

平成23年度産業廃棄物の検定方法等検討事業
報 告 書

平成24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	1
4. 業務内容	1
(1) 試験方法検討委員会の設置及び運営	1
(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整理	3
第3章 産業廃棄物の検定方法の課題に係る廃棄物の分析結果	5
1. As、Se の ICP 質量分析の適用に関する検討	5
2. As 及び Se の酸分解に伴う揮発に関する検討	12
3. 農薬類のろ紙吸着に関する検討	13
第4章 産業廃棄物の検定方法に係る情報整理	25
第5章 産業廃棄物の検定方法の改訂案	27
■巻末資料	50
1. 産業廃棄物の検定方法等検討委員会議事録概要	51
2. 産業廃棄物の検定方法に関連する参考文献等	58

第1章 業務概要

1. 業務名称

平成23年度産業廃棄物の検定方法等検討事業

2. 業務目的

廃棄物に関する評価方法として定められている「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。）について、近年の分析技術や分析精度の向上に対応させるために必要な改正についての検討を行う。

3. 業務実施期間

契約締結日（平成23年12月16日）から平成24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 准教授
- 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24年1月5日（木）15:00～17:00
(社)廃棄物資源循環学会会議室

第2回検討委員会 平成24年3月14日（水）10:00～13:00
航空会館203会議室

(2) 関連情報の収集・整理及び分析調査

1) 平成23年度以降に収集した文献整理

平成21年度及び平成22年度産業廃棄物の検定方法等検討事業の報告書に掲げられた事項についての情報整理を行った。

2) 産業廃棄物の検定方法の課題に関する廃棄物の分析

① ICP 質量分析法

平成22年度に実施したICP質量分析法の適用に関し、更に検討を行った。特に2008年のJISK0102に採用されている水素化物法は、廃棄物試料の種類によっては正しい値が得られないという問題もあるため、ICP発光分析（直接法）を含めて検討した。廃棄物試料はばいじん、鉍さい、汚泥である。

② 農薬類の分析

有機リン化合物について、固液分離総裁において、ろ紙の吸着が起こるという文献があり、これについて追試を行った。

③ 振とう条件について過去の情報を整理した。

第2章 産業廃棄物の検定方法に改定に向けた課題整理

平成22年度までに行われた、産業廃棄物の検定方法等の課題については、実験による検討及び全国環境研協議会・日本環境分析測定協会でのアンケート結果をふまえて、検定方法の改訂の必要性の議論と結論は以下のとおりとなっている。

	項目	論点	これまでの結論	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	—
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	○
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とする	容器容積比は概ね0.5とする	○
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	縦置き横振とうが望ましい	△ 縦置き、横置きの違い
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"> ・ 1μmのGFPを用いていない機関がある ・ 遠心分離を採用する基準のろ過困難の判断が難しい ・ 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 	遠心分離—ろ過操作をする(再現性を重視)	△
7	ろ紙の材質・孔径	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	<ul style="list-style-type: none"> ・ 微粒子除去の再現性はメンブランフィルターが良いが、農薬類では吸着する可能性がある ・ ろ紙孔径は1μmに対して0.45μmとする妥当性は見いだせない 	△ ろ紙の材質種類と農薬類の吸着性に関する実験的検討が必要
8	揮発性有機物質に対するろ過操作	<ul style="list-style-type: none"> ・ 約半数の機関がろ過操作を行っていない ・ ろ過操作によって低値となる(実験結果) 	ろ過操作なしとする	△ 土壌汚染対策法との整合について意見聴取の必要性
9	ヒ素、セレン、ベリリウムへのICP質量分析の適用	JIS K0102(2008)に採用されているICP質量分析の適用が廃棄物分析に適用可能か 市販装置でスペクトル干渉が完全に除去できるか	<ul style="list-style-type: none"> ・ 共存物の少ない試料では概ね妥当 ・ 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 	△ ICP質量分析は適用可能であるが留意事項の記載が必要

			<ul style="list-style-type: none"> 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 	
10	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	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。イオンクロマト法では適用不可	×

第3章 産業廃棄物の検定補法の課題に係る廃棄物の分析結果

3-1 As、SeのICP質量分析の適用に関する検討

(1) 実験内容

ひ素及びセレンを一定濃度添加した溶出液について、異なる分析手法での測定を実施し、各試験法の分析を実施した。

(2) 試験対象

以下の試料に対象物質の標準を4条件(添加なし、低濃度、中濃度、高濃度)添加したものを試験対象とした。添加濃度は、低濃度は基準値の1/10、中濃度は基準値、高濃度は基準値の10倍量を添加した。ただし、ICP-AES法(直接法)では、測定機器の感度を考慮し、低濃度の添加量を基準値の1/2量とした。

- ①純水
- ②ばいじん①
- ③鉱さい①
- ④鉱さい②
- ⑤汚泥①

(3) 試験方法

- ① 水素化物発生原子吸光法(公定法)
- ② 水素化物発生ICP-AES法(公定法)
- ③ ICP-MS法
- ④ ICP-AES法(直接法)

(4) 試験項目

試験項目は以下のとおり。

表-1 試験項目

分析項目	分析方法	定量下限値	溶出液 (添加なし)	標準添加試料
水素イオン濃度(pH)	ガラス電極法	-	○	-
電気伝導度(EC)	白金電極法	mS/m	○	-
砒素又はその化合物	酸分解 水素化物発生 原子吸光光度法	0.001mg/L	○	○
	酸分解 水素化物発生 ICP-AES法	0.001mg/L	○	○
	酸分解 ICP-MS法	0.001mg/L	○	○
	酸分解 ICP-AES法(直接法)	0.05mg/L	○	○
セレン又はその化合物	酸分解 水素化物発生 原子吸光光度法	0.001mg/L	○	○
	酸分解 水素化物発生 ICP-AES法	0.001mg/L	○	○
	酸分解 ICP-MS法	0.001mg/L	○	○
	酸分解 ICP-AES法(直接法)	0.05mg/L	○	○
硫酸イオン	イオンクロマトグラフ法	1mg/L	○	-
臭素イオン	イオンクロマトグラフ法	1mg/L	○	-
塩素イオン	イオンクロマトグラフ法	1mg/L	○	-
カルシウムイオン	イオンクロマトグラフ法	1mg/L	○	-
カリウムイオン	イオンクロマトグラフ法	1mg/L	○	-
ICP-MS半定量分析	ICP質量分析法	-	○	-

(5) 溶出液の分析結果

溶出液の分析結果を表-2、表-3に示す。

表-2 溶出液の分析結果

分析項目	分析方法	ばいじん①	鉱さい①	鉱さい②	汚泥①
pH	ガラス電極法	9.3	2.4	10.8	6.3
EC	白金電極法	2240	178	169	129
砒素	水素化物発生AAS	<0.001	<0.001	0.012	0.020
	水素化物発生ICP-AES	<0.001	<0.001	0.016	0.027
	ICP-MS	<0.001	<0.001	0.007	0.10
	ICP-AES法	<0.05	<0.05	<0.05	0.10
セレン	水素化物発生AAS	0.023	<0.001	<0.001	0.002
	水素化物発生ICP-AES	0.021	<0.001	<0.001	0.002
	ICP-MS	0.023	0.003	<0.001	0.029
	ICP-AES法	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
硫酸イオン	イオンクロマトグラフ法	1300	280	6	250
臭素イオン	イオンクロマトグラフ法	610	<1	<1	<1
塩素イオン	イオンクロマトグラフ法	12000	<1	<1	53
カルシウムイオン	イオンクロマトグラフ法	3200	2.8	0.5	90
カリウムイオン	イオンクロマトグラフ法	1200	0.3	0.7	74

単位:mg/L

(6) 標準添加試料の分析結果
標準添加試料の分析結果を以下に示す。

表-4 標準添加試料の分析結果(砒素)(基準値:0.3mg/L)

対象	分析方法	添加なし	基準値 1/10量 添加	基準値 1/2量 添加	基準値量 添加	基準値 10倍量 添加
純水	水素化物発生AAS	<0.001	0.027	-	0.29	3.0
	水素化物発生ICP-AES	<0.001	0.031	-	0.31	3.0
	ICP-MS	<0.001	0.030	-	0.31	3.1
	ICP-AES法	<0.05	-	0.15	0.31	3.2
ばいじん①	水素化物発生AAS	<0.001	0.035	-	0.35	3.3
	水素化物発生ICP-AES	<0.001	0.032	-	0.30	2.9
	ICP-MS	<0.001	0.025	-	0.29	3.2
	ICP-AES法	<0.05	-	0.15	0.31	3.0
鉱さい①	水素化物発生AAS	<0.001	0.035	-	0.34	3.2
	水素化物発生ICP-AES	<0.001	0.031	-	0.32	3.2
	ICP-MS	<0.001	0.030	-	0.31	3.0
	ICP-AES法	<0.05	-	0.15	0.30	3.3
鉱さい②	水素化物発生AAS	0.012	0.046	-	0.30	3.4
	水素化物発生ICP-AES	0.016	0.046	-	0.32	3.1
	ICP-MS	0.014	0.044	-	0.32	3.1
	ICP-AES法	<0.05	-	0.17	0.31	3.1
汚泥①	水素化物発生AAS	0.020	0.062	-	0.37	3.5
	水素化物発生ICP-AES	0.027	0.065	-	0.36	3.2
	ICP-MS	0.10	0.13	-	0.39	3.2
	ICP-AES法	0.10	-	0.27	0.42	3.1

単位:mg/L

表-5 標準添加試料の分析結果(セレン)(基準値:0.3mg/L)

対象	分析方法	添加なし	基準値 1/10量 添加	基準値 1/2量 添加	基準値量 添加	基準値 10倍量 添加
純水	水素化物発生AAS	<0.001	0.028	-	0.29	3.0
	水素化物発生ICP-AES	<0.001	0.030	-	0.29	2.8
	ICP-MS	<0.001	0.032	-	0.33	3.4
	ICP-AES法	<0.05	-	0.14	0.29	3.0
ばいじん①	水素化物発生AAS	0.023	0.055	-	0.34	3.2
	水素化物発生ICP-AES	0.021	0.057	-	0.32	2.9
	ICP-MS	0.023	0.051	-	0.36	3.3
	ICP-AES法	<0.05	-	0.17	0.33	2.9
鉱さい①	水素化物発生AAS	<0.001	0.028	-	0.32	3.4
	水素化物発生ICP-AES	<0.001	0.026	-	0.31	3.6
	ICP-MS	0.003	0.033	-	0.33	3.4
	ICP-AES法	<0.05	-	0.15	0.29	3.0
鉱さい②	水素化物発生AAS	<0.001	0.031	-	0.33	3.4
	水素化物発生ICP-AES	<0.001	0.032	-	0.30	3.0
	ICP-MS	<0.001	0.031	-	0.31	3.4
	ICP-AES法	<0.05	-	0.14	0.29	3.0
汚泥①	水素化物発生AAS	0.002	0.044	-	0.36	3.0
	水素化物発生ICP-AES	0.002	0.036	-	0.31	2.7
	ICP-MS	0.029	0.060	-	0.35	3.4
	ICP-AES法	<0.05	-	0.16	0.33	3.0

単位:mg/L

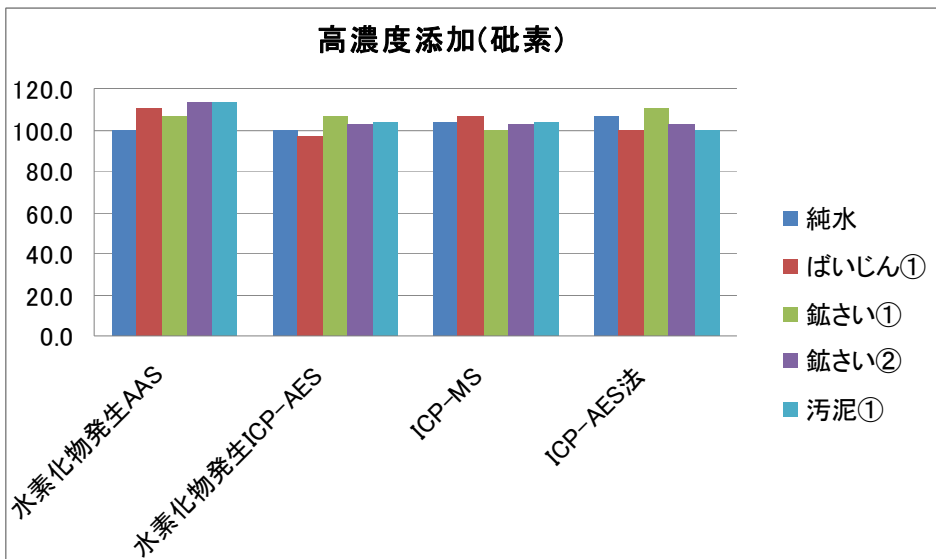
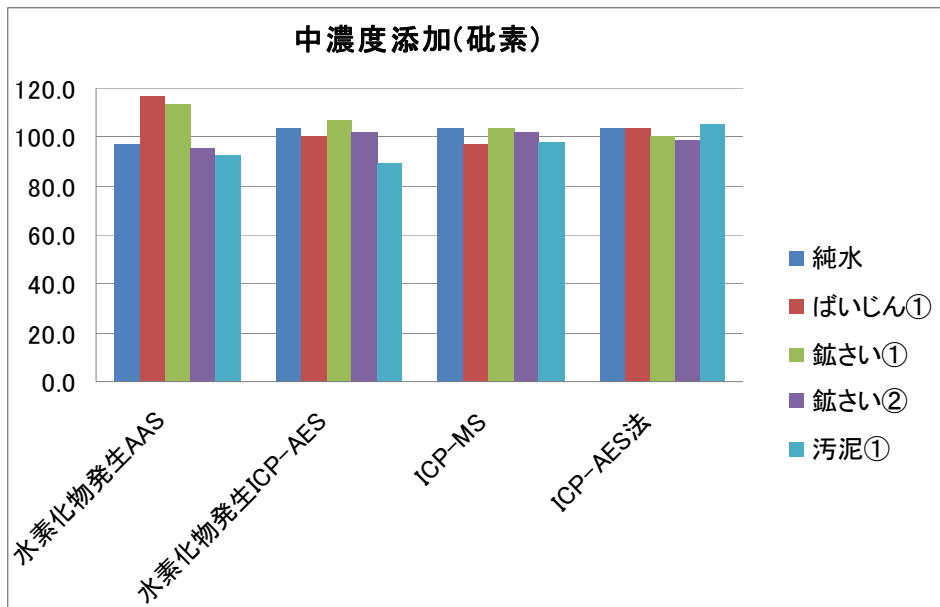
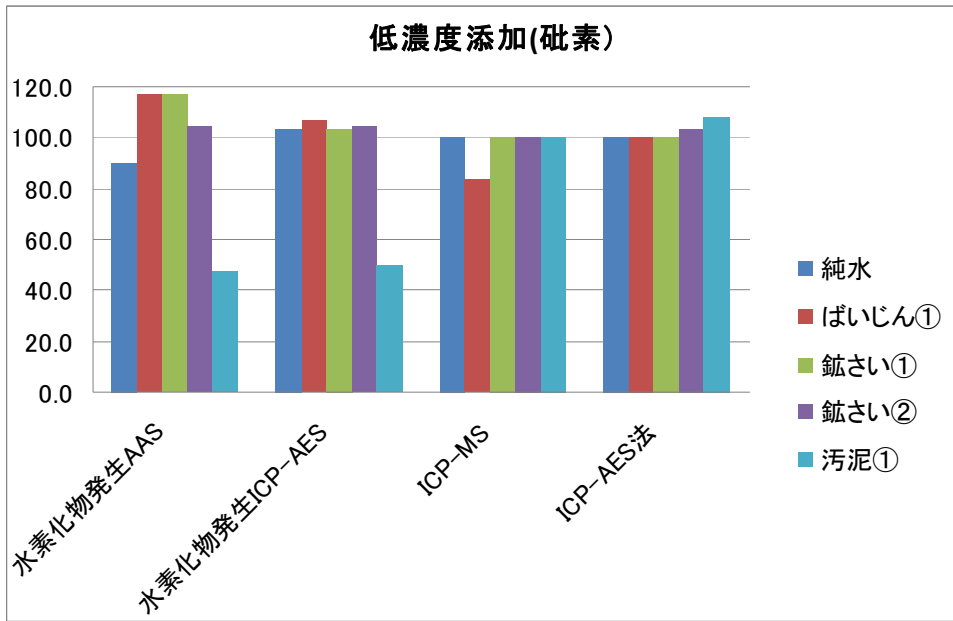


