

処理量 (t/日)	焼却炉形式			排ガス 処理方式	煙 突		最大濃度 発生距離 (m)
					実体高 (m)	形式	
1200	全連続	ストーカ	ボイラー	電気集塵	100	独立	約 900
				バグフィルタ	100	独立	約 800
400	全連続	ストーカ	ボイラー	電気集塵	59	独立	約 600
				バグフィルタ	59	独立	
			水噴射	電気集塵	59	独立	約 600
				バグフィルタ	59	集合	約 700
300	全連続	流動床	ボイラー	電気集塵	59	独立	約 600
				バグフィルタ	59	独立	
			水噴射	電気集塵	59	独立	約 600
				バグフィルタ	59	集合	
200	准連続	ストーカ 又は 流動床	水噴射	電気集塵	59	独立	約 400
				バグフィルタ	59	集合	約 600
60	機械化 バッチ	ストーカ	水噴射	電気集塵	40	独立	約 400
						集合	
20 又は 10	固定 バッチ	ストーカ	水噴射	マルチサイクロン 又は 電気集塵	30	集合	約 400

(備考) 1 最大濃度発生距離とは、発生源を起点として、拡散計算より算出した最大着地濃度が発生する地点までの距離をいう。

2 本シミュレーションでは、排ガスの放出前に再加熱を行う施設を想定している。

(出典) 「ダイオキシンリスク評価検討会報告書」 ダイオキシンリスク評価検討会、平成 9 年 5 月

発生源とシミュレーションにより求めた最大着地濃度発生地点を結ぶ直線上において、以下の4地点。

ア 最大着地濃度発生地点 A

イ 発生源と最大着地濃度発生地点の中間地点 B

ウ 発生源からの距離が最大着地濃度発生距離(発生源から最大着地濃度発生地点までの距離)の2倍の地点 C

エ 発生源からの距離が最大着地濃度発生距離の3倍の地点 D

最大着地濃度発生地点を通り、発生源を中心とする円上で、最大着地濃度発生地点の近傍の地点(2地点) E, F

発生源及び最大着地濃度発生地点を通る直線と、この直線と発生源において直交する直線上において、発生源からの距離が最大着地濃度発生距離にある3地点G, H, I

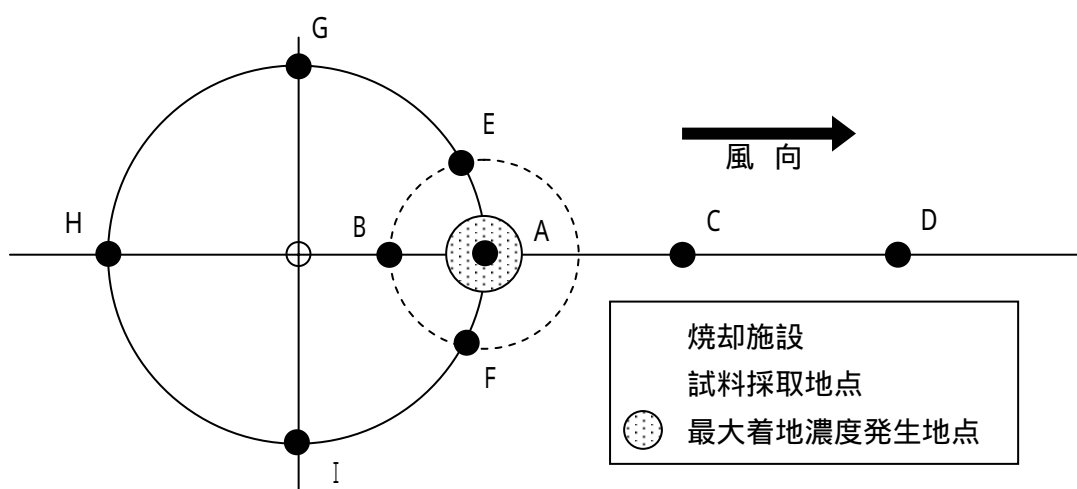


図8 焼却施設周辺における試料採取地点の設定

なお、農用地など、耕作などによる攪拌を行い、人為的に資材などを施用する土地については、燃焼系発生源を主とする影響の調査地点とはしない。

又、山間部などでシミュレーションモデルの適用が困難な場合にあっては、発生源近傍の集落などにおいて試料採取を行う方法のほか、風向・風速などのデータを考慮し、風下方向において重点的に調査地点を選定する等により、効率的な試料採取を行う。

