

# 底質調査方法

平成13年3月

※本報告書の取り扱い等については、環境省水環境部水環境管理課にお問い合わせください。

## II 4.4 過マンガン酸カリウムによる酸素消費量 (COD<sub>sed</sub>)

### 4.4 過マンガン酸カリウムによる酸素消費量 (COD<sub>sed</sub>)

#### (1) 測定方法の概要

試料をはかり取り、アルカリ性溶液とし、沸騰水浴中で 30 分間加熱により消費される過マンガン酸カリウム溶液(20mmol/L)の量から、COD<sub>sed</sub> 値を求める。

#### (2) 試薬

- 過マンガン酸カリウム溶液(20mmol/L) : JIS K 8247 に規定する過マンガン酸カリウム 3.2g を平底フラスコにとり、水 1,050~1,100mL を加えて溶かす。これを 1~2 時間静かに煮沸した後、16 時間以上放置する。上澄液をガラスろ過器 G4 を用いてろ過する（ろ過前後に水洗いしない）。ろ液は約 30 分間蒸気洗浄した着色びんに入れて保存する。
- しゅう酸ナトリウム溶液(50mmol/L) : JIS K 8528 に規定するしゅう酸ナトリウム 6.7g を水に溶かして 1L とする。
- でんぶん溶液(10g/L) : JIS K 8659 に規定するでんぶん（溶性）1g を水約 10mL に混ぜ、熱水 100mL 中にかき混ぜながら加え、約 1 分間煮沸した後、放冷する。使用時に調製する。
- よう化カリウム溶液(100g/L) : JIS K 8913 に規定するよう化カリウム 10g を水に溶かして 100mL とする。使用時に調製する。
- 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 : JIS K 8637 に規定するチオ硫酸ナトリウム五水和物 26g 及び JIS K 8625 に規定する炭酸ナトリウム 0.2g を水に溶かして 1L とし、気密容器に入れて少なくとも 2 日間放置する。標定は使用時に行う。

標定 : JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質のよう素酸カリウムを 130°C で約 2 時間加熱し、デシケーター中で放冷する。その約 0.72g を 0.001g の桁まではかりとり、少量の水に溶かし、全量フラスコ 200mL に移し入れ、水を標線まで加える。この 20mL を共栓三角フラスコ 300mL に入れ、JIS K 8913 に規定するよう化カリウム 2g 及び硫酸(1+5)5mL を加え、直ちに密栓して静かに混ぜ、暗所に約 5 分間放置する。

水約 100mL を加え、遊離したよう素をこのチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、溶液の黄色が薄くなつてから、指示薬としてでんぶん溶液(10g/L)1mL を加え、生じたよう素でんぶんの青い色が消えるまで滴定する。

別に、水について同一条件で空試験を行って補正した mL 数から、次の式によつて 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター(f)を算出する。

$$f = a \times \frac{b}{100} \times \frac{20}{200} \times \frac{1}{x \times 0.003567}$$

ここで、 a : よう素酸カリウムの量(g)

b : よう素酸カリウムの純度(%)

x : 滴定に要した 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液(補正した値)(mL)

0.003567 : 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1mL のよう素酸カリウム相当量(g)

#### (3) 前処理操作及び測定

- 3.1 湿試料<sup>(1)</sup>の適量<sup>(2)</sup>を三角フラスコ 300mL<sup>(3)</sup>に 0.01g の桁まではかり取り、過マンガン酸カリウム溶液(20mmol/L)を正確に 100mL、水酸化ナトリウム溶液(300g/L)5mL を加え、良く振り混ぜる。
- 沸騰水浴中に入れ、30 分間加熱する<sup>(4)</sup>。
- 加熱終了後、直ちにしゅう酸ナトリウム溶液(50mmol/L)<sup>(5)</sup>を正確に 100mL、硫酸(3+7)10mL を加えて過マンガン酸カリウムの色を褪色させ、室温まで冷却する。
- 三角フラスコの内容物を共栓付メスシリンドー500mL に水で洗い流し、水を標線まで加え、良く振り混ぜる。

## II 4.4 過マンガン酸カリウムによる酸素消費量 (COD<sub>sed</sub>)

- e) 乾燥ろ紙を用いてろ過し、ろ液 100mL を三角フラスコ 300mL にとり、過マンガン酸カリウム溶液(20mmol/L)を正確に 10mL 加え、かき混ぜながら数分間放置する<sup>(6)</sup>。
- f) よう化カリウム溶液(100g/L)5mL を加えて振り混ぜる。
- g) 遊離したよう素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、溶液の色が薄い黄色になつたら、指示薬としてでんぶん溶液 1mL を加え、よう素でんぶんの青い色が消えるまで滴定を続ける。
- h) 空試験は試薬だけを用いて、a)～g)の操作を行う。
- i) 別に、4.1 乾燥減量で求めた乾燥減量(%)を用いて、乾燥試料 1g 当たりの COD<sub>sed</sub> の濃度(mgO/g)を算出する。

$$\text{COD}_{\text{sed}} = (b - a) \times f \times 0.800 \times \frac{500}{100} \times \frac{1}{W}$$

ここで、 COD<sub>sed</sub> : 過マンガン酸カリウムによる酸素消費量(mgO/g)

a : 試料の滴定に要した 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液(mL)

b : 空試験の滴定に要した 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液(mL)

f : 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

W : 試料採取量 (乾燥試料に換算した量) (g)

0.800 : 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1mL の酸素相当量(mg)

注(1) 乾燥により COD<sub>sed</sub> 値が変化するおそれのない試料では、3.2 風乾試料を用いてよい。

注(2) 試料の採取量によって分析値が大きく変動するため、試料は最初に加えた過マンガン酸カリウムの 40～60%が加熱中に消費されるように採取する。このため、あらかじめ試料を段階的にとり、予備試験を実施する。被酸化性物質の量が少ない場合の採取量は最大 10g でよい。

また、試料が塊状である場合は、少量の水を加えガラス棒で良く解きほぐし、均一に分散させる。

注(3) 三角フラスコの容量、形状により分析値が変化するので、注意する。

注(4) 試料加熱時の水浴は常に沸騰状態を維持し、試料の液面は沸騰水浴の水面下で、かつ、三角フラスコが水浴の底に直接接しないように保つ。

注(5) 過マンガン酸カリウム溶液(20mmol/L)よりしう酸ナトリウム溶液(50mmol/L)の濃度を、やや濃くしておく。

注(6) 過マンガン酸カリウム溶液(20mmol/L)10mL を加えても全部消費されて、過マンガン酸カリウムの色が消失した場合には、更に 10mL 追加する。この場合、空試験においても過マンガン酸カリウム(20mmol/L)20mL を用いる。

備考 1. c)以下の操作を次のように行ってもよい。ただし、滴定の終点が不鮮明な場合は、この方法は用いない。

### 操作

b) 得られた加熱終了後の溶液に、直ちによう化カリウム溶液(100g/L)25mL を加えて振り混ぜた後、室温まで冷却する。

次に、硫酸(3+7)10mL を加えて振り混ぜた後、遊離したよう素を 0.25mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。滴定操作は、溶液の茶褐色が薄くなつたら指示薬としてでんぶん溶液を 2mL 加え、よう素でんぶんの青色が消え、灰色となつた点を終点とする。

