

(0061) 土壌溶出量試験の検液作成に係る基礎的検討

○平田桂¹・加洲教雄¹・川村功一¹・國松渉¹・肴倉宏史²・土壌・地下水汚染に係る分析業務検討部会¹
¹土壌環境センター・²国立環境研究所

1. はじめに

土壌環境センターの自主事業の一つである土壌・地下水汚染に係る分析業務検討部会では、土壌・地下水汚染の調査・対策業務の根幹に係る「分析業務」について、再現性のある、精度の高い結果を得ることが重要であると考え、土壌溶出量試験の検討を行っている¹⁾²⁾。土壌溶出量試験に係る試験方法は、「土壌の汚染に係る環境基準について」（平成3年環境庁告示第46号）（以下、「環告46号」という。）に定められているが、その方法は平成25年6月1日に改正された「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。）と密接に関係している。

本稿では、環告13号の改正内容のうち、容器容積比（容器の容積は溶媒の体積のおおむね2倍とする。）及び遠心分離（3000重力加速度で遠心分離を行うこと。）に関する改正内容について実施した検討内容及びその結果について概要を報告する。

2. 試料および方法

2.1 共通試料の作成方法

土壌試料は、人為的原因により汚染された土壌（鉛汚染土壌）を入手し、風乾、篩い分けを行って作製した。続いて、汚染土壌をV型混合機にて均一にし、共通試料とした。また、共通試料の特性を確認するため、鉛の土壌含有量（平成15年環境庁告示第19号）、土壌溶出量（平成15年環境庁告示第18号）、pH、含水率、強熱減量及び粒度組成を測定した。

2.2 共通試料の性状

共通試料の測定結果を表-1、図-1に示した。

表-1 共通試料の測定結果

測定項目	単位	共通試料
pH	—	6.8
含水率	wt%-wet	11.7
強熱減量	wt%-dry	2.0
鉛（土壌含有量）	mg/kg	43
鉛（土壌溶出量）	mg/L	0.019

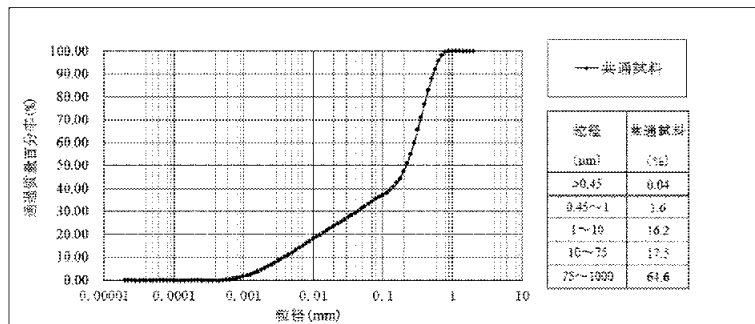


図-1 粒径加積曲線

3. 容器/溶媒容積比に関する検討

3.1 検討内容・方法

環告46号では容器の容積と溶媒の体積に関する規定はないが、平成25年の改正に伴い、環告13号では「容器の容積は溶媒の体積のおおむね2倍とする。」と規定された。ここでは、鉛汚染土壌を対象に、容器/溶媒容積比の違いが土壌溶出量試験に及ぼす影響について検討した。

容器/溶媒容積比として、1.3、1.5、2.0、2.5の4条件で土壌溶出量試験を実施した。なお、容器は1Lポリ瓶を使用し、試料量を変化させて容器/溶媒容積比を変えた。また、対象汚染物質の挙動における性状変化等の要因を確認するために、土壌溶出量試験による溶出液に対し性状測定を行った。さらに、遠心分離・ろ過による固液分離を行う前の状態を把握するために、振とう後の上澄み液についても同様の測定を行った。なお、各溶

Fundamental examination of test method for analysis of soil elution

Kei Hirata, Norio Kasyu, Kawamura Koichi, Kunimatsu Wataru, Sakanakura Hirofumi

Study group of investigation for analysis of soil and groundwater contamination (GEPC)