図-1 添加回収率(砒素)

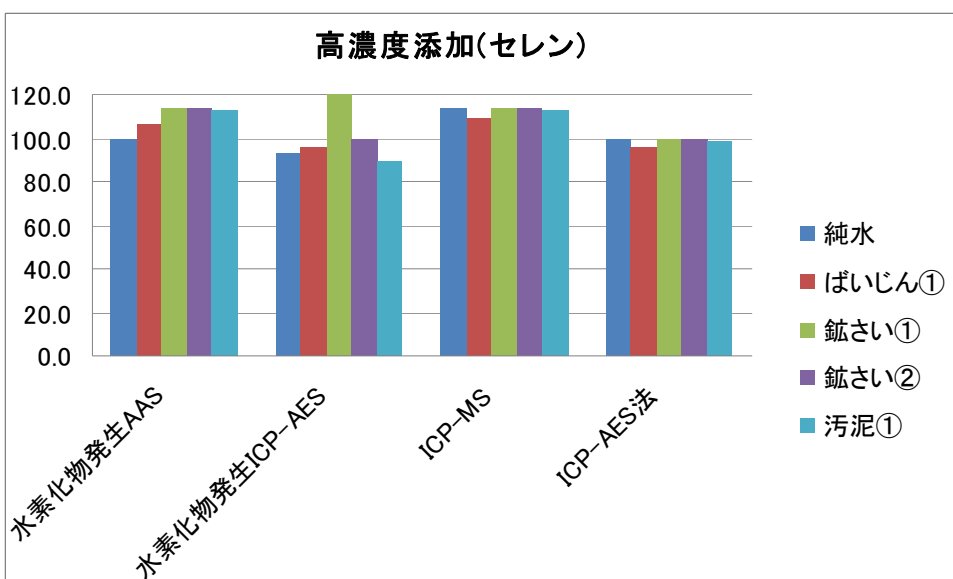
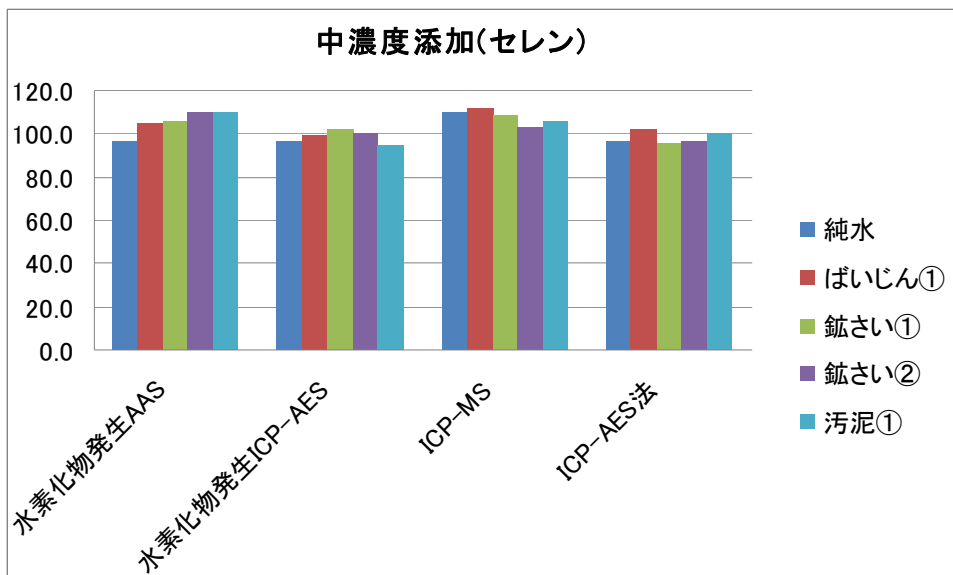
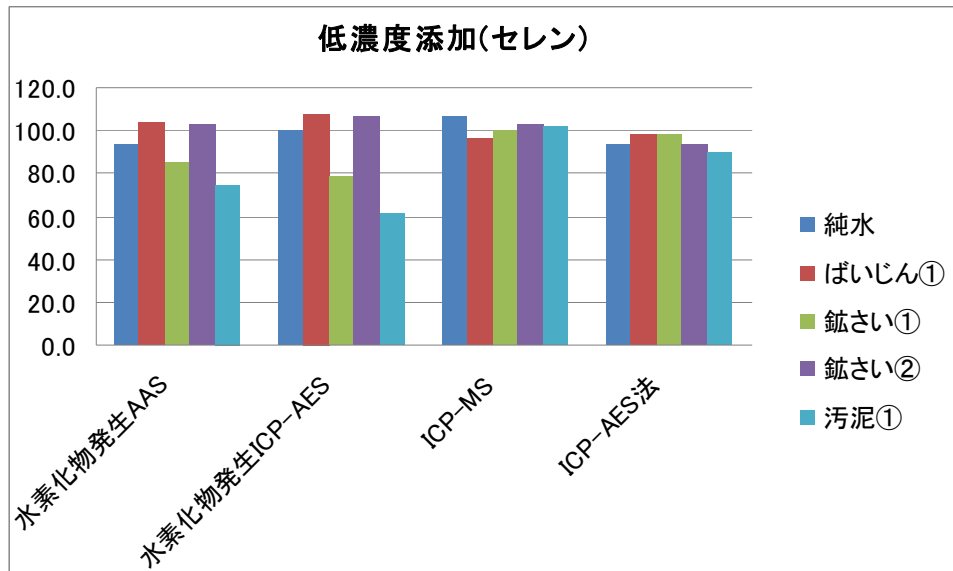


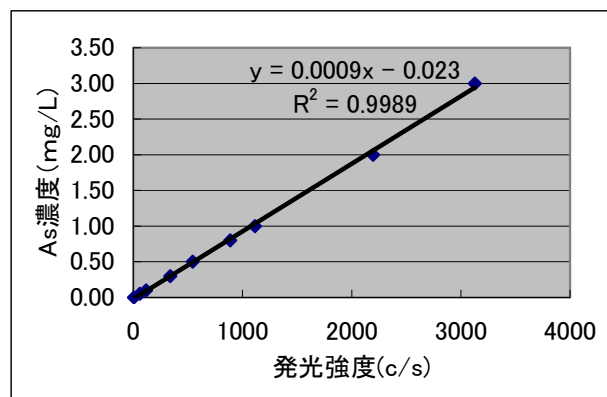
図-2 添加回収率(セレン)

また、ICP-AES 直接法では、絶対検量線法でも測定した。その結果を以下に示す。

絶対検量線法 砒素分析結果

As濃度(mg/L)	発光強度(c/s)
0.00	6.209
0.05	60.42
0.10	115.9
0.30	338.2
0.50	543.4
0.80	888
1.00	1115
2.00	2196
3.00	3128

傾き 0.000948233
切片 -0.022971517



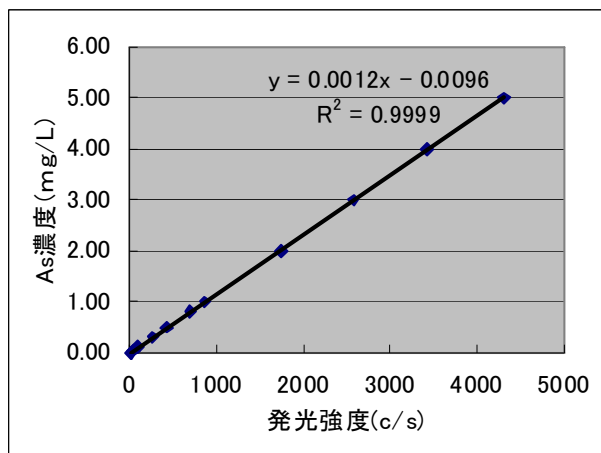
検体名		発光強度	希釈倍率	分析結果	報告値
純水	無添加	10.98	1	0.033383	<0.05
	0.15ppm	158.8	1	0.173551	0.17
	0.3ppm	273.2	1	0.282029	0.28
	3ppm	274.4	10	2.831666	2.8
ばいじん①	無添加	15.41	1	0.037584	<0.05
	0.15ppm	141.9	1	0.157526	0.16
	0.3ppm	249.9	1	0.259935	0.26
	3ppm	266.3	10	2.754859	2.8
鉱さい①	無添加	10.45	1	0.032881	<0.05
	0.15ppm	156.5	1	0.17137	0.17
	0.3ppm	283	1	0.291321	0.29
	3ppm	280	10	2.884767	2.9
鉱さい②	無添加	19.95	1	0.041889	<0.05
	0.15ppm	151.4	1	0.166534	0.17
	0.3ppm	283.7	1	0.291985	0.29
	3ppm	279.1	10	2.876233	2.9
汚泥①	無添加	109.6	1	0.126898	0.13
	0.15ppm	250	1	0.26003	0.26
	0.3ppm	360.6	1	0.364904	0.36
	3ppm	281.7	10	2.900887	2.9

単位:mg/L

絶対検量線法 セレン分析結果

Se濃度(mg/L)	発光強度(c/s)
0.00	10.3
0.05	49.38
0.10	93.56
0.30	269.4
0.50	424.5
0.80	701.3
1.00	870.6
2.00	1748
3.00	2581
4.00	3431
5.00	4321

傾き 0.001162454
切片 -0.009603042



検体名		発光強度	希釈倍率	分析結果	報告値
純水	無添加	10.57	1	0.02189	<0.05
	0.15ppm	113	1	0.14096	0.14
	0.3ppm	211.8	1	0.255811	0.26
	3ppm	211.4	10	2.553459	2.6
ばいじん①	無添加	27.12	1	0.041129	<0.05
	0.15ppm	114.9	1	0.143169	0.14
	0.3ppm	204.8	1	0.247674	0.25
	3ppm	203.8	10	2.465112	2.5
鉱さい①	無添加	4.697	1	0.015063	<0.05
	0.15ppm	109.7	1	0.137124	0.14
	0.3ppm	205.1	1	0.248022	0.25
	3ppm	210.1	10	2.538347	2.5
鉱さい②	無添加	6.281	1	0.016904	<0.05
	0.15ppm	116.8	1	0.145378	0.15
	0.3ppm	201.8	1	0.244186	0.24
	3ppm	208.1	10	2.515098	2.5
汚泥①	無添加	31.41	1	0.046116	<0.05
	0.15ppm	127	1	0.157235	0.16
	0.3ppm	228.8	1	0.275573	0.28
	3ppm	215.1	10	2.59647	2.6

単位:mg/L

3-2 As 及び Se の酸分解に伴う揮発に関する検討

(1) 実験内容

As 及び Se の標準液に、3種の酸、及び塩素化合物添加した酸分解（加熱した場合と乾固した場合）を行い、揮発挙動を調べた。

As、Se : 1mg/L (測定液)

酸分解の酸種類 : 塩酸、硝酸、硫酸、及びその混合物

塩素化合物 : NaCl、CaCl₂

酸及び塩素化合物の濃度は1%

(2) 実験結果

結果を以下に示す。それぞれの溶液をマトリックスとする標準液の濃度と比較すると、塩素イオンを含む塩酸、NaCl、CaCl₂の共存によってAs及びSeの揮発はみられなかった。硫酸を含む溶液では、感度が上がっていることについて理由は明らかではないが、物理干渉（トーチへの噴霧量の違い等）によるものと考えられる。

ICP 発光分析	As 188.980	Se 196.026
定量下限 [ppm]	0.05	0.05
希釈 BLK	<0.05	<0.05
ろ過 BLK	<0.05	<0.05
HNO ₃ BLK	<0.05	<0.05
HNO ₃ +1ppm	1.03	1.05
HNO ₃ (加熱)	1.02	1.03
HNO ₃ (乾固)	1.18	1.05
HCl BLK	<0.05	<0.05
HCl BLK2	<0.05	<0.05
HCl+1ppm	1.05	1.09
HCl(加熱)	1.06	1.07
HCl(乾固)	1.11	0.98
H ₂ SO ₄ BLK	<0.05	<0.05
H ₂ SO ₄ +1ppm	1.21	1.39
H ₂ SO ₄ (加熱)	1.18	1.38
H ₂ SO ₄ (乾固)	1.17	1.36
NaCl BLK	<0.05	<0.05
NaCl+1ppm	1.03	0.93
NaCl(加熱)	1.03	0.92
NaCl(乾固)	1.03	0.83
CaCl ₂ BLK	<0.05	<0.05
CaCl ₂ +1ppm	1.01	0.90
CaCl ₂ (加熱)	1.02	0.91
CaCl ₂ (乾固)	1.03	0.92
HCl+H ₂ SO ₄ BLK	<0.05	<0.05
HCl+H ₂ SO ₄ +1ppm	1.18	1.37
HCl+H ₂ SO ₄ (加熱)	1.18	1.37
HCl+H ₂ SO ₄ (乾固)	1.18	1.38
NaCl+H ₂ SO ₄ BLK	<0.05	<0.05
NaCl+H ₂ SO ₄ +1ppm	1.03	1.16
NaCl+H ₂ SO ₄ (加熱)	1.05	1.18
NaCl+H ₂ SO ₄ (乾固)	1.06	1.20

3-3 農薬類のろ紙吸着に関する検討

(1) 実験内容

対象物質を一定濃度で添加した溶出液について異なる材質のろ紙でろ過作業を実施し、ろ液の分析を実施した。また、一部の試料については、ろ紙をアセトンで抽出し、分析を実施した。

(2) 試験対象

以下の試料に対象物質の標準を4条件(添加なし、低濃度、中濃度、高濃度)添加したものを試験対象とした。添加濃度は、低濃度は基準値の1/10、中濃度は基準値、高濃度は基準値の10倍量を添加した。ただし、有機リンの添加試料では、標準試料の入手及び調整の都合から、中濃度の添加量を基準値の1/2量、高濃度の添加量を基準値とした。