空試験は試薬だけを用いて同様に操作をする。

## II 4.4 過マンガン酸カリウムによる酸素消費量 (COD<sub>sed</sub>)

別に、4.1 乾燥減量で求めた乾燥減量(%)を用いて、乾燥試料 1g 当たりの COD<sub>sed</sub> の濃度(mgO/g)を算出する。

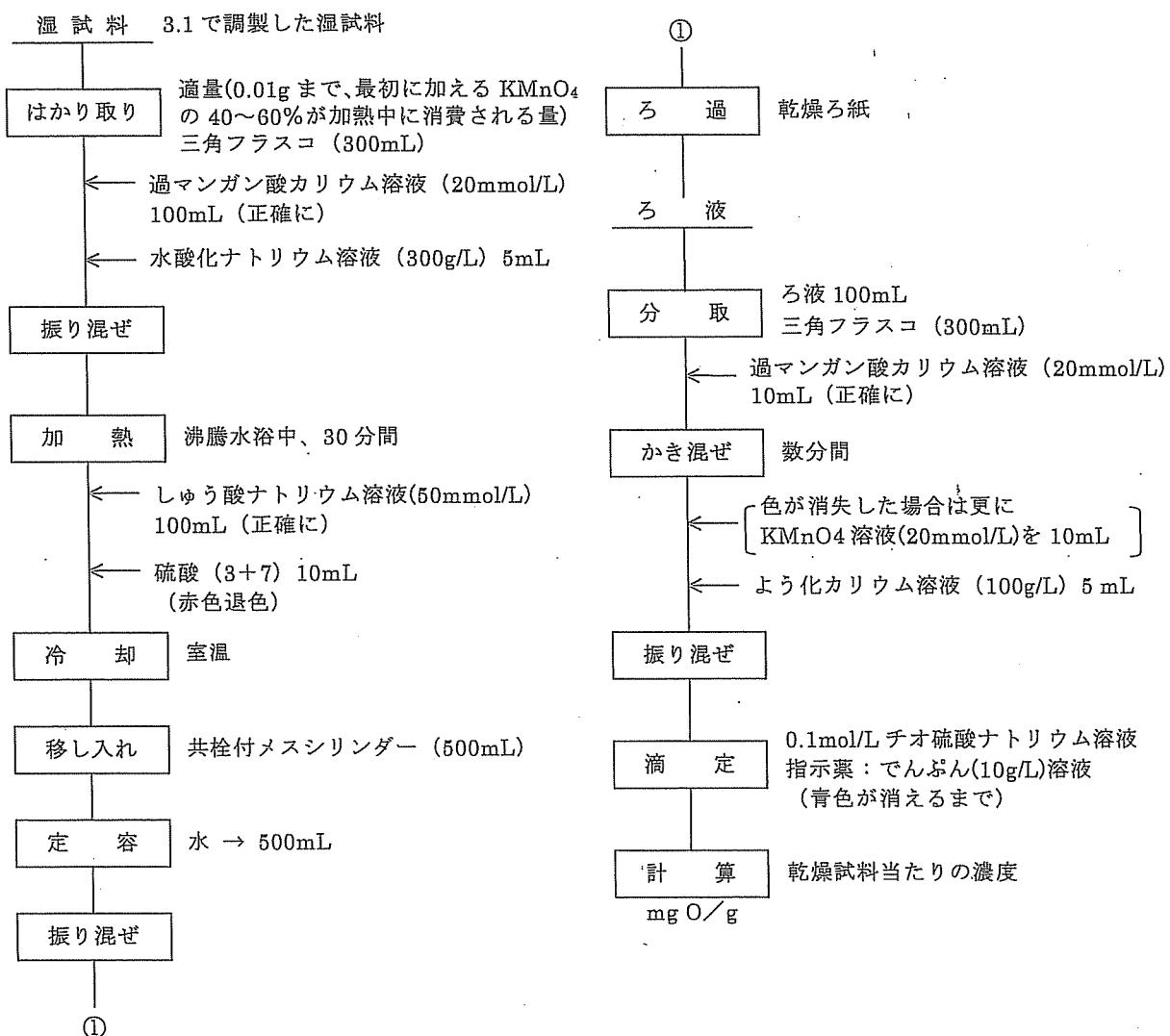
$$\text{COD}_{\text{sed}} = (b-a) \times f \times 2.00 \times \frac{1}{W}$$

ここで、  
 a : 試料の滴定に要した 0.25mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液(mL)  
 b : 空試験の滴定に要した 0.25mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液(mL)  
 f : 0.25mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター  
 W : 試料採取量 (乾燥試料に換算した量) (g)  
 2.00 : 0.25mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1mL の酸素相当量(mg)

備考 2. COD<sub>sed</sub> 試験は反応条件により分析値が変動するので注(2)～(4)を守らなければならない。その場合でも、一定した分析値が得にくい試料もある。

### (4) 分析フローシート

[よう素滴定法]



## II 4.7 全有機炭素 (TOC)

### 4.7 全有機炭素 (TOC)

#### (1) 測定方法の概要

試料の前処理は、塩酸(1+11)を添加し、無機の炭酸塩と炭酸水素塩を二酸化炭素に換えて除去した後、全有機炭素を元素分析装置(CHN分析計)<sup>(1)</sup>で測定する。

注(1) 試料を熱分解し、有機物を構成する主要元素である水素、炭素、窒素を定量的に水、二酸化炭素、窒素に変換し、これらを熱伝導度法によって検出する。検出方法には大きく分けて自己積分方式とガスクロマトグラフ方式がある。

#### (2) 試薬

- a) 水 : JIS K 0557 に規定する A3 の水または同等品。
- b) 塩酸(1+11) : JIS K 8180 に規定する塩酸を用いて調製する。
- c) アセトアニリド(C:71.09%、N:10.36%) : 元素分析用
- d) p-ニトロアニリン(C:52.17%、N:20.28%) : 元素分析用
- e) スルファニル酸(C:41.6%、N:8.1%) : 元素分析用
- f) 酸化銅 (ワイヤー) : 元素分析用
- g) 還元銅 (ワイヤー) : 元素分析用
- h) ヘリウム : 高純度ヘリウム(99.999%以上)
- i) 酸素 : 高純度酸素(99.999%以上)
- j) 水素 : 高純度水素(99.999%以上)

#### (3) 器具及び装置

- a) 乾燥器
- b) 磁製乳鉢
- c) 磁製乳棒
- d) ミル
- e) ふるい
- f) 共栓付き遠沈管
- g) デシケーター
- h) 天秤 : 0.001mg の桁まで秤量できる天秤
- i) 遠心分離器
- j) 元素分析計本体