なお、樹木、建築物などにより、大気からの降下物が遮られるおそれのある場所及び他の発生源の影響が懸念される場所は、目的とする焼却施設の正確なモニタリングに障害があることも考えられることから、地点の設定に当たって可能な限り避ける。

(3) 対象地状況把握調査

既存資料等の調査により、過去に行われた廃棄物の野焼きや不法投棄の跡地、PBDDs 及び PBDFs を発生するおそれのある事業場跡地等であること等により汚染の可能性が示唆される対象地における土壌中の PBDDs 及び PBDFs による汚染のおそれが高い対象地を優先的に選定し、その対象地における土壌中の PBDDs 及び PBDFs 濃度の概況が把握できるよう調査地点を選定する。

具体的な試料採取地点は、対象地の現況や資料等調査並びに必要なに応じて行う聞き取り調査及び現地状況等から、対象地内において土壌汚染のおそれのある範囲が推定できる場合にあっては、汚染のおそれのある範囲及びその周辺地域において重点的に調査地点を設定する。

汚染の可能性が示唆される対象地ではあるが、当該対象地内の汚染のおそれのある範囲が明らかでない場合には、対象地を等間隔で方眼状に区分し、その各々の区画の中心付近において5地点混合方式により試料を採取し、分析試料とする。

4.4 試料採取

個別の調査地点における表層土壌の試料の採取は原則として次に示す5地点混合方式による。

- (1) 試料の採取に当たっては、既存資料などの調査により土地の履歴が明らかな場所を選定する。なお、廃棄物そのものの認められる場所からの採取は行わない。
- (2) 試料の採取に当たっては、10m 四方程度の裸地で落ち葉等で覆われていない場所を選定することが望ましい。表層に落ち葉などの被覆物がある場合には、それらを除去する。また、都市域等では裸地の選定が難しいので、この場合には草等で覆われている場所を選定することもやむを得ない。草地等で採取する場合には、植物体の地上部を鎌などで刈り取り、除去した後、土壌を根茎を含んだ状態で採取する。
- (3) 原則として、5地点混合方式により試料採取を行う。すなわち、調査地点1地点につき、中心及び周辺の4方位の5m～10mまでの間からそれぞれ1箇所ずつ、合計5箇所(地点)で試料を採取し(図9参照)、これを等量混合する。