(3) 試験方法

試験方法及び試験項目は以下のとおり。

表-1 試験項目

分析項目	分析方法	定量下限値	溶出液 (添加なし)	標準添加試料
シマジン	固相抽出 GC-MS法	0.003mg/L	○	○
チオベンカルブ	固相抽出 GC-MS法	0.02mg/L	○	○
チウラム	固相抽出 HPLC法	0.006mg/L	○	○
有機リン(Total)	溶媒抽出-GC(FPD)法	0.1mg/L	○	○
メチルジメトン	溶媒抽出-GC(FPD)法	0.025mg/L	○	○
メチルパラチオン	溶媒抽出-GC(FPD)法	0.025mg/L	○	○
パラチオン	溶媒抽出-GC(FPD)法	0.025mg/L	○	○
EPN	溶媒抽出-GC(FPD)法	0.025mg/L	○	○

(4) 対象ろ紙

本試験で用いるろ紙を以下に示した。ろ紙は、ガラス繊維ろ紙とメンブレンフィルターを用いた。ガラス繊維ろ紙はバインダーの有無、メンブレンフィルターは、材質及びメーカーの異なるものを選定した。

表-2 本試験に用いたガラス繊維ろ紙

材質	ガラス繊維	
	無	有
メーカー	ADVANTEC	ADVANTEC
品名	GA-55	GS-25
保留粒子径 (μm)	0.6	0.6
公称孔径 (μm)	-	-
粒子保持能 (μm)	-	-
厚さ (μm)	210	210
濾水時間 ^{*1} (S)	23	15
バインダーの成分	-	アクリル樹脂
直径 (mm)	90	90
備考		

^{*1}濾水時間:9.6cm²のろ紙面積において、1000mL、20℃の無粒子水を差圧39kPaでろ過する時間。

表-3 本試験に用いたメンブレンフィルター

材質	セルロース混合エステル			PTFE	
	ADVANTEC	Millipore	GEヘルスケア	ADVANTEC	Millipore
メーカー	ADVANTEC	Millipore	GEヘルスケア	ADVANTEC	Millipore
品名	A100A-090C	AAWP 090 00	ME27	H100A-090C	JAWP 090 25
孔径 (μm)	1.0	0.8	0.8	1.0	1.0
空隙率 (%)	80	82	-	79	80
厚さ (μm)	150	150	140	75	100
直径 (mm)	90	90	100	90	90
備考				別途、疎水性 濾紙有り	親水性、疎水性 共用

(5) 吸着試験の分析結果

吸着試験の分析結果を次表に示す。

表-4 低濃度添加(基準値1/10添加) 回収率

	ガラス繊維		メンブレンフィルター				
	バインダー無	バインダー有	セルローズ			PTFE	
	アドバンテック	アドバンテック	アドバンテック	ミリポア	GEヘルスケア	アドバンテック	ミリポア
	GA-55	GS-25	A100A	AAWP	ME27	H100A	JAWP
シマジン	96.0	89.8	102.0	98.7	94.4	95.9	103.7
チオベンカルブ	94.2	66.7	72.8	78.9	70.9	91.7	99.1
チウラム	83.9	86.7	70.4	70.4	103.7	108.8	93.7
有機リン(Total)	89.9	72.6	61.8	66.9	62.3	100.8	87.5
メチルジメトン	110.5	146.4	121.1	136.9	95.3	92.7	120.3
メチルパラチオン	89.2	76.6	66.9	73.7	74.7	108.8	88.2
パラチオン	87.9	59.8	58.5	60.2	61.8	106.3	85.4
EPN	76.3	22.7	12.6	11.0	16.0	95.5	62.9

単位:%

表-5 中濃度添加(基準値または基準値1/2添加) 回収率

	ガラス繊維		メンブレンフィルター				
	バインダー無	バインダー有	セルローズ			PTFE	
	アドバンテック	アドバンテック	アドバンテック	ミリポア	GEヘルスケア	アドバンテック	ミリポア
	GA-55	GS-25	A100A	AAWP	ME27	H100A	JAWP
シマジン	102.6	105.2	107.0	103.2	105.5	101.0	99.9
チオベンカルブ	99.1	73.7	78.4	85.8	110.3	90.1	92.0
チウラム	95.2	95.8	95.5	95.9	101.2	102.7	85.1
有機リン(Total)	80.8	64.1	67.9	72.8	80.2	92.1	82.2
メチルジメトン	71.6	111.9	107.9	110.1	107.2	96.9	78.5
メチルパラチオン	96.2	71.5	79.2	85.6	89.9	95.4	95.9
パラチオン	93.9	52.6	67.4	73.7	82.3	92.8	93.6
EPN	58.5	14.2	9.8	14.6	40.9	83.4	57.7

単位:%

表-6 高濃度添加(基準値10倍または基準値添加) 回収率

	ガラス繊維		メンブレンフィルター				
	バインダー無	バインダー有	セルローズ			PTFE	
	アドバンテック	アドバンテック	アドバンテック	ミリポア	GEヘルスケア	アドバンテック	ミリポア
	GA-55	GS-25	A100A	AAWP	ME27	H100A	JAWP
シマジン	111.6	105.0	100.7	109.2	97.9	92.5	107.6
チオベンカルブ	115.8	77.8	85.8	105.4	85.3	92.9	100.5
チウラム	99.5	109.7	100.0	101.8	97.5	96.2	98.1
有機リン(Total)	96.2	68.5	76.0	80.2	71.9	94.0	96.8
メチルジメトン	111.3	117.2	117.8	112.4	97.4	101.6	108.3
メチルパラチオン	107.0	74.2	86.8	94.0	84.2	97.4	105.9
パラチオン	100.6	50.6	70.0	84.7	72.8	93.8	110.4
EPN	53.6	11.3	7.2	8.3	22.9	80.1	50.5

単位:%

濾紙吸着実験結果												
分析項目: シマジン												
基準値: 0.03mg/L												
定量下限値: 0.3 μg(濾紙含有) 注)												
濾紙				基準値1/10量添加		基準値量添加		基準値10倍量添加				
				ろ液分析		ろ液分析		ろ液分析		ろ紙分析		
種類	材質等	メーカー	品名	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濾紙含有(μg)	濾紙(mg/L)	回収率(%)
-	-	-	濾過前液A	0.003	-	0.029	-	0.293	-	-	-	-
-	-	-	濾過前液B	0.003	-	0.029	-	0.306	-	-	-	-
ガラス繊維	バインダー無	アドバンテック	GA-55	0.003	96.0	0.030	102.6	0.327	111.6	0	0.00	0.6
	バインダー有	アドバンテック	GS-25	0.003	89.8	0.031	105.2	0.308	105.0	1	0.004	1.3
メンブレン	セルロース	アドバンテック	A100A	0.004	102.0	0.031	107.0	0.295	100.7	0	0.00172	0.6
		ミリポア	AAWP	0.003	98.7	0.030	103.2	0.320	109.2	<0.3	<0.00165	<0.6
		GEヘルスケア	ME27	0.003	94.4	0.031	105.5	0.300	97.9	0	0.00	0.7
	PTFE	アドバンテック	H100A	0.003	95.9	0.030	101.0	0.283	92.5	<0.3	<0.0021	<0.7
		ミリポア	JAWP	0.004	103.7	0.029	99.9	0.315	107.6	<0.3	<0.00165	<0.6
注) 定量下限値は抽出、濃縮操作における濾紙の溶解、成分の析出等により、分析可能な値を設定												
•回収率は、実験直前の濾過前液濃度を「100%」として算出 濾過前液は、実験日によりAとBに分けた。												

濾紙吸着実験結果												
分析項目: チオベンカルブ												
基準値: 0.2mg/L												
定量下限値: 0.7 μg(濾紙含有) 注)												
濾紙				基準値1/10量添加		基準値量添加		基準値10倍量添加				
				ろ液分析		ろ液分析		ろ液分析		ろ紙分析		
種類	材質等	メーカー	品名	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濾紙含有(μg)	濾紙(mg/L)	回収率(%)
-	-	-	濾過前液A	0.019	-	0.166	-	1.588	-	-		
-	-	-	濾過前液B	0.018	-	0.164	-	1.775	-	-		
ガラス繊維	バインダー無	アドバンテック	GA-55	0.018	94.2	0.165	99.1	1.839	115.8	2	0.01	0.7
	バインダー有	アドバンテック	GS-25	0.013	66.7	0.123	73.7	1.235	77.8	78	0.390	24.6
メンブレン	セルロース	アドバンテック	A100A	0.014	72.8	0.130	78.4	1.363	85.8	1	0.00502	0.3
		ミリポア	AAWP	0.015	78.9	0.143	85.8	1.673	105.4	<0.7	<0.0035	<0.2
		GEヘルスケア	ME27	0.013	70.9	0.181	110.3	1.514	85.3	2	0.01	0.7
	PTFE	アドバンテック	H100A	0.017	91.7	0.148	90.1	1.648	92.9	8	0.0550	3.5
		ミリポア	JAWP	0.019	99.1	0.153	92.0	1.596	100.5	9	0.05	3.0
注) 定量下限値は抽出、濃縮操作における濾紙の溶解、成分の析出等により、分析可能な値を設定												
•回収率は、実験直前の濾過前液濃度を「100%」として算出 濾過前液は、実験日によりAとBに分けた。												
•GA-55、GS-25、A100A、AAWP、JAWPは、濾過前液Aを、H100A、ME27は濾過前液Bを用いて算出した。												

濾紙吸着実験結果												
分析項目: チオベンカルブ												
基準値: 0.2mg/L												
定量下限値: 0.7 μg(濾紙含有) 注)												
濾紙				基準値1/10量添加		基準値量添加		基準値10倍量添加				
				ろ液分析		ろ液分析		ろ液分析		ろ紙分析		
種類	材質等	メーカー	品名	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濾紙含有(μg)	濾紙(mg/L)	回収率(%)
-	-	-	濾過前液A	0.019	-	0.166	-	1.588	-	-		
-	-	-	濾過前液B	0.018	-	0.164	-	1.775	-	-		
ガラス繊維	バインダー無	アドバンテック	GA-55	0.018	94.2	0.165	99.1	1.839	115.8	2	0.01	0.7
	バインダー有	アドバンテック	GS-25	0.013	66.7	0.123	73.7	1.235	77.8	78	0.390	24.6
メンブレン	セルロース	アドバンテック	A100A	0.014	72.8	0.130	78.4	1.363	85.8	1	0.00502	0.3
		ミリポア	AAWP	0.015	78.9	0.143	85.8	1.673	105.4	<0.7	<0.0035	<0.2
		GEヘルスケア	ME27	0.013	70.9	0.181	110.3	1.514	85.3	2	0.01	0.7
	PTFE	アドバンテック	H100A	0.017	91.7	0.148	90.1	1.648	92.9	8	0.0550	3.5
		ミリポア	JAWP	0.019	99.1	0.153	92.0	1.596	100.5	9	0.05	3.0
注) 定量下限値は抽出、濃縮操作における濾紙の溶解、成分の析出等により、分析可能な値を設定												
•回収率は、実験直前の濾過前液濃度を「100%」として算出 濾過前液は、実験日によりAとBに分けた。												
•GA-55、GS-25、A100A、AAWP、JAWPは、濾過前液Aを、H100A、ME27は濾過前液Bを用いて算出した。												

濾紙吸着実験結果												
分析項目: チウラム												
基準値: 0.06mg/L												
定量下限値: 1 μ g(濾紙含有) 注)												
濾紙				基準値1/10量添加		基準値量添加		基準値10倍量添加				
				ろ液分析		ろ液分析		ろ液分析		ろ紙分析		
種類	材質等	メーカー	品名	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濾紙含有(μ g)	濾紙(mg/L)	回収率(%)
-	-	-	濾過前液A	0.004	-	0.052	-	0.534	-	-	-	-
-	-	-	濾過前液B	0.003	-	-	-	0.556	-	-	-	-
ガラス繊維	バインダー無	アドバンテック	GA-55	0.004	83.9	0.049	95.2	0.532	99.5	<1	<0.003	<0.6
	バインダー有	アドバンテック	GS-25	0.004	86.7	0.049	95.8	0.586	109.7	2	0.005	0.9
メンブレン	セルロース	アドバンテック	A100A	0.003	70.4	0.049	95.5	0.534	100.0	<1	<0.003	<0.6
		ミリポア	AAWP	0.003	70.4	0.050	95.9	0.544	101.8	<1	<0.003	<0.6
		GEヘルスケア	ME27	0.004	103.7	0.052	101.2	0.542	97.5	<1	<0.003	<0.6
	PTFE	アドバンテック	H100A	0.004	108.8	0.053	102.7	0.535	96.2	<1	<0.003	<0.6
		ミリポア	JAWP	0.004	93.7	0.044	85.1	0.524	98.1	<1	<0.003	<0.6
注) 定量下限値は抽出、濃縮操作における濾紙の溶解、成分の析出等により、分析可能な値を設定												
•回収率は、実験直前の濾過前液濃度を「100%」として算出 濾過前液は、実験日によりAとBに分けた。												
•GA-55、GS-25、A100A、AAWP、JAWPは、濾過前液Aを、H100A、ME27は濾過前液Bを用いて算出した。												

濾紙吸着実験結果												
分析項目: 有機リン(Total)												
基準値: 1mg/L												
定量下限値: 8 μ g(濾紙含有) 注)												
濾紙				基準値1/10量添加		基準値1/2量添加		基準値量添加				
				ろ液分析		ろ液分析		ろ液分析		ろ紙分析		
種類	材質等	メーカー	品名	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濾紙含有(μ g)	濾紙(mg/L)	回収率(%)
-	-	-	濾過前液A	0.085	-	0.419	-	0.679	-	-	-	-
-	-	-	濾過前液B	0.085	-	0.411	-	0.745	-	-	-	-
ガラス繊維	バインダー無	アドバンテック	GA-55	0.076	89.9	0.338	80.8	0.653	96.2	17	0.09	12.9
	バインダー有	アドバンテック	GS-25	0.061	72.6	0.268	64.1	0.465	68.5	55	0.28	40.8
メンブレン	セルロース	アドバンテック	A100A	0.052	61.8	0.284	67.9	0.516	76.0	<8	<0.04	<5.9
		ミリポア	AAWP	0.057	66.9	0.305	72.8	0.545	80.2	12	0.06	8.7
		GEヘルスケア	ME27	0.053	62.3	0.330	80.2	0.536	71.9	8	0.06	9.5
	PTFE	アドバンテック	H100A	0.086	100.8	0.379	92.1	0.700	94.0	<8	<0.06	<9.1
		ミリポア	JAWP	0.074	87.5	0.344	82.2	0.657	96.8	34	0.17	25.4
注) 定量下限値は抽出、濃縮操作における濾紙の溶解、成分の析出等により、分析可能な値を設定												
•回収率は、実験直前の濾過前液濃度を「100%」として算出 濾過前液は、実験日によりAとBに分けた。												
•GA-55、GS-25、A100A、AAWP、JAWPは、濾過前液Aを、H100A、ME27は濾過前液Bを用いて算出した。												

