

# 土壌の環境基準（テトラクロロエチレン）測定方法の簡便化の検討

## Examination of Simple Method for measuring the Environmental Quality Standard (Tetrachloroethylene) of Soil

合田 順一

Junichi Gouda

The treatment of underground water which was polluted by tetrachloroethylene which was dissolved a little (about 150 ppm) is very difficult, because specific gravity is heavier than water, it permeates deeply underground, since it will begin to dissolve little by little and will be spread widely. Therefore, it is important to grasp a spread of contamination early.

However, the measurement for the environmental quality standard of soil was complication, and was required effort, a long time and the examination method which used gas chromatograph. The simple method which can be measured on the spot was needed. Examined how to measure easily on the spot and did application to soil pollution processing etc. using the gas detector tube method. The result of comparison with the regulating method was good.

### キーワード

テトラクロロエチレン, 簡便法, 検知管, 土壌汚染処理

## はじめに

近年、テトラクロロエチレンによる土壌汚染が増えている。環境庁のまとめでも全国的にひろがっておりその数はトップとなっている<sup>1)</sup>。一度汚染されると水に難溶（飽和で約150ppm）で比重が水より重いため地下深く浸透し、少しずつ溶出し広く拡散することからその対策は困難を極めている。そのため、汚染の広がりをいち早く把握する事が重要である。しかしながら、土壌の汚染に係る環境基準について（平成7年3月30日環境庁告示第9号で以下「公定法」とする）によればその測定は複雑で手間と長時間を要すること、またガスクロマトグラフを使用した試験方法であること等から、現場で測定できる簡便法が求められていた。そこで、ガス検知管法<sup>2)</sup>を応用し、現場で簡単に測定できる方法を検討し、土壌汚染処理などに応用したところ、公定法との比較でも良い結果が得られたので報告する。

## 実験方法

### 1. 公定法と簡便法

公定法と簡便法の主な操作手順を比較した。

#### 1-1 公定法

1-1-1 土壌汚染に係る環境基準について（環境基本法）付表の2により試料液の調整を行う。

- ① 土壌から5mm超える中小れき、木片を除く。
- ② 試料 (g) : 溶液 (pH5.8~6.3) ml = 1 : 10 (重量体積比)

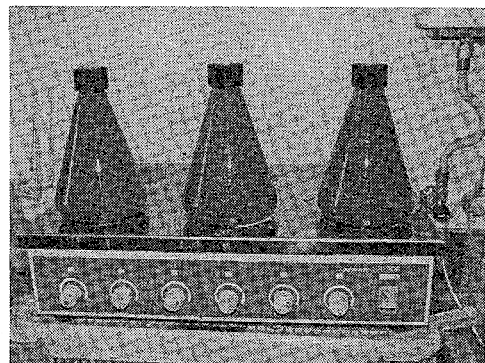


図1 攪拌

③ 混合液500ml以上をねじ口付三角フラスコ500ml容)に入れ、スターラーで4時間攪拌(図1), 10~30分静置後, 0.45μm孔径のメンブランフィルターでろ過, 検液とする。

1-1-2 検液をJIS k0125の5.1~5.5に定める方法(用水・排水中の揮発性有機化合物試験方法)で分析する。

① 検液20ml(25ml容共栓付比色管)にヘキサン5mlを加える。

② 1分間激しく振り混ぜる(図2)。



図2 抽出

③ ヘキサン層を分取, 無水硫酸ナトリウムで脱水後, ガスクロマトグラフで分析する。

1-2 簡便法

① 土壌から5mm超える中小れき, 木片を除く。

② 試料(g):水(ml) = 1:10(試料58g:水580ml)

