産業廃棄物の検定方法に係る分析操作マニュアル

平成25年5月

環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部

目　次

１．はじめに（本マニュアルの目的）　……1
２．「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」の改訂について　……1
３．「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」と特別管理産業廃棄物　……3
４．検定方法の操作フローと留意事項　……4
　４．１検液の作成方法　……5
　４．２検定方法　……9
　（１）アルキル水銀化合物　……9
　（２）水銀又はその化合物　……11
　（３）カドミウム又はその化合物　……13
　（４）鉛又はその化合物　……17
　（５）有機りん化合物　……18
　（６）六価クロム化合物　……25
　（７）ひ素又はその化合物　……27
　（８）シアン化合物　……32
　（９）ＰＣＢ　……33
　（１０）ＶＯＣ　……39
　（１１）農薬類（チラウム、シマジン、チオベンカルブ）　……47
　（１２）セレン又はその化合物　……53
　（１３）有機塩素化合物　……58
　（１４）銅又はその化合物　……60
　（１５）亜鉛又はその化合物　……62
　（１６）ふっ化物　……64
　（１７）ベリリウム又はその化合物　……66
　（１８）クロム又はその化合物　……68
　（１９）ニッケル又はその化合物　……70
　（２０）バナジウム又はその化合物　……72
　（２１）フェノール類　……74
　【参考】油分　……75
　＊マニュアルの留意事項に係る参考一覧　……76

１．　はじめに（本マニュアルの目的）

産業廃棄物を適正に処理するには、環境への有害物質の排出（水系・大気系・土壌系）を管理することが必要であり、「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」（昭和 48 年環境庁告示第 13 号（以下、環告 13 号と略す））によって公共用水域への有害物質の汚染を未然に管理する目的で、管理型最終処分場へ搬入する廃棄物からの有害物質の溶出量の規制が行われている。環告 13 号の検定方法は、産業廃棄物を最終処分する際に、陸上・海上埋立及び海洋投入処分における廃棄物からの水溶性有害物質濃度に対して基準値を設定した検定方法であり、制定後、38 年経過している。その期間に当該検定方法に関連した法律や分析法の改訂)、国際的な整合性など、様々な課題が生じている。

これに対して、環境省では平成 21 年度より環告 13 号の改訂に向けた議論を始め、3 年間の検討結果をふまえて、環告 13 号の改訂を行った。このマニュアルは、新たに適用する試験方法も含め、過去に指摘されてきた試験操作の内容のあいまいさについて、詳細手順を示すことにより、廃棄物に係る試験の精度を向上させ、もって廃棄物処理の適正管理に資することを目的とする。

２．　「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」の改訂について（改訂の背景、環告 13 号の改訂内容の概要）

産業廃棄物の検定方法の位置づけは次のように考えられる。

環告 13 号は、産業廃棄物の埋立処分を行う上で、有害な産業廃棄物を指定するために用いる試験法である。有害な成分（水溶性）について、本検定方法により基準値を超える溶出量がある廃棄物は、遮断型以外の産業廃棄物最終処分場以外での埋立処分は不可とされ、基準値以下にするために、適切な処理（溶融や不溶化処理等）が義務づけられている。また海洋投入が可能な廃棄物（無機性汚泥、廃酸、廃アルカリ）については、本検定方法による含有量基準値を超えないものについて海洋投入処分が認められている。

本検定方法は、特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法（平成 4 年厚生省告示第 192 号）にも引用されており、廃棄物の発生時と最終処分時に分析が義務付けられた廃棄物の有害性の判定試験法と位置づけられている。これらのことからも、本検定方法による産業廃棄物の分析では、分析値の定量精度は担保されなければならない。

一方で、検定方法により産業廃棄物の試験を実施している分析機関において、この検定方法における記載事項の不十分さ（操作の取り扱いに自由裁量がある）により、また廃棄物試料のばらつきによって、試験値が異なってくることが指摘されている。検定方法による試験値は規制基準と比較され、基準値以上では不溶化処理等の対策が必要となり、処理費用の増加につながるため、検定方法における精度の向上が求められている。具体的には産業廃棄物の検定方法について、以下のような課題が挙げられている。

（１）試験法の詳細が規定されていないため、ろ紙、遠心分離操作の採用等の判断が分析機関によって統一されていないため、分析値のばらつきが大きくなる場合がある。

（２）土壌汚染対策法（平成 15 年）に基づく土壌環境基準は溶出試験による測定法であり、産業廃棄物の試験法と類似している。しかし、操作の詳細が異なるため、例えば残土等の受け入れに関して、土壌溶出基準は満たすが、海面埋立基準を満たさない等、データの不整合が生じ、検定結果の評価に支障を来す場合がある。現在、東京都埠頭公社等においては、海面埋立を目的とした残土の受け入れについて、この環告 13 号（固液比 3%での溶出試験）での評価を求められており、ろ過条件の違い（GFP ろ紙使用の場合に溶液への微粒子混入）などが原因で、環境基準を満たしている試料でも環告 13 号に基づく分析では基準超過するケースも多く見られる。

（３）個別リサイクル法の制定により廃棄物の再生製品が増加し、利用にあたり環境安全性を評価する試験法（主に溶出試験）のニーズが高まっていることから、（１）の土壌環境基準の測定方法に準じた取り扱いがなされる場合が多い。しかし、環告 13 号に基づく検定方法との整合性について、評価に支障を来す場合がある。

（４）有害物質の測定方法として引用している日本工業規格（JIS K0102）が 2008 年に改定され環境分析法では既に採用されているが、環告 13 号においては採用されていない（1995 年版及び 1998 年版の JIS を採用している）。

（５） 海外の産業廃棄物の溶出毒性に関する試験法と整合していない。

環境省は上記の現状をふまえ、産業廃棄物の検定方法の再検討を行った。環告 13 号の制定以来の検討内容と経緯については、本マニュアルの作成にあたり基礎となった報告書（平成 21 年度～平成 23 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務報告書、（社）廃棄物資源循環学会）を参照されたい。

環告 13 号の内容については、以下の項目について改訂にむけた議論が行われた。改訂の内容の概要を再掲する（平成 23 年度報告書 2 章）。また環告 13 号の試験操作を行う関係者に、操作手順の考え方を記述することにより、手順のあいまいさを極力なくすことを意図して操作マニュアルを策定した。

	項目	論点	改定案の内容	改訂の必要性 課題・問題点等
1	試料粒径	土壌汚染対策法における試料粒径(2㎜以下)との整合	土壌と廃棄物は特性が異なるため、統一する必要はない	変更なし。マニュアルに考え方を記載
2	溶出溶媒	pH 調整水は必要ないのではないか。溶出液は廃棄物自体がもつマトリックスにより影響を受ける	純水またはイオン交換水とする	改定
3	混合液量と容器容積比	垂直振とうは水平振とうに比べて溶出濃度が低い傾向	溶媒量に対する容器容積は概ね 2 倍とする	改定
4	振とう条件	試料量 50g 以上、溶媒 500mL 以上（固液比 10）の規定だけでよいか	水平振とうとする	改定 マニュアルに、十分な混合の必要性を記載
5	溶出時間	欧米では 16 時間、24 時間が公定法で採用されている	6 時間を変更する必要はない	―
6	ろ過操作	・ 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） ・ 3000 回転/分を、3000G 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	・ 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	・ 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） ・ 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	・ 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	JIS K0102(2008)に採用されている ICP 質量分析の適	ICP 質量分析は適用可能	マニュアルで ICP 質量分析の

	の ICP 質量分析の適用	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 ・ 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		適用について、十分な留意事項の記載、ヒ素及びセレンには ICP 発光法を参考法として採用 ベリリウムは別表７に ICP 質量分析法を追加 またフレーム原子吸光法、電気加熱原子吸光法、ICP 発光法について、JISK0102(2008)に沿って変更
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	イオンクロマトの採用はしない	マニュアルに、採用不可の理由を記載（有機塩素化合物を無機化する Na 試薬により測定前に中和処理が必要であり、イオンクロマト法では測定不可のため）
１１	検液の pH 及び電気伝導率の測定		告示本文には記載しない	マニュアルに記載
１２	JIS 規格の更新		採用した JIS は最新のものとする	

３．　「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」と特別管理産業廃棄物

本検定方法は、産業廃棄物の最終処分（埋立処分、海洋投入処分）に係る基準値に対応する検定方法である。本方法により測定された値が基準値を超過する場合には特別管理産業廃棄物（特定有害産業廃棄物）となる。基準値の一部を以下にしめす。

表　3.1　特別管理産業廃棄物の基準

種　　別	廃棄物処理法				水質環境基準（浸透水）	（参考）水濁法排出基準	（参考）土壌環境基準
	埋立処分	海洋投入処分					
対　　象	汚泥等注1)	有機性汚泥	廃酸・廃ｱﾙｶﾘ	非水溶性無機性汚泥	環境水	排出水	土壌4)
試験方法	溶出量	含有量	含有量	溶出量	含有量	含有量	溶出量
（単位）	(mg/ℓ)	(mg/kg)	(mg/ℓ)	(mg/ℓ)	(mg/ℓ)	(mg/ℓ)	(mg/ℓ)
アルキル水銀化合物	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
水銀又はその化合物	0.005	0.025	0.025	0.0005	0.0005	0.005	0.0005
カドミウム又はその化合物	0.3[2)]	0.1	0.1	0.01	0.003	0.1	0.01
鉛又はその化合物	0.3 注2)	1	1	0.01	0.01	0.1	0.01
有機燐化合物	1	1	1	不検出	－	1	不検出
六価クロム化合物	1.5 注2)	0.15	0.5	0.05	0.05	0.5	0.05
ひ素又はその化合物	0.3 注2)	0.15	0.15	0.01	0.01	0.1	0.01
シアン化合物[3)]	1	5	1	不検出	不検出	1	不検出
PCB	0.003	0.003	0.003	不検出	不検出	0.003	不検出
有機塩素化合物	－	4	4	1	－	－	－
銅またはその化合物	－	10	10	0.14	－	3	－
亜鉛又はその化合物	－	20	20	0.14	－	5	－
弗化物	－	15	15	3	－	15	－
トリクロロエチレン	0.3	0.3	0.3	0.03	0.03	0.3	0.03
テトラクロロエチレン	0.1	0.1	0.1	0.01	0.01	0.1	0.01
ベリリウム又はその化合物	－	2.5	2.5	0.25	－	－	－
クロム又はその化合物	－	2	2	0.2	－	2	－
ニッケル又はその化合物	－	1.2	1.2	0.12	－	－	－
バナジウム又はその化合物	－	1.5	1.5	0.15	－	－	－
ジクロロメタン	0.2	0.2	0.2	0.02	0.02	0.2	0.02
四塩化炭素	0.02	0.02	0.02	0.002	0.002	0.02	0.002
1,2-ジクロロエタン	0.04	0.04	0.04	0.004	0.004	0.04	0.004
1,1-ジクロロエチレン	1	1	1	0.1	0.1	1	0.1
1,2-ジクロロエチレン	0.4	0.4	0.4	0.04	0.04	0.4	0.04
1,1,1-トリクロロエタン	3	3	3	1	1	3	1
1,1,2-トリクロロエタン	0.06	0.06	0.06	0.006	0.006	0.06	0.006
1,3-ジクロロプロペン	0.02	0.02	0.02	0.002	0.002	0.02	0.002
チラウム	0.06	0.06	0.06	0.006	0.006	0.06	0.006
シマジン（CAT）	0.03	0.03	0.03	0.003	0.003	0.03	0.003
チオベンカルブ	0.2	0.2	0.2	0.02	0.02	0.2	0.02
ベンゼン	0.1	0.1	0.1	0.01	0.01	0.1	0.01
セレン又はその化合物	0.3	0.1	0.1	0.01	0.01	0.1	0.01
1,4-ジオキサン	0.5	0.5	5	0.05			

注1)　汚泥、燃え殻、ばいじん、鉱さいを含む（燃え殻、ばいじん、鉱さいについては、水銀、カドミウム、鉛、六価クロム、ひ素のみを対象）
注2)　カドミウム、鉛、六価クロム及びひ素については、土壌への吸着の可能性が考慮されている。
注3)　環境基準においては全シアン
注4)　農用地に係るものを除く
注5)　含有量

4.　検定方法の操作フローと留意事項

４．１　検液の作成方法

図 4.1.1　検液の作成方法（重金属等）

【重金属等】		作業の留意点
試料調製及び分取	イ．燃え殻、汚泥又はばいじん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。 ロ．燃え殻、汚泥又はばいじん以外の産業廃棄物のうち、粒径 5mm 以下のものについては有姿、それ以外のものについては有姿のまま採取し、粉砕した後、0.5mm 以上 5mm 以下としたもの。	
溶媒 (純水(JIS K 0557 の示す A3 または A4 の水))	イ．埋立処分を行おうとするもの[海面埋立を除く] 試料と溶媒とを重量体積比 10%の割合で混合し、かつ、その混合液が 500mL 以上となるようにする。 ロ．海面埋立処分を行おうとするもの[処理物（燃え殻、汚泥、鉱さい、ばいじん）、鉱さい] 試料と溶媒とを重量体積比 10%の割合で混合し、かつ、その混合液が 500mL 以上となるようにする。 ハ．海面埋立処分を行おうとするもの[燃え殻、汚泥、ばいじん、処理汚泥(燃え殻、鉱さい、ばいじん)]及び海洋投入処分を行おうとする無機性汚泥 試料に溶媒を加え、その混合液に含まれる固形分の重量体積比が 3%となるようにし、かつ、その混合液が 500mL 以上となるようにする。	・溶液が十分に混合するように、容器の容積は、溶媒の体積の概ね 2 倍とする（参考１） ・振とう操作については溶液が十分に混合されることが重要である（参考２） ・水平振とうにより、廃棄物と溶媒の混合を十分に行う（参考２）
溶出操作	水平振とうする。 《振とう条件》 常温（おおむね 20℃） 常圧（おおむね 1 気圧） 振とう回数：200 回/分 振とう幅：4 ㎝以上 5 ㎝以下 振とう時間：6 時間	
静置		
遠心分離	遠心加速度：3000G 時間：20 分 《遠心加速度の計算式》 $G=1118\times R\times N^2\times 10^{-8}$ G：遠心加速度（G） R：回転半径（cm） N：回転数（rpm）	・固液分離操作は遠心分離操作＋ろ過操作とする。遠心分離装置は最大加速度 3000G 以上が必要(参考３)
ろ過操作	溶出操作により得られた試料液（上澄み）を孔径 1μm のメンブランフィルターを用いてろ過する。	・ろ過操作の再現性のよいメンブランフィルターを用いる。（参考４） ・ろ過速度が遅くなった場合（例えば 1 滴/1 秒）はろ紙を交換する ・溶出操作、ろ液の保管のために使用する容器については対象項目の吸着等がない素材を選ぶこと（参考５） ・ろ液の pH 及び電気伝導率を測定することが望ましい（参考６） ・多項目を測定する場合は、ろ過後に、重金属類では 1%硝酸溶液、六価クロムは無添加、シアンはアルカリ添加により保存する
ろ液		
分析		

図 4.1.2　検液の作成方法（農薬・PCB）

【農薬・PCB】		作業の留意点
試料調製及び分取	イ．燃え殻、汚泥又はばいじん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。 ロ．燃え殻、汚泥又はばいじん以外の産業廃棄物のうち、粒径 5mm 以下のものについては有姿、それ以外のものについては有姿のまま採取し、粉砕した後、0.5mm 以上 5mm 以下としたもの。	（規制対象は汚泥及びその処理物）
溶媒 (純水(JIS K 0557 の示す A3 または A4 の水))	イ．埋立処分を行おうとするもの[海面埋立を除く] 試料と溶媒とを重量体積比 10%の割合で混合し、かつ、その混合液が 500mL 以上となるようにする。 ロ．海面埋立処分を行おうとするもの[処理物（燃え殻、汚泥、鉱さい、ばいじん）、鉱さい] 試料と溶媒とを重量体積比 10%の割合で混合し、かつ、その混合液が 500mL 以上となるようにする。 ハ．海面埋立処分を行おうとするもの[燃え殻、汚泥、ばいじん、処理汚泥(燃え殻、鉱さい、ばいじん)]及び海洋投入処分を行おうとする無機性汚泥] 試料に溶媒を加え、その混合液に含まれる固形分の重量体積比が 3%となるようにし、かつ、その混合液が 500mL 以上となるようにする。	・溶液が十分に混合するように、容器の容積は、溶媒の体積の概ね 2 倍とする（参考１） ・振とう操作については溶液が十分に混合されることが重要である（参考２） ・水平振とうにより、廃棄物と溶媒の混合を十分に行う（参考２）
溶出操作	水平振とうする。 《振とう条件》 常温（おおむね 20℃） 常圧（おおむね 1 気圧） 振とう回数：200 回/分 振とう幅：4 ㎝以上 5 ㎝以下 振とう時間：6 時間	
静置		
遠心分離	遠心加速度：3000G 時間：20 分 《遠心加速度の計算式》 $G = 1118 \times R \times N^2 \times 10^{-8}$ G：遠心加速度（G） R：回転半径（cm） N：回転数（rpm）	・固液分離操作は遠心分離操作＋ろ過操作とする。遠心分離装置は最大加速度 3000G 以上が必要（参考３）
ろ過操作	溶出操作により得られた試料液（上澄み）を孔径 1μm のメンブランフィルターを用いてろ過する。	・ろ過操作の再現性のよいメンブランフィルターを用いる（参考４） ・ろ過速度が遅くなった場（例えば 1 滴/1 秒）はろ紙を交換する
ろ液		・溶出操作、ろ液の保管のために使用する容器については対象項目の吸着等がない素材を選ぶこと（参考５）
分析		

図 4.1.3　検液の作成方法（VOC）

【VOC】		作業の留意点
試料調製及び分取	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のうち、粒径5mm 以下のものにあっては、有姿のまま採取したものとし、それ以外のものにあっては有姿のまま採取したものを粒径がおおむね5mm 以下となる用に粉砕したものとする。	
溶媒 (純水(JIS K 0557 の示す A3 または A4 の水))	イ．埋立処分を行おうとするもの[海面埋立を除く] 試料と溶媒とを重量体積比 10%の割合で混合し、かつ、その混合液が 500mL 以上となるようにする。 ロ．海面埋立処分を行おうとするもの[汚泥を処分するために処理したもの] 試料と溶媒とを重量体積比 10%の割合で混合し、かつ、その混合液が 500mL 以上となるようにする。 ハ. 海面埋立処分を行おうとするもの[汚泥]及び海洋投入処分を行おうとする無機性汚泥] 試料に溶媒を加え、その混合液に含まれる固形分の重量体積比が 3%となるようにし、かつ、その混合液が 500mL 以上となるようにする。	・あらかじめかくはん子を入れた空隙容量既知のねじ口三角フラスコに、試料と溶媒とを重量体積比 10%の割合となるように採り、速やかに密栓する ・空試験は溶媒のみを容器に満たして実施する ・混合液が 500mL 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のヘッドスペースが出来るだけ少なくなるようにする（参考７）
溶出操作	かくはん混合する。 《かくはん条件》 常温（おおむね 20℃） かくはん方法　：マグネチックスターラー かくはん容器　：ねじ口付三角フラスコ（容量 500mL のもの） ヘッドスペース：できるだけ少なく 振とう時間　　：4 時間	
静置		・揮発性有機物質の揮発を抑制するため、ろ過操作は、行なわず、上澄み液を検液とする（参考８）
分取	混合液を正確に　10mL*分取する *: 対象物質が 1,1,2-トリクロロエタンの場合は、40mL とする	・溶出操作、検液の保管のために使用する容器については対象項目の吸着等がない素材を選ぶこと
分析		

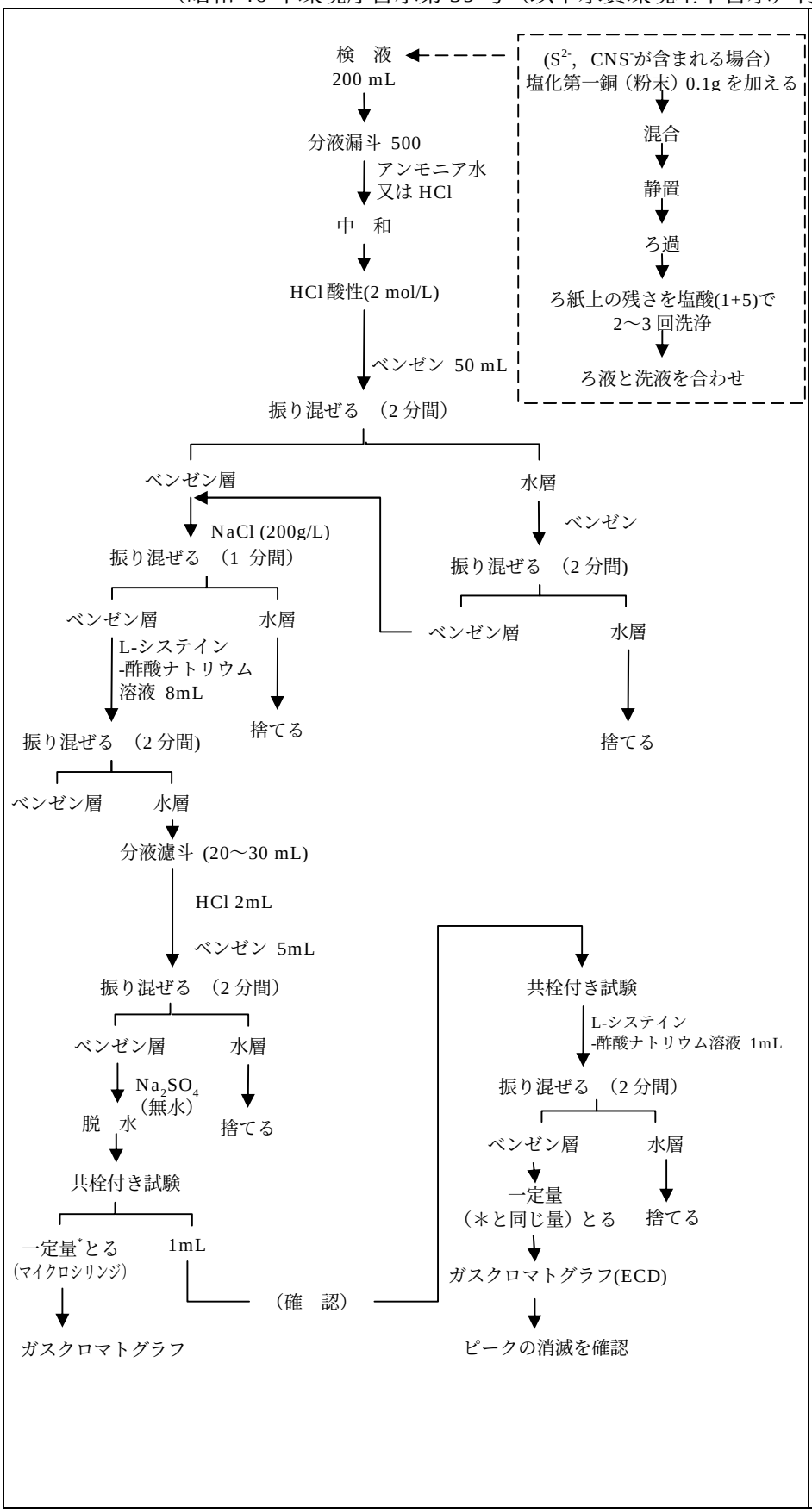
図 4.1.4　検液の作成方法（海洋投入処分に係る廃棄物）

【海洋投入処分に係る有機性汚泥】 （PCB、VOC、農薬類、有機塩素化合物の検定用を除く）	作業の留意点
試料調製及び分取 **溶媒** → (純水(JIS K 0557 の示す A3 または A4 の水)) 海洋投入処分を行おうとする有機性汚泥又は摩砕した動植物残さは、有姿のまま採取した試料を 2mm 以下とし、200g 以上をとり、純水を加えて１L とする。 ↓ **激しく振り混ぜ均一に混合** ↓ **必要量分取分析** 六価クロムを測定する場合は、図 4.1.1 の遠心分離・ろ過操作を行ったものを分析用検液とする	
【海洋投入処分に係る廃酸・廃アルカリ及び家畜糞尿（浮遊性夾雑物を除去したもの）】 **試料調製及び分取** **溶媒** → (純水(JIS K 0557 の示す A3 または A4 の水)) 海洋投入処分を行おうとする廃酸・廃アルカリ及び家畜糞尿は、有姿のまま正確に 200mL 以上をとり、純水を加えて１L とする。 ↓ **激しく振り混ぜ均一に混合** ↓ **必要量分取分析** VOC を測定する際は揮発性が高いので、容器に保存する場合はヘッドスペースを少なくする	

４．２　検定方法

（１）アルキル水銀化合物

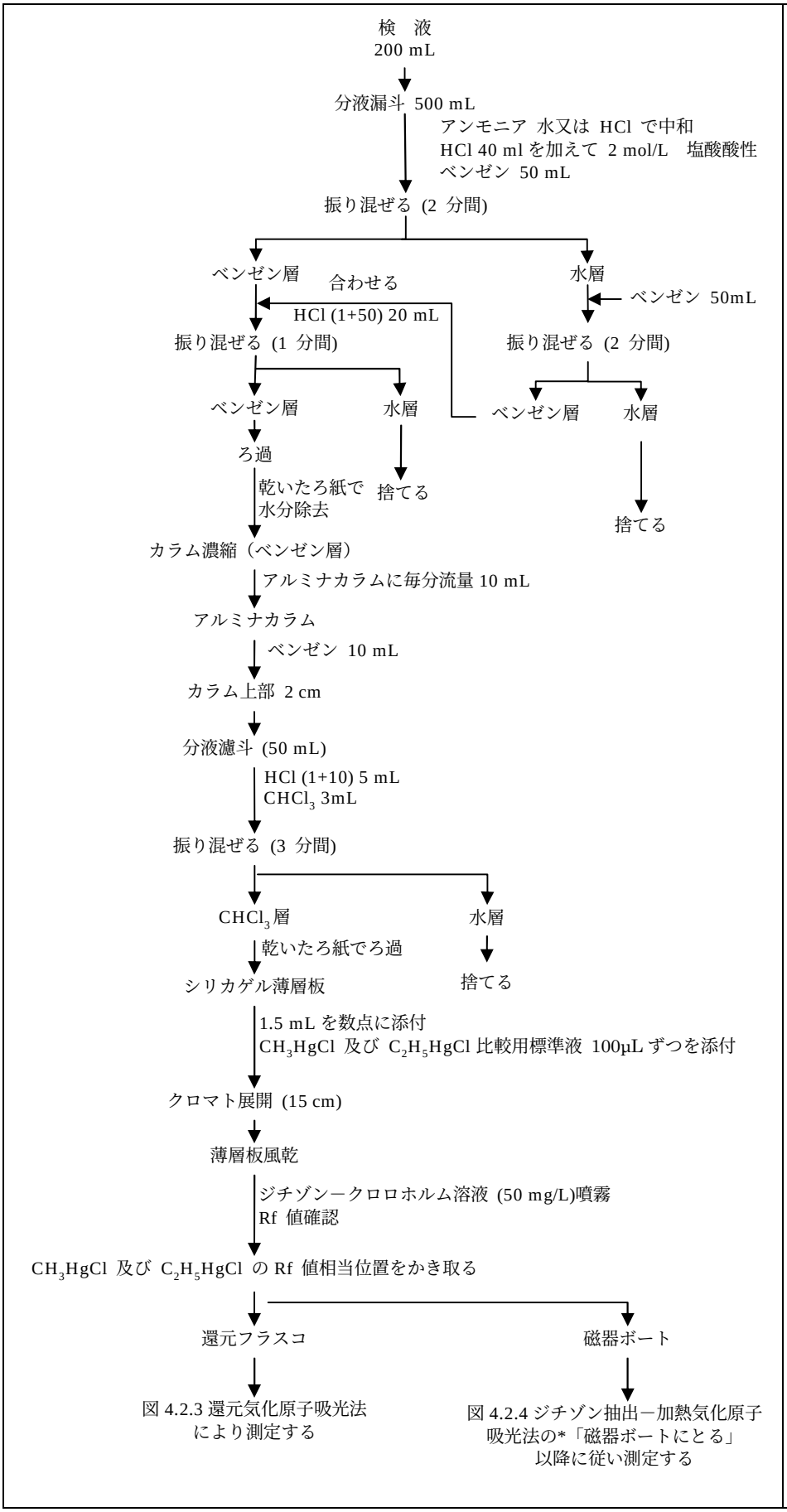
図 4.2.1　アルキル水銀のガスクロマトグラフ法
（昭和 46 年環境庁告示第 59 号（以下水質環境基準告示）付表 2）



作業の留意点

・多量の無機水銀の存在により、ECD 検出器で妨害ピークが生じるため、ベンゼン層を NaCl でよく洗浄する。また、塩酸の残留によりシステインによるアルキル水銀の抽出が不完全になるため、液性が中性になるまで洗浄を繰り返す

