

## 第二部 専門編

### 第1章 状況把握調査

#### 1. 総論

##### 1. 1 状況把握調査の目的

状況把握調査は、土地の所有者等が、自らの土地の地表又は敷地内の井戸水等に油臭や油膜が生じていることを発見したときに行うもので、その油臭や油膜が鉱油類によるものであるか否かを確認し、その油汚染問題に対する対策の要否やその内容等の検討に必要な情報を取得し、整理することを目的として行う。

##### 1. 2 状況把握調査の調査対象範囲

状況把握調査の調査対象範囲は、油含有土壌が存在し、かつ油汚染問題が生じている場所（以下「調査地」という。）及びその調査地がある敷地内であり、その敷地の外の土地は本ガイドラインにおける調査対象範囲には含まない。

##### 1. 3 状況把握調査の進め方

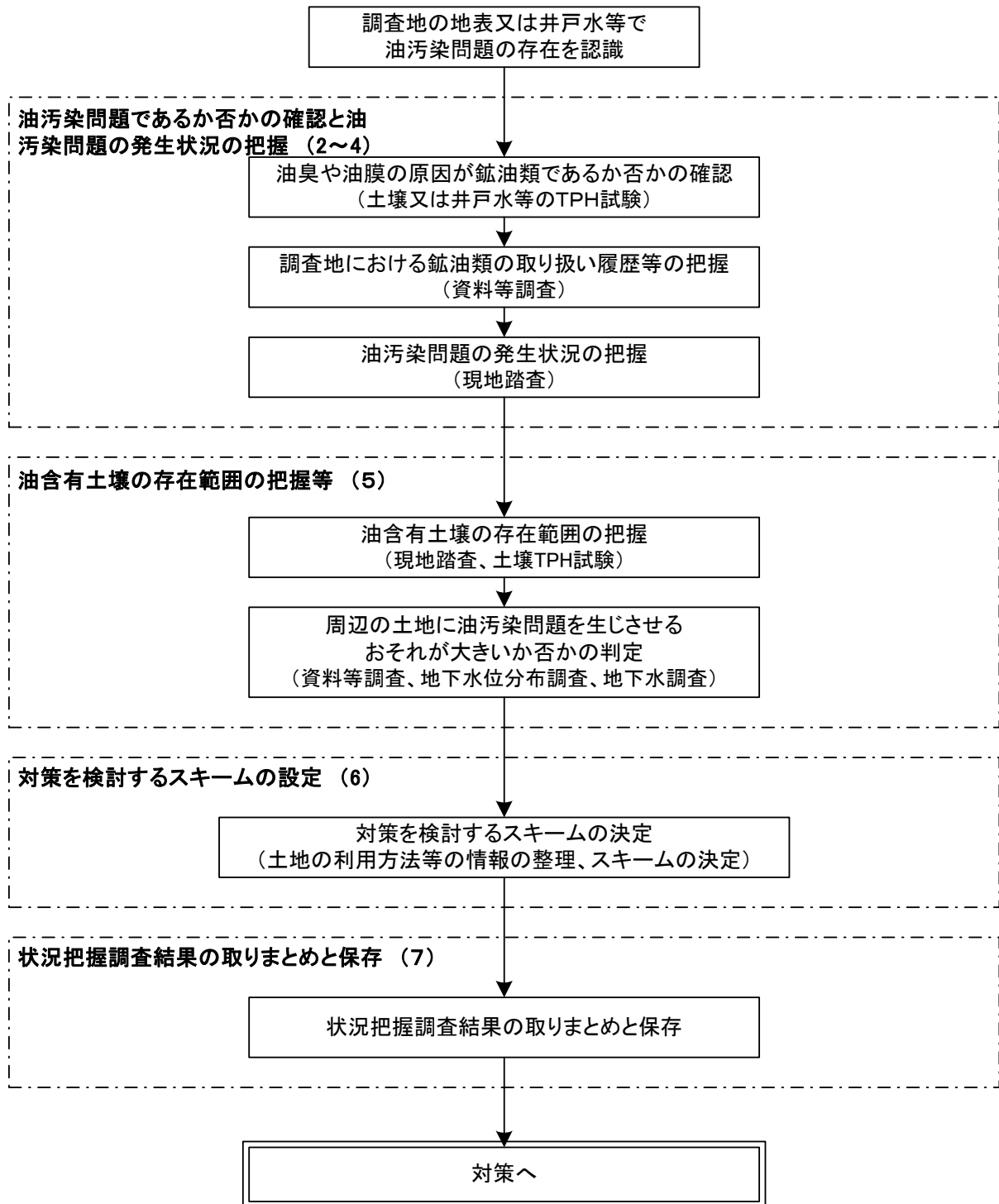
状況把握調査の調査メニューは次に示すとおりである（図1-1）。

- 1) 油臭や油膜の原因が鉱油類か否かの確認
- 2) 確認の結果、鉱油類に起因する油臭や油膜であることが把握された後に行う、
  - ① 調査地における鉱油類の取扱いの履歴等について把握するために行う資料等調査
  - ② 油汚染問題の発生状況の把握
  - ③ 油含有土壌の存在範囲の把握等
  - ④ 対策を検討するスキームの設定
  - ⑤ 状況把握調査結果の取りまとめと保存

具体の油汚染問題があったときに、その現場における状況把握調査としてどのような項目及び内容の調査を行うかは、油汚染問題の程度、土地利用の状況と方針及び調査地に関する既存資料の入手の容易さ等によって異なってくるため、現場の状況に応じて判断することが必要である。

##### 1. 4 状況把握調査の実施者

状況把握調査の調査メニューの中には、油汚染問題に関する知識や技術情報を有している土地所有者等が自ら行えるものもある。土地所有者等によっては、状況把握調査を部分的に又は一括して調査事業者に依頼することもある。



(備考)

- 1 状況把握調査はこれら一連の流れで構成されるが、状況に応じて必要な調査を行えば良い。
- 2 「油汚染問題」とは「鉱油類を含む土壌（油含有土壌）に起因して、その土壌が存在する土地（その土地にある井戸の水や、池・水路等の水を含む。）において、その土地又はその周辺の土地を使用している又は使用しようとする者に油臭や油膜による生活環境保全上の支障を生じさせていること」である。

(注) 図中（2～4）等の表示は、本文の節番号を示すものである。

図1-1 状況把握調査の流れ

## 1. 5 状況把握調査の実施にあたっての安全に係わる留意事項

- 1) 調査を行うに際しては、労働安全衛生法に基づく作業環境の衛生の確保に留意することが必要である。
- 2) 消防法令で定める危険物や指定可燃物を貯蔵し、又は取り扱う施設において調査を行う場合は、引火・爆発・施設破壊による油の流出等を生じないように十分に注意する。火気使用（コアカッター、ドリル、発電機等の使用を含む）や掘削については、所轄する消防署の指導に従って、事前に必要な届出等が行われていることを確認した上で、適切な安全対策を講じながら行う必要がある。
- 3) 現地踏査で地表の油臭を嗅覚により感覚的に判定する場合、空気中に揮発性油が高濃度に含まれていると頭痛、めまいを引き起こすことがある他、目、鼻、のどに刺激／炎症を起こすこともあるので、十分に注意が必要である。

## 2. 油臭や油膜の原因が鉱油類か否かの確認

### 2. 1 目的と必要性

土地の所有者等が自らの土地の地表又は敷地内の井戸水等において発見した油臭や油膜の原因が、鉱油類であるか否かを確認することを目的とする。

油臭であると感知しても実際には油臭でなかったり、春先の田圃でバクテリアの被膜が油膜と間違えられたりする事例もあることから、本ガイドラインを利用する上での出発点として、この確認が必要である。

### 2. 2 方法

状況把握調査を行う契機となった油臭や油膜が生じている土壌又は井戸水等、又は油臭や油膜が生じている井戸水等への油の供給源となっていると思われる土壌を採取し、土壌又は井戸水等のTPH試験を行う。

#### (1) 試料採取方法

##### 1) 土壌試料の採取方法

地表の油臭や油膜に対しては、地表で最も臭いが強いと思われる土地や油膜が浮いている土地の土壌を採取し、速やかに分析室に運搬する。土壌試料の採取方法及び採取した試料の取扱いを資料1「表層部土壌試料採取方法」に示す。

##### 2) 井戸水等試料の採取方法

井戸水等の油臭や油膜に対しては、その井戸水等、又はその井戸水等に含まれる油の供給源になっていると思われる土壌を採取し、速やかに分析室に運搬する。このとき、油相（フリーフェーズ）が存在している場合は、その油相を含むように採水すると鉱油類か否かの確認が容易である。井戸水等試料の採取方法及び採取した試料の取扱いを、資料2「井戸水等の試料採取方法」に示す。

## (2) 試料の分析方法

油臭や油膜の原因が鉱油類か否かの確認は、GC-FID法によるTPH試験により行う。GC-FID法による鉱油類の確認方法を資料3「GC-FID法によるTPH試験法」に示す。

鉱油類か否かの確認は、GC-FID法によるTPH試験で得られるクロマトグラムの形状、及びTPH画分毎の濃度組成からの推定により行うことを基本とする。

## 2. 3 結果の評価

- 1) 油臭や油膜が鉱油類に起因するものであると判定された場合、本ガイドラインの対象とする油汚染問題であると判断し、状況把握調査を継続する。
- 2) 油臭や油膜が鉱油類に起因するものではないと判定された場合、本ガイドラインの対象とする油汚染問題ではないと判断し、記録を作成して保存する。

## 3. 調査地における鉱油類の取扱いの履歴等について把握するために行う資料等調査

### 3. 1 目的と必要性

油汚染問題が生じていることを認識した後に、その原因となっている油含有土壌が調査地のある敷地内にあることを確認すること、及び油汚染問題が同一敷地内の他の場所や井戸水等にも有りそうか無さそうかを推定することを目的とする。

油の取扱いの履歴がなかったり、油を漏洩した履歴がない場合には、油汚染問題の原因が敷地の外にある可能性がある。また、油汚染問題が敷地内の別の場所や井戸水等でも生じている可能性がある。そのため、資料等調査による確認と推定が必要である。

### 3. 2 方法

- 1) 既存資料の収集、過去の土地所有者等へのヒアリングにより、調査地のある敷地内における、ア) 現在及び過去の土地利用、イ) 鉱油類の取扱いの履歴（油種、取扱設備の設置状況、管理の記録等）、ウ) 過去の油汚染問題発生の履歴、エ) 地形、水文地質、地下水の存在状況や流向を、可能な範囲で必要に応じて把握する。
- 2) 敷地内の現在及び過去の土地利用については、地形図、旧版地形図、現在及び過去の空中写真等を活用し、敷地内における鉱油類が取り扱われた可能性のある場所（取扱設備、保管場所など）を、可能な範囲で必要に応じて把握する。

(備考)

- ・地形図は国土地理院刊行地図を取り扱う書店及び財団法人日本地図センターにて、旧版地形図は国土地理院にて、空中写真は財団法人日本地図センターにてそれぞれ購入可能である。

- 3) 敷地内における鉱油類の取扱いの履歴としては、鉱油類の使用履歴の有無及び油種、

使用履歴がある場合の取扱設備の設置状況（平面的な位置、深さ、構造）や、管理の記録等に示されている使用状況（使用の方法・場所・量・頻度・漏油等の有無）等を、可能な範囲で必要に応じて把握する。

（備考）

- ・過去における鉱油類の取扱設備の設置状況については、消防法等の届出書類、空中写真、住宅地図等が参考になる。

4) 敷地内の地形・水文地質状況に関する資料には地形図、地質図、地盤図、水理地質図、地質柱状図、空中写真等があり、地下水流動の状況に関しては水理地質図、地下水位測定記録、地下水位標高等値線図等がある。また、学術文献等の資料にもこれらの情報が記載されている場合があり、敷地内の建物を建築したときの図面や資料からこれらの情報が得られる場合もある。地形・水文地質、地下水流動については、これらの資料を活用して、土壤中に存在する油が地下水を介して拡散しやすいかどうか等を考察する。

（備考）

- ・地下水を介して油が拡散した事例として、地下水谷や盛土造成前の旧開水路等、透水性の良い経路に沿って流出したケースもあり、古地形図や土地利用図等が参考となるケースもある。
- ・地形図は国土地理院刊行地図を取り扱う書店及び財団法人日本地図センターにて、地質図及び水理地質図は社団法人東京地学協会及び財団法人日本産業技術振興協会（技振協）地学情報サービスにて、空中写真は財団法人日本地図センターにてそれぞれ購入可能である。

5) 敷地全体についての油汚染問題の発生の有無を調べるためには、敷地内全体についての資料を用いることになる。ただし、敷地が極めて広い場合や鉱油類の取扱場所が限られている場合もあるので、現場の状況に応じてどのような資料を用いることが合理的、効率的であるか判断することが必要である。

### 3. 3 結果の評価

1) 上記3. 2の1)のア)、イ)及びウ)の情報から、油汚染問題の原因となっている油含有土壌が敷地内にある可能性があることを確認し、考えられうる油含有土壌の平面的な位置及び深さを推定するとともに、エ)の情報から敷地内における地下水の下流側の推定、及び土壤中に存在する鉱油類が地下水を介して拡散しやすいかどうか等の検討を行うことが可能である。

（備考）

- ・油汚染問題の原因となっている油含有土壌が状況把握調査の契機となった調査地以外の場所にある可能性が認められた場合には、その場所も調査する。

2) 状況把握調査を行う契機となった油汚染問題の種類と発生位置、上記1)で推定された油含有土壌の平面的な位置や深度及び地下水の流れ等の情報に基づき、敷地内において地表及び井戸水等に油汚染問題が生じている可能性がある地表部や井戸水等を推定する。

（備考）

- ・資料等調査によって油汚染問題の原因となっている油含有土壌の存在する場所が推定することが困難な場合には、資料等調査を終え、4. 以降の調査に移行することができる。

## 4. 油汚染問題の発生状況の把握

### 4. 1 目的と必要性

上記3. 3の2)で推定された地表及び井戸水等に油汚染問題が生じている可能性のある場所における油汚染問題の発生状況を把握することにより、調査地のある敷地における地表及び井戸水等の油汚染問題の発生状況を概括的に把握することを目的とする。

特に、敷地が広い場合には、油汚染問題が生じている場所や井戸水等が調査地に限られることを確認しておかないと、度々油汚染問題が生じる潜在的危険性が残る。

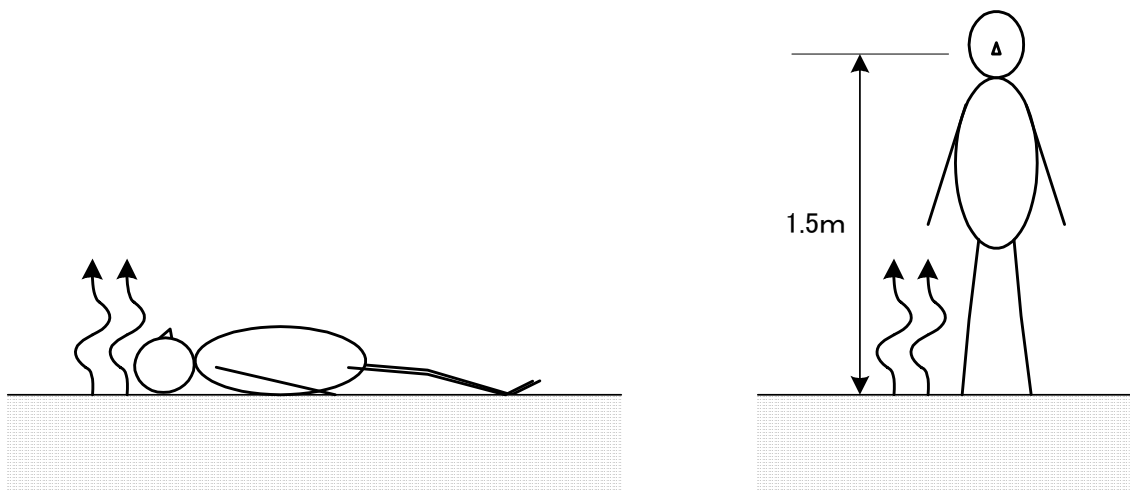
### 4. 2 方法

上記3. 3の2)で推定された地表及び井戸水等の油汚染問題が生じている可能性のある場所を対象に、調査実施者が現地踏査を行い、敷地全体における地表及び井戸水等の油汚染問題の発生状況を把握する。

#### (1) 地表の油汚染問題の発生状況の調査方法

調査地のある敷地内における地表の油汚染問題の発生状況については、現地踏査を行い、人の感覚（嗅覚、視覚）に基づいて、油臭や油膜の発生の有無を判定する。

- ① 地表に油臭があるかどうかの判断は、図4-1に示すように、児童公園等のように利用者が地表の土壌に触れることが想定される土地利用については地面のすぐ上で油臭があるかどうかという観点で、その他の土地利用では大人が立った状態で油臭を認識するかどうかという観点で行う。



(a) 利用者が地表の土壌に触れることが想定される土地利用

(b) その他の土地利用（一般に大人が立った状態で利用することを想定）

図4-1 地表面の油汚染問題発生状況を把握するための油臭の判断地点の考え方

(備考)

- ・地面のすぐ上で油臭があるかどうかについては、地表の土壌から油臭が発生するか否かにより判定する。
- ・大人が立った状態で油臭を認識するかどうかについては、大人の鼻の高さを地上 1.5m と想定し、地上 1.5m の高さで油臭が生じているか否かにより判定する。

- ② 地表に油膜があるかどうかの判断は、調査実施者により目視で油膜が確認されるか否かにより行う。

## (2) 井戸水等の油汚染問題の発生状況の調査方法

### 1) 井戸水の油汚染問題の発生状況の調査方法

調査地のある敷地内における井戸水の油汚染問題の発生状況について、井戸水に対しては蛇口又は井戸内から井戸水を採水し、井戸水の状況を目視で確認して油膜の有無を判定するとともに、井戸水の臭いを嗅いで井戸水からの油臭の有無を判定する。井戸水の試料採取方法を資料 2 「井戸水等の試料採取方法」に示す。

### 2) 水域の油汚染問題の発生状況の調査方法

調査地のある敷地内の水域に対しては、調査実施者が水域付近の現地踏査を行い、池・水路の脇又は直上で人の感覚(嗅覚、視覚)に基づいて油臭や油膜の発生の有無を判定する。

水域に油臭があるかどうかの判断は、児童公園等のように利用者が水域に触れることが想定される土地利用については水面のすぐ上で油臭があるかどうかという観点で、その他の土地利用では大人が立った状態で油臭を認識するかどうかという観点で行う。

水域の水の試料採取方法を資料 2 「井戸水等の試料採取方法」に示す。

(備考)

- ・水域のすぐ上で油臭があるかどうかについては、水域の水から油臭が発生するか否かにより判定する。
- ・大人が立った状態で油臭を認識するかどうかについては、大人の鼻の高さを地上 1.5m と想定し、地上 1.5m の高さで油臭が生じているか否かにより判定する。

## 4. 3 結果の評価

- 1) この調査で新たに地表又は井戸水等の油汚染問題が確認された場合、新たに把握された地表及び井戸水等の油汚染問題に対しても調査地を設定し、以降の調査や対策を行う必要がある。
- 2) 調査地のある敷地内において、地表に油汚染問題が生じておらず、かつ資料等調査によって鉱油類の取扱いの履歴がないことが判明しているにもかかわらず、井戸水等には油汚染問題が生じている場合のように、油汚染問題の原因が調査地のある敷地の外にあると推定することが妥当な場合もある。