連絡先：〒102-0083 東京都千代田区麹町4丁目5番地KSビル3階 (一社) 土壌環境センター

TEL 03-5215-5955 FAX 03-5215-5954 E-mail : info@gepc.or.jp

出量試験は、精度・ばらつきを確認するために、3回の繰返し試験を実施した。

3.2 試験結果

試験結果を表-2及び図-2に示す。

上澄み液中の鉄、ナトリウム及び鉛濃度については、多少のばらつきがあるものの容器/溶媒容積比の違いによる大きな変化は認められなかった。

ろ過後の検液中の鉄濃度については、容器/溶媒容積比が増加するにつれ、ばらつきが大きくなる傾向にあり、鉛濃度については、容器/溶媒容積比が1.5の場合にもっともばらつきが少なく、2.0及び2.5の場合にばらつきが大きくなる傾向が確認された。一方、ろ過後の検液中のナトリウム濃度については、ばらつきも少なく、容器/溶媒容積比の違いによる大きな変化は認められなかった。

上澄み液中の鉄及び鉛濃度とろ過後の検液中の鉄及び鉛濃度には大きな差（約100倍）が認められるが、上澄み液中のナトリウム濃度とろ過後の検液中のナトリウム濃度の差は3倍程度である。このことから、ナトリウムはほとんどが溶解性で存在しているが、鉄及び鉛については土粒子に吸着した形で存在しているものが多いと推測される。

以上、容器/溶媒容積比が振とう状況に与える影響について、上澄み液の挙動に大きな差異はみとめられず、ろ過後の検液に影響がみとめられたことから、遠心分離、ろ過操作に、容器/溶媒容積比の差が影響を与えている可能性が示唆された。

表-2 容器/溶媒容積比の検討に係る試験結果

対象 条件	上澄み液 容器/溶媒容積比				検液 容器/溶媒容積比			
	1.3	1.5	2	2.5	1.3	1.5	2	2.5
	Fe (mg/L)	n=1 189 n=2 170 n=3 166 平均 175	198 184 166 183	185 183 167 178	177 177 167 174	1.68 1.43 1.88 1.66	2.34 1.81 1.73 1.96	2.68 1.80 1.32 1.93
Na (mg/L)	n=1 5.99 n=2 6.26 n=3 5.28 平均 5.84	6.66 6.06 5.38 6.03	6.30 5.58 5.53 5.80	5.92 5.58 5.07 5.52	1.87 1.97 2.09 1.98	1.97 1.96 2.02 1.98	1.97 1.96 1.92 1.95	1.90 1.96 1.99 1.95
Pb (mg/L)	n=1 1.82 n=2 1.86 n=3 1.67 平均 1.78	2.14 1.96 1.73 1.94	1.87 1.70 1.74 1.77	1.87 1.74 2.05 1.89	0.018 0.015 0.022 0.018	0.022 0.021 0.020 0.021	0.026 0.018 0.014 0.019	0.026 0.010 0.012 0.016