次に示す仕様であること。

試料の有機物質が、酸素あるいは空気気流中の燃焼炉で完全に二酸化炭素と水に分解すること。  
乾燥重量当たりの有機炭素として、0.1mg/g を測定できること。

#### (4) 前処理操作

##### a) 試料の作製

- ① 乾燥 : 乾燥器 (100~105°C 設定) で乾燥する。
- ② 粉碎 : 磁製の乳鉢を使い粗く粉碎後、ミルで更に粉碎する。
- ③ ふるい分け : ふるいは 250 μm を用いる。250 μm に規定はなく、その程度に粉碎されればよい (サンプリングによる誤差を考慮したもの)。スチロール棒瓶に、乾燥試料として保管する。

##### b) 試料の前処理 (炭酸塩除去) <sup>(2)</sup>

- ① (4)a)で作製した乾燥試料約 1g を磁製乳鉢、次にメノウの乳鉢で良くすりつぶし、10mL の共栓付遠沈管に入れ、再び 100~105°C で乾燥させた後、0.01mg の桁まではかり取る。あら

## II 4.7 全有機炭素 (TOC)

はじめ共栓付遠沈管の重量を測定しておく。

- ② 塩酸(1+11) 5mL を注意深く加え、超音波発生装置などを利用して良く混合する。フィルムシートでふたをして一晩放置する。無機態のものが飛散（例：貝中の炭酸カルシウムが二酸化炭素となる）、完全に有機態のみが残るまで、繰り返す。泡が出なくなるのを目安とする。
- ③ 放置後、二酸化炭素が発生しないことを確かめた後、遠心分離（2,500rpm、10 分）を行い、上澄水を捨てる。3mL の水を加え、振り混ぜて、遠心分離（2,500rpm、10 分）を行い、上澄水を捨てる。この操作を 2~3 回行い、塩酸を除去する。
- ④ 沈殿している泥を 100~105°C で乾燥した後、秤量し、塩酸処理による重量の減少量分を求める。乾燥した試料を良く混合し、測定に供する。

注(2) 炭酸カルシウムは 825°C で分解して二酸化炭素を発生する。内湾・外洋などの底質試料の場合は試料をあらかじめ希塩酸またはリン酸処理をして、無機性の炭酸塩を除去しておく必要がある。

### (5) 測定

#### a) 測定条件

##### [装置]

分析装置は数種類あり、操作方法はそれぞれ異なっているので、それぞれの機種についての構造を良く理解したうえで、添付されている使用説明書に従って、測定前の諸調整、測定操作を行う。流路のガス漏れは直ちに測定に異常をもたらす。絶えず、ガス漏れに留意し、特に燃焼管、還元管または吸収管の交換した際は必ずガス漏れテストを行う。

30 分間はウォーミングアップする。

#### b) 検量線

装置の取扱説明書に従って、検量線（ブランクと標準物質）を作成する。例えば、アセトアリド 0.1~6.0mg を 0.001mg の桁まで正確にはかり取り、測定を行って炭素量と指示値との関係線を作成する。底質の炭素量と窒素量の比率に近い標準物質を使用する。

#### c) 試料の測定

(4)b)の前処理試料の適量（10~100mg 程度）を 0.001mg の桁まで、サンプルボードまたはカプセルにはかり取る。

サンプルボードを、オートサンプラーに設置し、あるいは手動で分析装置により測定する。

カプセルの場合は、ピンセットを用いて、試料を包み込む。なるべく空隙に窒素が残らないようにして、オートサンプラーに設置し測定する。感度変化チェックサンプル、ブランク、（空試験）、試料 10 検体、3 重測定用試料、感度変化チェックサンプル、ブランクの順に測定を行い、感度変化チェックサンプルの変動が 20% 以内であることを確認する。

3 重測定で測定した場合は 3 回の平均値を報告値とする。

#### d) 計算

炭素量のパーセント値と、別に、4.1 乾燥減量で求めた乾燥減量(%)を用いて、乾燥試料 1g 当たりの全有機炭素の濃度(mg/g)を算出する（全有機炭素の場合、酸処理における消失分も計算に組み込む）。

$$\text{全有機炭素}(\text{mg/g}) = (a - b) \times 10 \times \frac{W_2}{W_1}$$

ここで、 a : 前処理試料中の全有機炭素 (%)

b : 空試験の全有機炭素 (%)

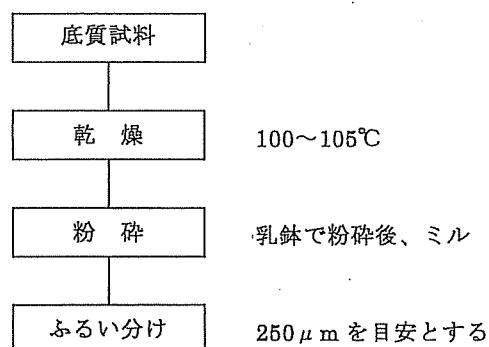
W1 : 前処理にかけた試料量(g)

W2 : 前処理後の試料量(g)

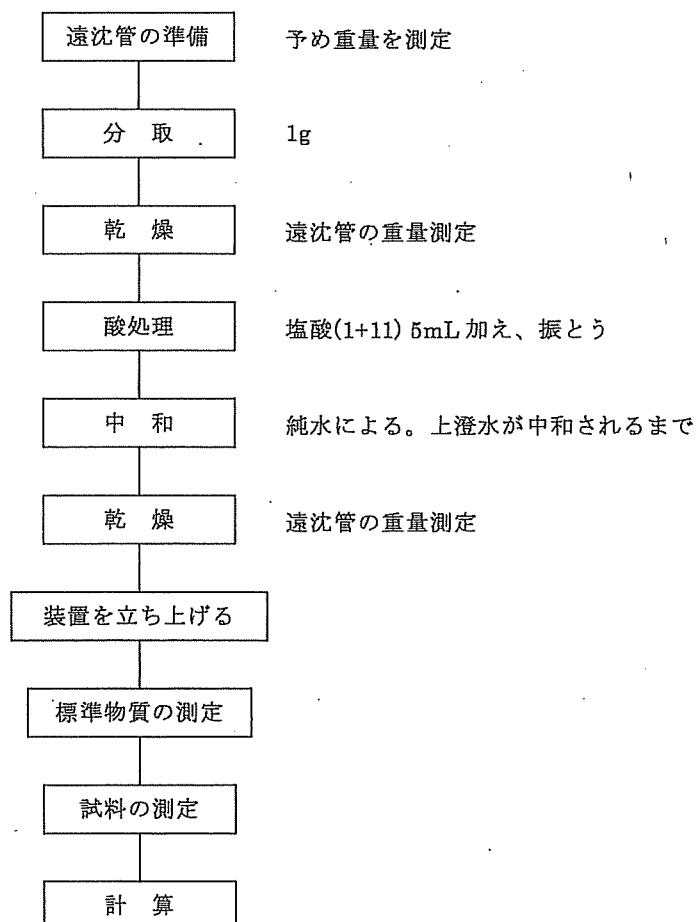
## II 4.7 全有機炭素 (TOC)

