

「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)におけるろ紙の検討

徳島県立保健製薬環境センター

三好 寛幸

Study about filter paper on “Notification No.13 of the Ministry of the Environment”

Hiroyuki MIYOSHI

Tokushima Prefectural Public Health, Pharmaceutical and Environmental Sciences Center

要 旨

「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」(昭和48年環境庁告示第13号)に基づいて溶出液を作成する際に、ろ紙の検討を行った。本検討における重金属の結果からは、用いたメンブランフィルター間においては、明確な差異は認められなかった。

Key words : メンブランフィルター membrane filter, 産業廃棄物 industrial waste, 溶出試験 elution test, 重金属 heavy metal

I はじめに

「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」という。))は、廃棄物に起因する公共用水域への有害物質の汚染を未然に管理し、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を目的としており、産業廃棄物を最終処分する際に、陸上・海上埋立及び海上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等を設定した検定方法である。

しかし、環告13号には試験法の詳細が規定されておらず、ろ紙や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かったため、分析値のばらつきが大きくなる場合があることが指摘されていた¹⁾。

環境省では、上述の指摘事項を含むさまざまな課題に対して産業廃棄物の検定方法について検討が行われた。その後、平成25年2月21日に、環告13号の一部を改正する告示が公布され、平成25年6月1日より適用されている。溶出操作における主な改正内容を表1に示す。

本報告書では、溶出液を調製する際に、これまでガラス繊維ろ紙を用いたろ過に対してメンブランフィルターに変更となったことで、メンブランフィルターの材質による重金属の分析値への影響について、確認を行った。

表1 環告13号における主な改正点(溶出操作)

	改正前	改正後
溶出溶媒	pH 5.8~6.3	A3 又は A4 の水
溶液量・容積比	混合液 500 mL 以上	混合液 500 mL 以上 容器の体積は溶液の概ね2倍
振とう方向	記載なし	水平振とう
遠心分離	ろ過が著しく困難な場合は、3000 rpmで20分間遠心分離	3000 重力加速度で20分間
ろ紙	ガラス繊維ろ紙(孔径 1 μm)	メンブランフィルター(孔径 1 μm)

II 方法

1 試薬

硝酸には、関東化学(株)社製Ultrapur-100を用いた。金属標準液として、米国SPEX社製のICP-MS用混合標準溶液XSTC-1615を用いた。内部標準液には、和光純薬(株)社製 イットリウム標準液(1000 mg/L, 原子吸光分析用)及び関東化学(株)社製インジウム標準液(1000 mg/L, 原子吸光分析用)並びにタリウム標準液(1000 mg/L, 原子吸光分析用)を混合して用いた。使用した水は、ミリポア社製Milli-Q A10 Gradientで精製したものを用いた。

2 装置及び測定条件

Agilent社製 ICP-MS (7700x)を用い、コリジョンリアクションガスとしてヘリウムガスまたは水素ガスを用いた。分析条件は、表2に示す。

表2 ICP-MSの測定条件

プラズマ出力	1550 W
プラズマガス流量	15 L/min
補助ガス流量	0.9 L/min
キャリアガス流量	1.0 L/min
ヘリウムガス量	5.0 mL/min
水素ガス量	6.0 mL/min

3 測定対象金属

測定対象金属元素としては、「金属等を含む産業廃棄物に係る判定基準を定める省令」(昭和48年総理府令第5号)に規定されている項目のうち、カドミウム、砒素及びセレンとした。

4 試料

試料は事業場の焼却炉から発生したばいじんを、平成24年度に採取し、約3℃の冷暗室で保存していたものを用いた。

5 溶出液の作成

2 mol/Lの硝酸に一昼夜以上浸漬した後に水ですすいで乾燥させた1 Lポリエチレン製広口ビンに、試料50 gを秤取した。これに500 mLの水を加え、振とう器(宮本理研(株)社製溶出振とう試験装置MW-YS)を用いて、振とう回数を200回/分とし、縦置き水平振とうを室温で6時間実施した。振とう後、室温で30分間静置した後に、遠心分離(クボタ(株)社製高速冷却遠心機6930)を遠心加速度3000 Gで20分間行い、吸引ろ過を行った。