## 5. 油含有土壌の存在範囲の把握等

### 5. 1 目的と必要性

油汚染問題の原因となっている油含有土壌の平面方向と深度方向の分布状況を把握するとともに、調査地のある敷地の周辺（以下「敷地周辺」という。）に油汚染問題を生じさせるおそれが大いいか否かを含めて状況を調査し、対策を検討するスキームの設定に必要な情報を整理することを目的とする。

油含有土壌の分布状況及び敷地周辺に油汚染問題を生じさせるおそれが大いいか否かを把握することは、現に生じている油汚染問題の解決策を検討するために、また、油汚染問題の拡大の可能性を推定して防止策を講ずる必要があるか否かを検討するために必要である。

### 5. 2 地表に油汚染問題が生じた場合

#### 5. 2. 1 方法

地表の油汚染問題については、油臭や油膜の原因となっている油含有土壌の平面方向と深度方向の分布状況を、現地踏査における人の感覚と、それを補完する土壌 TPH 試験によって概括的に把握する。

図5-1に、地表の油汚染問題に対する対策を検討する対象となる範囲（以下「対策検討範囲」という。）の設定までの概念図を示す。

#### （1）既存資料から得られる情報による油含有土壌の分布状況の推定

3. の資料等調査で得られた鉱油類の取扱いの状況や過去の油汚染問題の履歴、及び
4. の調査を通じて得られた油汚染問題の発生状況等の情報から、可能な範囲で油含有土壌の平面的な位置及び深度を推定する。

#### （2）現地踏査

調査実施者が油汚染問題の発生している範囲を現場で踏査し、油汚染問題の存在が感覚的に認識される大まかな範囲を嗅覚及び視覚により把握する。（図5-1①）

- ① 油臭については、調査実施者の嗅覚により、油臭の存在が感覚的に認識される大まかな範囲を把握する。

（備考）

- ・ 地面のすぐ上で油臭があるかどうかについては、地表の土壌から油臭が発生するか否かにより判定する。
- ・ 大人が立った状態で油臭を認識するかどうかについては、大人の鼻の高さを地上 1.5m と想定し、地上 1.5m の高さで油臭が生じているか否かにより判定する。
- ・ 調査対象とする範囲が広い場合や、バックグラウンドとして油臭以外の臭気がある場合等、調査実施者が嗅覚による油臭の有無の判定が困難と判断した場合や、より定量的な判定が必要とされる場合は、資料4「油臭及び油膜の測定方法」に示す方法で土壌からの油臭を測定



し、その結果をもとに判断する方法もある。

- ・地表における油臭の発生状況を評価するにあたっては、気圧、気温、風向・風速などの気象条件が油臭の発生状況に影響を及ぼしていることがあることに留意する必要がある。

- ② 油膜については、調査実施者の視覚により明らかな油膜が確認される場合を油膜ありと判定する。

(備考)

- ・地表における油膜が油含有土壌に起因するものであることを確認することが必要とされる場合は、地表の土壌を採取して資料4「油臭及び油膜の測定方法」に示す方法で油含有土壌に起因する油膜であることを判断するとよい。

### (3) 土壌 TPH 試験

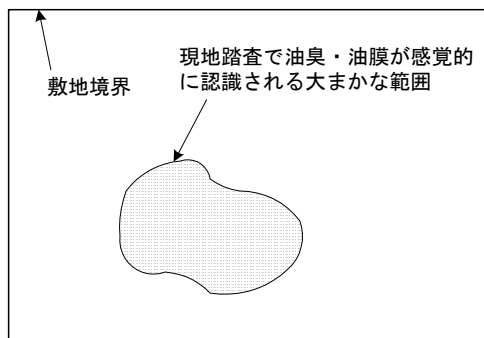
現地踏査において油汚染問題の存在が感覚的に認められた範囲及び認められなかった範囲のそれぞれ数ヶ所ずつについて表層部土壌の土壌 TPH 濃度を把握し、地表の油汚染問題が感覚的に認められなかったところの土壌 TPH 濃度で囲まれる範囲を地表の油汚染問題に対する対策検討範囲として設定する。

#### 1) 調査地点の配置

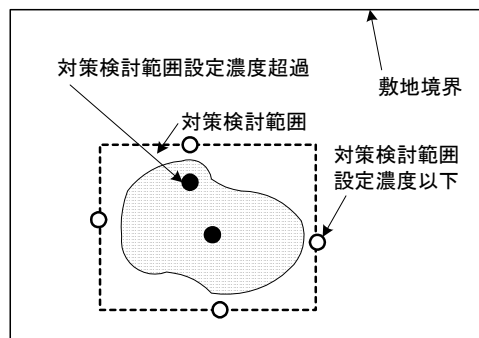
- ① 平面方向の対策検討範囲を設定するための調査地点は、現地踏査で油汚染問題の存在が感覚的に認められた範囲及び認められなかった範囲に少なくとも数ヶ所ずつ設定することとし、油汚染問題の存在が確認された範囲の外側四方には最低でもそれぞれ調査地点を設定することとする。(図5-1②)
- ② 深度方向の対策検討範囲を設定するための調査地点は、上記(2)の現地踏査で油臭が強かった地点又は油膜が多く見られた地点、上記①の調査地点に対して行う土壌 TPH 試験で土壌 TPH 濃度の最も高かった地点、又は下方への油の拡散が予想される地点等、1地点以上を設定する。

(備考)

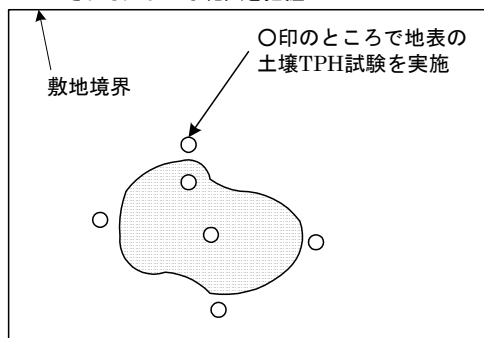
- ・同じ試料採取孔から地下水を採水することが可能な場合には、地下水を試料採取して油臭や油膜の発生状況を確認し、油含有土壌に起因する油が地下水まで拡散しているかどうか把握することも可能である。ただし、この調査で地下水に油膜や油臭が認められても、下記5.3の「井戸水等に油汚染問題が生じた場合」には該当しない。
- ・地下水試料を採取して油臭や油膜の発生状況を確認する場合、地下水の試料採取方法及び採取した試料の取扱いを資料2「井戸水等の試料採取方法」に示し、水の油臭試験の方法を資料4「油臭及び油膜の測定方法」に示す。



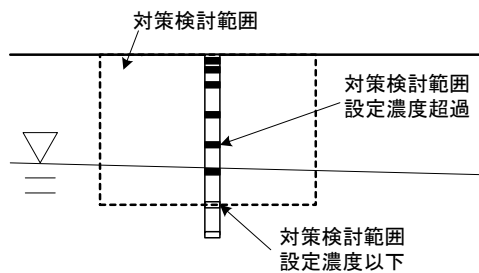
① 現地踏査により感覚的に油臭・油膜が認識される大まかな範囲を把握



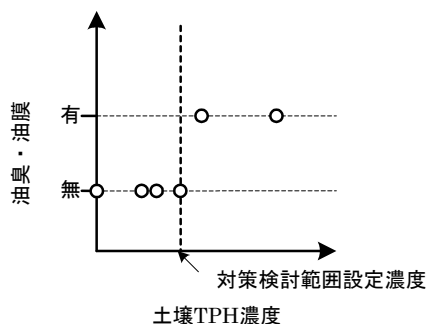
④ 平面的な対策検討範囲を把握



② 地表の土壌TPH試験を実施

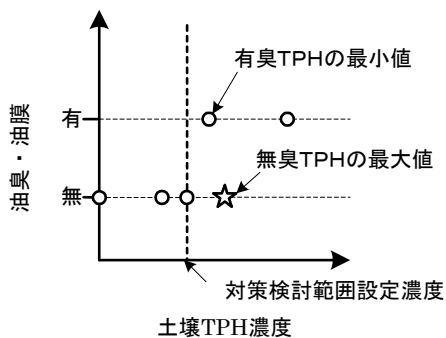


⑤ 深度方向の対策検討範囲を把握

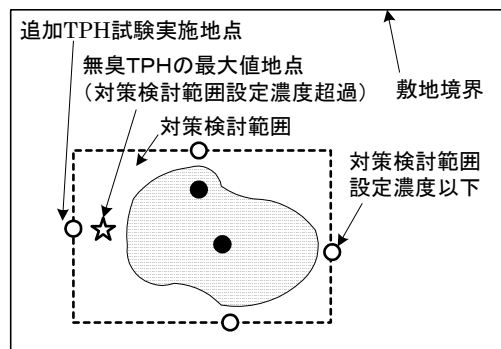


③ 地表に油臭・油膜が生じていないときの土壌TPH濃度を把握

(備考) 「対策検討範囲設定濃度」は、「地表の油臭・油膜が感覚的に認められなかった場所で測った土壌TPH濃度のうち最も高い濃度」である(上図③)。ただし、地表の油臭を感じるかどうかは気象条件によって異なりがちなので、油臭がないと思った場所で測った土壌TPH濃度(「無臭TPH」という。)の最大値が、油臭があると思った場所の土壌TPH濃度(「有臭TPH」という。)の最小値よりも大きいという結果となることもある。このような場合には、有臭TPHの最小値よりも小さい範囲で最も大きな無臭TPHを「対策検討範囲設定濃度」とし(下図③')、下図④'に示すような場所で追加の土壌TPH試験を行って、平面的な対策検討範囲を設定することとする。



③' 地表に油臭・油膜が生じていないときの土壌TPH濃度を把握



④' 平面的な対策検討範囲を把握(追加の土壌TPH試験を実施)

図5-1 地表の油汚染問題に対する対策検討範囲設定までの概念図

## 2) 土壌試料の採取

各調査地点において、試料採取深度毎に土壌試料を採取し、試料容器に空間（気相）ができないように速やかに充填し、密栓する。

- ① 平面方向の対策検討範囲を設定するための土壌試料は、地表面から深さ 50cm までの範囲より採取するものとし、試料採取深度は深さ 15cm、50cm の 2 深度を標準とする。（図 5-2）

（備考）

- ・ 試料採取深度は、地層の状況や変色、油臭や油膜の明らかな存在等の感覚上把握される事項を考慮して決定しても良い。

- ② 深度方向の対策検討範囲を設定するための土壌試料は、地表面から地下水位より少なくとも 2m 深いところまでの範囲より採取することを基本とし、地下水位付近より深いところで調査地における対策検討範囲設定濃度（5. 2. 2、3）参照）を上回る土壌 TPH 濃度が検出された場合には、土壌 TPH 濃度が 1m 毎に 2 深度以上連続して調査地における対策検討範囲設定濃度以下となるまでさらに深いところまで調査を継続する。

（備考）

- ・ 地下水位が深く地下水位以深まで掘削を行うことが難しい場合で、水文地質状況や深度方向の土壌 TPH 濃度の分布状況から考えて地下水にまで油が到達している可能性が小さいと判断される場合、地下水位に到達しない深度までの土壌 TPH 試験結果をもって深度方向の対策検討範囲を設定できる場合もある。

- ③ 深度方向の対策検討範囲を検討するための土壌試料は、上記②の範囲の内、図 5-3 に示すように、地表面から深度 1m までが 3 深度（深度 15cm、50cm、1m を標準とする）、深度 1m 以深は概ね 1m につき 1 深度の密度となるように設定し、さらに地下水面の直上付近を加えることとする。ただし、試料採取深度は必ずしも 1m 毎である必要はなく、地層の状況や変色、油臭や油膜等の明らかな存在等の感覚上把握される事項を考慮して決定すると良い。

（備考）

- ・ 明らかに油臭や油膜の発生する油含有土壌が連続している場合には、その存在が確認される範囲の土壌 TPH 試験を省略することも可能である。

- ④ 土壌試料の採取及び採取した土壌の取扱いは、資料 1 「表層部土壌試料採取方法」又は資料 5 「深層部土壌試料採取方法」に示す方法により行う。

## 3) 試料の分析方法

土壌 TPH 試験の方法は、上記 2. 及び 3. の調査で得られた鉱油類の情報を参考にしつつ、資料 6 「TPH 試験法の概要」に示されている各 TPH 試験法の特徴や適用限界を考慮の上、現場の状況に応じた TPH 試験法を選択するとよい。

（備考）

- ・ TPH 試験法として GC-FID 法を用いる場合の測定方法を資料 3 「GC-FID 法による TPH 試験法」に示す。

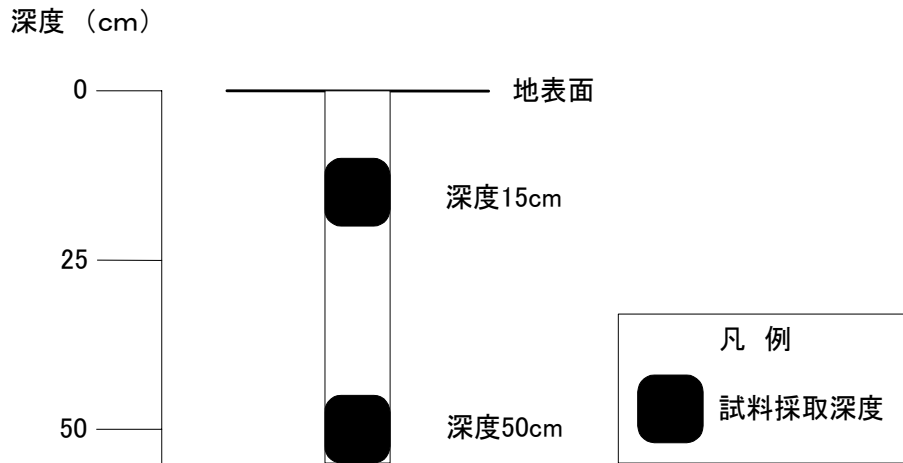


図5-2 表層部土壌を対象とする土壌T P H試験の試料採取深度設定概念図

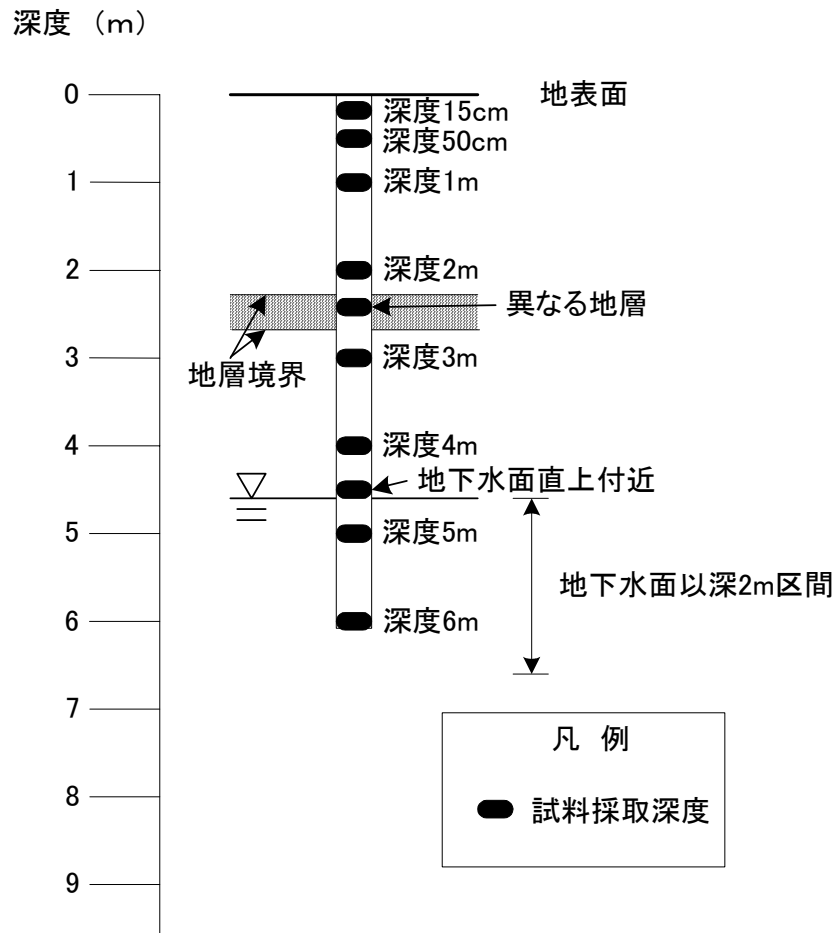


図5-3 深層部土壌を対象とする土壌T P H試験の試料採取深度設定概念図

## 5. 2. 2 結果の評価

以下に示す要領で、地表の油汚染問題に対する対策検討範囲を設定する。

- 1) 現地踏査の結果に基づき、地表で油臭や油膜が認識される大まかな範囲を感覚的に把握する。(図5-1①)
- 2) 平面方向の対策検討範囲を設定するための土壌TPH試験の実施(図5-1②)により、各調査地点の土壌TPH濃度として、その地点の各試料採取深度の内の土壌TPH濃度の最高値を設定する。
- 3) 上記2)の各地点の土壌TPH濃度をもとに、現地踏査において地表で油臭や油膜が認められなかった地点の土壌TPH濃度の内、濃度の最高値を調査地における対策検討範囲設定濃度として設定する。(図5-1③)
- 4) 上記3)の土壌TPH濃度による対策検討範囲の設定濃度で囲まれる範囲を平面的な対策検討範囲として設定する。(図5-1④)  
(備考)
  - ・ここで、対策検討範囲を設定することができなかった場合、追加の土壌TPH試験を行って、平面的な対策検討範囲を確定する。
- 5) 深度方向の対策検討範囲を設定するための土壌TPH試験の実施により、土壌TPH濃度による対策検討範囲の設定濃度で囲まれる範囲を深度方向の対策検討範囲として設定する。(図5-1⑤)

## 5. 3 井戸水等に油汚染問題が生じた場合

### 5. 3. 1 方法

#### (1) 地表と井戸水等の両方で油汚染問題が生じている場合の調査方法

調査地の地表と井戸水等の両方で油汚染問題が生じている場合には、上記3. で把握された鉱油類の取扱いの履歴等や上記4. の現地踏査及び土壌TPH試験のデータにより、さらに必要があれば追加の土壌TPH試験を行ってデータを補足し、その原因となっている油含有土壌の存在状況を把握する。

#### 1) 調査地点の配置

調査地点は、3. で資料等調査により把握された調査地のある敷地内の地形・水文地質及び地下水流動、上記4. の現地踏査及び土壌TPH試験の結果に基づき、油含有土壌の三次元的な存在状況を効率的に把握できそうな配置で設定する。

(備考)

- ・同じ試料採取孔から地下水を採水することが可能な場合には、地下水を試料採取して油臭や油膜の発生状況を確認し、油含有土壌に起因する油が地下水まで拡散しているかどうか把握することも可能である。

- ・地下水試料を採取して油臭や油膜の発生状況を確認する場合、地下水の試料採取方法及び採取した試料の取扱いを資料2「井戸水等の試料採取方法」に示し、水の油臭試験の方法を資料4「油臭及び油膜の測定方法」に示す。

## 2) 土壌試料の採取

各調査地点において、試料採取深度毎に土壌試料を採取し、試料容器に空間（気相）ができないように速やかに充填し、密栓する。

- ① 土壌試料を採取する対象とする深度範囲及び試料採取深度は、5. 2. 1 (3)、2) の②及び③と同様の考え方で設定する。
- ② 土壌試料の採取方法及び採取した試料の取扱いは、資料5「深層部土壌試料採取方法」に示す方法により行う。