### (6) 分析フローシート

#### a) 有機炭素 (TOC) 試料調製



#### b) 前処理・測定



#### 4 油分分析について

# 油汚染対策ガイドライン

—鉱油類を含む土壌に起因する油臭・油膜問題への  
土地所有者等による対応の考え方—

平成18年3月

中央環境審議会 土壌農業部会  
土壤汚染技術基準等専門委員会

### 1. 確認方法の概要

油臭や油膜の原因が鉱油類であるか否かの確認は、GC-FID 法による TPH 試験で得られるチャート(クロマトグラム)の形状、及び TPH 画分毎の濃度組成による推定で行うとよい。

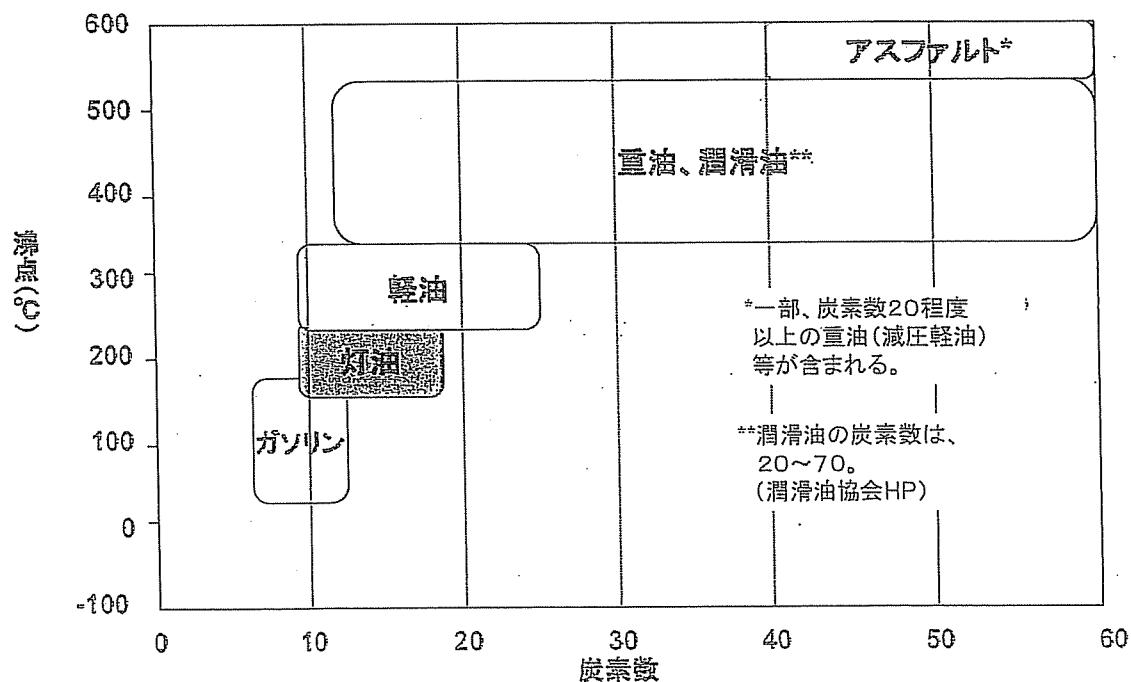
具体的には、GC-FID 法により分析結果として得られるクロマトグラムのパターンを標準とする鉱油類のクロマトグラムのパターンと比較し、ピークパターン(検出成分を示すピークの出現の仕方)や炭素数(C)の検出範囲の類似性を見て鉱油類か否かを判定する。

このとき、C<sub>6</sub>～C<sub>12</sub>(ガソリンの炭素範囲)、C<sub>12</sub>～C<sub>28</sub>(軽油の炭素範囲)、C<sub>28</sub>～C<sub>44</sub>(残油の炭素範囲)の3つの炭素範囲(画分)に区分し、炭素範囲毎にクロマトグラムのピークパターンや濃度を比較すると油種の同定を行うことも可能である。

#### (備考)

- ここでいう「残油の炭素範囲」とは、常圧残油(原油を常圧蒸留してガス、ガソリン留分、灯油留分及び軽油留分を留出させた残りの油)に相当する成分として、C<sub>28</sub>～C<sub>44</sub>の炭素範囲のことを指す。

参考として、図1-1に石油製品の沸点範囲と炭素数を、図1-2にTPHの炭素範囲の概念図を示す。



PEC-2002I-07「石油汚染土壤の浄化に関する技術開発報告書」の図3.1-1をもとに作成

※ 図1-1にはアスファルトが表示されているが、アスファルトは本ガイドラインの対象となる鉱油類としては考えていない。

図1-1 石油製品の沸点範囲と炭素数

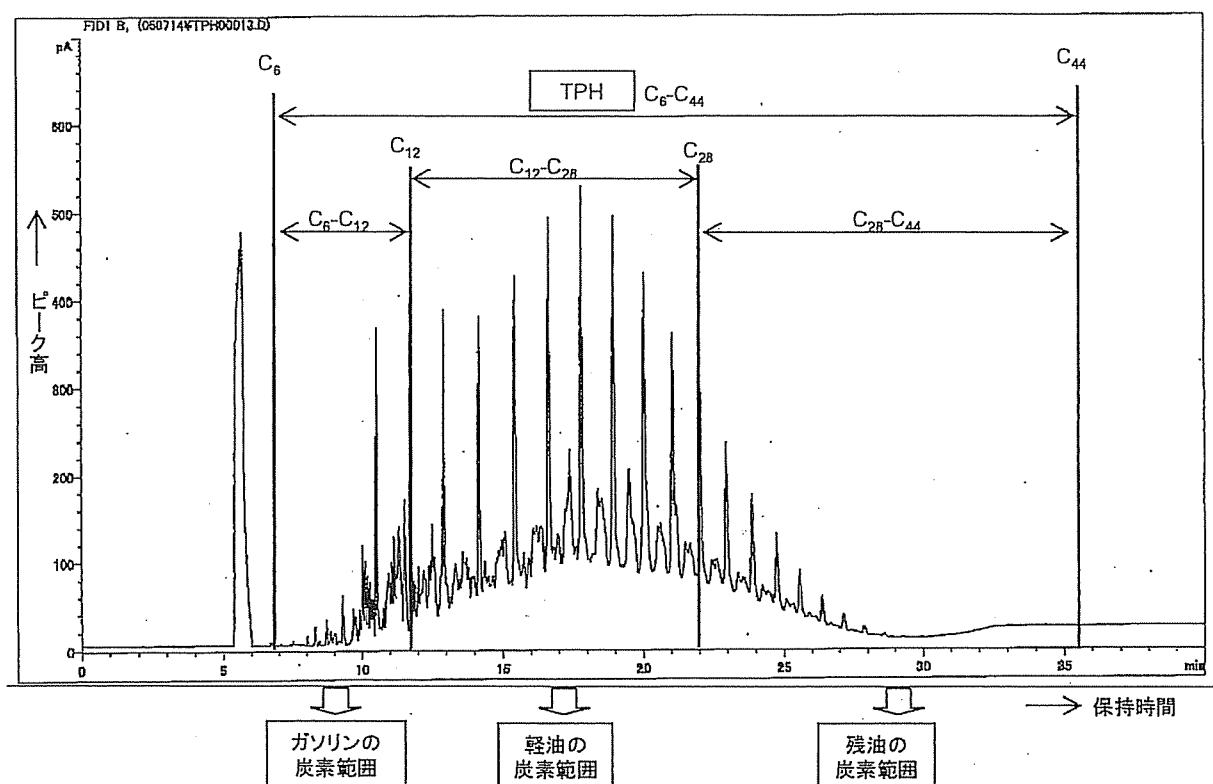


図1-2 クロマトグラム上のTPHの炭素範囲の概念図

## 2. 鉱油類か否かの判定

鉱油類か否かは、得られたクロマトグラムを図2-1から図2-4に例を示すような石油製品のクロマトグラムと比較し、同じような保持時間(X軸)のところにピークが出現しているかどうか、クロマトグラム全体の形状が類似しているかどうか等を見て判定する。

