

## [技術資料]

## トリクロロエチレン等を含む廃酸・ 廃アルカリに係る含有量試験方法の検討

Notes on analytical method of the trichloroethylene and  
tetrachloroethylene in waste acids and alkalis

並木 章\* 長谷川 隆\*

Akira NAMIKI and Takashi HASEGAWA

### 1 はじめに

近年、トリクロロエチレン等による地下水及び公共水域の汚染が広がっている。環境汚染を未然に防止するため、すでにトリクロロエチレン等を含む排水や汚泥の溶出試験方法が規定されている。今回、トリクロロエチレン等を含む廃酸・廃アルカリに係る含有量試験方法が、JIS K0125 5. 塩素化炭化水素類 5.1 溶媒抽出ガスクロマトグラフ法の方法がそのまま使用できるかどうかを検討した。

### 2 実験

#### 2.1 試薬

- 1) トリクロロエチレン・テトラクロロエチレン：和光純薬製水質分析用標準液。
- 2) n-ヘキサン：和光純薬製水質分析用
- 3) エチルアルコール：和光純薬製残農用
- 4) 蒸留水：純水装置の純水を再び煮沸して冷却したもの。

n-ヘキサン・エチルアルコール及び蒸留水は、ガスクロマトグラフ分析によってトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンに相当するピーク成分が認められないことを確認したものを、使用した。

#### 2.2 検液の調整方法

試験に用いたトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの検液の調整方法は、次のとおりである。

\* (財)日本環境衛生センター東日本支局環境科学部  
Department of Environmental Science, East  
Japan Branch, Japan Environmental Sanitation  
Center

#### 1) 検液 1

トリクロロエチレン  $1 \text{ mg/ml}$  (n-ヘキサン溶液) 標準液をエタノールで10倍希釈し、その7.5ml及びテトラクロロエチレン  $1 \text{ mg/ml}$  (n-ヘキサン溶液) 標準液をエタノールで10倍希釈し、その8.0mlをそれぞれ分取し、蒸留水で1 lとした。

#### 2) 検液 2

トリクロロエチレン  $1 \text{ mg/ml}$  (n-ヘキサン溶液) 標準液をエタノールで10倍希釈し、その1.5ml及びテトラクロロエチレン  $1 \text{ mg/ml}$  (n-ヘキサン溶液) 標準液をエタノールで10倍希釈し、その2.0mlをそれぞれ分取し、蒸留水で1 lとした。  
検液の濃度を、表1に示す。

表1 検液の濃度

試料名	トリクロロエチレン濃度	テトラクロロエチレン濃度
検液 1	0.5mg/ml	0.2mg/ml
検液 2	0.1mg/ml	0.05mg/ml

#### 2.3 分析方法

JIS K0125 5. 塩素化炭化水素類 5.1 溶媒抽出ガスクロマトグラフ法による。

試料40mlを比色管(容量50ml)に分取し、水質分析用n-ヘキサン10mlを加え、20秒間振り混ぜ静置後、n-ヘキサン層5  $\mu\text{l}$  ガスクロマトグラフに注入する。検量線を越える場合には、n-ヘキサンで希釈して注入する。

#### 2.4 ガスクロマトグラフ分析条件

本試験のガスクロマトグラフ分析条件を、表2に示す。

表2 ガスクロマトグラフ分析条件

項目	分析条件
装置	島津製作所製GC-4 CM
検出器	電子捕獲検出器
分離カラム	内径3mm, 長さ3m, ガラス製 Silicone DC550 15% Chromosorb W AW 60/80mesh.
カラム温度	90°C
キャリア	窒素50ml/分
検出器温度	210°C
試料導入温度	210°C

### 2.5 検量線

トリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン標準液をn-ヘキサンで段階的に希釈して、トリクロロエチレン0.075ng/5 $\mu$ l~0.15ng/5 $\mu$ l, テトラクロロエチレン0.02ng/5 $\mu$ l~0.04ng/5 $\mu$ lの範囲で検量線を作成した。トリクロロエチレンの検量線を、図1に示す。テトラクロロエチレンの検量線を、図2に示す。