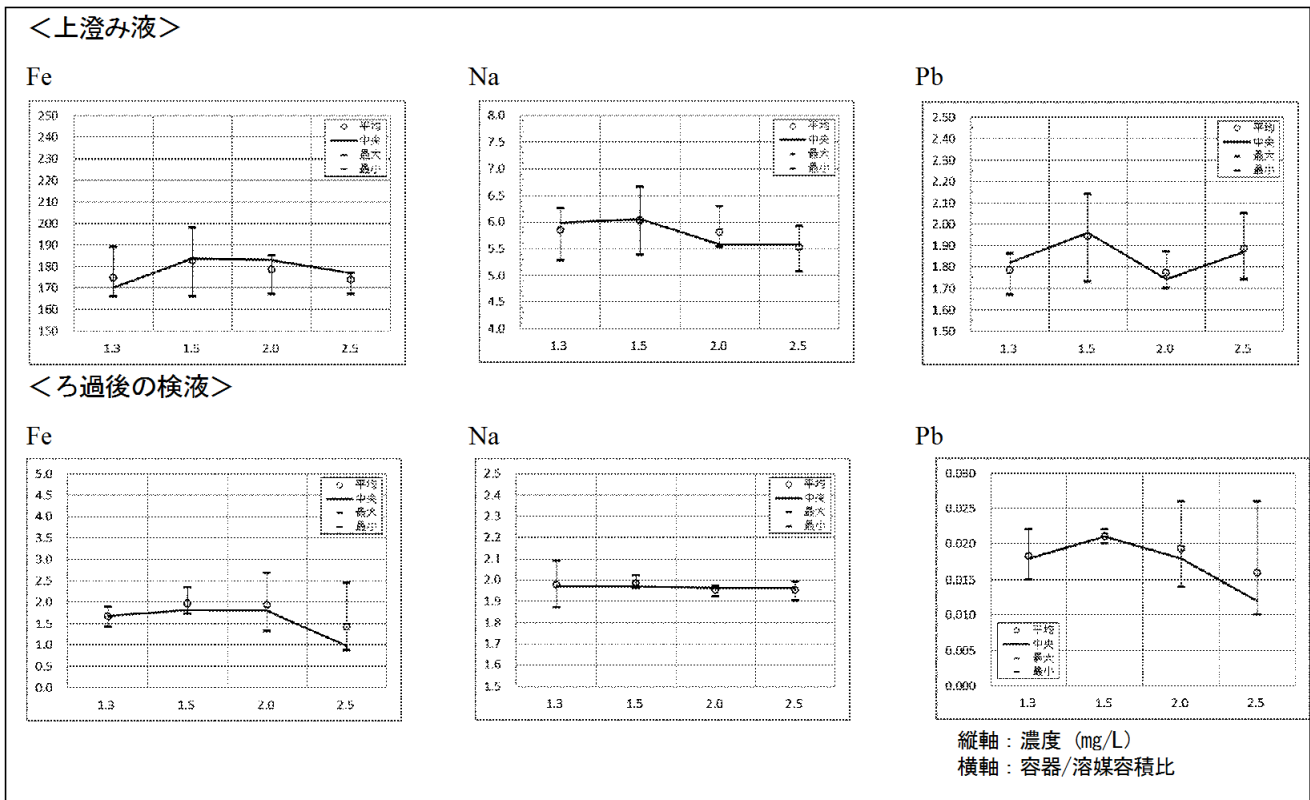


図-2 容器/溶媒体積比の検討に係る試験結果

4. 遠心分離に関する検討

4.1 検討内容・方法

環告 46 号では 3,000 回転で遠心分離を行うことになっている。環告 13 号では平成 25 年の改正に伴い、「3000 重力加速度で遠心分離を行うこと」と規定された。その改正をふまえ、ここでは鉛汚染土壌を対象に、遠心分離の遠心力の違いが土壌溶出量試験に及ぼす影響について検討した。

遠心力として 1,000G、1,500G、2,000G、3,000G の 4 条件、遠心分離後の条件として 0.45 μ m のろ紙のみでろ過、1 μ m のろ紙でろ過、1 μ m のろ紙でろ過後 0.45 μ m のろ紙でろ過、1 μ m 及び 0.45 μ m のろ紙でろ過後 0.1 μ m のろ紙でろ過の 4 条件を組み合わせた計 16 条件で土壌溶出量試験を実施した。ろ紙については、目詰まりしても交換は行わなかった。また、対象汚染物質の挙動について、性状変化等の要因を確認するために、土壌溶出量試験における溶出液に対し性状測定を行った。なお、各溶出量試験は、精度・ばらつきを確認するために、3 回の繰返し試験を実施した。

