

土壌汚染度評価の迅速分析技術

林部 豊¹・大内敏郎²・徳田昌弘¹・竹谷 実¹

¹ 三菱マテリアル株式会社 総合研究所 大宮研究センター 分析評価研究部

(〒330-8508 埼玉県さいたま市大宮区北袋町1-297)

²三菱マテリアル資源開発株式会社 環境技術センター

(〒330-8508 埼玉県さいたま市大宮区北袋町1-297)

土壌浄化工事において、工区の土壌汚染状況を迅速に把握することは、工期短縮、浄化方法の選別及び各種コスト削減の観点から重要である。土壌の汚染状況を迅速に把握するとともに公定法とほぼ同等精度で高い確度で土壌の選別が可能な各種分析手法を確立した。1) 土壌中の含有重金属分析に対して、迅速な高圧酸分解を利用する完全分析法、2) 土壌汚染対策法に対応した迅速重金属含有分析法、3) 迅速な溶出試験方法、4) 土壌に対するダイオキシン類の迅速分析法をそれぞれ開発し、実試料の迅速分析対応に適用している。

キーワード: 土壌汚染, 迅速分析, 重金属, ダイオキシン類

1. 緒言

近年の環境汚染への関心の高まりとともに、産業廃棄物を発生源とする重金属類や、廃棄物処分・焼却が起因となり発生するダイオキシン類、農薬・難分解性プラスチックが影響する環境ホルモン類など、我々を取り巻く環境中の有害物質の濃度・測定値にも大きな関心が寄せられるようになっている。

重金属類のうち、排水および土壌浸出試験水中の濃度が環境庁により規制されているものに、砒素・カドミウム・六価クロム・鉛・セレン・ホウ素、総水銀がある。また規制はされていないものの、監視項目として亜鉛・アンチモンなどが挙げられている。水銀はその性質上揮散しやすく、水銀を含む試料の前処理には温度の上昇を抑えつつ分解を促進しなければならないという相反する要素が求められる。また他の重金属類も価数など形態による反応の違いから前処理で揮散や沈殿を誘発し、測定値が実濃度より低くなってしまうことが懸念される。現在これら元素の分析は、環境省告示第18号及び第19号に基づいて実施されているが、試料分解等の前処理に長時間を要するため、短時間での結果報告が難しい状態である。そのため、例えば汚染土壌を処理施設へ運搬する際、汚染土か非汚染土かの判断に時間を要するため、掘削後の野積みが長期化し、迅速性を要する工事の律速となってしまう。また、土壌浄化処理プラントで処理前と処理後の重金属濃度を測定し、プラントが最適に稼働しているかの判定を行うなどの目的で報告がなされている例は殆どない。

一方、「ダイオキシン類対策特別措置法」が平成12年1月に施行され、環境大気、水質（底質含む）、土壌については年4回のダイオキシン類濃度

の調査が行われ、また廃棄物焼却炉などの特定施設については、事業者には排出ガス・排出水・焼却灰などについて年一回以上の測定義務が課された。さらに、排出規制に伴い、施設の廃止、立替え、改造が進んでいるが、その際発生する旧施設の解体工事において、逐次発生するダイオキシン類分析に対して、簡便かつ迅速な分析法が適用できれば、工期の短縮、分析経費の削減等に寄与できるものと期待される。あわせて、周辺土壌の汚染状況の把握等を迅速に実施することにより、重金属汚染土壌処理同様の効果が期待される。

今回土壌中の水銀を含む重金属の含有率分析及び溶出試験を迅速に前処理する方法を検討し、その有効性を確認した。また、ダイオキシン類については、工程法の分析期間を大幅に短縮し、かつ分析精度管理が可能な新規分析手法を開発したので合わせて報告する。

2. 迅速分析技術の概要

(1) 重金属類迅速分析技術

3種類の重金属類迅速分析法の概要は、以下の通りである（図-1参照）。

a) 全含有率測定方法

試料を鉱酸の混合液にてマイクロウェーブ分解法により、ほぼ完全に試料を溶液化した後、その試料溶液を直接多元素同時測定型誘導結合プラズマ発光分析法（ICP-AES）にて測定して、カドミウム、鉛、ヒ素、セレン、全クロム、アンチモン、ホウ素を定量する。また、この溶液を無炎原子吸光法（FL-AAS）にて水銀を定量す