## 3 検討結果

### 3.1 振り混ぜた時間によるトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの濃度変化

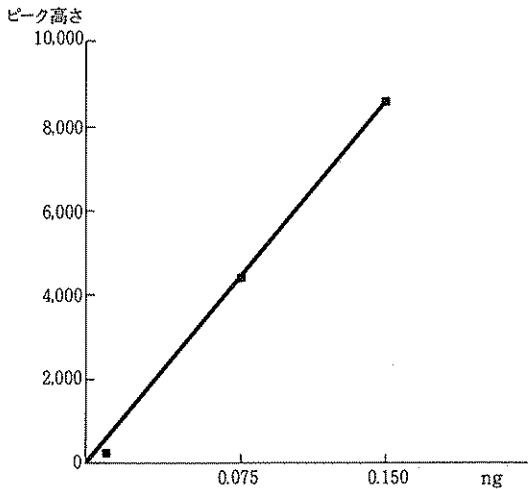


図1 トリクロロエチレンの検量線

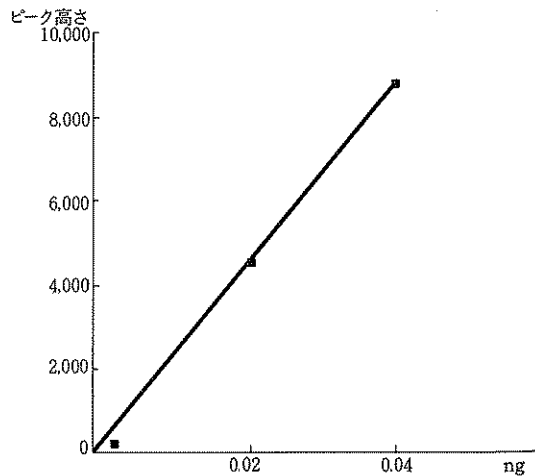


図2 テトラクロロエチレンの検量線

トリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンは、揮発性が高いため振り混ぜ時間による濃度変化が起こる。そこで、検液1及び2を、1 lのメスシリンダに200ml分取しそれぞれ蒸留水で1 lに希釈後、激しく振り混ぜ、その振り混ぜ時間(0, 10, 20, 30, 60秒)に対する濃度変化を3回繰り返して測定を行った。なお、メスシリンダを密栓状態で30分静置してから、測定を行った。結果を、表3・図3及び図4に示す。

トリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンいずれも、直線的に濃度の減少があり、20秒間激しく振り混ぜる時と振り混ぜない時と比較して20%前後濃度の減少がみられる。

### 3.2 放置時間によるトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの濃度変化

トリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンは、揮発性が高いため栓をはずした状態のままでは揮散による濃度減少が予想される。そこで、検液1及び2を、1 lのメスシリンダに200ml分取しそれぞれ蒸留水で1 lに希釈後、メスシリンダの栓をはずした状態で放置(室温)し、その放置時間(0, 1, 3, 5時間)に対する濃度変化を3回繰り返して測定を行った。結果を、表4・図5及び図6に示す。

トリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンいずれも、濃度に関係なく5時間経過しても濃度の減少はみられなく、長時間安定した値が得られた。