なお、実際の油含有土壌の場合、経時的な性状変化(酸化還元等)が発生していることが多く、低沸点の成分(炭素数の小さい成分)が揮発や分解によって消失していることが多い。

### (参考) 油種の同定方法の例

GC-FID法によるTPH試験で得られるクロマトグラムから油種を同定する際の方法について、以下に考え方の例を示す。

- 1)  $C_6 \sim C_{12}$ の範囲(ガソリンの炭素範囲)にのみ成分が検出されている場合は、ガソリンである可能性がある。
- 2)  $C_{12} \sim C_{28}$ の範囲(軽油の炭素範囲)を主体に成分が検出されている場合は、灯油や軽油(またはA重油)である可能性がある。
- 3)  $C_{28} \sim C_{44}$ の範囲(残油の炭素範囲)でも成分が検出されている場合は、重油や潤滑油である可能性がある。
- 4) ガソリンの炭素範囲、軽油の炭素範囲、残油の炭素範囲の全ての炭素範囲で成分が検出された場合は、複数の油種が混合したものである可能性がある。

本ガイドラインで TPH 試験を行う場面には以下の4場面があり、ここでは、油臭や油膜の発生に関係する鉱油類について試験することができる方法について取りまとめた。

なお、全ての方法が全炭素範囲をカバーしている訳ではない。

- ① 油臭や油膜の原因が鉱油類か否かの確認及び油種の同定
- ② 油含有土壌の平面及び深度方向の存在範囲の把握
- ③ 対策範囲の把握
- ④ 対策完了確認

主なTPHの試験法としては、水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ(GC-FID 法)、赤外分光分析法(IR 法)、重量法(ノルマルヘキサン抽出法)がある。

表1にこれらの試験法の比較を示す。

表1 主な TPH 試験法の比較

名称	水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ(GC-FID 法)	赤外分光分析法(IR 法)	重量法(ノルマルヘキサン抽出法)
原理	試料中の油分を溶媒で抽出した後、熱をかけて測定成分を気化させる。気化成分はカラム内で分離して各成分を定量する方法。水素炎イオン化検出器により水素炎中で油分が燃焼時にイオン化し、電極間に流れる電流の量が TPH 成分量に比例することを利用して TPH 濃度を求める。	試料中の油分を溶媒に抽出した後、油分の持つC-H伸縮振動を、3000cm <sup>-1</sup> 前後の赤外線吸収強度を測定することによってTPH濃度を求める。	有機溶媒(ノルマルヘキサン)に試料中の油分を抽出した後、ノルマルヘキサンを揮発させて残ったものの重量を測定し、TPH 濃度を求める。
概要	土壤試料を無水硫酸ナトリウムで脱水後、二硫化炭素等で振とう抽出し、これを GC-FID に導入して分析する。なお、妨害成分の影響がある場合はカラム処理で鉱油類を分離する。	土壤試料を測定域に吸収をもたない溶媒(S316 など)で振とうまたはソックスレー抽出し、カラム処理で鉱油類を分離し、一定量を定容する。これを IR に導入して分析する。	土壤試料をノルマルヘキサンで振とうまたはソックスレー抽出した後、フロリジルカラムで鉱油類を分離し、加熱して脱溶媒した上で残留成分を TPH として秤量する。
定量下限	100mg/kg (土壤)	10mg/kg (土壤)	100mg/kg (土壤)
特徴及び TPH 試験における留意事項	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 定性法では、標準と試料のクロマトグラムを比較することにより、鉱物油であるか否かの判定や油種の判別ができる。</li> <li>・ 定量法では、クロマトグラムとして得られた対象範囲の面積を合計して求める。</li> <li>・ 高沸点の TPH 成分は、高温側で分離性が悪化する。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 振とう法は簡便である。</li> <li>・ 混合油の場合は炭素範囲毎に分けて定量できない。</li> <li>・ 鉱油類の油種の判別はできない。</li> <li>・ 赤外線の吸収がある C-H 結合をもつ溶媒は抽出溶媒として使用できない。</li> <li>・ 測定対象物質の組成に沿った標準を用いる必要がある。</li> <li>・ TPH 成分以外の影響は、カラム処理により軽減できる。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 振とう法は簡便である。</li> <li>・ 混合油の場合は炭素範囲毎に分けて定量できない。</li> <li>・ 鉱油類の油種の判別はできない。</li> <li>・ 80°Cで加熱して脱溶媒するため、この温度以下で揮発するガソリン等の低沸点成分は揮散し、測定できない。</li> <li>・ ヘキサン可溶性の有機物や硫黄化合物は正の誤差となるが、このうち動植物油類はフロリジルカラム処理により軽減できる。</li> </ul>

各試験法の特徴と適用に当たっての留意点は以下のとおり。

なお、各試験法においては、乾燥、抽出といった前処理により誤差が生じることがあり、前処理方法を分析結果に明示するなどの注意が必要である。

### (1) GC-FID法

GC-FID法は、炭素数(C)により、C<sub>6</sub>～C<sub>12</sub>(ガソリンの炭素範囲)、C<sub>12</sub>～C<sub>28</sub>(軽油の炭素範囲)、及びC<sub>28</sub>～C<sub>44</sub>(残油の炭素範囲)の3つの炭素範囲(画分)で区分されるTPH画分毎の濃度を求めることにより、油種および経時的な性状変化の程度を大まかに把握することができる。複数の油種が土壌に含まれている場合には、それぞれの油種を区別することも可能である。また試験結果として得られるクロマトグラムのパターン等からも鉱油類であるかどうかの判定や油種を同定することが可能である。

本ガイドラインでは、鉱油類のうち、油臭や油膜の発生に関係するガソリン相当分から重油相当分までをほぼカバーできる範囲のTPHを対象としていることから、溶媒抽出GC-FID法では、C<sub>6</sub>～C<sub>44</sub>までの範囲を測定の対象とする。なお、C<sub>6</sub>～C<sub>12</sub>の低沸点の炭化水素類の分析にあては、ページ&トラップガスクロマトグラフ法(U. S. EPA Method 5035A, 5030C等)を用いることもできる。

(備考) ここでいう「残油の炭素範囲」とは、常圧残油(原油を常圧蒸留してガス、ガソリン留分、灯油留分及び軽油留分を留出させた残りの油)に相当する成分として、C<sub>28</sub>～C<sub>44</sub>の炭素範囲のことを指す。