る。

b) 告示19号に対応する迅速含有率測定方法

告示と同様な溶液組成の分解液を試料と混合し、その溶液に対して超音波照射することにより、試料中の重金属を溶出させる。この溶出液をICP-AESにてカドミウム、鉛、ヒ素、セレン、全クロム、アンチモン、ホウ素を、吸光光度法にて Cr^{6+} をそれぞれ定量する。また、FL-AASにて水銀を定量する。

c) 告示18号に対応する迅速溶出試験方法

試料を純水と混合して超音波照射することにより、試料中の重金属を溶出させる。この溶出液を誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS）にてカドミウム、鉛、ヒ素、セレン、全クロム、アンチモン、ホウ素を、吸光光度法にて6価クロムをそれぞれ定量する。また、FL-AASにて水銀を定量する。

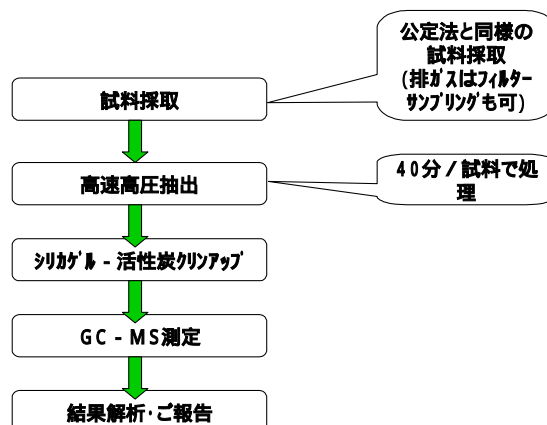


図-2 ダイオキシン類迅速分析法概要

3. 要素技術の開発結果

(1) 全含有率測定方法

今回検討実施した迅速分析法は、あくまでも自主管理分析のための手法であり、計量証明書等の発行を前提としていないため、簡便性及び迅速性を念頭において開発した。通常、土壤中の重金属含有量を求める場合には、試料を混酸（塩酸、硝酸、フッ化水素酸、硫酸など）と加熱して、金属成分を溶解すると共に有機物を分解して一定量とした後、ICP発光分析法などで測定するが、この操作は非常に時間がかかり、専任の分析作業者が30試料を分析した場合、2～3日程度を有する。

今回検討した分析法では、試料を分解する際に、ほぼ完全に溶液化できることを考慮して、フッ化水素酸と硝酸の混合液を使用した。また、一般的には開放系で加熱処理等を実施するが、分解処理に時間がかかる。そこで、時間短縮を目的として、密閉容器内でマイクロウェーブを照射して、分解を行う手法を適用することとした。なお、試料中には多量の有機物が存在するため、単純なフッ化水素酸・硝酸の混合溶液では、 NO_x ガスの発生により、密閉容器内の圧力が上昇して防爆機能が作動し、円滑に分解が実施できなかったため、過酸化水素水を共存させて NO_x を NO_3 まで酸化することにより、急激な圧力上昇を抑制した。分解後の試料溶液は、簡便にかつできる限り迅速に測定溶液として調製する必要があるため、分解容器をそのまま定容容器として利用した。

ICP-AESの測定条件を表-1に示す。本分析で使った装置は日本ジャーレルアッシュ製IRIS-Ap型であり、試料導入系には耐フッ酸仕様のネプライザとチャンバーを使用した。測定波長は、分析対象元素が試料中の共存成分のスペクトル干渉を受けない波長で、かつ高感度な波長を選択した。

