

(S4-13) 上向流カラム通水試験の国際標準化への取組み状況(3)

○保高徹生¹・肴倉宏史²・田本修一³・ISO/TC190 部会⁴¹産業技術総合研究所・²国立環境研究所・³寒地土木研究所・⁴土壌環境センター

1. はじめに

汚染土壌に起因する環境リスクを評価する際に、汚染物質の溶出特性を把握することは重要である。溶出試験は、基準値への適合の有無を確認する判定試験 (Compliance Test) と、溶出特性を把握するための特性化試験 (Basic Characterization Test) に大別される。この特性化試験には、上向流カラム通水試験、シリアルバッチ試験、pH 依存性試験などが含まれる。日本においては、判定試験としてバッチ試験である環境省告示 46 号試験が採用されているが、特性化試験に関しては国内規格がないのが現状である。

これらの特性化試験のうち、上向流カラム通水試験は、ISO/TC 190 “Soil quality” (第 190 技術委員会「地盤環境」) SC 7 “Soil and site assessment” において、ISO/TS 21268-3 “Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials Part 3: Up-flow percolation test”¹⁾として標準化されているが、現状は技術仕様 (TS: Technical Specification) にとどまっている。

そこで ISO/TC 190 国内専門委員会は、ISO/TS 21268-3 を正式な ISO 規格とするため、2014 年 10 月ベルリンでの TC190 の総会において、ISO/TS 21268-3 の定期見直しの機会に、技術仕様を正式 ISO とするための作業着手を提案した。その結果、日本がプロジェクト主体となり推進することが決定されたことは第 1 報 (2015 年 6 月) で報告をした²⁾。また、第 2 報 (2016 年 6 月) では、バリデーションスタディの結果と 2015 年のウィーンでの ISO 総会の概要を報告した³⁾。本稿では、ISO/TS 21268-3 におけるカラム国際標準化の取組みについて、これまでの経緯及び 2016 年のパリ総会での提案内容等、標準化に向けた進捗報告を行う。

2. ISO/TS 21268-3 の概要

ISO/TS 21268 は、ISO/TC190 SC7 WG6 により準備されており、Part 3 が上向流カラム通水試験である。なお Part 1 は液固比 2 のバッチ溶出試験、Part 2 は液固比 10 のバッチ溶出試験、Part 4 は酸/アルカリ添加による pH 影響試験である。上向流カラム通水試験は、短期/長期の溶出挙動に関する情報を得ることを目的とした “Basic characterization test” として位置づけられており、参照値 (基準値) 等と比較するための試験である “Compliance test” とは異なる位置づけである。

ISO/TS 21268-3 「上向流カラム通水試験」の概要を表-1 および図-1 に示す。試験装置は、溶媒タンク、ポンプ、カラム、採水タンクから構成され、毎時 10~15 mL で濃度 1 mmol/L の塩化カルシウム溶液を通水し、液固比 10 まで通水を行う。採水は表-1 の採取頻度に示した 7 画分で行い、それぞれの画分毎に対象物質を分析することで、対象汚染土壌からの汚染物質の溶出特性を評価する。

表-1 ISO/TS 21268-3 「Up-flow percolation test」の概要¹⁾

サンプルの状態	湿潤 (ただし、含水により破砕できない場合には乾燥することも認める。)
試料の最大粒径	95 %が 4 mm 以下であること。
カラム直径	5 cm or 10 cm
カラム高	30 ± 5 cm
通水速度	10~15 mL/h (5cm のカラムの場合)
充填方法	5 層に分割して充填し、各層はさらに 3 つのサブ層に分解して充填を行う (計 15 層で充填の実施)。各サブ層の締めは、125 g (直径 5cm カラム) のおもり、もしくは 250g (直径 10cm のカラム) のおもりを用いて、20cm の高さから 3 回落下させる。
溶媒	1 mM の CaCl ₂ を含んだイオン交換水等を用いる。
採取頻度	L/S (液固比) 0.1、0.2、0.5、1、2、5、10

