

鉛汚染土の一斉比較試験を通じた溶出試験法の課題抽出

溶出試験, 汚染土, 一斉試験

(独)国立環境研究所	国際会員	○肴倉 宏史
福岡大学	国際会員	藤川 拓朗
宇部興産(株)	正会員	田坂 行雄
三菱マテリアル(株)	正会員	清田 正人
(独)土木研究所	正会員	稲垣由紀子
(株)地域地盤環境研究所	国際会員	藤原 照幸
(株)地域地盤環境研究所	正会員	管 茜櫻
清水建設(株)	国際会員	浅田 素之

1. はじめに

「地盤環境プロジェクトにおける環境影響評価技術の高度化と適用に関する研究委員会」溶出試験法サブワーキンググループ(WG)では、試料調製方法に注目して溶出試験の課題抽出を行うことを活動の柱とした。

ここで溶出試験には、主に次の二つの機能が求められると考える。

- (1) 実際の環境影響を適切に評価できること(“実際評価”の適切性)
- (2) 一つの母試料について、十分に同じと言える結果が得られること(試験結果の再現性, あるいは試験精度)

平成3(1991)年8月23日環境庁告示第46号「土壌の汚染に係る環境基準について」付表の検液の作成方法(環告46号)の上記2機能はどうだろうか。(1)“実際評価”については、試料調製において、「風乾」し、「粗砕」し、2mm篩通過画分を用いることは“実際評価”として適切だろうかという意見があり、(2)“試験精度”については「風乾」や「粗砕」方法が詳しく規定されていないため、試験精度に影響しているのではないかと指摘があった。

一方JGS 0241「土の水溶性成分試験」では、溶出操作と固液分離操作は環告46号と同じ(本稿では省略)だが、試料調製は風乾を行わない自然含水状態の試料から10mm以上の粒子を取り除くこととしている。そのため(1)“実際評価”としては望ましい方法と考えられるが、(2)“試験精度”としては良くわからず、特に、JGS 0241の測定項目は土の水溶性成分(Na, K, Ca, Mg, Cl⁻, SO₄²⁻)に限定されているため、環告46号と直接比較した例は確認できなかった。

そこで溶出試験法サブWGでは、特に、試料調製方法に注目して、一つの母試料を用いて複数機関で環告46号とJGS 0241を適用する「一斉比較試験」を行った。本稿ではその結果を元に、適切な試料調製方法について考察を行ったのでその内容について報告する。なお、溶出操作以降の精度は今回の検討の主対象から除いた。