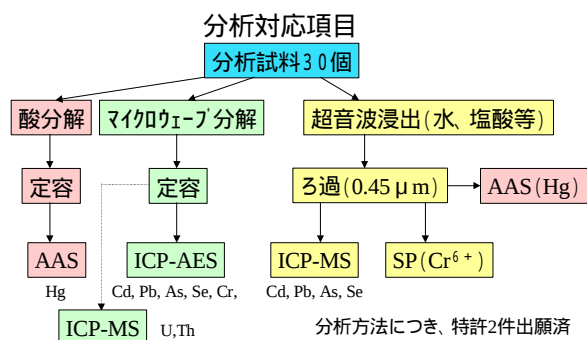


図-1 重金属類迅速分析法概要

(2) ダイオキシン類迅速分析法

種々検討の結果、確立した「高圧抽出・多層シリカゲル・活性炭分離・イオントラップGC-MS法」の概要を図-2に示す。

土壌試料は風乾等を実施せず、直接アセトン及びトルエンで逐次高圧下で抽出を行い、ダイオキシン類を含む有機物を抽出する。この抽出液の一定量を採取して濃縮後、公定法に準じて多層シリカゲルカラム処理及び活性炭カラム処理を行い、ダイオキシン類及びコプラナーPCB類を回収し、最終的にイオントラップ型GC-MSに導入して測定する。測定では、MS/MS機能を利用して、質量選択性（＝分解能）を向上させると共に、毒性異性体のみを測定することにより、公定法と同様な毒性等量を算出できる。また、サンプリングノイズやクリーンアップノイズの回収率の算出、ガスクロマトグラフィーの各異性体が保持時間の検証、各毒性異性体の質量スペクトル純度判定、及び相対感度係数の変動確認などを実施して、精度管理が可能である。

なお、同様な操作により、灰あるいは焼却炉解体時の付着物・排ガス・底質・一部排水など分析が可能である。

表 - 1 ICP-AES測定条件

元素	波長(nm)	回数	定量下限(ppm)
As	189.042(*)	178	0.2
	193.759(*)	174	0.2
B	208.959	161	0.01
	249.773	135	0.005
Cd	214.438	157	0.01
	226.502	149	0.01
Cr	205.562	164	0.01
	267.716	126	0.01
Pb	182.203	184	2.0
	220.353(*, **)	153	0.05
Sb	206.833(*)	163	0.2
	217.581(**)	154	0.2
Se	196.090	172	0.2
	203.985(*)	165	0.2
Zn	202.548	166	0.01
	213.856	157	0.01

*Cr の多量時使用不可, **Fe の多量時使用不可

† 試料を分解した溶液についての定量下限

実際に土壌試料に対して、本分析法を適用して得られた結果は従来分析法とよく一致しており、本法の有用性が確認した。なお、分析時間は、風乾後ふり分け済みの30試料について、朝受領すれば同日中に報告が可能である。また、水銀については定法によりこれと並行して処理が可能である。

(2) 告示19号に対応する迅速含有率測定方法

土壌汚染対策法で新たに規定された分析手法は、1M塩酸(Cr^{6+} に対しては微アルカリ溶液)により溶出した金属量をもって、試料の含有率とするものである。告示法では塩酸またはアルカリ溶液にて2時間振とうする必要がある、より迅速な分析を実施可能な方法が必要である。

本研究では、浸出液に試料を入れ、超音波を照射して2時間振とうした場合と同様な効果が得られる溶出方法について検討したところ、固液比1:100で40分間超音波を照射すれば、ほぼ同等の溶出率が得られることを確認した。

得られた浸出液は0.45 μm のメンブランフィルターにてろ過し、ろ液を測定に供することとした。分析は、ICP-AESを利用して、全含有率測定方法と同一条件にて測定した。得られた結果を表-2に示す。ここで含有率とは試料を完全分解して各元素を定量した結果であり、土壌中に含まれる真の含有率である。また、セレンについては、溶出する試料がなかった。公定法とは、告示19号に則って測定した含有率であり、1M塩酸では溶出しにくい成分が多量に存在することが確認できる。迅速法とは本開発で確立した分析方法による結果であるが、告示19号と一致した結果