なお、調査地点の状況により、5地点混合方式の間隔が十分にとれない場合は、間隔を小さくして5箇所(地点)から採取する。

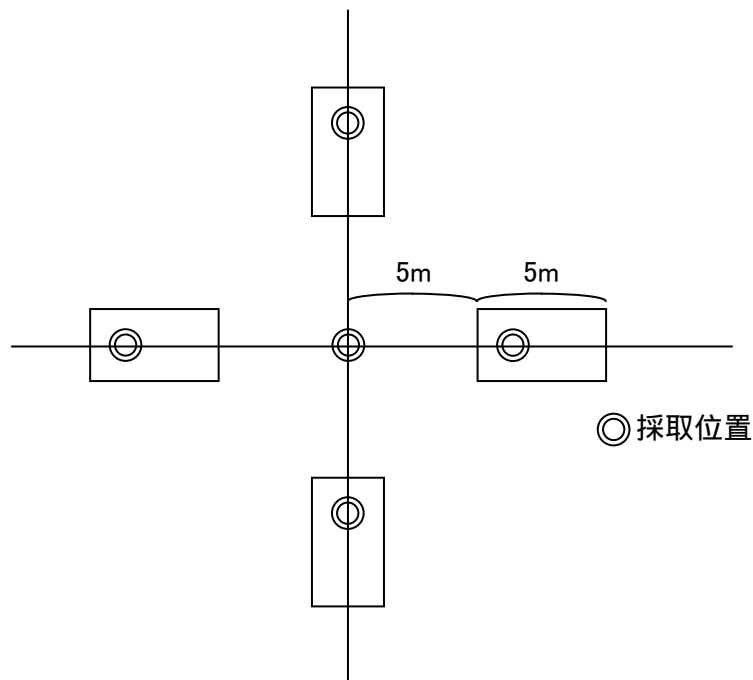


図9 5地点混合方式の参考例

- (4) 試料採取深度は、地域概況調査については、地表面から5 cmまでの部分を採取する。
 なお、農用地など人為的な攪拌を伴う土地において調査する場合の試料採取深度は地表面から30 cmまでの部分を採取する。
- (5) 試料採取は、原則として直径5 cm程度、長さ5 cm以上の柱状試料を採取し(図10)、そのうち上部(地表面)より5 cmまでの部分を試料として採取する。
 農用地など、人為的な攪拌のある土壌については、同様に上部より30 cmまでの部分を採取する。
 その際、試料採取量は分析試料として必要な量、すなわち乾重で100g程度確保する(長さ5 cm、直径5 cm以上の柱状試料を採取すると、試料採取量は概ね150g以上となる)。
 なお、砂質土壌などで柱状の採取ができない場合は、シャベル、スコップなどを用いて、所定の深さの土壌を採取する。
 採取に使用する採土用具は金属製のものとし、PBDDs及びPBDFsのクロスコンタミネーション(二次汚染)に十分注意し、採取に当たっては、他地点の採取時に付着した土壌などを完全に除去する(必要に応じて洗浄を行う)。

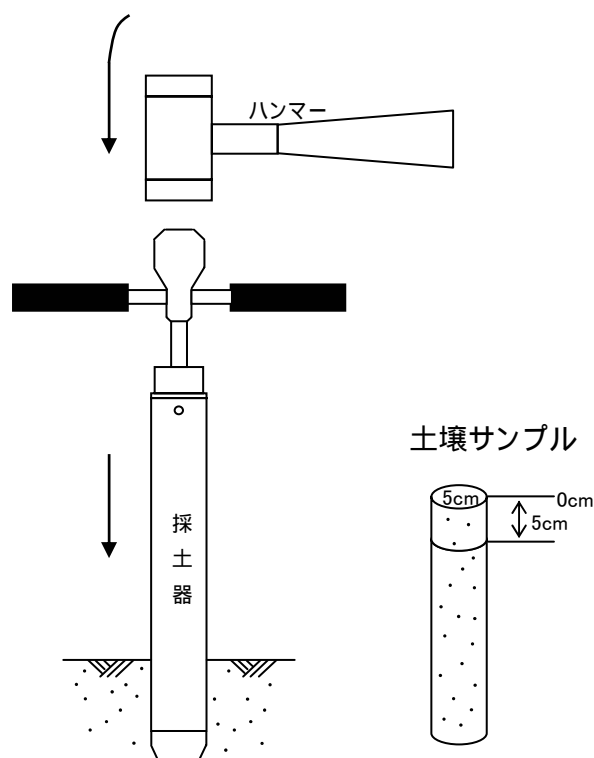


図 10 土壌採取の一例

- (6) 採取した土壌は、ステンレス製などで PBDDs 及び PBDFs が吸着しにくく、密封が可能で遮光性がある容器に収める。分析は試料採取後直ちに行う。分析を直ちに行えない場合には、冷暗所に保存し、出来るだけ速やかに分析を行う。分析に用いた試料(等量混合したもの)の残りを長期保存する場合は冷凍保存する。
- (7) 採取した土壌の状況は、現地で土性の判定を行い、記録する。土性については、野外土性の判定方法を参照し行う。又、土色についても、肉眼又はマンセル表色系などを用いて判定、記録することが望ましい。
- (8) 試料採取時の記録として、少なくとも下記の情報を記録し、整理・保管する。

試料採取に使用した器具の種類及び状況

採取地点付近の建築物や立ち木などの有無と位置、日照などの周辺状況

採取地点上の枯れ葉などの被覆物の有無

採取方法、採取地点間の距離

採取試料の性状(土性など)

4.5 試料の運搬・保管

採取後の試料は、外部からの混入及び分解等を防ぐため、密封・遮光できる容器に入れ、保管・運搬する。

4.6 分析試料の調整

(1) 採取試料の風乾

採取した土壌は、バットなどに入れて、金属製のヘラなどでかたまりを押しつぶして砕きほぐし、秤量した後、ほこりなどが入らないようアルミホイルなどで覆い遮光し、時々混ぜながら室内で数日間放置して風乾する。その後、2～3日ごとに秤量して、水分の減少がなくなったことを確かめる。

(2) ふるい操作

風乾した土壌は、中小礫、木片、植物残渣などを除き、土塊、団粒を破砕後、2 mmの目のふるいを通過させる。その際、ふるい上の礫などの重量についても測定し、ふるい操作の歩留りを記録する。

