

土壌溶出試験における鉛試験値ばらつきに対する検液濁度の影響評価

梁矢雅之・東野和雄・佐藤綾子・下間志正

【要約】体系的に土壌溶出試験の各工程の操作条件を変更した包括的な溶出試験を実施し、得られた検液の濁度と鉛濃度との関係について評価した。その結果、土壌溶出試験における鉛試験値のばらつきは、操作条件の違いによって最終検液に移行する濁質成分量が変動し、それらに吸着した鉛の移行量も変動したことが主な原因であることが示された。

【目的】

本研究では、公定法をはじめとするバッチ式土壌溶出試験における鉛溶出濃度のばらつきの主な原因は、最終検液に移行する濁質成分とそれら濁質成分に吸着した鉛の量の違いに起因することを明らかにするため、溶出試験各工程の操作条件（振とう方向、溶媒種、遠心分離条件、メンブレンフィルター（MF）の孔径、材質等）の組み合わせ（126通り）を変更した包括的な土壌溶出試験を実施し、得られた検液の濁度と鉛濃度のデータの関係に着目した解析を試みた。

【方法】

試料：本試験には、都内より採取した鉛汚染土壌1検体を用いた。土壌は入手後、約7日間風乾させた後にふるいを行い、粒径<2mmのものを試験試料とした。

試験方法：土壌溶出試験における粒径調整・風乾後の試験操作は、大きく分けて①「試験試料の作成」、②「振とう抽出」、③「固液分離操作（遠心分離と吸引ろ過）」の順に実施される。本試験では、①-③の操作について、表1に記載する操作条件の組み合わせを変更した土壌溶出試験を実施した（表1(2)、(4)、(5-1)、(5-2)の工程に関して、◆に示すいずれか一つの条件を選択して試験を実施した。）。結果として、①、②、③の工程の操作条件の組み合わせを変更した溶出試験を合計で126通り実施した（ $n=300$ ）。また、以上の操作で得られた検液の一部を孔径0.10 μm -MF（CEM製）で再ろ過し、濁質成分をほとんど含まない検液を作成し、濁質除去の試験結果に対する影響評価用の検液とした。以上の溶出試験より得た全てのろ液の濁度と鉛濃度（鉛濃度の測定は、酸処理後にICP-MSを用いて実施）を測定し、濁度と鉛濃度の関係について総合的に解析した。

【結果の概要】

分散性の濁質成分を含む鉛汚染土壌を対象に、抽出溶媒、抽出方法、固液分離（遠心分離、ろ過）方法を126通りの組み合わせで変更した包括的なバッチ式溶出試験を実施した結果として以下の知見が得られた。

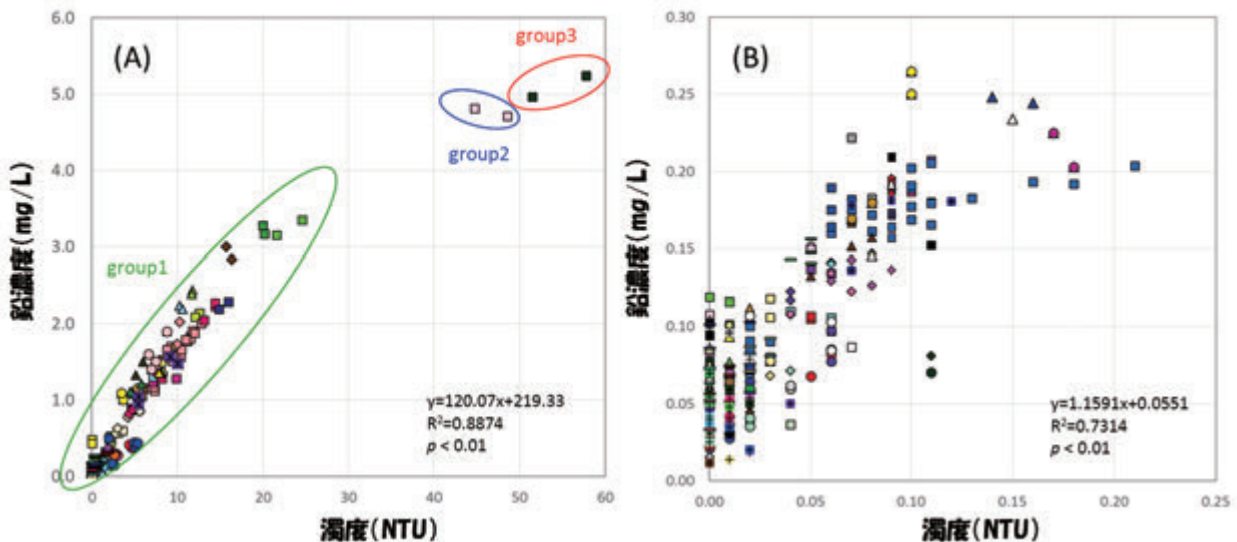
- (1) 溶出試験の操作条件の違いに応じてろ液の濁度及び鉛濃度が大きく変動した。それら条件の異なる溶出試験から得られたすべての検液の濁度と鉛濃度との関係について解析した結果、両者の間には強い正の相関関係が認められた（図1-A）。以上の結果は、バッチ式土壌溶出試験において、試験条件が異なる際に鉛分析値に相違がみられる主な原因は、最終検液に移行する分散性の濁質成分に吸着した鉛の影響であることを強く示唆する。
- (2) 操作条件の異なる溶出試験から得た孔径0.45 μm -MFのろ液を孔径0.10 μm -MFで再ろ過した結果、依然として鉛濃度と濁度との間に正の相関関係が認められたものの、ろ液の濁度の低下に伴い、鉛分析値の変動幅が大幅に縮小した（図1-B）。このことは、異なる手法で実施した溶出試験であっても、最終検液から分散性の濁質成分を除去することで安定した鉛分析値が得られることを示唆している。