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



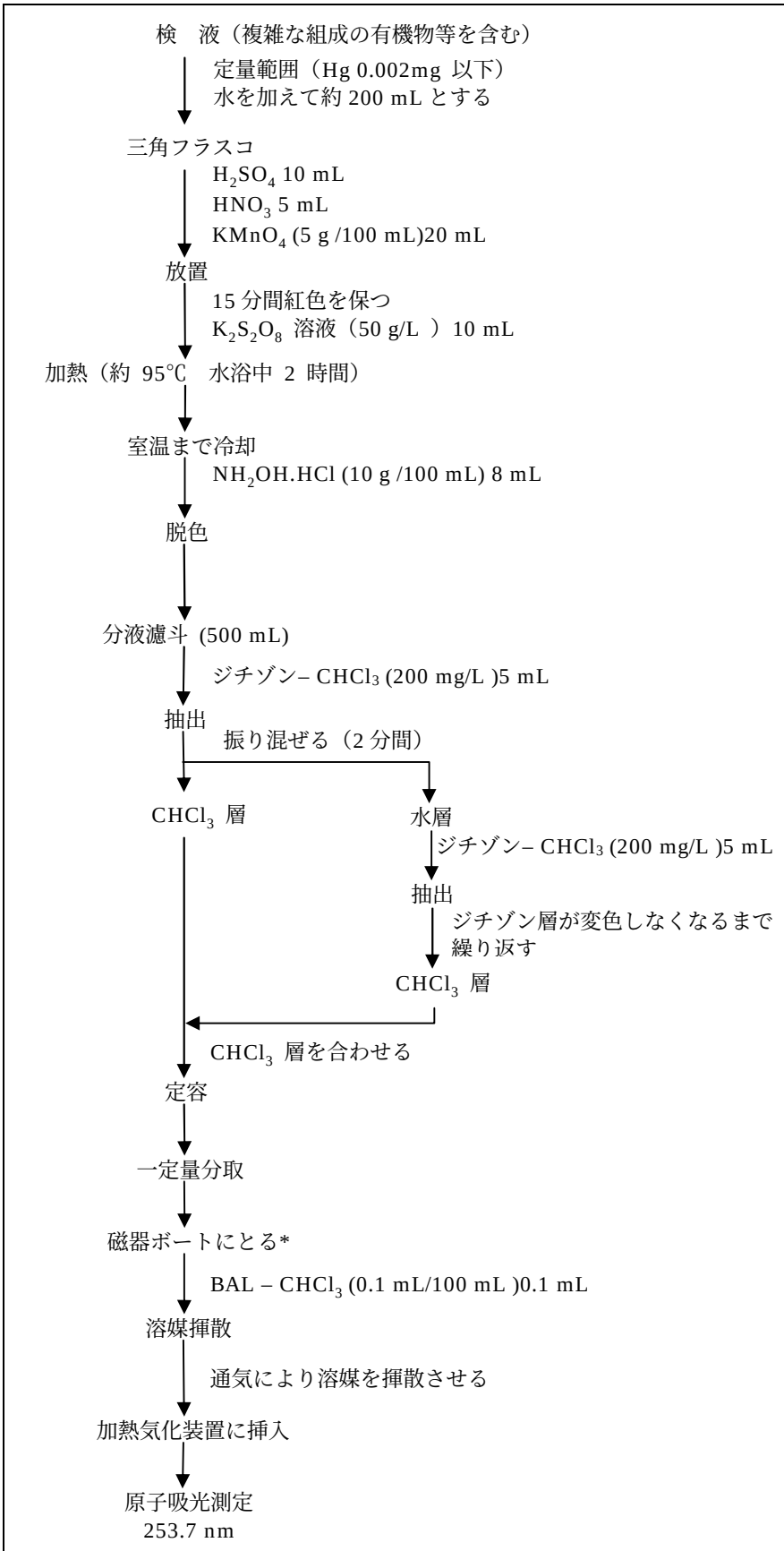
作業の留意点

（２）水銀又はその化合物

図 4.2.3　総水銀の還元気化原子吸光法（水質環境基準告示付表 1）

	作業の留意点
検　液 ↓ 定量範囲（Hg 0.002mg 以下） 水を加えて約 200 mL とする 還元フラスコ （容量 350 mL で 250 mL の位置に刻印のあるもの） ↓ H_2SO_4 10 mL HNO_3 5 mL $KMnO_4$ (5 g /100 mL)20 mL 放置 ↓ 15 分間紅色を保つ $K_2S_2O_8$ 溶液（50 g/L ）10 mL 加熱（約 95℃　水浴中 2 時間） ↓ 室温まで冷却 ↓ $NH_2OH.HCl$ (10 g /100 mL) 8 mL 脱色 ↓ 水を 250 mL の刻印まで加える $SnCl_2$(10 g/100 mL) 10 mL 還元気化装置に連結 （密閉循環型、解放通気型） ↓ 循環ポンプ作動 原子吸光測定 253.7nm	・検液中に Ca が多量に存在する場合、検液の酸化分解過程で硫酸カルシウムの白色沈殿を生じることがある。その場合に突沸する可能性があるので注意深く（加熱温度を急激に高くしない）加熱する ・試料検液中に多量の共存物質が存在するため、還元により原子状水銀の揮発状態が標準液と異なる場合があり、標準添加法が推奨される。また多量の塩素を含む場合は塩素ガス（Cl_2）が妨害するので、塩化スズを添加する前に窒素ガスで通気する ・試薬類は水銀が含まれないものを選ぶ。（ヒドロキシルアミンはジチゾンクロロホルムにて除去が可）

図 4.2.4　総水銀のジチゾン抽出－加熱気化原子吸光法（水質環境基準告示付表 1、備考 1(4)）



作業の留意点

・検液中に Ca が多量に存在する場合、検液の酸化分解過程で硫酸カルシウムの白色沈殿を生じることがある。その場合に突沸する可能性があるので注意深く（加熱温度を急激に高くしない）加熱する

（3）カドミウム又はその化合物

検液の前処理は図 4.2.5(1)～(4)までのいずれかで行う。この前処理法はカドミウム以外に、鉛、銅、亜鉛、ベリリウム、ニッケル、バナジウム等、測定を原子吸光法、ICP 発光分光分析法、ICP 質量分析法で行う場合に適用する。

図 4.2.5(1)　検液の前処理（塩酸又は硝酸酸性で煮沸する方法（JIS K 0102 5.1））

	作業の留意点
検　液 ↓ HCl または HNO_3 検液 100 mL につき 5 mL 煮沸（10 分間） ↓ 放冷・定容 原子吸光法および ICP 発光分析法に供する場合は塩酸又は硝酸の 0.1～1mol 溶液に調整。 ICP 質量分析法には 0.1～0.5 mol とする。	・有機物が少ない場合に適用

図 4.2.5(2)　検液の前処理（塩酸又は硝酸による分解法（JIS K 0102 5.2））

	作業の留意点
検　液 ↓ HCl または HNO_3 検液 100 mL につき 5 mL 加熱濃縮（15 mL になるまで） ↓ HCl または HNO_3 5 mL 加熱濃縮（約 5 mL になるまで） ↓ 温水 15 mL 可溶成分の溶解 不溶解物ろ過（ろ紙 5 種 B） ↓ 水で洗浄 酸の濃度を調整 定　容	・検液中の有機物がある場合に適用 ・検液中に塩類が多い場合には加熱濃縮操作で突沸の可能性があるので注意

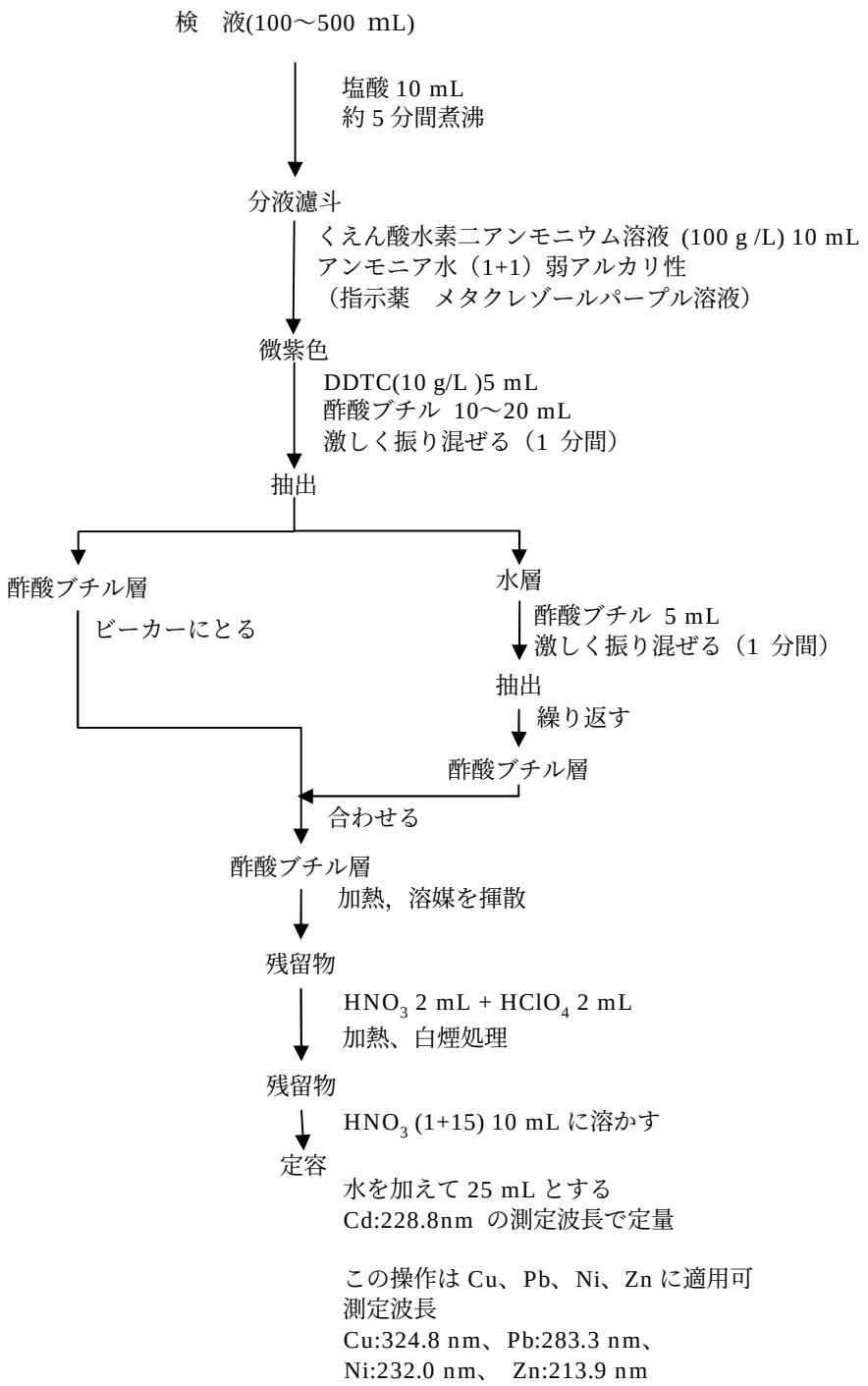
図 4.2.5(3)　検液の前処理（硝酸と過塩素酸とによる分解法（JIS K 0102 5.3））

	作業の留意点
検　液 ↓ HNO_3 10 mL 加熱濃縮（約 10 mL になるまで） ↓ HNO_3 5 mL $HClO_4$ (60%) 10 mL 加熱・ $HClO_4$ 白煙発生 ↓ 冷却（結晶塩状） ↓ 温水 50 mL 可溶成分の加熱溶解 不溶解物ろ過（ろ紙 5 種 B） ↓ 水で洗浄 酸の濃度を調整 定　容	・検液中の有機物が多い場合に適用 ・検液中に塩類が多い場合は濃縮すると塩が析出し突沸する可能性があるので、突沸のない状態で加熱し分解を終了させる

図 4.2.5(4)　検液の前処理（硝酸と硫酸とによる分解法（JIS K 0102 5.4））

	作業の留意点
検　液 ↓ HNO_3 5～10 mL 加熱濃縮（約 10 mL になるまで） ↓ HNO_3 5 mL ↓ H_2SO_4 (1 + 1) 10 mL 加熱・ H_2SO_4 白煙発生 ↓ 有機物の残留が有る場合 HNO_3 追加 冷却 ↓ 水約 50 mL ↓ 可溶成分の加熱溶解 不溶解物ろ過（ろ紙 5 種 B） ↓ 水で洗浄 ↓ 酸の濃度を調整 定　容	・検液中に有機物が多い場合に適用 ・検液中に Ca が多量に存在する場合、検液の酸化分解過程で硫酸カルシウムの白色沈殿を生じることがある。その場合に突沸する可能性があるので注意深く（加熱温度を急激に高くしない）分解を終了する

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



作業の留意点

・試料検液に共存物質が多い場合は、マスキング剤のクエン酸二アンモニウム、及びキレート剤の DDTC の添加量を増やす。キレート剤を増やした場合、溶媒層を除いた水層に更にキレート剤を添加し、着色あるいは沈殿が生じなくなるまでキレート－溶媒抽出を繰り返す

・抽出した酢酸ブチル層を酢酸ブチルで定容とし、直接原子吸光装置に導入することも可能である（JIS K0102 52.2 備考 4 注)。その際、原子吸光装置への導入はすべて酢酸ブチルで行う。その際、酢酸ブチルは水で振とうさせた水飽和酢酸ブチルを用いる。また検量線は標準液を酢酸ブチルで抽出したものとする

・抽出溶媒として、酢酸ブチルの替わりに MIBK 又は DIBK を用いてもよい
・キレート剤として DDTC の替わりに APDC を用いてもよい
（ISO8288 との整合）

・共存物質によるスペクトル干渉に注意。（鉄の干渉がある。228.8nm の測定波長は As が多量に共存する場合干渉あり）

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

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） 電気加熱原子吸光分析 波長：228.8 nm マトリックスモディファイヤーとして硝酸パラジウムを添加 乾燥温度 100～120℃、灰化温度 500～800℃，原子化温度 1600～2200℃） 標準添加法により定量	･共存物質によるスペクトル干渉に注意（鉄の干渉がある。228.8nm の測定波長は As が多量に共存する場合干渉あり） ･乾燥時の突沸が起こらないよう注意

図 4.2.8　カドミウムの ICP 発光分光分析法（JIS K0102 52.4 銅の項）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 発光分光分析 波長：214.438 nm 低濃度の場合は、キレートーキシレン抽出（JIS K0102 52.4 の備考 7）による 内標準法（Y）を用いてもよい	・プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

図 4.2.9　カドミウムの ICP 質量分析法（JIS K0102 52.5 銅の項）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量：111、114 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量	・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Cd の測定質量に近い Y 又は In が適切 ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

（4）鉛又はその化合物

図 4.2.10　鉛のフレーム原子吸光法（JIS K0102 54.1）

	作業の留意点
準備操作（溶媒抽出操作）はカドミウムに同じ 測定波長：Pb:283.3nm	

図 4.2.11　鉛の電気加熱原子吸光法（JIS K0102 54.2）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） 電気加熱原子吸光分析 波長：283.3 nm マトリックスモディファイヤーとして硝酸パラジウムを添加 乾燥温度 100～120℃、灰化温度 500～800℃，原子化温度 1800～2500℃） 標準添加法により定量	・乾燥時の突沸が起こらないよう注意

図 4.2.12　鉛の ICP 発光分光分析法（JIS K0102 52.4 銅の項）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 発光分光分析 波長：220.351 nm 低濃度の場合は、キレートーキシレン抽出（JIS K0102 52.4 の備考 7）による 内標準法（Y）を用いてもよい	・スペクトル干渉がないことを確認 ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・内標準元素が検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

図 4.2.13　鉛の ICP 質量分析法（JIS K0102 52.5 銅の項）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量：208、206、207 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量	・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Pb の測定質量に近い Bi が適切 ・内標準元素が検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

（5）有機りん化合物

図 4.2.14(1)　パラチオン，メチルパラチオン，EPN，メチルジメトンの抽出方法
（排水基準告示付表 1）

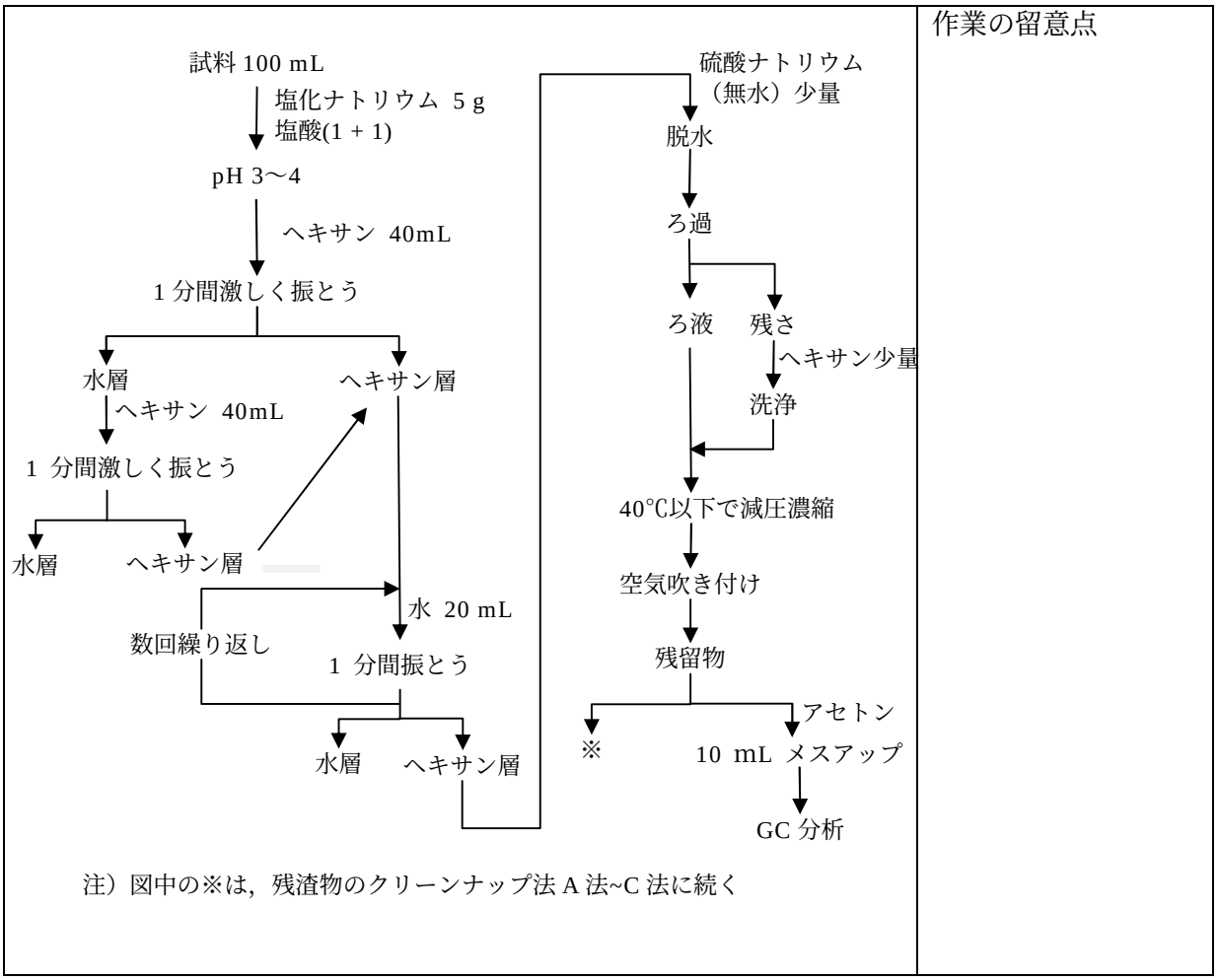


図 4.2.14(2)　パラチオン，メチルパラチオン，EPN，メチルジメトンのクリーンナップ法（A 法、二酸化けい素，精製けい藻土カラムクロマトグラフィー）（排水基準告示付表 1）

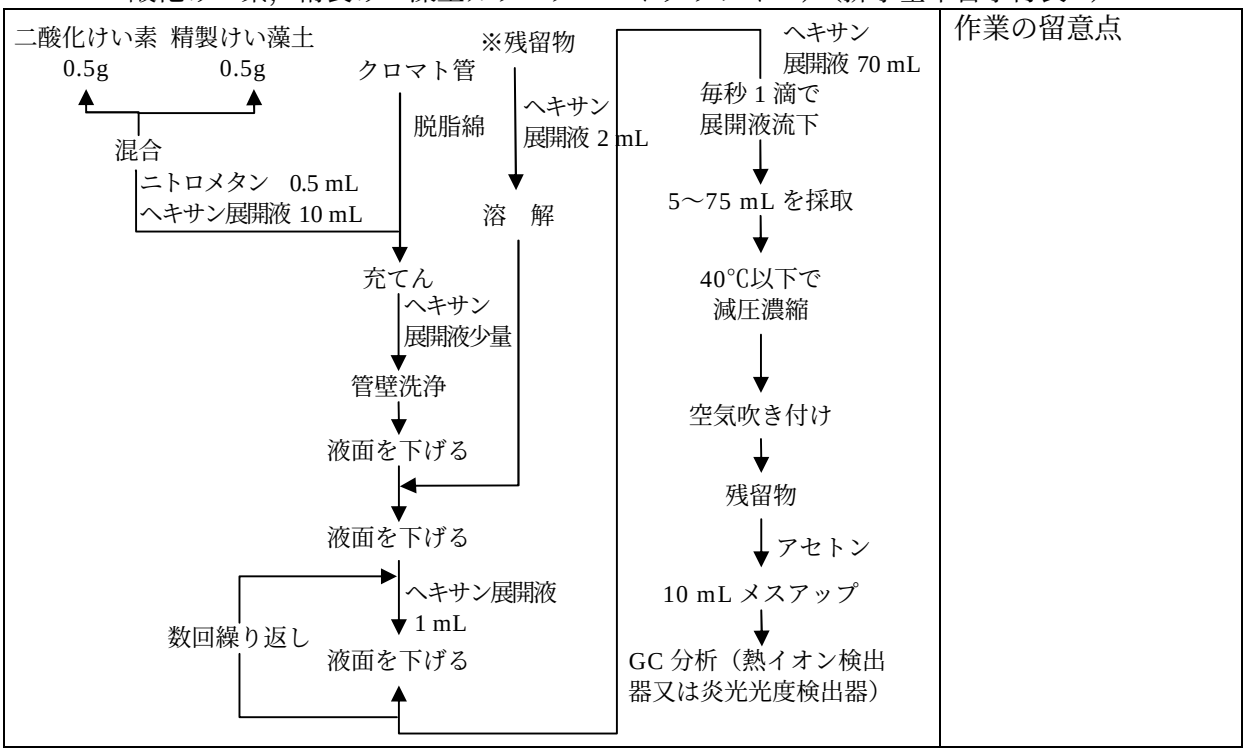


図 4.2.14(3)　パラチオン，メチルパラチオン，EPN，メチルジメトンのクリーンナップ法（B 法、フロリジルカラムクロマトグラフィー）（排水基準告示付表 1）