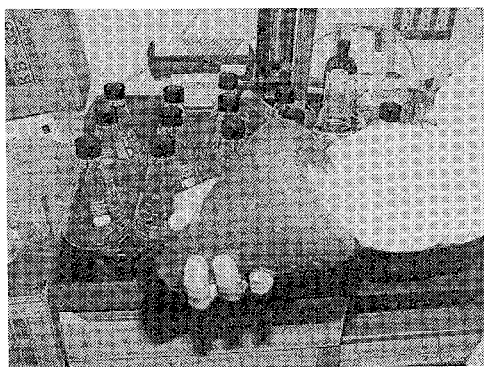


図3 手振り振とう

③ 混合液約610mlをねじ口付三角フラスコ(500ml容, 満水で610ml)に入れ(図3), 1分激しく振とうし, 静置する。

④ 上澄み液を検液とし, 特注三角フラスコ(枝付350ml容)に200ml分取する(図4)。

⑤ 1分間手振りで激しく振とうし(図5), 静置後, 気体部分を注射器で50ml以上を抜き取る(図

6)。

⑥ 抜き取った気体をガス検知管で測定する(図7)。

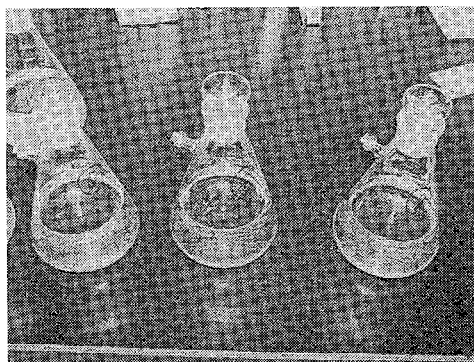


図4 上澄み液を分取



図5 手振り振とう

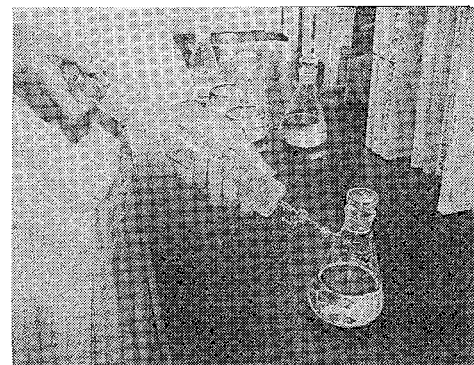


図6 採気(ヘッドスペース)

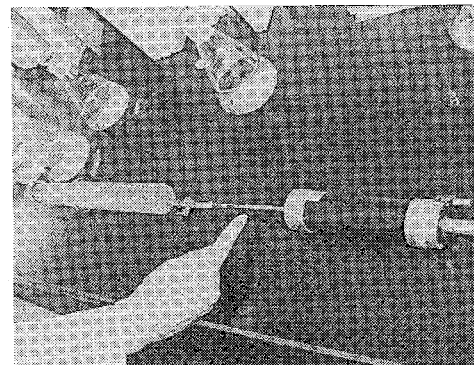
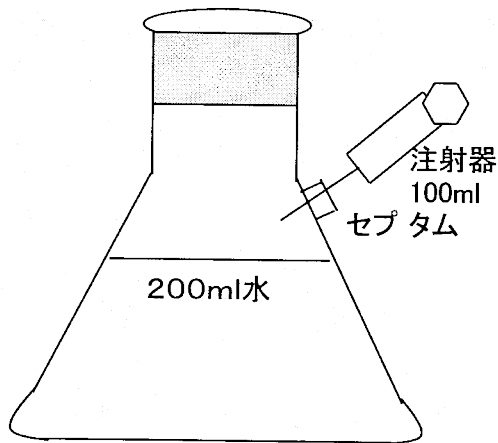


図7 検知管測定

## 2. 測定器具

- 2-1 特注三角フラスコ (350ml) ; 図8に示す。
- 2-2 注射器 (100ml)
- 2-3 ガス検知管
- 2-4 ねじ口付三角フラスコ (500ml容, 満水で610ml)
- 2-5 ガスクロマトグラフ用テトラクロロエチレン標準液 ; 水質試験用標準液 (1mg/mlヘキサン) をヘキサンで希釈し, 0.2, 0.4, 0.8, 1.6 $\mu$ g/ml を1 $\mu$ lガスクロマトグラフに注入し検量線とした。



350ml容三角フラスコ

図8 特注三角フラスコ

- 2-6 テトラクロロエチレン標準水溶液の調整 ; テトラクロロエチレン (和光特級) をメタノールで希釈し, 0.01, 0.1, 1, 10, 100, 1000 (飽和状態)  $\mu$ g/mlの水溶液を調整した。各濃度ともガスクロマトグラフで正確な値を測定しておく。
- 2-7 ガスクロマトグラフ測定条件
  - カラム ; DB-624 (30m $\times$ 0.32m $\times$ 1.8 $\mu$ m)
  - カラム温度 ; 40 $^{\circ}$ Cから200 $^{\circ}$ Cまで昇温
  - 注入温度 ; 250 $^{\circ}$ C
  - 検出器 ; ECD
  - 検出温度 ; 250 $^{\circ}$ C
  - キャリアーガス ; 超高純度窒素

## 結果と考察

### 1. 溶液濃度と気体濃度の関係

今回の試みは, 公定法がきわめて複雑で, 長時間を要することから, 現場での測定が不可能であり, 測定する

検体数にも制限がかかることから, 簡便法の開発に着手した。まず, 公定法が土壌の約10倍量の水で溶出した時の溶出試験液の濃度で評価していることから, 水に溶出したテトラクロロエチレンを気化させ, その気体をガス検知管で測定し, 溶液濃度と気体濃度の間に相関が得られれば溶液濃度を検知管法から間接的に推定できると考え, 今回の実験を行った。<sup>3)4)5)</sup>テトラクロロエチレンの標準水溶液を公定法 (溶液濃度をガスクロマトグラフで分析) と簡便法 (ガス検知管で分析) により分析を行い, その結果を図9に示した。結果は両対数グラフで緩やかな直線関係が得られた。