表3 振り混ぜ時間によるトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの濃度変化

試料名	繰り返し回数	振り混ぜ時間	トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン
			(mg/l)	(mg/l)
検液1 5倍希釈液 (トリクロロエチレン :0.1mg/l, テトラクロロエチレン :0.04mg/l) 条件:振り 混ぜストローク 2回/秒	1回目	0秒	0.092	0.030
		10秒	0.085	0.027
		20秒	0.081	0.025
		30秒	0.075	0.023
		60秒	0.065	0.020
		60秒	0.050	0.015
	2回目	0秒	0.088	0.028
		10秒	0.079	0.025
		20秒	0.072	0.023
		30秒	0.063	0.019
		60秒	0.050	0.015
		60秒	0.035	0.010
検液2 5倍希釈液 (トリクロロエチレン :0.02mg/l, テトラクロロエチレン :0.01mg/l) 条件:振り 混ぜストローク 2回/秒	1回目	0秒	0.022	0.011
		10秒	0.019	0.009
		20秒	0.017	0.009
		30秒	0.015	0.008
		60秒	0.013	0.007
		60秒	0.008	0.004
	2回目	0秒	0.013	0.009
		10秒	0.012	0.008
		20秒	0.010	0.007
		30秒	0.008	0.005
		60秒	0.006	0.004
		60秒	0.004	0.002
3回目	0秒	0.019	0.010	
	10秒	0.015	0.008	
	20秒	0.013	0.007	
	30秒	0.010	0.005	
	60秒	0.008	0.004	
	60秒	0.005	0.002	