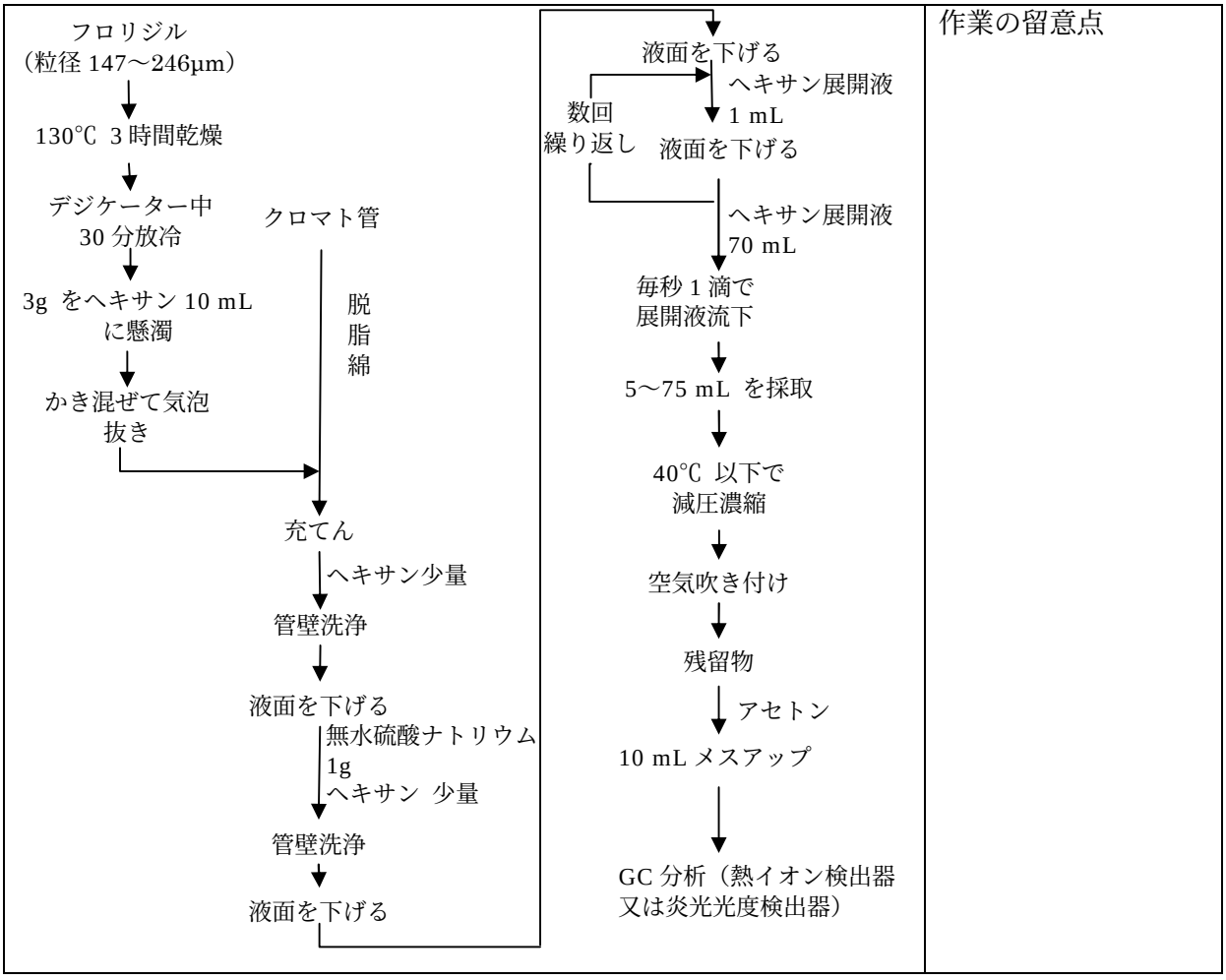


図 4.2.14(4)　パラチオン，メチルパラチオン，EPN，メチルジメトンのクリーンナップ法
（C 法、薄層クロマトグラフ分離法）（排水基準告示付表 1）

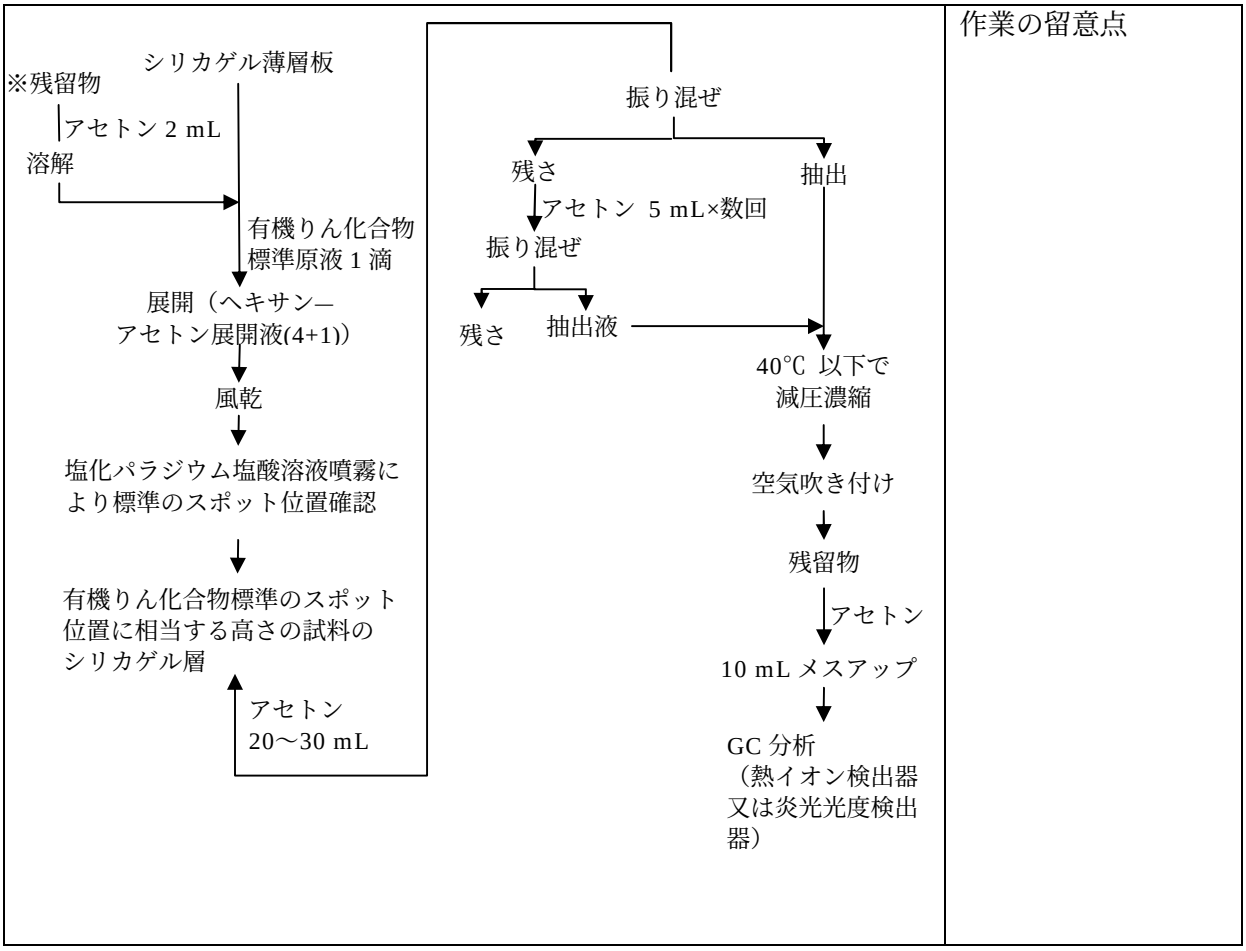


図 4.2.15　メチルジメトンの分析方法（排水基準告示付表 2）

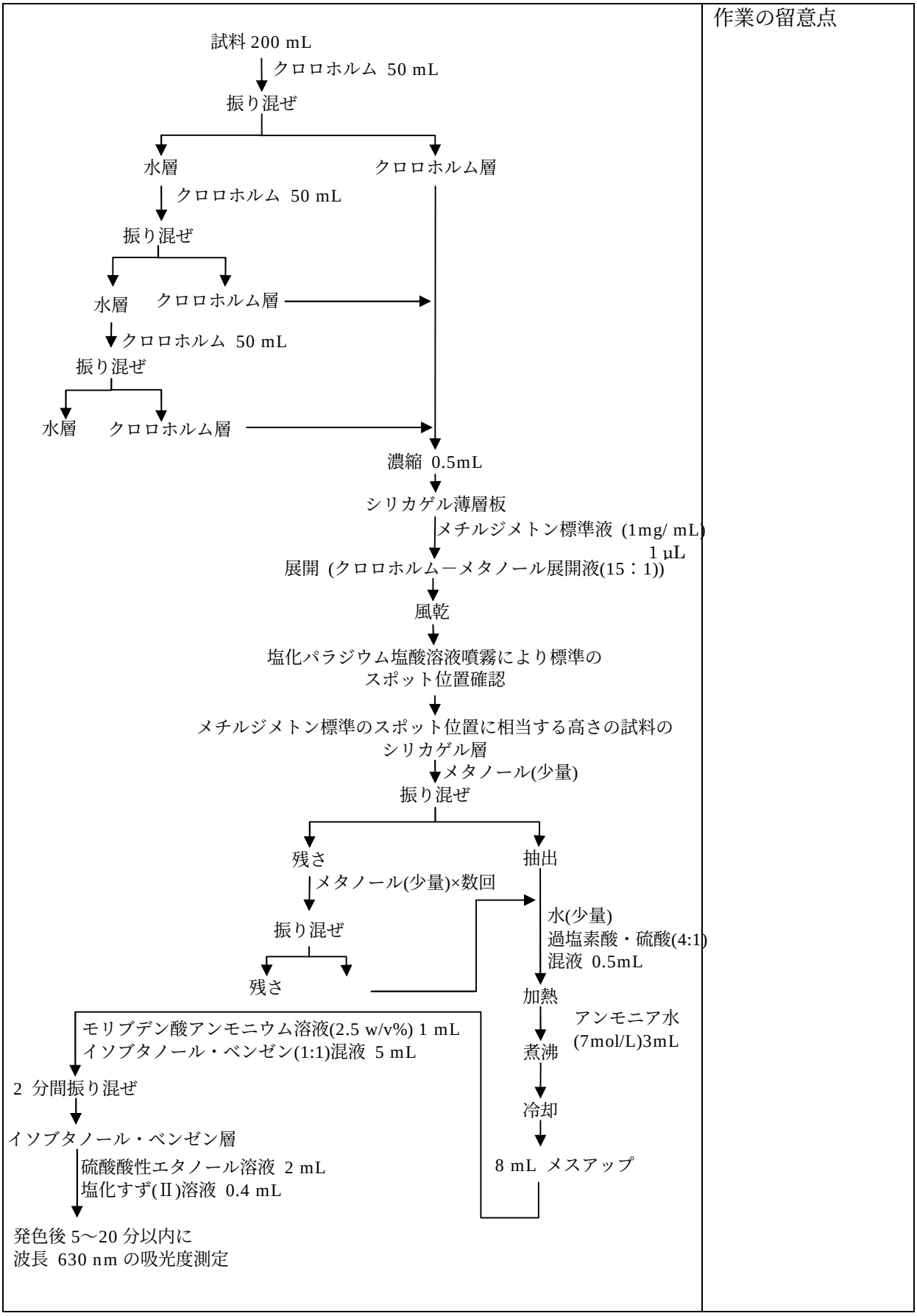


図 4.2.16(1)　パラチオン，メチルパラチオン，EPN の抽出方法とクリーンナップ法
（JIS K 0102 31.1.1）

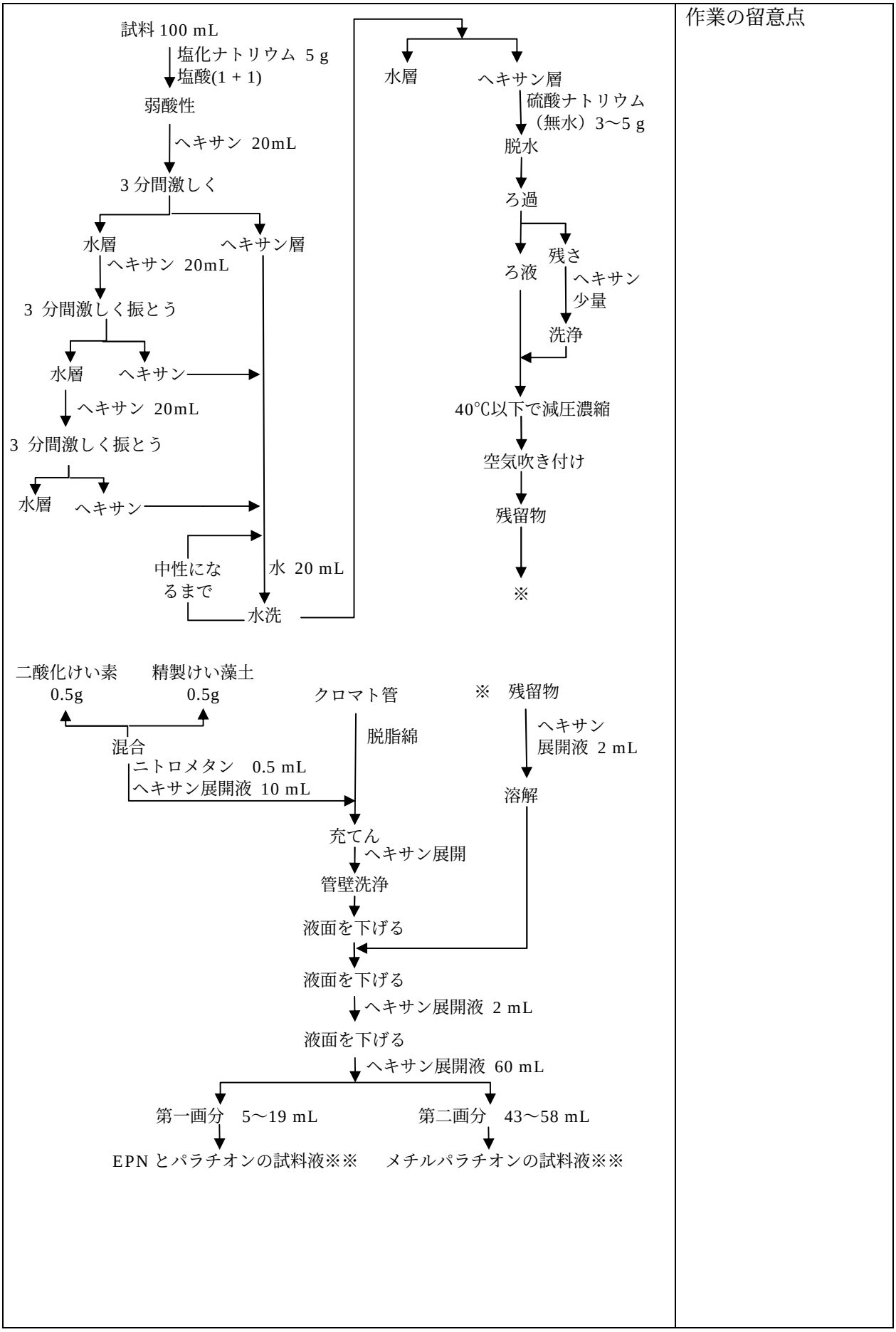
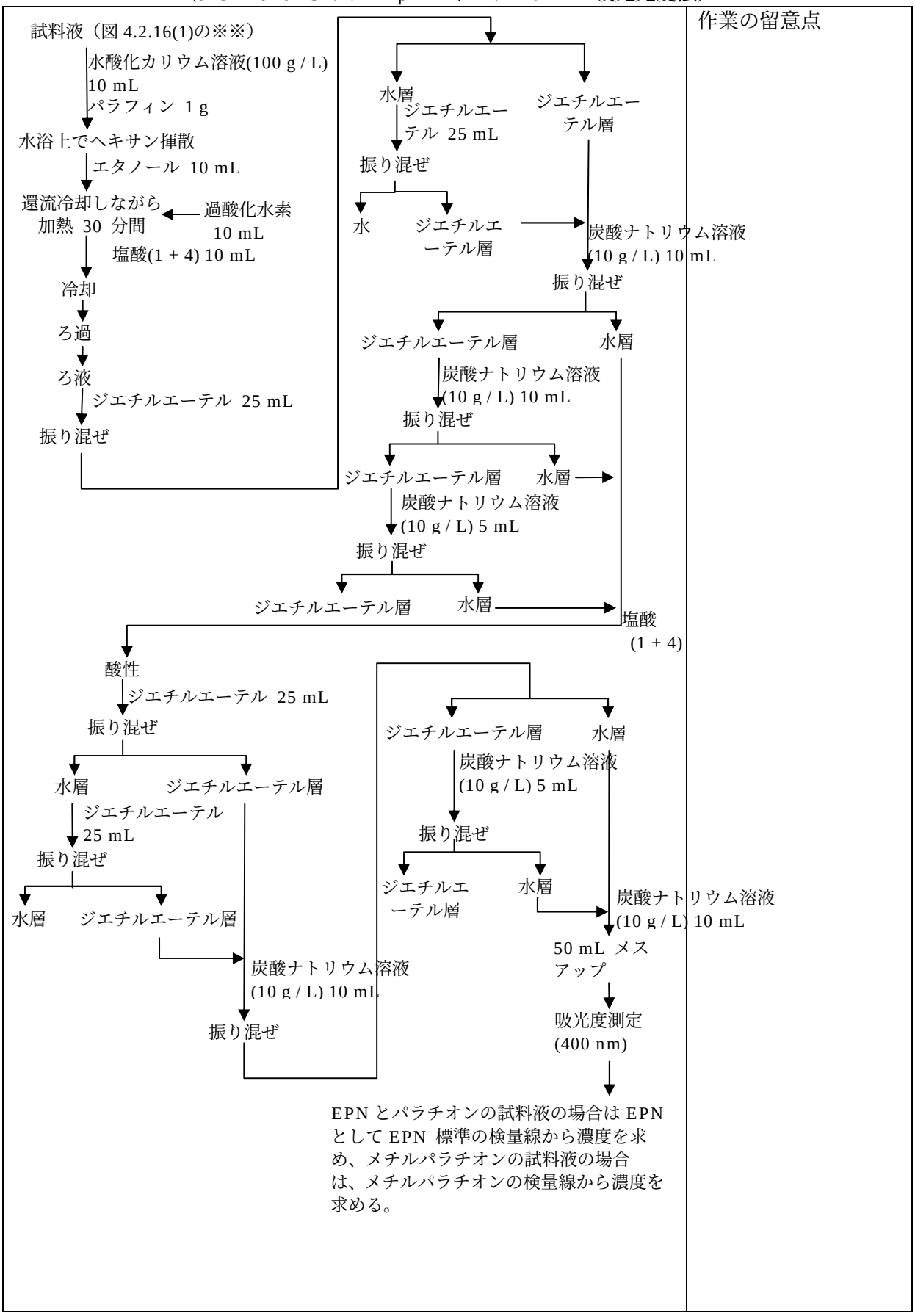


図 4.2.16(2)　パラチオン，メチルパラチオン，EPN の吸光光度法(1)
（JIS K 0102 31.1.3 アベレルーノリス法（ナフチルエチレンジアミン吸光光度法））

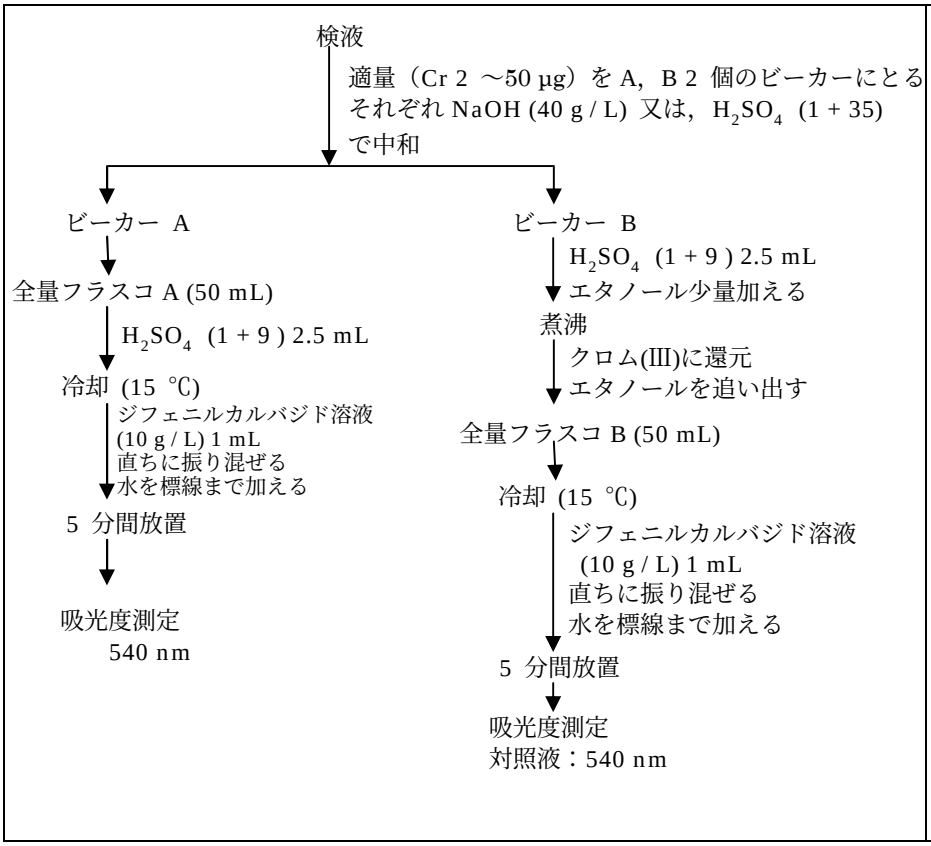
	作業の留意点
試料液（図 4.2.16(1)の※※） ↓ エタノール 5 mL 塩酸(1 + 1) 2 mL 水 8 mL 亜鉛粉末 0.5 g ヘキサン展開液 15 mL ↓ 水浴上でヘキサンを揮散 ↓ エタノール 10 mL パラフィン 0.5 g ↓ 還流冷却しながら煮沸 5 分間 ↓ 放冷 ↓ ろ過 ↓ ろ液 ↓ 塩酸(1 + 1) 1 mL 亜硝酸ナトリウム溶液 (2.5 g / L) 1 mL 振り混ぜ ↓ 10 分間放置 ↓ アミド硫酸アンモニウム溶液 (50 g / L) 1 mL 振り混ぜ ↓ 10 分間放置 ↓ 二塩化 N－1－ナフチルエチレン ジアンモニウム溶液(10 g / L) 2 mL 水 50 mL メスアップ ↓ 振り混ぜ ↓ 20 分間放置 ↓ 吸光度測定(555 nm) ↓ EPN とパラチオンの試料液の場合は EPN として EPN 標準の検量線から濃度を求め、メチルパラチオンの試料液の場合は、メチルパラチオンの検量線から濃度を求める。	

図 4.2.16(3)　パラチオン，メチルパラチオン，EPN の吸光光度法(2)
（JIS K 0102 31.1.4　p－ニトロフェノール吸光光度法）



（6）六価クロム化合物

図 4.2.17　六価クロムの吸光光度法（JIS K0102 65.2.1 ジフェニルカルバジド吸光光度法）



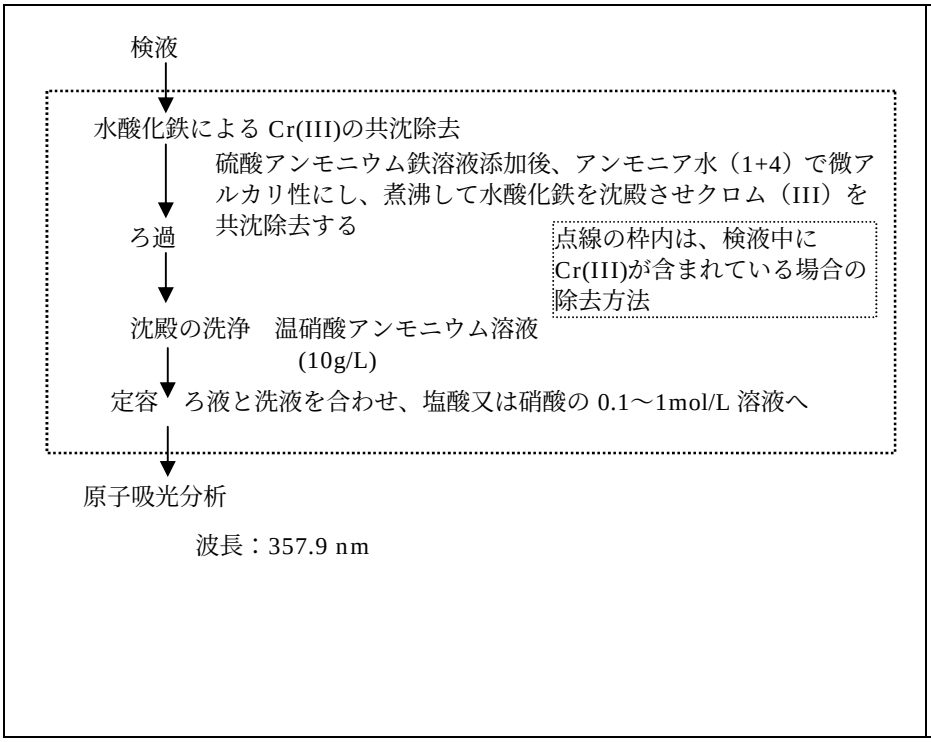
作業の留意点

・検液に濁りや着色がある場合は適用できない

・廃棄物中に酸化性物質が存在する場合は、中性にした試料に亜硫酸塩を添加して還元する

・JISK0102　65.1.2 の備考 5 に規定する、トリオクチルアミン－酢酸ブチル抽出－原子吸光法等で測定することが可能

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



作業の留意点

・Cr(III)が含まれている場合の除去法として、鉄以外に、硫酸アルミニウムを添加し pH9.0 で共沈させることもできる

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

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ Cr(III)が含まれている場合は図 4.2.18 の除去法による 電気加熱原子吸光分析 波長：357.9 nm 乾燥温度 100～120℃、灰化温度 500～600℃，原子化温度 2400～2900℃） 標準添加法により定量	・乾燥時の突沸が起こらないよう注意

図 4.2.20　六価クロムの ICP 発光分光分析法（JIS K0102 65.2.4）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ Cr(III)が含まれている場合は図 4.2.18 の除去法による ICP 発光分光分析 波長：206.149 nm 内標準法（Y）を用いてもよい	・スペクトル干渉がないことを確認 ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内部標準法による ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

図 4.2.21　六価クロムの ICP 質量分析法（JIS K0102 65.2.5）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ Cr(III)が含まれている場合は図 4.2.18 の除去法による ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量： 53、52、50 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量	・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Cr の測定質量に近い Y が適切 ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

（7）ひ素又はその化合物

図 4.2.22　ひ素の吸光光度法　（JIS K 0102 61.1 ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法）

	作業の留意点
検液採取　検液の適量（As として 0.002～0.01 mg を含む） ↓ 硫酸 3 mL 硝酸 5 mL ↓ 加熱分解　硫酸白煙発生まで ↓ 放冷 ↓ 少量の水を加えて溶解し，水素化ひ素発生びんに洗い移し， 液量を約 40mL とする ↓ 移し入れ　水素化ひ素発生びん ↓ 塩酸(1 + 1) 2 mL よう化カリウム (200 g / L) 15 mL 塩化すず(Ⅱ)溶液 5 mL ↓ 振り混ぜ ↓ 放置　10 分間 ↓ 装置組み立て ↓ 水素化ひ素吸収管：ジエチルジチオカルバミド酸銀溶液 5 mL 亜鉛　約 3g ↓ 加温　水素化ひ素発生びんを約 25 ℃ 水浴中に，約 1 時間 ↓ クロロホルムを加えて正確に 5 mL ↓ 吸光度測定 510 nm ↓ 定量　検量線法	・検液中に塩類が多い場合、あるいは Ca が多く硫酸添加により硫酸カルシウムの沈殿が生成する場合は、沈殿が生じるので突沸が起きないように加熱濃縮・酸化分解は突沸が起こらないよう注意する。分解後の溶液に硝酸が残ると水素化物発生操作で妨害するので、硫酸白煙がでるまで加熱する。（参考９） ・よう化カリウムによる As(V)→As(III)の予備還元を十分に行う必要がある ・分析精度を担保するため、複数回の測定が望ましい

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

試料　20 mL

↓ 硫酸（1+1）　1 mL
硝酸　2 mL
過マンガン酸カリウム（3 g/L）適量

硫酸白煙が発生するまで、ホットプレート錠で加熱分解・濃縮

↓

放冷

↓ 蒸留水　10mL
塩酸(1+1) 3 mL
ヨウ化カリウム（200 g/L）2 mL

30 分　放置

↓ 蒸留水を加えて 20 mL にメスアップする

水素化ひ素発生装置内に試料溶液を導入

↓ 1 mol/L 塩酸
1%ﾃﾄﾗﾋﾄﾞﾛほう酸ﾅﾄﾘｳﾑ溶液
（ﾃﾄﾗﾋﾄﾞﾛほう酸ﾅﾄﾘｳﾑ　5.0 g を 0.1 mol/L NaOH 溶液 500mL に溶かしたもの）

水素化ひ素（AsH_3）発生

↓

原子吸光装置
水素アルゴンフレーム
測定波長　：193.7 nm

（水素物発生－原子吸光測定装置（連続式））

作業の留意点

・検液中に塩類が多い場合、あるいはCaが多く硫酸添加により硫酸カルシウムの沈殿が生成する場合は、沈殿が生じるので突沸が起きないように加熱濃縮･酸化分解は突沸が起こらないよう注意する。分解後の溶液に硝酸が残ると水素化物発生操作で妨害するので、硫酸白煙がでるまで加熱する（参考９）

･有機物が多い場合には、過塩素酸 3mL を追加して分解してもよい。ただし、爆発を防ぐため硝酸共存の状態とする(JISK0102 61.2 注)

･よう化カリウムによる As(V)→As(III)の予備還元を十分に行う必要がある

･装置によって、塩酸及びテトラヒドロほう酸 Na の濃度は異なる

･テトラヒドロホウ酸ナトリウムによる水素化ひ素発生では、他の水素化物を生成する元素群（Pb、Sn、Sb 等）を多く含む場合に妨害する。標準添加法が推奨される

･水素化物発生装置はバッチ式も可

・分析精度を担保するため、複数回の定量が望ましい

・AsH_3 の原子化は水素アルゴンフレーム以外に加熱石英セルも可能

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

試料　20 mL

↓ 硫酸（1+1）　1 mL
硝酸　2 mL
過マンガン酸カリウム（3 g/L）適量

硫酸白煙が発生するまで、ホットプレート上で加熱分解・濃縮

↓

放冷

↓ 蒸留水　10 mL
塩酸(1+1) 3 mL
ヨウ化カリウム（200 g/L）2 mL

30 分　放置

↓ 蒸留水を加えて 20 mL にメスアップする

水素化物発生ＩＣＰ発光分光測定装置（連続式）

水素化ひ素発生装置内に試料溶液を導入

↓ 1 mol/L 塩酸
1%ﾃﾄﾗﾋﾄﾞﾛほう酸ﾅﾄﾘｳﾑ溶液
（ﾃﾄﾗﾋﾄﾞﾛほう酸ﾅﾄﾘｳﾑ　5.0 g を 0.1 mol/L NaOH 溶液　500mL に溶かしたもの）

水素化ひ素（AsH_3）発生

↓

ICP 発光分光装置　測定

測定波長　：193.696 nm

作業の留意点

・検液中に塩類が多い場合、あるいはCaが多く硫酸添加により硫酸カルシウムの沈殿が生成する場合は、沈殿が生じるので突沸が起きないように加熱濃縮･酸化分解は突沸が起こらないよう注意する。分解後の溶液に硝酸が残ると水素化物発生操作で妨害するので、硫酸白煙がでるまで加熱する（参考９）

・よう化カリウムによる As(V)→As(III)の予備還元を十分に行う必要がある

･装置によって、塩酸及びテトラヒドロほう酸 Na の濃度は異なる

･テトラヒドロホウ酸ナトリウムによる水素化ひ素発生では、他の水素化物を生成する元素群（Pb、Sn、Sb 等）を多く含む場合に妨害する。標準添加法が推奨される。

･水素化ひ素の発生と共に発生する水素はアルゴンプラズマを不安定にするので注意

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

	作業の留意点
試料　20mL ↓ 硝酸 2mL テフロンビーカーを使用、ホットプレートで加熱 2 mL 程度まで加熱分解・濃縮 ↓ 有機物が多い場合は、分解できるまで硝酸を加え、時計皿を使用する 放冷 ↓ 1%硝酸で 20 mL～100 mL にメスアップ ↓ ICP 質量分析装置　測定 質量数　　：75 内標準元素　：71 Ga	・検液中に塩類が多い場合は加熱分解濃縮操作で塩の析出が起こることがある。突沸が起きないように加熱濃縮・酸化分解を行う（参考９） ・ICP 質量分析において、内標準元素の選定については溶液中に高濃度で含まれない元素を選択する ・As(75)のスペクトルは CaCl や ArCl のスペクトル干渉を受ける。JISK0102 61.4 の備考 11 は、磁場型二重収束型やコリジョン・リアクションガスの装置の適用が記載されている ・検液には Cl や Ca 等の共存物質を多く含むことがあり、スペクトル干渉除去が確実にできていることを確認した装置及び測定条件で測定する（参考１０） （JIS K 0133 高周波プラズマ質量分析通則参照）

図 4.2.26　ひ素の ICP 発光分光分析法（参考法）

試料　50 mL

↓ 硝酸 5 mL

テフロンビーカーを使用、ホットプレートで加熱
2.5 mL 程度まで加熱分解・濃縮

↓ （有機物が多い場合は、分解できるまで硝酸を加え、時計皿を使用する）

放冷

↓

3%硝酸で 50 mL にメスアップ

↓

ICP 発光分光分析装置　測定

測定波長　：188.980 nm、193.696 nm
測定方法　：標準添加法

作業の留意点

・JISK0102 では水素化物発生を用いない直接 ICP 発光分析法は As には適用されていない。廃棄物試料では水素化物発生を妨害する共存物質が多く、標準添加法により定量する必要がある

・JISK0102 61.2 備考 5 には、「未知試料で共存物質が多く干渉が大きい場合は水素化物発生法が適用できない」ことが記載されている。廃棄物試料ではこれに該当する可能性がある。水素化物法が適用できない場合、かつ ICP 質量分析装置を装備していない機関もあることから、ICP 発光分光分析法を参考法として記載する