### (2) IR法

IR法は、これまで昭和51年環境庁告示第3号(海洋投入処分を行うことができる産業廃棄物に含まれる油分の検定方法)として産業廃棄物等に含まれる油分を測定する際に使われてきた試験法である。なお、溶媒抽出-IR法では、従来から使用されてきた四塩化炭素や代替品のフレオン-113も使用を止める方向にあることから、新たな抽出溶媒の選択が課題となっている。IR法においては、揮発性の低いC<sub>44</sub>を超える炭素数の範囲の炭化水素類も含んだより広い範囲の鉱油類の濃度が測定されること、また、土壌中の鉱油類以外の有機化合物の影響もあることがあることに留意する必要がある。

### (3) 重量法

重量法は、これまで昭和46年環境庁告示第59号付表10(n-ヘキサン抽出物質(油分等)の測定方法)として海域等で油分を測定する際に使われてきた試験法である。低沸点成分の油が揮散するため、油汚染問題の原因となっている油にガソリンが含まれている場合には、誤差が生じることがある。また、土壌や石油製品に含まれている硫黄化合物や土壌中に含まれるヘキサン可溶性有機物の影響で測定値に正の誤差が生じることがあるため、試験結果の評価においてはそれらの影響に留意する必要がある。

上記以外のTPH濃度を測定する方法として各種簡易測定法がある。これらのうち、主なものを表2に示す。簡易測定法は、測定原理や適用範囲、測定精度等が方法や機器により様々であることから、その適用を検討する場合は、それらの特徴をよく考慮した上で、適用可能な場面において適切なかたちで使用すべく、専門家に相談することが望ましい。

## 5 水産用水基準との比較について

農業用水基準・水産用水基準との比較

経堂池水質(栗東市)

項目	農業用水基準	水産用水基準	H11.11.17	H12.3.28	H15.2.27	H16.5.31	H17.6.27	H18.8.1
pH	6.0~7.5	6.7~7.5			7.0	7.4	7.9	7.6
COD	6mg/l以下	5mg/l以下			9.7	7.7	16.9	13.3
BOD		5mg/l以下			4.6	3.5	6.1	8.5
SS	100mg/l以下	25mg/l以下			13	6	13	14
DO	5mg/l以上	6mg/l以上			9.0	9.0	9.8	9.5
Kj-N	1mg/l以下				1.66	1.30	1.32	0.89
T-N		1mg/l以下			0.044	0.057	0.082	0.074
T-P		0.1mg/l以下			6.4	4.1	5.7	3.7
EC	30mS/m以下				<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
Cu	0.02mg/l以下				<0.05	<0.05	0.08	<0.05
Zn	0.5mg/l以下				<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
As	0.05mg/l以下				9.2	26.0	28.6	26.5
水温			12.6			DO過飽和	DO過飽和	
備考					富栄養化	富栄養化	富栄養化	富栄養化

経堂池水質・底質調査結果

採水・採泥日	調査機関	底質1 H11.9.8	底質2 H11.9.8	溶出基準 溶出試験	溶出基準 溶出試験	単位	含有基準 含有試験	底質1 H11.9.8	底質2 H11.9.8	溶出基準 含有試験	単位	環境基準 含有試験	水質						
													H11.11.17	H12.3.28	H15.2.27	H16.5.31	H17.6.27	H18.8.1	
カドミウム mg/l	0.01	ND	ND	mg/kg	150	ND	ND	mg/l	0.01	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
全シアン mg/l	不検出	ND	ND	mg/kg	50	ND	ND	mg/l	不検出	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
鉛 mg/l	0.01	ND	ND	mg/kg	150	37	2.3	mg/l	0.01	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
六価クロム mg/l	0.05	ND	ND	mg/kg	250	ND	ND	mg/l	0.05	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
ヒ素 mg/l	0.01	ND	ND	mg/kg	150	4	1.8	mg/l	0.01	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
総水銀 mg/l	不検出	ND	ND	mg/kg	15	0.1	ND	mg/l	不検出	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
アルキル水銀 mg/l	不検出	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	不検出	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
PCB mg/l	不検出	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	不検出	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
トリクロロエチレン mg/l	0.03	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.03	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
テトラクロロエチレン mg/l	0.01	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.01	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
四塩化炭素 mg/l	0.002	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.002	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
ジクロロメタン mg/l	0.02	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
1,2-ジクロロエタン mg/l	0.004	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.004	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
1,1,1-トリクロロエタン mg/l	1	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
1,1,2-トリクロロエタン mg/l	0.006	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.006	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
1,1-シクロロエチレン mg/l	0.02	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
1,2-ジクロロエチレン mg/l	0.04	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.04	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
1,3-ジクロロブテン mg/l	0.002	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.002	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
チウラム mg/l	0.006	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.006	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
シマジン mg/l	0.003	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.003	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
チオヘンカルブ mg/l	0.02	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
ペンゼン mg/l	0.01	ND	ND	mg/kg		ND	ND	mg/l	0.01	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
セレン mg/l	0.01	ND	ND	mg/kg	150	0.3	ND	mg/l	0.01	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
ホウ素 mg/l	1			mg/kg	4000			mg/l	1		0.3	ND	0.2	0.6	0.2				
フッ素 mg/l	0.8			mg/kg	4000			mg/l	0.8	<0.5	ND	ND	0.16	ND					
総銅 mg/l	10				10			mg/l	10		0.38	0.43	0.11	<0.01					
pH											7	7.4	7.9	7.6					
BOD mg/l								mg/l			4.6	3.5	6.1	8.5					
COD mg/l								mg/l			9	7	16	13					
SS mg/l								mg/l			13	6	13	14					
T-N mg/l								mg/l			1.66	1.3	1.32	0.89					
T-P mg/l								mg/l			0.044	0.057	0.082	0.074					
ダイオキシン類 p-TEQ/L	1	0.04	0.089	p-TEQ/g	1000	20	0.17	p-TEQ/L	1	0.02	0.59	0.15	0.2	0.061					
電気伝導度 mS/m	—				—			mS/m	—	64	31	41	57	37					
水温 °C	—	28.2	28.5	—		28.2	28.5	°C	—	12.6	9.2	26	28.6	26.5					
銅 mg/l					mg/kg			mg/l			<0.01	<0.01	<0.01	<0.01					
亜鉛 mg/l					mg/kg			mg/l			<0.05	<0.05	<0.05	0.08	<0.05				
クロム		ND	ND	mg/kg		32	2.8				<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01				
溶解性鉄 mg/l				mg/kg				mg/l			0.07	0.34	<0.05	0.56	0.48				
溶解性マンガン mg/l				mg/kg				mg/l			0.57	<0.05	<0.05	0.4	0.09				
有機燐		ND	ND	mg/kg		ND	ND			ND	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1					
含水率						73.5	8.3												
アンチモン mg/l	—			mg/kg				mg/l	—		<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01				
フェノール類											<0.5								
Na+											<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01				
K+											56								
Ca2+											44								
Mg2+											43								
Cl-											7.9								
SO42-											57								
NO3-											110								
HCO3-											0.7								
TOC											45								
DO											6.3					9	9	9.8	9.5