が得られており、この結果より本分析法の適用性を確認した。

表 - 2 告示19号対応迅速含有率分析結果

試料	As,ppm			Cd,ppm			T-Cr,ppm		
	含有率	公定法	迅速法	含有率	公定法	迅速法	含有率	公定法	迅速法
土質	220	49	86	5.5	1.9	1.8	120	11	9.6
A	200	41	66	6.0	1.7	1.9	120	11	12
土質	15	3.8	5.4	330	314	298	63	6.9	4.2
B	19	4.3	8.1	510	436	466	60	6.7	6.3
土質	11	0.4	1.0	3.0	0.1	0.2	60	21	17
C	12	0.2	1.1	2.8	<0.1	0.1	43	11	10
試料	Pb,ppm			B,ppm			Hg,ppm		
	含有率	公定法	迅速法	含有率	公定法	迅速法	含有率	公定法	迅速法
土質	520	421	460	23	6.4	2.9	-	0.67	0.61
A	510	433	436	23	5.4	3.5	-	0.65	0.62
土質	38	3	3.5	23	3.5	1.9	-	0.03	-
B	41	2	2.8	22	3.5	3.5	-	0.024	-
土質	25	-	-	12	0.6	-	-	0.066	0.1
C	27	-	0.1	10	0.3	-	-	0.028	0.0

「-」は、分析実施せず。

(3) 告示18号に対応する迅速溶出試験法

告示18号では6時間という溶出時間を要するため、これを短縮するべく検討を実施した。土壌の分解に用いられているマイクロウェーブ分解装置で試料を加熱して浸出を促進できないか検討を行うこととした。分解容器の容量の関係から、溶出液量は10ml、試料量は1gまでという制約を受けることを確認した。マイクロウェーブ分解装置を利用した場合、最終到達温度が高いほどカドミウム・亜鉛の溶出濃度が上昇する傾向にあった。また、温度保持の時間が長いほどカドミウム・亜鉛の溶出濃度が上昇する傾向にあった。更に、試料採取量を増加させた場合、水量が比例して増えなければ、「試料の10倍量」で換算したときの浸出濃度は温度に関係なく低下し、環境庁告示法の値以下になることが判明した。

この方法では、絶対的な試料量が少なく、試料中の元素の偏析も多分に考慮しなければならないが、溶出濃度の高い試料で比較する限り、カドミウム・亜鉛は環境庁告示法での浸出液に比べて、水中に移行する元素の量が多い傾向にあった。従って自主管理などへは適用可能であるが、公定法との比較では、過剰溶出となると判断した。

そこで、超音波洗浄機を用いて土壌試料の溶出が可能かどうか試験を行なった結果、各元素とも通常の溶出試験で求めた値に近い値を得ることができた。そこで、重金属のうちカドミウム・亜鉛を対象として、超音波照射による土壌溶出の最適化を図ることとした。各溶出条件(時間、試料量、水量、容器容量、洗浄機機種)の最適化を実施したところ、浸出時間は30分以上、溶出液量は100mlで公定法と同等の結果を得た。但し、六価クロムについては、浸出時間45分で環境庁告示法の値に近い値を得られ

た．また，浸出時の温度はあまり大きな違いにはならないことが判明した．更に，試料：水の比率を 1：20 として試料量を変化させた場合，試料量 2g が最も浸出濃度が高かったが，試料量が多いほど濃度のばらつきが小さいため，5g を最適とした．

土壤中水銀の溶出試験は検液を得た後の濾過の工程で，検液中の水銀がアスピレーターによる真空引きで水中から揮散してしまうことが添加回収試験の結果から判明した．また，超音波浸出中も水銀が揮散することがわかった．

そこで，超音波浸出時の揮散を抑えるため，過マンガン酸を添加するとともに，吸引濾過時の揮散を抑えるため，濾紙による自然濾過を行うことで，水銀の添加回収が可能となった．

ところで最終測定手段として ICP-AES を用いた場合は，砒素やセレンなど，感度が低い元素についてはカドミウム・クロムなどの 10 倍の定量下限で報告せざるを得ない．定量下限値を低下させるためには，試料を濃縮するか，または測定装置の感度を高める必要がある．濃縮については，試料の前処理時間を増やすことになり，「前処理時間短縮」を命題とした今回の目的にそぐわないため，測定方法を見直すこととした．感度を高める方法としては，ア) ICP-AES に超音波ネブライザーを取り付けるか，またはイ) ICP 質量分析計 (ICP-MS) を使用するなどの方法がある．表 - 3 に示す通り，結果としてカドミウム・クロム・鉛については，ア)・イ) とともに現行定量下限を下まわり，環境基準値の 10 分の 1 (溶液濃度で 0.001ppm) の定量が