結論として、バッチ式土壌溶出試験における鉛溶出試験値の精度管理を行う上で、最終溶液に移行する濁質成分量を安定化させることが重要と考えられる。鉛分析値の安定化の観点から考えると、分散性の濁質成分を極力除去する操作の導入が望ましいと思われる。しかしながら、実環境下における汚染土壌からの鉛溶出リスクの観点から考えた場合、土壌から地下水への分散性濁質成分の移行量の評価、及び濁質成分に吸着した鉛の地下水環境の変化に伴う再溶出リスクの検証等を行う必要があると考える。試験精度管理・溶出リスクの両面から考え、濁質成分を含めた評価、あるいは濁質成分を除去し、溶存成分のみを対象にした試験評価のいずれが実環境を反映するに相応しいより適切な評価となり得るのか、今後の議論が必要である。

表1 溶出試験の条件

<p><1> 土壌試料</p> <ul style="list-style-type: none"> ◆鉛汚染土壌 (<2mm, 風乾済) <p><2> 抽出溶媒</p> <ul style="list-style-type: none"> ◆純水 ◆pH調整水 ◆人工雨水 ◆CaCl₂ 溶液 (0.0005, 0.001, 0.005, 0.01mol/l) ◆CH₃COONH₄ 溶液 (0.0005, 0.001, 0.005, 0.01mol/l) <p><3> 液固比(L/kg)</p> <ul style="list-style-type: none"> ◆10:1 <p><4> 振とう方向</p> <ul style="list-style-type: none"> ◆水平振とう (200 rpm, 6h) ◆鉛直振とう (200 rpm, 6h) 	<p><5> 固液分離</p> <p><5-1> 遠心分離</p> <ul style="list-style-type: none"> ◆0 rpm for 20min ◆500 rpm for 20min ◆1500 rpm for 20min ◆3000 rpm for 20min ◆4300 rpm (3000 g) for 20min ◆4300 rpm (3000 g) for 3h <p><5-2> ろ過</p> <p>メンブレンフィルター(MF)の材質と孔径(μm)</p> <ul style="list-style-type: none"> ◆mixes cellulose ester membrane (CEM) (10μm) ◆CEM(5μm) ◆CEM(Company A product) (0.45μm) ◆CEM(Company B product) (0.45μm) ◆CEM(10μm)+CEM(0.45μm) ◆CEM(5μm)+CEM(0.45μm) ◆polycarbonate (0.4μm) ◆polyether sulfone (0.45μm) ◆hydrophilic poly vinylidene fluoride (0.45μm) ◆hydrophilic nylon (0.45μm) ◆hydrophilic Teflon (0.45μm) ◆CEM(0.10μm)*
--	--

※ <2>、<4>、<5-1>、<5-2>の工程に関して、◆に示すいずれか一つの条件を選択して試験を実施(合計126通りの組み合わせ変更試験を実施。)



(A) :ろ過に孔径0.45μm以上のMF(グループ1:孔径0.45μm、グループ2:孔径5μm、グループ3:孔径10μm)を使用した結果(126通り)

(B) (A)のろ液(グループ2と3を除く。)を孔径0.10μmのMF(CEM製)を使用して再ろ過した結果(124通り)

※なお、図中のプロットの色と形の違いは、溶出試験操作条件の違いを意味する。

図1 操作条件の異なる土壌溶出試験から得た検液中鉛濃度と濁度との関係

土壌溶出試験の試料調製に用いた溶媒種、振とう条件、遠心分離条件、ろ過条件等の組み合わせを変更した場合、最終検液の濁度と鉛溶出試験値は大きく変動し、それら最終検液の濁度と鉛溶出濃度の間に強い正の相関関係が確認された(図1-A)。また、孔径0.45μm-MF(図1-A)のろ液を孔径0.10μm-MF(図1-B)で再ろ過した場合、そのろ液中の濁度が大幅に低下し、操作条件の異なる検液間の鉛濃度の差が大幅に縮小した。