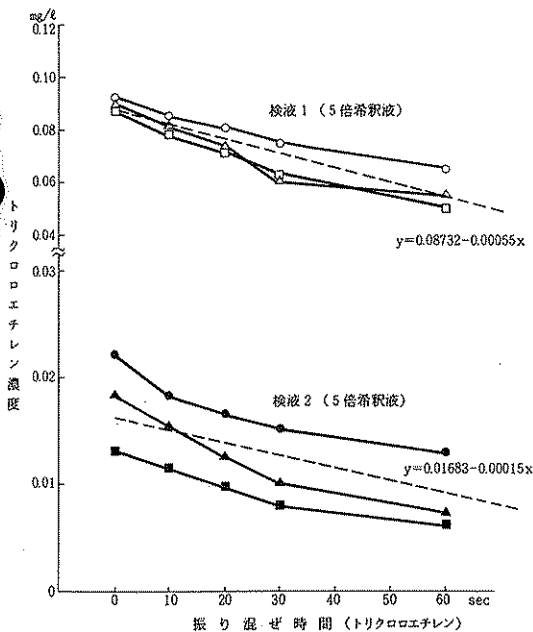


図3 振り混ぜ時間によるトリクロロエチレンの濃度変化

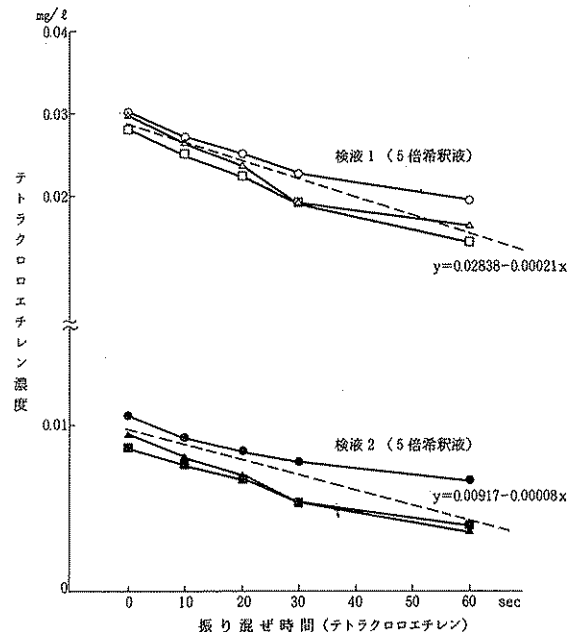


図4 振り混ぜ時間によるテトラクロロエチレンの濃度変化

表4 放置時間によるトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの濃度変化

試料名	繰り返し回数	開放時間	トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン
			(mg/l)	(mg/l)
検液1 (トリクロロエチレン : 0.5mg/l, テトラクロロエチレン : 0.2mg/l) 条件: 室温	1回目	0時間	0.555	0.196
		1時間	0.555	0.193
		3時間	0.554	0.191
		5時間	0.545	0.189
	2回目	0時間	0.522	0.178
		1時間	0.521	0.174
		3時間	0.514	0.172
		5時間	0.505	0.175
	3回目	0時間	0.534	0.184
		1時間	0.534	0.183
		3時間	0.530	0.183
		5時間	0.530	0.197
検液2 (トリクロロエチレン : 0.1mg/l, テトラクロロエチレン : 0.05mg/l) 条件: 室温	1回目	0時間	0.114	0.055
		1時間	0.101	0.056
		3時間	0.105	0.058
		5時間	0.106	0.058
	2回目	0時間	0.083	0.048
		1時間	0.078	0.047
		3時間	0.074	0.046
		5時間	0.072	0.044
	3回目	0時間	0.105	0.050
		1時間	0.096	0.049
		3時間	0.093	0.048
		5時間	0.092	0.047

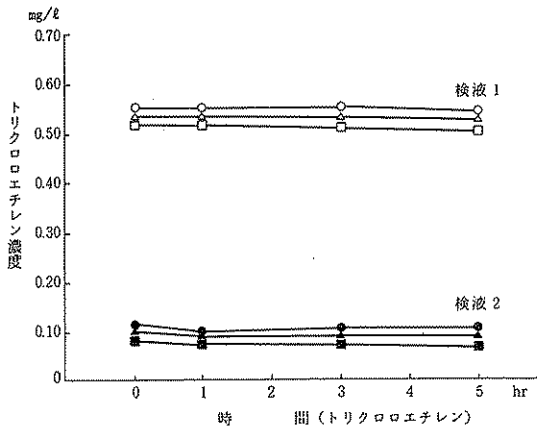


図5 放置時間によるトリクロロエチレンの濃度変化

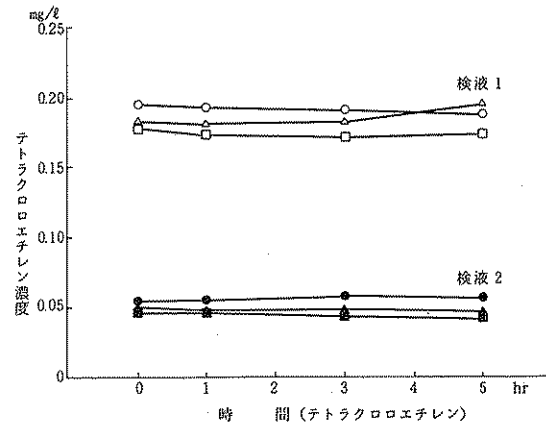


図6 放置時間によるテトラクロロエチレンの濃度変化

### 3.3 廃アルカリ溶液を用いたトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン添加回収試験

廃アルカリ (pH12.5 酸性排ガス洗浄廃液) に、試験検液を添加し 2.2.2 の分析方法により濃度を求めた。なお、あらかじめ廃アルカリ中のトリクロロエチレン及

びテトラクロロエチレンの濃度を求めた結果、トリクロロエチレンが $0.54\text{mg/l}$ 含まれていた。そこで、テトラクロロエチレンだけを添加した。廃アルカリ溶液を用いたトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン添加回収試験結果を、表5に示す。

表5 廃アルカリ溶液を用いたトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン添加回収試験結果

トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン
0.54mg/ℓ	添加量 0.16mg/ℓ
(廃アルカリ溶液中)	回収量 0.15mg/ℓ

3.4 酸性溶液を用いたトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン添加回収試験

廃酸溶液を用いてトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン添加回収試験を行おうとしたが、廃酸溶液の中に3000mg/ℓ程のトリクロロエチレンを含み、添加回収試験に不適であったので、この廃酸溶液に近いpHを塩酸を用いて蒸留水で調整し、トリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンを添加し、回収試験を行った。