## 3) 試料の分析方法

土壌TPH試験の方法は、5. 2. 1 (3)、3) で用いたのと同じTPH試験法を用いることとする。

## (2) 地表の油汚染問題が生じておらず、井戸水等の油汚染問題のみが生じている場合の調査方法

調査地の地表では油汚染問題が生じておらず、調査地の井戸水等の油汚染問題のみが生じている場合には、3. の資料等調査で把握された鉱油類の取扱いの履歴等から推定された油含有土壌の平面的な位置付近で深度方向の土壌TPH試験を行い、井戸水等の油汚染問題の原因となっている油含有土壌の存在状況を把握する。

### 1) 調査地点の配置

調査地点は、3. の資料等調査により把握された、考えられうる油含有土壌の平面的な位置及び深さ、調査地の地形・水文地質及び地下水流動に基づき、油含有土壌の三次元的な存在状況を効率的に把握できそうな配置で設定する。

(備考)

- ・ 同じ試料採取孔から地下水を採水することが可能な場合には、地下水を試料採取して油臭や油膜の発生状況を確認し、油含有土壌に起因する油が地下水まで拡散しているかどうか把握することも可能である。
- ・ 地下水試料を採取して油臭や油膜の発生状況を確認する場合の地下水の試料採取方法及び採取した試料の取扱いを資料2「井戸水等の試料採取方法」に示し、水の油臭試験の方法を資料4「油臭及び油膜の測定方法」に示す。

## 2) 土壌試料の採取

各調査地点において、試料採取深度毎に土壌試料を採取し、試料容器に空間（気相）ができないように速やかに充填し、密栓する。

- ① 土壌試料を採取する対象とする深度範囲及び試料採取深度は、5. 2. 1 (3)、2) の②及び③と同様の考え方で設定する。
- ② 土壌試料の採取方法及び採取した試料の取扱いを資料5「深層部土壌試料採取方

法」に示す。

### 3) 試料の分析方法

土壌TPH試験の方法は、2. 及び3. の調査で得られた鉱油類の情報を参考にしつつ、資料6「TPH試験法の概要」に示されている各TPH試験法の特徴や適用限界を考慮の上、現場の状況に応じたTPH試験法を選択するとよい。

(備考)

- ・TPH試験法としてGC-FID法を用いる場合の測定方法を資料3「GC-FID法によるTPH試験法」に示す。

### 5. 3. 2 結果の評価

土壌TPH試験の結果より、鉱油類を含むと思われる土壌TPH濃度を示した範囲を油含有土壌の存在範囲として把握する。

- ① 図5-4に、地表と井戸水等の両方に油汚染問題が生じている場合の油含有土壌の存在状況把握の概念図を示す。
- ② 地表の油汚染問題が生じておらず、井戸水等の油汚染問題のみが生じている場合には、推定される油含有土壌の平面的な位置付近において、図5-4②と同様に油含有土壌の存在状況を把握する。

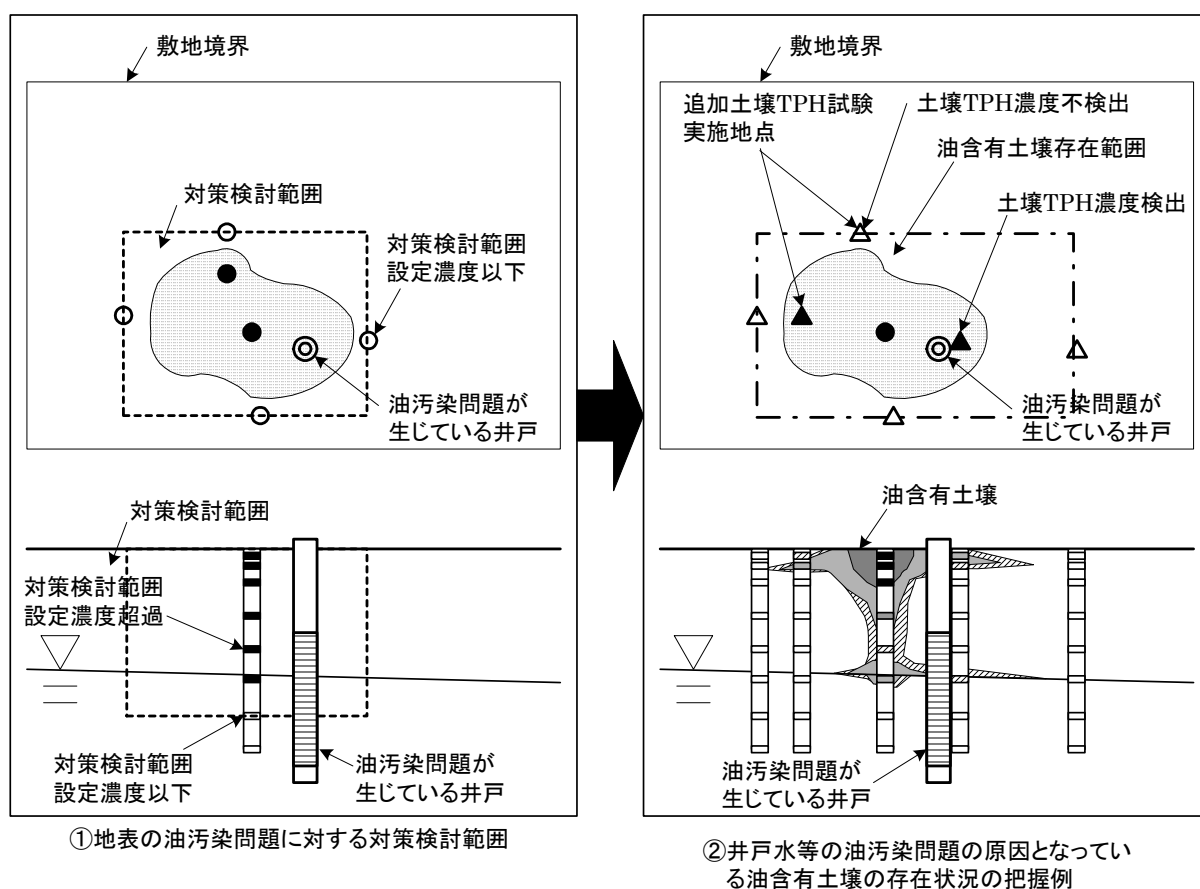
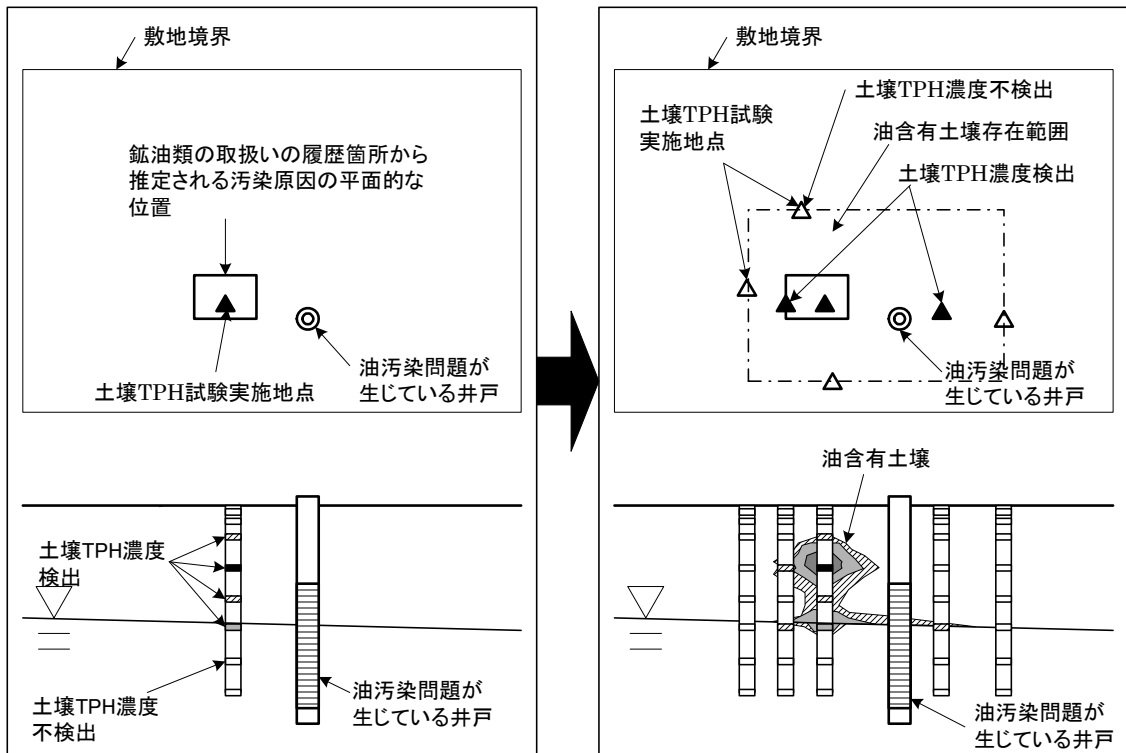


図5-4 油含有土壌の存在状況把握の概念図  
(地表と井戸水等の両方に油汚染問題が生じている場合)



①鉍油類の取扱いの履歴から推定される汚染原因の平面的な位置での鉛直方向の油含有土壤の存在状況の把握例

②井戸水等の油汚染問題の原因となっている油含有土壤の三次元的な存在状況の把握例

図5-5 井戸水等だけに油汚染問題が生じている場合の油含有土壤の存在状況把握の概念図

## 5. 4 周辺の土地に油汚染問題を生じさせるおそれ大きいかな否か

### 5. 4. 1 方法

調査地の地表や井戸水等の油汚染問題の原因となっている油含有土壤が敷地周辺の土地で油汚染問題を生じさせるおそれの程度が大きいかな否かを評価する。

#### (1) 地形、水文地質、地下水流動の状況及び油含有土壤の存在状況に基づく検討の方法

3. で把握された鉍油類の取扱いの履歴と調査地の地形、水文地質、地下水流動等の状況、5. 2及び5. 3で把握された油含有土壤の存在状況（地下水の油臭や油膜の発生状況を調べた場合はその状況も含む）をもとに、調査地の油含有土壤が敷地周辺で油汚染問題を生じさせるおそれの程度を検討し、評価する。

ここで、以下のいずれかに該当する場合、敷地周辺の井戸水等に油汚染問題を生じさせるおそれは小さいと判断してもよい。

- ① 敷地周辺、又は調査地の地下水の下流側で井戸水等が使用されていないことが明らかである。
- ② 油含有土壤が地表付近にのみ存在し、油含有土壤と地下水の間に難透水層等が存在しているために土壤中の鉍油類が地下水に到達する可能性が小さい。



- ③ 土壌中の鉱油類が存在している又は到達する可能性のある帯水層や宙水層の分布が敷地内に限定される。
- ④ 地下構造物が土壌中の鉱油類が存在している又は到達する可能性のある帯水層や宙水層を遮断している。
- ⑤ 敷地の大きさに対して、地下水の油臭や油膜が軽微であり、専門家が敷地周辺の井戸水等に油汚染問題を生じさせるおそれが小さいと判断している。

なお、実際に油汚染問題が敷地周辺の井戸で生じていることが把握されている場合は、このような判断をすることはできない。

## (2) 地下水の下流側敷地境界を把握するための地下水位分布調査の方法

### 1) 調査地点の配置

地下水位分布調査の調査地点は、5. 2. 2又は5. 3. 2で把握された油含有土壌の範囲から敷地外への地下水の流れの方向が地下水位標高の等値線分布（平面図に地下水位標高の等高線を描いたもの）としてわかるよう、調査地内の3ヶ所以上に設定する。

（備考）

- ・ 既存資料による情報等から調査地及びその周辺の地下水の流れの方向がわかっている場合は、地下水分布を調査することを省略することも可能である。
- ・ 地下水の流動方向を調べることなく、遮水壁やバリア井戸等で油含有土壌の周囲又は敷地境界を取り囲み、油臭や油膜を生じさせる油分の拡散を防止する対策を講じることも選択肢の一つとなる。
- ・ 調査地の面積が広く調査地内に地下水位の高まりがある場合等、調査地点の数及び配置によっては地下水の流れの方向を誤って把握してしまう可能性があることに注意する必要がある。

### 2) 地下水の流れの下流側の調査方法

- ① 各調査地点に観測井を設置又は調査孔を掘削し、地下水の一斉測水を行って各地点における地下水位までの深さを把握するとともに、その深さの基準とした高さ（観測井の管頭、地表面等）の標高（絶対標高ではなく、相対的な標高でもよい）及び調査地点の位置を測量する。

（備考）

- ・ 地下水の一斉測水は、観測井の設置後に行う井戸洗浄又は調査孔の掘削後に行う孔内洗浄が完了してから24時間以上が経過していて、かつ、孔内水位が安定した状態であることを確認した上で行うこととする。なお、観測井の設置方法及び調査孔の掘削方法については資料2を参考とされたい。
- ② 各調査地点の位置及び地下水位標高を求め、地下水位標高等値線図（地下水位標高の等高線を描いた平面図）を作成する。（図5-6①）
  - ③ 地下水位等値線図をもとに、5. 2. 2又は5. 3. 2で把握された油含有土壌に対する地下水の下流側敷地境界を把握する。

## (3) 下流側敷地境界における地下水の油臭や油膜の発生状況の確認による評価の方法

### 1) 調査地点の配置

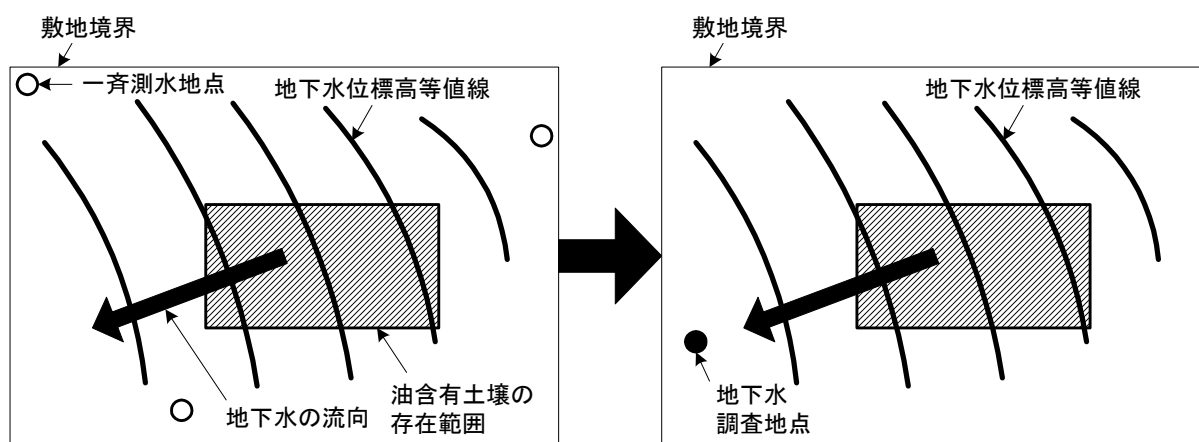
上記(2)の地下水位分布調査又は既存資料による情報で把握した地下水の下流側敷地境界に適切な数の調査地点を設定する。(図5-6②)

調査地点の数は1地点以上とし、油含有土壌の存在状況や油含有土壌と敷地境界の位置関係、地下水の流動状況等を考慮して、適切な位置に設定する。

### 2) 敷地境界における地下水の油臭や油膜の測定方法

敷地境界に設定した調査地点に観測井を設置又は調査孔を掘削して、井戸内または調査孔内から地下水を採水し、地下水の状況を目視で確認して油膜の有無を判定するとともに、水の油臭試験を行って地下水からの油臭の有無を判定する。

地下水の試料採取方法及び採取した試料の取扱いを資料2「井戸水等の試料採取方法」に示し、水の油臭試験の方法を資料4「油臭及び油膜の測定方法」に示す。



①地下水位分布調査による下流側敷地境界の把握

②下流側敷地境界における地下水調査  
(地下水の油臭・油膜の発生状況の確認)

※「地下水位標高等値線」とは、地下水位の標高を求め、標高が等しい点を結んだ線を作図したものである。

※「一斉測水地点」とは、地下水位を一斉に測った地点である。

図5-6 地下水の下流側敷地境界における地下水の油臭・油膜発生状況確認の概念図

## 5.4.2 結果の評価

1) 上記5.4.1(1)の地形、水文地質、地下水流動の状況及び油含有土壌の存在状況に基づく評価で、実際に油汚染問題が敷地周辺の井戸水等で生じていることが把握されている場合を除き、敷地周辺の井戸水等に油汚染問題を生じさせるおそれは小さいと判断することができる条件の1つ以上に該当していた場合、敷地周辺の井戸水等に油汚染問題を生じさせるおそれは小さいと判断する。ただし、実際に油汚染問題が敷地周辺の井戸で生じていることが把握されている場合は、このような判断をすることはできない。

2) 上記5.4.1(3)の下流側敷地境界における地下水の油臭や油膜の発生状況の確認で油臭や油膜の存在が確認された場合、敷地周辺の井戸水等に油汚染問題を生じさせるおそのれ程の程度が大きいと判断する。

- 3) 上記2)とは逆に、下流側敷地境界における地下水の油臭や油膜の発生状況の確認で油臭や油膜の存在が確認されなかった場合、現状では敷地周辺の井戸水等に油汚染問題を生じさせるおそれは小さいと判断する。

(備考)

- ・周辺の土地で現に油汚染問題が生じている場合には、より慎重に調査及び調査結果の評価を行うことが必要となる。下流側敷地境界の地下水に油臭や油膜が確認されなかった場合であっても、一時的に下流側敷地境界の地下水が油臭や油膜の生じていない状態になっていることも考えられるためである。このような場合は、油汚染問題が生じている周辺土地の方向に地下水が流下する可能性をより詳細に検討するための水文地質及び地下水流動の調査や調査地における鉱油類の漏出の程度の推定などのための調査を補足的に行うことが望ましい。

## 6. 対策を検討するスキームの設定

### 6. 1 目的と必要性

油汚染問題に対する対策は、問題の状況のみならず、その土地の現在の及び今後予定されている利用の目的や方法によって異なるため、適切な対策方法を選択し実施できるようにする必要がある。そのため、現在の土地の利用方法と、対策実施後の土地利用の予定の有無及び内容についての情報を整理し、これらの情報と2.～5.の調査結果をもとに、対策を検討するスキームを決定することを目的とする。

### 6. 2 方法

#### 6. 2. 1 土地の利用方法等の情報の整理

同じ油含有土壌の存在状況であっても、土地の利用方法によって生活環境保全上の支障の生じやすさが異なる他、土地の利用方法によっては油汚染問題に対する対策方法を選択する上での制約となる要因が生じることもある。

そのため、調査地における対策を検討するためのスキームの設定に用いるため、現在の土地の利用方法と、油汚染問題に対する対策を実施した後の土地利用の予定の有無及び内容についての情報を整理する。

##### (1) 調査地の土地の利用方法が現状と変わらない場合

現在の土地の利用方法（用途、地表面被覆状況）、対策方法を選択する上での制約事項（地表面の被覆方法の制限、地盤面の高さ、構造物の存在、施工条件（スペース、騒音、振動等））等の情報を把握し、整理する。

##### (2) 油汚染問題に対する対策後の土地利用が現状と異なる場合

今後の土地の利用方法（用途、地表面被覆状況）、対策方法を選択する上での制約事

項（地表面の被覆方法の制限、地盤面の高さ、構造物の存在）、対策実施時の土地の利用方法を考えた場合の対策を選択する上での制約事項（構造物の存在、施工条件（スペース、騒音、振動等））等の情報を把握し、整理しておく。