濾紙吸着実験結果												
分析項目: メチルシトシ												
定量下限値: 2 μ g(濾紙含有) 注)												
濾紙				基準値1/10量添加		基準値1/2量添加		基準値量添加				
				ろ液分析		ろ液分析		ろ液分析		ろ紙分析		
種類	材質等	メーカー	品名	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濾紙含有(μ g)	濾紙(mg/L)	回収率(%)
-	-	-	濾過前液A	0.018	-	0.107	-	0.195	-	-	-	-
-	-	-	濾過前液B	0.022	-	0.103	-	0.205	-	-	-	-
ガラス繊維	バインダー無	アドバンテック	GA-55	0.019	110.5	0.077	71.6	0.217	111.3	<2	<0.01	<5.1
	バインダー有	アドバンテック	GS-25	0.026	146.4	0.120	111.9	0.229	117.2	<2	<0.01	<5.1
メンブレン	セルロース	アドバンテック	A100A	0.021	121.1	0.116	107.9	0.230	117.8	<2	<0.01	<5.1
		ミリポア	AAWP	0.024	136.9	0.118	110.1	0.219	112.4	<2	<0.01	<5.1
		GEヘルスケア	ME27	0.021	95.3	0.111	107.2	0.200	97.4	<2	<0.01	<5.1
	PTFE	アドバンテック	H100A	0.020	92.7	0.100	96.9	0.209	101.6	<2	<0.01	<5.1
		ミリポア	JAWP	0.021	120.3	0.084	78.5	0.211	108.3	<2	<0.01	<5.1
注) 定量下限値は抽出、濃縮操作における濾紙の溶解、成分の析出等により、分析可能な値を設定												
•回収率は、実験直前の濾過前液濃度を「100%」として算出 濾過前液は、実験日によりAとBに分けた。												
•GA-55、GS-25、A100A、AAWP、JAWPは、濾過前液Aを、H100A、ME27は濾過前液Bを用いて算出した。												

濾紙吸着実験結果												
分析項目: メチルパラチオン												
定量下限値: 2 μ g(濾紙含有) 注)												
濾紙				基準値1/10量添加		基準値1/2量添加		基準値量添加				
				ろ液分析		ろ液分析		ろ液分析		ろ紙分析		
種類	材質等	メーカー	品名	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濾紙含有(μ g)	濾紙(mg/L)	回収率(%)
-	-	-	濾過前液A	0.023	-	0.111	-	0.187	-	-	-	-
-	-	-	濾過前液B	0.021	-	0.104	-	0.195	-	-	-	-
ガラス繊維	バインダー無	アドバンテック	GA-55	0.020	89.2	0.107	96.2	0.200	107.0	<2	<0.01	<5.1
	バインダー有	アドバンテック	GS-25	0.017	76.6	0.080	71.5	0.139	74.2	12	0.06	31.7
メンブレン	セルロース	アドバンテック	A100A	0.015	66.9	0.088	79.2	0.162	86.8	<2	<0.01	<5.1
		ミリポア	AAWP	0.017	73.7	0.095	85.6	0.176	94.0	<2	<0.01	<5.1
		GEヘルスケア	ME27	0.016	74.7	0.094	89.9	0.164	84.2	<2	<0.01	<5.1
	PTFE	アドバンテック	H100A	0.023	108.8	0.100	95.4	0.190	97.4	<2	<0.01	<5.1
		ミリポア	JAWP	0.020	88.2	0.107	95.9	0.198	105.9	<2	<0.01	<5.1
注) 定量下限値は抽出、濃縮操作における濾紙の溶解、成分の析出等により、分析可能な値を設定												
•回収率は、実験直前の濾過前液濃度を「100%」として算出 濾過前液は、実験日によりAとBに分けた。												
•GA-55、GS-25、A100A、AAWP、JAWPは、濾過前液Aを、H100A、ME27は濾過前液Bを用いて算出した。												

濾紙吸着実験結果												
分析項目: パラチオン												
定量下限値: 2 μ g(濾紙含有) 注)												
濾紙				基準値1/10量添加		基準値1/2量添加		基準値量添加				
				ろ液分析		ろ液分析		ろ液分析		ろ紙分析		
種類	材質等	メーカー	品名	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濾紙含有(μ g)	濾紙(mg/L)	回収率(%)
-	-	-	濾過前液A	0.023	-	0.105	-	0.163	-	-	-	-
-	-	-	濾過前液B	0.021	-	0.101	-	0.186	-	-	-	-
ガラス繊維	バインダー無	アドバンテック	GA-55	0.020	87.9	0.099	93.9	0.164	100.6	3	0.01	8.8
	バインダー有	アドバンテック	GS-25	0.013	59.8	0.055	52.6	0.083	50.6	19	0.09	57.0
メンブレン	セルロース	アドバンテック	A100A	0.013	58.5	0.071	67.4	0.114	70.0	<2	<0.010	<6.1
		ミリポア	AAWP	0.014	60.2	0.078	73.7	0.138	84.7	2	0.01	6.3
		GEヘルスケア	ME27	0.013	61.8	0.083	82.3	0.135	72.8	<2	<0.015	<9.4
	PTFE	アドバンテック	H100A	0.023	106.3	0.094	92.8	0.174	93.8	<2	<0.015	<9.4
		ミリポア	JAWP	0.019	85.4	0.098	93.6	0.180	110.4	5	0.02	14.4
注) 定量下限値は抽出、濃縮操作における濾紙の溶解、成分の析出等により、分析可能な値を設定												
•回収率は、実験直前の濾過前液濃度を「100%」として算出 濾過前液は、実験日によりAとBに分けた。												
•GA-55、GS-25、A100A、AAWP、JAWPは、濾過前液Aを、H100A、ME27は濾過前液Bを用いて算出した。												

濾紙吸着実験結果												
分析項目: EPN												
定量下限値: 2 μg(濾紙含有) 注)												
濾紙				基準値1/10量添加		基準値1/2量添加		基準値量添加				
				ろ液分析		ろ液分析		ろ液分析		ろ紙分析		
種類	材質等	メーカー	品名	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濃度(mg/L)	回収率(%)	濾紙含有(μg)	濾紙(mg/L)	回収率(%)
-	-	-	濾過前液A	0.022	-	0.095	-	0.133	-	-	-	-
-	-	-	濾過前液B	0.021	-	0.102	-	0.159	-	-	-	-
ガラス繊維	バインダー無	アドバンテック	GA-55	0.017	76.3	0.055	58.5	0.072	53.6	13	0.07	49.5
	バインダー有	アドバンテック	GS-25	0.005	22.7	0.013	14.2	0.015	11.3	24	0.12	89.7
メンブレン	セルロース	アドバンテック	A100A	0.003	12.6	0.009	9.8	0.010	7.2	3	0.01408	10.6
		ミリポア	AAWP	0.002	11.0	0.014	14.6	0.011	8.3	8	0.04	30.3
		GEヘルスケア	ME27	0.003	16.0	0.042	40.9	0.036	22.9	5	0.04	30.4
	PTFE	アドバンテック	H100A	0.020	95.5	0.085	83.4	0.127	80.1	3	0.0231	17.3
		ミリポア	JAWP	0.014	62.9	0.055	57.7	0.067	50.5	28	0.14	106.5
注) 定量下限値は抽出、濃縮操作における濾紙の溶解、成分の析出等により、分析可能な値を設定												
•回収率は、実験直前の濾過前液濃度を「100%」として算出 濾過前液は、実験日によりAとBに分けた。												
•GA-55、GS-25、A100A、AAWP、JAWPは、濾過前液Aを、H100A、ME27は濾過前液Bを用いて算出した。												

吸着実験の結果のまとめは、次のとおりである。

- ① シマジン、チウラムはいずれのろ紙でも、また低濃度から高濃度まで 90%以上の回収率であり、吸着が少なかった。
- ② チオベンカルブは、バインダーありのガラス繊維ろ紙やセルロース系のメンブランフィルターで 60~80%の回収率であり、若干の吸着があった。低濃度になるほど回収率は低下した。
- ③ 有機リンのうち、EPN はろ紙への吸着が著しく多かった。特に、バインダーありのガラス繊維ろ紙やセルロース系のメンブランフィルターでは 10%程度の回収率であった。バインダーなしのガラス繊維ろ紙でも 50~70%程度、1 種の PTFE で 50~60%と吸着がみられた。
- ④ 全体として、バインダーなしのガラス繊維ろ紙、PTFE が農薬の吸着が少ないといえる。

第4章 産業廃棄物の検定方法に係る情報整理

平成23年度に収集した情報は以下の4件である。

- 1) 平成2年度長野県精度管理調査結果、長野県衛生部薬務課、長野県衛生公害研究所：精度管理調査結果について（平成2年度）、25-33、1991
- 2) 平成3年度長野県精度管理調査結果、長野県衛生部薬務課、長野県衛生公害研究所：精度管理調査結果について（平成3年度、37-47、1992
- 3) 井上豪ら、「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法（環境庁告示13号）」で用いるろ紙が測定結果に及ぼす影響、第22回廃棄物資源循環学会研究発表会、E3-2（2011）
- 4) 民間分析機関からの情報提供（告示法におけるろ過操作の違いとPb濃度の関係）

1. 長野県の検討内容と結果（溶出操作条件が溶出量に及ぼす影響）¹⁻²⁾

2. 井上ら（沖縄県）の検討内容と結果（ろ紙の種類と農薬類の吸着）³⁾

平成22年度に発表された内容（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）と同様であるが、PCBの測定結果が追加された。

【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 μ m）、GA-55（孔径0.6 μ m）、GS-25（孔径0.6 μ m、バインダー処理あり）、Whatman社製 GF/B（孔径0.6 μ m）、GMF150（孔径1.2 μ m） なお、孔径0.6 μ mのろ紙は吸引ろ過で1 μ m粒子を捕捉可能とされる
- メンブランフィルター（0.45 μ 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
- PCB
- 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。
- ⑥ PCBについては、バインダーありのガラス繊維ろ紙ではろ紙への低塩素PCBから高塩素PCBまで吸着がみられ、バインダーなしのガラス繊維ろ紙では高塩素PCBの吸着があっ

た。吸着量はバインダーありのろ紙の方がかなり多かった。

3. 民間分析機関からの情報提供（告示法におけるろ過操作の違いと Pb 濃度の関係） 4)

【検討内容】

ばいじん（鉄鋼関係）の溶出試験において、3社の Pb 濃度に違いがみられた。ろ過操作での違いが原因と考え、各社で使用しているろ紙の種類と吸引ろ過そうだの条件を調べている。

【実験結果】

結果は以下のとおり。結果からろ過条件の違いが溶出濃度に及ぼす影響として以下の傾向がみられる。

○同一機関で、ろ紙孔径が $1\mu\text{m}$ の場合は $0.6\mu\text{m}$ に比べて溶出濃度が高い（J社 0.14mg/L と $<0.05\text{mg/L}$ など）。

○吸引ろ過において到達真空度が高い場合（F社）、溶出濃度が高い傾向がみられる。しかし K社の真空ポンプは他社に比べ到達真空度が低いが、GA100 使用の場合の Pb 濃度が高いわけではない。真空ポンプの到達真空度が直接影響しているのではなく、ろ過時間（ろ過速度）が影響している可能性が考えるが、情報が得られていない。ろ過時間はろ紙直径、吸引ろ過の強さに関係していると考えられる。

○上記結果から、ろ過操作において、急激な吸引ろ過は、溶出濃度が高くなることが想定される。現状の告示法では詳細な記述がないため、少なくともろ紙の孔径は明確にすべき（ろ紙孔径 $1\mu\text{m}$ など）。またろ過操作の留意事項として、「吸引操作を行う場合に、最初から吸引するのではなく、自然ろ過でろ過操作を始めて、ろ過速度が低下した場合に吸引する」という内容が必要ではないか。（下線部は事務局意見）

分析機関	真空ポンプ		フィルターサイズ (mm直径)	フィルター 種	Pb 定量値 (mg/l)
	排気量	到達真空度			
J社	50l/min	3.3Kpa	90	GS25※	<0.05
				GA100	0.14
K社	50l/min	0.13Pa	47	GS25※	0.098
				GA100	0.10
F社	12L/min	6.6kPa	90	GS25	0.15
				GA100※	0.69

GS25 及び GA100 はアドバンテック社製のガラスファイバーフィルターでろ紙孔径が $0.6\mu\text{m}$ 及び $1\mu\text{m}$ 。

※：各社で常用しているフィルター

第5章 産業廃棄物の検定方法の改訂案

3年間にわたる、「産業廃棄物の検定方法」についての議論の結果、以下の項目について改訂の方向性をまとめた。

	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	容器容積比は概ね0.5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"> 1μmのGFPを用いていない機関がある 遠心分離を採用する基準のろ過困難の判断が難しい 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 	<ul style="list-style-type: none"> 遠心分離—ろ過操作をする(再現性を重視) 3000回転/分を、300Gとする。(1μmの粒子除去の確実性を重視) 	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"> 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 農薬類の測定では、ろ紙の材質によって吸着が起こる 	<ul style="list-style-type: none"> 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) 農薬類の一部はガラス繊維ろ紙又はPTFE採用(吸着のないもの) ろ紙孔径は1μmのままとする 	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"> 約半数の機関がろ過操作を行っていない ろ過操作によって低値となる(実験結果) 	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、ベリリウムへのICP質量分析の適用	JIS K0102(2008)に採用されているICP質量分析の適用が廃棄物分析に適用可能か 市販装置でスペクトル干渉	<ul style="list-style-type: none"> 共存物の少ない試料への適用 共存物の多い試料では機関間精度が悪く、真値が得られ 	改定 全体として2008年のJISを採用

		が完全に除去できるか	ない可能性あり ・ 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	マニュアルではICP質量分析の適用について、十分な留意事項の記載が必要 マニュアルにICP発光法を参考法として採用
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不可（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）	改定なし マニュアルに、イオンクロマトの採用不可の理由を記載
1 1	検液のpH及び電気伝導率の測定		pH及び電気伝導率の測定を追加する（測定値の評価、特に基準値を超える場合の理由を明確にする観点）	改定（追加）

以上の点をふまえて、改訂案を以下に示す。

第一 検液の作成

- 一 埋立処分を行おうとする燃え殻、汚泥(トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、ジクロロメタン、四塩化炭素、一・二ジクロロエタン、一・一ジクロロエチレン、シス一・二ジクロロエチレン、一・一・一トリクロロエタン、一・一・二トリクロロエタン、一・三ジクロロプロペン及びベンゼン(以下「揮発性物質」という。))の検定に係るものを除く。)、鉍さい若しくはばいじん若しくはこれらの産業廃棄物を処分するために処理したもの(揮発性物質の検定に係るものを除く。))又は海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥(揮発性物質の検定に係るものを除く。))に係る検液は、次の表に掲げる方法により試料の作成、試料液の調製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総理府令別表第一の第一欄に掲げる物質をいう。以下同じ。))の溶出の操作を行って得られた試料液を~~孔径一マイクロメートルのガラスファイバ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、当該試料液を毎分約三千回転で二十分間遠心分離した後の上澄み液)三千重力加速度で二十分間遠心分離した後、孔径一マイクロメートルのメンブランフィルター(ろ紙は測定項目に対して吸着が起こらない材質のもの)を用いてろ過した溶液から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。~~