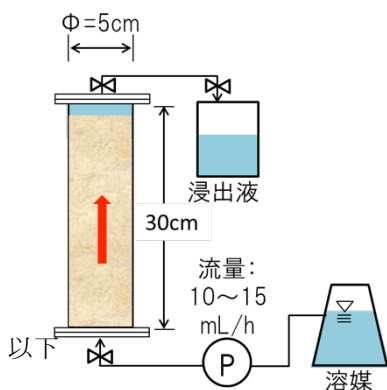
Upgrade of up-flow percolation test ISO/TS 21268-3 (3)

Tetsuo Yasutaka¹, Hirofumi Sakanakura², Shuichi Tamoto³ and ISO/TC 190 Study Group⁴

(1)AIST, (2)NIES, (3)Civil Engineering Research Institute for Cold Region, (4)GEPC)

連絡先: 〒102-0083 東京都千代田区麹町 4-5 KS ビル 3F 一般社団法人土壌環境センター

TEL 03-5215-5955 FAX 03-5215-5954 E-mail info@gepc.or.jp



図－1 カラム試験の概念図



図－2 カラム試験の写真

3. 規格化に向けたこれまでの取り組み

3.1 国内体制

規格化に向けた国内の体制としては、産業技術総合研究所 地圏資源環境研究部門が中心となり、国立環境研究所、寒地土木研究所、電力中央研究所、福岡大学、京都大学等と連携して、土壤環境センターISO/TC 190 部会、地盤工学会（TC 190 国内審議団体）、大学、民間企業等のバックアップを受け検討を進めている。

3.2 2014年ベルリン総会

2014年10月ベルリン総会において、ISO/TS 21268-3の技術仕様を正式ISOとするための作業着手を提案し、その結果、日本がプロジェクトリーダーとして推進することが決定された。プロジェクト期間は、2014年10月から2017年9月までの3年間であり、実施予定事項は精度評価試験、規格の内容の見直しである。

3.3 2015年ウィーン総会

精度評価試験や影響評価試験結果および国内での関係者の議論を踏まえ、2015年10月にウィーンで開催されたISO TC190総会では、現状のISO/TS 21268-3規格は、日本が実施した精度評価試験の結果よりISO化に向けて十分な精度を持っていること、さらに以下の4項目について日本よりISO/TS 21268-3の改訂に関する提案を行った。

- ① 流速：現行規格では、試験流速は12 mL/hであるが、試験期間の短縮を目的として、日本が実施した影響評価試験の結果より、通水流速を12~36 mL/hの範囲で認めるようにすることを提案した。
- ② 初期飽和期間：現行規格では、初期飽和は2日間以上であるが、試験期間の短縮を目的として、日本が実施した影響評価試験の結果より、初期飽和の時間を16時間以上とすることを提案した。
- ③ 通水溶媒種：現行規格では、通水溶媒は1 mmol/Lの塩化カルシウム溶液であるが、イオン交換水も認めるように提案を行った。
- ④ その他：液固比10の採水時の誤差範囲、サンプリングを実施する液固比の柔軟性に関する表記、カラム直径、DOCの測定に関して提案を行った。

これらの提案に対して、総会では基本的に前向きなコメントを受けたが、特に影響評価試験に関して土壤種が1種類のみであることから、追加試験の必要性が指摘され、またデンマーク・オランダより事前コメントがあった。結論として、2016年3月末までにISO/TC190 SC7 WG6に日本より追加試験案を提出し、4月末までにWG6内で試験内容を審議することとなった。日本はこの審議結果を受けて、追加試験を実施し、その結果を受けて10月の総会までに正式なISO化に向けた提案を実施することとなった。