酸性溶液を用いたトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン添加回収試験結果を、表6に示す。

表6 酸性溶液を用いたトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン添加回収試験結果 (pH3)

トリクロロエチレン		テトラクロロエチレン	
添加量	回収量	添加量	回収量
0.1mg/ℓ	0.11mg/ℓ	0.05mg/ℓ	0.05mgmg/ℓ
0.5mg/ℓ	0.55mg/ℓ	0.2mg/ℓ	0.19mg/ℓ

トリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの分析において、溶液のpHによる影響はみられなかった。

4 応用分析

検討結果をふまえて、実試料について2.2.2の分析方法により分析を行った。廃酸(エッチング液)・廃アルカリ(酸性排ガスの洗浄廃液)及び洗煙水について、トリクロロエチレン等を含む含有量試験を行った。分析結果を、表7・表8及び表9に示す。又、応用分析例を図7・8に示す。

表7 廃酸(エッチング液)含有量試験結果 (pH3.4)

トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン
$3.1 \times 10^3$ mg/ℓ	トリクロロエチレンの濃度が高くて定量不能

表8 廃アルカリ(酸性排ガスの洗浄廃液)含有量試験結果 (pH7.5)

トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン
0.54mg/ℓ	<0.002mg/ℓ

表9 洗煙水含有量試験結果 (pH7.5)

トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン
0.16mg/ℓ	<0.002mg/ℓ

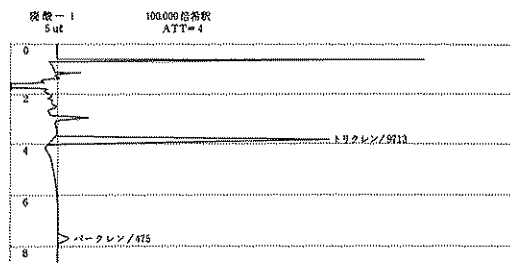


図7 廃酸中のトリクロロエチレン分析例

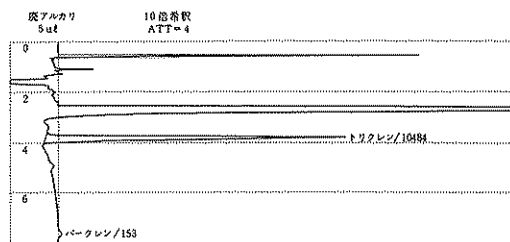


図8 廃アルカリ中のトリクロロエチレン分析例

5 まとめ

トリクロロエチレン等を含む廃酸・廃アルカリに係る含有量試験方法が、JIS K0125 5.塩素化炭化水素類 5.1 溶媒抽出ガスクロマトグラフ法の方法がそのまま使用できるかどうかを検討したが、この方法で十分測定することができることがわかった。

なお、この検討は、告示(平成元年9月18日に公布)以前に行ったものである。

参考文献

- 1) 李 東勲・他：トリクロロエチレンの水・固形廃棄物間の分配係数測定法について、水質汚濁研究, Vol.13, No.4, p255~259, 1990.
- 2) 環境庁水質保全局水質管理課・水質規制課：トリクロロエチレン等の排出状況及び地下水等の汚染状況について、公害と対策, Vol.24, No.3, 1998
- 3) 金澤 純：土壌中の有機塩素化合物の分析方法、産業公害, Vol.26, No.4, p35~41, 1990.
- 4) 吉川サナエ：土壌・底質中の低沸点有機塩素化合物について、環境測定技術, Vol.16, No.6, p17~29, 1989.
- 5) 村田徳治：現在話題になっている化学系廃棄物の基礎知識、環境技術会誌, Vol.60, p13~18, 1989.
- 6) 藤倉まなみ：トリクロロエチレン等を含む廃棄物の最終処分基準等の設定について、生活と環境, Vol.34, No.10, p46~50, 1989.