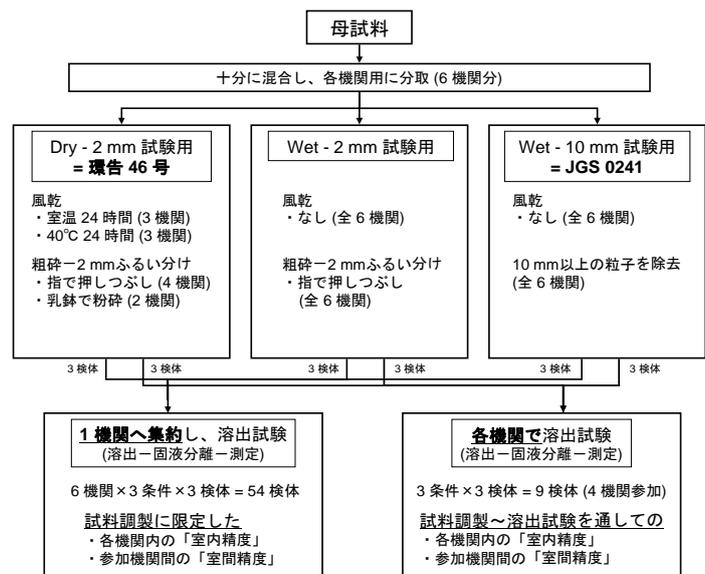


図-1 試験計画の概要

2. 試験計画

機関A～Cの6機関の参加による一斉比較試験を行うこととした。図-1に試験計画の概要を示す。試料は鉛汚染土1検体を用いた。試料調製方法は環告46号(Dry-2mm)とJGS 0241(Wet-10mm)に加えて、両試験の結果の差異について要因を検討できるように、自然含水状態のまま2mm篩分けする1種類(Wet-2mm)を加え、合計3種類とした。各機関で調製方法ごとに3検体を作製し、これを1機関に集約して溶出試験(溶出-固液分離-測定)を行うことで、溶出操作以降の要因によるばらつきを整え、試料調製の違いの要因のみによる、各機関内の「室内精度」と、参加機関間の「空間精度」を評価した。さらに、環告46号(Dry-2mm)には風乾や粗砕の方法が明記されていないことから、その影響を把握するため機関A, B, Cは室温で、機関D, E, Fは40℃設定の乾燥機で、それぞれ48時間の「風乾」を行い、その後機関A, B, Dは指で押しつぶす程度で、機関C, E, Fは乳鉢を用いた粉砕によって「粗砕」を行った。JGS 0241(Wet-10mm)は全6機関共通の調製方法とし、風乾なし、10mm以上の粒子を除去することとした。中間的方法であるWet-2mmは自然含水状態の汚染土を2mm篩で直接篩った。

