

廃棄物溶出試験における問題点 ——テフロンへのテトラクロロエチレン等の吸収について——

毛利 孝明・黒田 弘之

I はじめに

トリクロロエチレン、テトラクロロエチレンの溶出試験については、平成元年「廃棄物の処理及び清掃に関する法律施行令」並びに「海洋汚染及び海上災害の防止に関する法律施行令」が改正され試験法が定められた。すなわち、三角フラスコに試料と溶媒を重量比1:10の割合になるように取り、攪拌子を入れてマグネチックスターラーで4時間攪拌する方法である。攪拌子としてはテフロン製のものが一般的に使用されているが、クリーニング汚泥等の高濃度の試料の溶出試験を行った場合、テトラクロロエチレンがテフロン攪拌子に吸収され、次の溶出試験の際に溶出してくる現象が認められた。そこでいくつかの低沸点有機塩素化合物のテフロンへの吸収について検討を行った。

II 方法

1. 測定物質 クロロホルム、1, 1, 1-トリクロロエタン、四塩化炭素、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン
2. 器具 テフロン攪拌子 (40mm×8mm, TFE製)
ガラス攪拌子 (45mm×7mm)
共栓三角フラスコ (500ml)
3. 装置 ECD-GC (島津GC-4CM)
カラム: 15%Silicone DC-550 (3mm×3m)
キャリアーガス: N₂ 20ml/min,
40ml/min
カラム温度: 50°, 80°
注入口及び検出器温度: 200°
4. 実験1

テフロン攪拌子に吸収された低沸点有機塩素化合物を定量することは困難であったので次のような方法で実験を行い、吸収量の比較を行った。500mlの三角フラスコに溶媒として水を入れ、濃度が0.01~1,000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ になるように各物質を加え、テフロン攪拌子及びガラス攪拌子を入れて4時間攪拌する。攪拌子を洗剤に20時間浸漬した後攪拌子を取り出し三角フラスコに水を入れ、さらに

4時間攪拌する。この水をヘキサンで抽出しECD-GCで水中に溶出した各物質の濃度を測定した。

5. 実験2

低濃度で溶出試験を行った場合、各物質がテフロン攪拌子に吸収されて減少するかどうかについて検討を行った。1, 1, 1-トリクロロエタン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレンの0.01 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の溶液を500mlの三角フラスコに作成し、テフロン攪拌子及びガラス攪拌子を入れ4時間攪拌後、水中に残存する各物質の濃度を測定した。

6. 実験3

テフロン攪拌子に吸収されたトリクロロエチレン、テトラクロロエチレンを除去する方法について検討した。100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の水溶液中にテフロン攪拌子を入れ4時間攪拌した後、下記の条件で処理し、さらに500mlの三角フラスコに水をいれて4時間攪拌後水中のトリクロロエチレン、テトラクロロエチレンの濃度を測定し、残存率を求めた。残存率は100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の水溶液中で攪拌後、直ちに溶出を行った場合の溶出濃度(トリクロロエチレン0.068 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、テトラクロロエチレン0.19 $\mu\text{g}/\text{ml}$)を100%として計算した。

- ・水、洗剤、ヘキサン、アセトン中で攪拌
または静置
- ・室温で放置
- ・乾燥器(170°) 4~8時間加熱
- ・アスピレータで4時間減圧

III 結果・考察

1. 実験1の結果を表1及び図1に示す。テフロン攪拌子を使用した場合、いずれの低沸点有機塩素化合物でも吸収が見られ、その度合いはテトラクロロエチレン>トリクロロエチレン>四塩化炭素>1, 1, 1-トリクロロエタン>クロロホルムの順であった。テトラクロロエチレンについては、100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 以上の濃度では頭打ちになる傾向が見られた。クロロホルムはほとんど吸収されず、1,000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ で溶出があったのみである。ガラス攪拌子の場合ほどの濃度でも吸収は全く見られなかった。