・前処理法は図 4.2.5(1)~(4) のいずれかを用いてもよい

・ICP 発光分光分析装置によっては感度が十分に得られないことがある（概ね 0.1mg/L を目標、基準値を超えるかどうかの判断は可能）

（8）シアン化合物

図 4.2.27　シアンの吸光光度法（JIS K0102 38.1.2,38.2,38.3）

	作業の留意点
規格 38.1.2　全シアン(pH 2 以下で発生するシアン) 規格 38.2　ピリジン－ピラゾロン吸光光度法 規格 38.3　4 -ピリジンカルボン酸－ピラゾロン吸光光度法 試料　50 mL 蒸留フラスコ ↓ 沸騰石（粒径 2～3 nm）約 10 個 水　全液量約 250 mL フェノールフタレイン溶液 りん酸滴下 ↓ 中和　紅色が消えるまで ↓ アミド硫酸アンモニウム溶液 (100 g / L) 1 mL ↓ 蒸留器接続　受器に水酸化ナトリウム 溶液 (20 g / L) 20 mL ↓ りん酸 10 mL EDTA 溶液 (10 g / 100 mL ，水酸化ナトリウム 微アルカリ溶液)　10 mL 5 分間放置 ↓ 加熱蒸留 ↓ 定容　全量フラスコ 100 mL (ピリジン－ピラロゾロン吸光光度法) ↓ 溶液 10mL を全量フラスコ 50mL に分取 ↓ フェノールフタレイン溶液 酢酸(1 + 8)滴下　(約 1 mL) ↓ 中和 ↓ りん酸塩緩衝液(pH 6.8) 10 mL クロラミン T 溶液(10g/L) 0.25 mL ↓ 放置　5 分間　（密栓して） ↓ ピリジン－ピラゾロン 溶液 15mL ↓ 定容 ↓ 放置　25℃±2℃　約 30 分 ↓ 吸光度測定 波長 620 nm 付近 (4－ピリジンカルボン酸－ピラロゾロン吸光光度法) ↓ 溶液 10 mL を全量フラスコ 50 mL に分取 ↓ フェノールフタレイン溶液 酢酸(1 + 8)滴下　(約 1 mL) ↓ 中和 ↓ りん酸塩緩衝液(pH 7.2) 10 mL クロラミン T(10g/L)溶液 0.5 mL ↓ 放置　25℃±2℃ 5 分間（密栓して） ↓ 4-ピリジンカルボン酸－ピラゾロン溶液 10mL ↓ 定容 ↓ 放置　25℃±2℃　約 30 分 ↓ 吸光光度測定 波長 638 nm 付近	

（9）ＰＣＢ

図 4.2.28(1)　PCB の分析方法概略

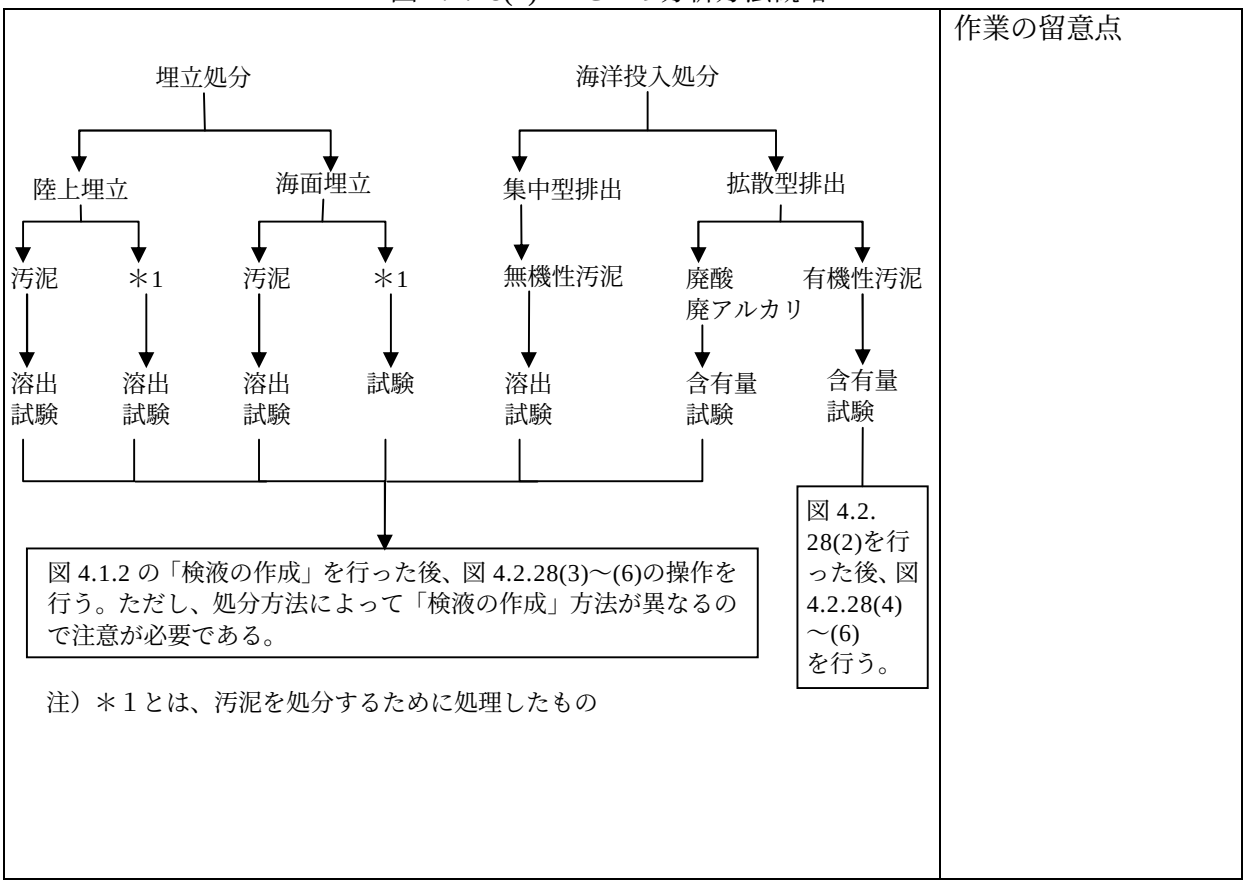
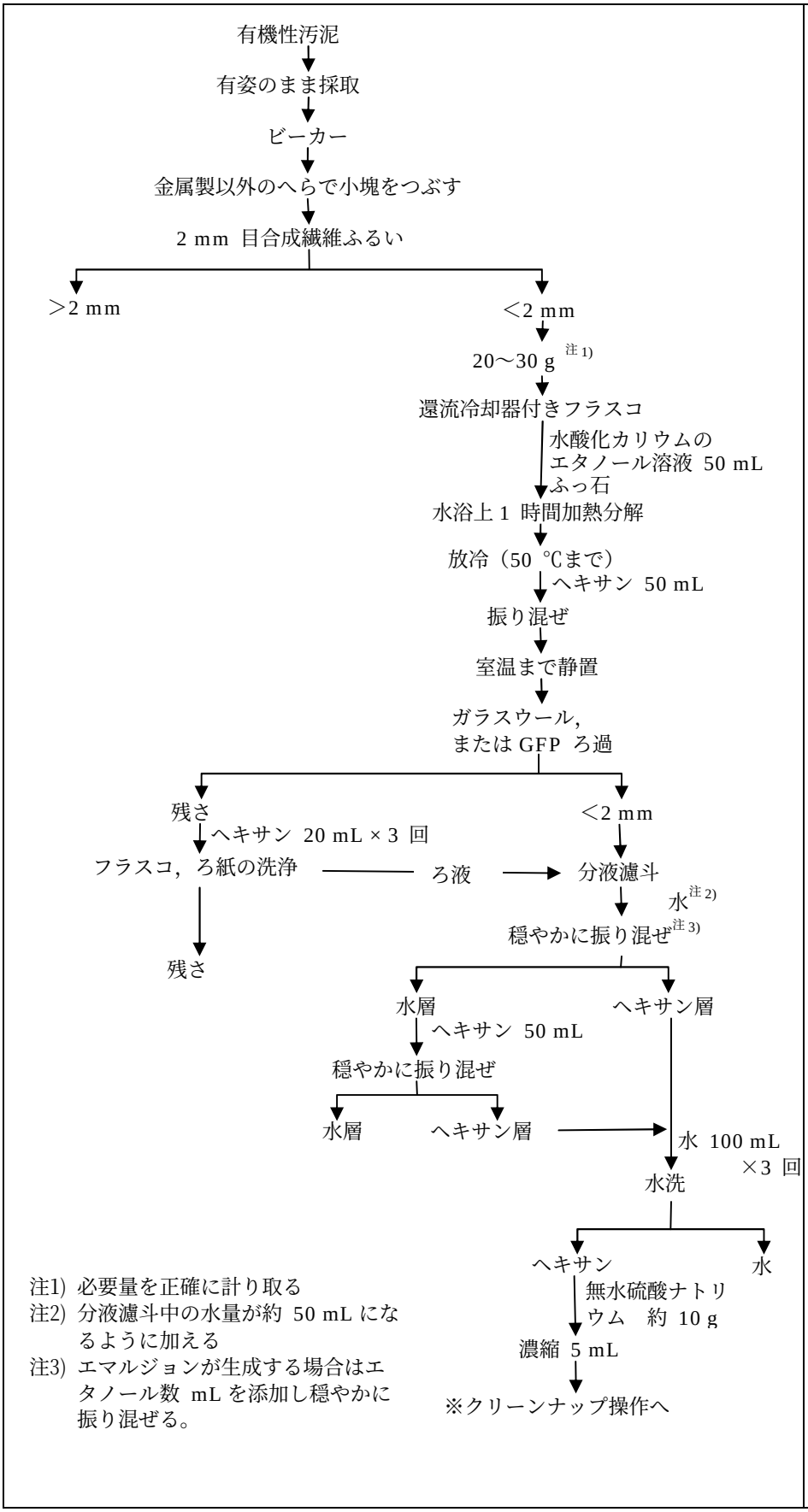
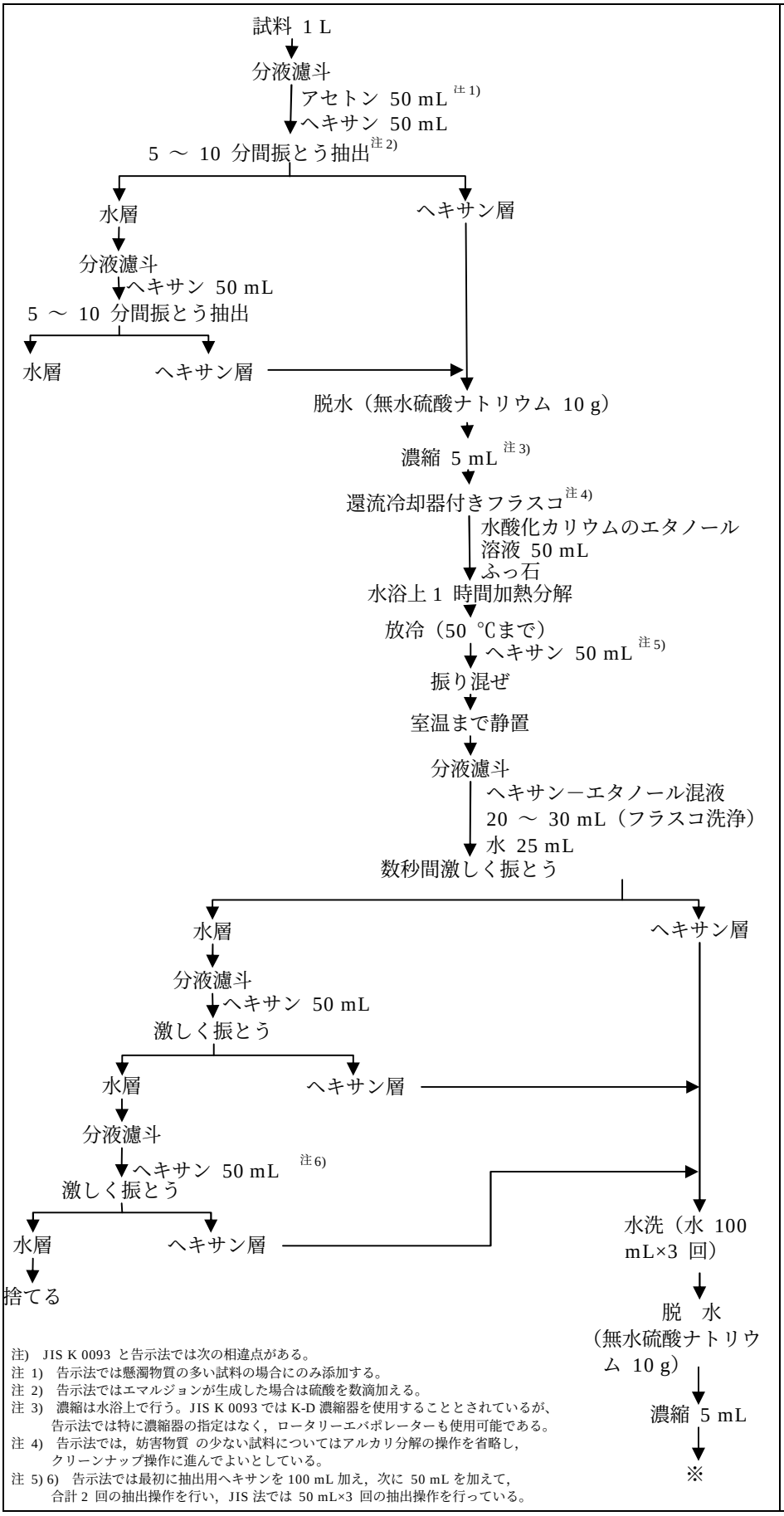


図 4.2.28(2)　PCB の抽出及びアルカリ分解（海洋投入処分に係る有機性汚泥）
（昭和 48 年環境庁告示 13 号（以下廃棄物告示）別表第一）



作業の留意点

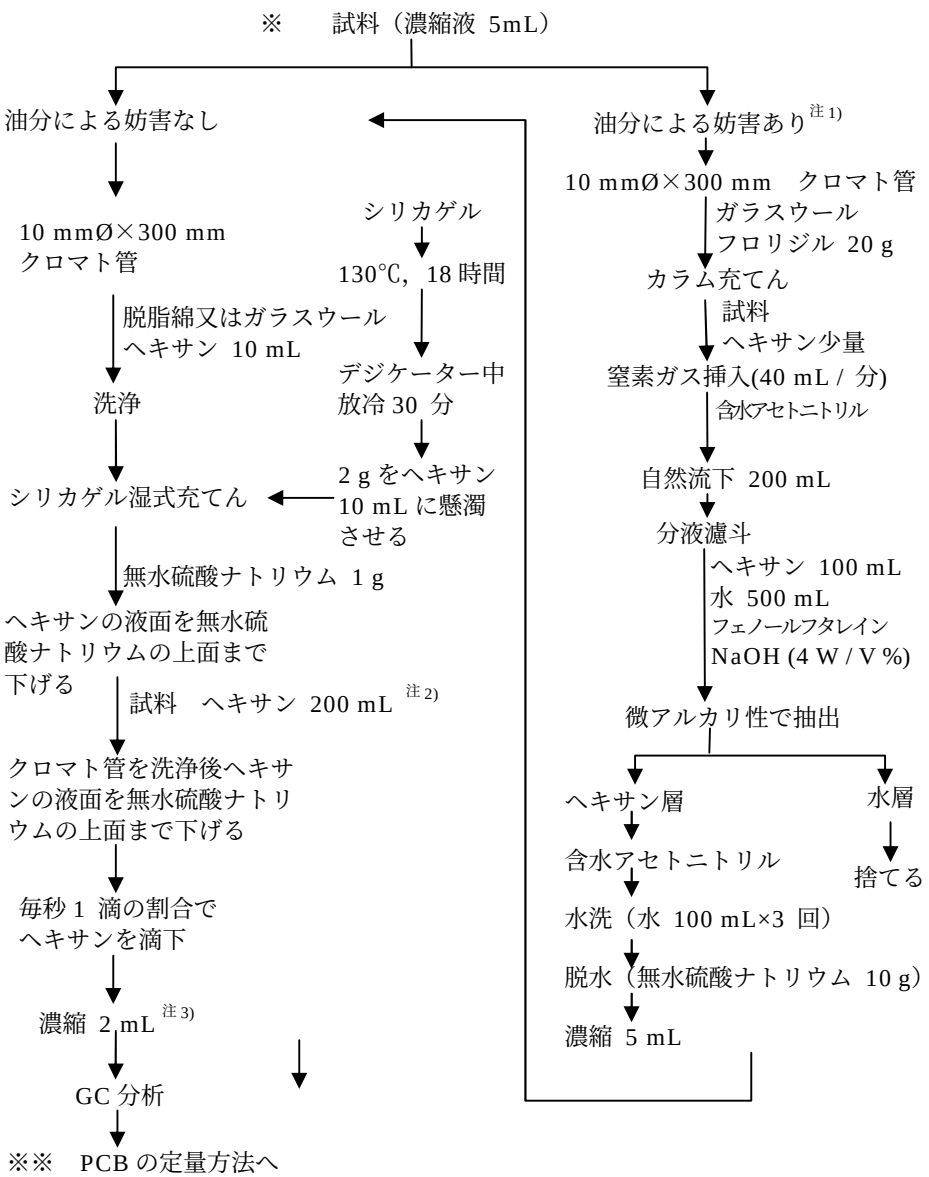
図 4.2.28(3)　PCB の抽出及びアルカリ分解（溶出試験検液及び廃酸・廃アルカリ）
（水質環境基準告示付表 3、JIS K0093））



注)　JIS K 0093 と告示法では次の相違点がある。
注 1)　告示法では懸濁物質の多い試料の場合にのみ添加する。
注 2)　告示法ではエマルジョンが生成した場合は硫酸を数滴加える。
注 3)　濃縮は水浴上で行う。JIS K 0093 では K-D 濃縮器を使用することとされているが、告示法では特に濃縮器の指定はなく，ロータリーエバポレーターも使用可能である。
注 4)　告示法では，妨害物質 の少ない試料についてはアルカリ分解の操作を省略し，クリーンナップ操作に進んでよいとしている。
注 5) 6)　告示法では最初に抽出用ヘキサンを 100 mL 加え，次に 50 mL を加えて，合計 2 回の抽出操作を行い，JIS 法では 50 mL×3 回の抽出操作を行っている。

作業の留意点

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



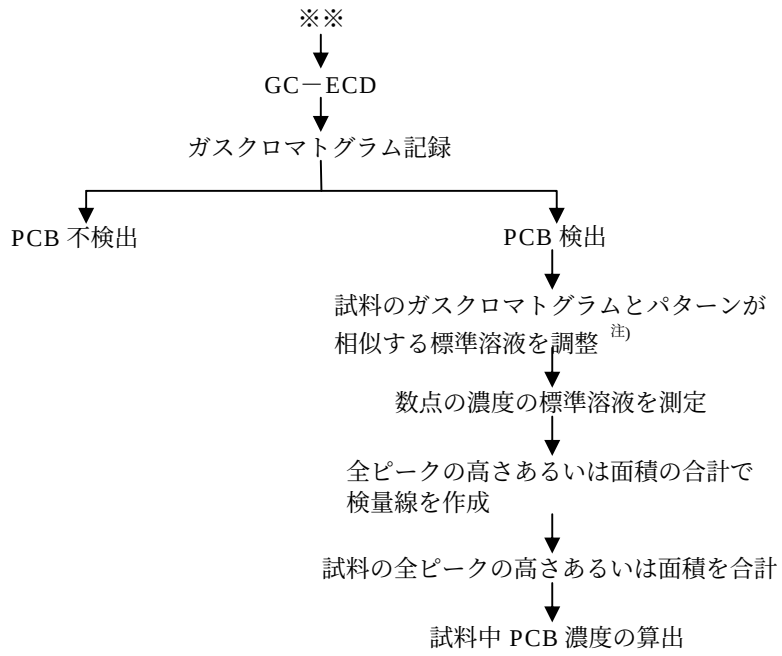
注1) 告示法では備考で油分が含まれアルカリ分解によっても分解困難な場合のクリーンナップ法としてフロリジルカラムクロマト管による方法が示されている。

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

注3) GC 分析において，検定に必要な感度が得られる量まで濃縮する。

作業の留意点

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



注)　KC－300，KC－400，KC－500 ，KC－600 のいずれかが試料のパターンと相似する場合は，その相似する標準を使用し、いずれも相似しない場合は，これらを混合して相似する標準混合溶液を作成する。

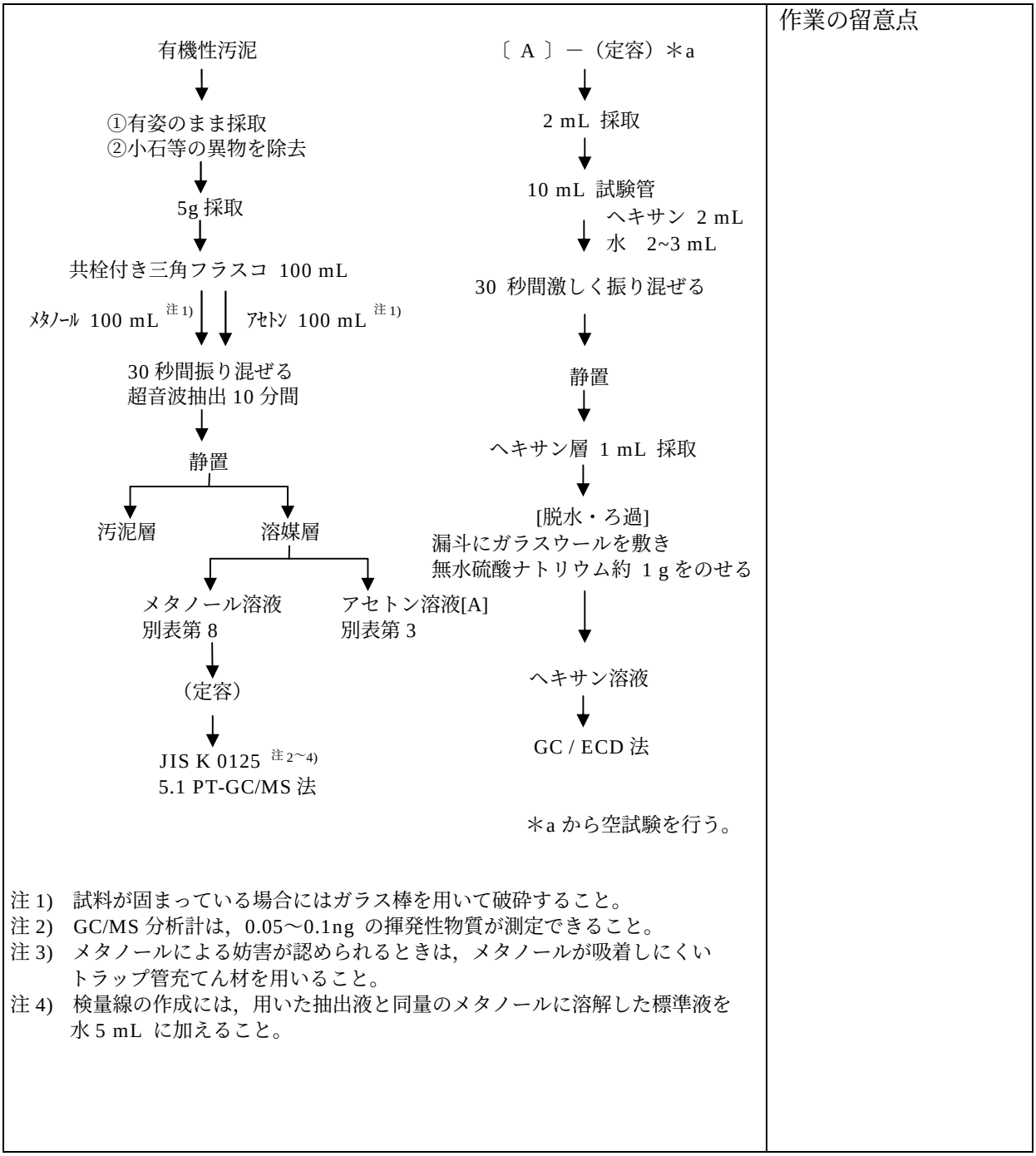
作業の留意点

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

	作業の留意点
PCB 混合標準液(1 mg / L)の調整 KC－300，KC－400，KC－500 ， KC－600 を 1:1:1:1 に混合し， 合計濃度 1 mg / L ↓ GC－ECD ↓ ガスクロマトグラム記録 ↓ ピーク番号ごとにピーク高さ(mm) を読み取る 注 1) ↓ 各ピーク番号ごとのK値を算出 $K = \frac{CB_0（\%）}{H_1}$ 注 2) ※※　試料溶液 ↓ GC－ECD ↓ ガスクロマトグラム記録 ↓ ピーク番号ごとにピーク高さ(mm) を読み取る 注 1) ↓ 各ピーク番号ごとのピークの高さ H_2 (mm)から試料中の CB_2 及び CB_2(%) を算出 $CB_2 = K \times H_2$ $CB_2(\%) = \frac{CB_2}{Total\ CB_2} \times 100$ ↓ 試料中の PCB 量(mg / L)を算出 $P = A \times \frac{B}{C} \times \frac{D}{E} \times \frac{F}{G}$ P：試料中の PCB 濃度(mg / L) A：PCB 混合標準液の濃度(mg / L) B：PCB 混合標準液の注入量(μL) C：試料の注入量(μL) D：試料の全 CB_2(%) E：PCB 混合標準液の全 CB_2(%) F：※※の試料溶液量(mL) G：試料採取量(mL) 注 1)ピーク番号は(付表 3 別図) を参照 注 2)CB_2(%)は付表 3 別表 1 別 表 2 を参照	

（１０）ＶＯＣ

図 4.2.29(1)　VOC の前処理方法（海洋投入処分に係る有機性汚泥）
（廃棄物告示別表第三*及び第八]



*：別表第三の適用は、トリクロロエチレン（TC）、テトラクロロエチレン、四塩化炭素、1,1,1-トリクロロエタン及び 1,1,2-トリクロロエタン（以下 TC 等 5 項目）に限る

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

A．準備操作

〔コンディショニング〕

パージ容器：パージガスに置換

トラップ管：上限温度以下で 30 分間保持
パージガス：20～40 mL / min
GC：線速度 20～40 cm / min,
カラム槽の昇温操作

↓

水の一定量を採取しパージ容器に注入
（0.5 ～25 mL，例：ガスタイトシリンジで 5 mL を注入）

標準液(50 µg / mL) 1 µL
内標準液(20 µg / mL) 1 µL

B．操作

〔コンディショニング〕

パージ容器：パージガスに置換

トラップ管：上限温度以下で 10 分間保持
パージガス：20～40 mL / min

↓

試料の一定量を採取しパージ容器に注入
（0.5 ～25 mL，例：ガスタイトシリンジで 5 mL を注入）

メタノール 1 µL
内標準溶液
(20 µg / mL) 1 µL

↓

パージ容器恒温槽（一定温度：20℃（40℃以下））

↓

通気（20～40 mL / min）

↓

トラップ管（捕集）

↓

（水分除去）シリカゲルを用いた場合

↓

〔脱着〕
急増加熱：1 分以内に 180（or 280）℃
キャリヤーガス：4 分間通気

↓

クライオフォーカス装置
（－50 ℃又は－120 ℃）吸着

↓

再脱着（加熱）

↓

〔GC 導入〕
レギュラーボアキャピラリーカラム
（内径 0.20 ～ 0.32 mm）
（長さ 25 ～ 60 m）

〔GC 導入〕
ワイドボアキャピラリーカラム
（内径 0.53 ～ 0.75 mm）
（長さ 30 ～ 120 m）

↓

MS（EI 法・SIM 法）分析（選択イオンクロマトグラムを記録）

注)　空試験として試料と同量の水を採り同様の操作を行う。
　　高濃度試料を分析した後は、ラインや採取器の汚染に十分注意する。

作業の留意点

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

A. 準備操作

バイアル瓶 10～100 mL

↓ NaCl を水 10 mL につき 3 g 添加

試料と同量の水添加

標準液(40 µg / mL) 1 µL 添加
（試料 10 mL に対して 1 µL ）
内標準液(20 µg / mL) 1 µL 添加
（試料 10 mL に対して 1 µL ）

B. 操作

バイアル瓶 10～100 mL

↓ NaCl を試料 10 mL につき 3 g 添加

試料添加（例：10 mL）

メタノール 1 µL 添加
（試料 10 mL に対して 1 µL ）
内標準液(20 µg / mL)1 µL 添加(試料 10 mL に対して 1 µL)

