

## 塩化ビニルモノマーの土壌ガス調査に係る採取及び測定方法の確認試験について

### 1. 土壌ガスの現地調査の結果について<sup>1)</sup>

平成 22 年度環境省土壌環境基準等検討調査業務において、産業廃棄物の不法投棄地 3 サイト及び事業場 8 サイトの計 11 サイトで、土壌ガス調査を捕集バッグ GC-MS 法により実施したところ、産業廃棄物の不法投棄地 2 サイト及び事業場 2 サイトの計 4 サイトで、土壌ガスの定量下限値 0.1volppm を超える土壌ガスが検出された。

### 2. 土壌ガスの採取方法の確認試験<sup>1) 2)</sup>

#### 試験設計

土壌ガス調査には、4 種類の捕集方法（減圧捕集瓶法、減圧捕集瓶法を用いた食塩水置換法、捕集バッグ法、捕集濃縮管法）を規定している。この捕集方法について塩化ビニルモノマーへの適用性を確認するための減衰率の確認試験を実施した。試験は、試験濃度（0.1volppm）に調製した塩化ビニルモノマーの標準ガスを捕集バッグ及び捕集管で捕集し、その捕集バッグ及び捕集管により捕集した試料を加熱脱着-GC-MS により測定を行い、試験濃度に対する測定結果から捕集効率を算出した。

#### 試験結果

減圧捕集瓶法、減圧捕集瓶法を用いた食塩水置換法、捕集バッグ法、捕集濃縮管法の確認試験の結果を表 1 に表す。

表 1 捕集方法の試験結果

採取方法	検討内容	試験結果
捕集バッグ法	減衰率の確認（H22 年度）	24 時間経過後の減衰率は 10%弱であった。
捕集濃縮管法	減衰率の確認（H26 年度）	24 時間経過後の減衰率は 2 ~ 3%であった
減圧捕集瓶法 減圧捕集瓶法を用いた食塩水置換法	減圧捕集瓶を用いた捕集方法については、一般的にガラス性の減圧捕集瓶は標準試料を用いた検量線作成用に使用しており、試料の安定性が確認されているため試験は実施していない。	/

#### 試験結果の考察

確認試験の結果、捕集バッグ法、捕集濃縮管法における塩化ビニルモノマーの

減衰率は他の VOC と同レベルであることが確認された。なお、減圧捕集瓶は標準試料を用いた検量線作成用に使用しており、試料の安定性が確認されている。

### 3 . 分析装置 (GC-MS、GC-PID 、 GC-FID、 GC-ELCD、 GC-ECD ) による測定方法の確認試験

#### 試験設計

試験は、標準ガスをボンベエアを使用して試験濃度に調整したガス 100ml を作成し、対象の分析装置で 5 回の繰り返し試験を実施した。試験濃度は 0.1volppm を基本とした。検出下限及び定量下限の値は、検量線濃度の最下点を 5 回測定し計算した。ガス試料の調整は、GC-MS 測定用の場合はキャニスターを用い、GC-PID 測定用の場合は真空瓶を用いた。対象とする分析装置は GC-FID、GC-ELCD、GC-ECD、GC-MS、GC-PID を用いた。

#### 試験結果

GC-FID、GC-ELCD、GC-ECD、GC-MS、GC-PID の試験結果を表 2 に、GC-ECD の感度確認のための追試試験の結果を表 3 に表す。

GC-ECD については、塩化ビニルモノマーの感度が非常に悪く、0.1volppm の塩化ビニルモノマーを検出できなかった。この GC-ECD では、無極性カラム (DB-1) を使用した際に分析時のエアーストックと塩化ビニルモノマーのピーク分離が不十分であった。よって、高極性カラム (DB-WAX) を使用して測定を行ったが、エアーストックとの分離及び検出感度に改善は見られなかった。

このため、GC-ECD で塩化ビニルモノマーの感度を確認するために、1000 倍の濃度である 100volppm のガスを作成し GC-ECD で測定した。その測定結果を表 2 に示す。測定は 2 種類の測定条件で実施した。

この結果、100 volppm の繰り返し試験の結果から算出した定量下限値は、それぞれ 56volppm (DB-1) 及び 79volppm (DB-WAX) であり、0.1volppm の定量下限値は担保できなかった。

表 2 定量下限値の確認試験の結果<sup>1)</sup> (ボンベエア 0.1 volppm)

測定方法	繰り返し試験の結果 (volppm)					平均値	標準偏差	検出下限値	定量下限値
GC-FID	0.086	0.088	0.088	0.088	0.088	0.0876	0.00089	0.0027	0.0089
GC-ELCD	0.0940	0.0939	0.0943	0.0941	0.0945	0.0941	0.00024	0.00072	0.0024
GC-ECD (DB-1)	測定 不可	-	-	-	-	-	-	-	-
GC-ECD (DB-WAX)	測定 不可	-	-	-	-	-	-	-	-
GC-MS (ppb)	0.737	0.801	0.764	0.763	0.812	0.776	0.030	0.09	0.30

GC-PID (ppm)	0.109	0.094	0.098	0.104	0.105	0.102	0.006	0.02	0.06
-----------------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	------	------

表3 定量下限値の確認試験の結果（感度確認）<sup>1)</sup>（ボンベエア 100 volppm）

測定方法	繰り返し試験の結果 (volppm)					標準 偏差	変動 係数	検出 下限値	定量 下限値
GC-ECD (DB-1)	86.54	90.00	78.64	76.61	84.90	5.58	6.7	17	56
GC-ECD (DB-WAX)	79.40	77.39	89.18	96.90	88.39	7.94	9.2	24	79

### 試験結果の考察

GC-MS、GC-PID、GC-FID、GC-ELCD、GC-ECD の繰り返し試験の結果から算出した塩化ビニルモノマーの定量下限値は、それぞれ 0.0089volppm (GC-FID)、0.0024volppm (GC-ELCD)、0.06 volppm (GC-PID)、0.30 volppb (GC-MS)である。であり、0.1volppm の定量下限値を担保していることが確認できた。

以上より、GC-MS、GC-PID、GC-FID 及び GC-ELCD は 0.1volppm の定量下限値を担保できるが、GC-ECD は担保できないことが確認された。

## 4. 総括

以上の現地試験及び確認試験の結果から、土壌ガス調査における試料採取方法（減圧捕集瓶法、減圧捕集瓶法を用いた食塩水置換法、捕集バッグ法、捕集濃縮管法）が適用可能であることが確認された。

また、分析装置については GC-MS、GC-PID、GC-FID 及び GC-ELCD は 0.1volppm の定量下限値を担保できるため適用可能であることが明らかになった。ただし、GC-ECD は定量下限値を担保できず、適用不可であることが確認された。

## 出典

- 1 ) 平成 26 年度環境省土壤環境基準等検討調査業務報告書 P 84 ~ 87、92 ~ 94
- 2 ) 平成 22 年度環境省土壤環境基準等検討調査業務報告書 P 2-6 ~ 2-7、3-84 ~ 3-85