## 5 水産用水基準

現在、水産生物を対象として法的に定められた水質基準はないものの、日本水産資源保護協会が刊行している「水産用水基準」では、水産の生産基盤として水域の望ましい水質条件を示している。なお、水産用水基準は、昭和40年の「水産用水基準」、昭和47年の「水産環境水質基準」、これらを統合した昭和58年の「水産用水基準（改訂版）」を経て現在の「水産用水基準（2000年版）」となった。

## 水産用水基準（2000年版）

## ・生活環境項目

水域	河川		湖沼		海域			
B O D	自然繁殖の 条 件	生育の条件	—		—			
	3mg/L以下 (2mg/L以下)	5mg/L以下 (3mg/L以下)						
C O D *	—		自然繁殖の 条件	生育の条件	一般海域	ノリ養殖場 閉鎖性内湾の 沿岸域		
			4mg/L以下 (2mg/L以下)	5mg/L以下 (3mg/L以下)	1mg/L以下	2mg/L以下		
全リン	0.1mg/L以下		0.1mg/L以下(コイ・フナ) 0.05mg/L以下(ワカサギ) 0.01mg/L以下(サケ科・アユ)		環境基準における 水産1種 0.03mg/L以下 水産2種 0.05mg/L以下 水産3種 0.09mg/L以下			
・無機態リン					ノリ養殖場に最低必要な栄養塩濃度 0.007~0.014mg/L			
全窒素	1mg/L以下		1 mg/L以下(コイ・フナ) 0.6mg/L以下(ワカサギ) 0.2mg/L以下(サケ科・アユ)		環境基準における 水産1種 0.3mg/L以下 水産2種 0.6mg/L以下 水産3種 1.0mg/L以下			
・無機態窒素					ノリ養殖場に最低必要な栄養塩濃度 0.07~0.1mg/L			
D O	6mg/L以上(7mg/L以上)				6 mg/L以上 内湾漁場の夏季底層 4.3mg/L(3ml/L)			
p H	6.7~7.5 生息する生物に悪影響を及ぼすほど p H の急激な変化がないこと				7.8~8.4生息する生物に悪影響を及ぼすほど p H の急激な変化がないこと			
S S	25mg/L以下 (人為的に加えられる懸濁物質は5mg/L以下)。 忌避行動などの反応を起こさ る原因とならないこと。 日光の透過を妨げ、水生植物 の 繁殖、生長に影響を及ぼさな い こと。	サケ・マス・アユ	温水性魚類	1.4mg/L以下 (透明度4.5m 以上)	3.0mg/L以下 (透明度1.0m 以上)	人為的に加えられる懸濁物質は 2mg/L以下。 海藻類の繁殖に適した水深におい て、 必要な照度が保持され、その繁殖、 生長に影響を及ぼさないこと。		
着色	光合成に必要な光の透過が妨げられること。忌避行動の原因とならないこと。							
水温	水産生物に悪影響を及ぼすほど水温の変化がないこと。							
大腸菌群数	1000MPN/100mL (生食用のカキ飼育70MPN/100mL) 以下であること。							
油分	水中には油分が含まれないこと。水面には油膜が認められないこと。							
有害物質	農薬、重金属、シアン、化学物質などが、有害な程度に含まれないこと。							

底質	有機物などによる汚泥床、ミズワタ等の発生をおこさないこと。	COD <sub>OH</sub> 20mg/g乾泥以下 硫化物 0.2mg/g乾泥以下 n-ヘキサン抽出物 0.1%以下
	微細な懸濁物が岩面、礫または砂利などに付着し、種苗の着生、発生あるいはその発育を妨げないこと。 溶出試験（環告14号）により得られた検液の有害物質が水産用水基準の基準値の10倍を下回ること。	

・湖沼においては酸性法、海域においてはアルカリ性法

( ) 内はサケ、マス、アユを対象とする場合

(平成13年6月 (社)日本水産資源保護協会)

環境に関する情報集一(財)九州環境管理協会

## 6. PCBについて

# 埋設廃棄物およびその周辺土壤有害物質汚染調査結果

## (溶出試験の有害物質検出状況)

調査場所	サンプリング	検出濃度(平均値:mg/l。ただし、ダイオキシン類はpg-TEQ/g)。下段は検出範囲。右側は基準超過頻度。													
		ヒ素	総水銀	鉛	ホウ素	フッ素	カドミウム	シス-1,2-ジクロロエチレン	トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン	ベンゼン	PCB			
高アルカリ化水系共生田所 処分場掘削調査	ボーリング	ND	0/2	ND	0/2	ND	0/2	ND	0/2	ND	ND	ND	ND	ND	0/2
旧鴨ヶ池	表層	ND	0/1	ND	0/1	ND	0/1	ND	0/1	ND	0/1	ND	0/2	ND	0/2
高アルカリ化水系共生田所 北尾側平坦部	坪掘	ND	0/3	ND	0/3	<0.01	0/3	ND	ND	<0.005	0/3	<0.04	0/1	<0.03	0/1
北尾側平坦部	坪掘	ND	0/7	ND	0/7	ND	0/7	0.1	0.22	0/4	ND	0/7	ND	0/7	ND
深掘箇所	表層	ND	0/3	ND	0/8	ND	0/27	0.2	0/1	0.46	0/1	ND	0/3	ND	0/1
西側平坦部	坪掘	0.001 ND~0.009	0/16	ND	0/16	ND	0/16	0.1 ND~0.3	0.77 0.33~2.2	3/16 ND~0.005	0.001 ND~0.011	ND 0/16	ND	0/16	ND ND~0.001
処分場中央部	ボーリング	0.002 ND~0.006	0/6	ND	0/6	ND	0/6	0.7 0.2~1.9	0.73 0.33~1.6	2/6 2/6	ND	0/6	ND	0/6	ND 0/6
土壤環境基準値		0.01	0.0005		0.01		1	0.8		0.01	0.04		0.03	0.01	0.01
検出限界値		0.005	0.0005		0.005		0.1	0.08		0.001	0.004		0.002	0.0005	0.001

## (含有試験の有害物質検出状況)

調査場所	サンプリング	検出濃度(平均値:mg/kg。ただし、ダイオキシン類はpg-TEQ/g)。下段は検出範囲。右側は基準超過頻度*。													
		ヒ素	総水銀	鉛	ホウ素	フッ素	カドミウム	PCB	ダイオキシン類						
高アルカリ化水系共生田所 処分場掘削調査	ボーリング	17 ND~34	0/4	ND	0/4	150 77~210	2/4	ND	0/4	ND ND~440	0/4 0.01~0.16	0/4 4/4	46 15~85	0/4	
旧鴨ヶ池	表層	ND	0/1	ND	0/1	120	0/1				ND	0/1	ND	0/1	
高アルカリ化水系共生田所 北尾側平坦部	坪掘	ND	0/3	ND	0/3	120 74~140	0/3				ND	0/3	ND	0/3	
北尾側平坦部	坪掘	ND	0/7	ND	0/7	72 57~100	0/7	ND	0/4	ND	0/4	ND	0/7	0.70 0.40~1.0	
深掘箇所	表層	ND	0/2	ND	0/7	140 97~210	7/26				ND	0/2	0.30 0.20~0.40	53 34~72	0/2
西側平坦部	坪掘	ND	0/2	ND	0/2	180 ND~1000	6/16	ND	0/16	ND	0/2	ND	0/16	0.02 0.02~0.26	100 0.82~1200
処分場中央部	ボーリング	ND	0/6	ND	0/6	110 63~180	1/6	ND	0/6	ND	0/6	ND	0/6	0.39 0.22~0.57	43 15~95
土壤汚染指定基準値		150	15	150		4000	4000		150		—			1000	
検出限界値		15	1.5	15		400	400		15		0.01			—	