表 - 3 迅速溶出試験法の定量下限

	As	Cd	Cr	Cr6+
ICP-AES	<0.2	<0.02	<0.02	---
FL-AAS	---	---	---	---
吸光光度法	---	---	---	<0.005
ICP-MS	<0.01	<0.01	<0.01	---
	Pb	Se	Zn	Hg
ICP-AES	<0.05	<0.2	<0.02	---
FL-AAS	---	---	---	<0.0005
吸光光度法	---	---	---	---
ICP-MS	<0.01	<0.01	<0.01	---

単位は mg / L

可能であったが，砒素・セレンについては，環境基準値レベル (溶液濃度で 0.01ppm) での定量は可能となることが判明したが，環境基準値の 10 分の 1 のオーダーは難しいことが判明した．これは，砒素・セレンの場合，元々 ICP 発光分光での感度が弱いので，超音波ネブライザーの増感効果が限られてしまうこと，また，ICP 質量分析計を使用した場合，砒素・セレンの質量数に，液中の塩素やブラ

ズマ用ガスのアルゴンによって生成する分子のバックグラウンドが非常に高くなってしまふこと，及びセレンの場合はバックグラウンドの影響を低下させるべく存在率の低い同位体を使用して測定するため，十分な感度が得られないことが原因である．なお，分析時間は，風乾後ふるい分け済みの 30 試料について，朝受領すれば同日中に報告が可能である．

(3) ダイオキシン類迅速分析法

ダイオキシン類の分析では，試料の前処理，試料からのダイオキシン類の抽出，ダイオキシン類の分離精製，測定の各手順にそれぞれ長時間を要することから，各単一工程毎に迅速化をはかる必要がある．

まず，前処理工程及び試料からのダイオキシン類の抽出について検討した．前処理工程は試料の風乾や粉碎あるいは篩い分け等の操作を行うが，これら操作をできる限り実施せずに，受領した試料を直ちに抽出できる手法を検討することとし，前処理工程をなくすこととした．但し，水分の多い試料については，その後の処理に不都合なため，吸引ろ過により大部分の水を取り除いてから抽出を行うこととした．

公定法で規定されている抽出は，リクスル-抽出器などを用いて 16 時間以上トルエンを還流させてダイオキシン類を抽出している．この操作を短縮するため，本検討では高速溶媒抽出装置 (日本ダイオネクス社製 ASE-300 型) を用いて土壤中のダイオキシン類を迅速に抽出することとした．種々検討の結果，土壌及び底質試料に対してはアセトン 1 回 - トルエン 2 回抽出することにより，公定法とほぼ同等の抽出率が得られた．

次にダイオキシン類の分離精製工程 (クリーンアップ) について検討した．本研究においては，この迅速化のために多層シリカゲルカラム - 活性炭カラム連結処理法を確立した．多層シリカゲルカラムについては JIS に規定されるものを参考に調製したが，活性炭カラムについては，公定法で問題となっていた高塩素化体の低回収率と，PCB 類の吸着力不足による損失の問題を解決するために，吸着能の異なる 2 種類の活性炭を充填した市販のカートリッジを使用して，問題点を解決した．また，試料採取量を最適化することにより，多層シリカゲルカラムへの夾雑物吸着量を最小限とすることで，1 回の処理でクリーンアップが完了する分析条件を確立した．

カラム処理時のダイオキシン類の溶出挙動を調査した結果を図 - 3 に示す．ここでカラムに試料から抽出した濃縮液を付加した後，1) 多層シリカゲル - 活性炭連結カラムにてヘキサン 150mL，2) 活性炭カラムのみとし，3.3%ジクロロメタン/ヘキサン 30mL，3) 活性炭カラムをリバースし，トルエン 150mL の順でそれぞれの溶液をカラムに付加し，ダイオキシン類の流出挙動を調査した．この結果より，i) のフラクション