4.2 試験結果

試験結果を表-3(1)、(2)及び図-3 に示す。

0.45 μ m のろ紙のみでろ過した検液において、鉄及び鉛濃度については遠心力が大きくなるにつれて濃度が上昇したが、ナトリウム濃度については遠心力の違いによる大きな変化は認められなかった。

1 μ m のろ紙でろ過した検液において、鉄及び鉛濃度については遠心力が 3000G の場合に濃度が低下したが、ナトリウム濃度については 3,000G の場合に濃度がわずかに上昇した。

1 μ m のろ紙でろ過後 0.45 μ m のろ紙でろ過した検液において、鉄及び鉛濃度については遠心力が大きくなるにつれて濃度が上昇したが、ナトリウム濃度については遠心力の違いによる大きな変化は認められなかった。

1 μ m 及び 0.45 μ m のろ紙でろ過後 0.1 μ m のろ紙でろ過した検液において、鉄濃度については遠心力が大きくなるにつれて濃度がわずかに上昇したが、ナトリウム及び鉛濃度については遠心力の違いによる大きな変化は認められなかった。

上記のような傾向となった原因について、以下の通り考察した。

本試験に用いた試料は、ろ過操作において目詰まりを起こしやすい試料であったため、遠心分離の遠心力が大きくなるにつれて土粒子が分離されやすくなり、ろ過操作において目詰まりしにくくなる傾向があった。そのため、遠心力の低い条件においてろ紙が目詰まりした影響で鉄及び鉛濃度が低下するという現象が起こったものと推測される。一方、1 μ m のろ紙でろ過した検液において、鉄及び鉛濃度については遠心力が 3,000G の

表-3(1) 遠心分離の検討に係る試験結果 (0.45 μ m のろ紙のみでろ過)

対象 条件	0.45 μ m ろ過 遠心力 (G)				
	1000	1500	2000	3000	
Fe (mg/L)	n=1	0.9	1.2	1.2	1.5
	n=2	0.7	1.2	0.9	1.7
	n=3	0.8	1.1	1.2	1.7
	平均	0.8	1.2	1.1	1.6
Na (mg/L)	n=1	2.10	2.00	2.00	1.90
	n=2	2.00	2.20	2.20	2.60
	n=3	2.00	2.10	2.30	2.00
	平均	2.03	2.10	2.17	2.17
Pb (mg/L)	n=1	0.006	0.010	0.009	0.010
	n=2	0.005	0.008	0.008	0.014
	n=3	0.006	0.008	0.009	0.012
	平均	0.006	0.009	0.009	0.012

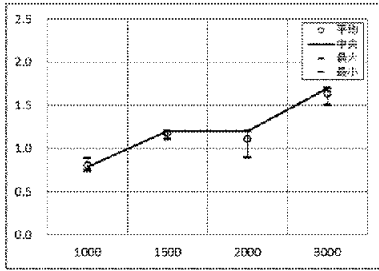
表-3(2) 遠心分離の検討に係る試験結果 (多段ろ過)