(3) 等量混合

5 地点混合方式により採取した 5 つの試料の等量混合に当たっては、上記の操作により得られた試料をそれぞれ等量(重量)ずつ十分混合し、分析用の試料とする。

保存する場合は、等量混合後のものとする。

4.7 含水率および強熱減量

採取した土壌から分析試料を調製し、その分析試料の含水率および強熱減量を求め、記録する。

含水率については、試料 5g 以上をはかり取り、105～110 で約 2 時間乾燥する。デシケータ内で放冷後、秤量する。その重量の差から、含水率を算出する。

また、強熱減量については試料 5g 以上をはかり取り、600±25 で約 2 時間強熱する。デシケータ内で放冷後、秤量し、その重量差から強熱減量を算出する。この分析方法は「底質調査方法」(昭和 63 年 9 月 8 日付環境庁水質保全局長通達)の、乾燥減量および強熱減量の測定方法に準じて行う。

5. 底質

調査に当たっては、本調査方法に示す手法を参考に、調査対象域及びその周辺の状況・調査対象試料の性状などに応じて計画し、方法を策定することが望ましい。ここに定められていない事項については、「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」(環境庁水質保全局水質管理課)に準じて行うこととする。

5.1 試料採取時期及び試料採取地点

試料採取時期及び地点は、調査目的に合致した試料が採取できるように選定する。

5.2 採泥方法

5.1の各採泥地点において、エクマンバージ型採泥器⁽¹⁰⁾によって、原則底質表面から10cm程度の泥を3回以上採取し、それらを混合して採泥試料とする。

なお、深さ方向の調査が必要な場合には、柱状試料を各層から採取する。この柱状試料から表層の情報を得たい場合には、底質表面から10cm程度の泥を混合したものを試料とする。

注⁽¹⁰⁾ エクマンバージ型採泥器での採取が困難な場合は、これに準ずる採泥器を使用するものとし、使用器具名、泥状、採泥層厚などの情報を記録する。

5.3 採泥時に実施すべき事項

採泥日時、採泥地点(図示すること及び緯度経度)、採泥方法(使用した採泥器の種類、大きさ)、底質の状態(堆積物、砂、泥などの別、色、pH、臭気など)は直ちに目視あるいは測定して記録する。また、柱状採泥の場合は、コアの深さを記録する。なお、調査の目的に応じてその他の項目を適宜追加する。

5.4 採泥時の試料の調整・運搬・保管

採泥試料を清浄なバットなど(PBDDs及びPBDFsの吸着、溶出などがない材質(ステンレス製など)のものを使用する)に移し、小石、貝殻、動植物片などの異物を除いた後、均一に混合し、500~1,000gを密閉・遮光可能なガラス製容器に移し替え、ポリエチレン袋などで密封し、クーラーボックス等に入れ氷冷して実験室に持ち帰るものとする。

試料はできるだけ速やかに分析する。直ちに分析が行えない場合には、遮光した状態において4以下で保存することとする。

5.5 その他

採泥試料に関する主な物理化学的情報など(水分、強熱減量、粒度組成、有機炭素量、硫化物)などを併せて分析することが望ましい。

6. 水生生物

調査に当たっては、本調査方法に示す手法を参考に、調査対象域及びその周辺の状況・調査対象試料の種類などに応じて計画を策定することが望ましい。ここに定められていない事項については、「ダイオキシン類に係る水生生物調査暫定マニュアル」(平成 10 年 9 月環境庁水質保全局水質管理課)に準じて行うこととする。

6.1 調査地点の選定

調査地点を設定する際には、工場又は下水処理場などの排水口付近のような人為的影響を強く受けると考えられるような場所は避けるものとする。又、地域によっては、河川、湖沼及び海域で生物を捕獲することは、都道府県別に定められた漁業調整規則で禁止されている場合があるため、調査を行う前に水産部局などの関係機関に特別採捕許可の申請を行う必要がある。なお、分析結果を評価するうえで、参考となるデータが把握できる地点を優先的に選定する。

6.2 調査対象生物

調査対象生物は、原則として表 2 及び表 3 に示す水生生物から選定する。ただし、表 2 及び表 3 に示す調査対象生物が採捕不可能な場合は、同じく表 2 及び表 3 に示す代替種をもって分析検体としてもよい。調査対象生物の生態的特徴を表 2 及び表 3 に合わせて示す。