↓

振り混ぜる（NaCl が溶けるまで）

↓

恒温槽に一定時間保持
（時間：30～120 分間）
（温度：25～60±0.5℃）

↓

ガスサンプリング（例：1000 µL）

↓

〔GC 導入〕
レギュラーボアキャピラリーカラム
（内径 0.20 ～ 0.32 mm）
（長さ 25 ～ 60 m）

〔GC 導入〕
ワイドボアキャピラリーカラム
（内径 0.5 ～ 0.75 mm）
（長さ 50 ～ 120 m）

↓

MS（EI 法・SIM 法）分析（選択イオンクロマトグラムを記録）

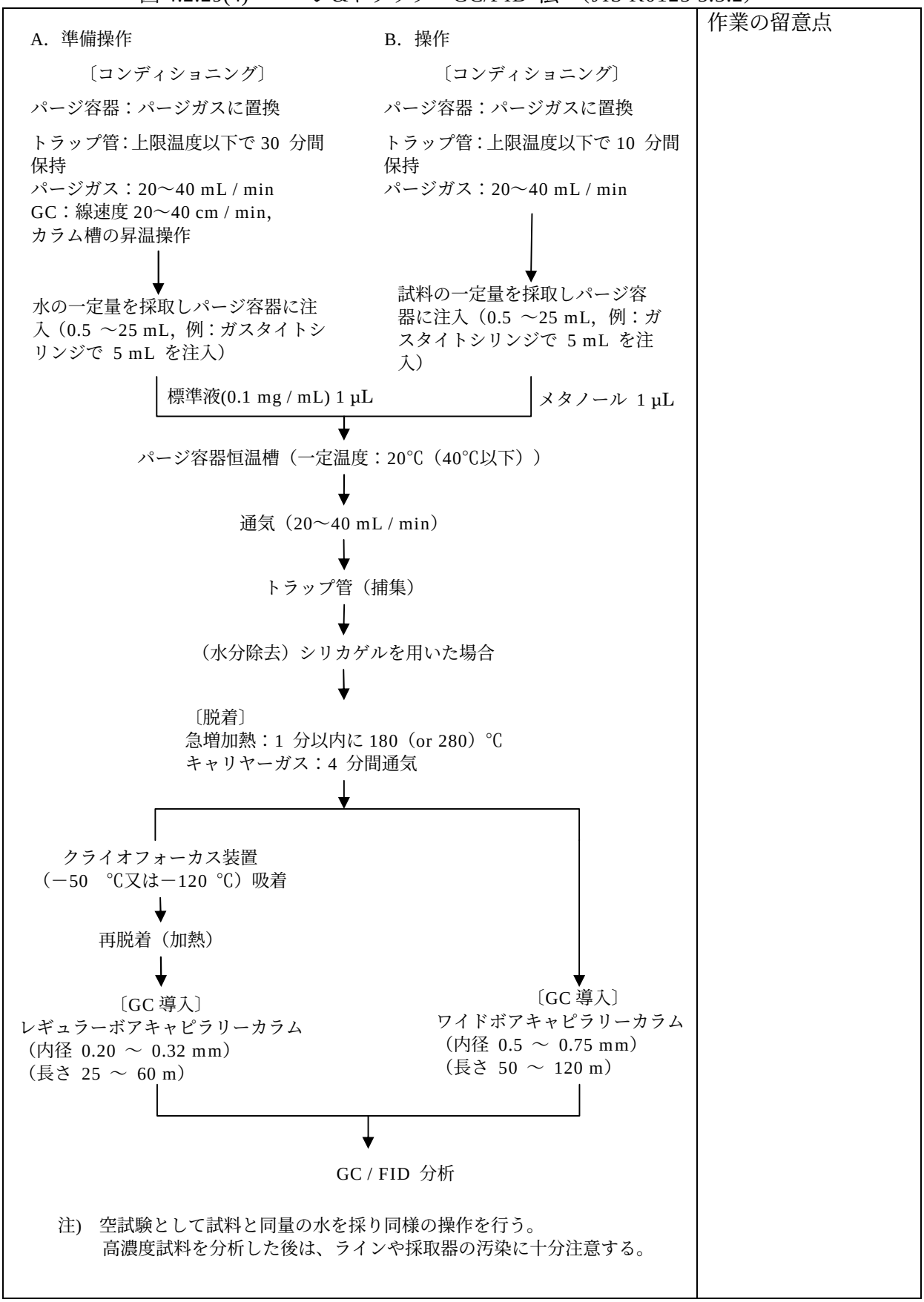
注)　空試験として試料と同量の水を採り同様の操作を行う。
高濃度試料を分析した後は、ラインや採取器の汚染に十分注意する。

作業の留意点

・試料中の SS 分が多い場合は、4-ブロモフルオロベンゼンを内標準物質として使用すると SS に吸着して強度の低下が見られるため、フルオロベンゼンを使用した方がよい

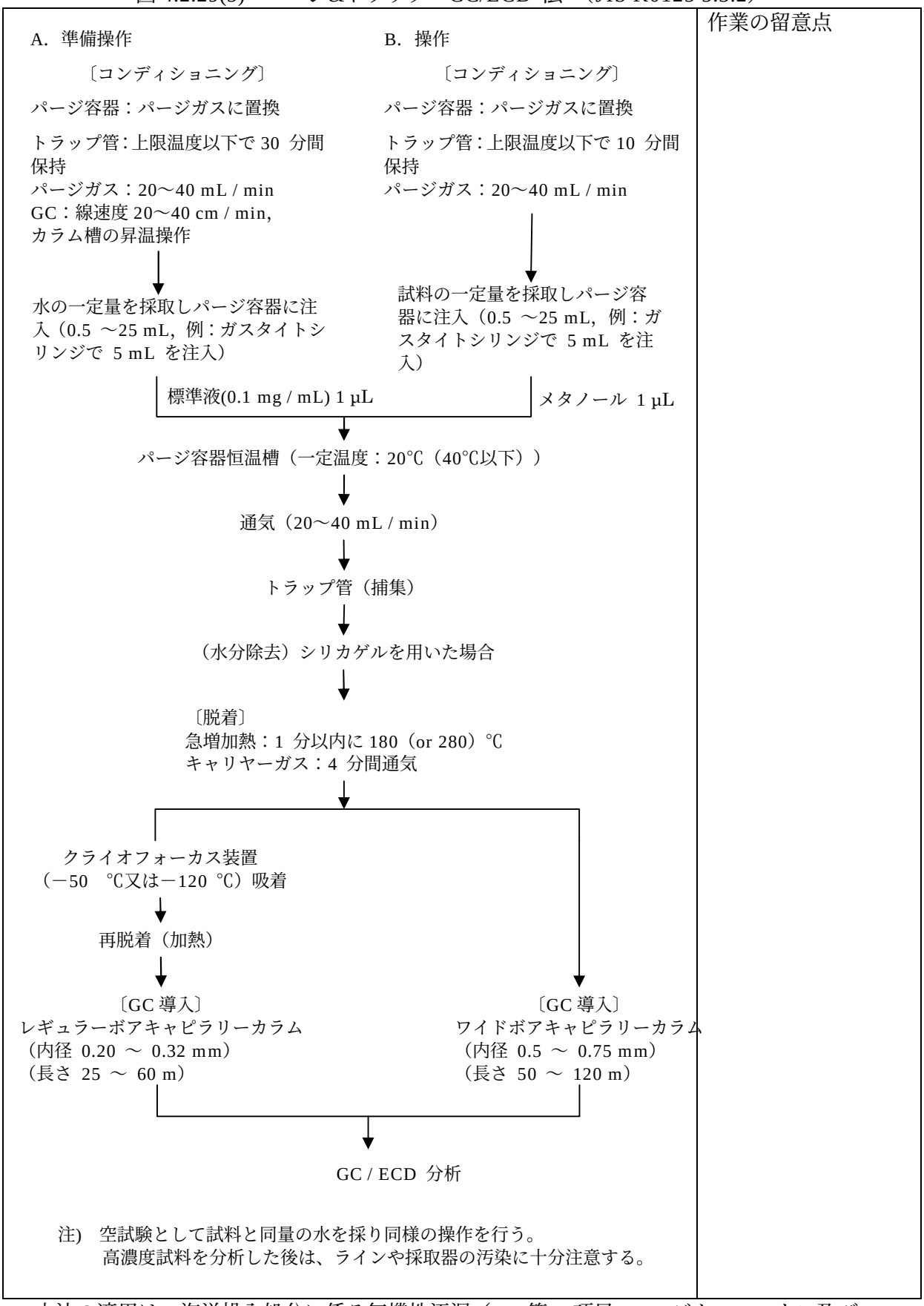
・10mL に 3g の NaCl は飽和溶解度に近いため、塩濃度が高い試料では、NaCl が溶けない場合もある

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



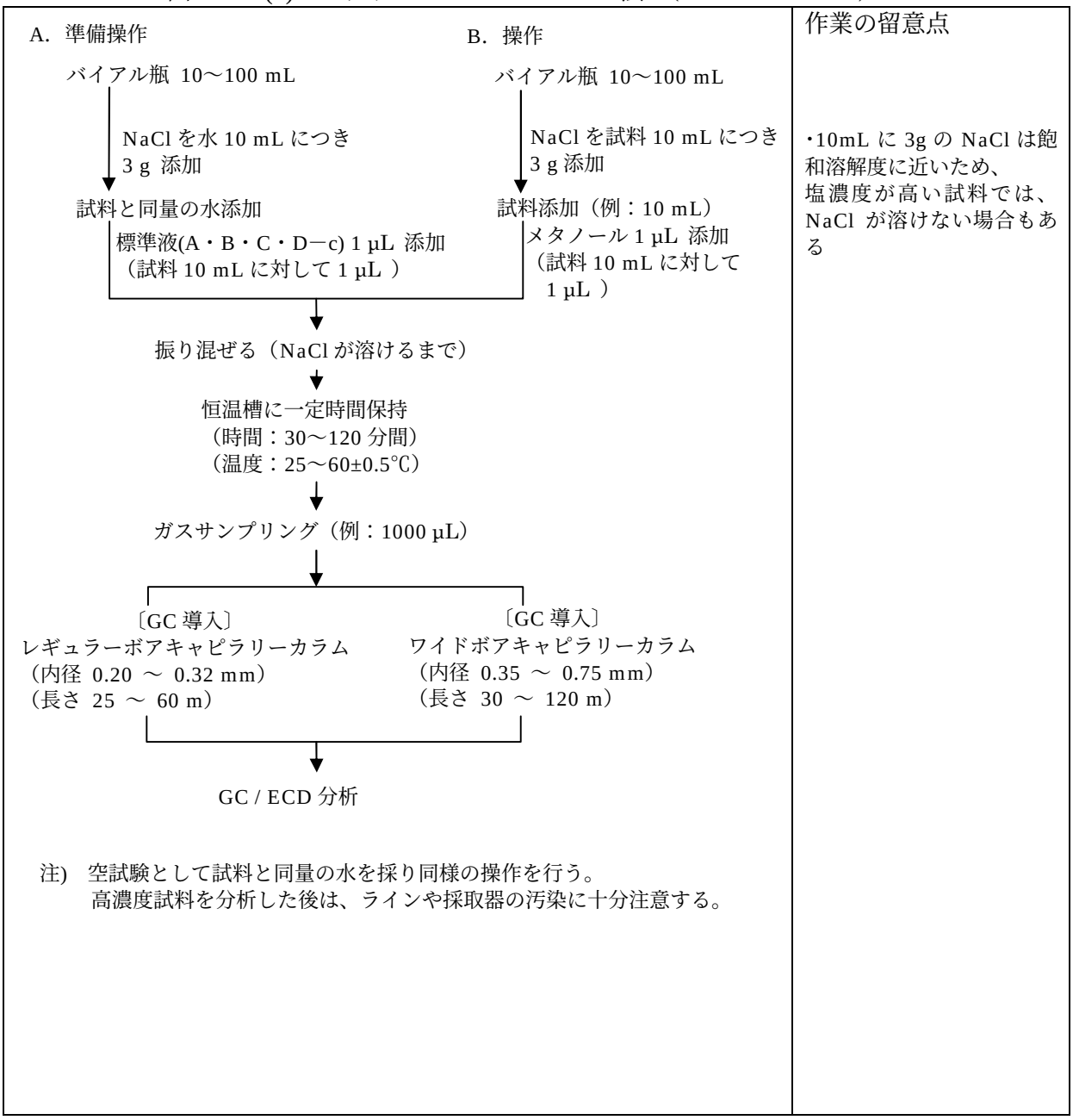
*：本法の適用は、埋立処分に係る汚泥及びその処理物（全 11 項目）、廃酸・廃アルカリ（全 11 項目）及び海洋投入処分に係る無機性汚泥（TC 等 5 項目と 1,3-ジクロロプロペンを除く）に限る

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



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

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

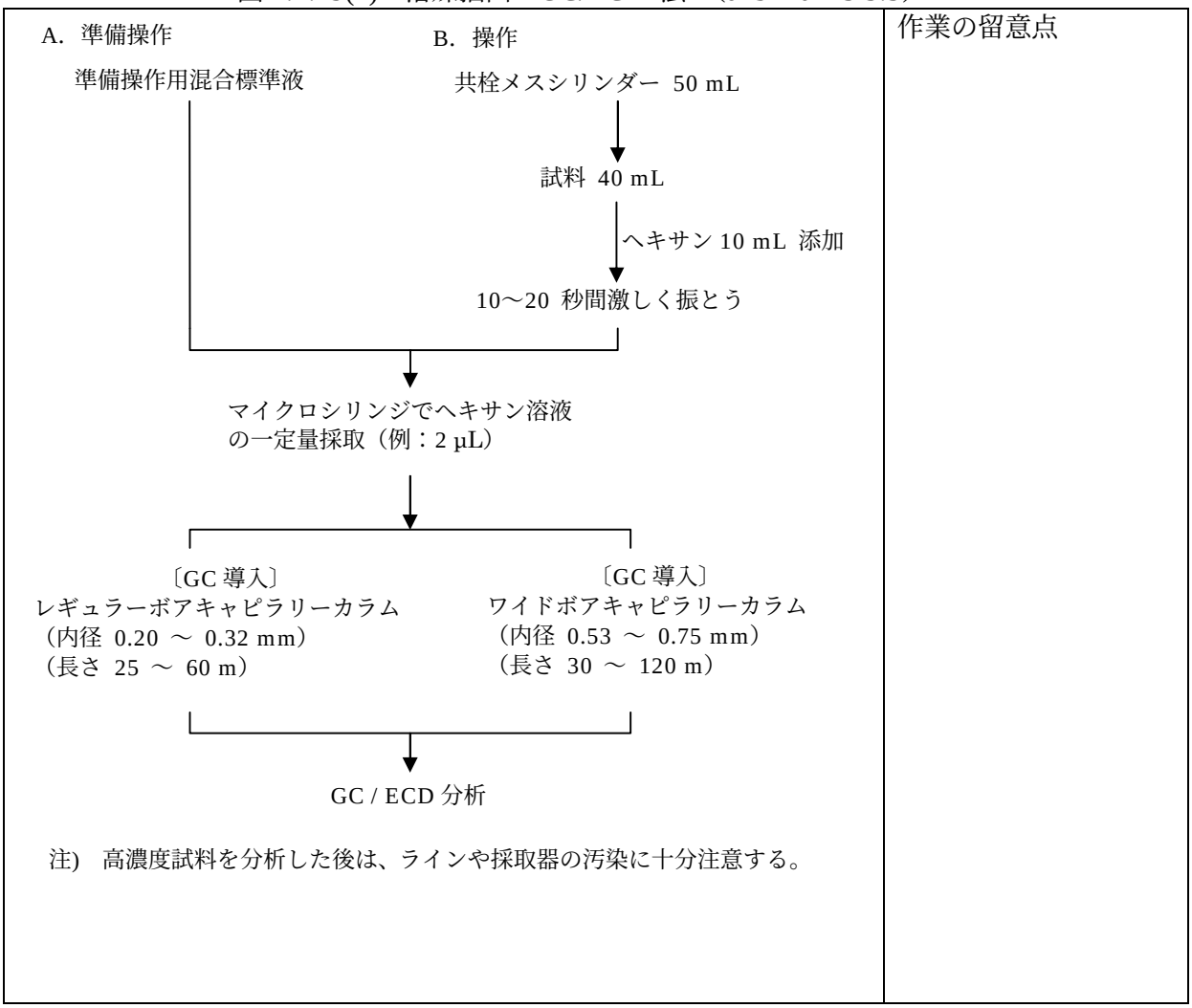


作業の留意点

・10mL に 3g の NaCl は飽和溶解度に近いため、塩濃度が高い試料では、NaCl が溶けない場合もある

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

図 4.2.29(7)　溶媒抽出－GC/ECD 法*（JIS K0125 5.5）



*：本法の適用は、廃酸・廃アルカリ（TC 等 5 項目）に限る

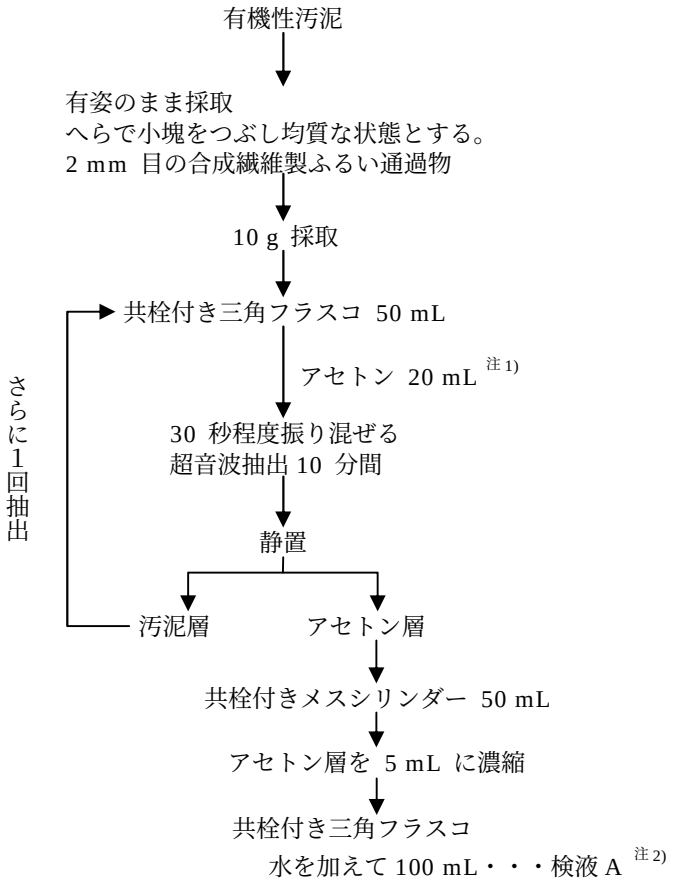
図 4.2.29(8)　GC/ECD 法*（廃棄物基準告示別表第二の(3)ニ〕

	作業の留意点
検液 10 mL （40 mL）注 1) ↓ 共栓付き試験管 25 mL（50 mL）注 1) ↓ ヘキサン 10 mL 10 ～ 20 秒間激しく振り混ぜる ↓ 静置 ↓ 一定量（5 μL）を GC に注入（検量線作成時と同じ容量） ↓ 〔GC/ECD 法〕 ①TC 等の保持時間に相当する位置のピークについてピーク面積及びピーク高さを測定する。 ②検量線により試料の濃度を求める。 注 1)　1,1,2－トリクロロエタンの場合	

*：本法の適用は、埋立処分に係る汚泥及びその処理物（TC 等 5 項目）に限る

（１１）農薬類（チウラム、シマジン、チオベンカルブ）

図 4.2.30(1)　チウラム、シマジン、チオベンカルブの前処理方法
（海洋投入処分に係る有機性汚泥）（廃棄物告示別表第四の(1)〕



注 1)　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。
注 2)　検液 A は 5 % アセトン溶液となるので，以後の分析（固相抽出法）には注意が必要である。

作業の留意点

図 4.2.30(2)　チウラムの HPLC-UV 法（海洋投入処分に係る有機性汚泥）
（廃棄物告示別表第四の(2)）

ロ　固相抽出法

検液 A 100 mL 注 1)

↓ (1 + 11)HCL で pH 3.5 に調整

固相カラムコンディショニング
a．アセトニトリル 5 mL
b．水 5 mL
→ 固相カラム
通 水

↓ 速度 10 ~ 20 mL / min.

洗浄

↓ 水 + アセトニトリル(70 + 30) 3 mL

脱水・乾燥 約 10 分間
（吸引又は遠心分離等）

↓ アセトニトリル 3 mL

試験管

↓

1 mL に濃縮定容 ← N_2 ガスパージ

↓

〔分析〕
水質環境基準告示付表 4
（前処理は除く）
HPLC-UV 法（測定波長 272 nm）

注)　空試験として，アセトン 5 mL に水を加えて全量を 100 mL とした試料を用い同様の操作を繰り返す。
注 1)　検液 A は，図 4.2.30(1)の検液をさす。

作業の留意点

・浮遊物が多いときは、あらかじめろ過する。浮遊物はアセトニトリルで洗浄し、この洗液を固相カラムの溶出液にあわせる

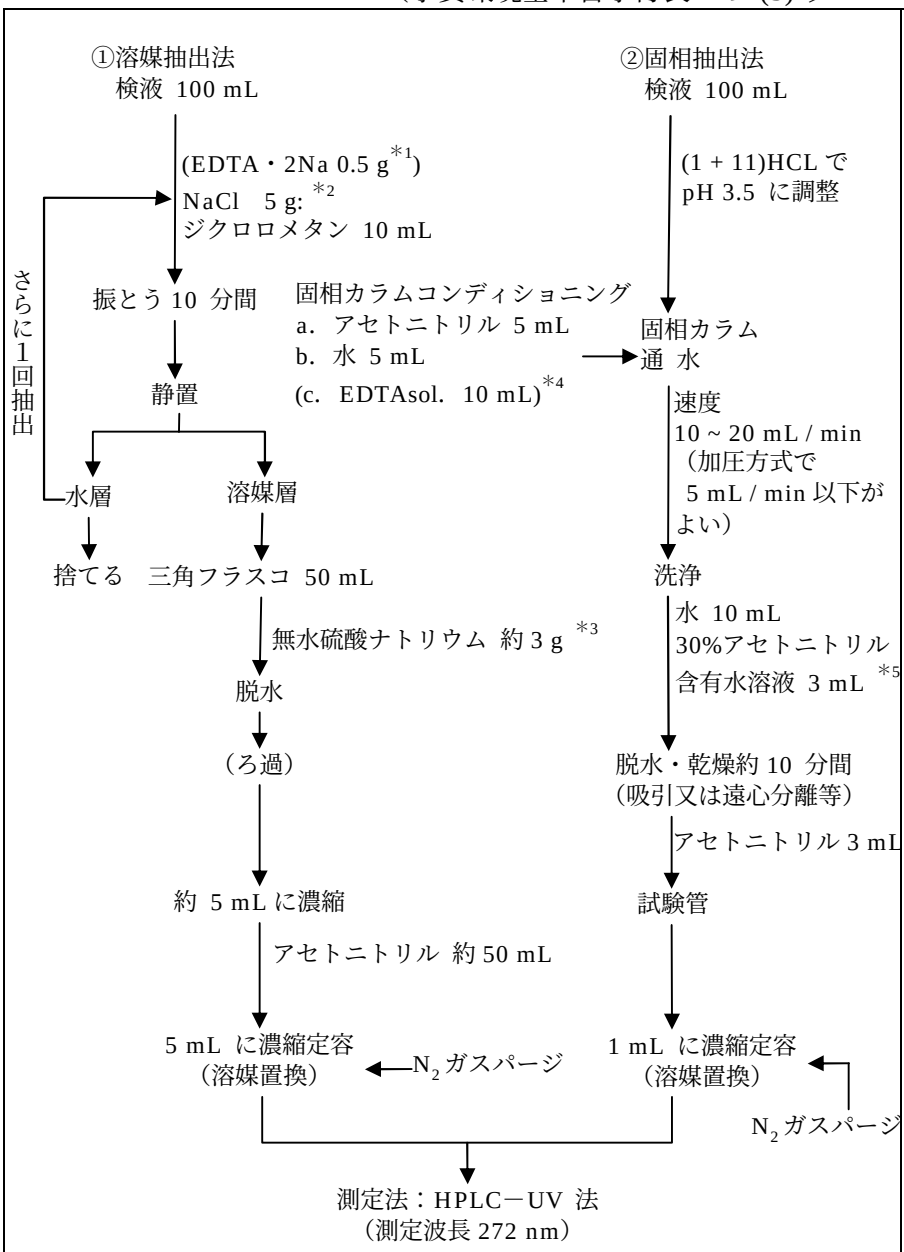
・回収率低下を防ぐため、コンディショニング終了時には、カラム内が水分で満たされた状態にしておくこと

・妨害物質の存在により、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

・水分が残っていると回収率・再現性が低下する。乾燥方法を以下に示す
1.アスピレーターで約 10～15 分吸引乾燥する（回収率・再現性が悪い時はアスピレーター全開で吸引時間を約 30 分とし、水分は 10%以下とする）
2.遠心分離して乾燥する（4000rpm, 10 分間）
3.N_2 ガスパージして乾燥

・N_2 ガスパージの際には、乾固させると回収率が低下する

図 4.2.30(3)　チウラムの HPLC-UV 法（溶出試験検液及び廃酸・廃アルカリ）
（水質環境基準告示付表４の (3) 〕



注)　含有量試験における 5 % アセトン抽出溶液を②の固相抽出法に用いると，チラウムがブレイクスルーする場合があるので，固相量を増加するなどの対策が必要である。

作業の留意点

・空試験は水 100mL で実施

・試料量が環境基準告示より少ない（溶媒抽出では 1L、固相抽出では 500mL）ため、溶媒抽出における試薬量を変更して示した

・チウラムはジクロロメタン中で分解するので、すみやかにアセトニトリルに溶媒転用すること（アセトニトリル中では分解しない）

・回収率低下を防ぐため、コンディショニング終了時にはカラム内が水分で満たされた状態にしておくこと

・水分が残っていると回収率・再現性が低下する。乾燥方法を以下に示す

1.アスピレーターで約 10～15 分吸引乾燥する（回収率・再現性が悪い時はアスピレーター全開で吸引時間を約 30 分とし、水分は 10% 以下とする）

2.遠心分離して乾燥する（4000rpm, 10 分間）

3.N_2 ガスパージして乾燥

・N_2 ガスパージの際には、乾固させると回収率が低下する

*1 は金属イオンのマスキング剤

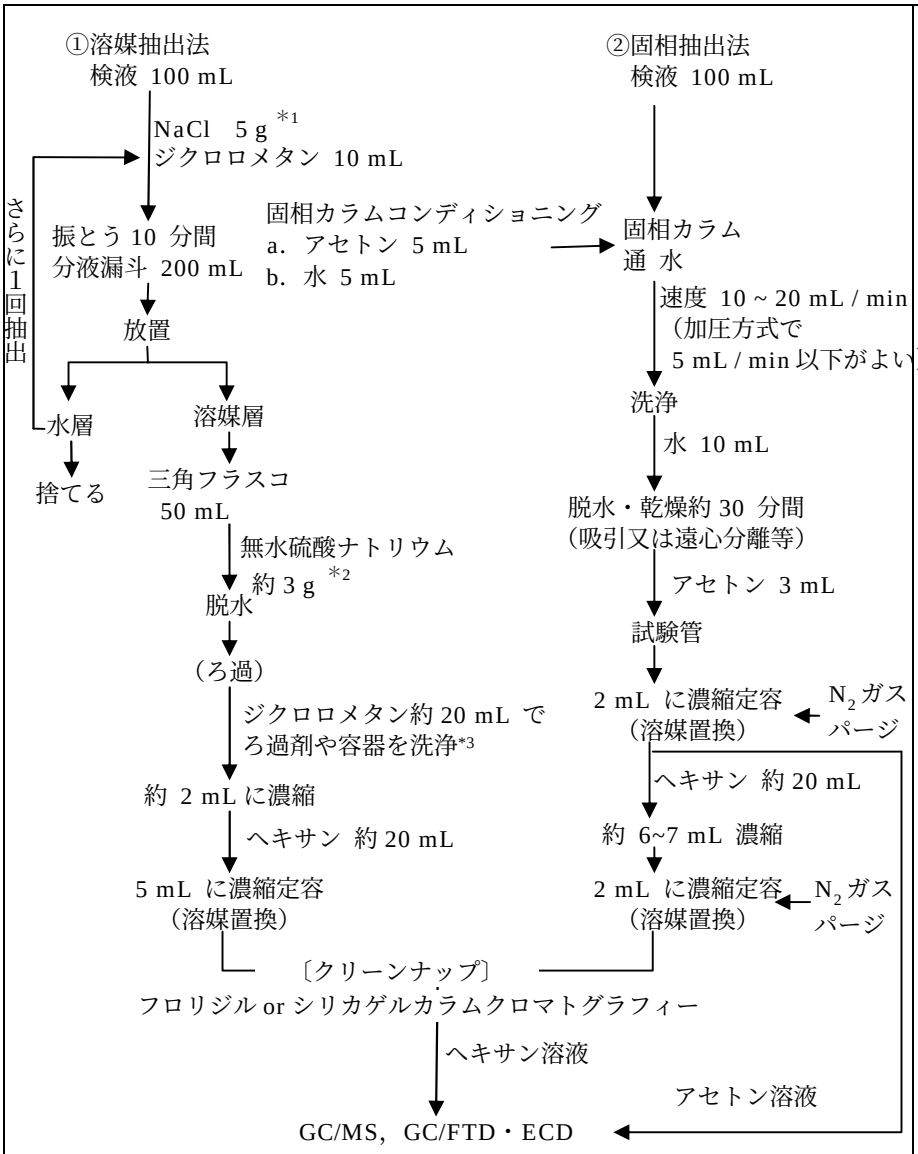
*2 は 250～450℃で 2～6 時間加熱後放冷して使用

*3 は 450℃で 4 時間加熱後放冷して使用

*4 は EDTA・2Na・ $2H_2O$ (50mmol/L)を 10mL 流して金属イオンのマスキングを行う

*5 は 30%アセトニトリル含有水溶液を通水することにより、水だけよりもクリーンナップ効果が期待できる

図 4.2.30(4)　シマジン・チオベンカルブの GC/MS, GC/FTD, GC/ECD 法
（溶出試験検液及び廃酸・廃アルカリ）（水質環境基準告示付表 5 第 1、第 2）