対象 条件	1 μ m ろ過 遠心力 (G)				1 μ m \rightarrow 0.45 μ m ろ過 遠心力 (G)				1 μ m \rightarrow 0.45 μ m \rightarrow 0.1 μ m ろ過 遠心力 (G)				
	1000	1500	2000	3000	1000	1500	2000	3000	1000	1500	2000	3000	
Fe (mg/L)	n=1	20.0	24.0	23.0	20.0	2.4	3.2	3.6	4.6	0.04	0.07	0.07	0.08
	n=2	29.0	24.0	25.0	20.0	1.7	2.6	3.6	5.9	0.05	0.06	0.06	0.07
	n=3	24.0	27.0	25.0	19.0	2.2	3.4	3.1	5.1	0.05	-*	0.06	0.11
	平均	24.3	25.0	24.3	19.7	2.1	3.1	3.4	5.2	0.05	0.07	0.06	0.09
Na (mg/L)	n=1	1.60	1.70	1.90	2.20	2.00	2.20	2.00	2.10	1.70	1.90	2.10	1.80
	n=2	1.80	2.00	2.00	2.20	2.00	2.00	2.00	2.00	1.90	2.00	1.70	2.00
	n=3	2.10	2.00	1.90	2.00	2.30	1.90	2.00	2.00	1.90	1.80	1.80	1.80
	平均	1.83	1.90	1.93	2.13	2.10	2.03	2.00	2.03	1.83	1.90	1.87	1.87
Pb (mg/L)	n=1	0.14	0.17	0.16	0.14	0.018	0.024	0.027	0.034	0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	n=2	0.19	0.17	0.17	0.14	0.012	0.018	0.026	0.045	<0.001	0.001	<0.001	<0.001
	n=3	0.16	0.20	0.18	0.13	0.017	0.025	0.024	0.037	<0.001	-*	<0.001	0.002
	平均	0.16	0.18	0.17	0.14	0.016	0.022	0.026	0.039	0.001	0.001	<0.001	0.001