試料	<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。</p> <p>ロ 燃え殻、汚泥及びばいじん以外の産業廃棄物のうち、粒径五ミリメートル以下のものにあつては有姿のまま採取したものとし、それ以外のものにあつては有姿のまま採取し、粉碎した後、日本工業規格 Z 八八〇一(二〇〇六一九九四)に定める網ふるい(目開きが〇・五ミリメートルのもの及び四・七五ミリメートルのもの)を用いて粒径が〇・五ミリメートル以上五ミリメートル以下となるようにしたものとする。</p>
試料液	<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、鉍さい、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(単位グラム)と溶媒(純水(日本工業規格 K〇五五七(一九九八)に定める A 三又は A 四の水)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五・八以上六・三以下となるようにしたもの)(単位ミリリットル)とを重量体積比十パーセントの割合で混合し、かつ、その混合液が五百ミリリットル以上となるようにしたものとする。容器の容積は溶媒の体積の概ね二倍とする。</p> <p>ロ 海面埋立処分を行おうとする燃え殻、汚泥、鉍さい若しくはばいじん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。))又は鉍さいにあつては、試料(単位グラム)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七・八以上八・三以下となるようにしたもの)(単位ミリリットル)とを重量体積比十パーセントの割合で混合し、かつ、その混合液が五百ミリリットル以上となるようにしたものとする。容器の容積は溶媒の体積の概ね二倍とする。</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、鉍さい若しくはばいじんを処分するために処理したもので汚泥であるもの又は海洋投入処分を行おうとする無機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五・八以上六・三以下となるようにしたもの)を加え、その混合液(単位ミリリットル)に含まれる固型分(単位グラム)の重量体積比が三パーセントとなるようにし、かつ、その混合液が五百ミリリットル以上となるようにしたものとする。容器の容積は溶媒の体積の概ね二倍とする。</p>
溶出	<p>常温(おおむね摂氏二十度)常圧(おおむね一気圧)で水平振とう機(あらかじめ振とう回数を毎分約二百回に、振とう幅を四センチメートル以上五センチメートル以下に調整したもの)を用いて、六時間連続して振とうする。</p>
<p>備考 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型分の重量比は次により求めるものとする。 当該産業廃棄物二十グラム以上百グラム以下(a グラム)を平形はかりびん(容量五十ミリリットル以上のもので、あらかじめ乾燥したもの)又は蒸発ざら(容量百ミリリットル以上のもので、あらかじめ乾燥したもの)に正確に計り取り、沸騰しないように注意して蒸発乾固し、摂氏百五度以上百十度以下で</p>	

二時間乾燥した後、デシケーター中で三十分間放冷する。この結果平形はかりびん又は蒸発ざらに残留した物質の重量(b グラム)を正確に求めこれを固型分の重量とし、次の式により求める。

$$\text{固型分の重量比(パーセント)} = (b/a) \times 100$$

- 二 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥(P C B、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(容量五百ミリリットルのもの)に採り、金属製以外のへらを用いて小塊(かい)をつぶし、均質な状態としたものを二ミリメートル目の合成繊維製ふるい(金属製枠のものを除く。)にかけ、通過したものから必要な量(二百グラム以上とする。)を正確に計り取り、共栓付メスシリンダー(容量一リットルのもの)に入れ、これに純水を加えて全量を一リットルとし、この試料液を激しく振り混ぜて均質な状態にした後、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、その試料液を孔径一マイクロメートルのガラスファイバフィルターペーパー(G F P)を用いてろ過した後の溶液(ろ過が著しく困難な場合は、当該試料液を毎分約三千回転で二十分間遠心分離した後の上澄み液)三千重力加速度で二十分間遠心分離した後、孔径一マイクロメートルのメンブランフィルター(ろ紙は測定項目に対して吸着が起こらない材質のもの)を用いてろ過した溶液から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。
- 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(二百ミリリットル以上とする。)を共栓付メスシリンダー(容量一リットルのもの)に正確に計り取り、これに純水を加えて全量を一リットルとし、この試料液を激しく振り混ぜて均質な状態とした後、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又は廃アルカリにあつては、有姿のまま採取した試料(別表第二(三)イに規定する試料の取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P C B、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(単位ミリグラム)を求めることにより行うものとする。

一 アルキル水銀化合物	昭和四十六年十二月環境庁告示第五十九号(以下「水質環境基準告示」という。)付表二及び昭和四十九年九月環境庁告示第六十四号(以下「排水基準告示」という。)付表三に掲げる方法
二 水銀又はその化合物	水質環境基準告示付表一に掲げる方法
三 カドミウム又はその化合物	日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の五十五に定める方法
四 鉛又はその化合物	日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の五十四に定める方法
五 有機燐(りん)化合物	排水基準告示付表一に掲げる方法又は日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の三十一・一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つては、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 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の六十五・二に定める方法
七 砒(ひ)素又はその化合物	日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の六十一に定める方法
八 シアン化合物	規格三十八に定める方法(日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の三十八・一・一に定める方法を除く。)
九 PCB	水質環境基準告示付表三に掲げる方法又は日本工業規格 K〇〇九三

	<p>(一九九五二〇〇六)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つては、同方法の試験操作のうち、ヘキサン抽出、アルカリ分解及び抽出液の濃縮を別表第一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管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限界が得られる量(例えば二ミリリットル)まで濃縮するものとする。)</p>
<p>一〇 トリクロロエチレン</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液にあつては、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・一若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>
<p>一一 テトラクロロエチレン</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液にあつては、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・一若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>
<p>一二 ジクロロメタン</p>	<p>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、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法</p> <p>ロ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二又は五・三・二に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>
<p>一三 四塩化炭素</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液にあつては、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ハ 海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあつては、別表第二に掲げる方法又は日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・一若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>ニ 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあつては、別表第三に掲げる方法又は日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>

<p>一四 一・二—ジクロロエタン</p>	<p>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、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・一又は五・三・二に定める方法</p> <p>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、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>
<p>一五 一・一—ジクロロエチレン</p>	<p>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、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二又は五・三・二に定める方法</p> <p>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、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>
<p>一六 シス—一・二—ジクロロエチレン</p>	<p>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、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二又は五・三・二に定める方法</p> <p>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、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>
<p>一七 一・一・一—トリクロロエタン</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液にあっては、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・一若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>
<p>一八 一・一・二—トリクロロエタン</p>	<p>イ 第一の三に掲げる検液にあっては、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二、五・四・一又は五・五に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・一若しくは五・四・一に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>
<p>一九 一・三—ジクロロ</p>	<p>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</p>

プロペン	<p>汚泥を処分するために処理したものにあっては、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・一に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二又は五・三・一に定める方法</p> <p>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、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>
二〇 チウラム	<p>水質環境基準告示付表四に掲げる方法(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、同方法の試験操作のうち前処理における試料の量を百ミリリットルとし、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四に掲げる方法により行うものとする。)</p>
二一 シマジン	<p>水質環境基準告示付表五に掲げる方法(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、同方法の試験操作のうち前処理における試料の量を百ミリリットルとし、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四に掲げる方法により行うものとする。)</p>
二二 チオベンカルブ	<p>水質環境基準告示付表五に掲げる方法(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、同方法の試験操作のうち前処理における試料の量を百ミリリットルとし、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四に掲げる方法により行うものとする。)</p>
二三 ベンゼン	<p>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、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二、五・三・二又は五・四・二に定める方法</p> <p>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 K〇一二五(一九九五)の五・一、五・二又は五・三・二に定める方法</p> <p>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、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一に定める方法</p>
二四 セレン又はその化合物	<p>日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の六十七に定める方法(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 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の六十七・一に定める方法を除く。)</p>
二五 有機塩素化合物	<p>別表第五に掲げる方法</p>
二六 銅又はその化合物	<p>日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の五十二に定める方法(海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥にあっては、日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の五十二・一に定める方法を除く。)</p>
二七 亜鉛又はその化合物	<p>日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の五十三に定める方法</p>
二八 弗〈ふつ〉化物	<p>別表第六に掲げる方法又は日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の三十四に定める方法</p>
二九 ベリリウム又はその化合物	<p>別表第七に掲げる方法</p>
三〇 クロム又はその化合物	<p>日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の六十五・一に定める方法</p>

三一 ニッケル又はその化合物	日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の五十九に定める方法
三二 バナジウム又はその化合物	日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の七十に定める方法
三三 フェノール類	日本工業規格 K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の二十八・一に定める方法

備考

- 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の汚泥を除く。)の検定に係る第一〇号から第一九号まで及び第二三号の下欄に掲げる方法(別表第二に掲げるものを除く。)の試験操作については、試料の取扱い、試料の作成及び検液の調製を別表第二(三)イ、ロ及びハの規定により行うものとし、試験操作に用いる水は日本工業規格 K〇一二五〇五五七(一九九五一九九八)の二の(八)に定めるに規定する A三又は A四のもの(以下同じ。)とする。
- 2 海洋投入処分を行おうとする有機性の汚泥の検定に係る第一〇号から第一九号まで及び第二三号の下欄に掲げる方法(別表第三に掲げるものを除く。)の試験操作については、試料の取扱い及び試料の作成を別表第三(三)イ及びロの規定により行うものとし、当該試料を別表第八に掲げる方法により調製して得られたメタノール抽出液(十マイクロリットルから百マイクロリットルとする。)を、日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の五・一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量の水(日本工業規格 K〇一二五(一九九五)の二の(八)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グラフ質量分析計は揮発性物質の定量限界が〇・〇五ナノグラムから〇・一ナノグラムであるものとし、検量線の作成については、試験操作において用いたメタノール抽出液と同量の検量線用標準溶液を水に加えた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には、メタノールが吸着されにくいトラップ管充てん剤を用いるものとする。

第三 濃度の算出

濃度の算出は、次の表の各号上欄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。

一 埋立処分(水面埋立処分を除く。)を行おうとする汚泥(含水率八十五パーセント以上のものに限る。)	$C_1 = (A/V) \times (15 / (100 - P)) \times 10^3$
二 第一の一に規定する産業廃棄物、揮発性物質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(前号及び次号に掲げるものを除く。)	$C_1 = (A/V) \times 10^3$
三 第一の二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塩素化合物の検定に係る有機性の汚泥(含水率九十五パーセント以上のものに限る。)	$C_2 = (A / (V \times W)) \times (5 / (100 - P)) \times 10^6$
四 前三号に掲げる産業廃棄物以外の産業廃棄物	$C_2 = (A / (V \times W)) \times 10^6$

備考

- 1 算式において A、C₁、C₂、P、V 及び W はそれぞれ次の数値を表わすものとする。
A 検出された金属等の重量(単位ミリグラム)
C₁ 金属等の濃度(検液一リットルに溶出したミリグラム数)

C₂ 金属等の濃度(試料一キログラム又は試料一リットルに含まれるミリグラム数)

P 試料の含水率(単位パーセント)

V 検液の体積(単位ミリリットル)

W 試料の重量(単位グラム)又は体積(単位ミリリットル)

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、算式中「V」とあるのは「10³」とする。

3 第一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型分の重量比」とあるのは、「この表の第一号上欄又は第三号上欄に掲げる汚泥の含水率」と、「固型分の重量比(パーセント) = (b/a) × 100」とあるのは、「含水率(パーセント) = 100 - (b/a) × 100」とする。

第四 ダイオキシン類に係る検定方法

ダイオキシン類に係る汚泥及び燃え殻、汚泥又はばいじんを処分するために処理したものの検定方法は、平成四年七月厚生省告示第百九十二号別表第一に定める方法とする。

別表第一

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(かい)をつぶし、均質な状態としたものを二ミリメートル目の合成繊維製ふるいにかかけ、通過したものから必要な量(二十グラム以上三十グラム以下)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五十ミリリットルを加え、約一時間水浴上で加熱分解を行い、摂氏約五十度になるまで放冷し、ヘキサン五十ミリリットルを加えて振り混ぜる。静置して室温になるまで放冷し、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)を敷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二十ミリリットルずつで三回洗い、洗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五十ミリリットルになるように純水(日本工業規格K〇五五七(一九九八)に規定するA三又はA四のものをいう。以下本表において同じ。)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ミリリットルを加えて緩やかに振り混ぜる。)。ヘキサン層を分離し、水層を他の分液ロートに移し入れ、再びヘキサン五十ミリリットル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百ミリリットルずつで緩やかに振り混ぜながら三回水洗いし、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十グラムを加えて脱水した後、濃縮器を用いて全量が約五ミリリットルになるまで濃縮する。

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三又は日本工業規格K〇〇九三(一九九五)に定めるところによる。

別表第二

(一) 試薬

イ 水(注一)

蒸留水又はイオン交換水日本工業規格K〇五五七(一九九八)に規定するA三又はA四のもの(以下本表において同じ)約一・五リットルを分液ロート(容量二千ミリリットルのもの)にとり、ヘキサン約百ミリリットルを加えて振り混ぜ、静置後水層を三角フラスコ(容量二千ミリリットルのもの)に移し、沸騰させてヘキサンを除去した後、蒸留フラスコに移して二回蒸留し冷却したもの又はこれと同程度に水中のトリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素、一・一・一・一トリクロロエタン及び一・一・二トリクロロエタン(以下本表において「トリクロロエチレン等」という。)が除去されたもの(注二)

ロ ヘキサン(注三)

ガスクロマトグラフに注入したとき、トリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置にピークのないもの(試薬の調製及び試験操作には、このヘキサンを用いる。)

ハ トリクロロエチレン標準原液

全量フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次にトリクロロエチレン約〇・五ミリリットルを速やかに加えて密栓し

てその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、トリクロロエチレンを加える前後の質量の差から求める。)

ニ トリクロロエチレン標準液(注四)

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これにトリクロロエチレン標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、トリクロロエチレン標準原液の濃度から算出する。)

ホ テトラクロロエチレン標準原液

全量フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次にテトラクロロエチレン約一・三ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、テトラクロロエチレンを加える前後の質量の差から求める。)

ヘ テトラクロロエチレン中間標準液(注五)

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これにテトラクロロエチレン標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、テトラクロロエチレン標準原液の濃度から算出する。)

ト テトラクロロエチレン標準液

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約八十ミリリットルを入れ、これにテトラクロロエチレン中間標準液十ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、テトラクロロエチレン中間標準液の濃度から算出する。)

チ 四塩化炭素標準原液

全量フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次に四塩化炭素約三・一ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、四塩化炭素を加える前後の質量の差から求める。)

リ 四塩化炭素中間標準液(注六)

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに四塩化炭素標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、四塩化炭素標準原液の濃度から算出する。)

ヌ 四塩化炭素標準液

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに四塩化炭素中間標準液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、四塩化炭素中間標準液の濃度から算出する。)

ル 一・一・一・一トリクロロエタン標準原液

全量フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次に一・一・一・一トリクロロエタン約一・六ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、一・一・一・一トリクロロエタンを加える前後の質量の差から求める。)

ヲ 一・一・一・一トリクロロエタン中間標準液(注七)

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・一・一トリクロロエタン標準原液一ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、一・一・一・一トリクロロエタン標準原液の濃度から算出する。)

ワ 一・一・一・一トリクロロエタン標準液

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約八十ミリリットルを入れ、これに一・一・一・一トリクロロエタン中間標準液十ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、一・一・一・一トリクロロエタン中間標準液の濃度から算出する。)