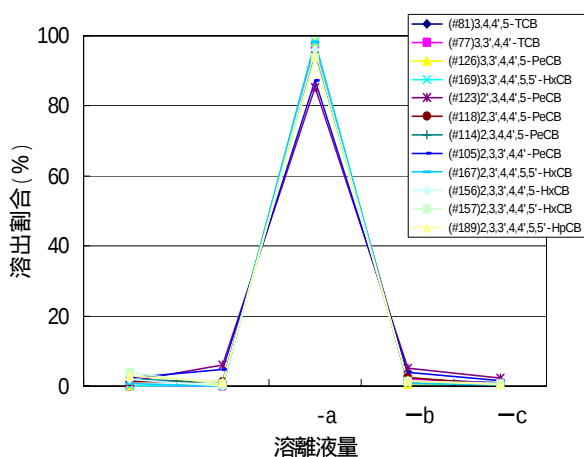
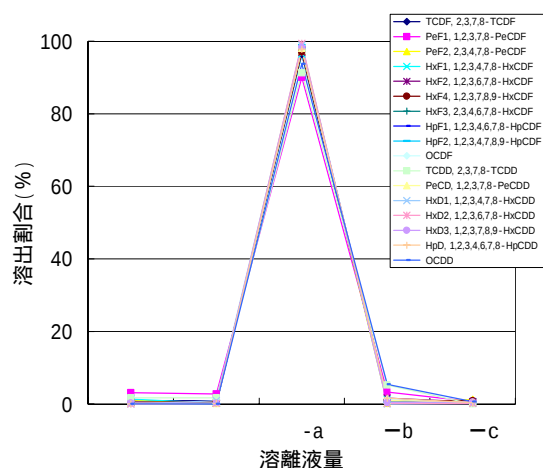


図 - 3 ダイオキシン類のカラム挙動

- 多層シリカゲル - 活性炭連結カラムにてヘキサン150mL
 - 活性炭カラムのみとし、3.3%ジクロロメタン/ヘキサン30mL
 - 活性炭カラムをリバースし、トルエン150mL
- (a:-トルエン0～50mL, b:-トルエン50～100mL, c:-トルエン100～150mL)

では、ダイオキシン類、コプラナーPCB共に検出されず、ダイオキシン類以外の共存有機物が多層シリカゲルカラムに吸着除去されると共に、ダイオキシン類は活性炭カラムに保持されていることを確認した。また、ii)のフラクションからもダイオキシン類及びコプラナーPCB類は観察されず、コプラナーPCB以外のPCB類と分離されていることを確認した。最終的にiii)でダイオキシン類、コプラナーPCB類ともにカラムから回収されているが、トルエンを50mL流した段階で、ほぼ90%が回収され、100mLでほぼ定量的に回収された。

最終的に回収されたダイオキシン類を含む溶液は、GC-MSで測定するが、イオントラップ型GC-MSを利用して1種のカラム(公定法では2～3種のカラム)で2回インジェクション(公定法では2～3回インジェクション)で測定する方法を確立した。また、イオントラップ型GC-MSの特徴を生かし

て、MS/MS機能を活用し、ダイオキシン類に対する選択性(=質量分解能)を増大させた。更に、感度の向上を目的としてGCへの試料注入量を通常の10倍とするため、溶媒カット大量注入システム(SCLV)を併用することとした。

GC-MS/MSの測定条件について検討したところ、ダイオキシン類及びPCB類をそれぞれ測定できることを確認した。

GC設定(SPELCO-SCLV装着) キャリアーガス:He
試料注入量:10μL 注入口温度:280

表 - 4 MS/MS測定条件

	TeCDF		PeCDF		HxCDF		HxCDF		OCDF	
	¹² C	¹³ C	¹² C	¹³ C	¹² C	¹³ C	¹² C	¹³ C	¹² C	¹³ C
Parent ion(m/z)	307.9 (M+)	317.94 (M+2)	341.86 (M+)	351.90 (M+2)	375.82 (M+)	385.86 (M+2)	409.78 (M+)	419.78 (M+2)	445.74 (M+)	455.78 (M+2)
Product ion(m/z)	243/245	252/254	277/279	286/270	311/313	320/322	345/347	354/356	381/383	389/390