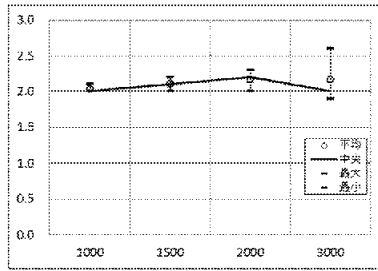
※：周辺データと比較して高濃度であったため、異常データと考えて除外した。

<0.45 μm ろ過>

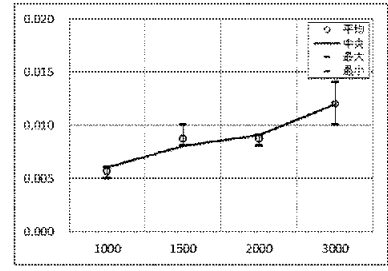
Fe



Na

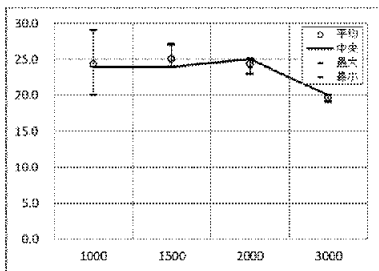


Pb

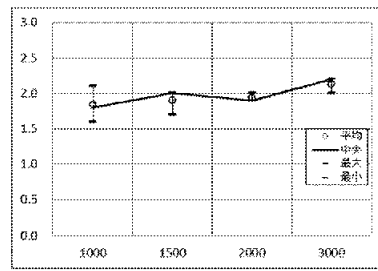


<1 μm ろ過>

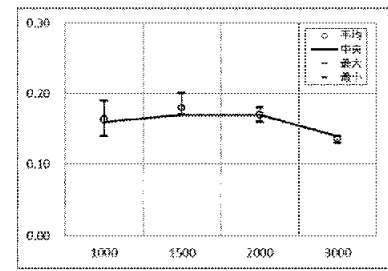
Fe



Na

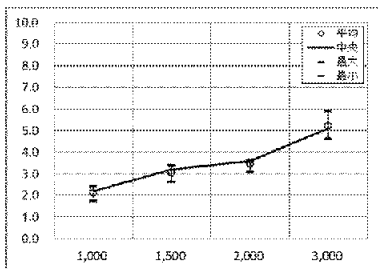


Pb

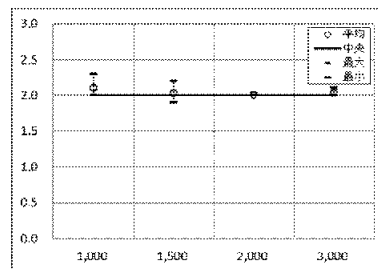


<1 μm ろ過→0.45 μm ろ過>

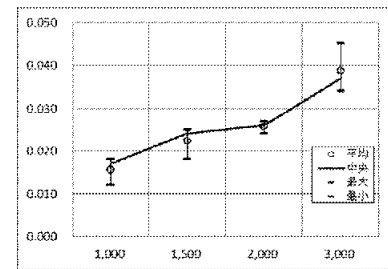
Fe



Na

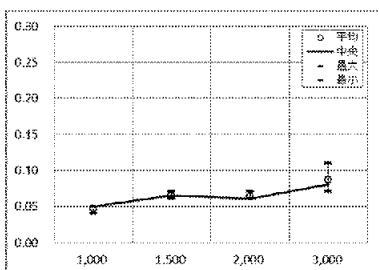


Pb

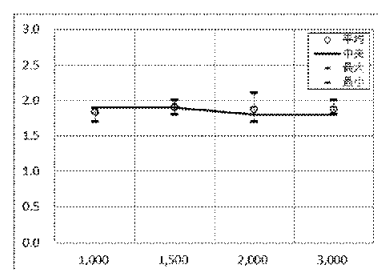


<1 μm ろ過→0.45 μm ろ過→0.1 μm ろ過>

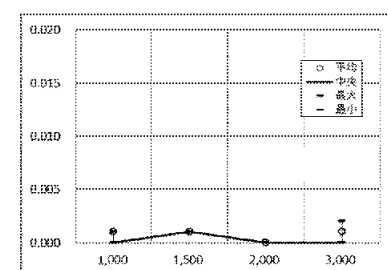
Fe



Na



Pb



縦軸：濃度 (mg/L)
横軸：遠心力 (G)

図-3 遠心分離の検討に係る試験結果

場合に濃度が低下した原因は、1 μ mのろ紙では目詰まりを起こさなかったことに加えて、土粒子が分離されて1 μ mのろ紙を通過した土粒子の絶対量が減少したためであると考えられる。

5. おわりに

今回実施した試験の結果から、以下の可能性が示唆された。

- ① 鉛及び鉄のように吸着性及び溶解性の化合物形態が共存する物質については、容器/溶媒容積比の違いや遠心分離の遠心力の違いにより土壌溶出量に影響を及ぼす。
- ② 今回の試験に供した試料はろ過に時間のかかる試料であったため、土粒子に比較的多く吸着している鉛及び鉄のような物質については、ろ過操作による影響を受けている。
- ③ 溶出液中にほぼ溶解成分となっているナトリウムのような物質については、容器/溶媒容積比や遠心分離の遠心力の条件が違っても土壌溶出量の値に大きな差異は認められない。

しかしながら、今回の試験は一つの土壌試料によってえられたものであるため、その因果関係は必ずしも明確ではない。また、本試験系は、産廃汚泥等を対象とした試験と比較して、一様でない土壌特性が、遠心分離を経たろ過工程に影響を与えていることを示唆しており、試験に供した試料特性と合わせた整理が必要であると考えられる。今後、今回実施した各種試験条件及び結果によって示唆された事項を含め、より多くの土壌試料を用いた試験や検証が必要である。

【謝辞】

最後に、共通試料を調整頂いた株式会社環境管理センター、検討試験を実施頂いた株式会社環境科学コーポレーション、株式会社ユニチカ環境技術センター、応用地質株式会社、株式会社MCエバテックの各社に感謝の意を表す。

[参考文献]

- 1) 加洲教雄・平田桂・日笠山徹巳・糸賀浩之・実態把握調査部会（2010）：「分析業務」および「土壌汚染対策工事における大気環境測定」に関する現状と課題，16回地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究集会，pp.556～561.
- 2) 平田桂・加洲教雄・井出一貴・金澤孝仁・大庭良宣・土壌・地下水汚染に係る分析業務検討部会（2012）：土壌溶出量試験に係る風乾・振とう・ろ過に関する検討試験結果について，18回地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究集会，pp.37～42.