3.4 2016年パリ総会

2016年の総会は9月末にパリのAFNORで開催された。コンビナーのRob Comans氏（オランダ）をはじめ、オーストラリア、オランダ、ドイツ、フランス、韓国、イギリス、日本の計13名で会議が開催された。会議の内容は、ISO/TS 21268-1-3(Soil quality Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials Part 1-3)のパリレーションデータについてバッチ試験についてはドイツから、カラム試験については日本から説明がなされた。概ね内容について合意がなされたが、バッチ試験で1 mmol/L塩化カルシウム溶液だけでなく脱イオン水の使用も認める、という提案がドイツから提案されたが、オランダから脱イオン水は反応性が高く、コロイドの影響も低減できないとの反対がなされた（ドイツ、日本、韓国は脱イオン水を使用）。1mM塩化カルシウム溶液と脱イオン水の比較が必要との議論がなされたため、日本が取得しているデータの

部を会議中で紹介した。また、過去に実施した日本での試験結果を（日本の実施機関の合意を得た上で）共有し、議論をすることで合意がなされた。これらの規格は、DIS 登録までの期間を 2017 年末（3 年から 4 年への延長）とすることが同意され、2017 年早々に ISO/TS 21268-1,2 はドイツの Dr. Ute Kalbe 氏より、ISO/TS 21268-3 は保高が責任者となり、NP としてのドラフトを日本とドイツから提案することになった。

4. 妥当性確認試験

ISO TC190 においては、正式な ISO にする場合や試験条件を変更する場合には妥当性確認試験 (Validation study) を必須としており、試験の再現性を担保する必要がある。ISO/TS 21268-3 に関する精度評価試験として、2013 年度に 3 機関が参画した第 1 回精度評価試験⁴⁾に続き、2015 年に合計 17 機関が参画して第 2 回精度評価試験⁵⁾を実施した。また、規格内容の見直し、特に試験期間の短縮を目的として、7 機関による通水速度や初期飽和時間の短縮に向けた影響評価試験⁶⁾を実施した。図-3(左)には第 2 回精度評価試験の結果の一例として、17 機関で実施した 34 本のカラム試験の塩素、カルシウム、ふっ素の積算溶出量の変動係数（以下 CV）を示す⁵⁾。6 元素について、溶出濃度、積算溶出量の CV を計算した結果、90%以上で CV が 30%以下であることを確認した。また図 3(右)には ISO TS21268-3 の仕様（初期飽和時間 48 h、通水速度 12 mL/h）と日本提案の試験時間短縮条件（初期飽和時間 12~16 h、通水速度 36 mL/h）の溶出濃度の比較結果を示す⁶⁾。4 種類の土壌を用いて実施した比較試験の結果、両試験条件の結果はよい一致を示すことが示された。これらの精度評価試験の結果は、Yasutaka et al.,(2017)、Naka et al.,(2016)にオープンアクセスで公表されているため、そちらをご参照いただきたい。