## 6. 2. 2 スキームの決定

対策を検討するスキームの設定は、上記2. ～5. で得られた調査結果及び土地の利用方法に関する情報をもとに、対策に移行する上で前提として固めておくべき事項を取りまとめる。

1) 上記2. ～5. で得られた調査結果及び6. 2. 1で得られた土地の利用方法に関する情報をもとに、以下の事項を検討して整理する。

- ① 対策を検討する対象となる調査地の油汚染問題の種類
- ② 調査地の油汚染問題に対して対策を検討する対象となる油含有土壌の存在範囲
- ③ 敷地周辺の井戸水等への影響を意識した対策の必要性
- ④ 現状及び今後の土地利用方法から想定される対策方法の制約条件等

2) 上記1) で整理した事項に基づき、対策の方向性を総合的に検討して取りまとめ、対策を検討するスキームとして以下のことを決定する。

- ① 地表の油汚染問題に対する対策を行うか否か
- ② 調査地の井戸水等の油汚染問題に対する対策を行うか否か
- ③ 敷地周辺の井戸水等への影響を意識した対策を行うか否か

（備考）

- ・ 工場・事業場のまま使い続けられる土地利用や、児童公園等のように利用者が地表の土に触れることが想定される土地利用、戸建て住宅等のように土地を裸地のまま利用することが普通である土地利用等に応じた適切な対策を検討する。

## 7. 状況把握調査結果の取りまとめと保存

### 7. 1 目的及び必要性

状況把握調査を通じて得られたデータと資料を経時的に整理し、保存することを目的とする。一連のデータと資料（調査の受注者が提出した報告書を含む。）は、対策の検討が必要となった際や、対策実施後に記録を取りまとめる際に必要となる。

### 7. 2 方法

#### 7. 2. 1 状況把握調査結果の取りまとめ

状況把握調査を通じて得られたデータと資料については、対策の検討が必要となった際に参照できるように、また、対策実施後に保存する記録の作成に用いることができるように、原因が鉱油類であることの判定の段階のものから経時的に整理する。

整理する項目は以下のとおりであり、必要に応じてわかりやすく取りまとめる。

- ① 油臭や油膜の原因が鉱油類か否かの確認方法と結果
- ② 調査地における鉱油類の取扱いの履歴等に関する資料等調査の結果
- ③ 油汚染問題の発生状況の把握方法と結果
- ④ 油含有土壌の存在範囲の把握方法と結果
- ⑤ 敷地周辺の井戸水等への影響を意識した対策の必要性の判断
- ⑥ 調査地における土地の利用方法に関する情報と対策方法の制約条件
- ⑦ 上記の情報に基づき設定した対策の検討スキーム

なお、取りまとめにあたっては、状況把握調査において用いたTPH試験法の種類と仕様(分析条件)、地表や井戸水等の油汚染問題に対する対策検討範囲の設定において判断基準とした土壌TPH濃度の値とその設定根拠、調査地のある敷地の周辺の土地に油汚染問題を生じさせるおそれが大きいかな否かを判断した根拠等、状況把握調査結果を記録として保存する上で必要と判断される情報を明記する必要がある。

#### 7. 2. 2 状況把握調査結果の保存

状況把握調査を依頼した調査事業者がいる場合は、その者が提供した報告書を含めて7. 2. 1に示すようにとりまとめて保存する。また状況に応じて保存期間を設定する。

## 1. 試料採取方法の概要

この方法は、油臭や油膜の原因が鉱油類か否かの判定、地表面の油汚染問題の原因となっている(又は原因となっている可能性のある)油含有土壌の存在範囲の把握等に場面において、土壌 TPH 試験に供するための土壌試料を表層部(地表面から深さ 50cm までの範囲)の全体または一部より採取する場合の一般的な方法を示すものである。

## 2. 試料採取方法

### (1) 表層部土壌試料の採取

表層部土壌試料の採取は、採土器、ボーリングマシン(ロータリー式、打撃貫入式、振動式及びこれらを組み合わせた方法等)、機械式簡易ボーリング(ロータリー式、打撃貫入式、振動式等)で表層部の土壌を柱状の土壌コア試料の状態で採取し、柱状の土壌コア試料から所定深度の土壌試料を必要量ずつ採取する方法により行うことを基本とし、ボーリングマシンを使用する場合は無水掘りを原則とする。

なお、地表面がコンクリートやアスファルト等の舗装されている場合や、アスファルト下に碎石や砂利がある場合、落葉落枝及びその腐朽物等がある場合は、それらを除いた土壌表面を基準に試料採取深さを考えるとよい。

舗装部分の下の土壌試料を採取する場合は、舗装部分の下の土壌をかく乱しないように、カッター、コアカッター、エアピック等で舗装部分を掘削する。舗装の下に碎石や砂利が敷設されている場合はこれも除去する。

(備考)

- ・ スコップ、ダブルスコップ等を使用する場合には、土壌のかく乱による揮発成分の揮散を最小限にするため、土壌試料を採取する分より大きめに塊状のまま土壌を採取し、中心部分のかく乱されていない部分から土壌試料を採取する必要がある。
- ・ ハンドオーガーは、土壌をかくはんしながら掘削する方法であり、土壌のかく乱による揮発成分の揮散を防ぐことができないため、油含有土壌の試料採取には不適である。

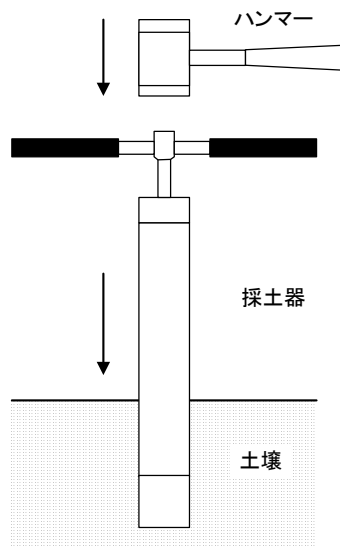


図1 採土器による土壌コア試料の採取

## (2) 採取した土壌試料の取扱い

採取した土壌試料は、試料容器に空間(気相)ができないように、速やかに充填し、密栓する。

土壌試料充填後の試料容器は、原則として 0~4℃の冷暗所で保管することとし、保冷箱や保冷剤等を用いて運搬や保管を行う。

- ① 試料容器は、容器壁面への鉱油類の吸着、揮発成分の拡散及び光による化学的・生物的反応を防止するため、遮光性のあるガラス製容器(褐色ガラス瓶)を使用する。
- ② 試料容器の密栓には、テフロンキャップを使用する。
- ③ 土壌試料の採取量は、100g 以上でかつ試料容器に空間ができないだけの量であることを基本に、分析機関と協議して決定するとよい。
- ④ 試料容器には、地点名、採取深度、採取日時等を記入する。
- ⑤ 採取した土壌試料は、できるだけ速やかに分析に供する。

## 3. 試料採取時の留意点

- 1) 土壌コア試料の採取による地下埋設物の破損を防ぐため、あらかじめ油送管、水道管、ガス管、電話線等の有無を調査する等配慮する。
- 2) 鉱油類には揮発性の高い成分が含まれていることが多く、油汚染問題となる油臭の主な原因が揮発性の高い成分であることから、油含有土壌に含まれている揮発性の高い成分が試料採取の際の人為的なかく乱により揮発して消失するのを防止するとともに、掘削の際の熱が土壌コア試料に加わり揮発が促進されないように注意する。
- 3) 試料採取に用いた用具は、使用する度によく洗浄し、他の深度、地点で使用する際に土壌に汚染を生じさせないように注意する。
- 4) 土壌コア試料を採取したあとの残孔は、崩壊を起こす前に迅速に埋め戻しする。

## 1. 試料採取方法の概要

この方法は、井戸水等（井戸の水、池・水路等の水）の油臭や油膜が鉱油類か否かの判定、地下水の流れの下流側敷地境界における観測井又は調査孔の地下水の油臭や油膜の測定等の場面において、井戸水等又は地下水の TPH 試験、及び油臭や油膜の測定に供するための井戸水等又は地下水の試料を採取する一般的な方法を示すものである。

## 2. 井戸水の試料採取方法

### 2.1 試料採取方法

井戸水については、蛇口から採取するか、あるいは井戸内から直接採取する。

#### 1) 蛇口から試料採取する方法

蛇口から、揚水配管容積と井戸内停滞水量の合計以上の量の地下水を流出させて、井戸内及び揚水配管内の水を本来の地下水に置き換えた後、吐出する地下水を直接試料容器に採取する。

（備考）

- ・ 本来の地下水に置き換わったことを確認する方法として、水中ポンプ等で十分に井戸内の水を揚水し、目視または透視度測定で濁りがなくなり、さらに水素イオン濃度指数(pH)、電気伝導度及び水温等を測定して水質が安定していることを確認する方法がある。

#### 2) 井戸内から直接試料採取する方法

井戸内の地下水水面付近から、採水器又は水中ポンプのいずれかを用いて直接井戸水を採取する。

- ① 常時揚水していない井戸から採水する場合は、採水前のパージ作業として、孔内の停滞水を採水することがないように、十分に井戸内の水を揚水し、本来の地下水に置き換えてから採水する。そのための揚水量は、井戸内の滞水量の3～5倍量を目安とするとよい。

（備考）

- ・ 本来の地下水に置き換わったことを確認する方法として、水中ポンプ等で十分に井戸内の水を揚水し、目視または透視度測定で濁りがなくなり、さらに水素イオン濃度指数(pH)、電気伝導度及び水温等を測定して水質が安定していることを確認する方法がある。

- ② 井戸内の地下水水面付近から採水するのは、地下水水面の上の油膜や油相（フリーフェーズ）も含めて採水するためである。

### 2.2 採取した水試料の取り扱い

採取した井戸水試料は、試料容器に空間（気相）が容積の約20%となるように、速やかに充填し、密栓する。

井戸水試料充填後の試料容器は、運搬や保管を伴う場合、原則として0～4℃の冷暗所で保管することとし、保冷箱や保冷剤等を用いて運搬や保管を行う。



- ① 試料容器は、容器壁面への鉱油類の吸着、揮発成分の拡散及び光による化学的・生物的反応を防止するため、遮光性のあるガラス製容器(褐色ガラス瓶)を使用する。
- ② 試料容器の密栓には、テフロンキャップを使用する。
- ③ 井戸水試料の採取量は、1～2リットルを基本に、分析機関と協議して決定するとよい。
- ④ 採取した井戸水試料は、できるだけ速やかに分析に供する。特に、油膜の状況を測定する場合、時間の経過に伴い油膜が消失していくことを避けるため、試料採取後速やかに現地で測定する必要がある。

## 2.3 試料採取時の留意点

- 1) 試料採取に用いた用具は、使用する度によく洗浄し、他の井戸の井戸水等を汚染させないようにする。
- 2) 採水前のパージ作業及び採水作業によって生じた井戸水の余剰水について、油臭や油膜等が認められる場合は適切に処理を行う。

## 3. 池・水路等の水の試料採取方法

### 3.1 試料採取方法

池・水路等の水(地表水)は、各種の採水器等を使用し、水面付近より採水する。

### 3.2 採取した水試料の取り扱い

採取した水試料の取扱いは、上記2.2における井戸水等試料の取り扱いと同じである。

### 3.3 試料採取時の留意点

- 1) 試料採取に用いた用具は、使用する度によく洗浄し、他の試料採取地点の水等を汚染させないようにする。
- 2) 採水作業によって生じた井戸水の余剰水について、油臭や油膜等が認められる場合は適切に処理を行う。

## 4. 観測井設置又は調査孔掘削を伴う地下水試料の採取方法

### 4.1 観測井の設置方法及び調査孔の掘削方法

#### (1) 観測井の設置

- 1) 地下水を調査する地点の最初の帯水層(恒常的に地下水が存在する宙水層又は第一帯水層)の地下水及びその上の油相(フリーフェーズ)を測定対象とすることを原則とし、地下水水面付近の地下水及び油相に相当する深度区間にスクリーンを設置する。図1に不圧帯水層、被圧帯水層それぞれの場合における標準的な観測井の構造を示す。

(備考)

- ・ 観測井のスクリーン(有孔管)及び無孔管の構造や材質、スクリーン周囲のグラベル・パッキング(砂利充填)、無孔管周囲のシール(遮水)等については、「土壤汚染対策法に基づく調査及び措置の技術的手法の解説」(平成15年9月、環境省監修、土壤環境センター編)等を参考にするとよい。
- ・ 地下水水面付近の地下水及び油相(フリーフェーズ)に相当する区間にスクリーンを設置しなかった場合、周辺の地層中に油相(フリーフェーズ)が生じていても、井戸水には油膜が生じていないという事態が起きてしまう。

- 2) 観測井の設置後、掘りかす(スライム)や掘削に泥水を用いた場合の泥水、それらに含まれる鉱油類を除去するため、井戸洗浄を行う。

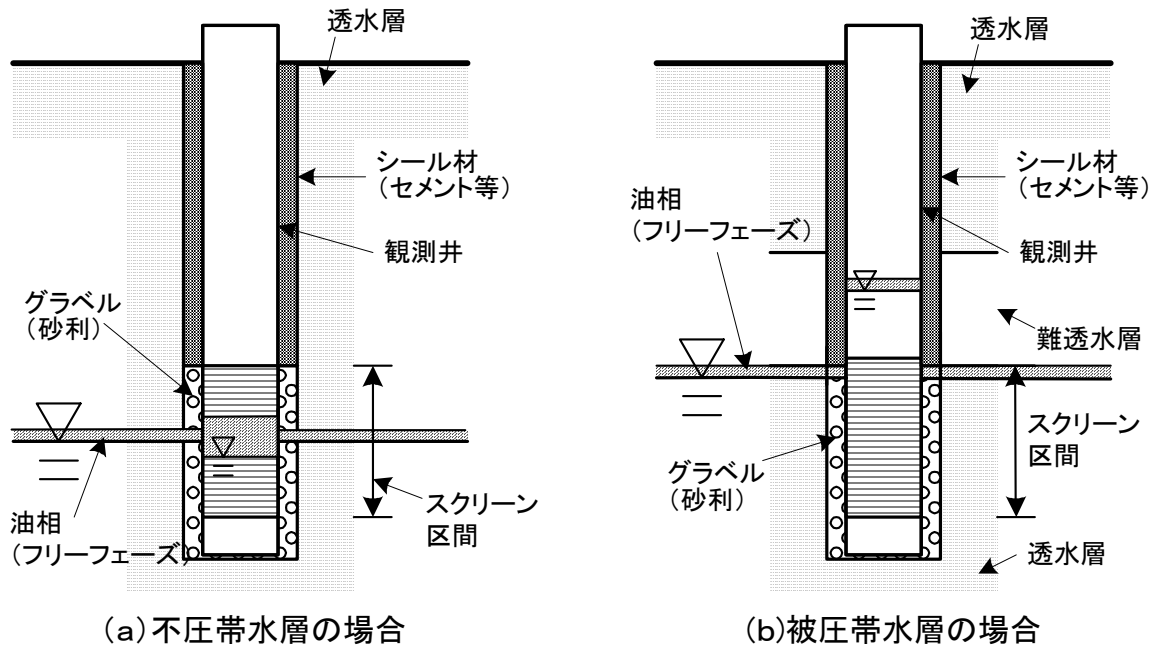


図1 観測井の標準的な仕様

(2) 調査孔の掘削

1) 観測井を設置せずに調査孔を掘削して地下水試料を採取する場合、地下水を調査する地点の最初の帯水層(恒常的に地下水が存在する宙水層又は第一帯水層)の地下水及びその上の油相(フリーフェーズ)を測定対象とすることを原則とし、ケーシング管やサンプラー管を挿入して地下水表面付近の地下水及び油相に相当する深度区間に裸孔部又はスクリーン(有孔)部として設定する。図2に調査孔の構造の例を示す。

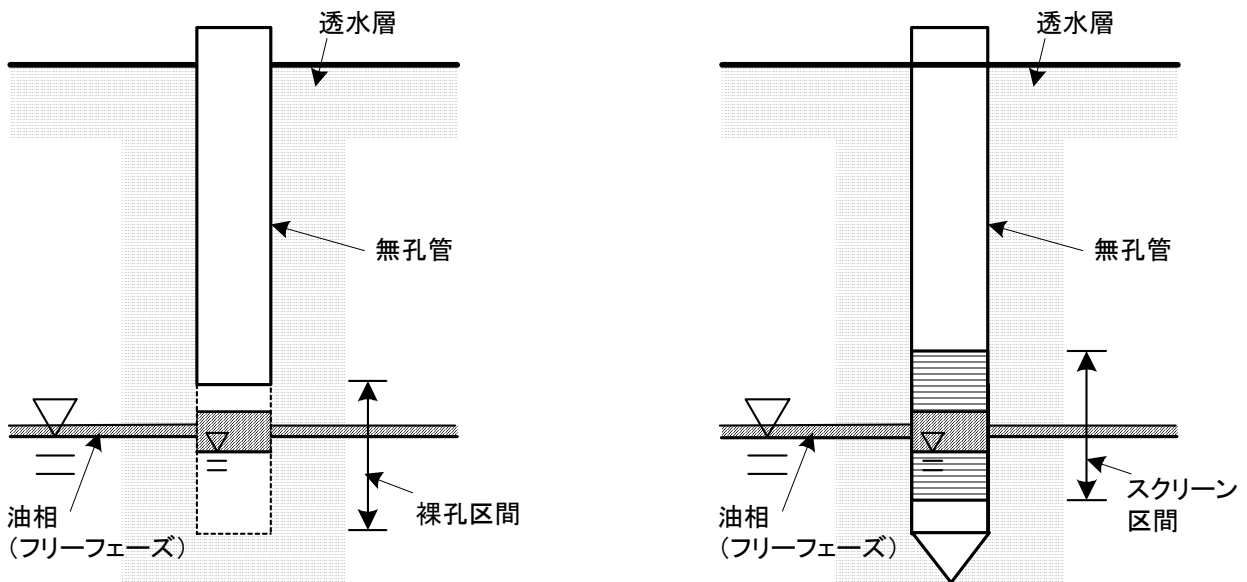
2) 調査孔設置後、掘りかす(スライム)や掘削に泥水を用いた場合の泥水が孔内に浸入している可能性が高い場合は、それらを除去するために孔内洗浄を行う。

(備考)

- ・ 孔内洗浄の方法については、「土壤汚染対策法に基づく調査及び措置の技術的手法の解説」(平成 15 年 9 月、環境省監修、土壤環境センター編)に示されている井戸洗浄の方法等を参考にするとよい。

(備考)

- ・ 井戸洗浄の方法については、「土壤汚染対策法に基づく調査及び措置の技術的手法の解説」(平成 15 年 9 月、環境省監修、土壤環境センター編)等を参考にするとよい。



(a) ケーシング管等の無孔管を使用する場合

(b) スクリーン部をもつサンプラー管を使用する場合

図2 調査孔の構造の例

#### 4.2 試料採取方法

上記4.1で設置した観測井又は調査孔の地下水面付近から、採水器又は水中ポンプのいずれかを用いて地下水を採水する。

- ① 観測井から採水する場合、採水前のパージ作業として、井戸内の滞水量の3～5倍量を目安に揚水し、井戸内の水を本来の地下水に置き換えた上で採水する。

(備考)