表1 実験1による各物質の溶出濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

試験液濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.01		0.10		1.0		10.0		100		300		1000	
	テフロン	ガラス	テフロン	ガラス	テフロン	ガラス	テフロン	ガラス	テフロン	ガラス	テフロン	ガラス	テフロン	ガラス
クロロホルム	—	—	—	—	ND	ND	ND	ND	ND	ND	—	—	0.0056	ND
1, 1, 1-トリクロロエタン	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.0012	ND	—	—	0.015	ND
四塩化炭素	—	—	—	—	ND	ND	0.00036	ND	0.0030	ND	—	—	0.022	ND
トリクロロエチレン	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.0030	ND	0.013	ND	0.040	ND
テトラクロロエチレン	ND	ND	ND	ND	0.00034	ND	0.0059	ND	0.042	ND	0.056	ND	0.081	ND

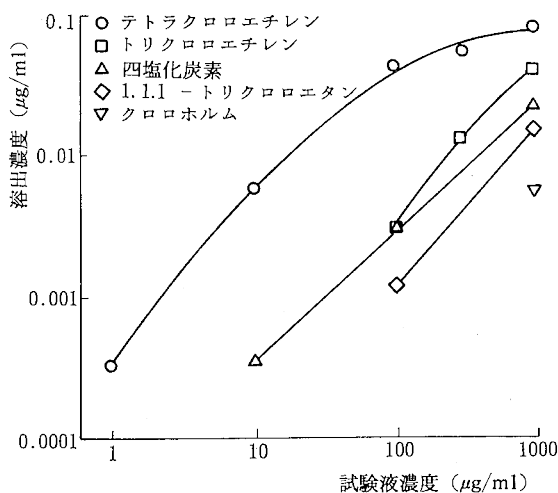


図1 実験1による試験液濃度と溶出濃度の関係

2. 実験2の結果を表2に示す。この条件における各物質の残存濃度は、テフロン攪拌子とガラス攪拌子との間で差異は見られなかった。

3. 実験3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残存率を表3に示す。水中及び洗剤中で20 h攪拌した場合の残存率は4~7%であった。室温で20 h放置した場合もほとんど同じで結果であった。ヘキサン及びアセトン中で20 h攪拌した場合は、1~2%の残存率であった。アスピレーターで4 h減圧にした場合、残存率は20%前後で除去効果は少なかった。170°の乾燥器で4 h加熱すると、トリクロロエチレンは検出されなくなり、テトラクロロエチレンの残存率は0.3%となった。

表2 実験2による各物質の残存濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

試験液濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.01	
	テフロン	ガラス
1, 1, 1-トリクロロエタン	0.0052	0.0053
トリクロロエチレン	0.0060	0.0060
テトラクロロエチレン	0.0054	0.0054

表3 実験3による各物質の残存率 (%)

処 理 法		トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン
未	処 理	100	100
水 (20 h)	攪拌	4.0	6.8
	静置	6.9	20.5
洗剤 (20 h)	攪拌	4.7	7.4
	静置	11.9	32.6
ヘキサン (20 h)	攪拌	2.1	1.6
	静置	2.2	1.2
アセトン (20 h)	攪拌	1.5	1.0
	静置	3.1	2.0
室温放置 (20 h)		4.3	6.8
乾燥 (170° 4 h)		0.0	0.3
乾燥 (170° 8 h)		0.0	0.0
減圧 (4 h)		20.6	17.4

8 h加熱では両者とも検出されなくなった。このように、加熱による除去効果が最も大きいことがわかった。

IV まとめ

1. クリーニング汚泥等テトラクロロエチレンを高濃度に含有する検体の溶出試験についてはガラス攪拌子を使用することが望ましい。テフロン攪拌子を使った場合は、使用后吸収されたテトラクロロエチレンを加熱等により除く必要がある。
2. テフロンにはこれら以外にも多くの物質が吸収、吸着される可能性があり、テフロンを使った器具を微量分析に用いる場合は十分注意を払う必要がある。