カ 一・一・二トリクロロエタン標準原液

全量フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)にヘキサン約四十ミリリットルを入れて密栓してその質量を測定し、次に一・一・二トリクロロエタン約一・四ミリリットルを速やかに加えて密栓してその質量を測定し、さらにヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、一・一・二トリクロロエタンを加える前後の質量の差から求める。)

ヨ 一・一・二トリクロロエタン標準液(注八)

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・二トリクロロエタン標準原液〇・五ミリリットルを加えた後、ヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、一・一・二トリクロロエタン標準原液の濃度から算出する。)

タ 混合標準液(注九)

全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約八十ミリリットルを入れ、これにトリクロロエチレン標準液、テトラクロロエチレン標準液、四塩化炭素標準液、一・一・一—トリクロロエタン標準液及び一・一・二—トリクロロエタン標準液それぞれ一ミリリットルを入れ、さらにヘキサンを標線まで加えたもの(この溶液の濃度は、トリクロロエチレン標準液、テトラクロロエチレン標準液、四塩化炭素標準液、一・一・一—トリクロロエタン標準液及び一・一・二—トリクロロエタン標準液の濃度から算出する。)(注十)

(注一) ガスクロマトグラフに注入したとき、トリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置にピークのない精製水を用いてもよい。

(注二) ガラスびんに密栓して試験対象物質による汚染のない場所に保存する。使用時に約二十分間沸騰させ、放冷したものをを用いれば安全である。

(注三) ヘキサンのかわりにペンタンを用いてもよい。

(注四) 全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これにトリクロロエチレン十五ミリグラムに相当するミリリットル数のトリクロロエチレン標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり百五十マイクログラムの溶液としたものをを用いてもよい。

(注五) 全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これにテトラクロロエチレン四十ミリグラムに相当するミリリットル数のテトラクロロエチレン標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり四百マイクログラムの溶液としたものをを用いてもよい。

(注六) 全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに四塩化炭素百ミリグラムに相当するミリリットル数の四塩化炭素標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり一ミリグラムの溶液としたものをを用いてもよい。

(注七) 全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・一—トリクロロエタン四十ミリグラムに相当するミリリットル数の一・一・一—トリクロロエタン標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり四百マイクログラムの溶液としたものをを用いてもよい。

(注八) 全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)にヘキサン約九十ミリリットルを入れ、これに一・一・二—トリクロロエタン二十ミリグラムに相当するミリリットル数の一・一・二—トリクロロエタン標準原液を加えた後、ヘキサンを標線まで加えて、一ミリリットル当たり二百マイクログラムの溶液としたものをを用いてもよい。

(注九) 濃度が既知の市販品を用いてもよい。

(注十) トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素、一・一・一—トリクロロエタン又は一・一・二—トリクロロエタンをそれぞれ単独に試験する場合には、トリクロロエチレン標準液、テトラクロロエチレン標準液、四塩化炭素標準液、一・一・一—トリクロロエタン標準液又は一・一・二—トリクロロエタン標準液一ミリリットルを用いてタに準じて希釈し、個別に標準液を調製する。

(二) 器具及び装置

イ ねじ口付三角フラスコ

容量五百ミリリットルのもの

ロ マグネチックスターラー

ハ かくはん子

直径十二ミリメートル、長さ四十ミリメートル程度のもの

~~ニ ガラス製注射筒~~

~~容量二十ミリリットルのもの~~

~~ホ 共栓付試験管~~

~~容量二十五ミリリットルのもの~~

~~ヘ ろ紙~~

~~孔径一マイクロメートルのガラスファイバーフィルターペーパー(GFP)であって直径二十五ミリメートル以上四十五ミリメートル以下のもの~~

~~ト ろ紙ホルダー~~

~~用いるろ紙の直径に適合するものであってステンレス製のもの~~

チニ マイクロシリンジ

容量一マイクロリットル以上十マイクロリットル以下であって液体用のもの

リホ ガスクロマトグラフ

次の条件を満たすもの又はこれと同等以上の分離能、定量精度を有するもの

- (イ) カラム用管
ガラス製で内径三ミリメートル、長さ三メートルのもの
 - (ロ) カラム充てん剤
酸洗浄した白色けい藻土坦体(粒径百八十マイクロメートル以上二百五十マイクロメートル以下)にフェニルシリコン油を約二十パーセント被覆したもの
 - (ハ) 検出器
電子捕獲検出器
 - (ニ) キャリヤーガス
体積百分率九十九・九九九以上の窒素(流量は毎分四十ミリリットル以上八十ミリリットル以下に調節する。)
 - (ホ) 試料気化室温度
摂氏百五十度以上二百五十度以下
 - (ヘ) カラム槽温度
摂氏六十度以上百度以下
 - (ト) 検出器槽温度
摂氏百五十度以上二百五十度以下
- (三) 試験操作
- イ 試料の取扱い
これらの物質は揮発性が高いので、試料は密封できるガラス製容器又はトリクロロエチレン等が吸着しない容器に空げきが残らないように採取する。試験は試料採取後直ちに行う。試験を直ちに行えない場合には、摂氏〇度以上十度以下の暗所に保存し、できるだけ速やかに試験を行う。
 - ロ 試料の作成
 - (イ) 汚泥にあっては、有姿のまま採取し、小石等の異物を除去したものとする。
 - (ロ) 汚泥を処分するために処理したものうち、粒径五ミリメートル以下のものについては、有姿のまま採取したものとし、それ以外のものについては有姿のまま採取したものを粒径がおおむね五ミリメートル以下となるように粉碎したものとする。
 - ハ 検液の調製
 - (イ) 埋立処分(海面埋立処分を除く。)を行おうとする汚泥又はこれを処分するために処理したものについては、あらかじめかくはん子を入れたねじ口付三角フラスコ(容量五百ミリリットルのもの)に、試料(単位グラム)と溶媒(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五・八以上六・三以下となるようにしたもの(注十一)~~) (単位ミリリットル)とを重量体積比十パーセントの割合となるように採り(注~~十二~~十一)、速やかに密栓する。このとき、混合液が五百ミリリットル以上となるようにし、かつ、混合液に対するねじ口付三角フラスコ(容量五百ミリリットルのもの)のヘッドスペースができるだけ少なくなるようにする。
 - (ロ) 海面埋立処分を行おうとする汚泥を処分するために処理したものについては、あらかじめかくはん子を入れたねじ口付三角フラスコ(容量五百ミリリットルのもの)に、試料(単位グラム)と溶媒(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七・八以上八・三以下となるようにしたもの(注十一)~~) (単位ミリリットル)とを重量体積比十パーセントの割合となるように採り(注~~十二~~十一)、速やかに密栓する。このとき、混合液が五百ミリリットル以上となるようにし、かつ、混合液に対するねじ口付三角フラスコ(容量五百ミリリットルのもの)のヘッドスペースができるだけ少なくなるようにする。
 - (ハ) 海面埋立処分を行おうとする汚泥又は海洋投入処分を行おうとする無機性の汚泥にあっては、あらかじめかくはん子を入れた空げき容量既知(注~~十三~~十二)のねじ口付三角フラスコ(容量五百ミリリットルのもの)に、空げき容量(単位ミリリットル)に対し試料の固型分(単位グラム)(注~~十四~~十三)を重量体積比三パーセントの割合となるように採り、速やかに溶媒(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五・八以上六・三以下となるようにしたもの(注十一)~~)を満たして密栓する。
 - (ニ) (イ)、(ロ)又は(ハ)について、常温(おおむね摂氏二十度)に保ちマグネチックスターラーで四時間連続してかくはんする(注~~十五~~十三)。
 - (ホ) 十分から三十分程度静置後、~~上澄み液約二十ミリリットルを、あらかじめろ紙を装着したろ紙ホルダーを接続しておいたガラス製注射筒(容量二十ミリリットルのもの)の外筒に静かに採り、注射筒の内筒を押し、空気及び始めの数ミリリットルを排出し、次に共栓付試験管(容量二十五ミリリットルのもの)にろ液を混合液を正確に十ミリリットル分~~

取し、これを検液とする(注十六)。

ニ 検定操作

- (イ) ろ液を分取した共栓付試験管にヘキサン十ミリリットルを加えて密栓し、十秒から二十秒程度激しく振り混ぜた後静置する。
 - (ロ) ヘキサン層の一部の一定量(例えば五マイクロリットル)をマイクロシリンジ(注十五~~七~~)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。
 - (ハ) トリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置のピークについて、ピーク高さ又はピーク面積を測定する(注~~十八十六~~)。
- (ニ) 検量線からトリクロロエチレン等の重量を求める。
- (ホ) 空試験として、あらかじめかくはん子を入れたねじ口付三角フラスコ(容量五百ミリリットルのもの)に水を満たしてハの(ニ)及び(ホ)並びに(イ)から(ハ)までの操作を行い、検液の測定結果を補正する。

~~(注十一) 使用する水酸化ナトリウム及び塩酸は、ガスクロマトグラフに注入したときトリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置にピークのないものを用いる。~~

(注~~二十一~~) 試料の一グラム当たりの体積(ミリリットル)を測定し、(注十三)により求めた空げき容量からヘッドスペースを残さないように加える水の量を調整してもよい。

(注~~三十二~~) 使用するねじ口付三角フラスコ(容量五百ミリリットルのもの)に使用するかくはん子を入れ質量を測定する。これに水を満たして密栓し、その質量を測定する。前後の質量の差からねじ口付三角フラスコの空げき容量(単位ミリリットル)を求める。一度空げき容量を測定しておけば、同一容器及び同一かくはん子を用いることとすれば毎回測定する必要はなく、二回目以降はその空げき容量を用いてよい。

(注~~四十三~~) 固型分は第一の表の試料液のハの規定による。

(注~~五十四~~) 試料と水が均一に混じってかくはんされるようマグネチックスターラーを調整すること。また、試料溶液が発熱しないようにすること。

~~(注十六) 試験対象物質が一・一・二—トリクロロエタンである場合には、ガラス製注射筒(容量五十ミリリットルのもの)及び共栓付試験管(容量五十ミリリットルのもの)を用い、上澄み液約五十ミリリットルからろ液を正確に四十ミリリットル分取し、検液とする。~~

(注~~七十五~~) 検量線作成に用いたものと同じものを用いる。

(注~~八十六~~) 検量線の上限を超える場合には、ニ(イ)で得られたヘキサン層の一定量を取り、あらかじめヘキサンを入れた全量フラスコに入れ、適当な濃度に希釈して測定する。

(四) 検量線の作成

ヘキサン約八十ミリリットルを入れた全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に混合標準液(注~~九十七~~)を〇・五ミリリットルから十ミリリットルまで段階的に取り、ヘキサンを標線まで加える。この溶液を用いて(三)のニの(ロ)及び(ハ)の操作を行い、トリクロロエチレン等の量(ナノグラム)とピーク高さ又はピーク面積との関係線をそれぞれ作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

(注~~九十七~~) トリクロロエチレン等をそれぞれ単独で試験する場合には、(注十)で調製した標準液を用いて検量線を作成する。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本工業規格に定めるところによる。

別表第三

(一) 試薬

イ 水

別表第二(一)イに定めるもの

ロ アセトン

ガスクロマトグラフに注入したとき、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素、一・一・一—トリクロロエタン及び一・一・二—トリクロロエタン(以下本表において「トリクロロエチレン等」という。)の保持時間に相当する位置にピークのないもの(試薬の調製及び試験操作には、このアセトンを用いる。)

ハ ヘキサン

- 別表第二(一)ロに定めるもの
- ニ 硫酸ナトリウム(無水)
硫酸ナトリウム(無水)を摂氏百十度で一時間加熱したもの
- ホ トリクロロエチレン標準液
別表第二(一)ニに定めるもの
- ヘ テトラクロロエチレン標準液
別表第二(一)トに定めるもの
- ト 四塩化炭素標準液
別表第二(一)ヌに定めるもの
- チ 一・一・一トリクロロエタン標準液
別表第二(一)ワに定めるもの
- リ 一・一・二トリクロロエタン標準液
別表第二(一)ヨに定めるもの
- ヌ 混合標準液
別表第二(一)タに定めるもの
- (二) 器具及び装置
 - イ 共栓付三角フラスコ
容量百ミリリットルのもの
 - ロ 超音波洗浄器
洗浄槽に共栓付三角フラスコ(容量百ミリリットルのもの)が入るもの
 - ハ 共栓付試験管
容量十ミリリットルのもの
 - ニ ガラス製ロート
 - ホ グラスウール
石英のもの
 - ヘ マイクロシリンジ
別表第二(二)チに定めるもの
 - ト ガスクロマトグラフ
別表第二(二)リに定めるもの
- (三) 試験操作
 - イ 試料の取扱い
別表第二(三)イに準じて取り扱う。
 - ロ 試料の作成
有姿のまま採取し、小石等の異物を除去したものとする。
 - ハ 検定操作
 - (イ) 試料五グラムを共栓付三角フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に正確に計り取り、これにアセトン百ミリリットルを加えて密栓し(注一)、三十秒程度振り混ぜた後、超音波洗浄器の洗浄槽に入れ、十分間抽出し、静置する。
 - (ロ) アセトン層二ミリリットルを共栓付試験管(容量十ミリリットルのもの)に分取し、ヘキサン二ミリリットル及び水二から三ミリリットルを加えて密栓し、三十秒程度激しく振り混ぜた後静置する。
 - (ハ) ヘキサン層約一ミリリットルをとり、グラスウールを敷き硫酸ナトリウム(無水)約一グラムをのせたロートを用いて脱水ろ過する。
 - (ニ) ろ液の一定量(例えば五マイクロリットル)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。
 - (ホ) トリクロロエチレン等の保持時間に相当する位置のピークについて、ピーク高さ又はピーク面積を測定する。
 - (ヘ) 検量線からトリクロロエチレン等の重量を求める。
 - (ト) 空試験として、アセトン百ミリリットルを用いて(ロ)から(ヘ)までの操作を行い、検液の測定結果を補正する。
- (注一) 試料が固まっている場合にはガラス棒を用いて破砕すること。
- (四) 検量線の作成
ヘキサン約八十ミリリットルを入れた全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に混合標準液を〇・五ミリリットルから十ミリリットルまで段階的にとり、ヘキサンを標線まで加える。この溶液を用いて(三)のハの(ニ)及び(ホ)の操作を行い、トリクロロエチレン等の量(ナノグラム)とピーク高さ又はピーク面積との関係線をそれぞれ作成する。検量線の作成は、試料測定時

に行う。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、別表第二及び日本工業規格に定めるところによる。

別表第四

前処理は、(一)に掲げるアセトン抽出を行った後、(二)に掲げる溶媒抽出又は固相抽出のいずれかを行うこととし、空試験のための前処理は、(三)に掲げる操作を行うものとする。