- ・ 本来の地下水に置き換わったことを確認する方法として、水中ポンプ等で十分に井戸内の水を揚水し、目視または透視度測定で濁りがなくなり、さらに水素イオン濃度指数(pH)、電気伝導度及び水温等を測定して水質が安定していることを確認する方法がある。

- ② 調査孔から採水する場合、採水前のパージ作業として、調査孔内の滞水量の2倍量を目安に揚水し、調査孔内の水を本来の地下水に置き換えた上で採水する。

(備考)

- ・ 本来の地下水に置き換わったことを確認する方法として、水中ポンプ等で十分に井戸内の水を揚水し、目視または透視度測定で濁りがなくなり、さらに水素イオン濃度指数(pH)、電気伝導度及び水温等を測定して水質が安定していることを確認する方法がある。ただし、測定対象とする深度区間を裸孔部とした場合等、調査孔の構造によっては揚水により孔壁が崩壊する等の可能性があることに留意する必要がある。

- ③ 観測井内又は調査孔内の地下水面付近から採水するのは、地下水面の上の油膜や油相(フリーフェーズ)も含めて採水するためである。

#### 4.3 採取した地下水試料の取り扱い

採取した地下水試料の取り扱いは、上記2.2の井戸水試料の取り扱いと同じである。

#### 4.4 試料採取時の留意点

- 1) 掘削による地下埋設物の破損を防ぐため、あらかじめ油送管、水道管、ガス管、電話線等の有無を調査するとともに、ある程度までは手掘りで試掘を行う等配慮する。
- 2) 舗装部分の下の土壌試料を採取する場合は、舗装部分の下の土壌をかく乱しないように、カッター、コアカッター、エアピック等で舗装部分を掘削する。舗装の下に碎石や砂利が敷設されている場合はこれも除去する。
- 3) 観測井設置孔や調査孔の掘削及び試料採取に用いた用具は、使用する度によく洗浄し、他の深度、他の深度、他の深度、地点で使用する際に油分を拡散させないように注意する。
- 4) 清水掘削や泥水掘削を行う場合、清水や泥水による地質コア試料内への油の浸入にも十分注意する。
- 5) 観測井設置孔や調査孔の掘削の際、地質コア試料をオールコアで採取し、地質状況を観察しておく、地層の状況や地層及び帯水層の状況の把握に資することができる。  
(備考)
  - ・地層状況の観察は、資料3.「深層部土壌試料採取方法」に示した土壌汚染対策法に基づく調査及び措置の技術的手法の解説(平成15年9月、環境省監修、土壌環境センター編)に示した方法により行う。
- 6) 掘削で発生する油を含む泥水やスライム(掘りかす)等は専門の処理業者に処分を委託する等、適切に処理を行う。
- 7) 採水前のパージ作業及び採水作業によって生じた地下水の余剰水について、油臭や油膜等が認められる場合は適切に処理を行う。

本資料では、GC-FID法によるTPH試験法として、以下の方法について説明する。

1. GC-FID法による鉱油類及び油種の確認方法
2. 溶媒抽出GC-FID法による土壤中のTPHの定量方法  
(参考) 試料水中のTPHの定量方法

なお、これらの方法はU.S. EPA Method<sup>1)~4)</sup>及び石油汚染土壤の浄化に関する技術開発報告書<sup>5)</sup>を参考に検討したものである。

### 1. GC-FID 法による鉱油類及び油種の確認方法

油臭や油膜が生じている土壤又は井戸水等について GC-FID 法による TPH 試験を行い、油臭や油膜の原因が鉱油類か否かの確認及びその油種の確認を行う。

#### 1.1 確認方法の概要

土壤又は井戸水等に含まれる油分を二硫化炭素で抽出し、水素炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフ(GC-FID)を用い、油分抽出試料の全成分を無極性のカラムにより、ほぼ沸点別に分離し、記録されたクロマトグラムの $C_6 \sim C_{12}$  (ガソリンの炭素範囲)、 $C_{12} \sim C_{28}$  (軽油の炭素範囲)及び $C_{28} \sim C_{44}$  (残油の炭素範囲)の沸点範囲のクロマトグラムのパターンと各油種のクロマトグラムのパターンを比較し、鉱油類か否かの確認及び油種の同定を行う。

(注1) ここでは溶媒として二硫化炭素を用いる方法について説明しているが、同等の抽出効果をもつ他の溶媒を用いることも可能である。

(注2) ここでいう「残油の炭素範囲」とは、常圧残油(原油を常圧蒸留してガス、ガソリン留分、灯油留分及び軽油留分を留出させた残りの油)に相当する成分として、 $C_{28} \sim C_{44}$ の炭素範囲のことを指す。

#### 1.2 試薬類

- (1) 二硫化炭素 JIS K 8732 に規定するもの。
- (2) 無水硫酸ナトリウム 残留農薬試験用。
- (3) ノルマルパラフィン標準試料  $C_6 \sim C_{44}$ までの数種のノルマルパラフィンを含むもの。  
(必ず $C_6$ 、 $C_{12}$ 、 $C_{28}$ 、 $C_{44}$ を含むこと)
- (4) 石油系炭化水素標準試料 可能であれば現場の漏出の疑いがある油を入手して使用することが望ましい。その油の入手が困難な場合は、市販される高濃度試薬または保証された市販の標準溶液を用いる。ここでは市販のASTM標準軽油(ASTM D 2887)を用いて測定する方法を記述する。
- (5) ヘリウム 純度 99.99vol%以上のもの。
- (6) 水素 JIS K 9703 に規定するもの。
- (7) 空気 乾燥空気を用いる。

### 1.3 器具

- (1) バイアル瓶 オートサンプラーバイアル瓶。
- (2) 共栓付三角フラスコ 容量 100ml で予め良く洗浄し、乾燥したもの。
- (3) 分液ロート 容量 200ml で予め良く洗浄し、乾燥したもの。
- (4) ボルテックスミキサー又は振とう機
- (5) メンブランフィルター テフロン製 内径 25mm $\phi$ 、ポアサイズ 0.45 $\mu$ m 以下のもの。
- (6) ガラス製注射筒 容量 2ml のもの。(ルアロック式)
- (7) パスツールピペット又はシリンジ 容量 2~5ml で予め良く洗浄し、乾燥したもの。
- (8) マイクロシリンジ(手動注入の場合に使用)正確 1 $\mu$ l の試料の注入が可能であるもの。
- (9) メスシリンダー 容量 100ml のもの。
- (10) メスフラスコ 容量 10ml、20ml 及び 100ml のもの。
- (11) シリンジ 容量 500 $\mu$ l のもの。(標準液調製用)
- (12) ホールピペット 容量 1ml、5ml のもの。(標準液調製用)

### 1.4 装置

ガスクロマトグラフの分析条件の例を表 1-1 に示す。なお、下記の(a)は表 1-1 の条件①及び②、(b)は表 1-1 の条件③の場合である。これを参考に適宜に設定する。

#### (1) 試料導入部

流量プログラムが可能であり、以下のいずれかの導入が可能であること。オートサンプラーを有していることが望ましい。

- (a) 温度可変試料導入部を保有しており、試料導入部の温度が 100~400 $^{\circ}$ Cまで昇温できるもの。
- (b) スプリットレス方式が可能であり、300~350 $^{\circ}$ Cに保つことができるもの。

#### (2) カラム槽

カラム槽は以下のいずれかであること。

- (a) 試料導入部が温度可変試料導入の場合、400 $^{\circ}$ Cまで $\pm 0.5^{\circ}$ Cの精度で制御できるもの。
- (b) 試料導入部がスプリットレス方式の場合、330 $^{\circ}$ Cまで $\pm 0.5^{\circ}$ Cの精度で制御できるもの。

#### (3) カラム

- (a) 石英又はステンレス製の毛細管内に固定相液体としてメチルシリコンを化学結合させたもの。
- (b) 石英またはステンレス製の毛細管内に固定相液体として 5%フェニルメチルシリコンを化学結合させたもの。例えば、HP-1、DB-1、DB-5 などの名称で市販されているもの。

#### (4) 検出器及び検出器槽

検出器は水素炎イオン化検出器を用い、検出器槽はカラム温度またはそれ以上の温度まで制御できるもの。

(5) データ処理装置

クロマトグラムを記録するとともにベースラインの差し引き、ピーク面積積分値を記録できるもの。

(6) オートサンプラー

1  $\mu$ l が注入できるもの。

表1-1 ガスクロマトグラフ分析条件(例)

	条件①	条件②	条件③
カラム	メチルシリコン	メチルシリコン	5%フェニルメチルシリコン
長さ	8m	8m	30m
内径	0.53mm	0.53mm	0.32mm
膜厚	0.88 $\mu$ m	0.88 $\mu$ m	0.25 $\mu$ m
試料注入方法	温度可変試料導入 オートサンプラー使用	温度可変試料導入 オートサンプラー使用	スプリットレス オートサンプラー使用
注入口温度	100°C→(10°C/min)→375°C	100°C→(10°C/min)→375°C	320°C
試料注入量	1 $\mu$ l	1 $\mu$ l	1 $\mu$ l
カラムモード	Ramp 流量モード	Ramp 流量モード	Ramp 流量モード
キャリアガス流量	ヘリウム 5ml(2min)→(2ml/min)→19ml	ヘリウム 5ml(2min)→(2ml/min)→19ml	ヘリウム 2ml(10min)→(1ml/min)→4ml
カラム温度	-30°C(2min)→(10°C/min)→ 375°C	35°C(2min)→(10°C/min)→ 375°C	35°C(5min)→(10°C/min)→ 320°C
検出器	水素炎イオン化検出器	水素炎イオン化検出器	水素炎イオン化検出器
検出器温度	375°C	375°C	320°C

(注3) 試料注入はオートサンプラーによる注入を基本とするが、オートサンプラーを使用しない場合は手で注入する。

(注4) Ramp 流量モードとはキャリアガスの流量を変化させる事が出来るモード。

(注5) 1000  $\mu$ g/ml の ASTM 標準軽油を測定した場合、図1-1とほぼ同様なクロマトグラフになるように装置の感度を調整する

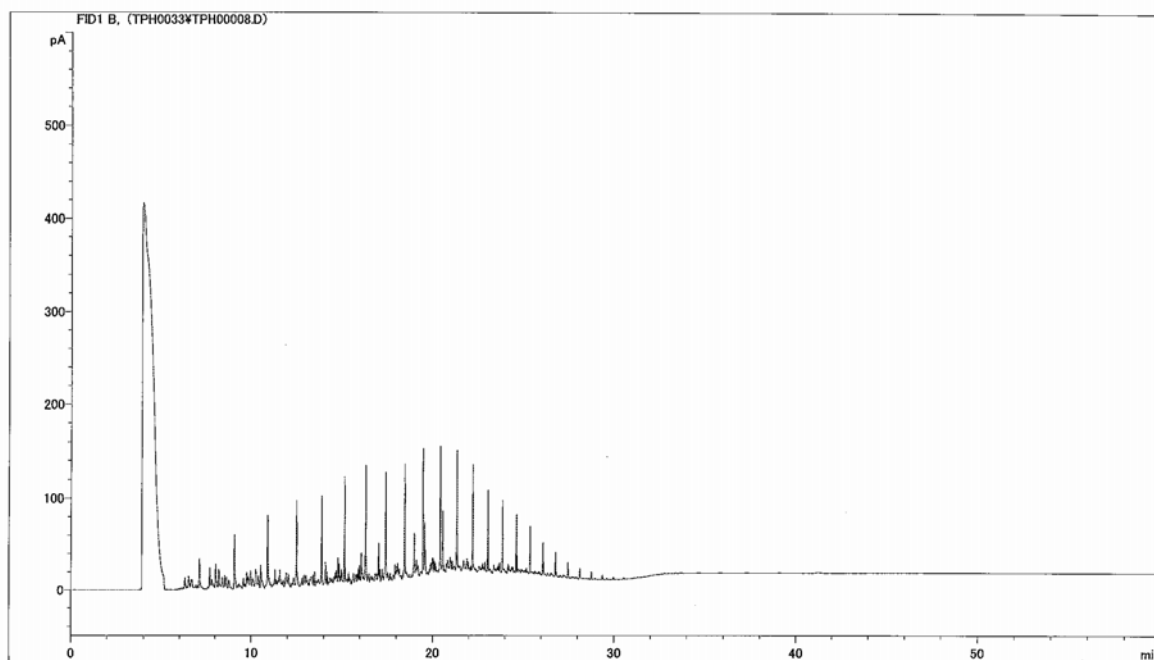


図1-1 ASTM 標準軽油 1000  $\mu\text{g/ml}$  のクロマトグラム

## 1.5 操作

### 1.5.1 前処理

#### 1.5.1.1 土壌からの抽出操作

- (1) 土壌試料 10g程度を共栓付 100ml 三角フラスコに分取する。
- (2) 無水硫酸ナトリウムを 30g 量り取り、土壌試料を入れた共栓付三角フラスコに加えて蓋をし、土のかたまりを砕くために手で振り混ぜる。
- (3) 試料を入れた共栓付三角フラスコにメスシリンダーで二硫化炭素 30ml を加え、ボルトックスミキサーで 3 分間または振とう機で 30 分間かくはん又は振とう後、2 時間静置する。
- (4) 静置後、パスツールピペットまたはシリンジで抽出溶媒相を 100ml のメスフラスコに移し、二硫化炭素を加え正確に 100ml にする。
- (5) メンブランフィルターをガラス製注射筒に固定し、受け器として 10ml のバイアル瓶を置き、約 2ml 抽出溶液をろ過する。そしてバイアル瓶は密閉する。

#### 1.5.1.2 井戸水等からの抽出操作

- (1) 試料水 100ml 程度を分液ロート 200ml に分取する。
- (2) メスシリンダーで 30ml の二硫化炭素をとり、試料を入れた分液ロートに移し、振とう機で 30 分間振とうかくはん後、2 時間静置する。
- (3) 静置後、抽出溶媒相を無水硫酸ナトリウムで脱水し、100ml のメスフラスコに移す。二硫化炭素を加え正確に 100ml にする。
- (4) メンブランフィルターをガラス製注射筒に固定し、受け器として 10ml のバイアル瓶を置き、約 2ml 抽出溶液をろ過する。そしてバイアル瓶は密閉する。



## 1.5.2 ガスクロマトグラフ測定

### (1) ガスクロマトグラフの設定

- (a) 1.4の表1-1に準じて、ガスクロマトグラフ分析条件①～③のいずれかの試験条件に設定する。
- (b) 試料を注入せずに、所定の分析条件で測定を行い、ベースラインを記録する。2回以上記録し、ベースラインが十分安定していることを確認する。

### (2) 標準試料の測定

市販品のガソリン、軽油、重油、潤滑油をそれぞれ二硫化炭素で希釈し、 $1000 \mu\text{g/ml}$  の標準液を作成する。この標準液をガスクロマトグラフに $1 \mu\text{l}$  注入し、各油種の標準液のクロマトグラムパターンを求める。

模擬油含有土壌中の各油種のクロマトグラムの例を図1-2～1-6に示す。

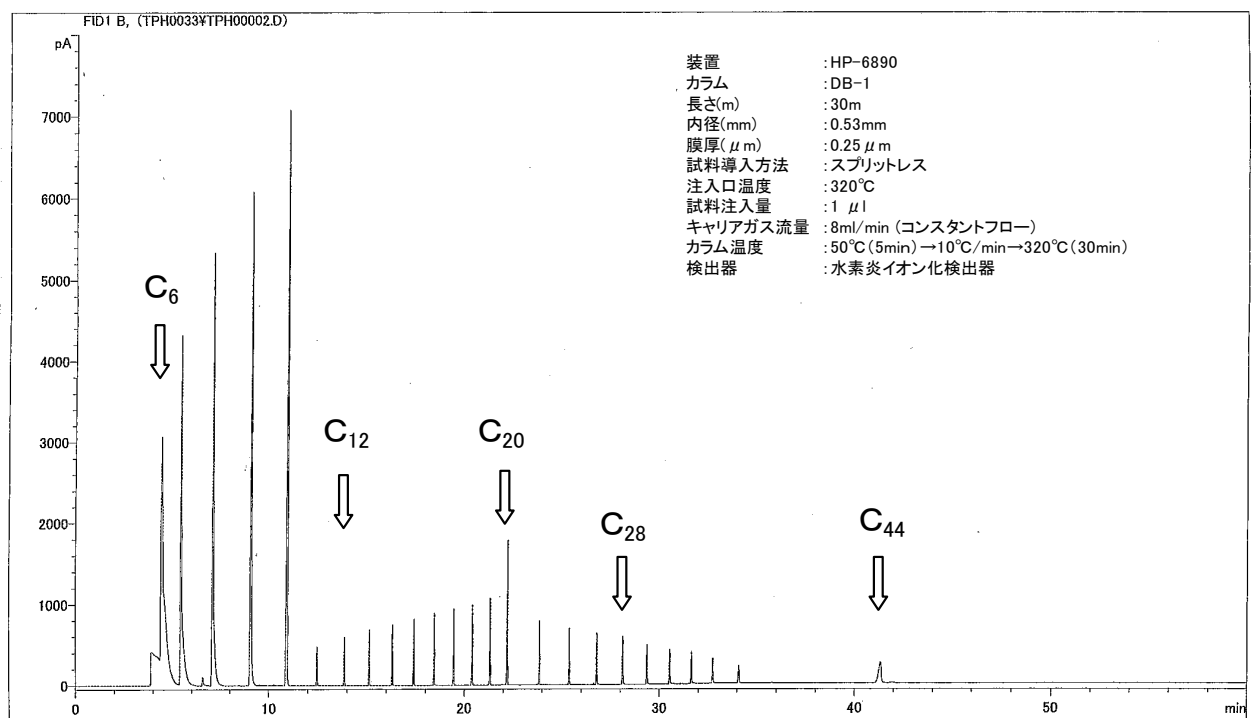


図1-2 ガスクロマトグラムの例(ノルマルパラフィン $\text{C}_6 \sim \text{C}_{44}$ )

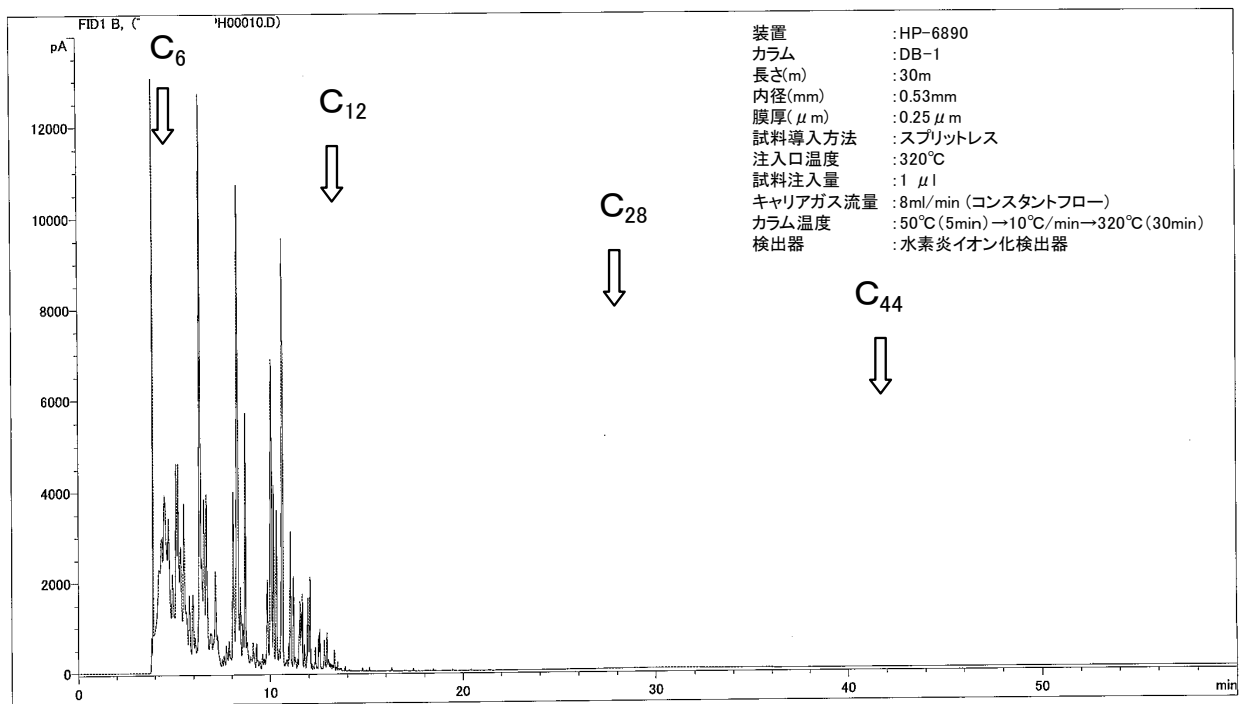


図1-3 ガスクロマトグラムの例(ガソリン)