作業の留意点

・空試験は水 100mL で実施

・試料量が環境基準告示より少ない（溶媒抽出では 1L、固相抽出では 200mL）ため、溶媒抽出における試薬量を変更して示した

・固相抽出において、浮遊物質が多いときはあらかじめろ過する。浮遊物質はアセトンで洗い、この洗液を 固相カラムの溶出液に合わせる

・回収率低下を防ぐため、コンディショニング終了時には、カラム内が水分で満たされた状態にしておくこと

・水分が残っていると回収率・再現性が低下する。乾燥方法を以下に示す
1.アスピレーターで約 10～15 分吸引乾燥する（回収率・再現性が悪い時はアスピレーター全開で吸引時間を約 30 分とし、水分は 10%以下とする）
2.遠心分離して乾燥する（4000rpm, 10 分間）
3.N_2 ガスパージして乾燥

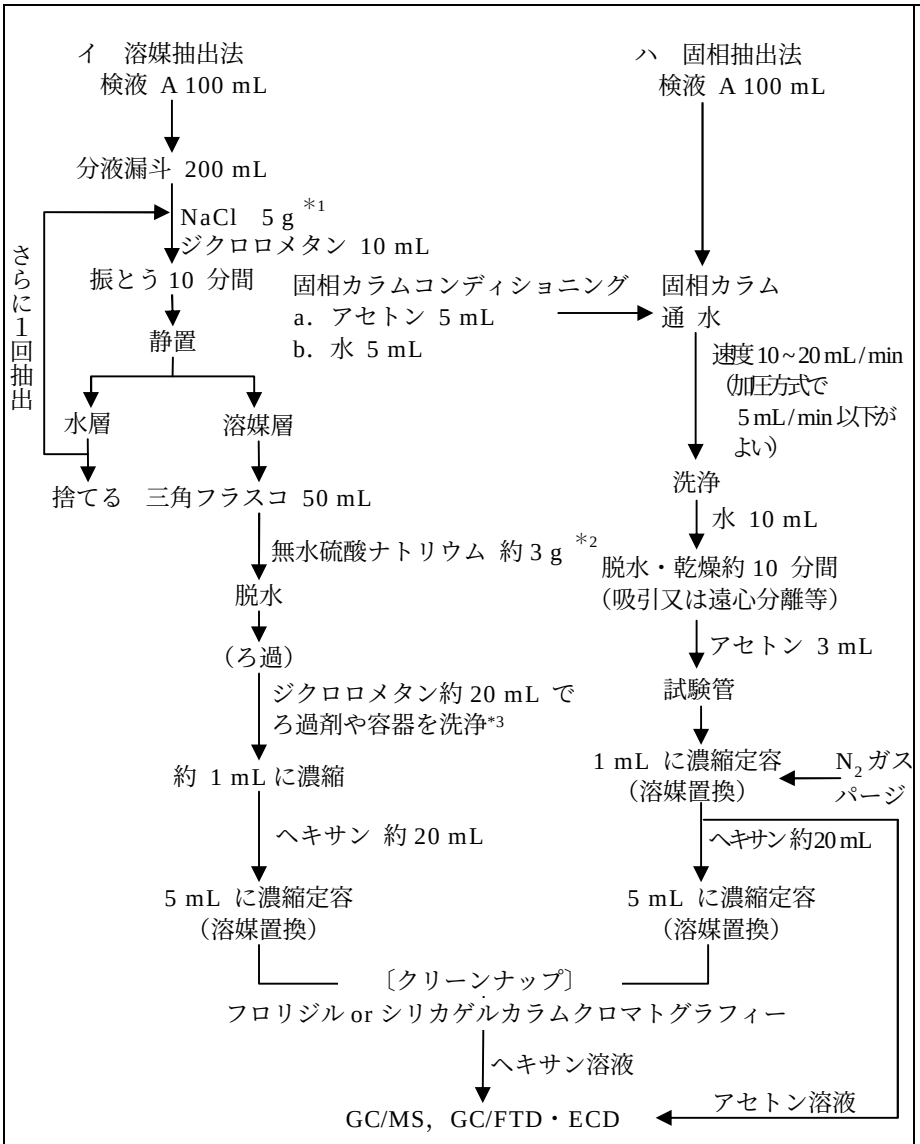
・N_2 ガスパージの際には、乾固させると回収率が低下する

*1 は 250～450℃で 2～6 時間加熱後放冷して使用

*2 は 450℃で 4 時間加熱後放冷して使用

*3 は告示にはない操作

図 4.2.30(5)　シマジン・チオベンカルブの GC/MS, GC/FTD, GC/ECD 法
（海洋投入処分に係る有機性汚泥）（廃棄物告示別表第四の(2)）



注)　空試験としてアセトン 5 mL に水を加えて全量を 100 mL とした試料を用いて同様の操作を繰り返す。

注 1)　検液 A は，図 6.4.2.35(1)の検液を使用する。

作業の留意点

・浮遊物が多いときは、あらかじめろ過する。浮遊物はアセトンで洗浄し、この洗液を固相カラムの溶出液にあわせる

・妨害物質の存在により、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

・回収率低下を防ぐため、コンディショニング終了時には、カラム内が水分で満たされた状態にしておくこと

・水分が残っていると回収率・再現性が低下する。乾燥方法を以下に示す
1.アスピレーターで約 10～15 分吸引乾燥する（回収率・再現性が悪い時はアスピレーター全開で吸引時間を約 30 分とし、水分は 10%以下とする）
2.遠心分離して乾燥する（4000rpm, 10 分間）
3.N_2 ガスパージして乾燥

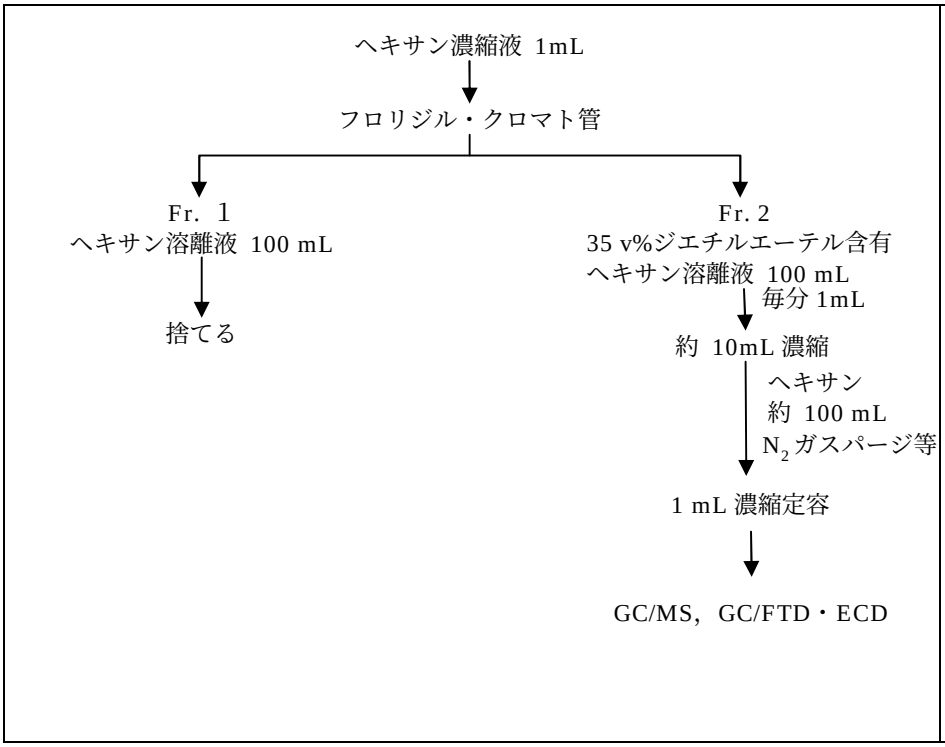
・N_2 ガスパージの際には、乾固させると回収率が低下する

*1 は 250~450 ℃で 2~6 時間加熱後、放冷して使用

*2 は 400℃で 4 時間加熱後、放冷して使用

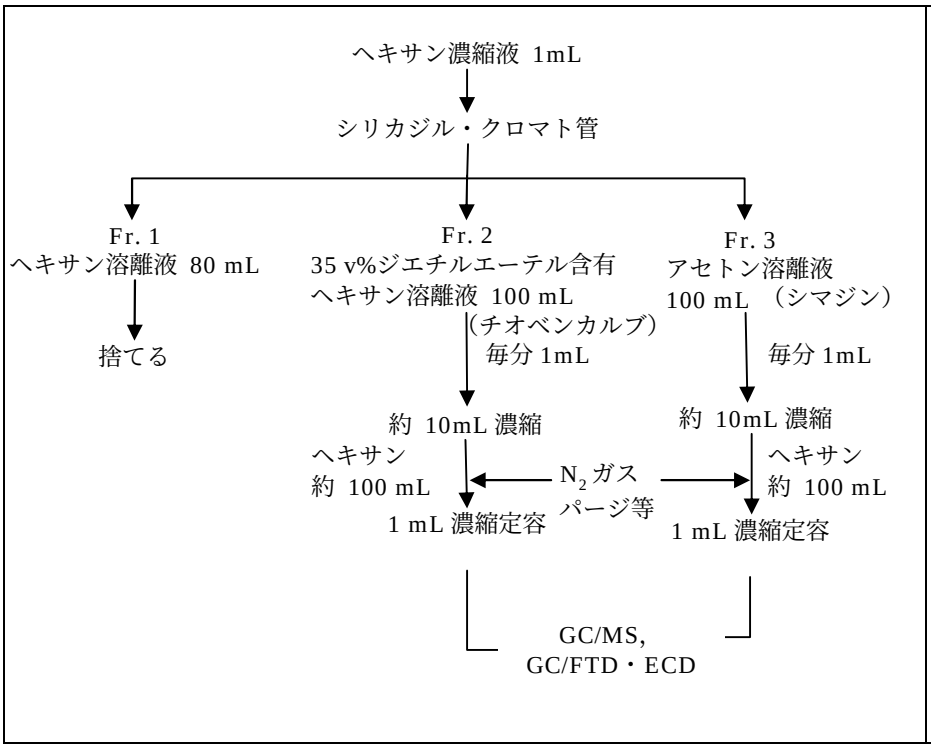
*3 は告示にはない操作

図 4.2.30(6)　シマジン・チオベンカルブのクリーンナップ法
（フロリジルカラムクロマトグラフィー）（水質環境基準告示付表 5）



作業の留意点

図 4.2.30(7)　シマジン・チオベンカルブのクリーンナップ法
（シリカゲルカラムクロマトグラフィー）（水質環境基準告示付表 5）



作業の留意点

（１２）セレン又はその化合物

図 4.2.31　セレンの吸光光度法
（JIS K 0102 67.1 3,3′－ジアミノベンジジン吸光光度法）

検液採取　検液の適量（Se として 2~50 μg）

↓ ①塩酸・硝酸分解後濃縮
②硝酸・硫酸分解（僅かに硫酸白煙）
水を加えて 100 mL とする

約 50 ℃に加熱する

↓ 臭化カリウム 0.5 g
硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）溶液 2 mL
ブロムチモールブルー溶液
アンモニア水（1+1）（液が青色になるまで）

煮沸（液が黄色になるまで（pH 6.0））

↓

沈澱を沈降させ，ろ紙 5 種 A でろ別し，温水で洗浄する

↓

沈澱は少量の水で元のビーカーに，ろ紙付着沈澱は
温塩酸（1+1）2 mL で溶解，加熱して沈殿溶解，液量を 30 mL とする

↓ EDTA 溶液（40 g/L）10 mL
アンモニア水（1+2）（pH を 1.5~2.0 に調節する）
3,3′－ジアミノベンジジン溶液（5 g/L）2 mL

沸騰水浴で約 10 分間加熱後，流水で冷却する

↓ アンモニア水（1+2）（pH を約 6 に調整する）

分液濾斗に移し入れ、水で約 60 mL とする

↓ トルエン 10 mL

抽出（30 秒間振り混ぜ，放置）

↓

トルエン層を吸収セルにとり，トルエンを対照液として
波長 420 nm 付近の吸光度を測定する

↓

空試験として硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）溶液 2 mL を水で 30 mL に
したものに、試料と同様の操作を行い、試料の吸光度を補正する

↓

検量線からセレンの量を求める

作業の留意点

・検液中に塩類が多い場合、あるいは Ca が多く硫酸添加により硫酸カルシウムの沈殿が生成する場合は、突沸が起きないように加熱濃縮・酸化分解を行う。硝酸が残ると水素化物発生操作で妨害するので、硫酸白煙がでるまで加熱する（参考９）

図 4.2.32　セレンの水素化物発生原子吸光法（JIS K 0102 67.2）

試料　25 mL

↓ 硫酸（1+1）　1 mL
　 硝酸　2 mL

硫酸白煙が発生するまで、ホットプレート上で加熱分解・濃縮

↓

放冷

↓ 塩酸（1+1）　20 mL

90～100℃の水浴で約 10 分間加熱する

↓

放冷後、蒸留水を加えて 25 mL にメスアップ

↓

水素化合物発生原子吸光測定装置

セレン化水素発生装置内に試料溶液を導入

↓ 塩酸(1 mol/L)
　 1%ﾃﾄﾗﾋﾄﾞﾛほう酸ﾅﾄﾘｳﾑ溶液
　 （ﾃﾄﾗﾋﾄﾞﾛほう酸ﾅﾄﾘｳﾑ　5 g を
　 0.1 mol/L NaOH 溶液 500mL に溶かしたもの）

セレン化水素発生

↓

加熱吸収セル中に導入し、波長 196.0 nm の吸光度を測定

作業の留意点

・検液中に塩類が多い場合、あるいは Ca が多く硫酸添加により硫酸カルシウムの沈殿が生成する場合は、突沸が起きないように加熱濃縮・酸化分解を行う。硝酸が残ると水素化物発生操作で妨害するので、硫酸白煙がでるまで加熱する（参考 9）

・セレンを Se(IV)にし、セレン化水素(SeH_4)を発生する試験方法であり、Se（VI）の還元が十分に行われること、即ち塩酸による還元操作が重要

・装置によって、塩酸及びテトラヒドロほう酸 Na の濃度は異なる

・テトラヒドロほう酸ナトリウムによるセレン化水素発生では、他の水素化物を生成する元素群（Pb、Sn、Sb 等）を多く含む場合に妨害する。標準添加法が推奨される

図 4.2.33　セレンの水素化物発生 ICP 発光分光分析法（JIS K 0102 67.3）

試料　25 mL

↓ 硫酸（1+1）　1 mL
　硝酸　2 mL

硫酸白煙が発生するまで、ホットプレート上で加熱分解・濃縮

↓

放冷

↓ 塩酸（1+1）　20 mL

蒸留水を加えて 25 mL にメスアップする

↓

90～100℃の水浴で約 10 分間加熱する

↓

水素化物発生ＩＣＰ発光分光測定装置（連続式）

セレン化水素発生装置内に試料溶液を導入

↓ 塩酸(1 mol/L)
　1%ﾃﾄﾗﾋﾄﾞﾛほう酸ﾅﾄﾘｳﾑ溶液
　（ﾃﾄﾗﾋﾄﾞﾛほう酸ﾅﾄﾘｳﾑ　5ｇを
　0.1 mol/L NaOH 溶液 500mL に溶かしたもの）

セレン化水素発生

↓

加熱吸収セル中に導入し、波長 196.026 nm の吸光度を測定

作業の留意点

・検液中に塩類が多い場合、あるいは Ca が多く硫酸添加により硫酸カルシウムの沈殿が生成する場合は、突沸が起きないように加熱濃縮・酸化分解を行う。硝酸が残ると水素化物発生操作で妨害するので、硫酸白煙がでるまで加熱する（参考９）

・セレンを Se(IV)にし、セレン化水素（SeH_4）を発生する試験方法であり、Se（VI）の還元が十分に行われること、即ち塩酸による還元操作が重要

・装置によって、塩酸及びテトラヒドロほう酸 Na の濃度は異なる

・テトラヒドロほう酸ナトリウムによるセレン化水素発生では、他の水素化物を生成する元素群（Pb、Sn、Sb 等）を多く含む場合に妨害する。標準添加法が推奨される

図 4.2.34　セレンの ICP 質量分析法（JIS K 0102 67.4）

試料　20mL

↓ 硝酸 2mL

テフロンビーカーを使用、ホットプレートで加熱
2 mL 程度まで加熱分解・濃縮

↓ （有機物が多い場合は、分解できるまで硝酸を加え、時計皿を使用する）

放冷

↓

1%硝酸で 20 mL にメスアップ

↓

ICP 質量分析装置　測定

質量数　：78
内標補正　：71 Ga

作業の留意点

・検液中に塩類が多い場合は加熱分解濃縮操作で塩の析出が起こることがある。突沸が起きないように加熱濃縮・酸化分解を行う（参考９）

・ICP 質量分析において、内部標準元素の選定については溶液中に高濃度で含まれない元素を選択する

・Se の測定質量数は、78、77、82 を選択するが、塩素や多く含む場合は 77 を使用しない。78 も 82 もスペクトル干渉があるため、干渉が低減・除去できる装置・条件が望ましい

・JISK0102 61.4 の備考 11 は、磁場型二重収束型やコリジョン・リアクションガスの装置の適用が記載されている

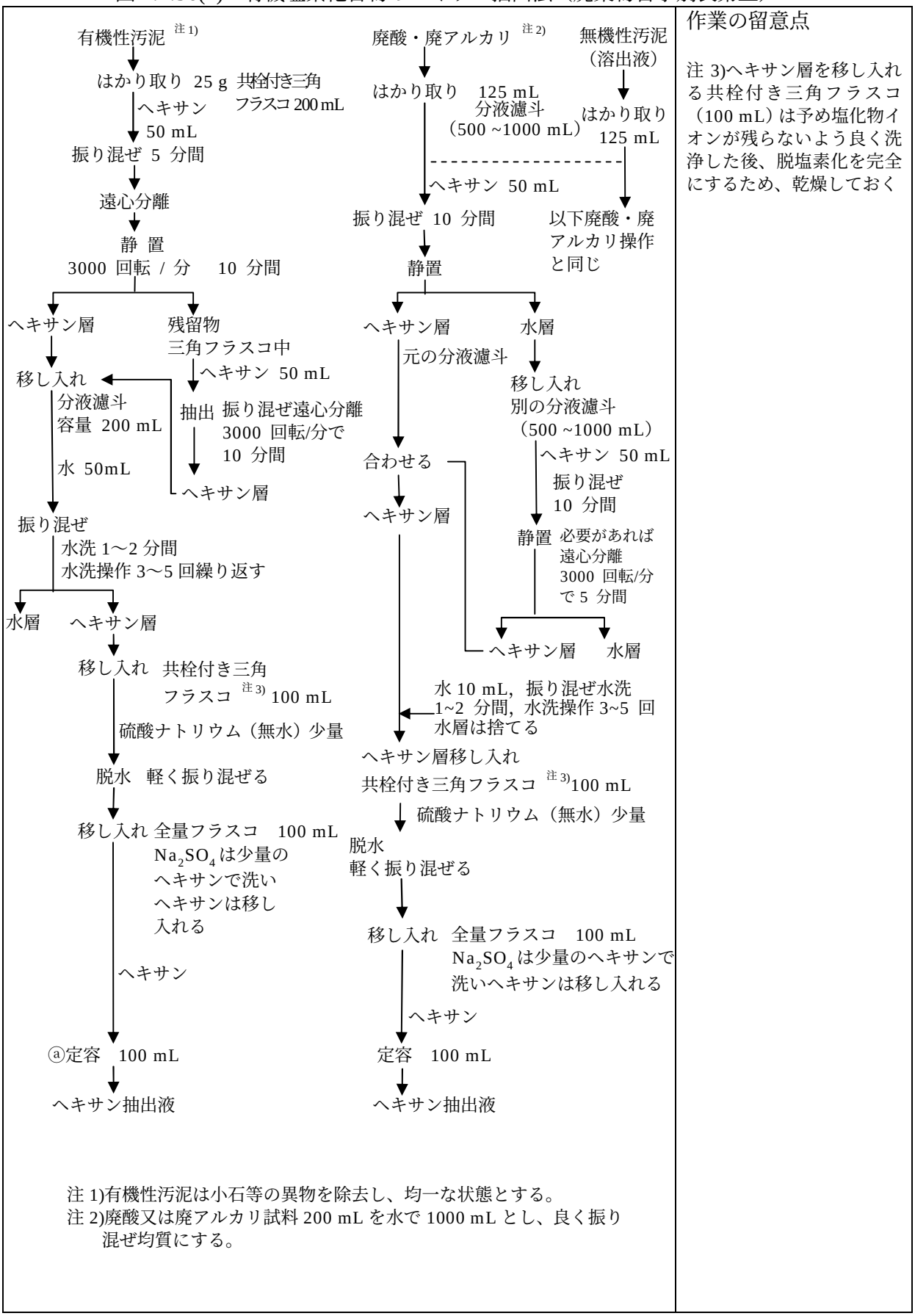
・検液には Ca、Br、S 等の共存物質を多く含みスペクトル干渉があることから、スペクトル干渉除去が確実にできていることを確認した装置及び測定条件で測定する（参考１０）
（JIS K 0133 高周波プラズマ質量分析通則参照）

図 4.2.35　セレンの ICP 発光分光分析法（参考法）

	作業の留意点
試料　50 mL ↓ 硝酸 5 mL テフロンビーカーを使用、ホットプレートで加熱 2.5 ㎖ 程度まで加熱分解・濃縮 ↓ （有機物が多い場合は、分解できるまで硝酸を加え、時計皿を使用する） 放冷 ↓ 3%硝酸で 50 mL にメスアップ ↓ ICP 発光分光装置　測定 測定波長　：196.026 nm 測定方法　：標準添加法	

（１３）有機塩素化合物

図 4.2.36(1)　有機塩素化合物のヘキサン抽出法（廃棄物告示別表第五）

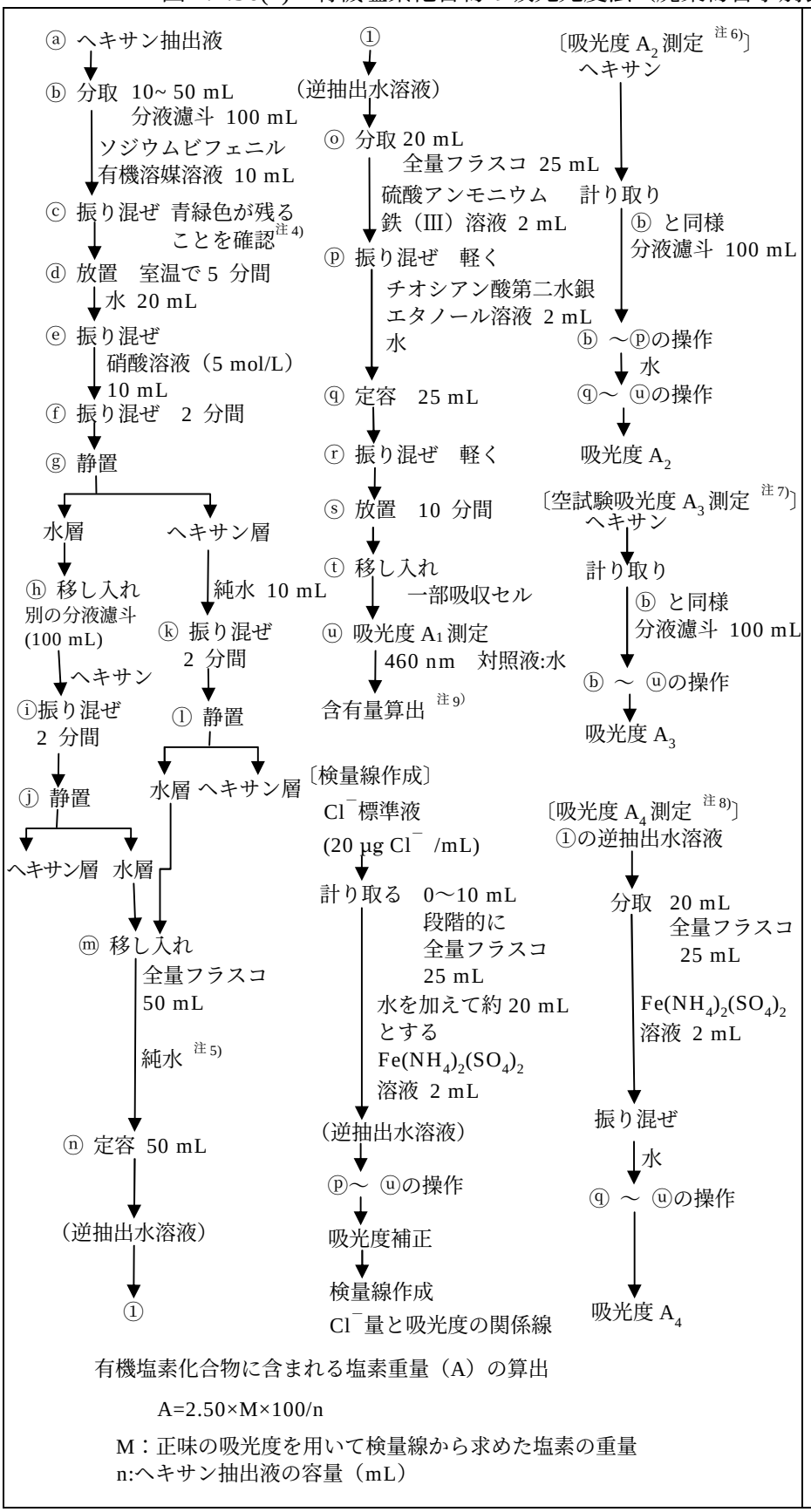


注 1)有機性汚泥は小石等の異物を除去し、均一な状態とする。
注 2)廃酸又は廃アルカリ試料 200 mL を水で 1000 mL とし、良く振り混ぜ均質にする。

作業の留意点

注 3)ヘキサン層を移し入れる共栓付き三角フラスコ（100 mL）は予め塩化物イオンが残らないよう良く洗浄した後、脱塩素化を完全にするため、乾燥しておく

図 4.2.36(2)　有機塩素化合物の吸光光度法（廃棄物告示別表第五）



有機塩素化合物に含まれる塩素重量（A）の算出

$$A=2.50\times M\times 100/n$$

M：正味の吸光度を用いて検量線から求めた塩素の重量
n:ヘキサン抽出液の容量（mL）

作業の留意点

注 4) ソジウムビフェニル有機溶媒溶液を加えて青緑色が消える場合は、さらに 10 mL 追加する

注 5) 水溶液層が濁っている場合は、ろ紙 5A でろ過した後、水でうすめ定容量とする

注 6) A_1 と同じ抽出液から 20mL を全量フラスコにとり、硫酸アンモニウム鉄(III)溶液 2mL を加え、純水で 25mL とし、A_1 と同様に操作して吸光度を測定する（チオシアン酸第二水銀エタノール溶液は添加しない）

注 7) 分取したヘキサン抽出液と同量のヘキサンを使用して実施した空試験操作によって得られた抽出液から 20mL を全量フラスコにとり、以下 A_1 測定と同様に操作して吸光度を測定する

注 8) A3 と同じ空試験抽出液から 20mL を全量フラスコとり、以下 A3 と同様に操作して吸光度を測定する（チオシアン酸第二水銀エタノール溶液は添加しない）

注 9) 正味の吸光度＝$A_1-A_2-A_3+A_4$

（参考１１）塩素イオンの測定にイオンクロマト法が適用できない理由

（１４）銅又はその化合物

図 4.2.37　銅の吸光光度法（JIS K0102 52.1 ジエチルジチオカルバミド酸吸光光度法）*

	作業の留意点
検液（前処理済み） ↓ 定量範囲（Cu 2～30 μg） くえん酸水素二アンモニウム溶液（100 g/L）5 mL EDTA 溶液（2 g/100mL）1 mL アンモニア水（1+1）で中和（指示薬 MCP) pH 9 （50 mL とする） ↓ DDTC 溶液（1 g/100 mL）2 mL 酢酸ブチル　10 mL 振り混ぜ　3 分間 ↓ 抽出 ↓ 酢酸ブチル層 ↓ 無水硫酸ナトリウム 1g 乾いたろ紙でろ過 ↓ 吸光度測定 440 nm	