(一) アセトン抽出

有姿のまま採取した試料をビーカーに採り、金属製以外のへらを用いて小塊(かい)をつぶし、均質な状態としたものを二ミリメートル目の合成繊維製ふるい(金属製枠のものを除く。)にかけ、通過したものから十グラムを共栓付三角フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)に正確に計り取り、これにアセトン二十ミリリットルを加えて密栓し(注一)、三十秒程度振り混ぜ、超音波洗浄器の洗浄槽に十分間入れ抽出した後、静置する。アセトン層を共栓付メスシリンダー(容量五十ミリリットルのもの)に採り、再び先の共栓付三角フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)にアセトン二十ミリリットルを加えて密栓し、同様の抽出操作を行い、分離したアセトン層を先の共栓付メスシリンダーに合わせる。このアセトン層を濃縮器を用いて五ミリリットルに濃縮し、これを共栓付三角フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に移し、水(日本工業規格K〇五五七(一九九八)に規定するA三又はA四のものをいう。以下本表において同じ。)を加えて全量を百ミリリットルとする。

(注一) 試料が固まっている場合にはガラス棒を用いて破砕すること。

(二) 溶媒抽出又は固相抽出

イ 溶媒抽出(試験対象物質がシマジン又はチオベンカルブである場合に限る。)

共栓付三角フラスコからアセトン抽出液百ミリリットルを分液ロートに採り、塩化ナトリウム五グラム及びジクロロメタン十ミリリットルを加え、振とう機を用いて約十分間振とうし、放置した後、ジクロロメタン層を三角フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)に移す。再び先の分液ロートの水層にジクロロメタン十ミリリットルを加え、同様の抽出操作を行い、分離したジクロロメタン層を先の三角フラスコに合わせる。ジクロロメタン層に硫酸ナトリウム(無水)約三グラムを加えて脱水した後、濃縮器を用いて約一ミリリットルに濃縮する。濃縮液にヘキサン約二十ミリリットルを加え、濃縮器を用いて五ミリリットルに定容する。

ロ 固相抽出(試験対象物質がチウラムである場合に限る。)

共栓付三角フラスコに塩酸(一十一)を加え水素イオン濃度指数が三・五となるように調整したアセトン抽出液百ミリリットルを固相カラム(注二)に吸引しながら毎分十ミリリットル以上二十ミリリットル以下で流下させる。水とアセトニトリルを体積比七対三の割合で混合した液三ミリリットルを流し、固相カラムを洗浄した後、約十分間、吸引、遠心分離等で水分を分離除去する。固相カラムの上端からアセトニトリル三ミリリットルを緩やかに通し、チウラムを溶出させ、試験管に受ける。溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて一ミリリットルに定容する。

ハ 固相抽出(試験対象物質がシマジン又はチオベンカルブである場合に限る。)

共栓付三角フラスコからアセトン抽出液百ミリリットルを固相カラム(注二)に吸引しながら毎分十ミリリットル以上二十ミリリットル以下で流下させる。水十ミリリットルを流し、固相カラムを洗浄した後、約十分間、吸引、遠心分離等で水分を分離除去する。固相カラムの上端からアセトン三ミリリットルを緩やかに通し、試験対象物質を溶出させ、試験管に受ける。溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて一ミリリットルに定容する。ヘキサン約二十ミリリットルを加え、濃縮器を用いて、五ミリリットルに定容する。

(注二) 妨害物質が存在するために固相カラムに試験対象物質が保持されにくいことが想定される場合には、複数の固相カラムを連結して用いる。

(三) (二)の操作の空試験

アセトン四十ミリリットルを濃縮器を用いて五ミリリットルに濃縮し、これを共栓付三角フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に移し、水を加えて全量を百ミリリットルとした試料を用いて、(二)の操作を行う。

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四及び付表五に定めるところによる。

別表第五

(一) 試薬

イ ヘキサン

ロ 硫酸ナトリウム(無水)

硫酸ナトリウム(無水)百グラムにヘキサン五十ミリリットルを加えて振り混ぜ、ろ別し、残留物に再びヘキサン二十五ミリリットルを加えて振り混ぜ、ろ別した残留物を風乾したもの

ハ ソジウムビフェニル有機溶媒溶液

ガラス製又はポリエチレン製の容器に封入されたものであって、有効期間を過ぎていないもの(保存する場合には、冷暗所で保存する。)

ニ 硝酸溶液(五モル毎リットル)

ホ 硫酸第二鉄アンモニウム溶液

硫酸第二鉄アンモニウム六十・三グラムを全量フラスコ(容量五百ミリリットルのもの)に採り、**純水**(日本工業規格K〇五五七(一九九八)に規定するA三又はA四のものをいう。以下本表において同じ。)百ミリリットルを加え、内容物を緩くかき混ぜながら硝酸二百八十ミリリットルを加え、**純水**で標線まで薄めたもの

ヘ チオシアン酸第二水銀エタノール溶液

チオシアン酸第二水銀一・五グラムをエタノール(九十五容量パーセント)五百ミリリットルに溶かしたものであって、(四)に規定する試薬空試験値が吸光度で〇・〇五以下のもの

ト 塩化物イオン標準液

塩化ナトリウム(容量分析用標準試料)〇・三二九六グラムを全量フラスコ(容量千ミリリットルのもの)に正確に計り取り、**純水**で標線まで薄め、更にこのうち五十ミリリットルを全量フラスコ(容量五百ミリリットルのもの)に正確に計り取り、**純水**で標線まで薄めたもの(この溶液一ミリリットルは塩化物イオン二十マイクログラムを含む。)

(二) 器具及び装置

イ 全量フラスコ

容量二十五ミリリットル、五十ミリリットル、百ミリリットル、五百ミリリットル及び千ミリリットルのもの

ロ 共栓付三角フラスコ

容量百ミリリットル及び二百ミリリットルのもの

ハ 分液ロート

容量百ミリリットル、二百ミリリットル及び五百ミリリットル以上千ミリリットル以下のもの

ニ 遠心分離機

ホ 吸収セル

長さ十ミリメートル以上のもの

ヘ 光電光度計又は光電分光光度計

(三) 試験操作

イ ヘキサン抽出

(イ) 有機性の汚泥にあっては、有姿のまま採取し、小石等の異物を除去し、均質な状態としたもの二十五グラムを共栓付三角フラスコ(容量二百ミリリットルのもの)に正確に計り取り、これにヘキサン五十ミリリットルを加えて五分間振り混ぜた後、**毎分約三千回転重力加速度**で十分間遠心分離を行い、ヘキサン層を分液ロート(容量二百ミリリットルのもの)に移し、残留物をもとの共栓付三角フラスコに戻し、ヘキサン五十ミリリットルを加え、同様の抽出操作を繰り返し、分離したヘキサン層を先の分液ロートに合わせる。無機性の汚泥にあっては、第一の一の検液百二十五ミリリットル、廃酸又は廃アルカリにあっては、第一の三の検液の適量(試料百二十五ミリリットルを含む量)を分液ロートA(容量五百ミリリットル以上千ミリリットル以下のもの)に採り、ヘキサン五十ミリリットルを加え、十分間振り混ぜ、静置した後(必要があれば遠心分離を行う。)、水層を分液ロートB(容量五百ミリリットル以上千ミリリットル以下のもの)に移し、ヘキサン五十ミリリットルを分液ロートBに加え、同様の抽出操作を繰り返し、分離したヘキサン層を分液ロートAに合わせる。

- (ロ) ヘキサン層を純水十ミリリットルで三回から五回水洗いし、十分に水を分離した後、共栓付三角フラスコ(容量百ミリリットルのもので、あらかじめ乾燥したもの)に移し、少量の硫酸ナトリウム(無水)を加えて脱水する。次に脱水したヘキサン溶液を全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に移し、残留物を少量のヘキサンで洗い、洗液を全量フラスコに合わせ、ヘキサン溶液をヘキサンで標線まで薄める。
- ロ 水による逆抽出
全量フラスコからヘキサン抽出液十ミリリットル以上五十ミリリットル以下を分液ロートC(容量百ミリリットルのもの)に正確に計り取り、ソジウムピフェニル有機溶媒溶液十ミリリットルを加え、ヘキサン溶液に青緑色が残ることを確認した後(青緑色が消える場合は、更にソジウムピフェニル有機溶媒溶液十ミリリットルを加える。)、室温で五分間放置する。次にこのヘキサン溶液に純水二十ミリリットルを加えて振り混ぜ、更に硝酸溶液(五モル毎リットル)十ミリリットルを加えて振り混ぜ、静置した後、水層を分液ロートD(容量百ミリリットルのもの)に移し、これにヘキサン二十ミリリットルを加えて振り混ぜ、静置した後、水層を全量フラスコ(容量五十ミリリットルのもの)に移す。分液ロートCのヘキサン層に純水十ミリリットルを加えて振り混ぜ、静置した後、分離した水層を分液ロートDに合わせて振り混ぜ、静置した後、水層を先の全量フラスコに合わせ、純水で標線まで薄める(濁りがある場合は、ろ紙五種Bを用いてろ過した後、薄める。)
- ハ ロの操作の空試験
ロの操作で用いたヘキサン抽出液と同量のヘキサンについて、ロの操作と同様の操作を行う。
- ニ 吸光度の測定
次式によってロの抽出液の正味の吸光度を算出する。
正味の吸光度 = $A1 - A2 - A3 + A4$
ここで、A1、A2、A3及びA4は、それぞれ次の(イ)から(ニ)までに掲げる吸光度である。
- (イ) 吸光度A1
ロの抽出液二十ミリリットルを全量フラスコ(容量二十五ミリリットルのもの)に正確に計り取り、硫酸第二鉄アンモニウム溶液二ミリリットルを加えて振り混ぜ、チオシアン酸第二水銀エタノール溶液二ミリリットルを加え、純水で標線まで薄め、約十分間放置した後、吸収セルに移し、純水を対照液として波長四百六十ナノメートル付近でその吸光度を測定したもの
- (ロ) 吸光度A2
ロの抽出液二十ミリリットルを全量フラスコ(容量二十五ミリリットルのもの)に正確に計り取り、硫酸第二鉄アンモニウム溶液二ミリリットルを加えて振り混ぜ、純水で標線まで薄め、約十分間放置した後、吸収セルに移し、純水を対照液として波長四百六十ナノメートル付近でその吸光度を測定したもの
- (ハ) 吸光度A3
ハの抽出液につき、(イ)の操作と同様の操作によって吸光度を測定したもの
- (ニ) 吸光度A4
ハの抽出液につき、(ロ)の操作と同様の操作によって吸光度を測定したもの
- ホ 試料又は検液中の有機塩素化合物に含まれる塩素の重量の算出
次式によって試料又は検液中の有機塩素化合物に含まれる塩素の重量A(単位ミリグラム)を算出する。
 $A = 2.50 \times M \times (100 / n)$
ここで、Mは、ニにおいて算出した正味の吸光度から、あらかじめ(四)により作成した検量線を用いて求めた塩素の重量(単位ミリグラム)であり、nは、ロの操作に用いたヘキサン抽出液の容量(単位ミリリットル)である。

(四) 検量線の作成

塩化物イオン標準液一ミリリットルから十ミリリットルまでを全量フラスコ(容量二十五ミリリットルのもの)に段階的に採り、これにそれぞれ純水を加えて約二十ミリリットルとした後、(三)ニ(イ)に規定する操作と同様の操作を行い、それぞれ吸光度を測定する。次に純水二十ミリリットルを別の全量フラスコ(容量二十五ミリリットルのもの)に採ったものについて、これと同様の操作を行い、吸光度を測定し、これを試薬空試験値とし、塩化物イオンの重量(溶液二十五ミリリットルに含まれるミリグラム数)と吸光度(試薬空試験値を差し引いたもの)との関係線を求めることにより検量線を作成する。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本工

業規格に定めるところによる。

別表第六

(一) 試薬

イ 水

日本工業規格K〇五五七(一九九八)に規定するA三又はA四のもの(以下本表において同じ。)

ロ 過塩素酸(六十重量パーセント)

日本工業規格K八二二三(一九九四二〇〇六)に定めるものを、加熱して白煙を発生させた後、放冷したもの

ハ 燐(りん)酸

日本工業規格K九〇〇五(一九九六二〇〇六)に定めるもの

ニ 水酸化ナトリウム溶液(百グラム毎リットル)

日本工業規格K八五七六(一九九四二〇〇六)に定める水酸化ナトリウム十グラムを水に溶かして百ミリリットルとしたもの

ホ 二酸化硅(けい)素

日本工業規格K八八八五(一九九四)に定める二酸化硅(けい)素で粒径百マイクロメートル以上百五十マイクロメートル以下のもの(注一)

ヘ フェノールフタレイン溶液(五グラム毎リットル)

日本工業規格K八七九九(一九九二二〇一二)に定めるフェノールフタレイン〇・五グラムを日本工業規格K八一〇二(一九九四二〇一二)に定めるエタノール(九十五容量パーセント)五十ミリリットルに溶かし、水を加えて百ミリリットルとしたもの

ト 溶離液

溶離液は装置の種類及び分離カラムに充てんした陰イオン交換体の種類によって異なるので、あらかじめ分離の状況を確認する(注二)。分離状態が良くない場合には、溶離液の種類及び濃度を変えて検討し、良好ならばその溶離液を用いる(注三)。

チ 除去液

除去液は、除去カラムを用いる場合に使用するが、装置の種類及び除去カラムの種類によって異なるので、あらかじめ分離カラムと組み合わせて性能を確認する。除去液の性能が良くない場合には、除去液の種類及び濃度を変えて検討し、良好ならばその除去液を用いる(注四)。

リ 弗(ふつ)化物イオン標準原液(注五)

日本工業規格K八〇〇五(一九九二二〇〇六)に定める容量分析用標準物質の弗(ふつ)化ナトリウムを白金皿に採り、摂氏五百度で約一時間加熱しデシケーター中で放冷した後、弗(ふつ)化ナトリウム百パーセントに対してその〇・二二グラムを採り、少量の水に溶かし、全量フラスコ(容量千ミリリットルのもの)に移し入れ、水を標線まで加えたもの(ポリエチレン瓶に保存する。この溶液一ミリリットルは弗(ふつ)化物イオン百マイクログラムを含む。)

ヌ 弗(ふつ)化物イオン標準液

弗(ふつ)化物イオン標準原液五ミリリットルを全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に採り、水を標線まで加えたもの(この溶液一ミリリットルは弗(ふつ)化物イオン五マイクログラムを含む。)

(注一) 結晶質のものを用いる。品質が分からない場合には、白金るつぼ中で摂氏千百五十度以上で約一時間加熱し、デシケーター中で放冷したものを用いる。この場合弗(ふつ)化物イオン標準液十ミリリットルを採り、(三)イ(ロ)から(ホ)まで、ロ及びハの操作を行って回収率を確認する。

(注二) 陰イオン混合標準液(一リットル中に弗(ふつ)化物イオン十ミリグラム、塩化物イオン十ミリグラム、亜硝酸イオン十ミリグラム、臭化物イオン十ミリグラム、硝酸イオン十ミリグラム及び硫酸イオン十ミリグラムを含むもの)の一定量をシリンジでイオンクロマトグラフの分離カラムに注入し、溶離液を一定の流量(例えば毎分一ミリリットルから二ミリリットル)で流してクロマトグラムを求め、それぞれの陰イオンが分離(分離度一・三程度)できるものを用いる。

(注三) 例えば、分離カラムと除去カラムを組み合わせた方式では、炭酸水素ナトリウム溶液(八ミリモル毎リットル)と炭酸ナトリウム溶液(八ミリモル毎リットル)を等容に混合したもの。分離カラム単独の方式では、フタル酸溶液(五ミリモル毎リットル)と二アミノ二ヒドロキシメチル—三—プロパンジオール[トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン]溶液(五ミリモル毎リットル)を等容に混合したもの