注) ※印の含有試験は溶出試験後の固層試料を分析しているため等、参考値。

\*印のPCBは検出頻度。基準が設定されていないため。

処分場浸透水・周縁地下水からのPCB検出状況

区分	帯水層	位置	観測井戸	地盤標高	掘削深さ	ストレーナー位置	検出濃度(右側は基準超過頻度)			pH	電気伝導率 (mS/m)	
							[PCB (mg/L)]	ダイオキシン類 (pg-TEQ/g)	0/1			
周縁・周辺地下水	Ks0砂層	北西側	市No.1	129.25	74.2	71.3~73.2	ND	0/1	0.075	0/1	8.3	427
		南西側	県No.4	150.54	40	20~40	ND	0/1	0.14	0/1	6.8~9.7	17~1398
			市No.6	141.07	135	3.9~25.7	ND	0/1	0.065	0/1	6.5	22
		西側	県No.3	140.26	27.1	9~21	ND	0/17	1.6	1/18	6.1~7.1	13~40
			市No.9	133.67	27	5.7~22.2	ND	0/1	0.12	0/1	6.7	6
	Ks2砂層	南東側	県No.2	140.26	30	12~16	ND	0/17	0.18	0/17	5.5~7.6	4~7
		西側	市事前No.2	132.41	10	8~10			0.032~1.0		5.4	14
			市事前No.7	135.53	12	10~12					4.4~6.2	7~41
		北西側	県No.1	129.07	24	8~24	ND	0/17	0.41	1/17	6.4	18
			市No.8	129.43	22	9.9~17.8	ND	0/2	0.026	0/1	6.2~7.9	35~110
			県No.9	135.72	27	17.3~25.3	ND	0/6	0.45	0/6	6.3~7.0	156~282
			市No.10	128.75	21	10.3~17	ND	0/1	0.42	0/1	8.0	96
沖積層砂層	経営池下流	市No.7	122.77	27	12.9~21.9	ND	0/2	0.015	0/1	7.1	91	
		市No.3	119.33	26.8	18.9~24.4	ND	0/5	0.019	0/2	5.7~9.6	58~153	
	Ks3砂層	経営池下流	市No.5	119.33	14	9.8~13	ND	0/1	0.011	0/1	7.1	56
		北西側	市No.2	129.25	7	5.2~6.1	ND	0/4	0.93	0/1	6.2~7.9	13~38
浸透水・浸出水	中央部	市No.4	119.33	3.5	2.8~3.3						10.3	191
		県No.5		21				0.27	0/1	6.3~11.2	133~250	
		県No.6		3				0.37	0/1	7.1~7.5	319~440	
		県No.8	149.25	22	4~21	ND	0/1	3.8	1/1	7.2	299	
		中央部H16-1	149.75	24	19.2					6.7~7.5	145~462	
		中央部H16-2	150.28	22	21.36					8.4	200	
	廃棄物層	中央部H16-5	150.18	24	19.45					7.4	170	
		中央部H16-6								7.8	211	
		西側平坦部A		2.5						7.5~8.0	210~212	
		西側平坦部C		2.3						7.5	209	
北西側	西側	西側平坦部E		2.5						7.3~7.7	187~230	
		西側平坦部F		2.2						7.8	161	
		西側平坦部G		5						7.6	179	
		県No.7		2.5				0.37	0/1	7.2	146	
	北西側	旧鶴ヶ池井戸H		3.9						7.6	127	
		旧鶴ヶ池井戸J		5						7.9	143	
		水処理施設原水				ND	0/4	0.08 0.077~0.15	0/5	10.6	230	
		地下水環境基準値(安定型処分場維持管理基準)								9.1	240	
検出限界値							0.0005mg/L			8.7	222	
										8.3~9.1	188~266	
地下水環境基準値(安定型処分場維持管理基準)							検出されないこと		1			

## ドラム缶内容物の分析結果

## ○溶出試験結果

確認日	H17.9.30	H17.9.30	H17.9.30	H17.9.30	H17.9.30	H17.12.16	H17.12.17	H17.12.17	H17.12.19	H17.12.20	H17.12.20	H17.12.21	一	検出限界
位置	H	H	H	H	H	F	H	L	G	EF	F	C	二	
検体番号	0930-1	0930-2	0930-3	0930-4	0930-5	1216F5	1217H18	1217L20	1219G16	1220EF10	1220F7	1221C21	51	
性状	燃え殻	燃え殻	燃え殻	燃え殻	燃え殻	鉛さい	コールタール	燃え殻	燃え殻	廃塗料	鉛さい	コールタール	廃塗料	
カドミウム mg/l	ND	ND	ND	ND	ND	0.013	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.001
鉛 mg/l	ND	ND	ND	ND	ND	0.049	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.021	0.005
砒素 mg/l	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.005
総水銀 mg/l	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.0005
PCB mg/l	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.0005
フッ素 mg/l	—	—	—	—	—	0.23	0.18	0.89	0.3	ND	0.67	ND	0.36	0.08
ホウ素 mg/l	1.0	0.7	0.8	0.5	1.5	ND	ND	0.5	0.5	ND	0.7	ND	ND	0.1

## ○含有試驗結果

## 環境中のPCB濃度

### 1 環境保健クライテリア 140PCB他 国際化学物質安全性計画

	濃度範囲	備考
大気	0.00002~0.015 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	
表流水	0.1~0.5 $\mu\text{g}/\text{L}$	
海洋	0.00005~0.0006	
土壌・堆積物 (汚染地域)	0.01~2.0 mg/kg 500	
飲料水	0.001~0.005 $\mu\text{g}/\text{L}$	

### 2 化学物質実態調査(モニタリング調査) 環境省

	濃度範囲	備考
大気(全国)	0.000017~0.0026 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	H14~H16
水質(全国)	0.00006~0.011 $\mu\text{g}/\text{L}$	H14~H16
大阪港	0.0016~0.0046	H14~H16
琵琶湖	0.00029~0.00062	H14~H16
底質(全国)	0.000038~5.6 mg/kg	H14~H16
大阪港	0.42~5.6	H14~H16
琵琶湖	0.00049~0.028	H14~H16

大気暫定環境濃度:0.5  $\mu\text{g}/\text{m}^3$   
 水質環境基準:検出されないこと  
 (0.5  $\mu\text{g}/\text{L}$ )

底質暫定除去基準:10mg/kg