*：本法は、海洋投入処分に係る有機性汚泥には適用されない

図 4.2.38　銅のフレーム原子吸光法（JIS K0102 52.2）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） 原子吸光分析 波長：324.8 nm 共存物質からの銅の分離は、カドミウムの原子吸光法（図 4.2.6）と同じ溶媒抽出法を用いる。	・共存物質が多い場合は標準添加法を用いる

図 4.2.39　銅の電気加熱原子吸光法（JIS K0102 52.3）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） 電気加熱原子吸光分析 波長：324.8 nm 乾燥温度 100～120℃、灰化温度 600～1000℃，原子化温度 2200～2700℃） 標準添加法により定量	・乾燥時の突沸が起こらないよう注意

図 4.2.40　銅の ICP 発光分光分析法（JIS K0102 52.４）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 発光分光分析 波長：324.754 nm 低濃度の場合は、キレートーキシレン抽出（JIS K0102 52.4 の備考 7）による 内標準法（Y）を用いてもよい	・共存物質によるスペクトル干渉に注意 ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

図 4.2.41　銅の ICP 質量分析法（JIS K0102 52.5）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量：63,　65 内標準元素は、Y、In、　Bi 内標準法により定量	・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Cu の測定質量に近い Y が適切 ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

（１５）亜鉛又はその化合物

図 4.2.42　亜鉛のフレーム原子吸光法（JIS K0102 53.1）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） 原子吸光分析 波長：213.9 nm 共存物質からの亜鉛の分離は、カドミウムの原子吸光法（図 4.2.6）と同じ溶媒抽出法を用いる。	・共存物質が多い場合は標準添加法を用いる

図 4.2.43　亜鉛の電気加熱原子吸光法（JIS K0102 53.2）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） 電気加熱原子吸光分析 波長：213.9 nm マトリックスモディファイヤーとして硝酸パラジウムを添加 乾燥温度 100～120℃、灰化温度 600～1000℃，原子化温度 2200～2700℃） 標準添加法により定量	・乾燥時の突沸が起こらないよう注意

図 4.2.44　亜鉛の ICP 発光分光分析法（JIS K0102 53.3）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 発光分光分析 波長：213.856　nm 低濃度の場合は、キレートーキシレン抽出（JIS K0102 52.4 の備考 7）による 内標準法（Y）を用いてもよい	・共存物質によるスペクトル干渉に注意 ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

図 4.2.45　亜鉛の ICP 質量分析法（JIS K0102 53.4）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量：66, 68, 64 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量	・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Zn の測定質量に近い Y が適切 ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

（１６）ふっ化物

図 4.2.46　ふっ化物の吸光光度法（JIS K0102 34.1
ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法、34.2 イオン電極法）

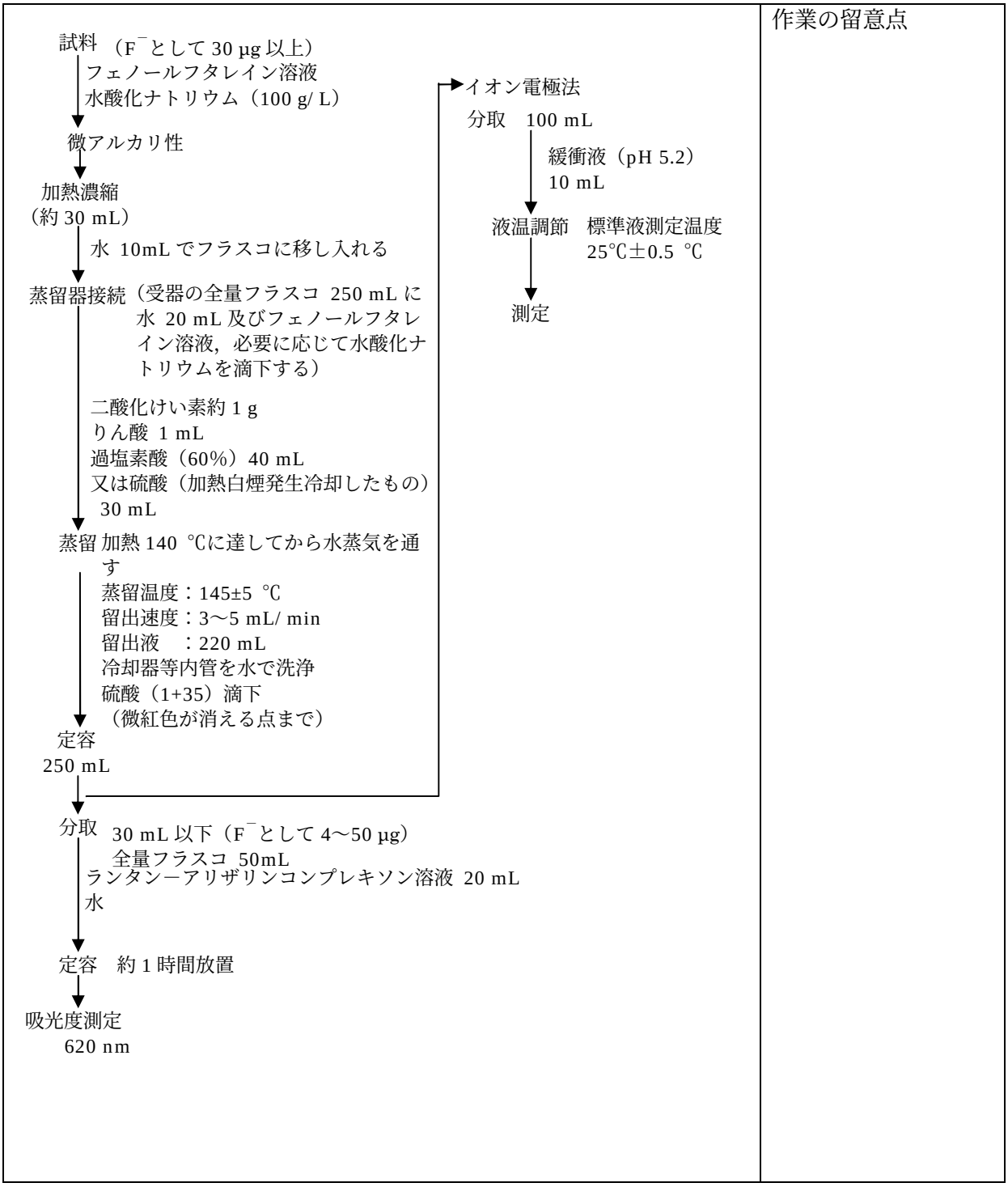


図 4.2.47　ふっ化物のイオンクロマトグラフ法（廃棄物告示別表第六）

	作業の留意点
試料 （F^-として 0.25mg 以上） フェノールフタレイン溶液 水酸化ナトリウム（100 g/ L） ↓ 微アルカリ性 ↓ 加熱濃縮 （約 30 mL） 水 10mL でフラスコに移し入れる ↓ 蒸留器接続（受器の全量フラスコ 250 mL に水 20 mL 及びフェノールフタレイン溶液，必要に応じて水酸化ナトリウムを滴下する） 二酸化けい素約 1 g りん酸 1 mL 過塩素酸（60%）40 mL 又は硫酸（加熱白煙発生冷却したもの） 30 mL ↓ 蒸留 加熱 140 ℃に達してから水蒸気を通す 蒸留温度：145～150 ℃ 留出速度：3～5 mL/ min 留出液 ：220 mL 冷却器等内管を水で洗浄 ↓ 定容 250 mL ↓ 一定量をイオンクロマトグラフへ導入 クロマトグラム上のふっ化物イオンの保持時間に相当するピーク（面積又は高さ）について、指示値を読み取る ↓ あらかじめ作成した検量線から検液中の濃度を求める 検液中のふっ化物に含まれるふっ素の重量(Amg)の算出 A = M×250/V M：検量線から求めたふっ化物イオンの量（mg） V：イオンクロマトグラフへ注入した留出液の量（mL）	

（１７）ベリリウム又はその化合物

図 4.2.48　ベリリウムのフレーム原子吸光法（廃棄物告示別表第七）

	作業の留意点
検液　（Be 5 μg 以上を含む） ↓ JIS K 0102 5.5 の前処理法 加熱分解 ↓ 加熱濃縮　（乾固近くまで） ↓ 塩酸 水 定容　50 又は 100 mL（塩酸 0.1～0.5 mol/L） ↓ 原子吸光　フレーム（一酸化二窒素－アセチレン） 波長：234.9 nm	

図 4.2.49　ベリリウムの電気加熱原子吸光法（廃棄物告示別表第七）

	作業の留意点
検液　（Be 1 μg 以上） ↓ JIS K 0102 5.5 の前処理法 加熱分解 ↓ 加熱濃縮　（乾固近くまで） ↓ 硝酸 水 定容　50 又は 100 mL（硝酸 0.1～0.5 mol/L） ↓ 電気加熱原子吸光　カーボン炉又は金属炉（乾燥，灰化，原子化） 波長：234.9 nm　マトリックスモディファイヤーとして硝酸マグネシウムを添加 標準添加法により定量	・測定は JIS K0102 54.2 に定める操作に従う

図 4.2.50　ベリリウムの ICP 発光分光分析法（廃棄物告示別表第七）

	作業の留意点
検液　（Be 2～3 μg 以上を含む） ↓ JIS K 0102 5.5 の前処理法 加熱分解 ↓ 濃縮　（乾固近くまで） ↓ 硝酸 内標準液として Y 溶液を添加 水 定容　50 又は 100 mL（塩酸 0.1～0.5 mol/L） ↓ ICP 発光分光分析 波長：　234.861 nm 、313.042 nm、313.107 nm Y：371.029 nm　内標準法で、Be と Y の比から定量 共存物質が多い場合、標準添加法による	

図 4.2.51　ベリリウムの ICP 質量分析法（廃棄物告示別表第七）

	作業の留意点
検液　（Be 2～3 μg 以上を含む） ↓ JIS K 0102 5.5 の前処理法 加熱分解 ↓ 濃縮　（乾固近くまで） ↓ 硝酸 水 定容　50 又は 100 mL（硝酸 0.1～0.5 mol/L） ↓ ICP 質量分析 測定質量：9 内標準法により定量　内標準元素は Y(Ga,Ge) 塩濃度が高い場合は標準添加法により定量	・測定は JIS K0102 52.5 に定める操作に従う

（１７）クロム又はその化合物

図 4.2.52　クロムの吸光光度法（JIS K0102 65.1.1 ジフェニルカルバジド吸光光度法）

検液（前処理済み）

↓ 適量 (Cr 2 ～ 50 μg) をビーカーにとる
H_2SO_4 (1 + 9) 3 mL

加熱，白煙発生

↓ 放冷

残留物

↓ 水 30mL

加熱溶解

↓ $KMnO_4$溶液(3 g / L) 滴下
赤色状で数分間煮沸

冷却

↓ 尿素溶液 (200g / L) 10 mL
$NaNO_2$ (20 g / L) 1 滴ずつかきまぜながら加え，MnO_4^-，MnO_2^-を分解

全量フラスコ (50 mL)

↓ 液温 (15 ℃)
ジフェニルカルバジド溶液 (10 g / L) 1mL
直ちに振り混ぜ、水を標線まで加える

5 分間放置

↓

吸光度測定
540 nm 付近

空試験操作

水 30 mL

↓ H_2SO_4 (1 + 9) 3 mL

全量フラスコ (50 mL)

↓ 液温 (15 ℃)
ジフェニルカルバジド溶液 (10 g / L) 1mL
直ちに振り混ぜ、水を標線まで加える

5 分間

↓

吸光度測定
対照液：540 nm

作業の留意点

図 4.2.53　クロムのフレーム原子吸光法（JIS K0102 65.1.2）

前処理後の検液

↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか

原子吸光分析

波長：357.9 nm

作業の留意点

・共存物が多い場合は標準添加法により定量

図 4.2.54　クロムの電気加熱原子吸光法（JIS K0102 65.1.3）

前処理後の検液

↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか

電気加熱原子吸光分析

波長：357.9 nm
乾燥温度 100～120℃、灰化温度 500～600℃，原子化温度 2400～2900℃）
標準添加法により定量

作業の留意点

・乾燥時の突沸が起こらないよう注意

図 4.2.55　クロムの ICP 発光分光分析法（JIS K0102 65.1.4）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)~(4)のいずれか ICP 発光分光分析 波長：206.149 nm 内標準法（Y）を用いてもよい	・スペクトル干渉がないことを確認 ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・内標準元素が検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

図 4.2.56　クロムの ICP 質量分析法（JIS K0102 65.1.5）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量： 53、52、50 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量	・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Cr の測定質量に近い Y が適切 ・内標準元素が検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

（１９）ニッケル又はその化合物

図 4.2.57 ニッケルの吸光光度法
（JIS K0102 59.1 ジメチルグリオキシム吸光光度法）

	作業の留意点
検液（前処理済み）　→　空試験　水 50mL ↓ 定量範囲（Ni 2～50 µg） くえん酸水素二アンモニウム溶液（100 g/L）5 mL アンモニア水（1 + 5）中和，2～3 滴過剰に加える （指示薬フェノールフタレイン溶液） 水を加えて 100mL（弱アンモニアアルカリ性） ↓ ジメチルグリオキシム－エタノール溶液（1 g/100 mL）2 mL $CHCl_3$　10 mL 1 分間激しく振り混ぜて抽出 水層 ↓ $CHCl_3$　5 mL 抽出を 2 回繰り返す $CHCl_3$ 層 ↓ アンモニア 水（1 + 50）10～20 mL で洗浄 $CHCl_3$ 層 ↓ HCl （1 + 20）10 mL、2 回目は 5 mL で 1 分間 激しく振り混ぜ（逆抽出） HCl 層 ↓ 飽和 Br 水 2 mL 約 1 分間放置 ↓ アンモニア 水（1 + 1）で中和後 2 mL 過剰に添加 室温以下まで冷却 ジメチルグリオキシム－水酸化ナトリウム溶液 (10 g/L) 2 mL 定容 25 mL ↓ 吸光度測定 450 nm	

図 4.2.58　ニッケルのフレーム原子吸光法（JIS K0102 59.2）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 6.2.4.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） 原子吸光分析 波長：232.0 nm 共存物質からのニッケルの分離は、カドミウムの原子吸光法（図 4.2.6）と同じ溶媒抽出法を用いる。	・共存物質が多い場合は標準添加法を用いる

図 4.2.59　ニッケルの ICP 発光分光分析法（JIS K0102 59.3）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4).のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 発光分光分析 波長：221.647 nm 低濃度の場合は、キレートーキシレン抽出（JIS K0102 52.4 の備考 7）による 内標準法（Y）を用いてもよい	・共存物質によるスペクトル干渉に注意 ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

図 4.2.60　ニッケルの ICP 質量分析法（JIS K0102 59.4）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量：58, 60 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量	・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は Ni の測定質量に近い Y が適切 ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

（２０）バナジウム又はその化合物

図 4.2.61　バナジウムの吸光光度法
（JIS K0102 70.1 N-ベンゾイル-N-フェニルヒドロキシルアミン吸光光度法）

	作業の留意点
検液（前処理済み） ↓ 定量範囲（V 2～50 μg） HNO_3 5 mL $HClO_4$ 3 mL 加熱蒸発 ↓ 白煙発生処理 乾固近くまで 放冷 ↓ 水 10 mL 銅（Ⅱ）溶液（10 g/L）1 mL $KMnO_4$ 溶液（3 g/L）滴下 赤色で 5 分間放置 分液濾斗（100 mL）に入れる ↓ 水で 30 mL BPHA-$CHCl_3$ 溶液（2 g/L）10 mL HCl（2+1）40 mL 振とう抽出（30 秒） ↓ $CHCl_3$ 層 乾いたろ紙 5B でろ過 ↓ 吸光度測定　530 nm	

図 4.2.62　バナジウムのフレーム原子吸光法（JIS K0102 70.2）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） 原子吸光分析 波長：318.4 nm 共存物質からのバナジウムの分離は、カドミウムの原子吸光法（図 4.2.6）と同じ溶媒抽出法を用いる。	・共存物質が多い場合は標準添加法を用いる

図 4.2.63　バナジウムの電気加熱原子吸光法（JIS K0102 70.3）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） 電気加熱原子吸光分析 波長：318.4 nm マトリックスモディファイヤーとして硝酸パラジウムを添加 乾燥温度 100～120℃、灰化温度 500～600℃，原子化温度 2400～3000℃） 標準添加法により定量	・乾燥時の突沸が起こらないよう注意

図 4.2.64　バナジウムの ICP 発光分光分析法（JIS K0102 70.4）

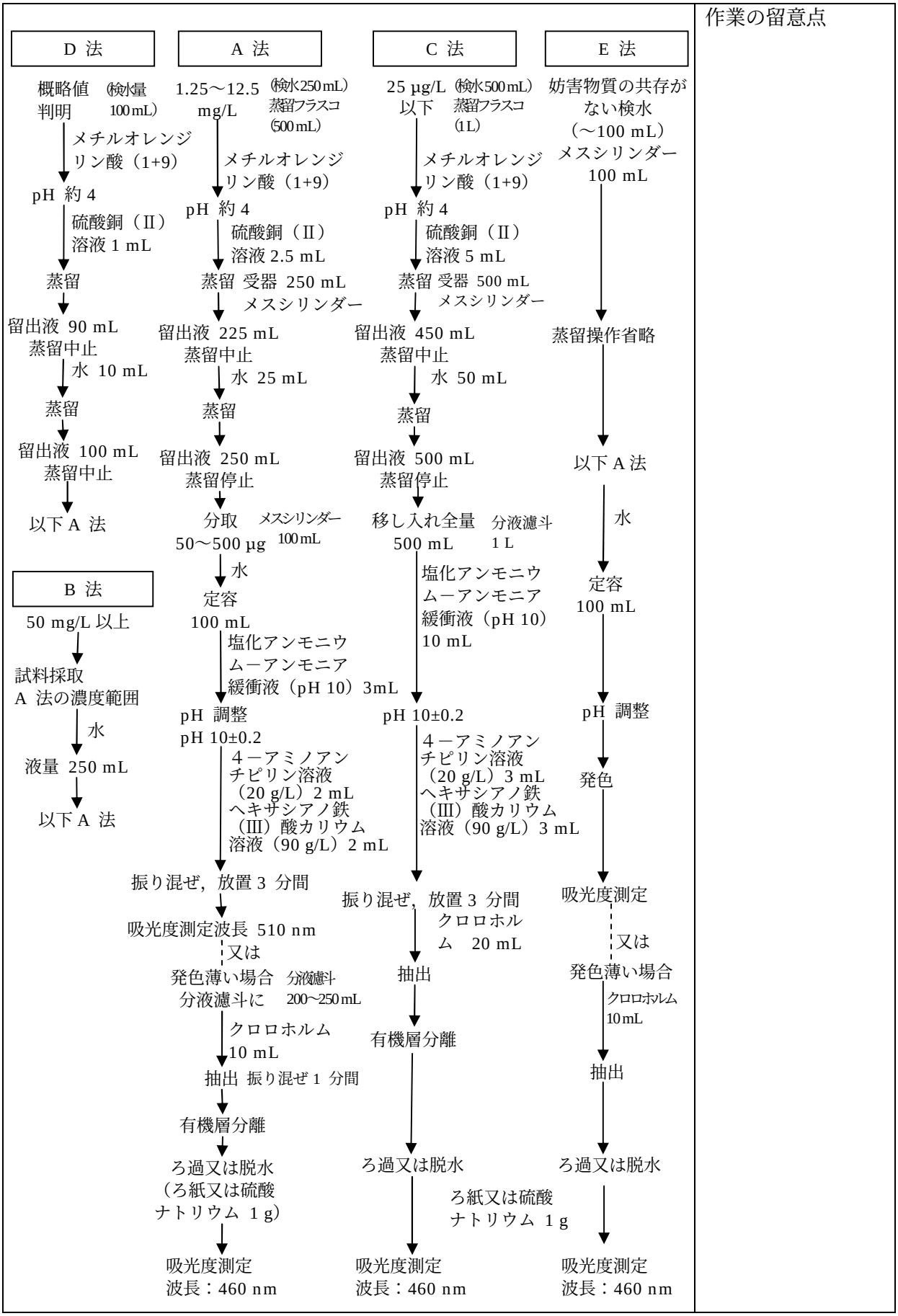
	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 発光分光分析 波長：309.311 nm 低濃度の場合は、キレートーキシレン抽出（JIS K0102 52.4 の備考 7）による 内標準法（Y）を用いてもよい	・共存物質によるスペクトル干渉に注意 ・プラズマへの導入が定量的でない場合は内標準法による ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

図 4.2.65　バナジウムの ICP 質量分析法（JIS K0102 70.5）

	作業の留意点
前処理後の検液 ↓ 前処理は図 4.2.5(1)～(4)のいずれか （硝酸溶液 0.1～0.5 mol/L） ICP 質量分析 装置のイオン源は高周波プラズマと同等のもの 測定質量：51 内標準元素は、Y、In、Bi 内標準法により定量	・超音波ネブライザーを用いるときは、メモリー効果に注意 ・内標準元素は V の測定質量に近い Y が適切 ・内標準元素は検液に含まれないことを確認 ・共存物質のスペクトル干渉に留意 ・共存物質が多い場合は標準添加法により定量する

（２１）フェノール類

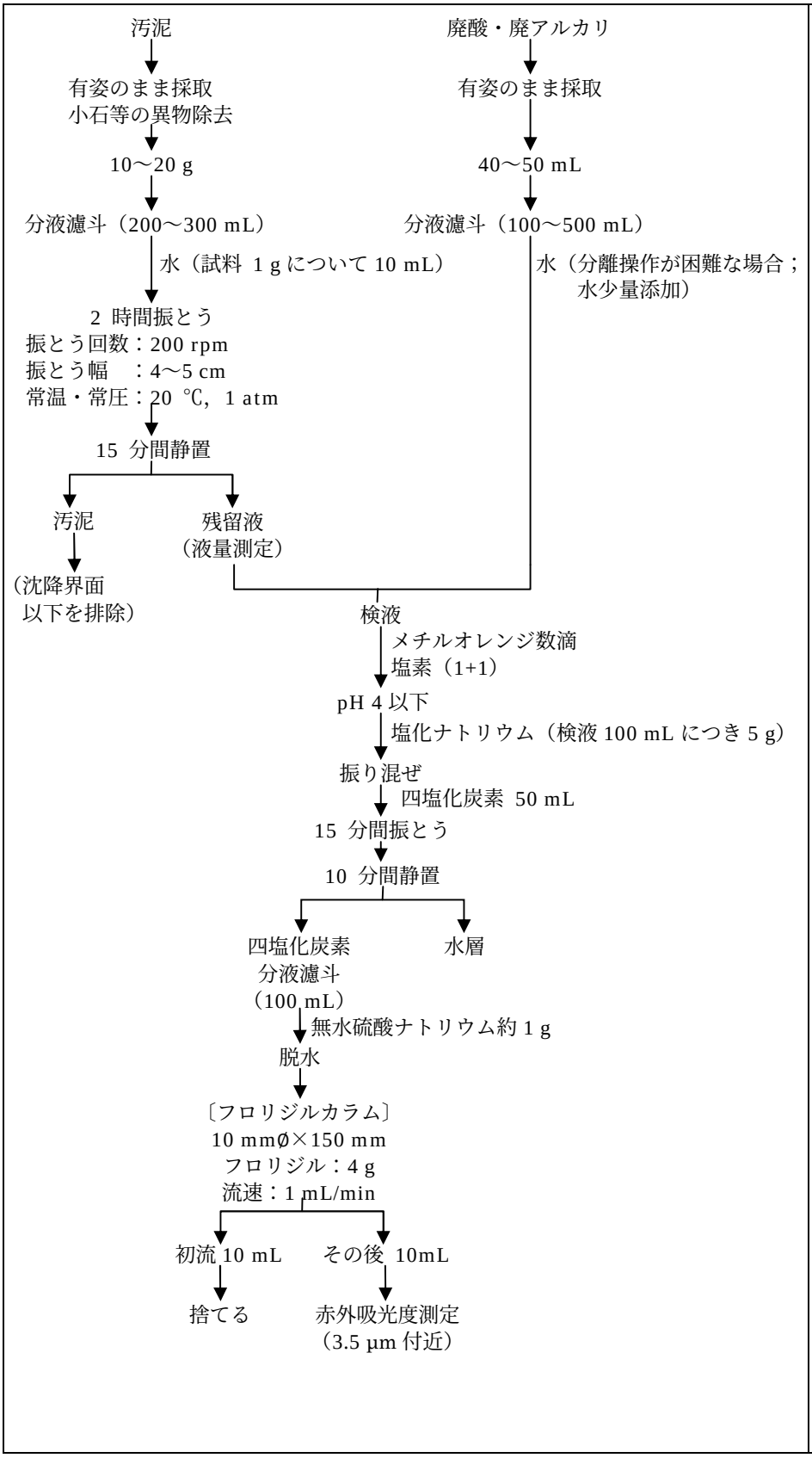
図 4.2.66　フェノール類の吸光光度法
（JIS K0102 28.1 4-アミノアンチピリン吸光光度法）



【参考】油分の分析方法について

海洋投入処分できる産業廃棄物に含まれる油分の検定方法は、「廃棄物の処理及び清掃に関する法律施行令第 6 条第 1 項第 4 号に規定する海洋投入処分を行うことができる産業廃棄物に含まれる油分の検定方法」（環境庁告示第 3 号、昭和 51 年 2 月 27 日）に規定されている。参考までにこの方法について示す。

図 4.2.67　試験操作（昭和 51 年環境庁告示第 3 号）



作業の留意点

＊マニュアルの留意事項の参考一覧

「産業廃棄物の検定方法に係る分析操作マニュアル」留意事項の参考資料

参考１ 溶媒量に対する容器容量

（１） 門木ら、再生材の溶出試験の検討と廃棄物の分析事例、廃棄物資源循環学会研究討論会発表資料(2010)
http://jsmcwm.or.jp/wastest/2010_toronkai_4.pdf

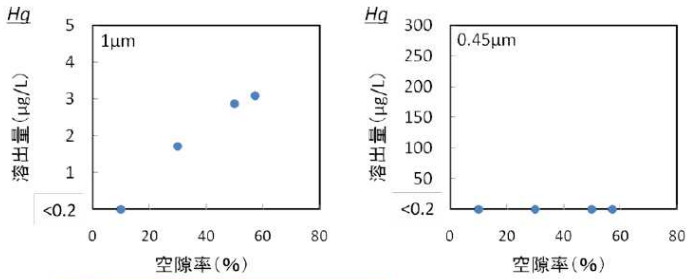
以下のデータから、容器容量は溶媒量の 2 倍程度（空隙率 50%）とすることが望ましい。

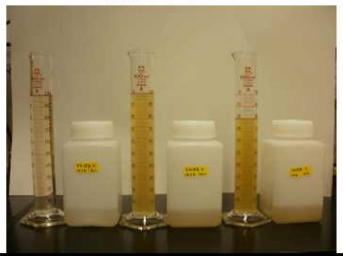
- 容器容量 ： 480mL

試料量（g）	20.5	24	33.6	43.2
水（mL）	205	240	336	432
空隙率（%）	57	50	30	10

- 振とう時間 ： 6時間
- 容器 ： 縦置き
- 振とう方向 ： 横方向
- 遠心分離 ： 3000rpm、20min
- ろ過 ： 吸引ろ過
  - 1μmGFPで200mlろ過した後、0.45μmメンブランフィルターで100mlろ過

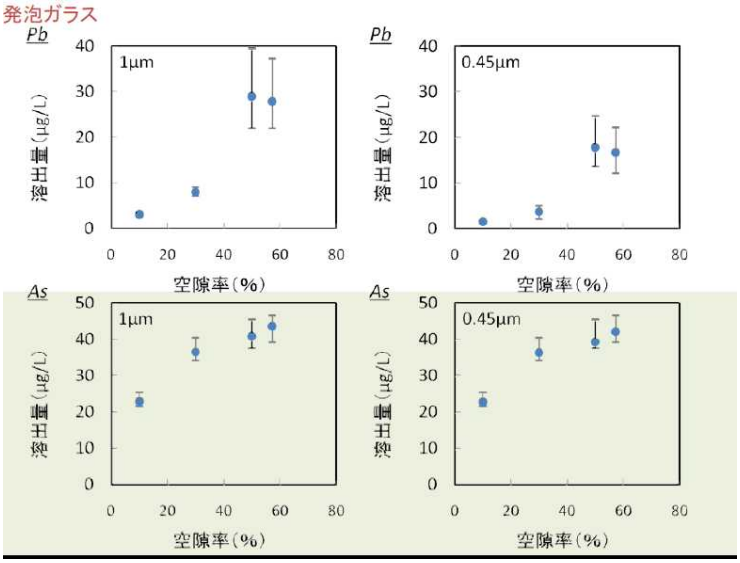
下水終末処理場脱水汚泥





左より、空隙率10%、30%、50%で溶出した時の、ろ液(1μmGFP)