6.3 調査時期

調査は、一般に水生生物の活動が活発である 4 月～11 月に行う。

6.4 採捕方法

魚類の採捕には投網及び刺網などを、甲殻類はタモ網(手網)やカニ籠などを用いる。ムラサキイガイやマガキのような附着性の貝類は金属製のへらなどを用い、殻を壊さないよう注意しながら剥ぎ取る。その他の貝類はタモ網などを用いて採捕する。頭足類は釣り(イカ類)や専用漁具(タコ類)などを用いる。又、当該調査地点で採捕されたものであると確認できる場合に限り、漁業者が採捕したものを購入し、分析検体としてもよい。ただし、その際も 6.6. に示す事項を遵守するとともに採捕日時を必ず確認し、腐敗や組織に自己消化の形跡がみられるものは分析検体としない。

6.5 分析検体

分析部位は、魚類及び頭足類が筋肉部、甲殻類及び貝類は軟体部(=殻を除いた部分)とする。1 検体は同一地点で採捕されたもののうち、同程度の大きさのものを少なくとも 3 個体以上を混合し、分析に必要な量(250g 以上)を確保することとする。ただし、底生性の二枚貝(ヤマトシジミ・アサリ)は、餌料とともに周辺の底質を取り込むため、これらの生物を分析検体とする場合は、3%程度の食塩水に一晩浸け置き、消化管中の底質を体外に排出させる。

なお、PBDDs 及び PBDFs は内分泌攪乱作用をもつことが懸念されており、併せてその影響を調査するため、魚類については表 2 及び表 3 を参考に成熟サイズの個体を確保し、必要に応じて組織学的検査などを行うことが望ましい。

6.6 測定及び運搬・保管

種を同定した後、採捕した生物は図 11 に示す項目をそれぞれ測定する(小数第一位まで)採捕した生物は調査日、調査地点、調査者及び標準和名などを明記した清潔な容器に入れ、氷又はドライアイスの入ったクーラーボックスに収容し、保冷した状態で速やかに分析機関に運搬する。搬入後は速やかに分析を行う。保冷の必要がある場合は - 20 以下で冷凍保管する。

表 2 河川及び湖沼の調査対象生物の生態的特徴

分類群	生物名	分布	生息域					食性	寿命	成熟サイズ	代替種
			河川				湖沼				
			上流	中流	下流	河口					
魚類	オイカワ	北海道・沖縄を除く日本各地						付着藻類, 水生昆虫, 底生動物	3年	12cm <	カワムツ
	ウグイ	沖縄を除く日本各地						水生昆虫, 底生動物, 魚類, 付着藻類, 生物遺骸	4年以上	12cm <	マルタウグイ エソウグイ
	コイ	日本各地						底生動物, 付着藻類, 水生植物	20年	25cm <	
	フナ類	日本各地						底生動物, 付着藻類, 動物プランクトン	10年	15cm <	
	オオクチバス	日本各地						魚類, 甲殻類	15年	30cm <	
	チチブ	日本各地						底生動物, 付着藻類	1~2年	3cm <	ヌマチチブ ナガノゴリ
甲殻類	アメリカザリガニ	北海道を除く日本各地						底生動物, 生物遺骸, 魚類	2年以上	6cm <	ザリガニ
	スジエビ	日本各地						付着藻類, 生物遺骸	1~2年	-	
貝類	カワニナ	日本各地						付着藻類	-	-	チリメンカワニナ クロダカワニナ
	ヤマトシジミ	日本各地						植物プランクトン	-	12mm <	マシジミ

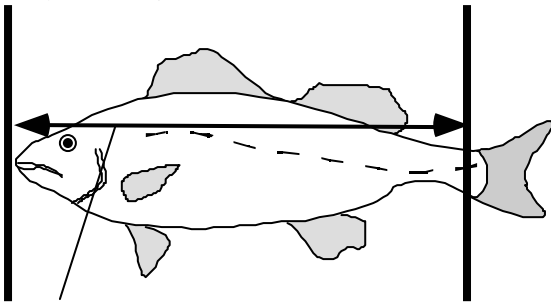
注)成熟サイズの数値は、魚類は標準体長、甲殻類(ガザミを除く)は体長、ガザミは甲幅、貝類は殻長を示す。