	TeCDD		PeCDD		HxCDD		HxCDD		OCDD	
	¹² C	¹³ C	¹² C	¹³ C	¹² C	¹³ C	¹² C	¹³ C	¹² C	¹³ C
Parent ion(m/z)	323.89 (M+)	333.93 (M+2)	357.85 (M+)	367.89 (M+2)	391.81 (M+)	401.85 (M+2)	425.77 (M+)	435.82 (M+2)	459.73 (M+)	469.78 (M+2)
Product ion(m/z)	259/261	268/270	293/295	302/304	327/329	336/338	361/363	370/372	395/397	406/408

以上検討の通り、最終的に各試料品目に対する定量下限を求めた結果を表-5に示す。土壌については、要監視の対象となる250pg/gを下回る約10pg/gまでの定量が可能である。

表 - 5 分析対象品目の定量下限

	排ガス	灰	土壌	底質
	ng-TEQ/m ³ N	ng-TEQ/g	pg-TEQ/g	pg-TEQ/g
検出下限	0.0001	0.006	2	2
定量下限	0.0003	0.02	7	7
環境規制値	1	3	1000	200
試料採取量	3m ³ N	5g	20g	20g

	pg-TEQ/m ³ N	pg-TEQ/m ³ N	pg-TEQ/L	pg-TEQ/L
検出下限	0.03	0.006	0.6	0.3
定量下限	0.1	0.02	2	1
環境規制値	2.5	0.6	10	1
試料採取量	180m ³ N	1000m ³ N	10L	30L

実試料へ適用した結果の一例を表-6に示す。公定法との一致はよく、概ね公定法に対して1.5倍以内であり、迅速分析法としては充分な正確さを確保しているといえる。一部異性体(1,2,3,6,7,8-HxCDF)で迅速分析法が高値を示しているのは、GC-MSのキャピラリーカラム分離能に依存するものであり、分析結果の解析に注意が必要である。

本分析法によれば、5試料を1泊2日、10試料を2泊3日で分析可能であり、公定法の3倍以上の迅速性を有している。これにより分析コストも低減可能であり、多数の試料の分析が必要となる汚染領域調査などには、有効な手法といえる。