発泡ガラス



（２）平成 21 年度産業廃棄物の検定方法等の検討業務報告書より
以下のデータによれば、空隙率が 30%と 60%では差がないが、86%では低値になることが示された。60%でもよいと考えられるが、「概ね 50%」が妥当だと判断される。

検討項目	条件	下水汚泥 ①		燃え殻 ①		燃え殻 ③	ばいじん ③
		As	T-Hg	Cr6+	Pb	As	As
環告13号	-	0.16	0.0029	0.10	0.012	0.034	2.2
環告46号	-	0.62	0.0031	0.055	0.012	0.043	2.1
スラグ等の化学試験法（成型体の再生材）	-	-	-	-	-	-	-
振とう容器と溶媒量（溶媒/容器容積比）	溶媒/容器容積比86% 30g/300mL（350mL）	0.092	0.0014	0.084	0.009	-	1.8
	溶媒/容器容積比60% 30g/300mL（500mL）	0.16	0.0029	0.10	0.012	0.034	2.2
	溶媒/容器容積比30% 30g/300mL-1L容器	0.17	0.0021	0.093	0.016	0.034	2.3
振とう時間	6時間	0.16	0.0029	0.10	0.012	0.034	2.2
	24時間	0.15	0.0014	0.025	<0.001	0.038	2.4
ろ紙の種類	ガラスファイバーろ紙孔径1μm	0.18	0.0025	0.094	0.028	-	2.1
	メンブランフィルター孔径0.45μm	0.11	0.0016	0.091	0.021	-	2.1
遠心分離（3000rpm）	上澄み分析	0.13	0.0083	0.10	0.098	0.034	2.2
	ろ過作業有り	0.14	0.0026	0.091	0.025	0.033	2.3

単位：mg/L

検討項目	条件	ばいじん ⑤				鉱さい ①	溶融スラグ ①
		Cr6+	Pb	T-Hg	Se	Cr6+	Pb
環告13号	-	0.060	390	0.13	0.016	0.10	0.28
環告46号	-	0.051	240	0.12	0.019	0.10	0.26
スラグ等の化学試験法（成型体の再生材）	-	-	-	-	-	-	-
振とう容器と溶媒量（溶媒/容器容積比）	溶媒/容器容積比86% 30g/300mL（350mL容器）	0.045	290	0.098	0.008	0.086	0.19
	溶媒/容器容積比60% 30g/300mL（500mL容器）	0.060	390	0.13	0.016	0.10	0.28
	溶媒/容器容積比30% 30g/300mL(1L容器)	0.062	440	0.21	0.014	0.12	0.28
振とう時間	6時間	0.060	390	0.13	0.016	0.10	0.28
	24時間	0.044	190	0.0076	0.021	0.091	0.16
ろ紙の種類	ガラスファイバーろ紙孔径1μm*	-	-	-	-	(0.10)	-
	メンブランフィルター孔径0.45μm*	-	-	-	-	(0.083)	-
	ガラスファイバーろ紙孔径1μm	0.076	320	0.16	0.016	0.11	0.26
	メンブランフィルター孔径0.45μm	0.074	260	0.14	0.011	0.10	0.21
遠心分離（3000rpm）	上澄み分析	0.062	890	0.47	0.017	0.11	0.45
	ろ過作業有り	0.055	480	0.18	0.017	0.093	0.33

単位：mg/L

検討項目	条件	土壌 ①	土壌 ②
		PCB	PCB
環告13号	-	0.064	0.012
環告46号	-	0.025	0.0008
スラグ等の化学試験法（成型体の再生材）	-	-	-
振とう容器と溶媒量（溶媒/容器容積比）	溶媒/容器容積比83% 50g/500mL（600mL容器）	0.043	0.012
	溶媒/容器容積比50% 50g/500mL（1L容器）	0.064	0.012
振とう時間	6時間	-	-
	24時間	-	-
ろ紙の種類	ガラスファイバーろ紙孔径1μm*	0.071	0.014
	メンブランフィルター孔径0.45μm*	-	-
	ガラスファイバーろ紙孔径1μm	0.071	0.014
	メンブランフィルター孔径0.45μm	0.011	0.0009
遠心分離（3000rpm）	上澄み分析	0.14	0.025
	ろ過作業有り	0.088	0.0091

単位：mg/L

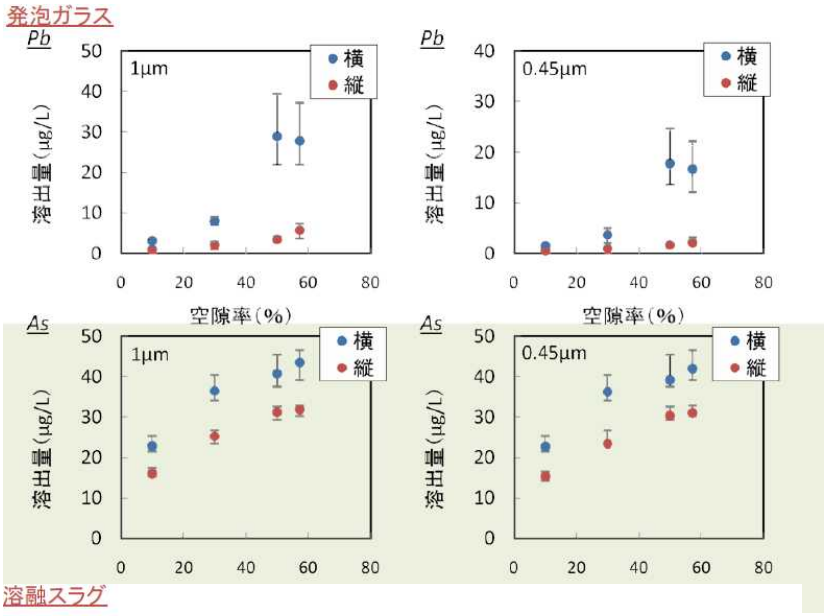
参考２
振とう方向

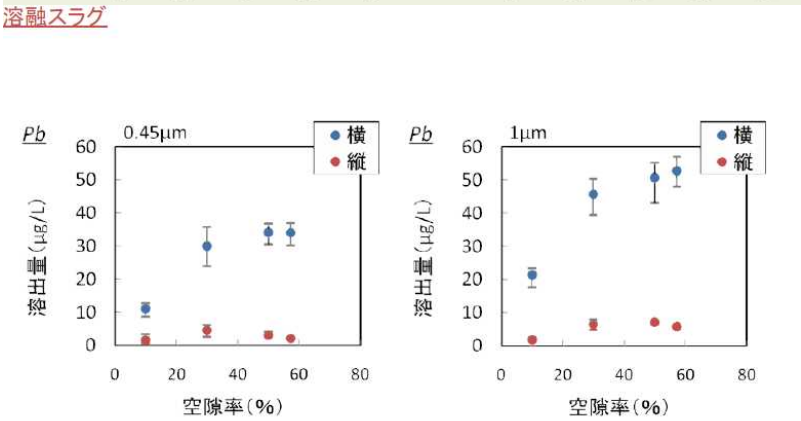
門木ら、再生材の溶出試験の検討と廃棄物の分析事例、廃棄物資源循環学会研究討論会発表資料(2010)、http://jsmcwm.or.jp/wastest/2010_toronkai_4.pdf
以下のデータから、横振とうより縦振とうの方が溶出濃度が低くなる。縦振とうは振とうが十分に行われていないことが問題であった。

- 振とう方向 ： 横方向、縦振とう
- 容器容量 ： 480mL

試料量 （g）	24
水 （mL）	240
空隙率 （%）	50

- 振とう時間 ： 6時間
- 容器 ： 縦置き

<table>
<tr>
<td></td>
<td>




</td>
</tr>
<tr>
<td>参考３
固液分離方法及び遠心分離の規定</td>
<td>固液分離方法として、従来のろ過のみから、遠心分離方法を採用した理由は以下のとおり。
① 従来、ろ過困難な場合に遠心分離を採用することになっていたが、ろ過困難の判断が測定者により異なることから、遠心分離操作を追加した。
② 遠心分離操作により、ろ紙への固体の負荷が少なくなり、固液分離操作が分析者の違いによる差が少なくなる。
→室内精度及び室間精度の向上。
③ 遠心分離の性能は、装置の回転半径と回転数により決まるため、装置性能を一定にするため、重力加速度を規定する。（3000G への変更で、3000rpm に相当する回転半径は 30cm）→室間精度の向上
検討委員会では、検定方法の精度向上を重要なポイントと考える意見が大勢であり、回転数から重力加速度へ変更することとなった。
溶出液の作成では、500mL 以上を必要とするため、大きい容量の遠心分離容器が望ましい。</td>
</tr>
<tr>
<td>参考４
ろ紙の材質（メンブランフィルターの採用）</td>
<td>ガラス繊維ろ紙からメンブランフィルターに変更した理由は以下のとおり。
① ガラス繊維ろ紙に比べて、メンブランフィルターの 1μm 粒子の補足性能は一定している。→室内精度及び室間精度の向上
② なお、ろ紙口径を 0.45μm とすることも検討されたが、廃棄物と土壌とは特性が異なり、廃棄物は浸出水への影響評価を考えることが重要であること、また安全側での判定基準と考えられることから、0.45μm のろ紙口径を採用するための妥当な（合理的な）説明ができないことから、採用されなかった。</td>
</tr>
</table>

参考５
ろ紙の材質
（目的成分の吸着がないものを選択）

次の 2 つの参考資料よりろ紙の材質について規定した。メンブランフィルター（MF）でも農薬類の吸着が起こる可能性があること、PTFE を用いることが推奨される結果が得られたがすべてのろ紙メーカー・ろ紙製品を検討していないこと、目的物質に対して吸着の生じるろ紙材質が異なることから、材質の規定ができず、結果として、「目的成分の吸着が起こらない材質」の記述となった。

① 井上豪ら、「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法（環境庁告示第 13 号）」で用いるフィルターの種類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）

・有機バインダーを含むガラス繊維ろ紙では有機リンの吸着が起こる
・MF（セルロース系）でも吸着が起きる可能性がある
・特に EPN の吸着が大きく、ガラス繊維ろ紙の方が吸着が少ない。
・PCB も同様にろ紙吸着が起こる。ガラス繊維ろ紙（GFP）の方が吸着が少ない。

比較試験を行ったガラス繊維ろ紙

	製造会社①			製造会社②	
	A	B	C	D	E
質量(g/m²)	110	55	70	143	139
厚さ(mm)	0.44	0.21	0.21	0.675	0.73
保留粒子径(μm)	1※1	0.6※1	0.6※1	1※2	1.2※2
有機バインダー処理	無し	無し	有り	無し	無し

※1 JIS P 3801で規定された硫酸バリウムなどを自然ろ過した時の漏洩粒子径により求めたもの
これが0.6μmの場合，吸引ろ過時には保留粒子径が1μmになるとのこと(A社担当者より)
※2 Particle retention rating at 98% efficiency（B社ホームページより：測定条件は不明）

比較試験を行ったメンブレンフィルター

	製造会社①	製造会社③	
	F	G	H
材質	セルロース混合エステル	PVDF	PTFE
孔径(μm)	0.45	0.45	0.45
膜厚(μm)	145	125	65
透水量(mL/min/cm²)※3	45	29	15

※3 Fは25℃、-0.069MPaの条件下、G、Hは20℃68.94kPaの条件で透水試験を行っている

測定結果

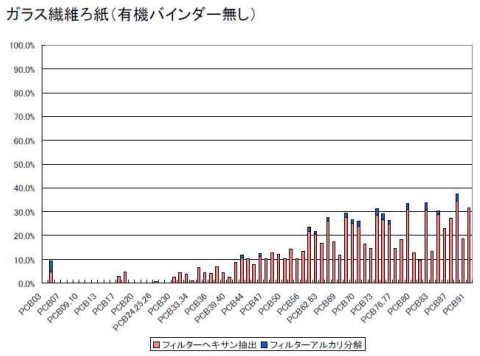
有機リン系農薬等を含む水試料をろ過した際の回収率(ガラス繊維ろ紙)

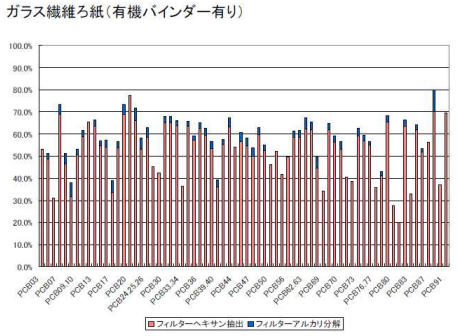
	A (n=3)	B (n=3)	C (n=3)	D (n=3)	E (n=3)
メチルジメトン	112%	93%	92%	116%	112%
シマジン	94%	103%	91%	102%	102%
メチルパラチオン	100%	99%	78%	104%	105%
チオベンカルブ	91%	95%	66%	96%	95%
パラチオン	93%	94%	57%	92%	92%
EPN	75%	74%	23%	71%	69%

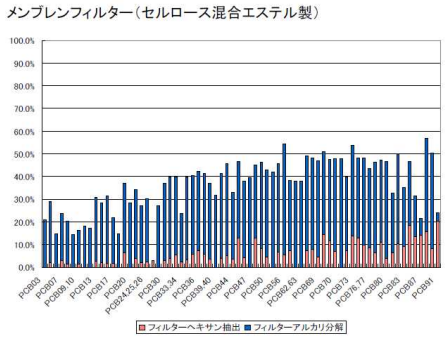
有機リン系農薬等を含む水試料をろ過した際の回収率（メンブレンフィルター）

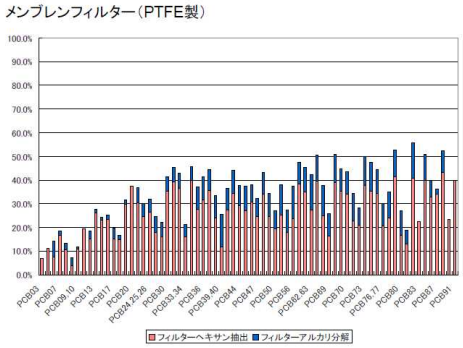
	F (n=3)	G (n=3)	H (n=3)
メチルジメトン	123%	94%	94%
シマジン	111%	102%	102%
メチルパラチオン	57%	97%	95%
チオベンカルブ	41%	93%	87%
パラチオン	33%	98%	94%
EPN	12%	64%	80%

PCB のろ紙吸着
PCB はバインダーのないガラス繊維ろ紙が最も吸着が少なかった。
井上らは PCB が溶出してもろ紙や容器に吸着する可能性があることから、含有量試験の検討を促している。しかし、ガラス繊維ろ紙（GFP）では微粒子のろ紙通過がメンブランフィルターより多くなる廃棄物（汚泥）試料もあり、ガラス繊維ろ紙を選択した場合は強い吸引ろ過は望ましくない。一方でメンブランフィルターを選択した場合には、結果の評価において吸着による濃度低下の可能性があることを認識しておく必要がある。









② 平成 23 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務報告書における検討

- 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。
- 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。
- 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。

濾紙吸着実験結果

分析項目：ﾒﾁﾙﾊﾟﾗﾁｵﾝ

定量下限値：2μg（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(%)
-	-	ー	濾過前液A	0.023	-	0.111	-	0.187	-	-	ー	ー
-	-	ー	濾過前液B	0.021	-	0.104	-	0.195	-	-	ー	ー
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。

参考６ pH 及び電気伝導率の測定

pH と電気伝導率の測定を推奨するのは次の理由による。

① 溶出液の濃度が高い場合の評価（例えば強アルカリ性あるいは強酸性では Pb や六価クロムの溶出量が多い等）

② 金属類の測定で共存物質の影響を受ける場合の参考（塩類除去や希釈の必要性、また標準添加法で定量する必要性の有無等）

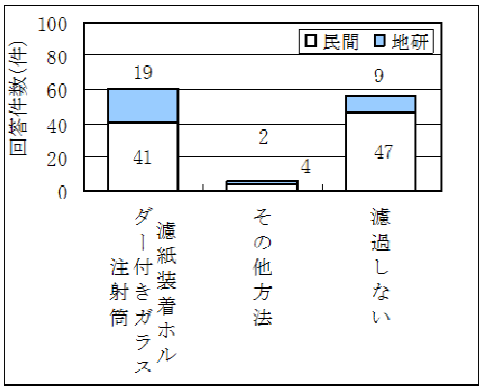
参考７

VOC の検液作成における溶出操作はヘッドスペース少なくし溶出液中から VOC

VOC の溶出操作	を揮発させないようにするが、そのためには、予め容器容量を計り、廃棄物＋溶媒の容積が容器容量になるように廃棄物量を求めて量りとる操作によって、極力ヘッドスペースが少なくできる
参考８ VOC のろ過操作	VOC のろ過操作を省略することになった理由は以下のとおり。 (1) 以下の論文で、土壌溶出試験において VOC の溶出操作後のろ過操作を行う操作により VOC が揮発し低値になることが示された。 ・ 星純也ら、土壌中 VOC の簡易迅速測定手法の評価、東京都環境科学研究所年報 2007、55-62（2007） ・佐々木裕子、東京都における土壌中の重金属や VOC 等の簡易迅速分析技術の選定と活用、水環境学会誌、31(8)、415-418(2008) (2) 平成 21 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務における実験的検討から、ろ過操作の有無による測定値の比較をし、ろ過操作を行わない方が揮発による損失を防げることを確認した。 (3) 平成 21 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務における分析機関へのアンケート調査の結果､約半数の機関で溶出操作後のろ過操作を行っておらず､その理由として揮発による損失を考慮したためと回答していた。 ろ過しないということは､VOC の揮発が起こる操作を避けるという意味もあり妥当性があること、また操作の簡略化につながることから、ろ過操作なしの採用となった。

検討項目		条件	模擬汚泥（土壌：砂質）A ﾄﾘｸﾛﾛｴﾁﾚﾝ	模擬汚泥（土壌：シルト）B ﾄﾘｸﾛﾛｴﾁﾚﾝ
環告13号		1回目	0.38	0.16
		2回目	0.31	0.17
		3回目	0.24	(0.88)
		4回目	0.51	0.19
		5回目	0.45	0.33
		平均	0.38	0.21(0.35)
		CV (%)	28.4	37.3 (88.5)
環告46号		1回目	0.28	0.12
		2回目	0.41	0.11
		3回目	0.27	0.094
		4回目	0.29	0.14
		5回目	0.33	(0.41)
		平均	0.32	0.17(0.12)
		CV (%)	18.1	16.6(75.8)
ろ過無し		1回目	0.33	0.24
		2回目	0.42	0.31
		3回目	0.51	0.33
		4回目	0.46	0.25
		5回目	0.39	0.19
		平均	0.42	0.26
		CV (%)	16.2	21.4
溶出試験方法の検討項目		-	-	-
ろ過の有無とろ紙の種類	ろ過有り	ガラスファイバーろ紙孔径1μm	0.38	0.21(0.35)
		メンブランフィルター孔径0.45μm	0.34	0.12(0.17)
	ろ過無し	上澄み分析	0.42	0.26

単位：mg/L



参考９ As 及び Se の前処理での揮散

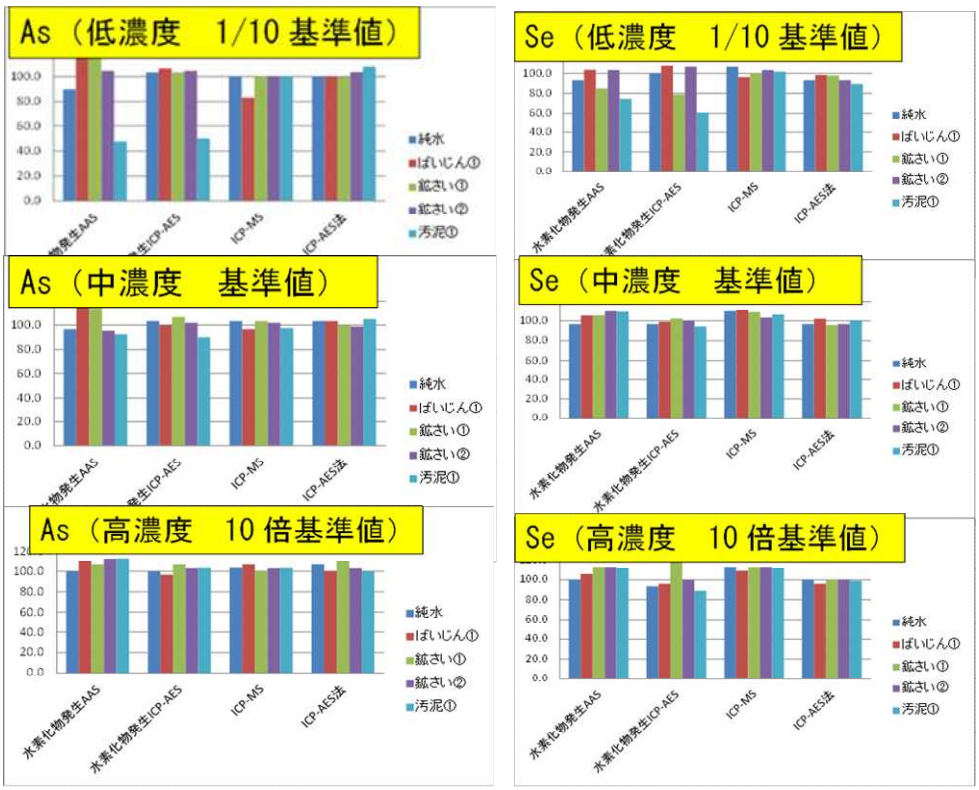
As 及び Se の前処理において塩素が共存する際に揮散する可能性がある。平成 23 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務において、検討した結果、NaCl 及び $CaCl_2$ の 1% 共存下においても、揮散しない結果を得た。ホットプレートでの加熱実験では揮散しないが、直火による加熱・乾固は検討していない。

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
HNO3 BLK	<0.05	<0.05
HNO3+1ppm	1.03	1.05
HNO3(加熱)	1.02	1.03
HNO3(乾固)	1.18	1.05
HCl BLK	<0.05	<0.05
HCl+1ppm	1.05	1.09
HCl (加熱)	1.06	1.07
HCl (乾固)	1.11	0.98
H2SO4 BLK	<0.05	<0.05
H2SO4+1ppm	1.21	1.39
H2SO4 (加熱)	1.18	1.38
H2SO4 (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
CaCl2 BLK	<0.05	<0.05
CaCl2+1ppm	1.01	0.90
CaCl2 (加熱)	1.02	0.91
CaCl2 (乾固)	1.03	0.92
HCl+H2SO4 BLK	<0.05	<0.05
HCl+H2SO4+1ppm	1.18	1.37
HCl+H2SO4 (加熱)	1.18	1.37
HCl+H2SO4 (乾固)	1.18	1.38
NaCl+H2SO4 BLK	<0.05	<0.05
NaCl+H2SO4+1ppm	1.03	1.16
NaCl+H2SO4(加熱)	1.05	1.18
NaCl+H2SO4(乾固)	1.06	1.20

参考１０ ICP 質量分析装置の適用

As 及び Se の測定に対する ICP 質量分析装置の適用が可能かどうか、平成 22 年度及び平成 23 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務において検討した。

溶出液に As 及び Se の標準を添加し、低濃度～高濃度の濃度範囲で、公定法（水素化物発生原子吸光法、水素化物発生 ICP 発光法）と ICP 質量分析法、また参考法として ICP 発光分析直接法を比較した結果、低濃度（基準値ｘ1/10）では汚泥の水素化物発生法（AAS、AES）が低値であったが、概ね ICP 質量分析法は水素化物法と一致した。



上記測定は、コリジョンリアクションガスセル装備で測定したデータである。

ICP 質量分析装置のスペクトル干渉の除去方法は異なるため、各製造メーカーにブラインドサンプルを送付して測定した結果は以下のとおりである。確度の高い結果ではないが、概ねよい結果となっている。これらの結果を総合すると、As の測定に ICP 質量分析を使用する際には、各分析機関で Cl や Ca を含む溶液によってスペクトル干渉がないことを確認する必要がある。

検体	条件	添加濃度	想定濃度	公定法	分析機関	ECC	Agilent	Perkin Elmer		SII	Thermo Fisher
					装置	Agilent 7500ce	Agilent 7700x	Perkin Elmer ELAN	Perkin Elmer ELAN	SII SPQ 97000	Thermo Fisher Scientific XSeries2
					ｺﾘｼﾞｮﾝ・ﾘｱｸｼｮﾝｶﾞｽ	He	He	He	AsO	H2	8%H2混合He
		mg/L	mg/L		質量数	75	75	75	91	75	75
汚泥	溶出液	-	0.130	0.130		0.119	0.093	0.112	0.116	0.106	0.112
	条件1	0.001	0.131	0.110		0.143	0.094	0.113	0.114	0.107	0.106
	条件2	0.01	0.140	0.060		0.153	0.103	0.120	0.121	0.115	0.122
	条件3	0.03	0.160	0.080		0.163	0.117	0.141	0.137	0.130	0.140
	条件4	0.1	0.230	0.16		0.253	0.175	0.212	0.203	0.204	0.211
	条件5	0.3	0.430	0.38		0.484	0.342	0.414	0.392	0.390	0.405
	条件6	0.5	0.630	0.58		0.655	0.515	0.616	0.584	0.579	0.607
	条件7	1.0	1.130	0.98		1.309	1.064	1.056	1.021	1.063	1.094
	条件8	3.0	3.130	2.7		3.670	2.793	2.918	2.793	2.968	3.039
鉱さい	13号溶出	-	0.001	0.001		0.006	0.000	0.005	0.006	0.000	0.000
	条件1	0.001	0.002	0.001		0.004	0.001	0.005	0.006	0.000	0.000
	条件2	0.01	0.011	0.010		0.012	0.008	0.015	0.015	0.007	0.009
	条件3	0.03	0.031	0.030		0.032	0.026	0.035	0.036	0.027	0.030
	条件4	0.1	0.101	0.10		0.108	0.079	0.111	0.113	0.095	0.099
	条件5	0.3	0.301	0.30		0.324	0.265	0.330	0.336	0.293	0.291
	条件6	0.5	0.501	0.52		0.538	0.450	0.535	0.558	0.492	0.489
	条件7	1.0	1.001	1.0		1.034	0.911	1.060	1.094	0.974	0.963
	条件8	3.0	3.001	2.9		3.438	2.889	3.164	3.181	2.907	2.765
ばいじん	13号溶出	-	<0.001	<0.001		0.008	0.002	0.266	0.035	0.000	0.002
	条件1	0.001	0.001	0.001		0.010	0.001	0.259	0.029	0.000	0.004
	条件2	0.01	0.010	0.010		0.018	0.009	0.248	0.032	0.010	0.012
	条件3	0.03	0.030	0.028		0.039	0.026	0.230	0.051	0.032	0.033
	条件4	0.1	0.100	0.10		0.111	0.083	0.324	0.125	0.107	0.110
	条件5	0.3	0.300	0.23		0.327	0.242	0.499	0.331	0.319	0.321
	条件6	0.5	0.500	0.41		0.483	0.443	0.785	0.533	0.546	0.542
	条件7	1.0	1.000	0.78		1.000	0.817	1.350	1.074	1.108	1.076
	条件8	3.0	3.000	2.1		3.170	2.535	3.572	3.208	3.321	3.185

単位：mg/L

参考１１ 有機塩素化合物

有機塩素化合物は無機化した塩素イオンを吸光光度法で定量する。吸光光度法では Hg 含有試薬を用いており、有害物質の使用を避けたい。平成 22 年度産業廃棄物の検定方法等検討業務において、イオンクロマト法による測定を検討した。汚泥の基準値（含有量）40mg/kg である。イオンクロマト法は表に示すとおり、20mg/kg 程度が定量限界と考えられる。吸光光度法の定量限界は 2mg/kg 程度でイオンクロマト法より 1/10 低い。イオンクロマト法の定量限界が高いのは、有機塩素化合物の無機化試薬ソジウムビフェニルの Na が検液に多量に存在するためイオンクロマト法に導入するのに中和・希釈が必要となるためである。この結果から、イオンクロマト法の適用は見送られた。

含有量		公定法(比色)法	イオンクロマト法 希釈なし	10倍希釈	100倍希釈
	設定値	mg/kg	試料中濃度（mg/kg）		
ブランク		0	ピーク分離不能	不検出	7.0
汚泥	0	0.3	×	―	
	0.4	1.5	×	―	不検出
	2	2.8	×	―	7.4
	4	4.2	×	―	10.5
	8	8.3	×	―	4.9
	20	18.9	×	―	23.8
	40	35.9	×	―	41.5
	80	67.2	×	―	79.5
	200	157	×	―	194
	400	335	×	―	401