表3 海域の調査対象生物の生態的特徴

分類群	生物名	分布	生息域				食性	寿命	成熟サイズ	代替種
			河口	内湾	外洋	潮間帯				
魚類	コノシロ	北海道, 沖縄を除く日本各地					動物プランクトン	3年	15cm <	サツバ, ドロクイ, リュウキュウドロクイ
	ボラ	日本各地					底生藻類, 底生動物	6年	50cm <	セスジボラ, メナダ, フウライボラ, タイワンメナダ
	スズキ	日本各地					魚類, 甲殻類, 底生動物	8年以上	40cm <	ヒラスズキ
	マハゼ	沖縄を除く日本各地					底生動物, 甲殻類	2年以上	8cm <	
	マコガレイ	沖縄を除く日本各地					底生動物, 甲殻類	3年以上	20cm <	マガレイ, イシガレイ
甲殻類	ガザミ	日本各地					生物遺骸, 魚類	2~3年	13cm <	ノキリガザミ, ジャノメガザミ, タイワンガザミ, イシガニ
	シャコ	日本各地					生物遺骸, 底生動物	2~3年	10cm <	セスジシャコ, スジオシャコ, オキナワシャコ
貝類	ムラサキイガイ	沖縄を除く日本各地					植物プランクトン	5年以上	18mm <	
	マガキ	沖縄を除く日本各地					植物プランクトン	-	-	イワガキ, オハグロガキ
	アサリ	沖縄を除く日本各地					植物プランクトン	-	15mm <	ヒメアサリ
頭足類	スルメイカ	沖縄を除く日本各地					動物プランクトン, 甲殻類, 魚類	1年	25cm <	ヤリイカ, アオリイカ
	マダコ	福島・富山以南					甲殻類, 魚類, 貝類	2~3年	-	ミズダコ

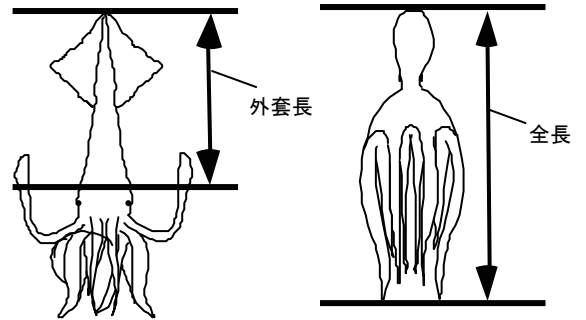
注) 成熟サイズの数値は、魚類は標準体長、甲殻類(ガザミを除く)は体長、ガザミは甲幅、貝類は殻長、頭足類は外套長を示す。

魚類：標準体長、体重



標準体長： 上あごの先端から尾びれを曲げた時にできるしわの所までの長さ

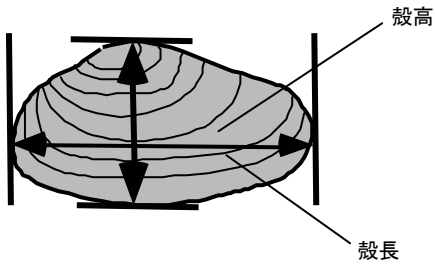
頭足類：外套長(幼)、全長(成)、体重



外套長

全長

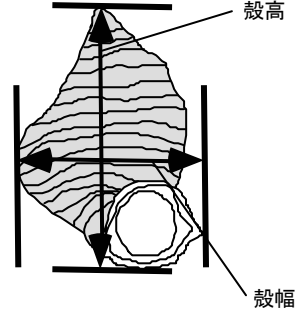
二枚貝：殻高、殻長、重量



殻高

殻長

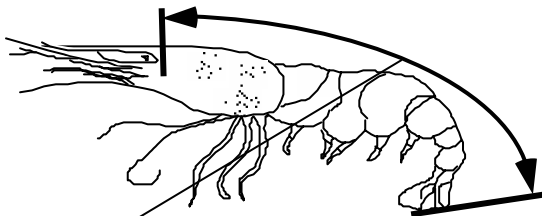
巻貝：殻高、殻幅、重量



殻高

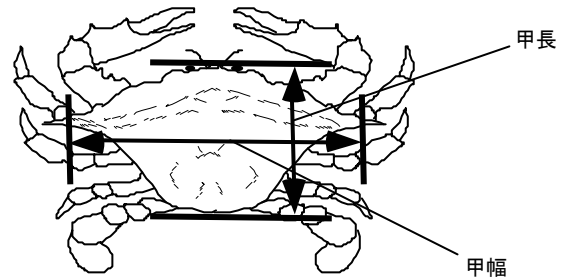
殻幅

エビ・ザリガニ・シヨコ類：体長、体重



体長： 体をまっすぐに伸ばした時の目の後ろから尾節の先端までの長さ

か類：甲長、甲幅、体重



甲長

甲幅

甲幅： 甲羅の左右にある、外側に大きく突出したとげの基部間の長さ

図 11 分析検体測定項目