確立した分析法は、公定法を適用する必要がなく、低価格・短納期・多検体分析が必要な下記項目に対して有効であると考えられる。

- 汚染土壌等のスクリーニング
- 排ガス、飛灰・焼却灰、排水処理等のメーカの管理分析
- 社内外の自主管理分析
- 既設焼却炉解体工事

表 - 6 土壌中のダイオキシン類迅速分析結果

異性体名			実測濃度 (ng/g)		毒性等量 (ng-TEQ(g))-		毒性等量 (ng-TEQ(g))-	
			公定法	簡易法	公定法	簡易法	公定法	簡易法
ポリ塩化ジベンゾフラン	2,3,7,8-TeCDF		6.20	4.61	0.62	0.46	0.62	0.46
	1,2,3,7,8-PeCDF		10.00	51.97	0.50	2.6	0.50	2.6
	2,3,4,7,8-PeCDF		7.20	18.69	3.6	9.3	3.6	9.3
	1,2,3,4,7,8-HxCDF		34.00	33.79	3.4	3.4	3.4	3.4
	1,2,3,6,7,8-HxCDF		24.00	241.66	2.4	24	2.4	24
	1,2,3,7,8,9-HxCDF		19.00	7.94	1.9	0.79	1.9	0.79
	2,3,4,6,7,8-HxCDF		21.0	40.4	2.1	4.0	2.1	4.0
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF		450.0	361.5	4.5	3.6	4.5	3.6
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF		46.0	46.08	0.46	0.46	0.46	0.46
	OCDF		1,100.0	1,047.8	0.11	0.10	0.11	0.10
	Total 2,3,7,8-塩素置換PCDFs		1,717	1,854	19.59	49	20	49
ポリ塩化ジベンゾオキシン	2,3,7,8-TeCDD		2.0	0.77	2.0	0	2.0	0.77
	1,2,3,7,8-PeCDD		19.00	18.43	19	18	19	18
	1,2,3,4,7,8-HxCDD		43	46.08	4.3	4.6	4.3	4.6
	1,2,3,6,7,8-HxCDD		83	129.3	8.3	12.9	8.3	13
	1,2,3,7,8,9-HxCDD		83	96.8	8.3	9.7	8.3	9.7
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD		2500.0	3656	25	37	25	37
	OCDD		40000	37586	4.000	3.8	4.0	3.8
	Total 2,3,7,8-塩素置換PCDDs		42730	41533	71	86	71	87
Total 2,3,7,8- 塩 素 置 換 (PCDFs + PCDDs)			44447	43387	90	135	90	136
コブラナー ーポリ塩化ビフェニル	3,4,4',5'-TeCB	#81	3.3	2.253	0.00033	0	0.00033	0.00023
	3,3',4,4'-TeCB	#77	53	41.2	0.0053	0.0041	0.0053	0.0041
	3,3',4,4',5'-PeCB	#126	11.0	11.3	1.1	1.1	1.1	1.1
	3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	4.1	3.072	0.041	0	0.041	0.031
	2',3,3',4,4',5'-PeCB	#123	8.2	41.4	0.00082	0.0041	0.00082	0.0041
	2,3',4,4',5'-PeCB	#118	440	469	0.044	0.047	0.044	0.047
	2,3,4,4',5'-PeCB	#114	8.5	7.8	0.0042	0.00078	0.0042	0.00078
	2,3,3',4,4',5'-PeCB	#105	200.0	224	0.020	0.11	0.020	0.11
	2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167	26.0	56	0.00026	0.00056	0.00026	0.00056
	2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	70.0	59	0.035	0.030	0.035	0.030
	2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	20.0	16.4	0.010	0.0082	0.010	0.0082
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	5.6	6.14	0.00056	0.00061	0.00056	0.00061
	Total コブラナーPCB			850	938	1.3	1.3	1.3
Total 2,3,7,8-塩素置換 (PCDFs + PCDDs)+コブラナーPCB			45297	44325	92	136	92	137

- ・毒性等価係数：WHO-TEF(1998)を使用
- ・毒性等量 - は、定量下限未満の測定値を 0 (ゼロ) として算出した。
- ・毒性等量 - は定量下限未満検出下限以上の測定値はそのまま用い、検出下限未満の測定結果には検出下限の 1/2 の値を用いて算出した。

4. まとめ

本研究では、土壌汚染度評価のための迅速な分析手法を確立した。各項目の詳細は以下。

(1) 有害重金属汚染度評価法

土壌試料30検体のヒ素・カドミウム・全クロム・六価クロム・鉛・セレン・ホウ素・亜鉛・水銀に対して、溶出試験と含有試験につき、作業人員3名で受入日中の即日結果報告が可能となった。

(2) ダイオキシン類迅速分析法

高圧抽出装置、多層シリカゲル-活性炭カラム連結処理及びイオントラップ型GC-MSを組合せて、土壌試料中のダイオキシン類を迅速に定量可能な分析手法を確立した。本分析法によれば、5試料を1泊2日、10試料を2泊3日で分析可能である。

参考資料

- 1) 環境省告示第十八号：土壌汚染対策法施行規則（平成十四年環境省令第二十九号）第五条第三項第四号の規則に基づき、環境大臣が定める土壌溶出量調査に係る測定方法
- 2) 環境省告示第十九号：土壌汚染対策法施行規則（平成十四年環境省令第二十九号）第五条第三項第二号の規則に基づき、環境大臣が定める土壌含有量調査に係る測定方法
- 3) 排ガス中のダイオキシン類及びコブラナーPCBの測定方法，JIS K-0311(1999)
- 4) 工業用水・工場排水中のダイオキシン類及びコブラナーPCBの測定方法，JIS K0312(1999)。
- 5) ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル，平成12年 環境庁 環水土第12号
- 6) ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル，平成12年 環境庁