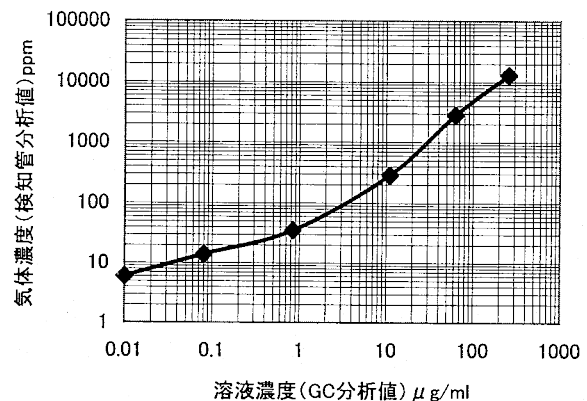


図9 溶液濃度と気体濃度の関係

### 2. ばっ気による蒸発特性

吉野<sup>6)</sup>の実験結果では, テトラクロロエチレンは揮散しやすく, 水にあまり溶けない (25 $^{\circ}$ Cで150 $\mu$ g/ml程度) 性質があり, 簡単なばっ気で蒸発するとしている。そこで, ドラフト内において, 1Lのビーカーに150 $\mu$ g/mlのテトラクロロエチレン溶液1Lを調整し, 1L/minの送気量でバブリングを行い, 時間経過とともにビーカーから20mlを検液として採取し, ヘキサン5mlで抽出しガスクロマトグラフで分析した。結果は図10のとおりであり, 60分後には排水基準である0.1 $\mu$ g/ml以下まで下げることができた。このことから, テトラクロロエチレンを含む水溶液は簡単な振とうで気化し, 安定な気液平衡状態をつくるものと思われる。

## おわりに

今回の実験で次のことがわかった。

- ① 公定法（溶液濃度をガスクロマトグラフで分析）と簡便法（気体濃度をガス検知管で分析）の関係は両対数グラフではほぼ直線関係があった。
- ② ばっ気による蒸発特性ではテトラクロロエチレンは、ばっ気強度 1 L/min・L で60分後には排水基準 (0.1 μg/ml) 以下にすることができ、簡単な振とうで気化することがわかった。
- ③ 実試料に適用したところきわめて良い相関が得られた。
- ④ 本簡便法は大幅な時間短縮と、現場での測定が簡単に行える。

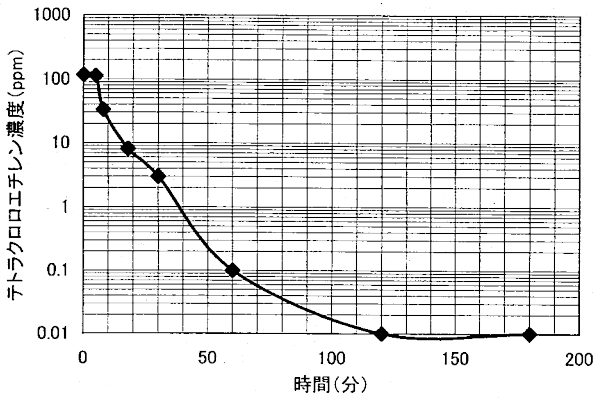


図10 ばっ気による蒸発特注

### 3. 実試料に適用

テトラクロロエチレンによる汚染水、汚染土壌の調査および汚染土壌の処理判定検査等<sup>7)</sup>に本簡便法を適用したところ図11に示すように、きわめて良い相関が得られた。汚染水では1回5分程度の所要時間、汚染土壌でも土壌からの抽出操作に多少時間がかかるものの、検液の分析は1回5分程度であり、気液平衡になった気体部分から注射器で吸引するコツをマスターすれば、誰にでも操作できるものであることから、本簡便法は現場で簡単に、しかも安価に測定できる方法であると言える。

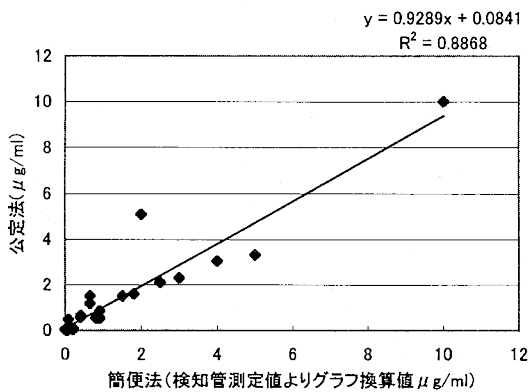


図11 簡便法と公定法の相関

## 文 献

- 1) 環境庁水質保全局企画課地下水・地盤環境室：地下水汚染事例に関する調査について、平成12年12月
- 2) 光明化学工業株式会社：有害ガス測定ハンドブック，p. 221(1992)
- 3) 竹田一郎：分析化学，34，203-305(1985)
- 4) 竹田一郎：分析化学，34，808-809(1985)
- 5) 竹田一郎：分析化学，35，T47-T49(1986)
- 6) 吉野秀吉，田所正晴，坂本広美：神奈川県環境科学センター研究報告，23，61-65，(2000)
- 7) 合田順一：酸化チタン光触媒の実用化装置（試作）によるテトラクロロエチレン汚染の土壌処理，第42回大気環境学会年会講演要旨集，p. 337(2001)