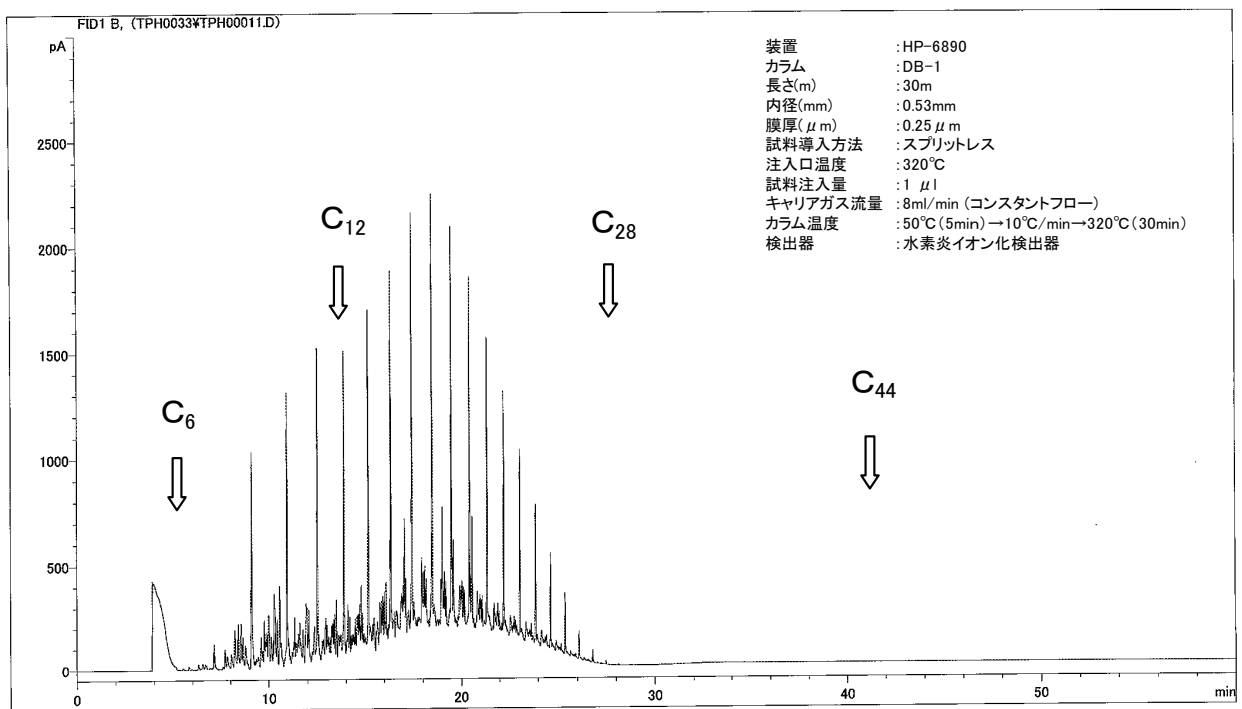


図1-4 ガスクロマトグラムの例(軽油)

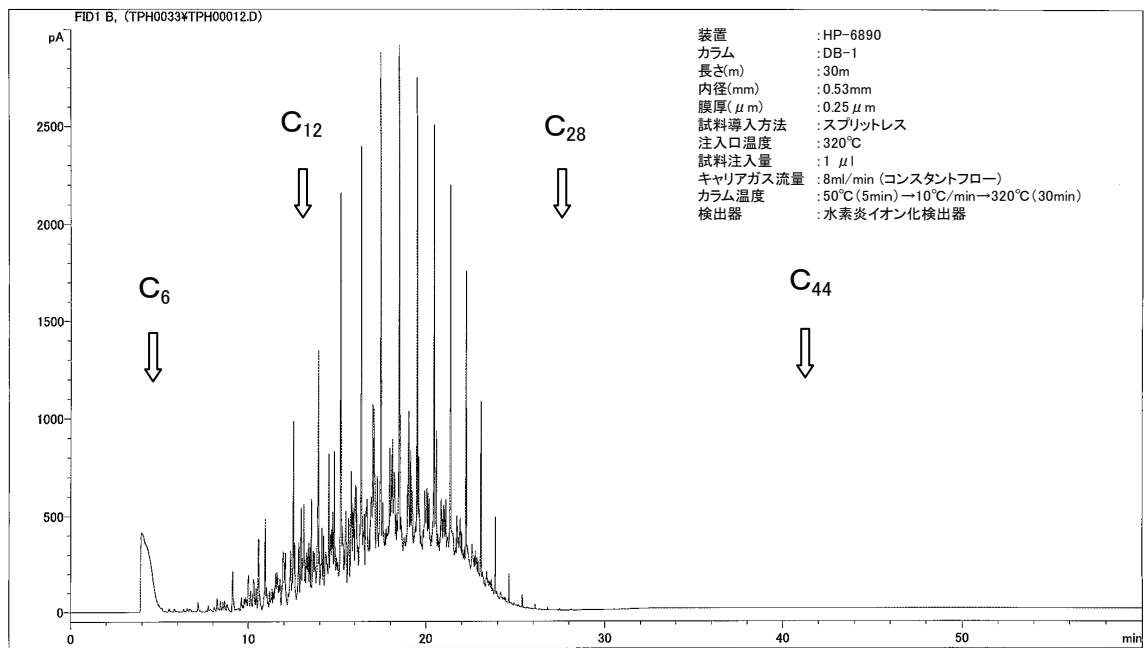


図1-5 ガスクロマトグラムの例 (A重油)

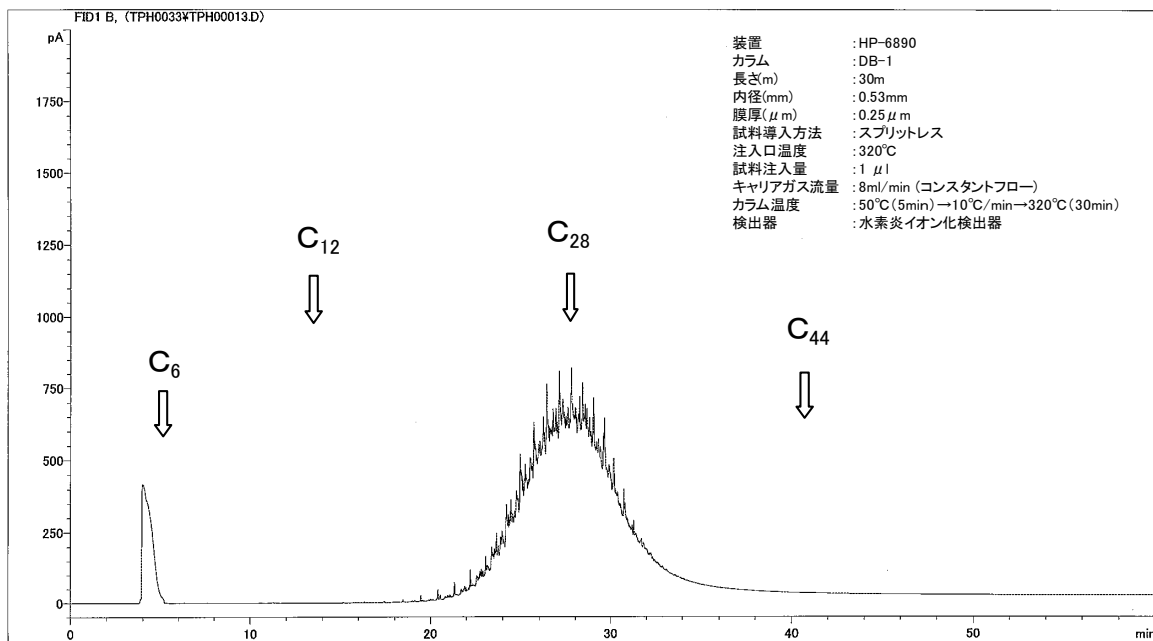


図1-6 ガスクロマトグラムの例 (モーターオイル)

### 1. 5. 3 実試料の測定

- (a) 1. 5. 1. 1または1. 5. 1. 2でバイアル瓶に回収した抽出試料1  $\mu$ lをガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを記録する。
- (b) データ処理装置にて、試料のクロマトグラムから、溶媒(二硫化炭素)のみを測定したクロマトグラムを差し引く。
- (c)  $C_6 \sim C_{12}$  (ガソリンの炭素範囲)の沸点範囲、 $C_{12} \sim C_{28}$  (軽油の炭素範囲)の沸点範囲及び $C_{28} \sim C_{44}$  (残油の炭素範囲)の沸点範囲のクロマトグラムのパターンと1. 5. 2(2)で作成した標準試料のクロマトグラムのパターン(図1-5~8参照)を比較し、油種の同定(注5)をする。

(注6) 図1-3~1-6で示したような標準試料のクロマトグラムのパターンと比較しても油種の同定が難しい場合は、現場の漏出の疑いがある油を入手して標準試料のクロマトグラムのパターンを作成し、油種の同定をする。

(注7) 妨害成分の影響

油の濃度が低い場合はガスクロマトグラフ上でピークの重なる成分が影響を及ぼすことがある。この場合はフロリジルまたはシリカゲルカートリッジカラムを用いて、鉱油類を干渉成分から分離して測定にかける。

なお、フロリジルカラムは市販のフロリジルまたはシリカゲルカートリッジカラム(充填剤量/シリンジサイズ 1g / 6mlのもの)で固相抽出管は注射筒タイプのものを使用する。チューブの材質にはポリプロピレン(PP)製とガラス製があるが、チューブの使用時に妨害物質の溶出の可能性があるので、事前に、当該カラムで二硫化炭素によるブランク試験を実施し、影響のないことを確認する必要がある。

## 2. 溶媒抽出GC-FID法による土壌中のTPHの定量方法

土壌中の油分を二硫化炭素で抽出し、水素炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフ(GC-FID)でTPHを定量する方法の一例を以下に示す。

なお、炭素数(C)が $C_6 \sim C_{12}$ の低沸点の炭化水素類の分析にあつては、ページ&トラップガスクロマトグラフ法<sup>5)~7)</sup>を用いることもできる。

### 2. 1 測定方法の概要

土壌中の油分を低沸点の有機溶剤(注1)として二硫化炭素を用いて抽出後、GC-FIDを用い、油分抽出試料の全成分を無極性のカラムにより、ほぼ沸点別に分離し、記録されたクロマトグラムのノルマルパラフィンの $C_6 \sim C_{44}$ の沸点範囲に存在する全成分のピーク面積を同一条件下で得られたASTM標準軽油のピーク面積と比較してTPH濃度を算出する。

(注1) ここでは溶媒として二硫化炭素を用いる方法について説明しているが、同等の抽出効果をもつ他の溶媒を用いることも可能である。

## 2.2 試薬類 (1.2 参照)

## 2.3 器具 (1.3 参照)

## 2.4 装置 (1.4 参照)

## 2.5 操作

### 2.5.1 前処理

- (1) 土壌試料 10g 程度を共栓付 100ml 三角フラスコに 0.01g の単位まで秤量して分取する。
- (2) 無水硫酸ナトリウムを 30g 量り取り、土壌試料を入れた共栓付三角フラスコに加えて蓋をし、土のかたまりを砕くために手で振り混ぜる。
- (3) 試料を入れた共栓付三角フラスコにメスシリンダーで二硫化炭素 30ml を加え、ポルテックスミキサーで 3 分間または振とう機で 30 分間かくはん又は振とう後、2 時間静置する。
- (4) 静置後、パスツールピペットまたはシリンジで抽出溶媒相を 100ml のメスフラスコに移す。
- (5) 試料を入れた共栓付三角フラスコにメスシリンダーで二硫化炭素 30ml を加え、同様に(3)の抽出操作を行い、30 分間静置する(二回目の抽出)。その抽出溶媒相をパスツールピペット又はシリンジで、上記(4)のメスフラスコに移す。
- (6) さらに、上記(5)の共栓付三角フラスコにメスシリンダーで二硫化炭素 30ml 加え、同様に(3)の抽出操作を行い、30 分間静置する(三回目の抽出)。その抽出溶媒相をパスツールピペット又はシリンジで、上記(4)のメスフラスコに移す。
- (7) 上記メスフラスコに二硫化炭素を加え正確に 100ml にする。
- (8) メンブランフィルターをガラス製注射筒に固定し、受け器として 10ml のバイアル瓶を置き、約 2ml 抽出溶液をろ過する。そしてバイアル瓶は密閉する。

### 2.5.2 ガスクロマトグラフ測定

#### (1) ガスクロマトグラフの設定

- (a) 1.4の表1-1に準じてガスクロマトグラフ条件①~③のいずれかの試験条件に設定する。
- (b) 試料を注入せずに、所定の分析条件で測定を行い、ベースラインを記録する。2回以上記録し、ベースラインが十分安定していることを確認する。

#### (2) リテンションタイムウィンドウの設定

リテンションタイムウィンドウ(RT)の設定は、以下の要領で試料測定前後に必ず行う。

- (a) 溶媒(二硫化炭素)のみを所定量(1 $\mu$ l)注入し、クロマトグラムを記録する。
- (b) ノルマルパラフィン混合試料を 1 $\mu$ l 注入し、クロマトグラムを記録する。
- (c) データ処理装置でノルマルパラフィンの測定クロマトグラムから、溶媒のみのクロマトグラムを差し引く。
- (d) 対象とする保持時間は以下のように設定する。

##### ① 開始保持時間

$n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ のピーク立ち上がりの0.1分前の開始する時間を設定する。(RT-C<sub>6</sub>)  
クロマトグラムの強度を図2-1に示すクロマトグラムの1/10に設定し、目視で確認出来るピーク立ち上がりの時間をクロマトグラム上で読みとりピーク開始時間とする。

## ② 終了保持時間

$n\text{-C}_{44}\text{H}_{90}$ ピークの溶出が終了(ピークが下がり終わる)後0.1分(RT-C<sub>44</sub>)を設定する。  
クロマトグラムの強度を図2-1に示すクロマトグラムの1/10に設定し、目視で確認出来るピークの溶出が終わる時間をクロマトグラム上で読みとりピーク終了時間とする。

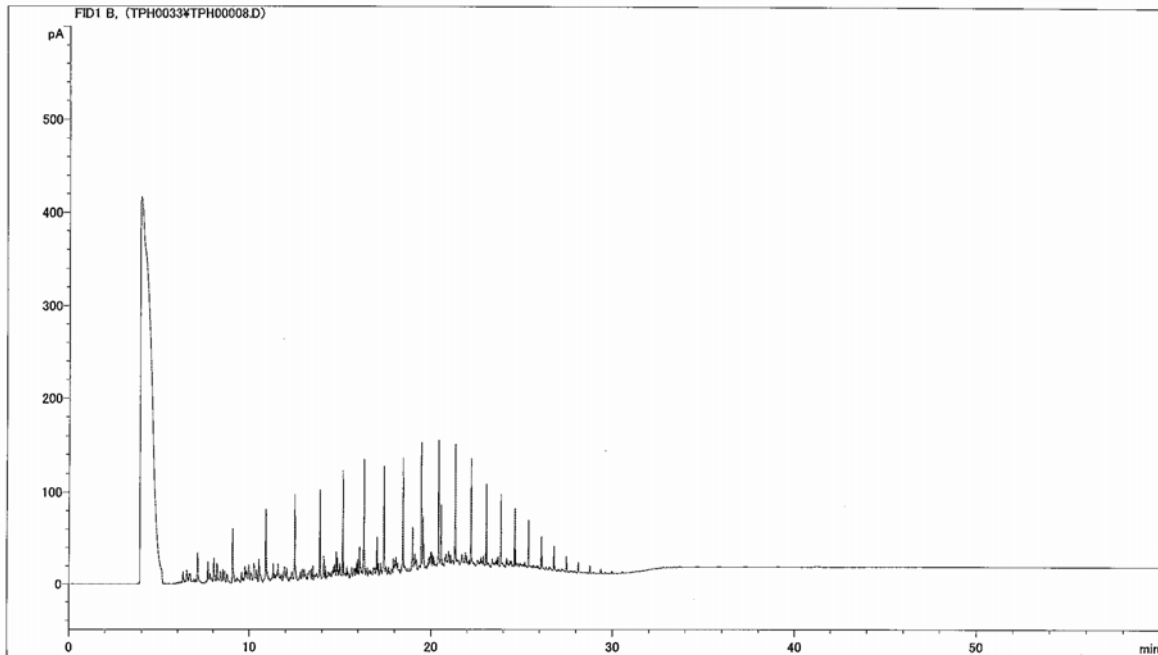


図2-1 ASTM 標準軽油 1000  $\mu\text{g/ml}$  のクロマトグラム

- (e) 試料測定前後の開始保持時間を比較し、差が0.1分以内であれば、試料測定前の開始保持時間を採用する。差が0.1分以上であれば、試料測定前後の平均値を用いる。
- (f) 試料測定前後の終了保持時間を比較し、差が0.1分以内であれば、試料測定前の終了保持時間を採用する。差が0.1分以上であれば、試料測定前後の平均値を用いる。

## (3) 検量線の作成

土壌試料中の油分濃度を求めるため、5種類のASTM標準軽油を用いて検量線を作成する。検量線は試料濃度に応じて2種類(高濃度及び低濃度)作成する。高濃度の検量線を用いて測定し、試料濃度が検量線の範囲より低濃度である時は低濃度用の検量線を用いて測定を行う。なお、高濃度領域の検量線の適用範囲は250~10000  $\mu\text{g/ml}$ 、低濃度領域の検量線の適用範囲は50~1000  $\mu\text{g/ml}$ である。検量線の作成は測定前に行い測定終了後、検量線がずれていないことを確認する。

### I 高濃度領域の検量線

- (a) 標準試料液はASTM標準軽油を用い、溶媒としては二硫化炭素を用いて希釈して調整

する。標準試料濃度は 250,500,1000,5000,10000  $\mu\text{g/ml}$  の5種類とする。標準試料の調製は希釈法で作成する。

① 10000  $\mu\text{g/ml}$  の試料の調整

ASTM 標準軽油を 500  $\mu\text{l}$  のシリンジを用い 10ml メスフラスコに 0.1g を 0.001g の単位まで秤量し、二硫化炭素を標線まで加える。