(注四) 例えば、硫酸でその濃度が十ミリモル毎リットルのもの

(注五) 市販品を用いてもよい。

(二) 器具及び装置

イ 水蒸気蒸留装置

ロ シリンジ

容量一ミリリットル以上十ミリリットル以下のもの

ハ イオンクロマトグラフ

次に掲げる条件を満たすもので、一リットル中に含まれる〇・一ミリigramの弗〈ふつ〉化物イオンを検出できるもの(分離カラムと除去カラム(注六)を組み合わせた方式のものと分離カラム単独の方式のものがある。)

(イ) 分離カラム

ステンレス鋼製又は合成樹脂製のもの(注七)に、強塩基性陰イオン交換体を充てんしたもの(注二)

(ロ) 検出器

電気伝導度検出器

(注六) 溶離液中の陽イオンを水素イオンに変換するためのもので、溶離液中の陽イオン濃度に対して十分なイオン交換容量をもった陽イオン交換膜又は同様な性能をもった陽イオン交換体を充てんしたもの。除去液と組み合わせて用いる。

(注七) 例えば、四弗〈ふつ〉化エチレン樹脂製、ポリエーテルエーテルケトン製等がある。

(三) 試験操作

イ 水蒸気蒸留

(イ) 検液の適量(弗〈ふつ〉化物イオンとして〇・〇ル毎リットルから二十五ミリモル毎二五ミリigram以上を含む量)を磁器蒸発皿又はビーカーに採り、フェノールフタレイン溶液(五igram毎リットル)二、三滴を加え、水酸化ナトリウム溶液(百igram毎リットル)を滴加して微アルカリ性とした後、加熱して約三十ミリリットルに濃縮する(注八)。

(ロ) 蒸留フラスコ(注九)中に水約十ミリリットルで洗い移す。次に、二酸化硅〈けい〉素約一igram、燐〈りん〉酸一ミリリットル、過塩素酸(六十重量パーセント)四十ミリリットル(注十)及び粒径二ミリメートル以上三ミリメートル以下の沸騰石約十個を加える。受器の全量フラスコ(容量二百五十ミリリットルのもの)には水二十ミリリットル(注十一)を加え、逆流止めの先端は水面下に保つ。

(ハ) 蒸留フラスコを直接加熱し、蒸留フラスコ内の液温が摂氏約百四十度に達してから、水蒸気を通す。

(ニ) 蒸留温度を摂氏百四十度以上百五十度以下、留出速度を毎分三ミリリットル以上五ミリリットル以下に調節し、受器の液量が約二百二十ミリリットルになるまで蒸留を続ける。

(ホ) 冷却器と逆流止めを取り外し、冷却器の内管及び逆流止めの内外を少量の水で洗い、洗液も受器に加え、更に水を標線まで加える。

ロ イオンクロマトグラフによる測定

(イ) イオンクロマトグラフを作動できる状態にし、分離カラムに溶離液を一定の流量(例えば毎分一ミリリットルから二ミリリットル)で流しておく。除去カラムを必要とする装置では除去液を一定の流量で流しておく。

(ロ) イの蒸留操作で得た留出液(注十二)の一定量(例えば五十マイクロリットルから二百マイクロリットル)をシリンジを用いてイオンクロマトグラフの分離カラムに注入し、一定の流量(例えば毎分一ミリリットルから二ミリリットル)の溶離液で溶離し、クロマトグラムを記録する(注十三)。

(ハ) クロマトグラム上の弗〈ふつ〉化物イオンの保持時間に相当するピークについて、指示値を読み取る。

(ニ) 試料を薄めた場合(注十二の操作による。)には、(ロ)の空試験として試料と同量の水をシリンジで採り、(ロ)の操作を行って結果を補正する。

ハ 検液中の弗〈ふつ〉化物に含まれる弗〈ふつ〉素の重量の算出

次式によって検液中の弗〈ふつ〉化物に含まれる弗〈ふつ〉素の重量A(単位ミリigram)を算出する。

$$A = M \times (250 / V)$$

ここで、Mは、ロの操作で得られた指示値から、あらかじめ(四)により作成した検量線を用いて求めた弗〈ふつ〉化物イオンの量(単位ミリigram)であり、Vは、ロの操作においてシリンジを用いてイオンクロマトグラフに注入した留出液の量(単位ミリリットル)である。

(注八) 有機性の汚泥並びに廃酸及び廃アルカリにあっては、第一の二又は三の検液の適量を

直接蒸留フラスコ中に採り、水で約四十ミリリットルとした後、イ(ロ)以降の操作を行ってよい。

(注九) 蒸留フラスコに代えて二重管形の蒸留フラスコを用いてイ(ロ)の操作を行ってもよい。この場合、その外筒に日本工業規格K九五二〇(一九九二)に定める一・一・二・二・テトラクロロエタン(沸点摂氏百四十六・三度)を入れ、外筒を直接加熱して一・一・二・二・テトラクロロエタンが沸騰し始めてから水蒸気を通し、以下イ(ニ)及び(ホ)の操作を行う。

(注十) 日本工業規格K八九五一(一九九二〇〇六)に定める硫酸三十ミリリットルをビーカーに入れ加熱して、白煙を発生された後、放冷したものを用品でもよい。

(注十一) 検液中に弗(ふつ)化物イオン以外のハロゲン化物が多量に含まれる場合には、水酸化ナトリウム溶液(四十グラム毎リットル)数滴とフェノールフタレイン溶液(五グラム毎リットル)数滴を加えておく。受器中の溶液は蒸留が終わるまで微紅色を保つように、必要に応じて水酸化ナトリウム溶液(四十グラム毎リットル)を滴加する。

(注十二) 濁りがある場合には、孔径〇・四五マイクロメートルのろ過材、ろ紙五種C又はろ紙六種(いずれもあらかじめ水及び少量の留出液で洗っておく。)でろ過する。また、電気伝導率が十ミリジーメンス毎メートル(摂氏二十五度)を超える場合には、水を加えて電気伝導率が十ミリジーメンス毎メートル以下になるようにする。

(注十三) 有機酸と弗(ふつ)化物イオンのピークが重なることがあるので注意する。

(四) 検量線の作成

弗(ふつ)化物イオン標準液を全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に段階的に採り、これにそれぞれ水を標線まで加えた後、(三)ロ(イ)から(ハ)までに規定する操作と同様の操作を行い、それぞれの弗(ふつ)化物イオンに相当する指示値を読み取る。別に、空試験として水について(三)ロ(イ)から(ハ)までに規定する操作と同様の操作を行い、それぞれの弗(ふつ)化物イオンに相当する指示値を補正した後、弗(ふつ)化物イオンの量と指示値との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本工業規格に定めるところによる。

別表第七

第一 フレーム原子吸光法

(一) 試薬

イ 水

日本工業規格K〇一二〇五五七(一九九三一九九八)の五・一に定めるに規定するA三又はA四のもの(以下本表において同じ。)

ロ ベリリウム標準液

日本工業規格K〇二二四〇一〇二(一九八三二〇〇八)の四・二の(五)附属書一のXIVに定めるベリリウム検量線用溶液

(二) 器具及び装置

イ フレーム原子吸光分析装置

一酸化二窒素・アセチレン用高温バーナーを備えたもの

ロ ベリリウム中空陰極ランプ

(三) 試験操作

イ 検液を日本工業規格K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の五・五に定める方法によって前処理する。

ロ イの操作を行った検液を日本工業規格K〇一二一(一九九三二〇〇六)の六八に定める操作に従って、一酸化二窒素・アセチレンフレーム中に噴霧し、二百三十四・九ナノメートルの波長の指示値を読み取る。

ハ 空試験として、イの操作を行う前の検液の量と同量の水を採り、イ及びロの操作を行って、検液について得た指示値を補正する。

ニ 検量線からベリリウムの量を求め、検液中のベリリウムの濃度を算出する。

(四) 検量線の作成

ベリリウム標準液を全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に段階的に採り、(三)イの操作を行った検液と同じ条件になるように酸を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について(三)ロの操作を行い、ベリリウムの量と指示値との関係線を作成する。検量線の作成は、

試料測定時に行う。

第二 電気加熱原子吸光法

(一) 試薬

イ 第一(一)に定めるもの

ロ 硝酸パラジウム

日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五四・二に定めるもの

(二) 器具及び装置

イ 電気加熱原子吸光装置

電気加熱方式でバックグラウンド補正が可能なもの

ロ 発熱体

黒鉛製又は耐熱金属製のもの

ハ ベリリウム中空陰極ランプ又は無電極放電ランプを備え、かつ、バックグラウンド補正が可能なもの

ニ フローガス

日本工業規格K一一〇五(一九九五二〇〇五)に定めるアルゴン二級

ホ マイクロピペット

日本工業規格K〇九七〇(一九八九)に定めるプッシュボタン式液体用微量体積計(容量五マイクロリットル以上五百マイクロリットル以下のもの)又は自動注入装置

(三) 試験操作

イ 検液を日本工業規格K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の五・五に定める方法によって前処理する。

ロ イの操作を行った検液の一定量(例えば十マイクロリットルから五十マイクロリットル)をマイクロピペットで発熱体に注入し、日本工業規格K〇一二一(一九九三二〇〇六)の六五四・二に定める操作に従って、乾燥した後、灰化し、次に原子化し、二百三十四・九ナノメートルの波長の指示値を読み取る(注一)(注二)(注三)。

ハ 空試験として、イの操作を行う前の検液の量と同量の水を採り、イ及びロの操作を行って、検液について得た指示値を補正する。

ニ 検量線からベリリウムの量を求め、検液中のベリリウムの濃度を算出する。

(注一) 乾燥、灰化及び原子化の条件は装置によって異なる。検液の注入量及び共存する塩類の濃度によっても異なることがある。

(注二) 引き続いて少なくともロの操作を三回繰り返し、指示値が合うことを確認する。

(注三) 必要に応じマトリックスモディファイヤーとして~~〇・〇五ミリグラム相当の硝酸マダネシウムパラジウム~~を測定時に添加する。操作は日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の五四・二に定める方法によって行う。

(四) 検量線の作成

ベリリウム標準液を全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に段階的に採り、(三)イの操作を行った検液と同じ条件になるように酸を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について(三)ロの操作を行い、ベリリウムの量と指示値との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

第三 ICP発光分析法

(一) 試薬

イ 第一(一)に定めるもの

ロ イットリウム標準液(五〇マイクログラム毎リットル)

日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)の四七・三の備考五、六に定めるもの

(二) 器具及び装置

ICP発光分析装置

(三) 試験操作

イ 検液を日本工業規格K〇一〇二(一九九八二〇〇八)の五・五に定める方法によって前処理する。

ロ イの操作を行った検液を日本工業規格K〇一一六(一九九五)の五に定める操作に従って、~~プラズマトーチ中に噴霧し、二百三十四・九ナノメートルの波長の指示値を測定する(注一)~~。全量フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に採り、日本工業規格K〇一〇二(二〇〇八)

- の四七・三の備考5に定める内標準法の操作に従って、イットリウム溶液（五〇マイクログラム毎リットル）十ミリリットルを加え、水を標線まで加える。
- ハ ロの溶液を日本工業規格K〇一六（二〇〇三）の五に定める操作に従って、プラズマ中に噴霧し、ベリリウム（三百十三・〇四ナノメートル、二百三十四・九ナノメートル又は三百十三・一一ナノメートル）及びイットリウム（三百七十一・〇三ナノメートル）の発光強度を測定し、ベリリウムとイットリウムの発光強度比を求める。（注一）
- ムニ 空試験として、~~イの操作を行う前の検液の量と同量の水を採り~~試料に代えて水を用い、イ及びロの操作を行って、~~検液について得た指示値~~い、ベリリウムの発光強度とイットリウムの発光強度の比を求め、ハで得た発光強度比を補正する。
- ニホ 検量線からベリリウムの量を求め、検液中のベリリウムの濃度を算出する（注二）。
- （注一） 共存元素による分光干渉の有無を必ず確認する。
- （注二） 塩類濃度が高く~~検量線内標準法~~が適用できない場合には、日本工業規格K〇一六（~~二〇〇三~~）の五・八・三の（~~二~~）b）に定める標準添加法を用いる。ただし、この場合は、検液の種類によらずバックグラウンド補正を行う必要がある。
- （四） 検量線の作成
- ベリリウム標準液を全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に段階的に採り、（三）イの操作を行った検液と同じ条件になるように酸を加えた後、~~イットリウム溶液（五〇マイクログラム毎リットル）十ミリリットルを加え、水を標線まで加える。~~この溶液について（三）~~ムハ~~の操作を行って、ベリリウムとイットリウムの発光強度の比を求める。別に空試験として水について検量線の作成に用いた標準溶液と同じ~~条件になるように酸を加えた後、（三）ロの操作を行って標準液について得た指示値を補正し、~~ベリリウムの量と~~指示値~~イットリウムの発光強度との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

第四 ICP質量分析法

（一） 試薬

第一（一）に定めるもの

（二） 器具及び装置

ICP質量分析計

（三） 試験操作

- イ 検液を日本工業規格K〇一〇二（二〇〇八）の五・五に定める方法によって前処理する。
- ロ イの操作を行った検液に内標準元素を加え、日本工業規格K〇一〇二（二〇〇八）の五二・五に定める操作に従って、プラズマ中に噴霧し、ベリリウムと内標準元素の質量数／電荷の指示値との比を求める（注一）。
- ハ 空試験として、イの操作を行う前の検液の量と同量の水を採り、イ及びロの操作を行って、検液について得た定量値を補正する。
- ニ 内標準法からベリリウムの量を求め、検液中のベリリウムの濃度を算出する（注二）。
- （注一） ベリリウムの質量数は九で、内標準元素はイットリウムを用いる。ただし、検液にイットリウムが存在する場合は、ガリウム、ゲルマニウム等検液に含まれない元素を用いる。
- （注二） 塩類濃度が高く内標準法が適用できない場合には、日本工業規格K〇一三三（二〇〇七）の一・二・二c）に定める標準添加法を用いる。

（四） 検量線の作成

ベリリウム標準液を全量フラスコ（容量百ミリリットルのもの）に段階的に採り、（三）イの操作を行った検液と同じ条件になるように酸及び内標準液を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について（三）ロの操作を行う。別に空試験として水について検量線の作成に用いた標準溶液と同じ条件になるように酸及び内標準液を加えた後、（三）ロの操作を行って、ベリリウムと内標準元素の指示値との比を求め、ベリリウムの量との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

備考

この検定方法における用語その他の事項でこの検定方法に定めのないものについては、日本工業規格に定めるところによる。

別表第八

試料五グラムを共栓付三角フラスコ(容量百ミリリットルのもの)に正確に計り取り、これにメタノール百ミリリットルを加えて密栓し(注)、三十秒程度振り混ぜた後、超音波洗浄器(洗浄槽に共栓付三角フラスコ(容量百ミリリットルのもの)が入るもの)の洗浄槽に入れ、十分間抽出し、静置する。

(注) 試料が固まっている場合にはガラス棒を用いて破碎すること。

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、日本工業規格に定めるところによる。