

FT-IR を用いた PCB 汚染土壌の迅速定量法

Rapid quantification method for PCB contaminated soil using FT-IR

○小倉伸夫¹, 大岡幸裕

(¹株式会社クレハ環境)

Nobuo Ogura (KUREHA ECOLOGY MANAGEMENT CO.,LTD.)

e-mail: nobuo_ogura@kurekan.co.jp

【はじめに】

PCB 廃棄物は、PCB 特別措置法により 2027 年 3 月までに処理することとされており、10%以下の低濃度 PCB 廃棄物については、2013 年以降、大臣認定を受けた処理施設での処理が行われている。

「PCB 特別措置法に基づく PCB 廃棄物の保管等の届出の全国集計結果¹⁾」にて各種 PCB 廃棄物の処理が順調に進んでいることが伺えるが、一事業所あたりの保管量を推算すると、汚泥は横ばい傾向であり、処理が後回しになっているようにも読み取れる (Fig1)。PCB 廃棄物における汚泥では、PCB 絶縁油漏洩や有害物質埋設などによる汚染土壌が多いことから、“多種多様のマトリックス成分が含有” “専用容器での小分け保管により測定対応が困難” “Lot 間変動が大きい” などの特徴がある。「低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法²⁾」(以下、マニュアル法)での測定には時間とコストが掛かり過ぎてしまい、低濃度 PCB 廃棄物としての扱い可否判断が遅れて処理が後回しになっていると考察する。

弊社では蛍光 X 線分析装置を用いた感圧複写紙の PCB スクリーニング方法³⁾を検討・運用してきたが、汚染土壌のような塩素含有マトリックスが多い廃棄物では適用困難であった。そこで、ハンドヘルド型フーリエ変換赤外分光法(以下、FT-IR)を用いた PCB 汚染土壌からの PCB 同定および迅速定量を検討したところ、マニュアル法と近い定量結果を得られることができた。よって汚染土壌に対して迅速に処理の判断が出来る手法であると考えられたため、その方法について報告する。

【方法】

2 種類 (Table1) の PCB 汚染土壌を準備し、土壌に FT-IR を直接当てて測定を行ったところ、Fig2 のような 650 ~1650 cm^{-1} の範囲に多くのピークが見られる IR スペクトルが得られた。この範囲を定性分析した結果、土壌 A は類似度 98%以上でカネクロール (以下、KC) やアロクロール (以下、AC) などの PCB と同定されたが、土壌 B

では水や除草剤や有機顔料などの成分と同定された。この 2 種類を比較すると土壌の表面状態に違いがあることから、表面に存在する油分の量が FT-IR の測定結果を大きく左右させたと推測される。そこで測定精度を向上させるために、土壌からの簡易的な油分抽出ならびに測定・評価検討を行った。

- 抽出：短時間かつ簡便の観点から、抽出溶媒にヘキサン (以下、Hex) を用いた超音波抽出を選択。なお、抽出した Hex 層には水分や土壌などが混在することが推測できるため、抽出後には遠心分離機でマトリックス成分の簡易除去を行う。
- 測定：FT-IR では全反射法である ATR を選択し、抽出液をそのまま滴下して波数領域 650~

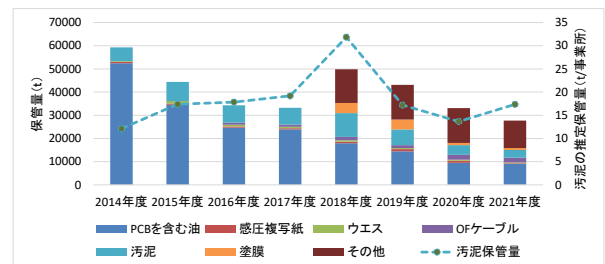


Fig1 PCB 廃棄物の保管量 (一部抜粋)

Table1. PCB 汚染土壌

	土壌 A	土壌 B
臭い	強い油臭	微臭
表面状態	油分	一部油分
PCB 濃度	26,000mg/kg	8,600mg/kg

4000cm⁻¹ を測定するとし、650~1650 cm⁻¹ の範囲を同定分析する。

3. 評価：PCB の IR スペクトルの中から特異的なピークを洗い出し、これらのピーク強度を用いた簡易的な定量を試み、マニュアル法での PCB 濃度との関係性を把握する。