② 5000  $\mu\text{g/ml}$  の試料の調整

①で調製した標準試料(10000  $\mu\text{g/ml}$ ) 5ml をホールピペットを用いて 10ml メスフラスコにとり二硫化炭素を標線まで加える。

③ 1000  $\mu\text{g/ml}$  の試料の調整

①で調製した標準試料(10000  $\mu\text{g/ml}$ ) 1ml をホールピペットを用いて 10ml メスフラスコにとり二硫化炭素を標線まで加える。

④ 500  $\mu\text{g/ml}$  の試料の調整

①で調製した標準試料(10000  $\mu\text{g/ml}$ ) 1ml をホールピペットを用いて 20ml メスフラスコにとり二硫化炭素を標線まで加える。

⑤ 250  $\mu\text{g/ml}$  の試料の調整

①で調製した標準試料(5000  $\mu\text{g/ml}$ ) 1ml をホールピペットを用いて 20ml メスフラスコにとり二硫化炭素を標線まで加える。

- (b) 上記で調製した5種類の標準溶液を順次ガスクロマトグラフに 1  $\mu\text{l}$  導入する。
- (c) データ処理装置を使用し、5種類の標準溶液のクロマトグラフから、2. 5. 2(2)(a)で測定した溶媒(二硫化炭素)のみを測定したクロマトグラムを差し引く。
- (d) 上記③で求めた5種類のクロマトグラムでRT-C<sub>6</sub>からRT-C<sub>44</sub>までの保持時間の総面積を求める。
- (e) グラフの横軸に標準液濃度、縦軸の総面積をプロットし、検量線を作成する。検量線は最小自乗法による直線回帰から求める。

## II 低濃度領域の検量線

(a) 標準試料液は ASTM 標準軽油を用い、溶媒としては二硫化炭素を用いて希釈して調整する。標準試料濃度は 50,100,250,500,1000  $\mu\text{g/ml}$  の5種類とする。

標準試料の調製は希釈法で作成する。

① 1000  $\mu\text{g/ml}$  の試料の調整

ASTM 標準軽油を 500  $\mu\text{l}$  のシリンジを用い 100ml メスフラスコに 0.1g を 0.001g の単位まで秤量し、二硫化炭素を標線まで加える。

② 500  $\mu\text{g/ml}$  の試料の調整

①で調製した標準試料(1000  $\mu\text{g/ml}$ ) 5ml をホールピペットを用いて 10ml メスフラスコにとり二硫化炭素を標線まで加える。

③ 250  $\mu\text{g/ml}$  の試料の調整

②で調製した標準試料(500  $\mu\text{g/ml}$ ) 5ml をホールピペットを用いて 10ml メスフラスコにとり二硫化炭素を標線まで加える。

④ 100  $\mu\text{g/ml}$  の試料の調整

①で調製した標準試料(1000  $\mu\text{g/ml}$ ) 1ml をホールピペットを用いて 10ml メスフラスコにとり二硫化炭

素を標線まで加える。

⑤ 50  $\mu$ g/ml の試料の調整

②で調製した標準試料(500  $\mu$ g/ml) 1mlをホールピペットを用いて 10ml メスフラスコにとり二硫化炭素を標線まで加える。

- (b) 調製した5種類の標準溶液を順次ガスクロマトグラフに 1  $\mu$ l 注入する。
- (c) データ処理装置を使用し、5種類の標準溶液のクロマトグラムから、2. 5. 2(2)(a)で測定した溶媒(二硫化炭素)のみを測定したクロマトグラムを差し引く。
- (d) 上記(c)で求めたクロマトグラムでRT-C<sub>6</sub>からRT-C<sub>44</sub>までの保持時間の総面積を求める。
- (e) グラフの横軸に標準液濃度、縦軸の総面積をプロットし、検量線を作成する。検量線は最小自乗法による直線回帰から求める。

### 2. 5. 3 実試料の測定

- (a) 2. 5. 1でバイアル瓶に回収した抽出試料 1  $\mu$ l をガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを記録する。
- (b) データ処理装置にて、試料のクロマトグラムから、2. 5. 2(2)(a)で測定した溶媒(二硫化炭素)のみを測定したクロマトグラムを差し引く。
- (c) リテンションタイムウィンドウ設定のために測定したノルマルパラフィンのクロマトグラムと比較し、終点の保持時間としてRT-C<sub>44</sub>を選定してピーク総面積を求める。
- (d) RT-C<sub>44</sub>でのベースラインが初期の位置に戻らない場合、総面積は保持時間 0.3 分(溶剤ピークの溶出前)のベースラインをRT-C<sub>44</sub>まで水平に延長し、保持時間RT-C<sub>44</sub>までの総面積を求める。

(注2) 妨害成分の影響(1. 5 (注7)参照)

### 2. 6 TPH 濃度の計算

2. 5. 3で求めた試料面積を、2. 5. 2(3)で作成した検量線に当てはめ、試料抽出溶液中のTPH濃度を求め、次の式により土壌中の油分を求める。計算は有効桁数3桁で行った後、2桁に丸めて報告する。なお、分析値は炭素範囲n-C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>~n-C<sub>44</sub>H<sub>90</sub>の結果であることを明記する。

$$C_s = \frac{A_s \times V_t}{W_s} \times \frac{100}{(100 - S_w)}$$

C<sub>s</sub> : 土壌中 TPH 濃度[ $\mu$ g/g]

A<sub>s</sub> : 抽出溶液中の TPH 濃度[ $\mu$ g/ml]

V<sub>t</sub> : 抽出溶媒量[ml]

W<sub>s</sub> : 抽出した試料の重量[g]

S<sub>w</sub> : 含水率[%]



(注3) ガソリンの炭素範囲( $C_6 \sim C_{12}$ )、軽油の炭素範囲( $C_{12} \sim C_{28}$ )及び残油の炭素範囲( $C_{28} \sim C_{44}$ )の濃度の計算方法を以下に示す。炭素範囲は図2-2参照。

なお、炭素範囲は USA EPA method 8015 に基づきマサチューセッツ州環境保護省で検討された値を参考にしたものであり、特に、ガソリンの炭素範囲は臭気が揮発性成分量に依存することを考慮し、ガソリン成分の季節変動または供給石油の違いがあったとしても、その全量を捉えてガソリン濃度として評価できるようにしている。

① ガソリンの炭素範囲( $C_6 \sim C_{12}$ )の計算

開始時間は $n-C_6H_{14}$ のピーク立ち上がりの 0.1 分前に設定する( $RT-C_6$ )し、終了時間は $n-C_{12}H_{26}$ の保持時間とする。この開始から終了時間までの範囲内のピーク面積の合計を求める。

② 軽油の炭素範囲( $C_{12} \sim C_{28}$ )の計算

開始時間は $n-C_{12}H_{26}$ の保持時間とし、終了時間は $n-C_{28}H_{58}$ の保持時間とする。この開始から終了時間までの範囲内のピーク面積の合計を求める。

③ 残油の炭素範囲( $C_{28} \sim C_{44}$ )の計算

開始時間は $n-C_{28}H_{58}$ の保持時間とし、終了時間は $n-C_{44}H_{90}$ ピークの溶出が終了(ピークが下がり終わる)後 0.1 分( $RT-C_{44}$ )を設定する。

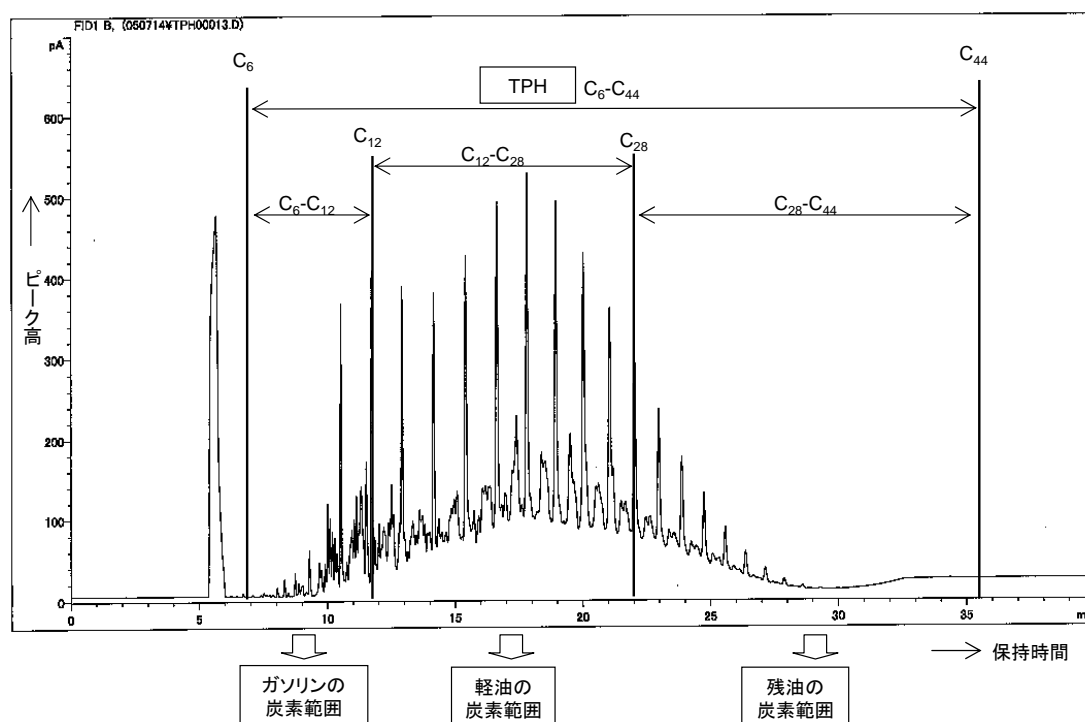
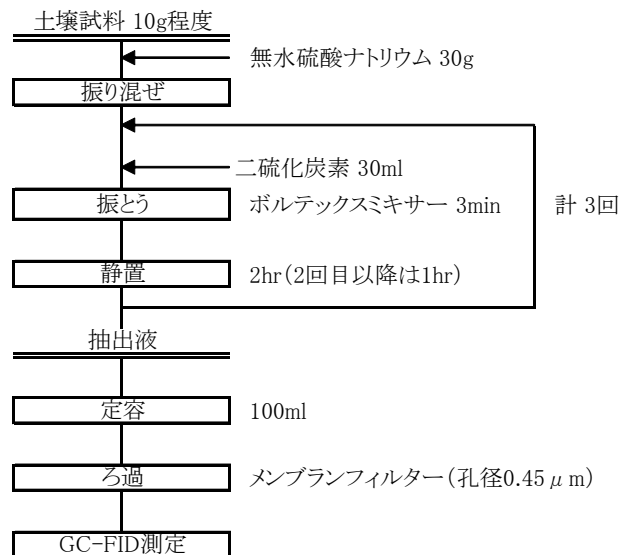


図2-2 ガスクロマトグラム上の TPH レンジの概念図

## 【土壌の TPH 試験法フロー】

土壌試料 10g 程度を共栓付き三角フラスコに分取し、無水硫酸ナトリウム 30g を混合して脱水する。二硫化炭素 30ml を加えボルテックスミキサーで3分間または振とう機で3分間振とう抽出後、2時間静置する。この操作を3回繰り返した後(2回目以降の静置時間は1時間)、抽出液を正確に 100ml に定容する。最後に抽出液を孔径 0.45  $\mu\text{m}$  のメンブランフィルターでろ過した溶液を、GC-FID に導入する。



## (参考) 試料水中の TPH の定量方法

試料水中の TPH の定量は、対策時の効果を検証する際のモニタリング時などに行う場合があるので、定量方法を参考までに示す。定量は、「2. 溶媒抽出 GC-FID 法による土壌中の TPH の定量方法」に準拠して行うが、操作及び TPH 濃度の計算については以下のとおりとする。

### A. 操作

- (1) 試料水 500ml 程度を分液ロート 1000ml に分取した後、二硫化炭素 30ml を加え、15 分間程度振とう抽出後、試料水と二硫化炭素が分離するまで静置する。
- (2) この操作を2回繰り返した後、抽出液を無水硫酸ナトリウム 30g で脱水する。
- (3) 抽出液は 100ml のメスフラスコに移し、二硫化炭素を加え正確に 100ml にする。
- (4) メンブランフィルターをガラス製注射筒に固定し、受け器として 10ml のバイアル瓶を置き、約2ml 抽出溶液をろ過する。そしてバイアル瓶は密閉する。

### B. TPH 濃度の計算

A. の操作で求めた試料面積を、2. 5. 2(3)と同様に作成した検量線に当てはめ、試料抽出溶液中の TPH 濃度を求め、次の式により試料水中の油分を求める。計算は有効桁数3桁で行った後、2桁に丸めて報告する。なお、分析値は炭素範囲  $n\text{-C}_6\text{H}_{14} \sim n\text{-C}_{44}\text{H}_{90}$  の結果であることを明記する。

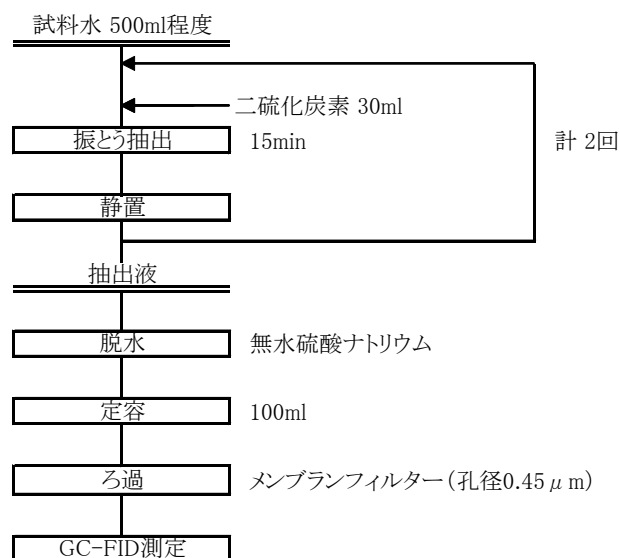
$$C_w = \frac{A_s \times V_t}{W}$$

- C<sub>w</sub> : 水中 TPH 濃度[μg/ml]  
 A<sub>s</sub> : 抽出溶液中の TPH 濃度[μg/ml]  
 V<sub>t</sub> : 抽出溶媒量[ml]  
 W : 供試した試料量[ml]

(注) ガソリンの炭素範囲(C<sub>6</sub>~C<sub>12</sub>)、軽油の炭素範囲(C<sub>12</sub>~C<sub>28</sub>)、残油の炭素範囲(C<sub>28</sub>~C<sub>44</sub>)の濃度は、  
 2.6 TPH濃度の計算の(注3)を参考にして計算する。

### 【試料水中の TPH 試験フロー】

試料水 500ml 程度 を分液ロート 1000ml に分取した後、15 分間振とう抽出し、水と二硫化炭素が分離するまで静置する。この操作を2回繰り返した後、抽出液を無水硫酸ナトリウム 30gで脱水し、正確に 100ml に定容する。最後に抽出液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過した溶液を、水素イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフ(GC-FID)に導入する。



## 参考文献

- 1) “Separatory funnel liquid-liquid extraction” U.S.Environmental Protection Agency Method 3510C,December,1996,3
- 2) “Continuous liquid-liquid extraction” U.S.Environmental Protection Agency Method 3520C,December,1996,3
- 3) “Soxhlet extraction” U.S.Environmental Protection Agency Method 3540C, December, 1996,3
- 4) “Nonhalogenated organics using GC/FID” U.S.Environmental Protection Agency Method 8015, June,2003,4
- 5) “石油汚染土壤の浄化に関する技術開発報告書”(財)石油産業活性化センター,平成 15 年 3 月
- 6) “Closed-system purge-and-trap and extraction for volatile organics in soil and waste sample” U.S.Environmental Protection Agency Method 5035A, July,2002,1
- 7) “Purge-and-trap for Aqueous samples” U.S.Environmental Protection Agency Method 5030C, May,2002,3

## 1. 油臭及び油膜の測定方法の概要

この方法は、調査実施者が嗅覚による油臭の有無の判定や目視による油膜の有無の判定が困難と判断した場合、又は、より定量的な判定が必要とされる場合に限って、土壌から発生する油臭や油膜によって判定を行う際の参考となる方法、並びに地下水試料を採取して油臭や油膜の発生状況を確認する場合において、水の油臭や油膜を確認するために参考となる方法を示すものである。

## 2. 油臭の測定方法

### 2.1 土壌

土壌 50g を 500ml 容ガラス瓶に入れ、蓋をして約 25℃で 30 分間放置した後、蓋を外して直ちに土壌から発生する臭いを嗅ぎ、臭気の有無及び油種とその程度を試験する。(表 1 参照)

なお、土壌の質量及びガラス瓶の容積については、調査地として統一するのであれば変更してもよい。ただし、その場合には、土壌の質量及びガラス瓶の容量をどう選択するかによって測定結果として得られる油臭の程度が変わってくることに留意して測定結果を評価することが必要である。

また、この測定方法で得られた結果は、評価対象とする現地での油臭の有無を試験する場合に比べ、密閉された空間に臭気成分が閉じ込められた状態になるため、油臭の程度は高い傾向を示すことに留意する必要がある。

表1 油臭の程度の表示例

段階	内容
0	無臭
1	やっと感知できるにおい(検知閾値濃度)
2	何のにおいであるかがわかる弱いにおい(認知閾値濃度)
3	らくに感知できるにおい
4	強いにおい
5	強烈なにおい

(注) この表は、調査を行う作業者が調査レポートを取りまとめたりする際の作業上の目安の例であって、何らかの基準値や標準を示すものではない。油臭の感じ方は臭いに敏感にならざるを得ない土地の使い方がどうか、原因となっている鉱油類の種類や性状等によって様々であり、表1中どの程度をもって油臭ありと判断するかはケースバイケースである。

### 2.2 水

試料水 100ml を共栓三角フラスコ 300ml に入れ、蓋をして約 25℃で 30 分間放置した後、フラスコを揺すり動かしながら栓をとり、直ちに臭気の有無及び油種とその程度を試験する。

(表 1 参照)

なお、試料水の体積及び共栓三角フラスコの容積については、調査地として統一するのであれば変更してもよい。ただし、その場合には、試料水の体積及び共栓三角フラスコの容積をどう選択するかによって測定結果として得られる油臭の程度が変わってくることに留意して測定結果を評価することが必要である。

### 3. 油膜の測定法

#### 3.1 土壌

##### 3.1.1 ビーカー法<sup>1)</sup>

###### (1) 操作

試料土壌は、有姿のまま採取し、小石等の異物を除去したものとする。ビーカーに純水 1000ml を量り取り、かくはんする。次に渦流が一定の状態になったら、渦の中心付近に試料土壌 10g-wet を静かに投入し、15 分間連続して緩やかにかくはんし、5分間静置した後、明るい場所で液面観察する。この際、浮上物質が生じて油膜の判定が困難な場合は、金属製の網を用いて浮上物質をかき寄せ、液面観察する。

###### (2) 油膜の判定

試験操作の結果、液面に油膜が視認された場合は、油膜が生じたものと判定する。また、同操作の結果、液面に、黒色又は白色の油膜が浮遊している場合や、光の干渉による干渉縞の形成又は鈍い銀白色の輝きが視認された場合は、油膜が生じたものと判定する。