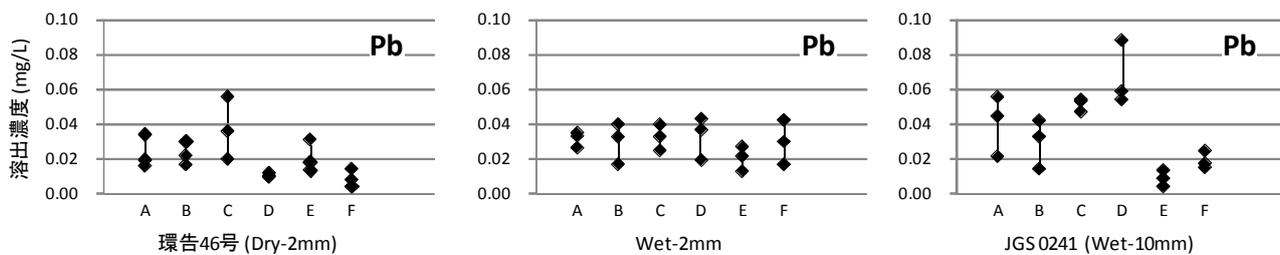


図-3 鉛溶出濃度の比較

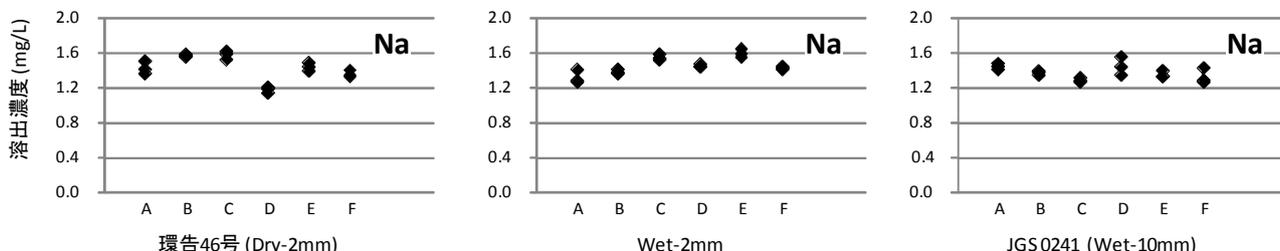


図-2 ナトリウム溶出濃度の比較

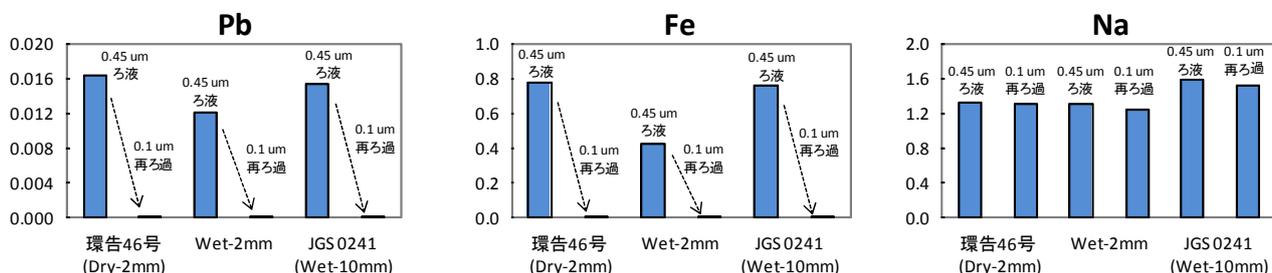


図-4 0.45 mm メンブレンフィルター (MF) ろ液を 0.1 mm MF で再ろ過した結果の比較

3. 試験結果

結果を表-1, 図-2(Na), 図-3(Pb), 表-1 に示す。

まず、試料調製方法の影響を Pb について比較する。3 種類の調製方法の中では、Wet-2mm の各機関の RSD (14.1-43.7%) 及び各機関平均値の RSD (15.9%) が、他の 2 条件よりもばらつきの小さい傾向であった。また、環告 46 号 (Dry-2mm) に限ってみると室温による風乾 (A-C) よりも 40℃ 風乾 (D-E) の方が低い傾向が見られた。以上より、用いた試料から溶出する Pb に関しては、風乾温度や 2 mm 以上粒子の影響が示唆された。

このようなばらつきは成分によって異なった。特に易溶解性成分に関しては、各機関内の室内精度、室間精度ともに良好な結果が得られ、例えば Na の各機関の相対標準偏差 (RSD) は 0.97-7.4% の範囲であった。また室間精度として各機関の平均値の RSD は 7.8% であった。重金属類のばらつきは易溶解性成分より大きく、例えば Pb の各機関の RSD は 7.2-60.0%、各機関の平均値の RSD は 52.5% であった。

このようなばらつきの影響因子として、微粒子の寄与について検討するため、孔径 0.45 μm のメンブレンフィルター (MF) によるろ液

を 0.1 μm の MF で再ろ過を行った。例として図-4 に示した Pb や Fe のように、再ろ過によって濃度が大きく低下した成分があった一方、Na のようにほとんど濃度の変わらない成分が見られた。前者については 0.1-0.45 μm の範囲の微粒子 (コロイド) の寄与が大きいと思われるが、一斉比較試験においてばらつきの大きかった成分とほぼ一致した。

4. 課題抽出

試料調製方法の違いによるばらつきは Wet-2mm が良好な結果となったが、例数を増やすことが必要であろう。溶出試験結果は目的とする成分の存在形態 (コロイド粒子か、イオンか) によってばらつき方が異なると考えられ、特に前者の場合はばらつきが大きいため、検体数を増やしてばらつき範囲を含めた評価が必要と思われる。以上の結果の他、本試験に用いたものと同一の試料を自然含水状態のまま保存し、数ヶ月後に再試験を行った結果、Pb 溶出濃度は大きく低下したことから、試料保存方法と保存期間の影響についても検討する取り組みは重要である。

表-1 一斉比較試験結果の概要

機関	n	Pb		Na		
		平均	RSD	平均	RSD	
環告 46 号 (Dry-2mm)	A	3	1.42	5.2	0.023	42.6
	B	3	1.56	1.0	0.022	30.1
	C	3	1.57	2.8	0.037	48.9
	D	3	1.43	3.3	0.021	43.8
	E	3	1.35	3.0	0.008	60.0
	F	3	1.17	3.0	0.010	12.9
	全機関	6	1.42	10.6	0.020	50.7
Wet-2mm	A	3	1.30	6.0	0.031	14.1
	B	3	1.37	1.9	0.029	40.1
	C	3	1.54	2.1	0.032	22.6
	D	3	1.58	3.0	0.020	34.8
	E	3	1.42	1.4	0.029	43.7
	F	3	1.44	1.0	0.033	37.6
	全機関	6	1.44	7.1	0.029	15.9
JGS 0241 (Wet-10mm)	A	3	1.44	2.5	0.040	43.8
	B	3	1.36	1.6	0.029	48.8
	C	3	1.28	2.0	0.051	7.2
	D	3	1.34	3.0	0.008	54.2
	E	3	1.32	6.7	0.019	27.2
	F	3	1.44	7.4	0.067	27.7
	全機関	6	1.36	4.8	0.036	60.1
全機関・全条件	18	0.028	1.41	7.8	52.5	