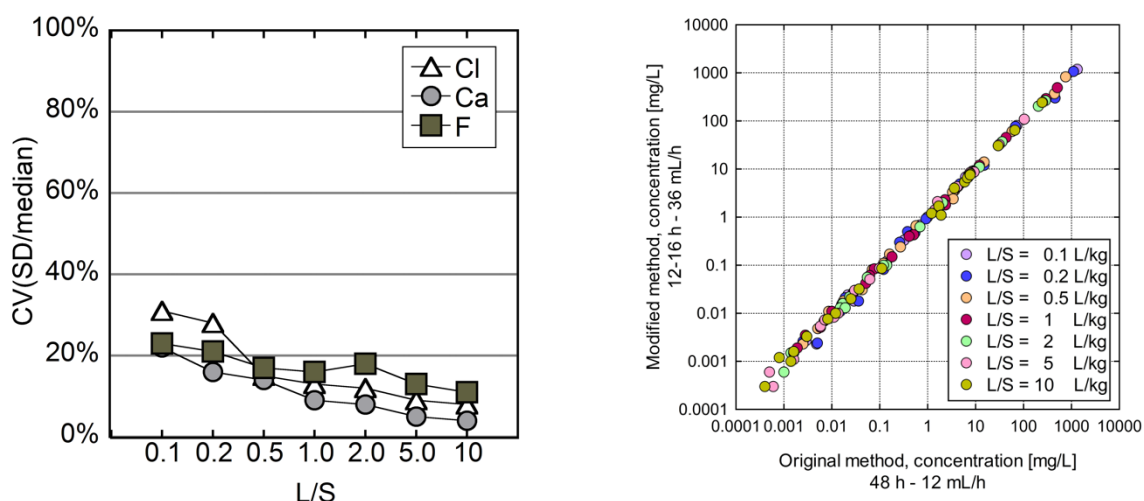


図-3 (左) 17 機関による積算溶出量の結果の CV⁵⁾ (Yasutaka et al., (2017) を一部改変)、(右) ISO TS21268-3 の仕様（初期飽和時間 48h、通水速度 12 mL/h）と日本提案の試験時間短縮条件（初期飽和時間と 12-16h、通水速度 36ml/h）の溶出濃度の比較⁶⁾ (Naka et al., (2016) より引用)

5. おわりに

汚染物質の溶出挙動を正確に把握するためには、上向流カラム通水試験やシリアルバッチ試験のような特性化試験が必要である。これらの試験方法の標準化は、試験自体の精度確保、試験方法の普及、さらには結果の評価方法の観点から極めて重要である。ISO 化に向けた取り組みについては、今後も関係機関と連携して進めるとともに、定期的に情報を開示していく。

謝辞

本提案を進めるにあたり、井野場誠治氏（電力中央研究所）、渡邊保貴氏（電力中央研究所）、藤川拓朗氏（福岡大学）、竹尾美幸氏（京都大学）、Naka Angelica 氏（国立環境研究所）、染矢雅之氏（東京都環境科学研究所）、東野和雄氏（東京都環境科学研究所）には精度評価試験、影響評価試験への参加および貴重な助言を頂いた。ここに記して感謝する。また、精度評価試験の実施にあたり、上記メンバーに加え、伊藤健一氏（宮崎大学）、隅倉光博氏（清水建設）、根岸昌範氏（大成建設）、海野円氏（大成建設）、伊藤圭二郎氏（鹿島建設）、三浦俊彦氏（大林組）、宮口新治氏（応用地質）、中條邦英氏（応用地質）、加藤雅彦氏（岐阜大学、現明治大学）小川翔平氏（岐阜大学）、平田桂氏（MC エバテック）、龍原毅氏（パシフィックコンサルタンツ）、千田智之氏（PCER）、小島淳一氏（東海技術センター）には、ご多忙の中、精度評価試験に参画頂いた。ここに記して感謝を申し上げます。

引用文献

- 1) International Organization for Standardization: ISO/21268-3, Soil quality – Leaching procedure for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and materials, Part3: Up-flow percolation test, TECHNICAL SPECIFICATION, 2007
- 2) 保高徹生, 肴倉宏史, 田本修一, ISO/TC190 部会 (2015)上向流カラム通水試験の国際標準化への取組み状況 (1)、第 21 回地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究集会講演要旨集
- 3) 保高徹生, 肴倉宏史, 田本修一, ISO/TC190 部会 (2016)上向流カラム通水試験の国際標準化への取組み状況 (2)、第 22 回地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究集会講演要旨集
- 4) 中村謙吾, 保高徹生, 藤川拓朗, 竹尾美幸, 佐藤研一, 渡邊保貴, 井野場誠治, 田本修一, 肴倉宏史: 上向流カラム通水試験の標準化に向けた重金属等の溶出挙動評価. 地盤工学ジャーナル, 9(4): p. 697 -706
- 5) Yasutaka, T., Naka, A., et al., (2017) Reproducibility of Up-flow Column percolation tests for contaminated soils, PLOS ONE, 12(6):e0178979.
- 6) Naka, A., Yasutaka, T., et al., (2016). Column percolation test for contaminated soils: Key factors for standardization. Journal of Hazardous Materials, 320, 326-340.