なお、試料土壌の表面に油膜が視認された場合は、(1)の試験操作を要せず油膜が生じたものと判定する。

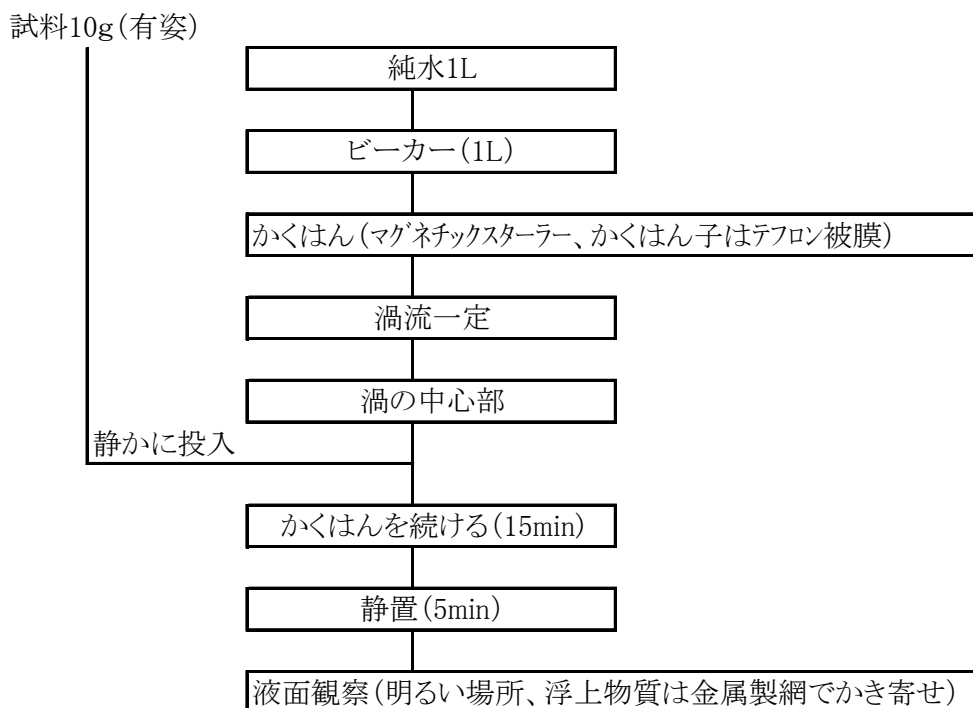


図 1 油膜の分析フロー(ビーカー法)

##### 3.1.2 シャーレ法

シャーレ(直径 94mm、高さ 20mm)に蒸留水を 50ml 入れ、シャーレの下に黒い紙を敷く。蒸留水の中に葉さじ 1 杯分(約 5g-wet)の土壌を静かに入れ、直後の液面を目視で観察する。

油膜の判定は、3.1.1(2)と同様に行う。

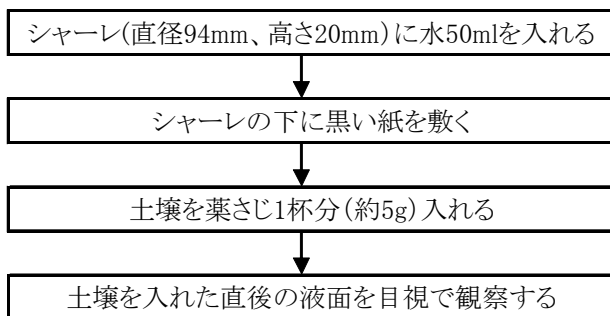


図2 油膜の分析フロー(シャーレ法)

写真1 油膜の発生状況

### ○ 参考 土壌の油膜測定法の比較

	廃掃法・海防法(ビーカー法)	シャーレ法
法令等	参考文献1)	-
方法	10g→1000ml、 ビーカー内でかくはん後観察	5g→50ml シャーレ内で観察
特徴	手間がかかる	簡易、現場でも可能

## 3.2 水

### 3.2.1 シャーレ法

シャーレ(直径 94mm、高さ 20mm)に水を静かに 50ml 量り入れ、シャーレの下に黒い紙を敷く。明るい場所で液面を目視で観察する。

### 参考文献

- 1) 昭和 51 年 3 月 17 日 環水企 38 号 環整 18 号 「廃棄物の処理および清掃に関する法律施行令および海洋汚染防止法施行令の一部を改正する政令の施行等について  
別紙: 産業廃棄物から遊離した油分により生ずる油膜の判定方法」

## 1. 試料採取方法の概要

この方法は、地表面及び井戸水等の油汚染問題の原因となっている(又は原因となっている可能性のある)油含有土壌の存在範囲の把握、対策範囲の確定等の場面において、土壌 TPH 試験に供するための土壌試料を採取する一般的な方法を示すものである。

## 2. 試料採取方法

### (1) 掘削方法の選択

掘削方法の代表的なものとしてボーリングマシンによるボーリング(ロータリー式、打撃貫入式、振動式及びこれらを組み合わせた方法等)、機械式簡易ボーリング(ロータリー式、打撃貫入式、振動式等)があり、他にも様々な方法がある。深層部の土壌試料採取においては、試料採取を行う目的、試料採取地点の状況(地質状況、作業スペースの広さ等)、掘削深度等を勘案の上、掘削方法を適宜選択する。

(備考)

- ・ 掘削方法の詳細は、「土壌汚染対策法に基づく調査及び措置の技術的手法の解説」(平成 15 年 9 月、環境省監修・土壌環境センター編)等を参考にするとよい。

### (2) 深層部土壌試料の採取

上記(1)で選択したボーリング方法により掘削し、サンプラーを用いて地質コア試料を採取して、地質コア試料より所定の試料採取深度の土壌試料を採取する。

なお、地表面がコンクリートやアスファルト等の舗装されている場合や、アスファルト下に碎石や砂利がある場合、落葉落枝及びその腐朽物等がある場合は、それらを除いた土壌表面を基準に試料採取深さを考えるとよい。

舗装部分の下の土壌試料を採取する場合は、舗装部分の下の土壌をかく乱しないように、カッター、コアカッター、エアピック等で舗装部分を掘削する。舗装の下に碎石や砂利が敷設されている場合はこれも除去する。

(備考)

- ・ ボーリングによる試料採取のためのサンプラーには、ロータリー式スリーブ内蔵二十管式サンプラー、標準貫入試験用サンプラー、オープンチューブサンプラー、クローズドピストンサンプラー等、様々な種類があるので、目的や試料採取地点の地質状況等に応じて適宜選択する。
- ・ サンプラーの詳細は、「土壌汚染対策法に基づく調査及び措置の技術的手法の解説」(平成 15 年 9 月、環境省監修・土壌環境センター編)、「地盤調査の方法と解説」(平成 16 年 6 月、地盤工学会地盤調査法改訂編集委員会編)等を参考にするとよい。

### (3) 地質状況の観察

地層の状況を的確に把握し、地層及び帯水層の状況把握に資するため、必要に応じて採取した地質コア試料についての地質状況の観察を行う。

地質状況の観察では、深度毎の地層の色調、混入物(大きさ、形状、分布状況)、軽石等の鍵層(キーベッド)、土性、堆積状況、湿潤状況、臭気を観察し、地質柱状図等としてまとめる。

(備考)

- ・ 採取した地質コア試料は保存しておくか、保存しておかない場合にはそれぞれの試料について写真記録を保存しておく。
- ・ 地質状況を把握する上では、油臭に限らず一般的な臭気を確認しておくことが重要である。



- ・ ここで、深度毎の油臭の有無を確認しておく、油含有土壌の分布状況を把握する上での参考になる。

#### (4) 採取した土壌試料の取扱い

採取した土壌試料は、試料容器に空間(気相)ができないように、速やかに充填し、密栓する。土壌試料充填後の試料容器は、原則として0~4°Cの冷暗所で保管することとし、保冷箱や保冷剤等を用いて運搬や保管を行う。

- ① 試料容器は、容器壁面への鉱油類の吸着、揮発成分の拡散及び光による化学的・生物的反応を防止するため、遮光性のあるガラス製容器(褐色ガラス瓶)を使用する。
- ② 試料容器の密栓には、テフロンキャップを使用する。
- ③ 土壌試料の採取量は、100g 以上でかつ試料容器に空間ができないだけの量であることを基本に、分析機関と協議して決定するとよい。
- ④ 試料容器には、地点名、採取深度、採取日時等を記入する。
- ⑤ 採取した土壌試料は、できるだけ速やかに分析に供する。

### 3. 試料採取時の留意点

- 1) 掘削による地下埋設物の破損を防ぐため、あらかじめ油送管、水道管、ガス管、電話線等の有無を調査するとともに、ある程度までは手掘りで試掘を行う等配慮する。
- 2) 鉱油類には揮発性の高い成分が含まれている場合が多く、油汚染問題となる油臭の主な原因が揮発性の高い成分であることから、油含有土壌に含まれている揮発性の高い成分が試料採取の際の人為的なかく乱により揮発して消失するのを防止するとともに、特に、無水掘削を行う場合には、掘削の際の熱が地質コア試料に加わり揮発が促進されないように注意する。
- 3) 掘削及び試料採取に用いた用具は、使用する度によく洗浄し、他の深度、地点で使用する際に油分を拡散しないように注意する。
- 4) 地下水面上に油相(フリーフェーズがある)場合にそれ以深から土壌試料を採取する場合等、上部や下部に鉱油類が拡散したり、土壌試料中に鉱油類が混入したりする可能性がある場合には、ケーシング管を設置して掘削孔内に鉱油類が浸入してこないよう対策を講じる。
- 5) 清水掘削や泥水掘削を行う場合は、適宜清水や泥水に含まれる鉱油類の濃度を測定し、油の拡散のおそれが高い場合は、鉱油類を含まない清水や泥水と交換する等、油の拡散の要因とならないようにする。
- 6) 清水掘削や泥水掘削を行う場合、清水や泥水による地質コア試料内への油の浸入にも十分注意する。
- 7) 地層状況がある程度把握された現場においては、必ずしもオールコアによる地質コア試料の採取を行う必要はない。
- 8) 地質コア試料を採取したあとの残孔は、井戸として利用する以外は、崩壊を起こす前に、雨水や油の浸透経路とならないようにセメント、ベントナイト等の遮水性材料で埋め戻す。
- 9) 掘削及び試料採取で発生する油を含む泥水やスライム(掘りかす)等は、専門の処理業者に処分を委託する等、適切に処理を行う。

本ガイドラインで TPH 試験を行う場面には以下の4場面があり、ここでは、油臭や油膜の発生に関係する鉱油類について試験することができる方法について取りまとめた。

なお、全ての方法が全炭素範囲をカバーしている訳ではない。

- ① 油臭や油膜の原因が鉱油類か否かの確認及び油種の同定
- ② 油含有土壌の平面及び深度方向の存在範囲の把握
- ③ 対策範囲の把握
- ④ 対策完了確認

主なTPHの試験法としては、水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ(GC-FID 法)、赤外分光分析法(IR 法)、重量法(ノルマルヘキサン抽出法)がある。

表1にこれらの試験法の比較を示す。

表1 主な TPH 試験法の比較

名称	水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ(GC-FID 法)	赤外分光分析法 (IR 法)	重量法 (ノルマルヘキサン抽出法)
原理	試料中の油分を溶媒で抽出した後、熱をかけて測定成分を気化させる。気化成分はカラム内で分離して各成分を定量する方法。水素炎イオン化検出器により水素炎中で油分が燃焼時にイオン化し、電極間に流れる電流の量が TPH 成分量に比例することを利用して TPH 濃度を求める。	試料中の油分を溶媒に抽出した後、油分の持つC-H伸縮振動を、3000cm <sup>-1</sup> 前後の赤外線吸収強度を測定することによってTPH濃度を求める。	有機溶媒(ノルマルヘキサン)に試料中の油分を抽出した後、ノルマルヘキサンを揮発させて残ったものの重量を測定し、TPH 濃度を求める。
概要	土壌試料を無水硫酸ナトリウムで脱水後、二硫化炭素等で振とう抽出し、これを GC-FID に導入して分析する。なお、妨害成分の影響がある場合はカラム処理で鉱油類を分離する。	土壌試料を測定域に吸収をもたない溶媒(S316 など)で振とうまたはソックスレー抽出し、カラム処理で鉱油類を分離し、一定量を定容する。これを IR に導入して分析する。	土壌試料をノルマルヘキサンで振とうまたはソックスレー抽出した後、フロリジルカラムで鉱油類を分離し、加熱して脱溶媒した上で残留成分を TPH として秤量する。
定量下限	100mg/kg (土壌)	10mg/kg (土壌)	100mg/kg (土壌)
特徴及び TPH 試験における留意事項	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 定性法では、標準と試料のクロマトグラムを比較することにより、鉱物油であるか否かの判定や油種の判別ができる。</li> <li>・ 定量法では、クロマトグラムとして得られた対象範囲の面積を合計して求める。</li> <li>・ 高沸点の TPH 成分は、高温側で分離性が悪化する。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 振とう法は簡便である。</li> <li>・ 混合油の場合は炭素範囲毎に分けて定量できない。</li> <li>・ 鉱油類の油種の判別はできない。</li> <li>・ 赤外線の吸収がある C-H 結合をもつ溶媒は抽出溶媒として使用できない。</li> <li>・ 測定対象物質の組成に沿った標準を用いる必要がある。</li> <li>・ TPH 成分以外の影響は、カラム処理により軽減できる。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 振とう法は簡便である。</li> <li>・ 混合油の場合は炭素範囲毎に分けて定量できない。</li> <li>・ 鉱油類の油種の判別はできない。</li> <li>・ 80°Cで加熱して脱溶媒するため、この温度以下で揮発するガソリン等の低沸点成分は揮散し、測定できない。</li> <li>・ ヘキサン可溶性の有機物や硫黄化合物は正の誤差となるが、このうち動植物油類はフロリジルカラム処理により軽減できる。</li> </ul>

各試験法の特徴と適用に当たっての留意点は以下のとおり。

なお、各試験法においては、乾燥、抽出といった前処理により誤差が生じることがあり、前処理方法を分析結果に明示するなどの注意が必要である。

### (1) GC-FID法

GC-FID法は、炭素数(C)により、 $C_6 \sim C_{12}$ (ガソリンの炭素範囲)、 $C_{12} \sim C_{28}$ (軽油の炭素範囲)、及び $C_{28} \sim C_{44}$ (残油の炭素範囲)の3つの炭素範囲(画分)で区分されるTPH画分毎の濃度を求めることにより、油種および経時的な性状変化の程度を大まかに把握することができる。複数の油種が土壤に含まれている場合には、それぞれの油種を区別することも可能である。また試験結果として得られるクロマトグラムのパターン等からも鉱油類であるかどうかの判定や油種を同定することが可能である。

本ガイドラインでは、鉱油類のうち、油臭や油膜の発生に関係するガソリン相当分から重油相当分までをほぼカバーできる範囲のTPHを対象としていることから、溶媒抽出GC-FID法では、 $C_6 \sim C_{44}$ までの範囲を測定の対象とする。なお、 $C_6 \sim C_{12}$ の低沸点の炭化水素類の分析にあつては、パージ&トラップガスクロマトグラフ法(U. S. EPA Method 5035A, 5030C等)を用いることもできる。

(備考) ここでいう「残油の炭素範囲」とは、常圧残油(原油を常圧蒸留してガス、ガソリン留分、灯油留分及び軽油留分を留出させた残りの油)に相当する成分として、 $C_{28} \sim C_{44}$ の炭素範囲のことを指す。

### (2) IR法

IR法は、これまで昭和51年環境庁告示第3号(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)として産業廃棄物等に含まれる油分を測定する際に使われてきた試験法である。なお、溶媒抽出-IR法では、従来から使用されてきた四塩化炭素や代替品のフロン-113も使用を止める方向にあることから、新たな抽出溶媒の選択が課題となっている。IR法においては、揮発性の低い $C_{44}$ を超える炭素数の範囲の炭化水素類も含んだより広い範囲の鉱油類の濃度が測定されること、また、土壤中の鉱油類以外の有機化合物の影響もあることがあることに留意する必要がある。

### (3) 重量法

重量法は、これまで昭和46年環境庁告示第59号付表10(n-ヘキサン抽出物質(油分等)の測定方法)として海域等で油分を測定する際に使われてきた試験法である。低沸点成分の油が揮散するため、油汚染問題の原因となっている油にガソリンが含まれている場合には、誤差が生じることがある。また、土壤や石油製品に含まれている硫黄化合物や土壤中に含まれるヘキサン可溶性有機物の影響で測定値に正の誤差が生じることがあるため、試験結果の評価においてはそれらの影響に留意する必要がある。

上記以外のTPH濃度を測定する方法として各種簡易測定法がある。これらのうち、主なものを表2に示す。簡易測定法は、測定原理や適用範囲、測定精度等が方法や機器により様々であることから、その適用を検討する場合は、それらの特徴をよく考慮した上で、適用可能な場面において適切なかたちで使用すべく、専門家に相談することが望ましい。

表2 主な簡易測定法

測定対象	測定法名称	検出器等	特 徴
ガス成分	検知管法	ガソリン用、 炭化水素用、 ベンゼン用等	目的成分と反応して発色する単体を封入したガラス管。検知管用ガス採取器に取り付けて一定量の試料ガスを通させ、担体の発色量の目盛りを読み取って濃度を把握する。干渉物質が存在するため、物質の同定は不可能。
	ガスモニター法	光イオン化検出器(PID)	バッテリー駆動で携帯式であり、測定時間も数秒と短い。常温でガス化した成分を検出対象物質の総量として検知するものであり、測定値は校正対象物質の濃度に換算した相対的な濃度である。
		水素炎イオン化検出器(FID)	
		赤外分光検出器(IR)	
		干渉増幅反射式検出器(IER)	
	ポータブルガスクロマトグラフ(GC)法	光イオン化検出器(PID)	携帯型又は可搬型の GC で、個別成分毎の濃度を定量する。ガス成分を直接測定する場合と、吸着剤に捕集したガス成分を熱脱着又は溶媒抽出して測定する場合がある。
水素炎イオン化検出器(FID)			
質量分析計(MS)			
抽出油分	抽出比濁法	濁度計	土壌中の鉱油類を専用の試薬で水へ抽出し、ミセル(コロイド粒子)となった油成分の濁度を測定して油分濃度を把握する。成分抽出から測定まで 20~30 分程度を要し、測定器キットは使い捨てである。油種により測定感度が異なることに注意が必要である。
	イムノアッセイ法	特定成分毎に分析キットあり	土壌中又は水中の鉱油類を溶媒抽出し、抗原抗体反応の原理を応用して発色させて吸光度分析する。
直接探査 (ダイレクトセンシング)	蛍光センサー法	ランプ式誘導蛍光センサー	センサープローブを土壌中に挿入することにより、芳香族炭化水素に誘導される紫外光の蛍光反応を測定し、土壌中の油分濃度の状況を連続的に把握する。
		レーザー式誘導蛍光(LIF)センサー	
	膜界面サンプリング分析法	各種ガス検出装置 ・光イオン化検出器(PID) ・水素炎イオン化検出器(FID) ・質量分析計(MS) ・電子捕獲型検出器(ECD) 等	センサープローブを土壌中に挿入することにより、土壌ガスや地下水に含まれている揮発性物質をセンサープローブのポリマー・膜を介してプローブ内に拡散させ、キャリアーガスに取り込んで地上の検出器まで運搬し、揮発性物質の成分や濃度を測定する。
リボン NAPL サンプラー法(RNS 法)	なし(視覚による確認)	疎水性の染料を充填した反応性のライナー(リボン)を掘削孔の孔壁に接触させ、リボンの変色範囲を目視で確認することにより原液状の油分の存在の有無や分布範囲を把握する。油分以外に有機塩素化合物にも反応する。	