6 試料溶液の調製

調製した溶出液を65 mLポリプロピレン製チューブ(ジールサイエンス(株)社製デジチューブ)に分取し、硝酸を添加して加熱分解を行った。

III 結果及び考察

表3及び4にそれぞれ用いたメンブランフィルター及びガラス繊維ろ紙の仕様を示す。

表3 メンブランフィルターの仕様

メーカー ろ紙	A社		B社	
	a	b	c	d
材質	セルロース混合 エステル		PTFE	
孔径(μm)	1.0	0.45	1.0	0.45
厚さ(μm)	150	145	85	65
空隙率(%)	80	78	—	—

(出典: メーカーのカタログ値など)

表4 ガラス繊維ろ紙の仕様

メーカー ろ紙	A社		C社
	e	f	g
材質	ホウケイ酸塩ガラス繊維		
厚さ(mm)	0.21	0.21	0.73
保有粒子径(μm)	0.6	0.6	—
粒子保持能(μm)	—	—	1
バインダー処理	あり	なし	なし

(出典: メーカーのカタログ値など)

1 メンブランフィルターの材質

改正後の環告13号の溶出試験を実施し、メンブランフィルターの孔径1 μmのA社のa及びB社のcについて、比較を行った結果を表5に示す。その結果、本検討に用いた試料に関しては、両者の材質による明確な差異は認められなかった。

表5 メンブランフィルターの材質による比較

	a (A社)	c (B社)
孔径	1 μm	1 μm
材質	セルロース混合エステル	PTFE
As (μg/L)	9.39	9.64
Se (μg/L)	4.65	4.60
Cd (μg/L)	8.93	8.85

2 メンブランフィルターの孔径比較

環告13号試験では、孔径1 μmのメンブランフィルターを用いることになっているが、類似の試験法である土壌溶出量調査(平成3年環境庁告示第46号)では、孔径0.45 μmのメンブランフィルターが採用されている。両者について、比較

を行った結果を表6に示す。その結果、本検討に用いた試料に関しては、メンブランフィルターの孔径による明確な差異は認められなかった。

表6 メンブランフィルターの孔径による比較(1)

	a (A社)	b (A社)
孔径	1 μm	0.45 μm
材質	セルロース混合エステル	
As (μg/L)	9.39	9.62
Se (μg/L)	4.65	4.71
Cd (μg/L)	8.93	8.82

表7 メンブランフィルターの孔径による比較(2)

	c (B社)	d (B社)
孔径	1 μm	0.45 μm
材質	PTFE	
As (μg/L)	9.64	9.22
Se (μg/L)	4.60	4.67
Cd (μg/L)	8.85	8.98

3 ガラス繊維ろ紙（改正前）との比較

改正前のガラス繊維ろ紙と改正後のメンブランフィルターとの間に差があるか、比較検討した結果を表8に示す。なお、改正前では、ろ過前の遠心分離操作は「ろ過が困難な場合は」と記載されていたので、本検討ではガラス繊維ろ紙によるろ過操作は遠心分離を実施していない。その結果、本検討に用いた試料に関しては、ガラス繊維ろ紙とメンブランフィルターとの間には、明確な差異は認められなかった。

表8 ガラス繊維ろ紙とメンブランフィルターとの比較

	e (A社)	f (A社)	g (C社)	a (A社)
ろ紙	ガラス繊維ろ紙			メンブランフィルター
バインダー処理	あり	なし	なし	—
遠心分離	なし	なし	なし	あり
As	1.01	1.08	1.02	1
Se	1.03	1.02	1.01	1
Cd	1.00	1.02	1.04	1

(aの結果を1として、相対値として表示)

IV まとめ

事業場の焼却炉から採取したばいじんを用いて、環告13号に基づいて溶出試験を行った。メンブランフィルターの材質による明確な差異は認められなかった。また、メンブランフィルターの孔径による差異は、本検討で用いた試料に関しては認められなかった。改正前のガラスフィルターを用いた結果においても、明確な差異は認められなかった。

参考文献

- 1) 環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部：産業廃棄物の検定方法に係る分析マニュアル