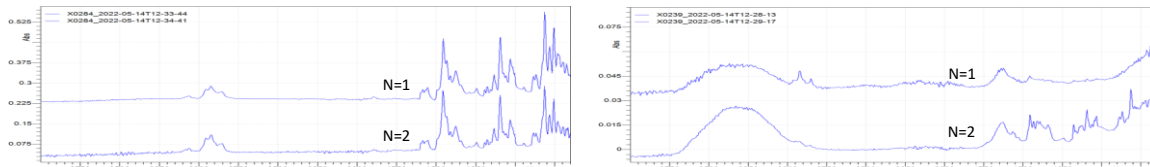


Fig2. PCB 汚染土壌の IR スペクトル (左図：土壌 A、右図：土壌 B)

【結果と考察】

PCB と同定されなかった土壌 B を用い、土壌 1g に対して Hex を 1ml の割合で遠沈管に入れて 30 分間の超音波抽出を行った。その後、数分間の遠心分離にて Hex 層中のマトリクス成分を沈降除去させ、上層を FT-IR 測定した結果、Hex に酷似した IR スペクトルが得られた。このスペクトルから Hex の IR スペクトルを減算して同定分析を行ったところ、類似度 80%以上で KC や AC と判断されたため、本法にて PCB 含有濃度 1%未満の土壌についても PCB 含有判定が可能と示唆された。

Hex 由来ピークを減算する際、一部の PCB 由来ピークに影響を与えている可能性がある。そこで、Hex 由来ピークと重ならない KC 由来ピーク 5 本を選定して定量用ピークとした。土壌試料を増やして 5 本のピーク強度とマニュアル法の関係性を確認すると良好な相関関係が見られた (Fig4)。この近似直線を検量線に用い、新たな土壌の PCB 濃度を推算した結果、Table2 のように公定法であるマニュアル法に近い値となった。よって、本法は PCB 廃棄物の 1 種である汚染土壌に対して迅速に処理の判定が出来る手法であると考えられた。

【結論】

Hex を用いて PCB 汚染土壌から油分を抽出し、FT-IR 測定より得られた IR スペクトルを使って PCB の同定ならび定量が可能であることが確認された。これにより本法を用いることで、専用容器に小分け保管されている汚染土壌の中から PCB 濃度 10%以上であることが疑われる高濃度汚染土壌を見つけ出せる。マニュアル法時の再測定やコンタミによるコストと時間が削減され、処理方法の提案および決定が素早く出来るようになる。結果、PCB 処理のスピードアップに貢献も繋げられる。

【参考文献】

- 1) 環境省：PCB 特別措置法に基づく PCB 廃棄物の保管等の届出の全国集計結果
- 2) 環境省（令和 2 年 10 月）：低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法（第 5 版）
- 3) 第 30 回環境化学討論会（2022 年）：感圧複写紙の PCB スクリーニング測定



Fig3. Hex 抽出液の IR スペクトル

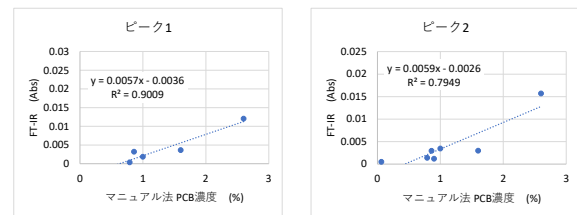


Fig4. PCB 濃度とピーク強度の関係例

Table2. PCB 濃度の定量結果比較

	PCB濃度 (%)				
	Sample1	Sample2	Sample3	Sample4	Sample5
マニュアル法	0.86	0.97	2.00	2.80	8.80
本法 (平均)	1.00	0.82	1.54	1.63	5.04
本法 (ピーク1)	1.34	1.04	1.67	1.45	4.10
本法 (ピーク2)	0.84	0.61	0.98	1.04	3.75
本法 (ピーク3)	0.92	0.93	1.63	1.96	6.16
本法 (ピーク4)	0.88	0.46	1.74	1.86	6.60
本法 (ピーク5)	1.02	1.08	1.69	1.85	4.59